

บทที่ 3

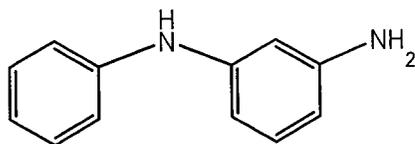
สารเคมี อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมี

3.1.1 สารเคมีสำหรับเตรียมน้ำมันพืชตัดแปรโมเลกุล

3.1.1.1 เอ็น-ฟีนิล-พารา-ฟีนิลลีนไดเอมีน (*N*-pheny-*p*-phenylenediamine)

ใช้เป็นสารตั้งต้นปฏิกิริยาการเตรียมน้ำมันพืชตัดแปรโครงสร้าง มีลักษณะเป็นผงสีดำ มีน้ำหนักโมเลกุล 184.24 g/mol ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 โครงสร้างโมเลกุลของเอ็น-ฟีนิล-พารา-ฟีนิลลีนไดเอมีน

3.1.1.2 ซิงค์คลอไรด์ (Zinc chloride, ZnCl₂)

ใช้เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้นตอนการเตรียมน้ำมันพืชตัดแปรโครงสร้าง มีลักษณะเป็นผงสีขาว สูตรโมเลกุล คือ ZnCl₂ น้ำหนักโมเลกุล 136.31 g/mol ผลิตโดยบริษัท Asia Pacific Specialty Chemical Ltd. ประเทศออสเตรเลีย

3.1.1.3 เฮกเซน (Hexane)

ใช้เป็นตัวทำละลายในการละลายน้ำมันพืชตัดแปรโมเลกุลก่อนที่จะนำน้ำมันไปกำจัดสารเอ็น-ฟีนิล-พารา-ฟีนิลลีนไดเอมีนที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยา มีลักษณะเป็นของเหลวใส สูตรโมเลกุล CH₃(CH₂)₄CH₃ น้ำหนักโมเลกุล 86.18 g/mol ความหนาแน่น 0.66 g/cm³ จุดเดือด 68.7°C ผลิตโดยบริษัท J.T Baker Chemical Company ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.1.4 ไดเอทิลอะซิเตท (Diethyl acetate)

ใช้เป็นตัวทำละลายในการละลายน้ำมันพืชตัดแปรโมเลกุลก่อนที่จะนำน้ำมันไปกำจัดสารเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีนที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยา มีลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี สูตรโมเลกุล $C_4H_8O_2$ น้ำหนักโมเลกุล 88.11 g/mol ความหนาแน่น 0.89 g/cm³ จุดเดือด 77.1°C ผลิตโดยบริษัท Fisher Scientific ประเทศอังกฤษ

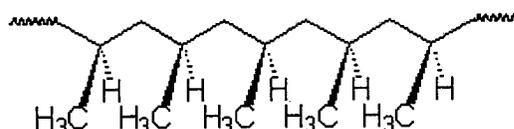
3.1.1.5 ซิลิกาเจล (Silica gel)

ใช้เป็นสารดูดซับสารเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีนที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยากับโมเลกุลน้ำมันพืช มีลักษณะเป็นเม็ดของแข็งสีขาว สูตรโมเลกุล SiO_2 น้ำหนักโมเลกุล 60.08 g/mol ผลิตโดยบริษัท Merck KGaA ประเทศเยอรมนี

3.1.2 สารเคมีสำหรับเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.1.2.1 พอลิโพรไพลีน (Polypropylene, PP)

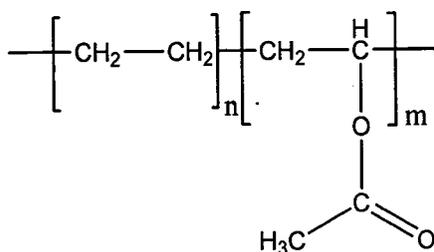
ใช้สำหรับเบลนด์กับยางธรรมชาติอิพอกไซด์ เพื่อเตรียมเป็นเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ในงานวิจัยนี้ใช้พอลิโพรไพลีนเกรด P600F เป็นโฮโมพอลิเมอร์ มีเทคนิคจัดแบบไอโซแทคติก มีลักษณะเป็นเม็ดสีขาวขุ่น ผลิตโดยบริษัท Thai Polypropylene Co., Ltd. มีสมบัติดังตารางที่ 3.1 และสูตรโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 โครงสร้างโมเลกุลของพอลิโพรไพลีน แบบไอโซแทคติก

3.1.2.2 พอลิเอทิลีนไวนิลอะซิเตท (Polyethylene (vinyl acetate), EVA)

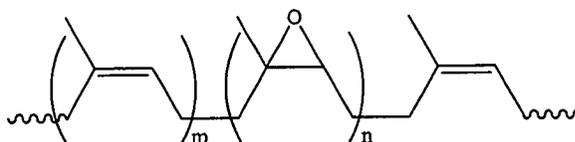
ใช้สำหรับเบลนด์กับยางธรรมชาติอีพอกไซด์ เพื่อเตรียมเป็นเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ในงานวิจัยนี้ใช้พอลิเอทิลีนไวนิลอะซิเตทเกรด N 8038 เป็นโคพอลิเมอร์ของเอทิลีนกับไวนิลอะซิเตท มีลักษณะเป็นเม็ดใส ผลิตโดยบริษัทพีไอ โพลีน จำกัด (มหาชน) มีสมบัติดังตารางที่ 3.2 และสูตรโครงสร้างแสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 โครงสร้างโมเลกุลของพอลิเอทิลีนไวนิลอะซิเตท

3.1.2.3 ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (Epoxidized natural rubber, ENR)

เป็นยางธรรมชาติที่ผ่านการตัดแปรรูปโมเลกุลเป็นวงแหวนออกซิเรนแทนที่พันธะคู่ในโครงสร้างของยางธรรมชาติ งานวิจัยนี้ใช้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีหมู่อีพอกไซด์ 25 และ 50 โมล% มีความหนืดมูนนี่ (ML1+4) 100°C เท่ากับ 95.7 และ 99.1 ตามลำดับ ผลิตโดยบริษัทเมืองใหม่ กัททรี จำกัด ประเทศไทย มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 โครงสร้างโมเลกุลของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

ตารางที่ 3.1 สมบัติของเทอร์โมพลาสติกโพรไพลีนเกรด P600F (Polypropylene data sheet; Thai Poly Propylene Co., Ltd, 2006)

Property	Method	Results
Melt flow index, g/10 min	ASTM D1238	10
Density, g/cm ³	ASTM D1505	0.91
Melting point, °C	ASTM D2117	160
Tensile strength, kg/cm ²	ASTM D638	380
Elongation at break, %	ASTM D638	500
Flexural strength, kg/cm ²	ASTM D790	16,700
Impact strength at 23°C, kg.cm/cm	ASTM D256	2.5
Impact strength at 0°C, kg.cm/cm	ASTM D256	2
Hardness, R Scale	ASTM D785	105
Haze, %	ASTM D1003	45*
Luminous transmittance, %	ASTM D2457	70*
Vicat softening temperature, °C	ASTM D1525	155
Deflection temperature under load, °C		
at 4.6 kg/cm ²	ASTM D648	110
at 18.5 kg/cm ²	ASTM D648	60

* หมายถึง สมบัติของชิ้นงานหนา 1 mm.

ตารางที่ 3.2 สมบัติของเทอร์โมพลาสติกพอลิเอทิลีนไวนิลอะซิเตทเกรด N8038 (Ethylene vinyl acetate data sheet; TPI Polene Co., Ltd, 2013)

Property	Test method	Results
Vinyl acetate content, %	-	18
Melt flow index 2.16 kg/ 190°C, g/10 min	ASTM D1238	2.3
Density, g/cm ³	ASTM D1505	0.941
Melting point, °C	ASTM D2117	88
Tensile strength at yield, N/mm ²	ASTM D638	4
Tensile strength at break, N/mm ²	ASTM D638	18
Ultimate elongation, %	ASTM D1638	700
Vicat softening temperature, °C	ASTM D1525	58

3.1.2.4 น้ำมันช่วยแปรรูป (Processing oils)

น้ำมันที่ใช้เป็นสารช่วยแปรรูปและปรับปรุงสมบัติด้านออสติกของเฟสอิลาสโตเมอร์ในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีทั้งน้ำมันที่ได้จากปิโตรเคมีและน้ำมันพืช ซึ่งในการทดลองครั้งนี้จะใช้น้ำมันทั้งหมด 10 ชนิด (ไม่รวมน้ำมันพืชตัดแปรโมเลกุล) ได้แก่

3.1.2.4.1 น้ำมันอะโรมาติก (Aromatic oil)

เป็นน้ำมันช่วยแปรรูปที่ได้จากปิโตรเลียมที่มีองค์ประกอบ คือ สารประกอบไฮโดรคาร์บอนชนิดอะโรมาติก แนฟทีนิก และพาราฟีนิก มีลักษณะสีดำเข้ม ชื่อทางการค้า คือ Process oil A-20 ผลิตโดยบริษัทคาลเท็กซ์ จำกัด ประเทศไทย มีสมบัติพื้นฐานดังตารางที่ 3.3 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.5

3.1.2.4.2 น้ำมันแนฟทีนิก (Naphthenic oil)

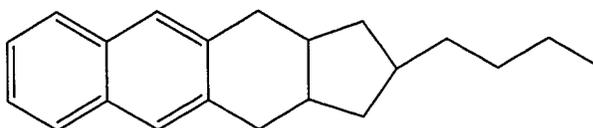
เป็นน้ำมันช่วยแปรรูปที่ได้จากปิโตรเลียมที่มีองค์ประกอบ คือ สารประกอบไฮโดรคาร์บอนชนิดอะโรมาติก แนฟทีนิก และพาราฟีนิก มีลักษณะใสสีน้ำตาล ชื่อทางการค้า คือ Flexer 641 จัดจำหน่ายโดยบริษัทจิสติน จำกัด ประเทศไทย มีสมบัติพื้นฐานดังตารางที่ 3.3 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.5

3.1.2.4.3 น้ำมันพาราฟีนิก (Paraffinic oil)

เป็นน้ำมันช่วยแปรรูปที่ได้จากปิโตรเลียมที่มีองค์ประกอบ คือ สารประกอบไฮโดรคาร์บอนชนิดอะโรมาติก แนฟทีนิก และพาราฟีนิก มีลักษณะใสสีเหลือง ชื่อทางการค้า คือ Process oil P-30 ผลิตโดยบริษัทคาลเท็กซ์ จำกัด ประเทศไทย มีสมบัติพื้นฐานดังตารางที่ 3.3 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.5

3.1.2.4.4 น้ำมันขาว (White oil)

เป็นน้ำมันช่วยแปรรูปที่ได้จากปิโตรเลียมที่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่ คือ สารประกอบไฮโดรคาร์บอนชนิดแนฟทีนิกและพาราฟีนิก ถูกออกซิเดชันได้น้อยมาก จึงไม่เปลี่ยนสี กลิ่น และรสชาติ ขณะจัดเก็บและใช้งาน มีลักษณะใสไม่มีสี ผลิตโดยบริษัท Conocophillips Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสมบัติทั่วไปดังตารางที่ 3.3 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.5



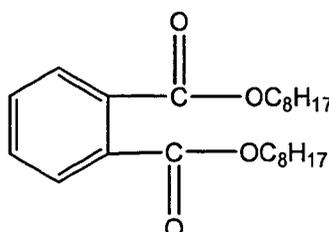
รูปที่ 3.5 องค์ประกอบของโครงสร้างโมเลกุลของอะโรมาติก แนฟทีนิก พาราฟีนิกและน้ำมันขาว

ตารางที่ 3.3 สมบัติของน้ำมันอะโรมาติก (Aromatic oil data sheet; Caltex Co., Ltd, 2009) แนฟทีนิก (Naphthenic oil data sheet; Jisdin Co., Ltd, 2011) พาราฟินิก (Paraffinic oil data sheet; Caltex Co., Ltd, 2009) และน้ำมันขาว (White oil data sheet; Conocophillips Co., Ltd, 2013)

Property	Type of processing oils			
	Aromatic	Naphthenic	Paraffinic	White
Density, g/cm ³	0.97	0.94	0.87	0.87
Aniline point, °C	42.9	75	100.55	105
Flash point, °C	253	170	224	225
Pour point, °C	24	-44	-	-15
Carbon atom analysis, % wt				
C-aromatic	94	11	5	-
C-naphthenic	-	44	28	-
C-paraffinic	-	43	67	-

3.1.2.4.5 ไดออกทิลพทาเลท (Diocetylphthalate, DOP)

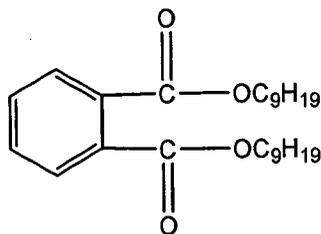
เป็นสารพลาสติกไซเซอร์ ทำหน้าที่หล่อลื่นระหว่างโมเลกุลของพลาสติกและยาง มีลักษณะใสไม่มีสี ความหนาแน่น 0.986 g/cm³ มีค่า solubility parameter (δ) เท่ากับ 9.3 (cal.cm³)^{1/2} ผลิตโดยบริษัท DC Chemical Co., Ltd ประเทศเกาหลีใต้ มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 โครงสร้างโมเลกุลของไดออกทิลพทาเลท

3.1.2.4.6 ไดไอโซโนนิลพทาเลท (Di-iso-nonylphthalate, DINP)

เป็นสารพลาสติกไซเซอร์ ทำหน้าที่หล่อลื่นระหว่างโมเลกุลของพลาสติกและยาง มีลักษณะใสไม่มีสี ความหนาแน่น 0.986 g/cm³ มีค่า solubility parameter (δ) เท่ากับ 9.8 (cal.cm³)^{1/2} ผลิตโดยบริษัท DC Chemical Co., Ltd ประเทศเกาหลีใต้ มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 โครงสร้างโมเลกุลของไดโอไลโนนิลพะทาเลท

3.1.2.4.7 น้ำมันปาล์ม (Palm oil)

เป็นน้ำมันพืชที่สกัดได้จากเมล็ดปาล์ม มีชื่อทางการค้า คือ น้ำมันปาล์ม มรกต ลักษณะใสสีเหลือง มีความหนาแน่น 0.97 g/cm^3 ผลิตโดยบริษัท มรกต อินดัสตรีส์ จำกัด (มหาชน) ประเทศไทย มีองค์ประกอบดังตารางที่ 2.3 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.8

3.1.2.4.8 น้ำมันถั่วเหลือง (Soyabean oil)

เป็นน้ำมันพืชที่สกัดได้จากเมล็ดถั่วเหลือง มีชื่อทางการค้า คือ อุ่น มีลักษณะใสสีเหลือง มีความหนาแน่น 0.98 g/cm^3 ผลิตโดยบริษัท น้ำมันพืชไทย จำกัด (มหาชน) ประเทศไทย มีองค์ประกอบดังตารางที่ 2.3 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.8

3.1.2.4.9 น้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ (Epoxidized palm oil, EPO)

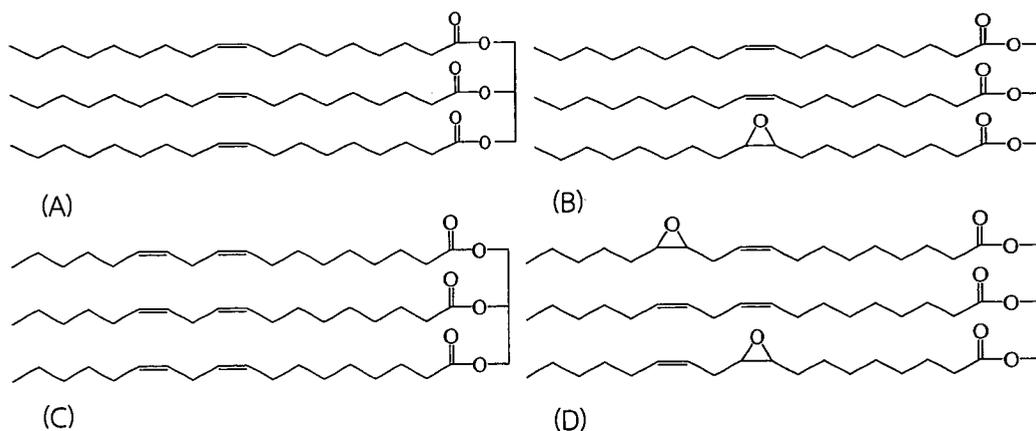
เป็นน้ำมันปาล์มที่ผ่านกระบวนการดัดแปรโมเลกุลให้เกิดหมู่วงแหวนอีพอกไซด์ในโครงสร้างโมเลกุล มีลักษณะเป็นของเหลวใสสีเหลือง ชื่อทางการค้า คือ Oilflex 222 ผลิตโดยบริษัท Magnechem Son Bhd ประเทศมาเลเซีย มีสมบัติพื้นฐานดังตารางที่ 3.4 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.8

3.1.2.4.10 น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (Epoxidized soyabean oil, ESBO)

เป็นน้ำมันถั่วเหลืองที่ผ่านกระบวนการดัดแปรโมเลกุลให้เกิดหมู่วงแหวนอีพอกไซด์ในโครงสร้างโมเลกุล มีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใส ชื่อทางการค้า คือ Edenol D81 ผลิตโดยบริษัท Sajo Haepyo Corporation ประเทศเกาหลีใต้ มีสมบัติพื้นฐานดังตารางที่ 3.4 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.8

ตารางที่ 3.4 สมบัติของน้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ (Epoxidized palm oil data sheet; Magnechem Son BhD, 2012) และน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (Epoxidized soya bean oil data sheet; Sajo Haepyo Corporation, Ltd, 2012)

Property	Type of epoxidized vegetable oils	
	EPO	ESBO
Density, g/cm ³	0.95	0.99
Oxirane oxygen content, %	1.8	6.91
Iodine value	1.0	1.94
Viscosity, c-Poise	<500	318
Acid value, mg/g KOH	9.0	0.45



รูปที่ 3.8 โครงสร้างโมเลกุลของน้ำมันพืช; (A) น้ำมันปาล์ม (B) น้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ (C) น้ำมันถั่วเหลือง และ (D) น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์

3.1.2.5 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

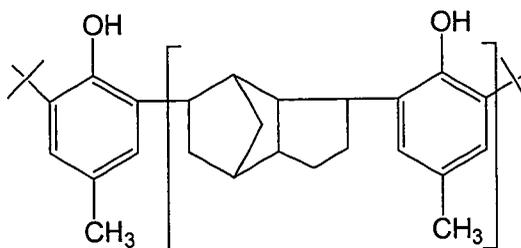
เป็นสารกระตุ้นในระบบวัลคาไนซ์ เกรดที่ใช้ คือ White seal มีน้ำหนักโมเลกุล 81.41 g/mol ลักษณะเป็นผงสีขาว ความหนาแน่น 5.57 g/cm³ อุณหภูมิสลายตัวที่ 1,975°C ผลิตโดยบริษัท Global Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

3.1.2.6 กรดสเตียริก (Stearic acid)

เป็นสารกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ สูตรโครงสร้างทางเคมี คือ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$ มีน้ำหนักโมเลกุล 284.47 g/mol ลักษณะเป็นเกล็ดสีขาว ความหนาแน่น 0.85 g/cm^3 จุดหลอมเหลว $69\text{-}70^\circ\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท Imperial Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

3.1.2.7 วิงสเตย์ แอล (Wingstay L[®])

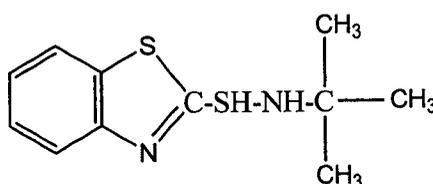
เป็นสารป้องกันการเสื่อมสภาพในกลุ่มอนุพันธ์ของฟีนอล (Phenol derivative) ชื่อทางเคมีคือ Polymeric sterically hindered phenol ลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาวขุ่น น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 650 g/mol ความหนาแน่น 1.10 g/cm^3 จุดหลอมเหลว 115°C , Assay 99.9% ผลิตโดยบริษัท Eliokem. Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 โครงสร้างโมเลกุลของวิงสเตย์ แอล

3.1.2.8 เอ็น-เทอเทียรี-บิวทิล-2-เบนโซไทอาซิล ซัลฟีนามาไมด์ (N-tert-butyl-2-benzothiazyl sulphenamide, TBBS)

เป็นสารตัวเร่งในการวัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถัน มีลักษณะเป็นเม็ดสีขาว น้ำหนักโมเลกุล 238.37 g/mol มีจุดหลอมเหลว 105°C ความหนาแน่น 1.28 g/cm^3 ผลิตโดยบริษัท Bayer ประเทศเยอรมนี มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 โครงสร้างโมเลกุลของ TBBS

3.1.2.9 กำมะถัน (Sulphur)

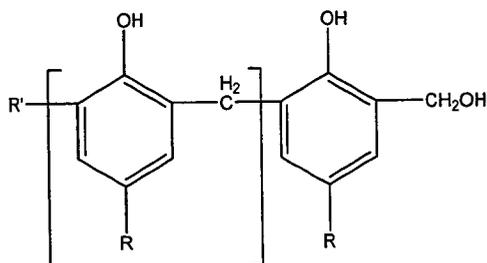
เป็นสารวัลคาไนซ์ ก่อให้เกิดการเชื่อมโยงของสายโซ่โพลิเมอร์อย่าง มีลักษณะเป็นผงสี เหลือง มีสูตรโครงสร้างทางเคมี S₈ มีจุดหลอมเหลว 115.21°C ความหนาแน่น 2.07 g/cm³ ผลิตโดย บริษัท Siam Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

3.1.2.10 ไฮดรอกซีเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxymethylol phenolic resin, HRJ-10518)

เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ เป็นสารพวกเมทิลอลฟีนอลิก เรซิน (Hydroxydimethylol phenolic resin) ใช้ชื่อทางการค้า คือ HRJ-10518[®] มีปริมาณหมู่ เมทิลอลอยู่ในช่วง 6-9 เปอร์เซ็นต์ ลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอำพัน ผลิตโดยบริษัท Schenectady International Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสมบัติทั่วไปดังตารางที่ 3.5 มีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 3.11

ตารางที่ 3.5 สมบัติของเมทิลอลฟีนอลิกเรซิน (HRJ-10518 data sheet; Schenectady International Inc., 2007)

Properties	Standard values	Actual values	Test method
Softening point, °C	60-65	64	T06M01.01
Melting point, °C	80-95	88	T06M02.01
Methylol content, %	6-9	6.9	T06M01.02
Color, Gardner	0-8	7.5	T06M01.03
Viscosity, Gurdner-Holdt	A-E	D	T06M02.03



โดยที่ R คือ -H หรือ -CH₂OH
R' คือ -C(CH₃)₂CH₂C(CH₃)₃

รูปที่ 3.11 โครงสร้างโมเลกุลของ HRJ-10518

3.1.2.11 สแตนเนสคลอไรด์ (Stannous chloride)

เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้ควบคู่กับ HRJ-10518 สูตรโมเลกุล SnCl₂·2H₂O น้ำหนักโมเลกุลรวม 225.63 g/mol ความหนาแน่น 2.71 g/cm³ จุดหลอมเหลว 37-38°C ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba Reagent ประเทศฝรั่งเศส

3.1.3 สารเคมีสำหรับทดสอบสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.1.3.1 น้ำมัน ASTM No.1

เป็นน้ำมันที่ใช้ทดสอบสมบัติความทนทานต่อน้ำมันของวัสดุตามมาตรฐาน ASTM D471 มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดใสสีน้ำตาล ผลิตโดยบริษัท Sunoco, Inc. (R&M) ประเทศสหรัฐอเมริกา องค์ประกอบของน้ำมันแสดงดังตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สมบัติของน้ำมัน ASTM No.1 (ASTM D471, 2005)

Properties	Typical
Flash point, °C	286.0
Aniline point, °C	123.8
Viscosity (99°C), cSt	19.58

3.1.3.2 น้ำมัน IRM 903

เป็นน้ำมันที่ใช้ทดสอบสมบัติความทนทานต่อน้ำมันของวัสดุ มีลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใส ผลิตโดยบริษัท DSM Co., Ltd, Rotterdam ประเทศเนเธอร์แลนด์ สมบัติของน้ำมันแสดงดังตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 สมบัติของน้ำมัน IRM 903 (ASTM D471, 2005)

Properties	Typical
Flash point, °C	176.0
Pour point, °C	-31.0
Aniline point, °C	70.6
Viscosity (37.8°C), cSt	33.4
Specific gravity	0.8
Paraffinic, C _p %	38
Naphthenic, C _n %	49
Aromatic, C _a %	14

3.1.3.3 ไกลีน (Xylene)

เป็นตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดเฟสของพอลิโพรไพลีนในขั้นตอนการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ด้วยเทคนิค SEM มีสูตรโมเลกุล คือ C₆H₄(CH₃)₂ น้ำหนักโมเลกุล 106.17 g/mol ความหนาแน่น 0.86 g/cm³ จุดเดือดอยู่ในช่วง 138-142°C ค่า solubility parameter เท่ากับ 8.8 cal^{1/2}.cm^{-3/2} ผลิตโดยบริษัท Lab scan Co., Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

3.2 อุปกรณ์

3.2.1 ชุดอุปกรณ์เตรียมน้ำมันพีชตัดแปรโมเลกุล

ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมน้ำมันพีชตัดแปรโมเลกุล ประกอบด้วยเครื่องให้ความร้อน (hot plate) และอ่างน้ำมัน (Oil bath) เพื่อใช้ควบคุมอุณหภูมิของปฏิกรณ์ในการทำปฏิกิริยา โดยปฏิกรณ์ที่ใช้จะตั้งอยู่กับชุดอุปกรณ์ ใบพัดกวน และระบบคอนเดนเซอร์

3.2.2 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two roll mill)

เป็นเครื่องผสมแบบเปิด มีลูกกลิ้งขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 นิ้ว ยาว 14 นิ้ว ความเร็วผิวลูกกลิ้งหน้า 21.4 รอบ/นาที ความเร็วผิวลูกกลิ้งหลัง 25.7 รอบ/นาที อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง (Friction ratio) เท่ากับ 1:1.21 ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัดชัยเจริญการช่าง กรุงเทพมหานคร

3.2.3 เครื่องผสมแบบปิดบราเบนเดอร์ พลาสติคอร์ดเดอร์ (Brabender plasti-corder)

เป็นเครื่องผสมแบบปิดขนาดเล็ก ประกอบด้วยโรเตอร์ 2 ตัว ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติ เทอร์โมพลาสติก มีปริมาตรความจุของห้องผสมเท่ากับ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร สามารถควบคุมความเร็วของโรเตอร์และอุณหภูมิขณะผสมได้ เครื่องรุ่น mixer 50EHT 3Z ผลิตโดยบริษัท Brabender GmbH & Co.KG เมือง Duisburg ประเทศเยอรมนี

3.2.4 เครื่องบดพลาสติก (Grinder)

เป็นเครื่องบดเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้จากเครื่องผสมแบบปิดให้เป็นเม็ดขนาดเล็ก เพื่อง่ายต่อการนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ผลิตโดยบริษัท บอสโกเอนจินีเยริง จำกัด ประเทศไทย

3.2.5 เครื่องฉีดพลาสติก (Injection moulding machine)

เป็นเครื่องขึ้นรูปพลาสติก โดยอาศัยเทคนิคการฉีดเข้าเบ้า ใช้สำหรับฉีดขึ้นทดสอบซึ่งเป็นเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ เครื่องรุ่น TII-90F ขนาด 90 ตัน ผลิตโดยบริษัท Welltec Machinery LTD ประเทศฮ่องกง

3.2.6 เครื่องทดสอบความหนืด (Mooney viscometer)

เป็นเครื่องทดสอบความหนืดของยาง ใช้ระบบเปิด-ปิด ด้วยลม สามารถตั้งอุณหภูมิการทดสอบได้ถึง 180°C หมุนด้วยความเร็ว 2 รอบต่อนาที เครื่องรุ่น VISC TECH ผลิตโดยบริษัท Techpro Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.7 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile testing machine)

เป็นเครื่องวัดการผิดรูปแบบยืดของวัสดุ มี Load cell ทำหน้าที่แปลงสัญญาณจากค่าแรงที่ได้ผ่านวงจรรีเล็กทรอนิกส์ เป็นค่าแรงดึงหรือแรงกดในหน่วยนิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ 0.01 ถึง 1000 มิลลิเมตรต่อนาที สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN ยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H 10KS ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ

3.2.8 เครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูป (Moving die processability tester, MDPT)

เป็นเครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูป เครื่องรุ่น rheo TECH MDPT ผลิตโดยบริษัท Tech Pro Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัตและสมบัติการไหลของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ สามารถปรับอุณหภูมิทดสอบได้ในช่วง 50-220°C ความถี่การทดสอบ 0.02-30 Hz ค่าเปอร์เซ็นต์การผิดรูป (Strain, %) ตั้งแต่ 0.5-120% โดยสามารถตั้งค่าการทดสอบให้แปรความถี่ (Frequency sweep) และแปรการผิดรูป (Strain sweep) อย่างใดอย่างหนึ่ง หรือทำพร้อมกันได้ในการทดสอบครั้งเดียวที่อุณหภูมิคงที่ค่าหนึ่ง

3.2.9 เครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูป (Dynamic mechanical rheological tester, DMRT)

เป็นเครื่องทดสอบความสามารถในการแปรรูป เครื่องรุ่น RPA 2000 ผลิตโดยบริษัท Alpha Technologies จากประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัตและสมบัติการไหลของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ สามารถปรับอุณหภูมิทดสอบได้ในช่วง 30-230°C ความถี่การทดสอบ 0.02-50 Hz ค่าเปอร์เซ็นต์การผิดรูป (Strain, %) ตั้งแต่ 0.3-1250% โดยสามารถตั้งค่าการทดสอบให้แปรความถี่ (Frequency sweep) และแปรการผิดรูป (Strain sweep) อย่างใดอย่างหนึ่ง หรือทำพร้อมกันได้ในการทดสอบครั้งเดียวที่อุณหภูมิคงที่ค่าหนึ่ง

3.2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

เป็นเครื่องวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา เครื่องยี่ห้อ FEI รุ่น Quanta-400 ผลิตโดยบริษัท FEI Company ประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบเทอร์มิออนิก (Thermionic emission electron gun) มีอุปกรณ์ตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) และมีส่วนแสดงภาพจอคอมพิวเตอร์ กำลังขยายสูงสุดถึง 300,000 เท่า

3.2.11 เครื่องวัดการกระเจิงรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD)

เป็นเครื่องตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา รายงานผลเป็นความเข้มของรังสีที่เกิดการกระเจิงที่มุมต่างๆ เครื่องยี่ห้อ Philips รุ่น X'sPert MPD ค่าของกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ คือ 5 mA และ 15 kV ตามลำดับ ใช้ซอฟต์แวร์ X' Pert line1.3b ทดสอบได้ตั้งแต่มุม 5 ถึง 90 องศา

3.2.12 เครื่องทดสอบความแข็ง (Hardness tester)

เป็นเครื่องวัดความแข็งแบบชอร์ดูโรมิเตอร์ (Shore durometer) ยี่ห้อ toyosetki ประเทศญี่ปุ่น เป็นเครื่องแบบดิจิตอล วัดความแข็งของชิ้นทดสอบโดยใช้แรงกดจากสปริง รายงานผลวัดบนจอแสดงผลในหน่วย Shore A

3.2.13 เครื่องบ่มเร่ง (Multicell ageing oven)

ใช้ในการศึกษาพฤติกรรมของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์หลังการบ่มเร่ง สามารถตั้งอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 40-200°C ความแม่นยำ $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ควบคุมปริมาณของอากาศที่ไหลเข้าออกในเซลล์ได้ตั้งแต่ 0.1-1.0 l/min ผลิตโดยบริษัท Elastocon ประเทศสวีเดน

3.2.14 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer, FTIR)

ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของวัสดุ เช่น พอลิเมอร์ น้ำมัน เป็นต้น โดยอาศัยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าอินฟราเรดความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.8-200 μm ซึ่งมีเลขคลื่นอยู่ในช่วง 4000-400 cm^{-1} เครื่องที่ใช้เป็นเครื่องยี่ห้อ Bruker รุ่น Tensor 27 ผลิตโดยบริษัท Bruker Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.15 เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (Nuclear magnetic resonance spectrometer, NMR)

ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของวัสดุ เช่น พอลิเมอร์ น้ำมัน เป็นต้น เครื่องยี่ห้อ Varian รุ่น Varian Unity Inova 500 MHz ผลิตจากบริษัท McKinley Scientific ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.16 เครื่องทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ (Oscillating Disk Rheometer, ODR)

เป็นเครื่องทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ เครื่องรุ่น ODR 2000 ผลิตโดยบริษัท Monsanto จากประเทศสหรัฐอเมริกา มีลักษณะโรเตอร์แบบ Biconical disk ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.3993 นิ้ว ซึ่งหมุนกลับไป-มาด้วยมุม 1 องศา ที่ความถี่ 100 รอบต่อนาที ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติอพอกไซด์คอมพาวนด์ เช่น ค่าทอร์กสูงสุด (M_H), ค่าทอร์กต่ำสุด (M_L), scorch time (T_{s1}) และ cure time (T_{c90})

3.3 วิธีการวิจัย

3.3.1 การเตรียมน้ำมันพืชตัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีน

3.3.1.1 ขั้นตอนการเตรียมน้ำมันพืชตัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีน

(1) ชั่งน้ำมันอพอกไซด์ (น้ำมันปาล์มอพอกไซด์หรือน้ำมันถั่วเหลืองอพอกไซด์) 20 กรัม ใส่ในขวดปฏิกิริยาขนาด 250 มิลลิลิตร จากนั้นเติมเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีนลงไป อัตราส่วนโดยโมลระหว่างน้ำมันพืชอพอกไซด์ต่อเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีน 1:0.5 แล้วเติมสารตัวเร่งปฏิกิริยา ZnCl_2 ปริมาณ 4 กรัม

(2) รีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80°C สำหรับน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ และ 100°C สำหรับน้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ กวนตลอดเวลาด้วยความเร็ว 120 รอบ/นาที โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง

(3) หลังจากที่ทำปฏิกิริยาเรียบร้อยแล้ว กำจัดสารตัวเร่งปฏิกิริยา (ZnCl_2) ออกโดยการกรองผ่านสำลี หลังจากนั้นละลายน้ำมันดัดแปรโมเลกุลในตัวทำละลายผสมระหว่างเฮกเซนและไดเอทิลอะซิเตทในสัดส่วน 1:1 แล้วกรองผ่านคอลัมน์ที่บรรจุซิลิกาเจล เพื่อกำจัดเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีนที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยา

(4) ระเหยตัวทำละลายน้ำมันพีซดัดแปรโมเลกุล โดยการอบที่อุณหภูมิ 50°C จนกว่าตัวทำละลายจะระเหยหมด ตรวจสอบตัวทำละลายโดยการชั่งน้ำหนักน้ำมันดัดแปรโมเลกุลหลังอบจนน้ำหนักที่ได้คงที่ จะได้น้ำมันพีซดัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีน

(5) ทำการขยายสเกลการสังเคราะห์ ในขนาดปฏิกิริยาขนาด 2000 ml

(6) วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของน้ำมันพีซดัดแปรโมเลกุลด้วยเทคนิค FTIR และ NMR

- การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค FTIR

นำน้ำมันพีซดัดแปรโมเลกุลทาบ่างๆ บนผิวของเซลล์ KBr แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FTIR ในช่วงเลขคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ นำสเปกตรัมที่ได้มาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของน้ำมันพีซดัดแปรโมเลกุล

- การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค NMR

นำน้ำมันพีซดัดแปรโมเลกุลละลายในตัวทำละลายดีวเทอร์เรียมคลอโรฟอร์ม (CDCl_3) แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค NMR โดยวิเคราะห์จากโปรตอนของน้ำมันพีซดัดแปรโมเลกุล

(7) วิเคราะห์สมบัติของน้ำมันพีซที่เตรียมได้ ได้แก่ ค่าความหนืด ค่าความเป็นกรด ค่าซาฟอนนิฟิเคชัน น้ำหนักโมเลกุล ค่าไอโอดีน ค่าจุดไหลเท และค่าจุดวาบไฟ

3.3.2 การศึกษาอิทธิพลของน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ ENR/PP TPVs

การเตรียม 25ENR/PP TPVs ที่อัตราส่วนการเบลนด์เท่ากับ 60/40 จะใช้ยางธรรมชาติ อีพอกไซด์ที่มีปริมาณโมลอีพอกไซด์ 25% และใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ Ph-PP ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้

3.3.2.1 การศึกษาอิทธิพลของวิธีการผสมต่อสมบัติของ 25ENR/PP TPVs

การศึกษาดังกล่าวจะเตรียม 25ENR/PP TPVs 3 วิธี โดยใช้ยางในรูปแบบที่แตกต่างกัน คือ

วิธีที่ 1 TPV1: เตรียมโดยการใส่น้ำมันในยางคอมพาวนด์ (Oil-extended ENR compounds; OE-cENR)

วิธีที่ 2 TPV2: เตรียมโดยใส่น้ำมันในขั้นตอนการผสมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยที่ไม่ทำการคอมพาวนด์ยาง (ENR compounds; cENR)

วิธีที่ 3 TPV3: เตรียมโดยการใส่น้ำมันในขั้นตอนการผสมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยที่ไม่ทำการคอมพาวนด์ยาง (Raw ENR)

ขั้นตอนและเวลาการเตรียม 25ENR/PP TPVs ทั้ง 3 วิธี แสดงดังตารางที่ 3.8 โดยใช้สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 170°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm และ fill factor เท่ากับ 0.8

ตารางที่ 3.8 ขั้นตอนและเวลาการเตรียม 25ENR/PP TPVs

Mixing time (min)	Mixing schedule		
	TPV 1	TPV 2	TPV 3
0	PP+Ph-PP	PP+Ph-PP	PP+Ph-PP
1	↓	White oil	White oil
2	OE - cENR	↓	↓
3	↓	cENR	ENR
4	↓	↓	Rubber chemicals
5	finished in 5 min	↓	↓
6		finished in 7 min	Sulfur
7			↓
8			↓
9			finished in 9 min

ซึ่งวิธีการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์คอมพาวนด์ผสมน้ำมัน (OE-cENR) และยางธรรมชาติอีพอกไซด์คอมพาวนด์ (cENR) แสดงดังตารางที่ 3.9 โดยใช้สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 60°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm และ fill factor เท่ากับ 0.8

ตารางที่ 3.9 ขั้นตอนและเวลาที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์คอมพาวนด์

Mixing time (min)	Chemicals [Quantity (phr)]	
	OE-cENR	cENR
0	ENR [100]	ENR [100]
1		
2	White oil [20]	ZnO [5]
3		Stearic acid [1]
4	ZnO [5]	Wing stay L [1]
5	Stearic acid [1]	TBBS [2.5]
6	Wing stay L [1]	
7	TBBS [2.5]	
8		
9	Compounding finished in 9 min	

หลังจากทำการผสมในเครื่องผสมแบบปิดเรียบร้อยแล้วจะนำยางคอมพาวนด์มาผสมกัมมะถันปริมาณ 0.75 phr บนลูกกลิ้งเป็นเวลา 2 นาที จากนั้นจะพักยางคอมพาวนด์ไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปใช้เตรียม TPVs

3.3.2.2 การศึกษาอิทธิพลของเวลาการผสมต่อสมบัติของ 25ENR/PP TPVs

จากการศึกษาอิทธิพลของวิธีการผสมในหัวข้อที่ 3.3.2.1 เลือกวิธีการผสมที่ให้สมบัติโดยรวมของ 25ENR/PP TPVs ดีที่สุดมาศึกษาเวลาในการผสม 25ENR/PP TPVs โดยแปรเวลาการผสมที่ 4, 5, 6, 7 และ 8 นาที ขั้นตอนและเวลาการเตรียม 25ENR/PP TPVs แสดงดังตารางที่ 3.10

ตารางที่ 3.10 ขั้นตอนและเวลาการเตรียม 25ENR/PP TPVs

Mixing time (min)	Mixing schedule				
	4 min	5min	6 min	7 min	8 min
0	PP+Ph-PP	PP+Ph-PP	PP+Ph-PP	PP+Ph-PP	PP+Ph-PP
1	↓	↓	↓	↓	↓
2	OE - cENR	OE - cENR	OE - cENR	OE - cENR	OE - cENR
3	↓	↓	↓	↓	↓
4	finished in	↓	↓	↓	↓
5	4 min	finished in	↓	↓	↓
6		5 min	finished in	↓	↓
7			6 min	finished in	↓
8				7 min	finished in
					8 min

3.3.2.3 การศึกษาอิทธิพลของชนิดน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ 25ENR/PP

TPVs

การศึกษาอิทธิพลของชนิดน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ 25ENR/PP TPVs จะใช้น้ำมันทั้งหมด 12 ชนิด คือ น้ำมันอะโรมาติก (AO) น้ำมันแนฟทีนิก (NO) น้ำมันพาราฟีนิก (PO) น้ำมันขาว (WO) น้ำมันไดออกทิลพิทาเลท (DOP) น้ำมันไดไอโซนิลพิทาเลท (DINP) น้ำมันปาล์ม (PalmO) น้ำมันถั่วเหลือง (SBO) น้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ (EPO) น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (ESBO) น้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ดัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟีนิล-พารา-ฟีนิลลีนไดเอมีน (pA-m-EPO) และน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ดัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟีนิล-พารา-ฟีนิลลีนไดเอมีน (pA-m-ESBO) โดยกำหนดปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปที่ใช้ 20 phr และทำการเตรียม TPVs ตามขั้นตอนและเวลาในการเตรียม TPV1 ที่เวลาการผสม 4 นาที ดังแสดงในตารางที่ 3.10 สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 170°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm และ fill factor เท่ากับ 0.8

3.3.2.4 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ

25ENR/PP TPVs

การศึกษาอิทธิพลของปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ 25ENR/PP TPVs โดยการทดลองนี้เลือกใช้น้ำมันช่วยแปรรูปที่ได้จากปิโตรเคมีชนิดน้ำมันขาว (WO) ซึ่งให้สมบัติโดยรวมของ TPV จากการทดลองในหัวข้อ 3.3.2.3 ดีที่สุด มาเปรียบเทียบกับน้ำมันพืชทั้งหมด ได้แก่ น้ำมันปาล์ม (PalmO) น้ำมันถั่วเหลือง (SBO) น้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ (EPO) น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (ESBO) น้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ดัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีน (pA-m-EPO) และน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ดัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลลีนไดเอมีน (pA-m-ESBO) โดยแปรปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปที่ใช้ 0-50 phr และทำการเตรียม TPVs ตามขั้นตอนและเวลาในการเตรียม TPV1 ที่เวลาการผสม 4 นาที ดังแสดงในตารางที่ 3.10 สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 170°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm และ fill factor เท่ากับ 0.8

3.3.2.5 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณหมู่อีพอกไซด์ต่อสมบัติของ ENR/PP

TPVs

การศึกษาอิทธิพลของปริมาณหมู่อีพอกไซด์ต่อสมบัติของ ENR/PP TPVs โดยการทดลองนี้เลือกใช้น้ำมันช่วยแปรรูปชนิดน้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ (EPO) ที่ปริมาณ 40 phr ซึ่งให้สมบัติโดยรวมของ TPV จากการทดลองในหัวข้อ 3.3.2.4 ดีที่สุด และทำการเตรียม TPVs ตามขั้นตอนและเวลาในการเตรียมดังแสดงในตารางที่ 3.11 สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 170°C ความเร็ว โรเตอร์ 60 rpm และ fill factor เท่ากับ 0.8

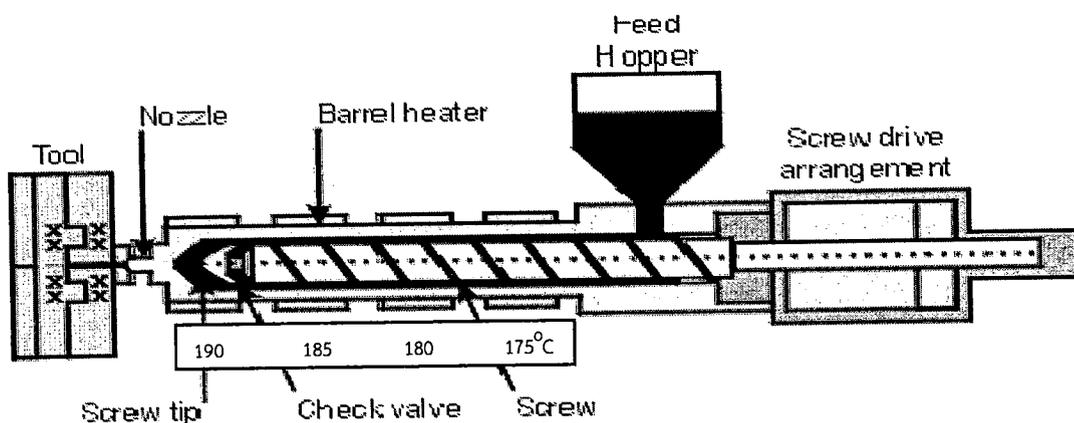
ตารางที่ 3.11 ขั้นตอนและเวลาที่ใช้ในการเตรียม ENR/PP TPVs

Mixing time (min)	Mixing schedule	
	25ENR/PP TPVs	50ENR/PP TPVs
0	PP+Ph-PP	PP+Ph-PP
1	↓	↓
2	OE - cENR	OE - cENR
3	↓	↓
4	finished in 4 min	↓
5		finished in 5 min

หมายเหตุ เวลาการผสมไม่เท่ากัน แต่ควบคุมเวลาหลังการวัลคาไนซ์สมบูรณ์ 1 นาที

3.3.2.6 การขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก

เมื่อทำการผสม ENR/PP TPVs ตามสูตรและวิธีการผสมในแต่ละหัวข้อเสร็จแล้ว จะนำ TPVs ไปบดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก ทำการขึ้นรูปขึ้นทดสอบดัมเบลด้วยเครื่องฉีดพลาสติก จากนั้นทำการทดสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่ สมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติเชิงความร้อน ปริมาณผลึกของเฟสพอลิโพรไพลีน สมบัติความต้านทานต่อการบวมพองในน้ำมัน ASTM No.1 และ IRM 903 และลักษณะสัณฐานวิทยา การตั้งอุณหภูมิที่ตำแหน่งต่างๆ ของเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก แสดงดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 การตั้งอุณหภูมิที่ตำแหน่งต่างๆ ของเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก

3.3.3 การศึกษาอิทธิพลของน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ ENR/EVA TPVs

การขยายส่วนการใช้งานของน้ำมันช่วยแปรรูปจากน้ำมันพีซตัดแปรโมเลกุลในวัสดุเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์อย่างธรรมชาติอีพอกไซด์กับเทอร์โมพลาสติกที่มีขั้ว ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกใช้เทอร์โมพลาสติกชนิดพอลิเอทิลีนไวนิลอะซิเตท

3.3.3.1 การศึกษาอิทธิพลของชนิดน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ 25ENR/EVA

TPVs

การเตรียม ENR/EVA TPVs โดยจะใช้ยาง ENR ที่มีปริมาณโมลอีพอกไซด์ 25% ที่อัตราส่วนการเบลนด์เท่ากับ 60/40 ซึ่งจะทำให้การเตรียมโดยใช้วิธี TPV1 เวลาการผสม 5 นาที สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm และ fill factor เท่ากับ 0.8 โดยที่การศึกษาอิทธิพลของชนิดน้ำมันช่วยแปรรูปจะใช้ น้ำมันทั้งหมด 8 ชนิด คือ น้ำมันขาว (WO) น้ำมันไดออกทิลพะทาเลท (DOP) น้ำมันปาล์ม (PalmO) น้ำมันถั่วเหลือง (SBO) น้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ (EPO) น้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ (ESBO) น้ำมันปาล์มอีพอกไซด์ตัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลสไตรีนไดเอมีน (pA-m-EPO) และน้ำมันถั่วเหลืองอีพอกไซด์ตัดแปรโมเลกุลด้วยเอ็น-ฟินิล-พารา-ฟินิลสไตรีนไดเอมีน

(pA-m-ESBO) โดยกำหนดปริมาณน้ำมันที่ใช้ 20 phr ขั้นตอนและเวลาในการเตรียมยางธรรมชาติ อีพอกไซด์คอมพาวนด์ (OE-cENR) แสดงดังตารางที่ 3.9 และขั้นตอนและเวลาในการเตรียม ENR/EVA TPVs แสดงดังตารางที่ 3.12

ตารางที่ 3.12 ขั้นตอนและเวลาที่ใช้ในการเตรียม 25ENR/EVA TPVs

Mixing time (min)	Mixing schedule
0	EVA
1	↓
2	OE - cENR
3	↓
4	↓
5	finished in 6 min

3.3.3.2 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ 25ENR/

EVA TPVs

การศึกษาอิทธิพลของปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติของ 25ENR/EVA TPVs โดยการทดลองนี้เลือกใช้น้ำมันช่วยแปรรูป ซึ่งให้สมบัติโดยรวมของ TPV จากการทดลองในหัวข้อ 3.3.3.1 ดีที่สุด โดยแปรปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปที่ใช้ 0-40 phr และทำการเตรียม TPVs ตามขั้นตอนและเวลาในการเตรียมดังแสดงในตารางที่ 3.12 สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm และ fill factor เท่ากับ 0.8

3.3.3.3 การศึกษาอิทธิพลของปริมาณหมู่อีพอกไซด์ต่อสมบัติของ ENR/EVA

TPVs

การศึกษาอิทธิพลของปริมาณหมู่อีพอกไซด์ต่อสมบัติของ ENR/EVA TPVs โดยการทดลองนี้เลือกใช้น้ำมันช่วยแปรรูปและปริมาณที่ให้สมบัติโดยรวมของ TPV จากการทดลองในหัวข้อ 3.3.3.2 ดีที่สุด และทำการเตรียม TPVs ตามขั้นตอนและเวลาในการเตรียมดังแสดงในตารางที่ 3.13 สภาวะการผสมที่อุณหภูมิ 140°C ความเร็วโรเตอร์ 60 rpm และ fill factor เท่ากับ 0.8

ตารางที่ 3.13 ขั้นตอนและเวลาที่ใช้ในการเตรียม ENR/EVA TPVs

Mixing Time (min)	Mixing schedule	
	25ENR/EVA TPVs	50ENR/EVA TPVs
0	EVA	EVA
1	↓	↓
2	OE - cENR	OE - cENR
3	↓	↓
4	↓	↓
5	finished in 6 min	↓
6		finished in 8 min

หมายเหตุ เวลาการผสมไม่เท่ากัน แต่ควบคุมเวลาหลังการวัลคาไนซ์สมบูรณ์ 1 นาที

3.3.3.4 การขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดเบ้า

เมื่อทำการผสม ENR/EVA TPVs ตามสูตรและวิธีการผสมในแต่ละหัวข้อเสร็จแล้ว จะนำ TPVs ไปขึ้นรูปเป็นแผ่นที่มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ด้วยเครื่องอัดเบ้า แล้วทำการทดสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่ สมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติเชิงความร้อน สมบัติความต้านทานต่อการบวมพองในน้ำมัน ASTM No.1 และ IRM 903 และลักษณะสัญญาณวิทยา

3.3.4 การทดสอบสมบัติของ ENR/PP และ ENR/EVA TPVs

3.3.4.1 สมบัติเชิงกล

3.3.4.1.1 ความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength)

ทำการทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412 (2005) โดยขึ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบลล์ (Dumb-bell) ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร และไม่เกิน 3 มิลลิเมตร วัดความหนา 3 จุด นำไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงที่อัตราการดึง 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที ใช้ค่ามัธยฐาน (Median) ของข้อมูลรายงานผลเป็นแรงต่อพื้นที่หน้าตัด N/mm^2 หรือ MPa คำนวณโดยใช้แรงที่ทำให้ในการดึงขึ้นทดสอบขาดส่วนด้วยพื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของขึ้นทดสอบดังสมการที่ 3.1

$$\text{Tensile strength (N/mm}^2 \text{ or MPa)} = F/A \quad \text{-----}(3.1)$$

โดยที่ F = แรงที่ใช้ในการดึงจนชิ้นทดสอบขาด (N)
 A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ (mm^2)

3.3.4.1.2 ความสามารถในการยืดจนขาด (Elongation at break)

ทำการทดสอบเหมือนการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามหัวข้อ

3.4.3.1.1 ค่าที่ได้จะวัดโดยการอ่านระยะที่ชิ้นทดสอบสามารถยืดตัวได้จนขาด ใช้ค่ามัธยฐานของข้อมูลรายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ความสามารถในการยืดตัว คำนวณโดยใช้ระยะที่ชิ้นทดสอบยืดออกจากระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นตัวอย่างส่วนด้วยระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นตัวอย่างก่อนการทดสอบ แล้วเทียบเป็นเปอร์เซ็นต์ดังสมการที่ 3.2

$$\text{Elongation at break (\%)} = \left(\frac{L - L_0}{L_0} \right) \times 100 \quad \text{-----}(3.2)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเมื่อยืดจนขาด (cm)
 L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

3.3.4.1.3 การผิดรูปถาวรแบบดึง (Tension set)

การทดสอบสมบัติความสามารถในการคืนรูปโดยใช้มาตรฐาน ASTM D 412 (2005) นำชิ้นทดสอบตามข้อ 3.4.3.1.1 มาจับด้วยตัวยึดจับ (Grip) เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง โดยวางตัวอย่างให้ได้แนวกลางของที่จับเพื่อให้แรงกระจายอย่างสมดุล ยืดออกด้วยความเร็ว 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที จนยืดออกได้ระยะ 100% ยืดในระยะนี้เป็นเวลานาน 10 นาที เมื่อครบกำหนดเวลา 10 นาที ปลอຍ grip ให้ชิ้นทดสอบคืนตัวกลับเข้าสู่รูปเดิมเป็นเวลา 10 นาที แล้ววัดระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดไว้ตั้งแต่ต้น ใช้ค่ามัธยฐานของข้อมูลรายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์การผิดรูป โดยคำนวณจากระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นตัวอย่างหลังการยืดและการคืนรูปส่วนด้วยระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดก่อนการยืดเทียบเป็นเปอร์เซ็นต์ ดังสมการที่ 3.3

$$\text{Tension set (\%)} = \left(\frac{L - L_0}{L_0} \right) \times 100 \quad \text{-----}(3.3)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบหลังจากตั้งไว้ 10 นาที (cm)
 L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

3.3.4.1.4 การบ่มแรง (Ageing)

โดยใช้ชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ขนาดตั้งข้อ 3.4.3.1.1 วัดความหนา 3 จุด นำไปบ่มแรงด้วยเครื่อง Multicell ageing oven ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 22 ชั่วโมง พักไว้ 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืดจนขาด ด้วยเครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง ตามวิธีการในข้อ 3.4.3.1.1 รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ของสมบัติที่คงอยู่ โดยคำนวณจากสมการที่ 3.4

$$\text{Retention (\%)} = \left(\frac{X_b}{X_a} \right) \times 100 \quad \text{-----(3.4)}$$

โดยที่ X_a = สมบัติก่อนการบ่มแรง

X_b = สมบัติหลังการบ่มแรง

3.3.4.2 ความแข็ง (Hardness)

ทำการทดสอบสมบัติด้านความแข็งโดยใช้ Durometer แบบ Shore A ตามมาตรฐาน ASTM D2240-86 ตัวอย่างที่ทดสอบขึ้นทดสอบมีความหนาประมาณ 8 มม. กดให้แป้นของเครื่องทดสอบสัมผัสกับหน้ายางโดยตลอด ทำการวัด 5 จุด ใช้ค่ามัธยฐานของข้อมูลเป็นความแข็งของตัวอย่างที่ทดสอบ

3.3.4.3 การทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต (Dynamic mechanical property)

3.3.4.3.1 การทดสอบความสามารถในการแปรรูปด้วยเครื่อง MDPT

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D6601 โดยทดสอบที่อุณหภูมิ 180°C อุณหภูมิขึ้นตัวอย่างก่อนทำการทดสอบ (Preheat) 1 นาที ค่าเปอร์เซ็นต์การผิดรูป 3% แปรค่าความถี่การทดสอบ (Frequency sweep) ในช่วง 0.1-22 Hz รายงานผลเป็นค่ามอดุลัสสะสม (Storage modulus, G') มอดุลัสสูญเสีย (Loss modulus, G'') แทนเจนต์สูญเสีย (Tan δ) และความหนืดเชิงซ้อน (Complex viscosity, η^*)

3.3.4.3.2 การทดสอบความสามารถในการแปรรูปด้วยเครื่อง DMRT

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D6601 โดยทดสอบที่อุณหภูมิ 180°C อุณหภูมิขึ้นตัวอย่างก่อนทำการทดสอบ (Preheat) 1 นาที ค่าเปอร์เซ็นต์การผิดรูป 3% แปรค่าความถี่การทดสอบ (Frequency sweep) ในช่วง 0.1-25 Hz รายงานผลเป็นค่ามอดุลัสสะสม (Storage modulus, G') มอดุลัสสูญเสีย (Loss modulus, G'') แทนเจนต์สูญเสีย (Tan δ) และความหนืดเชิงซ้อน (Complex viscosity, η^*)

3.3.4.4 การวิเคราะห์หาปริมาณผลึก

เป็นทดสอบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ เพื่อคำนวณหาปริมาณผลึก และรูปแบบของผลึกในพอลิเมอร์ โดยสามารถประมาณปริมาณผลึก (% Crystallinity, X_c) ได้จากการคำนวณพื้นที่ใต้กราฟโดยใช้สมการที่ 3.5

$$X_c = \left(\frac{A_c}{A_c + A_a} \right) \times 100 \quad \text{-----(3.5)}$$

โดย A_c = พื้นที่ใต้กราฟส่วนที่เป็นผลึก (ส่วนที่เป็นยอดแหลมทั้งหมด)

A_a = พื้นที่ใต้กราฟส่วนของอสัณฐาน (พื้นที่ใต้กราฟทั้งหมดที่หักพื้นที่ส่วนที่ยอดออก)

3.3.4.5 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

การทดสอบลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยาโดยการหักชิ้นตัวอย่างในไนโตรเจนเหลว เพื่อให้ได้ผิวทดสอบใหม่ หลังจากนั้นทำการสกัดเฟสพลาสติกออก โดยต้มในไซลีนเดือดเป็นเวลาประมาณ 10 นาที อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำการเคลือบด้วยทองคำโดยนำตัวอย่างวางในเครื่อง Sputter coater ซึ่งภายในเครื่องเป็นสภาวะสุญญากาศ ปล่อยก๊าซอาร์กอน (Ar) เข้ามาและปรับกระแสไฟฟ้า ก็จะทำให้เกิดแตกตัวเป็นอิเล็กตรอนวิ่งไปชนแผ่นทองและลงมาเคลือบที่ชิ้นตัวอย่าง แล้วส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ที่กำลังขยาย 1,500 และ 3,500 เท่า เพื่อสังเกตลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.3.4.6 การทดสอบความต้านทานต่อน้ำมัน (Oil resistance)

การทดสอบความต้านทานต่อน้ำมันและตัวทำละลาย โดยวัดจากเปอร์เซ็นต์การบวม (Swollen) ของชิ้นตัวอย่างในน้ำมัน ASTM No.1 และ IRM 903 ตามมาตรฐาน ASTM D471-98 โดยนำชิ้นทดสอบมาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสให้มีความกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตร มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบละเอียด 0.0001 กรัม แช่ในน้ำมันประมาณ 30 มิลลิลิตร ซึ่งบรรจุในภาชนะปิด ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 166 ชั่วโมง ซับน้ำมันหรือตัวทำละลายที่ผิวออก จากนั้นนำชิ้นทดสอบมาชั่งน้ำหนักอีกครั้ง คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การบวมตามสมการที่ 3.6

$$\text{Degree of swelling (\%)} = \left[\frac{W_s - W_o}{W_o} \right] \times 100 \quad \text{-----(3.6)}$$

โดยที่ W_s = น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)
 W_o = น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)