

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการวิจัย

3.1 สารเคมี

3.1.1 ยางธรรมชาติ (Natural rubber)

เป็นยางธรรมชาติชนิดยางแผ่นรมควันชั้น 3 (Ribbed rubber smoked sheet No.3) ใช้เบลนด์ร่วมกับพอลิโพรไพลีนในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ผลิตจากชมรมสหกรณ์ชาวสวนยางอำเภอโคกโพธิ์-แม่ลาน ปัตตานี

3.1.2 พอลิโพรไพลีน (Polypropylene)

เป็นเทอร์โมพลาสติกที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ และสารเพิ่มความเข้ากันได้ (PP-g-PhHRJ) เกรดที่ใช้ คือ PP 700J เป็นโฮโมพอลิเมอร์ มีแทคติซิตีแบบไอโซเทคติก ลักษณะเป็นเม็ดขาวขุ่น ค่าดัชนีการไหล (MFI) เท่ากับ 12 g/10 min ความถ่วงจำเพาะ 0.91 จุดหลอมเหลวเท่ากับ 160°C ผลิตโดยบริษัทไทยพอลิโพรไพลีน จำกัด (มหาชน) ระยอง

3.1.3 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

เป็นสารกระตุ้นในระบบวัลคาไนซ์ เกรดที่ใช้ คือ White seal มีน้ำหนักโมเลกุล 81.41 g/mol ลักษณะเป็นผงสีขาว ความหนาแน่น 5.57 g/cm³ อุณหภูมิสลายตัวที่ 1975°C ผลิตโดยบริษัท Global Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

3.1.4 กรดสเตียริก (Stearic acid)

เป็นสารกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ สูตรโครงสร้างทางเคมี คือ CH₃(CH₂)₁₆COOH มีน้ำหนักโมเลกุล 284.47 g/mol ลักษณะเป็นเกล็ดสีขาว ความหนาแน่น 0.85 g/cm³ จุดหลอมเหลว 69-70°C ผลิตโดยบริษัท Imperial Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

3.1.5 2,2-ไดไทโอบิสเบนโซไทอาโซล (2,2-Dithiobis (benzothiazole), MBTS)

เป็นสารตัวเร่งในการวัลคาไนซ์กัมมะดันกลุ่มไทอาโซล อัตราเร็วการวัลคาไนซ์ปานกลาง ความหนาแน่น 1.51 g/cm³ จุดหลอมเหลว 179°C น้ำหนักโมเลกุล 332 g/mol ผลิตโดยบริษัท Flexsys ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.6 เตตระเมทิลไทูรัม ไดซัลไฟด์ (Tetramethylthiuram disulfide, TMTD)

เป็นสารตัวเร่งในการวัลคาไนซ์กัมมะดันกลุ่มไทูรัม อัตราเร็วการวัลคาไนซ์สูง นอกจากนั้นยังใช้เป็นสารให้กัมมะดัน ความหนาแน่น 1.42 g/cm³ จุดหลอมเหลว 105-157°C น้ำหนักโมเลกุล 240 g/mol ผลิตโดยบริษัท Flexsys ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.7 กำมะถัน (Sulfur)

เป็นสารวัดคาไนซ์ มีลักษณะเป็นผงสีเหลือง มีสูตรโครงสร้างทางเคมี S₈ ผลิตโดยบริษัท Siam Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

3.1.8 ไตรเมทิลดอลโพรเพนไตรเมทาคริเลท (Trimethylolpropane trimethacrylate, TMPTMA)

เป็นสารโคเอเจนท์ (Co-agent) ในระบบการวัดคาไนซ์เปอร์ออกไซด์ มีสูตรโมเลกุล คือ C₁₈H₂₆O₆ ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 338.41 g/mol ความหนาแน่น 1.06 g/cm³ ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.9 ไดคิวมิลเปอร์ออกไซด์ (Dicumyl peroxide, DCP)

เป็นสารวัดคาไนซ์ มีสูตรโมเลกุล คือ [C₆H₅C(CH₃)₂]₂O₂ มีลักษณะเป็นเม็ดใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 249.27 g/mol จุดหลอมเหลว 39-41°C, Assay 100% ผลิตโดยบริษัท Wuzhou International Co., Ltd. ประเทศจีน

3.1.10 วิงสแตย์ แอล (Wingstay L[®])

เป็นสารป้องกันการเสื่อมสภาพในกลุ่มอนุพันธ์ของฟีนอล (Phenol derivative) ชื่อทางเคมี คือ Polymeric sterically hindered phenol ลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาวขุ่น น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 650 g/mol ความหนาแน่น 1.10 g/cm³ จุดหลอมเหลว 115°C, Assay 99.9% ผลิตโดยบริษัท Eliokem. Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.11 บิวทิลเลทเทท ไฮดรอกซีโทลูอิน (Butylated hydroxytoluene, BHT)

เป็นสารป้องกันการเสื่อมสภาพในกลุ่มอนุพันธ์ของฟีนอล มีสูตรโมเลกุลคือ C₁₅H₂₄O ลักษณะเป็นเม็ดเล็กๆใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 220.35 g/mol ความหนาแน่น 1.048 g/cm³ จุดหลอมเหลว 70-73°C, Assay 100% ผลิตโดยบริษัท Cayman Chemical ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.12 2,2,4-ไตรเมทิล-1,2-ไดไฮโดรควิโนน (2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydroquinone, TMQ)

เป็นสารป้องกันการเสื่อมสภาพในกลุ่มเอมีน สูตรโมเลกุล คือ C₁₂H₁₅N มีลักษณะเป็นเม็ดสีน้ำตาล น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย 500 g/mol ความหนาแน่น 1.02-1.10 g/cm³ จุดหลอมเหลว 75-100°C, Assay >97% ผลิตโดยบริษัท Flexsys America L.P. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.13 เอ็น-1,3-ไดเมทิลบิวทิล-เอ็น'-ฟีนิล-พี-ฟีนิลีนไดอะมีน (N-(1,3-Dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenediamine, 6PPD)

เป็นสารป้องกันการเสื่อมสภาพในกลุ่มเอมีน มีลักษณะเป็นเม็ดสีดำ ความหนาแน่น 0.986-1.000 g/cm³ จุดหลอมเหลว 46-51°C น้ำหนักโมเลกุล 268 g/mol, Assay 97% ผลิตโดยบริษัท Flexsys America L.P. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.14 ไฮดรอกซีเมทิลลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxymethylol phenolic resin, HRJ-10518)

เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ เป็นสารพวกเมทิลลอลฟีนอลิกเรซิน (Hydroxydimethylol phenolic resin) ใช้ชื่อทางการค้า คือ HRJ-10518[®] มีปริมาณหมู่เมทิลลอลอยู่ ในช่วง 6-9 เปอร์เซนต์ ลักษณะเป็นของแข็งสีเหลืองอำพัน ผลิตโดยบริษัท Schenectady International Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสมบัติทั่วไปดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติของเมทิลลอลฟีนอลิกเรซิน (HRJ-10518 data sheet; Schenectady International Inc. 2007)

Properties	Standard values	Actual values	Test method
Softening Point (°C)	60.0-65.0	64.0	T06M01.01
Melting point (°C)	80.0-95.0	88.0	T06M02.01
Methylol Content (%)	6.0-9.0	6.9	T06M01.02
Color (Gardner)	0-8.0	7.5	T06M01.03
Viscosity (Gurdner-Holdt)	A-E	D	T06M02.03

3.1.15 สแตนนัสคลอไรด์ (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

3.1.16 ซิลิกา (Silica)

เป็นสารตัวเติมในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีชื่อทางการค้า คือ Ultrasil VN 3 โดยเป็นซิลิกาที่ได้จากกระบวนการตกตะกอน ลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว ขนาดอนุภาค 100-400 Å ความถ่วงจำเพาะเท่ากับ 1.95 ผลิตโดยบริษัท Evonik ประเทศเยอรมนี มีสมบัติต่างๆ ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สมบัติทั่วไปของซิลิกา เกรด Ultrasil VN3 (Ultrasil VN3 data sheet; Evonik. 2009)

Properties	Target values (Spec. limits)	Actual values	Test method
Specific surface area (m ² /g)	175.0 (155.0-195.0)	170.0	ISO 5794/1
Electrical conductivity, 4% in water (μs/cm)	≤ 1300.0	853.0	ISO 787-14
Loss water in dry, 2h at 105 ^o C (%)	5.5 (4.0-7.0)	4.4	ISO 787-2
pH value, 5% in water	6.2 (5.4-7.0)	6.3	ISO 787-9
Sieve residue Mocker 63 μm (%)	≤ 0.1	0.1	ISO 787-18

3.1.17 ไดเอทิลีนไกลคอล (Diethyleneglycol, DEG)

เป็นสารลดความเป็นกรดบนผิวของซิลิกา เพื่อปรับปรุงการกระจายตัวในยางหรือวัสดุ ลักษณะเป็นของเหลวสีเหลือง ความถ่วงจำเพาะ 1.12

3.1.18 บิส-(3-ไทรเอทอกซีไซลิล-โพรพิล)-เตตระซัลไฟด์ (Bis-(3-triethoxysilyl) propyl-tetrasulfide, TESPT)

เป็นสารคู่ควบไซเลนใช้เพื่อเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างยางกับซิลิกา มีชื่อทางการค้า คือ Couplink 89 ลักษณะเป็นของเหลวสีเหลืองใส ผลิตโดยบริษัท Zhenjiang Wholemark Fine Chemical Co., Ltd. ประเทศจีน มีสมบัติทั่วไปดังตารางที่ 3.3

3.1.19 น้ำมันแนฟเทนิค (Naphthenic oil)

เป็นน้ำมันช่วยในการแปรรูปของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ สีน้ำตาลถึงดำ โครงสร้างส่วนใหญ่เป็นวงแหวนอิ่มตัว ผลิตโดยบริษัท Panjin Nynas North Bitumen Co., Ltd ประเทศจีน มีคุณสมบัติดังตารางที่ 3.4

3.1.20 อัลตราพลาส (Ultra-plast TP01)

เป็นสารช่วยผสมในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีองค์ประกอบเป็นกรดไขมันและเอไมด์ ลักษณะเป็นเม็ดสีขาวขุ่น ความหนาแน่น 0.98 g/cm³ จุดเดือดเท่ากับ 99.3^oC ผลิตโดยบริษัท Behn Meyer Co., Ltd ประเทศเยอรมนี

ตารางที่ 3.3 สมบัติของไฮเลน Couplink 89 (Couplink 89 data sheet; Zhenjiang Wholemark Fine Chemical Co., Ltd. 2006)

Properties	Actual values
Appearance	Yellow liquid
Specific gravity (16/24°C)	1.07-1.09
Empirical formular	C ₁₈ H ₄₂ O ₆ S ₄ Si ₂
Molecular weight (g/mol)	539.00
Alcohol content (%)	≥ 0.50
3-Chloropropyltriethoxysilane	≤ 3.00
Flash point (°C)	≥ 100.00
Other impurities content (%)	≤ 0.50
Total sulphur content (%)	≥ 22.00
Free sulphur content (%)	≤ 1.00
Average sulphur chain length	3.60-3.90

ตารางที่ 3.4 สมบัติของน้ำมันแนฟเทนิค (Naphthenic oil data sheet; Panjin Nynas North Bitumen Co., Ltd. 2005)

Properties	Test method	Typical
Specific Gravity at 15.6°C	ASTM D1298	0.9
Kinetic viscosity at 40°C, CST	ASTM D445	560.0
Kinetic viscosity at 100°C, CST	ASTM D445	25.0
Flash point (°C)	ASTM D92	146.0
Pour point (°C)	ASTM D97	-3.0
Aniline point (°C)	ASTM D611	77.0
ASTM Colour	ASTM D1500	> 8.0
Sulphur content (%)	ASTM D2622	1.6
Aromatic carbon	IR-Method	29.0
Naphthenic carbon	IR-Method	26.0
Paraffinic carbon	IR-Method	45.0
Appearance at 15°C	ASTM D4176	Black/Dark brown

3.1.21 ไอโซออกเทน (Isooctane)

เป็นตัวทำละลายที่ใช้ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีสูตรโมเลกุล คือ $(\text{CH}_3)_3\text{CCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2$ ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 114.22 g/mol ความหนาแน่น 0.69 g/cm³ จุดเดือดเท่ากับ 99.3°C ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd ประเทศไอร์แลนด์

3.1.22 โทลูอิน (Toluene)

เป็นตัวทำละลายที่ใช้ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ และใช้ในการทดสอบหาความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงในยางวัลคาไนซ์ มีสูตรโมเลกุล คือ $\text{C}_6\text{H}_5(\text{CH}_3)$ ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 92.14 g/mol ความหนาแน่น 0.87 g/cm³ มีจุดเดือดเท่ากับ 111.0°C ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd ประเทศไอร์แลนด์

3.1.23 น้ำมัน ASTM Oil No.1

เป็นน้ำมันที่ใช้ทดสอบสมบัติความทนทานต่อน้ำมันของวัสดุตามมาตรฐาน ASTM D471 มีลักษณะเป็นของเหลวหนืดสีน้ำตาลใส ผลิตโดยบริษัท Sunoco, Inc. (R&M) ประเทศสหรัฐอเมริกา องค์ประกอบของน้ำมันแสดงดังตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สมบัติของ ASTM Oil NO.1 (ASTM D471, 2005)

Properties	Typical
Flash point, °C	286.00
Aniline point, °C	123.80
Viscosity (99°C), mm ² /s	19.58

3.1.24 2-โพรเพนไทออล (2-Propanethiol)

เป็นสารตัดพันธะเชื่อมโยงพอลิซัลฟิดิก มีสูตรโมเลกุล คือ $\text{C}_3\text{H}_7\text{S}$ ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 88 g/mol ความหนาแน่น 0.82 g/cm³ มีจุดเดือดเท่ากับ 57-60°C ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.25 นอร์มัล-เฮกเซนไทออล (n-Hexanethiol)

เป็นสารตัดพันธะเชื่อมโยงไดซัลฟิดิก มีสูตรโมเลกุล คือ $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{S}$ ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 118.2 g/mol ความหนาแน่น 0.84 g/cm³ มีจุดเดือดเท่ากับ 151°C ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.26 ไพเพอริดีน (Piperidine)

เป็นสารที่ทำหน้าที่เพิ่มความเหนียวให้กับสารตัดพันธะเชื่อมโยง มีสูตรโมเลกุลคือ $C_5H_{11}N$ ลักษณะเป็นของเหลวใส น้ำหนักโมเลกุล 85.15 g/mol ความหนาแน่น 0.86 g/cm³ มีจุดเดือดเท่ากับ 106°C ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.27 นอร์มัล-เฮปแทน (n-Heptane)

เป็นตัวทำละลายสำหรับสารตัดพันธะเชื่อมโยงพอลิซัลฟิดิก ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 87-144 g/mol ความหนาแน่น 0.67 g/cm³ มีจุดเดือดเท่ากับ 60-80°C ผลิตโดยบริษัท Sigma-Aldrich Co., Ltd ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.28 ปีโตรเลียมอีเทอร์ (Petroleum ether)

เป็นตัวทำละลายสำหรับสารตัดพันธะเชื่อมโยง มีสูตรโมเลกุลคือ C_7H_{16} ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 100.21 g/mol ความหนาแน่น 0.68 g/cm³ มีจุดเดือดเท่ากับ 97-99°C ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd ประเทศไอร์แลนด์

3.1.29 ไซลีน (Xylene)

เป็นตัวทำละลายในการสกัดเฟสของพลาสติกในขั้นตอนการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ด้วยเทคนิค SEM มีสูตรโมเลกุลคือ $C_6H_4(CH_3)_2$ 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 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two roll mill)

เป็นเครื่องผสมแบบเปิด มีลูกกลิ้งขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6 นิ้ว ยาว 14 นิ้ว ความเร็วผิวลูกกลิ้งหลัง 40.39 ฟุต/นาที ความเร็วผิวลูกกลิ้งหน้า 33.63 ฟุต/นาที อัตราส่วนความเร็วของลูกกลิ้งหลังต่อลูกกลิ้งหน้า (Friction ratio) เท่ากับ 1.21 : 1.00 ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัดชัยเจริญการช่าง กรุงเทพมหานคร

3.2.2 เครื่องผสมแบบปิด (Internal mixer)

เป็นเครื่องผสมแบบปิด ใช้สำหรับเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีปริมาตรความจุของห้องผสมเท่ากับ 500 cm³ ตัวเครื่องประกอบด้วยโรเตอร์ 2 ตัว สามารถควบคุมความเร็วของโรเตอร์และอุณหภูมิขณะผสมได้ โดยตัวเครื่องจะเชื่อมต่อกับเครื่องรับสัญญาณข้อมูล (Data acquisition system) เพื่อวัดค่าทอร์ค และอุณหภูมิการผสม ผลิตโดยบริษัท เจริญทัศน์ จำกัด กรุงเทพมหานคร รุ่น CT Internal Mixer

3.2.3 เครื่องบดพลาสติก (Grinder)

เป็นเครื่องบดเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้จากเครื่องผสมแบบปิดให้เป็นเม็ดขนาดเล็ก เพื่อง่ายต่อการนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ผลิตโดยบริษัทบอสโกเอนจิเนียริง จำกัด ประเทศไทย รุ่น BG 2835

3.2.4 เครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก (Injection moulding machine)

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

3.2.5 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

3.2.6 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) อย่างใดอย่างหนึ่งหรือทำพร้อมกันได้ในการทดสอบครั้งเดียวที่อุณหภูมิคงที่ค่าหนึ่ง

3.2.7 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต (Dynamic mechanical analyzer, DMA)

เป็นเครื่องวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัตของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ เครื่องรุ่น DMA 800 ผลิตโดยบริษัท PerkinElmer ประเทศสหรัฐอเมริกา รายงานผลเป็นค่ามอดูลัสที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ สามารถทำการทดสอบภายใต้สภาวะต่างๆ ได้แก่ การดึง (Tension) การกด (Compression) เฉือน (Shear) และแบบโค้งงอ (Bending) ช่วงอุณหภูมิทดสอบ -190 ถึง 400°C

3.2.8 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงความร้อน (Thermogravimetric analyzer, TGA)

เป็นเครื่องวิเคราะห์ความเสถียรต่อความร้อนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ เครื่องรุ่น STA 6000 ผลิตโดยบริษัท PerkinElmer ประเทศสหรัฐอเมริกา รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักการสลายตัวของชิ้นตัวอย่างที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ สามารถทดสอบได้ตั้งแต่อุณหภูมิ

20-1,000°C ในบรรยากาศออกซิเจนหรือไนโตรเจน โดยในบรรยากาศออกซิเจนการสลายตัวของตัวอย่างเป็นผลจากปฏิกิริยาออกซิเดชันและความร้อน ส่วนในบรรยากาศไนโตรเจนการสลายตัวของตัวอย่างเป็นผลจากความร้อนเท่านั้น

3.2.9 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงความร้อน (Differential scanning calorimeter, Perkin Elmer DSC7)

เป็นเครื่องวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน รายงานผลเป็นค่าพลังงานความร้อนที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ เครื่องรุ่น DSC-7 ผลิตโดยบริษัท PerkinElmer ประเทศสหรัฐอเมริกา ช่วงอุณหภูมิการวิเคราะห์ตั้งแต่ -170 ถึง 725°C อัตราการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิของการวิเคราะห์ควบคุมได้ตั้งแต่ 0.1 ถึง 500°C/min

3.2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

เป็นเครื่องวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา เครื่องยี่ห้อ Jeol รุ่น JSM-5200 VP ผลิตโดยบริษัท Jeol ประเทศญี่ปุ่น ใช้แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบเทอร์มิออนิก (Thermionic emission electron gun) มีอุปกรณ์ตรวจวัดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) และมีส่วนแสดงภาพจอคอมพิวเตอร์ กำลังขยายตั้งแต่ 35 ถึง 200,000 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 สามารถตรวจสอบความผิดปกติของเครื่องได้จากโปรแกรม TDS (Test and Diagnostics System) ของ Philips

3.2.12 เครื่องทดสอบความแข็ง (Hardness tester)

เป็นเครื่องวัดความแข็งแบบชอร์ดูโรมิเตอร์ (Shore durometer) ยี่ห้อ toyosetki ประเทศญี่ปุ่น เป็นเครื่องแบบดิจิทัล วัดความแข็งของชิ้นทดสอบโดยใช้แรงกดจากสปริง แสดงผลวัดบนจอแสดงผลในหน่วย 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

3.3 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ (Compatibilizer)

เตรียมพอลิโพรไพลีนกราฟต์ไฮดรอกซีเมทิลลอลฟีโนลิกเรซิน (PP-g-PhHRJ) ด้วยปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์เซชันในสภาวะหลอม โดยนำพอลิโพรไพลีนที่ผ่านการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง มาหลอมในเครื่องผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 170°C เป็นเวลา 5 นาที (Fill factor เท่ากับ 0.7 ของปริมาตรความจุห้องผสม) จากนั้นเติมไฮดรอกซีเมทิลลอลฟีโนลิกเรซิน (HRJ-10518) 4 ส่วนโดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน เดินเครื่องผสมความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 นาที แล้วจึงเติมสแตนนัสคลอไรด์ ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ปริมาณ 0.8 ส่วนโดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีนลงในห้องผสม บดผสมต่ออีก 2 นาที นำออกมาพักไว้ให้เย็นตัวแล้วนำไปตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก (George *et al.*, 2000)

3.3.2 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับพอลิโพรไพลีน (NR/PP TPVs)

เตรียม NR/PP TPVs ที่อัตราส่วนการเบลนด์เท่ากับ 60/40 และใช้ PP-g-PhHRJ ที่เตรียมในข้อที่ 3.3.1 ปริมาณ 7% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ โดยการเตรียม NR/PP TPVs แบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ การเตรียมยางธรรมชาติผสมสารเคมีหรือคอมเปาวด์ยางธรรมชาติ (Compounded natural rubber) และการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

ขั้นตอนที่ 1 การเตรียมคอมเปาวด์ยางธรรมชาติ

โดยนำยางแผ่นรมควันชั้น 3 มาบด (Mastication) ด้วยเครื่องบดขยงสองลูกกลิ้งเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเติมสารเคมีลงในยาง โดยลำดับการเติมสารเคมีและเวลาที่ใช้ในการบดผสมแสดงในตารางที่ 3.6 ในลำดับการผสมที่ 5 และ 6 จะทำการผสมซิลิกา ไดเอทิลีนไกลคอล และสารกึ่งควบไซเลน (TESPT) เข้ากันก่อนที่จะเติมลงในยาง จากนั้นเติมลงในยางสลับกับการเติมน้ำมันเนฟเทนิคใช้เวลา 20 นาทีและเมื่อผสมยางกับสารเคมีจนมาถึงลำดับสุดท้ายพักยางคอมเปาวด์ไว้จนเย็นแล้วจึงเติมกำมะถัน บดต่อเนื่องอีก 2 นาที รวมใช้เวลาในการบดผสมทั้งสิ้น 35 นาที ริดเป็นแผ่นความหนาประมาณ 1 เซนติเมตร พักยางคอมเปาวด์ไว้ 24 ชั่วโมงก่อนนำไปเบลนด์กับพอลิโพรไพลีนเพื่อเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

ตารางที่ 3.6 ลำดับการเติมสารเคมีและเวลาในการบดผสมเพื่อเตรียมคอมเปาวด์ยางธรรมชาติ

Sequence	Chemicals	Mixing time (min)
1	RSS 3	5
2	Zinc oxide	2
3	Stearic acid	1
4	Antioxidants	1
5	Naphthenic oil	} 20
6	Silica + DEG + Silane	
7	MBTS Accelerators	2
8	TMPTMA	1
9	DCP	1
10	Sulfur	2

ขั้นตอนที่ 2 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ด้วยกระบวนการไดนามิกวัลคาไนซ์ เริ่มการผสมโดยนำพอลิโพรไพลีนที่ผ่านการอบไล่ความชื้นมาหลอมด้วยเครื่องผสมแบบปิดที่อุณหภูมิ 170°C เป็นเวลา 5 นาที ใช้ Fill factor เท่ากับ 0.7 ของปริมาตรความจุห้องผสม จากนั้นเติมสารเพิ่มความเข้ากันได้ เดินเครื่องผสมความเร็วรอบโรเตอร์เท่ากับ 80 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 นาที เติมสารช่วยผสมอัลตราฟอส บดผสมต่ออีก 1 นาที แล้วจึงเติมคอมเปาวด์ยางธรรมชาติที่เตรียมในขั้นตอนที่ 1 ผสมต่อเป็นเวลาอีก 7 นาที นำออกจากเครื่องผสม พักไว้ให้เย็นแล้วนำไปตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก จากนั้นนำไปขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ด้วยเทคนิคฉีดเข้าเบ้า พักชิ้นทดสอบไว้ 24 ชั่วโมงก่อนนำไปทดสอบสมบัติต่างๆ ปริมาณสารเคมีและเวลาในการบดผสมแสดงในตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 ปริมาณสารเคมีและเวลาในการผสมของการเตรียม NR/PP TPVs

Chemicals	Quantities (part)	Mixing time (min)
PP	40.0	5
PP-g-PhHRJ (7% w/w of PP)	2.8	2
Ultra-plast-TP01 (5% w/w of NR)	3.0	1
NR Compound (part of NR without chemicals)	60.0	7

โดยในงานวิจัยได้ศึกษาอิทธิพลของปัจจัยต่างๆ ดังนี้

3.3.2.1 อิทธิพลของสัดส่วนระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์

เตรียม NR/PP TPVs ที่สัดส่วนของระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 100/0, 90/10, 70/30, 50/50, 30/70, 10/90, และ 0/100 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมปาว์อย่างธรรมชาติดังแสดงในตารางที่ 3.8 นำ NR/PP TPVs ที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล ความทนทานต่อความร้อน ความต้านทานต่อการบ่มแรง ความทนทานต่อน้ำมันและตัวทำละลาย และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ตารางที่ 3.8 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมปาว์อย่างธรรมชาติ เมื่อแปรสัดส่วนระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์

Chemicals	Quantities (phr)						
	Sulfur/Peroxide mixed system ratios						
	100/0	90/10	70/30	50/50	30/70	10/90	0/100
RSS 3	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
Zinc oxide	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
Stearic acid	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
Wingstay L	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Naphthenic oil	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0	20.0
Silica	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0
DEG	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
Silane	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
Sulfur	2.0	1.8	1.4	1.0	0.6	0.2	-
MBTS	1.0	0.9	0.7	0.5	0.3	0.1	-
DCP	-	0.1	0.3	0.5	0.7	0.9	1.0
TMPTMA	-	0.2	0.6	1.0	1.4	1.8	2.0

3.3.2.2 อิทธิพลของชนิดของระบบกำมะถัน ในระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์

เตรียม NR/PP TPVs ที่สัดส่วนของระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 70/30 โดยแปรชนิดของระบบกำมะถัน ได้แก่ ระบบกำมะถันปกติ (Conventional sulfur vulcanization system, CV) ระบบกำมะถันกึ่งประสิทธิภาพ (Semi-Efficient vulcanization system, Semi-EV) และระบบกำมะถันประสิทธิภาพ (Efficient vulcanization system, EV) และปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมปาว์อย่างธรรมชาติดังแสดงในตารางที่ 3.9 นำ NR/PP TPVs ที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล ความทนทานต่อความร้อน ความต้านทานต่อการบ่มเร่ง ความทนทานต่อน้ำมันและตัวทำละลาย และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ตารางที่ 3.9 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมปาว์อย่างธรรมชาติ เมื่อแปรชนิดของระบบกำมะถันในระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์

Chemicals	Quantities (phr)		
	Sulfur vulcanization systems		
	CV	Semi-EV	EV
RSS 3	100.00	100.00	100.00
Zinc oxide	5.00	5.00	5.00
Stearic acid	2.00	2.00	2.00
Wingstay L	1.00	1.00	1.00
Naphthenic oil	20.00	20.00	20.00
Silica	30.00	30.00	30.00
DEG	1.80	1.80	1.80
Silane	1.80	1.80	1.80
Sulfur	1.40	0.70	0.35
MBTS	0.70	1.75	3.50
TMTD	-	0.21	0.21
DCP	0.30	0.30	0.30
TMPTMA	0.60	0.60	0.60

3.3.2.3 อิทธิพลของชนิดและปริมาณสารกระตุ้นที่ใช้ในระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่สัดส่วนของระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันถึงประสิทธิภาพกับระบบเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 70/30 แปรปริมาณสารกระตุ้นดังนี้

ก. อิทธิพลของซิงค์ออกไซด์ที่ใช้ในระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์

แปรปริมาณซิงค์ออกไซด์ในระบบการวัลคาไนซ์ในช่วง 0-20 phr ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมปาวด์อย่างธรรมชาติดังแสดงในตารางที่ 3.10 นำ NR/PP TPVs ที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล ความทนทานต่อความร้อน ความต้านทานต่อการบ่มเร่ง ความทนทานต่อน้ำมันและตัวทำละลาย และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ตารางที่ 3.10 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมปาวด์อย่างธรรมชาติ เมื่อแปรปริมาณซิงค์ออกไซด์

Chemicals	Quantities (phr)				
	Quantities of ZnO				
	0 phr	5 phr	10 phr	15 phr	20 phr
RSS 3	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
Zinc oxide	-	5.00	10.00	15.00	20.00
Stearic acid	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
Wingstay L	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
Naphthenic oil	20.00	20.00	20.00	20.00	20.00
Silica	30.00	30.00	30.00	30.00	30.00
DEG	1.80	1.80	1.80	1.80	1.80
Silane	1.80	1.80	1.80	1.80	1.80
Sulfur	0.70	0.70	0.70	0.70	0.70
MBTS	1.75	1.75	1.75	1.75	1.75
TMTD	0.21	0.21	0.21	0.21	0.21
DCP	0.30	0.30	0.30	0.30	0.30
TMPTMA	0.60	0.60	0.60	0.60	0.60

ข. อิทธิพลของกรดสเตียริกที่ใช้ในระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์

เตรียม NR/PP TPVs เต็มซึ่งคือออกไซด์ปริมาณคงที่ คือ 15 phr แล้วแปรปริมาณกรดสเตียริกในช่วง 0-5 phr ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมปาวด์อย่างธรรมชาติดังแสดงในตารางที่ 3.11 นำ NR/PP TPVs ที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล ความทนทานต่อความร้อน ความต้านทานต่อการบ่มเร่ง ความทนทานต่อน้ำมันและตัวทำละลาย และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ตารางที่ 3.11 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมปาวด์อย่างธรรมชาติเมื่อแปรปริมาณกรดสเตียริก

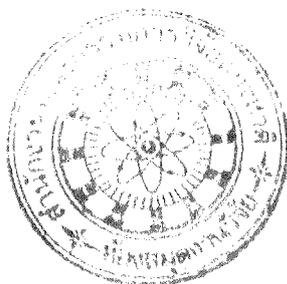
Chemicals	Quantities (phr)			
	Quantities of stearic acid			
	0 phr	1 phr	2 phr	5 phr
RSS 3	100.00	100.00	100.00	100.00
Zinc oxide	15.00	15.00	15.00	15.00
Stearic acid	-	1.00	2.00	5.00
Wingstay L	1.00	1.00	1.00	1.00
Naphthenic oil	20.00	20.00	20.00	20.00
Silica	30.00	30.00	30.00	30.00
DEG	1.80	1.80	1.80	1.80
Silane	1.80	1.80	1.80	1.80
Sulfur	0.70	0.70	0.70	0.70
MBTS	1.75	1.75	1.75	1.75
TMTD	0.21	0.21	0.21	0.21
DCP	0.30	0.30	0.30	0.30
TMPTMA	0.60	0.60	0.60	0.60

3.3.2.4 อิทธิพลของชนิดและปริมาณสารป้องกันการเสื่อมสภาพ (Antioxidants) ที่ใช้ในระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับระบบเปอร์ออกไซด์

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่สัดส่วนของระบบวัลคาไนซ์แบบผสมระหว่างระบบกำมะถันกับประสิทธิภาพกับระบบเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 70/30 โดยแปรชนิดและปริมาณสารป้องกันการเสื่อมสภาพในกลุ่มอนุพันธ์ฟีนอลและกลุ่มเอมีน ได้แก่ Wingstay L, BHT, TMQ และ 6PPD ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมเปาวด์อย่างธรรมชาติแสดงในตารางที่ 3.12 นำ NR/PP TPVs ที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลวัต สมบัติการไหล ความทนทานต่อความร้อน ความต้านทานต่อการบ่มแรง ความทนทานต่อน้ำมันและตัวทำละลาย และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ตารางที่ 3.12 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมคอมเปาวด์อย่างธรรมชาติเมื่อแปรชนิดและปริมาณสารป้องกันการเสื่อมสภาพ

Chemicals	Quantities (phr)		
	Quantities of antioxidants		
	0 phr	1 phr	2 phr
RSS 3	100.00	100.00	100.00
Zinc oxide	5.00	5.00	5.00
Stearic acid	2.00	2.00	2.00
Antioxidants (i.e., Wingstay L, BHT, TMQ and 6PPD)	-	1.00	2.00
Naphthenic oil	20.00	20.00	20.00
Silica	30.00	30.00	30.00
DEG	1.80	1.80	1.80
Silane	1.80	1.80	1.80
Sulfur	0.70	0.70	0.70
MBTS	1.75	1.75	1.75
TMTD	0.21	0.21	0.21
DCP	0.30	0.30	0.30
TMPTMA	0.60	0.60	0.60



3.3.3 การทดสอบสมบัติของ NR/PP TPVs

นำ NR/PP TPVs ที่เตรียมได้ไปฉีดขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติกเป็นชิ้นทดสอบรูปคัมเบลล์ ทำการตั้งอุณหภูมิส่วนของสกรูจากส่วนป้อน (Hopper) ไปยังหัวฉีด (Nozzle) ดังนี้ $175^{\circ}\text{C}/175^{\circ}\text{C}/180^{\circ}\text{C}/180^{\circ}\text{C}$

3.3.3.1 สมบัติเชิงกล

ก. ความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile strength)

ทำการทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D412 (2005) โดยชิ้นทดสอบเป็นรูปคัมเบลล์ (Dumb-Bell) ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร และไม่เกิน 3 มิลลิเมตร วัดความหนา 3 จุด นำไปทดสอบด้วยเครื่อง Tensometer ที่อัตราการดึง 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที ใช้ค่ามัธยฐาน (Median) ของข้อมูลรายงานผลเป็นแรงต่อพื้นที่หน้าตัด N/mm^2 หรือ MPa จำนวนโดยใช้แรงที่ทำให้ในการดึงขึ้นทดสอบขาดส่วนด้วยพื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของชิ้นทดสอบดังสมการที่ 3.1

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

โดยที่

F = แรงที่ใช้ในการดึงจนชิ้นทดสอบขาด (N)

A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ (mm^2)

ข. โมดูลัสยืดหยุ่น (Young's modulus)

ทำเครื่องหมายบนชิ้นทดสอบ 2 จุด มีระยะห่างกัน 2 เซนติเมตร ทำการทดสอบเหมือนการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามหัวข้อ 3.3.3.1 (ก) เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียดดังสมการที่ 3.2 จำนวนค่าโมดูลัสยืดหยุ่นโดยการหาค่าความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียดในช่วงแรกที่มีความสัมพันธ์แบบเชิงเส้น ใช้ค่ามัธยฐาน (Median) ของข้อมูลรายงานผลเป็นแรงต่อพื้นที่หน้าตัด N/mm^2 หรือ MPa

$$\text{Young's modulus (N/mm}^2 \text{ or MPa)} = \text{Stress/Strain} = \frac{(F/A)}{(\Delta L/L_0)} \quad (3.2)$$

โดยที่

F = แรงที่ใช้ในการดึงจนชิ้นทดสอบขาด (N)

A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของชิ้นทดสอบ (mm^2)

ΔL = ระยะระหว่างจุด Mark 2 จุดที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการยืด (cm)

L_0 = ระยะระหว่างจุด Mark 2 จุด ก่อนการยืด (cm)

ค. ความสามารถในการยืดจนขาด (Elongation at break)

ทำการทดสอบเหมือนการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามหัวข้อ 3.3.3.1 (ก) ค่าที่ได้จะวัด โดยการอ่านระยะที่ชิ้นทดสอบสามารถยืดตัวได้จนขาด ใช้ค่ามัธยฐานของข้อมูล รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ความสามารถในการยืดตัว คำนวณ โดยใช้ระยะที่ชิ้นทดสอบยืดออกจาก ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นตัวอย่างส่วนด้วยระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นตัวอย่างก่อน การทดสอบ แล้วเทียบเป็นเปอร์เซ็นต์ดังสมการที่ 3.3

$$\text{Elongation at break (\%)} = \left[\frac{(L - L_0)}{L_0} \right] \times 100 \quad (3.3)$$

โดยที่

L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบเมื่อยืดจนขาด (cm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

ง. ความสามารถในการคืนรูป (Tension set)

การทดสอบสมบัติความสามารถในการคืนรูปโดยใช้มาตรฐาน ASTM D 412 (2000) นำชิ้นทดสอบตามข้อ 3.3.3.1 (ก) มาจับด้วยตัวยึดจับ (Grip) เครื่อง Tensile testing machine โดยวาง ตัวอย่างให้ได้แนวกลางของที่จับเพื่อให้แรงกระจายอย่างสมดุล ยืดออกด้วยความเร็ว 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาที จนยืดออกได้ระยะ 100% ยืดในระยะนี้เป็นเวลานาน 10 นาที เมื่อครบ กำหนดเวลา 10 นาที ปลดปล่อย grip ให้ชิ้นทดสอบคืนตัวกลับเข้าสู่รูปเดิมเป็นเวลา 10 นาที แล้ววัด ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดไว้ตั้งแต่ต้น ใช้ค่ามัธยฐานของข้อมูลรายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์การผิดรูป โดยคำนวณจากระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นตัวอย่างหลังการยืดและการคืนรูปส่วนด้วย ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดก่อนการยืดเทียบเป็นเปอร์เซ็นต์ ดังสมการที่ 3.4

$$\text{Tension set (\%)} = \left[\frac{(L - L_0)}{L_0} \right] \times 100 \quad (3.4)$$

โดยที่

L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนชิ้นทดสอบหลังจากตั้งไว้ 10 นาที (cm)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (cm)

จ. ความแข็ง (Hardness)

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

3.3.3.2 การทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต (Dynamic mechanical property)

ก. ทดสอบด้วยเครื่อง Moving die processability tester

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D6601 โดยทดสอบที่อุณหภูมิ 50 °C , 100 °C และ 170 °C อุณหภูมิขึ้นตัวอย่างก่อนทำการทดสอบ (Preheat) 1 นาที ค่าเปอร์เซ็นต์การผิดรูป 3% แปรค่าความถี่การทดสอบ (Frequency sweep) ในช่วง 0.1-15 Hz รายงานผลเป็นค่ามอดูลัสสะสม (Storage modulus, G') มอดูลัสสูญเสีย (Loss modulus, G'') และแทนเดลต้า (Tan delta) ที่อุณหภูมิคงที่ค่าหนึ่ง

ข. ทดสอบด้วยเครื่อง Dynamic mechanical analyzer

ทดสอบโดยใช้โหมด Dual cantilever ที่ความถี่ 1 Hz อุณหภูมิตั้งแต่ -100°C ถึง 100°C ค่าเปอร์เซ็นต์การผิดรูป 5% อัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 5°C/min รายงานผลเป็นค่ามอดูลัส และค่าแทนเดลต้าที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ

3.3.3.3 การทดสอบสมบัติการไหล (Rheological property)

ทดสอบด้วยเครื่อง Moving die processability tester ตามมาตรฐาน ASTM D6601 โดยทดสอบที่อุณหภูมิ 170°C อุณหภูมิขึ้นตัวอย่างก่อนทำการทดสอบ (Preheat) 1 นาที ค่าเปอร์เซ็นต์การผิดรูป 3% แปรค่าความถี่การทดสอบ (Frequency sweep) ในช่วง 0.1-15 Hz รายงานผลเป็นค่าความหนืดเชิงซ้อน (Complex viscosity, η^*) ที่เป็นฟังก์ชันกับความถี่

3.3.3.4 การทดสอบสมบัติเชิงความร้อน

ก. ความเสถียรต่อความร้อน

การทดสอบความเสถียรต่อความร้อนโดยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) เป็นการทดสอบหาน้ำหนักของพอลิเมอร์ ที่หายไปเนื่องจากความร้อน ทำโดยการนำชิ้นตัวอย่างที่มีน้ำหนักในช่วง 7-12 มิลลิกรัมมาให้ความร้อนในบรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิทดสอบ 25°C-800°C โดยมีอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเท่ากับ 10°C/min รายงานเป็นค่าอุณหภูมิการสลายตัว และเปอร์เซ็นต์การสลายตัวของน้ำหนักขึ้นตัวอย่าง

ข. การบ่มเร่ง

โดยใช้ชิ้นทดสอบรูปดัมเบลล์ขนาดดังข้อ 3.3.3.1 วัดความหนา 3 จุด นำไปการบ่มเร่งด้วยเครื่อง Multicell ageing oven ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 22 และ 166 ชั่วโมง พักไว้ 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด และความสามารถในการคืนรูปด้วยเครื่อง Tensile testing machine ตามวิธีการในข้อ 3.3.3.1 (ก-ง) รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ของสมบัติที่คงอยู่ โดยคำนวณจากสมการที่ 3.5

$$\text{Retention (\%)} = \left(\frac{X_b}{X_a} \right) \times 100 \quad (3.5)$$

โดยที่

X_a = สมบัติก่อนการบ่มเร่ง

X_b = สมบัติหลังการบ่มเร่ง

ค. การวิเคราะห์หาปริมาณผลึก

การทดสอบหาปริมาณผลึก (%Crystallinity) ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry ทำโดยการนำชิ้นตัวอย่างมาให้ความร้อน โดยในขั้นแรกสแกนความร้อนจากอุณหภูมิ 25°C ถึง 200°C ที่อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ 10°C/min เพื่อทำลายประวัติทางความร้อน (Heat history) จากนั้นลดอุณหภูมิลงมาที่ 25°C ด้วยอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเดิม จึงสแกนความร้อนจากอุณหภูมิ 25°C ถึง 200°C อีกครั้งด้วยอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเดียวกันเป็นการทดสอบจริง รายงานค่าอุณหภูมิการหลอมผลึก (Melt transition temperature, T_m) อุณหภูมิการตกผลึก (Crystallization temperature, T_c) และค่าเปอร์เซ็นต์ปริมาณผลึกเทียบกับพอลิโพรไพลีนที่สามารถตกผลึกได้ 100% โดยคำนวณจากสมการที่ 3.6

$$\% \text{ Crystallinity, } X_c = \left(\frac{\Delta H_{TPVs}}{m_{PP} \cdot \Delta H_{PP}} \right) \times 100 \quad (3.6)$$

โดยที่

ΔH_{TPV} = พลังงานความร้อนของการหลอมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ (J/g)

ΔH_{PP} = พลังงานความร้อนของการหลอมพอลิโพรไพลีนที่มีการผลึกได้

100% มีค่าเท่ากับ 209 J/g (Bielinski *et al.*, 1997; Dudic *et al.*, 2004)

mPP = สัดส่วนโดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีนในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.3.3.5 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphological properties)

ก. การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง

กราด

การทดสอบลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยาโดยการหักชิ้นตัวอย่างในไนโตรเจนเหลว เพื่อให้ได้ผิวทดสอบใหม่ หลังจากนั้นทำการสกัดเฟสพลาสติกออก โดยต้มในไซลีนเดือดเป็นเวลา ประมาณ 10 นาที กรณี Simple blend สกัดเฟสยางออกโดยต้มในโทโลอินเดือด อบให้แห้งที่ อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำการเคลือบด้วยทองคำโดยนำตัวอย่างวางในเครื่อง Sputter coater ซึ่งภายในเครื่องเป็นสถานะสุญญากาศ ปล่องก๊าซอาร์กอน (Ar) เข้ามาและปรับ กระแสไฟฟ้า ก๊าซจะเกิดแตกตัวเป็นอิเล็กตรอนวิ่งไปชนแผ่นทองและลงมาเคลือบที่ชิ้นตัวอย่าง แล้วส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ที่ กำลังขยาย 2,000 เท่า เพื่อสังเกตลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

ข. การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD)

เป็นทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เพื่อประมาณปริมาณผลึก และรูปแบบของ ผลึกในพอลิเมอร์ โดยสามารถประมาณปริมาณผลึก (% Crystallinity, X_c) ได้จากการคำนวณพื้นที่ ได้กราฟโดยใช้สมการที่ 3.7 และศึกษารูปแบบของผลึกโดยใช้กฎของแบรค (Bragg's law) ดัง สมการที่ 3.8 และคำนวณสัดส่วนผลึกชนิดเบต้าโดยใช้สมการที่ 3.9

$$\begin{aligned} X_c &= \left(\frac{A_c}{m_{pp} \cdot A_a} \right) \times 100 \\ &= \left(\frac{A_c}{A_c + A_a} \right) \times 100 \end{aligned} \quad (3.7)$$

โดย

A_c = พื้นที่ใต้กราฟส่วนที่เป็นผลึก (ส่วนที่เป็นยอดแหลมทั้งหมด)

A_a = พื้นที่ใต้กราฟส่วนของอสัณฐาน (พื้นที่ใต้กราฟทั้งหมดที่หักพื้นที่ส่วนของ ยอดออก)

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.8)$$

โดย

n = เลขจำนวนเต็มบวกที่บอกลำดับของการเลี้ยวเบนผ่านอะตอมในแต่ละนาบ
ของผลึก

λ = ความยาวคลื่น (nm)

d = ความหนาของผลึก

2θ = มุมที่เกิดการเลี้ยวเบน

$$K\beta = \frac{I_{300}^{\beta}}{I_{110}^{\alpha} + I_{040}^{\alpha} + I_{130}^{\alpha} + I_{300}^{\beta}} \quad (3.9)$$

เมื่อ I_{110}^{α} , I_{040}^{α} , I_{130}^{α} และ I_{300}^{β} = ความเข้มรังสีเอกซ์ที่ระนาบ (110), (040), (130)
และ (300) ตามลำดับ

3.3.3.6 การทดสอบความต้านทานต่อน้ำมันและตัวทำละลาย (Oil and solvent resistance)

การทดสอบความต้านทานต่อน้ำมันและตัวทำละลาย โดยวัดจากเปอร์เซ็นต์การบวม (Swollen) ของชิ้นตัวอย่างในน้ำมัน ASTM No.1 และตัวทำละลายผสมระหว่างไอโซออกเทนกับโทลูอินในอัตราส่วน 50/50 ตามมาตรฐาน ASTM D471-98 โดยนำชิ้นทดสอบมาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสให้มีความกว้าง 1 เซ็นติเมตร ยาว 1 เซ็นติเมตร มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ซึ่งน้ำหนักชิ้นทดสอบละเอียด 0.0001 กรัม แช่ในน้ำมันหรือตัวทำละลาย ประมาณ 30 มิลลิลิตร ซึ่งบรรจุในภาชนะปิด ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 166 ชั่วโมง ชับน้ำมันหรือตัวทำละลายที่ฟิวออกจากนั้นนำชิ้นทดสอบมาชั่งน้ำหนักอีกครั้ง คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การบวมตามสมการที่ 3.10

$$\text{Swelling (\%)} = \left(\frac{W_s - W_o}{W_o} \right) \times 100 \quad (3.10)$$

โดยที่

W_s คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)

W_o คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)

3.3.3.7 การทดสอบหาชนิดและปริมาณพันธะเชื่อมโยง

ก. การทดสอบหาความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงในยางวัลคาไนซ์ที่ไม่มีสารตัวเติม (Flory and Rehner, 1943)

การทดสอบหาความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงในยางวัลคาไนซ์ที่ไม่มีสารตัวเติม โดยใช้ Flory-Rehner equation ทำโดยการตัดชิ้นตัวอย่างให้ได้ขนาด 25x3x1 ลูกบาศก์มิลลิเมตร ซึ่งด้วยเครื่องชั่งละเอียดได้เป็น M_i แช่ในโทลูอีนปริมาตร 50 มิลลิตร เป็นเวลา 166 ชั่วโมง ซับโทลูอีนที่ผิวของชิ้นตัวอย่างออก และทำการชั่งได้เป็น M_{gel} ทำชิ้นตัวอย่างให้แห้งโดยวางไว้ในตู้ดูดควันเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และระเหยตัวทำละลายที่เหลือออกโดยใช้เตาอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่งน้ำหนักได้เป็น M_{dry} คำนวณหาความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงโดยใช้สมการที่ 3.11 ดังนี้

$$V = \left(-\frac{1}{2V_s} \right) \left[\frac{(\ln(1 - V_{ro}) + V_{ro} + XV_{ro}^2)}{\left(V_{ro}^{1/3} - \frac{V_{ro}}{2} \right)} \right] \quad (\text{mol/ml}) \quad (3.11)$$

โดย

$$V_{ro} = \frac{V_r}{V_r + V_s}$$

$$V_s = \frac{(M_{gel} - M_i)}{\rho_{toluene}}$$

$$V_r = \frac{M_{dry}}{\rho_{dry}}$$

เมื่อ

- V คือ ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยง
- V_{ro} คือ สัดส่วน โดยปริมาตรของยางวัลคาไนซ์ที่บวมพองในตัวทำละลาย
- V_r คือ ปริมาตรของยางวัลคาไนซ์ที่บวมพองในตัวทำละลายหลังการอบแห้ง
- V_s คือ ปริมาตร โดยโมลของตัวทำละลาย
- $\rho_{toluene}$ คือ ค่าความหนาแน่นของตัวทำละลายโทลูอีนซึ่งเท่ากับ 0.866
- ρ_{dry} คือ ค่าความหนาแน่นของยางวัลคาไนซ์
- X คือ Interaction parameter สำหรับยางธรรมชาติที่ไม่ผสมสารตัวเติมกับโทลูอีนมีค่าเท่ากับ 0.39

ข. การทดสอบหาชนิดของพันธะเชื่อมโยงแบบพอลิซัลไฟดิค (Polysulfidic crosslink) (Saville and Watson, 1967)

(1) การเตรียมสารรีเอเจนท์ (Reagent prope)

ทำโดยการละลาย 2-Propanethiol ปริมาตร 37.6 มิลลิลิตร และ Piperidin ปริมาตร 39.5 มิลลิลิตร ในตัวทำละลาย n-Heptane แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 1 ลิตร

(2) การตัดพันธะพอลิซัลไฟดิค

นำชิ้นตัวอย่างขนาดเดียวกับข้อ 3.3.3.7 (ก) มาชั่งน้ำหนักเป็น M_i จากนั้นแช่ชิ้นตัวอย่างในสารรีเอเจนท์ที่เตรียมไว้เป็นเวลา 14-15 ชั่วโมง ทำชิ้นตัวอย่างให้แห้งโดยวางไว้ในตู้ดูดควันเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างมาล้างโดยการแช่ปีโตรเลียมอีเทอร์ครั้งละ 1 ชั่วโมง เป็นจำนวน 3 ครั้ง ทำชิ้นตัวอย่างให้แห้งโดยวางไว้ในตู้ดูดควันเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และระเหยปีโตรเลียมอีเทอร์ที่เหลือออกโดยใช้เตาอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง นำมาชั่งน้ำหนักได้เป็น M_{dry}

สมมติฐานว่ายางวัลคาไนซ์ที่ตัดพันธะเชื่อมโยงด้วย 2-Propanethiol ซึ่งมีความจำเพาะในการเข้าตัดพันธะพอลิซัลไฟดิคดังกล่าว จะมีเพียงพันธะเชื่อมโยงไดซัลไฟดิคและมอนอซัลไฟดิคเท่านั้น จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างดังกล่าวไปวิเคราะห์หาความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงตามหัวข้อ 3.3.3.7 (ก) นำค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงไดซัลไฟดิคและมอนอซัลไฟดิคไปหักออกจากความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงทั้งหมดก่อนทำการตัดพันธะพอลิซัลไฟดิค จะได้เป็นค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงพอลิซัลไฟดิค

ค. การทดสอบหาชนิดของพันธะเชื่อมโยงแบบไดซัลไฟดิคและมอนอซัลไฟดิค (disulfidic and monosulfidic crosslinks) (Saville and Watson, 1967)

(1) การเตรียมสารรีเอเจนท์

ทำโดยการละลาย n-Hexanethiol ให้มีความเข้มข้น 1 M ในตัวทำละลาย Piperidin

(2) การตัดพันธะไดซัลไฟดิค

นำชิ้นตัวอย่างที่ทดสอบตามหัวข้อ 3.3.3.7 (ข) มาชั่งน้ำหนักเป็น M_i จากนั้นแช่ชิ้นตัวอย่างในสารรีเอเจนท์ที่เตรียมไว้เป็นเวลา 48-72 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลาให้นำชิ้นตัวอย่างมาทำให้แห้งโดยวางไว้ในตู้ดูดควันเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วล้างโดยการแช่ปีโตรเลียมอีเทอร์ครั้งละ 1 ชั่วโมง เป็นจำนวน 3 ครั้ง ทำชิ้นตัวอย่างให้แห้งโดยวางไว้ในตู้ดูดควันเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และระเหยปีโตรเลียมอีเทอร์ที่เหลือออกโดยใช้เตาอบที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง นำมาชั่งน้ำหนักได้เป็น M_{dry}

สมมติฐานว่ายางวัลคาไนซ์ที่ตัดพันธะเชื่อมโยงด้วย 2-Propanethiol และ n-Hexanethiol ซึ่งมีความจำเพาะในการเข้าตัดพันธะพอลิซัลฟิดิกและไดซัลฟิดิกตามลำดับ จะมีเพียงพันธะเชื่อมโยงมอนอซัลฟิดิกเท่านั้น จากนั้นนำขึ้นตัวอย่างดังกล่าวไปวิเคราะห์หาความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงตามหัวข้อ 3.3.3.7 (ก) ได้ค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงมอนอซัลฟิดิก จากนั้นนำค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงมอนอซัลฟิดิกไปหักออกจากความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงไดซัลฟิดิกและมอนอซัลฟิดิกจากการทดสอบในหัวข้อ 3.3.3.7 (ข) จะได้เป็นค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงไดซัลฟิดิก