

3. สารเคมีและวิธีการทดลอง

3.1. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- น้ำมันเปลือกเมล็ดมะม่วงหิมพานต์ จากบริษัท มาตรฐานครอง สิริชัย 25 จำกัด
- 3- Pentadecylphenol จากบริษัท Sigma-Aldrich
- ยางธรรมชาติ (STR 5L) จากบริษัท อุตสาหกรรมน้ำยางยะลา จำกัด
- EPDM (Nordel 4640) จากบริษัท Dupont dow elastomers
- ผงเขม่าดำเกรด N330 (carbon black N330) จากบริษัท ไทยคาร์บอนโปรดักท์ จำกัด
- น้ำมันอะโรมาติก (aromatic oil) จากบริษัท ยูเนียนลิงค์ จำกัด
- พาราฟินแว็กซ์ จากบริษัท เคมีมิน จำกัด
- Wingstay-L[®] จากบริษัท Eliokem
- ซิงค์ออกไซด์ (zinc oxide : ZnO) จากบริษัท อีเนรีโปรดักท์ จำกัด
- แคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate : CaCO₃) จากบริษัท โพลีเมอร์ อินโนเวชั่น จำกัด
- กรดสเตียริก (stearic acid) จากบริษัท อีเนรีโปรดักท์ จำกัด
- ไดฟีนีลแกวนิดีน (diphenyl guanidine : DPG) บริษัท ซีออน แอดวานซ์ โพลีเม็กซ์ จำกัด
- ไซโคลเฮกซิลเบนโซไทโอะซิล ซัลโฟนาไมด์ (N - Cyclohexyl -2-benzothiazyl-sulfonamide : CBS) จากบริษัท คาลดิก จำกัด
- กำมะถัน (sulfur) จากบริษัท เคมีมิน จำกัด

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- GC-MS โดย GC จากบริษัท Perichrom รุ่น PR2100 GC และ MS จากบริษัท Agilent Technologies รุ่น 5973 Inert Mass Selective Detector
- เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (differential scanning calorimeter : DSC) จากบริษัท Mettler Toledo รุ่น Mettler Toledo DSC822^c
- เครื่องผสมแบบเปิดชนิดสองลูกกลิ้ง (two - roll mill)
- เครื่องอัดขึ้นรูปด้วยแผ่นร้อน (compression molding machine) จากบริษัท LAB TECH รุ่น LP20
- ตู้อบบ่มแรงด้วยโอโซน (ozone test chamber) จากบริษัท Hampden รุ่น 703
- กล้องจุลทรรศน์ที่ภาพพร้อมเลนส์กำลังขยายสูง (microscope lens) จากบริษัท Sony Technology รุ่น SSC-D398P
- ตู้อบแรงด้วยความร้อน (oven) จากบริษัท GOTECH รุ่น GT-7017
- เครื่องทดสอบสมบัติแรงดึงและความต้านทานการฉีกขาด จากบริษัท Instron รุ่น 1011

3.3 วิธีการทดลอง

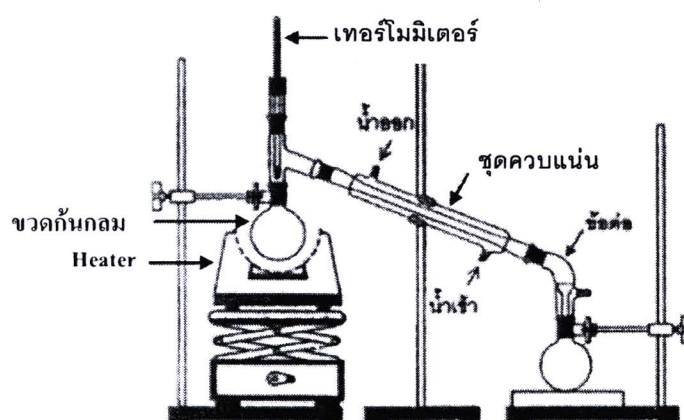
3.3.1 การวิเคราะห์ปริมาณคาร์ดานอลในน้ำมัน CNSL ด้วยเทคนิค GC-MS

1. การเตรียมตัวอย่าง

1.1 การเตรียม calibration curve ของสารมาตรฐานคาร์ดานอล โดยชั่ง 3-pentadecylphenol จำนวน 1 กรัม นำมาเตรียมให้ได้สารละลายปริมาตร 100 ซม.³ ใน hexane หลังจากนั้นเตรียมสารละลายให้มีความเข้มข้น 0.01-1 มก./ซม.³

1.2 การปรับสภาพน้ำมัน CNSL ด้วยปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันที่อุณหภูมิ 160 °ซ ทำโดยการชั่งตัวอย่างน้ำมัน CNSL น้ำหนักประมาณ 400 กรัม ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 500 ซม.³ ทำปฏิกิริยาเป็นระยะเวลา 30 และ 60 นาที ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.1

1.3 การเตรียมตัวอย่างน้ำมัน CNSL ไม่ปรับสภาพและปรับสภาพเป็นระยะเวลา 30 และ 60 นาที เพื่อวิเคราะห์ปริมาณคาร์ดานอลในน้ำมัน CNSL ด้วยเทคนิค GC-MS โดยการชั่ง น้ำหนักตัวอย่างประมาณ 0.017 กรัม เตรียมให้ได้สารละลายปริมาตร 100 ซม.³ ใน hexane



รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์สำหรับการทำปฏิกิริยาดีคาร์บอกซิเลชันที่อุณหภูมิ 160 °ซ

2. การวิเคราะห์ GC-MS

2.1 ส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ GC-MS

GC จากบริษัท Perichrom รุ่น PR2100 GC

MS จากบริษัท Agilent Technologies (USA) รุ่น 5973 Inert Mass Selective Detector

column จากบริษัท Phenomenex (USA) รุ่น Zebron ZB-5 HT INFERNO

2.2 วิธีการวิเคราะห์

ภาวะของการวิเคราะห์

column Zebron ZB-5 HT INFERNO ขนาด 30 ม. x 0.25 มม.
เส้นผ่านศูนย์กลางกลาง 0.25 ไมโครเมตร

liquid phase	5% Phenyl- 95% Dimethylpolysiloxane
oven	200 °ซ เป็นระยะเวลา 3 นาที และเพิ่มเป็น อุณหภูมิเป็น 300 °ซ ด้วยอัตรา 50 °ซ /นาที เป็นระยะเวลา 10 นาที
injection temperature	250 °ซ
carrier gas	ฮีเลียม
carrier flow rate	0.4 ซม. ³ /นาที

3.3.2 การศึกษาการตกผลึกของแวกซ์กับคาร์ดานอลในน้ำมัน CNSL ด้วยเทคนิค การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้น (concentration gradient)

1. ชั่งน้ำหนักแวกซ์ 2 กรัม ใส่ในหลอดทดลอง
2. ปรับเพิ่มน้ำหนักน้ำมัน CNSL ให้ได้น้ำหนักรวมช่วงร้อยละ 18 – 83 โดยน้ำหนัก (กำหนดน้ำหนักของแวกซ์คงที่) ใส่ในหลอดทดลองข้างต้น นำตัวอย่างของผสมให้ความร้อนที่ อุณหภูมิ 90 °ซ ในอ่างควบคุมอุณหภูมิ
3. ทดลองตกผลึกที่อุณหภูมิ 20 °ซ จากนั้นสังเกตการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของ ของผสม จนกระทั่งของผสมเปลี่ยนจากของแข็งเป็นของเหลว
4. ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนอุณหภูมิเป็น 30 40 และ 50 °ซ ตามลำดับ

3.3.3 การวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน

การศึกษสมบัติเชิงความร้อนของของแข็งแวกซ์กับน้ำมัน CNSL ด้วยเครื่อง DSC โดยใช้ อัตรา 2 °ซ ต่อ นาที โดยวัดอุณหภูมิและการไหลของความร้อน จากการเปลี่ยนแปลงความร้อน ของวัสดุเปรียบเทียบกับอุณหภูมิ ทำให้ได้ข้อมูลทั้งทางด้านคุณภาพและปริมาณซึ่งวิธีการ วิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 ภาวะการวิเคราะห์ตัวอย่างแวกซ์กับน้ำมัน CNSL ด้วยอัตรา 2 °ซ ต่อ นาที

ร้อยละโดยน้ำหนัก ของแวกซ์	การสแกนแบบเพิ่มอุณหภูมิ (°ซ)		การสแกนแบบลดอุณหภูมิ (°ซ)	
	อุณหภูมิ เริ่มต้น	อุณหภูมิ สุดท้าย	อุณหภูมิ เริ่มต้น	อุณหภูมิ สุดท้าย
18	10	70	70	10
27	10	70	70	10
50	10	80	80	10
83	10	90	90	10

จากนั้นวิเคราะห์ผลที่ได้จากเครื่อง DSC เพื่อหาค่าความร้อนของการหลอมเหลว (ΔH_f°) ความร้อนของการตกผลึก (ΔH_c°) อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) และอุณหภูมิตกผลึก (T_c)

3.3.4 การเตรียมยางสูตร NR

1. ผสมยาง NR น้ำหนักเท่ากับ 250 กรัม กับผงเขม่าดำ น้ำมันอะโรมาติก ซิงค์ออกไซด์ กรดสเตียริก แคลเซียมคาร์บอเนต เวกซ์ Wingstay-L[®] คาร์ดานอลสังเคราะห์ และสารเติมแต่งไฮบริด (hybrid additives) ตามสูตรดังตารางที่ 3.2 เข้าด้วยกันด้วยเครื่องผสมแบบเปิดชนิดสองลูกกลิ้งเป็นระยะเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิประมาณ 50 °ซ ทิ้งไว้ในที่เย็นเป็นระยะเวลาเท่ากับ 12 ชั่วโมง

2. จากนั้นนำ master batch ที่ได้ ผสมกับสารเร่งการสุกตัวและสารเชื่อมโยงโดยใช้สาร DPG สาร CBS และกำมะถัน เป็นระยะเวลาเท่ากับ 8 นาที ที่อุณหภูมิประมาณ 50 °ซ

3. เก็บตัวอย่างยางไว้ในที่อุณหภูมิต่ำเพื่อรอการขึ้นรูป (curing)

ตารางที่ 3.2 สูตรการผสมยางธรรมชาติกับสารเติมแต่ง

สารเคมี	น้ำหนัก (phr) ที่ใช้ในสูตรต่างๆ			
	Non	Wingstay-L	Cardanol	HA
NR	100	100	100	100
carbon black N330	40	40	40	40
aromatic oil	10	10	10	10
wax	2	2	2	2
Wingstay-L	-	0.6	-	-
cardanol	-	-	0.6	-
*hybrid additives	-	-	-	0.8, 2.0, 5.0
calcium carbonate	10	10	10	10
zinc oxide	5	5	5	5
stearic acid	2	2	2	2
DPG	0.2	0.2	0.2	0.2
CBS	1	1	1	1
sulfur	2	2	2	2

หมายเหตุ * สารเติมแต่งไฮบริด : ของแข็งระหว่างเวกซ์กับน้ำมัน CNSL ที่สัดส่วน 27/73 โดยน้ำหนัก

3.3.5 การเตรียมยางสูตร NR/EPDM

1. ชั่งน้ำหนักยาง NR เท่ากับ 262.5 กรัม และชั่งน้ำหนักยาง EPDM เท่ากับ 87.5 กรัม ทำการผสมด้วยเครื่องผสมแบบเปิดชนิดสองลูกกลิ้งที่อุณหภูมิ 50 °ซ โดยบดยาง NR เป็นระยะเวลา 2 นาที ก่อนบดผสมกับยาง EPDM เป็นระยะเวลา 10 นาที จากนั้นทำการผสมกับ

ซิงค์ออกไซด์ กรดสเตียริก แคลเซียมคาร์บอเนต แร็กซ์ Wingstay-L® และสารเติมแต่งไฮบริด ในแต่ละสูตรดังตารางที่ 3.3

2. นำ master batch ที่ได้ผสมกับ สาร DPG CBS และกำมะถัน เป็นระยะเวลา 8 นาที ที่อุณหภูมิ 50 °ซ
3. เก็บตัวอย่างยางไว้ในที่อุณหภูมิต่ำเพื่อรอการขึ้นรูป

ตารางที่ 3.3 สูตรการผสมยาง NR/EPDM กับสารเติมแต่ง

สารเคมี	น้ำหนัก (phr) ที่ใช้ในสูตรต่างๆ		
	Non	Wingstay-L	HA
NR	75	75	75
EPDM	25	25	25
carbon black N330	40	40	40
aromatic oil	10	10	10
zinc oxide	5	5	5
wax	2	2	2
Wingstay-L	-	0.6	-
hybrid additives	-	-	5.0, 10.0
calcium carbonate	10	10	10
stearic acid	2	2	2
DPG	0.2	0.2	0.2
CBS	1	1	1
sulfur	2	2	2

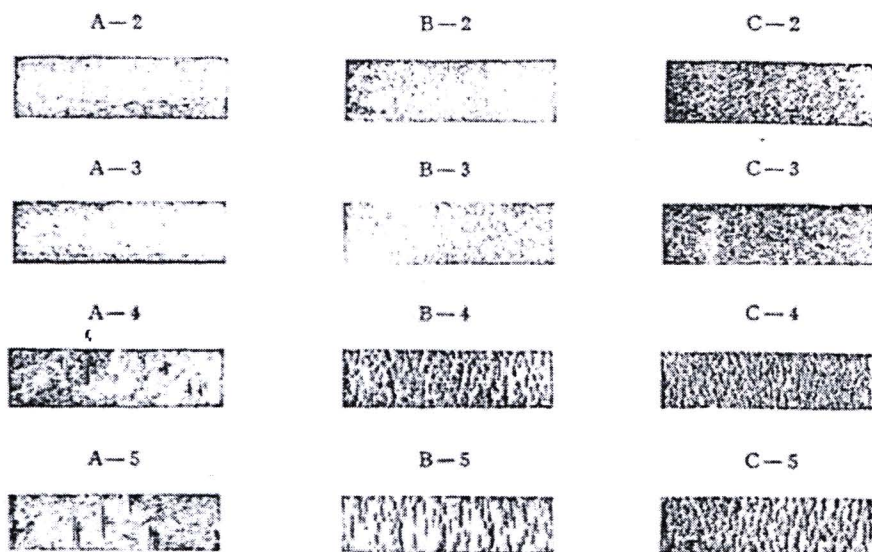
3.3.6 การขึ้นรูปยาง (vulcanization)

การขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปด้วยแผ่นร้อน (compression molding machine) โดยใช้แม่พิมพ์หนา 2 มม. อบด้วยอุณหภูมิ 150 °ซ ความดัน 80 กก.ต่อซม.²

3.3.7 การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อโอโซน

การทดสอบยึดตามมาตรฐาน ISO 1431 (part 1) ด้วยเครื่องทดสอบโอโซนที่ความเข้มข้นของโอโซน 50 pphm อุณหภูมิ 40 °ซ เป็นระยะเวลา 72 ชั่วโมง ตัดชิ้นงานที่ใช้ทดสอบเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 2 × 8 ซม. และมีความหนา 1.9 – 2.5 มม. และทำการยึดชิ้นงานออกร้อยละ 20 ของความยาวของชิ้นงาน โดยยึดชิ้นงานทั้งไว้ในห้องมืดเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง

ในการพิจารณาระดับของความสามารถในการป้องกันการเสื่อมสภาพเนื่องจากโอโซนจะพิจารณาตามมาตรฐาน ISO 1431 (part 1) ซึ่งแบ่งระดับความต้านทานต่อโอโซนจากลักษณะการเสื่อมสภาพของตัวอย่างหลังการอบเร่งด้วยโอโซน ในเทอมของความหนาแน่นและขนาดของรอยแตกบนพื้นผิวของตัวอย่าง ดังแสดงในรูปที่ 3.2 และตารางที่ 3.4



รูปที่ 3.2 แสดงลักษณะการเสื่อมสภาพของยาง

ตารางที่ 3.4 เกณฑ์ของความต้านทานต่อโอโซน

จำนวนของรอยแตก	ขนาดและความถี่ของรอยแตก
A = มีจำนวนรอยแตกที่น้อย	1. รอยแตกที่ไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า
B = มีจำนวนรอยแตกที่มาก	2. รอยแตกที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า
C = มีจำนวนรอยแตกที่มากจนนับไม่ถ้วน	3. รอยแตกที่มีขนาดน้อยกว่า 1 มม.
	4. รอยแตกที่มีขนาด 1-3 มม.
	5. รอยแตกที่มีขนาดใหญ่กว่า 3 มม.

3.3.8 การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการบ่มเร่งด้วยความร้อน

การทดสอบความต้านทานต่อความร้อน ทำได้โดยการนำชิ้นตัวอย่างงานเข้าสู่อบที่อุณหภูมิ 100 °ซ เป็นระยะเวลา 22 ชั่วโมง จากนั้นวิเคราะห์สมบัติแรงดึงตามมาตรฐาน ISO 37 (type 1) เช่น ความต้านทานแรงดึง (tensile strength) ระยะการยืดที่จุดขาด (elongation at break) วิเคราะห์สมบัติความต้านทานการฉีกขาด (tear strength) ตามมาตรฐาน ISO 34 (angle test piece) และความแข็ง (hardness, shore A ตามมาตรฐาน ASTM D2240) โดยทำการเปรียบเทียบสมบัติก่อนและหลังการอบเร่งเพื่อพิจารณาถึงการป้องกันการเสื่อมสภาพของตัวอย่างยาง

3.3.9 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของยางผสมระหว่างยาง NR และยาง EPDM [10]

การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) ใช้วิธีการตรวจสอบแบบ back scattering electron (BSE) โดยเตรียมชิ้นงานที่ข้อมผิวด้วยออสเมียมเตตระออกไซด์ (osmium tetroxide) ตรวจสอบความสามารถในการเข้ากันได้ (compatibility) ของยางผสมระหว่างยาง NR และยาง EPDM