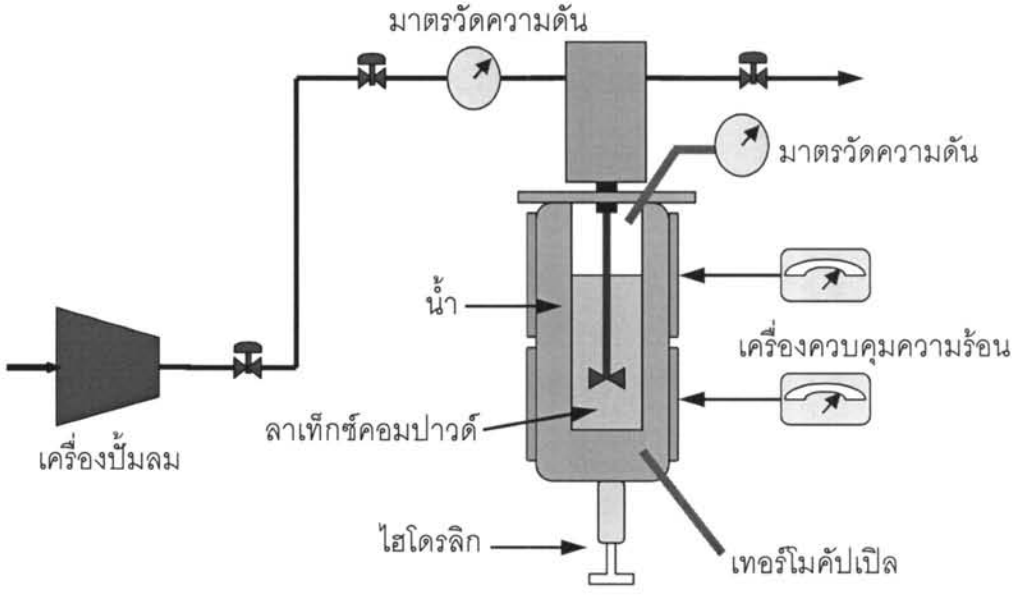
บทที่ 3

เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 เครื่องมือกวนผสมน้ำยาง

1. มอเตอร์กวนที่ใช้แรงลมเป็นตัวควบคุมความเร็วรอบในการกวน
2. ใบกวนสี่แฉกทำจากสแตนเลส สติล (stainless steel)
3. ถังเครื่องปฏิกรณ์ตัวนอกทำจากเหล็กกล้าคาร์บอน (carbon steel) ใส่น้ำลงเป็นตัวถ่ายโอนความร้อนเข้าไปที่เครื่องปฏิกรณ์ตัวใน
4. ถังเครื่องปฏิกรณ์ตัวในเป็นตัวใส่น้ำยางผสมสารเคมีลงไปปั่นกวน
5. ตัวให้ความร้อน 2 ตัว เป็นแจ็คเก็ตหุ้มถังเครื่องปฏิกรณ์ตัวนอก โดยให้ความร้อนผ่านน้ำที่อยู่ที่เครื่องปฏิกรณ์ตัวนอกผ่านเข้าไปที่เครื่องปฏิกรณ์ตัวใน
6. เทอร์โมคัปเปิลเสียบเข้าไปวัดความร้อนในตัวเครื่องปฏิกรณ์ตัวนอก แล้วแสดงผลออกมาเป็นตัวเลขดิจิตอล
7. ไฮโดรลิกสำหรับดันยกเครื่องปฏิกรณ์ให้ไปติดแน่นอยู่ที่มอเตอร์กวน



รูปที่ 3.1 แผนผังชุดอุปกรณ์กวนผสมน้ำยาง

3.1.2 อุปกรณ์บดสารเคมี (Ball Mill) ที่ใช้ในการทำดิสเพอร์ชัน

1. หม้อบดสแตนเลสทรงกระบอกสูง 20 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร
2. ลูกหินบดซึ่งทำจากกระเบื้อง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางต่าง ๆ 0.5 - 3.0 เซนติเมตร
3. รางวางหม้อบดซึ่งต่อกับมอเตอร์ สำหรับหมุนหม้อบดโดยมีความเร็วในการหมุน 53 รอบ/นาที

3.1.3 อุปกรณ์ขึ้นรูปฟิล์มยาง

1. แม่แบบสำหรับขึ้นรูปฟิล์มยาง ทำจากแผ่นกระจกสี่เหลี่ยมขนาด 18x18 เซนติเมตร
2. แม่แบบสำหรับขึ้นรูปฟิล์มยาง ทำจากแผ่นกระจกสี่เหลี่ยมขนาด 15x15 เซนติเมตร
3. ตู้อบใช้ในการอบตัวอย่าง ยี่ห้อ WTB Binder ED-115i

3.1.4 เครื่องชั่งน้ำหนัก

1. เครื่องชั่งหยาบ (ทศนิยมตำแหน่งที่ 2) ยี่ห้อ Sart θ rius
2. เครื่องชั่งละเอียด (ทศนิยมตำแหน่งที่ 4) ยี่ห้อ OHAUS

3.1.5 ชุดอุปกรณ์ทดสอบสภาพการน้ำซึมผ่านได้ของน้ำ

1. ถ้วยแก้ว ถ้วยแก้วปากแบน (รูปที่ 3.2) มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 4.3 – 4.5 เซนติเมตร
2. คลิปหนีบ ใช้สำหรับยึดส่วนของอุปกรณ์แก้วทั้งสอง
3. จาระบี ใช้สำหรับทาบริเวณรอยต่อของอุปกรณ์ทดสอบเพื่อไม่ให้เกิดรอยรั่ว
4. ซิลิกาเจล ใช้สำหรับดูดซึมความชื้นจากไอน้ำ

รูปที่ 3.2 ถ้วยแก้วปากแบนในชุดอุปกรณ์ทดสอบสภาพการซึมผ่านได้ของน้ำ

3.1.6 ชุดทดสอบการยึดติดระหว่างยางกับพื้นผิว (รูปที่ 3.3)

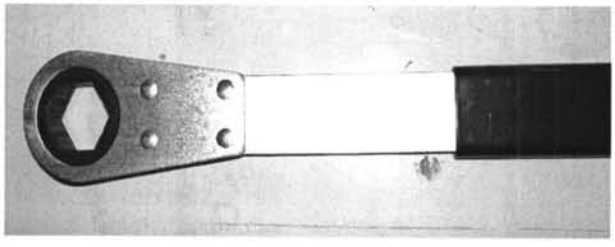
1. ตัวเครื่อง Elcometer 106 ใช้ทดสอบแรงยึดเกาะ โดยมีสเกลบอกขนาดของแรงดึงอยู่ด้านข้าง
2. ดอลลีเป็นรูปทรงคล้ายกรวย ใช้ยึดฟิล์มยาง
3. ตัวตัดดอลลี ใช้ตัดฟิล์มยางรอบๆ ดอลลี
4. ที่ขันนอตที่ตัวเครื่อง เพื่อดึงดอลลีขึ้นให้หลุดออกมาจากพื้นผิว

3.1.7 เครื่องวิเคราะห์สมบัติต่าง ๆ

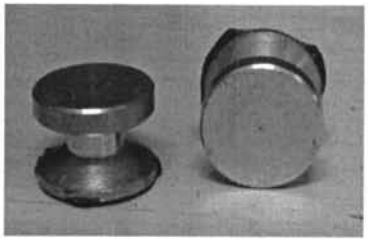
1. เครื่องมือทดสอบการดึงยาง (Tensile Tester) และความสามารถในการยืด เครื่อง UTM ยี่ห้อ LLOYD รุ่น LR5K
2. เครื่องมือทดสอบค่าความแข็ง Durameter Type A

ก)

ข)



ค)



ง)

รูปที่ 3.3 ชุดทดสอบการยึดติดระหว่างยางกับพื้นผิว ก) ตัวเครื่อง Elcometer 106 ข) ตัวตัดดอลลี ค) ที่ขันนอต ง) ดอลลี

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

สารเคมี	ลักษณะ	หน้าที่	ที่มา
น้ำยางข้น 60% DRC	ของเหลวสีขาวขุ่น	เนื้อยาง	บริษัทไทยรับเบอร์แอนลาเท็กซ์จำกัด (องค์ประกอบแสดงในภาคผนวก)
ซัลเฟอร์	ผงสีเหลือง	สารวัลคาไนซ์	บริษัท เบนไมเยอร์ เคมีคอล จำกัด
เตตระเมทิลไทยูแรมไดซัลไฟด์ (TMTD)	เป็นเม็ดสีขาวครีม	สารวัลคาไนซ์ที่ให้ซัลเฟอร์	บริษัท เบนไมเยอร์ เคมีคอล จำกัด (องค์ประกอบแสดงในภาคผนวก)
ซิงค์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต (ZDEC)	ผงสีขาว	ตัวเร่งปฏิกิริยาวัลคาไนซ์	บริษัท เบนไมเยอร์ เคมีคอล จำกัด
ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)	ผงสีขาว	ตัวกระตุ้นปฏิกิริยาวัลคาไนซ์	บริษัท เบนไมเยอร์ เคมีคอล จำกัด
TESPT (Bis-[3-(triethoxysilyl)-propyl]-tetrasulfide)	เป็นของเหลวสีเหลือง	สารประสานคู่ควบไซเลน (Silane Coupling Agent)	บริษัท เบนไมเยอร์ เคมีคอล จำกัด (องค์ประกอบแสดงในภาคผนวก)
โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH)	เป็นเกล็ดสีขาว	สารละลายเบส	UNIVAR Co., Ltd
เบนโตไนต์ เคลย์	ผงสีน้ำตาล	สารป้องกันการเกิดตะกอนแข็ง	เซอร์นิค อินเตอร์-เนชันแนล จำกัด
ซอฟเท็กซ์เอ	เกล็ดสีส้มอ่อน	Cationic Surfactant	กิมฮวด จำกัด
โซเดียมซิลิเกต (กาวแก้ว)	ความเข้มข้น 40% $Na_2O : Si_2O$, (1 : 3)	ช่วยในการยึดเกาะ และเป็นสารเสริมแรง	บริษัท ไลอ้อน จำกัด

3.3 การดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การเตรียมสารเคมีผสมน้ำยาง

สารเคมีที่ใช้สำหรับผสมกับน้ำยางนั้นจะต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของเหลว เพื่อให้สามารถผสมกันได้อย่างดีกับน้ำยาง สำหรับสารเคมีที่เป็นของแข็ง และไม่ละลายน้ำต้องเตรียมอยู่ในรูปของดิสเพอร์ชัน ซึ่งสารที่ใช้ในการทดลองนี้สำหรับเตรียมเป็นดิสเพอร์ชัน ได้แก่ ซัลเฟอร์, ซิงค์ไดเอิลไดไทโอคาร์บาเมต (ZDEC), ซิงออกไซด์ และเตตระเมทิลไทยูแรมไดซัลไฟด์ (TMTD) โดยมีสูตรในการเตรียมสารเคมี ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สูตรการเตรียมดิสเพอร์ชัน

สาร	ส่วนโดยน้ำหนัก
สารเคมี	50
เบนโทไนต์ เคลย์	1
ซอฟเท็กซ์เอ	1
น้ำ	48
รวม	100

แล้วนำสารทั้งหมดมาบดย่อยในหม้อบดสารเคมีก่อนเพื่อให้อนุภาคมีขนาดเล็กลงเพียงพอให้เกิดการวัลคาไนซ์ โดยบดซัลเฟอร์เป็นเวลานาน 72 ชั่วโมง และสารอื่นใช้เวลาในการบด 48 ชั่วโมง

3.3.2 ศึกษาสูตรที่ใช้เตรียมน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระ

1. ศึกษาถึงระบบการเกิดการเชื่อมขวางโมเลกุลพอลิเมอร์ เพื่อใช้ในการผลิตน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระสองระบบ คือ

ก. ระบบการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้ซัลเฟอร์

ข. ระบบการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้เตตระเมทิลไทยูแรมไดซัลไฟด์ (TMTD) ดิสเพอร์ชัน

2. ศึกษาถึงปริมาณซัลเฟอร์ที่ผสมลงไปกับน้ำยางของทั้งสองระบบการเชื่อมขวางโมเลกุล ดังแสดงในตารางที่ 3.3 และ 3.4

ตารางที่ 3.3 สูตรผสมน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระของระบบการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้ซัลเฟอร์

สาร	ปริมาณ (phr)
เนื้อยาง	100
10%โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์	1.0
ซัลเฟอร์	1.0, 1.5, 2.0, 3.0
ZDEC	3.0
ซิงค์ออกไซด์	3.5
ไซเลน (TESPT)	1.0

ตารางที่ 3.4 สูตรผสมน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระระบบการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้เตตระเมทิลไทยูแรมไดซัลไฟด์ (TMTD) ดิสเพอร์ชัน

สาร	ปริมาณ (phr)
เนื้อยาง	100
10%โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์	1.0
ซัลเฟอร์ใน TMTD (ให้ซัลเฟอร์ 13%)	1.0, 1.5, 2.0, 3.0
ZDEC	3.0
ซิงค์ออกไซด์	3.5
ไซเลน (TESPT)	1.0

หมายเหตุ : phr คือ ส่วนต่อเนื้อยาง 100 ส่วน

การผสมน้ำยางกับสารเคมีจะใส่น้ำยางตามลำดับในตาราง โดยผสมน้ำยางกับสารเคมีทีละตัวแล้วกวนผสมจนสารเข้ากันดีกับน้ำยางแล้วจึงเติมสารเคมีตัวถัดมาตามลำดับ จากนั้นจึงนำน้ำยางคอมปาวด์ที่ได้ไปกวนผสมในเครื่องผสม

3.3.3 ศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระ

เพื่อให้เกิดการวัลคาไนซ์อิสระของน้ำยางคอมปาวด์ที่ผสมไว้ตามข้อที่ 3.3.2 ต้องศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมเพื่อให้ได้สมบัติตามที่ต้องการนั้น โดยแปรเปลี่ยนปัจจัยที่เกี่ยวข้อง ดังนี้

1. อุณหภูมิในการวัลคาไนซ์ (Curing Temperature) 30, 40, 50, 60, 70 องศาเซลเซียส
2. เวลาในการทำปฏิกิริยา (Reaction Time) 1, 3, 5 ชั่วโมง

3.3.4 ศึกษาการออกแบบการทดลองปัจจัยที่มีผลต่อค่าความต้านทานแรงดึงของฟิล์มยางวัลคาไนซ์อิสระของระบบการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้ซัลเฟอร์

เพื่อศึกษาหาตัวแปรที่เหมาะสม และมีผลต่อค่าความต้านทานแรงดึงของฟิล์มยางที่ได้จากน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระ จึงออกแบบการทดลองเป็นแบบแฟกทอเรียล โดยจะผลิตน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระแล้วขึ้นรูปเป็นฟิล์มยางที่สูตรและภาวะต่างๆ กัน ตัวแปรที่ทำการศึกษา 3 ตัว คือ ปริมาณของซัลเฟอร์ อุณหภูมิในการวัลคาไนซ์ และเวลาในการทำปฏิกิริยา โดยค่าแต่ละตัวแปรมี 2 ระดับ ระดับของตัวแปรแสดงดังตารางที่ 3.5 จำนวนการทดลองคือ 2^3 การทดลอง จึงรวมเป็น 8 การทดลอง โดยภาวะที่ต้องทำการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.5 ตัวแปรและระดับของตัวแปรที่ทำการศึกษา

สัญลักษณ์	ตัวแปร	หน่วย	ระดับต่ำ(-)	ระดับสูง(+)
A	ปริมาณของซัลเฟอร์	phr	1.0	3.0
B	อุณหภูมิในการวัลคาไนซ์	องศาเซลเซียส	30	70
C	เวลาในการทำปฏิกิริยา	ชั่วโมง	1	5

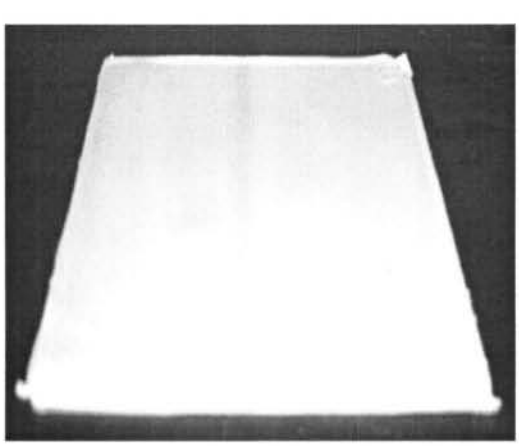
ตารางที่ 3.6 ภาวะการทดลองทั้งหมดที่ต้องทำการทดลอง

การทดลองที่	ปริมาณของซัลเฟอร์ (phr)	อุณหภูมิในการวัลคาไนซ์ (องศาเซลเซียส)	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชั่วโมง)
1	1.0	30	1
2	1.0	30	5
3	1.0	70	1
4	1.0	70	5
5	3.0	30	1
6	3.0	30	5
7	3.0	70	1
8	3.0	70	5

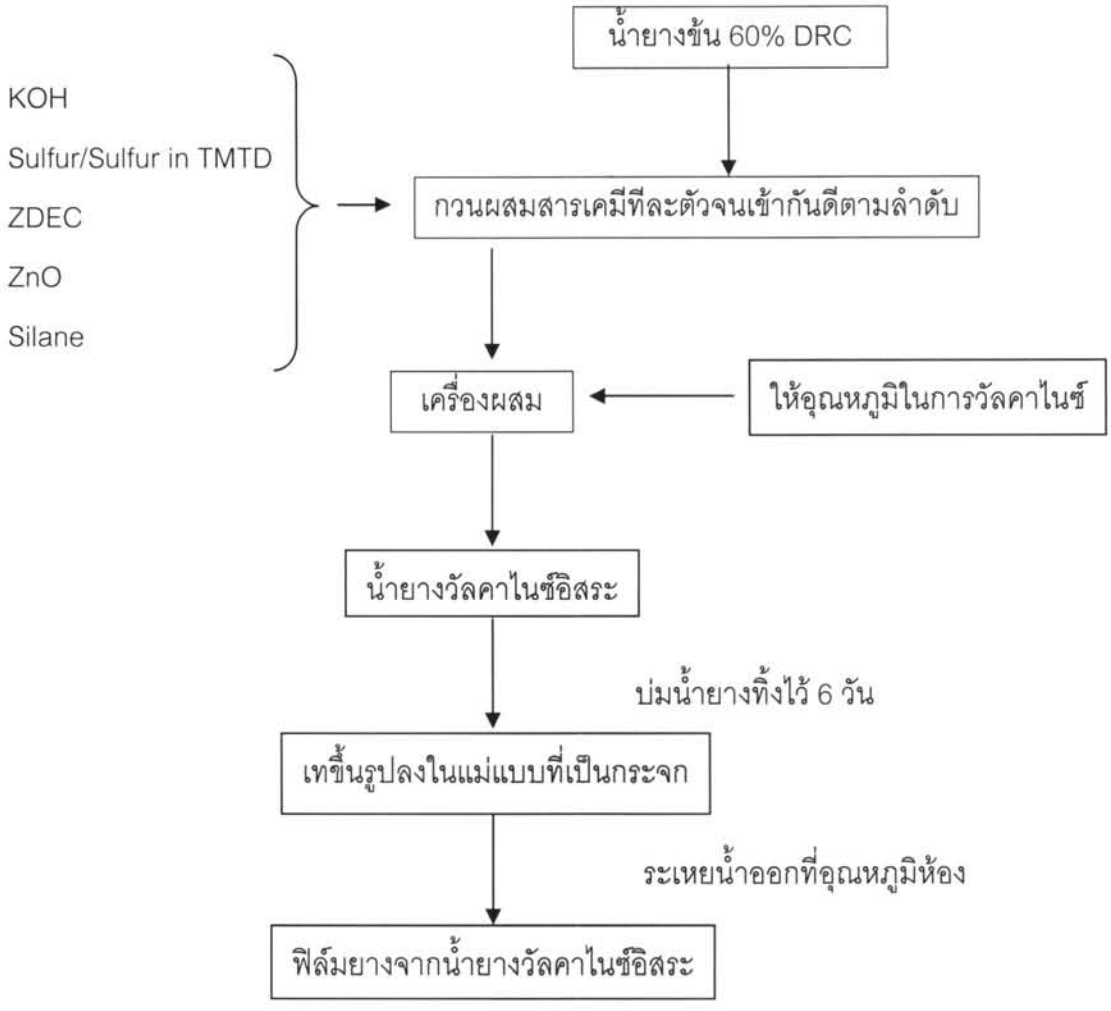
3.3.5 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มจากน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระ

น้ำยางวัลคาไนซ์อิสระที่ได้นั้นต้องทำการบ่มน้ำยางเป็นเวลา 6 วัน เพื่อให้เกิดการเชื่อมขวางโมเลกุล โดยเกิดการสร้างพันธะเคมีของซัลเฟอร์กับโมเลกุลยางให้ได้มากที่สุด จากนั้นก็นำมาขึ้นรูปเป็นฟิล์มโดยการเทน้ำยางลงบนแม่แบบที่เป็นกระจกขนาด 18x18 เซนติเมตร และขนาด 15x15 เซนติเมตร แล้วทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องประมาณ 1 วัน แล้วลอกแผ่นฟิล์มยางออกจากแม่แบบ (รูปที่ 3.4 และ 3.5) ซึ่งลำดับขั้นตอนการเตรียมตั้งแต่ขั้นแรกจนได้ฟิล์มยางสรุปไว้ดังรูปที่ 3.6

รูปที่ 3.4 การขึ้นรูปน้ำยางบนแม่แบบกระจก



รูปที่ 3.5 แผ่นฟิล์มยางที่ลอกออกจากแม่แบบ



รูปที่ 3.6 การเตรียมน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระเพื่อใช้สำหรับผลิตเป็นฟิล์มยาง

3.3.6 ทดสอบสมบัติของฟิล์มยางที่ได้

1. การทดสอบการบวม (Swelling)

1.1 เตรียมน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระเป็นแผ่นฟิล์ม อบให้แห้ง

1.2 ตัดฟิล์มยางเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสเล็กๆ ขนาด 1.3x1.3 เซนติเมตร

1.3 นำฟิล์มยางไปแช่ในโทลูอีนเป็นเวลา 30 นาที

1.4 ภายหลังการแช่ยางในตัวทำละลายแล้ว จึงวัดเส้นผ่าศูนย์กลางที่เปลี่ยนแปลงไป

1.5 ทำซ้ำเพื่อประเมินหาสถานะของการคงรูป

1.6 คำนวณหาร้อยละการบวม (%Swelling)

$$\text{ร้อยละการบวม} = \frac{d_1 - d_0}{d_0} * 100$$

เมื่อ d_1 คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของยางที่ผ่านการแช่โทลูอีนเป็นเวลา 30 นาที

d_2 คือ เส้นผ่านศูนย์กลางเริ่มต้นของยาง เท่ากับ 1.3 เซนติเมตร

โดยทั่วไปแล้วร้อยละการบวมของยางควรมีค่าต่ำกว่าหรือเท่ากับ 80 ซึ่งนับว่าเกิดการวัลคาไนซ์ที่สมบูรณ์

2. การทดสอบหาความต้านทานแรงดึง (Tensile Strength) และความยืดเมื่อขาด (Elongation at break)

2.1 นำฟิล์มยางที่ได้มาตัดด้วยเครื่องตัดยางเป็นรูปดัมเบลล์ 5 ตัวอย่าง

2.2 วัดความหนาสามจุดที่กึ่งกลางรูปดัมเบลล์ และที่ระยะห่างซ้ายขวา 1.25 เซนติเมตร จากจุดกึ่งกลางโดยใช้ไมโครมิเตอร์ แล้วหาค่าเฉลี่ย

2.3 ปลายของชิ้นทดสอบถูกจับกับที่จับของเครื่องทดสอบ Universal testing machine LLOYD LR 5K

2.4 ชิ้นทดสอบถูกดึงที่อัตราเร็ว 500 ± 50 มิลลิเมตรต่อนาทีจนชิ้นยางขาด ค่าความต้านทานแรงดึง และความยืดเมื่อขาดถูกบันทึกโดยเครื่อง

3. การทดสอบสภาพให้น้ำซึมผ่านได้ของฟิล์มยาง

3.1 วัดความหนาเฉลี่ยของแผ่นฟิล์ม

3.2 ใส่ซิลิกาเจลประมาณ 10 กรัม ที่ส่วนบนของอุปกรณ์ ส่วนล่างใส่น้ำประมาณ 3 ส่วน 4 ของความสูงอุปกรณ์ส่วนล่าง

3.3 วางแผ่นฟิล์มยางตรงกลางระหว่างอุปกรณ์ส่วนบนและส่วนล่าง ให้ประกบเข้าด้วยกัน

3.4 ยึดส่วนประกอบทั้งสองส่วนด้วยคลิป พร้อมกับทาจาระบีบริเวณรอยต่อของอุปกรณ์ทดสอบเพื่อไม่ให้เกิดรอยรั่ว

3.5 ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 5 วัน

3.6 นำซิลิกาเจลไปชั่งหาน้ำหนักที่เพิ่มขึ้น

3.3.7 ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อค่าการยึดติดระหว่างพื้นผิวกับฟิล์มยาง

เตรียมน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระที่ระบบการเชื่อมขวางโมเลกุลโดยใช้ TMTD ดิสเพอร์ชัน โดยใช้ปริมาณซัลเฟอร์ใน TMTD 1.5 phr อุณหภูมิในการวัลคาไนซ์ 50 องศาเซลเซียส เวลาในการทำปฏิกิริยา 1 ชั่วโมง

1. ศึกษาผลของปริมาณไซเลนที่เติมลงไปในน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระ แสดงในตารางที่ 3.7
2. ศึกษาผลของปริมาณโซเดียมซิลิเกตที่เติมลงไปในน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระ แสดงในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.7 สัดส่วนของปริมาณไซเลนและโซเดียมซิลิเกต เพื่อศึกษาผลของไซเลน

ปริมาณไซเลน (phr)	0	0	1	2	3	4	5
ปริมาณโซเดียมซิลิเกต (phr)	0	5	5	5	5	5	5

ตารางที่ 3.8 สัดส่วนของปริมาณไซเลนและโซเดียมซิลิเกต เพื่อศึกษาผลของโซเดียมซิลิเกต

ปริมาณไซเลน (phr)	0	0	1	1	1	1
ปริมาณโซเดียมซิลิเกต (phr)	0	5	5	10	15	20

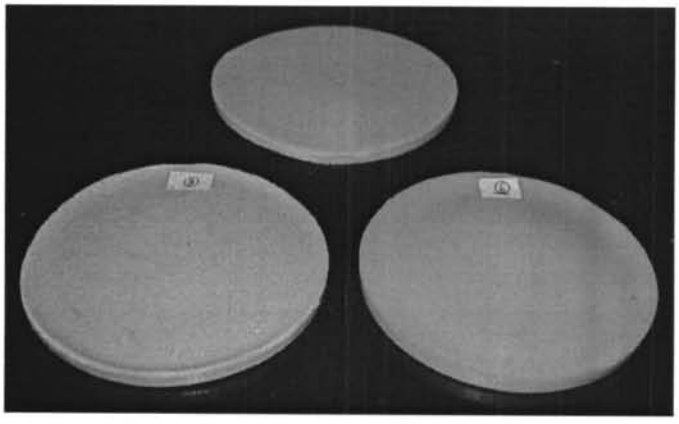
3. วิธีทดสอบการยึดติดระหว่างพื้นผิวกับฟิล์มยาง
   3.1 เตรียมพื้นผิวที่จะใช้ทดสอบแรงยึดเกาะระหว่างพื้นผิวกับฟิล์มยาง ได้แก่ พื้นยางมะตอย พื้นปูนซีเมนต์ อิฐบล็อก และอิฐมอญ
   3.2 เช็ดพื้นผิวให้สะอาด แล้วเทน้ำยางวัลคาไนซ์อิสระลงไปที่พื้นผิวต่างๆ ประมาณ 3 กรัม ให้เป็นวงกลมเล็กๆ เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2 เซนติเมตร
   3.3 ทิ้งให้น้ำยางวัลคาไนซ์อิสระยึดติดกับพื้นผิวต่างๆ จนแห้ง จากนั้นทำความสะอาดโดยเช็ดเอาฝุ่นและคราบไขมันออก โดยใช้ตัวทำละลาย เช่น อะซีโตน หรือแอลกอฮอล์
   3.4 ผสมสารที่ใช้ยึดตัวดอลลีกับฟิล์มยางเพียงเล็กน้อยสัดส่วนที่เท่ากัน แล้วทาลงบนตัวดอลลี
   3.5 วางดอลลลีลงบนพื้นผิวฟิล์มยางที่ใช้ทดสอบ และให้ความดันเพื่อกดให้เกิดการยึดเกาะกับฟิล์มยาง
   3.6 ตัดพื้นฟิล์มยางรอบๆ ดอลลีอย่างระมัดระวัง โดยใช้ ตัวตัดดอลลี เพื่อให้ฟิล์มยางรอบๆ ดอลลีหลุดออกจากกัน
   3.7 ขันนอตของเครื่อง Elcometer 106 ให้หย่อนลงมาเพื่อใส่ดอลลีเข้ามาที่เครื่อง แล้วเซตเข็มชี้บนเครื่องมือมาที่สเกลศูนย์ "(0)"

3.8 จับตัวเครื่อง Elcometer 106 อย่างมั่นคงเพื่อป้องกันการเคลื่อนที่ของตัวเครื่อง จากนั้นใช้มืออีกข้างหนึ่งหมุนนอตที่ตัวเครื่องตามเข็มนาฬิกาอย่างช้าๆ เป็นแรงดึง จนกระทั่งเกิดตัวดอลลีกับฟิล์มยางหลุดออกจากพื้นผิว

3.9 อ่านค่าแรงดึงที่ตำแหน่งที่เข็มชี้บนเครื่องลากมาถึง เป็นค่าแรงยึดเกาะระหว่างพื้นผิวกับฟิล์มยางที่ได้

3.10 ทำการทดลองซ้ำอีก

3.3.8 การทดสอบค่าความแข็งด้วยเครื่อง Durometer ของตัวอย่างในข้อ 3.3.7



รูปที่ 3.7 แผ่นยางที่ใช้ทดสอบความแข็ง