

## บทที่ 3

### วัสดุอุปกรณ์และการดำเนินงานวิจัย

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 น้ำยางข้น (Concentrated latex) น้ำยางข้นมาจากภาคใต้ของบริษัท  
จะนะ ลาเท็กซ์ จำกัด
- 3.1.2 สารเคมี
  - methyl methacrylate (MMA)
  - oleic acid
  - benzene
  - petroleum ether
  - methanol (MeOH)
  - carbon tetrachloride (CCl<sub>4</sub>)
- 3.1.3 สารป้องกันยางเสื่อม
  - Vulkanox MB (2-Mercapto-benzimidazole)

#### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 3.2.1 Magnetic stirrer
- 3.2.2 แผ่นแก้วมีขอบขนาด 15 x 15 cm
- 3.2.3 บีกเกอร์ขนาดต่าง ๆ
- 3.2.4 sieve ขนาด 250 เมช
- 3.2.5 Nylon thin film FWT-60-00 Dosimeter
- 3.2.6 ชั้นสำหรับตั้งน้ำยางฉายรังสี

- 3.2.7 เครื่องฉายรังสีแบบมีระบบขนส่งอัตโนมัติ IS-8900
- 3.2.8 เครื่องทดสอบแรงดึงของบริษัท INSTRON
- 3.2.9 เครื่องตัดแผ่นฟิล์มยาง
- 3.2.10 ตู้อบ
- 3.2.11 เครื่องชั่งละเอียด
- 3.2.12 Dessicator
- 3.2.13 เครื่อง FT-IR chromatogram (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer)
- 3.2.14 เครื่อง DTA (Differential Thermal Analyzer)
- 3.2.15 เครื่องหา melting point แบบ glass block
- 3.2.16 เครื่อง Hardness Tester
- 3.2.17 Hot press
- 3.2.18 Two-roll-mill
- 3.2.19 เครื่องควบคุมแหล่งกำเนิดรังสี และการเคลื่อนที่เข้าไปฉายรังสีของตัวฉายรังสี
- 3.2.20 เครื่องวัดความหนา ชนิดไมโครมิเตอร์

### 3.3 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย

#### 3.3.1 ทาเงื่อนไขของปริมาณรังสีที่เหมาะสมของน้ำยาง

##### 3.3.1.1 การเตรียมน้ำยางก่อนฉายรังสี

ใช้ส่วนผสมดังต่อไปนี้ สำหรับการเตรียมกราฟต์โคโพลิเมอร์ของ

ยางธรรมชาติ

	กรัม
- น้ำยางชั้น 60 %	100 (นน.แห้ง)
- เจือจางด้วย 1 % แอมโมเนียเป็น 40 % DRC	
MMA	20-60
CCl <sub>4</sub>	2-5
oleic acid 1% of solution	

หมายเหตุ : ใช้ MMA ผสมกับ  $\text{CCl}_4$  และ oleic acid ก่อนแล้วจึงค่อย ๆ เติมน้ำยาง  
วิธีเตรียม

ก. กรองน้ำยางชั้นที่มีคุณสมบัติตามมาตรฐาน  
ISO-2004-1979(E) ด้วย sieve ขนาด 250 เมช ลงในบีกเกอร์ วางบีกเกอร์บน magnetic  
stirrer

ข. ใส่ magnetic bar กวนน้ำยางตลอดเวลา

ค. เติมน้ำละลาย 1 %  $\text{NH}_3$

ง. ค่อยเติมน้ำยางไวปฏิกิริยา ลงทีละน้อยและกวนต่ออีก 1 ชั่วโมง

### 3.3.1.2 การฉายรังสีน้ำยางหลังผสมสารไวปฏิกิริยา

ก. นำน้ำยางที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.1.1 มา 90 กรัมบรรจุ  
ลงในขวดขนาด 4 ออนซ์

ข. ติด Dosimeter ไว้ที่ผิวขวด

ค. คำนวณเวลาฉายรังสีให้ได้ปริมาณรังสี 1.5-6 kGy

### 3.3.1.3 การทำ partial vulcanized น้ำยางก่อนทำการกราฟต์

โคโพลิเมอร์

ก. วิธีเตรียม

	กรัม
- น้ำยาง 60% DRC	100 (นน.แห้ง)
เจือจางด้วย 1% แอมโมเนียเป็น 40% DRC	
- ผสม n-BA	5
ทำการฉายรังสีให้ได้ปริมาณรังสี 2, 5, 8, 15 kGy แล้วนำมาทำการกราฟต์โคโพลิเมอร์ด้วย	
- MMA	50
- $\text{CCl}_4$	5
- oleic acid	0.5

แล้วทำการฉายรังสีให้ได้ปริมาณรังสี 2-5 kGy

3.3.1.4 การเติมสารป้องกันยางเสื่อม ลงในน้ำยางชั้นวัลคาไนซ์ด้วยรังสีแล้ว

ก. แบ่งน้ำยางมา 40 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ปิดด้วย plastic foil ใส่ magnetic bar

ข. เติมสารป้องกันยางเสื่อมลงไป 1 phr เติมน้ำกลั่นอีกประมาณ 5 ml กวนต่ออีก 1 ชั่วโมง

3.3.1.5 การเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ

ก. ทำเป็น flake โดยการนำ acetone เทลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml แบ่งน้ำยางจากการฉายรังสีแล้วมาประมาณ 40 g ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 ml ค่อย ๆ เทน้ำยางจากบีกเกอร์ใบที่ 2 ลงในบีกเกอร์ที่มี acetone อยู่ที่ละน้อยใช้ stirring rod คนไปด้วย จนน้ำยางหมด แล้วจึงเทสารละลาย acetone ออกให้หมด นำน้ำยางไปอบที่อุณหภูมิ  $70^{\circ}\text{C}$  จนแห้งสนิท

ข. ทำเป็นแผ่นฟิล์มยาง โดยการนำน้ำยางที่แบ่งไว้ตามข้อ

3.3.1.3 กวนด้วยแท่งแก้วให้เท่ากัน และเทผ่าน sieve ขนาด 250 เมช ลงบนแผ่นกระดาษมีขอบขนาด 15x15 ซม. ที่ปรับระดับให้ได้ระนาบแล้ว ดังแสดงในรูปที่ 4.16 ทิ้งแผ่นฟิล์มยางไว้ให้แห้งจนใส ลักษณะของแผ่นฟิล์มที่แห้งแล้วดังแสดงในรูปที่ 4.17

3.3.2 ทดสอบคุณสมบัติของกราฟต์โคโพลิเมอร์ที่ได้

3.3.2.1 การทดสอบความต้านแรงดึง (Tensile Strength), โมดูลัส (Modulus) และความยืดขาด (Elongation at break) ของแผ่นยางโดยเครื่องดึงของบริษัท Instron ลักษณะของเครื่องดังแสดงในรูปที่ 3.8

ก. การเตรียมชิ้นทดสอบ

- นำแผ่นฟิล์มยางมา masticate ใน two-roll-mill (รูปที่ 3.5) เป็นเวลาประมาณ 10 นาที

- นำไปอัดเป็นแผ่นใน mold ทหนา 1 mm ที่อุณหภูมิ  $170^{\circ}\text{C}$  โดยเครื่อง hot press (รูปที่ 3.6 และ รูปที่ 3.7) เป็นเวลา 7 นาที ลักษณะของกราฟต์โคโพลิเมอร์ที่ masticate และทำ hot press แล้วดังแสดงในรูปที่ 4.22

- ตัดตัวอย่างแผ่นฟิล์มยาง โดยใช้ขนาดของ ASTM die C ทำเป็นชิ้นทดสอบรูปดัมเบล (dumbell) จำนวน 3 ชิ้น เพื่อนำไปทดสอบความต้านแรงดึง
- ทำเครื่องหมายด้วยเครื่องทำเครื่องหมาย (bench mark) บนส่วนแคบของดัมเบล โดยมีความยาวพิกัดเป็น 250 + 0.1 มิลลิเมตร
- วัดความหนาของชิ้นทดสอบรูปดัมเบลด้วยเครื่องวัดชนิดไมโครมิเตอร์ (micrometer) 3 จุด บันทึกค่ากลางไว้

ข. วิธีทดสอบ

- จับชิ้นยางด้วยหัวจับให้แน่น เพื่อไม่ให้เกิดการบิดใน

ระหว่างทดสอบ

- ดึงชิ้นทดสอบด้วยความเร็ว 500 มิลลิเมตรต่อนาที

จนชิ้นทดสอบขาด

การทดสอบคุณภาพของยางเป็นไปตามมาตรฐานของ

ISO-2004-1979(E)

คุณสมบัติความต้านทานแรงดึง ทำได้โดยบันทึกแรงดึงขณะเมื่อแผ่นยางทดสอบถูกดึงจนขาด นำค่าที่ได้มาคำนวณหาความต้านแรงดึงจากสูตร

$$\text{Tensile strength} = F/A \dots\dots\dots(1)$$

F คือ แรงสูงสุด เมื่อยางถูกดึงจนขาด หน่วยเป็นกิโลกรัม

A คือ พื้นที่ตัดขวางของแผ่นยางทดสอบ หน่วยเป็นตารางเซนติเมตร

ค่า tensile strength ที่ได้มีหน่วยเป็น kg/cm<sup>2</sup> ในหน่วย SI มักใช้ tensile strength เป็นเมกะปาสคาล (MPa) โดยที่ 1 MPa = 10.197 kg/cm<sup>2</sup>

คุณสมบัติโมดูลัส (Modulus) ของยาง หมายถึง ความเครียด (stress) ของยางที่ยืดออก ค่าโมดูลัสหาได้โดยการบันทึกแรงดึงขณะเมื่อแผ่นยางถูกดึงให้ยืดออก โดยมีค่าความยืด (elongation) ที่ 100%, 200% เป็นต้น

ค่าองศาความยืด (elongation) สามารถคำนวณได้จาก

$$\text{Elongation}(\%) = \frac{100 \times (L-L_0)}{L_0} \dots\dots\dots(2)$$

โดยที่ L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนยางเมื่อยืด

L<sub>0</sub> = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนยางขณะที่ยังไม่ได้ทำการยืด

คุณสมบัติความยืดขาด (Elongation at break) หมายถึง ความยืดของยางในขณะที่ขาด ค่าความยืดขาดคำนวณโดยใช้ค่า  $L$  ในสมการที่ (2) เท่ากับระยะทางระหว่างขีดในขณะที่ยางขาดพอดี

### 3.3.2.2 ทดสอบหาจุดหลอมเหลว

ก. วิธี **blass block** ทำโดยตัดแท่งทองเหลืองเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด  $6 \times 6 \text{ cm}^2$  หนา  $2.5 \text{ cm}^2$  แล้วเจาะรูตรงกึ่งกลางด้านข้างลึกเข้าไปประมาณ  $3 \text{ cm}$  ให้พอดีกับขนาดของเทอร์โมมิเตอร์ที่ต้องเสียบเข้าไปเพื่อวัดอุณหภูมิ นำตัวอย่างตัดเป็นชิ้นบางๆ วางบนแท่งทองเหลือง แล้วให้ความร้อนจนกระทั่งชิ้นตัวอย่างหลอมตัว อ่านค่าที่ได้จากเทอร์โมมิเตอร์

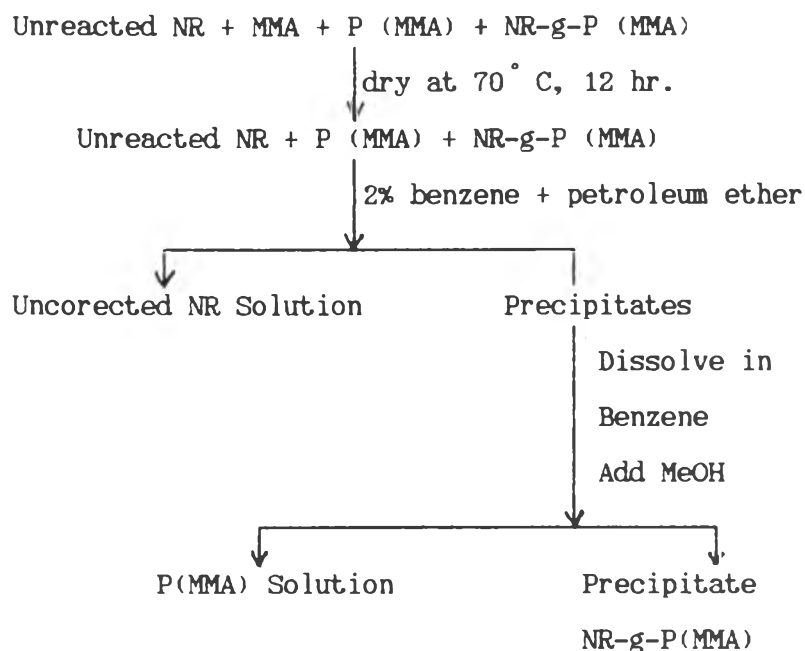
ข. วิธี **DTA (Differential Thermal Analyzer)** นำตัวอย่างมาใส่ **aluminium pan** ปิดฝาแล้วอัดให้ติดกัน นำ **aluminium pan** อีกอันหนึ่งใส่ **alumina** ปิดฝาแล้วอัดให้ติดกันเพื่อเป็น **reference** นำ **aluminium pan** ทั้งสองอันไปเผาที่อุณหภูมิ  $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  แล้วดูผลต่างของอุณหภูมิของตัวอย่างและ **reference** ถ้าอุณหภูมิของตัวอย่างต่ำกว่าจะติดลบ ซึ่งจะได้เป็น **endothermic** และ **peak** ที่ปรากฏคือ **melting point**

3.3.2.3 ทดสอบหา **Hardness (Shore A)** ค่าความแข็งคือ ค่าน้ำหนักหรือแรงที่ใช้กดลูกปืนให้จมลงไปใ้ในเนื้อยาง แล้วจึงอ่านค่าที่ได้

3.3.2.4 ทดสอบหา **FT-IR (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer)** Modle 1760x PERKIN ELMER นำตัวอย่างมาผสมกับ **KBr** โดยใช้อัตราส่วนของตัวอย่างประมาณ  $1\% - 3\%$  บดตัวอย่างกับ **KBr** ให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกันมาอัดให้เป็นแผ่นโดยใช้เครื่องอัดตัวอย่าง เมื่อได้เป็น **pellet** แล้วใส่ลงใน **sample holder** แล้วจึงนำไปหา **spectrum**

### 3.3.2.5 หาเปอร์เซ็นต์การกราฟของเงื่อนไซที่ได้

ก. การเตรียมชิ้นทดสอบ โดยการชั่ง flake ที่ได้มา 2 g  
แล้วนำมาทำตามขั้นตอนต่อไปนี้



Degree of Grafting = percent increase in weight

$$= \frac{(W_g - W_o)}{W_o} \times 100 \%$$

$W_g$  = weight of NR-g-P (MMA)

$W_o$  = weight of NR (neglecting unreacted NR)

Grafting efficiency =  $\frac{(W_g - W_o)}{(W_g - W_o) + P} \times 100 \%$

$P$  = weight of P(MMA)

$$\text{Percent Conversion} = \frac{\text{weight of TSC}_b - \text{weight of TSC}_a}{\text{weight of TSC}_b} \times 100 \%$$

TSC = Total Solid Content

b = before polymerized

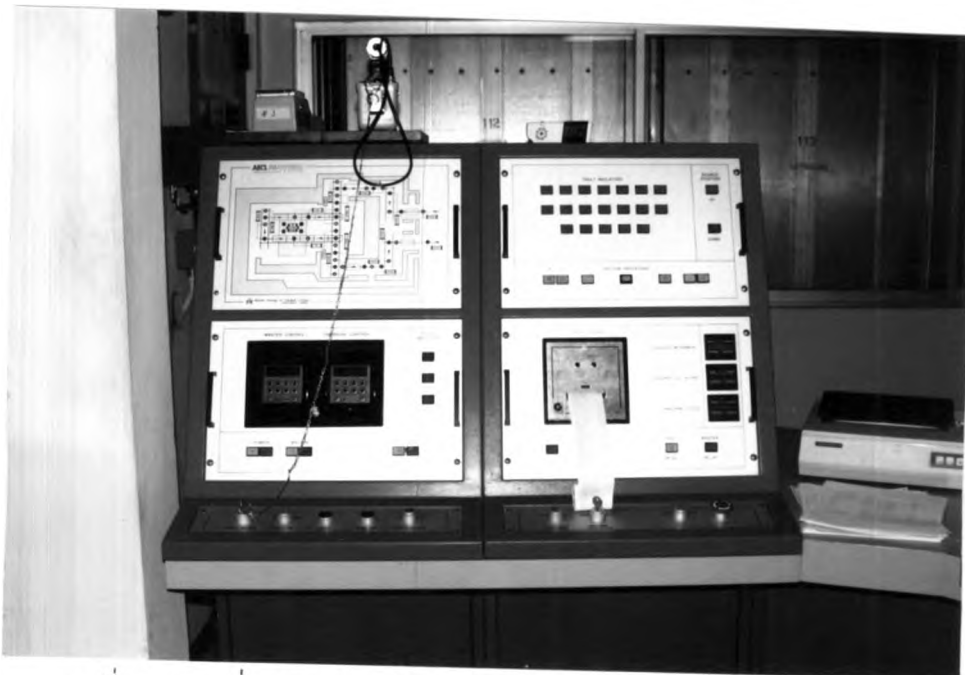
a = after polymerized



# Cobalt-60 Sources



รูปที่ 3.1 แผงแหล่งกำเนิดรังสี โคบอลต์-60 ขณะเก็บไว้ใต้ดิน



รูปที่ 3.2 เครื่องควบคุมแหล่งกำเนิดรังสี และการเคลื่อนที่เข้าไปฉายรังสีของตัวฉายรังสี



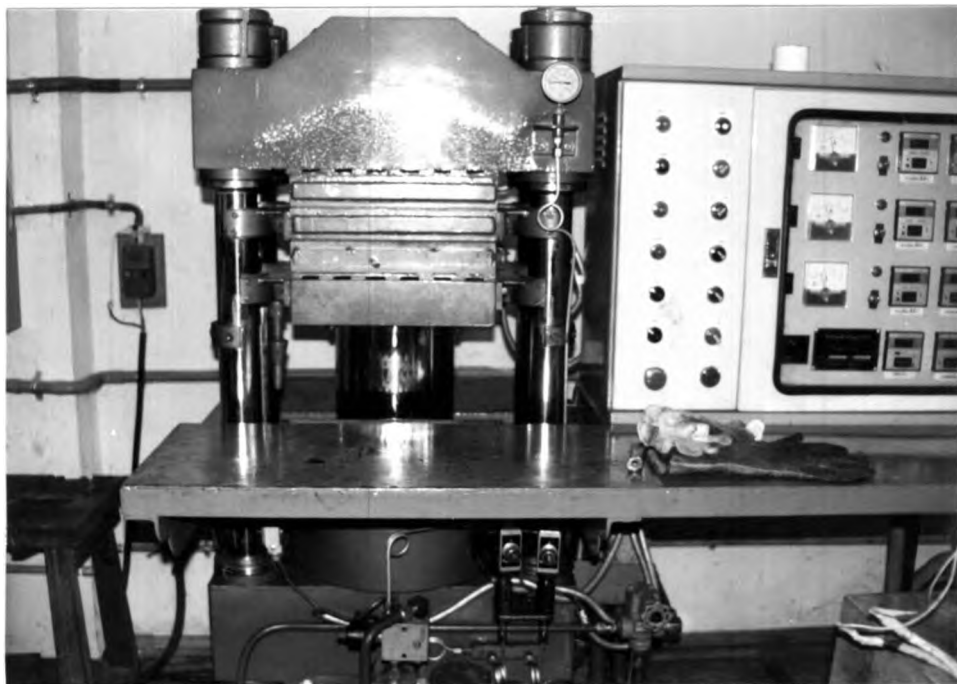
รูปที่ 3.3 Nylon thin film FWT-60-00 Dosimeter



รูปที่ 3.4 ชั้นสำหรับตั้งน้ำยาฉายรังสีก่อนนำไปวางไว้ในห้องฉายรังสี

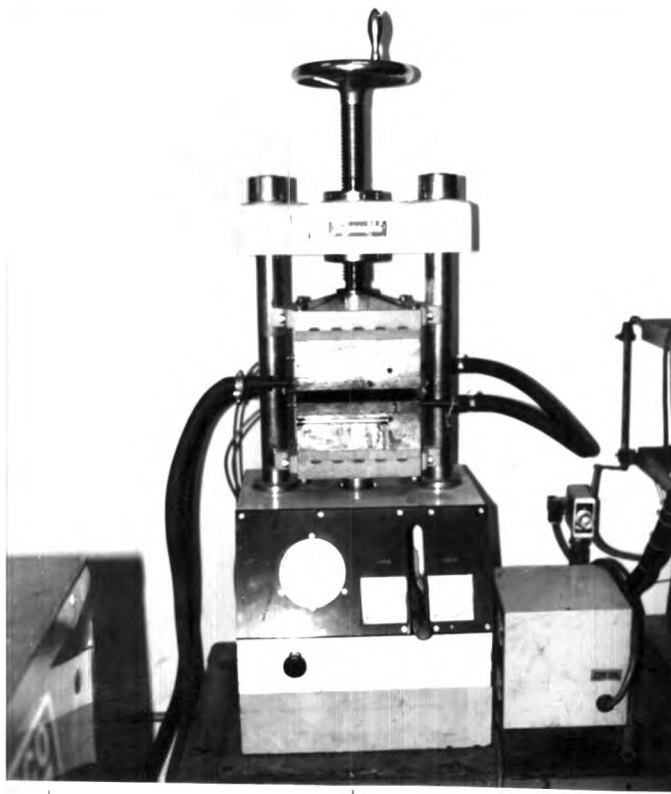


រូបភាព 3.5 Two roll mill

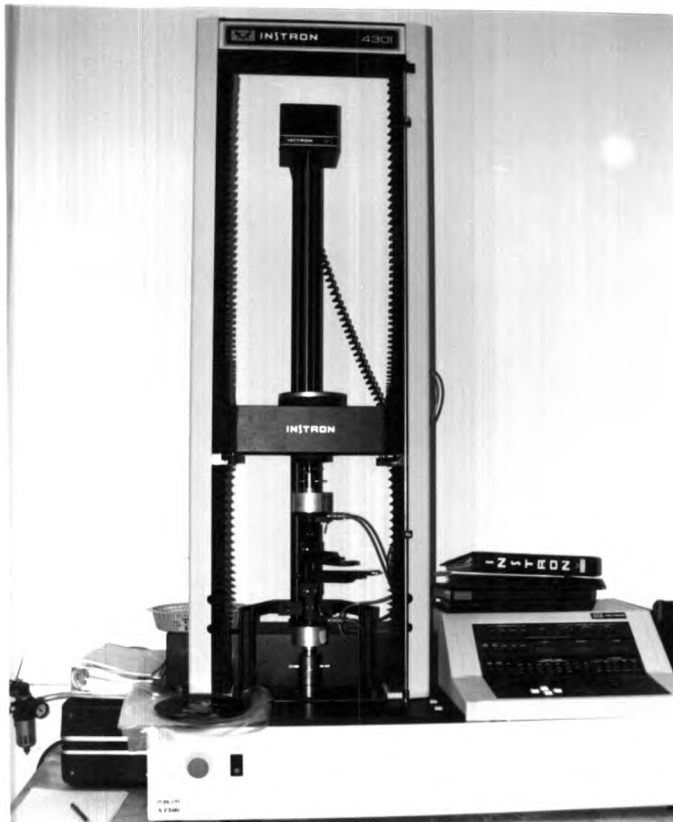


រូបភាព 3.6 Hot press





รูปที่ 3.7 Hot press ชนิดที่สามารถ cool ได้



รูปที่ 3.8 เครื่องดึงหาค่า Tensile strength



รูปที่ 3.9 เครื่องวัด Hardness (shore A)