



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ ยางธรรมชาติเบลนด์กับยางอีพีดีเอ็มเพื่อการใช้งานที่ทนทานต่อสภาพแวดล้อมและไม่ตกสี
(Natural Rubber and EPDM Blends for Non-Staining and Weathering Resistant Applications)

โดย ผศ.ดร.กรรณิกา สง่าโร และคณะ

28 สิงหาคม พ.ศ. 2551

ลักษณ์เลขที่ MRG4980043

รายงานวิจัยสนับสนุนร&พ

โครงการ ยางธรรมชาติเบลนด์กับยางอีพีดีเอ็มเพื่อการใช้งานที่ทนทานต่อสภาพแวดล้อมและไม่ตกสี
(Natural Rubber and EPDM Blends for Non-Staining and Weathering Resistant Applications)

คณะผู้วิจัย

- ผศ.ดร.กรรณิกา สาหะโร
- รศ.ดร.เจริญ นาคสวรรค์

สังกัด

- มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย ยกเว้น ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ MRG4980043

ชื่อโครงการ ยางธรรมชาติเบلنด์กับยางอีพีดีเอ็มเพื่อการใช้งานที่ทนทานต่อสภาพแวดล้อมและไม่ตกสี
ชื่อนักวิจัย และสถาบัน

ผศ.ดร.กรรณิกา สาหะโร

ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี อำเภอเมือง จังหวัดปัตตานี 94000

E-mail Address: skannika@bunga.pn.psu.ac.th

ระยะเวลาโครงการ 2 ปี 2 เดือน (กรกฎาคม 2549 ถึง สิงหาคม 2551)

ยางธรรมชาติ (NR) มืออัตราการวัลคลาインซ์เร็วกว่ายางอีพีดีเอ็ม (EPDM) หากทำให้เกิดความไม่เข้ากัน ยางเบلنด์ NR/EPDM แบบทั่วไปที่ใช้สารตัวเร่งต่างชนิดกันมีลักษณะการวัลคลาインซ์และสมบัติการตึงแตกต่างกัน การใช้สารตัวเร่ง CBS และ TBBS ให้ค่าเวลาการแปรรูป เวลาการวัลคลาインซ์ แรงบิดที่เพิ่มขึ้นและโมดูลสูงมากกว่า แต่มีระยะยืดจนขาดต่ำกว่าการใช้สารตัวเร่ง MBT และ MBTS โดยการใช้ TBBS ให้ยางที่มีความทนทานต่อแรงดึงสูงกว่าการใช้ MBTS, MBT และ CBS ตามลำดับ การเบلنด์แบบมาสเตอร์แบทโดยใส่สารวัลคลาインซ์ทั้งหมดในยางอีพีดีเอ็มก่อนเบلنด์กับยางธรรมชาติทำให้ยางมีค่าโมดูลสูงลดลงแต่มีความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดสูงกว่ายางเบلنด์แบบทั่วไป และการใช้เทคนิคการเบلنด์แบบบรีแอกท์ฟทำให้สมบัติของยางเบلنด์ที่เพิ่มขึ้นอึดซึ่งทำได้โดยให้ความร้อนกับยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ประกอบด้วยสารวัลคลาインซ์ทั้งหมดเป็นระยะเวลาเหมาะสมสมก่อนที่จะเบلنด์กับยางธรรมชาติซึ่งเวลาให้ความร้อนเท่ากับ T_{g1}-1.5 นาที ให้ยางเบلنด์ที่มีความทนทานต่อแรงดึงสูงสุด ยางเบلنด์แบบบรีแอกท์ฟที่สัดส่วนเบلنด์ 70/30 มีความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดสูงกว่ายางเบلنด์แบบทั่วไปในทุกชนิดสารตัวเร่งที่ใช้และการใช้สัดส่วนเบلنด์ 50/50 โดยใช้ TBBS ทำให้เห็นผลการปรับปรุงสมบัติการตึงที่เด่นชัดมาก ในสูตรยางที่ใส่เข้มข้น N-550 ให้ผลเช่นเดียวกันแต่มีการเพิ่มขึ้นของสมบัติเด่นชัดกว่ากรณีที่ไม่ใส่เข้มข้น ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของยางเบلنด์โดยใช้เทคนิค SEM พบว่ายางเบلنด์แบบบรีแอกท์ฟมีลักษณะพื้นผิวของยางที่ขาดจากการตึงค่อนข้างเรียบไกล์เคียงกับลักษณะพื้นผิวของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มซึ่งแตกต่างจากยางเบلنด์แบบทั่วไป บ่งชี้ว่ายางเบلنด์แบบบรีแอกท์ฟมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่าหรือยางทั้งสองชนิดเข้ากันได้มากกว่า การเพิ่มสัดส่วนของยางอีพีดีเอ็มในยางเบلنด์ทำให้อัตราการวัลคลาインซ์ การเพิ่มขึ้นของแรงบิด ความทนทานต่อแรงดึงและความทนทานต่อการหักของยางเบلنด์ลดลงในขณะที่มีการผิดรูปจากการกดเพิ่มขึ้น โดยยางเบلنด์แบบบรีแอกท์ฟมีสมบัติต่างๆเด่นกว่ายางเบلنด์แบบทั่วไป การเบلنด์กับยางอีพีดีเอ็มทำให้ยางธรรมชาติมีความทนทานต่อโอโซนมากขึ้นแต่ยางเบلنด์ที่ได้ยังคงมีการเปลี่ยนแปลงของสมบัติหลังการบ่มเร่งมากที่อุณหภูมิ 100 °C จึงไม่เหมาะสมกับการใช้งานที่อุณหภูมิสูง ยางเบلنด์ที่ไม่ใส่สารต้านการเสื่อมได้ จะมีสัดส่วนของยางอีพีดีเอ็มในยางธรรมชาติตั้งแต่ 40 phr ในยางที่ไม่ใส่เข้มข้น และ 30 phr สำหรับยางใส่เข้มข้น จะมีความทนทานต่อโอโซนได้ดีเยี่ยม ซึ่งภายใต้สภาวะการทดสอบเดียวกันพบว่ายางธรรมชาติล้วนที่ใส่สารเอนติโอโซนแนร์ทั้ง 6PPD และขี้ผึ้งพาราฟินเกิดรอยแตกจำนวนนับไม่ถ้วน

คำหลัก ยางธรรมชาติ; ยางเบلنด์; รีแอกท์ฟเบلنด์; สมบัติเชิงกล; ความทนทานต่อโอโซน

Abstract

Project Code: MRG4980043

Project Title: Natural Rubber and EPDM Blends for Non-Staining and Weathering Resistant Applications

Investigator: Asst. Prof. Dr. Kannika Sahakaro

Department of Rubber Technology and Polymer Science

Faculty of Science and Technology

Prince of Songkla University, Pattani Campus, Muang, Pattani 94000 Thailand

E-mail Address: skannika@bunga.pn.psu.ac.th

Project Period: 2 years and 2 months (July 2006 to August 2008)

Natural rubber (NR) has higher cure rate than the EPDM causing a cure incompatibility. Simple NR/EPDM blends using different accelerator types displayed different cure characteristics and tensile properties. The blends with CBS and TBBS had longer scorch and cure times, higher torque difference and modulus, but lower elongation at break than those of the blends with MBT and MBTS. The use of TBBS gave the highest tensile strength, following with the uses of MBTS, MBT and CBS, respectively. The masterbatch technique in which all curatives were added into EPDM phase prior to blending with NR resulted in the blends with lower modulus but higher tensile strength and elongation at break when compared to the simple blends. A utilization of reactive blending technique which involved a preheating step of EPDM compound containing all curatives to a suitable time prior to blending with NR, resulted in a further improvement of blend properties. The preheating time of T_{s1} -1.5 min was found to give the optimum tensile strength. The reactive blends at the blend ratio of 70/30 showed better ultimate tensile properties than those of the simple blends for all types of accelerator investigated. Furthermore, the 50/50 reactive blends with TBBS displayed a distinct improvement of tensile properties over the simple blends. These results are in agreement with those found for the carbon black filled blends. The FTIR analysis of preheated EPDM revealed a presence of accelerator fragment attached to the EPDM chain, as the infrared spectra showed the adsorption bands attributable to the functional groups of thiazole. The SEM micrographs of the blends demonstrated that the tensile fractured surfaces of the reactive blends are quite smooth like those of the NR and EPDM vulcanizates, indicating a more homogeneous blend. Increasing EPDM contents resulted in the reduction of cure rate, torque difference, tensile strength and flex resistance, but an increase of compression set. The reactive blends again showed better overall properties than the simple blends at every blend ratios. Incorporation of EPDM into NR enhanced ozone resistance, but the property changes after ageing at 100 °C were still high and hence the blends are not yet suitable for high temperature applications. The blends without any antiozonants with 40 phr of EPDM for non-filled compounds and 30 phr for filled compounds showed good ozone resistance as no cracks were observed whereas the NR counterpart with both 6PPD and wax showed uncountable cracks.

Keywords: natural rubber; rubber blends; reactive blends; mechanical properties; ozone resistance

หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)

ทุนพัฒนาศักยภาพในการทำงานวิจัยของอาจารย์รุ่นใหม่

รหัสโครงการ MRG4980043

ชื่อโครงการ ยางธรรมชาติเบลนด์กับยางอีพีดีเอ็มเพื่อการใช้งานที่ทนทานต่อสภาพแวดล้อมและไม่ตกสี
(Natural Rubber and EPDM Blends for Non-Staining and Weathering Resistant Applications)

ชื่อนักวิจัย และสถาบัน

ผศ.ดร.กรรณิกา สาหะโร

ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี อำเภอเมือง จังหวัดปัตตานี 94000

โทรศัพท์ 073-312213, 01-6799390 โทรสาร 073-331099

E-mail Address: skannika@bunga.pn.psu.ac.th

ระยะเวลาโครงการ 2 ปี 2 เดือน (กรกฎาคม 2549 ถึง สิงหาคม 2551)

ความสำคัญ/ความเป็นมา

ยางธรรมชาติมีสมบัติเชิงกลและสมบัติพลวัตติเยี่ยมแต่มีสมบัติด้อยด้านความทานทานต่อการเสื่อมเนื่องจากออกซิเจน ความร้อน และโอโซน ดังนั้นในสูตรยางธรรมชาติที่ใช้ทำผลิตภัณฑ์ต่างๆ จึงต้องมีการเติมสารต้านการเสื่อมได้แก่ แอนติออกซิเดนซ์และแอนติโอโซเดนซ์ด้วยเสมอ ซึ่งสารเคมีที่มีประสิทธิภาพสูงได้แก่สารประกอบอะมีนและอนุพันธ์ เช่น N-(1,3-Dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenediamine (6PPD) และ Poly(2,2,4,trimethyl-1,2-dihydroquinoline (TMQ) ซึ่งมีข้อเสียคือตกสี (staining) และที่สำคัญสารเหล่านี้มีการเคลื่อนย้ายออกมากที่ผิวทำให้ปริมาณของสารเคมีลดลงจากการถูกชะล้างเมื่อใช้ไปนานขึ้น นอกจากนี้สารเคมีที่ถูกชะออกมานั้นยังเป็นพิษกับคนและสิ่งแวดล้อม แนวทางหนึ่งที่สำคัญในการแก้ปัญหาการเสื่อมของยางธรรมชาติคือการเบลนด์กับยางสังเคราะห์ที่มีสมบัติทนทานต่อการเสื่อม เช่น ยางอีพีดีเอ็ม โดยให้ยางอีพีดีเอ็มทำหน้าที่เปรียบเสมือนสารต้านการเสื่อมภายในยางคอมปาวด์เอง อย่างไรก็ตามการเบลนด์ยางที่มีโครงสร้างทางเคมีแตกต่างกันมักประสบปัญหาความไม่เข้ากันทำให้ยางเบลนด์ที่ได้มีสมบัติเชิงกลไม่ได้ตามต้องการ ยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มมีระดับของความไม่เข้ากันแตกต่างกันมากทำให้ยางเบลนด์ที่ได้มีระดับการวัลคาไนซ์ในแต่ละชนิดยางแตกต่างกัน นอกจากนี้สารวัลคาไนซ์และสารตัวเติมยังเลือกกระจายตัวในเฟลส์ได้เฟลส์หนึ่งมากกว่าส่วนผลให้การกระจายตัวของสารเคมีเหล่านี้ไม่เท่ากัน ในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มเพื่อให้ได้ยางเบลนด์ที่มีสมบัติทนทานต่อโอโซนและสิ่งแวดล้อมดีโดยที่ยางเบลนด์ที่ได้ยังคงมีสมบัติเชิงกลที่ดีเพื่อให้สามารถลดปริมาณการใช้สารต้านการเสื่อมหรือยกเลิกการใช้สารต้านการเสื่อมชนิดตกสีออกจากสูตรยางคอมปาวด์ ทำให้สามารถใช้ยางเบลนด์ในการทำผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการให้เกิดการตกสีและใช้งานนอกอาคารได้ ในการศึกษานี้มีการพัฒนาเทคโนโลยีในการควบคุมการกระจายตัวของสารตัวเติมในเฟลส์ของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มเพื่อให้สารเคมีเกิดการการกระจายตัวที่สม่ำเสมอในยางทั้งสองเฟลส์

วัตถุประสงค์

- พัฒนาเทคนิคและวิธีการในการควบคุมการกระจายตัวของสารวัลคาไนซ์และสารตัวเติมเข้มข้นในเฟลส์ของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็ม เพื่อให้ยางเบลนด์ที่ได้มีสมบัติทนทานต่อการเสื่อมและสมบัติเชิงกลที่ดี

2. เพื่อใช้ยางอีพีดีเอ็มทดสอบสารต้านการเสื่อมชนิดตกสีและเป็นพิษในยางธรรมชาติ
3. เพื่อสามารถใช้ยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติเป็นองค์ประกอบหลักในงานที่ต้องการสมบัติทนทานต่อ สิ่งแวดล้อมและไม่ตกสี
4. พัฒนายางธรรมชาติให้สามารถใช้งานในสภาพสิ่งแวดล้อมที่รุนแรงขึ้น เช่นสภาพนอกอาคาร เป็นต้น

บทสรุปผลงานวิจัยที่ได้รับ

งานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคการเบลนด์แบบมาสเตอร์แบทและแบบรีแอกทิฟเพื่อปรับปรุงสมบัติของยางเบลนด์ระหว่าง ยางธรรมชาติ (NR) และยางเออทิลีนโพรอลินไ/doeinหรือยางอีพีดีเอ็ม (EPDM) โดยเพิ่มความสม่ำเสมอของการกระจาย ตัวของสารวัลค่าในชั้นและสารตัวเติมเข้ามาร่วมกันในเฟสยาห์ทั้งสอง จากลักษณะการวัลค่าในชั้นของยาง NR และยาง EPDM พบว่ายาง NR มีเวลาการวัลค่าในชั้นและอัตราการวัลค่าในชั้นเร็กว่ายาง EPDM หากทำให้เกิดความไม่เข้ากันของยางเบลนด์ การใช้สารตัวเร่งต่างชนิดกันมีผลต่อสมบัติของยางเบลนด์แบบทั่วไปซึ่งเดรีมโดยเบลนด์ยางสองชนิดเข้าด้วยกัน ก่อนที่จะใส่สารกระดุนและสารวัลค่าในชั้นตามลำดับ ซึ่งพบว่าการใช้สารตัวเร่งกลุ่มชั้ลฟีนาไมด์คือ CBS และ TBBS ให้ ค่าเวลาการแปรรูป เวลาการวัลค่าในชั้น แรงบิดที่เพิ่มขึ้น ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงและโมดูลัสมากกว่า แต่มี ระยะยืดจุนขาดต่ำกว่าการใช้สารตัวเร่งกลุ่มไ/oroชอลคือ MBT และ MBTS จากการวิจัยพบว่าการใช้สารตัวเร่ง TBBS ให้ยางที่มีความทนทานต่อแรงดึงสูงกว่าการใช้ MBTS, MBT และ CBS ตามลำดับ เมื่อเดรีมยางเบลนด์แบบมาสเตอร์ แบบโดยใส่สารวัลค่าในชั้นทั้งหมดในยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะนำมาเบลนด์กับยางธรรมชาติทำให้ยางมีค่าโมดูลัสดลงแต่มี ความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยึดสูงกว่ายางเบลนด์แบบทั่วไป การใช้เทคนิคมาสเตอร์แบบทำให้ยางเบลนด์ชนิดที่ไม่ใส่เข้มมาดำมีสมบัติความทนทานต่อแรงดึงเพิ่มขึ้นเล็กน้อยแต่จะเห็นการเพิ่มขึ้นของสมบัติชัดเจนในยางเบลนด์ที่ใส่เข้มมาดำ จากนั้นเมื่อใช้เทคนิคการเบลนด์แบบรีแอกทิฟพบว่าทำให้สมบัติของยางเบลนด์ตื้อยิ่งขึ้นซึ่งการเบลนด์ แบบรีแอกทิฟทำได้โดยให้ความร้อนกับยางคอมปาร์ตอีพีดีเอ็มที่ประกอบด้วยสารวัลค่าในชั้นทั้งหมดเป็นระยะเวลาที่ เหมาะสมก่อนจะเบลนด์กับยางธรรมชาติ จากการวิจัยพบว่าเวลาการให้ความร้อนที่ให้ยางเบลนด์มีความทนทานต่อแรง ดึงสูงสุดคือ $T_{50}-1.5$ นาที สำหรับยางเบลนด์ชนิดไม่ใส่สารตัวเติม และเท่ากับ $T_{50}-1$ นาที สำหรับยางเบลนด์ชนิดที่ใส่สาร ตัวเติม ยางเบลนด์แบบรีแอกทิฟที่สัดส่วนเบลนด์ 70/30 มีความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยึดสูงกว่า ยางเบลนด์แบบทั่วไปในทุกชนิดสารตัวเร่งที่ใช้และการใช้สัดส่วนเบลนด์ 50/50 โดยใช้ TBBS เป็นสารตัวเร่งทำให้เห็น ผลการปรับปรุงสมบัติการดึงที่เด่นชัดมาก ในสูตรยางที่ใส่เข้มมาดำ N-550 ให้ผลเช่นเดียวกันแต่มีการเพิ่มขึ้นของสมบัติ เด่นชัดกว่ากรณีที่ไม่ใส่เข้มมาดำ

ผลการวิเคราะห์ยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการกระดุนด้วยความร้อนด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีพบว่ามีส่วน ของโมเลกุลสารตัวเร่งเชื่อมต่อกับโมเลกุลยางอีพีดีเอ็มโดยสเปกต์รัมอินฟราเรดมีแกนการผูกกลืนที่เกิดจากหมุนฟังก์ชัน ของไฮโรไซล ส่วนผลการวิเคราะห์สัญญาณวิทยาของยางเบลนด์โดยใช้เทคนิค SEM พบว่ายางเบลนด์แบบรีแอกทิฟมี ลักษณะพื้นผิวของยางที่ขาดจากการดึง (Tensile fractured surfaces) ค่อนข้างเรียบไม่เกลี้ยงกับลักษณะพื้นผิวของยาง ธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มล้วนซึ่งแตกต่างจากพื้นผิวของยางเบลนด์แบบทั่วไปซึ่งปังช้ำว่ายางเบลนด์แบบรีแอกทิฟมี ความเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่าหรือยางทั้งสองชนิดเข้ากันได้มากกว่าทำให้ได้ยางที่มีสมบัติเชิงกลดีกว่า การเพิ่ม สัดส่วนของยางอีพีดีเอ็มในยางเบลนด์ทำให้อัตราการวัลค่าในชั้น การเพิ่มขึ้นของแรงบิด ความทนทานต่อแรงดึงและ ความทนทานต่อการหักงอของยางเบลนด์ลดลงในขณะที่ยางเบลนด์มีเบอร์เซ็นต์การผิดรูปจากการกดเพิ่มขึ้น โดยยางเบลนด์แบบรีแอกทิฟมีสมบัติต่างๆเด่นกว่ายางเบลนด์แบบทั่วไปที่ทุกสัดส่วนการเบลนด์ จากการทดสอบความทนทาน ต่อการเสื่อมของยางเบลนด์ที่สัดส่วนเบลนด์ต่างๆพบว่าการเบลนด์ยางอีพีดีเอ็มกับยางธรรมชาติทำให้ได้ยางเบลนด์ที่มี

ความทนทานต่อโอโซนมากขึ้น ยางเบลนด์ที่ไม่ใส่สารต้านการเสื่อมได้ๆ ที่มีสัดส่วนของยางอีพีดีเอ็มในยางธรรมชาติ ตั้งแต่ 40 phr ในยางที่ไม่ใส่เข้ามาด้วย และ 30 phr สำหรับยางใส่เข้ามาด้วย จะมีความทนทานต่อโอโซนได้ดีเยี่ยม ซึ่งภายใต้ สภาวะการทดสอบเดียวกันพบว่ายางธรรมชาติล้วนที่ใส่สารแอนตี้โอโซนแนนซ์ทั้ง 6PPD และชีฟ์ฟาราฟินเกิดรอยแตก จำนวนนับไม่ถ้วน อย่างไรก็ตามพบว่ายางเบลนด์ที่ได้ยังคงมีเปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนแปลงของสมบัติหลังการบ่มเพื่อ ค่อนข้างสูงที่อุณหภูมิ 100 °C โดยยางเบลนด์ยังคงรักษาสมบัติไว้ได้ดีที่อุณหภูมิการบ่มเพื่อ 70 °C ยางเบลนด์ที่มียาง ธรรมชาติเป็นองค์ประกอบหลักที่ได้นึ่งยังไม่เหมาะสมกับการใช้งานที่อุณหภูมิสูง

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

- เชิงพาณิชย์

การทำงานวิจัยด้านเทคโนโลยียางโดยเฉพาะการเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มในโครงการนี้เป็นส่วน หนึ่งที่ก่อให้เกิดความร่วมมือต่อเนื่องกับผู้เชี่ยวชาญต่างประเทศ (Prof. J. W. M. Noordermeer, University of Twente) และได้รับทุนสนับสนุนเต็มจำนวนสำหรับนักศึกษาระดับปริญญาเอก Dutch Natural Rubber Foundation จำนวน 3 ทุน เพื่อทำงานวิจัยในสาขาเทคโนโลยียางโดยเน้นยางธรรมชาติ

- เชิงวิชาการ

งานวิจัยนี้ใช้ในการพัฒนาการเรียนการสอนวิชายางสังเคราะห์ ยางเบลนด์ และการวิจัยทางเทคโนโลยียาง ของ นักศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาเทคโนโลยียาง ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

การนำเสนอผลงานวิชาการ

ผลงานดีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติหรือผลงานตามที่คาดไว้ในสัญญาโครงการ

- Sahakaro K., Pongpaiboon C. and Nakason C. 2008. Improved Mechanical Properties of NR/EPDM Blends by Controlling the Migration of Curative and Filler via Reactive Processing Technique, Journal of Applied Polymer Science, in-reviewing.
- Sahakaro K., Sengloyuan K. and Nakason C. 2008. Cure, Mechanical and Dynamic Mechanical Properties of NR/EPDM Blends, in preparation.

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	i
Abstract	ii
หน้าสรุปโครงการ	iii
 บทที่ 1 บทนำ	 1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.5 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
บทที่ 2 สารเคมี อุปกรณ์ และ วิธีดำเนินการวิจัย	5
2.1 ยางและสารเคมี	5
2.2 อุปกรณ์	7
2.3 วิธีดำเนินการวิจัย	10
บทที่ 3 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	17
3.1 สมบัติเบื้องต้นของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มที่ใช้ในการศึกษา	17
3.2 สมบัติของยางธรรมชาติเบلنด์กับยางอีพีดีเอ็มโดยวิธีการผสมแบบทั่วไป	20
3.3 สมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยใช้วิธีการผสมแบบลำดับขั้นและควบคุมความเข้มข้น ของสารวัลค่าไนซ์และสารตัวเติมในยางต่างชนิด	25
3.4 สมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยใช้กระบวนการเบลนด์แบบรีแอกทีฟ	37
3.5 การวิเคราะห์ยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการกระตุนด้วยความร้อนด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี	71
3.6 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของยางเบลนด์ที่ได้จากการเตรียมแบบทั่วไป และแบบรีแอกทีฟ	75
3.7 สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของยางเบลนด์เบรย์บเทียบระหว่างสูตรยางธรรมชาติที่มี สารต้านการเสื่อม สูตรยางเบลนด์ที่ใส่สารต้านการเสื่อม และสูตรยางเบลนด์ที่ไม่ใส่สารต้านการเสื่อม	81
3.8 สมบัติของยางเบลนด์ที่มีสัดส่วนการเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับอีพีดีเอ็มแตกต่างกัน	88
บทที่ 4 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต	111
 เอกสารอ้างอิง	 115
ภาคผนวก	

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ยางธรรมชาติมีสมบัติทางกายภาพและเชิงกลที่ดีเยี่ยม แต่เนื่องจากโครงสร้างโมเลกุลของยางธรรมชาติที่ประกอบด้วยพันธะคู่ของคาร์บอนในทุกหน่วยย่อยของสายโซ่โมเลกุลทำให้ยางธรรมชาติมีสมบัติด้อยด้านการบ่มเร่ง ไม่ทนทานต่อออกซิเจน ความร้อน และโอโซน ดังนั้นในสูตรยางที่ใช้ยางธรรมชาติทำผลิตภัณฑ์ต่างๆ จึงต้องมีการเติมสารเคมีด้านการเสื่อม ได้แก่ แอนติออกซิเดนต์ (Antioxidant) และ แอนติโอโซแนนต์ (Antiozonant) ด้วยเสมอ สารด้านการเสื่อมที่มีประสิทธิภาพสูงได้แก่สารประกอบอะมีนและอนพันธ์ สารเคมีที่สำคัญและใช้กันแพร่หลายในกลุ่มนี้เช่นไฮเปรสิทธิภาพสูงทั้งในด้านป้องกันการเสื่อมจากออกซิเจน (Antioxidant) โอโซน (Antiozonant) และการล้า (Antifatigue) เหมาะสมกับการใช้งานในผลิตภัณฑ์ที่อยู่ในสภาพการใช้งานทั้งแบบที่ไม่เคลื่อนที่ (Static condition) และเคลื่อนที่เป็นรอบ (Dynamic condition) เช่น ยางรถยก และผลิตภัณฑ์ที่มีสภาวะการใช้งานภายนอกอาคาร เป็นต้น ได้แก่ N-Phenyl-N'-isopropyl-p-phenylenediamine (IPPD), N-(1,3-Dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenediamine (6PPD) และ Poly(2,2,4,trimethyl-1,2-dihydroquinoline) (TMQ) สารเคมีเหล่านี้โดยเฉพาะสารไดอะมีนมีข้อเสียคือการตกสี (staining) ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ไม่มีสีไม่สวยงาม (Discolouring) และที่สำคัญสารเหล่านี้มีการเคลื่อนย้ายออกมาน้ำที่ผิวทำให้ปริมาณของสารเคมีลดลงจากการถูกชะล้างเมื่อใช้ไปนานขึ้น ทำให้คุณภาพผลิตภัณฑ์ด้อยลง การใช้งานในสภาพที่ร้อนนอกอาคารมีผลให้การเคลื่อนย้ายเกิดได้เร็วขึ้น นอกจากนี้สารเคมีที่ถูกชะลามานั้นยังเป็นพิษกับคนและสัตว์แวดล้อม สารด้านการเสื่อมชนิดไม่ตกสี (Non-staining antidegradants) มีประสิทธิภาพด้อยกว่าสารประเทกอะมีนและจำเป็นต้องใช้สารด้านการเสื่อมมากกว่าหนึ่งชนิดเพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุด แนวทางหนึ่งที่สำคัญในการแก้ปัญหาการเสื่อมของยางธรรมชาติให้มีประสิทธิภาพสูง โดยไม่มีปัญหารื่องการตกสี คือการเบلنด์ยางธรรมชาติกับยางชนิดที่มีสมบัติด้านการเสื่อมดีเยี่ยม ได้แก่ยางอีพีดีเอ็ม (Ethylene-propylene-diene rubber, EPDM) โดยให้ยางอีพีดีเอ็มทำหน้าที่เปรียบเสมือนสารด้านการเสื่อมภายในยางคอมปาวด์เอง

การเบلنด์ยางที่มีโครงสร้างทางเคมีแตกต่างกันมักประสบปัญหาความไม่เข้ากัน (Incompatibility) ที่สำคัญได้แก่ ความไม่เข้ากันทางเทอร์โมไดนามิกส์ ความไม่เข้ากันทางความหนืด และความไม่เข้ากันของอัตราการวัลคลาインซ์ ทำให้ยางเบلنด์ที่ได้มีสมบัติเชิงกลไม่ดีตามต้องการ ยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มมีระดับของปริมาณพันธะคู่หรือระดับความไม่อิ่มตัว (Unsaturation level) แตกต่างกันมากทำให้ยางเบلنด์ที่ได้มีระดับการวัลคลาインซ์ในแต่ละชนิดยางแตกต่างกัน นอกจากนี้ความเป็นข้าวที่แตกต่างกันจะทำให้สารวัลคลาインซ์โดยเฉพาะสารตัวเร่ง และสารตัวเติม เช่น เข้ม่า คำ เกิดการเลือกกรวยตัวในแฟสไดเฟสหนึ่งมากกว่า ส่งผลให้การกรวยตัวของสารเคมีเหล่านี้ไม่เท่ากันในแฟสยางที่ต่างกัน ในงานวิจัยนี้จึงเป็นการศึกษาการเบلنด์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มเพื่อให้ได้ยางเบلنด์ที่มีสมบัติความต้านทานต่อโอโซนและสิ่งแวดล้อมดีเยี่ยม โดยที่ยางเบلنด์ที่ได้ยังคงมีสมบัติเชิงกลที่ดีเพื่อให้สามารถลดปริมาณการใช้สารด้านการเสื่อมหรือยกเลิกการใช้สารด้านการเสื่อมชนิดตอกสืออกจากสูตรยางคอมปาวด์โดยสิ้นเชิง ทำให้สามารถใช้ยางเบلنด์ในการทำผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการให้เกิดการตกสีและใช้งานนอกอาคารได้ เช่น ยางปูพื้น และยางมุงหลังคา เป็นต้น ในการศึกษาจะต้องมีการพัฒนาเทคโนโลยีและวิธีการในการควบคุมการกระจายตัวของสารเคมีในแฟสของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มเพื่อให้แฟสยางทั้งสองมีระดับการวัลคลาインซ์ใกล้เคียงกันมากที่สุด รวมทั้งมีการกระจายตัวของสารตัวเติมเสริมประสิทธิภาพที่สม่ำเสมอในทั้งสองแฟส

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

- พัฒนาเทคโนโลยีการในการควบคุมการกระจายตัวของสารวัลคาไนซ์และสารตัวเติมเข้มข้นในไฟสของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็ม เพื่อให้ยางเบลนด์ที่ได้มีสมบัติด้านการเสื่อมและสมบัติเชิงกลที่ดี
- เพื่อใช้งานอีพีดีเอ็มทดแทนสารต้านการเสื่อมชนิดตกลงและเป็นพิษในยางธรรมชาติ
- เพื่อสามารถใช้งานเบลนด์ที่มียางธรรมชาติเป็นองค์ประกอบหลักในงานที่ต้องการสมบัติทนทานต่อสิ่งแวดล้อมและไม่ตกสี
- พัฒนายางธรรมชาติให้สามารถใช้งานในสภาพสิ่งแวดล้อมที่รุนแรงขึ้น เช่นสภาพนอกอาคาร เป็นต้น

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยที่ทำมีขอบเขตดังต่อไปนี้

- ศึกษาสมบัติของยางธรรมชาติเบลนด์กับยางอีพีดีเอ็มโดยวิธีการทดสอบทั่วไปที่สัดส่วนการผสม 70/30 โดยใช้งานธรรมชาติชนิดยางแท่งເອສທິກ່າວ 20 (STR 20) และยางอีพีดีเอ็มเกรดที่มีปริมาณ Ethylidene norbonene (ENB) ปานกลางคือ 4-5 wt% ซึ่งเป็นเกรดที่ใช้ทั่วไปในอุตสาหกรรมยาง เปรียบเทียบกับการเตรียมโดยเทคนิคการผสมแบบลำดับขั้นและควบคุมความเข้มข้นของสารวัลคาไนซ์และสารตัวเติมในยางต่างชนิด และเทคนิคการกระดุนยางอีพีดีเอ็มคอมปาวด์ด้วยความร้อนก่อนที่จะเบลนด์กับยางธรรมชาติ ศึกษาผลของสารตัวเร่ง 4 ชนิด คือ CBS, TBBS, MBT และ MBTS และผลจากการใช้สารตัวเติมเข้มข้นชนิด N-550 ปริมาณ 50 phr ทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ สมบัติการทนต่อแรงดึงและความหนาแน่นของ การเชื่อมโยง
- วิเคราะห์ยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการกระดุนด้วยความร้อน และทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของยางเบลนด์
- ศึกษาผลของการใช้งานอีพีดีเอ็มทดแทนสารต้านการเสื่อมโดยทดสอบเปรียบเทียบระหว่างสูตรยางธรรมชาติที่มีสารต้านการเสื่อม สูตรยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) ที่ใส่สารต้านการเสื่อม และสูตรยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) ที่ไม่ใส่สารต้านการเสื่อม ยางเบลนด์เป็นยางที่เตรียมโดยใช้สภาวะการเตรียมที่ให้สมบัติที่สุด ทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ สมบัติการทนต่อแรงดึง สมบัติการทนทานต่อการเกิดรอยแตกและการขยายตัวของรอยแตก สมบัติการผิดรูปจากการกด สมบัติการบ่มเร่งในตู้อบอากาศร้อน และสมบัติการทนทานต่อโอโซน
- ศึกษาสมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยมีสัดส่วนของยางธรรมชาติต่อยางอีพีดีเอ็มเป็น 100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40 และ 50/50 ภายใต้สภาวะการเตรียมและชนิดสารตัวเร่งที่ให้สมบัติของยางเบลนด์ดีที่สุด เปรียบเทียบกับสมบัติของยางเบลนด์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการผสมทั่วไป ทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ สมบัติการทนต่อแรงดึง สมบัติการทนทานต่อการเกิดรอยแตกและการขยายตัวของรอยแตก สมบัติการผิดรูปจากการกด สมบัติการบ่มเร่งในตู้อบอากาศร้อน และสมบัติการทนทานต่อโอโซน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ผลงานที่คาดว่าจะได้รับเมื่อเสร็จสิ้นโครงการวิจัย

- ได้เทคนิคการเตรียมยางธรรมชาติเบลนด์กับยางอีพีดีเอ็มเพื่อให้ได้ทั้งสมบัติเชิงกลและสมบัติด้านการเสื่อมดีโดยใช้สารเคมีสำหรับยางและกระบวนการแปรรูปยางทั่วไปที่ใช้ในอุตสาหกรรม

2. สามารถลดปริมาณหรือยกเลิกการใช้สารต้านการเสื่อมชนิดกัลสีในสูตรยางคอมปาวด์ได้ ทำให้สามารถทำผลิตภัณฑ์ที่มีอายุธรรมชาติเป็นองค์ประกอบหลักที่ต้องการสีต่างๆ ได้โดยมีสมบัติทนทานต่อสภาพแวดล้อมดี
3. การเพิ่มปริมาณการใช้ยางธรรมชาติในผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสมบัติการทนทานต่อการเสื่อมจากความร้อนออกซิเจนและโอโซน ทำให้เพิ่มมูลค่าของสินค้าทางการเกษตร และลดปริมาณการใช้ยางสังเคราะห์
4. ตีพิมพ์ผลงานในวารสารระดับนานาชาติ และนำเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการระดับชาติและนานาชาติ

1.5 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การเบلنเดร์ยางดังตัวต่อส่วนชนิดขึ้นไปเข้าด้วยกันนั้นเป็นเทคนิคหนึ่งในการพัฒนายางให้ได้สมบัติตามต้องการซึ่งไม่สามารถได้จากการเพียงชนิดใดชนิดหนึ่ง (Mangaraj, 2002) ยางธรรมชาติมีสมบัติเชิงกลตีแต่เมื่อสมบัติต้องด้านความทนทานต่อสภาพแวดล้อมโดยเฉพาะออกซิเจน โอโซนและความร้อน ในขณะที่ยางอีพีดีเอ็มมีสมบัติเด่นในการทนทานต่อสภาพแวดล้อมแต่มีข้อด้อยในด้านสมบัติเชิงกล การเบلنเดร์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มจึงมีวัตถุประสงค์เพื่อให้ได้ยางเบلنเดร์ที่มีทั้งสมบัติเชิงกลและสมบัติการทนต่อสภาพแวดล้อมดี อย่างไรก็ตามการเบلنเดร์ยางสองชนิดนี้เข้าด้วยกันมีปัญหาเรื่องความไม่เข้ากัน (El-Sabbagh, 2003; Lewis *et al.*, 2003) ทำให้ยางเบلنเดร์ที่ได้มีสมบัติไม่ดี ยางอีพีดีเอ็มเป็นยางที่มีความอิ่มตัวสูงโดยมีสายโครงสร้าง (Backbone) อิ่มตัวโดยสมบูรณ์และมีไดอีนในปริมาณเพียงเล็กน้อยไม่เกิน 3 เปอร์เซ็นต์โมลหรือ 12 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (Noordermeer and Spit, 2005) การเบلنเดร์ยางอีพีดีเอ็มกับยางไดอีน เช่นยางบิวทาไดอีน (BR) ยางไอโอพรีน (IR) หรือ ยางธรรมชาติ (NR) จึงส่งผลให้มีความไม่เข้ากันในด้านอัตราการวัลคลาในซี (Cure rate mismatch) และปัญหาการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอของสารตัวเติม (Heterogeneous filler distribution) ในแต่ละเฟสของยาง ยางที่มีระดับความไม่อิ่มตัวหรือความเข้มข้นของพันธะคู่แตกต่างกันนั้นมีความเป็นข้าว (Polarity) แตกต่างกันและมีจำนวนตำแหน่งที่ว่องไวต่อการวัลคลาในซีด้วยกำมะถันแตกต่างกัน (Coran 1988; Chapman and Tinker, 2003) สารวัลคลาในซีโดยเฉพาะสารตัวเร่งซึ่งมีความเป็นข้าวสูงจะแพร่เข้าไปในยางที่มีความไม่อิ่มตัวสูงกว่าได้แก่ ยางไดอีน ทำให้ความเข้มข้นของสารวัลคลาในซีในแต่ละเฟสยางไม่เท่ากัน (Guillaumond 1976; Ignatz-Hoover *et al.*, 2003) ในทำนองเดียวกับเขม่าดำซึ่งมีแนวโน้มที่จะเคลื่อนย้ายไปยังเฟสยางที่มีความเป็นข้าวสูงกว่าเช่นกัน

การเพิ่มความทนทานต่อการใช้งานของยางธรรมชาติโดยทั่วไปทำการเติมสารต้านการเสื่อมชนิดต่างๆ ในสูตรยางคอมปาวด์ สารต้านการเสื่อมที่มีประสิทธิภาพสูงคือสารไนโกลุ่มอะมีน (Amine-type antidegradant) สารที่ใช้กันแพร่หลายโดยเฉพาะในอุตสาหกรรมยางรถและผลิตภัณฑ์ยางที่มีสีดำหรือผสมเข้ม่าดำ ได้แก่ N-(1,3-dimethylbutyl)-N'-phenyl-p-phenylenediamine (6PPD) และ N-phenyl-N'-isopropyl-p-phenylenediamine (IPPD) ซึ่งมีสมบัติกลศ (staining) ทำให้ไม่สามารถใช้กับยางที่ต้องการสีสดใสได้ นอกจากนี้สารตังก์ลาร์มีการเคลื่อนย้ายออกมากที่ผิดทำให้ผิวของผลิตภัณฑ์มลักษณะสีน้ำตาลเมื่อใช้งานไปนานๆ และถูกชะล้างออกไปได้ทำให้ปริมาณสารต้านการเสื่อมคงอยู่ลดลง (Waddell 1998; Ignatz-Hoover *et al.*, 2003) แนวทางหนึ่งในการแก้ปัญหานี้คือการใช้ยางที่มีความอิ่มตัวสูงมาเบلنเดร์กับยางธรรมชาติ เช่น ยางฮาโลบิวไทร์ (Halobutyl rubber) ยางอีพีดีเอ็ม และโคโพลิเมอร์ของไบโรมิเนทไอโอไซบิวทิลีนกับพาราเมทิกส์ไตรีน (Brominated isobutylene-co-para methylstyrene) เป็นต้น การเบلنเดร์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มได้รับความสนใจอย่างมากและมีการศึกษาเก็บอย่างแพร่หลาย พบว่าเฟสของยางอีพีดีเอ็มที่กระจายตัวอยู่ในยางที่ไม่อิ่มตัวมีผลให้ยางมีความทนทานต่อการแตกเนื่องจากโอโซน Doyle (1996) ได้อธิบายว่าเฟสของยางอีพีดีเอ็มทำหน้าที่ป้องกันไม่ให้รอยแตกเล็กๆ ที่เกิดขึ้นในเฟสของยางไดอีนรวมตัวกันเป็นรอยแตกใหญ่ได้ หรือเบร์รี่บเฟสของยางอีพีดีเอ็มเสริมอ่อนตัวที่หยุดการแตกเพราะมีผลทำให้พลังงานที่ปลายของรอยแตกลดลง การใช้ยางอีพีดีเอ็มเบلنเดร์กับยาง NR และ BR ในสูตรคอมปาวด์แก้มยางรถยนต์ (Tire sidewall compound) ปริมาณ 20-40 phr นั้นพบว่า

ทำให้ยางเบلنด์มีความทนทานต่อโอโซนเพียงพอโดยไม่จำเป็นต้องใช้สารต้านการเสื่อมจากโอโซนอีก (Sandstrom and Lal, 1977; Layer and Lattimer, 1990; Waddell, 1998; van de Ven and Noordermeer, 2000; Sahakaro et al., 2007) แต่ถึงแม้ยางเบلنด์ที่ได้จะมีความทนทานต่อโอโซนดีเยี่ยม จะเห็นได้ว่ายังไม่มีการใช้ยางอีพีดีเอ็มในสูตรยางรถยกจริงเนื่องจากยาง เบلنด์ที่ได้มีสมบัติเชิงกลด้อยกว่าสูตรยางเดิม และมีความเหนียวติดกันลดลงทำให้เป็นปัญหาในการประกอบยางชั้นล่างต่างๆเข้าด้วยกันในกระบวนการรีไซเคิล

การปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของยางอีพีดีเอ็มเบلنด์กับยางธรรมชาติหรือยางที่มีระดับความไม่ถ้วนสูงอื่นๆ เช่น BR, SBR เป็นต้น ทำได้โดยการแก้ไขปัญหาความไม่เข้ากันของอัตราการรีซัลค่าไนซ์เพื่อให้เกิดการรีซัลค่าไนซ์ร่วม (Covulcanization) ระหว่างเพสยางหั้งสอง ได้มีการนำเสนอแนวทางและวิธีต่างๆหลากหลาย เช่น การใช้สารเติมแต่งที่มีหลายฟังก์ชัน (Multifunctional rubber additive) ได้แก่ Bis(diisopropyl)thiophosphoryl disulfide (DIPDIS) ทำให้เกิดปฏิกิริยากับยางอีพีดีเอ็มอยู่ในลักษณะของ Rubber-bound intermediate ทำให้ยางอีพีดีเอ็มมีความเป็นข้าสูงขึ้น (Ghosh et al., 2001; 2004; Ghosh and Basu, 2002) เพื่อควบคุมการเคลื่อนย้ายของสารรีซัลค่าไนซ์และสารตัวเติม การใช้ยางอีพีดีเอ็มกราฟต์ด้วยมาลิอิกแอนไฮไดรต์ ยางทรานส์พอลีออกทิลีน (Trans-polyoctylene) หรือยางบิวทาไดอีนเหลว เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ (Chang et al., 1999; van Duin et al., 1993) การใช้เทคนิคการรีซัลค่าไนซ์สองขั้นตอน (Two-stage vulcanization) (Suma et al., 1993) และการตัดแปลงโมเลกุลยางอีพีดีเอ็มโดยการกราฟต์โมเลกุลสารตัวเร่งลงบนสายโซ่โมเลกุล วิธีหลังนี้มีการเตรียมในหลายลักษณะ เช่น Baranwal and Son (1974) ดัดแปลงยางอีพีดีเอ็มโดยทำปฏิกิริยากับสารตัวเร่ง 4,4-Dithiobismorpholine (DTBM) และ 2-Mercaptobenzothiazole (MBT) ในสภาพสารละลายในสภาพที่มีสารที่ช่วยไวต่อแสง (Photosensitizer) และแสงญี่ปุ่น Hopper (1976, 1989, 1998) ดัดแปลงยางอีพีดีเอ็มโดยการใช้สาร N-chlorothiosulfonamides ทำปฏิกิริยากับยางอีพีดีเอ็มในห้องสภาวะสารละลายและสภาวะห้องอบ Cook (1998) ผสมสารให้กำมะถันคือ Dithiocaprolactam (DTDC) และ Dithiodimorpholine (DTDM) กับยางอีพีดีเอ็มในเครื่องผสมแบบปิดที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้ได้ Sulfur donor bound rubber intermediate ก่อนที่จะนำมาเบلنด์กับยางธรรมชาติ สารรีซัลค่าไนซ์และสารเติมแต่งอื่นๆ การตัดแปลงโครงสร้างของยางอีพีดีเอ็มด้วยวิธีต่างๆดังที่กล่าวข้างต้นหรือการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้พบร่วมกับสารทำให้สมบัติเชิงกลของยางเบلنด์ที่ได้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับการเบلنด์ยางโดยตรง จะเห็นได้ว่าวิธีที่ใช้นั้นต้องมีการตัดแปลงโครงสร้างทางเคมีของยางอีพีดีเอ็มด้วยสารเคมีอื่นๆก่อนที่จะนำมาเบلنด์กับยางไดอีนและคอมปาวด์

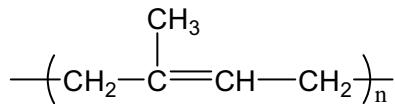
ในการวิจัยนี้จึงจะศึกษาการเบلنด์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มเพื่อให้ได้ยางเบلنด์ที่มีสมบัติเชิงกลและสมบัติการทนทานต่อสภาพแวดล้อมดี โดยการใช้สารเคมีและขั้นตอนการประรูปยางที่ใช้กันทั่วไป และพัฒนาเทคนิคเพื่อที่จะจำกัดการแพร่ของสารรีซัลค่าไนซ์และสารตัวเติมระหว่างเพสยางเพื่อควบคุมให้ได้ยางที่มีระดับการรีซัลค่าไนซ์และการกระจายตัวของสารตัวเติมสม่ำเสมอ ซึ่งจะส่งผลให้ยางเบلنด์ที่ได้มีสมบัติที่ดีด้วย ทั้งนี้เพื่อที่จะใช้ยางอีพีดีเอ็มทดแทนการใช้สารเคมีต้านการเสื่อมในยางธรรมชาติ ทำให้สามารถใช้งานผลิตภัณฑ์ได้นานโดยไม่มีปัญหาการตกสีและความเป็นพิษของสารเคมี

บทที่ 2 สารเคมี อุปกรณ์ และ วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 ยางและสารเคมี

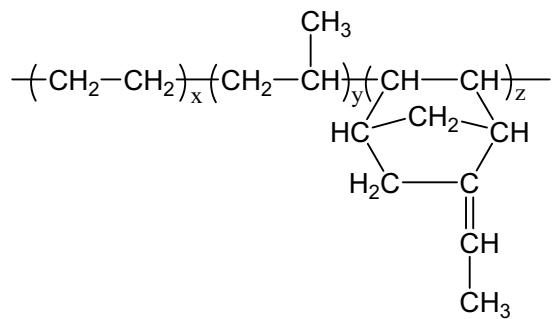
2.1.1 ยางแท่งເອສທຸລະກົມ 20

ยางแท่ง STR 20 ที่ใช้ผลิตโดยบริษัทจะนะลาเท็กซ์ จำกัด จังหวัดสกลนคร โดยยางธรรมชาติมีสูตรโครงสร้างไม่เลกุลประกอบด้วยหน่วยซ้าของไอก็อชพรีน ดังนี้



2.1.2 ยางອີພິດເອມ

ยาง EPDM ที่ใช้มีชื่อทางการค้าคือ Keltan 512 ผลิตโดยบริษัท DSM Elastomer ประเทศเนเธอร์แลนด์ มีส่วนของเอทธิลีน 55 % ไดอีนชnid Ethyldene norbonene (ENB) 4.3 wt% ความหนืดมูนนี่ 50 ML1+4 (125 °C)



2.1.3 ຜິບຄ່ອກໄຫຊ

ຜິບຄ່ອກໄຫຊນິດ White seal ໃຊ້ເປັນສາງຮະຕຸນໃນປົງກິໂຮຍາກວັລຄາໄນ້ຊື່ ຜົລິດໂດຍບຣິ່ນ້າ Global Chemical จำกัด ประเทศไทย

2.1.4 ກຽດສເຕීຢົກ

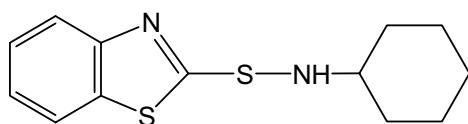
ກຽດສເຕීຢົກໃຊ້ເປັນສາງຮະຕຸນໃນປົງກິໂຮຍາກວັລຄາໄນ້ຮ່ວມກັບຜິບຄ່ອກໄຫຊ ຜົລິດໂດຍບຣິ່ນ້າ Imperial Chemical จำกัด ประเทศไทย

2.1.5 ກຳມະຄັນ

ສາງວັລຄາໄນ້ກຳມະຄັນ ຜົລິດໂດຍບຣິ່ນ້າ Siam Chemical จำกัด ประเทศไทย

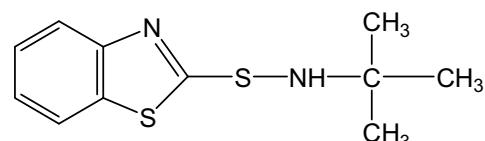
2.1.6 ເອັນ-ໄຈໂຄລເຮກຊີລ-2-ເບັນໂໂຂໂອາຊີລ ຂໍລືກິ່າມີເມົດ

N-Cyclohexyl-2-benzothiazyl sulfenamide (CBS) ໃຊ້ເປັນສາງຕົວເຮົ່າໃນປົງກິໂຮຍາກວັລຄາໄນ້ຊື່ ຜົລິດໂດຍບຣິ່ນ້າ Flexsys ประเทศไทยເບັລເຍື່ຍມ ມື້ນໍ້າໜັກໂມເລກຸລ 264 ກຣັມຕ່ອມລ



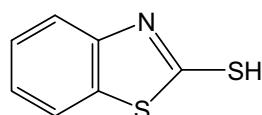
2.1.7 เอ็น-เทอเที่ยรีบิวทิล-2-เบนโซไซอาซิล ชัลฟินามีด

N-tert-butyl-2-benzothiazyl sulfenamide (TBBS) ใช้เป็นสารตัวเร่งในปฏิกริยาการวัลคาไนซ์ ผลิตโดยบริษัท Flexsys ประเทศเบลเยียม มีน้ำหนักโมเลกุล 238 กรัมต่อมोล



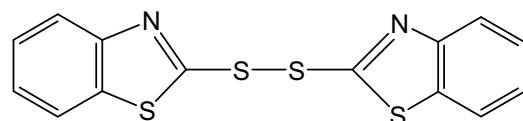
2.1.8 2,2-เมอร์แคปໂຖເບນໂຈໄຊອາໂສລ

2,2-Mercaptobenzothiazole (MBT) ใช้เป็นสารตัวเร่งในปฏิกิริยาการวัลคานิซ์ ผลิตโดยบริษัท Flexsys ประเทศเบลเยียม มีน้ำหนักโมเลกุล 167 กรัมต่อมิลลิลิตร



2.1.9 2,2'-ไดไฮดรอบิส เบนโซไซโรอาซول

2,2-Dithiobisbenzothiazole (MBTS) ใช้เป็นสารตัวเร่งในปฏิกรรมการวัลคาไนซ์ ผลิตโดยบริษัท Flexsys ประเทศเบลเยียม มีน้ำหนักโมเลกุล 332 กรัมต่อมิลลิ



2.1.10 เขม่าดำ เกรด N-550

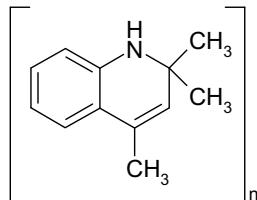
เขม่าดำเนิน N-550 ใช้เป็นสารตัวเติมชนิดกึ่งเสริมประสิทธิภาพในยาง ผลิตโดยบริษัทไทยการบอนแบล็ค
จำกัด ประเทศไทย

2.1.11 นำมันแหนฟทีนิก

น้ำมันใช้เป็นสารช่วยในการแปรรูป ทำให้สารเคมีโดยเนพาะสารตัวเดิมสามารถกระจายตัวในยางได้ดีขึ้น ผลิตโดยบริษัท Akrochem ประเทศสหราชอาณาจักร

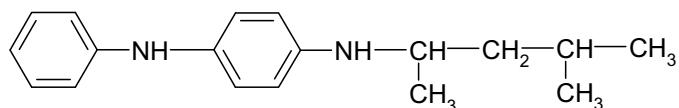
2.1.12 พอลิ (2,2,4-ไตรเมททิล-1,2-ไดไฮดรอคริโนเลน) (TMQ)

สารต้านการเสื่อมจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน หรือ แอนติออกซิเดนซ์ มีลักษณะเป็นเม็ดสีน้ำตาลอ่อนดำ มีน้ำหนักโมเลกุลประมาณ 500 กรัมต่้อมอล ผลิตโดยบริษัท Flexsys ประเทศไทยเบลเยียม



2.1.13 เอ็น-(1,3-ไดเมทธิลบิวทิล)-เอ็น'-ฟิดีลีนไดอะมีน (6PPD)

สารต้านการเสื่อมจากการทำปฏิกิริยากับโอโซน หรือ แอนติโอโซแนนซ์ เหมาะสำหรับผลิตภัณฑ์ที่ใช้งานในสภาพไนโตริกส์ (Dynamic condition) ผลิตโดยบริษัท Flexsys ประเทศไทยเบลเยียม



2.1.14 ขี้ผึ้ง

ขี้ผึ้งใช้เป็นสารแอนติโอโซแนนซ์ชึ้นเหมาะสมสำหรับผลิตภัณฑ์ที่ใช้งานในสภาพสแตติก (Static condition) ผลิตโดยบริษัท Sovereign Chemical ประเทศไทยเบลเยียม

2.1.15 ตัวทำละลาย

โทลูอีน (Toluene) ชนิด AR-grade มีความบริสุทธิ์ 99.5% จุดเดือด 110.6°C ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia ประเทศไทย

อะซิโตน (Acetone) ชนิด AR-Grade มีความบริสุทธิ์ 99.5% มีจุดเดือด 56.1°C และ commercial grade มีจุดเดือดเท่ากับ 55.5°C ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia จำกัด ประเทศไทย

2.2 อุปกรณ์

2.2.1 เครื่องบดยางสองลูกกลิ้ง (Two roll mill)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการบดผสมยางเข้ากับสารเคมีต่างๆ ลูกกลิ้งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 นิ้ว ยาว 14 นิ้ว ความเร็วผิวลูกกลิ้งหน้า 21.4 รอบต่อนาที ความเร็วผิวลูกกลิ้งหลัง 25.7 รอบต่อนาที อัตราส่วนความเร็วเท่ากับ 1:1.21 ผลิตโดยห้างหุ้นส่วน ชัยเจริญการช่าง จำกัด กรุงเทพมหานคร

2.2.2 เครื่องวัดความหนืดมูนนี (Mooney viscometer)

เป็นเครื่องวัดความหนืดของยาง รุ่น AC/684/FD ใช้แรงบิดขนาด 8.30 ± 0.02 นิวตันเมตร เทียบเท่ากับ 100 MV scale ห้องใส่ยางมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 50.93 ± 0.13 มม. ลึกเท่ากับ 10.62 ± 0.03 มม. แรงที่ใช้อัดยางเท่ากับ

11500 ± 500 นิวตัน ความดัน 52 ปอนเด็ตต่อตารางนิ้ว โรเตอร์หมุนด้วยความเร็ว 2.00 ± 0.02 รอบต่อนาที ผลิตโดยบริษัท SPRI Limited ประเทศไทย

2.2.3 เครื่องรีโอมิเตอร์แบบค่าปิลลารี (Capillary rheometer)

เป็นเครื่องมือทดสอบพฤติกรรมการไหลของพอลิเมอร์ ยี่ห้อ Rosand ชนิดกรอบอกคู่ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของกรอบอก 16 มิลลิเมตร ส่วนปลายมีเกลียวสำหรับติดตั้ง Die ในการทดลองใช้ด้วยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 มิลลิเมตร ยาว 16 มิลลิเมตร มีมุมเข้าของด้วย (Die angle) 90 องศา

2.2.4 เครื่องรีโอมิเตอร์แบบแผ่นหมุน (Oscillating disk rheometer)

เป็นเครื่องมือทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ ใช้โรเตอร์เป็นแบบ Biconical Disk มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.39936 นิ้ว หมุนกลับไป-มาเป็นมุ่ง 10 ด้วยความถี่ 100 รอบต่อนาที ผลิตโดยบริษัท Monsanto จำกัดประเทศไทย

2.2.5 เครื่องอัดเบ้า (Compression moulding)

เป็นเครื่องอัดด้วยแรงเข้าเบ้าพิมพ์ โดยใช้ระบบไฮดรอลิก ให้ความร้อนด้วยระบบไฟฟ้า มี 2 ชั้น สามารถปรับอุณหภูมิได้สูงสุด 399°C ผลิตโดยห้างหุ้นส่วน ชัยเจริญการช่าง ประเทศไทย

2.2.6 เครื่องทดสอบการดึง (Tensometer)

เป็นเครื่องยี่ห้อ Hounfield รุ่น H 10KS ใช้ด้าร์เรงดิง สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN สามารถใช้ความเร็วในการเคลื่อนที่ตั้งแต่ 0.01 ถึง 1000 มิลลิเมตรต่อนาที มี Load cell เป็นตัวแปลงสัญญาณจากค่าแรงที่ผ่านวงจรอิเล็กทรอนิกส์ เป็นค่าแรงดึงในหน่วยของนิวตัน ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศไทย

2.2.7 เครื่องทดสอบการหักงอ (De Mattia flexing machine)

เครื่องมือประกอบด้วยหัวจับยางที่อยู่กับที่และหัวจับยางที่เคลื่อนไหวได้ หัวจับที่เคลื่อนไหวนั้นจะเคลื่อนขึ้นลงอยู่ในแนวตั้งเข้าออกจากการจับที่อยู่กับที่ โดยระยะชิดห่างจากที่จับอยู่กับที่นั้นสามารถปรับได้ ความเร็วของการเคลื่อนไหวนี้เท่ากับ 300 ± 10 รอบต่อนาที ระยะการเคลื่อนไหวสูงสุดของที่จับนั้นควรปรับได้ถึง 100 มม. ทดสอบยางได้คราวละ 12 ชิ้น

2.2.8 ตู้อบบ่มเร่งยาง (Ageing oven)

ตู้อบบ่มเร่งแบบเกียร์ (Geer ageing oven) รุ่น GPHH-200 ผลิตโดย บริษัท TABAI ESPEC Corp. ประเทศไทย และตู้อบอากาศร้อนแบบช่อง (Cell type) ซึ่งมีช่องสำหรับใส่ตัวอย่าง 3 ช่องด้วยกัน แต่ละช่องจะสามารถใส่ชิ้นตัวอย่างได้ 8 ชิ้น สามารถควบคุมอุณหภูมิได้แม่นยำ $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ปรับระดับอุณหภูมิตั้งแต่ $40 - 200^{\circ}\text{C}$ และควบคุมปริมาณของอากาศที่เหลือออกในแต่ละเซลล์ได้ตั้งแต่ 0.1-1.0 l/min ผลิตโดยบริษัท Elastocon ประเทศไทย

2.2.9 ตู้อบโอโซน (Ozone cabinet)

เครื่องทดสอบความด้านทานต่อโอโซนเป็นเครื่องยี่ห้อ Hampden รุ่น 703 ผลิตโดยบริษัท Hampden (England) จำกัด ประเทศอังกฤษ สามารถตั้งอุณหภูมิการทดสอบตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 90°C ขนาดของห้องทดสอบ $50\times50\times60\text{ cm}$ (150 ลิตร) ควบคุมความแม่นยำของอุณหภูมิได้ $\pm 2\text{ pphm}$ อัตราการกำเนิดโอโซนสูงสุด ประมาณ $50,000\text{ pphm}$ ที่ 1 ลิตรต่อนาที หรือ 200 pphm ที่ 250 ลิตรต่อนาที

2.2.10 เครื่องมือทดสอบ Compression Set

เครื่องมือทดสอบการผิดรูปของยางวัสดุในช่วงจากการกดประกอบด้วยแฟ่นโลหะแบบ 2 แผ่น ทำด้วยโลหะไรสนิมที่ขัดมันชุบโครเมียม แผ่นโลหะจะยึดเข้าหากันด้วยสกรู มีโลหะกันกระแทก ที่ทำเป็นแท่งหรือแหวนคงอยู่กับกระแทก ชี้่ความหนาของโลหะดังกล่าวขึ้นอยู่กับความหนาของตัวอย่างที่ทดสอบ

2.2.11 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโกรไฟโตมิเตอร์ (Fourier-Transform infrared spectrophotometer)

เครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาหมุนพังก์ชันของสารเคมีบนโครงสร้างของยาง โดยอาศัยหลักการดูดกลืนรังสี แม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงรังสีอินฟราเรด ในช่วงเลขคู่ 4000-400 cm^{-1} เครื่องที่ใช้เป็นรุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 ผลิตโดยบริษัท Nicolet Instrument Corporation ประเทศสหราชอาณาจักร

2.2.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (Scanning electron microscope)

เครื่อง SEM รุ่น JSM 5410 (JEOL) ผลิตในประเทศญี่ปุ่น เป็นกล้องที่ใช้แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบเทอร์โมอินิก (Thermionic emission electron gun) มีกำลังขยายตั้งแต่ 20-25000 เท่า สามารถให้กำลังแยกและเชิงระนาบได้ ประมาณ 3.5 นาโนเมตร ที่ 30 kV มีอุปกรณ์ตรวจวัดอิเล็กตรอนทุดiy กวม (secondary electron) และสามารถต่อ กับ อุปกรณ์ที่ใช้เคราะห์ธาตุของบริษัท Oxford รุ่น INCA 300 เพื่อวิเคราะห์ปริมาณธาตุที่เป็นองค์ประกอบได้ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ

2.2.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope)

เครื่อง TEM ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM 2010 ผลิตในประเทศญี่ปุ่น เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังแยกและสูงถึงระดับ 0.23 นาโนเมตรที่ศักย์ไฟฟ้าเร่ง (Accelerating voltage) 200 kV ถ่ายภาพผ่านกล้องดิจิตอล Gatan SC1000 ORIUS CCD camera (Model 832) เครื่องมือสามารถต่อ กับ Oxford Instruments ATW type EDS detector with INCA Energy TEM platform เพื่อวิเคราะห์ธาตุและทำ Elemental mapping ได้

การเตรียมชิ้นตัวอย่างให้มีความหนาประมาณ 60 นาโนเมตร ทำโดยการตัดด้วยเครื่อง Cryomicrotome ยี่ห้อ RMC รุ่น MTX

2.3 วิธีดำเนินการวิจัย

2.3.1 การทดสอบสมบัติการแปรรูปเบื้องต้นของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มที่ใช้

นำยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มมาทดสอบความหนืดมูนนี่ด้วยเครื่องวัดความหนืดมูนนี่ตามมาตรฐาน ASTM D1646 และสมบัติการให้ลื่นด้วยเครื่องวีโอมิตเตอร์แบบคาปิลารี จากนั้นหาเวลาในการบด (Masticate) ยางธรรมชาติ ให้มีความหนืดใกล้เคียงกับยางอีพีดีเอ็มก่อนการเบلنด์

2.3.2 การเตรียมและการทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติเบلنด์กับยางอีพีดีเอ็มโดยวิธีการผสมแบบหัวไปหัวมา

เตรียมยางเบلنด์ชนิดที่ไม่ใส่สารตัวเดิม (Gum compounds) โดยใช้เครื่องบดผสมยางสองลูกกลิ้งขนาด 6×14 นิ้ว ใช้สารตัวเร่งชนิดปฐมภูมิ (Primary accelerator) ในอุตสาหกรรมยาง 4 ชนิด คือ MBT, MBTS, CBS และ TBBS ในปริมาณ 4 มิลลิโมล เท่ากัน ใช้สูตรยางคอมปาวด์ดังต่อไปนี้

ตารางที่ 2.1 สูตรยางคอมปาวด์ที่ใช้ศึกษา

สารเคมี	ปริมาณ (phr)			
	สูตร 1	สูตร 2	สูตร 3	สูตร 4
ยางธรรมชาติ STR 20	70	70	70	70
ยางอีพีดีเอ็ม Keltan 512	30	30	30	30
ซิงค์คอร์กไซด์	4	4	4	4
กรดสเตียริก	2	2	2	2
กำมะถัน	2.5	2.5	2.5	2.5
MBT	0.67	-	-	-
MBTS	-	1.33	-	-
CBS	-	-	1.06	-
TBBS	-	-	-	0.95
รวม	109.17	109.83	109.56	109.45

ลำดับการผสม บนลูกกลิ้งขนาด 6×14 นิ้ว ปรับ nip กว้าง 1 มม. เป็นดังนี้

ตารางที่ 2.2 ลำดับการเตรียมยางคอมปาวด์

เวลาบด (นาที)	ขั้นตอนการผสม
เริ่มต้น	บดยางธรรมชาติเพื่อปรับความหนืดให้ใกล้เคียงกับยางอีพีดีเอ็ม
3.5	บดผสมยาง STR 20 กับยางอีพีดีเอ็ม
1	ใส่กรดสเตียริก
2	ใส่ซิงค์คอร์กไซด์
1	ใส่สารตัวเร่ง
2.5	ใส่กำมะถัน
1	ผ่านยางโดยไม่พันลูกกลิ้ง 7 ครั้ง
รวมเวลาผสม 11 นาที	

ตั้งยางคอมปาวด์ไว้ 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปทดสอบลักษณะการวัลภาไนซ์ (Cure characteristics) ได้แก่ เวลาการสกัด เวลาการวัลภาไนซ์ และอัตราการวัลภาไนซ์ด้วยเครื่อง Oscillating disk rheometer (ODR) ตามมาตรฐาน ASTM D2084 และอัดเบ้าเพื่อเตรียมชิ้นทดสอบสมบัติการดึง (Tensile properties) ได้แก่ มอดูลัสที่ระยะยืด 100%, 200% และ 300% ความทนทานต่อแรงดึงจนขาด (Tensile strength) และระยะยืดจนขาด (Elongation at break) ตาม มาตรฐาน ASTM D412 และความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยง (Crosslink density) โดยวิธีการบวมพองจนสมดุลในตัว ทำลาย (Equilibrium swelling method)

จากผลการทดลองกับยางสูตรที่ไม่ใส่สารตัวเติม เลือกชนิดสารตัวเร่งที่ให้สมบัติการแทนต่อแรงดึงสูงที่สุด จากนั้น เตรียมคอมปาวด์โดยวิธีการผสมแบบทั่วไปโดยใส่สารตัวเติมเข้าด้วยกันน้ำมันแอลกอฮอล์ที่นิก ในปริมาณ 50 phr และ 10 phr ตามลำดับ ทดสอบลักษณะการวัลภาไนซ์ สมบัติการดึง และความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยง เช่นเดียวกับยางที่ไม่ใส่สารตัวเติม

2.3.3 การเตรียมและการทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติเบلنด์กับยางอีพีดีเอ็มที่เตรียมโดยการผสมแบบ ลำดับขั้นและควบคุมความเข้มข้นของสารวัลภาไนซ์และสารตัวเติมในยางต่างชนิด

2.3.3.1 เตรียมยางเบلنด์ที่ไม่ใส่สารตัวเติม (Gum blend compounds) โดยเตรียมคอมปาวด์ของยางอีพีดีเอ็มที่ ประกอบด้วยสารเคมีทั้งหมดที่ใช้ในสูตรยางดังตารางที่ 1 จากนั้นนำไปเบلنด์กับยางธรรมชาติล้วนที่ได้บดเพื่อบรับ ความหนืดแล้ว (Pre-masticated NR) ศึกษาโดยใช้สารตัวเร่งทั้ง 4 ชนิด คือ MBT, MBTS, CBS และ TBBS ทดสอบ ลักษณะการวัลภาไนซ์ของยางคอมปาวด์ สมบัติการดึงและความหนาแน่นของการเชื่อมโยงของยางวัลภาไนซ์

2.3.3.2 จากผลการทดลองที่ได้ เลือกชนิดสารตัวเร่งที่ให้สมบัติของยางเบلنด์ที่ดีที่สุด เพื่อใช้ในการศึกษาผล ของการปรับสัดส่วนความเข้มข้นร่วมด้วยสารตัวเร่งในยางอีพีดีเอ็มและยางธรรมชาติก่อนการเบلنด์ เตรียมคอม ปาวด์ของยางอีพีดีเอ็มและยางธรรมชาติที่ประกอบด้วยสารเคมีทุกชนิดยกเว้นสารตัวเร่งให้มีปริมาณดังสูตร คำแนะนำให้มี สารตัวเร่งในเฟสยางอีพีดีเอ็มเริ่มต้นสูงกว่าในเฟสยางธรรมชาติเป็นสัดส่วนความเข้มข้น 50/50, 60/40, 70/30, 80/20, 90/10 และ 100/0 จากนั้นเบلنด์ยางคอมปาวด์ทั้งสองเข้าด้วยกัน ให้มีสัดส่วนสารเคมีสุดท้ายในสูตรยางดังตารางที่ 1 ทดสอบลักษณะการวัลภาไนซ์ของยางคอมปาวด์ สมบัติการดึงและความหนาแน่นของการเชื่อมโยงของยางวัลภาไนซ์

2.3.3.3 เปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้จากข้อ 2.3.2, 2.3.3.1 และ 2.3.3.2 แล้วเลือกสัดส่วนหรือวิธีการผสมที่ให้ สมบัติการดึงของยางเบلنด์ดีที่สุด เพื่อใช้ในการศึกษาผลของการใส่สารตัวเติมเข้าด้วยกัน โดยกำหนดให้สัดส่วนความ เข้มข้นของสารตัวเติมเข้าด้วยกันในเฟสยางอีพีดีเอ็มเริ่มต้นสูงกว่าในเฟสยางธรรมชาติเป็น 50/50, 60/40, 70/30, 80/20, 90/10 และ 100/0 และเบلنด์ยางคอมปาวด์ทั้งสองเข้าด้วยกันให้มีสัดส่วนสารเคมีสุดท้ายในสูตรยางเช่นเดียวกับตาราง ที่ 1 โดยเพิ่มเข้าด้วยกัน 50 phr และน้ำมันแอลกอฮอล์ที่นิก 10 phr เข้าไปในสูตร ทดสอบลักษณะการวัลภาไนซ์ของยางคอม ปาวด์ สมบัติการดึงและความหนาแน่นของการเชื่อมโยงของยางวัลภาไนซ์

2.3.4 การเตรียมและการทดสอบสมบัติของยางธรรมชาติเบلنด์กับยางอีพีดีเอ็มที่เตรียมโดยใช้ยางคอมปาวด์ ของยางอีพีดีเอ็มที่ถูกกราฟต์ด้วยความร้อนก่อนที่จะนำมาเบلنด์กับยางธรรมชาติ

ขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาเทคนิคและผลของการกราฟต์ด้วยความร้อนก่อนที่จะนำมาเบلنด์กับยางธรรมชาติ การกราฟต์ของสารตัวเร่งบนโมเลกุลยางอีพีดีเอ็ม (Accelerator grafted EPDM หรือ Rubber bound intermediate) ใน ขั้นเริ่มต้นของปฏิกรณีการวัลภาไนซ์ก่อนที่จะเกิดการเชื่อมโยง ก่อนที่จะนำมาเบلنด์กับยางธรรมชาติ

2.3.4.1 เตรียมยางคอมปาวด์ของยางอีพีดีเอ็มที่ประกอบด้วยสารเคมีทั้งหมดที่ใช้ในสูตรยางดังตารางที่ 1 ยกเว้น ยางธรรมชาติ จากนั้นนำยางอีพีดีเอ็มคอมปาวด์ที่ได้ไปทดสอบหาเวลาการขึ้นรูปหรือ Scorch time ที่อุณหภูมิ 140°C และ 150°C เพื่อที่จะกำหนดเวลาในการให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็ม นำยางอีพีดีเอ็มคอมปาวด์ไปให้ความร้อนใน เครื่องอัดยางที่อุณหภูมิ 140°C และ 150°C เป็นระยะเวลาต่างๆ โดยเป็นเวลา ก่อนและใกล้เคียงกับ Scorch time สุดท้ายแล้วจึงนำยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ผ่านการให้ความร้อนแล้ว (Preheated EPDM) ไปเบลนด์กับยางธรรมชาติ

ศึกษาผลของเวลาการให้ความร้อนยางอีพีดีเอ็มต่ออัลกัชณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์สุดท้าย เปรียบเทียบผล ของการให้ความร้อนเป็นระยะเวลาต่างกันก่อนการเบลนด์ต่อความหนาแน่นของการเชื้อมโยงและสมบัติการดึงของ ยางเบลนด์ที่ได้ เปรียบเทียบผลการ Preheat ที่อุณหภูมิ 140°C และ 150°C ศึกษาโดยใช้สารตัวเร่งทั้ง 4 ชนิด

2.3.4.2 เลือกใช้สารตัวเร่งชนิดเดียวกับที่ใช้ในขั้นตอนที่ 2.3.3.2 และเลือกสัดส่วนความเข้มข้นของสารตัวเร่งใน เพสยางอีพีดีเอ็มต่อในเพสยางธรรมชาติที่ให้สมบัติการดึงสูงสุดจากผลที่ได้ในขั้นตอนที่แล้ว จากนั้นเตรียมยางคอมปาวด์ทั้งสอง แล้วให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มเป็นระยะเวลาต่างๆ ซึ่งสั้นกว่า Scorch time ที่อุณหภูมิ 150°C นำยางอีพีดีเอ็มที่ได้ไปเบลนด์กับยางธรรมชาติ ศึกษาผลของเวลาการให้ความร้อนต่ออัลกัชณะการวัลคาไนซ์ ความหนาแน่นของการเชื้อมโยงและสมบัติการดึงของยางเบลนด์ที่ได้

2.3.4.3 ศึกษาผลของระยะเวลาการให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะนำมายเบลนด์กับยางธรรมชาติ เมื่อมีสารตัวเติมเข้ามาดำเนินสูตรยางคอมปาวด์ โดยเลือกสัดส่วนความเข้มข้นของสารตัวเร่งและสารตัวเติมที่ให้ผลดีที่สุดจากการทดลองในขั้นตอนก่อนหน้านี้ ทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ ความหนาแน่นของการเชื้อมโยง และสมบัติการดึงของยางเบลนด์ที่ได้

2.3.5 การวิเคราะห์ยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการกระดุนด้วยความร้อน

ทดสอบยางอีพีดีเอ็มที่ถูกกระดุนด้วยความร้อนเพื่อให้เกิดการกราฟต์ของสารตัวเร่งบนโมเลกุลยางอีพีดีเอ็ม (Accelerator grafted EPDM) ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (IR) เพื่อพิสูจน์ว่ามีส่วนของสารตัวเร่งและ กำมะถันมาเชื่อมต่อกับโมเลกุลของยางอีพีดีเอ็มหรือไม่หลังจากขั้นตอนการให้ความร้อน โดยก่อนการทดสอบจะต้องนำ ยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการให้ความร้อนแล้วมาสกัดเอาสารตัวเร่งที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกก่อนโดยใช้ตัวทำละลายที่สามารถ ละลายส่วนของสารตัวเร่งที่ไม่เกิดปฏิกิริยาออกได้ คือ อะซิโตน โดยทำการล้างสกัดซ้ำหลายครั้งๆ เพื่อให้มั่นใจว่าหมู่ พังก์ชันที่ปรากฏในสเปกต์รัมอินฟราเรดเกิดจากส่วนของสารตัวเร่งที่ต่อเชื่อมกับโมเลกุลยางเท่านั้น

2.3.6 การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของยางเบลนด์ที่ได้จากการเตรียมโดยใช้วิธีการผสมแบบทั่วไป และแบบรีแอกทิฟ

เลือกตัวอย่างยางเบลนด์ที่มีสมบัติแตกต่างกันและเตรียมโดยใช้วิธีการผสมแตกต่างกัน นำมาทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของยางเบลนด์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเลคทรอนแบบส่องภาพ (Scanning Electron Microscope, SEM) และ กล้องจุลทรรศน์อิเลคทรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)

2.3.7 ทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของยางเบลนด์ เปรียบเทียบระหว่างสูตรยางธรรมชาติที่มีสารต้านการเสื่อม สูตรยางเบลนด์ที่ใส่สารต้านการเสื่อม และสูตรยางเบลนด์ที่ไม่ใส่สารต้านการเสื่อม

เตรียมยางคอมปาวด์ดังสูตรในตารางที่ 3 โดยสูตรที่ 1 และ 2 เป็นยางธรรมชาติล้วนที่ไม่ใส่เข้ามาดำเนิน และเป็นยางที่ใส่สารต้านการเสื่อมทั้งแอนติออกซิเดนซ์และแอนติโอโซเดนซ์ ส่วนยางสูตรที่ 3 ถึง 6 เป็นยางเบลนด์ที่มีอัตราส่วน

NR/EPDM เท่ากับ 70/30 ที่เตรียมหั่นแบบหัวไปและแบบบีเออกทีฟ ใส่และไม่ใส่สารตัวเติมเข้มข้น การเตรียมยางเบลนเดอร์แบบบีเออกทีฟใช้ขั้นตอนการผสมและสภาวะการเตรียมที่ให้สมบัติการดึงตึงที่สุดจากการทดลองในขั้นตอนที่ผ่านมา

ตารางที่ 2.3 สูตรคอมปาวด์ที่ใช้ในการทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของยางเบลนเดอร์

สารเคมี	ปริมาณสาร (phr)					
	สูตร 1	สูตร 2	สูตร 3	สูตร 4	สูตร 5	สูตร 6
ยางธรรมชาติ	100	100	70	70	70	70
ยางอีพีดีเอ็ม	0	0	30	30	30	30
ซิงค์ออกไซด์	4	4	4	4	4	4
กรดสเตียริก	2	2	2	2	2	2
TBBS	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95
กำมะถัน	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
เข้มข้น เกรด N550	0	50	0	50	0	50
นำมันแหนพทีนิก	0	10	0	10	0	10
TMQ	1	1	1	1	0	0
6PPD	2	2	2	2	0	0
Wax	1	1	1	1	0	0

นำยางคอมปาวด์ที่ได้ทดสอบลักษณะการวัลภาในชั้นรูปเป็นชิ้นทดสอบเพื่อทดสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่

- สมบัติการทนต่อแรงดึง
- สมบัติการทนทานต่อการเกิดรอยแตก และการขยายตัวของรอยแตก
- สมบัติการผิดรูปจากการกด
- สมบัติการบ่มเร่งในตู้อบอากาศร้อน
- สมบัติการทนทานต่อโอโซน

รายละเอียดของการดำเนินการทดสอบ แสดงในหัวข้อ 2.3.9

2.3.8 ทดสอบสมบัติของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยให้มีสัดส่วนของยางธรรมชาติต่อนางอีพีดีเอ็มแตกต่างกัน

เตรียมยางเบลนเดอร์ที่มีอัตราส่วนการเบลนเดอร์ต่างๆ โดยใช้สารตัวเร่ง TBBS แบบหัวไปและแบบบีเออกทีฟภายใต้สภาวะการเตรียมที่เหมาะสมที่สุด ดังสูตรแสดงในตารางที่ 4 กำหนดสัดส่วนระหว่างยางธรรมชาติต่อนางอีพีดีเอ็มที่ศึกษา คือ 100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40 และ 50/50 โดยนำหนัก

ตารางที่ 2.4 สูตรยางเบลนเดอร์ที่ไม่ใส่สารตัวเติมที่สัดส่วนการเบลนเดอร์ต่างๆ

สารเคมี	ปริมาณสาร (phr)					
	สูตร 1	สูตร 2	สูตร 3	สูตร 4	สูตร 5	สูตร 6
ยางธรรมชาติ	100	90	80	70	60	50
ยางอีพีดีเอ็ม	0	10	20	30	40	50
ซิงค์ออกไซด์	4	4	4	4	4	4
กรดสเตียริก	2	2	2	2	2	2
TBBS	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95	0.95
กำมะถัน	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5

ทำการทดลองแบบเดียวกัน แต่ใส่สารตัวเติมเข้มข้น N-550 ปริมาณ 50 phr และนำมันเน芬ทีนิก ปริมาณ 10 phr

นำยางคอมปาวด์ที่ได้ทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ ด้วยเครื่อง Oscillating Disk Rheometer ตามมาตรฐาน ASTM D2084 จากนั้นนำไปวัดค่าไนซ์ขึ้นรูปเป็นชิ้นทดสอบเพื่อทดสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่

- สมบัติการทนต่อแรงดึง
- สมบัติการทนทานต่อการเกิดรอยแตก และการขยายตัวของรอยแตก
- สมบัติการผิดรูปจากการกด
- สมบัติการปั่นเร่งในตู้อบอาการร้อน
- สมบัติการทนทานต่อโอโซน
- ความหนาแน่นของการเชื่อมโยง (Crosslink density)

รายละเอียดของการดำเนินการทดสอบ แสดงในหัวข้อ 2.3.9

2.3.9 การทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลต่าง ๆ ของยางวัลคาไนซ์

2.3.9.1 สมบัติการทนต่อแรงดึง

การทดสอบทำโดยใช้ชิ้นทดสอบรูปดัมเบลขนาด Die Type C ความยาว 115 มม. กว้าง 6 ± 0.4 มม. หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 ม.ม. และไม่เกิน 3 มม. หลังจากวัดความหนาแล้วนำชิ้นทดสอบไปปิดด้วยเครื่อง Tensile testing machine ที่อัตราการดึง 500 ± 50 มม./นาที ตามมาตรฐาน ASTM D 412 (2005) บันทึกแรงดึงที่ทำให้ชิ้นทดสอบยืดที่ 100, 300 และ 500 เปอร์เซ็นต์ แรงที่ดึงจะชี้นทดสอบขาด และระยะที่ยางยืดจนขาด เพื่อใช้ในการคำนวณหาค่าโมดูลัสที่ 100%, 300% และ 500% ค่าความทนทานต่อแรงดึง (Tensile strength) และความสามารถในการยืด (Elongation at break)

2.3.9.2 สมบัติการทนทานต่อการเกิดรอยแตก และการขยายตัวของรอยแตก

การทดสอบความทนทานต่อการเกิดรอยแตกหรือความทนทานต่อการหักของยางวัลคาไนซ์ และการขยายตัวของรอยแตก ทำโดยใช้เครื่อง De Mattia flexing machine ตามมาตรฐาน ASTM D 430 Method B (Standard test methods for rubber deterioration-dynamic fatigue) และ ASTM D813 (Standard test methods for rubber deterioration-crack growth)

การทดสอบความหนาแน่นต่อการหักกอทำโดยนำตัวอย่างยางที่เตรียมจากการอัดเบ้าซึ่งมีความกว้าง 25 ± 1 มม. ยาว 152 มม. หนา 6.3 ± 0.15 มม. ตรงกลางแผ่นมีร่องครึ่งวงกลมมีรัศมี 2.38 ± 0.03 มม. มาจับยืดให้ปลายด้านหนึ่งของยางยึดกับที่จับที่อยู่กับที่ส่วนอกข้างยึดกับที่จับที่เคลื่อนไหวได้ โดยให้แกนยาวของยางขนาดไปกับการเคลื่อนที่ขึ้นลงของที่จับนั้นและจัดให้ร่องที่อยู่บนยางอยู่กับกลางระหว่างที่จับทั้งสองพอดี ระยะที่ยางพันออกจากที่จับทั้งสองเท่ากับ 76.2 ± 0.3 หรือ-0.0 มม. จากนั้นทำการเดินเครื่องและตรวจสอบความลึก ความยาวและจำนวนของรอยแตก ด้วยสายตาประเมินผลเป็นจำนวนรอบที่ทำให้ยางเกิดรอยแตก

การทดสอบความต้านทานต่อการขยายตัวของรอยแตกทำโดยนำตัวอย่างยางที่ได้จากการอัดเบ้ามาเจาะให้เป็นรูทะลุ โดยให้รูอยู่ที่ตรงกลางร่องของขึ้นยางพอดี ส่ายางในเครื่องแล้วเดินเครื่องทดสอบ ประเมินผลโดยรายงานเป็นอัตราการขยายตัวของรอยแตก หรือจำนวนรอบที่ต้องใช้เพื่อให้รอยแตกขยายตัวเพิ่มขึ้น 1 มม.

2.3.9.3 สมบัติการผิดรูปจากการกด

การทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 395 ใช้ชั้นทดสอบที่มีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 29.0 ± 0.5 มม. และหนา 12.5 ± 0.5 มม. น้ำ ağırไวน์แผ่นโลหะซึ่งมีโลหะกันระบะหนาเท่ากับ 9.38 ± 0.01 มม. หรือเท่ากับ 25% ของความหนาของยาง วางคั้นระหว่างแผ่นโลหะไว้ วางแผ่นโลหะด้านบนแล้วค่อยๆ ขันสกรูลงไปพร้อมๆ กันทุกด้านจนกระแทกแผ่นโลหะสัมผัสถูกกับโลหะกันระบะ เมื่อขันสกรูได้ที่แล้ว นำชุดทดสอบไปใส่ในตู้อบที่ตั้งอุณหภูมิไว้ที่ 100°C เป็นเวลา 22 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาตามกำหนดแล้ว ถอดสกรูออก แล้วนำตัวอย่างยางมาวางไวน์แผ่นไว้ เป็นเวลา 30 นาที ก่อนที่จะวัดความหนา เพื่อคำนวณเบอร์เช็นต์การผิดรูปเนื่องจากการกด

$$\text{Compression set} = \frac{(t_0 - t_i)}{(t_0 - t_n)} \times 100$$

โดยที่ t_0 = ความหนาเดิมก่อนการทดสอบ

t_i = ความหนาภายในหลังทดสอบ

t_n = ความหนาของแผ่นกัน

2.3.9.4 สมบัติการบ่มเร่งในตู้อบอากาศร้อน

การทดสอบทำโดยนำชั้นทดสอบรูปดัมเบลไปบ่มเร่งในตู้อบอากาศร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 22 ชั่วโมงตามมาตรฐาน ASTM D 573 หลังจากครบเวลาแล้วนำยางออกจากตู้อบและวัดทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 16 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำชิ้นตัวอย่างไปทดสอบสมบัติการทนต่อแรงดึงตามหัวข้อที่ 2.3.9.1 คำนวณเบอร์เช็นต์การเปลี่ยนแปลงของสมบัติดังนี้

$$\text{เบอร์เช็นต์การเปลี่ยนแปลงของสมบัติ} = \frac{(O - A)}{O} \times 100$$

เมื่อ O คือ สมบัติก่อนการบ่มเร่ง

A คือ สมบัติหลังการบ่มเร่ง

2.3.9.5 สมบัติการทนทานต่อโอโซน

การทดสอบความหนาแน่นต่อโอโซนตามมาตรฐาน ISO 1431-Part 1 ทำโดยใช้ชิ้นตัวอย่างยางที่ตัดจากแผ่นยางวัลคานิซ์ที่มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ให้เป็นแทบทกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 8 เซนติเมตร นำมาจับยึดกับที่จับตัวอย่างแล้วยึดออกที่เบอร์เช็นต์การยืด 20% จากนั้นนำไปแขวนไว้ในตู้อบที่มีความเข้มข้นของโอโซน 50 ppbm ที่อุณหภูมิ 40°C เป็นระยะเวลา 96 ชั่วโมง บันทึกลักษณะการแตกและจัดการแตกของยางเนื่องจากโอโซน ดังนี้

เกรด	จำนวนของรอยแตก	ขนาดและความลึกของรอยแตก
A	มีจำนวนรอยแตกจำนวนน้อย	-1 ไม่สามารถเห็นรอยแตกด้วยตาเปล่าแต่เห็นได้เมื่อใช้เวนขยาย 10 เท่า -2 สามารถเห็นรอยแตกได้ด้วยตาเปล่า
B	มีรอยแตกจำนวนมาก	-3 รอยแตกมีความลึกและยาวเพิ่มขึ้นแต่น้อยกว่า 1 มม. -4 รอยแตกลึกและยาว 1-3 มม.
C	มีรอยแตกจำนวนนับไม่ถ้วน	-5 รอยแตกมีขนาดยาวกว่า 3 มม.

2.3.9.6 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยง (Crosslink density)

วิเคราะห์ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงด้วยวิธีวัดการบวมพองจนสมดุลในตัวทำละลายโดยใช้ชั้นตัวอย่างหนักประมาณ 0.2 กรัม กว้างประมาณ 8 มิลลิเมตร ยาวประมาณ 15 มิลลิเมตร และหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร แขวนตัวทำละลายโดยใช้ตัวทำละลายปริมาตร 30 มิลลิลิตร แขวนเป็นเวลา 7 วัน ชั้นหนักยังก่อนและหลังจากการแขวนตัวทำละลาย จากนั้นนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงตามสมการของ Flory-Rehner

$$\nu = -[\ln(1 - V_r) + V_r + k \cdot V_r^2] / 2(V_r^{1/3} - 0.5V_r) D \cdot V_c$$

$$V_r = [(W_d - W_f)/D] / [\{(W_d - W_f)/D\} + \{(W_s - W_d)/p_s\}]$$

เมื่อ	ν = ปริมาณพันธะเชื่อมโยง (mol/cm^3)
	V_r = สัดส่วนปริมาตรของเนื้อยางในยางที่พองตัว (cm^3)
	D = ความหนาแน่นของยาง (g/cm^3)
	k = ตัว係数ความเข้ากันได้ของยางและตัวทำละลาย ($k = 0.39$ สำหรับ NR ในโกลูอีน)
	V_c = ปริมาตรของตัวทำละลาย 1 โมล ($V_c = 106.37 \text{ cm}^3/\text{mol}$ สำหรับโกลูอีน)

บทที่ 3 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

3.1 สมบัติเบื้องต้นของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มที่ใช้ในการศึกษา

3.1.1 สมบัติการแปรรูปเบื้องต้นของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มที่ใช้

3.1.1.1 ความหนืดมูนนี่

ความหนืดมูนนี่เริ่มต้นของยางธรรมชาติ (STR 20) เท่ากับ 88 ML 1+4 (125°C) และของยางอีพีดีเอ็ม (Keltan 512) เท่ากับ 50 ML 1+4 (125°C) ดังนั้นก่อนที่จะนำยางหั้งสองมาเบลนเด็ก้าด้วยกัน จะเป็นต้องปรับความหนืดของยางธรรมชาติให้ใกล้เคียงกับยางอีพีดีเอ็ม จากผลการนำยางธรรมชาติมาผ่านลูกกลิ้ง 10 ครั้ง เพื่อให้ยางนิ่มลง และสามารถพันลูกกลิ้งได้ จากนั้นให้ย่างพันลูกกลิ้งและบดบนลูกกลิ้งที่มีระยะห่างระหว่างลูกกลิ้ง (Nip) กว้าง 1 มิลลิเมตร นานเป็นระยะเวลา 1, 2, 3 และ 4 นาที เมื่อนำยางที่ได้ไปหาความหนืดมูนนี่ได้ค่าความหนืดดังตารางที่ 3.1

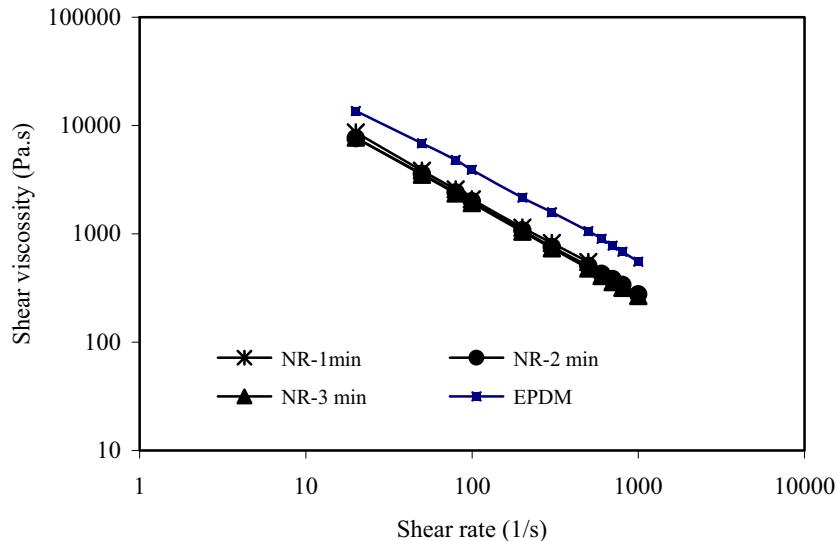
ตารางที่ 3.1 ค่าความหนืดมูนนี่ของยาง STR 20 ที่บดด้วยเวลาต่างกัน

Mastication time (min)	1	2	3	4
ML1+4 (125°C)	63	48	40	38

การบดยางนาน 2 นาทีทำให้ได้ยาง STR20 ที่มีความหนืด 48 ML 1+4 (125°C) ใกล้เคียงกับยางอีพีดีเอ็ม

3.1.1.2 สมบัติการไหลของยาง ทดสอบด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคัปปิลารี (Capillary rheometer)

เมื่อนำยางธรรมชาติที่ผ่านการบดที่เวลาต่างๆ ไปหาค่าความหนืดเฉือน (Shear viscosity) เพื่อดูพฤติกรรมการไหลของยางโดยใช้เครื่อง Rosand capillary rheometer มีมุมเข้าของดาย (Die angle) 90 องศา ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 มิลลิเมตร ยาว 16 มิลลิเมตร อุณหภูมิทดสอบ 125°C ได้ผลดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ค่าความหนืดเฉือนของยาง STR 20 ที่บดนาน 1, 2 และ 3 นาที เปรียบเทียบกับยางอีพีดีเอ็ม

ค่าความหนืดเฉือนของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มลดลงเมื่ออัตราการเฉือนเพิ่มขึ้นดังรูปที่ 3.1 โดยยางอีพีดีเอ็มมีค่าความหนืดเฉือนสูงกวายางธรรมชาติที่บดด้วยเวลาต่างกัน และผลของค่าความหนืดเฉือนไม่สอดคล้องกับผลการทดสอบค่าความหนืดมูนนี่ที่ได้ การบดยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มบนลูกกลิ้งจะให้ผลแตกต่างกัน คือ ยาง

ธรรมชาติมีปริมาณพันธะคู่สูงและทำให้สายโซ่ไม่เลกุลถูกตัดขาดจากผลของแรงเนื้อในขณะที่ยางอีพีดีเอ็มมีโครงสร้างส่วนใหญ่เป็นตัวแอลและพันธะคู่ที่มีในโครงสร้างก็เป็นพันธะคู่ในตำแหน่งที่เป็นโซ่กึ่ง ทำให้ยางชนิดนี้ไม่ตอบสนองต่อการกดหรือแรงเนื้อที่กระทำ การทดสอบในเครื่องรีโอมิตเตอร์ทำให้ยางถูกกระทำด้วยแรงเฉือนสูงกว่าในกระบวนการแปรรูปยางทั่วไป และทำให้ยางธรรมชาติแสดงค่าความหนืดเฉือนต่ำกว่ายางอีพีดีเอ็มทุกรายงานแม้ว่าจะมีค่าความหนืดมูนนี่สูงกว่าก็ตาม ในงานวิจัยนี้จึงถือเอาค่าความหนืดมูนนี่เป็นเกณฑ์ในการปรับความหนืดของยางทั้งสองชนิดให้ใกล้เคียงกันก่อนที่จะเบลนด์เพื่อลดความไม่เข้ากันทางด้านความหนืด

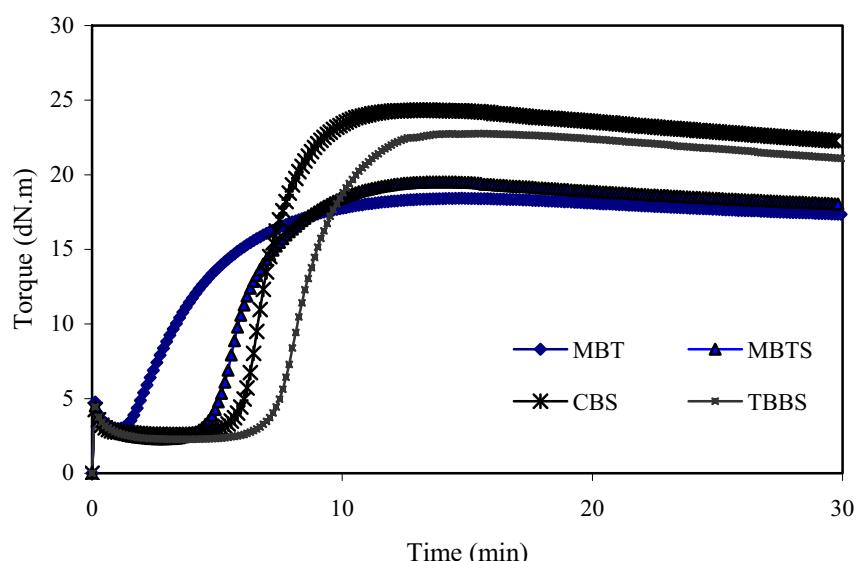
3.1.2 สมบัติการวัลคาไนซ์และสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มที่ใช้

3.1.2.1 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็ม

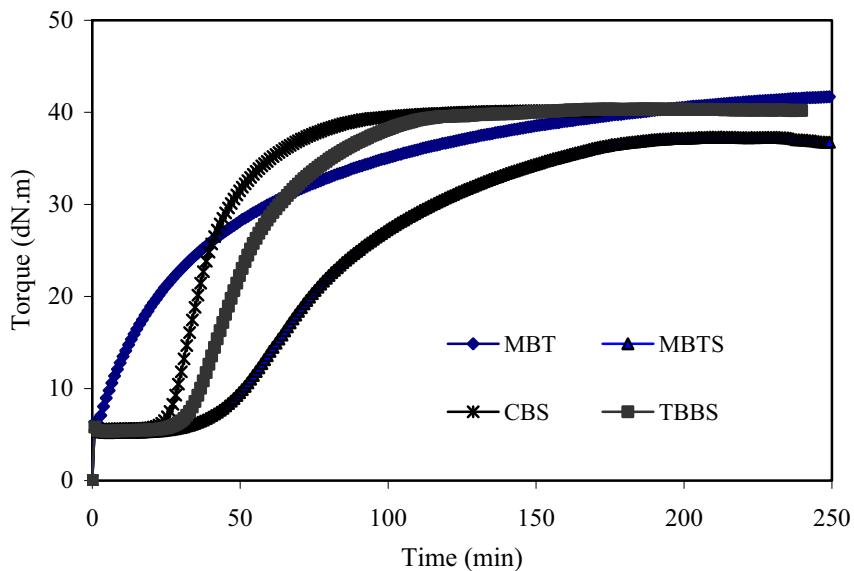
ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มเมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT, MBTS, CBS และ TBBS และสูตรการทดลองเช่นเดียวกับยางเบลนด์ ที่อุณหภูมิ 150°C เป็นดังแสดงในตารางที่ 3.2 และรูปที่ 3.2-3.3

ตารางที่ 3.2 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติ (STR 20) และยางอีพีดีเอ็ม (Keltan 512)

Rubber type	Accelerator type	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	Scorch time (min)	Cure time (min)	CRI (min^{-1})
NR (STR 20)	MBT	2.99	18.43	15.44	1.80	8.50	14.93
	MBTS	2.30	19.53	17.23	4.60	9.50	20.41
	CBS	2.57	24.33	21.76	5.72	10.00	23.36
	TBBS	2.27	22.76	20.49	6.80	11.50	21.28
EPDM (Keltan 512)	MBT	6.19	41.70	35.51	3.78	143.00	0.72
	MBTS	5.21	37.33	32.12	34.68	148.00	0.88
	CBS	5.54	40.17	34.63	25.49	67.00	2.41
	TBBS	5.33	40.37	35.04	30.35	91.00	1.65



รูปที่ 3.2 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติ ที่อุณหภูมิ 150°C



รูปที่ 3.3 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางอีพีดีเอ็ม ที่อุณหภูมิ 150°C

ค่าแรงบิดต่ำสุด (M_L) ของยางคอมปาวด์ของยางธรรมชาติ (STR 20) ในทุกชนิดสารตัวเร่งที่ใช้มีค่าต่ำกว่า ยางอีพีดีเอ็ม (Keltan 512) ซึ่งเป็นผลมาจากการความหนืดของยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มสูงกว่าคอมปาวด์ยางธรรมชาติ ในกรณีของยางธรรมชาติเมื่อถูกกระทำด้วยพลังงานกลจากการบดจะทำให้สายโซ่โมเลกุลเกิดการขาดออกจากกันจึงส่งผลให้ความหนืดลดลง แต่สำหรับยางอีพีดีเอ็มนั้นเมื่อถูกกระทำด้วยพลังงานกลจากการบดพบว่าความหนืดไม่เปลี่ยนแปลงเนื่องจากเป็นยางที่มีสายโซ่หลักอิ่มตัวและไม่ตอบสนองต่อการบด เมื่อพิจารณาค่าแรงบิดสูงสุด (M_H) พบร่วางอีพีดีเอ็ม (Keltan 512) ให้ค่าสูงกว่ายางธรรมชาติ (STR 20) เนื่องจากยางอีพีดีเอ็มเป็นยางสังเคราะห์ที่มีลักษณะการวัลคาไนซ์แบบ Marching คือหลังจากวัลคาไนซ์แล้วค่าโมดูลสูงของยางก็ยังสูงขึ้นต่อไปเรื่อยๆ ซึ่งส่งผลต่อไปถึงค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิด ($M_H - M_L$)

จากรูปที่ 3.2 จะเห็นได้อย่างชัดเจนว่าค่า Scorch time ของยางธรรมชาติ (STR 20) ที่ใช้สารตัวเร่ง TBBS มีค่ามากที่สุด รองลงมาคือ CBS, MBTS และ MBT ตามลำดับ เพราะเมื่อสารตัวเร่งกลุ่มชัลฟีนาไมด์ได้รับความร้อนก็จะแตกตัวให้ MBT และเบสออกมาน้ำซึ่ง MBT นี้จะเป็นตัวไปก่อให้เกิดการวัลคาไนซ์และเบสจะทำหน้าที่เป็นตัวกระตุ้นให้สารตัวเร่งทำงานได้เร็วขึ้น แต่เมื่อเปรียบเทียบสารตัวเร่งในกลุ่มชัลฟีนาไมด์ด้วยกันแล้วพบว่า TBBS ให้ช่วง Scorch time ที่ยาวกว่า CBS เนื่องจาก TBBS มีความเป็นเบสที่สูงกว่า CBS คือ TBBS มีค่า pK_b ของอะมีนเท่ากับ 4.2 และ CBS มีค่า pK_b ของอะมีนเท่ากับ 3.7 ซึ่งถ้าหากอะมีนมีความเป็นเบสสูงการแตกตัวของอะมีนจาก MBT ก็จะเป็นไปได้ยากขึ้น (พรพรรณ, 2528) ทำให้ Scorch time ยาวขึ้นและส่งผลให้ Cure time ช้าลงอีกด้วย และเมื่อเปรียบเทียบสารตัวเร่งในกลุ่มไฮดรอลด้วยกัน จะเห็นได้ว่า MBTS แตกตัวด้วยความร้อนเป็น MBT ทำให้เกิดการเลื่อนช่วง Scorch time ให้ยาวออกไป ซึ่งทำให้มีความปลดภัยในการแปรรูปมากกว่า MBT แต่การใช้สารตัวเร่ง MBTS ในยางอีพีดีเอ็ม ให้ผลแตกต่างจากการใช้ในยางธรรมชาติคือ MBTS จะให้ Scorch time ยาวที่สุดรองลงมาคือ TBBS, CBS และ MBT ตามลำดับ

เมื่อพิจารณาค่า Cure time พบร่วางว่า เวลาในการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติเร็วกว่ายางอีพีดีเอ็มมาก เนื่องจากยางธรรมชาติมีพันธะคู่ที่ว่องไวอยู่ในโมเลกุลมากกว่ายางอีพีดีเอ็ม ทำให้กำลังถันที่เป็นสารวัลคาไนซ์เกิดการเชื่อมโยงได้มากกว่า ส่งผลให้เวลาในการขึ้นรูปของยางธรรมชาติน้อยกว่ายางอีพีดีเอ็ม โดยลักษณะการวัลคาไนซ์ของ

ยางธรรมชาติมีลักษณะเป็นแบบ Reversion ในขณะที่ลักษณะการวัลค่าในช่วงของยางอีพีดีเอ็มมีลักษณะเป็นแบบ Marching

3.1.2.2 สมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็ม

สมบัติการดึงของยางวัลค่าในช่วงเวลา 90% cure time ที่อุณหภูมิ 150°C เมื่อทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D412 โดยใช้ชุดทดสอบรูปต้มเบล Die Type C ด้วยอัตราการดึง $500 \pm 50 \text{ mm./นาที}$ ได้ผลดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สมบัติการดึงของยางธรรมชาติ (STR 20) และยางอีพีดีเอ็ม (Keltan 512)

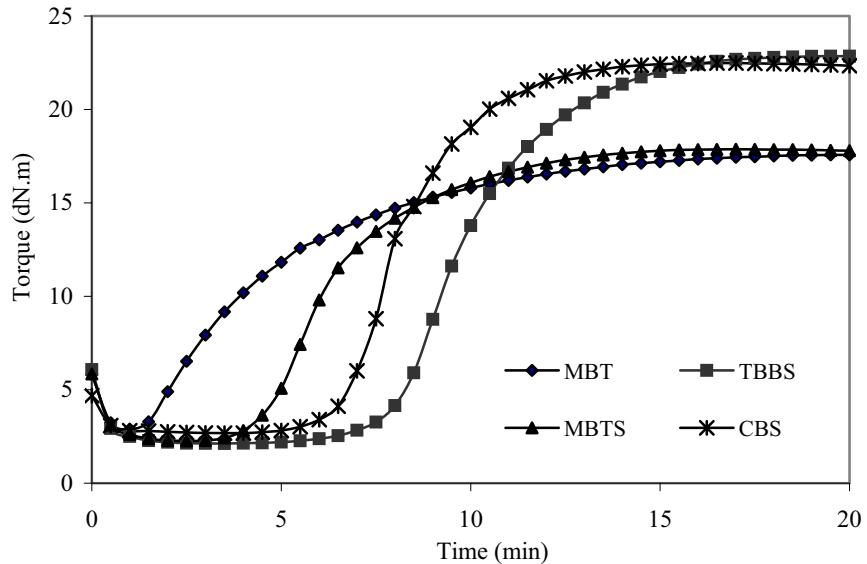
Rubber type	Accelerator type	Modulus (MPa) at					T.S. (MPa)	E.B. (%)
		100%	200%	300%	400%	500%		
NR (STR 20)	MBT	0.70	1.09	1.57	2.21	3.45	20.14	748
	MBTS	0.77	1.18	1.70	2.45	3.76	21.10	758
	CBS	0.98	1.65	2.52	3.93	7.82	22.00	629
	TBBS	0.97	1.55	2.33	3.54	6.09	22.35	656
EPDM (Keltan 512)	MBT	1.24	-	-	-	-	1.78	201
	MBTS	1.16	1.59	-	-	-	1.81	246
	CBS	1.42	-	-	-	-	1.79	187
	TBBS	1.27	-	-	-	-	1.75	192

ยางธรรมชาติมีความทนทานต่อการดึง ได้มากกว่ายางอีพีดีเอ็มเนื่องจากโครงสร้างของยางธรรมชาติมีความสม่ำเสมอจึงมีความสามารถในการตอกลีกได้ดีกว่ายางอีพีดีเอ็ม เมื่อศึกษาผลของสารตัวเร่งในยางธรรมชาติพบว่า TBBS ให้ค่า Tensile strength มากที่สุดรองลงมาคือ CBS, MBTS และ MBT โดยค่าที่ได้จากการใช้สารตัวเร่งทั้ง 4 ชนิดไม่แตกต่างกันมากนัก ส่วนยางอีพีดีเอ็มพบว่าค่า Tensile strength มีค่าต่ำมากและใกล้เคียงกัน โดยยางอีพีดีเอ็มเป็นยางที่มีความแข็งแรงต่ำเมื่อไม่ใส่สารตัวเร่งเติมเสริมประสิทธิภาพเนื่องจากเป็นเทอร์โพลิเมอร์ที่มีโครงสร้างไม่เกลูลไม่สม่ำเสมอและไม่สามารถตอกกลีกได้เมื่อยืด เมื่อเปรียบเทียบโมดูลัสของการใช้สารตัวเร่ง MBT, TBBS, MBTS และ CBS ในยางอีพีดีเอ็ม พบร้า CBS ให้ค่าโมดูลัสสูงที่สุดรองลงมาคือ TBBS, MBT และ MBTS ตามลำดับ ส่วนในยางธรรมชาติพบว่า CBS ให้ค่าโมดูลัสสูงที่สุดรองลงมาคือ TBBS, MBTS และ MBT ตามลำดับ ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับค่าผลต่างระหว่างแรงบิดสูงสุดกับแรงบิดต่ำสุดจากการวัลค่าในช่วง และยางที่มีค่าโมดูลัสสูงจะมีสมบัติการต้านการผิดรูปสูงจึงทำให้มีความสามารถในการยืดต่ำด้วย

3.2 สมบัติของยางธรรมชาติเบلنเดกับยางอีพีดีเอ็มโดยวิธีการผสมแบบทั่วไป

3.2.1 สมบัติการวัลค่าในช่วง

ลักษณะการฟกรวัลค่าในช่วงของยางเบلنเดก STR20/EPDM ที่อัตราส่วน 70/30 ที่ไม่ใส่สารตัวเติม ซึ่งเตรียมได้โดยการเบلنเดกแบบทั่วไป (Simple blend) หรือ การผสมแบบปกติโดยใช้สารตัวเร่งกลุ่มไฮโรไซล คือ MBT, MBTS และสารตัวเร่งกลุ่มชัลฟีนาไมด์ คือ CBS, TBBS ที่ทดสอบด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบแผ่นหมุน (Oscillating disk rheometer, ODR) ตามมาตรฐาน ASTM D2084 อุณหภูมิ 150°C เป็นดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 ลักษณะการวัลคайн์ของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทัวไปและใช้สารตัวเร่งต่างชนิด

สมบัติการวัลคайн์ (Cure characteristics) ได้แก่ เวลาการสก็อช (Scorch time, T_{S_1}) เวลาการวัลคайн์ (Cure time, $T_{C_{90}}$) และดัชนีการวัลคайн์ (Cure rate index, CRI) รวมทั้งค่าแรงบิดต่ำสุด แรงบิดสูงสุด ผลต่างของค่าแรงบิด สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สมบัติการวัลคайн์ของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทัวไป

Accelerator Type	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	Scorch time (min)	Cure time (min)	CRI (min^{-1})
MBT	2.81	17.57	14.76	1.79	11.00	10.86
MBTS	2.26	17.79	15.53	4.32	10.50	16.18
CBS	2.69	22.34	19.65	6.36	11.00	21.51
TBBS	2.12	22.85	20.73	7.40	13.50	16.39

จากลักษณะการฟกชันของยางในรูปที่ 3.4 และผลในตารางที่ 3.4 แสดงให้เห็นว่าสารตัวเร่ง 4 ชนิดที่ใช้ ทำให้ยางเบลนเดอร์ที่ได้มีเวลาสก็อชแตกต่างกันซัดเจน โดยมีลำดับ คือ $\text{MBT} < \text{MBTS} < \text{CBS} < \text{TBBS}$ ในขณะที่เวลาการวัลคайн์ของยางเบลนเดอร์ที่ใช้ MBT, MBTS และ CBS มีค่าใกล้เคียงกัน โดยที่ TBBS ใช้เวลาในการวัลคайн์นานที่สุด ส่วนอัตราการวัลคайн์ของ MBT $<$ MBTS \sim TBBS $<$ CBS

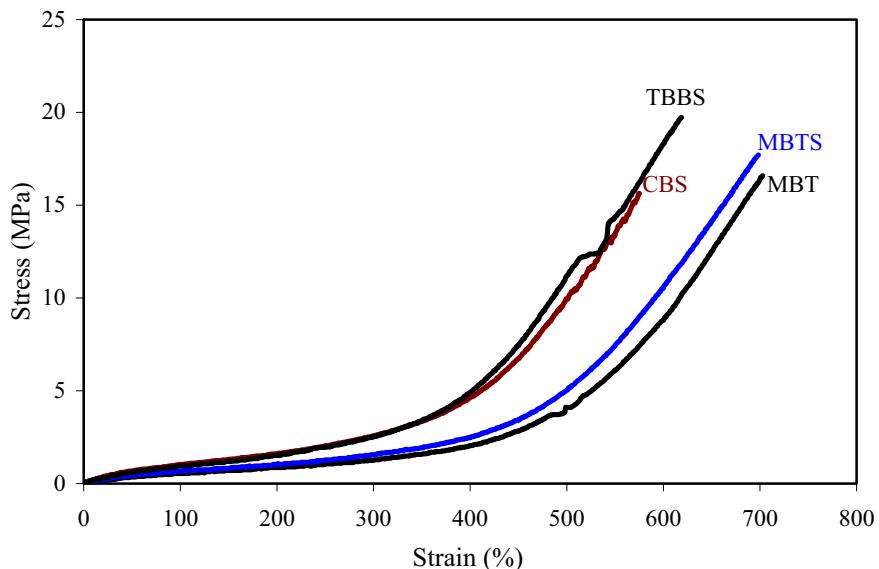
ผลต่างของค่าแรงบิดสูงสุดกับต่ำสุดของยางเบลนเดอร์ที่ใช้สารตัวเร่งชัลฟิน่าไมร์ CBS และ TBBS มีค่าสูงกว่า การใช้สารตัวเร่งไฮอะโซล MBT และ MBTS อย่างชัดเจน บ่งชี้ถึงความแตกต่างในด้านความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยง และโมดูลัสของยางวัลคайн์ที่ได้

3.2.2 สมบัติการดึง (Tensile properties)

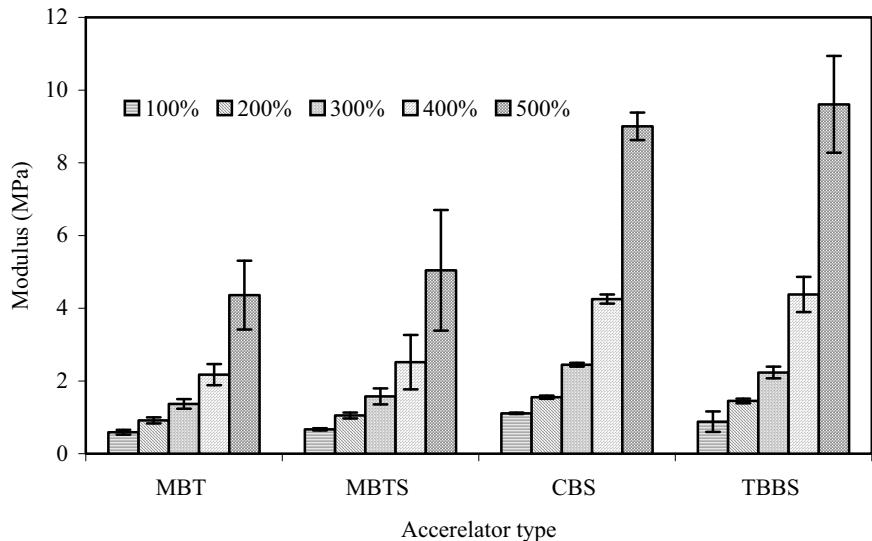
ยางเบลนเดอร์ STR 20/EPDM ที่อัตราส่วนการเบลนเดอร์ 70/30 ซึ่งเตรียมโดยวิธีการผสมแบบท่อไป มีสมบัติการดึงได้แก่ โมดูลัสที่ร้อยละ 100%, 200% และ 300% ความทนทานต่อแรงดึงจนขาด (tensile strength) และ ระยะยืดจนขาด (elongation at break) ซึ่งทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D412 ดังตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สมบัติการดึงของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบท่อไป

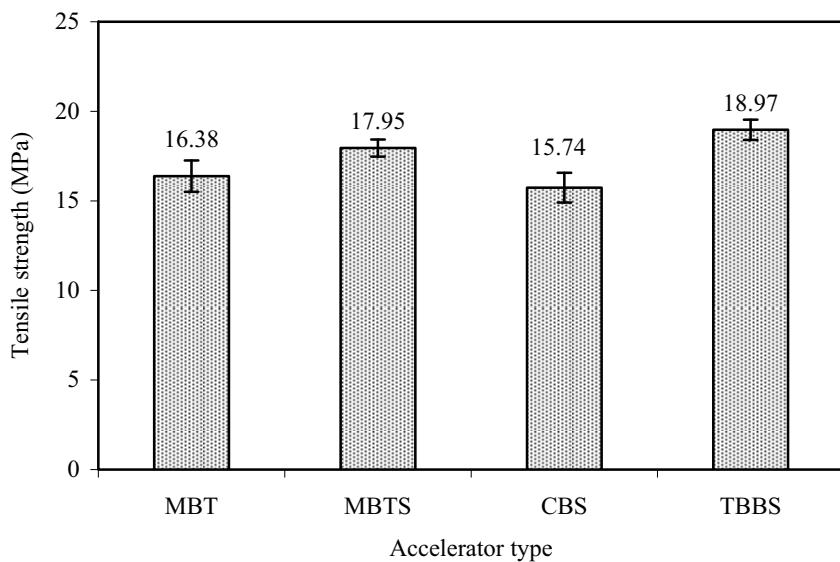
Accelerator type	Moduli (MPa) at					T.S. (MPa)	E.B. (%)
	100%	200%	300%	400%	500%		
MBT	0.59	0.92	1.37	2.17	4.36	16.38	701
MBTS	0.67	1.05	1.58	2.55	5.04	17.95	695
CBS	1.11	1.55	2.45	4.25	9.00	15.74	592
TBBS	0.88	1.45	2.23	4.38	9.61	18.97	631



รูปที่ 3.5 Stress-strain curves ของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) โดยเทคนิคการเบลนเดอร์แบบท่อไป

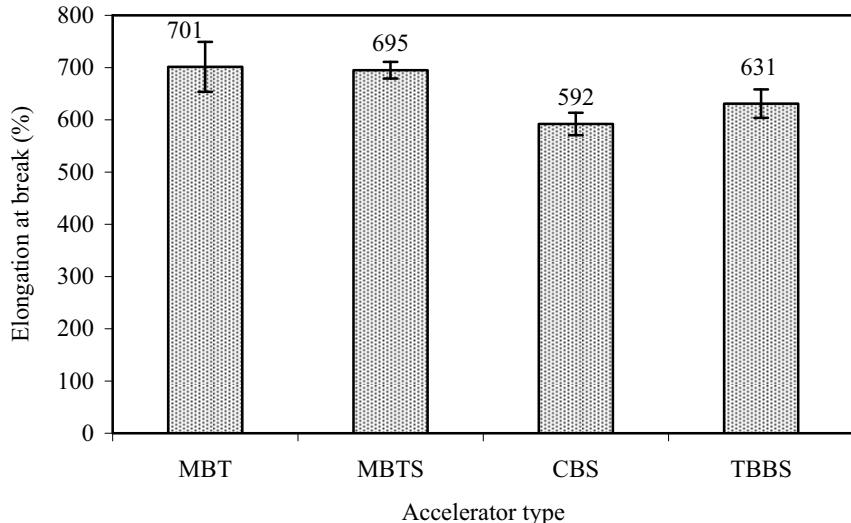


รูปที่ 3.6 โมดูลัสที่เปอร์เซ็นต์การยึดต่างๆ ของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทั่วไป



รูปที่ 3.7 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทั่วไปและใช้สารตัวเร่งต่างชนิด

จากรูปที่ 3.6 จะเห็นได้ว่าโมดูลัสของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยใช้สารตัวเร่ง CBS และ TBBS มีค่าสูงกว่ายางเบลนเดอร์ที่ใช้ MBT และ MBTS อย่างชัดเจน สอดคล้องกับค่าแรงบิดสูงสุด และผลต่างของค่าแรงบิดดังแสดงในรูปที่ 3.4 ยางที่มีค่าโมดูลัสสูงนี้ส่งผลให้ความสามารถในการยึดลดลงดังรูปที่ 3.8 สำหรับสมบัติความทนทานต่อแรงดึง พบว่ายางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยใช้สารตัวเร่ง MBT และ CBS มีค่าความทนทานต่อแรงดึงใกล้เคียงกัน และมีค่าต่ำกว่าการใช้สารตัวเร่ง MBTS และ TBBS ตามลำดับ เป็นที่น่าสังเกตว่ายางเบลนเดอร์ที่ใช้ MBTS และ TBBS มีอัตราการวัลภาชนะใกล้เคียงกันมาก



รูปที่ 3.8 ความสามารถในการยืดของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทั่วไป

สมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดของยางเบลนด์ที่อัตราส่วน STR20/EPDM เท่ากับ 70/30 เปรียบเทียบกับยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มล้วนซึ่งคอมปาวด์โดยใช้สูตรเดียวกัน เป็นดังตารางที่ 3.6

ตารางที่ 3.6 สมบัติการดึงของยางเบลนด์เปรียบเทียบกับยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มเดิม

Accelerator type	STR 20		STR 20/EPDM 70/30		EPDM	
	T.S. (MPa)	E.B. (%)	T.S. (MPa)	E.B. (%)	T.S. (MPa)	E.B. (%)
MBT	20.14	738	16.38	701	1.78	201
MBTS	21.12	758	17.95	695	1.81	246
CBS	22.00	629	15.74	592	1.79	186
TBBS	22.35	656	18.97	631	1.75	192

จะเห็นได้ว่ายางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติเป็นองค์ประกอบ 70 ส่วนโดยน้ำหนักยังคงมีสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดในระดับที่ดีถึงแม้ว่ายางอีพีดีเอ็มจะมีความแข็งแรงต่ำมาก ทั้งนี้เนื่องจากยางเบลนด์ยังคงมีเฟสยางหลักเป็นยางธรรมชาติที่มีความแข็งแรงเชิงกลสูง

3.2.3 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยง (Crosslink density)

เมื่อนำยางเบลนด์วัลภาไนซ์ไปทดสอบหาความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงโดยวิธีการบวมพองในตัวทำละลาย โทลูอีนพบว่าการใช้สารตัวเร่งกัลุ่มชัลฟีนาไมด์ให้ยางที่มีความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงสูงกว่าการใช้สารตัวเร่งกัลุ่มไฮอะโซล สอดคล้องกับค่าโมดูลัส และผลต่างของค่าแรงบิดจากการวัดค่าในน้ำ

ตารางที่ 3.7 ความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงของยางเบลนด์จากวิธีการผสมแบบทั่วไป

Accelerator type	MBT	MBTS	CBS	TBBS
Crosslink density (mol/m^3)	123	137	173	175

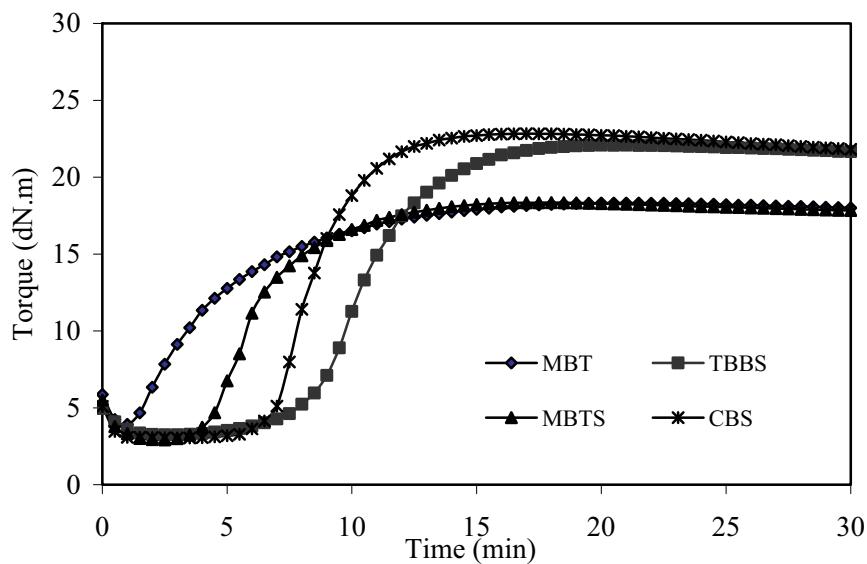
3.3 สมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยใช้วิธีการผสมแบบลำดับขั้นและควบคุมความเข้มข้นของสารวัลค่าไนซ์และสารตัวเติมในยางต่างชนิด

3.3.1 ยางเบลนด์ที่ไม่ใส่สารตัวเติม (Gum blends)

เตรียมยางเบลนด์โดยใช้วิธีการผสมแบบลำดับขั้นหรือแบบมาสเตอร์แบทท์ให้ได้ยางเบลนด์ที่มีองค์ประกอบสุดท้ายเช่นเดียวกับยางเบลนด์ที่เตรียมโดยใช้วิธีการผสมแบบทั่วไป โดยทดลองเตรียมยางเบลนด์ที่ไม่ใส่สารตัวเติมก่อนและใช้การเตรียม 2 ลักษณะคือ 1) เตรียมยางอีพีดีเอ็มมาสเตอร์แบทท์ที่ประกอบด้วยสารเคมีทั้งหมดในสูตรยกเว้นยางธรรมชาติ จากนั้นนำไปเบลนด์กับยางธรรมชาติล้วนที่ปรับความหนืดแล้ว และ 2) เตรียมยางมาสเตอร์แบทท์ที่มีองค์ประกอบของชิ้งค์ออกไซด์ กรณสเจียริก กำมะถัน ยกเว้นสารตัวเร่ง ของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มแยกกัน จากนั้นใส่สารตัวเร่งในยางทั้งสองให้มีอัตราส่วนความเข้มข้นโดยนำหัวนักในยางอีพีดีเอ็มต่อยางธรรมชาติ เท่ากับ 50/50, 60/40, 70/30, 80/20, 90/10 และ 100/0 ก่อนที่จะนำมาเบลนด์เข้าด้วยกัน ซึ่งการเตรียมแบบที่สองนี้จะเตรียมโดยเลือกใช้สารตัวเร่งเพียงชนิดเดียวคือ TBBS

3.3.1.1 ยางเบลนด์ที่ได้จากการใช้มาสเตอร์แบทท์อีพีดีเอ็มที่ประกอบด้วยสารเคมีทั้งหมดก่อนเบลนด์กับยางธรรมชาติ

ลักษณะการฟกร่วมค่าไนซ์ของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยใช้ยางอีพีดีเอ็มมาสเตอร์แบทท์ที่ประกอบด้วยสารเคมีทั้งหมดในสูตรก่อนที่จะนำไปเบลนด์กับยางธรรมชาติล้วนที่ปรับความหนืดแล้ว ที่อุณหภูมิ 150°C มีลักษณะดังรูปที่ 3.9 และสมบัติการวัลค่าไนซ์สรุปได้ดังตารางที่ 3.8



รูปที่ 3.9 ลักษณะการวัลค่าไนซ์ของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบมาสเตอร์แบทท์

ตารางที่ 3.8 สมบัติการวัลค่าไนซ์ของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบมาสเตอร์แบทท์

Accelerator type	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	Scorch time (min)	Cure time (min)	CRI (min^{-1})
MBT	3.91	18.31	14.4	1.65	11.00	10.70
MBTS	2.91	18.35	15.4	4.13	10.50	15.70
CBS	2.99	22.81	19.8	6.50	11.50	20.00
TBBS	3.24	22.08	18.8	6.88	14.00	14.04

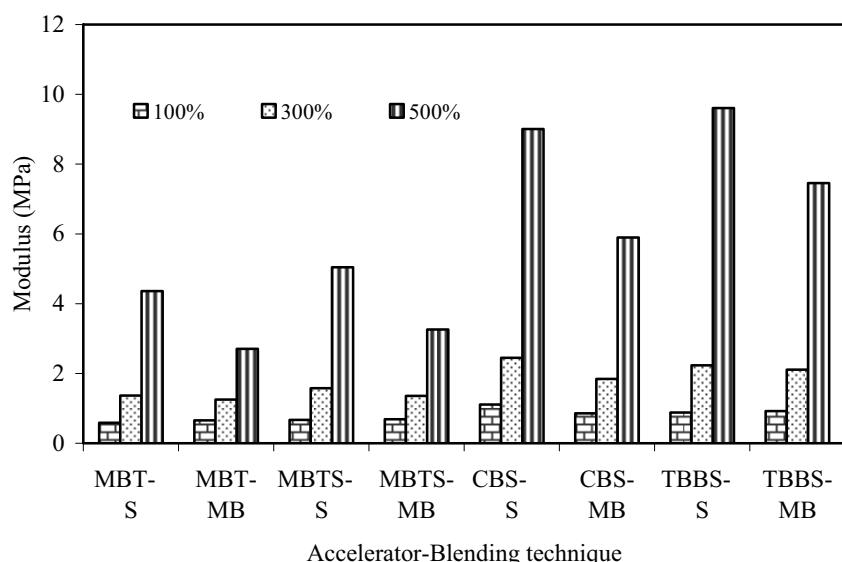
ลักษณะการวัลคาด้านซ้ายของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มแบบมาสเตอร์แบทดังรูปที่ 3.9 ให้ผลที่สอดคล้องกับการเบลนด์แบบทั่วไป (Simple blend) นั่นก็คือช่วง Scorch time ของ TBBS มากที่สุด รองลงมา คือ CBS, MBTS และ MBT ตามลำดับ และการเพิ่มขึ้นของค่าแรงบิด ($M_H - M_L$) ของ CBS มีค่ามากที่สุด รองลงมา คือ TBBS, MBTS และ MBT ตามลำดับ โดยค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิดในยางเบลนด์แบบปกติและแบบมาสเตอร์แบทมีค่าใกล้เคียงกันเมื่อใช้สารตัวเร่งชนิดเดียวกัน

ผลการทดสอบสมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยใช้ยางอีพีดีเอ็มที่มีสารเคมีหักหมัดในตอนเริ่มต้น เป็นดังนี้

ตารางที่ 3.9 สมบัติการดึงของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยใช้ยางอีพีดีเอ็มมาสเตอร์แบท

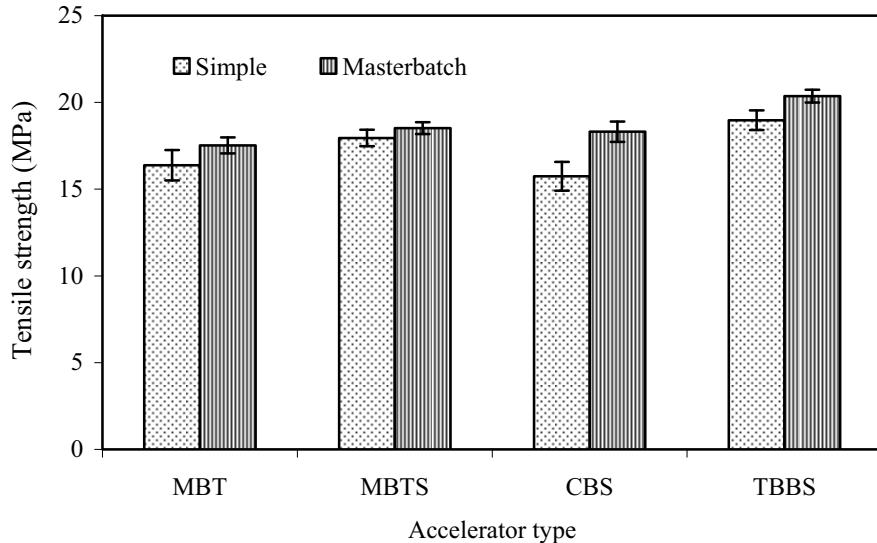
Accelerator Type	Moduli (MPa) at					T.S. (MPa)	E.B. (%)
	100%	200%	300%	400%	500%		
MBT	0.66	0.94	1.25	1.71	2.70	17.52	805
MBTS	0.69	1.00	1.36	1.95	3.26	18.52	777
CBS	0.86	1.28	1.85	2.89	5.90	18.31	681
TBBS	0.92	1.41	2.11	3.44	7.46	20.36	663

เมื่อเปรียบเทียบสมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทั่วไปกับการเตรียมโดยใช้ยางอีพีดีเอ็ม มาสเตอร์แบท ได้ผลดังนี้

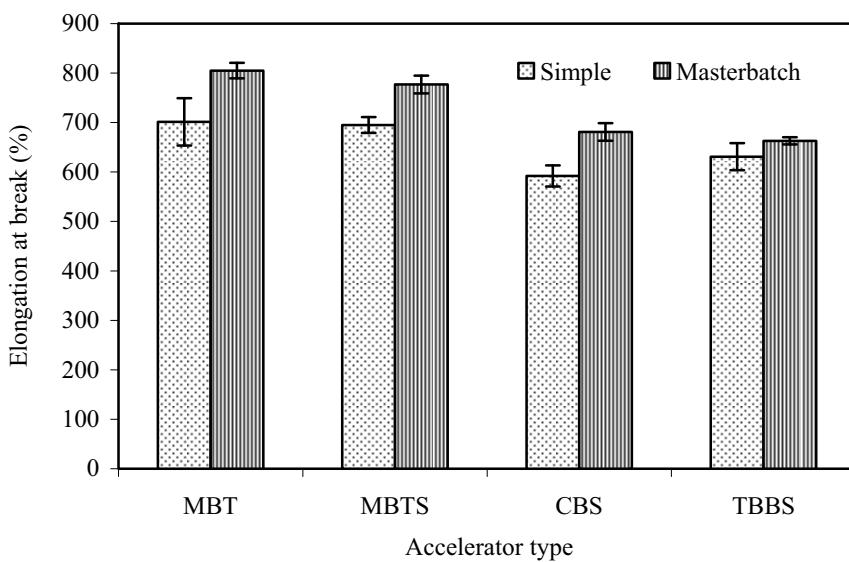


รูปที่ 3.10 โมดูลัสที่เปอร์เซ็นต์การยืด 100%, 300% และ 500% ของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบมาสเตอร์แบท (MB) เปรียบเทียบกับยางเบลนด์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทั่วไป (S)

โมดูลัสของยางเบลนด์ที่เตรียมจากการใช้มาสเตอร์แบทอีพีดีเอ็มสมกับยางธรรมชาติมีค่าต่ำกว่าโมดูลัสของยางเบลนด์ที่ได้จากการผสมแบบทั่วไป โดยที่ระยะยืดต่ำคือ 100% และ 300% ค่าโมดูลัสไม่แตกต่างกันมากนัก แต่ที่ระยะยืดสูงคือ 500% ค่าโมดูลัสของยางเบลนด์ที่ได้จากการผสมแบบมาสเตอร์แบทมีค่าต่ำกว่ายางเบลนด์ที่ได้จากการผสมแบบปกติอย่างเห็นได้ชัด



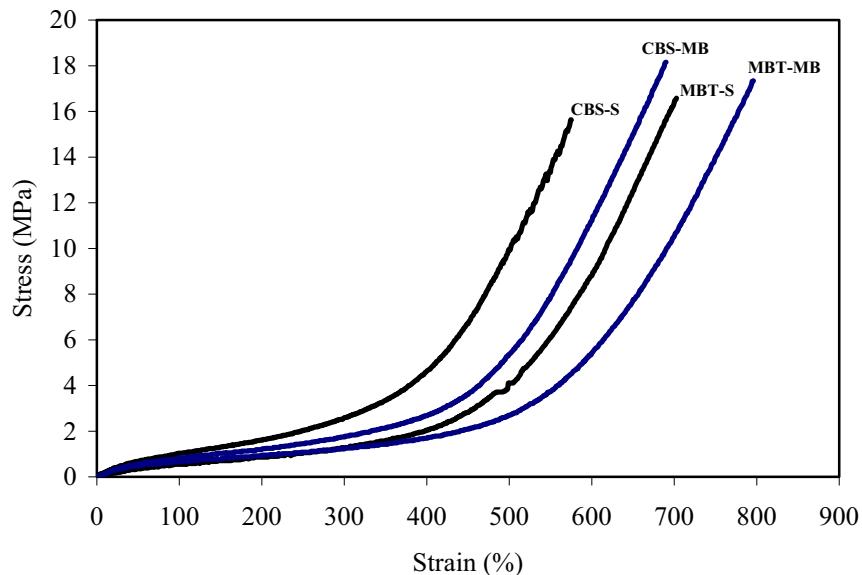
รูปที่ 3.11 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบมาสเตอร์แบท เปรียบเทียบกับยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทั่วไป



รูปที่ 3.12 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบมาสเตอร์แบท เปรียบเทียบกับยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทั่วไป

สมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีมาสเตอร์แบทมีค่าสูงกว่ายางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีการผสมแบบทั่วไปในทุกชนิดสารตัวเร่งที่ใช้แต่มีการเพิ่มขึ้นไม่มากนัก โดยการเพิ่มขึ้นของสมบัติเมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS เห็นได้ชัดที่สุด ทั้งนี้จะเห็นได้วายางเบลนเดอร์ที่ได้ยังคงรักษาสมบัติเชิงกลที่ดีเยี่ยมของยางธรรมชาติไว้ได้มาก เนื่องจากที่อัตราส่วนการเบลนเดอร์ STR/EPDM เท่ากับ 70/30 เมื่อยางทั้งสองมีความหนืดเริ่มต้นเท่ากันหรือใกล้เคียงกันจะทำให้ได้ยางเบลนเดอร์ที่มียางธรรมชาติเป็นเพลสต์อ่อนเนื่องและยางอีพีดีเอ็มเป็นเพลส กะยะ ดังนั้นยางเบลนเดอร์จึงยังแสดงสมบัติส่วนใหญ่ของยางธรรมชาติไว้ และแสดงให้เห็นว่าการใส่ยางอีพีดีเอ็มชิ้งมีความแข็งแรงต่ำมากในปริมาณ 30 ส่วนนั้น ไม่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของยางมากนัก

การเพิ่มขึ้นของสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยึดของยางเบลน์แบบมาสเตอร์แบท เมื่อเปรียบเทียบกับยางเบลน์แบบปกติ และดีดังกราฟความเค้น-ความเครียด ดังรูปที่ 3.13 โดยเลือกแสดงสมบัติของยางเบลน์ที่ใช้สารตัวเร่ง MBT และ CBS เป็นตัวอย่าง



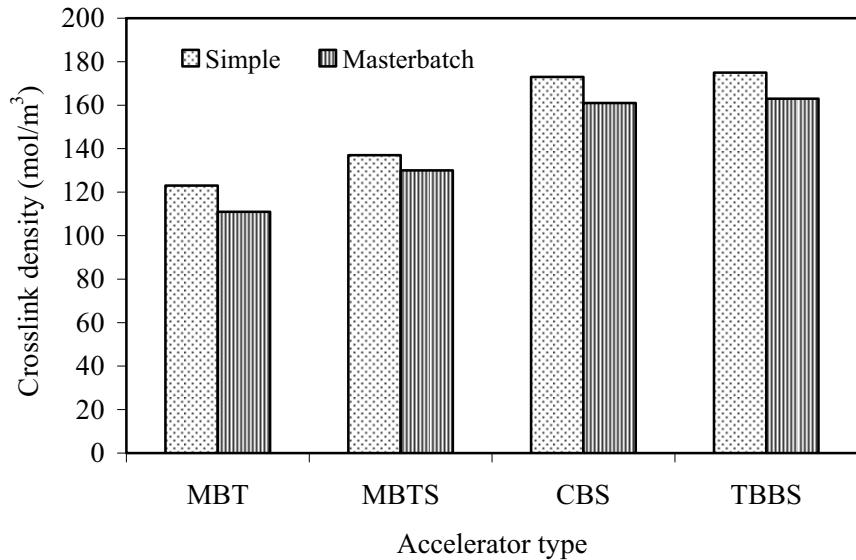
รูปที่ 3.13 Stress-strain curves ของยางเบลน์ NR/EPDM (70/30) ที่เตรียมโดยเทคนิคการเบลน์แบบหัวไป (S) เปรียบเทียบกับการเบลน์แบบมาสเตอร์แบท (MB) เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT และ CBS

ความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงของยางเบลน์ที่เตรียมโดยใช้มาสเตอร์แบทอีพีดีเอ็มผสานกับยางธรรมชาติ ซึ่งทดสอบโดยวิธีการบวมพองในโกลุ่มนีน เป็นดังแสดงในตารางที่ 3.10

ตารางที่ 3.10 ความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงของยางเบลน์จากการทดสอบแบบมาสเตอร์แบท

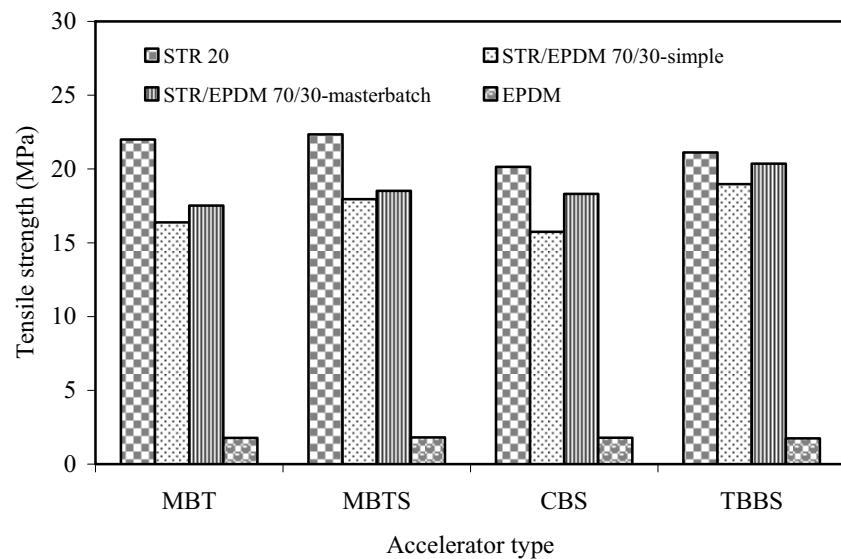
Accelerator type	MBT	MBTS	CBS	TBBS
Crosslink density (mol/m ³)	111	130	161	163

เมื่อพิจารณาค่าความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงของยางเบลน์แบบมาสเตอร์แบทเทียบกับยางเบลน์แบบหัวไป เมื่อใช้สารตัวเร่งชนิดเดียวกันพบว่ายางเบลน์แบบมาสเตอร์แบทมีค่าความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงต่ำกว่า ยางเบลน์แบบหัวไปดังแสดงในรูปที่ 3.14 ทั้งที่ยางเบลน์แบบมาสเตอร์แบทให้สมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยึดสูงกวายางเบลน์แบบปกติ ทั้งนี้เป็นไปได้ว่าในการเบลน์แบบหัวไป หากมีการเคลื่อนย้ายของสารวัลคาในชีปไบองเฟสยางธรรมชาติซึ่งเป็นเมทริกซ์หรือเป็นเฟสใหญ่ต่อเนื่องทำให้มีความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงสูงขึ้นทำให้ยางเบลน์วัลคาในชีปไบองพองในตัวทำลายน้อยกวายางเบลน์แบบมาสเตอร์แบทซึ่งน่าจะมีการกระจายตัวของสารเคมีต่างๆ โดยเฉพาะสารวัลคาในชีปไบองมากกว่าและทำให้เกิดการเชื่อมโยงได้สม่ำเสมอมากขึ้น ซึ่งวิธีการทดสอบความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงโดยวิธีการบวมพองนี้ไม่สามารถอภิปรายด้วยการเชื่อมโยงในแต่ละเฟสของยางเบลน์ได้ อย่างไรก็ตามจะเห็นได้วายางเบลน์แบบมาสเตอร์แบทมีค่าโมดูลัสและความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงน้อยกว่า แต่มีความสามารถต่อแรงดึงและความสามารถในการยึดสูงกวายางเบลน์แบบหัวไป

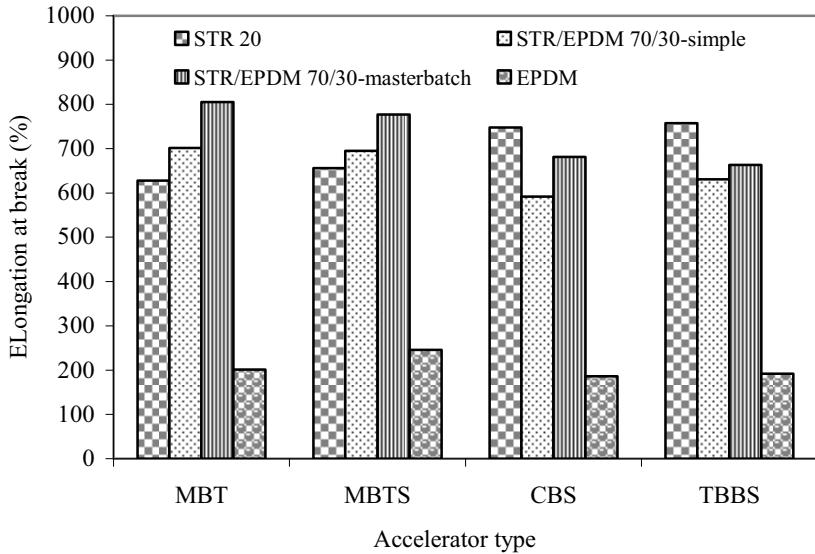


รูปที่ 3.14 ความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงของยางเบลนเดอร์ทั่วไปและมาสเตอร์แบท

สมบัติความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM ที่อัตราส่วนการเบลนด์ 70/30 เมื่อเปรียบเทียบกับสมบัติของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มล้วน แสดงได้ดังรูปที่ 3.15 และ 3.16



รูปที่ 3.15 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์เปรียบเทียบกับยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มล้วน

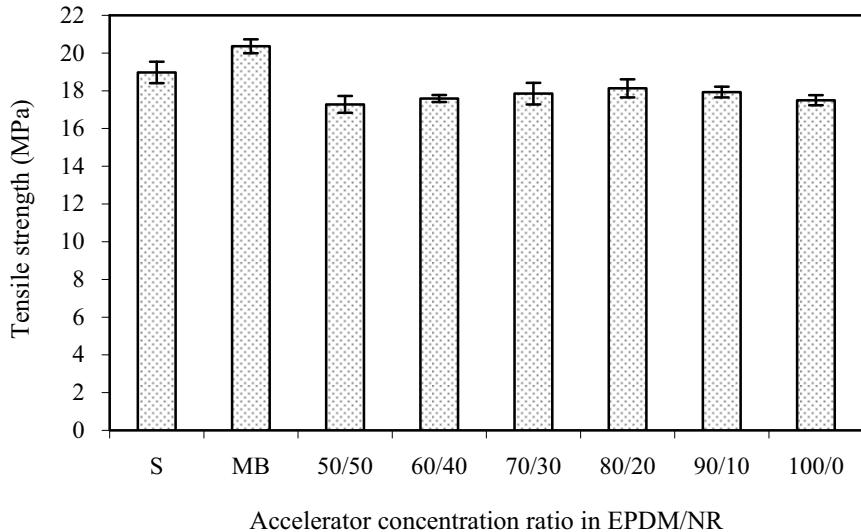


รูปที่ 3.16 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์เปรียบเทียบกับยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มล้วน

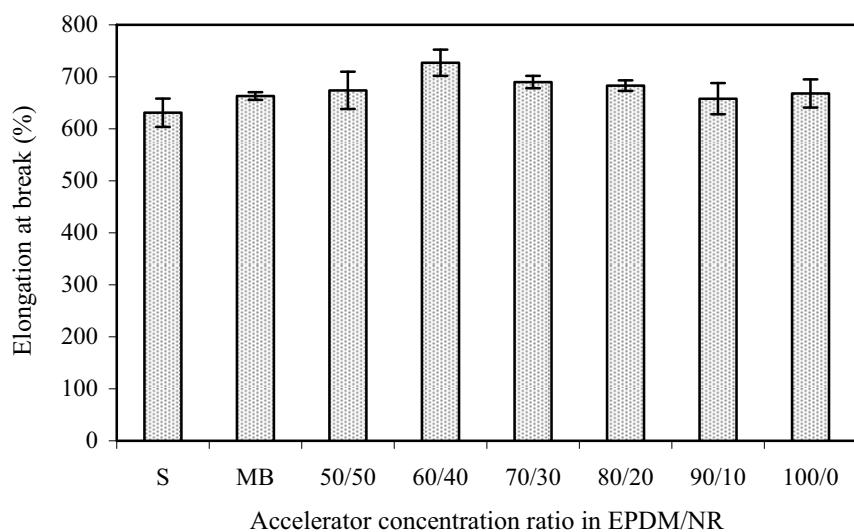
จากรูปที่ 3.15 และ 3.16 พบร่วมกันว่า ยางเบลนเดอร์ที่อัตราส่วน NR/EPDM เท่ากับ 70/30 ที่ได้ยังคงรักษาสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดของยางธรรมชาติไว้ได้เป็นส่วนใหญ่ และการปรับปรุงสมบัติจากการเบลนเดอร์แบบมาสเตอร์แบทท์เห็นได้ชัดเจนมากที่สุดเมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS

3.3.1.2 ยางเบลนเดอร์ที่ได้จากการใช้มาสเตอร์แบทของยางอีพีดีเอ็มและยางธรรมชาติที่มีความเข้มข้นของสารตัวเร่งเริ่มต้นต่างกัน

จากการทดลองที่ผ่านมา พบร่วมกันว่า การใช้สารตัวเร่ง TBBS ให้สมบัติความทนทานต่อแรงดึงสูงที่สุด จึงเลือกสารตัวเร่งชนิดนี้เพื่อใช้ในการเตรียมยางเบลนเดอร์ด้วยวิธีการผสมแบบมาสเตอร์แบทโดยมีการควบคุมความเข้มข้นของสารตัวเร่งในยางทั้งสอง เตรียมมาสเตอร์แบทของยาง STR 20 และ EPDM ซึ่งประกอบด้วยสารกระตุ้นและกำมะถัน ก่อนที่จะนำมาใช้สารตัวเร่งให้มีความเข้มข้นของสารตัวเร่งในยางอีพีดีเอ็มต่อนเริ่มต้นสูงกว่าในยางธรรมชาติโดยคำนวณให้ความเข้มข้นของสารตัวเร่งในเฟสยางอีพีดีเอ็มเริ่มต้นสูงกว่าในเฟสยางธรรมชาติเป็นสัดส่วน 50/50, 60/40, 70/30, 80/20, 90/10 และ 100/0 เมื่อนำยางมาสเตอร์แบทมาเบลนเดอร์เข้าด้วยกันแล้วทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ พบร่วมกันว่า ยางเบลนเดอร์ที่ได้จากการใช้มาสเตอร์แบทที่มีความเข้มข้นของสารตัวเร่งเริ่มต้นต่างกัน ให้ยางเบลนเดอร์สุดท้ายที่มีค่าแรงบิดต่ำสุด (M_L) ค่าแรงบิดสูงสุด (M_H) เวลาสกอร์ช (Scorch time) และเวลาในการวัลคาไนซ์ (Cure time) ใกล้เคียงกัน เนื่องจากในสูตรยางเบลนเดอร์สุดท้ายแล้วยังคงมีปริมาณสารตัวเร่งปริมาณเท่ากัน เมื่อนำยางเบลนเดอร์ไปวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ตามเวลา 90% cure time และทดสอบสมบัติการดึง ได้ผลการทดสอบดังแสดงในรูปที่ 3.17-3.18



รูปที่ 3.17 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยใช้วิธีการผสมแบบมาสเตอร์แบทที่มีความเข้มข้นเริ่มต้นในยาง EPDM/NR ต่างๆ เปรียบเทียบกับยางเบลนเดอร์แบบทั่วไป (S) และแบบที่ใช้ยางอีพีดีเอ็มมาสเตอร์แบท (MB)



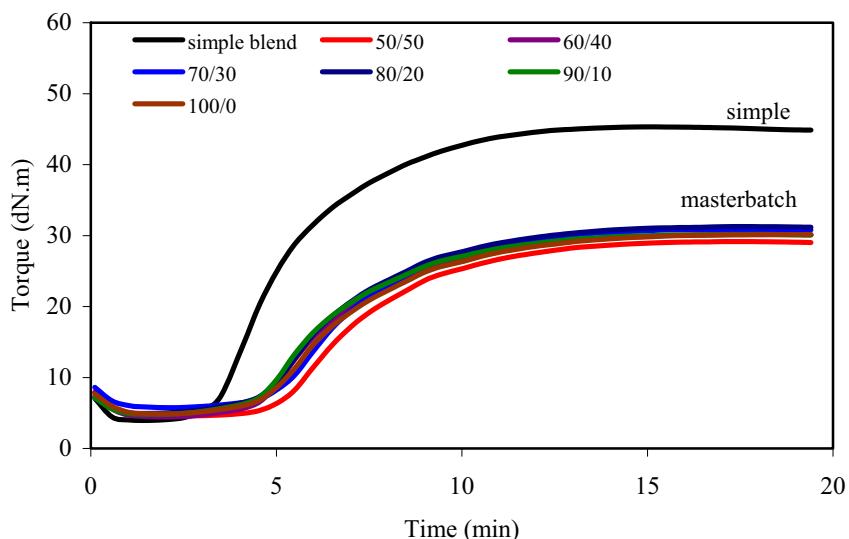
รูปที่ 3.18 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยใช้วิธีการผสมแบบมาสเตอร์แบทที่มีความเข้มข้นเริ่มต้นในยาง EPDM/NR ต่างๆ เปรียบเทียบกับยางเบลนเดอร์แบบทั่วไป (S) และแบบที่ใช้ยางอีพีดีเอ็มมาสเตอร์แบท (MB)

จากการทดลองปรับเปลี่ยนความเข้มข้นเริ่มต้นในเฟสของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะนำมายางทั้งสองนาเบลนเดอร์เข้าด้วยกัน พบว่าไม่มีผลปรับปรุงสมบัติความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ที่ได้ โดยพบว่าค่าความทนทานต่อแรงดึงต่างกันกว่าการผสมแบบทั่วไปและการผสมโดยใช้มาสเตอร์แบทยางอีพีดีเอ็มตามลำดับ แต่ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์เพิ่มขึ้นเล็กน้อย อย่างไรก็ตามจะเห็นได้วายางเบลนเดอร์ที่ได้จากการเตรียมโดยใช้ลักษณะการผสมแตกต่างกันสามแบบนี้ให้ผลแตกต่างกันไม่มากนัก ซึ่งน่าจะเป็นผลจากความแข็งแรงของเมทริกซ์ยางธรรมชาติเอง ประกอบกับการใช้ระบบการวัดค่าไนซ์แบบกำมะถันปกติซึ่งมีปริมาณสารตัวเร่งเพียง 4 มิลลิโมล คิดเป็นหน่วยได้เท่ากับ 0.67, 0.95, 1.06 และ 1.33 phr สำหรับสารตัวเร่ง MBT, TBBS, CBS MBTS ตามลำดับ

จากผลการทดลองกับยางที่ไม่ใส่สารตัวเติมซึ่งเตรียมแบบมาสเตอร์แบนด์พบว่าการใส่สารเคมีทั้งหมดในสูตรซึ่งประกอบด้วยสารกระดุน (ซิงค์ออกไซด์และกรดสเทียริก) สารตัวเร่ง และกำมะถัน ลงในยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะเบลนด์ร่วมกับยางธรรมชาติให้สมบูรณ์ความทันหนานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดดีที่สุด จึงเลือกวิธีนี้ในการเตรียมยางสูตรที่ใส่สารตัวเติมเข้มข้นมาดำเนินการโดยใช้สารตัวเร่ง TBBS

3.3.2 ยางเบลนด์ที่ใส่สารตัวเติมเข้มข้นมาดำเนินการ (Carbon black filled blends)

สมบูดของยางเบลนด์ที่มีปริมาณเข้มข้นมาดำเนินการ N-550 50 phr และน้ำมันแฟฟทินิก 10 phr ที่เตรียมได้โดยวิธีการผสมแบบทั่วไปซึ่งทำโดยเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะใส่กรดสเทียริก ซิงค์ออกไซด์ สารตัวเร่ง เข้มข้นมาดำเนินการ สลับกับน้ำมัน และกำมะถันตามลำดับ เปรียบเทียบกับยางเบลนด์ที่เตรียมโดยการใส่เข้มข้นมาดำเนินการลงในมาสเตอร์แบบทาง อีพีดีเอ็ม (ที่มีสารเคมีอื่นๆทั้งหมดอยู่ก่อนแล้ว) และส่องในยางธรรมชาติให้มีอัตราส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของเข้มข้นมาดำเนินการในเฟสยางอีพีดีเอ็มสูงกว่าในเฟสยางธรรมชาติเป็นสัดส่วน 50/50, 60/40, 70/30, 80/20, 90/10 และ 100/0 ก่อนที่จะนำมาสเตอร์แบบทั้งสองมาเบลนด์กันให้ได้อัตราส่วนของยาง STR/EPDM เท่ากับ 70/30 ตามต้องการ เมื่อนำยางเบลนด์ที่ได้ไปทดสอบลักษณะการวัลค่าในชั้นได้ผลดังแสดงในรูปที่ 3.19 และตารางที่ 3.11



รูปที่ 3.19 ลักษณะการวัลค่าในชั้นของยางเบลนด์แบบทั่วไปเปรียบเทียบกับแบบมาสเตอร์แบบที่ใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเข้มข้นในเฟสยาง EPDM/NR ต่างๆ ที่อุณหภูมิ 150 °C

จากรูปที่ 3.19 พบร่วมกับยางเบลนด์แบบทั่วไปมีช่วงเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้และเวลาการวัลค่าในชั้นสั้นกว่าแต่มีค่าแรงบิดสูงสุดและค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิด (M_H-M_L) สูงกว่ายางเบลนด์แบบมาสเตอร์แบบที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเข้มข้นต่างๆกันอย่างชัดเจน โดยที่ยางเบลนด์แบบมาสเตอร์แบบที่สัดส่วนสารตัวเติมเข้มข้นเริ่มต้นต่างกันให้ Scorch time, Cure time และ M_H-M_L ที่ใกล้เคียงกัน ทั้งนี้เนื่องจากในการผสมแบบทั่วไปที่มียางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มรวมกันดังแต่เริ่มต้น เมื่อ結合กับสารเคมีต่างๆรวมทั้งสารตัวเติมทำให้อุณหภูมิของยางสูงขึ้น ซึ่งมีผลลด Scorch time และ Cure time ได้เมื่อเปรียบเทียบกับการเบลนด์แบบมาสเตอร์แบบที่มีสารวัลค่าในชั้นทั้งหมดถูกใส่ไว้ในยางอีพีดีเอ็มก่อนและการผสมเข้มข้นมาดำเนินการในชั้นของยางทั้งสองนั้นจะทำให้สารตัวเติมเข้าด้วยกันในตอนสุดท้าย ทำให้เวลาที่ส่วนของยางธรรมชาติถูกบดผสมกับสารวัลค่าในชั้นสั้นลงและทำให้การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิในยางเบลนด์แบบมาสเตอร์แบบท่างกว่าแบบปกติ เนื่องจากในการทดลองได้ควบคุมให้เวลาในการบดผสมบนลูกกลิ้งโดยรวมของการเตรียมยางเบลนด์ทั้งสองเทคนิคไม่เท่ากันเพื่อให้ระดับของการตัดสายโซ่

ไม่เลกุลเนื่องจากการบดไม่แตกต่างกันมากนัก ดังนั้นการที่ยางเบลนเดอร์ทั้งสองมีค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิดต่างกัน น่าจะเป็นผลมาจากการความไม่สม่ำเสมอในการกระจายตัวของสารตัวเติมเข้ามาดำเนินการ ซึ่งส่งผลต่อความสามารถในการผิดรูปหรือการต้านทานต่อการหมุนของโรเตอร์ ซึ่งการปรับปรุงการกระจายตัวของสารตัวเติมในยางเบลนเดอร์แบบมาสเตอร์แบบทาให้ไม่คลั่งของยางลดลงได้

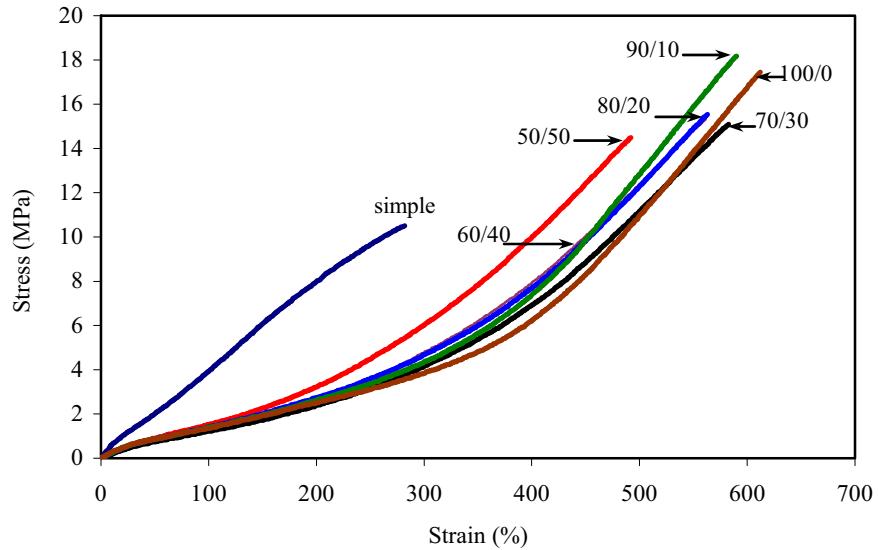
ตารางที่ 3.11 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางเบลนเดอร์แบบทั่วไปและมาสเตอร์แบบที่ใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเข้ามาดำเนินไฟส่องทั้งสองต่างกัน ที่อุณหภูมิ 150°C

Blend type	Filler conc. ratio EPDM/NR	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	Scorch time (min)	Cure time (min)	CRI (min^{-1})
Simple Masterbatch	-	3.95	45.32	41.37	3.03	9.50	15.46
	50/50	4.57	29.15	24.58	4.72	11.50	14.75
	60/40	4.41	30.14	25.73	4.18	11.00	14.66
	70/30	5.76	30.87	25.11	4.33	11.00	14.99
	80/20	4.94	32.27	27.33	3.79	12.00	12.18
	90/10	4.81	30.16	25.35	3.89	11.00	14.06
	100/0	4.85	31.15	26.30	4.03	12.00	12.55

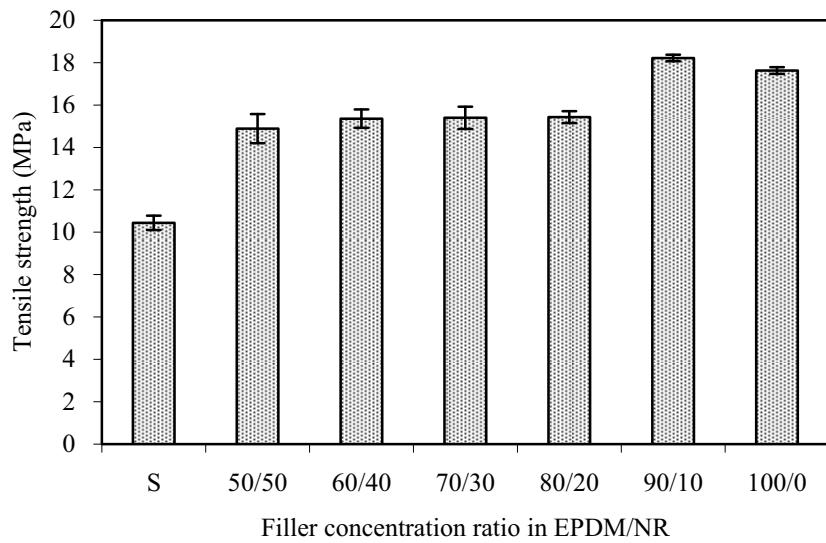
เมื่อนำยางเบลนเดอร์วัลคาไนซ์ที่ได้จากการเตรียมทั้งแบบทั่วไปและแบบมาสเตอร์แบบที่ทดสอบสอบสมบัติการดึงได้ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.12 และรูปที่ 3.20-3.23

ตารางที่ 3.12 สมบัติการดึงของยางเบลนเดอร์แบบทั่วไปและแบบมาสเตอร์แบบที่ใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเข้ามาดำเนินไฟส่อง EPDM/NR ต่างกัน

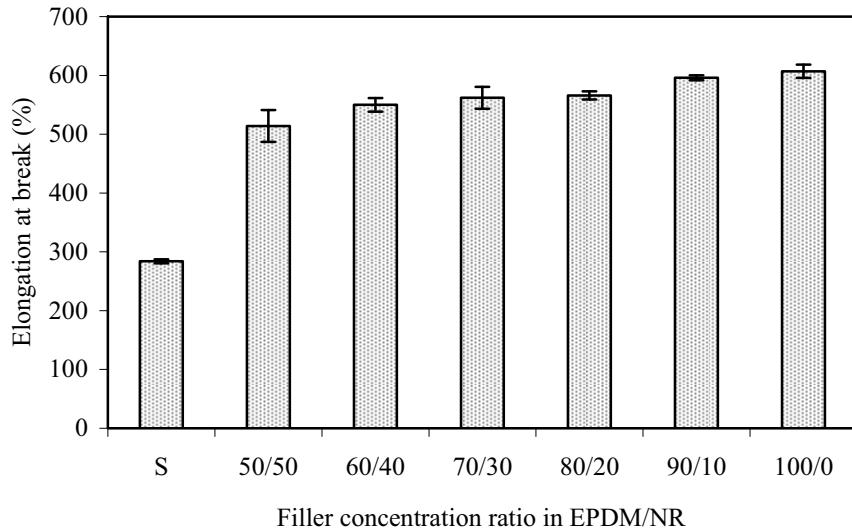
Blend type	Filler conc. ratio EPDM/NR	Moduli (MPa) at					T.S. (MPa)	E.B. (%)
		100%	200%	300%	400%	500%		
Simple Masterbatch	-	3.69	7.70	-	-	-	10.44	284
	50/50	1.49	3.09	5.71	9.42	13.76	14.89	514
	60/40	1.40	2.79	5.03	8.29	12.91	15.36	550
	70/30	1.35	2.66	4.66	7.68	12.26	15.40	562
	80/20	1.36	2.64	4.51	7.46	12.04	15.43	566
	90/10	1.38	2.63	4.40	7.48	12.43	18.22	596
	100/0	1.41	2.62	4.04	6.52	11.37	17.63	607



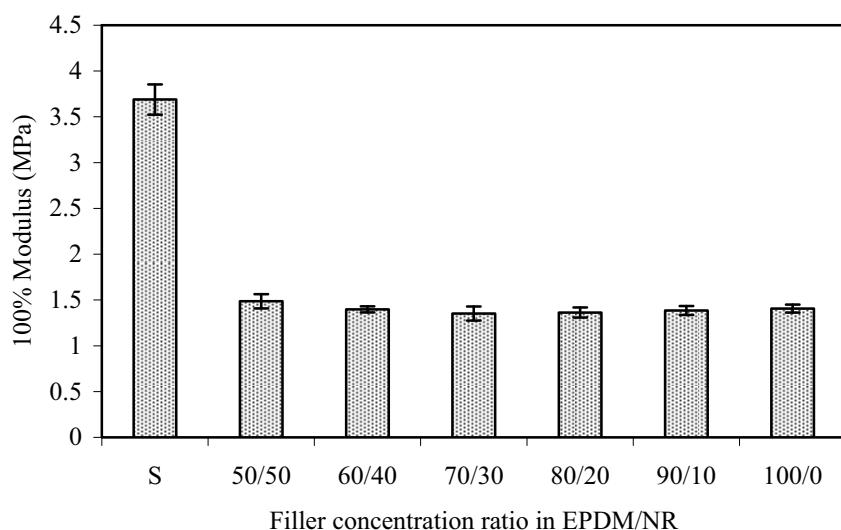
รูปที่ 3.20 Stress-strain curves ของยางเบลนเดอร์แบบทั่วไปกับแบบมาสเตอร์แบบที่ใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเข้มงวด (N-550) ในไฟสยาห์ EPDM/NR ต่างกัน



รูปที่ 3.21 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์สูตรที่มีเข้มงวด N550 ปริมาณ 50 phr เตรียมโดยวิธีมาสเตอร์แบบเปรียบเทียบกับการเบลนเดอร์แบบทั่วไป (S)



รูปที่ 3.22 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์สูตรที่มีเขม่าดำ N550 ปริมาณ 50 phr เตรียมโดยวิธีมาสเตอร์แบท เปรียบเทียบกับการเบลนเดอร์แบบทั่วไป (S)



รูปที่ 3.23 โมดูลัสที่ 100 % ของยางเบลนเดอร์สูตรที่มีเขม่าดำ N550 ปริมาณ 50 phr เตรียมโดยวิธีมาสเตอร์แบท เปรียบเทียบกับการเบลนเดอร์แบบทั่วไป (S)

จากรูปที่ 3.20-3.23 พบร่วมกันว่าการเบลนเดอร์ยางโดยวิธีการผสมแบบทั่วไป ให้ยางเบลนเดอร์ที่มีสมบัติการดึงสุดท้าย (Ultimate tensile properties) นั่นคือความทนทานต่อแรงดึงและระยะยืดขาดต่ำกว่ายางเบลนเดอร์ที่เตรียมโดยวิธีมาสเตอร์แบท ซึ่งเป็นข้อรู้ทั่วไปที่เตรียมจากการเบลนเดอร์ทั้งสองแบบมีความสม่ำเสมอของเขม่าดำที่กระจายตัวในยางเบลนเดอร์แตกต่างกัน เมื่อเปรียบเทียบที่สัดส่วนสารตัวเติมเขม่าดำเริ่มต้นต่างกัน พบร่วมกันว่าที่สัดส่วน 90/10 ให้ความทนทานต่อแรงดึงสูงสุดรองลงมาคือที่สัดส่วน 100/0, 80/20, 70/30, 60/40 และ 50/50 ตามลำดับ เมื่อพิจารณาค่าโมดูลัสจะพบว่าการเบลนเดอร์แบบทั่วไปให้ยางเบลนเดอร์ที่มีโมดูลัสสูงกว่ายางเบลนเดอร์แบบมาสเตอร์แบทมากทั้งที่เป็นยางเบลนเดอร์ที่มีปริมาณเขม่าดำและห้ามันรวมถึงองค์ประกอบอื่นๆเท่านั้นซึ่งสอดคล้องกับค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิดในกราฟการวัดค่าในรูปที่ 3.19

ในการผสมแบบมาสเตอร์แบท ยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มถูกนำมาผสมเข้าด้วยกันในตอนหลังสุดทำให้การเคลื่อนย้ายของสารเคมีระหว่างการผสมเกิดขึ้นได้น้อยลง และการปรับให้ความเข้มข้นของสารตัวเติมเข้ามาร่วมกันในยาง อีพีดีเอ็มสูงกว่าในยางธรรมชาติก่อนที่จะเบลนด์เพื่อชดเชยการเคลื่อนย้ายไปยังเฟสของยางธรรมชาติ ทำให้ความเข้มข้นของสารตัวเติมในยางทั้งสองเฟสในยางเบลนด์ที่ได้ในตอนสุดท้ายมีระดับใกล้เคียงกันมากขึ้น ในขณะที่การผสมแบบทั่วไป สารวัลคานิซและสารตัวเติมสามารถเคลื่อนย้ายไปยังเฟสที่ขอบมากกว่าได้ในระหว่างการผสมและระหว่างการวัลคานิซ ทำให้สูดห้ำยแล้วยางเบลนด์ที่ได้มีการกระจายตัวของสารเคมีในยางทั้งสองเฟสแตกต่างกันมากกว่าการเบลนด์ยางแบบทั่วไปทำให้การกระจายตัวของสารตัวเติมในเฟสยางทั้งสองและระหว่างเฟสด้อยกว่าการเบลนด์แบบมาสเตอร์แบท ทำให้ยางมีความต้านทานต่อการเปลี่ยนรูปสูงกว่า

การทดสอบความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโดยวิธีการบวมพองของยางเบลนด์แบบทั่วไปกับแบบมาสเตอร์แบบทชนิดที่มีสารตัวเติม ได้ผลดังตารางที่ 3.13

ตารางที่ 3.13 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโดยวิธีการบวมพองของยางเบลนด์แบบทั่วไปกับแบบมาสเตอร์แบทที่ใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเข้ามาร่วมกัน ($N-550$) ในเฟสยาง EPDM/NR ต่างกัน

Filler concentration ratio EPDM/NR	Crosslink density (mol/m ³)
Simple blend	517
50/50	268
60/40	268
70/30	268
80/20	268
90/10	231
100/0	249

แม้ว่าวิธีการทดสอบหากความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโดยวิธีการบวมพองกับยางที่มีสารตัวเติมจะไม่สามารถบอกค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโดยวิธีการบวมพองของยางที่เกิดขึ้นระหว่างโมเลกุลยางได้อย่างแท้จริง เพราะการใส่สารตัวเติมลงในยางทำให้ลดการบวมพองของยางในโกลูอีน เนื่องจากอนุภาคของสารตัวเติมและผลจากอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติม ทำให้ค่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโดยที่คำนวนได้สูงกว่าความเป็นจริง อย่างไรก็ตามจากค่าที่ได้จะเห็นได้วายางเบลนด์แบบทั่วไปมีค่าสูงกว่ายางเบลนด์แบบมาสเตอร์แบท ซึ่งเมื่อพิจารณาค่าโมดูลัสและการเพิ่มขึ้นของแรงบิดจะเห็นว่ามีค่าสูง เช่นเดียวกัน จึงเป็นไปได้ว่าการที่ยางธรรมชาติซึ่งเป็นเมทริกซ์มีความหนาแน่นพันธะเชื่อมโดยวิธีการบวมพองของสารตัวเติมมากกวายางอีพีดีเอ็มซึ่งเป็น Dispersed phase จะทำให้ยางเบลนด์เกิดการบวมพองได้น้อยลงในโกลูอีน

3.4 สมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมโดยใช้กระบวนการเบลนด์แบบรีแอกทีฟ

การเบลนด์ยางโดยกระบวนการเบลนด์แบบรีแอกทีฟทำได้โดยการใช้ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ถูกกระดูนด้วยความร้อนให้เริ่มเกิดปฏิกิริยาขันตันของปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ก่อนที่จะนำไปเบลนด์กับยางธรรมชาติ ในขั้นตอนการให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มก่อนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อให้เกิดการกราฟต์ของสารตัวเร่งบนโมเลกุลยางอีพีดีเอ็ม (Accelerator grafted EPDM) ในขั้นเริ่มต้นของปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ก่อนที่จะเกิดการเชื่อมโยง เพื่อลดปัญหาความแตกต่างของอัตราการวัลคาไนซ์ระหว่างยางหั้งสองชนิดและความไม่สม่ำเสมอของการกระจายตัวของสารตัวเร่งเนื่องจากการเคลื่อนย้าย (migration) ในการศึกษายางเบลนด์แบบรีแอกทีฟนี้ จะศึกษาทั้งกรณีที่ใส่และไม่ใส่สารตัวเร่งเข้ามาด้านในสูตรยางคอมปาวด์

3.4.1 ยางเบลนด์ NR/EPDM ที่อัตราส่วน 70/30 แบบรีแอกทีฟชนิดไม่ใส่สารตัวเร่ง

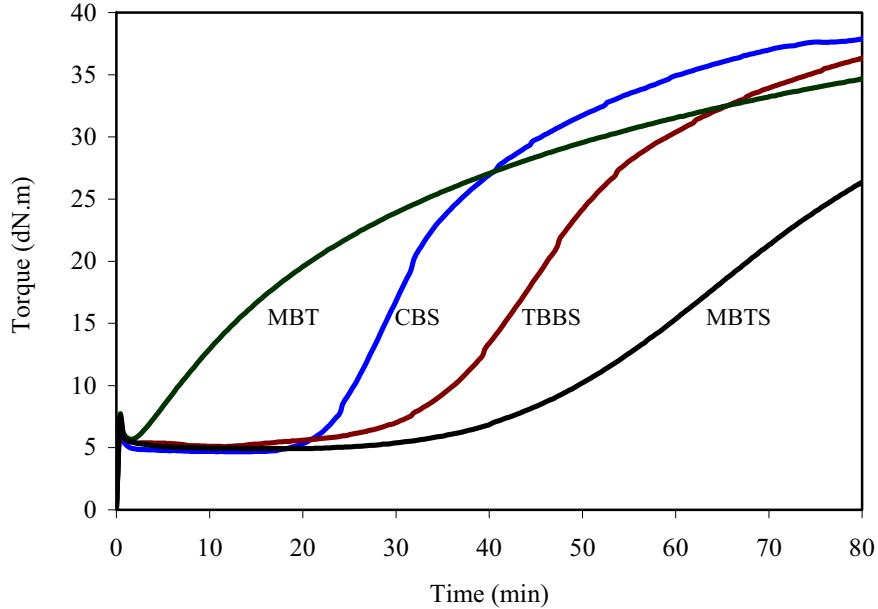
3.4.1.1 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็ม และการเตรียม Preheated EPDM

เตรียมคอมปาวด์ของยางอีพีดีเอ็มโดยใส่สารเคมีต่างๆ ในสูตรทั้งหมดยกเว้นยางธรรมชาติตั้งในยางอีพีดีเอ็ม (ยางอีพีดีเอ็ม 30 phr, ซิงค์ออกไซด์ 4 phr, กรดสเตียริก 2 phr, กามาถัน 2.5 phr และสารตัวเร่ง 4 มิลลิโอมล) ทำการบดผสมยางกับสารเคมีบันเครื่องบดยางสองลูกกลิ้ง และนำยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ได้มาหาดเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้หรือเวลาสก็อช (Scorch time) ที่อุณหภูมิ 140°C และ 150°C เพื่อที่จะกำหนดเวลาที่ต้องใช้ในการให้ความร้อนก่อนที่จะนำไปเบลนด์ ค่า Scorch time และค่าแรงบิดต่ำสุดของยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ใช้สารตัวเร่งแต่ละชนิดมีค่าดังแสดงในตารางที่ 3.14 ซึ่งลักษณะกราฟการวัลคาไนซ์ของยางอีพีดีเอ็มที่อุณหภูมิหั้งสองเป็นดังรูปที่ 3.24 และ 3.25

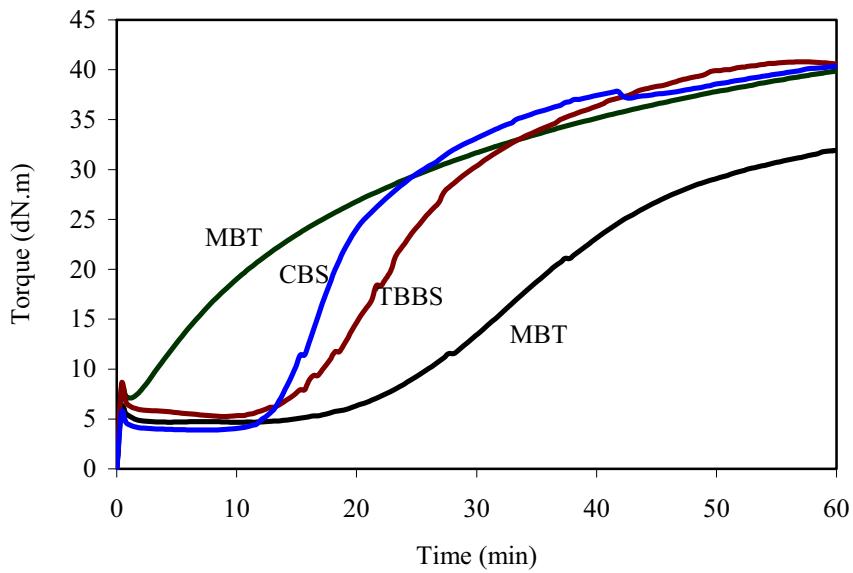
ตารางที่ 3.14 ค่าแรงบิดต่ำสุดและเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้ที่อุณหภูมิ 140°C และ 150°C ของยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็ม เมื่อใช้สารตัวเร่งชนิดต่างๆ

Accelerator type	140°C		150°C	
	M _L (dN.m)	Scorch time (min)	M _L (dN.m)	Scorch time (min)
CBS	4.67	21.00	3.91	12.10
TBBS	5.09	25.42	5.25	13.51
MBT	5.68	3.27	7.11	2.21
MBTS	4.92	35.00	4.68	18.21

การเพิ่มอุณหภูมิจาก 140°C เป็น 150°C มีผลให้ค่า Scorch time ของยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มสั้นลงประมาณ 1.5 -2 เท่า พบว่าการใช้สารตัวเร่ง MBT ในยางอีพีดีเอ็มทำให้ยางมี Scorch time สั้นกว่าการใช้สารตัวเร่งชนิดอื่นๆมาก ซึ่งให้ผลในลักษณะเดียวกับการใช้สารตัวเร่งชนิดนี้ในการเตรียมยางวัลคาไนซ์ของยางอีพีดีเอ็ม

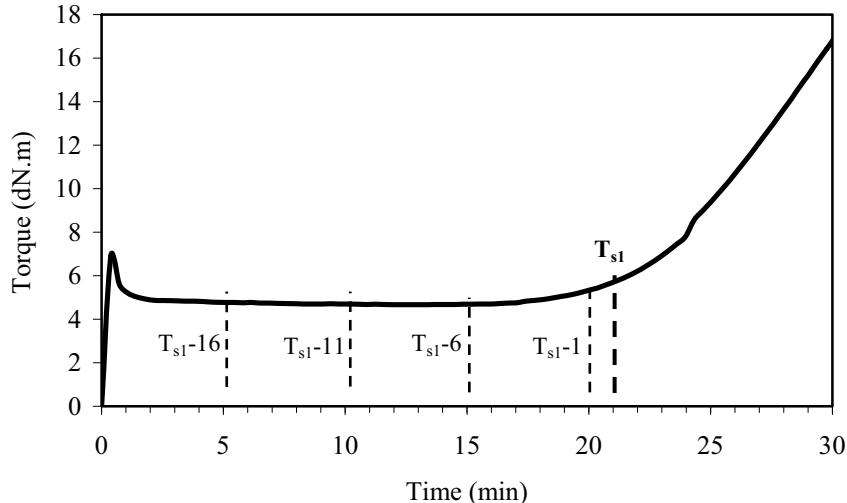


รูปที่ 3.24 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็ม เมื่อใช้สารตัวเร่งชันิดต่างๆ ที่อุณหภูมิ 140 °C



รูปที่ 3.25 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็ม เมื่อใช้สารตัวเร่งชันิดต่างๆ ที่อุณหภูมิ 150 °C

ตัวอย่างการกำหนดเวลาที่ใช้ในการให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็ม ก่อนที่จะนำไปเบลนด์กับยางธรรมชาติ หรือเพื่อเตรียม Preheated EPDM โดยยึดเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้เป็นหลัก และทำการให้ความร้อนเป็นระยะเวลาต่างๆ ที่สั้นกว่า Scorch time ดังแสดงในรูปที่ 3.26 เพื่อให้ยาง Preheated EPDM ยังคงสามารถแปรรูปได้



รูปที่ 3.26 ตัวอย่างการกำหนดเวลาที่ใช้ในการเตี๊ยม Preheated EPDM เมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS ที่อุณหภูมิ 140°C

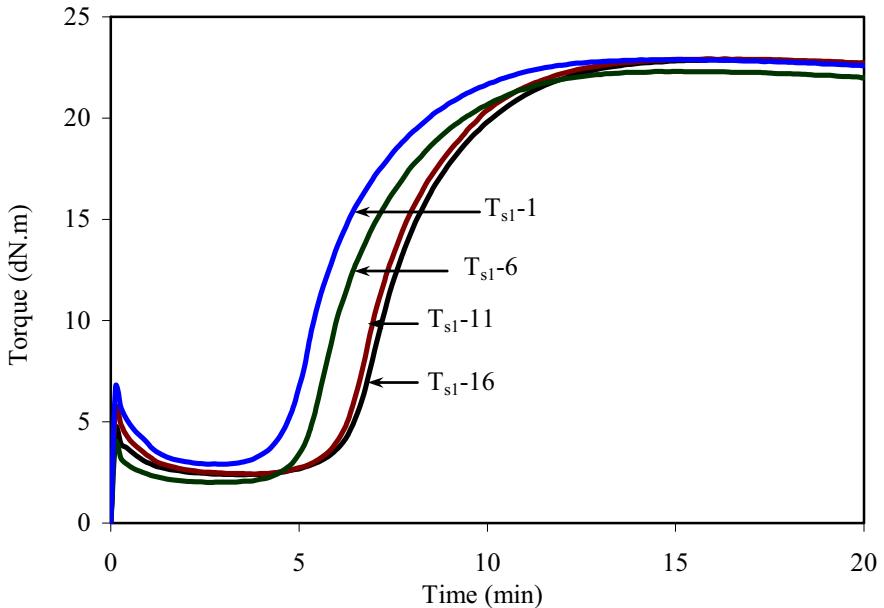
3.4.1.2 ยางเบลนด์แบบบีเออกทีฟชนิดไม่ใส่สารตัวเติม เมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS

นำยางธรรมชาตินามาเบลนด์กับยางคอมปาวเดอร์อีพีดีเอ็มที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 140°C และ 150°C แล้วให้ได้ยางเบลนด์ที่มีสัดส่วนยาง NR/EPDM เท่ากับ 70/30 และมีองค์ประกอบสุดท้ายเช่นเดียวกับยางเบลนด์ที่เตี๊ยมแบบ Simple blend เมื่อนำยางเบลนด์แบบบีเออกทีฟที่ได้ไปทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150°C และสมบัติการดึง ได้ผลดังตารางที่ 3.15

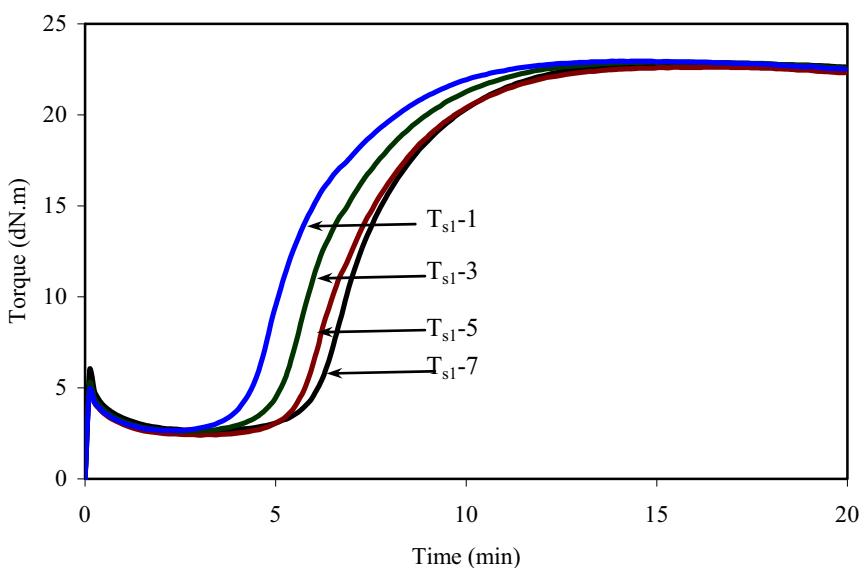
ตารางที่ 3.15 สมบัติการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150°C ของยางเบลนด์แบบบีเออกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS และอุณหภูมิการ Preheat ที่ 140°C และ 150°C

Preheating temp. ($^{\circ}\text{C}$)	Preheating time (min)	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	Scorch time (min)	90% Cure time (min)	CRI (min^{-1})
140°C ($T_{s1} = 21 \text{ min}$)	$T_{s1}-16$	2.38	22.89	20.51	5.91	15.10	10.88
	$T_{s1}-11$	2.42	22.93	20.51	5.70	10.30	21.74
	$T_{s1}-6$	2.01	22.30	20.29	4.85	9.20	22.99
	$T_{s1}-1$	2.90	22.90	20.00	4.35	8.85	22.22
150°C ($T_{s1} = 13 \text{ min}$)	$T_{s1}-7$	2.66	22.85	20.19	5.59	10.41	20.75
	$T_{s1}-5$	2.41	22.62	20.21	5.21	10.05	20.66
	$T_{s1}-3$	2.63	22.90	20.27	4.68	9.45	20.96
	$T_{s1}-1$	2.66	22.94	20.28	3.90	8.70	20.83

ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์สุดท้ายที่ได้จากการใช้ยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 140°C และ 150°C มีลักษณะเหมือนกันดังรูปที่ 3.27-3.28 นั่นคือการให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มนานขึ้นมีผลให้เวลาการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์สั้นลง



รูปที่ 3.27 ลักษณะการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนเด็บเรียวก็อกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS และอุณหภูมิการ Preheat 140 °C



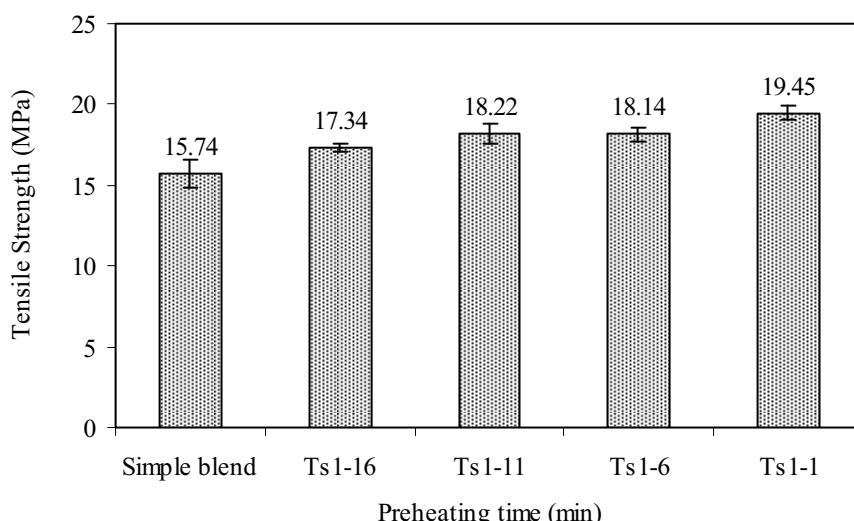
รูปที่ 3.28 ลักษณะการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนเด็บเรียวก็อกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS และอุณหภูมิการ Preheat 150 °C

การเพิ่มเวลาในการ Preheat ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มให้มากขึ้น ทำให้เวลาการวัลคาไนซ์ของยางเบลนเด็บมีค่าลดลงเรื่อยๆ ทั้งนี้ เพราะ การ Preheat ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็ม เป็นการให้ความร้อนแก่ยางเพื่อทำให้สารเคมีต่างๆ ในยางได้แก่ สารวัลคาไนซ์ สารตัวเร่งและสารกระตุ้น เกิดเป็นสารประกอบเชิงช้อนที่เรียกว่า แอกทีฟชัลเฟอร์ติงเอเจนต์ (Active sulphurating agent) และเกิดปฏิกิริยาต่อกับโมเลกุลของยางอีพีดีเอ็ม เกิดเป็น Rubber – bound intermediate การให้ความร้อนกับยางเป็นระยะเวลาต่างๆ กัน ทำให้ระดับการดำเนินไปของปฏิกิริยาแตกต่างกันด้วย ในระยะแรกเป็นการทำให้สารตัวเร่งเกิดปฏิกิริยากับกำมะถันในสภาวะที่มีซิงค์ออกไซด์เป็นตัวกระตุ้นได้เป็นแอกทีฟชัลเฟอร์ติงเอ

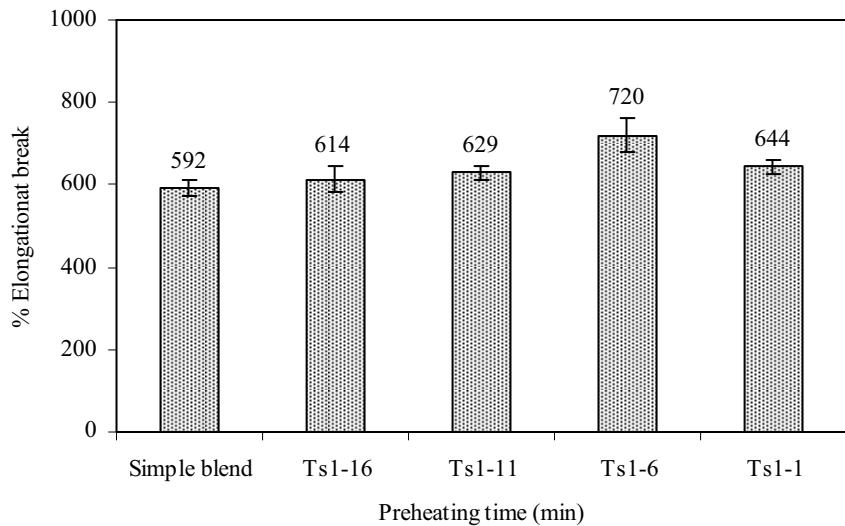
เจนต์ ระยะต่อมาแยกที่ฟื้ลเพื่อเรตติ้งเอเจนต์ทำปฏิกิริยากับยางอีพีดีเอ็มได้เป็นยางที่มีส่วนของสารตัวเร่งและกำมะถันกราฟต์อยู่บนโมเลกุล (Rubber – bound intermediate) หลังจากนี้หากให้ความร้อนต่อไปจะทำให้เกิดพันธะเชื่อมโยง (Crosslink) ระหว่างโมเลกุลยาง การให้ความร้อนกับยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มนี้จะต้องหยุดก่อนที่ยางจะเกิด Crosslink ขึ้น นั่นคือจะต้องหยุดก่อนที่ยางจะสักก็อช เพื่อให้ยางอีพีดีเอ็มยังคงสามารถนำไปบดผสมกับยางธรรมชาติได้ การให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มนานเท่ากับ $T_{s1}-1$ หรือเวลาเท่ากับ 1 นาทีก่อน Scorch time ทำให้ยางเบลนด์มีเวลาการวัลคาไนซ์ลดลงเท่ากับของยางธรรมชาติ แสดงให้เห็นว่าการ Preheat ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มก่อนเป็นการลดเวลาในการวัลคาไนซ์ในส่วนของเฟสยางอีพีดีเอ็มแล้วนั้นเอง ทำให้ยางเบลนด์สามารถวัลคาไนซ์ได้เร็วขึ้น โดยการวัลคาไนซ์แบบนี้จะเกิดขึ้นในลักษณะเดียวกัน ทั้งยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ใช้อุณหภูมิในการ Preheat ที่ 140 °C และ 150 °C สมบัติการดึงของยางเบลนด์วัลคาไนซ์ที่ได้เป็นดังแสดงในตารางที่ 3.16 และรูปที่ 3.29-3.32

ตารางที่ 3.16 สมบัติการดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS

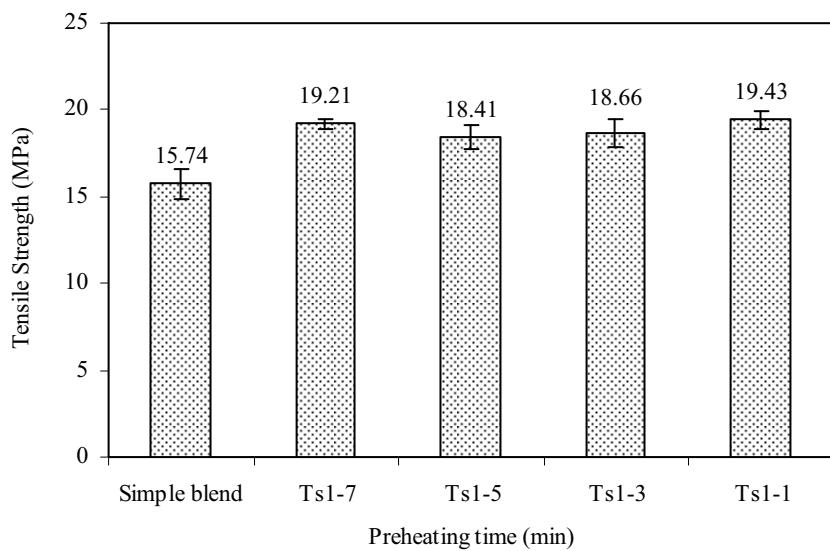
Preheating Temp.	Preheating Time (min)	Modulus (MPa)			Tensile Strength (MPa)	Elongation at break (%)
		100 %	300 %	500 %		
140 °C ($T_{s1} = 21$ min)	$T_{s1}-16$	0.90	2.31	8.78	17.34	614
	$T_{s1}-11$	0.89	2.08	8.27	18.22	666
	$T_{s1}-6$	0.81	1.74	6.34	18.14	720
	$T_{s1}-1$	0.87	2.01	6.97	19.45	644
150 °C ($T_{s1} = 13$ min)	$T_{s1}-7$	0.87	2.02	6.99	19.21	664
	$T_{s1}-5$	0.83	2.10	6.17	18.41	676
	$T_{s1}-3$	0.86	2.00	6.94	18.66	660
	$T_{s1}-1$	0.89	1.98	6.87	19.43	647



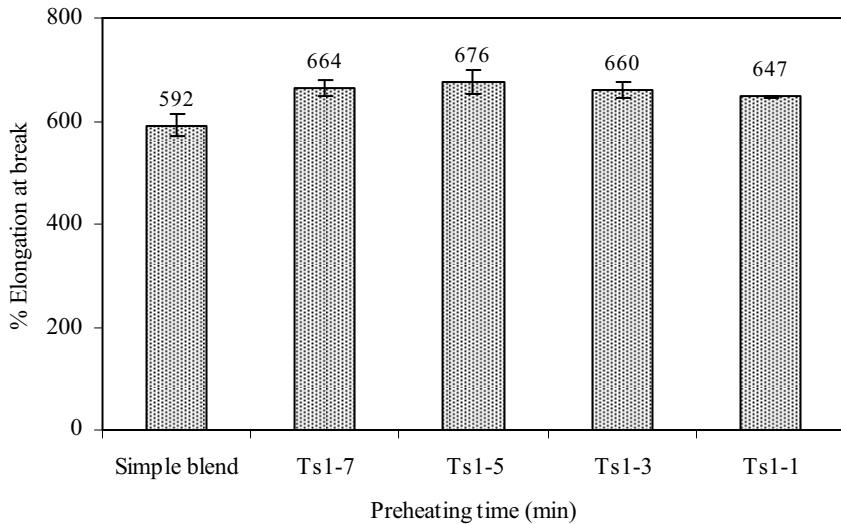
รูปที่ 3.29 ความต้านทานต่อแรงดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS และอุณหภูมิในการ Preheat 140 °C



รูปที่ 3.30 ความสามารถในการยืดของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS และอุณหภูมิในการ Preheat 140 °C



รูปที่ 3.31 ความต้านทานต่อแรงดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS และอุณหภูมิในการ Preheat 150 °C



รูปที่ 3.32 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทิฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS และ อุณหภูมิในการ Preheat 150 °C

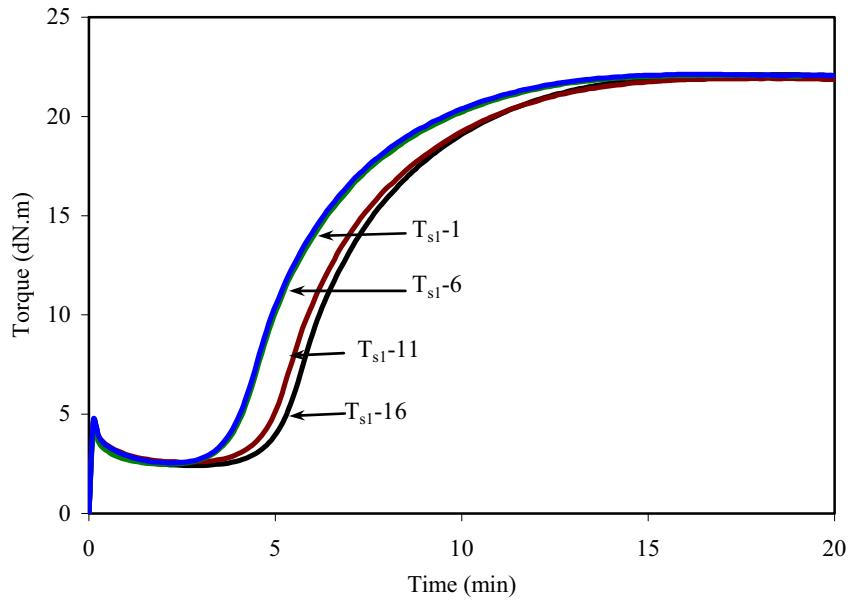
จากรูปที่ 3.29-3.32 ซึ่งแสดงสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์แบบรีแอกทิฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS โดยได้แปรอุณหภูมิการ Preheat ยางคอมปาวาร์ดีฟีดีเอ็มที่ 140 °C และ 150 °C และระยะเวลาการ Preheat จะเห็นได้ว่าค่าความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ที่ได้โดย Preheat ที่เวลาต่างๆ ก่อนถึงเวลา Scorch time มีค่าใกล้เคียงกัน และมีค่าสูงกว่ายางเบลนเดอร์ที่เตรียมแบบทั่วไป ประมาณ 2-4 MPa เช่นเดียวกับความสามารถในการยืดพบว่ายางเบลนเดอร์ที่เตรียมแบบรีแอกทิฟมีค่าสูงกว่ายางเบลนเดอร์แบบทั่วไป การให้ความร้อนกับยางคอมปาวาร์ดีฟีดีเอ็มก่อนการเบลนเดอร์ คาดว่ามีผลให้เพิ่มปริมาณพันธะเชื่อมโยงในเฟสของยางอีฟีดีเอ็มให้มากขึ้น

3.4.1.3 ยางเบลนเดอร์แบบรีแอกทิฟชนิดไม่ใส่สารตัวเติม เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS

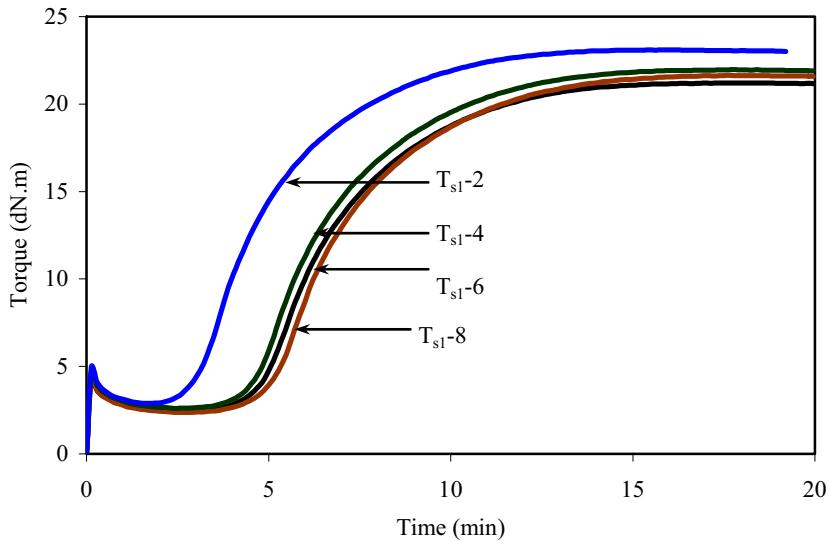
นำยางอีฟีดีเอ็มที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นระยะเวลาต่างๆ กันไปผสมกับยางธรรมชาติที่ได้ผ่านการปรับ ความหนืดแล้วนำยางเบลนเดอร์ที่ได้สูญเสียไปทดสอบลักษณะการวัลค่าไนซ์และสมบัติเชิงกล ได้ผลดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.17 สมบัติการวัลค่าไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนเดอร์แบบรีแอกทิฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และ อุณหภูมิการ Preheat ที่ 140 °C และ 150 °C

Preheating temp. (°C)	Preheating time (min)	M _L (dN.m)	M _H (dN.m)	M _H -M _L (dN.m)	Scorch time (min)	90% Cure time (min)	CRI (min ⁻¹)
140 °C (T _{s1} = 26 min)	T _{s1} -16	2.41	22.11	19.70	4.77	11.08	15.85
	T _{s1} -11	2.58	21.92	19.34	4.50	10.69	16.16
	T _{s1} -6	2.47	22.09	19.62	3.60	9.92	15.82
	T _{s1} -1	2.54	22.12	19.58	3.60	9.65	16.53
150 °C (T _{s1} = 14 min)	T _{s1} -8	2.39	21.20	18.81	4.75	10.67	16.89
	T _{s1} -6	2.37	21.64	19.27	4.49	11.04	15.27
	T _{s1} -4	2.61	21.96	19.35	4.36	10.53	16.21
	T _{s1} -2	2.88	23.10	20.22	2.81	8.87	16.50



รูปที่ 3.33 ลักษณะการวัลค่าในช์ที่อุณหภูมิ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ของยางเบลนเด็ตแบบบีเร็กทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และอุณหภูมิการ Preheat $140\text{ }^{\circ}\text{C}$



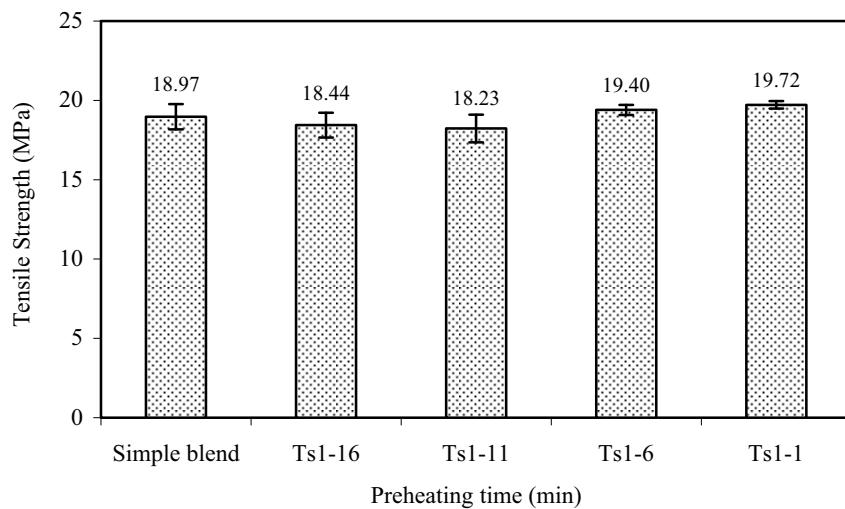
รูปที่ 3.34 ลักษณะการวัลค่าในช์ที่อุณหภูมิ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ของยางเบลนเด็ตแบบบีเร็กทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และอุณหภูมิการ Preheat $150\text{ }^{\circ}\text{C}$

จากรูปที่ 3.33-3.34 พบร่วมกันว่าลักษณะการวัลค่าในช์ของยางเบลนเด็ตที่เตรียมด้วยเทคนิคการเบลนเด็ตแบบบีเร็กทีฟ โดยใช้สารตัวเร่ง TBBS มีลักษณะการวัลค่าในช์เช่นเดียวกับยางเบลนเด็ตที่ใช้สารตัวเร่ง CBS นั่นคือยิ่งเพิ่มเวลาในการ Preheat ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มนานขึ้นโดยเฉพาะการเพิ่มเวลาให้ความร้อนจนเข้าใกล้ scorch time จะทำให้เวลาการวัลค่าในช์ของยางเบลนเด็ตที่ได้มีค่าลดลงอย่างชัดเจน

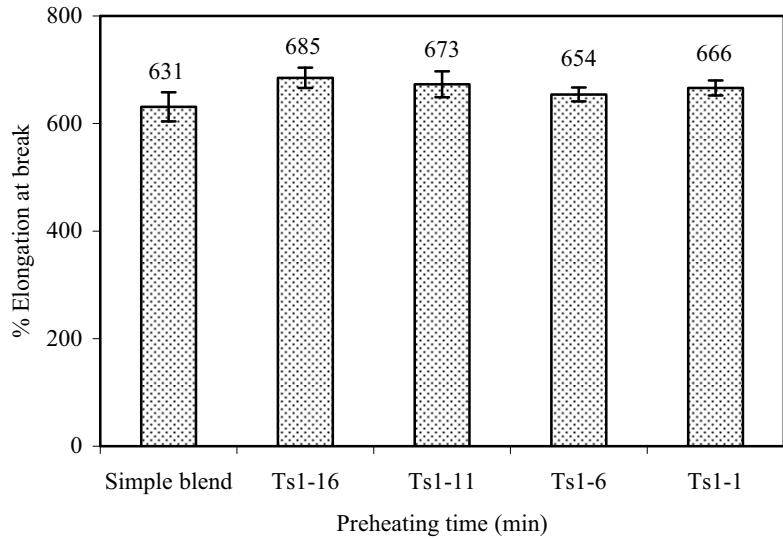
สมบัติการดึงของยางเบลนเดอร์วัลคาไนซ์ที่ได้จากการใช้สารตัวเร่ง TBBS เป็นตังแสดงในตารางที่ 3.18 และรูปที่ 3.35-3.38

ตารางที่ 3.18 สมบัติการดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS

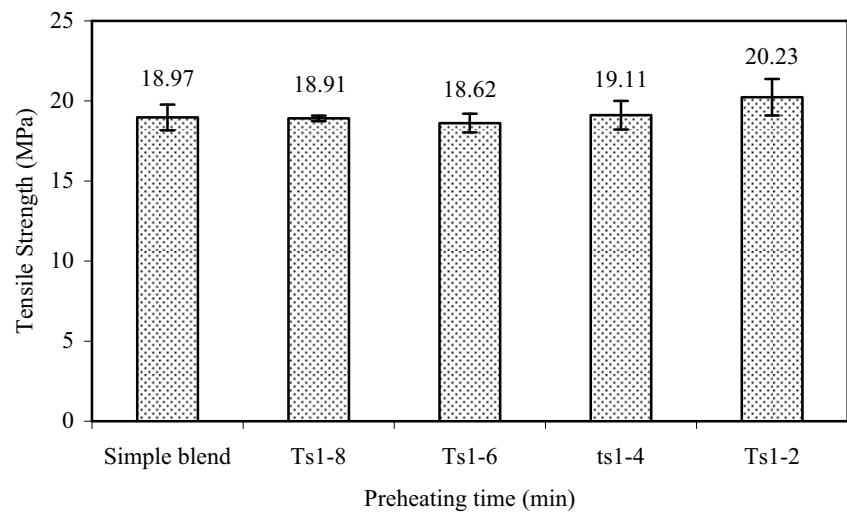
Preheating Temp.	Preheating Time	Modulus (MPa)			Tensile Strength (MPa)	Elongation at break (%)
		100 %	300 %	500 %		
140 °C (Ts1= 26 min)	T _{s1} -16	0.85	1.96	6.38	18.44	685
	T _{s1} -11	0.84	1.90	6.24	18.23	673
	T _{s1} -6	0.87	2.09	7.66	19.40	654
	T _{s1} -1	0.87	2.09	7.21	19.72	666
150 °C (Ts1= 14 min)	T _{s1} -8	0.83	2.01	6.88	18.91	669
	T _{s1} -6	0.84	2.04	7.52	18.62	674
	T _{s1} -4	0.86	1.93	6.20	19.11	690
	T _{s1} -2	0.87	2.06	7.33	20.23	660



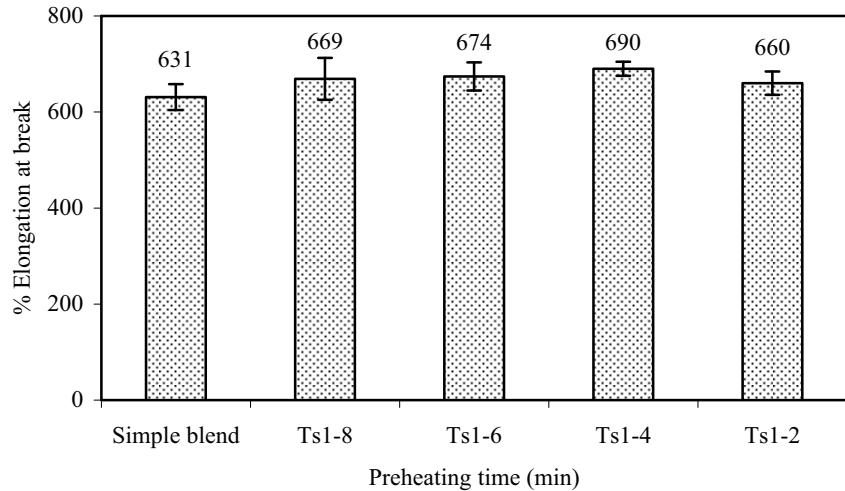
รูปที่ 3.35 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และอุณหภูมิในการ Preheat 140 °C



รูปที่ 3.36 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบบีรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และอุณหภูมิในการ Preheat 140 °C



รูปที่ 3.37 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบบีรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และอุณหภูมิในการ Preheat 150 °C



รูปที่ 3.38 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบบีรีแอกทิฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และอุณหภูมิในการ Preheat 150 °C

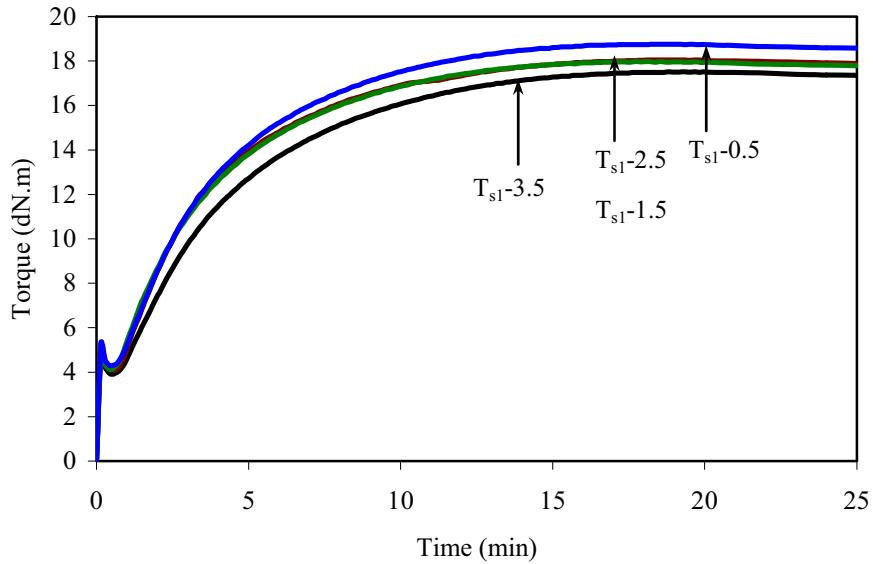
จากรูปที่ 3.35-3.38 จะเห็นได้ว่าการ Preheat ที่อุณหภูมิ 140 °C และ 150 °C ไม่มีผลต่อสมบัติของยางเบลนเดอร์ที่ได้อย่างมีนัยสำคัญ พบว่าสมบัติความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาการให้ความร้อนโดยการให้ความร้อนจนกระทั่งเกือบถึง Scorch time จะให้สมบัติดีขึ้น ซึ่งเป็นไปในลักษณะเดียวกับกรณีที่ใช้สารตัวเร่ง CBS สมบัติต้านการดึงของยางเบลนเดอร์ที่ได้เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS มีค่าสูงกว่ายางเบลนเดอร์แบบบีรีแอกทิฟที่ใช้สารตัวเร่ง CBS และมีค่าต่ำกว่าสมบัติต้านการดึงของยางเบลนเดอร์แบบทั่วไป (Simple blends) เพียงเล็กน้อย

3.4.1.4 ยางเบลนเดอร์แบบบีรีแอกทิฟชนิดไม่ใส่สารตัวเติม เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT

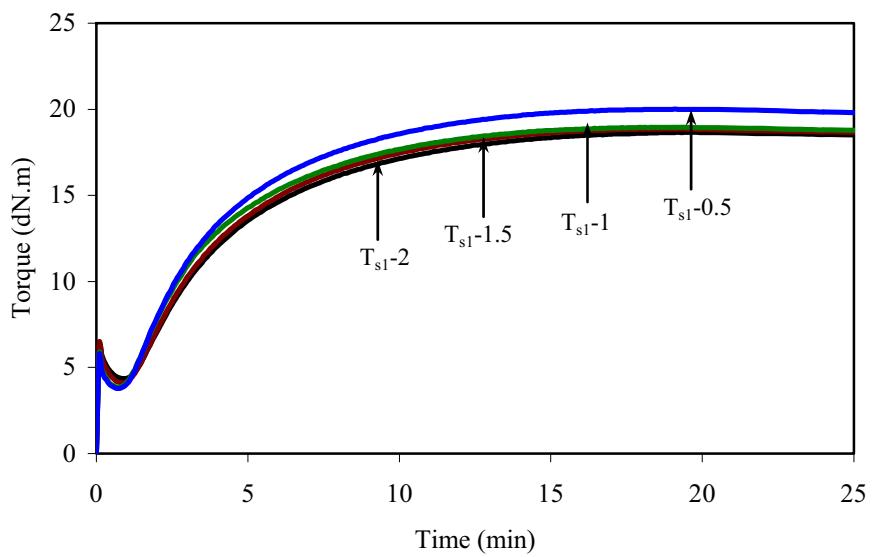
นำยางอีพีดีเริมที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นระยะเวลางาน 4 วันไปทดสอบกับยางธรรมชาติที่ได้ผ่านการปรับความหนืดแล้วนำยางเบลนเดอร์ที่ได้สุดท้ายไปทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์และสมบัติเชิงกล ได้ผลดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.19 สมบัติการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนเดอร์แบบบีรีแอกทิฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT และอุณหภูมิการ Preheat ที่ 140 °C และ 150 °C

Preheating temp. (°C)	Preheating time (min)	M _L (dN.m)	M _H (dN.m)	M _H -M _L (dN.m)	Scorch time (min)	90% Cure time (min)	CRI (min ⁻¹)
140 °C (T _{s1} = 4.5 min)	T _{s1} -3.5	3.91	17.51	13.60	1.98	10.23	12.12
	T _{s1} -2.5	4.09	18.04	13.95	1.91	9.34	13.46
	T _{s1} -1.5	4.14	17.97	13.83	1.10	9.30	12.20
	T _{s1} -0.5	4.29	18.75	14.46	1.00	9.21	12.18
150 °C (T _{s1} = 2.5 min)	T _{s1} -2	4.35	18.65	14.30	1.53	10.26	11.45
	T _{s1} -1.5	4.11	18.87	14.76	1.44	9.80	11.96
	T _{s1} -1	3.86	18.96	15.10	1.27	9.42	12.27
	T _{s1} -0.5	3.78	20.01	16.23	1.27	9.50	12.15



รูปที่ 3.39 ลักษณะการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนเดอร์แบบบีเรอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT และอุณหภูมิการ Preheat 140 °C

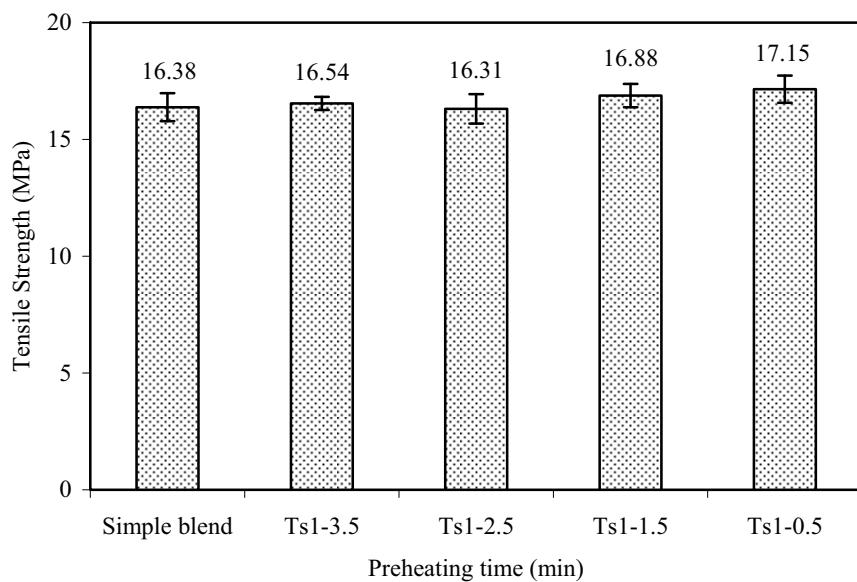


รูปที่ 3.40 ลักษณะการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนเดอร์แบบบีเรอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT และอุณหภูมิการ Preheat 150 °C

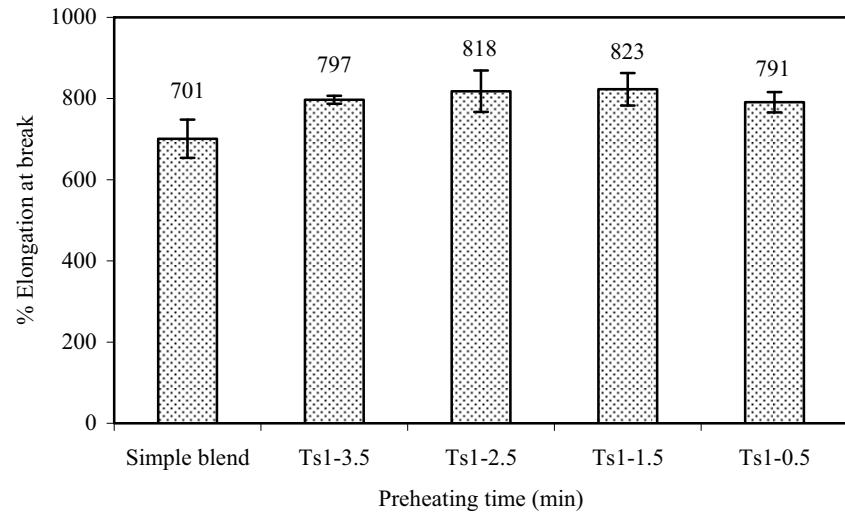
การเพิ่มเวลาในการ Preheat ยังคงมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้และเวลาวัลคาไนซ์ของยางเบลนเดอร์ที่ชัดเจน เนื่องจากการใช้ MBT ทำให้ยางคงมีเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้ค่อนข้างสั้น ทำให้การแปรเวลาการ Preheat ทำได้ในช่วงใกล้กัน จึงทำให้มีส่วนต่อหลักณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนเดอร์มากนัก

ตารางที่ 3.20 สมบัติการดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT

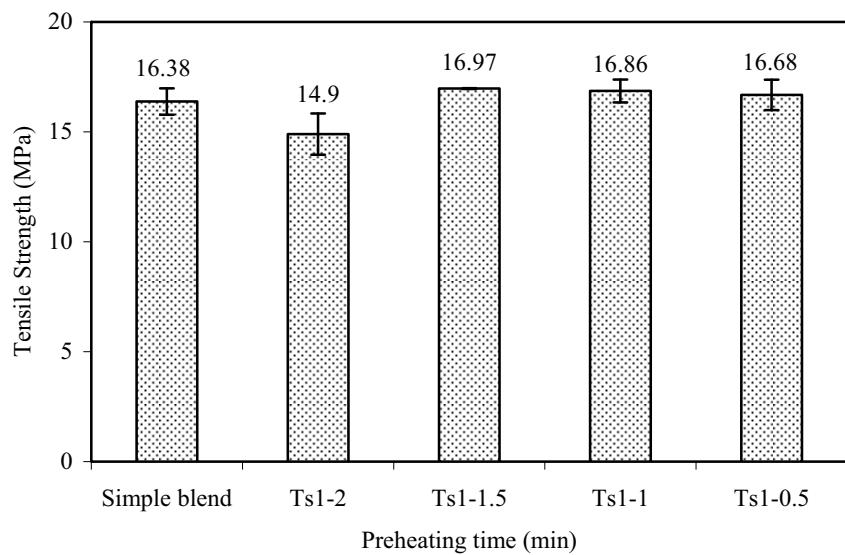
Preheating Temp.	Preheating Time	Modulus (MPa)			Tensile Strength (MPa)	Elongation at break (%)
		100 %	300 %	500 %		
140 °C ($T_{s1} = 4.5$ min)	$T_{s1}-3.5$	0.64	1.23	3.09	16.54	797
	$T_{s1}-2.5$	0.61	1.15	2.39	16.31	818
	$T_{s1}-1.5$	0.62	1.20	2.48	16.88	823
	$T_{s1}-0.5$	0.64	1.25	2.70	17.15	791
150 °C ($T_{s1} = 2.5$ min)	$T_{s1}-2$	0.70	1.38	3.05	14.90	758
	$T_{s1}-1.5$	0.74	1.48	3.19	16.97	762
	$T_{s1}-1$	0.76	1.46	2.97	16.86	787
	$T_{s1}-0.5$	0.74	1.56	3.64	16.68	735



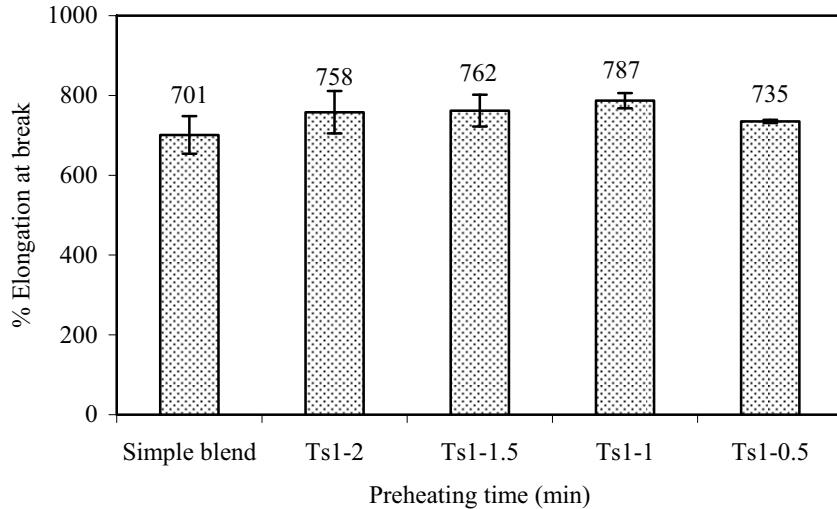
รูปที่ 3.41 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT และอุณหภูมิในการ Preheat 140 °C



รูปที่ 3.42 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบบีเออกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT และอุณหภูมิในการ Preheat 140 °C



รูปที่ 3.43 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบบีเออกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT และอุณหภูมิในการ Preheat 150 °C



รูปที่ 3.44 ความสามารถในการยืดของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบบี'แอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBT และอุณหภูมิในการ Preheat 150 °C

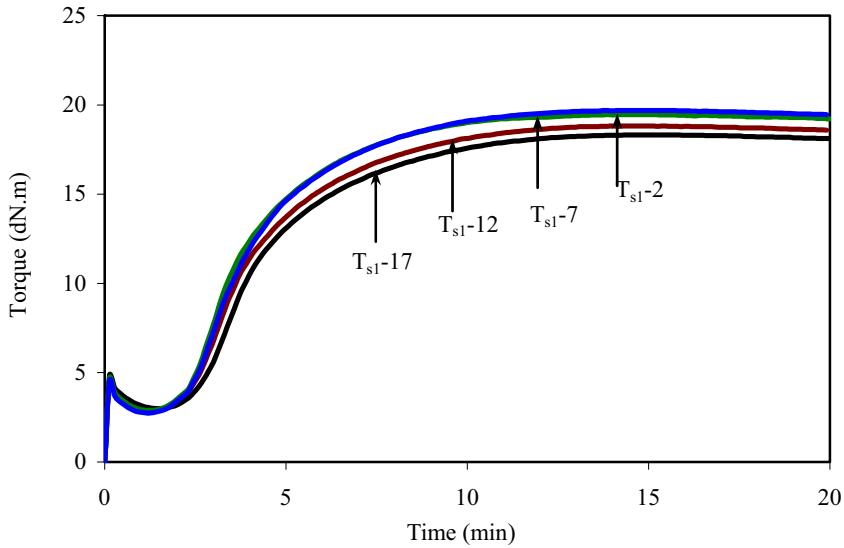
จากรูปที่ 3.41-3.44 แสดงสมบัติการดึงของยางเบลนด์ที่ใช้สารตัวเร่ง MBT จะเห็นได้ว่าสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดมีค่าใกล้เคียงกัน โดยสมบัติของยางเบลนด์ที่ใช้สารตัวเร่ง MBT มีค่าด้อยกว่ายางเบลนด์แบบบี'แอกทีฟที่ใช้สารตัวเร่งในกลุ่มชัลฟินไม Erd การใช้เทคนิคการเบลนด์แบบบี'แอกทีฟโดยใช้สารตัวเร่ง MBT ซึ่งมีเวลาการสกัดชั้นนี้มีผลในการปรับปรุงสมบัติของยางเบลนด์น้อยมาก ทั้งนี้อาจจะเนื่องมาจากการที่ยางเริ่มเกิดปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์เร็วทำให้การเคลื่อนย้ายของสารวัลคาไนซ์ต่างๆระหว่างเพสยางเกิดขึ้นได้น้อยลงจึงทำให้ยางเบลนด์ที่ได้จากเทคนิคการเตรียมแบบปกติและแบบบี'แอกทีฟมีสมบัติในระดับเดียวกัน

3.4.1.5 ยางเบลนด์แบบบี'แอกทีฟชนิดไม่ใส่สารตัวเร่ง MBTS

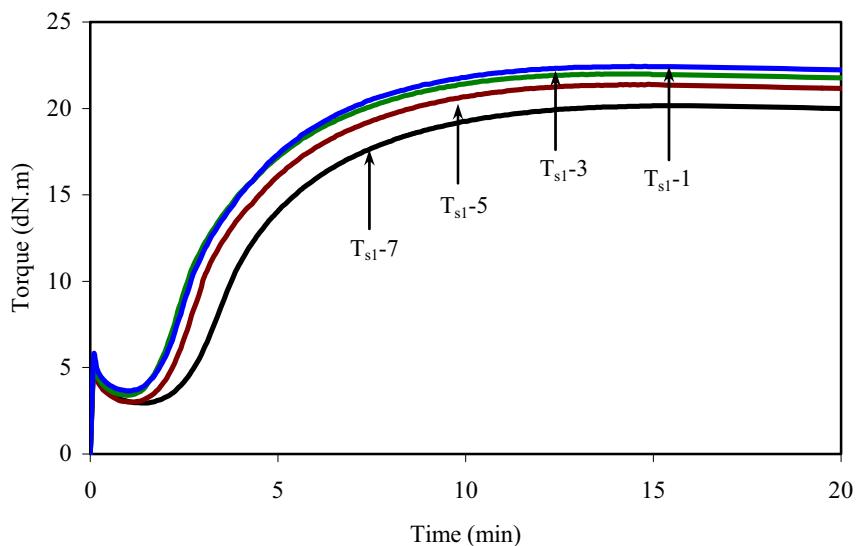
นำยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นระยะเวลาต่างๆกันไปผสมกับยางธรรมชาติที่ได้ผ่านการปรับความหนืดแล้วนำยางเบลนด์ที่ได้สุดท้ายไปทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์และสมบัติเชิงกล ได้ผลดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.21 สมบัติการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนด์แบบบี'แอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง MBTS และอุณหภูมิการ Preheat ที่ 140 °C และ 150 °C

Preheating temp. (°C)	Preheating time (min)	M _L (dN.m)	M _H (dN.m)	M _H -M _L (dN.m)	Scorch time (min)	90% Cure time (min)	CRI (min ⁻¹)
140 °C (T _{s1} = 32 min)	T _{s1} -17	2.99	18.31	15.32	2.54	8.36	17.18
	T _{s1} -12	2.86	18.82	15.96	2.29	8.22	16.86
	T _{s1} -7	2.89	19.45	16.56	2.10	7.57	18.28
	T _{s1} -2	2.74	19.69	16.95	2.20	7.83	17.76
150 °C (T _{s1} = 17 min)	T _{s1} -7	2.96	20.15	17.19	2.41	8.46	16.53
	T _{s1} -5	3.01	21.39	18.38	1.96	7.86	16.95
	T _{s1} -3	3.40	21.99	18.59	1.66	7.45	17.27
	T _{s1} -1	3.66	22.43	18.77	1.74	7.45	17.51



รูปที่ 3.45 ลักษณะการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนเดอร์แบบบีเร็กทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง MBTS และอุณหภูมิการ Preheat 140 °C



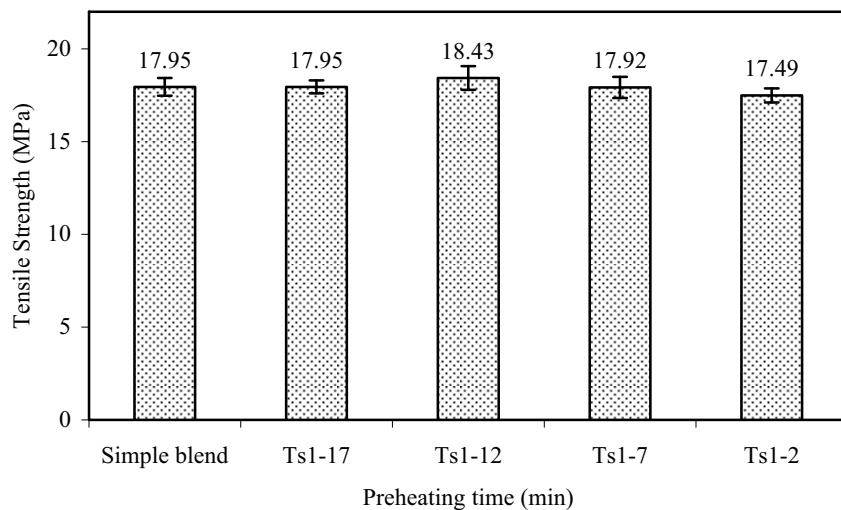
รูปที่ 3.46 ลักษณะการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 °C ของยางเบลนเดอร์แบบบีเร็กทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง MBTS และอุณหภูมิการ Preheat 150 °C

จากรูปที่ 3.45-3.46 แสดงลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM จากการเบลนเดอร์แบบบีเร็กทีฟโดยใช้สารตัวเร่ง MBTS จะเห็นได้ว่ายางคอมปาวด์มีพฤติกรรมการวัลคาไนซ์ลักษณะเดียวกันกับยางเบลนเดอร์ที่ใช้สารตัวเร่ง CBS, TBBS และ MBT นั่นคือการเพิ่มเวลาในการให้ความร้อนกับยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็ม ทำให้ยางเบลนเดอร์มีเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้และเวลาการวัลคาไนซ์ลดลง จากผลของการให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มเพื่อกระตุ้นปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ขึ้นต้นให้เกิดขึ้นในยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะนำไปเบลนเดอร์กับยางธรรมชาตินั่นเอง

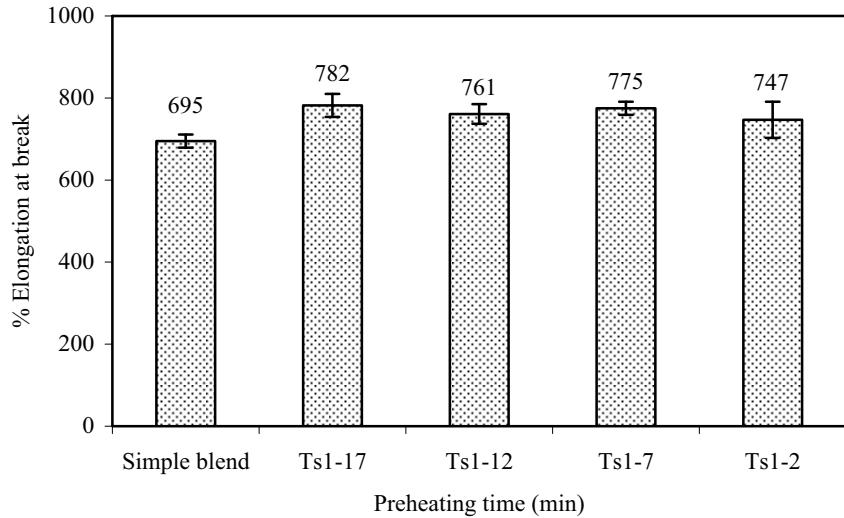
สมบัติโมดูลัส ความหนาแน่นต่อแรงดึง และความต้านทานต่อการยืดของยางเบลนเดอร์แบบบีเร็กทีฟที่ใช้สารตัวเร่ง MBTS แสดงดังตารางที่ 3.22 และรูปที่ 3.47-3.50

ตารางที่ 3.22 สมบัติการดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBTS

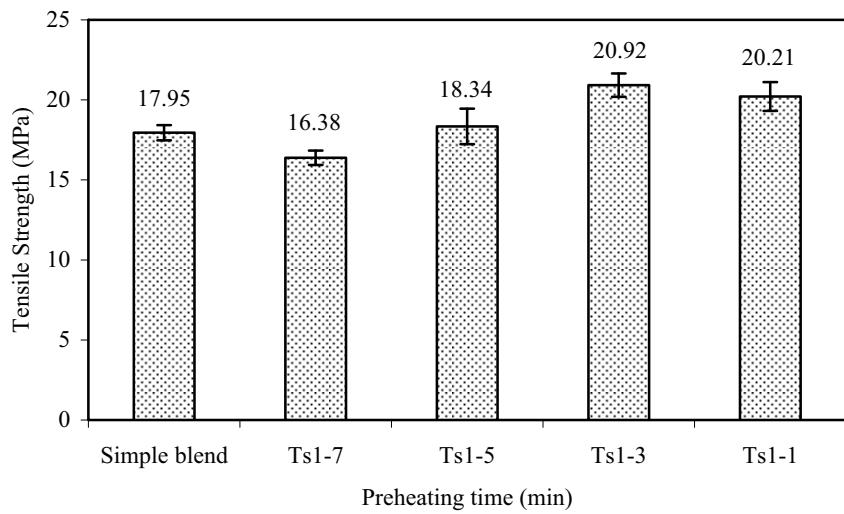
Preheating Temp.	Preheating Time (min)	Modulus (MPa)			Tensile Strength (MPa)	Elongation at break (%)
		100 %	300 %	500 %		
140 °C ($T_{s1} = 32$ min)	$T_{s1}-17$	0.64	1.25	2.93	17.95	782
	$T_{s1}-12$	0.64	1.34	3.40	18.43	761
	$T_{s1}-7$	0.66	1.32	3.22	17.92	775
	$T_{s1}-2$	0.69	1.38	3.58	17.49	747
150 °C ($T_{s1} = 17$ min)	$T_{s1}-7$	0.80	1.77	5.10	16.38	672
	$T_{s1}-5$	0.81	1.77	4.59	18.34	714
	$T_{s1}-3$	0.83	1.82	4.68	20.92	724
	$T_{s1}-1$	0.82	1.82	4.85	20.21	683



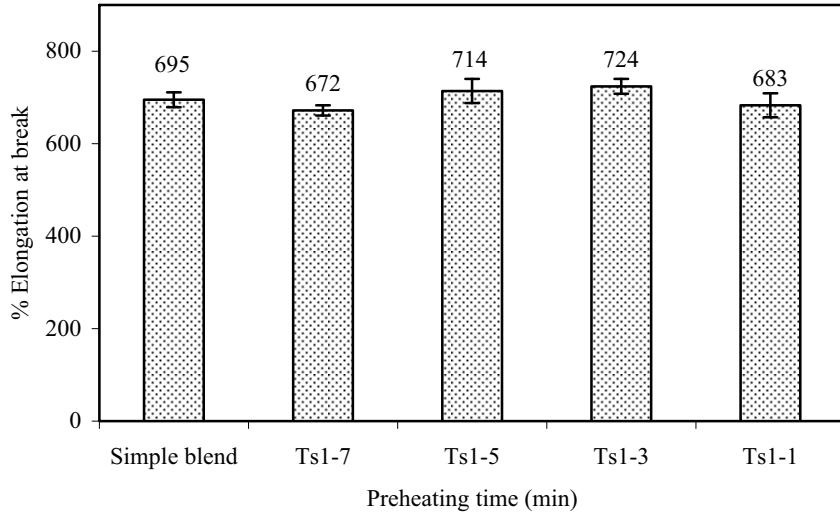
รูปที่ 3.47 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBTS และอุณหภูมิในการ Preheat 140 °C



รูปที่ 3.48 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบบีแลกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBTS และอุณหภูมิในการ Preheat 140 °C



รูปที่ 3.49 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบบีแลกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBTS และอุณหภูมิในการ Preheat 150 °C



รูปที่ 3.50 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบบีแลกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง MBTS และ อุณหภูมิในการ Preheat 150 °C

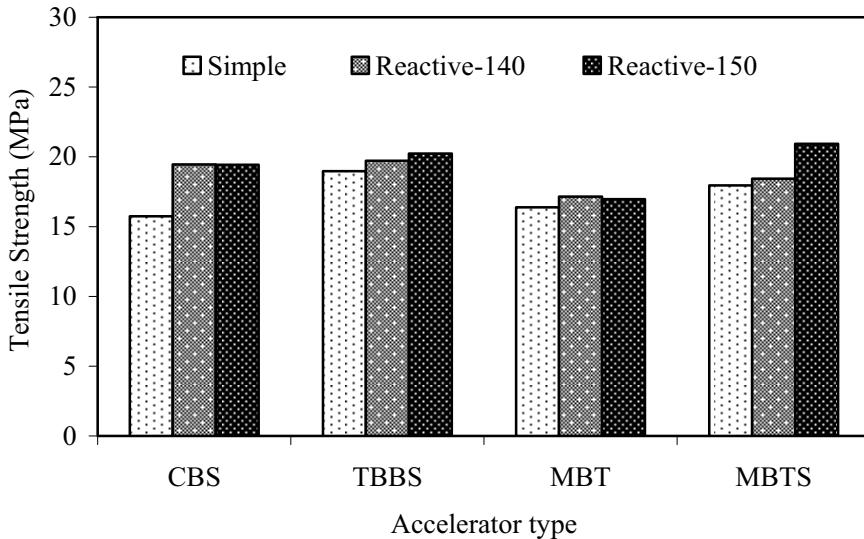
จากรูปที่ 3.47-3.50 จะเห็นได้ว่าการใช้อุณหภูมิ 150 °C ในการให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มให้ยางเบลนเดอร์ที่ มีค่าความทนทานต่ำกว่าการใช้อุณหภูมิ 140 °C และสูงกว่าสมบัติของยางเบลนเดอร์ที่เตรียมแบบทั่วไป สมบัติ ความทนทานต่ำกว่าการใช้อุณหภูมิ 140 °C และสูงกว่าสมบัติของยางเบลนเดอร์ที่ใช้ MBTS มีค่าสูงกว่าการใช้สารตัวเร่ง MBT ซึ่งเป็นสารตัวเร่ง ในกลุ่มเดียวกัน ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากโครงสร้างของ MBTS เองที่มีส่วนของ MBT อยู่สองหมู่ในโมเลกุล เมื่อสารตัวเร่ง MBTS หนึ่งโมเลกุลแตกตัวทำให้ได้ MBT สองโมเลกุลที่ว่องไวทำให้สามารถเกิด Active sulphurating agent ในปริมาณที่สูงกว่า

3.4.1.6 เปรียบเทียบสมบัติของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบทั่วไปกับแบบบีแลกทีฟที่ใช้สารตัวเร่ง CBS, TBBS, MBT และ MBTS

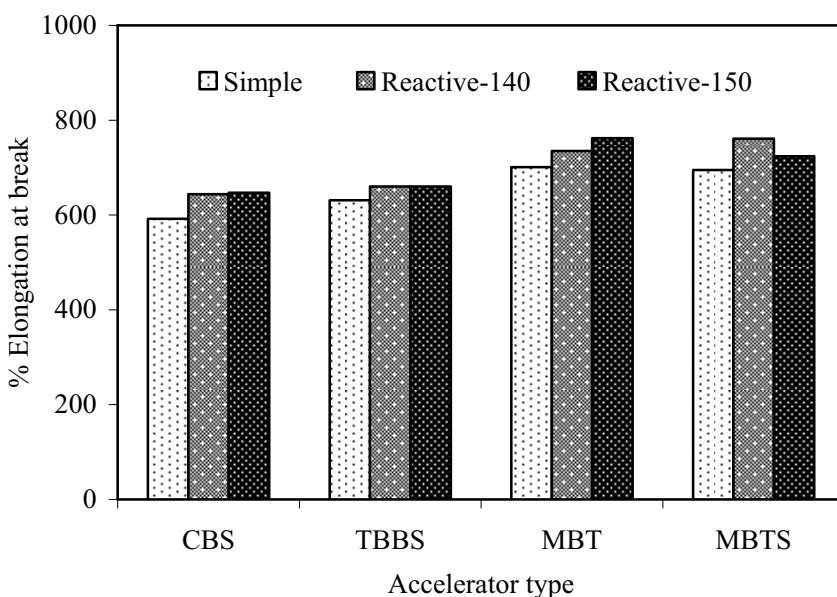
จากการทดลองในหัวข้อที่ 3.4.1.2-3.4.1.5 เมื่อเปรียบเทียบสมบัติของยางเบลนเดอร์แบบบีแลกทีฟที่เตรียมโดยใช้สารตัวเร่ง CBS, TBBS, MBT และ MBTS ที่สภาวะการ Preheat ยางคอมปาร์ตอีพีดีเอ็มที่อุณหภูมิ 140 °C และ 150 °C ที่ให้ความทนทานต่ำกว่าสูงสุด กับยางเบลนเดอร์แบบทั่วไป ได้ผลดังตารางที่ 3.23 และรูปที่ 3.51-3.52

ตารางที่ 3.23 เปรียบเทียบสมบัติความทนทานต่ำกว่าสูงสุดและความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์แบบทั่วไปและแบบบีแลกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่งชนิดต่างๆ

Property	Type of Blend	Preheating Temp (°C)	Type of Accelerator			
			CBS	TBBS	MBT	MBTS
Tensile Strength (MPa)	Simple	-	15.74	18.97	16.38	17.95
	Reactive	140	19.45	19.72	17.15	18.43
	Reactive	150	19.43	20.23	16.97	20.93
Elongation at break (%)	Simple	-	592	631	701	695
	Reactive	140	644	666	735	761
	Reactive	150	647	610	762	724



รูปที่ 3.51 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบทั่วไปและแบบรีแอกทิฟที่ใช้อุณหภูมิการให้ความร้อนยางอีพีดีเอ็มที่ 140 °C และ 150 °C เมื่อใช้สารตัวเร่งชนิดต่างๆ



รูปที่ 3.52 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบทั่วไปและแบบรีแอกทิฟที่ใช้อุณหภูมิการให้ความร้อนยางอีพีดีเอ็มที่ 140 °C และ 150 °C เมื่อใช้สารตัวเร่งชนิดต่างๆ

จากตารางที่ 3.23 และรูปที่ 3.51-3.52 จะเห็นได้ว่ายางเบลนเดอร์แบบรีแอกทิฟมีสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดสูงกว่ายางเบลนเดอร์แบบทั่วไปในทุกชนิดสารตัวเร่งที่ใช้ ยางเบลนเดอร์แบบทั่วไปที่ใช้สารตัวเร่ง TBBS มีค่าความทนทานต่อแรงดึงสูงที่สุด รองลงมาคือ MBTS, CBS และ MBT ตามลำดับ ในขณะที่ยางเบลนเดอร์แบบรีแอกทิฟเมื่อใช้ TBBS, MBTS และ CBS เป็นสารตัวเร่งภายในตัวอย่างเป็นส่วนใหญ่ การให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะเบลนเดอร์กับยางธรรมชาติที่เหมาะสมที่สุด มีค่าความทนทานต่อแรงดึงใกล้เคียงกัน แต่มีค่าสูงกว่าการใช้ MBT อย่างเห็นได้ชัด ในการนี้ของการใช้สารตัวเร่ง MBT พบร่วมกับผลในการปรับปรุงสมบัติที่ชัดเจน ทั้งนี้คาดว่าเป็นผลมาจากการยึดกันของยางอีพีดีเอ็มที่ใช้สารตัวเร่ง MBT มีเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้ (Scorch time) สั้นมากเมื่อเทียบกับสารตัวเร่งชนิดอื่นที่ใช้ ดังจะเห็น

ได้รับจากกระบวนการวัลค่าในชื่อในรูปที่ 3.24 และ 3.25 ทำให้ขั้นตอนการเกิด rubber-bound-intermediate และพันธะเชื่อมโยงเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว ทำให้ประสิทธิภาพการเกิดการกราฟต์ของสารตัวเร่งบนโมเลกุลยางด้อยลงและไม่เป็นผลดีต่อการเบلنด์แบบบีเออกทีฟ

การใช้สารตัวเร่ง CBS, MBTS และ TBBS ในการเบلنด์แบบบีเออกทีฟทำให้ยางเบلنด์มีสมบัติเพิ่มขึ้น 23.6%, 16.6% และ 6.6% ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบกับยางเบلنด์แบบทั่วไป ในขณะที่การใช้ MBT ให้ยางเบلنด์ทั้งแบบทั่วไปและแบบบีเออกทีฟที่มีสมบัติความทนทานต่อแรงดึงใกล้เคียงกัน จะเห็นได้ว่ายางเบلنด์ที่ได้มีสมบัติความทนทานต่อแรงดึงค่อนข้างสูงอยู่แล้วแม้ว่าจะเบلنด์แบบทั่วไปก็ตาม เนื่องจากอัตราส่วนในการเบلنด์ยางธรรมชาติต่อยางอีพีดีเอ็มเท่ากับ 70/30 ซึ่งมีส่วนของยางอีพีดีเอ็มเพียง 30 phr เท่านั้น ทำให้ความแข็งแรงของยางเบلنด์ที่ได้ยังได้รับอิทธิพลจากความแข็งแรงของยางธรรมชาติซึ่งเป็นเฟสยางเมทริกซ์อยู่

เมื่อนำยางเบلنด์ที่เตรียมแบบทั่วไปและแบบบีเออกทีฟที่มีสมบัติความทนทานต่อแรงดึงสูงที่สุดมาหาความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงโดยวิธีการบวมพองในตัวทำละลายโพลีอิน ได้ผลแสดงดังตารางที่ 3.24

ตารางที่ 3.24 ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงของยางเบلنด์แบบทั่วไปและบีเออกทีฟ

Type of blend	Crosslink density (mol/m^3)			
	CBS	TBBS	MBT	MBTS
Simple blend	159.02	168.96	106.69	131.53
Reactive blend	175.54	181.23	121.99	146.44

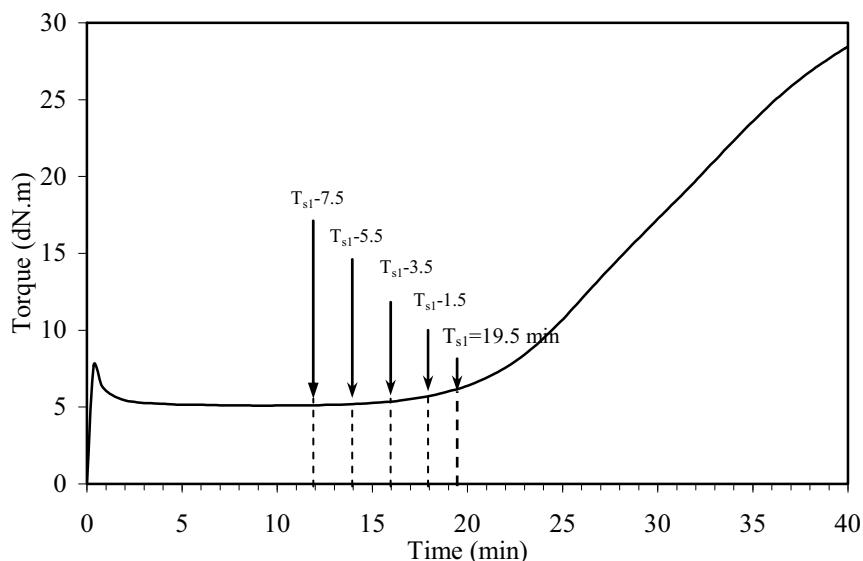
จากตารางที่ 3.24 จะเห็นได้ว่ายางเบلنด์แบบบีเออกทีฟมีความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงสูงกว่ายางเบلنด์แบบทั่วไป เนื่องจากยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่นำมาเบلنด์แบบบีเออกทีฟนั้นได้ผ่านการทำความร้อนก่อนตามระยะเวลาที่กำหนด เมื่อให้ความร้อนกับยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ประกอบด้วยสารวัลค่าในชื่อและสารกระตุ้นจะทำให้เกิดสารประกอบเชิงช้อนแยกออกที่ฟืชัลเพอเรตติ้ง (Active sulphurating agent) จากการทำปฏิกิริยาระหว่างสารตัวเร่งและกำมะถันภายใต้การกระตุ้นจากซิงค์ออกไซด์ ที่สามารถเกิดปฏิกิริยากับโมเลกุลของยางอีพีดีเอ็มขึ้น ผ่านพันธะ C-S และได้เป็นยางที่เกาะด้วยหมู่จากแยกออกที่ฟืชัลเพอเรตติ้ง (Rubber-bound pendent group fragment) หรือเรียกว่า Rubber-bound intermediate (R-S Y -X) โดยที่ X ได้มาจากสารตัวเร่งหรือสารให้กำมะถัน และหมู่ที่เกาะอยู่ (Pendent group) ซึ่งจะเป็นตัวกลางที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงต่อไปได้ ดังนั้นในยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ผ่านการทำความร้อนแล้วนั้นจะมีส่วนของ Rubber-bound intermediate อยู่ด้วย เมื่อนำมาเบلنด์กับยางธรรมชาติทำให้ส่วนของ Rubber-bound intermediate เกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงกับโมเลกุลยางได้มากขึ้นด้วย ทำให้ปริมาณพันธะเชื่อมโยงในยางเบلنด์แบบบีเออกทีฟมีมากกว่าแบบทั่วไปซึ่งไม่ได้ผ่านการทำความร้อนมาก่อน เนื่องจากยางทั้งสองชนิดมีความร่องไวต่อการวัลค่าในชื่อที่ด้วยกำมะถันแตกต่างกัน การเบلنด์โดยวิธีทั่วไปจะมีผลให้ปฏิกิริยาเกิดในส่วนของยางธรรมชาติก่อนและมากกว่าส่วนของยางอีพีดีเอ็ม การเปลี่ยนมาใช้การเบلنด์แบบบีเออกทีฟจะทำให้ส่วนของยางอีพีดีเอ็มสามารถเกิดการเชื่อมโยงได้มากขึ้น และจะลดความแตกต่างของปริมาณพันธะเชื่อมโยงในเฟสยางทั้งสอง ซึ่งจะส่งผลดีต่อสมบัติเชิงกลของยางเบلنด์วัลค่าในชื่อที่ได้

นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงที่เกิดขึ้นในยางเบلنด์ที่ใช้สารตัวเร่งต่างชนิดกันมีค่าแตกต่างกัน โดยสารตัวเร่งในกลุ่มซัลฟีนาไมด์จะให้ความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยงสูงกว่าสารตัวเร่งกลุ่มไฮอาโซลทั่วไปและบีเออกทีฟ ซึ่งสอดคล้องกับค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิดจากการวัลค่าในชื่อ ค่าโมดูลัส และความสามารถในการยึดของยางเบلنด์ที่ได้

3.4.2 ยางเบลนด์แบบทั่วไปและรีแอกทีฟที่อัตราส่วน NR/EPDM เท่ากับ 50/50

การเบลนด์ยาง NR/EPDM ที่อัตราส่วนการเบลนด์เท่ากับ 70/30 ซึ่งมีการควบคุมความหนืดของยางทั้งสองให้ใกล้เคียงก่อนการเบลนด์ ทำให้ยางที่มีสัดส่วนมากกว่าคือยางธรรมชาติกลายเป็นเฟสหลักต่อเนื่อง (Matrix phase) และยางที่มีสัดส่วนน้อยกว่าหรือยางอีพีดีเอ็มเป็นเฟสที่กระจาย (Dispersed phase) ยางเบลนด์ที่ได้จึงยังคงรักษาสมบัติของยางธรรมชาติซึ่งเป็นเฟสหลักไว้ได้นาน ทำให้ได้ยางเบลนด์ที่มีสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดค่อนข้างสูงถึงแม้จะใช้เทคนิคการเบลนด์แบบทั่วไป โดยที่การเบลนด์แบบรีแอกทีฟมีผลให้ความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดเพิ่มขึ้นเมื่อใช้สารตัวเร่ง CBS, TBBS และ MBTS แต่การเพิ่มขึ้นของสมบัติไม่เด่นชัดมากนัก จึงได้ทำการเบลนด์ยาง NR/EPDM ที่อัตราส่วนการเบลนด์เท่ากับ 50/50 ทั้งแบบทั่วไปและแบบรีแอกทีฟ เพิ่มเติมเพื่อศึกษาผลของการปรับปรุงสมบัติของยางเบลนด์ของ NR/EPDM โดยกระบวนการเบลนด์แบบรีแอกทีฟ โดยเลือกใช้สารตัวเร่งชนิด TBBS ซึ่งให้สมบัติการดึงดีที่สุด และใช้อุณหภูมิในการให้ความร้อนกับยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ 150 °C สำหรับการเบลนด์แบบรีแอกทีฟ

ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่มียาง 50 ส่วน ผสมกับสารวัลคาไนซ์และสารเคมีอื่นๆทั้งหมดในสูตร มีเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้ (Scorch time, T_{s1}) ที่อุณหภูมิ 150 °C นาน 19.5 นาที จึงได้กำหนดเวลาการ Preheat เป็นระยะเวลาต่างๆก่อนถึง Scorch time คือ $T_{s1}-1.5$, $T_{s1}-3.5$, $T_{s1}-5.5$ และ $T_{s1}-7.5$ นาที ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 3.53

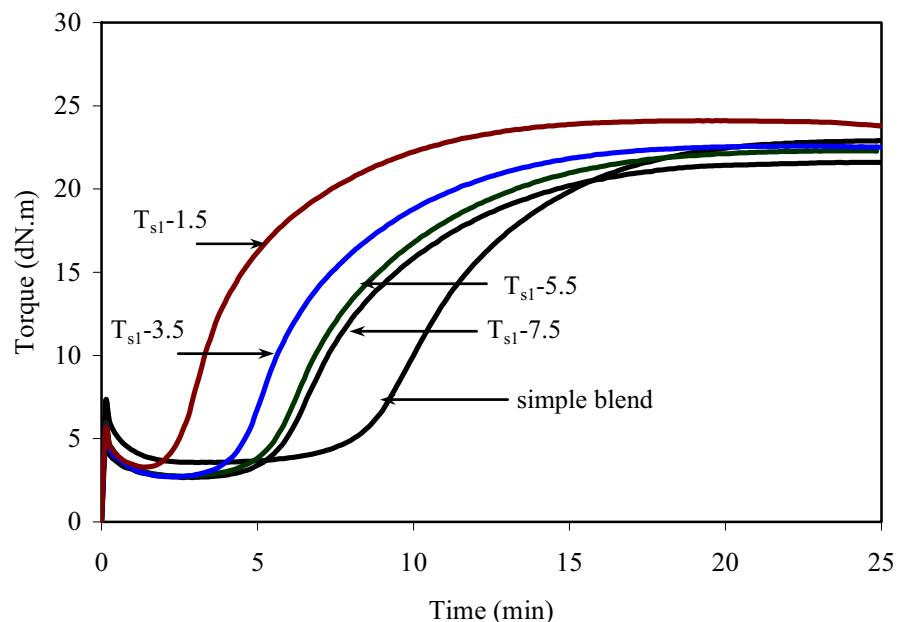


รูปที่ 3.53 เวลาที่ยางอีพีดีเอ็มสามารถแปรรูปได้และการกำหนดเวลาการให้ความร้อนกับยางก่อนที่จะใช้ในการเบลนด์ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS

เมื่อนำยางอีพีดีเอ็มคอมปาวด์ที่ผ่านการให้ความร้อนตามระยะเวลาที่กำหนดแล้วไปเบลนด์กับยางธรรมชาติ ได้ยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟที่มีสมบัติการวัลคาไนซ์ดังตารางที่ 3.25 และรูปที่ 3.54

ตารางที่ 3.25 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์ NR/EPDM (50/50) แบบทั่วไปและรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS

Preheating time (min)	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	Scorch time (min)	90% Cure time (min)	CRI (min ⁻¹)
Simple blend	3.57	22.91	19.34	7.60	16.31	11.48
$T_{s1}-7.5$	2.68	21.59	18.91	5.30	14.01	11.48
$T_{s1}-5.5$	2.75	22.29	19.54	4.93	13.77	11.31
$T_{s1}-3.5$	2.72	22.57	19.85	4.08	12.20	12.32
$T_{s1}-1.5$	3.29	24.11	20.82	2.28	9.78	13.33



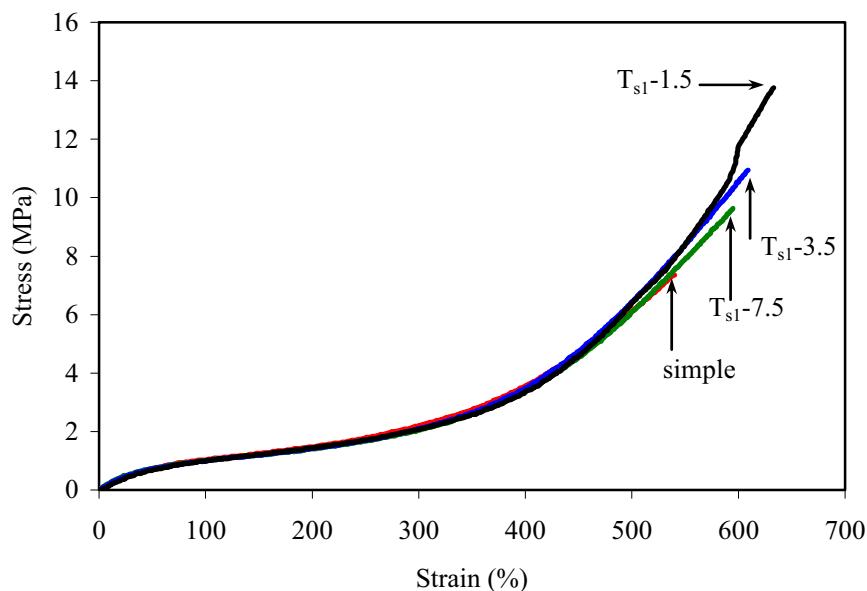
รูปที่ 3.54 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์ NR/EPDM (50/50) แบบทั่วไปและรีแอกทีฟที่มีเวลาการ Preheat ยาง อีพีดีเอ็มแตกต่างกัน ที่อุณหภูมิ 150 °C เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS

จากตารางที่ 3.25 และรูปที่ 3.54 จะเห็นได้ว่าค่า Scorch time และ Cure time ของยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟ มีค่าลดลงเรื่อยๆ เมื่อเพิ่มเวลาในการ Preheat มากขึ้น ทั้งนี้ เพราะการ Preheat ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มเป็นการทำให้สารเคมีต่างๆ ในยางเกิดปฏิกิริยาระหว่างกันแล้วเกิดการเชื่อมต่อกันโดยเล็กน้อยของยาง อีพีดีเอ็ม และเมื่อนำมาเบลนด์กับยางธรรมชาติ จะทำให้ Scorch time และ Cure time ของยางเบลนด์มีค่าลดลง เนื่องจากขั้นตอนการ Preheat ทำให้ลดเวลาในการวัลคาไนซ์ในส่วนของเฟสยาง อีพีดีเอ็มลง โดยจะเห็นได้ว่าการ Preheat ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็ม นานเท่ากับ $T_{s1}-1.5$ หรือที่เวลา 1.5 นาที ก่อน Scorch time จะให้เวลาการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์น้อยที่สุด บรรทัดนี้ การวัลคาไนซ์สูงที่สุด และมีค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิด ($M_H - M_L$) มากที่สุด ซึ่งแตกต่างจากยางเบลนด์แบบทั่วไปอย่างชัดเจน

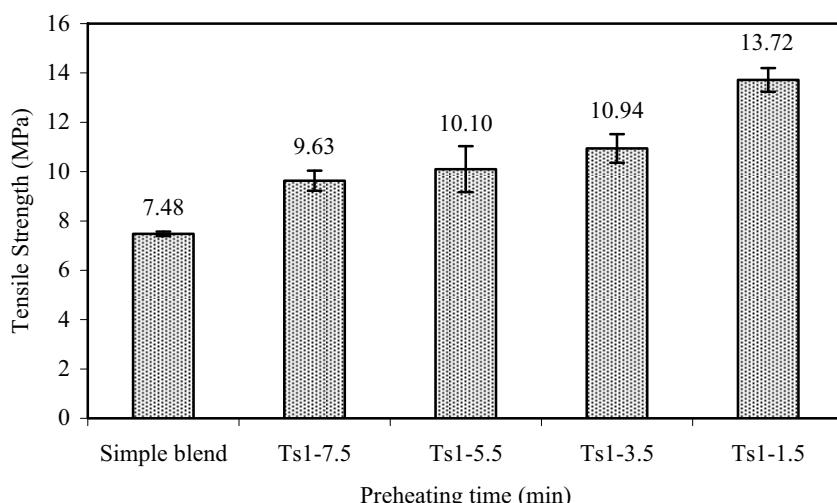
สมบัติการดึงของยางเบลนด์ที่ได้ แสดงดังตารางที่ 3.26 และรูปที่ 3.55-3.57 เปรียบเทียบระหว่างยางเบลนด์ แบบทั่วไปกับแบบรีแอกทีฟ

ตารางที่ 3.26 สมบัติการดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (50/50) แบบทว่าไปและแบบบีเออกทีพ

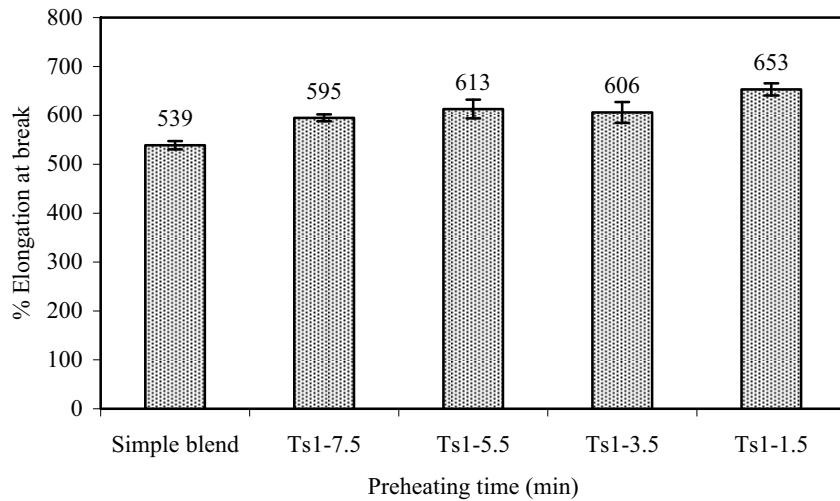
Type of blend	Preheating Time (min)	Modulus (MPa)			Tensile Strength (MPa)	Elongation at break (%)
		100 %	300 %	500 %		
Simple	-	1.03	2.17	6.19	7.48	539
	T _{s1} -7.5	0.99	2.03	5.92	9.63	595
	T _{s1} -5.5	0.96	1.94	5.83	10.10	613
	T _{s1} -3.5	1.02	2.13	6.58	10.94	606
	T _{s1} -1.5	1.02	2.13	6.32	13.72	653



รูปที่ 3.55 Stress-strain curves ของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (50/50) แบบทว่าไปและแบบบีเออกทีพ



รูปที่ 3.56 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (50/50) แบบทว่าไปและบีเออกทีพ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS



รูปที่ 3.57 ความสามารถในการยืดของยางเบลนด์ NR/EPDM (50/50) แบบทั่วไปและรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS

จากการที่ 3.26 และรูปที่ 3.55-3.57 แสดงสมบัติการดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM ที่สัดส่วนการเบลนด์ 50/50 โดยเปรียบเทียบระหว่างยางเบลนด์ที่เตรียมแบบทั่วไปและรีแอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และทำการ Preheat ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่อุณหภูมิ 150 °C พบว่าการใช้เวลา Preheat เท่ากับ $T_{\text{Ts}}-1.5$ นาที จะให้สมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดของยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟมีค่าสูงที่สุด โดยมีค่าเท่ากับ 13.72 MPa และ 653% ตามลำดับ ซึ่งมีค่าสูงกว่ายางเบลนด์แบบทั่วไปมาก ในกรณีของยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟพบว่าการเพิ่มเวลาการ Preheat ยางอีพีดีเอ็มทำให้สมบัติความทนทานต่อแรงดึงเพิ่มสูงขึ้น และที่ทุกเวลาการ Preheat ที่ทดสอบทำให้ได้ยางเบลนด์ที่มีสมบัติการดึงสูงกว่ายางเบลนด์แบบทั่วไป เมื่อเปรียบเทียบสมบัติการดึงของเบลนด์ NR/EPDM ที่อัตราส่วนการเบลนด์ 70/30 และ 50/50 พบว่า เมื่อยางเบลนด์มีส่วนของยางอีพีดีเอ็มมากขึ้น การเบลนด์แบบทั่วไปจะทำให้ได้สมบัติเชิงกลที่ด้อยลงมากเนื่องจากความแตกต่างกันของอัตราการรัลคาในชีวิตรถยานห้องสอง แต่การใช้เทคนิคการเบลนด์แบบรีแอกทีฟทำให้ลดปัญหาดังกล่าวและเพิ่มความสม่ำเสมอของความหนาแน่นพันธะเชื่อมโยงในเฟสยานห้องสองทำให้สมบัติดีขึ้นได้ การเพิ่มเฟสของยางอีพีดีเอ็มมากขึ้นจะทำให้สมบัติของยางเบลนด์ที่ได้เป็นผลมาจากการเพสของอีพีดีเอ็มที่มีความแข็งแรงต่ำมากขึ้น การใช้อัตราส่วนเบลนด์ 50/50 ทำให้ได้ยางที่มีลักษณะเป็นเฟสร่วมซึ่งแตกต่างจากการณ์ที่มีส่วนของยางอีพีดีเอ็มน้อย เช่นที่สัดส่วน 70/30 ซึ่งทำให้ได้ยางเบลนด์ที่มีสมบัติส่วนใหญ่ยังเป็นผลมาจากการเพสของยางธรรมชาติ จึงทำให้เห็นความแตกต่างของยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟกับแบบทั่วไปได้น้อย

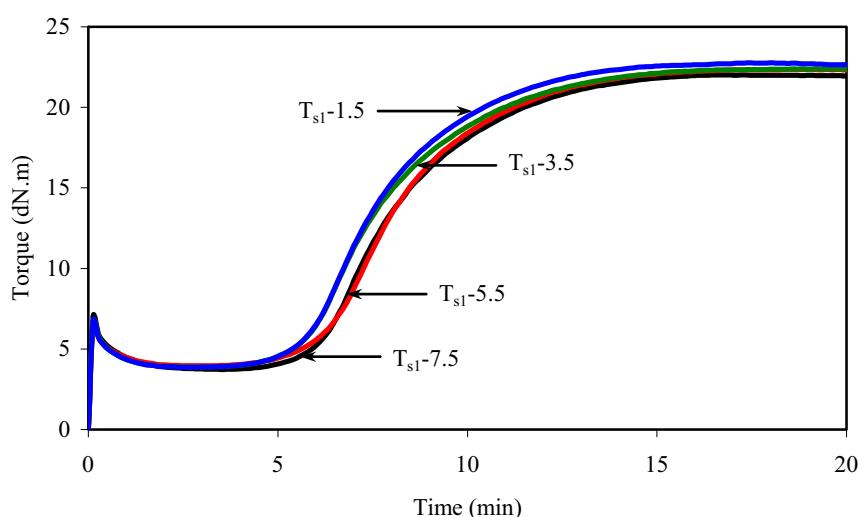
3.4.3 ยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟที่ไม่ใส่สารตัวเติม เมื่อใช้อัตราส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเร่ง TBBS ในยาง EPDM/NR เท่ากับ 80/20

ในการทดลองข้อ 3.4.1 และ 3.4.2 สารวัลคาไนซ์และสารเคมีอื่นๆทั้งหมดในสูตรยางคอมปาวด์ถูกใส่ลงในเฟสของยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะนำไปให้ความร้อนตามเวลาที่กำหนดแล้วนำไปเบลนด์กับยางธรรมชาติ เมื่อพิจารณาผลการทดลองเตรียมยางเบลนด์แบบมาสเตอร์แบทท์ที่กำหนดให้ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเร่งในเฟสยางอีพีดีเอ็มมากกว่าในเฟสยางธรรมชาติ เมื่อเบลนด์ยาง NR/EPDM ที่สัดส่วนการเบลนด์ 70/30 พบว่าการใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเร่งในเฟสยางอีพีดีเอ็มต่อยางธรรมชาติเท่ากับ 80/20 ให้สมบัติความทนทานต่อแรงดึงสูงที่สุด ดังผลการทดลองในหัวข้อที่ 3.3.1.2 ในกรณีนี้ยางอีพีดีเอ็มและยางธรรมชาติประกอบด้วยซิงค์ออกไซด์ กรดสเดียริก และ

กำมะถันในความเข้มข้นต่อเนื้อยางที่เท่ากัน แต่มีเฉพาะสารตัวเร่งที่ได้แบ่งส่วนในยางทั้งสองให้มีความเข้มข้นในเพสยางอีพีดีเอ็มสูงกว่ายางธรรมชาติ

วิธีการเตรียมยางเบلنด์เริ่มจากการเตรียมยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มให้มีความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเร่งเท่ากับ 4 เท่าของความเข้มข้นเริ่มต้นในเพสยางธรรมชาติ (คิดเทียบความเข้มข้นของสารตัวเร่งในปริมาณยางเท่ากับ 4 แล้วนำไปทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ ซึ่งพบว่ายางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มมีค่าแรงบิดต่ำสุด (M_L) 7.66 dN.m และบิดสูงสุด (M_H) 38.04 dN.m ผลต่างของค่าแรงบิด ($M_H - M_L$) 30.38 dN.m และเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้ (Scorch time) เท่ากับ 20.87 นาที)

เมื่อนำยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นระยะเวลาต่างๆ ได้แก่ $T_{s1}-1.5$, $T_{s1}-3.5$, $T_{s1}-5.5$ และ $T_{s1}-7.5$ นาที ก่อนที่จะนำไปเบلنด์กับมาสเตอร์แบทของยางธรรมชาติที่มีความเข้มข้นของสารตัวเร่งน้อยกว่า และจึงนำยางเบلنด์สุดท้ายที่ได้ไปทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ ซึ่งมีลักษณะการวัลคาไนซ์ ดังรูปที่ 3.58 และตารางที่ 3.27



รูปที่ 3.58 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางเบلنด์ NR/EPDM (70/30) แบบบีแอกทีฟ เมื่อมีสัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเร่ง TBBS ในยาง EPDM/NR เท่ากับ 80/20 ที่อุณหภูมิ 150 °C

ตารางที่ 3.27 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางเบلنด์ NR/EPDM (70/30) แบบบีแอกทีฟ เมื่อมีสัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเร่ง TBBS ในยาง NR/EPDM เท่ากับ 20/80

Preheating time (min)	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	Scorch time (min)	90% Cure time (min)	CRI (min ⁻¹)
$T_{s1}-7.5$	3.73	22.01	18.28	5.77	11.78	16.64
$T_{s1}-5.5$	3.96	22.35	18.39	5.65	11.78	16.31
$T_{s1}-3.5$	3.88	22.38	18.50	5.30	11.54	16.03
$T_{s1}-1.5$	3.87	22.75	18.88	5.30	11.19	16.98

เมื่อทดสอบสมบัติการดึงของยางเบلنด์วัลคาไนซ์ ได้ผลตั้งแสดงในตารางที่ 3.28 เปรียบเทียบกับสมบัติการดึงของยางเบلنด์แบบทั่วไปและยางเบلنด์แบบบีแอกทีฟชนิดที่ใช้สารเคมีทั้งหมดลงในยางอีพีดีเอ็มดังทั้งหัวข้อ 3.4.1.3 เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และอุณหภูมิกการ Preheat ที่ 150 °C เหมือนกัน

ตารางที่ 3.28 สมบัติการดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อมีสัดส่วนความเข้มตันของสารตัวเร่ง TBBS ในยาง EPDM/NR เท่ากับ 80/20 เปรียบเทียบกับยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟที่ใส่สารเคมีทั้งหมดในเฟสยาง อีพีดีเอ็ม และยางเบลนด์แบบทั่วไป

Blend type	Preheating Time	Modulus (MPa)			Tensile Strength (MPa)	Elongation at break (%)
		100 %	300 %	500 %		
Simple	-	0.88	2.23	9.61	18.97	631
Reactive All in EPDM ($T_{s1} = 14$ min at 150 °C)	$T_{s1}-8$	0.83	2.01	6.88	18.91	669
	$T_{s1}-6$	0.84	2.04	7.52	18.62	674
	$T_{s1}-4$	0.86	1.93	6.20	19.11	690
	$T_{s1}-2$	0.87	2.06	7.33	20.23	660
Reactive Acc. Conc. Ratio ($T_{s1} = 21.8$ min at 150 °C)	$T_{s1}-7.5$	0.89	2.09	6.98	15.00	630
	$T_{s1}-5.5$	0.99	2.45	8.76	15.14	564
	$T_{s1}-3.5$	0.94	2.35	8.85	15.76	588
	$T_{s1}-1.5$	0.93	2.37	9.37	17.68	612

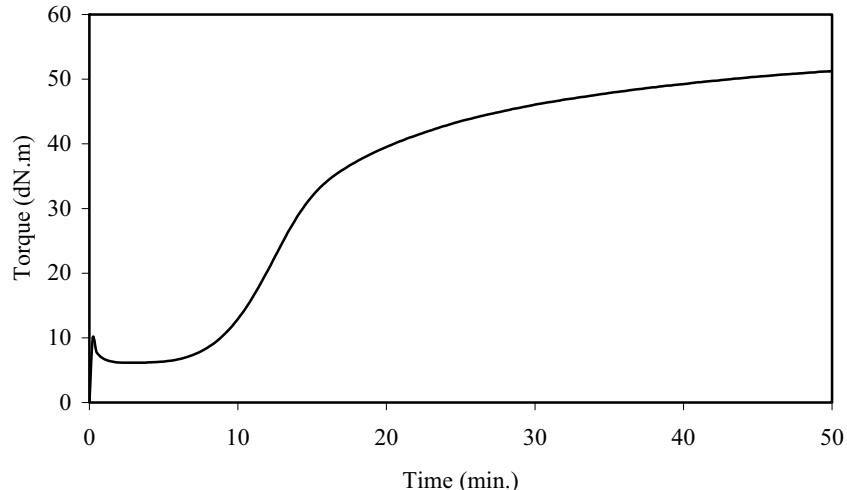
จากตารางที่ 3.28 แสดงสมบัติการดึงของยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟซึ่งใช้สารตัวเร่ง TBBS โดยกำหนดให้มีความเข้มตันในเฟสยางอีพีดีเอ็มสูงกว่าในเฟสยางธรรมชาติในอัตราส่วน 4/1 หรือ 80/20 จะเห็นได้ว่าค่า Tensile strength สูงสุดเมื่ามีค่าเท่ากับยางเบลนด์แบบทั่วไป และแบบรีแอกทีฟที่ใส่สารตัวเร่งและสารเคมีอื่นๆทั้งหมดลงในยางอีพีดีเอ็มก่อนการ Preheat ซึ่งมีค่า Tensile strength เท่ากับ 18.97 และ 20.23 MPa ตามลำดับ สาเหตุที่ทำให้มีpercความเข้มตันของสารตัวเร่งแล้วสมบัติการดึงของยางเบลนด์มีค่าต่ำลงคาดว่าเป็นผลมาจากการเตรียมยางเบลนด์ซึ่งจะต้องเตรียมมาสเตอร์แบทของยางอีพีดีเอ็มและมาสเตอร์แบทของยางธรรมชาติ พ布ว่าเมื่อนำยางธรรมชาติมาผสมสารเคมีจะทำให้ยางมีความหนืดลดลงไปมากและมีค่าแตกต่างกันกับความหนืดของมาสเตอร์แบทของยางอีพีดีเอ็ม อีกทั้งการที่จะปรับลดความหนืดของมาสเตอร์แบทของยางอีพีดีเอ็มให้มีค่าเท่ากับยางมาสเตอร์แบทของยางธรรมชาตินั้นทำได้ยาก ดังนั้นเมื่อความหนืดของยางเบลนด์ทั้งสองมีค่าที่แตกต่างกันมากจะทำให้เกิดผลเสียต่อสมบัติของยางเบลนด์ นอกจากนี้การใช้มาสเตอร์แบทของยางอีพีดีเอ็มและยางธรรมชาติที่มีความเข้มตันของซิงค์ออกไซด์ กรดสเตียริก และกำมะถัน เท่ากัน แต่มีความเข้มตันของสารตัวเร่งต่างกัน ทำให้มีpercความร้อน จึงมีผลต่อปฏิกิริยาการวัลภาในซึ้นตันที่จะเกิดขึ้น ซึ่งคาดว่าปฏิกิริยาจะไม่สามารถเกิดขึ้นได้มากเช่นกับในกรณีที่ใส่สารวัลภาในซึ้นตันทั้งหมดลงในยางอีพีดีเอ็มก่อน

ดังนั้นการเตรียมยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟในขั้นตอนต่อๆไปจะใช้การใส่สารกระดุนและสารวัลภาในซึ้นทั้งหมดในยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะนำไปให้ความร้อน ซึ่งให้สมบัติเหนือกว่าวิธีการแยกสารเคมีใส่ลงในยางทั้งสองโดยให้สารตัวเร่งมีความเข้มตันต่างกัน

3.4.4 ยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟชนิดใส่สารตัวเติม เมื่อให้ความเข้มตันของเข้มตันในเฟสยางทั้งสองเท่ากัน

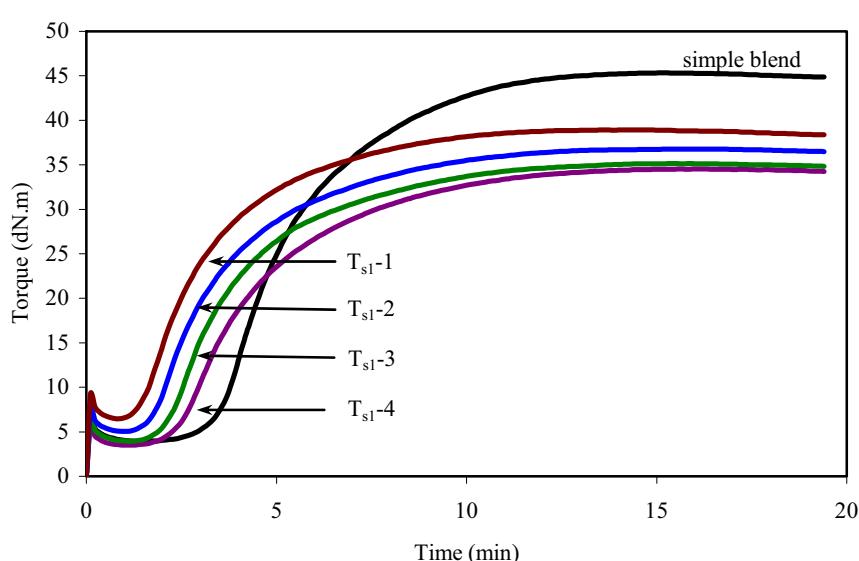
เตรียมยางเบลนด์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ NR/EPDM เท่ากับ 70/30 ทั้งแบบทั่วไปและรีแอกทีฟโดยใส่สารตัวเติมเข้มตันชนิด N-550 ปริมาณ 50 phr ร่วมกับน้ำมันแฟฟทิกนิก 10 phr โดยในขั้นตอนของการเบลนด์แบบรีแอกทีฟจะต้องเตรียมมาสเตอร์แบทของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มที่ใส่ N-550 และนำมันก่อน จากนั้นจึงนำมาสเตอร์แบท

ของยางอีพีดีเอ็มมาใส่สารวัลคานิซและสารเคมีอื่นๆทั้งหมดลงไป ก่อนที่จะนำไปหา Scorch time แล้วนำยางไปให้ความร้อน ก่อนที่จะเบลนเด็กับมาสเตอร์แบทของยางธรรมชาติเพื่อให้ได้ยางเบลนเดอร์ที่มีองค์ประกอบตามที่ต้องการ ลักษณะการวัลคานิซของมาสเตอร์แบทยางอีพีดีเอ็ม (มียาง 30 ส่วน) ที่ใช้ในการเตรียมยางเบลนเดอร์แบบบีเรอกทีฟ แสดงดังรูปที่ 3.59



รูปที่ 3.59 ลักษณะการวัลคานิซของมาสเตอร์แบทยางอีพีดีเอ็มชนิดที่มีสารตัวเติมเข้มข้นสำหรับใช้ในการเตรียม Preheated EPDM ที่อุณหภูมิ 150 °C

จากรูปที่ 3.59 ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มมีค่าแรงบิดต่ำสุด (M_L) 6.15 dN.m แรงบิดสูงสุด (M_H) 52.16 dN.m ผลต่างของค่าแรงบิด ($M_H - M_L$) 46.01 dN.m และเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้ (Scorch time) 6.84 นาที หลังจากนำ Preheated EPDM ไปเบลนเดกับยางธรรมชาติแล้วนำยางเบลนเดอร์แบบบีเรอกทีฟที่ได้ไปทดสอบ สมบัติการวัลคานิซที่อุณหภูมิ 150 °C ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 3.60 และตารางที่ 3.29 เปรียบเทียบลักษณะการวัลคานิซที่ได้กับยางเบลนเดอร์แบบทั่วไป



รูปที่ 3.60 ลักษณะการวัลคานิซของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบทั่วไปและรีเบอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และมีสารตัวเติมเข้มข้น N-550 ปริมาณ 50 phr ที่อุณหภูมิ 150 °C

ตารางที่ 3.29 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบท่อไปและรีแอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และมีสารตัวเติมเข้มข้น N-550 ปริมาณ 50 phr

Blend type	Preheating time (min)	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	M_H-M_L (dN.m)	Scorch time (min)	90% Cure time (min)	CRI (min ⁻¹)
Simple	-	3.94	45.32	41.38	2.91	9.11	16.13
Reactive	$T_{s1}-4$	3.52	34.54	31.02	2.10	8.64	15.29
	$T_{s1}-3$	3.96	35.14	31.18	1.87	8.17	15.87
	$T_{s1}-2$	5.05	36.78	31.73	1.60	7.79	16.16
	$T_{s1}-1$	6.46	38.92	32.46	1.28	7.03	17.39

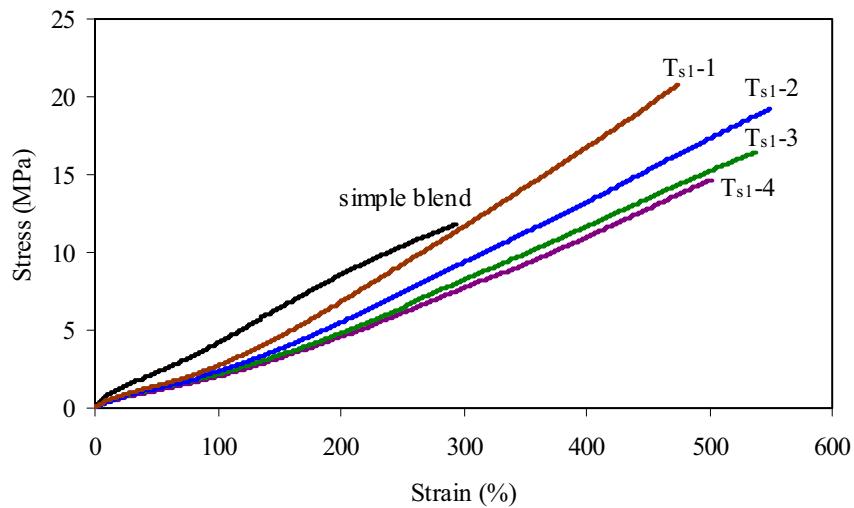
หมายเหตุ $T_{s1} = 7$ นาที ที่อุณหภูมิ 150 °C

จากตารางที่ 3.29 และรูปที่ 3.60 พบว่ายางเบลนเดอร์แบบท่อไปมีค่าแรงบิดสูงสุดและค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิด (M_H-M_L) สูงกว่ารูปที่ 3.60 ทั้งนี้มีเวลาที่ย่างสามารถแปรรูปได้และเวลาการวัลคาไนซ์ยาวกว่ายางเบลนเดอร์แบบรีแอกทีฟ โดยการเพิ่มเวลาการ Preheat มีผลให้เวลาที่ย่างสามารถแปรรูปได้และเวลาการวัลคาไนซ์ของยางเบลนเดอร์ลดลง แต่ไม่มีผลต่อค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิด

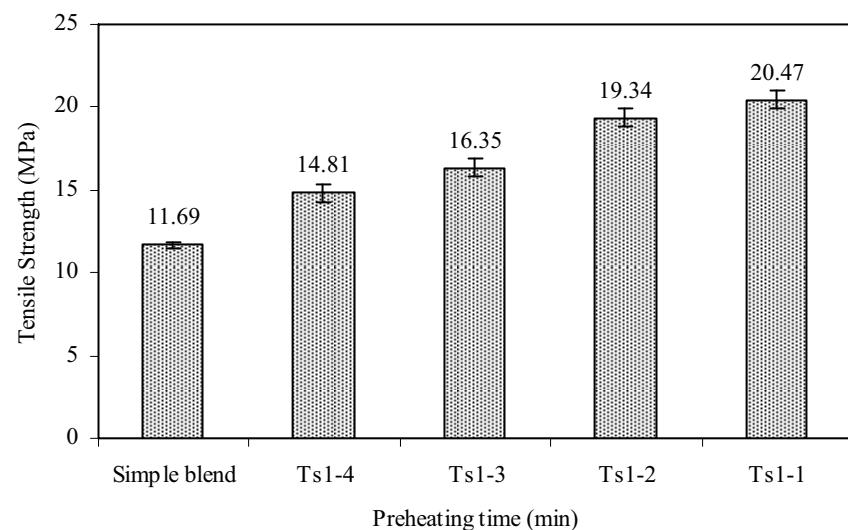
สมบัติการดึงของยางเบลนเดอร์วัลคาไนซ์ที่ได้ เป็นดังตารางที่ 3.30 และรูปที่ 3.61-3.63

ตารางที่ 3.30 สมบัติการดึงของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบท่อไปและรีแอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และสารตัวเติมเข้มข้น N-550 ปริมาณ 50 phr

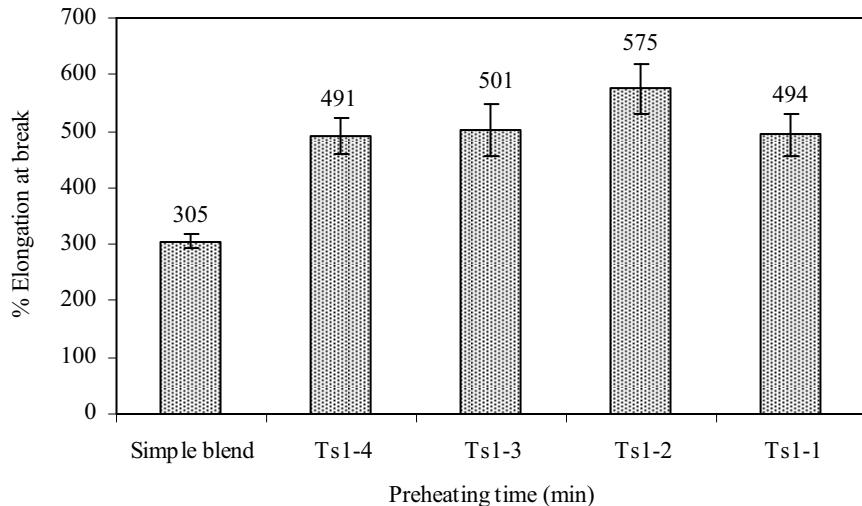
Blend type	Preheating time (min)	Modulus (MPa)			Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
		100%	300%	500%		
Simple	-	4.19	11.34	-	11.69	305
Reactive	$T_{s1}-4$	2.23	8.16	14.65	14.81	491
	$T_{s1}-3$	2.42	8.90	15.50	16.35	501
	$T_{s1}-2$	2.17	8.70	16.63	19.34	575
	$T_{s1}-1$	2.68	11.20	19.03	20.47	494



รูปที่ 3.61 Stress-strain curves ของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบทั่วไปและรีแอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และสารตัวเติมเข้มข้น N-550 ปริมาณ 50 phr



รูปที่ 3.62 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบทั่วไปและรีแอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และสารตัวเติมเข้มข้น N-550 ปริมาณ 50 phr



รูปที่ 3.63 ความสามารถในการยืดของยางเบลนเดอร์ NR/EPDM (70/30) แบบทั่วไปและรีแอกทีฟเมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และสารตัวเติมเข้ามาดำ N-550 ปริมาณ 50 phr

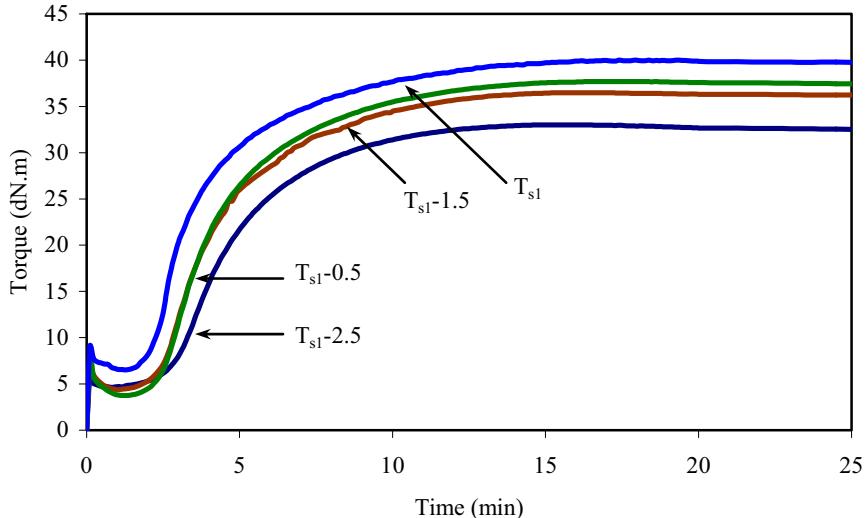
จากการที่ 3.30 และรูปที่ 3.61-3.63 ซึ่งแสดงสมบัติการดึงของยางเบลนเดอร์แบบทั่วไปและรีแอกทีฟที่มีสัดส่วนการเบลนเดอร์ NR/EPDM เท่ากับ 70/30 เมื่อใช้สารตัวเติมเข้ามาดำ N-550 ปริมาณ 50 phr จะเห็นได้ว่ายางเบลนเดอร์แบบรีแอกทีฟมีสมบัติ Tensile strength และ Elongation at break ดีกว่ายางเบลนเดอร์แบบทั่วไปมาก โดยเฉพาะที่เวลาในการ Preheat เท่ากับ $T_{s1}-1$ นาที ซึ่งเป็นเวลา ก่อนถึง Scorch time นั้นจะให้สมบัติการดึงที่ดีที่สุด ส่วนสมบัติด้านโมดูลัส พนบว่ายางเบลนเดอร์แบบทั่วไปมีค่าโมดูลัสสูงกว่า ดังจะเห็นได้ชัดเจนจากความชันของกราฟ Stress-Strain ในรูปที่ 3.61 การเพิ่มขึ้นของสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดนี้คาดว่าเป็นผลมาจากการปรับปรุงความสม่ำเสมอของการกระจายตัวของสารตัวเติมในเฟสยางทั้งสอง รวมทั้งผลของการให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะเบลนเดอร์กับยางธรรมชาติมีผลให้ยางทั้งสองมีระดับการวัลคาไนซ์ใกล้เคียงกันมากขึ้น

3.4.5 ยางเบลนเดอร์แบบรีแอกทีฟชนิดใส่สารตัวเติม เมื่อให้ความเข้มข้นเริ่มต้นของเข้ามาดำในยาง EPDM/NR เท่ากับ 90/10

เตรียมยางเบลนเดอร์ NR/EPDM ที่สัดส่วนเบลนเดอร์ 70/30 โดยให้มีความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเข้ามาดำในยาง NR/EPDM คิดเป็นสัดส่วนเท่ากับ 10/90 เมื่อเทียบต่อปริมาณยางเท่ากัน ซึ่งเป็นสัดส่วนที่ให้สมบัติการดึงดีที่สุด จากผลการทดลองเตรียมยางเบลนเดอร์แบบมาสเตอร์แบทโดยใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นของเข้ามาดำในยางอีพีดีเอ็มสูงกว่ายางธรรมชาติดังผลในหัวข้อ 3.3.2 โดยในขั้นตอนแรกจะเตรียมมาสเตอร์แบทของยางอีพีดีเอ็มที่ใส่สารเคมีต่างๆ ทั้งหมดลงไปก่อน ยกเว้นเข้ามาดำกับน้ำมัน จากนั้นจึงนำมาสเตอร์แบทของยางอีพีดีเอ็มและยางธรรมชาติล้วนมาใส่สารตัวเติมเข้ามาดำในสัดส่วนความเข้มข้น 10/90 แล้วนำมาสเตอร์แบทของยางอีพีดีเอ็มไปทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ เพื่อหา Scorch time จากนั้นนำยางไปให้ความร้อนเป็นระยะเวลาที่ต้องการ ก่อนที่จะนำมายเบลนเดอร์กับมาสเตอร์แบทของยางธรรมชาติ

จากผลการทดลองลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางอีพีดีเอ็มมาสเตอร์แบทเพื่อใช้ในการ Preheat ที่อุณหภูมิ 150°C พนบว่ายางอีพีดีเอ็มมีค่าแรงบิดต่ำสุด (M_L) 16.36 dN.m แรงบิดสูงสุด (M_H) 64.55 dN.m ผลต่างของค่าแรงบิด ($M_H - M_L$) 48.19 dN.m และเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้ (Scorch time) เท่ากับ 4.50 นาที

จากเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้จึงกำหนดเวลาการ Preheat ยางอีพีดีเอ็มที่เวลา $T_{s1}-0.5$, $T_{s1}-1.5$ และ $T_{s1}-2.5$ นาที และวิ่งเบลนเดอร์กับยางธรรมชาติ ได้สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางเบลนเดอร์ดังแสดงในรูปที่ 3.64 และตารางที่ 3.31



รูปที่ 3.64 ลักษณะการวัลภาไนซ์ของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ ซึ่งใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมในยาง EPDM/NR เท่ากับ 90/10 ที่อุณหภูมิ 150 °C

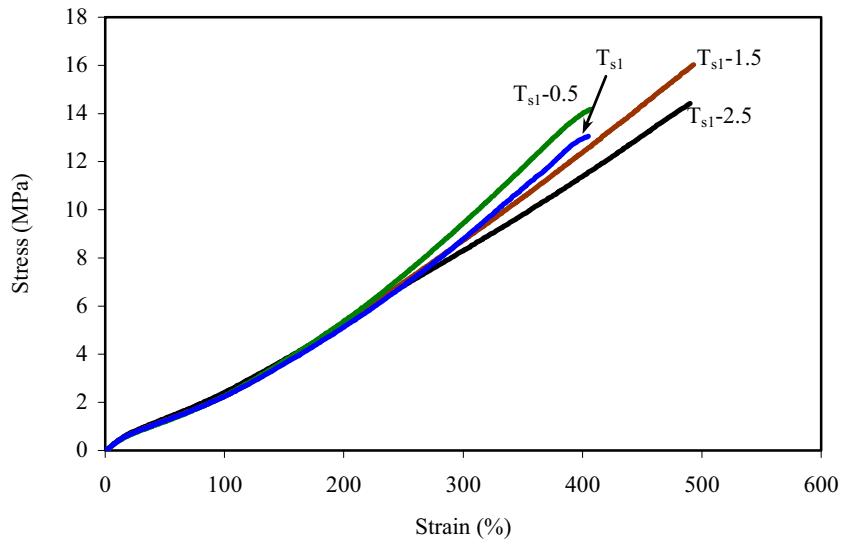
ตารางที่ 3.31 สมบัติการวัลภาไนซ์ของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ ซึ่งใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมในยาง EPDM/NR เท่ากับ 90/10 ที่อุณหภูมิ 150 °C

Preheating time (min)	M _L (dN.m)	M _H (dN.m)	M _H -M _L (dN.m)	Scorch time (min)	90% Cure time (min)	CRI (min ⁻¹)
T _{s1-2.5}	4.64	33.00	28.36	2.26	8.72	15.48
T _{s1-1.5}	4.39	36.48	29.75	2.03	8.84	14.68
T _{s1-0.5}	3.76	37.69	33.93	2.02	8.84	14.66
T _{s1}	6.52	39.99	33.47	1.89	8.72	14.64

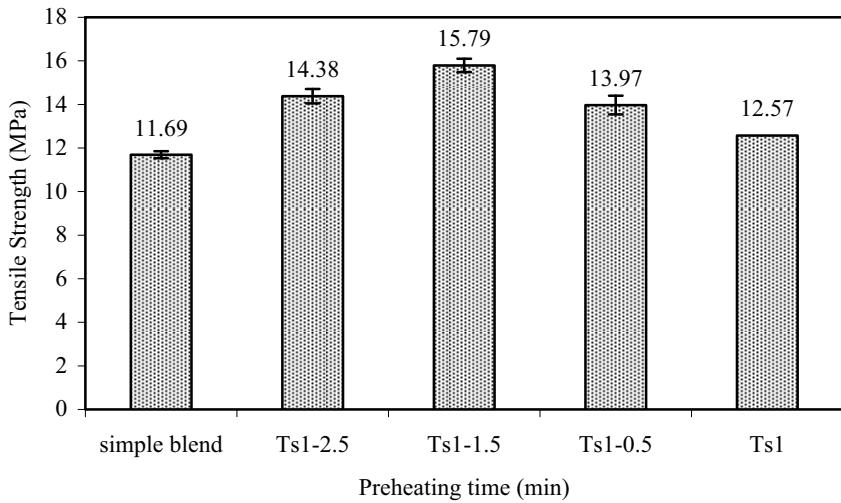
การเพิ่มเวลา Preheat ยางมาสเตอร์แบททีฟดีเอ็มทำให้ Scorch time ของยางเบลนด์ลดลงเรื่อยๆ ในขณะที่ค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิดมากขึ้น ทั้งนี้ เพราะการ Preheat ยางอีพีดีเอ็มก่อนนั้นเป็นการลดเวลาวัลภาไนซ์ในส่วนของเพสยางอีพีดีเอ็มลงทำให้ลดความแตกต่างของเวลาการวัลภาไนซ์ในยางทั้งสอง ทำให้ยางเบลนด์มีความสม่ำเสมอของ การกระจายตัวของพันธะเชื่อมโยงและมีปริมาณพันธะเชื่อมโยงมากขึ้นโดยเฉพาะในส่วนของยางอีพีดีเอ็มจึงส่งผลให้ค่าแรงบิดเพิ่มขึ้น เมื่อทดสอบสมบัติการดึงของยางเบลนด์วัลภาไนซ์ ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3.32 และรูปที่ 3.65-3.67

ตารางที่ 3.32 สมบัติการดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมในยาง EPDM/NR เท่ากับ 90/10

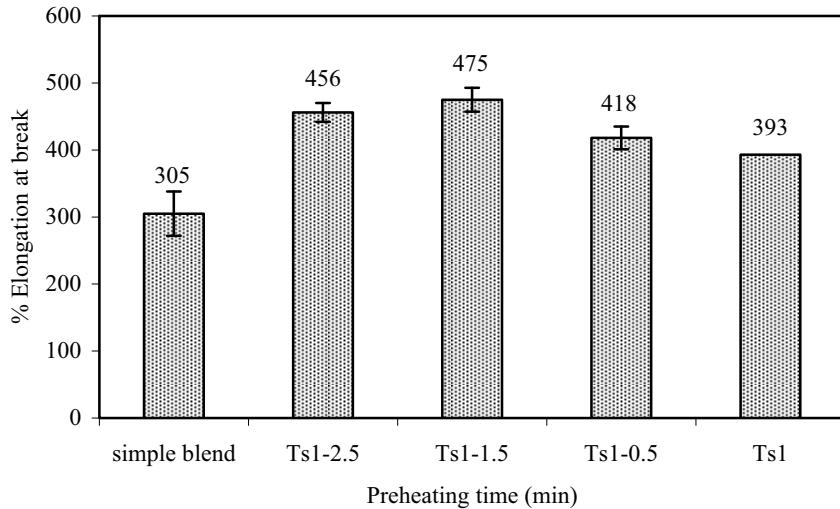
Preheating time (min)	Modulus (MPa)			Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
	100%	300%	500%		
T _{s1-2.5}	2.71	9.08	-	14.38	456
T _{s1-1.5}	2.50	9.39	-	15.79	475
T _{s1-0.5}	2.37	9.05	-	13.97	418
T _{s1}	2.46	8.60	-	12.57	393



รูปที่ 3.65 Stress-strain curves ของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทิฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมในยาง EPDM/NR เท่ากับ 90/10



รูปที่ 3.66 ความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทิฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมในยาง EPDM/NR เท่ากับ 90/10



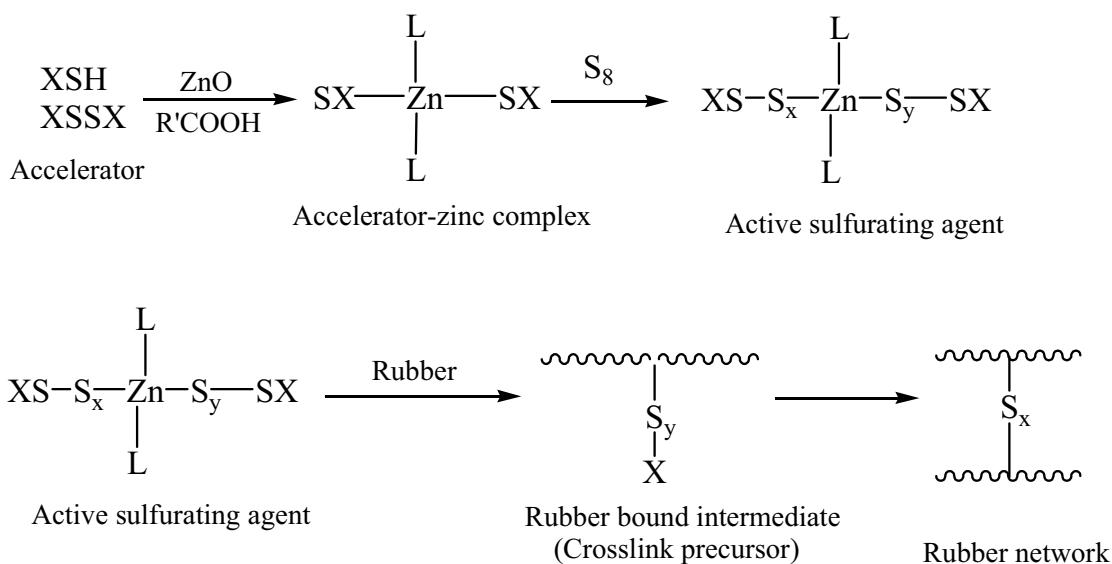
รูปที่ 3.67 ความสามารถในการยืดของยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) แบบรีแอกทีฟ เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และใช้สัดส่วนความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมในยาง EPDM/NR เท่ากับ 90/10

จากราhang ที่ 3.32 แสดงสมบัติการดึงของยางเบลนด์แบบรีแอกทีฟซึ่งใช้สารตัวเร่ง TBBS และให้มีความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเข้มข้นมากสำหรับยางชาร์มชาติต่ำกว่าไฟเบอร์อีพีดีเอ็มที่สัดส่วนเท่ากับ 10/90 จะเห็นได้ว่ายางที่ Preheat เป็นเวลา $T_{s1}-1.5$ นาทีให้สมบัติ Tensile strength สูงที่สุดเท่ากับ 15.79 MPa แต่ก็ยังคงมีค่าน้อยกว่าสมบัติการดึงที่ได้จากหัวข้อ 3.4.4 ซึ่งใช้ความเข้มข้นเริ่มต้นของเข้มข้นไฟเบอร์อีพีดีเอ็มที่สูงกวายางอีพีดีเอ็มไปให้ความร้อน ทั้งนี้อาจเนื่องจากว่าเมื่อความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมในยางอีพีดีเอ็มมีสูงกวายางชาร์มชาติมาก เมื่อยางอีพีดีเอ็มผ่านการ Preheat ซึ่งมีผลให้ยางเริ่มเกิดการเชื่อมโยงหรืออยู่ในลักษณะที่มีกึ่งก้าน ซึ่งจะขัดขวางการเคลื่อนย้ายของสารตัวเติมจากไฟเบอร์อีพีดีเอ็มไปยังไฟเบอร์อีพีดีเอ็ม ทำให้สุดท้ายแล้วได้ยางเบลนด์ที่มีการกระจายตัวของสารตัวเติมไม่สม่ำเสมอ ทำให้สมบัติการดึงของยางเบลนด์ที่ได้มีค่าต่ำกว่าการที่ให้ความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมในยาง NR/EPDM เท่ากับ 50/50 ในหัวข้อที่ 3.4.4 ซึ่งค่า Tensile Strength ที่สูงที่สุดมีค่าเท่ากับ 20.47 MPa เมื่อสังเกตสมบัติการดึงของยางเบลนด์ที่ให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มเป็นเวลานานเท่ากับ $T_{s1}-0.5$ และ T_{s1} จะเห็นได้ว่าสมบัติการดึงมีค่าลดลง ทั้งนี้อาจเนื่องจากตอนที่ทำการ Preheat มาสเตอร์แบทยางอีพีดีเอ็ม เป็นเวลาเท่ากับ T_{s1} ได้ทำให้ยาง Scorch และเมื่อนำมาเบลนด์กับยางชาร์มชาติก็จะไม่สามารถเป็นเนื้อดียวกันได้ จึงทำให้สมบัติการดึงลดลง

จากการทดลองในข้อที่ 3.4.4 และ 3.4.5 จะเห็นได้ว่าการเบลนด์แบบรีแอกทีฟมีผลในการปรับปรุงสมบัติความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดของยางเบลนด์ NR/EPDM อย่างชัดเจนเมื่อเปรียบเทียบกับยางเบลนด์แบบทั่วไป โดยที่วิธีการที่ให้ผลดีที่สุดคือใช้ยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่มีสารวัลคาโนซและสารกระตุ้นทั้งหมด และมีสารตัวเติมเข้มข้นมากสำหรับเริ่มต้นในไฟเบอร์อีพีดีเอ็มคิดเป็นสัดส่วน 50/50 เมื่อเทียบกับไฟเบอร์อีพีดีเอ็ม สองมีความเข้มข้นเริ่มต้นของสารตัวเติมเท่ากันก่อนที่จะให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็ม

3.5 การวิเคราะห์ยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการกระตุนด้วยความร้อนด้วยเทคนิคອินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

การเตรียมยางเบลนเดอร์แบบบีเออกทีพใช้หลักการกระตุนปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ในส่วนของยางอีพีดีเอ็มก่อนที่จะเบลนเดอร์กับยางธรรมชาติ ซึ่งทำโดยให้ความร้อนกับยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ประกอบด้วยสารที่จำเป็นในปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ทั้งหมด ไดแก่ สารตัวเร่ง กำมะถัน และสารกระตุน เป็นระยะเวลา ก่อนที่ยางจะเกิดการสก็อช (Scorch) ทั้งนี้เพื่อให้เกิด Rubber bound intermediate ซึ่งมีลักษณะเสมือนการกราฟต์ส่วนของสารตัวเร่งบนโมเลกุลยางอีพีดีเอ็ม (Accelerator grafted EPDM) หรือได้ยางอีพีดีเอ็มที่มีส่วนของกำมะถันกับสารตัวเร่งเป็น Pendent side group จากขั้นตอนนี้หากเรายังให้ความร้อนกับยางคอมปาวด์ต่อไปอีก Rubber bound intermediate นี้จะเกิดการเชื่อมโยงกับโมเลกุลยางอื่นทำให้เกิดเป็นโครงร่างตาข่าย (Network) ซึ่งยางจะไม่สามารถแปรรูปได้อีกต่อไป ลำดับขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ในยางเมื่อใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบกำมะถัน สรุปได้ดังแสดงในรูปที่ 3.68

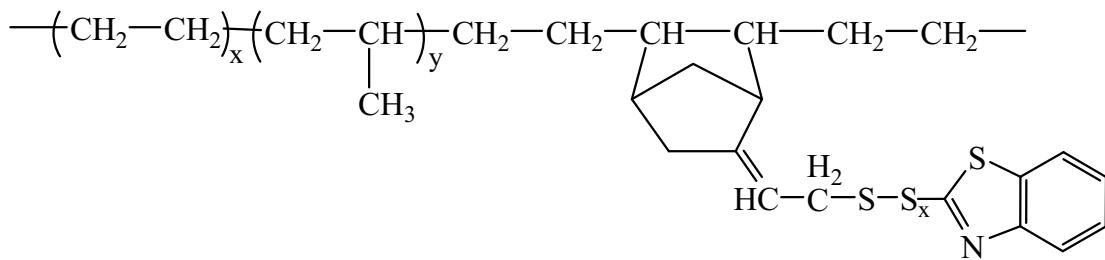


$\text{X} = \text{accelerator residue}$

$\text{L} = \text{ligand (basic nitrogen or zinc carboxylate)}$

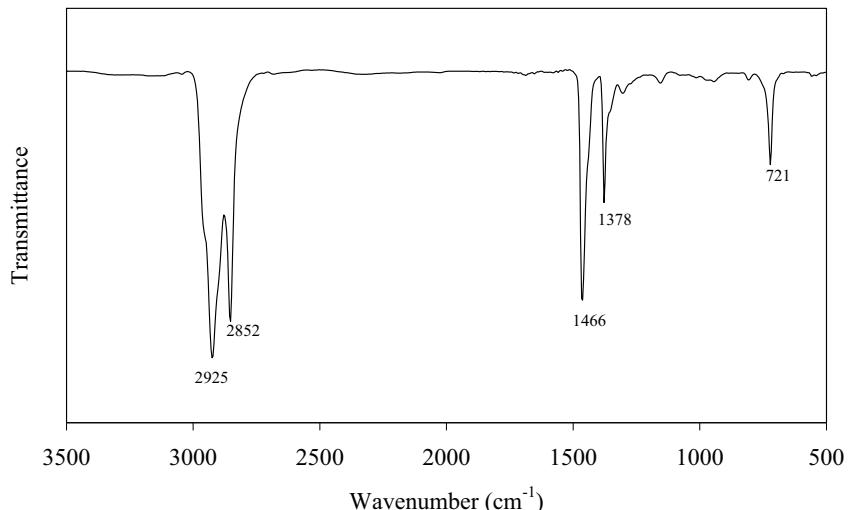
รูปที่ 3.68 ลำดับการเกิดปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ในยางที่วัลคาไนซ์โดยใช้กำมะถันและสารตัวเร่งในระบบที่มีชิงค์ออกไซด์ (ดัดแปลงจาก AKiba and Hashim, 1997)

จากรูปที่ 3.68 การให้ความร้อนกับยางคอมปาวด์อีพีดีเอ็มที่ใช้สารตัวเร่งในกลุ่มไธอาโซล (MBT และ MBTS) และซัลฟีนาไมด์ (CBS และ TBBS) ในกระบวนการเบลนเดอร์แบบบีเออกทีพนั้นคาดหวังว่าจะได้ Rubber bound intermediate ของยางอีพีดีเอ็ม ซึ่งมีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 3.69 จากโครงสร้างโมเลกุลของสารตัวเร่งทั้ง 4 ชนิดที่ใช้ดังแสดงในหัวข้อ 2.1.6 – 2.1.9 นั้นเมื่อสารตัวเร่งแต่ละตัวด้วยความร้อนแล้วจะได้โครงสร้างพื้นฐานเป็น MBT เมื่อونกันหมด โดยกรณีของ CBS และ TBBS จะได้เบสที่มีฤทธิ์ในการเร่งปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ให้เร็วขึ้นด้วย ดังนั้นการใช้สารตัวเร่งต่างกัน 4 ชนิดดังกล่าวนี้จะทำให้ได้ Rubber bound intermediate ที่มีโครงสร้างโมเลกุลเหมือนกัน



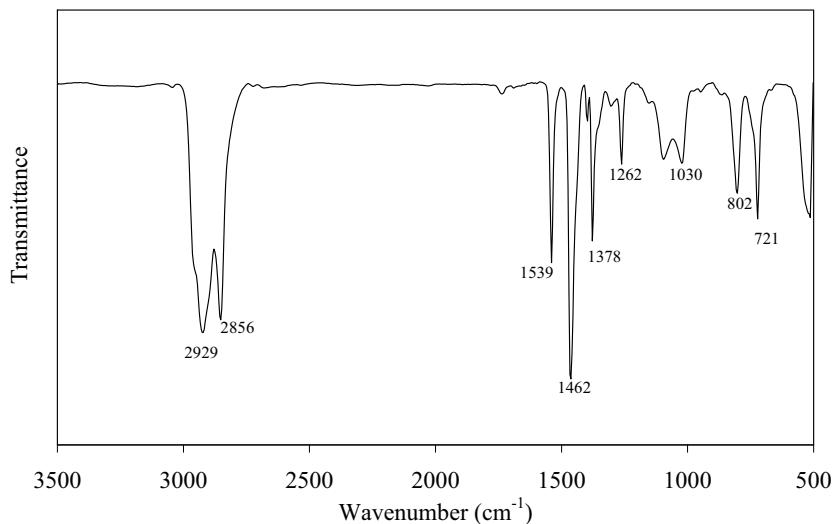
รูปที่ 3.69 ลักษณะของ Rubber bound EPDM ที่คาดว่าจะได้หลังจากขั้นตอนการ Preheating

การพิสูจน์โครงสร้างของยางอีพีดีเอ็มหลังจากขั้นตอนการให้ความร้อนทำได้โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค อินฟราเรดสเปกโตรสโคป (IR) ซึ่งก่อนการวิเคราะห์จะต้องนำยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการให้ความร้อนแล้วมากำจัดเอกสาร ด้วยเชื้อเพลิงที่ไม่ทำปฏิกิริยาออกให้หมดก่อน ซึ่งทำได้โดยนำยางมาละลายในโซเดียมแอลูมิโนไทต์ แล้วตักตอกในเตาเผาที่อุณหภูมิ 400°C ให้หมดและนำไปเผาต่อในเตาเผาที่อุณหภูมิ 500°C ให้หมดแล้วนำเข้าในตู้เย็นไว้ชั่วคราว ทำให้แห้ง แล้วจึงนำไปประมวลผลในคลอร์ฟอร์ม หยดบนแผ่นเซลล์โพแทสเซียมไบโรไนด์ ระหว่างการวิเคราะห์จะต้องใช้เชือกห้อยอยู่ๆ ที่ติดต่อกัน ทำให้แห้ง แล้วจึงบันทึกสเปกตรัมในช่วงเลขคู่ 4000-500 cm⁻¹ ได้สเปกตรัมอินฟราเรดของยางอีพีดีเอ็มบริสุทธิ์ที่ใช้และยางอีพีดีเอ็มคอมปาวด์ที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นระยะเวลา T_{s1-2} นาที ดังรูปที่ 3.70 และ 3.71 ตามลำดับ



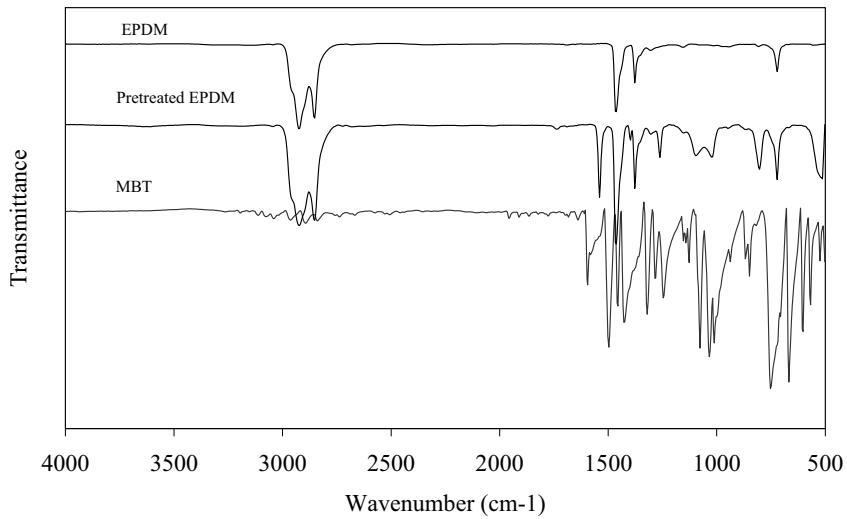
รูปที่ 3.70 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางอีพีดีเอ็ม

สเปกตรัมอินฟราเรดของยางอีพีดีเอ็ม ไม่พบข้อนเนื่องจากมีโครงสร้างส่วนใหญ่เป็นพันธะ C-H ของส่วนที่เป็น เอทิลีนและโพรพิลีน และการที่มีส่วนของไคอีนเพียง 4.3 %wt หรือประมาณ 2%mol ในโมเลกุล จึงไม่ปรากฏแต่การ คุ้งกลีนของพันธะ C=C บนส่วนของ Ethyldiene norbornene จากสเปกตรัมในรูปที่ 3.70 แสดงการคุ้งกลีนที่ 2925 และ 2852 cm⁻¹ และถึงการสั่นแบบบีดของพันธะ C-H ของหมู่ -CH₂ และ -CH₃ ส่วนแนบการคุ้งกลีนที่ 1466 และ 1378 cm⁻¹ และถึงการสั่นแบบของพันธะ C-H และปรากฏแต่การคุ้งกลีนซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของยางอีพีดีเอ็มที่เลข คู่ 720 cm⁻¹ ซึ่งเกิดจากการสั่นแบบโคลง (Rocking) ของพันธะ C-H บนสายโซ่ที่มีคาร์บอนต่อกันมากกว่า 4 อะตอม

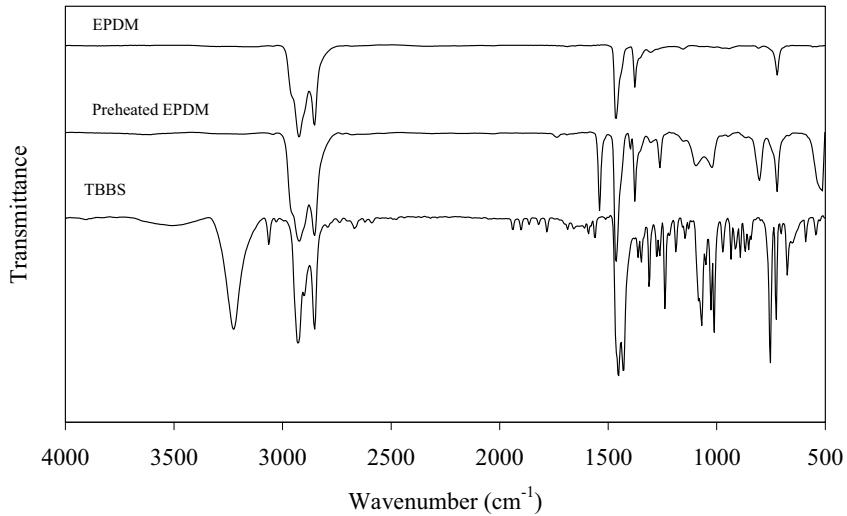


รูปที่ 3.71 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางอีพีดีเอ็มที่ผ่านการให้ความร้อน (Preheated EPDM) เมื่อใช้สารตัวเร่ง TBBS และ Preheat เป็นระยะเวลา T_{s1-2} นาที

การให้ความร้อนกับยางอีพีดีเอ็มที่มีสารกระตุ้นและสารวัลคานีซึ่งเพื่อให้เกิดเป็น Rubber bound intermediate ดังแสดงในรูปที่ 3.69 ทำให้มีส่วนของโมเลกุลของสารตัวเร่งเขื่อมต่อกับโมเลกุลยางอีพีดีเอ็ม ซึ่งสารตัวเร่งทั้งสี่ชนิดที่ใช้ให้โครงสร้างโมเลกุลเหลืออนกัน และแสดงสเปกตรัมลักษณะเดียวกันดังรูปที่ 3.71 ซึ่งมีแถบการดูดคลื่นเพิ่มขึ้นมาสเปกตรัมของยางอีพีดีเอ็มเดิม คือที่เลขคลื่น 1539 cm^{-1} และ 1080 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ C=N ในส่วนของไธอาโซล แถบการดูดคลื่นที่เลขคลื่นที่ 1262 cm^{-1} และ 1080 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของพันธะ C-N นอกจากนี้ยังมีแถบการดูดคลื่นที่เลขคลื่น 802 cm^{-1} ซึ่งคาดว่าเป็นผลจากการสั่นแบบของพันธะ C-H บนส่วนของวงแหวนของสารตัวเร่ง ส่วนพันธะ C-S และ S-S นั้น เป็นที่ทราบกันดีว่ายากแก่การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรด โดยมักปรากฏในย่างและมีความเข้มของแถบการดูดคลื่นไม่แน่นอนซึ่งจากสเปกตรัมในรูปที่ 3.71 พบร่วมกับการดูดคลื่นประมาณ 530 cm^{-1} เมื่อนำสเปกตรัมของยางอีพีดีเอ็ม ยาง Preheated EPDM มาเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของสารตัวเร่ง MBT และ TBBS ซึ่งใช้ในการเตรียมยางคอมปาวด์โดยไม่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ จะได้ดังรูปที่ 3.72 และ 3.73 ตามลำดับ



รูปที่ 3.72 สเปกตรัมอินฟราเรดของ Preheated EPDM เปรียบเทียบกับยาง EPDM และสารตัวเร่ง MBT

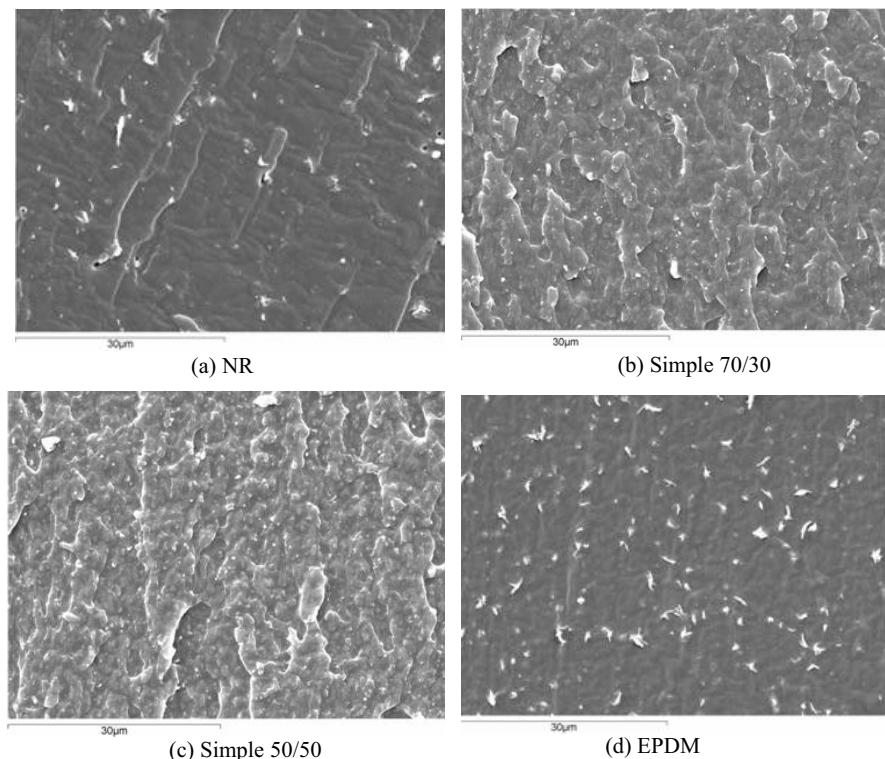


รูปที่ 3.73 สเปกตรัมอินฟราเรดของ Preheated EPDM เปรียบเทียบกับยาง EPDM และสารตัวเร่ง TBBS

สเปกตรัมอินฟราเรดของ TBBS ปรากฏแบบการดูดกลืนที่เกิดจากการสั่นของพันธะ N-H อย่างชัดเจนที่เลขค่า 3230 cm^{-1} ซึ่งจะหายไปเมื่อเกิดปฏิกิริยาเพรเวชเดกตัวออกเป็น MBT เพื่อเข้าทำปฏิกิริยากับกำมะถันและยาง ส่วนของเอมีนจะมีผลเร่งปฏิกิริยา และถูกสกัดออกในขั้นตอนการล้างยาง Preheated EPDM ทั้งสองชิ้น

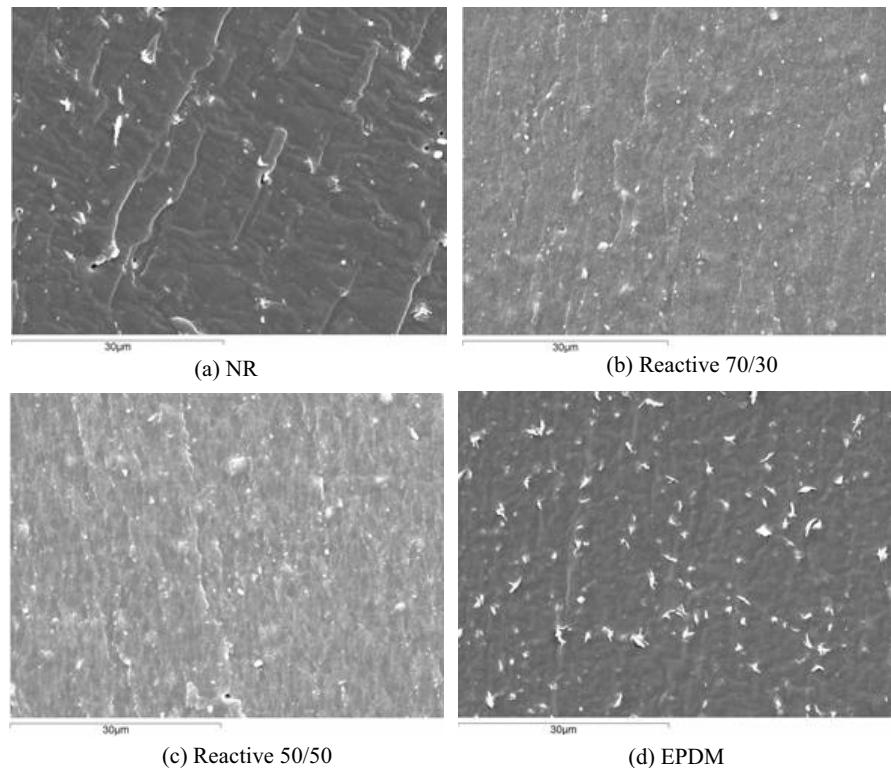
3.6 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของยางเบลนด์ที่ได้จากการเตรียมแบบทั่วไป และแบบรีแอคทีฟ

เนื่องจากยางเบลนด์ประกอบด้วยยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มซึ่งถึงแม้จะเป็นยางที่มีระดับความเป็นขั้ว (Polarity) ใกล้เคียงกันแต่มีระดับความไม่อิ่มตัว (Unsaturation level) แตกต่างกัน ทำให้ส่งผลต่อความเข้ากันได้ระหว่าง เพสยางและมีผลต่อการกระจายตัวของสารวัลคาไนซ์และสารตัวเดิมในยางเบลนด์ ส่งผลกระทบต่อสมบัติของยางเบลนด์ ที่ได้ เพื่อที่จะอธิบายผลของการเพิ่มขั้นของสมบัติเชิงกลของยางเบลนด์ที่ได้จากการวนการเบลนด์แบบรีแอคทีฟเมื่อ เปรียบเทียบกับยางเบลนด์แบบทั่วไป จึงได้ทำการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของยางเบลนด์ที่ได้โดยใช้เทคนิคจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบสแกนning (Scanning Electron Microscope, SEM) โดยได้เตรียมผิวด้วยการทำสำหรับการวิเคราะห์สอง แบบ คือ การใช้ชิ้นตัวอย่างที่ขาดจากการดึงทดสอบ และชิ้นตัวอย่างที่หักหลังจากแข็งในในโตรเจนเหลว ผลการวิเคราะห์ ชิ้นตัวอย่างที่ได้จากการเบลนด์โดยใช้สารตัวเร่ง TBBS และใช้วิวากการให้ความร้อนนาน T_{s1} -1.5 นาทีสำหรับยางเบลนด์ แบบรีแอคทีฟซึ่งเป็นสภาวะที่ให้ความทนทานต่อแรงดึงสูงสุด ผลการวิเคราะห์ เป็นดังนี้



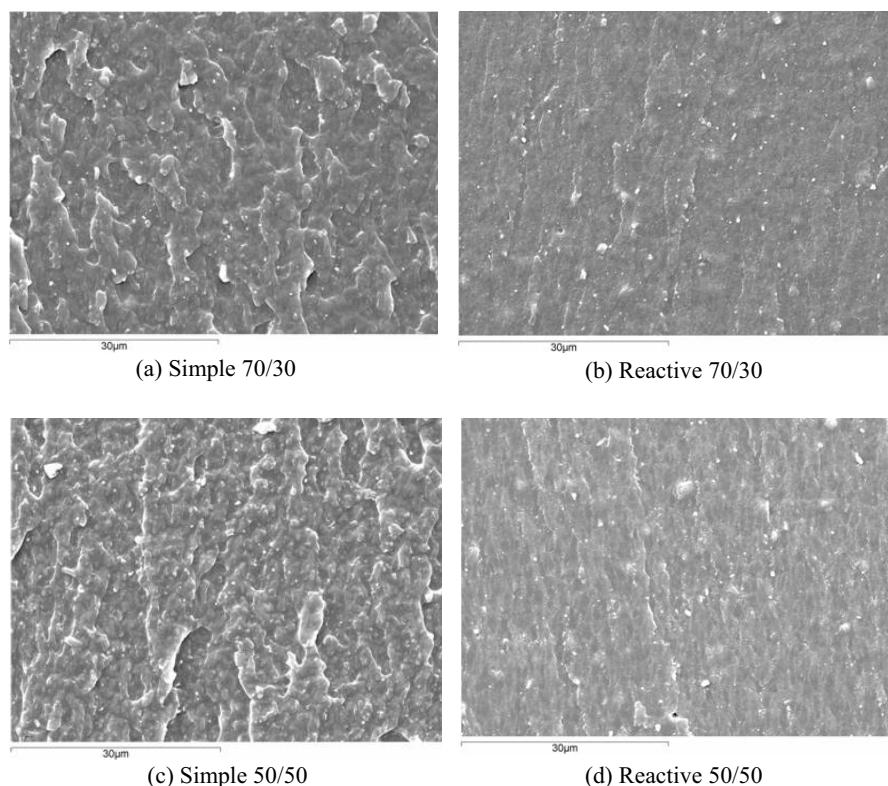
รูปที่ 3.74 SEM micrographs ของผิวที่ขาดจากการดึงของยาง (a) NR; (b) simple NR/EPDM 70/30; (c) simple NR/EPDM 50/50 และ (d) EPDM ชนิดไม่ใส่สารตัวเดิม ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

ลักษณะผิวของยางที่ขาดออกจากรั้นหลังการทดสอบสมบัติการดึงของยางเบลนด์ที่เตรียมแบบทั่วไปมีลักษณะ แตกต่างกับผิวของยางธรรมชาติล้วนและยางอีพีดีเอ็มล้วนดังแสดงในรูปที่ 3.74 ยางเบลนด์ทั้งสองสัดส่วนแสดงพื้นผิว ขรุขระในขณะที่ยางที่มีเพียงองค์ประกอบเดียวมีพื้นผิวที่ค่อนข้างเรียบ ลักษณะผิวที่ขรุขระแสดงถึงความไม่เป็นเนื้อ เดียว กันของยางเบลนด์ที่ได้ เมื่อวิเคราะห์ยางเบลนด์ที่เตรียมแบบรีแอคทีฟแล้วเปรียบเทียบกับผิวของยางธรรมชาติ ล้วนและยางอีพีดีเอ็มล้วน แสดงได้ดังรูปที่ 3.75



รูปที่ 3.75 SEM micrographs ของผิวที่ขาดจากการดึงของยาง (a) NR; (b) reactive NR/EPDM 70/30; (c) reactive NR/EPDM 50/50 และ (d) EPDM ชนิดไม่ใส่สารตัวเติม ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

ยางเบลนเดอร์แบบบีเรอกที่ฟมีลักษณะพื้นผิวแตกต่างจากยางเบลนเดอร์ที่เตรียมแบบทั่วไป จากรูปที่ 3.75 จะเห็นว่า ยางเบลนเดอร์แบบบีเรอกที่ฟมีพื้นผิวที่ค่อนข้างเรียบกว่ากับลักษณะพื้นผิวของยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็ม บ่งชี้ว่า การเตรียมยางเบลนเดอร์โดยใช้เทคนิคการเบลนเดอร์แบบบีเรอกที่ฟทำให้ยางเบลนเดอร์ที่ได้มีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น หรือ ทำให้ยางทั้งสองชนิดเข้ากันได้ดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของยางเบลนเดอร์แบบทั่วไปและแบบบีเรอกที่ฟของ ยางเบลนเดอร์ NR/EPDM ที่สัดส่วนเบลนเดอร์ 70/30 และ 50/50 แสดงได้ดังรูปที่ 3.76



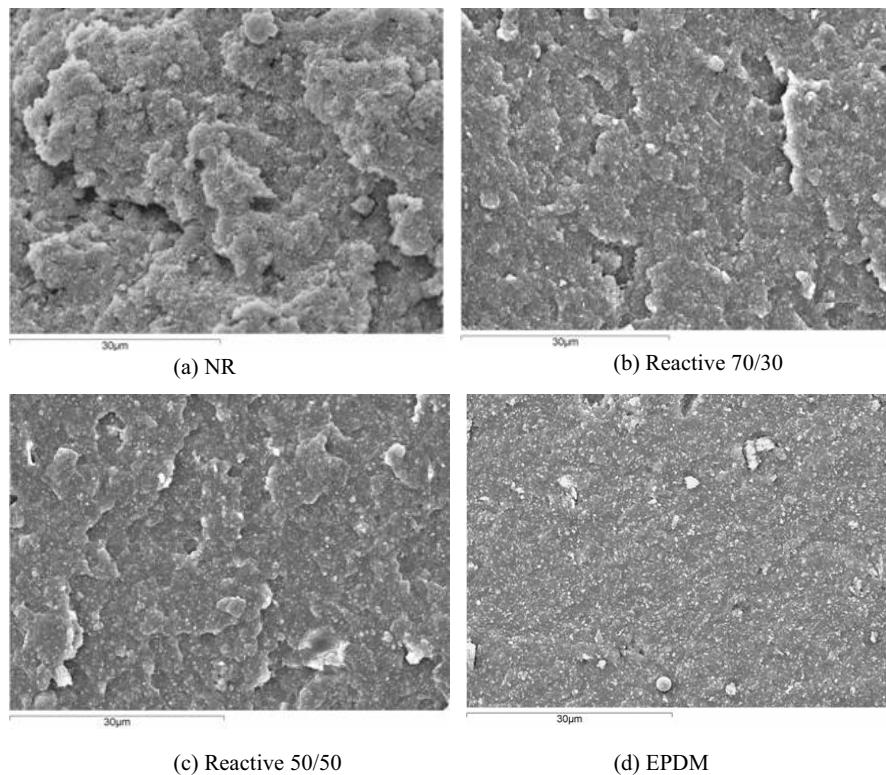
รูปที่ 3.76 SEM micrographs ของผิวที่ขาดจากการดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM แบบทั่วไปเปรียบเทียบกับแบบบีเออกทีพ ที่สัดส่วนเบลนด์ 70/30 และ 50/50 ชนิดไม่ใส่สารตัวเติม ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

ลักษณะผิวของตัวอย่างยางที่ขาดออกจากกันเนื่องจากการดึง (Tensile fractured surface) ของยางเบลนด์แบบบีเออกทีพมีผิวที่เรียบกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับยางเบลนด์แบบทั่วไปและให้ผลสอดคล้องกับที่สัดส่วนเบลนด์ NR/EPDM 70/30 และ 50/50 ซึ่งอธิบายได้เช่นเดียวกับที่กล่าวไว้ข้างต้น คือ วิธีการเตรียมยางเบลนด์แบบบีเออกทีพทำให้ยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มมีความเข้ากันได้ดีขึ้น ยางเบลนด์มีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น เนื่องจากยางเบลนด์ในรูปที่ 3.76 เป็นยางที่ไม่ได้ใส่สารตัวเติม (Gum blends) การที่ยางเบลนด์มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้นน่าจะเป็นผลมาจากการที่ยางเบลนด์มีระดับการเข้มข้นอยู่ในแต่ละเฟสใกล้เคียงกันมากขึ้น ทำให้ยางเบลนด์แบบบีเออกทีพมีสมบัติเชิงกลดีขึ้น ตัวจะเห็นได้จากการเพิ่มขึ้นของความทนทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดเมื่อเปรียบเทียบกับยางเบลนด์แบบทั่วไป

ลักษณะผิวของตัวอย่างยางที่ขาดออกจากกันเนื่องจากการดึงที่มีลักษณะเรียบ และแสดงถึงความเป็นเนื้อเดียวกันของยางเบลนด์แบบบีเออกทีพนี้ สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของยางเบลนด์กรณีอื่นๆ เช่น จากผลการทดลองของ Ghosh *et al.* (2001) ที่แสดงให้เห็นว่า ยางเบลนด์ NR/EPDM ที่ใช้ Bis (diisopropyl thiophosphoryl disulfide หรือ DIPDIS เพื่อเป็นสารช่วยปรับปรุงการ vulcanization และการใช้ Two-stage vulcanization ทำให้ยางเบลนด์มีลักษณะผิวของรอยขาดจากการดึงที่เรียบขึ้น ซึ่งได้อธิบายว่ายางเบลนด์แสดงถึง homogeneity และ coherency ระหว่าง NR กับ EPDM หรือจากผลการศึกษาของ El-Sabbash (2003) ที่แสดงให้เห็นว่าการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ เช่น ยางอีพีดีเอ็มที่กราฟต์ด้วยมาลิอิกแอนไฮดราต์ หรือ EPDM-g-MAH

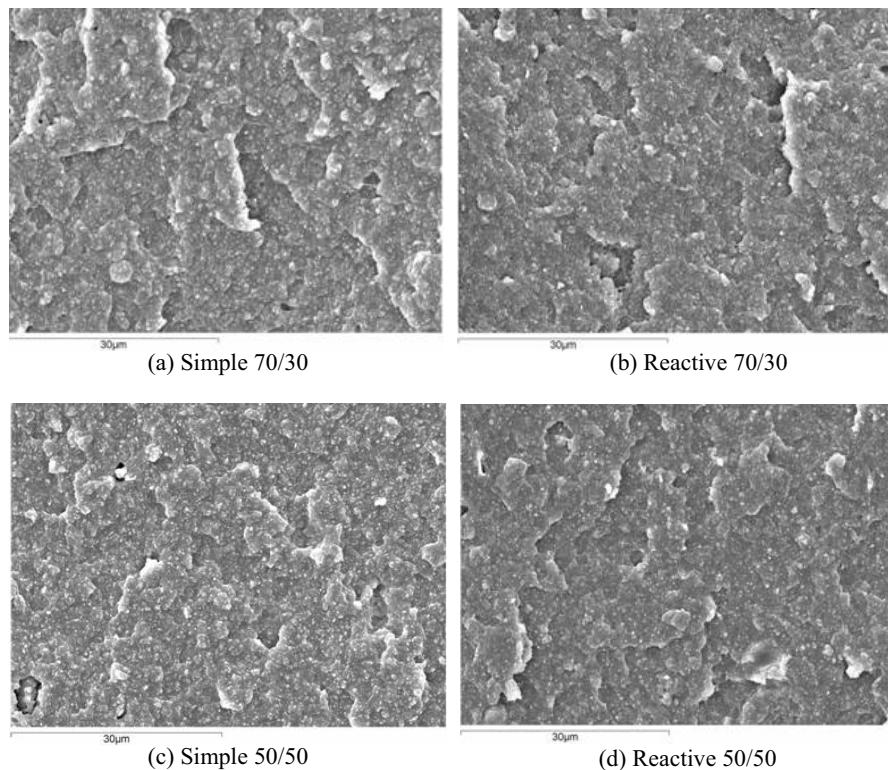
ในการเบลนด์ยาง NR/EPDM ทำให้ SEM micrographs ของยางเบลนด์มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น และผิวจากรอยขาดมีลักษณะเรียบมากขึ้นเช่นเดียวกัน

ยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็มล้วนที่ใส่สารตัวเติมเข้ามาดำเนินการดึงแตกต่างกับยางที่ไม่ใส่สารตัวเติมอย่างชัดเจน จากรูปที่ 3.77 จะเห็นได้ว่ายางธรรมชาติมีลักษณะผิวขรุขระมากกว่ายางอีพีดีเอ็ม ทั้งนี้เนื่องจากยางธรรมชาติมีความแข็งแรงสูงและเกิดอันตรกิริยากับเข้ามาร้าได้ทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างยางกับอนุภาคสารตัวเติมสูงกว่า ส่งผลให้พื้นผิวของยางธรรมชาติขรุขระกว่ายางอีพีดีเอ็มเมื่อยางถูกดึงให้ขาดออกจากกัน



รูปที่ 3.77 SEM micrographs ของผิวที่ขาดจากการดึงของยาง (a) NR; (b) reactive NR/EPDM 70/30; (c) reactive NR/EPDM 50/50 และ (d) EPDM ชนิดใส่สารตัวเติม N-550 ปริมาณ 50 phr ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

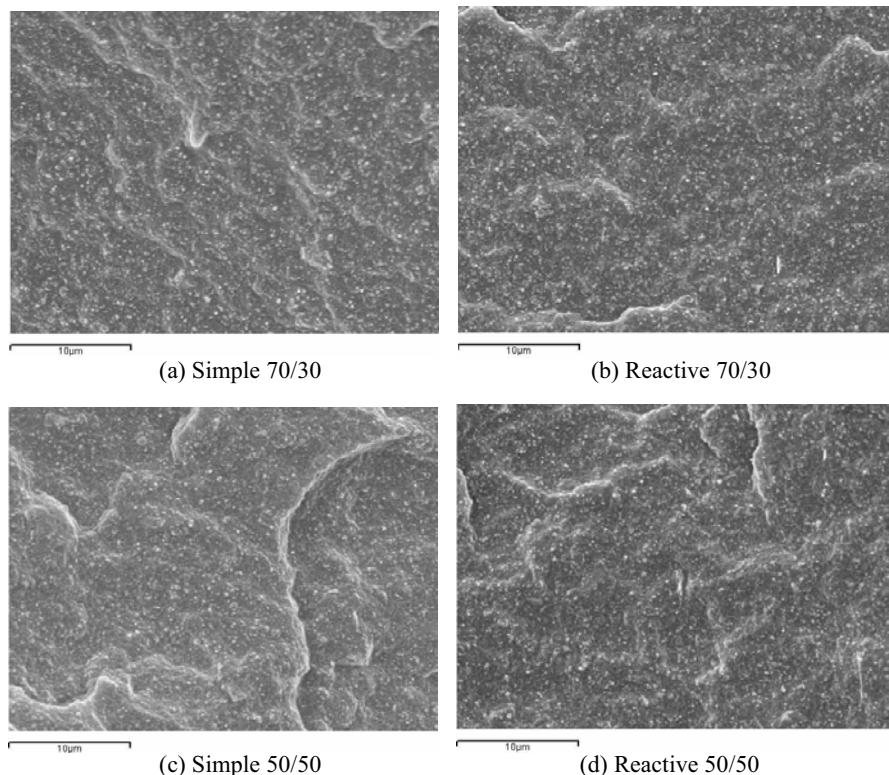
ลักษณะ Tensile fractured surfaces ของยางเบลนด์มีความเรียบหรือขรุขระอยู่กึ่งกลางระหว่างยางธรรมชาติล้วนและยางอีพีดีเอ็มล้วนโดยยางเบลนด์ทั้งสองสัดส่วนแสดงลักษณะพื้นผิวคล้ายคลึงกัน เมื่อเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของยางเบลนด์แบบทั่วไปกับแบบบรีแอกทีฟ จะได้ดังรูปที่ 3.78



รูปที่ 3.78 SEM micrographs ของผิวที่ขาดจากการดึงของยางเบลนด์ NR/EPDM แบบทั่วไปเปรียบเทียบกับแบบบีเอกทีฟ ที่สัดส่วนเบลนด์ 70/30 และ 50/50 ชนิดไส้สารตัวเดิม N-550 ปริมาณ 50 phr ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

ลักษณะ Tensile fractured surfaces ของยางเบลนด์แบบทั่วไปและบีเอกทีฟที่มีเข้ม่าดำปริมาณ 50 phr ในรูปที่ 3.78 มีลักษณะคล้ายคลึงกัน ซึ่งแตกต่างกับกรณีของยางที่ไม่ใส่สารตัวเดิม การใส่เข้ม่าดำลงไปในยางทำให้ลักษณะการขาดของยางมีความชันช้อนมากขึ้นเนื่องจากอนุภาคของเข้ม่าดำที่กระจายตัวอยู่ระหว่างโมเลกุลยางและอันตรกิริยาระหว่างยางกับเข้ม่าดำ อย่างไรก็ตามจาก SEM micrographs ของยางเบลนด์ที่สัดส่วน 50/50 จะเห็นได้ว่ายางเบลนด์แบบบีเอกทีฟแสดงลักษณะพื้นผิวที่เรียบและสม่ำเสมอมากกวายางเบลนด์แบบทั่วไป

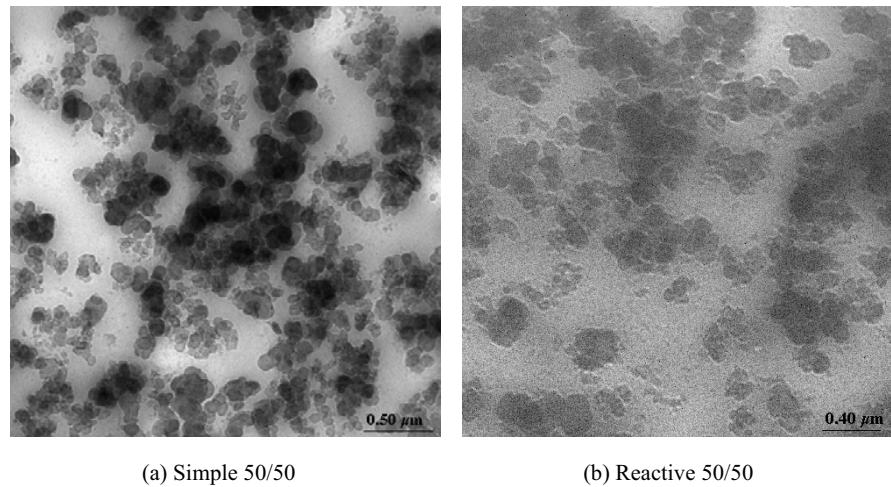
การวิเคราะห์ SEM micrographs ของยางเบลนด์ที่ใส่เข้ม่าดำ ได้ทำโดยใช้ชั้นตัวอย่างที่หักเปิดผิวใหม่หลังจากแซ่ยางในในโตรเจนเหลวเพื่อให้ยางอยู่ในสถานะแข็งคล้ายแก้วด้วยเพื่อที่จะดูการกระจายตัวของอนุภาคเข้ม่าดำ ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 3.79



รูปที่ 3.79 SEM micrographs ของผิวยางที่หักหลังจากแช่ในไนโตรเจนเหลวของยางเบลนด์ NR/EPDM แบบทั่วไป เปรียบเทียบกับแบบบีเออกทีฟ ที่สัดส่วนเบลนด์ 70/30 และ 50/50 ชนิดใส่สารตัวเติม N-550 ปริมาณ 50 phr ที่กำลังขยาย 3500 เท่า

ลักษณะพื้นผิวยางเบลนด์แบบทั่วไปและแบบบีเออกทีฟที่หักสองสัดส่วนเบลนด์มีลักษณะคล้ายคลึงกัน เช่นเดียวกับผลการวิเคราะห์โดยใช้ผิวยางที่ขาดจากการดึง จะเห็นได้ว่าอนุภาคของเข้มข้นกระจายอยู่ทั่วไปในยางและไม่สามารถบอกความแตกต่างของการกระจายตัวในยางต่างเฟสกันได้

การวิเคราะห์สักฐานวิทยาของยางเบลนด์ด้วยเทคนิค Transmission electron microscopy (TEM) เป็นเทคนิคที่ใช้กันแพร่หลายแต่เป็นเทคนิคที่ทำได้ยากโดยเฉพาะในขั้นตอนการเตรียมชิ้นตัวอย่างให้มีความบางต่ำกว่า 100 นาโนเมตร ในงานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์เฉพาะยางเบลนด์ที่มีสัดส่วนเบลนด์ NR/EPDM เท่ากับ 50/50 กรณีที่ใส่เข้มข้น ซึ่งได้ TEM micrographs แสดงทั้งรูปที่ 3.80



รูปที่ 3.80 TEM micrographs ของยางเบลนด์ NR/EPDM แบบทั่วไปและแบบบีแอกทีฟ ที่สัดส่วนเบลนด์ 50/50 ชนิดใส่สารตัวเติมเข้ามาดำ N-550 ปริมาณ 50 phr ที่กำลังขยาย 6000 เท่า

เมื่อเปรียบเทียบสัณฐานวิทยาของยางเบลนด์แบบทั่วไปกับแบบบีแอกทีฟในรูปที่ 3.80 จะเห็นได้ว่าเข้ามาดำกระจายตัวในยางเบลนด์แบบบีแอกทีฟได้ดีกว่าโดยไม่เกิดการกระจุกตัวกันชัดเจนเหมือนเช่นในกรณีของยางเบลนด์แบบทั่วไป สอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นของสมบัติความทนทานต่อแรงดึงของยางเบลนด์

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และ TEM แสดงให้เห็นว่าการเบลนด์ยาง NR/EPDM แบบบีแอกทีฟทำให้ยางเบลนด์มีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้นซึ่งบ่งชี้ว่ายางมีความเข้ากันได้มากขึ้น รวมทั้งทำให้สารตัวเติมเข้ามาดำกระจายตัวในยางเบลนด์ได้สม่ำเสมอมากขึ้น

3.7 สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของยางเบลนด์ เปรียบเทียบระหว่างสูตรยางธรรมชาติที่มีสารต้านการเสื่อม สูตรยางเบลนด์ที่ใส่สารต้านการเสื่อม และสูตรยางเบลนด์ที่ไม่ใส่สารต้านการเสื่อม

จากผลการทดสอบสมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมได้โดยใช้ชนิดสารตัวเร่งแตกต่างกันพบว่าการใช้สารตัวเร่ง TBBS ให้สมบัติการดึงของยางเบลนด์ดีที่สุด จึงได้เตรียมยางเบลนด์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ระหว่าง NR กับ EPDM เท่ากับ 70/30 โดยใช้เทคนิคการเบลนด์ทั้งแบบปกติและบีแอกทีฟทั้งแบบที่ไม่ใส่สารต้านการเสื่อมไดๆ (สูตร 5 และ 6) และใส่สารต้านการเสื่อม (สูตร 3 และ 4) ดังสูตรในตารางที่ 2.3 โดยในการเบลนด์แบบบีแอกทีฟนั้นกำหนดระยะเวลาการให้ความร้อน (Preheating) ที่อุณหภูมิ 150°C นานเท่ากับ $T_{\text{s}-1.5}$ นาที

นำคอมปาวด์ของยางธรรมชาติล้วนและยางเบลนด์ที่ได้ไปทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ จากนั้นนำไปวัดค่าในรูปเพื่อเตรียมชิ้นทดสอบต่างๆ ที่อุณหภูมิ 150°C โดยใช้เวลาการวัลคาไนซ์ที่ 90% cure time ผลการทดสอบสมบัติต่างๆ เป็นดังต่อไปนี้

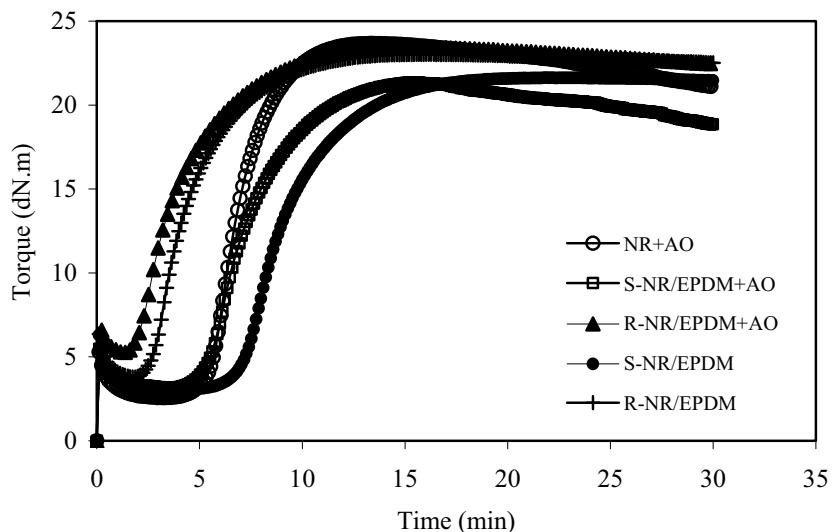
3.7.1 ลักษณะการวัลคาไนซ์

ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ต่างๆ ดังสูตรในตารางที่ 2.3 เมื่อทดสอบด้วยเครื่อง ODR ตามมาตรฐาน ASTM D2084 ที่อุณหภูมิ 150°C แสดงดังตารางที่ 3.33

ตารางที่ 3.33 สมบัติการวัลค่าในช่วงของยางธรรมชาติและยางเบลนด์ NR/EPDM (70/30) ที่อุณหภูมิ 150°C

Recipe no.	Rubber type	Filler/ Oil	AO_2/AO_3	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	M_H-M_L (dN.m)	Scorch time (min)	Cure time (min)	CRI (min $^{-1}$)
1	NR	-	+	2.57	23.67	21.10	5.32	9.36	24.75
2	NR	+	+	2.90	35.00	32.10	3.50	8.00	22.22
3	Simple NR/EPDM	-	+	3.14	21.35	18.21	5.27	10.99	17.48
	Reactive NR/EPDM	-	+	5.26	23.30	18.17	2.07	8.48	15.60
4	Simple NR/EPDM	+	+	6.63	36.07	29.44	2.86	9.30	15.53
	Reactive NR/EPDM	+	+	5.10	36.41	31.31	2.16	8.30	14.01
5	Simple NR/EPDM	-	-	3.08	21.63	18.55	6.82	13.33	15.36
	Reactive NR/EPDM	-	-	3.79	23.03	19.24	2.75	8.38	17.76
6	Simple NR/EPDM	+	-	6.79	39.60	32.81	3.61	10.30	14.95
	Reactive NR/EPDM	+	-	6.28	37.21	30.93	1.42	8.30	14.53

หมายเหตุ + หมายถึงใส่ และ - หมายถึงไม่ใส่



รูปที่ 3.81 ลักษณะการวัลค่าในช่วงของยางธรรมชาติเปรียบเทียบกับยางเบลนด์ชนิดไม่ใส่สารตัวเติม (สูตร 1, 3, 5) ที่อุณหภูมิ 150°C

เส้นโค้งการวัลค่าในช่วงของยางไม่ใส่สารตัวเติมในรูปที่ 3.81 แสดงให้เห็นว่าลักษณะการวัลค่าในช่วงของยางธรรมชาติและยางเบลนด์แบบทั่วไปที่ใส่สารตัวเติมการเสื่อมมีระยะเวลาที่ยางสามารถแปรรูปได้ (Scorch time) ใกล้เคียงกันแต่ยางธรรมชาติมีอัตราการวัลค่าในช่วงสูงกว่ายางเบลนด์อย่างชัดเจน การใส่สารตัวเติมการเสื่อม 6PPD และ TMQ มีผลให้ยางเบลนด์ทั้งแบบทั่วไปและรีแอกทีฟมีเวลาสกอชและเวลาวัลค่าในช่วงลดลง เนื่องจากสารทั้งสองมีสภาพเป็นผงดำทำให้มีผลในการเร่งปฏิกิริยาการวัลค่าในช่วง เมื่อเปรียบเทียบค่าการเพิ่มขึ้นของแรงบิด (M_H-M_L) พบร่วมกับยางธรรมชาติมีค่า