



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางต่างชนิด

Blending of Natural Rubber with Dissimilar Rubbers

คณะผู้วิจัย

1. ดร. ชลดา เลวีศ

2. ศ.ดร. สุดา เกียรติกำจรวงศ์

สังกัด

ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยเรื่อง การเบรนด์้ายธรรมชาติกับยางต่างชนิด บรรลุผลสำเร็จได้ตามแผนงาน ด้วยความช่วยเหลือของหน่วยงาน ผู้ร่วมงาน และนักศึกษาหลายท่าน ขอขอบคุณ ศาสตราจารย์ ดร.สุตา เกียรติกำจรวงศ์ ที่กรุณาช่วยเป็นนักวิจัยที่ปรึกษา ขอขอบคุณภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานีที่ช่วยอำนวยความสะดวกให้งานวิจัยดำเนินไปด้วยดี ขอขอบคุณ นักศึกษาระดับปริญญาตรี สาขาเทคโนโลยียาง คือ นางสาวคันสนีย์ บุญยง นายสัมฤทธิ์ สนิหวิ นายรัฐพล บัวพา นายถาวรรัตน์ ชัยทอง และนายถวิล ศรีทองที่ได้ช่วยเป็นอย่างมากในส่วนของการปฏิบัติการ ขอขอบคุณศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติที่ให้ความอนุเคราะห์ทดสอบสมบัติพลวัต และค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยาง และขอขอบคุณสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย สำหรับทุนวิจัยหลังปริญญาเอก นี้

ชลดา เลวิส

มิถุนายน 2545

รหัสโครงการ: PDF-38-2543

ชื่อโครงการ: การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางต่างชนิด

ชื่อนักวิจัย: ดร. ชลดา เลวิส ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

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

ระยะเวลาโครงการ: 1 ปี 6 เดือน

ทำการเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ยางโพรพีนไคนีอีพิตีเอ็ม ยางมาลีเอคอีพิตีเอ็ม และกับยางโพรโมบิวไทล์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ โดยเริ่มต้นทำการตัดแปรรโครงสร้างของยางอีพิตีเอ็มด้วยปฏิกิริยาโพรพีนแซน จากการวิเคราะห์ยางโพรพีนไคนีอีพิตีเอ็มด้วย $^1\text{H-NMR}$ พบว่า โพรพีนเข้าไปในโครงสร้างยางอีพิตีเอ็มที่ตำแหน่งพันธะคู่ ยางมาลีเอคอีพิตีเอ็มเตรียมจากการบดผสมยางอีพิตีเอ็มกับมาลีอิกแอโนไฮไดรด์ 2 phr และ MBTS 0.2 phr ที่อุณหภูมิ 180°C เวลา 3 นาที ให้ปริมาณการกราฟมากที่สุด ทำการทดสอบสมบัติรีโอโลยีของยางเบลนด์ด้วยเครื่อง Capillary Rheometer และทดสอบค่าอุณหภูมิสภาพแก้วด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter พบว่า ทั้งยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรพีนไคนีอีพิตีเอ็ม และยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพิตีเอ็ม ทุกอัตราส่วนมีความไม่เข้ากันทางเทอร์โมไดนามิกส์ และพบว่ายางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรพีนไคนีอีพิตีเอ็ม และกับยางมาลีเอคอีพิตีเอ็มมีค่า T_g สองค่า ที่ใกล้เคียงกับยางเดี่ยวทั้งสอง พบว่ายางโพรพีนไคนีอีพิตีเอ็ม และยางมาลีเอคอีพิตีเอ็มมีพลังงานกระตุ้นในการวัดคาไลซ์ลดลง และเมื่อทำการวิเคราะห์การกระจายของความเข้มข้นในยางแต่ละเฟสของยางเบลนด์ด้วยเทคนิค $^{13}\text{C-NMR}$ พบว่า การกระจายตัวของความเข้มข้นในยางแต่ละเฟสของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรพีนไคนีอีพิตีเอ็ม และกับยางมาลีเอคอีพิตีเอ็มดีกว่ายางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ทำให้สมบัติด้านความทนต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดขึ้นในทุกอัตราส่วนของการเบลนด์

ทำการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 และ 50 โมลเปอร์เซ็นต์เพื่อใช้เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ ในยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ โดยการเตรียมจากกรดเปอร์ฟอร์มิกกับน้ำยางธรรมชาติแอมโมเนียสูงภายใต้อุณหภูมิ 50°C การทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์และยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้มีความไม่เข้ากันทางเทอร์โมไดนามิกส์ แต่ที่อัตราส่วน NR/BIIR : 50/50 และ NR/BIIR/ENR : 45/45/10 มีแนวโน้มความเข้ากันได้ดีกว่าที่อัตราส่วนอื่นๆ ขณะที่ยางเบลนด์ที่ใส่เซมาดำมีความเข้ากันได้ดีมากยิ่งขึ้นทุกอัตราส่วน ค่าอุณหภูมิสภาพแก้วของยางเบลนด์มีเพียงค่าเดียว ขณะที่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์มีค่า T_g สูงกว่ายางธรรมชาติและเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ สำหรับความทนต่อความร้อนของยางเบลนด์วัดคาไลซ์พบว่ากาไลซ์ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ในยางเบลนด์ทำให้ความสามารถทนต่อความร้อนดีขึ้น สมบัติทางฟิสิกส์พบว่าการเพิ่มปริมาณยางโพรโมบิวไทล์และการใส่

ยางธรรมชาติอพอกไซค์ในยางเบลนด์ ทำให้ค่ามอดูลัส ความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด ความกระด้างตัว และ Compression set (%) ลดลง ขณะที่ค่าความแข็งเพิ่มขึ้น สำหรับยางที่อบด้วยคลื่นไมโครเวฟพบว่าการใช้ยางธรรมชาติอพอกไซค์ในยางเบลนด์มีการเพิ่มอุณหภูมิสูงกว่า

ทำการเตรียมแท่งโฟมยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มที่วัลคาไนซ์โดยใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียวและอบเครื่องไมโครเวฟกำลังไฟฟ้า 1000 วัตต์ ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน พบว่า การใช้เครื่องไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อนจะให้โฟมยางที่มีความหนาแน่นต่ำ ขนาดเซลล์ใหญ่ ให้ค่ามอดูลัสและค่าความต้านทานต่อการบิดดีกว่าการใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว

คำหลัก : ยางโบรมิเนตอีพีดีเอ็ม ยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ยางเบลนด์ยางธรรมชาติ สมบัติการไหล ยางธรรมชาติอพอกไซค์ โฟมยาง

Abstract

Project Code : PDF-38-2543

Project Title : Blending of Natural Rubber with Dissimilar Rubbers

Investigator : Dr. Chonlada Lewis

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

Project Period : 1 year and 6 months

Blending natural rubber with ethylene propylene diene rubber (EPDM), brominated EPDM (BEPDM), maleated EPDM (MEPDM) and bromobutyl rubber (BIIR) was investigated. $^1\text{H-NMR}$ spectrum of the prepared BEPDM indicated that bromine reacted at carbon-carbon double bonds. MEPDM was prepared by mixing EPDM with 2 phr of maleic anhydride and 0.2 phr of MBTS as a promoter in a Brabender plasticorder at 180°C for 3 minutes. This condition was found to give the highest degree of grafting. Rheological properties and two glass transition temperatures of NR/EPDM, NR/BEPDM and NR/MEPDM blends at any blend composition showed blend incompatibility for all set of blends. BEPDM and MEPDM had lower activation energy for vulcanisation than the original EPDM. This led to a better crosslink distribution between each rubber phase in NR/BEPDM and NR/MEPDM blends resulting in an improvement of tensile properties of the blends.

Epoxidised natural rubber 25 and 50 mol% (ENR25, ENR50) as a compatibilizer for NR/BIIR blend was prepared using performic acid and high ammonia natural latex at 50°C . From rheological properties it was found that most of NR/BIIR and NR/BIIR/ENR blends were thermodynamically incompatible except those of 50/50 and 45/45/10 composition. However, the carbon black filled NR/BIIR blends were compatible at any composition. The single glass transition temperature of NR/BIIR and NR/BIIR/ENR blends indicated that they were miscible at any composition. T_g of ENR was higher than that of NR and increased with increasing epoxide content. Thermal properties of NR/BIIR/ENR blends was found to be better than those of NR/BIIR blends. Modulus, tensile strength, elongation at break, resilience and compression set (%) decreased and hardness increased with increasing BIIR content and with using ENR as a compatibiliser. The temperature rise of NR/BIIR/ENR compounds after heating by microwave was higher than those of NR/BIIR blends.

Extruded NR/MEPDM foam was also prepared by two techniques: vulcanising only in a hot air oven and another technique by preheating in a 1000 watt microwave oven and then vulcanising in a hot air oven. It was found that by preheating by microwave and

vulcanising in a hot air oven, the resultant foam obtained was low density and had larger cell size. A greater modulus and tensile strength were also obtained.

Key words: brominated EPDM, maleated EPDM, natural rubber blends, rheological properties, epoxidised natural rubber, rubber foam

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	i
บทคัดย่อ	ii
 บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
 บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	
2.1 โครงสร้างยางและสมบัติของยาง	4
2.2 การเบลนด์ยาง	9
2.3 การตรวจสอบความเข้ากันได้	10
2.4 การศึกษาสมบัติการไหลและความเข้ากันได้ของยางเบลนด์ด้วยเครื่อง Capillary Extrusion Rheometer	10
2.5 การศึกษาพลังงานกระตุ้นของการวัลคาไนซ์	12
2.6 การศึกษาการกระจายตัวของพันธะเชื่อมขวางในยางแต่ละเฟสของ ยางเบลนด์ด้วยเครื่อง Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR)	14
2.7 โฟมยาง	17
2.8 วิธีการวัลคาไนซ์และเครื่องมือ	17
2.9 การใช้คลื่นไมโครเวฟเพื่อช่วยในการวัลคาไนซ์	18
 บทที่ 3 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง	
3.1 วัสดุ	22
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	23
3.3 วิธีการทดลอง	25
3.3.1 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม	25
3.3.2 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม	31
3.3.3 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรมิโนบิวไทล์	34

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3.4 การวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก	40
3.3.5 การทดสอบอุณหภูมิอย่างต่ำผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ	41
3.3.6 การเตรียมโฝมยางเบลนด์และสมบัติของโฝมยางที่ได้	42

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์	45
4.1 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนไดออกไซด์	45
4.2 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอิลไดออกไซด์	69
4.3 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนไดออกไซด์	88
4.4 สมบัติไดอิเล็กตริกของยาง	122
4.5 อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นของยางเมื่อผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ	124
4.6 การเตรียมโฝมยางเบลนด์และสมบัติของโฝมยางที่ได้	127

บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	144
5.1 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนไดออกไซด์	144
5.2 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอิลไดออกไซด์	145
5.3 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนไดออกไซด์	147
5.4 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางวัลคาไนซ์	149
5.5 อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นของยางที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ	149
5.6 การเตรียมโฝมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอิลไดออกไซด์ และสมบัติของโฝมยางที่ได้	150

เอกสารอ้างอิง	152
Output จากโครงการ	155
ภาคผนวก	156

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ยางธรรมชาติเป็นยางที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี และราคาถูก จึงมีการนำยางธรรมชาติไปใช้ในงานยางรถยนต์ ทั้งในส่วนดอกยาง และแก้มยาง และชิ้นส่วนยานยนต์ เช่น ยางลูกหมาก ยางกันกระแทก เป็นต้น ซึ่งนับว่าเป็นตลาดหลักของการใช้งานของยางธรรมชาติ แต่อย่างไรก็ตามในปัจจุบันได้มีการพัฒนาเทคโนโลยียานยนต์ที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น ทำให้มีความต้องการยางที่ทนความร้อนและสภาพอากาศได้สูงขึ้น เป็นเหตุให้ชิ้นส่วนงานที่เป็นยางธรรมชาติไม่ทนต่อสภาวะที่รุนแรงขึ้นนี้ จึงจำเป็นต้องนำยางสังเคราะห์ชนิดต่างๆ ที่มีสมบัติเด่นด้านการทนต่อความร้อนและมีสมบัติเชิงกลที่ดีมาเบลนด์กับยางธรรมชาติ เพื่อให้ได้ยางที่มีสมบัติที่ดีที่มาจากทั้งของยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์

ยางเอทิลลีน พอลิไดอีน (ยางอีพีดีเอ็ม) เป็นยางสังเคราะห์ ที่มีโครงสร้างที่อึดด้วยที่สายโซ่หลัก และมีตำแหน่งที่วงไวยของพันธะคู่ที่กรุปด้านข้าง (side group) เพื่อช่วยการวัลคาไนซ์ ยางอีพีดีเอ็มจึงมีความทนทานต่อความร้อน ความต้านทานต่อโอโซนและสภาพอากาศ ที่ดีสำหรับยางโบรโมบิวไทล์ (BHIR) หรือ โบรมิเนตเตดโคพอลิเมอร์ ของไอโซบิวไทลีนกับไอโซพรีน มีโครงสร้างที่อึดด้วยของไอโซบิวไทลีน และไอโซพรีนที่ไม่อึดด้วยปริมาณเล็กน้อยที่เป็นตำแหน่งที่ช่วยในการวัลคาไนซ์และโบรมีนที่ช่วยเพิ่มความว่องไวต่อการวัลคาไนซ์ให้มากขึ้น ยางโบรโมบิวไทล์ จึงมีสมบัติที่คล้ายกับยางบิวไทล์ที่การซึมผ่านของก๊าซและไอน้ำต่ำ มีค่า vibration damping ที่สูง มีสมบัติ wet traction ที่ดี และทนทานต่อสารเคมีที่ดี อย่างไรก็ตามจะมีสมบัติที่ดีกว่ายางบิวไทล์และมีสมบัติที่คล้ายกับยางอีพีดีเอ็มในด้านความทนทานต่อความร้อน การถูกออกซิไดซ์ ความต้านทานต่อโอโซน

ดังนั้นการเบลนด์ยางธรรมชาติด้วยยางอีพีดีเอ็ม และยางโบรโมบิวไทล์ เพื่อให้ได้สมบัติที่เด่นของยางดังกล่าว มาเสริมสมบัติที่ดีของยางธรรมชาติ จะเป็นแนวทางที่จะช่วยแก้ปัญหาความล้มเหลวของชิ้นงานยางธรรมชาติในสภาวะที่รุนแรงขึ้นนี้ได้ แต่ปัญหาจะมีขึ้นสำหรับการเบลนด์ยางที่ต่างกันคือมีขั้วกับไม่มีขั้ว (NR/BHIR) หรือยางที่มีอัตราการวัลคาไนซ์ที่ต่างกันมาก (NR/EPDM) ถือนำมาซึ่งยางวัลคาไนซ์ที่มีสมบัติทางกายภาพ และสมบัติเชิงกลที่ไม่ดีนักอย่างไรก็ตามการเบลนด์ยางธรรมชาติกับยาง EPDM เพื่อให้ได้สมบัติที่ดีขึ้นสามารถทำได้โดย

1. การเลือกสารตัวเร่งที่มีความสามารถในการละลายในยาง EPDM ได้สูง
2. การปรับเปลี่ยนโมเลกุลยาง EPDM เช่น การนำยาง EPDM มาทำปฏิกิริยากับ มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride) เพื่อให้เกิด metal chelating group บนสายโซ่โมเลกุลหลักของยาง เมื่อเบลนด์กับยางธรรมชาติทำให้สมบัติของยาง เบลนด์ดีขึ้น เนื่องจากการเกิดพันธะเชื่อมโยงแบบ ionomeric ระหว่างซิงค์ออกไซด์ในยางธรรมชาติ กับ chelating group ในยาง EPDM

3. หรือการทำ halogenation ของยาง EPDM เพื่อเพิ่มตำแหน่งในการวัลคาไนซ์ให้กับยาง EPDM

สำหรับการเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์อาจทำได้โดยการปรับแต่งระบบการวัลคาไนซ์ให้เกิดการวัลคาไนซ์ในส่วนของยางแต่ละชนิดอย่างพอเพียง และการใช้สารช่วยให้เข้ากัน (compatibilizer)

อนึ่งการใช้ไมโครเวฟในกระบวนการผลิตของวัสดุต่างๆ เช่น พอลิเมอร์ เซรามิก คอมพอสิต นับว่าเป็นเทคโนโลยีที่ค่อนข้างใหม่ ที่สามารถจะนำมาปรับปรุงสมบัติทางกายภาพของวัสดุ และปรับเปลี่ยนกระบวนการผลิตที่เหมาะสมได้ ในกระบวนการผลิตของยางก็เช่นเดียวกัน การนำไมโครเวฟมาให้ความร้อนยางหนาก่อนการวัลคาไนซ์ (preheat) เช่นการ preheat หน้ายาง แก้มยางรถยนต์ใหญ่ หรือวัลคาไนซ์ยางแบบต่อเนื่องในผลิตภัณฑ์ยางจากเครื่องเอ็กซ์ทรูด (profile extrusion) เช่นการใช้งานในเครื่องยนต์ ยางขอบกระบอก ท่อยาง สายเคเบิล ซึ่งล้วนแต่มีปริมาณความต้องการที่เพิ่มมากขึ้น เหตุผลที่เริ่มมีการใช้ไมโครเวฟในการการวัลคาไนซ์แบบต่อเนื่องนั้น เนื่องจากการใช้ไมโครเวฟจะให้ศักยภาพที่ดีในภาคอุตสาหกรรมในเรื่องของการประหยัดพลังงาน และเวลาในการผลิต เกิดการใช้พลังงานอย่างมีประสิทธิภาพ การใช้พื้นที่ใช้งานและการดูแลที่น้อยกว่า และความร้อนจะเกิดที่ชิ้นงานโดยตรง โดยไม่มีการแผ่ความร้อนออกมา ไม่จำเป็นต้องให้ความร้อนไปที่อุปกรณ์ที่ใช้ ดังนั้นการทำงานจึงอยู่ในสภาวะแวดล้อมที่ดีกว่าระบบอื่น และยังสมารถที่จะพัฒนา และออกแบบการใช้งาน ให้ชิ้นงานมีรูปแบบที่ซับซ้อนขึ้นได้ นอกจากนั้นการพัฒนาใช้ระบบให้ความร้อนแบบอื่นร่วมกับไมโครเวฟ (Hybrid Heating Systems) จะช่วยให้กระบวนการผลิตสมดุลมากขึ้น ในการที่จะได้ซึ่งพลังงานที่ต้องการ และเวลาในการผลิตที่สั้นลง (process flow time) อย่างไรก็ตามชิ้นงานไม่สามารถที่จะได้รับความร้อนอย่างมีประสิทธิภาพ และทั่วถึงสม่ำเสมอ ถ้าเพียงแต่ใส่ชิ้นงานในตูอบไมโครเวฟ โดยที่ไม่มีการพิจารณา ความสัมพันธ์ การกระทำระหว่างไมโครเวฟและวัสดุชิ้นงาน และพบว่ารายงานการพัฒนากการใช้อย่างเบลนด์ ในระบบการวัลคาไนซ์ด้วยไมโครเวฟ มีน้อยมาก โดยเฉพาะการเบลนด์ระหว่างยางต่างชนิดกัน ยังไม่มีรายงานที่เด่นชัด

สำหรับประเทศผู้ผลิตยางธรรมชาติ เช่นประเทศไทยเรา ความจำเป็นในการวิจัยและพัฒนาใช้อยางธรรมชาติ ในงานด้านต่างๆมีมากขึ้น เนื่องจากการใช้ยางสังเคราะห์เข้ามาแทนที่ยางธรรมชาติ และการใช้งานของไมโครเวฟในกระบวนการผลิตยางและพอลิเมอร์ในเมืองไทยยังคงอาศัยเทคโนโลยีจากต่างประเทศ ผู้ประกอบการ และนักเทคโนโลยีวัสดุเองยังขาดความรู้ในการพัฒนากระบวนการผลิตด้วยไมโครเวฟอย่างมีประสิทธิภาพ และยางที่ใช้จะเป็นยางสังเคราะห์เกือบทั้งหมด

งานวิจัยนี้จึงเป็นการวิจัยและพัฒนาที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาอิทธิพลของปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อการเบลนด์ยางทั้งสองระบบและสมบัติของยางที่ได้ เพื่อจะได้องค์ความรู้ในเรื่องยางเบลนด์ที่สามารถกำหนดหรือเลือกใช้เทคโนโลยีที่ได้ให้เหมาะสมกับงานที่จะนำไปใช้ และการศึกษาสมบัติด้าน dielectric properties ของยางคอมปาวด์ระบบยางธรรมชาติเบลนด์ และพฤติกรรม

ของยางนั้นเมื่อผ่านไมโครเวฟ เพื่อที่จะสามารถใช้สมบัติที่ได้ ทำนายพฤติกรรมที่จะเกิดขึ้นในตู้
อบไมโครเวฟ สามารถใช้เป็นเครื่องมือวัดที่ปฏิบัติได้ง่าย และเป็นเทคนิคที่ประหยัด เหมาะกับการ
พัฒนาสูตรยางสำหรับการวัลคาไนซ์ด้วยไมโครเวฟและพัฒนากระบวนการผลิตอย่างต่อเนื่อง

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อศึกษาการเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางต่างชนิด เพื่อเป็นการพัฒนาการใช้งานของ
ยางธรรมชาติในผลิตภัณฑ์ยางชนิดต่างๆให้มากขึ้น

1.2.2 เพื่อทดสอบหาเทคนิคที่เหมาะสมในการเบลนด์ยางที่ต่างชนิดกันให้ได้สมบัติที่ดี

1.2.3 เพื่อทดสอบสมบัติเชิงเคมี ฟิสิกส์ เชิงกล สมบัติการไหล และความเข้ากันได้ของยางเบ
ลนด์ที่ได้

1.2.4 เพื่อทดสอบความสัมพันธ์ระหว่างชนิดและโครงสร้างของยาง การเบลนด์ยาง กับความ
สามารถในการดูดซับไมโครเวฟ และวัดสมบัติด้าน dielectric ของยาง

1.2.5 เพื่อทดสอบความสามารถในการแปรรูปของยางธรรมชาติเบลนด์ และการวัลคาไนซ์
ด้วยไมโครเวฟและอากาศร้อน

1.2.6 เพื่อเพิ่มมูลค่ายางพารา ผลิตผลทางการเกษตรของประเทศ

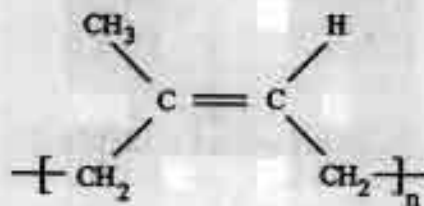
บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 โครงสร้างและสมบัติของยาง

2.1.1 ยางธรรมชาติ (Natural Rubber, NR)

ยางธรรมชาติมีสูตรโครงสร้างของโมเลกุลดังนี้



รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างโมเลกุลของยางธรรมชาติ (cis 1,4-polyisoprene)

ยางธรรมชาติเป็นสารประกอบไอโซพรีน มีน้ำหนักโมเลกุล (Mn) สูง เฉลี่ยประมาณ สองแสนถึงห้าแสน โดยที่ n มีค่าตั้งแต่ 5,000 จนถึงประมาณ 15,000

ยางธรรมชาติมีความถ่วงจำเพาะ 0.934 ที่ 20 °C และจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อยางถูกยืดหรือเย็นตัวลง มีดรรชนีหักเหของแสงเท่ากับ 1.5215-1.5238 ที่ 20 °C (Hoffman, 1989)

โครงสร้างหลักที่มีผลกระทบตอสมบัติของยาง คือ

1. ประกอบด้วยคาร์บอนและไฮโดรเจนล้วน ทำให้ยางธรรมชาติมีสมบัติไม่ทนน้ำมันปิโตรเลียมหรือน้ำมันพืช แต่จะเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดี
2. พันธะคู่ที่ว่องไวในปฏิกิริยา ทำให้สามารถวัลคาไนซ์ได้ด้วยกำมะถัน และทำให้ยางทำปฏิกิริยาได้ง่ายด้วยออกซิเจนและโอโซน ซึ่งเป็นสาเหตุของการเสื่อมของยางทำให้การออกสูตรยางธรรมชาติ จำเป็นต้องมีสารกันเสื่อม (Antioxidant) และสารต้านโอโซน (Antiozonate)
3. สายโซ่ที่เคลื่อนไหวหักงอไปมาได้ง่ายทำให้ยางธรรมชาติคงสภาพยืดหยุ่นได้ดี อาจจะใช้งานได้ที่อุณหภูมิต่ำมาก ยางธรรมชาติมีค่า Tg เท่ากับ -72°C ซึ่งต่ำกว่ายางสังเคราะห์อื่นๆ ยกเว้นเฉพาะยางบิวทาไดอินและยางซิลิโคนเท่านั้น (Hoffman, 1989)
4. ความสม่ำเสมอในโครงสร้างโมเลกุล ทำให้ยางธรรมชาติสามารถตกผลึกได้เมื่อยืด ทำให้มีความต้านทานแรงดึงสูงมากและทำให้มีค่า green strength สูง และ tack ดี
5. น้ำหนักโมเลกุลสูง ทำให้ยางมีความหนืดสูงเกินไปที่จะนำไปแปรรูปโดยตรง จึงต้องนำยางไปบด เพื่อให้ได้โมเลกุลเล็กลงก่อนนำไปใช้งาน

2.1.2 ยางอีพิตีเอ็ม (Ethylene Propylene Diene Rubber, EPDM)

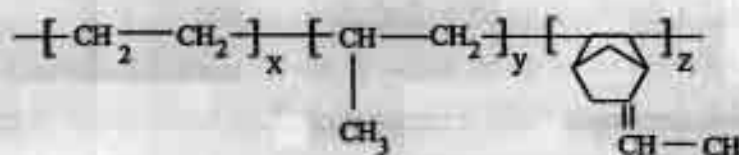
ยางอีพิตีเอ็มเป็นยาง ethylene propylene ที่มีการเติมไดอีนเข้าไปเพื่อปรับปรุงให้สามารถวัลคาไนซ์ได้ด้วยกำมะถัน โดยทั่วไปประมาณ 2-5% โดยน้ำหนักของสายโซ่โมเลกุล ไดอีนที่เติมเข้าไปนี้ไม่ได้อยู่ที่โซ่หลักของโมเลกุล แต่จะติดเป็นกิ่งก้านสาขา ดังนั้นถึงแม้จะเกิดการแตกของพันธะคู่ ก็จะไม่มีผลกระทบต่อสายโซ่หลัก ยางอีพิตีเอ็มจึงยังคงสมบัติในด้านความต้านทานต่อความร้อน แสง ออกซิเจน และ โอโซน ได้ดี

ชนิดของไดอีนที่ได้เข้าไป มีผลต่ออัตราการวัลคาไนซ์ของยาง เช่น เมื่อใช้ Ethylidene norbornene (ENB) จะให้ยางอีพิตีเอ็มที่มีอัตราการวัลคาไนซ์เร็วที่สุด หากใช้ 1,4 - Hexadiene ให้ยางอีพิตีเอ็มมีอัตราการวัลคาไนซ์ปานกลาง ส่วน Dicyclopentadiene (DCPT) จะทำให้ยางมีอัตราการวัลคาไนซ์ช้าที่สุด

สมบัติ

โครงสร้างยางอีพิตีเอ็มเป็นโครงสร้างที่อึดตัว ทำให้ยางมีความคงทนต่อการออกซิเดชัน และทนต่อโอโซน

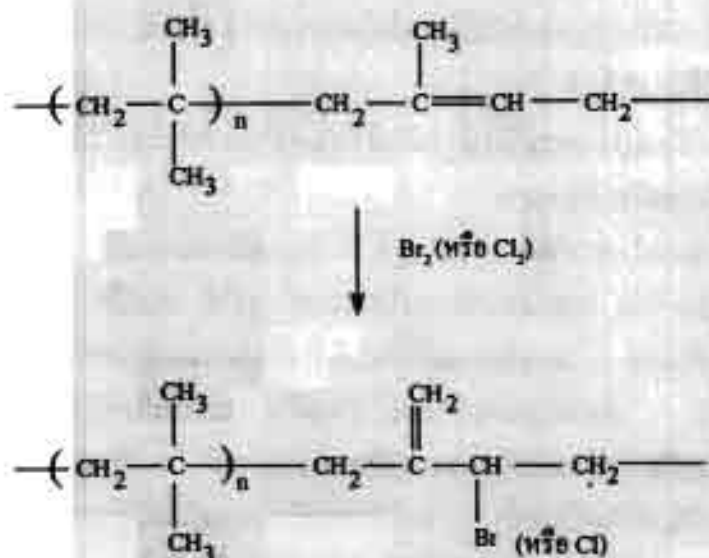
ยางอีพิตีเอ็มที่ใช้ในการทดลอง เป็นยางอีพาร์ ที่มีการเติมไดอีนชนิด ENB เข้าไปในโครงสร้าง 8 เปอร์เซ็นต์ มีโครงสร้างดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 สูตรโครงสร้างโมเลกุลของยางอีพิตีเอ็ม

2.1.3 ยางฮาโลจิเนตบิวไทล์

ยางฮาโลจิเนตบิวไทล์ เตรียมจากยางบิวไทล์ธรรมชาติโดยการทำปฏิกิริยากับโบรมีน หรือคลอรีน ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นที่หน่วยไอโซพรีน หลังจากทำปฏิกิริยาแล้วก็ยังคงมีความไม่อิ่มตัวอยู่เช่นเดิม แต่ตำแหน่งของพันธะคู่ได้เปลี่ยนแปลงไป ปฏิกิริยาต่อไปนี้แสดงตำแหน่งของการเกิดฮาโลจิเนต (Brydson, 1988)

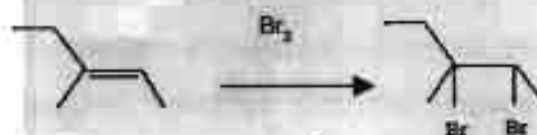


รูปที่ 2.3 ปฏิกริยาฮาโลจิเนชันของยางโบรโมบิวไทล์

ยางฮาโลบิวไทล์โดยปกติมีคลอรีนอยู่ 1.1-1.3 % หรือมีโบรมีนอยู่ 1.9-2.1 % โดยน้ำหนัก (พรพรรณ, 2540) การทำฮาโลเจนเนชันทำให้เพิ่มความว่องไวของพันธะคู่ ทำให้เกิดการวัลคาไนซ์ได้เร็วขึ้น และฮาโลเจนที่เกาะอยู่นั้นยังเป็นจุดที่จะทำให้เกิดการวัลคาไนซ์โดยวิธีอื่นที่ไม่ใช่กำมะถันได้ด้วย กล่าวโดยส่วนรวมการใส่ฮาโลเจนเข้าไปในยางบิวไทล์เพื่ออัตราการวัลคาไนซ์ของยางบิวไทล์เพิ่มขึ้นทัดเทียมกับพวกยางธรรมชาติและยางเอสปีอาร์ การเบลนด์ยางฮาโลจิเนตบิวไทล์กับยางธรรมชาติหรือยางเอสปีอาร์จึงสามารถทำได้ดีขึ้น

2.1.4 การดัดแปรและปรับปรุงสมบัติของยางอีพดีเอ็มด้วยปฏิกิริยาโบรมิเนชัน

สามารถทำได้โดยการนำยางอีพดีเอ็มมาทำปฏิกิริยาโบรมิเนชัน (Bromination) ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งการเกิดปฏิกิริยาโบรมิเนชันภายในสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์อาจเกิดการเกาะติดของโบรมีนบนโซ่โมเลกุลตรงตำแหน่งพันธะคู่ดังตัวอย่างปฏิกิริยา (Wake et al., 1983)



รูปที่ 2.4 ปฏิกิริยาโบรมิเนชันของยางไดอิน

ซึ่งการทำยางโบรมิเนตอีพดีเอ็ม (Brominated EPDM) ก็เพื่อปรับปรุงสมบัติการวัลคาไนซ์ของยางอีพดีเอ็ม จากการทดลองของ Yoon และคณะ (Yoon et al., 1996) พบว่า การเบลนด์ยางธรรมชาติ

ชาติกับยางโบรมิเนอ์พีดีเอ็มแสดงให้เห็นสมบัติโดยรวมดีขึ้น ทั้งสมบัติการวัลคาไนซ์ สมบัติทางความร้อน และสมบัติทางฟิสิกส์

2.1.5 การดัดแปรและปรับปรุงสมบัติของยางอีพีดีเอ็มด้วยการใช้มาลิกแอนไฮไดรด์ในการกราฟต์บนโมเลกุลยาง

ลักษณะโครงสร้างของโมเลกุล และสภาพความเป็นขั้วของพอลิเมอร์ เช่น พอลิโพรพิลีน พอลิเอทีลีน สามารถปรับปรุงให้สภาพขั้วสูงได้ โดยวิธีการกราฟต์ของมอนอเมอร์บนโมเลกุลของพอลิเมอร์ มาลิกแอนไฮไดรด์เป็นมอนอเมอร์ชนิดหนึ่งที่มีความสนใจในปฏิกิริยาการกราฟต์ เนื่องจากมาลิกแอนไฮไดรด์ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาเป็นไฮโดรพอลิเมอร์ได้ ภายใต้สภาวะที่ใช้กันโดยทั่วไป ในปฏิกิริยาการกราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์ของมาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลพอลิโอฟีนที่ไม่มีขั้ว ทำได้โดยวิธีการภายใต้สภาวะหลอมและสารละลายโดยการกราฟต์มาลิกแอนไฮไดรด์บนพอลิเมอร์ที่มีสภาพความเป็นขั้วต่ำ เช่น พอลิเตตระไฮโดรฟิวแรน (Polytetra-hydrofuran) พอลิคาร์โพรแลกตาม (Polycaprolactam) บนยางอีพียาร์ (Ethylene-Propylene Rubber, EPR) หรือยางอีพีดีเอ็ม (Ethylene-Propylene Diene monomer, EPDM) และพอลิเอไมด์ (Polyamide, PA) เป็นต้น

Coran (1988) ได้ทำการศึกษาการกราฟต์มาลิกแอนไฮไดรด์ บนโมเลกุลยางอีพีดีเอ็ม เพื่อทำให้เกิด metal chelating group บนไฮโดรคาร์บอนหลักของยางอีพีดีเอ็ม และทำการเบลนด์กับยางธรรมชาติ ซึ่งเกิดพันธะเชื่อมโยงแบบ ionomeric ระหว่างซิงค์ออกไซด์ในยางธรรมชาติกับ Chelating group ในยางอีพีดีเอ็ม โดยทำปฏิกิริยาการกราฟต์บนเครื่องผสมแบบเบนด์ที่อุณหภูมิ 245-250 °C

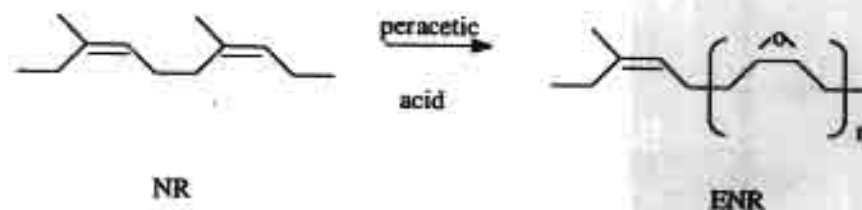
Carone *et al* (1999) ได้ทำการศึกษาการกราฟต์โคพอลิเมอร์มาลิกแอนไฮไดรด์ระหว่างยางธรรมชาติกับพอลิเอไมด์ โดยการใส่มาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลยางธรรมชาติขณะอยู่บนเครื่องบดยางสองลูกกลิ้ง ก่อนที่จะใส่พอลิเอไมด์เข้าไป ปฏิกิริยาการกราฟต์จะเกิดขึ้น ระหว่างกระบวนการแปรรูปที่อุณหภูมิสูงถึง 240 °C เพื่อปรับปรุงสมบัติทางด้านความทนต่อแรงกระแทก (Impact strength) ที่อุณหภูมิต่ำ

Garcia *et al* (1999) ได้ทำการศึกษาเรื่องการวิเคราะห์หาปริมาณการกราฟต์ มาลิกแอนไฮไดรด์บนพอลิโพรพิลีน ใช้วิธีทางเคมีโดยการไตเตรต และใช้เครื่องฟูเรียร์-ทรานสฟอร์มอินฟราเรดโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) โดยการสังเกตการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ 1792 cm^{-1} ซึ่งแสดงค่าการดูดกลืนของหมู่ Succinic anhydride symmetric C=O stretching และแถบการดูดกลืนที่ 1784 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ Polymeric anhydride symmetric C=O stretching นำมาเทียบเป็นอัตราส่วนกับแถบการดูดกลืนที่ 973 cm^{-1} และได้หาปริมาณการกราฟต์ของมาลิกแอนไฮไดรด์ โดยวิธีการไตเตรตกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ในเอทานอลเข้มข้น 0.05 N โดยในการทดลองทำปฏิกิริยาการกราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซ์กับมาลิกแอนไฮไดรด์ในเครื่องผสมแบบปิด

Grigoryeva *et al* (2000) ได้มีการศึกษาการกราฟต์มาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลยางอีพดีเอ็ม (Ethylene-Propylene diene Rubber, EPDM) โดยใช้ peroxide เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา โดยทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไรซันบนเครื่องผสมแบบบราเบนเดอร์พลาสติคเตอร์ รวมทั้งได้ศึกษาถึงการใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) ตรวจดู พอลิเมอร์ที่ทำการกราฟต์ รวมไปถึงการใช้วิธีทางเคมีด้วยวิธีการไตเตรดกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide) ซึ่งทำปฏิกิริยากับหมู่แอนไฮไดรด์ที่ทำการกราฟต์

2.1.6 การดัดแปรและปรับปรุงสมบัติยางธรรมชาติด้วยปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน

ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันของยางธรรมชาติและยางพอลิไดอีนชนิดอื่น ๆ สามารถทำในสภาวะที่เป็นน้ำยาง (latex state) และในสภาวะสารละลาย (solution state) เช่น ละลายในคลอโรฟอร์ม เบนซีนหรือโทลูอิน เป็นต้น โดยใช้เปอร์แอซิด (peracids) หรือเปอร์ออกไซด์ (peroxides) เป็นสารอีพอกซิไดซ์ (epoxidizing agent) หรือใช้กรดเปอร์ออกซีคาร์บอกซิลิก (peroxy carboxylic acid) เป็นสารทำให้เกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันในการเตรียมผลิตภัณฑ์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ โดยทั่วไปใช้กรดอะซิติกและกรดฟอร์มิกในปฏิกิริยา โดยการผสมไปพร้อมๆ กันแล้วทำให้เกิดกรดเปอร์ออกซีคาร์บอกซิลิกแล้วทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน แสดงตามสมการเคมี (Gelling, 1984)



รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

วิธีที่นิยมใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีหลายวิธี เช่น โดยวิธีโบรมิเนชัน โดยวิธีการใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวเร่ง และการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์โดยการทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันด้วยกรดเปอร์อะซิติก (David *et al.*, 1984)

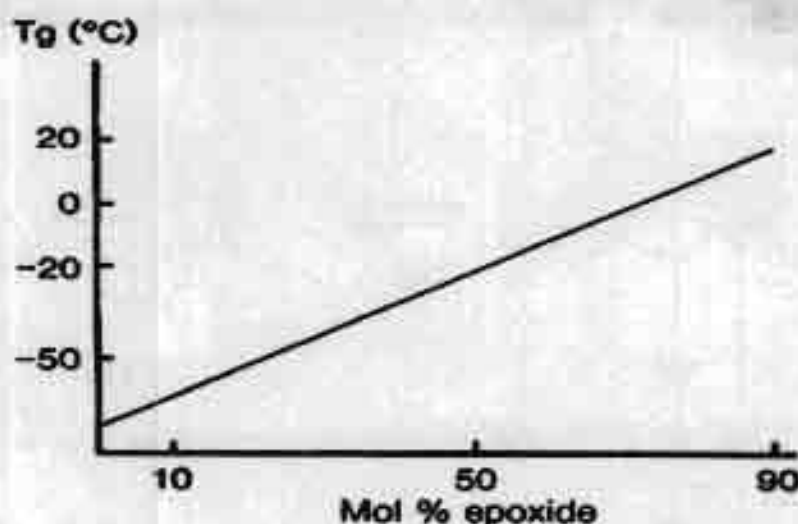
2.1.6.1 การวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติอีพอกไซด์

จากยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่เตรียมได้ จำเป็นต้องมีการวิเคราะห์เพื่อยืนยันว่าได้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์จริง ซึ่งการวิเคราะห์ใช้เป็นหลักฐานในการยืนยันว่าโครงสร้างของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ได้เป็นยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ต้องการ โดยไม่มีการแตกออกของวงแหวนอีพอกไซด์ โดยใช้เทคนิควิเคราะห์ด้วยอินฟราเรด (IR) สเปกโตรสโคปี ซึ่งใช้วิเคราะห์เพื่อหาหมู่แสดงสมบัติเฉพาะตัว (functional group) แสดงสัญญาณดูดกลืนแสงที่ตำแหน่ง 870 และ 1240 cm^{-1} คือ เป็นแถบการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของวงแหวนอีพอกไซด์และจะไม่พบสัญญาณ

การดูดกลืนแสงของหมู่ไฮดรอกซิล ($-OH$) หรือหมู่คาร์บอนิล ($C=O$) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $3800-2700\text{ cm}^{-1}$ และ $1900-1500\text{ cm}^{-1}$ ตามลำดับ ซึ่งเป็นหมู่ที่เกิดจากการแตกออกของวงแหวนอีพอกไซด์ (Davey and loadman, 1984)

2.1.6.2 สมบัติทั่วไปของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ยังไม่วัลคาไนซ์

ยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีสมบัติส่วนใหญ่ขึ้นอยู่กับปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่มีในโครงสร้าง มีความต้านทานต่อแรงดึงสูงเช่นเดียวกับยางธรรมชาติ กล่าวคือจะเกิดผลึกขณะได้รับแรงดึง และที่ระดับปริมาณของวงแหวนอีพอกไซด์ต่างกันจะมีผลทำให้อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (glass transition temperatures ; T_g) แตกต่างกัน กล่าวคือ เมื่อระดับการเกิดปฏิกิริยาอีพอกซิเดชันเพิ่มขึ้นทุก ๆ 1 โมลเปอร์เซ็นต์ จะทำให้ค่า T_g มีค่าเพิ่มขึ้น 1 องศาเซลเซียส ตัวอย่างเช่น ยาง ENR25 มีค่า T_g เท่ากับ -48 องศาเซลเซียส ในขณะที่ยาง ENR50 จะมีค่า T_g เท่ากับ -23 องศาเซลเซียส เป็นต้น ความสัมพันธ์ระหว่างค่า T_g กับจำนวนโมลเปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์แสดงดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 ความสัมพันธ์ระหว่างค่า T_g กับจำนวนโมลเปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (Gelling, 1984)

2.2 การเบลนด์ยาง

ในการเบลนด์ยางนั้น จะต้องคำนึงถึงความเข้ากันได้ของยางทั้งสองชนิดที่นำมาเบลนด์กัน โดยทั่วไปแล้วความเข้ากันได้ของยางเบลนด์นั้นขึ้นอยู่กับปัจจัย 3 อย่างคือ (Coran, 1991)

1. ความไม่เข้ากันของความหนืด (Viscosity Incompatibility) ถ้าความหนืดซึ่งขึ้นกับพลังงานพื้นผิวนี้เข้ากันได้ดี ก็จะได้ยางเบลนด์ที่เข้ากันได้ดีตั้งแต่ในขั้นตอนของการผสม ความเข้ากันได้

ไม่ได้สามารถปรับปรุงได้โดยการปรับอัตราส่วนของน้ำมันหรือสารตัวเติม หรือปรับปรุงในส่วนของการกระบวนการแปรรูป และสามารถปรับปรุงโดยการปรับความหนืดของยางดิบได้

2. ความไม่เข้ากันของเทอร์โมไดนามิกส์ (Thermodynamic Incompatibility) ความเข้ากันไม่ได้ของเทอร์โมไดนามิกส์ สามารถปรับปรุงได้ ถ้าความแตกต่างของพลังงานพื้นผิวนั้นมีค่าแตกต่างกันไม่มากจนก่อให้เกิดเป็นกลุ่มก้อนของยางที่มีขนาดใหญ่ และมีความสามารถในการยึดติดระหว่างเฟส อย่างเพียงพอ

3. ความไม่เข้ากันของอัตราการวัลคาไนซ์ (Cure-rate Incompatibility) การที่อัตราเร็วในการวัลคาไนซ์ไม่เข้ากัน เป็นผลมาจากการที่ยางแต่ละชนิดมีพลังงานกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ที่แตกต่างกัน นอกจากนี้ยังมีผลมาจากการที่สารเคมีกระจายตัวในยางแต่ละชนิดไม่เท่ากันด้วย โดยเฉพาะ สารตัวเร่ง (Accelerator) หรือ สารที่ใช้ในการวัลคาไนซ์ (Vulcanizing agent)

2.3 การตรวจสอบความเข้ากันได้

การตรวจสอบความเข้ากันได้ของยางเบลนด์ นั้นกระทำได้หลายวิธี (Sudhin and Davis, 1996) เช่น การตรวจสอบสภาพทางโครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning electron microscope, SEM) การวิเคราะห์ด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (Nuclear magnetic resonance, NMR) หรือการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-infrared spectroscopy) การหาอุณหภูมิสภาพแก้ว (Glass Transition Temperature, Tg) ด้วยเครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC) เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถตรวจสอบความเข้ากันได้ในสภาวะการแปรรูปด้วยเครื่อง Capillary extrusion rheometer

2.4 การศึกษาสมบัติการไหลและความเข้ากันได้ของยางเบลนด์ด้วยเครื่อง Capillary Extrusion Rheometer

การศึกษสมบัติการไหลด้วยเครื่อง Capillary extrusion rheometer อาศัยทฤษฎีการไหลของของไหล โดยสมการ power law equation ดังสมการที่ 2.1 (Kundu et al., 1997)

$$\tau = K(\dot{\gamma})^n \quad (2.1)$$

เมื่อ τ เป็น true shear stress
 $\dot{\gamma}$ เป็น true shear rate
 K เป็น consistency index
 n เป็น flow behavior index

เมื่อ $n = 1$ วัตถุนั้นจะเป็นของไหลนิวโทเนียนโดยธรรมชาติ ($\tau \propto \dot{\gamma}$) ส่วนระบบที่ไม่ใช่ นิวโทเนียนนั้น จะเป็นดังนี้

$n > 1$ วัตถุนั้นเป็น dilatant (shear thickening) ความหนืดเพิ่มขึ้น (η_a) เมื่อเพิ่มอัตราการเฉือน

$n < 1$ วัสดุเป็น pseudoplastic โดยธรรมชาติ กล่าวคือ ความหนืดลดลงเมื่ออัตราการเฉือนเพิ่มขึ้น

โดยที่พอลิเมอร์ส่วนใหญ่แสดงลักษณะ pseudoplastic และอาจจะเข้าหรือไม่เข้ากันทางเทอร์โมไดนามิกส์ ซึ่งขึ้นอยู่กับ เอนทัลปีของการผสม (ΔH_m) ว่าเป็นค่าบวกหรือค่าลบ พอลิเมอร์เบลนด์ที่เกิดปฏิกิริยาระหว่างเฟสนั้นจะต้องมีเอนทัลปีของการผสมที่เป็นลบ เช่นเดียวกันความหนืดของยาง เบลนด์จะเป็นไปตามกฎผลบวกของลอการิทึม ดังสมการที่ 2.2 (Ultracki and Kamal, 1982)

$$\text{Log } \eta_s = \sum W_i \text{Log } \eta_i \quad (2.2)$$

เมื่อ η_i เป็น ความหนืดจริงของพอลิเมอร์องค์ประกอบที่อัตราการเฉือนน้อยๆ

η_s เป็น ความหนืดจริงของพอลิเมอร์เบลนด์ที่อัตราการเฉือนน้อยๆ

W_i เป็นสัดส่วนน้ำหนักของพอลิเมอร์องค์ประกอบ

คาปิลลารีรีโอมิเตอร์มีหลักการการทำงานที่ง่าย ๆ คือใช้ความดันดันให้ของไหลไหลผ่านท่อคาปิลลารี ของไหลที่มีความหนืดมากต้องใช้ความดันมากในการดันให้ของไหลไหลผ่านท่อคาปิลลารี ความหนืดจะเป็นฟังก์ชันเชิงเส้นกับอัตราความดันต่ออัตราการไหล คาปิลลารีเป็นเครื่องมือวัดลักษณะไม่เป็นเชิงเส้นเพราะว่ามีการเปลี่ยนแปลงในระดับไซโมเลกุล

สมบัติการไหลของพอลิเมอร์ในหัวคายในเครื่องคาปิลลารี สรุปได้ดังสมการต่อไปนี้

สมบัติการไหลในคาปิลลารี (Capillary Flow)

$$1. \text{ ความเค้นเฉือนที่ผนัง} \quad \tau_w = R \Delta P / 2L \quad (2.3)$$

(Wall shear stress (Pa))

$$2. \text{ อัตราการเฉือนปรากฏที่ผนัง} \quad \dot{\gamma}_{app} = 4Q / \pi^3 \quad (2.4)$$

(Apparent wall shear rate (s^{-1}))

$$3. \text{ ความหนืดเฉือนที่ปรากฏ} \quad \eta_s = \tau_w / \dot{\gamma}_{app} \quad (2.5)$$

(Apparent shear Viscosity (Pa*s))

โดย

R คือ รัศมีของคายคาปิลลารี (m)

L คือ ความยาวของคายคาปิลลารี (m)

ΔP คือ ความดันตกคร่อมในคาย (pressure drop, (Pa))

Q คือ อัตราการไหล (m^3/s)

τ_w คือ ความต้านเฉือนที่ผนัง

$\dot{\gamma}_{app}$ คือ อัตราการเฉือนปรากฏที่ผนัง

η_s คือ ความหนืดเฉือนที่ปรากฏ

การคำนวณค่าสมบัติการไหลของพอลิเมอร์ทั้งความต้านเฉือน อัตราการเฉือน และความหนืดเฉือน ในสมการที่ 2.3-2.5 เป็นค่าที่เป็นสมบัติปรากฏ (Apparent values) แทนที่จะเป็นค่าจริงของการไหลและการผิดรูปของพอลิเมอร์ ทั้งนี้เนื่องจากการคำนวณได้ใช้ของเหลวนิวโตเนียนเป็นตัวเปรียบเทียบ ดังนั้นจึงมีความจำเป็นที่ต้องคำนวณหาค่าสมบัติการไหลที่เกิดขึ้นจากการไหลของพอลิเมอร์ การคำนวณหาค่าจริงของความต้านเฉือนทำได้โดยใช้หลักการแก้ไขของแบกเลย์ (Bagley correction) และถ้าต้องการหาค่าอัตราการเฉือนจริง หาได้จากหลักการแก้ไขของราบิโน-วิทซ์ (Rabinowitsch) (เจริญ, 2542)

2.5 การศึกษาพลังงานกระตุ้นของการวัลคาไนซ์

ในการศึกษาพลังงานกระตุ้นของการวัลคาไนซ์นั้นมีการศึกษาอยู่หลายแบบด้วยกัน สำหรับในที่นี้สมการที่ใช้ศึกษานั้นตั้งอยู่บนพื้นฐานของ state of cure ในเทอมของ อุณหภูมิ เวลา การในอบ และปัจจัยพื้นฐานในการอบ ซึ่งเป็นวิธีการที่ค่อนข้างเร็ว และศึกษาถึงผลกระทบหลักที่มีต่อระบบ ตลอดถึงปฏิกิริยาที่ขึ้นอยู่กับ state of cure ในการศึกษาครั้งนี้จะใช้สมการ state of cure in heterogeneous rubber blends ของ Claxton และ Liska ดังนี้ (1964 อ้างโดย Sengundid and Konar, 1997)

$$K = \frac{M}{M_\infty} = 1 - e^{-k(t-t_0)} \quad \text{เมื่อ } t > t_0 \quad (2.6)$$

เมื่อ K คือ สัดส่วนมอดุลัสที่เพิ่มขึ้น (Fraction modulus)

M_∞ คือ มอดุลัสที่เพิ่มสูงสุด เมื่อยางวัลคาไนซ์เต็มที่

M คือ มอดุลัสของยางที่เพิ่มขึ้นที่เวลา t

t_0 คือช่วงเวลาก่อนยางที่เริ่มวัลคาไนซ์หรือช่วงเวลาก่อนที่ค่ามอดุลัสจะเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน

k คือ ค่าคงที่อัตราการวัลคาไนซ์ของยางซึ่งเป็นส่วนกลับของเวลา

เมื่อใช้ Arrhenious - type equation แก้ไขความคลาดเคลื่อนของ k และ t_0 จะได้

$$k = Ae^{-E_1/RT} \quad (2.7)$$

$$= e^{(S_1 - E_1/2T)} \quad (2.8)$$

$$t_0 = B e^{E_2 / RT} \quad (2.9)$$

$$= e^{(-S_2 + E_2 / RT)} \quad (2.10)$$

เมื่อ A และ B เป็น ค่าคงที่ของรูปว่าง

E_1 และ E_2 เป็น พลังงานกระตุ้นในการวัดคาโนซ์

R เป็นค่าคงที่ของแก๊ส (มีค่าเท่ากับ $2.0 \text{ cal mol}^{-1} \text{K}^{-1}$)

T เป็นอุณหภูมิ องศาสัมบูรณ์ (เคลวิน)

S_1 และ S_2 เป็น ตัวแปรที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิ

สมการที่ (2.9) สามารถเขียนใหม่ได้เป็น t_0 ซึ่งใช้หาค่า K ได้ดังนี้

$$t_K = t_0 + (1/k) \ln(1-K)^{-1} \quad (2.11)$$

เมื่อ $0 \leq K \leq 1$

ที่อุณหภูมิอ้างอิง T , และ equivalent time (t_{eq}) ทำให้สามารถหา state of cure ได้ (K) ได้ดังนี้

$$t_{eq} = t_0 + (1/k_r) \ln(1-K)^{-1} \quad (2.12)$$

$$= t_0 + (t_K - t_0)(k/k_r) \quad (2.13)$$

สมการที่ (2.10) สามารถแทนค่า T ด้วย T , จะได้

$$t_0 = e^{(-S_2 + E_2 / RT)} \quad (2.14)$$

จากสมการที่ (2.10) และ (2.14) จะได้ว่า

$$t_0/t_0 = e^{[(E_2) / (1/T - 1/T)]} \quad (2.15)$$

ในทำนองเดียวกันเราจะได้ว่า

$$k_r = e^{(S_1 - E_1 / RT)} \quad (2.16)$$

และ

$$k/k_r = e^{[(E_1/2) \times (1/T - 1/T)]} \quad (2.17)$$

ดังนั้นเราจะได้ t_{eq} ที่อุณหภูมิอ้างอิง, T ,

$$t_{eq} = t_0 e^{[(E_2) \times (1/T - 1/T)]} + (t_K - t_0) e^{[(E_1/2) \times (1/T - 1/T)]} \quad (2.18)$$

นั่นคือเราสามารถที่จะคำนวณ equivalent cure time ที่อุณหภูมิอ้างอิงได้ง่าย ถ้าเรารู้ induction period time, t_0 และเวลา t_K ที่ อุณหภูมิ T

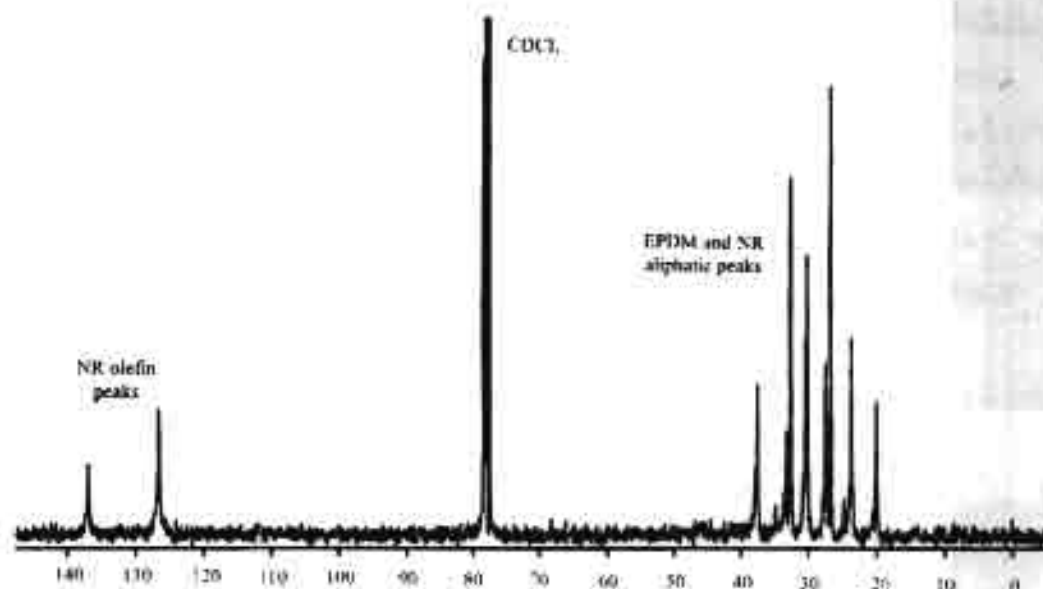
2.6 การศึกษาการกระจายตัวของพันธะเชื่อมขวางในยางแต่ละเฟสของยางเบลนด์ ด้วยเครื่อง Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR)

2.6.1 Swollen-State NMR Spectroscopy

เทคนิคการกระจายตัวของพันธะเชื่อมขวางของพอลิเมอร์นั้น ใช้เทคนิคการศึกษาในสภาพที่เกิดการพองตัว (Swollen-State) โดยอาศัยหลักการที่ว่าสเปกตรัมที่ได้จากเครื่อง NMR ของพอลิเมอร์จะกว้างกว่าโมเลกุลขนาดเล็ก และความกว้างของสัญญาณที่ได้จะเพิ่มขึ้น เมื่อพอลิเมอร์เกิดพันธะเชื่อมขวาง จากหลักการพื้นฐานดังกล่าวเกี่ยวข้องกับความสามารถในการเคลื่อนไหวของโซ่โมเลกุล

ในยางเบลนด์สามารถใช้สเปกตรัมที่ได้จากเครื่อง FT-NMR โดยในกรณีในยางเบลนด์ที่มีความอึดตัว การใช้เทคนิค ^1H -NMR อาจก่อให้เกิดสัญญาณที่ซ้อนทับกันมาก จากอัลคิล-โปรตอน (Tinker, 1995) แต่การใช้เทคนิค ^{13}C -NMR สามารถให้สัญญาณที่กระจายอย่างชัดเจน

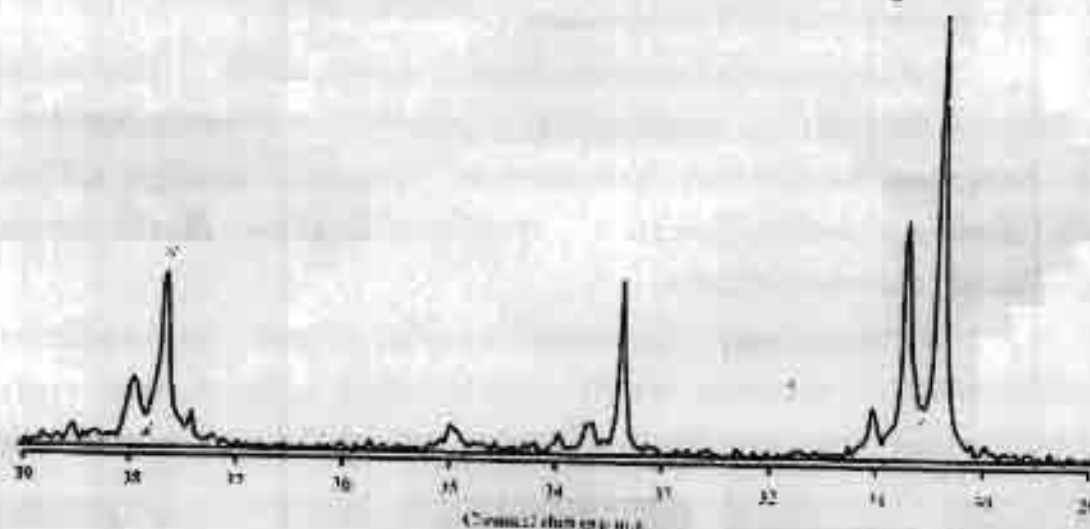
Brown et al (1992) ได้ศึกษาเทคนิคการใช้ ^{13}C -NMR สำหรับยางเบลนด์ของยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ซึ่งวิธีการหาความกว้างพีคของ ^{13}C -NMR ในยางธรรมชาติจะเกิดสัญญาณ โอเลฟิน ณ ตำแหน่ง 125 p.p.m หรือ 135 p.p.m โดยสองพีคที่ได้ไม่เกิดการซ้อนทับกับสัญญาณอื่นๆ (ดังรูปที่ 2.7) การวิเคราะห์ความกว้างพีคสามารถวิเคราะห์ได้โดย วัดค่าความกว้างพีคที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีค



รูปที่ 2.7 สเปกตรัมของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มที่ได้จากเครื่อง FT-NMR

Brown and Tinker (1996) ได้ศึกษาเทคนิคการใช้ ^{13}C -NMR ในยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มลักษณะพีค 2 สัญญาณที่สามารถเห็นการเปลี่ยนแปลง

ความเข้มข้นของยางอีพิตีเอ็มได้ชัดเจน และไม่เกิดสัญญาณซ้อนทับกับสัญญาณจากยางธรรมชาติ คือพีคที่ 3 พีคที่ตำแหน่ง 30 p.p.m หรือ 2 พีคที่ตำแหน่ง 37 p.p.m ดังรูป 2.8



รูปที่ 2.8 สเปกตรัมของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มที่ได้จากเครื่อง FT-NMR ในช่วงของอีพิตีเอ็มโอลิฟาติก

แม้ว่าพีคแต่ละพีคที่ตำแหน่ง 30 และ 37 p.p.m เป็นสัญญาณคาร์บอนอะตอมที่แตกต่างกันของยางอีพิตีเอ็ม แต่พีคแต่ละพีคจะมีความกว้างขึ้น เมื่อยางอีพิตีเอ็มเกิดพันธะเชื่อมโยง เพิ่มขึ้น ซึ่งการคำนวณโดยการหา H% สามารถคำนวณ โดยใช้อัตราส่วนระหว่างความสูงของสัญญาณพีคที่ตำแหน่ง (a,a') กับความสูงของสัญญาณพีคที่ตำแหน่ง (b,b')

ความกว้างพีคสัญญาณที่ได้ นำไปสร้างกราฟมาตรฐานขึ้นมา ระหว่างความเข้มข้น วิธีความเค้น-ความเครียด กับความกว้างพีคที่ได้จาก FT-NMR ดังนั้นก็สามารถทราบความเข้มข้นเชื่อมขวางในยางเบลนด์แต่ละเฟสได้ ซึ่งการหาความเข้มข้นโดยวิธีความเค้น-ความเครียด สามารถหาได้โดยวิธีดังต่อไปนี้

2.6.2 การหาความเข้มข้นเชื่อมขวางโดยวิธีความเค้น-ความเครียด

การหาความเข้มข้นโดยวิธีความเค้น-ความเครียดจะกระทำในขณะที่ยางยึดในสภาวะที่สมดุลโดยอาศัยหลักการดังต่อไปนี้ (อ้างโดยอดิศักดิ์, 2542)

$$F = B[a - (1/a^2)] \quad (2.19)$$

โดยที่ F = แรงที่ใช้ยึด (dynes)

B = พารามิเตอร์ของการยืดหยุ่น

a = ความยาวของยางยืด/ความยาวของยางก่อนยืด

B เป็นพารามิเตอร์ในการยืดหยุ่น และมีค่าดังนี้

$$B = DRTA_0/M_c \quad (2.20)$$

- โดยที่ D = ความหนาแน่นของยางธรรมชาติที่วัดค่าในหน่วย (g/cm^3)
 R = ค่าคงที่ของก๊าซ ($8.31 \times 10^7 \text{ erg/mole}$)
 T = อุณหภูมิสัมบูรณ์ (K)
 A_c = พื้นที่หน้าตัดของยางก่อนยืด (cm^2)
 M_c = น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของยางระหว่างการเชื่อมโยงของโซ่โมเลกุลข้าง

เคียง

พารามิเตอร์ในการยืดนั้นจะประกอบด้วยสองส่วนคือ พารามิเตอร์ในการยืดที่ไม่แปรตามระยะการยืด ($2A_c C_1$) และพารามิเตอร์ที่แปรตามระยะการยืด ($2 A_c C_2/a$) ดังนั้นเราสามารถเขียนค่าพารามิเตอร์ B ใหม่ได้ดังนี้

$$B = (2 A_c C_2/a) + (2A_c C_1) \quad (2.21)$$

จัดใหม่ได้ว่า

$$M_c = DRTA_c / (2A_c C_1) \quad (2.22)$$

และจะได้ว่า

$$F / (a - (1/a^2)) = 2A_c C_1 + 2A_c C_2/a \quad (2.23)$$

ซึ่งเมื่อพล็อตกราฟจากสมการดังกล่าวจะได้กราฟเส้นตรงและสามารถหา ค่า M_c ได้ดังนี้

$$M_c = DRTA_c / \text{ค่าที่จุดตัดแกน Y} \quad (2.24)$$

เนื่องจากโมเลกุลยางนั้นเป็นโมเลกุลที่ใหญ่มากทำให้ไม่ต้องคำนึงถึง ปลายโมเลกุลจึงได้แก้ไขค่าดังนี้

$$1/M_c^{\text{corr}} = 1/M_c + 5.44/M_n \quad (2.25)$$

ปริมาณการเชื่อมโยงในยางโดยทั่วไปมักจะบอกในรูปของความเข้มข้นของ (Cross - link density) $[X]$ ซึ่งหมายถึงจำนวนโมลของปริมาณการเชื่อมโยงต่อยางวัลคาไนซ์ 1 กรัม ถ้าหากว่าชนิดของปริมาณการเชื่อมโยงเป็นแบบ tetra - functional แล้วจะได้ว่า

$$[X] = 1/2M_c \quad (2.26)$$

ในการทดลองนี้ใช้สมการ 2.26 ในการหาความเข้มข้นเนื่องจากไม่ทราบค่า M_n

2.7 โฟมยาง

ยางที่มีโครงสร้างเป็นเซลล์อาจได้จากการผลิตด้วยน้ำยาง หรือยางแห้งจะเรียกว่า "sponge rubber" ซึ่งโครงสร้างเซลล์จะมีทั้งเซลล์เปิด และปิด ซึ่งมีลักษณะแตกต่างกันดังนี้

2.7.1 โฟมยางแบบเซลล์เปิด (Open-cell sponge rubber)

การผลิตโฟมยางแบบเซลล์เปิดมักใช้สารฟูชนิด Na_2CO_3 หรือใช้ร่วมกับตัวอื่นเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพ การขยายตัวของโฟมเกิดขึ้นขณะให้ความร้อนแก่ยางคอมปาวด์ที่ขยายตัวนั้นเกิด การคงรูป ได้อย่างรวดเร็วและไม่ยุบ ในยางคอมปาวด์ที่ผลิตแบบเซลล์เปิดมักมีการเติมพลาสติกไซเซอร์ปริมาณมาก เพื่อเอื้อต่อการเกิดเซลล์แบบเปิด

สารตัวเติมเพื่อลดต้นทุนหรือปรับปรุงประสิทธิภาพ เช่น เชม้าคำ หรือ แคลเซียมซิลิเกต จะหน่วงการขยายตัวของโฟมยาง ดังนั้นการใช้สารตัวเติมชนิดเสริมประสิทธิภาพอนุภาคเล็ก จะใช้ปริมาณน้อยกว่าพวกลดต้นทุนอนุภาคใหญ่

2.7.2 โฟมยางแบบเซลล์ปิด (Closed-cell sponge rubber)

โฟมยางแบบเซลล์ปิดจะมีโครงสร้างต่อเนื่องกัน การผลิตจะมีหลาย ๆ วิธี (Klemper and Frisch, 1991) เช่น

1. การอัดเบ้าโดยใช้ความดันต่ำ (Low Pressure Molding)
2. การอัดเบ้าโดยใช้ความดันสูง (High Pressure Molding)
3. การเอ็กซ์ทรูดแล้ววัลคาไนซ์ต่อเนื่องแบบไม่มีความดัน (Continuous Extrusion at Ambient Pressure)

ทั้งสามวิธีการผลิตคล้ายคลึงกันในเรื่องการใช้สารฟูเคมี (chemical blowing agent) ที่ให้ก๊าซออกมา โดยชนิดและปริมาณก๊าซจะขึ้นอยู่กับชนิดของสารฟู ส่วนใหญ่มักนิยมใช้สารฟูแบบให้ก๊าซในโตรเจน เพราะการซึมผ่านต่ำกว่าชนิด คาร์บอนไดออกไซด์ โดยสารฟูที่นิยมใช้และให้ก๊าซในโตรเจนเป็นส่วนใหญ่ได้แก่ พวก Azo, Hydrazide, และ Nitroso ซึ่งอุณหภูมิการสลายตัวของกลุ่ม Azo และ Nitroso จะสูง ส่วนสารฟูกกลุ่ม Hydrazide จะว่องไวกว่า แตกตัวได้เร็ว แต่พบว่าสารฟู Hydrazide จะหน่วงการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ จึงมักจะผสมกับสารฟูตัวอื่น ๆ ไม่นิยมใช้เดี่ยว ๆ

การวัลคาไนซ์โฟมยางแบบเซลล์ปิดจะคล้ายคลึงกับเซลล์เปิด แต่มีข้อแตกต่างว่าโครงสร้างเซลล์แบบปิดต้องให้อัตราการวัลคาไนซ์เร็วกว่ามาก และการใช้ระบบสารตัวเติมจะเลือกใช้ชนิดเสริมประสิทธิภาพได้มากกว่าด้วย แต่ปริมาณการใช้ก็จำกัดเช่นเดียวกัน เพราะถ้ามากเกินไปโฟมจะขยายตัวได้ยาก ทำให้ส่วนใหญ่จะออกสูตรให้ใช้สารตัวเติมเสริมประสิทธิภาพร่วมกับสารตัวเติมพวก mineral filler

2.8 วิธีการวัลคาไนซ์และเครื่องมือ

การวัลคาไนซ์โดยใช้อากาศร้อนวิธีนี้เป็นกระบวนการต่อเนื่องและใช้กันมากที่สุดในการวัลคาไนซ์ยางเอ็กซ์ทรูด ยางที่เอ็กซ์ทรูดออกมาจากเครื่องให้นำผ่านช่องที่วางในแนวนอนหรือแนว

ตั้งย่างที่บางๆ จะใช้เวลาไม่กี่วินาทีก็จะมีอุณหภูมิสูงเท่าที่ต้องการ แต่ย่างที่หนา ๆ จะต้องใช้เวลาานพอควร

การวัดคาในซ์โดยใช้อากาศร้อนแบบต่อเนื่องมี 2 วิธี (บุญธรรม, 2534)

1. การวัดคาในซ์โดยใช้เตาอากาศร้อนแบบแนวนอน
2. การวัดคาในซ์โดยใช้เตาอากาศร้อนแบบแนวตั้ง

ทั้งเตาแบบแนวนอนและแนวตั้ง ขนาดของยางส่วนที่ห้อยโค้งก่อนที่จะเข้าเตาจะต้องรักษาให้มีขนาดคงที่ เพื่อควบคุมให้ขนาดยางออกมามีขนาดสม่ำเสมอ เตาทั้งสองแบบ สามารถทำให้ร้อนด้วยแถบความร้อน แท่งอินฟราเรด แท่ง Calrod แท่ง Glas - Coil หรืออุปกรณ์ให้ความร้อนที่สะอาดอื่น ๆ ทุกระบบของการวัดคาในซ์จะต้องมีช่องระบายสารที่ระเหยออกมาจากยางด้วย ถ้าหากให้วัดคาในซ์ที่อุณหภูมิเดียวกันและการหมุนวนอากาศแบบเดียวกันแล้ว เตาแบบแนวตั้งจะ วัดคาในซ์เร็วกว่าเตาแบบแนวนอนถึง 25 %

2.9 การใช้คลื่นไมโครเวฟเพื่อช่วยในการวัดคาในซ์

ในสิ่งแวดล้อมเต็มไปด้วยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เช่น แสง รังสีเอกซ์ คลื่นโทรทัศน์ คลื่นวิทยุ ระบบ AM คลื่นวิทยุระบบ FM อุลตราไวโอเลต อินฟราเรด และไมโครเวฟ คลื่นไมโครเวฟอยู่ในช่วงสเปกตรัมตั้งแต่ 300 MHz – 300 GHz โดยทั่วไปจะใช้งานไมโครเวฟในช่วงคลื่น 1 – 40 GHz (Rizza et al, 1998) ลักษณะเด่นของคลื่นไมโครเวฟที่น่าสนใจคือ เมื่อคลื่นไมโครเวฟกระทบกับวัตถุจะถูกดูดกลืนไว้ ความถี่ในช่วงที่ถูกดูดกลืนเรียกว่า ความถี่สั่นพ้องของวัตถุ ซึ่งจะขึ้นอยู่กับโครงสร้างโมเลกุลของวัตถุ

1. การแพร่ของคลื่น

คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าประกอบด้วยสนามไฟฟ้า และสนามแม่เหล็ก ซึ่งตั้งฉากในทิศทางการแพร่ของคลื่น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นคลื่นพลังงานที่มีการเปลี่ยนแปลงพลังและแอมพลิจูดผ่านแกนกลาง ความเข้มของสนามไฟฟ้าบางตำแหน่งเป็นศูนย์ แล้วเพิ่มเป็นค่าสูงสุดในด้านที่เป็นขั้วบวก จากนั้นลดลงเป็นศูนย์และเพิ่มเป็นค่าสูงสุดในด้านที่เป็นขั้วลบ สนามแม่เหล็กจะเคลื่อนที่ในลักษณะเดียวกันนี้ ค่าแอมพลิจูดของคลื่นที่ตำแหน่งต่างๆ แสดงถึงความเข้มของสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้ามีค่าในหน่วยของ แอมแปร์ต่อระยะทางของคลื่นและโวลต์ต่อระยะทางของคลื่นตามลำดับ การเคลื่อนที่เป็นช่วงสลับไปสลับมาผ่านจุดที่เป็นศูนย์ทำให้เกิดความเค้นที่เกิดบนไอออน อะตอมและโมเลกุลเปลี่ยนเป็นความร้อนเมื่อมีสนามแม่เหล็กไฟฟ้าขนาดใหญ่ขึ้นจะทำให้เกิดความร้อนจากการสั่นของโมเลกุลดังกล่าวมากยิ่งขึ้น

2 กลไกการเกิดความร้อน

คลื่นไมโครเวฟเคลื่อนที่ในลักษณะเดียวกันกับคลื่นแสง และสามารถสะท้อนกลับโดยวัตถุที่เป็นโลหะ ถูกดูดซับได้โดยวัตถุที่เป็นฉนวนบางชนิดและเคลื่อนที่ผ่านวัตถุที่เป็นฉนวนบางชนิด น้ำและคาร์บอนสามารถดูดซับคลื่นไมโครเวฟได้ดีในขณะที่แก้วและเซรามิกสียอมให้คลื่นไมโครเวฟผ่านโดยไม่มีการดูดซับเลยหรือดูดซับน้อยมาก วัสดุหลายชนิดที่มีความนำไฟฟ้าปาน

กลาง สามารถดูดกลืนรังสีไมโครเวฟ การที่วัสดุสามารถให้ความร้อนได้ด้วยคลื่นไมโครเวฟขึ้นอยู่กับสมบัติความเป็นฉนวนของวัสดุโมเลกุลที่สำคัญอยู่สองกลไกที่ทำให้ไมโครเวฟเกิดอันตรกิริยากับวัสดุที่เป็นฉนวนคือ การเกิดการเหนี่ยวนำเนื่องจากไอออนและการเคลื่อนที่แบบหมุนของไดโพล

1. การเหนี่ยวนำเนื่องจากไอออน (Ion Conduction)

เมื่อมีไอออนอยู่ในสนามไฟฟ้า ไอออนจะพยายามจัดประจุให้อยู่ในทิศเดียวกับหัวในสนามไฟฟ้าทำให้พลังงานจลน์ของไอออนเพิ่มขึ้นกลายเป็นความร้อน ความร้อนจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณไอออนมากเนื่องจากไอออนจะเคลื่อนที่ปะทะกันทำให้เกิดพลังงานจลน์ขึ้น เมื่อสนามไฟฟ้าอยู่ในช่วงความถี่ไมโครเวฟเช่นที่ 2.45 GHz จำนวนครั้งในการชนกันของไอออนยิ่งมากขึ้นทำให้ความร้อนเพิ่มขึ้น การเกิดความร้อนเนื่องจากไอออนนี้ใช้กันมากที่ช่วงคลื่นอุลตราไวโอเลต

2. การหมุนของไดโพล (Dipole Rotation)

โดยปกติโมเลกุลที่มีสองขั้วจะเกิดการเหนี่ยวนำได้เมื่ออยู่สนามไฟฟ้า ไดโพลจะมีการเปลี่ยนแปลงขั้วเมื่อมีการสลับขั้วในสนามไฟฟ้า ภายใต้สภาวะปกติไดโพลจะมีการเปลี่ยนทิศทางอย่างอิสระเมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้าไดโพลจะพยายามจัดทิศทางของโมเลกุลให้อยู่ในทิศเดียวกับหัวสนามไฟฟ้าความร้อนจะเกิดขึ้นจากการหมุนเปลี่ยนทิศทางของโมเลกุลไดโพล

3. ปัจจัยที่มีผลต่อการแปรรูปโดยใช้ไมโครเวฟ

มีปัจจัยเพียงไม่กี่อย่างเท่านั้นที่จะทำให้วัสดุเกิดการตอบรับเมื่อได้รับคลื่นไมโครเวฟ ปัจจัยที่สำคัญที่สุดคือสมบัติไดอิเล็กตริกของวัสดุ สมบัติดังกล่าวขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ ความชื้น ความหนาแน่นและปัจจัยอื่นๆ ของวัสดุ ความรู้เกี่ยวกับสมบัติไดอิเล็กตริกมีความสำคัญต่อการควบคุมพลังงานแม่เหล็กไฟฟ้าและอุณหภูมิ สมบัติที่สามารถอธิบายพฤติกรรมไดอิเล็กตริกภายใต้สนามความถี่สูงคือ Complex Permittivity (ϵ^*)

รูปแบบเชิงซ้อนของค่าคงที่ไดอิเล็กตริก เกิดจากความสูญเสียความเป็นไดอิเล็กตริก สามารถคำนวณได้จากสมการ

$$\epsilon^* = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (2.27)$$

โดยที่

ϵ' คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก
 ϵ'' คือ Dielectric Loss Factor

ค่าคงที่ของไดอิเล็กตริกวัดจากความเป็นขั้วไฟฟ้าของวัสดุคือ การตอบสนองของไดโพลเมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็กไฟฟ้า

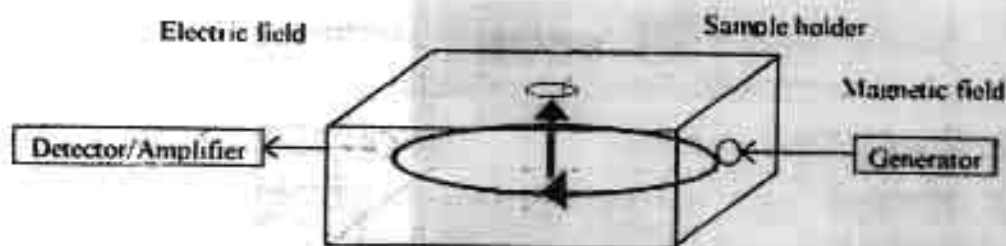
Dielectric loss factor แสดงปริมาณพลังงานที่เกิดขึ้นระหว่างไดโพลกับสนามแม่เหล็กไฟฟ้าและการกระจายความร้อนในวัสดุ loss factor ขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายชนิด ปัจจัยที่

สำคัญคือ สมบัติไดอิเล็กตริก จึงมีการกำหนดค่า Effective Loss Factor (ϵ''_{eff}) เป็นผลรวม Loss Factor ทุกชนิด

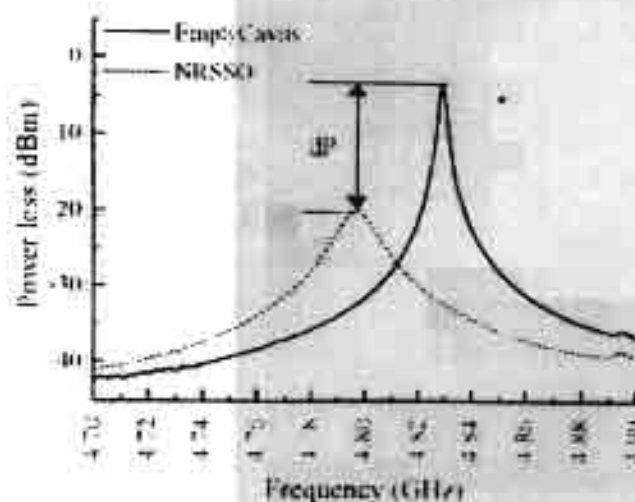
$$\epsilon''_{\text{eff}} = \epsilon''_{d(\omega)} + \epsilon''_{c(\omega)} + \epsilon''_{mw(\omega)} + \sigma / \omega \epsilon_0 = \epsilon''(\omega) + \sigma / \omega \epsilon_0 \quad (2.28)$$

ตัวอักษร d, c, s และ MW หมายถึง ไดโพล อิเล็กทรอนิกส์ อะตอมิก และแมกเวลล์-เวกเนอร์ ตามลำดับ

ไมโครเวฟสามารถให้ความร้อนสำหรับวัสดุในเชิงได้เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงสมบัติ-ไดอิเล็กตริกที่มีในคอมพาวด์ของยางกับเขม่าดำ การวัดการเปลี่ยนแปลงสมบัติไดอิเล็กตริกในยางทำได้โดยการใช้สนามไฟฟ้าทำให้อนุภาคที่มีสองขั้วเกิดการเคลื่อนที่แบบหมุน ทำให้คอมพาวด์มีสมบัติไดอิเล็กตริกลดลงนั้นคือสามารถนำไฟฟ้าได้เพิ่มขึ้น (Lucchese *et al.*, 2000)



รูปที่ 2.9 ลักษณะภายในของเครื่องทดสอบสมบัติไดอิเล็กตริก (Lucchese *et al.*, 2000)



รูปที่ 2.10 ความสัมพันธ์ระหว่าง dP (power absorbed) และความถี่ของยางธรรมชาติที่มีเขม่าดำเทียบกับการทดสอบโดยไม่มีชิ้นตัวอย่าง (Lucchese *et al.*, 2000)

รูปที่ 2.9 และ 2.10 เป็นเครื่องมือและกราฟที่ใช้วัดการสูญเสียสมบัติไดอิเล็กตริกของยางที่มีเขม่าดำ การสั่นอย่างรวดเร็วยังของอนุภาคที่มีสองขั้วทำให้เกิดความร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว

Schneider *et al.* (1945) วัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและการสูญเสียสมบัติไดอิเล็กตริกของยางนีโอพรีนที่มีเขม่าดำ 50 phr โดยใช้ความถี่ในช่วง 100 Hz - 3 GHz ใช้อุณหภูมิ 20, 40 และ 60 °C

Hanna *et al.* (1992) วัดสมบัติไดอิเล็กตริกของยางนีโอพรีนเช่นกัน โดยใช้ความถี่ในช่วง 1 kHz - 40 MHz ใช้เขม่าดำต่างชนิดกัน ทั้งสองกลุ่มสรุปว่าเขม่าดำเป็นแหล่งที่ทำให้เกิดประจุไฟฟ้าทำให้ยางคอมปาวด์มีความนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น

Younan *et al.* (1995) ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าและทางฟิสิกส์ ของยางอีพทีเอ็มที่ผสมเขม่าดำโดยใช้ความถี่ในช่วง 100 Hz - 10 MHz พบว่าสมบัติไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณเขม่าดำเพิ่มขึ้น แสดงว่ามีการเกิดพันธะกันระหว่างเขม่าดำและยาง การลดลงของสมบัติไดอิเล็กตริกเกิดจากการปมเร่งที่อุณหภูมิ 90 °C แต่ต้องเป็นยางที่มีเขม่าดำปริมาณมากกว่า 50 phr

ข้อดีของการใช้ไมโครเวฟ

1. เพิ่มอัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างยางกับสารเคมีในยาง
2. Cure ได้เร็วกว่าเมื่อเทียบกับการให้ความร้อนปกติ
3. เพิ่มประสิทธิภาพในการ Cure
4. ประหยัดพลังงานและเวลาได้มากกว่าการให้ความร้อนธรรมดา

ข้อเสียของการใช้ไมโครเวฟ

1. ควบคุมพลังงานที่ให้แก่ยางได้ยาก
2. การผลิตผลิตภัณฑ์หนาทำให้เกิดฟองอากาศในยางได้ง่าย
3. ความร้อนที่ยางได้รับไม่สม่ำเสมอ
4. เกิด Over Cure ได้ง่าย

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุ

3.1.1 ยางธรรมชาติ (Natural Rubber, NR) ที่ใช้มี 3 ชนิดคือ STR 5L เป็นยางแท่งสีน้ำตาลอ่อน STR 20 เป็นยางอัดแท่งสีน้ำตาลเข้ม RSS No.3 เป็นยางแผ่นรมควัน สีน้ำตาลผลิตโดย บริษัท ถาวรอุตสาหกรรมยางแห่ง จำกัด

3.1.2 ยางอีพิตีเอ็ม (Ethylene Propylene Diene Terpolymer, EPDM) เป็นยางแท่งสีขาวเกรด Kelton714 มีส่วนของ diene content ชนิด Ethylidene Norbornene (ENB) เท่ากับ 8% มี Ethylene content เท่ากับ 52 เปอร์เซนต์ ค่าความหนืดมูนิ ML1+4 125°C เท่ากับ 95 จำหน่ายโดย บริษัท Bayer Thai Co.,Ltd.

3.1.3 ยางโบรโมบิวไทล์ (Bromobutyl Rubber, BIIR) ชื่อทางการค้าคือ Polysar Bromobutyl X2 มีปริมาณโบรมีนอยู่ 1.89 เปอร์เซนต์ ผลิตโดย บริษัทไบเออร์ ประเทศเยอรมนี

3.1.4 มาลิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride) ชนิด AR-grade ความบริสุทธิ์ 99.8 % ลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น จุดหลอมเหลวเท่ากับ 110.6 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิสเซอร์แลนด์ จำหน่ายโดยบริษัท ยูนิไฟด์โปรดัก จำกัด

3.1.5 คลอโรฟอร์ม (Chloroform) เป็นของเหลวใส ใช้เป็นตัวทำละลายยางอีพิตีเอ็ม และใช้เตรียมสารละลายโบรมีน เพื่อใช้ในการเตรียมยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม ผลิตโดย บริษัท BDH จำกัด

3.1.6 โทลูอิน (Toluene) เป็นของเหลวใส ใช้ในการเตรียมสารละลาย 50% เมทานอลในโทลูอิน สำหรับล้างโบรมีนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกจากยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม จำหน่ายโดย บริษัท วิทยาศาสตร์ จำกัด

3.1.7 เมทานอล (Methanol) เป็นของเหลวใส ชนิด Commercial grade ใช้จับตัวยาง และเตรียมสารละลาย 50% เมทานอลในโทลูอินสำหรับล้างโบรมีนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกจากยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม จำหน่ายโดย บริษัท วิทยาศาสตร์ จำกัด

3.1.8 โบรมีน (Bromine) เป็นของเหลวสีน้ำตาลเข้ม ใช้เป็นตัวทำปฏิกิริยากับยางอีพิตีเอ็ม ผลิตโดย บริษัท Reidel-de Haen Co., Ltd., Germany

3.1.9 อะซิโตน (Acetone) เป็นของเหลวใส ระเหยง่าย มีจุดเดือดเท่ากับ 55 องศาเซลเซียส ใช้ในการตกตะกอนสารละลายอีพิตีเอ็มมาลิกแอต และใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดตัวอย่างสำหรับเครื่อง Nuclear magnetic resonance

3.1.10 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium Hydroxide) เป็นชนิด AR-grade มีความบริสุทธิ์เท่ากับ 85% น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 56.11 กรัมต่อโมล ใช้เตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ผลิตโดยบริษัท Riedel-de-Haan ประเทศเยอรมัน

3.1.11 เบนโซอิลแอลกอฮอล์ (Benzoyl Alcohol) เป็นชนิด AR-grade มีความบริสุทธิ์เท่ากับ 99.8% น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 108.14 กรัมต่อโมล ช่วงจุดเดือดอยู่ระหว่าง 204-207 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นอยู่ในช่วง 1.043-1.046 กรัม ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้เป็นตัวทำละลายร่วมกับเมทานอล ในการเตรียมสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ผลิตโดยบริษัท Riedel-de-Haan ประเทศเยอรมัน

3.1.12 ฟีนอล์ฟทาเลิน (Phenolphthaleine) ใช้เป็นอินดิเคเตอร์ในการไทเทรตสารละลายอย่าง ค่ายสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียม-ไฮดรอกไซด์ มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 318.3 กรัมต่อโมล มีจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 258-262 องศาเซลเซียส ค่า pH เท่ากับ 8 ผลิตโดยบริษัท Merk ประเทศเยอรมัน

3.1.13 2-เมอร์แคปโทเบนโซไทอาโซล (2-Mercaptobenzothiazole, MBT) เป็นผงละเอียดสีเหลืองอ่อนใช้เป็นตัวเร่งการวัลคาไนซ์ จำหน่ายโดย บริษัท เพชรไทยเคมีภัณฑ์ จำกัด

3.1.14 เททระเมทิลไทูรามไดซัลไฟด์ (Tetramethyl thiuramdisulphide, TMTD) เป็นผงละเอียดสีขาว ใช้เป็นตัวเร่งการวัลคาไนซ์ จำหน่ายโดยบริษัทเพชรไทยเคมีภัณฑ์ จำกัด

3.1.15 ซิงก์ออกไซด์ (Zinc Oxide, ZnO) เป็นผงละเอียดสีขาว ใช้เป็นตัวกระตุ้นจำหน่ายโดย บริษัท เพชรไทยเคมีภัณฑ์ จำกัด

3.1.16 กรดสเตียริก (Stearic Acid) เป็นแก๊สเล็กน้อย ๆ สีเหลืองอ่อน ใช้เป็นตัวกระตุ้นร่วมกับซิงก์ออกไซด์ จำหน่ายโดย บริษัท เพชรไทยเคมีภัณฑ์ จำกัด

3.1.17 กำมะถัน (Sulphur, S) เป็นผงสีเหลือง ใช้เป็นสารวัลคาไนซ์ในยาง จำหน่ายโดย บริษัท เพชรไทยเคมีภัณฑ์ จำกัด

3.1.18 เขม่าดำ (Carbon Black) เป็นชนิด High Abrasion Furnace (HAF) เกรด N-330 เป็นสารตัวเติมเสริมประสิทธิภาพ (Reinforcing Filler) จัดจำหน่ายโดย บริษัท เพชรไทยเคมีภัณฑ์ จำกัด

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 เครื่องผสมยางสองลูกกลิ้ง (Two roll mill) ใช้ในการบดและผสมยางคอมปาวด์ ลูกกลิ้งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 นิ้ว ยาว 12 นิ้วอัตราส่วนความเร็วผิวของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง (Friction Ratio) เท่ากับ 1:1.25 ผลิตโดย บริษัท ชัยเจริญการช่าง จำกัด

3.2.2 เครื่องรีโอมิเตอร์แบบแผ่นหมุน (Oscillating disk rheometer, ODR) เป็นเครื่องหาระยะเวลาการสุกของยาง (cure time) รุ่น Monsanto Rheometer 2000 ใช้จานโลหะแบบ Biconical Disk การหมุนของจานหมุนกลับปัดกลับมาด้วยมุม 1 องศา ความถี่ 100 รอบต่อนาที ผลิตโดย บริษัท Monsanto Co., Ltd , USA

3.2.3 เครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารีรีโอมิเตอร์ (Rosand capillary rheometer)

เป็นเครื่องวัดสมบัติการไหลของพอลิเมอร์ มีกระบอกโลหะที่หุ้มด้วยตัวให้ความร้อน 3 ชุด ซึ่งสามารถตั้งโปรแกรมได้ ปลายกระบอกมีร่องเกลียวที่ใช้ติดตั้งหัวตาย (Die) ส่วนบนของเครื่องมือประกอบด้วยระบบขับเคลื่อนลูกสูบทำหน้าที่กดพอลิเมอร์ไหลด้วยความเร็วที่ตั้งได้ในหน่วยเซนติเมตรต่อนาที นอกจากนี้ความเร็วในการกดจะแปรผันตรงกับอัตราเฉือนที่ทำให้พอลิเมอร์ไหลสามารถไหลได้ ผลิตภัณฑ์ บริษัท Rosand Precision Limited ประเทศอังกฤษ

3.2.4 เครื่องทดสอบแรงดึง (Tensometer) เป็นเครื่องที่ใช้วัดขนาดแรงกด หรือ ดึงขึ้นทดสอบ Transducer ขนาด 10 kN รุ่น H10KS ผลิตภัณฑ์ บริษัท Hounsfield Test Equipment จำกัด

3.2.5 เครื่องทดสอบการสลายตัวของพอลิเมอร์ (Thermogravimetric analyser, TGA) เป็นเครื่องทดสอบรุ่น TGA-50 ใช้สำหรับการทดสอบการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิสูงโดยวัดน้ำหนักที่เปลี่ยนไปของวัสดุเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนไป ผลิตภัณฑ์ บริษัท Shizadzu จำกัด ประเทศ ญี่ปุ่น

3.2.6 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) เป็นเครื่องมือรุ่น DSC (QC) 085 ใช้สำหรับการหาอุณหภูมิสภาพแก้ว (Glass transition temperature, Tg) โดยสามารถทดสอบได้ในช่วงอุณหภูมิ -160 ถึง 770 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ Rheometric Scientific Co., Ltd. ประเทศ สหรัฐอเมริกา

3.2.7 เครื่องบ่มแรง (Geer Aging Oven) เป็นตู้อบให้ความร้อนแก่ยางเพื่อนำไปทดสอบความเปลี่ยนแปลงสมบัติทางฟิสิกส์หลังจากการให้ความร้อนในช่วงเวลาที่กำหนด จำหน่ายโดย บริษัทสิทธิพรแอสโซซิเอต จำกัด

3.2.8 เครื่อง Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR) เป็นเครื่องมือรุ่น UNITY INOVA 500 ผลิตภัณฑ์ บริษัท VARIAN จำกัด ความถี่ในการทดสอบ 500 MHz

3.2.9 เครื่องอัดเข้าไฮดรอลิกแบบสองชั้น ใช้สำหรับอัดเข้าขึ้นทดสอบ ผลิตภัณฑ์บริษัท ชัยเจริญการช่าง จำกัด

3.2.10 เครื่องทดสอบโอโซน เป็นเครื่องมือที่มีชื่อว่า Hampden 603 Ozone Cabinet ใช้สำหรับทดสอบความต้านทานต่อโอโซนของชิ้นตัวอย่าง ผลิตภัณฑ์ Hampden Co., Ltd. ประเทศอังกฤษ

3.2.11 เครื่องผสมบราเบนเดอร์ (Brabender Plasticorder) เป็นเครื่องผสมยางกับสารเคมี ประกอบด้วยโรเตอร์ 2 โรเตอร์ หมุนเข้าหากัน ทำให้เกิด Friction ระหว่างปีกของโรเตอร์ ห้องผสมมีปริมาตร 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร สามารถควบคุมอุณหภูมิได้โดยใช้ความร้อนไหลเวียนเข้าไป ความเร็วโรเตอร์สามารถปรับได้ตามต้องการ ผลิตภัณฑ์ บริษัท Brabender OHG Duisburg ประเทศเยอรมนี

3.2.12 เครื่องวัดความแข็ง (Hardness Tester) ใช้แบบ Shore Durometer ความแข็งที่ทดสอบได้มีหน่วยเป็น Shore A ผลิตภัณฑ์ บริษัท Brevetti Affini ประเทศอิตาลี

3.2.13 เครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer series 7 (DMA7) เป็นเครื่องมือสำหรับศึกษาสมบัติพลวัตเชิงกลของวัสดุต่างๆ การลั่นกระทำในแนวดิ่งสามารถใช้ในการวิเคราะห์สมบัติพลวัตเชิงกลของพอลิเมอร์หรือพลาสติกแข็ง ผลิตโดย บริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพิดีเอ็ม

3.3.1.1 การเตรียมยางโบรมิเนตอีพิดีเอ็ม (BEPDM)

ละลายยางอีพิดีเอ็ม 60 กรัม ในคลอโรฟอร์ม 1.2 ลิตร แล้วกวนด้วยอัตราเร็ว 62 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วเติมสารละลายโบรมีนในคลอโรฟอร์มความเข้มข้น 2% โดยปริมาตร ปริมาณ 150 มิลลิลิตร กวนต่อให้เกิดปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง จากนั้นทำการจับตัวอย่างด้วยเมทานอล ล้างด้วย 50% เมทานอลในโทลูอินจนสารละลายใส อบในตู้อบสุญญากาศอุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (Yoon et al., 1996) จากนั้นนำยางที่ได้มาตรวจสอบการเกาะติดของโบรมีนด้วยวิธีการ ¹H-NMR

3.3.1.2 การทดสอบสมบัติการไหลของยางดิบด้วยเครื่อง Capillary extrusion rheometer

ตัดยางให้มีน้ำหนักตามอัตราส่วนการเบลนด์ NR/EPDM และ NR/BEPDM เท่ากับ 100/0, 25/75, 50/50, 75/25 และ 0/100 ขนาด batch size เท่ากับ 250 กรัม นำมาผ่านลูกกลิ้งขนาด 6 นิ้ว อุณหภูมิ 60 °C ขนาด nip เท่ากับ 1.3 มิลลิเมตร โดยบดยางที่มีปริมาณมากกว่าปล่อยให้ผ่านลูกกลิ้ง 2 นาทีจากนั้นใส่ยางอีกชนิดลงไปผสม บดจนเข้ากันเป็นเนื้อเดียวกันประมาณ 4-5 นาที บดต่ออีก 2 นาที จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติการไหลด้วยเครื่อง Capillary extrusion rheometer

นำยางที่ได้ตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ ดันให้ไหลผ่าน die ที่อัตราเร็วหนึ่งแล้ววัดความดันเกิดขึ้นเพื่อคำนวณ Apparent shear stress และ apparent shear rate แล้วทำการคำนวณหาส่วนเบี่ยงเบนของผลบวกลอการิทึมของความหนืดเค้นจริง โดยการแก้ไข apparent shear stress ให้เป็น true shear stress โดยการทำการ Beckley correction ซึ่งทำการแก้ไขโดยการเปลี่ยน long die ให้เป็น zero die โดยทำการแก้ไข apparent shear rate ให้เป็น true shear rate โดยใช้สมการ 3.1

$$\text{True wall shear rate (s}^{-1}\text{)} : \quad \dot{\gamma}_{\text{true}} = \left(\frac{3n+1}{4n} \right) \dot{\gamma}_{\text{app}} \quad (3.1)$$

การทดสอบทำที่อุณหภูมิ 100 °C ใช้ตาย (Die) ชนิด Long Die ที่มีความยาว 32 และ Zero Die เส้นผ่านศูนย์กลาง 2 มิลลิเมตร และแปรอัตราเฉือนในช่วง 10-1500 ต่อวินาที

ตารางที่ 3.2 ลำดับชั้นการผสมยาง

นาทีกี่	สารเคมี
0	ยาง
7	ZnO+Stearic acid
10	MBT+TMTD
13	S
15	เอายางออก

นำยางเบลนด์ที่ได้มาหาลักษณะการวัลคาไนซ์ด้วยเครื่อง ODR ที่อุณหภูมิ 150 °C สำหรับยางเดี่ยวนำไปทดสอบหาลักษณะการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 160 170 180 และ 190 °C เป็นเวลา 60 นาที และบันทึกค่า Torque ทุก ๆ 30 วินาที จากนั้นนำค่าที่ได้มาคำนวณหาค่าพลังงาน การกระตุ้น ดังรายละเอียดหัวข้อ 2.5

3.3.1.5 การศึกษาความเข้มข้นในเฟสยางธรรมชาติและยางอีพิตีเอ็ม (โพรมิเนต อีพิตีเอ็ม) ของยางเบลนด์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ

สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความเข้มข้นเชื่อมขวางทางกายภาพตามวิธีการหาค่ามอดุลัส กับความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงสเปกตรัมและกับอัตราส่วนความสูงของฐานสัญญาณระหว่างสองฟีดของความสูงของยอดสัญญาณที่สูงที่สุด สำหรับยางธรรมชาติและยางอีพิตีเอ็ม ตามลำดับ โดยผสมยางตามสูตรในตารางที่ 3.3 โดยมีลำดับขั้นตอนการผสมดังตารางที่ 3.2 จากนั้นนำไปหาเวลาการวัลคาไนซ์ของยางด้วยเครื่อง ODR อุณหภูมิ 150 °C และทำเป็นยางแผ่นโดยวิธีการอัดเบ้า โดยยางที่ได้มีความหนา 1.5-3 มิลลิเมตร

ตารางที่ 3.3 สูตรยางที่ใช้ทำกราฟมาตรฐาน (NR , EPDM)

สูตร (phr)	L	M	N	O	P	Q	R	S	T	U	V
ยาง	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
ZnO	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Stearic acid	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
MBT	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.1	0.2	0.23
TMTD	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.4	0.4	0.5
Sulphur	0.25	0.5	1	1.25	1.5	1.75	2	2.5	0.25	0.2	0.25

(หมายเหตุ ; ยางธรรมชาติผสมสูตร L ถึง S และ ยางอีพิตีเอ็มผสมสูตร L ถึง V)

นำยางวัลคาไนซ์ที่ได้ ไปทดสอบหาความเข้มข้นเชื่อมขวางทางกายภาพตามวิธีการหาค่ามอดุลัส โดยตัดยางกว้าง 5 มิลลิเมตร ยาว 150 มิลลิเมตร ชิดเส้นบนยางให้มีระยะห่างระหว่าง

เส้นเท่ากับ 5 เซนติเมตร แล้วทำการปรับสภาพโดยการยืดยางออก 300% ทิ้งไว้ประมาณ 15 นาที จากนั้นปล่อยให้ยางคืนรูป 15 นาที แล้วเติมน้ำหนัก 25 กรัมลงบนที่แขวนลูกตุ้ม ทิ้งไว้ 1 นาที วัดระยะห่างระหว่างรอยขีด ความละเอียด 0.01 เซนติเมตร เติมน้ำหนักอีก 25 กรัม ตั้งทิ้งไว้ แล้ววัดระยะห่าง ทำอย่างนี้ไปเรื่อย ๆ จนกระทั่งยางยืดประมาณ 300% และนำค่าน้ำหนักและความกว้างของช่วงทดสอบที่ได้มาคำนวณหาความเข้มพันธะ โดยผลการทดลองและการคำนวณจัดเป็นตารางดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 การบันทึกข้อมูลเพื่อหาความเข้มพันธะทางกายภาพของยางวัลคาไนซ์

น้ำหนักที่แขวน (g)	ระยะห่าง (cm)	a	$a - (1/a^2)$	$F = mg$	$1/a$	$F/(a - (1/a^2))$
...	...	...	...	...	...	...

โดยที่ $a = (\text{ความยาวที่ยืด}) / (\text{ความยาวเดิม})$ และ g คือ 981 ซม./วินาที²

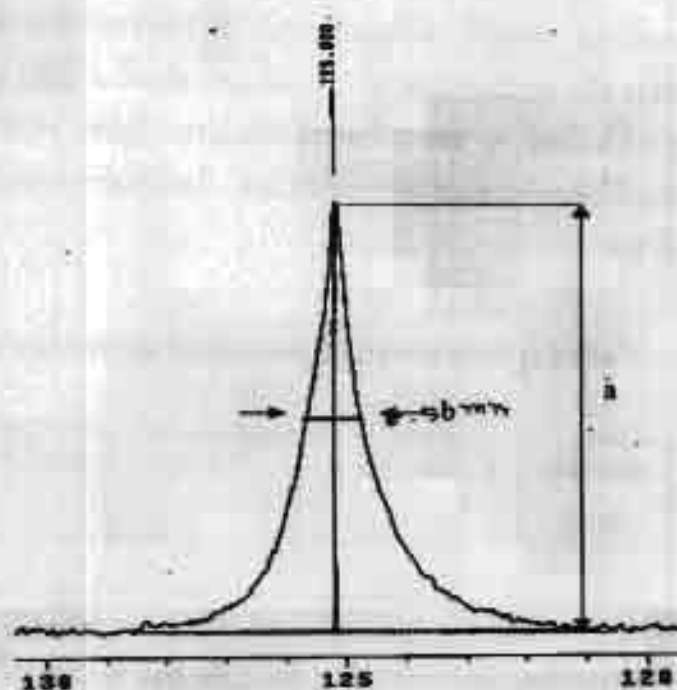
จากนั้นพลอตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $F / (a - (1/a^2))$ กับ ค่า $1/a$ แล้วคำนวณหาจุดตัดแกน Y (intercept) ซึ่งค่า $1/a$ เป็นศูนย์ แล้วนำค่าจุดตัดแกนดังกล่าวไปหาค่า M_c ดังสมการ 2.30 แล้วคำนวณค่าความเข้มพันธะ $[X]$ ให้อยู่ในหน่วย โมลต่อหนึ่งหน่วยปริมาตร ดังสมการที่ 3.2

$$[X] = D / 2M_c \quad (3.2)$$

นำยางวัลคาไนซ์ที่ได้บางส่วนมาตัดเป็นชิ้น ขนาด 10x10 มิลลิเมตรแล้วนำไปสกัดแบบ soxhlet extraction ด้วยแอสโทน เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ แช่ในคิวเทอร์เรต คลอโรฟอร์ม ปล่อยให้ฟองตัวจนถึงจุดสมดุล (ประมาณ 24 ชั่วโมง) จากนั้นเทตัวทำละลายเทออกแล้วใส่คิวเทอร์เรตคลอโรฟอร์มใหม่แทนแล้วนำไปทดสอบด้วยเครื่อง ¹³C-NMR โดยมีสภาวะการทดสอบดังนี้

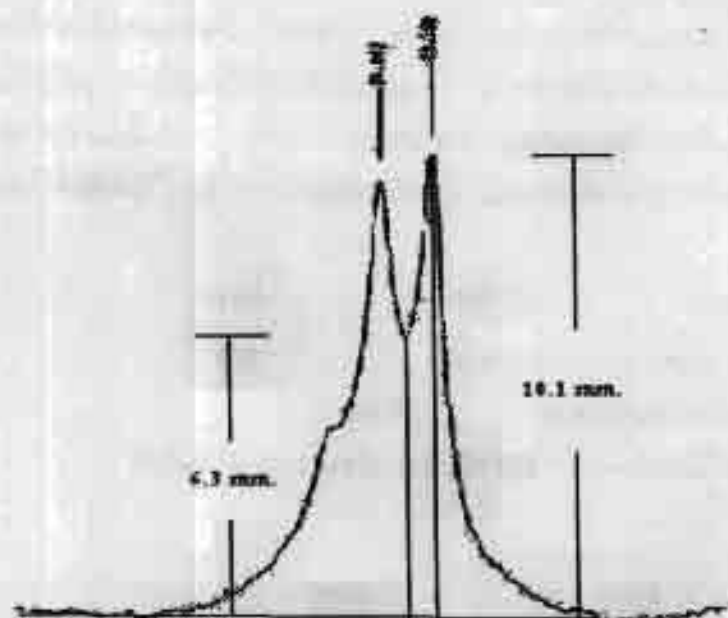
- Frequency	125.685	MHz
- Sweep width	20768.4	μS
- Number of acquisition	54016	

แล้วนำสเปกตรัมที่ได้มาวิเคราะห์ดังหัวข้อ 2.6 และนำมาคำนวณดังนี้



รูปที่ 3.1 วิธีการวัดความกว้างสเปกตรัมที่ครึ่งหนึ่งของความสูง ณ ตำแหน่ง 125 ppm ของสเปกตรัมยางธรรมชาติ

ทำการวัดความสูงสเปกตรัมเท่ากับ a มิลลิเมตร และที่ครึ่งหนึ่งของความสูงเท่ากับ $a/2$ ทำการวัดความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงสเปกตรัม เท่ากับ b มิลลิเมตร



รูปที่ 3.2 วิธีการวัดอัตราส่วนความสูงของสัญญาณสองพีคที่ตำแหน่ง 30 ppm ของยางอีพิตีเอ็ม

ทำการวัดความสูงของฐานสัญญาณระหว่างสองพีคเท่ากับ B มิลลิเมตร และวัดความสูงของยอดสัญญาณที่สูงที่สุด เท่ากับ A มิลลิเมตร จากนั้นคำนวณอัตราส่วนความสูงของฐานสัญญาณระหว่างสองพีคต่อความสูงของยอดสัญญาณที่สูงที่สุด (B/A)

สำหรับยางเบลนด์ทำการวัดความเข้มข้นในแต่ละเฟสของยางเบลนด์โดยนำยางคอมปาวด์ ที่เบลนด์ได้ จากข้อ 3.3.1.4 (ยกเว้นสูตร A และ C) ไปหาเวลาวัลคาไนซ์ อัดเข้าได้ยงหนา 1.5-3 มิลลิเมตร แล้วนำมาทดสอบด้วยเครื่อง ^{13}C -NMR วิเคราะห์ค่าดังกล่าวข้างต้นโดยเปรียบเทียบผลการเกิดพันธะเชื่อมขวางกับกราฟมาตรฐานทั้งของยางธรรมชาติ และยางอีพียีเอ็ม ในส่วนของยางโพรเมตอีพียีเอ็มใช้เทียบกับกราฟมาตรฐานยางอีพียีเอ็ม

3.3.1.6 การทดสอบความทนต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการยืดของยาง

นำยางที่ได้จากข้อ 3.3.1.4 มาเตรียมขึ้นทดสอบโดยการอัดเข้าเป็นแผ่นให้มีความหนาประมาณ 1.5-3 มิลลิเมตร นำมาตัดเป็นชิ้นทดสอบรูปคัมเบล ขนาด Die C (ASTM D412-98a) โดยทำการแบ่งขึ้นทดสอบออกเป็น 2 ชุด คือ ก่อนปมแรง และหลังปมแรงที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ตั้งในอัตราเร็ว 500 มิลลิเมตรต่อนาทีรายงานผลเป็นแรงดึงต่อพื้นที่หน้าตัด (N/mm^2 หรือ MPa)

การคำนวณ

$$\text{Tensile strength} = F/A \quad (3.3)$$

โดย

F = แรงดึงที่ทำให้ขึ้นทดสอบขาด (N)

A = พื้นที่หน้าตัดของขึ้นทดสอบขณะยังไม่ยืด (mm^2)

$$\text{Elongation at break} = 100 \times (L - L_0)/L_0 \quad (3.4)$$

โดย

L = ระยะที่ขึ้นทดสอบถูกยืดตัวจนขาด (cm)

L_0 = ระยะก่อนทำการทดสอบ (cm)

$$\% \text{ การเปลี่ยนแปลงหลังปมแรง} = \frac{\text{ค่าหลังปมแรง} - \text{ค่าก่อนปมแรง}}{\text{ค่าก่อนปมแรง}} \times 100 \quad (3.5)$$

3.3.1.7 การทดสอบความทนต่อความร้อนด้วยเครื่อง Thermal gravimetric analyser (TGA)

ตัดตัวอย่างยางวัลคาไนซ์จากข้อ 3.3.1.5 เป็นชิ้นเล็ก ๆ น้ำหนัก 5-10 มิลลิกรัม ทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิเมตรต่อนาที ตลอดการทดสอบ เพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตรา 10°C ต่อนาที จนถึงอุณหภูมิ 700°C

3.3.1.8 การทดสอบความต้านทานต่อโอโซนของยาง

ตัดตัวอย่างยางวัลคาไนซ์จากข้อ 3.3.1.4 ขนาด 2.5×14 เซนติเมตรแล้วนำไปทดสอบความต้านทานต่อโอโซนที่ความเข้มข้น 50 ppm อุณหภูมิ 40°C เปอร์เซนต์การยืดของยางเท่ากับ 20 เป็นเวลา 72 ชั่วโมง บันทึกลักษณะของรอยแตกที่เกิดขึ้น (ตามมาตรฐาน ISO 1431 Part 1)

3.3.2 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม

3.3.2.1 การเตรียมยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม

นำยางอีพีดีเอ็มเกรด Keltan 714 มาลิกแอนไฮไดรด์ และ MBTS ผสมในเครื่องผสมแบบปิด Barbender Plasticorder โดยใช้ Fill Factor เท่ากับ 0.8 อุณหภูมิ 180 และ 200°C (โดยอุณหภูมิภายในห้องผสมระหว่างการผสมประมาณ 200 และ 220°C ตามลำดับ) ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที ใช้เวลาในการผสม 3 และ 5 นาที (สภาวะการผสมและปริมาณสารอ้างอิงจาก Coran, 1991) โดยใช้สูตรในการเตรียมดังตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สูตรที่ใช้ในการเตรียมยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม

สารเคมี	X	Y	Z	Z1
Keltan 714	100	100	100	100
MAH	1	2	3	4
MBTS	0.2	0.2	0.2	0.2

จากตารางที่ 3.5 แบ่งสภาวะการผสมเป็นสองกลุ่ม โดยกลุ่มแรกเป็นการแปรปริมาณมาลิกแอนไฮไดรด์ใช้ปริมาณสารเคมีตามสูตร X, Y, Z และ Z1 ผสมที่อุณหภูมิ 180°C เวลาผสม 3 นาที ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที Fill Factor เท่ากับ 0.8 กลุ่มที่สองเป็นการแปรสภาวะการผสมโดยใช้สูตร Y ใช้ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที Fill Factor เท่ากับ 0.8 แต่แปรอุณหภูมิและเวลาในการผสมคือ ผสม 3 และ 5 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C และ ผสม 3 และ 5 นาทีที่อุณหภูมิ 200°C ดังเกิดลักษณะยางที่ได้แล้วเก็บยางทันทีในที่มืด ไม่โดนความชื้นและออกซิเจนเพื่อนำไปทดสอบต่อไป

3.3.2.2 การหาเปอร์เซ็นต์เจลของยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม

นำยางที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3.2.1 มาทำให้บริสุทธิ์ โดยการกำจัดมาลิกแอนไฮไดรด์ที่ไม่สามารถเกาะติดบนโมเลกุลของยางอีพีดีเอ็มออกไป โดยนำยางดังกล่าวมาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ จำนวน 1.5 กรัม มาละลายในตัวทำละลายโทลูอีน แสงในโทลูอีน 200 มิลลิลิตร โดยใส่ลงในขวดกันกลบขนาด 250 มิลลิลิตร เก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายยางมาฟลักซ์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบตามเวลาที่กำหนด นำสารละลายยางมา

รองด้วยตะแกรง ซึ่งจะได้อย่าง 2 ส่วน คือ ยางส่วนที่กรองได้นำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์เจล ส่วนสารละลายยางที่กรองผ่านตะแกรงจะแบ่งเป็น 2 ส่วนเท่ากันดังนี้คือ ส่วนแรกตกตะกอนด้วยอะซีโตนประมาณ 200 มิลลิลิตร ขณะที่ยางตกตะกอนกวนด้วยแท่งแก้วตลอดเวลา นำยางที่ตกตะกอนได้นำมาล้างด้วย อะซีโตนประมาณ 50 มิลลิลิตร นำยางที่ตกตะกอนได้ทำให้เป็นแผ่นแล้วนำไปอบในตู้อบลดความดัน (Vacuum Oven) ที่อุณหภูมิ 75 °C เป็นเวลา 15 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้ในเคซิเคเตอร์ เพื่อป้องกันความชื้นในบรรยากาศยางดังกล่าวนี้จะนำไปใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณมาลิกอิกแอน-ไฮโดรด์ที่กราฟด้านบนโมเลกุลยางอีพิตีเอ็ม สารละลายส่วนที่สองนำไปประเหยเอาตัวทำละลาย ปล่อยให้แห้งบางส่วนเพื่อให้สารละลายมีความเข้มข้นมากขึ้น นำไปใช้ในการหาปริมาณการกราฟต์ของมาลิกอิกแอนไฮโดรบนโมเลกุลยางอีพิตีเอ็ม ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์

ส่วนยางที่กรองได้นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 70 °C เวลา 48 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนักยางที่ได้ นำค่าที่ได้ไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์เจลได้จากสมการที่ 3.6

$$\% \text{ Gel Content} = \frac{A}{B} \times 100 \quad (3.6)$$

A = น้ำหนักยางที่กรองได้เมื่ออบแห้งแล้ว

B = น้ำหนักยางทั้งหมดในตอนแรก

3.3.2.3 การหาปริมาณการกราฟต์ของมาลิกอิกแอนไฮโดรบนโมเลกุลอีพิตีเอ็ม ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์

นำสารละลายยางมาลิกอิกอีพิตีเอ็มที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.2.2 ซึ่งระเหยตัวทำละลายออกจนได้สารละลายที่มีความหนืดสูงตั้งไว้ที่มืด 48 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายยางมาหยดลงบนแผ่นผลึกโพแทสเซียมโบรไมด์ ระเหยตัวทำละลายแล้วนำมาทดสอบด้วยเครื่องอินฟราเรด-สเปคโตรโฟโตมิเตอร์

การวิเคราะห์โครงสร้างมาลิกอิกอีพิตีเอ็ม สามารถสังเกตแถบการดูดกลืนของมาลิกอิกแอนไฮโดรด์ที่ตำแหน่ง 1830 - 1750 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ succinic anhydride และตำแหน่ง 1750 - 1660 cm^{-1} แสดงถึงหมู่ polymaleic anhydride และตำแหน่ง 760-680 cm^{-1} เป็น internal standard สามารถคำนวณหาอัตราส่วนพื้นที่ได้กราฟการกราฟต์ได้โดยใช้สมการที่ 3.7 (Grigoryeva and Karger-Kocsis, 2000)

$$\text{ระดับการกราฟต์} = \frac{A_{1830-1750} + A_{1750-1660}}{A_{760-680}} \quad (3.7)$$

เมื่อ

$$A_{1830-1750} = \text{พื้นที่ใต้สเปกตรัมอินฟราเรดที่เลขคลื่น 1830-1750 cm^{-1} }$$

$A_{1750-1660}$ = พื้นที่ใต้สเปกตรัมอินฟราเรดที่เลขคลื่น 1750-1660 cm^{-1}

$A_{1600-880}$ = พื้นที่ใต้สเปกตรัมอินฟราเรดที่เลขคลื่น 1600-880 cm^{-1}

3.3.2.4 การหาปริมาณการกราฟต์ของมาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลยางอีทีดีเอ็ม ด้วยวิธีการไตเตรต

นำยางที่เตรียมได้จากการตกตะกอนด้วยอะซีโตนหลังจากอบด้วยสูญญากาศ ความดันเพื่อไล่มาลิกแอนไฮไดรด์อิสระแล้วจากข้อ 3.3.2.2 ซึ่งน้ำหนักแน่นอนประมาณ 1 กรัม (W_1) นำไปรีฟลักซ์ในตัวทำละลายโทลูอีนปริมาณ 100 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เมื่อครบตาม เวลาตามที่กำหนด เติมน้ำกลั่น 0.20 มิลลิลิตร รีฟลักซ์ต่อไปอีก 24 ชั่วโมง นำสารละลายที่ได้มารองแยกส่วนที่ไม่ละลายออก สารละลายที่กรองได้นำไปไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide) ในตัวทำละลายเมทานอลกับเบนซิลแอลกอฮอล์ อัตราส่วน 1 ต่อ 9 (ปริมาตรต่อปริมาตร) เข้มข้น 0.025 นอร์มอล โดยใช้ฟีนอล์ฟทาเลิน 1 % ในตัวทำละลายเมทานอล เป็นอินดิเคเตอร์ปริมาณ 5 หยด ไตเตรตจนกระทั่งสารละลาย เปลี่ยนสีเป็นสีชมพู และไม่เปลี่ยนสีเมื่อตั้งทิ้งไว้ 10 วินาที

สำหรับส่วนที่ไม่ละลายที่กรองแยกออกมาได้นำไปอบให้แห้งด้วยสูญญากาศ ความดันที่อุณหภูมิ 75 °C เวลา 24 ชั่วโมง ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นแล้วนำมาชั่งจนได้น้ำหนักที่แน่นอน (W_2) เพื่อหาปริมาณมาลิกแอนไฮไดรด์ที่ละลายในโทลูอีน

ซึ่งมาลิกแอนไฮไดรด์ให้ได้น้ำหนักที่แน่นอนประมาณ 0.01 กรัม ใส่ในขวด ก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร เติมโทลูอีน (AR-grade) 50 มิลลิลิตร และน้ำกลั่น 0.20 มิลลิลิตร เขย่าจนมาลิกแอนไฮไดรด์ละลาย รีฟลักซ์ 24 ชั่วโมง ไตเตรตด้วยสารละลายมาตรฐาน โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 0.025 นอร์มอล โดยใช้ฟีนอล์ฟทาเลิน 1 % ในตัวทำละลายเมทานอลเป็นอินดิเคเตอร์ปริมาณ 5 หยด ไตเตรตจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนสีเป็นสีชมพู และไม่ สามารถเปลี่ยนสีเมื่อตั้งทิ้งไว้ 10 วินาที เพื่อวัดระดับการถูกไฮโดรไลซ์ของมาลิกแอนไฮไดรด์ สามารถคำนวณปริมาณการกราฟต์ได้โดยใช้สมการที่ 3.8

$$\% \text{MAH} = \frac{4.903 \times C \times N}{(W_1 - W_2) \times X} \quad (3.8)$$

เมื่อ C = ความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (N)

N = ปริมาณสารละลายมาตรฐานโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (ml)

W_1 = น้ำหนักยางมาลิกแอนไฮไดรด์ก่อนรีฟลักซ์ด้วยโทลูอีน (g)

W_2 = น้ำหนักยางมาลิกแอนไฮไดรด์หลังรีฟลักซ์ด้วยโทลูอีน (g)

X = ระดับการถูกไฮโดรไลซ์ของมาลิกแอนไฮไดรด์เท่ากับ 65.26 %

3.3.2.5 การศึกษาสมบัติของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม

ทำการศึกษาสมบัติต่าง ๆ เช่นเดียวกับยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพีดีเอ็ม คือสมบัติการไหลของยางดิบ ค่า Glass transition temperature ลักษณะการวัลคาไนซ์ และพลังงานการกระตุ้นของการวัลคาไนซ์ ความเข้มข้นในเฟสยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอ็ม (มาลีเอตอีพีดีเอ็ม) ของยางเบลนด์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ ความทนต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการยืดของยาง ความทนต่อความร้อนด้วยเครื่อง Thermal gravimetric analyser ความต้านทานต่อโอโซนของยาง ดังหัวข้อที่ 3.3.1.2 -3.3.1.8 ตามลำดับ

3.3.3 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนต

3.3.3.1 การเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์

เป็นการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์เพื่อใช้เป็นสารช่วยเข้ากันได้ ระหว่างยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนต โดยเตรียมเป็นยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 โมลเปอร์เซ็นต์ และ 50 โมลเปอร์เซ็นต์ (ENR-25 และ ENR-50) เพื่อให้เหมือนกับยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีในทางการค้า มีรายละเอียดดังนี้

สูตรที่ใช้ในการทดลองนี้ดังตารางที่ 3.6 นำน้ำยางชันชนิดแอมโมเนียสูง (HA) มาเจือจางให้มีเนื้อยางแห้ง (Dry rubber content, DRC) เป็น 20% จากนั้นเติม Emulvin W เพื่อให้อนุภาคของน้ำยางเกิดการเสถียรแล้วกวนประมาณ 30 นาที จากนั้นเติมกรดเพอร์ฟอร์มิก (ที่เตรียมได้จากไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับกรดฟอร์มิกทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นกรดเปอร์ฟอร์มิก) โดยการเติมอย่างช้า ๆ (ใช้เวลาประมาณ 1 ชั่วโมง) ปลดปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 50°C แล้วทำการเก็บตัวอย่างน้ำยางประมาณ 10 มล. เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่เวลาต่าง ๆ คือ 2, 4, 4.5, 5, 5.5, 6, 6.5, 7, 7.5, 8, 10 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ นำตัวอย่างที่ได้ไปจับด้วยเมทานอล รีดเป็นแผ่นบาง ๆ ด้วยเครื่องรีดยาง แล้วนำไปล้างด้วยน้ำสะอาดหลาย ๆ ครั้งเพื่อขจัดสารเคมีที่เหลือออกไปให้หมด นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 40 °C ประมาณ 72 ชั่วโมง จนกระทั่งยางแห้ง จากนั้นนำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่แห้งแล้วไปละลายในคลอโรฟอร์ม เพื่อวิเคราะห์การมีปริมาณหมู่อีพอกไซด์โดยใช้เครื่อง FT-IR

ตารางที่ 3.6 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์

สารเคมี	ปริมาณ
Latex dry weight (g)	115.6
Mol. repeating unit of NR (l^{-1})	1.7
Hydrogen peroxide (Mol)	2.6
Formic acid (Mol)	0.9
10% Emulvin W (g/l)	13
Reaction DRC. (%)	20

3.3.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์

นำยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่เตรียมได้ มาเตรียมเป็นตัวอย่างสำหรับทดสอบ โดยการนำตัวอย่างยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่แห้งแล้วประมาณ 2 กรัม มาตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ แล้วนำมาละลายในคลอโรฟอร์มในหลอดทดลองขนาดกลาง ตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1 คืน หรือจนยางเกิดลักษณะเป็นเจล หลังจากนั้นนำเจลที่ได้ไปทาเป็นแผ่นฟิล์มบาง ๆ บนเซลล์โพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) นำไปอบที่อุณหภูมิ 50 °C จนกระทั่งตัวทำละลายระเหยหมด หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR)

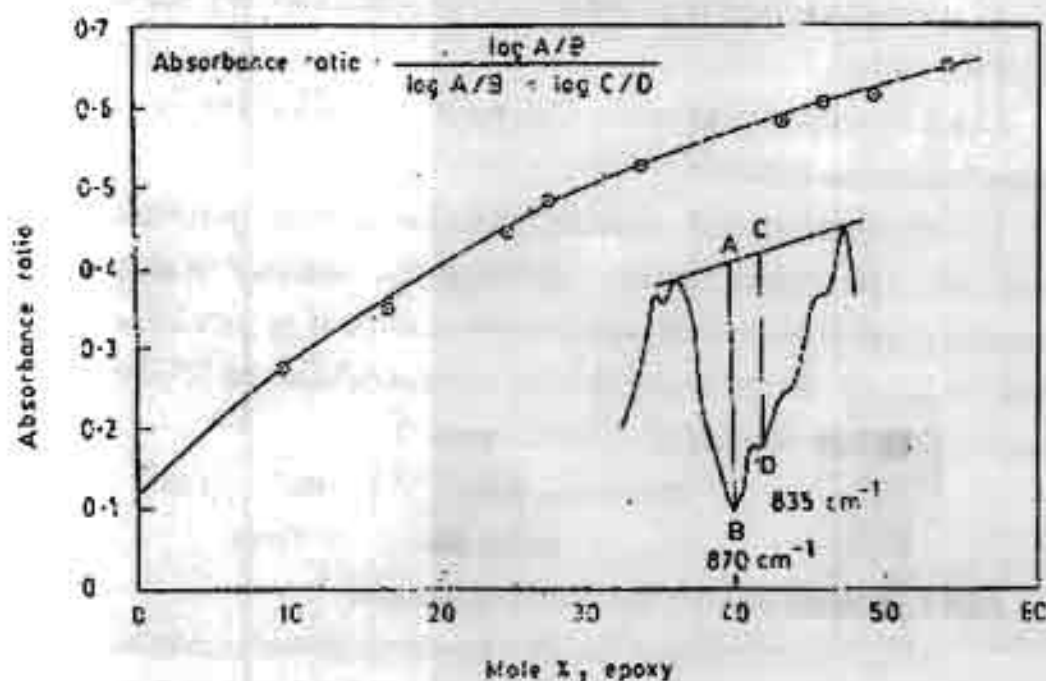
การวิเคราะห์โครงสร้างของยางธรรมชาติอีพอกไซด์จากสเปกตรัมอินฟราเรด จะพบตำแหน่งของพีคที่แสดงลักษณะเฉพาะของหมู่อีพอกไซด์ ดังแสดงในตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 ตำแหน่งเลขคลื่นของพีคของสเปกตรัมอินฟราเรดหมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น
CH_2, CH_3	2990-2850
-C-H ที่เกาะอยู่ที่ C=C	835
อีพอกไซด์ (Epoxide)	870, 1240

การวิเคราะห์โครงสร้างของยางอีพอกไซด์จากสเปกตรัมอินฟราเรด โดยจะพบตำแหน่งของพีค ที่แสดงลักษณะเฉพาะของหมู่อีพอกไซด์ดังนี้ หมู่ฟังก์ชัน CH_2, CH_3 ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2990 -2850 cm^{-1} -C-H ที่เกาะอยู่ที่ C=C ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 835 cm^{-1} และ epoxide ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 และ 1240 cm^{-1} จากนั้นสามารถนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์ โดยใช้ค่าการดูดกลืนแสงอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 และ 835 cm^{-1} ไปคำนวณหาค่า Absorbance ratio (Ar) เพื่อเทียบกับกราฟมาตรฐานดังรูปที่ 3.3 ปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในหน่วยโมลเปอร์เซ็นต์สามารถคำนวณได้ดังนี้ (Kuriacose, 1984)

$$\text{Absorbance ratio} = a_{870} / (a_{870} + a_{835}) \quad (3.9)$$



รูปที่ 3.3 กราฟมาตรฐานของปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในโมเลกุลยางธรรมชาติ (Davey, 1984)

3.3.3.3 ศึกษาสมบัติทางรีโอโลยีด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารี (Capillary Extrusion Rheometer)

เตรียมยางดิบธรรมชาติอีพอกไซด์ ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทด์ ที่อัตราส่วนต่างๆ ยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวแทนเชื่อมประสาน และยางเบลนด์ที่ใส่เซมาต้า ดังตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 อัตราส่วนต่าง ๆ ของยางเบลนด์ดิบ

สูตรยาง	อัตราส่วนยาง
NR/BIIR	100/0, 75/25, 50/50, 25/75, 0/100
ENR25	100
ENR50	100
NR/BIIR/ENR25	67.5/22.5/10, 45/45/10, 22.5/67.5/10
NR/BIIR/ENR50	67.5/22.5/10, 45/45/10, 22.5/67.5/10
NR/BIIR + Carbon black (40phr)	100/0, 75/25, 50/50, 25/75, 0/100

ทำการบดผสมโดยนำยางดิบที่ซึ่งตามอัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ ดังรายละเอียดเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1.2

3.3.3.4 ศึกษาอุณหภูมิคล้ายแก้ว (T_g) ของยางเบลนด์ดิบด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC7)

เตรียมชิ้นทดสอบยางดิบจากหัวข้อ 3.3.3.3 โดยเลือกเฉพาะสูตรยางเดี่ยวและยางเบลนด์ดังนี้ NR, BIIR, ENR25, ENR50, NR/BIIR:(50/50), NR/BIIR/ENR25:(45/45/10) และ NR/BIIR/ENR50:(45/45/10) ทำการทดลองตามมาตรฐาน ASTM D 3418-75 ใช้ชิ้นทดสอบหนักประมาณ 15 มิลลิกรัม ทำการทดลองภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน ใช้ไนโตรเจนเหลวในการลดอุณหภูมิของชิ้นทดสอบ โดยใช้สภาวะการทดสอบดังนี้

Temperature Scan : -100°C ถึง 0°C

Heating / cooling rate : $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$

3.3.3.5 ศึกษาลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์

เตรียมยางคอมปาว์เบลนด์ โดยทำการผสมยางและสารเคมีบนเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้ง ตามสูตรดังตารางที่ 3.9 โดยขั้นแรกเป็นการบดยาง จากนั้นจึงใส่ซิงค์ออกไซด์ สารตัวเติมกรดสเตียริก สารตัวเร่ง และกำมะถัน ตามลำดับ ริดยางออกเป็นแผ่น พักยางไว้ประมาณ 24 ชั่วโมงแล้วจึงนำยางไปหาลักษณะการวัลคาไนซ์ โดยทำการทดสอบด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบหมุน (ODR 2000) โดยใช้อุณหภูมิ 150°C หาค่าแรงบิด (Torque) ต่ำสุดและแรงบิดสูงสุด ที่เกิดแรงเฉือนระหว่างยางกับโรเตอร์ หาค่า scorch time และเวลาการวัลคาไนซ์ (cure time)

ตารางที่ 3.9 สูตรยางที่ใช้ศึกษาสมบัติการวัลคาไนซ์

สารเคมี	สูตรยาง (phr)															
	A1	B1	C1	D1	E1	F1	G1	H1	I1	J1	K1	L1	M1	N1	O1	P1
STR5L	100	75	50	25	-	-	-	90	67.5	45	22.5	-	90	67.5	45	22.5
BIIR	-	25	50	75	100	-	-	-	22.5	45	67.5	90	-	22.5	45	67.5
ENR25	-	-	-	-	-	100	-	10	10	10	10	10	-	-	-	-
ENR50	-	-	-	-	-	-	100	-	-	-	-	-	10	10	10	10
C-black	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
ZnO	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
St.acid	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
TBBS	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
6PPD	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Sulphur	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1

หมายเหตุ สูตรยาง R และ S ใช้ทดสอบเฉพาะสมบัติทางพลวัต สมบัติยางที่อมส่วคลื่นไม่ไ้รเวฟ และสมบัติทางไดอิเล็กทริก

3.3.3.6 ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์ของยางเบลดวัลคาไนซ์

นำยางคอมปาวด์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3.3.5 มาอัดเข้าเพื่อเตรียมขึ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดเข้าแบบไฮโดรลิกโดยใช้อุณหภูมิ 150°C ตามเวลา 90% cure time หลังจากนั้นนำขึ้นทดสอบที่เตรียมได้ไปทดสอบสมบัติดังต่อไปนี้

3.3.3.6.1 การทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถยืดจนขาด
ทดสอบเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.1.6

3.3.3.6.2 การวัดค่าความแข็ง

ทดสอบความแข็งตามมาตรฐาน ASTM D 2240-97 เป็นการวัดค่าความแข็งแบบ shore A โดยใช้ขึ้นทดสอบที่มีความหนาอย่างน้อย 6 มม. หรือ 0.25 นิ้ว ทำทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบ shore A ให้หัวกดกดอย่างค้างไว้ 30 วินาที แล้วจึงอ่านค่าความแข็งที่ได้

3.3.3.6.3 การทดสอบการกระเดื่องตัวแบบเอิร์สเลย์

ทดสอบความกระเดื่องตัว ตามมาตรฐาน ASTM D945-79 โดยใช้ขึ้นทดสอบเป็นยางทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 19.5±0.13 มม. สูง 12.5±0.25 มม. หรือมีพื้นที่หน้าตัดของตัวอย่างยางเท่ากับ 300 มม.² ทำการทดสอบโดยนำยางมาวางตรงกลางแผ่น platen โดยใช้แผ่นกระดาษทรายรองทั้งข้างบนและข้างล่างก่อนทำการทดสอบจะต้องปรับสภาพขึ้นทดสอบโดยการกดคานด้านขวาให้ยางผิดรูปประมาณ 30 % แล้วปล่อย ทำซ้ำ 3 ครั้ง จากนั้นทดลองเพื่อทราบว่าจะต้องใช้ค้อนน้ำหนักกี่กิโลกรัม จึงจะมีแรงกดยางให้ผิดรูป 20% ก่อนใส่ค้อนน้ำหนักให้ตึงคานไว้เสียก่อน เมื่อใส่ค้อนน้ำหนักแล้วจึงปลดที่ล็อกให้คานกลับไปทางขวามืออย่างอิสระ หมุนคุม chronograph ให้ปากกาขีดเป็น zero reading แล้วจึงล็อกคานไว้อีกครั้ง กดสวิทช์ให้กระดาษกราฟเดินแล้วปลดให้คานแกว่ง

การคำนวณ

$$\text{Yerzley resilience (\%)} = \left[(BC) / (AB) \right] \times 100 \quad (3.10)$$

โดย AB เป็นระยะห่างระหว่างจุดสูงสุดถึงจุดต่ำสุดของอัมพลิจูดของคาบแรกของการแกว่งและ BC ก็เป็นค่าเดียวกันของคาบที่สอง

$$\text{Yerzley hysteresis} = 100 - \text{Yerzley resilience} \quad (3.11)$$

3.3.3.6.4 การทดสอบ Compression Set

ทดสอบ Compression Set ตามมาตรฐาน ASTM D 395-98 ขึ้นทดสอบมีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 29.0±0.5 มม. หนา 12.5±0.5 มม. อัดให้ผิดรูป 25% ของความหนา ลักษณะดังรูปที่ 3.2 อบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดแล้วนำยางออกจากแผ่นอัดทันที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที บนพื้นที่ไม่นำความร้อน แล้วจึงวัดความหนา รายงานผลในรูปของเปอร์เซ็นต์ของความหนาเดิม

การคำนวณ

$$\% \text{ Compression set} = [(t_0 - t_1) / (t_0 - t_n)] \times 100 \quad (3.12)$$

โดย

t_0 = ความหนาเดิมก่อนการทดสอบ

t_1 = ความหนาหลังจากอบด้วยความร้อน

t_n = ความหนาของแผ่นกั้น (spacer)

3.3.3.7 ศึกษาความทนต่อความร้อนด้วยเครื่อง Thermalgravimetric Analyzer (TGA)

ทดสอบยางเบลดวัลคาไนซ์ จะใช้สูตรยางเบลดวัลคาไนซ์จากหัวข้อ 3.3.3.5 โดยเลือกใช้ยางสูตร A1, C1, E1, F1, G1, J1 และ O1

การเตรียมชิ้นทดสอบทำโดยตัดตัวอย่างชิ้นทดสอบเป็นชิ้นเล็กๆ หนักประมาณ 5-10 มิลลิกรัม ทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 20 มิลลิตรต่อนาทีตลอดการทดสอบ โดยเพิ่มอุณหภูมิด้วยอัตราคงที่ 10°C ต่อนาที จนถึงอุณหภูมิ 50°C ให้คงที่ไว้ 2 นาที แล้วจึงเพิ่มอุณหภูมิต่อเนื่องจนถึง 700°C จึงยุติ

3.3.3.8 ศึกษาสมบัติเชิงพลวัตของยางเบลด

ในการทดลองใช้สูตรยางจากหัวข้อ 3.3.3.5 เช่นเดียวกันโดยเลือกใช้เฉพาะยางสูตร A1, C1, E1, F1, G1, J1, O1, R1 และ S1 ทำการผสมยางกับสารเคมีด้วยเครื่องบดผสมยางสองลูกกลิ้ง และอัดเข้าชิ้นทดสอบตามเวลา 90% cure time ที่อุณหภูมิ 150°C

ชิ้นทดสอบมีลักษณะเป็นวงกลม เส้นผ่านศูนย์กลาง 6 มิลลิเมตร หนา 2 มิลลิเมตร โดยการอัดจากเบ้าสำหรับชิ้นทดสอบ Tensile แล้วนำมาตัดให้ได้ขนาด ทดสอบยางด้วยเครื่อง DMA โดยการใช้สภาวะในการทดสอบดังนี้

- อุณหภูมิในช่วง -100°C ถึง 35°C ภายใต้บรรยากาศซีเลียม
- อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ : $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$
- Measuring System : Parallel Plate
- ความถี่ 1 Hz
- Static force 4000 mN
- Dynamic force 3300 mN

3.3.4 การวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

ผสมยางสูตรยางเบลดยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์เช่นเดียวกับหัวข้อ

3.3.3.8 สำหรับยางเบลดยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มใช้สูตรยางดังตารางที่ 3.10 อัดเข้าชิ้นทดสอบที่อุณหภูมิ 150°C ตามเวลา 90% cure time โดยการอัดจากเบ้าสำหรับชิ้นทดสอบ Tensile ที่มีผิวเรียบมากที่สุด แล้วนำมาตัดเป็นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 38 mm ทดสอบด้วยเครื่อง Impedance/Gain-phase Analyzer รุ่น HP4194A ซึ่งจะได้อ่านค่า C_p แล้วคำนวณค่าคงที่ไดอิเล็กตริกโดยใช้สมการ

$$\epsilon_r = l \times C_p \times 1 \times 10^{14} \quad (3.13)$$

โดยที่: ϵ_r คือ Relative dielectric constant (Relative permittivity)

ของยาง

C_p คือ Equivalent parallel capacitance value [F]

l คือ ความหนาของชิ้นทดสอบ [m]

ตารางที่ 3.10 สูตรยางธรรมชาติ ยางอีพียีเอ็ม ยางมาลีเอคอีพียีเอ็ม และยางเบลนด์ที่ใช้

สารเคมี	T1	U1	V1	X1	Y1	Z1	A2	A3	A4	A5
STR 5L	100	-	-	20	20	100	-	-	20	20
EPDM	-	100	-	80	-	-	100	-	80	-
MEPDM	-	-	100	-	80	-	-	100	-	80
ZnO	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
Stearic acid	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
MBT	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
ZDEC	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
TMTD	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
CaCO ₃	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90
N-330	5	5	5	5	5	10	10	10	10	10
Zinc stearate	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Paraffinic oil	15	30	30	30	30	15	30	30	30	30
Sulphur	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5

3.3.5 การทดสอบอุณหภูมิยางที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ

เตรียมชิ้นทดสอบยางคอมปาว์ขนาด 15 mm x 12 mm x 2 mm นำไปอบด้วยคลื่นไมโครเวฟจากนั้นนำเอาชิ้นทดสอบวัดอุณหภูมิด้วย thermocouple อย่างรวดเร็ว ทำการทดสอบอย่างน้อย 3 ชิ้น โดยแปรเวลาอบเพิ่มครั้งละ 15 วินาทีจนถึงเวลาที่ชิ้นทดสอบเกิดการไหม้ สูตรยางธรรมชาติ ยางอีพียีเอ็ม ยางมาลีเอคอีพียีเอ็ม และยางเบลนด์ที่ใช้ดังตารางที่ 3.10

สำหรับยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ใช้สูตรจากหัวข้อ 3.3.3.5 โดยเลือกเฉพาะสูตรยาง A1, C1, E1, F1, G1, J1, O1, R1 และ S1 เตรียมยางคอมปาว์โดยทำการผสมยางกับสารเคมีด้วยเครื่องบดผสมยางสองลูกกลิ้ง นำยางคอมปาว์ที่เตรียมได้ทดสอบการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ

3.3.6 การเตรียมโฟมยางเบลนด์และสมบัติของโฟมยาง

ผสมยางตามสูตรดังตารางที่ 3.10 โดยเพิ่มสารฟูซัน AC3000F ปริมาณ 15 phr ในแต่ละสูตรนำยางคอมปาว์เอ็กซ์ทรูดด้วยเครื่อง Hot Feed Extruder ที่อุณหภูมิยางร้อน โดยตั้งอุณหภูมิหัวดายเท่ากับ 90 °C อุณหภูมิตัวเครื่อง 80 °C สำหรับการเอ็กซ์ทรูดยางธรรมชาติ ตั้งอุณหภูมิหัวดายเท่ากับ 100 °C อุณหภูมิตัวเครื่อง 100 °C สำหรับการเอ็กซ์ทรูดยางอีพียีเอ็ม ยางมาลีโออีพียีเอ็ม และยางเบลนด์ ใช้ดายกลมเส้นผ่าศูนย์กลาง 6.5 มิลลิเมตร จัดยางแล้วนำไปชั่งให้ได้น้ำหนักประมาณ 3 กรัม และ 6 กรัม สำหรับยางที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.0 มิลลิเมตร และ 6.5 มิลลิเมตร ตามลำดับ วัดขนาดยางสามตำแหน่งแล้วหาค่าเฉลี่ย คำนวณ Die Swell (%) ได้โดยใช้สมการที่ 3.14

$$\% \text{ Die Swell} = \frac{\phi_{\text{Extrudate}} - \phi_{\text{Die}}}{\phi_{\text{Die}}} \times 100 \quad (3.14)$$

เมื่อ

$\phi_{\text{Extrudate}}$ คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของยางหลังจากเอ็กซ์ทรูด (มม.)

ϕ_{Die} คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของดายเท่ากับ 4.0 และ 6.5 มม.

จากนั้นนำยางเข้าอบในตู้อบอากาศร้อนและเครื่องไมโครเวฟ แปรเวลายอบเป็น 2, 4, 6, 8, 10, 12 และ 14 นาที โดยแบ่งการอบออกเป็นสามแบบคือ

1. อบด้วยตู้อบอากาศร้อนใช้อุณหภูมิ 180 °C
2. อบด้วยไมโครเวฟ 1 นาที ที่ระดับพลังงาน HIGH วัดอุณหภูมิ แล้วนำไปอบด้วยตู้อบอากาศร้อนทันที ใช้อุณหภูมิ 180 °C
3. อบด้วยไมโครเวฟ 2 นาที ที่ระดับพลังงาน HIGH วัดอุณหภูมิ แล้วนำไปอบด้วยตู้อบอากาศร้อนทันที ใช้อุณหภูมิ 180 °C

3.3.6.1 การหาเปอร์เซ็นต์การขยายตัวของโฟม

นำยางที่อบแล้วมาวัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางสามตำแหน่งหาค่าเฉลี่ย ใช้ขึ้นทดสอบสามชิ้น คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การขยายตัวของโฟมได้โดยใช้สมการที่ 3.15

$$\% \text{ Expansion} = \frac{\phi_{\text{Foam}} - \phi_{\text{Extrudate}}}{\phi_{\text{Extrudate}}} \quad (3.15)$$

เมื่อ

ϕ_{Foam} คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของโฟมยางหลังจากวัลคาไนซ์ (mm)

$\phi_{\text{Extrudate}}$ คือ เส้นผ่าศูนย์กลางของโฟมยางหลังจากเอ็กซ์ทรูด (mm)

3.3.6.2 ความหนาแน่นของโฟมยาง

ตัดยางทั้งสองขนาดให้ความยาวประมาณ 12 มิลลิเมตรวัดความยาวและเส้นผ่าศูนย์กลางของชิ้นทดสอบ แล้วนำไปชั่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ใช้ชิ้นทดสอบ 5 ชิ้น คำนวณความหนาแน่นโดยใช้สมการที่ 3.16

$$\text{ความหนาแน่นของโฟมยาง} = M/\pi r^2 h \quad (3.16)$$

โดย

$$\begin{aligned} M &= \text{น้ำหนักชิ้นทดสอบ (g)} \\ r &= \text{รัศมีชิ้นทดสอบ (cm)} \\ h &= \text{ความยาวชิ้นทดสอบ (cm)} \end{aligned}$$

3.3.6.3 การวัดขนาดเซลล์และลักษณะเซลล์

ตัดชิ้นยางให้มีความหนา 1 มิลลิเมตร นำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 10 เท่า เลือกเซลล์ที่มีลักษณะกลมและมีขนาดใกล้เคียงกันจากจุดต่างๆ วัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของเซลล์เทียบกับสเกลที่มีอยู่โดยใช้ชิ้นทดสอบ 3 ชิ้น คำนวณหาขนาดเซลล์โดยใช้สมการที่ 3.17

$$\text{ขนาดของเซลล์} = \text{ขนาดที่วัดได้} \times 0.024 \quad (3.17)$$

3.3.6.4 การหาค่ามอดูลัส ค่าความต้านทานต่อการยืด และระยะยืดเมื่อขาดของโฟมยาง

ตัดชิ้นทดสอบรูปทรงกระบอกขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางยาว 10 มิลลิเมตร วัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของชิ้นทดสอบโดยใช้ชิ้นทดสอบ 5 ชิ้น ชิดเส้นบนชิ้นทดสอบกว้าง 1 เซนติเมตร นำชิ้นทดสอบมายืดด้วยความเร็ว 500 มิลลิเมตรต่อนาที ด้วยเครื่อง Tensometer บันทึกและคำนวณค่าแรงที่ระยะยืด 100, 200 และ 300 % และระยะยืดของยางขาด คำนวณหาค่าโมดูลัสที่ตำแหน่งต่างๆ ค่าความต้านทานต่อการยืดและค่าระยะยืดเมื่อขาด (%) โดยใช้สมการที่ 3.18 - 3.20

$$\text{Modulus} = F_1/\pi r^2 \quad (3.18)$$

เมื่อ

$$F_1 = \text{แรงที่ใช้ยืด 100% 200% และ 300% (N)}$$

$$R = \text{รัศมีชิ้นทดสอบ (mm)}$$

$$\text{Tensile Strength} = F_2 / \pi r^2 \text{ (MPa)} \quad (3.19)$$

เมื่อ

F_2 = แรงที่ใช้ยืดสูงสุด (N)

r = รัศมีชิ้นทดสอบ (mm)

$$\text{Elongation at Break} = 100 \times (L - L_0) / L_0 \quad (3.20)$$

เมื่อ

L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนยางเมื่อยืด (cm)

L_0 = 1.00 cm

บทที่ 4

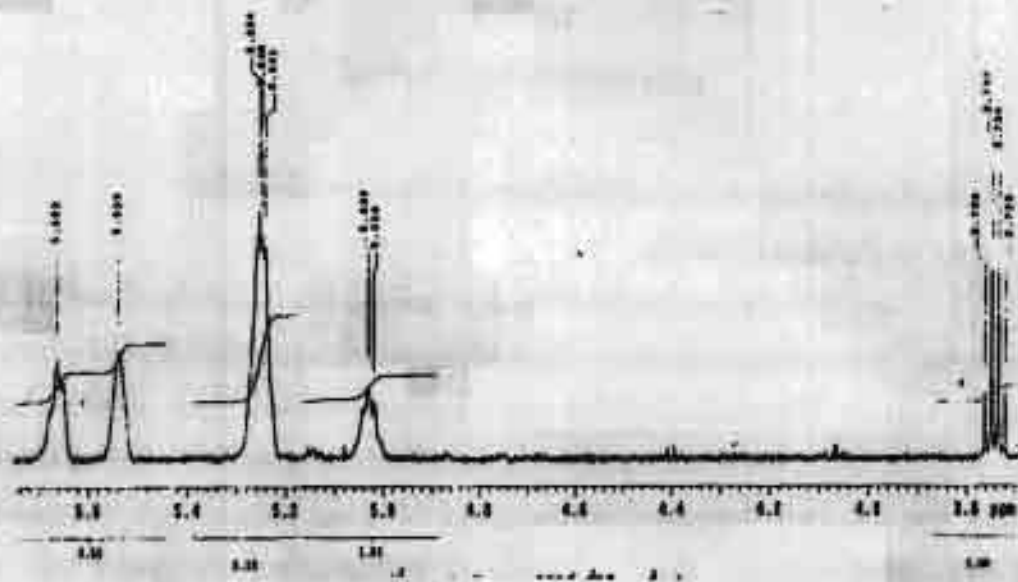
ผลการทดลองและวิจารณ์

4.1 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มและยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม

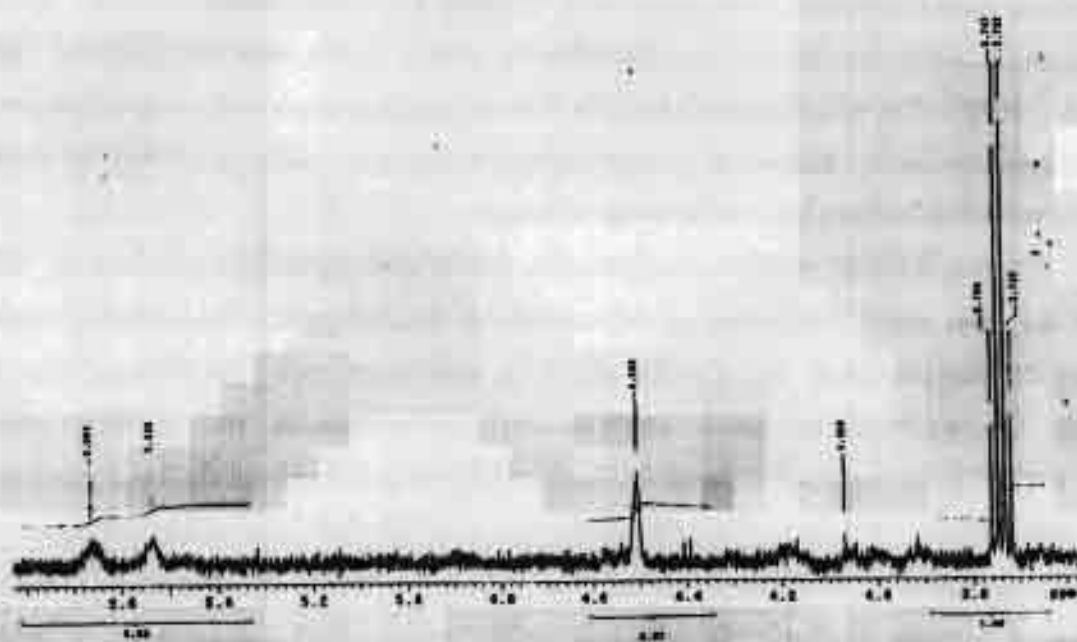
4.1.1 ยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม

จากการเตรียมยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มตามหัวข้อ 3.3.1 ได้ยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มที่มีสีน้ำตาลเข้ม มีความยืดหยุ่นอย่างยาง เมื่อนำตัวอย่างยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ ได้สเปกตรัมดังรูปที่ 4.1 เปรียบเทียบกับสเปกตรัมของยางอีพิตีเอ็มในรูปที่ 4.2 พบว่าสเปกตรัมของทั้งยางอีพิตีเอ็มและยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม แสดงเคมีคัลชิฟท์ของโปรตอนที่อยู่ใหญ่ CH_3 และ CH_2 ที่อยู่บนคาร์บอนพันธะเดี่ยว ที่ตำแหน่ง 0.9 ppm และ 1.3 ppm ตามลำดับ ซึ่งแสดงลักษณะสัญญาณของ โคลพอลิเมอร์ ในส่วนของโพรไฟลีน และเอทิลีน ตามลำดับ และพบว่า สเปกตรัมของยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มแตกต่างไปจากสเปกตรัมของยางอีพิตีเอ็ม 3 ตำแหน่งคือ พบเคมีคัลชิฟท์ของโปรตอน ที่ตำแหน่ง 4.506 ppm ในขณะที่สเปกตรัมของยางอีพิตีเอ็มจะไม่มีสัญญาณเรโซแนนซ์ที่ตำแหน่งนี้ เคมีคัลชิฟท์ของโปรตอนที่เกิดขึ้นตำแหน่งนี้ น่าจะเป็นสัญญาณของโปรตอนบนพันธะ BrC-CHBr ซึ่งโดยปกติโปรตอนบนพันธะ C-CH-Br แสดงสัญญาณที่ตำแหน่งประมาณ 4.2 ppm (พิมพิจิตและวัชรินทร์, 2539) และจากการวิจัยของ Tsai *et al.* (1999) ซึ่งทำการโพรมิเนตพอลิเมอร์ชนิด Poly (p-methylstyrene-co-styrene) -block-poly (ethylene-co-butene) -block-poly (p-methylstyrene-co-styrene) พบว่า หลังทำปฏิกิริยาโพรมิเนชัน พบเคมีคัลชิฟท์ของโปรตอนที่ตำแหน่ง 4.75 ppm

สเปกตรัมที่เกิดการเปลี่ยนแปลงอีกสองตำแหน่งคือไม่มีสัญญาณที่ตำแหน่งประมาณ 5.0 และ 5.2 ppm ของสเปกตรัมของยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม ซึ่งเป็นสัญญาณเรโซแนนซ์ของโปรตอนใหญ่ CH ที่อยู่บนพันธะคู่ $\text{R}_2\text{C=CHCH}_3$ เมื่อ R คือ วงแหวนอะลิไซคลิก (พิมพิจิตและวัชรินทร์, 2539) ซึ่งแสดงลักษณะของ termonomer ชนิด ethylidene norbornane บนยางอีพิตีเอ็ม แสดงว่า การทำปฏิกิริยาโพรมิเนชันแก่ยางอีพิตีเอ็มเป็นปฏิกิริยาการเติมโบรมีนเข้าไปที่ตำแหน่งพันธะคู่ อย่างไรก็ตาม การทดลองนี้ไม่ได้วิเคราะห์หาปริมาณโบรมีนที่เข้าไปเกาะที่โครงสร้างโมเลกุลของยาง แต่คาดว่า น่าจะอยู่ในช่วงประมาณ 2 % (Yoon *et al.*, 1996) เนื่องจาก ผลงานวิจัยของ J.R.Yoon และคณะ ที่เตรียมโพรมิเนตอีพิตีเอ็มโดยใช้ปริมาณโบรมีนที่เท่ากับการทดลองนี้ ได้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณโบรมีนด้วยวิธี Elemental analysis พบว่ามีปริมาณโบรมีน 2.4 – 2.5 %



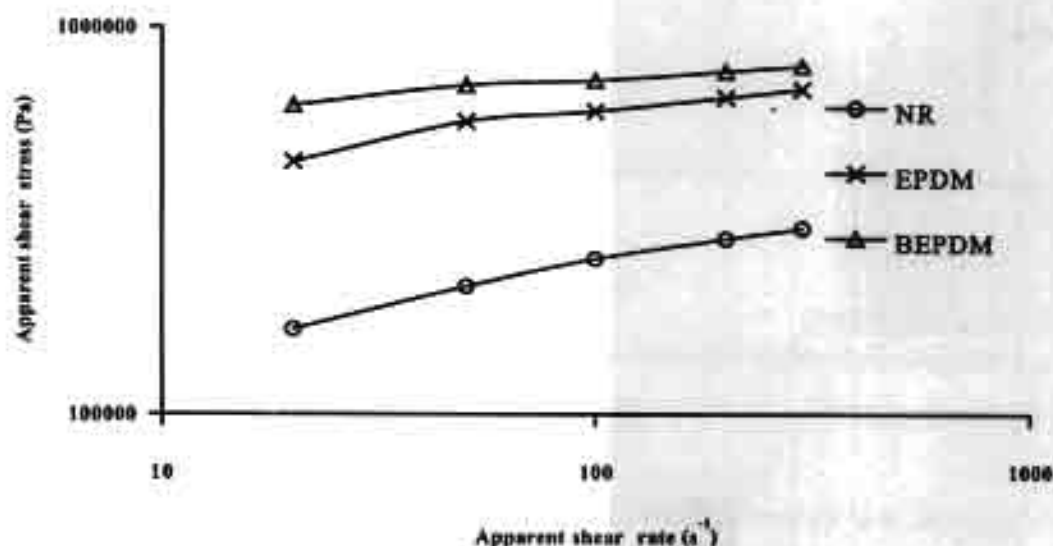
รูปที่ 4.1 สเปกตรัมของพอลิเอทิลีนไดออกไซด์ที่ได้จากเครื่อง $^1\text{H-NMR}$



รูปที่ 4.2 สเปกตรัมของพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้จากเครื่อง $^1\text{H-NMR}$

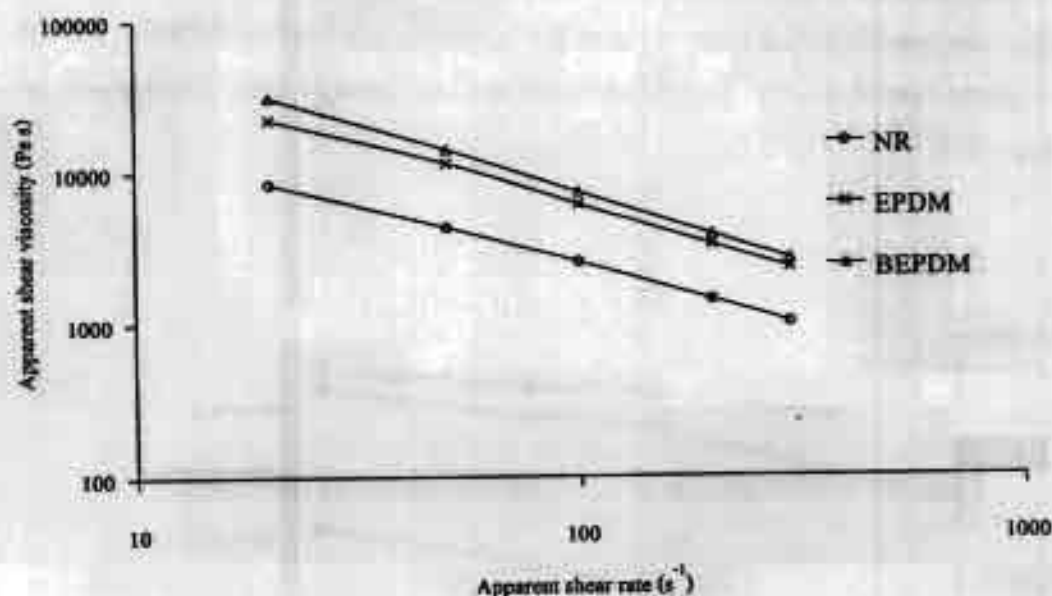
4.1.2 การทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีของยาง ด้วยเครื่องคาปิลลารีรีโอมิเตอร์

การทดสอบสมบัติรีโอโลยีของยางธรรมชาติ ยางอีพิตีเอ็ม ยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม และยางเบลนด์ ตามการทดลองที่ 3.3.1.2 ซึ่งป่งชี้ถึงความยากง่ายในการแปรรูป และความเข้ากันได้ ได้ผลการทดลองดังนี้



รูปที่ 4.3 ความสัมพันธ์ระหว่าง Apparent shear stress กับ Apparent shear rate ของยางเดี่ยวที่อุณหภูมิ 100°C

จากรูปที่ 4.3 เห็นได้ว่า ความเค้นเฉือนของยางเพิ่มขึ้น เมื่ออัตราเฉือนเพิ่มขึ้น โดยที่ความเค้นเฉือน (ไม่ว่าที่อัตราเฉือนใด ๆ) ที่เกิดขึ้นในยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม มีค่ามากที่สุด รองลงมาคือ ยางอีพิตีเอ็ม และยางธรรมชาติ ตามลำดับ และเมื่อนำความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นเฉือนกับอัตราเฉือนไปคำนวณหาค่าความหนืดเฉือนที่อัตราเฉือนต่าง ๆ ได้ผลดังรูปที่ 4.4



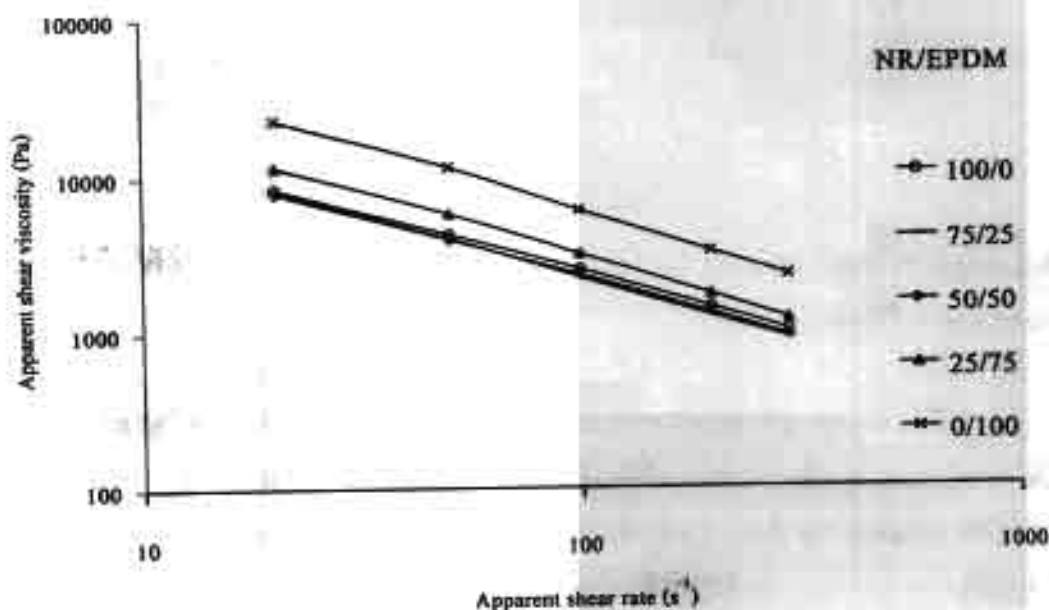
รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่าง Apparent shear viscosity กับ Apparent shear rate ของยางเดี่ยว ที่อุณหภูมิ 100 °C

จากรูปที่ 4.4 ความหนืดเฉือนของยางทั้งสามชนิดลดลง เมื่ออัตราเฉือนเพิ่ม ซึ่งแสดงให้เห็นถึงสมบัติการไหลของซูโดพลาสติก (Pseudoplastic) ที่มีลักษณะเป็น Shear thinning นั้นเอง และพบว่า ยางโบรมิเนตอีพียีเอ็มมีค่าความหนืดเฉือนสูงกว่ายางอีพียีเอ็มและยางธรรมชาติ ตามลำดับ

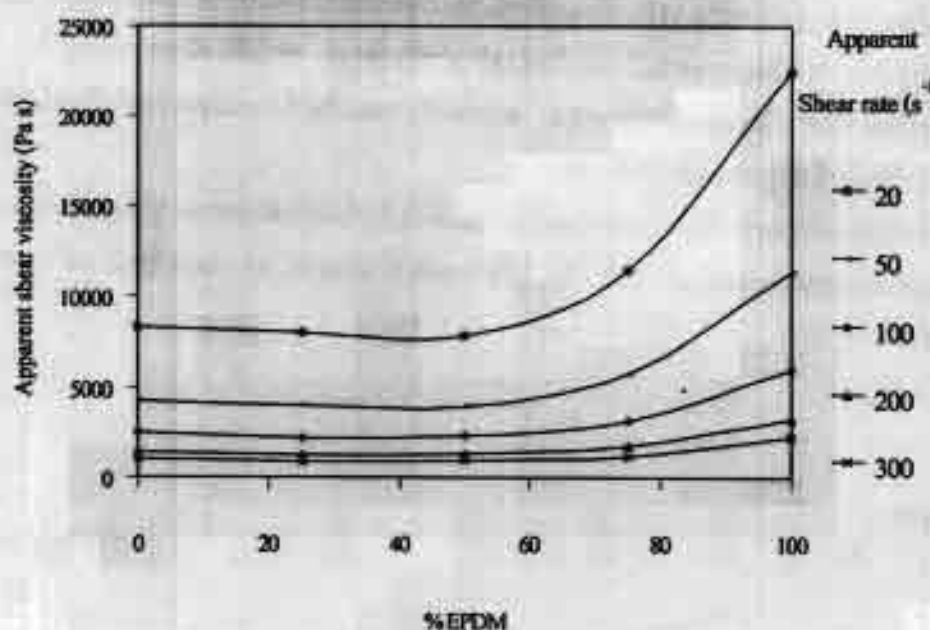
อนึ่งจากงานวิจัยของอุมาร์ (2543) ซึ่งได้ทดสอบค่าความหนืดเฉือนของยางก่อนบดพบว่า ความหนืดของยางธรรมชาติ และยางอีพียีเอ็ม มีค่าใกล้เคียงกัน แต่เมื่อนำยางทั้งสองชนิดมาผ่านการบด พบว่า ความหนืดของยางธรรมชาติลดลงอย่างเห็นได้ชัด ในขณะที่ความหนืดของยางอีพียีเอ็มลดลงเพียงเล็กน้อย แสดงว่า การบดยางก่อนทดสอบสมบัติการไหลด้วยเครื่องคาปิลลารีทำให้ยางแต่ละชนิดมีสมบัติการไหลที่แตกต่างกัน คือ ยางอีพียีเอ็มและยางโบรมิเนตอีพียีเอ็มเป็นยางสังเคราะห์ที่ตอบสนองต่อการบดไม่มากนัก คือ การบดในเวลาที่ไม่มากนัก ไม่อาจทำให้โมเลกุลยางเกิดการขาดอย่างถาวร กล่าวคือ ยางทั้งสองชนิดนี้มีความทนต่อการเกิดออกซิเดชันมากกว่ายางธรรมชาติ ทำให้การบดไม่เป็นผลต่อโมเลกุลยางมากนัก ในขณะที่ยางธรรมชาติมีข้อด้อยด้านความทนต่อการถูกออกซิเดชัน เมื่อยางธรรมชาติถูกบด โมเลกุลยางขาดออกจากกัน ออกซิเจนจะเข้าไปจับกับปลายของโมเลกุลส่วนที่ขาด ทำให้เกิดการขาดของโมเลกุลอย่างถาวร ดังนั้น ขนาดโมเลกุลของยางธรรมชาติจึงเล็กลงกว่าปกติ เมื่อได้รับแรงเฉือน จึงเกิดความเครียดในโมเลกุลน้อยกว่ายางที่มีขนาดโมเลกุลใหญ่กว่า ซึ่งจะเห็นได้จาก ค่าความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนที่เกิดขึ้น มีค่าน้อยกว่ายางโบรมิเนตอีพียีเอ็มและยางอีพียีเอ็ม ตามลำดับ

จากการที่ยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มเกิดความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนภายในที่มากกว่า ยางอีพิตีเอ็มอาจเนื่องมาจากยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มเกิดจากการดัดแปรโครงสร้างของยางอีพิตีเอ็ม ทำให้เกิดส่วนของโบรมีนเกาะตรงกิ่งของโครงสร้างโซ่โมเลกุล ทำให้กิ่งมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งกิ่งที่ใหญ่ขึ้นจะขัดขวางการไหลของโซ่โมเลกุล ส่งผลให้ความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนของยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มมีค่าสูงกว่ายางอีพิตีเอ็ม

เมื่อนำยางธรรมชาติมาเบลนด์ร่วมกับยางอีพิตีเอ็มที่อัตราส่วนต่าง ๆ และทดสอบสมบัติรีโอโลยีของยางเบลนด์ที่อุณหภูมิ 100 °C ให้ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือน ดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่าง Apparent shear viscosity กับ Apparent shear rate ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มที่สัดส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 100 °C

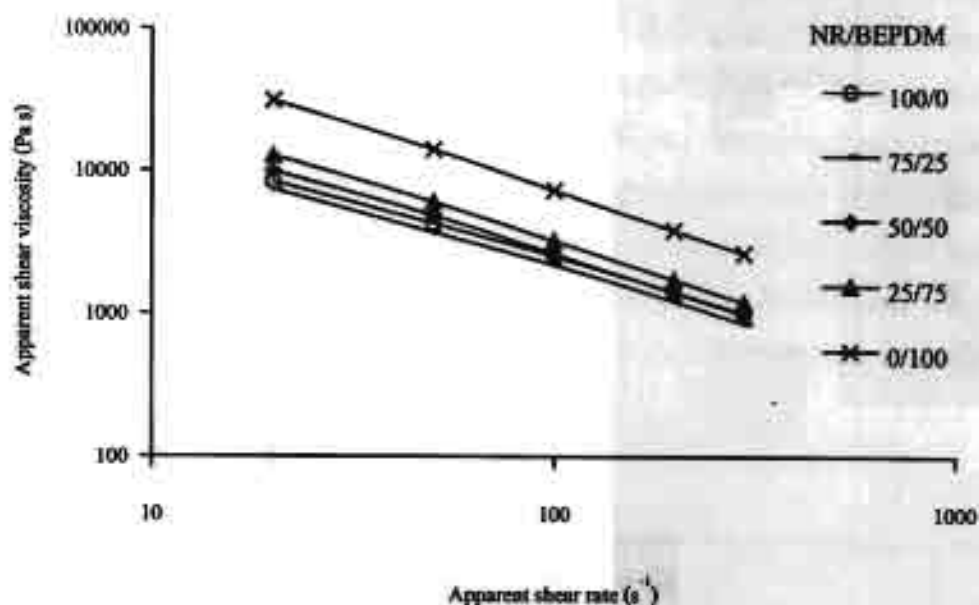


รูปที่ 4.6 Apparent shear viscosity ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็ม ที่ % EPDM ต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 100 °C

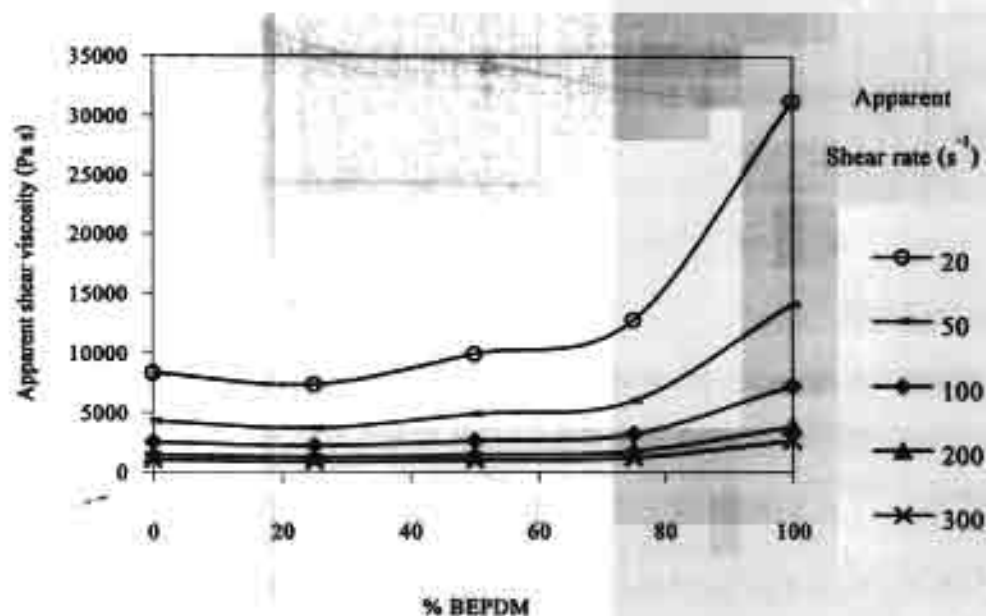
จากรูปที่ 4.5 และ 4.6 พบว่า ความหนืดของยางลดลง เมื่ออัตราเฉือนสูงขึ้น โดยที่ไม่ว่าที่อัตราเฉือนใด ๆ เมื่อเบลนด์ยางอีพดีเอ็มที่อัตราส่วนต่ำ คือ 25 ส่วนและ 50 ส่วนต่อยางธรรมชาติ 75 ส่วนและ 50 ส่วน ตามลำดับ ความหนืดของยางเบลนด์ต่ำกว่ายางธรรมชาติเดี่ยว จากนั้นเมื่อเพิ่มสัดส่วนของยางอีพดีเอ็มเป็น 75 ความหนืดของยางเบลนด์จะเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม ที่อัตราเฉือนสูง ความหนืดของยางเบลนด์ในแต่ละสัดส่วนจะแตกต่างกันไม่มากนัก เมื่อเทียบกับที่อัตราเฉือนต่ำ ๆ ทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก ที่อัตราเฉือนสูง จะเกิดความเค้นเฉือนสูงในยางทำให้โซ่โมเลกุลของยางสั้นโหด ทำให้สัดส่วนของยางที่ต่างกันมีผลไม่มากนักต่อความหนืดของยางเบลนด์ และที่น่าสนใจคือ ความหนืดของยางเบลนด์ที่อัตราเฉือน 300 น้อยกว่าความหนืดของยางเบลนด์ที่อัตราเฉือน 200 เพียงเล็กน้อยเท่านั้น

เมื่อนำค่าความหนืดจริงของยางเดี่ยว (จากการแก้ไขดังหัวข้อ 3.3.1.2) ไปคำนวณหาความหนืดจริงของยางเบลนด์ตามกฎผลบวกลอการิทึมดังสมการที่ 2.2 พบว่าความหนืดจริงของยางเบลนด์มีค่าเบี่ยงเบนที่เป็นลบ หรือมีค่าน้อยกว่าผลบวกลอการิทึม ไม่ว่าอัตราส่วนการเบลนด์ใด ๆ แสดงให้เห็นว่า ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็มไม่เข้ากันทางเทอร์โมไดนามิกส์

สำหรับการเบลนด์ยางธรรมชาติร่วมกับยางโพรพีนไคนีอีพดีเอ็ม ที่สัดส่วนต่าง ๆ ได้สมบัติรีโอโลยีที่อุณหภูมิ 100 °C ดังรูปที่ 4.7 และ 4.8



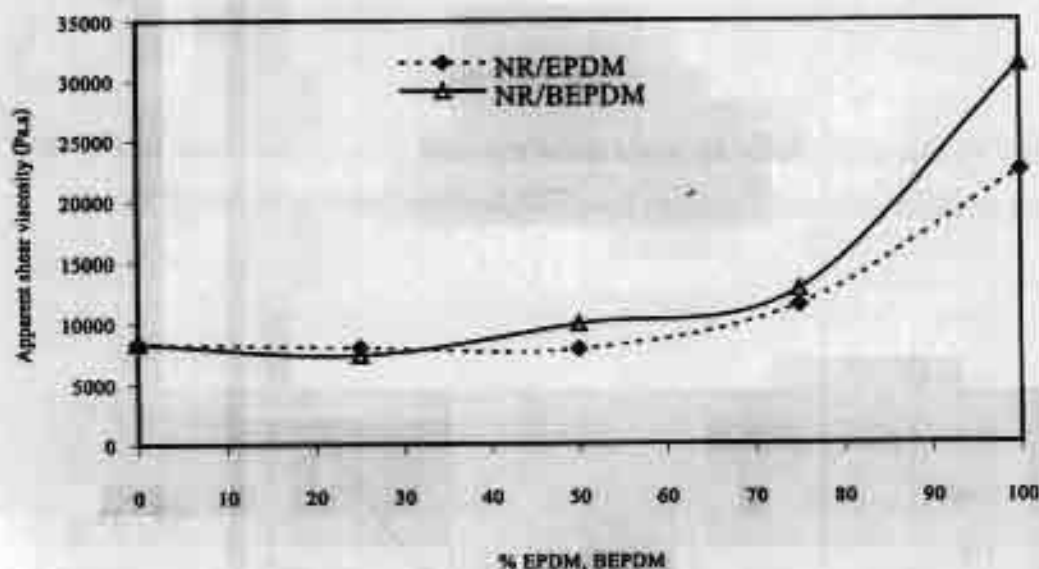
รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ระหว่าง Apparent shear viscosity กับ Apparent shear rate ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มที่สัดส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 100 °C



รูปที่ 4.8 Apparent shear viscosity ของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม ที่ % BEPDM ต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 100 °C

จะเห็นได้ว่า ลักษณะเส้นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเนื่องกับอัตราเฉือนของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มจะคล้ายกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม และเมื่ออัตราส่วนของยางธรรมชาติเป็น 25 ส่วน ความหนืดเนื่องของยางเบลนด์จะ

น้อยกว่ายางธรรมชาติเดี่ยวเช่นกัน และค่าความหนืดเฉือนที่ได้จะน้อยกว่ายางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม และเมื่อเพิ่มสัดส่วนของยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มไม่ว่าที่อัตราเฉือนใด ความหนืดของยางเบลนค์จะเพิ่มขึ้นเนื่องจากความหนืดที่สูงของยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มเช่นเดียวกับยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มที่อัตราส่วน 50/50 และ 25/75 ให้ค่าที่สูงกว่ายางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มที่สัดส่วนเดียวกันทั้งนี้เนื่องจากความหนืดเฉือนของยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มเดี่ยวมีค่าสูงกว่ายางอีพิตีเอ็ม โดยรูปที่ 4.9 เปรียบเทียบความหนืดเฉือนของยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม และ ยางธรรมชาติกับยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม ที่ปริมาณ EPDM และ BEPDM ต่าง ๆ

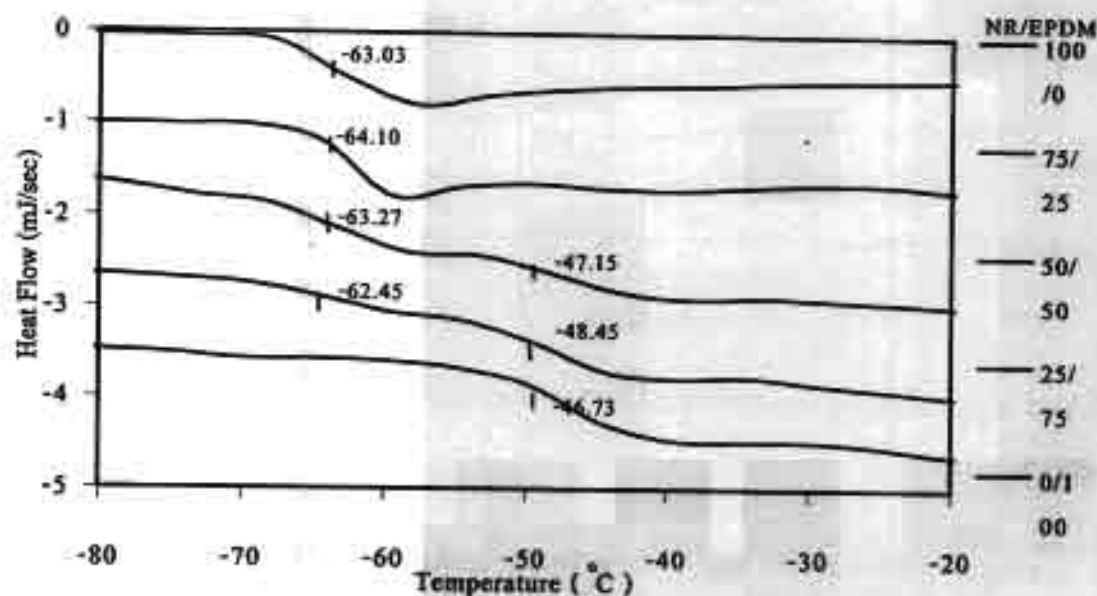


รูปที่ 4.9 เปรียบเทียบ Apparent shear viscosity ของยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม และ ยางธรรมชาติกับยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม ที่ % EPDM และ BEPDM ต่าง ๆ อัตราเฉือน 20 s^{-1} ที่อุณหภูมิ 100°C

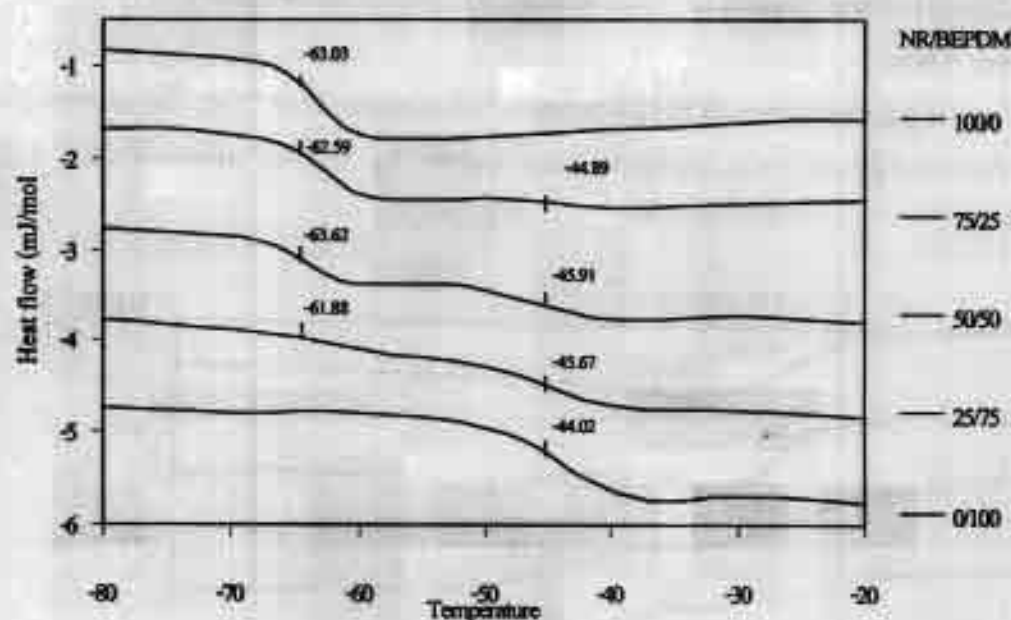
เมื่อนำค่าความหนืดเฉือนจริงของยางเดี่ยวไปคำนวณหาความหนืดเฉือนจริงของยางเบลนค์ตามกฎลอการิทึม พบว่า ความหนืดเฉือนจริงของยางเบลนค์มีส่วนเบี่ยงเบนที่เป็นลบ เมื่อเทียบกับผลบวกลอการิทึม แสดงว่า ยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม ไม่เข้ากันทางเทอร์โมไดนามิกส์ ไม่ว่าจะผสมที่อัตราส่วนใด ๆ เช่นเดียวกับยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม

4.1.3 การทดสอบ Glass Transition Temperature ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)

นำยางเดี่ยวและยางเบลนด์ที่ยังไม่วัลคาไนซ์มาทดสอบด้วยเครื่อง DSC ดังการทดลองข้อ 3.3.1.3 เพื่อวิเคราะห์ความเข้ากันได้ของยางเบลนด์ และค่า T_g ของยาง แสดงได้ดังรูปที่ 4.10 และ 4.11



รูปที่ 4.10 เปรียบเทียบ T_g ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็มที่อัตราส่วนต่าง ๆ



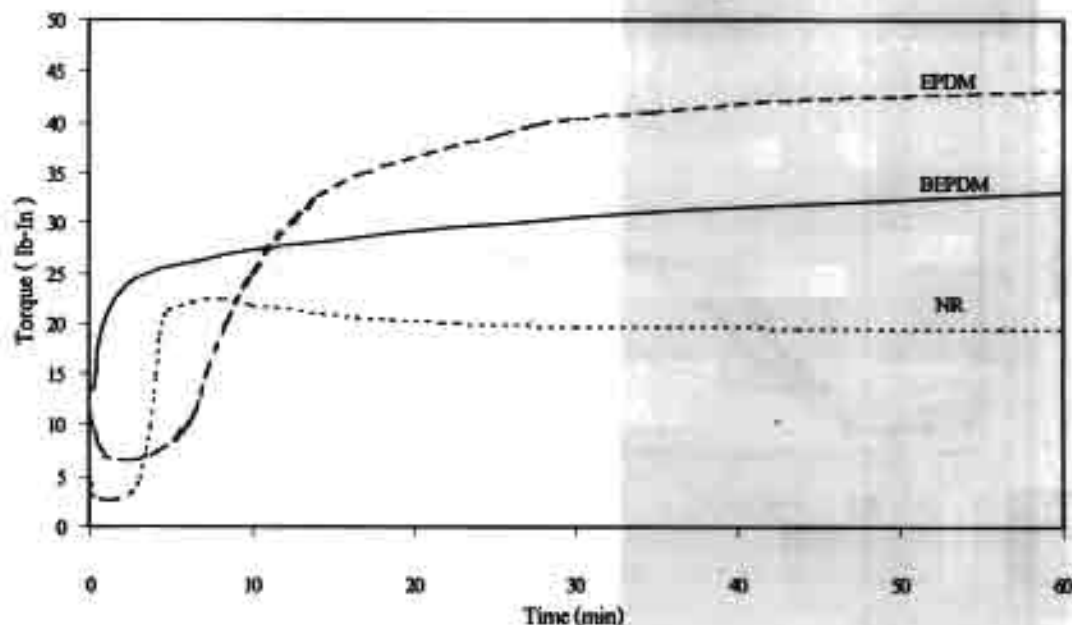
รูปที่ 4.11 เปรียบเทียบ Tg ของยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรเมทีตีเอ็มที่อัตราส่วนต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.10 และ 4.11 พบว่า ค่า Tg ของยางโพรเมทีตีเอ็มมีค่าสูงกว่ายางอีพีดีเอ็มเล็กน้อย ซึ่งเกิดเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีของยางอีพีดีเอ็ม โดยเติมโพรเมทเข้าไปที่โครงสร้างของยาง โดยที่โพรเมทเป็นอะตอมขนาดใหญ่ และเข้าไปแทนที่คาร์บอนพันธะคู่ จึงอาจเป็นสาเหตุให้ค่า Tg สูงขึ้น และสังเกตได้ว่า ยางเบลนค์ทั้งยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม และ ยางธรรมชาติกับยางโพรเมทีตีเอ็มมีค่า Tg 2 ค่าแสดงให้เห็นว่า ยางเบลนค์ทั้งสองชนิดที่ทุกอัตราส่วนการเบลนค์ไม่เข้ากัน เมื่อพิจารณาจากค่า Tg พบว่า ค่า Tg ของยางแต่ละชนิดแสดงออกได้ชัดเจนมากขึ้น เมื่อสัดส่วนของยางแต่ละชนิดมีสัดส่วนมากขึ้น

4.1.4 การวัลคาไนซ์ของยาง

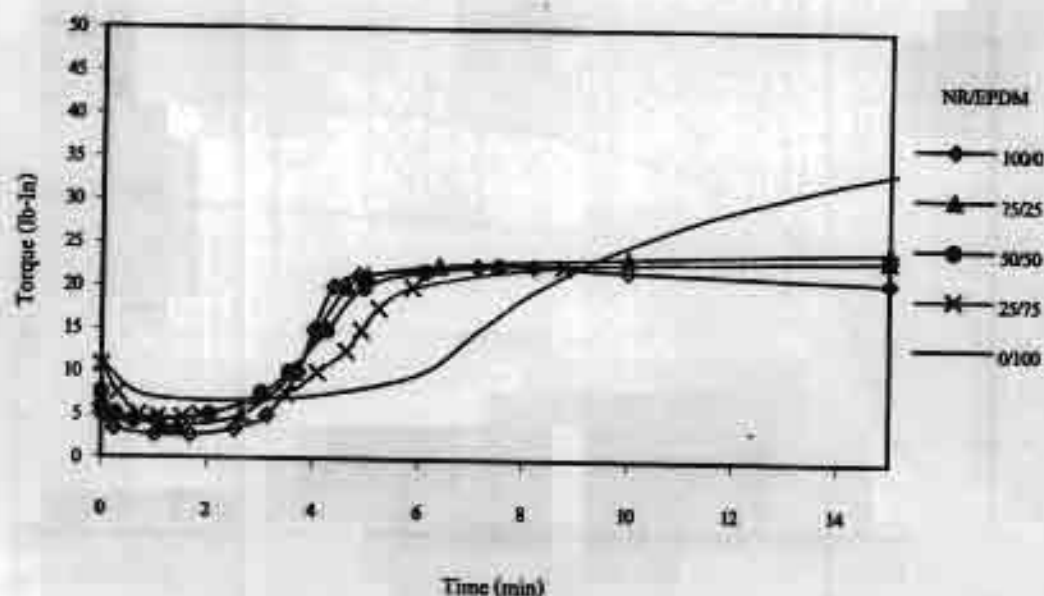
4.1.4.1 ลักษณะการวัลคาไนซ์

จากการทดลองข้อ 3.3.1.4 เป็นการทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางดีบุกและยางเบลนค์ทั้งสองชนิดคือ ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มและยางธรรมชาติกับยางโพรเมทีตีเอ็ม เพื่อเปรียบเทียบลักษณะการวัลคาไนซ์ ซึ่งได้ผลดังนี้



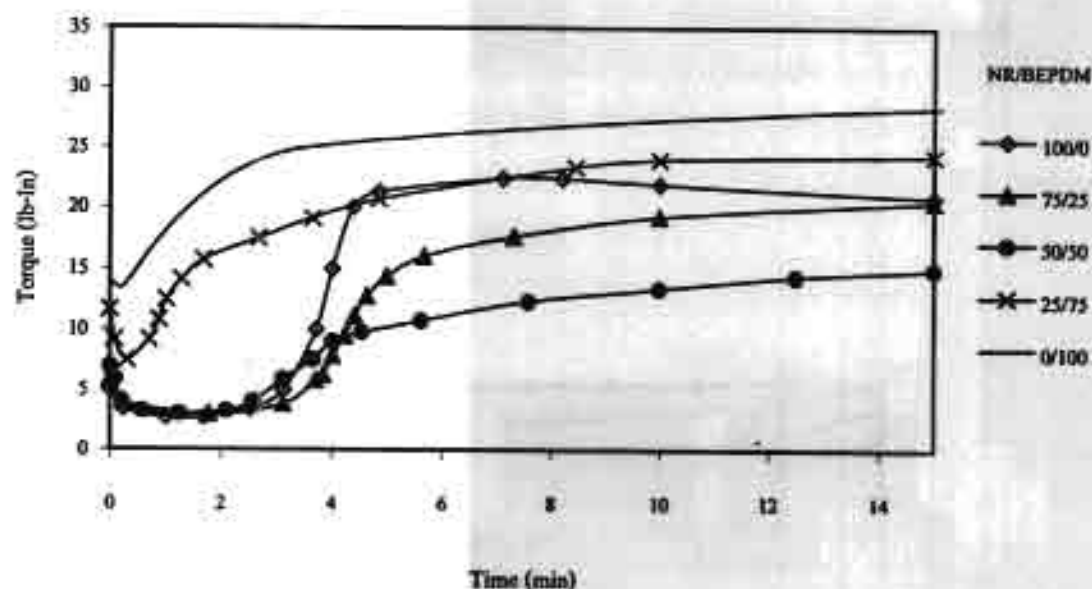
รูปที่ 4.12 ลักษณะการวัดค่าโมเมนต์ของยางเตียชนิดต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 150 °C

จากรูปที่ 4.12 พบว่ายางอีพดีเอ็มมีแรงบิดต่ำสุด และสูงสุดที่สูงกว่ายางธรรมชาติ และค่า scorch time และ cure time ที่ยาวกว่ายางธรรมชาติมาก เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างยางอีพดีเอ็มเป็นยางโบรมิเนตอีพดีเอ็ม จะเห็นได้ว่า scorch time และ cure time ลดลงอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้เนื่องมาจากการเติมโบรมีนเข้าไปในโครงสร้างยางอีพดีเอ็มทำให้ยางมีความไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากขึ้น ดังนั้น ยางโบรมิเนตอีพดีเอ็มจึงวัดค่าโมเมนต์ได้เร็วกว่ายางอีพดีเอ็มมาก แต่ลักษณะของเส้นกราฟยังคงเป็นไปในรูปแบบเดียวกับยางอีพดีเอ็มเพียงแต่มีค่า torque ต่ำสุดที่สูงกว่าและ torque สูงสุดที่ต่ำกว่าซึ่งก็เป็นผลจากการดัดแปรโครงสร้างเช่นกัน ส่วนช่วงหลังการวัดค่าโมเมนต์ของยางอีพดีเอ็มและยางโบรมิเนตอีพดีเอ็มแสดงลักษณะที่เรียกว่า Marching cure



รูปที่ 4.13 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนดระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 150 °C

จากรูปที่ 4.13 พบว่า ค่า scorch time ค่า cure time และ torque ของยางเบลนดระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มที่อัตราส่วนต่าง ๆ นั้นมีค่าที่ไม่ต่างกันมากนัก กล่าวคือ เพิ่มขึ้นไม่มากนัก เมื่อเพิ่มปริมาณของยางอีพิตีเอ็ม ทั้งนี้เนื่องจากยางธรรมชาติมีความไวในการเกิดพันธะมากกว่ายางอีพิตีเอ็มมาก ดังนั้น เมื่อเกิดการวัลคาไนซ์ ลักษณะการวัลคาไนซ์ ของยางเบลนดจึงคล้ายกับยางธรรมชาติมากกว่ายางอีพิตีเอ็ม

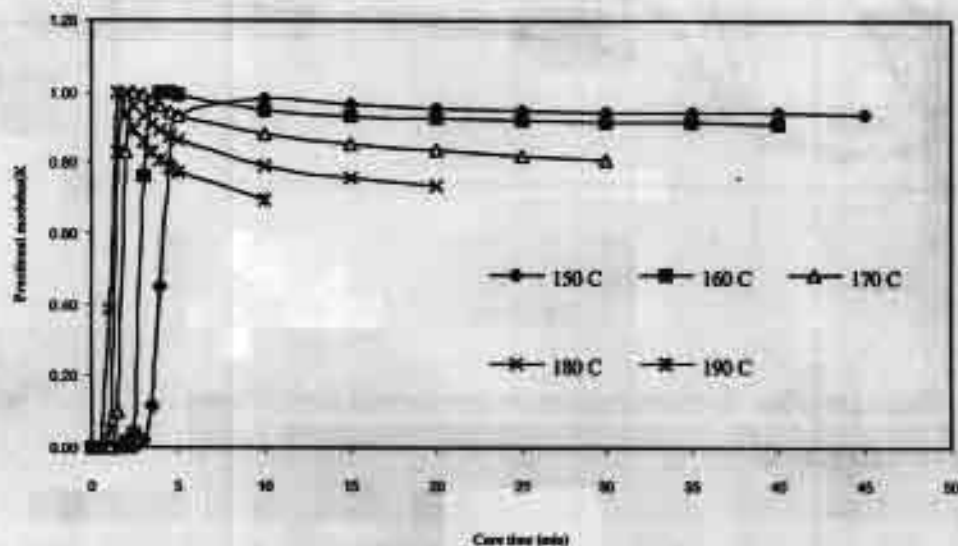


รูปที่ 4.14 ลักษณะการวัดคาไนซ์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรเมทิลอีทีอีเอ็มที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 150 °C

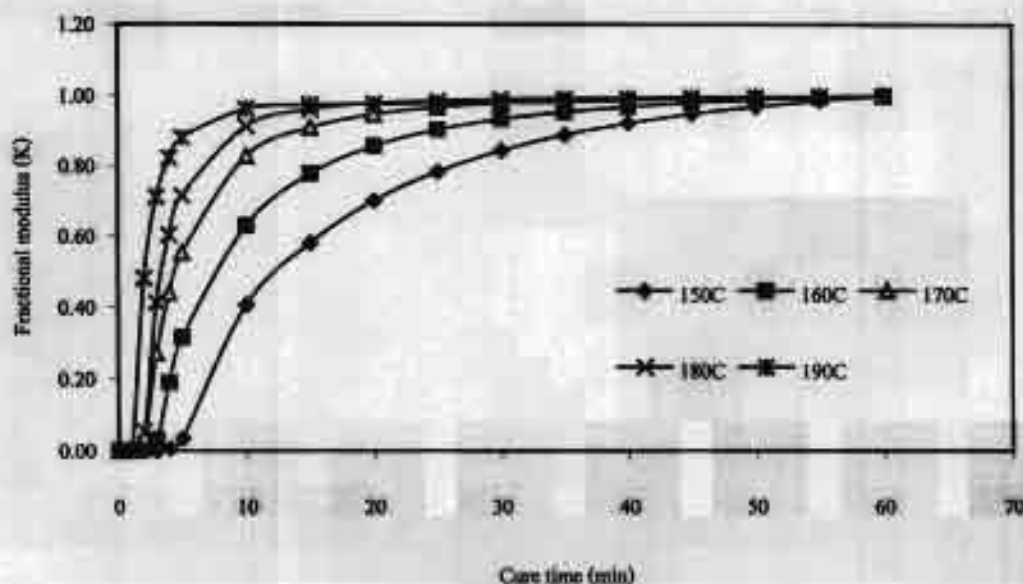
จากรูปที่ 4.14 พบว่า เมื่อสัดส่วนยางโพรเมทิลอีทีอีเอ็มมากขึ้น ลักษณะการวัดคาไนซ์ของยางเบลนด์ เปลี่ยนแปลงอย่างเห็นได้ชัด คือ เมื่อสัดส่วนยางโพรเมทิลอีทีอีเอ็มมากขึ้น ค่า scorch time และ ค่า cure time ลดลงและ Torque สูงขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่ายางโพรเมทิลอีทีอีเอ็มที่ใส่ในยางเบลนด์ส่งผลกับลักษณะการวัดคาไนซ์ของยางเบลนด์มากกว่าการเบลนด์กับยางอีทีอีเอ็ม ดังรูป 4.13

4.1.4.2 พลังงานการกระตุ้น

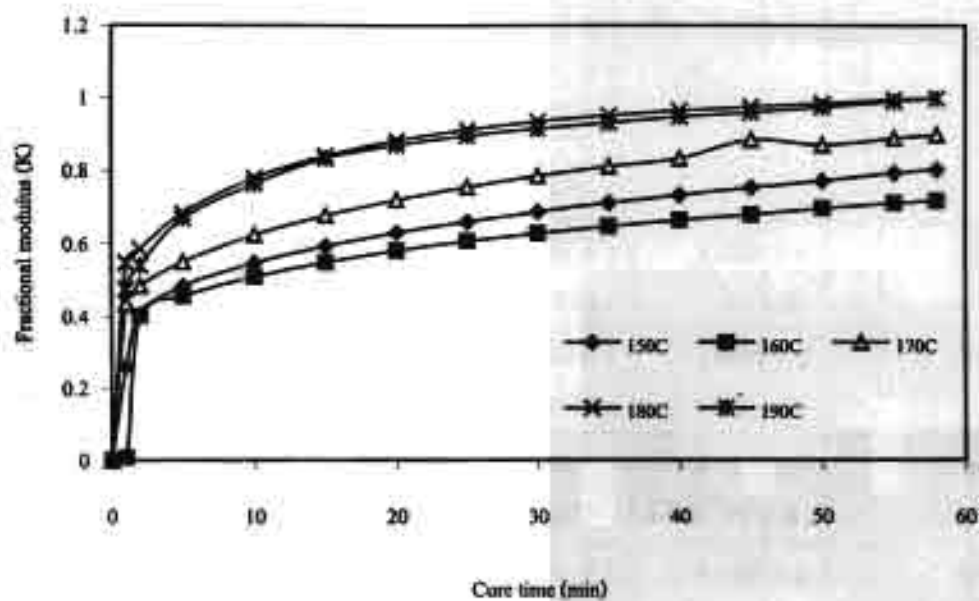
จากกราฟแสดงลักษณะการวัลคาไนซ์ด้วยเครื่อง ODR ของยางธรรมชาติ ยางอีพีดีเอ็ม และยางโพรพิลีนไดอิลทีอีเอ็ม สามารถนำมาคำนวณหา Fractional modulus ของแต่ละอุณหภูมิ ได้ดังรูปที่ 4.15 – 4.17



รูปที่ 4.15 Fractional modulus (K) ของยาง STR 5L ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.16 Fractional modulus (K) ของยาง EPDM ที่อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 4.17 Fractional modulus (K) ของยาง BEPDM ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.15 ถึง 4.17 แสดงให้เห็นว่า ยางธรรมชาติมีค่า K เพิ่มขึ้นเร็วกว่ายางอีพิตีเอ็ม และยางโพรพิลีนไดอิลอีพิตีเอ็ม และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น การเพิ่มค่า K จะยิ่งเพิ่มได้เร็วขึ้นด้วย ทั้งในยางธรรมชาติ ยางอีพิตีเอ็ม และยางโพรพิลีนไดอิลอีพิตีเอ็ม ช่วงเวลาก่อนวัลคาไนซ์ และค่าคงที่ของอัตราการวัลคาไนซ์ แสดงได้ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ช่วงเวลาก่อนยางวัลคาไนซ์ (Induction period) และ ค่าคงที่อัตราการวัลคาไนซ์ของยาง (curing rate constant) ของยางชนิดต่าง ๆ

ชนิดยาง		อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)				
		150	160	170	180	190
STR 5L	t_0 (min)	3.28	2.18	1.36	0.97	0.78
	$k \times 10^4$	6960	10904	16033	20899	22615
STR 20	t_0 (min)	3.09	2.1	1.39	0.85	0.72
	$k \times 10^4$	7084	10420	12991	16762	21232
RSS no.3	t_0 (min)	3.14	2.3	1.52	1.14	0.56
	$k \times 10^4$	6235	9203	12467	19263	20307
EPDM	t_0 (min)	4.89	2.9	1.92	1.4	0.96
	$k \times 10^4$	809	1484	2342	3112	4618
BEPDM	t_0 (min)	0.23	0.24	0.12	0.14	0.07
	$k \times 10^4$	6261	9736	10990	12978	14345

จากตารางที่ 4.1 แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่า เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ค่าคงที่อัตราการวัลคาไนซ์ของยาง (k) จะเพิ่มขึ้นด้วย ในขณะที่ค่า k เพิ่มขึ้นนั้น ช่วงเวลาการวัลคาไนซ์ของยางก็ลดลง อาจสังเกตได้ว่า ยางธรรมชาติและยางโพรเมคอีพดีเอ็ม มีค่ามากกว่ายางอีพดีเอ็ม ประมาณ 3 ถึง 7 เท่า ซึ่งให้เห็นว่า ยางธรรมชาติ และยางโพรเมคอีพดีเอ็ม มีอัตราการวัลคาไนซ์ที่สูงกว่ายางอีพดีเอ็ม มาก

นอกจากนี้การคำนวณหาค่าพลังงานกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ของยาง (Activation energy) หรือ ค่า E_1 และ E_2 สามารถหาได้จากความชันของกราฟระหว่าง $\log k$ กับ $1/T$ และ $\log t_0$ กับ $1/T$ จากความชันที่ได้สามารถนำมาคำนวณหา E_1 และ E_2 และสามารถคำนวณหา S_1 และ S_2 ซึ่งเป็นความถี่ในการพบกันของโมเลกุลตั้งต้นโดยจะไม่คำนึงถึงว่ามีพลังงานเพียงพอที่จะเกิดการเชื่อมโยงโมเลกุลหรือไม่ ค่าที่ได้แสดงในตารางที่ 4.2

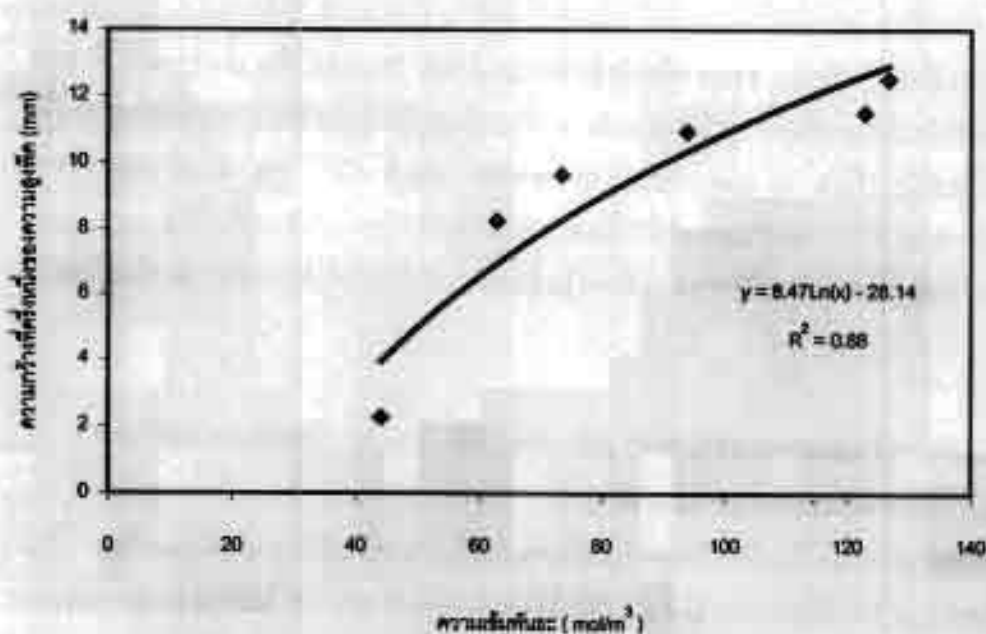
ตารางที่ 4.2 ปัจจัยหลักในการวัลคาไนซ์ของยางที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิ

	STR 5L	STR 20	RSS no.3	EPDM	BEPDM
E_1 (kcal/mol)	11.98	10.69	12.39	16.90	7.78
E_2 (kcal/mol)	14.74	15.29	16.58	15.94	11.65
S_1 (kcal/mol)	13.88	12.32	14.20	17.54	8.83
S_2 (kcal/mol)	-16.25	-16.94	-18.35	-17.29	-18.35

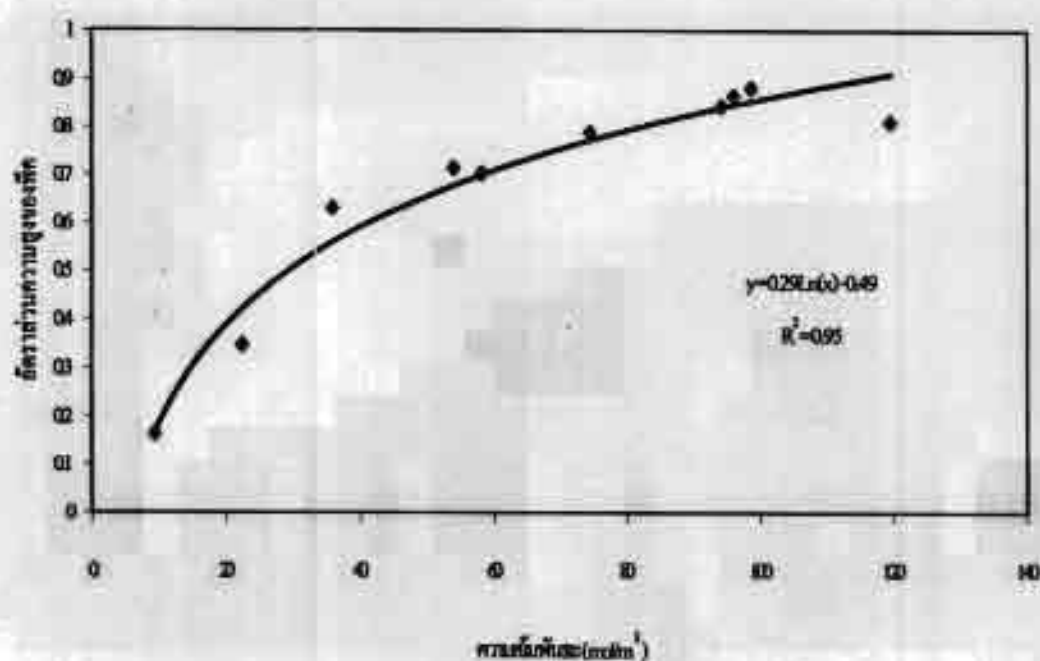
จากตารางที่ 4.2 ค่า E_1 ของยางอีพิตีเอ็มมีค่ามากที่สุด รองลงมาคือ ยางธรรมชาติ และยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มมีค่าต่ำที่สุด ทำให้ทราบว่า ยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มใช้พลังงานในการกระตุ้นให้เกิดการวัลคาไนซ์น้อยที่สุด รองลงมาคือ ยางธรรมชาติ และยางอีพิตีเอ็ม ตามลำดับ หมายความว่า เมื่อทำการปรับโครงสร้างยางอีพิตีเอ็มด้วยการทำปฏิกิริยาโบรมิเนชันได้เป็นยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มสามารถปรับปรุงสมบัติทางการวัลคาไนซ์ของยางอีพิตีเอ็มให้เกิดการวัลคาไนซ์ได้เร็วขึ้น

4.1.5 ความเข้มข้นในแฟสยางธรรมชาติ และ ยางอีพิตีเอ็ม (ยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม) ของยางเบลนด์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ

จากการนำยางวัลคาไนซ์ที่ทราบความเข้มข้นเชื่อมขวางไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ^{13}C -NMR เพื่อคุณลักษณะสเปกตรัมของยางวัลคาไนซ์จึงวิธีการทดลองที่ 3.3.1.5 ได้กราฟมาตรฐานของยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ดังรูปที่ 4.18 และ 4.19 ตามลำดับ



รูปที่ 4.18 ความสัมพันธ์ระหว่างความกว้างที่ส่องแสงของความสูงฟีด (mm) ที่ 135 ppm กับความเข้มข้นทางกายภาพ ของยางธรรมชาติวัลคาไนซ์



รูปที่ 4.19 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนความสูงของฟีดที่ 37 ppm กับความเข้มข้นทางกายภาพ ของยางอีพิตีเอ็มวัลคาไนซ์

จากสมการของกราฟมาตรฐานดังกล่าว สามารถที่จะคำนวณหาความเข้มข้นเชื่อมโยงของเฟสยางธรรมชาติ และ ยางอีพิตีเอ็ม ในยางเบลนด์ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ความเข้มข้นในเฟสยางแต่ละชนิดของยางเบลนด์ที่อัตราส่วนต่าง ๆ

ชนิดยาง	ความเข้มข้น (mol/m^3)		
	NR	EPDM (BEPDM)	ความแตกต่าง
NR	100.4	-	-
NR/EPDM 75/25	106.5	14.6	91.9
NR/EPDM 50/50	124.3	71.0	55.3
NR/EPDM 25/75	148.0	58.4	89.6
EPDM	-	102.4	-
NR/BEPDM 75/25	61.5	45.8	15.9
NR/BEPDM 50/50	70.5	31.0	39.5
NR/BEPDM 25/75	56.0	28.2	27.8
BEPDM	-	109.3	-

จากตารางที่ 4.3 การเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพียีดีเอ็ม พบว่า เมื่อปริมาณของยางธรรมชาติลดลง ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสยางธรรมชาติเพิ่มขึ้น จะสังเกตได้ว่ายางเบลนด์ที่มีปริมาณอีพียีดีเอ็มเพียง 25% ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสของยางอีพียีดีเอ็มมีน้อยมาก เมื่อปริมาณของยางอีพียีดีเอ็มมากขึ้น ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสของยางอีพียีดีเอ็มก็มากขึ้นด้วย

การเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนอีพียีดีเอ็ม พบว่าความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสยางธรรมชาติมากที่สุดที่อัตราส่วน 50/50 รองลงมาคือที่อัตราส่วน 75/25 และ 25/75 ตามลำดับ ในขณะที่ความเข้มข้นในเฟสของยางโพรพิลีนอีพียีดีเอ็ม พบว่า เมื่อปริมาณของยางโพรพิลีนอีพียีดีเอ็มลดลง ความเข้มข้นเชื่อมขวางก็เพิ่มขึ้นด้วย

จากการเปรียบเทียบความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสของยางชนิดต่าง ๆ ในยางเบลนด์แต่ละชนิด ทำให้ทราบว่า การดัดแปรโครงสร้างของยางอีพียีดีเอ็ม เป็นยางโพรพิลีนอีพียีดีเอ็มทำให้ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสยางธรรมชาติแตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัด คือ ในเฟสยางธรรมชาติของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพียีดีเอ็ม พบว่า ความเข้มข้นเชื่อมขวางที่เกิดขึ้นมีค่าสูงมาก คือ มากกว่า 100 mol/m^3 ในขณะที่ในเฟสของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพร - มินอีพียีดีเอ็ม ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสของยางธรรมชาติอยู่ในช่วง 56 ถึง 70 mol/m^3

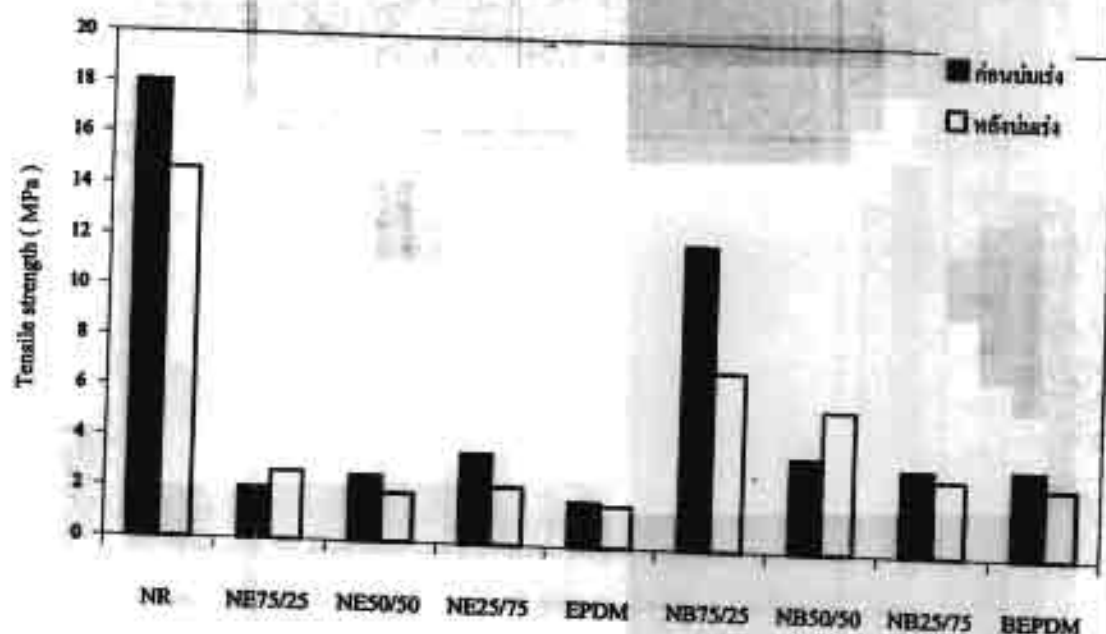
ในเฟสของยางอีพียีดีเอ็มหรือ ยางโพรพิลีนอีพียีดีเอ็ม พบว่า ความเข้มข้นในเฟสของยางอีพียีดีเอ็มที่อัตราส่วนการเบลนด์ 50/50 และ 25/75 มีค่ามากกว่า เฟสของยางโพรพิลีนอีพียีดีเอ็มแต่

ที่ อัตราส่วน 75/25 พบว่า ความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางโบรมิเนตอิพิตีเอ็มมีมากกว่าในเฟสของยางอีพิตีเอ็ม ทั้งนี้เนื่องจาก การทำปฏิกิริยาโบรมิเนชันในยางอีพิตีเอ็ม ทำให้พันธะคู่บางส่วนแตกออก คือ โบรมีนเข้าไปในโครงสร้างโมเลกุลตรงตำแหน่งของพันธะคู่ ทำให้ปริมาณของพันธะคู่ลดลงดังผลการศึกษาด้วย $^1\text{H-NMR}$ ดังนั้น ความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางอีพิตีเอ็ม ที่อัตราส่วน 50/50 และ 25/75 จึงมีมากกว่า แต่ที่อัตราส่วน 75/25 เห็นว่าความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางอีพิตีเอ็มมีค่าน้อยมาก อาจเนื่องจาก การที่อัตราส่วนการวัลคาไนซ์ของอีพิตีเอ็มช้ากว่ายางธรรมชาติมาก เมื่อปริมาณของยางอีพิตีเอ็มในการเบลนด์มีเพียง 25% ทำให้สารเคมีและสารวัลคาไนซ์ จะเข้าไปในเฟสของยางธรรมชาติมากกว่า เนื่องจากยางธรรมชาติมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาเร็วกว่ายางอีพิตีเอ็มมาก ดังนั้น ความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางอีพิตีเอ็มที่อัตราส่วน 75/25 จึงมีค่าน้อยมาก

จากตารางที่ 4.3 พบว่า ความแตกต่างของความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางสองชนิดมีความแตกต่างกัน คือ ในการเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม พบว่า ความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางของยางธรรมชาติมีค่าแตกต่างจากความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางอีพิตีเอ็มมาก ทั้งนี้เนื่องจากความแตกต่างของอัตราส่วนการวัลคาไนซ์ของยางทั้งสองชนิดมีค่าแตกต่างกันมากดังการศึกษาลักษณะการวัลคาไนซ์และพลังงานการกระตุ้น ซึ่งก็คือ ยางธรรมชาติมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่ายางอีพิตีเอ็มมาก ทำให้สารเคมีต่าง ๆ และ สารวัลคาไนซ์ที่ใช้ในการทำยางคอมปาวด์ ถูกยางธรรมชาติดึงไปใช้เร็วกว่า จึงมีปริมาณมากกว่า ทำให้ความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางธรรมชาติมีมากกว่าในเฟสของยางอีพิตีเอ็มมาก แต่เมื่อทำการโบรมิเนชันให้แก่ยางอีพิตีเอ็ม พบว่า ความแตกต่างของระดับความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอิพิตีเอ็มมีน้อยลง ซึ่งก็เนื่องจาก ยางโบรมิเนตอิพิตีเอ็มที่มีโบรมีนอยู่ในโครงสร้างทำให้วัลคาไนซ์ได้เร็วกว่ายางธรรมชาติและยางอีพิตีเอ็ม ดังผลการศึกษาลักษณะการวัลคาไนซ์และพลังงานการกระตุ้นทำให้สารเคมีและสารวัลคาไนซ์ถูกยางโบรมิเนตอิพิตีเอ็มนำไปใช้ก่อน จึงเกิดพันธะเชื่อมขวางขึ้น และความเข้มข้นพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางธรรมชาติลดลงเพราะสารเคมีบางส่วนถูกนำไปใช้ในการเกิดปฏิกิริยากับยางโบรมิเนตอิพิตีเอ็ม แต่แม้ว่าสารเคมีจะถูกดึงไปใช้ก่อน แต่เนื่องจากพันธะคู่บางส่วนถูกจับกับโบรมีน ทำให้พันธะคู่ที่มีในยางโบรมิเนตอิพิตีเอ็มมีน้อยกว่ายางอีพิตีเอ็ม

4.1.6 ความทนต่อแรงดึงและความสามารถยืดจนขาดของยาง

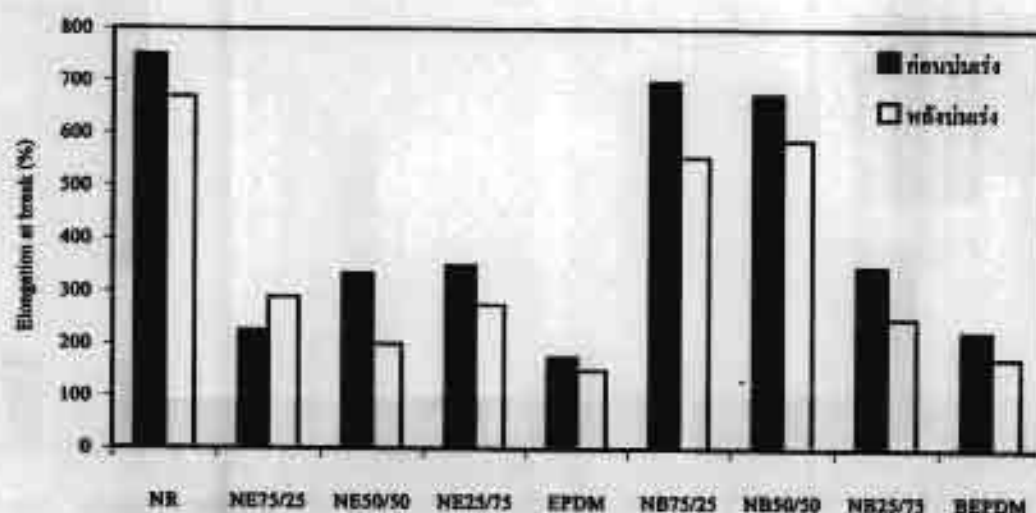
จากการทดลองที่ 3.3.1.6 เป็นการศึกษาถึงความสามารถในด้านความทนต่อแรงดึงและความสามารถยืดจนขาดของยางเบลนด์ในสภาวะปกติ และการเปลี่ยนแปลงของสมบัติของยางเบลนด์เมื่อผ่านการให้ความร้อนแก่ยางเป็นเวลา 3 วัน ที่อุณหภูมิ 100°C ได้ผลการทดลองดังนี้



รูปที่ 4.20 ความทนต่อแรงดึงของยางเบลนด์ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ก่อนและหลังการบ่มแรง
(หมายเหตุ : NE คือ NR/EPDM และ NB คือ NR/BEPDM)

จากรูปที่ 4.20 จะเห็นได้ว่ายางธรรมชาติมีความทนต่อแรงดึงสูงที่สุดเพราะยางธรรมชาติจะเกิดการตกผลึกเมื่อได้รับแรงดึง ซึ่งเป็นผลให้โมเลกุลของยางมีความแข็งแรงมากขึ้น ในขณะที่ยางอีพดีเอ็มไม่เกิดการตกผลึกจึงทำให้มีความสามารถในการต้านทานต่อแรงดึงได้ต่ำกว่า และยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนมีเทนอีพดีเอ็มมีความทนทานต่อแรงดึงที่สูงกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็มในทุกสัดส่วนการเบลนด์ ทั้งๆที่ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็มมีความเข้มข้นสูงกว่า แสดงว่าการกระจายของพันธะเชื่อมขวางในฟลอสยางแต่ละชนิดในยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนมีเทนอีพดีเอ็มดีกว่า มีอิทธิพลมากกว่าความเข้มข้น จึงส่งผลให้ความแข็งแรงภายในพันธะของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนมีเทนอีพดีเอ็มมีมากกว่า ความทนต่อแรงดึงจึงสูงขึ้นไปกว่าการเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็ม และแม้ว่าจะผ่านการบ่มแรงความทนต่อแรงดึงของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนมีเทนอีพดีเอ็มก็ยังคงสูงกว่า

อาจสังเกตได้ว่า ในบางอัตราส่วนมีการเพิ่มขึ้นของความทนต่อแรงดึงเมื่อผ่านการบ่มแรง อาจเนื่องมาจาก การบ่มแรงทำให้เกิดพันธะภายในโมเลกุลยางเพิ่มขึ้น ความทนต่อแรงดึงจึงสูงขึ้นด้วย และเมื่อปริมาณยางธรรมชาติเพิ่มขึ้นความทนต่อแรงดึงจะสูงขึ้นด้วยในการเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนมีเทนอีพดีเอ็ม



รูปที่ 4.21 ความสามารถยืดจนขาดของยางเบลนด์ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ก่อนและหลังการปมแรง (หมายเหตุ : NE คือ NR/EPDM และ NB คือ NR/BEPDM)

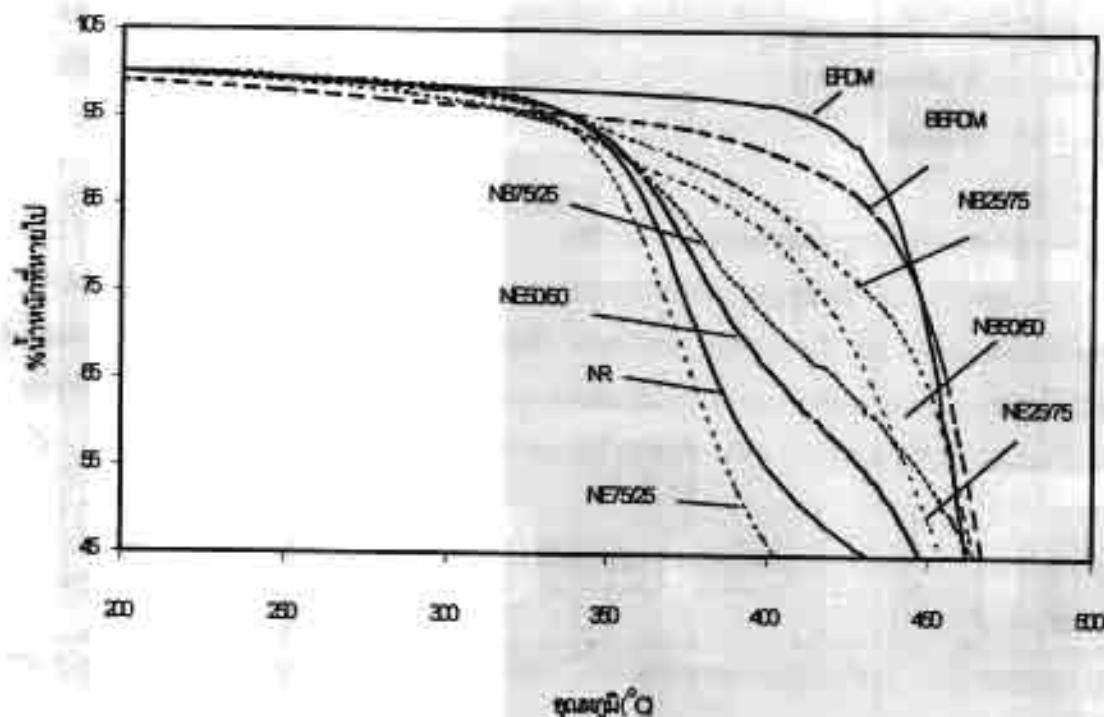
จากรูปที่ 4.21 พบว่า ความสามารถยืดจนขาดของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยาง อีพดีเอ็มมีค่าค่อนข้างต่ำ ทั้งนี้เนื่องจากความเข้มข้นที่สูง (ตารางที่ 4.3) ส่วนยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนอีพดีเอ็มมีความเข้มข้นที่ต่ำจึงมีความสามารถยืดจนขาดที่สูงกว่านั่นเอง

แสดงว่า การดัดแปลงโครงสร้างยางอีพดีเอ็มเป็นยางโพรพิลีนอีพดีเอ็ม เมื่อให้การวัลคาไนซ์ที่ไม่ต่างจากยางธรรมชาติ ทำให้ยางเบลนด์มีความเข้ากันได้ทางการวัลคาไนซ์ส่งผลให้การกระจายพันธะเชื่อมขวางในแต่ละเฟสดีขึ้น สมบัติทางด้านความต้านทานต่อการดึงจึงสูงขึ้นอย่างชัดเจน

4.1.7 การทดสอบความทนต่อความร้อนของยางวัลคาไนซ์ด้วยเครื่อง

Thermogravimetric analyser (TGA)

จากการทดลองที่ 3.3.1.7 เป็นการศึกษาความสามารถด้านความทนต่อความร้อนของยางวัลคาไนซ์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็ม และยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรพิลีนอีพดีเอ็ม โดยศึกษาความร้อนที่ทำให้น้ำหนักยางหายไป 50 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักยางเริ่มต้น ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.22



รูปที่ 4.22 น้ำหนักยางวัลคาไนซ์ที่เหลืออยู่ต่อความร้อนของยางเบลนด์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.22 จะเห็นว่า ยางอีพิตีเอ็มมีความสามารถต้านความทนต่อความร้อนที่สูงกว่ายางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก ยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มได้มาจากการตัดแปรรูปโครงสร้างทางเคมีให้แก่ยางอีพิตีเอ็มโดยการทำปฏิกิริยาโพรมิเนชัน แล้วทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 72 ชั่วโมง นั่นก็คือ ยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มได้รับความร้อนมาแล้วครั้งหนึ่งก่อนการทดสอบหาความสามารถในด้านความทนต่อความร้อน ซึ่งก็คือ ยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มมีประวัติทางความร้อนมากกว่ายางอีพิตีเอ็ม ทำให้ความสามารถในด้านความทนต่อความร้อนของยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มต่ำกว่ายางอีพิตีเอ็ม ซึ่งหากเปลี่ยนขั้นตอนในการทำยางให้แห้งจากการใช้ความร้อนมาเป็นการใช้ความเย็นในการทำให้แห้ง (Freezing dry) ยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มที่ได้อาจมีความสามารถในการต้านความทนทานต่อความร้อนที่ดีขึ้น

อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ชัดเจนว่า การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม ให้สมบัติด้านความทนต่อความร้อนที่ดีกว่าการเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มในทุกสัดส่วนการผสม ทั้งนี้เนื่องมาจากปริมาณพันธะคู่ที่ลดลงเนื่องจากการทำปฏิกิริยาโพรมิเนชันของยางอีพิตีเอ็มและความสม่ำเสมอของการกระจายตัวของพันธะเชื่อมขวางในเฟสของยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็มและยางธรรมชาติ ทำให้ความสามารถในด้านความทนต่อความร้อนของยางเบลนด์นี้ดีกว่าเมื่อเพิ่มปริมาณยางอีพิตีเอ็มหรือยางโพรมิเนตอีพิตีเอ็ม จะทำให้สมบัติด้านความทนต่อความร้อนของยางเบลนด์ดีขึ้น แต่จะสังเกตได้ว่า ยางธรรมชาติที่วัลคาไนซ์แล้วมีความทนต่อความร้อนมาก

กว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพียีเอ็มที่อัตราส่วน 75/25 ทั้งนี้อาจเนื่องมาจาก ยางธรรมชาติเกิดการเชื่อมขวางของพันธะที่สมบูรณ์กว่าและการกระจายความเข้มข้นของยางแต่ละเฟสในยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพียีเอ็มที่อัตราส่วนนี้แย่ที่สุด ยางธรรมชาติมีความทนความร้อนที่สูงกว่า แต่ก็ไม่มากนัก

4.1.8 สมบัติความต้านทานต่อโอโซน

สมบัติเด่นอีกด้านของยางอีพียีเอ็มนอกจากความทนต่อการเกิดออกซิเดชัน คือ ความต้านทานต่อโอโซน และ สิ่งแวดล้อม เมื่อทำการปรับสภาพของยางอีพียีเอ็มเป็นยางโบรมิเนตอีพียีเอ็ม โดยทำการทดสอบที่ความเข้มข้น 50 ppm อุณหภูมิ 40°C เปอร์เซนต์การยืดยางเท่ากับ 20 เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ISO 1431 Part 1) ได้ผลการทดสอบดังนี้

ตารางที่ 4.4 ความต้านทานต่อโอโซนของยางชนิดต่าง ๆ

ชนิดยาง	ผลการศึกษา
ยางธรรมชาติ	ปรากฏรอยแตกจำนวนนับไม่ถ้วน ความยาวรอยแตกมากกว่า 3 มม. (เกรต C-5)
NR/EPDM 75/25	ปรากฏรอยแตกจำนวนนับไม่ถ้วน ความยาวรอยแตกมากกว่า 1 มม. (เกรต C-3)
NR/EPDM 50/50	ไม่ปรากฏรอยแตก
NR/EPDM 25/75	ไม่ปรากฏรอยแตก
EPDM	ไม่ปรากฏรอยแตก
NR/BEPDM 75/25	ปรากฏรอยแตกจำนวนนับไม่ถ้วน ความยาวรอยแตกมากกว่า 1 มม. (เกรต C-3)
NR/BEPDM 50/50	ไม่ปรากฏรอยแตก
NR/BEPDM 25/75	ไม่ปรากฏรอยแตก
BEPDM	ไม่ปรากฏรอยแตก

จากตารางที่ 4.4 พบว่ายางธรรมชาติเกิดรอยแตกมากที่สุด เพราะโครงสร้างของยางธรรมชาติที่มีพันธะคู่อยู่มาก จึงทำให้ไม่ทนต่อโอโซน ดังนั้นจึงเกิดรอยแตกมากที่สุด ในขณะที่ยางอีพียีเอ็มที่มีพันธะคู่น้อยกว่าและพันธะคู่ไม่ได้อยู่ในโซ่หลัก ทำให้มีสมบัติเด่นด้านความทนทานต่อโอโซน ดังนั้น เมื่อนำยางเบลนด์ของยางทั้งสองชนิดนี้ศึกษาสมบัติด้านความต้านทานต่อโอโซน พบว่า ยางเบลนด์ที่มีปริมาณของยางธรรมชาติมาก มีความทนทานต่อโอโซนต่ำกว่า ยางเบลนด์ที่มีปริมาณของยางอีพียีเอ็มมากกว่า

จากการปรับปรุงโครงสร้างยางอีพียีเอ็มด้วยการทำโบรมิเนชัน พบว่า ยางโบรมิเนตอีพียีเอ็มก็ยังคงสมบัติด้านความต้านทานต่อโอโซนเช่นเดียวกับยางอีพียีเอ็ม และเห็นได้ว่า ยางเบลนด์

ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มก็ยังคงมีสมบัติเช่นเดียวกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ที่ทุกอัตราส่วนการเบลนด์

4.2 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลิเอตอีพิตีเอ็ม

4.2.1 ยางมาลิเอตอีพิตีเอ็ม

ผสมยางสูตรตามตารางที่ 3.5 แปรปริมาณมาลิอิกแอนไฮไดรด์เป็น 1, 2, 3 และ 4 phr ตามลำดับโดยใช้สภาวะในการผสมเดียวกันคือ อุณหภูมิ 180°C เวลาผสม 3 นาที ลักษณะยางที่ได้แสดงในตารางที่ 4.5 เมื่อเปรียบเทียบกับลักษณะของยางอีพิตีเอ็มเกรด Keltan 714 พบว่าลักษณะและสีของยางเปลี่ยนแปลงไป ยางอีพิตีเอ็มเกรด Keltan 714 จะมีลักษณะเป็นก้อนสีขาวแต่หลังจากทำปฏิกิริยากราฟต์ด้วยมาลิอิกแอนไฮไดรด์โดยใช้ MBTS เป็นโปรโมเตอร์ (promoter) พบว่ายางที่เตรียมได้จะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลและสีจะเข้มขึ้นจนเป็นสีม่วงออกสีดำเมื่อเพิ่มปริมาณมาลิอิกแอนไฮไดรด์จนถึง 4 phr สูตรที่ใช้มาลิอิกแอนไฮไดรด์ 3 และ 4 phr จะมีบางตำแหน่งเกิดเป็นสีน้ำตาลไหม้กระจายอยู่ทั่วไป สีน้ำตาลไหม้ที่พบนี้อาจมีสาเหตุมาจากการเกิดปฏิกิริยาโฮโมพอลิเมอร์ไรเซชัน (Homopolymerisation) ของมาลิอิกแอนไฮไดรด์ เนื่องจากความไม่เข้ากันของมาลิอิกแอนไฮไดรด์ซึ่งเป็นสารเคมีที่มีความเป็นขั้วกับยางอีพิตีเอ็มซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่ไม่มีขั้ว ทำให้มาลิอิกแอนไฮไดรด์สามารถแพร่เข้าไปอยู่ระหว่างโมเลกุลของยางอีพิตีเอ็มในได้ปริมาณที่จำกัด เมื่อมีปริมาณมาลิอิกแอนไฮไดรด์มากเกินไปในยางอีพิตีเอ็มทำให้เกิดการแยกส่วนกันระหว่างมาลิอิกแอนไฮไดรด์และยางอีพิตีเอ็ม เมื่อมาลิอิกแอนไฮไดรด์หลอมที่แยกเฟสออกไปเกิดอนุมูลอิสระขึ้นก็จะทำปฏิกิริยากันเองเกิดเป็นสีน้ำตาลไหม้กระจายอยู่บนยาง (Grigoryeva and Karger-Kocsis, 2000)

ผสมยางสูตรที่มีมาลิอิกแอนไฮไดรด์ 2 phr MBTS 0.2 phr โดยใช้เวลาและอุณหภูมิการผสมแตกต่างกันลักษณะยางที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.5 พบว่าสีของยางคล้ายกันเกือบทั้งหมด แต่จะพบยางที่มีสีน้ำตาลไหม้ปนอยู่เฉพาะสูตรที่ใช้เวลาผสม 5 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C และสูตรที่ใช้เวลาผสม 3 และ 5 นาที ที่อุณหภูมิ 200°C เนื่องจากการผสมโดยใช้เวลานานจะทำให้มาลิอิกแอนไฮไดรด์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยาเกิดเป็นอนุมูลอิสระและทำปฏิกิริยากันเอง ส่วนการผสมที่อุณหภูมิ 200°C จะทำให้มาลิอิกแอนไฮไดรด์เกิดอนุมูลอิสระได้ง่ายและเร็วขึ้น จึงเกิดปฏิกิริยาโฮโมพอลิเมอร์ไรเซชันก่อนที่จะกระจายในเนื้อยาง

ตารางที่ 4.5 ลักษณะยางที่ได้ก่อนและหลังการกราฟต์มาลิกแอโนไฮโดรด์ลงบนโมเลกุลยางอีพิตีเอ็มด้วยเครื่องบราเบนเดอร์

สูตรที่ใช้เตรียม MEPDM	ลักษณะยาง
Keltan 714	มีลักษณะเป็นก้อนสีขาว
MAH1	มีลักษณะเป็นก้อนสีน้ำตาลอ่อน
MAH2	มีลักษณะเป็นก้อนสีน้ำตาลอ่อน (สีเข้มขึ้นกว่าสูตร MAH1)
MAH3	มีลักษณะเป็นก้อนสีน้ำตาล
MAH4	มีลักษณะเป็นก้อนสีม่วงเข้ม
3m-180	มีลักษณะเป็นก้อนสีน้ำตาล
5m-180	มีลักษณะเป็นก้อนสีน้ำตาล
3m-200	มีลักษณะเป็นก้อนขนาดเล็กสีน้ำตาล
5m-200	มีลักษณะเป็นก้อนขนาดเล็กสีน้ำตาล

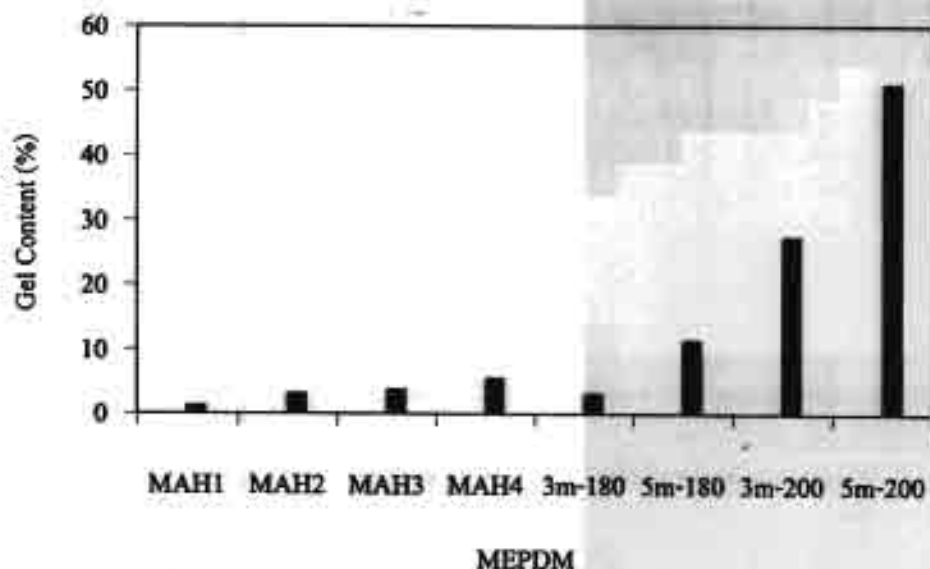
หมายเหตุ

MAH X หมายถึง การกราฟต์มาลิกแอโนไฮโดรด์บนโมเลกุลยางอีพิตีเอ็มโดยใช้มาลิกแอโนไฮโดรด์ X phr ผสมในเครื่องบราเบนเดอร์อุณหภูมิ 180 °C เวลาผสม 3 นาที ใช้ Fill Factor เท่ากับ 0.8 ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที

Xm-Y หมายถึง การกราฟต์มาลิกแอโนไฮโดรด์บนโมเลกุลยางอีพิตีเอ็มโดยใช้มาลิกแอโนไฮโดรด์ 2 phr ผสมในเครื่องบราเบนเดอร์อุณหภูมิ Y °C เวลาผสม X นาที ใช้ Fill Factor เท่ากับ 0.8 ความเร็วโรเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที

4.2.1.1 การหาเปอร์เซ็นต์เจลของยางมาลิกแอโนอีพิตีเอ็ม

นำยางมาลิกแอโนอีพิตีเอ็มที่เตรียมมาหาเปอร์เซ็นต์เจลได้ผลดังรูปที่ 4.23

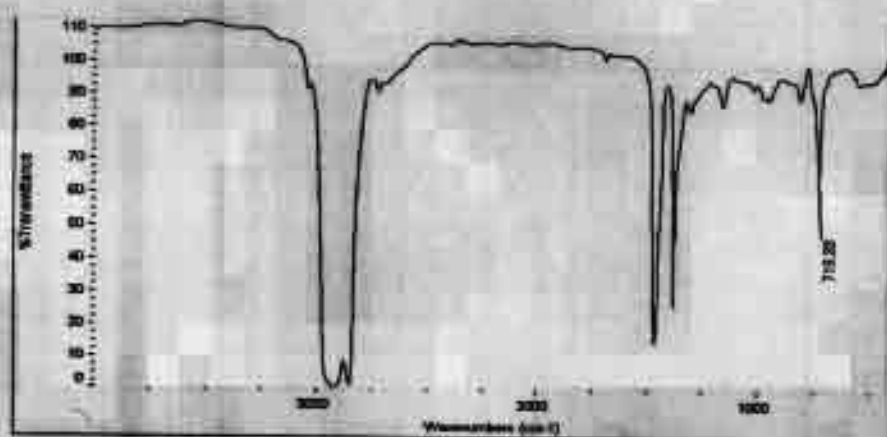


รูปที่ 4.23 เปอร์เซนต์เจลของยางมาลิกเอทอีพีดีเอ็มที่เตรียมที่สภาวะต่างๆ

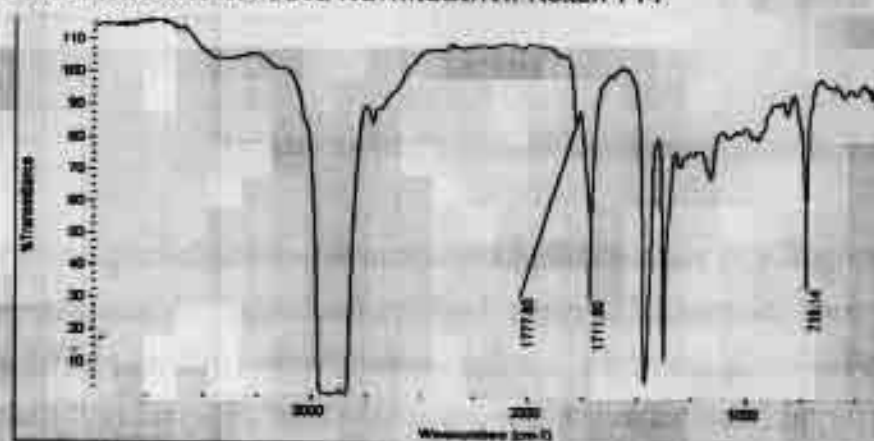
จากรูปที่ 4.23 พบว่าเปอร์เซนต์เจลของยางมาลิกเอทอีพีดีเอ็มขึ้นอยู่กับปริมาณมาลิกแอนไฮไดรด์ เวลา และอุณหภูมิในการผสม โดยที่การเพิ่มปริมาณมาลิกแอนไฮไดรด์ทำให้เปอร์เซนต์เจลเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น เวลาในการผสมจะมีผลต่อการเพิ่มของเปอร์เซนต์เจลมากกว่า เนื่องจากการใช้เวลาการผสมมากโมเลกุลของยางอีพีดีเอ็มได้รับแรงเฉือนเป็นเวลานาน ทำให้สายโซ่โมเลกุลขาดและเกิดอนุมูลอิสระขึ้นเชื่อมโยงกับโมเลกุลข้างเคียงที่มีอนุมูลอิสระที่พร้อมจะทำปฏิกิริยาเช่นกัน แต่การเพิ่มขึ้นของเปอร์เซนต์เจลเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงปริมาณมาลิก-แอนไฮไดรด์และเวลาผสมยังไม่เด่นชัดเท่ากับการเพิ่มอุณหภูมิในการผสม คือเพิ่มจาก 180 เป็น 200 °C เนื่องจากอุณหภูมิที่ 200 °C จะทำให้โมเลกุลของยางอีพีดีเอ็มเกิดอนุมูลอิสระได้ง่าย และสามารถรวมตัวกับโมเลกุลข้างเคียงได้อย่างรวดเร็ว ทำให้ได้เปอร์เซนต์เจลมากและเมื่อเพิ่มเวลาในการผสมต่อไปอีกจาก 3 นาที เป็น 5 นาที เปอร์เซนต์เจลทั้งสองสภาวะจะแตกต่างกันอย่างมากคือเพิ่มจาก 27.5 % เป็น 51.1% จะเห็นได้ว่าเปอร์เซนต์เพิ่มขึ้นเกือบเท่าตัวเมื่อใช้เวลาผสมเพิ่มขึ้นเพียง 2 นาที

4.2.1.2 การหาปริมาณการกราฟต์ของมาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลยางอีพีดีเอ็มด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์

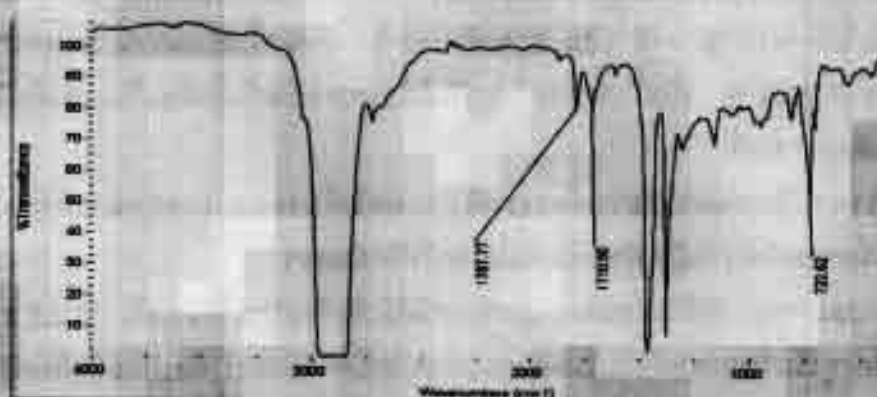
นำสารละลายยางอีพีดีเอ็มและยางมาลิกเอทอีพีดีเอ็มที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.2.3 ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ได้สเปกตรัมอินฟราเรดแสดงดังรูปที่ 4.24 - 4.26



รูปที่ 4.24 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางอีพิตีเอ็มเกรด Kellan 714



รูปที่ 4.25 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางมาลิเอตอีพิตีเอ็มที่ใช้มาลิอิกแอนไฮไดรด์ 2 phr ผสม โดยใช้อุณหภูมิ 180 °C เวลา 3 นาที ด้วยเครื่องบราเบนเดอร์



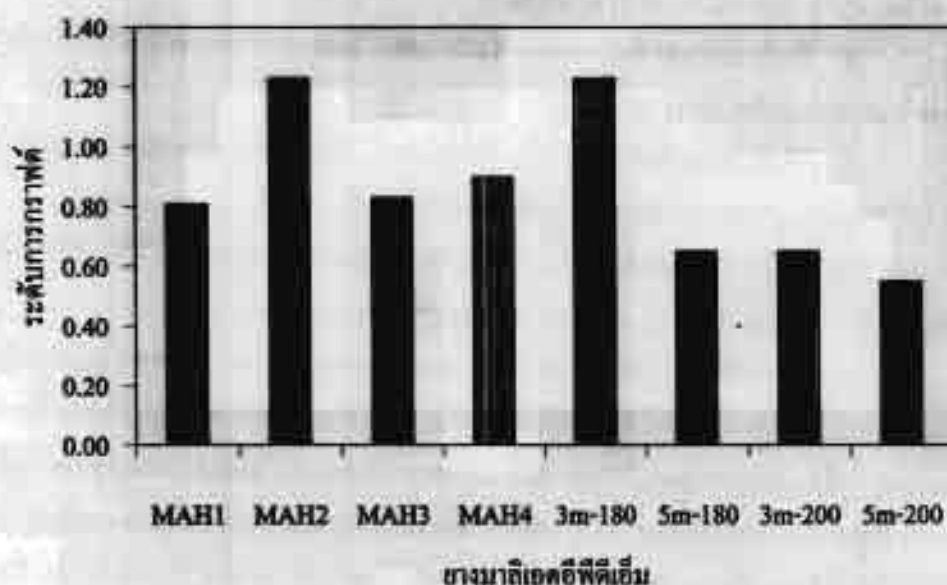
รูปที่ 4.26 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางมาลิเอตอีพิตีเอ็ม ใช้มาลิอิกแอนไฮไดรด์ 2 phr ผสม 5 นาที ที่อุณหภูมิ 200 °C ด้วยเครื่องบราเบนเดอร์

จากรูปที่ 4.24 พบตำแหน่งการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่สำคัญอยู่ 4 ตำแหน่ง คือ

1. ที่บริเวณเลขคลื่น $2990 - 2850 \text{ cm}^{-1}$ แสดงค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ C - H ใน $-\text{CH}_2$ และ $-\text{CH}_3$ แบบ stretching
2. ที่บริเวณเลขคลื่น $1490 - 1400 \text{ cm}^{-1}$ แสดงค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ C - H ในสายโซ่อัลคิล แบบ bending
3. ที่บริเวณเลขคลื่น $1375 - 1300 \text{ cm}^{-1}$ แสดงค่าการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ C - H ใน $-\text{CH}_3$ แบบ bending (พิมพ์จิตและวัชรินทร์, 2542)
4. ที่บริเวณเลขคลื่น $721 - 718 \text{ cm}^{-1}$ แสดงการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของหมู่ C - H ใน $-\text{CH}_2$ แบบ rocking (Grigoryeva and Karger-Kocsis, 2000)

สำหรับรูปที่ 4.25 และรูปที่ 4.26 เป็นตัวอย่างสเปกตรัมอินฟราเรดของยางมาลีเอคอีฟีดีเอ็ม พบตำแหน่งการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเพิ่มขึ้น 2 ตำแหน่งที่ใกล้เคียงกันคือที่เลขคลื่น $1830 - 1750 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งแสดงการดูดกลืนของ C - O stretching แบบไม่สมมาตรและสมมาตรตามลำดับ แถบการดูดกลืนในช่วงนี้แสดงถึงการกราฟต์มาลีอิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลยางอีฟีดีเอ็ม มาลีอิกแอนไฮไดรด์อิสระก็สามารถดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงคลื่นบริเวณนี้เช่นเดียวกันสามารถบอกความแตกต่างได้ว่ามีส่วนที่ไม่เกิดการกราฟต์อยู่หรือไม่ โดยดูที่ตำแหน่งเลขคลื่นประมาณ 700 cm^{-1} ซึ่งแสดงการดูดกลืนของ C = C ของมาลีอิกแอนไฮไดรด์ การกำจัดมาลีอิกแอนไฮไดรด์อิสระออกไป สามารถสังเกตได้จากการหายไปของแถบดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่นประมาณ 700 cm^{-1} และต้องมีแถบการดูดกลืนต่อไปนี้คงอยู่คือ แถบการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1792 cm^{-1} แสดงค่าการดูดกลืนของ n-octadecyl succinic anhydride ที่เลขคลื่น 1784 cm^{-1} แสดงค่าการดูดกลืนของพอลิมาลีอิกแอนไฮไดรด์ (polymaleic anhydride) ที่เลขคลื่น 1780 cm^{-1} แสดงค่าการดูดกลืนของ citraconic anhydride และมาลีอิกแอนไฮไดรด์ และที่บริเวณเลขคลื่น 1770 cm^{-1} แสดงค่าการดูดกลืนของ 2,3 - dimethylmaleic anhydride (Roover et al, 1995) ซึ่งถ้าเกิดแถบดูดกลืนขึ้นบริเวณดังกล่าวนี้แสดงว่าเกิดการกราฟต์ของมาลีอิกแอนไฮไดรด์ในรูปใดรูปหนึ่งตามที่กล่าวมาและอยู่ในรูปของแอนไฮไดรด์ แต่ถ้าเกิดแถบดูดกลืนขึ้นที่บริเวณเลขคลื่น 1710 cm^{-1} ซึ่งเป็นแถบการดูดกลืนของหมู่ dimeric carboxylic acid แสดงว่ามาลีอิกแอนไฮไดรด์ที่กราฟต์ติดถูกไฮโดรไลซ์ไปบางส่วน (Grigoryeva and Karger-Kocsis, 2000) จากรูปที่ 4.25 พบแถบดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1777 cm^{-1} และ 1711 cm^{-1} รูปที่ 4.26 พบแถบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1787 cm^{-1} และ 1705 cm^{-1} แสดงว่ามีหมู่แอนไฮไดรด์จำนวนหนึ่งถูกไฮโดรไลซ์ เป็น dimeric carboxylic acid แต่ก็ยังมีบางส่วนที่ยังอยู่ในรูปของแอนไฮไดรด์ ในรูปที่ 4.25 มาลีอิกแอนไฮไดรด์ที่กราฟต์ติดอยู่ในรูปของ citraconic anhydride หรือ maleic anhydride ส่วนรูปที่ 4.26 จะอยู่ในรูปของ polymaleic anhydride

นำอินฟราเรดสเปกตรัมที่ได้มาคำนวณหาอัตราส่วนการกราฟต์โดยใช้สมการที่ 3.7 ได้อัตราส่วนการกราฟต์แสดงดังรูปที่ 4.27



รูปที่ 4.27 ระดับการกราฟต์ของยางมาลิเอคอีพีดีเอ็มที่เตรียมที่สภาวะต่างๆ

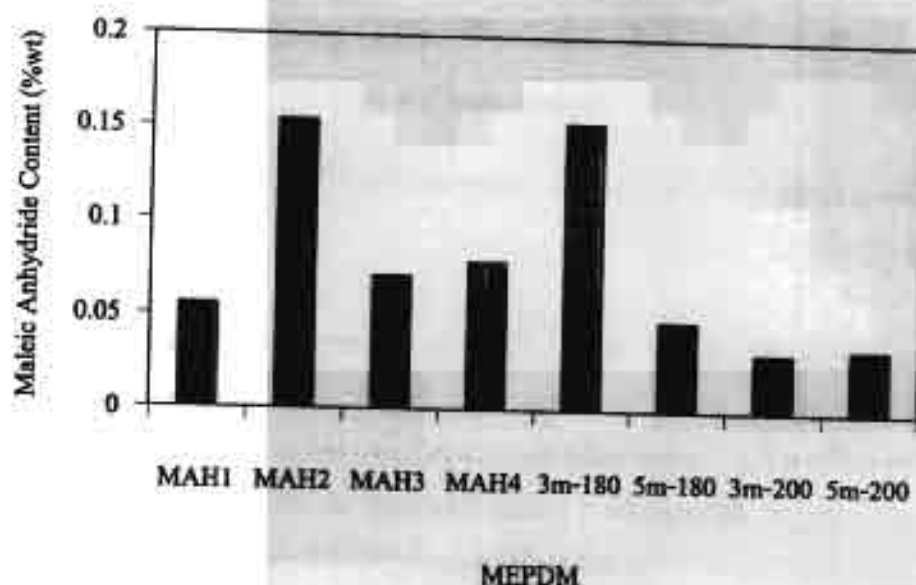
สมการที่ 3.7 เป็นอัตราส่วนของพื้นที่ใต้แถบดูดกลืนที่เกิดจากการกราฟต์ของมาลิอิก-แอนไฮไดรด์กับพื้นที่ใต้แถบดูดกลืนที่ตำแหน่งของ $-\text{CH}_2-$ rocking ของส่วนที่เป็นเอทิลีนโมโนเมอร์ของยางอีพีดีเอ็ม พื้นที่ใต้แถบดูดกลืนที่ตำแหน่งดังกล่าว จะขึ้นอยู่กับความหนาของฟิล์มจากหยดของสารละลายยางมาลิเอคอีพีดีเอ็ม เมื่อนำพื้นที่ใต้แถบดูดกลืนที่ตำแหน่งของ $-\text{CH}_2-$ rocking ไปหารออกจากพื้นที่ใต้สเปกตรัมที่ตำแหน่งที่แสดงการเกิดการกราฟต์ (แถบดูดกลืนที่บริเวณเลขคลื่น $1830-1750$ และ $1750-1660 \text{ cm}^{-1}$) ทำให้อัตราส่วนพื้นที่ใต้สเปกตรัมไม่ขึ้นอยู่กับความหนาของฟิล์มแต่จะแสดงระดับการกราฟต์ของมาลิอิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลยางอีพีดีเอ็ม (Grigoryeva and Karger-Kocsis, 2000)

จากรูปที่ 4.27 พบว่าการเพิ่มปริมาณมาลิอิกแอนไฮไดรด์จะไม่ทำให้ปริมาณการกราฟต์เพิ่มขึ้น อัตราส่วนการกราฟต์ของ MAH 2 จะมีค่าสูงที่สุด รองลงมาเป็น MAH 4 MAH 3 และ MAH 1 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากความสามารถในการละลายของมาลิอิกแอนไฮไดรด์ในยางอีพีดีเอ็ม ที่อุณหภูมิ 180°C มีอยู่อย่างจำกัด การใช้มาลิอิกแอนไฮไดรด์ 1 phr ได้อัตราส่วนการกราฟต์น้อยที่สุดเนื่องจากปริมาณดังกล่าวน้อยเกินไป สำหรับการใช่มาลิอิกแอนไฮไดรด์ 3 และ 4 phr เป็นปริมาณที่มากเกินไปทำให้บางส่วนของมาลิอิกแอนไฮไดรด์หลอมที่ไม่ละลายในยางแยกตัวมาอยู่รวมกัน เมื่อเกิดอนุมูลอิสระขึ้นมาลิอิกแอนไฮไดรด์จะทำปฏิกิริยากันเองเกิดเป็นของแข็งสีน้ำตาลไหม้ เกาะอยู่ที่ยาง แทนที่จะทำปฏิกิริยากับโมเลกุลยางอีพีดีเอ็มทำให้อัตราส่วนการกราฟต์น้อยลง

เมื่อแปรสภาวะการผสมเป็น 4 สภาวะ คือ ผสม 3 นาที ที่อุณหภูมิ 180 °C (3m-180), ผสม 5 นาที ที่อุณหภูมิ 180 °C (5m-180), ผสม 3 นาที ที่อุณหภูมิ 200 °C (3m-200), และผสม 5 นาที ที่อุณหภูมิ 200 °C (5m-200) สูตร 3m-180 มีอัตราส่วนการกราฟต์สูงที่สุดรองลงมาเป็น 5m-180, 3m-200 และ 5m-200 ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากการผสมที่อุณหภูมิสูงทำให้มาลิกแอนไฮไดรด์และยางอีพิตีเอ็มเกิดอนุมูลอิสระขึ้นได้ง่าย ถ้าหากการกระจายของมาลิกแอนไฮไดรด์ในยางไม่สม่ำเสมอ จะทำให้โมเลกุลยางเกิดการรวมตัวกันเองหรือโมเลกุลมาลิกแอนไฮไดรด์รวมตัวกันเอง ทำให้อัตราส่วนการกราฟต์น้อยลงแต่เปอร์เซ็นต์เจลจะเพิ่มขึ้น

4.2.1.3 การหาปริมาณการกราฟต์ของมาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลยางพิตีเอ็ม โดยวิธีการไตเตรต

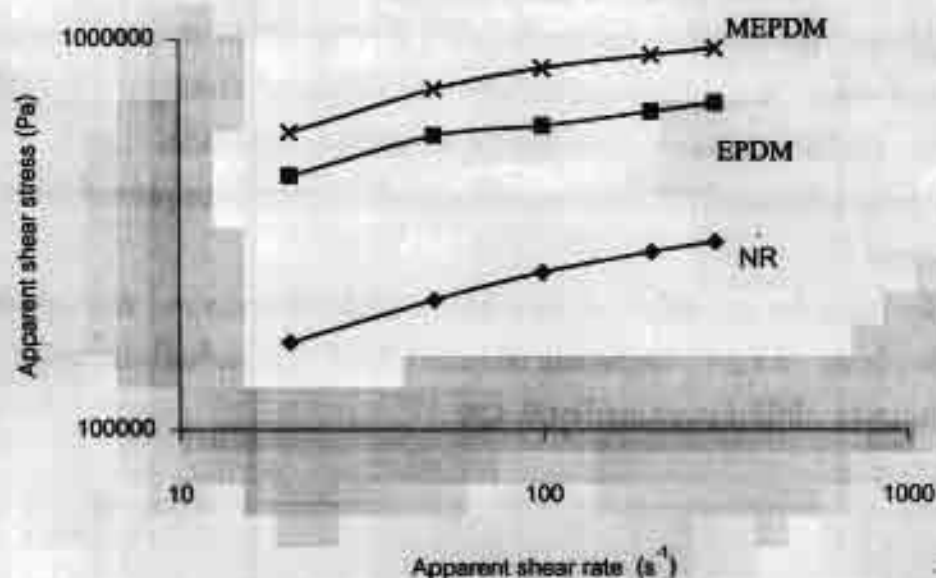
เมื่อนำยางที่ตกตะกอนได้มาอบได้มาลิกแอนไฮไดรด์อิสระออก นำยางที่ได้มาทดสอบตามวิธีการในข้อ 3.3.2.4 ได้ปริมาณมาลิกแอนไฮไดรด์ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ที่กราฟต์อยู่บนโมเลกุลยางอีพิตีเอ็มแสดงผลดังรูปที่ 4.28



รูปที่ 4.28 ปริมาณการกราฟต์ของมาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลอีพิตีเอ็มด้วยวิธีการไตเตรต

จากรูปที่ 4.28 จะเห็นได้ว่าการแปรปริมาณมาลิกแอนไฮไดรด์ จะทำให้ปริมาณการกราฟต์สูงสุดเมื่อใช้มาลิกแอนไฮไดรด์ 2 phr มีแนวโน้มเดียวกันกับการวิเคราะห์โดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ การทดลองต่อไปจึงใช้มาลิกแอนไฮไดรด์ 2 phr MBTS 0.2 phr ผสม 3 นาทีที่อุณหภูมิ 180 °C ในการเตรียมยางมาลิกเอคอี-พิตีเอ็ม

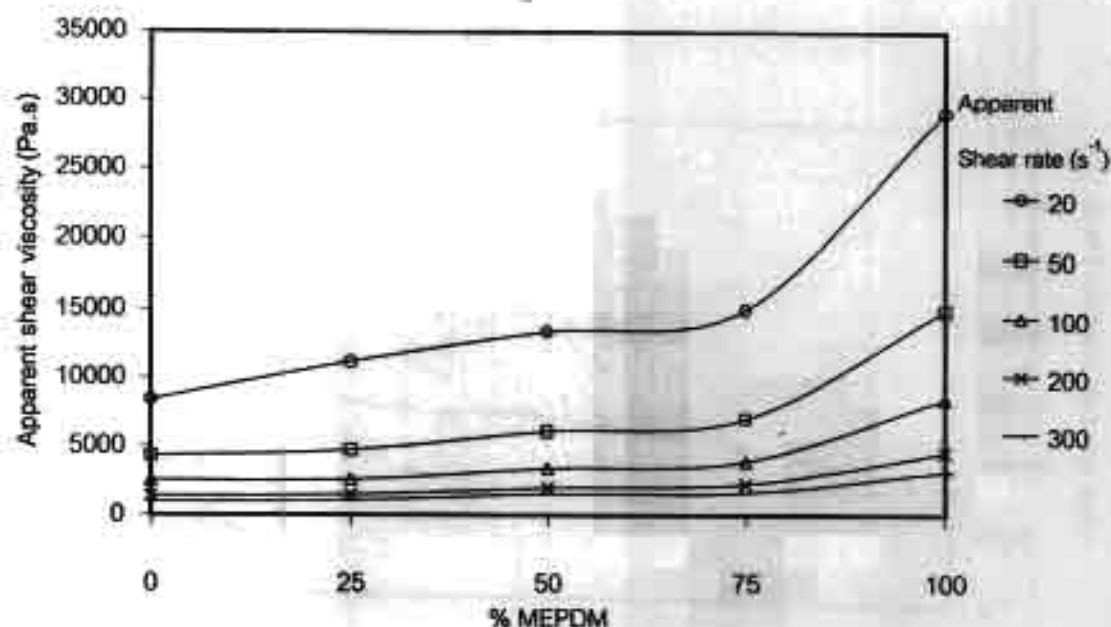
4.2.2 การทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีของยาง ด้วยเครื่องคาริปิตลารีรีโอมิเตอร์
 การทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีของยางธรรมชาติ ยางอีพดีเอ็ม ยางมาลีเอคอีพดีเอ็ม
 และยางเบลนค์ที่สัดส่วนต่างๆ ได้ผลการทดลองดังนี้



รูปที่ 4.29 ความสัมพันธ์ระหว่าง Apparent shear viscosity กับ Apparent shear rate ของยาง
 เตียวยที่อุณหภูมิ 100 °C

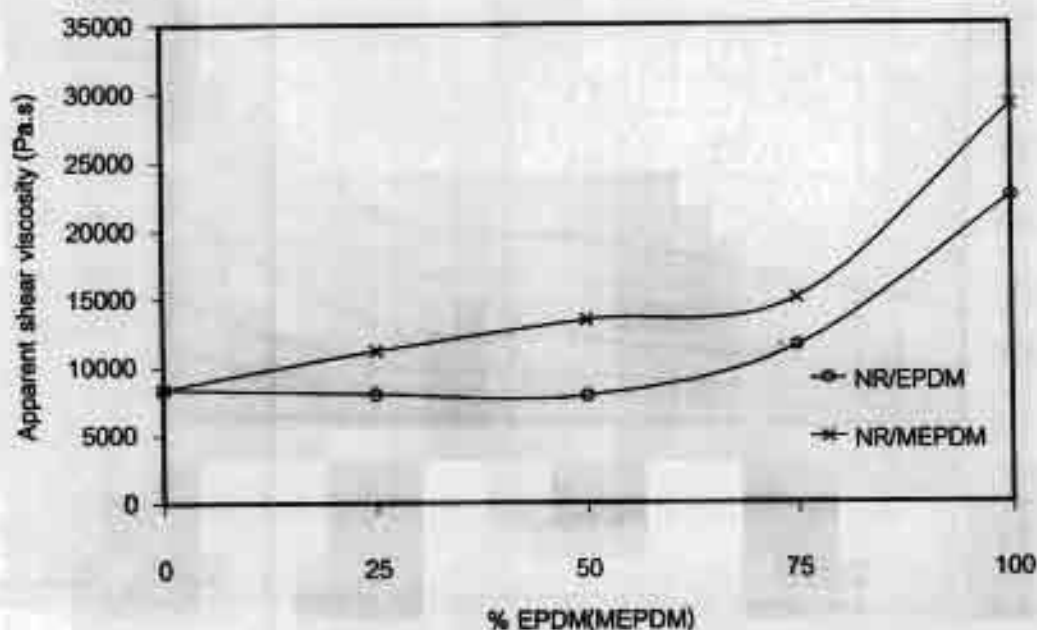
จากการที่ดัดแปรโครงสร้างของยางอีพดีเอ็ม โดยการกราฟต์มาลีอิกแอโนไฮโดรคาร์บอน
 โมเลกุลยางอีพดีเอ็ม มีผลทำให้เกิดส่วนของมาลีอิกเข้าเกาะในตำแหน่งตรงกิ่งของไซโมเลกุล
 ทำให้กิ่งมีขนาดที่ใหญ่ขึ้น และการเกิดเจลบางส่วนในโครงสร้าง มีผลต่อการไหลของไซโมเลกุล
 ซึ่งส่งผลต่อค่าความเค้นเฉือนและค่าความหนืดเฉือนของยางมาลีเอคอีพดีเอ็มมีค่าที่สูงที่สุด

เมื่อนำยางธรรมชาติมาเบลนค์ร่วมกับยางมาลีเอคอีพดีเอ็มที่อัตราส่วนต่างๆ Apparent
 shear viscosity ของยางเบลนค์ได้ผลดังนี้



รูปที่ 4.30 Apparent shear viscosity ของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ที่ %MEPDM ต่างๆ ที่อุณหภูมิ 100 °C

พบว่าลักษณะเส้นกราฟระหว่างความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอมมีลักษณะที่คล้ายกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอม และจากรูปที่ 4.30 พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของยางมาลีเอตอีพีดีเอม ไม่ว่าที่อัตราเฉือนใดๆ ค่าความหนืดเฉือนของยางเบลนด์มีค่าเพิ่มสูงขึ้น และจากรูปที่ 4.31 เปรียบเทียบความหนืดเฉือนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติและยางอีพีดีเอมกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอม พบว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอมมีค่าความหนืดเฉือนที่มากกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอมที่ทุกๆ อัตราส่วน ทั้งนี้เนื่องจากความหนืดเฉือนของยางมาลีเอตอีพีดีเอมมีค่าสูงกว่ายางอีพีดีเอมนั่นเอง

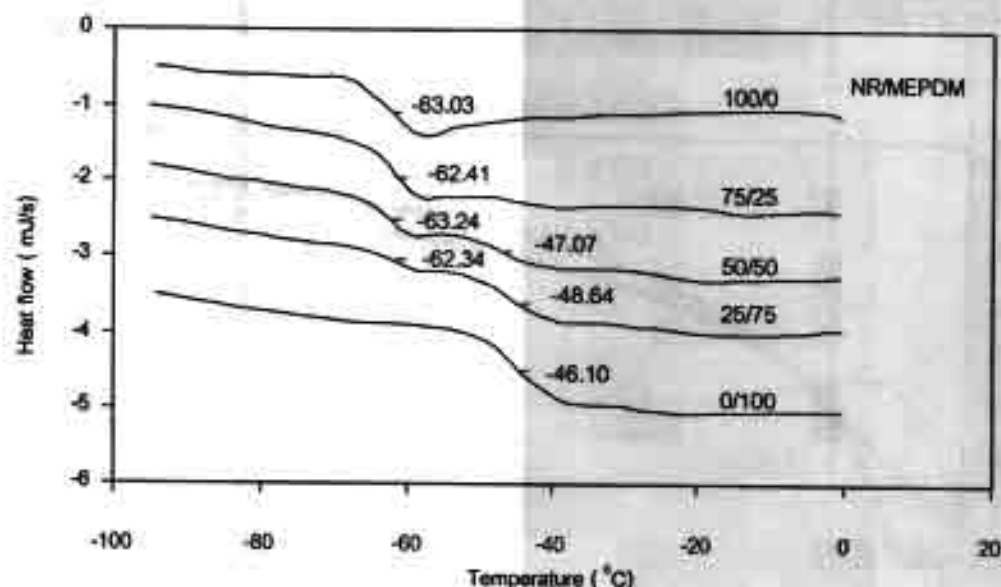


รูปที่ 4.31 เปรียบเทียบ Apparent shear viscosity ของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็ม และ ยางมาดีเอตอีพดีเอ็ม ที่ % EPDM และ MEPDM ต่างๆ อัตราเฉือน 20 s^{-1} ที่อุณหภูมิ 100°C

เมื่อนำค่าความหนืดเฉือนจริงของยางเดี่ยวไปคำนวณหาความหนืดเฉือนจริงของยางเบลนด์ตามกฎผลบวกลอการิทึมดังสมการที่ 2.2 พบว่าค่าความหนืดเฉือนจริงของยางเบลนด์มีส่วนเบี่ยงเบนที่เป็นลบ หรือมีค่าที่น้อยกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับผลบวกลอการิทึม ไม่ว่าที่อัตราส่วนใดๆ แสดงว่า ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาดีเอตอีพดีเอ็ม ไม่เข้ากันทางเทอร์โมไดนามิกส์ ซึ่งมีลักษณะเช่นเดียวกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพดีเอ็ม และยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรเมเนตอีพดีเอ็ม

4.2.3 การทดสอบหา Glass Transition Temperature ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)

นำยางเบลนด์ดิบที่เตรียมได้ระหว่างยางธรรมชาติกับยาง มาดีเอตอีพดีเอ็ม มาทดสอบด้วยเครื่อง Differential Scanning calorimeter (DSC) เพื่อศึกษาความเข้ากันได้ของยางเบลนด์ และค่า T_g ของยางเบลนด์ทั้งสอง แสดงได้ดังรูปที่ 4.32



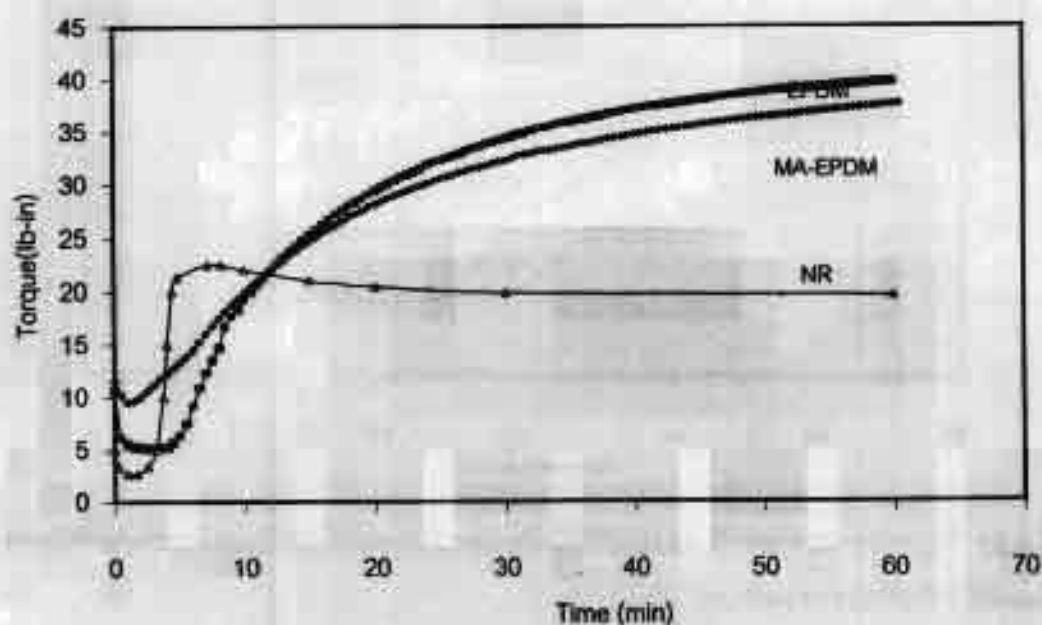
รูปที่ 4.32 T_g ของยางธรรมชาติ ของยางอีพิตีเอ็ม และยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มที่อัตราส่วนต่างๆ

จากรูปที่ 4.32 สังเกตได้ว่าการเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม และยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม แสดงค่า T_g สองค่า ซึ่งแสดงให้เห็นว่า ที่อัตราส่วนการเบลนค์ต่างกันของยางเบลนค์ทั้งสองไม่สามารถเข้ากันได้ และเมื่อพิจารณาจากค่า T_g พบว่าค่า T_g จะแสดงค่า T_g ของยางแต่ละชนิดได้ชัดเจนมากขึ้น เมื่อสัดส่วนของยางแต่ละชนิดมีสัดส่วนที่มากขึ้น เมื่อสังเกตจากค่า T_g ของยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มเปรียบเทียบกับยางอีพิตีเอ็ม พบว่ามีค่าที่สูงกว่าเล็กน้อย

4.2.4 ลักษณะการวัลคาไนซ์ และพลังงานกระตุ้นการวัลคาไนซ์ของยาง

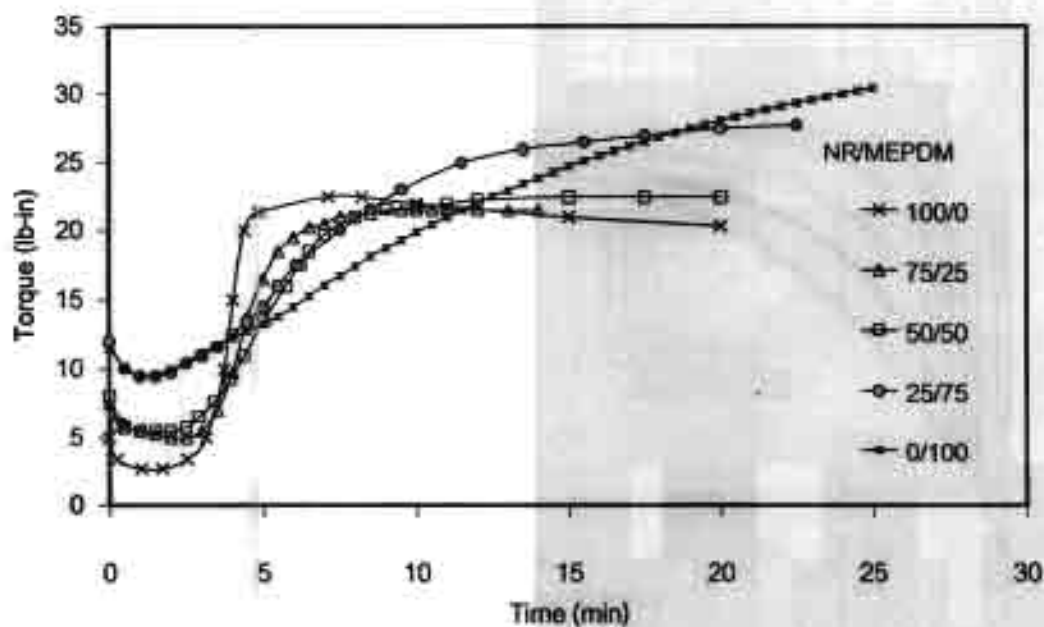
4.2.4.1 ลักษณะการวัลคาไนซ์

นำยางคอมปาวด์ตามสูตรหัวข้อที่ 3.3.1.4 โดยใช้ยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มแทนยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็ม ทำการศึกษาลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางดังแสดงในรูปที่ 4.33 และ 4.34



รูปที่ 4.33 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติ ยางอีพดีเอ็ม ยางมาลิเอตอีพดีเอ็ม ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.33 เมื่อทำการปรับเปลี่ยนโครงสร้างของยางอีพดีเอ็ม (MEPDM) มีผลทำให้ค่า scorch time ต่ำลง และค่า cure time มีค่ามากขึ้นเล็กน้อย ส่วนช่วงหลังการวัลคาไนซ์ของยางอีพดีเอ็มแสดงลักษณะที่เรียกว่า Marching cure

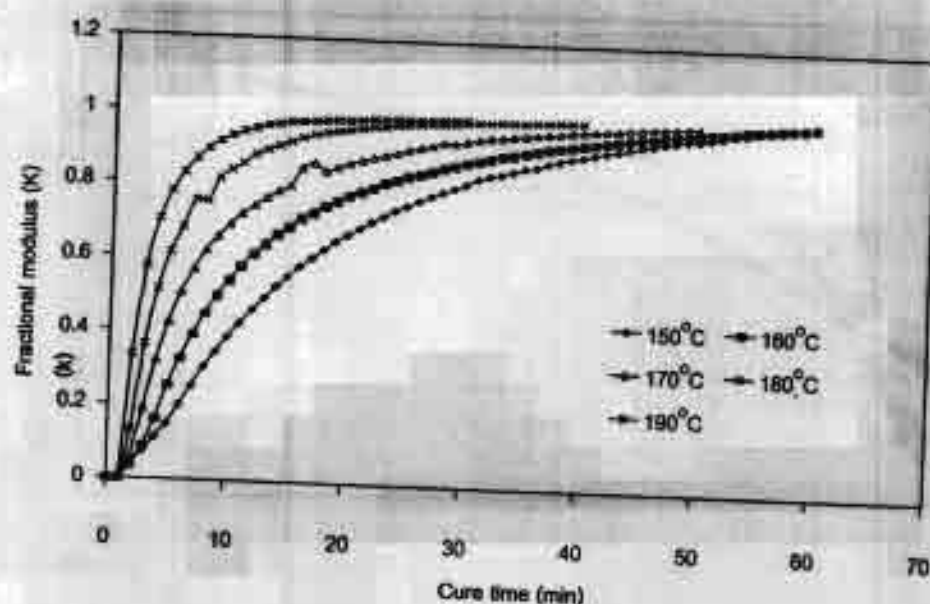


รูปที่ 4.34 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลิเอคอีพีดีเอ็ม ที่สัดส่วนต่างๆ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.34 พบว่าเมื่ออัตราส่วนยางมาลิเอคอีพีดีเอ็มมากขึ้นค่า scorch time ของยางเบลนด์ ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลิเอคอีพีดีเอ็ม มีค่าน้อยลง ส่วนค่า Cure time มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออัตราส่วนยางมาลิเอคอีพีดีเอ็มมากขึ้น เมื่อพิจารณาว่า Cure time ของยางเบลนด์ พบว่าการเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลิเอคอีพีดีเอ็มมีค่า cure time ที่มากกว่าการเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม ซึ่งเป็นผลมาจากการปรับเปลี่ยนโครงสร้างยางอีพีดีเอ็ม

4.2.4.2 พลังงานกระตุ้นการวัลคาไนซ์

จากกราฟแสดงลักษณะการวัลคาไนซ์ด้วยเครื่อง ODR ยางมาลิเอคอีพีดีเอ็ม สามารถนำมาคำนวณหา Fractional modulus ของแต่ละอุณหภูมิแสดงผลได้ดังรูปที่ 4.35



รูปที่ 4.35 fractional modulus (K) ของยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มที่อุณหภูมิต่างๆ

ส่วนค่าพลังงานการกระตุ้นในการวัลคาไนซ์ของยางชนิดต่างๆ แสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 พารามิเตอร์ในการวัลคาไนซ์ของยางที่ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิ

	STR 5L	STR 20	RSS No3	EPDM	BEPDM	MEPDM
E_1 (kcal/mol)	11.98	10.69	12.39	16.90	7.78	17.41
E_2 (kcal/mol)	14.74	15.29	16.58	15.94	11.65	6.73
S_1 (kcal/mol)	13.88	12.32	14.20	17.54	8.83	17.74
S_2 (kcal/mol)	-16.25	-16.94	-18.35	-17.29	-18.35	-9.53

จากตารางที่ 4.6 ค่า E_1 ของยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม มีพลังงานการกระตุ้นสูงกว่ายางอีพีดีเอ็มเล็กน้อย โดยที่ยางธรรมชาติมีค่าต่ำกว่า โดยที่ RSS No.3 มีค่ามากที่สุด รองลงมาคือ STR 5L และ STR 20 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่ายางธรรมชาติ STR 5L, STR20 และ RSS No3 ใช้พลังงานในการกระตุ้นให้เกิดการวัลคาไนซ์ที่ต่ำกว่ายางอีพีดีเอ็ม และยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม และพบว่าค่า E_2 ของยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม มีค่าที่น้อยกว่ายางธรรมชาติ (STR 5L, STR 20, RSS No.3) และยางอีพีดีเอ็ม แสดงว่า ยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มใช้พลังงานกระตุ้นใน

การวัดคาบในซีในคอนกรีตเริ่มตันปฏิกริยาน้อยกว่ายางธรรมชาติ และยางอีพียีเอ็ม แต่ยางโพรพิลีนที่ตีเอ็มมีค่าพลังงานกระตุ้นในการวัดคาบในซีในคอนกรีตเริ่มตันปฏิกริยาต่ำที่สุด

4.2.5 ความเข้มข้นในเฟสยางแต่ละเฟสของยางเบลนด์

จากสมการของกราฟมาตรฐานตั้งหัวข้อ 4.1.5 สามารถคำนวณหาความเข้มข้นเชื่อมโยงของเฟสยางธรรมชาติ และยางอีพียีเอ็ม แสดงดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ความเข้มข้นในยางแต่ละชนิดของยางเบลนด์ที่สัดส่วนต่างๆ

ชนิด	ความเข้มข้น (mol/m ³)		
	NR	EPDM (MEPDM)	ความแตกต่าง
NR	85.80	-	-
NR/EPDM 75/25	111.69	14.64	97.05
NR/EPDM 50/50	130.38	70.97	59.41
NR/EPDM 25/75	153.97	58.39	95.58
EPDM	-	102.37	-
NR/MEPDM 75/25	40.49	38.85	1.64
NR/MEPDM 50/50	35.89	23.97	11.92
NR/MEPDM 25/75	52.40	17.44	34.96
MEPDM	-	56.81	-

จากตารางที่ 4.7 การเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพียีเอ็ม พบว่าเมื่อปริมาณยางธรรมชาติลดลง ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสยางธรรมชาติเพิ่มขึ้น และเมื่อปริมาณยางอีพียีเอ็มมีมากขึ้น ความเข้มข้นในเฟสยางอีพียีเอ็มก็มีมากขึ้นเช่นกัน โดยที่ยางเบลนด์ที่มีอีพียีเอ็ม 25 % ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสยางอีพียีเอ็มมีค่าน้อยมาก

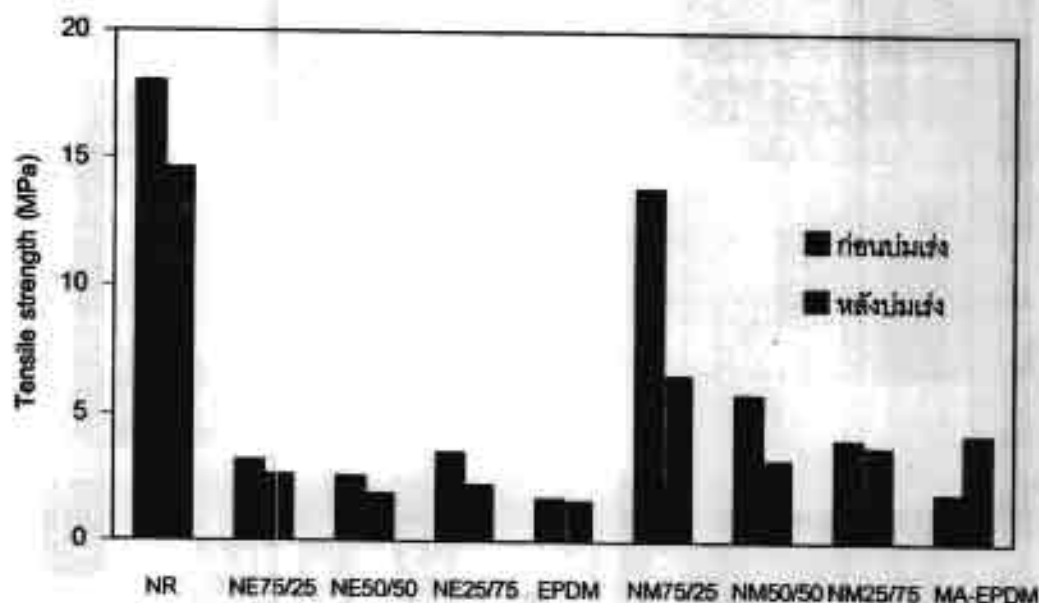
การเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพียีเอ็ม พบว่าความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสยางธรรมชาติมากที่สุดที่อัตราส่วน 25/75 , 50/50 และ 75/25 ตามลำดับ ในขณะที่ความเข้มข้นในเฟสยางมาลีเอตอีพียีเอ็มพบว่าเมื่อปริมาณของยางมาลีเอตอีพียีเอ็มลดลง ความเข้มข้นเชื่อมขวางก็มีค่ามากขึ้น ตามลำดับ

จากการเปรียบเทียบความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสของยางแต่ละชนิดต่างๆ ในยางเบลนด์ พบว่าการดัดแปลงโครงสร้างของยางอีพิตีเอ็มให้เป็นยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม ทำให้ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสยางธรรมชาติมีค่าที่แตกต่างกันอย่างชัดเจน คือ ความเข้มข้นเชื่อมขวางในเฟสยางธรรมชาติของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มมีค่ามากกว่า 100 mol/m^3 ในขณะที่ในเฟสยางธรรมชาติของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มมีค่าอยู่ในช่วงระหว่าง 40 ถึง 55 mol/m^3 ทั้งนี้เนื่องจากความว่องไวต่อปฏิกิริยาที่มากกว่าของยางธรรมชาติ ในยาง NR/EPDM ทำให้สารเคมีเข้าไปในเฟสยางธรรมชาติมากกว่า ในขณะที่เมื่อดัดแปลงโครงสร้างของยางอีพิตีเอ็ม ทำให้อัตราการวัดคาไนซ์ในช่วงเริ่มต้นดีขึ้น ส่งผลให้ MEPDM ดูดซึมสารตัวเร่งจากเฟสยางธรรมชาติ จึงมีผลทำให้พันธะเชื่อมขวางในเฟสยางธรรมชาติมีค่าลดลง

อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาในเฟสยางอีพิตีเอ็ม หรือ ยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม พบว่า ความเข้มข้นในเฟสของยางอีพิตีเอ็มที่อัตราส่วนการเบลนด์ 50/50 และ 25/75 มีค่ามากกว่าในเฟสยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มในยางเบลนด์ NR/MEPDM แต่ที่อัตราส่วนการเบลนด์ 75/25 พบว่า ความเข้มข้นเชื่อมโยงในเฟสของยางอีพิตีเอ็มมีค่าน้อยกว่าในเฟสยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม อาจเนื่องจากการมีปริมาณยางอีพิตีเอ็มอยู่เพียง 25 % ทำให้สารเคมีและสารวัดคาไนซ์ จะเข้าไปในเฟสยางธรรมชาติมากกว่าเนื่องจากยางธรรมชาติมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาเร็วกว่ายางอีพิตีเอ็ม ดังนั้น จึงทำให้ที่อัตราส่วน 75/25 ความเข้มข้นในเฟสยางอีพิตีเอ็มจึงมีค่าที่น้อยมาก และเมื่อเปรียบเทียบยางเบลนด์มาลีเอตอีพิตีเอ็มกับยางเบลนด์โบรมิเนตอีพิตีเอ็ม พบว่ายางเบลนด์โบรมิเนตอีพิตีเอ็มมีความเข้มข้นเชื่อมขวางที่สูงกว่า

4.2.6 สมบัติความทนต่อแรงดึงและความสามารถยืดจนขาด

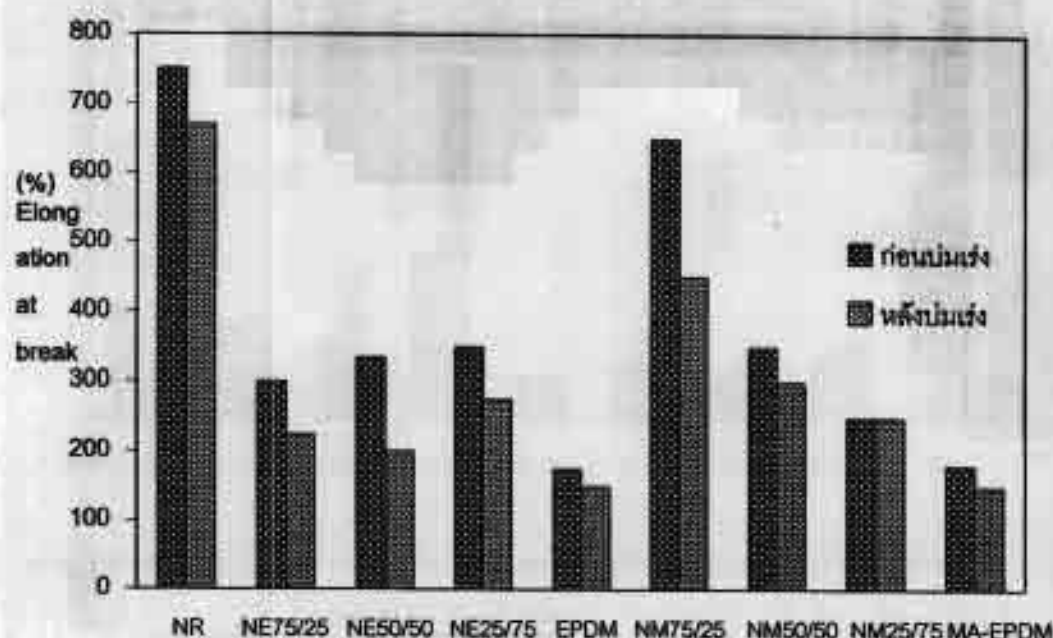
นำยางเบลนด์มาทดสอบความทนต่อแรงดึงและความสามารถยืดจนขาดด้วยเครื่อง Tensometer ระหว่างยางเบลนด์ธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม และยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม ที่สัดส่วน 100/0 , 75/25 , 50/50 , 75/25 , 0/100 ตามลำดับทั้ง ก่อนและหลังการปมเร่ง ได้ผลดังนี้



รูปที่ 4.36 ความทนต่อแรงดึงของยางเบลนด์ที่สัดส่วนต่างๆ ก่อนและหลังการบ่มแรง
(หมายเหตุ : NE คือ NR/EPDM และ NM คือ NR/MEPDM)

จากรูปที่ 4.36 พบว่าเมื่อทำการกราฟดัมมาลีเอตบนโมเลกุลยางอีพิตีเอ็มพบว่า ค่าความทนต่อแรงดึงของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มเพิ่มขึ้นทุกสัดส่วนการเบลนด์ ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่า ยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มที่ถูกตัดแปรรโครงสร้างมีความสามารถในการดูดซับสารเคมีได้ดีขึ้นในช่วงเริ่มต้นปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ (จากค่า E_2) ส่งผลทำให้การกระจายตัวของพันธะเชื่อมโยงในเฟสยางแต่ละชนิดดีขึ้น จึงทำให้ค่าความแข็งแรงภายในพันธะของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มดีขึ้น โดยค่าความต้านทานต่อแรงดึงมีค่าลดลงตามสัดส่วนที่เพิ่มขึ้นของยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม เนื่องจากค่าความทนต่อแรงดึงที่ต่ำของยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม

ความทนต่อแรงดึงของยางหลังบ่มเร่งของยางเบลนค์ NR/MEPDM พบว่ามีค่าต่ำกว่า ก่อนบ่มเร่ง โดยที่ เปอร์เซนต์ความเปลี่ยนแปลงหลังบ่มเร่งของยาง NR/MEPDM มีแนวโน้มที่สูงกว่า



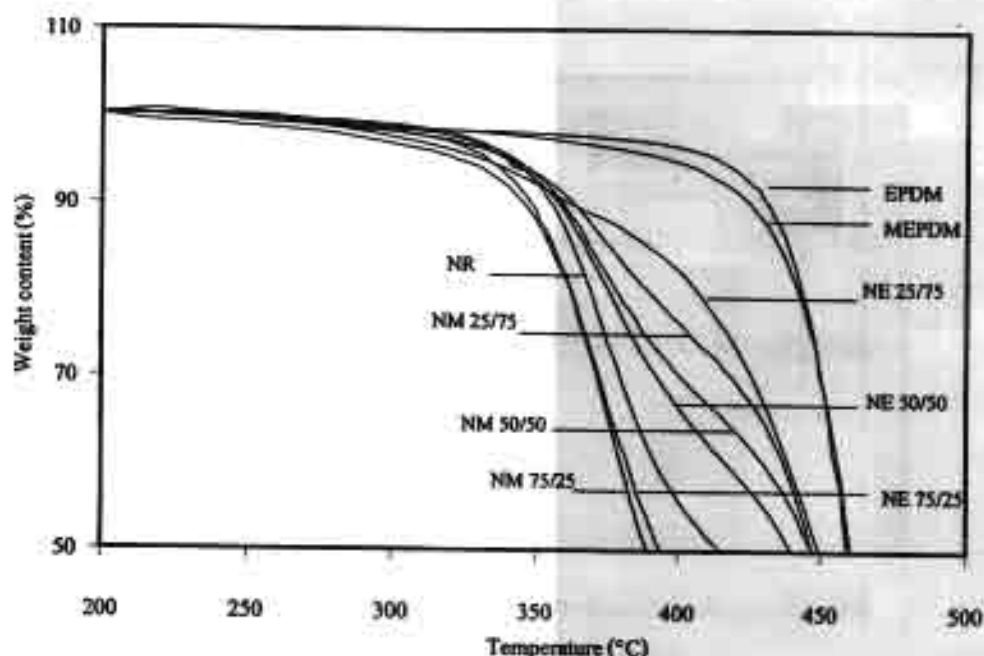
รูปที่ 4.37 ความสามารถบิดจนขาดของยางเบลนค์ที่สัดส่วนต่างๆ ก่อนและหลังการบ่มเร่ง (หมายเหตุ : NE คือ NR/EPDM และ NM คือ NR/MEPDM)

จากรูปที่ 4.37 พบว่าระหว่างยางเบลนค์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มความสามารถบิดจนขาดมีค่ามากกว่ายางเบลนค์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม เนื่องจากความเข้มข้นที่น้อยกว่านั่นเอง

แสดงว่าการดัดแปรโครงสร้างยางอีพีดีเอ็มเป็นยางมาลีเอคอีพีดีเอ็ม ที่ทำให้การกระจายตัวของพันธะเชื่อมขวางดีขึ้น ส่งผลให้สมบัติทางด้านทนต่อแรงดึงสูงขึ้นอย่างชัดเจน และมีค่าที่แตกต่างจากยางโพรมิแนคอีพีดีเอ็มไม่มากนัก

4.2.7 การทดสอบความทนต่อความร้อนด้วยเครื่อง Thermal Gravimetric Analysis

นำยางวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้จากหัวข้อข้างต้น ศึกษาความทนต่อความร้อนด้วยเครื่อง Thermal gravimetric ได้ผลดังแสดงใน รูปที่ 4.38



รูปที่ 4.38 น้ำหนักยางที่เหลืออยู่ต่อความร้อนของยางเบลนด์วัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิต่างๆ

จากรูปที่ 4.38 พบว่ายางอีพียีเอ็มมีความสามารถทนต่อความร้อนที่สูงกว่ายางมาลีเอคอีพีตีเอ็ม เนื่องจากยางมาลีเอคอีพีตีเอ็มมาจากการตัดแปรงโครงสร้างทางเคมีให้แก่ยางอีพียีเอ็ม โดยการทำปฏิกิริยาการกราฟต์มาลีอีกรแอนไฮไดรด์ โดยผ่านการผสมในเครื่องผสมแบบปิด Brabender Plasticorder ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส นั่นก็คือยางมาลีเอคอีพีตีเอ็มได้รับความร้อนมาแล้วครั้งหนึ่ง ก่อนการทดสอบหาความสามารถในด้านความทนต่อความร้อน ซึ่งก็คือยางมาลีเอคอีพีตีเอ็มมีประวัติทางความร้อนมากกว่ายางอีพียีเอ็ม

อย่างไรก็ตาม สำหรับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีตีเอ็ม ที่อัตราส่วน 50/50 และ 25/75 มีความทนต่อความร้อนที่ดีกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพียีเอ็ม

4.2.8 สมบัติความต้านทานต่อโอโซน

นำยางเบลนด์ระหว่างยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพียีเอ็ม และยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีตีเอ็มที่สัดส่วน 100/0, 75/25, 50/50, 25/75, 0/100 ทำการทดสอบความต้านทานต่อโอโซนที่ความเข้มข้น 50 ppm อุณหภูมิ 40°C เปอร์เซนต์การยืดยางเท่ากับ 20 % เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ISO 1431 Part 1) ได้ผลการทดสอบดังนี้

ตารางที่ 4.8 ความต้านทานต่อโอโซนของยางเบลนด์ชนิดต่างๆ

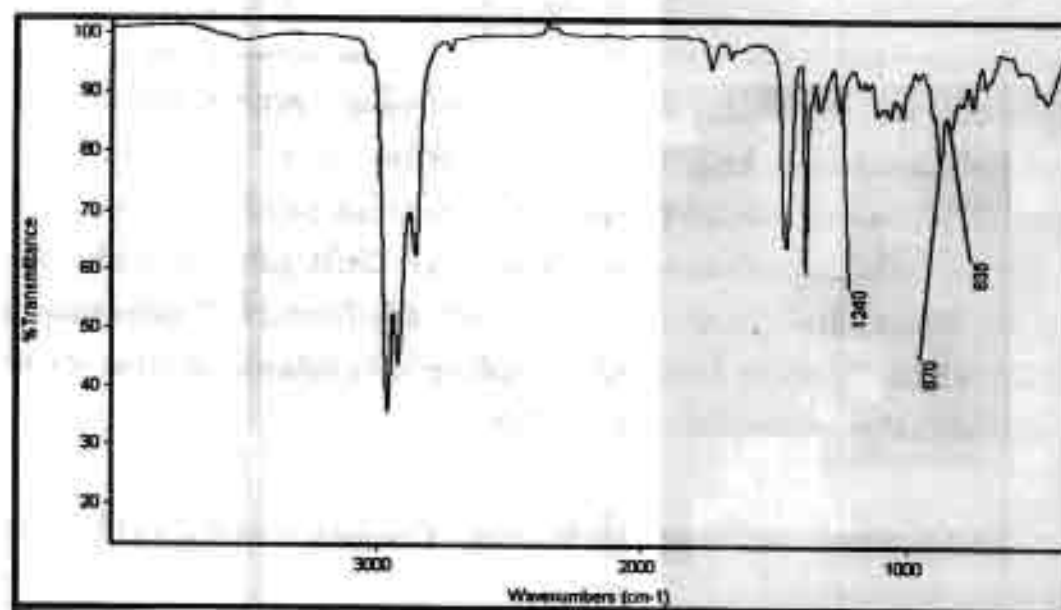
ตัวอย่าง	ลักษณะยาง
NR	ปรากฏรอยแตกจำนวนนับไม่ถ้วน ความยาวรอยแตกมากกว่า 3 มม (เกรด C-5)
NE 75/25	
NE 50/50	ปรากฏรอยแตกจำนวนนับไม่ถ้วน ความยาวรอยแตกน้อยกว่า 1 มม (เกรด C-3)
NE 25/75	
EPDM	ไม่ปรากฏรอยแตก
NM 75/25	ไม่ปรากฏรอยแตก
NM 50/50	ไม่ปรากฏรอยแตก
NM 25/75	ปรากฏรอยแตกจำนวนมาก ความยาวรอยแตกมากกว่า 3 มม (เกรด B-5)
MEPDM	ไม่ปรากฏรอยแตก
	ไม่ปรากฏรอยแตก
	ไม่ปรากฏรอยแตก

จากตารางที่ 4.8 พบว่ายางเบลนด์ที่มีเปอร์เซ็นต์อีพิตีเอ็มหรือมาลีเอตอีพิตีเอ็มเท่ากับ 50% และ 75% ไม่ก่อให้เกิดรอยแตกเกิดขึ้น ในขณะที่อัตราส่วน 75/25 ของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มมีรอยแตกที่มีขนาดใหญ่กว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม อาจเนื่องจากการเตรียมยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มที่อุณหภูมิสูง ทำให้ยางเบลนด์ระหว่างธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม ผ่านการถูกความร้อนมากกว่ายางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม เมื่อเปรียบเทียบกับยางเบลนด์โบรมิเนตอีพิตีเอ็ม (ตารางที่ 4.5) ยางเบลนด์ระหว่างธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มมีแนวโน้มทนทานต่อโอโซนน้อยกว่า

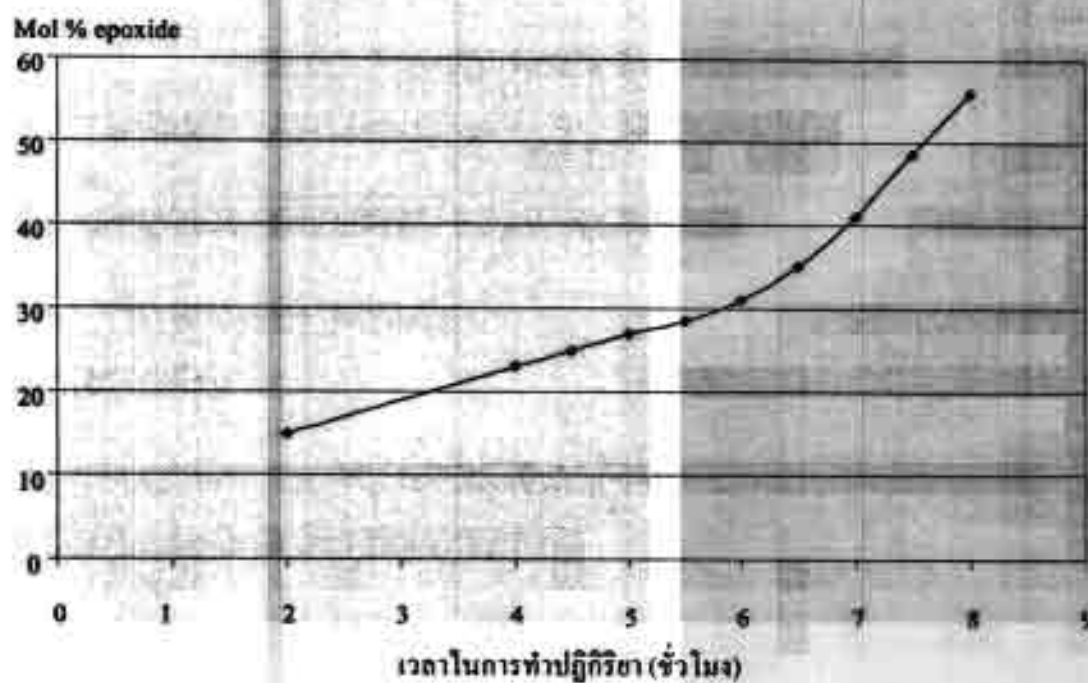
4.3 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรโมทิวไทล์

4.3.1 การเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์

จากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์โดยการแปรเวลาในการทำปฏิกิริยา และนำตัวอย่างยางธรรมชาติอิพอกไซด์ที่ได้ไปทดสอบด้วยเครื่อง FT-IR จะได้สเปกตรัมอินฟราเรดของยางธรรมชาติอิพอกไซด์ แสดงดังรูปที่ 4.39 พบว่ามีพีคของการดูดกลืนแสงของหมู่อิพอกไซด์ คือ ตำแหน่งเลขคลื่น 870 และ 1240 cm^{-1} วิเคราะห์หาปริมาณหมู่ อิพอกไซด์โดยใช้วิธีการวัด Absorbance ratio ของพีคที่ 870/835 cm^{-1} จำนวนหาปริมาณหมู่ อิพอกไซด์ตามผลงานวิจัยของ Davey and Loadman (1984) ผลการทดลองแสดงในรูปที่ 4.40



รูปที่ 4.39 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์



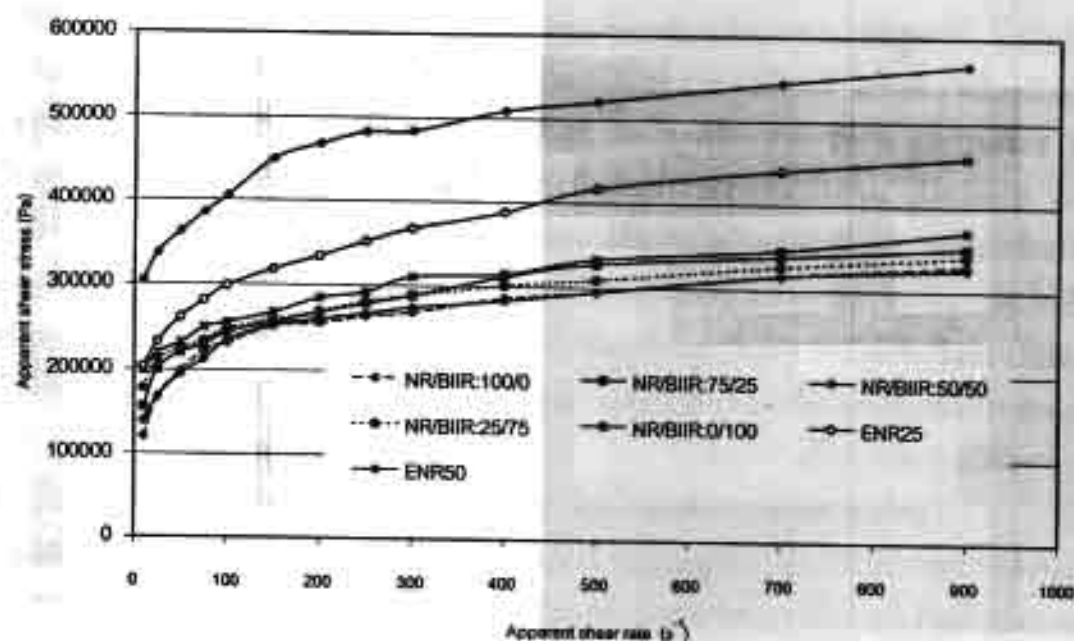
รูปที่ 4.40 ผลของเวลาการทำปฏิกิริยาอีพอกไซด์ต่อปริมาณหมู่อีพอกไซด์

จากรูปที่ 4.40 พบว่าเวลาในการทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน มีความสัมพันธ์กับการเกิดปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติ นั่นคือเมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจะทำให้เกิดปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติมากยิ่งขึ้น จากผลการทดลองจะเห็นได้ว่าการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 4.5 ชั่วโมง เกิดปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติประมาณ 25 โมลเปอร์เซ็นต์ และเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็นเวลา 7.5 ชั่วโมง จะเกิดปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติประมาณ 48.5 โมลเปอร์เซ็นต์ (ซึ่งใกล้เคียงกับ 50 โมลเปอร์เซ็นต์มากที่สุด)

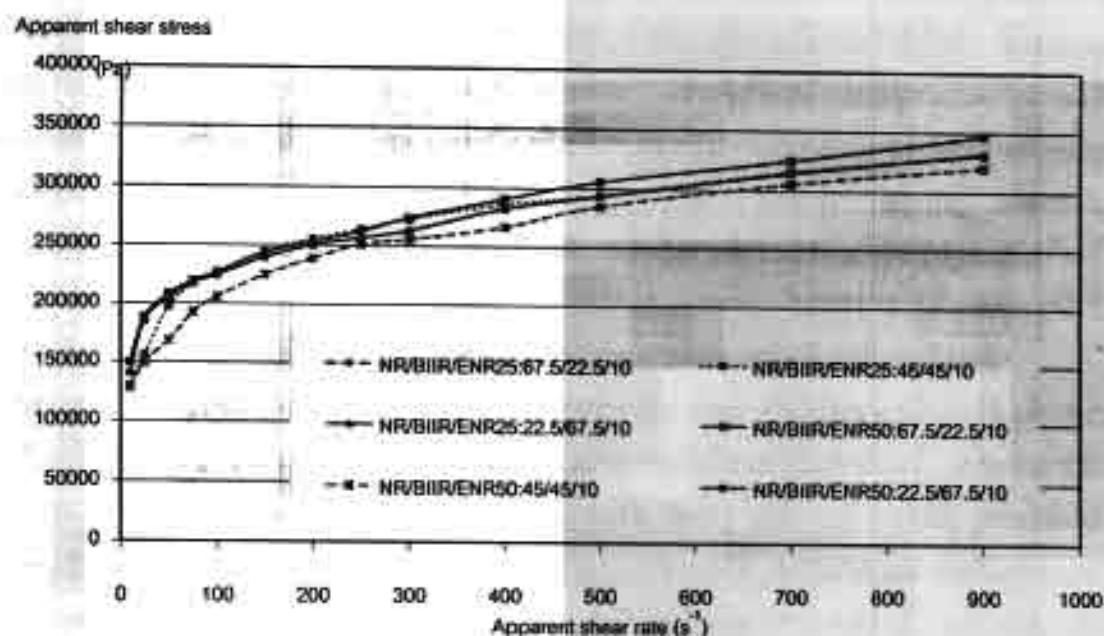
ดังนั้นในการเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์ให้มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์เท่ากับ 25 และ 50 โมลเปอร์เซ็นต์ (ENR-25 และ ENR-50) จึงยึดที่สภาวะนี้ คือเตรียมยางที่เวลาทำปฏิกิริยา 4.5 และ 7.5 ชั่วโมง ซึ่งจะเกิดปริมาณหมู่อีพอกไซด์ใกล้เคียงกับที่ต้องการมากที่สุด เพื่อนำยางที่ได้ไปทำการทดสอบในขั้นตอนอื่นๆ ต่อไป

4.3.2 ทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารี (Capillary Extrusion Rheometer)

ทำการทดสอบเพื่อเปรียบเทียบกันระหว่างยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมวไทล์ ที่อัตราส่วนต่างๆ คือ 100/0, 75/25, 50/50, 25/75 และ 0/100 ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เดี่ยว และเปรียบเทียบยางเบลนด์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน (ปริมาณ 10 phr) ในการทดสอบโดยทำการศึกษาในรูปแบบของความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นเฉือน (apparent shear stress) กับอัตราเฉือน (apparent shear rate) ทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 100 °C



รูปที่ 4.41 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นเฉือนกับอัตราเฉือนของยางธรรมชาติอิพอกไซด์และยางเบลดระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ



100 °C

รูปที่ 4.42 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นเฉือนกับอัตราเฉือนของยางเบลดระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ที่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน ที่อุณหภูมิ 100 °C

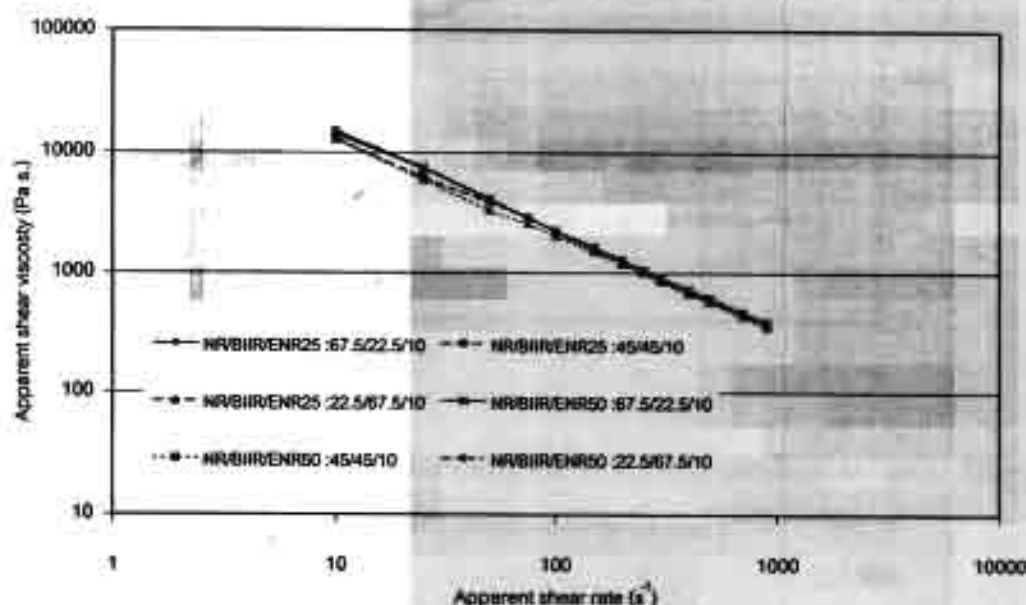
จากรูปที่ 4.41 เมื่อเปรียบเทียบยางเดี่ยวพบว่าการเพิ่มอัตราเงินจะทำให้ค่าความเค้นเงินมีค่าเพิ่มขึ้น โดยที่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 50 โมลเปอร์เซ็นต์ มีค่าเส้นโค้งการไหลสูงสุด รองลงมาคือ ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 โมลเปอร์เซ็นต์ ยางโบรโมบิวไทล์ และยางธรรมชาติ ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่ายางโบรโมบิวไทล์ซึ่งเป็นยางสังเคราะห์มีโครงสร้างที่ประกอบด้วยไอโซบิวไทลีน และโบรมีนอยู่ในโครงสร้างตลอดจนการมีพันธะคู่ที่ว่องไวน้อย ทำให้ยางมีความเป็นขี้สูงกว่าในส่วนยางธรรมชาติทำให้ไซโมเลกุลมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างกันสูง ส่วนยางธรรมชาติมีโครงสร้างที่มีพันธะคู่ว่องไวสูงกว่าในยางโบรโมบิวไทล์ ซึ่งพันธะคู่ว่องไวจะมีพลังงานถึงจุดต่ำสามารถแตกออกจากกันได้ง่ายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างไซโมเลกุลต่ำ ดังนั้นเส้นโค้งการไหลจึงมีค่าต่ำกว่าในส่วนยางโบรโมบิวไทล์

สำหรับยางธรรมชาติอิพอกไซด์ มีกราฟเส้นโค้งการไหลที่เด่นชัดโดยที่เส้นโค้งการไหลของยางธรรมชาติอิพอกไซด์สูงกว่ายางธรรมชาติและยางโบรโมบิวไทล์ แสดงถึงความเป็นขี้ อิพอกไซด์มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลสูงกว่าความเป็นขี้ในยางโบรโมบิวไทล์ และยางธรรมชาติอิพอกไซด์มี 50 โมลเปอร์เซ็นต์มีค่าสูงกว่ายางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 โมลเปอร์เซ็นต์ แสดงให้เห็นว่ายางธรรมชาติอิพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อิพอกไซด์สูงกว่าจะมีค่าความเค้นเงินสูงกว่ายางธรรมชาติอิพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อิพอกไซด์ต่ำกว่า ซึ่งการเพิ่มขึ้นของเส้นการไหลตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์นั้นเนื่องจากการมีหมู่อิพอกไซด์ทำให้เพิ่มความเป็นขี้ในโมเลกุลของยางธรรมชาติ ทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างไซโมเลกุลสูงขึ้นจึงทำให้สมบัติการไหลของยางยากยิ่งขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้จะพบว่าในขณะหลอม วงแหวนอิพอกไซด์ในยางธรรมชาติอิพอกไซด์จะมีการเปิดออกแล้วเกิดเป็นหมู่แอลกอฮอล์ชนิดทุติยภูมิ (secondary alcoholic groups) ทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงกันเองได้และยังมีปริมาณหมู่อิพอกไซด์ในโมเลกุลของยางธรรมชาติมากยิ่งขึ้น ก็ยังมีโอกาสทำให้เกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงมากยิ่งขึ้น (Alex et al 1989)

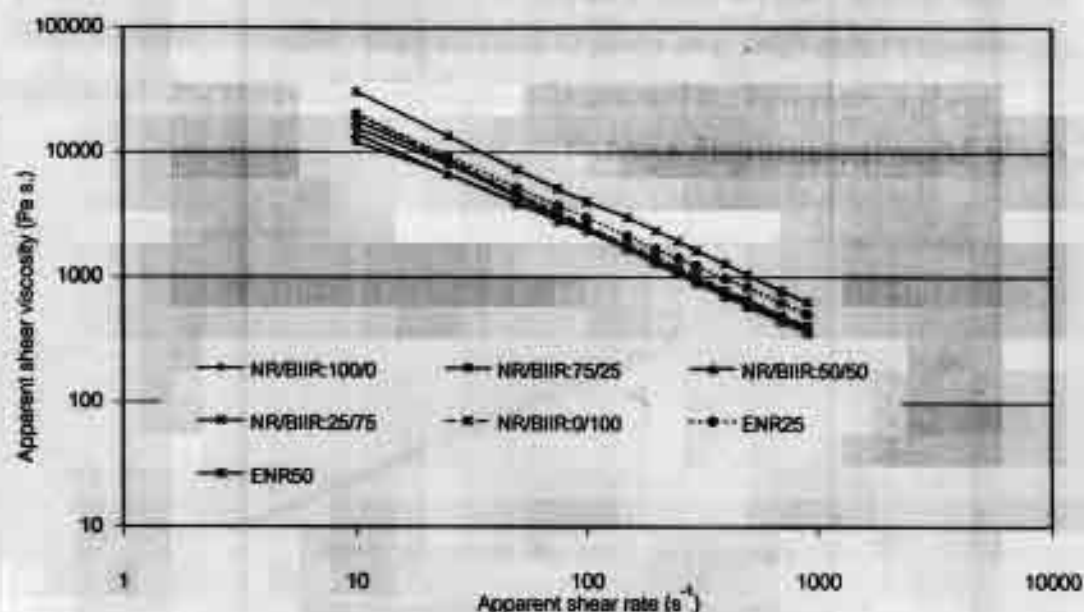
เมื่อเปรียบเทียบอิทธิพลของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ พบว่าการเพิ่มอัตราเงินจะทำให้ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์มีค่าความเค้นเงินเพิ่มขึ้น โดยมีเส้นโค้งการไหลของยางเบลนด์มีค่าอยู่ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์เดี่ยวๆ นั่นคือที่อัตราส่วน 0/100 หรือยางโบรโมบิวไทล์เดี่ยว ๆ จะมีค่าสูงสุด รองลงมาคือยางเบลนด์ระหว่าง NR/BIR ที่อัตราส่วน 25/75, 75/25, 50/50 และ 100/0 ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบสมบัติการไหลของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน (รูปที่ 4.42) พบว่าการเพิ่มอัตราเงินทำให้ค่าความเค้นเงินมีค่าเพิ่มขึ้น โดยมีเส้นโค้งการไหลเป็นแนวโน้มมีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก แต่จะพบว่าค่าความเค้นเงินของยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานที่อัตราส่วนต่างๆ มีแนวโน้มต่ำกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มีการใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานเล็กน้อยเมื่อเทียบกับอัตราส่วนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ใกล้เคียงกัน

(เช่น NR/BIIR/ENR ที่อัตราส่วน 67.5/22.5/10 เปรียบเทียบกับ NR/BIIR ที่อัตราส่วน 75/25) ยกเว้น NR/BIIR/ENR25 ที่อัตราส่วน 45/45/10 มีแนวโน้มสูงกว่า NR/BIIR ที่อัตราส่วน 50/50

สำหรับความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางที่ทดสอบทั้งอุณหภูมิ 100 °C ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.43-4.44



รูปที่ 4.43 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางธรรมชาติอีพอกไซด์และยางเบลดระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ที่อุณหภูมิ 100 °C



รูปที่ 4.44 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน ที่อุณหภูมิ 100°C

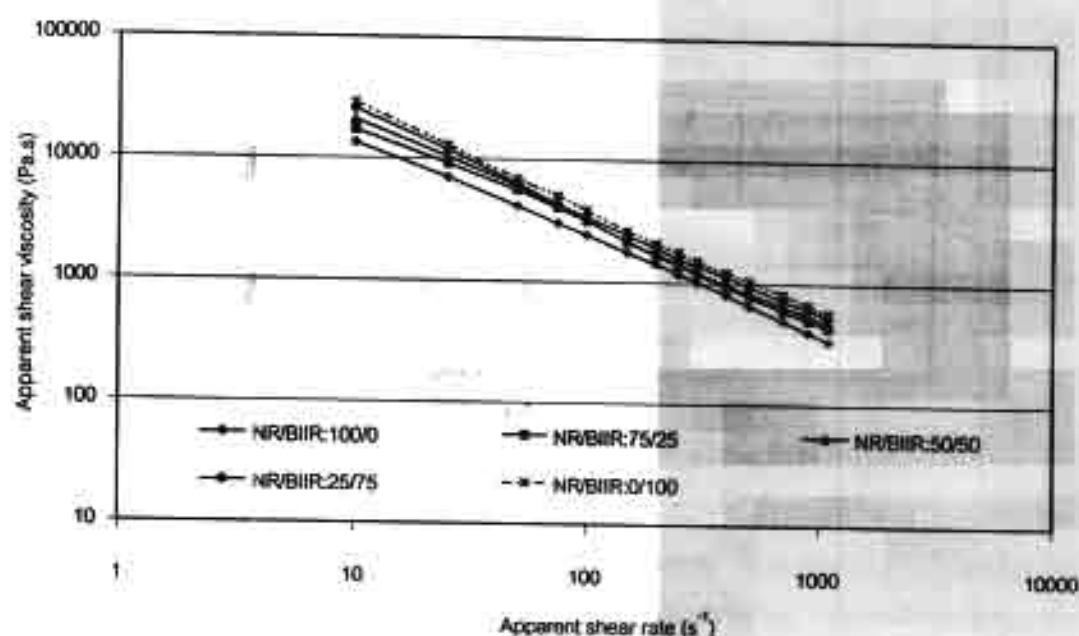
จากรูปที่ 4.43 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางเดี่ยว พบว่าความหนืดเฉือนจะน้อยลงตามอัตราเฉือนที่เพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงพฤติกรรมแบบการลดความหนืด (shear-thinning behavior) เช่นเดียวกับลักษณะของของไหลซูโดพลาสติก (Pseudoplastic fluid) โดยที่เส้นโค้งความหนืด (viscosity curve) มีลักษณะเช่นเดียวกับเส้นโค้งการไหลจากข้างต้น นั่นคือยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 โมลเปอร์เซ็นต์ มีค่าสูงสุด รองลงมาคือยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 โมลเปอร์เซ็นต์ ยางโพรไมบิวไทล์และยางธรรมชาติ ตามลำดับ สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์พบว่ามีกราฟเส้นโค้งความหนืดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์สูงกว่ายางธรรมชาติ และจะมีค่าสูงขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในโมเลกุลยางธรรมชาติ โดยที่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 โมลเปอร์เซ็นต์มีค่าความหนืดเฉือนสูงกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 โมลเปอร์เซ็นต์

จากรูปที่ 4.43 เปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์ โดยที่เส้นโค้งความหนืด มีลักษณะเช่นเดียวกับเส้นโค้งการไหลจากข้างต้น โดยจะพบว่าเส้นโค้งความหนืดของยางเบลนด์ที่อัตราส่วน 0/100 หรือยางโพรไมบิวไทล์เดี่ยวมีค่าสูงสุด รองลงมาคือที่อัตราส่วน 25/75, 75/25, 50/50 และ 100/0 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนยางเบลนด์จะมีอิทธิพลต่อค่าความหนืด โดยที่เส้นโค้งความหนืดของยางเบลนด์จะมีค่าอยู่ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์เดี่ยว

จากรูปที่ 4.44 ซึ่งเปรียบเทียบยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์ที่อัตราส่วน 75/25, 50/50 และ 25/75 ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน พบว่าการ

เพิ่มอัตราเฉือนทำให้ความหนืดเฉือนมีค่าลดลง โดยที่มีเส้นโค้งความหนืดเป็นแนวโน้มมีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก แต่พบว่าค่าความหนืดเฉือนของยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานที่อัตราส่วนต่างๆ มีค่าต่ำกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานเล็กน้อย ยกเว้น NR/BIIR/ENR25 ที่อัตราส่วน 45/45/10 สูงกว่า NR/BIIR ที่อัตราส่วน 50/50

สำหรับความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ ที่มีการใส่เซมาค่าปริมาณ 40 phr ทดสอบที่อุณหภูมิ 100 °C แสดงดังรูปที่ 4.45



รูปที่ 4.45 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ที่มีเซมาค่า ที่อุณหภูมิทดสอบ 100°C

จากรูปที่ 4.45 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ที่มีการใส่เซมาค่าเข้าไป พบว่าความหนืดเฉือนน้อยลงตามอัตราเฉือนที่เพิ่มขึ้น โดยที่เส้นโค้งความหนืดของยางเบลนด์ที่อัตราส่วน 0/100 หรือยางโบรโมบิวไทล์เดี่ยวมีค่าสูงสุด รองลงมาคือที่อัตราส่วน 25/75, 50/50, 75/25 และ 100/0 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนยางเบลนด์จะมีอิทธิพลต่อค่าความหนืด และเมื่อเปรียบเทียบกับยางเบลนด์ที่มีเซมาค่า พบว่าค่าความหนืดเฉือนของยางเบลนด์ทุกอัตราส่วนจะมีค่าสูงขึ้น

ตารางที่ 4.14 ค่าดัชนีสมการกำลัง (Power law index, n) และค่าดัชนีคอนซิสเทนซี (Consistency of flow, K) ของยางธรรมชาติ ยางโพรโมบิวไทล์ ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ ยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน และยางเบลนด์ที่มีเขม่าดำ ที่อัตราส่วนต่างๆ อุณหภูมิทดสอบ 100°C

NR/BIIR	n	K (KPa)	NR/BIIR + C-Black	n	K (KPa)
100/0	0.20	195.0	100/0	0.20	216.0
75/25	0.18	213.9	75/25	0.20	268.0
50/50	0.18	197.9	50/50	0.18	280.4
25/75	0.14	222.9	25/75	0.18	311.2
0/100	0.14	233.4	0/100	0.17	348.2
NR/BIIR/ENR25	n	K (KPa)	NR/BIIR/ENR50	n	K (KPa)
67.5/22.5/10	0.17	197.1	67.5/22.5/10	0.17	200.1
45/45/10	0.20	192.5	45/45/10	0.20	175.1
22.5/67.5/10	0.17	197.1	22.5/67.5/10	0.17	200.2
ENR25	0.18	259.7	ENR50	0.14	372.6

การเปรียบเทียบถึงความเข้ากันได้ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์และยางเบลนด์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน ตรวจสอบจากค่าความหนืดเฉือนจริงของยางเบลนด์ โดยนำความเค้นเฉือนและอัตราเฉือนไปแก้ไขเป็นค่าความเค้นเฉือนจริงและอัตราเฉือนจริง แล้วคำนวณหาค่าความหนืดเฉือนจริงของยางเบลนด์ และใช้กฎผลบวกลอการิทึมคำนวณส่วนเบี่ยงเบนการเบลนด์และส่วนเบี่ยงเบนการเบลนด์สัมพัทธ์ของการเบลนด์ (Relative positive deviation, RPD) โดยใช้ความสัมพันธ์ (Kundu et al. 1997) ดังนี้

$$\Delta\eta_p = \eta_{a,\infty} - \sum W_i \log \eta_i = \eta_{a,\infty} - \eta_{a,exp}$$

$$\frac{\Delta\eta_p}{\eta_{a,\infty}} = 1 - \frac{\eta_{a,exp}}{\eta_{a,\infty}}$$

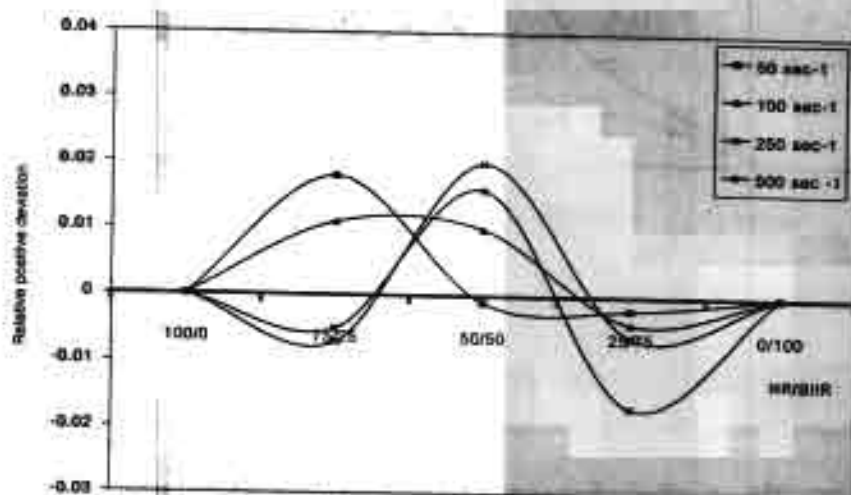
เมื่อ ; $\Delta\eta_p$ คือ ส่วนเบี่ยงเบนของการเบลนด์

$\frac{\Delta\eta_p}{\eta_{a,\infty}}$ คือ ส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของการเบลนด์ (Relative positive deviation, RPD)

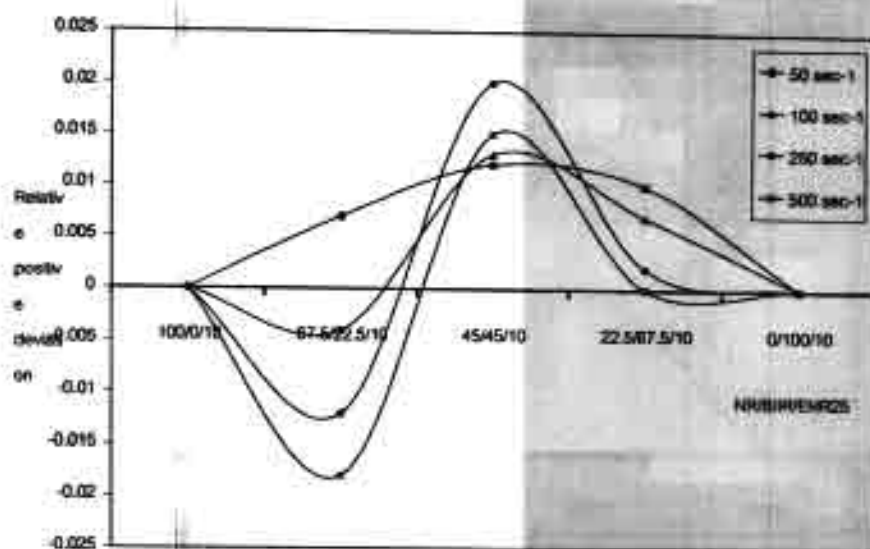
$\eta_{a,exp}$ คือ ความหนืดที่คำนวณได้จากการทดลอง

และ $\eta_{a,add}$ คือ ความหนืดที่คำนวณได้จากกฎผลบวกลอการิทึม

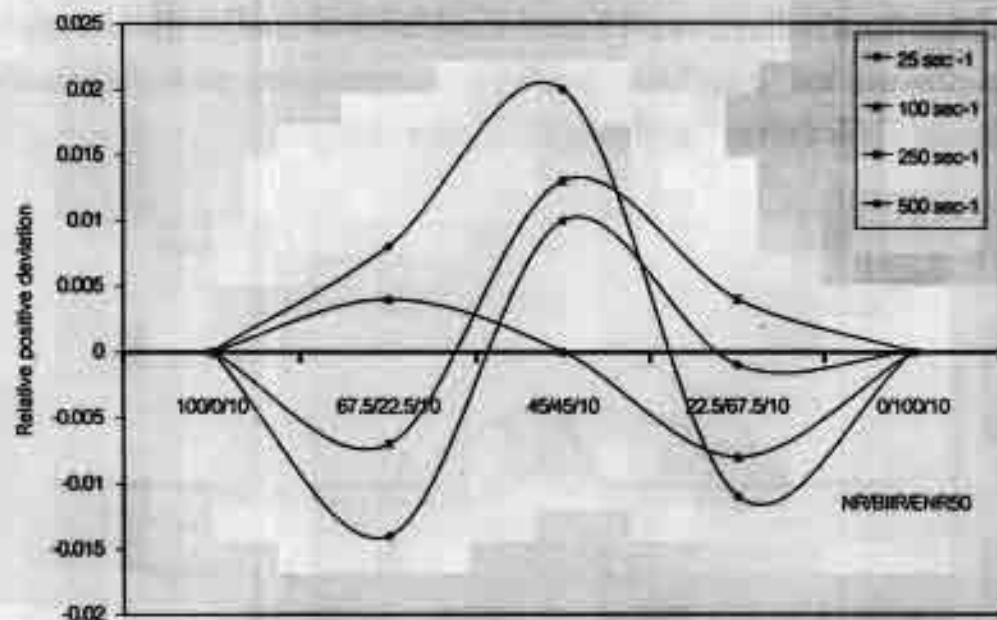
เปรียบเทียบส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของการเบลนด์ของยางเบลนด์โดยทำการเปรียบเทียบกันที่อุณหภูมิทดสอบ 100°C และที่อัตราเฉือนต่ำๆ เพราะสามารถบ่งบอกพฤติกรรมความเข้ากันได้ของยางเบลนด์ได้ดีกว่าการทดสอบที่อุณหภูมิสูงและอัตราเฉือนสูงๆ



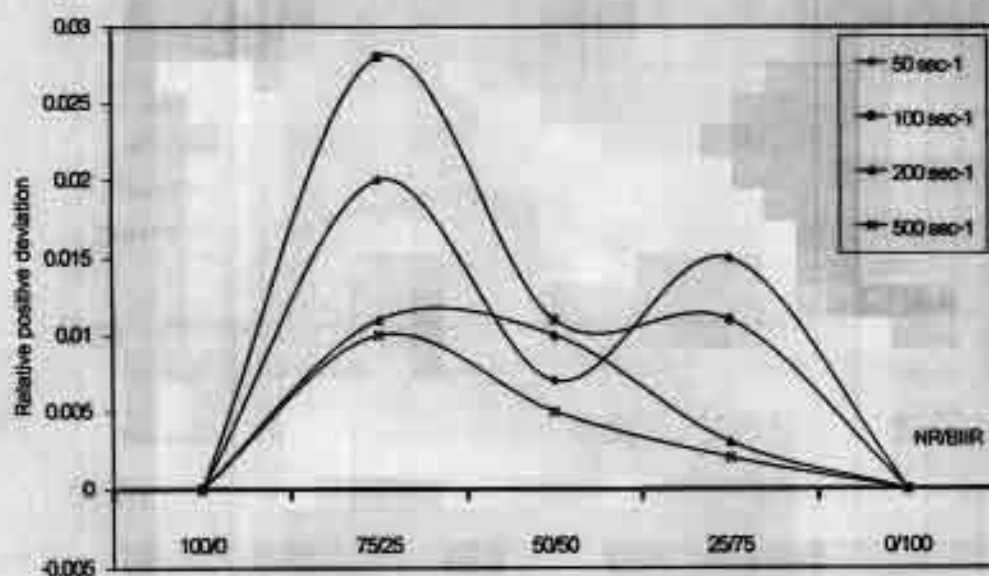
รูปที่ 4.46 ส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของการเบลนด์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบริวไทล์



รูปที่ 4.47 ส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของการเบลนด์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบริวไทล์ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 เป็นตัวเชื่อมประสาน



รูปที่ 4.48 ส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของการเบนด์ของยางเบนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรนิวไทล์ที่มียางธรรมชาติออกไซด์ 50 เป็นตัวเชื่อมประสาน



รูปที่ 4.49 ส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของการเบนด์ของยางเบนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรนิวไทล์ที่มีการเติมเซมาค่า

จากรูปที่ 4.46 เปรียบเทียบส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของการเบลนด์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ พบว่าที่อัตราส่วน 75/25 และ 25/75 มีแนวโน้มให้ค่าเป็นลบ อาจเนื่องมาจากความเป็นขั้วของยางเบลนด์ต่างกันโดยที่ยางโพรโมบิวไทล์จะมีความเป็นขั้วในส่วนของโพรโมบิวไทล์ในโครงสร้างขณะที่ยางธรรมชาติเป็นยางที่ไม่มีขั้วจึงทำให้การเบลนด์กันระหว่างยางทั้งสองไม่สามารถเข้ากันได้ทางเทอร์โมไดนามิกส์ ขณะที่อัตราส่วน 50/50 มีส่วนเบี่ยงเบนการเบลนด์ของยางเบลนด์มีค่าเป็นบวกเล็กน้อยเมื่ออัตราเงื่อนสูงขึ้นแสดงให้เห็นว่าที่อัตราส่วนยางเท่ากันอาจมีผลให้เกิดการกระจายของยางแต่ละเฟสเข้ากันได้ดี

จากรูปที่ 4.47 และ 4.48 เปรียบเทียบส่วนเบี่ยงเบนของการเบลนด์และส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซค์เป็นตัวเชื่อมประสาน พบว่ามีส่วนเบี่ยงเบนของการเบลนด์มีแนวโน้มเช่นเดียวกับยางเบลนด์ที่ไม่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ โดยที่อัตราส่วน 67.5/22.5/10 และ 22.5/67.5/10 มีแนวโน้มให้ค่าเป็นลบ ขณะที่อัตราส่วน 45/45/10 มีแนวโน้มให้ค่าเป็นบวก แสดงให้เห็นว่าการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซค์เพื่อเป็นตัวเชื่อมประสานโดยเพิ่มสภาพความเป็นขั้วของยางธรรมชาติไม่สามารถช่วยให้ยางเบลนด์เข้ากันได้ในทุกอัตราส่วน

จากรูปที่ 4.49 เปรียบเทียบส่วนเบี่ยงเบนของการเบลนด์และส่วนเบี่ยงเบนสัมพัทธ์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ที่ใส่เซมาค่า พบว่าส่วนเบี่ยงเบนของการเบลนด์มีแนวโน้มให้ค่าเป็นบวกทุกอัตราส่วน แสดงให้เห็นว่าเซมาค่าสามารถทำให้ยางเบลนด์เข้ากันได้มากขึ้น เนื่องจากเซมาค่าเป็นสารตัวเติมเสริมประสิทธิภาพและมีอนุภาคขนาดเล็กสามารถแทรกตัวเข้าไปในเฟสของยางเบลนด์ได้อย่างทั่วถึงกันและเป็นตัวเชื่อมให้ยางเบลนด์เข้ากันได้

4.3.3 อุณหภูมิสภาพแก้วของยางดิบ (glass transition temperature, T_g)

ในการทดลองเพื่อหาค่าอุณหภูมิสภาพแก้ว (glass transition temperature, T_g) โดยใช้ยางดังนี้ NR, BIIR, ENR25, ENR50, NR/BIIR:(50/50), NR/BIIR/ENR25:(45/45/10) และ NR/BIIR/ENR50:(45/45/10) เพื่อเปรียบเทียบค่าอุณหภูมิสภาพแก้วของยางเดี่ยว และยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซค์เข้าไป ซึ่งแสดงดังตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 ค่าอุณหภูมิสภาพแก้ว (Tg) ของยางดิบชนิดต่างๆ

สูตรยาง	ค่า Tg (°C)
NR	- 59.33
BIIR	-58.00
ENR25	-38.17
ENR50	-27.50
NR/BIIR : (50/50)	-59.50
NR/BIIR/ENR25 : (45/45/10)	-59.17
NR/BIIR/ENR50 : (45/45/10)	-59.33

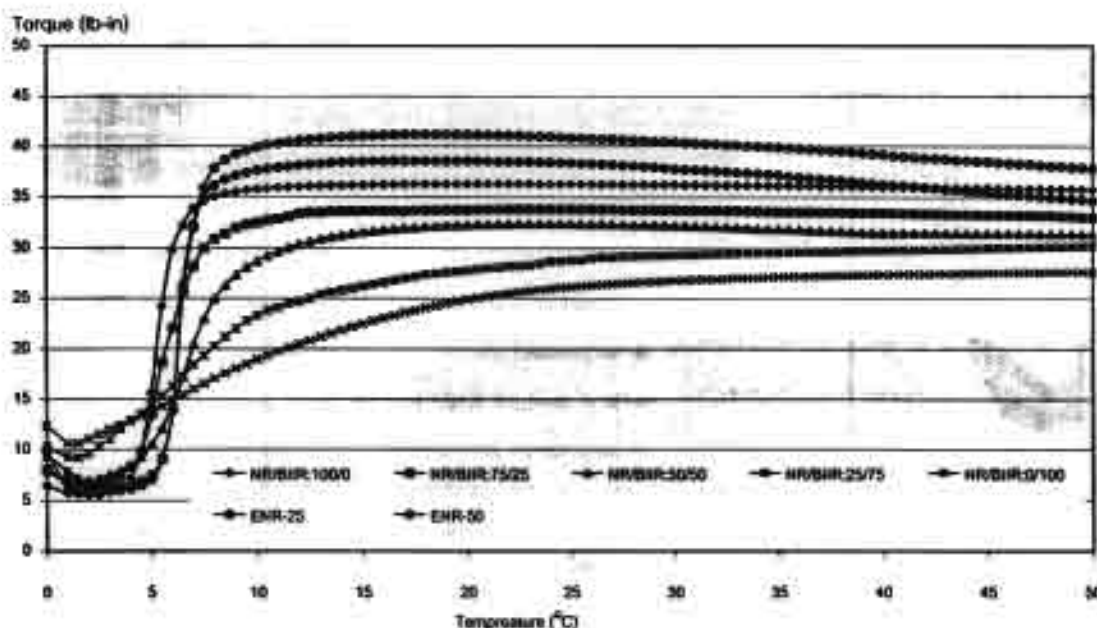
จากตารางที่ 4.9 พบว่ายางธรรมชาติและยางโบรโมปรีทมีค่าอุณหภูมิสภาพแก้ว (Tg) ที่ใกล้เคียงกันมากคือ -59.33 และ -58.00 °C ตามลำดับ โดยที่ Tg ของยางธรรมชาติมีค่าที่ต่ำกว่ายางโบรโมปรีทเล็กน้อย และเมื่อทำการเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรโมปรีทเข้าด้วยกันทำให้ Tg มีเพียงค่าเดียวคือ -59.50°C ซึ่งแสดงว่ายางเบลนด์มีความเข้ากันได้ (miscible) ซึ่งจะสอดคล้องกับการวิจัยของ รัฐพล (2544) พบว่าค่า Tg ของยางธรรมชาติเท่ากับ -63.08°C และยางโบรโมปรีทเท่ากับ -62.11°C และยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปรีทมี Tg ค่าเดียวเช่นกันเท่ากับ -62.60°C

และเมื่อเปรียบเทียบยางธรรมชาติอีพอกไซด์ พบว่ามีค่า Tg สูงกว่ายางธรรมชาติ และมีค่าที่เพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่มีอยู่ในโมเลกุลยางธรรมชาติ นั่นคือยาง ENR25 และยาง ENR50 จะมีค่า Tg เท่ากับ -38.17 และ -27.50 °C ตามลำดับ

สำหรับเมื่อใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เข้าไปในยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปรีท พบว่าไม่มีผลต่อค่า Tg ของยางเบลนด์มากนักโดยจะมีค่า Tg เพียงค่าเดียว แสดงถึงความเข้ากันได้ของยางเบลนด์

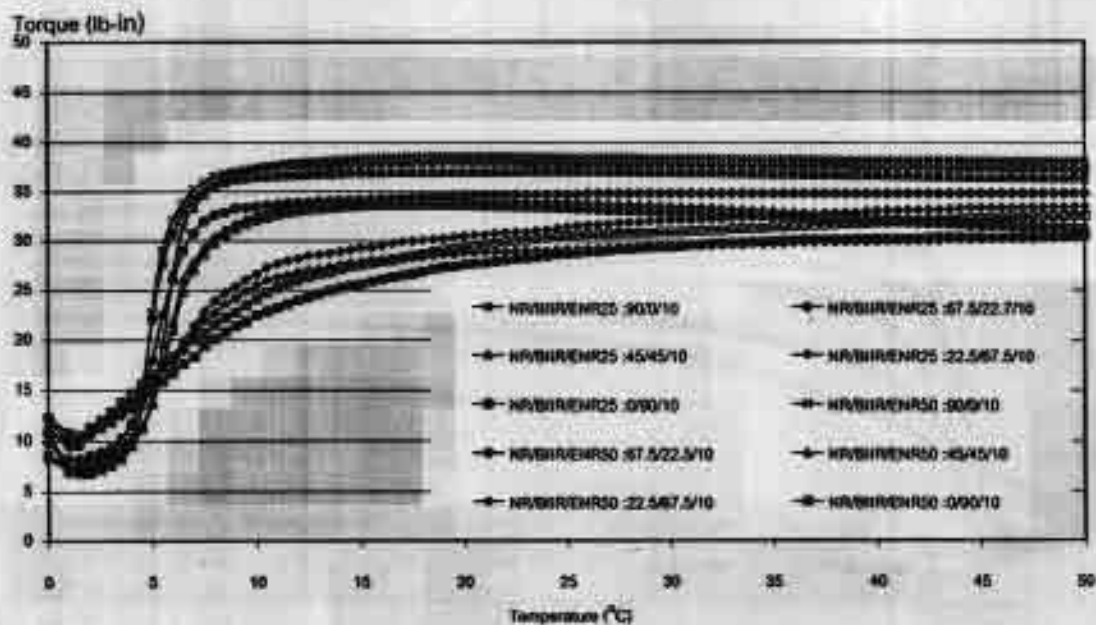
4.3.4 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์

ทำการทดลองศึกษาลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติ ยางโบรโมปรีท ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปรีทที่อัตราส่วน 100/0, 75/25, 50/50, 25/75, 0/100 และยางเบลนด์ที่ได้ยางยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน โดยใช้สูตรการทดลองดังตารางที่ 3.9 ซึ่งมีเขม่าดำ 40 phr โดยทดสอบอุณหภูมิ 150 °C ใช้ระยะเวลา 50 นาที ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.50 -4.51



รูปที่ 4.50 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กกับเวลาของยางธรรมชาติ ยางโบรโมปิวไทล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์และยางเบลนด์ ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์

จากรูปที่ 4.50 พบว่าลักษณะของกราฟการวัลคาไนซ์ (cure curve) ของยางแต่ละชนิดจะมีความแตกต่างกัน โดยที่ยางธรรมชาติมีลักษณะการวัลคาไนซ์เป็นแบบ Flat cure และมีค่าทอร์กสูงกว่ายางโบรโมปิวไทล์ สำหรับยางโบรโมปิวไทล์จะมีลักษณะการวัลคาไนซ์เป็นแบบ Marching cure และมีการ delayed action ที่ค่อนข้างยาว สำหรับยางเบลนด์ระหว่างธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์ที่อัตราส่วน 75/25 และ 50/50 จะมีลักษณะการวัลคาไนซ์เป็นแบบ Reversion cure ขณะที่อัตราส่วน 25/75 ลักษณะการวัลคาไนซ์จะคล้ายกับยางโบรโมปิวไทล์เดี่ยว ๆ ถือเป็นแบบ Marching cure และมีการ delay action ที่ค่อนข้างยาวเช่นกัน สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะมีลักษณะการวัลคาไนซ์แบบ reversion cure และมีค่าทอร์กที่สูงกว่ายางธรรมชาติและจะสูงขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติ



รูปที่ 4.51 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กกับเวลาของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมทิลที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน

จากรูปที่ 4.51 พบว่าเมื่อใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานเข้าไปในยาง เบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมทิล จะไม่ส่งผลต่อลักษณะการวิคคาไนซ์ของยาง เบลนด์มากนัก โดยที่ cure curve จะเหมือนกับยางเบลนด์ที่ไม่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ แต่ค่าทอร์กจะมีค่าเพิ่มขึ้นทุกอัตราส่วนยางเบลนด์ และจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์

ตารางที่ 4.10 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางเบลนด์สูตรต่าง ๆ

สูตรยาง	อัตราส่วน	M_L (lb-in)	M_H (lb-in)	Scorch time(min)	Cure time (min)
NR/BIIR	100/0	5.52	36.29	3.37	6.23
	75/25	6.53	33.83	2.27	9.1
	50/50	6.94	31.45	2.27	10.58
	25/75	9.23	30.31	2.2	17.11
	0/100	10.62	27.71	3.59	24.28
ENR25	100	5.71	38.57	6.34	7.14
ENR50	100	5.85	41.18	6.43	7.69
NR/BIIR/ENR25	90/0/10	6.71	37.01	2.34	6.78
	67.5/22.5/10	7.26	34.8	2.34	8.49
	45/45/10	7.39	33.67	2.16	11.33
	22.5/67.5/10	9.9	30.3	2.11	17.1
	0/90/10	10.4	30.51	2.08	25.1
NR/BIIR/ENR50	90/0/10	7.5	38.6	3.06	8.55
	67.5/22.5/10	8.2	38.1	2.25	10.48
	45/45/10	7.02	34.23	2.33	12.37
	22.5/67.5/10	9.4	33.46	2.08	20.27
	0/90/10	10.2	32.64	2.25	28.48

จากตารางที่ 4.10 พบว่าค่าแรงบิดต่ำสุด (M_L) ของยางธรรมชาติมีค่าต่ำสุด ยางโพรโมบิวไทล์จะมีค่าสูงสุด ส่วนยางเบลนด์จะมีค่าเป็นแนวโน้ที่สูงขึ้นตามปริมาณอัตราส่วนของยางโพรโมบิวไทล์ ซึ่งเป็นผลมาจากค่าความหนืดที่สูงของยางโพรโมบิวไทล์ สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีค่าที่สูงกว่ายางธรรมชาติเล็กน้อย นอกจากนี้ค่าแรงบิดต่ำสุดจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่เพิ่มขึ้นในยางธรรมชาติ ส่วนยางเบลนด์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานจะมีค่าแรงบิดต่ำสุดเพิ่มขึ้นทุกสัดส่วนยางเบลนด์

ค่าแรงบิดสูงสุด (M_H) ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์พบว่าขึ้นอยู่กับยางธรรมชาติ นั่นคืออัตราส่วนยางธรรมชาติเพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าแรงบิดสูงสุดมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากยางธรรมชาติมีพันธะคู่ที่วงไวนและมีเฟสของยางธรรมชาติที่มากกว่ายางโพรโมบิว

โพลี ดังนั้นจึงเกิดการเชื่อมโยง (Crosslink) ในเฟสของยางธรรมชาติมากกว่าในยางโพรไมบิวโพลี จึงทำให้แรงบิดสูงสุดมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณอัตราส่วนของยางธรรมชาติ สำหรับยางธรรมชาติอิพอกไซด์มีค่าแรงบิดสูงสุดที่สูงกว่ายางธรรมชาติ และเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ที่เพิ่มขึ้น นั่นคือความเป็นขั้วในยางธรรมชาติอิพอกไซด์ จะทำให้ยางเกิดพันธะเคมีหรือการเชื่อมขวางที่เพิ่มขึ้น ยางจะแข็งขึ้น จึงทำให้ค่าแรงบิดสูงสุดมีค่าที่สูงขึ้น

ค่า Scorch time หรือค่าเวลาที่สามารถแปรรูป พบว่ายางธรรมชาติและยางโพรไมบิวโพลี จะมีค่าใกล้เคียงกันคือประมาณ 3-4 นาที สำหรับยางเบลนด์มีค่าเวลาที่สามารถแปรรูปที่สั้นลงกว่ายางเดี่ยวเล็กน้อย คือประมาณ 2-3 นาที สำหรับยางธรรมชาติอิพอกไซด์มีค่าเวลาที่สามารถแปรรูปที่มากกว่ายางธรรมชาติ นอกจากนี้ค่าจะมากขึ้นเล็กน้อยตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ที่เพิ่มขึ้น คือประมาณ 6-7 นาที สำหรับยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวยึดประสานจะมีค่าเวลาสามารถแปรรูปใกล้เคียงกับยางเบลนด์ที่ไม่ใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์

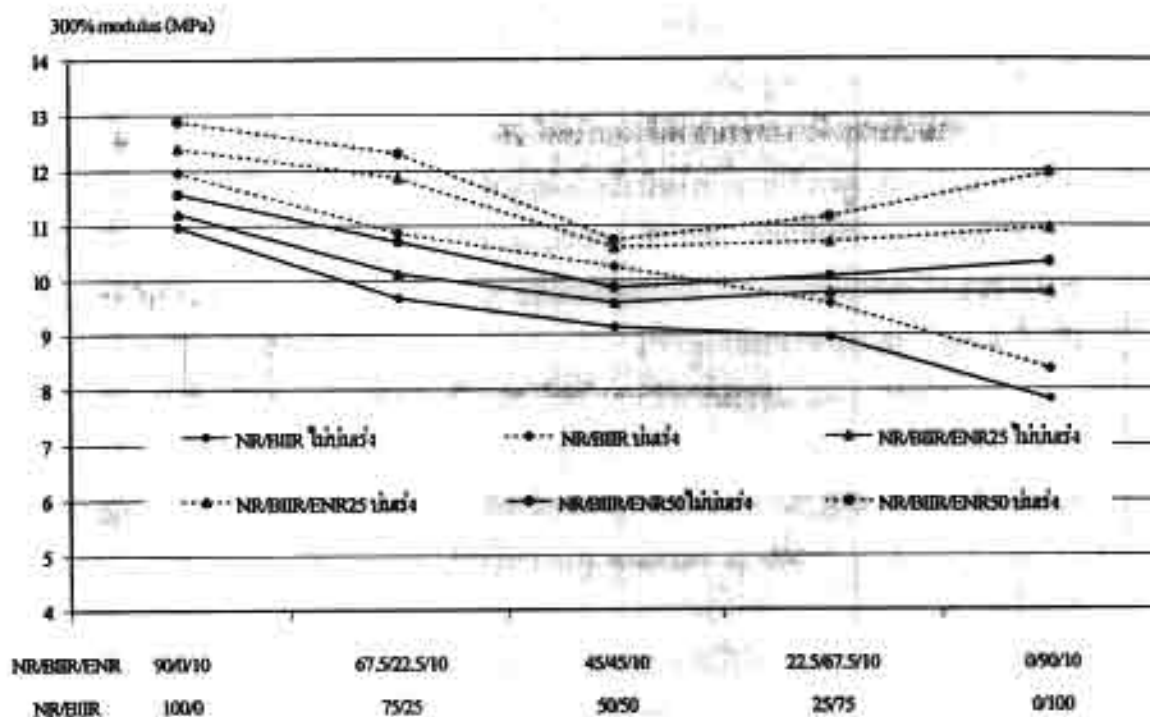
ค่า Cure time พบว่ายางธรรมชาติเดี่ยวมีค่าต่ำสุด ขณะที่ยางโพรไมบิวโพลีมีค่าสูงสุด และค่า Cure time ของยางเบลนด์ขึ้นอยู่กับปริมาณยางธรรมชาติที่เพิ่มขึ้น นั่นคืออัตราส่วนของยางธรรมชาติสูงจะทำให้มีค่า Cure time ต่ำลงหรือ Cure เร็วขึ้น เนื่องจากยางธรรมชาติมีพันธะคู่ที่ว่องไวและมีเฟสของยางธรรมชาติที่มากกว่ายางโพรไมบิวโพลี ดังนั้นจึงเกิดการเชื่อมพันธะ (Crosslink) ในเฟสของยางธรรมชาติเร็วกว่าในยางโพรไมบิวโพลี ซึ่งการเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติในยางเบลนด์จะเป็นการเพิ่มเฟสของยางธรรมชาติจึงทำให้มีการเชื่อมพันธะกันเร็วขึ้น ค่า cure time จึงต่ำลงตามปริมาณของยางธรรมชาติ สำหรับยางธรรมชาติอิพอกไซด์มีค่า cure time สูงกว่ายางธรรมชาติ และเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ที่เพิ่มขึ้น โดยที่การแตกของวงแหวนอิพอกไซด์เป็นหมู่ไฮดรอกซิลอาจจะมีผลทำให้เกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงกันช้าลง สำหรับยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวยึดประสานจะทำให้ค่า cure time ของยางเบลนด์ช้าลงทุกสัดส่วน และเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ แสดงว่าหมู่อิพอกไซด์อาจจะไปรบกวนหรือขวางการเกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงในยางเบลนด์จึงส่งผลให้ cure time ช้าลงได้

4.3.5 สมบัติทางฟิสิกส์ของยางเบลนด์วัลคาไนซ์

นำยางคอมปาวด์ที่เตรียมได้จากหัวข้อ 3.3.3.5 มาอัดเข้าเพื่อเตรียมชิ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดเข้าแบบไฮโดรลิกโดยใช้อุณหภูมิ 150°C ตามเวลา 90% cure time หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบที่เตรียมได้ไปทดสอบสมบัติดังต่อไปนี้

4.3.5.1 ความต้านทานต่อแรงดึง

ทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D 412-98 และทดสอบสมบัติหลังบ่มเร่งตามหัวข้อ 3.3.3.6 ได้ผลการทดลองรูปที่ 4.52



รูปที่ 4.52 ค่า 300 % modulus ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์ที่มีและไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวยึดประสาน (ปน-ไม่ปนแร่)

เมื่อเปรียบเทียบยางเดี่ยวพบว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 มีค่า 300%modulus สูงสุด (12.66 MPa) รองลงมาคือ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 (11.54 MPa) ยางธรรมชาติ (10.98 MPa) และยางโบรโมปิวไทล์ (7.81 MPa) ตามลำดับ เหตุที่ยางธรรมชาติมีค่าสูงกว่ายางโบรโมปิวไทล์เนื่องจากในโมเลกุลยางธรรมชาติมีพันธะคู่ที่ว่องไวมากกว่าในโมเลกุลยางโบรโมปิวไทล์ จึงทำให้ยางธรรมชาติมีพันธะเชื่อมโยงที่พันธะคู่ระหว่างโซ่โมเลกุลในปริมาณมากตามไปด้วยยางจึงมีความแข็งแรงมากยิ่งขึ้น นอกจากนี้ยางธรรมชาติเป็นยางที่สามารถตกผลึกได้เมื่อถึง ดังนั้นจึงมีค่า 300%modulus ที่สูงกว่ายางโบรโมปิวไทล์ สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีค่า 300% modulus ที่สูงกว่ายางธรรมชาติและยางโบรโมปิวไทล์ และเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการมีหมู่อีพอกไซด์ซึ่งเป็นหมู่ที่มีสภาพขั้วในยางธรรมชาติ จะทำให้เกิดพันธะการเชื่อมโยงได้ดีมากยิ่งขึ้น ยางจึงมีความแข็งแรงมากยิ่งขึ้น

สำหรับอัตราส่วนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์มีผลต่อค่า 300%modulus นั่นคือการเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติในยางเบลนด์จะทำให้มีค่า 300% modulus สูงยิ่งขึ้น เนื่องมาจากยางธรรมชาติมีความต้านทานต่อการดึงที่สูงกว่ายางโบรโมปิวไทล์ และพบว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวยึดประสานทุกอัตราส่วน มีค่า 300 % modulus เป็นแนวโน้มที่เพิ่มสูงกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวยึดประสานและจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติ

นั่นคือ เมื่อเบลนด์ยางธรรมชาติอิพอกไซค์ 25 ในยางธรรมชาติที่อัตราส่วน 90/10 มีค่า 300 % modulus สูงกว่ายางธรรมชาติเดี่ยว เพราะความเป็นขั้วของยางธรรมชาติอิพอกไซค์เสริมให้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลสูงขึ้น

เมื่อเบลนด์ยางธรรมชาติอิพอกไซค์ 25 ในยางโบรโมบิวไทล์ที่อัตราส่วน 0/90/10 มีค่า 300 % modulus สูงกว่ายางโบรโมบิวไทล์เดี่ยว เนื่องจากเหตุผลเช่นเดียวกัน นอกจากนี้พบว่า ยางเบลนด์ที่อัตราส่วนนี้มีค่า 300 % modulus สูงขึ้นมากเป็นพิเศษอาจเนื่องมาจากการใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซค์เข้าไปในยางเบลนด์ที่มียางโบรโมบิวไทล์เดี่ยว อาจเป็นอัตราส่วนที่ความเป็นขั้วสมดุลกันความแข็งแรงจึงสูงขึ้น

เมื่อเบลนด์ยางธรรมชาติอิพอกไซค์ 25 เป็นตัวเชื่อมประสานในยางเบลนด์ที่อัตราส่วน 67.5/22.5/10 มีค่า 300 % modulus สูงกว่าเมื่อเทียบกับที่อัตราส่วน 75/25, ที่อัตราส่วน 45/45/10 มีค่า 300 % modulus สูงกว่าเมื่อเทียบกับที่อัตราส่วน 50/50 และที่อัตราส่วน 22.5/67.5/10 มีค่า 300 % modulus สูงกว่าเมื่อเทียบกับที่อัตราส่วน 25/75 เนื่องจากเหตุผลเช่นเดียวกัน

สำหรับยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซค์ 50 เป็นตัวเชื่อมประสานทุกอัตราส่วน มีค่า 300 % modulus มีแนวโน้มเช่นเดียวกับยางที่ใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซค์ 25 เป็นตัวเชื่อมประสาน แต่มีค่า 300 % modulus สูงกว่าทุกอัตราส่วน

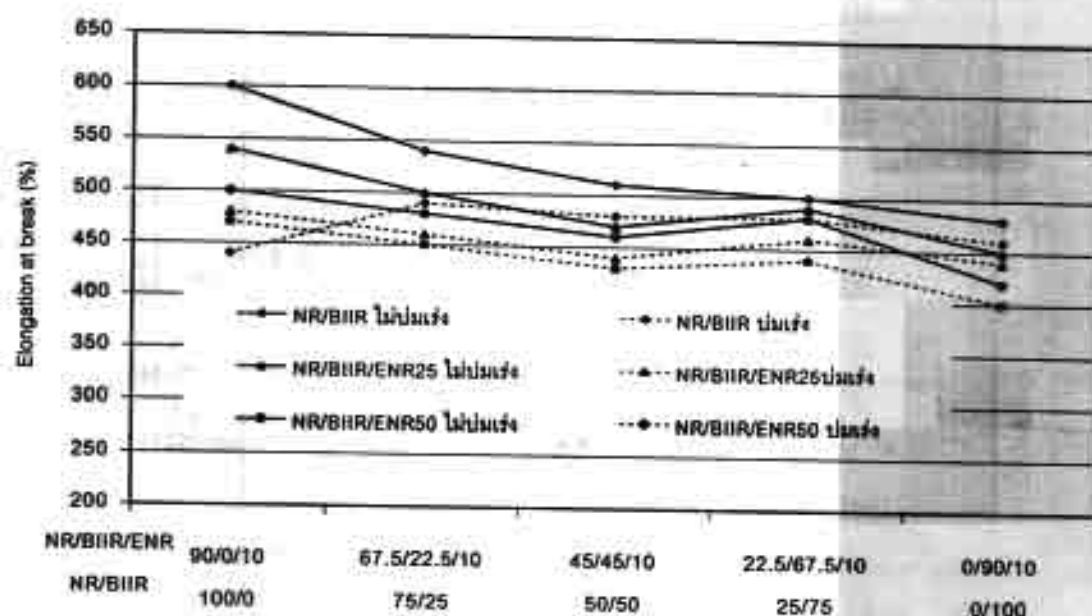
สำหรับสมบัติหลังปมเร่งจะพบว่าค่า 300 % modulus สูงขึ้นทุกอัตราส่วนยางเบลนด์ เนื่องมาจากการปมเร่งทำให้โมเลกุลของยางกับสารเคมีจะเกิดการเชื่อมพันธะกันอีก จึงทำให้ยางมีความแข็งแรงมากกว่าเดิม

จากรูปที่ 4.53 พบว่าอัตราส่วนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์มีผลต่อค่าความต้านทานต่อการดึงลักษณะเช่นเดียวกับค่า 300% modulus นั่นคือการเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติในยางเบลนด์ทำให้มีค่าความต้านทานต่อการดึงสูงขึ้น โดยที่ยางธรรมชาติเดี่ยวมีความต้านทานต่อแรงดึงสูงสุดเนื่องจากในโมเลกุลของยางธรรมชาติจะมีพันธะคู่ที่ว่องไวมากกว่าในโมเลกุลยางโบรโมบิวไทล์ จึงทำให้ยางธรรมชาติมีพันธะเชื่อมโยงที่พันธะคู่ระหว่างไซโมเลกุลในปริมาณมากตามไปด้วย นอกจากนี้ยางธรรมชาติสามารถแตกหักได้เมื่อถึงจึงมีความแข็งแรงมากยิ่งขึ้นอีก

เมื่อเปรียบเทียบในส่วนของยางธรรมชาติอิพอกไซค์ 25 (17.45 MPa) และยางธรรมชาติอิพอกไซค์ 50 (15.80 MPa) พบว่าจะมีค่าต่ำกว่ายางธรรมชาติ และจะต่ำลงตามปริมาณหมู่อิพอกไซค์ที่มีในยางธรรมชาติ โดยที่ยางธรรมชาติอิพอกไซค์สามารถเกิดผลึกได้เมื่อถึงเช่นเดียวกับยางธรรมชาติ แต่ยางธรรมชาติอิพอกไซค์จะแสดงการมีพันธะคู่และมีการมีหมู่อิพอกไซค์ซึ่งเป็นหมู่ที่เพิ่มความสภาพขั้วในยางธรรมชาติ อาจจะทำให้เกิดพันธะการเชื่อมโยงน้อยกว่ายางธรรมชาติ ตลอดจนยางจะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นทำให้ยางเปราะขาดได้ง่ายขึ้น

สำหรับสมบัติของยางหลังปมเร่งจะพบว่าทำให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ทุกอัตราส่วนจะมีค่าต่ำลง , แต่ยางธรรมชาติอิพอก

ไซค์จะมีค่าสูงขึ้นกว่า แสดงให้เห็นว่าเมื่อมีการปมแรงโมเลกุลของยางธรรมชาติพอกไซค์กับสารเคมีจะเกิดการเชื่อมพันธะกันอีกและมีการเชื่อมอย่างสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น จึงทำให้ยางมีความแข็งแรงมากกว่าเดิม



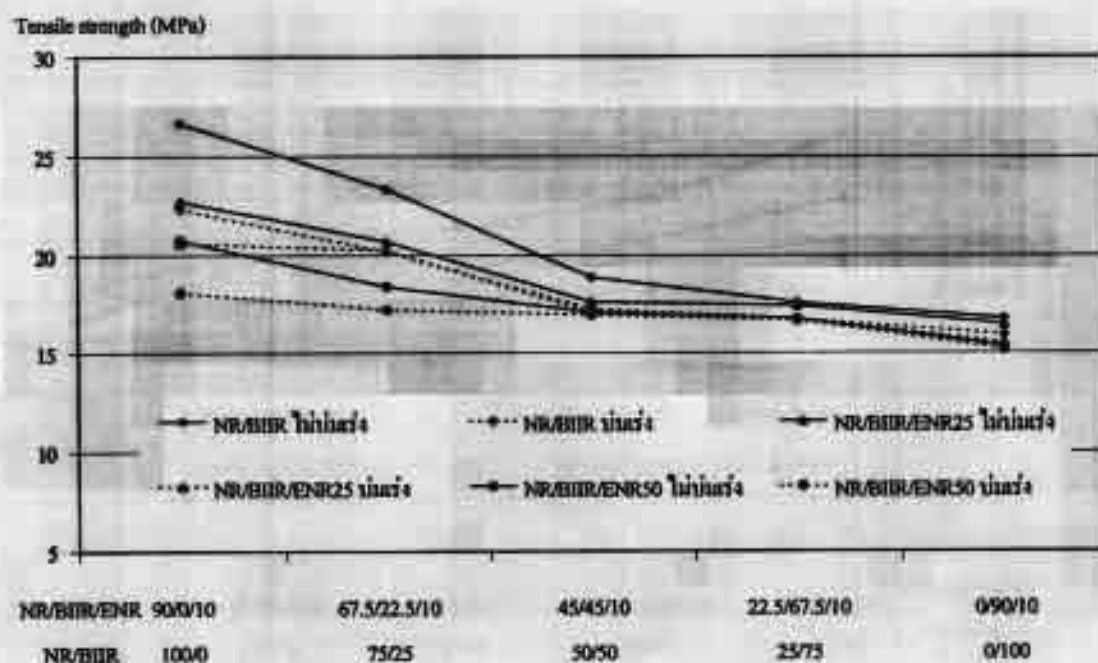
รูปที่ 4.53 ค่าความต้านทานแรงดึงของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์ที่มีและไม่มียางธรรมชาติพอกไซค์เป็นตัวยึดประสาน (ปม-ไม่ปมแรง)

จากรูปที่ 4.53 พบว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์ที่มียางธรรมชาติพอกไซค์เป็นตัวยึดประสานจะมีค่าความต้านทานแรงดึงมีแนวโน้มที่ต่ำกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มีทุกอัตราส่วน และลดลงตามปริมาณพอกไซค์ที่มีในยางธรรมชาติ นั่นก็คือยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติพอกไซค์ 50 โมลเปอร์เซ็นต์เข้าไปทำให้ค่าความต้านทานแรงดึงมีแนวโน้มลดลงกว่ายางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติพอกไซค์ 25 โมลเปอร์เซ็นต์ อาจเนื่องมาจากการใส่ยางธรรมชาติพอกไซค์จะเป็นการเสริมความเป็นฉนวนให้กับยางธรรมชาติจึงทำให้สามารถเกิดพันธะระหว่างขั้วของยางโบรโมปิวไทล์และยางจะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นแต่จะเป็นความแข็งแรงเพราะจึงสามารถขาดได้ง่ายขึ้น และการที่มีพันธะคู่น้อยอาจทำให้เกิดการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลน้อยลง

สำหรับสมบัติหลังปมแรงจะพบว่ายางเบลนด์ทุกอัตราส่วนจะมีค่าความต้านทานแรงดึงเป็นแนวโน้มต่ำลง เนื่องมาจากการปมแรงทำให้เกิดการเชื่อมพันธะการเชื่อมโยงอย่างสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น ยางจะมีความแข็งแรงแต่จะเป็นความแข็งแรงเพราะจึงสามารถขาดได้ง่ายขึ้น เช่นเดียวกับข้างต้น

4.3.5.2 ความสามารถในการยืดจนขาด

ทดสอบความสามารถในการยืดจนขาดตามมาตรฐาน ASTM D 412-98 ทดสอบด้วยเครื่อง Tensometer ที่อัตราความเร็ว 500±50 มม./นาที ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.54



รูปที่ 4.54 ค่าความสามารถยืดจนขาดของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์ที่มี และไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน (ปม-ไม่ปนแร่)

จากรูปที่ 4.54 พบว่าอัตราส่วนของยางเบลนด์มีอิทธิพลต่อค่าความสามารถยืดจนขาด โดยที่ยางธรรมชาติเดี่ยวมีความสามารถยืดจนขาดมากที่สุด รองลงมาคือที่อัตราส่วน 75/25, 50/50, 25/75 และยางโพรไมบิวไทล์ ตามลำดับ นั่นคือการเพิ่มปริมาณยางโพรไมบิวไทล์ทำให้ความสามารถยืดจนขาดลดลง

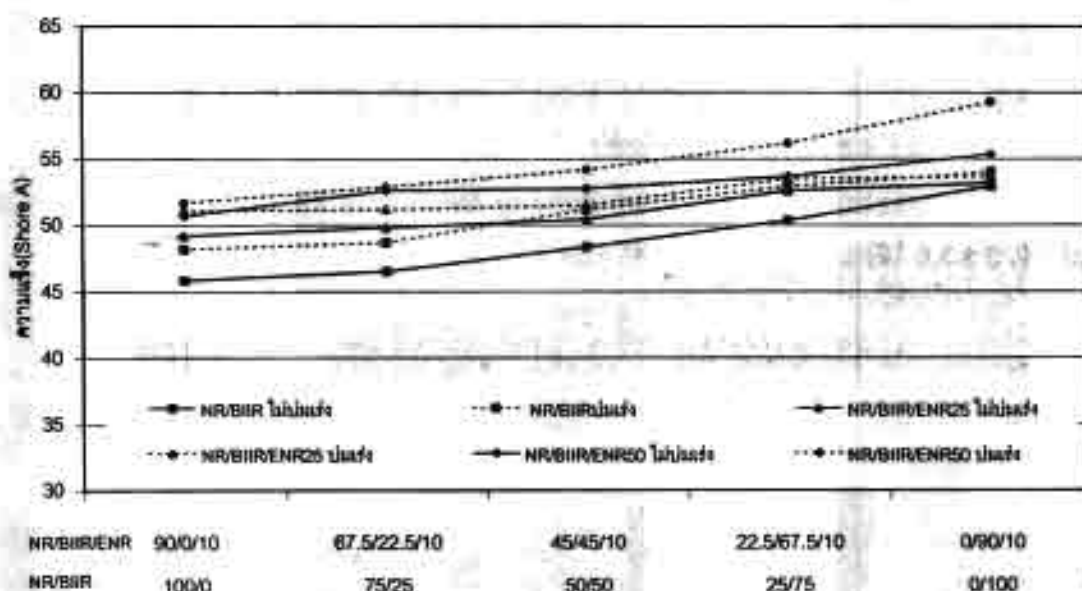
สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์ พบว่ามีความสามารถยืดจนขาดต่ำกว่ายางธรรมชาติเช่นกัน และลดลงตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในโมเลกุลยางธรรมชาติ นั่นคือปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 (500%) มีความสามารถยืดจนขาดต่ำกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 (560%) เนื่องจากการมีหมู่อีพอกไซด์บนโมเลกุลของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ทำให้โมเลกุลมีความอ่อนตัวต่ำลงเนื่องจากแรงดึงดูดภายในระหว่างโมเลกุลเพิ่มขึ้น

และพบว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน มีค่าความสามารถยืดจนขาดมีแนวโน้มที่ลดลงทุกอัตราส่วน และลดลงตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติ นั่นก็คือยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 เข้าไปทำให้ค่าความสามารถยืดจนขาดมีแนวโน้มต่ำกว่ายางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 อาจเนื่องมาจากการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะเป็นการเสริมความเป็นขั้วให้กับยางธรรม

ชาติจึงทำให้สามารถเกิดพันธะระหว่างขั้วของยางโบรโมบิวไทล์และยางจะมีความแข็งเพิ่มขึ้นแต่จะเป็นความแข็งเปราะจึงสามารถขาดได้ง่ายขึ้นเช่นเดียวกับความต้านทานต่อแรงดึง หรืออาจเกิดจากการที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ทำให้เกิดเป็นจุดอ่อน (weak point) ขึ้น ทำให้ขึ้นทดสอบขาดได้อย่างรวดเร็ว สำหรับสมบัติหลังปมเร่งพบว่ายางเบลนด์ทุกอัตราส่วนมีค่าความสามารถยึดจนขาดเป็นแนวโน้มต่ำลง

4.3.5.3 ความแข็ง

ทดสอบความแข็งตามมาตรฐาน ASTM D 2240-97 เป็นการวัดค่าความแข็งแบบ shore A โดยใช้ขึ้นทดสอบที่มีความหนาน้อย 6 มม. หรือ 0.25 นิ้ว ทำการทดสอบด้วยเครื่องวัดความแข็งแบบ shore A ให้หักกดคางค้างไว้ 30 วินาที แล้วจึงอ่านค่าความแข็งที่ได้ผลการทดสอบแสดงดังรูปที่ 4.55



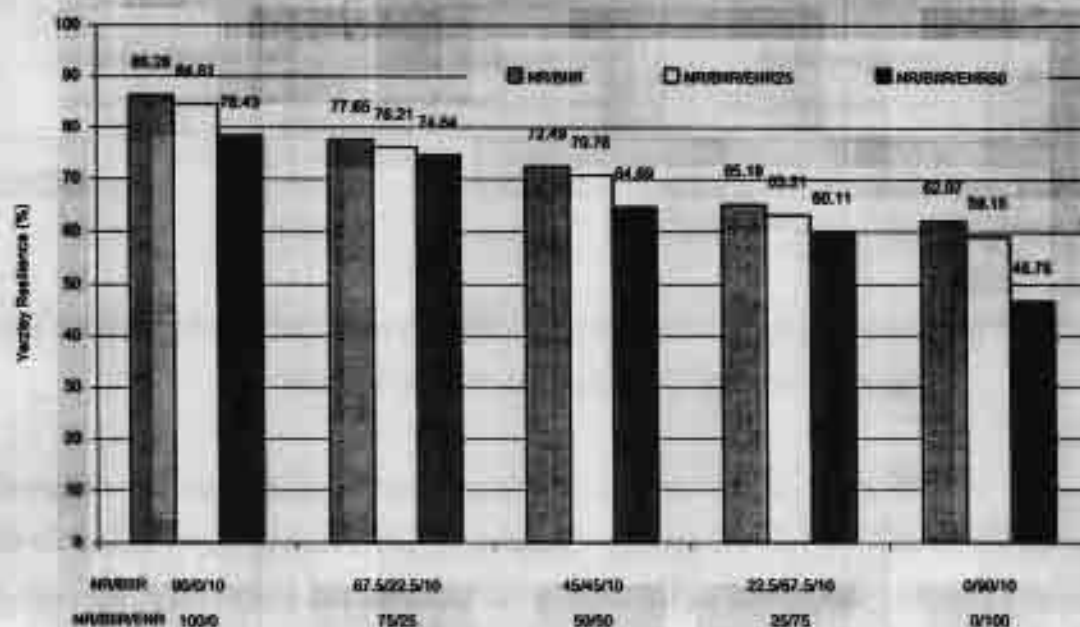
รูปที่ 4.55 ค่าความแข็งของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ที่มีแลไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน (ปม-ไม่ปมเร่ง)

จากรูปที่ 4.55 แสดงความสัมพันธ์ของความแข็งของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ พบว่าอัตราส่วนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์มีผลต่อค่าความแข็ง นั่นคือการเพิ่มปริมาณยางโบรโมบิวไทล์ในยางเบลนด์ทำให้มีค่าความแข็งสูงขึ้น โดยที่ยางโบรโมบิวไทล์มีความแข็งสูงสุดอาจเนื่องมาจากยางโบรโมบิวไทล์ซึ่งเป็นยางสังเคราะห์แสดงความอึดตัวในโครงสร้างและการมีความเป็นขั้วสูงกว่ายางธรรมชาติจึงทำให้ยางเบลนด์มีความแข็งมากขึ้นตามปริมาณของยางโบรโมบิวไทล์

สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์พบว่ามีความแข็งแรงสูงกว่ายางธรรมชาติและยางโม่บิวไทล์ และสูงขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติ เนื่องจากยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะแสดงการมีหมู่อีพอกไซด์ซึ่งเป็นหมู่ที่เพิ่มความสภาพขั้วในยางธรรมชาติทำให้ยางมีความแข็งแรงมากขึ้น และพบว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโม่บิวไทล์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานมีค่าความแข็งแรงเป็นแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นทุกอัตราส่วน และมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติเช่นกัน นั่นก็คือยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 มีส่วนทำให้ยางมีความแข็งแรงสูงกว่ายางเบลนด์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 เนื่องมาจากการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีความแข็งแรงสูงและอาจเป็นการเสริมความเป็นขั้วให้กับยางธรรมชาติจึงทำให้สามารถเกิดพันธะระหว่างขั้วของยางโม่บิวไทล์ตลอดจนอาจจะเพิ่มความเข้ากันได้ของยางเบลนด์ดีขึ้น ดังนั้นการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ในยางเบลนด์ทำให้ยางมีความแข็งแรงยิ่งขึ้น สำหรับสมบัติของยางหลังปมเร่งพบว่ามีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกันอาจเนื่องจากเมื่อได้รับความร้อนจากการปมเร่งยางจะเกิดการวัลคาไนซ์ต่อไปได้อีกจึงทำให้ยางมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น

4.3.5.4 สมบัติการกระเดื่องตัว

ทดสอบด้วยเครื่องเยอร์ลีย์ (Yerzley Mechanical Oscillograph) ตั้งรายละเอียดในหัวข้อ 3.3.3.6 ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.56-4.57



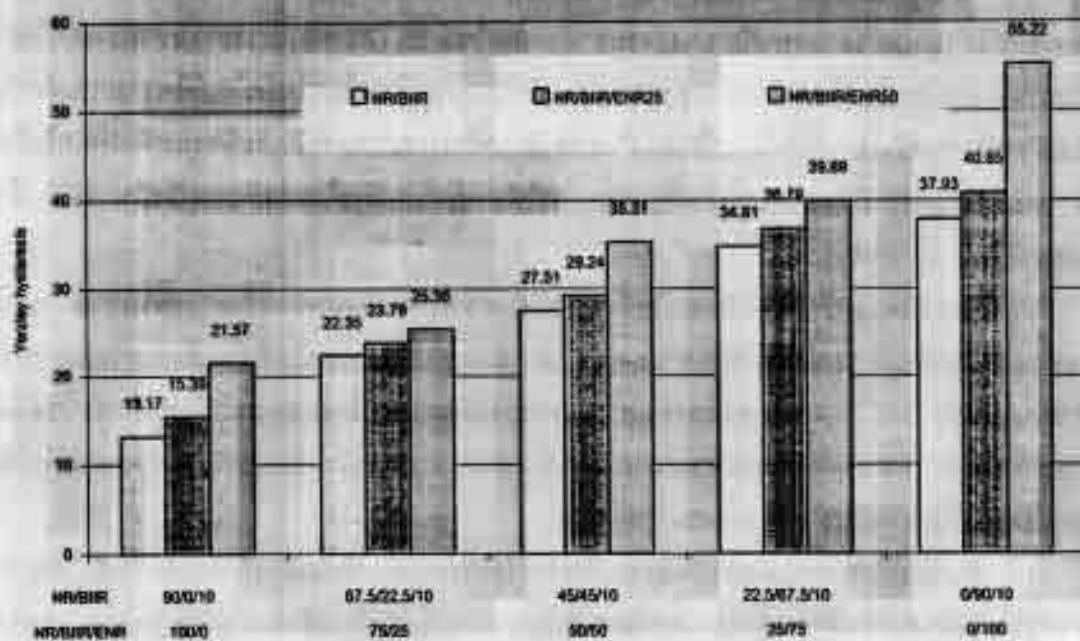
รูปที่ 4.56 ค่า Yerzley resilience (%) ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโม่บิวไทล์ที่มีและไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน

จากรูปที่ 4.56 เปรียบเทียบความกระด้างตัวของยางเดี่ยวพบว่า ยางธรรมชาติมีค่าความกระด้างตัวสูงสุด รองลงมาคือ ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 (73.3%) ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 50 (70.1%) และยางโบรโมบิวไทล์ (62.07%) ตามลำดับ เหตุที่ยางโบรโมบิวไทล์มีความกระด้างตัวต่ำเนื่องจากโครงสร้างยางโบรโมบิวไทล์มีพันธะคู่น้อยกว่ายางธรรมชาติและมีหมู่เมทิลที่จับกับโซ่หลัก (isobutylene) มีจำนวนมากอัดกันแน่น ทำให้สายโซ่โมเลกุลไม่สามารถเคลื่อนไหวได้ดี จึงแสดงสมบัติความกระด้างตัวต่ำ

สำหรับยางธรรมชาติอิพอกไซด์พบว่ามีความกระด้างตัวต่ำกว่ายางธรรมชาติ และต่ำลงตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติ แต่สูงกว่ายางโบรโมบิวไทล์และยางเบลนด์ที่อัตราส่วน 50/50 และ 25/75 อาจเนื่องจากยางธรรมชาติอิพอกไซด์จะแสดงการมีหมู่อิพอกไซด์ซึ่งเป็นหมู่ที่เพิ่มความสภาพขี้ในยางธรรมชาติ มีพันธะคู่น้อยลงทำให้ความยืดหยุ่นของสายโซ่โมเลกุลลดลง จึงแสดงสมบัติความกระด้างตัวต่ำลง

สำหรับความกระด้างตัวของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ พบว่าอัตราส่วนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์มีผลต่อค่าความกระด้างตัว นั่นคือการเพิ่มปริมาณยางโบรโมบิวไทล์ที่มีความกระด้างตัวต่ำในยางเบลนด์ ทำให้มีค่าความกระด้างตัวต่ำลง

จากรูปที่ 4.56 พบว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ที่ใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานจะทำให้ค่าความกระด้างตัวของยางเบลนด์ทุกอัตราส่วนมีแนวโน้มที่ต่ำลง และมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติเช่นกัน นั่นก็คือยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์จะเพิ่มความเปราะบาง และปริมาณพันธะคู่ที่ลดลงให้กับยางเบลนด์จึงทำให้ความยืดหยุ่นของสายโซ่ลดลง ทำให้ความกระด้างตัวจึงต่ำลง

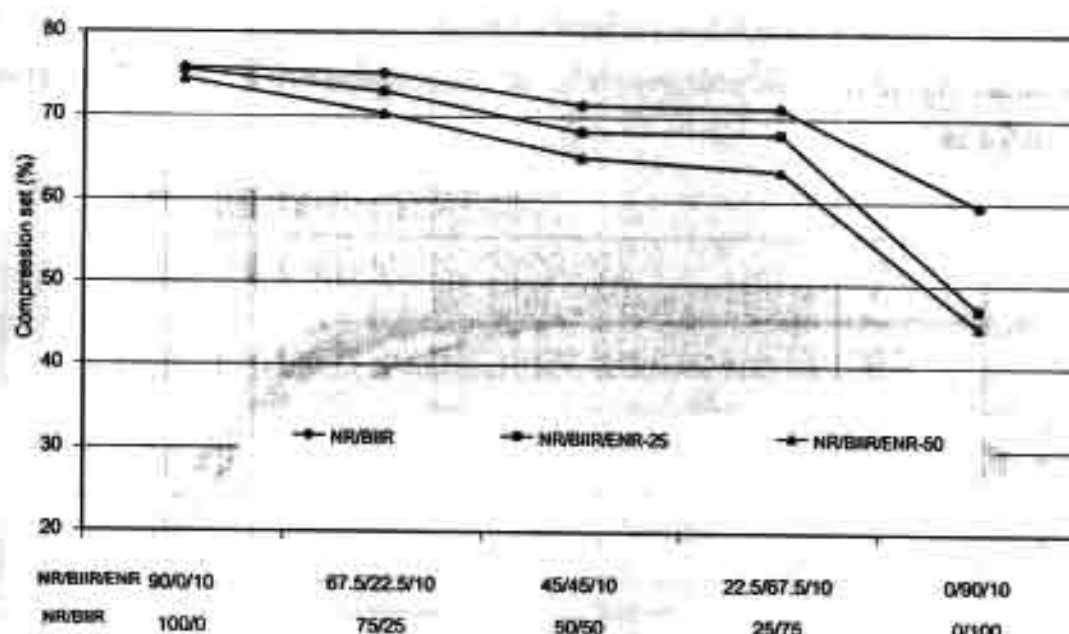


รูปที่ 4.57 ค่า Yezley hysteresis ของยางเบลดระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์ที่มี และไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน

จากรูปที่ 4.57 พบว่าค่า Hysteresis ของยางมีความสัมพันธ์กับค่า Resilience ($Hysteresis = 100 - Resilience$) นั่นคือหากค่าความกระด้างตัวสูงค่า hysteresis จะต่ำและหากค่าความกระด้างตัวต่ำค่า hysteresis จะสูง เนื่องจากหากยางปล่อยพลังงานที่รับได้ออกมามากก็จะทำให้ยางมีความกระด้างตัวมากจึงมีการเก็บพลังงานไว้ในตัวน้อยนั่นคือมี hysteresis ต่ำนั่นเอง จากการทดลองจะพบว่าอัตราส่วนยางเบลดระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์มีผลต่อค่า hysteresis นั่นคือยางธรรมชาติเดี่ยวมีค่าต่ำสุด ที่อัตราส่วน 75/25, 50/50, 25/75 และ 0/100 จะเพิ่มขึ้นตามลำดับ และเมื่อใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ในยางเบลดจะทำให้ค่า hysteresis สูงขึ้นทุกอัตราส่วน และจะสูงขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติ สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะมีค่า hysteresis สูงกว่ายางธรรมชาติและจะสูงขึ้นตามหมู่เปอร์เซนต์อีพอกไซด์

4.3.5.5 สมบัติ Compression Set

ทดสอบ Compression Set ตามมาตรฐาน ASTM D 395-98 ซึ่งทดสอบมีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 29.0 ± 0.5 มม. หนา 12.5 ± 0.5 มม. อัดให้มีรูป 25% ของความหนา อบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ได้ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.58

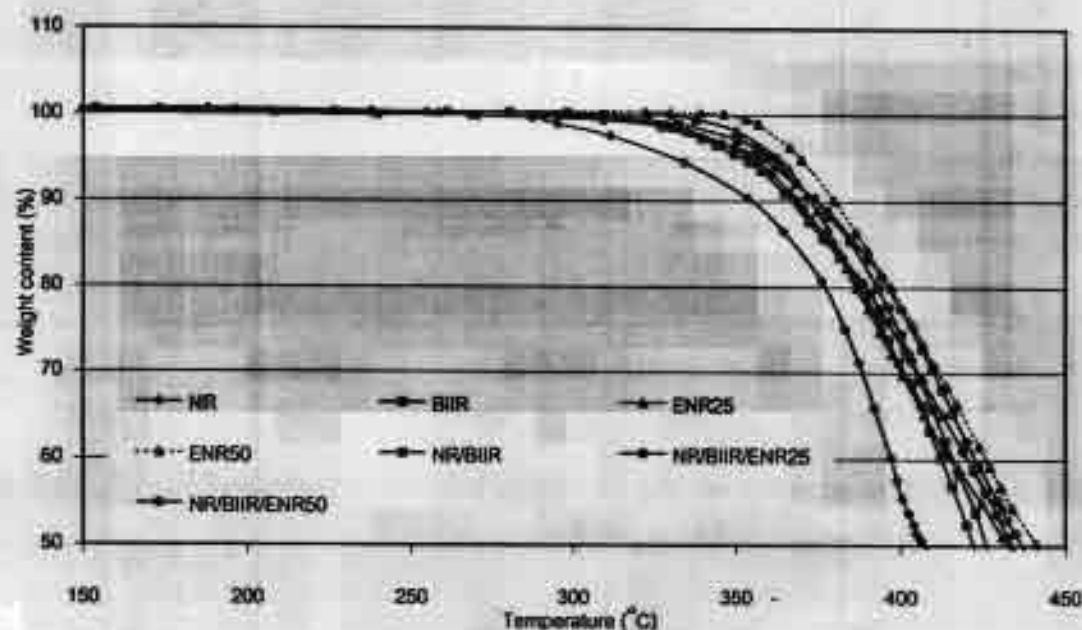


รูปที่ 4.58 ค่า Compression set (%) ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมบิวไทล์ ที่มีและไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน

จากรูปที่ 4.58 พบว่ายางธรรมชาติเดี่ยวมีค่า Compression set สูงที่สุดรองลงมาคือที่อัตราส่วน 75/25, 50/50, 25/75 และยางโพรไมบิวไทล์เดี่ยว ตามลำดับ อาจเนื่องมาจากยางธรรมชาติมีความสามารถทนต่อความร้อนไม่ดัดนัก เมื่อได้รับความร้อนพันธะเชื่อมโยงบางอย่างถูกทำลายไป การคืนตัวไม่ดีจึงทำให้ค่า Compression set สูง ในขณะที่ยางโพรไมบิวไทล์มีความสามารถทนต่อความร้อนดีกว่าจึงทำให้ค่า Compression set ต่ำกว่า สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะมีค่า Compression set ต่ำกว่ายางธรรมชาติและจะต่ำลงตามหมู่เปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์ โดยที่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 โมลเปอร์เซ็นต์จะมีค่า Compression set ต่ำกว่ายางธรรมชาติเพียงเล็กน้อยในขณะที่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 โมลเปอร์เซ็นต์มีค่า Compression set ต่ำลงมาก เหตุที่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีค่า Compression set ต่ำเพราะเมื่อได้รับความร้อนวงแหวนอีพอกไซด์แตกออกและเกิดการเชื่อมโยงเพิ่มขึ้น สำหรับยางเบลนด์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะมีส่วนทำให้ค่า Compression set มีแนวโน้มต่ำลงเพียงเล็กน้อยทุกอัตราส่วน ยกเว้นยางเบลนด์ที่อัตราส่วน 0/90/10 ค่า Compression set จะต่ำมาก

4.3.6 สมบัติความทนต่อความร้อน

การทดสอบสมบัติเชิงความร้อนทำการทดสอบแบบลดน้ำหนักด้วยเครื่อง TGA โดยศึกษาความร้อนที่ทำให้น้ำหนักยางหายไป 50 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเดิม ได้ผลการทดลอง ดังรูปที่ 4.59



รูปที่ 4.59 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักยางแบบลดน้ำหนักที่ลดลง ณ อุณหภูมิต่างๆ จากเครื่อง TGA

จากรูปที่ 4.59 ซึ่งแสดงสมบัติการทนต่อความร้อนของยางวัลคาไนซ์ โดยพบว่ายางโบรโมปิวไทล์ที่วัลคาไนซ์จะมีการทนต่อความร้อนที่ดีกว่ายางธรรมชาติที่วัลคาไนซ์ ถึงแม้ว่ายางธรรมชาติที่วัลคาไนซ์จะมีพันธะการเชื่อมโยงมากกว่ายางโบรโมปิวไทล์เพราะการมีพันธะคู่ที่วงไวน์ แต่ยางโบรโมปิวไทล์ก็แสดงสมบัติการมีความอึดตัวในโครงสร้างที่สูงกว่าในยางธรรมชาติจึงทำให้การทนต่อความร้อนของยางโบรโมปิวไทล์สูงกว่ายางธรรมชาติ

ยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีสมบัติการทนต่อความร้อนที่สูงกว่ายางธรรมชาติ และสูงขึ้นตามปริมาณของหมู่อีพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติ เนื่องจากยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะแสดงการมีความอึดตัวของโซ่โมเลกุลและการมีความเป็นขั้วที่สูงกว่ายางธรรมชาติ ซึ่งเมื่อมีการวัลคาไนซ์อีพอกไซด์จะแตกออกเกิดพันธะเชื่อมโยงที่มีความแข็งแรงมาก ทำให้โซ่โมเลกุลขาดออกจากกันยากขึ้น จึงทำให้สมบัติการทนต่อความร้อนดีขึ้น

สำหรับยางแบบลดน้ำหนักระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์มีความทนต่อความร้อนกึ่งกลางระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์และมีความทนต่อความร้อนสูงกว่ายางเบลนด์ดิบ สำหรับยางแบบลดน้ำหนักที่ได้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวแทนเชื่อมประสาน

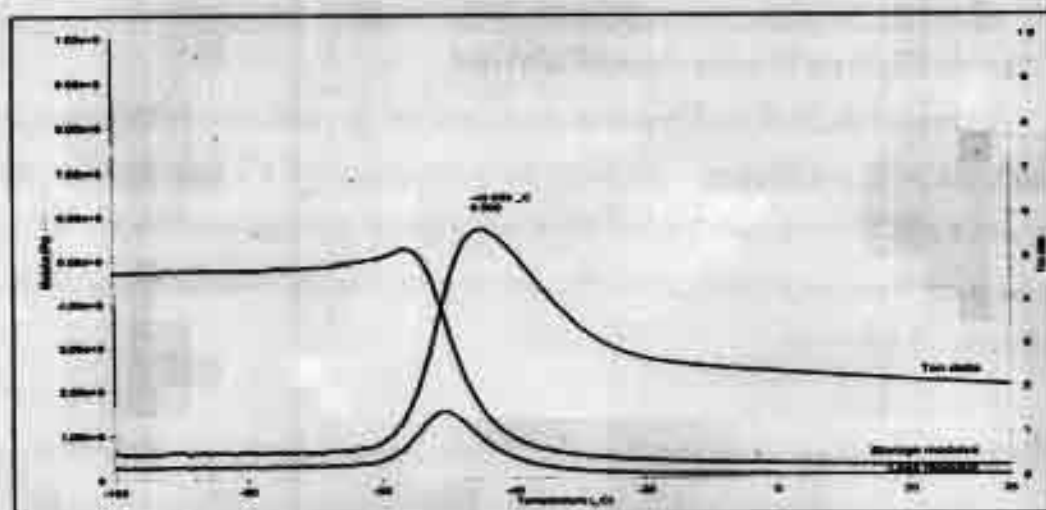
ผลให้ค่าความทนต่อความร้อนดีกว่ายางเบลดชนิดดิบ และมีความทนต่อความร้อนที่สูงกว่ายางเบลดที่ไม่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์และจะสูงขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์

4.3.6 สมบัติเชิงพลวัตของยางเบลดวัลคาไนซ์

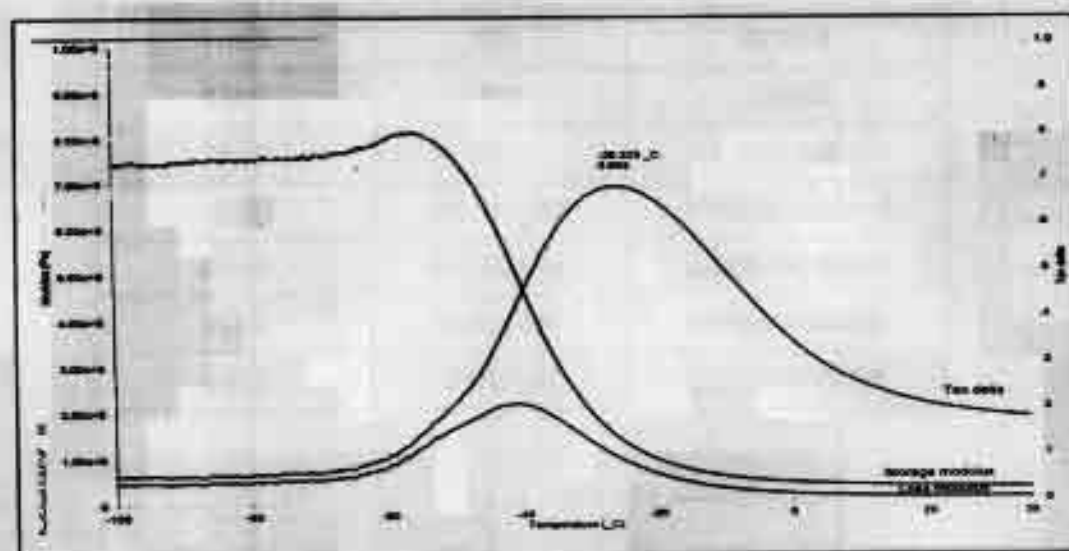
การทดสอบสมบัติเชิงพลวัตของยางเบลดวัลคาไนซ์ โดยจะทำการทดสอบที่อุณหภูมิช่วง -100°C ถึง 35°C ภายใต้บรรยากาศฮีเลียม อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ความถี่ 1 Hz ผลการทดสอบสมบัติเชิงพลวัตของยางเบลด คือ ค่ามอดูลัสสะสม (Storage modulus, E'), ค่ามอดูลัสสูญเสีย (Loss modulus, E'') และแฟกเตอร์ของการสูญเสีย ($\tan \delta$) ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.11 และรูปที่ 4.60-4.68

ตารางที่ 4.11 ค่า $\tan \delta$ ของยางธรรมชาติ ยางโบรโมบิวไทล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ยางเบลดระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ และยางเบลดที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน

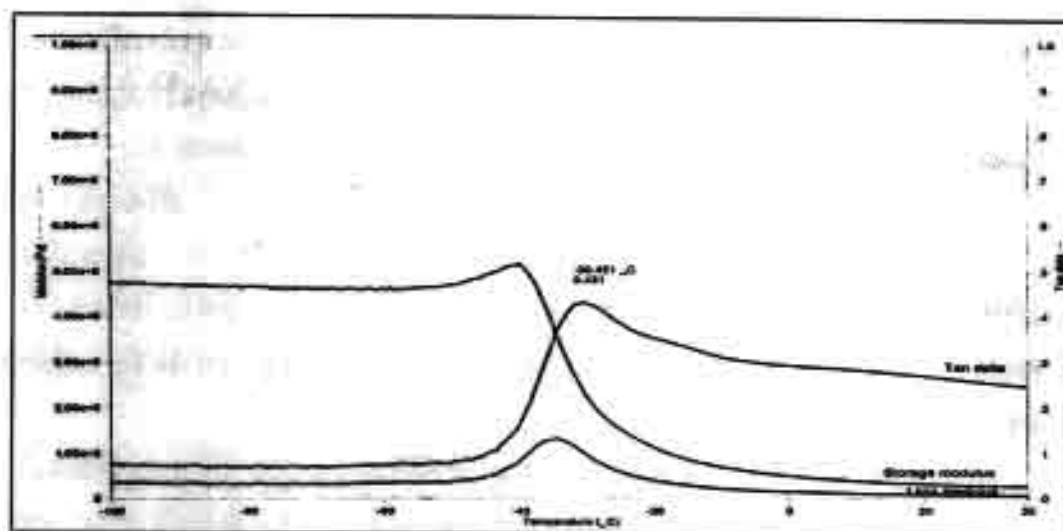
สูตรยาง	อัตราส่วน	$\tan \delta$
NR	100	0.566
BIIR	100	0.685
ENR25	100	0.431
ENR50	100	0.488
NR/BIIR	50/50	0.483
NR/BIIR/ENR25	47.5/47.5/5	0.421
NR/BIIR/ENR50	47.5/47.5/5	0.365
NR/BIIR/ENR25	45/45/10	0.478
NR/BIIR/ENR50	45/45/10	0.250



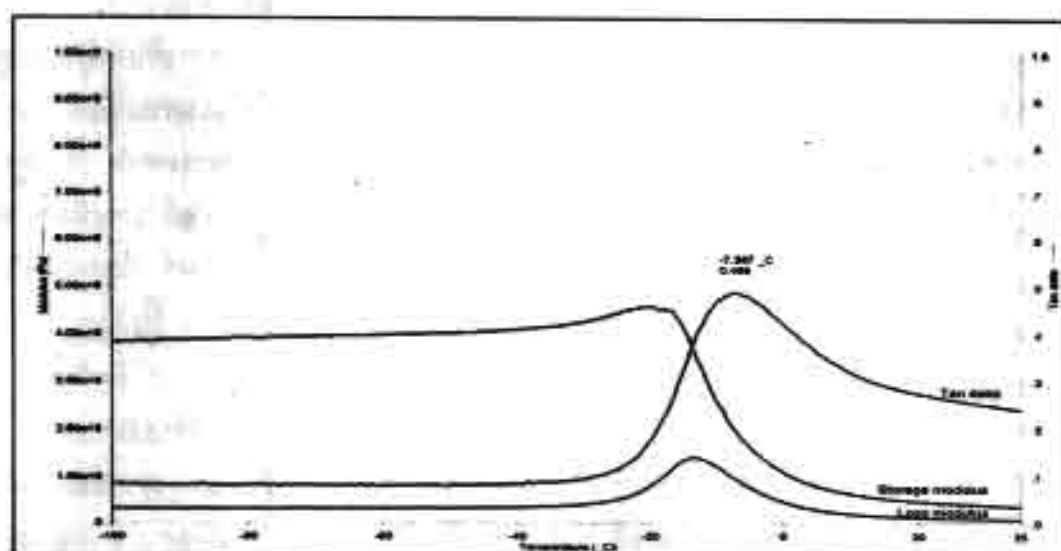
รูปที่ 4.60 DMA เทอร์โมแกรมของยาง NR



รูปที่ 4.61 DMA เทอร์โมแกรมของยาง BIIR



รูปที่ 4.62 DMA เทอร์โมแกรมของยาง ENR-25



รูปที่ 4.63 DMA เทอร์โมแกรมของยาง ENR-50

จากรูป 4.60-4.63 พบว่าค่ามอดุลัสสะสม (Storage modulus, E') มีการเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนไป ทั้งอย่างเดี่ยวๆ และบางเบนด์จะมีลักษณะคล้ายกัน คือจะสามารถแบ่งเป็น 3 บริเวณ คือที่ช่วงแรกเป็นช่วงที่ยังมีลักษณะคล้ายแก้ว ช่วงที่สองเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่าโมดูลัสสะสมจะลดลงอย่างรวดเร็วจะเป็นช่วงที่เรียกว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนไปคล้ายแก้ว (Glass transition temperature, T_g) และต่อมาเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่ามอดูลัสสะสมจะคงที่ จะเป็นช่วงของระนาบความเป็นยาง ค่ามอดูลัสสะสมจะมีความสัมพันธ์กับการเก็บสะสมพลังงานไว้ในรูปพลังงานศักย์ (potential energy) และจะปลดปล่อยออกมาในลักษณะของการผิดรูปแบบคาบ

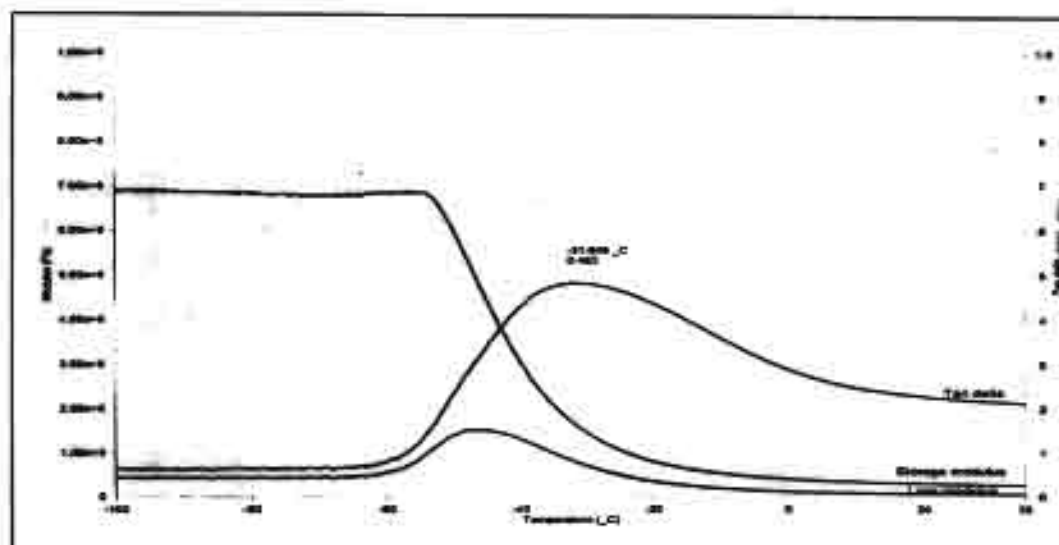
จากรูปที่ 4.60 และ 4.61 พบว่าค่ามอดูลัสสะสมของยางโบรโมบิวไทล์มีค่าสูงกว่ายางธรรมชาติ และช่วง T_g ใกล้เคียงกัน เนื่องจากโครงสร้างของยางโบรโมบิวไทล์มีส่วนของพอลิไอโซบิวทิลีนที่เป็นระเบียบ ทำให้หมู่เมทิลสามารถเกิด interlock ทำให้โซ่โมเลกุลเคลื่อนไหวอย่างอิสระไม่ได้ (Booth et al., 1965) จึงทำให้ยางโบรโมบิวไทล์มีค่ามอดูลัสสะสมสูง อย่างไรก็ตามก็มีค่าที่สูงกว่ายางธรรมชาติไม่มากนัก

จากรูปที่ 4.62 และ 4.63 พบว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 มีค่ามอดูลัสสะสมใกล้เคียงกับยางธรรมชาติ และช่วง T_g สูงกว่ายางธรรมชาติ ส่วนยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 จะมีค่ามอดูลัสสะสมต่ำลงและช่วง T_g สูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25

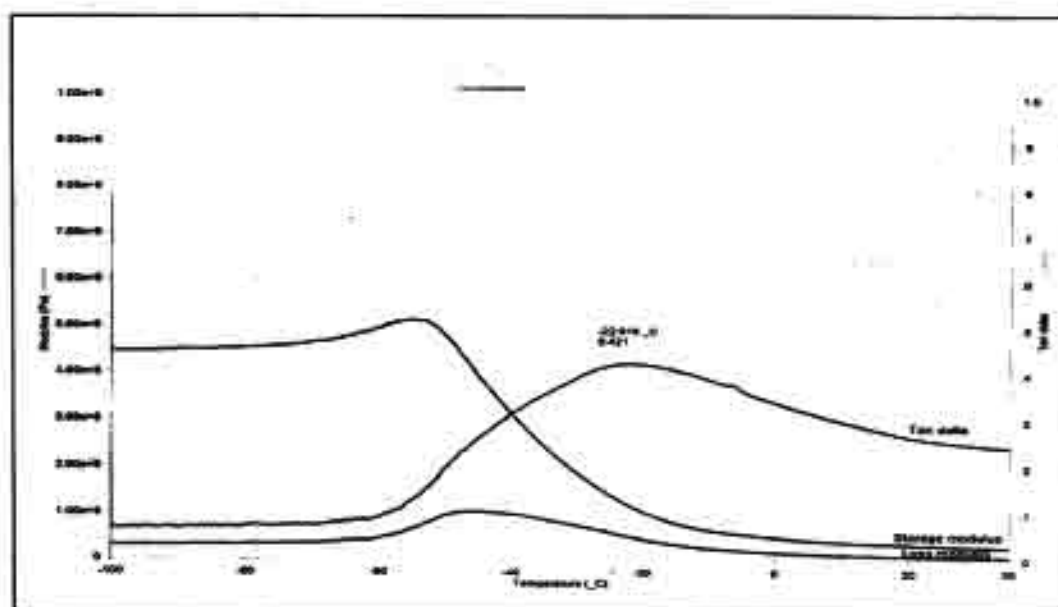
สำหรับมอดูลัสสูญเสีย (Loss modulus, E'') ซึ่งมีความเกี่ยวข้องกับการซึมหาย (dissipation) ของพลังงานไปเป็นความร้อนเมื่อผิดรูป จากรูปที่ 4.60-4.63 พบว่าค่ามอดูลัสสูญเสียของยางโบรโมบิวไทล์จะมีค่าสูงกว่ายางธรรมชาติ ในขณะที่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 และ 50 มีค่ามอดูลัสสูญเสียใกล้เคียงกับยางธรรมชาติ เนื่องมาจากยางธรรมชาติมีพันธะคู่ที่ว่องไวมากกว่ายางโบรโมบิวไทล์ที่มีความอิ่มตัวสูง ทำให้ยางธรรมชาติเกิดพันธะเชื่อมขวางระหว่างโซ่โมเลกุลมากกว่ายางโบรโมบิวไทล์โซ่โมเลกุลจึงเคลื่อนไหวผ่านกันได้ยากขึ้น เป็นเหตุให้มอดูลัสสูญเสียมีค่าต่ำ หรือมีพลังงานที่สูญเสียไปในรูปของความร้อนขณะที่มีแรงเค้นกระทำต่ำ ขณะที่ยางโบรโมบิวไทล์อาจจะเกิดพันธะเชื่อมโยงระหว่างโซ่โมเลกุลน้อยกว่ายางธรรมชาติ การดูดซับพลังงานที่สูง หรือการมีสมบัติการหน่วง (damping) ที่ดีของยางโบรโมบิวไทล์ อาจเนื่องมาจากการเกิด interaction ของหมู่เมทิลตามแนวสายโซ่โมเลกุลของยางโบรโมบิวไทล์ ซึ่งทำให้โซ่หลักของโมเลกุลทำหน้าที่เป็นโซ่หลักเดี่ยว และมีการ interaction ระหว่างโซ่โมเลกุลอื่นน้อย ทำให้โซ่โมเลกุลเคลื่อนผ่านกันและกันง่ายขึ้น (Booth et al., 1965) เป็นเหตุให้มอดูลัสสูญเสียมีค่าสูง (ซึ่งเป็นสมบัติเอกลักษณ์ของยางโบรโมบิวไทล์) สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะมีค่ามอดูลัสสูญเสียต่ำกว่ายางธรรมชาติอาจเนื่องมาจากการมีโครงสร้างที่มีขั้วสูงยางจึงมีแรงดึงดูดระหว่างกันได้ดีทำให้โซ่โมเลกุลสามารถเคลื่อนผ่านกันได้ยากมากยิ่งขึ้น เป็นเหตุให้ค่าโมดูลัสสูญเสียมีค่าต่ำ

สำหรับเฟกเตอร์การสูญเสีย (Loss tangent, $\tan \delta$) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างยางมอดูลัสสูญเสียต่อมอดูลัสสะสม จากรูปที่ 4.60-4.63 พบว่ายางโบรโมบิวไทล์มีค่า $\tan \delta$ สูงที่สุด รองลงมาคือยางธรรมชาติ และยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ตามลำดับ โดยที่ยางธรรมชาติอีพอก

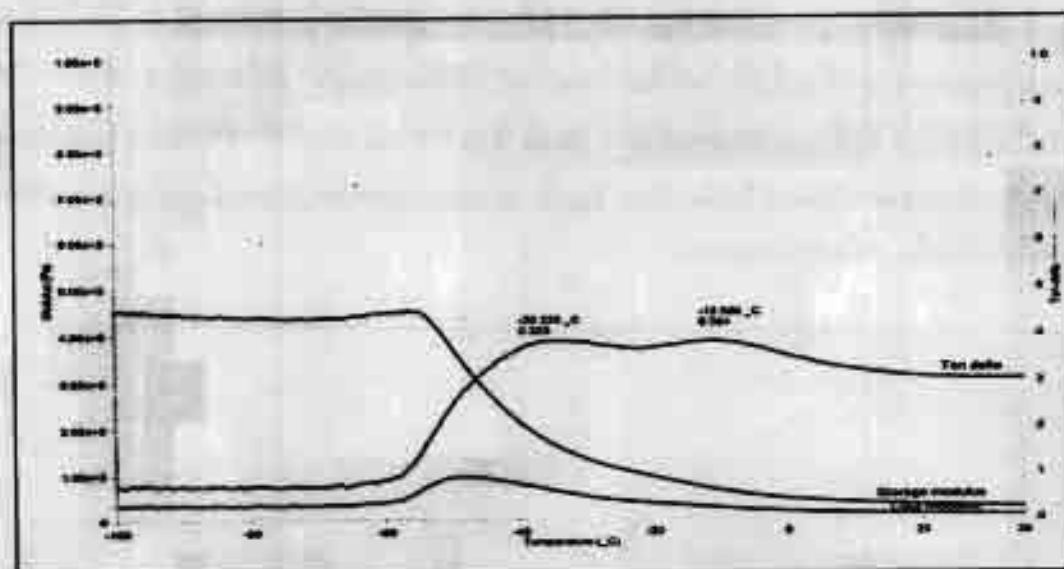
ไซท์ 25 และ 50 มีค่า $Tan\delta$ ใกล้เคียงกัน เหตุที่ยางธรรมชาติมีค่า $Tan\delta$ ต่ำกว่ายางโพรไมบิวไทล์อาจเนื่องมาจากยางธรรมชาติเป็นยางไม่อิ่มตัวมีพันธะคู่ที่สามารถเกิดพันธะเชื่อมโยงระหว่างโซ่โมเลกุลมากกว่ายางโพรไมบิวไทล์ที่มีโครงสร้างที่อิ่มตัวมากกว่า โซ่โมเลกุลยางธรรมชาติจึงเคลื่อนไหวได้น้อย ดังนั้นยางธรรมชาติมีค่า $Tan\delta$ ต่ำกว่ายางโพรไมบิวไทล์ซึ่งมีการ damping ที่ดี สำหรับยางธรรมชาติอ็อกไซค์จะมีค่า $Tan\delta$ ต่ำกว่ายางธรรมชาติอาจเนื่องมาจากการมีโครงสร้างที่มีขั้วที่ยังไม่เข้าใจชัดเจนมากนัก



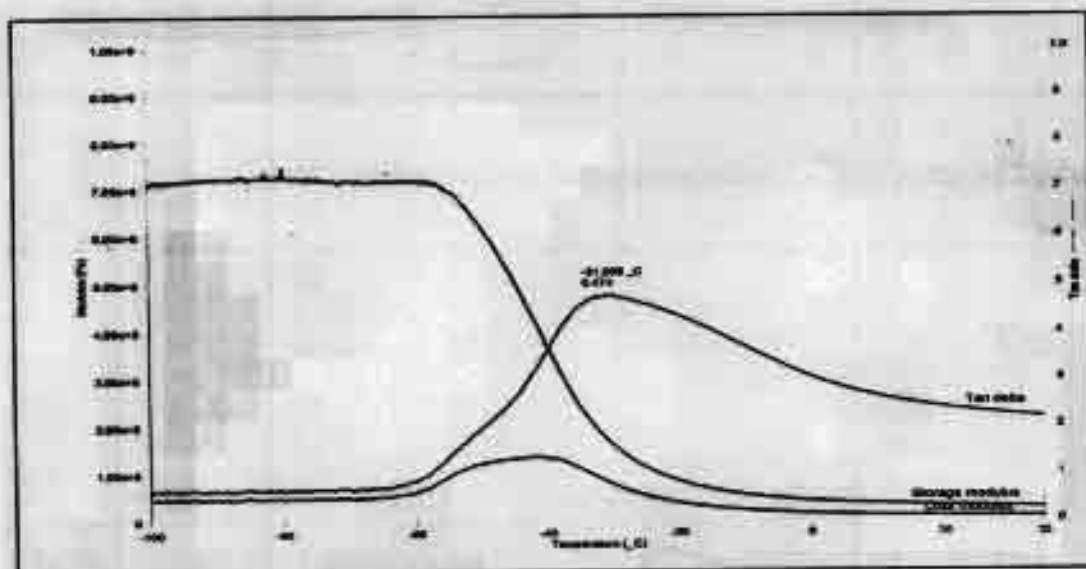
รูปที่ 4.64 DMA เทอร์โมแกรมของยางเบลนด์ระหว่าง NR/BIIR : 50/50



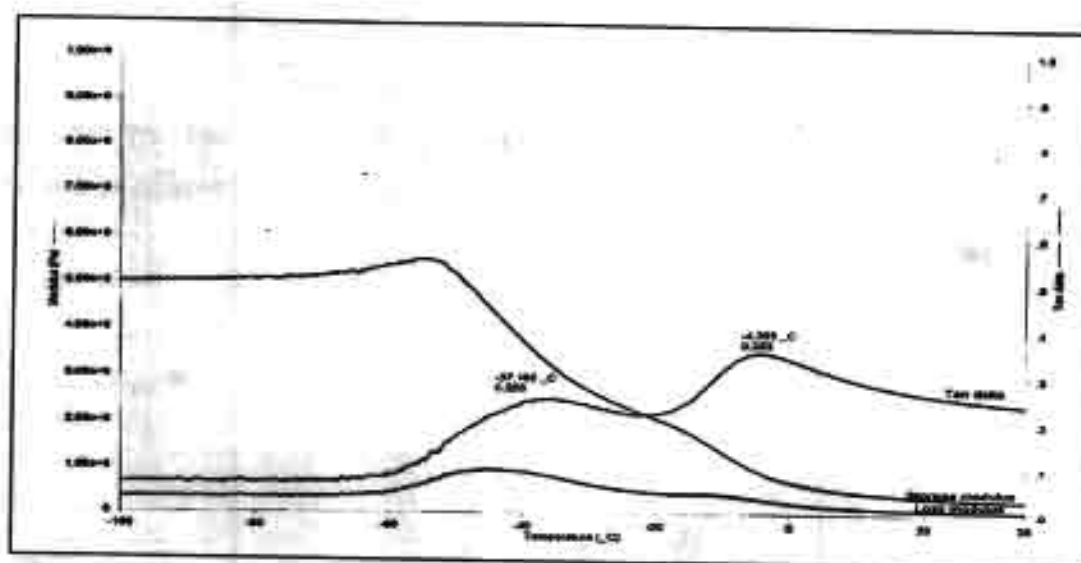
รูปที่ 4.65 DMA เทอร์โมแกรมของยางเบลนด์ระหว่าง NR/BIIR/ENR25 : 47.5/47.5/5



รูปที่ 4.66 DMA เทอร์โมแกรมของยางของยางเบลนค์ระหว่าง NR/BIIR/ENR50 : 47.5/47.5/5



รูปที่ 4.67 DMA เทอร์โมแกรมของยางเบลนค์ระหว่าง NR/BIIR/ENR25 : 45/47/10



รูปที่ 4.68 DMA เทอร์โมแกรมของยางเบลนด์ระหว่าง NR/BIIR/ENR50 : 45/45/10

จากรูปที่ 4.64 ซึ่งเป็นยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมปิวไทล์อัตราส่วน 50/50 จะพบว่าค่ามอดูลัสสะสมอยู่ระหว่างยางเดี่ยว และช่วง T_g ไม่เปลี่ยนแปลง, ค่ามอดูลัสสูญเสียจะอยู่ระหว่างยางเดี่ยว ส่วนค่า $Tan\delta$ จะมีค่าที่ต่ำกว่ายางเดี่ยวๆ อาจแสดงถึงความเข้ากันได้ของเฟสยางไม่ดีมากนัก

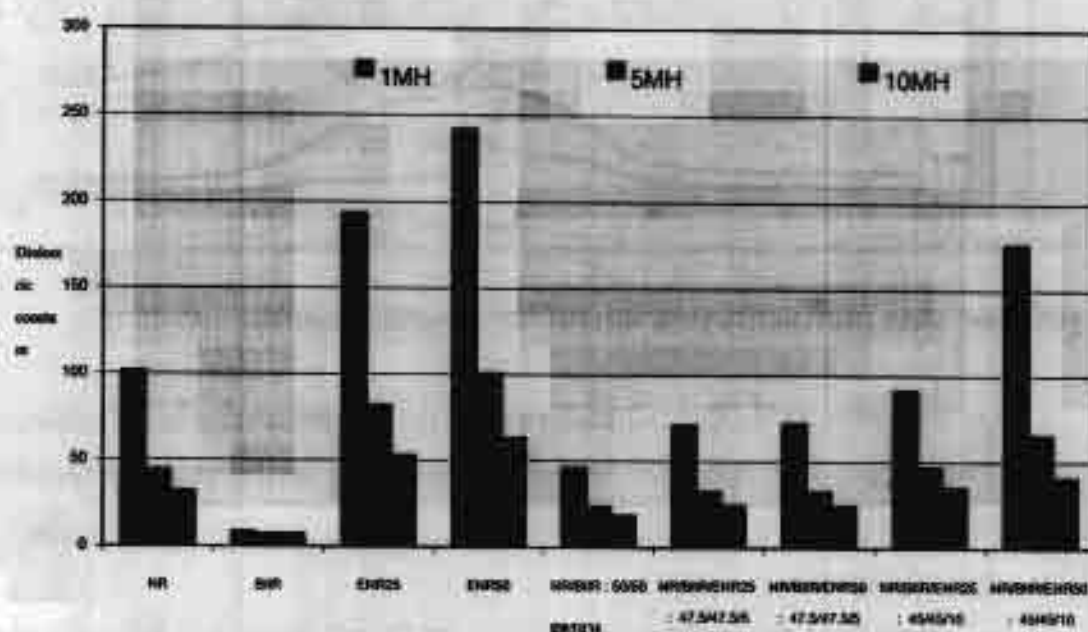
จากรูปที่ 4.65 และ 4.66 ซึ่งเป็นยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมปิวไทล์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 และ 50 เป็นตัวเชื่อมประสานในปริมาณ 5 phr พบว่าค่ามอดูลัสสะสมมีค่าที่ต่ำลงและช่วง T_g ไม่เปลี่ยนแปลง, ค่ามอดูลัสสูญเสียจะอยู่ระหว่างยางเดี่ยว และค่า $Tan\delta$ จะมีค่าที่ต่ำลงเล็กน้อยแต่ในขณะที่ยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 จะมีค่า $Tan\delta$ ต่ำลงมาก

จากรูปที่ 4.67 และ 4.68 ซึ่งเป็นยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรไมปิวไทล์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 และ 50 เป็นตัวเชื่อมประสานในปริมาณ 10 phr พบว่าค่ามอดูลัสสะสมของยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 มีค่าที่สูงมากและสูงกว่ายางเบลนด์ที่ไม่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์เล็กน้อย และช่วง T_g ไม่เปลี่ยนแปลง อาจแสดงให้เห็นถึงอัตราส่วนยางที่สามารถเกิด interaction หรือสามารถเกิดพันธะระหว่างเฟสของยางมากขึ้นทำให้โซ่โมเลกุลเคลื่อนไหวได้ยากและมีความแข็งแรงมากขึ้น จึงเป็นเหตุให้มอดูลัสสะสมมีค่าสูง ส่วนยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 มีค่ามอดูลัสสะสมต่ำกว่ายางเบลนด์ที่ไม่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์แต่จะมีค่าสูงกว่ายางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ปริมาณ 5 phr เล็กน้อย, ค่ามอดูลัสสูญเสียจะอยู่ระหว่างยางเดี่ยว และค่า $Tan\delta$ จะมีค่าที่ต่ำลงเล็กน้อยแต่ในขณะที่ยางเบลนด์ที่ใส่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 จะมีค่า $Tan\delta$ ต่ำลงมาก ผลที่ได้จากการทดลองยังสรุปความสัมพันธ์ได้ไม่ชัดเจน อาจต้องมีการทดลองซ้ำที่สภาวะการทดสอบที่กว้างขึ้น

4.4 ศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของยาง

4.4.1 ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์

ทำการทดสอบยางเบลนด์วัลคาไนซ์จากหัวข้อ 3.3.3.5 โดยการทดสอบภายใต้ความถี่ 1, 5 และ 10 MHz ซึ่งผลการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าของยางเบลนด์คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant) ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.69



รูปที่ 4.69 ค่า Dielectric constant ของยางสูตรต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.69 พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant) ของยางทุกสูตรจะมีค่าต่ำลงเมื่อเพิ่มความถี่ โดยที่ยางโพรโมบิวไทล์จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกต่ำสุด ถัดมาคือยางธรรมชาติ, ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 และยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 50 มีค่าเพิ่มสูงขึ้น ตามลำดับ สำหรับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกอยู่ระหว่างยางเดี่ยวทั้งสอง ในขณะที่ยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานจะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเป็นแนวโน้มสูงขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์และอัตราส่วนยางที่เพิ่มขึ้น

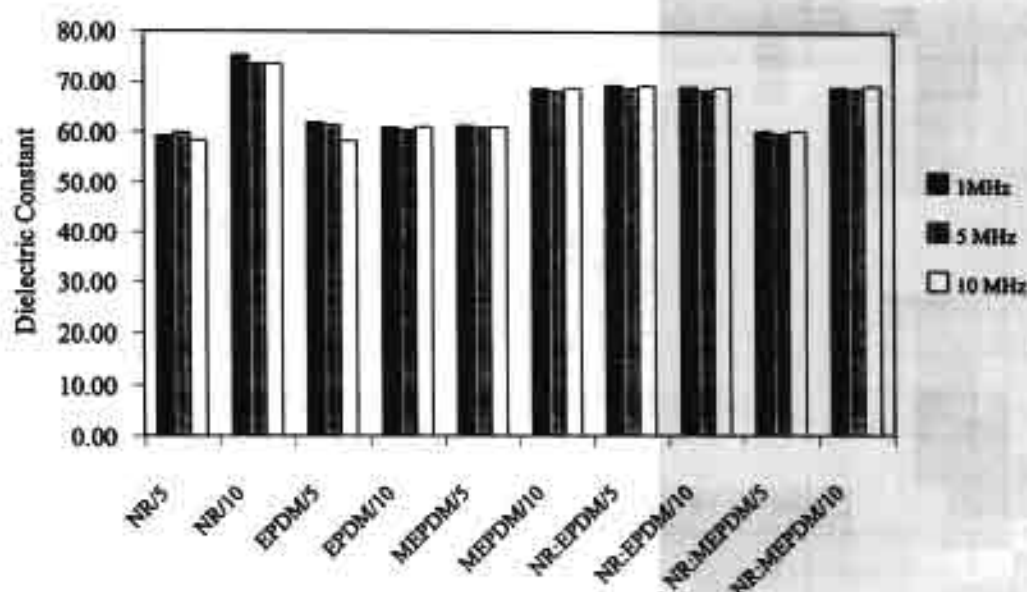
สมบัติทางไดอิเล็กตริกของยางบ่งบอกถึงความสามารถในการดูดกลืนประจุหรือกระแสไฟฟ้าที่ผ่านเข้าไป มีผลทำให้ยางเกิดการสะสมพลังงานแล้วเปลี่ยนไปเป็นพลังงานความร้อนนั่นคือทำให้ยางมีอุณหภูมิสูงขึ้น (อาจจะสังเกตได้จากอุณหภูมิของยางที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ) นอกจากนี้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกยังเกี่ยวข้องกับขอบเขตหรือระดับของการเชื่อมโยง โดยที่ระดับการเชื่อมโยงสูงจำกัดความสามารถในการเคลื่อนที่ของโมเลกุลเพราะฉะนั้นจึงมีผลค่าคงที่ไดอิเล็กตริกดังนั้นสมบัติทางไดอิเล็กตริกอาจจะใช้ในการตรวจสอบขอบเขตของการ cure ของยางได้เช่นกัน

สมบัติทางไดอิเล็กตริกจึงเป็นสมบัติเฉพาะตัวของยางแต่ละชนิด การที่โบรโมปิวไทล์มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกต่ำ จึงมีการดูดกลืนประจุไฟฟ้าต่ำหรืออาจเนื่องจากการมีพันธะคู่ย่อยจึงทำให้มีปริมาณการเชื่อมโยงของโซ่โมเลกุลต่ำ ขณะที่ยางธรรมชาติมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงขึ้นเนื่องจากมีพันธะคู่ที่ว่องไวมากกว่าปริมาณการเชื่อมโยงของโซ่โมเลกุลมากขึ้น สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซค์ 25 และยางธรรมชาติอีพอกไซค์ 50 มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงขึ้น ตามลำดับ อาจเนื่องมาจากสมบัติความเป็นขั้วสูงที่แข็งแรงและปริมาณการเชื่อมโยงที่สูงกว่ายางโบรโมปิวไทล์ มีผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางธรรมชาติอีพอกไซค์มีค่าสูง

จะสังเกตได้ว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางวัลคาไนซ์แล้วอาจนำไปใช้บอกถึงความสามารถในการดูดซับคลื่นไมโครเวฟของยางคอมปาวด์ได้ไม่ผิดนัก เนื่องจากพันธะเชื่อมขวางในโครงสร้างของยางมีผลต่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก การวัดค่านี้ของยางคอมปาวด์โดยตรงน่าจะให้ผลดีกว่า แต่มีปัญหาในการเตรียมผิวชิ้นตัวอย่างให้เรียบ

4.4.2 ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม

ผสมยางตามสูตรดังตารางที่ 3.10 นำไปอัดแก้วโดยใช้แก้ว tensile แล้วนำไปทดสอบหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ได้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกดังรูปที่ 4.70



รูปที่ 4.70 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางชนิดต่างๆ ความถี่ในการทดสอบเท่ากับ 1, 5 และ 10 MHz

จากรูปที่ 4.70 แสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางชนิดต่างๆ ที่มีเซมาค่าปริมาณ 5 และ 10 phr พบว่ายางทุกสูตรมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณเซมาค่า เมื่อเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางสูตรที่มีเซมาค่าเท่ากันพบว่ามีความใกล้เคียงกันที่ทุกความถี่การ

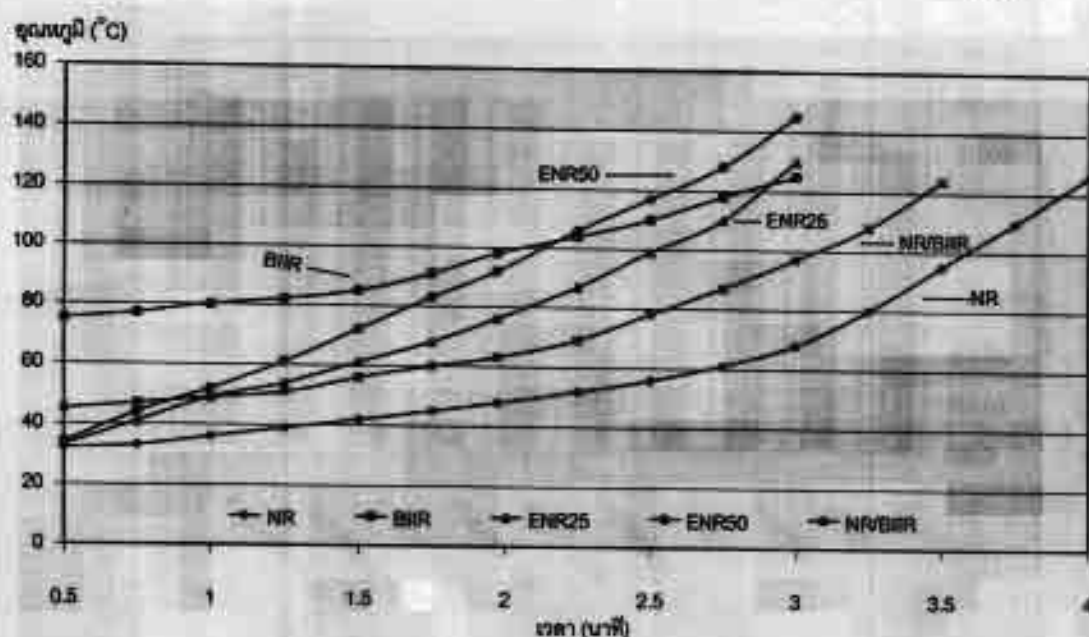
ทดสอบ สำหรับยางสูตรที่ใช้เซมาค่า 10 phr ยางธรรมชาติ มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมากที่สุดรองลงมาคือ ยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม และยางอีพีดีเอ็มตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากค่าคงที่ไดอิเล็กตริกแสดงความเป็นขั้วของยางโดยจะเห็นได้ว่ายางมาลีเอตอีพีดีเอ็มมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมากเนื่องจากการมีหมู่มาลิกแออนไฮโดรต์เช่นเดียวกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ในกรณีของยางธรรมชาติจะมีปริมาณการเชื่อมโยงมากที่สุดเนื่องจากเป็นยางที่มีพันธะคู่มากที่สุดทำให้ได้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมากที่สุด เมื่อแปรความถี่ในการทดสอบหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริกพบว่าค่าที่ได้ไม่แตกต่างกันมากนัก

4.5 อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นของยางเบลนด์ที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ

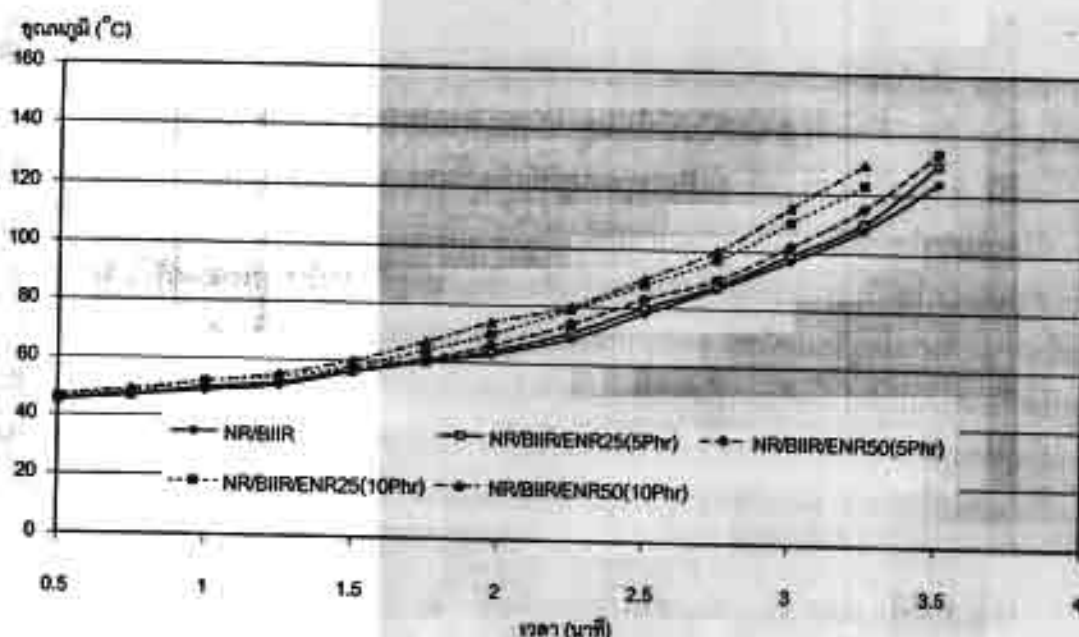
4.5.1 ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์

ทำการทดสอบยางคอมปาวด์เบลนด์จากหัวข้อ 3.3.5 ซึ่งการศึกษาสมบัติของยางเบลนด์ที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟนี้ ศึกษาถึงการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิของยางเบลนด์ที่ผ่านการอบที่เวลาต่าง ๆ ของยางที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.71 -4.72

จากการทดลองเลือกใช้ระดับพลังงานของคลื่นต่ำ (Low power) และใช้เวลาเพียงสั้น ๆ เพราะสังเกตเห็นว่าเมื่อทำการอบยางยางจะร้อนขึ้นอย่างรวดเร็วมากและจะไหม้ในที่สุด



รูปที่ 4.71 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของยางธรรมชาติ ยางโบรโมบิวไทล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์และยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ ที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ ด้วยระยะเวลาต่าง ๆ



รูปที่ 4.72 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของยางคอมปาว์เบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ที่มีและไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน ที่ผ่านการอบด้วยไมโครเวฟ ด้วยระยะเวลาต่างๆ

จากรูปที่ 4.71 พบว่ายางคอมปาว์ด์ทุกสูตรที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟจะมีอุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้นตามเวลาการอบโดยใช้เวลาอบเพียงไม่กี่นาที เพราะคลื่นไมโครเวฟสามารถแทรกไปยังสายโซ่โมเลกุลของยางอย่างทั่วถึงกันอย่างรวดเร็วโดยที่คลื่นจะไปกระทบกับโซ่โมเลกุลของยางทำให้เกิดความร้อนแล้วจึงเกิดการสั่นของสายโซ่โมเลกุลจนกระทั่งมีการเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อน และในสูตรยางที่ใช้มีการใส่เซมาค่าถึง 40 phr ซึ่งเซมาค่าเป็นสารตัวเติมเสริมประสิทธิภาพมีความเป็นขี้ผึ้งสามารถเป็นตัวนำและเร่งให้คลื่นสามารถส่งผ่านไปยังโซ่โมเลกุลยางได้ดี ยางจึงมีอุณหภูมิที่สูงขึ้นอย่างรวดเร็ว จากการทดลองพบว่ายางโบรโมบิวไทล์มีความร้อนเกิดขึ้นสูงกว่ายางธรรมชาติและเกิดการไหม้เพียงเวลา 3 นาที ในขณะที่ยางธรรมชาติมีความร้อนเกิดขึ้นต่ำกว่า และเกิดการไหม้ใช้เวลา ประมาณ 4 นาที ทั้งนี้เนื่องมาจากยางโบรโมบิวไทล์มีความเป็นขี้ผึ้งและสามารถดูดซับพลังงาน (absorption) ได้ดีกว่ายางธรรมชาติจึงทำให้เป็นตัวนำให้คลื่นสามารถส่งผ่านไปได้ดีจึงเกิดความร้อนสูงกว่ายางธรรมชาติ สำหรับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์พบว่ายางจะมีความร้อนสูงขึ้นกว่ายางธรรมชาติเดี่ยว ๆ เพราะยางโบรโมบิวไทล์ที่เบลนด์เข้าไปจะส่วนที่ทำให้ยางมีความร้อนเก็บสะสมได้ดีขึ้น

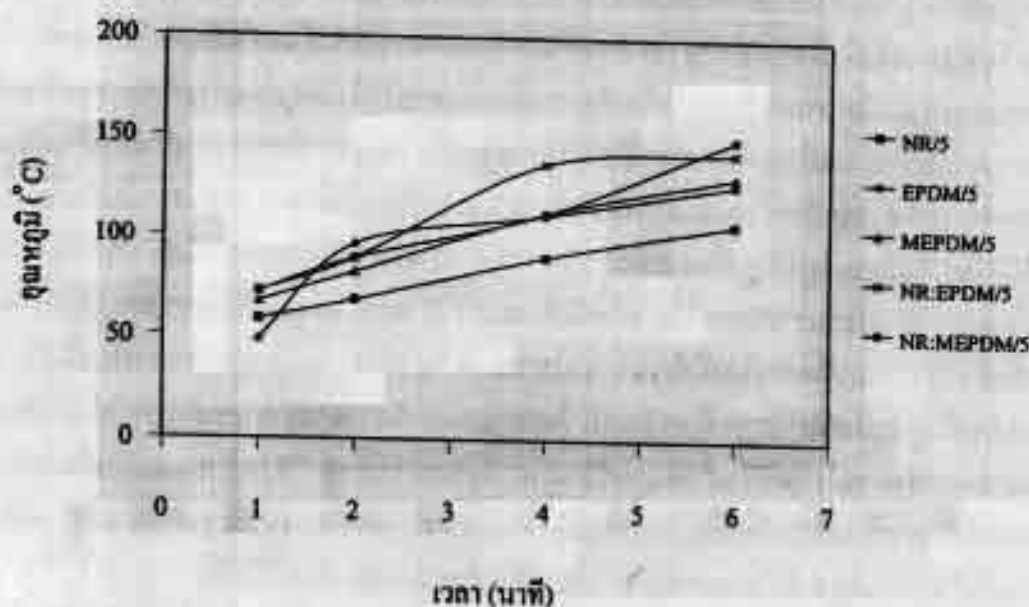
สำหรับยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะพบว่า เมื่ออบยางที่เพียงเวลา 30 วินาที ยางจะมีความร้อนใกล้เคียงกับยางธรรมชาติมาก แต่เมื่ออบนานขึ้นยางธรรมชาติอีพอกไซด์จะมีความร้อนที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วกว่ายางธรรมชาติ และจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่มีในยางธรรมชาติ แสดงให้เห็นว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์มีสภาพความเป็นขี้ผึ้งจึงทำให้เป็นตัวนำให้คลื่น

สามารถส่งผ่านไปได้อีกจึงเกิดความร้อนอย่างรวดเร็วและสูงกว่ายางธรรมชาติ และยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 50 ที่อบนานกว่า 2 นาทีมีแนวโน้มสูงกว่ายางโบรโมบิวไทล์

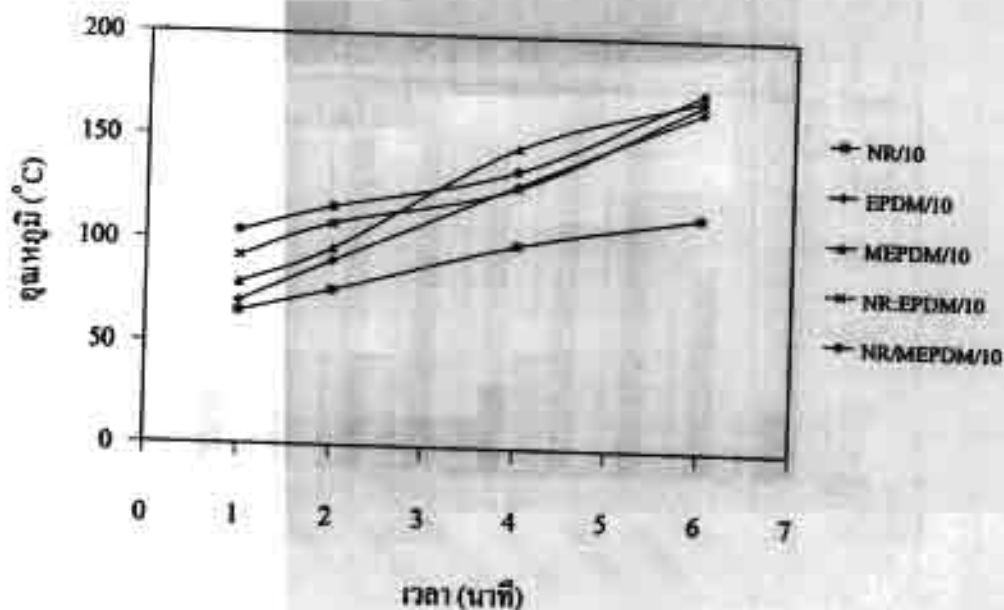
จากรูปที่ 4.72 เปรียบเทียบอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ที่มีการใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน พบว่าการใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ในยางเบลนด์ทำให้การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิสูงกว่ายางเบลนด์ที่ไม่ใส่ และจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์ นอกจากนี้พบว่าอุณหภูมิเพิ่มขึ้นตามปริมาณยางธรรมชาติอิพอกไซด์ในยางเบลนด์ นั่นคือการใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ปริมาณ 10 phr มีแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิสูงกว่าการใส่ปริมาณ 5 phr แสดงว่าการใส่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์จะเพิ่มความเปราะในยางธรรมชาติ ส่งผลให้ของอุณหภูมิของยางเบลนด์เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว

4.5.2 ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิดีเอ็ม

นำยางคอมปาวด์สูตรดังตารางที่ 3.10 มาเอ็กซ์ทรูด แล้วอบด้วยเครื่องไมโครเวฟ เวลา 1,2,4, และ 6 นาที วัดอุณหภูมิของยางทันทีที่ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.73-4.74



รูปที่ 4.73 ผลของเวลาที่ใช้อบยางด้วยเครื่องไมโครเวฟที่ระดับพลังงาน HIGH ต่อการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิของยางที่มีเมมาต้า 5 phr ขนาดตาย 6.5 มิลลิเมตร



รูปที่ 4.74 ผลของเวลาที่ใช้อบยางด้วยเครื่องไมโครเวฟที่ระดับพลังงาน HIGH ต่อการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิของยางที่มีส่วนผสม 10 phr ขนาดตาย 6.5 มิลลิเมตร

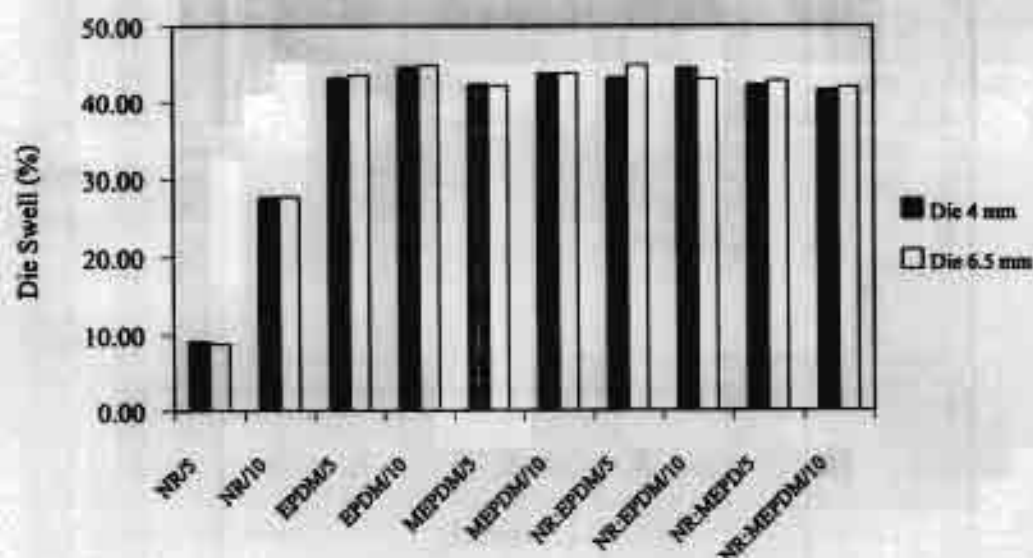
จากรูปที่ 4.73 และรูปที่ 4.74 พบว่ายางเบลนด์ของยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มและยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม มีอุณหภูมิสูงที่สุดเนื่องจากความเป็นขั้วของยาง ปริมาณส่วนผสมมากขึ้นทำให้ยางมีอุณหภูมิสูงขึ้น และพบว่าน้ำหนักยางที่ใช้อบมากกว่า (ตายขนาดใหญ่กว่า) จะทำให้ยางเกิดความร้อนมากกว่า

4.6 การเตรียมโฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม และสมบัติของโฟมยางที่ได้

การทดลองนี้เป็นการเตรียมโฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม โดยในการอบใช้เครื่องไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อน การเตรียมและสมบัติของโฟมที่ได้มีรายละเอียดดังนี้

4.6.1 Die swell ของยางคอมเปาวด์

ผสมยางตามสูตรในตารางที่ 3.10 นำยางไปเอ็กซ์ทรูดโดยใช้ตายขนาด 4.0 มิลลิเมตร และ 6.5 มิลลิเมตร คำนวณ Die Swell (%) ได้ผลรูปที่ 4.75



รูปที่ 4.75 ค่า Die Swell (%) ของยางสูตรต่างๆ จากเครื่องเอ็กซ์ทรูดแบบมือนยางร้อน

จากรูปที่ 4.75 พบว่าลักษณะยางที่เอ็กซ์ทรูดได้มีผิวเรียบทั้งหมดโดยเฉพาะยางธรรมชาติ ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มมีผิวเรียบเป็นมัน ยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มและยางอีพีดีเอ็มมีผิวแตกเป็นเส้นตามขวางที่บางตำแหน่ง การแปรรูปยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มทำได้ยากต้องใช้อุณหภูมิในการแปรรูปสูงเนื่องจากที่อุณหภูมิเท่ากันยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มไหลได้ยากที่สุดเพราะเมื่อโมเลกุลยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มได้รับความร้อนทำให้โมเลกุลไหลไม่สม่ำเสมอเนื่องจากบางส่วนเกิดการเชื่อมโยงจากการกราฟต์ผิวจึงเรียบได้ยากกว่า เมื่อนำยางมาหา die swell (%) พบว่า die swell (%) ของยางธรรมชาติมีค่าน้อยกว่า die swell (%) ของยางเบลนด์ ยางอีพีดีเอ็ม และยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม เมื่อใช้เขม่าดำเพิ่มขึ้นทำให้ die swell (%) เพิ่มขึ้น ขนาดสายไม่มีผลต่อ die swell (%) ยางธรรมชาติมี die swell (%) น้อยกว่ายางสูตรอื่นมาก ยาง อีพีดีเอ็ม ยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มและยางเบลนด์มี die swell (%) ใกล้เคียงกัน

4.6.2 ความหนืดมูนและลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์

ผสมยางตามสูตรในตารางที่ 3.10 คัดยางบางส่วนไปหาค่าความหนืดมูน (ML (1+4) 120 °C) และลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.12

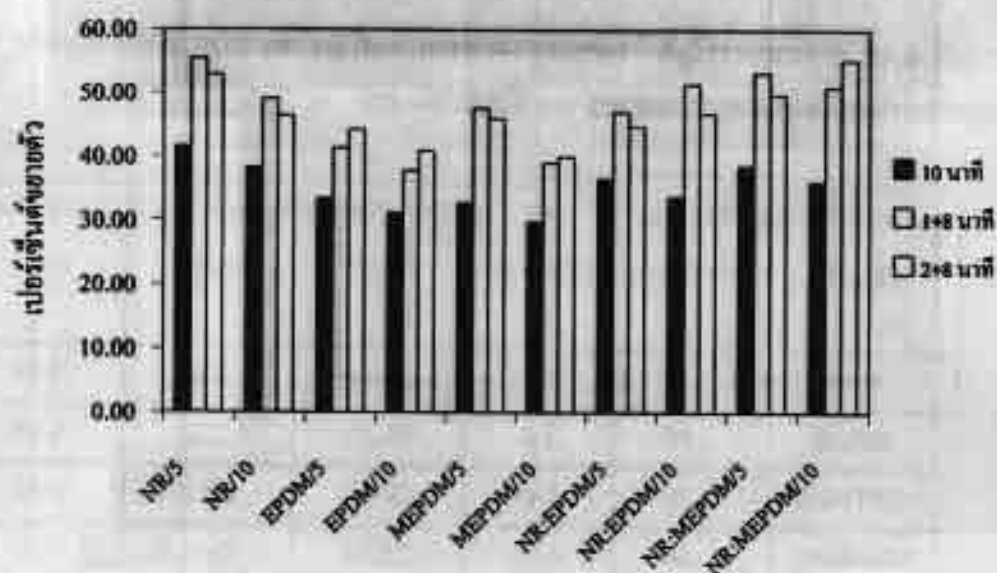
ตารางที่ 4.12 ลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางทดสอบโดยใช้เครื่อง ODR 2000 ที่อุณหภูมิ 180 ° C และค่าความหนืดมูนีของยางคอมปาวด์ที่ใช้ทำโฟมยาง

สูตรยาง/ปริมาณ เขม่าดำ	Mooney Viscosity	Min. Torque (lb- in)	Max. Torque (lb-in)	Scorch Time (min)	Cure Time (min)
NR/5	11	1.61	23.08	0.63	1.24
NR/10	14	1.8	25.38	0.62	1.19
EPDM/5	33	4.43	20.94	0.77	2.37
EPDM/10	36	4.72	21.79	0.69	2.37
MEPDM/5	42	5.46	37.6	0.96	4.19
MEPDM/10	44	4.86	37.79	0.79	3.81
NR:EPDM/5	24	3.44	20.78	1.13	1.85
NR:EPDM/10	27	4.23	22.43	0.7	2.01
NR:MEPDM/5	28	3.58	32.24	0.95	4.1
NR:MEPDM/10	30	3.69	33.43	0.96	4.39

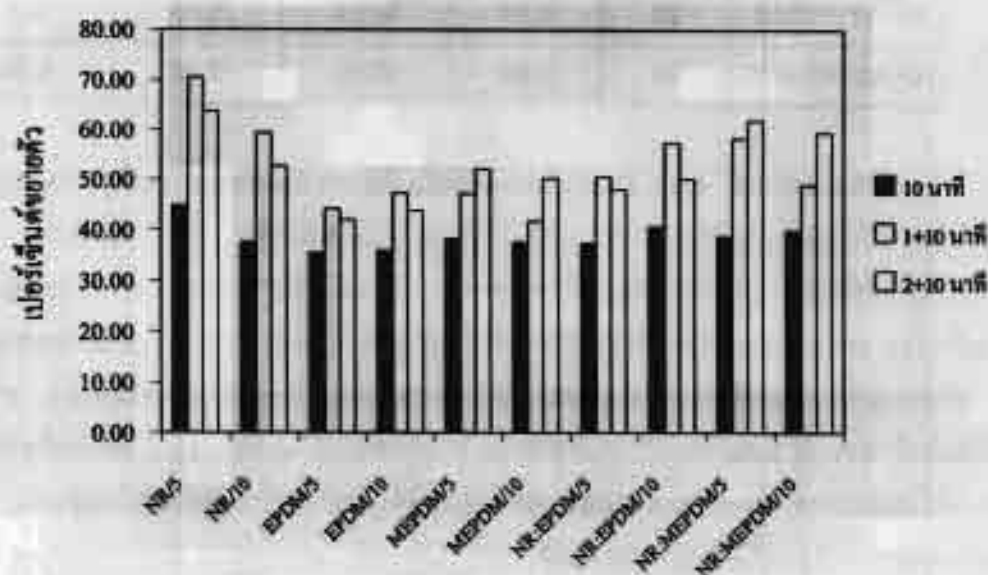
จากตารางที่ 4.12 ยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มมีค่าความหนืดมูนีสูงที่สุด รองลงมาคือยางอีพีดีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีดีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม และยางธรรมชาติ ตามลำดับ เมื่อเพิ่มปริมาณเขม่าดำค่าความหนืดมูนีเพิ่มขึ้นเล็กน้อย scorch time ของยางธรรมชาติสั้นที่สุด scorch time ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มสั้นกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม ยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มมี scorch time สั้นกว่ายางอีพีดีเอ็ม ยางทุกชนิดมี scorch time ลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณเขม่าดำในสูตรยาง cure time ของยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มมากกว่ายางอีพีดีเอ็มเช่นเดียวกับยางเบลนด์ของยางทั้งสองชนิดกับยางธรรมชาติ

4.6.3 การหาเปอร์เซ็นต์ขยายตัวของโฟมยาง

ผสมยางสูตรโฟมดังตารางที่ 3.10 โดยเติมสารฟูปริมาณ 15 phr ในแต่ละสูตรเอ็กทรา แล้วนำยางไปอบด้วยตู้อบอากาศร้อนและอบด้วยเครื่องไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อน วัดเปอร์เซ็นต์ขยายตัวของยาง ผลของการอบยางด้วยเครื่องไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน แสดงดังรูปที่ 4.76-4.77

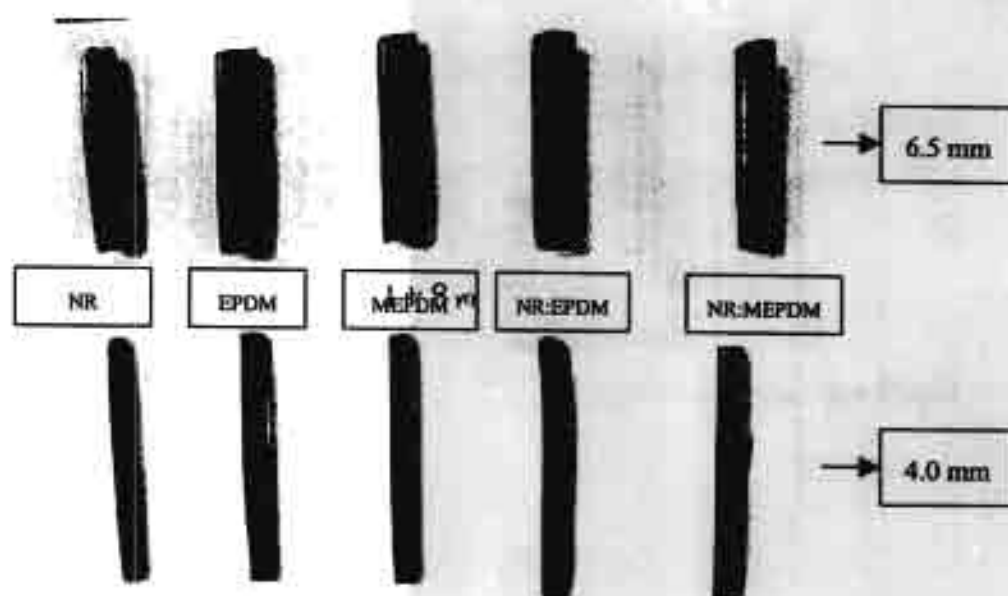


รูปที่ 4.76 เปอร์เซนต์ขยาดตัวของโฟมยางที่อบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อน อบด้วยเครื่องไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน และอบด้วยเครื่องไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน ที่เวลาอบใกล้เคียงกัน ใช้ด้าย 4.0 มิลลิเมตร

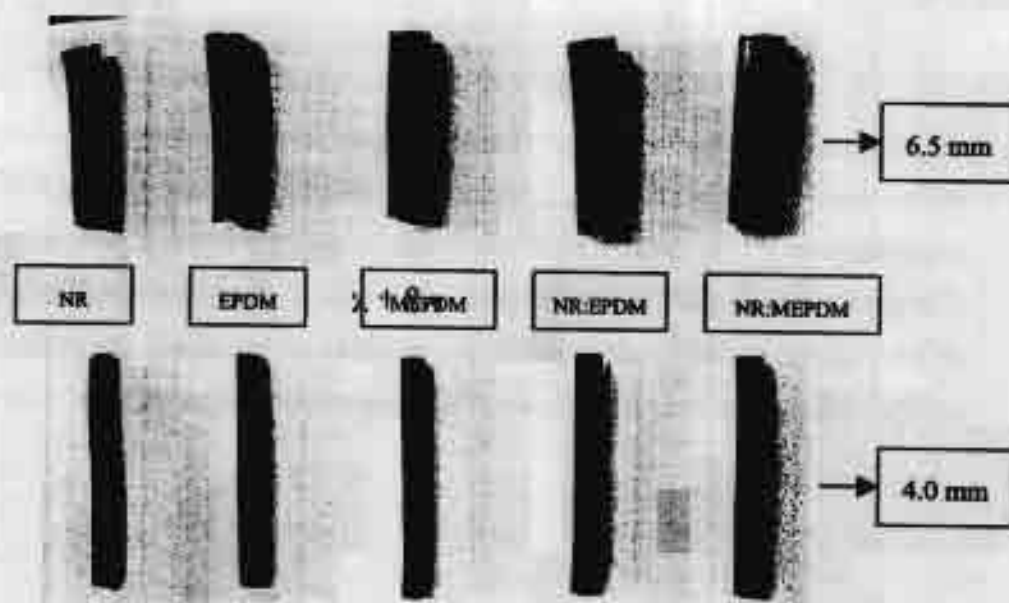


รูปที่ 4.77 เปอร์เซนต์ขยาดตัวของโฟมยางที่อบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อน อบด้วยเครื่องไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน และอบด้วยเครื่องไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน ที่เวลาอบใกล้เคียงกัน ใช้ด้าย 6.5 มิลลิเมตร

จากรูปที่ 4.76 และรูปที่ 4.77 แสดงเปอร์เซ็นต์ขยายตัวของยางที่ใช้เวลาอบใกล้เคียงกัน พบว่าเปอร์เซ็นต์ขยายตัวของยางขึ้นอยู่กับความหนืดของยาง ยางที่ให้เปอร์เซ็นต์ขยายตัวสูงสุดคือ ยางธรรมชาติรองลงมาคือ ยางเบลนด์ ยางอีพดีเอ็ม และยางมาลีเอคอีพดีเอ็มตามลำดับ พบว่ายางสูตรเดียวกัน การอบโดยใช้ไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อน จะทำให้เปอร์เซ็นต์ขยายตัวมากกว่าการอบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว เนื่องจากการอบด้วยไมโครเวฟก่อนจะทำให้ยางเกิดความร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว ความหนืดของยางจะลดลง และสารเคมีบางส่วนจะถูกกระตุ้นให้พร้อมที่จะเกิดปฏิกิริยาเมื่อนำเข้าอบด้วยตู้อบอากาศร้อนต่อทำให้ยางขยายตัวได้ง่ายขึ้น



รูปที่ 4.78 ลักษณะโฟมยางชนิดต่างๆ อบโดยใช้เครื่องไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที

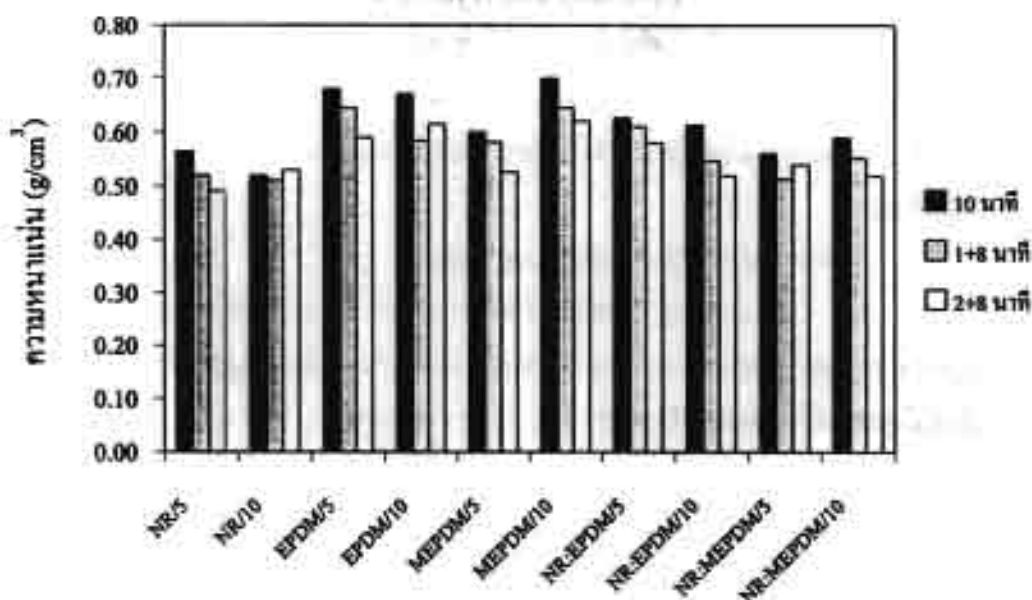


รูปที่ 4.79 ลักษณะโฟมยางชนิดต่างๆ อบโดยใช้เครื่องไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที

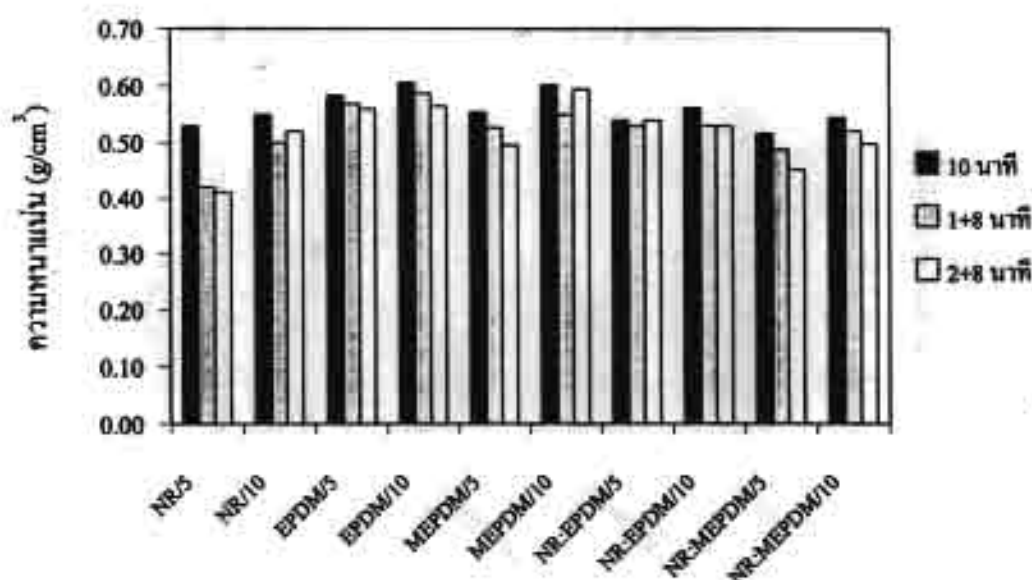
จากรูปที่ 4.78 และ รูปที่ 4.79 แสดงโฟมยางชนิดต่างๆ ที่ใช้เวลาอบใกล้เคียงกันคืออบโดยใช้เครื่องไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที และอบโดยใช้เครื่องไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที ได้โฟมยางที่มีขนาดใกล้เคียงกัน โฟมยางเบสชนิดจะมีผิวเรียบมัน

4.6.4 ความหนาแน่นของโฟมยาง

นำโฟมยางที่เตรียมได้มาหาความหนาแน่นโดยใช้วิธีในข้อ 3.3.5.4.2 ผลแสดงดังรูปที่ 4.80 และรูปที่ 4.81



รูปที่ 4.80 ความหนาแน่นของยางชนิดต่างๆ ใช้สาย 4.0 มิลลิเมตร อบโดยใช้ไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อนที่อุณหภูมิ 180 °C ที่เวลาอบทั้งหมดใกล้เคียงกันคือ 10 นาที



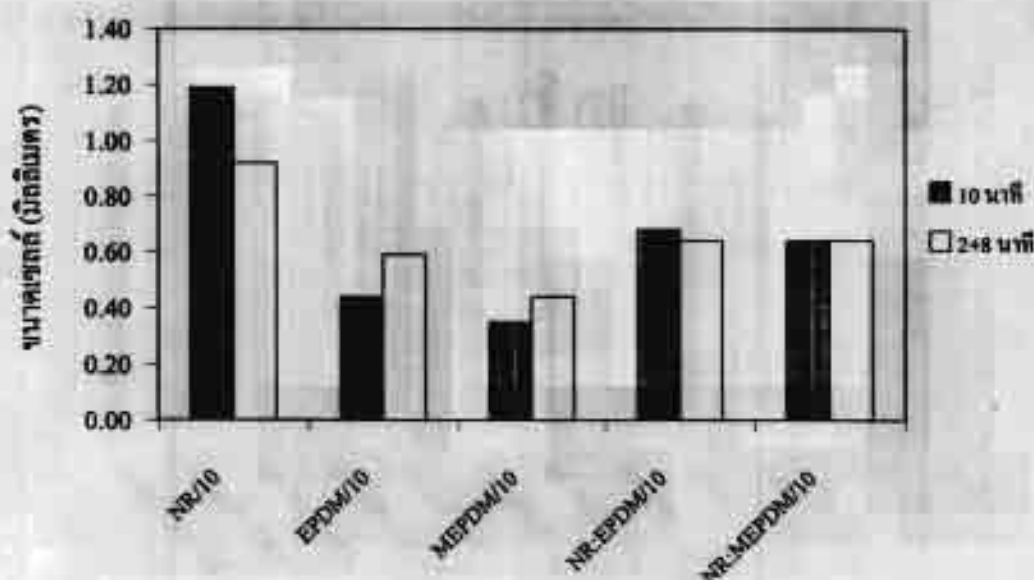
รูปที่ 4.81 ความหนาแน่นของยางชนิดต่างๆ ใช้สาย 6.5 มิลลิเมตร อบโดยใช้ไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อนที่อุณหภูมิ 180 °C ที่เวลาอบทั้งหมดใกล้เคียงกันคือ 10 นาที

จากรูปที่ 4.80 และรูปที่ 4.81 พบว่าความหนาแน่นของโพลิเมอร์ยางธรรมชาติมีค่าน้อยที่สุดส่วนยางชนิดอื่นมีค่าใกล้เคียงกัน ในทางตรงกันข้ามพบว่าการใช้ไมโครเวฟอบร่วมกับตู้อบอากาศร้อนจะทำให้โพลิเมอร์ยางมีความหนาแน่นต่ำกว่า การใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว การอบยางด้วยเครื่องไมโครเวฟ 2 นาที มีแนวโน้มทำให้ความหนาแน่นต่ำกว่าการอบโดยใช้

ไมโครเวฟ 1 นาที และการอบโดยไม่ใช้ไมโครเวฟ ทั้งนี้เนื่องจากการใช้ไมโครเวฟจะทำให้สารฟูในยางคอมปาวด์เริ่มสลายตัว หรือแตกตัวให้ก๊าซออกมาบางส่วน ทำให้เมื่อนำเข้าอบด้วยตู้อบอากาศร้อนทำให้สารฟูแตกตัวต่อ ทำให้ขนาดเซลล์ของโฟมยางเมื่ออบด้วยไมโครเวฟก่อนอบด้วยตู้อบอากาศร้อนมีขนาดใหญ่มากกว่าการใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว ความหนาแน่นของโฟมยางจึงต่ำกว่า

4.6.4 ขนาดเซลล์และลักษณะเซลล์

เลือกสูตรยางคอมปาวด์ที่ใช้เขม่าดำ 10 phr ใช้ด้ายขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 6.5 มิลลิเมตร อบโดยไม่โครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน และอบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อนนำไปวัดขนาดเซลล์ได้ผลดังรูปที่ 4.82



รูปที่ 4.82 ขนาดเซลล์ของยางใช้ด้าย 6.5 มิลลิเมตร อบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที และเครื่องไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที

จากรูปที่ 4.82 เปรียบเทียบขนาดเซลล์ของยางที่อบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อน 10 นาที กับ โฟมยางที่อบด้วยไมโครเวฟ 2 นาที และตู้อบอากาศร้อน 8 นาที พบว่ายางธรรมชาติมีขนาดเซลล์ใหญ่ที่สุด และยางมาลเอดอีพีดีเอ็มมีขนาดเซลล์เฉลี่ยเล็กที่สุด เมื่อเปรียบเทียบขนาดเซลล์กับความหนาแน่นของยางแต่ละชนิดพบว่า ยางที่มีความหนาแน่นสูงที่สุดคือยางมาลเอดอีพีดี

เอ็มมีขนาดเซลล์เล็กที่สุด ส่วนยางที่มีความหนืดมนน้อยที่สุดคือ ยางธรรมชาติจะมีขนาดเซลล์ใหญ่ที่สุด เมื่อเปรียบเทียบขนาดเซลล์เฉลี่ยของยางแต่ละชนิดที่อบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อน กับอบโดยใช้ไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อนที่เวลาเท่ากัน การอบโดยใช้ไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อนมีแนวโน้มที่มีขนาดเซลล์ใหญ่กว่าสำหรับยางอีพิตีเอ็ม ยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม และยางเบลนด์



รูปที่ 4.83 ลักษณะเซลล์ของยางธรรมชาติอบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ที่อุณหภูมิ 180 °C



รูปที่ 4.84 ลักษณะเซลล์ของยางธรรมชาติอบโดยใช้ไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที ที่อุณหภูมิ 180 °C



รูปที่ 4.85 ลักษณะเซลล์ของยางอีพิตีเอ็ม อบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ที่อุณหภูมิ 180 °C



1 mm

รูปที่ 4.86 ลักษณะเซลล์ของยางอีพิตีเอ็ม อบโดยใช้ไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C



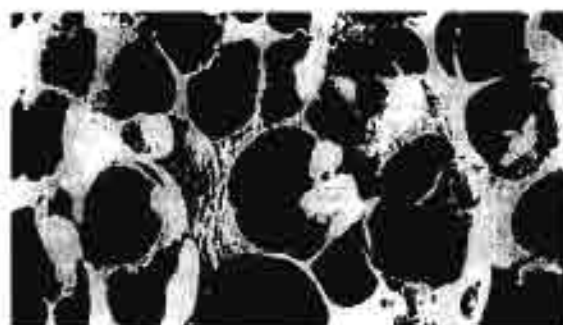
1 mm

รูปที่ 4.87 ลักษณะเซลล์ของยางมาลีเอคอีพิตีเอ็ม อบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C



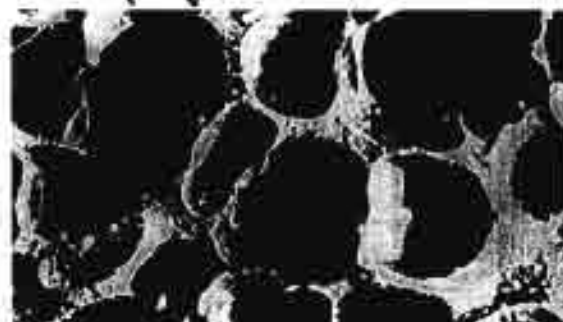
1 mm

รูปที่ 4.88 ลักษณะเซลล์ของยางมาลีเอคอีพิตีเอ็ม อบโดยใช้ไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C



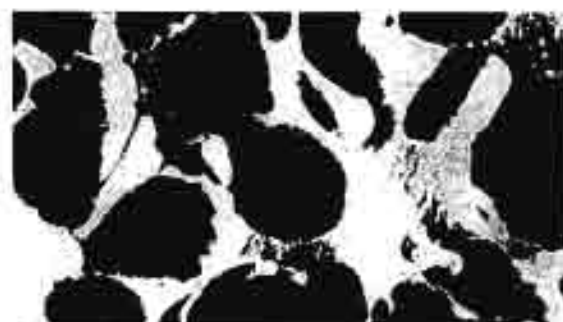
1 mm

รูปที่ 4.89 ลักษณะเซลล์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม อบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C



1 mm

รูปที่ 4.90 ลักษณะเซลล์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม อบโดยใช้ไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C



1 mm

รูปที่ 4.91 ลักษณะเซลล์ของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม อบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C

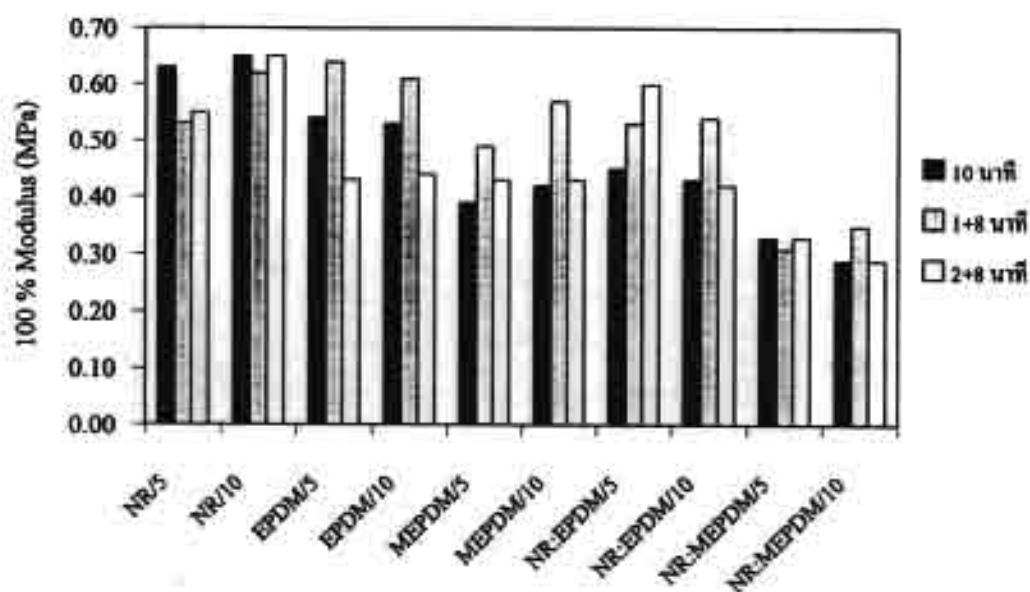


รูปที่ 4.92 ลักษณะเซลล์ของยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม อบโดยใช้ไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที ที่อุณหภูมิ 180°C

จากรูปที่ 4.83 - 4.92 แสดงลักษณะเซลล์ของยางธรรมชาติ ยางอีพีดีเอ็ม ยางมาลี-เอตอีพีดีเอ็ม ยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มและยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม โดยเปรียบเทียบลักษณะเซลล์ของโฟมยาง ที่อบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว 10 นาที กับลักษณะเซลล์ของโฟมยางที่อบด้วยเครื่องไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที จะเห็นได้ว่าเซลล์ของยางทุกชนิดที่เวลาอบเท่ากัน เป็นเซลล์ปิด มี rib ขนาดใหญ่ ผนังเซลล์หนา การอบโฟมยางโดยใช้เครื่องไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อนได้โฟมยางที่ขนาดเซลล์ใหญ่กว่าการอบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว โฟมยางธรรมชาติมีขนาดใหญ่ที่สุดรองลงมาเป็นโฟมยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติ ยางอีพีดีเอ็มและยางเบลนค์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ยางอีพีดีเอ็ม และยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มตามลำดับ ทั้งนี้จะเห็นได้ว่าขนาดเซลล์ของโฟมยางจะขึ้นอยู่กับความหนืดของสูตรยางแต่ละชนิด โดยยางที่มีความหนืดสูงจะมีขนาดเซลล์เล็กกว่ายางที่ความหนืดต่ำ ได้โฟมที่มีความหนาแน่นสูงกว่านั่นเอง

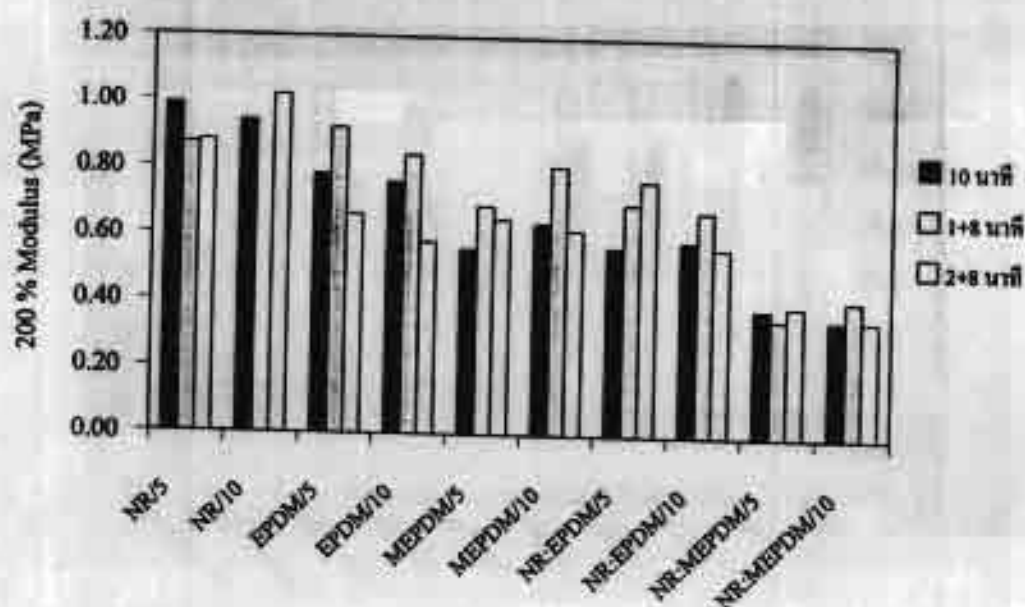
4.6.4 การทดสอบสมบัติมอดูลัส ความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถยืดจนขาดของโฟมยาง

เลือกโฟมยางจากด้ายขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 4.5 มิลลิเมตร เพื่อทดสอบสมบัติมอดูลัส ความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถยืดจนขาดของโฟมยางตามวิธีการทดลองในข้อ 3.3.6.5 ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.93-4.97



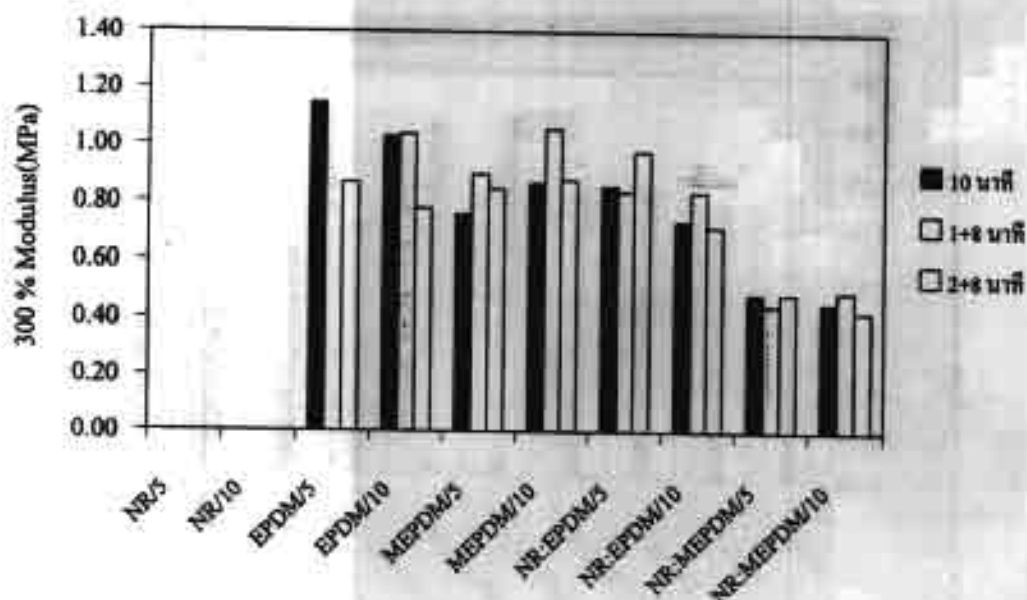
รูปที่ 4.93 มอดุลัสที่ระยะยืด 100 % ของโฟมยางอบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที และไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที

จากรูปที่ 4.93 แสดงค่ามอดุลัสที่ระยะยืด 100 % ของโฟมยางอบโดยใช้เวลาใกล้เคียงกันคือใช้ตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ใช้ไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที และใช้ไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที พบว่ายางชนิดเดียวกันใช้เวลาดำต่างกัน 5 phr ให้ค่ามอดุลัสที่ระยะยืด 100 % ไม่ต่างกัน แต่ชนิดยางมีผลต่อค่ามอดุลัสที่ระยะยืด 100 % มากกว่าคือ ยางธรรมชาติมีค่ามอดุลัสที่ระยะยืด 100 % มากที่สุด เนื่องจากความต้านทานต่อแรงดึงที่ดีของยางธรรมชาติ ส่วนยางแบลนด์ของยางธรรมชาติกับยาง มาลีเอคอีพีดีเอ็มให้ค่ามอดุลัสที่ระยะยืด 100 % น้อยที่สุด การใช้ไมโครเวฟทำให้ค่ามอดุลัสที่ระยะยืด 100 % ของยางอีพีดีเอ็ม ยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มและยางแบลนด์ เพิ่มขึ้น



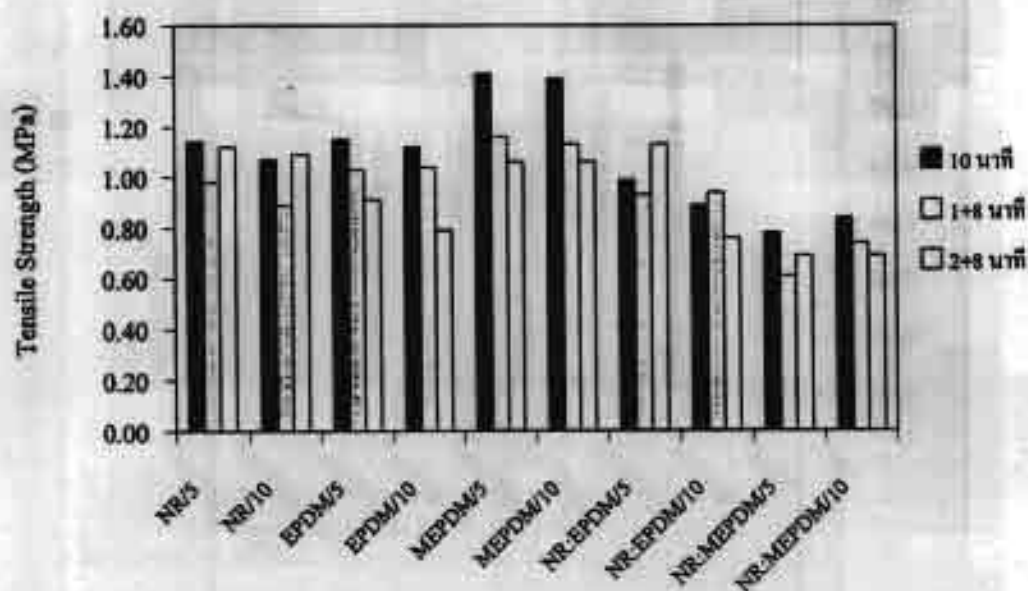
รูปที่ 4.94 มอดูลัสที่ระยะยืด 200 % ของโฟมยางอบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที และไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที

จากรูปที่ 4.94 แสดงค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 200 % ของโฟมยางที่อบโดยใช้เวลาอบใกล้เคียงกันพบว่ามอดูลัสที่ระยะยืด 200 % ของยางธรรมชาติมีค่ามากที่สุด ที่ทุกสภาวะการอบรองลงมาคือ ยางอีพดีเอ็ม ยางมาลีเอคอีพดีเอ็ม ยางเบลนค์ระหว่างยางอีพดีเอ็มและยางธรรมชาติ ยางเบลนค์ระหว่างยางมาลีเอคอีพดีเอ็มและยางธรรมชาติตามลำดับ การใช้ไมโครเวฟอบยาง 1 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อนทำให้ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 200 % สูงขึ้น ยกเว้นในสูตรยางธรรมชาติ



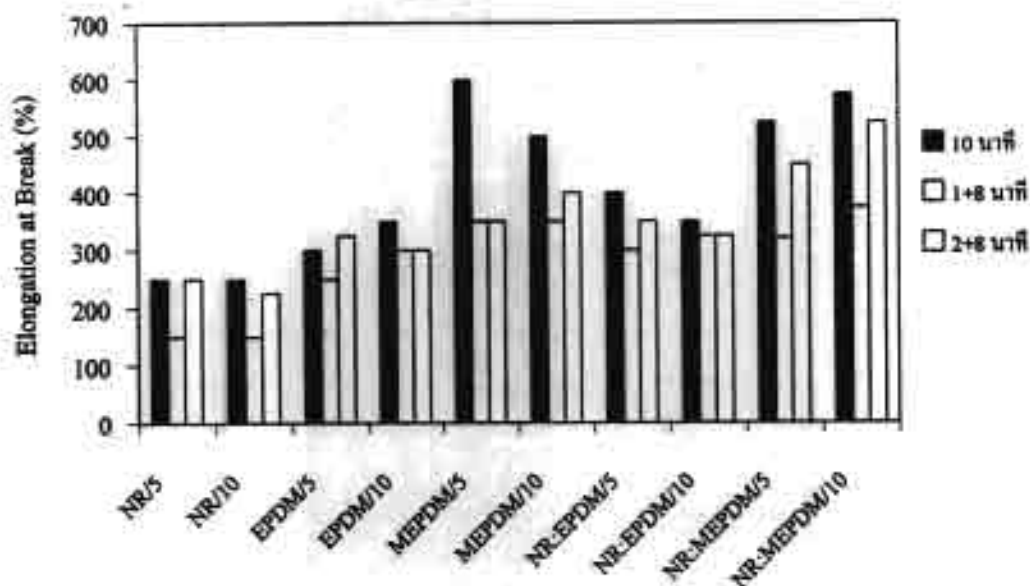
รูปที่ 4.95 มอดูลัสที่ระยะยืด 300 % ของโฟมยาง อบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที และไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที

จากรูปที่ 4.95 แสดงค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300 % ของโฟมยางพบว่ายางธรรมชาติไม่สามารถยืดได้ถึง 300 % อาจเนื่องจากพันธะเชื่อมขวางที่มากกว่า ส่วนยางอีพิตีเอ็ม ยางมาลิตีเอ็ม ยางบลอนด์ระหว่างยางอีพิตีเอ็มและยางธรรมชาติมีค่าใกล้เคียงกันส่วนยางบลอนด์ระหว่างธรรมชาติกับยางมาลิตีเอ็มให้ค่า มอดูลัสที่ระยะยืด 300 % น้อยที่สุดทั้งนี้เนื่องจากยางมีความหนาแน่นต่ำนั่นเอง



รูปที่ 4.96 ความต้านทานต่อแรงดึงของโพลียูรีเทนด้วยตัวเชื่อมอากาศร้อน 10 นาที ไมโครเวฟ 1 นาทีร่วมกับตัวเชื่อมอากาศร้อน 8 นาที และไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตัวเชื่อมอากาศร้อน 8 นาที

จากรูปที่ 4.96 แสดงค่าความต้านทานต่อแรงดึง พบว่าค่าความต้านทานต่อแรงดึงของโพลียูรีเทนด้วยตัวเชื่อมอากาศร้อนมีค่าสูงที่สุด ส่วนความต้านทานต่อแรงดึงของยางธรรมชาติ ยางอีพียูรีเทน และยางเบสตันระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพียูรีเทนมีค่าใกล้เคียงกัน ส่วนยางเบสตันระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพียูรีเทนให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงน้อยที่สุด โดยจะสังเกตได้ว่าความต้านทานต่อแรงดึงมีแนวโน้มขึ้นอยู่กับความหนาแน่นของโพลียูรีเทนนั้นคือ โพลียูรีเทนที่มีความหนาแน่นสูงจะมีแนวโน้มให้ความต้านทานต่อแรงดึงสูง



รูปที่ 4.97 ความสามารถยืดจนขาด (%) ของโฟมยางอบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที ไมโครเวฟ 1 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที และไมโครเวฟ 2 นาทีร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที

จากรูปที่ 4.97 พบว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดี-เอ็มให้ค่าความสามารถยืดจนขาด (%) สูงที่สุด รองลงมาคือ ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม ยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ยางอีพีดีเอ็มและยางธรรมชาติตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณการเกิดพันธะเชื่อมโยงของยางธรรมชาติมากที่สุดและลักษณะเซลล์ใหญ่มีผนังเซลล์บางกว่าจึงทำให้สามารถยืดได้ไ้บ่อย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็ม

5.1.1 การเตรียมยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็ม

นำยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มวิเคราะห์ด้วยเครื่อง $^1\text{H-NMR}$ พบ เคมีคัลลิกซ์พีทซ์ของโปรตอน ที่ตำแหน่ง 4.506 ppm แสดงว่าโพรเมทิลเข้าไปในโครงสร้างยางที่ตำแหน่งพันธะคู่

5.1.2 สมบัติทางรีโอโลยีของยาง

ความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนของยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มที่เตรียมได้มีค่าสูงกว่ายางอีทีดีเอ็มและยางธรรมชาติ และยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็ม เกิดความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนที่สูงกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีทีดีเอ็มทุกอัตราส่วนการเบลนด์

5.1.3 อุณหภูมิสภาพแก้ว

ยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มที่เตรียมได้มีค่าอุณหภูมิสภาพแก้ว ที่สูงกว่ายางอีทีดีเอ็มเล็กน้อยและเมื่อนำยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มมาเบลนด์กับยางธรรมชาติ พบว่า อุณหภูมิสภาพแก้วของยางเบลนด์มีสองค่า เช่นเดียวกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีทีดีเอ็ม

5.1.4 ลักษณะการวัลคาไนซ์และพลังงานการกระตุ้น

ยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็ม มี Scorch time และ Cure time ต่ำกว่ายางอีทีดีเอ็ม คือ วัลคาไนซ์ได้เร็วกว่ายางอีทีดีเอ็ม และเมื่อนำยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มมาเบลนด์กับยางธรรมชาติพบว่า ที่อัตราส่วนการเบลนด์ 75/25 และ 50/50 มีค่า Scorch time และ Cure time ใกล้เคียงกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีทีดีเอ็ม แต่เมื่อปริมาณของยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มเพิ่มขึ้น คือ ที่อัตราส่วน 25/75 ค่า Scorch time และ Cure time ต่ำกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีทีดีเอ็ม

ยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มมีค่าพลังงานการกระตุ้นน้อยที่สุด รองลงมาคือยางธรรมชาติชนิด STR20, STR 5L, RSS NO.3 และยางอีทีดีเอ็ม ตามลำดับ

5.1.5 การกระจายความเข้มข้นในแต่ละเฟสยาง

การกระจายความเข้มข้นของยางในแต่ละเฟสของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มดีกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีทีดีเอ็ม

5.1.6 ความทนต่อแรงดึงและความสามารถยึดจนขาด

ความทนต่อแรงดึงและความสามารถยึดจนขาดของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรเมทิลอีทีดีเอ็มมีค่าสูงกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีทีดีเอ็มทั้งก่อนและหลังบ่มเร่งในทุกอัตราส่วนการเบลนด์ อันเนื่องมาจาก การกระจายตัวของความเข้มข้นของยางแต่ละเฟสในยางเบลนด์ที่ดีขึ้น

5.1.7 ความทนต่อความร้อน

ยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มสามารถทนความร้อนได้ต่ำกว่ายางอีพิตีเอ็ม แต่ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มสามารถทนความร้อนได้ดีกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มในทุกสัดส่วนการเบลนด์ ทั้งยางดิบและยางวัลคาไนซ์

5.1.8 ความต้านทานต่อโอโซน

ความต้านทานต่อโอโซนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรมิเนตอีพิตีเอ็มเทียบเท่ากับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มในทุกอัตราส่วนการเบลนด์

5.2 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม

5.2.1 การเตรียมยางมาลีเอตอีพิตีเอ็ม

เมื่อใช้มาลีอิกแอนไฮไดรด์เพิ่มมากขึ้นในการเตรียมยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มจะทำให้เปอร์เซ็นต์เจลเพิ่มมากขึ้น เมื่อใช้เวลาและอุณหภูมิในการผสมเพิ่มขึ้นจะทำให้เปอร์เซ็นต์เจลเพิ่มมากขึ้นการเพิ่มอุณหภูมิผสมมีผลต่อการเพิ่มของเปอร์เซ็นต์เจลมากกว่าเวลาในการผสม เปอร์เซ็นต์เจลของยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มสูตร 5m-200 มากที่สุด รองลงมาเป็น 3m-200, 5m-180 และ 3m-180 ตามลำดับ

เมื่อนำยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มมาหาปริมาณการกราฟต์ด้วยเครื่อง FT-IR พบว่าการเพิ่มปริมาณมาลีอิกแอนไฮไดรด์ไม่ทำให้ปริมาณการกราฟต์เพิ่มขึ้น การแปรปริมาณมาลีอิกแอนไฮไดรด์จะให้ปริมาณการกราฟต์มากที่สุดเมื่อใช้มาลีอิกแอนไฮไดรด์ 2 phr รองลงมาเป็น สูตรที่ใช้มาลีอิกแอนไฮไดรด์ 4 phr, 3 phr และ 1 phr ตามลำดับ การแปรสภาวะในการผสมได้ปริมาณการกราฟต์มาลีอิกแอนไฮไดรด์มากที่สุด เมื่อใช้เวลาการผสม 3 นาที ที่อุณหภูมิ 180 °C รองลงมาคือ ใช้เวลาผสม 5 นาที ที่อุณหภูมิ 180 °C, ใช้เวลาผสม 5 นาที ที่อุณหภูมิ 200 °C และใช้เวลาผสม 3 นาที ที่อุณหภูมิ 200 °C ตามลำดับ การหาปริมาณการกราฟต์ด้วยวิธีการไตเตรต พบว่าปริมาณการกราฟต์มีแนวโน้มเกี่ยวกับการหาปริมาณการกราฟต์โดยใช้เครื่อง FT-IR สภาวะที่ให้ปริมาณการกราฟต์มากที่สุดคือ สภาวะที่ใช้ปริมาณมาลีอิกแอนไฮไดรด์ 2 phr ผสมที่อุณหภูมิ 180 °C เวลาผสม 3 นาที โดยให้ปริมาณกราฟต์เท่ากับ 0.154% โดยน้ำหนัก

5.2.2 การศึกษาสมบัติทางรีโอโลยีของยางดิบ

ความเหนียว และความหนืดเหนียวของยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มที่เตรียมได้มีค่าสูงกว่ายางอีพิตีเอ็มและยางธรรมชาติ ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพิตีเอ็มเกิดความเหนียวและความหนืดเหนียวที่สูงกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็มในทุกอัตราส่วนการเบลนด์

5.2.3 อุณหภูมิสภาพแก้ว

ยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มที่เตรียมได้มีอุณหภูมิสภาพแก้วที่ใกล้เคียงกับยางอีพีดีเอ็ม และอุณหภูมิสภาพแก้วของยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับมาลีเอคอีพีดีเอ็มมีสองค่า เช่นเดียวกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม

5.2.4 ลักษณะการวัลคาไนซ์ และพลังงานกระตุ้นการวัลคาไนซ์

ยางมาลีเอคอีพีดีเอ็ม มีค่า Scorch time สั้นลงและ Cure time มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย และเมื่อนำยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มมาเบลนด์กับยางธรรมชาติพบว่า ที่อัตราส่วนการเบลนด์ NR/MEPDM 75/25 , 50/50 และ 25/75 ค่า Scorch time มีค่าน้อยลง และค่า Cure time มีค่ามากขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มที่สัดส่วนเดียวกัน

ยางมาลีเอคอีพีดีเอ็ม มีพลังงานกระตุ้นการวัลคาไนซ์ที่สูงกว่ายางอีพีดีเอ็มเล็กน้อย โดยยางธรรมชาติมีค่าต่ำกว่า โดยที่ยาง RSS No.3 มากที่สุด รองลงมาคือ STR 5L และ STR 20 ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่ายางธรรมชาติใช้พลังงานในการกระตุ้นให้เกิดการวัลคาไนซ์ที่ต่ำกว่ายางอีพีดีเอ็ม และยางมาลีเอคอีพีดีเอ็ม

5.2.5 ความเข้มพันธะของยาง

ความเข้มพันธะของยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มมีค่าน้อยกว่ายางอีพีดีเอ็ม และเมื่อนำยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มมาเบลนด์กับยางธรรมชาติ ทำให้การกระจายความเข้มพันธะของยาง ในแต่ละเฟสดีกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม

5.2.6 ความทนต่อแรงดึงและความสามารถยืดจนขาด

ความทนต่อแรงดึงและความต้านทานต่อการยืดของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มมีค่าสูงกว่ายางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม ทั้งก่อนและหลังบ่มแรงในทุกสัดส่วนการเบลนด์ อันเนื่องมาจาก การกระจายตัวของความเข้มพันธะของยางแต่ละเฟสในยางเบลนด์ที่ดีขึ้น

5.2.7 ความทนต่อความร้อน

ยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มสามารถทนความร้อนต่ำกว่ายางอีพีดีเอ็ม ส่วนยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีดีเอ็ม พบว่าที่สัดส่วนยางมาลีเอคมาก (50 และ 75%) มีความทนต่อความร้อนสูงกว่ายางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม แต่ที่อัตราส่วนยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มเท่ากับ 75/25 มีค่าต่ำกว่า

5.2.8 ความต้านทานต่อโอโซน

ความต้านทานต่อโอโซนของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอคอีพีดีเอ็มเทียบเท่ากับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็มในทุกสัดส่วนการเบลนด์ ยกเว้นเฉพาะในยางเบลนด์ NR/MEPDM ที่อัตราส่วน 75/25 มีค่าที่ต่ำกว่ายางเบลนด์ NR/EPDM ที่อัตราส่วนเดียวกัน

5.3 การเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์

5.3.1 การเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์

เมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจะทำให้เกิดปริมาณหมู่อิพอกไซด์ในยางธรรมชาติเพิ่มขึ้น การเตรียมยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 และ 50 (ENR-25 และ ENR-50) โดยการทำให้ปฏิกิริยาของน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียสูงกับกรดเปอร์ฟอร์มิกที่อุณหภูมิ 50 °C โดยที่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 ใช้เวลาทำปฏิกิริยา 4.5 ชั่วโมง และยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 50 ใช้เวลาทำปฏิกิริยา 7.5 ชั่วโมง

5.3.2 สมบัติทางรีโอโลยีของยางเบลนด์

ค่าความต้านเฉือนและค่าความหนืดเฉือนของยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 50 มีค่าสูงสุด รองลงมาคือ ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 ยางโบรโมปิวไทล์ และยางธรรมชาติ ตามลำดับ

ยางเบลนด์ระหว่างยางโบรโมปิวไทล์กับยางธรรมชาติทำให้ค่าความต้านเฉือนและค่าความหนืดเฉือนอยู่ระหว่างยางโบรโมปิวไทล์และยางธรรมชาติเดี่ยวทุกอัตราส่วนการเบลนด์ โดยที่อัตราส่วน 25/75 มีค่าสูงสุด รองลงมาคือที่อัตราส่วน 25/75 และ 50/50 ตามลำดับ

ยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานทำให้ค่าความต้านเฉือนและความหนืดเฉือนทุกอัตราส่วนการเบลนด์ต่ำกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์เล็กน้อย

สำหรับยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์ที่มีเติมเขม่าดำทำให้ค่าความต้านเฉือนและความหนืดเฉือนทุกอัตราส่วนการเบลนด์สูงกว่ายางเบลนด์ที่ไม่เติม

ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์พบว่าไม่มีความเข้ากันได้ ขณะที่อัตราส่วน 50/50 และ 45/45/10 มีแนวโน้มเข้ากันได้เล็กน้อย และยางเบลนด์ที่เติมเขม่าดำมีความเข้ากันได้ทุกอัตราส่วน

5.3.3 อุณหภูมิสภาพแก้ว

อุณหภูมิสภาพแก้วของยางธรรมชาติและยางโบรโมปิวไทล์มีค่าเท่ากับ -59.33 และ -58.00°C ตามลำดับ ยางธรรมชาติอิพอกไซด์มีอุณหภูมิสภาพแก้วสูงกว่ายางธรรมชาติ และสูงขึ้นตามปริมาณหมู่เปอร์เอินต์อิพอกไซด์ นั่นคือยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 และ 50 มีค่าเท่ากับ -38.17 และ -27.50°C ตามลำดับ

อุณหภูมิสภาพแก้วของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมปิวไทล์มีเพียงค่าเดียวคือเท่ากับ -59.5 °C ยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 และ 50 เป็นตัวเชื่อมประสานมีค่าเดียวเช่นกัน คือมีอุณหภูมิสภาพแก้วเท่ากับ -59.17 และ -59.33°C ตามลำดับ ซึ่งทั้งยางเบลนด์และยางเดี่ยวมีอุณหภูมิสภาพแก้วที่ใกล้เคียงกัน

5.3.4 ลักษณะการวัลคาไนซ์

ยางโบรโมปิวไทล์มีลักษณะการวัลคาไนซ์เป็นแบบ Marching cure ยางธรรมชาติมีลักษณะการวัลคาไนซ์เป็นแบบ Flat cure ขณะที่ยางธรรมชาติอิพอกไซด์มีลักษณะการวัลคาไนซ์เป็นแบบ Reversion cure

ลักษณะการวัดคาบของยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์ที่อัตราส่วน 75/25 และ 50/50 เป็นแบบ Reversion cure ขณะที่อัตราส่วน 25/75 เป็นแบบ Marching cure

สำหรับยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานเปรียบเทียบกับยางเบลนด์อัตราส่วนใกล้เคียงกันพบว่ามีการวัดคาบในซีเช่นเดียวกับยางเบลนด์ที่ไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์

5.3.5 สมบัติทางฟิสิกส์ของยางเบลนด์วัดคาบในซี

การเพิ่มปริมาณยางโพรโมบิวไทล์ในยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์และยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน ทำให้ค่าโมดูลัส ความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืดจนขาด ความกระด้างตัว และ Compression set (%) ลดลง ขณะที่ค่าความแข็งเพิ่มขึ้น

ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ มีค่าโมดูลัสและความแข็งสูงกว่ายางธรรมชาติและสูงขึ้นตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ ขณะที่ค่าความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืด ความกระด้างตัว และ Compression set (%) ต่ำกว่ายางธรรมชาติและต่ำลงตามปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในยางธรรมชาติ

5.3.6 สมบัติความทนความร้อน

ยางวัดคาบในซีของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 50 สามารถทนต่อความร้อนได้ดีที่สุด รองลงมาคือ ยางโพรโมบิวไทล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 และยางธรรมชาติ ตามลำดับ

ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์สามารถทนต่อความร้อนได้ดีกว่ายางธรรมชาติเดี่ยวทั้งยางดิบและยางวัดคาบในซี ความสามารถด้านความทนต่อความร้อนของยางเบลนด์ดิบ และวัดคาบในซีอยู่ระหว่างยางเดี่ยว

สำหรับยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน พบว่าความสามารถทนต่อความร้อนดีขึ้นกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์

5.3.7 สมบัติเชิงพลวัตของยางเบลนด์

ยางโพรโมบิวไทล์มีค่า $\tan \delta$ สูงกว่ายางธรรมชาติ ขณะที่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีค่า $\tan \delta$ ต่ำกว่ายางธรรมชาติ โดยที่ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 25 และ 50 มีค่าที่ใกล้เคียงกัน

ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโพรโมบิวไทล์มีค่า $\tan \delta$ ต่ำกว่ายางธรรมชาติและยางโพรโมบิวไทล์เดี่ยว

สำหรับยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานมีค่า $\tan \delta$ ต่ำกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มียางธรรมชาติอีพอกไซด์

5.4 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางวัลคาไนซ์

5.4.1 ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์

ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 50 มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุด รองลงมาคือ ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 ยางธรรมชาติ และยางโบรโมบิวไทล์ ตามลำดับ

ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์ มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกอยู่ระหว่างยางธรรมชาติและยางโบรโมบิวไทล์เดี่ยว

ยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสาน มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์ และการเพิ่มอัตราส่วนยางธรรมชาติอิพอกไซด์ทำให้ยางเบลนด์มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงขึ้นและเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์

5.4.2 ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม

ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางจะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ปริมาณขมำค่าเพิ่มขึ้น ที่ปริมาณขมำค่า 5 phr ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางมาลิเอตอีพิตีเอ็มมีค่ามากที่สุด รองลงมาเป็น ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ยางอีพิตีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลิเอตอีพิตีเอ็ม และยางธรรมชาติ ตามลำดับ เมื่อใช้ขมำค่า 10 phr ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของยางธรรมชาติมากที่สุด รองลงมาเป็น ยางมาลิเอตอีพิตีเอ็ม ยางอีพิตีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลิเอตอีพิตีเอ็ม และยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม ตามลำดับ

5.5 อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นของยางที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ

5.5.1 ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์

ยางคอมเปอร์ที่ผ่านการอบด้วยคลื่นไมโครเวฟ พบว่ายางโบรโมบิวไทล์มีอุณหภูมิเพิ่มขึ้นสูงที่สุด รองลงมาคือ ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 50 ยางธรรมชาติอิพอกไซด์ 25 และยางธรรมชาติ ตามลำดับ

ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางโบรโมบิวไทล์มีอุณหภูมิเพิ่มขึ้นอยู่ระหว่างยางธรรมชาติและยางโบรโมบิวไทล์เดี่ยว

สำหรับยางเบลนด์ที่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์เป็นตัวเชื่อมประสานมีอุณหภูมิเพิ่มขึ้นสูงกว่ายางเบลนด์ที่ไม่มียางธรรมชาติอิพอกไซด์ และการเพิ่มอัตราส่วนยางธรรมชาติอิพอกไซด์ทำให้ยางเบลนด์มีอุณหภูมิสูงขึ้นและเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อิพอกไซด์

5.5.2 ยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางอีพิตีเอ็ม

ยางเบลนด์ของยางมาลิเอตอีพิตีเอ็มและยางมาลิเอตอีพิตีเอ็ม มีอุณหภูมิสูงที่สุด เนื่องจากความเป็นขั้วของยาง ปริมาณขมำค่ามากขึ้นทำให้ยางมีอุณหภูมิสูงขึ้น

5.6 การเตรียมโฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม และสมบัติของโฟมยางที่ได้

5.6.1 การเตรียมโฟมยาง

สูตรยางที่ใช้ทำโฟมเมื่อผสมที่สภาวะเดียวกันและปริมาณเข้าเท่าๆกัน ยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มมีค่าความหนืดสูงในมากที่สุด รองลงมาเป็นยางอีพีดีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติ กับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม และยางธรรมชาติ ตามลำดับ

เมื่อนำยางที่อบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที อบด้วยเครื่องไมโครเวฟ 1 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที และอบด้วยเครื่องไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที มาเปรียบเทียบกัน พบว่าเปอร์เซ็นต์การขยายตัวของยางจะขึ้นอยู่กับความหนืดของคอมปาวด์ ส่วนสภาวะการอบมีผลต่อเปอร์เซ็นต์การขยายตัวคือ การอบโดยใช้เครื่องไมโครเวฟจะได้ยางที่มีเปอร์เซ็นต์การขยายตัวสูงกว่า

5.6.2 ความหนาแน่นของโฟมยาง

ความหนาแน่นของโฟมยางจะลดลงเมื่อเพิ่มเวลาอบ และจะเริ่มคงที่เมื่ออบ 6 นาที เปรียบเทียบความหนาแน่นของโฟมยางแต่ละชนิดที่ใช้เวลาอบใกล้เคียงกัน พบว่าความหนาแน่นจะขึ้นอยู่กับความหนืดของคอมปาวด์ โดยที่โฟมยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มมีความหนาแน่นมากที่สุด รองลงมาคือโฟมยางอีพีดีเอ็ม โฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม โฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม และโฟมยางธรรมชาติ ตามลำดับ โดยสภาวะการอบยางที่ใช้เครื่องไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อนทำให้ความหนาแน่นของโฟมยางมีค่าน้อยกว่าการอบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว

5.6.3 ลักษณะและขนาดเซลล์ของโฟมยาง

ขนาดเซลล์ของโฟมยางที่อบด้วยตู้อบอากาศร้อน 10 นาที กับยางที่อบด้วยเครื่องไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที พบว่าการใช้เครื่องไมโครเวฟร่วมกับตู้อบอากาศร้อนทำให้ขนาดเซลล์ของโฟมยางมีแนวโน้มที่จะโตกว่าการอบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว

โฟมยางที่ได้จากยางทุกชนิดมีลักษณะเป็นเซลล์ปิด มีผนังเซลล์หนาโดยเฉพาะยางที่มีความหนืดสูงคือยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม และยางอีพีดีเอ็ม การอบยางที่เวลา 12 และ 14 นาที จะทำให้เซลล์ของโฟมยางบางเซลล์แตกออก โดยเฉพาะในโฟมยางธรรมชาติ โฟมยางธรรมชาติมีขนาดเซลล์ใหญ่ที่สุด รองลงมาคือโฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม โฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม โฟมยางอีพีดีเอ็ม และโฟมยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ตามลำดับ

5.6.4 มอดูลัสของโฟมยาง

มอดูลัสของโฟมยางที่ระยะยืด 100%, 200% และ 300% ของโฟมยางที่ใช้เวลาอบใกล้เคียงกัน พบว่าโฟมยางธรรมชาติมีค่ามอดูลัสมากที่สุด รองลงมาเป็นโฟมยางอีพีดีเอ็ม โฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม โฟมยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม และโฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบสภาวะการอบ พบว่าการอบโดยใช้ไมโครเวฟ 1 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที ให้ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100%, 200% และ 300% มีแนวโน้มสูงที่สุด ส่วนการอบโดยใช้เครื่องไมโครเวฟ 2 นาที ร่วมกับตู้อบอากาศร้อน 8 นาที กับการอบโดยใช้ตู้อบอากาศร้อนเพียงอย่างเดียว ให้ค่ามอดูลัสใกล้เคียงกัน

5.6.5 ความต้านทานต่อแรงดึงของโฟมยาง

โฟมยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มมีความต้านทานต่อแรงดึงสูงสุด รองลงมาเป็นโฟมยางธรรมชาติ ยางอีพีดีเอ็ม โฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม และโฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติ กับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม ตามลำดับ

5.6.6 ความสามารถยืดจนขาดของโฟมยาง

โฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มมีความสามารถยืดจนขาดสูงสุด รองลงมาเป็นโฟมยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม โฟมยางเบลนด์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางอีพีดีเอ็ม และยางธรรมชาติ ตามลำดับ

ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

1. ควรมีการศึกษาสมบัติทางพลวัตของยางเบลนด์ NR/BIIR/ENR ให้ละเอียด เพราะมีอนาคตในการนำไปใช้ในงานด้านยางรับแรงสั่นสะเทือน และยางล้อรถยนต์
2. จากอัตราการวัลคาไนซ์ที่ขึ้นของยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม และยางโบรมิเนตอีพีดีเอ็ม การทำโฟมยางเบลนด์ยางธรรมชาติกับยางมาลีเอตอีพีดีเอ็มหรือยางโบรมิเนตอีพีดีเอ็ม น่าจะเป็นอนาคตที่ดีในการวิจัยในระดับอุตสาหกรรม ที่การแปรรูปด้วยเครื่องเอ็กซ์ทราูด สามารถทำได้ที่อุณหภูมิสูงกว่าที่ห้องปฏิบัติการมาก จะทำให้สามารถแปรรูปยางมาลีเอตอีพีดีเอ็ม และยางเบลนด์ได้ง่ายขึ้น และตู้อบไมโครเวฟระดับอุตสาหกรรมมีกำลังที่สูงกว่า การออกสูตรโฟมยางทำได้ง่ายขึ้นเพื่อให้ได้โฟมยางที่มีความหนาแน่นต่ำ และมีสมบัติที่ดี

เอกสารอ้างอิง

- เจริญ นาคะสรรค์. 2542. กระบวนการแปรรูปพลาสติก. สำนักพิมพ์นิติธรรม. กรุงเทพมหานคร.
บุญธรรม นิธิอุทัย และปรีชา ป้องภัย. 2534. คู่มือปฏิบัติการเทคโนโลยียาง I. คณะวิทยาศาสตร์
และเทคโนโลยี. มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี.
- พรพรรณ นิธิอุทัย. 2540. ยาง เทคนิคการออกสูตร. คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี.
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- พิมพ์จิต ดามพวรรณ และวัชรินทร์ รุกขไชยศิริกุล. 2539. สเปกโตรสโกปีของสารอินทรีย์.
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. สงขลา.
- อดิศักดิ์ รุ่งวิชานีวัฒน์. 2542. เอกสารประกอบการเรียนวิชา 741-411การวิเคราะห์ยางและสารเคมี
ผสมยาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี.
- Alex, R., De, P.P. and De, S.K. 1989. Self-vulcanizable rubber blend system based on
Epoxidized Natural rubber and carboxylated nitrile rubber, *J. Polym Sci : Part C: Polym Let.*, 27 : 361-367.
- Boey, F.Y.C. and Rath, Santosh Kumar. 2000. Microwave Radiation Curing of Polymers
: Using a Temperature Equivalent Method for Cure Reaction Analysis. *Advances in Polymer Technology*, 19(3) : 194-202.
- Booth, D.A., Brown, P.P. and Mayor, L. 1965. Selection of Component for Anti-vibration
and Shock Absorption. *Rubber and Plastics Age*. Febuary : 173
- Brazier, D.W. 1980. *Rubber Chemistry and Technology*. 53(3) : 438
- Brown, P.S., Loadman, M. J. R. and Tinker, A. J. 1992. Applications of FT-NMR to
Crosslink Density Determinations in Natural Rubber Blend Vulcanizates. *Rubber Chemistry and Technology*, 65(4) : 744-760.
- Brown, P.S. and Tinker, A.J. 1996. "Effect of Modifying EPDM on the Crosslink
Distribution in NR/EPDM Blends". *Journal of Natural Rubber Research*, 11(4) :
227-239.
- Brydson, J.A. 1988. "Rubber materials and their compounds". Elsevier Applied Science.
London. : 82
- Coran, A.Y. 1988. Blends of Dissimilar rubber-cure-rate Incompatibility. *Rubber Chemistry and Technology*, 61 : 281.
- Coran, A.Y. 1991. Anisotropy of Ultimate Properties in Vulcanize of EPDM/High-Diene-
Rubber Blends. *Rubber Chemistry and Technology*, 64 : 801-812.
- Carone, E., Kopcak, U., Goncalves, M.C. and Nunes, S.C. 1999. In Situ

Compatibilization of Polyamide 6/Natural Rubber Blends with Maleic Anhydride. *Polymer*, **41** : 5929-5935.

Davey, J.E. and Loadman, M.J.R. 1984. *Br. Polym.* **16** : 134-138.

David, B.R., Lim, K.L. and Law, K.S. 1984. Epoxidation of natural rubber latices : Methods of Preparation and properties of modified rubber. *J. Appl. Polym. Sci.* **29** :1661-1673.

Garcia-Martinez, J.M., Laguna, O., Areso, S. and Collar, E.P. 1999. FTIR Quantitative Characterization of Chemically Modified Polypropylene Containing Succinic Grafted Groups. *Journal of Applied Polymer Science*, **73** : 2837-2847.

Gelling, I.R. 1984. Modification of natural rubber latex with peracetic acid. *Rubber Chem. Technol.* **57** : 86-96

Grigoryeva Olga, P. and Karger-Kocsis, Jozsef. 2000. Melt Grafting of Maleic Anhydride onto an Ethylene-Propylene-Diene Terpolymer (EPDM). *European Polymer Journal*, **36** : 1419-1429.

Grigoryeva Olga, P., and Jozsef Karger-Kocsis. 2000. "Melt grafting of maleic anhydride onto an ethylene-Propylene-diene terpolymer (EPDM)". *European Polymer Journal*, **36**: 1419-1429.

Hanna, F.F., Abdel-Nour, K.N. and Abd-El-Messieh, S.L. 1992. *Polymer Degradation and Stability*, **35** : 49-52.

Hofmann, W. 1989. *Rubber Technology Handbook*. Hanser Publishers. Munich.

Klemper, Daneil and Frisch, C. 1991. "Polymeric Foam". Hanser, New York.

Kundu, P.P. Tripathy, D.K. and Gupta, B.R. 1996. Effect of Rheological Parameters on the Miscibility and Black-Filled Blends of EVAc and CR. *J. Appl. Polym. Sci.* **61** : 1971- 1975

Kundu, P.P. Bhattacharya, A.K. and Tripathy, D.K. 1997. Rheological properties of the Blends of Polycholoprene with Poly [ethylene (vinyl acetate)] . *J. Appl. Polym. Sci.* **66** : 1759-1765.

Luccese, Laurence, Liauw, C.M., Allen, N.S., Edge, M., Thomson, F. and Whitehouse, R.S. 2000. Use of Microwave Dielectric Loss Spectroscopy for Characterisation of Natural Rubber/Carbon Black Composites. *Polymer Bulletin*, **44** : 187-194.

Rizza, E., Loken, C., Bliton, M., Roettiger, K., Burns, J.O. and Owen, F.N. "X-ray and Radio Interactions In the Cores of Cooling Flow Clusters". University of Missouri. USA.

- Sengundid, A. and Konar, B. D. 1997. "Cure characteristics of ethylene propylene diene rubber-polypropylene blends.1.Calculation of state of cure in blends containing conventional sulfur curing system under variable time-temperature conditions". *Journal of Polymer Science*, **66(7)** : 1231-1236.
- Sudhin, D. and Davis, L. J. 1996. "Polymeric compatibilizers use's and benefits in polymer blends". Hanser Publishing., Cincinnati.
- Schnieder, W.C., Carter, W.C., Margat, M. and Smyth, C.F. 1945. *Journal of American Chemical Society*, **67** : 49-52.
- Tinker, A.J., 1995. "Distribution of crosslink in vulcanized blends". *Rubber Chemistry and Technology*, **68** : 461-479.
- Tsai, C., Huang, C. and Tsiang, R.C. 1999. "Preparing A Functionalized Thermoplastic Elastomer-Bromination and Synthesis of Poly (p-methylstyrene-co-stryrene)-block-poly (ethylene-co-butene)-block-poly(p-methylstyrene-co-styrene)". *Journal of Polymer Science Part A : Polymer Chemistry*, **37** : 4108-4116.
- Ultraki, L. A. and Kamal, M. R. 1982. *Polym. Eng. Sci.*, **22** : 96.
- Wake, W.C., Tido, B.K. and Loadman, M.J.R. 1983. "Analysis of rubber and rubber like polymer", Applied Science Publisher. England.
- Yoon, J.R., Hashim, A.S., Kawabata, N. and Kohjiya, S. 1996. "Blends of Brominated EPDM and NR". *Rubber World*, **213(4)** : 20-24.
- Younan, A.F., Chonrim, A.M., Tawfik, A.A.A. and Abdel-Nour, K.N. 1995. *Polymer Degradation and Stability*, **49** : 215-222.

Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

1. ผลงานตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ

2. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

ในเชิงวิชาการ โดยมีการพัฒนาในการเรียนการสอน ในการวิจัยของนักศึกษา ทำให้นักศึกษาได้พัฒนากระบวนการเรียนรู้ ค้นคว้าหาความรู้ใหม่เพิ่มเติม

3. อื่น ๆ

ได้เสนอผลงานในที่ประชุม International Polymer Symposium 2001 ในการประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย วทท.27 16-18 ตุลาคม 2544 ณ โรงแรมลีการ์เดนส พลาซ่า หาดใหญ่ สงขลา ในหัวข้อเรื่อง Rheological Properties Behaviour and Compatibility of NR/Brominated EPDM and NR/EPDM Blends

ภาคผนวก

บทความที่เตรียมสำหรับตีพิมพ์

1. RHEOLOGICAL PROPERTIES BEHAVIOUR AND COMPATIBILITY OF NR/EPDM AND NR/BROMINATED EPDM BLENDS
2. EFFECT OF RUBBER RATIO, CARBON BLACK AND ACCELERATOR LEVEL ON NR/BIIR BLEND PROPERTIES

RHEOLOGICAL PROPERTIES BEHAVIOUR AND COMPATIBILITY OF NR/EPDM AND NR/BROMINATED EPDM BLENDS

Chonlada Lewis^{1*}, Sunsanee Bunyung² and Suda Kiatkumjornwong³

^{1,2}Department of Rubber Technology and Polymer Science, Faculty of Science and Technology, Prince of Songkla University, Pattani 94000 Thailand, ³Department of Imaging and Printing Technology, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand

ABSTRACT

EPDM was modified by bromination reaction in this study. Blending the resulted brominated EPDM with natural rubber (STR5L) and the original EPDM with STR5L at various compositions were carried out. The rheological properties of the blends were investigated by using a capillary extrusion. Shear flow curves of the pure rubbers and their blends illustrated their pseudoplastic (shear-thinning) behaviour with the power law index, n , as lower than one. True shear viscosity of all blends showed negative deviation in relation to their additive values. Glass transition temperature of the blends was also measured by a Differential Scanning Calorimetry. Rheological sense and two T_g s found from the DSC thermograms at any blend composition indicated blend incompatibility for both set of blends.

INTRODUCTION

In the rubber industry, rubber blends have been widely used in order to obtain the best characteristics of each single rubber. It has been known that natural rubber vulcanisates have good elasticity and strength properties while showing poor heat and ozone resistance. Blending a suitable amount of low unsaturated ethylene-propylene-diene terpolymer (EPDM) into a diene rubber has been found to improve both heat and ozone resistance.¹⁻⁵ However, the difference in olefin concentration of EPDM and natural rubber resulted in a cure rate incompatible blend. This has been recognised as causing both inferior static and dynamic mechanical properties such as poor tensile strength, fatigue resistance and high hysteresis in the rubber blend.⁶ Consequently, many attempts to improve the properties have been reported in order to achieve an equivalent cure rate between the two rubbers.⁶⁻¹⁵ For example, grafting of the vulcanisation inhibitor, PVI groups, onto the EPDM was found to reduce the access of

the NR to the cure system.⁷ Improvement of crosslink distribution and tensile strength were then achieved.^{7,8} Grafting of accelerators onto EPDM has also been reported as being effective to provide cure compatibility.⁶ Maleic anhydride was grafted and then provided a metal chelating group on the EPDM by Coran.^{9,10} Carboxylated EPDM and halogenated EPDM were found to increase the number of cure sites resulting in cure compatibility.¹¹⁻¹⁵ Most attempts clearly showed a significant improvement in overall properties. However, the properties of blends are also closely related to the state of mixing. The rheological behavior of individual gum rubbers and blends play an important role in the quality of mixing and compounding which influence the final product quality. It is therefore important to clarify the miscibility behavior of the rubber blend which has mostly been studied based on viscoelastic and the glass transition measurements.^{16,17} It was also found that not enough attention has been given to the rheological properties and miscibility of the modified EPDMs and their blends with natural rubber. In this paper, we have therefore evaluated the rheological properties and compatibility of the modified brominated EPDM (BEPDM) blend with natural rubber (STR5L) and those blends of the original EPDM with STR5L.

METHODOLOGY

Raw Materials

The raw materials used in this study were NR, STR5L, produced by Tavorn Industrial Co., Ltd. Thailand and EPDM namely Keltan 714 with a high ethylidene norbornene content of 8 % manufactured by DSM Elastomers.

Preparation of Brominated EPDM

Bromination of the EPDM was carried out by following reported literature with little modification as follows.¹⁵ The EPDM (180 g) was first dissolved in 3600 ml of chloroform. After stirring for 24 hours at room temperature, 2-vol. % solution of bromine in chloroform was added. The mixture solution was then stirred to proceed the reaction for 2 hours at room temperature. The brominated EPDM (BEPDM) product was coagulated in methanol and reprecipitated by toluene/methanol to remove traces of bromine. Finally, it was dried in a vacuum oven at 50 °C for 72 hours. ¹H NMR spectra of the EPDM rubber before and after bromination were later recorded on a Varian Unity Inova 500 liquid NMR spectrometer using tetramethylsilane (TMS) as an inner

standard. If the molecular weight of the virgin polymer is known, we can calculate the bromination percentage by combining with the ^1H NMR data. It is also easy to analyse bromine by elemental analysis. Unfortunately, we did not have the high temperature GPC and oxygen combustion flask (Schoniger flask) to conduct the experiments at this time. However, from the reported literature that we followed, the bromine content (by elemental analysis) was 2.4-2.5 % by weight.

Brominated EPDM/NR and EPDM/NR Blends Preparation

Blending of BEPDM/NR and EPDM/NR were carried out in a laboratory-sized two roll mill at a mixing temperature of 60 °C. At any blend composition, the rubber that has the higher amount was masticated first and banded on the mill for 2 minutes. After that the second rubber was mixed and allowed to blend for a further 6 minutes. Finally, the rubber blend was sheeted out and cut into small pieces ready for rheological and DSC measurements.

Rheological Measurements

Rheological properties in terms of shear stress and shear viscosity were studied by using a Rosand single bore capillary rheometer (model RH7). A capillary die of diameter 2 mm, length 32 mm and 180° entry angle with a length-to-radius ratio (L/R) of 32 was used as a long die. The small pieces of the rubber blends were put into a barrel and initially preheated for 5 minutes under pressure at approximately 4 MPa to get a compact mass. The excess rubber was then automatically purged and extruded at shear rates in the range of 10 to 1500 s^{-1} and test temperature of 100 °C in a program via a microprocessor. During the test, the pressure drop across a capillary channel and melt temperature was captured via a data acquisition system. The apparent values of shear stress, shear rate and shear viscosity were calculated using the derivation of the Poiseuille law for capillary flow and yields:¹⁸

$$\text{Apparent wall shear stress (Pa),} \quad (1)$$

$$\text{Apparent wall shear rate (s}^{-1}\text{),} \quad (2)$$

$$\text{Apparent shear viscosity (Pa.s),} \quad (3)$$

where ΔP is the pressure drop across the channel (Pa), Q is the volumetric flow rate ($\text{m}^3 \text{s}^{-1}$), R is the capillary radius (m) and L is the length of the capillary (m).

The true wall shear stress was obtained using the Bagley correction. This was done by measuring the pressure drop (P_0) on the zero length die ($L/R = 0$) with the same die diameter and entrance angle. The true shear stress was then calculated:

$$\text{True wall shear stress (Pa),} \quad (4)$$

where ΔP_L is the pressure drop across the channel of the long die ($L/R = 32$) (Pa) and P_0 is the pressure drop across the zero length die (Pa).

The true wall shear rate was obtained by applying the Rabinowitsch correction:

$$\text{True wall shear rate (s}^{-1}\text{),} \quad (5)$$

where n is the power law index obtained from the slope of the line plots between $\log(\dot{\gamma})$ and $\log(\tau)$.

True shear viscosity was therefore calculated:

$$\text{True shear viscosity (Pa s),} \quad (6)$$

DSC Measurement

Differential Scanning Calorimetry (DSC) measurements were made by DSC (QC) 085 Apparatus (Rheometric Scientific) in nitrogen atmosphere at a heating rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$. The inflection point of the specific heat change was taken as the glass transition temperature.

RESULTS AND DISCUSSION

^1H NMR spectra in 10 % (w/v) CDCl_3 solution of the original EPDM and after bromination are shown in Figure 1 and 2 respectively. The spectrum of the original EPDM shows two pairs of complex shaped signals between δ 4.9 and 5.7 ppm attributable to the olefinic proton of the ENB diene monomer unit.¹⁹ Signals characteristic of C(5)-C(6) olefinic hydrogen atoms (Figure 3) of the original ENB

monomer between δ 6.0 and 6.2 ppm cannot be observed. This suggests that ENB has been incorporated into the EPDM through the cyclic C(5)-C(6) double bond. After the bromination, the modified EPDM spectrum does not exhibit the two signals between δ 4.9 and 5.3 ppm but the other two signals between δ 5.5 and 5.7 ppm can still be observed with less intensity. This spectrum also shows an addition signal at δ 4.5 ppm, which indicates bromine attached C-C single bond hydrogen atom.²⁰ It is therefore concluded that during the bromination reaction, the bromine agent can attack the double bond or substitute hydrogen in the allylic position or the other positions. The possible reaction shown in Figure 3.

Rheological properties and compatibility

The log-log plots of apparent shear stress verses apparent shear rate for STR5L/EPDM and STR5L/BEPDM blends with various blend compositions are shown in Figure 4 and 5 respectively. Flow curves of all blends show reasonable straight lines whose intercept K and slope n corresponding to the power law equation (the Ostwald-de Waele equation):²¹

$$(7)$$

where n is the power law index or the flow behaviour index and K is the consistency of flow or viscosity coefficient index. Table 1 shows the power law index and the consistency of flow of STR5L/EPDM and STR5L/BEPDM blends. The values of n dictate the pseudoplastic nature of STR5L, EPDM, BEPDM and their blends since n values are less than one. Hence, the apparent viscosity of the two sets of blends decreased as shear rate increased as shown in Figure 6 and Figure 7. It also can be seen that for the pure rubbers, BEPDM had the lowest n value and STR5L obtained the highest n value. This accounts for the high pseudoplasticity, the highly shear thinning fluid in the modified BEPDM and the more plug-like profile.²² Consequently, blends of STR5L/BEPDM tended to have a lower n value at a given blend composition which increased with increasing level of STR5L.

Figure 8 shows the plot of apparent shear stress versus apparent shear rate of pure STR5L, EPDM and BEPDM. It can be seen that the modified EPDM by bromination reaction affect the shear flow property. That is, at a given shear rate, a

higher apparent shear stress of pure BEPDM relative to EPDM and STR5L was found. The highest shear viscosity of BEPDM was therefore observed at a given apparent shear rate (Figure 9). It indicates that the Br substituent on the rubber main chain may increase the chain rigidity of the rubber, consequently increasing the ability to resist flow. While STR5L gave the lowest apparent shear viscosity due to its easy molecular weight break down with mastication during sample preparation and shear force during the capillary flow test.

Figure 10 compares the apparent shear viscosity with the level of EPDM or BEPDM in the blend composition at the apparent shear rates of 50, 150 and 500s⁻¹. It was found that the apparent shear viscosity of the blends tended to increase with increasing level of EPDM or BEPDM due to the higher apparent shear viscosity of EPDM and BEPDM. However, at high apparent shear rates, less difference in the apparent shear viscosity of the blends with increasing quantity of EPDM and BEPDM was noticed.

Generally, the true shear viscosity of a polymeric blend follows log additive rule:²³⁻²⁶

$$\log \eta = \sum w_i \log \eta_i \quad (8)$$

where η_i and η are the true shear viscosity of i -th component and that of the blend, w_i is the weight fraction of the i -th component. For the miscible blends, rheological properties such as viscosity, die swell, etc. show positive deviation from their additive values.²⁵ While the immiscible blends give negative deviation in rheological properties.

²⁵ In this work, the true shear viscosity of STR5L/EPDM and STR5L/BEPDM blends in all blend compositions were evaluated and found to be negative deviations relating to their additive values. It is therefore indicated that the blends of STR5L/EPDM and STR5L/BEPDM were the immiscible blends. It means that there is no specific interaction between the two components of both blends. This may be attributed to the dissimilar low unsaturated structure of EPDM and the polarity of the Br substituent on the BEPDM compared to the unsaturated non polar structure of natural rubber.

The miscibility behavior of the blends was also investigated based on the glass transition measured by thermal analyses. Figure 11 and Figure 12 illustrate the DSC thermograms of both blends with various blend compositions. The glass transition temperature measurements confirmed the rigidity of pure BEPDM as it had a higher

glass transition temperature than the unmodified EPDM. A higher glass transition temperature of both pure EPDM and BEPDM relative to STR5L also supports their high ability to resist flow as discussed above. Two glass transitions were observed at most blend compositions but that appeared less distinct at the composition of 75/25 for both STR5L/EPDM and STR5L/BEPDM blends. The glass transition at the higher temperature side is related to EPDM for STR5L/EPDM blends and to BEPDM for that of STR5L/BEPDM blends. The blends of STR5L/EPDM and STR5L/BEPDM are therefore considered to be immiscible because of two glass transition temperatures in the DSC thermograms.²⁷

CONCLUSIONS

Brominated EPDM was successfully prepared and confirmed by ¹H NMR analysis. Rheological behavior of STR5L/EPDM and STR5L/BEPDM can be represented by a calculated power law index from the slope of log-apparent shear stress against log-apparent shear rate lines. The log-additive rule of polymeric blend viscosity and glass transition measurements was used to clarify the blend compatibility. True shear viscosity of the whole sets of blends showed negative deviation with respect to their additive values at all shear rates. The two T_g s from the DSC thermograms at any blend composition were also obtained. From rheological and thermal analysis points of view, it can therefore be concluded that both NR/EPDM and NR/BEPDM blends are thermodynamically incompatible.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors are thankful to the Thailand Research Fund for the research grant.

REFERENCES

1. Davidson, J. A. and Woods, M.E., *Rubber Chem. Technol.*, 49, 112, 1976.
2. Shershnev, V.A., *Rubber Chem. Technol.*, 55, 537, 1982.
3. Whittington, W.H., *Rubber Ind.*, 9, 151, 1976.
4. Andrews, E. H., *Rubber Chem. Technol.*, 40, 635, 1967.
5. Spenadel, L. and Sutphin, R.L., *Rubber Age*, 102(12), 55, 1970.
6. Baranwal, K.C. and Son, P.N., *Rubber Chem. Technol.*, 46, 88, 1973.
7. Hopper, R.J., *Rubber Chem. Technol.*, 49, 347, 1976.
8. Brown, P.S. and Tinker, A.J., *J. Nat. Rubb. Res.*, 11(4), 227-239, 1996.

9. Coran, A.Y., Rubber Chem. Technol., 61, 281, 1988.
10. Coran, A.Y., Rubber Chem. Technol., 64, 801, 1991.
11. Donstov, A.A., Novitskaya, S.P. and Dogadkin, B.A., Rubber Chem. Technol., 44, 721, 1971.
12. Suma, A., Joseph, R. and Francis, D.J., Kautschuk. Gummi Kunst., 43, 1095, 1990.
13. Morrissey, R.T., Rubber Chem. Technol., 44, 1035, 1972.
14. Morrissey, R.T., Rubber Chem. Technol., 47, 353, 1975.
15. Yoon, J.R., Hashim, A.S., Kawabata, N. and Kohjiya, S., Rubber World, 213(4), 20, 1996.
16. Paul, D.R. and Newman, S., Eds., "Polymer Blends, I and II", Academic Press, New York, 1978.
17. Olabishi, Robesen L.M., and Shaw, M.T., "Polymer-Polymer Miscibility", Academic Press, New York, 1979.
18. Cogswell, F.N. Polymer Melt Rheology: A Guide for Industrial Practice, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, 24, 1981.
19. Heinen, W., Ballijns, L.N., Wittenburg, W.J.A., Winters, R., Lugtenburg, J. and van Duin, M., Polymer, 40, 4353-4363, 1999.
20. Silverstein, R.M., Bassler, G.C. AND Morrill, T.C., Spectrometric Identification of Organic Compounds, 4th ed., John WILEY & Sons, New York, 1981.
21. Brydson, J.A. Flow Properties of Polymer Melts, Published for the Plastics Institute, London, 12, 1970.
22. McCrum, M.G., Buckley, C.P. and Bucknall, C.B., Principles of Polymer Engineering, Oxford University Press, pp.308-309, 1997.
23. Utracki, L.A. Polym. Eng. Sc., 22(2), 96, 1982.
24. Kundu, P.P. and Tripathy, D.K., Polymer, 39(10), 1869, 1998.
25. Kundu, P.P., Tripathy, D.K. and Gupta, B.R., J. Appl. Polym. Sci., 63, 187, 1997.
26. Kundu, P.P., Bhattacharya, A.K. and Tripathy, D.K., J. Appl. Polym. Sci., 66, 1759, 1977.
27. Yamada, K. and Funayama, Y., Rubber Chem. Technol., 63, 669, 1990.

Table 1 The power law index (n) and consistency of flow (K) for various blend compositions.

NR/EPDM Blends	n	K (KPa)	NR/BEPDM Blends	n	K (KPa)
0/100	0.14	293.0	0/100	0.10	444.6
25/75	0.15	149.9	25/75	0.14	169.0
50/50	0.20	88.7	50/50	0.16	124.5
75/25	0.21	85.1	75/25	0.20	81.8
100/0	0.22	86.8	100/0	0.22	86.8

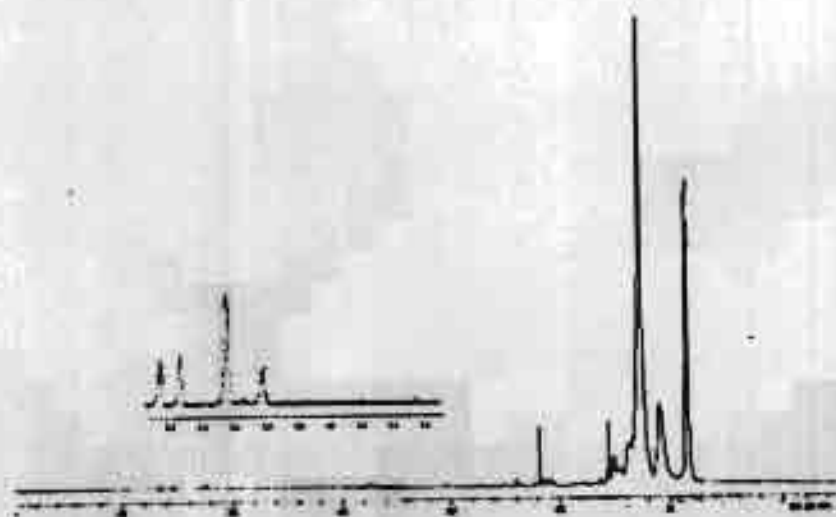


Figure 1 ^1H -NMR Spectrum of the original EPDM

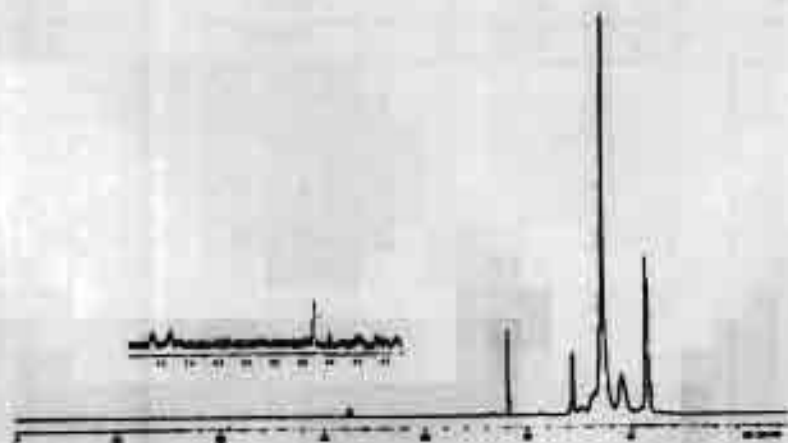


Figure 2 ^1H -NMR Spectrum of the brominated EPDM

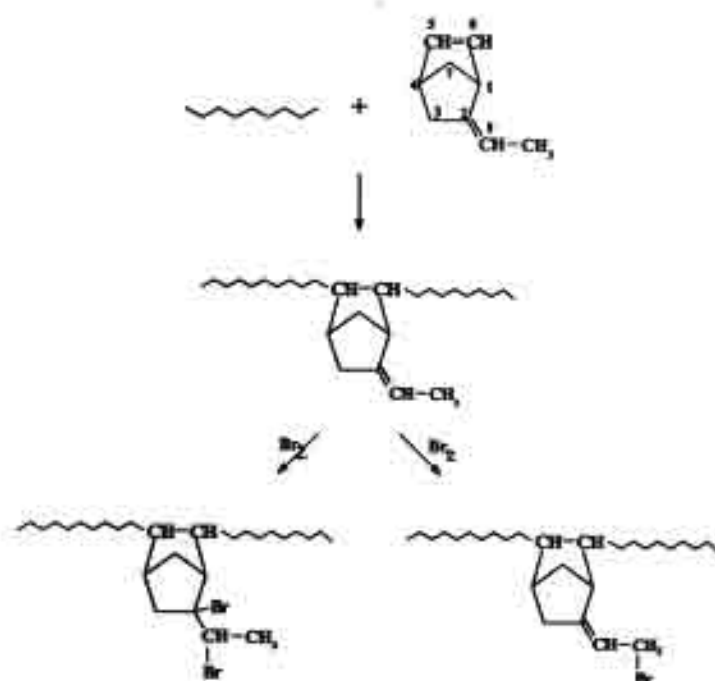


Figure 3 Possible bromination reaction of EPDM

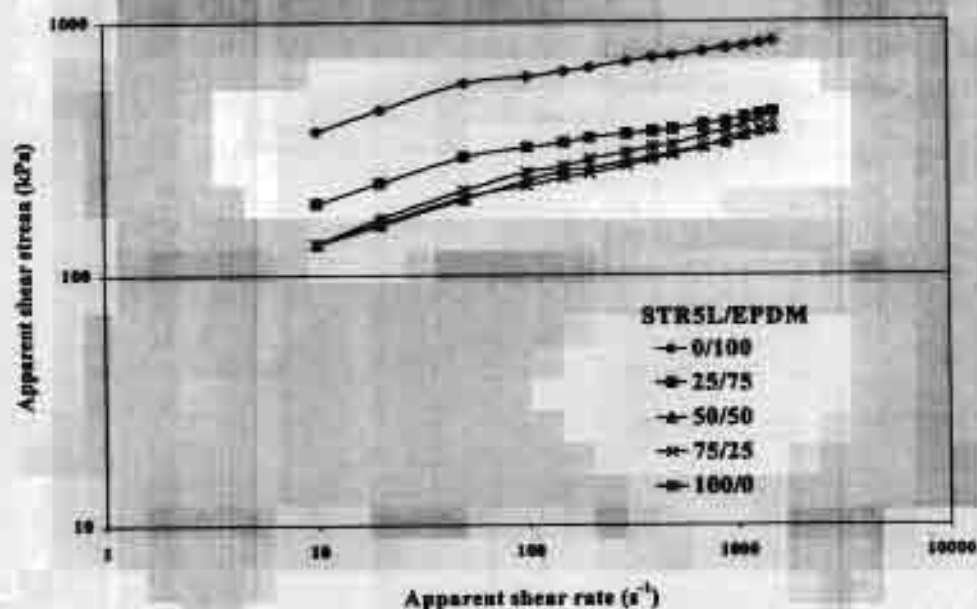


Figure 4 The effect of apparent shear rate and apparent shear stress of STR5L/EPDM blends at various blend compositions

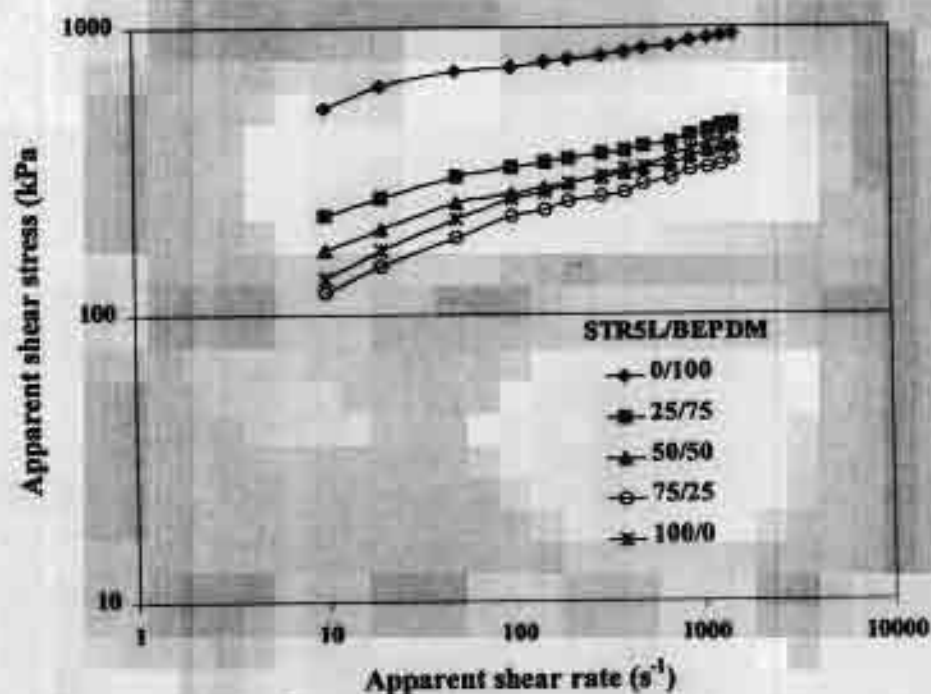


Figure 5 The effect of apparent shear rate on the apparent shear stress of STR5L/BEPDM blends at various blend compositions

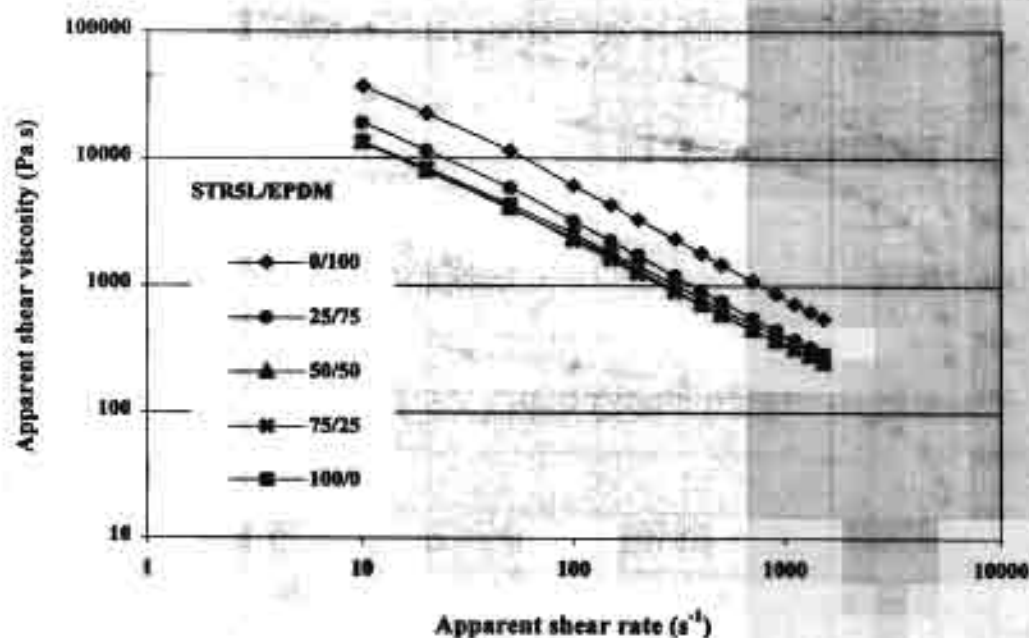


Figure 6 The effect of apparent shear rate on apparent shear viscosity of STR5L/EPDM blends at various blend compositions

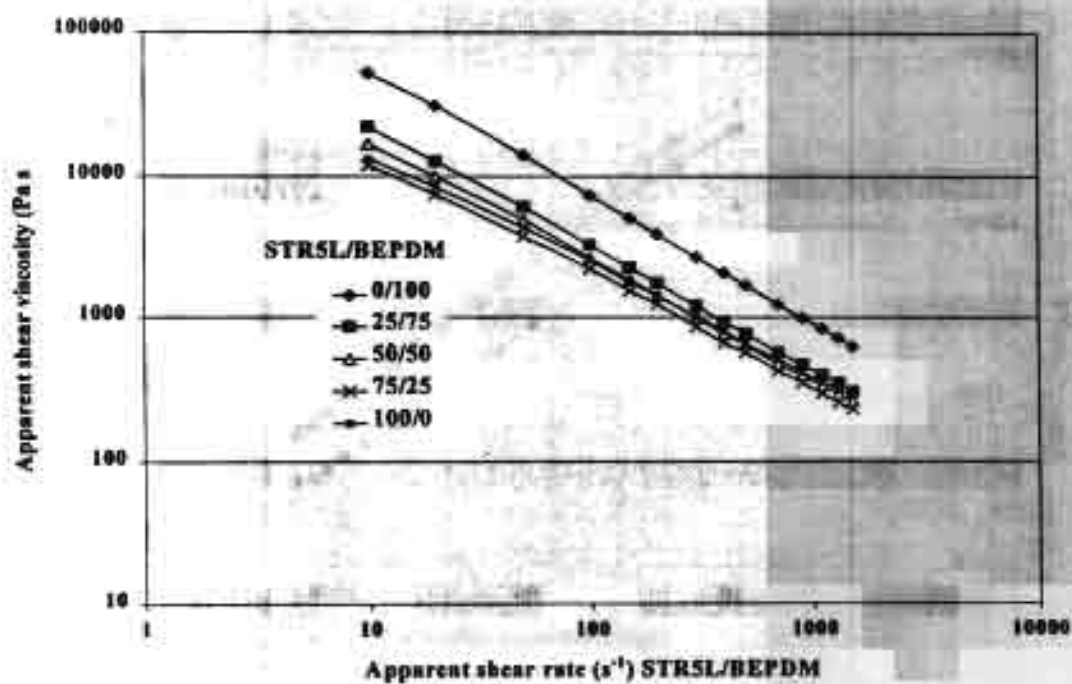


Figure 7 The effect of apparent shear rate on apparent shear viscosity of STR5L/BEPDM blends at various blend compositions

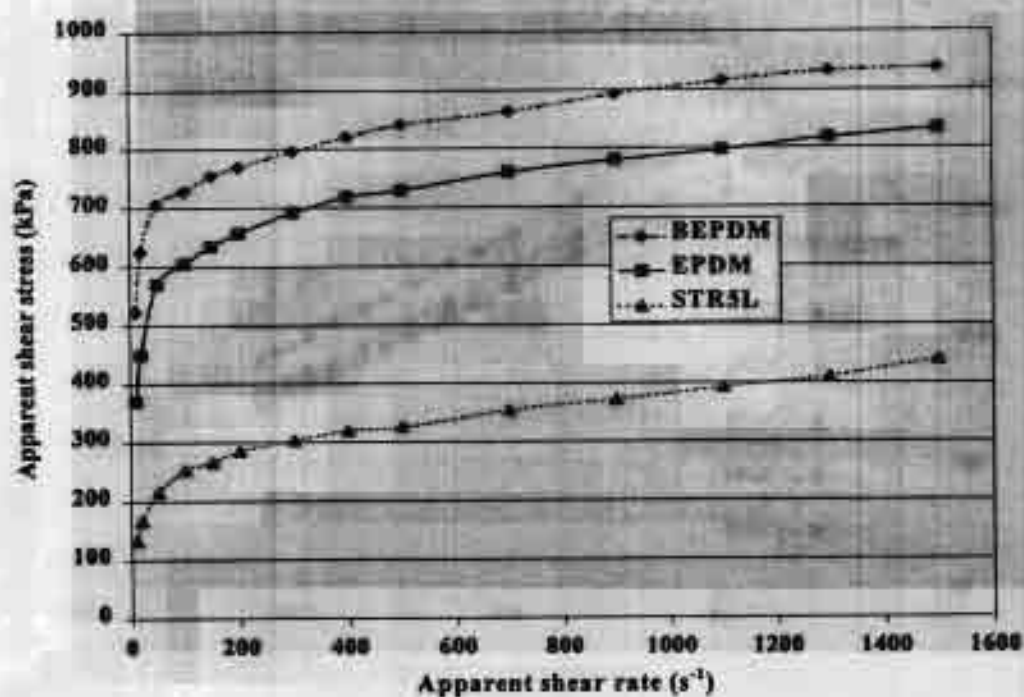


Figure 8 Apparent shear stress of pure STR5L, EPDM and BEPDM as a function of apparent shear rate

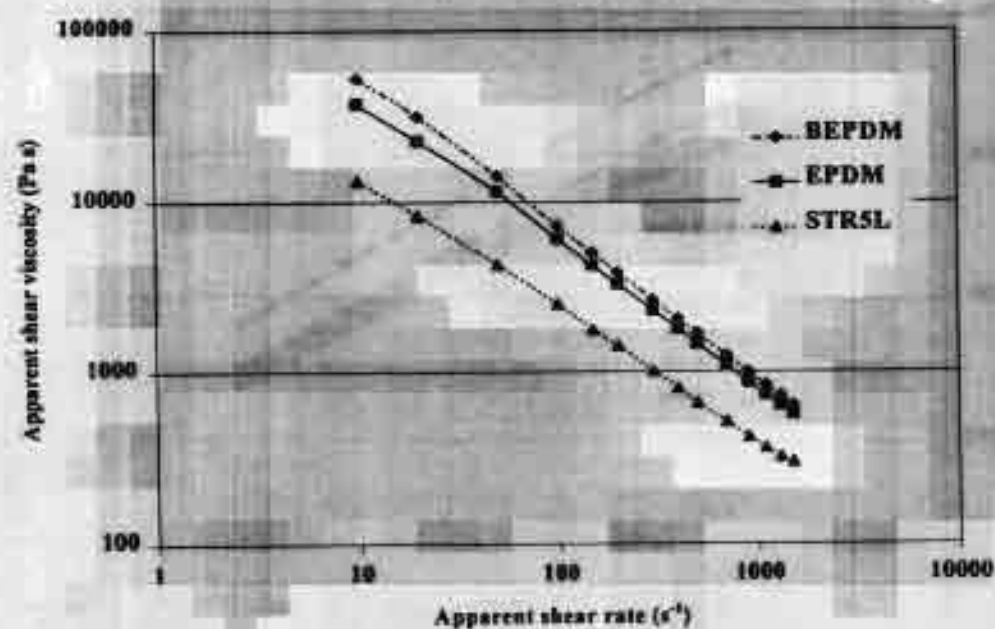


Figure 9 Relationship between apparent shear rate and apparent shear viscosity of pure STR5L and EPDM and BEPDM

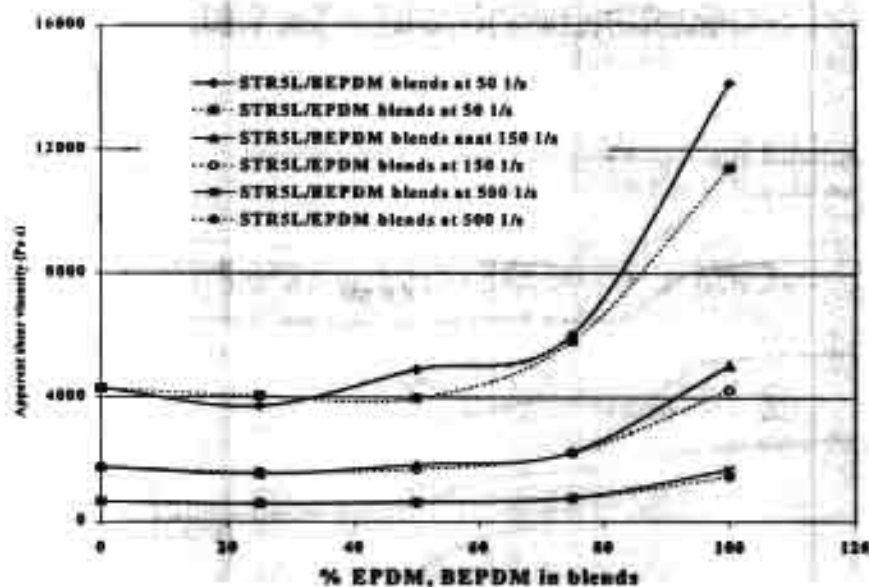


Figure 10 Comparison apparent shear viscosity at apparent shear rate of 50, 150 and 500 s^{-1} for STR5L blended with various content of EPDM and BEPDM respectively

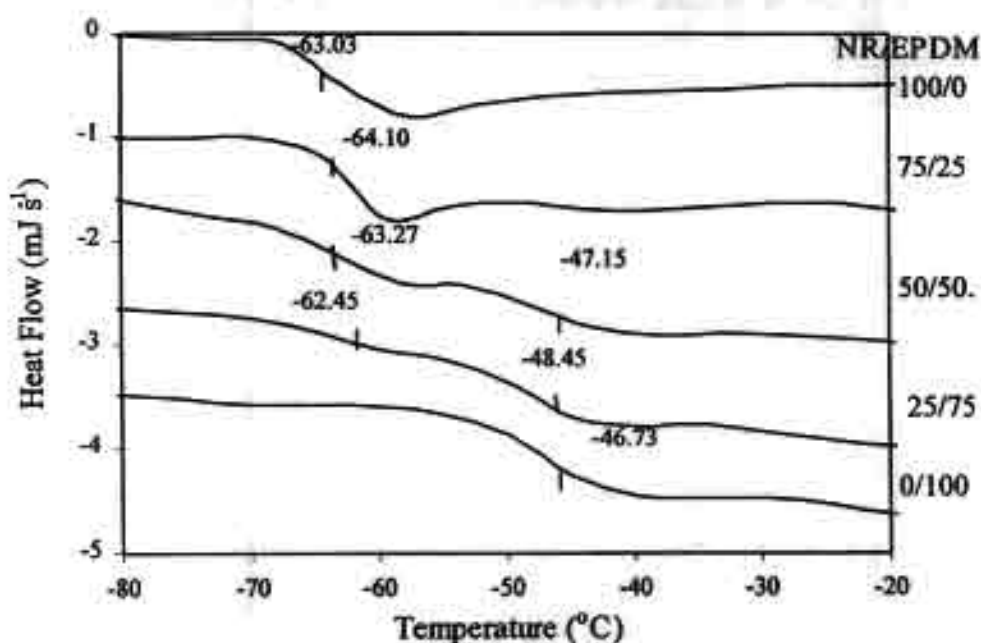


Figure 11 DSC thermograms obtained from NR/EPDM with various compositions.

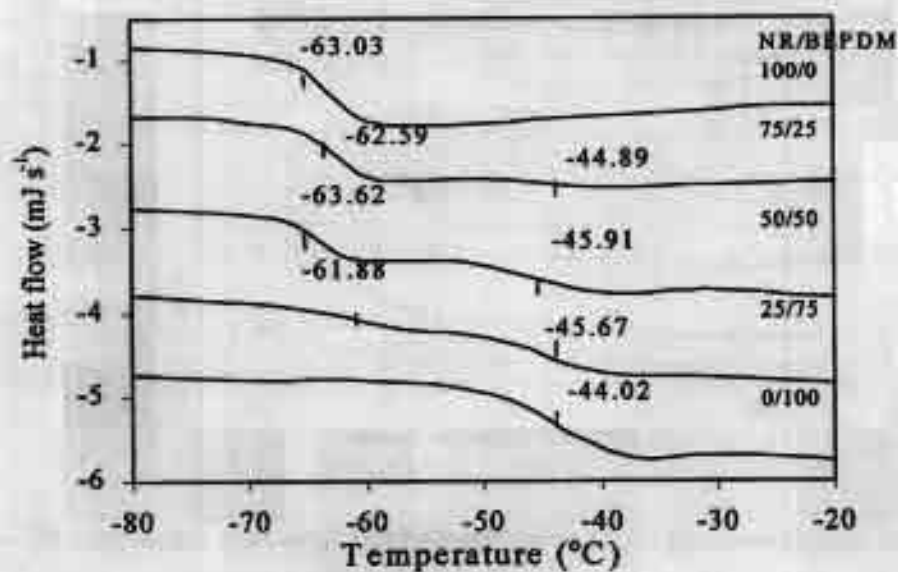


Figure 12 DSC thermograms obtained from NR/BEPDM with various compositions

Effect of rubber ratio, carbon black and accelerator level on NR/BIIR blend properties

Chonlada Lewis^{1*}, Radtapon Buanpa² and Suda Kiatkumjornwong³

^{1,2}Department of Rubber Technology and Polymer Science, Faculty of Science and Technology, Prince of Songkla University, Pattani 94000 Thailand

³Department of Imaging and Printing Technology, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand; e-mail address: kchonlada@bunga.pn.psu.ac.th

Abstract

Statistical experimental design, namely, response surface methodology was used to predict and explain the effect of rubber ratio, carbon black and accelerator level on the cure characteristics and physical properties of NR/BIIR blends. With the three independent variables named above, twenty designed compounds were mixed by a two-roll mill and the scorch time, cure time, cure rate index, together with physical properties: hardness, tensile property and compression set were all determined by one operator. Multiple linear regression analysis was used to obtain response equations. The contour plots of the fit equations were then set to illustrate the effect of the three independent variables on each property. The contour plots show in detail the diversity of interactions between independent factors and each property. It was found that carbon black level is the most significant influential factor on most properties. The difference in reactivity towards sulfur vulcanization of NR and BIIR caused cure behavior and physical properties dependent on cross link density of vulcanizates to be dominated by NR content in the rubber ratio factor. The confirmation of the accuracy of the resulting response equations was finally made to predict the required properties.

Introduction

Blends of natural rubber (NR) with other synthetic rubbers have been widely studied.¹⁻¹⁰ The main reason is understandably the desire to achieve a balance of unique properties and cost. Bromobutyl rubber (BIIR) is a modified butyl rubber (IIR, isobutylene isoprene rubber). It is the bromine attached to the carbon bond, which is allylic to the double bond, which gives BIIR greater cure versatility than the unmodified one.¹¹ Its cure compatibility with other rubbers enables the development of interesting blends. For example, BIIR has been blended with NR producing a higher damping and thermal stability compound.¹²⁻¹⁴ However there is no report of using a systematic experimental design to measure the systematic change on this blend compound and general physical properties brought about by varying various factors. A statistically designed experiment has been one of the useful tools with which quantitative relationships may be defined by a mathematical equation. Many informative articles have been published on experimental designs.¹⁵⁻²⁵ Krakowski and Tinker's work²⁴⁻²⁵ is one such example that has given an excellent introduction and discussion on using a central composite rotatable designed experiment examining NR/BR blends. The issuing article uses the same designed experiment method, but rather than going into the details of the statistical method used, namely response surface methodology, it will investigate the effect of a wide range of NR/BIIR ratios, carbon black and accelerator level on cure characteristics and general physical blend properties.

Experimental

The central composite rotatable designs are based on a complete two-level factorial design, which is then supplemented by additional points to enable the curvature of the response surface and the experimental error to be estimated. The experimental points are identified by code values, which assign five levels to each variable. The coded five levels

are $-a$, -1 , 0 , $+1$ and $+a$ in which $a = 2^{k/4}$ and k is the number of independent variables in the experiment. In this work, three variables were investigated, namely, rubber blend ratio, carbon black and accelerator level. The range of selected data was defined as 0.25 to 4, 0 to 60 and 0.75 to 1.50 for rubber blend ratio, carbon black and accelerator level respectively. The real values are related to the assigned coded experimental points and scale of variable (S) according to equation 1 and 2.

$$S = \text{Range} / (2 \times a) \quad \dots(1)$$

$$R = (S \times \text{code}) + \text{Mean} \quad \dots(2)$$

Table 1 shows the real values in relation to the code values and an example of calculation is shown as follow;

$$\begin{aligned} \text{Scale of NR/BIIR ratio} &= (4.00-0.25) / (2 \times 2^{(3/4)}) \\ &= 1.115 / \text{coded unit} \end{aligned}$$

for -1 on the coded scale,

$$\begin{aligned} \text{Real NR/BIIR ratio} &= (-1) (1.115) + 2.125 \\ &= 1.01. \end{aligned}$$

Table 2 gives the full experimental design and real value for each point. The design provides for eight factorial compounds (mix number 1-8), which enables modeling of linear and second order interactive effects, seven star points (9-14), which allow for modeling of quadratic curvature, and replication of the center point six times (15-20), which provides an assessment of error and model adequacy. Through the use of multi-variable linear regression analysis, the data is fit to a second order response surface equation of the general form below:

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i X_i + \sum_{i=1}^k b_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^k b_{ij} X_i X_j \quad \dots(3)$$

in which Y is a response or dependent variable to be fitted, X_i and X_j are independent variables, b_0 is the constant term, b_i is the linear coefficient, b_{ii} is the quadratic coefficient, b_{ij} is the interaction coefficient ($i \neq j$) and k is the number of variables.

Therefore, for three variables experimental design, the equation is as below:

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 \dots (4)$$

An estimate of the variance was obtained from the center points and the usual formulation for standard deviation, SD; that is

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \dots (5)$$

where n is the number of center points. A test of significance was made on each term in the regression equation using the following standard errors (SE) ¹⁸

$$SE.(b_i) = 0.271(SD) \dots (6)$$

$$SE.(b_{ii}) = 0.263(SD) \dots (7)$$

$$SE.(b_{ij}) = 0.354(SD) \dots (8)$$

where $SE.(b_i)$ is the standard error of b_1 , b_2 and b_3 , $SE.(b_{ii})$ is the standard error of b_{11} , b_{22} and b_{33} , and $SE.(b_{ij})$ is the standard error of b_{12} , b_{13} and b_{23} .

From Table 2, twenty compounds were prepared based on formulation in Table 3. The rubbers used in this study were NR (STR5L) manufactured by Tavorn Manufacturing Ltd. and BIIR (Polysar Bromobutyl X2, Bayer, with 1.89 % bromine content). Rubber chemicals were standard commercial grade materials. Compounding was performed by mixing in a laboratory-sized two roll mill at room temperature. Two rubbers were first masticated and blended for 5 minutes. The order of adding and mixing time for the remaining ingredients were zinc oxide, antioxidant (6PPD), accelerator (TBBS), carbon

black (HAF N330), stearic acid and sulphur for 2, 2, 2, vary depend on adding level, 2 and 2 minutes respectively.

After thorough mixing to ensure good dispersion, the compound was taken off the mill and stored at room temperature for 24 hours before testing. The cure behavior of the compounds was determined at 160 °C by a Monsanto oscillating disc rheometer (Model ODR 2000) at 1° arc (ASTM D 2084:88). Tensile properties, hardness, compression set were carried out according to the ASTM D 412-98, ASTM D 2240-97 and ASTM D 395-98 respectively.

Statistical results were analyzed via multiple linear regression analysis as detailed in reference number 18. Contour curves were shown using Maple V Release 4 software.

Results and Discussion

Cure Behavior

Table 4 shows the calculated response equations for the parameters measured in the entire experiment. An example response equation for scorch time property for the three variables is here presented in Equation 9.

$$T_{s2} = 3.109 + 0.018(\text{NR/BIIR}) - 1.540(\text{HAF}) - 0.057(\text{TBBS}) - 0.083(\text{NR/BIIR})^2 + 0.867(\text{HAF})^2 - 0.104(\text{TBBS})^2 + 0.073(\text{NR/BIIR})(\text{HAF}) + 0.030(\text{NR/BIIR})(\text{TBBS}) + 0.090(\text{HAF})(\text{TBBS}) \quad \dots (9)$$

where NR/BIIR, HAF and TBBS can be any value of NR/BIIR ratio, HAF and TBBS level in coded terms respectively.

The coefficients for the rubber ratio, HAF level and TBBS level are comparatively relative magnitude at 0.018, -1.540 and -0.057 respectively. They indicate the comparative effect of each of those factors on the scorch time response, together with the direction of the effect. That is, the carbon black (HAF) level is the most significant factor affecting the scorch time of the compound followed by the level of TBBS and the NR/BIIR ratio respectively. Figure

1 clearly illustrates the contour plot of the fitted equation indicating the effect of HAF and NR/BIIR ratio on the scorch time of the compound (where ratio of TBBS is constant at coded 0, 1.12 phr). An increase in amount of HAF up to 30 phr resulted in a decrease on scorch time possibly due to the basicity of carbon black. However, increasing the level of HAF higher than 66 phr increased the higher content of filler in the low volume of rubber that retarded the curing.

The effect of increasing the TBBS level up to 0.9 phr delayed the scorch, while higher levels than 1.3 phr caused a decrease in scorch time (Figure 2). TBBS is a delayed action accelerator in a benzothiazole sulfenamide group. The accelerator became active as the tertiary butyl amine split off during vulcanization.²⁶ The base activates 2 mercaptobenzothiazole as it is formed. Consequently TBBS produces a retarded vulcanization start. However, the high amount of TBBS that inversely decreased scorch time can be attributed to the high amount of both amine and MBT which, together, accelerate the vulcanization start. This stands in contrast to the lower amount. Figure 3 moreover however shows that at a fixed ratio of NR/BIIR, TBBS has little effect on the scorch time compared to the HAF level. The result also shows a shaped surface with maximum scorch time in the direction of low HAF, low TBBS and high HAF, high TBBS level.

Since every property is analyzed over identical ranges for variables, i.e., over the same grid, they can be superimposed. Two cure characteristics of 90 % cure time (T_{90}) and cure rate index (CRT) can be seen in Figure 4. The most influential factor affecting cure time in the linear coefficient is the carbon black level, followed by the rubber ratio and the TBBS level respectively. The coefficient for HAF is 1.3 and 4 times higher than that of the rubber ratio and the TBBS level respectively, while the NR/BIIR ratio has the greatest significance the quadratic coefficient. When the level of TBBS is constant at 1.12 phr, the

effect of increasing level of HAF on cure time (Figure 4) is interestingly very similar to that observed from the scorch time. An increase in HAF up to 30 phr resulted in a shorter cure time, but up from 66 phr longer cure time was observed possibly due to the same explanation. Increasing NR/BIIR ratio or increasing NR content causes a decrease in cure time because of the stronger reactivity of carbon double bonds on a natural rubber molecule toward the sulfur-accelerator vulcanization reaction. Figure 5 shows the dependence of cure time on NR/BIIR ratio and TBBS level with the HAF level at the center point of the design, 30 phr. The figure indicates that TBBS has little significant effect on cure time when the NR/BIIR ratio is less than 2.1 (NR/BIIR, 68/32) but it is a significant factor when the NR/BIIR ratio is more than 2.1. That is increasing the level of TBBS while increasing NR content resulted in a decrease in the cure time. As expected, high levels of both TBBS and NR content produce shortest cure time. It is also interesting to see clearly three different responses dependence of cure time on HAF and TBBS level with the NR/BIIR ratio at the center point of the design (Figure 6).

Cure rate index is the 100 times reciprocal T_{90} minus T_2 indicating the rate of cure of the compounds. A higher value means a higher rate of the vulcanization. It can be seen from Table 4 and Figure 4 to 6 that the NR/BIIR ratio has the greatest effect: it is approximately 1.7 and 3.5 times greater than TBBS and HAF level respectively. While, the TBBS level has greater effect approximately double the HAF level. Increasing the NR content and the TBBS level increased the cure rate index as expected, while increasing the HAF level resulted in little change.

Table 4 also shows the coefficients of response equations for minimum torque (M_L), maximum torque (M_H) and their difference ($M_H - M_L$) from the Monsanto oscillating disk rheometer data. The HAF level is the most significant factor affecting the minimum torque as it roughly indicates compound viscosity. As expected, an increase in M_L resulted from

increasing the HAF level. Figure 7 shows the effect of the rubber ratio and TBBS level on M_L when the HAF level is fixed at 30 phr. It can be seen that rubber ratio at low level ratio (high BIIR content) up to 2.1, M_L decreased with increasing NR content. This contributes to the lower viscosity of the NR, however after 3.5, M_L tended to slightly increase. TBBS vaguely affects M_L (compound viscosity). M_H-M_L also indicates the state of cure of the compound and the HAF level is the most influential factor followed by rubber ratio and TBBS respectively. Increasing the HAF level, rubber ratio (increase in NR content) and TBBS level all increase the M_H-M_L suggesting a higher modulus for the tested compounds.

Physical properties

Table 5 and Figure 8 indicates that the stress required to achieve 300 % strain, ultimate tensile strength and the elongation at break were all affected most significantly by the reinforcing carbon black HAF level. As expected, the significance of the HAF level on the elongation at break has opposite effect from the other properties: increasing HAF level produces the reduction of elongation at break. However, increasing HAF level up from 66 phr was seen lower the ultimate tensile strength. This was due to the reduction of rubber volume fraction. Increasing the NR content also serves to dramatically affect the ultimate tensile strength: the variable of the NR/BIIR ratio is 8.5 times greater than the TBBS level. It has an average increasing effect on ultimate tensile strength of approximately 29 % across the range used in the experiment (Figure 9). The strain crystallization of NR is contributed to the high tensile strength of the vulcanizates. The TBBS level itself has greater influence on 300%modulus than in ultimate tensile strength (compare the coefficient of 0.615 to 0.276). This is because the TBBS level greatly affects the cross-link density which is directly related to the stress required to achieve a specified strain. The

elongation at break was also found to be more affected by the TBBS level than the NR/BIIR ratio. This can be easily observed from the opposite directions of linear coefficient of -38.86 for TBBS level and 15.64 for NR/BIIR ratio. Increasing the level of TBBS serves to decrease the elongation at break due to the high level of cross-link density, while increasing the rubber ratio tended to increase the elongation at break especially at the high level of TBBS (Figure 9), possibly due to the high elasticity of natural rubber. However, the reverse point was observed after the rubber ratio reached about 2.8, the elongation at break lowering with increasing NR content. This can be related to the possibly greater cross-link density of the natural rubber.

Figure 10 shows the dependence of hardness and percentage of compression set of the formulations tested on the three variable factors. The hardness property similar to the 300% modulus was found to be affected most by the level of HAF, followed by the TBBS level and the NR/BIIR ratio respectively, due to the same explanation as previously discussed. The compression set property gives an insight ability of rubber compounds to retain elastic properties after the prolonged action of compressive stresses. The most influential factor affecting compression set was the HAF level. It has a greater influence of 2 and 2.5 times than the NR/BIIR ratio and the TBBS level respectively. The contour curve in Figure 10 interestingly reflects the response of compression set to the HAF level and the NR/BIIR ratio, when the TBBS is constant at the center point of 1.12 phr. It shows distinctly different response regions. Firstly, an increase in the carbon black level higher than 60 phr while increasing the NR content tended to produce a lower compression set. Because the high active surface of carbon black could interact more with the NR molecules to combine with a tight crosslink network due to the high reactivity of the double bond on the NR (at the same time, high load reinforcing the carbon black) will inherent the elastic ability to bear the loaded stresses and recover upon the stresses released. This will enable

desired low compression set formulations. Whilst the amount of HAF is lower than 60 phr, increasing the NR content resulted in an increase in the compression set. It indicates the poor heat resistance of NR with less tight crosslink network at a lower level of carbon black. The TBBS level is also expected to exercise a significant effect on compression set as shown in Figure 11. At a fixed amount of 30 phr carbon black, increasing amounts of TBBS up to the center point of 1.12 phr reduced the compression set possibly due to an increase in crosslink density, while increasing the rubber ratio tended to slightly increase the compression set. Increasing the level of TBBS higher than 1.4 phr inversely increased the compression set. This is because TBBS is also a sulfur donor accelerator, which at high level may produces more polysulphide crosslink network. Consequently, the network can be easily broken down by heat, causing poor elastic recovery and therefore increasing the compression set. However, at this high region level of TBBS a reduction trend with increasing rubber ratio was observed possibly due to the comparatively higher crosslink density of higher NR content.

Figure 12 illustrates the use of superimposing contour plots to determine compound composition with specific properties. The unshaded area provides many combinations of the rubber ratio and TBBS level at a constant HAF level of 30 phr in compounds that will give 5.5 MPa minimum 300% modulus, 19 MPa minimum tensile strength and 57% maximum compression set. Another operator compounded the two formulations of TBBS:NR/BIIR at 1.35: 2.1(68/32) and 1.13 : 2.5 (71.5/28.5) and determined all the properties. It was found that the resulting properties fitted the desired properties well, indicating useful prediction and accuracy of these study response equations.

Conclusions

Contour plots have been generated from response equations in this study and have been found very useful as an indication of the change in any particular property with change in any parameter. The most desirable situation to achieve required optimum properties with an acceptable degree of accuracy could be easily done by superimposing the contour plots. Most of the property responses to the variables presented herein, as we have already seen, are readily explained. Carbon black played the most significant influence on scorch and cure time and all of the physical properties.

As NR is more competitive to sulphur vulcanization and has a higher strength than BIIR it is strongly reflected in the response of cure behavior and most physical properties to the rubber ratio. Compression set is more dependent on crosslink density and type; increasing the TBBS level up to one point increases the crosslink density, but at a higher level may produce an increase in polysulphide crosslinks which in turn increases compression set.

Acknowledgements

The authors are thankful to the Thailand Research Fund for the research grant and Bayer Thai for BIIR supply.

References

1. A. J. Tinker and K.P. Jones, "Blends of Natural Rubber: Novel Techniques for Blending with Speciality Polymers", Chapman & Hall, London, 1998.
2. A.Y. Coran, *Rubber Chem. Technol.*, **61**, 281 (1988).
3. Md. Aris bin Ahmad and M. A. Wheelans, *NR Technol.*, **15**(4), 78 (1984).
4. C. Nakason, A. Kaesaman, Z. Samoh, S. Homsin and S. Kiatkamjiornwong, *Polymer Testing*, **21**(4), 449-455, (2002).

5. U. N. Okwu and F.E. Okieimen, *European Polymer Journal*, **37** (11), 2253-2258 (2001).
6. S. H. Goh, *Thermochimica Acta*, **41**(2), 261-264 (1980).
7. T. Zaharescu, V. Meltzer and R. vilcu, *Polymer Degradation and Stability*, **70**(3), 341-345 (2000).
8. H. Ismail and H. C. Leong, *Polymer Testing*, **20**(5), 509-516 (2001).
9. A.J. Tinker, *Rubber Chem. Technol.*, **63**(4), 503-515 (1990).
10. J. K. Bhattacharyya and S. Chakraborty, *Tire Technology International*, **97**, 109-113 (1997).
11. J. A. Brydson, *Rubber Materials and their Compounds*, Elsevier Applied Science, London, 181, 1988.
12. K. A. Mazich, M. A. Samus, P. C. Killgoar, Jr., and H. K. Plummer, Jr., *Rubber Chem. Technol., Rubber REV.*, **59**, 623 (1986).
13. M. A. Lemicux and P. C. Killgoar, Jr., *Rubber Chem. Technol.*, **57**, 792 (1984).
14. K. Ritchie and R. J. Weir, *Rubber Chem. Technol.*, **49**, 408 (1976).
15. W. E. Biles and J. J. Swain, "Optimization and Industrial Experimentation", John Wiley and Sons, New York, 1980.
16. W. G. Cochran and G. M. Cox, "Experimental Design", 2nd Ed, John Wiley and Sons, New York, 1957.
17. G.C. Derringer, *Rubber Chem. Technol.*, **61**, 377-421 (1988).
18. W. J. Diamond, "Practical Experimental Designs for Engineers and Scientists, Lifetime Learning Publications, California, 1981.
19. J. A. Cornell, "How To Apply Response Surface Methodology" and "How To Run Mixture Experiments for Product Quality", The American Society for Quality Control Basic References in Quality Control, Vol. 8 and 5, 1984.

20. P. F. Bertsch, *Rubber World*, June, 75-81 (1961).
21. J. Batchelor, P. K. Freakley, S. N. Ghafouri and D. W. Southwart, *Rubber World*, July, 18 (1989).
22. P. K. Freakley, "Rubber Processing and Product Organisation", Plenum Press, New York, 1985.
23. O. L. Davies and P. L. Goldsmith, "Statistical Methods in Research and Production", Oliver and Boyd, Edinburgh, 1972.
24. F. J. Krakowski and A. J. Tinker, *Elastomerics*, **22**(7), 24-30 (1990).
25. F. J. Krakowski and A. J. Tinker, *Elastomerics*, **22**(7), 31-35 (1990).

Table 1 Relationship between real and code values

Code value	STR5L/BIIR ratio	C-black level (phr)	TBBS level (phr)
-1.682	0.25 (20/80)	0	0.75
-1	1.01 (50/50)	12.16	0.90
0	2.12 (68/32)	30	1.12
+1	3.24 (76.4/23.6)	47.84	1.35
+1.682	4.00 (80/20)	60	1.50

Table 2 Experimental design

Mix No.		Code			Real value		
		NR/BIIR	C-Black	TBBS	NR/BIIR	C-Black (phr)	TBBS (phr)
Factorial points	1	-1	-1	-1	1.01	12.16	0.90
	2	+1	-1	-1	3.24	12.16	0.90
	3	-1	+1	-1	1.01	47.84	0.90
	4	+1	+1	-1	3.24	47.84	0.90
	5	-1	-1	+1	1.01	12.16	1.35
	6	+1	-1	+1	3.24	12.16	1.35
	7	-1	+1	+1	1.01	47.84	1.35
	8	+1	+1	+1	3.24	47.84	1.35
Star points	9	-1.682	0	0	0.25	30	1.12
	10	+1.682	0	0	4.00	30	1.12
	11	0	-1.682	0	2.12	0	1.12
	12	0	+1.682	0	2.12	60	1.12
	13	0	0	-1.682	2.12	30	0.75
	14	0	0	+1.682	2.12	30	1.50
Center-Point replicates	15-20	0	0	0	2.12	30	1.12

Table 3 Based Formulation

Ingredient	phr
STR5L/BIIR	Variable (0.25-4)
HAF N-330	Variable (0-60)
TBBS	Variable (0.75-1.5)
Zinc Oxide	3
Stearic acid	2
6PPD	1
Sulphur	1

- N-tert-butyl-2-benzothiazyl sulphenamide (TBBS)
- N-phenyl-N'-1,3-dimethylbutyl-p-phenylenediamine (6PPD)

Table 4 Coefficients for response equations of cure characteristics

	T_{s2} (min)	T_{90} (min)	CRI (%)	M_L (lb-in)	M_H (lb-in)	M_H-M_L (lb-in)
b_0	3.109	6.166	33.063	5.156	23.989	18.833
b_1	0.018	-1.283	6.326	-0.517	1.541	2.058
b_2	-1.540	-1.730	1.806	2.047	7.008	4.961
b_3	-0.057	-0.432	3.661	0.031	1.674	1.643
b_{11}	-0.083	0.987	-2.876	0.598	-0.268	-0.866
b_{22}	0.867	0.747	-0.454	0.271	0.818	0.546
b_{33}	-0.104	-0.309	0.445	-0.061	-0.280	-0.219
b_{12}	0.073	0.034	0.768	-0.062	0.181	0.244
b_{13}	0.030	0.081	0.768	-0.020	-0.341	-0.321
b_{23}	0.090	0.119	0.034	0.345	1.084	0.739
S.D.	0.1157	0.1949	1.5047	0.7921	1.1008	0.4118
S.E.(b_i)	0.0314	0.0528	0.4078	0.2147	0.2983	0.1116
S.E.(b_{ij})	0.0304	0.0513	0.3957	0.2083	0.2895	0.1083
S.E.(b_{ij})	0.0410	0.0690	0.5327	0.2804	0.3897	0.1458

* b_0 - constant, b_1 NR/BIIR, b_2 - HAF level, b_3 - TBBS level

Table 5 Coefficients of response equations for physical properties

	Hardness (Shore A)	300% modulus (MPa)	T.S. (MPa)	E.B. (%)	Com. Set (%)
b_0	45.398	5.902	20.775	642.749	54.091
b_1	1.115	0.428	2.410	15.644	2.574
b_2	11.122	4.252	2.576	-111.255	5.073
b_3	1.839	0.615	0.276	-38.860	-2.120
b_{11}	-0.619	-0.197	-0.450	-9.476	1.555
b_{22}	-0.708	0.647	-2.478	-13.896	-1.548
b_{33}	-0.354	0.099	0.046	3.786	2.419
b_{12}	-0.188	0.503	-0.356	7.813	-2.122
b_{13}	-0.438	-0.467	0.299	7.813	1.023
b_{23}	-0.188	0.636	-0.441	-17.188	-4.187
S.D.	1.1584	0.7414	0.8031	20.4157	8.4699
S.E.(b_j)	0.3139	0.2009	0.2176	5.5327	2.2953
S.E.(b_{ij})	0.3047	0.1950	0.2112	5.3693	2.2276
S.E.(b_{ij})	0.4101	0.2625	0.2843	7.2272	2.9983

* b_0 - constant, b_1 NR/BIIR, b_2 - HAF level, b_3 - TBBS level

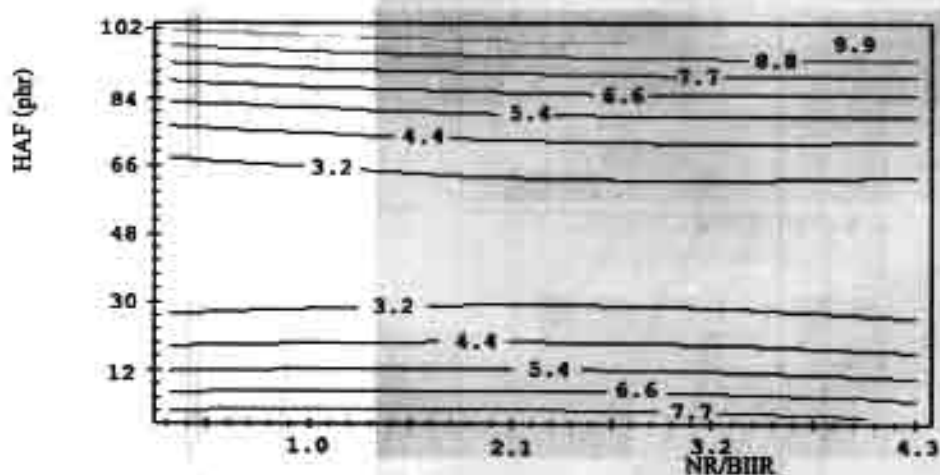


Figure 1 Effect of HAF level and NR/BIIR ratio on scorch time at TBBS coded 0 (1.12 phr).

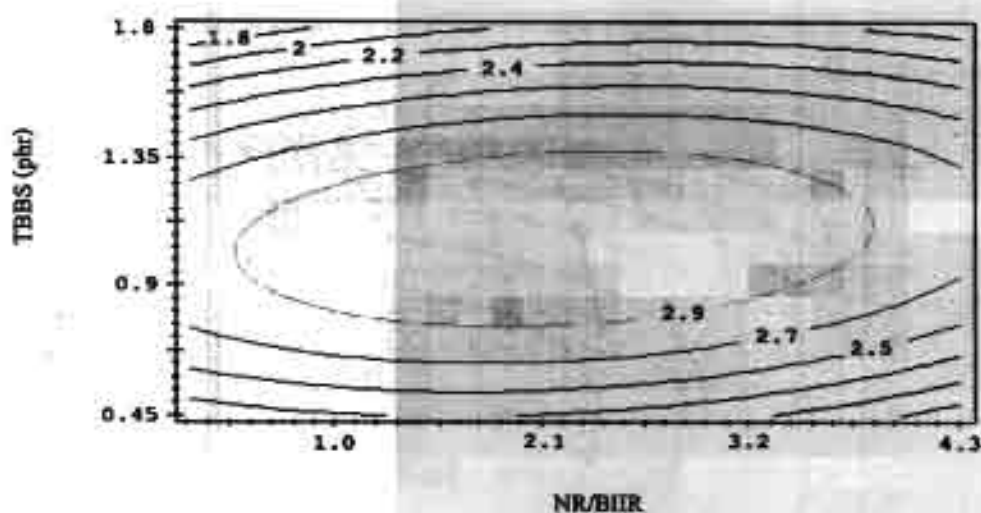


Figure 2 Effect of TBBS level and NR/BIIR ratio on scorch time at HAF coded 0 (30 phr).

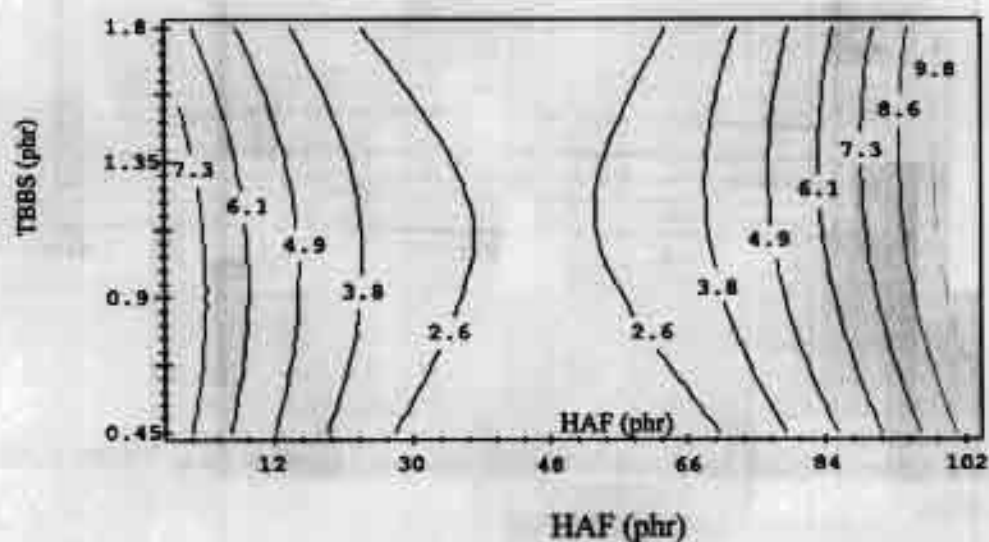


Figure 3 Effect of carbon black and TBBS level on scorch time at STR5L/BIIR coded 0 (68/32).

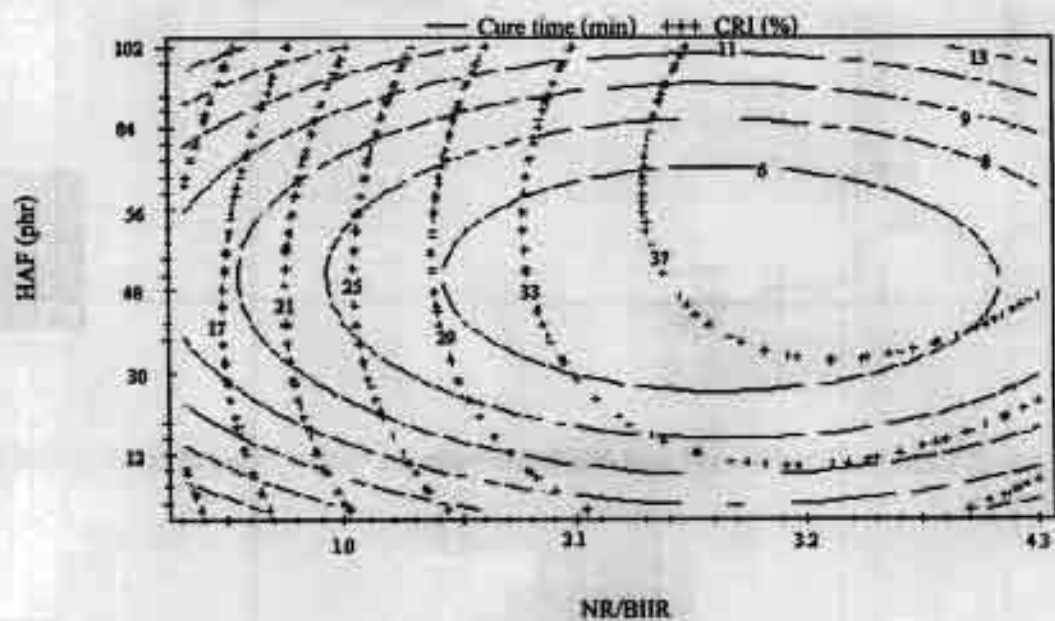


Fig 4 Effect of HAF level and NR/BIIR ratio on cure time and cure rate index at TBBS coded 0 (1.12 phr).

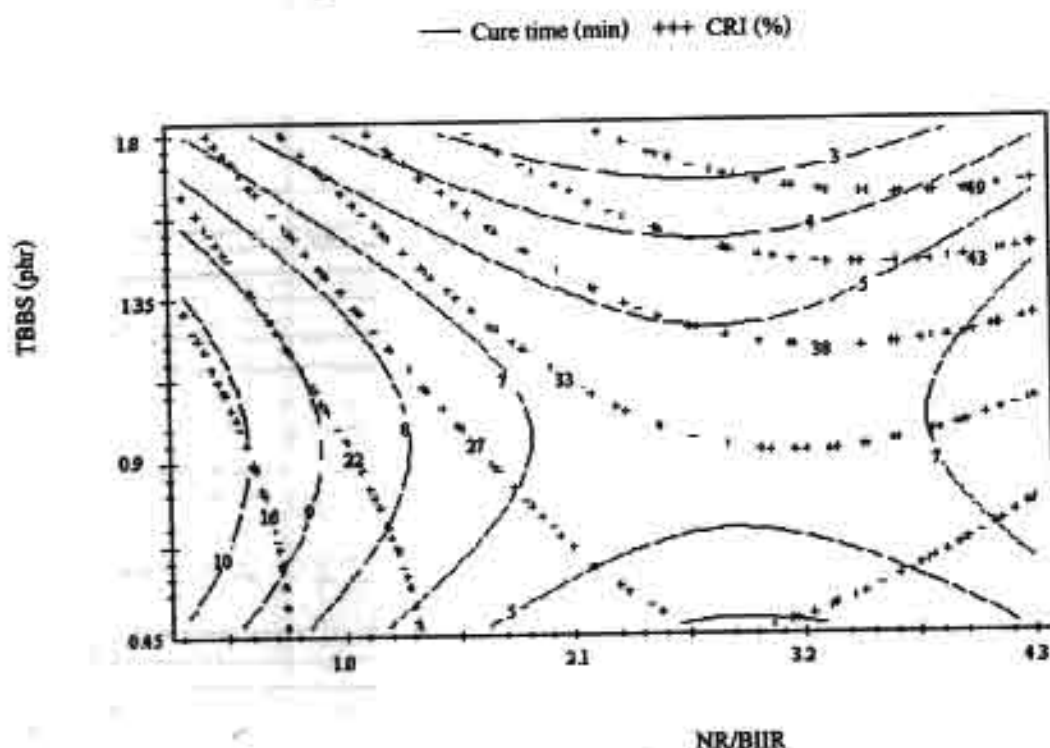


Figure 5 Effect of TBBS level and NR/BIIR ratio on cure time and cure rate index at HAF coded 0 (30 phr).

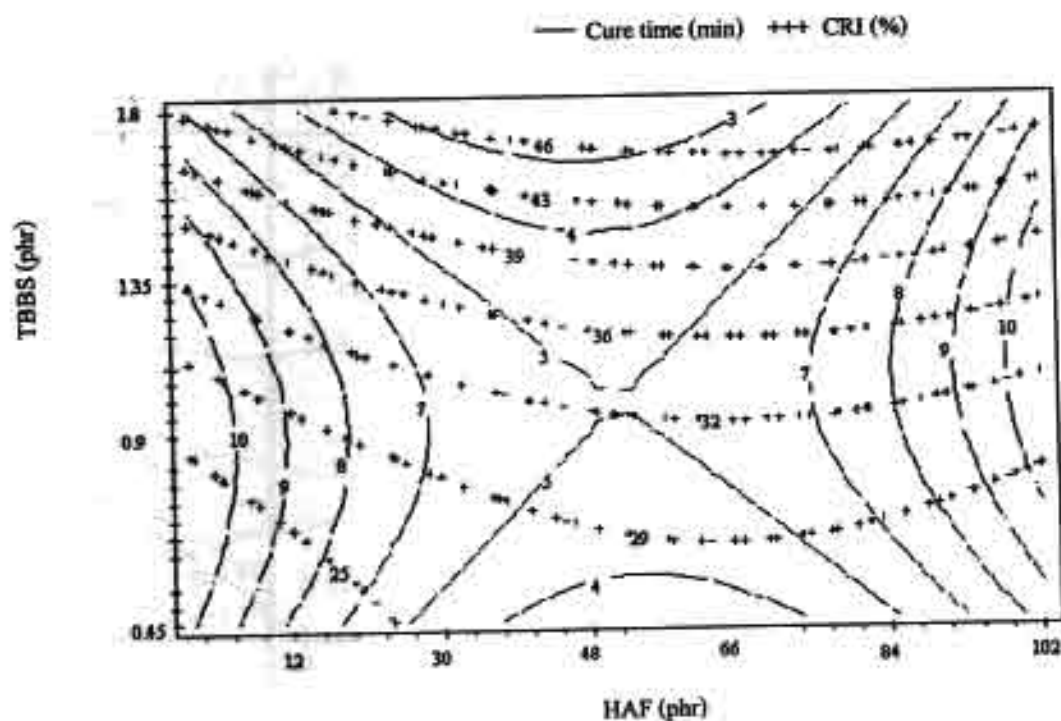
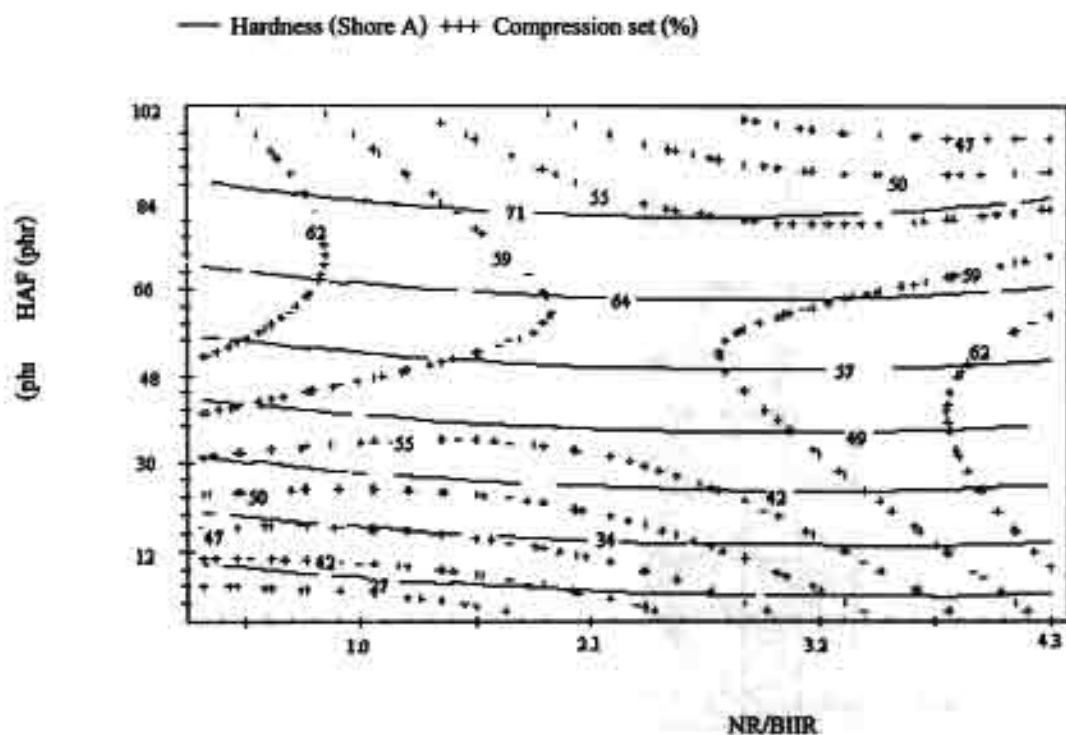


Figure 6 Effect of carbon black and TBBS level on cure time and cure rate index at STR5L/BIIR coded 0 (68/32).



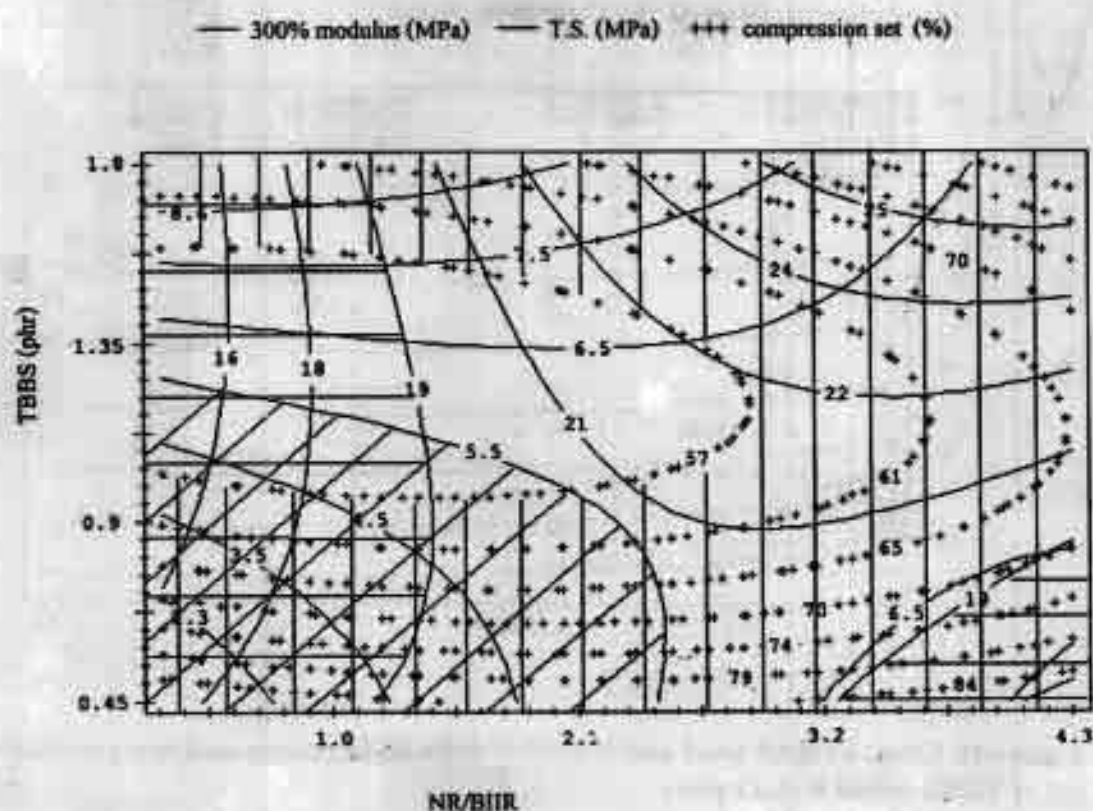


Figure 12 Unshaded area provides many combinations of the rubber ratio and TBBS level at a constant HAF level of 30 phr in an compound that will give 5.5 MPa minimum 300% modulus, 19 MPa minimum tensile strength and 57% maximum compression.

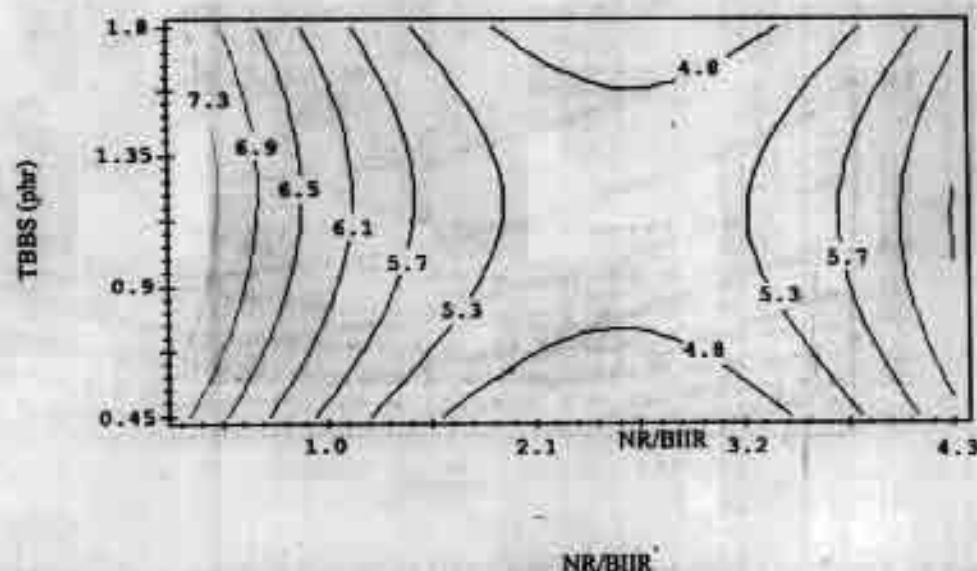


Figure 7 Effect of TBBS level and NR/BIIR ratio on minimum torque at HAF coded 0 (30 phr).

