



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด้อยางไนไตรต์/
ยางธรรมชาติอีพอกไซด์/พอลิพรไพลีน

โดย รองศาสตราจารย์ ดร. เจริญ นาคะสรรค์และคณะ

มิถุนายน 2548

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด้วยไนไตรล์/
ยางธรรมชาติอีพอกไซด์/พอลิโพรไพลีน

คณะผู้วิจัย

สังกัด

1. รองศาสตราจารย์ ดร. เจริญ นาคะสรรค์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
2. นางสาวเกษรา พลทอง มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
3. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ อาชีชัน แกสมาน มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ชุดโครงการ วิจัยแห่งชาติยางพารา (SPR)

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

(ความเห็นในรายงานฉบับนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางไนไตรล์/ ยางธรรมชาติอีพอกไซค์/พอลิโพรไพลีน

บทคัดย่อ

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางไนไตรล์กับพอลิโพรไพลีน และยางธรรมชาติอีพอกไซค์กับพอลิโพรไพลีน โดยทำการแปรชนิดและปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ 3 ชนิด คือ ฟีนอลิก เรซิน (SP-1045), กราฟต์โคพอลิเมอร์ของพอลิโพรไพลีนกับฟีนอลิก เรซิน (Phenolic modified polypropylene, Ph-PP) และ กราฟต์โคพอลิเมอร์ของพอลิโพรไพลีนกับมาลิกแอนไฮไดรด์ (Graft copolymer of maleic anhydride and polypropylene, PP-g-MA) ในปริมาณ 0, 1, 3, 5, 10 และ 15 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักของ PP พบว่า Ph-PP ที่ปริมาณ 5 % โดยน้ำหนักของ PP เหมาะที่จะใช้เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ในการเตรียม TPVs ต่อไป กล่าวคือ มีสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืด และค่าความสามารถในการคืนตัว (Tension set) ดี หลังจากนั้นเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยแปรอัตราส่วนการเบลนด์ของยาง/พลาสติกเป็น 60/0/40, 50/10/40, 40/20/40, 30/30/40, 20/40/40, 10/50/40 และ 0/60/40 พบว่า TPVs ที่เตรียมจากการเบลนด์ที่อัตราส่วน 20/40/40 และ 10/50/40 ให้สมบัติเชิงกล สันฐานวิทยา และมีความต้านทานต่อตัวทำละลายดี จึงเลือกอัตราส่วนดังกล่าวมาแปรปริมาณหมู่อีพอกไซค์ พบว่า TPVs ที่ใช้ ENR-20 ให้สมบัติเชิงกลดีที่สุด หลังจากนั้นศึกษาการเตรียม TPVs โดยแปรระบบการวัลคาไนซ์ พบว่าการใช้กำมะถันจะให้ความต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืด และค่าความสามารถในการคืนตัวดีที่สุด ในขณะที่การใช้ระบบผสมจะให้ความเหนียว และความหนืดเหนียวสูงสุด ส่วนระบบเปอร์ออกไซด์ จะให้ความต้านทานต่อความร้อนดีที่สุด และระบบฟีนอลิกมีความต้านทานต่อตัวทำละลายดีที่สุด

Thermoplastic Vulcanizates Based on Nitrile Rubber/ Epoxidized Natural Rubber/Polypropylene blends

Abstract

TPVs based on NBR/PP and ENR/PP blends were prepared using various types and quantities of compatibilizers (i.e., phenolic resin (SP-1045), phenolic modified polypropylene (Ph-PP) and maleic modified polypropylene (PP-g-MA)). Various loading levels of compatibilizer were studied at 0, 1, 3, 5, 10 and 15 wt% of PP. It was found that the Ph-PP at 5 wt% provided the best mechanical properties in terms of tensile strength, elongation at break and tension set. TPVs based on NBR/ENR/PP were later prepared using various blend ratios of NBR/ENR/PP at 60/0/40, 50/10/40, 40/20/40, 30/30/40, 20/40/40, 10/50/40 and 0/60/40. It was found that the TPVs prepared from the blend ratios of 20/40/40 and 10/50/40 exhibited better mechanical, morphological properties and solvent resistance than those of other blend ratios. Consequently, the blend ratios of NBR/ENR/PP = 20/40/40 and 10/50/40 were chosen for preparation of TPVs using ENRs with various epoxide levels. We found that the ENR-20 gave the best mechanical properties. Various vulcanization systems: sulphur system, peroxide system, mixed system (i.e., a mixture of sulphur and peroxide systems) and phenolic system were studied. We found that the sulphur system provided the best mechanical properties such as tensile strength, elongation at break and tension set. However, peroxide and phenolic systems gave the best thermal resistance and solvent resistance, respectively. The mixed vulcanization system provided the TPVs with the highest shear stress and shear viscosity at as given shear rate.

สารบัญ

บทคัดย่อ	i
Abstract	ii
หน้าสรุปโครงการ	1
เนื้อหางานวิจัย	7
1. การทดลอง	7
1.1 ยางและสารเคมี	7
1.2 อุปกรณ์	10
1.3 วิธีการทดลอง	17
2. ผลการทดลองและวิจารณ์	29
2.1 การเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์	29
2.2 การศึกษาสูตรยางที่เหมาะสมที่จะใช้เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์	31
2.3 การศึกษาชนิดและปริมาณของสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่ใช้ในการเตรียม เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/PP และ ENR/PP	36
2.4 การศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP ต่อสมบัติ ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์	39
2.5 ศึกษาอิทธิพลชนิดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ต่อสมบัติของเทอร์โม พลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP	50
2.6 การศึกษาอิทธิพลระบบการวัลคาไนซ์ต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติก วัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP	59
3. สรุปผลการทดลอง	73
4. ข้อเสนอแนะการต่อยอดหรือประโยชน์ที่จะนำไปใช้	76
4. เอกสารอ้างอิง	76
5. ภาคผนวก 1. ตารางเปรียบเทียบวัตถุประสงค์	79
6. ภาคผนวก 2: บทความสำหรับการเผยแพร่	81

หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)

❶ ชื่อโครงการ เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางไนไตรล์/ยางธรรมชาติ

อีพอกไซด์/พอลิโพรไพลีน

Thermoplastic Vulcanizate Based on Nitrile rubber/Epoxidized Natural Rubber/Polypropylene Blends

คำสำคัญ เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ยางไนไตรล์
พอลิโพรไพลีน

Keywords Thermoplastic vulcanizate (TPV); epoxidized natural rubber (ENR);
Nitrile rubber; polypropylene

❷ ชื่อหัวหน้าโครงการ

หน่วยงาน

รองศาสตราจารย์ ดร. เจริญ นาคะสรรค์

ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อ.เมือง

จ.ปัตตานี 94000

โทรศัพท์

073 313930-50 ต่อ 1866

โทรสาร

073 331099

E-mail

ncharoen@bunga.pn.psu.ac.th

❸ ชื่อนักศึกษา

หน่วยงาน

นางสาวเกษรา พลทอง

ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อ.เมือง

จ.ปัตตานี 94000

โทรศัพท์

073 313930-50 ต่อ 1861

โทรสาร

073 331099

E-mail

s4445003@pn.psu.ac.th

❹ ชื่อและสถานที่ติดต่อของผู้บังคับบัญชาของหน่วยงานของหัวหน้าโครงการ

ชื่อ-สกุล

ผศ.อาชีษัน แกสมาน (หัวหน้าภาควิชาฯ)

หน่วยงาน ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อ.เมือง
จ.ปัตตานี 94000

โทรศัพท์ 073 313930-50 ต่อ 1860

โทรสาร 0 73 331099

E-mail kazizon@bunga.pn.psu.ac.th

๕ ได้เสนอโครงการนี้ หรือโครงการที่มีส่วนเหมือนกับเรื่องนี้บางส่วนขอทุนจากแหล่งอื่นใดบ้าง

☒ ไม่ได้เสนอต่อแหล่งทุนอื่น

๖

๗ ระยะเวลาดำเนินการ 6 เดือน

๘ ความเป็นมาและความสำคัญของเรื่อง

ประเทศไทยเป็นผู้ผลิตยางธรรมชาติรายใหญ่ที่สุดในโลก ซึ่งสามารถส่งออกขายยางชนิดต่าง ๆ มูลค่าปีละหลายหมื่นล้านบาท แต่การส่งออกของไทยยังเน้นการส่งออกยางดิบในรูปของยางแผ่นรมควัน ยางแผ่นผึ่งแห้ง ยางแท่ง น้ำยางข้นและยางดิบในรูปแบบอื่นๆ ดังนั้นจึงมีความจำเป็นอย่างเร่งด่วนที่ต้องผลักดันงานวิจัยเพื่อเพิ่มขอบเขตการใช้งานและเพิ่มมูลค่าของยางพาราโดยวิธีการต่างๆ การพัฒนายางชนิดใหม่จากยางธรรมชาติให้มีสมบัติบางประการเด่นเป็นแนวทางหนึ่งในการส่งเสริมการใช้ยางธรรมชาติ และการเพิ่มมูลค่า เทคโนโลยีที่มีการพัฒนากันมากในขณะนี้คือการเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ (Thermoplastic elastomer, TPE) จากการเบลนค้ยางกับเทอร์โมพลาสติกโดยผ่านกระบวนการวัลคไนเซชันแบบไดนามิกซ์ (Dynamically vulcanization) ซึ่งเรียกผลิตภัณฑ์ที่ได้ว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ (Thermoplastic vulcanizate, TPV) ซึ่งมีสมบัติเป็นยางที่สภาวะการใช้งาน นอกจากนี้การเตรียม TPV มีลักษณะเด่นเหนือกระบวนการแปรรูปยางเดิมหลายประการ เช่น ไม่จำเป็นต้องทำการคอมปาวด์ก่อนการขึ้นรูป สามารถแปรรูปด้วยกระบวนการแปรรูปเทอร์โมพลาสติกซึ่งใช้ระยะเวลาสั้นกว่าและต้นทุนถูกกว่า เศษจากการแปรรูปสามารถนำมาใช้ใหม่ได้ นอกจากนี้สามารถใช้คุณสมบัติเด่นของเทอร์โมพลาสติกชนิดต่างๆมาเป็นสมบัติของผลิตภัณฑ์ยางได้

ในปัจจุบันการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะเน้นการใช้ยางสังเคราะห์เช่น ยางเอทิลีนโพรไพลีน (Ethylene propylene rubber, EPR) ยางอีพิดีเอม (Ethylene propylene diene rubber) และ ยางไนไตรล์ (Acrylonitrile butadiene rubber, NBR) เป็นต้น การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากยางธรรมชาติ [เรียกว่าเทอร์โมพลาสติกยางธรรมชาติ (Thermoplastic natural rubber, TPNR)] สามารถเตรียมได้โดยการผสมยางธรรมชาติกับเทอร์โมพลาสติกชนิดต่าง ๆ เช่น พอลิโพรไพลีน (Polypropylene, PP) พอลิสไตรีน (Polystyrene, PS) พอลิไวนิลคลอไรด์ [Poly(vinyl chloride), PVC] และพอลิเอทิลีน เป็นต้น โดยผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชันแบบไดนามิกซ์ ได้วัสดุที่เป็นยางที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิการใช้งาน และสามารถแปรรูปได้ด้วยกระบวนการแปรรูปเทอร์โมพลาสติก

ในอุตสาหกรรมการผลิตเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ชนิดทนต่อน้ำมัน ความร้อน และมี strength สูง ส่วนใหญ่จะเตรียมจากเตรียมจากการเบลนด์ NBR/PP หรือ NBR/PVC ตัวอย่างเช่น TPVจากการเบลนด์ NBR/PP ซึ่งมีชื่อทางการค้า Geolast (Santoprene) ซึ่งได้สมบัติการทนน้ำมันจาก NBR และการมี strength สูงเนื่องจากการมี PP เป็นองค์ประกอบ มีการประยุกต์ใช้งานเป็นชิ้นส่วนในรถยนต์ สำหรับงานในส่วนที่ต้องการ strength การทนความร้อน และการทนน้ำมัน

ในงานวิจัยนี้จะใช้ยางธรรมชาติซึ่งเป็นพืชเศรษฐกิจหลักที่สำคัญของประเทศ นำมาทำการดัดแปลงโมเลกุลเป็นยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (Epoxidized natural rubber, ENR) ที่มีหมู่อีพอกไซด์ระดับต่างๆ โดยปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน แล้วนำมาเบลนด์กับระบบการเบลนด์ NBR/PP โดยการทดลองใช้ยาง ENR ทดแทนการใช้ยาง NBR ในปริมาณต่างๆ จึงเป็นการเบลนด์แบบ 3 องค์ประกอบ (Ternary blends) กล่าวคือ NBR/ENR/PP ทำให้สามารถใช้สมบัติเด่นของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ในด้านความต้านทานต่อน้ำมัน (Oil resistance) ซึ่งเป็นผลมาจากการมีหมู่ที่มีสภาพขั้วในโมเลกุลเช่นเดียวกับยาง NBR หลังจากนั้นศึกษากระบวนการวัลคาไนเซชันที่เหมาะสม แล้วทดสอบสมบัติการไหล สมบัติเชิงกล และพื้นฐานวิทยา เปรียบเทียบกับการเตรียม TPV จากการเบลนด์ NBR/PP และ ENR/PP ซึ่งจะได้อะไรพื้นฐานในการใช้ยาง ENR ทดแทนยาง NBR เพื่อเป็นแนวทางในการพัฒนาและเพิ่มมูลค่าให้แก่ยางธรรมชาติต่อไป

การเตรียมเทอร์โมวัลคาไนซ์ชนิดทนน้ำมันและสมบัติเชิงกลดีจากการเบลนด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ สามารถเตรียมโดยการทำการ ENR เบลนด์กับพอลิโพรไพลีน โดยผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชันแบบไดนามิกซ์ (มานพ และ กัมลาวัลย์, 2545) พบว่าได้ TPVs ที่มีสมบัติเชิงกล ความสามารถในการต่อต้านต่อน้ำมันดี นอกจากนี้พบว่าการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ เช่น PP-g-MA และ phenolic resin จะทำให้ได้ TPVs ที่มีสมบัติเชิงกลเด่นกว่าเดิม นอกจากนี้ยังสามารถเตรียม TPVs ในกลุ่มนี้โดยการเบลนด์ ENR/PVC (Ishiaku, et. al., 2000 และ Perera, et. al, 2001) จากเบลนด์ NBR/PP โดยการวัลคาไนเซชันแบบไดนามิกซ์ (Zhang et al., 2001) โดยใช้ PP ทำกราฟต์โคพอลิเมอร์เช็ลกับ glycidyl methacrylate (GMA) เพื่อใช้เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้

(compatibilizer) พบว่าการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้จะทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้น และสามารถนำกลับมาแปรรูปใหม่ได้ดี (George et al., 1995) ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา และสมบัติเชิงกลของ TPVs ที่ได้เตรียมจากการเบลนด์ NBR/PP โดยแปรอัตราส่วนในการเบลนด์และปริมาณ compatibilizer พบว่าความหนืดของวัสดุเพิ่มขึ้นตามปริมาณ PP ส่วนลักษณะทางสัณฐานวิทยาพบว่าเฟสขางกระจายตัวเป็นอนุภาคนาขนาดเล็กในเฟสของ PP ที่เป็นเฟสต่อเนื่อง และขนาดของอนุภาคจะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณยาง สมบัติเชิงกลจะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณยาง NBR ต่อมา George et al., (1997) ได้ศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนในการเบลนด์ ปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ และ สมบัติพลวัตเชิงกลของการเบลนด์ NBR/PP พบว่า มีค่า T_g 2 ค่า สัมพันธ์กับค่า T_g ของ PP และ NBR เมื่อเพิ่มปริมาณของยางทำให้ค่าโมดูลัสสะสมลดลง ในขณะที่โมดูลัสสูญเสีย และ Tan delta มีค่าเพิ่มขึ้น

9 วัตถุประสงค์

1. เพื่อเตรียมและศึกษาสมบัติของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีระดับหมู่อีพอกไซด์ปริมาณต่างๆ
2. เพื่อศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของการเบลนด์ยาง ENR ในการเบลนด์ NBR/ENR/PP
3. เพื่อหาแนวทางในการเตรียม TPV จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่มีความต้านทานต่อน้ำมัน ทนความร้อน และมี strength ใกล้เคียง TPV จากการเบลนด์ NBR/PP
4. ศึกษากระบวนการทำไดนามิกสวัลคาในเซชันที่เหมาะสมกับระบบการเบลนด์
5. เพื่อศึกษาสมบัติการไหล สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของ TPV ที่เตรียมได้

10 ทางเลือกและแนวการแก้ปัญหา

ในการผลิตเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากยางธรรมชาติ โดยการเสริมความสามารถในการทนทานต่อน้ำมัน การเสื่อมเนื่องจากความร้อน และมี strength เนื่องจากสมบัติของ PP ใช้ยาง ENR และ NBR ที่มีสมบัติเด่นด้านความต้านทานต่อน้ำมัน เนื่องจากสถานะความเป็นขั้วของยาง ENR และยาง NBR โดยทำการเตรียม TPV จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบไดนามิกสวัลคาในเซชันที่เหมาะสม หาอัตราส่วนการเบลนด์ที่เหมาะสม โดยทำการทดลองในเครื่องผสมแบบปิดขนาดเล็ก แล้วทดสอบสมบัติต่างๆ เพื่อการประเมินคุณลักษณะสำหรับการประยุกต์ใช้งานในรูปแบบที่เหมาะสมกับสมบัติต่อไป

11. ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่มีสมบัติเหมาะสมที่จะสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานอุตสาหกรรมได้

2. ทราบระบบการทำไดนามิกซ์วัลคาไนเซชันที่เหมาะสม
3. ทราบสมบัติการไหล สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยา ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้
4. เป็นแนวทางในการเพิ่มปริมาณการใช้งานและมูลค่าของยางธรรมชาติ

12. แนวในการดำเนินงาน

1. เตรียมยางอีพอกซีไคซ์ด้วยเทคนิคเปอร์ฟอร์มิกอีพอกซีเคชัน (Nakason, et al, 2003)
2. เตรียม TPV จากการเบลนด์ NBR/PP และ ENR/PP โดยใช้อัตราส่วน 60/40 (เพื่อใช้เปรียบเทียบสมบัติ)
3. เตรียม TPVs จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ในอัตราส่วน 50/10/40 , 40/20/40, 30/30/40, 20/40/40, 10/50/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีหมู่อีพอกซีไคซ์ 20 โมลเปอร์เซ็นต์ (ENR-20) เตรียม TPVs โดยการวัลคาไนเซชันแบบไดนามิกซ์ ในเครื่องผสมบราเบนเดอร์ พลาสติกอร์เดอร์ โดยผสมที่อุณหภูมิ 160 °C ความเร็วโรเตอร์ 50-60 rpm ใช้ระบบวัลคาไนเซชันแบบใช้กำมะถัน
4. หลังจากได้อัตราส่วนการเบลนด์ที่เหมาะสมจากข้อที่ 3 ใช้ยาง ENR-30 และ ENR-40 เตรียม TPVs โดยใช้อัตราส่วนการเบลนด์ที่เหมาะสม
5. ทำการศึกษาผลของระบบการวัลคาไนเซชันต่อสมบัติของ TPVs โดยทดลองใช้วัลคาไนเซชันต่อชุดการเบลนด์ที่อัตราส่วนเหมาะสม โดยใช้ระบบเปอร์ออกไซด์ และระบบฟีนอลิก
6. วิเคราะห์สมบัติต่างๆดังนี้
 - 6.1 สมบัติด้านความต้านทานต่อการยืด โดยการขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกแล้วทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D412 (2000) โดยใช้เครื่อง Hounsfield รุ่น H 10KS
 - 6.2 วิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด SEM Model Leo-1450
 - 6.3 วิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนด้วยเครื่อง DMA7
 - 6.4 ความต้านทานต่อการเสื่อมเนื่องจากความร้อน ตามมาตรฐาน ASTM D454 (2000)
 - 6.5 ความต้านทานต่อตัวทำละลาย (solvent resistance) ตามมาตรฐาน ASTM D471 (2000)

13. ผลการทดลองโดยย่อ

ได้ทำการเตรียมยางธรรมชาติพอกไซค์ที่มีระดับหมู่พอกไซค์ 20, 30 และ 40 โมล % อิพอกไซค์ หลังจากนั้นนำมาคอมปาวด์โดยใช้สูตรต่างๆ กล่าวคือแปรชนิดสารตัวเร่ง คือ CBS, MBTS, TMTD, MBT และ TBBS เพื่อศึกษาสมบัติการวัลคาไนซ์ (Cure properties) และสมบัติเชิงกล เพื่อหาสูตรที่เหมาะสมในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ นอกจากนี้ได้ใช้สูตรเดียวกันในการศึกษาสมบัติการวัลคาไนซ์และสมบัติเชิงกลของยางไนไตรล์ เมื่อได้สูตรที่เหมาะสมทำการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ในการเบลนด์ 2 ชนิด คือ พอลิโพรไพลีนที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยฟีนอลิก (Ph-PP) และพอลิโพรไพลีนที่กราฟต์ด้วยมาลิกแอนไฮไดรด์ (PP-g-MA) แล้วทดลองใช้ในการเตรียม TPVs จากการเบลนด์ NBR/PP และ ENR-20/PP พบว่าสารเพิ่มความเข้ากันได้ทำให้สมบัติเชิงกลของ TPVs ดีขึ้น และปริมาณการใช้ที่ให้สมบัติโดยรวมดีที่สุด คือ ที่ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน

หลังจากนั้นทำการเตรียม TPVs จากการเบลนด์ NBR/ENR-20/PP โดยใช้ Ph-PP และ PP-g-MA เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ และแปรอัตราส่วนต่างๆ ของ NBR/ENR-20/PP เป็น 60/0/40, 50/10/40, 40/20/40, 30/30/40, 20/40/40, 10/50/40, 0/60/40 พบว่าการใช้ Ph-PP จะให้ TPVs ที่มีสมบัติเชิงกลดีกว่าการใช้ PP-g-MA และความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติพอกไซค์ส่วนอนุภาคนิการสลายตัวและความสามารถในการทนทานต่อตัวทำละลายมีแนวโน้มลดลง ค่าความสามารถในการคืนตัว (Tension set) มีค่าต่ำกว่า 50% แสดงว่า TPVs ที่ได้มีสมบัติเป็นอีลาสโตเมอร์ที่ดี

หลังจากนั้นเลือกอัตราส่วนการเบลนด์ที่ให้สมบัติโดยรวมดี คือ NBR/ENR/PP = 20/40/40 และ 10/50/40 มาทำการเตรียม TPVs โดยแปรชนิดยาง ENR เป็น ENR-20, ENR-30 และ ENR-40 โดยการใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ พบว่าความต้านทานต่อแรงดึงความสามารถในการยืดมีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มปริมาณหมู่พอกไซค์ ส่วนขนาดอนุภาคนิการสลายตัวในเฟส PP ความต้านทานต่อตัวทำละลาย ความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนที่อัตราเฉือนเท่ากันมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงสรุปว่ายาง ENR-20 จะให้สมบัติโดยรวมของ TPVs ดีที่สุด จึงนำยางชนิดนี้ไปแปรระบบการวัลคาไนซ์ โดยใช้อัตราส่วนการเบลนด์ของ NBR/ENR-20/PP ที่ 20/40/40 และ 10/50/40 แปรระบบการวัลคาไนซ์เป็นระบบกำมะถัน ระบบเปอร์ออกไซด์ ระบบผสมระหว่างกำมะถันกับเปอร์ออกไซด์ และระบบฟีนอลิก พบว่าระบบกำมะถันจะให้ความต้านทานต่อแรงดึงความสามารถในการยืดสูงที่สุด และให้ค่าความสามารถในการคืนตัวดีที่สุด ระบบเปอร์ออกไซด์จะให้ความทนทานต่อความร้อนดีที่สุด ส่วนระบบฟีนอลิกให้ความสามารถในการทนทานต่อตัวทำละลายดีที่สุด

เนื้อหางานวิจัย

1. การทดลอง

1.1. ยางและสารเคมี

1. ยางไนไตรล์ (Acrylonitrile butadiene rubber, NBR)

มีชื่อทางการค้าว่า NANCAR 3645 มีหมู่อะคริโลไนไตรล์ 36 เปอร์เซ็นต์ และมีค่าความหนืดมูนนี่ 45 ML(1+4), 100°C ใช้สำหรับเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ (TPV) ผลิตโดยบริษัท Nantex Industry Co., Ltd. ประเทศไทย

2. พอลิโพรไพลีน (Polypropylene, PP)

เกรด P 700J ลักษณะเป็นเม็ดสีขาว มีอุณหภูมิหลอมตัวประมาณ 165 องศาเซลเซียส ความถ่วงจำเพาะ 0.91 g/cm³ ดัชนีการไหล 12 กรัม/10 นาที ความต้านทานต่อแรงดึงขาด 250 kg/cm² ความยืดที่จุดขาด >500% ความแข็ง 105 R scales ผลิตโดยบริษัทไทยพอลิโพรไพลีน จำกัด ประเทศไทย

3. น้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง (High Ammonia (HA) Concentrated Latex)

ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติฟอกไซค์ มีเนื้อยางแห้ง (Dry rubber content, DRC) ประมาณ 60 % ผลิตโดยบริษัท ยะลาตาเท็กซ์ จำกัด ประเทศไทย

4. เทอร์ริก เอ็น 30 (Teric N30)

เป็นสารลดแรงตึงผิวประเภทนอนไอออนิก (non-ionic surfactant) จัดอยู่ในกลุ่ม nonylphenol ethoxylate มี pH ประมาณ 6-8 ค่า Hydrogen Value เท่ากับ 33 mg KOH/g ผลิตโดยบริษัท Huntsman จำกัด ประเทศออสเตรเลีย

5. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide) เข้มข้น 50 %

ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติฟอกไซค์ มีสูตรโมเลกุลคือ H₂O₂ ผลิตโดยบริษัท Ried de Haen ประเทศเยอรมัน

6. กรดฟอร์มิก (Formic acid) เข้มข้น 94 %

ใช้สำหรับเตรียมยางธรรมชาติฟอกไซค์ มีสูตรโมเลกุลคือ HCOOH น้ำหนักโมเลกุล 46.03 กรัมต่อโมล ผลิตโดยบริษัท Ried de Haen ประเทศเยอรมัน

7. เมทานอล

ใช้สำหรับจับตัวน้ำหลังจากทำปฏิกิริยาฟอกไซค์ชัน มีสูตรโมเลกุลคือ CH₃OH น้ำหนักโมเลกุล 32.04 กรัมต่อโมล ช่วงจุดเดือดอยู่ระหว่าง 64-65 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท J.T Baker ประเทศสหรัฐอเมริกา

8. คลอโรฟอร์ม (Chloroform)

ใช้เป็นตัวทำละลายยางธรรมชาติอิพอกไซด์ เพื่อวิเคราะห์สมบัติด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี มีสูตรโมเลกุลคือ CHCl_3 น้ำหนักโมเลกุล 119.38 กรัมต่อโมล เป็นเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) จุดเดือด 145 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท J.T Baker ประเทศสหรัฐอเมริกา

9. วิงสเตร์ แอล (Wingstay L)

ชื่อทางเคมีคือ Polymeric sterically hindered phenol เป็นสารแอนต็อกซิแดนท์ที่เป็นอนุพันธ์ของฟีนอล ผลิตโดยบริษัท Shuguang Chemical General Co., Ltd. ประเทศจีน

10. กรดสเตียริก (Stearic acid)

มีลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น ใช้เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ ผลิตโดยบริษัท Imperial Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

11. ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

มีลักษณะเป็นผงสีขาว ใช้เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ ผลิตโดยบริษัท Global Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

12. เบนโซไทอาร์ซิล ซัลฟิनाไมด์ (N-tert-butyl-2-benzothazylsulphenamide, TBBS)

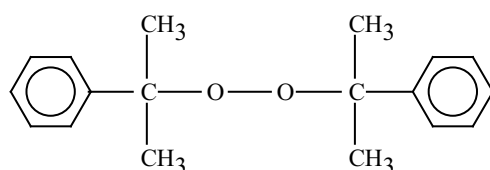
มีลักษณะเป็นเม็ดสีครีม ใช้เป็นสารตัวเร่งปฏิกิริยาการวัลคาไนซ์ จุดหลอมเหลว 105 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท Bayer Co., Ltd. ประเทศเยอรมัน

13. กำมะถัน (Sulphur)

มีลักษณะเป็นผงสีเหลือง สูตรโมเลกุลคือ S_8 ใช้เป็นสารวัลคาไนซ์ ผลิตโดยบริษัท Ajex Chemical Co., Ltd. ประเทศไทย

14. ไดคิวมิลเปอร์ออกไซด์ (Dicumyl peroxide, DCP)

สูตรโครงสร้าง



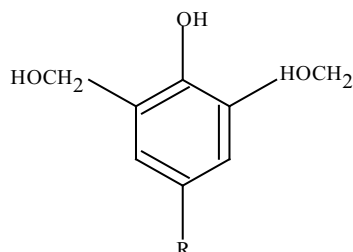
มีลักษณะเป็นเกล็ดสีขาว เป็นอะโรมาติกเปอร์ออกไซด์ ใช้เป็นสารวัลคาไนซ์ ผลิตโดยบริษัท Wuzhou International Co., Ltd. ประเทศจีน

15. ไตรอัลลิล ไซยาเนต (Triallyl cyanurate, TAC)

มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีสูตรโมเลกุลคือ $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_3$ ใช้เป็นสารกระตุ้นร่วมในการวัลคาไนซ์ร่วมกับเปอร์ออกไซด์ มีจุดหลอมตัว 26-28 องศาเซลเซียส น้ำหนักโมเลกุล 249.27 ผลิตโดยบริษัท Fluka Chemika ประเทศสวิสเซอร์แลนด์

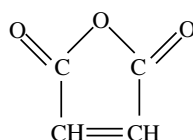
16. ฟีนอลิก เรซิน (Phenolic resin, SP-1045)

มีลักษณะเป็นของแข็งสีเหลือง เป็นไดเมทิลลอล ฟีนอลิกเรซิน (dimethylol-phenolic compound) มีหมู่เมทิลลอลอยู่ในช่วง 8-11 % มีความถ่วงจำเพาะ 1.4 ใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ ผลิตโดยบริษัท Schenectady International, Inc. ประเทศสหรัฐอเมริกา มีสูตรโครงสร้างคือ



17. มาลิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride, $C_4H_2O_3$)

มีสูตรโครงสร้างคือ



เป็นเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) มีความบริสุทธิ์ 98.0 % ลักษณะเป็นเกล็ดสีขาวขุ่น จุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง $52-54^{\circ}\text{C}$ ผลิตโดยบริษัท Fluka chemika ประเทศสวิตเซอร์แลนด์

18. อะซีโตน (Acetone, C_3H_6O)

เป็นเกรดวิเคราะห์ (AR-grade) มีความบริสุทธิ์ 99.5 % มีจุดเดือดเท่ากับ 56.1 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์ ใช้ในการเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้

19. โทลูอิน (Toluene, C_7H_8)

ใช้ผสมกับไอโซออกเทนสำหรับทดสอบความทนทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ จุดเดือดเท่ากับ 111.0 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

20. ไอโซออกเทน (Isooctane)

ใช้ในการทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

21. น้ำมันเบนซิน (Gasoline)

เป็นน้ำมันเบนซิน มีค่าออกเทนเท่ากับ 91 สำหรับทดสอบความทนทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ ผลิตโดยบริษัท ปิโตรเลียมแห่งประเทศไทย จำกัด (มหาชน)

22. น้ำมันเครื่อง (Engine oil)

เป็นน้ำมันเครื่องสำหรับเครื่องยนต์เบนซิน 4 จังหวะ เกรด API ยี่ห้อยอนด์ ใช้สำหรับทดสอบความทนทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ ผลิตโดยบริษัท น้ำมันอพลโล (ประเทศไทย) จำกัด

23. ไซลีน (Xylene, $C_6H_4(CH_3)_2$)

ใช้เป็นตัวทำละลายในการสกัดเฟสของพลาสติก ผลิตโดยบริษัท Lab Scan Asia Co., Ltd. ประเทศสาธารณรัฐไอร์แลนด์

1.2 อุปกรณ์

1. ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมยางธรรมชาติอพอกไซค์

ชุดอุปกรณ์ที่ใช้เตรียมยางธรรมชาติอพอกไซค์ แสดงดังรูปที่ 1 ประกอบด้วยภาชนะอะลูมิเนียมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 51.30 เซนติเมตร สูง 28.50 เซนติเมตร ใช้สำหรับใส่น้ำเพื่อควบคุมอุณหภูมิ ภาชนะแก้วมีความจุประมาณ 10 ลิตร พร้อมฝาปิดเจาะรูตรงกลางสำหรับใส่ใบพัดกวน และเจาะรูด้านข้างสำหรับใส่สารเคมี อุณหภูมิของการทำปฏิกิริยาจะควบคุมโดยเครื่อง Immersion circulator ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส มีใบพัดสำหรับกวนของผสมโดยใช้ชุด Mechanical stirrer ความเร็วในการหมุนใบพัดกวนประมาณ 150 รอบต่อนาที



รูปที่ 1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติอพอกไซค์

2. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared

Spectrophotometer, FT-IR)

เป็นเครื่องรุ่น Omnic ESP Magna-IR 560 Spectrometer, Nicolet ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลโดยรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า ในช่วงรังสีอินฟราเรดความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.8-200 ไมครอน ซึ่งมีเลขคลื่นในช่วง $12500-50\text{ cm}^{-1}$ ผลิตโดยบริษัท Nicolet Instrument Corporation ประเทศสหรัฐอเมริกา ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR)

3. เครื่องบีบยางสองลูกกลิ้ง

เป็นเครื่องชนิดผิวลูกกลิ้งเป็นลวดลาย ขับด้วยมอเตอร์ ใช้ในการบีบยางธรรมชาติ อีพอกไซด์ให้เป็นแผ่นบาง หลังจากจับตัวน้ำยางด้วยเมทานอล

4. เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two Roll Mill)

ลูกกลิ้งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 นิ้ว ความยาว 15 นิ้ว อัตราความเร็วของลูกกลิ้งหน้าต่อลูกกลิ้งหลัง (Friction ratio) เท่ากับ 1:1.35 สามารถปรับอุณหภูมิได้สูงสุด 399 องศาเซลเซียส ผลิตโดย ห้างหุ้นส่วนจำกัด ชัยเจริญการช่าง ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูป 3



รูปที่ 3 เครื่องผสมสองลูกกลิ้ง (Two Roll Mill)

5. เครื่องรีโอมิเตอร์แบบแผ่นหมุน (Oscillating Disk Rheometer)

เป็นเครื่องรุ่น ODR 2000 ใช้โรเตอร์แบบ Biconical Disk ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3993 นิ้ว หมุนกลับไปมา ทำมุม 1° ด้วยความถี่ 100 รอบต่อวินาที สามารถปรับอุณหภูมิการทดสอบได้สูงสุด 200 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท Monsanto Co., Ltd. ประเทศสหรัฐอเมริกา ใช้สำหรับ

วิเคราะห์สมบัติการวัลคาไนซ์ (Cure properties) ของยางคอมปาวด์ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 4



รูปที่ 4 เครื่องรีโอมิเตอร์แบบแผ่นหมุน (Oscillating Disk Rheometer)

6. เครื่องอัดบ้ำไฮดรอลิก (Compression moulding machine)

เป็นเครื่องแบบสองชั้น ผลิตโดยห้างหุ้นส่วนจำกัด ชัยเจริญการช่าง ใช้สำหรับอัดยางขึ้นทดสอบ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 5



รูปที่ 5 เครื่องอัดบ้ำไฮดรอลิก (Compression moulding machine)

7. เครื่องบราเบนเดอร์ พลาสติกอร์เดอร์ (Brabender Plasticorder)

เป็นเครื่องผสมแบบปิดขนาดเล็กรุ่น PLE 331 ประกอบด้วยโรเตอร์ 2 ตัว มีปริมาตรความจุของห้องผสมเท่ากับ 80 cm^3 สามารถควบคุมความเร็วของโรเตอร์และอุณหภูมิขณะผสมได้ ประกอบด้วยอุปกรณ์หลักคือ เครื่องผสม (Plasti-Corder PLE 331) เครื่องผลิตน้ำมันร้อนเพื่อควบคุมอุณหภูมิห้องผสมซึ่งควบคุมความร้อนด้วยตัวควบคุมอุณหภูมิ (Thermostat) ตัวเครื่องจะเชื่อมต่อกับตัวรับสัญญาณข้อมูล (Data acquisition system) เพื่อวัดค่าทอร์กและอุณหภูมิของการผสม เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกโกลาสโตเมอร์ ซึ่งเครื่องบราเบนเดอร์ พลาสติกอร์เดอร์จัดเป็นอุปกรณ์ประเภท Torque Rheometer โดยเครื่องจะบันทึกกราฟที่แสดงลักษณะตามการเปลี่ยนแปลงของการผสมที่สำคัญ 2 ปริมาณ คือ กราฟความสัมพันธ์ระหว่างทอร์กกับเวลา และระหว่างอุณหภูมิกับเวลา ผลิตโดยบริษัท Brabender Ohg Duisburg ประเทศเยอรมัน ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 6



รูปที่ 6 เครื่องบราเบนเดอร์ พลาสติกอร์เดอร์ (Brabender Plasticorder)

8. เครื่องบดพลาสติก

เป็นเครื่องบดพลาสติกผสมให้มีขนาดเล็กลง ผลิตโดยบริษัท Bosco engineering ประเทศไทย ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 7



รูปที่ 7 เครื่องบดพลาสติก

9. เครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก (Plastic Injection Moulding Machine)

เป็นเครื่องรุ่น TII-90F ขนาด 90 ตัน ผลิตโดยบริษัท Weltec Machinery LTD ประเทศฮ่องกง ใช้สำหรับฉีดขึ้นทดสอบซึ่งเป็นเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 8



รูปที่ 8 เครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก (Plastic Injection Moulding Machine)

10. เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensometer)

เป็นเครื่องยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H 10KS ผลิตโดยบริษัท Hounsfield Test Equipment ประเทศอังกฤษ เป็นเครื่องที่ใช้วัดแรงกดหรือแรงดึง สามารถรับแรงได้สูงสุด 10 kN มี load cell ทำหน้าที่แปลงสัญญาณจากค่าแรงที่ได้ผ่านวงจรอิเล็กทรอนิกส์เป็นค่าแรงดึงหรือแรงกดในหน่วยนิวตัน สามารถตั้งความเร็วในการเคลื่อนที่ 0.01 ถึง 1000 มิลลิเมตรต่อนาที ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 9



รูปที่ 9 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง (Tensometer)

11. เครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารี (Capillary Rheometer)

เป็นเครื่องวัดสมบัติการไหลของพอลิเมอร์หลอม ยี่ห้อโรซาน มีส่วนประกอบหลัก คือ กระจกบอกโลหะ ซึ่งหล่อหุ้มด้วยตัวให้ความร้อน 3 ชุด สามารถตั้งโปรแกรมได้ ที่บริเวณตรงกลางของกระจกจะมีการเจาะรูที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 16 มิลลิเมตร จำนวน 1 รู ให้มีความยาวตลอดแนวของกระจก ส่วนปลายกระจกจะมีร่องเกลียวที่สามารถติดตั้งหัวคายได้ ส่วนบนของเครื่องมีส่วนประกอบหลัก คือ ระบบขับเคลื่อนลูกสูบกดพอลิเมอร์หลอมด้วยอัตราเร็วที่กำหนดไว้ ในหน่วย cm/min นอกจากนี้ความเร็วในการทดลองจะแปรผันโดยตรงกับอัตราเฉือนที่ใช้ในการทำให้พอลิเมอร์หลอมไหล ในการทดลองนี้ใช้คายที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 มิลลิเมตร และมีความยาว 32 มิลลิเมตร โดยกำหนดค่าอัตราการเฉือนอยู่ในช่วง $5-1780 \text{ s}^{-1}$ ใช้อุณหภูมิในการทดสอบเท่ากับ 200 องศาเซลเซียส ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 10



รูปที่ 10 เครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารี ยี่ห้อโรซาน (Rosand Capillary Rheometer)

12. เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวของพอลิเมอร์ (Thermogravimetric analyzer, TGA)

เป็นเครื่องรุ่น TGA-50 ผลิตโดยบริษัท Shizadzu ประเทศญี่ปุ่น สามารถให้ความร้อนและชั่งน้ำหนักของพอลิเมอร์ไปพร้อมๆ กัน ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องมือคือ เตาเผาที่มีความละเอียดในการตรวจวัดอุณหภูมิ (Furnace system) เป็นส่วนที่ให้ความร้อน และวัดอุณหภูมิ โดยที่เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) จะอยู่ในตำแหน่งด้านล่างของส่วนที่แขวนตัวอย่าง (sample holder) ทำหน้าที่วัดอุณหภูมิของตัวอย่าง และ ระบบเครื่องชั่งที่มีความละเอียด 6 ตำแหน่ง (Microbalance system) เป็นส่วนที่ทำหน้าที่วัดน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิ เมื่อน้ำหนักเปลี่ยนแปลงจะทำให้คาน (beam) ที่ค้ำจุนลดต่ำลงซึ่งจะถูกตรวจจับโดยระบบโฟโตอิเล็กตริก (photoelectric element) แล้วทำการขยายสัญญาณกระแสไฟฟ้าไปยังขดลวด (feedback coil) ทำให้

เกิดสนามแม่เหล็กไปทำให้เกิดสมดุลการหมุนของสนามแม่เหล็ก ตำแหน่งของคานจะถูกตรึงให้คงที่ ค่า torque เป็นสัดส่วนโดยตรงกับกระแสไฟฟ้า การเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักสามารถวัดได้อย่างต่อเนื่องโดยการสุ่มค่ากระแสไฟฟ้า ลักษณะเครื่อง TGA แสดง ดังในรูปที่ 11



รูปที่ 11 เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวของพอลิเมอร์ (Thermogravimetric analyzer,TGA)

13. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

เป็นเครื่องยี่ห้อ Leo รุ่น 1450 VP ส่วนประกอบของเครื่องประกอบด้วย แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron Gun) ระบบเลนส์ (Electromagnetic Lens) หัวดักจับสัญญาณ (Signal Detectors) และส่วนแสดงภาพจอคอมพิวเตอร์ใช้ศึกษาสมบัติด้านสัณฐานวิทยาเพื่อดูการกระจายตัวของพอลิเมอร์ในพอลิเมอร์เบลนด์ ผลิตโดยบริษัท Leo ประเทศอังกฤษ ใช้สำหรับการศึกษาลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยา ลักษณะของเครื่องแสดงดังรูปที่ 12



รูปที่ 12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

1.3 วิธีการทดลอง

1.3.1 การเตรียมยางธรรมชาติออกไซด์

นำน้ำยางข้นชนิดแอมโมเนียสูง มาเจือจางให้มีเปอร์เซ็นต์เนื้อยางแห้ง (Dry rubber content, DRC) เท่ากับ 20% เติมน้ำ Terric N30 เพื่อให้อนุภาคของยางเสถียร กวนของผสมเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นเติมกรดฟอร์มิกอย่างช้าๆ แล้วเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นลำดับสุดท้าย สูตรที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติออกไซด์แสดงดังตารางที่ 1 ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินต่อไป เก็บตัวอย่างทุก 15 นาที ในช่วง 1 ชั่วโมงแรก ทุกครึ่งชั่วโมงในช่วงที่ 2 และทุก 1 ชั่วโมง ในช่วงต่อไป เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณหมู่ฟอสโฟไรต์ โดยนำตัวอย่างที่เก็บมาจับตัวด้วยเมทานอล หลังจากนั้นนำไปรีดเป็นแผ่นบางๆ ด้วยเครื่องบีบยาง แล้วนำไปล้างน้ำให้สะอาด เพื่อขจัดสารเคมีที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออกไป นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส นำตัวอย่างที่แห้งแล้วประมาณ 1 กรัม มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ไปละลายในคลอโรฟอร์ม หลังจากนั้นนำสารละลายยางที่ได้ไปทำเป็นแผ่นฟิล์มบางๆ บนเซลล์โพแทสเซียมโบรไมด์ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนกระทั่งตัวทำละลายระเหยหมด จึงนำไปวิเคราะห์หาปริมาณหมู่ฟอสโฟไรต์ โดยใช้เครื่อง FT-IR แล้วคำนวณหาปริมาณหมู่ฟอสโฟไรต์โดยใช้กราฟมาตรฐาน (Davey and Loadman, 1984)

ตารางที่ 1 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมยางธรรมชาติออกไซด์

Chemicals	Quantities
Latex dry weight (g/l)	115.6
Hydrogen peroxide (g/l)	88.4
Formic acid (g/l)	41.4
10 % Terric N 30 (g/l)	13.0

1.3.2 การศึกษาสูตรยางคอมปาวด์ของยางธรรมชาติออกไซด์และยางไนไตรล์ที่เหมาะสมที่จะใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

ทำการคอมปาวด์ยางธรรมชาติออกไซด์และยางไนไตรล์กับสารเคมีชนิดต่าง ๆ ดังตารางที่ 2 โดยยางธรรมชาติออกไซด์ที่ใช้มีปริมาณหมู่ฟอสโฟไรต์ 20 โมลเปอร์เซ็นต์ ทำการผสมยางและสารเคมีโดยใช้เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง ขนาด 6 นิ้ว ตั้งอุณหภูมิในการผสม 50 องศาเซลเซียส ใช้เวลาและขั้นตอนในการผสมแสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 2 สารเคมีที่ใช้ในการคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และยางไนไตรล์

Chemicals	Quantities (phr)					
	A	B	C	D	E	F
Rubber*	100	100	100	100	100	100
Zinc oxide	5	3	6	5	6	5
Stearic acid	2	1.5	0.5	2.5	0.5	2.5
CBS	2	-	-	-	-	-
MBTS	-	1	-	-	-	-
TMTD	2.5	0.33	-	-	-	-
MBT	-	-	0.5	-	-	-
TBBS	-	-	-	0.5	0.7	0.5
Wingstay L	-	-	-	1	0.6	1
Sulphur	0.2	1	3.5	2	3.5	2

*คือปริมาณยาง ENR-20 หรือ NBR ที่คอมปาวด์แยกกันในแต่ละชุดการทดลอง

ตารางที่ 3 เวลาและขั้นตอนที่ใช้ในการผสมยางกับสารเคมี

Chemicals	Mixing time (min)	Overall time (min)
Rubber	5	5
Zinc oxide	2	7
Stearic acid	1	8
Wingstay L	1	9
Accelerators	1	10
Sulphur	2	12
Compound finishing	3	15

หลังจากนั้นนำยางคอมปาวด์ที่ได้ไปทดสอบสมบัติดังต่อไปนี้

1.3.2.1 ทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์

ทำการทดสอบด้วยเครื่อง ODR 2000 ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อหาค่าต่ำสุดของแรงบิดหรือทอร์ก (torque) ที่เกิดจากการเนียนระหว่างยางกับโรเตอร์ (M_L), ค่าแรงบิดหรือทอร์กสูงสุด (M_H), ค่าความแตกต่างระหว่างแรงบิดสูงสุดกับแรงบิดต่ำสุด ($M_H - M_L$), เวลา

สก็อกซ์ (Scorch time, t_{s1}), เวลาสุก (Cure time, t_{c90}) และดัชนีความเร็วในการวัลคาไนซ์ (Cure rate index, CRI)

1.3.2.2 ทดสอบสมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์

นำยางคอมปาวด์ที่ได้มาเตรียมขึ้นทดสอบโดยการอัดเบ้า ด้วยเครื่องอัดเบ้าแบบไฮดรอลิก ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส ตามระยะเวลาในการวัลคาไนซ์ ตั้งทิ้งยางที่เตรียมไว้ 24 ชั่วโมงแล้ว ทำการทดสอบสมบัติดังนี้

1. ความต้านทานต่อแรงดึง

ทำการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D 412 (2000) โดยตัดชิ้นทดสอบเป็นรูปดัมเบล (dump-bell) ขนาดความยาว 115 มิลลิเมตร กว้าง 6 ± 0.4 มิลลิเมตร หนาไม่ต่ำกว่า 1.5 มิลลิเมตร และไม่เกิน 3 มิลลิเมตร โดยตัดตามแนวการเรียงตัวของโมเลกุลยาง (แนว grain) หรือตามแนวยางที่รีดออกมาจากลูกกลิ้ง ใช้ดายชนิดที่ 1 (die type 1) ระยะที่ใช้วัด (gauge length) มีระยะห่าง 230 มิลลิเมตร วัดความหนา 3 จุด นำไปทดสอบด้วยเครื่อง Tensometer ที่อัตราการดึง 500 ± 50 มิลลิเมตร/นาที รายงานผลเป็น N/mm^2 หรือ MPa

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

โดยที่

F = แรงที่ใช้ดึงจนยางขาด (นิวตัน)

A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของยาง (ตารางมิลลิเมตร)

2. ความสามารถในการยืด

จะทำการทดสอบเหมือนกับการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามหัวข้อ 3.2.2.1 ถ้าที่ได้จะวัดโดยการอ่านระยะที่ขึ้นทดสอบสามารถยืดตัวได้จนขาด รายงานผลเป็นเปอร์เซ็นต์ความสามารถในการยืดตัว

$$\text{Elongation at break (\%)} = 100 \times (L - L_0)/L_0 \quad (2)$$

โดยที่

L = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนยางเมื่อยืดจนขาด (เซนติเมตร)

L_0 = ระยะห่างระหว่างเส้นที่ขีดบนยางตอนเริ่มต้นก่อนทำการทดสอบ (เซนติเมตร)

3. โมดูลัสที่ระยะยืด 300 %

โดยการวัดความเครียด (strain) ของยางที่ยืดออก 300 % จากระยะเดิม การทดสอบจะทำการทดสอบเหมือนการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึงตามหัวข้อ 3.2.2.1 รายงานผลเป็น N/mm^2 หรือ MPa

$$300 \% \text{ Modulus (MPa)} = f/A \quad (3)$$

โดยที่

f = แรงยืดของยางที่ระยะยืด 300 % (นิวตัน)

A = พื้นที่หน้าตัดเริ่มต้นของยาง (ตารางมิลลิเมตร)

1.3.3 การเตรียมสารเพิ่มความเข้ากันได้ในการเบลนด์

1.3.3.1 การเตรียมกราฟต์โคพอลิเมอร์ของพอลิโพรไพลีนกับมาลิกแอนไฮไดรด์ (PP-g-MA)

เตรียม PP-g-MA โดยละลายมาลิกแอนไฮไดรด์ 9 ส่วน และไดคิวมีลเปอร์ออกไซด์ 0.8 ส่วนในอะซิโตน 40 ส่วนโดยน้ำหนัก ดังสารเคมีในตารางที่ 4 แล้วนำพอลิโพรไพลีนมาคลุกกับสารละลายผสมข้างต้น แล้วอบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อไล่อะซิโตนออก จะได้ไดคิวมีลเปอร์ออกไซด์เคลือบที่ผิวของพอลิโพรไพลีน หลังจากนั้นนำของผสมดังกล่าวบดในเครื่องบราเบนด์ พลาสติกเคอร์ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที และ Fill factor เท่ากับ 0.8 เป็นเวลา 5 นาที โดยใช้วิธีการเตรียมเช่นเดียวกับ Garcia-Martinez *et al.* (1999) หลังจากนั้นนำคอมปาวด์ที่ได้ไปบดด้วยเครื่องบดพลาสติกเพื่อนำไปใช้งานโดยซีดีไซยิเคส์ (2548) ได้วิเคราะห์และพิสูจน์ว่าวิธีการดังกล่าวทำให้เกิดการกราฟต์ของมาลิกแอนไฮไดรด์บนโมเลกุลของพอลิโพรไพลีนดี

ตารางที่ 4 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมพอลิโพรไพลีนกราฟต์มาลิกแอนไฮไดรด์

Chemicals	Quantities (%)
Polypropylene	100
Maleic anhydride	9
Dicumyl peroxide	0.8
Acetone	40

1.3.3.2 การเตรียมพอลิโพรไพลีนที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยฟีนอลิกเรซิน

(Phenolic modified Polypropylene, Ph-PP)

ทำการผสมพอลิโพรไพลีน 100 ส่วน ไคเมทิลลอลฟีนอลิก เรซิน (SP-1045) 4 ส่วน และสารเร่งปฏิกิริยาสแตนนัสคลอไรด์ ($\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 0.8 ส่วน ดังสารเคมีในตารางที่ 5 ในเครื่องบรา

เบนเดอร์ พลาสติกเคเดอร์ ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที และ Fill factor เท่ากับ 0.8 โดยมีขั้นตอนในการผสมดังนี้

- ใส่พอลิโพรไพลีนลงในห้องผสม บด 3 นาที
- เติมนีโอลิก เรซิน บดต่อ 2 นาที
- เติมน้ำมันสกลอไรด์ บดต่อ 3 นาที
- นำของผสมออกจากเครื่องบราเบนเดอร์ พลาสติกเคเดอร์ แล้วนำไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก เพื่อนำไปใช้งาน โดยซีดีไฮยิเคห์ (2548) ได้วิเคราะห์และพิสูจน์ว่าวิธีการดังกล่าวทำให้เกิดการกราฟต์ของไดเมทิลลอลฟีนออลิก เรซิน บนโมเลกุลของพอลิโพรไพลีนดี

ตารางที่ 5 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมพอลิโพรไพลีนกราฟต์ฟีนออลิกเรซิน

Chemicals	Quantities (%)
Polypropylene	100
SP-1045	4
Stannous chloride	0.8

1.3.4 การศึกษาชนิดและปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/PP และ ENR/PP

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ จากการเบลนด์ระหว่างพอลิโพรไพลีนกับคอมปาวด์ของยางไนไตรล์ และ เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์พอลิโพรไพลีนกับคอมปาวด์ของยางธรรมชาติพอกไซค์ที่มีปริมาณหมู่พอกไซค์ 20 โมลเปอร์เซ็นต์ (ENR-20) ใช้สูตรยางที่เหมาะสมจากข้อ 3.2 โดยแปรชนิดและปริมาณของสารเพิ่มความเข้ากันได้ รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้แสดงดังตารางที่ 6 โดยใช้เครื่องบราเบนเดอร์ พลาสติกเคเดอร์ ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที และ Fill factor เท่ากับ 0.8 โดยมีขั้นตอนในการผสมดังนี้

- ใส่พอลิโพรไพลีนลงในห้องผสม บด 2 นาที
- เติมน้ำมันเพิ่มความเข้ากันได้ (SP-1045, หรือ PP-g-MA, หรือ Ph-PP) บดต่อ 1 นาที
- เติมน้ำมันคอมปาวด์ บดต่อจนค่าทอร์คคงที่
- นำของผสมออกจากห้องผสม แล้วนำไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก
- ทำการขึ้นรูปชิ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ตามหัวข้อ 1.3.8 แล้วนำไปทดสอบสมบัติตามหัวข้อ 1.3.9

ตารางที่ 6 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

สารเคมี	สูตรที่ 1	สูตรที่ 2	สูตรที่ 3	สูตรที่ 4	สูตรที่ 5	สูตรที่ 6
ยางคอมปาวด์*	60	60	60	60	60	60
พอลิโพรไพลีน	40	40	40	40	40	40
สารเพิ่มความเข้ากันได้**	0	1	3	5	10	15

* ยางคอมปาวด์ที่ใช้ คือ ยางธรรมชาติอิพอกไซค์ (ENR-20) กับ ยางไนไตรล์

** สารเพิ่มความเข้ากันได้ที่ใช้ คือ SP-1045, PP-g-MA และ Ph-PP โดยใช้ในปริมาณเทียบกับ เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน

1.3.5 การศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP ต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

ทำการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ คอมปาวด์ยางไนไตรล์ คอมปาวด์ของยางธรรมชาติอิพอกไซค์ และพอลิโพรไพลีน (NBR/ENR/PP) ใช้ชนิดและปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่เหมาะสมจากหัวข้อ 3.4 (PP-g-MA และ Ph-PP ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน) โดยใช้ปริมาณสารเคมีต่างๆ แสดงดังตารางที่ 7 โดยใช้เครื่องบราเบนเดอร์ พลาสติกเคอร์ ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที และ Fill factor เท่ากับ 0.8 โดยมีขั้นตอนในการผสมดังนี้

- ใส่พอลิโพรไพลีนลงในห้องผสม บด 2 นาที
- เติมสารเพิ่มความเข้ากันได้ (Ph-PP, หรือ PP-g-MA) บดต่อ 1 นาที
- เติมคอมปาวด์ยางไนไตรล์ บดต่อ 1 นาที
- เติมคอมปาวด์ยางธรรมชาติอิพอกไซค์ บดต่อจนค่าทอร์คคงที่
- นำของผสมออกจากห้องผสม แล้วนำไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก
- ทำการขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ตามหัวข้อ 1.3.8 แล้วนำไปทดสอบสมบัติตามหัวข้อ 1.3.9-1.3.14

ตารางที่ 7 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

สูตรที่	คอมพาวด์ยางไนไตรล์ (%)	คอมพาวด์ยางธรรมชาติพอกไซค์* (%)	พอลิโพรไพลีน (%)	Ph-PP, PP-g-MA** (%)
สูตรที่ 1	60	0	40	5
สูตรที่ 2	50	10	40	5
สูตรที่ 3	40	20	40	5
สูตรที่ 4	30	30	40	5
สูตรที่ 5	20	40	40	5
สูตรที่ 6	10	50	40	5
สูตรที่ 7	0	60	40	5

* ยางธรรมชาติพอกไซค์ที่ใช้มีปริมาณหมู่พอกไซค์ ประมาณ 20 โมลเปอร์เซ็นต์

** compatibilizers เทียบกับเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน

1.3.6 ศึกษาชนิดของยางธรรมชาติพอกไซค์ที่เหมาะสมในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP

ทำการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ จากการเบลนด์คอมพาวด์ยางไนไตรล์ คอมพาวด์ของยางธรรมชาติพอกไซค์ที่มีปริมาณหมู่พอกไซค์ประมาณ 30 และ 40 โมลเปอร์เซ็นต์ และพอลิโพรไพลีน โดยใช้อัตราส่วนการเบลนด์ที่เหมาะสมจากหัวข้อ 1.3.5 (NBR/ENR/PP เท่ากับ 20/40/40 และ 10/50/40) โดยใช้ปริมาณสารเคมีต่างๆ แสดงดังตารางที่ 8 ในเครื่องบราเบนเดอร์ พลาสติกคอเดอร์ ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที และ Fill factor เท่ากับ 0.8 โดยมีขั้นตอนในการผสมดังนี้

- ใส่พอลิโพรไพลีนลงในห้องผสม บด 2 นาที
- เติม Ph-PP บดต่อ 1 นาที
- เติมคอมพาวด์ยางไนไตรล์ บดต่อ 1 นาที
- เติมคอมพาวด์ยางธรรมชาติพอกไซค์ บดต่อจนค่าทอร์คคงที่
- นำของผสมออกจากห้องผสม แล้วนำไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก
- ทำการขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ตามหัวข้อ 1.3.8 แล้วนำไปทดสอบสมบัติตามหัวข้อ 1.3.9-1.3.14

ตารางที่ 8 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

สารเคมี	สูตรที่ 1 (%)	สูตรที่ 2 (%)
คอมปาวด์ยางไนไตรล์	20	10
คอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์*	40	50
พอลิโพรไพลีน	40	40
Ph-PP**	5	5

* ใช้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 30 และ 40 โมลเปอร์เซ็นต์

** Ph-PP เทียบกับเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน

1.3.7 ศึกษาผลของการแปรระบบวัลคาไนเซชันต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP

1.3.7.1 การทดสอบสมบัติยางคอมปาวด์ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์และยางไนไตรล์

ทำการคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์และยางไนไตรล์กับสารเคมีชนิดต่าง ๆ ที่ใช้แสดงดังตารางที่ 9 โดยชนิดยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่เหมาะสมจากหัวข้อ 1.3.6 (ENR-20) ทำการผสมยางและสารเคมีโดยใช้เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง ขนาด 6 นิ้ว ตั้งอุณหภูมิในการผสม 50 องศาเซลเซียส โดยแปรระบบเปอร์ออกไซด์ ระบบผสม และระบบฟีนอลิก

ตารางที่ 9 สารเคมีที่ใช้ในการคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และยางไนไตรล์

Chemicals	Peroxide system (phr)	Mixed system (phr)	Phenolic system (phr)
Rubber	100	100	100
Zinc oxide	-	6	-
Stearic acid	1	0.5	1
TBBS	-	0.7	-
Wingstay L	-	0.6	-
Sulphur	-	3.0	-
DCP	1	0.5	-
TAC	0.5	0.25	-
SP-1045	-	-	4
SnCl ₂	-	-	0.5

หลังจากนั้นนำยางคอมปาวด์ที่ได้ไปทดสอบสมบัติตามหัวข้อ 1.3.2.1

1.3.7.2 เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบเปอร์ออกไซด์ ระบบผสม และระบบฟีนอลิก

ทำการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ใช้ชนิดและปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่เหมาะสมจากหัวข้อ 1.3.4 โดยใช้อัตราส่วนการเบลนด์ที่เหมาะสมจากหัวข้อ 1.3.5 ปริมาณสารเคมีต่างๆ แสดงดังตารางที่ 10 ในเครื่องบราเวนเดอร์ พลาสติกเคอร์ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วโรเตอร์ 60 รอบต่อนาที และ Fill factor เท่ากับ 0.8 โดยมีขั้นตอนในการผสมดังนี้

- ใส่พอลิโพรไพลีนลงในห้องผสม บด 2 นาที
- เติม Ph-PP บดต่อ 1 นาที
- เติมคอมปาวด์ยางไนไตรล์ บดต่อ 1 นาที
- เติมคอมปาวด์ยางธรรมชาติฟอกไซค์ บดต่อจนค่าทอร์คคงที่
- นำของผสมออกจากห้องผสม แล้วนำไปตัดให้มีขนาดเล็กด้วยเครื่องบดพลาสติก
- ทำการขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติก ตามหัวข้อ 1.3.8 แล้วนำไปทดสอบสมบัติตามหัวข้อ 1.3.9-1.3.14

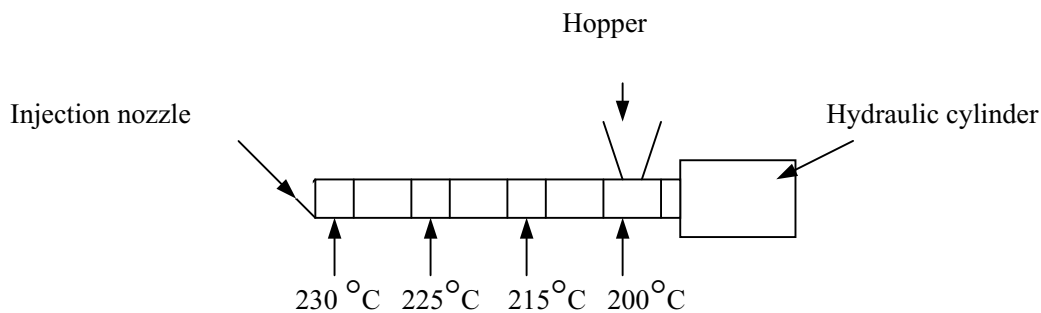
ตารางที่ 10 ปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

สารเคมี	สูตรที่ 1 (%)	สูตรที่ 2 (%)
คอมปาวด์ยางไนไตรล์	20	10
คอมปาวด์ยางธรรมชาติฟอกไซค์	40	50
พอลิโพรไพลีน	40	40
Ph-PP*	5	5

* Ph-PP เทียบกับเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน

1.3.8 การเตรียมขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดเทอร์โมพลาสติก

ตั้งสถานะของการฉีดเพื่อเตรียมขึ้นรูปขึ้นทดสอบรูปดัมเบล (dumb-bell) ดังนี้ ความดันฉีดจังหวะที่ 1 เท่ากับ 75 และความดันฉีดจังหวะที่ 2 เท่ากับ 65 การตั้งอุณหภูมิของเครื่อง แสดงดังรูปที่ 13



รูปที่ 13 การตั้งอุณหภูมิที่ใช้ในการฉีด

1.3.9 การทดสอบสมบัติเชิงกลของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

ตั้งขึ้นทดสอบที่เตรียมได้ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง หลังจากขึ้นรูป ก่อนนำมาทดสอบสมบัติดังนี้

1. ความต้านทานต่อแรงดึงความสามารถในการยืด

ทำการทดลองโดยวิธีการและการคำนวณในทำนองเดียวกับการทดสอบยางวัลคาไนซ์ในหัวข้อ 3.3.2 โดยใช้สมการที่ (1) และ (2) ในการคำนวณ ตามลำดับ

2. ความสามารถในการคืนตัว

ทดสอบเช่นเดียวกับการทดสอบความต้านทานต่อแรงดึง ตามมาตรฐาน ASTM D 412 (2000) โดยยืดยางออกถึงระยะ 100 เปอร์เซ็นต์ภายใน 15 วินาที ปล่อยให้ยางยืดในระยาระดับนั้นเป็นเวลา 10 นาที แล้วปล่อยยางกลับสู่รูปเดิม และตั้งยางทิ้งไว้ 10 นาที แล้ววัดระยะห่างระหว่างรอยที่ขีดไว้ การคำนวณค่า Tension set ทำโดยการแทนค่า L ในสมการที่ 2 ด้วยค่าระยะห่างระหว่างรอยขีดที่วัดได้หลังจากที่ตั้งยางทิ้งไว้ 10 นาที

1.3.10 ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการเสื่อมเนื่องจากความร้อน

การทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการเสื่อมเนื่องจากความร้อน ตามวิธีมาตรฐาน ASTM D454 (2000) ทำโดยนำชิ้นทดสอบรูปดัมเบลขนาด Die Type C มาทำการบ่มแรงด้วยตู้อบอากาศร้อนที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 22 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดแล้ว ตั้งขึ้นทดสอบไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาไม่น้อยกว่า 16 ชั่วโมง แต่ไม่เกิน 96 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นทดสอบไปทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง ความสามารถในการยืด และความสามารถในการคืนตัวตามข้อ 3.9

1.3.11 ทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

ทำการทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารี (Single bore Rosand capillary rheometer) ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และตั้งค่า

อัตราการไหลในช่วง $5 - 1780 \text{ s}^{-1}$ โดยใช้คายที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 มิลลิเมตร ความยาว 32 มิลลิเมตร และมุมไหลเข้า 90 องศา การคำนวณสมบัติการไหลของพอลิเมอร์หลอม ทั้งความเค้นเฉือนปรากฏ อัตราเฉือนปรากฏ และความหนืดเฉือนปรากฏ แสดงในสมการที่ 4-6

$$\text{ความเค้นเฉือนปรากฏที่ผนัง (Pa):} \quad \tau = \frac{R\Delta P}{2L} \quad (4)$$

$$\text{อัตราเฉือนปรากฏที่ผนัง (s}^{-1}\text{):} \quad \dot{\gamma}_{\text{app}} = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (5)$$

$$\text{ความหนืดเฉือนปรากฏ (Pa.s):} \quad \eta_s = \frac{\tau}{\dot{\gamma}_{\text{app}}} \quad (6)$$

เมื่อ ΔP คือ ความดันตกคร่อมในคาย (pressure drop) (Pa)

Q คือ อัตราการไหล (m^3/s)

R คือ รัศมีของคายคาปิลลารี (m)

L คือ ความยาวของคายคาปิลลารี (m)

จากสมการ 4-6 เป็นค่าที่เป็นสมบัติปรากฏ (apparent values) แทนที่จะเป็นค่าจริงของการไหลของพอลิเมอร์หลอม ทั้งนี้เนื่องจากการคำนวณได้ใช้ของไหลนิวทอนเนียนเป็นตัวเปรียบเทียบการทดสอบจะเปรียบเทียบสมบัติการไหลในรูปแบบของความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเฉือนปรากฏ (Apparent shear rate, $\dot{\gamma}_{\text{app}}$) กับความเค้นเฉือนปรากฏ (Apparent shear stress, τ) และความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเฉือนปรากฏกับความหนืดเฉือนปรากฏ (Apparent shear viscosity, η_s)

1.3.12 วิเคราะห์ลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยา (Morphological properties)

การทดสอบลักษณะทางด้านสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) โดยการทำให้ชิ้นตัวอย่างแตกหักในไนโตรเจนเหลว เพื่อให้ได้ผิวทดสอบใหม่ หลังจากนั้นทำการละลายเฟสพลาสติกออก โดยแช่ในไซลีนร้อนเป็นเวลาประมาณ 30 นาที แล้วทำการเคลือบด้วยทองคำโดยนำตัวอย่างวางในเครื่องสำหรับเคลือบทองภายใต้สุญญากาศ ปลอยก๊าซ Akron (Ar) เข้ามา และปรับกระแสไฟฟ้า ก๊าซ Akron จะเกิดแตกตัวเป็นอิเล็กตรอนวิ่งไปชนแผ่นทองและลงมาเคลือบที่ชิ้นตัวอย่าง แล้วนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์

อิเล็กทรอนิกส์แบบส่องกราดที่กำลังขยาย 1,000 เท่าเพื่อสังเกตลักษณะสัญญาณวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

1.3.13 ทดสอบสมบัติด้านความร้อนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ด้วยเทคนิค

Thermogravimetric analysis (TGA)

การทดสอบจะนำชิ้นตัวอย่างมาตัดให้มีน้ำหนักไม่เกิน 10 มิลลิกรัม มาทดสอบด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer โดยการเผาพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิห้องจนถึง 800 องศาเซลเซียส ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิแสดงดังตารางที่ 11 ในบรรยากาศไนโตรเจน เพื่อศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัวและความทนทานต่อความร้อนของพอลิเมอร์

ตารางที่ 11 อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการทดสอบความทนทานต่อความร้อน

ช่วงอุณหภูมิ (°C)	อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ (°C/min)
30-400	10
400-550	5
550-800	10

1.3.14 ทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย (Solvent resistance) ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

การทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย (Solvent resistance) จะทดสอบการบวมพอง (Swelling test) ตามมาตรฐาน ASTM D471 (2000) โดยนำชิ้นทดสอบมาตัดเป็นสี่เหลี่ยมจัตุรัสให้มีขนาดกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตร หนาประมาณ 2 มิลลิเมตร ชั่งน้ำหนักขึ้นทดสอบละเอียด 0.0001 กรัม แช่ในตัวทำละลาย 50 มิลลิลิตร ซึ่งบรรจุในบีกเกอร์ ปิดภาชนะให้มิดชิดเป็นเวลา 166 ชั่วโมง จึงนำชิ้นทดสอบมาชั่งน้ำหนักอีกครั้ง

$$\text{Swelling (\%)} = 100 \times (W_s - W_o) / W_o \quad (7)$$

โดยที่

W_s คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังจากแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)

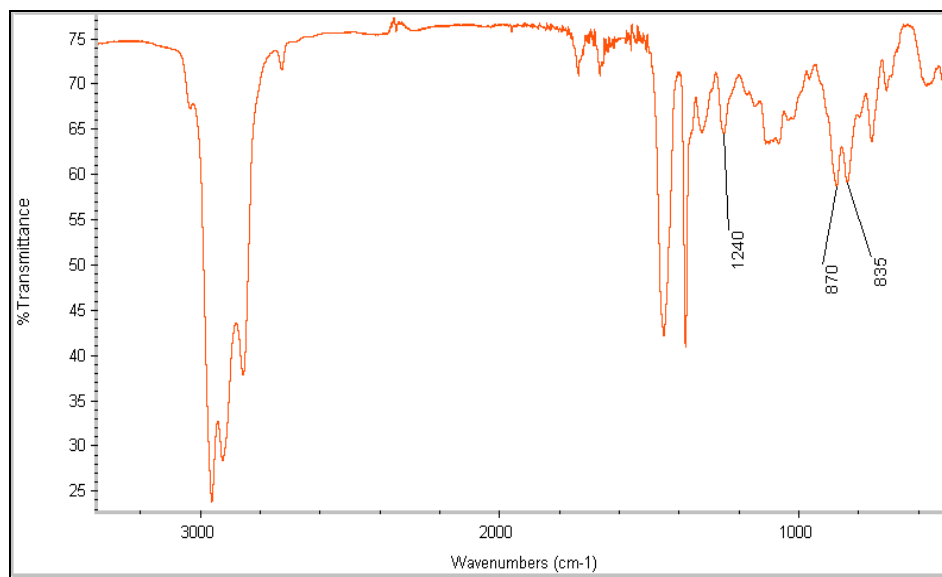
W_o คือ น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนแช่ในตัวทำละลาย (กรัม)

ในการทดลองนี้ดัดแปลงจากมาตรฐานโดยการใช้ตัวทำละลาย 3 ชนิด คือ สารละลายผสมระหว่างไอโซออกเทนต่อโทลูอีน ในอัตราส่วน 50:50 น้ำมันเบนซิน และน้ำมันเครื่องยี่ห้อ 4 จังหวะ

2. ผลการทดลองและวิจารณ์

2.1 การเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์

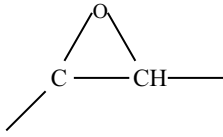
จากการทดลองเตรียมยางธรรมชาติอีพอกไซด์ตามหัวข้อ 1.3.1 แล้วนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี จะได้สเปกตรัมอินฟราเรดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ดังรูปที่ 14 พบว่ามีพีคของหมู่อีพอกไซด์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 cm^{-1} และ 1240 cm^{-1} นอกจากนี้ยังพบพีคอื่นๆ ดังแสดงในตารางที่ 12 จากสเปกตรัมอินฟราเรดสามารถนำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การเกิดหมู่อีพอกไซด์ (% epoxidation) โดยใช้อัตราส่วนการดูดกลืนแสงอินฟราเรด (absorbance ratio) ของหมู่อีพอกไซด์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 870 cm^{-1} เปรียบเทียบกับตำแหน่งเลขคลื่น 835 cm^{-1} (ซึ่งแสดงถึงการมีพันธะ C-H ที่ต่อกับ C=C ของ *cis*-1,4-Polyisoprene) ไปคำนวณค่า อัตราส่วนการดูดกลืน (Ar) โดยวัดความสูงของพีคและการคำนวณดังรายละเอียดและสมการคำนวณแสดงในรูปที่ 15

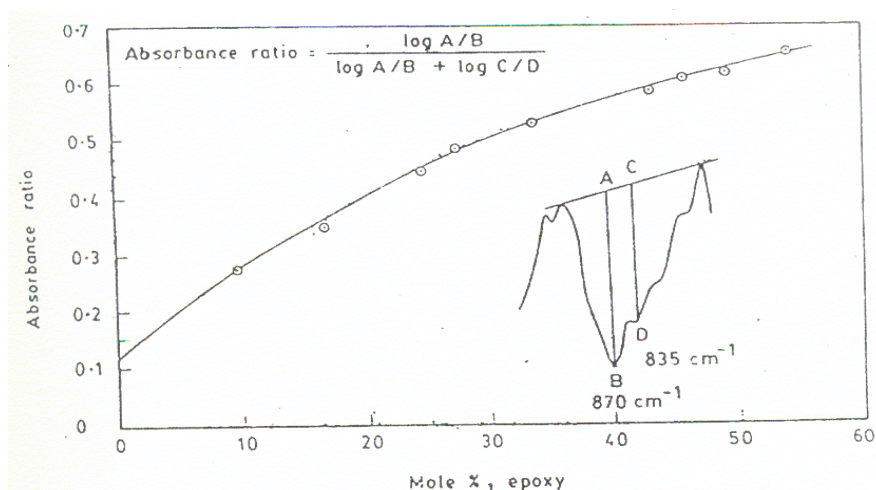


รูปที่ 14 สเปกตรัมอินฟราเรดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

ตารางที่ 12 ตำแหน่งเลขคลื่นของพีคสเปกตรัมอินฟราเรด หมู่ฟังก์ชันของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

(Davey and Loadman, 1984)

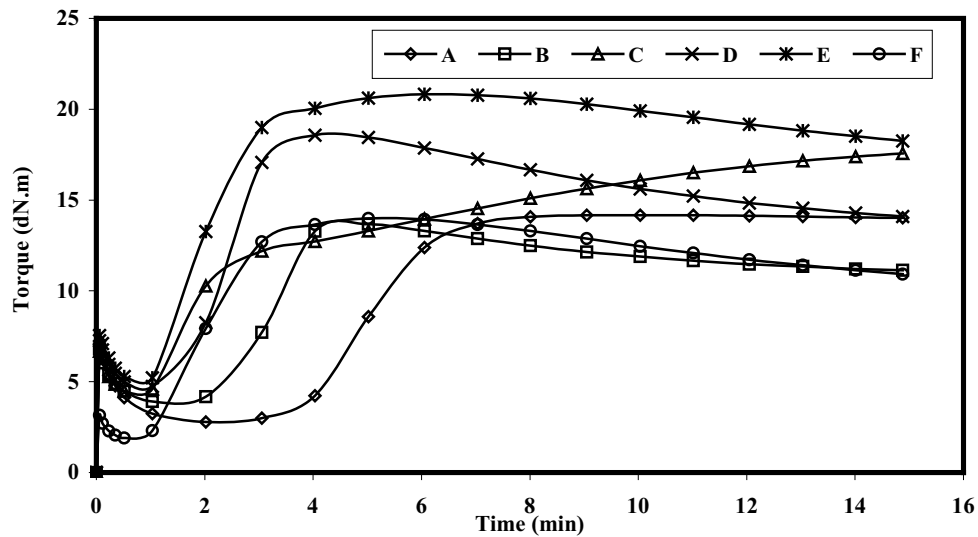
หมู่ฟังก์ชัน	เลขคลื่น (cm ⁻¹)
-CH ₃	2956, 1377
-CH ₂	2925, 1446
C=C	1657
-C=CH-(cis-1,4)	835
	870, 1240



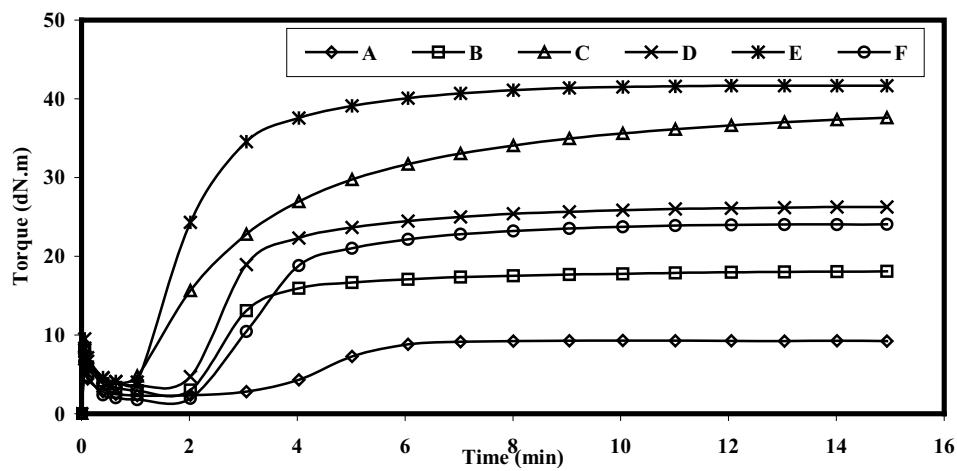
รูปที่ 15 ตำแหน่งของพีคอินฟราเรดและกราฟมาตรฐานในการวิเคราะห์หาปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในโมเลกุลยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (Davey and Loadman, 1984)

จากรูปที่ 15 แสดงกราฟมาตรฐานของการคำนวณปริมาณหมู่อีพอกไซด์ ซึ่งในการทดลองนี้ สามารถคำนวณปริมาณหมู่อีพอกไซด์ที่เวลาการทำปฏิกิริยาต่างๆ แสดงผลดังรูปที่ 16 พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาอีพอกซิเดชัน ทำให้เกิดการเพิ่มปริมาณหมู่อีพอกไซด์ในโมเลกุลยางธรรมชาติในลักษณะโพลิโนเมียล เนื่องจากกรดเปอร์ฟอร์มิก จะทำปฏิกิริยากับโครงสร้างที่ไม่อิ่มตัวของยางธรรมชาติ เกิดเป็นวงแหวนอีพอกไซด์ขึ้นบนโครงสร้างโมเลกุล และได้กรดฟอร์มิกซึ่งเป็นผลพลอยได้ สามารถเกิดปฏิกิริยากับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในระบบได้ต่ออีก ทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจนกว่าไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะหมด ดังรายละเอียดปฏิกิริยาที่ 1 และ 2 ในรูปที่ 17 ดังนั้นเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้นปริมาณหมู่อีพอกไซด์จึงเพิ่มขึ้น เนื่องจากโมเลกุลยางธรรมชาติมีโอกาสเกิดปฏิกิริยากับกรดเปอร์ฟอร์มิก แล้วกลายเป็นโมเลกุลยางที่มีหมู่อีพอกไซด์ในโครงสร้างมากขึ้นนั่นเอง

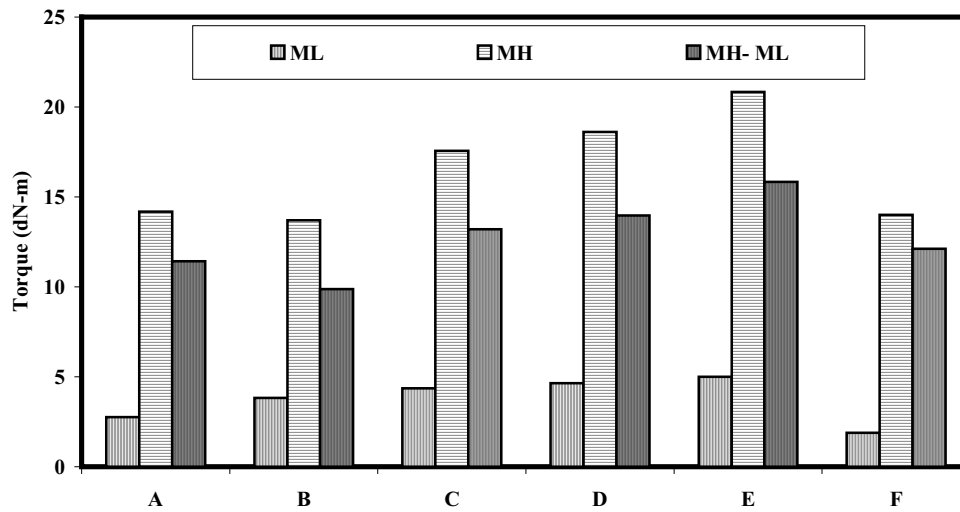
แสดงดังรูปที่ 18 และ 19 สามารถหาค่าทอร์กสูงสุด (M_H), ทอร์กต่ำสุด (M_L), ผลต่างของทอร์ก ($M_H - M_L$), เวลาสกอช (scorch time, ts_1), เวลาวัลคาไนซ์ (cure time, tc_{90}) และดัชนีอัตราในการวัลคาไนซ์ (cure rate index, CRI) ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 20-22



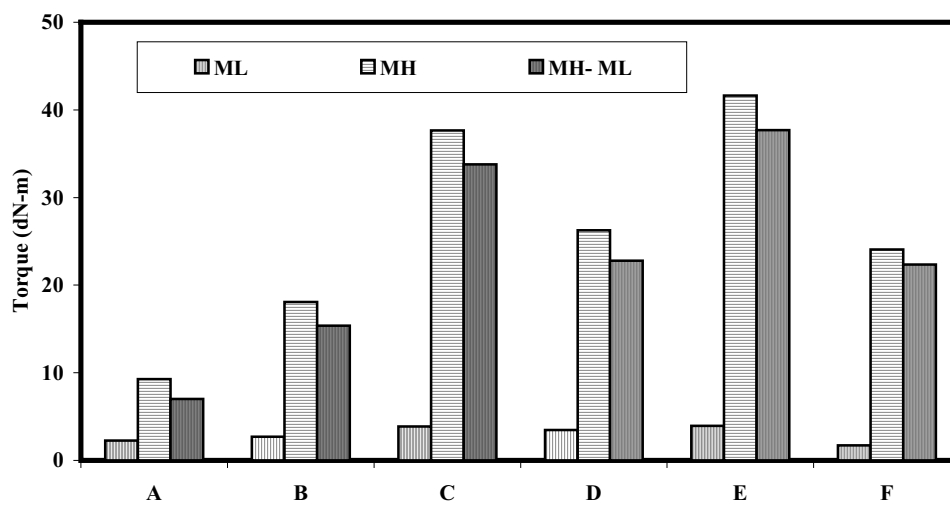
รูปที่ 18 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแรงบิดกับเวลาของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ใช้สูตรการวัลคาไนซ์ต่างๆ ทดสอบที่ 160 องศาเซลเซียส



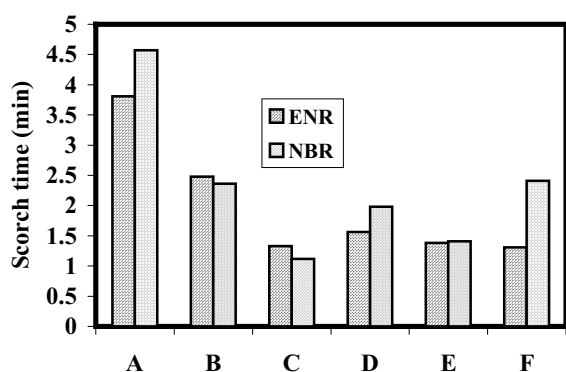
รูปที่ 19 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแรงบิดกับเวลาของยางไนไตรล์ที่ใช้สูตรการวัลคาไนซ์ต่างๆ ทดสอบที่ 160 องศาเซลเซียส



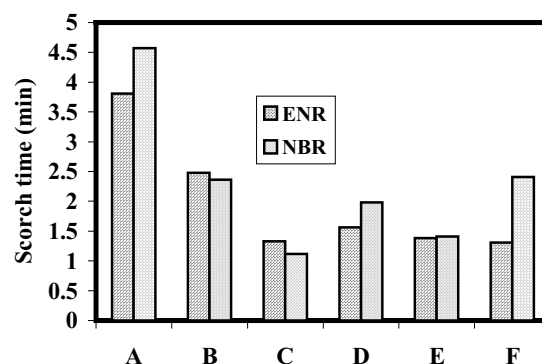
รูปที่ 20 ค่าทอร์กสูงสุด (M_H), ทอร์กต่ำสุด (M_L), ผลต่างของทอร์ก($M_H - M_L$) ของคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์



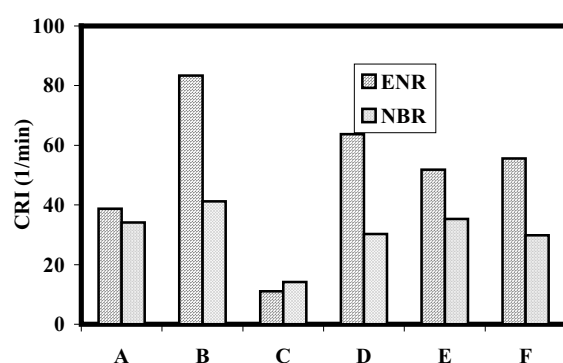
รูปที่ 21 ค่าทอร์กสูงสุด (M_H), ทอร์กต่ำสุด (M_L), ผลต่างของทอร์ก($M_H - M_L$) คอมปาวด์ยางไนไตรล์



(a) Scorch time



(b) Cure time



(c) Cure rate index (CRI)

รูปที่ 22 เปรียบเทียบสมบัติวัลคาไนซ์ระหว่างคอมปาวด์ยางไนไตรล์กับยางธรรมชาติอิพอกไซค์

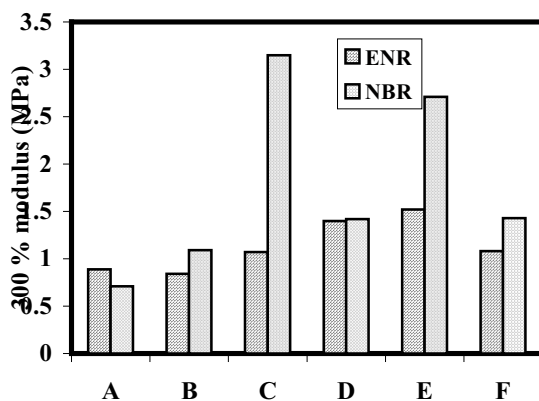
(a) Scorch time (b) Cure time และ (c) Cure rate Index

จากรูปที่ 20 และ 21 เมื่อเปรียบเทียบค่าทอร์คสูงสุด ค่าแรงทอร์คต่ำสุดและความแตกต่างของทอร์คของยางธรรมชาติอิพอกไซค์และยางไนไตรล์ที่ใช้สูตรแตกต่างกัน พบว่า สูตร E มีค่าทอร์คสูงสุด ค่าทอร์คต่ำสุดและความแตกต่างของทอร์คสูงที่สุด ซึ่งค่าความแตกต่างของทอร์คสูงสุดและทอร์คต่ำสุดจะบ่งชี้ถึงระดับหรือปริมาณการเชื่อมโยงของโมเลกุลยาง แสดงว่าสูตร E โมเลกุลยางจะเกิดพันธะเชื่อมโยงสูงที่สุดในยางธรรมชาติอิพอกไซค์และยางไนไตรล์

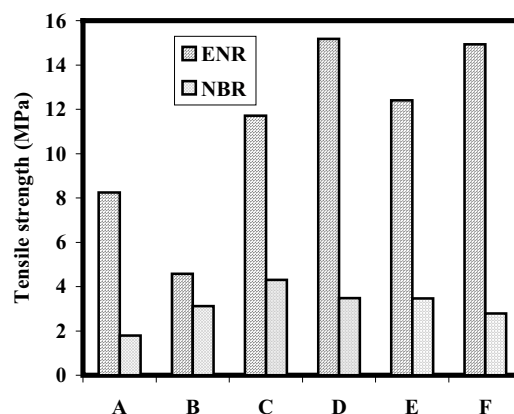
จากรูปที่ 22 เมื่อเปรียบเทียบระยะเวลาที่สามารถแปรรูปได้ (Scorch time) ของยางธรรมชาติอิพอกไซค์และยางไนไตรล์ที่ใช้สูตรแตกต่างกันพบว่า สูตร E มีระยะเวลาที่ยาวนานที่สามารถแปรรูปได้สั้น แต่เมื่อเปรียบเทียบระยะเวลาในการวัลคาไนซ์และอัตราการวัลคาไนซ์ พบว่าในยางไนไตรล์ยางธรรมชาติอิพอกไซค์สูตร E ให้ระยะเวลาในการวัลคาไนซ์และอัตราการวัลคาไนซ์อยู่ในระดับที่ดี ดังนั้นสูตร E น่าจะเหมาะสมที่จะใช้ในการวัลคาไนซ์ยางไนไตรล์และยางธรรมชาติอิพอกไซค์ที่นำมาเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มากที่สุด

2.2.2 สมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์

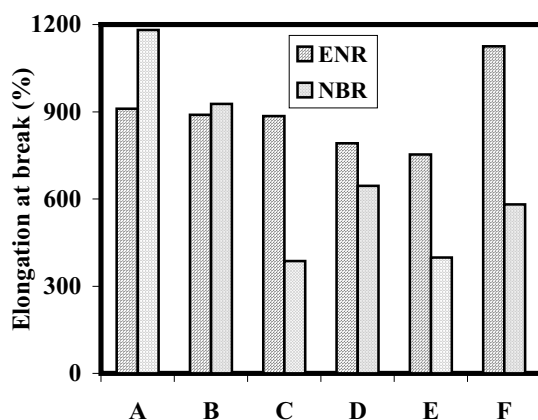
นำยางคอมปาวด์ที่เตรียมได้จากข้อ 1.3.2 มาอัดเข้าขึ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดเข้าไฮดรอลิก ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส ตามระยะเวลาการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์แต่ละสูตร ตั้งแผ่นยาง ที่ได้ไว้ที่อุณหภูมิห้อง 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติ แล้วนำมาเขียนกราฟความสัมพันธ์ ระหว่างค่าโมดูลัสที่ระยะยืด 300 เปอร์เซ็นต์ความต้านทานต่อแรงดึง และค่าความสามารถในการยืดของสูตรยางแบบต่างๆ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 23



(a) 300 % Modulus



(b) Tensile strength



(c) Elongation at break

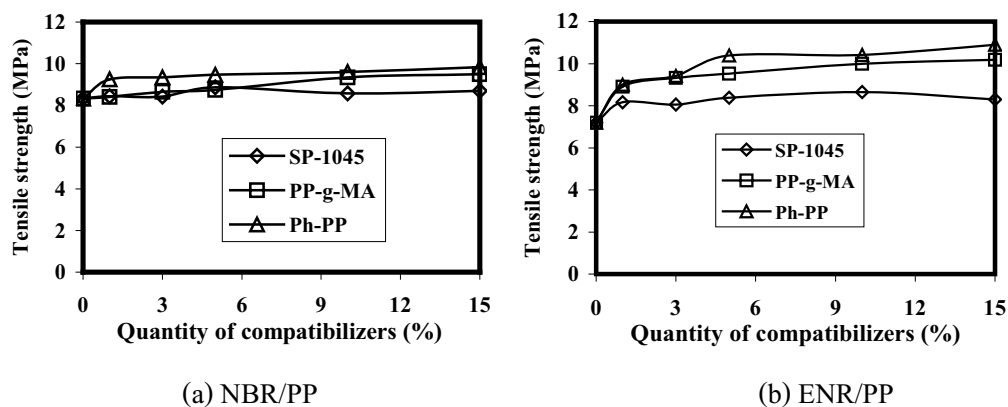
รูปที่ 23 เปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติพอกไซค์และยางไนไตรล์ที่ใช้สูตรในการคอมปาวด์ต่างกัน

จากรูปที่ 23 พบว่าค่าความต้านทานต่อแรงดึง และค่าความสามารถในการยืดของยางธรรมชาติพอกไซค์ จะสูงกว่ายางไนไตรล์ เนื่องจากยางธรรมชาติพอกไซค์ที่มีหมู่พอกไซค์ประมาณ 20 โมลเปอร์เซ็นต์ สามารถเกิดผลึกได้เมื่อยืด (strain induced crystallization) (Davey *et al.*, 1983) ทำให้มีความสามารถต้านทานต่อแรงดึง และความสามารถในการยืดสูงกว่ายางไนไตรล์ซึ่งไม่

สามารถเกิดผลึกได้ เมื่อเปรียบเทียบสมบัติค่าโมดูลัสที่ 300 เปอร์เซนต์ ความต้านทานต่อแรงดึง และค่าความสามารถในการยืดแต่ละสูตรพบว่าไม่แตกต่างกันมากนัก ซึ่งสามารถเรียงลำดับสมบัติเชิงกลจากสูงไปหาค่า คือ สูตร F > สูตร D > สูตร C > สูตร E > สูตร A > สูตร B ตามลำดับ และเมื่อพิจารณาพร้อมกับสมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ พบว่ายางคอมปาวด์สูตร E น่าจะเหมาะสมที่จะนำมาเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มากที่สุด โดยเฉพาะค่าทอร์คจากกราฟการวัลคาไนซ์ ซึ่งแสดงถึงคอมปาวด์มีการเชื่อมโยงของพันธะในโมเลกุลสูงที่สุดและสมบัติเชิงกลอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

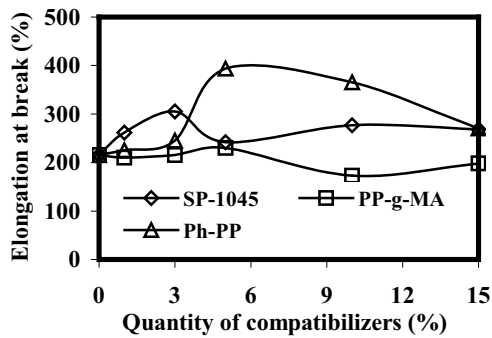
2.3 การศึกษาชนิดและปริมาณของสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/PP และ ENR/PP

นำสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติอิพอกไซค์ (ENR-20) กับพอลิโพรไพลีน และยางไนไตรล์กับพอลิโพรไพลีน ในตารางที่ 6 ที่อัตราส่วนยางต่อพอลิโพรไพลีน 60/40 เปรียบเทียบชนิดและปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ 3 ชนิด คือ ฟีนอลิกเรซิน (SP-1045) PP-g-MA และ Ph-PP ที่เตรียมโดยใช้วิธีการทดลองในหัวข้อที่ 1.3.3 ในการทดลองนี้ใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ทั้ง 3 ชนิด ในปริมาณ 1, 3, 5, 10 และ 15% โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน หลังจากเตรียม TPVS แล้วทำการทดสอบสมบัติตามข้อ 1.3.9 ได้ผลการทดลองความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืด ดังแสดงในรูปที่ 24 และ 25 ตามลำดับ

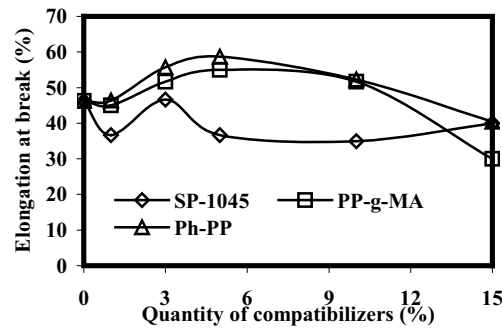


รูปที่ 24 ความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ที่อัตราส่วนยางต่อ

พอลิโพรไพลีน 60/40 โดยใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิดต่างๆ และแปรปริมาณ



(a) NBR/PP



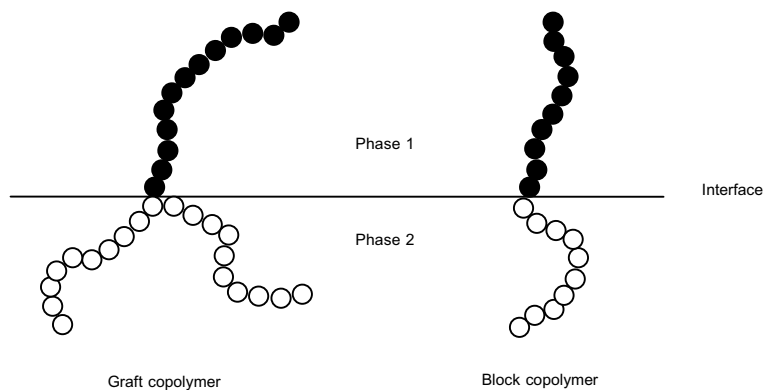
(b) ENR/PP

รูปที่ 25 ความสามารถในการยึดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ที่อัตราส่วนยางต่อ

พอลิโพรไพลีน 60/40 โดยใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ชนิดต่างๆ และแปรปริมาณ

จากรูปที่ 24 และ 25 พบว่าการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้จะให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดสูงกว่าการไม่ใช้ การใช้ Ph-PP จะให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดสูงที่สุด รองลงมาคือ PP-g-MA และ SP-1045 ตามลำดับ ทั้งนี้มีสาเหตุมาจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างโมเลกุลของยางกับพอลิโพรไพลีน เนื่องจาก Ph-PP และ PP-g-MA มีส่วนของโมเลกุลคล้ายกับพอลิโพรไพลีนซึ่งสามารถเบลนด์เข้ากับพอลิโพรไพลีนได้ดี นอกจากนี้ Ph-PP และ PP-g-MA มีหมู่ที่มีสภาพขั้ว ซึ่งจะทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวกับโมเลกุลของยางซึ่งมีสภาพขั้ว โดยสารเพิ่มความเข้ากันได้จะเข้าไปเป็นตัวประสานที่ผิวประจัญ (interface) ของทั้งสองเฟส ทำให้เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ได้มีความแข็งแรงมากขึ้น และเมื่อปริมาณของสารเพิ่มความเข้ากันได้เพิ่มขึ้น พบว่าค่าความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องจาก Ph-PP และ PP-g-MA เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่เป็นพอลิเมอร์แบบกราฟต์ของพอลิโพรไพลีน ส่วนหนึ่งของโมเลกุลมีลักษณะทางเคมีเหมือนกับพอลิเมอร์หลักที่ต้องการผสม ซึ่งเป็นหมู่ที่มีสภาพขั้วเหมือนกับวงแหวนอีพอกไซด์ในโมเลกุลยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ดังนั้นจึงทำให้เกิดอันตรกิริยาระหว่างสองหมู่ นอกจากนี้การเพิ่มปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ เป็นการเพิ่มปริมาณโมเลกุลเป็นพอลิโพรไพลีน อาจจะทำให้สามารถเข้ากันได้ดีกับพอลิโพรไพลีนที่ใช้เป็นพอลิเมอร์หลักในการเบลนด์ ทำให้ผิวประจัญของพอลิเมอร์ผสมจะเกิดแรงยึดเหนี่ยวคล้ายกับแผนภาพในรูปที่ 26 ดังนั้น Ph-PP และ PP-g-MA จะทำให้เฟสของยางคอมปาวด์เกิดแรงกระทำกับเฟสของพอลิโพรไพลีน ส่งผลให้มีแรงยึดติดระหว่างโมเลกุล และเกิดการกระจายตัวของยางคอมปาวด์ในเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์สม่ำเสมอมากขึ้น จึงทำให้มีความต้านทานต่อแรงดึงมากขึ้น สำหรับ SP-1045 นั้น เป็นสารวัลคาไนซ์ ส่วนของโมเลกุลมีสภาพขั้วที่สามารถเข้ากับยางคอมปาวด์ได้ แต่เมื่อนำมาใช้เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้จะเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับโมเลกุลของพอลิโพรไพลีนได้น้อยกว่า Ph-PP และ PP-g-MA ส่งผลให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ได้

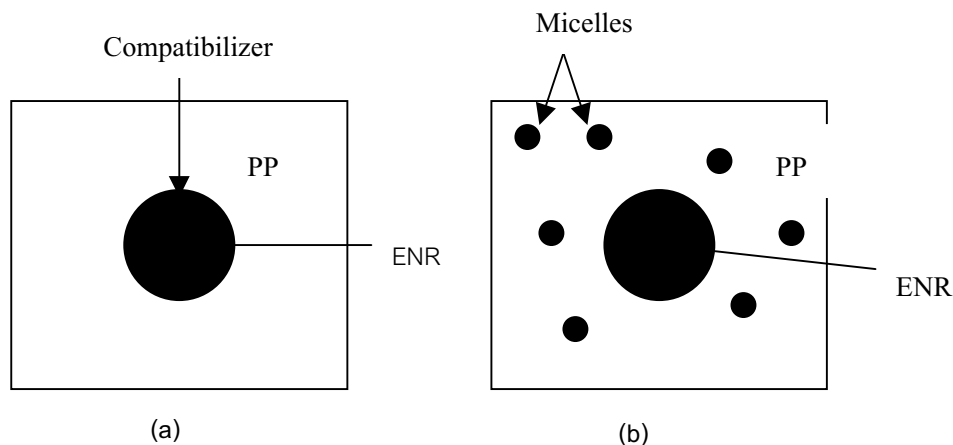
ต่ำกว่า แต่อย่างไรก็ตามการเพิ่มปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ทั้งสองชนิด (Ph-PP และ PP-g-MA) เป็นการเพิ่มเฟสพอลิโพรไพลีนซึ่งมีค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูง จึงทำให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น



รูปที่ 26 แผนภาพแสดงตำแหน่งของโคพอลิเมอร์แบบกราฟต์และบล็อกที่ทำหน้าที่เป็นตัว

ประสาน (Bonner and Hope, 1993)

นอกจากนี้พบว่า การเพิ่มปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้ ทำให้ความสามารถในการยึดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ของยางไนไตรล์และยางธรรมชาติอีพอกไซด์เบลนด์กับพอลิโพรไพลีนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นจนถึงที่ระดับประมาณ 5% ในกรณีการใช้ Ph-PP และ PP-g-MA และ 3 % ในกรณีการใช้ SP-1045 หลังจากนั้นถ้าเพิ่มปริมาณมากกว่านี้ จะทำให้ความสามารถในการยึดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ลดลง นอกจากนี้การใช้ Ph-PP จะให้สมบัติการยึดที่จุดขาดดีที่สุด ทั้งนี้เนื่องจากสารเพิ่มความเข้ากันได้จะเหมาะสมที่ปริมาณหนึ่งเท่านั้น กล่าวคือในปริมาณที่เหมาะสมในการห่อหุ้มผิวที่ผิวประจัญ ซึ่งอนุภาคของยางคอมปาวด์และพอลิโพรไพลีนยังคงแยกเฟสกัน และเมื่อเพิ่มปริมาณสารเพิ่มความเข้ากันได้เกินปริมาณดังกล่าว พบว่าสมบัติการยึดที่จุดขาดลดลง เนื่องจากการใช้สารเพิ่มความเข้ากันได้ปริมาณน้อยๆ สารเพิ่มความเข้ากันได้จะไปอยู่บริเวณผิวสัมผัสของอนุภาคที่กระจายตัว (ยางกระจายตัวในพอลิโพรไพลีน) แต่หากใช้ในปริมาณที่มากเกินไป สารเพิ่มความเข้ากันได้ที่มีปริมาณเกินพอจะฟอร์มตัวเป็นไมเซลล์ (micelles) แยกออกเป็นอีกเฟสในพอลิเมอร์เบลนด์ กล่าวคือเฟสที่ 3 ดังแสดงในแผนภาพในรูปที่ 27 ดังนั้นจึงทำให้เกิดไมเซลล์ขนาดเล็กที่ทำหน้าที่คล้ายสารหล่อลื่น และเป็นจุดอ่อนต่อการฉีกขาดและความเสียหายอื่นๆ เมื่อได้รับแรง จึงทำให้ความสามารถในการยึดของระบบมีแนวโน้มลดลง



รูปที่ 27 แสดงลักษณะการทำงานของสารเพิ่มความเข้ากันได้ที่เหมาะสม (a) และมากเกินไป (b) (ดัดแปลงจาก George *et al.*, 1999)

2.4 การศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP ต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

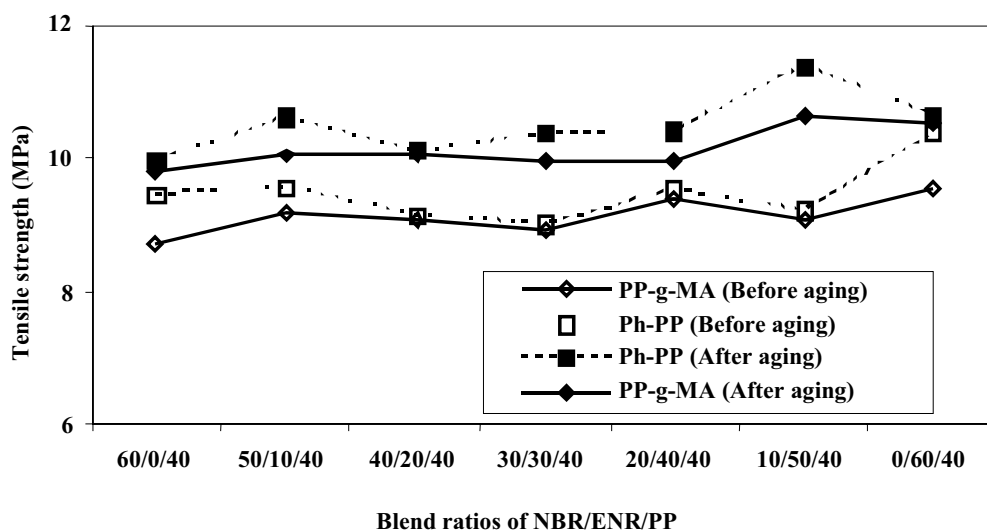
นำสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางไนไตรล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-20) และพอลิโพรไพลีน ในตารางที่ 7 สูตร E เตรียม TPVs โดยการเบลนด์ที่อัตราส่วนการเบลนด์ของ NBR/ENR/PP ต่างๆ ทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติกตามหัวข้อ 1.3.8 แล้วทำการทดสอบสมบัติตามข้อ 1.3.9- 1.3.14 ได้ผลการทดลองดังนี้

2.4.1 สมบัติเชิงกลของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

ขึ้นรูปชิ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติก แล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องประมาณ 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปทดสอบสมบัติตามข้อ 1.3.9 ได้ผลการทดลองดังกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP เปรียบเทียบก่อนและหลังการบ่มแรงที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 28 ซึ่งพบว่าความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางไนไตรล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ และพอลิโพรไพลีน ที่ใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้จะให้ค่าที่สูงกว่าการใช้ PP-g-MA ทั้งนี้เนื่องจากความสามารถในการเชื่อมประสานของสารเคมีชนิดแรกต่อเฟสทั้งสามคือ ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ ยางไนไตรล์และพอลิโพรไพลีน นอกจากนี้พบว่าค่าความต้านทานต่อแรงดึงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่เป็นส่วนประกอบในการเบลนด์ ทั้งนี้เนื่องจากยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่มีหมู่ อีพอกไซค์ประมาณ 20 โมลเปอร์เซ็นต์ (ENR-20) สามารถเกิดผลึกได้ เมื่อยืด (Strain induced crystallization) (Davey *et al.*, 1983) ทำให้เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีความแข็งแรงมาก

นอกจากนี้พบว่าสมบัติความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์หลังการบ่มแรงมีค่าสูงกว่าก่อนบ่มแรง แสดงว่าการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ เกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ เนื่องจากยางคอมปาวด์ยางไนไตรล์และคอมปาวด์ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ซึ่งมีอัตราการวัลคาไนซ์ที่ต่างกัน โดยคอมปาวด์ยางไนไตรล์ซึ่งมีระยะเวลาการวัลคาไนซ์นานกว่าจึงส่งผลให้มีบางส่วนที่เกิดการวัลคาไนซ์ไม่สมบูรณ์ เมื่อได้รับการบ่มแรงด้วยอากาศร้อนจึงทำให้ส่วนที่ยังวัลคาไนซ์ไม่สมบูรณ์สามารถเกิดการวัลคาไนซ์ได้ต่อ ทำให้ระดับหรือปริมาณพันธะเชื่อมโยงในโมเลกุลยางเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์หลังการบ่มแรงมีค่าสูงกว่าก่อนการบ่มแรง

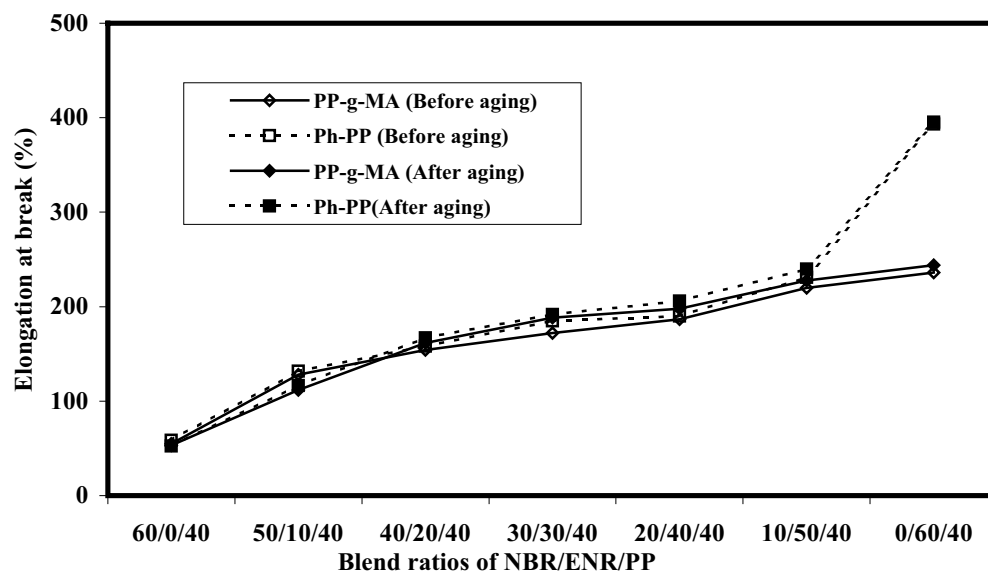
นอกจากนี้ยังพบว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้จะให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงกว่าการใช้ PP-g-MA เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ ทั้งก่อนและหลังการบ่มแรง แสดงว่า Ph-PP น่าจะ เหมาะสมที่สุดในการใช้เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ระหว่างยางไนไตรล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และพอลิโพรไพลีน



รูปที่ 28 ความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ

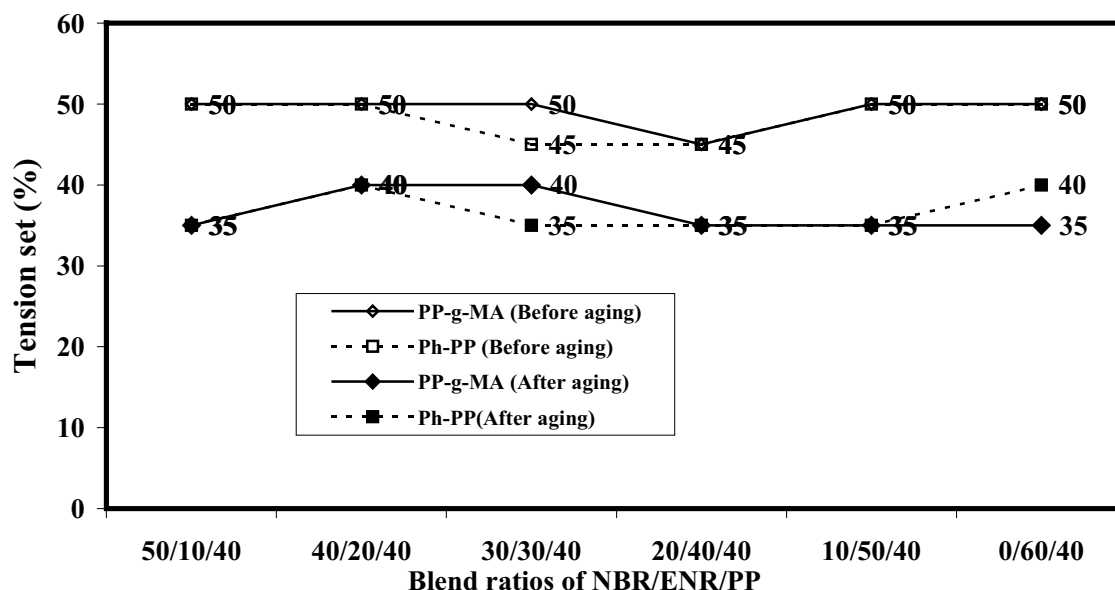
กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการยึดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ เปรียบเทียบก่อนและหลังการบ่มแรง ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 29 พบว่าค่าความสามารถในการยึดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซด์หรือการลดสัดส่วนของยางไนไตรล์ในการเบลนด์ เนื่องจากยางไนไตรล์ไม่สามารถเกิดผลึกได้เมื่อเย็น และมีความสามารถในการยึดต่ำกว่าเนื่องจากสภาพการขดตัวของโมเลกุลที่ด้อยกว่าเนื่องจากการมีหมู่แทนที่ขนาดใหญ่กว่า (หมู่ไซยาโน) (Nagdi, 1993) ทำให้มีความสามารถในการยึดต่ำกว่ายางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีหมู่อีพอกไซด์ประมาณ 20

โมลเปอร์เซ็นต์ ทำให้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์มีความสามารถในการยืดสูงกว่ายางไนไตรล์ ดังนั้นเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางไนไตรล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ และพอลิโพรไพลีน จึงมีความสามารถในการยืดสูงขึ้นตามการเพิ่มสัดส่วนของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ นอกจากนี้ยังพบว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้จะให้ค่าความสามารถในการยืดสูงกว่าการใช้ PP-g-MA เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ และสมบัติความสามารถในการยืดหลังการบ่มเร่งมีค่าใกล้เคียงกับก่อนการบ่มเร่ง แสดงว่า การใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ทำให้เฟสต่างๆ เข้ากันได้ดีกว่า



รูปที่ 29 ความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการคืนตัว (Tensilon set) ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ เปรียบเทียบก่อนและหลังการบ่มเร่ง ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 30 พบว่าความสามารถในการคืนตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ มีค่าใกล้เคียงกัน และมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อยตามการเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซด์ นอกจากนี้พบว่า การใช้ Ph-PP จะให้ค่าที่ต่ำกว่าการใช้ PP-g-MA เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ แสดงว่า การใช้ Ph-PP ให้เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่มีสมบัติเป็นอีลาสโตเมอร์ดีกว่า เนื่องจาก Coran (2003) ระบุว่าเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ที่มีค่า Tension set น้อยกว่า 50 % จะมีคุณสมบัติเป็นยางที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิการใช้งาน และการลดลงของค่าการคืนตัวจะเป็นการเพิ่มสมบัติความเป็นยางของ TPVs แสดงว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้มีคุณสมบัติการเป็นยางดี และพบว่าหลังจากการบ่มเร่งด้วยอากาศร้อนเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะมีความสามารถในการคืนตัวดีขึ้นเนื่องจากภายในโมเลกุลมีการเชื่อมโยงมากขึ้น



รูปที่ 30 ความสามารถในการคืนตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

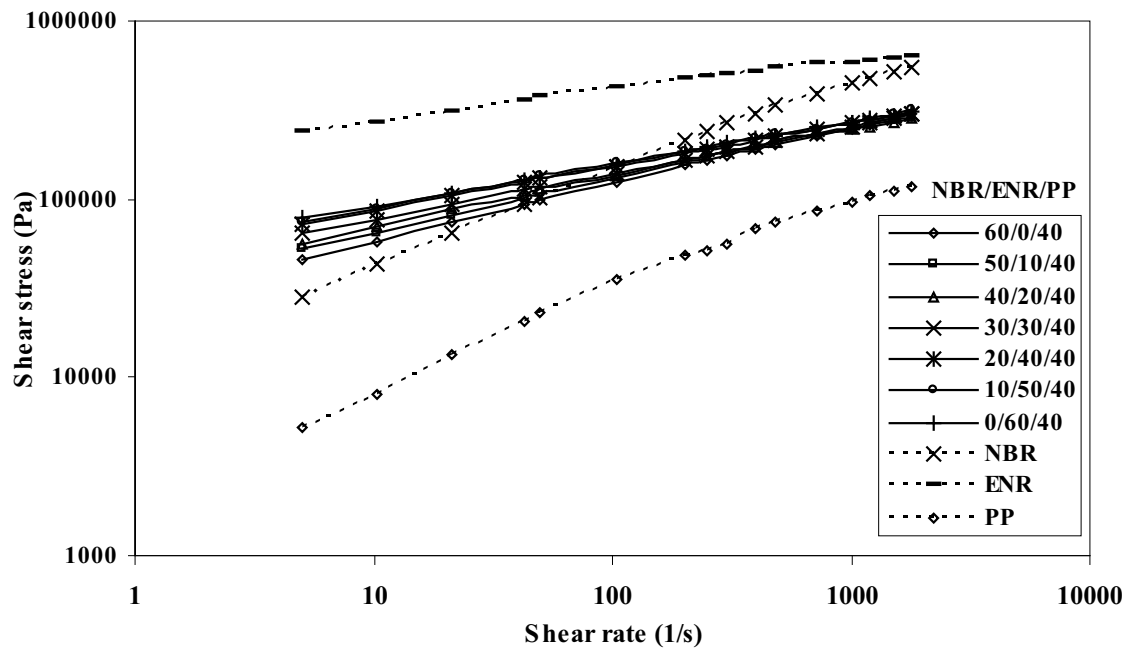
2.4.2 สมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

ทำการทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารี ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และตั้งค่าอัตราการเฉือนในช่วง $5 - 1780 \text{ s}^{-1}$ โดยใช้สายที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 มิลลิเมตร ความยาว 32 มิลลิเมตร และมุมไหลเข้า 90 องศา ทดสอบเปรียบเทียบสมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ ในรูปแบบของความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือน (shear rate) กับความเค้นเฉือน (shear stress) และความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเฉือน (shear rate) กับความหนืดเฉือน (shear viscosity) ได้ผลการทดลองดังนี้

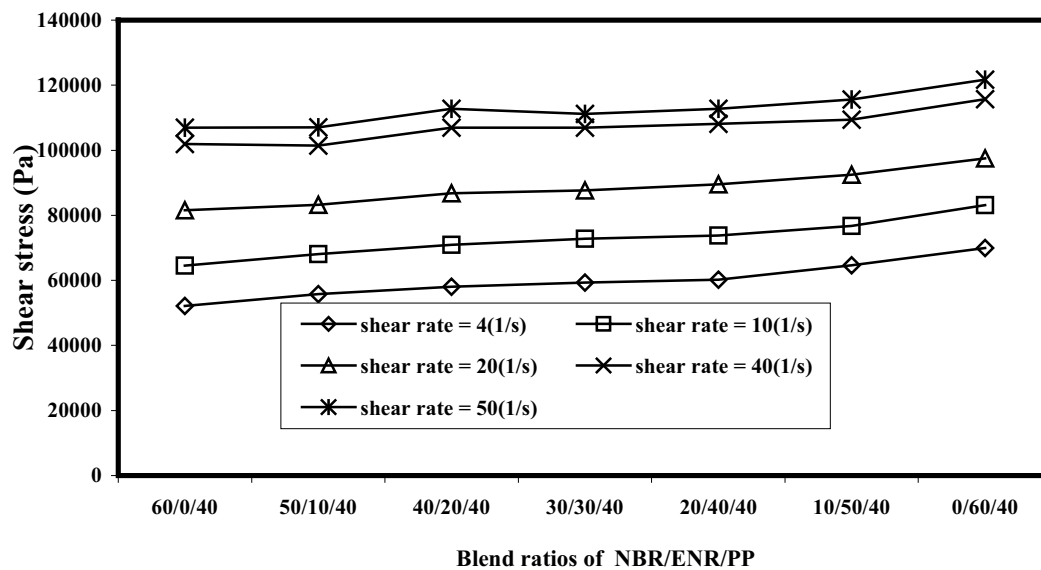
2.4.2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเฉือนกับความเค้นเฉือน (เส้นโค้งการไหล)

จากการทดลองสามารถเปรียบเทียบค่าความเค้นเฉือนที่อัตราการเฉือนต่างๆ ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่าง ๆ ได้ผลแสดงดังกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นเฉือนกับอัตราเฉือนของการไหลของ TPVs ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนต่างๆ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 31 พบว่าเมื่ออัตราเฉือนเพิ่มขึ้น ค่าความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะเพิ่มขึ้น เพื่อความชัดเจนในการวิเคราะห์สมบัติจึงเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนการเบลนด์กับความเค้นเฉือน ที่อัตราเฉือนคงที่ ที่ $4-50 \text{ s}^{-1}$ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 32 จาก พบว่าค่าความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะมีค่า

เพิ่มขึ้นตามปริมาณของยางธรรมชาติฟอกไซค์ ทั้งในกรณีที่ใช้ Ph-PP และ PP-g-MA (ไม่ได้แสดงผลเป็นกราฟในที่นี้) เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ เนื่องจากยางธรรมชาติฟอกไซค์ดิบมีค่าความหนืดเริ่มต้นสูงกว่ายางไนไตรล์ เมื่อปริมาณยางธรรมชาติฟอกไซค์เพิ่มขึ้น ทำให้สัดส่วนของยางไนไตรล์ลดลง เนื่องจากในการทดลองนี้คงอัตราส่วนของยาง/พลาสติกไว้ที่ 60/40 ทุกชุดการทดลอง ดังนั้นจึงทำให้ค่าความเค้นเฉือนสูงขึ้น นอกจากนี้อาจจะเนื่องมาจากการเพิ่มอันตรกิริยาระหว่างเฟสต่างๆ ที่นำมาเบลนด์จากการเพิ่มปริมาณยางในพอลิเมอร์เบลนด์



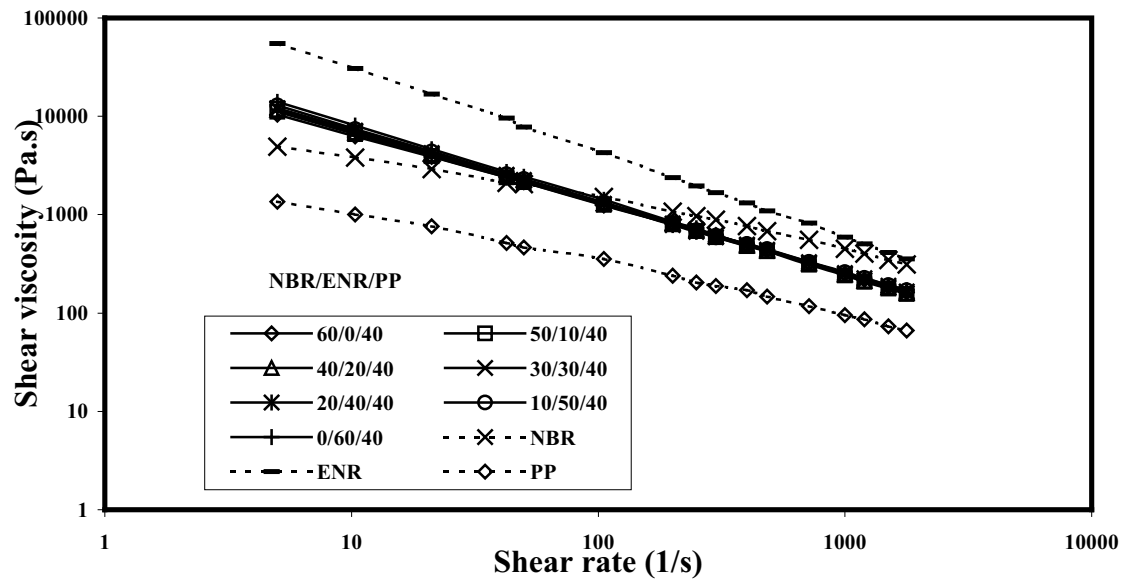
รูปที่ 31 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือนกับความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP เมื่อใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้



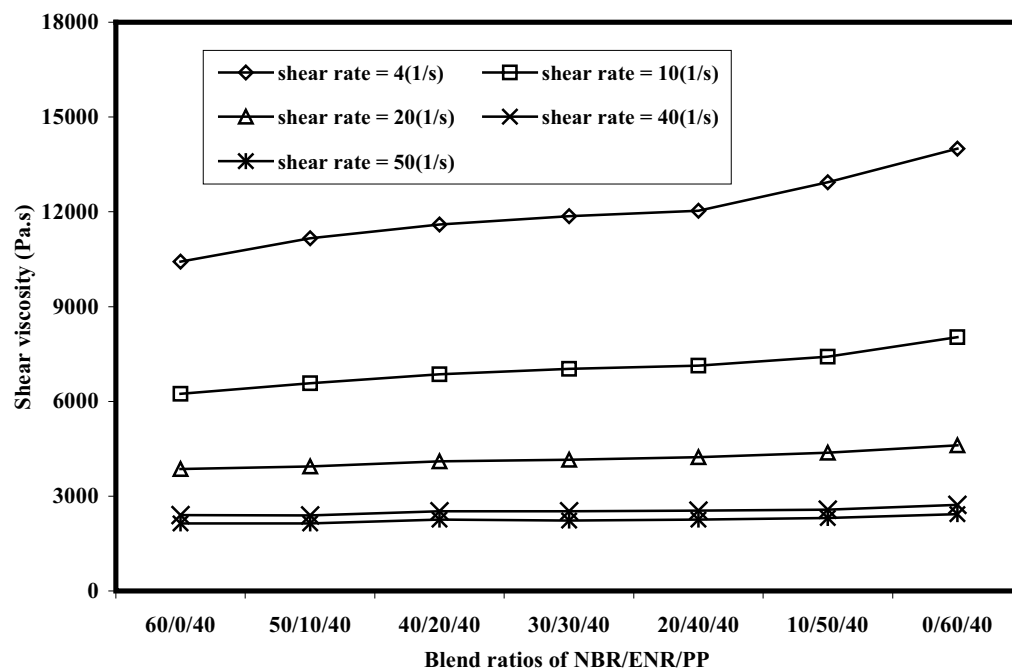
รูปที่ 32 เปรียบเทียบความเค้นเฉือนกับอัตราส่วนการเบลนค์ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ที่เตรียมจากการเบลนค์ NBR/ENR/PP ที่อัตราเฉือนต่างๆ เมื่อใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้

2.4.2.2 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเฉือนกับความหนืดเฉือน (เส้นโค้งความหนืด)

จากการทดลองสามารถเปรียบเทียบค่าความหนืดเฉือนที่อัตราการเฉือนต่างๆ ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ระหว่างยางไนไตรล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์และพอลิโพรไพลีน ที่อัตราส่วนการเบลนค์ต่างๆ ได้กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราเฉือนของการไหลของ TPVs ที่เตรียมจากการเบลนค์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนต่างๆ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 33 พบว่าเมื่ออัตราเฉือนเพิ่มขึ้น ค่าความหนืดเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะมีแนวโน้มลดลง กล่าวคือมีพฤติกรรมแบบ Shear thinning behaviour เพื่อความชัดเจนในการวิเคราะห์สมบัติจึงเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนการเบลนค์กับความหนืดเฉือน ที่อัตราเฉือนคงที่ ที่ $4-50 \text{ s}^{-1}$ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 34



รูปที่ 33 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือนกับความหนืดเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราเฉือนต่างๆ เมื่อใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้

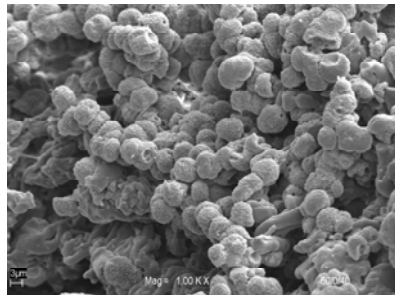


รูปที่ 34 เปรียบเทียบความหนืดเฉือนกับอัตราส่วนการเบลนด์ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราเฉือนต่างๆ เมื่อใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้

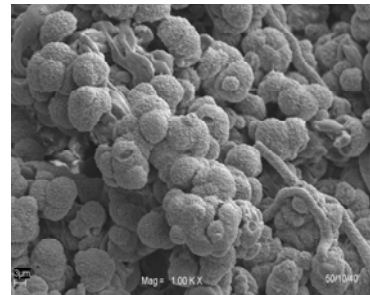
จากรูปที่ 34 พบว่าค่าความหนืดเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของยางธรรมชาติอีพอกไซค์ในทำนองเดียวกับความเค้นเฉือนในรูปที่ 33 ซึ่งสามารถอธิบายโดยใช้เหตุผลเช่นเดียวกับการเพิ่มขึ้นของค่าความเค้นเฉือน

2.4.3 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

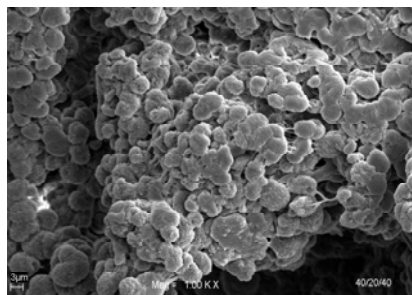
การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา โดยมีขั้นตอนการตรวจสอบดังรายละเอียดการทดลองในหัวข้อ 1.3.12 โดยการนำตัวอย่างเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 1,000 เท่า ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 35



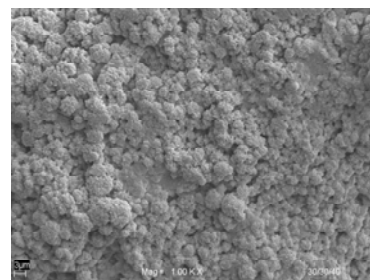
(a) NBR/ENR/PP = 60/0/40



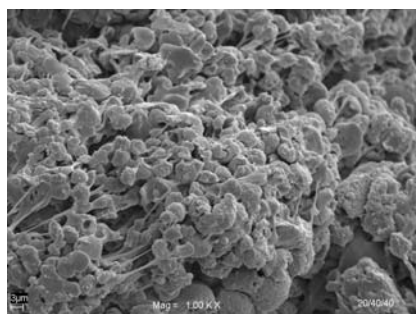
(b) NBR/ENR/PP = 50/10/40



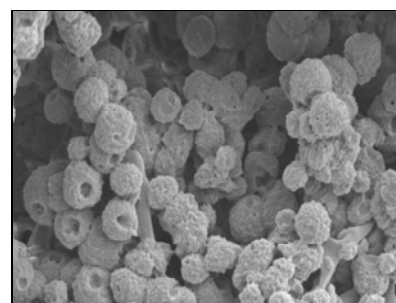
(c) NBR/ENR/PP = 40/20/40



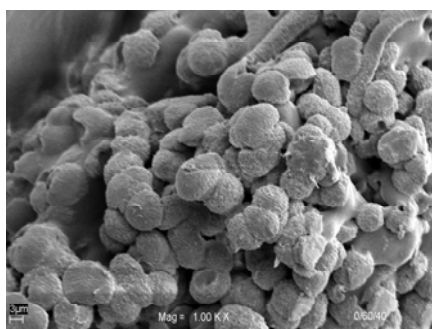
(d) NBR/ENR/PP = 30/30/40



(e) NBR/ENR/PP = 20/40/40



(f) NBR/ENR/PP = 10/50/40



(g) NBR/ENR/PP = 0/60/40

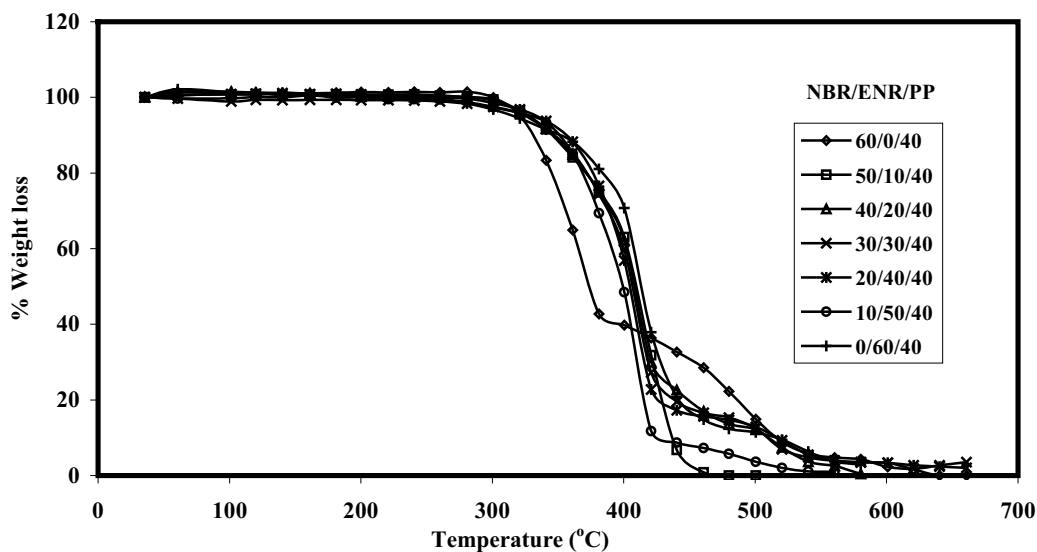
รูปที่ 35 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนต่างๆ

จากรูปที่ 35 พบว่าการทำการวัลคาไนเซชันแบบไดนามิกส์ ทำให้ยางที่วัลคาไนซ์เกิดการกระจายตัวเป็นอนุภาคเล็กๆในเฟสต่อเนื่องของพอลิโพรไพลีน จากการทดลองโดยการสกัดเฟสของพอลิโพรไพลีนออกทำให้เห็นเฟสของยางวัลคาร์ไนซ์ แสดงให้เห็นว่าทั้งยางไนไตรล์ และยางธรรมชาติอีพอกไซค์ สามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิโพรไพลีน และไม่เกิดการแยกเฟสกันระหว่างยางทั้งสองชนิด ซึ่งจะทำให้ได้สมบัติที่ดีจากการเบลนด์ยางทั้งสองชนิด เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบขนาดอนุภาคเฉลี่ย พบว่า TPVs ที่มียางธรรมชาติอีพอกไซค์เป็นองค์ประกอบภายในปริมาณใกล้เคียงกันคือ จาก NBR/ENR/PP = 30/30/40 ให้อนุภาคที่มีขนาดเล็กที่สุด ซึ่งอาจจะเนื่องจากการเข้ากันดีที่สุดของยางธรรมชาติกับยางไนไตรล์ แต่หากเป็นไปในลักษณะดังกล่าวค่าสมบัติ เช่น ความต้านทานต่อแรงดึงที่อัตราส่วนการเบลนด์นี้น่าจะสูงที่สุด แต่ผลการทดลองในรูปที่ 28 และ 29 แนวโน้มของสมบัติเชิงกลไม่ได้เป็นไปตามแนวโน้มของขนาดอนุภาค ทั้งนี้อาจจะเนื่องจากอิทธิพลของจากสาเหตุอื่นๆ เช่น ระดับการวัลคาร์ไนซ์ ความสามารถในการกระจายตัวของสารเคมี และปัจจัยอื่นๆ จึงมีความจำเป็นที่จะต้องศึกษาเพิ่มเติมในประเด็นนี้เพื่อเชื่อมโยงลักษณะทางสัณฐานวิทยากับสมบัติอื่นๆ โดยในการทดลองนี้สามารถเรียงลำดับขนาดอนุภาคเฉลี่ยจากเล็กไปหาใหญ่ได้ ตามลำดับดังนี้ 30/30/40 (2.7 ไมครอน) < 40/20/40, 20/40/40 (4 ไมครอน) < 50/10/40, 10/50/40 (8 ไมครอน) < 60/0/40, 0/60/40 (9.5 ไมครอน)

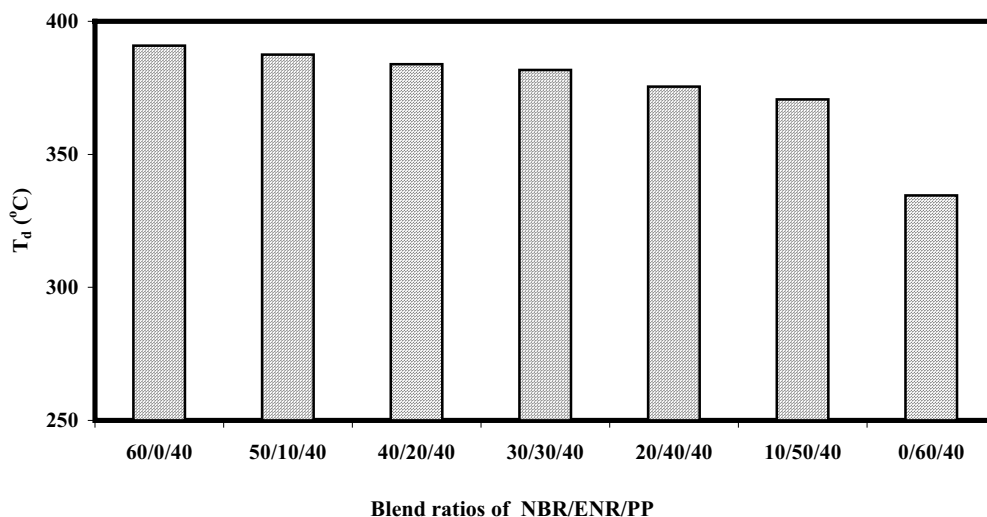
2.4.4 สมบัติด้านความร้อนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์

NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

จากการศึกษาสมบัติความต้านความร้อนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) โดยมีขั้นตอนการทดลองในหัวข้อ 1.3.13 ได้ผลการทดลองเทอร์โมแกรมแสดงดังรูปที่ 36 พบว่าอุณหภูมิการสลายตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP มีแนวโน้มค่อยๆลดลงตามอุณหภูมิ จนถึงอุณหภูมิประมาณ 350 °C จะมีอัตราการสลายอุณหภูมิสูงมากจนสลายตัวเกือบหมดที่อุณหภูมิก่อน 500 °C ในการทดลองนี้ได้วิเคราะห์หาค่าอุณหภูมิการสลายตัว (Decomposition temperature, T_d) ของ TPVs ที่เตรียมจากอัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ จากอุณหภูมิที่มีอัตราการสลายตัวสูงสุด ได้ผลดังรูปที่ 37 พบว่าอุณหภูมิการสลายตัวของ TPVs มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซค์ เนื่องจากโมเลกุลของยางธรรมชาติอีพอกไซค์ยังมีส่วนของพันธะคู่ที่ไวต่อการออกซิเดชันเหลืออยู่ และมีพันธะ -C-O- ซึ่งพลังงานพันธะต่ำกว่าพันธะอื่นๆ ที่เป็นส่วนประกอบของ TPVs จึงทำให้มีความทนทานต่อการสลายตัวต่ำ ดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซค์จึงทำให้อุณหภูมิการสลายตัวลดต่ำลง



รูปที่ 36 เทอร์โมแกรมของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

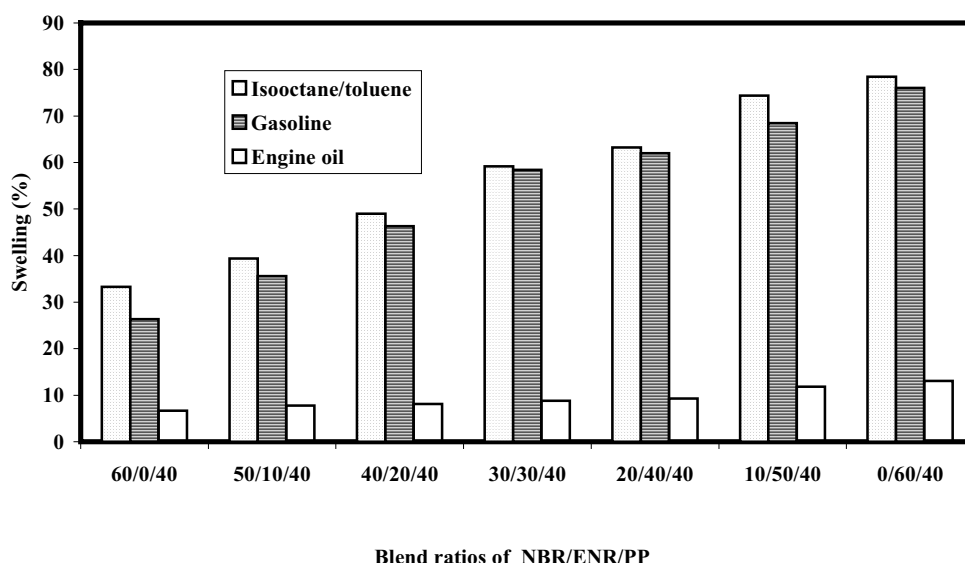


รูปที่ 37 อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

2.4.5 สมบัติด้านความต้านทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ

ผลการทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย (solvent resistance) ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ระหว่างยางไนไตรล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซค์และพอลิโพรไพลีน ที่อัตราส่วนการเบลนด์ต่างๆ ในรูปแบบระดับการบวมพอง (% Swelling) โดยทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 471 (2000) แต่ดัดแปลงโดยทำการทดสอบในตัวทำละลาย 3 ชนิด คือ สารละลายผสมของไอโซออก

แทนกับโทลูอิน น้ำมันเบนซิน และน้ำมันเครื่อง ดังรายละเอียดการทดลองในหัวข้อ 1.3.14 ได้ผลการทดลองกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การบวมพองกับอัตราส่วนการเบลนดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด NBR/ENR/PP ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 38



รูปที่ 38 เปอร์เซนต์การบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนดต่างๆ

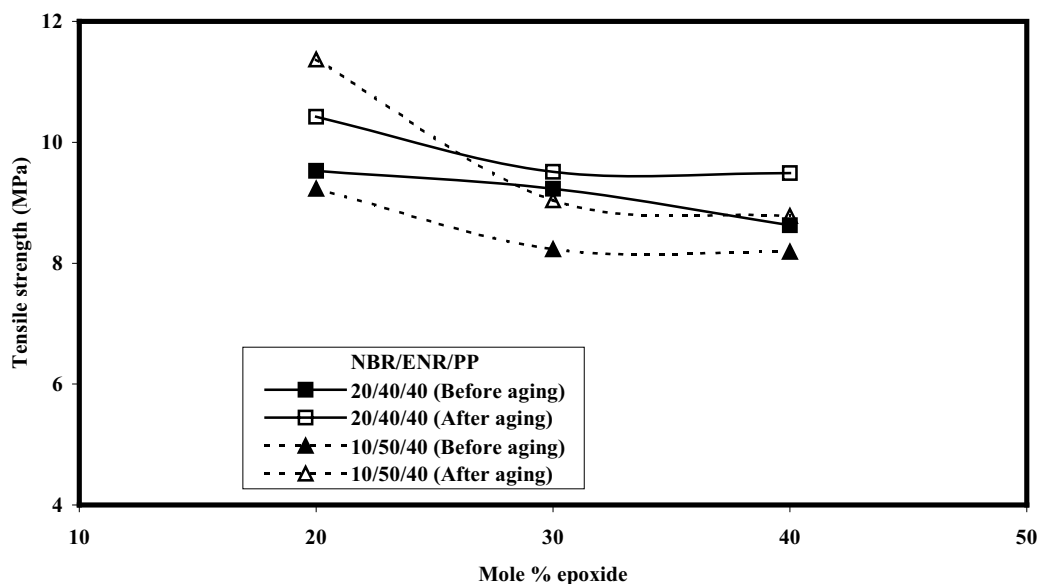
จากรูปที่ 38 พบว่าความต้านทานต่อตัวทำละลายทั้ง 3 ชนิด คือ สารละลายผสมระหว่างไอโซออกเทนต่อโทลูอิน น้ำมันเบนซินและน้ำมันเครื่อง ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด NBR/ENR/PP มีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซค์ กล่าวคือมีปริมาณหรือระดับการบวมพองเพิ่มขึ้นตามปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซค์ หรือการบวมพองจะลดลงตามการเพิ่มปริมาณยางไนไตรล์ ดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซค์ทำให้ค่าความต้านทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ในตัวทำละลายมีแนวโน้มลดลง เมื่อพิจารณาเปอร์เซนต์การบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ในตัวทำละลายทั้ง 3 ชนิด พบว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีความต้านทานต่อน้ำมันเครื่องมากที่สุด เนื่องจากน้ำมันเครื่องมีสภาพขี้ด่ำที่สุด ทำให้เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ซึ่งมีหมู่อีพอกไซค์และหมู่อะคริไลไนไตรล์ ที่มีสภาพความเป็นขี้ดในโมเลกุลเกิดการบวมพองได้น้อย

2.5 ศึกษาอิทธิพลชนิดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติก วัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP

เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ยางไนไตรล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 30 และ 40 โมลเปอร์เซ็นต์ และพอลิโพรไพลีน (NBR/ENR-30/PP และ NBR/ENR-40/PP) เพื่อเปรียบเทียบกับการใช้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ 20 โมลเปอร์เซ็นต์ (คือ NBR/ENR-20/PP) จากหัวข้อ 2.3 โดยใช้สารเคมีดังตารางที่ 8 และวิธีการผสมดังข้อ 1.3.6 โดยเลือกอัตราส่วน NBR/ENR/PP ที่ให้สมบัติเชิงกลดี คือที่ 20/40/40 และ 10/50/40 หลังจากนั้นทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติก แล้วทำการทดสอบสมบัติได้ผลการทดลองดังนี้

2.5.1 สมบัติเชิงกลของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP เมื่อแปรชนิดยางธรรมชาติอีพอกไซด์

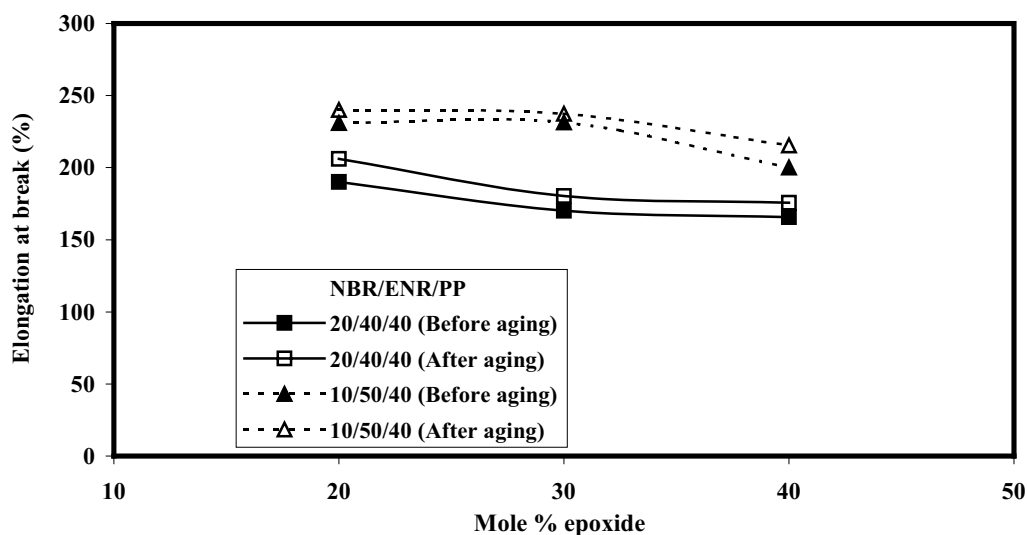
ขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกตามหัวข้อ 1.3.8 แล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติตามข้อ 1.3.9 ได้ผลการทดลองความต้านทานต่อแรงดึงก่อนและหลังบ่มแรงของการใช้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ชนิดต่างๆแสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่แปรชนิดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 39



รูปที่ 39 ความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่แปรชนิดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

จากรูปที่ 39 พบว่าความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP มีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มปริมาณหมู่อีพอกไซด์ทั้งก่อนและหลังการบ่มแรง เนื่องจากยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีปริมาณหมู่อีพอกไซด์ 20 เปอร์เซนต์โมล ยังคงมีพันธะคู่ในโมเลกุลสูงกว่า ทำให้เกิดการเชื่อมโยง (crosslink) ได้มากกว่า ทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลสูงกว่า เป็นผลให้มีความต้านทานต่อแรงดึงสูง นอกจากนี้ Davey *et al.* (1983) พบว่ายาง ENR ที่ระดับโมลเปอร์เซ็นต์อีพอกไซด์ประมาณ 20 % จะมีการเกิดผลึกเมื่อยืดได้สูงที่สุด และการเกิดผลึกจะลดลงเมื่อปริมาณหมู่อีพอกไซด์มากขึ้น เนื่องจากอิทธิพลของแรงดึงดูดระหว่างหมู่ที่มีขั้วสูงขึ้น จึงขัดขวางการจัดเรียงตัวเพื่อเกิดผลึกของ ENR และพบว่าการบ่มแรงทำให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงที่สูงขึ้น เนื่องจากการวัลคาไนซ์ที่ไม่สมบูรณ์ของเฟสยางไนไตรล์การอบจะทำให้เกิดการวัลคาไนซ์ต่อ ทำให้ค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงขึ้น

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่แปรชนิดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 40

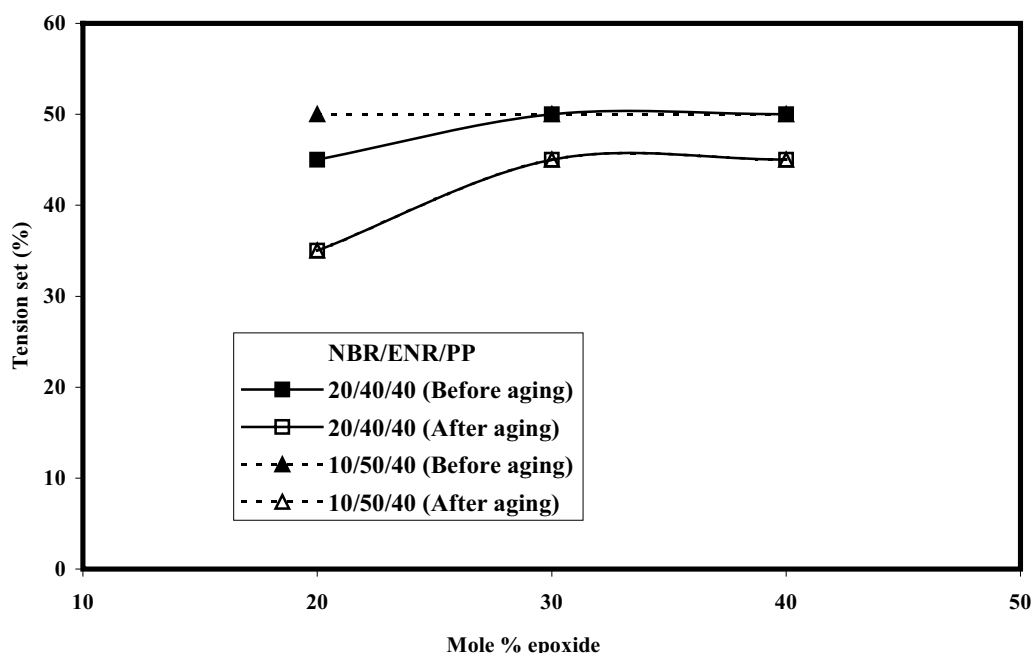


รูปที่ 40 ความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่แปรชนิดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

จากรูปที่ 40 พบว่าความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มปริมาณของหมู่อีพอกไซด์ เนื่องจากการเพิ่มปริมาณหมู่อีพอกไซด์ทำให้โมเลกุลเคลื่อนที่ได้ยากขึ้นเนื่องจากระดับอันตรกิริยาระหว่างหมู่ที่มีขั้วสูงขึ้น ทำให้เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จึงมีความสามารถในการยืดลดลง และพบว่าที่อัตราส่วนของ NBR/ENR/PP เท่ากับ 10/50/40 มีค่าความสามารถในการยืดสูงกว่าที่อัตราส่วนของ NBR/ENR/PP เท่ากับ 20/40/40 เนื่องจากที่อัตราส่วน 10/50/40 มีส่วนของยางธรรมชาติอีพอกไซด์สูงกว่า ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในรูปที่ 29 คือความสามารถในการยืดเพิ่มขึ้นตามปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ซึ่งยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีหมู่อีพอกไซด์ 20 โมลเปอร์เซ็นต์สามารถตกผลึกได้ เมื่อยืดจะเกิดแรงยึดเหนี่ยวกันภายใน

ในโมเลกุล ทำให้เทอร์โมพลาสติกที่สัดส่วน 10/50/40 มีความสามารถในการยืดสูงกว่า และพบว่าความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์หลังการบ่มเร่งสูงกว่าก่อนบ่มเร่ง

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการคืนตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่แปรชนิดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 41 พบว่าค่า Tension set ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่มีหมู่อีพอกไซด์ 20 เปอร์เซนต์โมล จะมีค่าต่ำที่สุด และมีค่าไม่เกิน 50 % จากงานวิจัยของ Coran (2003) ระบุว่าเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ที่มีค่า Tension set น้อยกว่า 50 % จะมีคุณสมบัติเป็นยางที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิการใช้งาน แสดงว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้มีคุณสมบัติการเป็นยางดี และพบว่าความสามารถในการคืนตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์หลังจากผ่านการบ่มเร่งมีค่าสูงกว่าก่อนการบ่มเร่ง ซึ่งมีเหตุผลเช่นเดียวกับความต้านทานต่อแรงดึง คือ มีพันธะเชื่อมโยงภายในโมเลกุลเพิ่มขึ้น และยาง ENR-20 ให้สมบัติความเป็นยางที่อุณหภูมิห้องดีที่สุด



รูปที่ 41 ความสามารถในการคืนตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่แปรชนิดของยางธรรมชาติอีพอกไซด์

2.5.2 สมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP

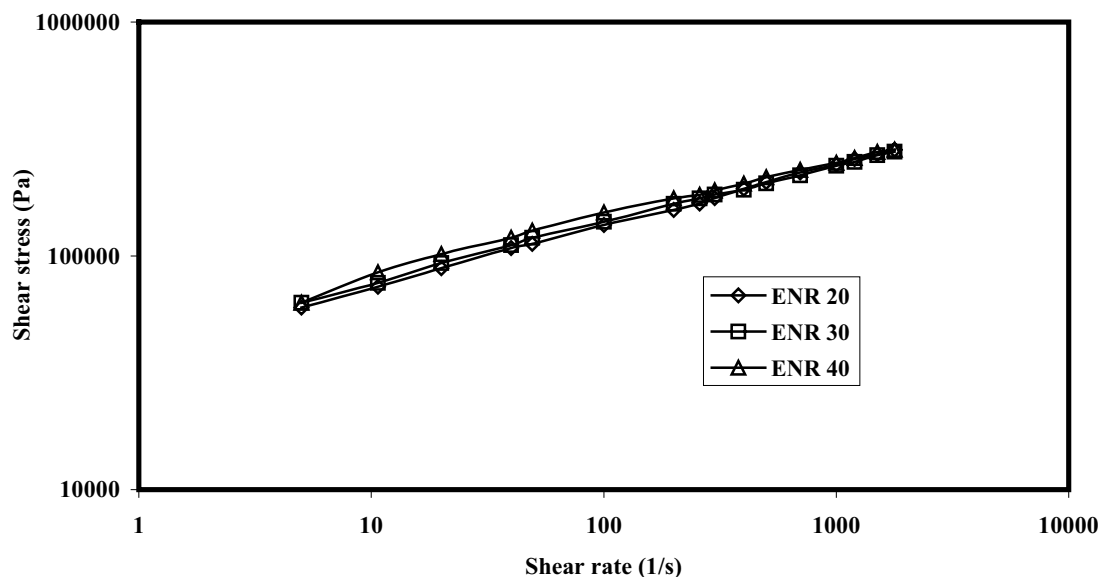
เมื่อใช้ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ต่างชนิดกัน

ทำการทดสอบสมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารี ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และตั้งค่าอัตราการเฉือนในช่วง $5 - 1780 \text{ s}^{-1}$ โดยใช้คายที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 มิลลิเมตร ความยาว 32 มิลลิเมตร และมุมไหลเข้า 90 องศา ทดสอบเปรียบเทียบสมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์

NBR/ENR/PP ที่ใช้ยางธรรมชาติพอกไซค์ต่างชนิดกัน ในรูปแบบของความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือน (shear rate) กับความเค้นเฉือน (shear stress) และความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือน (shear rate) กับความหนืดเฉือน (shear viscosity) ได้ผลการทดลองดังนี้

2.5.2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือนกับความเค้นเฉือน

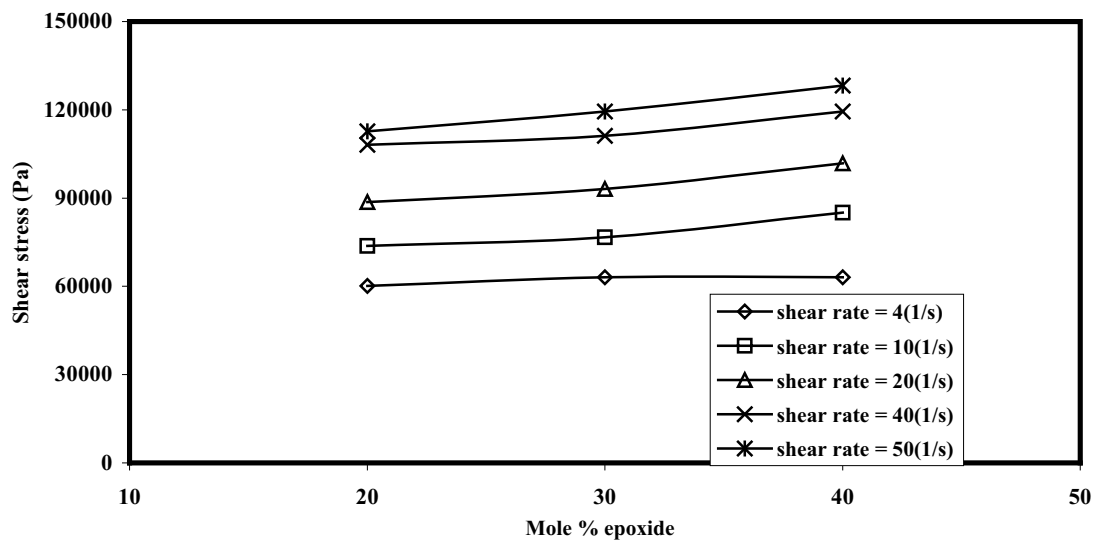
จากการทดลองสามารถเปรียบเทียบค่าความเค้นเฉือนที่อัตราเฉือนต่างๆ ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ยางธรรมชาติพอกไซค์ต่างชนิดกัน ได้ผลความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นเฉือนกับอัตราเฉือนของการไหลของ TPVs ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วน 20/40/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีปริมาณหมู่อพอกไซค์ที่ต่างกัน ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 42



รูปที่ 42 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือนกับความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วน 20/40/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีปริมาณหมู่อพอกไซค์ระดับต่างๆ

จากรูปที่ 42 พบว่าค่าความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์เพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อพอกไซค์ เพื่อความชัดเจนในการวิเคราะห์สมบัติจึงเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างชนิดยางธรรมชาติพอกไซค์กับความเค้นเฉือน ที่อัตราเฉือนคงที่ ที่ $4-50 \text{ s}^{-1}$ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 43 พบว่าค่าความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่อพอกไซค์ในโมเลกุลยาง ENR ที่ใช้ เนื่องจากยางธรรมชาติพอกไซค์มีสภาพขั้วในโมเลกุล การเพิ่มปริมาณหมู่อพอกไซค์ ทำให้ความเป็นขั้วเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เกิดมีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลสูงขึ้น ทำให้ต้องใช้แรงในการผลักดันให้พอลิเมอร์ไหลสูงขึ้น นั่นคือค่าความเค้นเฉือนเพิ่มขึ้นนั่นเอง นอก

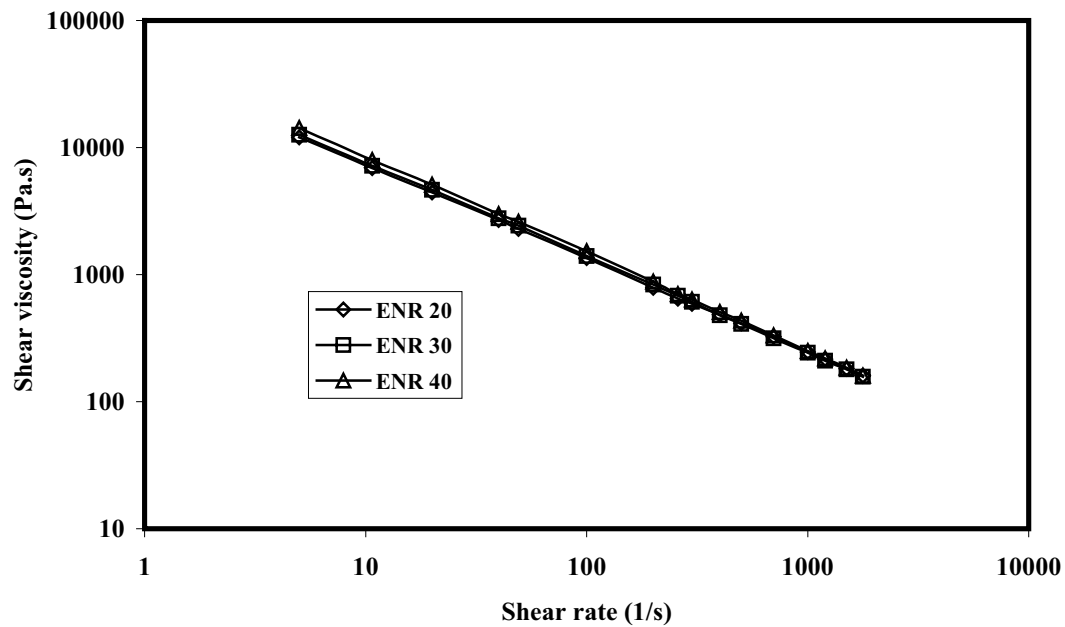
จากการเพิ่มขึ้นของความเค้นเฉือนอาจจะเกี่ยวข้องกับสมบัติทางสัณฐานวิทยาซึ่งจะอธิบายในหัวข้อต่อไป



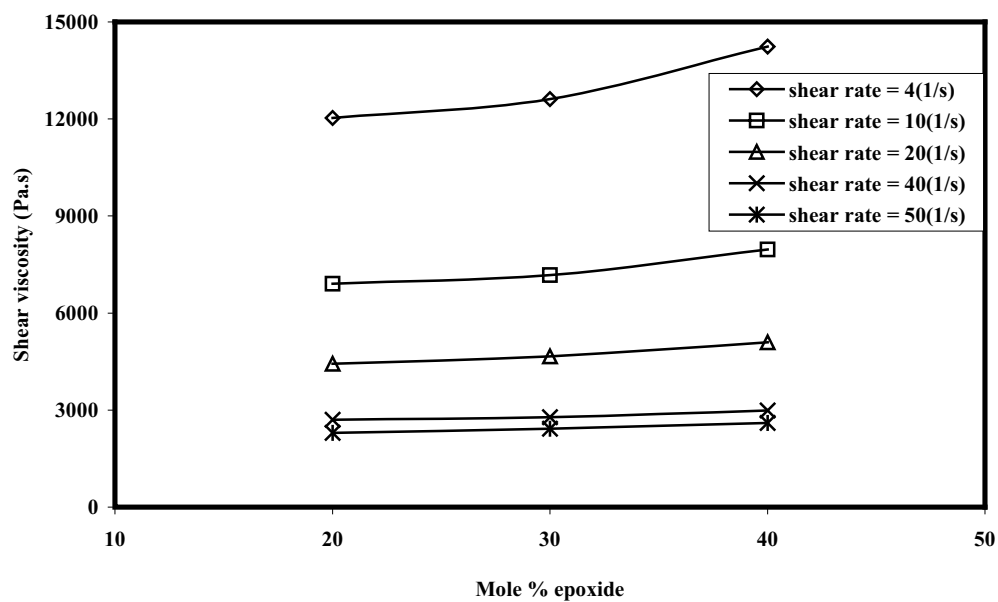
รูปที่ 43 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วน 20/40/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีระดับหมู่ไอพอกไซด์ต่างๆ

2.5.2.2 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเฉือนกับความหนืดเฉือน

จากการทดลองสามารถเปรียบเทียบค่าความหนืดเฉือนที่อัตราการเฉือนต่างๆของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ยางธรรมชาติไอพอกไซด์ต่างชนิดกันสามารถเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนกับอัตราการเฉือนของการไหลของ TPVs ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วน 20/40/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีปริมาณหมู่ไอพอกไซด์ที่ต่างกัน ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 44 และ 45 พบว่าค่าความหนืดเฉือนจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่ไอพอกไซด์ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายด้วยเหตุผลเดียวกับกรณีความเค้นเฉือน กล่าวคือ เนื่องจากการเพิ่มของขั้วโมเลกุลยางธรรมชาติไอพอกไซด์ทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลมากขึ้น และอาจจะมีความสัมพันธ์กับลักษณะทางสัณฐานวิทยา



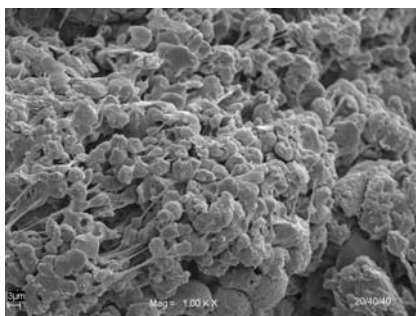
รูปที่ 44 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือนกับความหนืดเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วน 20/40/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีปริมาณหมู่เอพอกไซด์ระดับต่างๆ



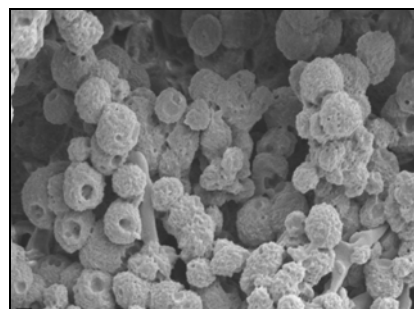
รูปที่ 45 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วน 20/40/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีระดับหมู่เอพอกไซด์ต่างๆ

2.5.3 สัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP เมื่อแปรชนิดยางธรรมชาติโอพอกไซด์ต่างชนิดกัน

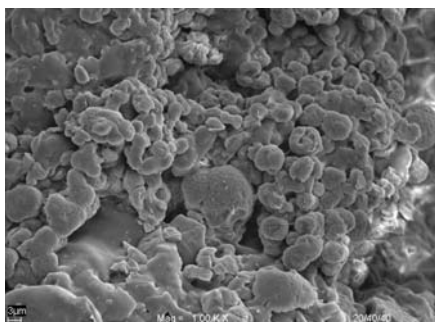
การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยการนำตัวอย่างเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่กำลังขยาย 1,000 เท่า ตามหัวข้อ 1.3.12 ได้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 46



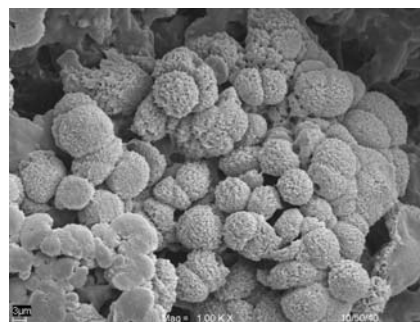
(a) ENR-20 (20/40/40)



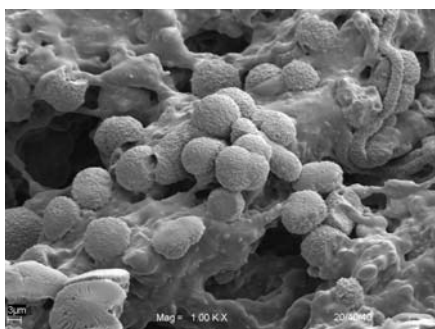
(b) ENR-20 (10/50/40)



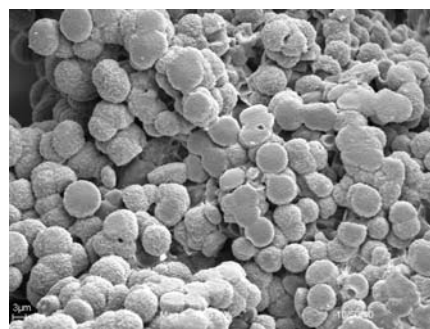
(c) ENR-30 (20/40/40)



(d) ENR-30 (10/50/40)



(e) ENR-40 (20/40/40)



(f) ENR-40 (10/50/40)

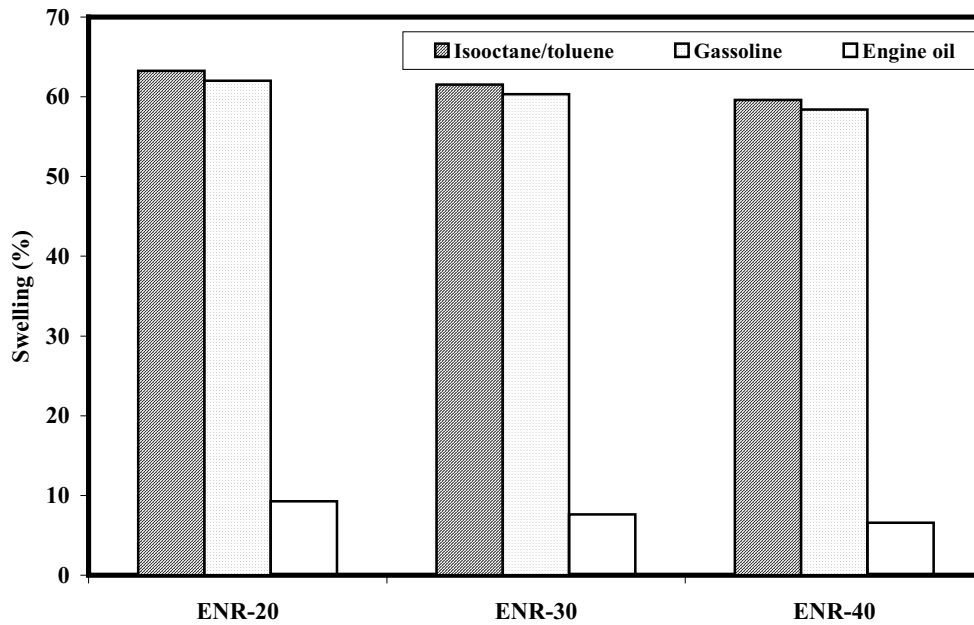
รูปที่ 46 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์

NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ 20/40/40 และ 10/50/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีระดับหมู่โอพอกไซด์ต่างๆ

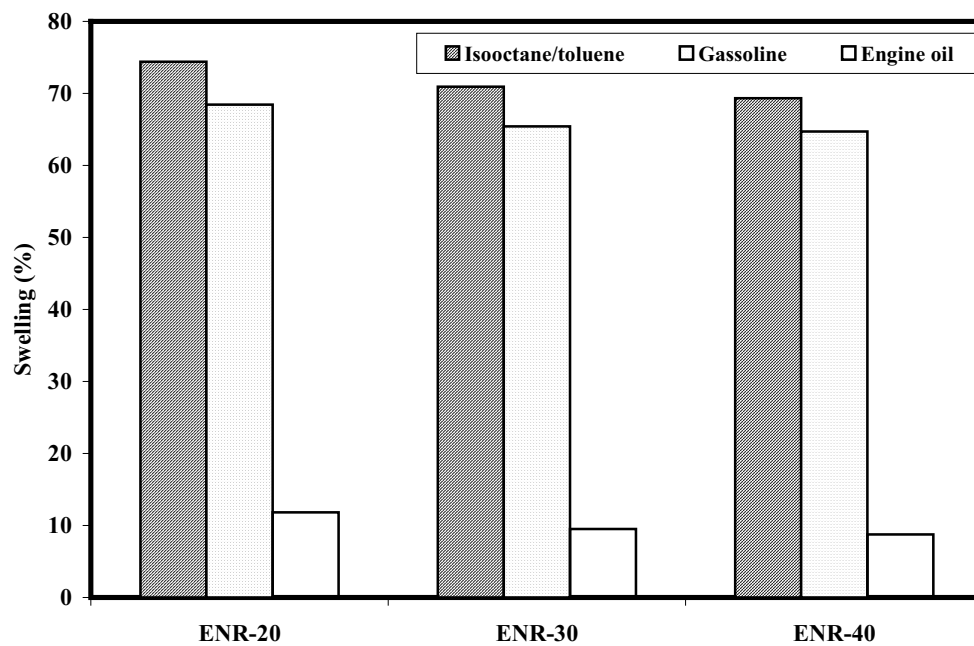
จากรูปที่ 46 พบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ อนุภาคของยางวัลคาไนซ์จะมีลักษณะเป็นทรงกลมที่คล้ายคลึงกันแต่จะมีขนาดอนุภาคที่แตกต่างกันกระจายตัวเป็นอนุภาคเล็กๆ ในเฟสต่อเนื่องของพอลิโพรไพลีน ขนาดอนุภาคเฉลี่ยจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามระดับหมู่ไอพอกไซค์ที่เพิ่มขึ้น เรียงขนาดของอนุภาคยางวัลคาร์ไนซ์ที่กระจายตัวในเฟสพลาสติกจากเล็กไปหาใหญ่ตามลำดับดังนี้ คือ $ENR-20 < ENR-30 < ENR-40$ ทั้งที่อัตราส่วนการเบลนด์ $NBR/ENR/PP = 20/40/40$ (ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 4, 5 และ 8 ไมครอน ตามลำดับ) และ $NBR/ENR/PP = 10/50/40$ (ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 5, 7.5 และ 8 ไมครอน ตามลำดับ) ซึ่งลักษณะทางสัณฐานวิทยาสอดคล้องกับสมบัติเชิงกลคือ ขนาดอนุภาคเล็กให้สมบัติเชิงกลที่ดีและสอดคล้องกับสมบัติการไหล กล่าวคือ อนุภาคขนาดใหญ่ทำให้เกิดการขัดขวางการไหล จะทำให้ความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนที่อัตราเฉือนเดียวกันสูงขึ้น ซึ่งจะส่งผลต่อความลำบากในการแปรรูปด้วยกระบวนการหลอม เช่น การฉีด และการเอ็กทรูดซ์ เป็นต้น

2.5.4 ความต้านทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ $NBR/ENR/PP$ เมื่อใช้ยางธรรมชาติไอพอกไซค์ต่างชนิดกัน

ผลการทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลายในรูปแบบการบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ $NBR/ENR/PP$ ที่อัตราส่วนการเบลนด์ 20/40/40 และ 10/50/40 โดยใช้ยาง ENR ที่มีระดับหมู่ไอพอกไซค์ต่างๆ โดยทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 471 (2000) ดังรายละเอียดการทดลองในหัวข้อ 1.3.14 ได้ผลการทดลองความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การบวมพองกับปริมาณหมู่ไอพอกไซค์ของยาง ENR ที่ใช้ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 47 และ 48 พบว่าความต้านทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มปริมาณหมู่ไอพอกไซค์ กล่าวคือมีระดับการบวมพองลดลง เนื่องจากสภาพความเป็นขั้วของโมเลกุล ยางธรรมชาติไอพอกไซค์ที่มีปริมาณหมู่ไอพอกไซค์เพิ่มขึ้น ระดับหรือปริมาณพันธะคู่ในโมเลกุลก็จะลดลง ทำให้สามารถต้านทานต่อตัวทำละลายได้ดีขึ้น และพบว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีความต้านทานการบวมพองในน้ำมันเครื่องได้ดี เนื่องจากน้ำมันเครื่องโมเลกุลมีสภาพขั้วต่ำ ทำให้เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ซึ่งมีสภาพความเป็นขั้วเกิดการบวมพองน้อย



รูปที่ 47 เปอร์เซ็นต์การบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ 20/40/40 ใช้ยาง ENR ที่มีระดับหมู่ฟังก์ชันแตกต่างกัน

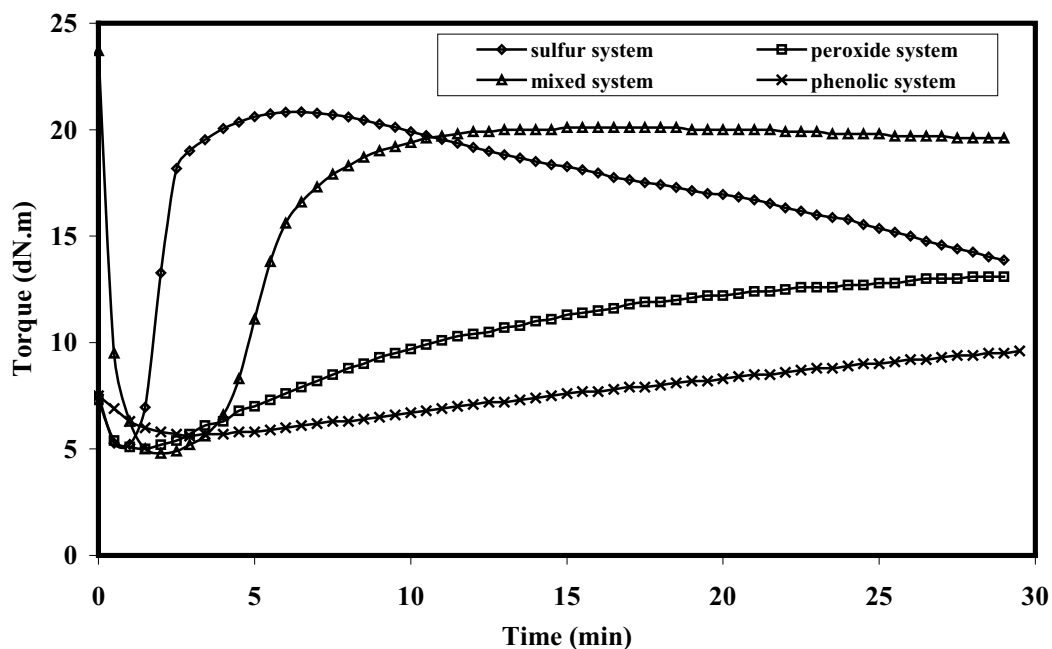


รูปที่ 48 เปอร์เซ็นต์การบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนการเบลนด์ 10/50/40 ใช้ยาง ENR ที่มีระดับหมู่ฟังก์ชันแตกต่างกัน

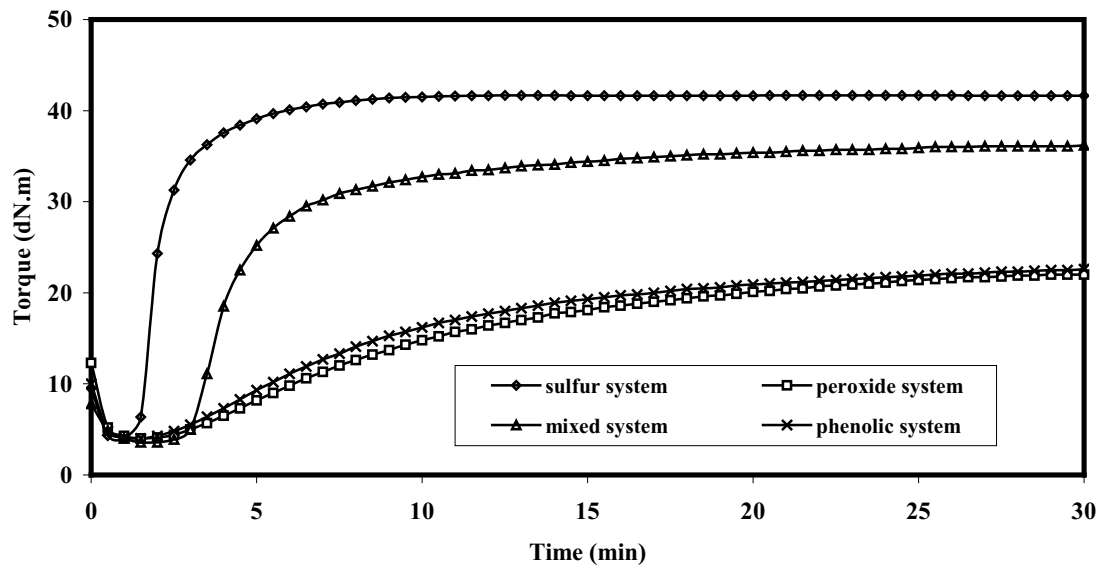
2.6 การศึกษาอิทธิพลระบบการวัลคาไนซ์ต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP

2.6.1 การทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์

นำยางคอมปาวด์ที่เตรียมโดยใช้สารเคมีดังตารางที่ 9 ทำการทดสอบสมบัติการวัลคาไนซ์โดยใช้เครื่อง ODR 2000 เพื่อสังเกตลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติอีพอกไซค์ (ENR-20) และยางไนไตรล์ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์ที่ต่างกันโดยตั้งอุณหภูมิในการทดสอบ 160 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการทดสอบ 30 นาที ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 49 และ 50 จากความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กกับเวลาในรูปที่ 49 และ 50 สามารถหาค่าทอร์กสูงสุด (M_H), ทอร์กต่ำสุด (M_L), ผลต่างของทอร์ก ($M_H - M_L$), เวลาสกอช (scorch time, t_{s1}), เวลาวัลคาไนซ์ (cure time, t_{c90}) และดัชนีอัตราในการวัลคาไนซ์ (cure rate index, CRI) ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 13 และ 14



รูปที่ 49 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กกับเวลาของการวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างๆ



รูปที่ 50 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กกับเวลาของการวัลคาไนซ์ยางไนไตรล์ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างๆ

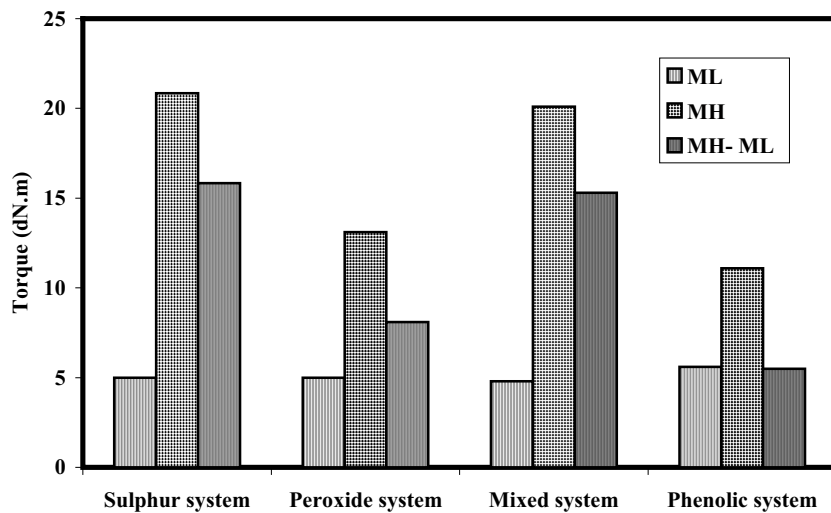
ตารางที่ 13 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างๆ

Vulcanization Systems	Properties					
	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	ts_1 (min)	tc_{90} (min)	CRI (min ⁻¹)
Sulphur system	5	20.84	15.84	1.38	3.31	51.81
Peroxide system	5	13.1	8.1	3.29	21.22	5.58
Mixed system	4.8	20.1	15.3	3.35	8.15	20.83
Phenolic system	5.6	11.1	5.5	9.27	38.56	3.41

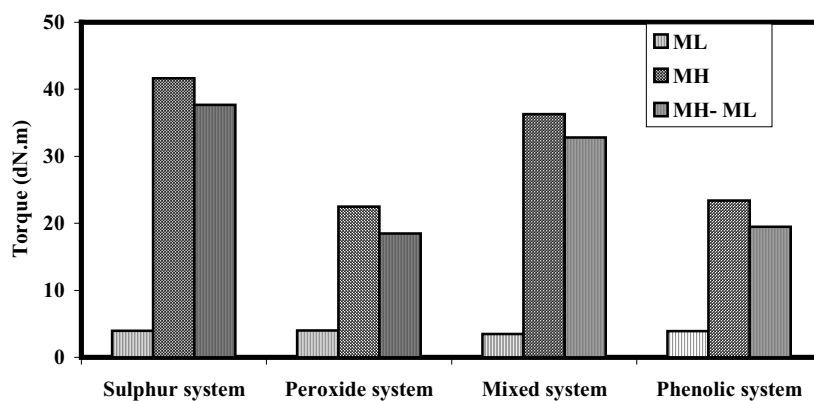
ตารางที่ 14 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางไนไตรล์ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างๆ

Vulcanization Systems	Propertie					
	M_L (dN.m)	M_H (dN.m)	$M_H - M_L$ (dN.m)	ts_1 (min)	tc_{90} (min)	CRI (min ⁻¹)
Sulphur system	3.96	41.65	37.69	1.41	4.24	35.34
Peroxide system	4	22.5	18.5	2.5	21.35	5.31
Mixed system	3.5	36.3	32.8	2.5	10.45	12.58
Phenolic system	3.9	23.4	19.5	2.3	22.27	5.01

จากข้อมูลในตารางที่ 13 และ 14 นำมาเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทอร์กสูงสุด ทอร์กต่ำสุด และความแตกต่างของทอร์กทั้งสองของยางคอมปาวด์ทั้งสองชนิดได้ดังรูปที่ 51 และ 52 นอกจากนี้ทำการเปรียบเทียบค่า เวลาสกอช เวลาวัลคาไนซ์ และดัชนีอัตราในการวัลคาไนซ์ ของคอมปาวด์ยาง ENR และ NBR ได้ดังรูปที่ 53



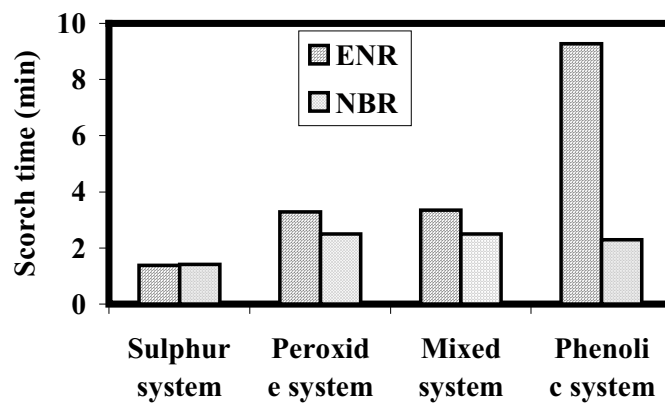
รูปที่ 51 ค่าทอร์กสูงสุด ทอร์กต่ำสุด และความแตกต่างของทอร์กของยางธรรมชาติอพอกไซค์ที่ใช้ระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ



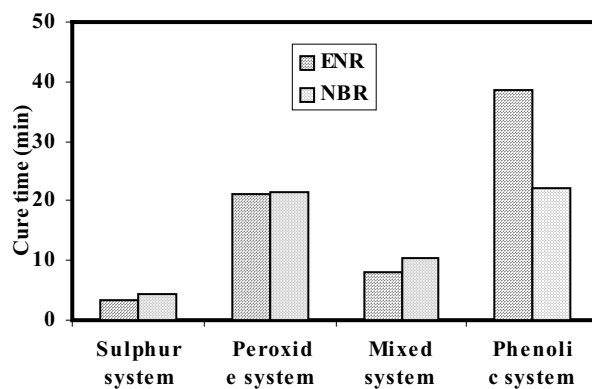
รูปที่ 52 ค่าทอร์กสูงสุด ทอร์กต่ำสุด และความแตกต่างของทอร์กของยางไนไตรล์ที่ใช้ระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ

จากตารางที่ 13-14 และรูปที่ 51-52 เมื่อเปรียบเทียบค่าทอร์กสูงสุด ค่าทอร์กต่ำสุดและความแตกต่างของทอร์กของยางธรรมชาติอพอกไซค์และยางไนไตรล์ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์แตกต่างกัน พบว่าระบบกัมมะถัน มีค่าความแตกต่างของทอร์กสูงสุด รองลงมาคือ ระบบผสม ระบบฟีนอลิก และระบบเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ ซึ่งค่าความแตกต่างของทอร์กสูงสุดและทอร์กต่ำสุดจะ

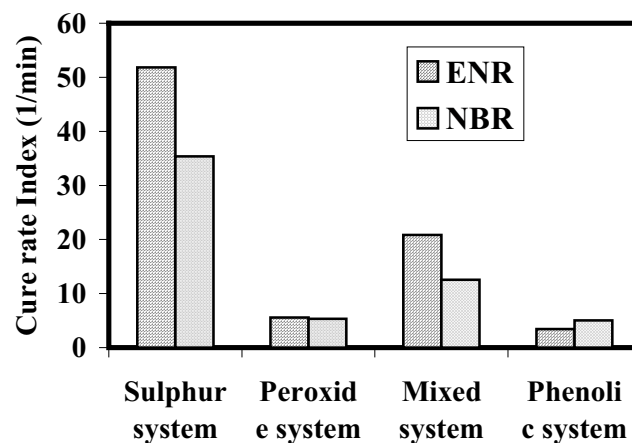
บอกถึงปริมาณพันธะเชื่อมโยงของโมเลกุลยาง นั่นคือ การใช้ระบบกำมะถันในการวัลคาไนซ์ยางธรรมชาติอีพอกไซค์ และยางไนไตรล์ โมเลกุลยางจะเกิดพันธะเชื่อมโยงได้มากที่สุด



(a) Scorch time



(b) Cure time



(c) Cure rate index (CRI)

รูปที่ 53 เปรียบเทียบสมบัติวัลคาไนซ์ระหว่างคอมปาวด์ยางไนไตรล์กับยางธรรมชาติอีพอกไซค์ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์แตกต่างกัน (a) Scorch time (b) Cure time และ (c) Cure rate Index

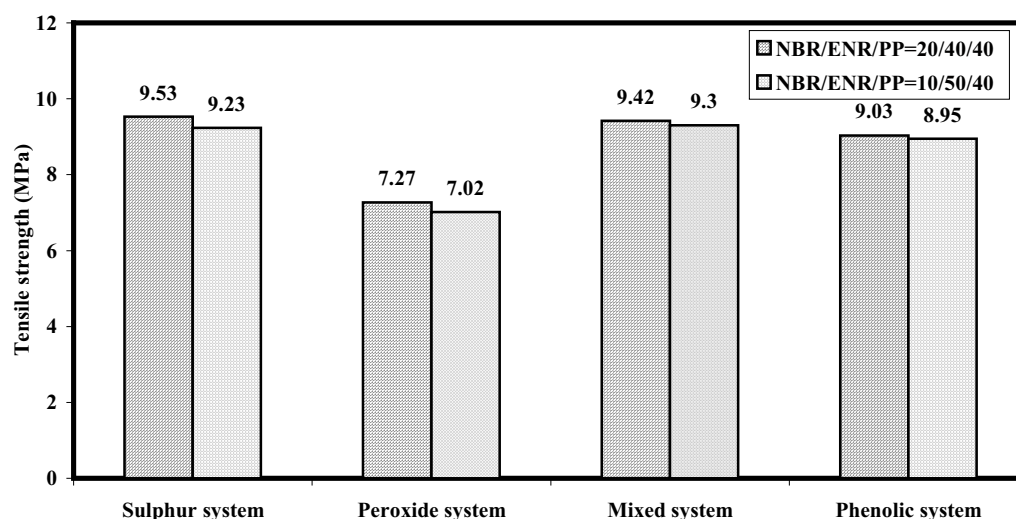
จากรูปที่ 53 เปรียบเทียบระยะเวลาที่สามารถแปรรูปได้ และระยะเวลาในการวัลคาไนซ์ของยางธรรมชาติอีพอกไซด์และยางไนไตรล์ที่ใช้ระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ พบว่า ระบบฟีนอลิกมีระยะเวลาสูงที่สุด รองลงมาคือ ระบบเปอร์ออกไซด์ ระบบผสม และระบบกำมะถัน ตามลำดับ และเมื่อเปรียบเทียบดัชนีอัตราการวัลคาไนซ์ พบว่าระบบกำมะถันให้อัตราการวัลคาไนซ์สูงที่สุด รองลงมาคือ ระบบผสม ระบบเปอร์ออกไซด์ และระบบฟีนอลิก ตามลำดับ

2.6.2 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยแปรรูปวัลคาไนซ์

นำสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ของยางไนไตรล์ ยางธรรมชาติอีพอกไซด์ (ENR-20) และพอลิโพรไพลีน ในตารางที่ 10 และวิธีการผสมดังข้อ 1.3.7.2 เปรียบเทียบสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างๆ ทำการขึ้นรูปด้วยเครื่องฉีดพลาสติก แล้วทำการทดสอบสมบัติได้ผลการทดลองดังนี้

2.6.2.1 สมบัติเชิงกลของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่ใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างๆ

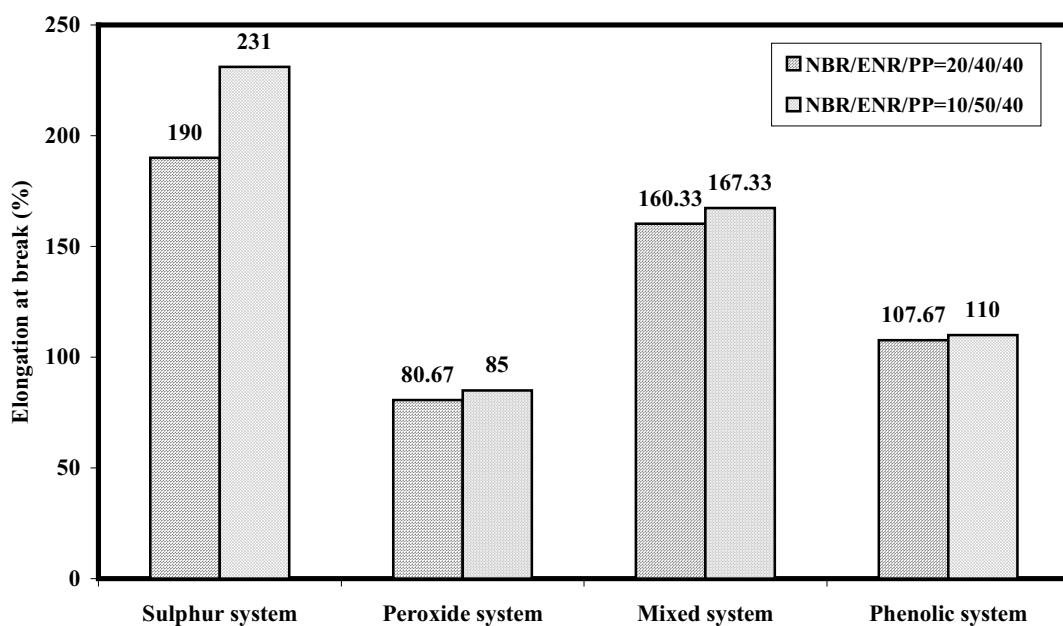
ขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องฉีดพลาสติกตามหัวข้อ 1.3.8 ตั้งขึ้นทดสอบทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาประมาณ 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติตามข้อ 1.3.9 ได้ผลการทดลองกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากการใช้ระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 54



รูปที่ 54 ความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบต่างๆ

จากรูปที่ 54 พบว่าความต้านทานต่อแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถันจะมีค่าสูงกว่าที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบผสม ระบบฟีนอลิก และระบบเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ โดยสามารถเรียงค่าความต้านทานต่อแรงดึงจากสูงไปหาลำดับ คือ ระบบกำมะถัน > ระบบผสม > ระบบฟีนอลิก > ระบบเปอร์ออกไซด์ เนื่องจากระบบที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถันเป็นระบบแบบปกติ (Conventional vulcanization system) จะมีการเชื่อมโยงโมเลกุล (crosslink) แบบพอลิซัลฟิดิก (C-S_x-C) ซึ่งโมเลกุลมีสายโซ่ยาวทำให้เกิดพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลมาก ทำให้ระบบที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถันจึงมีความต้านทานต่อแรงดึงสูง

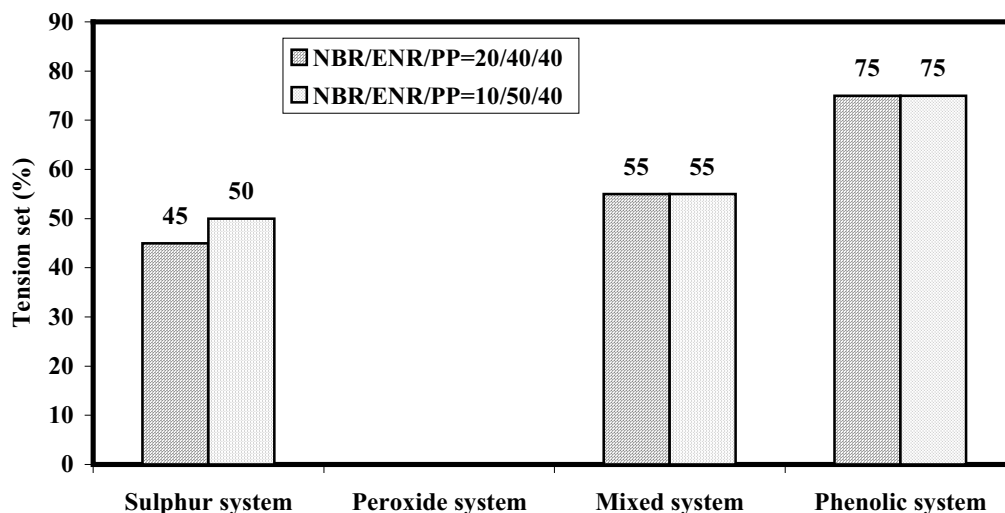
ความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบต่างๆ แสดงดังในรูปที่ 55 พบว่าความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถันจะมีค่าสูงกว่าการที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบผสม ระบบฟีนอลิก และระบบเปอร์ออกไซด์ ดังนั้นจึงสามารถเรียงลำดับความสามารถในการยืดของ TPVs จากสูงไปหาลำดับได้ดังนี้ ระบบกำมะถัน > ระบบผสม > ระบบฟีนอลิก > ระบบเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ



รูปที่ 55 ความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบต่างๆ

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการคืนตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบต่างๆ แสดงในรูปที่ 56 พบว่าความสามารถในการคืนตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถันจะสามารถคืนตัวได้ดีที่สุด เนื่องจากพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลเป็นแบบ C-S_x-C ซึ่งโมเลกุลสามารถเคลื่อนที่ได้ง่ายมี

ความยืดหยุ่นสูง ทำให้สามารถคืนตัวได้ดี และพบว่าระบบผสมและระบบฟีนอลิกมีค่า Tension set > 50 % และระบบเปอร์ออกไซด์ไม่สามารถทดสอบได้ เนื่องจากมีความสามารถในการยืดน้อยกว่า 100 เปอร์เซ็นต์ ซึ่ง Coran (2003) ระบุว่าเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ที่มีค่า Tension set น้อยกว่า 50 % จะมีคุณสมบัติเป็นยางที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิการใช้งาน แสดงว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมโดยระบบผสม ระบบฟีนอลิก และระบบเปอร์ออกไซด์มีคุณสมบัติการเป็นยางที่ไม่ดี



รูปที่ 56 ความสามารถในการคืนตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบต่างๆ

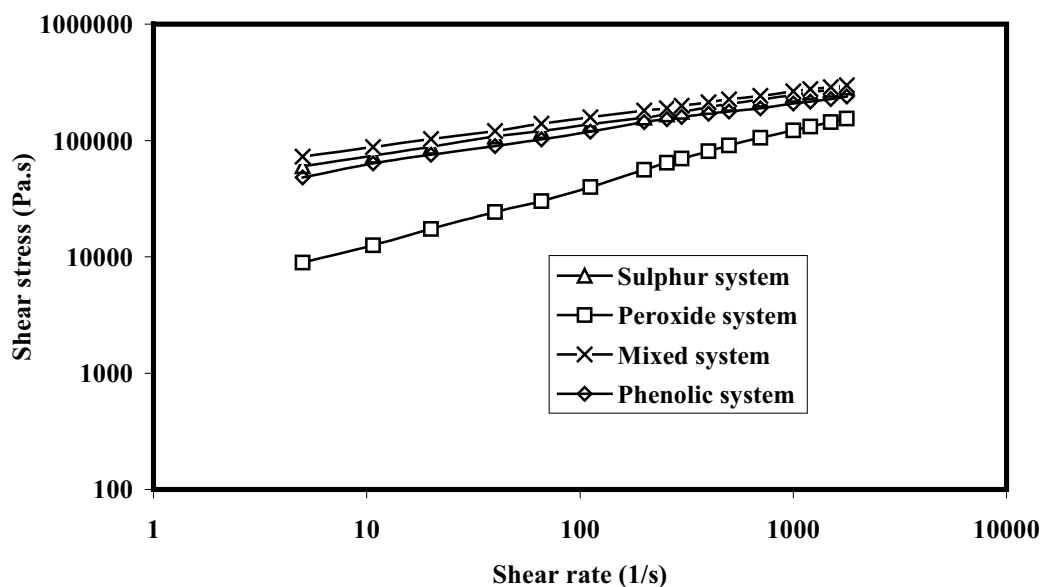
2.6.2.2 สมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน

ทดสอบเปรียบเทียบสมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบต่างๆ ด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคาปิลลารี ตามหัวข้อ 1.3.11 ได้ผลการทดลองดังนี้

2.6.2.2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเฉือนกับความเค้นเฉือน

จากการทดลองสามารถเปรียบเทียบค่าความเค้นเฉือนที่อัตราการเฉือนต่างๆ ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบต่างๆ ได้ผลความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือนกับความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 57 พบว่าเมื่ออัตราเฉือนเพิ่มขึ้น ค่าความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะเพิ่มขึ้น และเมื่อพิจารณาที่อัตราการเฉือนเดียวกัน พบว่าค่าความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์สามารถเรียงจากสูงไปหาค่าคือ ระบบผสม > ระบบกำมะถัน > ระบบฟีนอลิก > ระบบเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ การวัลคาไนซ์ด้วยระบบเปอร์ออกไซด์ให้ค่า

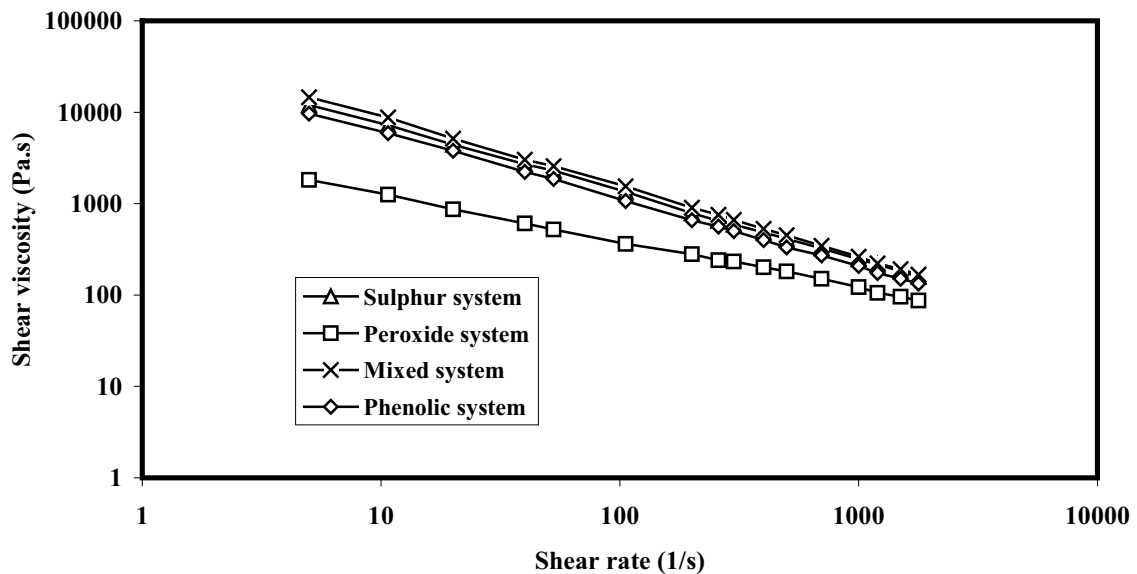
ความเค้นเฉือนต่ำที่สุด เนื่องจากการวัลคาไนซ์เป็นแบบไดนามิกซึ่งปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นขณะที่มีแรงเฉือนสูงและอุณหภูมิสูง อาจทำให้การเกิดอนุมูลอิสระที่ไปมีผลต่อทำให้เกิดการเสื่อมสภาพหรือการตัดสายโซ่โมเลกุลของพอลิโพรไพลีนควบคู่กับการเกิดการวัลคาไนซ์ ทำให้ TPVs มีความแข็งแรงน้อย จึงให้สมบัติการไหลต่ำที่สุด ส่วนเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ระบบผสมจะมีการใช้ทั้งกำมะถันและเปอร์ออกไซด์เป็นสารวัลคาไนซ์ ทำให้ประสิทธิภาพการเชื่อมโยงในเฟสของอีลาสโตเมอร์มีสูงขึ้น โดยมีการเชื่อมโยงโมเลกุลด้วยพันธะเคมี เช่น C-C, C-S-C และ C-S_x-C ส่งผลต่อการเกิดอันตรกิริยาระหว่างเฟสของยางกับพลาสติกสูง นอกจากนี้ในระบบดังกล่าวจะมีการเสื่อมสภาพของพอลิโพรไพลีนอันเนื่องมาจาก เปอร์ออกไซด์น้อยกว่าในระบบที่ใช้เปอร์ออกไซด์เพียงอย่างเดียว ทำให้มีความต้านทานต่อการไหลมากขึ้น สำหรับเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ระบบฟีนอลิก พบว่าให้ค่าความเค้นเฉือนใกล้เคียงกับระบบกำมะถัน



รูปที่ 57 ความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นเฉือนกับอัตราการเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์เตรียมจากระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ และที่อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP= 20/40/40

2.6.2.2.2 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเฉือนกับความหนืดเฉือน

จากการทดลองสามารถเปรียบเทียบค่าความหนืดเฉือนที่อัตราการเฉือนต่างๆ ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบต่างๆ ได้ผลความสัมพันธ์ระหว่างอัตราเฉือนกับความหนืดเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากระบบการวัลคาไนซ์ต่างๆ ได้ดังรูปที่ 58

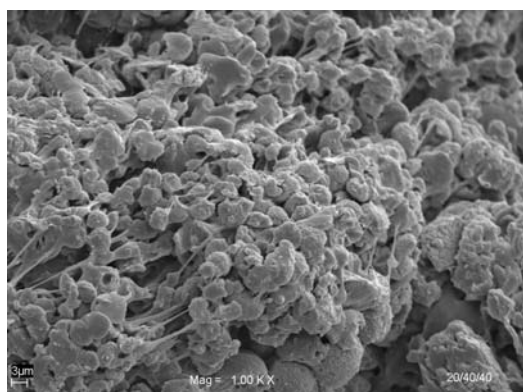


รูปที่ 58 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเนื่องกับอัตราการเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์เตรียมจากระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ และที่อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP= 20/40/40

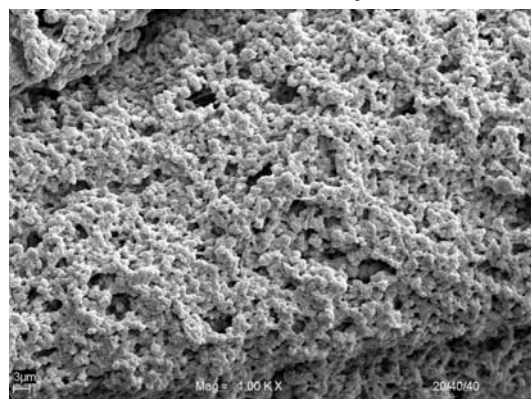
จากรูปที่ 58 พบว่าเมื่ออัตราเฉือนเพิ่มขึ้น ค่าความหนืดเนื่องของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จะลดลง และเมื่อพิจารณาที่อัตราการเฉือนเดียวกัน พบว่าค่าความหนืดเนื่องของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบผสมมีค่าสูงที่สุด รองลงมาคือ ระบบกำมะถัน ระบบฟีนอลิก และระบบเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ ซึ่งอธิบายได้ด้วยเหตุผลเดียวกับค่าความเค้นเฉือน

2.6.2.3 สันฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน

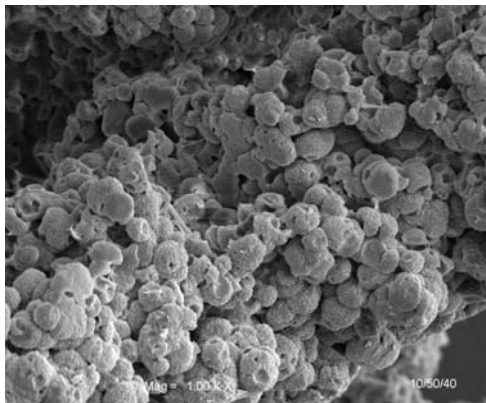
การศึกษาลักษณะทางสันฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ โดยมีขั้นตอนการตรวจสอบดังรายละเอียดในหัวข้อ 1.3.12 โดยการนำตัวอย่างเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมได้ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่กำลังขยาย 1,000 เท่า ได้ผลแสดงดังในรูปที่ 59 และ 60



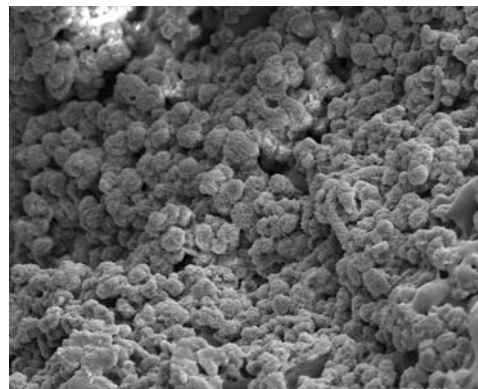
(a) Sulphur system



(b) Peroxide system

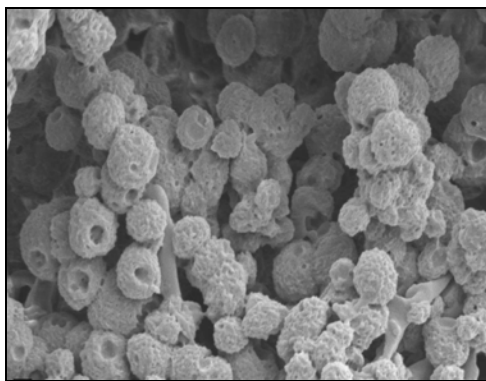


(c) Mixed system

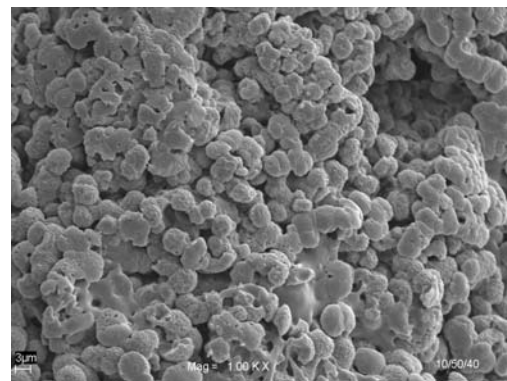


(d) Phenolic system

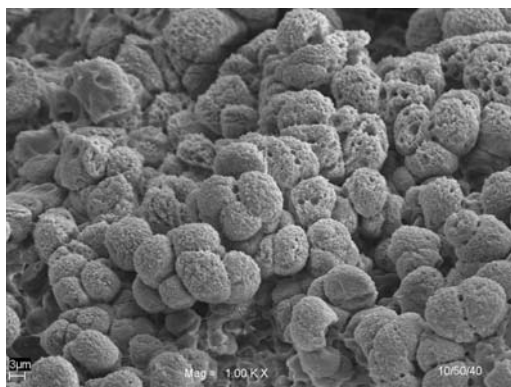
รูปที่ 59 สัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน และใช้อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP= 20/40/40



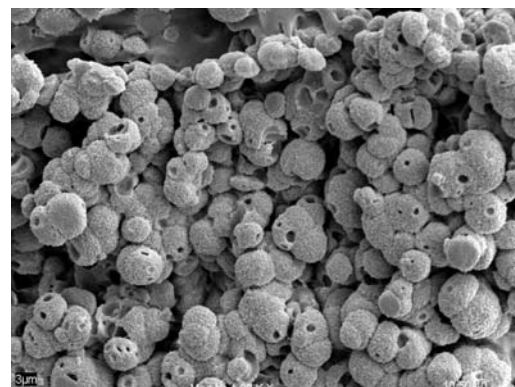
(a) Sulphur system



(b) Peroxide system



(c) Mixed system



(d) Phenolic system

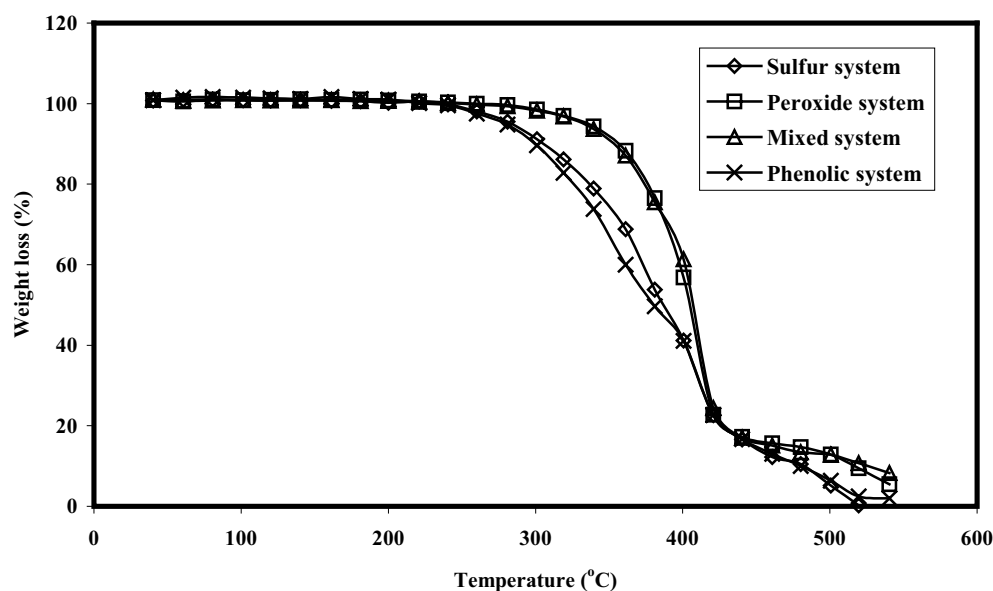
รูปที่ 60 สัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน และใช้อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP= 10/50/40

จากรูปที่ 59 และ 60 พบว่าสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน อนุภาคยางจะมีลักษณะเป็นก้อนกลม กระจายเป็น อนุภาคเล็กๆ อยู่ในเฟสของพลาสติกที่เป็นเฟสต่อเนื่อง สามารถเรียงขนาดอนุภาคเฉลี่ยตาม ระบบที่ใช้ในการวัลคาไนซ์จากขนาดเล็กไปหาใหญ่ได้ตามลำดับดังนี้ ระบบเปอร์ออกไซด์ < ระบบ ฟีนอลิก < ระบบกำมะถัน < ระบบผสม โดยในแต่ละระบบจะมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยของยางเท่ากับ 1, 3, 4 และ 4.5 ไมครอน ตามลำดับ (ที่อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP = 20/40/40) และมีขนาด อนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 4, 8, 8.5 และ 9 ไมครอนตามลำดับ (ที่อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP = 10/50/40) ซึ่งพบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยเหล่านี้จะสอดคล้องกับสมบัติการไหลของ TPVs แต่ในกรณี การใช้ระบบเปอร์ออกไซด์จะให้สมบัติเชิงกลที่ไม่ดีถึงแม้ขนาดอนุภาคยางจะมีขนาดเล็ก ซึ่งอาจ เนื่องจากการเสื่อมสภาพของพอลิโพรไพลีนดังได้อธิบายไว้แล้ว

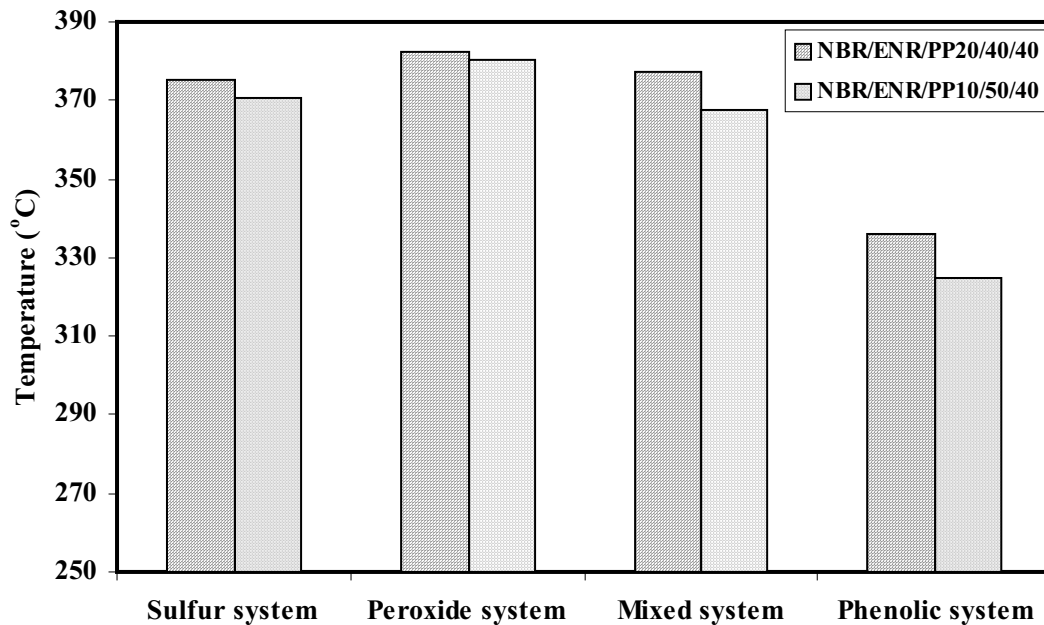
2.6.2.4 สมบัติด้านความร้อนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์

NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน

จากการศึกษาสมบัติด้านความร้อนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด์ NBR/ENR/PP ที่เตรียมจากระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน ด้วยเทคนิค TGA โดยมีขั้นตอนการทดลอง ในหัวข้อ 1.3.13 ได้ผลแสดงดังในรูปที่ 61 และคำนวณค่าอุณหภูมิการสลายตัวได้ดังรูปที่ 62



รูปที่ 61 ตัวอย่างเทอร์โมแกรมของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ และใช้อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP= 20/40/40

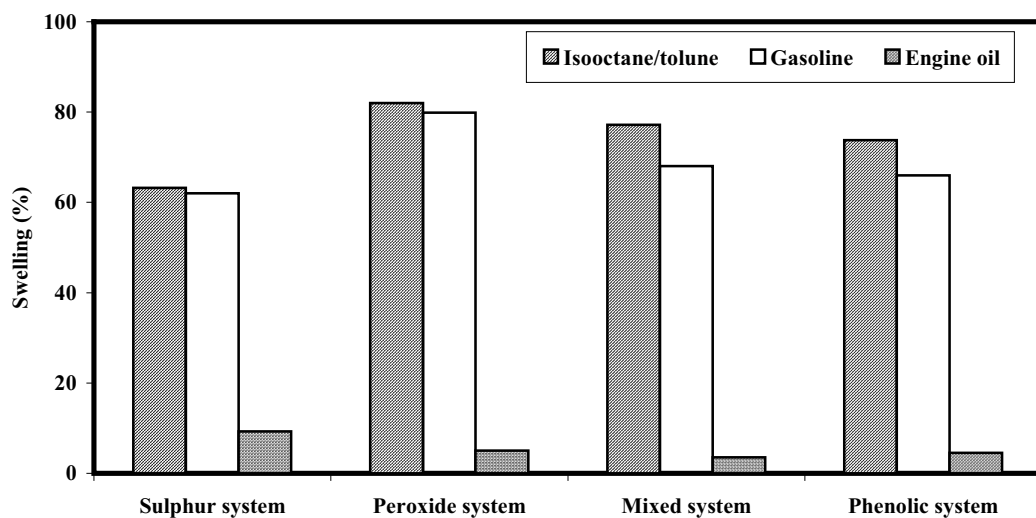


รูปที่ 62 อุณหภูมิการสลายตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ ที่อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP= 20/40/40 และ 10/50/40

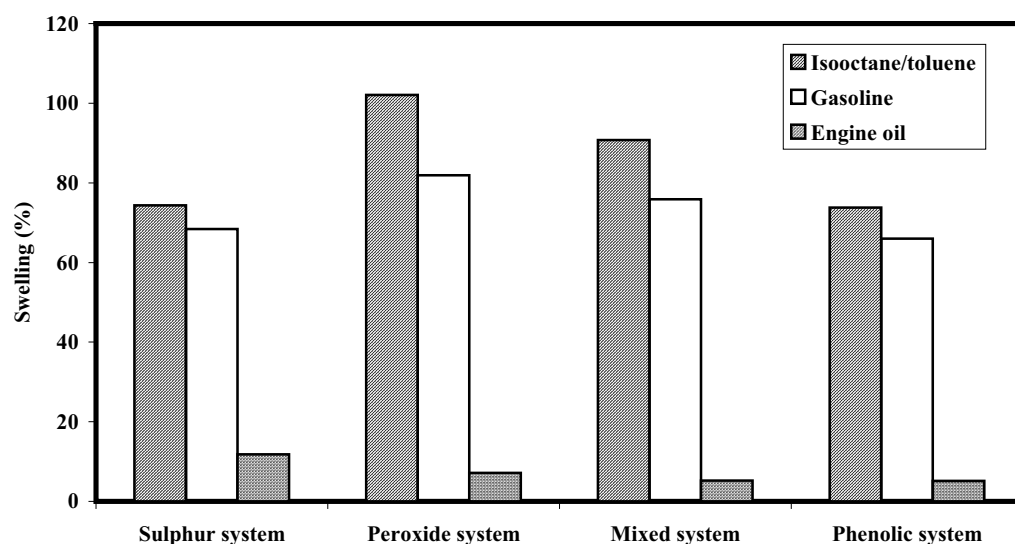
จากรูปที่ 61 และ 62 พบว่าอุณหภูมิการสลายตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ระบบวัลคาไนซ์แบบเปอร์ออกไซด์จะมีค่าสูงที่สุด เนื่องจากพันธะการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของระบบเปอร์ออกไซด์เป็นแบบ -C-C- ทำให้ระบบเปอร์ออกไซด์สามารถทนความร้อนได้สูง เนื่องจากพลังงานพันธะ -C-C- มีพลังงานพันธะสูงกล่าวคือ มีค่าพลังงานการสลายพันธะ 80 kcal/mol ส่วนการวัลคาไนซ์ด้วยระบบกำมะถันมีค่าอุณหภูมิการสลายตัวต่ำกว่าระบบเปอร์ออกไซด์ เนื่องจากการมีพันธะ -C-S-C- ซึ่งมีพลังงานพันธะ 74 kcal/mol นอกจากนี้ยังมีพันธะ -C-S-C- (74 kcal/mole) พันธะ -C-S-S-C- (74 kcal/mole) พันธะ -C-S-S-S-C- (54 kcal/mole) และ พันธะ -C-S-S-S-S-C- (34 kcal/mole) (Francis, 2005) เมื่อพิจารณาระบบฟีนอลิกซึ่งพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลเป็นแบบ -O-O- มีพลังงานพันธะต่ำกว่ากรณีพันธะของกำมะถันจึงทำให้ระบบฟีนอลิกสามารถทนความร้อนได้ต่ำสุด ดังนั้นจึงสามารถเรียงลำดับความสามารถทนต่อความร้อนของ TPVs จากสูงไปหาต่ำได้ดังนี้ ระบบเปอร์ออกไซด์ > ระบบผสม > ระบบกำมะถัน > ระบบฟีนอลิก ตามลำดับ และพบว่าที่อัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP เท่ากับ 20/40/40 มีอุณหภูมิการสลายตัวสูงกว่าที่อัตราส่วน 10/50/40 เนื่องจากการมียางธรรมชาติฟอกโซลในปริมาณต่ำกว่า ทำให้มีส่วนของพันธะคู่ที่ไวต่อการออกซิเดชันเหลืออยู่ในปริมาณต่ำกว่า ดังนั้นเมื่อปริมาณยางธรรมชาติฟอกโซลเพิ่มขึ้นอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวจึงลดลง

2.6.2.5 สมบัติด้านความต้านทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด NBR/ENR/PP โดยใช้ระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน

ผลการทดสอบความต้านทานต่อตัวทำละลาย (solvent resistance) ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์จากการเบลนด NBR/ENR/PP ที่เตรียมจากระบบการวัลคาไนซ์ต่างกัน ในรูปแบบระดับการบวมพอง (% swelling) โดยทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 471 (2000) ดังรายละเอียดการทดลองในหัวข้อ 1.3.14 ได้ผลการทดลองความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การบวมพองกับระบบการวัลคาไนซ์ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ได้ดังรูปที่ 63 และ 64



รูปที่ 63 เปอร์เซ็นต์การบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ ที่อัตราส่วนการเบลนด NBR/ENR/PP = 20/40/40



รูปที่ 64 เปอร์เซ็นต์การบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่เตรียมจากระบบวัลคาไนซ์ต่างๆ ที่อัตราส่วนการเบลนด NBR/ENR/PP = 10/50/40

จากรูปที่ 63 และ 64 พบว่าความต้านทานต่อตัวทำละลายทั้ง 3 ชนิด คือ สารผสมระหว่าง ไอโซออกเทนต่อโทลูอิน น้ำมันเบนซินและน้ำมันเครื่อง ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่วัลคาไนซ์ด้วยระบบเปอร์ออกไซด์สามารถต้านทานต่อตัวทำละลายได้ดีที่สุด รองลงมาคือระบบผสมระบบฟีนอลิก และระบบกำมะถัน ตามลำดับ และเมื่อพิจารณาอัตราส่วนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ระหว่าง NBR/ENR/PP = 20/40/40 และ 10/50/40 พบว่าเมื่อปริมาณยางธรรมชาติอีพอกไซด์เพิ่มขึ้น ความต้านทานต่อตัวทำละลายจะลดลง เมื่อพิจารณาเปอร์เซ็นต์การบวมพองของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ในตัวทำละลายทั้ง 3 ชนิด พบว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีความต้านทานต่อน้ำมันเครื่องสูงที่สุด เนื่องจากน้ำมันเครื่องมีสภาพขี้ด่ำ ทำให้เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ซึ่งมีหมู่อีพอกไซด์และหมู่อะคริโลไนไตรล์ ที่มีสภาพความเป็นขี้ดในโมเลกุลเกิดการบวมพองได้น้อย

3. สรุปผลการทดลอง

3.1 การเตรียมยางธรรมชาติพอกไซค์

เมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาพอกไซค์จะทำให้เกิดปริมาณหมู่พอกไซค์บนโมเลกุลยางธรรมชาติเพิ่มขึ้นโดยกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณหมู่พอกไซค์กับเวลาของการทำปฏิกิริยาจะมีลักษณะเป็นฟังก์ชันพหุนาม (Polynomial function) โดยการเตรียมยางธรรมชาติพอกไซค์ที่มีปริมาณหมู่พอกไซค์ 20, 30 และ 40 โมลเปอร์เซ็นต์ ใช้ระยะเวลาคือ 2.24, 3.34 และ 4.24 ชั่วโมง ตามลำดับ

3.2 ศึกษาสูตรยางที่เหมาะสมที่จะใช้เตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

พบว่าสูตร E ที่ประกอบด้วย ยาง 100 phr, ZnO 6 phr, Stearic acid 0.5 phr, TBBS 0.7 phr, Wingstay L 0.6 phr และ Sulphur 3.5 phr มีความเหมาะสมที่จะใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มากที่สุด กล่าวคือคอมปาวด์มีระดับการเชื่อมโยงของพันธะในโมเลกุล (สังเกตจากค่าความแตกต่างของทอร์คจากเครื่อง ODR) สูงที่สุด และสมบัติเชิงกลอยู่ในเกณฑ์ที่ยอมรับได้

3.3 การศึกษาชนิดและปริมาณของสารเพิ่มความเข้ากันได้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

พบว่า การใช้พอลิโพรไพลีนที่ดัดแปลงโมเลกุลด้วยฟีนอลิกเรซิน (Ph-PP) เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้ ที่ปริมาณ 5 % โดยน้ำหนักของพอลิโพรไพลีน เหมาะสมที่จะใช้ในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มากที่สุด

3.4 ศึกษาอิทธิพลอัตราส่วนการเบลนด์ NBR/ENR/PP ต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.4.1 การทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณยางธรรมชาติพอกไซค์ และค่า Tension set มีค่าน้อยกว่า 50 % แสดงว่ามีสมบัติความเป็นยางดี และพบว่าการใช้ Ph-PP เป็นสารเพิ่มความเข้ากันได้จะทำให้สมบัติเชิงกลดีกว่าการใช้ PP-g-MA

3.4.2 สมบัติทางรีโอโลยี พบว่า ค่าความเค้นเฉือนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีค่าเพิ่มขึ้นแต่ความหนืดเฉือนมีค่าลดลงตามการเพิ่มอัตราเฉือน และที่อัตราเฉือนเดียวกันค่าความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณยาง ENR

3.4.3 สันฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ พบว่าอนุภาคของยางวัลคาไนซ์ มีลักษณะเป็นก้อนกลมขนาดเล็กกระจายตัวในเฟสของพอลิโพรไพลีน และขนาดอนุภาคของยางวัลคาไนซ์ ที่อัตราการผลิต $\text{NBR/ENR/PP} = 30/30/40$ มีขนาดเล็กที่สุด และพบว่าขนาดอนุภาคของยางวัลคาไนซ์จะเพิ่มขึ้น ตามลำดับดังนี้ $30/30/40 < 40/20/40 \sim 20/40/40 < 50/10/40$, $10/50/40 < 60/0/40$, $0/60/40$

3.4.4 สมบัติด้านความร้อนของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ พบว่าอุณหภูมิการสลายตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีแนวโน้มลดลงตามปริมาณยางธรรมชาติโอพอกไซค์ที่เพิ่มขึ้น

3.4.5 สมบัติด้านความต้านทานต่อตัวทำละลายของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ พบว่าความต้านทานต่อตัวทำละลายทั้ง 3 ชนิด คือ สารผสมระหว่างไอโซออกเทนต่อโทลูอีน น้ำมันเบนซิน และน้ำมันเครื่องมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณยางธรรมชาติโอพอกไซค์ที่เพิ่มขึ้นและพบว่าเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์มีความต้านทานต่อน้ำมันเครื่องดีที่สุด รองลงมาคือ น้ำมันเบนซิน และสารผสมระหว่างไอโซออกเทนต่อโทลูอีน ตามลำดับ

3.5 ศึกษาอิทธิพลชนิดของยางธรรมชาติโอพอกไซค์ต่อสมบัติของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.5.1 สมบัติเชิงกล พบว่าความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืด มีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มปริมาณหมู่โอพอกไซค์ และมีค่า Tension set $< 50\%$

3.5.2 สมบัติทางรีโอโลยีของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

- ความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนที่อัตราเฉือนเดียวกันของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่โอพอกไซค์

3.5.3 สันฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ อนุภาคยางจะมีลักษณะเป็นก้อนกลมขนาดเล็กกระจายตัวในเฟสพอลิโพรไพลีน และขนาดอนุภาคยางวัลคาไนซ์จะมีขนาดใหญ่ขึ้นตามปริมาณหมู่โอพอกไซค์ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งลักษณะทางสันฐานวิทยาสอดคล้องกับสมบัติเชิงกล

3.5.4 สมบัติด้านความต้านทานต่อตัวทำละลาย มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณหมู่โอพอกไซค์ที่เพิ่มขึ้น และพบว่ามีความต้านทานต่อน้ำมันเครื่องดีที่สุด รองลงมาคือ น้ำมันเบนซิน และสารผสมระหว่างไอโซออกเทนต่อโทลูอีน ตามลำดับ

3.6 การศึกษาระบบวัลคาไนซ์ที่เหมาะสมในการเตรียมเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

3.6.1 การศึกษาการวัลคาไนซ์ พบว่าดัชนีความเร็วในการวัลคาไนซ์ (Cure rate index) และค่าแรงบิดกราฟลักษณะการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์โดยใช้ระบบก้ำมะถันมีค่าสูงสุด รองลงมาคือ ระบบผสม ระบบฟีนอลิก และระบบเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ นอกจากนี้พบว่าเวลาในการวัลคาไนซ์ของระบบก้ำมะถันเร็วที่สุด รองลงมาคือ ระบบผสม ระบบเปอร์ออกไซด์ และระบบฟีนอลิก ตามลำดับ ส่วนเวลาสกอร์ช (Scorch time) ของระบบก้ำมะถันเร็วที่สุด รองลงมาคือ ระบบเปอร์ออกไซด์ ระบบผสม และระบบฟีนอลิก ตามลำดับ

3.6.2 สมบัติเชิงกลของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์

ความต้านทานต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ระบบก้ำมะถันดีที่สุด รองลงมาคือ ระบบผสม ระบบฟีนอลิก และระบบเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ ส่วน ค่า Tension set ของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ ที่ใช้ระบบฟีนอลิกมีค่าสูงที่สุด รองลงมาคือ ระบบผสมและระบบซัลเฟอร์ตามลำดับ แต่ระบบเปอร์ออกไซด์ไม่สามารถหาได้เนื่องจากมีความสามารถในการยืด น้อยกว่า 100 เปอร์เซ็นต์

3.6.3 สมบัติทางรีโอโลยี

ค่าความเค้นเฉือนและความหนืดเฉือนที่อัตราเฉือนเดียวกันของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ระบบผสมมีค่าสูงสุด รองลงมาคือ ระบบก้ำมะถัน ระบบฟีนอลิก และระบบเปอร์ออกไซด์ ตามลำดับ

3.6.4 ลักษณะวิทยา

อนุภาคของยางมีลักษณะเป็นเม็ดกลมขนาดเล็กกระจายในเฟสต่อเนื่องของพอลิโพรไพลีน โดยพบว่าระบบเปอร์ออกไซด์ให้ขนาดอนุภาคเล็กที่สุด แต่ให้สมบัติเชิงกลไม่ดี เนื่องจากการเสื่อมสภาพของพอลิโพรไพลีนโดยเปอร์ออกไซด์ ส่วนขนาดอนุภาคยางของระบบก้ำมะถัน ระบบผสม และระบบฟีนอลิกให้ขนาดอนุภาคที่ใกล้เคียงกัน

3.6.5 สมบัติด้านความร้อน

อุณหภูมิสลายตัวของเทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ระบบเปอร์ออกไซด์มีค่าสูงสุด รองลงมาคือ ระบบก้ำมะถัน ระบบผสม และระบบฟีนอลิก ตามลำดับ

3.6.6 สมบัติความต้านทานต่อตัวทำละลาย

เทอร์โมพลาสติกวัลคาไนซ์ที่ใช้ระบบเปอร์ออกไซด์มีความต้านทานต่อตัวทำละลายดีที่สุด รองลงมาคือ ระบบผสม ระบบฟีนอลิก และระบบก้ำมะถัน ตามลำดับ

4. ข้อเสนอแนะการต่อยอดหรือประโยชน์ที่จะนำผลงานนี้ไปใช้

1. การเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ที่ทนน้ำมัน โดยใช้ในอุตสาหกรรมรถยนต์ โดยเฉพาะ under the hood applications
2. การเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์ของยางธรรมชาติโดยเน้นสมบัติการทนทานต่อตัวทำละลายที่มีขั้วและการทนทานต่อการเสื่อมเนื่องจากความร้อน

5. เอกสารอ้างอิง

กัมลาวัลย์ เทียวทั่ว. 2545. การเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์โดยกระบวนการวัลคาไนเซชันของพอลิโพรไพลีนกับยางธรรมชาติอีพอกไซค์, วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเทคโนโลยียาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

ชีตีไชยยะห์ สายวารี. 2548. การเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์จากยางธรรมชาติมาलिएตเบลนด์กับพอลิโพรไพลีน. วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

มานพ ไชยศักดิ์กุล. 2545. การเบลนด์พอลิโพรไพลีนกับยางธรรมชาติอีพอกไซค์. วิทยานิพนธ์ระดับปริญญาตรี ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

วัชรินทร์ สายน้ำใส. 2545. การศึกษาอิทธิพลของแรงระหว่างยางธรรมชาติอีพอกไซค์กับแป้งมันสำปะหลัง, วิทยานิพนธ์ระดับปริญญาโท ภาควิชาเทคโนโลยียาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

อักรพงษ์ ตอประโคน. 2546. การเตรียมเทอร์โมพลาสติกอีลาสโตเมอร์จากการเบลนด์

ยางธรรมชาติอีพอกไซค์กับพอลิเมทิลเมทาคริเลตโดยกระบวนการวัลคาไนเซชัน

แบบไดนามิกส์, วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเทคโนโลยียาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.

Annual Book of ASTM D412-98a. 2000. Standard Test Method for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomer-Tension. Section 9: Rubber. Volume 09:01. Rubber, Natural and Synthetic General Test Method; Carbon Black.

Annual Book of ASTM D 454-99. 2000. Standard Test Method for Rubber Deterioration by Air Pressure. Section 9: Rubber. Volume 09:01. Rubber, Natural and Synthetic General Test Method; Carbon Black.

- Annual Book of ASTM D 471-98. 2000. Standard Test Method for Rubber Property-Effect of Liquids. Section 9: Rubber. Volume 09:01. Rubber, Natural and Synthetic General Test Method; Carbon Black.
- Annual Book of ASTM D2084-95. 2000. Standard Test Method for Rubber Property-Vulcanization Using Oscillating Disk Cure Meter. Section 9: Rubber. Volume 09:01. Rubber, Natural and Synthetic General Test Method; Carbon Black.
- Annual Book of ASTM D3182-89. 2000. Standard Practice for Rubber-Materials, Equipment, and Procedures for Mixing Standard Compounds and Preparing Standard Vulcanized Sheets. Section 9: Rubber. Volume 09:01. Rubber, Natural and Synthetic General Test Method; Carbon Black.
- Baker, C.S.L. and Gelling, I.R. 1987. Epoxidize Natural Rubber. In Developments in Rubber Technology-4, pp. 87-117. Whelan, A. And Lee, K.S., Eds. London: Elsevier Applied Science Publishers Ltd.
- Boner, J.G. and Hope, P.S. 1993. Chapter 3-Compatibilisation and Reactive Blending. In Polymer Blends and Alloys, Folkes, M.J. and Hope, P.S., eds. London : Blackie Academic & Professional.
- Burfield, D.R., Lim, K.L. and Law, K.S. 1984. Epoxidize of Natural Rubber Latex: Method of Preparation and Properties of Modified Rubber. J. Appl. Polym. Sci., 29:1661-1673.
- Coran, A.Y. 2003. Thermoplastic Elastomers for Applications. Presented at the meeting of Metal and Materials Technology Center, Bangkok.
- Davey, J.E. and Loadman, M.J.R. 1984. Chemical Demonstration of the Randomness of Epoxidation of Natural Rubber. Br. Polym. J., 16:134-138
- Davies, C.K.L., Wolfe, S.V., Gelling, I.R. and Thomas, A.G. 1983. Strain Crystallization in Random Copolymers Produced by Epoxidation of *cis*-1,4-Polyisoprene. Polym., 24:107-113.
- Francis, B. 2005. Rubber Compounding Seminar, 14 May 2005, Bangkok
- Garcia-Martinez, J.M., Laguna, O., Areso, S. And Coolar, E.P. 1999. FTIR Quantitative Characterization of Chemically Modified Polypropylene Containing Succinic Grafted Groups. J. Appl. Polym. Sci., 73:2837-2847.
- George, S., Joseph, R., Thomas, S. and Varughese K.T. 1995. Blends of Isotactic Polypropylene and Nitrile Rubber: Morphology, Mechanical Properties and Compatibilization. Polymer. 36, 4405-4416.
- George, S. Neelakantan, N.R. Varughese, K.T. and Thomas, S. 1997. Dynamic Mechanical Properties of Isotactic Polypropylene/Nitrile Rubber Blends : Effects of Blend Ratio, Reactive Compatibilization, and Dynamic Vulcanization. J. Appl. Polym. Sci., 35:2309-2327

- George, S., Ramamurthy, K., Anand, J.S., Groeninckx, G., Varughese, K.T. and Thomas, S. 1999. Rheological Behaviour of Thermoplastic Elastomer from Polypropylene/Acrylonitrile-Butadiene Rubber Blends : Effect of Blend Ratio, Reactive Compatibilization and Dynamic Vulcanization. *Polymer*. 40, 4325-4334.
- Holden, G. 2000. *Understanding Thermoplastic Elastomers*. Hanser Publishers, Munich, 9-72.
- Huang, H., Yang, J., Liu, X. and Zhang, Y. 2002. Dynamically Vulcanized Ethylene Propylene Diene Terpolymer/Nylon Thermoplastic Elastomers. *Eur. Polym. J.*, 38:857-861.
- IIRDB. 2000. Epoxidized natural rubber. <http://www.irrdb.org/othrub/enr.htm> available 14/02/2006.
- Ishiaku, M.A. Ishiaku, U.S and Ishak, Z.A.M. 2000. Rheological Properties of Dynamic Vulcanized Poly(vinyl chloride)/Epoxidized Natural Rubber Thermoplastic Elastomer: Effect of Processing Variables. *Polym Test.*, 19:193-204
- Nagdi, K. 1993. *Rubber as an Engineering Material: Guide for Users*. Hanser Publishers, Munich p.113-118.
- Perera, M.C.S. Ishiaku, U.S. Ishak. Z.A.M. 2001. *Characterisation of PVC/NBR and PVC/ENR50 Binary Blends and PVC/ENR50/BR Ternary Blends by DMA and Solid State NMR*, *Eur. Polym. J.*, 37:167-178.
- Nakason, C., Kaesaman, A., Sainamsai, W. and Kiatkamjonwong, S. 2003. *Rheological behavior of reactive blending of ENR-Cassava starch and ENR-NR-Cassava starch*, *J. Appl. Polym. Sci.*, 91(3), 1752-1762.

ภาคผนวก 1: ตารางเปรียบเทียบวัสดุประสงค์

วัตถุประสงค์	กิจกรรมที่วางแผนไว้	กิจกรรมที่ดำเนินการ	ผลที่ได้รับจากโครงการ
1. เพื่อเตรียมและศึกษาสมบัติของยางธรรมชาติพอกไซดส์ที่มีระดับหนือพอกไซดส์ปริมาณต่างๆ	เตรียมยาง ENR ที่มีระดับหนือพอกไซดส์ 20, 30 และ 40 โมลเปอร์เช่นต้อพอกไซดส์และทดสอบสมบัติเบื้องต้น เช่น FTIR รีโอโลยี สมบัติการวัลการไนซ์ และสมบัติเชิงกล	-เตรียมยาง ENR ที่เวลาการทำ ปฏิกิริยาในช่วง 0-10 ชม ที่ 50 °C -เตรียมยาง ENR-20 ใช้เวลา 2.24 ชม ENR-30 ใช้เวลา 3.34 ชม ENR-40 ใช้เวลา 4.24 ชม - ทดสอบสมบัติต่างๆ	-ทราบความสัมพันธ์ระหว่างเวลา กับปริมาณหนือพอกไซดส์ -ได้ยาง ENR-20, ENR-30 และ ENR-40 ที่ใช้เป็นวัตถุดิบในการเตรียมพอร์โมพลาสติกวัลการไนซ์ -ทราบสมบัติ เช่น โครงสร้าง รีโอโลยี สมบัติการวัลการไนซ์ และสมบัติเชิงกล
2. เพื่อศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมของการเบลนด่ง ENR ในการเบลนด่ง NBR/ENR/PP	เตรียมพอลิเมอร์เบลนด่งโดยการแปรอัตราส่วนของ NBR/ENR/PP = 60/0/40, 50/10/40, 40/20/40, 30/30/40, 20/40/40, 10/50/40, 0/60/40 โดยทำการกำหนดอัตราส่วนของยาง/พลาสติก = 60/40	ได้ทำการเบลนด่ง NBR/ENR/PP ที่อัตราส่วนต่างๆโดยระหว่างเวลาเบลนด่งทำการวัลการไนซ์ยางด้วยระบบกัมมันถัน แล้วทดสอบสมบัติ คือ สมบัติเชิงกล สมบัติเชิงความร้อน ลัณฐานวิทยา และความต้านทานต่อตัวทำลาย	พบว่าผลผลิตจากการเบลนด่งที่อัตราส่วน NBR/ENR/PP = 20/40/40 และ 10/50/40 ให้สมบัติที่เหมาะสมที่สุด กล่าวคือมีสมบัติเชิงกลดี สมบัติการไหลดี มีความทนทานต่อตัวทำลาย และขนาดอนุภาคยางขนาดเล็ก

ภาคผนวก 2: บทความสำหรับการเผยแพร่

เสนอในที่ประชุมวิชาการระดับนานาชาติ Polymer Processing Society (PPS-2004), America's Reginal

Meeting, Quebec City, 14-17 August 2005

Thermoplastic Elastomer based on ENR/NBR/PP Ternary Blends

C. Nakason*, A.Kaesaman, and K. Polthong

Department of Rubber Technology & Polymer Science, Faculty of Science & Technology, Prince of Songkla University, Pattani Campus, 94000 THAILAND, ncharoen@bunga.pn.psu.ac.th

Abstract - Epoxidized natural rubber was prepared in-house by in-situ performic epoxidation method. The ENRs were later blended with NBR and PP via dynamic vulcanization technique at various blend ratios of NBR/ENR/PP = 50/10/40, 40/20/40, 30/30/40, 20/40/40 and 10/50/40, respectively. Two types of blend compatibilizers were studied: phenolic modified polypropylene (Ph-PP) and maleic modified (PP-g-MA). The vulcanizates were later called as thermoplastic vulcanizates (TPVs). We found slight increased of the ultimate tensile strength with increasing amount of the ENRs. Furthermore, increasing ENR contents also caused the increasing trend of the ultimate elongation. However, slight decreasing trend of the tension set was observed upon increasing levels of the ENRs. This indicates increasing trend of elastomeric properties of the TPVs. Rheological properties of the TPVs were also characterized using a capillary rheometer. We observed an increasing trend of apparent shear stress and viscosity at a given shear rate. This indicates flow resistance with an increasing levels of epoxidized natural rubber.

Introduction

Thermoplastic elastomers (TPEs) are a rubbery material with properties and functional performance similar to those of conventional vulcanized rubber. Furthermore, they can be processed in a molten state as a thermoplastic polymer. The field of TPEs based on polyolefin rubber/thermoplastic compositions has grown along two distinctly different classes. One class consists of a simple blend and classically meets the definition of a thermoplastic elastomeric olefin (TPO). In the other class, the rubber phase is dynamically vulcanized giving rise to a thermoplastic vulcanizate (TPV) or dynamic vulcanizate (DV). The TPVs are characterized by finely dispersed micron-sized crosslinked rubber particles distributed in a thermoplastic matrix.¹ Interest in natural rubber (NR) and thermoplastic blends has also increased recently. These materials are known as thermoplastic natural rubbers (TPNRs). Thermoplastics blended with NR include PP,²⁻³ LDPE,⁴ HDPE,⁵ LLDPE,⁶ PS,⁷ Nylon-6,⁸ PMMA⁹ and EVA.¹⁰ Epoxidized natural rubber (ENR) is one of the modified forms currently used to prepare TPNRs. In this work, an attempt was made to prepare TPNR based on ternary blends of NBR/ENR/PP by dynamic vulcanization. Mechanical, thermal, morphological properties and swelling behavior of the TPVs were later investigated.

Experimental

Ternary blend of NBR/ENR/PP were prepared using various blend ratios of NBR/ENR/PP = 50/10/40,

40/20/40, 30/30/40, 20/40/40 and 10/50/40. The mixing was performed using an internal mixer (Brabender Plasticorder) at 180 °C and a rotor speed of 60 rpm. Prior to the melt mixing, the rubbers (i.e., ENR and NBR) were compound with various chemicals using a two-roll mill. Two types of blend compatibilizers were used in the blends: phenolic modified polypropylene (Ph-PP) and maleic modified (PP-g-MA). Various properties (i.e., mechanical, rheological and morphological properties) of the blend products (i.e., TPV) were then characterized.

Results and Discussion

Figure 1 shows tensile strength of the TPVs using various blend ratios of NBR/ENR/PP. It can be seen that the levels of tensile strength of the TPVs with ENR at 0-40% wt. were similar. However, increasing of the tensile strength was observed for the blend with ENR > 50 % wt. However, increasing levels of ENR caused an increasing trend of ultimate elongation, as shown in Figure 2. This is attributed to increasing elastomeric properties of the blend upon increasing the ENR. The elastomeric properties, that is a capable of recover from the permanent set of TPVs was illustrated in terms of tension set in Figure 3. It can be seen that increasing ENR contents caused the lower level of tension set. That is, the TPVs exhibited better elastomeric properties.

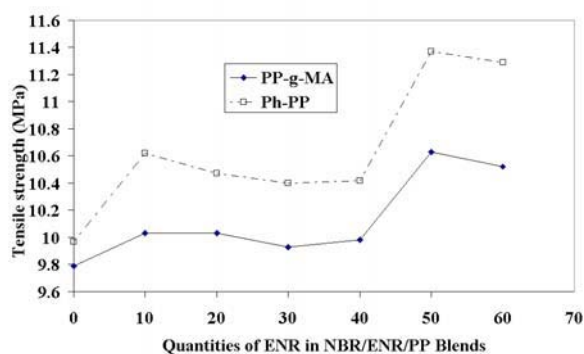


Figure 1 Tensile strength of NBR/ENR/PP blends.

Rheological properties in terms of relationship between shear viscosity and shear rate was obtained from a Rosand capillary rheometer is shown in Figure 4. It is seen that the shear viscosity decreased with an increase in shear rate. At a given shear rate, we found that the shear viscosity increased with an increasing levels of ENR used in the blends. This might be attributed to higher crosslinked structures formed on increasing levels of ENR because of its unsaturation. More difficult to flow of the polymer melts was a consequence.

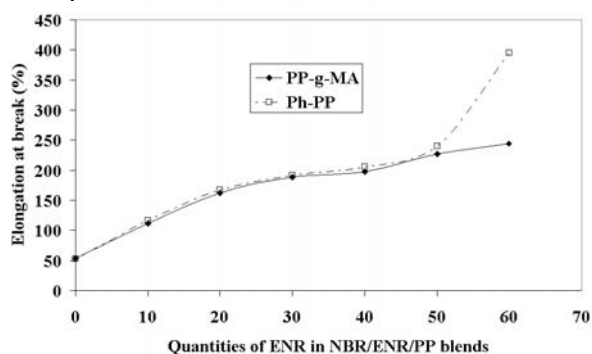


Figure 2 Elongation at break of NBR/ENR/PP blends using various blend ratios.

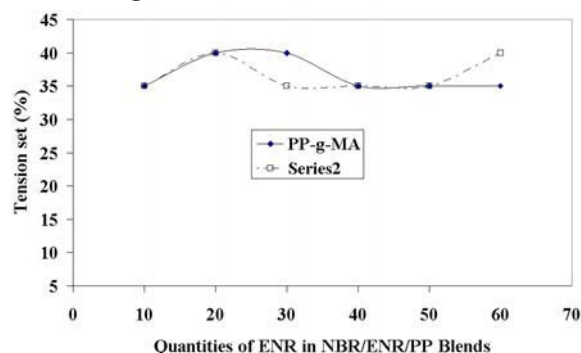


Figure 3 Tension set of NBR/ENR/PP blends.

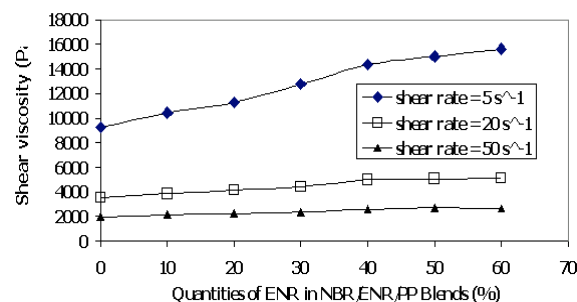


Figure 4 Relationship between shear viscosity and levels of ENR in the blends at constant shear rates.

The TPVs samples were later took to perform a cryogenic crack. The plastic phase was then removed by extracting with xylene. SEM micrographs of various types of TPVs were shown in Figure 5.

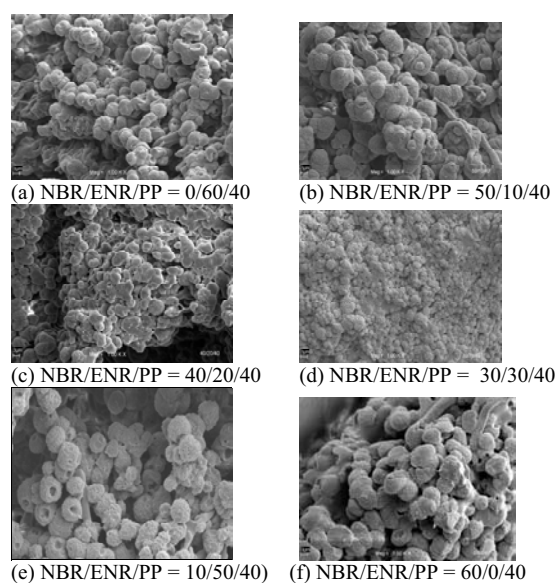


Figure 5 SEM micrographs of TPVs based on various blend ratios of NBR/ENR/PP

From Figure 5, we observed the particles sizes of dispersed vulcanized rubber phase dispersed in the PP matrix decreased with an increasing contents of the ENR. This corresponds to the trend of mechanical properties (i.e., tensile strength and elongation at break) and rheological properties of the TPVs.

Conclusion

The TPVs based on NRR/ENR/PP blends were successfully prepared via dynamic vulcanization techniques. We found that the tensile strength and elongation at break of the TPVs increased with the increase of ENR contents in the blends. Good permanent set properties was also observed. The shear viscosity at a given shear rate of the TPVs also increased with the levels of the ENR used in the blends. This is because higher tendency of rubber to crosslink between the molecules. The SEM micrographs show decreasing trend of rubber particles dispersed in the PP matrix upon increasing the ENR contents. This corresponds to the increasing trends of mechanical and rheological properties of the TPVs.

Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge financial support from the Thailand Research Fund (TRF): grant no: RDG4850014.

References

1. K. Naskar; J.W.M. Noordermeer, *Rub Chem Tech*, 2003, 76, 1001.
 2. S. Varghese; R. Alex; B. Kuriakose, *J. Appl Polym Sci*, 2004, 92, 2063.
 3. B. Kuriakose; S.K. De; S.S. Bhagawan; S.K. Sivaramkrishnan, *J. Appl Polym Sci*, 1986, 32, 5509.
 4. A.K. Bhowmick; J. Heslop; J.R. White, *Polym Deg Stab*, 2001, 74, 513.
 5. S. Akhtar; P.P. De; S.K. De, *Mat Chem Phys*, 1985, 12, 135.
 6. B. Gao; Y. Cao; D. Jia; Q. Qiu, *Macro Mat Eng*, 2004, 289, 360.
 7. R. Asaletha; M.G. Kumaran; S. Thomas, *Polymer*, 1999, 35, 253.
 8. E. Carone Jr; U. Kopcak; M.C. Gonçalves; S.P. Nunes, *Polymer*, 2000, 41, 5929.
 9. C. Nakason; Y. Panklieng; A. Kaesaman, *J. Appl Polym Sci*, 2004, 92, 3561.
 10. Z. Ghazali; A.F. Johnson; H.M. Dahlan, *Riat Phys Chem*, 1999, 55, 73.
-