



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาแผ่นฉนวนความร้อนจากยางธรรมชาติ

โดย ดร.นุชนภา ตั้งบริบูรณ์ และคณะ

ตุลาคม 2555

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

การศึกษาแผ่นฉนวนความร้อนจากยางธรรมชาติ

คณะผู้วิจัย

1. ดร.นุชนภา ตั้งบริบูรณ์
2. นางสาววาสิรินทร์ ปั่นเหน่งเพชร
3. นายคมกฤษณ์ อรัญญิก

สังกัด

ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ม.เกษตรศาสตร์
ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ม.เกษตรศาสตร์
ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ ม.เกษตรศาสตร์

ชุดโครงการวิจัยขนาดเล็กเรื่องยางพารา (Small Projects on Rubber; SPR)

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณทุนสนับสนุนการวิจัยจากโครงการวิจัยแห่งชาติ: ยางพารา ฝ่าย 5 สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย รหัสโครงการ RDG 5450056 ทำให้งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ผู้วิจัยขอขอบคุณหน่วยงานส่วนอุตสาหกรรมยาง สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการเตรียมตัวอย่างและการบริการการทดสอบตัวอย่าง ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความอนุเคราะห์บริการการทดสอบขนาดอนุภาค และภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ทางด้านการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคด้วย SEM และ องค์ประกอบทางเฟสด้วย X-ray diffraction

รายงานการวิจัยนี้มีความสมบูรณ์โดยได้รับคำแนะนำและข้อคิดเห็นจากผู้ทรงคุณวุฒิของสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย ทางคณะผู้วิจัยขอขอบคุณเป็นอย่างสูง

ผู้วิจัยขอขอบคุณทุกท่านจากหน่วยงานต่างๆ ดังกล่าวข้างต้นมา ณ โอกาสนี้ จากการประสานงานเรื่องทุนวิจัย การให้บริการวิเคราะห์และใช้เครื่องมือวิเคราะห์ รวมทั้งคำแนะนำและข้อคิดเห็นงานวิจัยด้านต่างๆเป็นอย่างดี

คณะผู้วิจัยฯ

สารบัญ

หัวข้อ	หน้า
บทคัดย่อ	1
Abstract	2
บทที่ 1: บทนำ	3
บทที่ 2: ทฤษฎี	4
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	5
บทที่ 3: การทดลอง	6
วัตถุดิบและสารเคมี	6
วิธีทดลอง	9
บทที่ 4: ผลการทดลองและวิจารณ์	13
บทที่ 5: สรุปผลการทดลอง	25
เอกสารอ้างอิง	25
ข้อเสนอแนะ	26
ภาคผนวก	27
ภาคผนวกที่ 1 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของตัวอย่างเปลือกไข่ดิบระหว่างเปลือกไข่ไก่ เปลือกไข่เปิดและเปลือกไข่ นกกระทา กับตัวอย่างเปลือกไข่เผาที่ 900 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมงของเปลือกไข่ไก่ เปลือกไข่เปิดและเปลือกไข่นกกระทา	28
ภาคผนวกที่ 2 ตารางแสดงค่าความหนาแน่นของตัวอย่างเปลือกไข่ไก่ ไข่เปิด ไข่นกกระทาและตัวอย่างเปลือกไข่ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมงของเปลือกไข่ไก่ เปลือกไข่เปิดและเปลือกไข่นกกระทาโดย Pycnometer	29
ภาคผนวกที่ 3 การกระจายตัวของอนุภาคเปลือกไข่ไก่ดิบก่อนการบดโดยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)	29
ภาคผนวกที่ 4 การกระจายตัวของอนุภาคเปลือกไข่เปิดดิบก่อนการบดโดยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)	30
ภาคผนวกที่ 5 การกระจายตัวของอนุภาคเปลือกไข่นกกระทาดิบก่อนการบดโดยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)	30
ภาคผนวกที่ 6 ผลวิเคราะห์ทางความร้อนของเปลือกไข่ไก่โดยเครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (STA): a) ปฏิกริยาทางความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 1000 องศาเซลเซียส ด้วยโหมด DTA และ b) ปริมาณผลิตภัณฑ์ (Ceramic yield) ด้วยโหมด TGA	31
ภาคผนวกที่ 7 ผลวิเคราะห์ทางความร้อนของเปลือกไข่เปิดโดยเครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (STA) ที่แสดงปฏิกริยาทางความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 1000 องศาเซลเซียส ด้วยโหมด DTA และปริมาณผลิตภัณฑ์ (Ceramic yield) ด้วยโหมด TGA	32

สารบัญ

หัวข้อ	หน้า
ภาคผนวกที่ 8 ผลวิเคราะห์ทางความร้อนของเปลือกไข่นกกระทาโดยเครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (STA) ที่แสดงปฏิกิริยาทางความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 1000 องศาเซลเซียส ด้วยโหมด DTA และปริมาณผลิตภัณฑ์ (Ceramic yield) ด้วยโหมด TGA	32
ภาคผนวกที่ 9 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของแคลเซียมคาร์บอเนต	33
ภาคผนวกที่ 10 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของแคลเซียมคาร์บอเนต	34
ภาคผนวกที่ 11 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของแคลเซียมคาร์บอเนต	35
ภาคผนวกที่ 12 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของแคลเซียมคาร์บอเนต	36
ภาคผนวกที่ 13 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของแคลเซียมคาร์บอเนต	37
ภาคผนวกที่ 14 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของโซเดียมไบคาร์บอเนต	38
ภาคผนวกที่ 15 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของโซเดียมไบคาร์บอเนต	39

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
ตารางที่ 1	สูตรการเตรียมยางฉนวนความร้อน	11
ตารางที่ 2	คุณภาพของยางธรรมชาติที่ใช้ในการเตรียมยางฉนวนความร้อนตามมาตรฐาน SMR: Bulletin No. 7-1992	12
ตารางที่ 3	ความหนาแน่นของวัตถุดิบในการผลิตยางฉนวนความร้อน	13
ตารางที่ 4	ความหนาแน่นเชิงปริมาตรของตัวอย่างยางฉนวนความร้อน	14
ตารางที่ 5	สมบัติทางกลของยางฉนวนความร้อน	20
ตารางที่ 6	ความหนาแน่นการเชื่อมขวางโมเลกุล (Crosslink density) ของยางฉนวนความร้อน	23

สารบัญแผนภาพ

แผนภาพที่

หน้า

- แผนภาพที่ 1 สูตรโมเลกุลของคลอรีเนเตดโพลีเอทิลีน (Chlorinated polyethylene)
- แผนภาพที่ 2 แสดงการเตรียมตัวอย่างด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง

4

10

สารบัญรูปภาพ

รูปภาพที่	หน้า
รูปที่ 1 การบดผสมยางในเครื่อง Two-roll mill	7
รูปที่ 2 การเติมสารเคมีในการบดผสมยาง	7
รูปที่ 3 เครื่อง MDR สำหรับวิเคราะห์หาเวลาในการคงรูปของยาง	8
รูปที่ 4 ตัวอย่างรูปทรงกระบอกสำหรับทดสอบการต้านทานแรงกดอัด (Compression set)	8
รูปที่ 5 ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของผงเปลือกไข่ไก่ผ่านการบด	15
รูปที่ 6 ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้า	15
รูปที่ 7 ตัวอย่างยางฉนวนความร้อน	16
รูปที่ 8 พิกเอกซเรย์ของตัวอย่างยางฉนวนความร้อนที่เติมและไม่เติมสารตัวเติม, ผงเปลือกไข่ไก่ และสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้า	17
รูปที่ 9 โครงสร้างทางจุลภาคของยางฉนวนความร้อนภาคตัดขวาง (Cross sectional area) และพื้นผิว (Surface area) กำลังขยาย 100 เท่า: a และ a-1 สูตรที่ 1, b และ b-1 สูตรที่ 2, และ c-1 สูตรที่ 3, d และ d-1 สูตรที่ 4, e และ e-1 สูตรที่ 5	18
รูปที่ 10 โครงสร้างทางจุลภาคของยางฉนวนความร้อนภาคตัดขวาง (Cross sectional area) และพื้นผิว (Surface area) กำลังขยาย 100 เท่า: a และ a-1 สูตรที่ 1, b และ b-1 สูตรที่ 6, และ c-1 สูตรที่ 7, d และ d-1 สูตรที่ 8, e และ e-1 สูตรที่ 9	19
รูปที่ 11 พิก DSC ของสารตัวเติมคลอริเนเตดโพลีเอทิลีน (CPE)	21
รูปที่ 12 พิก DSC ของสารเพิ่มฟองโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO_3)	21
รูปที่ 13 ค่าความจุความร้อนของยางฉนวนความร้อนสูตรที่ 5 เติมผงเปลือกไข่ 50 phr และใช้สารเพิ่มฟองโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO_3)	22
รูปที่ 14 ค่าความจุความร้อนของยางฉนวนความร้อนสูตรที่ 9 เติมแคลเซียมคาร์บอเนต 50 phr และใช้สารเพิ่มฟองโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO_3)	22
รูปที่ 15 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำความร้อนกับสัดส่วนการเติมผงเปลือกไข่ของยางฉนวนความร้อน	24
รูปที่ 16 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำความร้อนกับสัดส่วนการเติมแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้าของยางฉนวนความร้อน	24

บทคัดย่อ

ยางฉนวนความร้อนผลิตจากยางธรรมชาติชนิด STR 5L และสารเพิ่มฟอง (Blowing agent) ชนิดโซเดียมไบคาร์บอเนต รวมทั้งสารหน่วงไฟ (Flame retardant) ชนิดคลอรีนเตตระฟอสเฟตที่สิ้นแล้วเติมสารตัวเติม (Additive) เพื่อเพิ่มสมบัติทางกล ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชันด้วยเครื่องผสมแบบเปิดชนิดสองลูกกลิ้ง (Two-roll mill) แล้วทำการวิเคราะห์และทดสอบสมบัติยางฉนวนความร้อนทางด้านกายภาพ, ทางกล, ทางความร้อน, ทางโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบทางเฟส อุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมยางฉนวนความร้อนคือ 150 องศาเซลเซียส เมื่อสัดส่วนของสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเพิ่มขึ้นพบว่าค่าความหนาแน่นเชิงปริมาตร (Bulk density), ความหนาแน่นโมเลกุล (Crosslink density), ความหนาแน่นยางฉนวนความร้อน ลัมพัทธ์มีค่าเพิ่มขึ้น ขณะที่ค่าการยุบตัวเนื่องจากแรงอัด (Compression set) มีแนวโน้มที่ลดลงแต่พบว่าการต้านทานต่อการยุบตัวของตัวอย่างที่เติมผงเปลือกไข่ไก่ได้ค่าที่ต่ำกว่าตัวอย่างที่เติมแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้าเนื่องจากความแตกต่างของขนาดอนุภาคแคลเซียมคาร์บอเนต และจากการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคแคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่ไก่บดละเอียดและจากเกรดการค้า (Commercial grade), ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคและโครงสร้างทางเฟสของยางฉนวนความร้อนที่เติมสารตัวเติมจากเปลือกไข่ไก่บดละเอียดและจากเกรดการค้ามีลักษณะที่ใกล้เคียงกัน อย่างไรก็ตามจากข้อมูลที่ได้ในเบื้องต้นอาจกล่าวได้ว่าเปลือกไข่ไก่บดละเอียดมีศักยภาพในการใช้เป็นสารตัวเติมในผลิตภัณฑ์ยางฉนวนความร้อน

คำสำคัญ ยางฉนวนความร้อน สารเพิ่มฟอง ความหนาแน่นโครงสร้าง สมบัติทางความร้อน

Abstract

Insulation rubber made from natural rubber type STR 5L and sodium bicarbonate as blowing agent, including chlorinated polyethylene as flame retardant, then added additive to increase mechanical property via vulcanization by two roll mill. The insulation rubber characterized and tested on physical, mechanical, thermal properties, microstructure, and phase composition. The optimum temperature for insulation rubber compression is 150°C. The quantity of calcium carbonate increases, the results of bulk density, crosslink density, and relative density of insulation rubber increase whereas the compression set values have trend to decrease. The insulation rubber samples added eggshell powder have compression values lower than that of insulation rubber samples added commercial grade of calcium carbonate due to different particle size of calcium carbonate. Comparisons of particle size of calcium carbonate from ground eggshells and calcium carbonate from commercial grade, microstructure and phase formation of insulation rubbers added additive from ground eggshells and calcium carbonate from commercial grade are similar. However, the preliminary results obtained express the potential of eggshells powder acted as additive in the insulation rubber products.

Keywords Insulator; Blowing agent; Bulk density; Thermal properties

บทที่ 1

บทนำ

แผ่นฉนวนความร้อนชนิดยิปซัมบอร์ดที่ผลิตจากวัตถุดิบเซรามิกส์ มีคุณลักษณะที่ดีทางด้านทนความร้อนสูง แต่ทว่าเปราะแตกหักง่ายระหว่างการเคลื่อนย้าย รวมทั้งอุปกรณ์ประกอบการติดตั้งต้องใช้โครงสร้างอลูมิเนียมที่มีราคาค่อนข้างแพง จึงเกิดแนวคิดในการดำเนินงานวิจัยผลิตแผ่นฉนวนทนความร้อนจากยางธรรมชาติ ที่ให้ความสวยงามได้เช่นเดียวกัน สามารถออกแบบให้มีขนาดและสีสรรตามความต้องการ การติดตั้งง่าย สะดวก และเพื่อเป็นการลดต้นทุนของผลิตภัณฑ์ นอกจากนี้ยังสามารถประยุกต์ใช้งานด้านอื่นๆ ได้อีก เช่น แผ่นฉนวนกันผนัง ที่เรียกว่าผนังเบา แผ่นป้ายโฆษณา-ประชาสัมพันธ์ เฟอรันิเจอร์บางประเภท ที่ช่วยเพิ่มมูลค่าสินค้าและทางเลือกของวัสดุตามหน้าที่และประโยชน์ใช้สอย ซึ่งสามารถทนการผุกร่อนเนื่องจากน้ำ ลม สารเคมีบางประเภทได้ในระยะเวลาที่เหมาะสม โดยทำการศึกษาสมบัติทางความร้อน การทนไฟ ปฏิบัติงานเนื่องจากความร้อน การรับแรงทางกลเมื่อผลิตภัณฑ์ได้รับความร้อน และสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนโดยศึกษาเปรียบเทียบกับตัวอย่างยิปซัม นอกจากนี้ผู้วิจัยได้พัฒนาประยุกต์การใช้สารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่ไก่เคี้ยวลงในส่วนผสม แล้วทำการเปรียบเทียบกับสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตที่มีจำหน่ายทางการค้าทั่วไปในกลุ่มของสารตัวเติมทางด้านยาง แหล่งของสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตมีมากมายในโลก ตัวอย่างเช่น ดินขาว หินปูน (ไลม์หรือปูนขาว) เปลือกแข็งของ กุ้ง ปู หอย รวมทั้งเปลือกไข่หลากหลายชนิด โดยเฉพาะเปลือกจากไข่ไก่ซึ่งเป็นสินค้าทางการเกษตรที่มีปริมาณมากในแต่ละวัน ก่อให้เกิดปัญหาขยะเปลือกไข่จากการบริโภค ข้อมูลด้านการตลาดพบว่าปริมาณการผลิตไข่ไก่ภายในประเทศไทยเพิ่มขึ้นทุกปีมีปริมาณหลายล้านตัน นอกจากนี้การย่อยสลายเปลือกไข่ไก่ตามธรรมชาติค่อนข้างยาก เนื่องจากพวกแบคทีเรียสามารถย่อยสลายได้เฉพาะสารอินทรีย์เท่านั้นแต่สารอนินทรีย์เช่นแคลเซียมคาร์บอเนตต้องใช้อุณหภูมิสูงมากในการย่อยสลาย จึงเป็นเหตุผลประกอบการดำเนินโครงการวิจัยเพื่อเป็นทางเลือกของการนำเศษวัสดุทิ้งมาผลิตเป็นวัสดุที่มีคุณค่าต่ออุตสาหกรรมและสิ่งแวดล้อม เปลือกไข่ประกอบด้วยแคลเซียมคาร์บอเนตมากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักและอีกประมาณ 10 เปอร์เซ็นต์คือสารประกอบอินทรีย์ จากการเปรียบเทียบข้อมูลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Thermal Gravimetric Analysis ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 900 องศาเซลเซียส พบว่าแคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนตจากเกรดการค้ามีค่าการสูญเสียทางความร้อน (35%) หรือ Ceramic yields (65%) ที่สอดคล้องกัน [1] เปลือกไข่เป็นแหล่งของแคลเซียมคาร์บอเนตที่สำคัญอีกแหล่งหนึ่งเช่นเดียวกับแหล่งอื่นๆ ของแคลเซียมคาร์บอเนต

แหล่งแคลเซียมคาร์บอเนตที่พบตามธรรมชาติ พบได้ในหลายรูปแบบดังนี้: อะราโกไนต์ (Aragonite) แคลไซต์ (Calcite) ปูนขาว (Chalk) หินปูน (Limestone) หินอ่อน (Marble) ทราเวอร์ทีน (Travertine) นอกจากนี้ยังสามารถได้สารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตจากแหล่งอื่นๆ อีก เช่น เปลือกกุ้ง หอย ปู รวมทั้งเปลือกไข่ประเภทต่างๆ

ความแตกต่างของสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตจากแหล่งต่าง ได้แก่ ความบริสุทธิ์ ปริมาณสิ่งเจือปน ความหนาแน่น ขนาดรูปร่าง พื้นที่ผิว สี ความหยาบ ละเอียด เป็นต้น ทำให้แคลเซียมคาร์บอเนตถูกแบ่งเป็นเกรดต่างๆ และมีราคาแตกต่างกัน เช่น แคลเซียมคาร์บอเนตเกรดอุตสาหกรรม แลเกรด เกรดอุตสาหกรรมตัวเติม เกรดยาและเครื่องสำอางค์ เป็นต้น

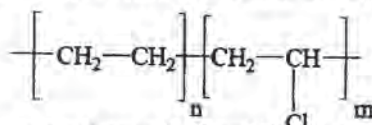
บทที่ 2

ทฤษฎี

ประเทศไทยเป็นประเทศผู้ผลิตและส่งออกยางธรรมชาติที่สำคัญของภูมิภาคเนื่องจากยางธรรมชาติคือวัตถุดิบที่สามารถใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ได้หลายประเภทโดยการใช้งานทั้งในรูปแบบของน้ำยางลาเทกซ์ (Latex) และยางแห้ง (Dry natural rubber) ตัวอย่างผลิตภัณฑ์จากยางธรรมชาติได้แก่ ล้อยางรถยนต์ อุปกรณ์กีฬา แหวนยางรอง ขอบกระจกหน้าต่างรถยนต์ โอริงของใช้ภายในสำนักงานและอาคารบ้านเรือน เส้นใย สิ่งทอ รองเท้า ผลิตภัณฑ์สิ่งก่อสร้างเช่น กระเบื้อง อิฐ ยางรองการสั่นสะเทือน รวมทั้งผลิตภัณฑ์ในกลุ่มยางฟอง (Rubber foam หรือ Expanded rubber หรือ Sponge rubber) ได้แก่ รองเท้าฟองน้ำ ที่นอนฟองน้ำ หมอน ยางรองกันกระแทก ฉนวนกันความร้อนชนิดหลังคา เพดานและผนังอาคาร หรือการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอื่นๆ เช่น ยานยนต์ อากาศยาน อิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น สำหรับผลิตภัณฑ์ในกลุ่มยางฉนวนความร้อนสามารถผลิตได้จากยางธรรมชาติทั้งชนิดน้ำยางและยางแห้งเช่นเดียวกัน โดยการใช้สารเคมีช่วยการคงรูปของยาง ตัวเร่งปฏิกิริยา สารเพิ่มฟอง รวมทั้งสารตัวเติมเพื่อเพิ่มสมบัติด้านกายภาพ เชิงกล ทางความร้อน การดูดซับพลังงานและสมบัติด้านอื่นๆ ตามความต้องการเพื่อการประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรม

ผลิตภัณฑ์ยางฉนวนความร้อนเป็นผลิตภัณฑ์ที่สามารถแข่งขันในเชิงพาณิชย์ได้เนื่องจากมีข้อดีหลายประการ ได้แก่ น้ำหนักเบา ราคาถูก มีสมบัติของการเป็นฉนวนดูดซับพลังงานทั้งพลังงานความร้อน พลังงานเสียง รับแรงสั่นสะเทือน เสถียรต่อปฏิกิริยาเคมี รวมทั้งคงสภาพทางโครงสร้างในการใช้งานได้เป็นอย่างดี เพราะภายในโครงสร้างผลิตภัณฑ์ประกอบด้วยเซลล์ที่มีรูพรุนเปิด (Open cell) และรูพรุนปิด (Closed cell)

สารตัวเติม (additive หรือ filler) คือสารประกอบอินทรีย์ได้แก่ คาร์บอน ซิลิกา อลูมินา แคลเซียมคาร์บอเนต ซีโอไลต์ ดินขาว เป็นต้น เนื่องจากสารตัวเติมที่เติมลงในยางคอมปาวด์สามารถช่วยเพิ่มสมบัติที่ต้องการได้ เช่น เพิ่มความแข็งแรง เพิ่มความเสถียรต่อการใช้งานที่อุณหภูมิสูง เจือยต่อปฏิกิริยา ลดต้นทุนการผลิต หน่วงการติดไฟ ค่าการนำความร้อนต่ำ รวมทั้งการทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิโดยฉับพลัน (Thermal shock) ให้สูงขึ้น เปลือกไขจัดเป็นสารตัวเติมชนิดหนึ่ง เนื่องจากองค์ประกอบโดยส่วนใหญ่มากกว่า 94 เปอร์เซ็นต์ คือสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต และองค์ประกอบที่เหลืออีกประมาณ 6 เปอร์เซ็นต์ คือสารประกอบออกไซด์ในรูปอื่นๆ เช่น แมกนีเซียมออกไซด์ โซเดียมออกไซด์ หรือสารประกอบอินทรีย์อีกเล็กน้อยโดยทั่วไปแล้ว ไขไก่ 1 ฟอง มีน้ำหนักประมาณ 60 กรัม ประกอบด้วยเปลือกไข่ประมาณ 11 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้ยังมีสารตัวเติมอีกชนิดหนึ่งที่สำคัญคือคลอรีเนต โพลีเอทิลีน (Chlorinated polyethylene, CPE) ซึ่งเป็นสารหน่วงไฟ ทำให้ผลิตภัณฑ์ยางติดไฟได้ช้าลงหรือทนอุณหภูมิได้มากขึ้น เนื่องจากภายในโครงสร้างของคลอรีเนต โพลีเอทิลีนมีคลอรีนเป็นองค์ประกอบอยู่ประมาณ 25-42 เปอร์เซ็นต์ หน้าที่หลักของปริมาณคลอรีนในองค์ประกอบคลอรีเนต โพลีเอทิลีนคือเพิ่มการทนน้ำมันและทนสารเคมี เพิ่มความแข็งแรงให้สูงขึ้น เพิ่มการทนการติดไฟ ช่วยลดการซึมผ่านของก๊าซและของเหลว เพิ่มความทนทานการฉีกขาดและเพิ่มความหนาแน่นของการเชื่อมขวางผ่านกระบวนการวัลคาไนซ์ให้สูงขึ้น นอกจากนี้หลังจากการเติมคลอรีเนต โพลีเอทิลีนลงในผลิตภัณฑ์ยาง ทำให้ผลิตภัณฑ์ยางทนทานต่อสารละลายกรด-ด่าง ไอโซน และสารละลายแอลกอฮอล์



แผนภาพที่ 1 สูตรโมเลกุลของคลอรีเนตโพลีเอทิลีน (Chlorinated polyethylene)

สำหรับสารเพิ่มฟองหรือสารทำให้เกิดฟอง (Blowing agent หรือ foaming agent) เป็นสารเคมีที่สำคัญที่ทำให้เกิดฟองในผลิตภัณฑ์ยาง โดยทั่วไปแล้วสารเพิ่มฟองที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมยางมีหลายชนิด ได้แก่ hydrazides, dinitrosopentamethylene tetramine, azodicarbonamide, และ sodium bicarbonate ขณะทำการขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ยางในแบบพิมพ์จะทำให้เกิดการสลายตัวของก๊าซซึ่งเป็นองค์ประกอบของสารเพิ่มฟอง ทำให้เกิดก๊าซหลายชนิด ได้แก่ ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) และก๊าซไนโตรเจน (N₂) เป็นต้น โดยทั่วไปการสลายตัวให้ก๊าซจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 145-150°C ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับ ชนิด ปริมาณและอุณหภูมิของสารเพิ่มฟองที่เลือกใช้ ส่งผลให้คุณลักษณะและสมบัติของยางฟองที่ได้มีความแตกต่างกันหลายประการ ได้แก่ ความหนาแน่น ขนาดและจำนวนของเซลล์ ความหนาแน่นของการเชื่อมขวางของโมเลกุลยาง ความร้อนและความชื้นและองค์ประกอบทางเฟส

จุดมุ่งหมายของงานวิจัยนี้เพื่อการพัฒนาผลิตภัณฑ์ยางที่มีความร้อนจากยางธรรมชาติชนิดยางแห้งในระบบที่ใช้สารคงรูปและตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกัมมะถันโดยการใช้โซเดียมไบคาร์บอเนตเป็นสารเพิ่มฟองร่วมกับคลอรีเนเตดโพลีเอทิลีนสำหรับหน่วงการติดไฟของผลิตภัณฑ์ยางที่มีความร้อน นอกจากนี้ทำการเปรียบเทียบการเติมสารตัวเติมเพื่อปรับปรุงสมบัติทางกลของยางที่มีความร้อนโดยการเติมสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตที่ได้จากการค้าและจากเปลือกไข่ไก่

บทที่ 3

การทดลอง

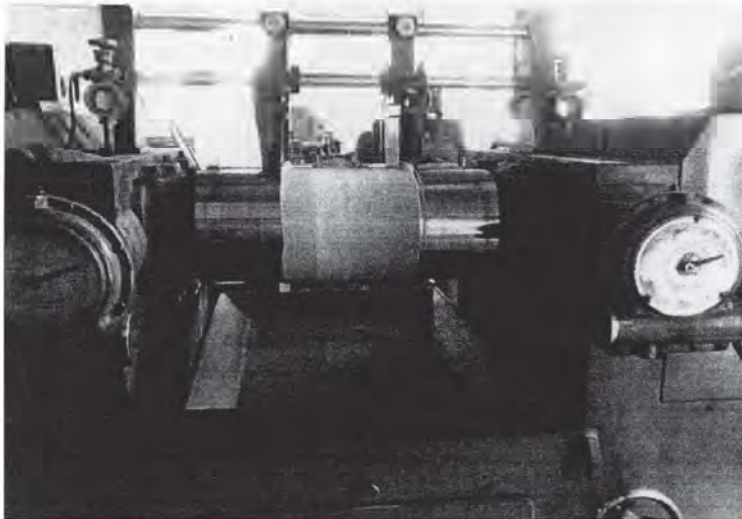
วัตถุดิบและสารเคมี

1. ยางธรรมชาติชนิด STR 5L ผลิตจาก Union Rubber Product Corporation Co., Ltd. ประเทศไทย ลักษณะค่อนข้างใส สีอ่อน ความบริสุทธิ์สูง ML(1+4) 100°C (M คือ Mooney, L คือ Large rotor, I คือ Preheat time (นาทีก่อนทำการอ่านค่าความหนืดและวัดที่ 100 องศาเซลเซียส) เท่ากับ 62,8
2. กรดสเตียริก Stearic acid ได้จากสถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ บางเขน กทม
3. ซิงค์ออกไซด์ Zinc oxide ได้จากสถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ บางเขน กทม
4. กำมะถัน Sulfur ได้จากสถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ บางเขน กทม
5. MBTS (Mercaptobenzothiazyl disulphide) ได้จากสถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ บางเขน กทม
6. TMTM (Tetrametethylene thiuram mono sulphide) ได้จากสถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ บางเขน กทม
7. สารป้องกันยางเสื่อม WSL ได้จากสถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ บางเขน กทม
8. Stabilizer (Irganox, I1076) สเตบิลไอเซอร์ คือ สารที่มีอยู่หรือเติมลงไปนยางดิบ เพื่อรักษาสมบัติให้ดีขึ้นหรือใกล้เคียงค่าเดิมระหว่างการทำให้แห้ง กระบวนการผลิตและการเก็บรักษา
9. Titanium dioxide (TiO₂) ได้จากสถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์ บางเขน กทม
10. สารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้า ความบริสุทธิ์ประมาณ 98.6% และสารเจือปนเล็กน้อย จากบริษัท Ajax Finechem Pty Ltd., Australia
11. เปลือกไข่ไก่ ตัวอย่างได้จากโรงอาหารกลางของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
12. สารเพิ่มฟองชนิดโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO₃) ความบริสุทธิ์ประมาณ 99.7-100 เปอร์เซ็นต์ จากบริษัท Ajax Finechem Pty Ltd., Australia
13. สารป้องกันการลามไฟ (Flame retardance) ชนิดคลอรีเนตเตดโพลีเอทิลีน (Chlorinated Polyethylene CPE 135A) มีลักษณะเป็นผงสีขาว ปริมาณคลอรีน 34-36% ความแข็ง (Shore hardness) ต่ำกว่า 56 ความแข็งแรงดึง (Tensile strength) มากกว่า 8.0 MPa การทนแรงดึงยืดเมื่อขาด (Elongation at break) มากกว่า 700% ค่าความหนืดมูนี (Mooney viscosity, ML 1' + 4', 121°C) เท่ากับ 95 ± 5

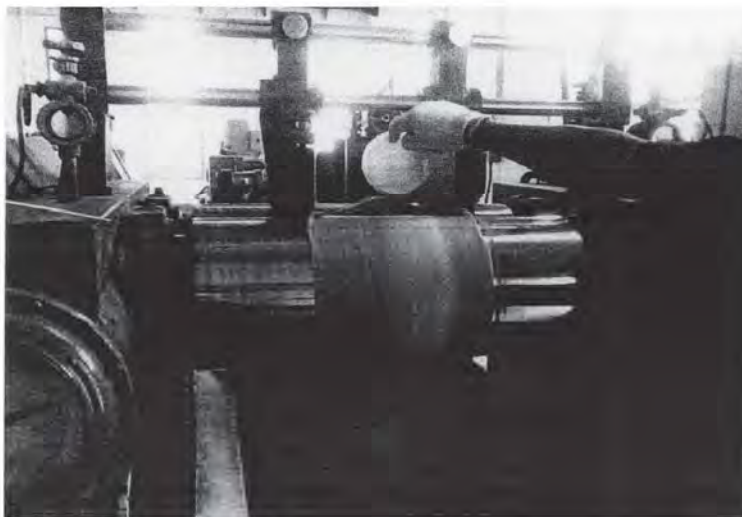
การเตรียมยางคอมปาวด์ตามสูตรการเตรียมยางจนวนความร้อนของ

การเตรียมยางคอมปาวด์ (Rubber compound) เริ่มจากการบดผสมยางและสารเคมีต่างๆ ด้วยเครื่องผสมแบบเปิด ชนิดสองลูกกลิ้ง (Two-roll mill) ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที โดยก่อนใส่ยางลงไปบดต้องปรับความกว้างของลูกกลิ้งให้พอเหมาะกับยาง และความกว้างต้องสม่ำเสมอทั้ง 2 ข้าง โดยขณะที่บดยางต้องใช้มีดตัดยาง (Mill knife) กดลงข้าง

ได้ข้างหนึ่งของยางและค่อยๆ เลื่อนการกดมีดตามแนวยาวของหน้าลูกกลิ้งขณะที่กำลังหมุนอยู่ ม้วนยางที่ถูกตัดโดยให้ยางที่ถูกม้วนคงอยู่บนลูกกลิ้ง สังเกตกองยางบนลูกกลิ้งด้านกองยางหมดไป จะม้วนยางกลับคืนเข้าบดในลักษณะด้านหัวหรือท้ายของม้วนยาง ตัดยางด้วยวิธีดังกล่าวสลับด้านซ้ายและด้านขวาของลูกกลิ้งลูกหน้า จนสารเคมีทั้งหมดผสมเข้ากันอย่างทั่วถึง ดังแสดงในรูปที่ 1 จากนั้นปรับช่องระหว่างลูกกลิ้งให้กว้างและหนาตามต้องการ จึงใช้มีดตัดยางและรีดแผ่นยางออกจากเครื่อง



รูปที่ 1 การบดผสมยางในเครื่อง Two-roll mill



รูปที่ 2 การเติมสารเคมีในการบดผสมยาง

จากนั้นอัดรีดยางคอมปาวด์ (Rubber compounds) และทำการแบ่งยางเพื่อทดสอบสมบัติต่างๆ ของสารประกอบยาง โดยนำไปตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยม ขนาดประมาณ 5×5 ซม. แล้วนำไปเข้าเครื่องทดสอบหาเวลาที่ยางเกิดการคงรูป (Moving Die Rheometer) แสดงดังรูปที่ 3 เพื่อหาเวลาที่ยางสุกตัว (Optimum curing) โดยทำการอัดขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อทดสอบสมบัติด้านต่างๆ ของยางธรรมชาติที่โดยผ่านกระบวนการคงรูปที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4



รูปที่ 3 เครื่อง MDR สำหรับวิเคราะห์เวลาในการคงรูปของยาง

การทดสอบสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติจนความร้อนที่ผ่านกระบวนการคงรูป

การเตรียมชิ้นงานทดสอบสำหรับการทดสอบสมบัติการต้านทานแรงกดอัด (Compression set) ตามมาตรฐาน ASTM D395 ทำได้โดยการนำสารประกอบยางที่ผ่านการผสมมาบรรจุลงในแบบพิมพ์รูปทรงกระบอก (ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ประมาณ 1.5 เซนติเมตร สูงประมาณ 1.3 เซนติเมตร) โดยการบรรจุยางคอมปาวด์สูงประมาณ 0.4 เซนติเมตร เพื่อทำการอัดขึ้นรูป โดยการนำแม่พิมพ์ที่มีตัวอย่างบรรจุอยู่เข้าเครื่องอัดยางคงรูป (Compression molding) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ส่วนเวลาที่ใช้ในการอัดขึ้นรูปขึ้นอยู่กับยางแต่ละสูตร วิเคราะห์ผลได้จากเครื่อง MDR โดยการหาค่าจากเวลาที่ยางบ่มสุก 90% ($t_c 90$) มารวมกับ Factor ของเครื่องอีก 2 นาที ยกตัวอย่างเช่น ยางสูตร 1 ใหเวลายางบ่มสุก 90% ($t_c 90$) 7.75 นาที ดังนั้นเวลาทั้งหมดที่ใช้ในการอัดยางสูตร 1 เพื่อทดสอบการต้านแรงตั้ง คือ $7.75 + 2 = 9.75$ นาที ทำให้ตัวอย่างที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร สูงประมาณ 1.3 เซนติเมตร จากนั้นนำยางไปทดสอบการต้านทานแรงกดอัดที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส นาน 22 ชั่วโมง



รูปที่ 4 ตัวอย่างรูปทรงกระบอกสำหรับทดสอบการต้านทานแรงกดอัด (Compression set)

วิธีดำเนินการวิจัย

1. ผสมตัวอย่างยางตามสูตรในตารางด้วยเครื่องบดผสมแบบสองลูกกลิ้ง แล้วตัดตัวอย่างเพื่อนำไปวิเคราะห์และทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ ทางกล ทางเคมีและทางความร้อน เช่น การทนไฟ ปฏิกริยาเนื่องจากความร้อน และการรับแรงทางกล ทั้งนี้ต้องควบคุมค่าความหนืดและความนิ่มของยางในช่วง Mastication เพื่อให้ได้ปริมาณและขนาดของตัวอย่างยางจนวนความร้อนตามขนาดที่ต้องการตามแบบพิมพ์

2. ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการผลิตผลิตภัณฑ์ยางจนวนความร้อน ดังต่อไปนี้

2.1 ค่าความหนืด (Mooney viscosity) ของยางบริสุทธิ์

2.2 ค่าความหนาแน่น ตามมาตรฐาน ASTM D1056 ความถ่วงจำเพาะ และปริมาณของวัตถุดิบต่อการผลิตยางจนวนความร้อน

2.3 อุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับ Curing ยาง

2.4 ปริมาณของสารเพิ่มฟองที่เลือกใช้ต่อขนาดและปริมาณรูปพรุนที่ต้องการ

2.5 ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตต่อขนาด ปริมาณและรูปร่างของรูปพรุนที่ได้

2.6 ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตต่อค่าความแข็งแรงทางกล ได้แก่ ความแข็งแรง (Strength) ความแข็ง (Hardness) การรับแรงกด (Compression stress) ของผลิตภัณฑ์ยางจนวนความร้อนที่ผลิตได้จากการเติมแคลเซียมคาร์บอเนตจากเกรดการค้าและแคลเซียมคาร์บอเนตจากเปลือกไข่

2.7 ศึกษาสมบัติของผลิตภัณฑ์ยางจนวนความร้อนด้านอื่นๆ เช่น ทางกายภาพ (สี กลิ่น ค่าความหนาแน่น และโครงสร้างทางจุลภาคของยางฟอง) โดยการตัดตัวอย่างให้มีขนาดเล็กๆ วางบน Stub ทองแดงและนำไปเคลือบผิวด้วยคาร์บอนหรือทองคำเพื่อให้ผิวมีสภาพนำไฟฟ้า วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวและภาคตัดขวางด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) การศึกษาโครงสร้างเฟสและองค์ประกอบทางเฟสด้วย XRD

2.8 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยการเตรียมตัวอย่างขนาด 30x30 ตารางเซนติเมตร หนาประมาณ 1.5 เซนติเมตร ได้แก่ การทดสอบค่าการนำความร้อนด้วยเครื่อง Thermal conductivity รุ่น HFM 436 NETZSCH ตามมาตรฐาน ASTM C518 การทนการลามไฟ และค่าความจุความร้อนของผลิตภัณฑ์



Natural rubber

Ceramic powder ชนิด CaCO_3

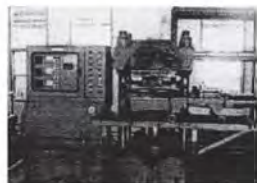
Mix



Added with Sulphur and other chemical substances for vulcanization



Two roll mill เครื่องบดผสมยางแบบสองลูกกลิ้ง



Compression Mold เครื่องอัดยางคงรูป



Compress Air Sample Cutting เครื่องตัดตัวอย่างยางแบบใช้กำลังลม



วิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ทางกล ทางความร้อน โครงสร้าง
ทางจุลภาคของตัวอย่างด้วยเครื่องมือต่างๆ ได้แก่ SEM, XRD, STA, DMA,
Dilatometer, Tensile testing, อื่นๆ

แผนภาพที่ 2 แสดงการเตรียมตัวอย่างด้วยเครื่องบดสองลูกกลิ้ง

ตารางที่ 1 สูตรการเตรียมยางจนวนความร้อน

ส่วนประกอบ (กรัม)	สูตร 1 อ้างอิง	สูตร 2	สูตร 3	สูตร 4	สูตร 5	สูตร 6	สูตร 7	สูตร 8	สูตร 9
NR STR 5L	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Stearic acid	2	2	2	2	2	2	2	2	2
Zinc oxide	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Sulfur	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
MBTS (Mercaptobenzothiazyl disulphide)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
TMTM (Tetramethylene thiuram monosulphide)	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15	0.15
สารป้องกันยางเสื่อม WSL	1	1	1	1	1	1	1	1	1
TiO ₂	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Chlorinated polyethylene สารป้องกันการลามไฟ	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Sodium bicarbonate	5	5	5	5	5	5	5	5	5
แคลเซียมคาร์บอเนต จากเปลือกไข่	0	20	30	40	50	-	-	-	-
แคลเซียมคาร์บอเนต จากการค้า	-	-	-	-	-	20	30	40	50
Total	139.45	159.45	169.45	179.45	189.45	159.45	169.45	179.45	189.45

ตารางที่ 2 คุณภาพของยางธรรมชาติที่ใช้ในการเตรียมยางฉนวนความร้อนตามมาตรฐาน SMR: Bulletin No. 7-1992

Characteristic	Result	Testing
Dirt content (% w/w)	0.03	Part B.4
Volatile matter content (% w/w)	0.24	Part B.5
Ash content (% w/w)	0.19	Part B.6
Nitrogen content (% w/w)	0.32	Part B.7
Initial Plasticity (P_0)	27.0	Part B.8
Plasticity Retention Index (PRI)	51.9	Part B.8
Mooney viscosity ML (1' + 4') 100°C	75.2	Part B.9
Color	4.5	Part B.10

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์

4.1 สมบัติของวัตถุดิบ

ตารางที่ 3 ความหนาแน่นของวัตถุดิบในการผลิตยางจนวนความร้อน

Sample	True density (g/cm ³)
NR (STR 5L)	0.92
Calcium carbonate (CaCO ₃)	2.73
Eggshells	2.30

ความหนาแน่นที่แท้จริงของวัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตยางจนวนความร้อนมีความแตกต่างกันเช่น ยางแท่ง STR 5L, สารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต และเปลือกไข่ไก่ เท่ากับ 0.92, 2.73 และ 2.30 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ เปลือกไข่ไก่ที่ใช้ในโครงการวิจัยนี้ถูกใช้ในการเปรียบเทียบกับสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนต หรือสารตัวเติม (Filler or additive) เพื่อช่วยปรับสมบัติและคุณลักษณะของผลิตภัณฑ์ยางจนวนความร้อนให้ดีขึ้น สารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตคือสารประกอบอนินทรีย์ที่มีจุดหลอมเหลวสูง ทนความร้อน ความบริสุทธิ์สูงมากกว่า 90 เปอร์เซ็นต์ แต่เนื่องจากแหล่งที่มาหรือแหล่งกำเนิดระหว่างสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้ากับเปลือกไข่ไก่แตกต่างกัน จึงส่งผลให้ค่าความหนาแน่นซึ่งเป็นผลมาจากขนาดและจำนวนรูพรุน พื้นที่ผิวแตกต่างกัน จึงมีค่าความหนาแน่นต่างกัน รวมทั้งขนาดอนุภาค ในงานวิจัยนี้ได้ออกแบบสูตรการทดลองเป็น 9 สูตร โดยการใช้สารเพิ่มฟองชนิดโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO₃) เป็นสารช่วยทำให้เกิดฟองหรือรูพรุนภายในโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ เนื่องจากสารเพิ่มฟองดังกล่าวจะเกิดการสลายตัวให้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ขณะทำการผลิตฟองยาง ทำให้ผลิตภัณฑ์มีรูพรุนซึ่งอาจมีทั้งเซลล์ชนิดรูพรุนเปิด (Open cell) และรูพรุนปิด (Closed pore) ทำให้ผลิตภัณฑ์มีน้ำหนักเบา สามารถกักเก็บพลังงานที่ผ่านเข้ามาในเซลล์ เช่น พลังงานความร้อน พลังงานเสียงและพลังงานทางกลได้ค่อนข้างดี

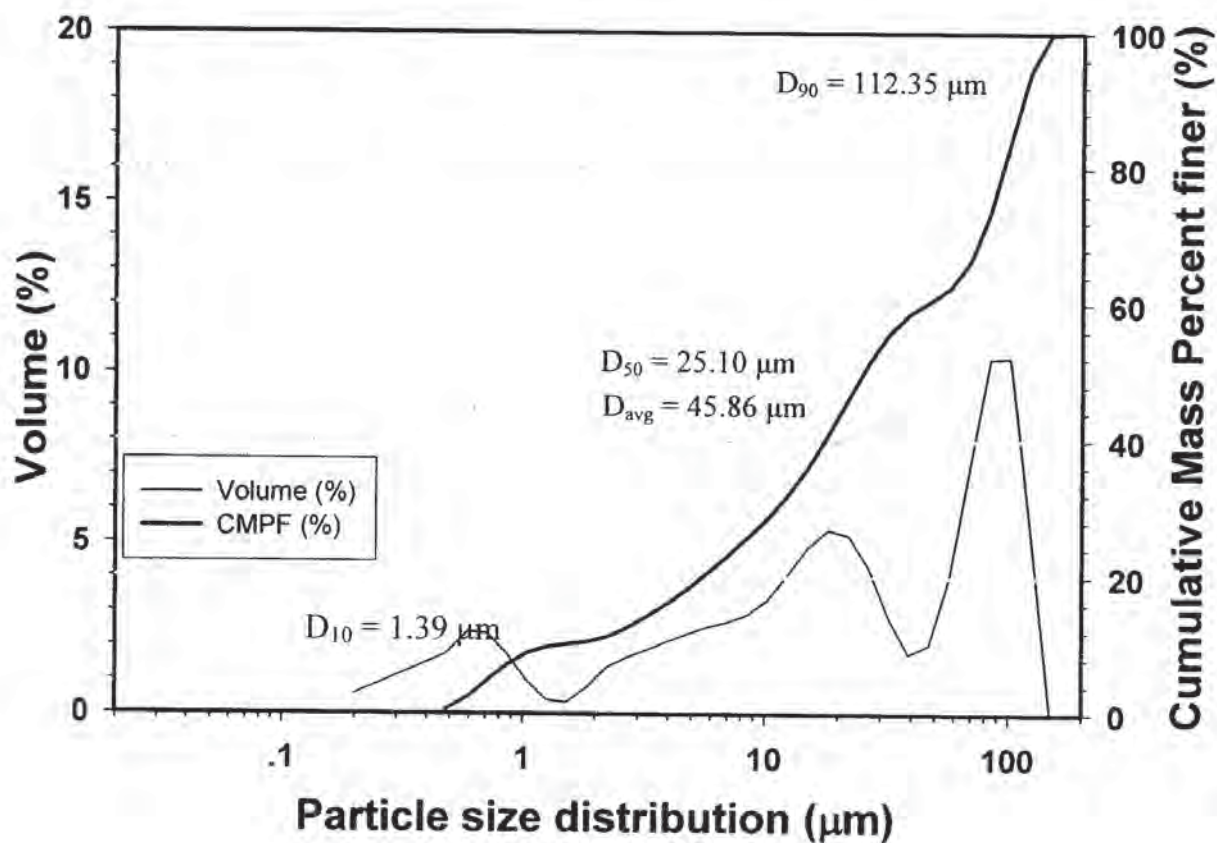
จากตารางที่ 4 แสดงค่าความหนาแน่นเชิงปริมาตร (Bulk density) และความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative foam density) พบว่าค่าความหนาแน่นเชิงปริมาตรและความหนาแน่นสัมพัทธ์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเหมือนกันเมื่อปริมาณสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตทั้งสองชนิดคือจากผงของเปลือกไข่และการค้าเพิ่มขึ้นเรียงตามลำดับจากน้อยไปมาก พบว่าตัวอย่างยางจนวนความร้อนที่เติมผงเปลือกไข่จะมีค่าที่สูงกว่าตัวอย่างที่เติมจากการค้าเพียงเล็กน้อย ตามความสัมพันธ์ของทฤษฎีความหนาแน่นเชิงปริมาตรคือ มวล/ปริมาตร และ ความหนาแน่นสัมพัทธ์จากสูตร ความหนาแน่นของยางจนวนความร้อน/ความหนาแน่นของยาง ตามลำดับ

จากรูปที่ 5 และรูปที่ 6 แสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาค (D_{10} , D_{50} , D_{90} และ D_{95}) และการกระจายตัวของอนุภาค ระหว่างขนาดอนุภาคของเปลือกไข่ไก่บดละเอียดและอนุภาคของสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้า

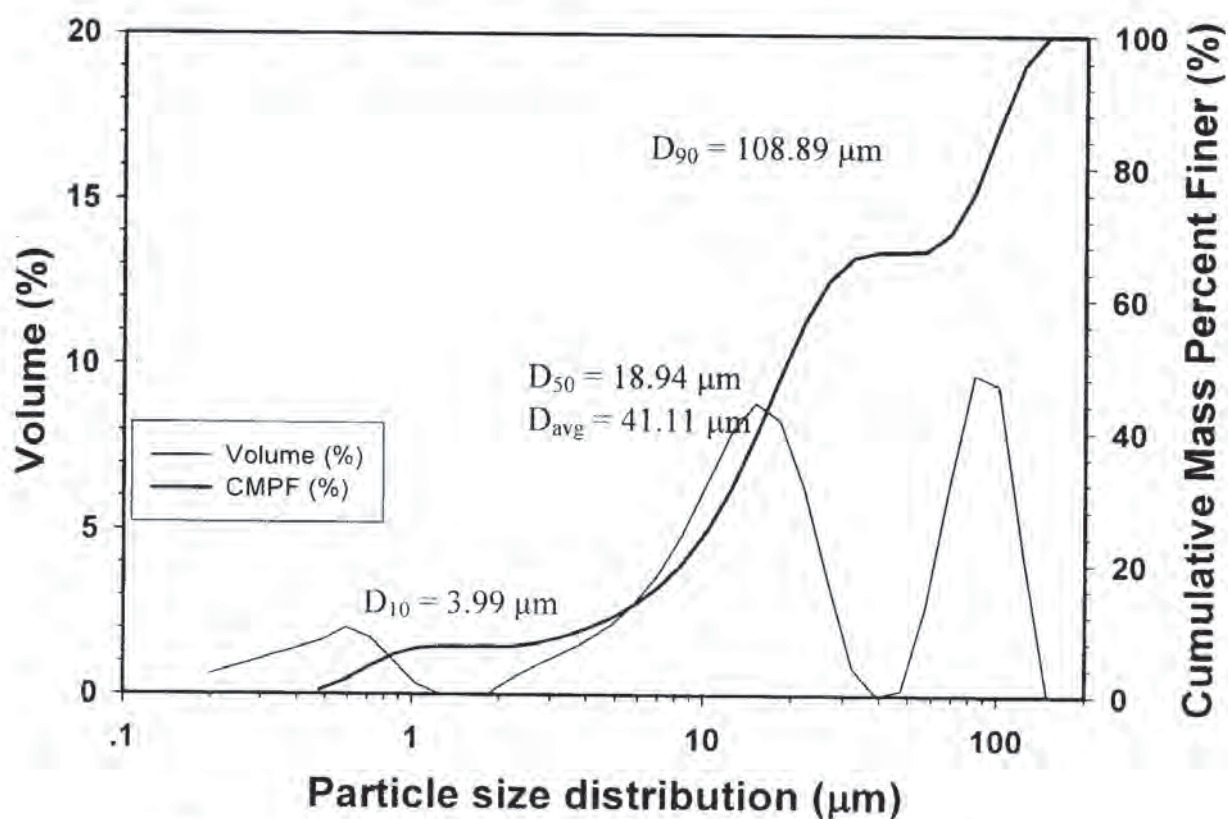
พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยใกล้เคียงกันคือเปลือกไข่ไก่บดละเอียดและสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้ำมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย เท่ากับ 45.86 และ 41.11 ไมครอน ตามลำดับ

ตารางที่ 4 ความหนาแน่นเชิงปริมาตรของตัวอย่างยางฉนวนความร้อน

Sample codes	Bulk density (g/cm ³)	Relative foam density
Formula 1 STR 5L + NaHCO ₃ + 0 phr filler	0.4356 ± 0.0047	0.4735
Formula 2 STR 5L + NaHCO ₃ + 20 phr eggshells	0.4445 ± 0.0585	0.4832
Formula 3 STR 5L + NaHCO ₃ + 30 phr eggshells	0.4512 ± 0.1216	0.4904
Formula 4 STR 5L + NaHCO ₃ + 40 phr eggshells	0.5835 ± 0.0195	0.6342
Formula 5 STR 5L + NaHCO ₃ + 50 phr eggshells	0.5840 ± 0.2082	0.6348
Formula 6 STR 5L + NaHCO ₃ + 20 phr CaCO ₃	0.4296 ± 0.0185	0.4670
Formula 7 STR 5L + NaHCO ₃ + 30 phr CaCO ₃	0.4411 ± 0.0185	0.4795
Formula 8 STR 5L + NaHCO ₃ + 40 phr CaCO ₃	0.4432 ± 0.0576	0.4804
Formula 9 STR 5L + NaHCO ₃ + 50 phr CaCO ₃	0.4888 ± 0.0044	0.5313

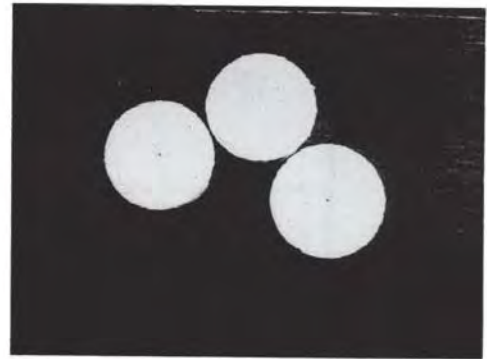
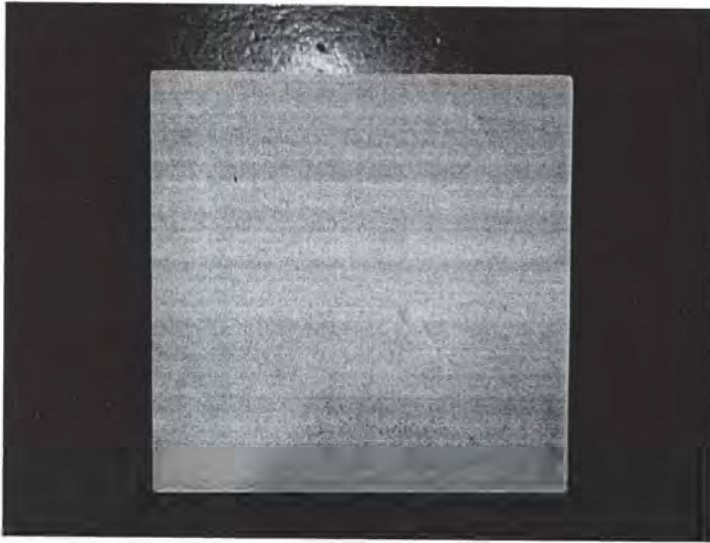


รูปที่ 5 ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของผงเปลือกไข่ไก่ผ่านการบด



รูปที่ 6 ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการคั่ว

4.2 ลักษณะโครงสร้างทางกายภาพของยางฉนวนความร้อน



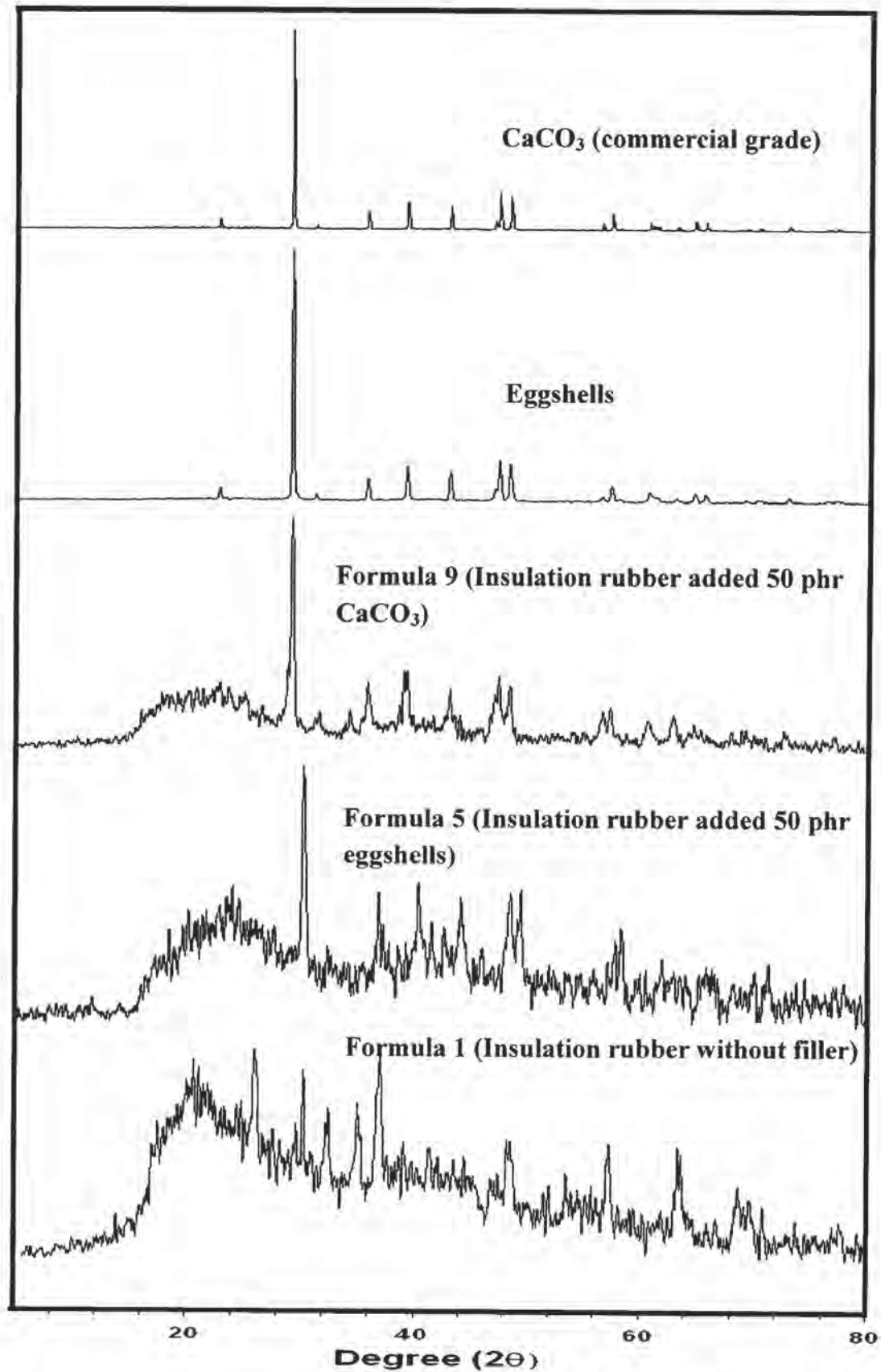
รูปที่ 7 ตัวอย่างยางฉนวนความร้อน

จากรูปที่ 7 แสดงตัวอย่างยางฉนวนความร้อนมีน้ำหนักเบา รูพรุนสูงประกอบด้วยเซลล์รูพรุนเปิด (Open cells) และเซลล์รูพรุนปิด (Closed cells) สีขาวนวล รูปร่างตามขนาดของแบบพิมพ์ทั้งทรงสี่เหลี่ยมและทรงกลม

รูปที่ 8 แสดงลักษณะโครงสร้างทางเฟสของตัวอย่างแคลเซียมคาร์บอเนตสองชนิดเปรียบเทียบกับกันระหว่างผงเปลือกไข่และจากการค้า พบว่าตำแหน่งพิกซ์ที่ปรากฏเหมือนกันสอดคล้องกับพีคมาตรฐานที่แสดงโครงสร้างของแคลไซต์ (Calcite) ที่มีรูปผลึก ромbohedral (Rhombohedral) หมายเลข 01-086-0174, 00-005-0586, 00-003-0612 และ 00-001-1032 และลักษณะโครงสร้างทางเฟสของตัวอย่างยางฉนวนความร้อนสูตรที่ 1 พบพีคของสารเพิ่มฟองโซเดียมโบคาร์บอเนตแสดงผลึกโมโนคลินิก (Monoclinic) สอดคล้องกับพีคมาตรฐานหมายเลข 00-021-1119 และ 00-003-0653 นอกจากนี้สำหรับลักษณะโครงสร้างทางเฟสของตัวอย่างสูตรที่ 5 เปรียบเทียบกับตัวอย่างยางฉนวนความร้อนสูตรที่ 9 ซึ่งเติมสารเพิ่มฟองและสารตัวเติมเท่ากัน แต่ว่าสูตรที่ 5 เติมแคลเซียมคาร์บอเนตจากผงเปลือกไข่และสูตรที่ 9 เติมแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้า ได้ตำแหน่งพิกซ์ที่ตรงกันและมีลักษณะที่เรียกว่ากึ่งรูปผลึก (Semi-crystalline) แสดงว่าการใช้สารตัวเติมจากสองแหล่งคือจากเปลือกไข่และจากเกรดการค้า พบว่าได้ผลการทดลองที่แสดงโครงสร้างทางเฟสเหมือนกัน

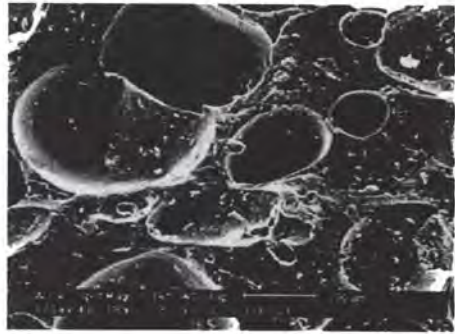
รูปที่ 9 และรูปที่ 10 แสดงลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคบริเวณภาคตัดขวาง (Cross-sectional area) และบริเวณพื้นผิว กำลังขยาย 100 เท่าเหมือนกันของทุกสูตรการทดลอง (สูตรที่ 1- สูตรที่ 9) เพื่อเปรียบเทียบลักษณะรูพรุน การกระจายตัวของรูพรุน และขนาดของรูพรุน ภายในโครงสร้างรวมทั้งข้อบกพร่องของตัวอย่างยางฉนวนความร้อน พบว่าตัวอย่างทั้งสองกลุ่มของสารตัวเติม (ผงเปลือกไข่และเกรดการค้า) มีลักษณะคล้ายกันคือประกอบด้วยเซลล์ปิดและเซลล์เปิดที่มีการกระจายของรูพรุนสม่ำเสมอแต่พบว่าหากตัวอย่างสูตรที่ 1 ซึ่งไม่ได้เติมสารตัวเติมจะได้ขนาดของรูพรุนเปิดที่ค่อนข้างเล็ก และเมื่อเติมสารตัวเติมลงในตัวอย่างยางฉนวนความร้อนพบว่ารูพรุนเปิดจะมีรูพรุนที่ตื้นขึ้นเมื่อปริมาณของสารตัวเติมเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าโครงสร้างทางจุลภาคบริเวณพื้นผิวของทุกตัวอย่างไม่พบรอยแตกร้าวถึงแม้ว่าจะเติมสารตัวเติมมากถึง 50 phr

4.3 ลักษณะโครงสร้างทางเฟสของยางฉนวนความร้อน

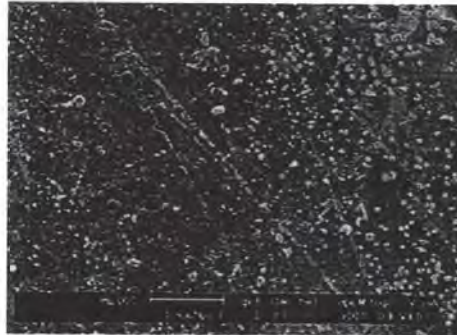


รูปที่ 8 พิกัดเอกซเรย์ของตัวอย่างยางฉนวนความร้อนที่เติมและไม่เติมสารตัวเติม, ผงเปลือกไข่ไก่ และสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้า

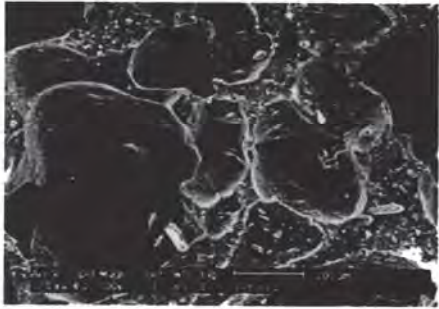
4.4 ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของยางฉนวนความร้อน



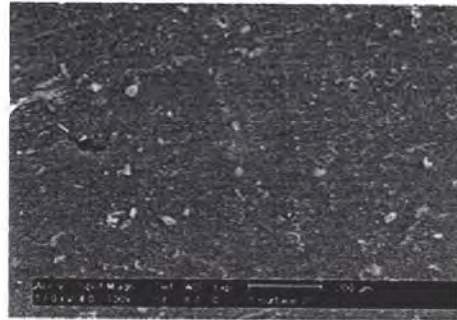
a)



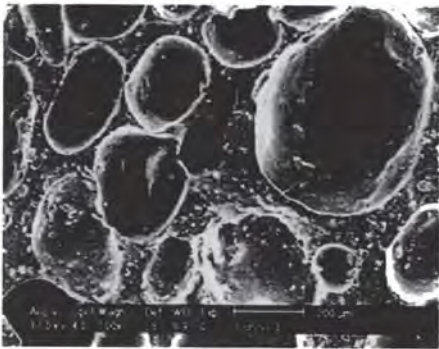
a-1)



b)



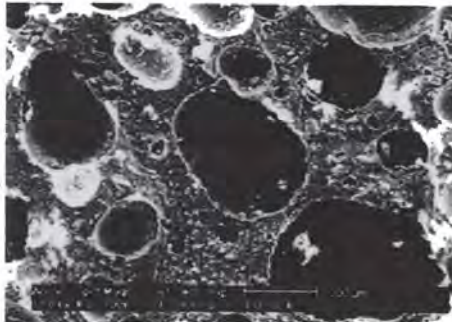
b-1)



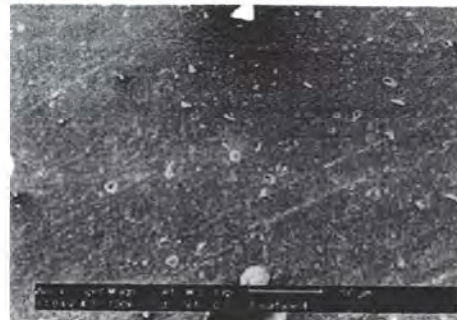
c)



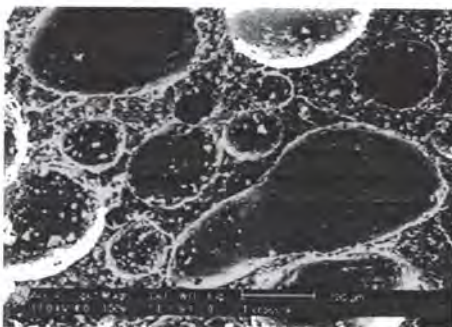
c-1)



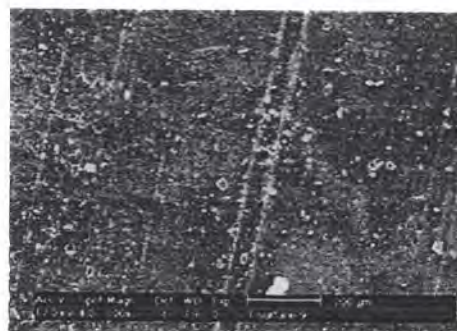
d)



d-1)

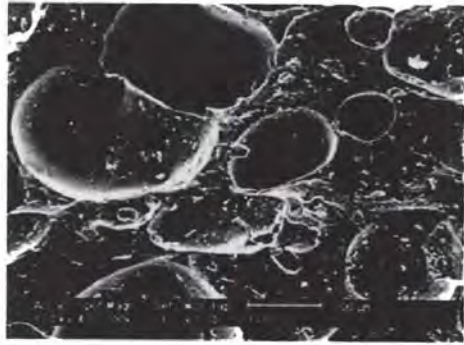


e)

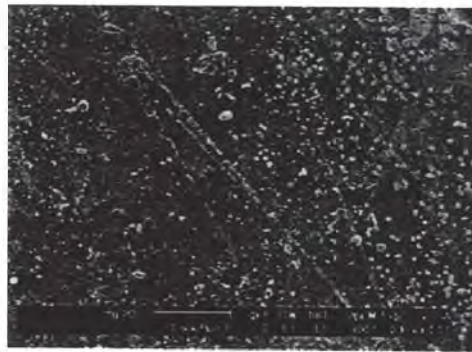


e-1)

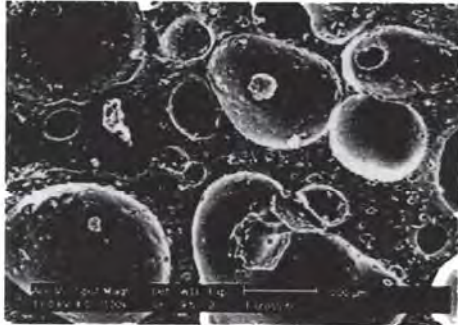
รูปที่ 9 โครงสร้างทางจุลภาคของยางฉนวนความร้อนภาคตัดขวาง (Cross sectional area) และพื้นผิว (Surface area) กำลังขยาย 100 เท่า: a และ a-1 สัณฐานที่ 1, b และ b-1 สัณฐานที่ 2, และ c-1 สัณฐานที่ 3, d และ d-1 สัณฐานที่ 4, e และ e-1 สัณฐานที่ 5



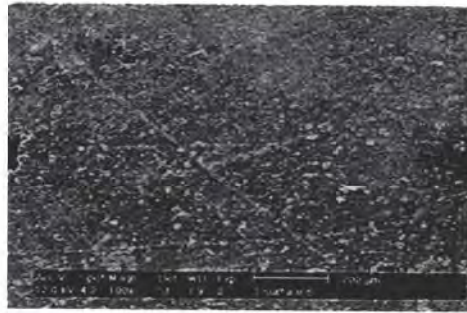
a)



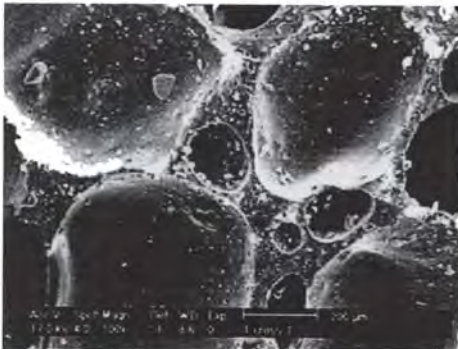
a-1)



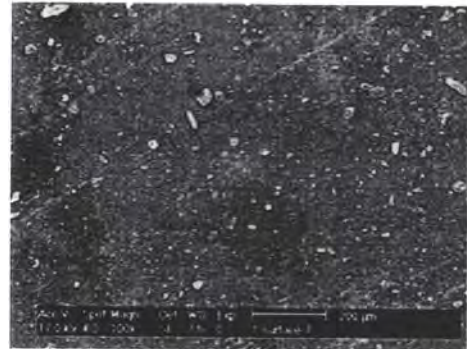
b)



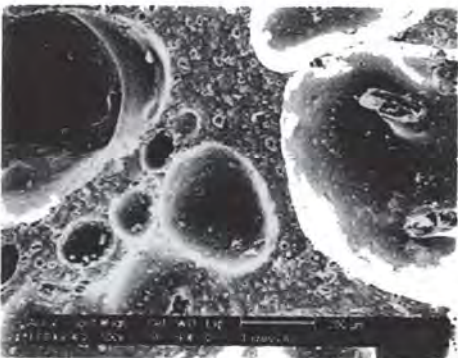
b-1)



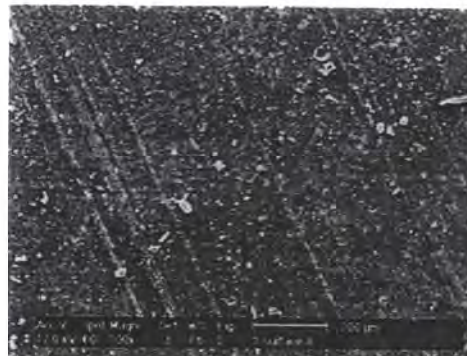
c)



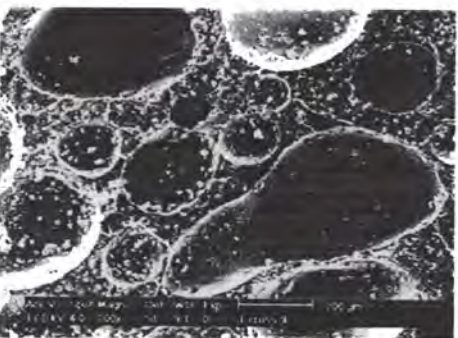
c-1)



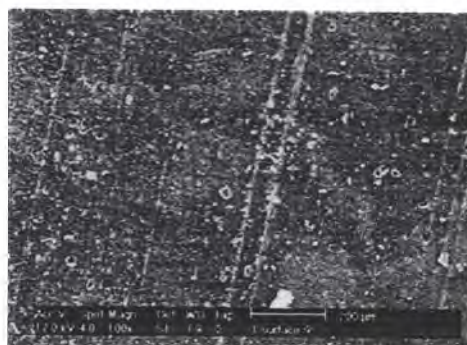
d)



d-1)



e)



e-1)

รูปที่ 10 โครงสร้างทางจุลภาคของยางฉนวนความร้อนภาคตัดขวาง (Cross sectional area) และพื้นผิว (Surface area) กำลังขยาย 100 เท่า: a และ a-1 สัณฐานที่ 1, b และ b-1 สัณฐานที่ 6, และ c-1 สัณฐานที่ 7, d และ d-1 สัณฐานที่ 8, e และ e-1 สัณฐานที่ 9

4.5 สมบัติทางกลของยางจนวนความร้อน

ตารางที่ 5 สมบัติทางกลของยางจนวนความร้อน

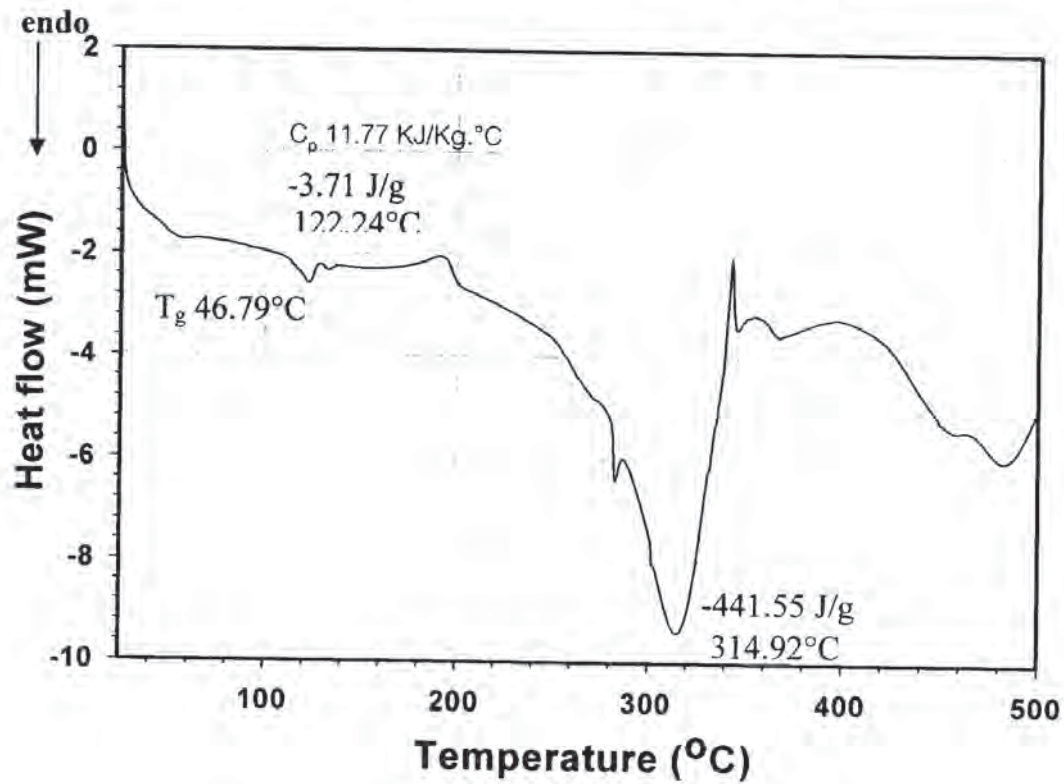
Property/Formula	Reference	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Mooney viscosity (ML 1' + 4) 100°C	ISO 289-1	23.6	21.7	21.4	22.9	24.4	28.8	22.3	24.1	21.2
Curing time (MDR Type, TECH PRO) Arc 0.5°, 150°C, t ₉₀ (min)	ASTM D 5289	6.70	6.24	6.71	6.41	6.66	6.32	6.26	6.85	6.09
Compression set 70°C, 22 hr. (%)	ASTM D 395 (Method B)	39.2	69.9	57.3	49.3	45.0	42.9	30.1	27.3	19.7

Mooney viscosity (ML 1' + 4) 100°C of pure STR 5L is 28.6.

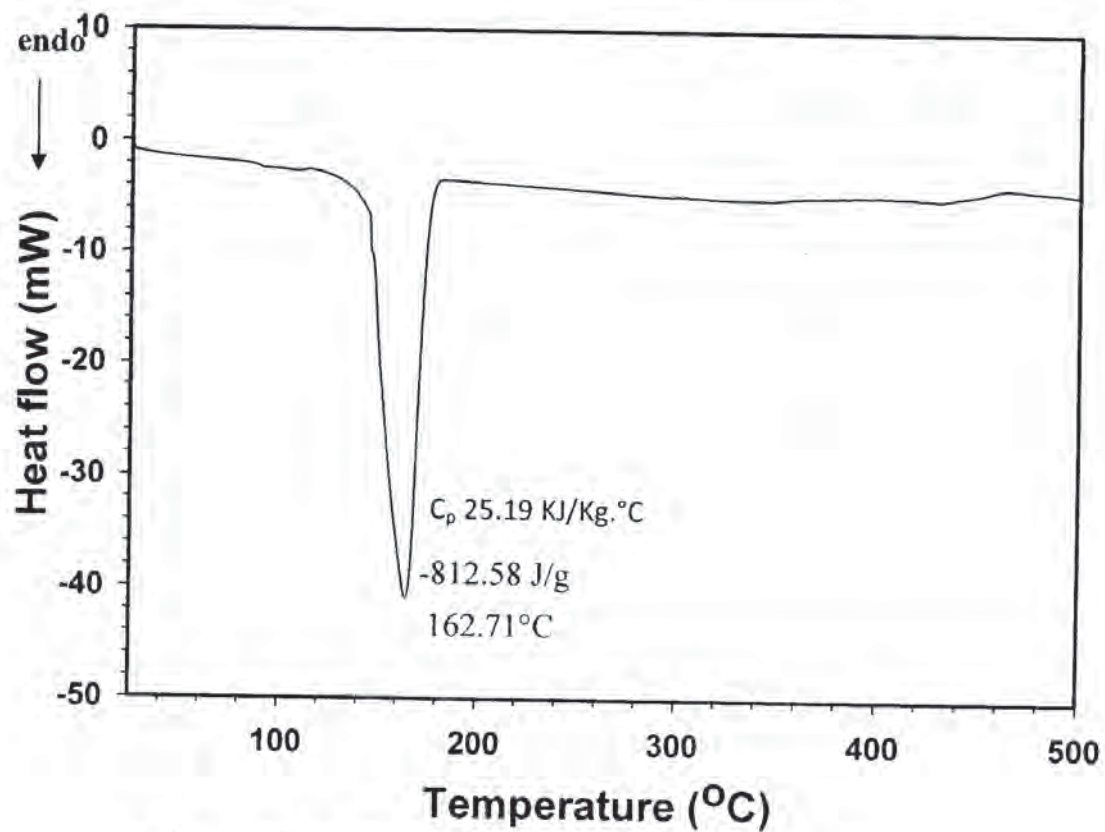
จากตารางที่ 5 แสดงผลการทดสอบการวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียสของตัวอย่างทั้ง 9 สูตร พบว่าได้ค่าความหนืด (Mooney viscosity) และเวลาของการคงรูปใกล้เคียงกัน แต่ผลการทดสอบเรื่องการยุบตัวเนื่องจากแรงกดมีความแตกต่างกัน จากตัวอย่างที่เติมแคลเซียมคาร์บอเนตต่างชนิดกันระหว่างแคลเซียมคาร์บอเนตจากผงเปลือกไข่และจากเกรดการค้าแต่ทั้งสองกลุ่มตัวอย่างมีแนวโน้มของการยุบตัวเนื่องจากแรงกดลดลงตามสัดส่วนที่เพิ่มขึ้นของแคลเซียมคาร์บอเนต แสดงว่าหากปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น ส่งผลต่อการต้านทานแรงกดอัดได้ดีขึ้น อย่างไรก็ตามค่าการต้านทานการยุบตัวเนื่องจากแรงกดของตัวอย่างที่เติมผงเปลือกไข่มีค่าสูงกว่าตัวอย่างที่เติมแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้า อาจเป็นผลเนื่องมาจากขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาคที่แตกต่างกันโดยเฉพาะตัวอย่างที่เติม 50 phr ของแคลเซียมคาร์บอเนต

จากรูปที่ 11 และรูปที่ 12 จากการทดสอบสารทนความร้อนชนิดคลอรีเนเตดโพลีเอทิลีนและสารเพิ่มฟองชนิดโซเดียมไบคาร์บอเนต ด้วยเครื่องทดสอบทางความร้อน Differential Scanning Calorimeter (DSC) แสดงค่าความจุความร้อน (C_p) และ heat flow ของพบตำแหน่งพีคที่เกิดปฏิกิริยา Endothermic ที่อุณหภูมิประมาณ 315 และ 163 องศาเซลเซียส ตามลำดับ และมีค่าความจุความร้อนประมาณ 11.77 และ 25.19 KJ/Kg.K ตามลำดับ เช่นกัน

4.6 สมบัติทางความร้อนของสารตัวเติม (Filler) และสารเพิ่มฟอง (Foaming agent)

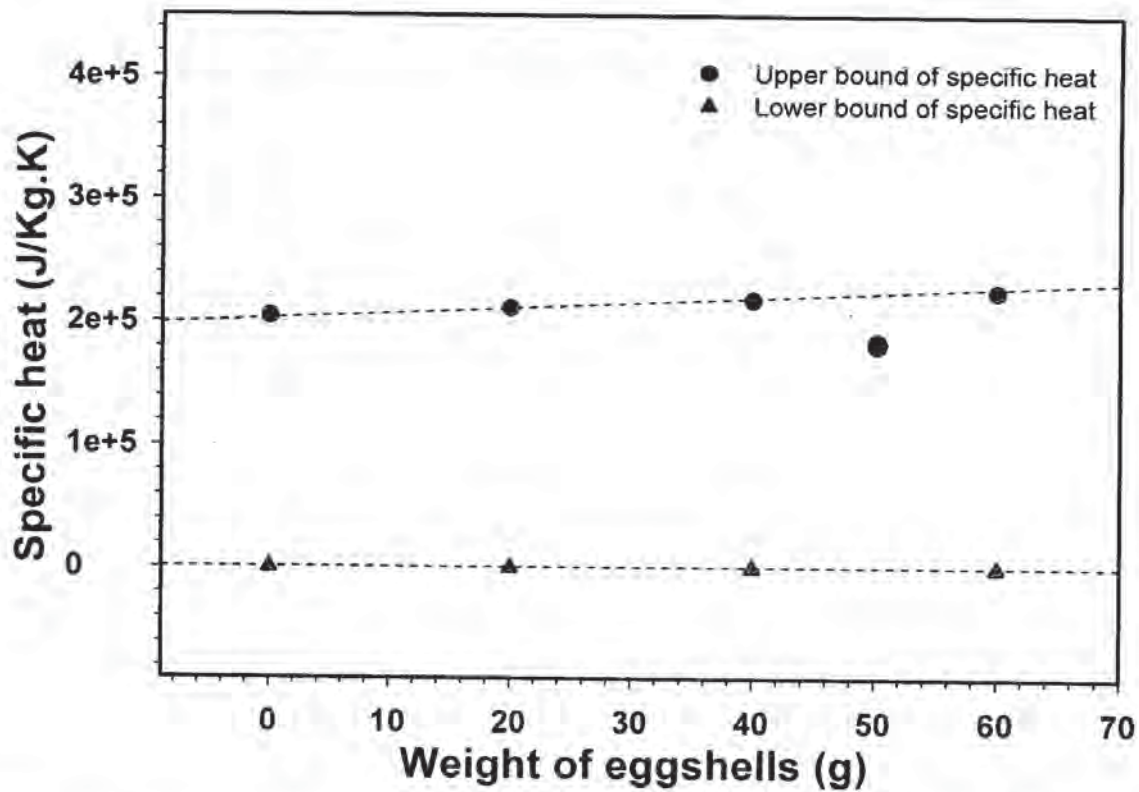


รูปที่ 11 พิกัด DSC ของสารตัวเติมคลอรีเนตเต็ดโพลีเอทรีลีน (CPE)

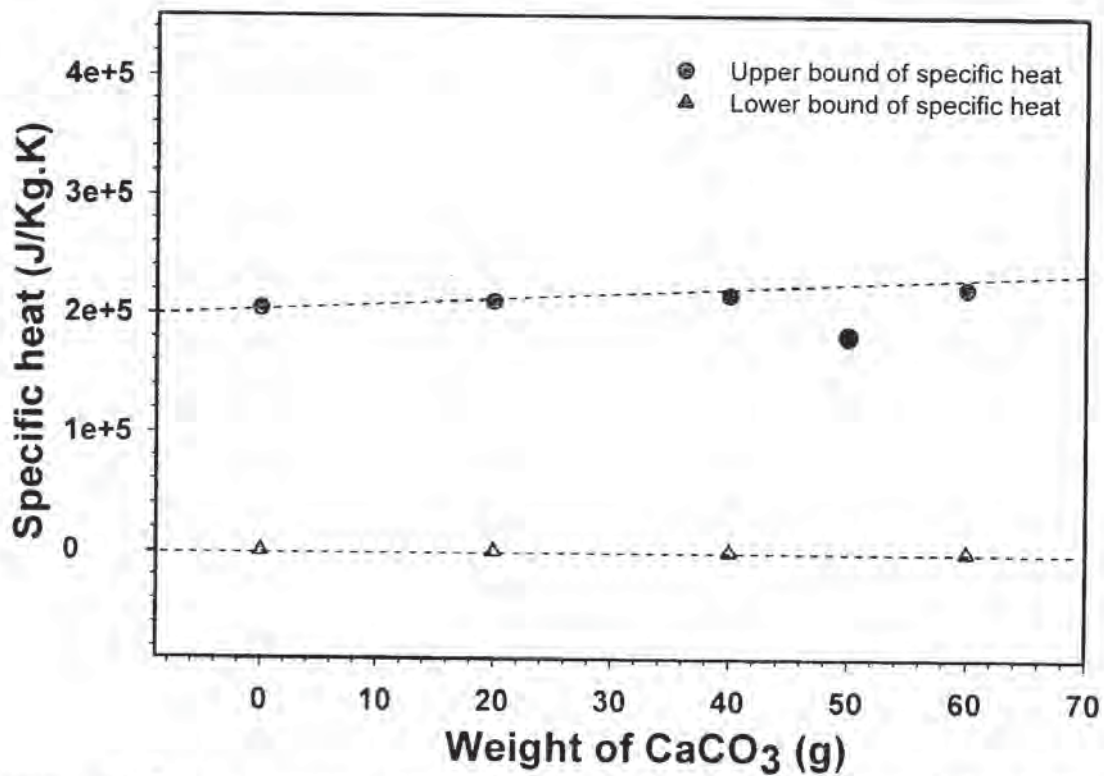


รูปที่ 12 พิกัด DSC ของสารเพิ่มฟองโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO_3)

4.7 ค่าความจุความร้อน (Specific heat) ของยางฉนวนความร้อน



รูปที่ 13 ค่าความจุความร้อนของยางฉนวนความร้อนสูตรที่ 5 เติมผงเปลือกไข่ 50 phr และใช้สารเพิ่มฟองโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO_3)



รูปที่ 14 ค่าความจุความร้อนของยางฉนวนความร้อนสูตรที่ 9 เติมแคลเซียมคาร์บอเนต 50 phr และใช้สารเพิ่มฟองโซเดียมไบคาร์บอเนต (NaHCO_3)

4.8 ความหนาแน่นการเชื่อมขวางโมเลกุล (Crosslink density) ของยางฉนวนความร้อน

ตารางที่ 6 ความหนาแน่นการเชื่อมขวางโมเลกุล (Crosslink density) ของยางฉนวนความร้อน

Samples	Crosslink density ^a (mol/cm ³)	Swelling ratio ^b	Molecular weight ^c (M _c , g/mol)	Volume fraction of swollen polymer in solvent ^d (V _r)
Formula 1	2.3102 x 10 ⁻⁵	10.3451	40032	0.0836
Formula 2	2.3383 x 10 ⁻⁵	10.2908	39683	0.0841
Formula 3	2.3740 x 10 ⁻⁵	10.3039	23452	0.0845
Formula 4	5.1345 x 10 ⁻⁵	5.7505	13888	0.1423
Formula 5	6.9596 x 10 ⁻⁵	6.8495	18922	0.1210
Formula 6	2.9420 x 10 ⁻⁵	9.0313	31295	0.0945
Formula 7	2.7243 x 10 ⁻⁵	9.4608	34105	0.0908
Formula 8	2.8186 x 10 ⁻⁵	9.4509	34335	0.0915
Formula 9	7.1821 x 10 ⁻⁵	5.5379	12823	0.1455

^aCrosslink density or effective number of chains in a real network per unit volume is calculated using the Flory-Rehner equation.

^bSwelling ratio calculation; Swelling ratio = $\frac{(w_2 - w_1)}{w_1}$, where w_2 and w_1 are the weight of swollen rubber and dry rubber, respectively.

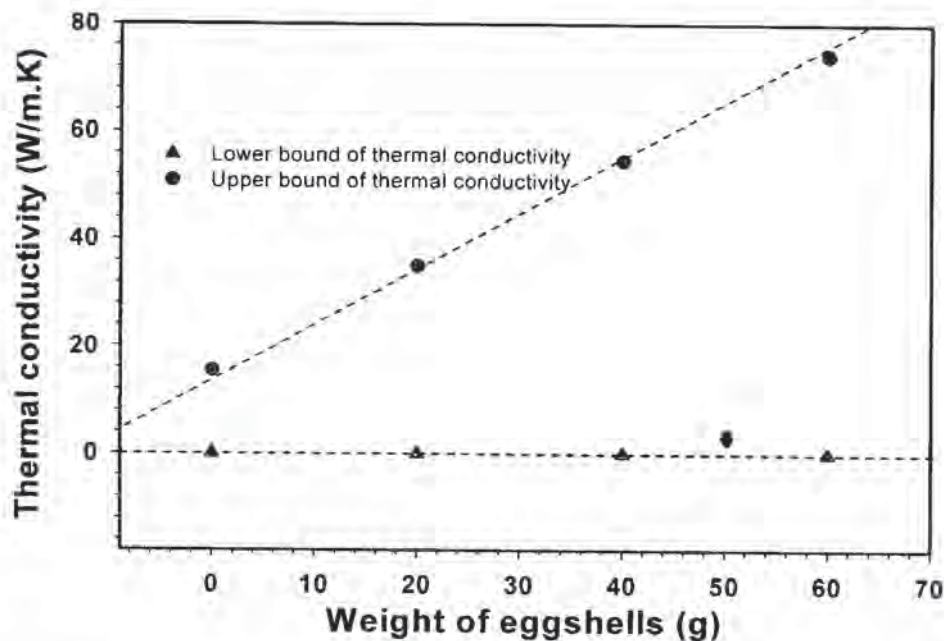
^cAverage molecular weight between the network crosslinks

^dVolume fraction of rubber in a swollen network in equilibrium with pure solvent (toluene)

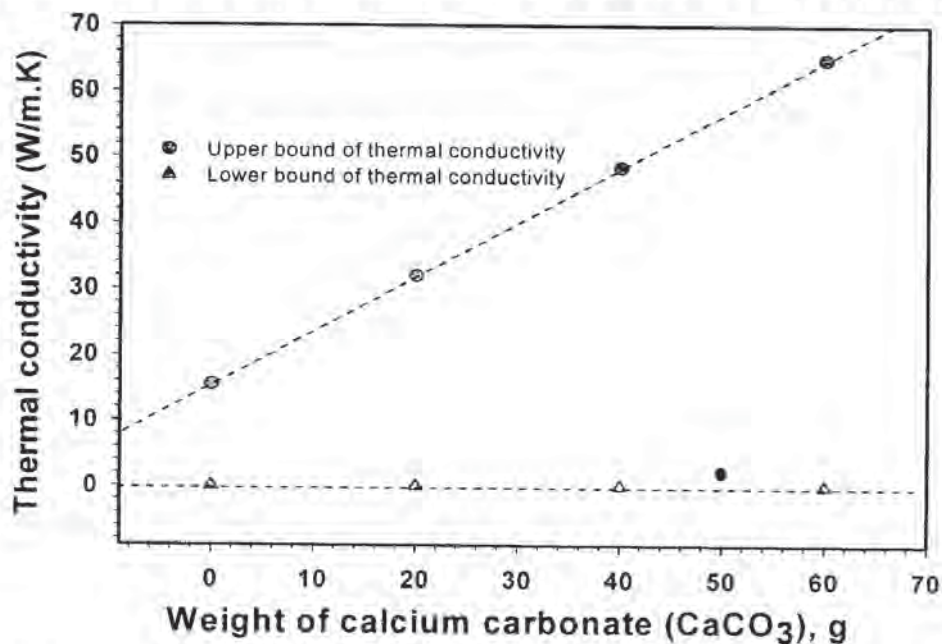
รูปที่ 13 และรูปที่ 14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความจุความร้อนกับปริมาณสารตัวเติมชนิดแคลเซียมคาร์บอเนตจากผงเปลือกไข่และจากเกรดการค้าของตัวอย่างยางฉนวนความร้อนสูตรที่ 5 และตัวอย่างสูตรที่ 9 จากผลการ

ทดลองพบว่าค่าความจุความร้อนของตัวอย่างสอดคล้องกับค่าตามทฤษฎีของวัสดุประกอบ (Composite material) เมื่อมีการเติมเฟสตัวเติม (Dispersed phase) ลงในเฟสพื้น (Matrix) ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าการเติมเฟสตัวเติมชนิดแคลเซียมคาร์บอเนตลงในยางจนวนความร้อนส่งผลให้ค่าความจุความร้อนเพิ่มขึ้นที่คล้ายกัน

จากตารางที่ 6 แสดงค่าความหนาแน่นโมเลกุล (Crosslink density) ของตัวอย่างยางจนวนความร้อนทุกสูตร พบว่าค่าความหนาแน่นโมเลกุลมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสารตัวเติมชนิดแคลเซียมคาร์บอเนตเพิ่มขึ้นที่คล้ายกันของสารตัวเติมจากสองแหล่งคือจากผงเปลือกไข่และจากเกรดการค้า



รูปที่ 15 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำความร้อนกับสัดส่วนการเติมผงเปลือกไข่ของยางจนวนความร้อน



รูปที่ 16 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำความร้อนกับสัดส่วนการเติมแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้าของยางจนวนความร้อน

รูปที่ 15 และรูปที่ 16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำความร้อนกับสัดส่วนการเติมสารตัวเติมชนิดผงเปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการคั่ว พบว่าการเติมสารประกอบแคลเซียมคาร์บอเนตลงในวัสดุประกอบยางฉนวนความร้อนพบว่าผลิตภัณฑ์ยางฉนวนความร้อนมีค่าการนำความร้อนต่ำประมาณ 0.5 W/m.K ค่าที่ได้ทั้งจากผงเปลือกไข่และจากเกรดการคั่วมีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้นกล่าวได้ว่าการใช้ผงเปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนตเป็นสารตัวเติม สามารถนำมาผลิตเป็นฉนวนความร้อนสำหรับใช้เป็นผลิตภัณฑ์ของโครงสร้างอาคาร รถยนต์ ยานยนต์หรือผลิตภัณฑ์สำหรับงานวิศวกรรมและอุตสาหกรรมด้านต่างๆ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ยางฉนวนความร้อนที่เตรียมจากยางธรรมชาติผสมกับคลอรีนเตตระไฮไลเอทิลีนและสารตัวเติมชนิดแคลเซียมคาร์บอเนตด้วยสัดส่วน 0, 20, 30, 40, 50 phr แล้วทำการคงรูปที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จากผลการทดสอบสมบัติทางกลเกี่ยวกับการยุบตัวเนื่องจากความร้อน (Compression set) จะมีค่าลดลงตามลำดับเมื่อปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตเพิ่มขึ้นขณะที่ค่าความหนาแน่นโมเลกุล (Crosslink density), ความหนาแน่นเชิงปริมาตร (Bulk density), ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (Relative foam density), ค่าความจุความร้อน (Specific heat) จะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น และจากผลการทดลองเรื่องลักษณะโครงสร้างทางจุลภาค (SEM) ทั้งภาคตัดขวางและพื้นผิวพบโครงสร้างประกอบด้วยเซลล์เปิดและเซลล์ปิดและลักษณะโครงสร้างทางเฟสที่ปรากฏแสดงความเป็นโครงสร้างกึ่งรูปผลึก (Semi-crystalline) จากการเปรียบเทียบผลการเติมแคลเซียมคาร์บอเนตโดยการเตรียมจากแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการคั่วกับผงเปลือกไข่ไก่บดละเอียด พบว่ามีสมบัติแตกต่างกันเพียงเล็กน้อยในเรื่องของความหนาแน่นโมเลกุล, ความหนาแน่นเชิงปริมาตร, ความหนาแน่นยางฉนวนความร้อนสัมพัทธ์, ค่าความจุความร้อน และค่าการนำความร้อน ยกเว้นค่าการยุบตัวเนื่องจากแรงกดอัด (Compression set) ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคระหว่างผงเปลือกไข่และแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการคั่ว ดังนั้นผงเปลือกไข่จึงน่าจะเป็นแหล่งของแคลเซียมคาร์บอเนตที่สำคัญอีกทางเลือกหนึ่ง หากพิจารณาในเรื่องของราคาและคุณภาพ รวมทั้งการตระหนักถึงเรื่องสิ่งแวดล้อมและการลดปัญหาภาวะโลกร้อน รวมทั้งเรื่องพลังงานในการใช้ผลิตภัณฑ์ดังกล่าวเป็นฉนวนความร้อนในอนาคต

เอกสารอ้างอิง

- [1]. Kind, D.J., and Hull, T.R., A review of candidate fire retardants for polyisoprene, *Polym. Degrad. Stab.*, 97, 201-213 (2012).
- [2]. Turgut, P., and Yesilata, B., Physico-mechanical and thermal performances of newly developed rubber-added bricks. *Energy and Buildings*, 40, 679-688 (2008).
- [3]. Killaris, P., and Papaspyrides, Polymer/layered silicate (clay) nanocomposites: An overview of flame retardancy, *Prog. Polym. Sci.*, 35, 902-958 (2010).

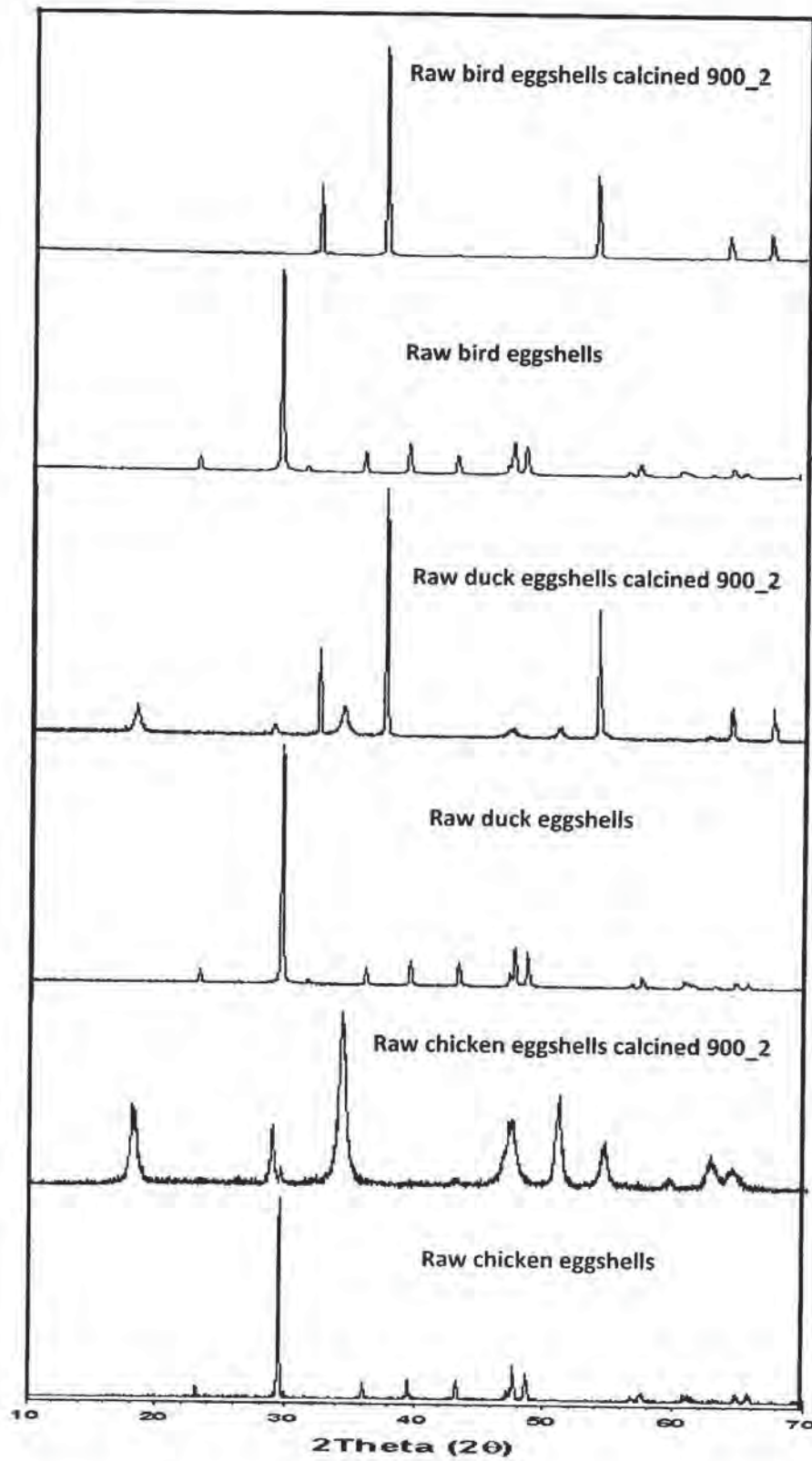
- [4]. Zhang, B.S., Lv, X.F., Zhang, Z.X., Liu, Y., Kim, J.K., and Xin, Z.X., Effect of carbon black content on microcellular structure and physical properties of chlorinated polyethylene rubber foams, *Mater. Des.*, 31, 3106-3110 (2010).
- [5]. Tsai, W.T., Yang, J.M., Lai, C.W., Cheng, Y.H., Lin, C.C., and Yeh, C.W., Characterization and adsorption properties of eggshells and eggshell membrane, *Bioresour. Technol.*, 97, 488-493 (2006).
- [6]. Stadelman, W.J., Eggs and egg products. In: Francis, F.J., (Ed.), *Encyclopedia of Food Science and Technology*, second ed. John Wiley & Sons, New York, pp. 593-599.
- [7]. Sims, G.L.A, and Jaafar, H.A.S., A chemical blowing agent system (CBAS) based on azodicarbonamide, *J.Cell.Plast.*, 30/2, 175-188 (1994).
- [8]. Datta, D., Kirchhoff, J., Mewes, D., Herrmann, W., and Galinsky, G., An ultrasonic technique to monitor the blowing process in sponge rubbers, *Polymer Testing*, 21, 209-216 (2002).
- [9]. Najib, N.N., Ariff, Z.M., Bakar, A.A., and Sipaut, C.S., Correlation between the acoustic and dynamic mechanical properties of natural rubber foam: Effect of foaming temperature, *Mater. Des.*, 32, 505-511 (2011).
- [10]. Pugh, R.J., Foaming, foam films, antifoaming and defoaming, *Adv. Colloid Interface Sci.*, 64, 67-142 (1996).

ข้อเสนอแนะ

1. ควรพัฒนาการผลิตผงอนุภาคเปลือกไข่ให้ได้ความละเอียดที่สูงขึ้นในระดับนาโนสเกลเพื่อเพิ่มสมบัติทางกล และเพิ่มความหนาแน่นการเชื่อมขวางโมเลกุลให้สูงขึ้น ถึงแม้ว่าจากผลการทดลองค่าที่ได้จะต่ำกว่าค่าของยางฉนวนความร้อนที่ใช้แคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้าเพียงเล็กน้อยแต่ก็เป็นแนวโน้มที่ดีของการเติมผงเปลือกไข่ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างทางเฟสและทางจุลภาคที่เหมือนกับแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้าเติมลงในผลิตภัณฑ์ยางฉนวนความร้อน
2. ควรพัฒนาการนำไปผลิตในเชิงอุตสาหกรรมด้านฉนวนความร้อน

ภาคผนวก

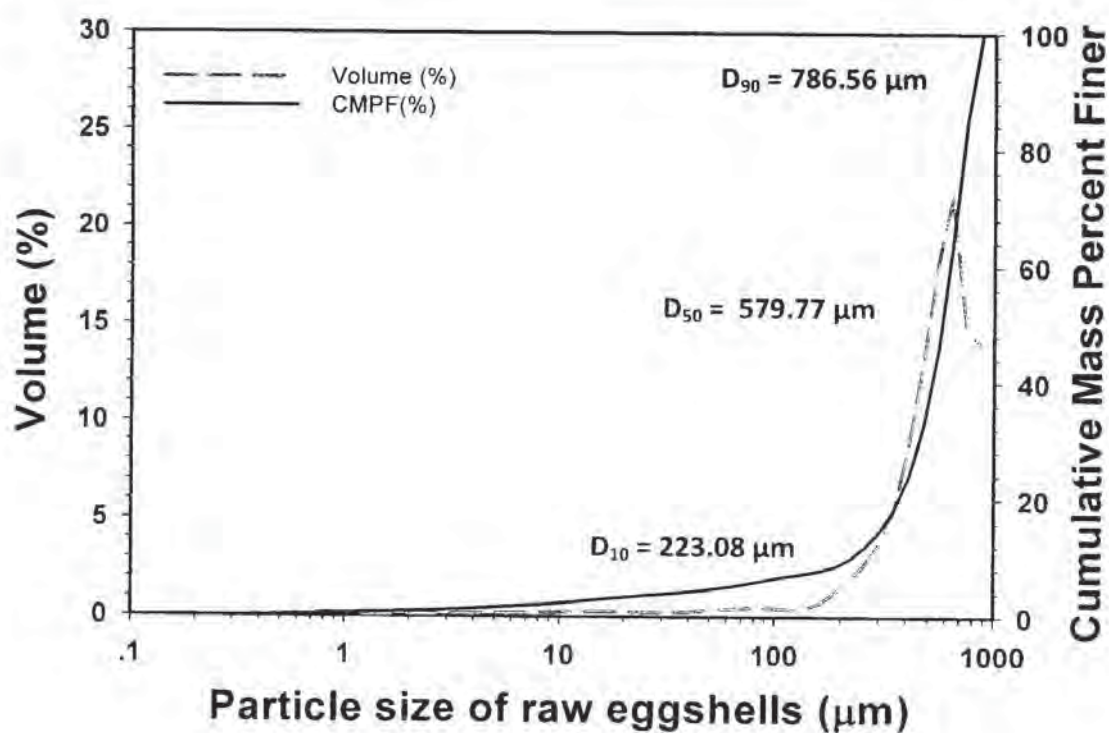
ภาคผนวกที่ 1 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของตัวอย่างเปลือกไข่ดินระหว่างเปลือกไข่ไก่ เปลือกไข่เป็ดและเปลือกไข่นกกระทา กับตัวอย่างเปลือกไข่เผาที่ 900 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมงของ เปลือกไข่ไก่ เปลือกไข่เป็ดและเปลือกไข่นกกระทา



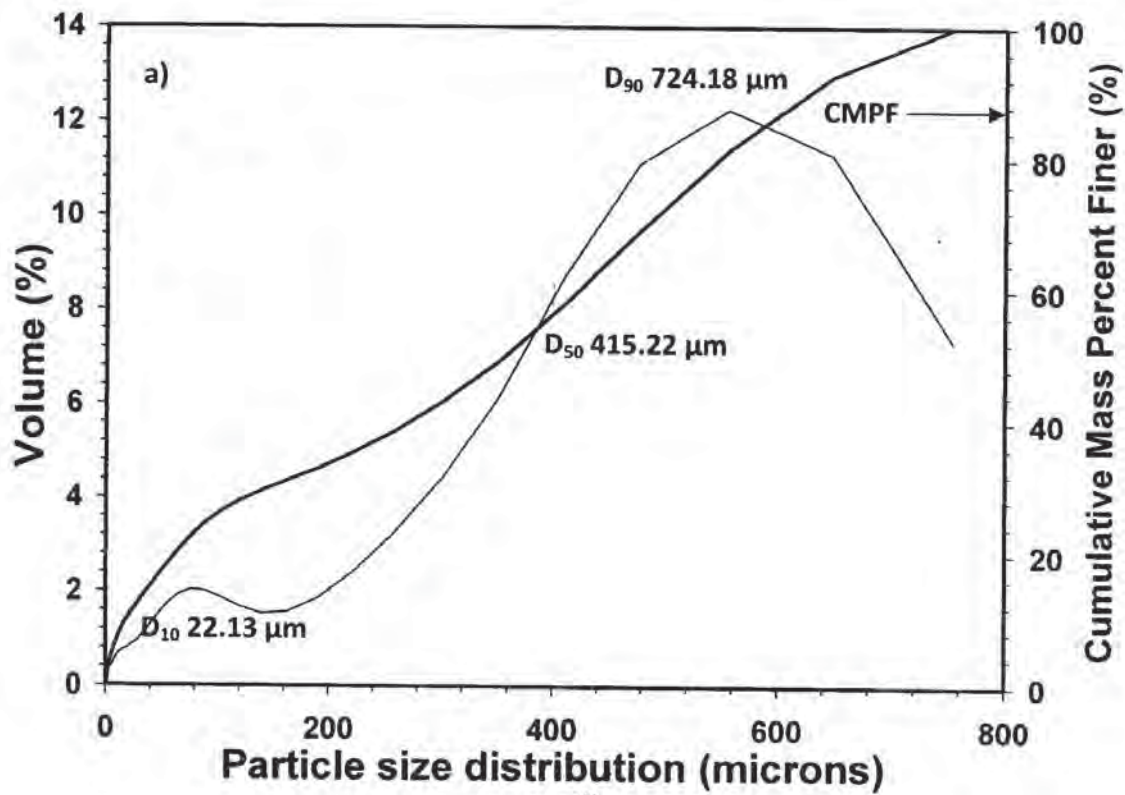
ภาคผนวกที่ 2 ตารางแสดงค่าความหนาแน่นของตัวอย่างเปลือกไข่ไก่ ไข่เป็ด ไข่ชนกกระทาและตัวอย่างเปลือกไข่ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมงของเปลือกไข่ไก่ เปลือกไข่เป็ดและเปลือกไข่ชนกกระทาโดย Pycnometer

ตัวอย่าง	ค่าความหนาแน่น (True density) (g/cm ³)
เปลือกไข่เป็ดดิบ	2.25
เปลือกไข่ไก่ดิบ	2.20
เปลือกไข่ชนก	1.91
เปลือกไข่ชนกเผาที่ 900 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง	2.88
เปลือกไข่เป็ดเผาที่ 900 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง	2.84
เปลือกไข่ไก่เผาที่ 900 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง	2.16

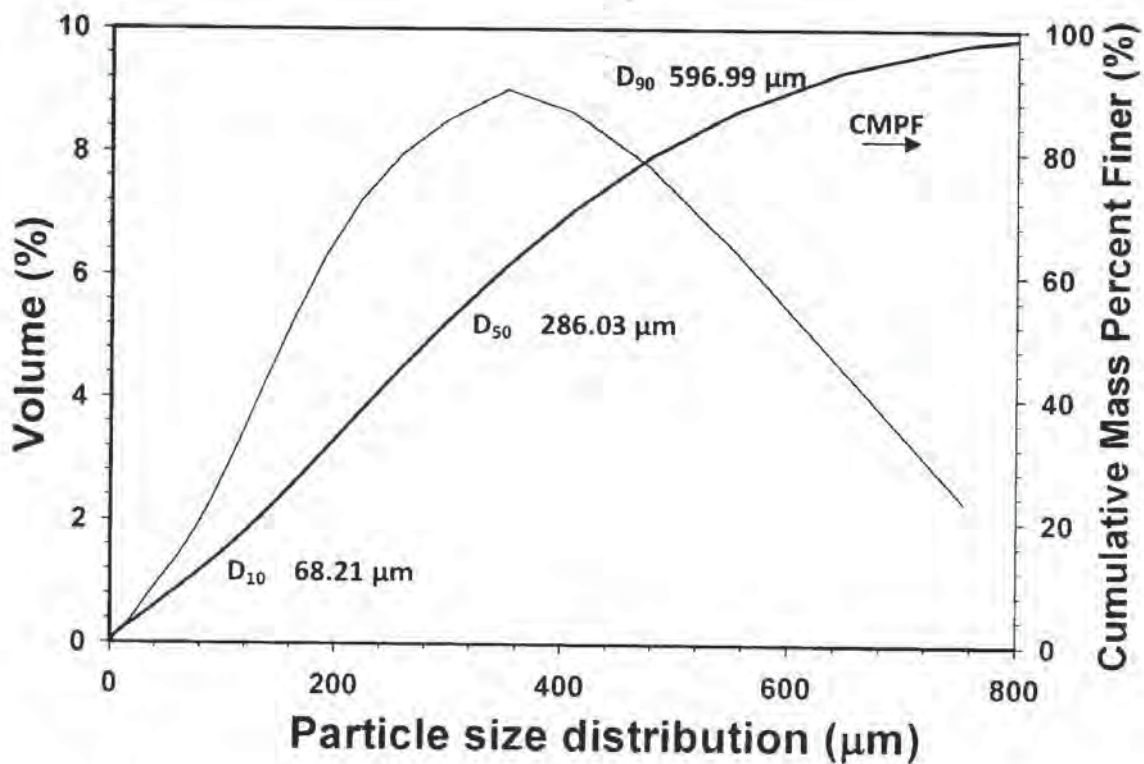
ภาคผนวกที่ 3 การกระจายตัวของอนุภาคเปลือกไข่ไก่ดิบก่อนการบดโดยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)



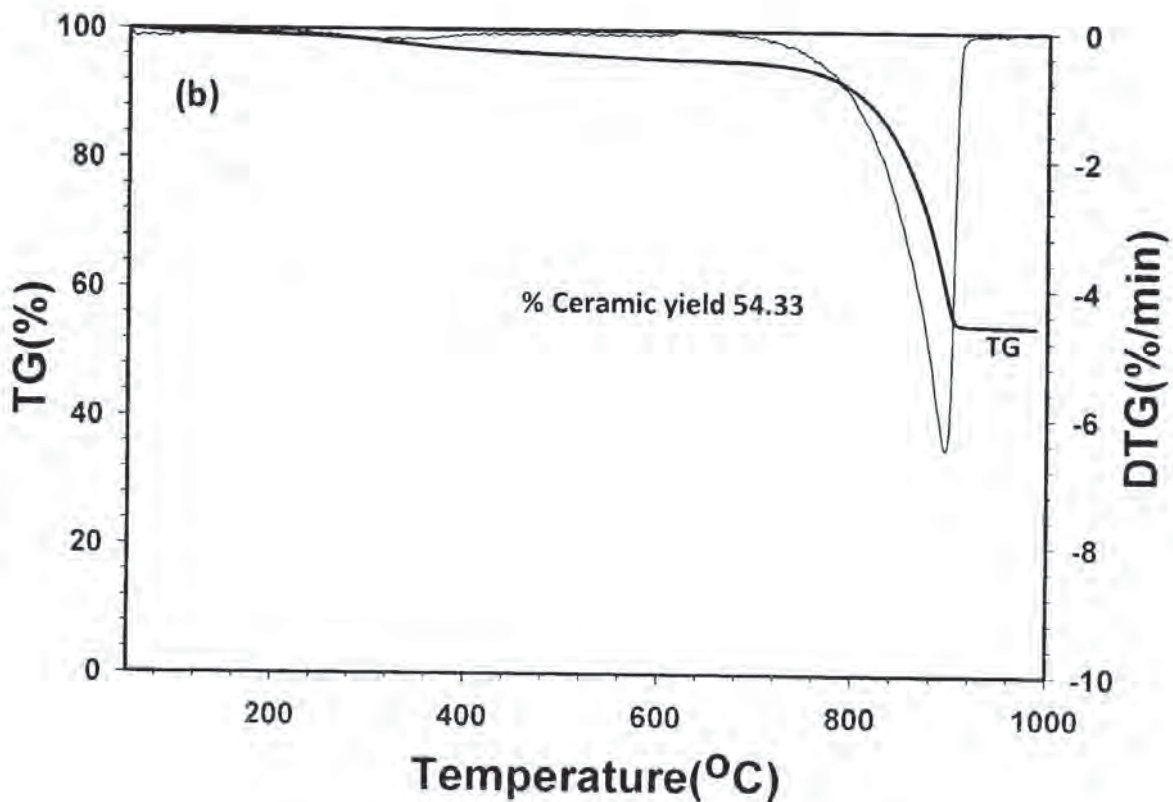
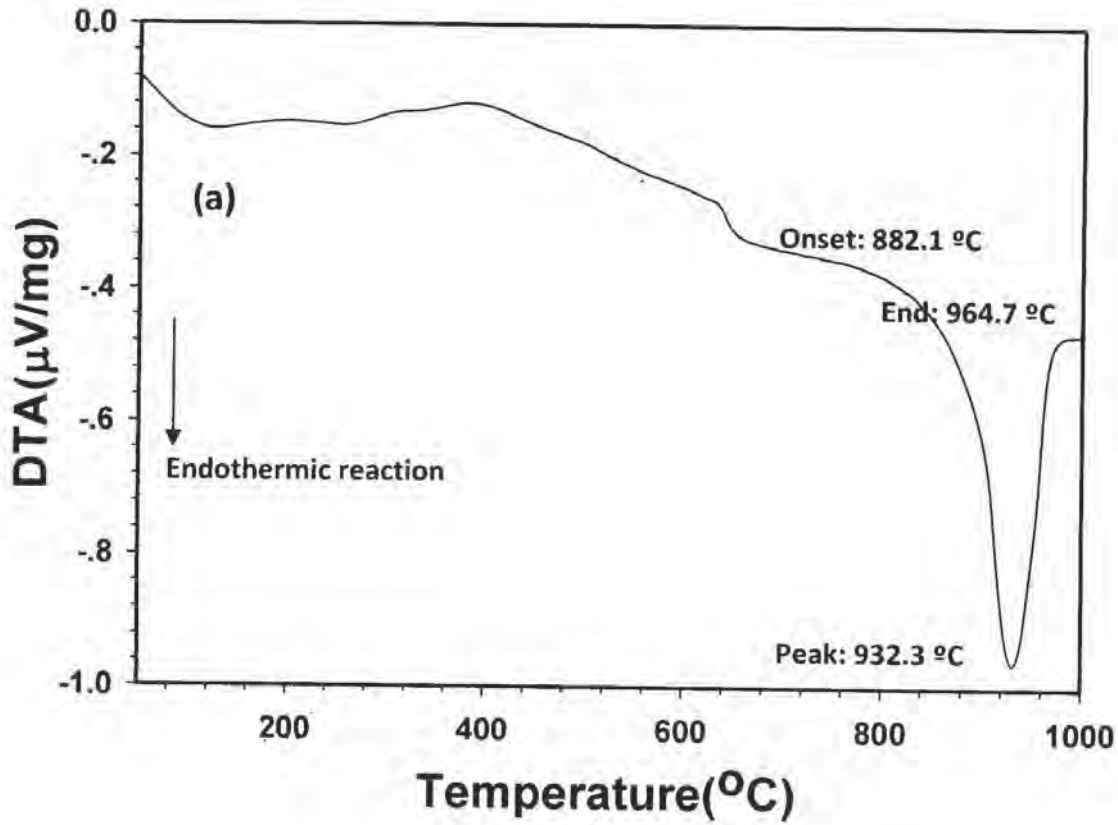
ภาคผนวกที่ 4 การกระจายตัวของอนุภาคเปลือกไข่เปิดดิบก่อนการบดโดยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)



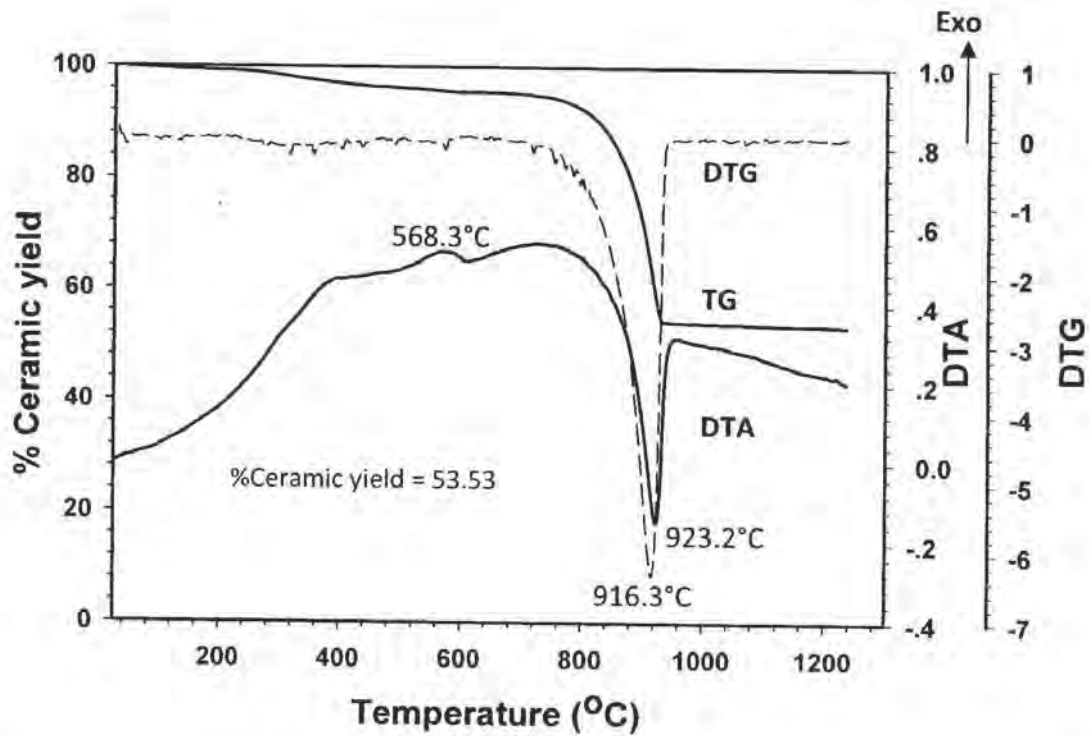
ภาคผนวกที่ 5 การกระจายตัวของอนุภาคเปลือกไข่แช่นกกระทาดิบก่อนการบดโดยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)



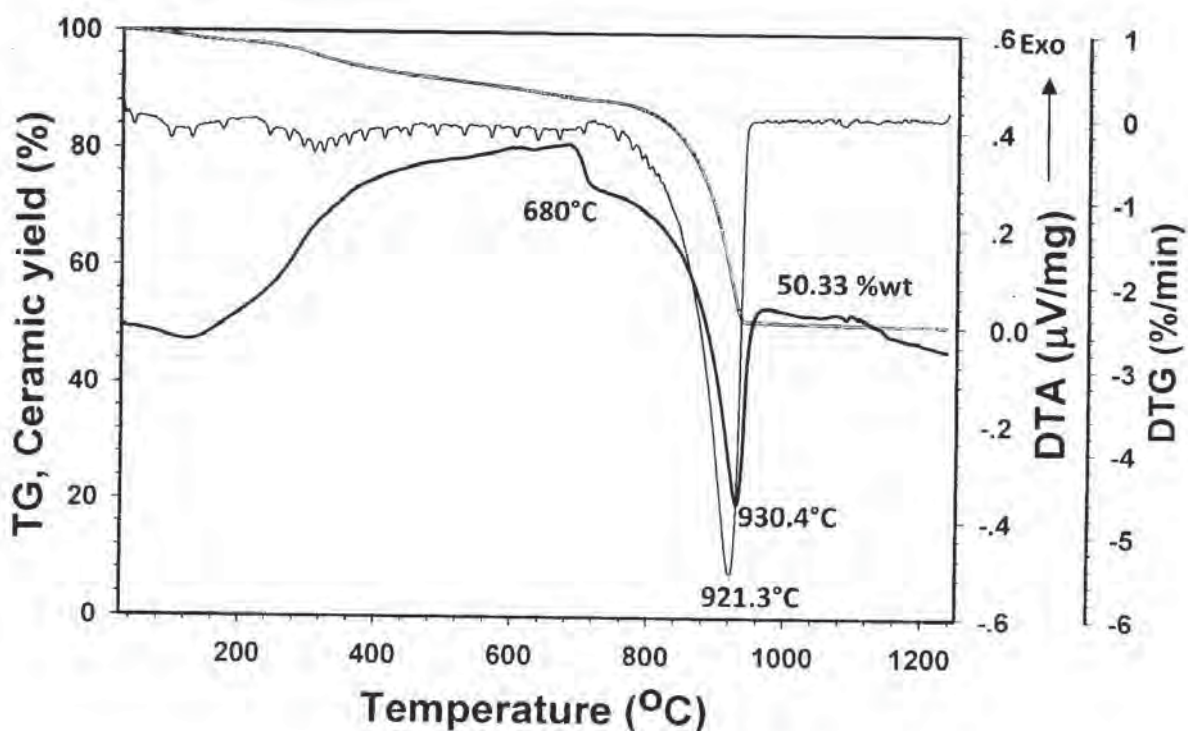
ภาคผนวกที่ 6 ผลวิเคราะห์ทางความร้อนของเปลือกไข่ไก่โดยเครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (STA): a) ปฏิริยาทางความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 1000 องศาเซลเซียส ด้วยโหมด DTA และ b) ปริมาณผลิตภัณฑ์ (Ceramic yield) ด้วยโหมด TGA



ภาคผนวกที่ 7 ผลวิเคราะห์ทางความร้อนของเปลือกไข่เปิดโดยเครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (STA) ที่แสดงปฏิกิริยาทางความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 1000 องศาเซลเซียส ด้วยโหมด DTA และปริมาณผลิตภัณฑ์ (Ceramic yield) ด้วยโหมด TGA



ภาคผนวกที่ 8 ผลวิเคราะห์ทางความร้อนของเปลือกไข่นกกระทาโดยเครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (STA) ที่แสดงปฏิกิริยาทางความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิห้องถึง 1000 องศาเซลเซียส ด้วยโหมด DTA และปริมาณผลิตภัณฑ์ (Ceramic yield) ด้วยโหมด TGA



ภาคผนวกที่ 9 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของแคลเซียมคาร์บอเนต

Pattern : 01-086-0174		Radiation = 1.540598		Quality : Alternate			
Ca(CO ₃)		2th		i	h	k	l
Calcium Carbonate		23.058		99	0	1	2
Calcite, syn		29.399		999	1	0	4
		31.422		19	0	0	6
		35.981		139	1	1	0
		39.417		176	1	1	3
		43.171		149	2	0	2
		47.122		65	0	2	4
		47.492		187	0	1	8
		48.505		193	1	1	6
		56.581		31	2	1	1
		57.417		87	1	2	2
		58.060		11	1	0	10
		60.683		51	2	1	4
		60.994		23	2	0	8
		61.364		24	1	1	9
		63.065		19	1	2	5
		64.683		58	3	0	0
		65.582		32	0	0	12
		69.193		10	2	1	7
		70.230		19	0	2	10
		72.896		27	1	2	8
		73.682		6	3	0	6
		76.300		11	2	2	0
		77.138		19	1	1	12
		78.453		1	2	2	3
		80.260		1	1	3	1
		80.971		5	3	1	2
		81.521		22	2	1	10
		82.070		3	0	1	14
		83.797		40	1	3	4
		84.825		18	2	2	6
		85.906		1	3	1	5
		86.451		4	1	2	11
Lattice : Rhombohedral		Mol. weight = 100.09					
S.G. : R-3c (167)		Volume [CD] = 367.76					
a = 4.98800		Dx = 2.712					
		Dm = 2.710					
c = 17.06800		I/Icor = 3.23					
Z = 6							
Additional pattern: See PDF 01-085-1108 and PDF 00-005-0586.							
Remarks from ICSD/CSD: REM DEN.							
Temperature of data collection: REM TEM 22 C.							
Temperature factor: ATF							
ICSD collection code: 080869							
Cancel:							
Data collection flag: Ambient.							
Maslen, E.N., Streltsov, V.A., Streltsova, N.R., Ishizawa, N., Acta Crystallogr., Sec. B: Structural Science, volume 51, page 929 (1995)							
Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)							
Radiation : CuKα1		Filter : Not specified					
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings					
SS/FOM : F30=1000(0.0000,30)							

ภาคผนวกที่ 10 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของแคลเซียมคาร์บอเนต

Pattern : 00-005-0586		Radiation = 1.540600		Quality : High			
CaCO ₃		2th		l	h	k	l
Calcium Carbonate		23.022	12	0	1	2	
Calcite, syn		29.406	100	1	0	4	
		31.418	3	0	0	6	
		35.966	14	1	1	0	
		39.402	18	1	1	3	
		43.146	18	2	0	2	
		47.124	5	0	2	4	
		47.490	17	0	1	8	
		48.514	17	1	1	6	
		56.555	4	2	1	1	
		57.402	8	1	2	2	
		58.075	2	1	0	10	
		60.678	5	2	1	4	
		60.987	4	2	0	8	
		61.345	3	1	1	9	
		63.060	2	1	2	5	
		64.678	5	3	0	0	
		65.599	3	0	0	12	
		69.231	1	2	1	7	
		70.238	2	0	2	10	
		72.870	2	1	2	8	
		73.729	1	3	0	6	
		76.300	1	2	2	0	
		77.177	2	1	1	12	
		80.933	1	3	1	2	
		81.547	3	2	1	10	
		82.113	1	0	1	14	
		83.767	3	1	3	4	
		84.788	1	2	2	6	
		86.483	1	1	2	11	
		93.072	1	2	0	14	
		94.701	3	4	0	4	
		95.011	4	3	1	8	
		96.165	2	1	0		
		97.647	1	2	1	13	
		99.161	2	3	0	12	
		102.242	1	3	2	1	
		102.952	1	2	3	2	
		103.899	1	1	3	10	
		104.124	3	1	2	14	
		105.846	2	3	2	4	
		106.145	4	0	4	8	
		107.333	1	0	2		
		109.561	2	4	1	0	
		110.484	2	2	2	12	
Lattice : Rhombohedral		Mol. weight = 100.09					
S.G. : R-3c (167)		Volume [CD] = 367.78					
a = 4.98900		Dx = 2.711					
		Dm = 2.710					
c = 17.06200		I/lor = 2.00					
Z = 6							
Optical data: A=1.487, B=1.659, Sign=-							
Color: Colorless							
Sample source or locality: Sample from Mallinckrodt Chemical Works.							
Analysis: Spectroscopic analysis: <0.1% Sr; <0.01% Ba; <0.001% Al, B, Cs, Cu, K, Mg, Na, Si, Sn; <0.0001% Ag, Cr, Fe, Li, Mn.							
Temperature of data collection: Pattern taken at 26 C.							
General comments: Other form: aragonite.							
General comments: Pattern reviewed by Parks, J., McCarthy, G., North Dakota State Univ., Fargo, ND, USA, ICDD Grant-in-Aid (1992).							
General comments: Agrees well with experimental and calculated patterns.							
General comments: Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed.							
Additional pattern: See ICSD 16710, 20179, 28827, 18164, 18165 and 18166 (PDF 72-1214 and 72-1937).							
Data collection flag: Ambient.							
Swanson, Fuyat., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume II, page 51 (1953)							
Radiation : CuKα1		Filter : Beta					
Lambda : 1.54050		d-sp : Not given					
SS/FOM : F30= 57(0.0159,33)							

ภาคผนวกที่ 11 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของแคลเซียมคาร์บอเนต

Pattern : 00-005-0453		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted			
CaCO ₃ Calcium Carbonate Aragonite, syn		2th		i	h	k	l
		21.075	2	1	1	0	
		26.221	100	1	1	1	
		27.224	52	0	2	1	
		31.127	4	0	0	2	
		32.778	9	1	2	1	
		33.153	46	0	1	2	
		36.176	33	2	0	0	
		37.297	14	0	3	1	
		37.901	38	1	1	2	
		38.422	31	1	3	0	
		38.645	6	0	2	2	
		41.226	11	2	1	1	
		42.909	23	2	2	0	
		45.863	65	2	2	1	
		48.322	32	0	4	1	
		48.459	25	2	0	2	
		50.256	23	1	3	2	
		51.942	4	1	4	1	
		52.488	25	1	1	3	
		52.946	15	2	3	1	
		53.956	3	2	2	2	
		59.304	4	3	1	1	
		60.242	2	0	5	1	
		61.845	4	2	4	1	
		62.965	3	3	2	1	
		63.396	5	1	5	1	
		66.176	5	3	1	2	
		66.548	3	3	3	0	
		68.710	3	2	4	2	
		69.115	3	1	1	4	
		70.907	2	0	6	0	
		75.304	6	3	3	2	
		76.809	7	4	0	0	
		78.001	5	1	3	4	
		79.472	6	0	6	2	
		80.744	5	1	5	3	
		82.250	6	1	6	2	
		83.228	3	4	2	1	
Lattice : Orthorhombic		Mol. weight = 100.09					
S.G. : Pmcn (62)		Volume [CD] = 226.85					
a = 4.95900		Dx = 2.931					
b = 7.96800		Dm = 2.947					
c = 5.74100							
a/b = 0.62236		Z = 4					
c/b = 0.72051							
Optical data: A=1.530, B=1.6810, Q=1.6854, Sign=, 2V=18° Color: Colorless Sample source or locality: Sample prepared at NBS. Sample preparation: Solutions of potassium carbonate and calcium chloride were heated to boiling and poured quickly together into a third beaker. The resulting mixture was digested until precipitation was complete and then filtered. Analysis: Spectroscopic analysis: <0.1% Al, Ba, Cu, Fe, Mg, Ni, Pb; <0.001% Ag, Mn, Sn. Temperature of data collection: X-ray pattern at 26 C. General comments: Other polymorph: calcite (rhombohedral). General comments: Validated by calculated data 24-25. Deleted and rejected by: Deleted by 41-1475, lower Fn, PB 4/91. Data collection flag: Ambient.							
Swanson, Fuyat., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume 3, page 53 (1954) CAS Number: 14791-73-2							
Radiation : CuK α 1		Filter : Beta					
Lambda : 1.54050		d-sp : Not given					
SS/FOM : F30= 29(0.0181,58)							

Pattern : 00-003-0612			Radiation = 1.540600			Quality : Deleted																													
CaCO₃ Calcium Carbonate Calcite			2θ 23.144 60 26.668 70 29.655 100 35.892 60 39.492 70 43.694 70 47.569 80 48.930 80 51.596 40 54.582 20 58.403 40 57.955 60 61.345 60 63.204 20 65.186 40 66.229 20 68.999 20 70.178 20 72.675 40 76.809 40 77.549 40 81.506 40 84.107 60 85.017 20 95.578 70 99.401 60			i 60 70 100 60 70 70 80 80 40 20 40 60 60 20 40 20 20 40 40 40 40 60 20 70 60			h 1 2 0 0 0 2 2 0 3 3 1 1			k 1 0 1 2 0 0			l 3 2 8 4 6 15																				
Lattice : Rhombohedral		Mol. weight = 100.09																																	
S.G. : R-3c (167)		Volume [CD] = 298.25																																	
a = 4.49830	Z = 2	Dx = 1.114																																	
c = 17.02000																																			
Deleted and rejected by: Deleted by NBS. Unit cell: Rhombohedral cell: a=6.361, α=46.12. Optical data: A=1.4864, B=1.658, Sign=- Data collection flag: Ambient.																																			
Bragg., "Atomic Structure of Minerals" British Museum (Natural History)																																			
Radiation : CuKα1		Filter : Not specified																																	
Lambda : 1.54050		d-sp : Not given																																	
SS/FOM : F10= 1(0.2480,36)																																			

Pattern : 00-001-1032		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted			
CaCO₃ /CaO·CO₂ Calcium Carbonate		2th 15.533 20.688 22.783 24.780 26.998 29.356 32.778 35.744 39.134 42.824 43.917 45.547 47.046 48.652 49.786 52.553 55.660 60.028 62.728 66.229 68.425 71.403 73.330		i 5 10 3 38 75 50 100 25 15 5 63 10 18 18 50 5 25 10 10 5 8 8 15	h	k	l
Lattice : Not assigned S.G. : (0)		Mol. weight = 100.09					
Deleted and rejected by: Delete: see comments of Post October 1955. Data collection flag: Ambient.							
Hanawalt. et al., Anal. Chem., volume 10, page 475 (1938)							
Radiation : MoKa Lambda : 0.70900		Filter : Not specified d-sp : Not given					

ภาคผนวกที่ 14 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของโซเดียมไบคาร์บอเนต

Pattern : 00-021-1119		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted	
NaHCO ₃		2th		I	
Sodium Hydrogen Carbonate		14.953		6	
Nahcolite		18.277		14	
		21.820		6	
		23.772		2	
		25.577		16	
		27.421		6	
		28.967		25	
		30.064		100	
		33.280		14	
		34.467		90	
		36.604		2	
		37.153		2	
		37.604		6	
		39.046		14	
		39.967		2	
		40.663		18	
		42.867		2	
		44.554		18	
		45.692		6	
		46.159		14	
		47.020		6	
		47.835		16	
		48.596		4	
		49.991		2	
		51.347		2	
		52.716		10	
		54.337		6	
		55.368		6	
		56.141		4	
		57.052		14	
		58.357		6	
		59.221		2	
		60.069		2	
		60.810		14	
		62.728		4	
		63.444		4	
		64.578		4	
		65.599		2	
		66.817		2	
		68.311		2	
		69.348		4	
		69.999		2	
		70.541		2	
		72.805		4	
		73.729		2	
		74.541		2	
		76.372		2	
		77.103		2	
		78.230		2	
		79.001		2	
		79.236		2	
		80.191		2	
		81.339		4	
		83.307		2	
		84.018		2	
		85.110		4	
		86.235		2	
		87.592		2	
		89.103		2	
		90.144		2	
		91.215		2	
		92.205		4	
		94.736		2	
		95.335		4	
		96.562		2	
		96.937		4	
		98.869		2	
Lattice : Monoclinic		Mol. weight = 84.01			
S.G. : P21/n (14)		Volume [CD] = 257.76			
a = 7.52500		Dx = 2.165			
b = 9.72000		beta = 93.32			
c = 3.53000					
a/b = 0.77418		Z = 4			
c/b = 0.36317					
Deleted and rejected by: Deleted by 15-700.					
Data collection flag: Ambient.					
Fahey, Mrose., U.S. Geol. Surv. Prof. Paper, volume 405, page 1 (1962)					
Radiation : Cu		Filter : Not specified			
Lambda : 1.54056		d-sp : Not given			
SS/FOM : F30= 3(0.1540,63)					

ภาคผนวกที่ 15 เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันอ้างอิงของโซเดียมไบคาร์บอเนต

Pattern : 00-003-0653		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted			
NaHCO ₃ Sodium Hydrogen Carbonate Also called: nahcolite		2th		i	h	k	l
		15.004		6			
		18.354		6	1	1	0
		21.929		4			
		23.901		2	2	0	0
		25.502		14	0	2	0
		27.250		8	2	1	0
		28.967		25	-1	2	0
		30.378		100	-1	1	1
		33.408		10			
		34.331		50			
		37.604		4	0	2	1
		38.958		20	1	2	1
		40.798		30	0	3	0
		43.694		4	-2	2	1
		44.600		16	3	2	0
		46.035		14	3	0	1
		47.569		12	3	1	1
		48.652		2	4	0	0
		50.079		2	1	3	1
		51.285		4	-3	2	1
		52.553		12	0	0	2
		54.233		8	-1	1	2
		55.296		8	2	3	1
		56.783		6	-2	0	2
		58.357		8	-2	1	2
		60.899		14	2	1	2
		63.204		4	-2	2	2
Lattice : Monoclinic		Mol. weight = 84.01					
S.G. : P2/n (13)		Volume [CD] = 177.32					
a = 7.51000		Dx = 3.147					
b = 6.70000		Dm = 2.220					
c = 3.53000							
a/b = 1.12090							
c/b = 0.52687							
beta = 93.32							
Z = 4							
Deleted and rejected by: Delete: Berry parcel August 1, 1963, (retyped for Set 15).							
Color: Colorless, white							
Optical data: A=1.380, B=1.500, Q=1.586, Sign=, 2V=75°							
Melting point: 113.4t							
Data collection flag: Ambient.							
Dow Chemical Co., Midland, MI, USA., Private Communication							
Radiation : MoKa1		Filter : Not specified					
Lambda : 0.70900		d-sp : Not given					
SS/FOM : F23= 3(0.1380,62)							