



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การผลิตยางธรรมชาติความหนืดคงที่โดย
กระบวนการป้องกันการเกิดเจล

โดย รศ. ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ และคณะ

สิงหาคม 2557

สัญญาเลขที่ RDG5650097

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การผลิตยางธรรมชาติความหนืดคงที่โดย
กระบวนการป้องกันการเกิดเจล

คณะผู้วิจัย

สังกัด

1. รศ. ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
2. นางสาวพัชรา อินทะแสง จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ชุดโครงการวิจัยขนาดเล็กเรื่องยางพารา

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.)

และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้รับทุน วช.-สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทสรุปย่อรายงานสำหรับผู้บริหาร
(Executive Summary)

ชื่อโครงการ	การผลิตยางธรรมชาติความหนืดคงที่โดยกระบวนการป้องกันการเกิดเจล PRODUCTION OF CONSTANT VISCOSITY NATURAL RUBBER BY GEL FORMATION PREVENTION PROCESS		
ชื่อหัวหน้าโครงการ	หน่วยงานสังกัด และที่อยู่		
ชื่อสกุล	รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ		
หน่วยงาน	ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย		
ที่อยู่	ถนนพญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330		
โทรศัพท์/โทรสาร	02-218-7518 มือถือ 086-090-2074	E-mail	Sirilux.P@Chula.ac.th
นักศึกษา/ผู้ร่วมวิจัย	นางสาว พัทธรา อินทแสง		
งบประมาณทั้งโครงการ	350,000 บาท		
ระยะเวลาดำเนินการ	12 เดือน	ตั้งแต่วันที่ 1 กันยายน 2556	ถึงวันที่ 31 สิงหาคม 2557

ปัญหาที่ทําวิจัยและความสำคัญ

ยางธรรมชาติเกิดความแข็งขณะเก็บ (Storage hardening) เป็นปัญหาสำคัญที่ยังไม่สามารถหาสาเหตุและกลไกการเกิดที่ชัดเจน มีเพียงข้อสันนิษฐานว่า เกิดจากส่วนที่ไม่ใช่ยาง (Non-rubber part) เช่น โปรตีนและพอสโฟไลปิดทำปฏิกิริยารสร้างพันธะไฮโดรเจนเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลยางเกิดเป็นโครงสร้างแบบโซ่กิ่ง (Branching structure) และโครงสร้างแบบร่างแห (Network structure) ซึ่งโครงสร้างดังกล่าวส่งผลให้ยางมีส่วนที่เป็นเจลมากขึ้น สมบัติทางกายภาพของยางโดยเฉพาะความหนืดมูนนี่ (Mooney viscosity) มีค่าสูงขึ้น ทำให้ยากต่อการควบคุมการผลิต การควบคุมปริมาณเจลในยางธรรมชาติสามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีกำจัดโปรตีน (Deproteinization) โดยใช้เอนไซม์ในกลุ่ม Proteolytic ต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาอย่างต่ำสิบชั่วโมง แต่ไม่สามารถกำจัดส่วนที่เป็นพอสโฟไลปิดได้ นอกจากนี้วิธีไฮโดรจีเนชัน (Hydrogenation) เป็นวิธีกำจัดพันธะคู่ในโมเลกุลยางออกเพื่อลดความว่องไวในการเชื่อมสภาพในยาง แต่ต้องใช้แก๊สไฮโดรเจนและตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมด้วย ส่งผลให้เกิดความยุ่งยากและต้นทุนสูง ทำให้ปัจจุบันการผลิตยางแท่งความหนืดคงที่ (CV; Constant viscosity) นิยมเติมสารควบคุมความหนืดชนิด Monofunctionaldehydic condensing reagents ลงไปป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่แอลดีไฮด์กับหมู่อะมิโนในโมเลกุลของยาง สารที่นิยมใช้คือสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต แต่สารดังกล่าวมีความเป็นพิษสูง ก่อให้เกิดการระคายเคืองอย่างรุนแรงและเกิดผลใหม่ต่อระบบทางเดินหายใจ รวมทั้งผิวหนังที่สัมผัสกับสารนี้จะถูกทำลายอย่างถาวร จึงเป็นอันตรายต่อผู้ปฏิบัติงานอย่างมาก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาการผลิตยางความหนืดคงที่โดยอาศัยวิธีการลดปริมาณเจลในยางผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสหมู่โปรตีนและหมู่พอสโฟไลปิดให้แตกเป็นโมเลกุลเล็กด้วยเบสที่เรียกว่า กระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน (Saponification) กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (Decarbonylation) ซึ่งเป็นวิธีที่ต้นทุนต่ำรวมทั้งง่ายต่อการปฏิบัติงาน และกระบวนการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางโดยการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant washing) ซึ่งนอกจากจะมีประสิทธิภาพในการกำจัดหมู่โปรตีนยังสามารถกำจัดหมู่ไขมันได้อีกด้วย สุดท้ายทำการศึกษาสมบัติของยางจากทั้ง 2 วิธีเทียบกับยางที่ได้จากวิธีเดิมที่ใช้สารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตเป็นสารควบคุมความหนืด

วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษากระบวนการผลิตยางความหนืดคงที่โดยปราศจากสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต

ผลการดำเนินงาน

ในงานวิจัยนี้ผลิตยางแท่ง 5 ชนิด ได้แก่ ยางแท่งจากน้ำยางสดที่ไม่ผ่านการทำปฏิกิริยา (DR) ยางแท่งเติมสารควบคุมความหนืด (DR-H) ยางแท่งจากกระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน (DR-S) ยางแท่งจากกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (DR-D) และยางแท่งจากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (DR-W) โดยสมบัติของยางแท่งทั้ง 5 ชนิด แสดงผลการทดลองดังนี้

1. ยางแท่ง DR เป็นยางแท่งไม่ผ่านกระบวนการเกิดปฏิกิริยา มีสมบัติความแข็งที่ภาวะแรง (A.S.H.T.) ความหนืดมูนนี่ (MV) ความอ่อนตัวเริ่มแรก (P_0) น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย (M_w) และปริมาณเจล (Gel content) สูงกว่ายางแท่งที่ผ่านการทำปฏิกิริยาทั้ง 4 ปฏิกิริยา เนื่องจากมีปริมาณส่วนที่ไม่ใช่ยาง ได้แก่ โปรตีน ไขมัน และสารประกอบคาร์บอนิลอื่นๆ ซึ่งเป็นสาเหตุของการเกิดความแข็งในยางธรรมชาติ (Storage hardening) อันเนื่องมาจากปฏิกิริยาเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลเกิดเป็นโครงสร้างแบบโซ่กิ่งและแบบร่างแหเพิ่มขึ้น
2. เทคนิคการผลิตยางแท่ง DR-S มีสมบัติ MV, P_0 และ A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์กำหนด แต่มีค่า PRI อยู่ในช่วงที่ต่ำกว่าเกณฑ์ อีกทั้งการใช้อุณหภูมิสูงถึง 70 องศาเซลเซียสไม่เหมาะสำหรับการนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรม การลดอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาลงจำเป็นต้องเพิ่มระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันขึ้น ส่งผลให้น้ำยางสดจับตัวเป็นก้อน ดังนั้นกระบวนการสะปอนนิฟิเคชันในงานวิจัยนี้จึงไม่เหมาะสมต่อการนำไปใช้ได้จริงในภาคอุตสาหกรรม
3. ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมยางแท่งความหนืดคงที่ทั้ง 3 ชนิด ให้ผ่านเกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน ISO2000:2014 (E) Rubber, raw natural – Guidelines for the specification of technically specified rubber (TSR) ได้แก่
 - ยางแท่ง DR-H เติมสารควบคุมความหนืด Hydroxylamine neutral sulfate (HNS) ปริมาณ 0.15 phr ในน้ำยางสดก่อนการจับตัว
 - ยางแท่ง DR-D9 เตรียมโดยแช่ยางจับตัวในสารละลายละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1.0 % (w/w) เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นแช่ในสารละลายโพแทสเซียมซัลเฟต เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
 - ยางแท่ง DR-W7 เตรียมโดยเติมสารลดแรงตึงผิว SDS ความเข้มข้น 2 % (w/w) นำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 10,000 รอบต่อนาที เพื่อแยกเนื้อยางออกจากเซรัม โดยยางแท่งชนิดนี้มีค่า MV สูงกว่าเกณฑ์กำหนดประมาณ 2-5 หน่วย ซึ่งสามารถปรับให้ลดลงได้โดยกระบวนการบดยาง
4. การศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของยางธรรมชาติที่วิเคราะห์โดยเทคนิค FT-IR พบว่าพีคของหมู่คาร์บอนิลในยางที่ผ่านการทำปฏิกิริยามีความเข้มลดลงเมื่อเทียบกับยางแท่งที่ไม่ทำปฏิกิริยา แสดงให้เห็นว่ากระบวนการเติมสารควบคุมความหนืด การกำจัดหมู่คาร์บอนิล และการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวมีประสิทธิภาพในการกำจัดหมู่คาร์บอนิล ในขณะที่โครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติที่วิเคราะห์โดยเทคนิค NMR แสดงโครงสร้างของ cis-1,4 polyisoprene แต่ไม่พบโครงสร้างส่วนที่เป็นโปรตีนและไขมัน

5. ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของส่วนที่ไม่ใช่ยางสาเหตุของการเกิดความแข็งแรงในยาง ทั้งนี้มีผลเนื่องมาจากปริมาณที่น้อยเพียงประมาณร้อยละ 5
6. เมื่อเก็บยางแห้งไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์ พบว่ายางแห้ง DR-H, DR-D9 และ DR-W7 มี MV, M_w และปริมาณเจลเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับยางแห้งที่ไม่ผ่านกระบวนการทำปฏิกิริยา แสดงถึงประสิทธิภาพในการควบคุมความหนืดในยางธรรมชาติของกระบวนการเติมสารควบคุมความหนืด การกำจัดหมู่คาร์บอนิล และการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว

สรุปผลการวิจัย

จากกระบวนการผลิตยางแห้งทั้ง 5 กระบวนการ ได้แก่ ยางแห้งไม่ผ่านการทำปฏิกิริยา (DR) ยางแห้งจากกระบวนการเติมสารควบคุมความหนืด (DR-H) ยางแห้งจากกระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน (DR-S) ยางแห้งจากกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (DR-D) และยางแห้งจากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (DR-W) พบว่ายางแห้ง DR แสดงค่า A.S.H.T. และ MV เกินเกณฑ์กำหนดของยางความหนืดคงที่ตามมาตรฐาน SMR และ ISO 2000:2014 (E) เนื่องจากยางชนิดนี้มีส่วนที่ไม่ใช่ยางอยู่เป็นจำนวนมาก ก่อให้เกิดเจลซึ่งเป็นสาเหตุของความแข็งแรงในยางธรรมชาติ นอกจากนี้กระบวนการสะปอนนิฟิเคชันไม่เหมาะสำหรับการนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรมเนื่องจากยางแห้งที่ได้มีค่า PRI ต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐาน และอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาสูง ดังนั้นกระบวนการผลิตยางแห้งที่เหมาะสม ได้แก่ DR-H, DR-D และ DR-W โดยยางแห้งจากทั้ง 3 กระบวนการมีปริมาณโปรตีน หมู่คาร์บอนิล ความหนืดมูนิและปริมาณเจลลดลง อีกทั้งมีสมบัติ A.S.H.T., P_o , PRI, Nitrogen content Dirt content, Ash content และ VM content ผ่านเกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน SMR และ ISO 2000:2014 (E) จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นว่าจะเห็นได้ว่าการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางออกนั้นสามารถลดความแข็งแรงในยางธรรมชาติได้ แต่อย่างไรก็ตามพบว่าส่วนที่ไม่ใช่ยางสามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันในยางธรรมชาติได้ ส่งผลให้ค่า PRI ในยางที่ผ่านกระบวนการทำปฏิกิริยาลดลงเมื่อ แต่สมบัติความหนืด ปริมาณเจล และความแข็งแรงในยางมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับยางแห้งที่ไม่ผ่านกระบวนการทำปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามแม้ว่ายางแห้งจากกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลและกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวนั้นมีค่าความหนืดมูนิเพิ่มขึ้นเพียง 6 หน่วยเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์ แต่ยังมีค่าสูงกว่าเกณฑ์กำหนด สามารถแก้ไขได้โดยการนำยางที่ผ่านกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลและกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวไปผ่านเครื่องตัดย่อยยาง เช่น เครื่อง Crepe, Slap-cutter หรือ Pre-breaker แล้วนำไปอบให้ได้อย่างแห้ง ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ลดความหนืดของยางในอุตสาหกรรมการผลิตยางแห้ง จากผลในงานวิจัยนี้ชี้ให้เห็นว่าทั้งยางแห้ง DR-D และ DR-W มีสมบัติใกล้เคียงกับยางแห้ง DR-H แต่กระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวนั้นแม้จะสามารถกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางสาเหตุของการเกิดความแข็งแรงในยางได้ดี แต่เป็นกระบวนการที่ทำได้ยากในภาคอุตสาหกรรม ดังนั้นกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลที่ใช้สารเคมีซึ่งหาซื้อง่าย ราคาถูก อีกทั้งมีพิษต่ำจึงเป็นกระบวนการที่มีประสิทธิภาพในการควบคุมความหนืดในยางธรรมชาติเทียบเท่ากับกระบวนการเติมสารควบคุมความหนืดชนิดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต

ข้อเสนอแนะที่คาดว่าจะวิจัยเพิ่มเติม และวิธีการที่ควรพัฒนาต่อยอดสู่ภาคปฏิบัติจริง

1. ยางแห้ง DR-D9 จากกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล เป็นยางแห้งที่มีสมบัติผ่านเกณฑ์กำหนดของยางความหนืดคงที่ตามมาตรฐาน ISO2000:2014 (E) Rubber, raw natural - Guidelines for the specification of technically specified rubber (TSR) ทำได้โดยแช่ยางในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายโพแทสเซียมซัลเฟต ซึ่งสารเคมีดังกล่าวจะถูกเตรียมใหม่ทุกครั้ง และถูกนำไปกำจัดเมื่อผ่านการแช่ยางเพียงครั้งเดียว แต่อย่างไรก็ตามถ้าจะนำวิธีการดังกล่าวไปใช้จริงใน
2. ภาคอุตสาหกรรม ควรมีการศึกษานำสารเคมีดังกล่าวมาใช้ซ้ำ เพื่อทดสอบสมบัติของยางแห้งว่ามีความสม่ำเสมอหรือไม่
3. การผลิตยางแห้ง DR-W7 จากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว จำเป็นต้องใช้เครื่องปั่นเหวี่ยงซึ่งมีราคาสูง แต่ยางแห้งที่ผลิตได้สามารถจำหน่ายเป็นยางเกรดพิเศษ เช่น ยางโปรตีนต่ำสำหรับผลิตภัณฑ์ทางการแพทย์ หรือผลิตภัณฑ์เฉพาะทางที่มีราคาสูง

ผลงานทางวิชาการที่คาดว่าจะเกิดขึ้น

1. การจดสิทธิบัตร: ยื่นคำขอจดสิทธิบัตรกับสถาบันทรัพย์สินทางปัญญาแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อวันศุกร์ที่ 12 มิถุนายน 2558
2. การประชุมวิชาการระดับชาติหรือนานาชาติ นำเสนอผลงานในงานประชุม: The 6th Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 21st PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals and Polymers วันอังคารที่ 21 เมษายน 2558 ณ อาคารเฉลิมราชกุมารี 60 พรรษา จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สัญญาเลขที่ RDG5650097

โครงการ “การผลิตยางธรรมชาติความหนืดคงที่โดยกระบวนการป้องกันการเกิดเจล”

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มุ่งศึกษาการผลิตยางความหนืดคงที่ด้วยวิธีปราศจากสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต (Hydroxyl amine neutral sulfate; HNS) ผ่านกระบวนการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยาง 3 กระบวนการ ได้แก่ กระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน (DR-S) กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (DR-D) และกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (DR-W) พบว่ายางแห้งที่ได้จากกระบวนการ DR-D และ DR-W มีปริมาณโปรตีน หมู่คาร์บอนิล ปริมาณเจล และความแข็งที่ภาวะเร่ง (Accelerated storage hardening test; A.S.H.T.) ลดลงเมื่อเทียบกับยางแห้งที่ไม่ผ่านการทำปฏิกิริยา (DR) รวมทั้งมีสมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรก (Initial plasticity; P_0) ดัชนีความอ่อนตัว (Plasticity retention index; PRI) ความหนืดมูนนี่ (Mooney viscosity; MV) ปริมาณไนโตรเจน (Nitrogen content) ปริมาณสิ่งสกปรก (Dirt content) ปริมาณเถ้า (Ash content) และ ปริมาณสิ่งระเหย (Volatile matter content; VM) ผ่านเกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000: 2014 (E) เมื่อเก็บยางแห้งไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์ ยางแห้ง DR-D และ DR-W มีการเปลี่ยนแปลงสมบัติความหนืดเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับยางแห้ง DR โดยมีค่าการเปลี่ยนแปลงสมบัติสมบัติทางเคมีและทางกายภาพใกล้เคียงกับยางแห้งที่ผลิตจากการเติมสารควบคุมความหนืด HNS แสดงให้เห็นกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลและกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว มีประสิทธิภาพในการควบคุมความหนืดในยางธรรมชาติเทียบเท่าวิธีเติมสาร HNS

สัญญาเลขที่ RDG5650097

Production of Constant Viscosity Natural Rubber By Gel Formation
Prevention Process

ABSTRACT

In this study, the production of constant viscosity rubber (CV rubber) without using hydroxyl amine sulfate (HNS) via the removal of non-rubber component was studied. Three methods are including saponification method (DR-S), decarbonylation method (DR-D) and surfactant washing method (DR-W). Dry rubber obtained from DR-D and DR-W showed that protein content, carbonyl content, gel content, and accelerated storage hardening test (A.S.H.T.) values were decreased compared to those of non-treated rubber (DR). Initial plasticity (P_o), plasticity retention index (PRI), mooney viscosity (MV), nitrogen content, dirt content, ash content and volatile matter content (VM) of dry rubber from DR-D and DR-W methods were passed the CV rubber specifications based on ISO 2000: 2014 (E). The changes of viscosity in DR-D and DR-W were slightly increased after storage for 16 weeks and similar to the dry rubber obtained from adding HNS method. Accordingly, the decarbonylation and surfactant washing methods were effectively to produce CV rubber as well as adding HNS method.

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
บทสรุปย่อรายงานสำหรับผู้บริหาร	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	จ
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ฉ
สารบัญตาราง	ณ
สารบัญรูป	ญ
1. บทนำ	
1.1 ความสำคัญและความเป็นมาของการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
2. ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ทฤษฎี	2
2.1.1 ยางธรรมชาติ	2
2.1.2 การผลิตยางแท่ง	3
2.1.3 ยางความหนืดคงที่	4
2.1.4 ปรากฏการณ์ความแข็งแรงขณะเก็บ	4
2.1.5 การกำจัดโปรตีนและฟอสโฟไลปิด	6
2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	8
3. การดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมี	11
3.2 อุปกรณ์และสารเคมี	11
3.3 วิธีดำเนินงานวิจัย	12
3.3.1 การศึกษาข้อมูลเบื้องต้นของน้ำยางสดที่นำมาใช้ในการวิจัย	12
3.3.2 การเตรียมตัวอย่างยางแท่งความหนืดคงที่	13
3.3.3 การทดสอบสมบัติความหนืดของตัวอย่างยางแท่ง	15
3.3.4 การทดสอบสมบัติตามมาตรฐานยางแท่ง	16
3.3.5 การทดสอบปริมาณเจล	17

3.3.6	การทดสอบการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยเทคนิคเจลเพอร์มีเอชันโครมาโตกราฟี	18
3.3.7	การศึกษาหมู่ฟังก์ชันของตัวอย่างโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	18
3.3.8	การศึกษาโครงสร้างทางเคมีโดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี	18
3.3.9	ศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของยางแห้งตามระยะเวลาการเก็บเป็นเวลา 12 สัปดาห์	18
4.	ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	
4.1	การศึกษาข้อมูลเบื้องต้นของน้ำยางสด	20
4.2	สมบัติยางแห้งที่ผ่านกระบวนการเตรียมยางแห้งทั้ง 5 กระบวนการ	
4.2.1	ยางแห้งไม่ผ่านการทำปฏิกิริยา	20
4.2.2	ยางแห้งเติมสารควบคุมความหนืด	21
4.2.3	ยางแห้งจากกระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน	21
4.2.4	ยางแห้งจากกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล	23
4.2.5	ยางแห้งจากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว	24
4.3	การศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีโดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	30
4.4	การศึกษาโครงสร้างทางเคมีโดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี	31
4.5	การหาปริมาณไนโตรเจน	32
4.6	การหาปริมาณเจล	32
4.7	การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลและดัชนีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล	32
4.8	ผลการทดสอบยางแห้งความหนืดคงที่ตามข้อกำหนดมาตรฐาน ISO 2000: 2013 (E)	33
4.9	การศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของยางแห้งตามระยะเวลาการเก็บเป็นเวลา 12 สัปดาห์	33
5.	สรุปผลการทดลอง	35
	เอกสารอ้างอิง	36
	ภาคผนวก	38

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ส่วนประกอบของน้ำยาง	2
2.2 ปัจจัยที่ส่งผลต่อความหนืดของยาง	5
2.1 การทดสอบสมบัติของตัวอย่างยางเมื่อเก็บไว้เป็นเวลา 12 สัปดาห์	19
4.1 สมบัติทางกายภาพและเคมีของน้ำยางสด	20
4.2 ภาวะการเตรียมยางแห้งและสมบัติของตัวอย่างยางแห้งที่เตรียมได้	25
4.3 สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวอย่างยางแห้ง	29
4.4 ปริมาณสิ่งสกปรก ปริมาณเถ้า และปริมาณสิ่งระเหยในตัวอย่างยางแห้ง	33

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 ส่วนประกอบของอนุภาคนาโน	2
2.2 โครงสร้างโมเลกุลยางธรรมชาติ	5
2.3 กลไกการเกิดความแข็งแรงในยางธรรมชาติ	6
2.4 กลไกการแทนที่โปรตีนโดยซิลิกา	7
3.1 การตัดตัวอย่างทดสอบ	16
4.1 ปฏิกริยาระหว่างสารควบคุมความหนืดกับยางธรรมชาติ	21
4.2 กระบวนการสะปอนนิฟิเคชันในยางธรรมชาติ	22
4.3 ลักษณะของน้ำยางสดที่ผ่านการทำปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ณ เวลา (a) 4-5 ชั่วโมง (b) 12 ชั่วโมง	22
4.4 กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล	23
4.5 น้ำยางสดที่ผ่านการปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 19,000 รอบต่อนาที เป็นจำนวน (a) 1 (b) 2 (c) 3 (d) 4 และ (e) 5 ชั่วโมง	24
4.6 กระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว	24
4.7 FT-IR สเปกตรัมของยางแห้ง 4 ตัวอย่าง ที่ระยะเวลาเก็บยางแห้ง (a) 0 สัปดาห์ (b) 12 สัปดาห์	30
4.8 โครงสร้างทั่วไปของ (a) โปรตีน และ (b) ไขมัน	31
4.9 ^1H NMR สเปกตรัมของยางแห้ง 4 ตัวอย่าง ที่ระยะเวลาเก็บยางแห้ง (a) 0 สัปดาห์ (b) 12 สัปดาห์	31
4.10 ความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาเก็บยางแห้งกับ (a) ความอ่อนตัวเริ่มแรก (b) ความแข็งแรง ที่ภาวะแรง (c) ความหนืดมูนิ (d) น้ำหนักโมเลกุล (e) ปริมาณเจล และ (f) ดัชนีความอ่อนตัว	34

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและความเป็นมาของการวิจัย

ยางธรรมชาติเกิดความแข็งขณะเก็บ (Storage hardening) เป็นปัญหาสำคัญที่ยังไม่สามารถหาสาเหตุและกลไกการเกิดที่ชัดเจน มีเพียงข้อสันนิษฐานว่า เกิดจากส่วนที่ไม่ใช่ยาง (Non-rubber part) เช่น โปรตีนและฟอสโฟไลปิดทำปฏิกิริยาส่งพันธะไฮโดรเจนเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลยางเกิดเป็นโครงสร้างแบบโซ่กิ่ง (Branching structure) และโครงสร้างแบบร่างแห (Network structure) ซึ่งโครงสร้างดังกล่าวส่งผลให้ยางมีส่วนที่เป็นเจลมากขึ้น สมบัติทางกายภาพของยางโดยเฉพาะความหนืดมูนี (Mooney viscosity) มีค่าสูงขึ้น ทำให้ยากต่อการควบคุมการผลิต และต้องใช้พลังงานสูงขึ้นในกระบวนการผลิต อนึ่ง การควบคุมปริมาณเจลในยางธรรมชาติสามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีกำจัดโปรตีน (Deproteinization) เป็นกระบวนการกำจัดโปรตีนโดยใช้เอนไซม์ในกลุ่ม Proteolytic ร่วมกับสารป้องกันการจับตัวยาง ซึ่งกระบวนการนี้ต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาอย่างต่ำสิบชั่วโมง แต่ไม่สามารถกำจัดส่วนที่เป็นฟอสโฟไลปิดได้ นอกจากนี้วิธีไฮโดรจีเนชัน (Hydrogenation) เป็นวิธีกำจัดพันธะคู่ในโมเลกุลยางออกเพื่อลดความว่องไวในการเสื่อมสภาพในยาง แต่เนื่องจากกระบวนการนี้เกิดได้ดีในภาวะแก๊สไนโตรเจนและตัวใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมด้วย ส่งผลให้เกิดความยุ่งยากและต้นทุนสูง ทำให้ปัจจุบันการผลิตยางแบ่งความหนืดคงที่ (CV; Constant viscosity) นิยมเติมสารควบคุมความหนืดชนิด Monofunctionaldehydic condensing reagents ลงไปป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่อัลดีไฮด์กับหมู่เอมีโนในโมเลกุลของยาง ทั้งนี้สารควบคุมความหนืดที่นิยมใช้คือสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทริลซัลเฟต แต่สารดังกล่าวมีความเป็นพิษสูง ก่อให้เกิดการระคายเคืองอย่างรุนแรงและเกิดผลไหม้ต่อระบบทางเดินหายใจ รวมทั้งผิวหนังที่สัมผัสกับสารนี้จะถูกทำลายอย่างถาวร จึงเป็นอันตรายต่อผู้ปฏิบัติงานอย่างมาก ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาการผลิตยางความหนืดคงที่โดยอาศัยวิธีการลดปริมาณเจลในยางผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสหมู่โปรตีนและหมู่ฟอสโฟไลปิดให้แตกเป็นโมเลกุลเล็กด้วยเบสที่เรียกว่า กระบวนการสะaponนิฟิเคชัน (Saponification) กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (Decarbonylation) ซึ่งเป็นวิธีที่ต้นทุนต่ำ รวมทั้งง่ายต่อการปฏิบัติงาน และกระบวนการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางโดยการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant washing) ซึ่งนอกจากจะมีประสิทธิภาพในการกำจัดหมู่โปรตีนยังสามารถกำจัดไขมันได้อีกด้วย สุดท้ายทำการศึกษาสมบัติของยางจากทั้ง 2 วิธีเทียบกับยางที่ได้จากวิธีเดิมที่ใช้สารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทริลซัลเฟตเป็นสารควบคุมความหนืด

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษากระบวนการผลิตยางความหนืดคงที่โดยปราศจากสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทริลซัลเฟต

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎี

2.1.1 ยางธรรมชาติ (Rubber Board India, 2003)

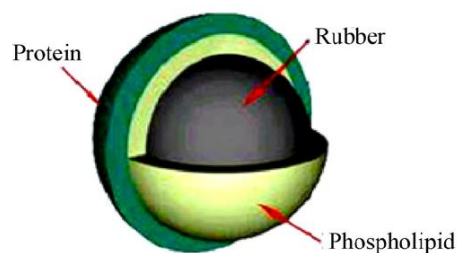
น้ำยางธรรมชาติได้จากพืชตระกูล *Hevea brasiliensis* มีลักษณะเป็นของเหลวสีขาวหรือสีครีม อยู่ในสภาพสารแขวนลอยชนิดไฮโดรโซล (Hydrosol) หรือสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย มีความหนาแน่นระหว่าง 0.975 ถึง 0.980 กรัมต่อมิลลิกรัม มีความเป็นกรด-ด่างตั้งแต่ 6.5 – 7.0 โดยส่วนประกอบของน้ำยางแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ส่วนประกอบของน้ำยาง

ส่วนประกอบ	ร้อยละโดยน้ำหนัก
เนื้อยาง (ซิส 1,4 - พอลิไอโซพรีน)	30 - 40
โปรตีน	2.0 - 2.5
เรซิน	1.0 - 2.0
เถ้า	0.7 - 0.9
น้ำตาล	1.0 - 1.5
น้ำ	55 - 65

2.1.1.1 ส่วนที่เป็นเนื้อยาง (Rubber phase)

ส่วนของเนื้อยางส่วนใหญ่ประกอบด้วยไฮโดรคาร์บอน ไขมัน โปรตีน และอออนของโลหะบางชนิด เช่น แมกนีเซียม โพแทสเซียม และทองแดง โดยอนุภาคยางที่เป็นสารไฮโดรคาร์บอนมีชื่อเรียกทางเคมีว่าพอลิไอโซพรีน (Polyisoprene; $(C_5H_8)_n$) มีโครงสร้างเป็น ซิส-1,4-พอลิไอโซพรีน เป็นสารที่ไม่ละลายน้ำมีความหนาแน่นประมาณ 0.92 กรัมต่อมิลลิกรัม และมีลักษณะเป็นโมเลกุลใหญ่ รูปร่างของอนุภาคส่วนใหญ่เป็นรูปกลมและรูปแปดเหลี่ยมเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 0.02 – 3.00 ไมโครเมตร ภายนอกอนุภาคห่อหุ้มด้วยไขมันพอสฟอไลปิด (Phospholipid) และโปรตีน โดยพอสฟอไลปิดเป็นตัวที่ยึดระหว่างไฮโดรคาร์บอนและสารโปรตีน ตามที่แสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 ส่วนประกอบของอนุภาคยาง

ไขมัน (Lipid) ที่ประกอบอยู่ในส่วนของอนุภาคยางเป็นสารพวกสเตอรอล (Sterol) และเอสเทอร์ของสเตอรอล (Sterol ester) ประมาณ 0.40 ร้อยละโดยน้ำหนัก ไขมัน (Fat) และขี้ผึ้ง (Wax) เช่น ไอโคซิล แอลกอฮอล์ (Eicosyl alcohol) ประมาณ 0.60 ร้อยละโดยน้ำหนัก และฟอสโฟไลปิด เช่น เลซิธิน (Lecithin) ประมาณ 2.00 ร้อยละโดยน้ำหนัก สำหรับฟอสโฟไลปิดนั้นถูกดูดซับอยู่รอบอนุภาคยาง ส่วนไขมันพวกอื่นอยู่ในส่วนของไฮโดรคาร์บอน

โปรตีนเป็นสารพวกกรดอะมิโน มีส่วนของหมู่อะมิโน (Amino group; $-NH_2$) กับหมู่คาร์บอกซิลิก (Carboxylic group; $-COOH$) ซึ่งหมู่ทั้งสองมีส่วนทำให้โปรตีนมีสมบัติเป็นแอมโฟเทอริก (Amphoteric) คือมีประจุได้ทั้งบวกและลบ โดยขึ้นอยู่กับสภาพของตัวกลาง กล่าวคือ ในสภาพที่ตัวกลางเป็นกรด โปรตีนจะแสดงประจุเป็นบวก ในสภาพที่ตัวกลางเป็นด่างโปรตีนจะแสดงสภาพเป็นลบ และในสภาพที่ตัวกลางเป็นกลาง ปริมาณประจุบวกและประจุลบของโปรตีนเท่ากันซึ่งเรียกว่าจุดไอโซอิเล็กตริก (Isoelectric point)

2.1.1.2 ส่วนที่เป็นน้ำ (Aqueous phase)

ส่วนที่เป็นน้ำเรียกว่าซีรัม (Serum) มีความหนาแน่นประมาณ 1.02 กรัมต่อมิลลิลิตร ประกอบด้วยสารเคมีต่างๆดังนี้

- คาร์โบไฮเดรต ส่วนใหญ่เป็นพวกแอล-เมทิลอินซิทอล ((l)-Methylinositol)
- โปรตีนและกรดอะมิโน โปรตีนที่สำคัญได้แก่ อัลฟา-โกลบูลิน (α -Globulin) และฮีวิน (Hevein) อัลฟา-โกลบูลิน
- ส่วนอื่นๆ ได้แก่สารพวกที่มีส่วนประกอบของไนโตรเจนอิสระ เช่น โคลีน (Choline) และเอทิลเอมีน (Ethylamine)
- ส่วนลูทอยด์ (Lutoid) และสารอื่นๆ

2.1.2 การผลิตยางแห้ง (Dry rubber production) (สถาบันวิจัยยาง, 2553)

การผลิตยางแผ่นดิบ (Unsmoked sheet; USS) เริ่มจากการรวบรวมน้ำยาง กรองเพื่อแยกสิ่งสกปรก เจือจางน้ำยางด้วยน้ำสะอาด เติมกรดฟอร์มิก กวนให้เข้ากัน กวาดฟอง รอให้น้ำยางจับตัวสมบูรณ์ ระวังไม่ให้สิ่งสกปรกหรือสิ่งปลอมปนลงไปในน้ำยาง หลอด้วยน้ำสะอาด นวดก้อนยาง ผ่านเครื่องรีด ล้างด้วยน้ำสะอาด ผึ่งในที่ร่มและมีอากาศถ่ายเทดี จากนั้นนำไปอบด้วยลมร้อนเป็นเวลา 3-5 ชั่วโมง สำหรับการผลิตเป็นยางแผ่นผึ่งแห้ง (Air dried sheet; ADS) หรือนำไปไว้ในโรงรมควันเป็นเวลา 4-10 วัน สำหรับการผลิตเป็นยางแผ่นรมควัน (Ribbed smoked sheet; RSS)

การผลิตยางแห้ง เป็นวิธีการผลิตที่มีการระบุคุณภาพมาตรฐาน (Technically specified process) วัตถุดิบที่ใช้ผลิตยางแห้งใช้ได้ทั้งน้ำยางสดที่ต้องทำให้จับตัวก่อนและยางแห้งที่จับตัวแล้ว ขั้นตอนที่สำคัญในการผลิตคือ ตัดย่อยยางดิบเป็นชิ้นเล็กๆ ล้าง อบให้แห้ง และอัดเป็นแท่ง

2.1.3 ยางความหนืดคงที่ (Constant viscosity; CV)

ยางความหนืดคงที่ตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) หมายถึง ยางธรรมชาติที่ควบคุมความหนืดโดยมีค่าความหนืดมูนนี่ ML(1+4) ที่อุณหภูมิ 100°C เท่ากับ 60 ± 5 สำหรับยางแท่งเกรด CV และค่าความหนืดมูนนี่เท่ากับ $60 +7,-5$ สำหรับยางแท่งเกรด 10CV และ 20CV (ISO 2000:2014 (E), 2014) การผลิตยางความหนืดคงที่ทำได้โดยการเติมสารควบคุมความหนืด (Viscosity-stabilizing agents) ไปทำปฏิกิริยากับหมู่อัลดีไฮด์ในโมเลกุลของยางโดยตรง ซึ่งเกิดจากสายโซ่ยางทำปฏิกิริยาออกซิเดชันจนเกิดหมู่คีโตนและหมู่อัลดีไฮด์ขึ้น สารควบคุมความหนืดที่ใช้มี 3 ชนิด ได้แก่ สารไฮดรอกซิลามีน (Hydroxylamine; NH_2OH) สารเซมิคาร์บาไซด์ (Seicarbazine; $\text{NH}_2\text{NHCONH}_2$) และไฮดราซีน ($\text{NH}_2\text{-NH}_2$) ซึ่งนิยมใช้ในรูปแบบเกลือไฮโดรคลอริกหรือนิวทรัลซัลเฟตที่มีความคงตัว วิธีการผลิตมีขั้นตอนเช่นเดียวกับการผลิตยางแท่งจากน้ำยาง แต่จะเติมสารควบคุมความหนืดลงไปในน้ำยางก่อนทำการจับตัวเป็นก้อนยาง

ข้อดีของยางความหนืดคงที่ คือสามารถช่วยลดขั้นตอนการบดผสมยางกับสารเคมีให้เป็นเนื้อเดียวกันเร็วขึ้นเพราะลดขั้นตอนการบดยางให้นิ่มช่วยประหยัดต้นทุนและพลังงาน จากการศึกษาของ Ehabe และคณะ (Ehabe et al., 2009) พบว่า ยางแท่งเกรด TSR 10 ใช้เวลาในการบดนานถึง 13 นาที อีกทั้งค่าความหนืดมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว แต่ในกรณีของยางความหนืดคงที่เกรด TSR 3CV พบว่าค่าความหนืดมูนนี่มีค่าเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยในช่วงการบดที่ 1- 13 นาที

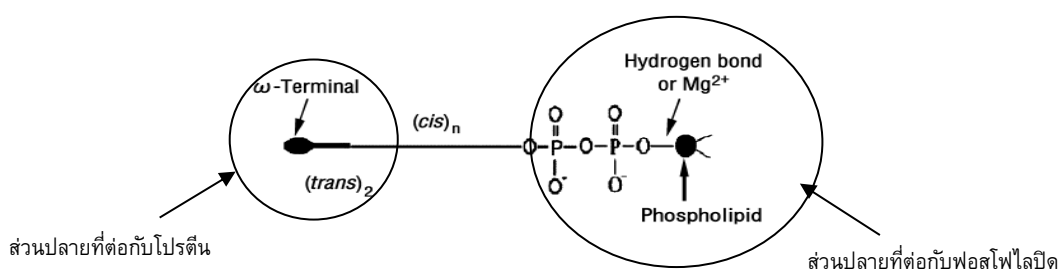
2.1.4 ปรากฏการณ์ความแข็งขณะเก็บ (Storage hardening phenomena) (พรรษา, 2538)

ปรากฏการณ์ความแข็งขณะเก็บในยางธรรมชาติ จะส่งผลให้ค่าความหนืดมูนนี่ (Mooney viscosity; M_v) และค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกเพิ่ม (Initial plasticity; P_o) ขึ้นตามระยะเวลาการเก็บ ซึ่งยังไม่พบสาเหตุที่ชัดเจนในการอธิบายถึงกลไกการเกิดปรากฏการณ์นี้ มีเพียงข้อสันนิษฐานว่าการเปลี่ยนแปลงค่าความหนืดของยางเกิดจากหลายปัจจัย โดยพบว่าเมื่อน้ำยางถูกกรีดออกจากต้นยางพารา จะมีอัตราการเปลี่ยนแปลงความหนืดของน้ำยางเพิ่มขึ้นในช่วง 20-30 วันแรกเมื่อน้ำยางถูกเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ภายหลังจากเก็บไว้นานประมาณ 100 วัน ความหนืดของน้ำยางมีการเปลี่ยนแปลงจากเดิมอีกเพียงเล็กน้อย และเมื่อนำน้ำยางมาผลิตเป็นยางแท่งค่าความหนืดมูนนี่ของยางแท่งที่ผลิตได้จะมีค่าแปรปรวนทั้งนี้ขึ้นอยู่กับพันธุ์ยาง (ให้ค่าความหนืดแปรปรวนถึง 39 - 99 หน่วยมูนนี่) และฤดูกาล โดยยางแท่งที่ผลิตจากน้ำยางที่กรีดในฤดูยางผลัดใบมีค่าความหนืดลดลง 0-3 หน่วยมูนนี่ แต่หากผลิตจากน้ำยางที่กรีดจากต้นยางที่อายุมาก จะทำให้ยางมีค่าความหนืดเพิ่มขึ้น โดยปัจจัยที่ส่งผลต่อค่าความหนืดสรุปได้ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ปัจจัยที่ส่งผลต่อความหนืดของยาง

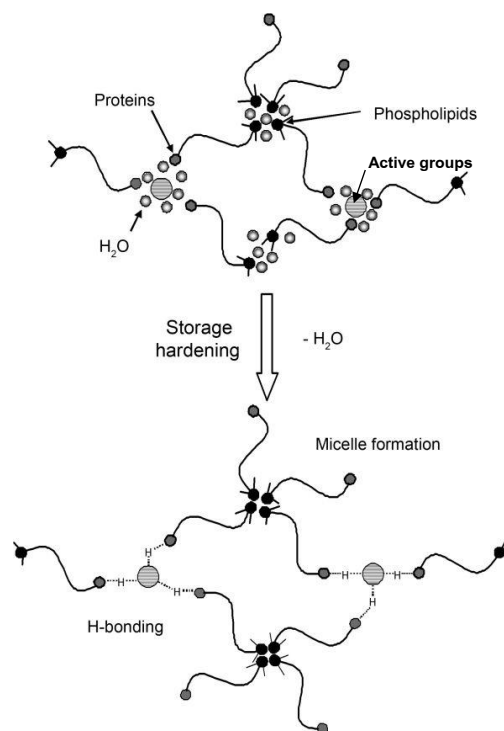
ลำดับที่	ปัจจัย	ช่วงการเปลี่ยนแปลง	ค่าความหนืดที่เพิ่มขึ้น (หน่วย)
1	ปริมาณน้ำยางแห้ง	ร้อยละ 10 – 35	0 – 3
2	ค่าความเป็นกรด-ด่าง	พีเอช 4.5 -5.5	0 – 3
3	การเก็บบ่มยางก่อนรีด	8 – 48 ชั่วโมง	0 – 6
4	การเก็บบ่มยางก่อนอบ	1 – 24 ชั่วโมง	0 – 3
5	อุณหภูมิในการเก็บยาง	50 – 100 องศาเซลเซียส	0 - 6

นอกจากภาวะแวดล้อมที่ส่งผลต่อค่าความหนืดของน้ำยางแล้ว องค์ประกอบและโครงสร้างโมเลกุลยางส่งผลโดยตรงต่อค่าความหนืด จากการวิเคราะห์โครงสร้างของยางธรรมชาติ โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) และเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโคปี (Nuclear magnetic resonance spectroscopy; NMR) ชี้ให้เห็นว่าโมเลกุลยางประกอบด้วยหมู่ปลาย 2 ชนิด ได้แก่ ปลายที่ต่อกับโปรตีนเรียกว่า ω -Terminal และปลายที่มีหมู่มอนอหรือไดฟอสเฟต (Mono-or di-phosphate) ต่อกับฟอสโฟไลปิดเรียกว่า α -Terminal ดังแสดงในรูปที่ 2.2 (Yungyongwattanakorn et al., 2007)



รูปที่ 2.2 โครงสร้างโมเลกุลยางธรรมชาติ

จากโครงสร้างโมเลกุลยางธรรมชาติสามารถสันนิษฐานกลไกการเกิดเจลอันเป็นสาเหตุการเกิดปรากฏการณ์ความแข็งแรงเก็บได้ดังนี้ โมเลกุลยางเริ่มต้นนั้นโครงสร้างด้านที่ต่อกับหมู่โปรตีนและหมู่ฟอสโฟไลปิดแยกกันเป็นอิสระทำให้โครงสร้างส่วนใหญ่เป็นแบบเส้นตรง แต่เมื่อเก็บยางไว้เป็นเวลานานในภาวะความชื้นต่ำ เมื่อโมเลกุลน้ำถูกกำจัดออกจากโมเลกุลของยาง ส่วนปลายที่ต่อกับโปรตีนหรือส่วนที่ต่อกับฟอสโฟไลปิดเกิดพันธะไฮโดรเจนเชื่อมกับโมเลกุลยางเกิดเป็นโครงสร้างแบบโซ่กิ่งและโครงสร้างแบบร่างแห ส่งผลให้ปริมาณเจลและค่าความหนืดมีค่าเพิ่มขึ้น กลไกของการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 กลไกการเกิดความแข็งขณะเก็บในยางธรรมชาติ

2.1.5 การกำจัดโปรตีนและฟอสโฟไลปิด

การกำจัดโปรตีนและฟอสโฟไลปิดออกจากโมเลกุลของยางเป็นวิธีหนึ่งในการป้องกันการเกิดเจลในยางธรรมชาติซึ่งในปัจจุบันวิธีกำจัดโปรตีนและฟอสโฟไลปิดที่นิยมใช้มีหลายวิธี

2.1.5.1 การกำจัดโปรตีน (Deproteinization) (กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 2553)

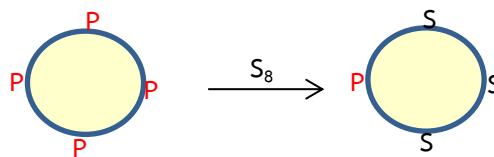
โปรตีนในน้ำยางมีบทบาทสำคัญต่อสมบัติการยืดหยุ่น (Elasticity) ของยาง อีกทั้งช่วยรักษาความเสถียรของคอลลอยด์ในน้ำยาง (Colloidal stability) แต่ในภาวะต่างของสารละลายแอมโมเนีย โปรตีนจะถูกไฮโดรไลซ์เป็นพอลิเปปไทด์และกรดอะมิโนประมาณ 10 หมู่ ทำให้ความเสถียรของน้ำยางลดลง (Destabilization) และเปลี่ยนสมบัติในการจับตัวเป็นก้อน (Coagulation) ของน้ำยาง การกำจัดหรือการลดโปรตีนสามารถทำได้โดยใช้วิธีการทางเคมี กายภาพ หรือการใช้วิธีการทางเคมีและกายภาพร่วมกัน รวมถึงการเหวี่ยงหมุน (Centrifugation) เพื่อให้โปรตีนตกตะกอน การใช้เอนไซม์ย่อยสลายโปรตีน การใช้สารลดแรงตึงผิว และการล้างด้วยน้ำเพื่อกำจัดโปรตีนที่ตกค้างในน้ำยางออกสามารถสรุปวิธีกำจัดโปรตีนได้ดังนี้

2.1.5.1.1 วิธีเคมี (Chemical treatment): โดยการใช้สารเคมีอะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (Aluminium hydroxide; $\text{Al}(\text{OH})_3$) และซิลิกาไดออกไซด์ (Silica dioxide; SiO_2) ทำปฏิกิริยากับน้ำยาง ซึ่งทำให้ระดับโปรตีนน้อยกว่าร้อยละ 20 สารเคมีที่ใช้เติมนั้นแบ่งเป็น 5 ชนิดคือ Inorganic salts, Inorganic oxides, Metal powder, Organic compounds และ Polymeric Materials

2.1.5.1.2 การใช้เอนไซม์ (Enzyme treatment): การใช้เอนไซม์ย่อยสลายโปรตีนในน้ำยางเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพมาก เนื่องจากช่วยรักษาสสมบัติเดิมทางกายภาพของยางธรรมชาติ ปกติยางธรรมชาติจะมีโปรตีนเป็นส่วนประกอบประมาณร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก สามารถละลายน้ำและอยู่ในรูปของสารสกัดโปรตีน (Extracted protein) ซึ่งเอนไซม์ที่ใช้ ได้แก่ เอนไซม์โปรติเอส (Proteases) เป็นไฮโดรไลติกเอนไซม์ (Hydrolytic enzyme) ที่สามารถทำให้พันธะเพปไทด์เกิดการแยกออกได้นอกจากนี้พบว่า การใช้เอนไซม์ร่วมกับการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวมีประสิทธิภาพเป็นอย่างมากในการเตรียมน้ำยางธรรมชาติ

2.1.5.1.3 การใช้สารลดแรงตึงผิว (Surfactant treatment): สารลดแรงตึงผิวชนิด Non-ionic surfactant ที่นิยมใช้ คือ ไตรตันเอ็กซ์ -100 (TritonTM X-100) และสารลดแรงตึงผิวชนิด Anionic surfactant ที่นิยมใช้ คือ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecyl sulfate; SDS)

2.1.5.1.4 การใช้ฟุ้งซิลิกา (Fumed silica): กลไกการลดโปรตีนในน้ำยางธรรมชาติของซิลิกา เนื่องมาจากการรวมตัวของสารประกอบระหว่างโปรตีนและไขมันในน้ำยาง เมื่อเติมแอมโมเนียลงไปจะทำให้ส่วนที่เป็นไขมันไฮโดรไลซ์อย่างช้าๆ และเกิดกรดไขมัน (Fatty acids) ขึ้น ทำให้สามารถดูดซับโปรตีนออกจากอนุภาคของน้ำยางได้ ซึ่งเกิดการแทนที่โปรตีนโดยซิลิกาดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 กลไกการแทนที่โปรตีนโดยซิลิกา (Amdur, S., 1999)

2.1.5.2 การกำจัดฟอสโฟไลปิด (Phospholipid removal) (Nawamawat et al., 2010)

2.1.5.2.1 วิธีการสกัด (Phospholipids extraction): โดยทั่วไปนำไปสกัดด้วยตัวทำละลายอะซิโตนเป็นเวลา 16 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนและอบในสุญญากาศที่ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 วัน จากนั้นสกัดด้วยตัวทำละลายผสมของคลอโรฟอร์มและเมทานอลในอัตราส่วน 2:1 วิธีนี้มีข้อดีคือสามารถกำจัดฟอสโฟไลปิดได้ดี แต่ต้องใช้เวลานาน

2.1.5.2.2 วิธีสะaponนิฟิเคชัน (Saponification): นำน้ำยางมาผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยเบส เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ข้อดีของวิธีนี้คือสามารถกำจัดส่วนที่เป็นโปรตีนได้ ทำได้ง่ายและรวดเร็ว แต่คุณภาพยางที่ได้ขึ้นอยู่กับความแรงของเบสที่ใช้ ซึ่งหากใช้เบสเกินปริมาณมากจะทำให้น้ำหนักโมเลกุลของยางลดลง ส่งผลให้ค่าความหนืดมูนิต่ำ

2.1.5.2.3 วิธีทรานเอสเทอร์ิฟิเคชัน (Transesterification): นำยางที่ละลายในตัวทำละลายโทลูอินมาทำปฏิกิริยากับโซเดียมเมทอกไซด์ (Sodium methoxide; CH_3NaO) ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เป็นเวลา 2.5 ชั่วโมง วิธีนี้ใช้เวลาสั้น แต่อย่างไรก็ตามการเจือจางน้ำยางด้วยตัวทำละลายโทลูอินซึ่งส่งผลให้ยางที่ได้มีปริมาณเนื้อยางน้อยไม่เหมาะสำหรับนำไปผลิตเป็นผลิตภัณฑ์

จากกระบวนการที่กล่าวมา พบว่าวิธีที่นิยมใช้ในการกำจัดโปรตีนได้แก่การใช้เอนไซม์และการใช้สารลดแรงตึงผิว ซึ่งให้ประสิทธิภาพในการกำจัดโปรตีนที่ใกล้เคียงกัน แต่การใช้สารลดแรงตึงผิวมีต้นทุนต่ำ อีกทั้งสามารถควบคุมปริมาณสารได้แม่นยำกว่าการใช้เอนไซม์ ในส่วนของวิธีสะปอนนิฟิเคชัน นอกจากจะมีประสิทธิภาพในการกำจัดฟอสโฟไลปิดแล้วนั้น ยังพบว่ามีผลในการกำจัดโปรตีนได้อีกด้วย ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้ใช้กระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวในการกำจัดโปรตีน กระบวนการสะปอนนิฟิเคชันในการกำจัดทั้งหมู่ฟอสโฟไลปิดและโปรตีนบางส่วน และกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล โดยศึกษาปริมาณสาร ระยะเวลา และอุณหภูมิที่เหมาะสมในการผลิตยางแท่งที่ผ่านเกณฑ์กำหนดเฉพาะของยางแท่งเกรด CV ตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) ซึ่งกำหนดให้มีค่าความหนืดไม่เกิน 60 ± 5 ค่าดัชนีความอ่อนตัวเริ่มแรกไม่ต่ำกว่า 30 รวมทั้งทำการทดสอบความแข็งแรงเก็บโดยวิธีเร่งเพิ่มความแข็งแรง (Accelerated storage hardening test) โดยต้องมีค่าไม่เกิน 8 หน่วย เปรียบเทียบกับวิธีผลิตยางความหนืดคงที่วิธีเดิมที่ใช้สารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตเป็นสารควบคุมความหนืด

2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Yungyongwattanakorn และคณะ (Yungyongwattanakorn et al., 2007) ศึกษาผลของเจลต่อการเกิดผลึกของยางเมื่อเกิดความแข็งแรงเก็บ พบว่าเมื่อเก็บตัวอย่างยางแท่งที่เตรียมจากน้ำยางสดไว้ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสในภาวะความชื้นต่ำ ปริมาณเจล (Gel content) และความหนาแน่นของพันธะเชื่อมโยง (Crosslink density) เพิ่มขึ้น แต่มีปริมาณเอสเทอร์ (Ester content) ลดลง นอกจากนี้ได้ศึกษาลักษณะผลึกของตัวอย่างยางแท่งดังกล่าวด้วยเทคนิคโพลาไรซ์ไลท์ไมโครสโคปี (Polarized light microscopy) ร่วมกับเทคนิคไดลาโตมิเตอร์ (Dilatometry) พบว่าสเฟียรูไลต์ (Spherulites) ของผลึกยางมีขนาดและจำนวนเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาที่เกิดผลึกเป็นผลมาจากการที่หมู่เอสเทอร์ในกรดไขมัน (Fatty acid ester groups) ในโมเลกุลยางเกิดโครงสร้างแบบโซ่กึ่งและโครงสร้างแบบร่างแหขึ้น สายโซ่ยางจึงมีความสามารถในการเคลื่อนตัว (Chain mobility) ได้น้อยลง ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่างยางแท่งที่เตรียมจากน้ำยางสดกำจัดโปรตีนแล้วผ่านปฏิกิริยาทรานเอสเทอร์ริฟิเคชัน ไม่พบว่ามีเจล พันธะเชื่อมโยง หรือหมู่เอสเทอร์เกิดขึ้น

Nawamawat และคณะ (Nawamawat et al., 2010) ศึกษาสมบัติของน้ำยางธรรมชาติที่ผ่านการกำจัดโปรตีนด้วยวิธีต่างกัน พบว่าน้ำยางสดที่กำจัดโปรตีนด้วยวิธีการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว สามารถกำจัดโปรตีนได้มากที่สุด ส่วนน้ำยางสดที่ผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยเบสแก่สามารถกำจัดหมู่ฟอสโฟไลปิดได้มากที่สุด พิสูจน์ได้จากปริมาณเจลซึ่งเป็นตัวชี้ถึงโครงสร้างที่เป็นโซ่กึ่งและโครงสร้างที่เป็นร่างแหในโมเลกุลของยางนั้นมีค่าลดลง แต่เมื่อเก็บตัวอย่างไว้ 6 สัปดาห์ พบว่ามีเพียงน้ำยางสดที่ผ่านกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีปริมาณเจล และค่าความเป็นพลาสติก (Plasticity unit) คงที่

Yungyongwattanakorn และคณะ (Yungyongwattanakorn et al., 2003) ศึกษาผลของส่วนที่ไม่ใช่ยางต่อการเกิดความแข็งแรงเก็บและการเกิดเจล พบว่าน้ำยางสดกำจัดโปรตีนที่ผ่านกระบวนการทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันมีค่าความแข็งแรงเก็บลดลง แสดงให้เห็นว่าโปรตีนไม่ใช่สาเหตุหลักของการเกิดโซ่กึ่งในโมเลกุลยาง ส่วนน้ำยางสดและน้ำยางสดกำจัดโปรตีนที่ผ่านกระบวนการทรานเอสเทอร์ริฟิเคชันมีปริมาณไนโตรเจน เอสเทอร์ เจล น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ย และค่าความแข็งแรงเก็บลดลง เป็นการพิสูจน์ว่าการกำจัดกรดไขมันออก ส่งผลให้ส่วนที่เชื่อมต่อกัน

เป็นโซ่กิ่งแตกเป็นเส้นตรง อีกทั้งยังพบว่าการเก็บตัวอย่างไว้นานขึ้น ความชื้นสูง ตัวอย่างมีความแข็งแรงเนื่องจากการเก็บลดลง แสดงว่าความชื้นมีผลช่วยยับยั้งการเกิดความแข็งแรง

Li และคณะ (Li et al., 1998) ศึกษาโครงสร้างและสมบัติทางกายภาพของยางแท่งที่ผลิตจากน้ำยางสดเมื่อเก็บยางไว้ในภาวะแรง พบว่าการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล มีลักษณะแคบลง ปริมาณเจลทั้งหมดและเจลขนาดใหญ่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น แต่เจลขนาดกลางและเจลขนาดเล็กมีแนวโน้มลดลง ค่าดัชนีความอ่อนตัวเริ่มต้น (Initial plasticity) เพิ่มขึ้น แต่ค่าดัชนีความอ่อนตัว (Plasticity retention index) ลดลง ค่าดังกล่าวสอดคล้องกับค่าการวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักด้วยความร้อน (Thermogravimetric analysis) ที่มีค่าเพิ่มขึ้น แสดงว่ายางมีความเสถียรทางความร้อนลดลง อีกทั้งเมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี พบหมู่ไฮโดรเปอร์ออกไซด์ หมู่ไฮดรอกซิลและสารประกอบคาร์บอนิลซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาควั่นของส่วนประกอบที่ไม่ใช่ยาง ส่งผลให้น้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้นและเกิดการเปลี่ยนขนาดของเจลจากขนาดเล็กเป็นขนาดใหญ่

Amnuayporn และคณะ (Amnuayporn et al., 2009) ทดลองกำจัดโปรตีนในน้ำยางโดยเอนไซม์และสกัดด้วยตัวทำละลายอะซิโตน พบว่าสามารถกำจัดโปรตีนให้มีปริมาณลดลงได้ และเมื่อเติมสารละลายที่มีซัลฟิว เมทานอล และกรดอะซิติกลงไป ส่งผลให้โซ่กิ่งในโมเลกุลยางแตกออก ปริมาณเจล และน้ำหนักโมเลกุลลดลง โดยกรดอะซิติกสามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการแตกของพันธะไฮโดรเจน ที่เกิดจากการเชื่อมโยงของโมเลกุลพอลิไฟลิดได้ดีกว่าเมทานอล แต่อย่างไรก็ตามวิธีกำจัดเจล ดังกล่าวยังให้ประสิทธิภาพน้อยกว่าวิธีทรานเอสเทอร์นิฟิเคชันด้วยเบสแก่อย่างโซเดียมเมทอกไซด์ที่ทำให้ปริมาณเจลในตัวอยางลดลงจนเป็นศูนย์

Sakdapipanich และคณะ (Sakdapipanich et al., 2011) ศึกษาส่วนที่ไม่ใช่ยางในน้ำยางธรรมชาติ พบว่าประกอบด้วย โปรตีนและพอลิไฟลิดกระจายในส่วนของซีรัม โดยอยู่รอบอนุภาคยางซึ่งเป็นตัวเพิ่มความเสถียรให้น้ำยางคงสภาพเป็นสารแขวนลอย เมื่อนำน้ำยางสดมาปั่นเหวี่ยงด้วยความเร็วรอบสูงสามารถกำจัดได้เพียงโปรตีนที่ละลายน้ำและโปรตีนที่อยู่รอบอนุภาคยาง แต่เมื่อนำน้ำยางสดมากำจัดโปรตีนโดยใช้เอนไซม์โปรตีโอไลติกสามารถกำจัดโปรตีนที่เชื่อมต่อกับอนุภาคยางได้ และเมื่อไฮโดรไลซิสด้วยเบสแก่ที่เรียกว่า วิธีสะปอนนิฟิเคชันสามารถกำจัดได้ทั้งโปรตีนและกรดไขมันชนิดเอสเทอร์ทั้งส่วนที่เป็นอิสระและส่วนที่เชื่อมต่อกับอนุภาคยางได้

Amnuayporn และคณะ (Amnuayporn et al., 2010) ศึกษาการกำจัดโปรตีนในยางธรรมชาติพบว่า วิธีสะปอนนิฟิเคชันน้ำยางสดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ และวิธีแช่ยางในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ สามารถกำจัดโปรตีนได้เทียบเท่าวิธีกำจัดโปรตีนโดยใช้เอนไซม์ แต่สามารถลดปริมาณกรดไขมันชนิดเอสเทอร์ได้มากกว่าการใช้เอนไซม์ แสดงให้เห็นว่าเบสแก่สามารถกำจัดอนุภาคของโปรตีนและกรดไขมันที่อยู่รอบอนุภาคยางได้ แต่เมื่อหาปริมาณเจลที่เกิดขึ้น พบว่ามีเพียงยางที่ผ่านการกำจัดโปรตีนโดยใช้เอนไซม์และยางที่ผ่านกระบวนการสะปอนนิฟิเคชันที่สามารถลดปริมาณเจลที่เกิดขึ้นได้ ทำให้ทราบว่ากระบวนการสะปอนนิฟิเคชันมีประสิทธิภาพสูงสุดในการกำจัดทั้งโปรตีน กรดไขมัน และเจล

Yungyongwattanakorn และคณะ (Yungyongwattanakorn et al., 2006) ศึกษาสมบัติทางกายภาพของยางแท่งเกรด STR XL, STR 5L และ STR CV60 โดยเก็บยางไว้เป็นเวลา 14 เดือน พบว่ายางทั้งสามชนิดมีปริมาณเจล ค่าความหนืดมูนนี่ และค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกเพิ่มขึ้น เนื่องจากเกิดโครงสร้างแบบโซ่กิ่งขึ้นระหว่างการเก็บ ที่เรียกว่าความแข็งแรงขณะเก็บ โดยยางเกรด STR CV60 มีอัตราการเพิ่มของทั้งสามสมบัติน้อยที่สุด เนื่องจากยางชนิดนี้

เติมสารไฮดรอกซิลเอมีนซึ่งเป็นสารควบคุมความหนืดที่มีประสิทธิภาพยับยั้งการเกิดเจลได้ และเมื่อทดสอบค่าความหนืดมูนนี่เมื่อคลายตัว (Mooney relaxation) พบว่ายางเกรด STR CV60 มีค่าความหนืดมูนนี่เมื่อคลายตัวน้อยที่สุดเนื่องจากยางชนิดนี้มีโครงสร้างที่เป็นโซ่กิ่งลดลงจึงส่งผลให้ความยืดหยุ่นลดลง

หรรษา และคณะ (พรรษา และคณะ, 2541) ศึกษาวิธีผลิตยางแท่งเอสทีอาร์ 5 ชนิดความหนืดคงที่ โดยการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยาง การฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดบนก้อนยางฝอย และทั้งเติมและฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดลงในยาง ยางที่ผลิตได้มีสมบัติตามมาตรฐานยางแท่งเอสทีอาร์ จากนั้นเก็บยางไว้เป็นเวลาหนึ่งปี พบว่ายางที่ฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดบนก้อนยางฝอยไม่สามารถทำให้ความหนืดของยางคงที่ แต่ยางที่ผลิตจากการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยาง ทั้งที่เติมและฉีดพ่นสารควบคุมความหนืดลงในยาง ส่งผลทำให้ความหนืดของยางคงที่ตลอดระยะเวลาการเก็บ แต่อย่างไรก็ตามวิธีการเติมสารควบคุมความหนืดลงในน้ำยางเป็นวิธีใช้สารในปริมาณน้อย สามารถทำการผลิตได้สะดวกและรวดเร็ว

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

3.1.1	น้ำยางสด	ศูนย์วิจัยยางฉะเชิงเทรา
3.1.2	กรดฟอร์มิก	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
3.1.3	ไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรีลซัลเฟต	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
3.1.4	โซเดียมไฮดรอกไซด์	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
3.1.5	โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
3.1.6	โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Fluka ประเทศสหรัฐอเมริกา
3.1.7	โซเดียมเมทอกไซด์	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
3.1.8	ฟอสฟอรัสเพนตะออกไซด์	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Fluka ประเทศสหรัฐอเมริกา
3.1.9	โพลูเอิน	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Merck ประเทศเยอรมนี
3.1.10	เตตระไฮโดรฟิวแรนเกรดจีพีซี	เกรตว็เคราะห์ บริษัท Fisher Chemical ประเทศอังกฤษ

3.2 อุปกรณ์และสารเคมี

3.2.1	เครื่องบดยางแบบ 2 ลูกกลิ้ง	ยี่ห้อ NUMLEE FOUNDRY ประเทศมาเลเซีย
3.2.2	ตู้อบลมร้อน	รุ่น MMM/Venticell 404 ประเทศเยอรมนี
3.2.3	เครื่องวัดความหนา	ยี่ห้อ Mitutoyo รุ่น 2046 ประเทศญี่ปุ่น
3.2.4	เครื่องทดสอบความหนืดของยาง	ยี่ห้อ SHIMADZU รุ่น SMV-201 ประเทศญี่ปุ่น
3.2.5	เครื่องทดสอบความอ่อนตัวของยาง	ยี่ห้อ H.W. WALLACE รุ่น M.K. IV ประเทศอังกฤษ
3.2.6	เครื่อง High speed centrifuge	ยี่ห้อ Jouan รุ่น MR 18 22 ประเทศฝรั่งเศส
3.2.7	เครื่อง Ultracentrifuge	ยี่ห้อ Beckman Coulter ประเทศสหรัฐอเมริกา
3.2.8	เครื่อง Gel Permeation Chromatometer	ยี่ห้อ Waters e2695 ประเทศอังกฤษ
3.2.9	เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer	ยี่ห้อ PerkinElmer Frontier FT-IR สหรัฐอเมริกา
3.2.10	เครื่อง Nuclear Magnetic Resonance Spectrometer	ยี่ห้อ Broker ประเทศเยอรมนี
3.2.11	ตัวกรองความละเอียด 40 เมช 80 เมช และ 325 เมช	รุ่น 316L ประเทศอังกฤษ

3.3 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การศึกษาข้อมูลเบื้องต้นของน้ำยางสดที่นำมาใช้ในการวิจัย

3.3.1.1 ศึกษาพันธุ์ยาง อายุต้นยาง และรายละเอียดพื้นฐานของแหล่งปลูกยางนั้น

3.3.1.2 การทดสอบปริมาณของแข็งทั้งหมด (Total solid contents; TSC)

ทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกตามมาตรฐาน ตามมาตรฐาน ISO 124:2011(E) โดยชั่งตัวอย่างน้ำยางประมาณ 2 กรัม อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ คำนวณปริมาณของแข็งทั้งหมด ได้ดังสมการที่ (3.1)

$$\text{ร้อยละปริมาณของแข็งทั้งหมด} = \frac{B}{A} \times 100 \quad (3.1)$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักตัวอย่างก่อนอบ

และ B คือ น้ำหนักตัวอย่างหลังอบ

3.3.1.3 การทดสอบปริมาณเนื้อยางแห้ง (Dry rubber content; DRC)

ทดสอบปริมาณเนื้อยางแห้ง ตามมาตรฐาน ISO 126:2005 (E) โดยชั่งตัวอย่างน้ำยางประมาณ 10 กรัม เติมน้ำกลั่นเพื่อเจือจางให้มีปริมาณของแข็งทั้งหมดเป็นร้อยละ 20 จับตัวเนื้อยางด้วยกระดาษชิติก ริดเป็นแผ่น อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ คำนวณปริมาณของแข็งทั้งหมด ได้ดังสมการที่ (3.2)

$$\text{ร้อยละปริมาณของแข็งทั้งหมด} = \frac{B}{A} \times 100 \quad (3.2)$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักตัวอย่างก่อนอบ

และ B คือ น้ำหนักตัวอย่างหลังอบ

3.3.1.4 การทดสอบปริมาณความเป็นด่าง (Alkalinity)

ทดสอบปริมาณความเป็นด่าง (Alkalinity) ตามมาตรฐาน ISO 125:2011(E) ชั่งตัวอย่างน้ำยางประมาณ 5 กรัม เติมน้ำกลั่นและสารรักษาสภาพยาง จากนั้นไตเตรทกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ โดยใช้เมทิลเรดเป็นอินดิเคเตอร์ จุดยุติเปลี่ยนจากสีเหลืองเป็นสีส้ม คำนวณปริมาณความเป็นด่าง ได้ดังสมการที่ (3.3)

$$\text{ร้อยละปริมาณความเป็นด่าง} = \frac{1.7 \times C \times V}{m} \times 100 \quad (3.3)$$

เมื่อ c คือ ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

v คือ ปริมาตรของสารละลายกรดไฮโดรคลอริก

และ m คือ น้ำหนักตัวอย่าง

3.3.1.5 การทดสอบปริมาณกรดไขมันระเหย (Volatile fatty acid number; VFA)

ทดสอบปริมาณกรดไขมันระเหย ตามมาตรฐาน ISO 506:1992(E) ซึ่งตัวอย่างน้ำยางประมาณ 50 กรัม จับตัวด้วยสารละลายแอมโมเนียมซัลเฟต แยกเซรัมปริมาตร 25 มิลลิลิตรออกจากเนื้อยาง ปรับเซรัมให้เป็นกรดโดยเติมกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 50 % (w/w) 5 มิลลิลิตร ปิเปตเซรัม 10 มิลลิลิตรใส่เครื่องกลั่น จากนั้นกลั่นจนได้สารละลาย 100 มิลลิลิตร ไตเตรทกับสารละลายแบรียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.005 โมลาร์ โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์ โดยจุดยุติเปลี่ยนจากสารละลายใสเป็นสีชมพู คำนวณปริมาณกรดไขมันระเหย ได้ดังสมการที่ (3.4)

$$\text{ร้อยละปริมาณความเป็นต่าง} = \frac{134.64 \times C \times V}{m \times \text{TSC}} \times \left[50 + \frac{m \times (100 + \text{DRC})}{102} \right] \quad (3.4)$$

เมื่อ m คือ น้ำหนักของตัวอย่างทดสอบ
 C คือ ความเข้มข้นของสารละลายแบรียมไฮดรอกไซด์
 V คือ ปริมาตรของสารละลายแบรียมไฮดรอกไซด์
 TSC คือ ปริมาณของแข็งทั้งหมด
และ DRC คือ ปริมาณเนื้อยางแห้ง

3.3.1.6 การทดสอบปริมาณแมกนีเซียม (Magnesium content)

ทดสอบปริมาณแมกนีเซียม ตามวิธีการทดสอบของสถาบันวิจัยยาง โดยชั่งตัวอย่างน้ำยางประมาณ 1 กรัม เจือจางด้วยน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร เติมสารละลายบัฟเฟอร์แอมโมเนีย/แอมโมเนียมคลอไรด์ ปรับความเป็นกรด-ด่างให้อยู่ในช่วง 10.0- 10.2 เติมโพแทสเซียมไซยาไนด์ 4 มิลลิลิตร ไตเตรทกับสารละลายอีดีทีเอ (Disodium ethylene diamine tetraacetic acid: EDTA) ความเข้มข้น 0.005 โมลาร์ คำนวณปริมาณแมกนีเซียมได้ดังสมการที่ (3.5)

$$\text{ร้อยละปริมาณความเป็นต่าง} = \frac{24.31 \times C \times (m-A)}{100 \times A} \quad (3.5)$$

เมื่อ m คือ น้ำหนักของตัวอย่างทดสอบ
 C คือ ความเข้มข้นของสารละลายอีดีทีเอ
 A คือ $\frac{m \times \text{TSC}}{100}$
และ TSC คือ ปริมาณของแข็งทั้งหมด

3.3.2 การเตรียมตัวอย่างยางแห้งความหนืดคงที่

กรองน้ำยางสด 2 ครั้งโดยใช้ตัวกรองความละเอียด 40 เมช และ 80 เมช ตามลำดับ ได้น้ำยางสดซึ่งมีปริมาณเนื้อยางแห้ง 36-38 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากนั้นเตรียมยางแห้ง 5 กลุ่ม กลุ่มละ 3 ตัวอย่าง โดยใช้ปริมาตรน้ำยางสดกลุ่มละ 6 ลิตร ดังนี้

3.3.2.1 ตัวอย่างยางแห้งจากน้ำยางสดที่ไม่ผ่านการทำปฏิกิริยา (Dried Rubber; DR)

นำน้ำยางสดมาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาณเนื้อยางแห้ง 15 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนักจับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิคปริมาณ 0.6 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง (Parts per hundred of rubber; phr) เป็นเวลา 30 – 60 นาที จากนั้นล้างแผ่นยางด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 7.0 ± 1.0 รีดแผ่นยางด้วยเครื่องรีดให้มีความหนา 2 มิลลิเมตร ตัดย่อยแผ่นยางให้เป็นชิ้นเล็ก ผึ่งในที่ร่มเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้น้ำที่ผิวยางระเหย และนำไปอบที่อุณหภูมิ 55 - 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.2.2 ตัวอย่างยางแห้งจากน้ำยางสดที่เติมสารควบคุมความหนืด (Dried Rubber - HNS; DR-H)

นำน้ำยางสดมาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาณเนื้อยางแห้ง 15 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก เติมสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟตซึ่งทำหน้าที่เป็นสารควบคุมความหนืดปริมาณ 0.15 phr กวนเป็นเวลา 10 นาที จับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิคปริมาณ 0.6 phr เป็นเวลา 30 – 60 นาที จากนั้นล้างแผ่นยางด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 7.0 ± 1.0 รีดแผ่นยางด้วยเครื่องรีดให้มีความหนา 2 มิลลิเมตร ตัดย่อยแผ่นยางให้เป็นชิ้นเล็ก ผึ่งในที่ร่มเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้น้ำที่ผิวยางระเหย และนำไปอบที่อุณหภูมิ 55 - 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.2.3 ตัวอย่างยางแห้งจากน้ำยางสดที่ผ่านกระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน (Dried Rubber - Saponification; DR-S)

กระบวนการสะปอนนิฟิเคชันเป็นการกำจัดไขมันและลดปริมาณเจลในโมเลกุลยาง เตรียมโดยนำน้ำยางสดมาเติมสารละลายลาวยเบส กวนน้ำยาง จับตัวเนื้อยางโดยเติมกรดฟอร์มิคจนน้ำยางมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 5.0 - 5.5 เป็นเวลา 30 – 60 นาที จากนั้นล้างแผ่นยางมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 7.0 ± 1.0 รีดแผ่นยางด้วยเครื่องรีดให้มีความหนา 2 มิลลิเมตร ตัดย่อยแผ่นยางเป็นชิ้นเล็ก ผึ่งในที่ร่มเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้น้ำที่ผิวยางระเหย และนำไปอบที่อุณหภูมิ 55-60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตัวแปรสำคัญในการศึกษาการเตรียมยางแห้งโดยวิธีสะปอนนิฟิเคชัน ได้แก่ ชนิดและความเข้มข้นของเบส อุณหภูมิ และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา โดยใช้ภาวะในการเตรียมดังตารางที่ 4.2

3.3.2.4 ตัวอย่างยางแห้งจากยางจับตัวผ่านกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (Dried Rubber - Decarbonylation; DR-D)

กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลเป็นการกำจัดหมู่คาร์บอนิลซึ่งเป็นองค์ประกอบในส่วนที่เป็นไขมันและโปรตีนในยางธรรมชาติ โดยนำน้ำยางสดมาเจือจางด้วยน้ำกลั่นให้มีปริมาณเนื้อยางแห้ง 15 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก จับตัวเนื้อยางด้วยกรดฟอร์มิคปริมาณ 0.6 ส่วนต่อน้ำหนักเนื้อยางแห้ง เป็นเวลา 30 – 60 นาที ล้างแผ่นยางด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 7.0 ± 1.0 รีดแผ่นยางด้วยเครื่องรีดให้มีความหนา 2 มิลลิเมตร ตัดย่อยแผ่นยางให้เป็นชิ้นเล็ก จากนั้นนำยางที่จับตัวได้มาแช่ในสารละลายเบสโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิห้อง โดยศึกษาความเข้มข้นและระยะเวลาดังตารางที่ 4.2 จากนั้นนำมาแช่ในสารละลายโพแทสเซียมซัลเฟตเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 55-60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.2.5 ตัวอย่างยางแห้งจากน้ำยางสดที่ผ่านกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (Dried Rubber - Surfactant Washing; DR-W)

กระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวเป็นวิธีหลักที่ใช้กำจัดโปรตีนที่อนุภาคยาง แต่อาจกำจัดอนุภาคอื่น เช่น ไขมัน ได้บางส่วน จึงมีผลในการลดการเกิดเจลในยางธรรมชาติ เตรียมได้โดยการนำน้ำยางสดมาเติมสารละลายโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต จากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยงที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แยกส่วนที่เป็นเซรัมทิ้ง เติมน้ำกลั่นลงในส่วนเนื้อยางให้มีปริมาตรเท่ากับปริมาตรเริ่มต้น จับตัวเนื้อยางโดยเติมกรดฟอร์มิกจนน้ำยางมีค่าความเป็นกรดต่าง 5.0 - 5.5 เป็นเวลา 30 - 60 นาที จากนั้นล้างแผ่นยางด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าความเป็นกรดต่าง 7.0 ± 1.0 รีดแผ่นยางด้วยเครื่องรีดให้มีความหนา 2 มิลลิเมตร ตัดย่อยแผ่นยางให้เป็นชิ้นเล็ก ผึ่งในที่ร่มเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้น้ำที่ผิวยางระเหย และนำไปอบที่อุณหภูมิ และนำไปอบที่อุณหภูมิ 55 - 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตัวแปรสำคัญในการศึกษาการเตรียมยางแห้งโดยล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว ได้แก่ ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว จำนวนซ้ำ และความเร็วยกในการปั่นเหวี่ยงดังตารางที่ 4.2

3.3.3 การทดสอบสมบัติความหนืดของตัวอย่างยางแห้ง

ทดสอบสมบัติความหนืดของยางแห้งทั้ง 5 กลุ่ม โดยทดสอบตัวอย่างละ 3 ซ้ำ ดังนี้

3.3.3.1 การทดสอบความหนืดมูนนี่ (Mooney Viscosity; M_v)

เตรียมตัวอย่างยางแห้งให้มีความหนา 6 มิลลิเมตร และหนัก 12.5 กรัม เพื่อทดสอบตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part B.9 (1992) จำนวน 2 ชิ้น มาทำการทดสอบด้วยเครื่อง Mooney Viscometer ยี่ห้อ SHIMADZU รุ่น SMV-201 (ประเทศญี่ปุ่น) โดยใช้โรเตอร์ขนาดใหญ่ (ML) ทดสอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 นาที

3.3.3.2 การทดสอบค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก (Initial plasticity; P_0) ดัชนีความอ่อนตัว (Plasticity retention index; PRI) และค่าความแข็งที่ภาวะเร่ง (Accelerated storage hardening test; A.S.H.T.)

เตรียมตัวอย่างยางแห้งให้มีความหนา 3.2 - 3.6 มิลลิเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร ตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part B.8 (1992) จำนวน 2 ชุด ชุดละ 3 ชิ้น ดังรูปที่ 2.1 อบตัวอย่างชุดที่ 2 ที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ทดสอบตัวอย่างทั้ง 2 ชุดด้วยเครื่อง WALLACE RAPID PLASTIMETER ยี่ห้อ H.W. WALLACE รุ่น M.K.V (ประเทศเยอรมัน) วิธีคำนวณค่าดัชนีความอ่อนตัวดังสมการที่ (3.6)

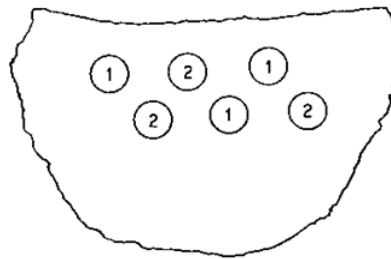
$$PRI = \frac{P_{30}}{P_0} \times 100 \quad (3.6)$$

เมื่อ P_0 คือ ค่าความอ่อนตัวเริ่มแรก
 P_{30} คือ ค่าความอ่อนตัวหลังอบ
 และ PRI คือ ดัชนีความอ่อนตัว (Plasticity Retention Index)

ความแข็งที่ภาวะแรงทดสอบตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part C.1 (1992) โดยเตรียมตัวอย่างเช่นเดียวกับการทดสอบดัชนีความอ่อนตัว แต่นำขึ้นทดสอบชุดที่ 2 ใส่ในขวดซึ่งสารขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ที่มีฟอสฟอรัสเพนตะออกไซด์ 6-8 กรัม นำไปอบที่ 60 องศาเซลเซียส เซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง คำนวณค่าความแข็งที่ภาวะแรงดังสมการ (3.7)

$$\Delta P = P_H - P_0 \quad (3.7)$$

เมื่อ P_H คือ ค่าความอ่อนตัวที่สภาวะแรง
และ ΔP คือ ค่าความแข็งระหว่างเก็บ



รูปที่ 3.1 การตัดตัวอย่างทดสอบ

3.3.4 การทดสอบสมบัติตามมาตรฐานยางแท่ง

นำยางแท่งที่มีความหนีดผ่านเกณฑ์กำหนดของยางความหนีดคงที่มาทำการทดสอบสมบัติตามมาตรฐานยางแท่ง โดยทดสอบตัวอย่างละ 3 ซ้ำ ดังนี้

3.3.4.1 การทดสอบปริมาณสิ่งสกปรก (Dirt Content)

ทดสอบปริมาณสิ่งสกปรกตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part B.4 (1992) โดยเตรียมตัวอย่างยางแท่งประมาณ 10 กรัม ตัดเป็นชิ้นเล็กๆ ใส่ในขวดรูปชมพู่ที่มีน้ำมันสน 250 มิลลิลิตร และสารเคมีเร่งการละลายยางไซลิลเมอร์แคปแทน (Xylylmercaptan) 1 มิลลิลิตร ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส จนยางละลาย จากนั้นกรองสารละลายด้วยตัวกรองความละเอียด 325 เมช นำไปอบที่อุณหภูมิ 90 – 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วใส่ในโถดูดความชื้น ทิ้งให้ตัวกรองเย็น แล้วชั่งตัวกรอง วิธีคำนวณปริมาณสิ่งสกปรกที่ทดสอบได้ดังสมการที่ (3.8)

$$\text{ร้อยละปริมาณสิ่งสกปรก} = \frac{B}{A} \times 100 \quad (3.8)$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักยางแท่ง
และ B คือ น้ำหนักสิ่งสกปรกจากการกรอง

3.3.4.2 การทดสอบปริมาณสิ่งระเหย (Volatile Matter Content; VM)

ทดสอบปริมาณสิ่งระเหยตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part B.5 (1992) โดยเตรียมตัวอย่างยางแท่งประมาณ 10 กรัม บดตัวอย่างให้เป็นแผ่นบาง นำไปอบที่อุณหภูมิ 100 ± 3 องศาเซลเซียส นาน 4 ชั่วโมง นำตัวอย่างออกจากตู้อบ ทิ้งให้เย็น ชั่งน้ำหนัก บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน วิธีคำนวณปริมาณสิ่งระเหยที่ทดสอบได้ดังสมการที่ (3.9)

$$\text{ร้อยละปริมาณสิ่งระเหย} = \frac{B}{A} \times 100 \quad (3.9)$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักตัวอย่างก่อนอบ
และ B คือ น้ำหนักตัวอย่างหลังอบ

3.3.4.3 การทดสอบปริมาณเถ้า (Ash Content)

ทดสอบปริมาณเถ้าตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part B.6 (1992) โดยเตรียมตัวอย่างแห้งประมาณ 5 กรัม ห่อตัวอย่างด้วยกระดาษกรองใสในถ้วยทนความร้อน นำเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 550 ± 20 องศาเซลเซียส จนกระทั่งได้เถ้าสีขาว นำตัวอย่างออกจากเตาเผา ทิ้งให้เย็น ชั่งน้ำหนัก บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน วิธีคำนวณปริมาณเถ้าที่ทดสอบได้ดังสมการที่ (3.10)

$$\text{ร้อยละปริมาณเถ้า (กรัม)} = B - A \quad (3.10)$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักถ้วยทนความร้อน
และ B คือ น้ำหนักถ้วยทนความร้อนพร้อมเถ้า

3.3.4.4 การทดสอบปริมาณไนโตรเจน (Nitrogen Content; N₂)

ทดสอบปริมาณไนโตรเจนตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part B.7 (1992) โดยเตรียมตัวอย่างแห้งประมาณ 0.1 กรัม เติมสารเร่งปฏิกิริยากรดกำมะถันเข้มข้น จากนั้นนำไปย่อย และกลั่นด้วยชุดกลั่น micro-kjeldahl นำสารที่กลั่นได้มาไตเตรทกับสารละลายกรดกำมะถันเข้มข้น 0.01 นอร์มอล วิธีคำนวณปริมาณไนโตรเจนที่ทดสอบได้ดังสมการที่ (3.11)

$$\text{ร้อยละปริมาณไนโตรเจน} = \frac{V \times N \times 0.014}{W} \times 100 \quad (3.11)$$

เมื่อ V คือ ปริมาตรสารละลายกรดกำมะถันที่ใช้ในการไตเตรท
N คือ ความเข้มข้นของสารละลายกรดกำมะถัน
และ W คือ น้ำหนักตัวอย่างแห้ง

3.3.5 การทดสอบปริมาณเจล (Gel Content)

ทดสอบปริมาณเจลตามมาตรฐาน ISO17278:2013 (E) โดยทดสอบตัวอย่างละ 3 ซ้ำ โดยนำตัวอย่าง 0.1 กรัม แช่ในโทลูอีน 30 มิลลิลิตร เก็บไว้ในที่มืด ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 16-20 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 8,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แยกส่วนที่เป็นเจลใสจางแก้ว และอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักที่ได้คงที่ วิธีคำนวณปริมาณเจลได้จากสมการที่ (3.12)

$$\text{ร้อยละปริมาณเจล} = \frac{B}{A} \times 100 \quad (3.12)$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักยางแห้งเริ่มต้น
และ B คือ น้ำหนักเจลหลังอบ

3.3.6 การทดสอบการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลโดยเทคนิคเจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี (Gel Permeation Chromatography; GPC)

ชั่งตัวอย่างน้ำหนัก 0.005 กรัม ละลายด้วยเตตระไฮโดรฟิวแรนเกรดจีพีซี และปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร เก็บในที่มืดเป็นเวลา 72 ชั่วโมง กรองด้วยแผ่นกรองไนลอนที่มีรูพรุนขนาด 0.45 ไมโครเมตร นำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Gel Permeation Chromatometer รุ่น Waters e2695 (ประเทศอังกฤษ) ดีเทคเตอร์ชนิด Refractive Index โดยใช้ตัวอย่างปริมาตร 50 ไมโครลิตร อัตราการไหล (Flow rate) 1 มิลลิลิตรต่อ นาที ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส

วิเคราะห์ผลทดสอบโดยเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานพอลิสไตรีนความเข้มข้นดังนี้

พอลิสไตรีนน้ำหนักโมเลกุล 500 - 30,000	ความเข้มข้นร้อยละ 0.25 ต่อปริมาตร
พอลิสไตรีนน้ำหนักโมเลกุล 5,000 - 600,000	ความเข้มข้นร้อยละ 0.10 ต่อปริมาตร
พอลิสไตรีนน้ำหนักโมเลกุล 50,000 - 4,000,000	ความเข้มข้นร้อยละ 0.02 ต่อปริมาตร

3.3.7 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันของตัวอย่างยางโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR)

นำตัวอย่างยางแห้งมาเผาที่ความดันบรรยากาศ และนำสารระเหยที่ได้หยดลงบนเซลล์โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) จากนั้นนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer รุ่น PerkinElmer Frontier FT-IR (สหรัฐอเมริกา) โดยทำการบันทึกผลในช่วงความยาวคลื่น 650 cm^{-1} ถึง 4000 cm^{-1} ที่ความละเอียด 4 cm^{-1}

3.3.8 การศึกษาโครงสร้างทางเคมีโดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโคปี (Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy; NMR)

นำตัวอย่างยางแห้งมาละลายด้วยสารละลายดิวเทอเรทคลอโรฟอร์ม (Deuterated chloroform; CDCl_3) และนำสารละลายที่ได้ใส่หลอด NMR จากนั้นนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Magnetic Resonance Spectrometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น Fourier 300 (เยอรมนี)

3.3.9 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของยางแห้งตามระยะเวลาการเก็บเป็นเวลา 16 สัปดาห์

นำตัวอย่างยางแห้งที่ผ่านมาตรฐาน มาเก็บไว้เป็นเวลา 16 สัปดาห์ เพื่อทดสอบการเปลี่ยนแปลงสมบัติต่างๆ ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 การทดสอบสมบัติของตัวอย่างยางเมื่อเก็บไว้เป็นเวลา 16 สัปดาห์

การทดสอบ	ระยะเวลาเก็บยาง (สัปดาห์)																
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
ความแข็งที่ภาวะเร่ง	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
ความอ่อนตัวเริ่มแรก	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
ความหนืดมูนี	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
ปริมาณเจล	✓	-	✓	-	✓	-	✓	-	✓	-	✓	-	✓	✓	✓	✓	✓
น้ำหนักโมเลกุล	✓	-	✓	-	✓	-	✓	-	✓	-	✓	-	✓	✓	✓	✓	✓
ดัชนีความอ่อนตัว	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FT-IR และ NMR	✓	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	✓	-	-	-	-

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 ข้อมูลเบื้องต้นของน้ำยางสด

ข้อมูลเบื้องต้นของน้ำยางสดที่นำมาใช้ในการทดลองได้มาจากยางพันธุ์ RRIM 600 อายุต้นยาง 16-20 ปี แหล่งปลูกยางจากจังหวัดฉะเชิงเทรา ลักษณะพื้นที่เป็นแบบลูกคลื่นลอนลาด มีความลาดชันประมาณ 5 องศา สูงจากระดับน้ำทะเลปานกลางประมาณ 60 เมตร โดยน้ำยางสดมีสมบัติทางกายภาพและเคมี สรุปได้ดังตารางที่ 4.1 พบว่าน้ำยางสดมีปริมาณของแข็งทั้งหมด (TSC) เฉลี่ยร้อยละ 38 ต่อน้ำหนัก และปริมาณเนื้อยางแห้ง (DRC) เฉลี่ยร้อยละ 36 ต่อน้ำหนัก ซึ่งปริมาณเนื้อยางแห้งจะถูกนำไปใช้ในการคำนวณปริมาณน้ำและปริมาณสารเคมีที่เติมลงไปเพื่อทำปฏิกิริยากับน้ำยางก่อนการผลิตเป็นยางแห้ง และมีปริมาณส่วนที่ไม่ใช่ยางเฉลี่ยร้อยละ 1.5 ต่อน้ำหนัก ไม่พบปริมาณความเป็นต่างในน้ำยางสด เนื่องจากน้ำยางสดที่ใช้ในการผลิตยางควรมีปริมาณแอมโมเนียไม่เกิน 0.1 เปอร์เซ็นต์ต่อน้ำหนักยาง (พรธชา, 2538) แอมโมเนียจะส่งผลต่อปริมาณกรดที่ใช้ในการจับตัว และทำให้ยางแข็งและมีสีคล้ำขึ้น ปริมาณกรดไขมันระเหย (VFA) เฉลี่ย 0.01 หน่วย ซึ่งมีปริมาณต่ำกว่า 0.05 หน่วย แสดงว่าน้ำยางสดนั้นเพิ่งถูกกรีดจากต้นยางหรือมีการเก็บรักษาสภาพไว้อย่างดี (วรารณ, 2549) ส่งผลให้น้ำยางที่นำมาใช้ในการทดลองเหมาะสำหรับการผลิตยางแห้ง และพบปริมาณแมกนีเซียมเฉลี่ย 239 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

4.2 สมบัติยางแห้งที่ผ่านกระบวนการเตรียมยางแห้งทั้ง 5 กระบวนการ

4.2.1 ยางแห้งไม่ผ่านการทำปฏิกิริยา (DR)

ตารางที่ 4.2 แสดงสมบัติยางแห้งที่ไม่ผ่านกระบวนการทำปฏิกิริยา พบว่ายางที่ได้มีค่า A.S.H.T. เกิน 8 หน่วย แสดงถึงการเกิดความแข็งในยางธรรมชาติ เนื่องจากยางแห้งชนิดนี้ มีส่วนประกอบที่ไม่ใช่ยาง จึงเกิดการเชื่อมโยงระหว่างสายโซ่โมเลกุลยางเป็นโครงสร้างแบบโซ่กิ่งและร่างแห ส่งผลให้ยางแห้งที่ผลิตได้มีความหนืดสูง สมบัติ MV, P₀ และ PRI จึงมีค่าสูงกว่ายางแห้งที่ผ่านการทำปฏิกิริยา

ตารางที่ 4.1 สมบัติทางกายภาพและเคมีของน้ำยางสด

สมบัติ	ผลการทดสอบ*
ปริมาณของแข็งทั้งหมด (TSC)	ร้อยละ 38 ± 2.0 ต่อน้ำหนัก
ปริมาณเนื้อยางแห้ง (DRC)	ร้อยละ 36 ± 2.0 ต่อน้ำหนัก
ปริมาณส่วนที่ไม่ใช่ยาง (Non-Rubber)	ร้อยละ 1.5 ± 0.4 ต่อน้ำหนัก
ปริมาณความเป็นต่าง (NH ₃)	ไม่พบ
ปริมาณกรดไขมันระเหย (VFA)	0.0104 ± 0.01 หน่วย
ปริมาณแมกนีเซียม (Mg)	239 ± 100 มิลลิกรัมต่อกิโลกรัม

* ผลการทดสอบเฉลี่ยจากการทดสอบตัวอย่างน้ำยางสดจำนวน 3 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 3 ซ้ำ

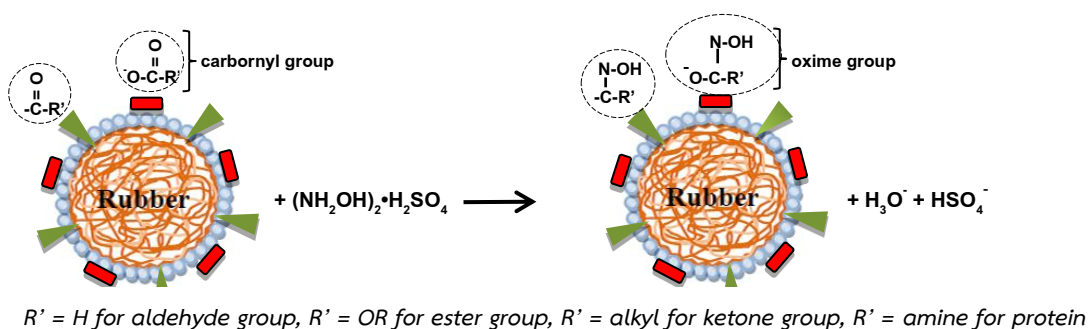
4.2.2 ยางแห้งเติมสารควบคุมความหนืด (DR-H)

ตารางที่ 4.2 แสดงสมบัติยางแห้งเติมสารควบคุมความหนืด พบว่ายางแห้งชนิด DR-H มีค่า MV, P₀, PRI และ A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์มาตรฐาน เนื่องจากสารควบคุมความหนืด (HNS) ที่เติมลงไปเกิดปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอนิลของส่วนที่ไม่ใช่ยางเกิดเป็นกลุ่มของ oxime ซึ่งสารนี้จะไม่ทำปฏิกิริยาเชื่อมโยง กับโมเลกุลยางแสดงดังรูปที่ 4.1 ส่งผลให้ยางแห้งชนิด DR-H มีสมบัติผ่านเกณฑ์กำหนดยางความหนืดคงที่

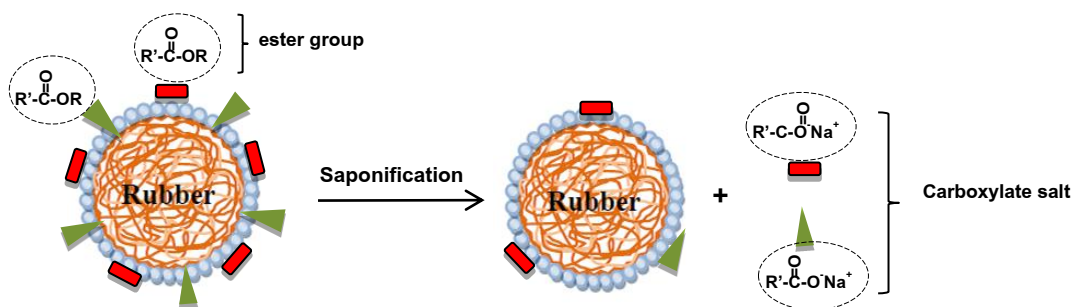
4.2.3 ยางแห้งจากกระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน (DR-S)

จากการศึกษาชนิดของเบส อุณหภูมิ ระยะเวลา และความเข้มข้นของเบสในการทำปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชัน สรุปผลการทดลองได้ดังแสดงในตารางที่ 4.2 เมื่อพิจารณาชนิดของเบสในการทำปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันโดยใช้เบส KOH (DR-S1), NaOH (DR-S9) และ NaOCH₃ (DR-S20) ที่ความเข้มข้น 2 %w/v เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส พบว่ายางแห้งที่ได้จากการใช้เบส KOH ในการทำปฏิกิริยามีค่า P₀ และ PRI ผ่านเกณฑ์กำหนด แต่เนื่องจากเบสชนิดนี้ส่งผลให้น้ำยางมีค่าความเป็นกรด-ด่างสูง (13.5-13.7) จำเป็นต้องใช้กรดความเข้มข้นสูง (10 %v/v Formic acid) ในการจับตัว ยางแห้งที่ได้จึงมีค่า MV และ A.S.H.T. สูงกว่าเกณฑ์มาตรฐาน โดยเฉพาะค่า A.S.H.T. ที่เป็นสมบัติที่แสดงถึงการเกิดความแข็งขณะเก็บในยางธรรมชาติ ดังนั้นเบสชนิดนี้จึงไม่เหมาะสมในการผลิตยางความหนืดคงที่ แต่ยางแห้งที่ใช้เบสชนิด NaOH และ NaOCH₃ มีค่าความเป็นกรด-ด่าง (12.3-12.7) ใกล้เคียงกัน โดยเบสทั้งสองชนิดนี้จะเกิดปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันกับหมู่คาร์บอนิลของส่วนที่ไม่ใช่ยางและเกิดเป็นเกลือโซเดียม (Carboxylate salt) ที่สามารถละลายในน้ำและถูกกำจัดออกได้ดังรูปที่ 4.2 เมื่อหมู่คาร์บอนิลถูกกำจัดออกจึงลดการเกิดพันธะเชื่อมโยงในโมเลกุลยาง ส่งผลให้ยางแห้งที่ได้มีค่า A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์กำหนด ในขณะที่สมบัติอื่น เช่น MV, P₀ และ PRI ไม่ผ่านเกณฑ์ ดังนั้นนักวิจัยได้พยายามศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (30, 50 และ 70 องศาเซลเซียส) เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมต่อการทำปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันต่อไป

จากการศึกษาผลของอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา ภายใต้ความเข้มข้นเบสชนิด NaOH และ NaOCH₃ 2% w/v เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง (DR-S2, DR-S3, DR-S9, DR-S13, DR-S14 และ DR-S20) พบว่าการเกิดปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันเกิดได้ดีที่สุดที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เนื่องจากยางแห้งที่ได้มีค่า A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์กำหนด แต่อย่างไรก็ตามยางแห้งแสดงสมบัติ MV, P₀ และ PRI ต่ำกว่าเกณฑ์กำหนด อาจ



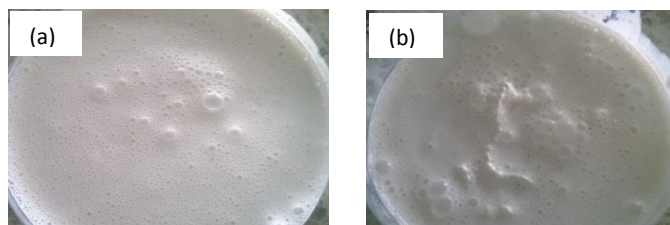
รูปที่ 4.1 ปฏิกิริยาระหว่างสารควบคุมความหนืด HNS กับยางธรรมชาติ



รูปที่ 4.2 กระบวนการสะaponนิฟิเคชันในยางธรรมชาติ

เป็นผลมาจากความร้อนในการเกิดปฏิกิริยาส่งผลให้สายโซ่โมเลกุลของยางเกิดการเสื่อมสลายขึ้น นอกจากนี้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาหรือความเข้มข้นของเบสอาจจะยังไม่เหมาะสมสำหรับการผลิตยางแท่ง ดังนั้นผู้วิจัยจึงได้ศึกษาหาระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมในขั้นตอนต่อไป (1, 2, 3, 4, 5 และ 12 ชั่วโมง)

จากการศึกษาระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ภายใต้ความเข้มข้นเบสชนิด NaOH และ NaOCH_3 2% w/v ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส (DR-S4, DR-S5, DR-S9, DR-S10, DR-S11, DR-S12, DR-S15, DR-S16, DR-S20, DR-S21, DR-S22 และ DR-S23) พบว่าน้ำยางสดเริ่มจับตัวเป็นเม็ดเล็กเมื่อทำปฏิกิริยาที่ 4 และ 5 ชั่วโมง และจับตัวเป็นก้อนจนไม่สามารถผลิตเป็นยางแท่งได้เมื่อใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 12 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.3 เนื่องจากน้ำยางสดที่ใช้ในการทดลองไม่ได้เติมสารรักษาสภาพจึงเกิดการจับตัวแข็งตามธรรมชาติภายในเวลา 4 – 24 ชั่วโมง สาเหตุเกิดจากการปล่อยประจุไฟฟ้าบวกจากส่วนของบีเซิร์มและการเกิดกรดจากแบคทีเรียในน้ำยาง ซึ่งประจุบวกนี้จะจับกับประจุลบรอบอนุภาคยางจนเกิดการจับตัวเป็นก้อนยางขึ้น (Jumtee., 2000) ดังนั้นเวลาที่ 4, 5 และ 12 ชั่วโมง จึงไม่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา ต่อมาเมื่อพิจารณาเวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 1 – 3 ชั่วโมง (DR-S4, DR-S5, DR-S9, DR-S15, DR-S16 และ DR-S20) พบว่ายางแท่งมีค่า MV ลดลงเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ไม่พบผลต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติ P_0 และ PRI อย่างชัดเจน แต่อย่างไรก็ตามพบว่าการใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 3 ชั่วโมง สมบัติ A.S.H.T. ของยางแท่งผ่านเกณฑ์กำหนดทั้งในกรณีที่ใช้เบสชนิด NaOH และ NaOCH_3 ตามลำดับ ดังนั้นในการศึกษาความเข้มข้นเบส (0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 %w/v) ในการทดลองต่อไปจึงเลือกใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาที่ 3 ชั่วโมง



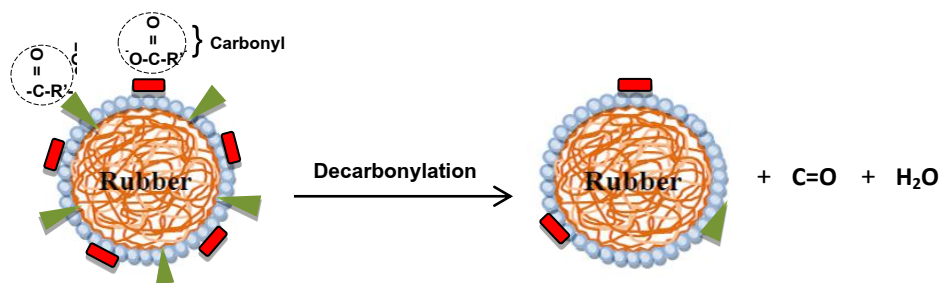
รูปที่ 4.3 ลักษณะของน้ำยางสดที่ผ่านการทำปฏิกิริยาสะaponนิฟิเคชันที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ณ เวลา (a) 4-5 ชั่วโมง (b) 12 ชั่วโมง

จากการศึกษาความเข้มข้นของเบสที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ภายใต้อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (DR-S6, DR-S7, DR-S8, DR-S9, DR-S17, DR-S18, DR-S19 และ DR-S20) พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเบสทั้ง 2 ชนิด อย่างหนึ่งที่ได้มีค่า MV, P_0 , PRI และ A.S.H.T. ลดลง เนื่องจากการเพิ่มความเข้มข้นเบสส่งผลให้ประสิทธิภาพในการกำจัดหมู่เอสเทอร์ของส่วนที่ไม่ใช่ยางและการลดปริมาณการเกิดเจลในโมเลกุลยางแห้งดีขึ้น (Jumtee., 2000) ซึ่งจากการพิจารณาสมบัติของยางแห้งที่ได้พบว่าการใช้ความเข้มข้นของสารละลายเบสที่ 1.0 และ 1.5 %w/v จะได้อย่างแห้งที่มีสมบัติ MV, P_0 และ A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์กำหนด แต่ยังมีค่า PRI อยู่ในช่วงที่ต่ำกว่าเกณฑ์กำหนด

จากผลการทดลองข้างต้น ภายใต้ภาวะการเกิดกระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน ได้อย่างแห้งที่ยังมีสมบัติไม่ผ่านเกณฑ์มาตรฐาน การใช้อุณหภูมิสูงถึง 70 องศาเซลเซียสไม่เหมาะสำหรับการนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรม การลดอุณหภูมิการทำปฏิกิริยา จำเป็นต้องเพิ่มระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชันนานขึ้น ส่งผลให้น้ำยางสดจับตัวเป็นก้อน อีกทั้งการใช้เบสในการทำปฏิกิริยา ส่งผลให้ต้องใช้กรดในการจับตัวน้ำยางเพิ่มขึ้น จึงสิ้นเปลืองทั้งพลังงานและสารเคมี ดังนั้นกระบวนการสะปอนนิฟิเคชันในงานวิจัยนี้จึงไม่เหมาะสมต่อการนำไปใช้ได้จริงในภาคอุตสาหกรรม

4.2.4 ยางแห้งจากกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (DR-D)

จากการเตรียมยางแห้งจากกระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน พบว่ายังไม่มีภาวะเหมาะสมสำหรับเตรียมยางแห้งให้มีสมบัติ PRI และ A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์กำหนด ดังนั้นผู้วิจัยนำเสนอแนวทางแก้ไขใหม่ โดยการจับตัวน้ำยางก่อนนำไปผ่านกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (ดังแสดงในรูปที่ 4.4) ยางแห้งที่ผลิตได้มีสมบัติดังแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าความเข้มข้นของสารละลายเบสและระยะเวลาในการแช่ยางไม่ส่งผลต่อสมบัติ MV และ P_0 แต่ส่งผลให้ค่า PRI และ A.S.H.T. ลดลง เนื่องจากเบสที่นำมาแช่ยางมีประสิทธิภาพในการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยาง ประเภทหมู่คาร์บอนิล ความแข็งแรงในยางธรรมชาติมีค่าลดลง แต่อย่างไรก็ตามพบว่าเมื่อส่วนที่ไม่ใช่ยางซึ่งสามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันในยางธรรมชาติได้ถูกกำจัดออกไป ประกอบกับความเข้มข้นของเบสที่ใช้มีความเข้มข้นสูงขึ้น ส่งผลให้ยางแห้งที่ผลิตได้มีความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชันลดลง (Danielle et al., 2013) สมบัติ PRI จึงลดต่ำ ดังนั้นภาวะเหมาะสมที่สามารถผลิตยางแห้งความหนืดคงที่ให้ผ่านเกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014(E) ได้คือการใช้ความเข้มข้นเบส 1.0 %w/v เวลาในการแช่ยาง 30 นาที (DR-D9)

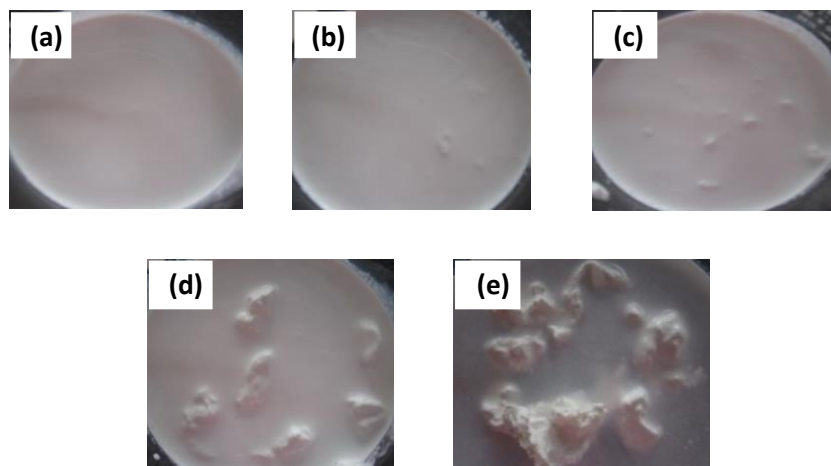


$R' = \text{H}$ for aldehyde group, $R' = \text{OR}$ for ester group, $R' = \text{alkyl}$ for ketone group, $R' = \text{amine}$ for protein

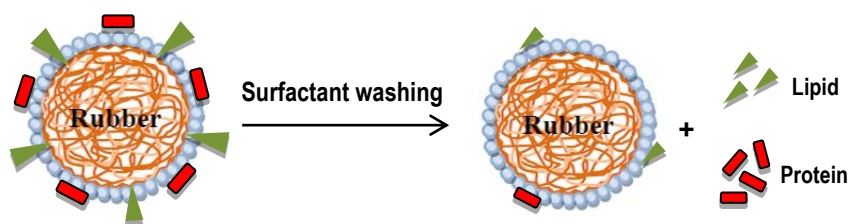
รูปที่ 4.4 กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล

4.2.5 ยางแห้งจากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (DR-W)

จากการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการผลิตยางแห้งด้วยกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว ได้แก่ จำนวนซ้ำในการปั่นเหวี่ยง ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว และความเร็วรอบในการปั่นเหวี่ยง สรุปผลการทดลองได้ดังตารางที่ 4.2 จากผลการปั่นเหวี่ยงน้ำยางสดจำนวน 1-5 รอบ รอบละ 1 ชั่วโมง ภายใต้ความเข้มข้นของ SDS 2 %w/v ความเร็วรอบ 19,000 rpm อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (DR-W1, DR-W2, DR-W6, DR-W11 และ DR-W12) สังเกตว่าน้ำยางสดที่ผ่านการปั่นเหวี่ยง 1-3 รอบ ไม่เกิดการจับตัวเป็นก้อน ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (a) - (c) แต่การปั่นเหวี่ยงที่จำนวนรอบมากกว่า 4 รอบ น้ำยางจะจับตัวกันเป็นก้อนเหนียว ไม่สามารถเจือจางด้วยน้ำและผลิตเป็นยางแห้งได้ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (d) - (e) สมบัติของยางแห้งที่ได้ดังตารางที่ 4.2 พบว่าเทคนิคการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวให้ยางแห้งมีสมบัติ A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์กำหนดเมื่อทำการปั่นเหวี่ยง 3 รอบ เนื่องจากการเพิ่มจำนวนรอบในการปั่นเหวี่ยงเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพในการกำจัดโปรตีนซึ่งเป็นสาเหตุของการเกิดเจล ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิจัยของ Mekkiengkrai (Mekkiengkrai et al., 2006) ที่พบว่าการเพิ่มจำนวนซ้ำในการปั่นเหวี่ยงน้ำยางสดส่งผลให้ปริมาณไนโตรเจนลดลงอย่างรวดเร็วในช่วง 1-3 รอบแรก และมีค่าคงที่ที่การปั่นเหวี่ยง 3 รอบ รูปที่ 4.6 แสดงกลไกการกำจัดโปรตีนบนโมเลกุลของยางธรรมชาติ พบว่าโปรตีนที่เกาะอยู่บนผิวอนุภาคยาง ซึ่งเป็นส่วนที่ไม่ละลายน้ำ จะถูกจับตัวด้วยสารลดแรงตึงผิวและถูกกำจัดออกมาพร้อมกับเซรัมเมื่อผ่านการปั่นเหวี่ยง โดยกระบวนการทั้งหมดนี้ไม่ส่งผลต่อการทำลายอนุภาคยาง น้ำหนักโมเลกุลยางไม่เปลี่ยนแปลง และมีสมบัติ P_0 และ PRI ผ่านเกณฑ์กำหนด แต่มีค่า MV สูงกว่าเกณฑ์กำหนดเล็กน้อย



รูปที่ 4.5 น้ำยางสดที่ผ่านการปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 19,000 รอบต่อนาที เป็นจำนวน (a) 1 (b) 2 (c) 3 (d) 4 และ (e) 5 ซ้ำ



รูปที่ 4.6 กระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว

ตารางที่ 4.2 ภาวะการเตรียมยางแห้งและสมบัติของตัวอย่างยางแห้งที่เตรียมได้

Sample Code	Reagent	Rxn. Temp. (°C)	Rxn. time (hr)	Reagent conc. (% w/v)	Re-centrifuge (time)	Speed (rpm)	MV (unit) ¹	P ₀ (unit) ²	PRI (%) ³	A.S.H.T. (unit) ⁴	CV rubber specification
DR	-	30	-	-	-	-	75.0 ± 8.0	43.0 ± 4.0	90.00 ± 10.0	37.0 ± 5.0	Control
DR-H	HNS	30	-	0.15 phr	-	-	62.3 ± 2.1	32.5 ± 2.5	70.50 ± 2.3	1.0 ± 2.0	✓
DR-S											
DR-S1	KOH	70	3	2.0	-	-	78.0 ± 1.9	41.5 ± 1.5	81.93 ± 4.0	25.0 ± 7.3	×
DR-S2	NaOH	30	3	2.0	-	-	74.0 ± 2.2	34.5 ± 0.7	75.36 ± 5.1	31.5 ± 5.2	×
DR-S3	NaOH	50	3	2.0	-	-	71.0 ± 1.7	37.0 ± 1.0	67.57 ± 5.2	29.0 ± 6.0	×
DR-S4	NaOH	70	1	2.0	-	-	51.0 ± 10.3	29.0 ± 12.5	58.62 ± 15.7	1.0 ± 6.5	×
DR-S5	NaOH	70	2	2.0	-	-	46.5 ± 6.9	30.0 ± 7.5	50.00 ± 5.4	1.0 ± 4.3	×
DR-S6	NaOH	70	3	0.5	-	-	70.0 ± 3.2	32.0 ± 2.8	68.75 ± 7.2	5.5 ± 2.7	×
DR-S7	NaOH	70	3	1.0	-	-	61.4 ± 3.1	33.8 ± 1.5	63.33 ± 7.1	3.5 ± 3.5	×
DR-S8	NaOH	70	3	1.5	-	-	59.4 ± 2.9	32.5 ± 2.0	65.63 ± 6.7	1.0 ± 1.5	×
DR-S9	NaOH	70	3	2.0	-	-	43.5 ± 2.1	28.5 ± 0.5	54.39 ± 5.8	3.5 ± 2.5	×
DR-S10	NaOH	70	4	2.0	-	-	*	*	*	*	×
DR-S11	NaOH	70	5	2.0	-	-	*	*	*	*	×
DR-S12	NaOH	70	12	2.0	-	-	*	*	*	*	×
DR-S13	NaOCH ₃	30	3	2.0	-	-	74.0 ± 2.0	35.0 ± 1.7	74.29 ± 6.3	29.0 ± 11.2	×
DR-S14	NaOCH ₃	50	3	2.0	-	-	71.5 ± 1.2	35.5 ± 1.4	66.20 ± 5.7	31.5 ± 10.0	×
DR-S15	NaOCH ₃	70	1	2.0	-	-	51.0 ± 12.0	28.0 ± 1.5	57.14 ± 18.0	6.0 ± 9.5	×

¹ เกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) คือ 60 ± 5

² เกณฑ์กำหนดสำหรับยางแห้ง คือ ไม่ต่ำกว่า 30

³ เกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) คือ ไม่ต่ำกว่า 60

⁴ เกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part C.1(1992) คือ ไม่เกิน 8 หน่วย

*ไม่สามารถจับตัวยางและผลิตเป็นยางแห้งได้

ตารางที่ 4.2 (ต่อ) ภาวะการเตรียมยางแห้งและสมบัติของตัวอย่างยางแห้งที่เตรียมได้

Sample Code	Reagent	Rxn. Temp. (°C)	Rxn. time (hr)	Reagent conc. (% w/v)	Re-centrifuge (time)	Speed (rpm)	MV (unit) ¹	P ₀ (unit) ²	PRI (%) ³	A.S.H.T. (unit) ⁴	CV rubber specification
DR-S16	NaOCH ₃	70	2	2.0	-	-	46.0 ± 8.8	27.0 ± 4.4	57.41 ± 10.2	5.0 ± 5.0	×
DR-S17	NaOCH ₃	70	3	0.5	-	-	69.5 ± 1.8	33.0 ± 1.0	71.21 ± 7.5	6.0 ± 1.8	×
DR-S18	NaOCH ₃	70	3	1.0	-	-	62.1 ± 2.5	31.0 ± 2.1	64.52 ± 6.1	3.0 ± 2.0	×
DR-S19	NaOCH ₃	70	3	1.5	-	-	59.0 ± 3.1	31.0 ± 3.0	62.90 ± 6.2	4.0 ± 3.9	×
DR-S20	NaOCH ₃	70	3	2.0	-	-	43.5 ± 1.3	28.0 ± 1.6	53.57 ± 5.5	5.5 ± 3.5	×
DR-S21	NaOCH ₃	70	4	2.0	-	-	*	*	*	*	×
DR-S22	NaOCH ₃	70	5	2.0	-	-	*	*	*	*	×
DR-S23	NaOCH ₃	70	12	2.0	-	-	*	*	*	*	×
DR-D											×
DR-D1	NaOH	R.T.	0.5	0.5	-	-	68.0	36.3	60.1	5.0	×
DR-D2	NaOH	R.T.	1.0	0.5	-	-	65.8	36.0	60.7	5.5	×
DR-D3	NaOH	R.T.	1.5	0.5	-	-	67.1	34.5	58.0	5.0	×
DR-D4	NaOH	R.T.	2.0	0.5	-	-	66.9	36.0	52.8	5.0	×
DR-D5	NaOH	R.T.	4.0	0.5	-	-	67.4	35.0	54.3	4.5	×
DR-D6	NaOH	R.T.	6.0	0.5	-	-	66.3	34.0	57.4	4.0	×
DR-D7	NaOH	R.T.	12.0	0.5	-	-	69.5	34.5	55.1	3.0	×
DR-D8	NaOH	R.T.	24.0	0.5	-	-	68.7	35.0	54.3	3.0	×
DR-D9	NaOH	R.T.	0.5	1.0	-	-	61.4	33.8	62.6	5.0	✓

¹ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) คือ 60 ± 5

² เกล็ดที่กำหนดสำหรับยางแห้ง คือ ไม่ต่ำกว่า 30

³ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) คือ ไม่ต่ำกว่า 60

⁴ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part C.1(1992) คือ ไม่เกิน 8 หน่วย

*ไม่สามารถจับตัวน้ำยางและผลิตเป็นยางแห้งได้

ตารางที่ 4.2 (ต่อ) ภาวะการเตรียมยางแห้งและสมบัติของตัวอย่างยางแห้งที่เตรียมได้

Sample Code	Reagent	Rxn. Temp. (°C)	Rxn. time (hr)	Reagent conc. (% w/v)	Re-centrifuge (time)	Speed (rpm)	MV (unit) ¹	P ₀ (unit) ²	PRI (%) ³	A.S.H.T. (unit) ⁴	CV rubber specification
DR-D10	NaOH	R.T.	1.0	1.0	-	-	61.1	33.2	60.8	5.8	✓
DR-D11	NaOH	R.T.	1.5	1.0	-	-	65.5	35.0	58.6	4.0	×
DR-D12	NaOH	R.T.	2.0	1.0	-	-	63.7	34.0	57.4	3.0	×
DR-D13	NaOH	R.T.	4.0	1.0	-	-	66.6	34.5	55.1	2.0	×
DR-D14	NaOH	R.T.	6.0	1.0	-	-	65.2	35.0	57.1	1.5	×
DR-D15	NaOH	R.T.	12.0	1.0	-	-	65.4	33.5	56.7	1.5	×
DR-D16	NaOH	R.T.	24.0	1.0	-	-	64.6	34.0	55.9	1.0	×
DR-D17	NaOH	R.T.	0.5	1.5	-	-	64.7	34.5	55.1	3.0	×
DR-D18	NaOH	R.T.	1.0	1.5	-	-	69.5	33.0	54.5	3.0	×
DR-D19	NaOH	R.T.	1.5	1.5	-	-	63.7	35.0	52.9	2.0	×
DR-D20	NaOH	R.T.	2.0	1.5	-	-	65.4	34.5	50.7	2.0	×
DR-D21	NaOH	R.T.	4.0	1.5	-	-	64.6	33.0	51.5	1.5	×
DR-D22	NaOH	R.T.	6.0	1.5	-	-	64.7	33.0	53.0	1.0	×
DR-D23	NaOH	R.T.	12.0	1.5	-	-	64.6	32.5	52.3	1.0	×
DR-D24	NaOH	R.T.	24.0	1.5	-	-	65.4	34.0	51.5	0.0	×
DR-D25	NaOH	R.T.	0.5	2.0	-	-	64.6	34.5	46.4	2.5	×
DR-D26	NaOH	R.T.	1.0	2.0	-	-	69.5	35.0	47.1	2.0	×
DR-D27	NaOH	R.T.	1.5	2.0	-	-	64.6	33.5	50.7	1.0	×

¹ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) คือ 60 ± 5

² เกล็ดที่กำหนดสำหรับยางแห้ง คือ ไม่ต่ำกว่า 30

³ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) คือ ไม่ต่ำกว่า 60

⁴ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part C.1(1992) คือ ไม่เกิน 8 หน่วย

*ไม่สามารถจับตัวน้ำยางและผลิตเป็นยางแห้งได้

ตารางที่ 4.2 (ต่อ) ภาวะการเตรียมยางแห้งและสมบัติของตัวอย่างยางแห้งที่เตรียมได้

Sample Code	Reagent	Rxn. Temp. (°C)	Rxn. time (hr)	Reagent conc. (% w/v)	Re-centrifuge (time)	Speed (rpm)	MV (unit) ¹	P ₀ (unit) ²	PRI (%) ³	A.S.H.T. (unit) ⁴	CV rubber specification
DR-D28	NaOH	R.T.	2.0	2.0	-	-	69.8	34.0	48.5	1.5	×
DR-D29	NaOH	R.T.	4.0	2.0	-	-	65.1	34.0	50.0	1.0	×
DR-D30	NaOH	R.T.	6.0	2.0	-	-	69.9	33.0	53.0	1.0	×
DR-D31	NaOH	R.T.	12.0	2.0	-	-	65.4	32.5	50.8	0.0	×
DR-D32	NaOH	R.T.	24.0	2.0	-	-	65.3	35.0	48.6	0.0	×
DR-W											×
DR-W1	SDS	20	1	2.0	1	19,000	66.5 ± 4.5	40.5 ± 3.5	85.5 ± 3.5	10.5 ± 6.5	×
DR-W2	SDS	20	1	2.0	2	19,000	65.0 ± 4.0	41.0 ± 2.0	87.0 ± 4.0	5.0 ± 4.0	×
DR-W3	SDS	20	1	0.5	3	19,000	70.5 ± 6.7	37.5 ± 4.0	80.00 ± 8.0	10.0 ± 5.5	×
DR-W4	SDS	20	1	1.0	3	19,000	69.3 ± 5.4	38.0 ± 3.5	83.88 ± 6.5	5.0 ± 6.0	×
DR-W5	SDS	20	1	1.5	3	19,000	70.8 ± 5.2	39.5 ± 3.5	84.15 ± 7.0	4.5 ± 5.0	×
DR-W6	SDS	20	1	2.0	3	8,000	72.5 ± 4.3	41.0 ± 2.5	85.37 ± 7.3	4.0 ± 2.5	×
DR-W7	SDS	20	1	2.0	3	10,000	71.8 ± 3.9	40.5 ± 3.3	82.72 ± 5.6	2.5 ± 2.7	×
DR-W8	SDS	20	1	2.0	3	13,000	73.4 ± 2.7	43.0 ± 2.7	81.40 ± 6.2	3.0 ± 2.9	×
DR-W9	SDS	20	1	2.0	3	15,000	74.5 ± 4.1	38.0 ± 3.2	82.11 ± 5.7	2.5 ± 2.2	×
DR-W10	SDS	20	1	2.0	3	19,000	67.5 ± 3.0	40.5 ± 2.5	85.50 ± 5.5	1.5 ± 1.0	×
DR-W11	SDS	20	1	2.0	4	19,000	*	*	*	*	×
DR-W12	SDS	20	1	2.0	5	19,000	*	*	*	*	×

¹ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) คือ 60 ± 5

² เกล็ดที่กำหนดสำหรับยางแห้ง คือ ไม่ต่ำกว่า 30

³ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) คือ ไม่ต่ำกว่า 60

⁴ เกล็ดที่กำหนดตามมาตรฐาน SMR bulletin No.7 part C.1(1992) คือ ไม่เกิน 8 หน่วย

*ไม่สามารถจับตัวน้ำยางและผลิตเป็นยางแห้งได้

จากการศึกษาความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่ 0.5-2.0 %w/v ภายใต้อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ความเร็ว 19,000 rpm โดยปั่นซ้ำ 3 รอบ (DR-W3, DR-W4, DR-W5 และ DR-W6) พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวส่งผลให้ยางแห้งที่ได้มีค่า A.S.H.T. ลดลง เนื่องจากความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นทำให้สารลดแรงตึงผิวรวมกันเป็นกลุ่มที่เรียกว่า ไมเซลล์ สามารถจับกับโปรตีนได้ดีขึ้น (Rattanaleklai., 2000) แต่ไม่ทำปฏิกิริยากับโมเลกุลยาง การใช้ความเข้มข้นที่ 2 %w/v ยางแห้งที่ได้จะมีค่า A.S.H.T. ลดลง (0.5-2.5 unit) จึงสรุปได้ว่าความเข้มข้น 2 %w/v เป็นความเข้มข้นที่เหมาะสมสำหรับเทคนิคการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว แต่อย่างไรก็ตามการปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 19,000 rpm ต้องใช้เครื่อง Ultracentrifuge ซึ่งมีราคาสูง ดังนั้นผู้วิจัยจึงได้ทดลองลดความเร็วรอบในการปั่นเหวี่ยงเพื่อหาความเร็วรอบที่เหมาะสมต่อไป

จากการลดความเร็วรอบการปั่นเหวี่ยงจาก 19,000 rpm ลงมาที่ 15,000, 13,000, 10,000 และ 8,000 rpm ภายใต้ความเข้มข้นของ SDS 2% w/v อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส โดยปั่นซ้ำ 3 รอบ (DR-W6, DR-W7, DR-W8, DR-W9 และ DR-W10) พบว่าที่ความเร็วรอบสูงกว่า 8,000 rpm จะให้ค่า A.S.H.T. ลดลง และมีแนวโน้มคงที่ ซึ่งสันนิษฐานว่าการใช้ความเร็วที่ 8,000 rpm มีผลกำจัดเฉพาะโปรตีนบริเวณรอบอนุภาคยาง แต่เมื่อเพิ่มความเร็วเป็น 10,000 rpm ขึ้นไปจะสามารถกำจัดโปรตีนในส่วนเซรัมที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อยกว่า 14 kD ได้ (Tubanterng., 1998) นอกจากนี้ยางแห้งที่ได้มีสมบัติ P_0 และ A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์กำหนด แต่ยังมีค่า MV สูงกว่าเกณฑ์กำหนดเล็กน้อย ซึ่งสามารถแก้ไขได้โดยการนำยางแห้งมาผ่านกระบวนการบด ดังนั้นผู้วิจัยเลือกความเร็วรอบที่ 10,000 ความเข้มข้น SDS 2% w/v (DR-W7) เป็นภาวะที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการผลิตยางแห้งจากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว

จากการทดลองข้างต้นในการเตรียมยางแห้งทั้ง 5 วิธี ผู้วิจัยได้พิจารณาเลือกยางแห้งที่ผ่านเกณฑ์กำหนดของยางความหนืดคงที่ตามมาตรฐาน ISO 2000:2014(E) ประกอบด้วยยางแห้ง 3 ชนิด ได้แก่ ยางแห้งที่ผ่านการเติมสารควบคุมความหนืด (DR-H) ยางแห้งผ่านกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (DR-D9) และยางแห้งจากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (DR-W7) เพื่อนำไปศึกษาสมบัติทางกายภาพและทางเคมี และเปรียบเทียบกับยางแห้งที่ไม่ผ่านกระบวนการทำปฏิกิริยาต่อไป (ตารางที่ 4.3)

ตารางที่ 4.3 สมบัติทางกายภาพและเคมีของตัวอย่างยางแห้ง

Sample Code	MV (unit)	P_0 (unit)	PRI (%)	A.S.H.T. (unit)	N_2 (%)	Gel (%)	M_w ($\times 10^{-6}$ g/mol)	PDI (M_w/M_n)
DR	75.0 $\pm$ 8.0	43.0 $\pm$ 4.0	90.0 $\pm$ 10.0	37.0 $\pm$ 5.0	0.577	14.33	2.38	1.30
DR-H	62.3 $\pm$ 2.1	32.5 $\pm$ 2.5	70.5 $\pm$ 2.3	1.0 $\pm$ 2.0	0.496	6.23	1.67	2.16
DR-D9	61.4 $\pm$ 2.6	33.8 $\pm$ 1.3	62.6 $\pm$ 2.2	5.0 $\pm$ 2.5	0.507	7.32	1.59	1.86
DR-W7	71.8 $\pm$ 3.9	40.5 $\pm$ 3.3	82.8 $\pm$ 5.6	2.5 $\pm$ 2.7	0.202	3.49	2.13	1.34
Limit	60.0 $\pm$ 5.0 ¹	-	60, min ¹	8.0, max ²	0.6, max ¹	-	-	-

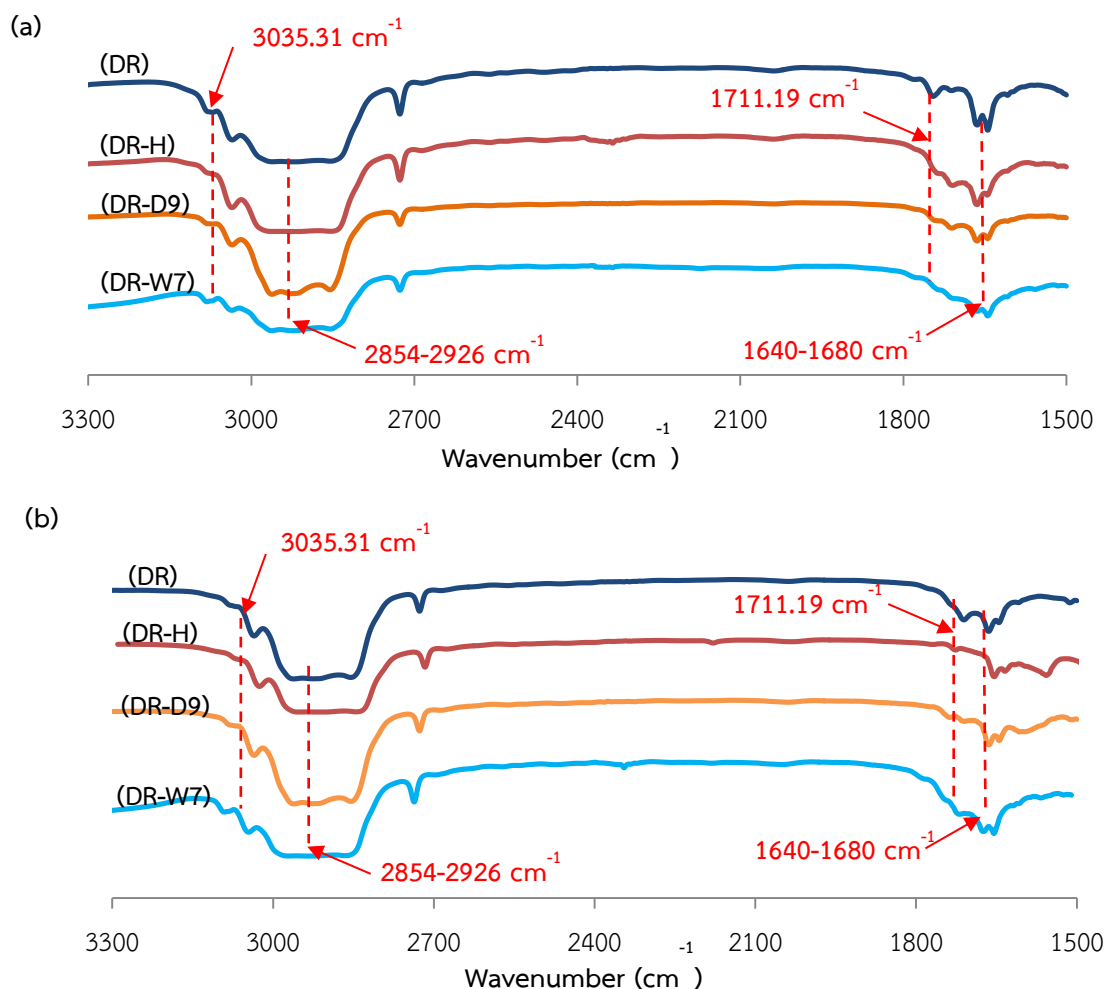
* ผลการทดสอบเฉลี่ยจากการทดสอบตัวอย่างน้ำยางสดจำนวน 3 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 3 ซ้ำ

¹ อ้างอิงมาตรฐาน ISO2000:2014 (E) Rubber, raw natural – Guidelines for the specification of technically specified rubber (TSR)

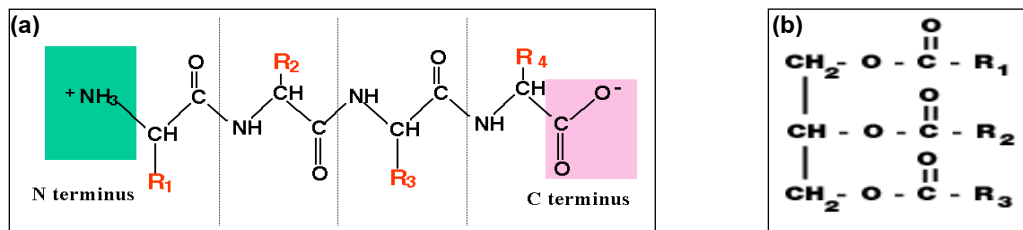
² อ้างอิงมาตรฐาน Standard Malaysian Rubbers (SMR)

4.3 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีโดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี

รูปที่ 4.7 (a) แสดง FT-IR สเปกตรัมของตัวอย่างยางแห้งทั้ง 4 ชนิด พบว่าตัวอย่างยางแห้งที่ได้จากน้ำยางสด ไม่ทำปฏิกิริยา (DR) และยางแห้งที่ได้จากการทำการทำปฏิกิริยาทั้ง 3 กระบวนการ (DR-H, DR-D9 และ DR-W7) ต่างแสดงสเปกตรัมของโครงสร้างยางธรรมชาติ cis-1,4 polyisoprene ได้แก่ สเปกตรัม C-H stretching ของหมู่แอลคีน ที่ตำแหน่ง 3035.31 cm^{-1} , C-H stretching ของหมู่แอลเคนที่ตำแหน่ง $2854\text{--}2926\text{ cm}^{-1}$ และ C=C stretching ของหมู่แอลคีนที่ตำแหน่ง $1680\text{--}1640\text{ cm}^{-1}$ โครงสร้างที่แสดงความเข้มสูง (Strong band) ของหมู่คาร์บอนิล C=O stretching ที่ตำแหน่ง 1711.19 cm^{-1} ปรากฏชัดเจนในยางแห้งชนิด DR ในขณะที่ ในยางแห้งอีก 3 ชนิด การปรากฏหมู่คาร์บอนิล C=O stretching จะไม่ชัดเจน ซึ่ให้เห็นว่าวิธีการผลิตยางแห้งทั้ง 3 กระบวนการ มีประสิทธิภาพในการกำจัดหมู่คาร์บอนิลในส่วนที่ไม่ใช่ยางในโครงสร้างของโปรตีนและไขมัน (รูปที่ 4.8) แต่เมื่อเก็บยางแห้งไว้เป็นระยะเวลา 12 สัปดาห์ (รูปที่ 4.7 (b)) พบว่าพบว่าการเพิ่มความเข้มของสเปกตรัมของ หมู่คาร์บอนิล (C=O stretching) ที่ตำแหน่ง 1711.19 cm^{-1} แสดงค่าเพิ่มขึ้นในตัวอย่างยางทั้ง 4 ชนิด แสดงถึงการ เกิดความแข็งขณะเก็บในยางทั้ง 4 ชนิด แต่อย่างไรก็ตามยางแห้งที่ผ่านการทำปฏิกิริยายังแสดงความเข้มของพีก ดังกล่าวที่ต่ำกว่ายางแห้งที่ไม่ผ่านการทำปฏิกิริยา เนื่องจากส่วนที่ไม่ใช่ยางในยางแห้งที่ผ่านการทำปฏิกิริยามีน้อยกว่า จึงมีลดโอกาสเกิดพันธะเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลยาง



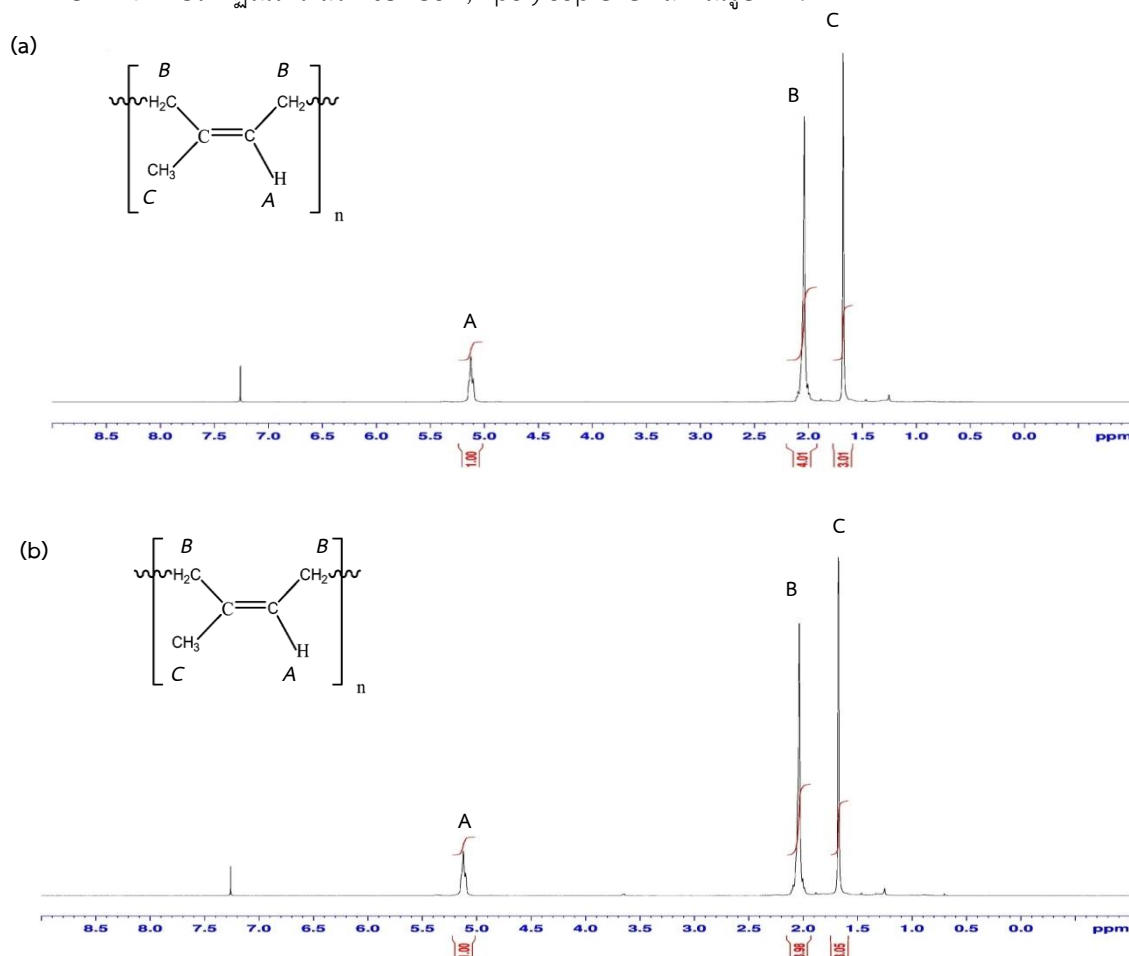
รูปที่ 4.7 FT-IR สเปกตรัมของยางแห้ง 4 ตัวอย่าง ที่ระยะเวลาเก็บยางแห้ง (a) 0 สัปดาห์ (b) 12 สัปดาห์



รูปที่ 4.8 โครงสร้างทั่วไปของ (a) โปรตีน และ (b) ไขมัน

4.4 การศึกษาโครงสร้างทางเคมีโดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

รูปที่ 4.9 แสดง ¹H NMR สเปกตรัมของยางแท่ง โดยยางแท่งทั้ง 4 ตัวอย่าง ที่ระยะเวลาการเก็บยาง 0 และ 12 สัปดาห์ แสดงรูปแบบที่เหมือนกัน เนื่องจากมีส่วนประกอบที่เป็นไฮโดรคาร์บอนสูงถึงร้อยละ 95 ดังนั้นจึงปรากฏแต่เพียงสเปกตรัมของ cis-1,4-polyisoprene ซึ่งประกอบด้วย Chemical shift ที่ 5.0 – 5.2 ppm เป็นสัญญาณโปรตรอนที่ต่อกับ Vinylic carbon (ตำแหน่ง A) และ Chemical shift ที่ 1.6 และ 2.0 ppm เป็นสัญญาณโปรตรอนที่ต่อกับ Allylic carbon โดยมีค่า Integrals ที่แสดงอัตราส่วนของจำนวนโปรตรอนที่ตำแหน่ง A:B:C คือ 1:4:3 ดังปรากฏในโครงสร้างของ cis-1,4-polyisoprene แสดงในรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 ¹H NMR สเปกตรัมของยางแท่งทั้ง 4 ตัวอย่าง ที่ระยะเวลาเก็บยางแท่ง (a) 0 สัปดาห์ (b) 12 สัปดาห์

4.5 การหาปริมาณไนโตรเจน

ปริมาณไนโตรเจนเป็นตัวชี้บ่งถึงปริมาณโปรตีนในยางธรรมชาติแสดงในตารางที่ 4.3 พบว่ายางแห้ง DR มีปริมาณไนโตรเจนสูงถึง 0.577 % ขณะที่ยางแห้ง DR-H และ DR-D9 มีปริมาณไนโตรเจนลดลงเหลือประมาณ 0.5 % และยางแห้ง DR-W7 มีปริมาณไนโตรเจนต่ำสุดที่ประมาณ 0.202 % เนื่องจากกระบวนการเติมสารควบคุมความหนืด HNS มีผลในการลดความว่องไวของหมู่คาร์บอนิล ในขณะที่กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลมีผลในการกำจัดหมู่คาร์บอนิลในโครงสร้างของโปรตีนและไขมัน แต่อย่างไรก็ตามทั้งสองกระบวนการไม่สามารถลดปริมาณโปรตีนได้เทียบเท่ากระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว เนื่องจากสาร SDS ที่เติมในน้ำยางจะดึงโปรตีนออกจากอนุภาคยางโดยตรง อีกทั้งยังสามารถดึงไขมันบางส่วนออกมาจากอนุภาคยางได้อีกด้วย ส่งผลให้ยางแห้งที่ได้จากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวมีปริมาณไนโตรเจนน้อยที่สุด

4.6 การหาปริมาณเจล

สาเหตุของการเกิดเจลในยางธรรมชาติเนื่องจากพันธะไฮโดรเจนตรงตำแหน่งหมู่ปลายที่ต่อกับโปรตีน (ω -terminal) และพันธะไอออนิกตรงตำแหน่งหมู่ปลายที่ต่อกับไขมัน (α -terminal) เกิดปฏิกิริยาเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุลของยางธรรมชาติสร้างเป็นส่วนใหญ่ที่ไม่ละลายในสารละลาย จากตารางที่ 4.3 พบว่ายางแห้งที่ไม่ผ่านการทำปฏิกิริยามีปริมาณเจล ค่า MV และ ค่า P_0 สูงกว่ายางแห้งที่ผ่านการทำปฏิกิริยา แต่เมื่อพิจารณายางแห้งที่ผ่านการทำปฏิกิริยาทั้ง 3 กระบวนการ พบว่าสมบัติความหนืดไม่แปรผันตามปริมาณเจลเพียงอย่างเดียว แต่ขึ้นกับปัจจัยต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.2 อีกทั้งสารละลายกรดและเบส (HNS, NaOH และ K_2SO_4) ที่ใช้ทำปฏิกิริยาในการผลิตยางแห้งเติมสารควบคุมความหนืดและกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลมีผลข้างเคียงให้สายโซ่ยางบางส่วนแตกเป็นสายโซ่ที่สั้นกว่ายางแห้งจากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว จึงพบว่าความหนืดมูนี้ในยางแห้งชนิด DR-H และ DR-D9 มีค่าความหนืดต่ำกว่ายางแห้ง DR-W7

4.7 การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลและดัชนีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล

ตารางที่ 4.3 แสดง M_w และ PDI ของตัวอย่างยางแห้ง 4 ชนิด พบว่ายางแห้ง DR และ DR-W7 มี M_w ใกล้เคียงกันคือที่ 2.38×10^6 กรัมต่อโมล และ 2.13×10^6 กรัมต่อโมล ตามลำดับ และค่า PDI ที่ 1.30 และ 1.34 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่ากระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวมีผลในการกำจัด non-rubber รอบอนุภาคยาง แต่ไม่เกิดปฏิกิริยากับโมเลกุลยาง ในขณะที่ยางแห้ง DR-H และ DR-D9 มีน้ำหนักโมเลกุลลดลง เนื่องจากสาร HNS มีหมู่ซัลเฟตที่มีสมบัติเป็นกรด ส่งผลให้โมเลกุลยางเกิดการเสื่อมสภาพเช่นเดียวกับการแช่ยางในสารย่อยยางชนิดโพแทสเซียมซัลเฟตในกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล ส่งผลให้สายโซ่ยางบางส่วนแตกเป็นโมเลกุลเล็ก ค่า M_w จึงลดลง ค่า PDI สูงขึ้น บ่งบอกถึงความไม่สม่ำเสมอของสายโซ่ยางในยางแห้ง DR-H และ DR-D9

4.8 ผลการทดสอบยางแห้งความหนืดคงที่ตามข้อกำหนดมาตรฐาน ISO 2000: 2014 (E)

ตารางที่ 4.4 แสดงสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของยางแห้งทั้ง 4 ชนิด มีปริมาณสิ่งสกปรก และปริมาณเถ้าอยู่ในช่วงร้อยละ 0.006 – 0.007 และ 0.20 – 0.21 ตามลำดับ เนื่องจากยางแห้งผลิตจากน้ำยางสดที่เก็บในภาชนะที่สะอาด รวมทั้งผ่านการกรองเพื่อกำจัดสิ่งปลอมปนจึงมีปริมาณสิ่งสกปรกและปริมาณเถ้าต่ำ อีกทั้งการอบยางเป็นเวลานานถึง 24 ชั่วโมงสามารถช่วยกำจัดความชื้นในยางได้เป็นอย่างดี ส่งผลให้ยางแห้ง DR, DR-H, และ DR-W7 มีปริมาณสิ่งระเหยอยู่ในช่วงร้อยละ 0.34 - 0.37 ในส่วนของยางแห้ง DR-D9 มีปริมาณสิ่งระเหยเฉลี่ยร้อยละ 0.49 เนื่องจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายโพแทสเซียมซัลเฟตที่อยู่ในโมเลกุลยางหรือเคลือบอยู่บนผิวยางชนิดดังกล่าวไม่สามารถระเหยได้หมดที่อุณหภูมิ 55-60 องศาเซลเซียส ส่งผลให้ยางชนิดนี้มีปริมาณสิ่งระเหยสูง แต่อย่างไรก็ตามตัวอย่างยางแห้งทั้ง 4 ชนิด มีปริมาณสิ่งสกปรก ปริมาณเถ้า และปริมาณสิ่งระเหยต่ำกว่าร้อยละ 0.05, 0.5 และ 0.8 ซึ่งผ่านเกณฑ์กำหนดของยางแห้งตามมาตรฐาน ISO 2000: 2014 (E)

4.9 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของยางแห้งตามระยะเวลาการเก็บเป็นเวลา 16 สัปดาห์

การศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของยางแห้งเป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์ พบว่ายางแห้ง DR มีค่า P_0 เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วง 8 สัปดาห์แรก (รูปที่ 4.10 (a)) ส่งผลให้ค่า A.H.S.T. ซึ่งคำนวณจากผลต่างระหว่างค่าความอ่อนตัวเริ่มแรกกับค่าความอ่อนตัวที่ภาวะแรง ($\Delta P = P_H - P_0$) มีค่าลดลง (รูปที่ 4.10 (b)) ในขณะที่ยางแห้งที่ผ่านกระบวนการกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางทั้ง 3 กระบวนการ ได้แก่ ยางแห้ง DR-H, DR-D9 และ DR-W7 แสดงการเปลี่ยนแปลงสมบัติ P_0 และ A.H.S.T. เพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับยางแห้ง DR สมบัติ M_V และ M_w (รูปที่ 4.10 (c) และ (e) ตามลำดับ) ในยางแห้ง DR มีค่าเพิ่มขึ้นมากกว่ายางแห้งชนิด DR-H, DR-D9 และ DR-W7 แสดงให้เห็นว่ากระบวนการผลิตยางแห้งที่ผ่านการทำให้เกิดปฏิกิริยาทั้ง 3 กระบวนการมีประสิทธิภาพในการชะลอการเพิ่มความแข็งในยางธรรมชาติได้ ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณเจล (รูปที่ 4.10 (e)) ที่ลดลงอย่างชัดเจนเมื่อเทียบกับยางแห้ง DR ดังนั้นการป้องกันการเกิดเจลในยางธรรมชาติโดยอาศัยวิธีกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางผ่านกระบวนการเติมสารควบคุมความหนืด กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล และกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว จึงสามารถควบคุมความหนืดในยางธรรมชาติได้ แต่เมื่อส่วนที่ไม่ใช่ยางซึ่งทำหน้าที่ป้องกันการเกิดออกซิเดชันในยางธรรมชาติถูกกำจัดออกส่งผลให้ยางแห้งที่ผ่านการทำปฏิกิริยาทั้ง 3 กระบวนการมีค่า PRI ลดลงมากกว่ายางแห้ง DR โดยลดลงประมาณ 8-10 หน่วย (รูปที่ 4.10 (f))

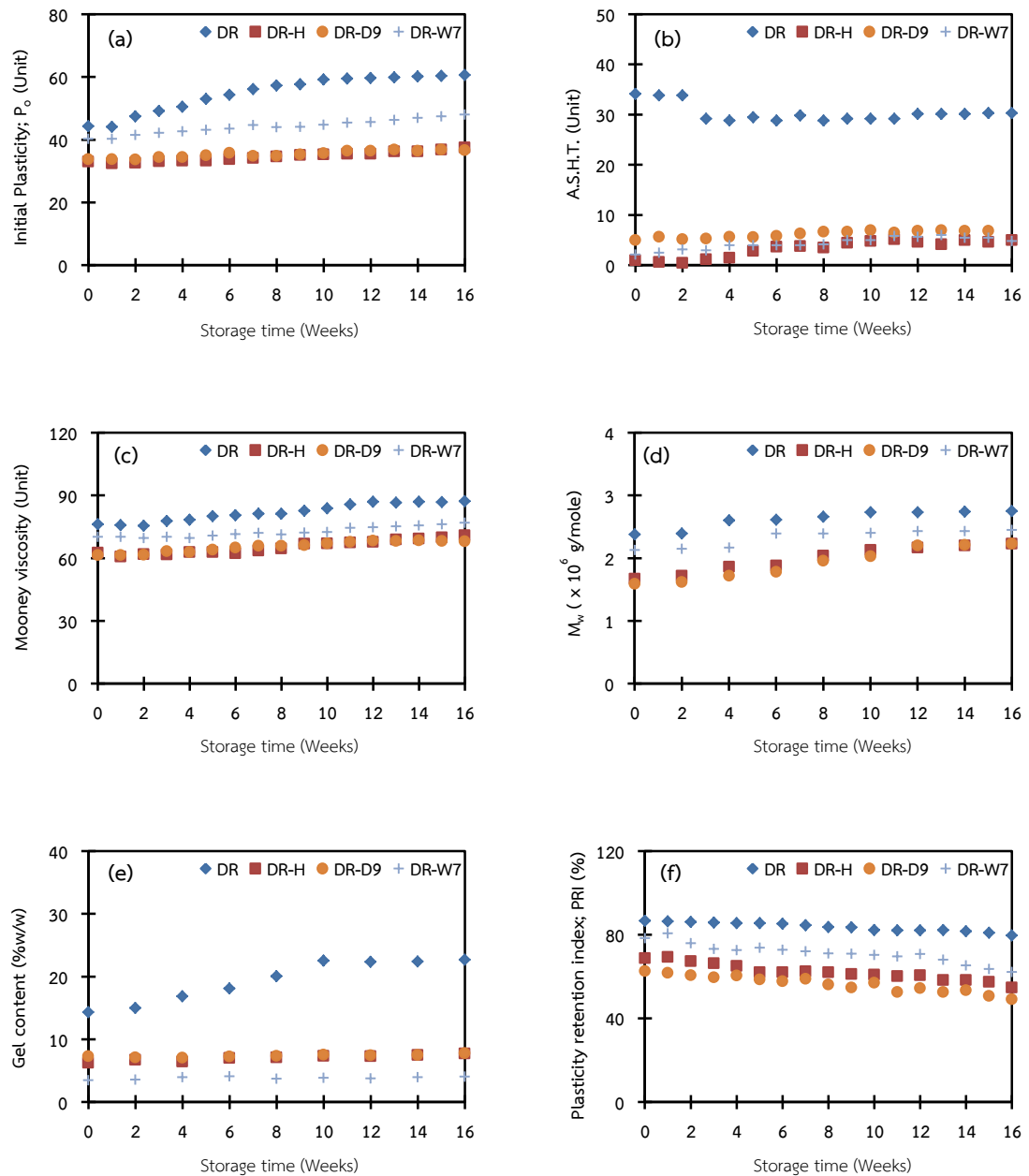
ตารางที่ 4.4 ปริมาณสิ่งสกปรก ปริมาณเถ้า และปริมาณสิ่งระเหยในตัวอย่างยางแห้ง

Sample Code	Dirt content (% by mass)	Ash content (% by mass)	Volatile matter content (% by mass)
DR	0.007 ± 0.000	0.21 ± 0.01	0.37 ± 0.01
DR-H	0.006 ± 0.000	0.21 ± 0.00	0.37 ± 0.02
DR-D9	0.006 ± 0.002	0.20 ± 0.01	0.49 ± 0.01
DR-W7	0.007 ± 0.002	0.20 ± 0.01	0.34 ± 0.01
Limit**	0.05, max	0.5, max	0.8, max

* ผลการทดสอบเฉลี่ยจากการทดสอบตัวอย่างน้ำยางสดจำนวน 3 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 3 ชั่วโมง

** อ้างอิงมาตรฐาน ISO2000:2014 (E) Rubber, raw natural – Guidelines for the specification of technically specified rubber (TSR)

จากการศึกษาข้างต้นแสดงให้เห็นว่ากระบวนการกำจัดเจลในงานวิจัยนี้ให้ผลการทดลองเทียบเคียงกับการใช้สาร HNS ซึ่งสามารถนำไปพัฒนาต่อยอดในการประยุกต์ใช้ได้ต่อไปในภาคอุตสาหกรรม



รูปที่ 4.10 ความสัมพันธ์ระหว่างระยะเวลาเก็บยางแห้งกับ (a) ความอ่อนตัวเริ่มแรก (b) ความแข็งที่ภาวะแรง (c) ความหนืดมูนนี่ (d) น้ำหนักโมเลกุล (e) ปริมาณเจล และ (f) ดัชนีความอ่อนตัว

บทที่ 5

บทสรุป

จากกระบวนการผลิตยางแห้งทั้ง 5 กระบวนการ ได้แก่ ยางแห้งไม่ผ่านการทำปฏิกิริยา (DR) ยางแห้งจากกระบวนการเติมสารควบคุมความหนืด (DR-H) ยางแห้งจากกระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน (DR-S) ยางแห้งจากกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล (DR-D) และยางแห้งจากกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (DR-W) พบว่ายางแห้ง DR แสดงค่า A.S.H.T. และ MV เกินเกณฑ์กำหนดของยางความหนืดคงที่ตามมาตรฐาน SMR และ ISO 2000:2014 (E) เนื่องจากยางชนิดนี้มีส่วนที่ไม่ใช่ยางอยู่เป็นจำนวนมาก ก่อให้เกิดเจลซึ่งเป็นสาเหตุของความแข็งในยางธรรมชาติ นอกจากนี้กระบวนการสะปอนนิฟิเคชันไม่เหมาะสำหรับการนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรม เนื่องจากยางแห้งที่ได้มีค่า PRI ต่ำกว่าเกณฑ์มาตรฐาน และอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาสูง ดังนั้นกระบวนการผลิตยางแห้งที่เหมาะสม ได้แก่ DR-H, DR-D และ DR-W โดยยางแห้งจากทั้ง 3 กระบวนการมีปริมาณโปรตีน หมู่คาร์บอนิล ความหนืดมูนีและปริมาณเจลลดลง อีกทั้งมีสมบัติ A.S.H.T., P_o, PRI, Nitrogen content Dirt content, Ash content และ VM content ผ่านเกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน SMR และ ISO 2000:2014 (E) จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นได้ว่า การกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางออกนั้นสามารถลดความแข็งในยางธรรมชาติได้ แต่อย่างไรก็ตามพบว่าส่วนที่ไม่ใช่ยางสามารถป้องกันการเกิดออกซิเดชันในยางธรรมชาติได้ ส่งผลให้ค่า PRI ในยางที่ผ่านกระบวนการทำปฏิกิริยาลดลงเมื่อ แต่สมบัติความหนืด ปริมาณเจล และความแข็งในยางมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับยางแห้งที่ไม่ผ่านกระบวนการทำปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามแม้ว่ายางแห้งจากกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลและกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวนั้นมีค่าความหนืดมูนีเพิ่มขึ้นเพียง 6 หน่วยเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์ แต่ยังมีค่าสูงกว่าเกณฑ์กำหนด สามารถแก้ไขได้โดยการนำยางที่ผ่านกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลและกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวไปผ่านเครื่องตัดย่อยยาง เช่น เครื่อง Crepe, Slap-cutter หรือ Pre-breaker แล้วนำไปอบให้ได้ยางแห้ง ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ลดความหนืดของยางในอุตสาหกรรมการผลิตยางแห้ง จากผลในงานวิจัยนี้ชี้ให้เห็นว่าทั้งยางแห้ง DR-D และ DR-W มีสมบัติใกล้เคียงกับยางแห้ง DR-H แต่กระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิวนั้นแม้จะสามารถกำจัดส่วนที่ไม่ใช่ยางสาเหตุของการเกิดความแข็งในยางได้ดี แต่เป็นกระบวนการที่ทำได้ยากในภาคอุตสาหกรรม ดังนั้นกระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิลที่ใช้สารเคมีซึ่งหาซื้อง่าย ราคาถูก อีกทั้งมีพิษต่ำจึงเป็นกระบวนการที่มีประสิทธิภาพในการควบคุมความหนืดในยางธรรมชาติเทียบเท่ากับกระบวนการเติมสารควบคุมความหนืดชนิดไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต

เอกสารอ้างอิง

- กรมวิทยาศาสตร์บริการ. โปรตีนในน้ำยางธรรมชาติ. *ประมวลสารสนเทศพร้อมใช้*, 2553, 4-8
- พรรษา อุดุลยธรรม. ยางแท่งความหนืดคงที่. *วารสารยางพารา*, 2538, 15(3), 163-174
- วรภรณ์ ขจรไชยกูล. ยางธรรมชาติ: การผลิตและการใช้งาน. โรงพิมพ์ห้างหุ้นส่วนจำกัด ซีโน ดีไซน์, กรุงเทพมหานคร, 2549, 87-103.
- สถาบันวิจัยยาง. การแปรรูปยางดิบ. *ข้อมูลวิชาการยางพารา*, 2553, 82-85
- हरषा अनकष्य, जकरी लीनराम, प्रीतीपरम तक्षनकुल और सुतक्षी सुतक्षिङ्क. การผลิตยางแท่งเอสทีอาร์ 5 ชนิดความหนืดคงที่. *รายงานผลการวิจัยยางพารา*, 2541, 15(3), 1-14.
- Amnuayporn, S., Sakdapipanich, J, and Tanaka, Y. Highly Purified Natural Rubber by Saponification of Latex: Analysis of Green and Cured Properties. *J. Appl. Polym. Sci.*, 2010, 118, 3524.
- Amnuayporn, S., Tarachiwin, L, and Sakdapipanich, J. Character of Long-Chain Branching in Highly Purified Natural Rubber. *J. Appl. Polym. Sci*, 2009, 115, 3645.
- Danielle Galiani, P., Antonio Malmonge, J., Guenther Soares, B, and Henrique Capparelli, L. Studies on thermal-oxidative degradation behaviours of raw natural rubber: PRI and thermogravimetry analysis. *Plastics, Plast. Rubber Compos.*, 2013, 42, 334.
- Ehabe, E.E., Nkeng, G.E., Collet, A, and Bonfils, F. Relations between High-Temperature Mastication and Mooney.
- International Organization for Standardization – ISO 2000:2013 (E) Rubber, raw natural - Guidelines for the specification of technically specified rubber (TSR): 1-5.
- Jumtee, K. Recovery and Purification of Small Rubber Particles from Skim Latex. *M.D. Thesis on Science Submitted to the Chulalongkorn University, Thailand*. (2009).
- Li, S., Yu, H., Peng, Z, and Li, P. Study on Variation of Structure and Properties of Natural Rubber During Accelerated Storage. *J. Appl. Polym. Sci.*, 1998, 70, 1779.
- Mekriengkrai, D., Sakdapipanich, J, and Tanaka, Y. Structural Characterization of Terminal Groups in Natural Rubber Origin of Nitrogenous Groups. *J. Appl. Polym. Sci.*, 2006, 79, 366.
- Nawamawat, K., Sakdapipanich, J., Ho, C, and Kawaguchi, H. Effect of Deproteinized Methods on the Proteins and Properties of Natural Rubber Latex during Storage. *Macromol. Symp.*, 2010, 288, 95.
- Nawamawat, K., Sakdapipanich, J., Ho, C., Mo, Y., Song, J, and Vancso, J. Surface nanostructure of Hevea brasiliensis natural rubber latex particles. *Colloids Surface. A*, 2011, 390, 157.
- Rattanaklai, P. Effect of Chemical Reagents on Coagulation of Natural Rubber Latex. *M.D. Thesis on Science Submitted to the Chulalongkorn University, Thailand*. (2000).
- Rubber Board India. Rubber and Its Cultivation. The rubber Board, Kottayam., 2003, 2-5.
- Sansatsadeekul, J., Sakdapipanich, J, and Rojruthai, P. Characterization of Associated Proteins and Phospholipids in Natural Rubber Latex. *J. Biosci. Bioeng.*, 2011, 111, 628.

- Tarachiwin, L., Sakdapipanich, J., Ute, K., Kitayama, T, and Tanaka, Y. Structural Characterization of r-Terminal Group of Natural Rubber. 2.Decomposition of Branch-Points by Phospholipase and Chemical Treatments. *Biomacromolecules*, 2005, 6, 1858.
- Tubantern, C. Protein Leaching from Natural Rubber Glove Using Surfactant under Pressure. *Chulalongkorn University.*, (1998), 9-39.
- Viscosity Relaxation in Natural Rubber. *J. Appl. Polym. Sci.*, 2009, 113, 2785.
- Yungyongwattanakorn, J, and Sakdapipanich, J. Physical Property Changes in Commercial Natural Rubber during Long Term Storage. *Rubber Chem. Technol.*, 2006, 79, 72.
- Yungyongwattanakorn, J., Sakdapipanich, J., Kawahara, S., Hikosaka, M, and Tanaka, Y. Effect of Gel on Crystallization Behavior of Natural Rubber After Accelerated Storage Hardening Test. *J. Appl. Polym. Sci.*, 2007, 106, 455.
- Yungyongwattanakorn, J., Tanaka, Y., Kawahara, S., Klinklai, W, and Sakdapipanich, J. Effect of Non-Rubber Components on Storage Hardening and Gel Formation of Natural Rubber During Accelerated Storage under Various Condition. *Rubber Chem. Technol.*, 2003, 76, 1228.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก.

ตาราง ก.1 สมบัติความอ่อนตัวเริ่มแรกของตัวอย่างยางแท่งเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์

Storage time (Weeks)	DR	DR-H	DR-D9	DR-W7
0	44.33 ± 2.31	33.00 ± 1.00	33.83 ± 1.26	40.33 ± 3.01
1	44.17 ± 1.04	32.50 ± 0.50	33.83 ± 1.76	40.33 ± 1.53
2	47.50 ± 1.50	32.67 ± 0.29	33.67 ± 2.36	41.50 ± 1.50
3	49.17 ± 1.26	33.17 ± 0.29	34.50 ± 1.50	42.17 ± 0.76
4	50.50 ± 0.50	33.33 ± 0.29	34.50 ± 0.50	42.67 ± 0.76
5	53.00 ± 0.50	33.33 ± 0.29	35.00 ± 1.00	43.17 ± 0.29
6	54.33 ± 0.29	33.83 ± 0.29	35.83 ± 0.58	43.50 ± 3.04
7	56.17 ± 0.76	34.17 ± 0.29	34.83 ± 0.76	44.67 ± 0.76
8	57.33 ± 0.29	34.67 ± 0.29	34.83 ± 1.61	44.00 ± 2.29
9	57.67 ± 0.29	35.17 ± 0.29	35.33 ± 1.53	44.17 ± 1.04
10	59.17 ± 0.29	35.33 ± 0.58	35.67 ± 0.58	44.83 ± 0.76
11	59.50 ± 0.50	35.50 ± 1.00	36.50 ± 0.50	45.50 ± 0.50
12	59.67 ± 0.76	35.50 ± 0.50	36.50 ± 0.50	45.67 ± 0.76
13	59.83 ± 0.76	36.33 ± 0.58	36.83 ± 0.58	46.33 ± 1.26
14	60.17 ± 0.29	36.33 ± 0.58	36.50 ± 0.50	47.00 ± 1.00
15	60.33 ± 0.29	36.83 ± 0.58	36.83 ± 0.76	47.50 ± 0.87
16	60.67 ± 0.29	37.50 ± 37.50	36.67 ± 0.58	48.00 ± 0.87

ตาราง ก.2 สมบัติความแข็งที่ภาวะแรงของตัวอย่างยางแห้งเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์

Storage time (Weeks)	DR	DR-H	DR-D9	DR-W7
0	34.17 ± 1.04	1.00 ± 0.50	5.00 ± 2.50	2.17 ± 1.04
1	33.83 ± 1.44	0.67 ± 0.76	5.67 ± 2.08	2.50 ± 2.29
2	33.83 ± 3.82	0.50 ± 0.00	5.17 ± 0.76	3.17 ± 2.25
3	29.17 ± 1.04	1.17 ± 0.76	5.33 ± 2.25	3.00 ± 1.32
4	28.83 ± 1.26	1.50 ± 0.00	5.67 ± 1.53	4.00 ± 2.00
5	29.50 ± 1.32	2.83 ± 0.29	5.60 ± 1.15	4.00 ± 1.00
6	28.83 ± 1.76	3.67 ± 0.58	5.83 ± 0.76	4.00 ± 1.00
7	29.83 ± 0.29	3.83 ± 0.29	6.33 ± 1.26	4.00 ± 1.00
8	28.83 ± 1.61	3.50 ± 0.50	6.67 ± 0.76	4.17 ± 2.02
9	29.17 ± 0.76	4.50 ± 0.50	6.67 ± 1.76	5.00 ± 1.32
10	29.17 ± 1.26	4.83 ± 0.29	7.00 ± 1.00	5.00 ± 1.00
11	29.17 ± 1.89	5.17 ± 0.76	6.50 ± 1.00	5.83 ± 0.29
12	30.17 ± 0.29	4.67 ± 0.58	6.83 ± 1.15	5.67 ± 0.76
13	30.17 ± 0.76	4.17 ± 0.29	7.00 ± 0.50	6.00 ± 2.18
14	30.17 ± 0.29	5.00 ± 0.50	6.83 ± 1.04	5.50 ± 2.29
15	30.33 ± 0.29	4.67 ± 0.76	6.83 ± 0.76	5.50 ± 2.60
16	30.33 ± 0.29	5.00 ± 0.87	6.83 ± 0.76	4.83 ± 2.36

ตาราง ก.3 สมบัติความหนืดของตัวอย่างยางแห้งเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์

Storage time (Weeks)	DR	DR-H	DR-D9	DR-W7
0	76.27 ± 0.85	62.53 ± 0.91	61.43 ± 2.58	70.17 ± 1.40
1	75.83 ± 2.28	60.77 ± 0.31	61.43 ± 2.76	70.13 ± 3.46
2	75.53 ± 3.46	61.90 ± 0.40	61.60 ± 3.39	69.63 ± 2.32
3	77.77 ± 2.49	61.77 ± 0.47	63.30 ± 3.38	70.20 ± 1.57
4	78.33 ± 1.07	62.93 ± 0.25	62.93 ± 4.21	69.60 ± 1.42
5	80.13 ± 1.29	62.90 ± 1.39	64.07 ± 4.58	70.80 ± 1.87
6	80.50 ± 1.10	62.37 ± 0.85	64.97 ± 4.22	71.53 ± 1.34
7	81.27 ± 0.85	63.67 ± 0.93	65.87 ± 4.41	72.07 ± 1.25
8	81.27 ± 0.91	64.63 ± 0.45	65.87 ± 4.97	71.37 ± 0.71
9	82.60 ± 0.95	66.97 ± 0.15	66.23 ± 3.55	72.23 ± 0.40
10	83.87 ± 1.43	67.03 ± 0.91	67.10 ± 3.56	72.50 ± 1.00
11	85.70 ± 1.25	67.43 ± 0.42	67.77 ± 3.76	74.47 ± 0.85
12	86.97 ± 1.46	67.73 ± 0.58	68.37 ± 3.16	74.83 ± 2.17
13	86.53 ± 0.84	68.83 ± 0.81	68.17 ± 3.53	75.23 ± 2.30
14	86.97 ± 1.46	69.37 ± 0.50	68.47 ± 3.01	75.63 ± 1.89
15	86.80 ± 0.30	69.93 ± 1.27	68.20 ± 2.97	76.23 ± 2.14
16	87.30 ± 0.95	70.97 ± 1.21	68.07 ± 3.29	76.87 ± 2.41

ตาราง ก.4 สมบัติดัชนีความอ่อนตัวของตัวอย่างยางแห้งเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์

Storage time (Weeks)	DR	DR-H	DR-D9	DR-W7
0	86.64 ± 5.15	68.76 ± 3.68	62.59 ± 2.17	78.29 ± 4.97
1	86.41 ± 0.32	69.27 ± 3.65	61.79 ± 6.34	80.69 ± 4.24
2	86.02 ± 2.81	67.37 ± 3.58	60.60 ± 6.14	75.93 ± 3.31
3	85.83 ± 3.70	66.35 ± 4.39	59.60 ± 6.28	73.16 ± 4.02
4	85.48 ± 1.47	65.02 ± 3.54	60.42 ± 3.73	72.69 ± 3.75
5	85.54 ± 1.35	62.02 ± 4.29	58.64 ± 3.98	73.75 ± 2.23
6	85.28 ± 0.92	62.07 ± 2.99	57.73 ± 5.66	72.77 ± 7.79
7	84.58 ± 1.68	62.44 ± 0.74	58.91 ± 5.91	72.03 ± 1.48
8	83.72 ± 1.40	62.02 ± 2.29	56.13 ± 7.71	71.04 ± 5.96
9	83.53 ± 2.27	61.16 ± 4.24	54.71 ± 2.18	70.91 ± 2.00
10	82.25 ± 0.85	60.85 ± 0.75	56.97 ± 3.63	70.29 ± 2.31
11	82.08 ± 1.65	60.15 ± 3.46	52.52 ± 4.03	69.60 ± 1.60
12	82.14 ± 1.88	60.59 ± 3.19	54.36 ± 2.82	70.82 ± 1.78
13	82.18 ± 0.76	58.28 ± 2.85	52.51 ± 2.10	68.04 ± 2.94
14	81.72 ± 0.76	58.27 ± 1.48	53.44 ± 1.86	65.28 ± 1.95
15	80.94 ± 0.09	57.47 ± 1.37	50.69 ± 0.69	63.55 ± 3.77
16	79.67 ± 0.85	54.67 ± 1.16	49.10 ± 0.78	62.19 ± 3.30

ตาราง ก.5 ปริมาณเจลของตัวอย่างยางแท่งเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์

Storage time (Weeks)	DR	DR-H	DR-D9	DR-W7
0	14.33 ± 1.03	6.23 ± 0.37	7.32 ± 1.09	3.49 ± 0.63
2	14.98 ± 0.58	6.72 ± 0.43	7.09 ± 0.27	3.60 ± 0.57
4	16.87 ± 0.40	6.46 ± 0.24	7.06 ± 0.63	3.95 ± 0.80
6	18.09 ± 0.23	7.03 ± 0.93	7.23 ± 0.55	4.10 ± 0.51
8	20.03 ± 1.31	7.12 ± 0.89	7.33 ± 0.45	3.73 ± 0.50
10	22.52 ± 1.05	7.35 ± 0.30	7.53 ± 0.55	3.85 ± 0.39
12	22.36 ± 0.44	7.30 ± 0.69	7.43 ± 0.58	3.77 ± 0.32
14	22.40 ± 0.35	7.49 ± 0.71	7.48 ± 0.46	3.96 ± 0.25
16	22.68 ± 0.22	7.75 ± 0.54	7.76 ± 0.48	4.08 ± 0.22

ตาราง ก.6 น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของตัวอย่างยางแท่งเมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลา 16 สัปดาห์

Storage time (Weeks)	DR	DR-H	DR-D9	DR-W7
0	$(2.38 \times 10^6) \pm 0.05$	$(1.67 \times 10^6) \pm 0.03$	$(1.59 \times 10^6) \pm 0.05$	$(2.13 \times 10^6) \pm 0.04$
2	$(2.39 \times 10^6) \pm 0.03$	$(1.72 \times 10^6) \pm 0.03$	$(1.62 \times 10^6) \pm 0.10$	$(2.15 \times 10^6) \pm 0.06$
4	$(2.60 \times 10^6) \pm 0.04$	$(1.86 \times 10^6) \pm 0.07$	$(1.72 \times 10^6) \pm 0.07$	$(2.17 \times 10^6) \pm 0.07$
6	$(2.61 \times 10^6) \pm 0.04$	$(1.88 \times 10^6) \pm 0.04$	$(1.78 \times 10^6) \pm 0.08$	$(2.39 \times 10^6) \pm 0.07$
8	$(2.66 \times 10^6) \pm 0.04$	$(2.04 \times 10^6) \pm 0.04$	$(1.96 \times 10^6) \pm 0.05$	$(2.39 \times 10^6) \pm 0.07$
10	$(2.73 \times 10^6) \pm 0.03$	$(2.13 \times 10^6) \pm 0.07$	$(2.03 \times 10^6) \pm 0.06$	$(2.40 \times 10^6) \pm 0.11$
12	$(2.73 \times 10^6) \pm 0.04$	$(2.17 \times 10^6) \pm 0.05$	$(2.20 \times 10^6) \pm 0.06$	$(2.43 \times 10^6) \pm 0.07$
14	$(2.74 \times 10^6) \pm 0.03$	$(2.20 \times 10^6) \pm 0.04$	$(2.21 \times 10^6) \pm 0.06$	$(2.43 \times 10^6) \pm 0.06$
16	$(2.75 \times 10^6) \pm 0.02$	$(2.23 \times 10^6) \pm 0.07$	$(2.23 \times 10^6) \pm 0.06$	$(2.45 \times 10^6) \pm 0.06$

ภาคผนวก ข.
บทความสำหรับเผยแพร่



The 6th Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 21st PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers
April 21, 2015, Auditorium and Meeting Room 1-4,
Chaloem Rajakumari 60, Chulalongkorn University
Bangkok, Thailand

PP-P-4 Production of Constant Viscosity Natural Rubber by Gel Formation Prevention Process

*Patchara Inthasang^{*a}, Sirilux Poompradub^{b,c}*

^a Department of Petrochemical and Polymer Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

^b Department of Chemical Technology, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

^c Center of Excellence on Petrochemical and Materials Technology, Bangkok, Thailand

Keywords: Viscosity rubber, Storage hardening, Accelerating Storage Hardening Test, Gel content

ABSTRACT

In this study, the constant viscosity rubbers were prepared by two methods including removal the both proteins and fatty acid by saponification method and removal of most proteins and few lipids by surfactant washing method. Saponification was carried out by treating fresh field latex with 1 % (w/v) sodium hydroxide (NaOH) solution at 70 °C for 3 h, while surfactant washing was carried out by treating fresh field latex with 2 % (w/v) sodium dodecyl sulfate (SDS) solution and followed by centrifugation using the velocity of 10000 rpm at 20 °C for 1 h. The chemical structures of saponified and surfactant washed rubbers were investigated by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR). The intensity of C=O stretching peak at 1711.19 cm⁻¹ corresponding to a carbonyl group of treated rubber decreased compared to those of non-treated rubber. This result confirmed that the both methods could reduce carbonyl groups in lipids or proteins. Gel content of saponified and surfactant washed rubbers was reduced from non-treated rubber by 48.92 % and 75.64 %, respectively. The weight average molecular weight, nitrogen content, mooney viscosity and initial plasticity properties of treated rubber were decreased compared to those of non-treated rubber. The change in plasticity value (ΔP) after accelerating storage hardening test (A.S.H.T.) of both treated rubber samples was less than 8 units compared to before A.S.H.T. which passed the specifications based on Standard Malaysian Rubber (SMR) standard

***pum.inthasang@gmail.com**

INTRODUCTION

Natural rubber (NR) is consisted of rubber particles and non-rubber parts containing neutral lipids (2.4%), glycolipids and phospholipids (1.0%), proteins (2.2%), carbohydrates (0.4%), ash (0.2%), and other compounds (0.1%) (Rubber Board India, 2003). Rubber particle is usually in the spherical shape with a diameter of 0.02-3.00 μm and its structure is cis-1,4-polyisoprene which represents a good elasticity. Rubber particles as a core are covered by the double layers of lipids at the middle and protein at the outside. Proteins are generally composed of amino acids including neutral, acidic and basic amino acids (Nawamawat *et al.*, 2011). Lipids are composed of neutral lipids, phospholipids and other

lipids such as sterol esters, fats, triglycerides and waxes. Proteins and lipids are the essential components that can control the physical properties, especially viscosity property. However, the ω -terminal linked with proteins and the α -terminal linked with lipids can form the physical or chemical crosslinks that cause of gel formation (Sansatsadeekul *et al.*, 2011). Gel formation is the branching or network structures leading to the increase of Mooney viscosity (MV) and initial plasticity (P_o) which is known as the storage hardening phenomena (Li *et al.*, 1998). The increase of viscosity of NR during long term storage is a disadvantage when compared to synthetic rubber. It is because the producer must take a long time for mastication during processing (Yungyongwattanakorn *et al.*, 2007). To solve this problem, the production of constant viscosity rubber (CV rubber) was interested by adding a viscosity-stabilizing agent such as hydroxylamine neutral sulfate (HNS), semicarbazide or hydrazides to prevent gel formation (Nawamawat *et al.*, 2011). However, CV rubber containing viscosity-stabilizing agent showed a dark color. Especially, HNS commonly used for production irritates not only nose and throat but also skins and eyes.

Accordingly, the objective of this research is to improve the safe method to produce CV rubber by the removal of non-rubber parts that cause the gel formation. Two methods to present in this study are including the centrifugation (washing NR latex with surfactant to remove non-rubber parts) and the saponification (treating NR latex by alkali to break down the proteins and lipids). P_o , plasticity change (ΔP), MV, nitrogen content, gel content, average molecular weight (M_w), molecular weight distribution (PDI), and chemical structure of obtained CV rubber were reported and compared to those of CV rubber obtained by adding HNS.

EXPERIMENTAL

A. Dry rubber preparation

Three kinds of CV rubbers were prepared according to: (1) HNS, (2) saponification and (3) surfactant washing methods. Fresh field latex (FL) was diluted to 15 % dry rubber content (DRC) with deionized water to make non-treated rubber that called dried rubber (DR). DR-H was obtained from adding 0.15 parts per hundred of rubber (phr) HNS in NR latex (15% DRC). Saponified rubber (DR-S) was prepared by treating FL with 1% (w/v) NaOH solution and agitating at 70 °C for 3 h. Surfactant washed rubber (DR-W) was carried out by treating FL with 2% (w/v) SDS solution followed by centrifugation at 20 °C, 10000 rpm for 1 h. Finally, the DR, DR-H DR-S and DR-W were coagulated with formic acid and dried at 55-60 °C.

B. Dry rubber characterization

Before testing, dry rubber has to be passed 6 times through a two-roll mill with the band gap of 1.65 mm. P_o was determined by Wallace rapid plastimeter (H.W. Wallace M.K.V. model). The sample size was approximately 3.2 -3.6 mm in thickness and 13 mm in diameter. The storage hardening was carried by keeping the sample in drying reagent at

60 °C for 48 h. ΔP was estimated by the difference between P_0 before and after acceleration. MV was determined by the Mooney Viscometer (SHIMADZU SMV-201) at 100 °C. Nitrogen content was examined by the micro-Kjadal methods.

Gel content of dry rubber was determined by soaking 0.10 g of 1 mm³ sized rubber in 30 ml toluene for 16-20 h without stirring in the dark area. The sample tube was centrifuged at 0 °C for 6 h with the velocity of 8,000 to separate the gel fraction from the sol fraction. The solution was precipitated by acetone. Finally, the gel fraction was dried in vacuum oven at 110 °C until constant weight.

M_w and PDI of dry rubber were determined by gel-permeation chromatography (GPC, Waters model e2695) using the column size 300 mm x 7.8 mm which packed with styragel HR5E beads and the flow rate of 1.00 ml/min at 35 °C monitoring by Refractive Index detector. The sample was prepared by dilution of 0.005 g dry rubber in 100 ml tetrahydrofuran (THF) and the solution filtered through a nylon filter (the diameter of 0.45 μ m) before injection. The polystyrene was used as standard.

The chemical structure of dry rubber was analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IT, Perkin Elmer Frontier FT-IR model) in spectral range of 650-4000 cm⁻¹ at resolution of 4 cm⁻¹.

RESULTS AND DISCUSSION

A. Characterization dry natural rubber

FT-IR spectra of DR, DR-H, DR-S and DR-W are presented in Figure 1. It was found that the non-treated and treated rubbers showed the similar strong C=C stretching bands at 1640-1680 cm⁻¹ and C-H stretching of alkane and alkene at 2854-2926 cm⁻¹ and 3035.31 cm⁻¹ which are corresponding to cis-1,4 polyisoprene structure of NR. Non-treated rubber showed the strong C=O stretching band at 1711.19 cm⁻¹ corresponding to a carbonyl group of proteins and lipids at ω -terminal and α -terminal linked in chain-end rubbers, whereas the intensity of this band in treated rubber was decreased. This result presumed that the carbonyl groups in proteins and lipids could be removed by HNS, saponification and surfactant washing methods.

Figure 2 shows the mechanism of elimination of proteins or lipids. HNS was reacted with the carbonyl groups of aldehyde, ester, ketone or protein to form oxime group which is inert to form branching or crosslinking. By saponification treating, the carbonyl groups in the proteins, lipids, and other non-rubber components were hydrolyzed by alkali to form the carboxylate salts which were soluble in water and easily removed from rubber components (Figure 2 (b)). Finally, the negative charges of SDS could interact with proteins or lipids and the separated proteins or lipids were removed by centrifugation. Accordingly, these three methods could reduce proteins or lipids in NR that cause the gel formation.

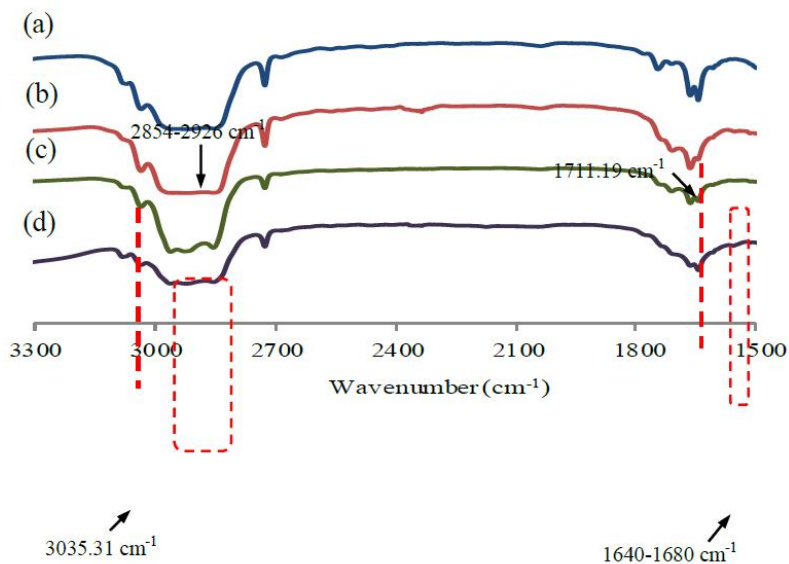
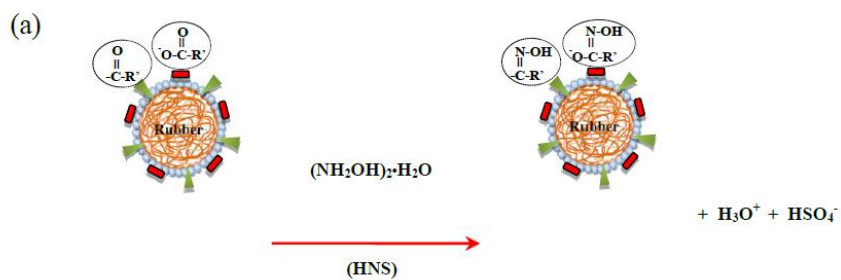
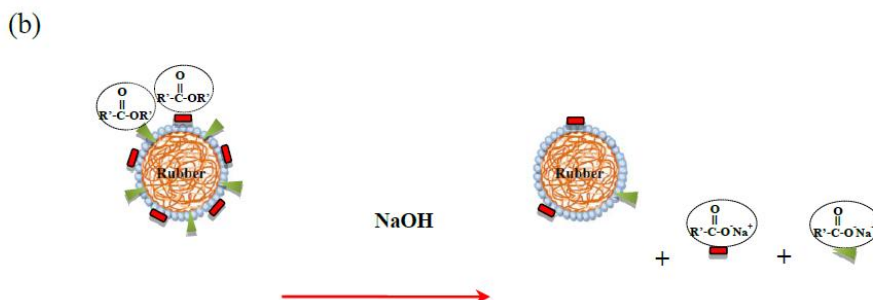


Figure 1 FT-IR spectra of (a) DR, (b) DR-H, (c) DR-S and (d) DR-W.



$R' = \text{H}$ for aldehyde group, OR for ester group, alkyl for ketone group and amine for protein



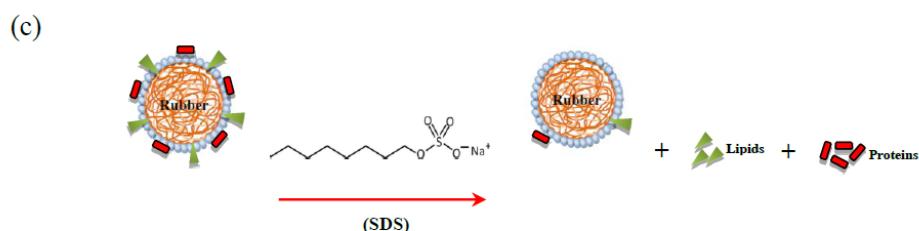


Figure 2 Mechanism of (a) HNS , (b) saponification and (c) surfactant washing method.

B. Properties of CV rubber

The chemical and physical properties of CV rubber were summarized in Table 1. The protein content in CV rubber was reported in the terms of nitrogen content which was determined by micro-Kjeldahl method. DR-W showed the lowest nitrogen content. This result confirmed that the saponification was the specified process to remove proteins as seen in Figure 2. Accordingly, the gel content tended to be decreased after treating rubber based on HNS, saponification and surfactant washing methods. Moreover, accelerating storage hardening test (A.S.H.T.) values of treated rubbers indicating the increasing viscosity during storage were lower than 8 units which passed the specifications of CV rubber based on Standard Malaysian Rubber standard (SMR Standard).

M_w of treated rubber was also decreased due to the low gel content. However, it was found that M_w of DR-W was high than that DR-H and DR-S. It is because the surfactant washing process did not break down the rubber chains, whereas HNS and saponification could break down the long chains of rubber molecule. Accordingly, DR-W showed the narrow PDI.

In addition, MV and P_o are important factors in order to consider the viscosity of rubber which are depending on its molecular structure or molar mass. More than 30 units of P_o values and MV value (60 ± 5 units) are required for CV rubber based on ISO2000:2014. As seen in the results, both DR-H and DR-S were passed the specification of CV rubber, while DR-W showed the out of specification, especially MV value. However, MV of DR-W rubber could be decreased by mastication.

TABLE 1 Properties of DR, DR-H, DR-S and DR-W.

Properties	DR	DR-H	DR-S	DR-W
Nitrogen content (%)	0.577	0.496	0.507	0.202

Gel content (%)	14.33	6.23	7.32	3.49
A.S.H.T. ^(a) (ΔP , unit)	37.0 ± 5.0	1.0 ± 2.0	3.5 ± 3.5	2.5 ± 2.7
M_w ^(b) (10^{-6} g/mole)	2.38	1.67	1.59	2.13
PDI ^(c) (M_w/M_n)	1.30	2.15	1.86	1.34
P_o ^(d) (units)	43.0 ± 4.0	32.5 ± 2.5	33.8 ± 1.5	40.5 ± 3.3
MV ^(e) (units)	75.0 ± 8.0	62.3 ± 4.1	61.4 ± 3.1	71.8 ± 3.9

^(a) Accelerating storage hardening test: less than 8 units for CV specification based on SMR standard

^(b) Weight average molecular weight

^(c) Polydispersity index

^(d) Initial plasticity: more than 30 units for CV specification based on customer requirement.

^(e) Mooney viscosity: 60 ± 5.0 for CV specification based on ISO2000:2014

CONCLUSIONS

The production of CV rubber was represented by HNS, saponification and surfactant washing methods. Three methods could reduce the carbonyl groups that cause the storage hardening. Surfactant washing was the specific method for removal of proteins. However, MV of DR-W rubber was higher than that of CV specification. The best method to produce CV rubber in this study was the saponification, which was safety for worker and low cost. Therefore, this method was an alternative way to replace HNS method.

ACKNOWLEDGEMENTS

The authors gratefully acknowledge for research funding from The Thailand Research Fund grant RDG5650097.

REFERENCES

- Li, S. Yu, H. Peng, Z and Li, P. (1998) J. Appl. Polym. Sci. **70**, 1779-1783.
- Nawamawat, K. Sakdapipanich, J. Ho, C and Kawaguchi, H. (2010) Macromol. Symp. **288**, 95-103.
- Nawamawat, K. Sakdapipanich, J. Ho, C. Mo, Y. Song, J and Vancso, J. (2011) Colloids Surface. A. **390**, 157-166.
- Rubber Board India. (2003) Rubber and Its Cultivation. Pp 2-5. The Rubber Board Press, Kottayam.
- Sansatsadeekul, J. Sakdapipanich, J and Rojruthai, P. (2011) J. Biosci. Bioeng. **111**(6), 628-634.
- Yungyongwattanakorn, J. Sakdapipanich, J. Kawahara, S. Hikosaka, M and Tanaka, Y. (2007) J. Appl. Polym. Sci. **106**, 455-461

ภาคผนวก ค.

ตารางเปรียบเทียบวัตถุประสงค์ กิจกรรมที่วางแผนไว้ และกิจกรรมที่ดำเนินการมาและผลที่ได้รับตลอดโครงการ

แผนกิจกรรม	บรรลุมติวัตถุประสงค์ข้อที่	ผลที่ได้
1. ศึกษาข้อมูลเบื้องต้นและสมบัติของน้ำยางสดที่นำมาใช้ในการวิจัย	-	ทราบพันธุ์ยาง RRIM 600 พื้นที่เพาะปลูกจังหวัดฉะเชิงเทราและทราบปริมาณ TSC, DRC, NH_3 , VFA และ Mg
2. เตรียมตัวอย่างยางแห้งจาก 5 กระบวนการ ได้แก่ ยางแห้งไม่ทำปฏิกิริยา กระบวนการเติมสารควบคุมความหนืด กระบวนการสะปอนนิฟิเคชัน กระบวนการกำจัดหมู่คาร์บอนิล และกระบวนการล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว	ศึกษากระบวนการผลิตยางความหนืดคงที่โดยปราศจากสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต	ได้ตัวอย่างยางแห้ง 5 ชนิด ได้แก่ ยางแห้งไม่ทำปฏิกิริยา (DR-D) ยางแห้งเติมสารควบคุมความหนืด (DR-H) ยางแห้งสะปอนนิฟิเคชัน (DR-S) ยางแห้งกำจัดหมู่คาร์บอนิล (DR-D) และยางแห้งล้างด้วยสารลดแรงตึงผิว (DR-W)
3. ทดสอบความหนืดมูนนี่ (MV) ความอ่อนตัวเริ่มแรก (P_o) ดัชนีความอ่อนตัว (PRI) ความแข็งที่ภาวะเร่ง (A.S.H.T.) และปริมาณเจล (ตามคำแนะนำของผู้ทรงคุณวุฒิ)	ศึกษากระบวนการผลิตยางความหนืดคงที่โดยปราศจากสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต	ยางแห้ง DR-H, DR-D และ DR-W มีค่า MV, P_o , PRI, และ A.S.H.T. ผ่านเกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014 (E) แม้ว่ายางแห้งชนิด DR-W มีค่า MV สูงกว่าเกณฑ์เล็กน้อยแต่มีปริมาณเจลต่ำที่สุด จึงนำยางแห้งที่ผ่านการทำปฏิกิริยา 3 ชนิด ได้แก่ DR-H, DR-D และ DR-W และยางแห้ง DR ไปศึกษาในขั้นตอนต่อไป
4. นำยางแห้งทั้ง 4 ชนิด ที่ผ่านการทดสอบตามข้อ 3 มาทดสอบหาปริมาณสิ่งสกปรก สิ่งระเหย เถ้า ไนโตรเจน ตามมาตรฐาน ISO2000:2014 (E)	ศึกษากระบวนการผลิตยางความหนืดคงที่โดยปราศจากสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต	ทราบปริมาณสิ่งสกปรก สิ่งระเหย เถ้า และไนโตรเจน ของยางแห้งทั้ง 4 ชนิด ซึ่งผ่านเกณฑ์กำหนดตามมาตรฐาน ISO 2000:2014(E)
5. เก็บยางแห้งทั้ง 4 ชนิดที่ผ่านการทดสอบตามข้อ 3 และ 4 เป็นเวลา 16 สัปดาห์ เพื่อทดสอบการเปลี่ยนแปลงสมบัติ A.S.H.T., P_o , MV, Gel, M_w , PRI โครงสร้างทางเคมีโดยเทคนิค FT-IR และ NMR	ศึกษากระบวนการผลิตยางความหนืดคงที่โดยปราศจากสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต	การเปลี่ยนแปลงสมบัติ A.S.H.T., P_o , MV, Gel, PRI, M_w และโครงสร้างทางเคมีของยางแห้ง DR-D และ DR-W มีการเปลี่ยนแปลงที่เป็นแนวโน้มเช่นเดียวกับยางแห้งชนิด DR-H
6. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผลการทดลอง และเขียนรายงาน	ศึกษากระบวนการผลิตยางความหนืดคงที่โดยปราศจากสารไฮดรอกซิลเอมีนนิวทรัลซัลเฟต	รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์