บทที่ 5

วัสดุอุปกรณ์และการดำเนินการวิจัย

5.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

5.1.1 น้ำยางข้น (Concentrated latex) ที่ใช้มี 2 ชนิดคือ น้ำยางข้นมาจากภาคตะวันออก ของบริษัทโอเรียนท์รับเบอร์ จำกัด และ น้ำยางข้นจากภาคใต้ ของบริษัท จะนะ ลาเท็กซ์ จำกัด

5.1.2 สารไวปฏิกิริยา

normal Butyl Acrylate (n-BA) Commercial grade ของบริษัท Formosa Plastic ประเทศไต้หวัน

2-Ethyl Hexyl Acrylate (2-EHA) Commercial grade ของบริษัท Formosa Plastic ประเทศไต้หวัน

Carbon Tetra Chloride (CCL_4) AR grade ของบริษัท Merck

5.1.3 สารป้องกันยางเสื่อม

Vulkanox KB ; 2,6-di-tert-butyl-p-cresol ของบริษัท Bayer

Wingstay L ; Butylated reaction product of p-cresol and dicyclopentadiene จากบริษัท Goodyear

Vulkanox MB2/Mg; 4and5 - methyl mercapto benzimidazol (MMBI) จากบริษัท Bayer

Vulkanox BKF ; 2, 2 - methylene - bis - (4-methyl-6-tert-butyl phenol) จากบริษัท Bayer

Vulkanox MB ; 2-Mercapto-benzimidazole จากบริษัท Fluga

Ralox L.C

5.1.4 สารเคมีอื่นๆ จากบริษัท Merck

Ammonium hydroxide (NH_4OH) AR grade

Potassium hydroxide (KOH) AR grade

Benzene (C_6H_6) AR grade

5.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

5.2.1 เครื่องฉายรังสี Gamma Beam 650 ของบริษัท Atomic Energy of Canada Limited (AECL) ขนาดต้นกำเนิด 11.171 kCi เมื่อ 16 มีนาคม 2534 รายละเอียดแสดงในภาคผนวก ก.

5.2.2 เครื่องทดสอบแรงดึงของบริษัท Instron Model 1011

5.2.3 เครื่องตัดแผ่นฟิล์มยาง

5.2.4 Magnetic Stirrer

5.2.5 ขวดแก้วขนาด 4 ออนซ์

5.2.6 dosimeter ชนิด Nylon thin film FWT-60

5.2.7 แผ่นแก้วมีขอบขนาด 15X15 ซม.

5.2.8 ตู้อบ

5.2.9 บีกเกอร์ขนาดต่างๆ

5.2.10 sieve ขนาด 250 เมช

5.2.11 เครื่องชั่งละเอียด ของ Mettler AE 240

5.2.12 ถังพลาสติก ขนาด 10 ลิตร

5.2.13 เครื่องบดแบบบอลมิล

5.2.14 Dessicator

5.2.15 เครื่องวัดความหนืด (Viscosimeter) ของ Gilmont

5.2.16 pH meter

5.2.17 ถังเหล็กกล้าไร้สนิมขนาด 10 ลิตร พร้อมอุปกรณ์การกวนสำหรับบรรจุน้ำยางข้นเพื่อฉายรังสี

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5.3 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย

5.3.1 หาเงื่อนไขของปริมาณรังสีที่เหมาะสม ของน้ำยางจากภาคตะวันออก และน้ำยางจากภาคใต้ ดังนี้

5.3.1.1 การเตรียมน้ำยางก่อนฉายรังสี

ใช้ส่วนผสมดังต่อไปนี้สำหรับการใช้ 2-EHA และ CCL_4 เป็น สารไวปฏิกิริยา[1]

	กรัม
น้ำยางข้น 60 %	100 (นน.แห้ง)
เจือจางด้วย 1% แอมโมเนียเป็น 55% DRC	
2-EHA	5
CCl_4	1

ใช้ส่วนผสมดังต่อไปนี้สำหรับใช้ n-BA:CCl_4 เป็นสารไวปฏิกิริยา[2]

	กรัม
น้ำยางข้น 60 %	100 (นน.แห้ง)
10 % KOH	0.2
เจือจางด้วย 1 % แอมโมเนียเป็น 50 % DRC	
n-BA	5
CCL_4	0.5

หมายเหตุ ใช้ 2-EHA ผสมกับ CCl_4 และ n-BA ผสมกับ CCl_4 ก่อนแล้วจึงค่อยๆเติมลงในน้ำยางกันน้ำยางจับตัวกัน

ก. กรองน้ำยางข้นที่มีคุณสมบัติตามมาตรฐาน ISO 2004 ด้วย sieve ขนาด 250 เมช ลงในบีกเกอร์ วางบีกเกอร์บน magnetic stirrer

ข. ใส่magnetic barกวนน้ำยางตลอดเวลา

ค. เติมสารละลาย 1%NH_3ถ้าใช้ n-BA:CCl_4 เป็นสารไวปฏิกิริยา ให้เติม KOH ลงไปก่อนใช้ plastic foil ปิดบีกเกอร์ไว้กวนน้ำยาง 10-15 นาที

ง. ค่อยๆ เติมสารไวปฏิกิริยาลงทีละน้อยและกวนต่ออีก 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ค้างคืน

จ. ก่อนฉายรังสี ให้กวนน้ำยางนี้อีก 30 นาที

5.3.1.2 การฉายรังสีน้ำยางหลังผสมสารไวปฏิกิริยา

ก. เทน้ำยางตามข้อ 5.3.1.1 ประมาณ 90 กรัม ลงในขวดขนาด 4 ออนซ์ 8 ขวดปิดฝาขวดให้แน่น

ข. ติด nylon film dosimeter ไว้ที่ผิวนอกขวด 2 ขวด

ค. นำไปฉายรังสีที่ทราบอัตรารับรังสี (dose rate) ที่แน่นอนแล้วจาก Fricke dosimeter เหลือไว้ 1 ขวดไม่ต้องนำไปฉายรังสี

ง. คำนวนเวลาให้แต่ละขวดให้ได้รับรังสีเป็น 5 - 25 KGy

5.3.1.3 การเติมสารป้องกันยางเสื่อม ลงในน้ำยางข้นวัลคาไนซ์ด้วยรังสีแล้ว

ก. แบ่งน้ำยางจากแต่ละขวดออกมา 25 กรัม ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 ml ปิดด้วย plastic foil ใส่ magnetic bar

ข. เติมสารป้องกันยางเสื่อมลงไป 1 phr เติมน้ำกลั่นอีกประมาณ 5 ml กวนต่ออีก 1 ชั่วโมง

5.3.1.4 การเตรียมแผ่นฟิล์มทดสอบ

ก. นำน้ำยางที่แบ่งไว้และไม่ได้ฉายรังสีมาเติมน้ำกลั่นประมาณ 5 ml กวนด้วยแท่งแก้วให้เข้ากัน และเทผ่านตะแกรงขนาด 250 เมชลงบนแผ่นกระจกมีขอบขนาด 15X15 ซม. ที่ปรับระดับให้ได้ระนาบแล้ว

ข. น้ำยางที่เตรียมจากข้อ 5.3.1.3 นำมาเทผ่านตะแกรงขนาด 250 เมชลงบนกระจกที่มีขอบขนาด 15X15 ซม. ที่ปรับระดับแล้วเช่นกัน

ค. ทิ้งแผ่นฟิล์มไว้ให้แห้งจนใส

ง. นำแผ่นยางไปล้างด้วยน้ำสะอาดโดยแช่แผ่นฟิล์มยางไว้ใต้ระดับผิวน้ำเป็นเวลา 24 ชั่งโมง

จ. นำแผ่นยางขึ้นมาล้างด้วยน้ำกลั่น และตากให้แห้งที่อุณหภูมิห้องจนใส แล้วอบให้แห้งสนิท ที่ 70 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ฉ. นำแผ่นฟิล์มที่แห้งมาโรยด้วยแป้งฝุ่น(talcum powder) เพื่อกันแผ่นยางพับติดกัน แล้วเก็บแผ่นยางนี้ไว้ใน dessicator ก่อนนำไปทดสอบคุณสมบัติทางฟิสิกส์

5.3.1.5 การทดสอบความต้านแรงดึง(Tensile Strength) ของแผ่นยาง[22.23.4]

ก. การเตรียมชิ้นทดสอบ

- ตัดตัวอย่างแผ่นฟิล์มยาง โดยใช้ขนาดของ ASTM die C ทำเป็นชิ้นทดสอบรูปดัมเบล (dumbell) จำนวน 5 ชิ้นเพื่อนำไปทดสอบความต้านแรงดึง

- ทำเครื่องหมายด้วย เครื่องทำเครื่องหมาย (bench mark) บนส่วนแคบของดัมเบลโดยมีความยาวพิกัดเป็น 250±0.1 มิลลิเมตร

- วัดความหนาของชิ้นทดสอบรูปดัมเบลด้วยเครื่องวัดชนิดไมโครมิเตอร์ (micrometer) 3 จุด บันทึกค่ากลางไว้

ข. วิธีทดสอบ

- จับชิ้นยางด้วยหัวจับให้แน่น เพื่อไม่ให้เกิดการบิดในระหว่างทดสอบ

- ดึงชิ้นทดสอบด้วยความเร็ว 500±20 มิลลิเมตรต่อนาที จนชิ้นทดสอบขาด

การทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของยาง เป็นไปตามมาตรฐานของ ISO 37-1977 (E) หรือ ASTM D 412-80

คุณสมบัติความต้านทานแรงดึง หาได้โดยบันทึกแรงดึงขณะเมื่อแผ่นยางทดสอบถูกดึงจนขาด

Tensile strength = F/A

F คือ แรงสูงสุด เมื่อยางถูกดึงจนขาด หน่วยเป็นกิโลกรัม

A คือ พื้นที่ตัดขวางของแผ่นยางทดสอบ หน่วยเป็นตารางเซนติเมตร

ในหน่วย SI มักใช้ tensile strength ในหน่วยของเมกกะปาสคาล(MPa) โดยที่[24] 1 MPa = 10.197 Kg/cm^2

5.3.1.6 เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานแรงดึงกับปริมาณรังสีที่น้ำยางได้รับ เพื่อหาค่า radiation dose ที่ให้ tensile สูงสุดเป็นค่า Vulcanization dose

5.3.2 การทดลองหาเงื่อนไขการล้างแผ่นยางที่เติมสารป้องกันยางเสื่อม หลังจากวัลคาไนซ์ด้วยรังสี

5.3.2.1 เตรียมน้ำยางก่อนฉายรังสีตามสูตรในข้อ 5.3.1.1

5.3.2.2 นำน้ำยางที่เตรียมในข้อ 5.3.2.1 ไปฉายรังสีให้ได้ปริมาณรังสีเท่ากับ Vulcanization dose ตามข้อ 5.3.1.6

5.3.2.3 นำน้ำยางที่ได้จากข้อ 5.3.2.2 มาเตรียมเป็นแผ่นฟิล์ม ตามข้อ 5.3.1.4

5.3.2.4 นำแผ่นยางที่เตรียมได้ มาทำการชะล้างด้วยน้ำเป็นเวลา 0-48 ชม. หรือล้างด้วย 1 % NH_3 เป็นเวลา 0-48 ชม.

5.3.2.5 นำแผ่นยางที่ได้จากข้อ 5.3.2.4 ที่อบแห้งสนิทที่ 70 °C 1 ชม. มาทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ ตามข้อ 5.3.1.5

5.3.2.6 เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความต้านทานแรงดึงกับเวลาในการชะล้าง

5.3.3 การทดลองหาสัดส่วนที่เหมาะสมของสารป้องกันยางเสื่อมแต่ละชนิด ที่เหมาะสมกับน้ำยางทั้ง 2 แหล่ง

5.3.3.1 เตรียมน้ำยางวัลคาไนซ์ด้วยรังสีปริมาณ 4 ลิตร ในถังเหล็กไร้สนิมภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด

5.3.3.2 แบ่งน้ำยางใส่ในบีกเกอร์แล้ว เติมสารป้องกันยางเสื่อมแต่ละชนิดที่ปริมาณต่างๆ ตั้งแต่ 0-2.0 phr กวนประมาณ 1 ชั่วโมง ด้วย magnetic stirrer

5.3.3.3 นำมาเตรียมเป็นแผ่นฟิล์ม แล้วชะล้างด้วยสารละลายที่เหมาะสมจากข้อ 5.3.2.6

5.3.3.4 นำมาทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ โดยแบ่งแผ่นฟิล์มที่ตัดเป็นรูปดัมเบลออกเป็น 2 พวก คือพวกแรกนำไปทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ ส่วนอีกพวกหนึ่งนำไปอบที่ 100 °C เป็นเวลา 22 ชม. เก็บไว้ใน dessicator อย่างน้อย 16 ชั่วโมง แล้วจึงนำมาทดสอบคุณสมบัติ

5.3.3.5 เปรียบเทียบคุณสมบัติของฟิล์มยาง ที่ใช้สารป้องกันยางเสื่อมแต่ละชนิด ในปริมาณต่างๆกัน

5.3.4 การทดลองหาคุณสมบัติของฟิล์มยาง ที่เติมสารป้องกันยางเสื่อมที่เหมาะสม โดยทดสอบน้ำยางและแผ่นฟิล์ม

5.3.4.1 เตรียมน้ำยางวัลคาไนซ์ด้วยรังสีปริมาณ 10 ลิตร ในถังเหล็กไร้สนิม ภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด

5.3.4.2 เติมสารป้องกันยางเสื่อม ในปริมาณที่เหมาะสมลงไป กวนอีก 1 ชั่วโมงแล้วนำมาหาความหนืดและค่า pH และเตรียมเป็นแผ่นฟิล์มเพื่อทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ และเปอร์เซนต์ cross link

5.3.4.3 ทิ้งไว้อีก 2,3,4 และ 5 สัปดาห์ แล้วทำการทดสอบคุณสมบัติเหมือนข้อ 5.3.4.2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย