บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาสมบัติการหน่วงไฟของชิ้นงานยางธรรมชาติที่เตรียมจากน้ำยาง โดยนำน้ำยางธรรมชาติชนิดแอมโมเนียสูง (HA) ซึ่งมีสมบัติดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1 มาผสมกับสารเคมีที่จำเป็นสำหรับการวัลคาไนซ์และสารตัวเติมอื่นๆ ที่จำเป็น สารเคมีทั้งหมดที่ใช้ผสมกับน้ำยางแสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 สมบัติของน้ำยางธรรมชาติที่ใช้ในงานวิจัย

สมบัติ	ผลการทดสอบ
Total solid content (%)	61.94
Dry rubber content (%)	60.12
Non-rubber solids content (%)	1.82
Ammonia content (on total weight) (%)	0.73
Ammonia content (on water phase) (%)	1.92
pH value	10.54
KOH number	0.6311
Volatile fatty acid number (VFA)	0.0298
Mechanical stability time @ 55% TS. (sec)	960
Specific gravity at 25°C	0.9462
Magnesium content (ppm)	26.25
Viscosity (60% TS. Spindle No.1.60 rpm)	81.00

ที่มา : บริษัท Thai rubber latex

ตารางที่ 3.2 สารเคมีต่างๆ ที่ใช้ผสมกับน้ำยางธรรมชาติ

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	หน้าที่	ที่มา
1. ซัลเฟอร์ (S)	สารวัลคาไนซ์	Fluka (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
2. ซิงก์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต (ZDEC)	ตัวเร่งปฏิกิริยาวัลคาไนซ์	Riedel-de Haen (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
3.ซิงก์เมอแคปโทเบนซ์ไทอาโซล (ZMBT)	ตัวเร่งปฏิกิริยาวัลคาไนซ์	Riedel-de Haen (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
4. ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)	ตัวกระตุ้นปฏิกิริยาวัลคาไนซ์	Fluka (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
5. วิงสเตย์-แอล (Wingstay-L, WSL)	สารป้องกันการเสื่อม	Riedel-de Haen (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
6. เทอริค 16 เอ 16 (Teric 16 A 16)	สารเพิ่มความคงตัว	Riedel-de Haen (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
7. เขม่าดำ (Carbon-black)	สารตัวเติม	Fluka (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
8. มอนต์มอริลโลไนต์ (MMT)	สารตัวเติม	Fluka (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
9. ซิลิกา (Silica)	สารตัวเติม	Fluka (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
10. อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ (ATH)	สารหน่วงไฟ	Riedel-de Haen (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
11. ซิงก์บอเรต (Zinc Borate)	สารหน่วงไฟ	Riedel-de Haen (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
12. เบนโตไนต์ (Bentonite)	สารช่วยกระจายตัว	Fluka (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ
13. วัลทามอล (Vultamol)	สารช่วยกระจายตัว	Fluka (Sigma-Aldrich, Munich, Germany) เกรดห้องปฏิบัติการ

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงาน

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานมีดังต่อไปนี้

1) เครื่องบดแบบบอลมิลล์ ประกอบไปด้วยหม้อบดเซรามิค ขนาด 1,000 มิลลิลิตร พร้อมลูกบด และรางสำหรับวางหม้อบดขับเคลื่อนด้วยมอเตอร์ไฟฟ้า

2) เครื่องปั่นกวน (mechanical stirrer) ที่สามารถปรับความเร็วรอบได้

3) ตู้อบสาร

4) เดซิเคเตอร์ (desiccator)

5) ปั๊มสุญญากาศ

6) เครื่องชั่งความละเอียด 2 ตำแหน่ง

7) แม่แบบทำจากซิลิโคน

8) กระดาษทดสอบความเป็นกรด- ด่าง

9) เครื่องแก้วอื่นๆ

3.2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบสมบัติต่างๆ

1) เครื่องทดสอบยูนิเวอร์ซัล (universal testing machine) สำหรับทดสอบสมบัติด้านแรงดึง บริษัท LLOYD รุ่น LR5K (Fareham, UK)

2) เครื่องเทอร์มัลกราวิเมทริกแอนาไลเซอร์ (thermal gravimetric analyzer, TGA) บริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/STDA 851^{e} (Greifensee, Switzerland)

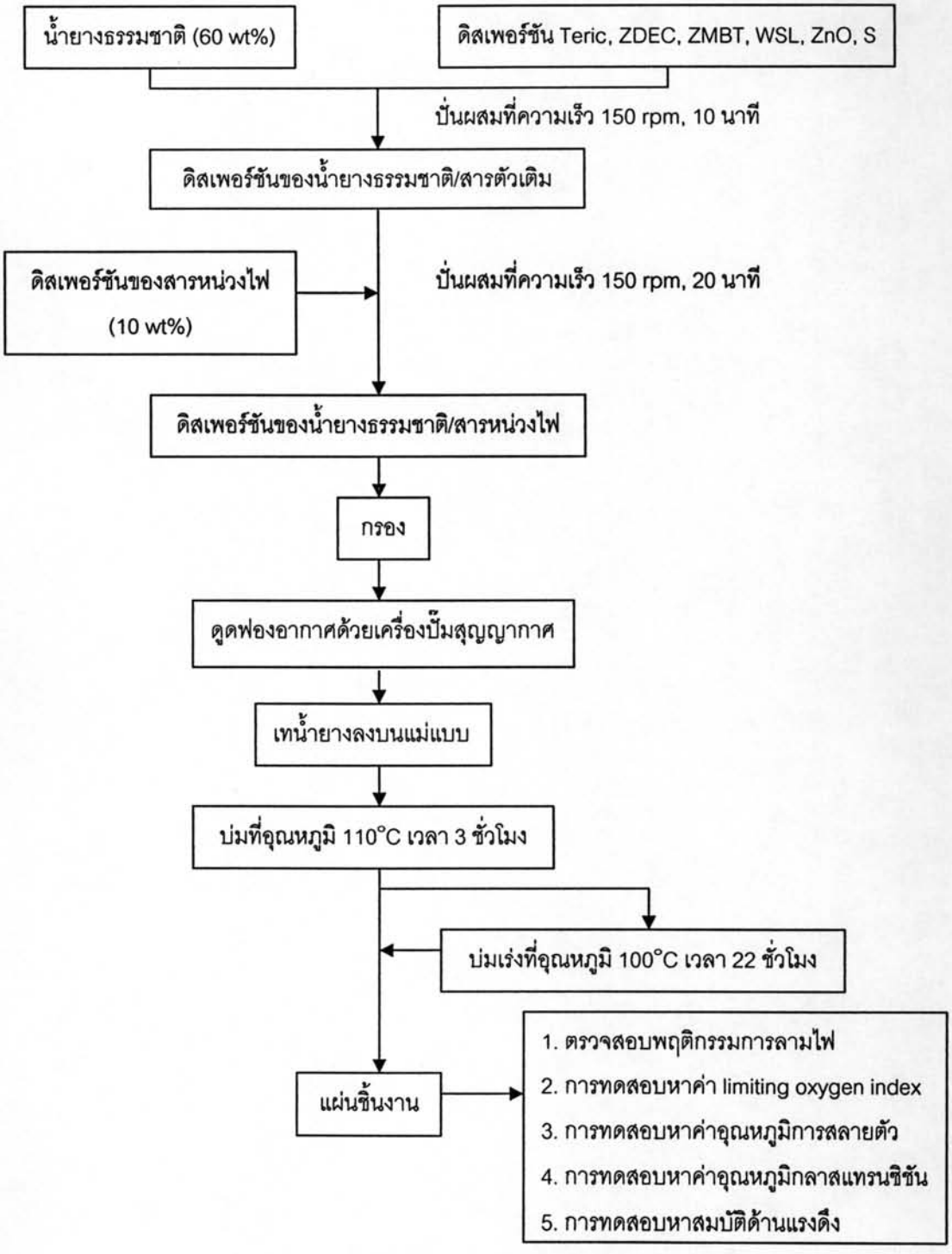
3) เครื่องวิเคราะห์สมบัติเชิงกลแบบไดนามิก (dynamic mechanical analyzer, DMA) บริษัท Mettler Toledo รุ่น 861^{e} (Greifensee, Switzerland)

4) เครื่องทดสอบการลุกติดไฟแบบอัตโนมัติโดยใช้มุมเอียงในการทดสอบ 45 องศา (45^{o} automatic flammability tester) บริษัท Atlas (Chicago Illinois, USA)

5) เครื่องทดสอบหาค่า Limiting Oxygen Index (LOI) บริษัท Fire testing technology limited (West Sussex, U.K.)

3.3 วิธีการทดลอง

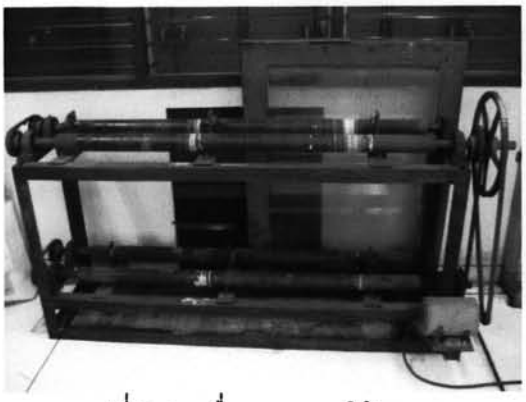
รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนทั้งหมดในการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมสารตัวเติม การเตรียมชิ้นงาน ไปจนกระทั่งการวิเคราะห์ทดสอบสมบัติต่างๆ ของชิ้นงานทั้งก่อนและหลังการบ่มเร่ง ดังจะได้อธิบายรายละเอียดในแต่ละขั้นตอนต่อไป



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนในการทดลอง

3.3.1 <u>การเตรียมสารเคมีสำหรับผสมกับน้ำยางธรรมชาติให้อยู่ในลักษณะดิสเพอร์ชัน</u>

การผสมสารเคมีที่ใช้เป็นสารตัวเติม ไม่ว่าจะเป็นสารสำหรับทำให้เกิดการวัลคาไนซ์ สารตัวเติม สารหน่วงไฟให้เข้ากับน้ำยางธรรมชาติซึ่งอยู่ในรูปของดิสเพอร์ชันให้สามารถเข้ากันได้มากที่สุด ทำได้โดยการเตรียมสารต่างๆ ให้อยู่ในรูปของดิสเพอร์ชันก่อนนำมาผสมเป็นน้ำยางธรรมชาติ ในงานวิจัยนี้ซัลเฟอร์ ซิงก์ไดเอทิลไดไทโอคาร์บาเมต ซิงก์เมอแคปโทเบนซ์ไทอาโซล ซิงก์ออกไซด์ และวิงสเตย์-แอล จะถูกเตรียมให้เป็นดิสเพอร์ชันที่ 50% โดยน้ำหนัก โดยนำสารแต่ละชนิด ปั่นผสมกับน้ำ เบนโตไนต์ และวัลทามอล ด้วยเครื่องบดแบบใช้ลูกบดดังแสดงในรูปที่ 3.2 เป็นเวลา 72 ชั่วโมง สำหรับอัตราส่วนของสารแต่ละชนิดแสดงไว้ในตารางที่ 3.3



รูปที่ 3.2 เครื่องบดแบบใช้ลูกบด

ตารางที่ 3.3 ปริมาณสารต่างๆ ที่ใช้เตรียมสารตัวเติมให้อยู่ในรูปดิสเพอร์ชัน 50% โดยน้ำหนัก

ชนิดของสาร	น้ำหนัก
สารตัวเติม	50.0
เบนโตไนต์	1.0
วัลทามอล	1.0
น้ำ	48.0
รวม	100.0

ส่วนเทอริค 16 เอ 16 เขม่าดำ มอนต์มอริลโลไนต์ ซิลิกา อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ และซิงก์บอเรต จะเตรียมที่ 10% โดยน้ำหนัก ด้วยเครื่องบดแบบใช้ลูกบดเป็นเวลา 72 ชั่วโมง เช่นเดียวกัน โดยมีอัตราส่วนของสารที่ใช้แสดงไว้ในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 ปริมาณสารต่างๆ ที่ใช้เตรียมสารตัวเติมให้อยู่ในรูปดิสเพอร์ชัน 10% โดยน้ำหนัก

ชนิดของสาร	น้ำหนัก
สารตัวเติม	10.0
เบนโทไนต์	1.0
วัลทามอล	1.0
น้ำ	88.0
รวม	100.0

3.3.2 <u>การผสมน้ำยางและการเตรียมชิ้นงาน</u>

ในการทำให้น้ำยางเกิดการวัลคาไนซ์จะต้องผสมน้ำยางธรรมชาติเข้ากับสารเคมีต่างๆ โดยใช้สูตรการผสมยางซึ่งเป็นสูตรที่ใช้โดยทั่วไปสำหรับการผลิตถุงมือ

1) ผสมน้ำยางธรรมชาติเข้มข้นชนิดแอมโมเนียสูงกับสารเคมีต่างๆ ที่ทำให้ยางเกิดการวัลคาไนซ์ โดยใช้อัตราส่วนที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.5 แล้วปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนที่ความเร็ว 150 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที

ตารางที่ 3.5 อัตราส่วนของสารเคมีที่ใช้ในการผสมยางเพื่อให้ยางเกิดการวัลคาไนซ์

สารเคมี	ปริมาณ (phr)
น้ำยางธรรมชาติ	100
10% Teric 16 A 16	0.2
50% Sulfur	1.5
50% WSL	1
50% ZMBT	1
50% ZDEC	1
50% ZnO	1

2) ใส่สารตัวเติมและสารหน่วงไฟที่ทำให้เป็นดิสเพอร์ชันแล้วลงไปในน้ำยางที่ผสมสารเคมีที่ทำให้เกิดการวัลคาไนซ์แล้ว โดยใช้ปริมาณดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.6 และให้รหัสในแต่ละสูตรเพื่อสะดวกต่อการอ้างอิง

ตารางที่ 3.6 อัตราส่วนของสารหน่วงไฟที่ใช้สำหรับชิ้นงานยางธรรมชาติสูตรต่างๆ และการให้รหัสในแต่ละสูตร

สารตัวเติม / สารหน่วงไฟ		0 phr	C-Black 3 phr	Silica 3 phr	MMT 3 phr
0 phr		B	C	S	M
ATH	3 phr	A3	A3C	A3S	A3M
	7 phr	A7	A7C	A7S	A7M
Zinc Borate	3 phr	Z3	Z3C	Z3S	Z3M
	7 phr	Z7	Z7C	Z7S	Z7M

3) ปั่นกวนที่ความเร็ว 150 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที

4) เมื่อปั่นเสร็จนำไปกรอง

5) นำน้ำยางที่ผสมสารเคมีต่างๆ แล้วไปใส่ไว้ในเดซิเคเตอร์ เพื่อดูดฟองอากาศออกด้วยเครื่องปั๊มสูญญากาศจนฟองหมด

6) เทน้ำยางลงบนแม่แบบขนาด 20x20x3 เซนติเมตร ตั้งทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 วัน

7) บ่ม (cure) ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

8) เก็บชิ้นงานไว้ในเดซิเคเตอร์ ก่อนนำไปทดสอบ

3.3.3 <u>การวิเคราะห์และทดสอบ</u>

3.3.3.1 <u>*การตรวจสอบพฤติกรรมการติดไฟและอัตราการลามไฟ*</u>

วัตถุประสงค์ของการทดสอบนี้เพื่อศึกษาพฤติกรรมและอัตราการลามไฟของชิ้นงานยางธรรมชาติที่ไม่ใช้และใช้สารหน่วงไฟ โดยวางชิ้นงานในแนว 45 องศา ทำให้ติดไฟ แล้วสังเกตพฤติกรรมและวัดอัตราการลามไฟ (flame spread rate, FR) จากกล้องบันทึกภาพเคลื่อนไหว

ขั้นตอนการทดสอบ เริ่มจากนำชิ้นงานยางที่เตรียมไว้มาตัดให้ได้ขนาดความกว้าง 5 เซนติเมตร และความยาว 16.5 เซนติเมตร แล้วทดสอบการลุกติดไฟโดยอ้างอิงตามมาตรฐาน ASTM1230 ด้วยเครื่องทดสอบ Atlas 45° automatic flammability tester ดังแสดงในรูปที่ 3.3 ซึ่งประกอบด้วยอุปกรณ์จุดไฟมาตรฐาน rackสำหรับยึดชิ้นงานยางที่จะทำการทดสอบและอุปกรณ์จับเวลาอัตโนมัติ

รูปที่ 3.3 เครื่องทดสอบ Atlas 45° automatic flammability tester

นำชิ้นงานยางที่ยึดด้วย rack มาทำการทดสอบโดยวาง rack บนเครื่องทดสอบด้วยมุมเอียง 45 องศา หลังจากนั้นจุดไฟให้ได้ความยาวของเปลว 5/8 นิ้ว ที่บริเวณบนพื้นผิวเหนือปลายชิ้นงานยางด้านล่าง 19 มิลลิเมตร เป็นเวลา 5 วินาที และบันทึกเวลาที่เปลวไฟเคลื่อนที่ขึ้นไปถึง Stop Cord ซึ่งคิดเป็นระยะทาง 12.7 เซนติเมตร หรือ 5 นิ้ว ทดสอบอย่างน้อย 3 ครั้ง แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ยของอัตราการลามไฟ ในหน่วยเซนติเมตรต่อวินาที โดยใช้สูตรในการคำนวณดังนี้

$$\text{อัตราการลามไฟ (ซม.ต่อวินาที)} = \frac{\text{ระยะทางการเคลื่อนที่ของเปลวไฟ (ซม.)}}{\text{เวลาที่เปลวไฟใช้ในการเคลื่อนที่ (วินาที)}}$$

สภาวะในการทดสอบที่อุณหภูมิ 30±2 และความชื้นสัมพัทธ์ (% relative humidity) ที่ 50 ± 5 %

3.3.3.2 การทดสอบหาค่า Limiting Oxygen Index

ค่า LOI (limiting oxygen index) เป็นปริมาณร้อยละของออกซิเจนที่ต่ำที่สุดในสภาวะบรรยากาศผสมระหว่างออกซิเจนและไนโตรเจนที่จะทำให้วัสดุสามารถลุกไหม้ในแนวดิ่งได้อย่างต่อเนื่อง เหมาะสำหรับใช้ในการตรวจสอบความสามารถในการติดไฟของวัสดุ เป็นที่ทราบกันดีว่าวัสดุที่มีค่า LOI มากกว่า 26.0 จะสามารถต้านไฟได้ดี

ขั้นตอนการทดสอบ เริ่มจากนำชิ้นงานยางที่เตรียมไว้มาตัดให้ได้ขนาดความกว้าง 52±5 มิลลิเมตร และความยาว 135-140 มิลลิเมตร หนา ≤ 10.5 มิลลิเมตร ในงานวิจัยนี้จะทดสอบค่า LOI ของชิ้นงานยางที่ใช้และไม่ใช้สารตัวเติม/เติมแต่งหน่วงไฟ ตามมาตรฐาน ISO 4589 แสดงในรูปที่ 3.4

รูปที่ 3.4 เครื่องทดสอบหาค่า Limiting Oxygen Index

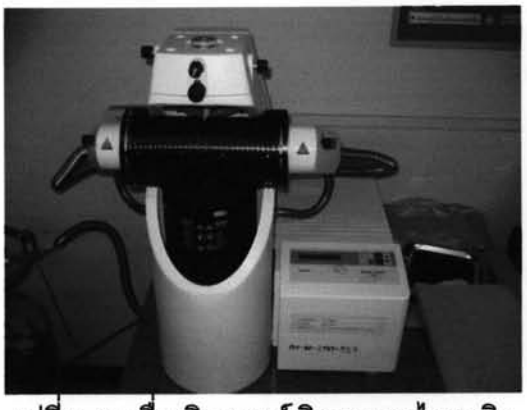
3.3.3.3 *การทดสอบหาอุณหภูมิการสลายตัว*

ในขั้นตอนนี้เป็นการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมทริกแอนาไลซิส (thermogravimetric analysis) ซึ่งเป็นการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของยางโดยการสังเกตการเปลี่ยนแปลงของมวลเทียบกับอุณหภูมิ สมบัติสำคัญที่สามารถหาได้จากผลการทดลองนี้ คือ อุณหภูมิในการสลายตัว (degradation temperature) และค่า tan δ ของชิ้นงาน การทดสอบใช้เครื่องทดสอบของบริษัท METTLER TOLEDO รุ่น TGA/SDTA 851^{e} ดังแสดงในรูปที่ 3.5 โดยนำชิ้นตัวอย่างที่มีน้ำหนักประมาณ 5-6 มิลลิกรัม บรรจุลงในภาชนะที่ทำจากอะลูมินา แล้วนำไปทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 50 – 800 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน (heating rate) 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนที่ไหลด้วยอัตราเร็ว (gas flow rate) 20 มิลลิลิตรต่อนาที

รูปที่ 3.5 เครื่องเทอร์โมกราวิเมทริกแอนาไลเซอร์

3.3.3.4 *<u>การทดสอบหาอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน</u>*

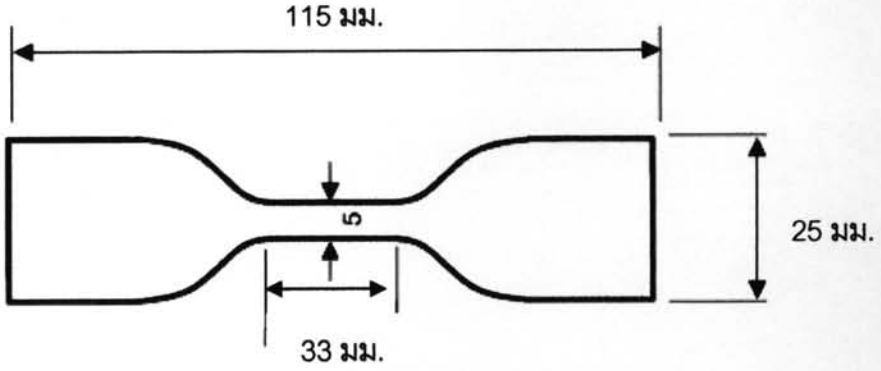
อุณหภูมิกลาสแทรนซิชันของชิ้นงานยางธรรมชาติทั้งที่ไม่ใช้และใช้สารหน่วงไฟสามารถหาได้จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค dynamic mechanical analysis (DMA) โดยใช้เครื่องวิเคราะห์ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น 861^{e} ดังแสดงในรูปที่ 3.6 เครื่องดังกล่าวใช้ตัวจับแบบ shear เพื่อจับชิ้นงานที่มีขนาด 5 x 5 x 1 มิลลิเมตร ทดสอบภายใต้ความถี่ 1 Hz ในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ คือ -70 องศาเซลเซียส ถึง 35 องศาเซลเซียส โดยใช้แก๊สไนโตรเจนเหลวในการลดอุณหภูมิในการทดสอบ



รูปที่ 3.6 เครื่องวิเคราะห์เชิงกลแบบไดนามิก

3.3.3.5 *<u>การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง</u>*

การทดสอบสมบัติด้านแรงดึงของชิ้นงานยางธรรมชาติที่ไม่ใช้และใช้สารหน่วงไฟทั้งก่อนและภายหลังการบ่มเร่ง เป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D-412 โดยใช้เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR5K ดังแสดงในรูปที่ 3.7 กำหนดภาวะในการทดสอบคือ ระยะดึง (gauge length) 25 มิลลิเมตร ขนาดของ load cell 1,000 นิวตัน ทำการยืดดึงที่อัตราเร็วคงที่เท่ากับ 500 มิลลิเมตร/นาที บันทึกแรงเค้นดึง ณ จุดขาด (tensile stress at break) เป็นความทนแรงดึง (แรงดึงที่จุดขาด) ระยะยืดที่จุดขาด และมอดุลัสที่ระยะยืด 300% (300% modulus) ทดสอบอย่างต่ำ 3 ชิ้นทดสอบต่อ 1 ตัวอย่าง



รูปที่ 3.7 ขนาดส่วนต่างๆ ของชิ้นงาน

รูปที่ 3.8 เครื่องทดสอบยูนิเวอร์ซัล

3.3.4 <u>การบ่มเร่ง (Ageing)</u>

ชิ้นงานยางธรรมชาติที่เตรียมได้ทั้งที่ไม่ใช้และใช้สารหน่วงไฟ จะถูกนำมาวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสมบัติของชิ้นงานภายหลังจากการบ่มเร่ง โดยนำชิ้นงานยางธรรมชาติมาบ่มเร่ง ด้วยการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 22 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานมาตรวจสอบสมบัติการลามไฟ สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกลแบบไดนามิกและสมบัติด้านความต้านทานแรงดึง เปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ไม่ได้ผ่านการบ่มเร่ง