

بررسی همبستگی بین مقدار پالمیتیک اسید متیل استر به دست آمده از ترانس استری شدن لیبدهای استخراجی از کائوچوی طبیعی و ویژگی پخت آمیزه‌های لاستیکی با سوانگاری گازی - طیف‌سنجی جرمی

فرشته ایلداری^۱، مرسده ملک زاده^{۲*}، ماندانا مریم صابر تهرانی^۲ و فرشته مطیعی^۲

۱. دانشجوی دکتری شیمی کاربردی، دانشکده شیمی، واحد تهران شمال، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

۲. استادیار شیمی کاربردی، دانشکده شیمی، واحد تهران شمال، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

دریافت: آذر ۱۴۰۰ بازنگری: فروردین ۱۴۰۱ پذیرش: اردیبهشت ۱۴۰۱



10.30495/JACR.2022.1946198.1996



20.1001.1.17359937.1401.16.3.10.6

چکیده

در این پژوهش، همبستگی میان ویژگی پخت آمیزه‌های لاستیکی بر پایه کائوچوی طبیعی با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر به دست آمده از ترانس استری شدن لیبدهای استخراجی از کائوچوی طبیعی بررسی شد. به این منظور، در مرحله اول لیبدهای موجود در کائوچوی طبیعی استخراج و مشتق‌های متیل استر آن‌ها تهیه شد. در مرحله دوم، پالمیتیک اسید متیل استر به دست آمده از انواع متفاوت کائوچوی طبیعی با روش سوانگاری گازی-طیف‌سنجی جرمی شناسایی و تعیین مقدار شد. همچنین، همبستگی بین مقدار این ماده و ویژگی پخت آمیزه‌های لاستیکی بررسی شد و مدل‌های خطی به دست آمده در مطالعه موردی به کار گرفته شد. نتیجه‌ها نشان داد که پیش‌بینی زمان برشتگی، زمان پخت بهینه و اندیس سرعت پخت با کمتر از ۶٪ خطا و تخمین تفاوت گشتاور پخت با کمتر از ۱۳٪ خطا امکان‌پذیر است. این رویکرد جدید می‌تواند به گونه‌ای مطلوب برای پیش‌بینی ویژگی پخت آمیزه پیش از تهیه آن، به کار گرفته شود.

واژه‌های کلیدی: آمیزه لاستیکی، لاستیک طبیعی، پالمیتیک اسید متیل استر، سوانگاری گازی-طیف‌سنجی جرمی، ویژگی پخت

مقدمه

به دست می‌آید. این ماده به دلیل ویژگی بی‌همتا، به‌طور گسترده برای تولید فراورده‌های متفاوت لاستیکی استفاده می‌شود [۱]. بخش اعظم کائوچوی طبیعی از زنجیره‌های سیس ۱ و ۴ پلی‌ایزوپرن تشکیل می‌شود و

کائوچوی طبیعی، قدیمی‌ترین الاستومر تجاری است که به‌طور عمده از لاتکس درخت هیوا برازیلینسیس^۱

1. Hevea brasiliensis

۱۵]. پالمیتیک اسید یا هگزادکانوئیک اسید، یکی از متداولترین اسیدهای چرب سیرشده است که در حیوانات، گیاهان و ریزاندامگانها یافت می‌شود [۱۶]. فرمول شیمیایی آن $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$ و نسبت C:D (تعداد کل اتم‌های کربن به تعداد پیوندهای دوگانه کربن-کربن) در آن ۱۶:۰ است. در این کار پژوهشی، اثر پالمیتیک اسید متیل استر به‌دست‌آمده از ترانس استری شدن لیپیدهای استخراجی از کائوچوی طبیعی بر ویژگی پخت آمیزه لاستیکی مطالعه شد. با این رویکرد جدید و استفاده از همبستگی‌های به‌دست‌آمده، می‌توان به‌طور مناسبی به پیشگویی ویژگی پخت آمیزه‌های لاستیکی بر پایه کائوچوی طبیعی پیش از تهیه آنها پرداخت.

بخش تجربی

مواد مورد استفاده

مواد استفاده شده در این شامل متانول (سوانگاری)، سدیم کلرید (۹۹/۵٪)، سدیم متوکسید (۹۵٪)، فنل فتالین، دی‌کلرومتان (۹۹/۸٪) همه از مرک؛ هگزان (۹۹/۵٪) و متانول هیدروکلرید (سوانگاری) از سیگما-آلدریج؛ پالمیتیک اسید متیل استر (استاندارد برای سوانگاری) از شرکت Sisco Research Laboratories Pvt. Ltd هند، 20 SMR^۱ از شرکت Deligon Sdn Bhd مالزی، 20 SMR از کارخانه Tiong Huat Rubber مالزی، 20 SMR از JV Southland Tatt Win Rubber Sdn شرکت Bhd مالزی، 20 SIR^۳ از شرکت Barena Group مالزی، 4 RSS1^۴ از شرکت Thomson Rubbers, PVT Ltd هند، 20 ISNR^۵ از شرکت Palappillil Techno Rubbers هند، 20 STR^۶ از شرکت Rubberland Products تایلند، دوده

ترکیب‌های غیرایزوپرن نیز در ساختار آن وجود دارد. پژوهش‌ها نشان داده که وجود مولکول‌های غیرایزوپرونی موجب بروز خواص ویژه‌ای مانند استحکام کششی بالا و مقاومت در برابر خستگی ناشی از سایش، بریدگی یا پارگی در کائوچوی طبیعی در مقایسه با نمونه‌های ساخته‌شده است [۲]. لیپیدها یکی از مهم‌ترین مواد غیرایزوپرونی هستند که ۲/۵ تا ۳/۸٪ از ترکیب کائوچوی طبیعی را در شیرابه^۱ تشکیل می‌دهند [۳ و ۴]. این میکروزیست‌مولکول‌های هیدروکربنی، به سه گروه خنثی، گلیکولپید و فسفولپید تقسیم می‌شوند [۵]. لیپیدهای خنثی ۵۰ تا ۵۵٪ از کل لیپیدها را تشکیل داده و شامل استرول‌ها، اسیدهای چرب آزاد، گلیسیریدها، توکوترینول‌ها و ترکیب‌های فنلی است. گلیکو لیپیدها ۲۱ تا ۳۶٪ از لیپیدها را تشکیل داده و به‌طور عمده حاوی استریل‌گلیکوزید و گالاتوزیل دی‌آسیل‌گلیسرول‌ها هستند. فسفولیپیدها نیز ۱۸ تا ۲۵٪ از لیپیدهای موجود در لاستیک طبیعی را تشکیل داده و مهم‌ترین آنها فسفاتیدیل‌کولین و فسفاتیدیل‌اینوزیتول هستند [۴، ۶ و ۷]. مقدار این اجزا با توجه به نوع گونه و فصل، منطقه و فرایند کشت گیاه، متغیر است [۴].

مهم‌ترین اسیدهای چرب موجود در کائوچوی طبیعی، پالمیتیک اسید، استتاریک اسید، اولئیک اسید و لینولئیک اسید است [۴]. پژوهش‌های اخیر نشان داده که این اسیدهای چرب، می‌توانند بر برخی از ویژگی کائوچوی طبیعی اثر بگذارند. اسیدهای چرب سیر بر بلوری شدن با تشکیل عوامل هسته‌زایی تاثیر دارند. افزون‌براین، قادر هستند که به‌عنوان نرم‌کننده [۸] عمل کرده و برهم‌کنش‌های بین مولکول‌های بسپار را کاهش دهند [۹]. اسیدهای چرب آزاد نیز می‌توانند نقش فعال‌کننده را در آمیزه‌های دارای کائوچوی طبیعی ایفا کنند [۱۰ و ۱۱]. تخریب اکسایشی این نوع کائوچو نیز تحت اثر اسیدهای چرب آزاد قرار می‌گیرد [۱۲ تا

1. Latex

2. Standard Malaysian rubber (SMR)

3. Standard Indonesian rubber (SIR)

4. Ribbed smoked sheet 1 (RSS1)

5. Indian standard natural rubber (ISNR)

6. Standard Thai rubber (STR)

دمای محیط، در دستگاه تبخیرکن چرخان با سرعت ۱۶۰ دور در دقیقه هم‌زده شد. نمونه به‌دست‌آمده، صاف و در خشک‌کن چرخان غلیظ شد. جداسازی اجزای غیرلیپیدی با روش فلج^۴ و همکارانش [۱۷] انجام شد. فاز استخراج و غلیظ‌شده در ۴ میلی‌لیتر دی‌کلرومتان/متانول با نسبت ۲ به ۱ حجمی حل و یک میلی‌لیتر از نمک سدیم کلرید با غلظت ۹ گرم در لیتر به آن افزوده شد. پس از اختلاط، نمونه در حالت سکون قرار داده شد تا دو فاز ایجاد شود. فاز پایین شامل لیپیدهای استخراج شده بود که جداسازی و خشک شد.

تهیه متیل استر/اسیدهای چرب

اسیدهای چرب موجود در نمونه لیپیدها با واکنش ترانس استری شدن به گونه فرارتر متیل استرهای اسید چرب تبدیل شد. به این منظور، محلول ۰/۰۵ مولار سدیم متوکسید در متانول تهیه و چند قطره فنل فتالئین به آن افزوده شد. به ۱۰۰ میلی‌گرم از نمونه لیپید مقدار ۱۰ میلی‌لیتر از محلول سدیم متوکسید افزوده شد و مخلوط در دمای ۸۰°C به مدت ۱۰ دقیقه بازروانی شد. پس از آن، ۱۰ میلی‌لیتر از محلول متانول هیدروکلرید به مخلوط افزوده و نمونه دوباره به مدت ۱۰ دقیقه بازروانی شد. پس از خنک‌شدن مخلوط تا دمای محیط، ۱۰ میلی‌لیتر آب مقطر به آن افزوده و متیل استرهای اسیدهای چرب سه بار و هر بار با ۱۰ میلی‌لیتر هگزان استخراج و حلال تبخیر شد [۱۸].

تهیه آمیزه‌ها

تهیه آمیزه‌ها با به‌کارگیری میل دو غلتکی در دمای ۷۰°C به‌ترتیب زیر انجام شد: در ابتدا کائوچوی طبیعی بر غلتک ریخته شد. در دقیقه ۱/۵، استتاریک اسید و روی اکسید و در دقیقه ۳، پرکننده (مخلوط دوده و سیلیکا) و روغن آروماتیک افزوده شد. در دقیقه ۷/۵، TMQ و در دقیقه ۱۰، عامل‌های پخت نیز افزوده

از شرکت دوده صنعتی پارس ایران، سیلیکا از شرکت Weifang Changs Chemical Industry Co. چین، روغن آروماتیک از شرکت ایرانول ایران، روی اکسید (۹۹/۰٪) از شرکت شکوهیه ایران، استتاریک اسید (۹۵/۰٪)، گوگرد (۹۹/۷٪) و شتاب‌دهنده (۹۸/۵٪) CBS^۱ هر سه از Taizhou Chemical چین و پاداکسنده TMQ^۲ از شرکت Rongcheng چین بودند.

دستگاه‌های مورد استفاده

آنالیز مشتق پالمیتیک اسید متیل استر تهیه‌شده از لیپیدهای استخراجی از کائوچوی طبیعی با دستگاه سوانگاری گازی Agilent 6890 GC مجهز به طیف‌سنج جرمی 5973 MSD انجام شد. ستون مورد‌استفاده از نوع سیلیکای ذوب‌شده با طول ۳۰ متر و قطر ۰/۲۵ میلی‌متر بود. هلیوم به‌عنوان گاز حامل از شرکت رهام گاز ایران خریداری شد. طیف‌های جرمی در گستره m/z برابر با ۴۰ تا ۵۲۰ به‌دست آمد. شناسایی پالمیتیک اسید متیل استر نیز با مقایسه طیف جرمی به‌دست‌آمده با طیف‌های مرجع NIST 98 انجام شد. نمودار واسنجی با استفاده از استاندارد پالمیتیک اسید متیل استر رسم شد. برای هر نمونه سه تزریق انجام و مقادیر میانگین در نظر گرفته شد. ویژگی پخت نمونه در ۱۶۰°C با دستگاه شارش‌سنج MDR 900 شرکت Hiwa با روش ASTM D 5289 تعیین شد. برای تهیه آمیزه‌ها، غلتک ۲۰"×۸" Well Shyang به‌کار گرفته شد.

استخراج لیپیدها از کائوچوی طبیعی

استخراج لیپید با استفاده از روش لینگریون^۳ و همکارانش [۳] با اعمال تغییرات انجام شد. در ابتدا قطعه‌های کائوچوی طبیعی در اندازه‌های ۱×۱×۲ میلی‌متر بریده شد. ۲/۵ گرم از هر نمونه به ۵۰ میلی‌لیتر محلول دی‌کلرومتان/متانول با نسبت ۲ به ۱ حجمی افزوده و به‌مدت ۶ ساعت در

1. N-Cyclohexyl-2-benzothiazole sulphenamide (CBS)

2. 2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydroquinoline (TMQ)

3. Liengprayoon

4. Folch et al.

این ترکیب با R^2 برابر با ۰٫۹۹۳۳ (معادله ۱) مشاهده می‌شود. این نمودار، برای تعیین مقدار پالمیتیک اسید متیل استر شده از نمونه‌های متفاوت کائوچوی طبیعی به کار گرفته شد و مقدارهای به دست آمده در جدول ۲ نشان داده شده است.

شدند. در دقیقه ۱۲، تخلیه انجام شد. جدول ۱ فرموله شدن آمیزه‌های تهیه شده را نشان می‌دهد.

نتیجه‌ها و بحث

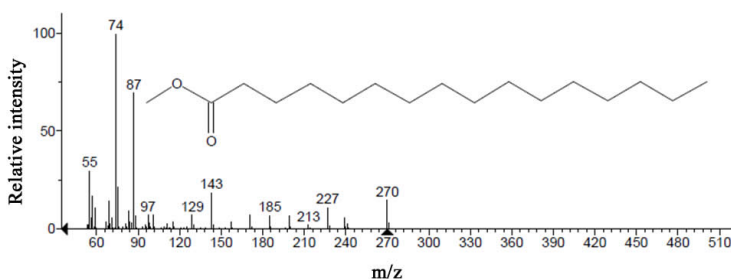
آنالیز سوانگاری گازی - طیف‌سنجی جرمی

شکل ۱ طیف جرمی مربوط به پالمیتیک اسید متیل استر را نشان می‌دهد. در شکل ۲ نمودار خطی واسنجی برای

جدول ۱ فرموله شدن آمیزه‌های تهیه شده (مقادیر اجزا بر حسب phr* است)

شماره آمیزه							اجزاء
۷	۶	۵	۴	۳	۲	۱	
						۱۰۰	SMR 20
					۱۰۰		SMR 20 CR
				۱۰۰			SMR 20 JV
			۱۰۰				SIR 20
		۱۰۰					RSS1
	۱۰۰						STR 20
۱۰۰							ISNR 20
۳۰	۳۰	۳۰	۳۰	۳۰	۳۰	۳۰	دوده N-330
۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	سیلیکا
۲	۲	۲	۲	۲	۲	۲	روغن آروماتیک
۴	۴	۴	۴	۴	۴	۴	اکسید روی
۲	۲	۲	۲	۲	۲	۲	استتاریک اسید
۱	۱	۱	۱	۱	۱	۱	TMQ
۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	CBS
۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	۱٫۵	گوگرد

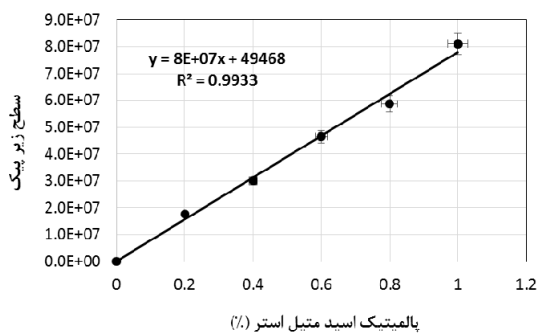
* Parts per hundred rubber



شکل ۱ طیف جرمی پالمیتیک اسید متیل استر

بررسی همبستگی بین تفاوت گشتاور پخت و مقدار پالمیتیک اسید متیل استر

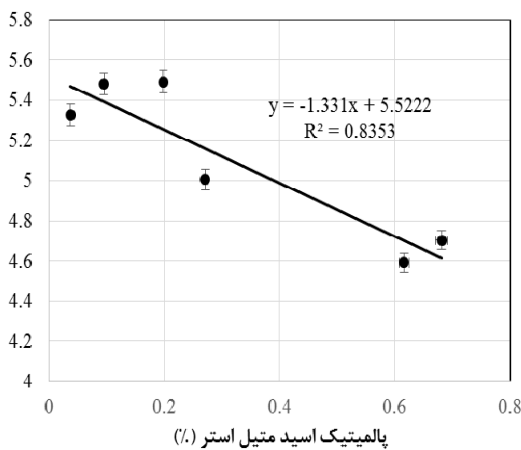
تفاوت بین گشتاور بیشینه و کمینه ($M_H - M_L$) در پخت یک آمیزه لاستیکی بیانگر مقدار سختی و مقاومت آن در برابر چرخش در اثر نیرو است. شکل ۳ نمودار تغییرهای تفاوت این گشتاور را با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، یک ارتباط خطی نزولی (معادله ۲ با R^2 برابر با ۰/۸۳۵۳) وجود دارد. کاهش تفاوت گشتاور با افزایش مقدار پالمیتیک اسید به‌علت ویژگی نرم‌کنندگی این ترکیب است [۸].



شکل ۲ نمودار واسنجی

$$y = 8 \times 10^7 x + 49468 \quad (1)$$

در معادله ۱، y سطح زیر پیک و x درصد پالمیتیک اسید متیل استر است.



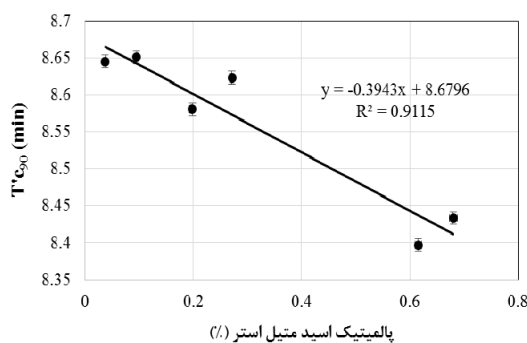
شکل ۳ تغییرهای تفاوت گشتاور پخت با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر

$$y = -1.331 x + 5.5222 \quad (2)$$

جدول ۲ درصد پالمیتیک اسید متیل استر به‌دست‌آمده از تجزیه سوانگاری گازی نمونه‌ها

نام نمونه	مقدار پالمیتیک اسید متیل استر (%)
SMR 20	۰/۱۹۸
SMR 20 CR	۰/۶۱۶
SMR 20 JV	۰/۶۸۱
SIR 20	۰/۲۷۱
RSS1	۰/۰۹۵
STR 20	۰/۰۳۷
ISNR 20	۰/۲۱۲

را با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر نشان می‌دهد. ارتباط خطی نزولی مشابه رفتار Ts_2 (معادله ۴ با R^2 برابر با ۰/۹۱۱۵) است. این رفتار نیز می‌تواند ناشی از ویژگی فعال‌کنندگی پالمیتیک اسید باشد [۱۰ و ۱۱].



شکل ۵ تغییرهای زمان پخت بهینه با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر

$$y = -0.3943x + 8.6796 \quad (۴)$$

در معادله ۴، y برابر با T^{c90} و x درصد پالمیتیک اسید متیل استر است.

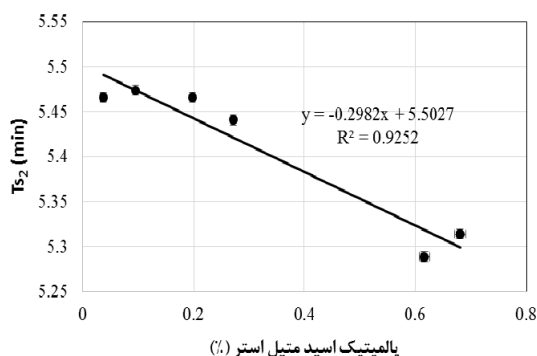
بررسی همبستگی بین اندیس سرعت پخت^۳ و مقدار پالمیتیک اسید متیل استر

اندیس سرعت پخت (CRI) برپایه تفاوت بین زمان پخت بهینه و زمان برشته‌گی تعیین می‌شود. شکل ۶ نمودار تغییرهای اندیس سرعت پخت را با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر نشان می‌دهد. همان‌طور که انتظار می‌رفت، به دلیل ویژگی فعال‌کنندگی پالمیتیک اسید، یک ارتباط خطی صعودی با معادله ۵ و R^2 برابر با ۰/۸۶۷ وجود دارد [۱۰ و ۱۱].

در معادله ۲، y برابر با $M_H - M_L$ و x درصد پالمیتیک اسید متیل استر است.

بررسی همبستگی بین زمان برشته‌گی^۱ و مقدار پالمیتیک اسید متیل استر

زمان برشته‌گی (Ts_2)، زمان رسیدن مقدار پخت به مقدار ۲٪ بیشتر از کمینه پخت است. شکل ۴ نمودار تغییرهای این زمان را با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، این ارتباط خطی نزولی (معادله ۳ و با R^2 برابر با ۰/۹۲۵۲) است. این رفتار می‌تواند ناشی از ویژگی فعال‌کنندگی پالمیتیک اسید و کاهش زمان پخت باشد [۱۰ و ۱۱].



شکل ۴ تغییرهای زمان برشته‌گی با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر

$$y = -0.2982x + 5.5027 \quad (۳)$$

در معادله ۳، y برابر با Ts_2 و x درصد پالمیتیک اسید متیل استر است.

بررسی همبستگی بین زمان پخت بهینه^۲ و مقدار پالمیتیک اسید متیل استر

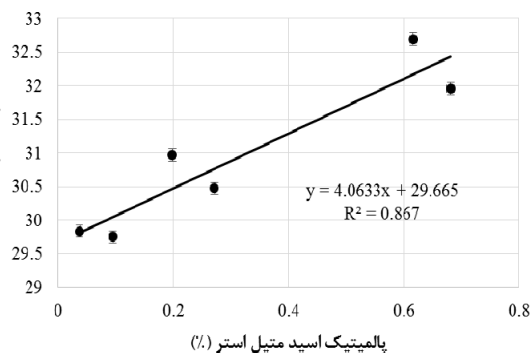
زمان پخت بهینه (T^{c90})، زمان رسیدن به ۹۰٪ از پخت کامل است. شکل ۵ نمودار تغییرهای زمان پخت بهینه

ارزیابی مدل‌های همبستگی

درصد خطا برای اندازه‌گیری‌ها در معادله‌های همبستگی به‌دست آمده، با معادله ۶ محاسبه و مقادیر آن در جدول‌های ۳ تا ۶ آورده شده است. درصد خطای میانگین نیز با معادله ۷ محاسبه و نتیجه‌های آن در جدول ۷ آورده شده است. مقادیر به‌دست آمده کمتر از ۵ درصد است.

$$\text{درصد خطا} = \left| \frac{\text{مقدار محاسبه‌شده} - \text{مقدار اندازه‌گیری}}{\text{مقدار اندازه‌گیری}} \right| \times 100 \quad (6)$$

$$\text{در معادله ۵، } y \text{ برابر با CRI و } x \text{ درصد پالمیتیک اسید متیل استر است.} \quad (7)$$



شکل ۶ تغییرهای اندیس سرعت پخت با مقدار پالمیتیک اسید متیل استر

$$y = 4.0633 x + 29.665 \quad (5)$$

در معادله ۵، y برابر با CRI و x درصد پالمیتیک اسید متیل استر است.

جدول ۳ مقایسه تفاوت‌های گشتاور پخت اندازه‌گیری و محاسبه‌شده آمیزه‌ها

خطای نسبی (%)	تفاوت گشتاور پخت (dN.m)		پالمیتیک اسید متیل استر (%)	پایه کائوچو در آمیزه
	محاسبه‌شده*	اندازه‌گیری‌شده		
۴,۱۹	۵,۲۶	۵,۴۹	۰,۱۹۸	SMR 20
۲,۴۰	۴,۷۰	۴,۵۹	۰,۶۱۶	SMR 20 CR
۱,۷۰	۴,۶۲	۴,۷۰	۰,۶۸۱	SMR 20 JV
۲,۹۹	۵,۱۶	۵,۰۱	۰,۲۷۱	SIR 20
۱,۴۶	۵,۴۰	۵,۴۸	۰,۰۹۵	RSS1
۲,۶۳	۵,۴۷	۵,۳۳	۰,۰۳۷	STR 20

* محاسبه‌ها با معادله ۲ انجام شده است.

جدول ۴ مقایسه زمان‌های برشتگی اندازه‌گیری و محاسبه‌شده آمیزه‌ها

خطای نسبی (%)	زمان برشتگی (min)		پالمیتیک اسید متیل استر (%)	پایه کائوچو در آمیزه
	محاسبه‌شده*	اندازه‌گیری شده		
۰.۵۵	۵.۴۴	۵.۴۷	۰.۱۹۸	SMR 20
۰.۵۷	۵.۳۲	۵.۲۹	۰.۶۱۶	SMR 20 CR
۰.۱۸	۵.۳۰	۵.۳۱	۰.۶۸۱	SMR 20 JV
۰.۲۷	۵.۴۲	۵.۴۴	۰.۲۷۱	SIR 20
۰.۱۰۰	۵.۴۷	۵.۴۷	۰.۰۹۵	RSS1
۰.۳۶	۵.۴۹	۵.۴۷	۰.۰۳۷	STR 20

* محاسبه‌ها با معادله ۳ انجام شده است.

جدول ۵ مقایسه زمان‌های پخت بهینه اندازه‌گیری و محاسبه‌شده برای آمیزه‌ها

خطای نسبی (%)	زمان پخت بهینه (min)		پالمیتیک اسید متیل استر (%)	پایه کائوچو در آمیزه
	محاسبه‌شده*	اندازه‌گیری شده		
۰.۲۳	۸.۶۰	۸.۵۸	۰.۱۹۸	SMR 20
۰.۴۸	۸.۴۴	۸.۴۰	۰.۶۱۶	SMR 20 CR
۰.۲۴	۸.۴۱	۸.۴۳	۰.۶۸۱	SMR 20 JV
۰.۵۸	۸.۵۷	۸.۶۲	۰.۲۷۱	SIR 20
۰.۱۱	۸.۶۴	۸.۶۵	۰.۰۹۵	RSS1
۰.۲۳	۸.۶۶	۸.۶۴	۰.۰۳۷	STR 20

* محاسبه‌ها با معادله ۴ انجام شده است.

جدول ۶ مقایسه اندیس‌های سرعت پخت اندازه‌گیری و محاسبه‌شده برای آمیزه‌ها

خطای نسبی (%)	اندیس سرعت پخت (min^{-1})		پالمیتیک اسید متیل استر (%)	پایه کائوچو در آمیزه
	محاسبه‌شده*	اندازه‌گیری شده		
۱.۶۵	۳۰.۴۶	۳۰.۹۷	۰.۱۹۸	SMR 20
۱.۶۲	۳۲.۱۷	۳۲.۷۰	۰.۶۱۶	SMR 20 CR
۱.۴۷	۳۲.۴۳	۳۱.۹۶	۰.۶۸۱	SMR 20 JV
۰.۹۵	۳۰.۷۶	۳۰.۴۷	۰.۲۷۱	SIR 20
۱.۰۱	۳۰.۰۵	۲۹.۷۵	۰.۰۹۵	RSS1
۰.۱۰	۲۹.۸۱	۲۹.۸۴	۰.۰۳۷	STR 20

* محاسبه‌ها با معادله ۳ انجام شده است.

مطالعه موردی

کائوچوی طبیعی ISNR 20 به عنوان پایه بسپار برای مطالعه موردی، در تهیه آمیزه استفاده شد. با استفاده از نمودار ۱ مقدار این ماده معادل با ۰/۲۱۲٪ می شود. مدل های همبستگی معرفی شده، برای پیش بینی ویژگی پخت این آمیزه به کار گرفته شد. نتیجه های به دست آمده در جدول ۷ نشان داده شده است.

نتیجه گیری

در این مطالعه، همبستگی مقدار پالمیتیک اسید متیل استر به دست آمده از ترانس استری شدن لیپیدهای استخراجی از کائوچوی طبیعی با ویژگی پخت آمیزه های لاستیکی بر پایه کائوچوی طبیعی بررسی شد و نتیجه های زیر به دست آمد:

پالمیتیک اسید، اثرات متفاوتی بر روی کائوچوی طبیعی و آمیزه های به دست آمده از آن دارد. این اسید چرب می تواند به عنوان فعال کننده طبیعی بر ویژگی پخت آمیزه های لاستیکی تأثیرگذار باشد و زمان برشتگی و زمان پخت بهینه را کاهش و اندیس سرعت پخت را افزایش دهد. افزون بر این، با عمل به عنوان نرم کننده می تواند موجب کاهش گران روی و سختی آمیزه ها و کاهش گشتاور مورد نیاز برای چرخش آمیزه به دور محور منتخب شود.

همبستگی خطی بین مقدار پالمیتیک اسید متیل استر تهیه شده و زمان برشتگی و زمان پخت بهینه با R^2 بالای ۰/۸ وجود دارد.

همبستگی خطی بین مقدار پالمیتیک اسید متیل استر تهیه شده با تفاوت گشتاور پخت و اندیس سرعت پخت بهینه با R^2 بالای ۰/۸ وجود دارد.

ویژگی تفاوت گشتاور پخت، زمان برشتگی، زمان پخت بهینه و اندیس سرعت پخت در آمیزه لاستیکی معرفی شده به عنوان مطالعه موردی، به ترتیب با خطاهای ۱۲/۰۸، ۵/۳۹، ۵/۰۸ و ۱/۳۹٪ با به کارگیری نتیجه های به دست آمده از سوانگاری گازی، پیش از تهیه آمیزه، پیش بینی شد که برای تخمین زمان برشتگی، زمان پخت بهینه و اندیس سرعت پخت پیش از تهیه آمیزه به طور کامل مناسب است.

جدول ۷ مقادیر درصد خطای میانگین

نام کمیت	خطای میانگین
تفاوت گشتاور پخت	۲/۵۶
زمان برشتگی	۰/۳۴
زمان پخت بهینه	۰/۳۱
اندیس سرعت پخت	۱/۱۳

جدول ۷ عامل های اندازه گیری و محاسبه شده در مطالعه موردی آمیزه بر پایه ISNR 20

عامل	اندازه گیری - محاسبه شده	خطای نسبی (%)
تفاوت گشتاور پخت (dN.m)	۵/۹۶	۱۲/۰۸
زمان برشتگی (min)	۵/۷۵	۵/۳۹
زمان پخت بهینه (min)	۹/۰۶	۵/۰۸
اندیس سرعت پخت (min^{-1})	۳/۰۱۹	۱/۰۹

با توجه به مقدار خطاهای به دست آمده، نتیجه های زمان برشتگی، زمان پخت بهینه و اندیس سرعت پخت و نیز نتیجه های تفاوت گشتاور پخت بسته به نوع فرایند قابل قبول است [۱۹].

- [1] Rolere, S.; Bottier, C.; Vaysse, L.; Sainte-Beuve, J.; Bonfils, F.; *Express Polym. Lett.* 10(5), 408–419, 2016.
- [2] Sriring, M.; Nimpai boon, A.; Kumarn, S.; Sirisinha, C.; Sakdapipanich, J.; Toki, S.; *Polym. Test.* 70, 127-134, 2018.
- [3] Liengprayoon, S.; Bonfils, F.; Sainte-Beuve, J.; Sriroth, K.; Dubreucq, E.; Vaysee, L.; *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 110, 563-569, 2008.
- [4] Hasma, H.; Subramaniam, S.; *J. Nat. Rub. Res.* 1, 30–40, 1986.
- [5] Rolere, S.; Liengprayoon, S.; Vaysse, L.; Sainte-Beuve, J.; Bonfils, F.; *Polym. Test.* 43, 83– 93, 2015.
- [6] Woo Bae, S.; Jung, S.; Chul Choi, S.; Young Kim, M.; Beungtae Ryu, S.; *Molecules.* 25, 5110-5123, 2020.
- [7] Bottier, C.; *Adv. Bot. Res.* 93, 201-203, 2020.
- [8] Lienprayoon, S.; Chaiyut, J.; Sriroth, K.; Bonfils, F.; Sainte-Beuve, J.; Debreucq, E.; Vaysee, L.; *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 115, 1021-1031, 2013.
- [9] Kawahara, S.; Kakubo, T.; *Polymer* 41, 7483-7488, 2000.
- [10] Liengprayoon, S.; Ph.D. Thesis, University of Montpellier SupAgro, Montpellier, France, 2008.
- [11] Junkong, P.; Morimoto, R.; Miyaji, K.; Tohsan, A.; Sakakia, Y.; Ikeda, Y.; *RSC Adv.* 10, 4772-4785, 2020.
- [12] Tuampoemsab, S.; Sakdapipanich, J.; *Pruffen und Messen Testing and Measuring, KGK,* 10, 674-684, 2007.
- [13] Salomez, M.; Subileau, M.; Intapun, J.; Bonfils, F.; Sainte-Beuve, J.; Vaysse, L.; Dubreucq, E.; *J. Appl. Microbiol.* 117, 921-929, 2014.
- [14] Arnold, A.R.; Evans, P.; *J. Nat. Rub. Res.* 6(2), 75-78, 1991.
- [15] Payungwong, N.; Tuampoemsab, S.; Rojruthai, P.; Sakdapipanich, J.; *J. Rub. Res.*, 24, 543-553, 2021.
- [16] Loften, J.R.; Linn, J.G.; Drackley, J.K.; Jenkins, T.C.; Soderholm, C.G.; Kertz, A.F.; *J. Dairy Sci.* 97, 4661-4674, 2014.
- [17] Folch, J.; Lees, M.; Sloane Stanley, G.H.; *J. Biol. Chem.* 226, 497-509, 1957.
- [18] Musigamart, N.; Ph.D. Thesis, University of Kasetsart, Bangkok, Thailand, 2015.
- [19] Motiee, F.; Taghvaei-Ganjali, S.; Malekzadeh, M.; *Int. J. Ind. Chem.* 4, 1-8, 2013.

Investigation on correlation between the content of palmitic acid methyl ester obtained by transesterification of natural rubber's extracted lipids and cure characteristics of rubber compounds using gas chromatography – mass spectroscopy

F. Eildari¹, M. Malekzadeh^{2,*} M.-M. Saber Tehrani², F. Motiee²

1. Ph.D Student of Applied Chemistry, Chemistry Faculty, North Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.
2. Assistant Prof. of Applied Chemistry, Chemistry Faculty, North Tehran Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

Abstract: In this research, the correlation between the curing properties of natural rubber based compounds with the content of palmitic acid methyl ester obtained by transesterification of natural rubber's extracted lipids was investigated. For this purpose, at the first step, the lipids in natural rubber were extracted and methyl ester derivatives were prepared. At the second step, the obtained palmitic acid methyl esters from different natural rubbers were identified and quantified by gas chromatography-mass spectrometry. In addition, the correlations between the amount of palmitic acid methyl ester and curing properties of rubber compounds were investigated and linear models were obtained for prediction of cure properties in a case study. The results showed that scorch time, optimum cure time, and cure rate index could be predicted by less than 6% error and torque difference could be estimated by lower than 13% error. This new approach can be used to predict the cure properties of the compound before preparation of it.

Keywords: Rubber compound, Natural rubber, Lipid, Palmitic acid methyl ester, Gas chromatography-mass spectrometry, Cure properties.