



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ “การใช้ถั่วลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทซลิกา
ในยางธรรมชาติสำหรับงานด้านการสึกหรอแบบขัดถู”

โดย ดร. ศิรินทร ทองแสง และคณะ

มีนาคม 2554

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ “การใช้ถั่วลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกา
ในยางธรรมชาติสำหรับงานด้านการสึกหรอแบบขัดถู”

คณะผู้วิจัย

ดร. ศิริวัตร ทองแสง

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

ศาสตราจารย์ ดร. ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกอ. และ สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

สารบัญ

หัวข้อ	หน้า
บทคัดย่อ	1
Abstract	2
Executive Summary	3
บทนำ	7
ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	10
วิธีดำเนินงานวิจัย	15
ผลการทดลอง	21
สรุปผลการทดลอง	53
Output ที่ได้จากโครงการ	55
เอกสารอ้างอิง	56
ภาคผนวก ก ผลงานวิจัยที่ได้รับการเผยแพร่	61
ภาคผนวก ข ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA	126
ภาคผนวก ค ตัวอย่างผลการทดสอบด้วยเครื่องไทรโบมิเตอร์รูปแบบ Ball-on-Disc	135
ภาคผนวก ง แบบ Drawing ของเครื่องทดสอบสึกหรอแบบจัดรูปแบบ Pin-on-Cylinder	144

บทคัดย่อ

“การใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีซิทเทตซิลิกาในยางธรรมชาติ สำหรับงานด้านการสึกหรอแบบขัดถู”

ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีซิทเทตซิลิกาในยางธรรมชาติสำหรับงานด้านการสึกหรอแบบขัดถู โดยทำการศึกษาถึงอิทธิพลของปริมาณซิลิกาและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติการเสริมแรงในยางธรรมชาติ ทำการเตรียมยางคอมปาวด์ที่มีซิลิกาของเถ้าลอย 10-40 phr และใช้เถ้าลอยขนาดไม่เกิน 150 ไมครอน แล้วนำไปทดสอบสมบัติด้านทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด และความต้านทานการสึกหรอแบบขัดถู จากนั้นทำการศึกษาประสิทธิภาพการเสริมแรงของการใช้เถ้าลอยร่วมกับพรีซิทเทตซิลิกาในยางธรรมชาติด้วยสัดส่วน 100:0 75:25 50:50 25:75 และ 0:100 รวมถึงศึกษาอิทธิพลของการปรับผิวพรีซิทเทตซิลิกาด้วย โดยตรวจสอบคุณลักษณะการคงรูปร่าง สมบัติทางกล สมบัติเชิงกลพลวัตด้วยเทคนิค Dynamic Mechanical Analysis (DMA) สมบัติไทรโบโลยีจากเครื่องไทรโบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc และสมบัติการสึกหรอแบบขัดถูจากเครื่องที่จัดสร้างขึ้น พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยสูงขึ้นส่งผลต่อความทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด และความต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูลดลง อย่างไรก็ดี หากใช้ขนาดอนุภาคเถ้าลอยน้อยกว่า 25 ไมครอน ก็จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเสริมแรงให้ดีขึ้นได้ ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีซิทเทตซิลิกาปริมาณ 10 phr เมื่อสัดส่วนของพรีซิทเทตซิลิกาสูงขึ้นส่งผลให้สมบัติการคงรูปร่างและสมบัติเชิงกลของยางไม่เปลี่ยนแปลงนักทั้งระบบไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีซิทเทตซิลิกา ส่วนยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ในระบบไม่ปรับผิวพรีซิทเทตซิลิกา เมื่อสัดส่วนของพรีซิทเทตซิลิกาสูงขึ้นส่งผลให้สมบัติการคงรูปร่างและสมบัติเชิงกลของยางด้อยลง แต่หากทำการปรับผิวพรีซิทเทตซิลิกาจะสามารถช่วยปรับปรุงสมบัติต่างๆให้ดีขึ้นได้ โดยเฉพาะความทนแรงฉีกขาดและความต้านทานการสึกหรอดีกว่ายางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติมด้วย ซึ่งสัดส่วนซิลิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีซิทเทตซิลิกาที่เติมในยางธรรมชาติที่ให้สมบัติการเสริมแรงเหมาะสมคือ 25:75 โดยพิจารณาจากความทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด ความต้านทานการสึกหรอจากผ้าขัดและการทดสอบด้วยเครื่องไทรโบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc ตลอดจนการแสดงผลพฤติกรรมเสริมแรงของเถ้าลอยที่ใช้ร่วมกับพรีซิทเทตซิลิกาจากเทคนิค DMA ด้วย การทดสอบด้วยเครื่องไทรโบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc ยังพบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยสัดส่วนพรีซิทเทตซิลิกาที่สูงขึ้นส่งผลให้ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานระหว่างยางกับลูกบอลเหล็กเพิ่มขึ้นตามไปด้วย สำหรับการทดสอบสึกหรอแบบขัดถูด้วยเครื่องที่จัดสร้างขึ้น แสดงให้เห็นว่า สามารถนำยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีซิทเทตซิลิกาไปใช้งานด้านการสึกหรอแบบขัดถูได้เฉพาะกรณีที่เติมปริมาณซิลิกาถูกผสม 10 phr โดยยางที่สามารถต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูบนผ้าขัดความหยาบผิวน้อยได้ดีเมื่อมีสัดส่วนพรีซิทเทตซิลิกา 50% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อขัดถูบนผ้าขัดความหยาบผิวมากควรใช้สัดส่วนพรีซิทเทตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก

คำสำคัญ: เถ้าลอย ซิลิกา สารตัวเติมแบบเสริมแรง ยางธรรมชาติ การสึกหรอ

Abstract

“Use of Fly Ash as Co-reinforcing filler with Precipitated Silica in NR Vulcanizates for Abrasive Wear Applications”

This research work deals with the use of silica from fly ash (FASi) as co-reinforcing filler with precipitated silica (PSi) in natural rubber (NR) vulcanizates for abrasive wear applications. The effects of silica content and particle size of fly ash on the enhancement for properties of natural rubber were studied. The silica contents of fly ash were varied from 10-40 phr, and the fly ash particle size was less than 150 micron. The FASi-filled NR vulcanizates were investigated by tensile and tear properties, and abrasion resistance. Both fly ash and precipitated silica were mixed and loaded into NR compounds with the FASi:PSi weight fractions of 100:0 75:25 50:50 25:75 and 0:100 for studying the reinforcement performance of the vulcanizates. The effect of precipitated silica treatment was also interest. The FASi/PSi-filled NR vulcanizates were characterized in term of cure and mechanical properties, dynamic mechanical analysis (DMA), tribology properties using the Ball-on-Disc tribometer, and abrasive wear properties with a home-built abrader device. It was found that the incorporation of FASi decreased the tensile and tear properties, and abrasive wear resistance of NR compounds with increasing FASi. However, the rubber vulcanizates filled with fly ash particle size of less than 25 micron improved the reinforcing property. The adding FASi/PSi hybrid silica content of 10 phr had no noticeable effect on the cure and mechanical properties of the NR composites in both untreated and treated precipitated silica systems. At hybrid silica content of 40 phr, the cure and mechanical properties deteriorated with increasing untreated PSi to be introduced into the FASi/PSi-filled NR vulcanizates. There was improvement of the overall properties with using treated PSi, especially the tear strength and wear resistance of NR composites were better than the unfilled compounds. This article recommends 25:75 of FASi/PSi weight fraction to be filled into the NR compounds to achieve the optimum reinforcing properties by considering tensile and tear properties, and wear resistance from abrasive cloth and Ball-on-Disc tribometer. In addition, the reinforcing behavior of FASi/PSi-filled NR vulcanizates evidenced from DMA technique. The results from Ball-on-Disc tribometer can be observed that the coefficient of friction between rubber and steel ball increased with an increase in the PSi fraction of the FASi/PSi-filled NR composites. For the test with a home-built abrader device, it was obvious that NR compounds filled with fly ash and precipitated silica can be used for abrasive wear applications, this being the case only for the adding 10 phr hybrid silica content. The 50 and 75% PSi by weight fraction of the FASi/PSi hybrid silica to be introduced into rubber vulcanizates can be resistant to abrasive cloth with low and high surface roughness, respectively.

Keywords: Fly ash/Silica/Reinforcing filler/Natural rubber/Wear

Executive Summary

1. รหัสโครงการ MRG5280045
2. ชื่อโครงการ (ไทย) การใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีซิพิเตชันซิลิกาในยางธรรมชาติสำหรับงานด้านการสึกหรอแบบขัดถู
(อังกฤษ) Use of Fly Ash as Co-reinforcing filler with Precipitated Silica in NR Vulcanizates for Abrasive Wear Applications
3. ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน/หน่วยงานสังกัด และที่อยู่
ชื่อ-สกุล ดร. ศิรินทร ทองแสง
หน่วยงาน ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องมือและวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
ที่อยู่ 126 ถนนประชาอุทิศ แขวงบางมด เขตทุ่งครุ กทม. 10140
โทรศัพท์/โทรสาร 02-4709205 E-mail address: sirinthorn.tho@kmutt.ac.th
4. นักวิจัยที่ปรึกษา ศาสตราจารย์ ดร. ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ

7. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ยางธรรมชาติถือว่าเป็นยางที่มีการนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ มากมาย อาทิเช่น ล้อรถยนต์ สายพาน ท่อทนความดัน ยางกันกระแทกและยางรองคอสายพาน ฯลฯ เนื่องจากยางธรรมชาติมีสมบัติเชิงกลที่ดี โดยที่ไม่ต้องเติมสารตัวเติมแบบเสริมแรงเพราะสามารถตกผลึกได้เมื่อถูกดึงยืด (Strain-induced crystallization) อย่างไรก็ตามในการใช้งานด้านวิศวกรรมส่วนใหญ่ การเติมสารตัวเติมแบบเสริมแรง (Reinforcing filler) ก็จะช่วยปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติให้ดีขึ้น สารตัวเติมแบบเสริมแรงคือ สารตัวเติมที่เติมลงในยางเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกล โดยเฉพาะค่ามอดุลัส ความทนทานการดึงยืด ความทนทานการฉีกขาดและความต้านทานการขัดถู ตัวอย่างที่สำคัญของสารตัวเติมแบบเสริมแรงคือ ซิลิกา โดยเฉพาะอย่างยิ่งในผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสีมัน ซิลิกาเป็นสารตัวเติมที่มีประสิทธิภาพในการเสริมแรงให้กับยางได้ดีเนื่องจากมีขนาดอนุภาคที่เล็กจึงทำให้มีพื้นที่เกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมสูงขึ้น [1] อย่างไรก็ตามการเติมสารตัวเติมในยางไม่ได้มีเพื่อการเสริมแรงแต่เพียงอย่างเดียว การลดต้นทุนการผลิตก็ถือเป็นปัจจัยสำคัญที่ควรคำนึงถึง จึงทำให้มีหลายงานวิจัยให้ความสนใจในการหาซิลิกาจากแหล่งต่างๆ

เพื่อมาทดแทนซิลิกาเกรดการค้าในอุตสาหกรรมยาง เช่น การนำเถ้าลอยมาเสริมแรงในยางชนิดต่างๆ อันได้แก่ ยางธรรมชาติ ยางเอสบีอาร์ ยางผสมระหว่างยางธรรมชาติและยางเอสบีอาร์ พบว่า การเติมเถ้าลอยทำให้เวลาการคงรูปยางลดลง เนื่องจากองค์ประกอบของเถ้าลอยมีโลหะออกไซด์ชนิดต่างๆ ที่ทำหน้าที่เป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยาการคงรูปยาง [2, 3] ส่วนในด้านของสมบัติเชิงกล พบว่า การเติมเถ้าลอยที่ปรับผิวด้วยสารกลุ่มควาไซเลนจะช่วยเสริมแรงแก่ยางคอมปาวด์ได้ดีกว่าการเติมเถ้าลอยที่ไม่ปรับผิว เนื่องจากการปรับผิวเถ้าลอยทำให้มีการยึดเกาะระหว่างเถ้าลอยกับเฟสของยางและนำไปสู่การเพิ่มขึ้นของสมบัติเชิงกลโดยรวม [4-6] จากงานวิจัยที่ผ่านมาของคณะผู้วิจัย [2, 4, 7-8] ได้มีการศึกษาสมบัติของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยแบบไม่ปรับผิวและมีการปรับผิวเปรียบเทียบกับพรีพิตเทตซิลิกาเกรดการค้า พบว่า การกระจายตัวของเถ้าลอยสามารถผสมเข้าไปในเนื้อยางได้ง่ายและแตกตัวดีกว่าพรีพิตเทตซิลิกา แต่มีคุณสมบัติของการผสมน้อยกว่าพรีพิตเทตซิลิกา ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาของเถ้าลอยให้สมบัติเชิงกลใกล้เคียงกับการเติมพรีพิตเทตซิลิกาไม่เกิน 30 phr และหากทำการปรับผิวเถ้าลอยด้วยสารกลุ่มควาไซเลน Si69 ปริมาณ 2-4 % โดยน้ำหนัก ก็จะทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้น อย่างไรก็ตาม พฤติกรรมการเสริมแรงของเถ้าลอยในยางยังไม่สูงมากนัก ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะเพิ่มประสิทธิภาพการเสริมแรงของเถ้าลอยในยางธรรมชาติให้ดียิ่งขึ้น โดยทำการศึกษาในหัวข้อต่อไปนี้

1. ศึกษาปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงในยางธรรมชาติ
2. ศึกษาการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติ
3. ศึกษาการสึกหรอของการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติ

8. วัตถุประสงค์

1. เพื่อหาสัดส่วนของเถ้าลอยที่สามารถใช้เป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาได้อย่างเหมาะสม
2. เพื่อหาความเป็นไปได้ของการนำเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติไปใช้ในงานด้านการสึกหรอแบบขัดถู

9. ผลการดำเนินงาน

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาถึงอิทธิพลของปริมาณซิลิกาและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติการเสริมแรงในยางธรรมชาติ ซึ่งทำการเตรียมยางคอมปาวด์ที่มีซิลิกาของเถ้าลอย 10-40 phr และใช้เถ้าลอยขนาดไม่เกิน 150 ไมครอน แล้วนำไปทดสอบสมบัติด้านทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด และความต้านทานการสึกหรอแบบขัดถู จากนั้นทำการศึกษาประสิทธิภาพการเสริมแรงของการใช้เถ้าลอยร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติด้วยสัดส่วน 100:0 75:25 50:50 25:75 และ 0:100 ซึ่งทำการศึกษาทั้งระบบไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีพิตเทตซิลิกาด้วยสารกลุ่มควาไซเลน Si69 ปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก โดยตรวจสอบคุณลักษณะการคงรูป

ยางด้วยเครื่อง Oscillating Disc Rhometer (ODR) สมบัติทางกล สมบัติเชิงกลพลวัตด้วยเทคนิค Dynamic Mechanical Analysis (DMA) สมบัติไทรโบโลยีจากเครื่องไทรโบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc และสมบัติการสึกหรอแบบขัดถูจากเครื่องที่จัดสร้างขึ้นด้วยการใช้ผ้าขัดความหยาบผิวน้อยและมาก พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิกาของเถ้าลอยสูงขึ้นส่งผลต่อความทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด และความต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูลดลง อย่างไรก็ดี หากใช้ขนาดอนุภาคเถ้าลอยน้อยกว่า 25 ไมครอน ก็จะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเสริมแรงให้ดีขึ้นได้ ยางธรรมชาติที่เติมซิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทตซิกาปริมาณ 10 phr เมื่อสัดส่วนของพรีพิตเทตซิกาสูงขึ้นส่งผลให้สมบัติการคงรูปร่างและสมบัติเชิงกลของยางไม่เปลี่ยนแปลงนักทั้งระบบไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีพิตเทตซิกา ส่วนยางธรรมชาติที่เติมซิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ในระบบไม่ปรับผิวพรีพิตเทตซิกา เมื่อสัดส่วนของพรีพิตเทตซิกาสูงขึ้นส่งผลให้สมบัติการคงรูปร่างและสมบัติเชิงกลของยางด้อยลง แต่หากทำการปรับผิวพรีพิตเทตซิกาจะสามารถช่วยปรับปรุงสมบัติต่างๆ ให้ดีขึ้นได้ โดยเฉพาะความทนแรงฉีกขาดและความต้านทานการสึกหรอดีกว่ายางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติมด้วย ซึ่งสัดส่วนซิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทตซิกาที่เติมในยางธรรมชาติที่ให้สมบัติการเสริมแรงเหมาะสมคือ 25:75 โดยพิจารณาจากความทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด ความต้านทานการสึกหรอจากผ้าขัดและการทดสอบด้วยเครื่องไทรโบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc ตลอดจนการแสดงผลพฤติกรรมเสริมแรงของเถ้าลอยที่ใช้ร่วมกับพรีพิตเทตซิกาจากเทคนิค DMA ด้วย จากการทดสอบด้วยเครื่องไทรโบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc ยังพบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิกาถูกผสมด้วยสัดส่วนพรีพิตเทตซิกาที่สูงขึ้นส่งผลให้ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานระหว่างยางกับลูกบอลเหล็กเพิ่มขึ้นตามไปด้วย สำหรับการทดสอบสึกหรอแบบขัดถูด้วยเครื่องที่จัดสร้างขึ้น แสดงให้เห็นว่า สามารถนำยางธรรมชาติที่เติมซิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทตซิกาไปใช้งานด้านการสึกหรอแบบขัดถูได้เฉพาะกรณีที่เติมปริมาณซิกาถูกผสม 10 phr โดยยางที่สามารถต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูบนผ้าขัดความหยาบผิวน้อยได้ดีเมื่อมีสัดส่วนพรีพิตเทตซิกา 50% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อขัดถูบนผ้าขัดความหยาบผิวมากควรใช้สัดส่วนพรีพิตเทตซิกา 75% โดยน้ำหนัก

10. สรุปผลการวิจัย

1. สัดส่วนของเถ้าลอยที่สามารถใช้เป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิกาในยางธรรมชาติได้อย่างเหมาะสมคือ 25:75
2. สามารถนำยางธรรมชาติที่เติมซิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทตซิกาไปใช้งานด้านการสึกหรอแบบขัดถูได้เฉพาะกรณีที่เติมปริมาณซิกาถูกผสม 10 phr โดยยางที่สามารถต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูบนผ้าขัดความหยาบผิวน้อยได้ดีเมื่อมีสัดส่วนพรีพิตเทตซิกา 50% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อขัดถูบนผ้าขัดความหยาบผิวมากควรใช้สัดส่วนพรีพิตเทตซิกา 75% โดยน้ำหนัก

11. สรุปผลลัพธ์จากงานวิจัย (Output)

1. เครื่องทดสอบการสึกหรอแบบขั้วดูลแบบ Pin-on-Cylinder จำนวน 1 เครื่อง
2. ผลงานที่ได้รับการเผยแพร่
 - ผลงานตีพิมพ์ในการประชุมระดับชาติ จำนวน 1 เรื่อง
 - ผลงานตีพิมพ์ในการประชุมระดับนานาชาติ จำนวน 1 เรื่อง
 - ผลงานตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ จำนวน 1 เรื่อง (อยู่ระหว่างการพิจารณาผลตอบรับ)

12. รายงานการใช้จ่ายเงินตลอดโครงการ

หมวด	รายจ่ายสะสมจากรายงานครั้งก่อน	ค่าใช้จ่ายงวดปัจจุบัน	รวมรายจ่ายสะสมจนถึงงวดปัจจุบัน	งบประมาณรวมทั้งโครงการ	คงเหลือ
1. ค่าตอบแทน	120,000.00	60,000.00	180,000.00	240,000.00	60,000.00
2. ค่าวัสดุ	13,922.65	3,752.70	19,280.35	18,000.00	-1,280.35
4. ค่าใช้สอยและอื่นๆ	49,505.40	49,337.80	117,999.65	122,000.00	4,000.35
5. ค่าครุภัณฑ์	37,120.00	65,600.00	102,720.00	100,000.00	-2,720.00
รวม	220,548.05	178,690.50	420,000.00	480,000.00	60,000.00

บทนำ

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ยางธรรมชาติถือว่าเป็นยางที่มีการนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆมากมาย อาทิเช่น ล้อรถยนต์ สายพาน ท่อทนความดัน ยางกันกระแทกและยางรองคอสะพาน ฯลฯ เนื่องจากยางธรรมชาติมีสมบัติเชิงกลที่ดี โดยที่ไม่ต้องเติมสารตัวเติมแบบเสริมแรงเพราะสามารถตกผลึกได้เมื่อถูกดึงยืด (Strain-induced crystallization) อย่างไรก็ตามในการใช้งานด้านวิศวกรรมส่วนใหญ่ การเติมสารตัวเติมแบบเสริมแรง (Reinforcing filler) ก็จะช่วยปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติให้ดีขึ้น สารตัวเติมแบบเสริมแรงคือ สารตัวเติมที่เติมลงในยางเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกล โดยเฉพาะค่ามอดุลัส ความทนทานการดึงยืด ความทนทานการฉีกขาดและความต้านทานการขัดถู ตัวอย่างที่สำคัญของสารตัวเติมแบบเสริมแรงคือ ซิลิกา โดยเฉพาะอย่างยิ่งในผลิตภัณฑ์ยางที่ต้องการสีสัน ซิลิกาเป็นสารตัวเติมที่มีประสิทธิภาพในการเสริมแรงให้กับยางได้ดีเนื่องจากมีขนาดอนุภาคที่เล็กจึงทำให้มีพื้นที่เกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมสูงขึ้น [1] อย่างไรก็ตามการเติมสารตัวเติมในยางไม่ได้มีเพื่อการเสริมแรงแต่เพียงอย่างเดียว การลดต้นทุนการผลิตก็ถือเป็นปัจจัยสำคัญที่ควรคำนึงถึง จึงทำให้มีหลายงานวิจัยให้ความสนใจในการหาซิลิกาจากแหล่งต่างๆ เพื่อมาทดแทนซิลิกาเกรดการค้าในอุตสาหกรรมยาง เช่น การนำเถ้าลอยมาเสริมแรงในยางชนิดต่างๆ อันได้แก่ ยางธรรมชาติ ยางเอสบีอาร์ ยางผสมระหว่างยางธรรมชาติและยางเอสบีอาร์ พบว่า การเติมเถ้าลอยทำให้เวลาการคงรูปร่างลดลง เนื่องจากองค์ประกอบของเถ้าลอยมีโลหะออกไซด์ชนิดต่างๆ ทำหน้าที่เป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยาการคงรูป [2, 3] ส่วนในด้านของสมบัติเชิงกล พบว่า การเติมเถ้าลอยที่ปรับผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนจะช่วยเสริมแรงแก่ยางคอมปาวด์ได้ดีกว่าการเติมเถ้าลอยที่ไม่ปรับผิว เนื่องจากการปรับผิวเถ้าลอยจะทำให้มีการยึดเกาะระหว่างเถ้าลอยกับเฟสของยางและนำไปสู่การเพิ่มขึ้นของสมบัติเชิงกลโดยรวม [4-6] จากงานวิจัยที่ผ่านมาของคณะผู้วิจัย [2, 4, 7-8] ได้มีการศึกษาสมบัติของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยแบบไม่ปรับผิวและมีการปรับผิวเปรียบเทียบกับพรีพิตเทตซิลิกาเกรดการค้า พบว่า การกระจายตัวของเถ้าลอยสามารถผสมเข้าไปในเนื้อยางได้ง่ายและแตกตัวดีกว่าพรีพิตเทตซิลิกา แต่มีความสม่ำเสมอของการผสมน้อยกว่าพรีพิตเทตซิลิกา ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาของเถ้าลอยให้สมบัติเชิงกลใกล้เคียงกับการเติมพรีพิตเทตซิลิกาไม่เกิน 30 phr และหากทำการปรับผิวเถ้าลอยด้วยสารคู่ควบไซเลน Si69 ปริมาณ 2-4 % โดยน้ำหนัก ก็จะทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้น อย่างไรก็ตาม พฤติกรรมการเสริมแรงของเถ้าลอยในยางยังไม่สูงมากนัก ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะเพิ่มประสิทธิภาพการเสริมแรงของเถ้าลอยในยางธรรมชาติให้ดียิ่งขึ้น โดยทำการศึกษาในหัวข้อที่มีสมมุติฐานดังนี้

1. ศึกษาปริมาณซิลิกาของถั่วลันเตาและขนาดอนุภาคถั่วลันเตาที่มีต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงในยางธรรมชาติ เนื่องจากขนาดอนุภาคสารตัวเติมนั้นเป็นปัจจัยหนึ่งของการเสริมแรงในยาง ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณสารตัวเติมที่เหมาะสมด้วย โดยคาดว่าจะทำให้สมบัติด้านทนแรงดึง ด้านทนแรงฉีกขาด และความต้านทานการขาดดีกว่ายางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติม

2. ศึกษาการใช้ถั่วลันเตาเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติ โดยการใช้สารตัวเติมทั้งสองร่วมกันเสริมแรงในยางธรรมชาติด้วยสัดส่วนโดยน้ำหนักของปริมาณซิลิกาของถั่วลันเตาต่อพรีพิตเทตซิลิกา 100:0 75:25 50:50 25:75 และ 0:100 ซึ่งถั่วลันเตาอาจช่วยในการแตกตัวของพรีพิตเทตซิลิกาในยางให้ดีขึ้น และสามารถใช้เป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาได้เป็นอย่างดีด้วย

3. ศึกษาการสึกหรอของการใช้ถั่วลันเตาเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติ เนื่องจากการสึกหรอหรือความต้านทานการขาดเป็นอีกสิ่งหนึ่งที่แสดงถึงการเสริมแรงของยาง โดยทำการจัดสร้างเครื่องทดสอบการสึกหรอแบบขัดถู ซึ่งเครื่องนี้สามารถปรับเปลี่ยนน้ำหนักกดและความหยาบของผ้าขัดได้ ซึ่งคาดว่าจะการทดสอบนี้ทำให้ทราบกลไกการสึกหรอและสามารถทำนายอายุการใช้งานของยางนั้นๆ ได้

2. วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เพื่อหาสัดส่วนของถั่วลันเตาที่สามารถใช้เป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาได้อย่างเหมาะสม
2. เพื่อหาความเป็นไปได้ของการนำถั่วลันเตาที่เติมในยางธรรมชาติไปใช้ในงานด้านการสึกหรอแบบขัดถู

3. ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยส่วนที่ 1

- วัสดุพอลิเมอร์ที่ใช้ในงานวิจัย คือ ยางธรรมชาติที่เติมถั่วลันเตา
- ตัวแปรต่างๆ ที่ใช้ในการศึกษา คือ ปริมาณซิลิกาของถั่วลันเตาในช่วง 10-40 phr และขนาดอนุภาคถั่วลันเตา 4 ช่วงขนาด คือ น้อยกว่า 25, 25-44, 45-74, 75-124 และ 125-149 ไมครอน
- ทำการตรวจสอบสมบัติของยางในด้านทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด และด้านทนการขาด

งานวิจัยส่วนที่ 2

- วัสดุพอลิเมอร์ที่ใช้ในงานวิจัย คือ ยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยและพรีพิตเทตซิการ่วมกัน
- ตัวแปรต่างๆ ที่ใช้ในการศึกษา คือ สัดส่วนโดยน้ำหนักด้วยปริมาณซิกาของเถ้าลอยต่อพรีพิตเทตซิกา 100:0, 75:25, 50:50, 25:75, 0:100
- ทำการศึกษาทั้งระบบไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีพิตเทตซิกาด้วยสารก่อกวนไซเลน 2% โดยน้ำหนัก
- ทำการตรวจสอบสมบัติของยางในด้านคุณลักษณะการคงรูปยาง ทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด วัดค่าความแข็ง ด้านทานการขัดถู และวิเคราะห์ทางสัณฐานวิทยา

งานวิจัยส่วนที่ 3

- วัสดุพอลิเมอร์ที่ใช้ในงานวิจัย คือ ยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยและพรีพิตเทตซิการ่วมกัน
- จัดสร้างเครื่องทดสอบการสึกหรอแบบขัดถูระบบหัวหมุนยกคบนล้อผ้าขัดทรงกระบอก (Pin-on-Cylinder)
- ตัวแปรต่างๆ ที่ใช้ในการศึกษา คือ น้ำหนักกดและความหยาบของผ้าขัด
- ทำการตรวจสอบสมบัติของยางในด้านด้านทานการสึกหรอแบบขัดถูด้วยเครื่องทดสอบที่จัดสร้างขึ้นและวิเคราะห์ทางสัณฐานวิทยา

4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้ผลงานวิจัยที่แสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของปริมาณซิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงในยางธรรมชาติ
2. ได้ผลงานวิจัยที่แสดงให้เห็นถึงประสิทธิภาพการเสริมแรงของการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิกาในสัดส่วนต่างๆ
3. ได้ผลงานวิจัยที่แสดงให้เห็นถึงผลกระทบของตัวแปรต่างๆ เช่น น้ำหนักกดและความหยาบของผ้าขัดที่มีต่อการสึกหรอแบบขัดถูของยางธรรมชาติที่ใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิกา
4. ได้เครื่องทดสอบการสึกหรอแบบขัดถูระบบหัวหมุนยกคบนล้อกระดาษขัดทรงกระบอก (Pin-on-Cylinder) สามารถใช้ในห้องปฏิบัติการเรียนการสอนและสำหรับการวิจัยค้นคว้าของอาจารย์ นักศึกษา และผู้วิจัยท่านอื่น ๆ ในมหาวิทยาลัยฯ
5. เป็นการเผยแพร่เทคโนโลยีใหม่ๆ ในวงการวิชาการด้านอุตสาหกรรมยาง

ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

- งานวิจัยเกี่ยวกับการนำเถ้าลอยเติมในยาง

Thongsang S. และ คณะ [4, 7-8] และ Sombatsompop N. และคณะ [2] ทำการศึกษาเกี่ยวกับการนำเถ้าลอยมาเติมในยางธรรมชาติ ซึ่งศึกษาปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย วิธีการปรับผิวเถ้าลอยที่มีต่อคุณลักษณะการคงรูปยาง สมรรถนะการผสม สมบัติเชิงกลและสมบัติกระด้างกระดอนพลวัตของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยเปรียบเทียบกับพรีพิตเทซซิลิกา พบว่า ในช่วงปริมาณการเติมเถ้าลอยที่ศึกษานั้น เวลาการคงรูปยางลดน้อยลงและมีค่าน้อยกว่าการเติมพรีพิตเทซซิลิกาอย่างมาก การกระจายตัวของเถ้าลอยในยางนั้นแตกต่างจากพรีพิตเทซซิลิกา กล่าวคือ เถ้าลอยสามารถผสมเข้าไปในเนื้อยางได้ง่ายและแตกตัวดีกว่าพรีพิตเทซซิลิกา แต่มีความสม่ำเสมอของการผสมน้อยกว่าพรีพิตเทซซิลิกา เถ้าลอยสามารถนำมาใช้งานได้ดีขึ้นเมื่อทำการปรับผิวด้วยสารคู่ควบไฮดรอกไซด์ Si69 ปริมาณ 2-4 % โดยน้ำหนัก ยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยและพรีพิตเทซซิลิกาที่ทำการปรับผิวด้วยสารคู่ควบไฮดรอกไซด์ Si69 ในปริมาณที่เท่ากันให้สมบัติเชิงกลโดยรวมใกล้เคียงกันในช่วงปริมาณซิลิกาไม่เกิน 30 phr และยังพบว่า ณ ปริมาณซิลิกาที่เท่ากัน (ปริมาณสารตัวเติมของเถ้าลอยมีมากกว่าพรีพิตเทซซิลิกา เนื่องจากคิดจากปริมาณซิลิกาจริงที่มีอยู่ในเถ้าลอยนั้นจริงๆ) ในการเติมเถ้าลอยนั้นพลังงานที่สูญเสียไป (Energy loss) จากการทดสอบสมบัติกระด้างกระดอนพลวัตน้อยกว่าการเติมพรีพิตเทซซิลิกา และอัตราพลังงานที่สูญเสียไปมีค่าน้อยกว่าเมื่อได้รับพลังงานที่ให้ (Energy input) เพิ่มขึ้น Garde K. และคณะ [9] ทำการศึกษาการปรับผิวของเถ้าลอยเพื่อใช้เป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงในยางพอลิไอโซพรีน โดยปรับผิวเถ้าลอยด้วยการใช้กรด เบส เกลือ พบว่า เมื่อปรับผิวเถ้าลอยแล้วทำให้มีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้น โดยเฉพาะการปรับผิวด้วยเบสแล้วตามด้วยการกักรีดทำให้ผิวของเถ้าลอยมีพื้นที่ผิวมากขึ้นซึ่งใกล้เคียงกับรูปร่างของซิลิกา และเมื่อนำไปเสริมแรงในยางพอลิไอโซพรีนจะทำหน้าที่เป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงในยางพอลิไอโซพรีนได้ดีด้วย การใช้สารคู่ควบไฮดรอกไซด์ Si69 นั้นช่วยให้การกระจายของเถ้าลอยในยางพอลิไอโซพรีนดียิ่งขึ้น แต่ค่าการกระดอนของยางลดลง สำหรับการเติมเถ้าลอยลงในยางพอลิไอโซพรีนทำให้ยางที่ยังไม่คงรูปมีความแข็งแรงลดลง แต่การเติมเถ้าลอยลงในยางพอลิไอโซพรีนนั้นไม่ทำให้ปริมาณการเกิดพันธะข้ามเปลี่ยนไปมากนัก Alkadasi N.A.N. และคณะ [10] ทำการศึกษาผลกระทบของสารคู่ควบที่มีต่อสมบัติเชิงกลของยางบิวทาดิอีนที่มีการเติมเถ้าลอยในช่วงสัดส่วนโดยปริมาตร 0.05-0.6 และทำการเปรียบเทียบเถ้าลอยแบบไม่ปรับผิวกับเถ้าลอยที่ปรับผิวด้วยสารคู่ควบไฮดรอกไซด์ Si69 ด้วยปริมาณ 1 ต่อ 100 ส่วนโดยน้ำหนักของเถ้าลอย จากนั้นทดสอบสมบัติด้านทานแรงดึงและวัดค่าความแข็งแรง พบว่า เถ้าลอยที่ผ่านการปรับผิวช่วยให้ค่าด้านทานแรงดึง ค่ามอดูลัส ณ การยืดตัว 100%

และค่าความแข็งแรงมากกว่าการเติมเถ้าลอยแบบไม่ปรับผิว เนื่องจากสารคู่ควบ Si69 สามารถเกิดพันธะเคมีเชื่อมระหว่างยางบิวเทไดอินกับเถ้าลอยไว้ได้ Mishra S. และคณะ [11] ทำการเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลและการหน่วงการดีไฟของยางบิวเทไดอินที่มีการเติมแคลเซียมคาร์บอเนตเกรดการค้า แคลเซียมคาร์บอเนตอนุภาคระดับนาโนและเถ้าลอย โดยแคลเซียมคาร์บอเนตระดับนาโนถูกสังเคราะห์ขึ้นด้วยการใช้สารละลายแคลเซียมคลอไรด์และสารละลายพอลิเอทธิลีนไกลคอลในอัตราส่วน 4:1 จากนั้นปล่อยให้ตกตะกอนและแยกออกมา แล้วนำไปทำปฏิกิริยากับสารละลายโปแทสเซียมคาร์บอเนตต่อไป หลังจากนั้นแยกตะกอนออกอีกครั้ง แล้วนำไปล้างและอบแห้ง ซึ่งศึกษาปริมาณสารตัวเติมช่วง 0-12% โดยน้ำหนัก จากนั้นทำการทดสอบด้านทานแรงดึง ด้านทานแรงฉีกขาด และการหน่วงลามไฟ พบว่า ความต้านทานแรงดึงของการเติมแคลเซียมคาร์บอเนตอนุภาคระดับนาโนสูงกว่าการเติมสารตัวเติมอื่นๆ และให้ค่าสูงสุดที่ปริมาณ 8% โดยน้ำหนัก ส่วนความต้านทานแรงฉีกขาดนั้นเพิ่มขึ้นตามปริมาณสารตัวเติมทั้งสามชนิด โดยเฉพาะแคลเซียมคาร์บอเนตอนุภาคระดับนาโนให้ประสิทธิภาพการเสริมแรงดีที่สุด เนื่องจากการกระจายตัวสม่ำเสมอที่ดี และสามารถหน่วงการลามไฟได้ดีขึ้นสูงถึง 75 % Menon A.R.R. และคณะ [12] ทำการศึกษาการปรับผิวเถ้าลอยด้วยคาร์เดนอลที่เติมในยางธรรมชาติและผลต่อความสามารถในการผลิต สมบัติเชิงกล วิเคราะห์การแตกหักทางสัณฐานวิทยา และคุณลักษณะการเสื่อมสลายทางความร้อน โดยทำการศึกษาปริมาณสาร PCP (Phosphorylated Cardanol Prepolymer) และสาร PCPHM (Hexamethylene Tetramine cured PCP) ในช่วง 5-10 phr ที่ใช้ปรับผิวเถ้าลอยแล้วเติมในยางธรรมชาติที่ปริมาณ 0-20 phr จากการทดสอบพบว่า การปรับผิวเถ้าลอยด้วยสารคาร์เดนอลช่วยให้ใช้พลังงานในการผสมลดลง เวลาคงรูปยางลดลง และช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลด้านทานแรงดึง และด้านทานแรงฉีกขาด และความทนทานต่อความร้อนดีขึ้น อีกทั้งยังที่เติมเถ้าลอยที่ปรับผิวด้วยสารคาร์เดนอลนี้ให้ผิวย่อยแตกหักของชิ้นงานทดสอบทนแรงดึงละเอียดกว่าและการกระจายตัวของอนุภาคเถ้าลอยในยางดีกว่าเถ้าลอยแบบไม่ปรับผิว นั้นแสดงให้เห็นว่าสารคาร์เดนอลทำหน้าที่เป็นสารคู่ควบที่เชื่อมระหว่างยางกับเถ้าลอยที่ทำให้สมบัติเชิงกลโดยรวมดังกล่าวเพิ่มขึ้น

- งานวิจัยเกี่ยวกับปัจจัยของสารตัวเติมที่ทำให้เกิดการเสริมแรงในยาง

Da Costa H. M. และคณะ [13] ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลและเชิงกลพลวัตของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าแกลบขาวและดำเปรียบเทียบกับซิลิกาและผงเขม่าดำ โดยศึกษาปริมาณสารตัวเติมในช่วง 0-50 phr จากนั้นทำการทดสอบสมบัติเชิงกลของยางที่คงรูปแล้วด้านทานแรงดึง ด้านทานแรงฉีกขาด และความแข็งแรง รวมถึงการทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตเพื่อใช้อธิบายการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติม จากการทดสอบพบว่า เถ้าแกลบขาวให้สมบัติเชิงกลโดยรวมดีกว่าเถ้าแกลบดำ เนื่องจากมีขนาดเล็กกว่าและมี

พื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่า อีกทั้งให้สมบัติเชิงกลเทียบเท่าผงเขม่าดำและซิลิกาได้ดีที่สุดที่ปริมาณสารตัวเติม 20 phr และยังพบว่าค่าอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วเพิ่มขึ้นจากไม่เติมสารตัวเติมใดๆ ที่แสดงให้เห็นถึงการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมจึงทำให้มีการเสริมแรงที่ดีขึ้น Ismail H. และคณะ [14-15] ทำการศึกษาผลกระทบของสารเติมแต่ง MFA (Multifunctional additive) ที่ใช้ปรับเถ้าแกลบขาวในยางธรรมชาติ โดยทำการศึกษาปริมาณ MFA 0-7 phr และปริมาณสารตัวเติมในช่วง 0-50 phr จากนั้นทำการทดสอบสมบัติด้านต้านทานแรงดึง ด้านทานแรงฉีกขาด และความแข็ง รวมถึงการตรวจสอบการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมด้วยการทดสอบการบวมตัวในตัวทำละลาย จากการทดสอบพบว่า ความต้านทานแรงดึงและด้านทานแรงฉีกขาดเพิ่มขึ้นตามปริมาณเถ้าแกลบขาวสูงสุดที่ 10 phr (ประมาณ 9 %โดยน้ำหนัก) ในขณะที่ค่าความแข็งเพิ่มขึ้นตามปริมาณเถ้าแกลบขาว นอกจากนี้แล้วการปรับผิวเถ้าแกลบขาวด้วยสารเติมแต่ง MFA ที่ปริมาณ 3 phr ยังให้สมบัติเชิงกลโดยรวมเพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมที่มากขึ้น ต่อมาได้ทำการศึกษาผลกระทบปริมาณสารตัวเติมและขนาดของผงไม้ปาล์มที่เติมในยางธรรมชาติอีพอกไซด์ โดยทำการศึกษาปริมาณผงไม้ปาล์มในช่วง 0-50 phr และขนาดผงไม้ปาล์มเป็นช่วงๆ 270-500 ไมครอน 180-270 ไมครอน และ 75-180 ไมครอน จากนั้นทำการทดสอบสมบัติด้านต้านทานแรงดึง ด้านทานแรงฉีกขาด และความแข็ง รวมถึงการตรวจสอบการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมด้วยการทดสอบการบวมตัวในตัวทำละลาย จากการทดสอบพบว่า การเติมผงไม้ปาล์มในปริมาณที่มากขึ้นส่งผลให้ความต้านทานแรงดึง ด้านทานแรงฉีกขาด และความแข็งเพิ่มสูงขึ้นเป็นลำดับ ในทุกช่วงขนาดผงไม้ปาล์มที่ศึกษาโดยเฉพาะผงไม้ปาล์ม 75-180 ไมครอนให้สมบัติเชิงกลโดยรวมดีที่สุด เนื่องจากแสดงการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมดีกว่าขนาดผงไม้ปาล์มที่ใหญ่กว่า

- งานวิจัยเกี่ยวกับการใช้สารตัวเติมอื่นๆ ร่วมกับพรีพิตเทซลิกา

Da Costa H. M. และคณะ [16] ทำการศึกษาผลกระทบของสัดส่วนการใช้เถ้าแกลบขาวและดำแทนการใช้พรีพิตเทซลิกากับผงเขม่าดำบางส่วนในยางธรรมชาติที่มีผลต่อกระบวนการวัลคาไนเซชัน (Vulcanization) ซึ่งทำการศึกษาที่ปริมาณสารตัวเติม 50 phr พบว่า การนำเถ้าแกลบขาวเติมในยางธรรมชาติร่วมกับพรีพิตเทซลิกาและผงเขม่าดำทำให้เร่งการคงรูปให้เร็วขึ้น เนื่องจากในเถ้าลอยมีองค์ประกอบที่เป็นโลหะออกไซด์อยู่ซึ่งช่วยทำให้พลังงานกระตุ้นลดลง ในขณะที่เถ้าแกลบดำช่วยทำให้เกิดการคงรูปเร็วเฉพาะในพรีพิตเทซลิกาเท่านั้น Ismail H. และคณะ [17] ทำการศึกษาผลกระทบของสัดส่วนการใช้เถ้าแกลบขาวแทนการใช้พรีพิตเทซลิกาบางส่วนในยางธรรมชาติ และการปรับผิวเถ้าแกลบด้วยสารเรซอซินอลฟอร์มัลดีไฮด์ (Resorcinol formaldehyde) ที่มีต่อคุณลักษณะการคงรูปยาง สมบัติเชิงกลของยาง รวมถึง

การตรวจสอบการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมด้วยการทดสอบการบวมตัวในตัวทำละลาย ซึ่งทำการศึกษาที่ปริมาณสารตัวเติม 50 phr พบว่า การเติมถั่วลอยร่วมกับพรีซิพิตชันซิลิกาในยางธรรมชาติที่สัดส่วนมากขึ้นทำให้เวลาการคงรูปลดลง แต่ ณ ปริมาณสารตัวเติมที่เท่ากัน การปรับผิวถั่วลอยนั้นทำให้เวลาคงรูปอย่างมากขึ้น ในการเติมถั่วลอยขาวร่วมกับพรีซิพิตชันซิลิกานั้นแสดงประสิทธิภาพการเสริมแรงในการต้านทานแรงดึง ต้านทานแรงฉีกขาดได้ดีเมื่อมีสัดส่วนระหว่างถั่วลอยขาวกับพรีซิพิตชันซิลิกา 20:30 โดยน้ำหนัก และเมื่อทำการปรับผิวถั่วลอยด้วยสารเรซิ่นอลฟอร่มัลดีไฮด์ก็ยังคงทำให้ประสิทธิภาพการเสริมแรงดีขึ้นอีกด้วย

- งานวิจัยเกี่ยวกับการสึกหรอของยาง

El-Tayeb N.S.M. และคณะ [18] ทำการศึกษาคู่สัมผัสของผงเขม่าดำที่มีต่อสมบัติทางไทรโบโลยี (Tribology) ของยาง DPNR (Deproteinised Natural Rubber) และยางไอโซพรีน ทำการศึกษาคู่สัมผัสของผงเขม่าดำที่ 0, 25 และ 50 phr ในยางไอโซพรีนและยาง DPNR แล้วตรวจสอบคุณสมบัติแรงเสียดทานและการสึกหรอ โดยทดสอบด้วยเครื่องชุดแบบแห้งที่จัดสร้างขึ้น ซึ่งเป็นระบบหัวหมุนยางบนชุดขัดทรงกระบอก (Pin-on-Cylinder) ในการทดสอบนี้ใช้กระดาษขัดผงเพชร เบอร์ 50 เป็นวัสดุสำหรับขัด และทดสอบภายใต้แรงกดในช่วง 5-35 นิวตัน ความเร็วเลื่อนหัวหมุน 0.3-1.5 เมตรต่อวินาที และระยะทางเคลื่อนที่ของหัวหมุน 90-450 เมตร จากการทดสอบพบว่า การเติมผงเขม่าดำลงในยางทั้งสองชนิดนี้ส่งผลต่อการลดลงของการสูญเสียเนื้อยางได้มากถึง 70% เมื่อเทียบกับยางที่ไม่เติมสารตัวเติม และสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานของยาง DPNR ยังลดลงถึง 12.5% ที่เติมปริมาณผงเขม่าดำ 50 phr เมื่อเทียบกับยาง DPNR ที่ไม่เติมสารตัวเติม ในขณะที่ยางไอโซพรีนที่เติมผงเขม่าดำ 25-50 phr นั้นส่งผลให้ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานลดลง Stupak P.R. และคณะ [19] ทำการวิเคราะห์ความเสียหายของจากรอยสึกหรอบนผิวหน้าของยางและยางส่วนที่หลุดจากผิวหน้า (Debris) ของยางธรรมชาติ ยางบิวทอะไดอิน และยางผสมระหว่างยางธรรมชาติ ยางบิวทอะไดอินและยางสไตรีนบิวทอะไดอิน ซึ่งทดสอบจากเครื่องชุดด้วยใบมีดภายใต้แรงเสียดทานที่ให้ในช่วง 650-2150 จูลต่อตารางเมตร จากการทดสอบพบว่า ยางทั้งสามชนิดมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันคือ เมื่อแรงเสียดทานที่เพิ่มขึ้นทำให้ส่งผลต่อยางส่วนที่หลุดจากผิวหน้ามีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากกลไกการเกาะรวมกันเป็นกลุ่มก้อนด้วยตัวเองของอนุภาคยางส่วนที่หลุดออกมา อีกทั้งยังแสดงให้เห็นว่ายางบิวทอะไดอินนั้นมีความต้านทานต่อการขัดถูได้มากที่สุด เนื่องจากผลของขนาดของยางส่วนที่หลุดออกมามีความละเอียดมากกว่ายางชนิดอื่นๆ Karger-Kocsis J. และคณะ [20] ทำการศึกษาคู่สัมผัสของปริมาณผงเขม่าดำที่มีต่อการเสียดทานแบบแห้งและการสึกหรอแบบเลื่อนไถลของยาง EPDM ที่ต้านทานต่อ

การขัดถูจากเหล็กกล้า โดยทดสอบด้วยเครื่องขัดถูระบบหัวหมุนเหล็กกล้าบนจานขัดยาง (Pin-on-plate) และระบบวงแหวนเหล็กกล้าบนจานขัดยาง (Ring-on plate) แล้วตรวจสอบสมบัติของยาง EPDM ที่เติมผงเขม่าดำในช่วง 0-60 phr นี้ในด้านต้านทานแรงดึง ต้านทานแรงอัด และการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้านเชิงกลพลวัตด้วย รวมถึงค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานและอัตราสึกหรอจำเพาะด้วย จากการทดสอบพบว่า การเพิ่มปริมาณผงเขม่าดำช่วยให้ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานและอัตราสึกหรอจำเพาะลดลงเมื่อทดสอบด้วยเครื่องขัดถูระบบวงแหวนเหล็กกล้าบนจานขัดยาง กลไกการสึกหรอของยาง EPDM ที่เติมผงเขม่าดำในปริมาณต่างๆ และระบบการขัดถูที่แตกต่างกันให้แผนภาพของการสึกหรอของยางต่างกันด้วย Xu D. และคณะ [21] ทำการศึกษาอิทธิพลของปริมาณผงเขม่าดำที่มีต่อการสึกหรอด้วยลูกกลิ้งของยาง EPDM และยาง SBR และมีความสัมพันธ์ต่อความแข็งแรงจุลภาค โดยทดสอบด้วยเครื่องขัดถูระบบหัวหมุนเหล็กกล้าบนจานขัดยาง ซึ่งให้ลูกกลิ้งเคลื่อนที่เป็นวงรอบและเคลื่อนที่เป็นแนวเส้นตรงพร้อมทั้งลูกกลิ้งสั่นไปมาด้วยความถี่ 1 เฮิรท์ แล้วตรวจสอบสมบัติของยาง EPDM และยาง SBR ที่เติมผงเขม่าดำในช่วง 0-60 phr นี้ ด้วยการวัดค่าความแข็งแรงจุลภาค ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานและอัตราการสึกหรอจำเพาะ จากการทดสอบพบว่า การเติมผงเขม่าดำที่มากขึ้นส่งผลให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้น และช่วยให้อัตราการสึกหรอจำเพาะและค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานลดลงทั้งในยาง EPDM และยาง SBR นอกจากนี้แล้วเคลื่อนที่ของลูกกลิ้งเป็นวงรอบให้ค่าสัมประสิทธิ์แรงเสียดทานมากกว่าการเคลื่อนที่ของลูกกลิ้งเป็นแนวเส้นตรงซึ่งให้ผลคล้ายกันทั้งในยาง PDM และยาง SBR

วิธีดำเนินงานวิจัย

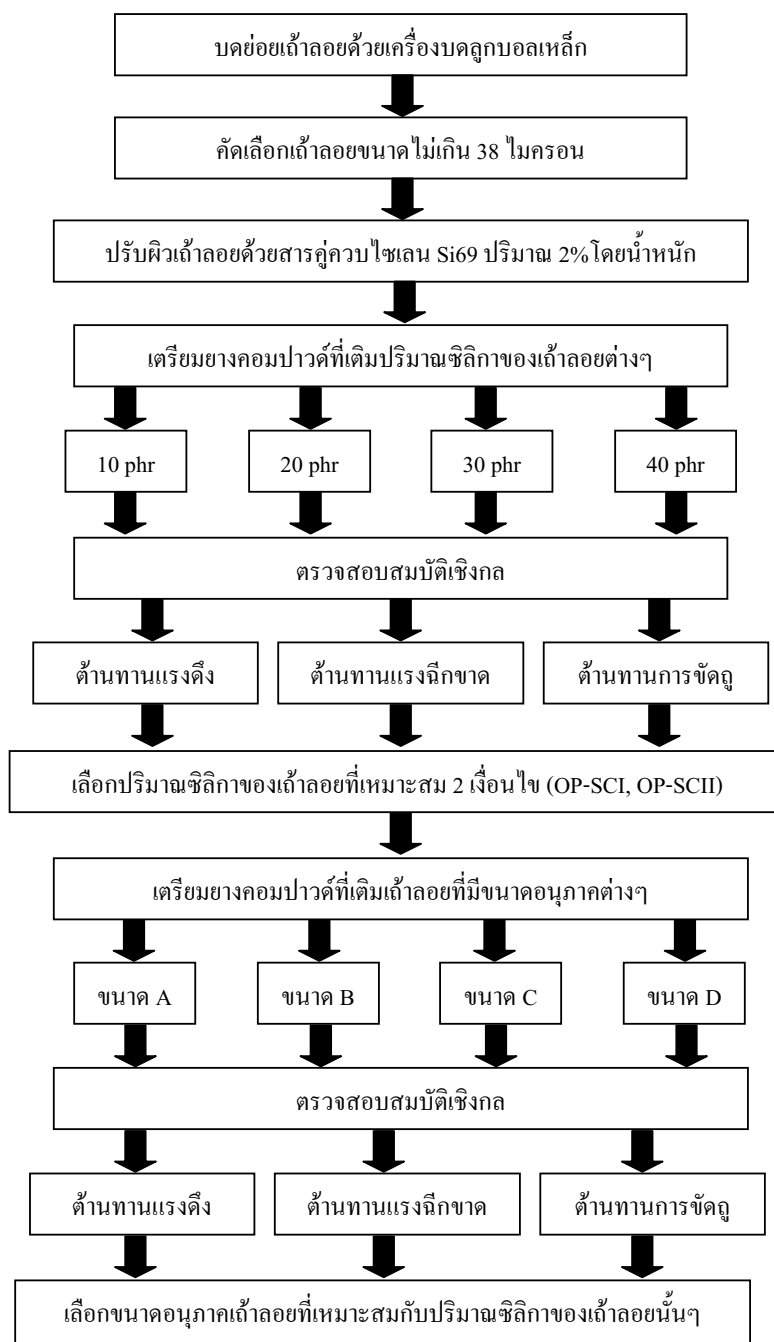
วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย คือ

- ยางธรรมชาติเกรด STR 20 จากบริษัท ศรีเอทีพี โพลีเมอร์ส จำกัด
- สารเคมีที่ใช้ในยาง คือ สารเคมีต่างๆ อันได้แก่ ซิงค์ออกไซด์, กรดสเตียริก, ซัลเฟอร์ ขนาด 325 เมช, พอลิเอทิลีนไกลคอล, Mercaptobenzothiazothiazole (MBT) และDiphenylguanidine (DPG) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ซีเอ็มซี แอดวานซ์ จำกัด และสารคู่ควบไซเลน (Si69) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท เบ็นไมเยอร์ เคมีคอล (ที) จำกัด
- สารตัวเติม คือ พรีพิตเทตซิลิกาเกรดการค้าเกรด Hi-Sil 233 ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท โตกุยาม่า สยามซิลิกา จำกัด ซึ่งเป็นพรีพิตเทตซิลิกาที่มีขนาดแอกไกลเมอเรต (Agglomerate) 50-100 ไมครอน ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 20-25 นาโนเมตร และเถ้าลอยถ่านหินลิกไนต์จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท เค เอ็น อาร์ กรุ๊ป จำกัด ซึ่งมีปริมาณซิลิกาเท่ากับ 33.5 %

งานวิจัยส่วนที่ 1 ศึกษาปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงในยางธรรมชาติ

แผนการดำเนินงานศึกษาปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงในยางธรรมชาติได้แสดงดังรูปที่ 1 โดยเริ่มจากการบดเถ้าลอยด้วยเครื่องบดด้วยลูกบอลเหล็ก (Ball mill) จากนั้นคัดเลือกขนาดอนุภาคเถ้าลอยไม่เกิน 38 ไมครอน จากนั้นปรับผิวเถ้าลอยด้วยสารคู่ควบไซเลน Si69 ปริมาณ 2% โดยน้ำหนัก ซึ่งเป็นปริมาณที่เหมาะสมสำหรับการปรับผิวเถ้าลอยจากงานวิจัยที่ผ่านมา [4] โดยมีขั้นตอนการเตรียมด้วยการใช้สารคู่ควบไซเลน Si69 2 กรัม ผสมกับเอทานอล 100 มิลลิลิตร แล้วใช้เครื่องกวนกวนสารให้เป็นเนื้อเดียวกันเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำเถ้าลอย 100 กรัม เติลงในของผสมระหว่างสารคู่ควบไซเลน Si69 กับเอทานอล ที่ละน้อย แล้วใช้แท่งแก้วกวนอีกประมาณ 15 นาที เพื่อให้แน่ใจว่าสารคู่ควบไซเลน Si69 กระจายอยู่ทั่วบนผิวเถ้าลอย จากนั้นอบไล่เอทานอลออกให้หมดด้วยการใช้อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วนำเถ้าลอยที่ปรับผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน Si69 เติมในยางธรรมชาติ ด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 20 30 และ 40 phr หากคิดเป็นปริมาณสารตัวเติมคือ 30 60 85 และ 115 phr ตามลำดับ โดยมีส่วนประกอบของยางคอมปาวด์ดังในตารางที่ 1



รูปที่ 1 แผนผังการดำเนินงานส่วนที่ 1

ตารางที่ 1 ส่วนประกอบของยางคอมปาวด์ที่ใช้ในงานวิจัย

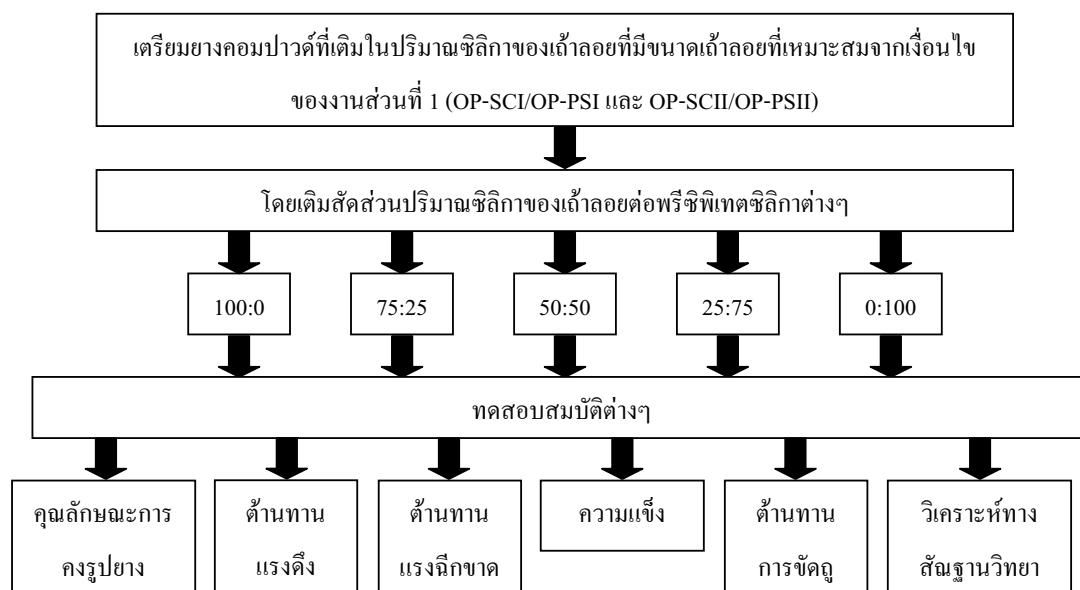
วัตถุดิบ	ปริมาณ (phr)
ยางธรรมชาติ เกรด STR 20	100
ซิงค์ออกไซด์	5
กรดสเตียริก	2
Mercaptobenzothiazothiazole (MBT)	0.5
Diphenylguanidine (DPG)	0.2
ซิลิกา (ซิลิกาเกรดการค้าและซิลิกาจากเถ้าลอย)	0, 10, 20, 30, 40
ซัลเฟอร์	3

การเตรียมยางคอมปาวด์จะใช้เครื่องบดผสมลูกกลิ้งคู่ (Two roll mill) จากบริษัท ยง ฟง แมชชีนเนอรี จำกัด ประเทศไต้หวัน เริ่มจากการบดย่อยยางก่อนเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นผสมสารเคมีตามปริมาณและลำดับการเติมตามตารางที่ 1 โดยเติมสารตัวเติมแต่ละตัวทีละน้อย ผสมต่อไปเป็นเวลา 20 นาที และอีก 5 นาทีสุดท้ายผสมซัลเฟอร์ จากนั้นตั้งทิ้งไว้ ณ อุณหภูมิ 25°C เป็นเวลา 1 วัน แล้วจึงนำไปขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก (Hydraulic press) จากบริษัทแมช กรุป จำกัด รุ่น MGLP-50AT ประเทศไทย และวัลคาไนซ์ยางคอมปาวด์ที่อุณหภูมิ 160°C ด้วยเวลาการคงรูปยางที่ได้จากการทดสอบด้วยเครื่อง Oscillating Disk Rheometer (ODR) จากบริษัท โกเท็ด เทคคิง แมชชีน อินดัสเทรียล จำกัด รุ่น GT70-70-S2 ประเทศไต้หวัน จากนั้นทำการทดสอบสมบัติเชิงกล ดังนี้

- ทดสอบสมบัติด้านทานแรงดึง ตามมาตรฐาน ASTM D412-98 และด้านทานแรงฉีกขาด ตามมาตรฐาน ASTM D624-00 ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LR 50 K ของบริษัท LLOYD จำกัด ประเทศอังกฤษ โดยใช้ความเร็วในการดึงขึ้นงานทดสอบ 500 มิลลิเมตรต่อนาที
- ทดสอบความต้านทานการขัดถู ตามมาตรฐาน DIN 53516 ด้วยเครื่อง DIN Abrasion Machine บริษัท Hampden test Equipment จำกัด ประเทศอังกฤษ

จากการทดสอบสมบัติเชิงกล จะทำการเลือกปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่เหมาะสม 2 เงื่อนไขที่น่าสนใจ (OP-SCI และ OP-SCII คือ OPtimum-Silica Content 1 และ 2) มาทำการศึกษาเรื่องขนาดอนุภาคเถ้าลอยต่อไป โดยเตรียมยางคอมปาวด์ที่เติมเถ้าลอยที่มีขนาดต่างๆ 4 ช่วงขนาด คือ น้อยกว่า 25, 25-44, 45-74, 75-124 และ 125-149 ไมครอน แล้วทำการทดสอบสมบัติเชิงกลด้านทานแรงดึง ด้านทานแรงฉีกขาด และด้านทานการขัดถูอีกครั้ง จากนั้นเลือกขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่เหมาะสมกับปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยนั้นๆ (OP-SCI/OP-PSI และ OP-SCII/OP-PSII คือ OPtimum-Silica Content 1 คู่กับ OPtimum-Particle Size 1 และ OPtimum-Silica Content 2 คู่กับ OPtimum-Particle Size 2 ตามลำดับ)

งานวิจัยส่วนที่ 2 ศึกษาการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิกาในยางธรรมชาติ



รูปที่ 2 แผนผังการดำเนินงานส่วนที่ 2

จากรูปที่ 2 แสดงแผนการดำเนินงานที่ศึกษาการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิกาในยางธรรมชาติ ทำการเตรียมยางคอมปาวด์ที่เติมในปริมาณชิลิกาของเถ้าลอยที่มีขนาดเถ้าลอยที่เหมาะสมจากเงื่อนไขของงานส่วนที่ 1 (OP-SCI/OP-PSI และ OP-SCII/OP-PSII) ด้วยการเติมสัดส่วนโดยน้ำหนักของปริมาณชิลิกาของเถ้าลอยต่อพรีพิตเทตซิกา 100:0, 75:25, 50:50, 25:75 และ 0:100 ปริมาณชิลิกานั้นๆ ซึ่งทำการศึกษาทั้งระบบไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีพิตเทตซิกา โดยระบบของยางที่มีการปรับผิวพรีพิตเทตซิกามีการเติมพอลิเอทรีนไกลคอลปริมาณ 2 phr และปรับผิวพรีพิตเทตซิกาด้วยสารคู่ควบไซเลน Si69 2% โดยน้ำหนัก ในการทดลองส่วนนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อหาสัดส่วนของเถ้าลอยที่สามารถใช้เป็นสารเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิกาได้อย่างเหมาะสม ซึ่งทำการทดสอบสมบัติต่างๆ ดังนี้

- คุณลักษณะการคงรูปยาง
- สมบัติด้านทานแรงดึง ตามมาตรฐาน ASTM D412
- สมบัติด้านทานแรงฉีกขาด ตามมาตรฐาน ASTM D624
- วัดค่าความแข็ง ตามมาตรฐาน ASTM D2240
- สมบัติด้านทานการขีดถู ตามมาตรฐาน DIN 53516
- วิเคราะห์ทางสัณฐานวิทยา

งานวิจัยส่วนที่ 3 ศึกษาการสึกหรอแบบขัดถูของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมระหว่างถั่วลันเตากับพรีพิตเทคซิลิกา

ในการศึกษาการสึกหรอแบบขัดถูของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมระหว่างถั่วลันเตากับพรีพิตเทคซิลิกา ได้ทำการทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตและไทรโบโลยีของยางร่วมด้วย เนื่องจากเป็นผลการทดลองที่สามารถแสดงพฤติกรรมเสริมแรงของซิลิกาในยางได้เป็นอย่างดี และยังเชื่อมโยงเกี่ยวกับการนำไปใช้งานทางด้านการสึกหรอด้วย โดยนำยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมระหว่างถั่วลันเตากับพรีพิตเทคซิลิกาของระบบที่ทำการปรับผิวพรีพิตเทคซิลิกา มาทำการทดสอบดังนี้

- การทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) รุ่น DMA242 ผลิตโดย NETZSCHGerätebau GmbH ประเทศเยอรมนี ด้วยการเตรียมชิ้นงานที่เป็นรูปสี่เหลี่ยมขนาดกว้าง 10 มม. ยาว 60 มม.หนา 2.5 มม. ทดสอบด้วยแบบ Dual cantilever ในช่วงอุณหภูมิ -80 ถึง 20°C ด้วยอัตราให้ความร้อน 5°C ต่อนาที ความถี่ในการให้ความเครียดกับชิ้นงานเท่ากับ 1 Hz การยืดตัวสูงสุดเท่ากับ 50 ไมครอน ในการทดสอบจะทำให้ได้ผลการตอบสนองของความเป็นวิสโคอีลาสติกของยางที่อุณหภูมิต่างๆ

- การทดสอบสมบัติไทรโบโลยีด้วยเครื่อง CSM tribometer รุ่น Peseux ผลิตจากประเทศสวิสเซอร์แลนด์ ทำการทดสอบด้วยรูปแบบ Ball-on-Disc ซึ่งมีการจัดวางอุปกรณ์การทดสอบดังในรูปที่ 3 ลูกบอลที่ใช้ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6 มม. ความหยาบผิวเฉลี่ย 0.0046 ไมครอน ทำการเคลื่อนที่เป็นวงกลมบนผิวหน้าชิ้นงานยางด้วยเส้นผ่านศูนย์กลาง 7.26 มม. ชิ้นงานยางถูกจับด้วยฟีกเจอร์ที่จะทำการหมุนยางด้วยความเร็วเชิงเส้นคงที่ 10 ซม.ต่อวินาที เป็นระยะทาง 250 มม. ในภาวะการรับแรงกดในแนวตั้งจากการเคลื่อนที่ 2 นิวตัน เครื่องไทรโบมิเตอร์มีอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์เชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์เพื่อเก็บข้อมูลในช่วงเวลาหรือระยะการเคลื่อนที่ต่างๆ โดยในระหว่างที่ทดสอบจะทำการวัดแรงกระทำในแนวตั้งจากกับแรงเสียดทานด้วยเพื่อนำมาคำนวณค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่คำนวณได้จากสัดส่วนของแรงเสียดทานกับแรงกระทำในแนวตั้งจาก นอกจากนี้ชิ้นงานยางที่ผ่านการทดสอบด้วยเครื่องไทรโบมิเตอร์แล้ว จะมีการนำชิ้นงานไปคำนวณหาอัตราการสึกหรอจำเพาะด้วยจากสมการข้างล่างนี้

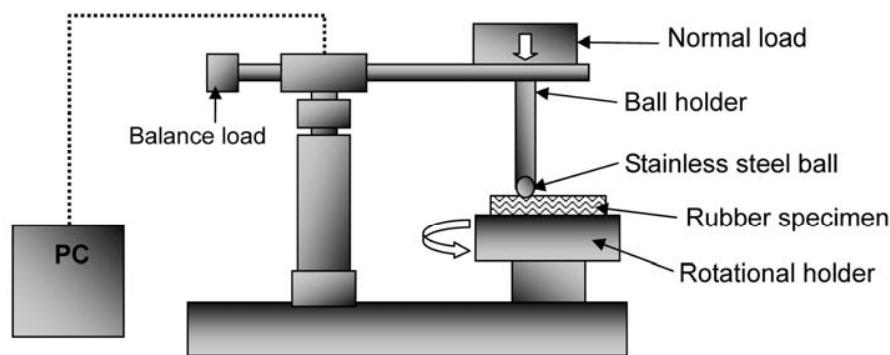
$$W_s = \frac{\Delta V}{F_N L}$$

โดยที่ W_s คือ อัตราการสึกหรอจำเพาะ

ΔV คือ ปริมาตรยางที่สูญเสียไปขณะทดสอบ

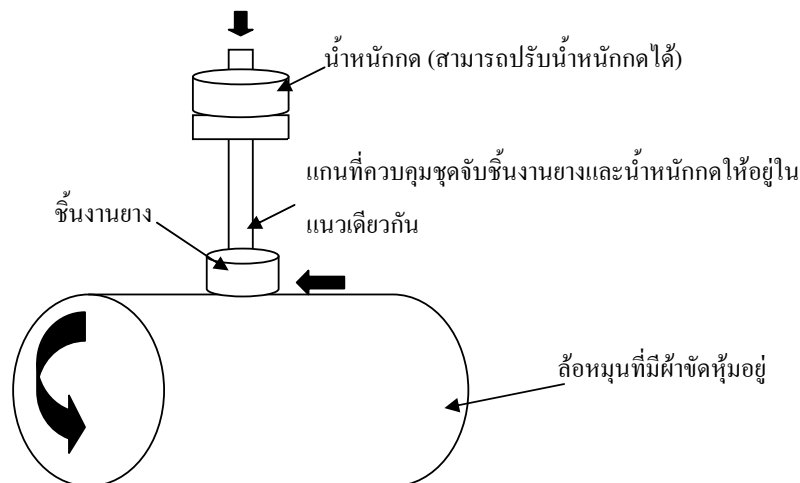
F_N คือ แรงกระทำในแนวตั้งจากกับการเคลื่อนที่

L คือ ระยะทางที่ทำการทดสอบ



รูปที่ 3 การจัดวางอุปกรณ์ของเครื่องไตรโบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc

- ทำการจัดสร้างเครื่องทดสอบการสึกหรอแบบขั้วคู่ที่มีลักษณะการทำงานเป็นแบบหัวหมุนด้ายกดบนลวดผ้าขัดทรงกระบอก (Pin-on-Cylinder) ดังแสดงรูปที่ 4

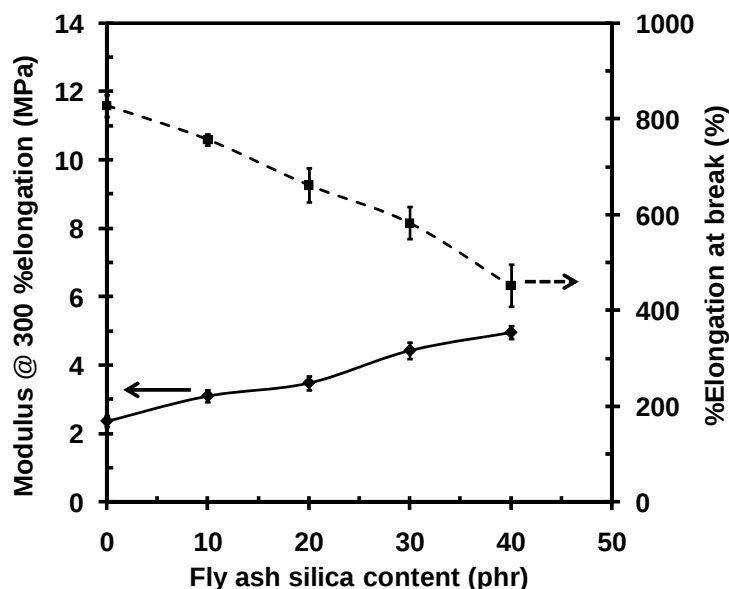


รูปที่ 4 ลักษณะการทำงานของเครื่องขั้วคู่

เมื่อทำการจัดสร้างเครื่องทดสอบการสึกหรอแบบขั้วคู่แล้ว ทำการทดสอบการสึกหรอด้วยการปรับเปลี่ยนตัวแปรของน้ำหนักกดเพื่อทำให้เกิดแรงกระทำในแนวตั้งฉากกับการเคลื่อนที่ของยางด้วย 5 10 และ 15 นิวตัน และทำการปรับเปลี่ยนผ้าขัดที่มีความหยาบผิวน้อยและมากด้วยผ้าขัดเบอร์ 400 และ 120 ตามลำดับ ซึ่งผิวของผ้าขัดที่นำมาใช้ในการทดสอบทำจากผงอะลูมินา จากนั้นก็นำชิ้นงานที่ทดสอบไปวิเคราะห์การสึกหรอโดยตรวจสอบจากปริมาตรเนื้อยางที่หายไปและวิเคราะห์พื้นผิวของยางที่สึกหรอด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

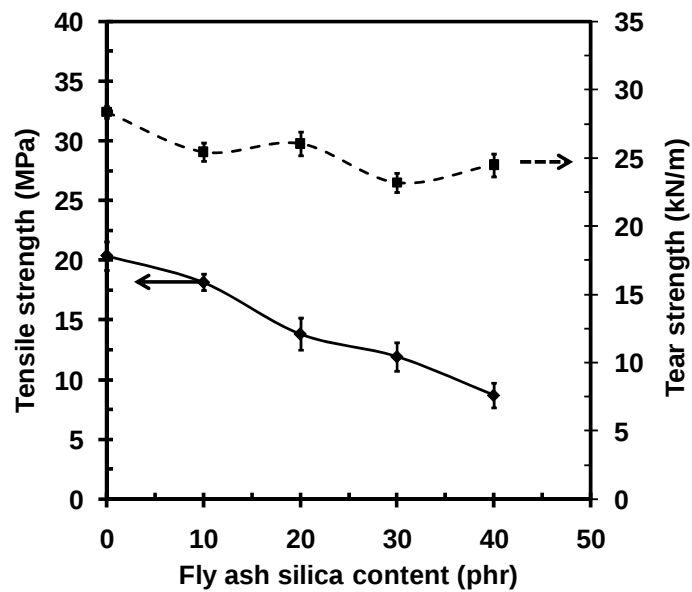
ผลการทดลอง

งานวิจัยส่วนที่ 1 ศึกษาปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงในยางธรรมชาติ



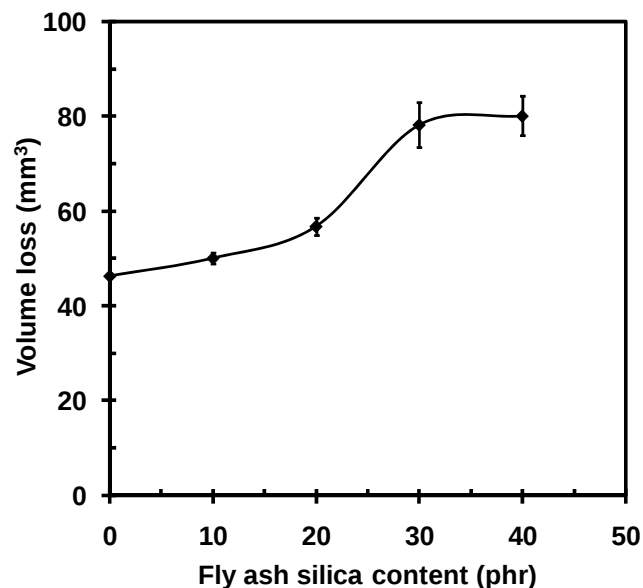
รูปที่ 5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสที่การยืดตัว 300 เปอร์เซ็นต์และเปอร์เซ็นต์การยืดตัวที่จุดขาดกับปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติ

สำหรับการศึกษาปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติ จะใช้เถ้าลอยที่ผ่านการบดย่อยด้วยเครื่องบดลูกบอลเหล็กและคัดขนาดจนมีขนาดน้อยกว่า 38 ไมครอน โดยสมบัติเชิงกลทั้งในด้านความทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาดและต้านทานต่อการขาดเป็นสิ่งที่แสดงถึงประสิทธิภาพการเสริมแรงของสารตัวเติมในยาง พบว่า ค่ามอดูลัสเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณเถ้าลอยที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากว่าเถ้าลอยเป็นสารตัวเติมที่มีความแข็งแรงแรง จึงทำให้ค่ามอดูลัสของยางนั้นเพิ่มสูงขึ้นตามไปด้วย ในทางกลับกันก็จะทำให้ความสามารถในการยืดตัวลดลง ดังแสดงในรูปที่ 5 เนื่องจากเมื่อมีปริมาณสารตัวเติมมาก ส่งผลให้เกิดอันตรกิริยาระหว่างสารตัวเติม (Filler-filler interaction) สูง จนทำให้อันตรกิริยาระหว่างยางและสารตัวเติม (Rubber-filler interaction) ลดลง [2]



รูปที่ 6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงดึงและทนแรงฉีกขาดกับปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติ

จากรูปที่ 6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงดึงและทนแรงฉีกขาดกับปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติ พบว่า ค่าทนแรงดึงลดลงตามปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย เนื่องจากความต่อเนื่องของเฟสยางลดลงจากที่เติมเถ้าลอยลงไป ในขณะที่ค่าทนแรงฉีกขาดมีค่าลดลงเมื่อเติมเถ้าลอย แต่ปริมาณการเติมซิลิกาของเถ้าลอยไม่มีผลมากนัก

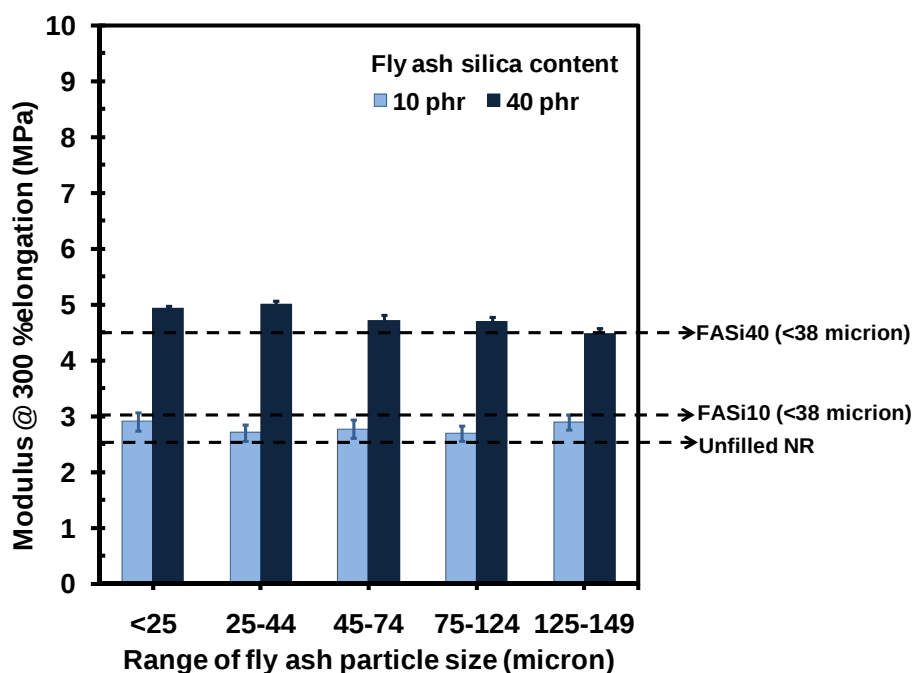


รูปที่ 7 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรยางที่หายไปกับปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติ

สำหรับการทดสอบสมบัติด้านทานต่อการขัดถูแสดงผลดังรูปที่ 7 พบว่า เมื่อเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยมากขึ้นทำให้มีการสูญเสียปริมาตรเนื้อยางมากขึ้น เนื่องจากการเติมเถ้าลอยลงไปทำให้ความสามารถในการยึดตัว ค่าทนแรงดึง และค่าทนแรงฉีกขาดลดลง ดังนั้นจึงส่งผลให้มีการหลุดลอกและขาดของยางขณะขัดถูได้ง่ายขึ้น อีกทั้งเมื่อเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยมากกว่า 20 phr ทำให้การเกิด rubber-filler interaction ลดลงอย่างมาก จึงทำให้มีการสูญเสียปริมาตรเนื้อยางอย่างเห็นได้ชัด

จากการทดสอบสมบัติเชิงกลนี้สามารถสรุปผลการเลือกปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยไปศึกษาในงานส่วนต่อไป มีดังนี้

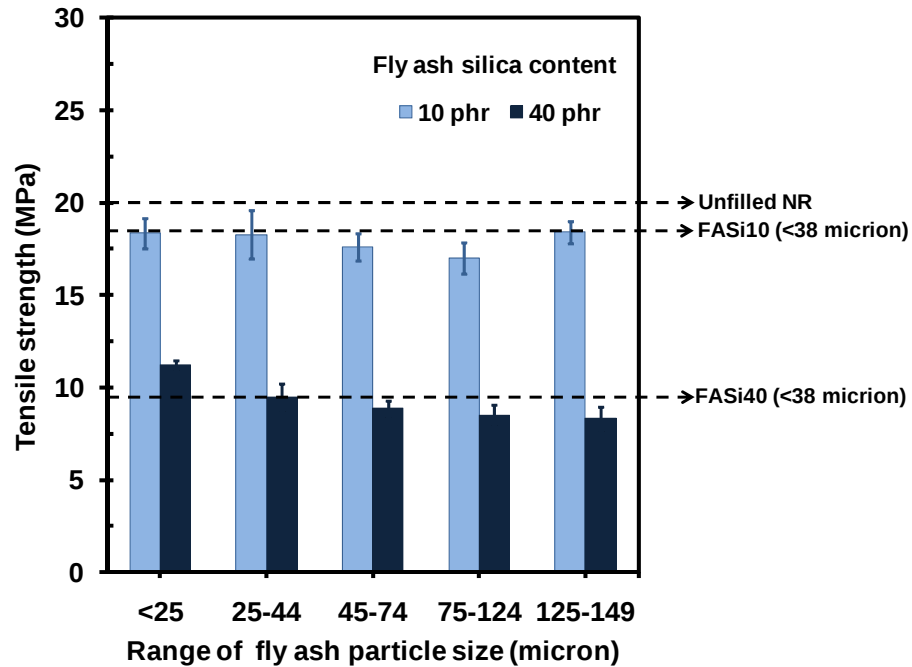
- เลือกการเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่ 10 phr เนื่องจากให้สมบัติเชิงกลดีที่สุด
- เลือกการเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่ 40 phr เนื่องจากคาดว่าจะสามารถเพิ่มสมบัติเชิงกลให้ดีขึ้นอีก หากคัดเลือกเถ้าลอยขนาดเล็กๆ หรือนำไปเติมร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกา



รูปที่ 8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสที่การยืดตัว 300 เปอร์เซ็นต์กับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr

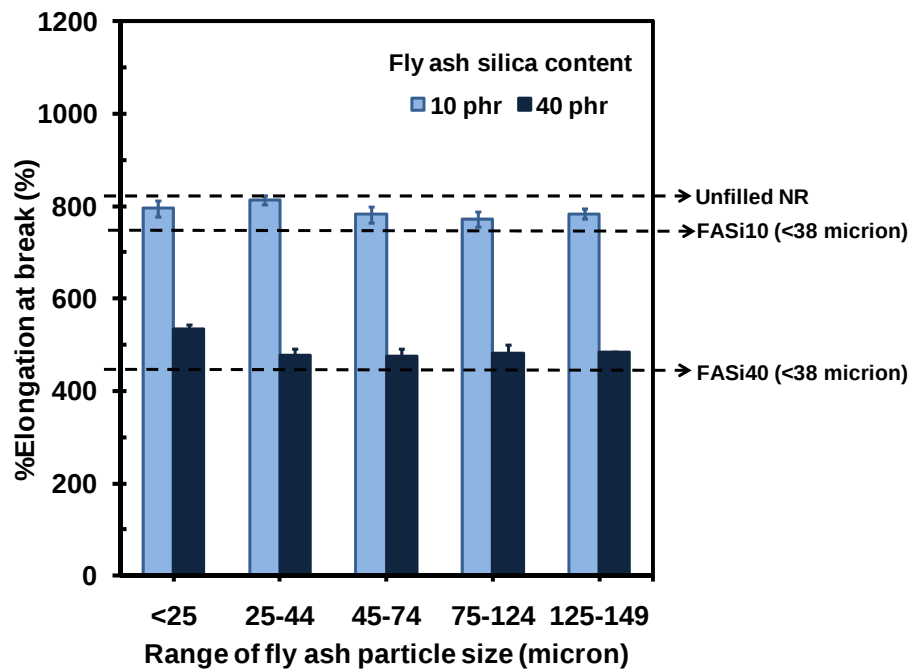
สำหรับผลการทดลองต่อไปนี้เป็นการศึกษาขนาดของเถ้าลอยที่มีผลต่อสมบัติทางกล จากรูปที่ 8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสที่ 300 เปอร์เซ็นต์การยืดตัวกับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr พบว่า ค่ามอดูลัสของยางที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 phr ไม่เปลี่ยนแปลงไปตามช่วงขนาดของเถ้าลอยและยังคงให้ค่าที่ใกล้เคียงกับการเติมเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 38 ไมครอน สำหรับการเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 40 phr โดยรวมให้ค่าที่ใกล้เคียงกับการเติมเถ้า

ลอยขนาดไม่เกิน 38 ไมครอน ยกเว้นการเติมเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน และ 25-44 ไมครอน ที่ให้ค่ามอดูลัสของยางสูงกว่า

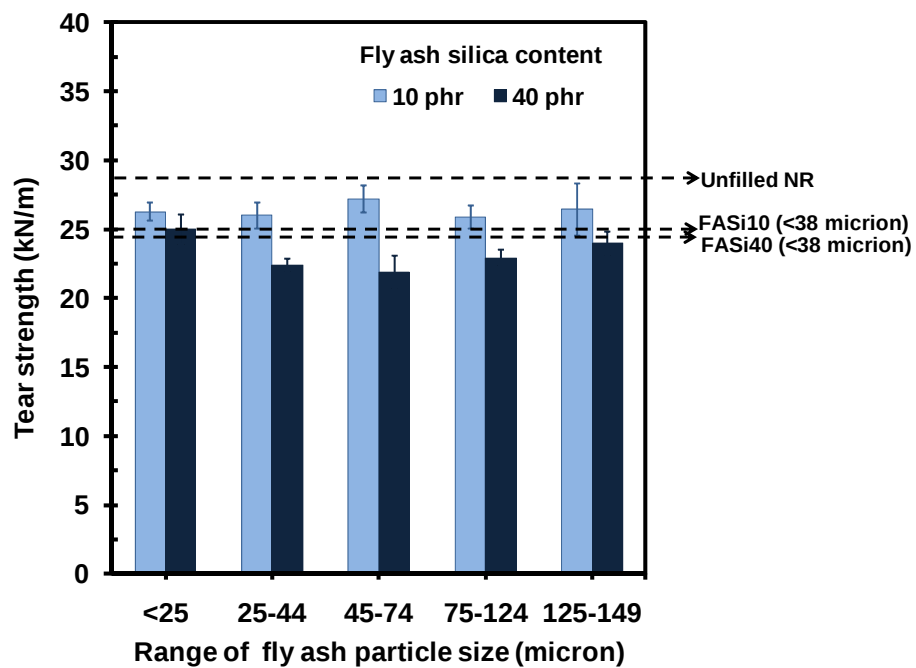


รูปที่ 9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงดึงกับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr

สำหรับรูปที่ 9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงดึงกับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr พบว่า ค่าทนแรงดึงของยางไม่เปลี่ยนแปลงไปตามช่วงขนาดเถ้าลอยเมื่อเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 phr และยังคงให้ค่าความทนแรงดึงใกล้เคียงกับการเติมเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 38 ไมครอน สำหรับการเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 40 phr มีการเปลี่ยนแปลงเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเติมเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน ลงในยางธรรมชาติที่แสดงค่าความทนแรงดึงสูงกว่าการเติมช่วงขนาดเถ้าลอยอื่นๆ อีกทั้งยังให้ค่าทนแรงดึงสูงกว่าการเติมเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 38 ไมครอนด้วย แสดงว่าการเติมเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอนนี้จะช่วยทำให้เกิด rubber-filler interaction ดีขึ้น [1] ทำให้มีความต่อเนื่องของเฟสยางมากขึ้น ดังกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดกับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติ ในรูปที่ 10 แสดงให้เห็นว่าการเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 40 phr เปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน ดีกว่าการเติมเถ้าลอยในช่วงขนาดเถ้าลอยอื่นๆ และดีกว่าการเติมเถ้าลอยที่ไม่เกิน 38 ไมครอนด้วย

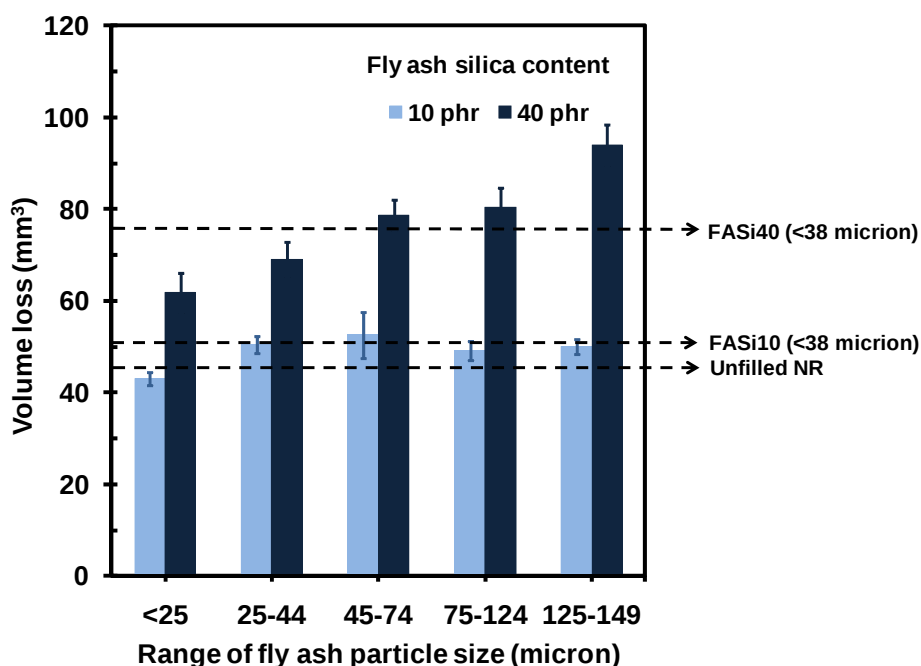


รูปที่ 10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดกับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr



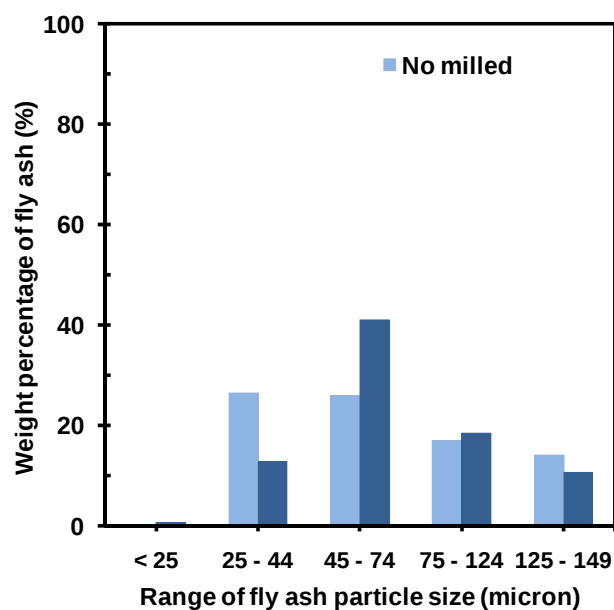
รูปที่ 11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงฉีกขาดกับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr

สำหรับความทนแรงฉีกขาดของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยในช่วงขนาดต่างๆ ด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr แสดงดังรูปที่ 11 พบว่า การเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 phr อิทธิพลของช่วงขนาดเถ้าลอยไม่มีต่อผลค่าความทนแรงฉีกขาดของยางธรรมชาติเท่าไรนัก แต่ในการเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 40 phr ด้วยขนาดอนุภาคเถ้าลอยไม่เกิน 25 ไมครอน แสดงคล้ายกับเป็นจุดเปลี่ยนที่ทำให้ค่าทนแรงฉีกขาดเพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งแสดงผลสอดคล้องไปในทิศทางเดียวกับสมบัติทนแรงดึงข้างต้น



รูปที่ 12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรยางที่สูญเสียไปกับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr

จากรูปที่ 12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาตรยางที่สูญเสียไปกับช่วงขนาดเถ้าลอยที่เติมในยางธรรมชาติด้วยปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 และ 40 phr พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 phr โดยรวมปริมาตรยางที่สูญเสียไปไม่เปลี่ยนแปลงไปตามช่วงขนาดของอนุภาคเถ้าลอย ยกเว้นการเติมเถ้าลอยที่มีขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน มีปริมาตรยางที่สูญเสียไปน้อยที่สุด สำหรับการเติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 40 phr ลงในยางธรรมชาติ พบว่า ยางที่เติมเถ้าลอยไม่เกิน 25 ไมครอน มีปริมาตรยางที่สูญเสียไปน้อยที่สุด หากเติมเถ้าลอยช่วงขนาดที่ใหญ่ขึ้นจะส่งผลให้ปริมาตรยางที่สูญเสียไปมากขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากกลไกการสึกหรอของยางนั้นมีพฤติกรรมการถูกดึงยึดและการฉีกขาดของยางขณะที่ถูกดึง จากผลรวมของสมบัติเชิงกลข้างต้นทั้งค่ามอดุลัส ค่าทนแรงดึง เปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด และค่าทนแรงฉีกขาดของยางที่เติมเถ้าลอยไม่เกิน 25 ไมครอน มีค่าสูงกว่ายางที่เติมเถ้าลอยในช่วงขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่าทั้งหมด จึงส่งผลต่อปริมาตรยางที่สูญเสียไปน้อยกว่าด้วย ซึ่งแสดงถึงความต้านทานการสึกหรอที่ดี



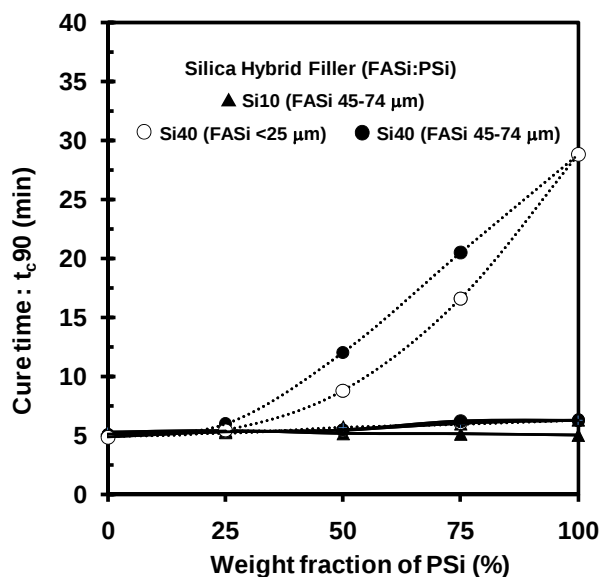
รูปที่ 13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของเถ้าลอยกับช่วงขนาดเถ้าลอยต่างๆ ก่อนและหลังบด

จากผลการทดลองที่กล่าวมาสามารถเลือกช่วงขนาดของเถ้าลอยที่จะนำไปศึกษาต่อได้ โดยพิจารณา ร่วมกับการกระจายปริมาณน้ำหนักเถ้าลอยในช่วงขนาดเถ้าลอยต่างๆ ดังรูปที่ 13 เนื่องจากในงานวิจัยนี้มีการ บดเถ้าลอยก่อนนำมาเตรียมยางคอมปาวด์ ซึ่งให้ผลดังนี้

- ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 phr นั้น เลือกช่วงขนาดเถ้าลอย 45-74 ไมครอน เนื่องจากให้ค่าสมบัติเชิงกลของยางที่ใกล้เคียงกันในทุกช่วงขนาดเถ้าลอยและมีการกระจายปริมาณน้ำหนักเถ้าลอยสูงสุดหลังการบด
- ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 40 phr นั้น เลือกเลือกช่วงขนาดเถ้าลอยไม่เกิน 25 ไมครอน เนื่องจากให้สมบัติเชิงกลดีที่สุด และเลือกช่วงขนาดเถ้าลอย 45-74 ไมครอน ที่ให้สมบัติเชิงกลใกล้เคียงกันในช่วงเถ้าลอยที่มีขนาดใหญ่กว่า 25 ไมครอน และมีการกระจายปริมาณน้ำหนักเถ้าลอยสูงสุดหลังการบดด้วย

งานวิจัยส่วนที่ 2 ศึกษาการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทซิลิกาในยางธรรมชาติ

ในงานวิจัยส่วนนี้ได้้นำเงื่อนไขปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่เหมาะสมจากงานส่วนที่ 1 มาศึกษาต่อ โดยทำการศึกษาค้นคว้าการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทซิลิกาในยางธรรมชาติด้วยสัดส่วนโดยน้ำหนักระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทซิลิกา 100:0 75:25 50:50 25:75 0:100



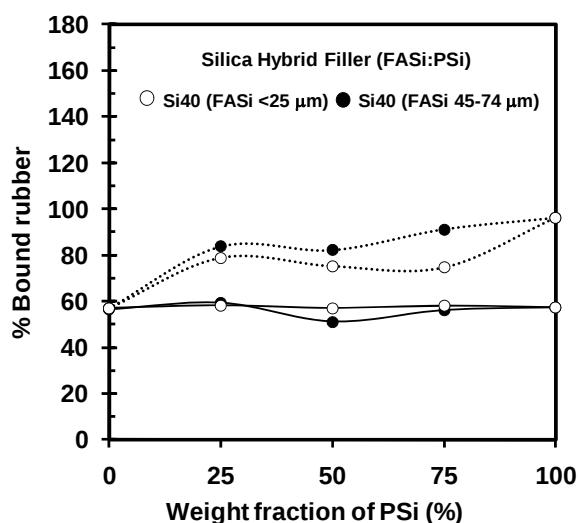
รูปที่ 14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาคงรูปยาง t_{90} กับสัดส่วนพรีพิตเทซิลิกาของซิลิกาผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ

..... ระบบไม่ปรับผิวพรีพิตเทซิลิกา

— ระบบปรับผิวพรีพิตเทซิลิกา

จากรูปที่ 14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาคงรูปยาง t_{90} กับสัดส่วนพรีพิตเทซิลิกาของซิลิกาผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสมในปริมาณ 10 phr เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีพิตเทซิลิกาแบบไม่ปรับผิวและปรับผิวไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงของเวลาคงรูปยาง ซึ่งให้ค่าเวลาคงรูปยางที่ใกล้เคียงกันคือประมาณ 5 นาที ในขณะที่ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสมในปริมาณ 40 phr เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีพิตเทซิลิกาแบบไม่ปรับผิวเกิน 25% ส่งผลต่อเวลาคงรูปยางที่นานขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้เป็นเพราะหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของพรีพิตเทซิลิกาที่หนาแน่นมากทำให้เกิด filler-filler interaction ที่สูงและมีการดูดซับสารเร่งตัวกระตุ้นในระหว่างการคงรูปยาง จึงทำให้หน่วงการดำเนินปฏิกิริยาลงในเชลล์ให้ช้าลง [2, 22] นอกจากนี้ยังสังเกตได้ว่า เวลาคงรูปของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสมจากเถ้าลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอนจะมีค่าน้อยกว่าการเติมเถ้าลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอน ทั้งนี้เนื่องจากเถ้าลอยขนาดอนุภาคเล็กสามารถแทรกตัวเข้าไปทำลายโครงสร้างแอกโกเมอร์เรตของพรีพิตเทซิลิกาได้ ส่งผลให้พรีพิตเทซิลิกาแตกตัวได้ดี ซึ่งสามารถพิจารณาได้จากผลของ

ปริมาณยางบาวด์ ดังรูปที่ 15 เมื่อมีการปรับผิวพรีพิตเทซซิลิกา พบว่า เวลาการคงรูปมีค่าลดลงจากเดิมและค่อนข้างใกล้เคียงกันทุกสัดส่วนของพรีพิตเทซซิลิกา เนื่องจากเมื่อมีการปรับผิวพรีพิตเทซซิลิกาด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด Si69 และมีการเติมพอลิเอทิลีนไกลคอลลงไปในยางคอมปาวด์ ทำให้ลดการเกาะกลุ่มกันเองของพรีพิตเทซซิลิกา เนื่องจากสารเคมีทั้งสองช่วยลดอันตรกิริยาระหว่างซิลิกาได้ รวมถึงลดการดูดซับตัวเร่งปฏิกิริยาการคงรูป และพบว่าระบบที่มีการปรับผิวพรีพิตเทซซิลิกา ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมจากเถ้าลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอน มีเวลาการคงรูปที่ไม่แตกต่างจากการเติมเถ้าลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอน เนื่องจากเมื่อมีการปรับผิวพรีพิตเทซซิลิกา ทำให้พรีพิตเทซซิลิกาจึงแตกตัวในยางได้ดียิ่งขึ้นแล้ว



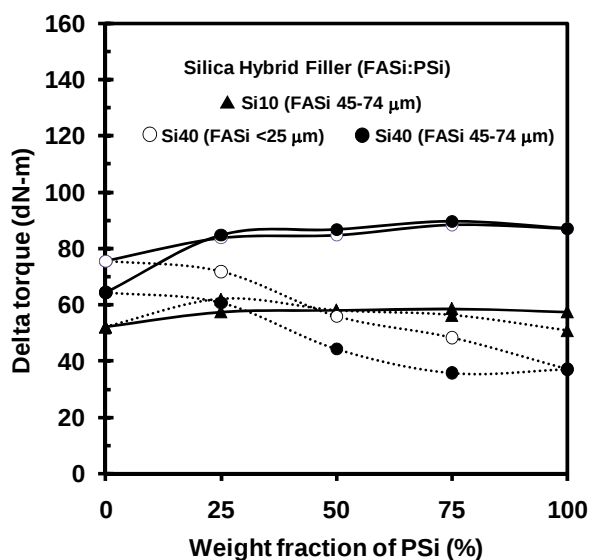
รูปที่ 15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณยางบาวด์กับสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ

..... ระบบไม่ปรับผิวพรีพิตเทซซิลิกา

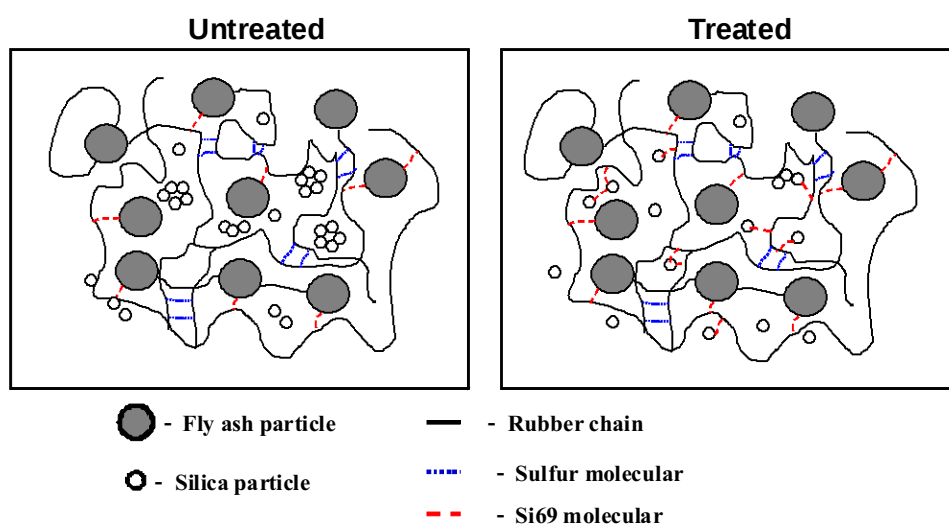
— ระบบปรับผิวพรีพิตเทซซิลิกา

สำหรับผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาที่มีต่อผลต่างแรงบิดของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดอนุภาคต่างๆร่วมกับพรีพิตเทซซิลิกา ดังรูปที่ 16 พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาถูกผสม 10 phr ทำให้ค่าผลต่างแรงบิดมีค่าไม่ต่างกันสำหรับระบบที่ไม่ปรับผิวและมีการปรับผิวพรีพิตเทซซิลิกา ส่วนที่ปริมาณการเติมซิลิกาถูกผสม 40 phr ระบบไม่ปรับผิวพรีพิตเทซซิลิกา พบว่าผลต่างของแรงบิดมีแนวโน้มลดลงอย่างเด่นชัดเมื่อสัดส่วนของพรีพิตเทซซิลิกาสูงขึ้น ค่าผลต่างแรงบิดเป็นค่าที่บ่งบอกถึงความหนาแน่นพันธะข้าม เนื่องจากการเกาะกลุ่มกันเองของพรีพิตเทซซิลิกาที่กล่าวมาแล้วข้างต้น ทำให้มีการกักขังบางส่วนไว้ภายในโครงสร้างแอกโกเมอร์เรตของซิลิกา ส่งผลให้ยางบางส่วนดังกล่าวเข้าสู่กระบวนการคงรูปได้ยาก จึงทำให้ปริมาณพันธะข้ามลดลงเมื่อสัดส่วนของพรีพิตเทซซิลิกาสูงขึ้น และยังพบว่าค่าผลต่างแรงบิดของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมจากเถ้าลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอนสูงกว่าการเติมเถ้าลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอนทุกสัดส่วนของพรีพิตเทซซิลิกา เนื่องจากการเติมซิลิกาถูกผสม

จากเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอนมีส่วนช่วยทำให้พรีซิพิตเซชันแตกตัวในยางได้ดี เมื่อมีการปรับผิวพรีซิพิตเซชันพบว่าค่าผลต่างแรงบิดสูงขึ้นตามสัดส่วนของพรีซิพิตเซชันซึ่งหมายถึงความหนาแน่นพันธะข้ามของยางคอมปาวด์สูงขึ้นตามสัดส่วนของพรีซิพิตเซชัน ทั้งนี้สามารถพิจารณาจากโมเดลของยางคอมปาวด์ที่เติมเถ้าลอยร่วมกับพรีซิพิตเซชันได้ ดังรูปที่ 17

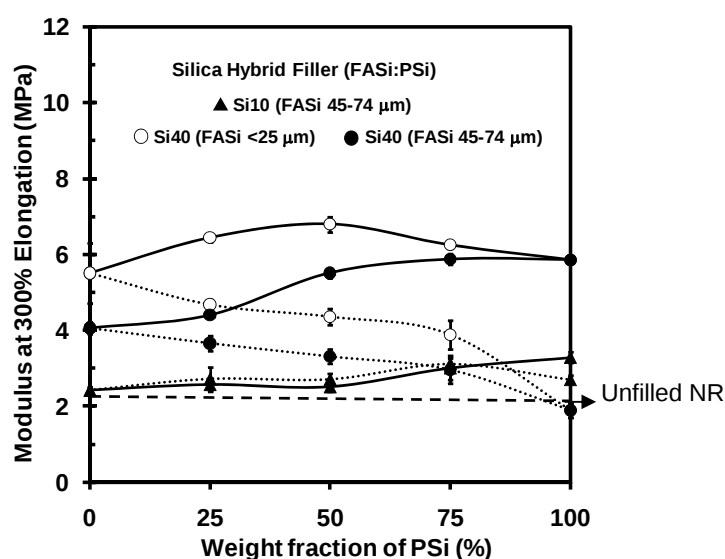


รูปที่ 16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างผลต่างแรงบิดจากเครื่อง ODR กับสัดส่วนพรีซิพิตเซชันของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ
 ระบบไม่ปรับผิวพรีซิพิตเซชัน — ระบบปรับผิวพรีซิพิตเซชัน



รูปที่ 17 แสดงโมเดลของสารประกอบยางที่เติมเถ้าลอยร่วมกับพรีซิพิตเซชันทั้งระบบที่ไม่มีการปรับผิวและมีการปรับผิวพรีซิพิตเซชัน

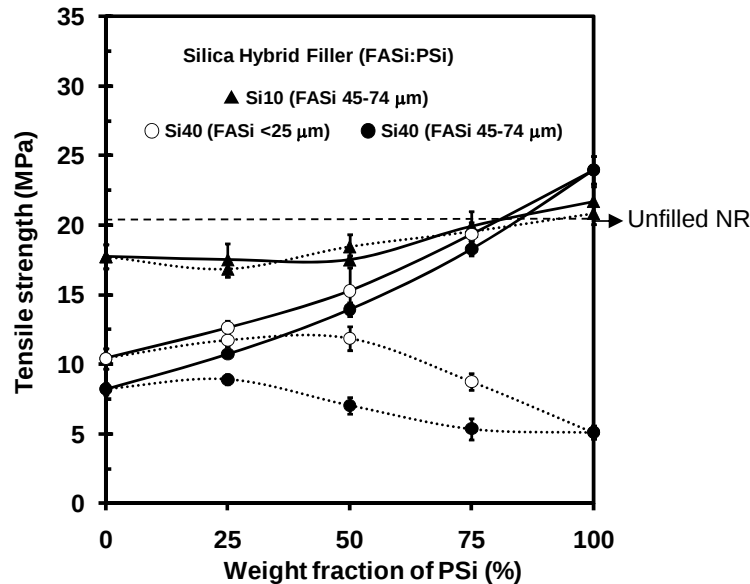
รูปที่ 17 แสดงโมเดลของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยร่วมกับพรีซิพิตเซชันทั้งระบบที่ไม่มีการปรับผิวและมีการปรับผิวพรีซิพิตเซชัน แสดงให้เห็นว่าระบบที่ไม่มีการปรับพรีซิพิตเซชันจะเกิดการเกาะกลุ่มกันเองของซิลิกาสูง พันธะข้ามที่เกิดขึ้นมี 2 ลักษณะคือ พันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางกับยางโดยมีซิลเฟอร์เป็นสะพานเชื่อมและพันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางกับเถ้าลอยโดยมีโมเลกุลสารคู่ควบไซเลนเป็นสะพานเชื่อม ส่วนระบบที่มีการปรับผิวพรีซิพิตเซชันจะสามารถเกิดพันธะข้ามได้ 3 ลักษณะ สำหรับพันธะข้าม 2 ลักษณะแรกจะคล้ายกับระบบที่ไม่ปรับผิวพรีซิพิตเซชัน และจะมีพันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางและพรีซิพิตเซชันโดยมีโมเลกุลของสารคู่ควบไซเลนเป็นสะพานเชื่อมเพิ่มเข้ามาและพรีซิพิตเซชันมีการกระจายตัวที่ดี ดังนั้นระบบที่มีการปรับผิวพรีซิพิตเซชัน ความหนาแน่นพันธะข้ามจึงเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของพรีซิพิตเซชัน โดยพิจารณาจากค่าผลต่างแรงบิด



รูปที่ 18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสที่การยืดตัว 300 เปอร์เซ็นต์กับสัดส่วนพรีซิพิตเซชันของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ
..... ระบบไม่ปรับผิวพรีซิพิตเซชัน — ระบบปรับผิวพรีซิพิตเซชัน

รูปที่ 18 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่ามอดูลัสที่การยืดตัว 300 เปอร์เซ็นต์กับสัดส่วนพรีซิพิตเซชันของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 10 phr เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีซิพิตเซชันทั้งแบบไม่ปรับผิวและปรับผิว ไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงของค่ามอดูลัส โดยให้ค่ามอดูลัสที่การยืดตัว 300 เปอร์เซ็นต์ อยู่ที่ประมาณ 2.5-3 MPa ในขณะที่การเติมปริมาณซิลิกาถูกผสม 40 phr โดยรวมให้ค่ามอดูลัสสูงกว่าที่ 10 phr เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีซิพิตเซชันแบบไม่ปรับผิวมากขึ้นที่ใช้ร่วมกับเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน ส่งผลให้ค่ามอดูลัสที่การยืดตัว 300 เปอร์เซ็นต์ มีค่าเพิ่มสูงขึ้นเป็นลำดับ แต่เมื่อใช้ร่วมกับช่วงขนาดเถ้าลอย 45-74 ไมครอน กลับทำให้ค่ามอดูลัสลดลง เมื่อทำการปรับผิวพรีซิพิตเซชัน พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมนี้ให้ค่ามอดูลัสที่การยืดตัว 300

เปอร์เซ็นต์เพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด โดยเฉพาะในระบบที่ใช้เถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน เนื่องจากเป็นผลรวมจากความหนาแน่นพันธะข้ามที่เป็นความสัมพันธ์กับผลต่างแรงบิดจากเครื่อง ODR



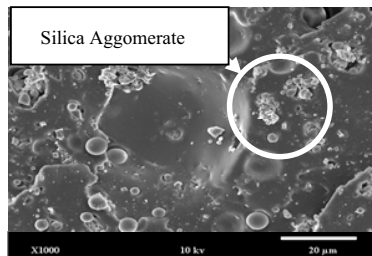
รูปที่ 19 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงดึงกับสัดส่วนพรีซิพิตเซชันของซิลิกาผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ

..... ระบบไม่ปรับผิวพรีซิพิตเซชัน

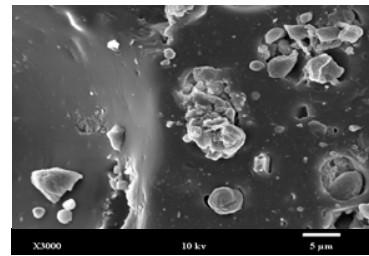
———— ระบบปรับผิวพรีซิพิตเซชัน

รูปที่ 19 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงดึงกับสัดส่วนพรีซิพิตเซชันของซิลิกาผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาผสม 10 phr มีค่าความทนแรงดึงไม่เปลี่ยนแปลงตามสัดส่วนพรีซิพิตเซชันทั้งระบบที่ไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีซิพิตเซชัน สำหรับการเติมปริมาณซิลิกาผสม 40 phr ในยางธรรมชาติ ให้ผลโดยรวมของค่าความทนแรงดึงต่ำกว่าที่ 10 phr ใดๆก็ตาม เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีซิพิตเซชันแบบไม่ปรับผิวมากขึ้น ส่งผลให้ค่าความทนแรงดึงลดลงเป็นลำดับ ทั้งระบบที่ใช้ร่วมกับเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน และ 45-74 ไมครอน ซึ่งให้ผลสอดคล้องกับผลต่างแรงบิดจากเครื่อง ODR ที่แสดงถึงความหนาแน่นพันธะข้ามที่ลดต่ำลง และการเกิด filler-filler interaction อีกทั้งยังสังเกตเห็นว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสมในระบบที่ใช้ร่วมกับเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน ให้ค่าความทนแรงดึงสูงกว่าระบบที่เติมเถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน ก็เนื่องจากการที่อนุภาคเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน ช่วยในการแตกตัวของพรีซิพิตเซชัน ซึ่งจะช่วยให้มีการเกิด rubber-filler interaction ที่ดีกว่า อย่างไรก็ตาม เมื่อทำการปรับผิวพรีซิพิตเซชัน พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสมนี้ให้ค่าความทนแรงดึงเพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด โดยเฉพาะในระบบที่ใช้เถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน เนื่องจากเป็นผลรวมของความแตกต่างแรงบิดจากเครื่อง ODR ที่แสดงถึงความหนาแน่นพันธะข้ามที่สูงและอนุภาคเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน มีขนาดเล็กที่ทำให้เกิด rubber-filler interaction มากกว่าระบบที่ใช้ช่วงขนาดเถ้าลอย 45-74 ไมครอน หากพิจารณาโดยรวมแล้วการนำเถ้าลอยเป็นสาร

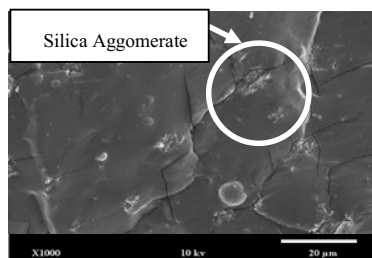
เสริมแรงร่วมกับ พรีซิปิเตชันซิลิกาให้สมบัติด้านทนแรงดึงได้ดีที่สุดคือ ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกา
ลูกผสมที่ 40 phr ของระบบที่ใช้เถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอนกับพรีซิปิเตชันซิลิกาแบบปรับผิวด้วย
สัดส่วน 25:75 ซึ่งให้สมบัติทนแรงดึงที่เท่ากับยางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติมใดๆ



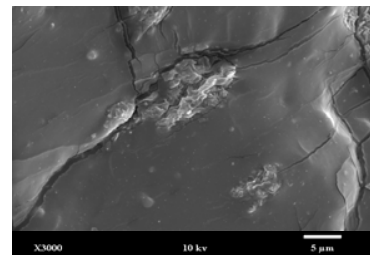
(1a)



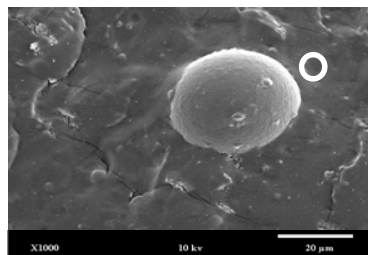
(2a)



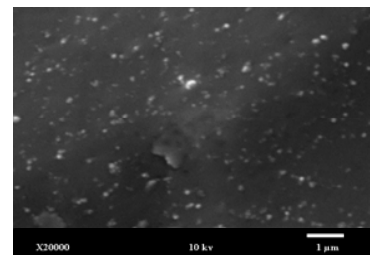
(1b)



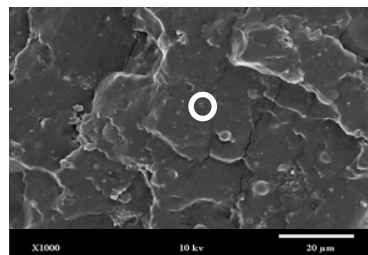
(2b)



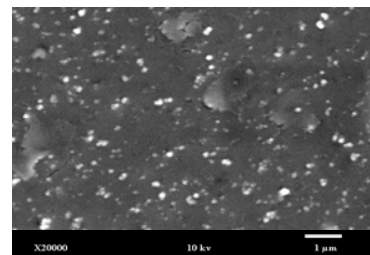
(1c)



(2c)



(1d)

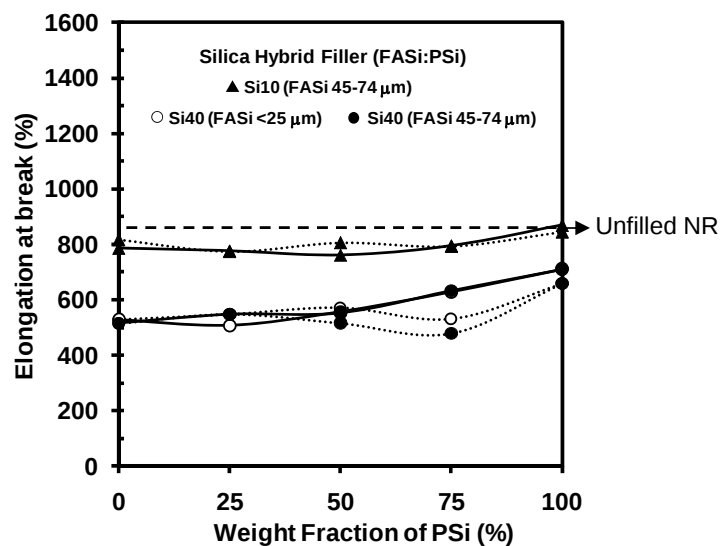


(2d)

รูปที่ 20 ลักษณะสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาลูกผสมระหว่างเถ้าลอยและพรีซิปิเตชันซิลิกาใน
ปริมาณ 40 phr

- (a) ไม่ปรับผิวพรีซิปิเตชันซิลิกา (เถ้าลอยช่วงขนาด 45-74 ไมครอน)
- (b) ไม่ปรับผิวพรีซิปิเตชันซิลิกา (เถ้าลอยช่วงขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)
- (c) ปรับผิวพรีซิปิเตชันซิลิกา (เถ้าลอยช่วงขนาด 45-74 ไมครอน)
- (d) ปรับผิวพรีซิปิเตชันซิลิกา (เถ้าลอยช่วงขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)

รูปที่ 20 เป็นภาพแสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม 40 phr พบว่าระบบไม่ปรับผิวพรีซิปิเทตซิลิกาจะเกิดการเกาะกลุ่มกันเองของพรีซิปิเทตซิลิกาจำนวนมาก โดยเฉพาะเมื่อเติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยช่วงขนาด 45-74 ไมครอน ดังรูปที่ 20 (1a) และรูปที่ 20 (2a) แสดงภาพขยายโครงสร้างการเกาะกลุ่มกันของพรีซิปิเทตซิลิกา สำหรับยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอน ดังรูปที่ 20 (1b) พบว่า พรีซิปิเทตซิลิกาแตกตัวในยางได้ดีมากกว่าและมีโครงสร้างการเกาะกลุ่มของพรีซิปิเทตซิลิกาน้อย ทั้งนี้อาจมีสาเหตุจากเถ้าลอยขนาดที่น้อยกว่า 25 ไมครอนเป็นขนาดที่เล็กกว่าขนาดของแอกโกโลเมอเรตของพรีซิปิเทตซิลิกา ซึ่งงานวิจัยนี้ขนาดแอกโกโลเมอเรตของพรีซิปิเทตซิลิกาคือ 50-100 ไมครอน ดังนั้นอนุภาคของเถ้าลอยที่มีขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน จึงสามารถแทรกตัวเข้าไปทำลายโครงสร้างแอกโกโลเมอเรตของพรีซิปิเทตซิลิกาขณะผสมยางได้ ส่งผลให้พรีซิปิเทตซิลิกาแตกตัวได้ดีกว่า ทั้งนี้ขนาดโครงสร้างการเกาะกลุ่มของพรีซิปิเทตซิลิกาดังในรูปที่ 20 (2b) มีขนาดค่อนข้างเล็กกว่าจากยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยช่วงขนาด 45-74 ไมครอน ส่วนเมื่อทำการปรับผิวพรีซิปิเทตซิลิกา พบว่า ทั้งกรณีการเติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยช่วงขนาด 45-74 ไมครอน และน้อยกว่า 25 ไมครอน ทำให้พรีซิปิเทตซิลิกาแตกตัวและกระจายตัวได้ดีกว่าระบบที่ไม่ปรับผิว ซึ่งสามารถพิจารณาได้จากรูปที่ 20 (1c) และ (2c) สำหรับการเติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยช่วงขนาด 45-74 ไมครอน และรูปที่ 20 (1d) และ 20 (2d) สำหรับการเติมซิลิกาถูกผสมจากเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน จากผลการวิเคราะห์ทางด้านสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยร่วมกับพรีซิปิเทตซิลิกาดังกล่าว พบว่าสอดคล้องกับสมบัติการคงรูป ปริมาณยางบาวด์ และค่าทนแรงดึง ดังที่กล่าวมาแล้ว

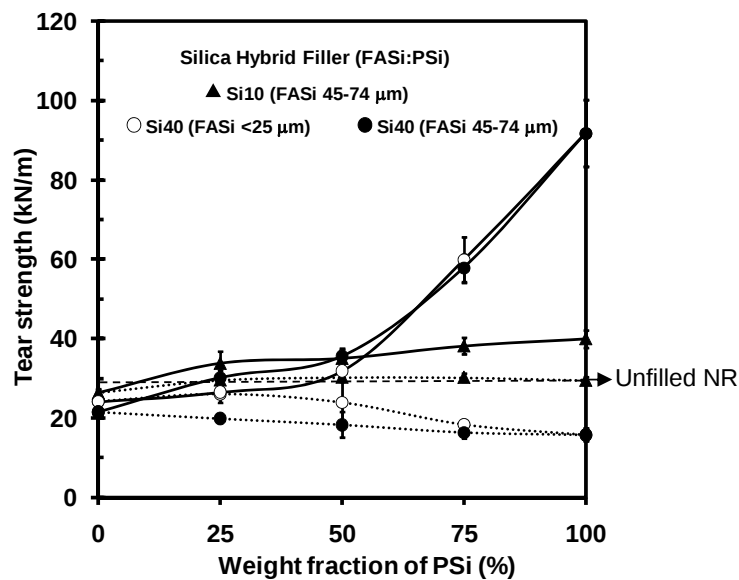


รูปที่ 21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด กับสัดส่วนพรีซิปิเทตซิลิกาของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ

..... ระบบไม่ปรับผิวพรีซิปิเทตซิลิกา

— ระบบปรับผิวพรีซิปิเทตซิลิกา

จากรูปที่ 21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด กับสัดส่วนพรีซิพิเตดซิลิกาของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 10 phr มีค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดโดยรวมต่ำกว่ายางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติมใดๆ และไม่เปลี่ยนไปตามสัดส่วนพรีซิพิเตดซิลิกาทั้งระบบที่ไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีซิพิเตดซิลิกา ทั้งนี้เนื่องจากการเติมซิลิกาถูกผสมยังน้อยและมีการกระจายตัวที่ดีพอสำหรับการเกิด rubber-filler interaction ได้อยู่ สำหรับการเติมปริมาณซิลิกาถูกผสม 40 phr ในยางธรรมชาติ ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด ต่ำกว่าที่ 10 phr เนื่องจากความต่อเนื่องของเฟสยางที่น้อยกว่า อย่างไรก็ดี เมื่อมีสัดส่วนพรีซิพิเตดซิลิกาในระบบของซิลิกาถูกผสมมากขึ้นทำให้ความสามารถในการยืดตัวดีขึ้น เนื่องจากอนุภาคพรีซิพิเตดซิลิกามีขนาดเล็กกว่าเถ้าลอยมากที่ทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะในการยึดเกาะกับยางได้ดี และยังพบว่าในระบบที่ไม่ปรับผิวพรีซิพิเตดซิลิกา ระบบที่มีอนุภาคเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน ก่อนข้างมีค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของยางสูงกว่าด้วย แต่เมื่อทำการปรับผิวพรีซิพิเตดซิลิกา อิทธิพลของขนาดอนุภาคเถ้าลอยไม่มีผลใดๆ แต่จะช่วยให้การเพิ่มเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของยางที่มีสัดส่วนพรีซิพิเตดซิลิกาที่สูง เนื่องจากช่วยเสริม rubber-filler interaction ให้แข็งแรงขึ้น



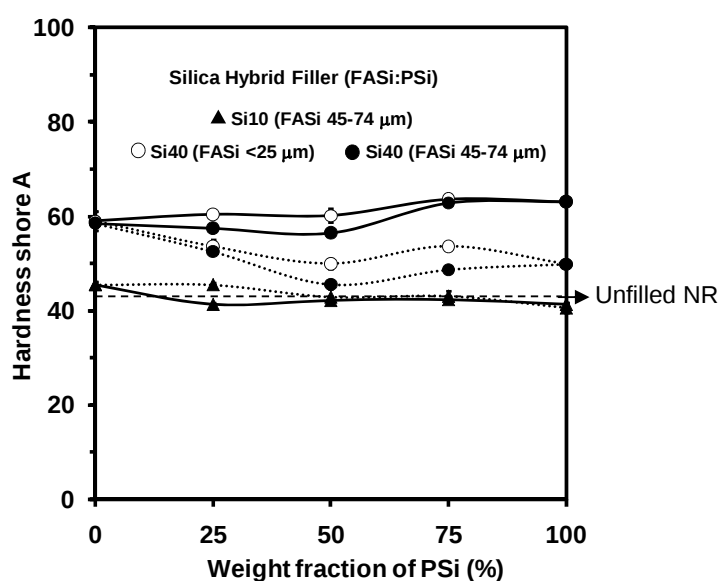
รูปที่ 22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงฉีกขาดกับสัดส่วนพรีซิพิเตดซิลิกาของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ

..... ระบบไม่ปรับผิวพรีซิพิเตดซิลิกา

———— ระบบปรับผิวพรีซิพิเตดซิลิกา

รูปที่ 22 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความทนแรงฉีกขาดกับสัดส่วนพรีซิพิเตดซิลิกาของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 10 phr ให้ค่าความทนแรงฉีกขาดเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีซิพิเตดซิลิกาแบบไม่ปรับผิว และเมื่อทำการปรับผิวพรีซิพิเตดซิลิกาก็ยังส่งผลให้ค่าความทนแรงฉีกขาดเพิ่มขึ้นในทุกๆ สัดส่วนของซิลิกาถูกผสม สำหรับการเติม

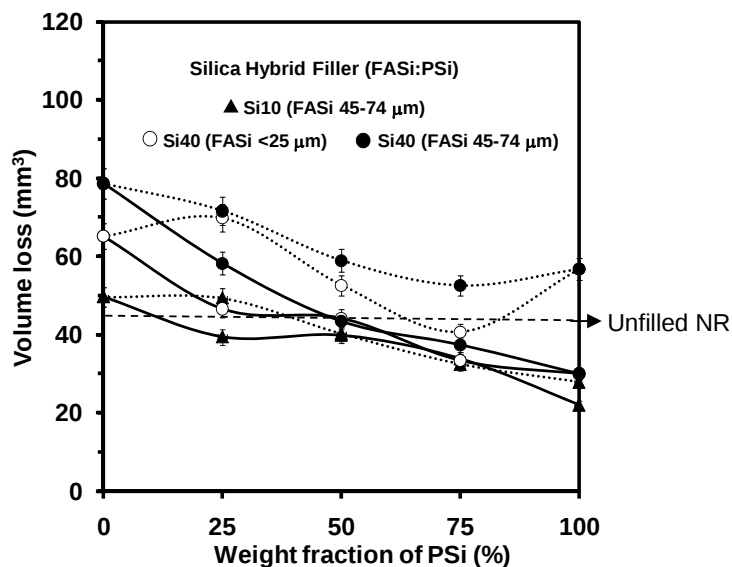
ปริมาณซิลิกาถูกผสม 40 phr ในยางธรรมชาติ โดยรวมให้ค่าความทนแรงฉีกขาดต่ำกว่าที่ 10 phr และมีแนวโน้มลดลงเล็กน้อยเมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีพิตเทซิลิกาแบบไม่ปรับผิว เมื่อทำการปรับผิวพรีพิตเทซิลิกาพบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมนี้ให้ค่าความทนแรงฉีกขาดเพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด โดยเฉพาะที่มีสัดส่วนของพรีพิตเทซิลิกาที่ 75% ทั้งระบบที่ใช้เถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน และช่วงขนาดเถ้าลอย 45-74 ไมครอน หากพิจารณาโดยรวมแล้วการนำเถ้าลอยเป็นสารเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทซิลิกาให้สมบัติด้านทนแรงฉีกขาดได้ดีที่สุดคือ ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาถูกผสมที่ 40 phr ของระบบที่มีสัดส่วนของพรีพิตเทซิลิกาที่ 75% ทั้งระบบที่ใช้เถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน และช่วงขนาดเถ้าลอย 45-74 ไมครอน ซึ่งให้สมบัติทนแรงฉีกขาดสูงกว่ายางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติมใดๆ ด้วย จากผลสมบัติทนแรงฉีกขาดโดยรวมให้ผลสอดคล้องกับค่าความทนแรงดึงข้างต้น



รูปที่ 23 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแข็งกับสัดส่วนพรีพิตเทซิลิกาของซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ
 ระบบไม่ปรับผิวพรีพิตเทซิลิกา — ระบบปรับผิวพรีพิตเทซิลิกา

สำหรับค่าความแข็งแสดงดังในรูปที่ 23 พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 10 phr เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีพิตเทซิลิกาทั้งแบบไม่ปรับผิวและปรับผิว ไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงของค่าความแข็ง โดยให้ค่าความแข็งอยู่ที่ประมาณ 45 shore A ในขณะที่การเติมปริมาณซิลิกาถูกผสม 40 phr โดยรวมให้ค่าความแข็งสูงกว่าที่ 10 phr เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีพิตเทซิลิกาแบบไม่ปรับผิวมากขึ้น ส่งผลให้ค่าความแข็งลดลงเล็กน้อย ทั้งระบบซิลิกาถูกผสมที่ใช้ร่วมกับเถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน และช่วงขนาดเถ้าลอย 45-74 ไมครอน เมื่อทำการปรับผิวพรีพิตเทซิลิกาพบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมนี้ให้ค่าความแข็งเพิ่มสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด สังเกตเห็นได้ว่าค่าความแข็งให้ผลการทดลองที่มีแนวโน้มคล้าย

กับค่ามอดูลัส เนื่องจากเป็นผลของความแข็งแรงโดยรวมของยางที่เกิดจากการก่อตัวของพันธะข้ามและอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติม



รูปที่ 24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณยางที่สูญเสียไปกับสัดส่วนพรีซิพิเตตซิลิกาของซิลิกา

ลูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ

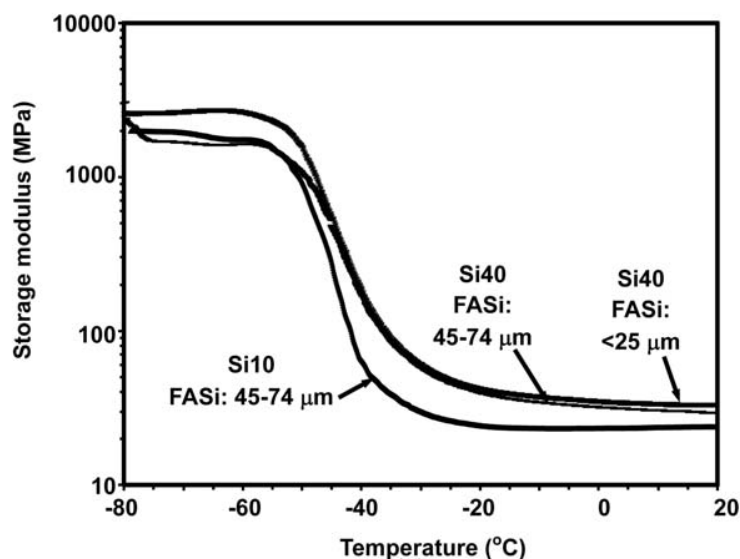
..... ระบบไม่ปรับผิวพรีซิพิเตตซิลิกา

— ระบบปรับผิวพรีซิพิเตตซิลิกา

รูปที่ 24 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณยางที่หายไปกับสัดส่วนพรีซิพิเตตซิลิกาของซิลิกา ลูกผสม FASi/PSi ในยางธรรมชาติ พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกา ลูกผสมในปริมาณ 10 phr เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีซิพิเตตซิลิกาทั้งแบบไม่ปรับผิวและปรับผิว ส่งผลต่อการลดปริมาณยางที่สูญเสียไปในขณะที่การเติมปริมาณซิลิกา ลูกผสม 40 phr โดยรวมสูญเสียปริมาณเนื้อยางมากกว่าที่ 10 phr โดยรวม เมื่อเพิ่มสัดส่วนของพรีซิพิเตตซิลิกาทั้งแบบไม่ปรับผิวและปรับผิวมากขึ้น ส่งผลให้ปริมาณยางที่สูญเสียไปลดน้อยลง หากพิจารณาโดยรวมแล้วการนำเถ้าลอยเป็นสารเสริมแรงร่วมกับพรีซิพิเตตซิลิกาให้สมบัติด้านต้านทานการสึกหรอได้อย่างดีคือ ยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกา ลูกผสมของระบบที่มีสัดส่วนโดยน้ำหนักของพรีซิพิเตตซิลิกาแบบปรับผิวที่ 50 และ 75% ทั้งระบบที่ใช้เถ้าลอยขนาดไม่เกิน 25 ไมครอน และช่วงขนาดเถ้าลอย 45-74 ไมครอน ซึ่งให้สมบัติต้านทานการสึกหรอสูงกว่ายางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติมใดๆ

งานวิจัยส่วนที่ 3 ศึกษาการสึกหรอแบบขัดถูของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทตซิลิกา

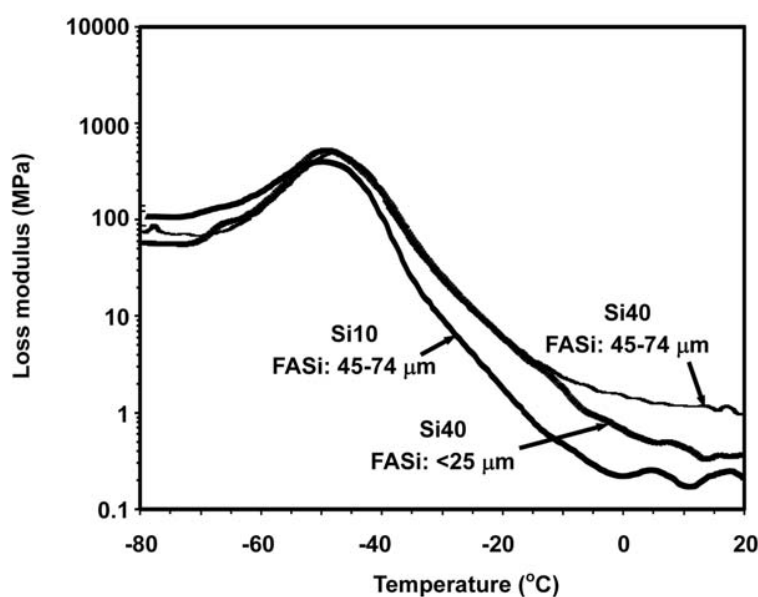
ในงานวิจัยส่วนนี้ได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลพลวัตและไทรโบโลยีของยางด้วย เนื่องจากเป็นผลการทดลองที่สามารถแสดงพฤติกรรมเสริมแรงของซิลิกาในยางได้เป็นอย่างดี และยังเชื่อมโยงเกี่ยวกับการนำไปใช้งานทางด้านการสึกหรอด้วย จึงขอเสนอผลการทดลองทั้งสองนี้ก่อน ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้



รูปที่ 25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมอดุลัสกักเก็บกับอุณหภูมิของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ที่มีสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก

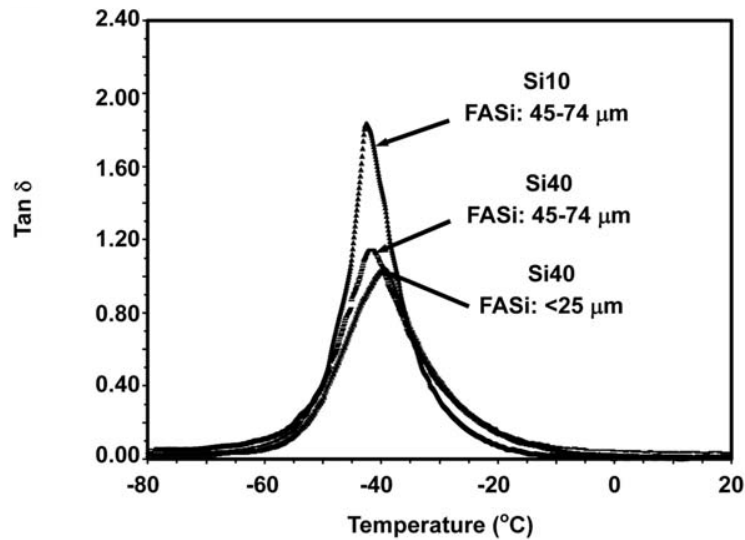
ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตได้เลือกสูตรยางที่มีสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก มานำเสนอ เนื่องจากให้ผลสมบัติเชิงกลโดยรวมค่อนข้างดีจากผลงานวิจัยส่วนที่ 2 ที่กล่าวมา รูปที่ 25 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมอดุลัสกักเก็บ (Storage modulus) กับอุณหภูมิของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi มอดุลัสกักเก็บเป็นการวัดค่าพลังงานสูงสุดที่ถูกกักเก็บไว้ในวัสดุระหว่างการได้รับการสั่นเป็นรอบๆ ซึ่งแสดงถึงความแกร่งของยางและพฤติกรรมอีลาสติคของวัสดุนั้น โดยทั่วไปวัสดุพอลิเมอร์มีการแบ่งออก 3 สถานะ คือ สถานะคล้ายแก้ว (Glassy region) สถานะเปลี่ยนแปลงแก้ว (Transition region) สถานะคล้ายยาง (Rubbery region) ในช่วงสถานะคล้ายแก้ว สายโซ่โมเลกุลไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ ซึ่งอยู่ในสภาพแข็งและอัดตัวกันแน่น ดังนั้นจึงทำให้วัสดุมีแนวโน้มที่จะกักเก็บพลังงานได้มากเป็นผลให้ค่ามอดุลัสกักเก็บในช่วงนี้สูง [23] เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น สายโซ่โมเลกุลสามารถยับเคลื่อนย้ายได้มากขึ้นและทำให้เกิดการคลายตัวของสายโซ่โมเลกุลขึ้น ส่งผลให้ค่ามอดุลัสกักเก็บลดลงในอย่างเห็นได้ชัดในช่วงสถานะ

เปลี่ยนแปลงแก้ว สำหรับในช่วงสถานะคล้ายยางค่ามอดุลัสก็เกือบไม่เปลี่ยนแปลงนักเนื่องจากผลของการพันกันอย่างมากของสายโซ่โมเลกุลยาง [24] จากการทดลองพบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 40 phr ให้ค่ามอดุลัสก็เกือบสูงกว่าที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr โดยแสดงพฤติกรรมดังกล่าวได้ชัดเจนในช่วงสถานะคล้ายยาง ซึ่งอธิบายได้จากการที่ยางมีความแข็งแรงสูงมากอันเนื่องจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างซิลิกากับโมเลกุลของยางที่แข็งแรงมาก นอกจากนี้จากผลการทดลองยังสังเกตว่าการเติมอนุภาคเถ้าลอยที่มีขนาดเล็กยังแสดงผลของมอดุลัสก็เกือบที่สูงกว่าด้วย เพราะมีพื้นที่ผิวยึดเกาะกับยางได้มากขึ้น



รูปที่ 26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมอดุลัสสูญเสียกับอุณหภูมิของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ที่มีสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก

จากรูปที่ 26 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมอดุลัสสูญเสีย (Loss modulus) กับอุณหภูมิของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ซึ่งมีมอดุลัสสูญเสียมีความสัมพันธ์กับการสูญเสียพลังงานที่เกิดจากการเสียดสีของสายโซ่โมเลกุลยางแล้วเกิดความร้อนขึ้นที่แสดงถึงพฤติกรรมวิคัสของยาง [25] พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 40 phr มีการกระจายความร้อนสูงกว่าที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr จึงทำให้แสดงผลออกมาในรูปของมอดุลัสสูญเสียที่มาก บริเวณยอดสูงสุดของกราฟมอดุลัสสูญเสียของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 40 phr ค่อนข้างกว้างกว่าที่มีซิลิกาถูกผสม 10 phr เนื่องจากการขัดขวางการเคลื่อนย้ายของสายโซ่โมเลกุลยาง [26] นอกจากนี้ยังสังเกตเห็นการลดลงของมอดุลัสสูญเสียของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดเล็กกว่าจะช่วยทำให้ลดการกระจายความร้อนให้กับยางด้วย



รูปที่ 27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง tangent modulus กับอุณหภูมิของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกา
ลูกผสม FASi/PSi ที่มีสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก

สัดส่วนระหว่างมอดุลัสสูญเสียกับมอดุลัสกักเก็บแสดงถึงการแปรผันในที่อยู่ในรูปของ $\tan \delta$ ซึ่งหมายถึงพฤติกรรมพลวัตของยางที่เติมซิลิกา ลูกผสม โดยทั่วไปสิ่งที่ทำให้เกิดการแปรผันหลักๆ ก็คือธรรมชาติของเมทริกซ์และสารตัวเติม บริเวณชั้นตรงรอยต่อ การแปรผันเนื่องจากการเสียดทานภายในยางที่ทำให้เกิดการแยกออกจากกันระหว่างเมทริกซ์กับสารตัวเติม และการแปรผันยังเป็นเพราะการกระจายความร้อนภายในพื้นที่ที่มีการแตกหักของสารตัวเติมด้วย [26] การแปรผันสูงสุด ($\tan \delta_{\max}$) เกิดขึ้นบริเวณสถานะเปลี่ยนแปลงแก้วที่กลุ่มเล็กๆ ข้างสายโซ่โมเลกุลหลักเคลื่อนไหวได้ ดังนั้นแสดงว่าการที่เกิดแปรผันสูงๆ ก็หมายถึงความสามารถในการเคลื่อนไหวของสายโซ่โมเลกุลที่สูงด้วย [27] จากรูปที่ 27 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง tangent modulus กับอุณหภูมิของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกา ลูกผสม FASi/PSi พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกา ลูกผสมในปริมาณ 40 phr แสดงคุณลักษณะการแปรผันที่ลดลง โดย $\tan \delta_{\max}$ มีค่าต่ำกว่าและกว้างกว่าของยางเติมซิลิกา ลูกผสมในปริมาณ 10 phr อันเนื่องจากสารตัวเติมทำหน้าที่เป็นตัวรองรับการเคลื่อนไหวของสายโซ่โมเลกุลยาง ซึ่งจำกัดพื้นที่ในการเคลื่อนไหวของโมเลกุลยาง โดยผ่านการเกิดอันตรกิริยาที่แข็งแรงระหว่างสารตัวเติมกับสายโซ่โมเลกุลยางที่แสดงถึงการเสริมแรงของสารตัวเติมในยางด้วย [28] ยิ่งกว่านั้น การลดลงของ $\tan \delta_{\max}$ เกิดขึ้นได้ดีสำหรับยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดเล็กด้วย ดังนั้นจึงเป็นการยืนยันถึงการปรับปรุงสมบัติการเสริมแรงด้วยเถ้าลอยขนาดเล็กในยางธรรมชาตินี้ด้วย

อุณหภูมิในตำแหน่งของ $\tan \delta_{\max}$ นั้นคืออุณหภูมิเปลี่ยนสถานะแก้วของพอลิเมอร์ที่สัมพันธ์กับการเคลื่อนไหวของสายโซ่โมเลกุลอย่างด้วยการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติม [29] ดังนั้น อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะแก้ว (Glass transition temperature: t_g) เป็นอีกค่าหนึ่งที่แสดงถึงการเสริมแรงของสารตัวเติมในยางด้วย [8] ในงานวิจัยนี้ ค่า t_g ไม่ต่างกันมากนักระหว่างยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 และ 40 phr

ตารางที่ 2 แสดงค่า $\tan \delta_{\max}$ และ t_g ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi

สมบัติ	ปริมาณซิลิกา ถูกผสม (phr)	ขนาดอนุภาคเถ้าลอย (μm)	สัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาโดยน้ำหนัก (%)				
			0	25	50	75	100
T_g ($^{\circ}\text{C}$ จาก $\tan \delta_{\max}$)	10	45-74	-41.0	-41.7	-43.1	-42.5	-40.4
	40	<25	-41.5	-40.8	-42.3	-39.6	-39.8
		45-74	-40.7	-39.2	-41.4	-41.8	-39.8
$\tan \delta_{\max}$	10	45-74	1.52	1.95	2.03	1.84	1.95
	40	<25	1.78	1.62	1.49	1.03	0.95
		45-74	1.72	1.76	1.56	1.15	0.95

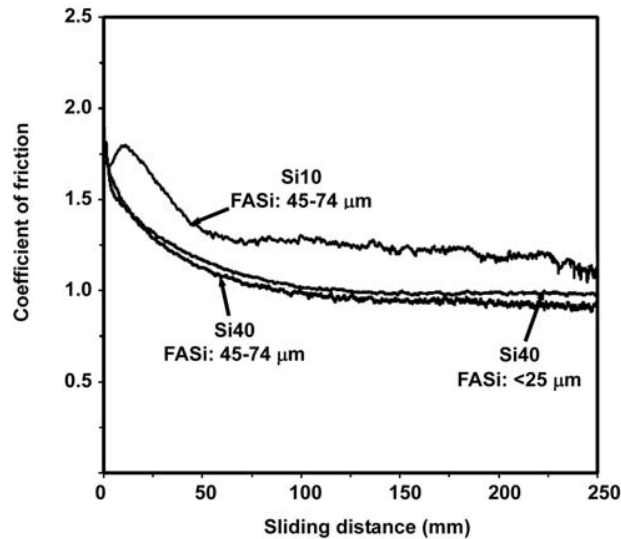
อิทธิพลของสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาในซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ที่เติมในยางธรรมชาติที่มีต่อผลของสมบัติเชิงกลพลวัตสามารถสรุปเป็นค่า t_g กับ $\tan \delta_{\max}$ ได้ดังในตารางที่ 2 พบว่า สัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาไม่ส่งผลต่อ t_g ของยางธรรมชาตินี้ ในขณะที่จะส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงของค่า $\tan \delta_{\max}$ โดยเฉพาะที่มีการเติมซิลิกาถูกผสมปริมาณสูงในยางธรรมชาติ ทำให้ค่า $\tan \delta_{\max}$ ลดลงตามสัดส่วนของพรีพิตเทซซิลิกาที่มากขึ้น ซึ่งให้ผลสอดคล้องเป็นอย่างดีกับสมบัติเชิงกลที่กล่าวมาในงานวิจัยส่วนที่ 2

สำหรับสมบัติไทรโบโลยีของยางนั้นเกี่ยวข้องกับปรากฏการณ์ของการเกิดการเสียดทานและการสึกหรอที่สามารถแยกเป็นส่วนๆ ได้ดังนี้

- การเกิดอันตรกิริยาระหว่างผิวหน้าสัมผัสของวัตถุ
- การเปลี่ยนแปลงบนผิวหน้าสัมผัสของวัตถุ
- การเสียหายบนผิวหน้าสัมผัสของวัตถุ

พฤติกรรมของการเสียดทานที่แสดงในรูปของสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ระหว่างทำการทดสอบไทรโบโลยีเป็นระยะทางต่างๆ แสดงดังในรูปที่ 28 พบว่า ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานในช่วงแรกค่อนข้างสูงเนื่องจากเกิดการกีดขวางของรอยการสึกหรอ โดยการครูดเนือบนผิวหน้าของยางออก ซึ่งเป็นผลจากลูกบอลเหล็กกล้าไ้สั่นที่กดอัดและขูดบนผิวหน้าทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดผิวหน้าสัมผัส จากนั้นค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานเริ่มลดลงจนกระทั่งค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานไม่เปลี่ยนแปลง ซึ่งเข้าสู่ภาวะความเสียดทานสม่ำเสมอ เนื่องจากพื้นที่ผิวสัมผัสจริง

ระหว่างยางกับลูกบอลเหล็กค่อยๆ ลดลง ขณะที่เกิดการสึกหรอ จนกระทั่งพื้นที่ผิวสัมผัสทั้งสองลงที่ก็คือ ช่วงของการที่เกิดรอยการสึกหรอที่สมบูรณ์



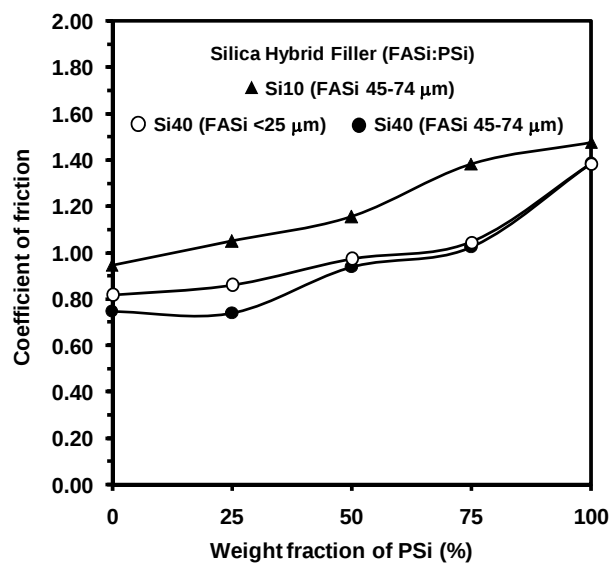
รูปที่ 28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์ความเสียดทานระหว่างการทดสอบไตรโบโลยีของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 50% โดยน้ำหนัก

แรงเสียดทานระหว่างยางกับผิวหน้าวัสดุแข็งมีส่วนประกอบอยู่ 2 อย่างคือ การยึดติด (Adhesion) กับฮิสเทอเรติก (Hysteretic) [30] ดังนั้นแรงเสียดทานจึงสามารถเขียนเป็นสมการความสัมพันธ์ได้ดังนี้

$$F = F_{adh} + F_{hyst}$$

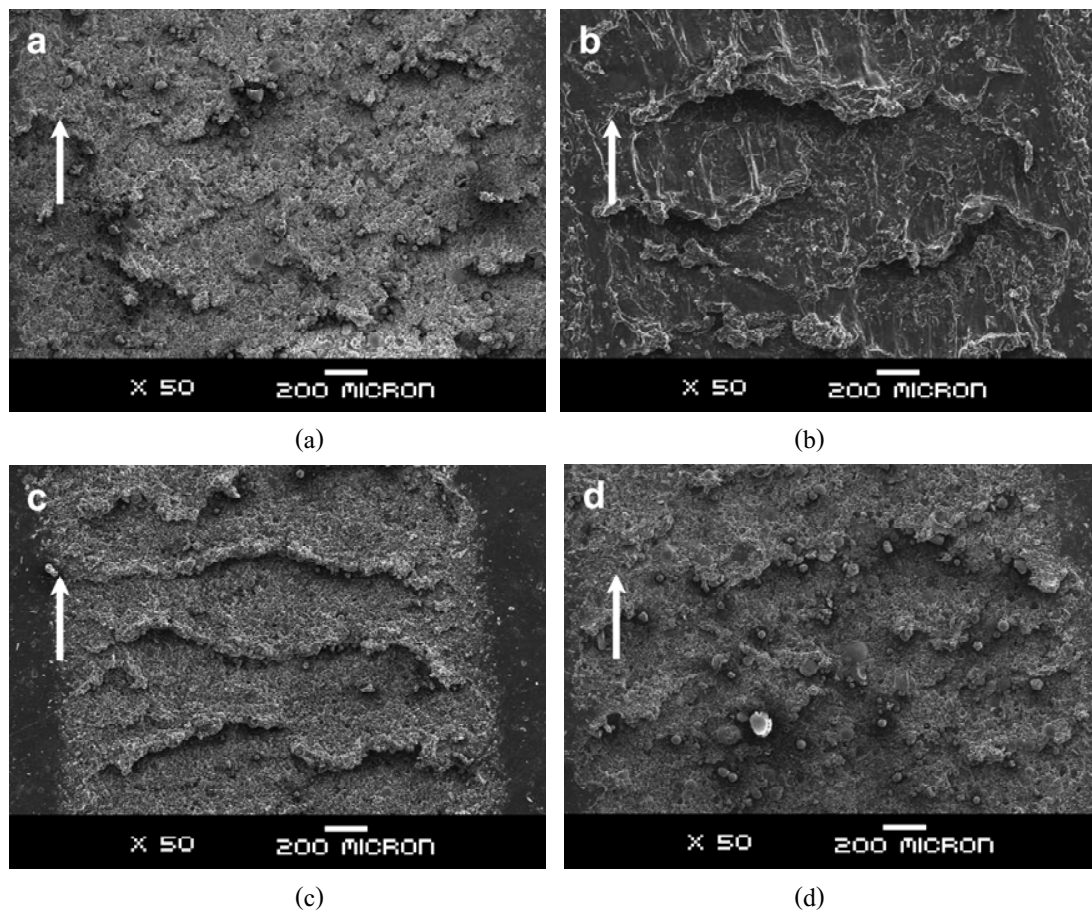
F_{adh} คือ แรงยึดติด ส่วน F_{hyst} คือ แรงฮิสเทอเรติก ในงานวิจัยนี้สัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่มาจากแรงยึดติดเกิดขึ้นจากผิวหน้าสัมผัสระหว่างผิวหน้าชิ้นงานยางกับลูกบอลเหล็กกล้าไร้สนิมที่มีสัมพันธ์โดยตรงกับค่าความแข็งของยางที่จะทำให้พื้นที่ผิวสัมผัสจริงเกิดขึ้น หากพื้นที่ผิวสัมผัสจริงมากก็จะส่งผลต่อค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานสูงด้วย [31] ค่าความแข็งเป็นตัวที่มีอิทธิพลต่อแรงยึดติดอย่างมากที่จะทำให้เป็นพื้นที่ผิวสัมผัสจริง ถ้าค่าความแข็งสูงก็จะเกิดพื้นที่ผิวสัมผัสจริงเพียงเล็กน้อยที่จะทำให้แรงยึดติดน้อยและนำไปสู่ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่น้อยด้วย [32] สำหรับ F_{hyst} เป็นส่วนที่มาจากแรงเสียดทานภายในยางที่เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนรูปของยางขณะที่สายโซ่โมเลกุลยางเกิดการไหลผ่านกันที่เรียกว่าฮิสเทอเรซิส แรงฮิสเทอเรติกสัมพันธ์โดยตรงกับสมบัติอีลาสติกหรือเพลสที่มีความต่อเนื่องในการที่จะเปลี่ยนแปลงรูปร่างของยาง จึงเกี่ยวข้องกับความสามารถในการยืดตัว ณ จุดขาดและการคืนกลับภายใน (จากการพิจารณา $\tan \delta$ ในช่วงสถานะคล้ายยาง) [32-33] แต่สำหรับงานวิจัยนี้ความสามารถในการยืดตัว ณ จุดขาดจะสามารถแสดงถึงแรงฮิสเทอเรติกได้ชัดเจนกว่าค่า $\tan \delta$ ในช่วงสถานะคล้ายยาง

จากรูปที่ 28 ยังแสดงความแตกต่างของพฤติกรรมสัมประสิทธิ์ความเสียดทานอย่างมีนัยสำคัญระหว่างยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม 10 และ 40 phr ด้วย สังเกตเห็นได้ว่า การลดลงของค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม 40 phr เกิดขึ้นในระยะทางที่น้อยกว่า คาดว่าเป็นผลจากยางที่ถูกกำจัดออกในช่วงแรก จนกระทั่งก่อเกิดเป็นรอยสึกหรือที่สมบูรณ์เป็นเพราะพื้นที่ผิวสัมผัสจริงที่ต่างกันที่เป็นผลจากค่าความแข็งที่กล่าวมาในงานวิจัยส่วนที่ 2 กล่าวคือ การที่ค่าความแข็งสูงก็จะทำให้เกิดพื้นที่ผิวสัมผัสและเกิดการเปลี่ยนรูบนผิวหน้าขึ้นงานยางที่น้อยด้วย จึงเป็นสาเหตุให้ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม 40 phr ซึ่งมีค่าความแข็งที่สูง ทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสจริงน้อยและง่ายต่อการก่อเป็นรอยสึกหรือได้ง่ายด้วย ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม 40 phr มีค่าน้อยกว่ายางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม 10 phr ก็เป็นเพราะแรงยึดติดและแรงฮิสเทอเรติกที่น้อยกว่าที่เป็นผลจากค่าความแข็งที่สูงและการยึดตัว ณ จุดขาดที่น้อยของยาง นอกจากนี้อิทธิพลของขนาดเถ้าลอยยังมีผลต่อสัมประสิทธิ์ความเสียดทานด้วย ก็คือว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยขนาดเล็กให้ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานสูงกว่า ก็เป็นเพราะแรงฮิสเทอเรติกที่สูงของยางจากผลของค่าการยึดตัว ณ จุดขาดที่สูงกว่ายางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยขนาดใหญ่นั่นเอง



รูปที่ 29 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์ความเสียดทานช่วง Steady ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาต่างๆ

ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายในช่วง Steady นั้นมีความสำคัญมากกว่าช่วงแรกๆ เนื่องจากเป็นช่วงที่ทำให้เกิดการสึกหรอ ในงานวิจัยนี้ได้้นำค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายเฉลี่ยในช่วงระยะทางการทดสอบหลัง 225 เมตร ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาต่างๆ มาแสดงดังในรูปที่ 29 พบว่า ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียหายมีค่ามากขึ้นตามสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาที่มากขึ้นทั้งกรณีที่มีซิลิกาถูกผสม 10 และ 40 phr เนื่องจากเป็นผลจากการเพิ่มขึ้นของแรงฮิสเทอเรติกตามที่แสดงออกมาในรูปของค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด ในรูปที่ 21



รูปที่ 30 ภาพ SEM ของผิวที่สึกหรอของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ปริมาณ 40 phr ลูกศรแสดงทิศทางการเคลื่อนผ่านของลูกบอลเหล็กบนพื้นงานยางขณะทดสอบ

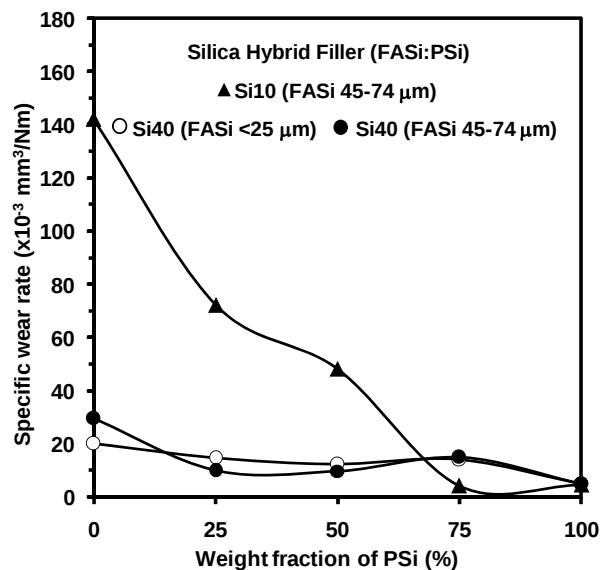
(a) 0% PSi (100% of FASi)

(b) 100% PSi

(c) 50% PSi (FASi <25 μm)

(d) 50% PSi (FASi 45-74 μm)

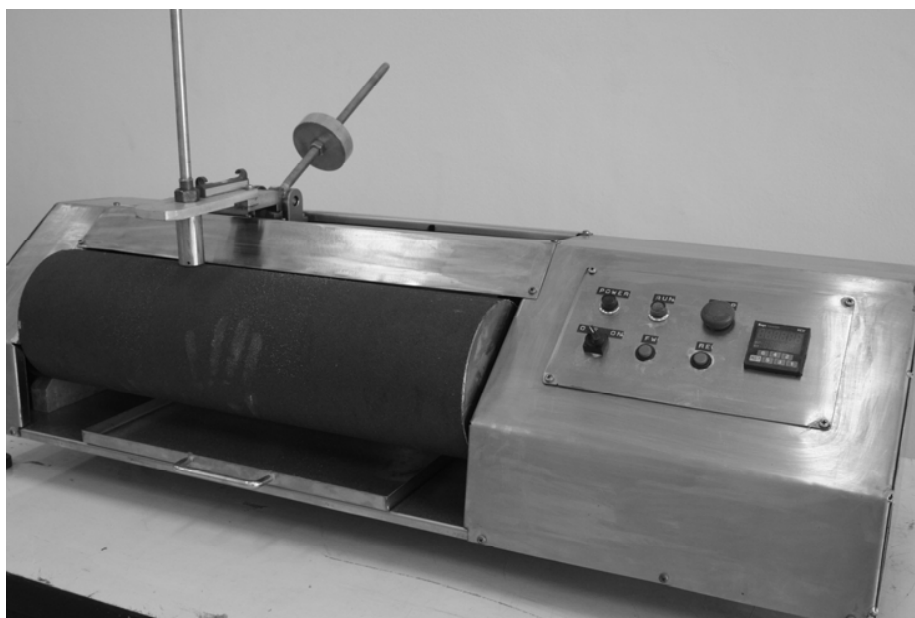
จากรูปที่ 30 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของผิวที่สึกหรอของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอย 100% (สัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกา 0%) เกิดเป็นสันและริ้วเล็กๆ บนผิวยางที่สึกหรอ ดังรูปที่ 30 (a) และพร้อมที่จะหลุดออกเป็นชิ้นเล็กๆ ได้ง่าย เนื่องจากมีค่าความสามารถในการยึดตัวที่ต่ำมากดังแสดงในรูปที่ 21 ในทางกลับกันผิวที่สึกหรอของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกา 100% มีลักษณะการม้วนตัวของเนื้อยางหรือมีรูปแบบคล้ายคลื่น ดังรูปที่ 30 (b) ซึ่งก็เป็นผลจากการที่มีความต่อเนื่องของยางและมีความสามารถในการยึดตัวที่สูงมาก ทำให้เกิดการกดลงบนผิวหน้ายางด้านหน้าของพื้นที่ผิวสัมผัสแล้วทำให้เกิดการดันไปเป็นก้อน บางทีลักษณะการเกิดคลื่นบนผิวหน้ายางที่สึกหรอนี้เรียกว่า คลื่น Schallamach [34] นอกจากนี้การสึกหรอบนผิวของยางจากภาพ SEM ยังสนับสนุนแนวโน้มของค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาต่างๆ ในทิศทางเดียวกันด้วย และดูเหมือนว่ายางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยขนาดเล็กยังแสดงการม้วนตัวของเนื้อยางอย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 30 (c) หากเปรียบเทียบกับกราฟเติมด้วยเถ้าลอยขนาดใหญ่ ดังแสดงในรูปที่ 30 (d) ทั้งนี้เนื่องจากยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยขนาดเล็กมีความสามารถในการยึดตัวได้มากกว่าจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมที่มากกว่า จากกลไกการสึกหรอบนผิวยางนี้จึงอาจเป็นอีกเหตุผลหนึ่งที่ทำให้ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยขนาดเล็กมีค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานที่สูงด้วย



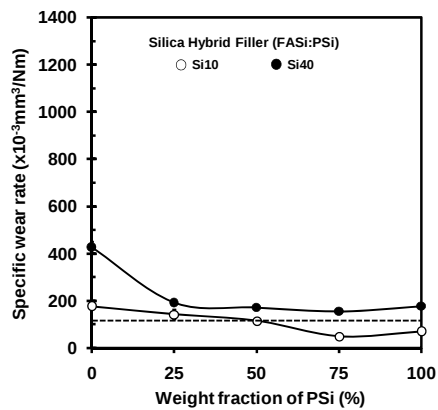
รูปที่ 31 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการสึกหรอจำเพาะกับสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาในยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม

สำหรับค่าอัตราการสึกหรอจำเพาะของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสม FASi/PSi ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกาต่างๆ แสดงดังรูปที่ 31 โดยทั่วไปค่าอัตราการสึกหรอจำเพาะที่มากจะมีความต้านทานการสึกหรอที่ต่ำ ซึ่งความต้านทานการสึกหรอนั้นจะมีสัมพันธ์กับค่าความแข็งกับสมบัติการเสริมแรงของยาง ค่าความแข็งจะเป็นสิ่งที่ทำให้เกิดพื้นที่ผิวสัมผัสจริงขณะสึกหรอในช่วงแรก ในขณะที่สมบัติเสริมแรงเป็นสิ่งที่แสดงถึงความต้านทานการเสียหายหรือการถูกทำลายของยางให้หลุดลอกออกไปขณะเกิดการสึกหรอ [35] ในภาพรวมความต้านทานการสึกหรอดีขึ้นสำหรับยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ก็เนื่องจากทำให้ค่าความแข็งที่สูง ดังนั้นจึงทำให้เกิดพื้นที่ผิวสัมผัสจริงที่น้อยและเกิดการหลุดออกของเนื้อยางน้อยไปด้วย ส่วนอิทธิพลขนาดของเถ้าลอยไม่มีผลต่อความต้านทานต่อการสึกหรอของยางที่ศึกษา

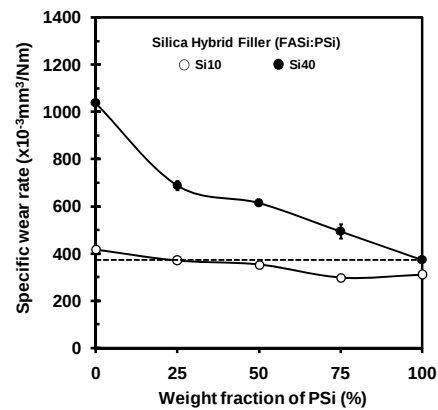
สำหรับการทดสอบการสึกหรอแบบขั้วคู่แบบ Pin-on-Cylinder ได้ทดสอบจากเครื่องที่จัดสร้างขึ้นดังแสดงในรูปที่ 32 ได้ผลการทดสอบดังที่จะกล่าวต่อไป



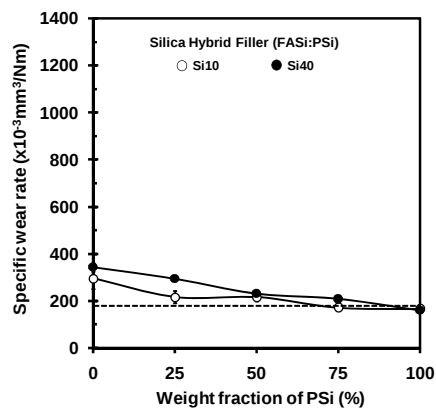
รูปที่ 32 เครื่องทดสอบการสึกหรอแบบขั้วคู่แบบ Pin-on-Cylinder



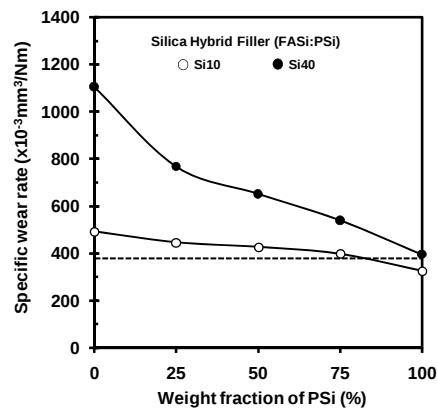
(1a)



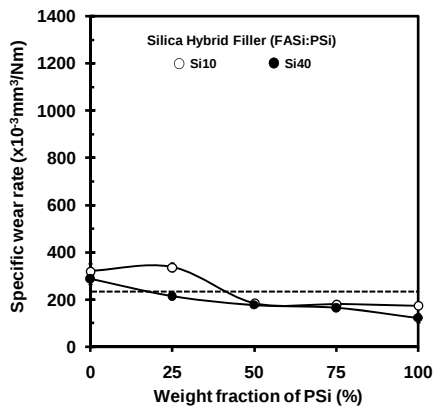
(2a)



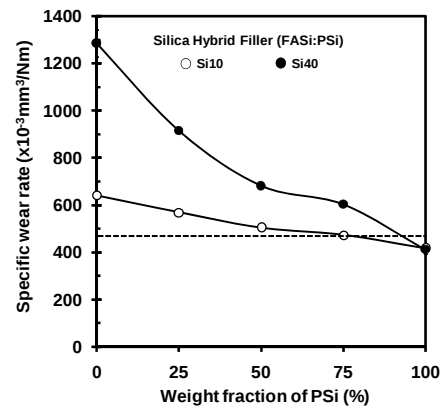
(1b)



(2b)



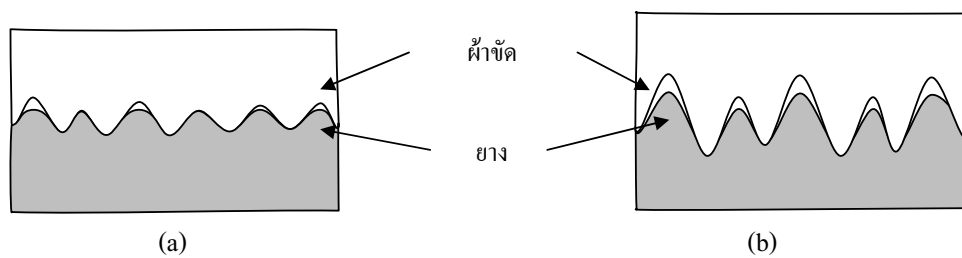
(1c)



(2c)

รูปที่ 33 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการสึกหรอจำเพาะกับสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 และ 40 phr ที่ทดสอบด้วยผ้าขัดและแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่ต่างๆ (ซ้าย) ผ้าขัด R (ขวา) ผ้าขัด RR ----- คือ ยางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติม
(a) แรงกระทำตั้งฉาก 5 นิวตัน (b) แรงกระทำตั้งฉาก 10 นิวตัน (c) แรงกระทำตั้งฉาก 15 นิวตัน

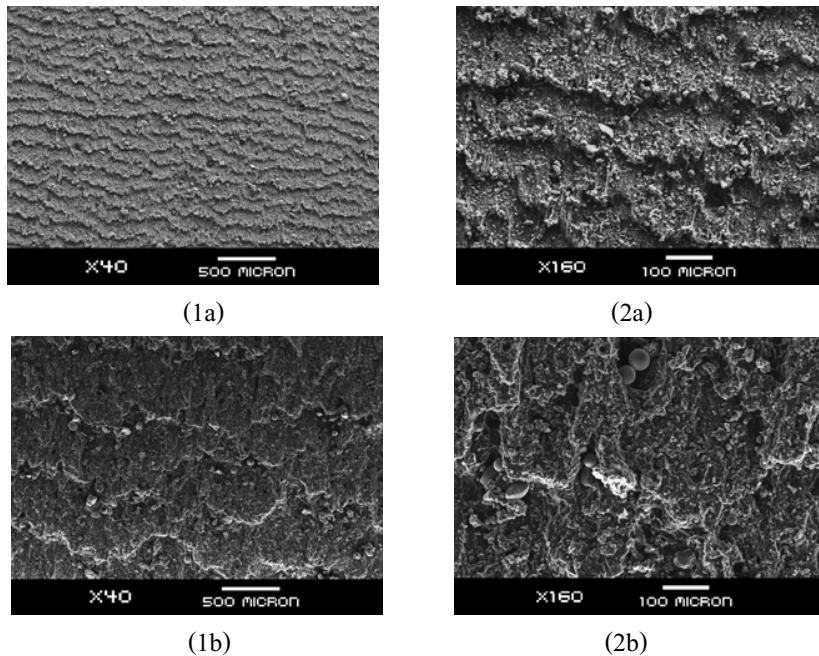
จากรูปที่ 33 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการสึกหรอจำเพาะกับสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 และ 40 phr ด้วยผ้าขัดความหยาบผิวน้อยและมาก (แทนสัญลักษณ์ด้วยผ้าขัด R และ RR ตามลำดับ) พบว่า ยางเกิดการสึกหรอมากขึ้นในการขัดบนผ้าขัด RR เมื่อเปรียบเทียบกับระหว่างชุดข้อมูลการทดสอบการขัดด้วยผ้าขัด R (ด้านซ้าย) กับการทดสอบการขัดด้วยผ้าขัด RR (ด้านขวา) ทั้งนี้เนื่องจากการขัดบนผ้าขัด RR นั้นทำให้เกิดพื้นที่ผิวสัมผัสมากกว่าระหว่างผิวน้ำยางกับผ้าขัด ดังแสดงในโมเดลในรูปที่ 34 ซึ่งทำให้ยางมีโอกาสถูกขูด (Plough) ออกมาได้ง่าย อีกทั้งปลายยอด (Asperities) บนผิวของผ้าขัด RR ก็มีปลายยอดที่สูงกว่า จึงทำให้ยางถูกกดอัดลึกลงบนเนื้อเยื่อมากกว่าที่ส่งผลให้ถูกดึงยึดและฉีกขาดหลุดออกได้มากกว่าด้วย



รูปที่ 34 โมเดลการเกิดพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างยางกับผ้าขัด

(a) การทดสอบบนผ้าขัด R

(b) การทดสอบบนผ้าขัด RR



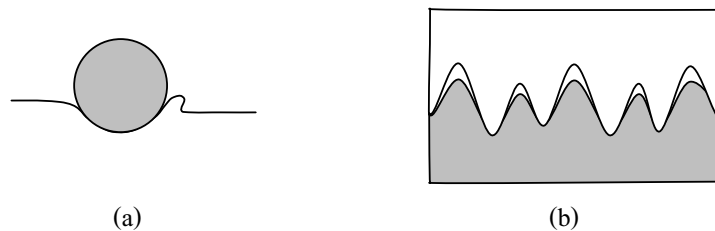
รูปที่ 35 ภาพ SEM แสดงรอยการสึกหรอของยางที่ผ่านการขัดด้วยกำลังขยาย 40 และ 160

(a) ทดสอบด้วยผ้าขัด R

(b) ทดสอบด้วยผ้าขัด RR

จากผลการสึกหรอนี้ยังสามารถอธิบายได้จากภาพ SEM ในรูปที่ 35 ด้วย สังเกตได้ว่า ภาพที่เกิดการสึกหรอจากการขัดถูบนผ้าขัด R ทำให้ยางเกิดการเปลี่ยนรูปเป็นสันคลื่นอย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากปลายยอดของผิวขัดกดลงบนผิวหน้ายางแล้วยืดออกเป็นระยะน้อย หากยางสามารถทนการดึงยืดนั้นได้ก็จะทำให้เกิดการคืนตัวกลับแล้วจับตัวกันหรือม้วนตัวเป็นสันคลื่น ดังแสดงในรูปที่ 35 (1a และ 2a) สำหรับในกรณีของยางที่ขัดถูบนผิวกระดาษขัด RR สังเกตเห็นได้ว่า ผิวรอยการสึกหรอไม่เป็นสันคลื่นมากนัก แต่มีลักษณะเป็นรอยเส้นของยางที่ขาดออกในระยะที่ห่างมากขึ้น ดังในรูปที่ 35 (1b และ 2b) เนื่องจากปลายยอดของผิวขัดกดลงบนยางทำให้เกิดการยืดตัวมากกว่า จึงเป็นผลให้เกิดการฉีกขาดได้ง่ายและหลุดลอกออกได้มาก

หากพิจารณาสูตรยางที่ผ่านการทดสอบการสึกหรอแบบขัดถู พบว่า ยางที่สามารถนำมาใช้งานด้านการขัดถูคือ ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ยกเว้นกรณีการขัดถูภายใต้การรับแรงกระทำตั้งแต่ 15 นิวตัน ด้วยผ้าขัด R ที่ทำให้ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr สามารถต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูได้ อย่างไรก็ตาม ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr สามารถต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูบนผ้าขัด R ได้ดีเมื่อมีสัดส่วนพรีพิตเทคซิลิกา 50% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อขัดถูบนผ้าขัด RR ควรใช้สัดส่วนพรีพิตเทคซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก จากผลทดสอบการสึกหรอในส่วนนี้ให้การทดสอบที่ต่างจากการสึกหรอด้วยเครื่องไตร โบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc เนื่องจากกลไกการเปลี่ยนรูปและสึกหรอบนผิวหน้าสัมผัสระหว่างยางกับวัสดุขัดต่างกัน ดังแสดงโมเดลในรูปที่ 36

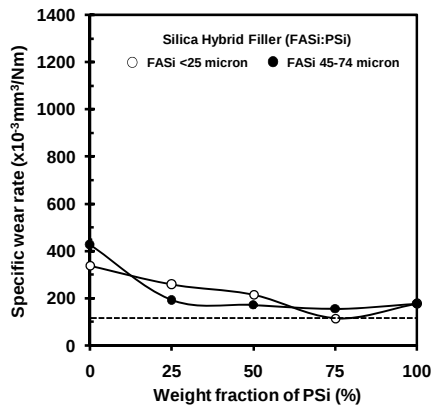


รูปที่ 36 โมเดลแสดงผิวหน้าสัมผัสระหว่างยางกับวัสดุขัด

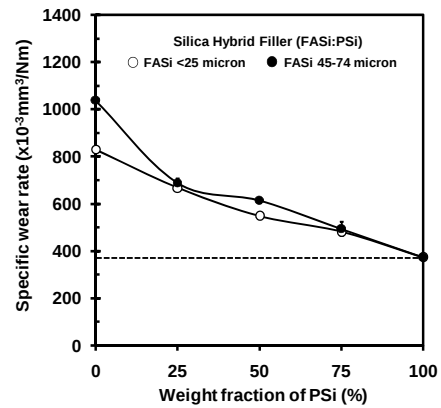
- (a) ทดสอบด้วยเครื่องไตร โบมิเตอร์แบบ Ball-on-Disc
- (b) ทดสอบด้วยเครื่องที่จัดสร้างขึ้น

การทดสอบด้วยเครื่องไตร โบมิเตอร์เป็นการสึกหรอแบบยึดติด (Adhesion wear) โดยลูกบอลเหล็กที่มีผิวเรียบมาก (ความหยาบน้อยมาก) กดลงบนผิวหน้ายางแล้วครูด (Scuff) หรือลากเนื้อยางเป็นก้อนไปเรื่อยๆ ทำให้ความต้านทานการสึกหรอของยางแบบนี้ขึ้นอยู่กับค่าความแข็งแรงเป็นหลัก เพราะถ้าความแข็งแรงมากพื้นที่ผิวสัมผัสก็น้อย ส่วนที่ถูกทำให้เปลี่ยนรูปและสึกหรอก็น้อยตามไปด้วย ดังนั้น ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ดีกว่า 10 phr ดังแสดงในรูปที่ 31 สำหรับการทดสอบด้วยเครื่องที่จัดสร้างขึ้นเป็นแบบการสึกหรอแบบขัดถู (Abrasive wear) โดยปลายยอดที่คมบนผิวของผ้าขัดกดลงบนผิวหน้ายางแล้วเกิดการยืดและตัดขาดของยางเป็นชิ้นเล็กไปเรื่อยๆ ทำให้ความต้านทานการสึกหรอของยางแบบนี้ขึ้นอยู่กับความต่อนึงของเฟสยางเป็นหลัก เพราะถ้าปลายยอดที่คมบนผิวขัดกดลงบนยางที่มีความยืดตัวหรือความ

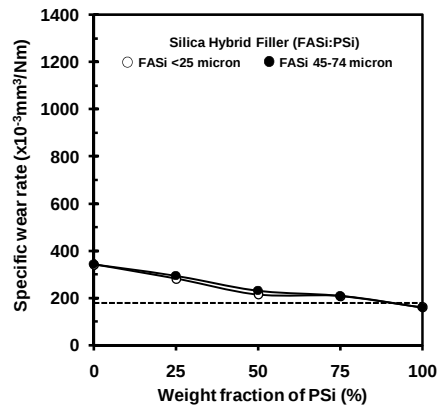
ต่อเนื่องของเฟสยางที่ดี รวมถึงทนทานการเปลี่ยนรูปได้ดีด้วยก็สามารถต้านทานการสึกหรอได้เป็นอย่างดี ดังนั้น ผลการทดสอบที่ได้จึงไม่เป็นไปในทิศทางเดียวกับการทดสอบสึกหรอแบบยึดติดด้วยเครื่องไทรโบมิเตอร์ จึงเป็นผลให้ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูดีกว่า 40 phr สำหรับอิทธิพลของขนาดอนุภาคเถ้าลอยไม่มีผลต่ออัตราการสึกหรอจำเพาะหรือความต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูเท่าใดนัก ดังแสดงในรูปที่ 37



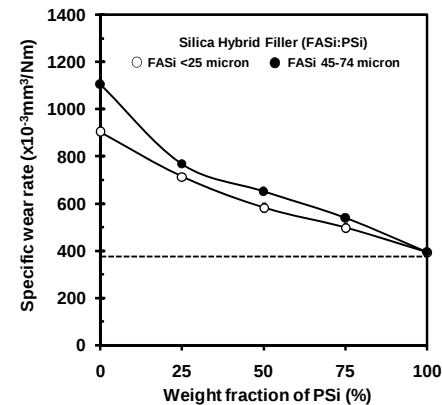
(1a)



(2a)



(1b)



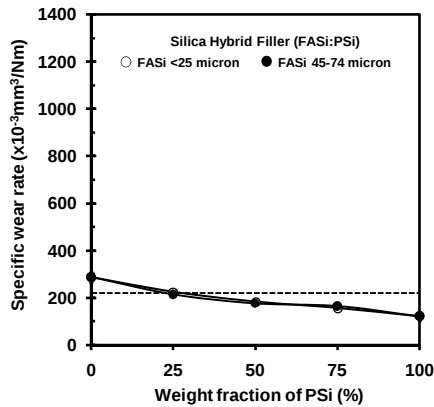
(2b)

รูปที่ 37 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการสึกหรอจำเพาะกับสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาในยาง

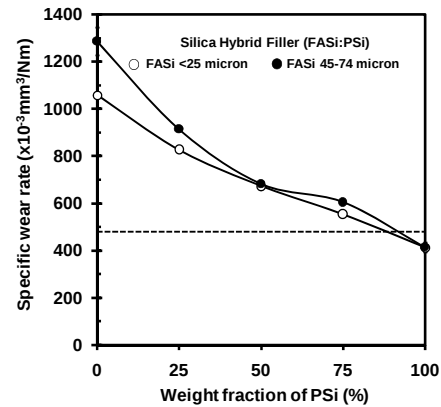
ธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยขนาดเถ้าลอยที่ต่างกัน ทดสอบด้วยความหยาบผิวของผ้าขัดและแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่ต่างๆ (ซ้าย) ผ้าขัด R (ขวา) ผ้าขัด RR

----- คือ ยางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติม

(a) แรงกระทำตั้งฉาก 5 นิวตัน (b) แรงกระทำตั้งฉาก 10 นิวตัน (c) แรงกระทำตั้งฉาก 15 นิวตัน



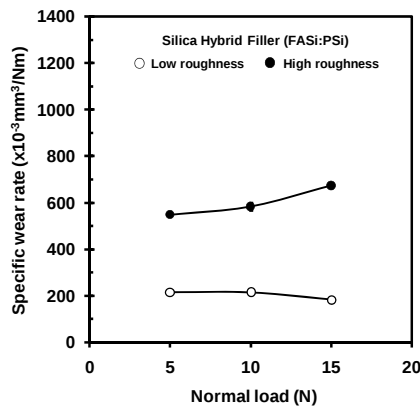
(1c)



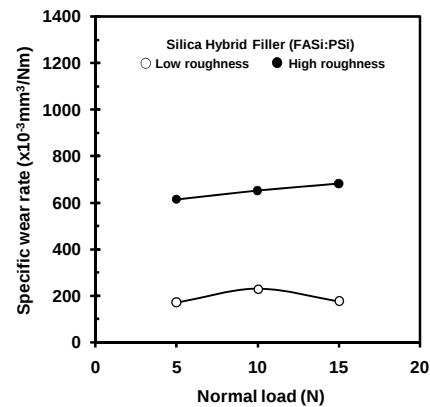
(2c)

รูปที่ 37 (ต่อ) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการสึกหรอหรือจำเพาะกับสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกาในยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยขนาดเถ้าลอยที่ต่างกัน ทดสอบด้วยความหยาบผิวของผ้าขัดและแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่ต่างๆ (ซ้าย) ผ้าขัด R (ขวา) ผ้าขัด RR ----- คือ ยางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติม

(a) แรงกระทำตั้งฉาก 5 นิวตัน (b) แรงกระทำตั้งฉาก 10 นิวตัน (c) แรงกระทำตั้งฉาก 15 นิวตัน



(a)



(b)

รูปที่ 38 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการสึกหรอหรือจำเพาะกับแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกา 50 % โดยน้ำหนัก จากทดสอบด้วยผ้าขัด R และผ้าขัด RR

(a) ผสมร่วมกับเถ้าลอยขนาด <25 μm (b) ผสมร่วมกับเถ้าลอยช่วงขนาด 45-74 μm

จากรูปที่ 38 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการสึกหรอหรือจำเพาะกับแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่ของยาง พบว่า ความต้านทานการสึกหรอของยางขึ้นอยู่กับความหยาบผิวของผ้าขัด สังเกตได้จาก ยางที่ขัดดูกับผ้าขัด R ไม่ส่งผลให้ต่อการเปลี่ยนแปลงอัตราการสึกหรอหรือความต้านทานการสึกหรอของยางเมื่อแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่สูงขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นผลจากแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่ที่ศึกษาใน

งานวิจัยนี้ทำให้ปลายยอดบนผิวของผ้าขัด R กดลงบนยางได้มากที่สุดอยู่ในช่วงนี้ จึงทำให้ผลที่ได้ใกล้เคียงกัน ส่วนยางที่ขัดคู่กับผ้าขัด RR ทำให้อัตราการสึกหรอหรือความต้านทานการสึกหรอของยางลดลงเมื่อแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่มากขึ้น ก็เนื่องจากปลายยอดบนผิวของผ้าขัด RR ถูกกดบนยางมากขึ้นตามแรงกระทำตั้งฉากการเคลื่อนที่ ดังนั้น แรงกระทำตั้งฉากมากขึ้นทำให้เกิดพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างยางกับผิวของผ้าขัดมากขึ้นและมีโอกาสทำให้ยางหลุดออกได้มากขึ้นด้วย

สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยส่วนที่ 1 ศึกษาปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อประสิทธิภาพการเสริมแรงในยางธรรมชาติ

1. เมื่อปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยสูงขึ้นส่งผลต่อสมบัติเชิงกลในด้านความทนแรงดึง ทนแรงฉีกขาด และความต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูลดลง
2. ขนาดอนุภาคเถ้าลอยมีผลต่อประสิทธิภาพในการเสริมแรงเฉพาะที่มีการเติมซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 40 phr โดยขนาดอนุภาคเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอนให้สมบัติเชิงกลโดยรวมดีที่สุด

งานวิจัยส่วนที่ 2 ศึกษาการใช้เถ้าลอยเป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติ

1. การเติมซิลิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทตซิลิกาในปริมาณ 10 phr เมื่อสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกาสูงขึ้นส่งผลให้สมบัติการคงรูปและสมบัติเชิงกลโดยรวมของยางคอมปาวด์ค่อนข้างไม่เปลี่ยนแปลงหรือเปลี่ยนแปลงน้อยมาก ทั้งระบบที่ไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีพิตเทตซิลิกา
2. การเติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 40 phr สำหรับระบบที่ไม่ปรับผิวพรีพิตเทตซิลิกา เมื่อสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกาสูงขึ้นส่งผลให้สมบัติการคงรูปยางและสมบัติเชิงกลโดยรวมของยางคอมปาวด์ด้อยลง แต่หากทำการปรับผิวพรีพิตเทตซิลิกาจะสามารถช่วยปรับปรุงสมบัติการคงรูปและสมบัติเชิงกลโดยรวมดีขึ้น โดยเฉพาะความทนแรงฉีกขาดและความต้านทานการสึกหรอดีกว่ายางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติมด้วย
3. ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน ส่งผลให้สมบัติการคงรูปยางและสมบัติเชิงกลโดยรวมต่างๆ สูงกว่าการเติมเถ้าลอยช่วงขนาดอนุภาค 45-74 ไมครอน ทั้งระบบที่ไม่ปรับผิวและปรับผิวพรีพิตเทตซิลิกา
4. สัดส่วนของเถ้าลอยที่สามารถใช้เป็นสารตัวเติมแบบเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาในยางธรรมชาติได้อย่างเหมาะสมคือ 25:75

งานวิจัยส่วนที่ 3 ศึกษาการสึกหรอแบบขัดถูของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทตซิลิกา

1. ผลทดสอบด้วยเทคนิค DMA ให้ผลสอดคล้องกับงานวิจัยส่วนที่ 2 ซึ่งแสดงประสิทธิภาพการเสริมแรงของเถ้าลอยร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาได้เป็นอย่างดี โดยเฉพาะยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมในปริมาณ 40 phr ด้วยการลดลงของค่า $\tan \delta_{\max}$ กับการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ T_g
2. การทดสอบสมบัติไทรโบโลยีในรูปแบบของ Ball-on-Disc พบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมด้วยสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาที่สูงขึ้น ส่งผลให้ค่าสัมประสิทธิ์ความเสียดทานเพิ่มขึ้นตามไปด้วย ทั้ง

กรณีปริมาณซิลิกาถูกผสมที่ 10 และ 40 phr ในด้านความต้านทานการสึกหรอนั้นดีขึ้นมากสำหรับยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ส่วนอิทธิพลขนาดของเถ้าลอยไม่มีผลต่อความต้านทานต่อการสึกหรอของยาง

3. การทดสอบสึกหรอแบบขัดถูด้วยเครื่องที่จัดสร้างขึ้น พบว่า สามารถนำยางธรรมชาติที่เติม ซิลิกาถูกผสมระหว่างเถ้าลอยกับพรีพิตเทตซิลิกาไปใช้งานด้านการสึกหรอแบบขัดถูได้เฉพาะกรณีที่เติมปริมาณซิลิกาถูกผสม 10 phr ซึ่งยางที่สามารถต้านทานการสึกหรอแบบขัดถูบนผ้าขัดความหยาบผิวน้อยได้ดีเมื่อมีสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกา 50% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อขัดถูบนผ้าขัดความหยาบผิวมากควรใช้สัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก

Output ที่ได้จากโครงการ

1. เครื่องทดสอบการสึกหรอแบบขั้วแบบ Pin-on-Cylinder จำนวน 1 เครื่อง
2. ผลงานที่ได้รับการเผยแพร่
 - ผลงานตีพิมพ์ในการประชุมระดับชาติ จำนวน 1 เรื่อง
วีรยา วรคันธ, ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, เอกชัย วิมลมาลา และ ศรินทร ทองแสง (2553) การเสริมแรงของสารประกอบยางธรรมชาติด้วยซิลิกาผสมระหว่างเถ้าลอยและพรีซิปิเตตซิลิกา - การประชุมวิชาการ มอบ. วิจัย ครั้งที่ 4, 9-10 สิงหาคม 2553, มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี, อุบลราชธานี.
 - ผลงานตีพิมพ์ในการประชุมระดับนานาชาติ จำนวน 1 เรื่อง
Thongsang S, Vorakhan W, Wimolmala E & Sombatsompop N (2011) Dynamic Mechanical Analysis and Tribological Properties of Fly Ash/Precipitated Silica Hybrid Filled-NR Composites - **Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX**: 14-17 January 2011, The University of Auckland, Auckland, New Zealand, pp. 264-275.
 - ผลงานตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ จำนวน 1 เรื่อง (อยู่ระหว่างการพิจารณาผลตอบรับ)
Thongsang S, Vorakhan W, Wimolmala E & Sombatsompop N (2011) Dynamic Mechanical Analysis and Tribological Properties for NR Vulcanizates with Fly Ash/Precipitated Silica Hybrid Filler – **Tribology International**: (Submitted).

เอกสารอ้างอิง

- [1] พงษ์ธร แซ่อู๋, 2548, **สารเคมียาง**, ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (เอ็มเทค), พิมพ์ครั้งที่ 2, หน้า 70-74.
- [2] Sombatsompop N., Thongsang S., Markpin T., Wimolmala E., 2004, “Fly Ash Particles and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers. I. Untreated Fillers in Natural Rubber and Styrene-Butadiene Rubber Compound”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 93, pp.2119-2130.
- [3] Sombatsompop N., Wimolmala E., Markpin T., 2007, “Fly Ash Particles and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers. II. Effect of Silica Content and Si69-Treatment in Natural Rubber/Styrene-Butadiene Rubber Vulcanizates”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 104, pp.3396-3405.
- [4] Thongsang S. and Sombatsompop N., 2006, “Effect of NaOH and Si69 Treatments on the Properties of Fly Ash Filled NR Composites”, **Polymer Composites**, Vol. 27, pp.30-40.
- [5] Sombatsompop N., Wimolmala E., Markpin T., 2007, “Fly Ash Particles and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers. II. Effect of Silica Content and Si69-Treatment in Natural Rubber/Styrene-Butadiene Rubber Vulcanizates”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 104, pp.3396-3405.
- [6] Nabil A., Bhimrao D., Hundiware U., Kapadi R., 2004, “Studies on the Effect of Titanate Coupling Agent (2.0%) on the Mechanical Properties of Fly ash-Filled Polybutadiene Rubber”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 93, pp.1293-1298.
- [7] Thongsang S. and Sombatsompop N., 2007, “Dynamic Rebound Behaviour of Silica/Natural Rubber Composites: Fly Ash Particles and Precipitated Silica Fillers”, **Journal of Macromolecular Science. Part B: Physics**, Vol. 46, pp.825-840.
- [8] Thongsang S., Sombatsompop N. and Ansarifard A., 2008, “Effect of Fly Ash and Precipitated Silica Fillers on the Viscosity, Cure and Viscoelastic Properties of Natural Rubber”, **Polymers for Advanced Technologies**, Vol. 19, pp.1296-1304.
- [9] Garde K., McGill W.J. and Woolard C.D., 1999, “Surface Modification of Fly Ash - Characterization and Evaluation as Reinforcing Filler in Polyisoprene”, **Plastics Rubber and Composites**, Vol. 28, pp.1-10.
- [10] Alkadasi N.A.N., Hundiware D.G. and Kapadi U.R., 2004, “Effect of Coupling Agent on the Mechanical Properties of Fly Ash-Filled Polybutadiene Rubber”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 91, pp.1322-1328.

- [11] Mishra S., Sonawane S.H., Badgujar N., Gurav K. and Patil D., 2005, “Comparative Study of the Mechanical and Flame-Retarding Properties of Polybutadiene Rubber Filled with Nanoparticles and Fly Ash”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 96, pp.6-9.
- [12] Menon A.R.R., Sonia T.A. and Sudha J.D., 2006, “Studies on Fly-Ash-Filled Natural Rubber Modified with Cardanol Derivatives: Processability, Mechanical Properties, Fracture Morphology, and Thermal Decomposition Characteristics”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol.102, pp.4801-4808.
- [13] Da Costa H.M., Visconte L.L.Y., Nunes R.C.R. and Furtado C.R.G., 2002, “Mechanical and Dynamic Mechanical Properties of Rice Husk Ash-Filled Natural Rubber Compounds”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 83, pp.2331-2346.
- [14] Ismail H., Nasaruddin M. N. and Rozman H. D., 1999, “The Effect of Multifunctional Additive in White Rice Husk Ash Filled Natural Rubber Compounds”, **European Polymer Journal**, Volume 35, pp.1429-1437.
- [15] Ismail H., Rozman H.D., Jaffri R.M. and Mohd Ishak Z.A., 1997, “Oil Palm Wood Flour Reinforced Epoxidized Natural Rubber Composites: The Effect of Filler Content and Size”, **European Polymer Journal**, Vol. 33, pp.1627-1632.
- [16] Da Costa H.M., Visconte L.L.Y., Nunes R.C.R. and Furtado C.R.G., 2003, “Rice-Husk-Ash-Filled Natural Rubber. II. Partial Replacement of Commercial Fillers and the Effect on the Vulcanization Process”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 87, pp.1405-1413.
- [17] Ismail H. and Chung F.L., 1998, “Partial Replacement of Silica by White Rice Husk Ash in Natural Rubber Compounds: The Effects of Bonding Agents”, **Iranian Polymer Journal**, Vol. 7, pp.255-261.
- [18] El-Tayeb N.S.M. and Nasir R.Md., 2007, “Effect of Soft Carbon Black on Tribology of Deproteinised and Polyisoprene Rubbers”, **Wear**, Vol. 262, pp.350–361.
- [19] Stupak P.R. and Donovan J.A., 1988, “Fractal Analysis of Rubber Wear Surfaces and Debris”, **Journal of Materials Science**, Vol. 23, pp.2230-2242.
- [20] Karger-Kocsis J., Mousab A., Major Z. and Békési N., 2008, “Dry Friction and Sliding Wear of EPDM Rubbers Against Steel as a Function of Carbon Black Content”, **Wear**, Vol. 264, pp.359-367.

- [21] Xu D., Karger-Kocsis J. and Schlarb A.K., 2008, “Rolling Wear of EPDM and SBR Rubbers as a Function of Carbon Black Contents: Correlation with Microhardness”, **Journal of Material Science**, Vol. 43, pp.4330-4339.
- [22] Choi S., 2001, “Influence of the Silica Content on Rheological Behaviour and Cure Characteristics of Silica Filled Styrene-Butadiene Rubber Compound”, **Polymer International**, Vol. 50, pp.524-530.
- [23] Wu G., Gu J. and Zhao X., 2007, “Preparation and Dynamic Mechanical Properties of Polyurethane-Modified Epoxy Composites Filled with Functionalized Fly Ash Particulates”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 105, pp.1118-1126.
- [24] Bras J., Hassan M.L., Bruzesse C., Hassan E.A., El-Wakil N.A. and Dufresne A., 2010, “Mechanical, Barrier, and Biodegradability Properties of Bagasse Cellulose Whiskers Reinforced Natural Rubber Nanocomposites”, **Industrial Crops and Products**, Vol. 32, pp.627-633.
- [25] Jiang H. and Kamdem D.P., 2008, “Thermal and Dynamic Mechanical Behavior of Poly(vinyl chloride)/Wood Flour Composites”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 107, pp.951-957.
- [26] Jacob M., Francis B., Thomas S. and Varughese K.T., 2006, “Dynamical Mechanical Analysis of Sisal/Oil Palm Hybrid Fiber-Reinforced Natural Rubber Composites”, **Polymer Composites**, Vol. 27, pp.671-680.
- [27] Kuzak S.G. and Shanmugam A., 1999, “Dynamic Mechanical Analysis of Fiber-Reinforced Phenolics”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 73, pp.649-658.
- [28] Pattanawanidchai S., Saeoui P. and Sirisinha C., 2005, “Influence of Precipitated Silica on Dynamic Mechanical Properties and Resistance to Oil and Thermal Aging in CPE/NR Blends”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 96, pp.2218-2224.
- [29] Abdul Kader M. and Bhowmick A.K., 2003, “Effect of Filler on the Mechanical, Dynamic Mechanical, and Aging Properties of Binary and Ternary Blends of Acrylic Rubber, Fluorocarbon Rubber, and Polyacrylate”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 90, pp.278-286.
- [30] Moore DF., 1972, “The Friction and Lubrication of Elastomers”, Pergamon Press, Oxford.
- [31] Koenen A. and Sanon A., 2007, “Tribological and Vibroacoustic Behavior of a Contact Between Rubber and Glass (Application to Wiper Blade)”, **Tribology International**, Vol. 40, pp.1484-1491.
- [32] Huang X., Tian N., Wang T., Wang K. and Xue Q., 2007, “Friction and Wear Properties of NBR/PVC Composites”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 106, pp.2565-2570.

- [33] Khan M.S., Franke R., Lehmann D. and Heinrich G., 2009, “Physical and Tribological Properties of PTFE Micropowder-Filled EPDM Rubber”, **Tribology International**, Vol. 42, pp.890-896.
- [34] Barquins M., 1985, “Sliding Friction of Rubber and Schallamach Waves—A Review”, **Materials Science Engineering**, Vol. 73, pp.45-63.
- [35] Yang J., Tian M., Jia Q.-X., Zhang L.-Q. and Li X.-L., 2006, “Influence of Graphite Particle Size and Shape on the Properties of NBR”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vo. 102, pp.4007-4015.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ผลงานวิจัยที่ได้รับการเผยแพร่

ผลงานตีพิมพ์ในการประชุมระดับชาติ

วีรยา วรคันธี, ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, เอกชัย วิมลมาลา และ ศิรินทร ทองแสง (2553) การเสริมแรงของสารประกอบยางธรรมชาติด้วยซิลิกาผสมระหว่างถ้ำลอยและพรีซิปิตเตชันซิลิกา - การประชุมวิชาการ มอ.วิจัย ครั้งที่ 4, 9-10 สิงหาคม 2553, มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี, อุบลราชธานี.

การเสริมแรงของสารประกอบยางธรรมชาติด้วยซิลิกาผสมระหว่างเถ้าลอยและฟริชฟิเทคซิลิกา
Reinforcement of Natural Rubber with Fly Ash Silica/Precipitated Silica Hybrid Filler

วีรยา วรคันธี^{1,*} ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ¹ เอกชัย วิมลมาลา¹ และ ศรินทร ทองแสง²

¹กลุ่มวิจัยการผลิตและขึ้นรูปพอลิเมอร์ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

²คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

*E-mail: kiki dear@hotmail.com

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเสริมแรงของยางธรรมชาติด้วยซิลิกาผสมระหว่างเถ้าลอยและฟริชฟิเทคซิลิกา ด้วยการนำเถ้าลอยที่ปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบไฮโดรเจนซิลิโคน Si69 ปริมาณ 2% โดยน้ำหนักมาทำการศึกษารูปแบบซิลิกาของเถ้าลอย 0-40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง และขนาดอนุภาคเถ้าลอยช่วงต่างๆ ที่น้อยกว่า 150 ไมครอน จากนั้นทำการเลือกปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่เหมาะสมไปทำการศึกษาคู่ควบด้วยการนำไปใช้เป็นสารเสริมแรงร่วมกับฟริชฟิเทคซิลิกาสัดส่วนต่างๆ ดังนี้ 100:0 75:25 50:50 25:75 และ 0:100 ซึ่งทำการศึกษาทั้งระบบที่ไม่ปรับปรุงผิวและปรับปรุงผิวฟริชฟิเทคซิลิกาสารคู่ควบไฮโดรเจนซิลิโคน 2% โดยน้ำหนัก โดยทำการตรวจสอบสมบัติของสารประกอบยางธรรมชาติด้านลักษณะการคงรูปยาง สมบัติด้านความทนทานแรงดึง ความทนทานการฉีกขาด และความต้านทานการขัดถู จากการทดลอง พบว่า การเติมซิลิกาผสมปริมาณ 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง ทั้งกรณีไม่ปรับปรุงผิวและปรับปรุงผิวฟริชฟิเทคซิลิกาให้ลักษณะการคงรูปยางและสมบัติเชิงกลโดยรวมของสารประกอบยางธรรมชาติไม่แตกต่างกันในทุกสัดส่วนของซิลิกาผสม ในขณะที่ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสมปริมาณ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง มีสัดส่วนของฟริชฟิเทคซิลิกามากกว่า 25% ให้สมบัติเชิงกลด้านต่างๆ แตกต่างกันอย่างเห็นได้ชัดระหว่างระบบที่ไม่ปรับปรุงผิวกับปรับปรุงผิวฟริชฟิเทคซิลิกา ซึ่งการปรับปรุงผิวฟริชฟิเทคซิลิกาช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการเสริมแรงของสารประกอบยางธรรมชาติให้สูงขึ้นมาก นอกจากนี้ยังพบว่า ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสมด้วยเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน ให้ลักษณะการคงรูปยางและสมบัติเชิงกลโดยรวมดีกว่าการเติมด้วยเถ้าลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอน

คำสำคัญ: ยางธรรมชาติ เถ้าลอย ซิลิกาผสม

Abstract

This article investigated reinforcement of natural Rubber (NR) compounds by fly ash silica (FASi) and precipitated silica (PSi) hybrid fillers. The fly ash particles used were treated with 2.0 wt% Si69 coupling agent. The fly ash silica contents to be filled into the NR compound ranged from 0 to 40 parts per hundred of rubber (phr). The effect of particle size of fly ash was studied; its particle size of less than 150 micron was used. The optimum fly ash silica content and particle size to be introduced into NR vulcanizates were selected by considering the mechanical properties, which were then examined for the effect of co-reinforcing filler with precipitated silica in rubber compounds. The weight fraction FASi:PSi ratio used were 100:0, 75:25, 50:50, 25:75 and 0:100. The effect of surface treatment on PSi with Si69 2.0 wt% was also of interest. The cure characteristics, tensile and tear properties, hardness, and abrasion resistance of the NR composites filled with FASi/PSi were determined. The experimental results indicated that the cure time and overall mechanical properties of the FASi/PSi-filled NR compounds with silica content of 10 phr were similar behavior for both the untreated and treated

PSi filler. At silica content of 40 phr, there was a difference in the mechanical properties of FASi/PSi-filled NR vulcanizates between the untreated and treated PSi systems at PSi loading of >25%. The reinforcement of NR composites was sharply improved by Si69 treatment on PSi surface. Besides, it was observed that the NR vulcanizates filled with FASi particle size of less than 25 micron gave better cure and mechanical properties than those with FASi particle size of 45-74 micron.

Keywords: Natural rubber, Fly ash, Hybrid silica

บทนำ

จากอดีตจนถึงปัจจุบันยางธรรมชาติถือว่าเป็นยางที่มีการนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ มากมาย อาทิเช่น ล้อรถยนต์ สายพาน ท่อทนความดัน ยางกันกระแทกและยางรองคอสายพาน ฯลฯ เนื่องจากยางธรรมชาติมีสมบัติเชิงกลที่ดี โดยที่ไม่ต้องเติมสารตัวเติมเสริมแรงเพราะสามารถตกผลึกได้เมื่อถูกดึงยืด (Strain-induced crystallization) อย่างไรก็ตามในการใช้งานด้านวิศวกรรมส่วนใหญ่ การเติมสารตัวเติมเสริมแรงก็จะช่วยปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติให้ดีขึ้น สารตัวเติมเสริมแรง คือ สารตัวเติมที่เติมลงในยางเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกล โดยเฉพาะค่ามอดุลัส ความทนทานการดึงยืด ความทนทานการฉีกขาดและความต้านทานการขัดถู ตัวอย่างที่สำคัญของสารตัวเติมเสริมแรงคือ ซิลิกา โดยเฉพาะอย่างยิ่งในผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสีลื่น ซิลิกาเป็นสารตัวเติมที่มีประสิทธิภาพในการเสริมแรงแก่ยางได้ดีเนื่องจากมีขนาดอนุภาคที่เล็กจึงทำให้มีพื้นที่ที่จะเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมสูง [1,2] อย่างไรก็ตามการเติมสารตัวเติมในยางไม่ได้มีเพื่อการเสริมแรงแต่เพียงอย่างเดียว การลดต้นทุนการผลิตก็เป็นปัจจัยสำคัญที่ควรคำนึงถึง จึงทำให้มีหลายงานวิจัยให้ความสนใจในการหาซิลิกาจากแหล่งต่างๆ เพื่อมาทดแทนซิลิกาเกรดการค้าในอุตสาหกรรมยาง เช่น การนำเถ้าลอยมาเสริมแรงในยางชนิดต่างๆ อันได้แก่ ยางธรรมชาติ ยางเอสบียอร์ ระบบยางผสมระหว่างยางธรรมชาติและยางเอสบียอร์ ยางบิวตาไดอีนและยางเอ็นบียอร์ พบว่าในด้านของเวลาการคงรูป การเติมเถ้าลอยทำให้เวลาการคงรูปของยางลดลง เนื่องจากองค์ประกอบของเถ้าลอยมีโลหะออกไซด์ชนิดต่างๆ ที่ทำหน้าที่เป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยาการคงรูป อย่างไรก็ตามสำหรับยางที่มีขั้วสูง เช่น ยางเอ็นบียอร์ พบว่าการเติมเถ้าลอยทำให้เวลาการคงรูปสูงขึ้น เนื่องจากการเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางเอ็นบียอร์กับโลหะออกไซด์ในเถ้าลอย ทำให้หน่วงเวลาการคงรูปของยาง ส่วนในด้านของสมบัติเชิงกล พบว่าการเติมเถ้าลอยที่ปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนจะช่วยเสริมแรงแก่สารประกอบยางได้ดีกว่าการเติมเถ้าลอยที่ไม่ปรับปรุงผิว เนื่องจากการปรับปรุงผิวเถ้าลอยจะทำให้เถ้าลอยมีการยึดเกาะกับเฟสของยางและนำไปสู่การเพิ่มขึ้นของสมบัติเชิงกลโดยรวม [3-7] และจากงานวิจัยของ Thongsang S. และ Sombatsompop N. [8-11] ได้มีการศึกษาสมบัติของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยแบบไม่ปรับปรุงผิวและมีการปรับปรุงผิวเปรียบเทียบกับซิลิกาเกรดการค้า พบว่าสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยแบบไม่ปรับปรุงผิวจะคล้ายกับยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาเกรดการค้าในช่วงปริมาณซิลิกาไม่เกิน 0-30 ส่วนในร้อยส่วนของยาง ที่ปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้นพบว่าสมบัติของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยมีแนวโน้มไม่เปลี่ยนแปลง นั่นคือพฤติกรรมของเถ้าลอยที่ไม่ปรับปรุงผิวจะเป็นเพียงสารเพิ่มเนื้อ แต่เมื่อมีการปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด Si69 ในช่วงปริมาณ 2-4 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าสมบัติเชิงกลโดยรวมของยางธรรมชาติดีขึ้น อย่างไรก็ตาม เถ้าลอยยังคงไม่สามารถเสริมแรงได้สูงมากนักเหมือนกับพรีพิตเทคซิลิกา ในงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดในการนำเถ้าลอยและซิลิกาเกรดการค้ามาเสริมแรงร่วมกัน เพื่อหาสัดส่วนของเถ้าลอยและซิลิกาเกรดการค้าที่เหมาะสมสำหรับยางธรรมชาติโดยศึกษาแบ่งเป็น 2 กรณีคือกรณีที่ไม่มีการปรับปรุงผิวและมีการปรับปรุงผิวซิลิกาเกรดการค้า สมบัติต่างๆ ที่ศึกษาคือ สมบัติด้านการคงรูป และสมบัติเชิงกลต่างๆ

วัตถุประสงค์

1. เพื่อหาสัดส่วนของเถ้าลอยที่สามารถใช้เป็นสารตัวเติมเสริมแรงร่วมกับซิลิกาเกรดการค้าได้อย่างเหมาะสม
2. เพื่อพัฒนาการใช้เถ้าลอยในอุตสาหกรรมยางให้มีประสิทธิภาพมากขึ้น ทำให้ลดต้นทุนการผลิต ลดปริมาณ เถ้าลอยที่เป็นขยะมลพิษจากโรงผลิตกระแสไฟฟ้าในประเทศไทย

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการ

วัตถุดิบ

ยางธรรมชาติ เกรด STR 20 จากบริษัท ศรีเอทีพี โพลีเมอร์ส จำกัด

สารเคมีต่างๆ อันได้แก่ ซิงค์ออกไซด์, กรดสเตียริก, ซัลเฟอร์ ขนาด 325 เมช, พอลิเอทิลีนไกลคอล, Mercaptobenzothiazothiazole (MBT) และ Diphenylguanidine (DPG) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ซีเอ็ม ซี แอดวานซ์ จำกัด และสารคู่ควบไซเลน(Si69) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทเป็นไมเยอร์ เคมีคอล (ที) จำกัด

สารตัวเติม

- ซิลิกาเกรดการค้า เกรด Hi-Sil 233 ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทโตกุยาม่า สยามซิลิกา จำกัด ซึ่งเป็นซิลิกาแบบตกผลึก (Precipitated silica) มีขนาดแอกโกลเมอเรต (Agglomerate) 50-100 ไมครอน ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 20-25 นาโนเมตร
- เถ้าลอยด้านหินลิกไนต์จากโรงไฟฟ้าแม่เมาะ ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท เค เอ็น อาร์ กรุ๊ป จำกัด ซึ่งมีปริมาณซิลิกาเท่ากับ 33.5 %

การปรับปรุงผิวเถ้าลอยและซิลิกา

โดยนำเถ้าลอยที่ผ่านการบดย่อยด้วยเครื่องบดลูกบอลเหล็กและพรีพิตเทตซิลิกา มาปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบไซเลนชนิด Si69 ปริมาณ 2 % โดยน้ำหนัก โดยนำสารคู่ควบไซเลนชนิด Si69 ปริมาณ 2 กรัม ผสมกับเอทานอล 100 มิลลิลิตร กวนให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกันด้วยแท่งแม่เหล็กกวนสาร เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำเถ้าลอย 100 กรัม เติลงในของผสมที่เตรียมไว้ที่ละน้อย แล้วใช้แท่งแก้วกวนอีกประมาณ 15 นาที สำหรับพรีพิตเทตซิลิกาจะใช้วิธีการพ่นสารละลายสารคู่ควบไซเลนชนิด Si69 ที่เตรียมไว้ ฉีดพ่นบนผิวของซิลิกาโดยตรง จากนั้นอบไล่เอทานอลออกให้หมดที่อุณหภูมิ 100 – 110 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง [8]

การเตรียมสารประกอบยาง

การเตรียมสารประกอบยางจะใช้เครื่องบดผสมลูกกลิ้งคู่ (Two roll mill) จากบริษัท ยง ฟง แมชชีนเนอรี จำกัด ประเทศไต้หวัน เริ่มจากการบดย่อยยางก่อนเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นผสมสารเคมียางตามปริมาณและลำดับการเติมตามตารางที่ 2 โดยเติมสารตัวเติมแต่ละตัวที่ละน้อย ผสมต่อไปเป็นเวลา 20 นาที และอีก 5 นาที สุดท้ายผสมซัลเฟอร์ จากนั้นตั้งทิ้งไว้ ณ อุณหภูมิ 25 °C เป็นเวลา 1 วัน แล้วจึงนำไปขึ้นรูปขึ้นทดสอบด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก (Hydraulic press) จากบริษัทแมช กรุ๊ป จำกัด รุ่น MGLP-50AT ประเทศไทย และวัลคาร์โนซ์ สารประกอบยางที่อุณหภูมิ 160 °C ด้วยเวลาที่ได้จากการทดสอบหาเวลาการคงรูป ด้วยเครื่อง Oscillating Disk Rheometer (ODR) จากบริษัท โทเท็ค เทคตัส แมชชีน อินดัสเตรียล จำกัด รุ่น GT70-70-S2 ประเทศไต้หวัน

ตารางที่ 1 ส่วนประกอบของสารประกอบยาง

วัตถุดิบ	ปริมาณ (phr)
ยางธรรมชาติ เกรด STR 20	100
ซิงค์ออกไซด์	5
กรดสเตียริก	2
Mercaptobenzothiazothiazole (MBT)	0.5
Diphenylguanidine (DPG)	0.2
ซิลิกา(ซิลิกาเกรดการค้าและซิลิกาจากเถ้าลอย ¹)	0, 10, 20, 30, 40
พอลิเอทิลีนไกลคอล ²	2
ซัลเฟอร์	3

หมายเหตุ

1. การเติมเถ้าลอยลงในยางจะคิดจากปริมาณซิลิกาที่มีอยู่จริงในเถ้าลอยตามตารางที่ 1 เช่น ปริมาณซิลิกา 10 ส่วนในร้อย ส่วนของยาง จะต้องเติมเถ้าลอยปริมาณ 29.85 กรัม
2. การเติมพอลิเอทิลีนไกลคอลจะเติมเฉพาะสูตรยางที่เติมพรีพิตเทตซิลิกาแบบที่มีการปรับปรุงผิวเท่านั้น

การทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกล

- ทดสอบปริมาณยางบาวด์ เตรียมยางคอมพาวด์เป็นรูปทรงกลมขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 12.7 mm หนา 3 mm ซึ่งน้ำหนักยางคอมพาวด์ก่อนนำไปแช่ในสารละลายโทลูอีนปริมาตร 25 cm³ เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 25 °C จากนั้นกรองและทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้องจนน้ำหนักคงที่ ปริมาณยางบาวด์คือเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของยางที่ไม่ละลายในสารละลายโทลูอีน

$$\% \text{ Bound rubber} = \frac{\text{น้ำหนักยางหลังแช่ในโทลูอีน} - \text{น้ำหนักของสารตัวเติม}}{\text{น้ำหนักยางก่อนแช่ในโทลูอีน} - \text{น้ำหนักของสารตัวเติม}} \times 100$$

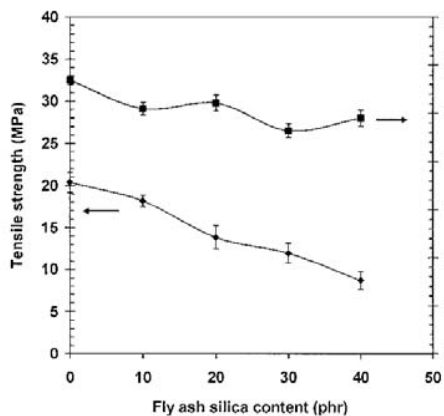
- ทดสอบสมบัติการดึงยืด ตามมาตรฐาน ASTM D412-98 และความทนทานการฉีกขาด ตามมาตรฐาน ASTM D624-00 ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LR 50 K ของบริษัท LLOYD จำกัด ประเทศอังกฤษ โดยใช้ความเร็วในการดึงขึ้นงานทดสอบ 500 มิลลิเมตรต่อนาที

- ทดสอบความต้านทานการขัดถู ตามมาตรฐาน DIN 53516 ด้วยเครื่อง DIN Abrasion Machine บริษัท Hampden test Equipment จำกัด ประเทศอังกฤษ

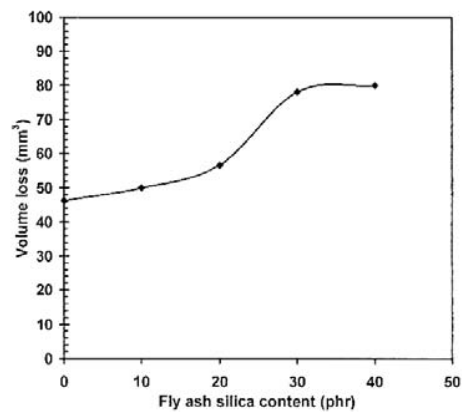
ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

อิทธิพลของปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติเชิงกลของสารประกอบยางธรรมชาติ

สำหรับการศึกษาอิทธิพลปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติ จะใช้เถ้าลอยที่ผ่านการบดย่อยด้วยเครื่องบดลูกบอลเหล็กและคัดขนาดจนมีขนาดน้อยกว่า 38 ไมครอน



รูปที่ 1 แสดงผลของปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่มีต่อความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดของยางธรรมชาติ

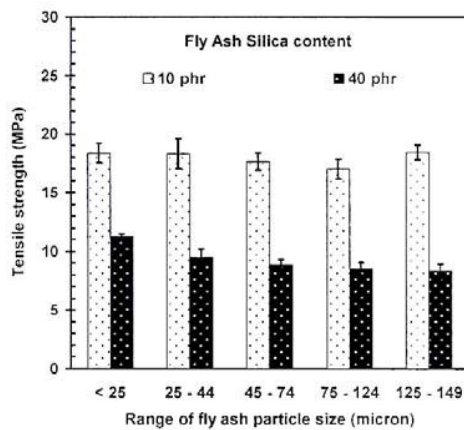


รูปที่ 2 แสดงผลของปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่มีต่อปริมาณการสูญเสียเนื้อยางของยางธรรมชาติ

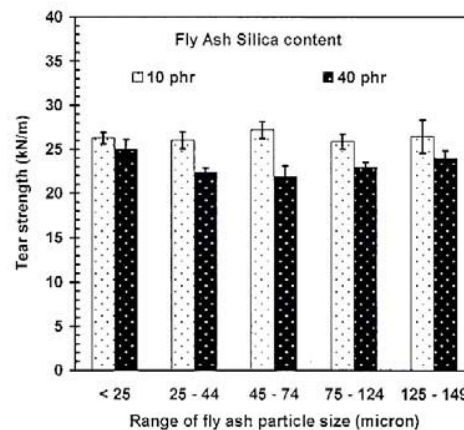
ผลจากการวิจัยพบว่า กรณีความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดของยางธรรมชาติ ดังรูปที่ 1 แสดงผลของปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่มีต่อความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดของยางธรรมชาติ พบว่าเมื่อปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยสูงขึ้นส่งผลให้สมบัติความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดมีแนวโน้มลดลงอย่างต่อเนื่อง ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มขึ้นทำให้อนุภาคของสารตัวเติมอยู่ใกล้ชิดกันมาก จนทำให้อันตรกิริยาระหว่างยางและสารตัวเติมลดลง [3] ส่งผลให้ความแข็งแรงของสารประกอบยางลดลงด้วย สำหรับในรูปที่ 2 แสดงอิทธิพลของปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่มีต่อปริมาณการสูญเสียเนื้อยางของยางธรรมชาติ พบว่าการสูญเสียเนื้อยางเพิ่มขึ้นตามปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่สูงขึ้น เนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างยางและสารตัวเติมลดลง แสดงว่าการเติมเถ้าลอยทำให้ประสิทธิภาพของยางธรรมชาติด้านการต้านการฉีกขาดลดลง

จากผลของสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติข้างต้น ได้ทำการเลือกปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยที่เหมาะสมเพื่อมาศึกษาอิทธิพลของขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติของยางธรรมชาติต่อไป โดยได้เลือกที่ปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง ซึ่งเป็นปริมาณที่มีสมบัติเชิงกลโดยรวมของยางธรรมชาติดีที่สุด (ความทนทานการดึงยึด ความทนทานการฉีกขาด และความต้านทานการขาด) และเลือกที่ปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง ซึ่งเป็นปริมาณที่มีสารตัวเติมสูงสุด โดยพิจารณาในแง่ของเศรษฐศาสตร์และคาดว่าเมื่อขนาดอนุภาคเถ้าลอยเล็กลงและมีการนำไปเสริมแรงร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกาจะทำให้สมบัติของยางธรรมชาติดีขึ้น

อิทธิพลของขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติเชิงกลของสารประกอบยางธรรมชาติ

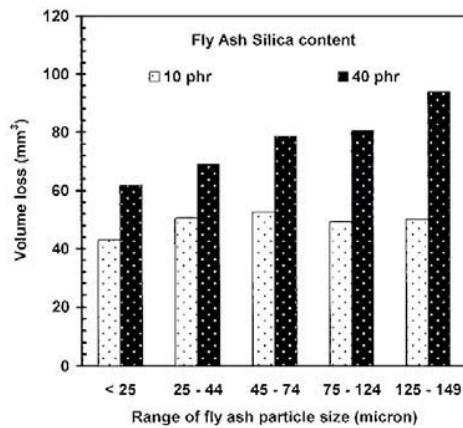


รูปที่ 3 แสดงผลของช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยต่างๆ ที่มีต่อความทนทานแรงดึงของยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง

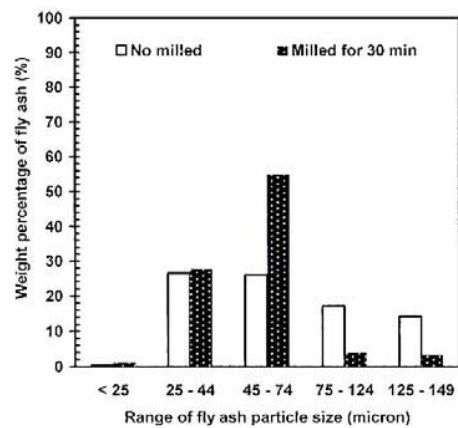


รูปที่ 4 แสดงผลของช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยต่างๆ ที่มีต่อค่าความทนทานการฉีกขาดยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง

กรณีความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาด ดังรูปที่ 3 และ 4 ตามลำดับ แสดงอิทธิพลของผลของช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยต่างๆ ที่มีต่อความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดของยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง พบว่ายางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง อิทธิพลของช่วงขนาดอนุภาคของเถ้าลอยไม่ส่งผลต่อความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดส่วนที่ปริมาณการเติมซิลิกาของเถ้าลอย 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง พบว่ายางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน ให้สมบัติดีที่สุด เนื่องจากสารตัวเติมที่มีขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง ทำให้มีพื้นที่ที่เกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับสารตัวเติมเพิ่มสูงขึ้น [2] ส่วนกรณีค่าปริมาตรการสูญเสียเนื้อยาง ดังรูปที่ 7 แสดงอิทธิพลของช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยต่างๆ ที่มีต่อปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางของยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง พบว่ายางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง อิทธิพลของช่วงขนาดอนุภาคของเถ้าลอยไม่ส่งผลต่อปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางคล้ายกับผลของค่าความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาด ส่วนที่ปริมาณการเติมซิลิกาของเถ้าลอย 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง จะเห็นว่ายางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน จะมีค่าปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางน้อยที่สุด เนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างยางและสารตัวเติมสูง ซึ่งสอดคล้องกับความทนทานการดึงยึดและความทนทานการฉีกขาด ตามที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น แต่อย่างไรก็ตามสำหรับอิทธิพลของช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยถือว่ามีส่วนน้อยมากต่อสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติ ดังจะเห็นได้จากความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดมีแนวโน้มไม่แตกต่างกันมากสำหรับการเติมเถ้าลอยช่วงขนาดอนุภาคต่างๆ ทั้งนี้เนื่องจากการคัดขนาดอนุภาคเถ้าลอย อาจมีเถ้าลอยขนาดอนุภาคเล็กฟุ้งกระจายไปอยู่ในช่วงขนาดอนุภาคใหญ่ๆ ทำให้ช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีขนาดใหญ่มีขนาดอนุภาคเล็กปะปนอยู่ด้วย



รูปที่ 5 แสดงผลของช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยต่างๆ ที่มีต่อค่าปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางของยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง

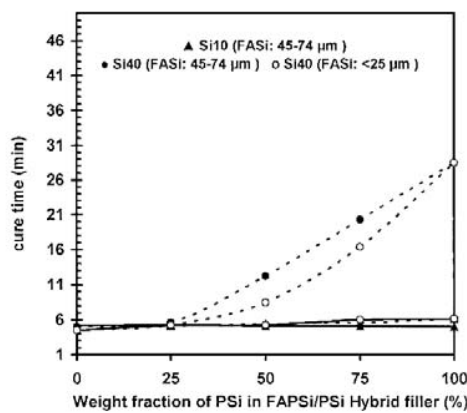


รูปที่ 6 แสดงเปอร์เซ็นต์น้ำหนักในแต่ละช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยก่อนการบดย่อยและหลังการบดย่อย

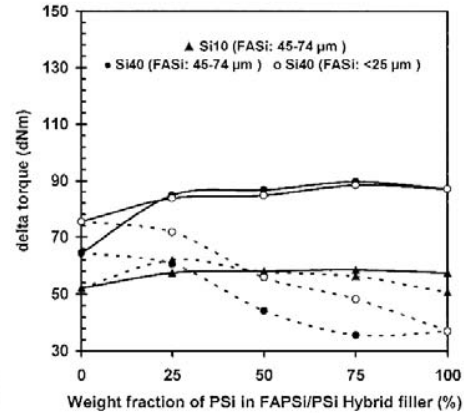
หลังจากการศึกษาค่าปริมาตรของปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติของยางธรรมชาติ ได้มีการวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคเถ้าลอยก่อนการบดย่อยและหลังการบดย่อย ดังในรูปที่ 6 แสดงเปอร์เซ็นต์น้ำหนักในแต่ละช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยก่อนการบดย่อยและหลังการบดย่อย พบว่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคเถ้าลอยจะอยู่ในช่วง 45-74 ไมครอนเป็นส่วนใหญ่ทั้งก่อนการบดย่อยและหลังการบดย่อย

จากการศึกษาค่าปริมาตรของปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีต่อสมบัติเชิงกลต่างกันต่างๆ ได้ทำการเลือกปริมาณซิลิกาของเถ้าลอยและขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่เหมาะสมคือ ที่ปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง ขนาดอนุภาคเถ้าลอยในช่วง 45-74 ไมครอน ซึ่งสอดคล้องกับช่วงขนาดอนุภาคเถ้าลอยที่มีเปอร์เซ็นต์น้ำหนักสูงที่สุด และที่ปริมาณซิลิกาของเถ้าลอย 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง ขนาดอนุภาคเถ้าลอยน้อยกว่า 25 ไมครอน ซึ่งทำให้สมบัติเชิงกลโดยรวมของยางธรรมชาติที่ดีที่สุดและขนาดอนุภาคเถ้าลอยในช่วง 45-74 ไมครอน มาศึกษาสมบัติต่างๆของยางธรรมชาติต่อไปโดยให้มีการเสริมแรงร่วมกับซิลิกาเกรดการคั่วในสัดส่วนต่างๆ

อิทธิพลของปริมาณสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาที่มีต่อสมบัติของสารประกอบยางธรรมชาติ



รูปที่ 7 แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาที่มีต่อผลต่างแรงบิดของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง
(---- ไม่มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกา)
(— มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกา)

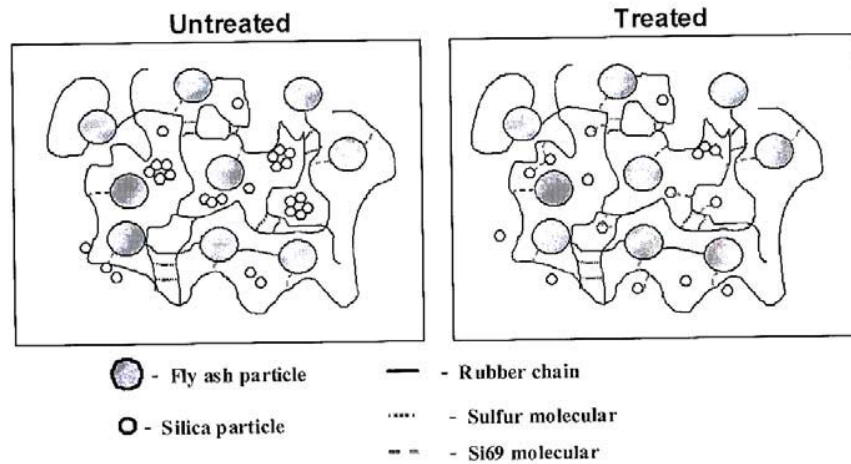


รูปที่ 8 แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาที่มีต่อเวลาการคงรูปของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง
(---- ไม่มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกา)
(— มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกา)

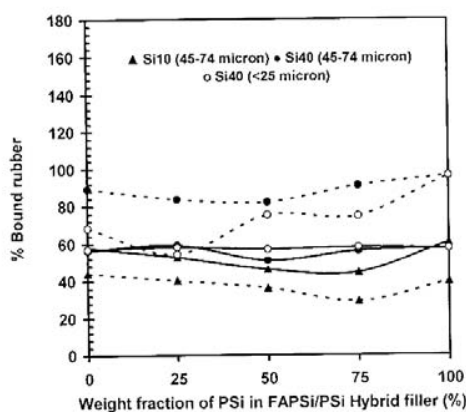
ผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกาที่มีต่อเวลาการคงรูปของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดอนุภาคต่าง ๆ ร่วมกับพรีพิตเทตซิลิกา ดังรูปที่ 7 พบว่าเวลาการคงรูปของยางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาผสม 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง ทั้งกรณีไม่ปรับปรุงผิวและมีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกา ให้ผลที่ไม่แตกต่างกัน และใกล้เคียงกันทุกสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกา ส่วนที่ปริมาณการเติมซิลิกาผสม 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง กรณีที่ไม่ปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกา เวลาการคงรูปมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกาอย่างเด่นชัด เนื่องจากเมื่อสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิวสูงขึ้นทำให้อันตรกิริยาระหว่างสารตัวเติมสูง (Filler-filler interaction) เพราะบนพื้นผิวของซิลิกามีหมู่ไฮดรอกซิล (Si-OH) เป็นจำนวนมาก เมื่อซิลิกามาอยู่รวมกันมักจะสร้างพันธะไฮโดรเจนผ่านหมู่ไฮดรอกซิลดังกล่าว ทำให้เกิดการเกาะกลุ่มกันเองของอนุภาคซิลิกา เกิดเป็นการก่อตัวแบบ coherent gel ซึ่งการก่อตัวของสารตัวเติมเช่นนี้จะทำให้ยางบางส่วนถูกกักเอาไว้ภายในโครงสร้างของซิลิกา ดังกล่าวเสมือนถูกป้องกันไม่ให้เข้าสู่ปฏิบัติการคงรูปได้ง่ายและการที่ตัวเร่งปฏิกิริยาประเภทที่เป็นเบส เช่น DPG ถูกดูดซับบนพื้นผิวของพรีพิตเทตซิลิกา [8,9] ส่งผลให้เวลาการคงรูปของสารประกอบยางสูงขึ้นตามสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกา นอกจากนั้นยังพบว่าเวลาการคงรูปของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสมจากเถ้าลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอนจะมีค่าต่ำกว่าการเติมเถ้าลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอน ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากเถ้าลอยขนาดอนุภาคเล็กสามารถแทรกตัวเข้าไปทำลายโครงสร้างแอกโกเมอร์เรตของพรีพิตเทตซิลิกาได้ ส่งผลให้พรีพิตเทตซิลิกาแตกตัวได้ดี ซึ่งสามารถพิจารณาได้จากผลของปริมาณยางบวสดังรูปที่ 10 เมื่อมีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกาพบว่าเวลาการคงรูปมีค่าลดลงจากเดิมและค่อนข้างใกล้เคียงกันทุกสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกา เนื่องจากเมื่อมีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกากับสารตัวเติม Si69 และมีการเติมฟอสฟอรัสในสารประกอบยาง ทำให้ลดการเกาะกลุ่มกันเองของพรีพิตเทตซิลิกา เนื่องจากสารเคมีทั้งสองช่วยลดอันตรกิริยาระหว่างซิลิกาได้ รวมถึงลดการดูดซับตัวเร่งปฏิกิริยา

การคงรูป และพบว่ากรณีที่มีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา ยางธรรมชาติที่เติมซีลีกาผสมจากถั่วลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอน มีเวลาการคงรูปที่ไม่แตกต่างจากการเติมถั่วลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอน เนื่องจากเมื่อมีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา ทำให้พรีซีพเทตซีลีกาจึงแตกตัวในยางได้ดียิ่งขึ้นแล้ว

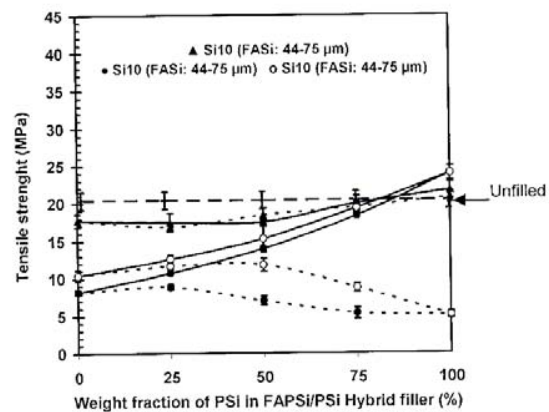
สำหรับผลของปริมาณสัดส่วนพรีซีพเทตซีลีกาที่มีต่อผลต่างแรงบิดของยางธรรมชาติที่เติมถั่วลอยขนาดอนุภาคต่างๆร่วมกับพรีซีพเทตซีลีกา ดังรูปที่ 8 พบว่ายางธรรมชาติที่เติมปริมาณซีลีกาผสม 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง ทำให้ค่าผลต่างแรงบิดมีค่าไม่ต่างกันสำหรับกรณีที่ไม่ปรับปรุงผิวและมีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา ส่วนที่ปริมาณการเติมซีลีกาผสม 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง กรณีไม่ปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา พบว่าผลต่างของแรงบิดมีแนวโน้มลดลงอย่างเด่นชัดเมื่อสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกาสูงขึ้น ค่าผลต่างแรงบิดเป็นค่าที่บ่งบอกถึงความหนาแน่นพันธะข้าม เนื่องจากการเกาะกลุ่มกันเองของพรีซีพเทตซีลีกาที่กล่าวมาแล้วข้างต้น ทำให้มีการกักยางบางส่วนไว้ภายในโครงสร้างเอกโกเมอร์ของซีลีกา ส่งผลให้ยางบางส่วนดังกล่าวเข้าสู่กระบวนการคงรูปได้ยาก จึงทำให้ปริมาณพันธะข้ามลดลงเมื่อสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกาสูงขึ้น และยังพบว่าค่าผลต่างแรงบิดของยางธรรมชาติที่เติมซีลีกาผสมจากถั่วลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอนสูงกว่าการเติมถั่วลอยขนาดอนุภาคในช่วง 44-75 ไมครอนทุกสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา เนื่องจากการเติมซีลีกาผสมจากถั่วลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอนมีส่วนช่วยทำให้พรีซีพเทตซีลีกาแตกตัวในยางได้ดี เมื่อมีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกาพบว่าค่าผลต่างแรงบิดสูงขึ้นตามสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกาซึ่งหมายถึงความหนาแน่นพันธะข้ามของสารประกอบยางสูงขึ้นตามสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา ทั้งนี้เนื่องจากถ้าพิจารณาจากโมเดลของสารประกอบยางที่เติมถั่วลอยร่วมกับพรีซีพเทตซีลีกา ดังรูปที่ 9 แสดงโมเดลของยางธรรมชาติที่เติมถั่วลอยร่วมกับพรีซีพเทตซีลีกาทั้งกรณีที่ไม่มีการปรับปรุงผิวและมีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา แสดงให้เห็นว่ากรณีที่ไม่มีการปรับปรุงพรีซีพเทตซีลีกาจะเกิดการเกาะกลุ่มกันเองของซีลีกาสูง พันธะข้ามที่เกิดขึ้นมี 2 ลักษณะคือ พันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางกับยางโดยมีซัลเฟอร์เป็นสะพานเชื่อมและพันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางกับถั่วลอยโดยมีโมเลกุลสารคู่ควบไซเลนเป็นสะพานเชื่อม ส่วนกรณีที่มีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกาจะสามารถเกิดพันธะข้ามได้ 3 ลักษณะ สำหรับพันธะข้าม 2 ลักษณะแรกจะคล้ายกับกรณีที่ไม่ปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา และจะมีพันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางและพรีซีพเทตซีลีกาโดยมีโมเลกุลของสารคู่ควบไซเลนเป็นสะพานเชื่อมเพิ่มเข้ามาและพรีซีพเทตซีลีกาจะมีการกระจายตัวที่ดี ดังนั้นกรณีที่มีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา ความหนาแน่นพันธะข้ามจึงเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา โดยพิจารณาจากค่าผลต่างแรงบิด



รูปที่ 9 แสดงโมเดลของสารประกอบยางที่เติมเถ้าลอยร่วมกับพรีพิกเทซิลิกาทั้งกรณีที่ไม่มีการปรับปรุงผิวและมีการปรับปรุงผิวพรีพิกเทซิลิกา



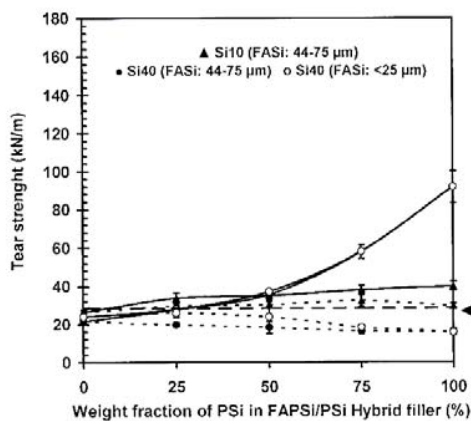
รูปที่ 10 แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิกเทซิลิกาที่มีต่อปริมาณยางบาวด์ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง
(---- ไม่มีการปรับปรุงผิวพรีพิกเทซิลิกา)
(— มีการปรับปรุงผิวพรีพิกเทซิลิกา)



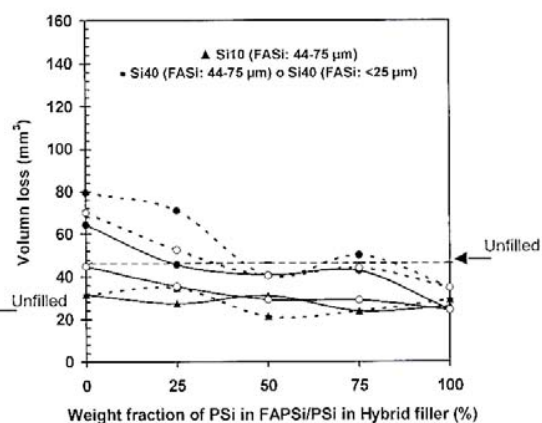
รูปที่ 11 แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิกเทซิลิกาที่มีต่อความทนทานแรงดึงของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยส่วนของยาง
(---- ไม่มีการปรับปรุงผิวพรีพิกเทซิลิกา)
(— มีการปรับปรุงผิวพรีพิกเทซิลิกา)

กรณีปริมาณยางบาวด์ซึ่งเป็นค่าที่บ่งบอกได้ถึงระดับการเกาะกลุ่มกันของสารตัวเติม ดังรูปที่ 10 แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิกเทซิลิกาที่มีต่อปริมาณยางบาวด์ของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดอนุภาคต่างๆร่วมกับพรีพิกเทซิลิกา พบว่ายางธรรมชาติที่เติมซิลิกาผสม 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง กรณีไม่

ปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา พบว่ามีปริมาณยางขาวที่ต่ำกว่ากรณีปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา เนื่องจากยางขาวคือยางที่ไม่สามารถสกัดออกมาได้ด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสม ซึ่งมี 2 ลักษณะคือ ยางที่ถูกกักไว้ภายในโครงสร้างของสารตัวเติมและการเกิดพันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางและซิลิกาโดยมีสารคู่ควบไซเลนเป็นสะพานเชื่อม เนื่องจากหมู่เอทอกซี (Ethoxy group) ในโมเลกุลของสารคู่ควบไซเลนสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ไซลานอลบนผิวของซิลิกาและภายในโครงสร้างของสารคู่ควบไซเลนยังมีหมู่ซัลไฟท์ (Sulfide group) ที่สามารถทำปฏิกิริยากับโมเลกุลยางขณะผสมได้ กรณีเมื่อไม่ปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกายางขาวที่เกิดขึ้นจะมีแค่ยางที่ถูกกักไว้ภายในโครงสร้างของสารตัวเติมเท่านั้น ส่วนกรณีเมื่อมีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกายางขาวที่เกิดขึ้นจะมีทั้งยางที่ถูกกักไว้ภายในโครงสร้างของสารตัวเติมและพันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางและซิลิกาโดยมีสารคู่ควบไซเลนเป็นสะพานเชื่อม [12] สำหรับที่ปริมาณการเติมซิลิกาผสม 40 ส่วนในร้อยละของยาง พบว่ากรณีที่ไม่มี การปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกาจะมีปริมาณยางขาวที่มากกว่ากรณีที่มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา เนื่องจากกรณีที่ไม่มี การปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา ซิลิกาจะมีการเกาะกลุ่มกันสูงทำให้มียางที่ถูกกักไว้ภายในโครงสร้าง แอ็กโกเมตเรตของซิลิกามีจำนวนมาก ประกอบกับการปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกาในงานนี้ยังถือว่าใช้ปริมาณ สารคู่ควบไซเลนน้อยในการปรับปรุงผิว โอกาสในการเกิดยางขาวลักษณะแบบที่ยางถูกกักไว้ภายในโครงสร้าง ของสารตัวเติมจึงสูงและมีมากกว่าลักษณะการเกิดพันธะข้ามระหว่างโมเลกุลยางและซิลิกา สำหรับด้านอิทธิพล ของขนาดอนุภาคเถ้าลอยพบว่าทั้งกรณีไม่ปรับปรุงผิวและปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา ยางธรรมชาติที่เติมซิลิกา ผสมจากเถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอนมีส่วนช่วยลดการเกาะกลุ่มของพรีพิตเทคซิลิกาได้



รูปที่ 12 แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิตเทคซิลิกาที่มีต่อความทนทานการฉีกขาดของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยละของยาง (---- ไม่มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา) (— มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา)



รูปที่ 13 แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิตเทคซิลิกาที่มีต่อปริมาณการสูญเสียเนื้อยางของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาของเถ้าลอยในปริมาณ 10 และ 40 ส่วนในร้อยละของยาง (---- ไม่มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา) (— มีการปรับปรุงผิวพรีพิตเทคซิลิกา)

ในกรณีของสมบัติเชิงกลด้านความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาด ดังรูปที่ 11 และ 12 ตามลำดับ แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีพิตเทคซิลิกาที่มีต่อความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดของยางธรรมชาติที่เติมเถ้าลอยขนาดอนุภาคต่าง ๆ ร่วมกับพรีพิตเทคซิลิกา พบว่ายางธรรมชาติที่เติมปริมาณซิลิกาผสม 10 ส่วนในร้อยละของยาง มีความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดไม่ต่างกันสำหรับกรณีที่

ไม่ปรับปรุงผิวและมีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกาและใกล้เคียงกันทุกสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา ส่วนที่ปริมาณการเติมซีลีกาผสม 40 ส่วนในร้อยละของยาง กรณีไม่ปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา พบว่าความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดมีแนวโน้มลดลงเมื่อสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกาสูงขึ้น เนื่องจากความหนาแน่นของพันธะข้ามลดลง ส่วนกรณีปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา พบว่าความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา เนื่องจากความหนาแน่นของพันธะข้ามเพิ่มขึ้น และพบว่าปริมาณการเติมซีลีกาผสมจากถั่วลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอนให้ค่าความทนทานแรงดึงและความทนทานการฉีกขาดที่ดีกว่าการเติมถั่วลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอน เนื่องจากถั่วลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอนช่วยในเรื่องของการแตกตัวพรีซีพเทตซีลีกา ทำให้สารประกอบยางเกิดพันธะข้ามได้ง่าย ส่งผลให้สารประกอบยางที่เติมซีลีกาผสมจากถั่วลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอนมีความหนาแน่นของพันธะข้ามสูงกว่าการเติมถั่วลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอน อีกทั้งถั่วลอยที่มีขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง จึงทำให้มีพื้นที่ที่จะเกิดแรงกระทำระหว่างยางกับสารตัวเติมเพิ่มสูงขึ้น

สำหรับกรณีปริมาตรการสูญเสียเนื้อยาง ดังรูปที่ 13 แสดงผลของปริมาณสัดส่วนพรีซีพเทตซีลีกาที่มีต่อปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางของยางธรรมชาติที่เติมถั่วลอยขนาดอนุภาคต่าง ๆ ร่วมกับพรีซีพเทตซีลีกา พบว่ายางธรรมชาติที่เติมปริมาณซีลีกาผสม 10 ส่วนในร้อยละของยาง มีปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางไม่ต่างกันสำหรับกรณีที่ไม่ปรับปรุงผิวและมีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกาและใกล้เคียงกันทุกสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา ส่วนที่ปริมาณการเติมซีลีกาผสม 40 ส่วนในร้อยละของยาง กรณีไม่ปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา พบว่าปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางลดลงตามสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกาที่สูงขึ้นอย่างชัดเจน เนื่องจากความหนาแน่นของพันธะข้ามลดลง ส่วนกรณีปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา พบว่าปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางต่ำกว่ากรณีไม่ปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา เนื่องจากความหนาแน่นของพันธะข้ามสูงกว่า และพบว่าปริมาตรการสูญเสียเนื้อยางมีค่าใกล้เคียงกันทุกสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา ด้านอิทธิพลของขนาดอนุภาคถั่วลอยพบว่า การเติมถั่วลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอนช่วยในเรื่องของการแตกตัวพรีซีพเทตซีลีกา ทำให้สารประกอบยางเกิดพันธะข้ามได้ง่าย ส่งผลให้สารประกอบยางที่เติมซีลีกาผสมจากถั่วลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน มีความหนาแน่นของพันธะข้ามสูงกว่าการเติมถั่วลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45-74 ไมครอน อีกทั้งถั่วลอยที่มีขนาดเล็กจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง จึงทำให้มีพื้นที่ที่จะเกิดแรงกระทำระหว่างยางกับสารตัวเติมเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับความทนทานการดึงยึดและความทนทานการฉีกขาด ตามที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น

บทสรุป

สารประกอบยางธรรมชาติที่เติมถั่วลอย ด้านอิทธิพลของปริมาณซีลีกาของถั่วลอย พบว่า ความทนทานต่อแรงดึง ความทนทานการฉีกขาดและความต้านทานการขัดถู ลดลงตามปริมาณซีลีกาของถั่วลอย ส่วนอิทธิพลของขนาดอนุภาคของถั่วลอย พบว่าที่ปริมาณซีลีกาของถั่วลอย 10 ส่วนในร้อยละของยาง จะไม่เห็นความแตกต่างของสมบัติเชิงกลโดยรวม ส่วนที่ปริมาณซีลีกาของถั่วลอย 40 ส่วนในร้อยละของยาง พบว่าถั่วลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอน ให้ค่าความทนทานแรงดึงความทนทานการฉีกขาดและความต้านทานการขัดถูสูงที่สุด

สารประกอบยางธรรมชาติที่เติมถั่วลอยร่วมกับพรีซีพเทตซีลีกา ด้านเวลาการคงรูป พบว่าที่ซีลีกาผสม 10 ส่วนในร้อยละของยาง ทั้งกรณีที่ไม่ปรับปรุงผิวและปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกาจะมีเวลาการคงรูปที่ไม่แตกต่างกันและใกล้เคียงกันทุกสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา ส่วนที่ซีลีกาผสม 40 ส่วนในร้อยละของยาง ในกรณีที่ไม่ปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา พบว่าทั้งกรณีของเวลาการคงรูปมีค่าเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา เมื่อมีการปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา พบว่าทำให้เวลาการคงรูปของยางลดลงและใกล้เคียงกันทุกสัดส่วนของพรีซีพเทตซีลีกา ส่วนด้านสมบัติเชิงกลของสารประกอบยาง พบว่าที่ซีลีกาผสม 10 ส่วนในร้อยละของยาง ทั้งกรณีที่ไม่ปรับปรุงผิวและปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกาจะมีสมบัติที่ไม่แตกต่างกัน ส่วนที่ซีลีกาผสม 40 ส่วนในร้อยละของยาง กรณีที่ไม่ปรับปรุงผิวพรีซีพเทตซีลีกา พบว่าสมบัติเชิงกลต่าง ๆ มีแนวโน้มลดลง เนื่องจาก

ความหนาแน่นพันธะข้ามที่ลดลง เมื่อปรับปรุงผิวพรีพิตเทตซิลิกา พบว่าทำให้สมบัติเชิงกลเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของพรีพิตเทตซิลิกา เนื่องจากความหนาแน่นพันธะข้ามที่เพิ่มขึ้น และการใช้เถ้าลอยขนาดอนุภาคน้อยกว่า 25 ไมครอน ในระบบซิลิกาผสมพบว่าให้สมบัติต่าง ๆ ที่ดีกว่าการใช้เถ้าลอยขนาดอนุภาคในช่วง 45- 74 ไมครอน

เอกสารอ้างอิง

1. พงษ์ธร แซ่ฮุย ,2548, ยาง: ชนิด สมบัติ และการใช้งาน, ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (เอ็มเทค), พิมพ์ครั้งที่ 2, หน้า 11-15.
2. พงษ์ธร แซ่ฮุย, 2548, สารเคมียาง, ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (เอ็มเทค), พิมพ์ครั้งที่ 2, หน้า 70-74.
3. เอกชัย วิมลมาลา, ชีระศักดิ์ หมากรินและณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, 2549, “การศึกษาวัสดุเชิงประกอบระหว่างยางเอสบียาร์ที่มีเถ้าลอยเป็นสารเติมแต่งโดยใช้สารคู่ควบไซเลนชนิด Si69 สำหรับปรับปรุงผิวเถ้าลอย”, วารสารวิจัยและพัฒนา มจร, ปีที่29, ฉบับที่ 3 หน้า 353-373.
4. ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, เอกชัย วิมลมาลา และชีระศักดิ์ หมากริน, 2551, “อิทธิพลของการปรับปรุงผิวเถ้าลอยด้วยSi69 และการบ่มเร่งด้วยความร้อนที่มีต่อสมบัติของยางผสมระหว่างยางธรรมชาติและยางเอสบียาร์”,การประชุมวิชาการวิจัยยางพารา, วันที่ 15 พฤษภาคม,โรงแรมมิราเคิล แกรนด์, กรุงเทพฯ, หน้า 205-212.
5. Sombatsompop N., Wimalmala E., Markpin T., 2007, “Fly Ash Particles and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers. II. Effect of Silica Content and Si69-Treatment in Natural Rubber/Styrene-Butadiene Rubber Vulcanizates”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 104, pp.3396-3405.
6. Sombatsompop N., Wimalmala E., Sirisinha C., 2008, “Fly Ash Particles and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers. III. Cure Characteristics and Mechanical and Oil-Resistance Properties of A crylonitrile-Butadiene Rubber” , **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 110, pp.2877-2883.
7. Nabil A., Bhimrao D., Hundiware U., Kapadi R., 2004, “Studies on the Effect of Titanate Coupling Agent (2.0%) on the Mechanical Properties of Fly ash-Filled Polybutadiene Rubber”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 93, pp.1293-1298.
8. ศิรินทร ทองแสง, ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, 2550, “การเสริมแรงยางธรรมชาติด้วยเถ้าลอยจากแหล่งต่างภายในประเทศ” , วารสารสุนารี, ปีที่ 14, ฉบับที่1, หน้า 77-89.
9. Sombatsompop N., Thongsang S., Markpin T., Wimalmala E., 2004, “Fly Ash Particles and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers. I. Untreated Fillers in Natural Rubber and Styrene-Butadiene Rubber Compound”, **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 93, pp.2119-2130.
10. Thongsang S. and Sombatsompop N., 2005, “Effect of filler surface Treatment on properties of fly ahs/NR blends” , **The Society of Plastics Engineers**, Vol. 51, pp. 2248-2252.
11. Thongsang S. and Sombatsompop N., 2006, “Effect of NaOH and Si69 Treatments on the Properties of Fly Ash Filled NR Composites”, **Polymer Composites**, Vol. 27, No. 1, pp. 30-40.
12. Choi S., 2001, “Influence of the Silica Content on Rheological Behaviour and Cure Characteristics of Silica filled Styrene-Butadienen Rubber Compound ”, **Polymer International**, Vol. 50, pp. 525-530.

13. Costa H., Visconte R., Nunes C., Furtado C., 2002, " Mechanical and Dynamic Mechanical Properties of Rice Husk Ash-Filled Natural Rubber Compound ", **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 83, pp.2332-2346.

ผลงานตีพิมพ์ในการประชุมระดับนานาชาติ

Thongsang S, Vorakhan W, Wimolmala E & Sombatsompop N (2011) Dynamic Mechanical Analysis and Tribological Properties of Fly Ash/Precipitated Silica Hybrid Filled-NR Composites - **Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX**: 14-17 January 2011, The University of Auckland, Auckland, New Zealand, pp. 264-275.

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

**Dynamic Mechanical Analysis and Tribological Properties of
Fly Ash/Precipitated Silica Hybrid Filled-NR Composites**

S. Thongsang

Department of Tool and Materials Engineering, Faculty of Engineering,
King Mongkut's University of Technology Thonburi (KMUTT),
126 Pracha-u-tid Rd., Bangmod, Toongkru, Bangkok 10140, Thailand

W. Vorakhan, E. Wimolmala and N. Sombatsompop

Polymer PROCESSING and Flow (P-PROF) Group,
Division of Materials Technology, School of Energy, Environment and Materials
King Mongkut's University of Technology Thonburi (KMUTT),
126 Pracha-u-tid Rd., Bangmod, Toongkru, Bangkok 10140, Thailand

Abstract

This work involved dynamic mechanical analysis (DMA) and tribological properties of natural rubber (NR) filled with silica hybrid filler, the silica fillers including fly ash silica (FASi) and precipitated silica (PSi). The silica contents to be filled into the NR compound were 10 and 40 parts per hundred of rubber (phr). The weight fraction FASi:PSi ratio used were 100:0, 75:25, 50:50, 25:75 and 0:100. The effect of particle size of fly ash particles was also of interest. The coefficient of frictions, specific wear rates, and wear morphology of the rubber composites were determined using Ball-on-Disc tribometer and scanning electron microscopy (SEM). The rubber-filler interaction was assessed through DMA. The results suggested that the reinforcement in this silica hybrid were obvious at the silica content of 40 phr. The mechanical properties of the FASi/PSi-filled NR vulcanizates were improved with increasing PSi fraction. There was also evidence from a decrease in $\tan \delta_{\max}$ and increase in T_g that some interaction between rubber and fillers in the silica hybrid-filled NR compounds. The rubber composites filled with small fly ash particles had greater overall mechanical properties than those with large particles. Weight fraction of 75% PSi was recommended for the optimum mechanical properties and wear resistance of FASi/PSi-filled NR vulcanizates.

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

Introduction

Natural rubber (NR) compounds have a wide range of applications, such as footwear, mat, tires, seals, etc. Generally, silica is used as reinforcing filler in non-black rubber products to improve the mechanical properties, particularly tensile strength, tear resistance, abrasion resistance, and hardness. Many attempts [1-6] have been made to use silica from natural resources, i.e. rice husk ash and fly ash, as an alternative reinforcing filler in natural rubber because of cost savings, good mechanical properties (if properly used), better dimensional stability, and environmental issues. Most articles have suggested that the white and black rice husk ash have a high silica content (ca. 90–95%), they could, in combination with a silane coupling agent, be used to replace the silica in rubber compounds. The curing rate and mechanical properties of the rice husk ash-filled rubber compounds are improved due to additional crosslinking and better filler dispersion in the matrix phase [1-3]. Thongsang et al. [4-6] found that fly ash and precipitated silica showed different reinforcing effects on NR compounds. However, the Si69-treated fly ash showed better tensile modulus and elastic properties than Si69-treated precipitated silica. Filler dispersion is an important parameter in controlling the mechanical properties of silica-filled rubber compounds.

Rubbers are known as viscoelastic materials exhibiting both elastic and damping behavior. One method which has been used to evaluate the viscoelastic behavior is dynamic mechanical analysis (DMA). This is particularly useful for identifying the molecular mechanisms of polymer materials, reinforcement, and filler dispersion in polymer composite systems [7-8]. Thongsang et al. [7] indicated that the treatment of the fly ash and precipitated silica fillers with Si69 coupling agent was hardly beneficial to the dispersion of the fillers in the rubber and rubber viscosity. The storage and loss moduli, and $\tan \delta$ were marginally improved over a certain temperature range. Wang et al. [8] found that the silica containing fillers of carbon-silica dual phase, measured by the strain dependence of the elastic modulus, gave significantly higher adsorption energies than conventional silica and carbon black.

The relative motion between rubber surface and contacting substances is a topic of considerable practical importance. It has been recognized that tribological properties of rubber can be tailored upon request. Felhös et al. [9] and Karger-Kocsis et al. [10] found that the coefficient of friction (COF) and specific wear rate of EPDM rubbers were reduced with increasing carbon black. However, the COF and wear parameters strongly depended on the related test configuration.

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

Kaushik et al. [11] reviewed abrasion of rubber. During abrasion, ridge formation takes place on the rubber surface, which is indicative of the mechanism of wear.

The present work investigated dynamic mechanical analysis and tribological properties of NR filled with fly ash silica (FASi) and precipitated silica (PSi). The silica contents to be filled into the NR compound ranged from 10 to 40 parts per hundred of rubber (phr). The weight fraction FASi:PSi ratio used were 100:0, 75:25, 50:50, 25:75 and 0:100. The effect of particle size of fly ash particles was also of interest.

Experimental

Raw materials

Rubber and compounding ingredients

The raw rubber used in this study was natural rubber grade STR20 supplied by Creative Polymers Co.,Ltd. (Bangkok, Thailand). The formulation of the natural rubber (NR) compounds was as follows: 100 phr rubber, 5.0 phr zinc oxide (ZnO), 2.0 phr stearic acid, 0.5 phr mercaptobenzthiazole (MBT), 0.2 phr diphenylguanidine (DPG), and 3.0 phr sulfur. Polyethylene glycol was added at 2 phr for precipitated silica systems.

Silica Hybrid Fillers

The silica hybrid fillers were the mixture of fly ash silica (FASi) and precipitated silica (PSi). The FASi particles were supplied by MaeMoh Power Station of KNR Group Co., Ltd. (Lampang, Thailand). The silica content in the fly ash particles used in this study was approximately 33%. The required silica content for FASi added to the rubber compounds had to be calculated with the information on the fly ash chemical compositions. The fly ash particle size of less than 25 micron and 45-74 micron were studied. The precipitated silica was Hi-Sil 233-S supplied by Tokuyama Siam Silica Co., Ltd. (Bangkok, Thailand) and had a pH of 6.8, a bulk density of 0.235 g/cm³, and a surface area of 128 m²/g. The silica contents to be filled into the NR compounds were 10 and 40 phr. The weight fraction FASi:PSi ratio used were 100:0, 75:25, 50:50, 25:75 and 0:100.

Surface Treatment by Si69 Coupling Agent

Bis(3-triethoxysilylpropyl)tetrasulfane (designated as Si69), [(C₂H₅O)₃-Si-(CH₂)₃-S₄-(CH₂)₃-Si-(C₂H₅O)₃], supplied by Behn Meyer Chemical (T) Co., Ltd. (Bangkok, Thailand) was used as a chemical coupling agent. In this work, the Si69 was utilized

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

for surface treatments of the FASi and PSi at 2.0 wt%. The surface treatment procedure was commenced by mixing 2.0 g of Si69 with 100 mL of ethanol, and then stirring for 30 min. 100 g of FASi or PSi were then added to the solution with a further 15 min stirring in order to ensure a uniform distribution of the coupling agent on the FASi and PSi surfaces. The treated FASi and PSi were then dried at 100°C for 12hrs in an oven until a constant weight was achieved.

Sample Preparation

The rubber sample preparation involved mastication, compounding, and molding processes. In the mastication step, the natural rubber was masticated on a laboratory two-roll mill (Yong Fong Machinery Co., Ltd., Samutsakon, Thailand) for 5 min and was then mixed with a specified content of treated fly ash for another 10 min. In the compounding step, the rubber and filler were compounded with prepared vulcanization chemicals on the two-roll mill for another 15 min, and the compounds were then kept at 25°C at 50% humidity before further use. The resultant rubber compound was then compression-molded to a 90% cure using a hydraulic press (Model MGLP-50AT, Mach Group Co., Ltd., Samutprakarn, Thailand) at 150 kg/cm², using 160°C cure temperature, in order to give vulcanized rubber. The cure time used for any individual compound was pre-determined by an oscillating disk rheometer (ODR) before conducting the vulcanization process.

Characterizations

Cure Characterizations

Cure time and delta torque values of the rubber compounds were measured with an oscillating die rheometer (Model ODR GT 7070, GOTECH Testing Machine, Taiwan) at a test temperature of 160°C.

Mechanical Properties

Tensile properties (modulus at 300% elongation, tensile strength, and elongation at break) of the rubber vulcanizates were tested according to ASTM D 412–98a (2002) with use of dumbbell-shaped samples, the tests being carried out using a universal testing machine (Model LR 50 K, LLOYD Instrument Ltd, England). Tear strength was determined according to ASTM D 624–00 (2007) using angle-shaped samples and a LLOYD tear strength testing machine. Both tensile and tear properties used a testing speed of 500 mm/min. A hardness durometer (Shore A Model 475, PTC instruments, MA, USA) was used for hardness tests, the test conditions being in accordance with ASTM D 2240–97 (1997). The abrasive resistance was evaluated with a standard test according to DIN 53516 and performed on a DIN abrader (Hampden Test Equipment, Ltd., Northants, UK).

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

Dynamic Mechanical Analysis (DMA)

The dynamic mechanical properties of the silica-filled NR compounds were determined using dynamic mechanical analyzer (Model DMA242, NETZSCH-Gerätebau GmbH, Selb, Germany). DMA measured the mechanical modulus and damping properties of the rubbers filled with FASi/PSi hybrid fillers. The test samples were rectangular in shape, 60mm long, 10mm wide and 2.5mm thick. Thermal scanning was performed between -80 to 20°C, with a heating rate of 5°C/min. A sinusoidal strain with a frequency of 1 Hz and amplitude of 50 µm was applied to the specimen. The storage and loss moduli, tan δ, and glass transition temperature (T_g) of the rubber vulcanizates were subsequently measured from these tests.

Tribological properties

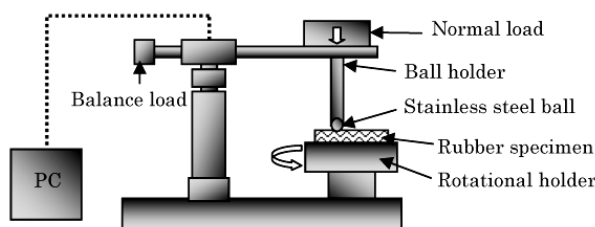


Figure 1. Tribological set-up ball-on-disc test.

Tribological set-up consisted of a ball-on-disc configuration, as shown in Figure 1, using a CSM tribometer (Peseux, Switzerland), with a stainless steel ball (diameter: 6 mm, R_a : 0.0046 µm) sliding over a rubber specimen along a circular path of 7.26 mm diameter. The specimen rotated against the stainless ball with the constant linear speed of 10 cm/s for a sliding distance of 250 mm under the normal load 2 N. The tribometer was equipped with a multi-channel electronic PC measurement unit for data acquisition. Measuring simultaneously both normal and the friction force components during the tests of coefficient of friction values were calculated and monitored during the test. The specific wear rate (W_s) was calculated by:

$$W_s = \frac{\Delta m}{\rho FL} \quad \text{Eq. 1}$$

Where Δm is the mass loss, ρ the density of cured rubber, F the normal force, and L is the overall sliding distance.

Morphological Studies

Morphology of worn surface was studied using a SEM machine (JSM-6380LV, JEOL Ltd., Akishima-Shi, Japan) at 15 kV accelerating voltage. The experimental procedure can be obtained elsewhere.

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

Results and discussion

Cure characteristics of FASi/PSi-filled NR compounds

Table 1. The cure time (t_{90}) and torque difference of the FASi/PSi-filled NR vulcanizates with varying weight fraction of PSi.

Cure Properties	Silica content (phr)	FASi particle size (μm)	Weight fraction of PSi (%)				
			0	25	50	75	100
Cure time: t_{90} (min:sec)	10	45-74	5:17	5:24	5:11	5:09	5:03
	40	<25	4:52	5:18	5:26	6:02	6:17
		45-74	5:06	5:22	5:28	6:13	6:17
Delta torque (dN·m)	10	45-74	52.13	57.49	58.10	58.64	57.49
	40	<25	75.52	83.73	84.74	88.47	87.11
		45-74	64.34	84.74	86.71	89.62	87.11

Table 1 shows the t_{90} cure time and torque difference for NR compounds filled with various weight fraction of precipitated silica (PSi) in fly ash silica (FASi) and precipitated silica hybrid filler. It was found that the PSi fraction had no effect on the cure time of the silica hybrid-filled NR compounds at low silica loading. The cure time was approximately 5 min. For high silica loading, the cure time of NR compounds appeared to slightly increase with PSi fraction. Delta torque is the difference between the maximum and minimum torques obtained from the ODR rheograph which indicated the formation of crosslinks and rubber-filler interaction in the vulcanizates. It seems that the incorporation of PSi had a significant effect on the delta torque. It was also interesting that the delta torque for NR vulcanizates filled with FASi particle size of less than 25 micron was greater than that with FASi particle size of 45-74 micron, which was probably caused by the higher surface area giving the higher rubber-filler interaction in the rubber vulcanizates.

Mechanical properties of FASi/PSi-filled NR vulcanizates

Table 2 shows the mechanical properties for NR composites containing different PSi fractions in FASi/PSi hybrid filler. It can be observed that the overall mechanical properties of all silica-filled NR vulcanizates were higher than those of the unfilled vulcanizates, especially at high PSi fraction. The FASi/PSi-filled NR composites filled with small FASi particles had greater mechanical properties than those with large particles at any given PSi fractions. The change in mechanical properties of the rubber composites was corresponded with that in delta torque results, which was referred to as crosslink density and rubber-filler interaction. This involved the continual deformation in the FASi/PSi-filled NR compounds.

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

Table 2. The mechanical properties of unfilled and FASi/PSi-filled NR vulcanizates with different PSi weight fraction.

Properties	Unfilled	Silica content (phr)	FASi particle size (μm)	Weight fraction of PSi (%)				
				0	25	50	75	100
Modulus at 300% Elongation (MPa)	2.36 ±0.17	10	45-74	2.40 ±0.10	2.57 ±0.18	2.51 ±0.13	3.01 ±0.32	3.29 ±0.14
		40	<25	5.51 ±0.80	6.44 ±0.10	6.80 ±0.20	6.25 ±0.08	5.86 ±0.07
			45-74	4.06 ±0.16	4.40 ±0.05	5.51 ±0.14	5.87 ±0.14	5.86 ±0.08
Tensile strength (MPa)	20.39 ±1.19	10	45-74	17.74 ±0.88	17.51 ±1.20	17.50 ±0.32	19.93 ±1.04	21.72 ±1.07
		40	<25	10.43 ±0.73	12.62 ±0.50	15.28 ±1.65	19.36 ±0.41	23.97 ±0.97
			45-74	8.21 ±0.38	10.74 ±0.14	13.95 ±0.51	18.29 ±0.45	23.97 ±0.97
Elongation at break (%)	827.82 ±23.45	10	45-74	816.82 ±14.43	776.15 ±14.93	761.15 ±3.42	794.76 ±10.94	868.97 ±28.94
		40	<25	527.72 ±22.14	507.53 ±8.39	556.93 ±13.97	629.04 ±21.95	711.07 ±9.03
			45-74	515.68 ±16.32	547.57 ±14.83	552.49 ±7.31	633.24 ±6.43	711.07 ±9.03
Tear strength (MPa)	28.39 ±0.45	10	45-74	26.26 ±1.12	33.75 ±2.99	35.00 ±2.55	38.13 ±2.09	39.95 ±2.24
		40	<25	24.16 ±1.89	26.55 ±1.17	31.85 ±1.96	59.84 ±5.69	91.74 ±8.36
			45-74	21.54 ±1.03	30.20 ±1.81	35.58 ±1.92	57.88 ±3.48	91.74 ±8.36
Hardness shore A	42.50 ±0.21	10	45-74	45.50 ±0.55	41.33 ±0.26	42.16 ±0.29	42.33 ±0.26	41.33 ±0.26
		40	<25	59.00 ±2.04	60.42 ±0.58	60.16 ±1.47	63.67 ±0.81	63.10 ±0.65
			45-74	58.50 ±0.63	57.50 ±0.7	56.50 ±0.7	62.80 ±0.38	63.10 ±0.65
Volume loss (mm ³)	46.29 ±0.20	10	45-74	49.60 ±2.48	39.40 ±1.97	39.80 ±1.99	33.80 ±1.69	22.00 ±1.10
		40	<25	65.10 ±3.26	46.60 ±2.33	44.20 ±2.21	33.40 ±1.67	30.00 ±1.50
			45-74	78.60 ±3.93	58.20 ±2.91	43.40 ±2.17	37.40 ±1.87	30.00 ±1.50

Dynamic mechanical analysis

The variations in viscoelastic properties, which are usually expressed by storage and loss moduli and $\tan \delta$, with temperature for the unfilled and the FASi/PSi-filled NR compounds with different silica loadings are given in Figure 2. It can be seen that $\tan \delta$ showed a peak around temperatures between -44 to 39 °C, this being known as a glass transition temperature (T_g). The results from DMA can be summarized in terms of T_g and $\tan \delta_{\max}$ of NR compounds listed in the Table 3. Usually, the reinforcement of rubber caused by the rubber-filler interaction can be indicated by either decreasing $\tan \delta_{\max}$ or increasing T_g . The results suggest that there was some reinforcement in the FASi/PSi-filled NR compounds, especially at

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

high silica loadings; indicated by higher T_g and lower $\tan \delta_{\max}$ as compared to the unfilled NR vulcanizates. The results involved a reduction in energy loss or viscous behavior at interface region of fillers and rubber matrix [7]. The T_g of the FASi/PSi-filled NR vulcanizates was unaffected by the addition of PSi, while the change of $\tan \delta_{\max}$ was dependent on the level of silica loading. It can be observed that the incorporation PSi had a small effect on $\tan \delta_{\max}$ value of NR compounds filled with low silica content. This was not the case for high silica content; the intensity of $\tan \delta_{\max}$ decreased with increasing PSi weight fraction, which corresponded very well to the mechanical properties results as shown earlier.

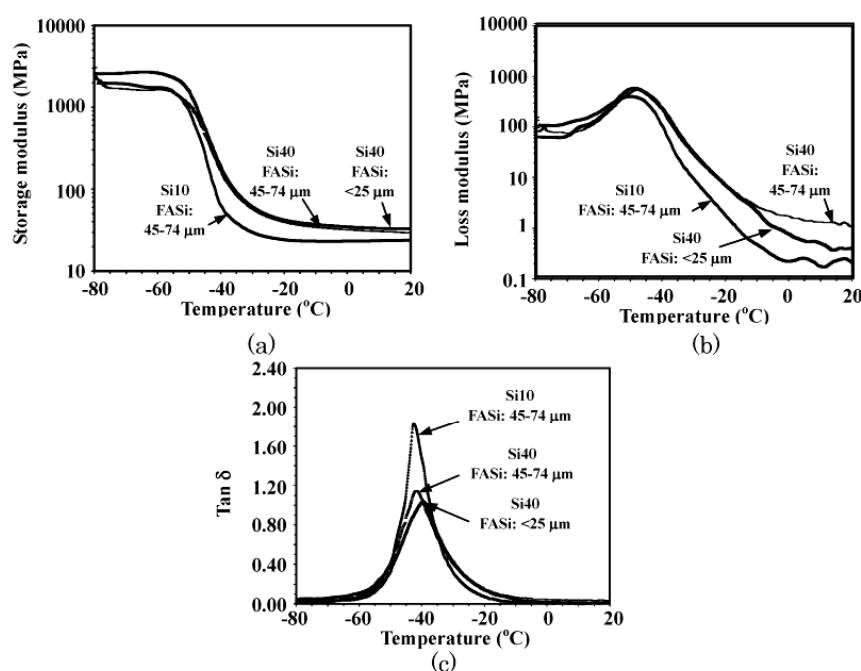


Figure 2. Storage modulus VS. temperature (a), loss modulus VS. Temperature (b) $\tan \delta$ VS. Temperature (c) traces of NR vulcanizates filled with 75% of PSi weight fraction in FASi/PSi hybrid filler.

Table 3. $\tan \delta_{\max}$ and T_g values of unfilled NR and FASi/PSi-filled NR composites.

Properties	Unfilled	Silica content (phr)	FASi particle size (μm)	Weight fraction of PSi (%)				
				0	25	50	75	100
T_g (°C from $\tan \delta_{\max}$)	-44.3	10	45-74	-41	-41.7	-43.1	-42.5	-40.4
		40	<25	-41.5	-40.8	-42.3	-39.6	-39.8
			45-74	-40.7	-39.2	-41.4	-41.8	-39.8
$\tan \delta_{\max}$	1.78	10	45-74	1.52	1.95	2.03	1.84	1.95
		40	<25	1.78	1.62	1.49	1.03	0.95
			45-74	1.72	1.76	1.56	1.15	0.95

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

Tribological properties

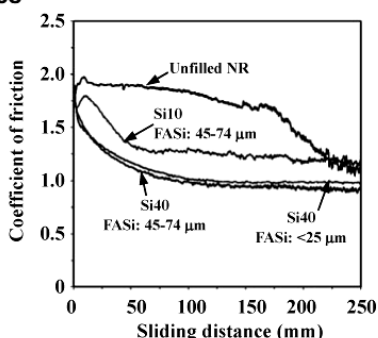


Figure 3. Change of the coefficient of friction (COF) during the ball-on-disc tests for the unfilled and the FASi/PSi-filled NR composite having 50% of PSi weight fraction.

Figure 3 illustrates the changes in the coefficient of friction (COF) of the unfilled and the FASi/PSi-filled NR compounds as a function of sliding distance. It can be seen that the initial COF value measured was very high owing to the formation of wear track by ploughing of the stainless steel ball that penetrates into the rubber to change the contact geometry. One can observe a decrease in the COF value prior to its leveling off (reaching a steady-state friction value) since the real contact area was decreasing in the sliding process. There was a significant difference in the COF behavior between the unfilled and the filled rubber vulcanizates. The COF-drop region of unfilled NR compound seemed to be the longest; the COF-drop region was shorter with higher silica loading. This was expected since the rubber initially removed and then fully formed the wear track due to the different real contact area relating to hardness of rubber compounds as given in Table 2. The greater the hardness value, the lower the real contact area and the deformation of the composites under the same applied load. Therefore, the high hardness value of the filled NR compounds with high silica content had a low real contact area concerned an ease for wear track formation on rubber surface.

The friction and wear were associated with a steady-state COF. The steady-state behavior for COF value, after around 225 m, is summarized in Figure 4. The friction force between rubber and hard surface has two contributions commonly described as the adhesion and hysteric component, respectively [12]. The friction force of rubber composite is expressed by the relationship: $F = F_{adh} + F_{hyst}$, where F_{adh} is adhesion force, and F_{hyst} is hysteric force. In this paper, part of the friction coefficient were obtained from the adhesion F_{adh} between the NR composites surface and the stainless steel ball relating to the hardness of rubber compounds,

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

leading to the real contact area formation. The higher hardness value the lower adhesion force. The other contribution was due to the friction force F_{hyst} from the internal friction of the rubber composites directly associated with elastic properties of rubber composites (i.e., elongation at break) [13]. It was found that the COF of the FASi/PSi-filled NR composites with high silica content were lower than that with low silica content due to low adhesion and hysteric force. The COF value increased with increasing PSi fraction both silica loading of 10 and 40 phr because of an increase in hysteric force of rubber composites, whereas the adhesion force of composites were resembled. The particle size of fly ash had also a significant effect on the COF. It can be observed that the COF of the FASi/PSi-filled NR composites with small fly ash particle were greater than those with large particles due to a higher hysteric force of rubber composites, whereas the adhesion force of composites were resembled.

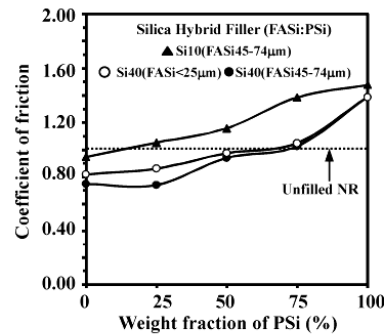


Figure 4. Steady-state COFs for the FASi/PSi-filled NR vulcanizates at various weight fraction of PSi.

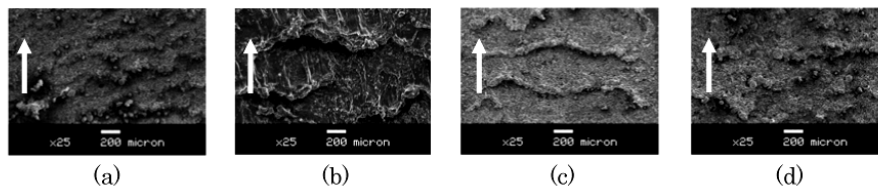


Figure 5. SEM micrographs of worn surface of the FASi/PSi-filled NR compounds with silica content of 40 phr. The arrow indicates the sliding direction.

- (a) 0% of PSi (100% of FASi) (b) 100% of PSi
(c) 50% of PSi (FASi <25µm) (d) 50% of PSi (FASi 45-74µm)

Figure 5 illustrates SEM micrographs of the FASi/PSi-filled NR compounds. It can be seen that it had small ridges formation or torn tongues which became easily fragmented for silica hybrid-filled NR composites with 0% of PSi fraction (cf. Figure 5a), the reasons being associated with low tensile and tear strength, and low

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

elongation at break. In contrast, the silica hybrid-filled NR composites with 100% of PSi fraction had stiff roll formation or wavy pattern (cf. Figure 5b). This could be reasoned by the continuous phase and high elongation, leading to the compressed rubber surface in front of the contact area undergoing a buckling which produced detachment waves which propagate from the front-end to the back-end of the contact area, called Schallamach waves [12]. It seemed that the high elongation of filled NR compounds with small fly ash particle showed more evident roll formation than that with large particle size (cf. Figure 5c and 5d). The kind of rubber formation on worn surface may be another reason for the different COF values of NR compounds.

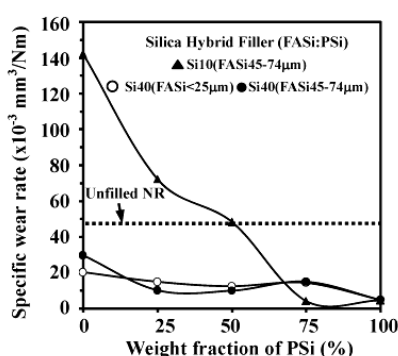


Figure 6. Specific wear rate as a function of PSi weight fraction for the FASi/PSi-filled NR composites.

Figure 6 shows the specific wear rate as a function of PSi weight fraction for the FASi/PSi-filled NR composites. The results are reported in terms of the specific wear rate of the vulcanizates; the greater the specific wear rate, the lower the wear resistance. It was found that for the FASi/PSi-filled NR vulcanizates at low silica content, wear resistance sharply increased with increasing PSi fraction. The NR composites filled with high silica content had higher wear resistance than those of rubber vulcanizates with low silica content. The wear resistance of NR compounds increased with incorporation of PSi.

Conclusions

In this work, the dynamic mechanical analysis and tribological properties of FASi/PSi-filled NR composites were studied by varying the silica content, fly ash particle size and weight fraction of PSi in hybrid filler. The results indicated that the rubber-filler interaction and the reinforcement in this silica hybrid were obvious at the silica content of 40 phr. The mechanical properties of the

Processing and Fabrication of Advanced Materials XIX

FASi/PSi-filled NR vulcanizates were improved with increasing PSi fraction. There was a reinforcement in the silica hybrid-filled NR compounds by a decrease in $\tan \delta_{\max}$ and increase in T_g . The rubber composites filled with small FASi particles (<25 micron) had greater overall mechanical properties than those with large particles (45-74 micron) at any given PSi fractions. The weight fraction of PSi was 75% for optimum mechanical properties and wear resistance of FASi/PSi-filled NR vulcanizates.

Acknowledgments

The authors would like to thank the Commission on Higher Education and the Thailand Research Fund (MRG5280045 and RTA5280008) for financial support throughout this research work.

References

1. H. Ismail, M. Nasaruddin and H.D. Rozman, Eur. Polym. J., 35, 1429-1437 (1999)
2. H.M. Da Costa, L.L.Y. Visconte, R.C.B. Nunes and C.R.G. Furtado, J. Appl. Polym. Sci., 87, 1405-1413 (2003)
3. H.M. Da Costa, L.L.Y. Visconte, R.C.B. Nunes and C.R.G. Furtado, J. Appl. Polym. Sci., 90, 1519-1531 (2003)
4. N. Sombatsompop, S. Thongsang, T. Markpin and E. Wimolmala, J. Appl. Polym. Sci., 93, 2119-2130 (2004)
5. S. Thongsang and N. Sombatsompop, Polym. Compos., 27, 30-40 (2006)
6. S. Thongsang and N. Sombatsompop, J. Macromol. Sci. Part B: Phys., 46, 825-840 (2007)
7. S. Thongsang, N. Sombatsompop and A. Ansarifard, Polym. Adv. Technol., 19, 1296-1304 (2008)
8. M.-J. Wang, Y. Kutsovsky, P. Zhang, G. Mehos, L.J. Murphy and K. Mahmud, Functional Tire Fillers 2001, Fort Lauderdale:Florida (2001)
9. D. Felhös and J. Karger-Kocsis, Tribol. Int., 41, 404-415 (2008)
10. J. Karger-Kocsis, A. Mousa, Z. Major, N. Békési, Wear, 264, 359-367 (2008)
11. P. Kaushik, D. Tanya, R. Rajasekar, K.P. Samir and K.D. Chapal, J. Appl. Polym. Sci., 111, 348-357 (2009)
12. B.N.J. Persson, J. Chem. Phys., 115, 3840-3861 (2001)
13. X. Huang, N. Tian, T. Wang and Q. Xue, J. Appl. Polym. Sci., 106, 2565-2570 (2007)

ผลงานตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

Thongsang S, Vorakhan W, Wimolmala E & Sombatsompop N (2011) Dynamic Mechanical Analysis and Tribological Properties for NR Vulcanizates with Fly Ash/Precipitated Silica Hybrid Filler – **Tribology International**: (Submitted).

*Manuscript

[Click here to view linked References](#)

**Dynamic Mechanical Analysis and Tribological Properties for NR
Vulcanizates with Fly Ash/Precipitated Silica Hybrid Filler^{*}**

**Sirinthorn Thongsang^{a,*}, Weeraya Vorakhan^b, Ekachai Wimolmala^b,
Narongrit Sombatsompop^b**

^a*Department of Tool and Materials Engineering, Faculty of Engineering,
King Mongkut's University of Technology Thonburi (KMUTT),
Bangkok 10140, Thailand*

^b*Polymer PROcessing and Flow (P-PROF) Group,
School of Energy, Environment and Materials,
King Mongkut's University of Technology Thonburi (KMUTT),
Bangkok 10140, Thailand*

^{*}*Part of this work was presented at the 19 International Symposium on Processing and
Fabrication of Advanced Materials (PFAMXIX), Auckland, New Zealand, 14th to 17th January
2011.*

** Corresponding author at: Department of Tool and Materials Engineering, Faculty of
Engineering, King Mongkut's University of Technology Thonburi (KMUTT),
Bangkok 10140, Thailand. Tel.: +6624709205 Fax.: +6628729080.
E-mail address: Sirinthorn.tho@kmutt.ac.th (S. Thongsang).*

Abstract

This work involved dynamic mechanical analysis and tribological properties of natural rubber (NR) filled with fly ash silica (FASi) and precipitated silica (PSi). The weight fraction of FASi:PSi used were 100:0, 75:25, 50:50, 25:75 and 0:100. The friction and wear of the rubbers were determined using Ball-on-Disc tribometer. The mechanical properties of the FASi/PSi-filled NR compounds were improved with increasing PSi fraction, resulting in a decrease in $\tan \delta_{\max}$. The 75% PSi fraction was recommended for the optimum mechanical properties and wear resistances for FASi/PSi-filled NR vulcanizates. However, the coefficient of friction increased with increasing PSi fraction.

Keywords: Natural rubber; Fly ash; Silica; Wear.

1. Introduction

Natural rubber (NR) compounds have a wide range of applications, such as footwear, mat, tires, seals, etc. Generally, silica is used as reinforcing filler in non-black rubber products to improve the mechanical properties, particularly tensile strength, tear resistance, abrasion resistance, and hardness. Many attempts [1-6] have been made to use silica from natural resources, i.e. rice husk ash and fly ash, as an alternative reinforcing filler in natural rubber because of cost savings, good mechanical properties (if properly used), better dimensional stability, and environmental issues. Most articles have suggested that the white and black rice husk ash have a high total silica content (ca. 90–95%), they could, in combination with a silane coupling agent, be used to replace the silica in rubber compounds. The curing rate and mechanical properties of the rice husk ash-filled rubber compounds are improved due to additional crosslinking and better filler dispersion in the matrix phase [1-3]. Thongsang et al. [4-6] found that fly ash and precipitated silica showed different reinforcing effects on NR compounds. However, the Si69-treated fly ash showed better tensile modulus and elastic properties than Si69-treated precipitated silica. Filler dispersion is a parameter in controlling the mechanical properties of silica-filled rubber compounds and also plays an important role in reinforcement [7-8].

Rubbers are known as viscoelastic materials exhibiting both elastic and damping behavior. One method which has been used to evaluate the viscoelastic behavior is dynamic mechanical analysis (DMA). This is particularly useful for identifying the molecular mechanisms of polymer materials, reinforcement, and filler dispersion in polymer composite systems [7, 9]. Thongsang et al. [7] indicated that the treatment of the fly ash and precipitated silica fillers with Si69 coupling agent was

1 hardly beneficial to the dispersion of the fillers in the rubber and rubber viscosity. The
2
3 storage and loss moduli, and $\tan \delta$ were marginally improved over a certain
4
5 temperature range. Jacob et al. [9] reported that the storage modulus increased with
6
7 fiber loading in NR composites because of the reinforcement imparted by the fibers,
8
9 leading to a strong and stiff interface. The incorporation of fibers decreased the
10
11 damping characteristics of the composites as the fibers acted as barriers to the free
12
13 movement of the macromolecular chains.
14
15

16
17 The relative motion between rubber surface and contacting substance is a
18
19 topic of considerable practical importance. It has been recognized that tribological
20
21 properties of rubber can be tailored upon request. Felhös et al. [10] and Karger-
22
23 Kocsis et al. [11] found that the coefficient of friction (COF) and specific wear rate of
24
25 EPDM rubbers were reduced with increasing carbon black. However, the COF and
26
27 wear parameters strongly depended on the related test configuration. Huang et al.
28
29 [12] suggested that the friction and wear of NBR/PVC was lower than that of NBR
30
31 without PVC because of the inferior elastic properties and the lesser deformation
32
33 under the applied load of composites with PVC resulted in hysteric force and
34
35 adhesion force decrease. Khan et al. [13] investigated that EPDM–PTFE
36
37 micropowder blends filled with MP1200 having a solid granular structure, showed
38
39 poor tensile strength and elongation at break but significantly improved tribological
40
41 properties. It attained both the lowest steady-state friction coefficient and specific
42
43 wear rate, essentially due to the highest hardness value. Nayak et al. [14] reviewed
44
45 abrasion of rubber. During abrasion, ridge formation takes place on the rubber
46
47 surface, which is indicative of the mechanism of wear.
48
49
50

51 Previous work [4-7] indicated that the fly ash particles could be used as
52
53 alternating reinforcing filler in NR compounds. In this article, we were interested in
54
55 using silica from fly ash as co-reinforcing filler with precipitated silica in natural
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

1 rubber for tribological applications such as rollers, seal, footwear etc. The natural
2
3 rubber composites filled with fly ash silica (FASi) and precipitated silica (PSi) were
4
5 investigated through cure characteristics, mechanical properties, a dynamic
6
7 mechanical analysis and tribological properties. The total silica contents filled into
8
9 the NR compound ranged from 10 to 40 parts per hundred of rubber (phr). The
10
11 weight fraction FASi:PSi ratio used were 100:0, 75:25, 50:50, 25:75 and 0:100. The
12
13 effect of particle size of fly ash particles was also of interest.
14
15
16
17
18

19 **2. Experimental**

20 *2.1. Raw materials*

21 *2.1.1. Rubber and compounding ingredients*

22
23 The raw rubber used in this study was natural rubber grade STR20 supplied
24
25 by Creative Polymers Co.,Ltd. (Bangkok, Thailand). The formulation of the natural
26
27 rubber (NR) compounds was as follows: 100 phr rubber, 5.0 phr zinc oxide (ZnO),
28
29 2.0 phr stearic acid, 0.5 phr mercaptobenzthiazole (MBT), 0.2 phr diphenylguanidine
30
31 (DPG), and 3.0 phr sulfur. Polyethylene glycol was added at 2 phr for precipitated
32
33 silica systems.
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45

46 *2.1.2. Silica Hybrid Filler*

47
48 The silica hybrid filler in this work was referred to as the mixture of fly ash
49
50 silica (FASi) and precipitated silica (PSi). The FASi particles were supplied by
51
52 MaeMoh Power Station of KNR Group Co., Ltd. (Lampang, Thailand). An X-ray
53
54 Fluorescence Spectrometer (XRF Model MESA-500W, Horiba, Germany) was used
55
56 for analyzing the chemical compositions of the fly ash particles. It was found that the
57
58
59
60
61
62
63
64
65

major component of FASi was silicon dioxide as 33%. The required total silica content for FASi added to the rubber compounds had to be calculated with the information on the fly ash chemical compositions. The fly ash particle size of less than 25 micron and 45-74 micron were studied. The precipitated silica was Hi-Sil 233-S supplied by Tokuyama Siam Silica Co., Ltd. (Bangkok, Thailand) and had a pH of 6.8, a bulk density of 0.235 g/cm³, and a surface area of 128 m²/g. The total silica contents filled into the NR compounds were 10 and 40 phr for low and high total silica loadings. The weight fraction FASi:PSi ratio used were 100:0, 75:25, 50:50, 25:75 and 0:100.

2.1.3. Surface Treatment by Si69 Coupling Agent

Bis(3-triethoxysilylpropyl)tetrasulfane (designated as Si69), [(C₂H₅O)₃-Si-(CH₂)₃-S₄-(CH₂)₃-Si-(C₂H₅O)₃], supplied by Behn Meyer Chemical (T) Co., Ltd. (Bangkok, Thailand) was used as a chemical coupling agent. In this work, the Si69 was utilized for surface treatments of the FASi and PSi at 2.0 wt%. The surface treatment procedure was commenced by mixing 2.0 g of Si69 with 100 mL of ethanol, and then stirring for 30 min. 100 g of FASi or PSi were then added to the solution with a further 15 min stirring in order to ensure a uniform distribution of the coupling agent on the FASi and PSi surfaces. The treated FASi and PSi were then dried at 100°C for 12hrs in an oven until a constant weight was achieved.

2.2. Sample Preparation

The rubber sample preparation involved mastication, compounding, and molding processes. In the mastication step, the natural rubber was masticated on a laboratory two-roll mill (Yong Fong Machinery Co., Ltd., Samutsakon, Thailand) for 5 min and was then mixed with a specified content of treated fly ash for another 10

1 min. In the compounding step, the rubber and filler were compounded with prepared
2 vulcanization chemicals on the two-roll mill for another 15 min, and the compounds
3 were then kept at 25°C at 50% humidity before further use. The resultant rubber
4 compound was then compression-molded to a 90% cure using a hydraulic press
5 (Model MGLP-50AT, Mach Group Co., Ltd., Samutprakarn, Thailand) at 150 kg/cm²,
6 using 160°C cure temperature, in order to give vulcanized rubber. The cure time
7 used for any individual compound was pre-determined by an oscillating disk
8 rheometer (ODR) before conducting the vulcanization process.
9

10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20 21 *2.3. Characterizations*

22 23 24 25 *2.3.1. Cure Characterizations*

26
27 Cure time and delta torque values of the rubber compounds were measured
28 using an oscillating die rheometer (Model ODR GT 7070, GOTECH Testing Machine,
29 Taiwan) at a test temperature of 160°C.
30
31
32
33
34
35

36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 *2.3.2. Mechanical Properties*

Tensile properties (modulus at 300% elongation, tensile strength, and elongation at break) of the NR vulcanizates were tested according to ASTM D 412–98a (2002) with use of dumbbell-shaped samples, the tests being carried out using a universal testing machine (Model LR 50 K, LLOYD Instrument Ltd, England). Tear strength was determined according to ASTM D 624–00 (2007) using angle-shaped samples and a LLOYD tear strength testing machine. Both tensile and tear properties used a testing speed of 500 mm/min. A hardness durometer (Shore A Model 475, PTC instruments, MA, USA) was used for hardness tests, the test conditions being in accordance with ASTM D 2240–97 (1997). The abrasive resistance was evaluated with a standard test according to DIN 53516 and

performed on a DIN abrader (Hampden Test Equipment, Ltd., Northants, UK).

2.3.3. *Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*

The dynamic mechanical properties of the silica-filled NR compounds were determined using dynamic mechanical analyzer (Model DMA242, NETZSCH-Gerätebau GmbH, Selb, Germany). DMA measured the mechanical modulus and damping properties of the rubbers filled with FASi/PSi hybrid fillers. The test samples were rectangular in shape, 60mm long, 10mm wide and 2.5mm thick. The dual-cantilever mode of deformation was used under a test temperature range of -80 to 20°C, with a heating rate of 5°C/min. A sinusoidal strain with a frequency of 1 Hz and amplitude of 50 μm was applied to the specimen. The storage and loss moduli, $\tan \delta$, and glass transition temperature (T_g) of the rubber vulcanizates were subsequently measured from these tests.

2.3.4. *Tribological properties*

Tribological set-up consisted of a ball-on-disc configuration as shown in Fig. 1, using a CSM tribometer (Peseux, Switzerland), with a stainless steel ball (diameter: 6 mm, R_a : 0.0046 μm) sliding over a rubber specimen along a circular path of 7.26 mm diameter. The specimen rotated against the stainless ball with the constant linear speed of 10 cm/s for a sliding distance of 250 mm under the normal load 2 N. The tribometer was equipped with a multi-channel electronic PC measurement unit for data acquisition. Measuring simultaneously both normal and the friction force components during the tests of coefficient of friction values were calculated as the ratio of frictional force to normal force, and monitored during the test. The specific wear rate (W_s) was calculated using Eq. (1) [15].

$$W_s = \frac{\Delta V}{F_N L} \quad (1)$$

Where ΔV is the volume loss, F_N the normal load, and L is the overall sliding distance.

2.3.5. Morphological Studies

Morphologies of worn surfaces were studied using a SEM machine (JSM-6380LV, JEOL Ltd., Akishima-Shi, Japan) at 15 kV accelerating voltage. The experimental procedure can be obtained elsewhere [4].

3. Results and discussions

3.1. Cure characteristics of FASi/PSi-filled NR compounds

Table 1 shows the t_{c90} cure time and torque difference for NR compounds filled with various weight fractions of precipitated silica (PSi) in the hybrid filler of fly ash silica (FASi) and precipitated silica. It was found that the PSi fraction had no effect on the cure time of the silica hybrid-filled NR compounds at low total silica loading (10 phr). The cure time ranged 5:03-5:24 min. For high total silica loading (40 phr), the cure time of NR compounds appeared to increase with PSi fraction. This can be explained by the precipitated silica has acidity on filler surface, and interact with basic accelerators causing delay vulcanization reaction [16-17]. In this work, the polyethylene glycol and Si69 were utilized as dispersing agent and coupling agent, respectively, in order to reduce interference effect on cure process. The compounds filled with high PSi fraction may be remained the acidity in the rubber compounds, thus involving a little effect on the changes in cure time. The cure time did not appear to change with different FASi particle sizes in FASi/PSi-filled NR compounds. Delta

torque is the difference between the maximum and minimum torques obtained from the ODR rheograph which indicated the rigidity of overall composites, as a result of the filler content, crosslink density and rubber-filler interactions in the vulcanizates [17-20]. Therefore, the delta torque values of NR compounds filled with high total silica content were higher than those with low total silica content. It seems that the incorporation of PSi had a significant effect on the delta torque which increased with PSi content due to the PSi particle were much smaller in size than the FASi ones, suggesting that the larger surface area for the filler to interact with the rubber molecules was greater [21-22]. It was also observed that the increase in delta torque indicated an improvement the rubber-filler interaction in the rubber compounds filled with small FASi particle size, this occurred for the case of 0% PSi fraction in FASi/PSi-filled NR composites. For silica hybrid-filled rubber vulcanizates with addition PSi, the FASi particle size was unaffected on the delta torque.

3.2. Mechanical properties of FASi/PSi-filled NR vulcanizates

Table 2 shows the mechanical properties for NR composites containing different PSi fractions in FASi/PSi hybrid filler. It was found that the modulus for NR compounds filled with total silica content of 40 phr were higher than those with 10 phr. It can be seen that the modulus of FASi/PSi-filled NR vulcanizates increased with PSi fraction. The change in modulus of rubber vulcanizates was corresponded with delta torque results, which were referred to as the crosslink density and rubber-filler interactions as mentioned above. It can be observed that the silica hybrid-filled NR compounds filled with small FASi particle size had greater modulus than those with large particles for any given PSi fraction, as a result of the greater in the interaction between the larger FASi surface area and rubber molecules. The tensile

1 strength and elongation at break of vulcanizates filled with high total silica content
2 were lower than those with low total silica content since a less continuous rubber
3 phase gave rise to low interfacial adhesion between the filler and the rubber matrix
4
5 [4]. The FASi/PSi-filled NR vulcanizates showed a progressive increase in tensile
6
7 strength and elongation at break with increasing PSi fraction because of the
8 enhancement in the interactions between rubber molecules and a large PSi surface
9 area, this being more pronounced in the continuity of rubber phases and the
10 continual deformation of the rubber composites. This would also be the reason for
11 the improvement in the tensile strength and elongation at break of FASi/PSi-filled NR
12 composites filled with small FASi particle size. Similar behavior was also observed
13 for changes in tear strength, as one would expect.
14
15

16 A hardness value is defined as the resistance that rubber surface offers
17 against penetration by indenter, relating to the surface deformation of the rubbers. It
18 can be seen that the changing trends of the hardness for the FASi/PSi-filled NR
19 composites were similar to that of modulus. This should be discussed in terms of
20 rigidities of overall composites by the crosslink formation and rubber-filler
21 interactions. The volume loss results referred to the abrasion wear resistance of
22 rubber compounds; the greater the volume loss was, the lower the abrasive
23 resistance was. Abrasion wear is caused by hard asperities cutting the rubber
24 surface [23]. In general, the abrasion wear mechanism depends on the hardness
25 value and reinforcement of the rubber composites which are the parameters in
26 governing the amount of materials removal [24-25]. The abrasion cloth used in this
27 work was very rough, and had sharp asperities, which involved the rubber cutting in
28 the major wear mechanism. The wear resistance should be more dependent on
29 reinforcing properties of rubber composite, as related to the crosslink density and
30 rubber-filler interactions. Therefore, the abrasion wear resistance results
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

corresponded very well to the tensile and tear properties.

3.3. Dynamic mechanical analysis

Dynamic mechanical analysis (DMA) is useful for investigation of the viscoelastic behavior of the rubber compounds. The reinforcing effect of FASi/PSi-filled NR compounds shown above was also confirmed by DMA technique [26]. An example of the variations in viscoelastic properties, which are usually expressed by storage and loss moduli and $\tan \delta$, with temperature for the NR vulcanizates filled with 75% PSi fraction in FASi/PSi hybrid filler at total silica content of 10 and 40 phr as shown in Fig. 2.

Fig.2 (a) demonstrates the storage modulus-temperature curve of the silica hybrid-filled rubber vulcanizates. Storage modulus is a measure of the maximum energy, stored in the material during one cycle of oscillation. This provides valuable insight into the stiffness of the rubbers, representing elastic nature of material [9]. In general, there are three states in the polymer materials (glassy region, glass transition region, and rubbery region). In the glassy region, the movement of chain segment is mostly “frozen” and tight packing, so the material is prone to store more energy, resulting in a high storage modulus [27]. As temperature increases, the components become more mobile and lose their close packing arrangement, leading to the decrease of storage modulus in the glass transition region is very noticeable. As a result in the rubbery region, there is no significant change in storage modulus, this can be ascribed to a highly entangled state of the rubber macromolecules [26]. It can be seen that NR compounds filled with 40 phr of total silica loading were higher values of storage modulus rather than those with 10 phr, this behavior being more pronounced in the rubbery region. This could be explained by a higher stiffness of

the rubbers and the hydrodynamic effect associated with the strong interaction between silica and rubber molecules [19]. In addition, NR compounds filled with small FASi particles possessed higher storage modulus than those with large particles due to more surface area, resulting in the formation of more rubber-filler interactions [9].

Fig. 2 (b) illustrates the loss modulus-temperature curve of the FASi/PSi-filled rubber composites, relating to energy lost to friction as heat and internal motions reflecting viscous behavior [28]. It was found that there was noticeable more heat dissipation for NR composites filled with high total silica loading, as shown by an increase in the loss modulus. The loss modulus peaks of NR compounds filled with 40 phr of total silica content became broader than that with 10 phr because of hindering the molecular motion [9]. An interesting observation is the reduction of the loss modulus for FASi/PSi-filled NR composites with smaller FASi particle size, involving a reduction in energy dissipated.

The ratio of loss modulus to storage modulus is referred to as internal damping or the loss tangent ($\tan \delta$), as indicated to the dynamic behavior of silica hybrid-filled rubber composites. Generally, the major contribution due to composite damping is due to (a) nature of matrix and filler (b) nature of interphase (c) frictional damping due to slip in the unbound regions between filler and matrix interface or delaminations (d) damping due to energy dissipation in the area of matrix cracks and broken fillers [9]. The damping peak occurs in the glass transition region, as associated with the movement of small groups and molecular chains within the rubbers. Therefore, the higher of damping peak, greater is the degree of molecular mobility [29]. The $\tan \delta$ VS. temperature curve of the FASi/PSi-filled rubber composites is shown in Fig. 2 (c). It can be seen that the incorporation of the high total silica loading to be filled into the NR vulcanizates decreased the damping

characteristics of the composites by a lower and a broader damping peak. This could be reasoned by the filler acted as barriers to the mobility of rubber chains, which restricted the segment motions of rubbers through the strong interaction between filler and rubber molecular chains, indicating the reinforcing nature of filler with rubbers [19]. Moreover, there was a reduction of damping peak for FASi/PSi-filled NR composites filled with small FASi particle size, hence more improvement in the reinforcing properties. The temperature corresponding to the peak value of $\tan \delta$ is the glass transition temperature (T_g) of the polymers, regarding the conformational mobility of the rubber chains by the rubber-filler interactions [30]. Thus, the glass transition temperature is another value to indicate the reinforcement of rubber [7]. In this work, there was no significant difference in the T_g value between low and high total silica content to be filled into NR composites. The effect of PSi fraction in FASi/PSi-filled NR compounds on DMA results can be summarized in terms of T_g and $\tan \delta_{\max}$ of NR compounds listed in the Table 3. It was observed that the T_g of the FASi/PSi-filled NR vulcanizates was unaffected by the addition of PSi, while the change of $\tan \delta_{\max}$ was dependent on the level of total silica loading. It can be observed that the incorporation of PSi had a small effect on $\tan \delta_{\max}$ value of NR compounds filled with low total silica content. This was not the case for high total silica content; the intensity of $\tan \delta_{\max}$ decreased with increasing PSi fraction, which corresponded very well to the mechanical properties results as shown earlier.

3.4 Tribological properties

The phenomena of friction and wear have been separated into the simplest components such as: (i) interactions of the surfaces, (ii) change in the surfaces, and (iii) failure of the surfaces [31]. The friction behavior in coefficient of friction (COF) for

FASi/PSi-filled NR compounds as a function of sliding distance is illustrated in Fig. 3.

It can be seen that the initial COF value measured was very high owing to the formation of wear track by ploughing of the stainless steel ball that penetrated into the rubber to change the contact geometry. One can observe a decrease in the COF value prior to its leveling off (reaching a steady-state friction value) since the real contact area was decreasing in the sliding process. The friction force between rubber and a hard surface has two contributions which are commonly described as the adhesion and hysteretic components, respectively [32]. The friction force of rubber composite is expressed by the relationship: $F = F_{adh} + F_{hyst}$, where F_{adh} is adhesion force, and F_{hyst} is hysteric force. In this work, COF were obtained from the F_{adh} between the NR composites surface and the stainless steel ball relating to the hardness of rubber compounds, which occurred in the region of the real contact area. The real surface contact increases for a given load, the COF will increase [33]. Hardness value is strongly influenced the adhesion force to form the real contact area. The higher hardness value of rubber vulcanizates can be formed smaller real contact area, thus the adhesion force becomes lower leading to the lower COF [12]. The other contribution was due to the F_{hyst} from the internal friction of the rubber composites. The deformation component of friction produced by such flowing action is called hysteresis [34]. The hysteric force is directly associated with elastic properties or the continuous phase to deformation of the rubber, which correlated with elongation at break and internal damping ($\tan \delta$ value in rubbery region) [12-13]. In this work, the elongation at break of the rubbers would be more pronounced in hysteric force than that for the $\tan \delta$ value in rubbery region.

There was a significant difference in the COF behavior between rubber vulcanizates filled with 10 and 40 phr of total silica loading. The COF-drop region of FASi/PSi-filled NR compounds filled with 40 phr of total silica loading was shorter.

This was expected since the rubber initially removed and then fully formed the wear track due to the different real contact areas relating to hardness of rubber compounds as given in Table 2. The greater the hardness value, the lower the real contact area and the deformation of the composites under the same applied load. This was why the high hardness value of the NR compounds filled with high total silica content had a low real contact area concerned an ease for wear track formation on rubber surface. It can be seen that the COF of the FASi/PSi-filled NR composites with high total silica content were lower than that with low total silica content due to the low adhesion and hysteric forces for a given total silica content resulting in high hardness and low elongation of the rubber composites. Moreover, the particle size of fly ash had also a significant effect on the COF. It can be observed that the COF of the FASi/PSi-filled NR composites filled with small fly ash particle were greater than those with large particles. This was mainly due to the high hysteric force of rubber composites relating to high elongation at break of the rubbers.

The steady-state COF is more important than the initial COF due to the wear in process [33]. The steady-state behavior for COF value in this work were taken after around 225 m and the results are given in Fig. 4. The COF value increased with increasing PSi fraction both total total silica loading of 10 and 40 phr because of an increase in hysteric force of rubber composites, which corresponded well with the elongation at break of the rubbers as shown in Table 2.

Fig. 5 illustrates SEM micrographs worn surfaces of the FASi/PSi-filled NR compounds. It can be seen that the worn surfaces had small ridges or torn tongues which became easily fragmented for silica hybrid-filled NR composites with 0% PSi fraction (Fig. 5a), the reasons being associated with low elongation at break as given in Table 2. In contrast, the silica hybrid-filled NR composites with 100% PSi fraction

1 had stiff roll formation or wavy pattern (Fig. 5b). This may be reasoned by the
2 continuous phase and high elongation, leading to the compressed rubber surface in
3 front of the contact area undergoing a buckling. This produced detachment waves
4 which propagate from the front-end to the back-end of the contact area, this being
5 known as Schallamach waves [35]. The SEM micrographs of worn surface could be
6 supported by the tendency of the COF as a function of PSi fraction in FASi/PSi-filled
7 rubber compounds. It seemed that the NR compounds filled with small fly ash
8 particle size (Fig. 5c) showed more evident roll formation than that with large particle
9 size (Fig. 5d) due to the better continuous phase by the greater rubber-filler
10 interactions. This wear mechanism on rubber surface may be another reason for a
11 high COF in silica hybrid-filled NR vulcanizates filled with small FASi particle size.
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25

26 Fig. 6 shows the specific wear rate as a function of PSi weight fraction for the
27 FASi/PSi-filled NR composites. The greater the specific wear rate, the lower the wear
28 resistance. The wear resistance was associated with hardness value and the
29 reinforcing property. The hardness relates to the real contact area formation in initial
30 wear process; whereas the reinforcing property relates to anti-destruction ability for
31 rubber removal during wear process [36]. The overall wear resistance was improved
32 for NR composites filled with high total silica content, this could be a reasoned by the
33 higher hardness value relating to form a smaller real contact area. The FASi particle
34 size filled into NR composites was not unaffected on the wear resistance.
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49

50 **4. Conclusions**

51 In this work, the dynamic mechanical analysis and tribological properties of
52 FASi/PSi-filled NR composites were studied by varying the total silica contents in
53 FASi/PSi hybrid filler. The results indicated that the rubber-filler interaction and the
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

reinforcement of the rubbers were obvious in NR composites filled with total silica content of 40 phr. The PSi fraction in FASi/PSi-filled NR vulcanizates had influence for improvement in the mechanical properties. The reinforcement of silica hybrid-filled NR compounds caused by the rubber-filler interaction can be indicated by a decrease in $\tan \delta_{\max}$. The rubber composites filled with small FASi particles (<25 micron) had greater overall mechanical properties than those with large particles (45-74 micron) at any given PSi fractions. This article recommends 75% PSi fraction to be introduced into FASi/PSi-filled NR compounds to achieve the optimum mechanical properties and wear resistance. However, an increase in the PSi fraction resulted in increases in the coefficient of friction of the silica hybrid-filled rubber vulcanizates, the reason being mainly associated with hysteric force of the rubbers. The SEM micrographs also showed the friction and wear mechanism on worn surfaces of the rubber composites.

Acknowledgments

The authors would like to thank the Commission on Higher Education and the Thailand Research Fund (MRG5280045, RTA5280008, and National Research University Program) for financial support throughout this research work.

References

- [1] Ismail H, Nasaruddin M, Rozman HD. The effect of multifunctional additive in white rice husk ash filled natural rubber compounds. Eur Polym J 1999;35: 1429-1437.

- 1 [2] Da Costa HM, Visconte LLY, Nunes RCB, Furtado CRG. Rice husk ash filled
2 natural rubber. II. Partial replacement of commercial fillers and the effect on the
3 vulcanization process. J Appl Polym Sci 2003;87:1405–1413.
4
5
6
7 [3] Da Costa HM, Visconte LLY, Nunes RCB, Furtado CRG. Rice husk ash filled
8 natural rubber. III. Role of metal oxides in kinetics of sulfur vulcanization. J Appl
9 Polym Sci 2003;90:1519–1531.
10
11
12
13 [4] Sombatsompop N, Thongsang S, Markpin T, Wimolmala E. Fly ash particles
14 and precipitated silica as fillers in rubbers. I. Untreated fillers in natural rubber
15 and styrene-butadiene rubber compounds. J Appl Polym Sci 2004;93:2119-
16 2130.
17
18
19 [5] Thongsang S, Sombatsompop N. Effect of NaOH and Si69 treatments on the
20 properties of fly ash/natural rubber composites. Polym Compos 2006;27:30-40.
21
22
23 [6] Thongsang S, Sombatsompop N. Dynamic rebound behavior of silica/natural
24 rubber composites: fly ash particles and precipitated silica. J Macromol Sci Part
25 B: Phys 2007;46:825-840.
26
27
28 [7] Thongsang S, Sombatsompop N, Ansarifard A. Effect of fly ash silica and
29 precipitated silica fillers on the viscosity, cure, and viscoelastic properties of
30 natural rubber. Polym Adv Technol 2008;19:1296-1304.
31
32
33 [8] Sae-Oui P, Rakdee C, Thanmathorn P. Use of rice husk ash as filler in natural
34 rubber vulcanizates: In comparison with other commercial fillers. J Appl Polym
35 Sci 2002;83:2485-2493.
36
37
38 [9] Jacob M, Francis B, Thomas S, Varughese KT. Dynamical mechanical analysis
39 of sisal/oil palm hybrid fiber-reinforced natural rubber composites, Polym
40 Compos 2006;27:671-680.
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65

- [10] Felhös D, Karger-Kocsis J. Tribological testing of peroxide-cured EPDM rubbers with different carbon black contents under dry sliding conditions against steel. Tribol Int 2008;41:404-415.
- [11] Karger-Kocsis J, Mousa A, Major Z, Békési N. Dry friction and sliding wear of EPDM rubbers against steel as a function of carbon black content. Wear 2008;264:359-367.
- [12] Huang X, Tian N, Wang T, Wang K, Xue Q. Friction and wear properties of NBR/PVC composites. J Appl Polym Sci 2007;106:2565-2570.
- [13] Khan MS, Franke R, Lehmann D, Heinrich G. Physical and tribological properties of PTFE micropowder-filled EPDM rubber. Tribol Int 2009;42:890-896.
- [14] Nayak S, Bhowmick AK, Pal SK, Chandra AK. Wear behaviour of silica filled thre tread compounds by various rock surfaces. Rubber Chem Technol 2005;78:705-723.
- [15] Xu D, Karger-Kocsis J. Rolling and sliding wear properties of hybrid systems composed of uncured/cured HNBR and partly polymerized cyclic butylene terephthalate (CBT). Tribol Int 2010;43:289-298.
- [16] Ansarifar A, Shiah SF, Bennett M. Optimising the chemical bonding between silanised silica nanofiller and natural rubber and assessing its effects on the properties of the rubber. Int J Adhes Adhes 2006;26:454-463.
- [17] Choi S-S. Improvement of properties of silica-filled natural rubber compounds using polychloroprene. J Appl Polym Sci 2002;83:2609-2616.
- [18] Arroyo M, López-Manchado MA, Valentín JL, Carretero J. Morphology/behaviour relationship of nanocomposites based on natural rubber/epoxidized natural rubber blends. Comp Sci Technol 2007;67:1330-1339.
- [19] Pattanawanidchai S, Saeoui P, Sirisinha C. Influence of precipitated silica on

- dynamic mechanical properties and resistance to oil and thermal aging in CPE/NR blends. J Appl Polym Sci 2005;96:2218-2224.
- [20] Khan MS, Franke R, Gohs U, Lehmann D, Heinrich G. Friction and wear behaviour of electron beam modified PTFE filled EPDM compounds. Wear 2009;266:175-183.
- [21] Ismail H, Rozman HD, Jaffri RM, Mohd Ishak ZA. Oil palm wood flour reinforced epoxidized natural rubber composites: The effect of filler content and size. Eur Polym J 1997;33:1627-1632.
- [22] Egwaikhide PA, Akporhonor EE, Okieimen FE. Effect of coconut fibre filler on the cure characteristics physic-mechanical and swelling properties of natural rubber vulcanizates. Int J Phys Sci 2007;2:39-46.
- [23] Brown RP, Physical testing of rubber. 4th ed. New York: Springer; 2006.
- [24] Ala-Kleme S, Kivikytö-Reponen P, Liimatainen J, Hellman J, Hannula S-P. Abrasive wear properties of tool steel matrix composites in rubber wheel abrasion test and laboratory cone crusher experiments. Wear 2007;263:180-187.
- [25] Oleiwi JK, Hamza MS, Abed MS. A study of the hardness and wear rate of elastomer composites reinforced by Al_2O_3 and SiO_2 particles. Eng&Tech J 2009;27:
- [26] Bras J, Hassan ML, Bruzesse C, Hassan EA, El-Wakil NA, Dufresne A. Mechanical, barrier, and biodegradability properties of bagasse cellulose whiskers reinforced natural rubber nanocomposites. Ind Crop Prod 2010;32:627-633.
- [27] Wu G, Gu J, Zhao X. Preparation and dynamic mechanical properties of polyurethane-modified epoxy composites filled with functionalized fly ash particulates. J Appl Polym Sci 2007;105:1118-1126.

- [28] Jiang H, Kamdem DP. Thermal and dynamic mechanical behavior of poly(vinyl chloride)/wood flour composites. J Appl Polym Sci 2008;107:951-957.
- [29] Kuzak SG, Shanmugam A. Dynamic mechanical analysis of fiber-reinforced phenolics. J Appl Polym Sci 1999;73:649-658.
- [30] Abdul Kader M, Bhowmick AK. Effect of filler on the mechanical, dynamic mechanical, and aging properties of binary and ternary blends of acrylic rubber, fluorocarbon rubber, and polyacrylate. J Appl Polym Sci 2003;90:278-286.
- [31] Pal K, Pal SK, Das CK, Kim JK. Relationship between normal load and dynamic co-efficient of friction on rock-rubber wear mechanism. Mater Des 2010;31:4792-4799.
- [32] Moore DF. The friction and lubrication of elastomers. Pergamon Press, Oxford; 1972.
- [33] Koenen A, Sanon A. Tribological and vibroacoustic behavior of a contact between rubber and glass (application to wiper blade) Tribol Int 2007;40:1484-1491.
- [34] Moore DF. A review of hysteresis theories for elastomers. Wear 1974;30:1-34.
- [35] Barquins M. Sliding friction of rubber and Schallamach waves—a review. Mater Sci Eng 1985;73:45-63.
- [36] Yang J, Tian M, Jia Q-X, Zhang L-Q, Li X-L. Influence of graphite particle size and shape on the properties of NBR. J Appl Polym Sci 2006;102:4007-4015.

Lists of Figures

Figure No.	Caption
Fig. 1	Tribological set-up ball-on-disc test
Fig. 2	Storage modulus VS. temperature (a), loss modulus VS. temperature (b) $\tan \delta$ VS. temperature (c) traces of NR vulcanizates filled with 75% PSi weight fraction in FASi/PSi hybrid filler
Fig. 3	Coefficient of friction (COF) during the ball-on-disc tests for the FASi/PSi-filled NR composite with 50% PSi weight fraction
Fig. 4	Steady-state COFs for the FASi/PSi-filled NR vulcanizates at various weight fractions of PSi
Fig. 5	SEM micrographs of worn surfaces of the FASi/PSi-filled NR compounds with total silica content of 40 phr. The arrow indicates the sliding direction. (a) 0% PSi (100% of FASi) (b) 100% PSi (c) 50% PSi (FASi <25 μ m) (d) 50% PSi (FASi 45-74 μ m)
Fig. 6	Specific wear rate as a function of PSi weight fraction for the FASi/PSi-filled NR composites

Lists of Tables

Table No.	Caption
Table 1	Cure time (t_{c90}) and torque difference for the FASi/PSi-filled NR vulcanizates with varying weight fractions of PSi
Table 2	The mechanical properties of FASi/PSi-filled NR vulcanizates with different PSi weight fraction
Table 3	$\tan \delta_{\max}$ and T_g values of FASi/PSi-filled NR composites

Fig. 1
[Click here to download high resolution image](#)

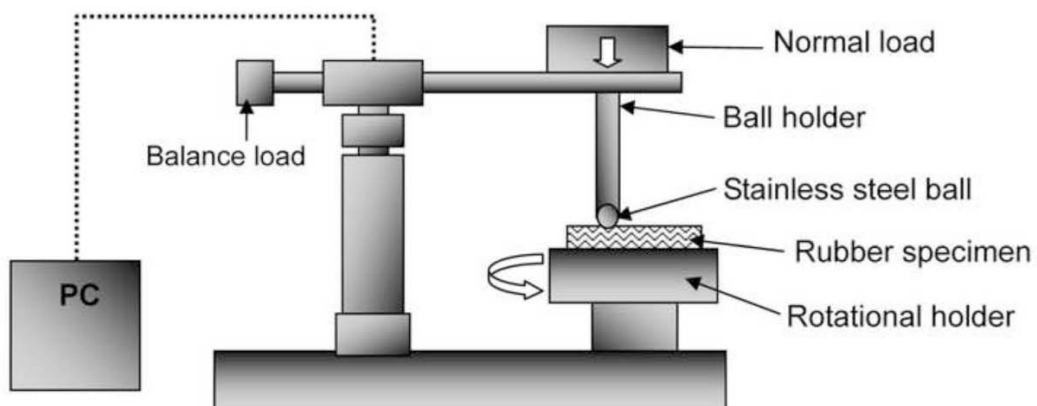


Fig. 4

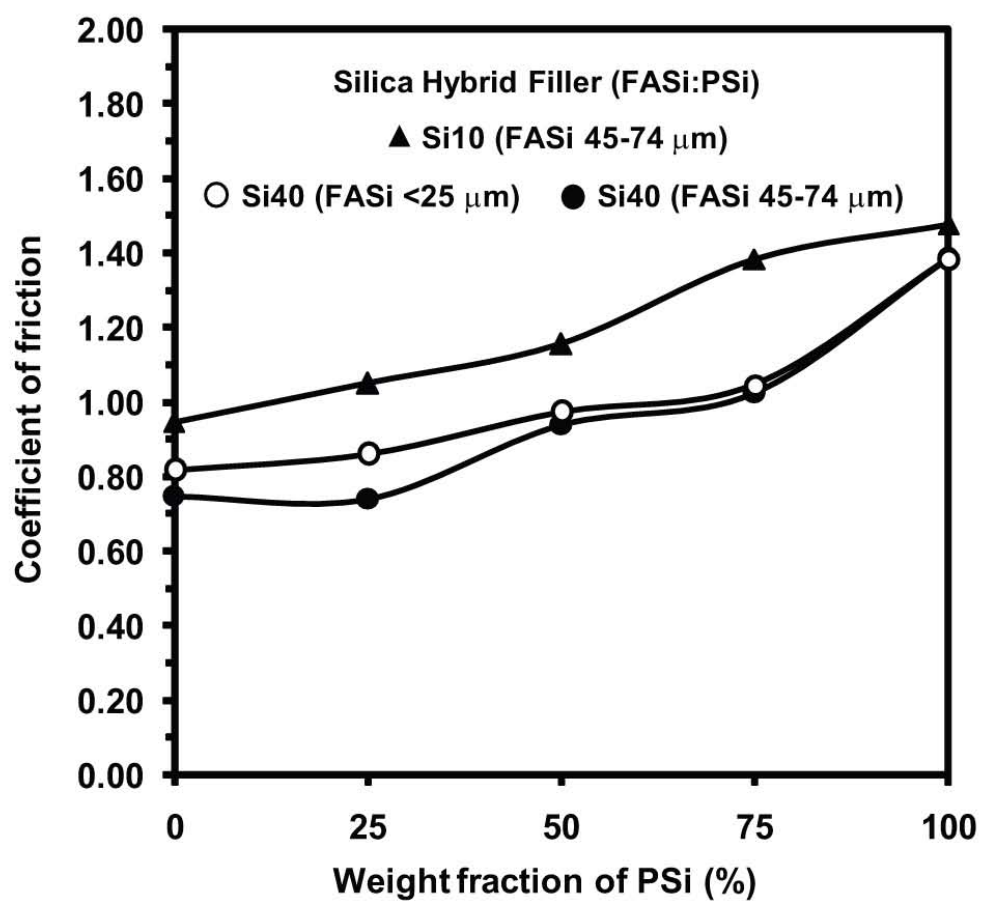


Fig. 2 (a)

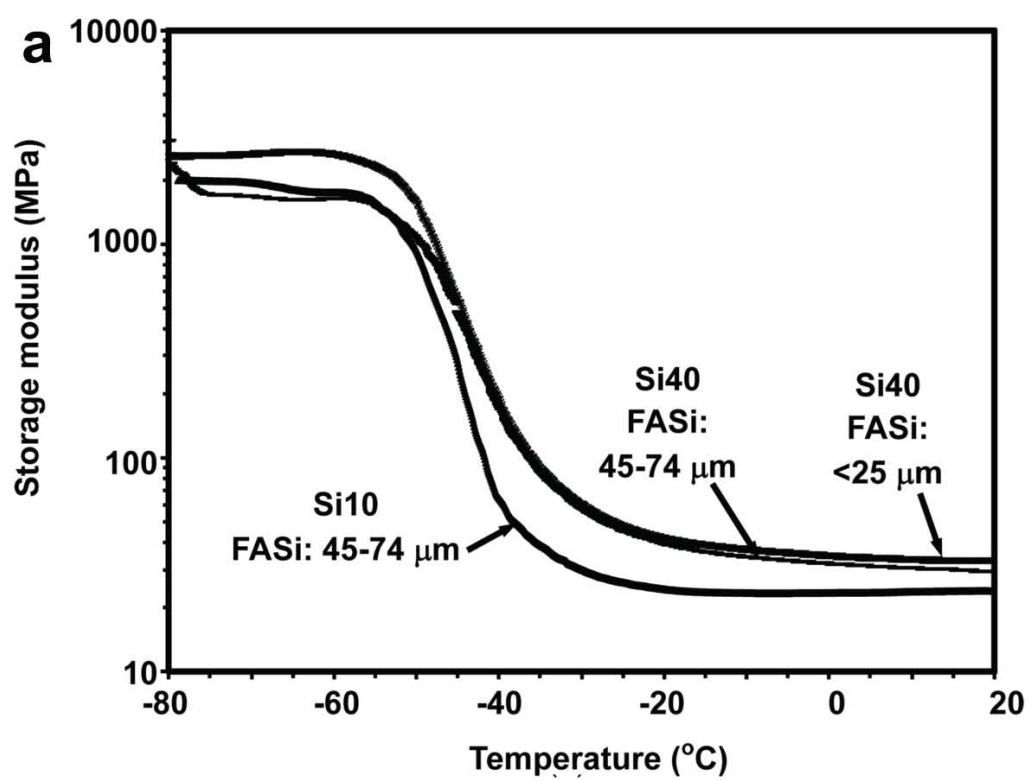


Fig. 2 (b)

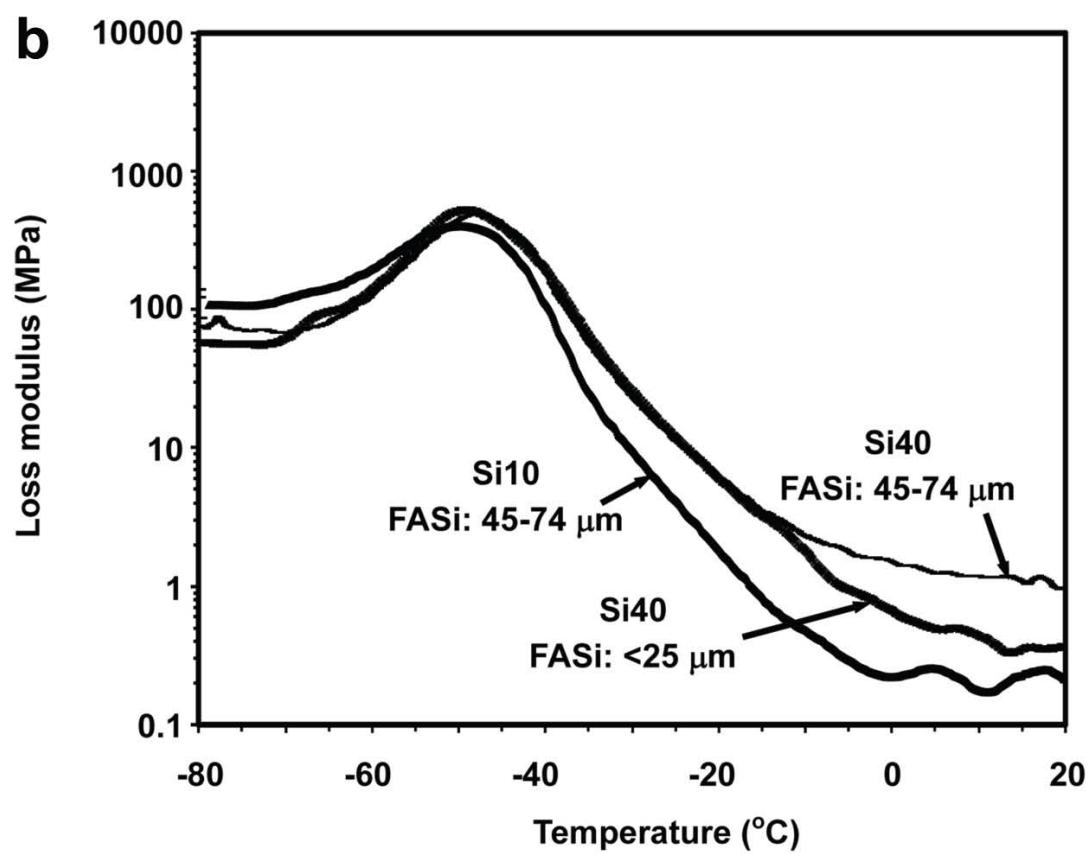


Fig. 2 (c)

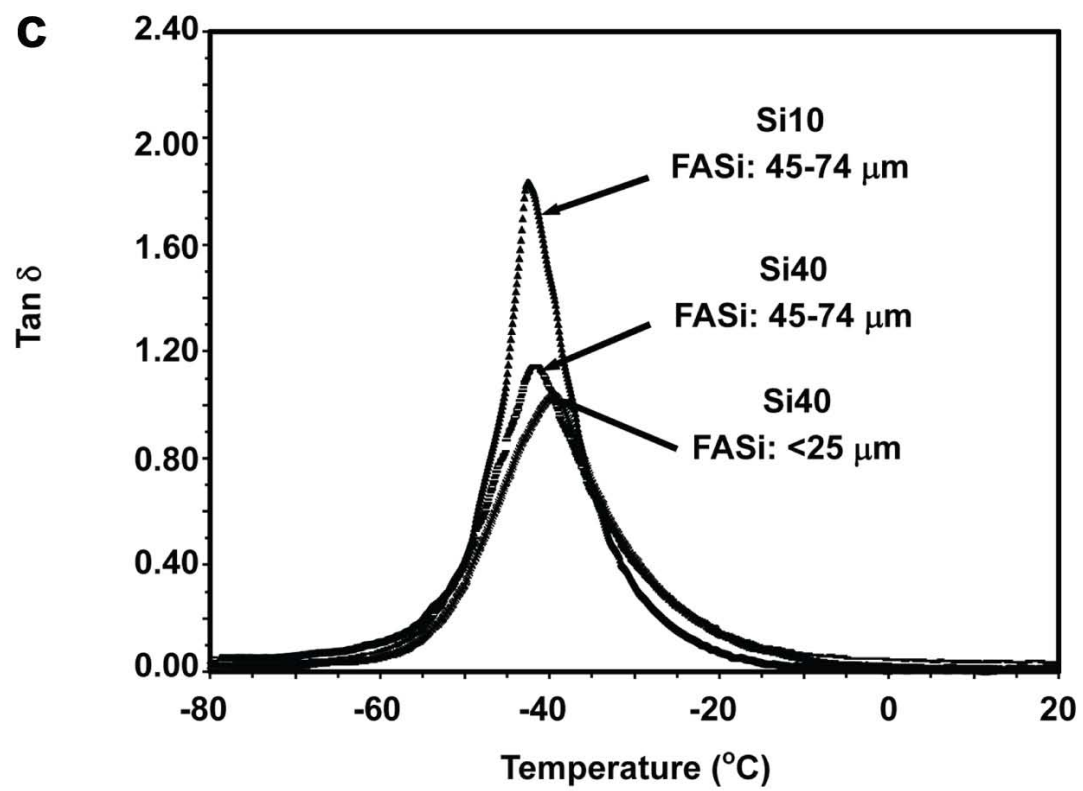


Fig. 3

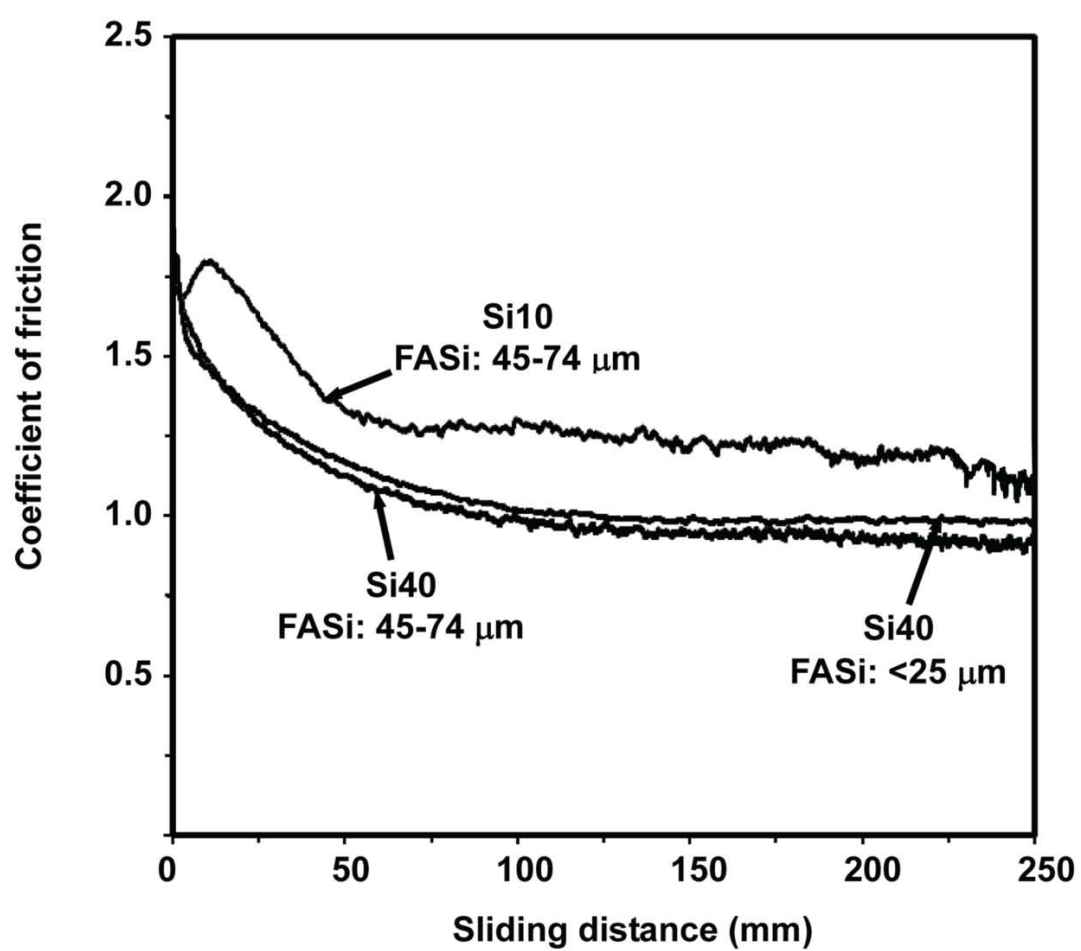


Fig. 5 (a)
[Click here to download high resolution image](#)

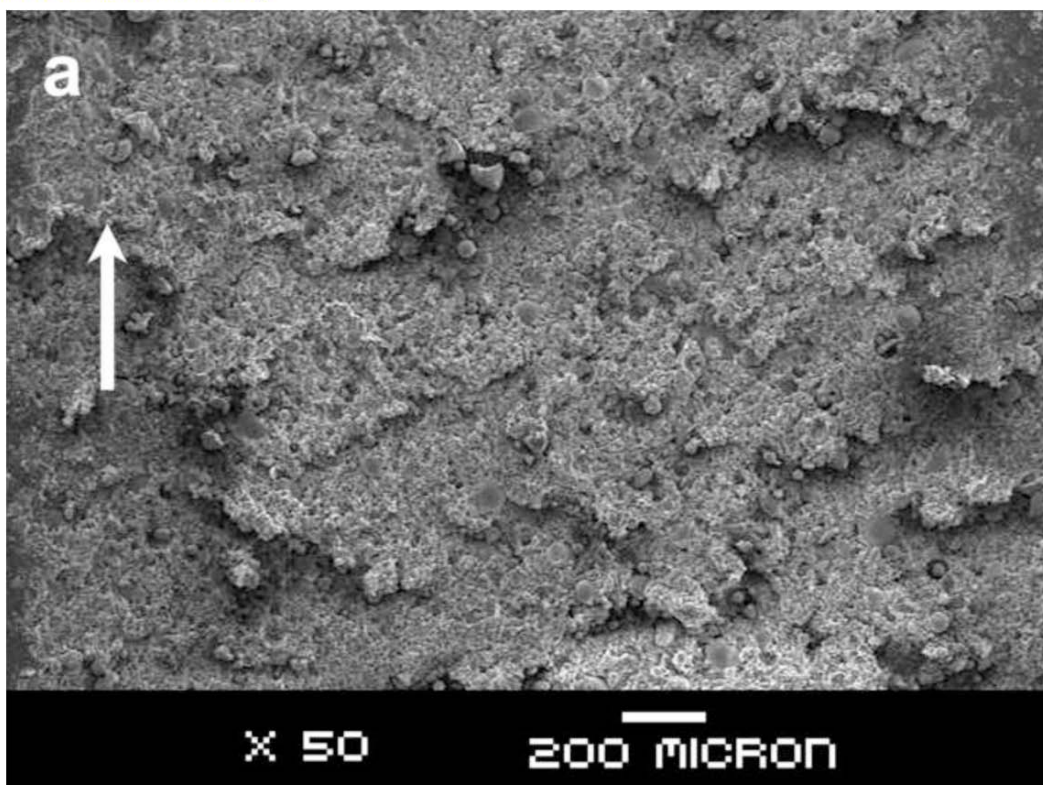


Fig. 5 (b)
[Click here to download high resolution image](#)

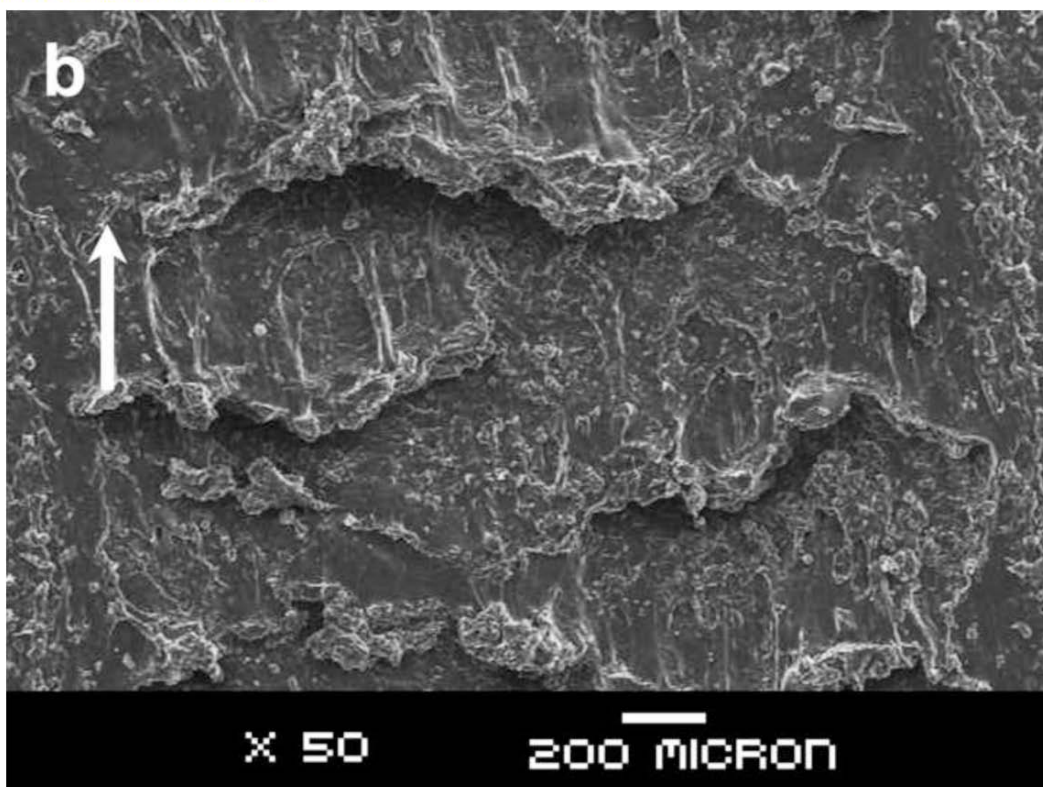


Fig. 5 (c)
[Click here to download high resolution image](#)

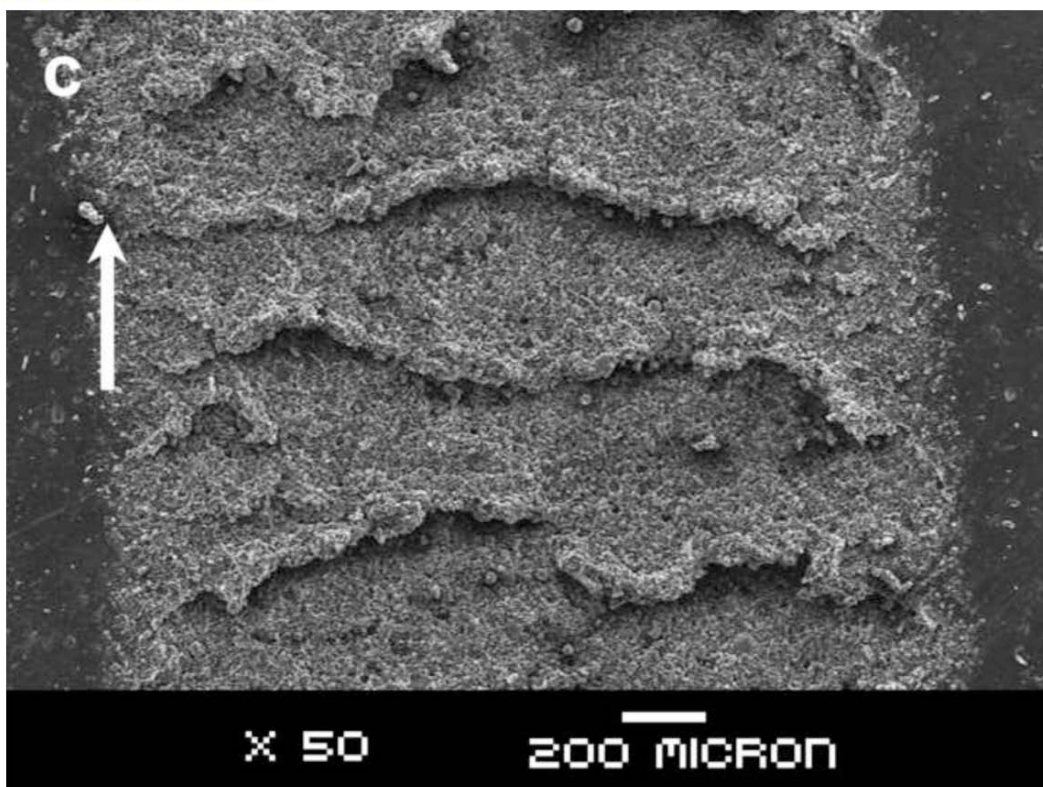


Fig. 5 (d)
[Click here to download high resolution image](#)

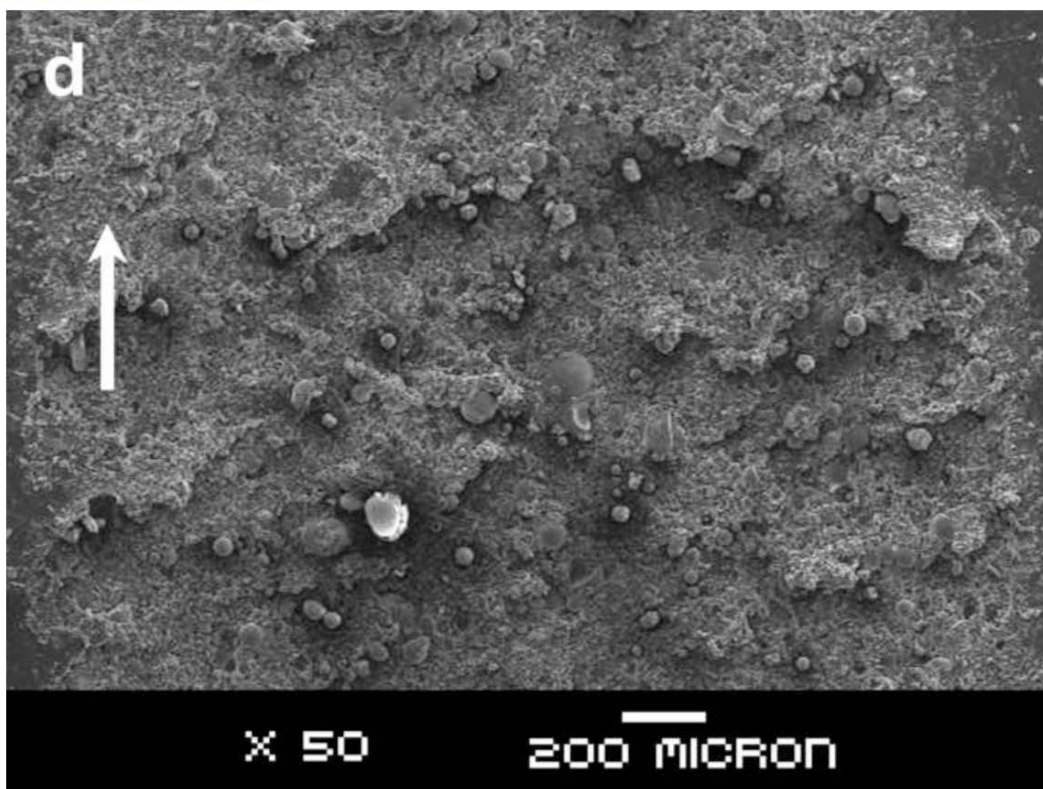


Fig. 6

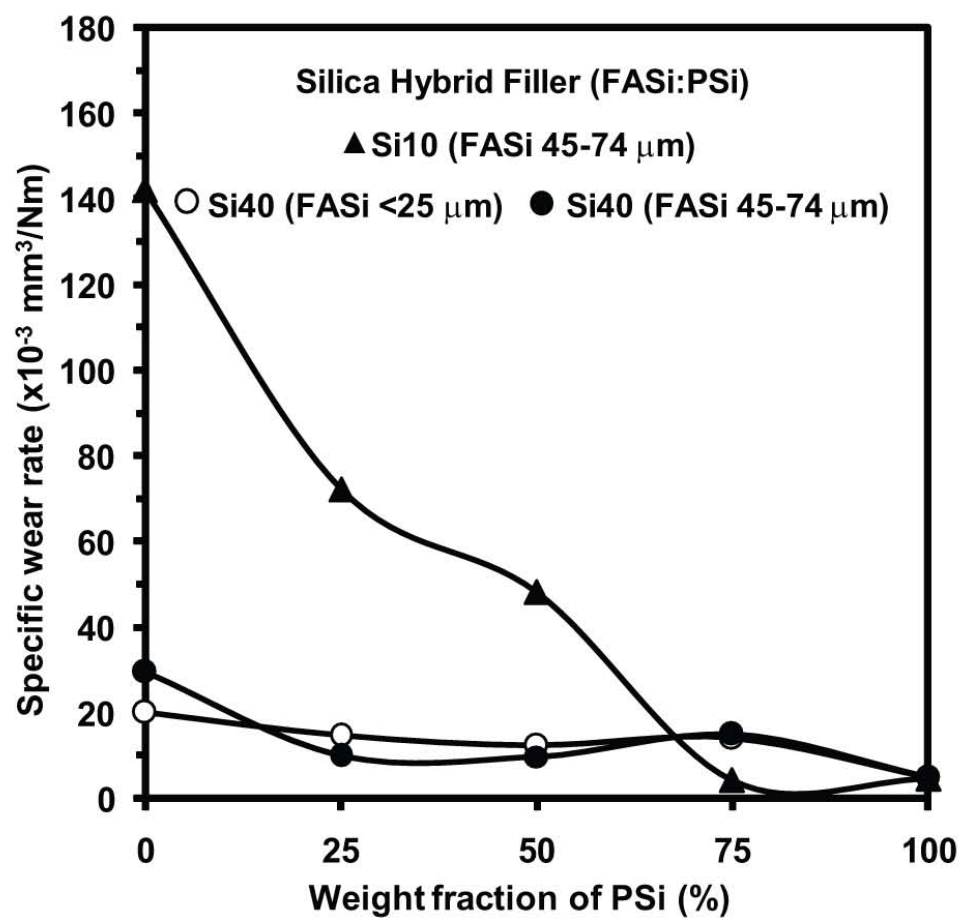


Table 1

Table 1

Cure time (t_{c90}) and torque difference for the FASi/PSi-filled NR vulcanizates with varying weight fractions of PSi.

Cure Properties	Total silica content (phr)	FASi particle size (μm)	Weight fraction of PSi (%)				
			0	25	50	75	100
Cure time;	10	45-74	5:17	5:24	5:11	5:09	5:03
t_{c90} (min:sec)	40	<25	4:52	5:18	5:26	6:02	6:17
		45-74	5:06	5:22	5:28	6:13	6:17
Delta torque	10	45-74	52.13	57.49	58.10	58.64	57.49
(dN-m)	40	<25	75.52	83.73	84.74	88.47	87.11
		45-74	64.34	84.74	86.71	89.62	87.11

Table 2

Table 2

The mechanical properties of FASi/PSi-filled NR vulcanizates with different PSi weight fraction.

Properties	Total silica content (phr)	FASi particle size (μm)	Weight fraction of PSi (%)				
			0	25	50	75	100
Modulus at 300%	10	45-74	2.40 ± 0.10	2.57 ± 0.18	2.51 ± 0.13	3.01 ± 0.32	3.29 ± 0.14
Elongation (MPa)	40	<25	5.51 ± 0.80	6.44 ± 0.10	6.80 ± 0.20	6.25 ± 0.08	5.86 ± 0.07
		45-74	4.06 ± 0.16	4.40 ± 0.05	5.51 ± 0.14	5.87 ± 0.14	5.86 ± 0.08
Tensile strength (MPa)	10	45-74	17.63 ± 0.74	17.51 ± 1.20	17.50 ± 0.32	19.93 ± 1.04	21.72 ± 1.07
	40	<25	10.43 ± 0.73	12.62 ± 0.50	15.28 ± 1.65	19.36 ± 0.41	23.97 ± 0.97
		45-74	8.21 ± 0.38	10.74 ± 0.14	13.95 ± 0.51	18.29 ± 0.45	23.97 ± 0.97
Elongation at break (%)	10	45-74	782.90 ± 17.35	776.15 ± 14.93	761.15 ± 3.42	794.76 ± 10.94	868.97 ± 28.94
	40	<25	527.72 ± 22.14	507.53 ± 8.39	556.93 ± 13.97	629.04 ± 21.95	711.07 ± 9.03
		45-74	515.68 ± 16.32	547.57 ± 14.83	552.49 ± 7.31	633.24 ± 6.43	711.07 ± 9.03
Tear strength (MPa)	10	45-74	26.26 ± 1.12	33.75 ± 2.99	35.00 ± 2.55	38.13 ± 2.09	39.95 ± 2.24
	40	<25	24.16 ± 1.89	26.55 ± 1.17	31.85 ± 1.96	59.84 ± 5.69	91.74 ± 8.36
		45-74	21.54 ± 1.03	30.20 ± 1.81	35.58 ± 1.92	57.88 ± 3.48	91.74 ± 8.36
Hardness shore A	10	45-74	45.50 ± 0.55	41.33 ± 0.26	42.16 ± 0.29	42.33 ± 0.26	41.33 ± 0.26
	40	<25	59.00 ± 2.04	60.42 ± 0.58	60.16 ± 1.47	63.67 ± 0.81	63.10 ± 0.65
		45-74	58.50 ± 0.63	57.50 ± 0.7	56.50 ± 0.7	62.80 ± 0.38	63.10 ± 0.65
Volume loss (mm^3)	10	45-74	49.60 ± 2.48	39.40 ± 1.97	39.80 ± 1.99	33.80 ± 1.69	22.00 ± 1.10
	40	<25	65.10 ± 3.26	46.60 ± 2.33	44.20 ± 2.21	33.40 ± 1.67	30.00 ± 1.50
		45-74	78.60 ± 3.93	58.20 ± 2.91	43.40 ± 2.17	37.40 ± 1.87	30.00 ± 1.50

Table 3

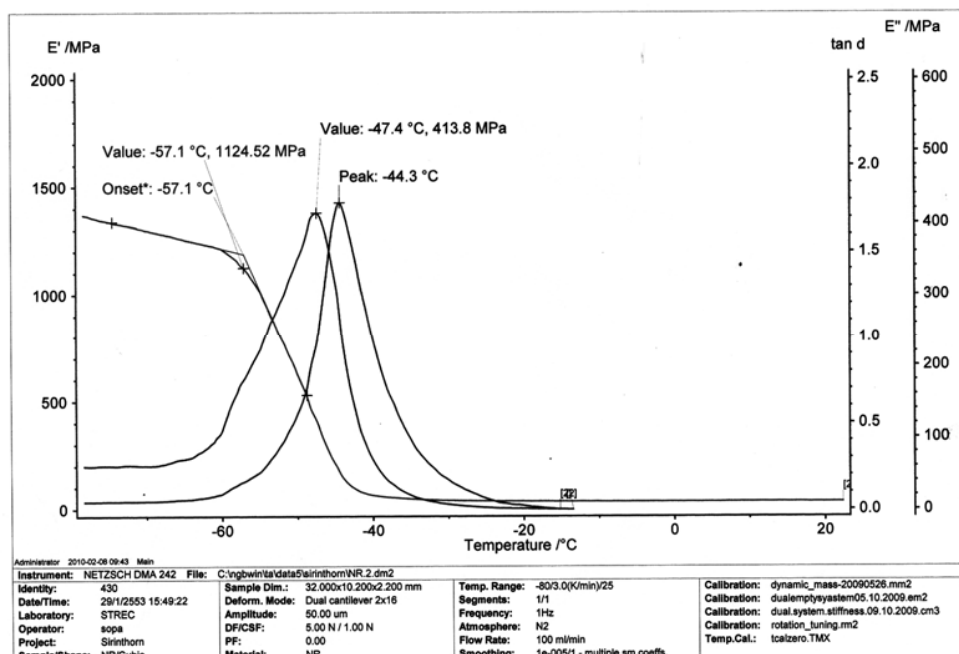
Table 3

Tan $\delta_{\max}$ and T_g values of FASi/PSi-filled NR composites.

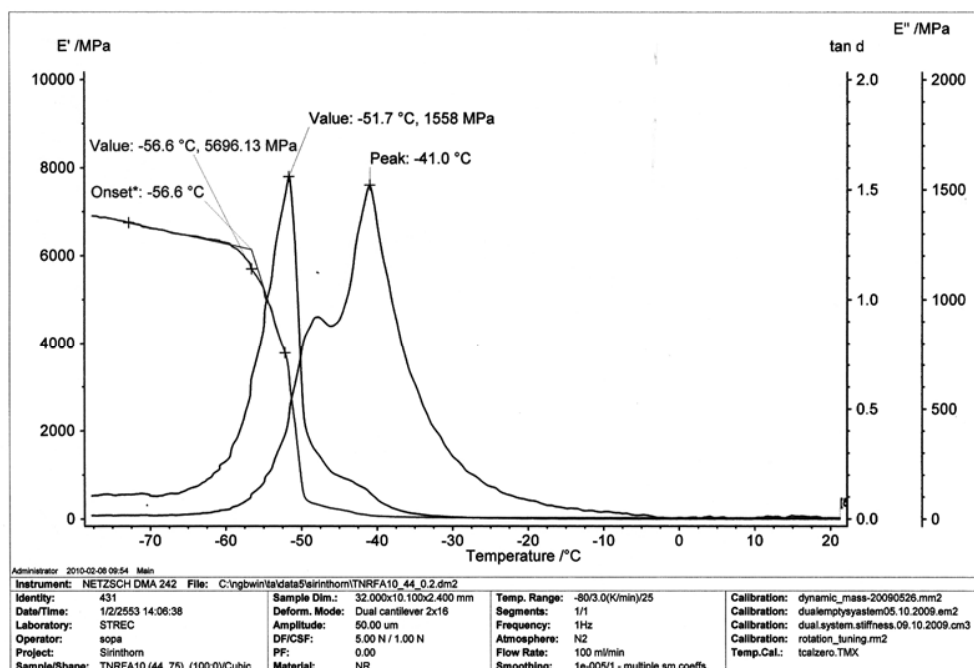
Properties	Total silica content (phr)	FASi particle size (μm)	Weight fraction of PSi (%)				
			0	25	50	75	100
T_g ($^{\circ}\text{C}$ from	10	45-74	-41.0	-41.7	-43.1	-42.5	-40.4
tan $\delta_{\max}$)	40	<25	-41.5	-40.8	-42.3	-39.6	-39.8
		45-74	-40.7	-39.2	-41.4	-41.8	-39.8
Tan $\delta_{\max}$	10	45-74	1.52	1.95	2.03	1.84	1.95
	40	<25	1.78	1.62	1.49	1.03	0.95
		45-74	1.72	1.76	1.56	1.15	0.95

ภาคผนวก ข

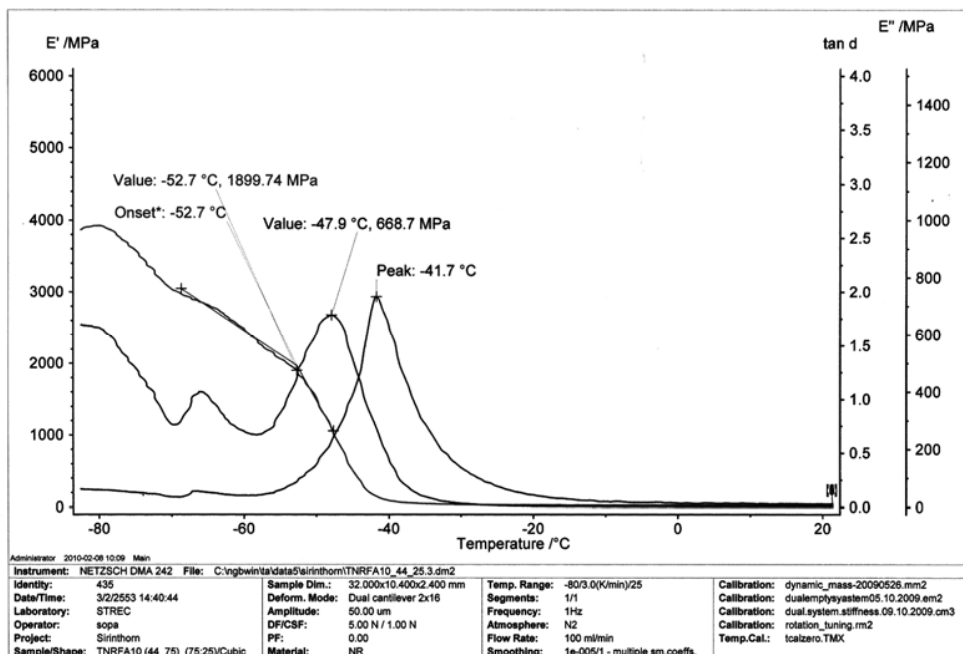
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA



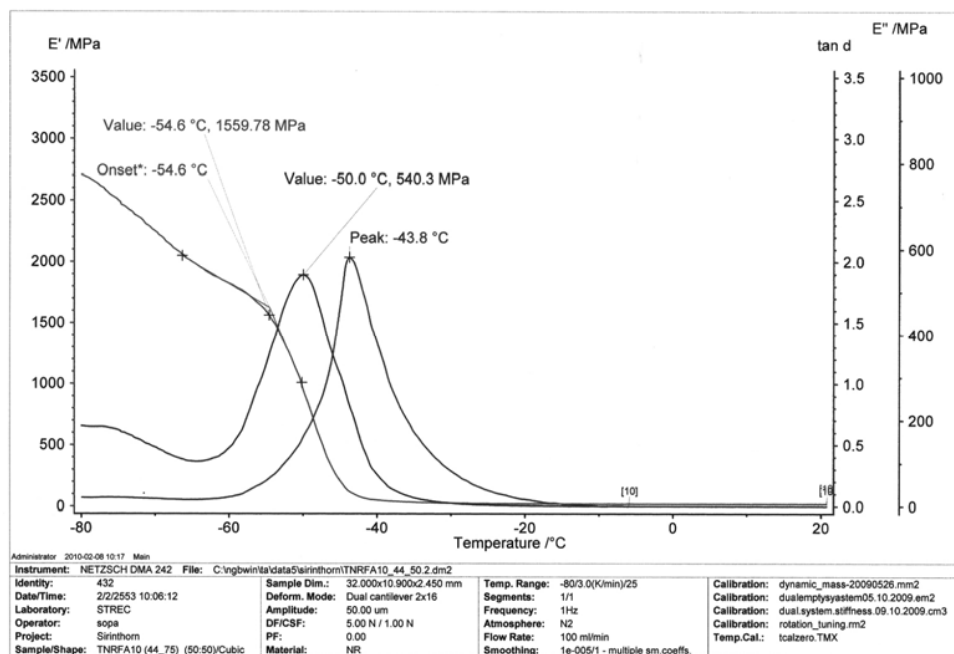
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติม



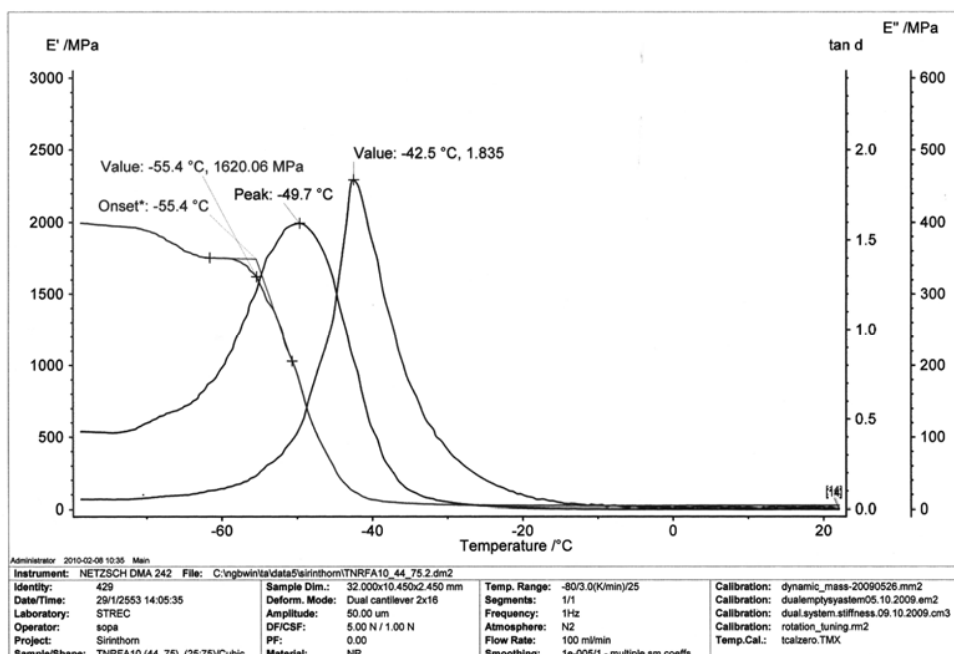
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 0% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



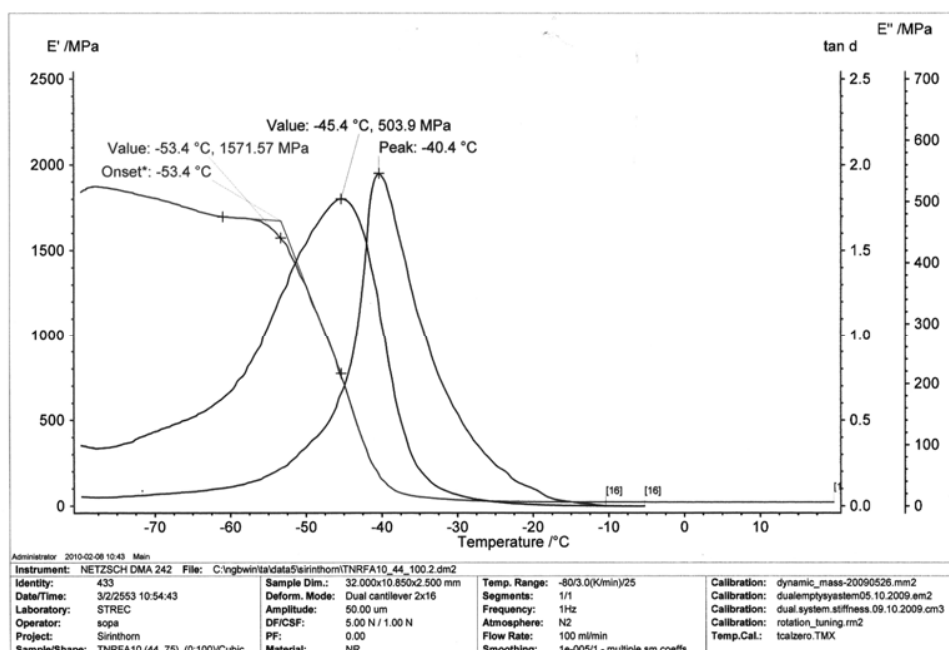
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 25% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



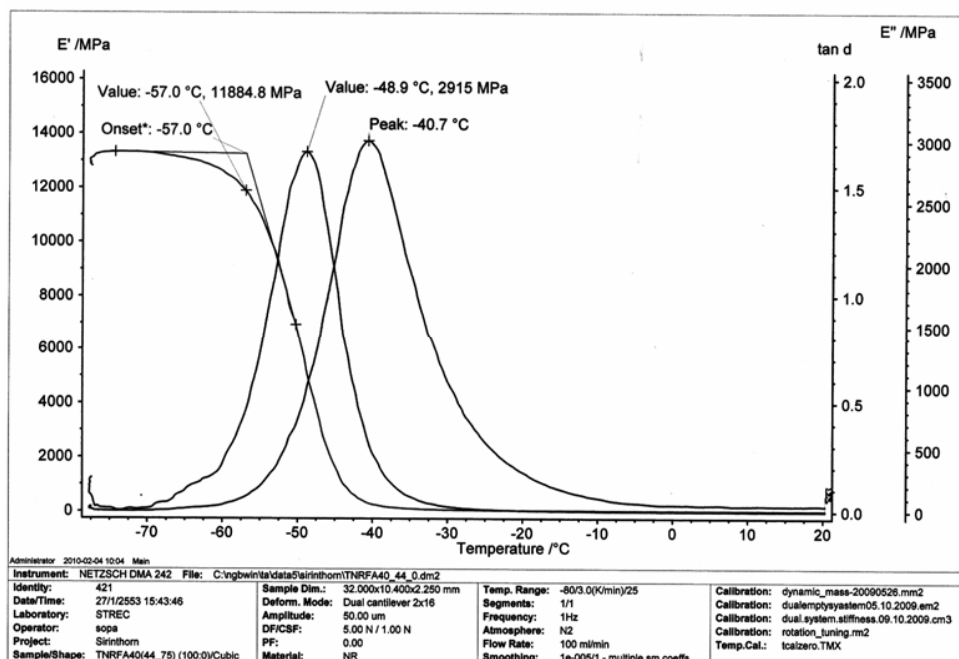
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 50% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



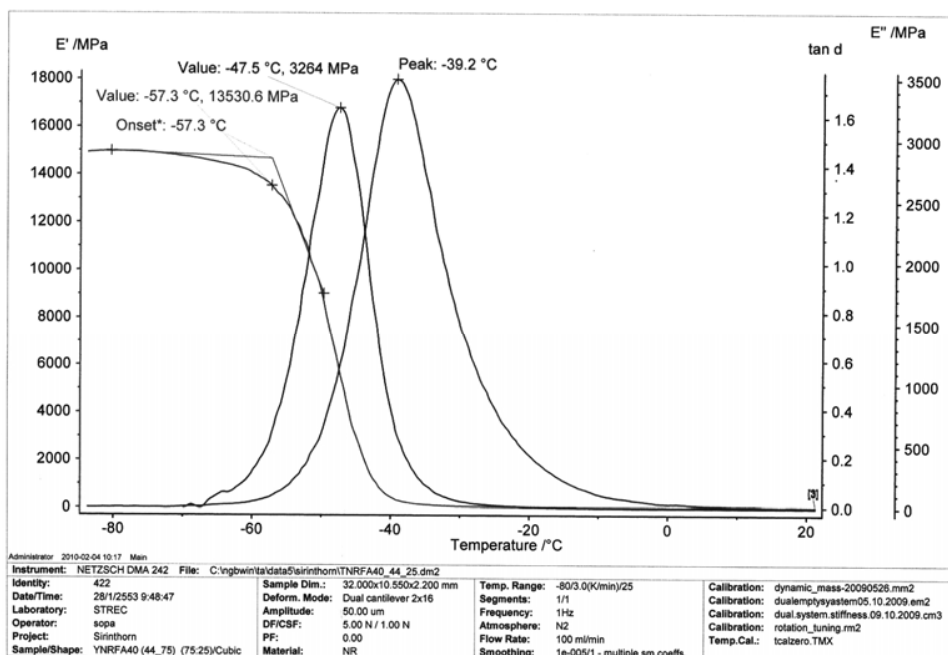
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 75% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



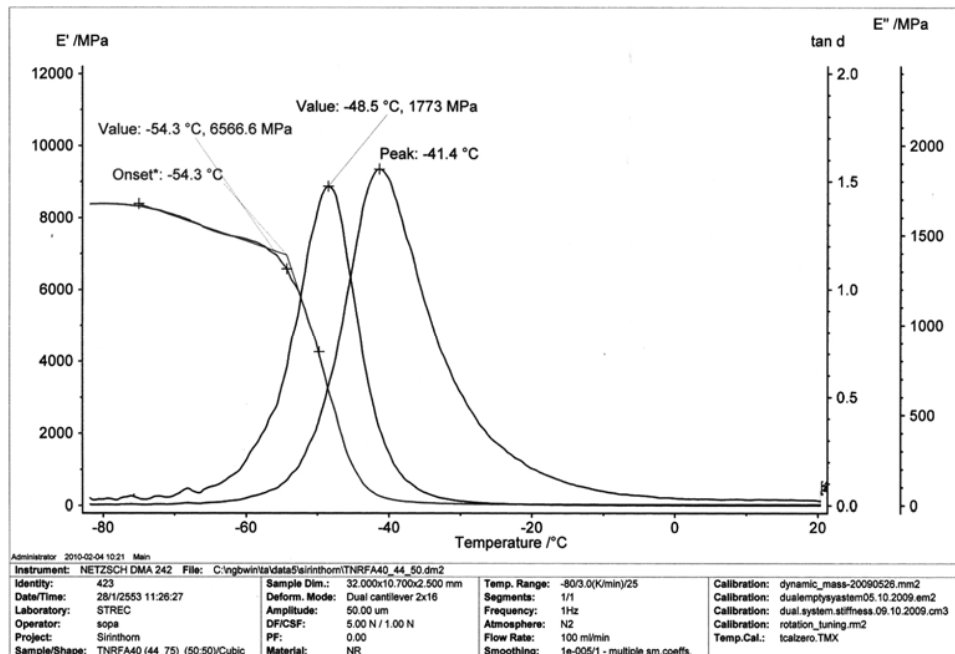
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 100% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



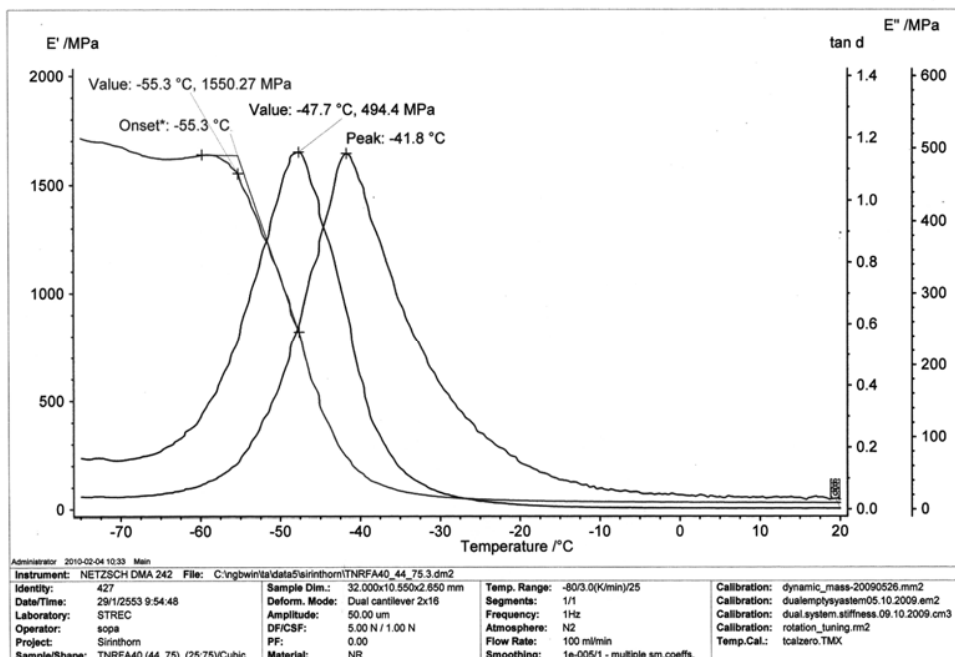
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 0% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



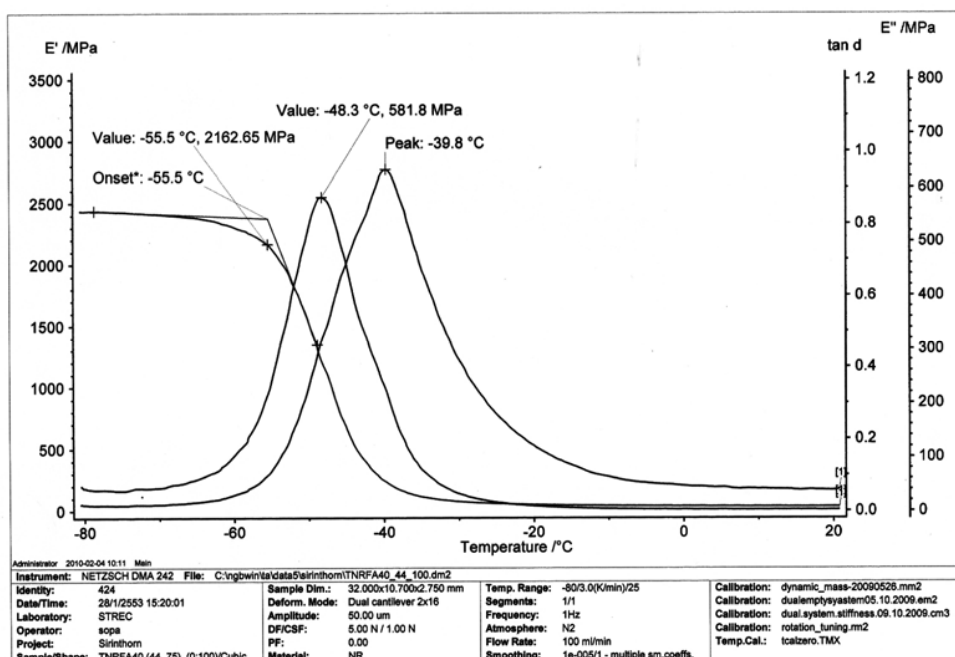
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 25% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



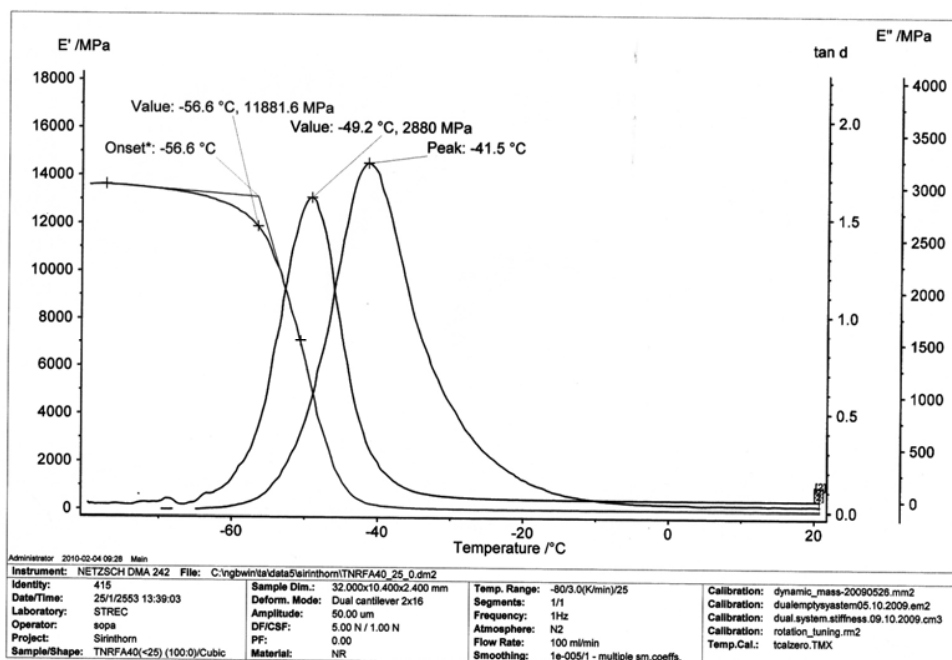
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 50% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



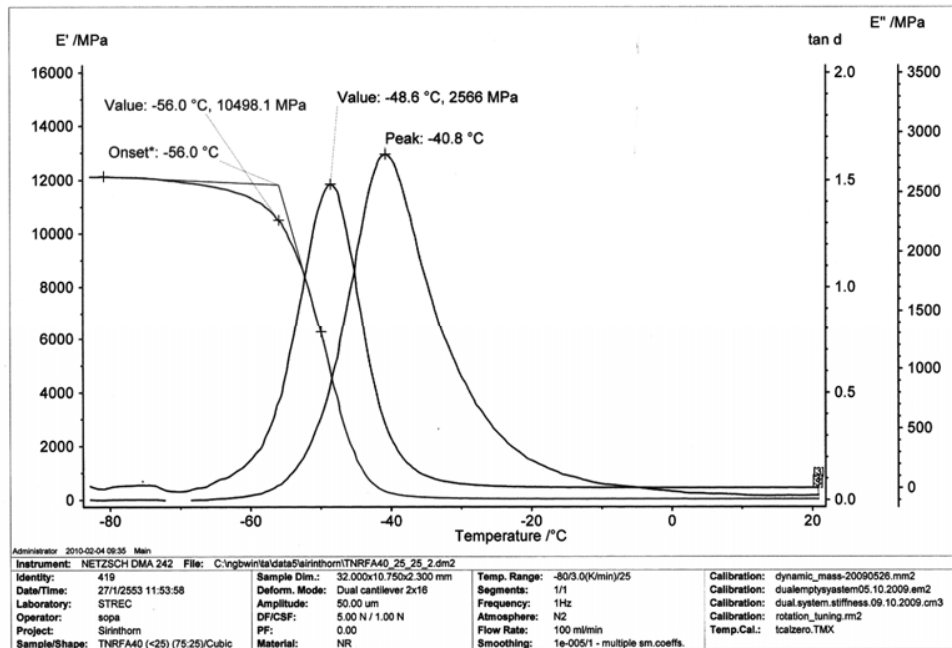
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 75% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



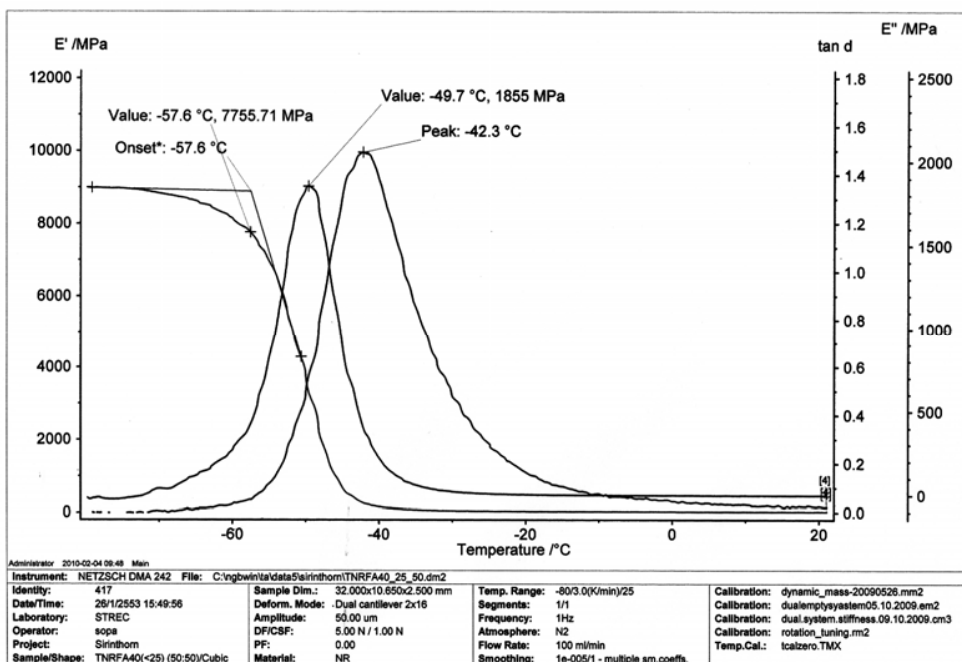
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 100% โดยน้ำหนัก



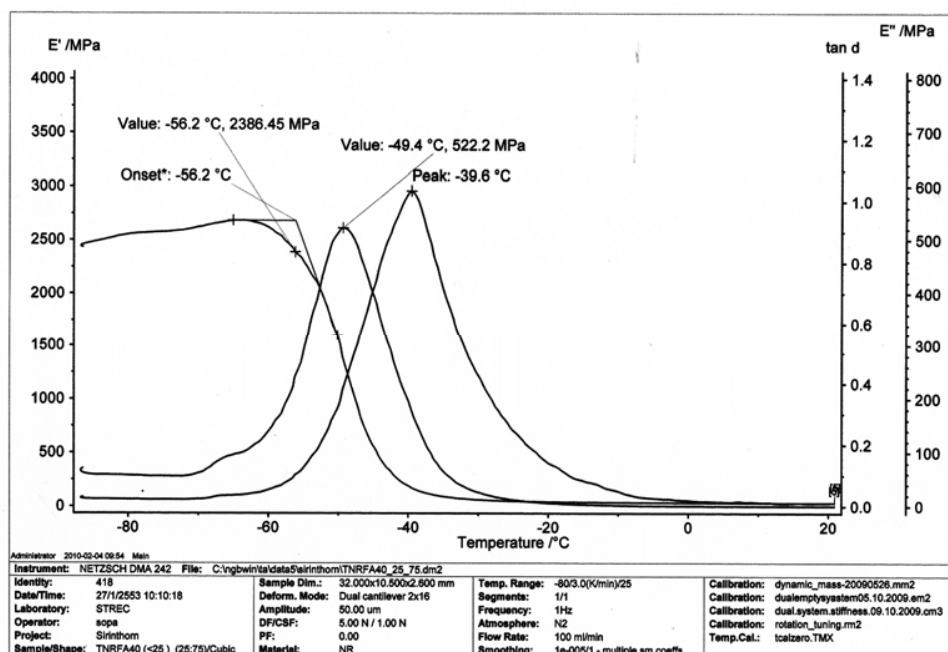
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 0% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)



ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกา 25% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)



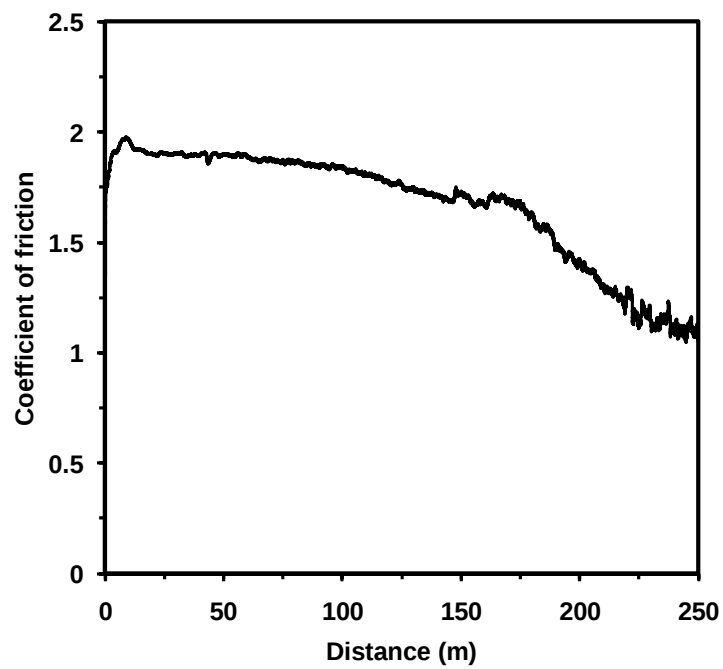
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซซิลิกา 50% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)



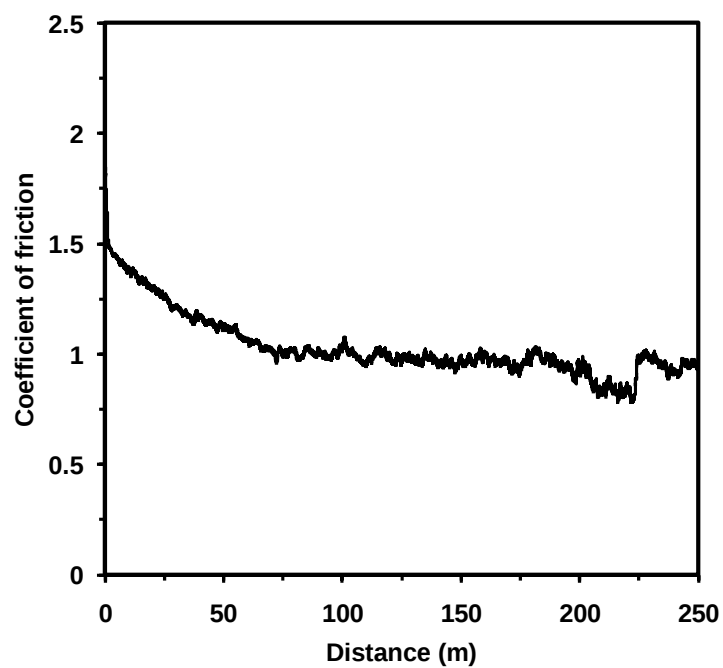
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทซลิกา 75% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)

ภาคผนวก ก

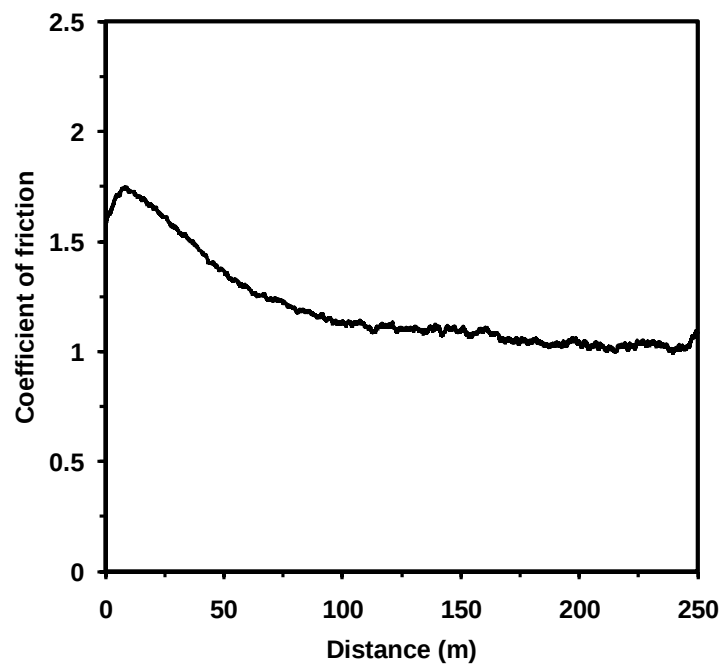
ตัวอย่างผลการทดสอบด้วยเครื่องไทรโบมิเตอร์รูปแบบ Ball-on-Disc



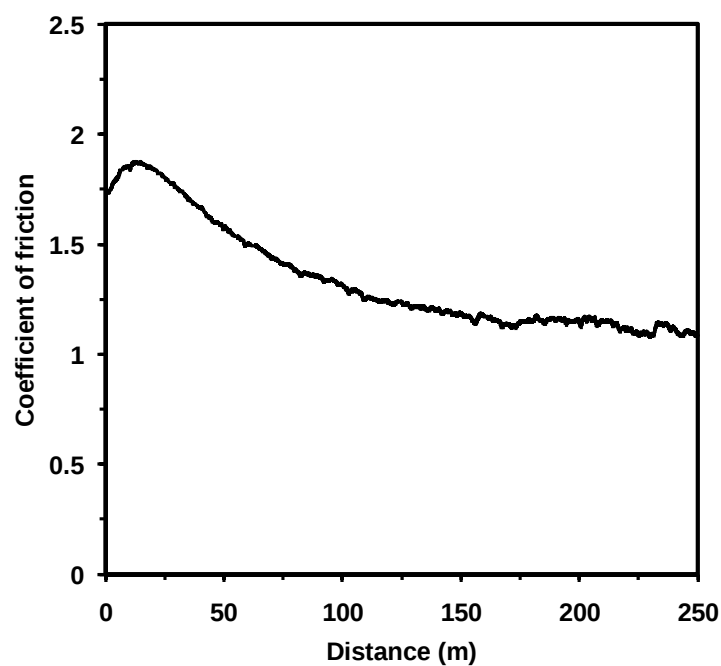
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติม



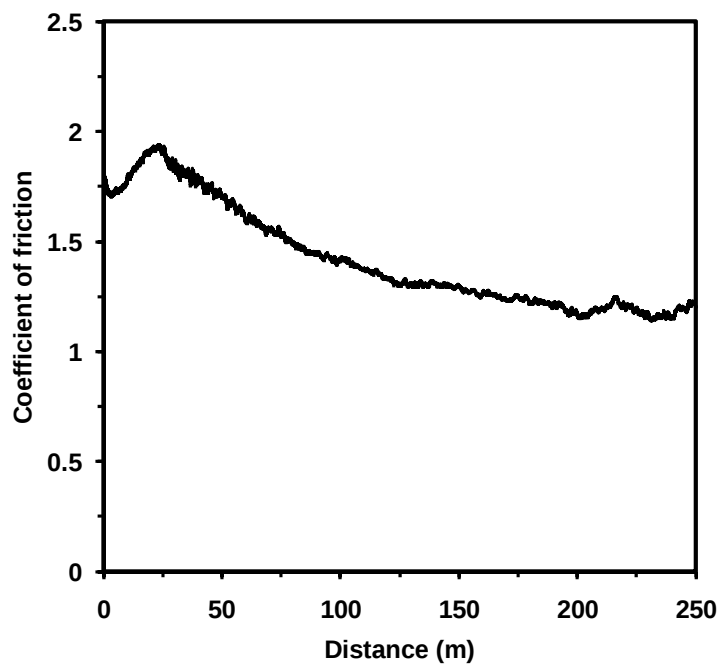
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเทตซิลิกา 0% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



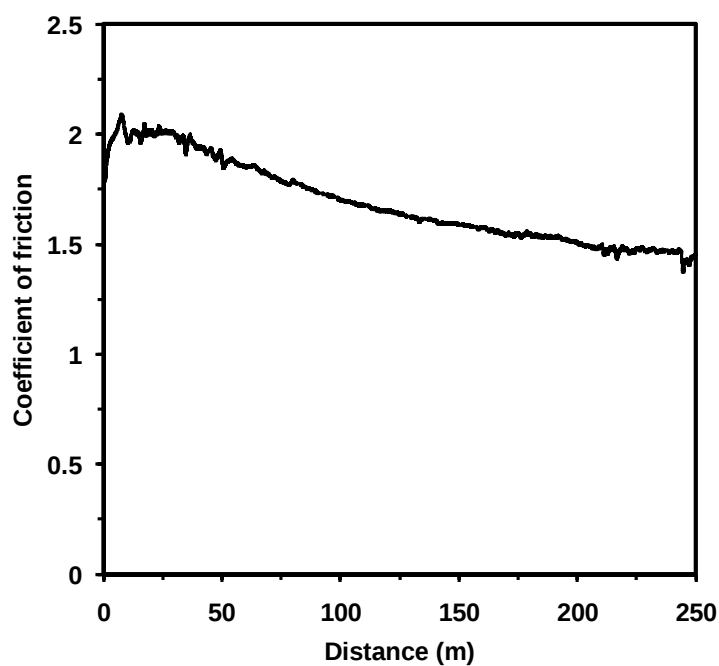
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกา 25% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



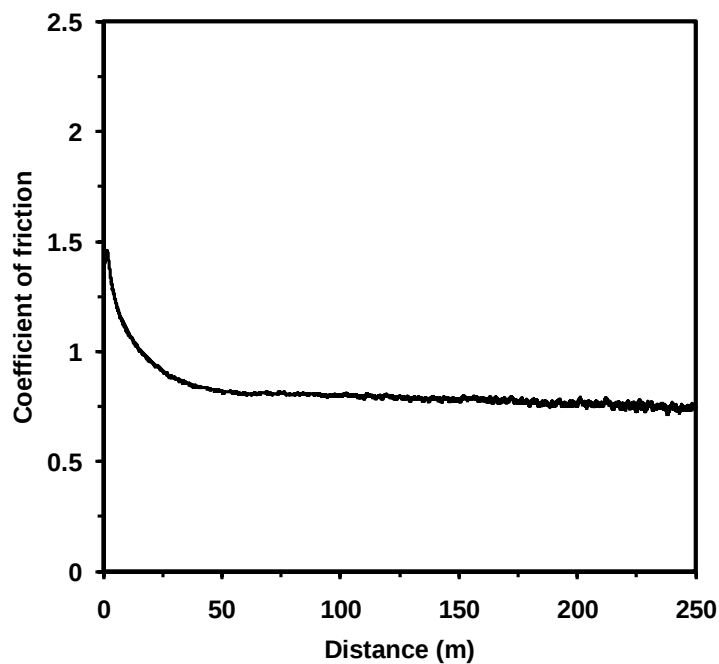
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีพิตเทตซิลิกา 50% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



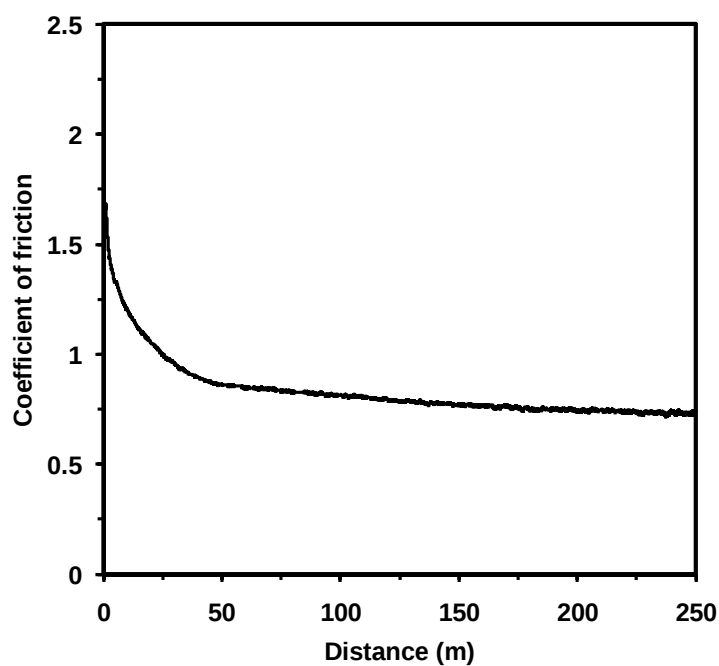
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเตตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



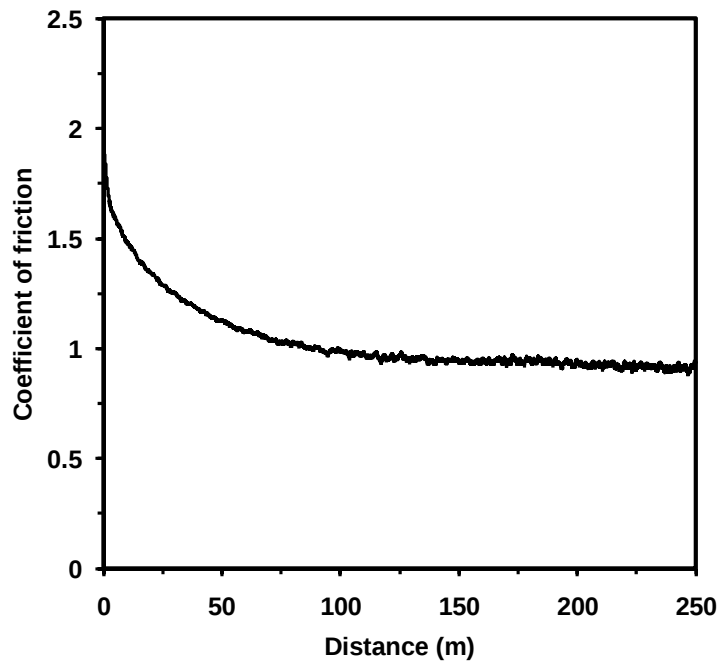
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 10 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเตตซิลิกา 100% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



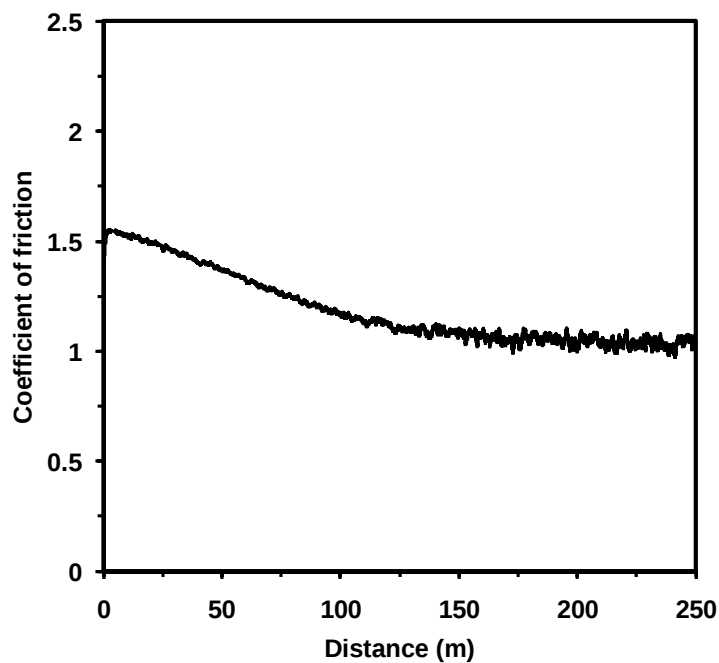
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเทตซิลิกา 0% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



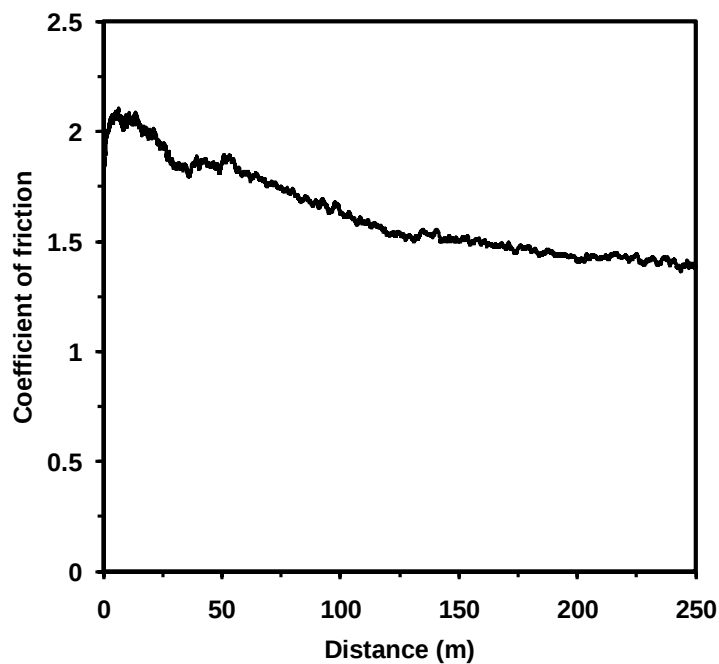
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเทตซิลิกา 25% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



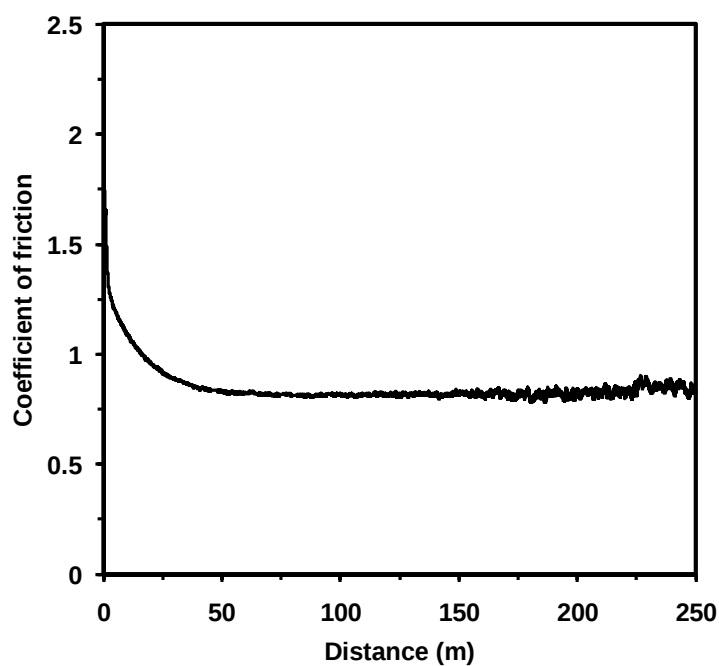
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเตตซิลิกา 50% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



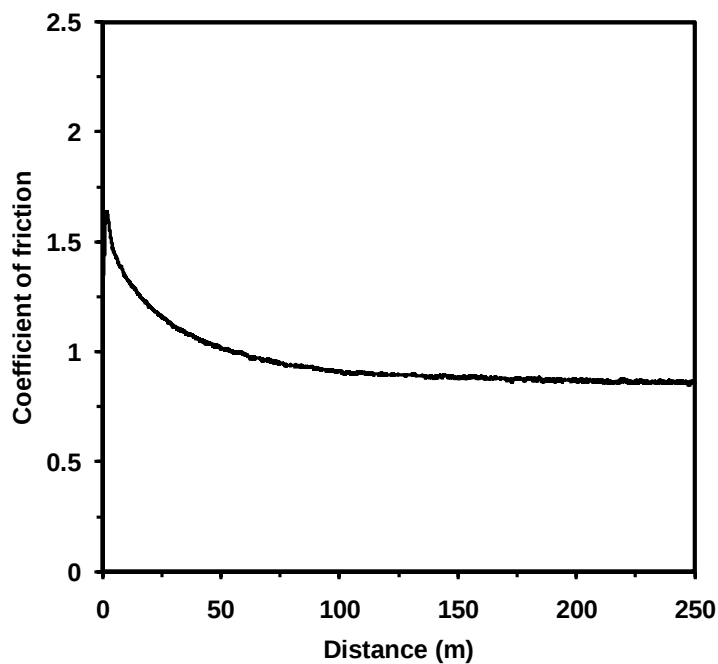
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเตตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาด 45-74 ไมครอน)



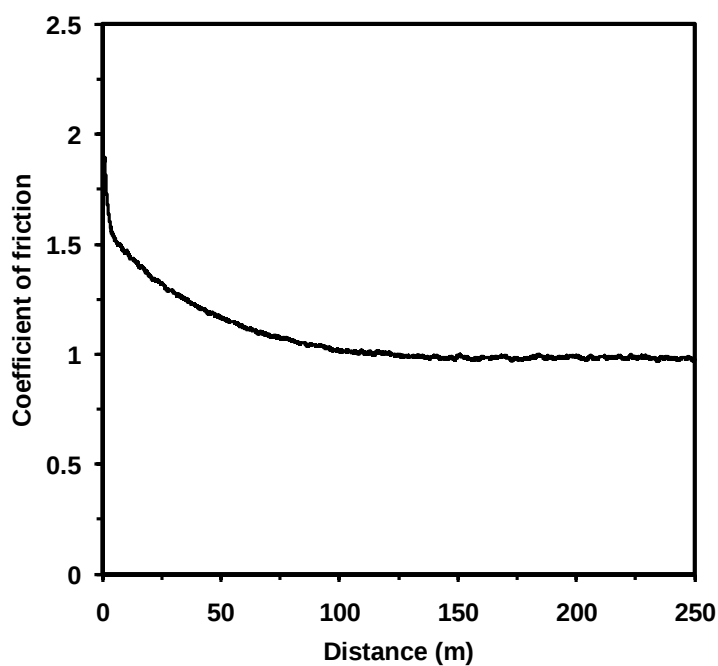
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr
ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเทชันซิลิกา 100% โดยน้ำหนัก



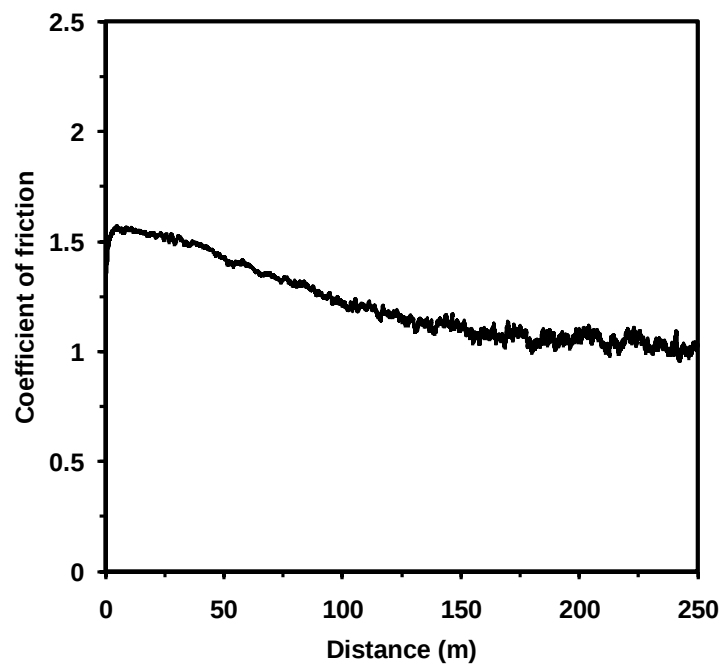
ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr
ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเทชันซิลิกา 0% โดยน้ำหนัก (ถั่วลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)



ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเทตซิลิกา 25% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)



ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเทตซิลิกา 50% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)



ผลการทดสอบด้วยเทคนิค DMA ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาถูกผสมปริมาณ 40 phr ด้วยสัดส่วนพรีซิปิเทตซิลิกา 75% โดยน้ำหนัก (เถ้าลอยขนาดน้อยกว่า 25 ไมครอน)

ภาคผนวก ง

แบบ Drawing ของเครื่องทดสอบลึกรอแบบจัดรูปแบบ Pin-on-Cylinder

