



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ สมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงแม่เหล็กของวัสดุเชิงประกอบระหว่างแบเรียมเฟอโรไรต์และยางธรรมชาติ

โดย ผศ. ดร. วิริยญา แก้ววัฒนะ และคณะ

พฤษภาคม 2552

สัญญาเลขที่ RDG5050099

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ สมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงแม่เหล็กของวัสดุเชิงประกอบระหว่างแบเรียมเฟอร์ไรต์และยางธรรมชาติ

คณะผู้วิจัย

สังกัด

1. ผศ.ดร.วิรัชญา แก้ววัฒนะ
2. ผศ. ดร. นัทธมน คุณแสง
3. นางสาวลลิตา คั่นธิขงศ์

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

ชุดโครงการ การวิจัยขนาดกลางเรื่องยางพารา

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

สารบัญ

	หน้า
บทสรุปรายงานสำหรับผู้บริหาร	4
บทคัดย่อ	7
ความสำคัญและความเป็นมาของการวิจัย	8
วัตถุประสงค์	10
ทฤษฎี แนวคิดในการวิจัย และผลงานที่เกี่ยวข้อง	11
วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง	13
ผลการทดลอง	18
สรุปผลการทดลอง	48
ข้อเสนอแนะ	49
เอกสารอ้างอิง	49
ภาคผนวก	51

บทสรุปรายงานสำหรับผู้บริหาร

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) สมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงแม่เหล็กของวัสดุเชิงประกอบระหว่างแบเรียมเฟอร์ไรท์และยางธรรมชาติ

ชื่อโครงการ (ภาษาอังกฤษ) Mechanical and Magnetic Properties of Barium Ferrite - Natural Rubber Composites

ชื่อหัวหน้าโครงการ หน่วยงานสังกัด **ที่อยู่** หมายเลขโทรศัพท์ โทรสารและ E-mail

ชื่อ - สกุล ผศ. ดร. วิรุณญา แก้ววัฒนะ

หน่วยงาน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

ที่อยู่ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ เขตจตุจักร กรุงเทพฯ 10900

โทรศัพท์/โทรสาร (02) 562-5555 ext. 2132 / (02) 579-3955

E-mail wirunyak@yahoo.com, fsciwyk@ku.ac.th

ชื่อผู้ร่วมโครงการ หน่วยงานสังกัด **ที่อยู่** หมายเลขโทรศัพท์ โทรสารและ E-mail

ชื่อ - สกุล ผศ. ดร. นัทธมน คุณแสง

หน่วยงาน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

ที่อยู่ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ เขตจตุจักร กรุงเทพฯ 10900

โทรศัพท์/โทรสาร (02) 562-5555 ext. 2189 / (02) 579-3955

E-mail fscinmk@ku.ac.th

นักศึกษา/ผู้ร่วมวิจัย นางสาวลลิตา คันทิชย์

ระยะเวลาดำเนินงาน 18 เดือน **ตั้งแต่วันที่** 1 กันยายน 2551 **ถึงวันที่** 29 กุมภาพันธ์ 2552

ปัญหาที่ทำวิจัยและความสำคัญ

การปรับปรุงคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของยางธรรมชาติโดยการเติมสารแม่เหล็กลงไปนั้นจัดเป็นการเพิ่มมูลค่าของยางธรรมชาติที่วิธีหนึ่งเพื่อปรับปรุงและพัฒนาวัสดุที่ปราศจากความเป็นแม่เหล็กให้มีความเป็นแม่เหล็ก และมีความยืดหยุ่นสูง สามารถขึ้นรูปให้เหมาะกับการใช้งานในด้านต่างๆ แม่เหล็กเฟอร์ไรท์ เป็นสารประกอบแม่เหล็กที่มีความสำคัญที่สุดชนิดหนึ่ง จุดเด่นของเฟอร์ไรท์คือ ราคาถูก เป็นแม่เหล็กถาวรที่มีความเป็นแม่เหล็กค่อนข้างสูง และมีความเสถียร โดยทั่วไปนิยมใช้สตรอนเทียมเฟอร์ไรท์ และแบเรียมเฟอร์ไรท์ แต่แบเรียมเฟอร์ไรท์มีความเป็นแม่เหล็กที่มีความเสถียรสูงกว่า ความต้านทานต่อแม่เหล็กภายนอก (Coercivity) สูง และราคาถูกกว่า ซึ่งแม่เหล็กแบเรียมเฟอร์ไรท์สามารถนำมาผสมกับยางหรือพลาสติกแล้วขึ้นรูปได้ จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์สามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น solid-solid method, co-precipitation เป็นต้น ซึ่งวิธีแบบเก่ามีข้อเสียคือมีกระบวนการเตรียมที่ยุ่งยาก ใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยานาน ใช้อุณหภูมิในการเผาฟิเคอร์เซอร์สูง นอกจากนี้สารที่ได้ยังไม่บริสุทธิ์ คณะวิจัยจึงทำการศึกษาการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ด้วยวิธีการใหม่ที่แตกต่างไปจากวิธีดั้งเดิม คือ Oxide One Pot Synthesis (OOPS) วิธีนี้มีข้อดี คือไม่ยุ่งยาก ใช้เวลาในการเตรียมสั้น ใช้อุณหภูมิในการเผาฟิเคอร์เซอร์ไม่สูงมาก และได้สารที่มีความบริสุทธิ์เป็นเนื้อเดียว

ในงานวิจัยนี้ คณะผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะศึกษาการเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธี OOPS ลงในยางธรรมชาติ เพื่อปรับปรุงสมบัติทางด้านแม่เหล็กและสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติ โดยการผสม Magnetic filler ลงใน Rubber Matrix (primary phase) นั้นจัดเป็นการเตรียม Rubber Ferrite Composites (RFCs) เพื่อให้ได้วัสดุคอมโพสิตที่มีความอ่อนตัว สามารถบิดหรืองอขึ้นงานได้โดยไม่ทำให้ชิ้นงานเสียสภาพความเป็นแม่เหล็ก และสามารถนำมาตัดให้เป็นชิ้นส่วนเพื่อนำไปใช้ในงานได้อย่างกว้างขวาง เช่น magnetic memories, flexible magnets, microwave absorber และ TV York เป็นต้น

วัตถุประสงค์

1. เพื่อเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ผ่านวิธี Oxide One Pot Process (OOPS) และศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผา precursors ต่อสมบัติต่างๆของแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่เตรียมด้วยวิธี OOPS
2. เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลและคุณสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่มีส่วนผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่เตรียมผ่านวิธี OOPS เปรียบเทียบกับยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)
3. เพื่อศึกษาผลของการเติมสารคู่ควบไททานเนต และการเติมคาร์บอนแบล็คต่อสมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) เทียบกับยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมโดยวิธี OOPS

ผลการดำเนินงาน

ผลที่ได้รับ	บรรลุลักษณะข้อที่ ...	โดยทำให้ ...
ทราบถึงอุณหภูมิและเวลาที่เหมาะสมในกระบวนการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ ซึ่งมีผลกระทบต่อสมบัติทางด้านขนาดรูปร่างและสมบัติทางแม่เหล็กของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมด้วยวิธี OOPS	บรรลุลักษณะข้อที่ 1	สามารถลดอุณหภูมิในการเผาฟิรโคอร์เซอร์จากอุณหภูมิ 1200 °C ที่เวลา 2 ชั่วโมง ให้เหลืออุณหภูมิ 1000 °C ที่เวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมง โดยได้คุณสมบัติทางด้านแม่เหล็กที่ดีเทียบเท่ากับการเผาที่อุณหภูมิสูงและ แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)
ทราบถึงสูตรยางที่เหมาะสมในการเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)ลงในยางธรรมชาติเพื่อให้ได้สมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กที่ดี ก่อนนำสูตรยางที่เหมาะสมไปใช้กับแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมด้วยวิธี OOPS ต่อไป	บรรลุลักษณะข้อที่ 2	สูตรยางที่เหมาะสมในการเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ลงในยางธรรมชาติ คือ ที่ปริมาณ 100 phr โดยได้คุณสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด และคุณสมบัติทางด้านแม่เหล็กที่ดีเทียบเท่ากับวัสดุคอมโพสิตที่ผลิตในทางอุตสาหกรรม (rubber sheet)
ทราบถึงคุณสมบัติเชิงกลและแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ผสมกับแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากกระบวนการ OOPS เทียบกับ แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)	บรรลุลักษณะข้อที่ 2	ยางคอมปาวด์ที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากกระบวนการ OOPS มีคุณสมบัติทางด้านแม่เหล็กที่สูงกว่ายางคอมปาวด์ที่ผสมกับแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) และมีสมบัติเชิงกลด้านการทนต่อแรงดึงสูงกว่าวัสดุคอมโพสิตที่ผลิตในทางอุตสาหกรรม (rubber sheet)
ทราบถึงคุณสมบัติเชิงกลหลังทำการ	บรรลุลักษณะข้อที่ 3	การเติมสารคู่ควบไททานเนตในยางคอมปาวด์ที่มี

ปรับปรุงด้วยการเติมสารคู่ควบไททานดในยางคอมปาวด์ผสม แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากกระบวนการ OOPS		ส่วนผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากกระบวนการ OOPS ไม่ได้ช่วยปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านเชิงกล
ผลที่ได้รับ	บรรลุลักษณะข้อที่ ...	โดยทำให้ ...
ทราบถึงคุณสมบัติความแข็ง (hardness) หลังเติมคาร์บอนแบล็คในยางคอมปาวด์ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากกระบวนการ OOPS และแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)	บรรลุลักษณะข้อที่ 3	การเติมคาร์บอนแบล็คลงในยางคอมปาวด์ที่มีส่วนผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากกระบวนการ OOPS และแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) สามารถช่วยปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านความแข็ง (hardness)

สรุปผลการวิจัย

การเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ปริมาณ 100 phr จะส่งผลให้สมบัติเชิงกลด้านทนต่อแรงดึงและค่ามอดูลัสดีที่สุดในยางคอมโพสิตที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C มีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่ายางคอมโพสิตที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) แต่กลับมีสมบัติเชิงแม่เหล็กที่ดีกว่า ซึ่งการเติมคาร์บอนแบล็คในปริมาณ 30 phr ควบคู่กับการเติม 100 phr แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS เป็นสูตรยางที่เหมาะสมในการใช้งานด้าน rubber magnet sheet ซึ่งจะให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่า ในขณะที่มีสมบัติเชิงแม่เหล็กเทียบเท่าหรือดีกว่า rubber magnet sheet ที่ใช้ในทางอุตสาหกรรม

ข้อเสนอแนะที่คาดว่าจะควรวิจัยเพิ่มเติม และวิธีการที่ควรพัฒนาต่อยอดสู่ภาคปฏิบัติจริง

1. ควรทำการศึกษาหาสูตรยางที่เหมาะสมเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านเชิงกลและความแข็งของยางที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากกระบวนการ OOPS โดยการเติมคาร์บอนแบล็คเพื่อปรับปรุงให้สามารถนำไปใช้ในงานที่ต้องการคุณสมบัติทางด้านความแข็งต่อไป
2. เนื่องจากการศึกษาการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ผ่านกระบวนการ OOPS ยังสามารถเตรียมผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ได้ในปริมาณน้อยเนื่องจากเครื่องมือที่ใช้เป็นลักษณะ lab scale จึงควรมีการนำไปเตรียมในเครื่องมือขนาดภาคอุตสาหกรรมเพื่อสามารถเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ให้ได้ในปริมาณที่เพียงพอต่อความต้องการได้

ผลงานทางวิชาการที่คาดว่าจะเกิดขึ้น

การประชุมวิชาการระดับชาติ

บทคัดย่อ

แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เตรียมโดยวิธี Oxide One Pot Process (OOPS) ซึ่งพรีเคอร์เซอร์ที่เตรียมได้ถูกเผาที่อุณหภูมิ 600, 800, 1000 and 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยพบว่าลักษณะแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้หลังเผาพรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C นั้นเป็นแบบ hematite and hexagonal ferrite ในขณะที่ได้แบเรียมเฟอร์ไรท์แบบ hexagonal ferrite ภายหลังการเผาที่ 1200 °C การเพิ่มเวลาในการเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C จาก 2 เป็น 5 และ 8 ชั่วโมง พบว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการเผาที่ 8 ชั่วโมงนั้นมีความบริสุทธิ์ และมีความเป็นแม่เหล็ก (ความต้านทานต่อสนามแม่เหล็กภายนอก แม่เหล็กคงค้าง จุดแม่เหล็กอิ่มตัว) สูง นอกจากนี้จากการศึกษาถึงอิทธิพลของปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรท์เกรดการค้าต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมพอสิตพบว่าค่าความต้านทานแรงดึงของยางคอมพอสิตมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรท์จนถึง 100 phr จากนั้นสมบัติดังกล่าวมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณถึง 140 phr ความแกร่งและความแข็งแรงของยางคอมพอสิตมีค่าเพิ่มขึ้นในขณะที่ความสามารถในการยืดมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรท์ จากการตรวจสอบความสามารถในการกระจายตัวโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์สามารถกระจายตัวในยางได้ดี สมบัติความเป็นแม่เหล็กของยางคอมพอสิตศึกษาด้วยเครื่อง VSM ที่อุณหภูมิห้อง ผลที่ได้พบว่ายางคอมพอสิตมีความเป็นแม่เหล็กเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรท์จนถึงปริมาณ 140 phr จากการเปรียบเทียบคุณสมบัติเชิงกลและแม่เหล็กของยางคอมพอสิตที่มีส่วนผสมระหว่างแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) และแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการเตรียมด้วยวิธี OOPS พบว่ายางคอมพอสิตที่เติมด้วยแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการเตรียมด้วยวิธี OOPS มีคุณสมบัติเชิงกลและความแข็งแรงที่ต่ำกว่า แต่กลับมีคุณสมบัติแม่เหล็กที่ดีกว่า นอกจากนี้เมื่อศึกษาการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลและความแข็งแรงของยางคอมพอสิตที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการเตรียมด้วยวิธี OOPS โดยผ่านกระบวนการ surface treatment ด้วย coupling agent และปรับปรุงคุณสมบัติด้านความแข็งแรงด้วยการเติมผงคาร์บอนแบล็ค พบว่าการทำ surface treatment ไม่มีผลช่วยปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลและความแข็งแรง ในขณะที่การเติมคาร์บอนแบล็คสามารถปรับปรุงคุณสมบัติดังกล่าวได้ ซึ่งการเติมคาร์บอนแบล็คในปริมาณ 30 phr ช่วยให้ยางคอมพอสิตที่มีแบเรียมเฟอร์ไรท์ 100 phr มีสมบัติเชิงกล ความแข็งแรง และสมบัติทางแม่เหล็กดีเทียบเท่ากับ flexible magnet sheet ที่นำมาใช้เป็นชิ้นส่วนในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์

Abstract

In this study, barium ferrites ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) have been synthesized using the Oxide One Pot Process (OOPS). These precursors were calcined at 600, 800, 1000 and 1200 °C for 2 hrs, during which time the precursor that calcined at 1000 °C was found both hematite and hexagonal ferrite whereas the precursor calcined at 1200 °C was transformed to the hexagonal ferrite. With increasing the calcination time of precursors calcined at 1000 °C from 2 to 8 hrs, the ones calcined for 8 hrs became hexagonal ferrite phase with high purity, resulting in high magnetic properties, including the coercivity (H_c), saturation magnetization (M_s) and magnetic Remanence (M_r). The effect of barium ferrite (commercial grade) on the mechanical and magnetic properties of RFCs was investigated. Commercial hexagonal barium ferrite was incorporated with various loading in the natural rubber matrix to produce rubber ferrite composites (RFCs). Tensile strength increased up to 100 phr and then decreased. Modulus and hardness increased, while elongation at break decreased gradually with increasing barium ferrite loading. SEM was used to determine the dispersion of filler in rubber matrix, the fine dispersion of barium ferrite particles in the rubber matrix can be observed. The magnetic properties of these composites were studied using a VSM at room temperature (25 °C). The results show that the H_c of the

composites increased with increasing filler content up to 140 phr. Comparison of the magnetic and mechanical properties between RFCs with commercial barium ferrite and barium ferrite synthesized by OOPS was undertaken. RFCs with synthesized barium ferrite showed lower tensile properties and hardness, while greater magnetic properties than those of RFCs with commercial barium ferrite. Moreover, the improvement of mechanical properties and hardness of RFCs containing barium ferrite synthesized by OOPS by surface treatment with coupling agent and carbon black addition was studied. It was found that the surface treatment of Barium Ferrite showed no significant improvement, while the addition of 30 phr carbon black into RFCs containing 100 phr Barium Ferrite improved mechanical properties particularly hardness and magnetic properties in which they were comparable with flexible magnet sheet used in electronic parts.

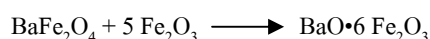
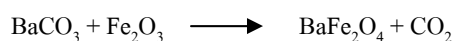
ความสำคัญและความเป็นมาของการวิจัย

ในปัจจุบันงานวิจัยต่างๆ มุ่งเน้นการนำเอาวัตถุดิบที่ผลิตได้ภายในประเทศ มาใช้ประโยชน์ให้ได้มากที่สุด เพื่อที่จะนำมาใช้ทดแทนวัตถุดิบที่จะต้องนำเข้าจากต่างประเทศ ซึ่งจะเป็นการเพิ่มมูลค่าของวัตถุดิบภายในประเทศ เป็นที่ทราบกันดีว่าในปัจจุบันนี้ประเทศไทยสามารถผลิตยางธรรมชาติซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรเป็นจำนวนมาก แต่มีการนำมาแปรรูปใช้ในภาคอุตสาหกรรมภายในประเทศเป็นจำนวนน้อย โดยส่วนใหญ่แล้วจะนิยมนำยางธรรมชาติในลักษณะวัตถุดิบไปขายยังต่างประเทศ ทั้งในรูป น้ำยางข้น (Latex) และยางดิบแห้ง ได้แก่ ยางแผ่นรมควัน และยางแท่ง ดังนั้นการวิจัยพัฒนายางธรรมชาติจึงเป็นสิ่งจำเป็นเพื่อที่จะทำให้สามารถที่จะนำยางธรรมชาติที่เป็นวัตถุดิบที่ผลิตในประเทศมาใช้ประโยชน์ได้มากขึ้น และเป็นการเพิ่มมูลค่าผลผลิตที่ได้จากทางการเกษตรให้สูงขึ้น ซึ่งการปรับปรุงสมบัติความเป็นแม่เหล็กของยางธรรมชาติโดยการเติมสารแม่เหล็กลงไปนั้นจึงจัดเป็นการเพิ่มมูลค่าของผลผลิตที่วิธีหนึ่ง โดยสารแม่เหล็กที่เหมาะสมกับการนำไปใช้งานที่หลากหลายรูปแบบนั้น ควรมีความยืดหยุ่น น้ำหนักเบา ง่ายต่อการขึ้นรูป ไม่เป็นสนิม ที่สำคัญยิ่งไปกว่านั้นต้องผลิตได้ในปริมาณมากและมีราคาถูก ซึ่งวัสดุที่มีสมบัติครบถ้วนดังกล่าวนี้ไม่สามารถหาได้ในสารแม่เหล็กธรรมชาติหรือสังเคราะห์ขึ้นมา ดังนั้นการปรับปรุงพัฒนาวัสดุที่ปราศจากความเป็นแม่เหล็กแต่มีความยืดหยุ่นสูง ขึ้นรูปให้มีรูปร่างต่างๆ ให้เหมาะสมแก่การใช้งานตามวัตถุประสงค์ต่างๆ ได้ง่าย ให้มีความเป็นแม่เหล็กจึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจ

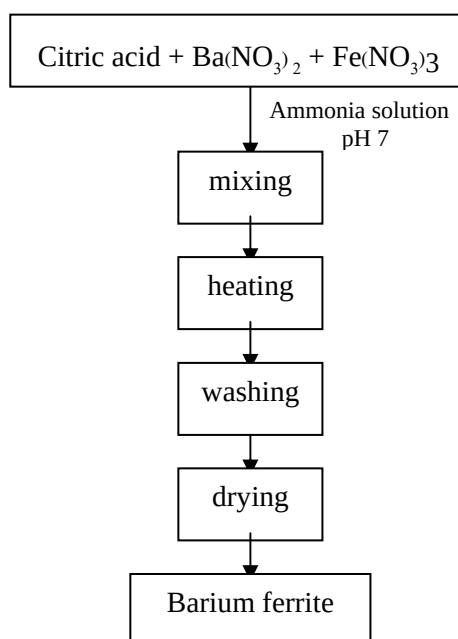
เฟอร์ไรต์ เป็นสารประกอบแม่เหล็กที่มีความสำคัญที่สุดชนิดหนึ่ง จุดเด่นของเฟอร์ไรต์คือราคาถูก เป็นแม่เหล็กถาวรที่มีความเป็นแม่เหล็กค่อนข้างสูงและมีความเสถียร จึงนิยมใช้เฟอร์ไรต์กันอย่างแพร่หลายในผลิตภัณฑ์ที่ต้องการลดต้นทุนให้ราคาถูกลงแต่ยังคงคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของวัสดุอยู่ ถึงแม้ว่าความเป็นแม่เหล็กของวัสดุจะด้อยกว่าวัสดุที่ใช้สารแม่เหล็กประเภทธาตุหายาก (rare earth magnets) ก็ตาม สารประกอบเฟอร์ไรต์ที่ได้รับความสนใจอย่างกว้างขวาง ได้แก่ แบเรียมเฟอร์ไรต์ ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) และสตรอนเทียมเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) ซึ่งเป็นสารแม่เหล็กถาวรที่คุณสมบัติทางแม่เหล็กใกล้เคียงกันมาก แต่แบเรียมเฟอร์ไรต์มีความเสถียรสูงกว่าและราคาถูกกว่า ในทางอุตสาหกรรมแม่เหล็กเฟอร์ไรต์เป็นแม่เหล็กที่ใช้กันอย่างแพร่หลายที่สุด เพราะมีคุณสมบัติทางแม่เหล็กที่ดีมีคุณสมบัติของค่า Coercivity สูง ,ด้านทานต่อสนามแม่เหล็กภายนอกสูง ราคาถูก สามารถนำมาผสมกับพลาสติกหรือยางแล้วสามารถขึ้นรูปได้และทนความร้อน ในทางการค้าแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ แบ่งตามประเภทการใช้งานได้ 2 ประเภท คือ soft และ Hard Ferrite โดยแม่เหล็กชนิด Soft Ferrite (แม่เหล็กชั่วคราว) นั้นจะทำให้มีสภาพแม่เหล็ก และทำลายสภาวะแม่เหล็กได้ง่าย นอกจากนี้ Soft Ferrite ยังมีความต้านทานสูง จึงนิยมใช้เป็นชิ้นส่วนในอุปกรณ์ที่ต้องการความถี่สูง อาทิ หม้อแปลงไฟฟ้า ไมโครเวฟ เพราะสามารถลดค่าพลังงานสูญเสีย ที่เกิดขึ้นเนื่องจากผลของการเปลี่ยนแปลงทางแม่เหล็กได้ดี ในส่วนของ Hard Ferrite (แม่เหล็กถาวร) จะ

สามารถเหนี่ยวนำให้เป็นแม่เหล็กได้ยาก หรือหมดสภาพได้ยากกว่า จึงนิยมใช้เป็นแม่เหล็กถาวรในอุปกรณ์ต่างๆ อาทิ เครื่องกำเนิดไฟฟ้า มอเตอร์ สารแม่เหล็ก ซึ่งสารแม่เหล็กแบเรียมเฟอร์ไรท์และสตรอนเทียมเฟอร์ไรท์จัดเป็นสารแม่เหล็กถาวร

จากการศึกษาวิจัยที่ผ่านมา แบเรียมเฟอร์ไรท์เตรียมได้หลายวิธี เช่น วิธีแบบดั้งเดิมได้แก่ solid – solid reaction method (Godin, Chaki, Courbon, *et al.* 2009), co-precipitation method (Kim, Wang, Iwaki, *et al.* 2007) ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ผลิตทางอุตสาหกรรม เนื่องจากกระบวนการพื้นฐานที่ใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์นั้นมีปฏิกิริยาไม่ค่อยซับซ้อนและง่ายต่อการควบคุมทิศทางการเกิดผลึก การเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ด้วยวิธี solid – solid reaction มีขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา 2 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนการเกิด decarboxilation และขั้นตอน diffusion ดังปฏิกิริยา

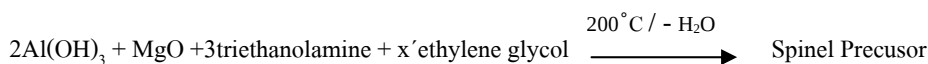


วิธี solid – solid reaction มีข้อดีคือได้แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่มีลักษณะเป็นผลึก single crystal ทำให้มูลค่าของผลึกที่ได้สูง แม่เหล็กชนิดเฟอร์ไรท์ทำจากเหล็กออกไซด์, สตรอนเทียมคาร์บอเนต (SrCO_3), แบเรียมคาร์บอเนต (BaCO_3) แต่ข้อเสียของวิธีนี้คือค่อนข้างยุ่งยาก เพราะมีกระบวนการหลายขั้นตอน มีราคาแพง ใช้อุณหภูมิสูง นอกจากนี้ยังไม่สามารถควบคุมรูปร่างและขนาดของผลึกได้ มีสารประกอบออกไซด์ปนมาเสมอทำให้ความบริสุทธิ์ลดลง ในขณะที่การเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ด้วยวิธี co-precipitation ซึ่งมีกระบวนการผลิตดังต่อไปนี้



จะได้แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เป็นเนื้อเดียวกันมากกว่าวิธี solid – solid reaction อย่างไรก็ตามวิธีนี้มีข้อด้อยคือ ต้องคอยควบคุม pH ในการเกิดปฏิกิริยาให้คงที่ ซึ่งยากต่อการควบคุม นอกจากนี้อนุภาคของ แบเรียมเฟอร์ไรท์จะมีการจัดเรียงตัวด้วยขนาดที่ไม่สม่ำเสมอและจับตัวเป็นก้อน

ปัจจุบันได้มีการพัฒนาการเตรียมผงนาโนเซรามิกบางชนิดด้วยกระบวนการขั้นตอนเดียวเรียกว่า The Oxide One Pot Synthesis (OOPS) process ใช้ในการเตรียม MgAl_2O_4 , NiAl_2O_4 ซึ่งการเตรียม MgAl_2O_4 Spinel Precursor สามารถเตรียมได้ดังปฏิกิริยา (Laobuthee, Wongkasemjit, Traversa., *et al.* 1999)



วิธีนี้มีข้อดีหลายประการ คือไม่ยุ่งยาก ใช้เวลาในการเตรียมสั้น ใช้อุณหภูมิไม่สูงมากเมื่อเทียบกับวิธีแบบดั้งเดิม และได้สารที่มีความบริสุทธิ์สูงเป็นเนื้อเดียว จากการศึกษาการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรต์ด้วยวิธีดังกล่าวซึ่งเป็นวิธีการใหม่ที่ต่างไปจากวิธีการดั้งเดิมและได้ทำการตรวจวิเคราะห์ผลผลิตที่เกิดขึ้นในเบื้องต้นแล้วพบว่า สามารถเตรียมสารชนิดนี้ได้ผลดี นอกจากนี้อุณหภูมิที่เลือกใช้ในการเผาสารจะมีผลต่อรูปร่างและขนาดอนุภาค ซึ่งจะสามารถนำสารแม่เหล็กแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่เตรียมได้ไปเตรียม composite materials และศึกษาทดลองต่อไป

ในงานวิจัยนี้คณะผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะศึกษาการเติมแบเรียมเฟอร์ไรต์ลงในยางเพื่อปรับปรุงความเป็นแม่เหล็กของยางธรรมชาติ ซึ่งการผสม Magnetic Fillers ลงใน Rubber Matrix (primary phase) นั้นจัดเป็นการเตรียม Rubber Ferrite Composite (RFC) ซึ่งสามารถนำไปใช้งานได้อย่างกว้างขวาง อาทิเช่น magnetic memories, flexible magnets, microwave absorbers, TV yokes เป็นต้น (Benito, Morales, Requena, *et al* 2001, Chipara, Hui, Sankar, *et al* 2004, David and Faber 2001, Dho, Lee, Park, *et al* 2005) โดยเป็นที่ทราบกันดีว่าสมบัติเชิงกลของยางคอมโพสิตนั้นขึ้นกับสมบัติของยาง, สมบัติและปริมาณของ Magnetic Fillers และอันตรกิริยาระหว่างสารตัวเติมและเนื้อยาง (Benito, Morales, Requena, *et al* 2001, Chipara, Hui, Sankar, *et al* 2004, David and Faber 2001, Dho, Lee, Park, *et al* 2005, Dishovsky, Ruskova, and Radulov 2001) ดังนั้นพื้นที่ผิว และขนาดอนุภาคของ Magnetic Fillers ที่เติมลงไปนั้นย่อมเป็นตัวแปรสำคัญต่อสมบัติเชิงกลของยางคอมโพสิตนอกเหนือจากสมบัติความเป็นแม่เหล็ก

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีความมุ่งหวังที่จะศึกษาการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรต์ด้วยวิธีการใหม่ที่แตกต่างไปจากวิธีดั้งเดิม คือ Oxide One Pot Synthesis (OOPS) วิธีนี้มีข้อดี คือไม่ยุ่งยาก ใช้เวลาในการเตรียมสั้น ใช้อุณหภูมิในการเผาค่อนข้างต่ำไม่สูงมาก และได้สารที่มีความบริสุทธิ์สูงเป็นเนื้อเดียว เพื่อลดการใช้อุณหภูมิซึ่งก่อให้เกิดอันตรายและลดพลังงานที่ใช้ในการเตรียม นอกจากนี้ยังสามารถลดการนำเข้าแบเรียมเฟอร์ไรต์จากต่างประเทศ และปรับปรุงคุณสมบัติของยางคอมพาวด์ด้วยการเติมแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธี OOPS ลงในยางธรรมชาติ เพื่อปรับปรุงสมบัติทางด้านแม่เหล็กและสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติ เพื่อให้ได้วัสดุคอมโพสิตที่มีความอ่อนตัว สามารถบิดหรือขึงงานได้โดยไม่ทำให้ชิ้นงานไม่เสียสภาพความเป็นแม่เหล็ก และสามารถนำมาตัดให้เป็นชิ้นส่วนเพื่อนำไปใช้งานได้อย่างกว้างขวางสนองความต้องการของตลาดได้มากขึ้น เช่น magnetic memories, flexible magnets, microwave absorber และ TV York เป็นต้น รวมทั้งได้กระบวนการคิดและแก้ปัญหาในการจัดการทรัพยากรที่มีอยู่ให้สอดคล้องกับยุทธศาสตร์การจัดการและการบริหารทรัพยากรและสิ่งแวดล้อม

วัตถุประสงค์

1. เพื่อเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรต์ผ่านวิธี Oxide One Pot Process (OOPS) และศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผาคือสมบัติทางแม่เหล็กของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่เตรียมด้วยวิธี OOPS
2. เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกลและคุณสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมพาวด์ที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่เตรียมผ่านวิธี OOPS เปรียบเทียบกับยางคอมพาวด์ที่มีแบเรียมเฟอร์ไรต์ (เกรดการค้า)
3. เพื่อศึกษาผลของการเติมสารคู่ควบไททานเนียมต่อสมบัติเชิงกลและความแข็ง (hardness) ของยางคอมพาวด์ที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรต์

4. เพื่อศึกษาผลของการเติมคาร์บอนแบล็กต่อสมบัติเชิงกลและความแข็ง (hardness) ของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์

ทฤษฎี แนวคิดในการวิจัย และผลงานที่เกี่ยวข้อง

ในงานวิจัยนี้มีความมุ่งหวังที่จะเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ด้วยกระบวนการ Oxide One Pot Synthesis (OOPS) ซึ่งมีข้อดี คือไม่ยุ่งยาก ใช้เวลาในการเตรียมสั้น ใช้อุณหภูมิในการเผาฟิรเคอร์เซอร์ไม่สูงมาก และได้สารที่มีความบริสุทธิ์เป็นเนื้อเดียว ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษาการเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธี OOPS ลงในยางธรรมชาติ เพื่อปรับปรุงสมบัติทางด้านแม่เหล็กและสมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์ให้มีคุณสมบัติดังกล่าวเทียบเท่ากับ flexible magnet sheet ที่นำมาใช้เป็นชิ้นส่วนในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ตามประเภทงานที่เหมาะสมต่อไป จากการสืบค้นงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่านักวิจัยได้ทำการศึกษาวิธีการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์และยางคอมโพสิตที่เติมแบเรียมเฟอร์ไรท์และ magnetic filler ชนิดอื่นเพื่อศึกษาสมบัติเชิงกล แม่เหล็กและการนำไฟฟ้าเพื่อหาสูตรยางที่เหมาะสมต่อคุณสมบัติแต่ละแบบดังนี้

Mohammed E.M. และคณะทำการศึกษาการเตรียม rubber ferrite composite (RFC) โดยนำยางธรรมชาติมาผสมกับผงนาโนเซรามิก manganese zinc ferrite (MZF) เพื่อเพิ่มความสามารถในการใช้งานของยางคอมโพสิตให้มีความยืดหยุ่น สามารถขึ้นรูปในแม่พิมพ์ที่มีขนาดและรูปร่างซับซ้อนและมีสมบัติทางแม่เหล็ก ซึ่งทำการศึกษาผลของปริมาณ MZF ต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติความเป็นแม่เหล็ก พบว่าโครงสร้างของ MZF, ขนาดอนุภาค, และพื้นที่ผิวของ MZF มีผลต่อสมบัติเชิงกล โดยค่าทนต่อแรงดึงมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ MZF ในส่วนของความเป็นแม่เหล็กพบว่ายางธรรมชาติหลังการเติม MZF มีค่าความเป็นแม่เหล็กใกล้เคียงกับผงนาโนเซรามิก MZF

Soloman M.A. และคณะทำการศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กของยาง rubber ferrite composite (RFC) เมื่อทำการผสม strontium ferrite ที่มีรูปร่างแบบ hexagonal ปริมาณ 40 – 120 phr. ในยางธรรมชาติ พบว่าสมบัติเชิงกลมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ strontium ferrite เมื่อทำการทดสอบสมบัติทางแม่เหล็กด้วย vibrating sample magnetometer (VSM) ได้แก่ appreciable coercivity (H_c) และ saturation magnetic (M_s) พบว่า H_c มีค่าคงที่เมื่อผ่านการเติม strontium ferrite ในปริมาณที่แตกต่างกัน ส่วน M_s มีค่าสูงขึ้นตามปริมาณ strontium ferrite ในงานวิจัยจึงทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยผสมผงคาร์บอนแบล็กซึ่งเป็นสารเสริมแรงลงในยางคอมโพสิตพบว่าสมบัติเชิงกลดีขึ้นแต่สมบัติทางแม่เหล็กลดลง

Soloman M.A. และคณะทำการศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กของยาง rubber ferrite composite (RFC) เมื่อทำการผสม barium ferrite ที่มีรูปร่างแบบ hexagonal ปริมาณ 0 – 120 phr. ในยางธรรมชาติ พบว่าสมบัติเชิงกลมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณ barium ferrite แต่มีค่าสูงกว่าเมื่อเทียบกับ strontium ferrite เมื่อทำการทดสอบสมบัติทางแม่เหล็ก ด้วย vibrating sample magnetometer (VSM) ได้แก่ appreciable coercivity (H_c), saturation magnetic (M_s) พบว่า H_c มีค่าคงที่เมื่อผ่านการเติม barium ferrite ในปริมาณที่แตกต่างกัน ส่วน M_s มีค่าสูงขึ้นตามปริมาณ barium ferrite และมีค่าสูงกว่าเมื่อเทียบกับ strontium ferrite

Makled M.H. และคณะทำการศึกษา polymer blended magnets (PBM_s) ให้มีคุณสมบัติคือ น้ำหนักเบา, ราคาถูก, ป้องกันการเกิดสนิม, มีคุณสมบัติทางแม่เหล็ก, ความยืดหยุ่นและสมบัติเชิงกลที่ดี โดยทำการผสมผงแม่เหล็กเฟอร์ไรท์ลงในยางธรรมชาติ ในงานวิจัยก่อนหน้านี้มีการใช้ strontium ferrite ซึ่งมีราคาแพงและมีความเสถียรน้อยกว่าจึงใช้ barium ferrite ที่มีราคาถูก น้ำหนักเบา มีความเสถียรและมีความเป็นแม่เหล็กสูงผสมกับยางธรรมชาติในปริมาณต่างๆ ที่ 0 – 120 phr. โดยทำการศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็ก พบว่าการเพิ่มปริมาณ barium ferrite จะลดความยืดหยุ่นของยาง

คอมโพสิตซึ่งมีผลต่อสมบัติเชิงกลทำให้สมบัติเชิงกลลดลง แต่ทำให้ยางคอมโพสิตมีความแข็งแรงมากขึ้น ในส่วนของความเป็นแม่เหล็กจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นตามปริมาณของ barium ferrite

Dho J. และคณะ ศึกษาการศึกษาศสมบัติความเป็นแม่เหล็ก ลักษณะ microstructure ของ polycrystalline และ single crystal ของ barium ferrite เพื่ออธิบายความสัมพันธ์ของ coercivity และ grain boundary pinning การเพิ่มอุณหภูมิในการเผา polycrystalline barium ferrite ที่อุณหภูมิ 1100 – 1300 °C พบว่าตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 1100 °C จะได้ grain size ขนาดเล็กๆ แต่มีการ connectivity ต่ำ hysteresis อยู่ในช่วงกว้าง มี coercivity 4 kOe เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผา พบว่า จะได้ grain size ขนาดใหญ่และมี inter connectivity แต่มี hysteresis ในช่วงแคบลงและมี coercivity ลดลง ในส่วนของ single crystal ของ barium ferrite พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผามีทิศทางการจัดเรียงตัวทั้ง 2 แนว มีค่า magnetization hysteresis loop เข้าใกล้ 0 เปรียบเทียบกับ re-sintered พบว่ามีค่าสูงกว่าถึง 2 kOe.

Mali A. และ A. Atatie ศึกษาการเตรียม barium ferrite แบบ nanoparticle โดยใช้สารตั้งต้น iron nitrate, barium nitrate, citric acid and ammonia ทำการตรวจวัดโครงสร้างด้วย X-ray diffraction (XRD) โดยใช้อัตราส่วนของ Fe/Ba เท่ากับ 8 – 12 ทำการเผาที่อุณหภูมิ 800 - 1100 °C เมื่อทำการเผาผง Barium Ferrite ที่อุณหภูมิต่างๆกัน คือ 800, 1000 และ 1100 °C พบว่าที่อุณหภูมิ 800 °C มีส่วน γ Fe_2O_3 และ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ซึ่งเป็นส่วน soft และ hard magnetic ทำให้มี H_c ต่ำ ที่อุณหภูมิ 1100 °C มีลักษณะเป็นแผ่น hexagonal และที่อุณหภูมิ 1000 °C มีลักษณะเป็นทรงกลมขนาด 0.4 μm . ซึ่งมี H_c สูงที่สุด

Laobutee A. และคณะ ศึกษาการเตรียม metal oxide หรือ hydroxide MgAl_2O_4 ด้วยวิธี Oxide One Pot Synthesis (OOPS) โดยวิธีนี้เป็นการเตรียม Alkoxide precursor ที่อุณหภูมิต่ำ โดยใช้ aluminum hydroxide hydrate, magnesium oxide, triethanolamine และ ethylene glycol เป็นสารตั้งต้น ต่อมา Panitat H. และคณะ ศึกษาการเตรียมสารประกอบ NiAl_2O_4 จาก aluminium hydroxide และ nickel nitrate ด้วยวิธี oxide one pot synthesis (OOPS) โดย precursor จะเปลี่ยนเป็น NiAl_2O_4 เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่ามีพื้นที่ผิว 31.08 m^2/g มีปริมาณ pore volume 0.10 cm^3/g และขนาดของ pore size 131.37 Å°

Hung Y.C. และคณะ ศึกษาการเตรียม Nylon 12 ผสมกับผงสตรอนเทียมเฟอร์ไรท์ซึ่งสารทั้ง 2 ชนิดเข้ากันได้ยาก เพราะความแตกต่างในด้านของ density และ polarity ทำให้ผงแม่เหล็กเฟอร์ไรท์มีกรวมตัวกันอยู่ที่ surface จึงทำการศึกษาผลของสาร coupling agent 2 ชนิด คือ Titanate coupling agent และ Silane coupling agent เพื่อช่วยในด้านของ orientation ของผงเฟอร์ไรท์ให้มีการเข้ากับ Nylon 12 ได้ดีขึ้น โดยพบว่าสาร coupling agent ทั้ง 2 ชนิดสามารถลด degree of orientation ของผงแม่เหล็กสตรอนเทียมเฟอร์ไรท์และสามารถเป็น dispersion agent ได้

Wang Y. และคณะ ศึกษาการเตรียมวัสดุ Magnetorheological ซึ่งประกอบด้วยวัสดุ 2 ชนิด คือ magnetic particle (iron particle) ผสมอยู่ใน elastic polymer matrix (silicon rubber) ซึ่งทำการผสมภายใต้ strong magnetic field โดยทำให้ magnetic particle มีทิศเดียวกับสนามแม่เหล็กเป็น anisotropic เมื่อเติม silane coupling agents ลงไปในวัสดุผสม พบว่า Silane coupling agent ช่วยเพิ่มการกระจายตัวของ iron particle และปรับปรุง interface และ interaction ของ iron และ matrix

Nontapan และคณะ จากมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ทำการวิจัยเพื่อสร้างวัสดุกันรังสีเอ็กซ์ ที่เตรียมจากยางธรรมชาติผสมผงเฟอร์ไรท์ manganese zinc ferrite (MZF) ขนาด 5 ไมครอนและผงคาร์บอนแบล็กขนาด 30 นาโนเมตร ในปริมาณที่ต่างกัน จากนั้นนำมาทดสอบหาความหนาแน่น ความทนต่อแรงดึง ความแข็งแรง สมบัติทางความร้อน การป้องกันรังสีเอ็กซ์และการลดทอนรังสีแกมมา พบว่าการเพิ่มปริมาณผงเฟอร์ไรท์ทำให้ความหนาแน่นและความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น แต่ทำให้ค่าความทนต่อแรงดึงลดลง อย่างไรก็ตามปริมาณของผงเฟอร์ไรท์และผงคาร์บอนแบล็กไม่มีผลต่อสมบัติทางความ

ร้อน นอกจากนี้พบว่าเมื่อเติมผงเฟอร์ไรท์ 60 phr. ลงในยางธรรมชาติสามารถป้องกันรังสีเอ็กซ์ได้ 100 % การลดทอนของรังสีแกมมาพบว่าความหนาของชั้นงานที่เพิ่มขึ้นสามารถลดทอนรังสีแกมมาได้ จากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของยางคอมพอสิตด้วยเทคนิค FTIR พบว่าผงคาร์บอนแบล็คสามารถรวมตัวกับยางธรรมชาติได้ ส่วนผงเฟอร์ไรท์รวมตัวกับยางธรรมชาติได้ไม่ดี

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 กระบวนการและขั้นตอนในการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ผ่านวิธี OOPS

วัสดุและอุปกรณ์

- BaCO_3
- $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- Triethanolamine (TEA)
- Ethylene glycol

การเตรียมพรีเคอร์เซอร์ของ แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว

ชั่ง BaCO_3 , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ และตวง triethanolamine (TEA) โดยให้อัตราส่วนโดยโมลของ $\text{Ba}^{2+} : \text{Fe}^{3+} : \text{TEA}$ เท่ากับ 1.0 : 10.5 : 12.0 แล้วเติมตัวทำละลาย ethylene glycol ผสมลงในขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร เติมน้ำประมาณ 100 มิลลิลิตร ลงไปเล็กน้อย หลังจากนั้นจึงตั้งชุดเครื่องกลั่นและให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิประมาณ 190°C ขณะเกิดปฏิกิริยาแก๊ส CO_2 , NO_2 และ ตัวทำละลาย ethylene glycol จะถูกกลั่นออกมา เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปประมาณ 2 ชั่วโมง จะเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์และได้ของเหลวหนืดพร้อมตะกอนสีน้ำตาลเข้ม ทำการกรองตะกอนและล้างด้วยเมทานอล จะได้พรีเคอร์เซอร์ของ Barium Ferrite (Barium Ferrite precursor) นำตะกอนไปอบให้แห้งและนำไปเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์ เพื่อนำไปศึกษาโดยใช้เทคนิค TGA ต่อไป

การเตรียมผงเซรามิก Barium Ferrite

ทำการศึกษาการเผาผลาญสารอินทรีย์ออกจากพรีเคอร์เซอร์ที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 600, 800, 1000, 1200 $^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นอกจากนี้ยังได้ทดลองเผาพรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 $^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 5 และ 8 ชั่วโมงด้วย

การทดสอบสมบัติกายภาพของ Barium Ferrite

นำผง Barium Ferrite ที่ได้จากการเผาไปศึกษาการเปลี่ยนแปลงเฟสโดยใช้เทคนิค X-ray Diffractometer (XRD) และตรวจวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ และหาพื้นที่ผิวด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) Brunauer-Emmett-Teller (BET) และหาขนาดอนุภาคด้วย particle size analyzer โดยใช้วิธีการร่อนแยกสารผ่านตะแกรงขนาดต่างๆ โดยใช้ น้ำช่วย (wet sieve) ซึ่งจะได้ % amount of residue ของอนุภาคขนาดใหญ่ที่เหลืออยู่บนตะแกรงทำให้ทราบปริมาณและขนาดอนุภาคของสารได้ ศึกษาการสลายตัวของสารพรีเคอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค Thermal Gravity Analysis (TGA) ตามลำดับ

การทดสอบสภาพความเป็นแม่เหล็กด้วย Vibrating Sample Magnetometer (VSM)

นำ Barium Ferrite มาทดสอบสมบัติทางด้านแม่เหล็กโดยใช้เครื่อง Vibrating Sample Magnetometer ซึ่งใช้โลหะ Ni เป็นตัว Standard โดยนำผงแบเรียมเฟอร์ไรท์หรือชิ้นยางคอมพาวด์ใส่ใน sample holder ทำการเหนี่ยวนำวัสดุโดยใช้สนามแม่เหล็กภายนอกประมาณ 5000 Oe

ตอนที่ 2 กระบวนการเตรียมยางคอมปาวด์ที่ผสมผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมผ่านวิธี OOPS และ แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

- ยางธรรมชาติ; STR5L, S.M.P. RUBBER, Thailand.
- Magnetic filler ได้แก่ แบเรียมเฟอร์ไรท์ ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$); บริษัท ไอซ์แลนด์คิก จำกัด และแบเรียมเฟอร์ไรท์ ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$); ที่เตรียมโดยวิธี OOPS
- ZnO ; Global Chemical, Thailand.
- Stearic acid; Imperial Industrial Chemicals, Thailand.
- 2,2,4-Trimethyl-1,2-dihydroquinoline polymer (TMQ), antioxidant ;Eliokem, USA.
- CBS; Flexsys, Germany
- Sulfur; Sahapaisal Industry, Thailand.
- Coupling agent TC 101, Monoalkoxy unsaturated fatty acid phosphate titanate; บริษัท Behn Meyer

1. ศึกษาอิทธิพลของปริมาณของแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ต่อสมบัติเชิงกลและแม่เหล็กของยางคอมปาวด์
ตารางที่ 1 สูตรยางคอมปาวด์ที่เติมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ในปริมาณที่แตกต่างกัน

Ingredients	ปริมาณ (phr)
Natural rubber	100
Stearic acid	1
Zinc Oxide	5
Accelerator (CBS)	0.6
Antioxidant (TMQ)	1
Sulphur	1.5
Barium ferrite (commercial grade)	0, 20, 40, 60, 80, 100, 120, 140

เปรียบเทียบสมบัติเชิงกลและแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS และ แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

ตารางที่ 2 สูตรยางผสมสารเคมีที่ใช้แบเรียมเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS

Ingredients	ปริมาณ (phr.)	ปริมาณ (phr.)
Natural rubber	100	100
Stearic acid	1	1
Zinc Oxide	5	5
Accelerator (CBS)	0.6	0.6
Antioxidant (TMQ)	1	1
Sulphur	1.5	1.5
Barium ferrite (commercial grade)	100	-
Barium ferrite (OOPS method)	-	100

2. ศึกษาอิทธิพลของการเติมผงคาร์บอนแบล็คต่อสมบัติเชิงกลและแม่เหล็กของยางคอมปาวด์

ตารางที่ 3 สูตรยางคอมปาวด์ที่ผสมผงคาร์บอนแบล็คในปริมาณต่างๆ

Ingredients	ปริมาณ (phr.)	
Natural rubber	100	100
Stearic acid	1	1
Zinc Oxide	5	5
Accelerator (CBS)	0.6	0.6
Antioxidant (TMQ)	1	1
Sulphur	1.5	1.5
Barium ferrite (commercial grade)	100	-
Barium ferrite (OOPS method)	-	100
Carbon black (N 330)	10, 20, 30, 40	30

3. ศึกษาอิทธิพลของสารคู่ควบไททานเนตต่อสมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์

ตารางที่ 4 สูตรยางคอมปาวด์ที่ผสมสารคู่ควบไททานเนต coupling agent

Ingredient	ปริมาณ (phr)
Natural Rubber	100
Stearic acid	1
Zinc oxide	5
Accelerator	0.6
Antioxidant	1
Sulfur	1.5
Barium Ferrite (commercial grade)	100
Coupling agent, TC 101	3

การทำ surface treatment ของผงแม่เหล็กแบเรียมเฟอร์ไรท์

นำผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ปริมาณ 100 phr มาผ่านการปรับปรุงพื้นผิว โดยผสมกับ Titanate coupling agents, TC 101 ปริมาณ 3 phr จากนั้นนำมาละลายในสารละลายโทลูอีนที่อุณหภูมิห้อง พร้อมทั้งคนตลอดเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นนำส่วนผสมที่ได้มาปั่นกวนที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จนสารที่ได้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำไปประเหยที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำผงแม่เหล็กที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวแล้วมาผสมในยางคอมปาวด์ต่อไป

การศึกษาสมบัติทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีแบเรียมเฟอร์ไรท์หลังการทำ surface treatment

ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารตัวเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์หลังการเติม Titanate coupling agents, TC 101 เพื่อปรับปรุงพื้นผิวด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) และยางคอมปาวด์ที่ได้ไปศึกษาสมบัติทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM)

การเตรียมยางคอมปาวด์

นำยางธรรมชาติผสมกับสารวัลคาไนซ์และสารเคมีชนิดต่างๆ ในเครื่องผสม Two roll mill ที่อุณหภูมิ 70°C โดยแปรปริมาณ Magnetic filler เพื่อศึกษาปริมาณของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เหมาะสมในการปรับปรุงสมบัติทั้งเชิงกลและความ เป็นแม่เหล็กของ Barium Ferrite-Natural Rubber Composite โดยใช้สูตรตามตารางที่ 1-4 จากนั้นนำยางผสมสารเคมีเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปทดสอบลักษณะการวัลคาไนซ์ และเตรียมเป็นชิ้นทดสอบ

การทดสอบสมบัติทางกายภาพของยางคอมโพสิต

นำยางคอมปาวด์มาเตรียมเป็นชิ้นทดสอบโดยใช้เครื่องอัดแบบ Compression molding ที่ความดัน 17 MPa อุณหภูมิ 150°C ที่ระยะเวลาการคงรูปที่เหมาะสม (optimum cure time, t_{90}) ซึ่งหาค่าได้จากเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคายเคลื่อนที่ (Moving die rheometer) ตัดเป็นชิ้นเพื่อทดสอบ Tensile properties ความแข็ง compression set และทดสอบการ บ่มเร่งของยาง

การวัดค่า Tensile properties

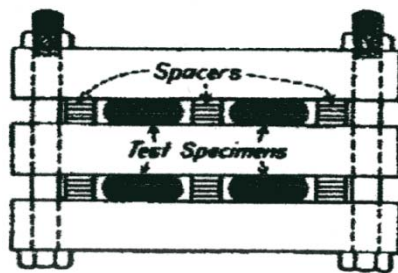
ยางที่ขึ้นรูปแล้วจะนำมาตัดเป็นรูป Dumbbell เพื่อทดสอบ Tensile properties ตามมาตรฐาน ASTM D412-98 โดยใช้เครื่อง Tensometer ที่มี Load cell ขนาด 1 kN ความเร็วในการดึง 500 mm/min โดยใช้ชิ้นงานอย่างน้อย 5 ชิ้น ในแต่ละครั้งที่ทดสอบ

การวัดค่าความแข็ง

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240-97 โดยใช้เครื่อง Durometer Hardness (Shore A) ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง โดยวางชิ้นงานที่มีความหนาประมาณ 6 มิลลิเมตร บนแท่นทดสอบ ทำการทดสอบบนชิ้นงานตัวอย่างห้าตำแหน่ง แต่ละตำแหน่งใช้เวลา 30 วินาที เพื่อหาค่าเฉลี่ยการทดสอบความแข็ง

การทดสอบ Compression set

ทดสอบ Compression set ตามมาตรฐาน ASTM D395-98 ชิ้นทดสอบมีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลาง 29.0 ± 0.5 มิลลิเมตร หนา 12.5 ± 0.5 มิลลิเมตร อัดให้ผิดรูป 25% ของความหนา ลักษณะดังรูปที่ 1 อบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 22 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดแล้วนำยางออกจากแผ่นอัดทันที ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที บนพื้นที่ไม่นำความร้อน แล้วจึงวัดความหนา รายงานผลในรูปของเปอร์เซ็นต์ของความหนาเดิม



รูปที่ 1 ลักษณะการทดสอบ Compression Set

การคำนวณ

$$\% \text{Compression set} = [(t_0 - t_i) / (t_0 - t_n)] \times 100$$

โดย t_0 = ความหนาเดิมก่อนการทดสอบ
 t_i = ความหนาหลังจากอบด้วยความร้อน
 t_n = ความหนาของแผ่นกั้น (spacer)

การทดสอบความทนทานต่อการเสื่อมสภาพ (Resistance of Ageing)

ทดสอบการบ่มเร่งของยางตามมาตรฐาน ASTM D573-99 โดยทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 3 วัน ในตู้บ่มเร่งแบบ Gear Aging เมื่อครบกำหนดนำชิ้นทดสอบไปทดสอบ tensile properties

การทดสอบสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์

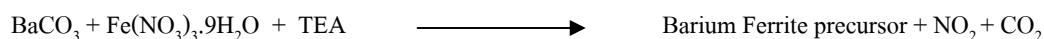
ตัดชิ้นยางคอมปาวด์ ขนาด 0.5×0.5 เซนติเมตร หนา 2 มิลลิเมตร มาทดสอบสมบัติทางด้านแม่เหล็กโดยใช้เครื่อง Vibrating Sample Magnetometer ซึ่งใช้โลหะ Ni เป็นตัว Standard โดยนำชิ้นงานใส่ใน sample holder ทำการเหนี่ยวนำวัสดุโดยใช้สนามแม่เหล็กภายนอกประมาณ 5000 Oe

ผลการทดลอง

ตอนที่ 1 ผลการทดลองผงแม่เหล็กแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมผ่านวิธี OOPS

1. ผลการเตรียมฟริเคอร์เซอร์ของ แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมผ่านวิธี OOPS

การเตรียมฟริเคอร์เซอร์แบเรียมเฟอร์ไรท์โดยกระบวนการขึ้นตอนเดียวซึ่งเป็นกระบวนการเดิมสารตั้งต้น BaCO_3 , $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ และ TEA ลงไปทำปฏิกิริยาพร้อมๆกัน โดยมีเอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลาย เมื่อตั้งกลั่นค่อยๆ ให้ความร้อนจนอุณหภูมิประมาณ $180-190^\circ\text{C}$ เอทิลีนไกลคอล จะกลั่นออกมาด้วย เมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 2 ชั่วโมง ปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ ดังเกิดจากสารภายในขวดก้นกลมจะเปลี่ยนจากสารผสมสีน้ำตาลเข้มเป็นตะกอนสีเขียว เข้มออกดำ หลังจากกรองและล้างตะกอนด้วยเมทานอล จะได้ตะกอนของฟริเคอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์เป็นผงละเอียดสีเขียวออกสีเขียวยาวมีมาก่อนซึ่งปฏิกิริยาการเกิดฟริเคอร์เซอร์ของ แบเรียมเฟอร์ไรท์แสดงได้ดังสมการ



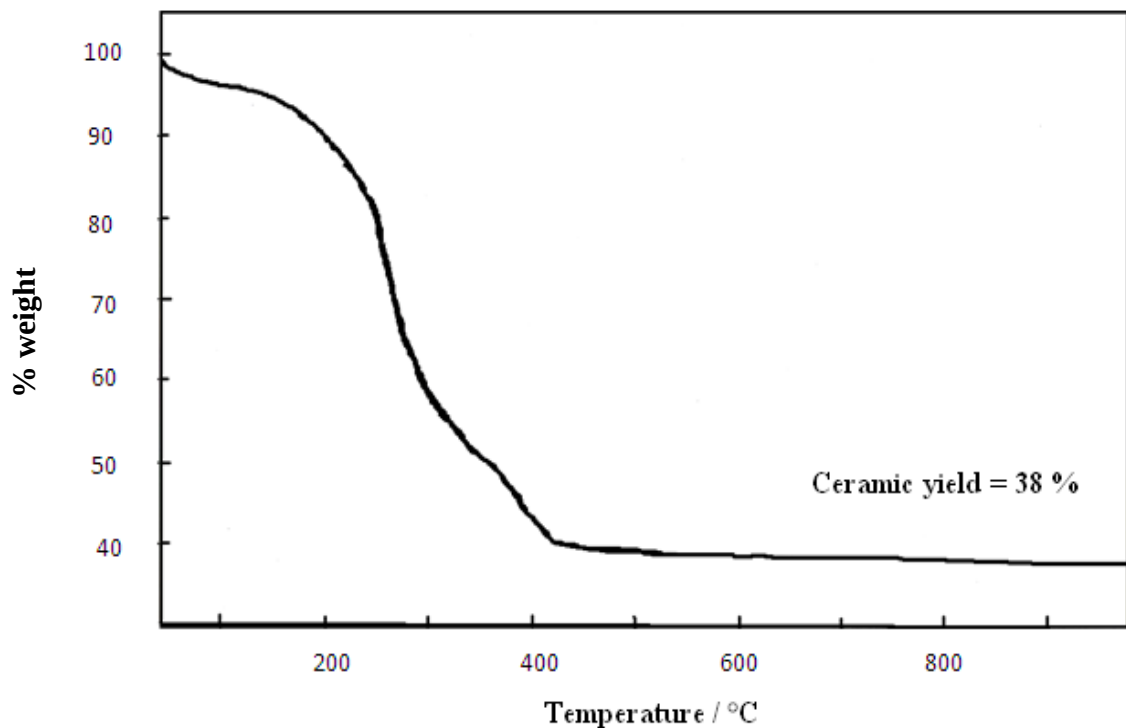
2. ผลของการศึกษาการสลายตัวของ ฟริเคอร์เซอร์ Barium Ferrite ที่เตรียมได้โดยเทคนิคTGA

นำสารฟริเคอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมได้ไปตรวจสอบด้วยเทคนิค TGA โดยให้ความร้อนจาก อุณหภูมิห้องจนถึง 1000°C เมื่อสารได้รับความร้อนจะเกิดการเสียสภาพและสารอินทรีย์ซึ่งเป็นองค์ประกอบในฟริเคอร์เซอร์จะสลายตัวไปซึ่งแสดงโดย TGA เทอร์โมแกรม รูปที่ 2 จากเทอร์โมแกรมพบว่าการลดลงของน้ำหนักสารเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น แบ่งเป็น 3 ช่วง ดังนี้

ช่วงแรกที่อุณหภูมิประมาณ $50 - 200^\circ\text{C}$ เกิดจากการสลายตัวของ สารประกอบลิแกนด์ (organic ligand) TEA และตัวทำละลาย ethylene glycol ที่อาจยังคงเหลืออยู่ในสารฟริเคอร์เซอร์ ซึ่งปริมาณของสารทั้งสองที่มีอยู่ในสารผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นนี้มีผลต่อปริมาณของเขรามิกที่เกิดขึ้น โดยถ้ามีสารเหล่านี้เหลืออยู่ในฟริเคอร์เซอร์เป็นจำนวนมาก จะทำให้ปริมาณของเขรามิกที่เกิดขึ้นน้อยลง อย่างไรก็ตามสารเหล่านี้จะไม่รบกวนต่อสารเขรามิกแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ต้องการเตรียม เนื่องจากสารเหล่านี้จะถูกกำจัดออกไปได้ในขณะที่ทำการเผาฟริเคอร์เซอร์เพื่อให้เกิดเป็นผงเขรามิก $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ นั่นเอง

ช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิประมาณ $200 - 400^\circ\text{C}$ การลดลงของน้ำหนักสารจะสัมพันธ์กับการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์ที่เป็นโครงสร้างของฟริเคอร์เซอร์ ในการเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมินี้จะเกิดเถ้าดำ (char) จากการเผาโดยเถ้าสีดำจะถูกออกซิไดซ์อย่างต่อเนื่องจนถึงอุณหภูมิประมาณ 400°C

ช่วงที่ 3 ซึ่งเป็นช่วงสุดท้ายมีอุณหภูมิระหว่าง $400 - 850^\circ\text{C}$ การหายไปของน้ำหนักในช่วงนี้เป็นการกำจัดถากคาร์บอน (carbon residue) และน่าจะเป็นช่วงที่เริ่มเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็นเฮกซะโกนอลของผลิตภัณฑ์ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ซึ่งจาก TGA เทอร์โมแกรมรูปที่ 2 พบว่ามีสารผลิตภัณฑ์เขรามิกเกิดขึ้นประมาณ 38 %



รูปที่ 2 TGA เทอร์โมแกรมของสารฟิเคอร์เซอร์แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมได้โดยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว (หมายเหตุ: Ceramic yield หมายถึงผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาฟิเคอร์เซอร์)

3. ผลการวิเคราะห์ผงเซรามิกหลังเผาฟิเคอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์

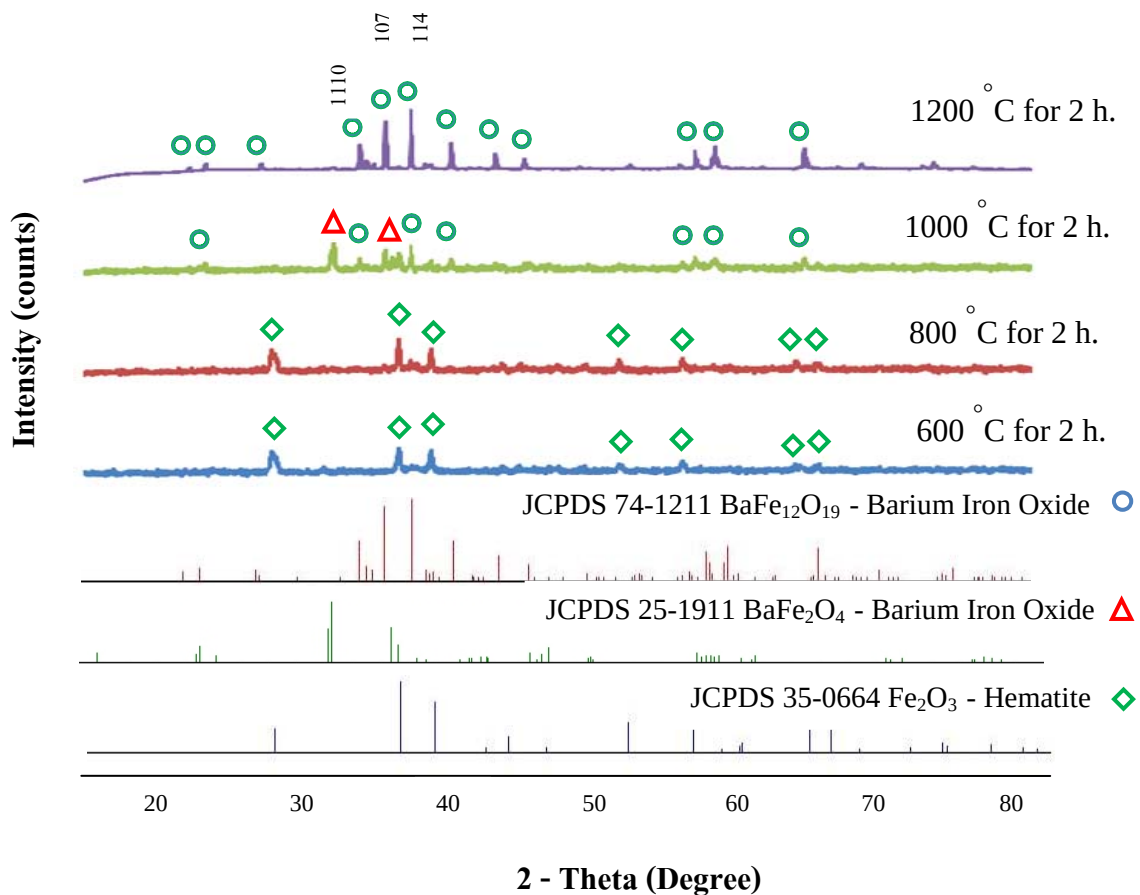
3.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction

รูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของผงเซรามิกที่ได้จากการเผาฟิเคอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่อุณหภูมิ 600, 800, 1000 และ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 3 ซึ่งแสดงตำแหน่งกับความเข้ม (intensity) ของเส้นเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันมาตรฐานของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ จาก Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) เลขที่ 74 – 1121 เพื่อใช้ในการเปรียบเทียบ ผงเซรามิกซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์จากการเผาที่อุณหภูมิ 600°C และ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีรูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันแสดงในรูปที่ 3 เมื่อเทียบกับพิกมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 74–1121 ปรากฏว่ามีพีคไม่ตรงกัน จึงบ่งชี้ว่าการเผาฟิเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิดังกล่าวนี้ยังไม่เกิดเฟสของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ แต่เกิดเป็นเฮมาไทต์ (haematite, Fe_2O_3) เนื่องจากมีรูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสอดคล้องตรงกับเส้นเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันมาตรฐานของเฮมาไทต์จาก JCPDS เลขที่ 35–0664 (Topal, 2007)

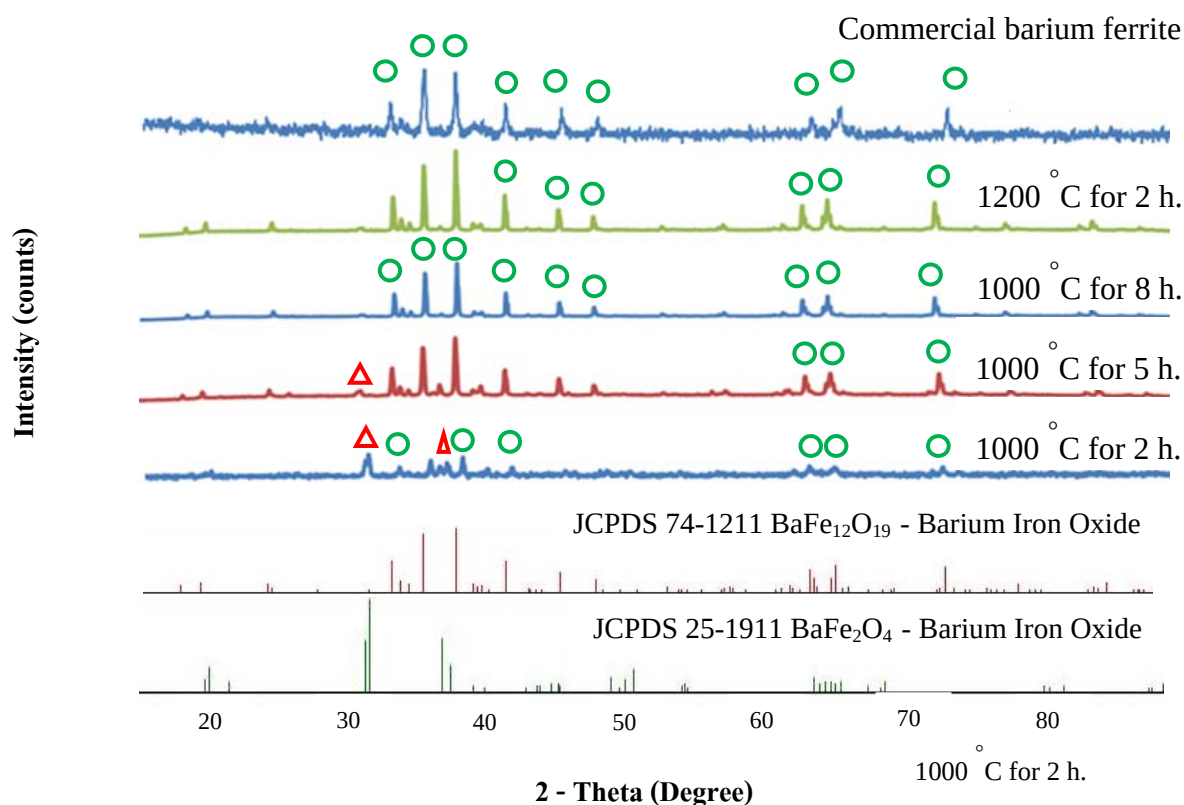
สำหรับรูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของผงเซรามิกซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์จากการเผาที่อุณหภูมิ 1000°C และ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีพีคสามตำแหน่งเกิดขึ้นที่ค่า 2θ เท่ากับ 30.31, 32.18 และ 34.10 องศา ตรงกับตำแหน่งของเส้นเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันมาตรฐานของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ (JCPDS เลขที่ 74–1121) ซึ่งค่า 2θ ทั้งสามตำแหน่งนี้เป็นพีคหลักของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของระนาบผลึก hkl 110, 107 และ 114 ตามลำดับ

เมื่อพิจารณาพีคอื่น ๆ ในรูปที่ 3 พบว่ามีตำแหน่ง 2θ สอดคล้องกับพิกมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 74–1121 ทุกตำแหน่งเช่นกัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งผลิตภัณฑ์เซรามิกที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 1200°C, 2 ชั่วโมง มีรูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันทั้งตำแหน่งและความเข้มสูง สอดคล้องกับพิกมาตรฐานของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ อย่างชัดเจน การที่รูปแบบเอกซเรย์

ดิฟแฟรกชันที่อุณหภูมิ 1000°C , 2 ชั่วโมง แสดงความเข้มของพีคต่ำและยังไม่คมชัดอาจเป็นไปได้ว่าการเกิดเฟส $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ยังไม่สมบูรณ์จึงมีเฟสของเฮมาไทต์มารบกวน จากการทดลองเพิ่มเวลาในการเผาจาก 2 ชั่วโมง เป็น 5 ชั่วโมง พบว่าเกิดเฟส $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ สมบูรณ์ยิ่งขึ้น ซึ่งสังเกตได้จากพีคหลักทั้งสามตำแหน่งที่ 2θ เท่ากับ 30.31, 32.18 และ 34.10 องศา มีความเข้มเพิ่มสูงขึ้นอย่างชัดเจน ดังแสดงการเปรียบเทียบรูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ที่ได้จากการเผาฟิเตอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่อุณหภูมิ 1000°C , 2 ชั่วโมง 1000°C , 5 ชั่วโมง และที่ 1000°C , 8 ชั่วโมง โดยพบว่าการเผาฟิเตอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000°C , 8 ชั่วโมง ให้ความเข้มพีคที่ใกล้เคียงกับที่ 1200°C , 2 ชั่วโมง (รูปที่ 4)



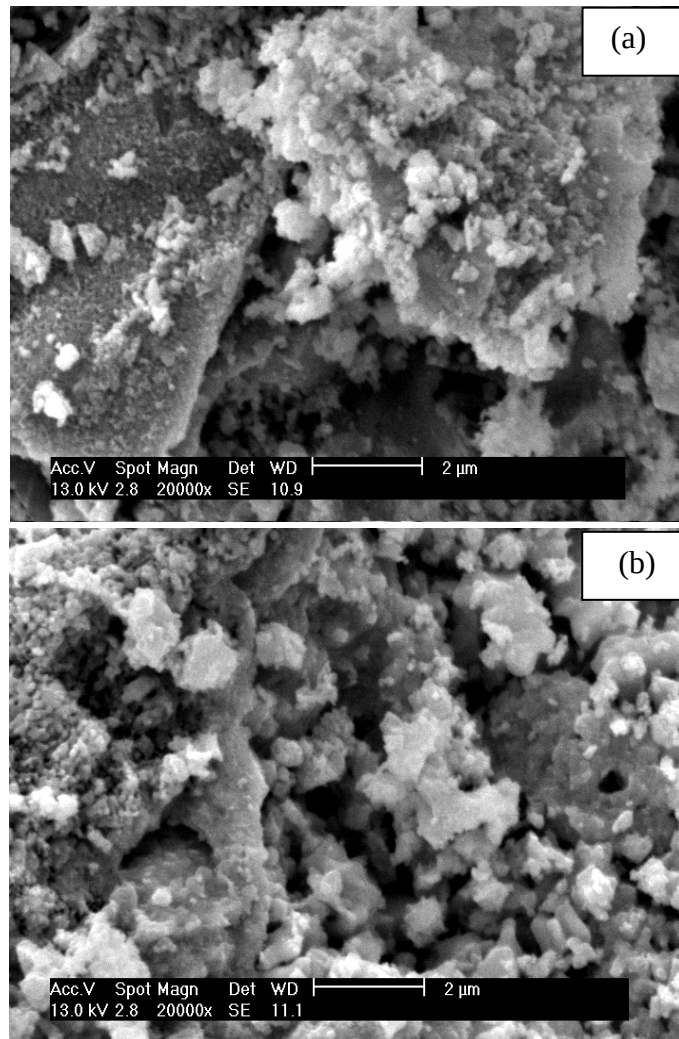
รูปที่ 3 แสดงรูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของผงเซรามิกที่ได้จากการเผาฟิเตอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์เผาที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



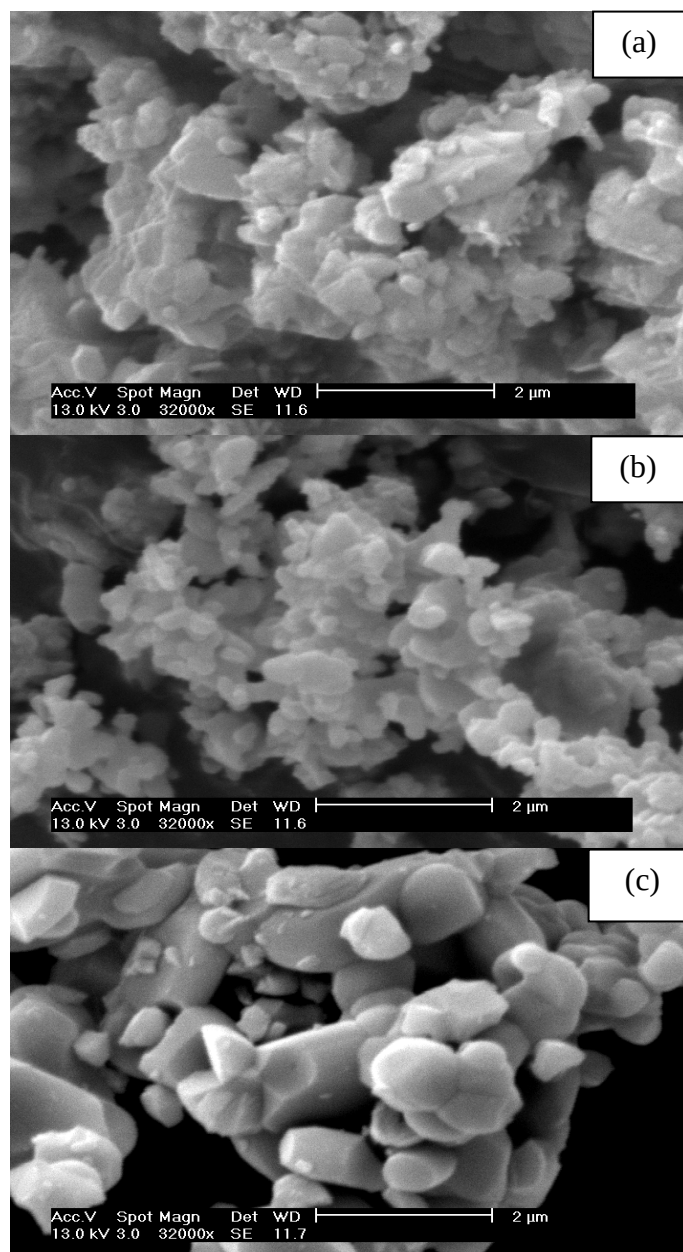
รูปที่ 4 เปรียบเทียบรูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันของ BaFe₁₂O₁₉ ที่ได้จากการเผาไพริโคอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ

3.2 ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

ภาพถ่าย SEM ของเฮมาไทท์ซึ่งเกิดจากการเผาไพริโคอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่อุณหภูมิ 600°C และ 800°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงลักษณะพื้นผิวเป็นก้อน ไม่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน รูปทรงของอนุภาคมีขนาดและรูปร่างไม่แน่นอนและมีลักษณะคล้ายกับกำลังหลอมรวมกัน ดังรูปที่ 5



รูปที่ 5 ภาพถ่าย SEM ของเฮมาไทท์ที่ได้จากการเผาฟริเคอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์เป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ:
(a) 600 °C และ (b) 800 °C



รูปที่ 6 ภาพถ่าย SEM ของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ที่ได้จากการเผาฟิเตอร์เซอร์ของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่สภาวะต่างๆ :

(a) 1000°C , 2 ชั่วโมง ; (b) 1000°C , 5 ชั่วโมง และ (c) 1000°C , 8 ชั่วโมง

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาฟิเตอร์เซอร์เป็น 1000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เริ่มเห็นอนุภาคมีลักษณะคล้ายรูปหกเหลี่ยมเกิดขึ้นในบางบริเวณแต่ยังไม่ชัดเจน (รูปที่ 6(a)) ซึ่งเกิดจากการที่ยังคงมีเฟสของเฮมาไทท์ที่เจือปนกับเฟสของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ดังกล่าวไปแล้วในผลการวิเคราะห์ด้วยเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (รูปที่ 4) การเพิ่มเวลาเผาที่อุณหภูมิ 1000°C จาก 2 ชั่วโมง เป็น 5 ชั่วโมง จะเห็นอนุภาคของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ มีลักษณะเป็นรูปหกเหลี่ยม (hexagonal) ชัดขึ้นแต่ยังมีบางบริเวณที่อนุภาคยังหลอมเข้าด้วยกัน (รูปที่ 6(b)) สำหรับ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ที่เผาที่เวลา 8 ชั่วโมง มีอนุภาคเป็นรูปหกเหลี่ยมอย่างชัดเจนและมีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอขึ้นด้วย (รูปที่ 6(c)) ซึ่งผลการตรวจวิเคราะห์ด้วย SEM สอดคล้องกับการเกิดเฟสของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ จากผลการตรวจวิเคราะห์ด้วยเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (Palla, Shah, Garcia-Casillas *et al.* 1999, David, Faber. 2001, Dho, Lee, Park *et al.* 2005)

3.3 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะของแบเรียมเฟอร์ไรท์

ตารางที่ 5 ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะของแบเรียมเฟอร์ไรท์เผาที่สภาวะต่างๆ

ชนิด ผงเซรามิก	สภาวะการเผา พรีเคอร์เซอร์		ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)
	อุณหภูมิ($^{\circ}\text{C}$)	เวลา (ชั่วโมง)		
OOPS 3	1000	2	19.86 $\pm$ 0.69	7.14
OOPS 4	1000	5	20.10 $\pm$ 0.20	4.68
OOPS 5	1000	8	27.38 $\pm$ 2.73	4.43
OOPS 6	1200	2	23.63 $\pm$ 1.42	3.07
commercial	-	-	16.72 $\pm$ 0.98	6.06

หมายเหตุ

commercial คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

OOPS 3 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์จากวิธี OOPS โดยเผาพรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

OOPS 4 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์จากวิธี OOPS โดยเผาพรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

OOPS 5 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์จากวิธี OOPS โดยเผาพรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

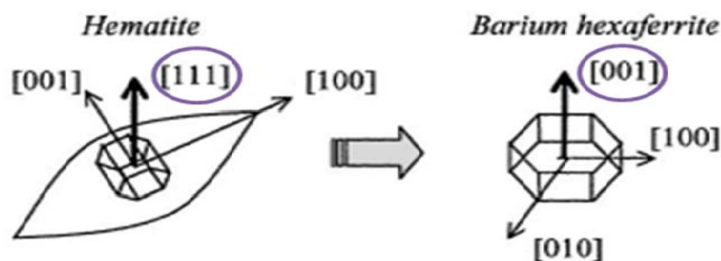
OOPS 6 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์จากวิธี OOPS โดยเผาพรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1200 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เนื่องจากผลของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า เริ่มเกิดเฟสของ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ที่อุณหภูมิการเผาดังแต่ 1000 $^{\circ}\text{C}$ ขึ้นไป จึงทำการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เผาเฉพาะที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ และ 1200 $^{\circ}\text{C}$ ผลการวิเคราะห์แสดงในตาราง 5 จะเห็นว่าขนาดอนุภาคของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธี OOPS และแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ไม่แตกต่างกันมากนัก ซึ่งขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่อยู่ในช่วง 16.72 – 27.38 μm อุณหภูมิการเผาพรีเคอร์เซอร์ส่งผลให้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มมากขึ้น (Kim, Wang, Iwaki *et al.*, 2007, Ol'khovik, Sizova, Shurina *et al.*, 2005) เพราะการเพิ่มอุณหภูมิทำให้เกิดการขยายตัว (grain growth) ของพรีเคอร์เซอร์ซึ่งสอดคล้องกับรูปถ่าย SEM (รูปที่ 6 a-c)

แต่อย่างไรก็ตามพบว่าทั้งอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการเผามีผลต่อขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะ โดยเมื่อทำการเปรียบเทียบการเพิ่มอุณหภูมิของการเผาพรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ เป็น 1200 $^{\circ}\text{C}$ ที่เวลา 2 ชั่วโมง พบว่าการเผาพรีเคอร์ที่อุณหภูมิ 1200 $^{\circ}\text{C}$ ที่เวลา 2 ชั่วโมง แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้มีขนาดอนุภาคใหญ่และมีพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงจากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ และเมื่อเปรียบเทียบเวลาที่ใช้เผาที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ ที่เวลาต่างๆ คือ 2 , 5 และ 8 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นและมีพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงซึ่งสังเกตได้จากแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 5 ชั่วโมงและ 8 ชั่วโมง มีพื้นที่ผิวจำเพาะ 4.68 m^2/g และ 4.43 m^2/g ตามลำดับ ซึ่งต่ำกว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 1000 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (7.14 m^2/g) (Rawle, 2007)

อุณหภูมิและเวลาในการเผาพรีเคอร์เซอร์ส่งผลทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะลดลงเพราะการเพิ่มเวลาและอุณหภูมิทำให้พื้นที่บริเวณของเกรนที่หนาของ hematite เกิดการยุบตัวลงและเกิดการขยายขนาดอนุภาคของเกรน (grain boundary area)

กลายเป็น barium hexaferrite โดยจากรูปที่ 7 ในระนาบ c axis มีการยุบตัวของ unit cell ในระนาบ 1 1 1 เป็น 0 0 1 (Benito, Morales, Requena *et al.* 2001)



รูปที่ 7 แสดงการยุบตัวของเฟส hematite phase เป็น hexagonal phase เมื่อมีการเพิ่มของเวลาและอุณหภูมิในการเผา

3.4 ผลการทดสอบสมบัติทางแม่เหล็ก (VSM) ของแบเรียมเฟอร์ไรต์

ตารางที่ 6 สภาพแม่เหล็กของผงเซรามิกที่ได้จากการเผาเฟส hematite ที่สภาวะต่างๆ

ชนิด ผงเซรามิก	สภาวะการเผา		แรงแม่เหล็กหักล้าง (H_c) (G)	สภาพแม่เหล็ก อิ่มตัว (M_s) (emu/g)	สภาพแม่เหล็ก เหลือค้าง (M_r) (emu/g)
	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (ชั่วโมง)			
OOPS 1	600	2	130.38	11.302	1.9322
OOPS 2	800	2	4421.8	9.9572	5.8968
OOPS 3	1000	2	3455.6	30.349	17.980
OOPS 4	1000	5	4058.6	52.106	31.502
OOPS 5	1000	8	4260.3	59.895	39.495
OOPS 6	1200	2	2269.9	56.895	34.171
Commercial	-	-	2393.7	59.741	45.111

หมายเหตุ

commercial คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ (เกรดการค้า)

OOPS 1 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์จากวิธี OOPS โดยเผาเฟส hematite ที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

OOPS 2 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์จากวิธี OOPS โดยเผาเฟส hematite ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

OOPS 3 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์จากวิธี OOPS โดยเผาเฟส hematite ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

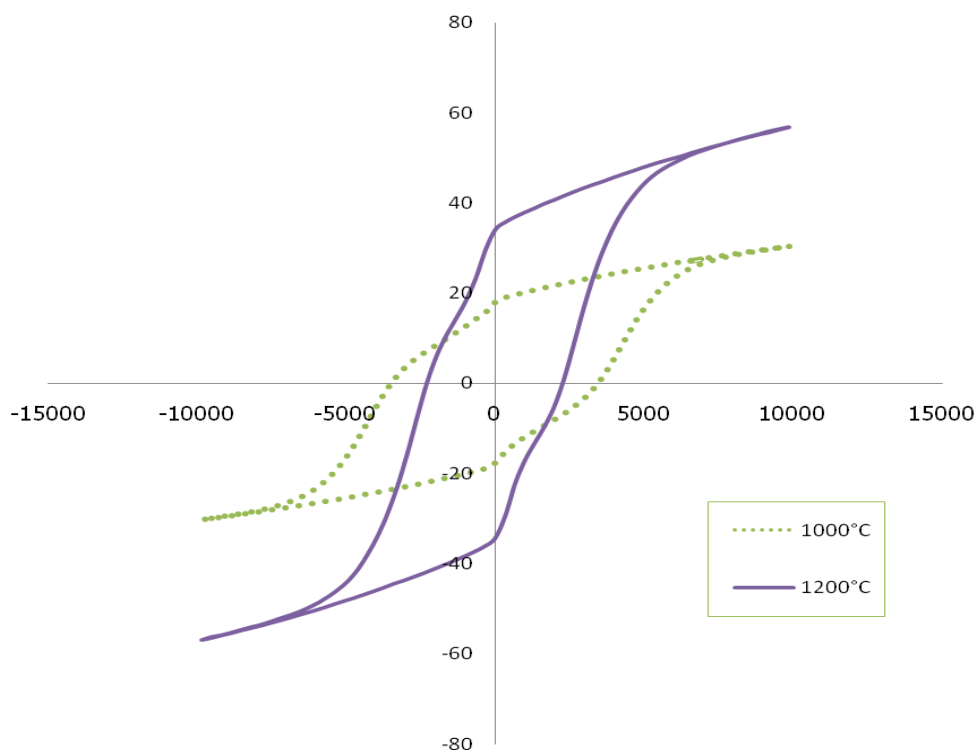
OOPS 4 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์จากวิธี OOPS โดยเผาเฟส hematite ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

OOPS 5 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์จากวิธี OOPS โดยเผาเฟส hematite ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

OOPS 6 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์จากวิธี OOPS โดยเผาเฟส hematite ที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 6 แสดงการวิเคราะห์สภาพความเป็นแม่เหล็กของผงเซรามิกที่ได้จากการเผาฟรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 600 , 800 , 1200 °C ที่เวลา 2 ชั่วโมงและ 1000 °C เป็นเวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมง ซึ่งบอกค่าสมบัติทางแม่เหล็กได้แก่ สภาพแม่เหล็กอิ่มตัว (Saturation Magnetization, M_s) และสภาพแม่เหล็กคงค้าง (Magnetic Remanence, M_r) และสภาพต้านการหักล้างของสนามแม่เหล็กภายนอก (coercity)

จากผลการทดลองสารที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C และ 800 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งจากรูปแบบเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันของเซรามิกยังคงบ่งชี้ว่าเป็นเฮมาไทท์ (รูปที่ 3) พบว่าในส่วนของสมบัติทางแม่เหล็กในด้านสภาพแม่เหล็กอิ่มตัว สนามแม่เหล็กหักล้าง และแม่เหล็กเหลือคงค้างค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับการเผาที่สภาวะอื่น ๆ แต่อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นสภาพความเป็นแม่เหล็กมีแนวโน้มสูงขึ้นตามลำดับ (ตารางที่ 6) โดยการเผาฟรีเคอร์เซอร์ที่สภาวะ 800 °C , 2 ชั่วโมง แสดงสภาพแม่เหล็กสูงกว่าเฮมาไทท์ซึ่งเผาอุณหภูมิ 600 °C , 2 ชั่วโมง โดยเฉพาะอย่างยิ่งค่าแรงแม่เหล็กหักล้าง เพิ่มขึ้นเป็น 4421.8 G แต่การเหนี่ยวนำแม่เหล็กเหลือค้างยังคงมีค่าเพียง 5.8968 emu/g (ตารางที่ 6) การที่เป็นเช่นนี้อาจเป็นไปได้ว่าเฮมาไทท์เพิ่งเริ่มที่จะเปลี่ยนเฟสไปเป็นเฟอร์ไรท์ (Xiangyuan, Wang, Ming Gan *et al.*, 1999) ผงเซรามิก $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ที่ได้จากเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C , 2 ชั่วโมง และ 1200 °C , 2 ชั่วโมง



รูปที่ 8 แสดงอิทธิพลของอุณหภูมิการเผาฟรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C และ 1200 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการศึกษาแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เผาอุณหภูมิ 1000 °C , 2, 5 และ 8 ชั่วโมง พบว่าการเพิ่มระยะเวลาในการเผาฟรีเคอร์เซอร์ ทำให้แบเรียมเฟอร์ไรท์มีสภาพแม่เหล็กอิ่มตัว แม่เหล็กเหลือคงค้าง และสภาพต้านการหักล้างของสนามแม่เหล็กภายนอกเพิ่มสูงขึ้นทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการเพิ่มเวลาในการเผาฟรีเคอร์เซอร์สามารถลด impurity ของเหล็กออกไซด์ลง ส่งผลให้สมบัติแม่เหล็กสูงขึ้น (Ol'khovik, Sizova, Shurinova *et al.*, 2005)

เมื่อเปรียบเทียบสภาพแม่เหล็กของแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) กับแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เผาอุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมง (ตารางที่ 6) พบว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ผ่านการเผาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง มีสภาพแม่เหล็กใกล้เคียงกับผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) มากที่สุด ซึ่งมีสภาพแม่เหล็กอิ่มตัว (M_s = 59.895 emu/g) ค่าการเหนี่ยวนำ

แม่เหล็กเหล็กล้าง ($M_r = 39.495 \text{ emu/g}$) และมีสภาพด้านการหักล้างของสนามแม่เหล็กภายนอก ($H_c = 4260.3 \text{ G}$) สูงกว่า (ตารางที่ 6) ในขณะที่ $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ เฟอร์ไรต์อุณหภูมิ 1200°C , 2 ชั่วโมง ถึงแม้จะมีสภาพแม่เหล็กอิ่มตัวและแม่เหล็กเหล็กล้างที่สูงกว่าการเผาเฟอร์ไรต์ที่อุณหภูมิ 1000°C , 8 ชั่วโมง (Dho, Lee, Park *et al.*, 2005) แต่ทางคณะวิจัยยังต้องการหลีกเลี่ยงการเผา เฟอร์ไรต์ที่อุณหภูมิสูงและนอกจากนี้การเผาที่อุณหภูมิ 1200°C ยังเป็นอุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรต์แบบเก่า ซึ่งถือได้ว่าการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรต์ผ่านวิธีการเตรียมแบบกระบวนการขึ้นตอนเดียว (OOPS) มีค่าสภาพความเป็นแม่เหล็กสูงมากพอที่เมื่อเทียบกับแม่เหล็กแบเรียมเฟอร์ไรต์ (เกรดการค้า) จึงจะนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุแม่เหล็กได้

การศึกษาในขั้นถัดไป (ตอนที่ 3) จะนำแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่เตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 2.5 และ 8 ชั่วโมง มาเตรียมเป็นยางคอมปาวด์เพื่อนำไปพัฒนาสมบัติของยางธรรมชาติทั้งในด้านความเป็นแม่เหล็ก และสมบัติเชิงกลเปรียบเทียบกับแบเรียมเฟอร์ไรต์ (เกรดการค้า) ต่อไป อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ด้วยวิธี OOPS ยังมีข้อจำกัดในด้านกระบวนการผลิต โดยเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์อยู่ในระดับ lab scale จึงยังสังเคราะห์ได้ในปริมาณไม่มากนัก (% yield ค่อนข้างต่ำ) ดังนั้นทางคณะวิจัยจึงได้ศึกษาอิทธิพลของปริมาณของแบเรียมเฟอร์ไรต์ (เกรดการค้า) ต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ ในหัวข้อถัดไปและเลือกสูตรยางที่เหมาะสมก่อนนำไปศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรต์ที่ได้จากสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ต่อไป

ตอนที่ 2 สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์

1. ผลการศึกษาอิทธิพลของปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรต์ต่อสมบัติการวัลคาไนซ์ สมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์

1.1 สมบัติการวัลคาไนซ์ และสมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์

ตารางที่ 7 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ที่ปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรต์ (เกรดการค้า) ต่างๆ

Rubber compounds	Barium ferrite	Cure Characteristics					CRI (min^{-1})
	content	M_L	M_H	ΔM	t_{s2}	t_{c90}	
	(phr)	(lb-in) (dNm)	(lb-in) (dNm)	($M_H - M_L$) (dNm)	(min:sec)	(min:sec)	
RFC 1	0	1.27	5.01	3.74	7.57	11.12	1.18
RFC 2	20	1.09	5.51	4.42	6.55	10.22	1.49
RFC 3	40	1.30	6.21	4.91	6.07	9.43	2.71
RFC 4	60	1.41	6.79	5.38	5.59	9.45	3.20
RFC 5	80	1.42	7.59	6.17	5.10	9.02	3.84
RFC 6	100	1.51	8.20	6.69	3.44	7.26	8.45
RFC 7	120	1.05	7.90	6.85	3.32	6.58	9.07
RFC 8	140	0.83	8.66	7.83	3.25	6.14	9.46

ในการเตรียมยางคอมปาวด์ที่ระบบการวัลคาไนซ์แบบ CV ที่มีปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ 0, 20, 40, 60, 100, 120, 140 phr ที่เตรียมโดยใช้เครื่องผสม two roll mill ทำการผสมที่อุณหภูมิ 70°C หลังจากนั้นยางคอมปาวด์มาทดสอบการคงรูปด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคายเคลื่อนที่ (Moving die rheometer) ที่อุณหภูมิ 150°C ได้ความสัมพันธ์ดังตารางที่ 7 โดยพบว่า

ค่าเวลาสกอร์ช (scorch time) และค่าเวลาสุก (cure time) ของยางคอมปาวด์ที่มีสัดส่วนของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในปริมาณ 140 phr มีค่าต่ำสุด กล่าวคือค่าเวลาสกอร์ช (scorch time) และค่าเวลาสุก (cure time) ของยางคอมปาวด์ลดลงเมื่อปริมาณผง Barium Ferrite เพิ่มขึ้น อธิบายได้จากเหตุผลที่ว่า การเพิ่มปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ซึ่งเป็นผงโลหะ (metal oxide) ทำให้มีคุณสมบัติเป็น accelerator และเมื่อมีการให้ความร้อนจะมีความร้อนสะสมและเกิด heat transfer ในผงโลหะได้ดีจึงช่วยทำให้ยางคอมปาวด์มีความหนืดต่ำลง ไหลตัวได้ง่ายมีผลทำให้ระยะเวลาที่ใช้ในการคงรูปต่ำลงตามสัดส่วนผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ สัมพันธ์กับค่า CRI (cure rate index) ดังแสดงตามสมการ ซึ่งบอกอัตราการเร็วในการคงรูปของยางคอมปาวด์ที่เพิ่มตามสัดส่วนผง แบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เพิ่มขึ้นเช่นกัน (El-Nashr, Mansour, Girgis., 2006)

$$CRI = 100 / t_{c90} \times t_{s2}$$

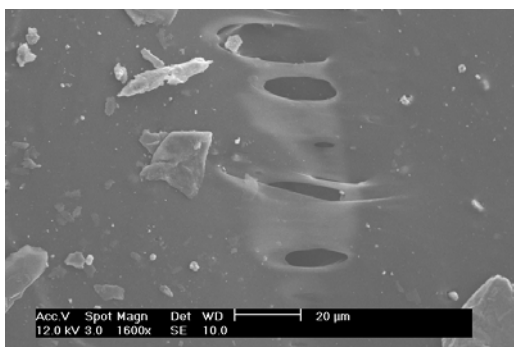
จากตารางที่ 7 พบว่าค่าแรงบิดของยางคอมปาวด์ที่มีสัดส่วนของผง แบเรียมเฟอร์ไรท์ในปริมาณ 140 phr มีแรงบิดสูงสุด (M_H) โดยค่าแรงบิดสูงสุด (M_H) จะเป็นค่าที่บ่งบอกถึงความแข็งแรงหรือค่าโมดูลัสการเสียดของยางคอมปาวด์ ซึ่งการที่แรงบิดสูงสุด (M_H) มีค่าเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่ผสมลงในยางคอมปาวด์ อาจเนื่องมาจากผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ เป็นสารตัวเติมที่มีความแข็ง (rigid filler) มาก เมื่อเพิ่มสัดส่วนการผสมลงในยางจึงให้ยางคอมปาวด์มีความแข็งแรงและแรงบิดสูงขึ้นเรื่อยๆ ตามสัดส่วนของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่ผสมในยางคอมปาวด์ ซึ่งสอดคล้องกับค่าแรงบิดเฉลี่ย (ΔM) ซึ่งสัมพันธ์กับการเชื่อมโยงของสายโซ่โมเลกุล (crosslink) โดยพบว่า ΔM มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มสัดส่วนของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ เช่นกัน ในส่วนของค่าแรงบิดต่ำสุด (M_L) ซึ่งแสดงความสามารถในการไหลของยางคอมปาวด์ก่อนเกิดการคงรูป พบว่าการเติม Barium Ferrite ที่ปริมาณ 100 phr มีค่า M_L สูงสุดเนื่องจากการเติม rigid filler ทำให้ยางมีความหนืดและมีแรงบิดมากขึ้น แต่เมื่อแบเรียมเฟอร์ไรท์ มากกว่า 100 phr พบว่า M_L ลดลง อาจเนื่องจากเกิด interaction ระหว่าง filler-filler interaction มากกว่า filler-rubber interaction และเนื่องจากแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่เติมส่วนใหญ่ยังอยู่ในรูป agglomerate ที่มีขนาดใหญ่ทำให้มีช่องว่างหรือรูพรุนในโครงสร้างสารตัวเติมมาก เกิดเป็นส่วนยางที่ไม่สามารถไหลได้ (immobilized rubber) ส่งผลให้ M_L ลดลง (Lokander, Stenberg., 2003)

ตารางที่ 8 สมบัติเชิงกลของยางวัลคาไนซ์ที่มีปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในอัตราส่วนต่างๆ

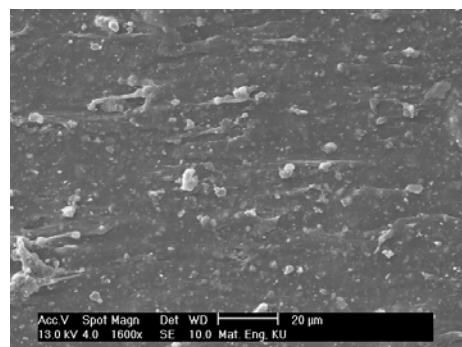
Rubber compounds	Barium ferrite content (phr)	Mechanical properties			
		Tensile strength (MPa)	100 % modulus (MPa)	300% Modulus (MPa)	Elongation at break (%)
RFC 1	0	15.30±2.40	0.52±0.03	1.02±0.08	691.26±61.30
RFC 2	20	15.59±1.48	0.59±0.02	1.20±0.08	699.37±56.30
RFC 3	40	13.44±1.52	0.70±0.05	1.70±0.17	685.48±33.71
RFC 4	60	16.90±1.85	0.85±0.06	2.26±0.21	656.30±17.58
RFC 5	80	18.53±0.50	0.92±0.03	2.47±0.19	679.03±29.18
RFC 6	100	18.98±1.17	1.05±0.08	2.99±0.34	661.70±35.56
RFC 7	120	16.40±0.70	0.99±0.04	2.85±0.16	639.00±22.00
RFC 8	140	16.40±1.30	1.01±0.06	2.61±0.19	695.00±10.00

จากการทดสอบสมบัติแรงดึง (tensile properties) ได้แก่ ค่าความทนทานต่อแรงดึง (tensile strength) การยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) และค่าโมดูลัส (modulus) ดังตารางที่ 8 พบว่าค่า tensile strength มีค่าสูงที่สุดเมื่อเติมปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ 100 phr เนื่องจากแบเรียมเฟอร์ไรต์ มีการกระจายตัวในยางได้ดี ยืนยันได้จากภาพถ่าย SEM (รูปที่ 9) เมื่อเพิ่มปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรต์ (120-140 phr) สมบัติดังกล่าวมีค่าลดลงเนื่องจากผลของ dilution effect ของยางธรรมชาติส่งผลให้สมบัติ strain induced crystalline ลดลงด้วย นอกจากนี้การเพิ่มปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ ทำให้อาจเกิดการ interaction ระหว่าง filler – filler interaction ด้วยกันเองมากกว่าแรงยึดเหนี่ยวที่เกิดขึ้นระหว่าง rubber-filler interaction ส่งผลให้สมบัติการทนต่อแรงดึงลดลง ซึ่งสอดคล้องกับค่าแรงบิดเฉลี่ยตามตารางที่ 7

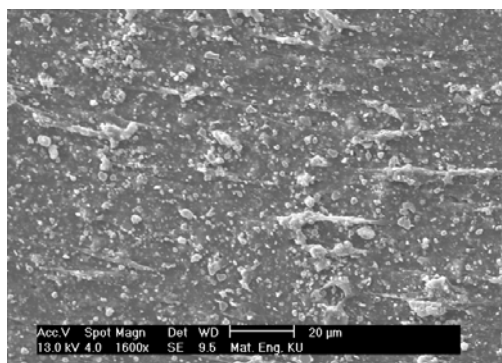
จากตารางที่ 8 พบว่าค่าโมดูลัสของยาง (100, 300 % Modulus) มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มสัดส่วนผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ ซึ่งอธิบายได้จาก ผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ เป็น magnetic filler ที่มีความแข็งจึงช่วยเสริมความแข็งแรงและโมดูลัสให้กับยางคอมพอสิต ค่าความเค้นในการยืดยางให้ได้ตามค่าที่กำหนดจึงมีค่าสูงตามปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรต์ ที่ใส่ลงในยางคอมพาวด์ ในส่วนค่าการยืดตัวหรือ elongation at break จากการทดสอบพบว่าค่าการยืดตัวของยางมีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ อธิบายได้จาก เมื่อเพิ่มปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรต์ จะทำให้สัดส่วนยางธรรมชาติลดลง ทำให้สมบัติในความเป็น elastic ของยางวัลคาไนซ์ลดลง ส่งผลให้การยืดตัวของชิ้นงานลดลงด้วย (Dishovsky, Ruskova, Radulov. 2001, Chipara, Sankar, Leslie-Pelecky *et al.* 2004)



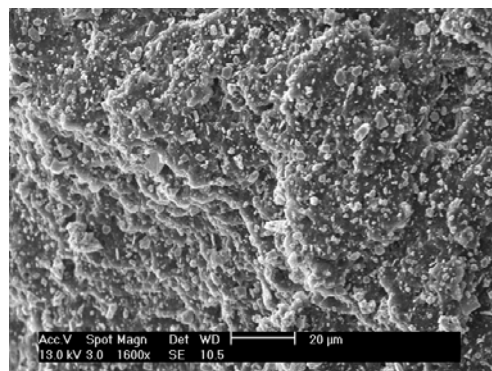
(a) ยางคอมพาวด์ที่มีปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรต์ 0 phr



(b) ยางคอมพาวด์ที่มีปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรต์ 40 phr



(c) ยางคอมพาวด์ที่มีปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรต์ 100 phr



(d) ยางคอมพาวด์ที่มีปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรต์ 120 phr

รูปที่ 9 ภาพถ่าย SEM ยางคอมพาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรต์ ในปริมาณต่างๆ

ตารางที่ 9 สมบัติความแข็ง (Hardness) และ compression set ของยางวัลคาไนซ์ที่มีปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในอัตราส่วนต่างๆ

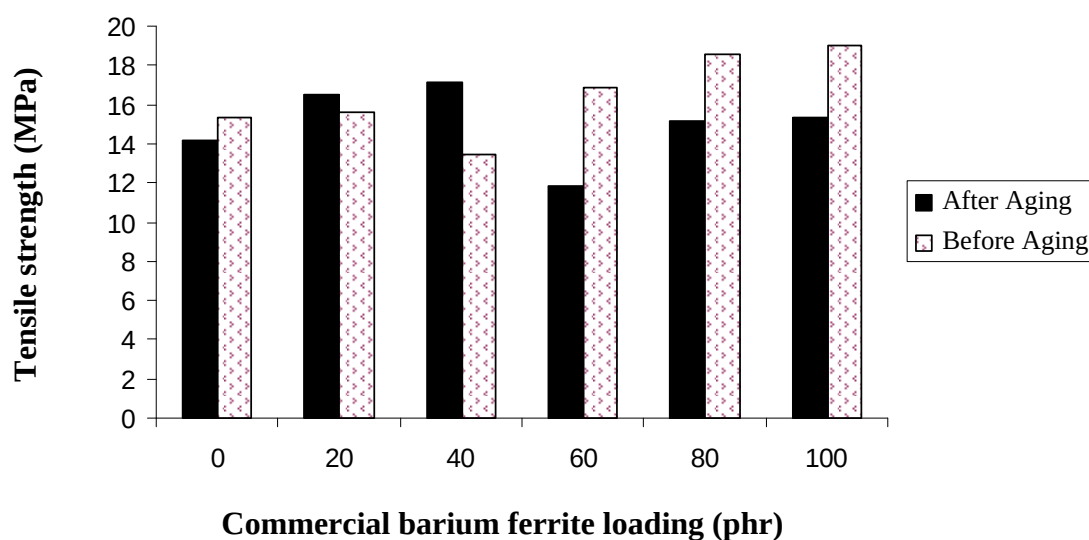
Rubber compounds	Barium ferrite content (phr)	Compression set (%)	Hardness (Shore A)
RFC 1	0	19.7	35.3±0.40
RFC 2	20	21.2	36.1±0.40
RFC 3	40	21.3	41.8±0.30
RFC 4	60	22.9	42.4±0.40
RFC 5	80	20.6	44.2±0.30
RFC 6	100	21.5	46.6±0.40
RFC 7	120	22.3	47.2±0.40
RFC 8	140	24.5	49.1±0.30

นอกจากนี้การทดสอบสมบัติความแข็ง (Hardness) และ compression set ของยางวัลคาไนซ์ที่มีผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในอัตราส่วนต่างๆ ดังตารางที่ 9 พบว่ายางวัลคาไนซ์มีความแข็งเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่มีคุณสมบัติเป็นสารเสริมแรงที่มีความแข็งแรงสูง โดยพบว่ายางคอมปาวด์ที่มีสัดส่วนของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในปริมาณ 140 phr มีค่าความแข็งสูงสุด อย่างไรก็ตามการเพิ่มปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์จะลดสัดส่วนของยางธรรมชาติลงส่งผลต่อความยืดหยุ่น (elastic) โดยทำให้ยางคอมปาวด์คืนตัวได้น้อยจึงทำให้ค่า compression set สูงขึ้นเช่นกัน (Soloman, Kurian, Anatharaman *et al.* 2004, Makled, Matsui, Tsuda *et al.* 2004, Urogiova, Hudec, Bellusova *et al.*, 2007)

ตารางที่ 10 สมบัติเชิงกลของยางวัลคาไนซ์ที่มีปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ในอัตราส่วนต่างๆ ซึ่งผ่านการอบที่อุณหภูมิ 100 ° C เป็นเวลา 3 วัน

Rubber compounds	Barium ferrite content (phr)	Mechanical properties			
		Tensile strength (MPa)	100 % modulus (MPa)	300% Modulus (MPa)	Elongation at break (%)
Aging RFC 1	0	14.16±2.61 (-7.45%)	0.55±0.02 (5.77%)	1.25±0.07 (22.55%)	728.07±12 (5.35%)
Aging RFC 2	20	16.47±1.72 (5.64%)	0.64±0.04 (8.47%)	1.63±0.14 (35.83%)	713.12±20 (2.00%)
Aging RFC 3	40	17.13±0.89 (27.46%)	0.78±0.03 (11.42%)	2.18±0.11 (28.24%)	699.64±4 (2.04%)
Aging RFC 4	60	11.87±1.61 (-42.38%)	0.79±0.15 (-7.05%)	2.24±0.42 (-0.88%)	608.32±62 (-7.32%)
Aging RFC 5	80	15.17±1.73 (-18.13%)	1.01±0.01 (9.78%)	2.87±0.05 (16.19%)	593.35±23 (-12.67%)
Aging RFC 6	100	15.37±0.93 (-23.16%)	1.05±0.06 (0.00%)	2.89±0.15 (-3.34%)	613.46±9 (-7.83%)

(.....) : คือ % การเปลี่ยนแปลงหลังการทดสอบความทนทานการเสื่อมสภาพด้วยความร้อน



รูปที่ 10 สมบัติการทนต่อแรงดึง (tensile strength) ก่อนและหลังการทดสอบความทนทานการเสื่อมสภาพด้วยความร้อนของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในปริมาณต่างๆ

หลังจากทำการให้ความร้อนแก่ยางวัลคาไนซ์ที่อุณหภูมิ 100 ° C เป็นเวลา 3 วัน พบว่ามีการเกิดการเชื่อมโยงของ Sulfur ที่อาจยังเหลืออยู่ในยางวัลคาไนซ์ (under cure) ส่งผลให้ยางวัลคาไนซ์มีค่า tensile strength และค่าโมดูลัสของยาง (100, 300 %) เพิ่มขึ้น แสดงดังตารางที่ 10 โดยยางคอมปาวด์ที่มีสัดส่วนของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในปริมาณ 0, 20, 40 phr มีค่าโมดูลัสของยาง (100, 300 %) เพิ่มขึ้น ในส่วนค่า tensile strength มีค่าการเปลี่ยนแปลงเพิ่มขึ้น (-7.45%, 5.46% และ 27.46% ตามลำดับ) แต่หลังจากผสมผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในปริมาณที่สูงกว่า 40 phr (รูปที่ 10) พบว่ายางวัลคาไนซ์มีค่าโมดูลัสค่า tensile strength ลดลง (-42.38%, -18.13% และ -23.16% ดังตารางที่ 11) เนื่องจากผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ซึ่งเป็นผงโลหะออกไซด์ ไม่เพียงแต่มีผลต่อการกระตุ้นการเกิดออกซิเดชันแล้วยังส่งผลให้ยางวัลคาไนซ์เกิดการดีเกรเดชัน (degradation) โดยยางธรรมชาติเกิดการออกซิเดชันเมื่อได้รับความร้อน ทำให้สมบัติการทนต่อแรงดึงของยางเสียไป (Mohammed, Malini, Kurian *et al.* 2001, Vinod, Varghese, Kuriakose *et al.* 2001)

1.2 อิทธิพลของปริมาณของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ต่อสมบัติความเป็นแม่เหล็กของยางคอมปาวด์

ตารางที่ 11 สมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ในอัตราส่วนต่างๆ

Rubber Compound	Coercivity	Saturation	Magnetic
Barium ferrite loading (phr)	(H _c) (G)	Magnetization (M _s) (emu/g)	Remanence (M _r) (emu/g)
RFC 1	0	7.7887x 10 ⁻³	362.37x10 ⁻⁶
RFC 2	20	11.369	6.6841
RFC 3	40	15.273	9.4138
RFC 4	60	27.186	15.881
RFC 5	80	30.383	17.096
RFC 6	100	30.447	18.487
BaFe ₁₂ O ₁₉ powder	-	59.442	45.111

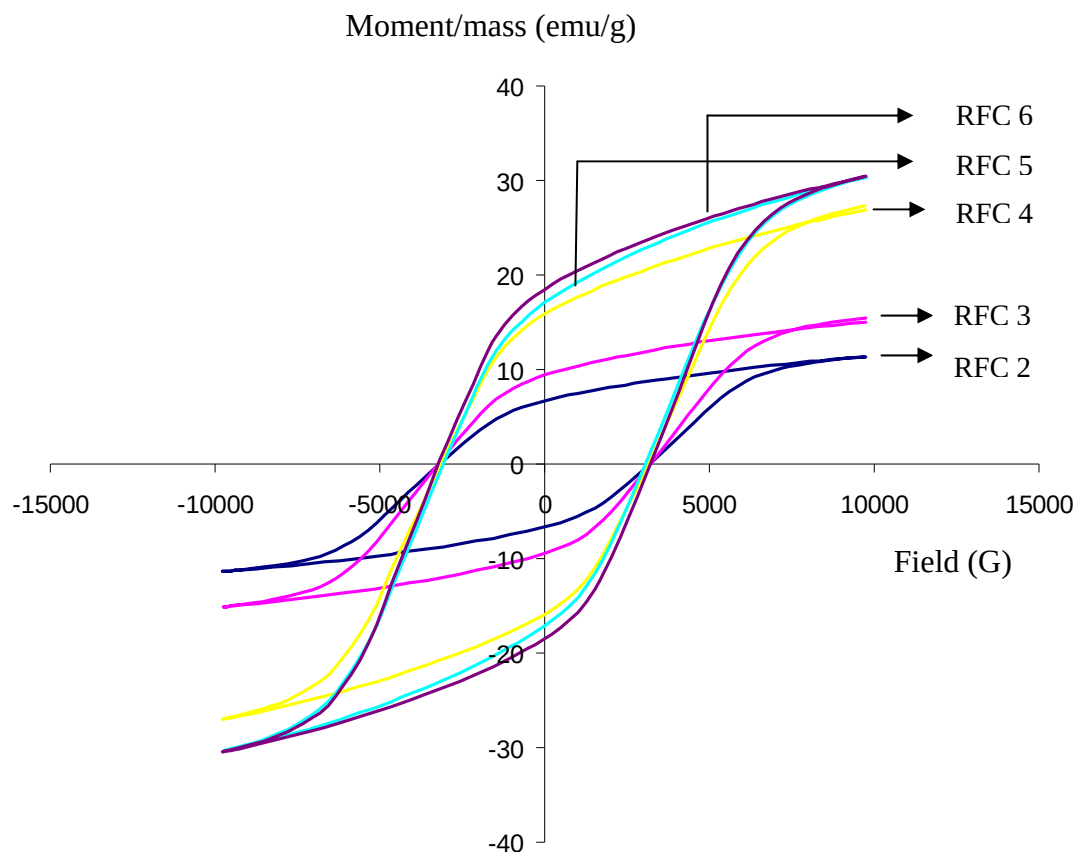
การวิเคราะห์สภาพความเป็นแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ปริมาณแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในอัตราส่วนต่างๆ แสดงในรูปฮิสเทอรีซิส (Hysteresis loop) ดังรูปที่ 11 ซึ่งแสดงถึงการให้สนามแม่เหล็กเข้าไปในชิ้นงานและลดสนามแม่เหล็กภายนอกจากค่าสูงสุดลงให้เป็นศูนย์ทำให้ได้ช่วงของฮิสเทอรีซิสซึ่งบอกค่าสนามแม่เหล็กภายนอกที่ทำให้สารแม่เหล็กมีการอิ่มตัว (Saturation Magnetization, M_s) และเรียกค่าสนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำที่ทำให้สนามแม่เหล็กภายนอกเป็นศูนย์ว่าสภาพค้าง (Magnetic Remanence, M_r) ซึ่งเป็นปริมาณที่ใช้วัดความเป็นแม่เหล็กถาวรของสารแม่เหล็กเฟอร์โร ในการลดสนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำให้เป็นศูนย์นั้นสามารถทำได้โดยการให้สนามแม่เหล็กภายนอกในทิศตรงข้าม ทำให้สนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำมีค่าเป็นศูนย์หรืออยู่ในสภาพสนามแม่เหล็กกลับด้าน (coercive field) ในกรณีที่สนามแม่เหล็กภายนอกซึ่งให้ด้วยอย่างมีค่ามากพอที่ทำให้ตัวอย่างมีการอิ่มตัวจะเรียกสนามกลับด้านดังกล่าวว่าสภาพกลับด้านทางแม่เหล็ก (coercity)

จากตารางที่ 11 พบว่าการเพิ่มปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ จะทำให้ยางคอมปาวด์สามารถเพิ่มสมบัติทางด้านแม่เหล็กได้ดีขึ้น (Soloman, Kurian, Anatharaman *et al.*, 2004, Lokander, Stenberg., 2003) ซึ่งดูจากค่าสภาพแม่เหล็กอิ่มตัวและสภาพแม่เหล็กเหลือค้าง พบว่ามีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนของแบเรียมเฟอร์ไรท์ (ดังสมการ) แสดงความสัมพันธ์ของสมบัติแม่เหล็ก Magnetic Remanence (M_r) และ saturation magnetization (M_s) ซึ่งสามารถแสดงความสัมพันธ์ได้ดังสมการ M_{rfc} โดยคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของยางคอมโพสิตแปรผันตรงกับสัดส่วนของปริมาณ magnetic (Mohammed, Malini, Kurian *et al.*, 2001)

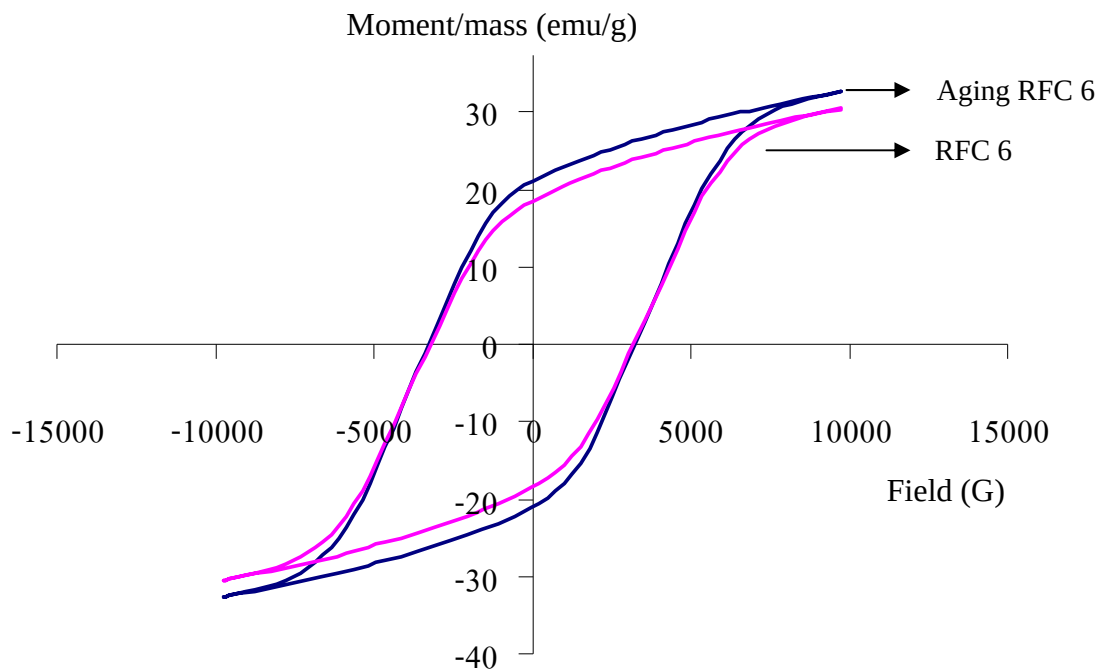
$$M_{rfc} = M_r W_f$$

โดย: M_r และ W_f คือค่าความเป็นแม่เหล็ก และสัดส่วนของปริมาณ magnetic filler ตามลำดับ

โดยจากตารางพบว่ายางคอมปาวด์ที่มีผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่อัตราส่วน 100 phr มีสภาพแม่เหล็กอิ่มตัวและสภาพแม่เหล็กคงค้างหลังให้สนามแม่เหล็กภายนอกแก่ชิ้นงานมากที่สุด ในส่วนสภาพลบล้างทางแม่เหล็ก (coercity) ซึ่งเป็นค่าที่แสดงความเป็นแม่เหล็กถาวรของชิ้นงาน สามารถดูได้จากรูปฮิสเทอรีซิส (Hysteresis loop) ดังรูปที่ 11 พบว่ารูปฮิสเทอรีซิสมีช่วงกว้างขึ้นเล็กน้อยเมื่อเพิ่มปริมาณผง Barium Ferrite ซึ่งกล่าวได้ว่ายางคอมปาวด์ที่มีปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์สูงจะให้สมบัติความเป็นแม่เหล็กถาวรสูงกว่ายางคอมปาวด์ที่มีปริมาณผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในปริมาณต่ำกว่า นอกจากนี้ยังพบว่าผลของความร้อนภายหลังทำการ Aging ยางคอมปาวด์ที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 3 วัน (รูปที่ 12) ส่งผลต่อสมบัติทางด้านแม่เหล็กเพียงเล็กน้อย (Makled, Matsui, Mabuchi *et al.*, 2004)



รูปที่ 11 สมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ผสมผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่ใช้ในทางอุตสาหกรรมที่อัตราส่วนต่างๆ



รูปที่ 12 สมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ผสมผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ก่อนและหลังการทดสอบความทนทาน การเสื่อมสภาพด้วยความร้อนของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ ในปริมาณ 100 phr

ในการทดลองในส่วนนี้ ทางคณะผู้วิจัยได้ศึกษาอิทธิพลของปริมาณของแบเรียมเฟอร์ไรท์เกรดการค้า ต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ เพื่อเลือกสูตรยางที่เหมาะสมโดยพิจารณาจากสมบัติเชิงกลและสมบัติทางแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ พบว่ายางคอมปาวด์สูตร RFC 6 ซึ่งมีอัตราส่วนของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์เกรดการค้า 100 phr ให้สมบัติด้านเชิงกลและเชิงแม่เหล็กที่เหมาะสม ทางผู้วิจัยจึงพิจารณาเลือกสูตรยางดังกล่าวมาศึกษาในส่วนสมบัติต่างๆของยางคอมปาวด์ที่ผสมผง Barium Ferrite ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ในหัวข้อถัดไป

2. ผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS

ตารางที่ 12 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS (เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมง) และ แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

Rubber compounds	Time for precursor calcination (h)	Cure Characteristics				
		M_L	M_H	ΔM	t_{s2}	t_{c90}
		(lb-in)	(lb-in)	($M_H - M_L$)	(min:sec)	(min:sec)
RFC 6_commercial	-	1.51	8.20	6.69	3.44	7.26
RFC 6_OOPS 2	2	1.08	7.81	6.73	3.39	7.05
RFC 6_OOPS 5	5	0.70	7.79	7.27	3.02	6.52
RFC 6_OOPS 8	8	0.53	7.51	6.98	2.49	6.13

หมายเหตุ commercial คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

OOPS 2 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ จากวิธี OOPS โดยเผาเพริเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

OOPS 5 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ จากวิธี OOPS โดยเผาเพริเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

OOPS 8 คือ ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ จากวิธี OOPS โดยเผาเพริเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์หลังผ่านการคงรูปด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบคายเคลื่อนที่ (Moving die rheometer) ที่อุณหภูมิ 150 °C ได้ความสัมพันธ์ดังตารางที่ 12 โดยพบว่ายางคอมปาวด์ผสมกับผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่เตรียมได้จากวิธี OOPS มีค่าเวลาสกอร์ช (scorch time) และค่าเวลาสุก (cure time) ต่ำกว่ายางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) อาจเนื่องจากการเกิดการรวมตัวแบเรียมเฟอร์ไรท์เป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ (agglomerate) ดังรูปที่ 6 นอกจากนี้ยังมีสาเหตุมาจากผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่เตรียมได้จากวิธี OOPS มีขนาดอนุภาคสูงและมีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำกว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ดังตารางที่ 5 จึงทำให้ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่เตรียมได้จากวิธี OOPS แยกตัวและกระจายตัวในยางธรรมชาติได้ยาก ส่งผลที่มีความหนืดของยางสูง การไหลของยางไม่ดีส่งผลให้ยางมีค่าแรงบิดเฉลี่ย (ΔM) สูงกว่ายางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

ตารางที่ 13 สมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS (เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมง) และแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

Compound rubber	Barium ferrite loading (phr.)	Tensile strength (MPa)	100% modulus (MPa)	300% modulus (MPa)	Elongation at break (%)	Hardness (Shore A)
RFC 6	100	19.89	1.05±0.08	2.99±0.34	661.70±35.56	46.6±0.40
RFC 6-OOPS, 2h	100	9.01	1.02±0.07	2.07±0.22	550.48±25.24	36.5±0.30
RFC 6-OOPS, 5h	100	9.31	1.00±0.07	2.16±0.24	553.34±32.06	34.5±0.40
RFC 6-OOPS, 8h	100	10.82	0.96±0.02	2.54±0.26	564.73±16.92	34.6±0.02

หมายเหตุ

RFC 6 คือ ยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) 100 phr

RFC 6-OOPS, 2h คือ ยางคอมปาวด์ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์สังเคราะห์ (เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง)

RFC 6-OOPS, 5h คือ ยางคอมปาวด์ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์สังเคราะห์ (เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง)

RFC 6-OOPS, 8h คือ ยางคอมปาวด์ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์สังเคราะห์ (เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง)

จากการทดสอบสมบัติแรงดึง (tensile properties) ได้แก่ ค่าความทนทานต่อแรงดึง (tensile strength) การยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) และค่าโมดูลัส (modulus) ดังตารางที่ 13 พบว่าค่า tensile strength ของยางคอมปาวด์เมื่อเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS มีค่าต่ำกว่า แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากการที่แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) มีขนาดอนุภาคเล็กและมีพื้นที่ผิวสูงกว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS จึงทำให้แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) สามารถกระจายตัวเข้ากับยางได้ดีกว่าและส่งผลให้ค่าทนต่อแรงดึงสูงกว่าด้วย นอกจากนี้ คาดว่าผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธี OOPS มีการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ (agglomerate) ซึ่งยืนยันจากภาพถ่าย SEM ดังรูปที่ 6 ทำให้ชิ้นงานเกิดการแตกได้ง่ายเมื่อถูกดึงยึดส่งผลให้ค่าทนต่อแรงดึงลดลง จากศึกษาค่าโมดูลัสซึ่งเป็นค่าความเค้นที่ต้องใช้ในการยืดยางให้ได้ค่าการยืดตัวตามที่กำหนดไว้ซึ่งพบว่าการที่ผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ซึ่งมีความแข็งแรงมีการรวมตัวเป็นก้อนขนาดใหญ่ทำให้แรงที่ใช้ในการยืดยางมีค่าสูงส่งผลให้ค่าโมดูลัสมีค่าสูงขึ้น แต่มีการเชื่อมโยงระหว่างยางและสารที่ใช้ในการเชื่อมโยงมีประสิทธิภาพต่ำลงทำให้มีค่าการยืดตัว ณ จุดขาดต่ำ ค่าความแข็ง (hardness) ของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS มีค่าต่ำกว่าค่าความแข็งของยางคอมปาวด์ที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) เนื่องจากแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ทำให้ความสามารถในการกระจายตัวเข้ากับยางต่ำกว่าและทำให้ค่าความแข็งต่ำกว่าด้วยเช่นกัน เมื่อทำการเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์สังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS โดยทำการเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมง พบว่าการเผาที่อุณหภูมิในเวลาดังกล่าว (2, 5 และ 8 ชั่วโมง) ไม่มีผลให้ค่าความทนทานต่อแรงดึง การยืดตัว ณ จุดขาด และค่าโมดูลัส ของยางคอมปาวด์แตกต่างกันมากนักซึ่งสอดคล้องกับค่าแรงบิดสูงสุดและแรงบิดเฉลี่ยดังตารางที่ 12

ตารางที่ 14 สมบัติแม่เหล็กของยางคงรูปที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS (เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมง) และแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

Compound rubber	barium ferrite (phr)	Coercivity (H_{ci}) (G)	Saturation Magnetization (M_S) (emu/g)	Magnetic Remanence (M_r) (emu/g)
RFC 6	100	3208.9	30.447	18.487
RFC 6-OOPS, 2h	100	3557.5	23.179	12.839
RFC 6-OOPS, 5h	100	3602.7	36.813	22.118
RFC 6-OOPS, 8h	100	3942.0	44.809	27.042

จากการเปรียบเทียบสมบัติแม่เหล็ก ได้แก่สภาพแม่เหล็กอิ่มตัว (Saturation Magnetization, M_s) สภาพแม่เหล็กคงค้าง (Magnetic Remanence, M_r) และสภาพด้านการหักล้างของสนามแม่เหล็กภายนอก (coercity) ดังตารางที่ 14 พบว่ายางคอมปาวด์ที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ที่ 8 ชั่วโมงมีคุณสมบัติทางแม่เหล็กที่สูงที่สุด และสูงกว่ายางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ซึ่งผลทางแม่เหล็กดังกล่าว สอดคล้องกับการศึกษาสภาพแม่เหล็กของผงเซรามิกที่ได้จากการเผาเพอร์เซอไรต์สภาวะต่างๆ (ตารางที่ 6) โดยพบว่าการเผาที่เวลานานจะลด impurity ของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ส่งผลให้ค่าความเป็นแม่เหล็กดีขึ้นด้วย (Kim, Wang, Iwaki *et al.*, 2007)

ตารางที่ 15 สมบัติแม่เหล็กของยางคงรูปที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS (เผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมง) และแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

Material	Coercivity (G)	Magnetic Remanence (emu/g)	Tensile Strength (MPa)	Elongation at break (%)	Hardness (Shore A)
Rubber sheet A	1200-3500	25-35	5-10	30-100	85-90
Rubber sheet B	1900-3800	20-30	5-6	200-300	45-50
RFC 6-commercial	3208.9	18.487	18.98	661.70	46.6
RFC 6-OOPS, 2h	3557.5	12.839	9.01	584.18	36.5
RFC 6-OOPS, 5h	3602.7	22.118	9.31	591.34	34.6
RFC 6-OOPS, 8h	3942.0	27.042	10.82	564.73	34.5

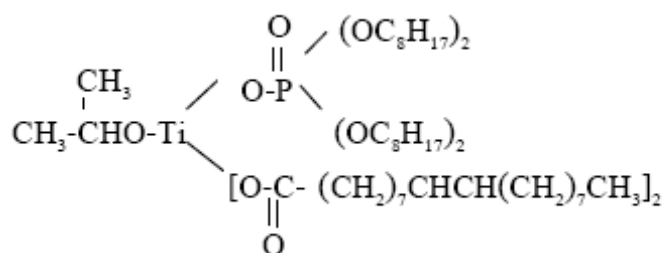
หมายเหตุ ที่มา Rubber Sheet A: www.rubber-magnet.com

Rubber Sheet B: INNUVO International trade. Co., Ltd Group

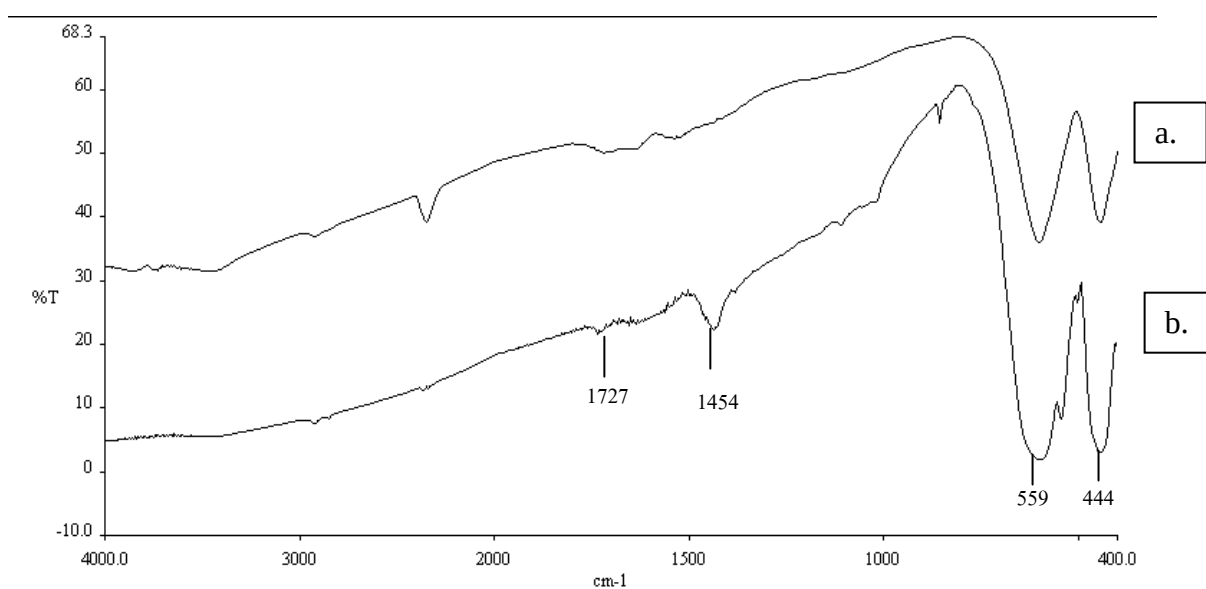
เมื่อทำการเปรียบเทียบสมบัติต่างๆของยางคอมโพสิต (ตารางที่ 15) พบว่าสมบัติแม่เหล็กของยางที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่ได้จากวิธี OOPS มีค่าความเป็นแม่เหล็กสูงกว่า ยางที่มีส่วนผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) แต่สมบัติเชิงกลและความแข็งกลับด้อยกว่า แต่อย่างไรก็ตามเมื่อทำการเปรียบเทียบคุณสมบัติต่างๆ กับ rubber sheet ที่ใช้ในทางอุตสาหกรรม (Rubber sheet A และ Rubber sheet B) พบว่ามีคุณสมบัติทางด้านทนต่อแรงดึง (tensile strength), elongation at break (%) ที่ดีกว่า แต่คุณสมบัติทางด้าน hardness กลับมีค่าด้อยกว่า Rubber sheet และยางที่มีส่วนผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ของยางคอมโพสิต (RFC 6_commercial) ทางคณะวิจัยจึงมีแนวคิดที่จะทำการปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านความแข็ง (hardness) โดยการเติมคาร์บอนแบล็ค และทำการปรับปรุงพื้นผิวของผงแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ด้วย surface treatment (TC 101) โดยทำการศึกษาการปรับปรุงคุณสมบัติดังกล่าวกับ แบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ก่อนเพื่อหาสูตรยางที่เหมาะสมก่อนนำไปใช้ปรับปรุงกับแบเรียมเฟอร์ไรท์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ต่อไป

3. ผลการศึกษาอิทธิพลของสารคู่ควบไททานเนตต่อสมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์

3.1 การศึกษาองค์ประกอบทางเคมีแบบเรียมเฟอไรต์หลังการทำ surface treatment ด้วยสารคู่ควบไททานเนต



รูปที่ 13 แสดงโครงสร้างของสารคู่ควบไททานเนต, TC 101



รูปที่ 14 สเปกตรัม FTIR ของแบเรียมเฟอไรต์ก่อนและหลังการทำ surface treatment ด้วยสารคู่ควบไททานเนต

a. แบเรียมเฟอไรต์ก่อนการทำ surface treatment ด้วยสารคู่ควบไททานเนต

b. แบเรียมเฟอไรต์หลังการทำ surface treatment ด้วยสารคู่ควบไททานเนต

จากรูปที่ 13 และ 14 หลังทำ surface treatment ด้วยสารคู่ควบไททานเนต ตรวจพบโครงสร้างของสารคู่ควบไททานเนต, TC 101 เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR มีหมู่ Carbonyl (C=O) ซึ่งตรวจวัดจากพีคที่ย่านความถี่ 1727 cm⁻¹ หมู่ -COOR ที่ย่านความถี่ 1400 และ 1600 cm⁻¹ จึงสามารถยืนยันได้ว่าการเกิด surface treatment ระหว่าง Barium Ferrite และสารคู่ควบไททานเนต

ตารางที่ 16 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ก่อนและหลังการทำ surface treatment

สูตรยางคอมปาวด์	ปริมาณ Barium Ferrite (phr.)	Scorch time ts_2 (min/sec)	Cure Time t_{90} (min/sec)	Max Torque, M_H (dNm)	Min Torque, M_L (dNm)	ΔM $M_H - M_L$ (dNm)
RFC 6	100	3.44	7.26	8.20	1.51	6.69
RFC 6- TC101	100	5.15	9.59	5.37	0.51	4.86

เตรียมยางคอมปาวด์โดยใช้เครื่องผสม two roll mill ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำยางคอมปาวด์มาทดสอบการคงรูปด้วยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบเคลื่อนที่ (Moving die rheometer) ที่อุณหภูมิ 150 °C ได้ความสัมพันธ์ดังตารางที่ 16 โดยยางคอมปาวด์ที่ผ่านการทำ surface treatment ด้วยสาร coupling agent (TC 101) ผสมกับผง Barium Ferrite มีค่าเวลาสกอช (scorch time) และค่าเวลาสุก (cure time) สูงกว่ายางคอมปาวด์ที่ไม่ทำ surface treatment เนื่องจากการเติมสาร coupling agent ทำให้ความหนืดของยางคอมปาวด์เพิ่มขึ้นทำให้เวลาในการไหลของยางมีเวลาเพิ่มขึ้น แต่ค่าแรงบิดเฉื่อย (ΔM) กลับมีค่าต่ำกว่า ซึ่งเมื่อพิจารณาจากสูตรโครงสร้างของ coupling agent (TC 101) แล้วอาจอธิบายได้จากสายโซ่ยาวของ treated Barium Ferrite อาจส่งผลในแง่ steric hindrance สำหรับการเกิดวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ (rubber crosslinking) (Poh, Ng, 1998) เป็นเหตุให้เวลาที่ใช้ในการเกิดการวัลคาไนซ์สูงและมีค่าแรงบิดสูงสุด แรงบิดต่ำสุด และแรงบิดเฉื่อยต่ำกว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ยังไม่ผ่านการทำ surface treatment

3.2 สมบัติเชิงกลของยางคงรูป

ตารางที่ 17 สมบัติเชิงกลของยางคงรูปที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ก่อนและหลังการทำ surface treatment

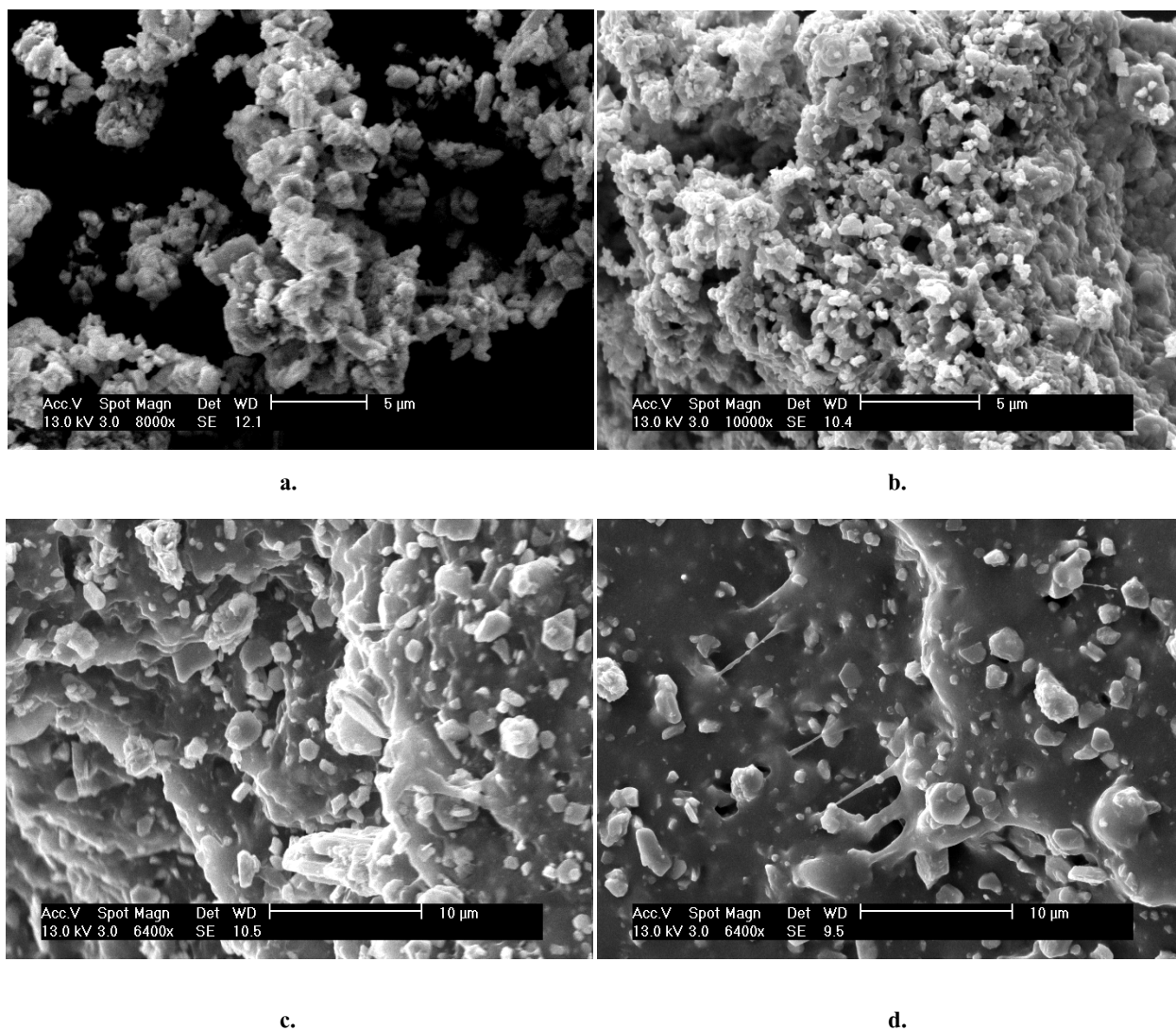
สูตรยางคอมปาวด์	ปริมาณ BaF (phr.)	Tensile strength (MPa)	100% modulus (MPa)	300% modulus (MPa)	Elongation at break (%)
RFC 6	100	18.6±1.50	0.82±0.02	2.09±0.10	712±25
RFC 6-TC 101	100	12.3±0.90	0.70±0.08	1.57±0.11	760±42

ตารางที่ 18 สมบัติความแข็ง (Hardness) และ compression set ของยางวัลคาไนซ์ก่อนและหลังการทำ surface treatment

สูตรยางคอมปาวด์	ปริมาณ BaF (phr.)	compression set (%)	Hardness (Shore A)
RFC 6	100	21.5	46.6±0.40
RFC 6-TC 101	100	18.2	37.5±0.40

จากการทดสอบสมบัติแรงดึง (tensile properties) ได้แก่ ค่าความทนทานต่อแรงดึง (tensile strength) การยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) และค่าโมดูลัส (modulus) ดังตารางที่ 17 พบว่าค่า tensile strength ของยางที่ทำ surface treatment

มีค่าทนต่อแรงดึงและค่าโมดูลัสต่ำกว่า ส่วนค่าการยึดตัว ณ จุดขาดพบว่ามีค่าสูงกว่าอย่างไม่ผ่านการทำ surface treatment (Wang, Hu, Chen *et al.*, 2006) นอกจากนี้ยังพบว่าการทำ surface treatment ทำให้ความแข็ง (Hardness) ของยางคงรูปลดลงและมีการคืนตัวได้มากจึงทำให้ค่า compression set ต่ำลงเช่นกันดังตารางที่ 18



รูปที่ 15 ภาพถ่าย SEM

- ผงบะริยมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ก่อนทำ surface treatment
- ผงบะริยมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ที่ผ่านการทำ surface treatment ด้วย สารคู่ควบไททานิค, TC 101
- ยางวัลคาไนซ์ (ชิ้นงานส่วนที่ failure) ที่ผสมผงบะริยมเฟอร์ไรท์ก่อนทำ surface treatment
- ยางวัลคาไนซ์ (ชิ้นงานส่วนที่ failure) ที่ผสมผงบะริยมเฟอร์ไรท์ที่ผ่านการทำ surface treatment

จากภาพถ่าย SEM (รูปที่ 15) พบว่าการทำ surface treatment ทำให้มีการจับตัวเป็นก้อนอย่างหนาแน่น (Wang, Hu, Chen *et al.*, 2006) เมื่อทำการผสมลงไปในชิ้นงานทำให้ผงบะริยมเฟอร์ไรท์กระจายตัวในยางวัลคาไนซ์อย่างไม่สม่ำเสมอ ส่งผลให้สมบัติทนต่อแรงดึงลดลง ดังนั้นการเติมสารคู่ควบลงไปในบะริยมเฟอร์ไรท์กลับไม่ได้ช่วยเสริมด้านสมบัติแรงดึงเลย

ซึ่งทางผู้วิจัยจึงทำการศึกษาคุณสมบัติด้านความแข็งแรงด้วยการเติมผงคาร์บอนแบล็ค (N 330) ลงไปยางคอมปาวด์โดยทำการศึกษาคุณสมบัติเชิงกลและแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) เพื่อหาสูตรยางที่เหมาะสมก่อนนำไปศึกษาในแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ต่อไป

4. ผลการศึกษาอิทธิพลการเติมคาร์บอนแบล็คต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า)

ตารางที่ 19 สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) หลังเติมคาร์บอนแบล็คในปริมาณต่างๆ

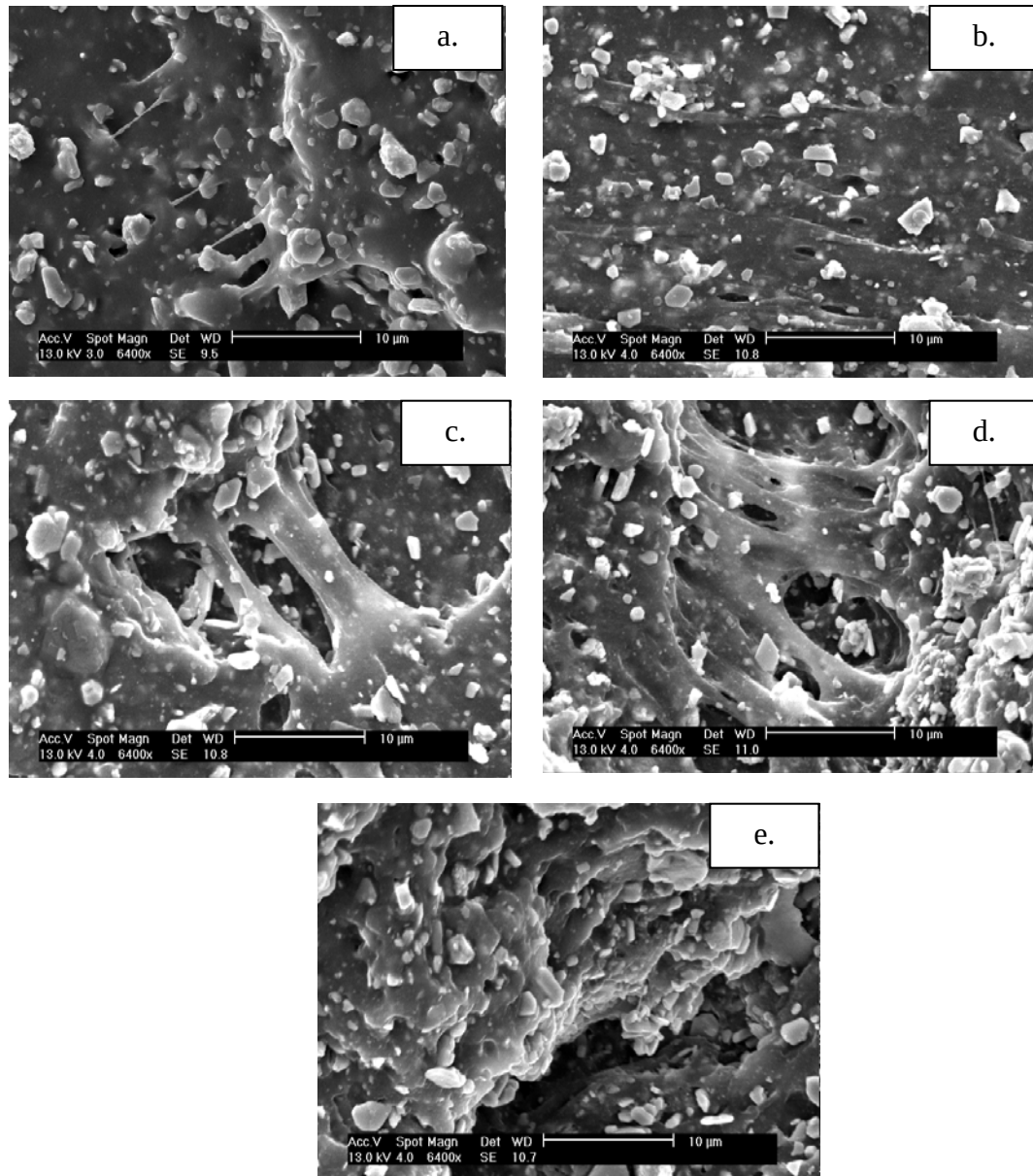
Rubber compounds	Content of filler (phr)		Cure Characteristics				
	barium	carbon	M_L	M_H	ΔM	t_{s2}	t_{90}
	Ferrite	black	(lb-in)	(lb-in)	($M_H - M_L$)	(min:sec)	(min:sec)
RFC 6_CB 0	100	-	1.51	8.20	6.69	3.44	7.26
RFC 6_CB 10	100	10	0.74	8.01	7.27	4.14	10.20
RFC 6_CB 20	100	20	0.63	8.14	7.51	3.41	9.44
RFC 6_CB 30	100	30	0.91	9.42	8.51	3.04	9.23
RFC 6_CB 40	100	40	1.36	10.43	9.07	2.58	8.58

สมบัติการวัลคาไนซ์ของยางคอมปาวด์ที่ผสมกับผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) โดยทำการกำหนดปริมาณไว้ที่ปริมาณ 100 phr และทำการปรับเปลี่ยนปริมาณคาร์บอนแบล็คที่ปริมาณต่างๆ คือ 0 – 40 phr ได้ความสัมพันธ์ดังตารางที่ 19 พบว่าการเติมคาร์บอนแบล็คซึ่งเป็นสารเสริมแรงที่มีพื้นที่ผิวสูง (high surface area) ซึ่งสามารถเกิดอันตรกิริยากับยางธรรมชาติได้ดีจึงสามารถกระจายตัวในเนื้อยางได้ดีทำให้เพิ่มความหนืดให้กับยางคอมปาวด์ ส่งผลให้ยางคอมปาวด์มีแรงบิดสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณคาร์บอนแบล็ค นอกจากนี้การเพิ่มปริมาณของคาร์บอนแบล็คยังทำให้ยางคอมปาวด์มีค่าการนำความร้อนสูงขึ้นทำให้ระยะเวลาสกอช (scorch time) และค่าเวลาสุก (cure time) ค่อยๆ ลดลง

ตารางที่ 20 สมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) หลังเติมคาร์บอนแบล็คในปริมาณต่าง ๆ

Rubber compounds	Content of filler (phr)		Mechanical properties			
	barium ferrite	carbon black	Tensile strength (MPa)	100 % modulus (MPa)	300% Modulus (MPa)	Elongation at break (%)
RFC 6_CB 0	100	-	18.98±1.17	1.05±0.08	2.99±0.34	661.70±35.56
RFC 6_CB 10	100	10	14.71±0.60	1.29±0.08	4.75±0.32	553.45±19.33
RFC 6_CB 20	100	20	15.51±1.31	1.05±0.02	3.57±0.11	677.34±82.38
RFC 6_CB 30	100	30	16.92±0.63	2.01±0.12	7.65±0.60	494.84±12.60
RFC 6_CB 40	100	40	16.02±0.70	1.85±0.09	6.94±0.35	492.53±12.84

จากการทดสอบสมบัติแรงดึง (tensile properties) ได้แก่ ค่าความทนทานต่อแรงดึง (tensile strength) การยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) และค่าโมดูลัส (modulus) ดังตารางที่ 20 พบว่าค่าทนต่อแรงดึงของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ 100 phr มีค่าลดลงเมื่อเติมคาร์บอนแบล็คลงไป เนื่องจากการเกิดอันตรกิริยาได้ต่ำระหว่างคาร์บอนแบล็คและแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) ซึ่งมีความมีขั้วแตกต่างจึงกระจายเข้ากันในยางได้ไม่ดีนัก (poor interaction) แต่เมื่อเพิ่มปริมาณคาร์บอนแบล็คจาก 10 – 30 phr พบว่าค่าทนต่อแรงดึงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นก่อนที่จะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณคาร์บอนแบล็คมากกว่า 30 phr เนื่องจากเติมคาร์บอนแบล็คในปริมาณที่มากเกินไปอาจส่งผลให้ชิ้นงานเกิดการแตกและเสียหายเมื่อถูกดึง (crack propagation) ดังรูป SEM (รูปที่ 16) นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นของปริมาณสารตัวเติมจะลดสัดส่วนของยางธรรมชาติซึ่งสามารถเกิดผลึกเมื่อถูกดึง (strain crystalline) ส่งผลให้ค่าทนต่อแรงดึงลดลงด้วยเช่นกัน (Godin, Chaki, Courbon *et al.* 2009)



รูปที่ 16 ภาพถ่าย SEM

- a) ขางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) 100 phr และคาร์บอนแบล็ค 0 phr
- b) ขางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) 100 phr และคาร์บอนแบล็ค 10 phr
- c) ขางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) 100 phr และคาร์บอนแบล็ค 20 phr
- d) ขางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) 100 phr และคาร์บอนแบล็ค 30 phr
- e) ขางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) 100 phr และคาร์บอนแบล็ค 40 phr

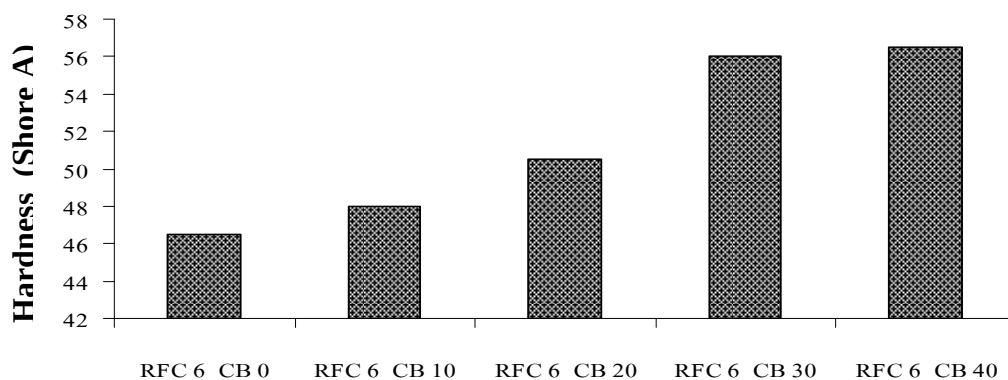
เมื่อพิจารณาค่าโมดูลัส (100%, 300%) ของยางคอมโพสิตพบว่าค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณคาร์บอนแบล็กที่เพิ่มขึ้น เนื่องจากคาร์บอนแบล็กมีคุณสมบัติเป็นสารเสริมแรง (reinforcement filler) ทำให้ยางมีค่าโมดูลัสสูงขึ้นซึ่งสอดคล้องตามทฤษฎี Einstein – Guth – Gold equation โดยพบว่าค่าโมดูลัสมีค่าเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนสารตัวเดิมที่เพิ่มขึ้นดังแสดงในสมการ (El-sabbage, Ahmed, Daoush., 2006)

$$\sigma_f = \sigma_0(1 + 2.5f\Phi + 14.2f^2\Phi^2)$$

โดยที่ $\Phi_{\text{eff}} = f\Phi$

ซึ่ง : σ_f = ค่าโมดูลัสของยางคอมพาวด์ภายหลังการเติมสารตัวเดิม
 σ_0 = ค่าโมดูลัสของยางธรรมชาติ (gum rubber)
 Φ = สัดส่วนของสารตัวเดิม
 Φ_{eff} = ประสิทธิภาพของสารตัวเดิม
 f = ค่าปัจจัยที่มีผลประสิทธิภาพของ Φ ไปเป็น Φ_{eff}

จากตารางที่ 20 พบว่าค่า elongation at break (%) มีค่าลดลงตามปริมาณการเพิ่มขึ้นของคาร์บอนแบล็ก เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของสารตัวเดิมส่งผลให้สัดส่วนของยางธรรมชาติลดลง (dilution effect) ทำให้ความสามารถในการยืดตัวลดลง (elastic)



รูปที่ 17 ความแข็ง (hardness) ของยางคอมพาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอโรไรท์ (เกรดการค้า) 100 phr และคาร์บอนแบล็ก ปริมาณต่างๆ

นอกจากนี้พบว่า การเติมคาร์บอนแบล็กสามารถเพิ่มคุณสมบัติด้านความแข็งของยางคอมโพสิตได้เนื่องจากคาร์บอนแบล็กเป็นสารตัวเดิมที่มีคุณสมบัติเสริมแรง โดยการเติมคาร์บอนแบล็กในปริมาณ 40 phr มีความแข็งสูงสุด แต่เมื่อทำการเปรียบเทียบคุณสมบัติเชิงกลและความแข็งของยางคอมพาวด์เมื่อเติมคาร์บอนแบล็กในปริมาณต่างๆ พบว่าการเติมคาร์บอนแบล็กปริมาณ 30 phr มีคุณสมบัติเชิงกลและความแข็งสูงสุด ทางคณะวิจัยจึงเลือกสูตรยางในการเติมคาร์บอนแบล็กที่ปริมาณ 30 phr เพื่อนำไปศึกษาคุณสมบัติดังกล่าวในยางคอมพาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอโรไรท์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ปริมาณ 100 phr และคาร์บอนแบล็กปริมาณ 30 phr ต่อไป

5. ผลการศึกษาอิทธิพลการเติมคาร์บอนแบล็คต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการสังเคราะห์วิธี OOPS

หลังจากทางคณะวิจัยได้เลือกสูตรยางที่เหมาะสมจากการศึกษาในขั้นตอนที่ผ่านมาได้แล้ว จึงนำมาศึกษาการปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านความแข็งโดยการเติมคาร์บอนแบล็คในปริมาณ 30 phr ร่วมกับการเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธี OOPS ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมงในปริมาณ 100 phr เพื่อปรับปรุงยางคอมปาวด์ให้มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับ Rubber sheet magnet ที่ใช้ในอุตสาหกรรมต่อไป

ตารางที่ 21 สมบัติการวัดค่าในซ์ของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) หลังเติมคาร์บอนแบล็คในปริมาณต่างๆ

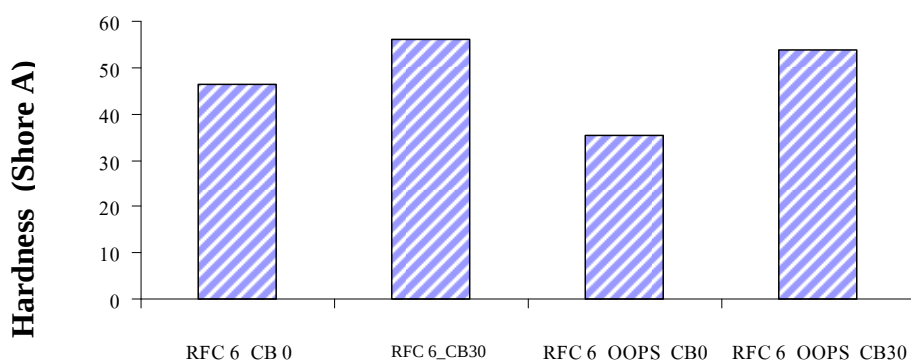
Rubber compounds	filler loading		Cure Characteristics				
	(phr)		M _L (lb-in)	M _H (lb-in)	ΔM (M _H -M _L)	t _{s2} (min:sec)	t _{c90} (min:sec)
	barium	carbon					
	ferrite	black					
RFC 6-OOPS, 8h	100	-	0.53	7.51	6.98	2.49	6.13
RFC 6_OOPS, 8h+CB	100	30	0.96	10.07	9.11	2.54	8.54

จากการศึกษาการเปรียบเทียบสมบัติการวัดค่าในซ์ของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ปริมาณ 100 phr ก่อนและหลังการเติมคาร์บอนแบล็คปริมาณ 30 phr ได้ความสัมพันธ์ดังตารางที่ 21 โดยพบว่ายางคอมปาวด์ผสมกับผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS โดยการกำหนดปริมาณที่ 100 phr พบว่าการเติมคาร์บอนแบล็คซึ่งเป็นสารเสริมแรงที่มีพื้นที่ผิวสูง (high surface area) ปริมาณ 30 phr สามารถเกิดอันตรกิริยากับยางธรรมชาติได้ดีจึงสามารถกระจายตัวในเนื้อยางได้ดีจะเพิ่มความหนืดให้กับยางคอมปาวด์ ส่งผลให้ยางคอมปาวด์มีแรงบิดสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณคาร์บอนแบล็ค นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นของคาร์บอนแบล็คยังทำให้ยางคอมปาวด์มีระยะเวลาสกอซ (scorch time) และค่าเวลาสุก (cure time) เพิ่มขึ้นเมื่อมีการเพิ่มปริมาณสารตัวเติม

ตารางที่ 22 สมบัติเชิงกลของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ปริมาณ 100 phr ก่อนและหลังเติมคาร์บอนแบล็คปริมาณ 30 phr

Rubber compounds	carbon	Mechanical properties			
	black	Tensile	100 %	300%	Elongation at break (%)
	content	strength	modulus	Modulus	
	(phr)	(MPa)	(MPa)	(MPa)	
RFC 6-OOPS, 8h	0	10.82±1.03	0.96±0.02	2.54±0.26	564.73±16.92
RFC 6-OOPS, 8h+CB 30	30	11.02±0.53	1.80±0.03	6.20±0.75	417.32±44.53

ภายหลังการเติมคาร์บอนแบล็คซึ่งเป็นสารตัวเติมที่มีคุณสมบัติเสริมแรงในยางธรรมชาติพบว่าสมบัติเชิงกล ได้แก่ ค่าทนต่อแรงดึง (tensile strength) และมอดูลัส (100%, 300%) ซึ่งมีค่าสอดคล้องกับแรงบิดสูงสุด (M_H) ดังตารางที่ 22 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อมีการเติมคาร์บอนแบล็คลงไป ในส่วนของ elongation at break มีค่าลดลงเนื่องจากการเติมสารตัวเติมจะไปลดสัดส่วนของยางธรรมชาติลง (dilution effect) ส่งผลให้ค่า elongation at break ลดลงด้วยเช่นกัน (Kurian, Malini, Anatharaman. 2003, Soloman, Kurian, Anatharaman *et al.* 2004)



รูปที่ 18 ความแข็ง (hardness) ของยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) 100 phr และคาร์บอนแบล็ค ปริมาณต่างๆ

จากรูปที่ 18 เมื่อทำการเปรียบเทียบความแข็ง (hardness) ระหว่างยางคอมปาวด์ที่ผสมแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) และที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ในปริมาณ 100 phr ก่อนและหลังการเติมคาร์บอนแบล็คลงไปปริมาณ 30 phr พบว่า การเติมคาร์บอนแบล็คสามารถเพิ่มความแข็งให้กับยางคอมปาวด์โดยพบว่ายางทั้งสองสูตรมีค่าความแข็งมีค่าสูงเทียบเท่ากับยางคอมโพลีที่ใช้ในทางอุตสาหกรรม (Rubber sheet B) ดังแสดงในตารางที่ 15

ตารางที่ 23 สมบัติแม่เหล็กของยางคอมปาวด์ที่ผสม Barium Ferrite ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS และที่ใช้ในทางอุตสาหกรรมปริมาณ 100 phr ก่อนและหลังเติมคาร์บอนแบล็คในปริมาณต่างๆ

Rubber compound	Barium Ferrite (phr.)		Carbon black (phr)	Coercivity H_c (G)	M_s (emu/g)	M_r (emu/g)
	Commercial	OOPS				
RFC 6_commercial	100	-	-	3208.9	30.447	18.487
RFC 6_commercial	100	-	10	3011.8	27.083	13.541
RFC 6_commercial	100	-	20	3040.1	26.687	13.190
RFC 6_commercial	100	-	30	3060.4	26.283	12.121
RFC 6_commercial	100	-	40	3081.9	23.709	11.559
RFC 6_OOPS	-	100	-	3942.0	44.809	27.042
RFC 6_OOPS	-	100	30	3636.6	39.449	24.055

จากตารางที่ 23 แสดงการเปรียบเทียบสมบัติแม่เหล็ก ได้แก่สภาพแม่เหล็กอิ่มตัว (Saturation Magnetization, M_s) สภาพแม่เหล็กคงค้าง (Magnetic Remanence, M_r) และสภาพต้านการหักล้างของสนามแม่เหล็กภายนอก (coercity) ของยางคอมปาวด์ที่มีส่วนผสมของ Barium Ferrite ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS และ Barium Ferrite เกรดการค้า เมื่อทำการเติมคาร์บอนแบล็คที่ปริมาณต่างๆ พบว่าการเติมคาร์บอนแบล็คมีผลทำให้คุณสมบัติทางแม่เหล็กลดลงเล็กน้อย นอกจากนี้เมื่อทำการเปรียบเทียบคุณสมบัติทางแม่เหล็กของ Barium Ferrite ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS และ Barium Ferrite เกรดการค้า ภายหลังจากการเติมคาร์บอนแบล็คลงไปปริมาณ 30 phr พบว่ายางคอมปาวด์ที่ผสมของ Barium Ferrite ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS มีคุณสมบัติทางแม่เหล็กที่สูงที่สุด ซึ่งผลทางแม่เหล็กดังกล่าว สอดคล้องกับการศึกษาสภาพแม่เหล็กของผงเซรามิกที่ได้จากการเผาไพริเคอร์เซอร์ที่สภาวะต่างๆ (ตารางที่ 6)

สรุปผลการทดลอง

การสังเคราะห์ Barium Ferrite ด้วยวิธี OOPS โดยการเผาไพริเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C ที่เวลา 2, 5 และ 8 ชั่วโมงสามารถเตรียม Barium Ferrite ให้มีคุณสมบัติแม่เหล็กที่ดีกว่าผง Barium Ferrite ที่ใช้ในทางอุตสาหกรรม และสามารถหลีกเลี่ยงการเผาที่อุณหภูมิสูง (1200 °C) ได้ โดยเมื่อเปรียบเทียบสภาพแม่เหล็กของแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) กับแบเรียมเฟอร์ไรท์เผาที่อุณหภูมิคงที่ 1000°C เป็นเวลา 2,5 และ 8 ชั่วโมง (ตารางที่ 6) พบว่าแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ผ่านการเผาเป็นเวลา 8 ชั่วโมง มีสภาพแม่เหล็กใกล้เคียงกับผงแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) มากที่สุด ซึ่งมีสภาพแม่เหล็กอิ่มตัว (M_s = 59.895 emu/g) ค่าการเหนี่ยวนำแม่เหล็กเหลือค้าง (M_r = 39.495 emu/g) และมีสภาพต้านการหักล้างของสนามแม่เหล็กภายนอก (H_c , = 4260.3 G) สูงกว่า (ตารางที่ 6) ในขณะที่ $BaFe_{12}O_{19}$ เผาที่อุณหภูมิ 1200 °C , 2 ชั่วโมง ถึงแม้จะมีสภาพแม่เหล็กอิ่มตัวและแม่เหล็กเหลือค้างที่สูงกว่าการเผาไพริเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 °C , 8 ชั่วโมง (Dho, Lee, Park *et al.*, 2005) แต่ทางคณะวิจัยยังต้องการหลีกเลี่ยงการเผา ไพริเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิสูงและนอกจากนี้การเผาที่อุณหภูมิ 1200°C ยังเป็นอุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์แบบเก่า ซึ่งถือได้ว่าการเตรียมแบเรียมเฟอร์ไรท์ผ่านวิธีการเตรียมแบบกระบวนการขั้นตอนเดียว (OOPS) มีค่าสภาพความเป็นแม่เหล็กสูงมากพอที่เมื่อเทียบกับแม่เหล็กแบเรียมเฟอร์ไรท์ (เกรดการค้า) จึงจะนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุแม่เหล็กได้

เมื่อทำการหาปริมาณ Barium Ferrite ที่เหมาะสมต่อคุณสมบัติเชิงกลและแม่เหล็ก พบว่าการเติมแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่ปริมาณ 100 phr จะส่งผลให้สมบัติเชิงกลด้านทนต่อแรงดึงและค่ามอดูลัสดีที่สุดใน โดยยางคอมโพสิตที่มีส่วนผสมของแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1000°C มีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่า แต่กลับมีสมบัติเชิงแม่เหล็กที่ต่ำกว่า โดยพบว่าการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลและความแข็งแรงโดยการเติม carbon black ในปริมาณ 30 phr ควบคู่กับ 100 phr ของ OOPS แบเรียมเฟอร์ไรท์เป็นสูตรยางที่เหมาะสมในการใช้งานด้าน rubber magnet sheet ซึ่งจะให้สมบัติเชิงกลที่ดีกว่า ในขณะที่มีสมบัติเชิงแม่เหล็กเทียบเท่าหรือดีกว่า rubber magnet sheet ที่ใช้ในทางอุตสาหกรรม

ข้อเสนอแนะ

ถึงแม้ว่ายางคอมโพสิตที่เตรียมจากแบเรียมเฟอร์ไรท์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี OOPS จะมีสมบัติทั้งทางด้านเชิงกลและเชิงแม่เหล็กที่เทียบเท่าหรือดีกว่า Rubber magnet sheet ที่ใช้ในทางอุตสาหกรรม แต่เนื่องด้วยในกระบวนการสังเคราะห์แบเรียมเฟอร์ไรท์นั้นจะให้ค่า ceramic yield ภายหลังการเผาฟิรเคอร์เซอร์ที่ค่อนข้างต่ำ (~38%) ทำให้ในการแบ่งการผลิตเป็นอุตสาหกรรมนั้นค่อนข้างไม่คุ้มทุน นักวิจัยจึงมีข้อเสนอแนะในการเพิ่ม % yield โดยอาจเปลี่ยนลิแกนด์ที่ใช้ในการสังเคราะห์แบเรียมเฟอร์ไรท์ให้มีขนาดเล็กลง ซึ่งจากการใช้ลิแกนด์ที่มีขนาดเล็กอาจเป็นผลให้ในขั้นตอนการเผาฟิรเคอร์เซอร์นั้น ยังคงเหลือส่วนที่เป็นเซรามิกในปริมาณที่เยอะขึ้น ส่งผลให้ % yield มีค่าเพิ่มขึ้นนั่นเอง

เอกสารอ้างอิง

1. Benito, G., Morales, M.P., Requena, J., Raposo, V., Vazquez, M. and Joy, J.S. **2001**. Barium hexaferrite monodispersed nanoparticles prepared by the ceramic method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 234: 65-72.
2. Chipara, M., Hui, D., Sankar, J., Leslie-Pelecky, D., Bender, A., Yue, L., Skomski R. and Sellmyer. D.J. **2004**. On styrene-butadiene-styrene-barium ferrite nanocomposites. *J. Composites: Part B*. 35: 235-243.
3. David B. Hovis and Faber, K.T. **2001**. Textured Microstructured in Barium Hexaferrite by Magnetic field assisted gelcasting and templated grain growth. *J. Scripta mater*. 44: 2525-2529.
4. Dho, J., Lee, E.K., Park, J.Y. and Hur, N.H. **2005**. Effects of the grain boundary on the coercivity of Bariumferrite $BaFe_{12}O_{19}$. *J. Journal of Magn.Magn.Mater*. 285: 164-168.
5. Dishovsky, N., Ruskova, K. and Radulov, I. **2001**. "In situ" Magnetic Modification of Polar Elastomers. *Journal Materials Research Bulletin*. 36: 34-45.
6. El-Nashar, D.E., Mansour, S.H. and Girgis, E. **2006**. Nickel and Iron nano-particles in natural rubber composites. *J. Mater Science*. 41: 5359-5364.
7. El-Sabbagh, S.H., Ahmed, N.M. and Daoush, W.M. **2006**. Colored Rubber Vulcanizates with Some magnetic Properties. *Journal of Applied Polymer Science*. 102: 494-505.
8. Godin, N., Chaki, S., Courbon, J., Deschanel, S., Gillet, S. and Gautier, B. **2009**. Acoustic Emission Potentialities for Characterization of Mullins Effect in Natural Rubber Materials filled with Carbon Black. *Journal of Polymer Testing*. 28: 103-105.
9. Hung, Y.C., Ko, W.S., Tung, M.J., Chen, L.K. and Chang, W.C. **1989**. Effects of Additives on the Orientation and Strength of Plasticferrite Magnet. *IEEE Transections on Magnetics*. 25: 3287-3289.

10. Kim, S.G., Wang, W.N., Iwaki, T.I., Yabuki A. and Okuyama, K. **2007**. Low-Temperature Crystallization of Barium Ferrite Nanoparticles by a Sodium Citrate-Aided Synthetic Process. *Journal Phys. Chem.* 111: 10175-10180.
11. Kurian, P., Malini, K.A., and Anantharaman, M.R. **2003**. Loading dependence similarities on the Cure time and Mechanical Properties of Rubber Ferrite Composites containing Nickel Zinc Ferrite. *Journal of Material Latter.* 57: 3381-3386.
12. Laobuthee, A., Wongkasemjit, S., Traversa, E. and Laine R.M. **1999**. MgAl₂O₄ spinel powders from oxide one pot synthesis (OOPS) process for ceramic humidity sensors. *J. Journal of the European Ceramic Society.* 20: 91-97.
13. Lokander, M and Stenberg, B. **2003**. Performance of Isotropic Magnetorheological Rubber Materials. *Journal of Polymer Testing.* 22:245-251.
14. Makled, M.H., Matsui, T., Tsuda, H., Mabuchi, H., El-Mansy, M.K. and Morii, K. **2004**. Magnetic and dynamic mechanical properties of barium ferrite-natural rubber composites. *J. Journal of Material Processing Technology.* 160: 229-233.
15. Mali, A. and Ataie, A., **2005**. Structural characterization of nano-crystalline BaFe₁₂O₁₉ powders synthesized by sol gel combustion route. *J. Journal of Scripta Materialia.* 53: 1065-1070.
16. Mohammed, E.M., Malini, K.A., Sindhu, S., Joy, P.A., Date, S.K., Kulkarni, S.D., Kurian, P. and Anantharaman, M.A. **2001**. Magnetic and processability studied on rubber ferrite composites based on natural rubber and mixed ferrite. *J. Journal of Material Science.* 36: 5551-5557.
17. Mohammed, E.M., Malini, K.A., Kurian, P. and Anantharaman, M.A. **2001**. Modification of dielectric and mechanical properties of rubber ferrite composites containing manganese zinc ferrite. *J. Journal of Material Research Bulletin.* 37: 753-768.
18. Nontapan, S., Kooptarnond, K., Sikong, L. and Bhongsuwan, T. **2005**. EMI Shielding Materials Made from Natural Rubber Blended with Magnetic Ferrite Powder. *Department of Mining and Materials Engineering, Faculty of Graduate, Prince of Songkhla University, Hat Yai, Songkhla.*
19. Ol'khovik, L.P., Sizova, Z. I., Shurinova, E. V. and Kamzin, A. S. **2005**. Determination of the Surface Anisotropy Contribution to the Magnetic Anisotropy Field of a Nanocrystalline Barium Ferrite Powder at Various Temperatures. *J. Physics of the Solid State.* 47: 1261-1264.
20. Panitat, H., Bussarin, K., Apirat, L. and Nattamon, K. **2005**. Preparation of Nickel Aluminate Spinel from Aluminium Hydroxide and Nickel Nitrate. 31st Congress on Science and Technology of Thailand at Suranaree University of Technology. 18-20 October 2005.
21. Palla, B.J., Shah, D.O., Garcia-Casillas, P. and Matutes-Aquino. J. **1999**. Preparation of nanoparticles of barium ferrite from precipitation in microemulsions. *Journal of Nanoparticle Research.* 1: 215-222.
22. Poh, B.T. and Ng C.C. 1998. Effect of Silane Coupling Agents on the Mooney Scorch Time of Silica-Filled Natural Rubber Compound. *European Polymer Journal.* 34: 975-97.
23. Rawle, A.F. **2007**. Micron sized nano-materials. *Powder Technology.* 174: 6-9.

24. Soloman, M.A., Kurian, P., Anantharaman, M.A. and Joy, P.A. **2003**. Effect of Carbon Black on the Mechanical and Dielectric Properties of Rubber Ferrite Composites Containing Barium Ferrite. *J. Journal of Applied Polymer Science*. 89: 769-778.
25. Soloman, M.A., Kurian, P., Anantharaman, M.A. and Joy, P.A. **2004**. Evaluation of the Magnetic and Mechanical Properties of Rubber Ferrite Composites Containing Strontium Ferrite. *J. Journal Polymer-Plastic Technology and Engineering*. 43: 1013-1028.
26. Soloman, M.A., Anantharaman, M.A. and Joy, P.A. **2004**. Processability and Magnetic Properties of Rubber Ferrite Composites containing of Barium Ferrite. *J. Journal Polymeric Material*. 53: 565-575.
27. Topal, U. **2007**. Factors influencing the remanent properties of hard magnetic barium ferrites : Impurity phases and grain sizes. *J. Journal of Magn.Magn.Mater*. 320: 331-335.
28. Topal, U. and Ozkan, H., Dorosinskii, L. **2007**. Finding optimal Fe/Ba ratio to obtain single phase $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ prepared by ammonium nitrate melt technique. *J. Journal of Alloys Compound*. 428: 17–21.
29. Urogiova, E., Hudec, I., Bellusova, D. and Suri, P. **2007**. Structure and Properties of rubber blends with ferromagnetic fillers. *Polymer for Advanced Technology*. 18: 128-134.
30. Vinod, V.S., Varghese S. and Kuriakose B. **2001**. Degradation behaviour of natural rubber-aluminium powder composites: effect of heat, ozone and high energy radiation. *J. Journal of Polymer Degradation and stability*. 75: 405-412.
31. Wang, Y., Hu, Y., Chen, L., Gong, X., Jiang, W., Zhang, P. and Chen, Z. **2006**. Effects of Rubber/Magnetic Particle interactions on the performance of Magnetorheological Elastomers. *J. Polymer Testing*. 25:262-267.
32. Xiangyuan, L., Wang, J., Ming Gan L. and Choon, Ng S. **1999**. Improving the magnetic properties of hydrothermally synthesized barium ferrite. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 195: 452-459.

ภาคผนวก

สรุปข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิต่อโครงการ

“สมบัติเชิงกลและความเป็นแม่เหล็กของคอมโพสิทระหว่างแบเรียมเฟอร์ไรต์และยางธรรมชาติ: ผลกระทบของรูปร่างและขนาดของอนุภาคของแบเรียมเฟอร์ไรต์ต่อคอมโพสิท”

สัญญาเลขที่ RDG5050099

ข้อคิดเห็น/ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ	ชี้แจงโดยนักวิจัย
1. รายงานผลการวิจัยขาดสารบัญ 2. บทคัดย่อภาคภาษาอังกฤษมีมากกว่าภาษาไทย ควรเติมให้ครบด้วย 3. รายงานควรปรับปรุงแก้ไขดังนี้ 3.1 การอธิบายรูปที่ 15 หน้าที่ 41 ควรบอกด้วยว่าสิ่งที่อธิบายตรงกับรูปใด a, b, c หรือ d ในที่นี้อธิบายไม่ตรงรูป หรือ label ผิด ควรตรวจสอบด้วย 3.2 หน้าที่ 16: - บรรทัดที่ 3 โปรดตรวจสอบความถูกต้อง ปกติตัดชิ้นงาน Dumb-bell ไม่ใช่เครื่องตัดด้วยอัตราเร็ว 500 มม./นาที (เป็น Condition ของเครื่องดึงทดสอบ Tensile?) แต่ใช้แรงคน - บรรทัดที่ 7-8 Hardness วัดที่ 30 sec หรืออ่านทันที เพราะในคำชี้แจงความก้าวหน้า ชี้แจงว่าคำนวณค่าทันที หมายความว่าอย่างไร 3.3 หน้าที่ 18 รูปที่ 2 Ceramic Yield = 38% ไม่เข้าใจ ควรมีคำอธิบาย 3.4 หน้าที่ 31 รูปที่ 10 น่าจะผิ “before aging และ after aging” น่าจะสลับกัน ขอให้ตรวจสอบกับข้อมูลในตารางที่ 8 และตารางที่ 10 และดูว่าต้องการเสนออะไร 3.5 หน้าที่ 47 รูปที่ 18 ตรวจสอบกราฟแท่ง RFC 6_CB 0 ในแกน X ว่าควรเป็น RFC 6_CB 30 หรือไม่	1.-4. และ6.-12. รับทราบและได้ดำเนินการแก้ไขแล้ว (ในหน้าที่ 3, 7, , 16, 18, 31, 41,47-50) 5. สูตรโครงสร้างของ Si69 ที่ ศ.ดร.ณรงค์ฤทธิ์ ใช้และ Coupling 89 ที่นักวิจัยเลือกใช้มีสูตรโครงสร้างทางเคมีเหมือนกัน เพียงแต่ชื่อทางการค้าต่างกัน นักวิจัยจึงยังคงชื่อเดิมของสารที่ ศ.ดร.ณรงค์ฤทธิ์ใช้ และคงชื่อทางการค้าไว้ตามที่บริษัท Behn Meyer อนุเคราะห์มา

ข้อคิดเห็น/ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ	ชี้แจงโดยนักวิจัย
3.6 หน้า 48 สรุปว่าจะแนะนำการสังเคราะห์ที่เวลาเท่าไร 2, 5 หรือ 8 ชั่วโมง ควรมีข้อมูลเชิงเศรษฐศาสตร์เปรียบเทียบ ระหว่างวิธีเดิม 1200 °C/ 2 hrs. 4. เอกสารอ้างอิงในรายงานมี 2 แบบ ทั้งมีตัวเลขอยู่ที่เนื้อหา เช่น หน้า 8, 9 และ 11 เป็นต้น เช่น TV York เป็นต้น¹⁻⁴ ขณะที่หน้าอื่น ใช้อ้างอิงเป็นวงเล็บ ควรเป็นไปในทางเดียวกัน และเอกสารอ้างอิงไม่ครบ และไม่ตรง 5. นักวิจัยควรเสนอแนวทางวิจัยและพัฒนาเพื่อนำไปใช้งานต่อยอด หรือหาวิธีปรับให้ได้ Yield สูงๆ และนำมาใช้งานเป็นผลิตภัณฑ์ให้ได้ และควรทำเป็น Rubber Sheet ที่ใช้เป็น Magnet วัดความสามารถในการติดให้เห็น	