



เอกสารอ้างอิง

1. GARLOCK RUBBER TECHNOLOGIES, [online],
Available: <http://www.grtco.com/esr/index.htm> [19 April 2009].
2. ERIKS GROUP, [online], Available: <http://rubbertechology.info/en/datasheets/cellular-rubber/ERIKS%20-%20900%20K%20500%20HOPNR.pdf> [19 April 2009].
3. ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, เอกชัย วิมลมาลา และธีระศักดิ์ หมากรผิน, 2549, รายงานฉบับสมบูรณ์โครงการการพัฒนาวัสดุผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางเอสบีอาร์ที่มีเถ้าลอยเป็นสารเติมแต่ง, สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย, ฝ่ายอุตสาหกรรม (ฝ่าย 5).
4. Sombatsompop, N., Wimolmala, E. and Markpin, T., 2007, "Fly-Ash Particles and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers: Part II. Effects of Silica Content and Si69-Treatment in NR/SBR Vulcanizates", *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 104, No. 5, pp. 3396-3405.
5. พรพรรณ นิธิอุทัย, 2540, ยาง: เทคนิคการออกสูตร, ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, หน้า 4-24.
6. เอกชัย วิมลมาลา, 2543, การเตรียมและศึกษาสมบัติของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิไวนิลคลอไรด์กับยางอะคริลิก, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีวัสดุ คณะพลังงานและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, หน้า 16-33.
7. วราภรณ์ คุณาวนากิจ, 2540, "การวิเคราะห์ถ่านและเถ้าลิกไนต์ในโรงไฟฟ้า", วารสาร กฟผ., ปีที่ 6, ฉบับที่ 7, หน้า 68-77.
8. สมชัย กกกำแหง, 2539, "ศึกษาภาพการนำเถ้าลอยลิกไนต์แม่เมาะไปใช้ประโยชน์", วารสาร กฟผ., ปีที่ 5, ฉบับที่ 2, หน้า 48-57.
9. เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร, เทคโนโลยียาง, เอกสารประกอบการสอน จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพฯ หน้า 140-142.



10. Leblanc, J.L., 2002, "Rubber-Filler Interactions and Rheological Properties in Filled Compounds, **Progress in Polymer Science**, Vol. 27, No. 4, pp. 627-809.
11. อธิธิพล แจ่มชัด, 2544, พอลิเมอร์คอมโพสิต, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, กรุงเทพฯ, หน้า 63-67.
12. Klemmner, D. and Frisch, K.C., 1991, **Handbook of Polymeric Foams and Foam Technology**, Hanser Publishers, Munich, pp. 6-15.
13. Annicelli, R.A. and Dick, J.S., 2001, "**Rubber Technology Compounding and Testing for Performance**", Hanser Publishers, Munich, pp. 476 – 485.
14. พิสุทธิ เลิศกมลสิน, 2543, การศึกษาความสัมพันธ์ของโครงสร้างและสมบัติของยางโฟม, วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, หน้า 55-63.
15. พงษ์ธร แซ่ฮุย, 2548, สารเคมียาง, ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ (เอ็มเทค), กรุงเทพฯ, หน้า 115-116.
16. Hurnik, H. Gachter, R. and Muller, H., 1990, **Plastics Additives**, Hanser Publishers, New York, USA, pp. 815-824.
17. Pentrakoon, D. and Ellis, J.W., 2005, **An Introduction to Plastic Foams**, Chulalongkorn University Press, Bangkok, pp. 12-19.
18. Roberts, A.D., 1990, **Natural Rubber Science and Technology**, Oxford University Press, New York, pp. 516-627.
19. Barnard, D. and Lewis, P.M., 1993, **Natural Rubber Science and Technology**, Marcel Dekker, New York. pp. 510-650.



20. Edge, M., Allen N.S., Sanchez, R.G., Liauw, C.M., Read, S.J. and Whitehouse, R.B., 1999, The Influence of Cure and Carbon Black on The High Temperature Oxidation of Natural Rubber I. Correlation of Physico-Chemical changes, **Polymer Degradation and Stability**, Vol. 64, No. 2, pp. 197-205.
21. วัชรพงศ์ แซ่แต่้, ชลดา เลวิส และวิรัช ทวีปรีดา, 2548, “โฟมยางธรรมชาติเทอร์โมพลาสติก”, การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วทท.), ครั้งที่ 32, วันที่ 10-12 ตุลาคม, ศูนย์ประชุมแห่งชาติสิริกิติ์, กรุงเทพฯ.
22. Ghazali, Z., Johnson, A.F. and Dahlan, K.Z., 1999, “Radiation Crosslinked Thermoplastics Natural Rubber (TPNR) Foams”, **Radiation Physics and Chemistry**, Vol. 55, No. 1, pp. 73-79.
23. Lin, G., Zhang, X.J., Liu, L., Zhang, J.C., Chen, Q.M. and Zhang, L.Q., 2004, “Study on Microstructure and Mechanical Properties Relation of Short Fibers/Rubber Foam Composites”, **European Polymer Journal**, Vol. 40, No. 8, pp. 1733-1742.
24. Choi, S.S., 2001, “Influence of the Silica Content on Rheological Behaviour and Cure Characteristics of Silica-Filled Styrene-Butadiene Rubber Compounds”, **Polymer International**, Vol. 50, No. 5, pp. 524-530.
25. Kruger, R.A., Hovy, M. and Wardle, D., 1999, “The Use of Fly Ash Fillers in Rubber”, **1999 International Ash Utilization Symposium**, Center for Applied Energy Research, University of Kentucky, Paper #72, Available: <http://www.flyash.info> [11 April 2009].
26. สมเจตน์ พัชรพันธ์, ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, วีระเดช พิณเสนาะ และศิริพงษ์ จันทร์พูนทรัพย์, 2546, “อิทธิพลของปริมาณสารตัวเติมซิลิกา แคลเซียมคาร์บอเนต และสารตัวเติมผสมที่มีต่อสมบัติของยาง โฟมธรรมชาติ”, วารสารสงขลานครินทร์ วทท., ปีที่ 25, ฉบับที่ 1, หน้า 75-90.
27. สมเจตน์ พัชรพันธ์, ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, เถลิงศักดิ์ ตราชู และอลงกรณ์ สงวนหล่อสีทิ, 2546, “อิทธิพลของปริมาณเส้นใยแก้วที่มีต่อสมบัติเชิงกล และโครงสร้างจุลภาคของพอลิเอททิลีน โฟมใน กระบวนการฉีดขึ้นรูปชิ้นงาน”, วิศวกรรมสาร มก., ปีที่ 16, ฉบับที่ 48, หน้า 109-116.



28. Matauna, L.M., Park, C.B. and Balatinecz, J.J., 1997, "Processing and Cell Morphology Relationships for Microcellular Foamed PVC/Wood-Fiber Composites", **Polymer Engineering and Science**, Vol. 37, No. 7, pp. 1137-1147.
29. Jo, Ch. and Naguib, H.E., 2007, "Constitutive Modelling of HDPE Polymer/Clay Nanocomposite Foams", **Polymer**, Vol. 48, No. 11, pp. 3349-3360.
30. Sombatsompop, N. and Lertkamolsin, P., 2000, "Effect of Chemical Blowing Agent on Swelling Properties of Expanded Elastomers", **Journal of Elastomers and Plastics**, Vol. 32, No. 4, pp. 311-328.
31. ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ, 2541, "การเปรียบเทียบคุณสมบัติของยางธรรมชาติที่ใช้เขม่าดำ และพอลิยูรีเทนโฟมชนิดยืดหยุ่นที่ใช้แล้วเป็นสารเติมแต่ง", **วิศวกรรมสาร มข.**, ปีที่ 25, ฉบับที่ 3, หน้า 27-39.
32. Findik, F., Yilmaz R. and Kuoksal, T., 2004, "Investigation of Mechanical and Physical Properties of Several Industrial Rubbers", **Materials and Design**, Vol. 25, No. 4, pp. 269-276.
33. Chand, N., 1988, "SEM Observation of Fractured Fly ash-Polyester Composites", **Journal of Materials Science Letters**, Vol. 7, No. 1, pp. 36-38.
34. Stieber, J.F. and Hannon, M.J., 2006, **Azodicarbonamide Treatment for Carbon Black and Rubber Compounds**, US. Patent, No. 7,053,137.
35. Omura, A., 1999, **Material for a gasket coated with foam rubber**, US. Patent, No. 5,958,571.
36. Nord, T.D., Kobayashi, S. and Nagahama, Y., 2002, **Cushioned Rubber Floor Mat and Process**, US. Patent, No. 6,420,015.



37. Guriya, K.C. and Tripathy, D.K., 1996, "Morphology and Physical Properties of Closed-Cell Microcellular Ethylene-Propylene-Diene Terpolymer (EPDM) Rubber Vulcanizates: Effect of Blowing Agent and Carbon Black Loading", **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 62, No. 1, pp. 117-127.
38. Kim, J.H., Koh, J.S., Choi, K.C., Yoon, J.M. and Kim, S.Y., 2007, " Effects of Foaming Temperature and Carbon Black Content on the Cure Characteristics and Mechanical Properties of Natural Rubber Foams", **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, Vol. 13, No. 2, pp. 198-205.
39. Yamsangsung, W. and Sombatsompop, N., 2008, "Foam Characteristics, Peel Strength and Thermal Conductivity for Wood/NR and Expanded EPDM Laminates for Roofing Applications", **Journal of Macromolecular Science. Part B: Physics**, Vol. 47, No. 5, pp. 967-985.
40. Kravlevich, M. and Koenig, J., 1998, "FTIR Analysis of Silica-Filled Natural Rubber", **Rubber Chemistry and Technology**, Vol. 71, No. 2, pp. 300-309.
41. Marrone, M., Montanari, T., Busca, G., Conzatti, L., Costa, G., Castellano, M., and Turturro, A., 2004, "A Fourier Transform Infrared (FTIR) Study of the Reaction of Triethoxysilane (TES) and Bis[3-triethoxysilylpropyl]tetrasulfane (TESPT) with the Surface of Amorphous Silica", **The Journal of Physical Chemistry. B**, Vol. 108, No. 11, pp. 3563-3572.
42. Da Costa, H.M., Abrantes, T.A.S., Nunes, R.C.R., Visconte, L.L.Y. and Furtado, C.R.G., 2003, "Design and Analysis of Experiments in Silica Filled Natural Rubber Compounds-Effect of Castor Oil", **Polymer Testing**, Vol. 22, No. 7, pp. 769-777.
43. Sombatsompop, N., Thongsang, S., Markpin, T. and Wimolmala, E., 2004, "Fly Ash and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers. I. Untreated Fillers in Natural Rubber and Styrene-Butadiene Rubber Compounds", **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 93, No. 5, pp. 2119-2130.



44. Thongsang, S. and Sombatsompop, N., 2006, "Effect of NaOH and Si69 Treatments on the Properties of Fly Ash Filled NR Composites", **Polymer Composites**, Vol. 27, No. 1, pp. 30-40.
45. Thongsang, S. and Sombatsompop, N., 2007, "Dynamic Rebound Behaviour of Silica/Natural Rubber Composites: Fly Ash Particles and Precipitated Silica Fillers", **Journal of Macromolecular Science. Part B: Physics**, Vol. 46, No. 4, pp. 825-840.
46. Ica, M.Z. and Zehev, T., 1994, **Mixing and Compounding of Polymer**, Carl Hanser Verlag, New York, pp. 502-505.
47. Chovancova, V., Pekarovicova, A. and Fleming, P.D., 2005, "Hot Melt Inks for 3D Printing", **International Conference on Digital Fabrication Technologies**, Western Michigan University, USA, pp. 143-147.
48. Lewis, C., Buanpa, R. and Kiatkamjornwong, S., 2003, "Effect of Rubber Ratio, Carbon Black Level, and Accelerator Level on Natural Rubber/Bromobutyl Rubber Blend Properties", **Journal of Applied Polymer Science**, Vol. 90, No. 11, pp. 3059-3068.
49. Ansarifar, A., Lim, M.P. and Nijhawan, R., 2004, "Assessment of The Effect of a Bifunctional Organosilane on the Bound Rubber and Properties of Some Natural Rubber Compounds", **International Journal of Adhesion and Adhesives**, Vol. 24, No. 1, pp. 9-22.
50. Wypych, G., 1999, **Handbook of Fillers**, Chem Tec Publishing, New York, pp. 32-146.
51. Thomas, N.L., Eastup, R.P. and Quirk, J.P., 1997, "Aspects of Formulation Technology of Rigid Poly(Vinyl Chloride) Foam", **Plastics, Rubber and Composites Processing Applications**, Vol. 26, No. 2, pp. 47-54.



ภาคผนวก

1. ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์

1.1 ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่การประชุมระดับชาติ

Khongnual, K., Sombatsompop, N. and Wimolmala E., 2009, Properties of Cellular NR/SBR Vulcanizates with Fly Ash, Silica and Carbon Black Reinforcements – **6th Conference in Materials Processing Technology**, 6-7th January 2009, Ramada Plaza Menam Riverside Hotel, Bangkok, Thailand, pp.66-73.

1.2 ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่ในบทความวิจัยระดับนานาชาติ

Wimolmala E., Khongnual K. and Sombatsompop N., Mechanical and Morphological Properties of Cellular NR/SBR Vulcanizates under Thermal and Weathering Ageing, **Journal of Applied Polymer Science**, 114 (5): 2816-2827.

2. ตอบข้อเสนอนะและข้อคิดเห็นของผู้ทรงคุณวุฒิ



1. ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่การประชุมระดับชาติ

การประชุมทางวิชาการเทคโนโลยีการขึ้นรูปวัสดุ ครั้งที่ 6
6-7 มกราคม 2552 กรุงเทพมหานคร

สมบัติยางเซลลูลาร์จากวัสดุผสมระหว่างยางธรรมชาติ กับยางเอสปีอาร์เสริมแรงโดยผงเถ้าลอย ผงซิลิกา และผงเขม่าดำ Properties of Cellular NR/SBR Vulcanizates with Fly Ash, Silica and Carbon Black Reinforcements

กฤษรา คงเนวล ณรงค์ฤทธิ์ สมบัติสมภพ และ เอกชัย วิมลมาลา*
กลุ่มวิจัยการผลิตและขึ้นรูปพอลิเมอร์ คณะพลังงานสิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
จ.กรุงเทพมหานคร 10140

โทร 02-470-8647 โทรสาร 02-470-8647 *อีเมล์ ekachai.wim@kmutt.ac.th

Kritsura Khongnual, Narongrit Sombatsompop, and Ekachai Wimolmala*
Polymer Processing and Flow (P-PROF) Group, School of Energy, Environment and Materials
King Mongkut's University of Technology Thonburi, (KMUTT), Bangkok, 10140, Thailand
Tel: 02-470-8647, Fax: 02-470-8647, *E-mail: ekachai.wim@kmutt.ac.th

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาผลของประเภทและปริมาณของสารทำให้เกิดฟองทางเคมีในยางผสมที่เป็นโพลิเมอร์ระหว่างยางธรรมชาติกับยางเอสปีอาร์ที่อัตราส่วนยางผสมเท่ากัน (1:1) ที่มีผลต่อสมบัติการลุกตัว ทางกล และทางโครงสร้างจุลภาค โดยใช้สารทำให้เกิดฟอง 2 ชนิด คือ ออกซีบิสเบนซีนซัลโฟนิลไฮไดรไรด์ (Oxybis (benzene sulfonyl) hydrazide: OBSH) และเอโซไดคาร์โบนาไมด์ (Azo dicarbonamide: ADC) ที่ปริมาณ 0-10 phr สารเติมแต่งที่ใช้ คือ ผงเถ้าลอย ผงซิลิกา และผงเขม่าดำ ที่ปริมาณสัดส่วนคงที่ 40 phr โดยที่ผงเถ้าลอยและผงซิลิกา ทำการปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน ผลการทดลองพบว่าเวลาในการลุกตัว ความหนาแน่น สมบัติเชิงกลของยางผสมลดลงตามปริมาณของสารทำให้เกิดฟอง โดยที่ OBSH มีประสิทธิภาพสูงกว่าสารทำให้เกิดฟอง ADC ยางผสมที่เติมผงเขม่าดำมีขนาดของเซลล์ฟองขนาดเล็ก และมีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอ เมื่อเปรียบเทียบกับยางผสมที่เติมผงซิลิกา และผงเถ้าลอย ส่วนการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อนของยางผสมไม่มีผลต่อสมบัติความต้านแรงดึง และความต้านแรงฉีกขาด แต่สมบัติความต้านแรงดึงและความต้านแรงฉีกขาดลดลง เมื่อผ่านการบ่มเร่งสภาวะด้วยรังสี UV

Abstract

This article studied the effect of type and content of chemical blowing agents in cellular rubber blend of natural rubber (NR) and styrene-butadiene rubber (SBR) at a fixed blending ratio of 1:1 on cure characteristics, and mechanical and morphological properties. The blowing agents used were Oxybis (benzene sulfonyl) hydrazide (OBSH) and Azo dicarbonamide (ADC), the dosages varying from 0 to 10 phr. The fillers used in this work were fly ash particles, precipitated silica, carbon black at a fixed content of 40 phr, the fly ash and silica particles being silane-treated. The results suggested that the cure time, density and mechanical properties of the NR/SBR blend decreased with increasing blowing agent content. The OBSH was more effective than the ADC. The NR/SBR blends with carbon black gave rubber foams with smaller cell size and better cell dispersion when comparing with those with silica and fly ash particles. The thermal aging hardly affected the tensile and tear strength while the UV ageing worsened the tensile and tear properties of the NR/SBR blends.

1. บทนำ

ในปัจจุบันมีการนำวัสดุผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางเอสปีอาร์ มาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ในรูปแบบของซีลปะเก็นที่ทนต่อความร้อน [1] ที่มีการใช้สารเติมแต่งทั่วไป เช่น ผงเขม่าดำหรือผงซิลิกา และงานวิจัยโครงการวิจัยเรื่อง "การพัฒนาวัสดุผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยาง



เอสมีอาร์ที่มีเกล็ดลอยเป็นสารเติมแต่ง" [2, 3] ได้มีการนำเกล็ดลอยที่เป็นวัสดุเหลือใช้ที่เกิดจากกระบวนการเผาถ่านหินในการผลิตกระแสไฟฟ้ามาใช้เป็นสารเติมแต่งในยางผสม ซึ่งในแง่เกล็ดลอยมีองค์ประกอบของซิลิกาอยู่ถึงประมาณ 40% ผลการวิจัยพบว่า เมื่อนำเกล็ดลอยที่ผ่านการปรับปรุงผิวเติมในยางผสม NR/SBR ทำให้เวลาในการคงรูปยางผสมและสมบัติเชิงกลต้านมอดูลัสแรงดึง ความแข็ง ความต้านแรงฉีกขาด เปอร์เซนต์การยวบตัวการเมื่อได้รับแรงอัดเพิ่มขึ้น และเมื่อมีแรงสภาวะด้วยความร้อนของยางผสม NR/SBR สมบัติเชิงกลต้านมอดูลัสแรงดึง ความต้านแรงดึงเพิ่มขึ้น ยกเว้นเปอร์เซนต์การยวบตัวที่ลดลง และสมบัติเหนียวของยางธรรมชาติและยางเอสมีอาร์เป็นที่ทราบกันดี [4] ทำให้มีแนวความคิดในการพัฒนาต่อยอด การนำวัสดุผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางเอสมีอาร์ ศึกษาในรูปแบบของยางเซลล์ลูลาร์ ในการผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ยางปะเก็นหรือยางกันกระแทก ที่มีความสามารถในการรับแรงเชิงกลและความยืดหยุ่นที่ดี ในขณะที่ตัวกันก็มีความสามารถในการต้านต่อการฉีกขาดเนื่องจากการเสียดสีได้ดีด้วย

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะศึกษากิ่งชนิดและปริมาณของสารทำให้เกิดฟอง ของยางผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางเอสมีอาร์ในรูปแบบของเซลล์ลูลาร์ ที่มีต่อสมบัติก่อนและหลังมีแรงสภาวะด้วยความร้อน และรังสียูวี ที่เติมสารเติมแต่งชนิดต่างๆ ดังนี้ ผงเกล็ดลอย ผงซิลิกา หรือผงเซมาต้า

2. วัสดุอุปกรณ์และวิธีการ

งานวิจัยนี้ใช้สารเคมี ดังแสดงใน Table 1 ดังนี้ ยางธรรมชาติเกรด STR20 จากบริษัท ฮิวชอน จำกัด ยางเอสมีอาร์ เกรด SBR 1712 จาก บริษัท นีเอสที อีลาสโตเมอร์ส จำกัด ผงเกล็ดลอยขนาดอนุภาคไม่เกิน 125 µm จากถ่านหินลิกไนต์โรงไฟฟ้าแม่เมาะ ผงซิลิกาแบบคกเหล็ก เกรด Tokusil 233 ขนาดอนุภาค ประมาณ 50-100 µm จากบริษัท ไทคูกายา สยามซิลิกา จำกัด ผงเซมาต้าเกรด HAF N330 ขนาดอนุภาคประมาณ 32 µm จากบริษัท Siam united rubber จำกัด ในงานวิจัยนี้เลือกใช้สารทำให้เกิดฟองที่มีลักษณะเป็นผง 2 ชนิด ดังนี้ Oxybis (benzene sulfonyl) hydrazide: OBSH อุณหภูมิการสลายตัวที่ 160-170°C ได้รับการสนับสนุนจากบริษัท ที เอ็ม เค ซูสโพรดัคชั่น จำกัด และชนิด Azodisobonamide: ADC เกรด Superoll-AZ07 อุณหภูมิการสลายตัว 160°C จากห้างหุ้นส่วนจำกัด กิจไพบุลย์เคมี

2.1 การผสมยางผสมกับสารเติมแต่ง

การเตรียมยางผสมระหว่าง NR/SBR ที่ปริมาณ 50:50 กับสารเติมแต่งชนิดต่างๆ โดยที่ผงเกล็ดลอย (ใช้อัตราส่วนที่คิดจากปริมาณซิลิกาที่มีในเกล็ดลอย 40% โดยไม่ให้แยกซิลิกาออกจากเกล็ดลอย) ผงซิลิกาเกรดการค้า หรือผงเซมาต้า ที่สัดส่วนเท่ากับที่ 40 phr ซึ่งผงเกล็ดลอยและผงซิลิกาได้ทำการปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบไซเลน (bis-(3-(triethoxysilyl)-propyl)-tetrasulfide) (Couplink 89C) ที่ความเข้มข้น 2% โดยน้ำหนัก [2] ใช้สารทำให้เกิดฟอง (blowing agent) 2 ชนิด ดังนี้ OBSH และ ADC ที่สัดส่วนตั้งแต่ 2 4 6 8 และ 10 phr ทำการผสมโดยใช้เครื่องบดผสมลูกกลิ้งคู่ (Two roll mill) ตามส่วนประกอบของสารประกอบยาง ตามลำดับที่แสดงใน Table 1 โดยใช้เวลาในการผสม

สารประกอบยางเท่ากับที่ 40 นาที สภาวะการผสมเหมือนกันทุกสูตร โดยจะทำการเติมสารทำให้เกิดฟองและเติมกำมะถันใน 10 และ 5 นาที สุดท้าย ตามลำดับ

Table 1 Formulation of NR/SBR blend compounds

Ingredients	Content (phr)
1. NR:SBR (1:1)	100
2. Zinc Oxide	5.0
3. Stearic acid	3.0
4. Mercaptobenzothiazole (MBT)	1.0
5. Antioxidant BHT	1.0
6. Filler (Silica from fly ash, Silica or Carbon black)	40
7. Blowing agent (OBSH or ADC)	2 4 6 8 und 10
8. Sulfur	1.5

2.2 การหาเวลาคงรูปยาง การขึ้นรูปและการเตรียมชิ้นงานทดสอบ

นำสารประกอบยางผสม NR/SBR ที่ได้จากเครื่องผสมทดสอบหาเวลาในการคงรูปที่ 90% (t_{90}) ด้วยเครื่อง Oscillating Disk Rheometer: ODR รุ่น GT 70-70-S2 บริษัท GOTECH Testing Machine จำกัด ตามมาตรฐาน ASTM D2084-01 ที่อุณหภูมิ 160°C นำยางคอมพาวด์ที่เตรียมได้ ขึ้นรูปเป็นแผ่นชิ้นงานทดสอบด้วยเครื่องอัดขึ้นรูปร้อน (Hot press) จากบริษัท LAB TECH จำกัด อุณหภูมิที่ใช้ในการขึ้นรูป 160°C ใช้แรงดันโมลต์ที่ 170 กก./ตร.ซม. และเตรียมชิ้นรูปชิ้นงานทดสอบการต้านแรงดึงด้วยแม่พิมพ์ตัดเป็นรูปดัมเบลล์ ชนิด Die C

2.3 การทดสอบสมบัติของยางผสม

- การทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงของยางผสมที่มีผงเกล็ดลอย ผงซิลิกาเกรดการค้า หรือผงเซมาต้า โดยใช้เครื่อง Universal Testing Machines จากบริษัท Shimadzu รุ่น Autograph AG-I ความเร็วในการดึงคงที่ 500 มม./นาที ตามมาตรฐาน ASTM D412-03 และทดสอบความต้านแรงฉีกขาด ตามมาตรฐาน ASTM D624-00
- การทดสอบค่าความแข็งของแผ่นยางผสมที่คงรูป โดยใช้เครื่องทดสอบความแข็ง จากบริษัท Tech Lock จำกัด ตามมาตรฐานทดสอบ ASTM D2240-03 Shore A
- การบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อน โดยนำยางผสมไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 96 ชั่วโมง ตามมาตรฐาน ASTM D573-04 จากนั้นนำชิ้นงานออกไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาอย่างน้อย 16 ชั่วโมง แล้วจึงนำชิ้นงานไปทดสอบสมบัติเชิงกล
- การบ่มเร่งสภาวะด้วยเครื่อง Accelerated Weathering Tester: QUV ของยางผสมเป็นเวลา 96 ชั่วโมง ตามมาตรฐาน ASTM G154-06 Cycle 3 โดยฉายรังสี UVB ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 8 ชั่วโมงสลับกับการควบแน่นไอน้ำที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง



เป็นเวลา 96 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานออกไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาอย่างน้อย 16 ชั่วโมง แล้วจึงนำชิ้นงานไปทดสอบสมบัติเชิงกลต่อไป

- การตรวจสอบพื้นผิวหน้าตัด (Razor cut surface) และการกระจายของฟองในยางผสม ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope – SEM) รุ่น JEOL-JSM-5800LV ที่ 15 kV Accelerating Voltage ตรวจสอบที่กำลังขยาย 100 เท่า โดยตรวจสอบยางผสม NR/SBR ที่เติมผงกำลัวย ผงซิลิกา และผงเขม่าดำ ที่เติมสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH หรือ ADC ปริมาณ 0 และ 6 phr
- การตรวจสอบความหนาแน่นของยางเซลล์ูลาร์ NR/SBR ตามมาตรฐาน ASTM D792-08 ด้วยวิธี Archimedes water replacement technique

3. ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

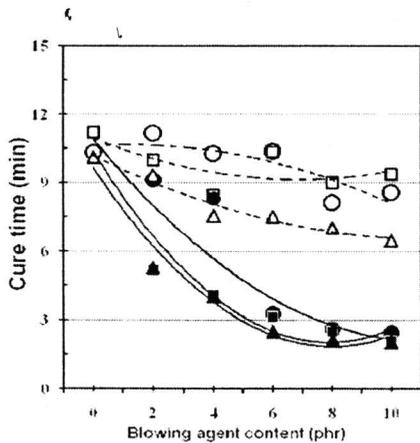


Figure 1 Effect of blowing agent content on cure time for NR/SBR rubber; Open-dashed lines for ADC, Close-solid lines for OBSH. ○●-FA_Si, ■□-P_Si, △▲-CB.

ผลของปริมาณสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH และ ADC ที่มีต่อเวลาการสุกตัวของยางผสม NR/SBR ที่มีสารเติมแต่งผงกำลัวย (FA-Si) ผงซิลิกาเกรดการค้า (Commercial precipitated Silica; P-Si) และผงเขม่าดำ (Carbon black; CB) แสดงใน Figure 1 ผลการทดลองพบว่า เมื่อเติมปริมาณสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH และ ADC ลงในยางผสม NR/SBR ที่มีสารเติมแต่งผงกำลัวย ผงซิลิกา ผงเขม่าดำ เวลาในการสุกตัวของยางผสมมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณสารทำให้เกิดฟองที่เพิ่มขึ้น โดยที่การเติมสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH ทำให้ยางผสมเวลาสุกตัวที่ต่ำกว่า เนื่องจากการละลายตัวของสารทำให้เกิดฟอง ส่งผลให้เกิดฟองก๊าซในเนื้อยางซึ่งมีการเก็บความร้อนภายในฟองทำให้ช่วยเร่งให้ยางสุกเร็วขึ้น

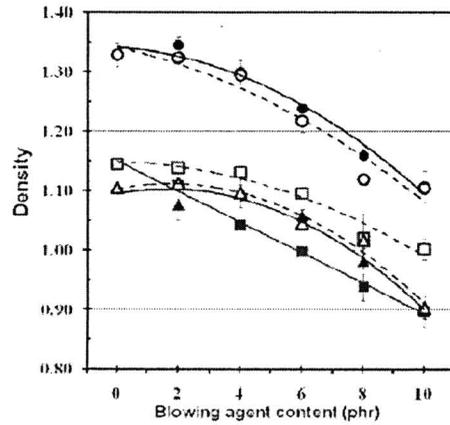


Figure 2 Effect of blowing agent content on density for NR/SBR rubber; Open-dashed lines for ADC, Close-solid lines for OBSH. ○●-FA_Si, ■□-P_Si, △▲-CB.

ผลของปริมาณสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH และ ADC ที่มีต่อค่าความหนาแน่นของยางผสม NR/SBR ที่มีสารเติมแต่งผงกำลัวย ผงซิลิกาและผงเขม่าดำ แสดงใน Figure 2 พบว่า ความหนาแน่นของยางเซลล์ูลาร์มีแนวโน้มลดลงเมื่อเติมปริมาณสารทำให้เกิดฟองมากขึ้น เนื่องจาก ปริมาณพรุนที่เกิดจากการละลายตัวของสารทำให้เกิดฟองและให้ก๊าซซึ่งแทรกตัวอยู่ภายในยางทำให้ยางมีการขยายตัวใหญ่ขึ้น ขณะที่น้ำหนักของยางยังเท่าเดิมส่งผลให้ค่าความหนาแน่นของยางผสมมีค่าลดลง ในยางผสมที่เติมซิลิกาความหนาแน่นเฉลี่ยของยางผสมในระบบที่เติม OBSH มีค่าน้อยกว่าระบบที่เติมชนิด ADC ซึ่งอาจเป็นผลจากการละลายตัวของสารทำให้เกิดฟองและความสามารถในการซึมผ่านของก๊าซทั้ง 2 ชนิดที่แตกต่างกัน [5] ซึ่งสารทำให้เกิดฟองชนิด ADC อาจเกิดการละลายตัวที่สมบูรณ์มากกว่าการใช้สาร OBSH โดยที่สาร ADC ละลายตัวให้ก๊าซ 3 ชนิด คือ ไนโตรเจน คาร์บอนมอนออกไซด์ และคาร์บอนไดออกไซด์ ขณะที่สาร OBSH ละลายตัวให้ก๊าซไนโตรเจนเพียงชนิดเดียว ซึ่งความสามารถในการซึมผ่านของก๊าซคาร์บอนมอนออกไซด์และคาร์บอนไดออกไซด์สูงกว่าไนโตรเจน นอกจากนี้ยังพบว่า ค่าความหนาแน่นของยางที่เติมผงกำลัวยหรือผงเขม่าดำที่เติม OBSH และ ADC มีค่าใกล้เคียงกัน

การตรวจสอบยางผสม NR/SBR ที่เติมและไม่เติมสารทำให้เกิดฟอง OBSH และ ADC ที่ปริมาณ 6 phr ที่มีสารเติมแต่งผงกำลัวย ผงซิลิกา และผงเขม่าดำ ที่ปริมาณ 40 phr ด้วยภาพถ่ายจากเทคนิค SEM แสดงใน Figure 3 พบว่า เมื่อเติมสารทำให้เกิดฟองในยางผสม NR/SBR ที่เติมซิลิกา หรือผงเขม่าดำเป็นสารเติมแต่ง มีลักษณะพื้นผิวชิ้นงานยางผสมที่เกิดจากการตัดที่มีความสม่ำเสมอและเรียบ

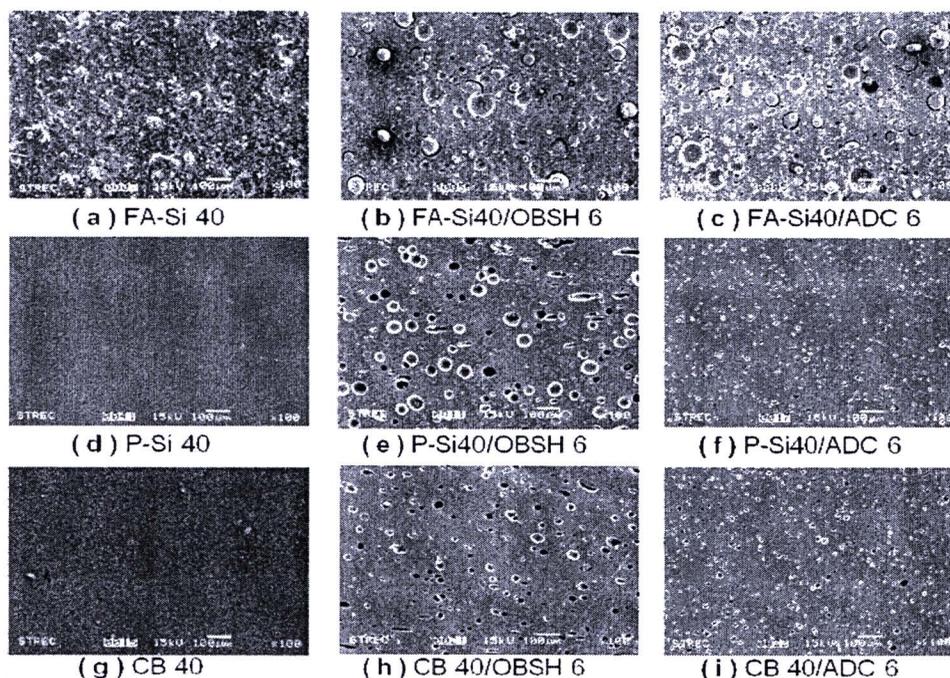


Figure 3 SEM micrographs at 100X of NR/SBR rubber of unfilled blowing agent and filled with OBSH or ADC blowing agent at 6 phr, (a - c): Silica from fly ash 40 phr, (d - f): Precipitated silica 40 phr, (g - i): Carbon black 40 phr

เนื่องจากอนุภาคของสารเติมแต่งมีขนาดอนุภาคเล็กและสามารถเข้ากันได้เป็นอย่างดี ขณะที่อนุภาคของแก๊สลอยตัวมีขนาดใหญ่เกิดมีรูปร่างที่ค่อนข้างไม่สม่ำเสมอ ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคแก๊สลอยตัวที่มีขนาดใหญ่ที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารเคลือบซิลิโคน Si69 แล้ว ในขณะการบดผสมอาจเกิดการแตกย่อยของอนุภาคแก๊สลอยตัวเป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็กลงอีก ซึ่งอนุภาคของแก๊สลอยตัวเล็กที่แตกย่อยออกมานี้ เป็นส่วนที่ไปทำหน้าที่ปรับปรุงผิวด้วยสารเคลือบซิลิโคน จึงทำให้มีการยึดเกาะระหว่างอนุภาคอย่างกับสารเติมแต่ง (Rubber filler Interaction) ที่ลดลง [6] นอกจากนี้ยังอาจเกิดการรวมตัวกัน (Coalescence) ของฟองก๊าซรอบๆ ผิวอนุภาคของแก๊สลอยตัวที่มีขนาดใหญ่เพื่อที่จะรักษาเสถียรภาพของฟองก๊าซจนเกิดเป็นช่องว่างรอบๆ อนุภาคแก๊สลอยตัวจน แสดงใน Figure 4

ส่วนลักษณะฟองก๊าซที่เกิดจากสาร OBSH มีขนาดใหญ่กว่าและปริมาณฟองน้อยกว่าเมื่อเทียบกับฟองก๊าซที่เกิดจากสาร ADC ดังเหตุผลของการละลายตัวที่ต่ำกว่าในตอนนี้ ฟองก๊าซที่เกิดจาก ADC ในยางผสมที่เติมผงเขม่าดำก็ยังมีผลที่เติมผงซิลิกา พบว่ามีขนาดไม่แตกต่างกัน แต่ฟองก๊าซที่เกิดจาก OBSH ของยางผสมที่เติมผงซิลิกามีขนาดที่ใหญ่กว่าฟองก๊าซของ OBSH ที่เกิดในยางผสมที่เติมผงเขม่าดำ น่าจะมาจากสาเหตุ 2 ประการคือ ประการแรก คือ การเกิดการรวมตัวของฟองก๊าซในยางผสมที่เติมผงซิลิกาเกิดขึ้นมากกว่า เนื่องจากผงซิลิกามีการเกิดเกาะกลุ่มกัน (Agglomeration) และอีกประการหนึ่งการเกิดอันตรกิริยาระหว่างอนุภาคอย่างกับสารเติมแต่งของผงซิลิกาก็ยัง

ผลมเกิดได้น้อยกว่าผงเขม่าดำ ทำให้การขยายตัวของฟองก๊าซเกิดได้มากกว่า

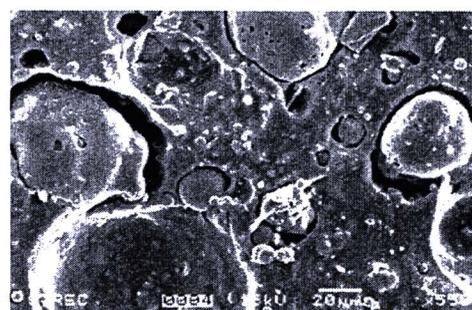


Figure 4 SEM micrographs at 550X of NR/SBR/FA with OBSH blowing agent at 6 phr displaying bubble coalescence around fly ash particle

ส่วนผลปริมาณสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH และ ADC ที่มีต่อสมบัติโมดูลัสแรงดึงที่การยืดตัว 200% ของยางผสม NR/SBR ที่มีสารเติมแต่งแก๊สลอยตัว ผงซิลิกา หรือผงเขม่าดำ เมื่อผ่านการบ่มแรงสภาวะอย่างผสมด้วยความร้อนและรังสียูวี แสดงใน Figure 5 พบว่าเมื่อเติมสารทำให้เกิดฟองในยางผสม NR/SBR ที่มีสารเติมแต่งทั้ง 3 ชนิด

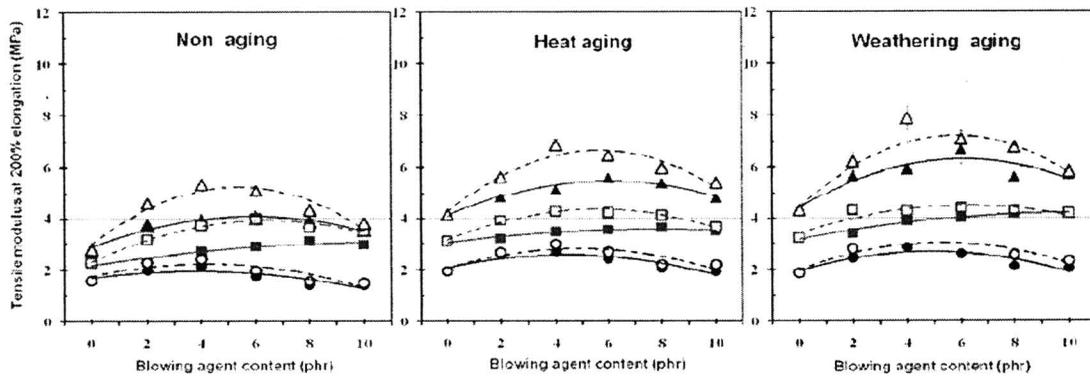


Figure 5 Effect of blowing agent content and aging conditions on tensile modulus at 200% elongation for NR/SBR rubber: Open-dashed lines for ADC, Close-solid lines for OBSH, ○●-FA_Si, ■□-P_Si, △▲-CB

ค่ามอดูลัสแรงดึงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณสารทำให้เกิดฟองเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจาก สารทำให้เกิดฟองปริมาณดังกล่าว (6 phr) เกิดเซลล์ฟองในยางผสมในรูปแบบปิด ดังแสดงภาพถ่าย SEM ใน Figure 3 การอัดตัวของก๊าซในรูพรุนเมื่อมีแรงดึงทำให้ความดันของก๊าซสูงขึ้น ทำให้เกิดแรงต้านหรือแรงดันภายในรูพรุนด้านแรงกระทำจากภายนอก ส่งผลทำให้ต้องใช้แรงจากภายนอกมากขึ้น [5] แต่เมื่อเริ่มสารทำให้เกิดฟองเพิ่มขึ้น ปริมาณของฟองมากขึ้นพื้นที่ในการรับแรงของฟองก๊าซลดลง และอาจเนื่องจากการทดสอบแรงดึงเกิดการรั่วของฟองก๊าซบางส่วนทิ้งหมดโดยไม่ได้หักกลับเนื้อวัสดุที่หายไปจากการเกิดฟองทำให้ค่ามอดูลัสมีค่าลดลง และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างสารทำให้เกิดฟอง OBSH และ ADC พบว่าสาร ADC ให้ค่ามอดูลัสแรงดึงที่สูงกว่าการเติม OBSH ในทุกอัตราส่วน ทั้งนี้เนื่องจาก การเกิดฟองก๊าซในยางผสมที่มีขนาดเล็กกว่าจริงมีเนื้อยางที่รับแรงได้มากกว่า และพบว่ายางผสมที่เติมผงเขม่าดำทำให้ค่ามอดูลัสสูงกว่าผงซิลิกา และผงแคลไซต์ ตามลำดับ ส่วนการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อนของยางผสมค่ามอดูลัสแรงดึงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากยางผสมเกิดปฏิกิริยาหลังการอบสุก

(Post curing) ต่อไปได้อีก และการบ่มเร่งสภาวะของยางผสมด้วยเครื่อง OUV ค่ามอดูลัสแรงดึงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นมากกว่ายางผสมที่ผ่านการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อน เนื่องจากจากการบ่มเร่งสภาวะแวดล้อมนั้นมีการฉายรังสียูวี พร้อมทั้งให้ความร้อนเป็นการเร่งทำให้ยางผสมมีการเชื่อมสภาพที่เร็วขึ้น โดยการเชื่อมสภาพจะทำให้เกิดคอนจูเลชันระบบสายโซ่แล้วเกิดการเชื่อมต่อเป็นพันธะเชื่อมโยงเพิ่มมากขึ้น ซึ่งจะเกิดได้กับยางเอเลบิอาร์มีกมีการเชื่อมสภาพแบบเกิดการแตกออกของพันธะเชื่อมขวางแบบพอลิซัลไฟด์ [7] เกิดเป็นพันธะที่สั้นลงส่งผลทำให้ยางผสมมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น

ส่วนสมบัติความต้านแรงดึงของยางผสม NR/SBR ที่เติมสารเติมแต่งผงแคลไซต์ ผงซิลิกา หรือผงเขม่าดำ ที่มีการเติมปริมาณสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH และ ADC ทำการบ่มเร่งสภาวะของยางผสมด้วยความร้อน และรังสียูวี ดังแสดงใน Figure 6 พบว่า ยางผสม NR/SBR/ผงแคลไซต์ความต้านแรงดึงของยางผสมมีค่าต่ำที่สุด เมื่อปริมาณสารทำให้เกิดฟองในยางผสมเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจาก เกิดเป็นช่องอากาศรอบๆอนุภาคผงแคลไซต์

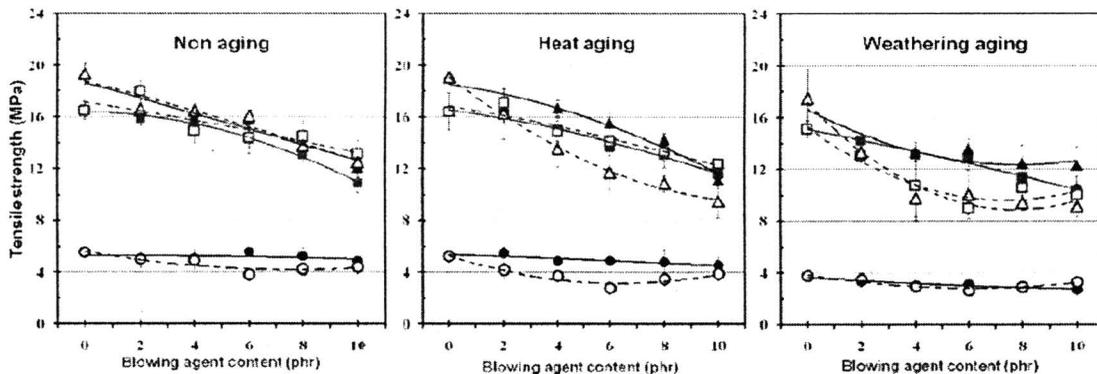


Figure 6 Effect of blowing agent content and aging conditions on tensile strength for NR/SBR rubber: Open-dashed lines for ADC, Close-solid lines for OBSH, ○●-FA_Si, ■□-P_Si, △▲-CB

และเมื่อปริมาณสารทำให้เกิดฟองเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดการรวมตัวของฟองก๊าซรอบผิวแตกย่อยมากขึ้นด้วย ดังแสดงจากภาพถ่าย SEM ใน Figure 4 จึงทำให้การส่งถ่ายแรงที่มากระทำจากเนื้อยางผสมไปยังเฟสของแก้วลอยเกิดได้ยาก ความต้านแรงดึงจึงมีค่าต่ำ ส่วนยางผสม NR/SBR/ผงซิลิกาเกรดคาร์บอนดำ และยางผสม NR/SBR/ผงเซรามิกดำ ที่เติมสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH หรือ ADC ที่ปริมาณต่างๆ พบว่ามีความสัมพันธ์กับปริมาณสารทำให้เกิดฟองที่คล้ายคลึงกัน เมื่อเติมปริมาณสารทำให้เกิดฟองลงในยางผสม NR/SBR เพิ่มขึ้น ความต้านแรงดึงมีแนวโน้มลดลง เนื่องจาก ยางผสมมีฟองก๊าซแทรกแทนอยู่ในเนื้อยาง ทำให้ยางผสมมีพื้นที่ในการรับแรงลดลง

ส่วนการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อนยางผสมที่เติมผงแก้วลอยผงซิลิกา และผงเซรามิกดำ ที่เติมสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH ค่าความต้านแรงดึงโดยรวมเพิ่มขึ้น เนื่องจาก สารเคมีที่ใช้ในยางผสมที่หลงเหลืออยู่เกิดปฏิกิริยาหลังการอบสุก (Post-curing) ต่อไปได้อีก แต่ยางผสมที่เติมสาร ADC กลับมีค่าความต้านแรงดึงลดลง เนื่องมาจาก การสลายตัวของ ADC เมื่อได้รับความร้อนจะเกิดอนุมูลอิสระขึ้นในระบบ [8] ซึ่งอาจจะไปเร่งให้เกิดการเสื่อมสภาพของยางผสมเพิ่มขึ้น และเมื่อผ่านการบ่มเร่งสภาวะยางผสมด้วยเครื่อง QUV ค่าความต้านแรงดึงของยางผสมมีแนวโน้มลดลง เนื่องจากการเกิดการเสื่อมสภาพของยางผสมในที่สภาวะที่รุนแรงกว่า โดยยางผสมที่เติมสาร ADC มีการลดลงมากกว่ายางผสมที่เติม OBSH

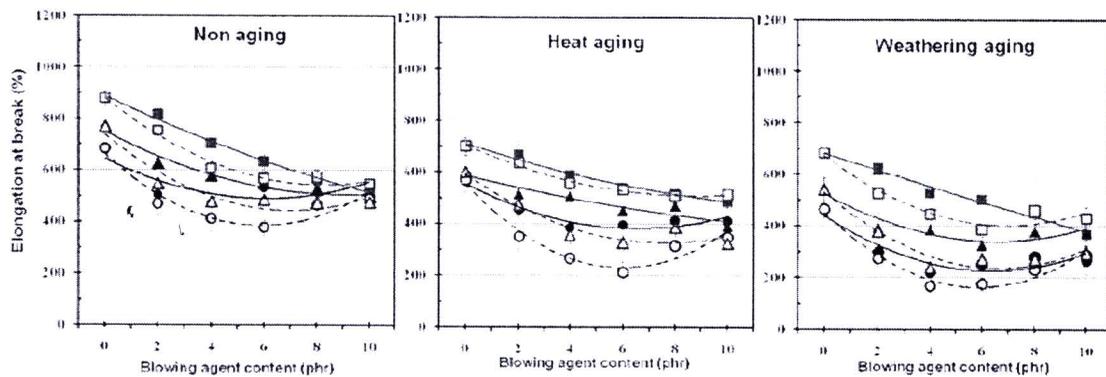


Figure 7 Effect of blowing agent content and aging conditions on elongation at brake for NR/SBR rubber: Open-dashed lines for ADC, Close-solid lines for OBSH, ○●-FA_Si, ■□-P_Si, △▲-CB

ส่วนสมบัติการยึดตัวที่จุดขาดของยางผสม NR/SBR ที่เติมสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH และ ADC ที่มีสารเติมแต่งผงแก้วลอย ผงซิลิกา หรือผงเซรามิกดำ ที่ผ่านการบ่มเร่งสภาวะยางผสมด้วยความร้อน และรังสียูวี ดังแสดงใน Figure 7 พบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณสารทำให้เกิดฟองในยางผสม NR/SBR ค่าการยึดตัวที่จุดขาดมีแนวโน้มลดลง เนื่องจากการเกิดฟองเป็นภาวทำให้พื้นที่ในการรับแรงลดลง ส่งผลทำให้การดึงยึดมีค่าลดลงทั้งนี้ยางผสมที่เติมสารชนิด ADC การยึดตัวที่จุดขาดต่ำ

กว่ายางผสมที่เติมสาร OBSH เนื่องจาก ยางผสมสูตรที่เติมสาร ADC จะเกิดฟองก๊าซที่มีขนาดเล็กทำให้มีเฟสของเนื้อยางมากกว่าทำให้การดึงยึดลดลง ส่วนหลังการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อนของยางผสมค่าการยึดตัวที่จุดขาดมีแนวโน้มลดลง เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาหลังการอบสุก ทำให้เกิดการเชื่อมโยงของพันธะเชื่อมขวางมากขึ้น และเกิดพันธะที่สั้นลง การบ่มเร่งสภาวะด้วยเครื่อง QUV ทำให้ยางผสมมีการยึดตัวที่น้อยกว่าการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อนและ

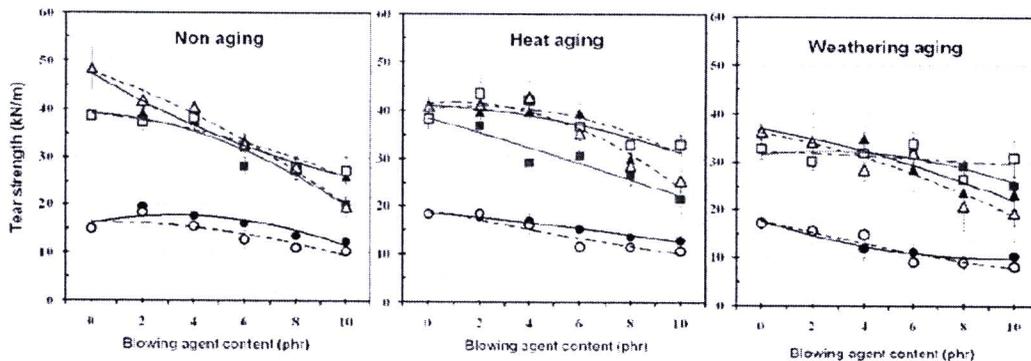


Figure 8 Effect of blowing agent content and aging conditions on tear strength for NR/SBR rubber: Open-dashed lines for ADC, Close-solid lines for OBSH, ○●-FA_Si, ■□-P_Si, △▲-CB





ยางผสมมีความแข็งเปราะมากขึ้น เนื่องจาก การเกิดการเสื่อมสภาพของยางผสม สอดคล้องกับความต้านแรงดึงที่ลดลงหลังการบ่มเร่งสภาวะด้วยรังสียูวี

ส่วนความต้านแรงฉีกขาดของยางผสม NR/SBR ที่เติมสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH และ ADC ที่มีสารเติมแต่งผงแก้วลอย ผงซิลิกา หรือผงเซมาต้า ที่ผ่านการบ่มเร่งสภาวะยางผสมด้วยความร้อน และรังสียูวี ดังแสดงใน Figure 8 พบว่า เมื่อปริมาณสารทำให้เกิดฟองในยางผสม NR/SBR ที่มีสารเติมแต่งทั้ง 3 ชนิด ความต้านแรงฉีกขาดของยางผสมมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณสารทำให้เกิดฟองมากขึ้น ส่วนหลังการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อนของยางผสม ค่าความต้านแรงฉีกขาดของยางผสมมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เนื่องจากสารเคมีที่ใช้ในยางผสมที่เหลืออยู่ยังเกิดปฏิกิริยาหลังการอบสูก (Post curing) ต่อไปได้อีก

เมื่อผ่านการบ่มเร่งสภาวะแวดล้อมด้วยเครื่อง QUV ยางผสมมีค่าความต้านแรงฉีกขาดลดลง ซึ่งสอดคล้องกับความต้านแรงดึงที่ลดลงหลังการบ่มเร่งสภาวะด้วยเครื่อง QUV แสดงใน Figure 6

ส่วนสมบัติความแข็งของยางผสม NR/SBR ที่เติมสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH และ ADC ที่มีสารเติมแต่งผงแก้วลอย ผงซิลิกา หรือผงเซมาต้า ที่ผ่านการบ่มเร่งสภาวะยางผสมด้วยความร้อน และรังสียูวี แสดงใน Figure 9 พบว่า การเติมสารทำให้เกิดฟองทั้ง 2 ชนิด ในยางผสม NR/SBR ที่มีสารเติมแต่งชนิดต่างๆ ค่าความแข็งของยางผสมมีแนวโน้มลดลง เมื่อปริมาณสารทำให้เกิดฟองมากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากยางผสมมีเฟสของฟองก๊าซ ซึ่งเฟสของฟองก๊าซทำให้ยางผสมมีความแข็งลดลง โดยที่ยางผสม NR/SBR ที่เติมสารทำให้เกิดฟอง ADC มีค่าความแข็งที่มากกว่ายางผสมที่เติมสารทำให้เกิดฟอง OBSH

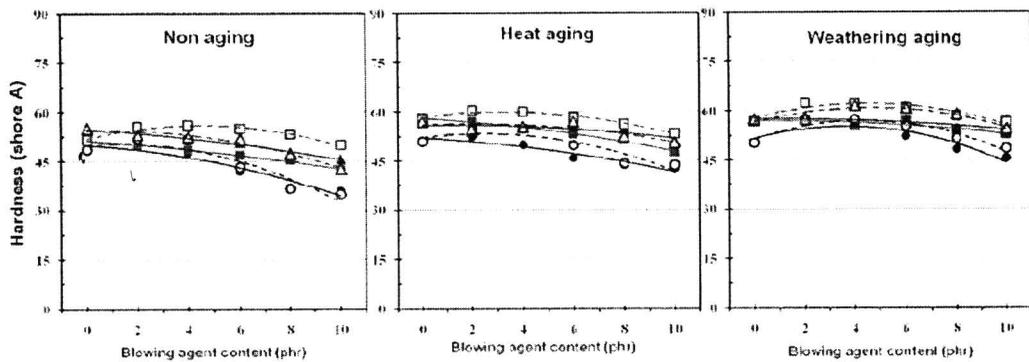


Figure 9 Effect of blowing agent content and aging conditions on hardness for NR/SBR rubber: Open-dashed lines for ADC, Close-solid lines for OBSH, ○●-FA_Si, ■□-P_Si, ▲△-CB

เนื่องจากมีเฟสของเนื้อยางมากกว่า ส่วนหลังการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อนและการบ่มเร่งสภาวะแวดล้อมด้วยเครื่อง QUV ของยางผสม ค่าความแข็งมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นสอดคล้องกับค่ามอดูลัสแรงดึงที่เพิ่มขึ้น แสดงใน Figure 5

4. สรุปผลการทดลอง

การนำยางผสม NR/SBR ที่สัดส่วน 1:1 ที่มีสารเติมแต่งผงแก้วลอย ผงซิลิกา และผงเซมาต้า ที่เติมสารทำให้เกิดฟอง OBSH และ ADC ทำให้เวลาในการสุกตัวและความหนาแน่นของยางผสมมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณสารทำให้เกิดฟอง ส่วนสารทำให้เกิดฟองชนิด OBSH ที่ปริมาณ 4-6 phr ให้สมบัติเชิงกลของยางผสมโดยรวม (ความต้านแรงดึง การยืดตัวที่จุดขาด) ที่เหมาะสมกว่า ยางผสมที่เติมสารทำให้เกิดฟองชนิด ADC ที่ให้สมบัติเด่นเฉพาะทางต้านมอดูลัสแรงดึงที่เพิ่มขึ้น และยังพบว่า ยางผสมที่เติมสารเติมแต่งผงเซมาต้าให้สมบัติเชิงกลโดยรวมดีกว่ายางผสมที่เติมผงซิลิกา และผงแก้วลอย ตามลำดับ

ส่วนการบ่มเร่งสภาวะยางผสมด้วยความร้อน ไม่ส่งผลต่อสมบัติความต้านแรงดึง และความต้านแรงฉีกขาด แต่ส่งผลต่อมอดูลัสแรงดึง และความแข็งที่เพิ่มขึ้น เมื่อผ่านการบ่มเร่งสภาวะด้วยเครื่อง QUV ยางผสมที่เติมสารทำให้เกิดฟอง OBSH และ ADC มีสมบัติ

เชิงกลโดยรวมลดลง (ความต้านแรงดึง ความต้านแรงฉีกขาด การยืดตัวที่จุดขาด) ยกเว้นมอดูลัสแรงดึงที่เพิ่มขึ้น

5. กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัย ขอขอบคุณ โครงการวิจัยแห่งชาติ: ยางพารา สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ที่ให้การสนับสนุนทุนวิจัย ตามสัญญาโครงการเลขที่ RDG5050094

6. เอกสารอ้างอิง

[1] Gurflok Rubber Technologies, [online]. Available: <http://www.grt-o.com/esr/index.htm> (accessed on November 2008).
 [2] ทรงศักดิ์ สมบัติสมภาพ เอกชัย วิมลมาลา และ วีระศักดิ์ พงกาทิน, 2549, "การพัฒนาวัสดุผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางเอลมีอาร์ที่มีแก้วลอยเป็นสารเติมแต่ง" รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ สกว.
 [3] Sombatsompop, N., Windimula, E., and Markpin, T., 2007, "Fly-Ash Particles and Precipitated Silica as Fillers in Rubbers: Part II, Effects of Silica Content and Si69-Treatment in



- NR/SBR Vulcanizates". *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 104, No. 5, pp. 3396-3405.
- [4] พรพรรณ นี้อูทัย, 2540. งานเทคนิคการออกสูตร. ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์. คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี, หน้า 4-24.
- [5] พิสุทธิ เลิศกมลสิน, 2543. การศึกษาความสัมพันธ์ของโครงสร้างและสมบัติของยางโฟม. คณะวิทยาศาสตร์ ภาควิชาเคมี, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี
- [6] Thongsang, S., and Sombatsompop, N., 2007. Dynamic Rebound Behavior of Silica/Natural Rubber Composites: Fly Ash Particles and Precipitated Silica Fillers. *Journal of Macromolecular Science Part B: Physics*, Vol. 46, No. 4, pp. 825-840.
- [7] Roberts, A.D., 1990. *Natural Rubber Science and Technology*. Oxford university press, New York, USA, pp. 570-576.
- [8] Gatcher, H., Muller, 1990. *Plastic Additives Handbook*, 3rd ed. Hanser, New York, USA, pp. 815-821.



2. ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่ในบทความวิจัยระดับนานาชาติ

Mechanical and Morphological Properties of Cellular NR/SBR Vulcanizates Under Thermal and Weathering Ageing

Ekachai Wimolmala, Kritsara Khongnual, Narongrit Sombatsompop

Polymer Processing and Flow (P-PROF) Group, School of Energy, Environment and Materials, King Mongkut's University of Technology Thonburi (KMUTT), Bangmod, Thungkru, Bangkok 10140, Thailand

Received 12 February 2009; accepted 10 May 2009

DOI 10.1002/app.30763

Published online 16 July 2009 in Wiley InterScience (www.interscience.wiley.com).

ABSTRACT: The effects of addition of two chemical blowing agents in cellular rubber blend of natural rubber (NR) and styrene-butadiene rubber (SBR) at a fixed blend ratio of 1 : 1 on cure characteristics, and mechanical and morphological properties were investigated. The chemical blowing agents used in this work were Oxybis (benzene sulfonyl) hydrazide (OBSH) and Azo dicarbonamide (ADC). Three different fillers, fly ash (FA) particles, precipitated silica, carbon black (CB) at their optimum concentrations of 40 phr were used, the FA and silica particles being chemically treated by bis-(3-triethoxysilylpropyl) tetrasulphide. The results suggested that the overall cure time decreased with OBSH and ADC contents. The OBSH was more effective in cure-acceleration of the NR/SBR blend than the ADC. The NR/SBR vulcanized foams produced by OBSH and ADC agents had closed-cell structures. The specific density and mechanical properties of

the blend tended to decrease with increasing blowing agent content. The CB gave NR/SBR foams with smaller cell size, better cell dispersion, and higher mechanical properties than the precipitated silica and FA particles. The heat ageing and weathering resulted in an increase in tensile modulus and hardness, but lowered the tensile strength, ultimate elongation and tear strength. The elastic recovery for cellular NR/SBR vulcanizates with FA was superior to that with CB and silica, the elastic recovery of the blends decreasing with blowing agent content. Resilience property was improved by the presence of gas phases. The optimum concentration of OBSH and ADC to be used for NR/SBR vulcanizates was 4 phr. © 2009 Wiley Periodicals, Inc. *J Appl Polym Sci* 114: 2816–2827, 2009

Key words: cellular rubber; blowing agent; natural rubber; mechanical properties; foam

INTRODUCTION

Cellular rubbers or expanded rubbers are composite materials made up of a rubber matrix and a gas phase. Such materials have been used commercially in a wide range of applications including thermal insulations, gaskets, buoyancy, and impact sound deadening products. The mechanical properties of cellular rubbers are related to both the foam cells and the properties of the rubbers used. Structural variables include rubber crosslink density, foam cell density, cell structure, average cell size, and the cell geometry (open or closed cell). The processing of rubber foams involves curing a unvulcanized rubber compound that contains a blowing agent in a mould under high temperature and pressure until the blowing agent has decomposed on opening the mould, allowing expansion of the rubber compound.¹

The morphological and mechanical properties of cellular rubbers are known to be affected by the type and content of blowing agents used.^{2–6} Sombatsompop and Lertkamolsin⁷ investigated the effects of additions of Oxybis (benzene sulfonyl) hydrazide (OBSH) and Azo dicarbonamide (ADC) blowing agents on density, degree of crosslinking, and swelling behaviour in cellular natural rubber (NR) vulcanizates. They showed that apparent foam density and crosslink density for NR vulcanizates decreased with increasing blowing agent content. The rubber swelling greatly changed with OBSH, but unaffected by ADC content. Similar behavior was also observed for synthetic rubbers.^{3,4} The mechanical properties of cellular ethylene-propylene rubber (EPDM) usually decreased with increasing blowing agent content and this could be explained by a decrease in crosslink density during foam expansion.³ In rubber composites, the mechanical properties of the foam vulcanizates are dependent on the type, concentration, filler, fiber orientation, and adhesion between the fiber (or filler) and the rubber matrix.^{5,6} Lin et al.⁵ studied microstructure and mechanical properties of nylon 6,6-fiber/NR foam composites with and without surface treatment of the fiber. The results suggested that the addition of nylon-fibers improved the overall

Correspondence to: E. Wimolmala (ekachai.wim@kmutt.ac.th).

Contract grant sponsor: Thailand Research Fund (Medium Projects on Rubber; MPR-2550); contract grant number: RDC5050094.

Journal of Applied Polymer Science, Vol. 114, 2816–2827 (2009)
© 2009 Wiley Periodicals, Inc.



mechanical properties of the rubber foams. The mechanical properties of the rubber composite foams were strongly dependent on the density of the micro-cellular foam, fiber orientation. The relationship between the foam density and mechanical properties was also studied by Kim et al.,⁶ who examined the influences of foaming temperature and carbon black (CB) content on cure behavior and mechanical properties for the NR foams. They found that the densities and tensile strength of the NR foam decreased with increasing curing temperature. Increasing CB content increased the tensile modulus, tensile strength and tear strength, but decreased the elongation at break. Recent literatures show that published articles on the structure-property relationships of expanded single-rubbers are extensively evidenced, but there has been very little attention given to expanded rubber blend and rubber composite systems.

Fly ash (FA) particles obtained from thermal power plant stations has been reported as a natural silica that gave good dynamic properties and compression set when used with appropriate silane coupling agents.^{7,8} According to a previous work,⁸ FA particles contained silica approximately 40–46 wt % with similar silanol groups on its surfaces. Comparing with precipitated silica, FA particles yield superior elasticity. As a result, FA could become alternative reinforcing filler for cellular rubbers, both natural and synthetic rubbers,^{9,10} and rubber blends^{11,12} vulcanizates for gasket and cushion applications.

This article was aimed to extend our works^{7,12} on use of silica-based FA particles in rubber materials. This present work reported cure characteristics, and (mechanical and morphological properties of cellular rubber vulcanizates of natural rubber (NR)) and styrene-butadiene rubber (SBR) blend varying types and contents of chemical blowing agents (OBSII and ADC) and fillers (CB, precipitated silica, silica-based FA particles). The changes in mechanical properties of the foamed NR/SBR vulcanizates were also monitored before and after thermal and weathering ageing. It should be noted that the filler type, ageing conditions, and the mechanical properties tested, which were performed in this work, were designed and selected based on potential applications in thermal insulation, cushions, gaskets, buoyancy and impact sound deadening products.

EXPERIMENTAL

Raw materials

Rubber

NR (NR, STR20) used was supplied by Huay Chuan Co., Ltd., (Bangkok, Thailand). SBR (SBR1712) was supplied by BST Elastomers (Bangkok, Thailand) with a styrene content of 24.5%, 28.8% oil, and 5.7% organic acid.

Fillers

CB (11AF-N330 by Thai Carbon Black Public Co., Ltd., Bangkok, Thailand). The CB had an average particle size of 32 μm . Commercial precipitated silica (Tokusil 233) was designated as PSi and supplied by Tokuyama Siam Silica (Bangkok, Thailand) having an average particle size of 50 μm , pH of 6.8, a bulk density of 0.232 g/cm^3 , and a BET surface area of 128 m^2/g . Silica from FA particles (FASi) was also used as alternative filler in this work. The FA particles were supplied by Mae Moh Power Station of KNR Group Co., Ltd. (Lampang, Thailand) having an average particle size of 125 μm . The characteristics (dimensions, average particle size, shape, and surface area, density, and pH) of the FA particles can be found in elsewhere.^{7,11} According to our previous results^{7,8,11} on chemical compositions of the FA particles, the major component of FA was SiO_2 (46.0%). The FA used had the same functional groups (e.g., silanol and siloxane groups at wave-numbers of around 3400 and 1100 cm^{-1} , respectively) as the commercial silica. The required silica (FASi) content in the FA particles added to the NR/SBR compound was calculated based on the fact that there was 46.0 wt % silica in FA.

Silica-surface treatment

Bis-(3-triethoxysilylpropyl) tetrasulphide (trade name designated as Couplink 89C), $[(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{S}_4-(\text{CH}_2)_3-\text{Si}-(\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_3]$, was used as a chemical coupling agent for surface treatment of precipitated silica and FA particles. The Couplink 89C was supplied by Behn Meyer Chemical Co. (Bangkok, Thailand). The experimental procedure for surface treatment by Couplink 89C was the same as used for bis-(3-triethoxysilylpropyl) tetrasulfane (Si69) which can be found in previous studies.^{8,11} In this work, the Couplink 89C content used was 2.0 %wt of silica.

Chemical blowing agents

Oxybis (benzene sulfonyl) hydrazide (OBSII) and modified ADC (Grade Supercell-522), supplied by A.F. Goodrich Chemical Co., Ltd., (Bangkok, Thailand) were used as the chemical blowing agents. According to the suppliers, both blowing agents had the decomposition temperature of around 160°C.

Rubber blending and sample preparation

Compounding and vulcanization of cellular NR/SBR rubber

In this work, the formulations of NR/SBR blend compounds reinforced with CB, precipitated silica and silica-based FA particles in parts per hundred rubber



TABLE I
Vulcanizing Recipes for NR/SBR Vulcanizates

Ingredients	Function	Content (phr)
1. NR : SBR (1 : 1)	Matrix	100
2. Zinc oxide	Activator	5.3
3. Stearic acid	Activator	3.0
4. Mercaptobenzothiazole (MBT)	Accelerator	1.0
5. BHT	Antioxidant	1.0
6. Polyethylene glycol	Activator	5 wt % of silica
7. Filler (silica from FA, silica or CB)	Reinforcing filler	40
8. OBSH or ADC	Blowing agent	Varied; 0, 2, 4, 6, 8, and 10
9. Sulfur	Cross-linker	1.5

(phr), are given in Table I. The blend ratio of NR : SBR used was fixed at 1 : 1.¹¹ The compounding process was commenced by masticating the NR/SBR on a laboratory two-roll mill (Yong Fong Machinery Co., Ltd., Samutsakon, Thailand) for 5 min, followed by adding the required vulcanizing agents and blowing agents on the two-roll mill for a further 35 min, the compound being then kept at 25°C with 50% relative humidity prior to further use. The resultant rubber compounds were then compression-molded to a 90% cure with a hydraulic press (LAB TECH Co., Ltd., Bangkok, Thailand) at 170 kg/cm², using a 160°C cure temperature to produce vulcanized NR/SBR blend. It should be noted that the sample configurations (shape and size) were dependent on the type of testing standard used. The cure time used for any individual compound was pre-determined by an Oscillating Disk Rheometer (Model ODR GT 7070-S2, GOTECH Testing Machine, Taiwan) followed ASTM D2084-01 (2001) at a test temperature of 160°C before the vulcanization process proceeded.

Characterizations

Cure characteristics

Cure time values of the NR/SBR compounds were measured using an Oscillating Disk Rheometer (Model ODR GT 7070-S2, GOTECH Testing Machine, Taiwan) at a test temperature of 160°C.

Specific density

Specific density of the cellular NR/SBR vulcanizate was determined according to ASTM D792-68 (1968) using Archimedes water replacement technique.

Mechanical properties

Tensile properties of NR/SBR vulcanizates were monitored in terms of modulus at 200% elongation,

tensile strength, and elongation at break using ASTM D412-03 (2003) with dumbbell-shaped samples, the tests being carried out using the universal testing machine Model Autograph AG-I, Shimadzu (Tokyo, Japan). Tear strength was determined according to ASTM D624-00 (2000) using angle-specimens (die C) and a Shimadzu tear strength testing machine. Both tensile and tear properties used a testing speed of 500 mm/min A hardness durometer (Shore A) Model 475, PTC instruments, (MA) was used for hardness tests in accordance with ASTM D 2240-03 (2003).

Compression set

The test conditions and procedure of compression set testing followed ASTM D395 Method B (under a constant deflection in air). The NR/SBR sample was in a cylindrical disk form, having a diameter of 29 mm and a thickness of 12.5 mm. A space bar of 9.5 mm thick was used to maintain the compression deflection. The original thickness (*t_o*) of test samples was measured by micrometer. The testing time was conditioned in an oven at 100°C for 22 h before cooled down at room temperature for 30 min and then the final thickness (*t_f*) of the sample was measured. The percentage compression set can be expressed using eq. (1).

$$\% \text{Compression set} = \frac{t_o - t_f}{t_o - t_n} \times 100 \quad (1)$$

where *t_o* is the original thickness of the test specimen (mm); *t_f* is the final thickness of the test specimen (mm); *t_n* is distance of space bars (mm).

Resilience property

The resilience test was conducted using ASTM D2632-01 (2001), performed on a Wallance Dunlop Tripsometer (H.W. Wallance & Co., Ltd., Kingston, UK).

Heat ageing properties

The effect of heating ageing on the mechanical properties of the NR/SBR filled with CB, FASi, or PSi filler was studied through ASTM D573-04 (2004) at an oven temperature of 70°C for 96 h. The changes in mechanical properties before and after the heat ageing conditions were then evaluated.

Accelerated weathering test

UV and water condensation for the NR/SBR filled with CB, PSi, or FASi fillers were studied using ASTM G154-06 (2006) using a Q-UV apparatus with



TABLE II
Cure Time, Mooney Viscosity and Mechanical Properties of Solid NR/SBR Vulcanizates for Different Concentrations of CB

Properties	CB content (phr)					
	0	20	40	60	80	100
Cure time (min : sec)	9 : 3	12 : 0	11 : 2	10 : 1	9 : 3	9 : 5
Mooney viscosity, ML (1 + 4)100 C	19	19	27	40	63	84
Property, original						
Tensile Modulus at 200% ($\times 10^7$ Pa)	8 \pm 0	17 \pm 0	19 \pm 1	18 \pm 1	17 \pm 1	13 \pm 0
Tensile strength (MPa)	8 \pm 0	17 \pm 2	19 \pm 1	18 \pm 1	17 \pm 1	13 \pm 0
Elongation at break (%)	1099 \pm 23	984 \pm 19	769 \pm 12	550 \pm 14	362 \pm 13	220 \pm 9
Tear strength (kN/m)	15 \pm 1	28 \pm 0	48 \pm 0	90 \pm 0	35 \pm 0	31 \pm 0
Hardness (Shore A)	30 \pm 0	41 \pm 0	55 \pm 0	66 \pm 0	78 \pm 0	84 \pm 0
Compression set (%)	45 \pm 1	52 \pm 1	54 \pm 1	55 \pm 2	59 \pm 2	53 \pm 1
Resilience (%)	61 \pm 0	54 \pm 1	45 \pm 1	38 \pm 2	30 \pm 1	28 \pm 1
Abrasion (mm ³)	136	58	40	29	37	36
Property change, after thermal aged 70 C at 96 h						
Tensile Modulus at 200% ($\times 10^7$ Pa)	+2	+5	+11	+19	+27	N/A
Tensile strength (MPa)	-2	1	+1	0	-2	1
Elongation at break (%)	-271	-206	-118	-105	-103	-66
Tear strength (kN/m)	+2	+7	-3	-28	+1	-2
Hardness (Shore A)	+2	+2	+2	+3	+3	+3

N/A indicates not obtainable due to pre-mature fracture, and positive (+) and negative (-) values mean increase and decrease as compared with non-aged samples, respectively.

UV-B Neon Fluorescence Lamps emitting spectrum at a wavelength of 313 nm with Cycle 3 at 2 steps. The first step was UV exposure at 70°C for 8 h, and the second step was water condensation at 50°C for 4 h for the total time of 96 h. It should be noted that all the samples were kept and UV-degraded in the UV

apparatus at the same time, the samples being taken out periodically at required UV exposure times for further characterizations. The changes in mechanical properties were monitored before and after the UV and water condensation, the reported results being averaged by at least five determinations.

TABLE III
Cure Time, Mooney Viscosity and Mechanical Properties of Solid NR/SBR Vulcanizates for Different Concentrations of Precipitated Silica

Properties	Silica content (phr)				
	0	10	20	30	40
Cure time (min : sec)	9 : 3	9 : 2	7 : 6	8 : 3	11 : 2
Mooney viscosity, ML (1 + 4) 100 C	19	18	24	39	94
Property, original					
Tensile modulus at 200% ($\times 10^7$ Pa)	8 \pm 0	10 \pm 0	13 \pm 0	28 \pm 0	23 \pm 0
Tensile strength (MPa)	8 \pm 0	9 \pm 1	11 \pm 1	14 \pm 1	17 \pm 1
Elongation at break (%)	1099 \pm 23	968 \pm 30	921 \pm 38	866 \pm 35	880 \pm 28
Tear strength (kN/m)	15 \pm 1	14 \pm 1	19 \pm 1	26 \pm 1	39 \pm 0
Hardness (shore A)	30 \pm 0	34 \pm 0	42 \pm 0	59 \pm 0	57 \pm 0
Compression set (%)	45 \pm 1	51 \pm 1	62 \pm 1	69 \pm 0	65 \pm 2
Resilience (%)	61 \pm 0	67 \pm 0	64 \pm 0	69 \pm 0	65 \pm 2
Abrasion (mm ³)	136	29	29	116	86
Property change, after thermal aged 70 C at 96 h					
Tensile modulus at 200% ($\times 10^7$ Pa)	+2	+6	+5	+6	+8
Tensile strength (MPa)	-2	+2	+3	+1	0
Elongation at break (%)	-271	-243	-101	-101	-180
Tear strength (kN/m)	+2	+13	+11	+4	0
Hardness (shore A)	+2	+5	+3	+5	+4

Positive (+) and negative (-) values mean increase and decrease as compared with non-aged samples, respectively.



TABLE IV
Cure Time, Mooney Viscosity and Mechanical Properties of Solid NR/SBR Vulcanizates for Different Concentrations of Silica in FA

Properties	Silica in FA content (phr)				
	0	10	20	30	40
Cure time (min : sec)	9 : 3	11 : 0	10 : 1	10 : 0	10 : 3
Mooney viscosity, ML (1 + 4) 100 C	19	19	21	30	29
Property, original					
Tensile modulus at 200% ($\times 10^5$ Pa)	8 \pm 0	10 \pm 0	13 \pm 0	14 \pm 0	16 \pm 0
Tensile strength (MPa)	8 \pm 0	6 \pm 0	6 \pm 1	7 \pm 0	6 \pm 0
Elongation at break (%)	1099 \pm 23	878 \pm 34	766 \pm 37	816 \pm 16	686 \pm 18
Tear strength (kN/m)	15 \pm 1	14 \pm 1	15 \pm 1	15 \pm 1	15 \pm 1
Hardness (shore A)	30 \pm 0	33 \pm 0	40 \pm 0	45 \pm 0	49 \pm 0
Compression set (%)	45 \pm 1	48 \pm 1	49 \pm 1	52 \pm 3	52 \pm 1
Resilience (%)	61 \pm 0	72 \pm 1	71 \pm 0	70 \pm 0	65 \pm 1
Abrasion (mm ³)	136	116	112	91	92
Property change after thermal aged 70 C at 96 h					
Tensile modulus at 200% ($\times 10^5$ Pa)	+2	+2	+1	+4	+4
Tensile strength (MPa)	-2	+3	+1	1	1
Elongation at break (%)	-271	-46	-28	-184	-186
Tear strength (kN/m)	+2	+4	+4	+5	+5
Hardness (shore A)	+2	+4	+2	+3	+2

Positive (+) and negative (-) values mean increase and decrease as compared with non-aged samples, respectively.

SEM studies

The foam structures and distributions of NR/SBR samples prepared by razor cut surfaces were viewed using a JEOL (JSM-5800LV) Scanning Electron Microscope (SEM) at 10 kV accelerating voltage.

RESULTS AND DISCUSSION

Solid NR/SBR blend vulcanizates

This part was studied to seek the optimum concentrations for CB, precipitated silica (PSi), and silica from FA (FASi) using solid NR/SBR blend ratio of 1 : 1. These optimum concentrations of the three fillers will then be used when examining the properties of cellular NR/SBR blend vulcanizates. Tables II-IV show the effect of filler content on the cure and mechanical properties of solid NR/SBR vulcanizates for CB (0-100 phr), PSi (0-40 phr), and FASi (0-40 phr) fillers, respectively. For all fillers, the Mooney viscosities appeared to increase with increasing filler contents, the effect being less pronounced for FASi filler. This was expected because the FASi particles were larger in size and had smaller surface area and a weaker filler-filler interaction as compared with the PSi particles. Cure times in all cases slightly changed within 1-2 minutes. In terms of mechanical properties (especially the tensile and tear strengths) and their changes after thermal ageing, it was found that the optimum filler content to be added in the NR/SBR vulcanizates for CB were 40-60 phr

whereas that for PSi and FASi were 40 and 30-40 phr, respectively. At the optimum concentrations of the three fillers, CB yielded the best reinforcing performance, especially for the tensile and tear strengths as expected. However, the compression set for the FASi filled NR/SBR vulcanizates was better than that for CB- and PSi-filled vulcanizates. This

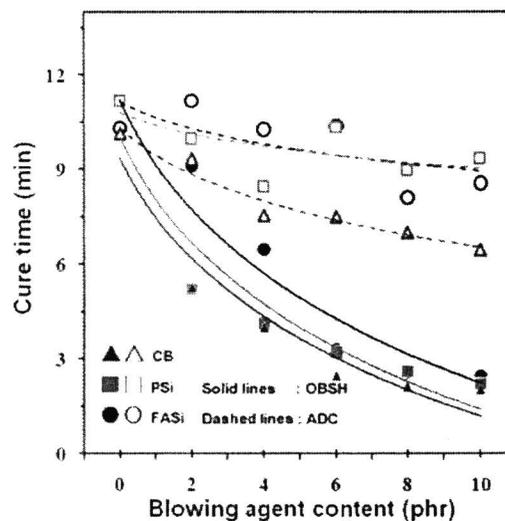


Figure 1 Effect of blowing agent content on cure time for NR/SBR vulcanizates filled with CB, PSi, or FASi (Solid line: OBSH and Dashed line: ADC).

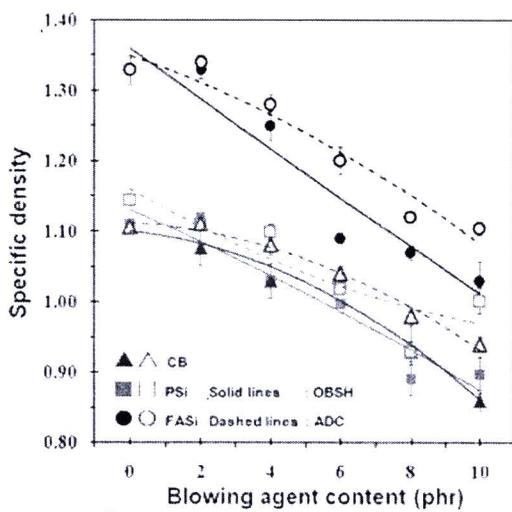


Figure 2 Specific density for NR/SBR vulcanizates filled with CB, PSi, or FASi as a function of blowing agent loading (Solid line: OBSH and Dashed line: ADC).

finding was in line with our previous work¹¹ stating the improved elastic properties of the NR/SBR blend through use of FA particles as extending filler.

It should be noted that the results in Tables II–IV were given in order to select the optimum contents of the three fillers used in solid NR/SBR vulcanizates, and therefore, the discussion to the results were not fully given due to that this work focused on the properties of the cellular NR/SBR blend vulcanizates.

Cellular NR/SBR vulcanizates

Cure time properties

In this section, fixed filler loading at 40 phr for CB, PSi, and FASi fillers was used for property comparison purposes in cellular NR/SBR vulcanizates, which were added with different concentrations of two chemical blowing agents (OBSH and ADC). Figure 1 shows the effect of blowing agent contents on cure time of NR/SBR blend vulcanizates for OBSH and ADC. It was found that the cure time decreased with increasing blowing agent content. This was because the blowing agents used exhibited exothermic phenomenon when decomposed within the rubber blend structure.^{13,14} This suggested that there was an additional heat occurring in the rubber compound during the vulcanization process, and this would probably accelerate the crosslinking reaction,

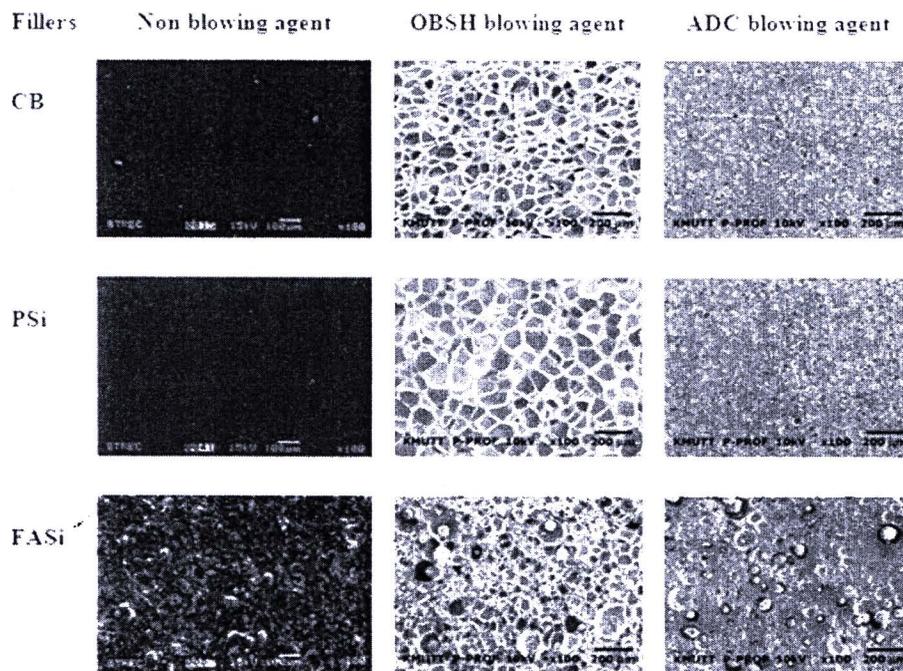


Figure 3 SEM micrographs for NR/SBR vulcanizates with CB, PSi, or FASi using with and without OBSH or ADC blowing agent at 6 phr ($\times 100$).

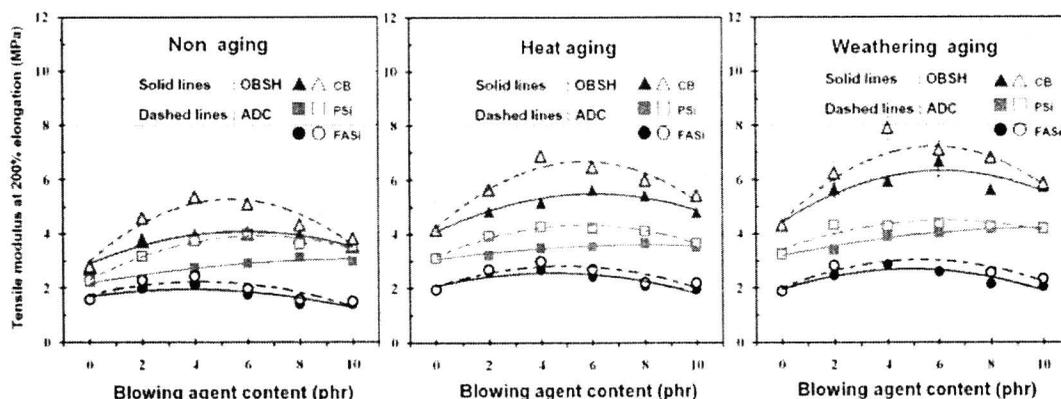


Figure 4 Effects of OBSH and ADC contents and ageing on tensile modulus at 200% elongation for NR/SBR vulcanizates filled with CB, PSi, or FASi.

and thus reduced the cure time. It was also observed that the ADC agent showed a lesser drop in the cure time than the OBSH; i.e., the vulcanizates with OBSH had a faster curing than those with ADC. It was evident¹⁵ that ADC agent could consume the zinc oxide acting as the activator in the rubber formulations to achieve a complete decomposition. If this was the case, the amount of zinc oxide for the crosslinking reaction of the vulcanizates with ADC agent would reduce as compared with OBSH agent and this caused the slower curing. When considering the effect of filler type, it was found that the cure time for CB filled NR/SBR vulcanizates had the lowest cure time as compared to that for PSi and FASi filled vulcanizates, this being very obvious for ADC case. This was because the CB itself is slightly alkaline (pH of around 7–8) with low oxygen content, and this may have an acceleration effect on the vulcanization reaction.^{16,17}

Specific density and morphology

Specific density is one of the important characteristics and is related to cell structure and the overall weight of the foamed products. Figure 2 shows the specific density of the cellular NR/SBR vulcanizates with ADC and OBSH agents. It was noticeable that the specific density gradually decreased with increasing OBSH and ADC contents as expected due to production of gas phases in the rubber blend structure. The vulcanizates with FASi filler had the highest specific density. This can be explained by bulk densities of the three fillers used. The density of FASi has been reported to be around 2.2 g/cm³ whereas those of CB and silica are approximately 1.8 and 1.9 g/cm³, respectively.¹⁸ The NR/SBR vulcanizates with OBSH agent had slightly lower density than those with ADC, this being the case for all fillers used. This could be explained using the scanning

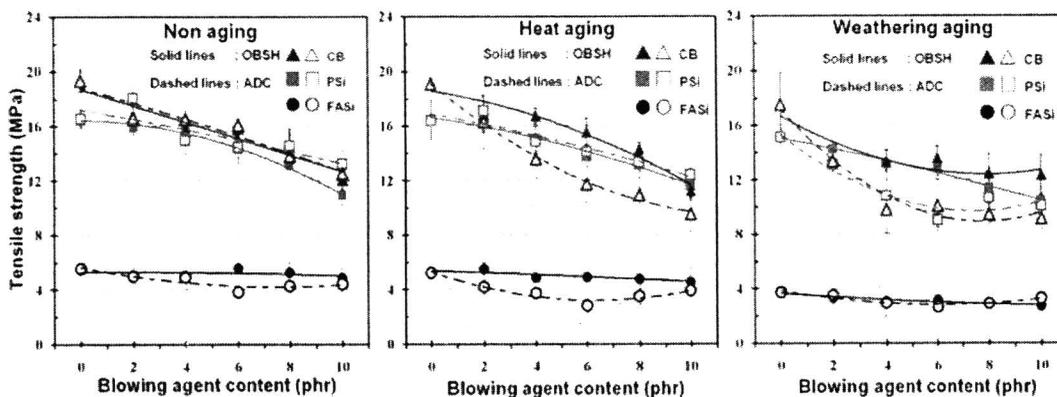


Figure 5 Effects of OBSH and ADC contents and ageing on tensile strength for NR/SBR vulcanizates filled with CB, PSi, or FASi.

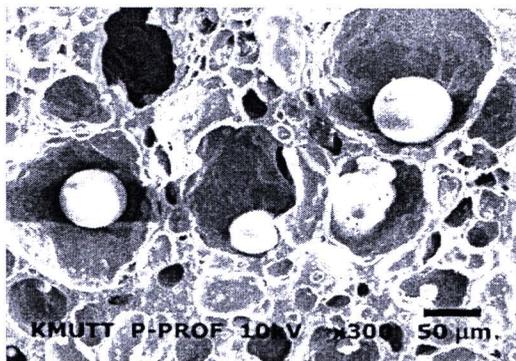


Figure 6 SEM micrographs for FASi filled NR/SBR vulcanizates with OBSH blowing agent at 6 phr, displaying bubble coalescence around FA particle ($\times 300$).

electron micrographs shown in Figure 3. It was found that the NR/SBR vulcanized foams produced by OBSH and ADC agents in this work had closed-cell structures. The vulcanizates with OBSH agent has greater size of foam cells as compared to those with ADC agent. The greater cell size by OBSH resulted from better dispersion and faster decomposition to produce gas phases of the OBSH as compared to ADC in the rubber matrix. This view was supported by Annicelli and Dick.¹⁵ Figure 3 also shows that the cell sizes of the vulcanizates by the OBSH were relatively smaller than those by ADC, this being in good agreement with previous work by Sombatsompop and Lertkamolsin.²

Mechanical properties and heat-weathering ageing

Figure 4 shows tensile modulus at 200% elongation for the cellular NR/SBR vulcanizates reinforced by

CB, PSi, and FASi before and after heat and weathering ageing. In non-aged samples, the tensile modulus of the foamed vulcanizates increased with increasing blowing agent contents up to 6 phr and started to drop at higher loadings, except for the PSi filler. The increases in tensile modulus were associated with closed-cell structures of the vulcanizates¹⁹ whereas the decreases in the modulus at higher blowing agent loadings were due to gas containment limit.²⁰ For a given blowing agent content, the foamed vulcanizates with OBSH had lower tensile modulus than those with ADC due to greater number of foam cells in the NR/SBR structures as mentioned earlier. When considering the effect of filler type, CB gave the vulcanizates with highest tensile modulus due to the reinforcement effect and rigidity of CB.⁶ After heat and weathering conditions, the tensile moduli for the foamed vulcanizates with all three fillers tended to increase due to increases in crosslink densities in the vulcanizates as a result of a post-curing effect.¹¹ The effect of thermal and weathering conditions seemed to be more pronounced in the NR/SBR vulcanizates with CB. This may be due to that the chemical interaction between CB and the rubber molecules were more sensitive to the crosslinking process.¹

Figure 5 shows the effect of blowing agent content of OBSH and ADC on tensile strength of filled NR/SBR vulcanizates before and after heat and weathering ageing. It can be seen that the tensile strengths of CB and PSi filled NR/SBR vulcanizates for all blowing agent contents were much higher than those of FASi filled NR/SBR vulcanizates. This could be explained by the particle size and adhesion effects. As already stated in Experimental section, the particle size of the FASi was the largest and this would attribute to lower surface area for molecular

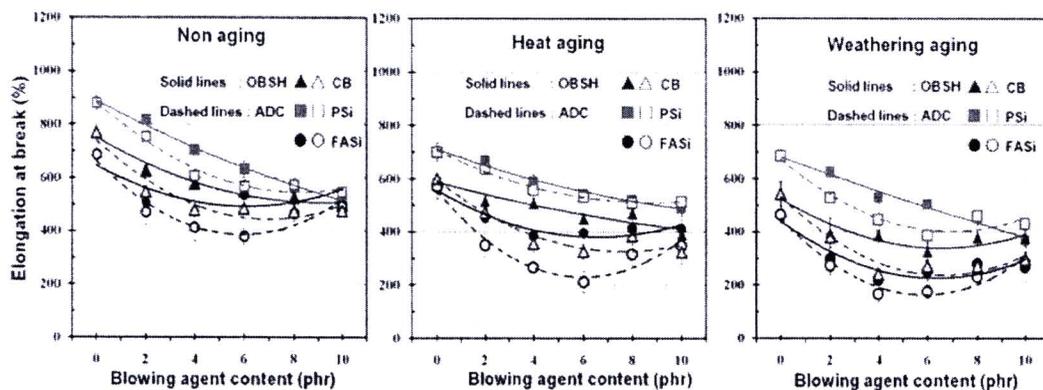


Figure 7 Effects of OBSH and ADC contents and ageing on elongation at break for NR/SBR vulcanizates filled with CB, PSi, or FASi.

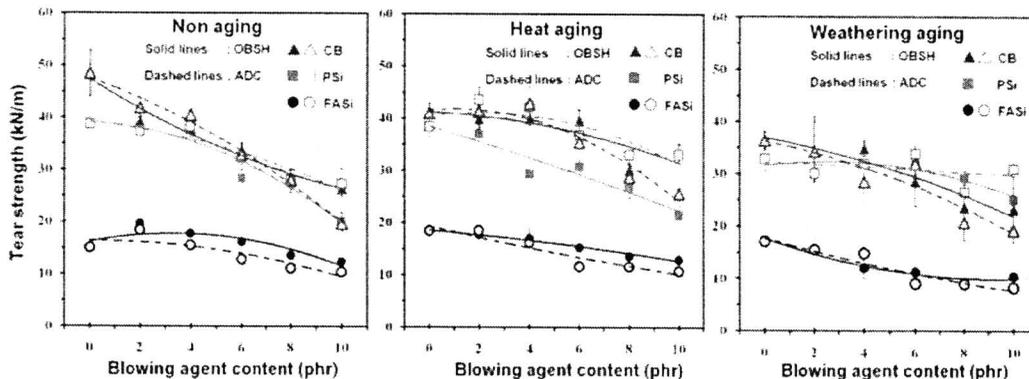


Figure 8 Tear strength for NR/SBR vulcanizates filled with CB, PSi, or FASi as a function of blowing agent loading.

interaction with the rubber although the FASi were chemically treated. In addition, it was evident in our previous work²¹ that the FASi had broken into smaller pieces during the compounding process and these smaller pieces of the FASi filler were untreated during the filler surface treatment, and therefore resulted in particle aggregation and an increased filler-filler interaction. Another possible reason in the low tensile strength of the foamed vulcanizates with FASi was a coalescence of the gas phase around the ash particles shown in Figure 6. For the effect of blowing agent content, it was observed that the tensile strengths of CB and PSi filled NR/SBR vulcanizates decreased progressively with increasing blowing agent contents as expected because the rubber matrix phase to resist the tensile force had been reduced or replaced by the presence of gas phases. The higher the blowing agent content the greater the gas phases, and thus decreased tensile strength. After heat and weathering ageing, the tensile strength

slightly decreased. This may be due to two concurrent reactions of molecular degradation and crosslinking desulphuration, the latter reaction being referred to as a crosslink transformation from polysulphidic to mono or di-sulphidic crosslinks.¹ However, it was interesting to note that the effect of heat and weathering ageing was more sensitive and pronounced to the decrease in tensile strength for CB reinforced NR/SBR vulcanizates for ADC blowing agent system. This was postulated to be associated with the incomplete decomposition of the ADC during the initial crosslinking process, as compared to OBSH as mentioned earlier. Therefore, un-reacted (non-decomposed) ADC radicals may have resulted in further degradation of rubber molecules, and thus decreased tensile strength. The explanations for the changes in tensile strength in Figure 5 could also be used to describe the changes in elongation at break and tear strength in Figures 7 and 8, respectively.

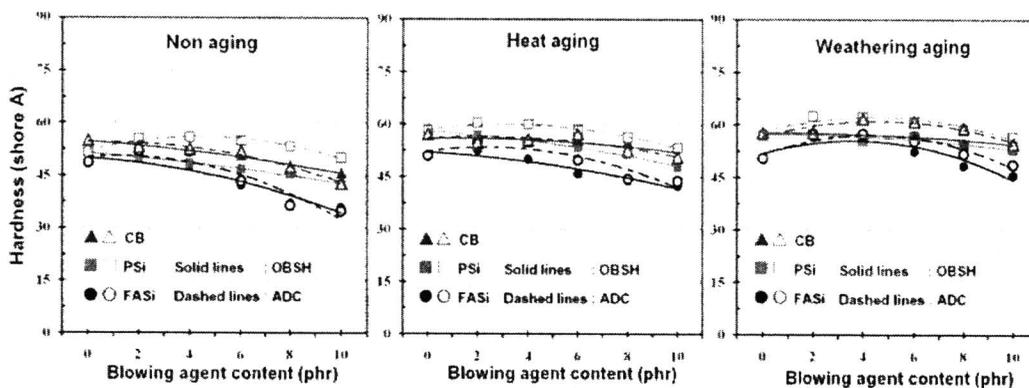


Figure 9 Effects of OBSH and ADC contents and ageing on hardness for NR/SBR vulcanizates filled with CB, PSi, or FASi.

TABLE V
Effects of OBSH and ADC Contents on Compression Set for NR/SBR Vulcanizates Filled with CB, PSi, or FASi (N/A: Could Not Be Molded)

Chemical blowing agent type	Fillers	Compression set (%)					
		Blowing agent content (phr)					
		0	2	4	6	8	10
OBSH	FA	52.3	50.2	56.4	66.0	N/A	N/A
	Silica	58.4	76.0	72.7	74.4	N/A	N/A
	CB	53.5	56.4	69.0	69.8	N/A	N/A
ADC	FA	52.3	52.6	59.9	63.9	N/A	N/A
	Silica	58.4	72.5	75.1	80.8	80.9	78.3
	CB	53.5	52.0	55.1	56.1	56.2	58.0

Figure 9 shows hardness results of the cellular NR/SBR vulcanizates as a function of blowing agent content. The trend and the explanations to the hardness results were very similar to those of the tensile modulus for both non-aged and aged rubber foams.

A slight difference in the modulus and hardness results was caused by the fact that the hardness measured the rigidity at the surface (solid) whereas the modulus had taken account the stiffness of the whole sample (solid and gas phases).²²

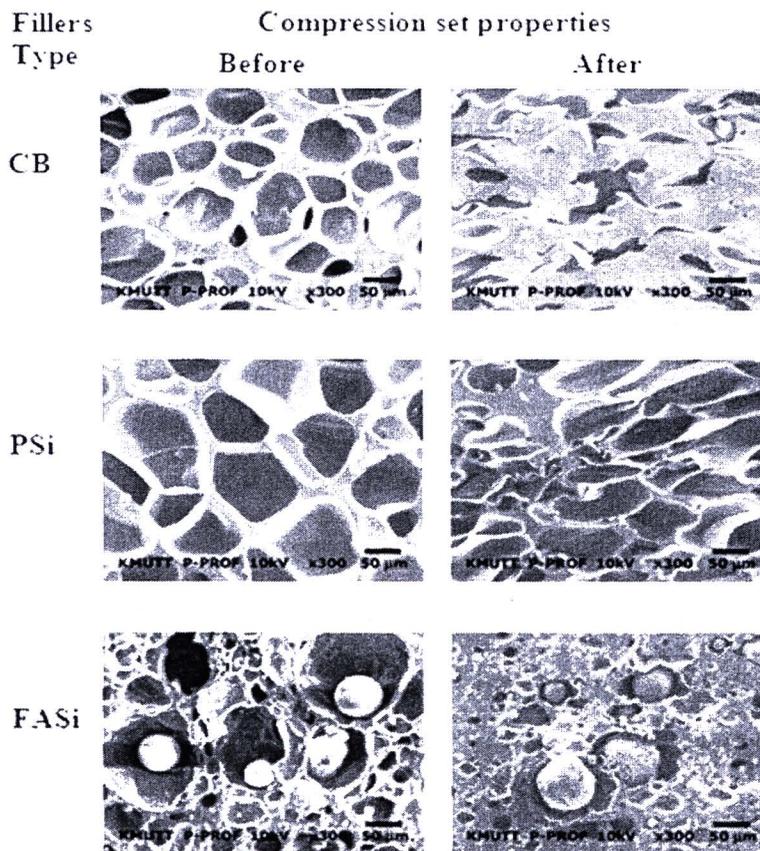


Figure 10 SEM micrograph of the foamed NR/SBR samples with 6phr OBSH before and after compression set testing.



TABLE VI
Effects of OBSH and ADC Contents on Resilience for NR/SBR Vulcanizates Filled with CB, PSi, or FASi

Chemical blowing agent type	Fillers	Resilience (%)					
		Blowing agent content (phr)					
		0	2	4	6	8	10
OBSH	FA	65.2	62.8	64.1	63.3	63.4	63.2
	Silica	55.5	56.5	61.3	61.7	65.5	64.0
	CB	45.0	60.5	62.1	64.5	64.7	63.3
ADC	FA	65.2	72.4	74.7	68.8	65.9	63.6
	Silica	55.5	58.9	61.9	62.6	60.5	60.8
	CB	45.0	63.8	66.3	65.1	65.9	63.2

Elastic response of cellular NR/SBR

Table V shows effects of OBSH and ADC loadings on compression set for NR/SBR foamed vulcanizates loaded with CB, PSi, or FASi filler. As mentioned in the Experimental section that the vulcanizate sample used for assessing the compression set was cylindrical and had a diameter of 29 mm with 12.5 mm thick. With this sample configuration, there was a limit for OBSH loadings at 6 phr in all fillers and for ADC loadings at 6 phr only for FASi filler to obtain the foamed vulcanizates. Above these loadings, the foam samples could not be moulded. Considering the effect of filler type in OBSH system, it was found that the lowest compression, which corresponded to the best elastic recovery, was obtained by FASi filler whereas the poorest elastic recovery was given by PSi filler, especially at low blowing agent contents. For the ADC system, the FASi and CB exhibited similar compression set properties. Increasing the OBSH and ADC loadings reduced the elastic recovery. The decreases in elastic recovery of the NR/SBR vulcanizates could be explained using selected SEM micrographs (at 6 phr OBSH) as shown in Figure 10 which suggested that, after compression set testing there was a bubble-collapse or a breaking of the cell structures. This resulted in gas diffusion through the cell walls and lost the abilities to recover. Figure 10 also indicates more severe bubble-collapses occurring in the case of PSi. Effects of OBSH and ADC loadings on resilience for NR/SBR vulcanizates with CB, PSi, or FASi filler are given in Table VI. It was interesting to note that the elastic properties of solid NR/SBR vulcanizates with FASi were much better than those with CB and PSi fillers, but when foamed, the resilience properties for all fillers were indifferent. It suggested that the magnitudes of resilience changes for the vulcanizates with CB and PSi were greater than those with FASi by the presence of closed-cell foam structures. This was the case because the number of gas phases (foam structures) in the vulcanizates with CB and PSi were relatively greater. Taking the compression set and resilience results, it was suggested that the optimum concen-

tration of OBSH and ADC to be used for NR/SBR vulcanizates for cushion and gasket applications were 4 phr.

CONCLUSIONS

The cure characteristics, mechanical, and morphological properties of filled NR/SBR vulcanizates were studied through the effects of additions of OBSH and ADC blowing agents at various concentrations. Closed-cell structures of NR/SBR blend were obtained in all cases. The OBSH was more effective in reducing the cure time of the NR/SBR vulcanizates than the ADC. The mechanical properties for NR/SBR vulcanizates with CB were higher than those with precipitated silica and silica-based FA particles. The specific density of the NR/SBR blend progressively decreased with increasing OBSH and ADC contents. Tensile modulus and hardness increased after experiencing thermal ageing and weathering whereas the tensile strength, ultimate elongation, and tear strength reduced slightly after experiencing the heat and weathering ageing. The optimum concentration of OBSH and ADC to be used for NR/SBR vulcanizates was 4 phr. The elastic recovery for cellular NR/SBR vulcanizates decreased with increasing OBSH and ADC contents. For a given blowing agent content, the elastic recovery with silica-based FA particles was better than with CB and precipitated silica. The resilience properties for cellular NR/SBR vulcanizates increased with increasing blowing agent content.

References

1. Roberts, A. D. *Natural Rubber Science and Technology*; Oxford University Press: New York, 1990.
2. Sombatsompaj, N.; Lertkamolsin, P. *J Elast Plast* 2000, 32, 311.
3. Yamsaengsung, W.; Sombatsompaj, N. *J Macromol Sci B* 2008, 47, 967.
4. Eraki, M. H. El; Lawindy, A. M. Y. El; Hassan, H. H.; Mahmoud, W. E. *Polym Degrad Stab* 2006, 91, 1417.
5. Lin, G.; Zhang, X. J.; Liu, L.; Zhang, J. C.; Chen, Q. M.; Zhang, L. Q. *Eur Polym J* 2004, 40, 1733.



6. Kim, J. H.; Koh, J. S.; Choi, K. C.; Yoon, J. M.; Kim, S. Y. *J Ind Eng Chem* 2007, 13, 198.
7. Sombatsompop, N.; Thongsang, S.; Markpin, T.; Wimolmala, E. *J Appl Polym Sci* 2004, 93, 2119.
8. Thongsang, S.; Sombatsompop, N. *Polym Compos* 2006, 27, 30.
9. Thongsang, S.; Sombatsompop, N. *J Macromol Sci Polym Phys* 2007, 46, 825.
10. Sombatsompop, N.; Wimolmala, E.; Sirisinha, C. *J Appl Polym Sci* 2008, 110, 2877.
11. Sombatsompop, N.; Wimolmala, E.; Markpin, T. *J Appl Polym Sci* 2007, 104, 3396.
12. Kantala, C.; Wimolmala, E.; Sirisinha, C.; Sombatsompop, N. *Polym Adv Tech* 2009, 20, 448.
13. Chovanцова, V.; Pekarovicova, A.; Fleming, P. D. *Hot Melt Inks for 3D Printing*, International Conference on Digital Fabrication Technologies: 2005, p 143.
14. Hurnik, H.; Gächter, R.; Müller, H. *Plastics Additives*; Hanser Publishers: New York, 1990.
15. Annicelli, R. A.; Dick, J. S. *Rubber Technology Compounding and Testing for Performance*; Hanser Publishers: Munich, 2001.
16. Lewis, C.; Buanga, R.; Kiattakornwong, S. *J Appl Polym Sci* 2003, 90, 3059.
17. Ansarifard, A.; Lim, M. P.; Nijhawan, R. *Int J Adhes Adhes* 2004, 24, 9.
18. Wypych, G. *Handbook of Fillers*; Chem Tec Publishing: Canada, 1999.
19. Guriva, K. C.; Tripathy, D. K. *J Appl Polym Sci* 1996, 62, 117.
20. Thomas, N. L.; Eastup, R. P.; Quirk, J. P. *Plast Rubb Compos Proc Appl* 1997, 26, 47.
21. Thongsang, S.; Sombatsompop, N.; Ansarifard, A. *Polym Adv Tech* 2008, 19, 1296.
22. Groover, M. P. *Fundamentals of Modern Manufacturing: Materials, Processes and Systems*; John Wiley & Sons: New York, p 39.



ตอบข้อคิดเห็นและข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ

สัญญาเลขที่ RDG5050094

โครงการ “ยางเขตอุตสาหกรรมชาติกับยางเอสบีอาร์สำหรับ
ผลิตภัณฑ์ยางปะเก็นและยางรองกันกระแทก: เสริมแรงโดยผงถ่าน ผงซิลิกา และผงขมดำ”

โดย ผศ. เอกชัย วิมลมาลา และคณะ

ลำดับที่	ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ	ตอบข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ
1.1	นักวิจัยยังไม่ได้แก้ไขข้อคิดเห็นและข้อเสนอแนะรายครั้งที่ 2 ของผู้ทรงคุณวุฒิอีกหลายส่วน โดยเฉพาะคุณภาพของรายงาน	คณะวิจัยฯ ทำการแก้ไขการใช้คำตามข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ ดังนี้ มอดูลัสที่การยืดตัว 200% (Tensile modulus at 200% elongation) แทนคำว่ามอดูลัสที่แรงดึง (Tensile modulus)
1.2	การเขียนรายงานการใช้คำทางเทคนิคโนโลยีายังไม่ได้แก้ไขทั้งหมดตามที่ผู้ชี้แจงมา ควรทบทวนทั้งหมด เช่น “Modulus” ปกติทั่วไปในอุตสาหกรรมยางใช้มอดูลัส ระบุเปอร์เซ็นต์การยืด เช่น Modulus ที่ 100% หรือ 300%	โปรดพิจารณาในหน้าที่ 67 และ 97 ของรายงานฉบับสมบูรณ์
1.3	การรายงานค่า Mooney Viscosity (MV) ของทั้ง NR และ SBR ที่ต่ำมาก แสดงว่า เป็นค่าที่ได้ผ่านการ Masticate แน่แน่นอน ดังนั้น จึงควรระบุ MV ของยางตอนเริ่มต้นก่อนการ Masticate	ค่า Mooney Viscosity (MV) ของ NR และ SBR เป็นค่าที่ได้ผ่านการ Masticate และผสมกับสารเคมียางแล้ว และคณะวิจัยฯ ได้ระบุ MV ของยางตอนเริ่มต้นก่อนการ Masticate ในรายงานฉบับสมบูรณ์ โปรดพิจารณาในหน้าที่ 40 และ 64
1.4	รายงานว่าค่าหลังการบ่มแรง สมบัติเชิงกลเพิ่มขึ้นน่าจะมีความหมายว่า ยาง Undercure	ผลของสมบัติเชิงกลของยางที่เพิ่มขึ้น เป็นค่าหลังจากการอบสุกยางที่มากกว่า 90% ตามที่วัดได้จากเครื่อง ODR โปรดพิจารณาในหน้าที่ 67 และ 100 ของรายงานฉบับสมบูรณ์



ลำดับที่	ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ	ตอบข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ
1.5	นักวิจัยมีการศึกษาอย่างเป็นระบบแต่มีบางเรื่องที่ยังขาดเคลื่อน ทำให้การแปลผลอภิปราย น่าจะไม่สอดคล้องกับทางวิชาการ โดยเฉพาะเรื่อง ค่า Compression set	ผลจากการวิจัย ค่า Compression set พบว่า ยางผสมเมื่อเติมสารเติมแต่งฟงเถ้าลอยมีค่าการคืนตัวเมื่อได้รับแรงอัดที่คิดว่าเป็นเมื่อเทียบกับยางผสมที่เติมผงซิลิกาและผงเขม่าดำ โปรดพิจารณาในตารางที่ 4.15 หน้าที่ 106 ของรายงานฉบับสมบูรณ์
1.6	หน้าที่ 50 ตารางที่ 3.3 และหน้าที่ 53 ตารางที่ 3.5 นักวิจัยเติม Zinc Oxide (ZnO) เป็นสารกระตุ้นปฏิกิริยานักวิจัยไม่ได้ระบุการเติมกรดเค็ยริคด้วยไม่ทราบว่าเติมลงไปด้วยหรือไม่	ในงานวิจัยนี้มีการเติมกรดเค็ยริคในยางทุกสูตร ซึ่งคณะวิจัยฯ ทำการแก้ไขเพิ่มเติมเรียบร้อยแล้ว โปรดพิจารณาในตารางที่ 3.3 หน้าที่ 50 และในตารางที่ 3.5 หน้าที่ 53 ของรายงานฉบับสมบูรณ์
1.7	หน้าที่ 65 ตารางที่ 4.3 ควรตรวจสอบค่า Mooney Viscosity (MV) ของ NR ที่ไม่เติมสารเติมแต่ง เท่ากับ 7.1 และ ค่า Mooney Viscosity (MV) ของยางผสม NR/SBR ที่ 1:1 และเติมผงซิลิกา 40 phr เท่ากับ 94.4	ค่า Mooney Viscosity (MV) ของ NR เป็นค่าที่ผ่านการ Masticate และผสมกับสารเคมียางแล้ว ส่วนข้อมูลค่า Mooney Viscosity (MV) ของยางผสม NR/SBR ที่ 1:1 ที่เติมผงซิลิกา 40 phr ที่มีค่าสูงมากนั้น อาจมีข้อผิดพลาดจากการทดลอง ดังนั้น นักวิจัยขอตั้งผลการทดลอง Mooney Viscosity เท่ากับ 94 ออก โปรดพิจารณาในหน้าที่ 65, 82 และ 84 ของรายงานฉบับสมบูรณ์
1.8	หน้าที่ 81 ตารางที่ 4.6 “รูปแบบยางเนื้อตัน” หมายความว่าอย่างไร และควรตรวจสอบค่า Mooney Viscosity (MV) ที่ ซิลิกา 40 phr ซึ่งรายงานไว้เท่ากับ 94 รวมทั้ง ค่าความแข็ง (Shore A) เท่ากับ 57 และค่าการสูญเสียเนื้อวัสดุในทุกรายการเติมซิลิกาเกรดการค้า	ยางเนื้อตันในงานวิจัยนี้นักวิจัยตีความหมายรวมถึง ยางที่ไม่ได้เติมสารทำให้เกิดฟองซึ่งคณะวิจัยฯ ทำการขยายความและระบุเพิ่มเติมในหน้าที่ 45, 62, 81-83 และ 85 ของรายงานฉบับสมบูรณ์ ส่วนค่าความแข็ง (Shore A) เท่ากับ 57 ข้อมูลถูกต้องแล้ว และค่าการสูญเสียเนื้อวัสดุของยางที่เติมซิลิกาเกรดการค้า คณะวิจัยฯ แก้ไขให้ถูกต้องแล้ว



ลำดับที่	ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ	ข้อเสนอนแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ
1.9	หน้าที่ 95 รูปที่ 4.32 นั้น ผงเขม่าค่า 40phr เป็นสารเติมแต่งโซหรือไม่มี	ในรูปที่ 4.32 มีการใช้สารเติมแต่งทั้ง 3 ชนิด คือ ผงถั่วลอย ผงซิลิกา และผงเขม่าค่าที่ 40phr โดยระบุเพิ่มเติมรายละเอียดในรูปแล้วไว้ในหน้าที่ 95 ของรายงานฉบับสมบูรณ์
1.10	หน้าที่ 82 ค่าความแข็งของฟองยาง ไม่น่าจะเป็น Shore A เพราะวิธีทดสอบมีต่างหาก	คณะวิจัยฯ ทำการทดสอบค่าความแข็งโดย Shore A เป็นวิธีที่เหมาะสมแล้วเนื่องจากชิ้นงานยางที่ขึ้นรูปไม่ได้มีความอ่อนมาก อีกทั้งที่ผิวของชิ้นงานมีลักษณะที่เรียบเชลล์ก็มีการเกิดเป็นฟองเฉพาะภายในชิ้นงานเท่านั้น
1.11	หน้าที่ 106 ตารางที่ 4.15 ต้องระบุว่า การเปลี่ยนแปลง After-Aging (%) นั้นเป็นค่า Max. หรือ Min. ด้วย ไม่งั้นนั้น จะไม่สื่อความหมายแต่อย่างใดและต้องตรวจจสอบหน่วยของการเปลี่ยนแปลงหลังการบ่มเร่งสภาวะด้วยความร้อนและการกระดอน การเค็งกลับ การยืดตัวที่จุดขาด เปอร์เซนต์การยืดตัว	คณะวิจัยฯ ได้ทำการเพิ่มเติมความหมายของเครื่องหมายในหมายเหตุด้านล่างตาราง โดยที่เครื่องหมาย (+) หมายถึง สมบัติของยางที่เพิ่มขึ้นหลังการบ่มเร่งสภาวะ และเครื่องหมาย (-) หมายถึง สมบัติของยางที่ลดลงหลังการบ่มเร่งสภาวะ
1.12	หน้าที่ 108 บรรทัดที่ 7 “พบว่ายางฟองน้ำมีสมบัติการคืนตัวเมื่อได้รับแรงอัด...” น่าจะเข้าใจความหมายผิด เพราะในตารางแสดงค่าสูงซึ่งเท่ากับไม่มี	โปรดพิจารณาในหน้าที่ 81-83 และ 107 ของรายงานฉบับสมบูรณ์ คณะวิจัยฯ หมายถึง ยางฟองน้ำที่เติมสารเติมแต่งแต่ละชนิด พบว่ายางผสมเมื่อเติมสารเติมแต่งผงถั่วลอยมีค่าสมบัติการคืนตัวเมื่อได้รับแรงอัดที่ต่ำกว่าเมื่อเทียบกับยางผสมที่เติมผงซิลิกาและผงเขม่าค่า
1.13	หน้าที่ 114 ตารางที่ 5.2 นั้นหมายความว่าผลการทดสอบจากห้องปฏิบัติการทดสอบทางกายภาพ ส่วนอุตสาหกรรมยาง สถาบันวิจัยยางมีเพียงรายการเดียว คือการทดสอบการกระดอนเท่านั้นใช่หรือไม่	โปรดพิจารณาในตารางที่ 4.5 หน้าที่ 106 และหน้าที่ 108 ของรายงานฉบับสมบูรณ์ ในตารางที่ 5.2 มีรายการที่ทดสอบจากส่วนอุตสาหกรรมยาง สถาบันวิจัยยางมีเพียงรายการเดียว คือการทดสอบการกระดอน



ลำดับที่	ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ	ข้อเสนอแนะของผู้ทรงคุณวุฒิ
1.14	การทดสอบสมบัติบางส่วนจากห้องปฏิบัติการภายนอกควรเอาใจใส่ผล การทดสอบที่ได้ และวิเคราะห์ว่าสมเหตุสมผลหรือไม่ก่อนดำเนินการต่อ และควรตรวจสอบในส่วนที่ดำเนินการเองว่า เตรียมตัวอย่างทดสอบ เหมาะสมหรือถูกต้องหรือไม่ เช่น ค่า Mooney Viscosity (MV)STR20 ต่ำ มาก และ Mooney Viscosity ยางผสมซิลิกา จาก 30 ไปเป็น 40phr แต่ Mooney Viscosity สูงขึ้นมาจาก 39 ไปเป็น 94 (หน้าที่ 42 ตารางที่ 4.3)	คณะวิจัยฯ รับผิดชอบไปพิจารณา
1.15	รายงานวิจัยควรเขียนให้เข้าใจง่ายเพราะงานทดลองครั้งนี้ไม่มีอะไร ซับซ้อนผสมสารตัวเดิมกับสารเกิดฟองแล้วทดสอบสมบัติถ้ามีภาพ โครงสร้างของยางฟองก็จะทำให้เข้าใจง่ายขึ้น หนึ่งผลงานนี้เป็นเพียงผล การทดลองสูตรผสมที่ไม่มีประเด็นวิจัยใหม่	จากการสืบค้นงานวิจัยที่มีพื้นฐานข้อมูลของการศึกษาทางฟองน้ำที่เติมสารเติมแต่ง โดยเฉพาะยางฟองน้ำจากยางผสมระหว่างยางธรรมชาติกับยางเอซีอีอาร์ที่เติม สารเติมแต่งผงถ่านลอย ยังไม่มีปรากฏ
1.16	หน้าบทคัดย่อหายไป	คณะวิจัยฯ ทำการเพิ่มเติมหน้าบทคัดย่อแล้ว
1.17	เอกสารอ้างอิงที่ระบุควรกำกับด้วยหน้าที่อ้างอิงด้วยทุกรายการมิฉะนั้น จะ ยากต่อการค้นคว้าต่อ เพราะหนังสือที่อ้างอิงบางเล่มมีจำนวนมาก	โปรดพิจารณาในหน้าที่ ช-ช ของรายงานฉบับสมบูรณ์ คณะวิจัยฯ ทำการเพิ่มเติมหน้าที่เอกสารอ้างอิงแล้ว โปรดพิจารณาในหน้าที่ 121-126 ของรายงานฉบับสมบูรณ์



