2916 E 05

ยางธรรมชาติเสริมแรงด้วยซิลิกาจากแกลบ

นางสาว ศุภรัตน์ นวลสุวรรณ์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาวัสดุศาสตร์
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ. 2538

ISBN 974-632-833-6

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

I16243456

NATURAL RUBBER REINFORCED WITH SILICA FROM RICE HUSK

Miss Supparat Nualsuwan

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Material Science

Graduate School

Chulalongkorn University

1995

ISBN 974-632-833-6

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ยางธรรมชาติเสริมแรงด้วยซิลิกาจากแกลบ
โดย	นางสาว ศุภรัตน์ นวลสุวรรณ์
ภาควิชา	วัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ. เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร.ไรน์ฮาร์ด คอนราดท์
	ดร. นุชนาฏ ณ ระนอง

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(รศ. ดร. สันติ ถุงสุวรรณ)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(รศ. ดร. วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา

(รศ. เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

(ดร. ไรน์ฮาร์ด คอนราดท์)

..... กรรมการ

(ผศ. ไพพรรณ สันติสุข)

..... กรรมการ

(ผศ. อรอุษา สรวารี)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

ศุภรัตน์ นวลสุวรรณ์ : ยางธรรมชาติเสริมแรงด้วยซิลิกาจากแกลบ (NATURAL RUBBER REINFORCED WITH SILICA FROM RICE HUSK) อ.ที่ปรึกษา : รศ. เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ดร. ไรน์ฮาร์ด คอนราดท์ และ ดร. นุชนาฏ ณ ระนอง, 105 หน้า. ISBN 974-632-833-6

เนื่องจากประเทศไทยสามารถปลูกยางพาราได้มากเป็นอันดับหนึ่งของโลก จึงควรมีการศึกษาเพื่อปรับปรุงสมบัติของยางพาราให้ดียิ่งขึ้น โดยได้มีการนำซิลิกาที่ผลิตได้จากการตกตะกอนมาใช้เป็นสารเสริมแรงในสารประกอบยางธรรมชาติที่ไม่ใช่สีดำ ซึ่งปัจจุบันนี้ได้มีผู้วิจัยเกี่ยวกับสังเคราะห์ซิลิกาจากแกลบ ทำให้ได้ซิลิกาที่มีราคาถูกกว่าซิลิกาที่ใช้กันทั่วไปในอุตสาหกรรมยาง การทดลองนี้จึงได้มีการนำซิลิกาที่ได้จากแกลบมาทดลองใช้เป็นสารเสริมแรงในสารประกอบยางธรรมชาติ

การวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อพัฒนาสมบัติของยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยซิลิกาจากแกลบ และด้วยราคาที่ถูกกว่าของซิลิกาจากแกลบ จึงเป็นการลดต้นทุนของผลิตภัณฑ์ยางที่เสริมแรงด้วยซิลิกาอีกด้วย การวิจัยนี้เริ่มจากการนำแกลบมาทำความสะอาด นำแกลบที่ได้ไปทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.4 โมลาร์ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง นำแกลบที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้เถ้าที่มีสีขาว ซึ่งมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบอยู่ถึง 99.6 เปอร์เซ็นต์ แล้วนำซิลิกาที่ได้ไปบดให้มีขนาดเล็กลงด้วยเครื่องบดแบบใช้กำลังลม หลังจากนั้นนำซิลิกาที่ผ่านการบดแล้วมาทดสอบสมบัติต่างๆ เทียบกับซิลิกาที่ใช้ทั่วไปในอุตสาหกรรมยาง (Hi-sil 255) พบว่าซิลิกาที่สังเคราะห์จากแกลบนอกจากมีเปอร์เซ็นต์ซิลิกาที่สูงกว่าแล้วยังมีเปอร์เซ็นต์ความชื้นต่ำกว่า Hi-sil 255 และสมบัติสำคัญอีกประการหนึ่งที่ดีกว่า Hi-sil 255 คือ พื้นที่ผิวจำเพาะ ซึ่งมีผลต่อสมบัติของสารประกอบยาง หลังจากนั้นนำซิลิกาที่สังเคราะห์จากแกลบที่ผ่านการบดแล้วมาใช้เป็นสารเสริมแรงในยางธรรมชาติ แล้วนำไปหาสมบัติของสารประกอบยางที่ได้ โดยเปรียบเทียบกับสูตรที่ไม่ใส่สารเสริมแรง สูตรที่ใส่ Hi-sil 255 เป็นสารเสริมแรง และสูตรที่ใส่เขม่าดำเป็นสารเสริมแรง

ผลการวิจัยพบว่าสูตรที่ใส่ซิลิกาจากแกลบมีสมบัติที่ดีกว่าสูตรที่ใส่ Hi-sil 255 หลายประการ ซึ่งส่งผลให้สารประกอบยางที่ใส่ซิลิกาจากแกลบมีสมบัติที่ดี คือ มีเวลาในการคงรูปเร็วกว่าสูตรที่ใส่ Hi-sil 255 มาก มีความต้านทานแรงดึงและความต้านทานต่อการฉีกขาดใกล้เคียงกับสูตรที่ใส่สารเสริมแรงสูตรอื่น ความต้านทานต่อการสึกหรอและการกระดอนดีมาก เป็นต้น ส่วนสมบัติที่ด้อยกว่าสารประกอบยางสูตรที่ใส่สารเสริมแรงสูตรอื่น คือ ความแข็ง ซึ่งสารประกอบยางที่เสริมแรงด้วยซิลิกาจากแกลบนี้เหมาะที่จะนำไปทำผลิตภัณฑ์ที่ต้องการสมบัติด้านอื่นนอกจากความแข็ง

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2538 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

##C626132: MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY
KEY WORD: COLLOIDAL SILICA / RICE HUSK / REINFORCING FILLER / NATURAL RUBBER
SUPPARAT NUALSUWAN : NATURAL RUBBER REINFORCED WITH SILICA FROM RICE HUSK. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SOAWAROJ CHUAYJULJIT, THESIS CO-ADVISOR : RIENHARD CONRADT, Ph.D. AND NUCHCHANAT NA-RANONG, Ph.D. 105 pp.
ISBN 974-632-833-6

Thailand is the world largest in natural rubber plantation. Hence, these should be studied to improve the properties of the rubber compound. Silica from rice husk is cheaper than precipitated silica generally used in rubber industry. Therefore, a study on addition of silica from rice husk to improve natural rubber properties was performed.

The rice husk was cleaned by water and treated with 0.4 M HCl for three hours. The treated rice husk was burnt at 600 °C for six hours. The ash is white and contains 99.6 % silica. The ash is ground by jet mill and tested for its properties and then compared with the commercial silica used in rubber industry (Hi-sil 255). It is found that the ash from rice husk has higher silica content and lower moisture content than Hi-sil 255. The rice ash also shows higher specific surface area. The rubber compound that mixed with rice husk ash is compared with rubber compounds without reinforcing agent, with Hi-sil 255 ,and with carbon black.

The results indicate that reinforcing with rice ash has several advantages over the other products. It has shorter curing time than Hi-sil 255. It also yields the same tear resistance and tensile strength as other treatments. The rubber reinforced with silica from rice husk has good abrasion resistance and good compression set. The weakness of this product is that it has lower hardness.

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยิสิ่งทอ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ปีการศึกษา 2538 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี โดยได้รับคำแนะนำปรึกษาทางด้านวิชาการ ได้รับความเอื้อเฟื้อสถานที่ อุปกรณ์ และสารเคมีต่างๆ ในการวิจัย และได้รับความช่วยเหลือแนะนำด้านการทดสอบสมบัติต่างๆ

ขอขอบคุณ รศ.เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการวิจัย ดร.ไรน์ฮาร์ด คอนราดท์ และ ดร.นุชนาฏ ณ ระนอง อาจารย์ที่ปรึกษาร่วมโครงการวิจัย ที่ช่วยเหลือแนะนำแนวทางในการวิจัย และให้ข้อมูลในการวิจัย

คุณวราภรณ์ ขจรไชยกุล คุณวิภา เศวตกนิษฐ์ คุณพลชิต บัวแก้ว เจ้าหน้าที่ของสถาบันวิจัยยางที่ให้คำปรึกษาแนะนำทางด้านวิชาการในด้านต่างๆ เกี่ยวกับยาง

สถาบันวิจัยยาง กรมวิชาการเกษตร ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้สถานที่ เครื่องมือ เครื่องทดสอบ วัตถุดิบและสารเคมีต่างๆ และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ทุกท่านของสถาบันที่ได้ให้ความช่วยเหลือเป็นอย่างดี

สำหรับทุนในการวิจัยเรื่องนี้ได้รับการสนับสนุนจากสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.)

นอกจากนี้ขอขอบคุณ บริษัท พีพีจี สยามซิลิกา จำกัด โดยคุณเกษรา เลาหพิสิฐพาณิชย์ ที่ให้ความช่วยเหลือและแนะนำในการเข้าชมกระบวนการผลิตซิลิกาโดยการตกตะกอนของบริษัท

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ของภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกท่านที่ได้ให้ความร่วมมือเป็นอย่างดีในด้านต่างๆ

(ศุภรัตน์ นวลสุวรรณ์)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย) iv

บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ) v

กิตติกรรมประกาศ vi

สารบัญ vii

สารบัญตาราง x

สารบัญรูป xi

บทที่

1 บทนำ 1

2 ข้อมูลเบื้องต้นทางวิชาการ 5

2.1 ยางธรรมชาติ 5

2.2 สารตัวเติมสำหรับยาง 12

2.2.1 สารทำให้ยางคงรูปหรือสารวัลคาไนซ์ 14

2.2.2 สารเร่งปฏิกิริยาการคงรูป 18

2.2.3 สารกระตุ้นปฏิกิริยาการคงรูป 22

2.2.4 สารตัวเติม 23

2.2.4.1 เขม่าดำ 25

2.2.4.2 ซิลิกา 29

2.2.5 สารช่วยในการแปรรูป 33

2.2.6 สารต้านทานยางเสื่อมสภาพ 34

2.3 ซิลิกาจากแกลบ 35

2.3.1 องค์ประกอบของแกลบ 36

2.3.2 สมบัติทางเคมีของซิลิกา 37

2.3.3 การผลิตซิลิกาจากแกลบ 38

หน้า

บทที่

2.4 กระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์ยาง 39
2.4.1 การผสมยางกับสารเคมี 40
2.4.2 การขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์ 44
2.4.3 การทำให้ยางคงรูป 44
2.5 การทดสอบการแปรรูปและการคงรูป 46
2.5.1 Mooney viscometer 46
2.5.2 Monsanto Oscillating Disk Rheometer (ODR) 47
2.6 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของยางคงรูป 49
2.6.1 ความต้านทานแรงดึง 49
2.6.2 ความต้านทานต่อการสึกหรอ 49
2.6.3 ความต้านทานต่อการฉีกขาด 50
2.6.4 ความแข็ง 51
2.6.5 การกระดอน 51
2.6.6 การคืนตัว 52
2.6.7 การบ่มเร่งด้วยความร้อน 52
3 การทดลอง 54
3.1 การเตรียมซิลิกา 54
3.2 การเตรียมสารประกอบยางและชิ้นงาน 57
3.3 การทดสอบสมบัติของสารประกอบยาง 65
4 ผลการทดลอง 70
4.1 สมบัติของซิลิกาจากแกลบ 70
4.1.1 การกระจายขนาดอนุภาค 71
4.1.2 ลักษณะของอนุภาคของซิลิกาจากแกลบและ Hi-sil 255 72
4.2 ความหนืดและเวลาในการคงรูปของสารประกอบยาง 73
4.3 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของชิ้นงาน 75
4.3.1 ความต้านทานแรงดึง 75
4.3.2 ความต้านทานต่อการสึกหรอ 77
4.3.3 ความต้านทานต่อการฉีกขาด 78
4.3.4 ความแข็ง 79
4.3.5 การกระดอน 80

หน้า

บทที่

4.3.6 การคืนตัว 82
5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ 83
รายการอ้างอิง 85
ภาคผนวก 87
ประวัติผู้วิจัย 93

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 1.1 พื้นที่เพาะปลูกและผลผลิตข้าวในประเทศไทย 1
ตารางที่ 1.2 ผลผลิตยางธรรมชาติของโลก 3
ตารางที่ 2.1 คุณภาพของยางแท่ง ทีทีอาร์ ชนิดต่างๆ 10
ตารางที่ 2.2 ประเภทของยางชนิดต่างๆ ในทางการค้า 11
ตารางที่ 2.3 สูตรพื้นฐานทั่วไปของผลิตภัณฑ์ยาง 13
ตารางที่ 2.4 สมบัติทางกายภาพของยางเมื่อปริมาณการเชื่อมโยงเพิ่มขึ้น 16
ตารางที่ 2.5 ลักษณะของยางเมื่อใส่กำมะถันในปริมาณที่ไม่เท่ากัน 17
ตารางที่ 2.6 ผลของขนาดอนุภาคและโครงสร้างของเขม่าดำต่อสมบัติของยาง 28
ตารางที่ 2.7 ผลของปริมาณซิลิกาต่อความหนืดยาง 31
ตารางที่ 2.8 องค์ประกอบหลักของแกลบ 36
ตารางที่ 2.9 องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าจากพืชชนิดต่างๆ 39
ตารางที่ 3.1 สูตรสารประกอบยางที่ใช้ในการวิจัย 58
ตารางที่ 3.2 น้ำหนักของวัตถุดิบต่างๆ ที่ใช้ในแต่ละสูตร 59
ตารางที่ 3.3 สูตรที่ 4 ที่ใช้ยางผสมเขม่าดำแล้ว 60
ตารางที่ 4.1 สมบัติของซิลิกาจากแกลบและซิลิกาที่ใช้ในทางการค้า (Hi-sil 255) 70
ตารางที่ 4.2 ค่า Mooney viscosity ของสารประกอบยาง 73
ตารางที่ 4.3 เวลาคงรูปก่อนกำหนดของสารประกอบยาง 74
ตารางที่ 4.4 เวลาในการคงรูปโดยเฉลี่ยของสารประกอบยาง 74
ตารางที่ 4.5 ค่าความต้านทานแรงดึงของสารประกอบยาง 75
ตารางที่ 4.6 Elongation at break 75
ตารางที่ 4.7 ค่ามอดุลัสของสารประกอบยาง 76
ตารางที่ 4.8 ค่า SD ของมอดุลัสของสารประกอบยาง 77
ตารางที่ 4.9 ปริมาตรที่หายไปของสารประกอบยางหลังการทดสอบความต้านทานต่อการสึกหรอ 78
ตารางที่ 4.10 ค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดโดยเฉลี่ยของสารประกอบยาง 79
ตารางที่ 4.11 ค่าความแข็งโดยเฉลี่ยของสารประกอบยาง (Shore A) 80
ตารางที่ 4.12 การกระดอนเฉลี่ยของสารประกอบยาง 81
ตารางที่ 4.13 การคืนตัวของสารประกอบยาง 82

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 1.1 การดูดซึมและการสะสมซิลิกาของต้นข้าว 2
รูปที่ 2.1 การเชื่อมโยงโมเลกุลของยางด้วยกำมะถัน 15
รูปที่ 2.2 อิทธิพลของปริมาณกำมะถันต่อความต้านทานแรงดึงและการยืดออกจนขาด 15
รูปที่ 2.3 สมบัติที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อปริมาณของการเชื่อมโยงเพิ่มขึ้น 16
รูปที่ 2.4 โครงสร้างของกำมะถัน rhombic 17
รูปที่ 2.5 อิทธิพลของสารเร่งชนิดต่างๆ ที่ใช้ในการคงรูปยาง 20
รูปที่ 2.6 การกระตุ้นการทำงานของสารเร่งด้วยสารเร่งที่คงรูปช้ากว่า 21
รูปที่ 2.7 ผลของซิลิกาต่อความต้านทานแรงดึง 32
รูปที่ 2.8 ผลของซิลิกาต่อมอดุลัส 32
รูปที่ 2.9 ผลของซิลิกาต่อความต้านทานการฉีกขาด 32
รูปที่ 2.10 ผลของซิลิกาต่อความต้านทานการสึกหรอ 32
รูปที่ 2.11 ผลของซิลิกาต่อการกระดอนของยาง 33
รูปที่ 2.12 การเกิดการรวมกลุ่มของอนุภาคคอลลอยดอลซิลิกา 37
รูปที่ 2.13 ผลของประจุของอนุภาคซิลิกาที่เป็นคอลลอยด์ต่อ pH 38
รูปที่ 2.14 ส่วนประกอบภายในของเครื่อง Banbury mixer 40
รูปที่ 2.15 เครื่องบดผสมแบบสองลูกกลิ้ง 43
รูปที่ 2.16 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องอัดไฮดรอลิก 45
รูปที่ 2.17 โรเตอร์และช่องใส่ยางของเครื่อง Mooney viscometer 46
รูปที่ 2.18 Oscillating disk rheometer 47
รูปที่ 2.19 ลักษณะกราฟที่ได้จากเครื่อง ODR 48
รูปที่ 2.20 ลักษณะของกราฟการคงรูปแบบต่างๆ 49
รูปที่ 2.21 เครื่อง DIN abrader ตาม DIN 53516 50
รูปที่ 2.22 ชิ้นทดสอบหาความต้านทานต่อการฉีกขาดแบบต่างๆ 50
รูปที่ 2.23 เครื่องทดสอบการกระดอน 51
รูปที่ 2.24 เครื่องทดสอบการคืนตัวโดย method B 52
รูปที่ 3.1 เครื่องทำความสะอาดแกลบ 54
รูปที่ 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาระหว่างแกลบและสารละลายกรด 55

หน้า

รูปที่ 3.3 เตาที่ใช้ในการเผาแกลบ 56
รูปที่ 3.4 เครื่อง Jet mill 56
รูปที่ 3.5 เครื่องบดผสมยางแบบปิด 61
รูปที่ 3.6 เครื่องบดผสมแบบเปิด 62
รูปที่ 3.7 เครื่อง rheometer 63
รูปที่ 3.8 Mooney viscometer 64
รูปที่ 3.9 เครื่องมือที่ใช้ในการคงรูป 65
รูปที่ 3.10 เครื่องตัดตัวอย่างยางแบบใช้กำลังลม 65
รูปที่ 3.11 เครื่องทดสอบความต้านทานแรงดึง 66
รูปที่ 3.12 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อการสึกหรอ 66
รูปที่ 3.13 เครื่องทดสอบความต้านทานต่อการฉีกขาด 67
รูปที่ 3.14 เครื่องทดสอบความแข็ง 68
รูปที่ 3.15 เครื่องทดสอบการกระดอน 68
รูปที่ 3.16 เครื่องทดสอบการคืนตัว 69
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงการกระจายขนาดอนุภาคของซิลิกาจากแกลบและ Hi-sil 255 71
รูปที่ 4.2 ลักษณะของซิลิกาจากแกลบที่ได้จากเครื่อง SEM 72
รูปที่ 4.3 ลักษณะของ Hi-sil 255 จากเครื่อง SEM 72
รูปที่ 4.4 ความต้านทานแรงดึงของสารประกอบยาง 76
รูปที่ 4.5 Elongation at break 77
รูปที่ 4.6 ความต้านทานต่อการสึกหรอของสารประกอบยาง 78
รูปที่ 4.7 ความต้านทานต่อการฉีกขาดของสารประกอบยาง 79
รูปที่ 4.8 ความแข็งของสารประกอบยาง 80
รูปที่ 4.9 การกระดอนของสารประกอบยาง 81
รูปที่ 4.10 การคืนตัวของสารประกอบยาง 82