



## รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

ต้นแบบท่อน้ำหยดสำหรับการเกษตรจากยางธรรมชาติเบลนด์กับยางรีไซเคิล  
Prototype of dripping hose for agriculture based on Natural Rubber  
and recycled rubber blends

ผศ.ดร.ณัฐณี โล่ห์พัฒนานนท์

รศ.อาชีชัน แกสมาน

ดร.ชิตีไชยิตะห์ สายวารี

มอ  
S1892  
36  
557

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนจากงบประมาณแผ่นดิน

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ประจำปีงบประมาณ 2557

รหัสโครงการ SAT570516

## สารบัญ

1. ชื่อชุดโครงการ.....	1
2. ชื่อโครงการวิจัย.....	1
3. คณะนักวิจัย.....	1
4. กิตติกรรมประกาศ.....	2
5. บทคัดย่อภาษาไทยและภาษาอังกฤษ.....	3
6. บทสรุปผู้บริหาร.....	4
7. ภาคผนวก.....	13

### 1. ชื่อชุดโครงการ ----

### 2. ชื่อโครงการวิจัย

(ภาษาไทย) ต้นแบบท่อน้ำหยดสำหรับการเกษตรจากยางธรรมชาติเบลนด์กับยางรีไซเคิล

(ภาษาอังกฤษ) Prototype of dripping hose for agriculture based on Natural Rubber and recycled rubber blends

### 3. คณะนักวิจัย

#### หัวหน้าโครงการวิจัย

ชื่อ - นามสกุล ผู้ช่วยศาสตราจารย์ดร.ณัฐินี โล่ห์พัฒนานนท์

หน่วยงาน : ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

ที่อยู่ 181 ถนนเจริญประดิษฐ์ อำเภอเมือง จังหวัดปัตตานี 94000

โทรศัพท์ 073-312213, 073 313928-45 ต่อ 1862

โทรสาร 073-331099

E-mail natinee.l@psu.ac.th

#### ผู้ร่วมโครงการวิจัย

ชื่อ - นามสกุล ดร.ชิตีไชยิดะห์ สายวารี

หน่วยงาน : ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี

ที่อยู่ 181 ถนนเจริญประดิษฐ์ อำเภอเมือง จังหวัดปัตตานี 94000

โทรศัพท์ 073-312213, 073 313928-45 ต่อ 1866

โทรสาร 073-331099

E-mail sitisaiyidah.s@psu.ac.th

ชื่อ - นามสกุล รองศาสตราจารย์อาซีซัน แกสมาน  
หน่วยงาน : ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี  
ที่อยู่ 181 ถนนเจริญประดิษฐ์ อำเภอเมือง จังหวัดปัตตานี 94000  
โทรศัพท์ 073-312213, 073 313930-50 ต่อ 1866  
โทรสาร 073-331099  
E-mail azizon.k@psu.ac.th

#### 4. กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากงบประมาณแผ่นดิน (งบประมาณตามยุทธศาสตร์รัฐบาล) ประจำปีงบประมาณ 2557 มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ สัญญาเลขที่ SAT 570516S ขอขอบคุณสำหรับงบประมาณสนับสนุนงานวิจัยและการเผยแพร่ผลงาน และขอขอบคุณห้องปฏิบัติการเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่อนุญาตให้คณะวิจัยดำเนินการทดลองและวิจัย พร้อมทั้งเจ้าหน้าที่เทคนิค ภาควิชาทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในการทำวิจัยครั้งนี้

## 5. บทคัดย่อภาษาไทยและภาษาอังกฤษ

จากการศึกษาต้นแบบท่อน้ำสำหรับการเกษตรจากยางธรรมชาติเบลนด์กับยางรีไซเคิล โดยทำการศึกษาอิทธิพลของปริมาณยางดีวัลคาไนซ์ ปริมาณสารตัวเติมเขม่าดำ ปริมาณสารวัลคาไนซ์ ปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปต่อสมบัติการวัลคาไนซ์ สมบัติการแปรรูป สมบัติเชิงกล สมบัติการคืนตัวหลังการกด การผสมคอมพาวด์ของยางธรรมกับยางดีวัลคาไนซ์ในปริมาณ 60 และ 40 ส่วนโดยน้ำหนัก ให้สมบัติของยางเบลนด์ที่ดีการใช้ปริมาณเขม่าดำ 60 phr และกำมะถันปริมาณ 2 phr จะให้สมบัติเชิงกลที่ดี ทั้งค่าความต้านทานต่อแรงดึง ระยะยืด ณ จุดขาดที่ดีและมีค่าการคืนตัวหลังการกดที่ดี อย่างไรก็ตาม การใช้ปริมาณน้ำมันเพิ่มขึ้นจะให้สมบัติเชิงกลของยางเบลนด์ด้อยลง จากการศึกษาทำให้สามารถออกแบบสูตรยางที่เหมาะสมสำหรับการทำท่อน้ำหยด จากนั้นออกแบบหัวตายและทำการประกอบหัวตายที่ออกแบบเข้ากับเครื่องเอกทрудเดอร์ ทำการขึ้นรูปยางท่อน้ำหยดจากสูตรยางที่ออกแบบและเครื่องจักรต้นแบบ พบว่าได้อย่างท่ที่มีผิวเรียบ ขนาดสม่ำเสมอ ไม่มีฟองอากาศขังในเนื้อและผิวยาง และมีการบวมพองที่หัวตายต่ำ

Prototype of dripping hose for agriculture based on natural rubber (NR) and recycled rubber (RR) blends was studied. The influences of amount of de-vulcanized rubber, carbon black, vulcanizing agent, and processing oil on processability, mechanical properties and set properties of the blends were investigated. By mixing NR and RR in composition of 60/40 wt%, 60 phr (Parts per hundred parts of rubber) of carbon black, and 2 phr of sulphur, the blends show the acceptable tensile strength, elongation at break and compression set. However, increasing amount of processing oil resulted in a decrease of the blend mechanical properties. Based on this study, the compounding recipes were finally obtained to achieve the suitable formulation for the dripping hose. A die shape and structure were also designed and composed to the extruder. The dripping hose from the designed compounding formulation and the die was then shaped. The NR/RR rubber blend-based hose showed a very low die swell with a smooth surface and uniform dimension and no bubbles at both inner and surface of the rubber hose.

## 6. บทสรุปผู้บริหาร

### 6.1 บทนำ

ระบบน้ำหยด เป็นเทคโนโลยีการชลประทานเพื่อนำน้ำแก่พืชที่มีประสิทธิภาพวิธีหนึ่ง โดยการส่งน้ำผ่านระบบท่อและปล่อยน้ำออกทางหัวน้ำหยด ซึ่งติดตั้งไว้บริเวณโคนต้นพืช น้ำจะหยดซึมลงมาบริเวณรากอย่างช้าๆและสม่ำเสมอในอัตราเร็วและแรงดันที่กำหนดได้ขึ้นอยู่กับชนิดพืชและลักษณะดิน ทำให้ดินมีความชื้นพอเหมาะในระดับที่พืชแต่ละชนิดต้องการ ส่งผลให้พืชเจริญเติบโตอย่างมีประสิทธิภาพ ซึ่งระบบนี้ได้รับความนิยมและใช้กันอย่างแพร่หลายทั่วโลกมานานหลายสิบปีแล้ว แต่สำหรับเกษตรกรไทยนั้นระบบน้ำหยดยังถือว่าเป็นเรื่องใหม่และมีข้อจำกัดหลายประการ เนื่องจากอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องในระบบน้ำหยดยังต้องนำเข้าจากต่างประเทศ ทำให้มีต้นทุนสูงในการติดตั้งและใช้งานระบบดังกล่าว

ท่อน้ำในระบบท่อน้ำหยดที่ใช้งานโดยทั่วไปนั้นผลิตจากวัสดุพอลิเมอร์สังเคราะห์ เช่น พอลิเอทิลีน (Polyethylene, PE) พอลิไวนิลคลอไรด์ (Polyvinyl chloride, PVC) ซึ่งแปรรูปมาจากวัตถุดิบที่ได้จากน้ำมันหรืออุตสาหกรรมปิโตรเคมี ในปัจจุบันมีกระแสการลดการใช้พอลิเมอร์สังเคราะห์ดังกล่าวนี้เนื่องจากเป็นทรัพยากรที่ใช้แล้วหมดไป ไม่สามารถสร้างใหม่ทดแทนได้ อีกทั้งในกระบวนการผลิตมีการใช้พลังงานสูงทำให้ปล่อยมลภาวะสู่สิ่งแวดล้อม จึงทำให้เริ่มมีการกีดกันในการใช้งานของพอลิเมอร์เหล่านี้บางชนิด เช่น พอลิไวนิลคลอไรด์ เป็นต้น ดังนั้นการศึกษาวจัยค้นหาวสดุใหม่ โดยเฉพาะจากแหล่งทรัพยากรที่ยั่งยืนสามารถปลูกใหม่ทดแทนได้ (Sustainable resources) เช่น ยางธรรมชาติ เพื่อใช้แทนที่วัสดุพอลิเมอร์สังเคราะห์ดังกล่าวในการทำผลิตภัณฑ์ชนิดต่างๆ ในทุกอุตสาหกรรมยางและพอลิเมอร์จึงเป็นสิ่งสำคัญอย่างยิ่ง

งานวิจัยนี้จึงสนใจการพัฒนาผลิตภัณฑ์ท่อน้ำหยดจากยางธรรมชาติ โดยเน้นการใช้ยางธรรมชาติเป็นองค์ประกอบหลักและเสริมความแข็งแรงโดยการใช้สารตัวเติม ในการศึกษาอยู่นอกจากเพื่อมุ่งพัฒนาวัสดุใหม่จากยางธรรมชาติที่มีสมบัติที่เทียบเท่าหรือดีกว่าวัสดุที่ใช้อยู่เดิมแล้ว ยังทำการศึกษาเพื่อพัฒนาวัสดุจากยางธรรมชาติที่มีราคาต่ำ เพื่อให้สามารถนำไปใช้งานได้จริงสำหรับเกษตรกรทุกระดับและการเกษตรทั้งขนาดใหญ่และขนาดเล็ก โดยการศึกษาและพัฒนาจากท่อจากยางเบลนด์ของยางธรรมชาติกับยางรีไซเคิล ศึกษาอิทธิพลของปริมาณยางรีไซเคิลต่อสมบัติของยางเบลนด์ อีกทั้งมีการปรับปรุงสูตรยางให้มีสมบัติทางกายภาพที่ดีและเหมาะสมสำหรับผลิตภัณฑ์ท่อน้ำหยด โดยการศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารตัวเติมเขม่าดำและน้ำมันช่วยการแปรรูป และสารวัลคาไนซ์

## 6.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อเตรียมท่อน้ำหยดจากยางธรรมชาติ และยางธรรมชาติเบลนด์กับยางรีไซเคิล
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของปัจจัยต่างๆ เช่น อัตราส่วนการเบลนด์ ปริมาณสารตัวเติม ปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูป ปริมาณสารวัลคาไนซ์ เป็นต้น ต่อสมบัติเชิงกล สมบัติพลวัตเชิงกล สมบัติทางเคมี และสมบัติเชิงความร้อนของท่อน้ำหยดที่เตรียมได้

## 6.3 สรุป

### 6.3.1 สูตรการผลิตท่อน้ำหยดที่เหมาะสม

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการการศึกษาต้นแบบท่อน้ำสำหรับการเกษตรจากยางธรรมชาติเบลนด์กับยางรีไซเคิล โดยทำการศึกษาอิทธิพลของปริมาณยางดีวัลคาไนซ์โดยการแปรปริมาณยางรีไซเคิล ดังนี้คือ 20, 40, 60, 80 และ 100 phr ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารตัวเติมเขม่าดำ โดยการแปรปริมาณสารตัวเติม ดังนี้คือ 60, 70, 80, 90 และ 100 phr ศึกษาอิทธิพลของปริมาณสารวัลคาไนซ์ โดยการแปรปริมาณสารกำมะถันซึ่งใช้เป็นวัลคาไนซ์ ดังนี้คือ 2.0, 3.0, 4.0 และ 5.0 phr และศึกษาอิทธิพลของปริมาณน้ำมันช่วยแปรรูปโดยการแปรปริมาณน้ำมัน Treated distillate aromatic, TDAE oil ดังนี้คือ 0, 20, 40, 60 80 และ 100 phr

ผลการศึกษาอิทธิพลของปัจจัยดังกล่าวต่อสมบัติของยางเบลนด์ที่เตรียมได้ สรุปได้ว่ายางเบลนด์ของยางธรรมกับยางดีวัลคาไนซ์ในปริมาณ 60 และ 40 ส่วนโดยน้ำหนัก ให้สมบัติของยางเบลนด์ที่ดี จากนั้นทำการแปรปริมาณเขม่าดำลงไป ในคอมปาวด์ยางธรรมชาติ พบว่าการใช้ปริมาณเขม่าดำ 60 phr จะให้สมบัติเชิงกล ทั้งค่าความต้านทานต่อแรงดึง ระยะยืด ณ จุดขาดที่ดีและมีค่าการคืนตัวหลังการกดที่ดี และเมื่อทำการศึกษาปริมาณสารวัลคาไนซ์กำมะถัน พบว่าการใช้กำมะถันปริมาณ 2 phr ส่งผลให้ยางเบลนด์มีสมบัติเชิงกลดีที่สุด แม้ระยะยืด ณ จุดขาดลดลง เมื่อได้ปริมาณสารวัลคาไนซ์กำมะถันที่เหมาะสมแล้ว จึงศึกษาปริมาณน้ำมันต่อสมบัติของยางเบลนด์ พบว่าการใช้ปริมาณน้ำมันเพิ่มขึ้นจะให้สมบัติความต้านทานต่อแรงดึงลดลง โดยสมบัติเชิงกลโดยรวมอยู่ในเกณฑ์ที่ดี และได้สูตรยางเบลนด์ที่เหมาะสมสำหรับการผลิตยางท่อน้ำหยดและสมบัติของยางเบลนด์ดังกล่าวแสดงดังตารางที่ 1 และ 2

ตารางที่ 1 สูตรยางเบลดระหว่างคอมปาวด์ยางธรรมชาติและยางดีวัลคาไนซ์ที่ใช้ในการผลิตยางท่อน้ำหยด

สารเคมี	ปริมาณ (phr)
ยางธรรมชาติ (Natural Rubber, STR20)	60
ยางดีวัลคาไนซ์ (De-vulcanized Rubber)	40
ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)	5
เขม่าดำ(N-550)	60
เคลย์ (Clay)	70
น้ำมันอะโรมาติก (TDAE Oil)	10
สารป้องกันการเสื่อม TMQ	2
สารป้องกันการเสื่อม Wax	5
สารตัวเร่ง (TBBS)	2.2
กำมะถัน (Sulfur)	2



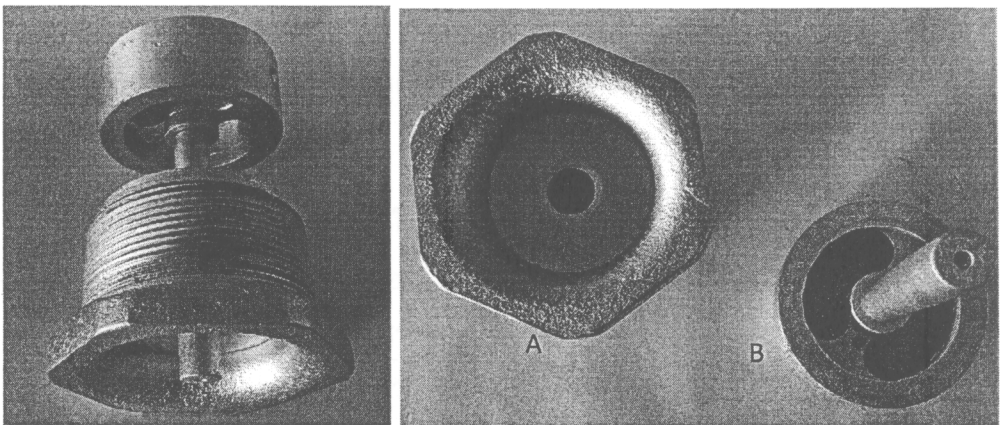
ตารางที่ 2 สมบัติที่ได้จากการศึกษาสูตรยางเบลดระหว่างคอมปาวด์ยางธรรมชาติและยางดีวัลคาไนซ์

สมบัติการวัลคาไนซ์, ที่ 160 องศาเซลเซียส	
Ts <sub>1</sub>	1.03
Tc <sub>90</sub>	3.30
M <sub>L</sub>	3.36
M <sub>H</sub>	23.26
M <sub>H</sub> -M <sub>L</sub>	19.9
สมบัติก่อนการวัลคาไนซ์	
Plasticity	18
ML 1+4, 100°C	32
สมบัติหลังวัลคาไนซ์	
100% Modulus (MPa)	1.99 ± 0.04
300% Modulus (MPa)	5.84 ± 0.11
Tensile Properties (MPa)	6.66 ± 0.11
Elongation at break (%)	341.60 ± 8.03
Hardness (Shore A)	56.67 ± 0.58
Tear Strength (N/mm)	8.41 ± 0.23
สมบัติหลังการบ่มแรงที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส 3 วัน	
100% Modulus (MPa)	2.97 ± 0.07
300% Modulus (MPa)	-
Tensile Properties (MPa)	7.38 ± 0.07
Elongation at break (%)	261.47 ± 3.00
สมบัติการคืนตัวหลังการกด (%)	
Compression Set(70 องศาเซลเซียส 3 วัน)	38.30 ± 2.22

จากนั้นนำสูตรที่แสดงไว้ตามตารางที่ 1 ไปพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ท่อน้ำหยดโดยใช้กระบวนการเอกทрудจากชุดเครื่องจักรต้นแบบการผลิตท่อน้ำหยดที่ได้ออกแบบขึ้น ดังการสรุปในหัวข้อ 6.3.2

### 6.3.2 การผลิตท่อน้ำหยด

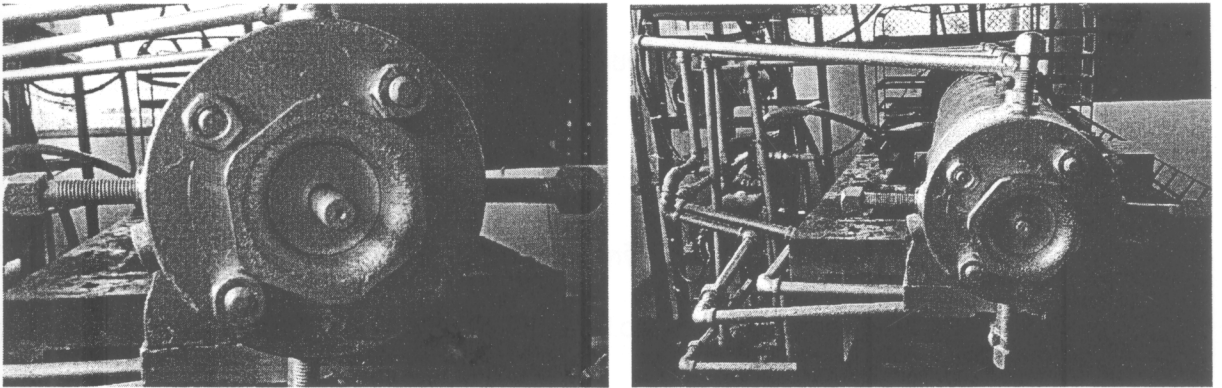
ในการผลิตท่อน้ำหยดโดยใช้กระบวนการเอกทрудและได้มีการออกแบบหัวตายเพื่อใช้ในการเอกทрудท่อน้ำหยดตามที่แสดงในรูปที่ 1-3



รูปที่ 1 หัวตายสำหรับการผลิตท่อน้ำหยดจากยางธรรมชาติเบลนด์กับยางรีไซเคิล

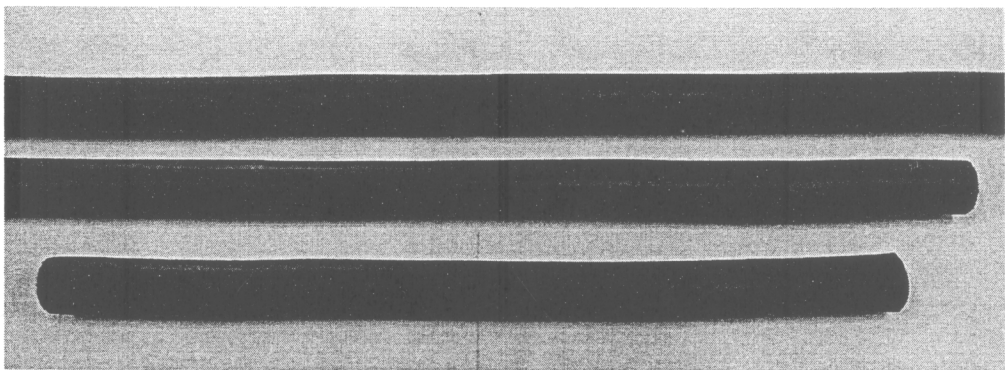
หัวตายที่ออกแบบสำหรับการผลิตท่อน้ำหยดดังกล่าวนี้ ประกอบด้วยตายสองส่วน คือ ส่วนแรก (A) เป็นตายกลมกลวงมีเส้นผ่านศูนย์กลางคงที่ ซึ่งออกแบบให้มีขนาดเท่ากับเส้นผ่านศูนย์กลางท่อน้ำหยดเมื่อวัดจากด้านนอกสุดของขนาดท่อน้ำหยด ส่วนที่สอง (B) เป็นตายทรงกระบอกตันมีขนาดเท่ากับเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของท่อน้ำหยด ซึ่งออกแบบให้กลายเป็นสกรูที่สามารถปรับระยะสกรูเข้าออกได้ การประกอบชุดหัวตาย ทำได้โดยการสวมตาย B เข้าบริเวณกึ่งกลางส่วนกลวงของหัวตาย A ซึ่งจะทำให้เกิดช่องว่างระหว่างตาย A และ ตาย B เป็นส่วนที่ทำให้ยางไหลออกจากเครื่องเอกทруд การปรับระยะสกรูของตาย B ทำให้เกิดช่องว่างเพิ่มขึ้นหรือลดลงได้ ทำให้สามารถปรับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของท่อน้ำหยดได้ตามต้องการ

เมื่อประกอบหัวตายดังกล่าวกับเครื่องเอกทрудได้เครื่องจักรต้นแบบสำหรับการขึ้นรูปท่อน้ำหยดแสดงดังรูปที่ 2



รูปที่ 2 หัวตายที่ประกอบเข้ากับเครื่องเอกทрудและเครื่องจักรต้นแบบสำหรับการขึ้นรูปท่อน้ำหยด

เมื่อนำยางและสารเคมีต่างๆ ตามที่แสดงในตารางที่ 1 ไปขึ้นรูปท่อน้ำหยดด้วยเครื่องจักรต้นแบบสำหรับการผลิตท่อน้ำหยดที่แสดงในรูปที่ 2 ได้ท่อน้ำหยดที่มีลักษณะผิวเรียบสม่ำเสมอดังแสดงในตามรูปที่ 3 การขึ้นรูปท่อน้ำหยดดังกล่าวนี้ ทำได้ง่ายโดยการป้อนยางคอมพาวด์แบบเย็น (Cold feed extruder) ได้ท่อน้ำหยดที่มีขนาดสม่ำเสมอ ผิวเรียบ ไม่มีฟองอากาศขังภายในเนื้อยาง และมีร้อยละการบวมพองที่หัวตายต่ำ คือ มีร้อยละการบวมพองที่หัวตาย เพียง 7% เท่านั้น



รูปที่ 3 ท่อน้ำหยดจากยางธรรมชาติเบลนด์กับยางรีไซเคิล

### 6.3.3 ข้อคิดเห็นและข้อเสนอแนะสำหรับการวิจัยต่อไป

-ศึกษาวิจัยเพิ่มเติมและหาวิธีการพัฒนาการผลิตท่อน้ำหยดจากยางธรรมชาติรีไซเคิล ที่ลดต้นทุนและมีศักยภาพในการพัฒนาเชิงพาณิชย์ต่อไป

### 6.4 เอกสารอ้างอิง

กรมวิชาการเกษตร จาก <http://www.doae.go.th/> (พฤศจิกายน 2556)

บริษัท รุจิริ คอร์ปอเรชั่น จาก <http://www.sprinklethai.com/> (พฤศจิกายน 2556)

- Adhikari, B., De, D. and Maiti, S. Reclamation and recycling of waste rubber. *Progress in Polymer Science*. 25, 909-948 (2000)
- Beckman, J.A., Crane, G., Kay E.I. and Laman.Scap tire disposal. *Rubber Chemistry and Technology*.47, 597-624 (1974)
- Dijkhuis, K. A. J., Babu, I., Lupulissa, J. S., Noordermeer, J. W. M. and Dierkes, W. K. A mechanistic approach to EPDM devulcanization. Presented at the Fall Rubber Division, American Chemical Society (ACS) Meeting, Cleveland. October, 2007
- Flory P.J. and Rehner J. Statistical mechanics of cross-linked polymer networks II. Swelling. *Journal of Chemical Physics*, 11(11), 521-526 (1943)
- Fujumoto K., Nishi T. and Okamoto T.Devulcanisation of NR based latex products for tyre applications. *International Polymer Science and Technology*, 8(8), T/30 (1981).
- Fukahori, Y. New progress in the theory and model of carbon black reinforcement of elastomers.*Journal of Applied Polymer Science*. 95, 60-67. (2005)
- Gomes, V.G. Presented at India Rubber Expo, IRE09, Kolkata, India. January, 2009.
- Grigoryeva, O., Fainleib, A., Starostenko, O., Danilenko, I., Kozak, N. and Dudarenko, G. Ground tire rubber (GTR) reclamation: virgin rubber/reclaimed GTR (RE)vulcanizates. *Rubber Chemistry and Technology*. 77, 131-146 (2004)
- Hader R. N. and le Beau D. S. Rubber reclaiming.*Industrial and Engineering Chemistry*, 43(2), 250-263 (1951).

- Horikx M. M. Chain scission in a polymer network. *Journal of Polymer Science*, 19, 445-454 (1956).
- Jana, G. K., Mahaling, R. N. and Das, C. K. A novel devulcanization technology for vulcanized natural rubber. *Journal of Applied Polymer Science*. 99, 2831-2840 (2005)
- Johnston S. T., Massey J., von Meerwall E., Kim S. H., Yu Levin V. and Isayev A. I. Ultrasound devulcanization of SBR: Molecular mobility of gel and sol. *Rubber Chemistry and Technology*, 70, 183-193 (1997).
- Kojima, M., Tosaka, M., Ikeda, Y. and Kohjiya, S. Devulcanization of carbon black filled natural rubber using supercritical carbon dioxide. *Journal of Applied Polymer Science*. 95, 137-143. (2004)
- Litvinov, V.M., Orza, R.A., Kluppel, M., van Duin, M. and Magusin, P.C.M.M. Rubber–filler interactions and network structure in relation to stress–strain behavior of vulcanized, carbon black filled EPDM. *Macromolecules*, 44, 4887 (2011).
- Myhre, M., MacKillop, D.A. Rubber recycling. *Rubber Chemistry and Technology*. 75, 429-474 (2002)
- Myhre, M., Saiwari, S., Dierkes, W. and Noordermeer, J. Rubber recycling: chemistry, processing and applications. *Rubber Chemistry and Technology*. 85, 408-449 (2012)
- Radhakrishnan C. K., Sujith A. and Unnikrishnan G.: Thermal behaviour of styrene butadiene rubber/poly(ethylene-co-vinyl acetate) blends TG and DSC analysis. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 90, 191-199 (2007).
- Rajan, V. V., Dierkes, W. K., Joseph, R. and Noordermeer, J. W. M. Science and technology of rubber reclamation with special attention to NR-based waste latex product. *Progress Polymer Science*. 31, 811-834 (2006)
- Saiwari, S., Dierkes, W. K. and Noordermeer, J. W. M. Pathway for high quality reclaim by thermal treatment of sulfur-vulcanized SBR. Presented at the Fall Rubber Division, American Chemical Society (ACS) Meeting, Cleveland. October, 2011.

Saiwari, S., Dierkes, W. K. and Noordermeer, J. W. M. Comparative investigation of the devulcanization parameters of tire rubbers. Presented at the Fall Rubber Division, American Chemical Society (ACS) Meeting, Cincinnati October, 2012.

Saiwari, S., Dierkes, W. K. and Noordermeer. Devulcanization of whole passenger car tire material. *Kautsch.GummiKunstst.*, 66, 20-25 (2013)

Saiwari, S. 2013. Post-consumer tires back into new tires, De-vulcanization and re-utilization of passenger car. Ph.D. Thesis, University of Twente.

Sreeja, T. D., Kutty, S.K.N., Cure characteristics and mechanical properties of natural rubber/reclaimed rubber blends, *Polymer-Plastic Technology and Engineering*, 39, 501-512 (2000).

Verbruggen M. A. L., van der Does L., Noordermeer J. W. M., van Duin M., Manuel H. J.: Mechanisms involved in the recycling of NR and EPDM. *Rubber Chemistry and Technology*, 72, 731-740 (1999).

Yu Levin V., Kim S. H. and Isayev A. I.: Vulcanization of ultrasonically devulcanized SBR elastomer. *Rubber Chemistry and Technology*, 70, 120-128 (1997).

## 7. ภาคผนวก

1. บทความวิจัยที่ตอบรับเพื่อตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารนานาชาติ Macromolecular Symposia
2. การเผยแพร่ผลงานวิจัยในงานประชุมวิชาการนานาชาติ The 2014 IUPAC World Polymer Congress or The 45th International Symposium on Macromolecules (MACRO 2014) ณ Chiang Mai International Conventional and Exhibition Centre จังหวัดเชียงใหม่ ระหว่างวันที่ 6-11 กรกฎาคม 2557
3. การเผยแพร่ผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ใน มหกรรมงานวิจัยส่วนภูมิภาค ประจำปี 2558 (Regional Reseach Expo 2015) ณ ศูนย์ประชุมนานาชาติฉลองสิริราชสมบัติครบ ๖๐ ปี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ระหว่างวันที่ 26-28 มีนาคม 2558
4. ภาพผลงานต้นแบบท่อน้ำหยดที่ผลิตได้

ภาคผนวก 1

บทความวิจัยที่ตอบรับเพื่อตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารนานาชาติ Macromolecular Symposia



## Study on Reuse of Diphenyl disulfide-Devulcanized Natural Rubber from Truck Tires

*SitisaiyidahSaiwari\**, *KamaruddinWaesateh*, *NatineeLopattananon*,

*AnomaThititammawong*, *AzizonKaesaman*

Department of Rubber Technology and Polymer Science, Faculty of Science and Technology, Prince of Songkla University, Pattani campus, Pattani 94000, Thailand; Fax: +66-7331099; E-mail: ssitisaib@bunga.pn.psu.ac.th

**Summary:** The post-consumer rubber in truck tires can be converted to a valuable raw material by de-vulcanization. Natural rubber (NR) from used truck tires (UR) has been recycled by thermo-chemical de-vulcanization using DPDS as a de-vulcanization aid. The de-vulcanization efficiency is analyzed in term of the soluble fraction and the crosslink density of de-vulcanizates (D-UR). The D-UR has significantly higher soluble fraction and lower crosslink density compared to those of original UR, indicating destruction of the rubber network by the de-vulcanization. Blends of the D-UR with virgin NR were also prepared at various blend ratios. D-UR loading can be up to 40 % with acceptable mechanical properties. The curing system and the compounding recipes for the blends were studied to achieve material properties having closely comparable to those achieved with virgin raw materials.

**Keywords:** post-consumer truck tire, natural rubber, blending, rubber recycling, de-vulcanization

## Introduction

Recycled rubber is a valuable raw material that can partly substitute for virgin rubber in many rubber products.<sup>[1]</sup> On adding recycled rubber to virgin rubber, however, the mechanical properties change. Therefore, the applications of available recycled rubber are mostly limited to low concentrations in rubber articles. To increase the use of recycled rubber, its negative effects on the material properties of blends with virgin rubber must be minimized. A promising way to achieve this is to find an efficient recycling process for used rubber, such that the molecular chains in recycled rubber would have properties close to those in virgin rubber. Ideally, de-vulcanization is carried out in such way that only the breaking of sulfur cross-links are obtained, while the polymer chains remain intact. A variety of rubber recycling processes have been investigated and developed over the recent years.<sup>[1-16]</sup> These include thermo- and mechano-chemical processes<sup>[2-4]</sup>, microbial action<sup>[5,6]</sup>, ultrasonic<sup>[7,8]</sup>, and other methods<sup>[9]</sup> of which a comprehensive summary has been published by Adhikari *et al.*<sup>[10]</sup> and Myhreet *et al.*<sup>[1]</sup>. One well-known alternative is the thermo-chemical de-vulcanization. During a thermal treatment, the use of a “de-vulcanization aid” in small amounts has given superior results.<sup>[11-16]</sup> Diphenyl disulfide (DPDS) is one of an effective de-vulcanization aid for natural rubber (NR).<sup>[11-13]</sup> In this study, NR from used truck tires was recycled by thermo-chemical de-vulcanization using DPDS as the de-vulcanization aid. Both soluble fraction and crosslink density of the de-vulcanizates were investigated in order to analyze the de-vulcanization efficiency. The utilization of the de-vulcanizates in blends with virgin rubber was also assessed. The blends were made at various mixing ratios. Furthermore, the amount of curative was adjusted to improve the blend properties.

## Experimental

**Materials.** Ground used tire rubber (UR) from whole truck tires, with an average particle size of 0.40 mm, was obtained from Sang-thai Rubber in Bangkok, Thailand. The UR had a 50% rubber content, mainly NR, 30% carbon black, 7% acetone extract and 13% ash.

The virgin NR used was Standard Thai Rubber (STR 20) manufactured by Tavorn Rubber Industry, Thailand. Diphenyl disulfide(DPDS), assay of 99% used as the de-vulcanization aid, was obtained from Sigma-Aldrich, Germany. The other compounding ingredients were zinc oxide (Global Chemical, Thailand), stearic acid (Imperial Chemical, Thailand), sulfur (Siam Chemicals,Thailand), N-tert-butyl-2-benzothiazolesulfenamide, TBBS (Flexsys, Belgium), poly-2,2,4-trimethyl-1,2-dihydroquinoline, TMQ (Flexsys, Belgium), dimethylbutyl-phenyl-p-phenylenediamine, 6PPD (Flexsys, Belgium), microcrystalline wax, (Ter Hell & Co GmbH, Germany). All compounding ingredients were used as received.

**Preparation of de-vulcanizates.** Thermo-chemical de-vulcanization was performed in a batch process in an internal mixer (BrabenderPlasticorder, mixer 50EHT 3Z). The UR was pre-swollen in a mixture of TDAE (5 phr) and DPDS (30 mmol/100 g compound) for 30 minutes at 65°C in a hot air oven, before adding into the mixer. The de-vulcanization temperature was 220°C and de-vulcanization time was 6 minutes. After de-vulcanization, the material was taken out of the internal mixer and directly quenched in a water bath.

**Compounding and blending** .The compounding formulations of virgin NR, de-vulcanized UR (D-UR) and blends of D-UR with virgin rubber (NR) curatives is given in Table 1. In order to compensate for the low curing activity and undesirable strength properties of the blend, the amounts of sulfur were adjusted.The amounts of curatives were based on the total polymer content, including that of the de-vulcanized rubber. All compounds were tested for their cure characteristics using an oscillating disk rheometer (ODR 2000) from Alpha Technologies and were vulcanized into 2 mm thick sheets for mechanical properties testing samples.

**Rubber soluble fraction and crosslink density.**The soluble fraction (Sol) of the UR and D-UR were determined by a Soxhlet extraction in acetone and THF. The extraction was followed by drying the samples in a vacuum oven at 40°C and determining the weight loss until constant weight. The sol fraction was defined as the sum of the soluble fractions in acetone and THF (or weight of rubber dissolved in solvents).<sup>[17]</sup> The

correction for acetone extracted curatives remaining in original UR has been made. The extracted samples were then swollen in toluene for 72 h at room temperature. The weight of a swollen vulcanizate was measured, after removal of surface liquid with absorption paper. The crosslink density was estimated from the Flory-Rehner equations.<sup>[18,19]</sup> Moreover, the correction for real crosslink<sup>[17]</sup> density was done in order to obtain the actual remaining crosslink density of the de-vulcanizate.

Table 1. The compounding formulations

Ingredients	Virgin		Quantities (phr)						
	NR	D-UR	Blend ratio				Sulfur		
			1	2	3	4	1	2	3
NR	100	-	80.0	60.0	40.0	20.0	60.0	60.0	60.0
D-UR	-	100	20.0	40.0	60.0	80.0	40.0	40.0	40.0
CB-N550	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0
Clay	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0	70.0
Zinc Oxide	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
Stearic acid	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Sulfur	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	2.0	3.0	4.0
TBBS	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2	2.2
6PPD	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
TMQ	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
Wax	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
TDAE oil	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

**Sample analyses.** Mooney viscosity was measured at 100°C using the large rotor (ML(1+4)) with Mooney viscometer according to ASTM D1646. The plasticity (Po) was measured with Wallace plastimeter according to ASTM D3194. Tensile tests were carried out on dumb-bell shaped specimens according to ASTM-D412, using a Hounsfield Tensometer. The hardness of each sample was measured with a Zwick hardness tester, Shore A type, according to ASTM D2240.

## Results and Discussion

### Properties of D-UR.

The sol fractions and crosslink densities of UR and UR de-vulcanizates (D-UR) are shown in Figure 1. The soluble fraction of D-UR is significantly higher than that of untreated UR. An almost 60% sol fraction in D-UR is observed. The increase of the rubber sol fraction indicates breakdown of the rubber network, which occurs during de-vulcanization. Moreover, the crosslink density of the D-UR is dramatically low compared to virgin UR. This clearly shows that the de-vulcanization disintegrated the rubber network. These experimental results are in agreement with several prior publications.<sup>[11,14]</sup> Basically, a NR network can be effectively cleaved at temperatures above 170 °C.<sup>[11]</sup> A de-vulcanization aid is used in order to scavenge radicals formed during the de-vulcanization. Seemingly, temperature is the main governing factor and the addition of DPDS can significantly enhance the process.<sup>[14]</sup> A mechanism that is frequently proposed for the effects of a radical scavenging de-vulcanization agent, like DPDS, is the opening of crosslinks or the scission of polymer chains by heat and shearing force, and the reaction of fragments with disulfide based radicals, which prevents recombination.<sup>[11]</sup>

A useful tool to further understand the de-vulcanization mechanism is the method developed by Horikx<sup>[20]</sup>: a theoretical relationship between the soluble fraction generated after degradation of a polymer network and the relative decrease in crosslink density, with either main-chain scission or crosslink breakage.<sup>[16,17]</sup> The sol fraction of D-UR as a function of the relative decrease in crosslink density (The proportion of materials crosslink density after de-vulcanization compared to that of before de-vulcanization)<sup>[17]</sup> is shown in Figure 2. The curves in the figure correspond to the extreme pure modes where only main chains are broken (solid curve) or only crosslinks are broken (dashed curve). As can be seen, the D-UR experimental data point is located on the right hand side of the graph, which indicates cleavage of the D-UR rubber network. However, it is above the line of main-chain scission, suggesting that random scission was present with non-selective breakdown of the rubber network. It is known that random scission regularly occurs in NR recycling, especially at excessively high temperatures during de-

vulcanization.<sup>[11]</sup> As previously discussed, in a thermo-chemical de-vulcanization process the initial step is the breaking of crosslinks or the scission of polymer chains by heat and shearing force. Consequently, selective breakdown of the rubber network happens only to a limited extent at low temperatures, while the proportion of non-selective breakdown increases with temperature.<sup>[14]</sup> Since NR molecular chains are sensitive and break at high temperatures, namely above 170°C<sup>[11]</sup>, such unselective breakdown of the rubber network should be predominant at elevated temperatures.

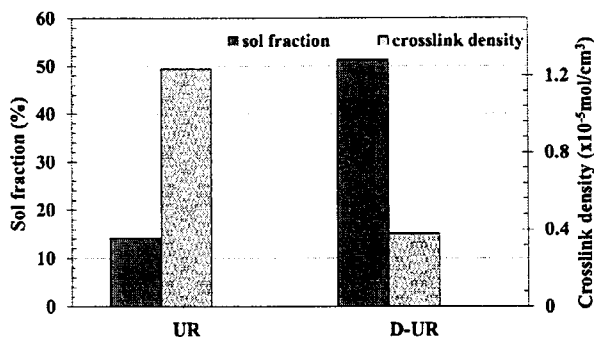


Figure 1 Sol fraction and crosslink density of UR and D-UR

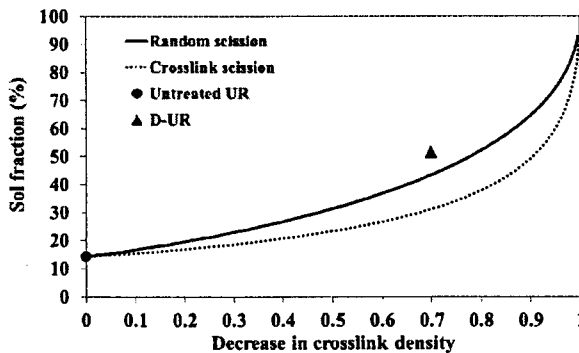


Figure 2 Sol fraction versus the relative decrease in crosslink density of D-UR

### Blends of virgin rubber/D-UR

The plasticity and Mooney viscosity of virgin NR and blends of NR/D-UR at the blend ratios 80/20, 60/40, and 40/60, before re-vulcanization, are shown in Figure 3. However, the plasticity and Mooney viscosity testing could not be done for some samples, because the pure D-UR and the 20/80 NR/D-UR blend had strong tacky behavior. This

may be attributed to a large fraction of short chains generated during the de-vulcanization, as can be seen from the sol fraction analysis (Figure 1), and this gave a very low viscosity. The plasticity and Mooney viscosity of pure virgin NR were both significantly higher than those of the blends. The excessive scission of blend component (D-UR) in the rubber network during de-vulcanization is the most probable explanation for this observation. Moreover, the plasticity and Mooney viscosity decreased with D-UR loading. The low viscosity of D-UR is clearly observed from the initial torque values depicted in Figure 4, in which the cure curves of the virgin NR compound, the D-UR compound and the NR/D-UR blends at various blend ratios are shown. The D-UR had a much lower initial torque than the pure virgin NR compound (100/0). Increasing the D-UR fraction in the blends decreased the minimum torque, which matches well the findings about materials plasticity and Mooney viscosity. Apparently, the D-UR has a very low viscosity, and this is probably too low for practical applications, especially in blends with virgin rubber at a high loading of D-UR. Therefore, the pure D-UR and the 20/80 NR/D-UR blend were excluded from further study.

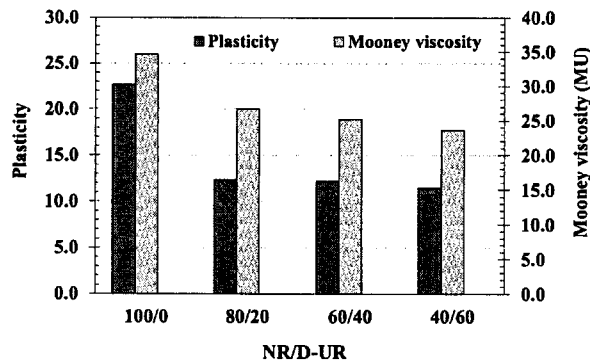


Figure 3 Plasticity and Mooney viscosity of virgin NR (100/0), and NR/D-UR blends

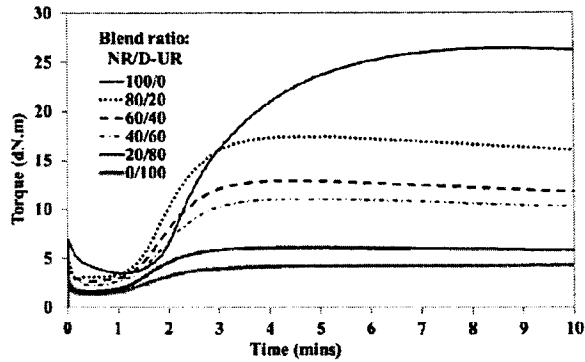


Figure 4 Cure curves of virgin NR (100/0), D-UR (0/100), and NR/D-UR blends.

A significant decrease in scorch and cure times was found for the blends relative to the pure virgin NR compound. This is a commonly observed characteristic of D-UR-based blend materials, attributed to the remnants of curing additives that remain partly active in the D-UR.<sup>[21]</sup> The maximum torque as well as the torque difference (the difference between final and initial torques) of the blends, were also lower than with the pure virgin NR compound. This indicates that the blends had a lower crosslink density than the pure virgin NR, and this can be attributed to the short molecular chains from devulcanization as demonstrated in Figure 1 and incomplete network formation due to the presence of the short chains. As a consequence, modulus obviously decreased with the fraction of D-UR in the blend (Figure 5). The modulus generally indicates material stiffness, which is likely related to the material's network structure and crosslink density. The decrease in modulus with D-UR loading is most probably caused by the short molecular chains. Furthermore, the hardness decreased with D-UR content which is in good agreement also with the previous results on torque difference.

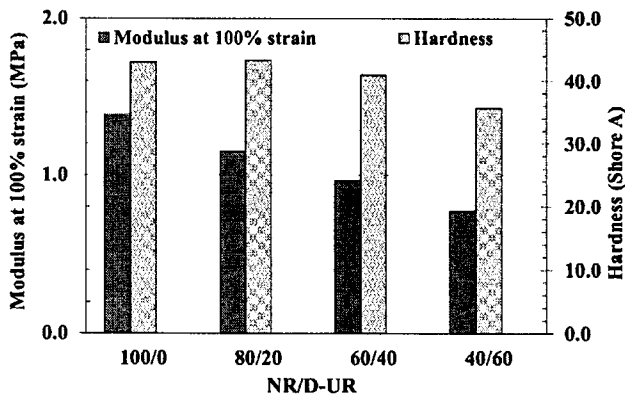


Figure 5 Modulus and hardness of virgin NR (100/0) and NR/D-UR blends



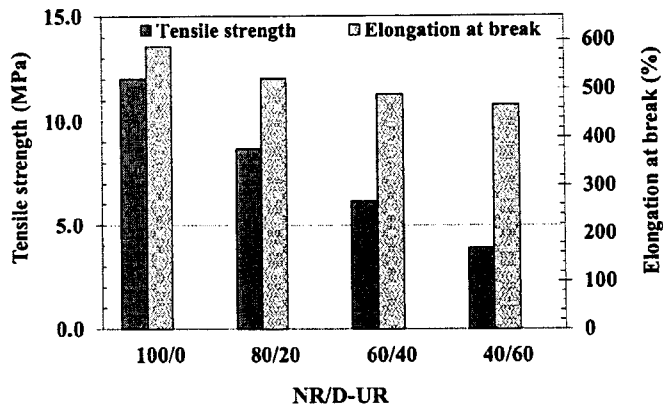


Figure 6 Tensile strength and elongation at break of virgin NR (100/0) and NR/D-UR blends

Figure 6 shows tensile strength and elongation at break of pure virgin NR (100/0) and the NR/D-UR blends. Decreasing tensile strength and elongation at break with D-UR content are observed. Such decrease in these properties is expected based on prior published research.<sup>[12, 22-25]</sup> Several explanations have been given for this phenomenon. These include a less developed network, a presence of gel in the de-vulcanizate, a difference of co-vulcanization between the two phases as a result of different curative distributions between the two phases, and an inhomogeneity in the material structure (particle size of the de-vulcanizate, crosslink density and distribution).<sup>[10,26]</sup>

### Effect of sulfur content

A problem in the application of recycled rubber is the decrease of material strength with the loading of recycled material, and this is re-confirmed by our results. The partly active remnants of curing additives may also influence the blend properties. In order to compensate for the low curing activity and undesirable strength properties of the blend, the sulfur content was adjusted. The effects of additional sulfur on mechanical properties of the blend were studied. Tensile strength and elongation at break of the 60/40 blend of NR with D-UR, with various amounts of sulfur, are shown in Figure 7.

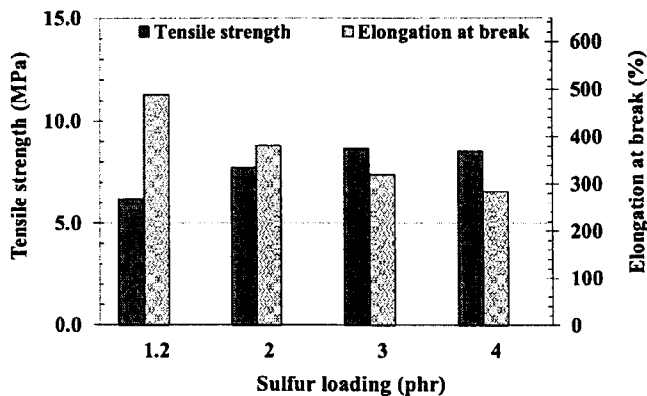


Figure 7 Tensile strength and elongation at break of the 60/40 (NR/D-UR) blend with various amounts of sulfur.

Tensile strength increased with the sulfur content up to 3 phr. This may be attributed to an increase in crosslink density, as crosslinking was enhanced by the sulfur. When the number of crosslinks increases, the elastomer chains become more restricted in their mobility, and the force required to produce a given deformation increases. However, increasing the sulfur content to 4 phr gave no further improvement in tensile strength. Our results obtained from Oscillating Disk Rheometer (ODR), which are not reported here, show that the torque difference, determined from cure curves of the 60/40 NR/D-UR blends, is dependence on the sulfur content. We have found that an increase of sulfur content in the blends results in an increase of torque difference, implying that the crosslink density of the materials is increased. In our case, the variation of sulfur loadings corresponding to the change in crosslink density provides the optimal tensile strength. This trend is a common behaviour, by which the tensile strength tends to increase with increasing crosslink density to a maxima, and then decreases.<sup>[27]</sup> Nevertheless, elongation at break did not follow the trend observed for tensile strength. Elongation at break continually decreased with sulfur content. The sulfur enhanced crosslinking, and progressively restricted the mobility of polymer chains. Hence, a reduction of elongation at break.<sup>[27]</sup>

## Conclusions

De-vulcanizate from used truck tires (D-UR) has been successfully prepared via thermo-chemical de-vulcanization, using DPDS as the de-vulcanization aid. More than 50% sol fraction in D-UR was observed and this is significantly higher than that of original UR. Moreover, the crosslink density of the D-UR was dramatically low relative to UR. This shows clearly the destruction of the rubber network by the de-vulcanization. Blends of the D-UR with virgin NR were prepared at various blend ratios. As a consequence of the low viscosity of D-UR, plasticity and Mooney viscosity of the blends decreased with D-UR loading. The short molecular chains from de-vulcanization gave the blends low crosslink densities and incomplete network formation. As expected, increasing D-UR loading decreased modulus, hardness, tensile strength and elongation at break. Depending on the specific application, D-UR loading can be up to 40 % with acceptable mechanical properties. However, the material properties can considerably be improved by adjusting curative as well as the other components in a compounding recipe.

**Acknowledgements.** The authors would like to thank the PSU Research Fund (project number: SAT5706955) for financial support throughout this work.

- [1] M. Myhre, S. Saiwari, W.K. Dierkes, J.W.M. Noordermeer, *Rubber Chem. Technol.* **2012**, 85, 408.
- [2] V. Rajan, W.K. Dierkes, R. Joseph, J.W.M. Noordermeer, *Prog. Polym. Sci.* **2006**, 31, 811.
- [3] J. Shi, K. Jiang, D. Ren, H. Zou, Y. Wang, X. Lv, L. Zhang, *J. Appl. Polym. Sci.* **2013**, 129, 999.
- [4] J. Shi, H. Zou, L. Ding, X. Li, K. Jiang, T. Chen, X. Zhang, L. Zhang, D. Ren, *Polym. Degrad. Stab.* **2014**, 99, 166.
- [5] C. Yao, S. Zhao, Y. Wang, B. Wang, M. Wei, M. Hu, *Polym. Degrad. Stab.* **2013**, 98, 1724.
- [6] M. Hu, S. Zhao, C. Li, B. Wang, C. Yao, Y. Wang, *Polym. Degrad. Stab.* **2014**, 107, 91.

- [7] A.I. Isayev, S.H. Kim and W. Feng, *Rubber Chem. Technol.* **2005**, 78, 606.
- [8] A.I. Isayev in "Recycling of Rubbers", The Science and Technology of Rubber., 4th ed., J.E. Mark, B. Erman, M. Roland Eds., Elsevier; Boston, 2014
- [9] I. Mangili, E. Collina, M. Anzano, D. Pitea, M. Lasagni, *Polym. Degrad. Stab.* **2014**, 102, 15
- [10] B. Adhikari,, D. De, and S. Maiti, *Progr. Polym. Sci.* **2000**, 25, 909.
- [11] V.V. Rajan, W.K. Dierkes, J.W.M. Noordermeer, R. Joseph, *Rubber Chem. Technol.* **2005**, 78, 855.
- [12] V.V. Rajan, W.K. Dierkes, R. Joseph, J.W.M. Noordermeer, *J. Appl. Polym. Sci.* **2006**, 102, 4194.
- [13] A.R. Jalilvand, I. Ghasemi, M. Karrabi, H. Azizi, *Prog. Rubber. Plast. Recycling Techn.* **2008**, 24(1), 33.
- [14] S. Saiwari, W.K. Dierkes, J.W.M. Noordermeer, *Rubber Chem. Technol.* **2014**, 87, 31.
- [15] K.A.J. Dijkhuis, I. Babu, J.S. Lopullissa, J.W.M. Noordermeer, W.K. Dierkes, *Rubber Chem. Technol.* **2008**, 81, 190.
- [16] M.A.L. Verbruggen, L. van der Does, J.W.M. Noordermeer, M. van Duin, H.J. Manuel, *Rubber Chem. Technol.* **1999**, 72, 731.
- [17] S. Saiwari, W.K. Dierkes, J.W.M. Noordermeer, *Kautsch. Gummi Kunstst.* **2013**, 66, 20.
- [18] P.J. Flory, *J. Am. Chem. Soc.* **1941**, 63, 3096.
- [19] M. Kojima, A. Tosaka, Y. Ikeda, *Green Chem.* **2004**, 6, 84.
- [20] M.M. Horikx, *J. Polym. Sci.* **1956** 19, 445.
- [21] D. De, A. Das, D. De, B. Dey, S.C. Debnath, B.C. Roy, *Europ. Polym. J.* **2006**, 42, 917.
- [22] K. Fujimoto, T. Nishi, T. Okamoto, *Int. Polym. Sci. Technol.* **1981**, 8 (8), T/30.
- [23] M. Burgoyne, G. Leaker, Z. Krekic, *Rubber Chem. Technol.* **1976**, 49, 375.
- [24] E. M. Fesus, R. W. Eggleton, *Rubber World*, **1991**, 203 (6), 23.
- [25] K. Knorr, *Kautsch. Gummi Kunstst.* **1994**, 47, 54.

[26] D.A.I.H. Habibah, S. Saiwari, W.K. Dierkes, J.W.M. Noordermeer, *Adv. Mat. Res.* **2014**, 844, 425.

[27] W. Klinggensmith, W. Klamp, M. Fath, K. Baranwal, R. Ohm, R.S. Fell, B. Roger, in "Rubber Compounding", *Encyclopedia of Chemical Technology*, 4th ed., John Wiley & Sons, New York 1997, Vol. 21,

อีเมลตอบรับให้ตีพิมพ์ในวารสารนานาชาติ Macromolecular Symposia

Date: Mon, 15 Dec 2014 23:38:16 -0500

From: Suwabun.C@chula.ac.th

To: ssitisai@bunga.pn.psu.ac.th; sai\_saiyid@hotmail.com

Subject: Macromolecular Symposia - Acceptance of Your Manuscript masy.201400103.R2

December 16, 2014

Dear Dr. saiwari,

It is my pleasure to accept your manuscript entitled "Study on Reuse of Diphenyl disulfide-Devulcanized Natural Rubber from Truck Tires" (MS-Nr: masy.201400103.R2) in its current form for publication in Macromolecular Symposia.

Your manuscript will be published in Macromolecular Symposia - Macro 2014; Editor: Suwabun Chirachanchai

Please note that you won't receive any galley proofs.

A signed copyright transfer agreement is needed for publication. You can access the copyright transfer agreement at <http://www.wiley-vch.de/cta/ps-global>

If you have not done so please send the filled form to the Editorial Office:

Fax: +49 (0) 6201 - 606 - 510

Email: [macro-symp@wiley-vch.de](mailto:macro-symp@wiley-vch.de)

Postal address:

Macromolecular Symposia

Wiley-VCH Verlag GmbH u. Co.KGaA

Boschstrasse 12

69469 Weinheim, Germany

Thank you very much for your fine contribution.

Sincerely,

Dr. Suwabun Chirachanchai

Editor, Macromolecular Symposia

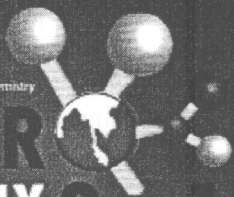
## ภาคผนวก 2

การเผยแพร่ผลงานวิจัยในงานประชุมวิชาการนานาชาติ The 2014 IUPAC World Polymer Congress or The 45th International Symposium on Macromolecules (MACRO 2014) ณ Chiang Mai International Conventional and Exhibition Centre จังหวัดเชียงใหม่ ระหว่างวันที่ 6-11 กรกฎาคม 2557



International Union of Pure and Applied Chemistry

**MACRO**  
**6-11 JULY 2014**  
**CHIANG MAI, THAILAND**



# PROGRAM BOOK

**Venue:** Chiang Mai International Convention and Exhibition Center (CMICE),  
Chiang Mai, Thailand  
**DATE:** JULY 6 - 11, 2014



## **Re-utilization of post-consumer truck tires de-vulcanizate**

Sitisaiyidah Saiwari<sup>1\*</sup>, KamaruddinWaesateh<sup>1</sup>, Natinee Lopattananon<sup>1</sup>, Anoma Thititammawong<sup>1</sup>, Azizon Kaesaman<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Department of Rubber Technology and Polymer Science, Faculty of Science and Technology  
Prince of Songkla University, Pattani campus, Pattani 94000, Thailand*

*Phone: +66-73313930-1866, Fax: +66-7331099, \*E-mail: ssitisai@bunga.pn.psu.ac.th,*

### **Introduction**

Worn-out rubber in post-consumer truck tires become a valuable material after de-vulcanization process. The de-vulcanization of natural rubber on basic of used truck tire is carried out either by thermal or by thermo-chemical methods. In the latter case, diphenyl disulfide (DPDS) is used as a de-vulcanization aid. To get a better understanding of the changes of the molecular structure of natural rubber after de-vulcanization, the soluble fraction and crosslink density of the de-vulcanizates are investigated. Re-utilization of the de-vulcanizates in a blend with a virgin compound is performed. The de-vulcanizates are blended with a virgin natural rubber at various blend ratios. The cure behavior and mechanical properties of the re-vulcanized blends are evaluated in comparison to the properties profile of the virgin materials. A problem occurring in the application of the de-vulcanizates is the presence of curing additives in the recycling material, which are still partially active. Therefore, the curing system and compounding recipes for blend of virgin and de-vulcanized rubbers have to be adjusted in order to achieve vulcanized rubber networks with properties close to the properties of the original material.

**Keywords:** post-consumer truck tire, natural rubber, blending, rubber recycling

### ภาคผนวก 3

การเผยแพร่ผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ใน มหกรรมงานวิจัยส่วนภูมิภาค ประจำปี 2558 (Regional Research Expo 2015) ณ ศูนย์ประชุมนานาชาติฉลองสิริราชสมบัติครบ ๖๐ ปี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ระหว่างวันที่ 26-28 มีนาคม 2558



# ยางรีไซเคิลและการใช้งาน Recycled Rubber and the Applications

ชิตติไซยะพร สายาวรี ณัฐปิ โสฬัฒนานนท์ อาชีวิน เกษมมาน อนุวิทย์ วอลี บูรชาน ยูโซะ และ บริพัตร ศรีพรสวัสดิ์  
ภาควิชาเทคโนโลยียางและพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ วิทยาเขตปัตตานี  
Email: sitisaiyidah.s@psu.ac.th

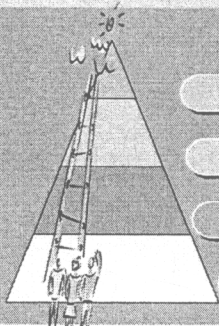
## ถึงเวลาหรือยังสำหรับกรีซเคิลยางล้อ

ยางล้อรถยนต์ที่หมดอายุการใช้งานแล้วมีปริมาณมากขึ้นตามปริมาณรถยนต์ที่เพิ่มขึ้นทุกปี ซึ่งมีปริมาณกว่า 1,000 ล้านเส้นต่อปีทั่วโลก และเพิ่มขึ้น 2% ต่อปี ยางรถยนต์เก่าที่ถูกทิ้งเหล่านี้ก่อให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อมมากมาย นอกจากนี้จะเป็นแหล่งที่มีความเสี่ยงสูงต่อการเกิดไฟไหม้แล้ว ยังทำให้เกิดมลภาวะจากการชะล้างเคมีในเศษยางเก่าลงสู่พื้นดินและแหล่งน้ำ



การนำเศษยางเก่าไปรีไซเคิลในปัจจุบันได้นำมาใช้เป็นแหล่งพลังงานผ่านการเผาไหม้โดยตรง ในระบบที่ควบคุมปริมาณคาร์บอนไดออกไซด์ของอากาศ จะทำให้ได้น้ำมันและสารเคมีบางชนิด แต่เป็นวิธีรีไซเคิลที่มีประสิทธิภาพต่ำ เป็นการรีไซเคิลที่ได้จากการรีไซเคิล ไม่เต็มศักยภาพ จึงจำเป็นต้องมีการศึกษาเพื่อพัฒนาวิธีการรีไซเคิลยางเพื่อไม่ให้วัสดุจากการรีไซเคิลที่มีประสิทธิภาพสูงสุด โดยการนำยางเก่าผ่านกระบวนการต่างๆ และได้วัสดุตั้งต้นของผลิตภัณฑ์เก่ากลับคืนมา เช่น การทำยางรีไซเคิล และการทำยางดีวีลคานซ์

## ขั้นบันไดของการรีไซเคิลยางล้อ



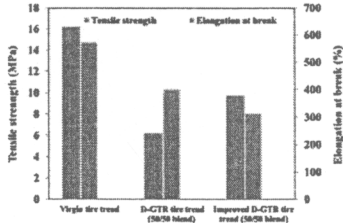
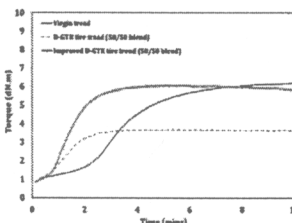
Tires back into tires

Material recycling

Back-to-feedstock

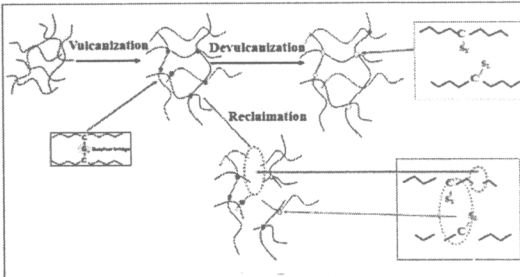
Energy recovery

## สมบัติเชิงคอกของยางรถยนต์จากการเบรคที่ยางใหม่และยางดีวีลคานซ์



ทั่วโลกตื่นตัวในการใช้พลังงานที่ยั่งยืน (Sustainability) และวัสดุที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม (Eco-material) ยางรีไซเคิลจึงได้รับความนิยมในการนำมาใช้ในอุตสาหกรรมยางเพิ่มมากขึ้น ในผลิตภัณฑ์ยางเกือบทุกชนิด

## กระบวนการรีไซเคิลและกระบวนการดีวีลคานซ์



การนำวัสดุที่ได้จากการรีไซเคิลมาใช้ใหม่ (Material recycling) สามารถทำได้โดยผ่านกระบวนการรีไซเคิล (Reclaiming process) หรือ กระบวนการดีวีลคานซ์ (Devulcanization process) ทั้งสองกระบวนการนี้มีวิธีการรีไซเคิลที่เหมือนกันคือ ต่างกันเฉพาะปฏิกิริยาหรืออันตรายที่เกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการรีไซเคิล คือ การเกิดการตัดโครงสร้างโมเลกุลแบบสุ่ม (Random scission) ในกระบวนการรีไซเคิล และเกิดการตัดแบบจำเพาะเจาะจงตรงพันธะเชื่อมขวางเท่านั้น (Crosslink scission) ในกระบวนการดีวีลคานซ์ ดังนั้นการรีไซเคิลและการดีวีลคานซ์เป็นคำที่ใช้ควบคู่กัน โดยใช้สลับสับเปลี่ยนกันไปขึ้นอยู่กับลักษณะการตัดโครงสร้างโมเลกุล

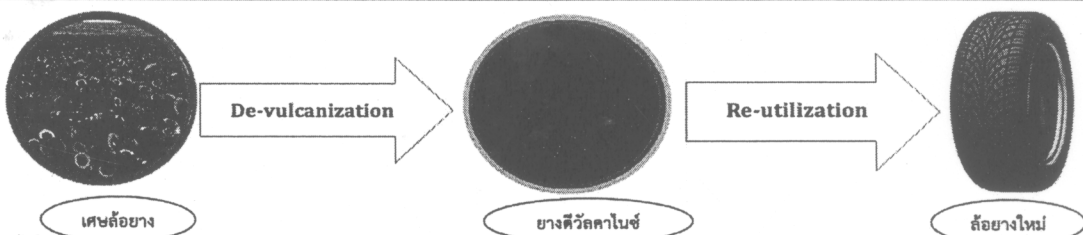
## ตัวอย่าง สภาพะในการดีวีลคานซ์

- De-vulcanization: DPDS 30 mmol/100 g compound
- De-vulcanization oil: TDAE 5% w/w
- De-vulcanization temperature: 220 °C
- De-vulcanization atmosphere: With nitrogen gas purging
- Dumping condition: Exclusion from air/oxygen

DPDS: Diphenyl disulfide  
TDAE: Treated distillate aromatic extract oil

เมื่อเบรคยางดีวีลคานซ์และยางใหม่ในอัตราส่วน 50 : 50 พบว่าคอกของยางรถยนต์ จากสูตรยางเบรคเดิมมีสมบัติทางกายภาพคล้ายคอกของยางรถยนต์จากยางใหม่ เนื่องจากยางเบรคดังกล่าวมีความไวในกระบวนการดีวีลคานซ์และความสมบูรณ์ของโครงสร้างโมเลกุลยางที่ต่ำกว่า

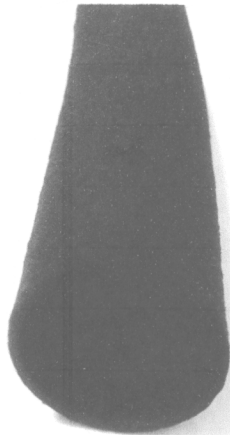
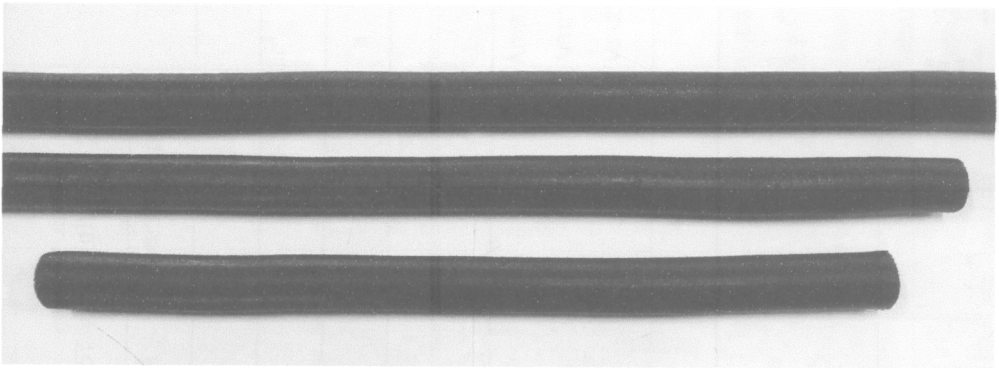
อย่างไรก็ตามสามารถปรับปรุงสมบัติทางกายภาพของยางเบรคโดยการปรับสูตรยางด้วยการปรับปริมาณกำมะถันสารกระตุ้น สารตัวเร่ง และสารตัวเติม เพื่อให้โครงสร้างโมเลกุลยางเกิดได้อย่างสมบูรณ์ขึ้น



เอกสารอ้างอิง  
 1. S. Saiwai, W.K. Dietels, J.W.M. Noordermeer, Comparative investigation of the devulcanization parameters of the rubbers, Rubber Chemistry and Technology, 87, 31-42, 2014.  
 2. S. Saiwai, E. Lohy, C. Nabazon, Application of NR gloves reclaim Cure and mechanical properties of NR/Reclaim rubber blends, Advanced Materials Research, 844, 437-440, 2014.  
 3. D.A.H. Habibah, S. Saiwai, W.K. Dietels, J.W.M. Noordermeer, Effect of ground tyre rubber devulcanisation on the properties of a passenger car tyre tread Formulation Advanced Materials Research, 844, 425-428, 2014.  
 4. S. Saiwai, W.K. Dietels, J.W.M. Noordermeer, Devulcanization of whole passenger car tyre material, Rubber, Gummi Kunststoff, 64, 20-23, 2013.  
 5. M. Nyhe, S. Saiwai, W.K. Dietels, J.W.M. Noordermeer, Rubber recycling: Chemistry, processing and applications, Rubber Chemistry and Technology, 85, 408-449, 2012.

## ภาคผนวก 4

ภาพผลงานต้นแบบท่อน้ำหยดที่ผลิตได้



## เป้าหมายผลผลิต ตัวชี้วัด และผลการดำเนินงานโครงการวิจัย

ลำดับ	ตัวชี้วัด	หน่วยนับ				หมายเหตุ
		ปีที่ 1		ปีที่ 2		
		ปีงบประมาณ 2557		ปีงบประมาณ 2558		
		เป้าหมาย	ผลที่ได้	เป้าหมาย	ผลที่ได้	
1	ผลผลิตเชิงองค์ความรู้					
1.1	จำนวนผลงานตีพิมพ์ (ชิ้น)					
	- วารสารระดับชาติที่ สกอ. หรือ สกว. ยอมรับ	-				
	- วารสารระดับนานาชาติที่ไม่ได้อยู่ในฐาน ISI หรือ Scopus	-	-			
	- วารสารระดับนานาชาติฐาน ISI หรือ Scopus	-	1			บทความวิจัยที่ตอบรับเพื่อตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารนานาชาติ Macromolecular Symposia ตามเอกสารใน ภาคผนวก 1
1.2	จำนวนผลงานที่นำเสนอในที่ประชุม/สัมมนา (ชิ้น)					
	- ระดับชาติ	1	1			เผยแพร่ผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ใน มหกรรมงานวิจัยส่วนภูมิภาค ประจำปี 2558 (Regional Reseach Expo 2015)ตามเอกสารในภาคผนวก 3
	- ระดับนานาชาติ	1	1			เผยแพร่ผลงานวิจัยในงานประชุมวิชาการนานาชาติ (MACRO 2014) ตามเอกสารในภาคผนวก 2

	1.3 อื่นๆ (โปรดระบุ)	-				
2	ผลผลิตเชิงผลิตภัณฑ์/นวัตกรรม					
	2.1 จำนวนโครงการวิจัยต่อยอด (โครงการ)	-				
	2.2 จำนวนโครงการขอทุนขนาดใหญ่จากแหล่งทุนภายนอก(โครงการ / เงิน)	-				
	2.3 จำนวนผลิตภัณฑ์/นวัตกรรม (ชิ้น/ระบุชื่อ)	1	1			ต้นแบบท่อน้ำหยด 1 ชิ้น ตามเอกสารภาคผนวก 4
	2.4 เอกสารการยื่นจดอนุสิทธิบัตร (เรื่อง)	-				
	2.5 เอกสารการยื่นจดสิทธิบัตร (เรื่อง)	-	-			
	2.6 เทคโนโลยีที่สามารถนำไปถ่ายทอดได้ - จำนวนโครงการ/จำนวนครั้ง - จำนวนผู้ได้รับประโยชน์ (คน/ชุมชน)	-				
	2.7 ข้อเสนอเชิงนโยบาย/ข้อเสนอเพื่อแก้ไขปัญหา (จำนวนข้อเสนอ)	-				
	2.8 การนำไปใช้ประโยชน์อย่างอื่นที่หน่วยงานที่นำไปใช้ประโยชน์มีเอกสารรับรอง (เรื่อง)	-				
	2.9 อื่นๆ(ระบุ).....	-				

#### หมายเหตุ

1. ในการเสนอโครงการขอรับทุนให้ระบุเฉพาะเป้าหมายส่วนผลที่ได้ใช้สำหรับการรายงานผลการวิจัย
2. ผู้เสนอโครงการสามารถให้รายละเอียดต่างๆเพิ่มเติมได้ในช่อง “หมายเหตุ”