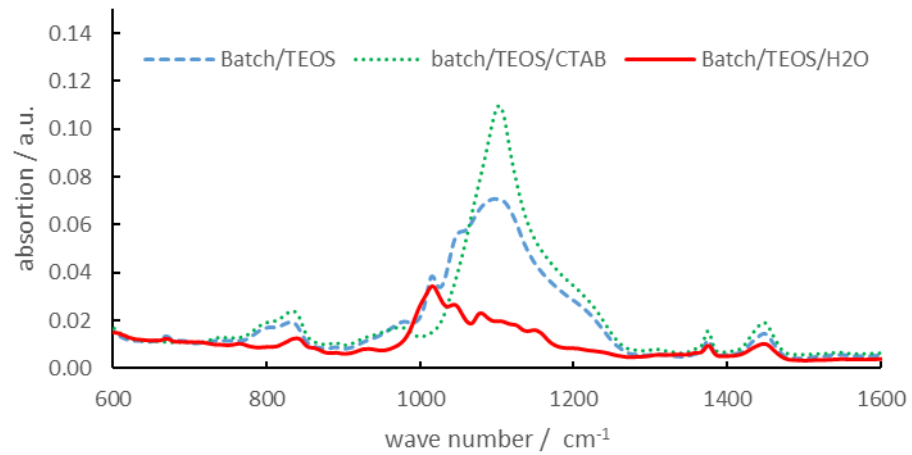
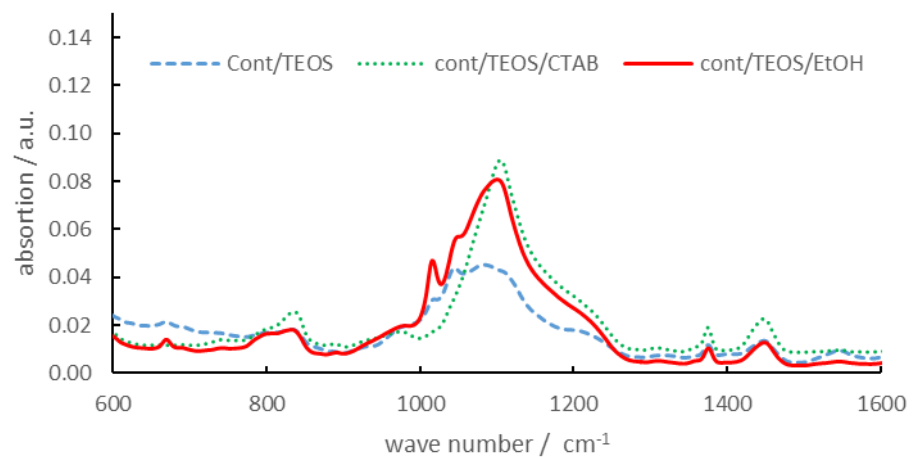


ในช่วง $c\text{SiO}_2 = 15$ phr เมื่อปริมาณสูงขึ้น ระดับการกระจายตัวต่ำลง ซึ่งผลสัมพันธ์กับความเสถียรของผสม ดังเหตุผลที่อธิบายไว้ข้างต้นแล้ว

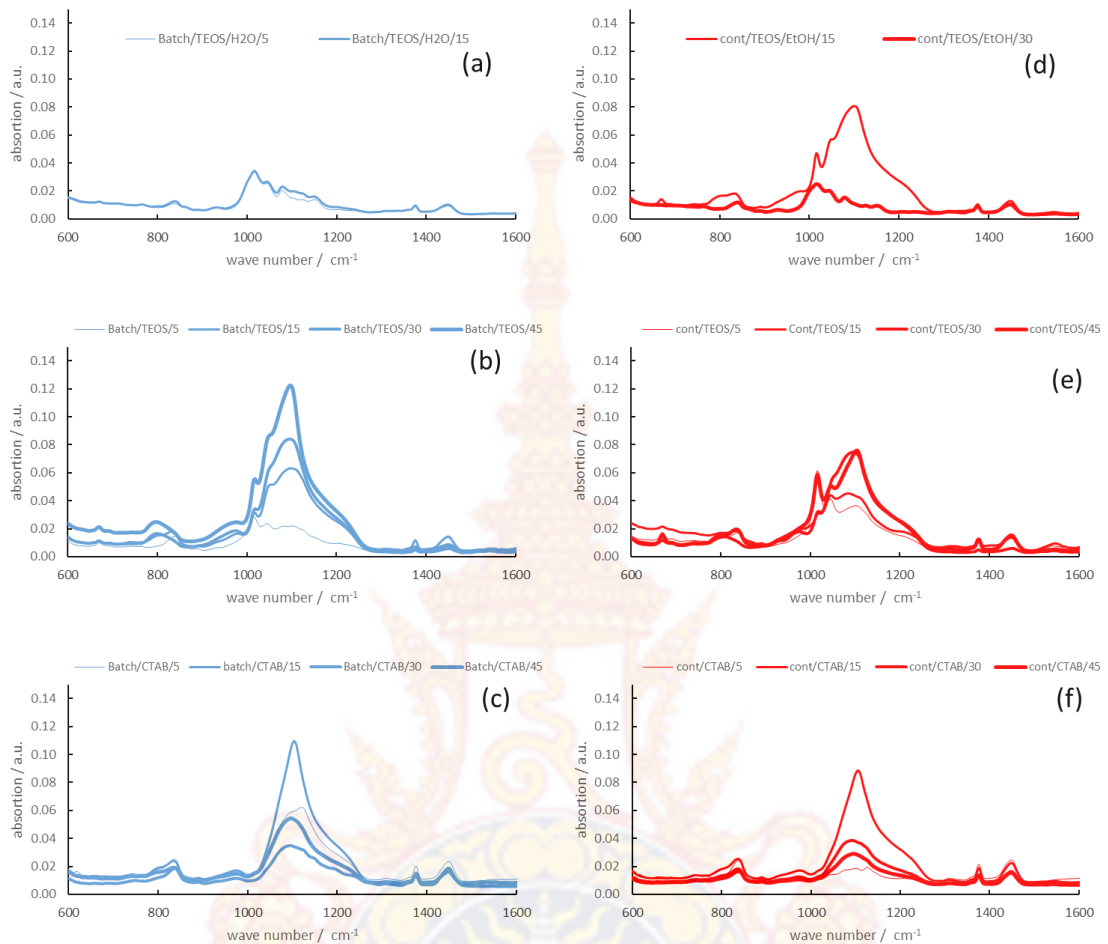


(a)



(b)

ภาพที่ 3.16 ผลของเทคนิคการเตรียม TEOS ต่อความสามารถในการดูดซับช่วงคลื่นรังสีอินฟราเรดของคอมพอสิตของยางและอินซูลินซิลิกา ที่ $c\text{SiO}_2$ เท่ากับ 15 phr

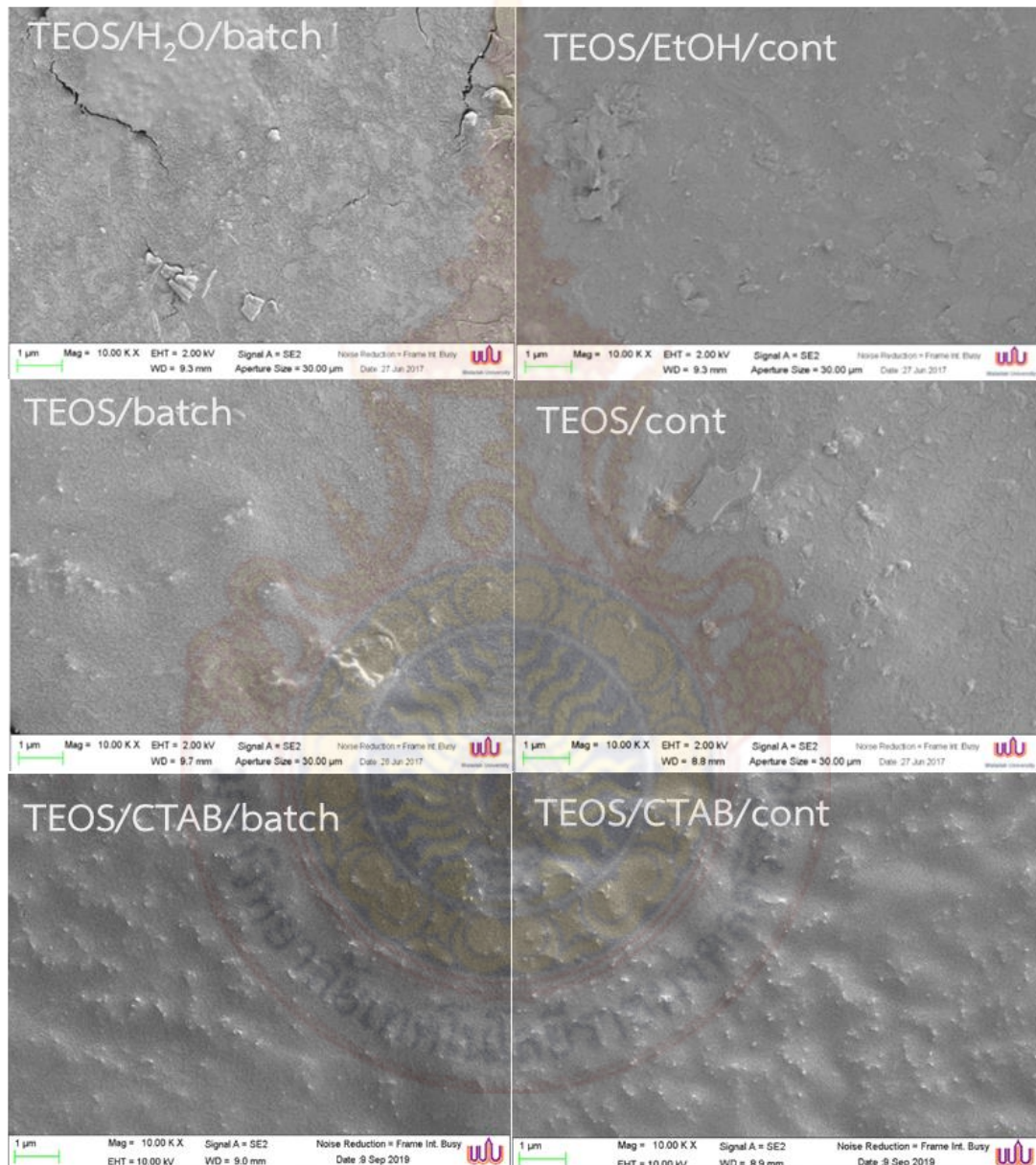


ภาพที่ 3.17 ผลของปริมาณ TEOS ที่ใช้ และเทคนิคการเติม TEOS ต่อความสามารถในการดูดซับช่วงคลื่นรังสีอินฟราเรดของคอมพอสิตของยางและอินซูลินซิลิกา

3.5 สันฐานวิทยา

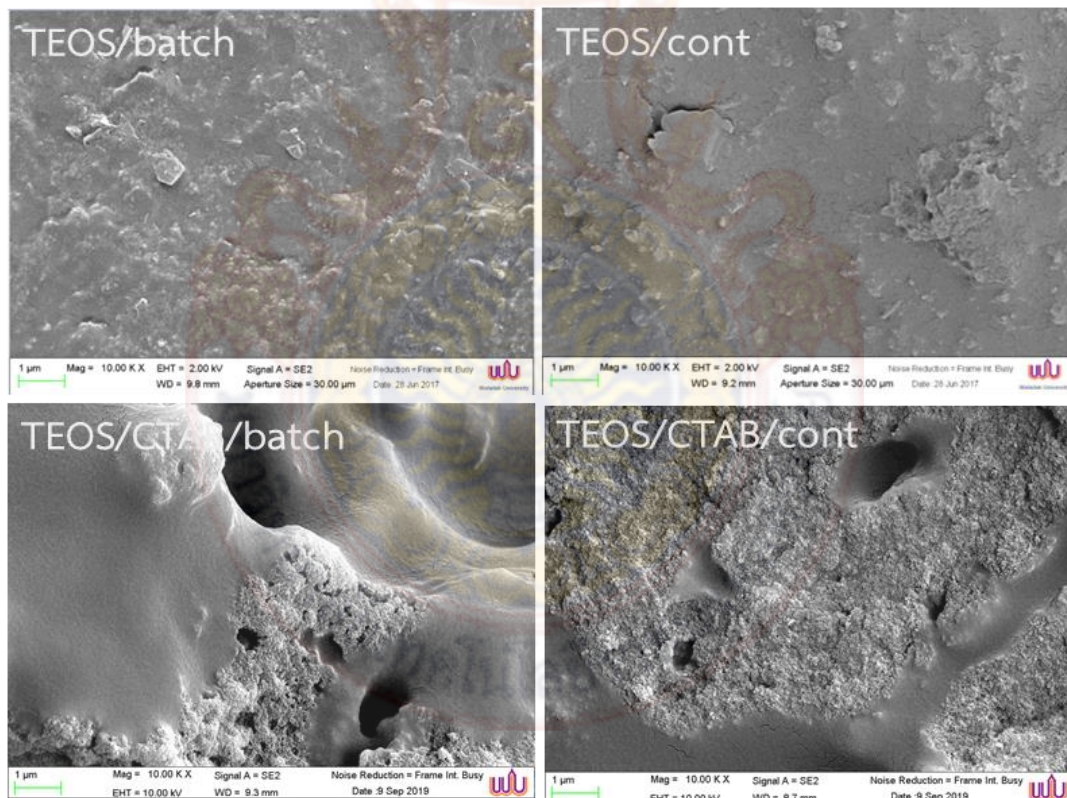
ผลการทดสอบลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาในยางธรรมชาติด้วยเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 10.00KX ของฟิล์มคอมพอสิตของซิลิกากับยางธรรมชาติที่เตรียมจากน้ำยางที่ความเข้มข้น 20% ที่ทำปฏิกิริยากับ TEOS ในปริมาณที่ก่อให้เกิดซิลิกา 15 phr โดยเทคนิค การเตรียม TEOS สามเทคนิคย่อยคือ การใช้ TEOS เดี่ยว ๆ การใช้น้ำ และการใช้เอทานอล เป็นตัวทำละลาย และเทคนิคการเติม สองเทคนิคย่อยคือ การเติมทีเดียว และการเติมแบบต่อเนื่อง ดังแสดงดังภาพที่ 3.6

เมื่อพิจารณาภาพที่ 3.18 นั้นจะเห็นได้ว่าการใช้ CTAB ให้ลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาในยางธรรมชาติที่ดีที่สุด โดยเห็นการกระจายของซิลิกาสม่ำเสมอว่าการใช้ TEOS เดี่ยว ๆ การใช้น้ำเห็นโครงสร้างของซิลิกาเป็นอนุภาคเดี่ยว ชัดเจน ร่วมกับการเกิด agglomerate ขนาดประมาณ 0.5 ไมครอน และ การผลึกของซิลิกา ปนกันกันไป การใช้เอทานอลเห็นโครงสร้างของซิลิกาไม่ชัดเจนแต่เห็นหลักฐานการจับตัวที่ไม่สม่ำเสมอของเนื้อยาง

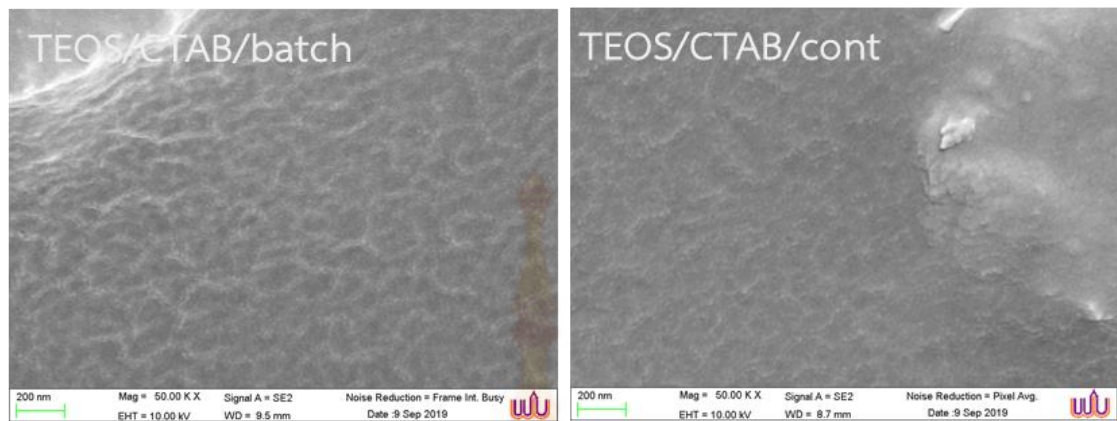


ภาพที่ 3.18 สันฐานวิทยาของพื้นที่หน้าตัดของมาสเตอร์แบทช์อินซิทูซิลิกากับยางธรรมชาติที่สภาวะการเตรียมต่างกัน ($\text{cSiO}_2 = 15 \text{ phr}$)

สิ่งที่น่าสนใจในการศึกษาครั้งนี้อีกประการหนึ่งคือการใช้ปริมาณ TEOS ที่สูง นั้น การใช้ TEOS เดี่ยว ๆ โดยการเติมแบบที่เดียวให้ผลกระจายตัวของซิลิกาดีมาก ดังแสดงไว้ในภาพที่ 3.19 และเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ CTAB นั้น จะเห็นได้ว่า การกระจายตัวของซิลิกาต่ำ เนื่องจากการสูญเสียความเสถียรของน้ำยางขณะผสมนั่นเอง อย่างไรก็ตามการใช้ CTAB ในสภาวะการใช้ TEOS ที่ต่ำ ($cSiO_2 = 5$ phr) นั้น ได้แสดงหลักฐานของโครงสร้างของการจัดเรียงตัวของซิลิกาที่มีโครงสร้างคล้ายตาข่ายสามมิติของแท่งของอนุภาคซิลิกา (ภาพที่ 3.20) ซึ่งอาจจะการเกิดปฏิกิริยาของ TEOS ที่เข้าไปเกาะบนโมเลกุลของโพลีเมอร์ CTAB สามารถจัดเรียงตัวเป็นแบบแท่งขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 20nm ยาวประมาณ 150-200 nm อนุภาคซิลิกาขนาดประมาณ 10 nm เกาะอยู่บนโมเลกุล CTAB คล้ายข้อพระกไทย โดยขนาดอนุภาคของซิลิกาเหล่านั้น มีความสม่ำเสมอสูง การเติมแบบที่เดียวนั้นให้โครงสร้างที่ชัดเจนและใหญ่กว่าการเติมแบบต่อเนื่อง ซึ่งปรากฏการณ์นี้อาจให้สมบัติของคอมพอสิตที่น่าสนใจโดยเฉพาะสมบัติการเสริมแรงซึ่งควรนำไปศึกษาต่อเชิงลึกต่อไป



ภาพที่ 3.19 สัณฐานวิทยาของพื้นที่หน้าตัดของมาสเตอร์แบทช์อินซิทูซิลิกากับยางธรรมชาติที่ใช้ TEOS เดี่ยว ๆ เปรียบเทียบกับการใช้ CTAB ร่วม ($cSiO_2 = 45$ phr)



ภาพที่ 3.20 สัณฐานวิทยาของพื้นที่หน้าตัดของมาสเตอร์แบทช์อินซูลูซิติกกับยางธรรมชาติที่ใช้ CTAB ($\text{cSiO}_2 = 5 \text{ phr}$)



บทที่ 4

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

4.1 สรุปผลการวิจัย

4.1.1 ผลของการเตรียมสารก่อก่อซิลิกา

การเตรียม TEOS โดยการเจือจางกับน้ำนั้น เป็นวิธีที่ถูกต้อง ง่าย และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมไม่มีผลต่อความเสถียรของน้ำยางขณะผสม และระดับการเกิดซิลิกาสูงเนื่องจากมีโอกาที่จะพอลิเมอไรเซชันบางส่วนก่อนการเติมในน้ำยาง และการเติมน้ำเป็นการเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้นการเกิดซิลิกาโดยการไฮโดรไลส์ของ TEOS กับน้ำ ทำให้เกิดการสูญเสียน้อยกว่า การกระจายตัวของซิลิกาดี แต่ไม่ลดเวลาในการผสม และมีแนวโน้มจะไปลดประสิทธิภาพการเกิดซิลิกา เพราะวิธีการนี้จะยิ่งไปลดความเข้มข้นของแอมโมเนียเมื่อยิ่งใช้ปริมาณสารละลาย TEOS สูงขึ้น ซึ่งแอมโมเนียเป็นสารกระตุ้นการเกิดการไฮโดรไลส์ของน้ำและ TEOS นั้นเอง

การเตรียม TEOS โดยการใช้เอทานอลนั้นให้การผสมที่เร็วขึ้นเนื่องจากความชอบน้ำของเอทานอล แต่ในขณะเดียวกัน ถือเป็นภาระแย่งน้ำจากอนุภาคน้ำยาง ทำให้น้ำยางจับตัวในปริมาณการใช้เอทานอลที่สูงขึ้น ทำให้ไม่สามารถใช้ไม่สามารถเตรียมคอมพอสิตที่ปริมาณซิลิกาสูง ๆ ได้นอกจากนี้ การเติมเอทานอลเป็นการทำให้ปฏิกิริยาการเกิดซิลิกาช้าลง และ ประสิทธิภาพการเกิดซิลิกาต่ำ โดยเหตุผลคล้ายกับการใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย แต่เอทานอลให้ผลตรงกันข้ามกับน้ำ คือเอทานอลเป็นผลิตภัณฑ์จากการทำปฏิกิริยาของน้ำและ TEOS ทำให้หน่วงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างน้ำกับ TEOS ตามหลักสมดุลเคมีนั่นเอง

การเติม TEOS เดี่ยวๆ นั้นให้ผลที่น่าสนใจมาก คือ แม้ว่าการเติม TEOS เดี่ยว ๆ จะทำให้เข้ากับน้ำยางได้ยากเนื่องจากความเป็นขั้วที่แตกต่างกันมาก แต่อย่างไรก็มีผลดีคือ ทำให้อัตราการผสมระหว่างน้ำยางกับ TEOS ช้าลงตามไปด้วย ดังนั้นจึงรบกวนความเสถียรน้อยกว่าแม้ที่ปริมาณการใช้ TEOS สูง โดยพบว่า เป็นเทคนิคเดียวที่สามารถใช้ cSiO_2 ได้สูงถึง 45 phr โดยไม่ทำให้ระบบสูญเสียความเสถียร แต่อย่างไรก็ตาม เทคนิคนี้มีแนวโน้มที่จะก่อให้เกิดการจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคซิลิกามากที่สุด

4.1.2 ผลของเทคนิคการเติม TEOS และปริมาณ TEOS ที่ใช้

จากการทดลองสามารถเห็นได้ชัดเจนว่าการเติม TEOS แบบระหว่างวัฏภาคให้ซิลิกาที่มีความสามารถในการกระจายตัวในเนื้อยาง และประสิทธิภาพการเกิดดีกว่าแบบปั่นป่วน ในทุกสภาวะการเตรียม TEOS แต่เวลาในการผสมสูงกว่า โดยความแตกต่างดังกล่าวจะยิ่งเห็นได้ชัดในสภาวะการใช้ TEOS ในปริมาณที่สูง

4.1.3 ผลของการใช้ CTAB

การใช้ CTAB ให้ผลดีในการกระจายตัวมากกว่าเทคนิค แต่มีปัญหาเรื่องของความเสถียรที่ปริมาณ cSiO_2 สูง ๆ จึงทำให้เกิดการจับตัวของน้ำยางและเป็นผลการกระจายตัวของซิลิกาที่ต่ำ แต่ประสิทธิภาพการเกิดซิลิกาและการผสมโดยรวมสูงที่สุดเมื่อเทียบกับเทคนิคอื่น การใช้ TEOS ในปริมาณต่ำ ให้โครงสร้างของซิลิกาเป็นร่างแห 3 มิติ ของแท่งของกลุ่มก้อนซิลิกาที่เกิดจากการเกิดปฏิกิริยาเริ่มต้นของการเกิดอนุภาคซิลิกา โดย TEOS เริ่มตรงผิวไปเกาะบนไมเซลของ CTAB และเกิดปฏิกิริยาเริ่มต้นตรงผิวไมเซลดังกล่าว ปฏิกิริยานี้ดำเนินต่อเนื่องกันไปจนกลายเป็นอนุภาค และเกิดต่อพร้อมกันหลาย ๆ อนุภาค จนปรากฏเป็นกลุ่มอนุภาคซิลิกาเกาะบนผิวของไมเซลดังกล่าวจนมีลักษณะคล้ายช่อพริกไทย

4.1.4 ความแตกต่างระหว่างการใช้ TEOS และ silica slurry

การใช้ silica slurry ไม่มีผลต่อความเสถียรของน้ำยางขณะผสมดังเช่นที่เกิดกับการใช้ TEOS แต่ความสามารถในการกระจายตัวดีกว่าการใช้ TEOS อย่างเห็นได้ชัด โดยสังเกตจากผลของค่าความเป็นพลาสติกของคอมพอสิต การดูดซับช่วงคลื่นซิลิกาโดยใช้เครื่อง FTIR และผลของสัณฐานวิทยา

4.2 ข้อเสนอแนะ

4.2.1 คอมพอสิตที่เตรียมได้ ควรนำไปเตรียมและศึกษาสมบัติของยางวัลคาไนซ์ทั้งในรูปผลิตภัณฑ์จากยางแห้งและผลิตภัณฑ์จากน้ำยาง

4.2.2 การเติม TEOS แบบเดี่ยว ๆ และการใช้ CTAB ร่วม เป็นสภาวะที่ควรไปศึกษาเพิ่มเติมเพื่อขยายผลเพราะมีแนวโน้มที่จะให้สมบัติการแปรรูป ประสิทธิภาพการเกิดซิลิกาและความสามารถในการกระจายตัวของซิลิกาที่ค่อนข้างดีกว่าสภาวะอื่นโดยภาพรวม

บรรณานุกรม

- ⁽¹⁾Stöber, Werner, Arthur Fink, and Ernst Bohn. "Controlled growth of monodisperse silica spheres in the micron size range." *Journal of colloid and interface science* 26.1 (1968): 62-69.
- ⁽²⁾Tan, C. G., B. D. Bowen, and N. Epstein. "Production of monodisperse colloidal silica spheres: Effect of temperature." *Journal of colloid and interface science* 118.1 (1987): 290-293.
- ⁽³⁾Bernards, T. N. M., M. J. C. H. Janssen, and M. J. Van Bommel. "Influence of butanol on the hydrolysis-condensation behaviour of TEOS." *Journal of non-crystalline solids* 168.3 (1994): 201-212.
- ⁽⁴⁾Park, Joon Sang, et al. "Effect of alcohol chain length on particle growth in a mixed solvent system." *Journal of Ceramic Processing Research* 7.1 (2006): 83.
- ⁽⁵⁾Tangpasuthadol, V., et al. "Silica-reinforced natural rubber prepared by the sol-gel process of ethoxysilanes in rubber latex." *Journal of applied polymer science* 109.1 (2008): 424-433.
- ⁽⁶⁾Siramanont, Jirawan, et al. "Sol-gel process of alkyltriethoxysilane in latex for alkylated silica formation in natural rubber." *Polymer Engineering & Science* 49.6 (2009): 1099-1106. ⁽⁷⁾Tohsan, Atitaya, et al. "Novel biphasic structured composite prepared by in situ silica filling in natural rubber latex." *Polymers for Advanced Technologies* 23.10 (2012): 1335-1342.
- ⁽⁸⁾Tohsan, Atitaya, Ryota Kishi, and Yuko Ikeda. "A model filler network in nanocomposites prepared by in situ silica filling and peroxide cross-linking in natural rubber latex." *Colloid and Polymer Science* 293.7 (2015): 2083-2093.
- ⁽⁹⁾Scotti, Roberto, et al. "Rubber-silica nanocomposites obtained by in situ sol-gel method: particle shape influence on the filler-filler and filler-rubber interactions." *Soft Matter* 8.7 (2012): 2131-2143.
- ⁽¹⁰⁾Wahba, L., et al. "In situ sol-gel obtained silica-rubber nanocomposites: influence of the filler precursors on the improvement of the mechanical properties." *RSC Advances* 3.17 (2013): 5832-5844.
- ⁽¹¹⁾Poompradub, Sirilux, Mantana Thirakulrati, and Pattarapan Prasassarakich. "In situ generated silica in natural rubber latex via the sol-gel technique and properties of the silica rubber composites." *Materials Chemistry and*

*Physics*144.1 (2014): 122-131.

- ⁽¹²⁾ Krlevich, Mark L., and Jack L. Koenig. "FTIR analysis of silica-filled natural rubber."
Rubber chemistry and technology 71.2 (1998): 300-309.

