



ใบรับรองวิทยานิพนธ์

บัณฑิตวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ

เรื่อง การใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิดการแอตโมเซลล์าร์ พอลิเมอร์เซชันของ
พอลิไอโซพรีนสำหรับการปรับปรุงผิวซิลิกา
โดย นายธีรศักดิ์ ใจชื่อตรง

ได้รับอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(อาจารย์ ดร.มงคล หวังสถิตยวังษ์)

13 ตุลาคม 2549

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีรวิทย์ พงศ์ประยูร)

กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จันทพร ผลการกุล)

กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ประวิตร จันทรานุกาพ)

การใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิดการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชันของพอลิไอโซพรีน
สำหรับการปรับปรุงผิวซิลิกา

นายธีรศักดิ์ ใจชื่อตรง

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี
บัณฑิตวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
ปีการศึกษา 2549
ISBN 974-19-0847-7
ลิขสิทธิ์ของสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ

ชื่อ : นายธีรศักดิ์ ใจชื่อตรง
ชื่อวิทยานิพนธ์ : การใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิดการแอตไมเซลล์าร์
พอลิเมอร์ไรเซชันของพอลิไอโซพรีนสำหรับการปรับปรุงผิวซิลิกา
สาขาวิชา : วิศวกรรมเคมี
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กิราวุธ พงศ์ประยูร
ปีการศึกษา : 2549

บทคัดย่อ

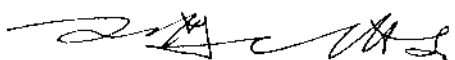
ซิลิกานิยมใช้เป็นสารเติมแต่งสำหรับผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลโดยผิวของซิลิกาประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกเซนและไฮลันอลซึ่งมีคุณสมบัติทำให้พื้นผิวมีความเป็นขรุขระและเป็นกรดทำให้ดูดซับความชื้นได้ดีและส่งผลกระทบต่ออายุการใช้งานเพื่อแก้ไขปัญหาดังกล่าวจึงได้ทำการเคลือบผิวซิลิกาด้วยนาโนฟิล์มพอลิไอโซพรีนโดยอาศัยคลื่นไมโครเวฟให้ความร้อนแก่ระบบ สำหรับเทคนิคแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน โดยซิลิกาที่ทำการปรับปรุงผิวนำมาวิเคราะห์สมบัติทางเคมีต่างๆ ได้แก่ การทดสอบไฮโดรโฟบิกซิตี (Hydrophobicity Test) ฟลูออโรเมตริคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (SEM) ทรานสมิซันอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (TEM) ยูวีสเปกโตรสโคปี (UV) และวิเคราะห์การสกัดด้วยตัวทำละลาย (Extraction Analysis) จากผลการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีต่างๆ แสดงให้เห็นถึงความสำเร็จในการสังเคราะห์ฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกาเมื่อทำการเปรียบเทียบผลที่ได้กับการปรับปรุงผิวของซิลิกาโดยใช้การให้ความร้อน พบว่าการใช้คลื่นไมโครเวฟส่งผลทำให้ปริมาณการใช้ตัวริเริ่มและเวลาการทำปฏิกิริยาลดลง โดยปริมาณการเกิดฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกาที่ใช้การฉายคลื่นไมโครเวฟเป็นตัวเหนี่ยวนำมีค่ามากที่สุดเท่ากับ 35.3 % เมื่อใช้ปริมาณไอโซพรีน 0.8 มิลลิลิตร ที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์เป็นเวลา 30 วินาที ในขณะที่ระบบที่ใช้การให้ความร้อนจะให้ปริมาณการเกิดฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกาเท่ากับ 17% ที่ปริมาณไอโซพรีน 0.8 มิลลิลิตร

นอกจากนี้ได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวโดยใช้การฉายคลื่นไมโครเวฟเป็นตัวเหนี่ยวนำเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวโดยใช้การให้ความร้อน โดยสมบัติเชิงกลที่ใช้ในการวิเคราะห์ คือ เวลาในการคงรูป การวัดแรงฉีกขาด การวัดแรงดึงจนขาด ค่า 300% โมดูลัส ระยะยืดจนกระทั่งขาด และค่าการสูญเสียเนื่องจากการขัดถู พบว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวโดยใช้การฉายคลื่นไมโครเวฟเป็นตัวเหนี่ยวนำจะมีค่าสมบัติเชิงกลดังนี้ เวลาในการคงรูปเท่ากับ 3.01 นาที ค่าแรงฉีกขาดเท่ากับ 55.25 กิโลกรัม/เซนติเมตร ค่าการวัดแรงดึงจนขาดเท่ากับ 109.93 กิโลกรัม/เซนติเมตร² ค่า 300% โมดูลัสเท่ากับ 28.83 กิโลกรัม/เซนติเมตร²

ระยะยัดจนกระทั่งขาดเท่ากับ 670.33% และค่าการสูญเสียเนื่องจากการขาดเท่ากับ 155.63 มิลลิเมตร³ แสดงว่าการใช้เทคนิคแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์โรเซชันโดยการเหนี่ยวนำด้วยการฉายคลื่นไมโครเวฟเพื่อให้เกิดฟิล์มพอลิไอโซพรีน สามารถพัฒนาสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติได้ดีกว่าการให้ความร้อนในแบบเดิม

(วิทยานิพนธ์มีจำนวนทั้งสิ้น 111 หน้า)

คำสำคัญ : แอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์โรเซชัน, การฉายคลื่นไมโครเวฟ, ซิลิกาปรับปรุงผิว, ยางธรรมชาติ



อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

Name : Mr.Teerasak Jaisuetong
Thesis Title : Microwave Radiation Induced Admicellar Polymerization of Polyisoprene for Silica Surface Modification
Major Field : Chemical Engineering
King Mongkut's Institute of Technology North Bangkok
Thesis Advisor : Assistant Professor Dr.Thirawudh Pongprayoon
Academic Year : 2006

Abstract

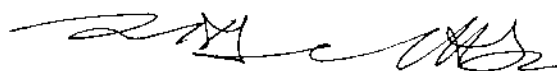
Silica is a basic filler for natural rubber products in order to enhance the mechanical properties. The siloxane and silanol groups of silica deactivate the vulcanization of natural rubber and make the mixing difficult because of the incompatibility between the polar silica surface and the hydrophobic natural rubber surface. To solve these problems, polyisoprene, which has a similar chemical property to the main component of natural rubber (cis-polyisoprene), was coated on the silica surface by microwave radiation induced admicellar polymerization. The modified silicas were characterized by Hydrophobicity Test, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Scanning Electron Microscopy (SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM), Ultraviolet Spectroscopy (UV) and Extraction Analysis. In addition, the results confirm that polyisoprene was successfully coated on silica surface by microwave radiation induced admicellar polymerization. The results of silica modified by microwave radiation induced admicellar polymerization were compared with those of silica modified by conventional heating. The results showed that microwave was induced to initiate the admicellar polymerization in order to shorten the reaction time and uniformly generate heat in the system and silica surface modified by microwave radiation induced admicellar polymerization was coated with polyisoprene approximately 35.3% using 0.8 ml isoprene at microwave radiation power 850 watt, 30 second. While the silica surface modified by conventional heating was coated with polyisoprene approximately 17% using 0.8 ml isoprene.

Moreover, the mechanical properties of natural rubber mixed with silica modified by microwave radiation induced admicellar polymerization were examined and compared with those of natural rubber mixed with silica modified by conventional heating induced admicellar polymerization. The cure time, tear strength, tensile strength,

300% modulus, elongation at break and abrasion loss was determined. The properties of the natural rubber mixed with silica modified by microwave radiation induced admicellar polymerization were 3.01 min of cure time, 55.25 kg/cm of tear strength, 109.93 kg/cm² of tensile strength, 28.83 kg/cm² of 300% modulus, 670.33% of elongation at break and 155.63 mm³ of abrasion loss. Silica surface modified by microwave radiation induced admicellar polymerization of polyisoprene offers greater overall improvements in rubber compound performance than that modified by conventional heating.

(Total 111 pages)

Keywords : Admicellar Polymerization, Microwave Radiation, Modified Silica,
Natural Rubber



Advisor

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงตามวัตถุประสงค์ไปได้ด้วยความอนุเคราะห์อย่างยิ่งของผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธีรารักษ์ พงศ์ประยูร ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่ให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา ความรู้ความเข้าใจ ตลอดจนคำแนะนำและข้อคิดเห็นต่างๆ ที่เกี่ยวข้องกับการวิจัย อันเป็นประโยชน์ต่อการวิจัยครั้งนี้มาโดยตลอด อีกทั้งยังให้คำแนะนำในการปรับปรุงแก้ไขวิทยานิพนธ์จนเสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.จันทพร ผลากรกุล และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ประวิตร จันทวานุกาภ ที่ให้ความอนุเคราะห์เป็นคณะกรรมการสอบ รวมถึงแก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ธุรการ และเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ รวมทั้ง นางสาวสุปราณี แสงทอง นักศึกษาภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ ที่มีส่วนช่วยเหลือให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี

ขอขอบคุณบริษัท บ้านแพนรีเสิร์ชแลบอราทอรี จำกัด และ คุณสุภาพ สงสุวรรณ เจ้าหน้าที่บริษัทที่ให้คำปรึกษาช่วยออกแบบสูตรผสมเคมียาง ตลอดจนให้ความอนุเคราะห์ยางธรรมชาติ และเครื่องมือทดสอบสมบัติยาง และยังอำนวยความสะดวกสถานที่ในการทดสอบสมบัติยางธรรมชาติ

ขอขอบคุณ บริษัท สยามซิลิกา จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์สารซิลิกาเพื่อใช้ในโครงการวิทยานิพนธ์นี้

การวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนบางส่วนจากทุนอุดหนุนการวิจัย เพื่อทำวิทยานิพนธ์สำหรับนักศึกษาระดับบัณฑิตศึกษา บัณฑิตวิทยาลัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ

ท้ายนี้ผู้วิจัยใคร่ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้กำลังใจ และให้ความสนับสนุนในด้านทุนการศึกษามาโดยตลอด หากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ก่อให้เกิดประโยชน์แก่ท่านผู้ใด ผู้วิจัยขอมอบความดีทั้งปวงให้แก่บิดา มารดา และคณาจารย์ทุกท่าน ที่ได้ช่วยส่งเสริมให้ผู้วิจัยมีความรู้ ความสามารถ จนสำเร็จการศึกษา

วีรศักดิ์ ใจซื่อตรง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
สารบัญตาราง	ณ
สารบัญภาพ	ญ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ปัญหาและที่มา	1
1.2 วัตถุประสงค์	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ของการวิจัย	3
บทที่ 2 ทฤษฎี แนวคิด และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 ยางธรรมชาติ (Natural Rubber)	5
2.2 ซิลิกา (Silica)	11
2.3 สารลดแรงตึงผิว (Surfactant)	13
2.4 ปฏิกิริยาแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน (Admicellar Polymerization)	16
2.5 ไมโครเวฟ (Microwave)	20
2.6 งานวิจัยที่ผ่านมา	23
บทที่ 3 อุปกรณ์ และวิธีการดำเนินงานวิจัย	33
3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี	33
3.2 วิธีการดำเนินงานวิจัย	35
3.3 การพิสูจน์คุณลักษณะและลักษณะพื้นผิวของซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุง ผิวด้วยกระบวนการ แอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน	37
3.4 วิธีการเตรียมขั้นตอนการสกัดฟิล์มที่เคลือบบนพื้นผิวซิลิกา	38
3.5 วิธีการเตรียมขั้นตอนการผสมเคมียางและขึ้นรูปยาง	39
บทที่ 4 ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง	41
4.1 ผลของการศึกษาปัจจัยที่มีต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกา	41
4.2 ผลของการพิสูจน์การมีอยู่ของฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกา	48
4.3 ผลของการทดสอบสมบัติจำเพาะของยางธรรมชาติ	57
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	65
5.1 สรุปผลการทดลอง	65
5.2 ข้อเสนอแนะ	66

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
เอกสารอ้างอิง	69
ภาคผนวก ก	73
การศึกษาการดูดซับของสารละลายเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ บนผิวซิลิกา	74
ภาคผนวก ข	77
วิธีคำนวณการเตรียมปริมาณสารเคมี	78
ภาคผนวก ค	81
ข้อมูลจากการทดลอง	82
ภาคผนวก ง	95
มาตรฐานการทดสอบยางวัลคาไนซ์	96
ประวัติผู้วิจัย	111

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2-1 การจัดกลุ่มของยางตามค่าความต้านทานต่อการขูดฉีก	
3-1 ปริมาณสารเคมีของการปรับปรุงผิวซิลิกาในระบบการใช้ความร้อน	36
3-2 ปริมาณสารเคมีของการปรับปรุงผิวซิลิกาในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ	36
3-3 ปริมาณสารเคมีของการปรับปรุงผิวซิลิกาในระบบการเปลี่ยนความเข้มข้นมอนอเมอร์และตัวริเริ่มที่สภาวะการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที	37
3-4 สูตรปริมาณสารในขั้นตอนการผสมเคมียาง	39
3-5 สมบัติในการวิเคราะห์ความจำเพาะของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิว	40
ก-1 ค่าการดูดซับของสารละลายเซทิลไตรเมทซิลแอมโมเนียมโบรไมด์บนพื้นผิวซิลิกา (CTAB Adsorption Isotherm on Hi-Sil 255) เมื่อใช้ซิลิกา 1 กรัมในระบบของสารละลาย 20 มิลลิกรัม ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง ประมาณ 8 (pH 8)	74
ค-1 แสดงค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่สภาวะต่างๆ ของระบบการใช้ความร้อน	84
ค-2 แสดงค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่สภาวะต่างๆ ของระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	85
ค-3 แสดงค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่สภาวะต่างๆ ของระบบการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที	85
ค-4 แสดงผลการทดสอบสมบัติการคงรูปของยางที่ส่วนผสมต่างๆ	90
ค-5 แสดงผลการทดสอบความต้านทานต่อการขูดฉีกของยางที่ส่วนผสมต่างๆ	90
ค-6 แสดงผลการทดสอบสมบัติความต้านทานแรงดึงของยางที่ส่วนผสมต่างๆ	91
ค-7 แสดงผลการทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการฉีกขาดของยางที่ส่วนผสมต่างๆ	91
ค-8 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบความร้อนโดยอาศัย การสกัดด้วยตัวทำละลาย THF และ โทลูอิน	92
ค-9 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟโดยอาศัยการสกัดด้วยตัวทำละลาย THF และ โทลูอิน	93
ค-10 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบที่เปลี่ยนความเข้มข้นมอนอเมอร์และตัวริเริ่มที่สภาวะการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาทีโดยอาศัยการสกัดด้วยตัวทำละลาย THF และ โทลูอิน	94

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2-1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์	8
2-2 การเชื่อมโยงของหมู่ซัลฟอนัลด้วยพันธะไฮโดรเจน	13
2-3 กราฟแสดงผลการดูดซับของประจุในสารลดแรงตึงผิวบนพื้นผิวสัมผัสที่มีประจุตรงกันข้าม	14
2-4 ลักษณะการเกิด Solubilization	16
2-5 ลักษณะการเกิด Adsolubilization	16
2-6 ขั้นตอนการสังเคราะห์ฟิล์มบางพอลิเมอร์ด้วยปฏิกิริยา แอดไมเซลล์าร์พอลิเมอร์เซชัน	17
2-7 คุณสมบัติของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า	20
2-8 สเปกตรัมของแสงอาทิตย์	21
2-9 ประเภทของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า	21
2-10 ภาพตัดขวางภายในเดาอบไมโครเวฟ	23
3-1 หลอดทดลองและเดาอบไมโครเวฟ รุ่น MW 102w ของ ชัมซุง	37
4-1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงยูวี กับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นของตัวริเริ่มต่างๆ ในระบบการใช้ความร้อน	42
4-2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นของตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้ความร้อนโดยใช้ THF เป็นสารสกัด	42
4-3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นของตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้ความร้อน โดยใช้ Toluene เป็นสารสกัด	43
4-4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงยูวี กับเวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟต่างๆ ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	44
4-5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป กับเวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟต่างๆ ของสภาวะการใช้คลื่นไมโครเวฟ โดยใช้ THF เป็นสารสกัด	44
4-6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟต่างๆ ของสภาวะการใช้คลื่นไมโครเวฟ โดยใช้ Toluene เป็นสารสกัด	45

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4-7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงยูวี กับความเข้มข้นของมอนอเมอร์ และตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์เป็นเวลา 30 วินาที	46
4-8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที โดยใช้ THF เป็นสารสกัด	47
4-9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที โดยใช้ Toluene เป็นสารสกัด	47
4-10 แสดงผลการล่อน้ำของซิลิกาปรับปรุงผิว (ก) เปรียบเทียบระหว่างซิลิกาปรับปรุงผิวระบบที่ใช้ความร้อนและซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุงผิว, (ข) เปรียบเทียบระหว่างซิลิกาปรับปรุงผิวระบบที่ใช้คลื่นไมโครเวฟและซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุงผิว	49
4-11 สเปกตรัม FTIR แสดงหมู่ฟังก์ชันแอลเฉพาะของซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว	50
4-12 สเปกตรัม FTIR แสดงหมู่ฟังก์ชันแอลเฉพาะของซิลิกาที่ปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน	50
4-13 สเปกตรัม FTIR แสดงหมู่ฟังก์ชันแอลเฉพาะของซิลิกาที่ปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	51
4-14 สเปกตรัม UV แสดงค่าการดูดกลืนแสง (ก) ซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) พอลิไอโซพรีนที่ได้จากการสกัดจากยางธรรมชาติ, (ค) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และ (ง) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	52
4-15 ลักษณะการกระจายตัวของฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวของ (ก) ซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อนและ(ค) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	53
4-16 เปอร์เซนต์คาร์บอนของซิลิกาที่สภาวะต่างๆ (ก) ซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุง (ข) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และ (ค) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	54
4-17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเปอร์เซนต์คาร์บอนของซิลิกาธรรมชาติที่ไม่ปรับปรุงผิว ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	55

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4-18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเปอร์เซ็นต์คาร์บอนของซิลิกาทุกๆ สภาวะ	56
4-19 ขนาดของเม็ดซิลิกา (ก) ซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) ซิลิกาที่ปรับปรุงผิวในระบบความร้อนและ (ค) ซิลิกาที่ปรับปรุงผิวในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ	57
4-20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการคงรูปของยางกับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ	58
4-21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานต่อการดึง (Tensile Strength) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ	59
4-22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะยืดจนกระทั่งขาด (Elongation to Break) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ	60
4-23 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง 300% โมดูลัส (300% Modulus) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ	61
4-24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานต่อการฉีกขาด (Tear Strength) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ	62
4-25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียจากการขัดถู (Abrasion loss) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ	63
4-26 ลักษณะการยึดเกาะกันระหว่างฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกากับเนื้อยางธรรมชาติ (ก) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และ (ค) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	64
ค-1 FTIR Spectra ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบความร้อน	82
ค-2 FTIR Spectra ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ	83
ค-3 FTIR Spectra ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบกำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์เป็นเวลา 30 วินาที	84
ค-4 SEM Photogram ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบความร้อน	86
ค-5 SEM Photogram ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ	88

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
ค-6 SEM Photogram ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ โรเซชันในระบบการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที	89
ค-7 TEM Photogram ของซิลิกา (ก) ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) ซิลิกาปรับปรุงผิวด้วย กระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์โรเซชันในระบบการใช้ความร้อน และ (ค) ซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์โรเซชันในระบบ การใช้คลื่นไมโครเวฟ	90

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ปัญหาและที่มา

ปัจจุบันความต้องการในการใช้ผลิตภัณฑ์ประเภทยางธรรมชาติ เพื่อประโยชน์ในการใช้สอย มีความหลากหลายมากขึ้น เนื่องจากยางธรรมชาติมีคุณสมบัติที่ดีหลายประการ เช่น มีคุณสมบัติต้านทานต่อการฉีกขาดสูงทั้งในอุณหภูมิต่ำและอุณหภูมิสูง มีคุณสมบัติทนต่อแรงดึงแม้ไม่ได้เติมสารเสริมแรง แต่การนำยางธรรมชาติมาใช้นั้นยังมีข้อจำกัดเนื่องจากยางธรรมชาติมีลักษณะทางกายภาพที่ไม่เสถียรประกอบกับมีสมบัติเชิงกลที่ต่ำ ด้วยเหตุนี้การใช้ประโยชน์จากยางธรรมชาติจึงจำเป็นต้องมีการปรับปรุงคุณภาพของยาง เพื่อตอบสนองความต้องการของผู้บริโภค แนวทางหนึ่งที่ยอมรับใช้ในการปรับปรุงประสิทธิภาพของยางธรรมชาติคือ การเติมสารเติมแต่ง (Filler)

สารเติมแต่งที่มักใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตยางมีหลายชนิดเช่น ผงเขม่าดำ (Carbon Black) ผงเขม่าขาว หรือ ซิลิกา แต่ส่วนมากนิยมใช้ซิลิกาเป็นสารเติมแต่งเนื่องจากมีคุณสมบัติช่วยเพิ่มการเสริมแรงและให้ความยืดหยุ่นแก่โครงสร้างของยาง อีกทั้งยังเป็นสารประกอบที่ไม่ให้สี ซึ่งสารเติมแต่งจำพวกผงเขม่าดำไม่สามารถทำได้แต่ปัญหาหลักๆ ของการนำซิลิกามาใช้เป็นสารเติมแต่งคือ ความเป็นรูพรุนสูงซึ่งทำให้เกิดการดูดซับตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีได้ดี อีกทั้งลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของซิลิกา ที่ไม่สามารถสร้างพันธะกับหมู่ฟังก์ชันในยางธรรมชาติได้เนื่องจากพื้นผิวของซิลิกาประกอบไปด้วยหมู่ของซิลินอล ซึ่งมีความเป็นขั้ว แนวทางหนึ่งที่จะทำให้ซิลิกาสามารถสร้างพันธะกับหมู่ฟังก์ชันในยางธรรมชาติ และทำให้ซิลิกากับยางธรรมชาติสามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกันได้คือ การปรับปรุงพื้นผิวซิลิกาก่อนนำไปผสมในยางธรรมชาติโดยอาศัยปฏิกิริยาแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอไรเซชัน (Admicellar Polymerization) และเลือกใช้ไอโซพรีนเป็นมอนอเมอร์ เนื่องจากในยางธรรมชาติมีองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนของพอลิไอโซพรีนชนิดเส้นตรง (Linear cis-1,4- Polyisoprene) มากถึง 99.99% ดังนั้นการเลือกใช้ไอโซพรีนเป็นมอนอเมอร์ จึงจะสามารถทำให้ซิลิการวมเป็นเนื้อเดียวกับยางได้ดีกว่ามอนอเมอร์ชนิดอื่นๆ

โดยทั่วไปการปรับปรุงพื้นผิวซิลิกาที่อาศัยปฏิกิริยาแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอไรเซชันนิยมใช้ตัวริเริ่มเป็นสารเคมี ซึ่งก่อให้เกิดปัญหาในขั้นตอนการล้างและขั้นตอนการกำจัดของเสีย ทำให้มีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม วิธีหนึ่งของการแก้ไขปัญหานี้คือ การเลือกใช้เทคโนโลยีไมโครเวฟ (Microwave Technology) เนื่องจากเทคโนโลยีไมโครเวฟสามารถช่วยลดปริมาณการใช้ตัวริเริ่มที่เป็นสารเคมีให้น้อยลงได้ และยังสามารถลดเวลาของการทำปฏิกิริยาให้น้อยลง

ได้อีกเช่นกัน เนื่องจากพลังงานจากคลื่นไมโครเวฟจะเหนี่ยวนำให้เกิดปฏิกิริยา โดยไปกระตุ้นตัวริเริ่มปฏิกิริยาให้เกิดความไวในการทำปฏิกิริยา นับเป็นแนวทางใหม่ที่ยังไม่แพร่หลายนักในการนำมาใช้สำหรับกระบวนการ แอดไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงได้เลือกใช้พลังงานจากคลื่นไมโครเวฟมาเหนี่ยวนำให้เกิดการแอดไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันของพอลิไอโซพรีนสำหรับการปรับปรุงพื้นผิวซิลิกา

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 ศึกษาและทดลองการปรับปรุงผิวซิลิกา โดยอาศัยกระบวนการแอดไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน โดยใช้คลื่นไมโครเวฟเป็นตัวเหนี่ยวนำให้เกิดการพอลิเมอร์ไรซ์ที่สภาวะต่างๆ

1.2.2 ศึกษาปัจจัยในการเกิดปฏิกิริยาแอดไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน ที่มีผลต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกา

1.2.3 ศึกษาและวิเคราะห์การมีอยู่ของฟิล์มที่เคลือบบนผิวซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุง

1.2.4 ศึกษาและทดสอบผลการเปลี่ยนแปลงของคุณสมบัติทางกายภาพ ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาปรับปรุงผิวที่เตรียมได้เมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติทั่วไป

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 ศึกษาทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการแอดไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน รวมทั้งผลงานวิจัยที่ผ่านมา

1.3.2 ทำการทดลองปรับปรุงผิวซิลิกา โดยเปรียบเทียบระบบที่ใช้ความร้อนกับระบบที่ใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิดกระบวนการแอดไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันที่สภาวะต่างๆ

1.3.3 ทำการทดลองเพื่อศึกษาถึงปัจจัยที่มีผลต่อการกระจายตัว ของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกา ประกอบด้วย เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ความเข้มข้นของตัวริเริ่มและกำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ

1.3.4 ทำการทดลองเพื่อวิเคราะห์การมีอยู่ของฟิล์มที่เคลือบบนผิวซิลิกา ที่ได้รับการปรับปรุง ด้วยวิธีต่างๆ เช่น วิเคราะห์ทดสอบความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobicity Test) วิเคราะห์ลักษณะหมู่ฟังก์ชันด้วย ฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy : FTIR) วิเคราะห์การดูดกลืนแสงยูวีด้วย ยูวี สเปกโตรสโคปี (UV Spectroscopy) วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและหาค่าเปอร์เซ็นต์คาร์บอนด้วย สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (Scanning Electron Microscopy : SEM) วิเคราะห์ขนาดโครงสร้างด้วย ทรานสมิชันอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (Transmission Electron Microscopy : TEM) และวิเคราะห์หาปริมาณฟิล์มพอลิไอโซพรีนโดยอาศัยการสกัดด้วยตัวทำละลายต่างๆ

1.3.5 ทำการทดสอบผลการเปลี่ยนแปลงของคุณสมบัติทางกายภาพ ของยางธรรมชาติที่เติมซิลิกาปรับปรุงผิวที่เตรียมได้เมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติทั่วไป โดยศึกษา

การเปลี่ยนแปลงของคุณสมบัติต่อไปนี้ แรงที่ใช้ในการฉีกขาด แรงดึง ณ จุดยึดที่กำหนด แรงในการดึงจนขาด ระยะในการดึงจนกระทั่งขาด การทนต่อการสึกหรอและเวลาที่ใช้ในการคงรูป

1.4 ประโยชน์ของการวิจัย

1.4.1 เป็นการนำเอาเทคโนโลยีไมโครเวฟมาใช้ในการประยุกต์ และขยายขอบเขตของงานในเชิงอุตสาหกรรม เพื่อผลิตผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติที่มีคุณภาพดีขึ้น

1.4.2 ทำให้ต้นทุนของวัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตลดลง เนื่องจากการใช้ไมโครเวฟเป็นตัวเหนี่ยวนำจะสามารถช่วยลดปริมาณการใช้ตัวรีมที่เป็นสารเคมีได้ถึง 50 เปอร์เซ็นต์ โดยการใช้ปริมาณสารเคมีที่น้อยลงนี้จะมีผลทำให้มลพิษที่เกิดขึ้นมีปริมาณลดลง

1.4.3 ทำให้ต้นทุนของค่าใช้จ่ายในการใช้พลังงาน สำหรับกระบวนการผลิตลดลง เนื่องจากการใช้ไมโครเวฟสามารถช่วยลดระยะเวลาในกระบวนการผลิตได้มากถึง 360 เท่า

1.4.4 ทำให้ผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติที่ผ่านการปรับปรุงมีคุณสมบัติทางกล และทางกายภาพดีขึ้น ส่งผลทำให้ผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติมีราคาที่สูงขึ้น ซึ่งทำให้รายได้ทางเศรษฐกิจของประเทศมีปริมาณสูงขึ้นตามไปด้วย

บทที่ 2

ทฤษฎี แนวคิด และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ยางธรรมชาตินับเป็นวัสดุพอลิเมอร์ชนิดหนึ่ง ที่มีบทบาทสำคัญต่อชีวิตประจำวันของเรา และเศรษฐกิจของประเทศเป็นอย่างมาก เนื่องจากผู้บริโภคมีความต้องการใช้ยางในรูปแบบที่แตกต่างกันออกไป ดังจะพบเห็นผลิตภัณฑ์ของยางในรูปแบบต่างๆ เช่น ถุงมือยาง ยางรัดของ ยางพื้นรองเท้า เป็นต้น แต่การนำยางธรรมชาติมาใช้นั้นยังมีขีดจำกัดเนื่องจากมีสมบัติเชิงกลต่ำ และมีลักษณะทางกายภาพที่ไม่เสถียร ด้วยเหตุนี้การใช้ประโยชน์จากยางจึงจำเป็นต้องมีการปรับปรุงยาง เพื่อตอบสนองความต้องการของผู้บริโภค แนวทางหนึ่งที่ยอมรับใช้ในการปรับปรุงประสิทธิภาพของยางคือ การเติมสารเติมแต่ง (Filler) จากการศึกษพบว่า ซิลิกาเป็นสารเติมแต่งที่ให้ความยืดหยุ่นกับโครงสร้างของยางและมีสมบัติที่ไม่ให้สี ซึ่งผงเขม่าดำไม่สามารถทำได้ แต่ปัญหาหลักของการนำซิลิกาไปใช้เป็นสารเติมแต่งคือ ความเป็นรูพรุนสูงซึ่งทำให้เกิดการดูดซับตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี ประกอบกับลักษณะโครงสร้างของผิวซิลิกาที่ไม่สามารถสร้างพันธะกับหมู่ฟังก์ชันในยางธรรมชาติได้ เนื่องจากพื้นผิวของซิลิกาประกอบไปด้วยหมู่ของซิลินอลซึ่งมีความเป็นขั้ว เพื่อแก้ไขปัญหาดังกล่าวจึงได้ทำการเคลือบผิวซิลิกาด้วยนาโนฟิล์มพอลิไอโซพรีนเพื่อให้ซิลิกาสามารถรวมเป็นเนื้อเดียวกับยางธรรมชาติได้ดีขึ้น ซึ่งอาศัยคลื่นไมโครเวฟให้ความร้อนแก่ระบบ สำหรับเทคนิคแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน (Atmospheric Pressure Plasma Polymerization) โดยต่อจากนี้จะกล่าวถึงเนื้อหาและทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับ ยางธรรมชาติ ซิลิกา สารลดแรงตึงผิว ปฏิกิริยาแอตโมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน คลื่นไมโครเวฟและงานวิจัยที่ผ่านมา

2.1 ยางธรรมชาติ (Natural Rubber)

ยางธรรมชาติเป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่ง ที่มีสมบัติเด่นหลายประการที่วัสดุอื่นไม่สามารถเทียบเคียงได้โดยเฉพาะสมบัติความยืดหยุ่น (Elasticity) คือ เมื่อให้แรงดึงยางจะสามารถยืดตัวได้หลายเท่าของความยาวเดิม และเมื่อปล่อยแรงออกยางก็จะกลับคืนสู่รูปร่างและความยาวเดิม นอกจากนี้ยางยังมีสมบัติเด่นอื่นๆ อีก เช่น มีความเหนียว (Toughness) และความทนทานต่อการขัดสี (Abrasion Resistance) สูง สามารถป้องกันการซึมผ่านของน้ำและอากาศได้ มีความสามารถในการยึดติดกับวัสดุอื่นดี เช่น โลหะและสิ่งทอ (เส้นใย ผ้าใบ ฯลฯ) ทำให้สามารถนำไปใช้ในงานวิศวกรรมได้หลากหลายมากยิ่งขึ้น

องค์ประกอบโดยน้ำหนักของเนื้อยางธรรมชาติดิบ (Solid Natural Rubber) ประกอบด้วย 93-95 % ซิส-1, 4 พอลิไอโซพรีน (cis-1, 4 Polyisoprene), 2-3% โพรตีน, 2 %อะซิโตน-เรซิน ที่ละลายได้, น้ำ, น้ำตาล และแร่ธาตุเล็กน้อย โดยองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนของยางธรรมชาติ ประกอบด้วย 99.99 % พอลิไอโซพรีนชนิดเส้นตรง (Linear cis-1,4- Polyisoprene) [1]

2.1.1 สมบัติทั่วไปของยางธรรมชาติ

ยางธรรมชาติมีสมบัติเด่นๆหลายประการ ไม่ว่าจะเป็นความเหนียวติดกัน (Tack) ความทนทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ความทนทานต่อการฉีกขาด (Tear Strength) หรือความยืดหยุ่น (Elasticity) แต่ยางธรรมชาติก็ยังคงมีสมบัติอื่นๆ ที่ทั้งเด่นและด้อยอีกเช่นกัน ดังจะขอกกล่าวต่อไปนี้

2.1.1.1 สมบัติเชิงพลวัต (Dynamic Properties) ยางธรรมชาติมีสมบัติเชิงพลวัตที่ดี ยางมีการสูญเสียพลังงานในรูปของความร้อนต่ำในระหว่างการใช้งาน นอกจากนี้ยางธรรมชาติยังมีความต้านทานต่อการล้าตัว (Fatigue Resistance) ที่สูงมากอีกด้วย [2]

2.1.1.2 Compression Set ยางธรรมชาติมีค่า Compression Set ก่อนข้างต่ำ ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิสูงปานกลาง อย่างไรก็ตามค่า Compression Set ที่อุณหภูมิต่ำของยางธรรมชาติจะสูงขึ้นเนื่องจากยางอาจเกิดการตกผลึกทำให้การยืดหยุ่นของยางเริ่มสูญเสียไปในขณะที่ค่า Compression Set ที่อุณหภูมิต่ำของยางธรรมชาติจะมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากยางธรรมชาติไม่ทนต่อความร้อน ยางจึงเกิดการเสื่อมสภาพ ส่งผลทำให้สมบัติ Compression Set ด้อยลง [2]

2.1.1.3 การกระด้างกระดอน (Rebound Resilience) ยางธรรมชาติมีสมบัติการกระด้างกระดอนสูง แต่ยังด้อยกว่ายางบิวตาไดอิน และในระหว่างการเล่นแปรงรูปร่างยางจะสูญเสียพลังงานในรูปของความร้อนน้อยมาก ยางธรรมชาติจึงมีความร้อนสะสมต่ำเมื่อถูกใช้งานในเชิงพลวัต [2]

2.1.1.4 ความทนทานต่อของเหลวและสารเคมี (Liquid and Chemical Resistance) เนื่องจากองค์ประกอบของยางธรรมชาติเป็นสารไฮโดรคาร์บอนที่ไม่มีขั้ว ดังนั้นยางดิบจึงละลายได้ดีในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว เช่น โทลูอิน เฮกเซน หรือ เบนซีน ความสามารถในการละลายนี้จะลดลงถ้ายางเกิดการคงรูป เนื่องจากการเชื่อมโยงทางเคมีของโมเลกุลเกิดเป็นโครงสร้างตาข่าย 3 มิติในยางคงรูปจะไปขัดขวางกระบวนการละลายของยาง ยางคงรูปจึงเพียงแต่เกิดการบวมตัวในตัวทำละลายเหล่านี้เท่านั้น อย่างไรก็ตามการบวมตัวของยางดังกล่าวจะทำให้สมบัติเชิงกลของยางด้อยลง ด้วยเหตุนี้ยางธรรมชาติจึงไม่ทนต่อน้ำมันปิโตรเลียมหรือตัวทำละลายที่ไม่มีขั้วต่างๆ แต่ยางจะทนต่อของเหลวที่มีขั้ว เช่น อะซิโตน หรือ แอลกอฮอล์ นอกจากนี้ยางธรรมชาติยังทนต่อกรดและด่างเจือจางได้ดี แต่ไม่ทนต่อกรดในดริคและกรดกำมะถันเข้มข้น [2]

2.1.1.5 การเสื่อมสภาพเนื่องจากความร้อน โอโซน และแสงแดด (Aging Properties) เนื่องจากโมเลกุลของยางธรรมชาติมีพันธะคู่อยู่มาก ทำให้ยางว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจน หรือเรียกปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นว่า ปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยมีแสงแดดหรือความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นยางธรรมชาติจึงถูกออกซิไดซ์ได้ง่าย นอกจากนี้ยางธรรมชาติยังไม่ทนต่อโอโซนเพราะเมื่อยางถูกยืดและได้รับโอโซนนานๆ จะเกิดรอยแตกขนาดเล็กจำนวนมากที่บริเวณพื้นผิวในทิศตั้งฉากกับทิศทางการยืดตัวของยาง ด้วยเหตุนี้ในระหว่างการผลิตผลิตภัณฑ์ จึงต้องมีการเติมสารเคมีบางชนิดลงไปเพื่อยืดอายุการใช้งานของยางธรรมชาติ [2]

2.1.1.6 ความต้านทานต่อการขัดถู (Abrasion Resistance) ยางธรรมชาติมีค่าความต้านทานต่อการขัดถูสูง แต่ยังด้อยกว่ายางสไตรีนบิวตาไดอีน (SBR) อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับยางสังเคราะห์ชนิดอื่นๆ พบว่า ยางธรรมชาติมีค่าความต้านทานต่อการขัดถูอยู่ในกลุ่มที่สูงมาก [2] ดังแสดงในตารางที่ 2-1

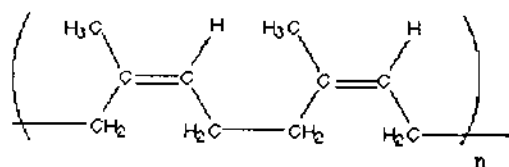
ตารางที่ 2-1 การจัดกลุ่มของยางตามค่าความต้านทานต่อการขัดถู [2]

กลุ่มที่	ความต้านทานต่อการขัดถู	ยาง
1	สูงมาก	ยางพอลิยูรีเทน (AU/EU), ยางบิวตาไดอีน (BR), ยางสไตรีนบิวตาไดอีน (SBR), ยางไนไตรล์ (NBR) และยางธรรมชาติ (NR)
2	สูง-สูงมาก	ยางเอทิลีนโพรพิลีนไดอีน (EPDM), ยางคลอโรพรีน (CR)
3	สูง	ยางบิวไทล์ (IIR) และยางเอทิลวินิลอะซิเตต
4	ต่ำ	ยางซิลิโคน (Q)

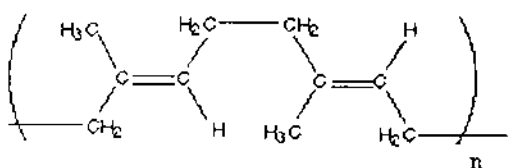
2.1.2 โครงสร้างของยางธรรมชาติ

ยางธรรมชาติมีชื่อทางเคมีคือ ซิส-1, 4-พอลิไอโซพรีน (cis-1, 4-Polyisoprene) กล่าวคือในโมเลกุลยาง 1 โมเลกุล จะประกอบด้วยหน่วยของไอโซพรีน (C_5H_8) มาต่อกันเป็นสายยาวแบบเส้นตรง [1] โดยทั่วไปยางธรรมชาติมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยอยู่ในช่วง 200,000 ถึง 400,000[2] และมีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลที่กว้างมาก ยางธรรมชาติมีความหนาแน่นเท่ากับ 0.93 g/cm^3 ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส และมีอุณหภูมิของการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass Transition Temperature : T_g) ประมาณ -72 องศาเซลเซียส นั้นหมายความว่า

หากนำยางธรรมชาติไปเก็บไว้ที่มีอุณหภูมิต่ำกว่า -72 องศาเซลเซียส สมบัติของยางธรรมชาติจะเปลี่ยนจากที่เคยยืดหยุ่นไปเป็นของแข็งเปราะเช่นเดียวกับแก้ว



ยางธรรมชาติ (cis-1, 4-Polyisoprene)



ยางสังเคราะห์ (trans-1, 4-Polyisoprene)

ภาพที่ 2-1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติและยางสังเคราะห์ [2]

จากภาพที่ 2-1 จะเห็นว่าใน 1 หน่วยของไอโซพรีน จะมีพันธะคู่และมีหมู่แอลฟาเมทิลีน (α -Methylene) ที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาการคงรูปด้วยกัมมันตอยู่ ดังนั้น พันธะคู่ที่มีอยู่ในโมเลกุลของยางจึงเป็นสิ่งที่จำเป็นสำหรับการคงรูปด้วยกัมมันต อย่างไรก็ตาม พันธะคู่เหล่านี้ยังทำปฏิกิริยากับสารอื่นๆ ได้อีก เช่น ออกซิเจน หรือ โอโซน ทำให้ยางเกิดการเสื่อมสภาพหรืออาจทำปฏิกิริยากับไฮโดรเจน คลอรีน ไฮโดรเจนคลอไรด์ เป็นต้น ซึ่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาระหว่างยาง (ที่ตำแหน่งพันธะคู่) กับสารเคมีต่างๆ เหล่านี้จะสูงขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น

โดยทั่วไปยางธรรมชาติมีโครงสร้างการจัดเรียงตัวของโมเลกุลแบบอสัณฐาน (Amorphous) แต่ในบางสภาวะ เช่น ที่อุณหภูมิต่ำหรือเมื่อยางถูกยืด โมเลกุลของยางบางส่วนสามารถจัดเรียงตัวได้อย่างค่อนข้างเป็นระเบียบ ยางจึงสามารถเกิดผลึก (Crystallize) ได้ การเกิดผลึกเนื่องจากอุณหภูมิต่ำหรือที่เรียกว่า "Low Temperature Crystallization" จะพบในกรณีที่เก็บยางไว้ที่มีอุณหภูมิต่ำกว่า 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลานานโดยยางจะมีอัตราเร็วในการตกผลึกสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ -26 องศาเซลเซียส การตกผลึกที่อุณหภูมิต่ำนี้จะทำให้ยางแข็งมากขึ้น ทำให้ไม่สามารถนำยางไปผสมให้เข้ากับสารเคมีหรือสารเติมแต่งอื่นๆ ได้ แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ผลึกที่เกิดขึ้นก็จะถูกทำลาย ยางจะอ่อนตัวลงและกลับสู่สภาพเดิมด้วยเหตุนี้ประเทศในเขตร้อนจึงต้องนำยางธรรมชาติมาอบที่อุณหภูมิประมาณ 50-70 องศาเซลเซียส เพื่อให้ยางอ่อนก่อนที่จะนำไปใช้ในกระบวนการผลิตต่อไป ส่วนการเกิดผลึกเนื่องจากการยืดตัวหรือที่เรียกว่า "Strain-Induce Crystallization" จะพบเมื่อยางถูกยืดจนมีความยาวมากกว่า ความยาวตั้งต้นประมาณ 2-3 เท่า การเกิดผลึกเนื่องจากการยืดตัวของยาง

จะทำให้ยางมีสมบัติทางกายภาพเปลี่ยนแปลงไปอย่างชัดเจน กล่าวคือ ยางจะเปลี่ยนจากสภาพโปร่งแสง (Transparent) ไปเป็นทึบแสง (Opaque) ซึ่งจะสังเกตได้ง่ายในยางคงรูปที่ไม่มี การเติมสารเติมแต่ง นอกจากนี้การเกิดผลึกเนื่องจากการยืดตัวยังทำให้ยางคงรูปมีสมบัติเชิงกล ดีขึ้น นั่นคือยางจะมีความทนทานต่อแรงดึง ความทนทานต่อการฉีกขาด และความต้านทาน ต่อการขัดถูสูงขึ้น

นอกจากนี้ยังมีการสังเคราะห์ยาง เพื่อทำการเลียนแบบโครงสร้างให้เหมือนยางธรรมชาติ ซึ่งเรียกว่า ยางพอลิไอโซพรีน[2] หรือ cis-1, 4-Polyisoprene (IR) เกิดจากความพยายามที่จะ สังเคราะห์ยางที่มีโครงสร้างทางเคมีและมีสมบัติเหมือนกับยางธรรมชาติ โดยในปี ค.ศ. 1954 Goodrich ได้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ยางพอลิไอโซพรีน จากมอนอเมอร์ของ ไอโซพรีน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันชนิด Ziegler-Natta และได้ตั้งชื่อยางชนิดนี้ว่า "Synthetic Natural Rubber" เนื่องจากยางพอลิไอโซพรีนมีโครงสร้างทางเคมีเหมือน ยางธรรมชาติยางชนิดนี้จึงมีสมบัติต่างๆ ใกล้เคียงกับยางธรรมชาติมากและสามารถใช้แทน ยางธรรมชาติในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ ได้ นอกจากนี้ ยางชนิดนี้ยังมีหลักการผสมเคมียาง และกระบวนการผลิตเช่นเดียวกับยางธรรมชาติ อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติ ยางพอลิไอโซพรีนจะมีสมบัติเชิงกล เช่น ความทนทานต่อแรงดึงและความทนทานต่อ การฉีกขาดต่ำกว่ายางธรรมชาติเล็กน้อยเพราะยางพอลิ ไอโซพรีนมีสัดส่วนของโครงสร้างแบบ cis- ที่ต่ำกว่ายางธรรมชาติ จึงมีแนวโน้มที่จะตกผลึกได้น้อยกว่า แต่ข้อดีของยางพอลิไอโซพรีน คือยางมีคุณภาพสม่ำเสมอ มีสิ่งเจือปนน้อยกว่า และยางมีสีขาวสวย ในขณะที่ยางธรรมชาติ จะมีสีเหลืองอ่อนถึงน้ำตาลเข้มเนื่องจากมีสารเบต้าแคโรทีน ทำให้ยางพอลิไอโซพรีนมีราคาที่สูง กว่ายางธรรมชาติ บางครั้งจึงใช้แทนยางธรรมชาติในการผลิตลูกหุ้มและอุปกรณ์การแพทย์ ต่างๆ เพื่อลดอัตราการการระคายเคืองของผู้ใช้

2.1.3 การผสมเคมียาง

ยางธรรมชาติโดยทั่วไปแล้วไม่เหมาะที่จะนำมาใช้งาน เนื่องจากมีสมบัติเชิงกลต่ำและมีลักษณะทางกายภาพที่ไม่เสถียรซึ่งสมบัติต่างๆ จะแปรผันตามการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ อย่างมาก จึงจำเป็นที่จะต้องปรับปรุงเนื้อยางโดยการผสมยางกับสารเคมีต่างๆ เพื่อเพิ่ม ประสิทธิภาพในการใช้งาน โดยการผสมเคมียางจะเริ่มจาก ขั้นตอนการออกสูตรยาง ขั้นตอน การบดผสมยาง (Mastication : Mixing) หลังจากการผสมเคมียางเสร็จเรียบร้อยแล้วจะเป็นในส่วน ของขั้นตอนการขึ้นรูปยาง (Forming) และขั้นตอนการทำให้ยางคงรูป (Vulcanization) [2]

2.1.3.1 ขั้นตอนการออกสูตรยาง (Compounding Design)

ขั้นตอนการออกสูตรยางเป็นสิ่งสำคัญมากต่อคุณภาพผลิตภัณฑ์ยาง โดยทั่วไป การออกแบบสูตรยางจะต้องมีความสะดวกและเป็นไปได้ในกระบวนการผลิต ผลิตภัณฑ์ยางที่ได้ จึงจะมีคุณภาพตามวิธีการผลิตที่ถูกต้องตลอดจนต้นทุนการผลิตที่ต่ำ ซึ่งอาจเป็นสิ่งสำคัญที่สุด ที่โรงงานอุตสาหกรรมคำนึงถึงเป็นสิ่งแรกในขั้นตอนการผลิตผลิตภัณฑ์ โดยทั่วไปการออก

สูตรยางจะกำหนดปริมาณสารต่างๆ ในสัดส่วนต่อยาง 100 ส่วน โดยน้ำหนัก และเรียกเป็น phr หรือ pphr (Part per Hundred of Rubber) ซึ่งส่วนผสมหลักๆของการออกสูตรยางจะประกอบด้วยสารกลุ่มต่างๆ ได้แก่ สารทำให้ยางคงรูป (Vulcanizing Agent or Curing Agent), สารเติมแต่ง (Filler) นอกนั้นจะเป็นสารช่วยให้ยางมีสมบัติพิเศษอื่นๆ เช่น สารหน่วงไฟ (Flame Retardants), สารป้องกันไฟฟ้าสถิต (Antistatic Agent) หรือ สารช่วยในการรวมวิธีการผลิต (Processing Aids) เป็นต้น

2.1.3.2 ขั้นตอนการบดผสมยาง (Mastication, Mixing)

เมื่อได้สูตรเคมียางเรียบร้อยแล้วจะเป็นขั้นตอนการบดผสมยาง ซึ่งยางธรรมชาติมีสมบัติเป็นของแข็งที่มีความเหนียวและความหนืดสูงมาก การผสมสารเคมีให้เข้ากับยางจึงเป็นไปได้ยากด้วยเหตุนี้ ก่อนการผสมสารเคมีจึงต้องทำการบดยางหรือลดความหนืดของยาง โดยการตัดโมเลกุลของยางเพื่อลดน้ำหนักโมเลกุล โดยใช้กระบวนการเชิงกล นั่นคืออาศัยแรงเฉือนในเครื่องรีดแบบ 2 ลูกกลิ้ง (Two-Roll Mill) ซึ่งขั้นตอนการบดยางเพื่อลดความหนืดของยางก่อนผสมเคมียางนี้เรียกว่า “มาสติเคชัน” (Mastication) ปกติการบดยางที่อุณหภูมิต่ำจะทำให้ประสิทธิภาพการบดที่ดีเพราะยางจะมีความหนืดสูงส่งผลทำให้เกิดแรงเฉือนสูง โมเลกุลยางก็จะเกิดการฉีกขาดได้ดีแต่ที่อุณหภูมิสูง ยางจะมีความหนืดลดลง ส่งผลทำให้แรงเฉือนที่เกิดขึ้นในระหว่างการผสมลดลงด้วย ประสิทธิภาพในการบดยางอันเนื่องมาจากแรงเชิงกลจึงลดลงแต่ในบางครั้งก็สามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการบดยางที่อุณหภูมิสูงได้เช่นกัน โดยการเติมสารแปบไทเซอร์ (Peptizer) ลงไป เพราะสารเคมีดังกล่าวจะไปช่วยทำให้โมเลกุลยางที่ถูกตัดขาดไปแล้วไม่สามารถกลับเข้าไปทำปฏิกิริยารวมตัวกันใหม่ เนื่องจากการบดยางที่มากเกินไปจะทำให้ยางอ่อนเกินไป ส่งผลทำให้ยางไม่สามารถรับสารเติมแต่งได้ในปริมาณมาก ยางคงรูปที่ได้จึงมีความยืดหยุ่น สมบัติเชิงกล และสมบัติเชิงพลวัตที่ไม่ดี ดังนั้นการบดยางจึงควรทำเท่าที่จำเป็นหรือใช้เวลาให้น้อยที่สุด

2.1.3.3 ขั้นตอนการขึ้นรูปยาง (Forming) และขั้นตอนการทำให้ยางคงรูป (Vulcanization)

ซึ่งหลังจากการบดและผสมเคมียางเรียบร้อยแล้ว ยางผสมที่ได้นี้จะถูกเรียกว่า ยางคอมพาวด์และจะถูกนำไปขึ้นรูปในแม่พิมพ์ภายใต้ความร้อนและความดัน เรียกกระบวนการนี้ว่า “กระบวนการคงรูปยาง” หรือ “กระบวนการวัลคาไนซ์เซชัน” (Vulcanization) โดยยางที่ผ่านกระบวนการนี้จะเรียกว่า “ยางคงรูปหรือยางสุก” ซึ่งสมบัติของยางคงรูปนี้จะเสถียรขึ้นและมีสมบัติเชิงกลดีขึ้นแม้ว่ายางธรรมชาติสามารถคงรูปได้ด้วยเพอร์ออกไซด์ การใช้รังสีหรือการใช้คลื่นความถี่ที่มีพลังงานสูง แต่ระบบการคงรูปด้วยกัมมันต์ก็ยังเป็นระบบที่ใช้กันมากที่สุดในอุตสาหกรรมยาง เมื่อเปรียบเทียบกับยางสังเคราะห์ ยางธรรมชาติต้องการปริมาณกัมมันต์มากกว่าแต่ต้องการปริมาณสารตัวเร่งปฏิกิริยาน้อยกว่า เพราะในยางธรรมชาติมีสารประกอบอินทรีย์บางตัวที่สามารถเร่งปฏิกิริยาคงรูปได้

2.1.4 การประยุกต์ใช้งาน [2]

ในอดีตยางธรรมชาติจัดเป็นยางเอนกประสงค์ ที่สามารถนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ได้มากมายเนื่องจากยางธรรมชาติมีสมบัติทั้งเชิงกลและพลวัตที่ดี อย่างไรก็ตามยางธรรมชาติก็มีข้อด้อยหลักคือ ความไม่ทนต่อความร้อน สภาพอากาศ น้ำมัน หรือสารเคมีอื่นๆ ด้วยเหตุนี้ ยางสังเคราะห์ชนิดต่างๆ จึงเริ่มเข้ามามีบทบาทสำคัญแทนที่ยางธรรมชาติ อย่างไรก็ตาม ผลิตภัณฑ์ยางบางประเภทยังคงจำเป็นต้องใช้ยางธรรมชาติเป็นวัตถุดิบในกระบวนการผลิต เนื่องจาก

2.1.4.1 ยางธรรมชาติมีความเป็นฉนวนไฟฟ้า (Insulation) ที่สูงมาก โดยมีค่าความต้านทานไฟฟ้าจำเพาะ (Specific Resistivity) สูงถึง 10^{15} หรือ 10^{16} ohm.cm จึงเหมาะที่จะนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์บางประเภท เช่น ฉนวนหุ้มสายไฟต่างๆ เป็นต้น

2.1.4.2 ยางธรรมชาติมีสมบัติการกระด้างกระดอน (Rebound Resilience) ที่สูงมากเมื่อเปรียบเทียบกับยางสังเคราะห์ และในระหว่างการเปลี่ยนแปลงของรูปร่าง ยางจะสูญเสียพลังงานในรูปของความร้อนน้อย กล่าวคือ มี Hysteresis ที่ต่ำ จึงทำให้ยางธรรมชาติมีความร้อนสะสมต่ำ เมื่อถูกใช้งานในเชิงพลวัต ยางชนิดนี้จึงเหมาะที่จะนำไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ยางที่มีขนาดใหญ่ เช่น ยางรถบรรทุกหรือยางล้อเครื่องบิน เพราะหากใช้ยางที่มีความร้อนสะสมสูงก็อาจทำให้ยางเกิดการระเบิดได้ง่าย

2.2 ซิลิกา (Silica)

สารเติมแต่งซิลิกาที่ใช้ในอุตสาหกรรม ส่วนมากสังเคราะห์มาจากส่วนประกอบของซิลิกอนไดออกไซด์ ซึ่งซิลิกอนไดออกไซด์ตามธรรมชาติเกิดขึ้นในรูปแบบโครงสร้างผลึก โดยโครงสร้างเป็นลักษณะเรขาคณิต เมื่อทำการระเหยด้วยการเผาซิลิกอนไดออกไซด์จนระเหยเป็นไอ แล้วทำการกลั่นตัวที่อุณหภูมิห้องจะทำให้ได้ซิลิกาที่มีอนุภาคขนาดเล็กมาก เรียกซิลิกาแบบนี้ว่า “ซิลิกาฟุ่ม” ส่วนมากซิลิกาฟุ่มนิยมใช้เป็นสารเสริมแรงในยาง ซึ่งจะทำให้ยางมีสมบัติทนทานต่อการดึงมีสมบัติทนทานต่อการฉีกขาด แต่ข้อด้อยที่พบเมื่อใช้ซิลิกาฟุ่มในการผสมยางคือ เวลาในการคงรูปนานขึ้น จึงจำเป็นต้องใส่สารเร่งลงไปด้วย นอกจากนี้ยังมีซิลิกาที่ได้จากการตกตะกอน ซึ่งจะมีน้ำเป็นองค์ประกอบมากกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับซิลิกาฟุ่ม โดยทั่วไปนิยมใช้เป็นสารเติมแต่งในผลิตภัณฑ์ที่ไม่ต้องการสีหรือโปร่งแสง

2.2.1 กระบวนการผลิต (Precipitated Silica)

โดยทั่วไปซิลิกาที่ได้จากเทคนิคการตกตะกอน จะถูกผลิตจากกระบวนการเปียก (Wet Process) โดยเริ่มต้นจากสารละลายอัลคาไลน์ซิลเกต แต่นิยมใช้โซเดียมซิลเกต ซึ่งซิลิกาจะถูกตกตะกอนได้โดยการเติมกรด และควรควบคุมผสมอย่างรวดเร็วในถังทำปฏิกิริยา เพื่อป้องกันการเกิดบริเวณที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ต่ำ ซึ่งจะเป็นบริเวณที่จะเกิดเจล (Gelation) ขึ้น

อัตราการเกิดปฏิกิริยาและการเกิดอนุภาค สามารถพิจารณาจากวิถีทางการตกตะกอนในกระบวนการ เมื่อซิลิกาละลายจะเกิดเป็นซิลิเกตที่ค่าความเป็นกรด-ด่างสูงกว่า 9 อนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่าจะถูกละลายอย่างต่อเนื่องในระหว่างกระบวนการ ดังนั้นขนาดของอนุภาคที่มีลักษณะเดียวกันจะยังคงอยู่ เมื่อกระบวนการเสร็จสิ้นแล้วอนุภาคที่มีขนาดเล็กจะเกาะตัวเป็นกลุ่มผ่านโครงสร้างไซลอกเซน (Siloxane) เกิดเป็นโครงร่างตาข่ายแบบ 3 มิติ ซึ่งจะต้านทานต่อแรงอัดในระหว่างการอบแห้ง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีหลายลักษณะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและสัดส่วนของสารตั้งต้น, เวลาในการทำปฏิกิริยา, อุณหภูมิและความเข้มข้น เมื่อปัจจัยที่เกี่ยวข้องเปลี่ยนแปลงไปพื้นที่ผิวของผลิตภัณฑ์ที่ได้จะอยู่ระหว่าง 50-700 m²/g ส่วนโครงสร้างและสมบัติทางเคมี เช่น ค่าความเป็นกรด-ด่าง, ความหนาแน่นของหมู่ซิลินอล และสมบัติที่สังเกตได้ด้วยตาสามารถควบคุมได้

ส่วนผสมที่ขึ้นซึ่งเป็นผลจากการตกตะกอนจะถูกบีบเข้าสู่เครื่องอัดกรอง (Filter Press) ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นเค้ก ซึ่งมีของแข็งเป็นส่วนประกอบ 20% โดยน้ำหนัก การเกิดเกลื้อขึ้นในระหว่างกระบวนการจะถูกกำจัดออกไปในขั้นตอนนี้ด้วย ส่วนน้ำที่หลงเหลืออยู่จะถูกกำจัดออกไปโดยการระเหย จากนั้นทำให้แห้งโดยการส่งเข้าเครื่องสเปรย์ดรายเออร์ (Spray Driers) ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีความเป็นทรงกลมมากขึ้น และซิลิกาจับตัวกันเป็นกลุ่มหลวมๆ ในที่สุดแล้วผลิตภัณฑ์ที่แห้งแล้วจะถูกนำไปบดและร่อนด้วยตะแกรง เพื่อลดขนาดการเกาะตัวกันของซิลิกาและแยกผลิตภัณฑ์ออกจากสิ่งปนเปื้อน ซึ่งหลังจากการกรอง ล้าง และอบแห้งแล้ว ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะประกอบไปด้วย 86-88% ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO₂) ซึ่งเป็นน้ำ 10-12% โดยครึ่งหนึ่งจะเป็นโครงสร้างทางเคมีของน้ำ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะอยู่ในรูปของผงแบ่ง โดยผงอนุภาคซิลิกาจะประกอบไปด้วยอนุภาคขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 ไมโครเมตร ซึ่งเป็นขนาดการเกาะตัวเป็นกลุ่มของอนุภาคเล็กๆขนาด 50 นาโนเมตร

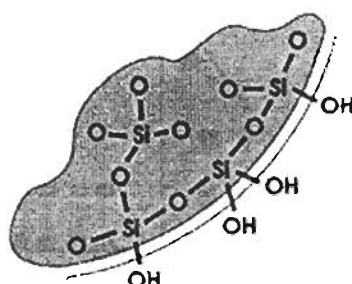
2.2.2 โครงสร้างทางเคมีของซิลิกา (Structure of Silica)

ซิลิกานิยมถูกใช้เป็นสารเติมแต่ง (Fillers) โดยทั่วไปสามารถแบ่งเป็นซิลิกาธรรมชาติ และซิลิกาสังเคราะห์ ซึ่งประกอบด้วย พอลิเมอร์ที่มีความเป็นผลึกสูง (Crystalline Form) และพอลิเมอร์ที่ไม่มีความเป็นผลึกหรืออสัณฐาน (Amorphous Form) ตามลำดับ [3] ซึ่งสารเติมแต่งจำพวกซิลิกาสังเคราะห์ที่ผลิตออกมาจะมีขนาดอนุภาค (Particle Size) และพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific Surface Area) ตามการประยุกต์ใช้งาน

สมบัติที่สำคัญของซิลิกาที่เกี่ยวข้องกับการเสริมแรงในยางคือ ขนาดอนุภาค ซิลิกาที่มีขนาดอนุภาคที่เล็กจะให้ความต้านทานต่อการดึง การฉีกและการเสียดสีที่สูง ขนาดอนุภาคที่แท้จริงต่อหน่วยการเสริมแรงไม่ใช่ขนาดของแต่ละอนุภาค แต่เป็นขนาดของการเกาะตัวกันเป็นกลุ่ม อนุภาคที่มีขนาดเล็กจะให้การเกาะตัวกันเป็นกลุ่มที่เล็ก ในขณะที่อนุภาคที่มีขนาดใหญ่จะให้การเกาะตัวเป็นกลุ่มที่ใหญ่ ส่วนความชื้นหรือพันธะไฮโดรอกซีของน้ำ เป็นสมบัติที่สำคัญ

ร่องลงมาของซิลิกา ซึ่งจะอยู่ในรูปของความหนาแน่นของหมู่ซิลินอลหรือช่องว่างอิสระสำหรับความชื้น

ซิลิกาสามารถพิจารณาเป็นพอลิเมอร์ของกรดซิลิซิก (Silicic Acid) ได้โดยโครงสร้าง 3 มิติจะเป็นลักษณะการเชื่อมกันของ SiO_4 แบบเตตระฮีดรัล (Tetrahedrals) โครงสร้างบริเวณพื้นผิวจะประกอบไปด้วยหมู่ไฮลอกเซน (Siloxane : $-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$) และหมู่ซิลินอล (Silanol : $-\text{Si}-\text{OH}$) [3] ดังแสดงในภาพที่ 2-2



ภาพที่ 2-2 การเชื่อมโยงของหมู่ซิลินอลด้วยพันธะไฮโดรเจน [3]

2.3 สารลดแรงตึงผิว (Surfactant)

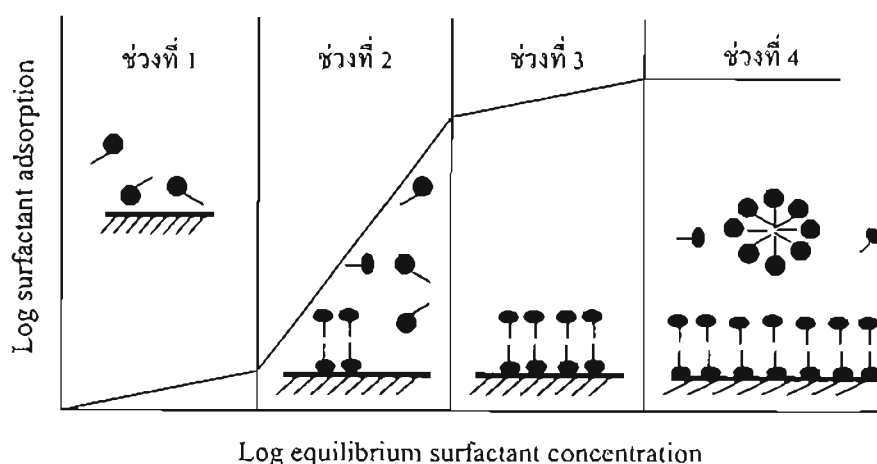
โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวประกอบด้วยส่วนหัวที่มีสภาพความเป็นขั้ว ประกอบด้วยพวกที่สามารถละลายน้ำได้ดี และส่วนหางที่ไม่มีสภาพความเป็นขั้ว ประกอบด้วยพวกสารอินทรีย์ โดยสารลดแรงตึงผิวสามารถแบ่งตามลักษณะทางธรรมชาติของส่วนที่มีสภาพความเป็นขั้วได้ดังนี้คือ สภาพประจุลบ (Anionic), สภาพประจุบวก (Cationic) และสภาพไร้ประจุ (Nonionic, Zwitterionic) สารลดแรงตึงผิวชนิดสภาพประจุบวกยังสามารถแบ่งกลุ่มได้อีก 2 ประเภท คือ พวกที่มีสภาพความเป็นกลาง (Neutral) และพวกที่มีสภาพความเป็นกรด (Acidic) [4] โดย เซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ ก็จัดอยู่ในสารลดแรงตึงผิวชนิดสภาพความเป็นกลาง

2.3.1 การดูดซับของสารลดแรงตึงผิว

การดูดซับของประจุในสารลดแรงตึงผิวบนพื้นผิวสัมผัสที่มีประจุตรงกันข้ามมีผลเกี่ยวข้องกับหลายกลไก ซึ่งสามารถแบ่งปัจจัยที่มีผลกระทบต่อการดูดซับได้ดังนี้ (1) สภาพโครงสร้างตามธรรมชาติบนพื้นผิวที่ใช้สำหรับดูดซับ (2) โครงสร้างทางโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับ (3) สภาพแวดล้อมของสารละลาย เช่น ค่าความเป็นกรด-ด่าง

โดยทั่วไปข้อมูลจากการทำการทดลองเรื่องการดูดซับ จะแสดงผลเป็นกราฟการดูดซับที่อุณหภูมิคงที่ (Adsorption Isotherm) ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนสารลดแรงตึงผิวที่ถูกดูดซับ และค่าความเข้มข้นที่สมดุลของสารลดแรงตึงผิวในสถานะของเหลว

กราฟแสดงผลการดูดซับของประจุ ในสารลดแรงตึงผิวบนพื้นผิวสัมผัสที่มีประจุตรงกันข้าม จะมีลักษณะเป็นรูปตัวเอส (S-Shaped) โดยสามารถแบ่งพื้นที่ออกเป็น 4 ช่วง อย่างชัดเจน ดังแสดงในภาพที่ 2-3



ภาพที่ 2-3 กราฟแสดงผลการดูดซับของประจุในสารลดแรงตึงผิวบนพื้นผิวสัมผัสที่มีประจุตรงกันข้าม [4]

ช่วงที่ 1 ในช่วงเริ่มต้นนี้จะมีค่าความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในสารละลายต่ำมาก ดังนั้นสารลดแรงตึงผิวจะมีการดูดซับต่ำมากด้วยเช่นกัน โดยส่วนมากจะใช้กฎของเฮนรีในการอธิบายกราฟการดูดซับช่วงนี้ เนื่องจากแรงกระทำระหว่างโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวมีอยู่เล็กน้อย สารลดแรงตึงผิวที่ถูกดูดซับในช่วงที่ 1 นี้จะเป็นการดูดซับอย่างเดี่ยว ไม่เกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน

ช่วงที่ 2 จะมีลักษณะเด่นคือ ความชันของเส้นกราฟจะเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนเมื่อเปรียบเทียบกับความชันของกราฟในช่วงที่ 1 จากรูปจะแสดงให้เห็นถึงการเริ่มเกิดแรงกระทำระหว่างโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวที่อยู่ข้างๆ กัน ซึ่งส่งผลให้สารลดแรงตึงผิวที่ถูกดูดซับเกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนเรียกว่า แอดไมเซลล์ (Admicelle) หรือ เฮมิไมเซลล์ (Hemimicelle) ซึ่งขึ้นอยู่กับลักษณะการเกาะตัวว่าเป็นแบบ 2 ชั้น (Bilayer) หรือชั้นเดียว (Monolayer) แอดไมเซลล์ (Admicelle) ลักษณะโครงสร้างจะเป็นการดูดซับบนพื้นผิวแบบ 2 ชั้น (Bilayer) โดยหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้วตรงส่วนหัว (Head Groups) ของชั้นที่อยู่ด้านล่างจะเป็นส่วนที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวสัมผัส และฟังก์ชันที่มีขั้วตรงส่วนหัวของชั้นที่อยู่ด้านบนจะเป็นส่วนที่สัมผัสกับสารละลาย ส่วนเฮมิไมเซลล์ (Hemimicelle) ลักษณะโครงสร้างจะเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (Monolayer) โดยส่วนของฟังก์ชันที่มีขั้วตรงส่วนหัวจะถูกดูดซับบนพื้นผิวสัมผัส ในขณะที่ส่วนหมู่ไฮโดรคาร์บอนที่ไม่มีขั้วของส่วนหาง (Tail Groups) จะเป็นส่วนที่สัมผัสกับสารละลาย

การเปลี่ยนแปลงจากช่วงที่ 1 สู่ช่วงที่ 2 จะแสดงถึงความเข้มข้นที่จุดสมดุลซึ่งเป็นจุดแรกที่ทำให้เกิดการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนของสารลดแรงตึงผิวที่ถูกดูดซับเรียกจุดนี้ว่า The Critical Admicelle Concentration (CAC) หรือ The Hemimicelle Concentration (HMC) ขณะที่เกิดการเกาะตัวกันนั้นประจุของพื้นผิวในตอนแรกอาจจะอยู่ในสภาพเป็นกลาง (Neutralized) และในที่สุดก็จะเปลี่ยนไปเป็นตรงกันข้าม (Reversed) ดังนั้นในตอนท้ายของช่วงที่ 2 นี้พื้นผิวของของแข็งก็จะประจุชนิดเดียวกับอไอออนของสารลดแรงตึงผิว

ช่วงที่ 3 ความชันของกราฟ Adsorption Isotherm จะลดลงอย่างกะทันหัน การลดลงของความชันเนื่องจากแรงผลักดันระหว่างประจุที่เหมือนกัน ของฟังก์ชันที่มีขั้วตรงส่วนหัวบนพื้นผิวดังนั้นจึงเป็นการยากที่จะเพิ่มปริมาณการดูดซับบนพื้นผิว

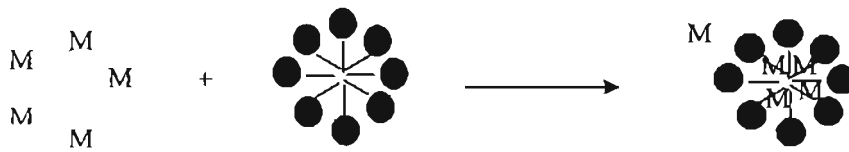
ช่วงที่ 4 เป็นช่วงที่มีการดูดซับเพียงเล็กน้อย อัตราการดูดซับของสารลดแรงตึงผิวเกือบจะคงที่ในขณะที่ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้น จุดเปลี่ยนแปลงจากช่วงที่ 3 สู่ช่วงที่ 4 จะแสดงถึงความเข้มข้นที่จุดสมดุลที่ทำให้เกิดการก่อตัวของไมเซลล์ เรียกจุดนี้ว่า The Critical Micelle Concentration (CMC) [5]

2.3.2 ความสามารถในการละลาย

สามารถแบ่งกล่าวเป็น 2 ส่วนคือ ความสามารถในการละลายในไมเซลล์ (Solubilization) และความสามารถในการละลายในแอตไมเซลล์ (Adsolubilization)

2.3.2.1 ความสามารถในการละลายในไมเซลล์

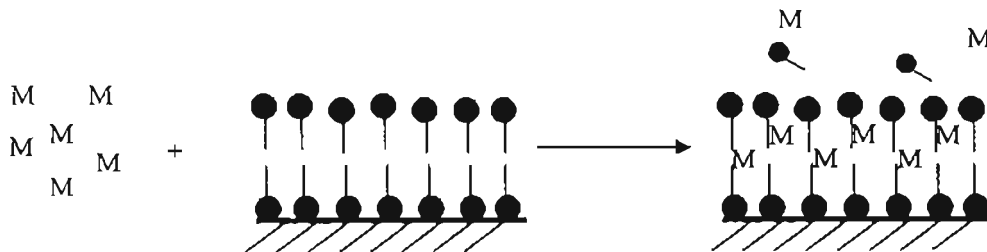
หมายถึงความสามารถในการละลายของสารตั้งต้น เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ (Substance) ทั้งสถานะของแข็ง ของเหลว และก๊าซ เป็นคุณสมบัติที่สำคัญของสารลดแรงตึงผิว ซึ่งมีความสัมพันธ์โดยตรงกับการเกิดไมเซลล์ ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่สูงกว่าจุด CMC จะสามารถละลายได้ค่อนข้างมากในสารละลายอินทรีย์ (Organics) ได้มากกว่าในน้ำ หรือสารละลายของสารลดแรงตึงผิวที่มีความเข้มข้นต่ำกว่าจุด CMC ซึ่ง Rosen (1989) [6] ได้นิยามความหมายของ Solubilization ว่า “การละลายของสารตั้งต้น (ของแข็ง, ของเหลว หรือก๊าซ) ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ โดยการเปลี่ยนแปลงสมดุลเทอร์โมไดนามิกส์ในสารละลายที่อุณหภูมิคงที่ ด้วยการลดการเคลื่อนไหวของสมดุลเทอร์โมไดนามิกส์ของความสามารถในการถูกละลายของวัตถุ” ฉะนั้นวัตถุที่ไม่สามารถละลายได้ในน้ำ ที่อยู่ในสารละลายเจือจางของสารลดแรงตึงผิวจะเพิ่มขึ้นเป็นจำนวนมากเมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวได้ผ่านจุด CMC ไปแล้ว ซึ่งความสามารถในการละลายจะเพิ่มขึ้น โดยแปรผันตามความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่สูงกว่า CMC



ภาพที่ 2-4 ลักษณะการเกิด Solubilization [6]

2.3.2.2 ความสามารถในการละลายในแอตไมเซลล์ลาร์

จะมีลักษณะคล้ายกับการละลายของสารอินทรีย์เข้าไปในไมเซลล์ ซึ่งโมเลกุลของสารอินทรีย์จะเข้าร่วมตัวกันในสารลดแรงตึงผิวที่เกาะกลุ่มกันที่ถูกดูดซับบนพื้นผิว โดยเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า Adsolubilization โดย Scamehorn และ Harwell [7] ได้นิยามความหมายว่า “การรวมตัวกันของสารประกอบเข้าไปในสารลดแรงตึงผิว ที่รวมตัวกันถูกดูดซับบนพื้นผิว ซึ่งสารประกอบจะไม่มีปริมาณมากเกินไปบริเวณผิวสัมผัส ระหว่างของแข็งกับของเหลวที่ไม่มีสารลดแรงตึงผิวอยู่” ดังแสดงในภาพที่ 2-5 ซึ่งคำนิยามนี้ได้ถ่ายทอดแนวความคิดที่ว่า ตัวถูกละลายที่สนใจจะไม่ถูกดูดซับลงบนพื้นผิวของตัวดูดซับด้วยตัวของมันเอง หรืออาจจะถูกดูดซับได้น้อยมาก การกำจัดตัวถูกละลายในเฟสสารละลายเกิดขึ้นเนื่องจากการมีกลุ่มของสารลดแรงตึงผิวที่ถูกดูดซับ และการรวมตัวของตัวถูกละลายเข้าเป็นกลุ่ม

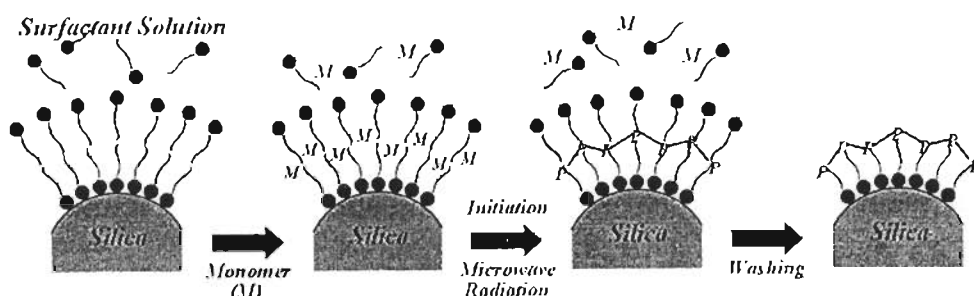


ภาพที่ 2-5 ลักษณะการเกิด Adsolubilization [7]

2.4. ปฏิกริยาแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน (Admicellar Polymerization)

ปฏิกริยาแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน เป็นปฏิกริยาในกลุ่มของปฏิกริยา In-situ Polymerization โดยเกิดภายในขั้นตอนการดูดซับแบบ 2 ชั้น บนพื้นผิวต่างๆ และมีปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อปฏิกริยา คือ ค่าความเป็นกรด-ด่างของระบบ ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว (The Surfactant's Critical Micelle Concentration : CMC) หรือ ชนิดของสารลดแรงตึงผิว เป็นต้น

2.4.1 ขั้นตอนการเกิดปฏิกริยาแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน [8]



ภาพที่ 2-6 ขั้นตอนการสังเคราะห์ฟิล์มบางพอลิเมอร์ด้วยปฏิกิริยา แอดไมเซลลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน [8]

ขั้นตอนที่ 1 เป็นการเกิดแอดไมเซลล์ โดยสารลดแรงตึงผิวจะถูกดูดซับแบบ 2 ชั้น (Surfactant Bilayer) บนพื้นผิวที่รองรับ ซึ่งการดูดซับจะเกิดขึ้นได้สมบูรณ์ก็ต่อเมื่อเลือกใช้สารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมภายใต้สภาวะที่เหมาะสม โดยปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการเลือกใช้สารลดแรงตึงผิวคือ 1. การเลือกใช้ตัวริเริ่ม (Initiator) ให้เหมาะสมกับระบบของการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน 2. สมบัติทางเคมีของมอนอเมอร์ (Monomer) ที่เลือกใช้ และ 3. จุดที่ประจุรวมเป็นศูนย์ (Point of Zero Charge : PZC) ของพื้นผิวที่รองรับ จากการศึกษาเกี่ยวกับค่า PZC ของพื้นผิวที่รองรับในช่วงค่าความเป็นกรด-ด่างต่างๆ ในสารละลายของสารลดแรงตึงผิว ทั้งที่เป็นชนิดประจุบวก (Cationic) หรือชนิดประจุลบ (Anionic) พบว่า ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างต่ำกว่าจุด PZC ของพื้นผิว ลักษณะของพื้นผิวจะมีอนุภาคของอะตอมกลายเป็นประจุบวก และจะมีประจุที่เป็นบวกมากขึ้น ที่ค่าความเป็นกรด-ด่างสูงกว่าจุด PZC ของพื้นผิว ลักษณะของพื้นผิวจะมีอนุภาคของอะตอมกลายเป็นประจุลบ เช่น พื้นผิวรองรับที่เป็นซิลิกาจะมีค่า PZC อยู่ระหว่าง 2-3 หมายความว่า พื้นผิวรองรับซิลิกาจะมีสมบัติของประจุเป็นลบเมื่ออยู่ในสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างมากกว่า 3 ดังนั้นสารลดแรงตึงผิวชนิดประจุบวก เช่น CTAB จะถูกดูดซับบนผิวซิลิกาได้ดี เมื่ออยู่ภายใต้สภาวะของสารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างมากกว่า 3

ขั้นตอนที่ 2 มอนอเมอร์เกิดการละลายเข้าไปอยู่ในไมเซลล์ ซึ่งเรียกปรากฏการณ์นี้ว่า Adsolubilization ซึ่งมอนอเมอร์ส่วนใหญ่จะไม่สามารถละลายในน้ำได้ ดังนั้นเมื่อมอนอเมอร์ได้เข้าสู่ระบบแล้ว มอนอเมอร์จึงชอบที่จะเข้าไปอยู่ในส่วนของสารอินทรีย์ที่อยู่ในแอดไมเซลล์ การเติมมอนอเมอร์ และสารละลายของสารลดแรงตึงผิว ควรจะเติมไปพร้อมกันหรือติดต่อกัน

ขั้นตอนที่ 3 เป็นการเกิดปฏิกิริยา พอลิเมอร์ไรเซชันของมอนอเมอร์ ซึ่งเกิดขึ้นโดยผ่านฟรีเรดิคัลที่มีความสามารถในการริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ในบางกรณีความสามารถในการเข้ากันได้ภายในระบบของสารริเริ่มกับสารลดแรงตึงผิว ทั้งชนิดประจุลบและประจุบวกก็อาจจะมีผล

ในการเลือกชนิดของสารลดแรงตึงผิว และสภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาด้วย เมื่อปฏิกิริยาเริ่มต้นขึ้นมอนอเมอร์ในสารละลาย จะมีการแพร่เข้าไปในแอตไมเซลล์มากขึ้น ถ้าปฏิกิริยาดำเนินต่อเนื่องไปโดยใช้ระยะเวลาที่ยาวนานเพียงพอ ในที่สุดมอนอเมอร์ทั้งหมด ก็จะถูกเปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์

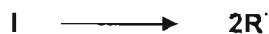
ขั้นตอนที่ 4 เป็นขั้นตอนการล้างมอนอเมอร์ที่ผ่านการปรับปรุงแล้วด้วยน้ำอุ่นเพื่อกำจัดชั้นของสารลดแรงตึงผิวชั้นนอกออกไปซึ่งทำให้ชั้นฟิล์มพอลิเมอร์ปรากฏขึ้น จากนั้นนำมอนอเมอร์ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิเหมาะสม เพื่อที่จะระเหยความชื้น

2.4.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน

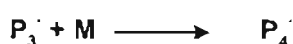
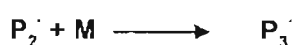
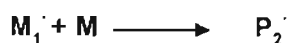
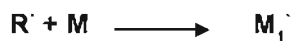
โดยทั่วไปปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันสามารถแบ่งออกได้เป็นสองประเภทคือ ปฏิกิริยาลูกโซ่ และปฏิกิริยาทีละขั้น ลักษณะทั่วไปของปฏิกิริยาลูกโซ่คือ การเติบโตของเส้นพอลิเมอร์ จะเกิดจากการเติมมอนอเมอร์ทีละหน่วยอย่างต่อเนื่อง ดังนั้นปฏิกิริยาที่กำลังดำเนินอยู่จึงขึ้นกับขั้นตอนที่เกิดขึ้นก่อน ปฏิกิริยาลูกโซ่อาจเกี่ยวข้องกับ แรดิคัล แคทไอออน หรือแอนไอออน หรืออาจไม่เกี่ยวกับสารตัวกลางเลย แต่เกี่ยวข้องกับโมเลกุลชนิดที่สาม ซึ่งมักเป็นสารเชิงซ้อนของโลหะทำหน้าที่เป็นตัวก่อพันธะระหว่างพอลิเมอร์กับมอนอเมอร์ กระบวนการนี้เรียกว่า “พอลิเมอร์ไรเซชันแบบโคออร์ดิเนชัน (Coordination Polymerization)”

ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบลูกโซ่แรดิคัล (Radical Chain Polymerization) เป็นปฏิกิริยาลูกโซ่ที่สำคัญที่สุด ปฏิกิริยานี้ต้องการตัวริเริ่มซึ่งเป็นสารที่ไม่ค่อยเสถียรต่อความร้อนหรือแสง เมื่อถูกความร้อนหรือแสงในช่วงความยาวคลื่นที่เหมาะสมตัวริเริ่มจะเกิดการแตกตัวเป็นแรดิคัลอิสระ และเกิดการถ่ายโอนแรดิคัล ทำให้เกิดการเพิ่มน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ขึ้น โดยการเพิ่มมอนอเมอร์เข้าไปที่ปลายโซ่โมเลกุล ที่มีแรดิคัลเป็นตำแหน่งที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาซึ่งกลไกการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันสามารถแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน [9] คือ

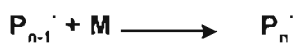
อินิทิเอชัน (Initiation)



โพรพาเกชัน (Propagation)



⋮



เทอร์มิเนชัน (Termination)



เมื่อ I คือ ตัวริเริ่ม, R[·] คือ ฟรีแรดิคัล, M คือ มอนอเมอร์, M[·] คือ แรดิคัลมอนอเมอร์, P_n[·] คือ สายโซ่โพลิเมอร์ที่มีแรดิคัลอยู่ที่ปลาย

2.4.2.1 อินิทิเอชัน (Initiation) [9]

เกี่ยวข้องกับการสร้างแรดิคัลซึ่งเป็นตำแหน่งที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน คือ ขั้นแรกโพลิเมอร์ของตัวริเริ่ม (I) แตกตัวให้แรดิคัล (R[·]) และขั้นที่สองแรดิคัลเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์

ขั้นตอนการแตกตัวของตัวริเริ่มมักเกิดผ่านกลไกต่อไปนี้

การแตกพันธะเดี่ยวในโพลิเมอร์ของตัวริเริ่ม ซึ่งเกิดขึ้นโดยการให้ความร้อนในช่วง 50-100 องศาเซลเซียส มักเกิดกับตัวริเริ่มประเภทสารประกอบเปอร์ออกไซด์

การย้ายอิเล็กตรอนเดี่ยวระหว่างไอออน หรือโพลิเมอร์ เช่น การเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ มักนิยมใช้เมื่อต้องการให้พอลิเมอร์โซ่สั้นเกิดที่อุณหภูมิต่ำ

ขั้นตอนแรดิคัลเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์

ตำแหน่งที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เกิดเมื่อฟรีแรดิคัลทำปฏิกิริยาผ่านพันธะไพ (π-Bond) ของมอนอเมอร์

2.4.2.2 โพรพาเกชัน (Propagation) [9]

เกี่ยวข้องกับการเติบโตหรือการเพิ่มขนาด ของสายโซ่โพลิเมอร์อย่างรวดเร็วจนโดยมอนอ-เมอร์แรดิคัลที่เกิดจากขั้นตอนอินิทิเอชันเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ เกิดเป็นสายโซ่โพลิเมอร์ที่มีแรดิคัลติดอยู่ที่ปลาย (Active Center) และจะเกิดการเพิ่มขึ้นของมอนอเมอร์ที่ปลายสายโซ่อย่างต่อเนื่อง

2.4.2.3 เทอร์มิเนชัน (Termination) [9]

เป็นขั้นสิ้นสุดการเพิ่มของพอลิเมอร์ โดยมีกลไกการเกิดปฏิกิริยา 2 แบบ คือ เทอร์มิเนชันแบบรวมตัว (Combination) และเทอร์มิเนชันแบบแตกตัว (Disproportionation)

ปฏิกิริยาเทอร์มิเนชันแบบรวมตัว เกิดเมื่อแรดิคัลที่ปลายของ 2 สายโซ่โพลิเมอร์มารวมกัน ทำให้ 2 สายโซ่โพลิเมอร์รวมเป็น 1 โพลิเมอร์ ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงขึ้น และการรวมกันเป็นแบบ Head to Head

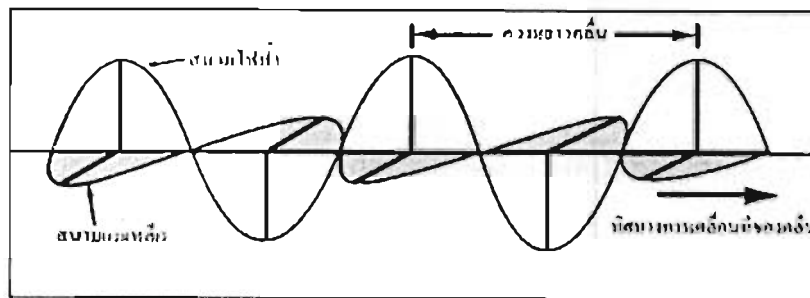
ปฏิกิริยาเทอร์มิเนชันแบบแตกตัว เกิดเมื่อมีการย้ายไฮโดรเจนอะตอมระหว่าง 2 สายโซ่โพลิเมอร์ที่มีแรดิคัล ทำให้ได้พอลิเมอร์ 2 โพลิเมอร์ที่มีความยาวเท่าเดิม โดยปลายของโพลิเมอร์

ที่ถูกย้ายไฮโดรเจนอะตอมออกไปจะเกิดพันธะคู่ติดอยู่ ส่วนอีกโมเลกุลจะเกิดพันธะเดี่ยวในโครงสร้างเพิ่มขึ้น

2.5 ไมโครเวฟ (Microwave)

2.5.1 คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

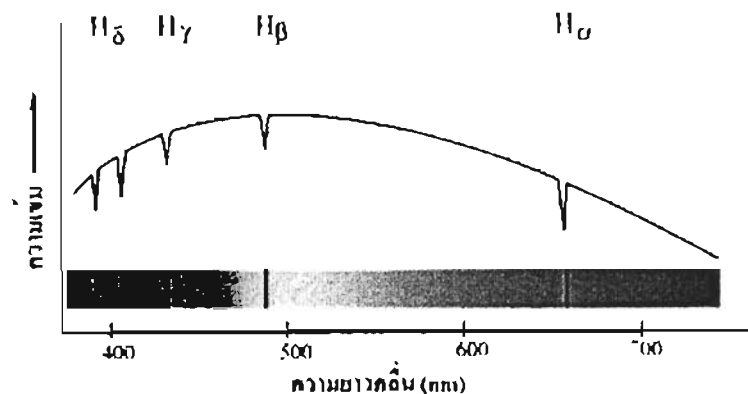
ธรรมชาติของ “แสง” แสดงความประพฤติเป็นทั้ง “คลื่น” และ “อนุภาค” เมื่อกล่าวถึงแสงในคุณสมบัติความเป็นคลื่น เรียกว่า “คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า” (Electromagnetic Waves) ซึ่งประกอบด้วยสนามแม่เหล็ก และสนามไฟฟ้าทำมุมตั้งฉากซึ่งเคลื่อนที่ไปในอวกาศด้วยความเร็ว 300,000,000 เมตร/วินาที และเมื่อกล่าวถึงแสงในคุณสมบัติของอนุภาค เราเรียกว่า “โฟตอน” (Photon) เป็นอนุภาคที่ไม่มีมวลแต่เป็นพลังงาน



ภาพที่ 2-7 คุณสมบัติของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า [10]

2.5.2 ประเภทของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

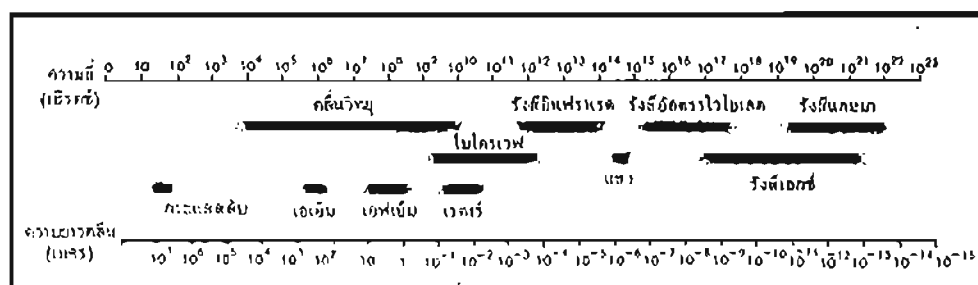
แสงที่ตามองเห็น (Visible Light) เป็นเพียงส่วนหนึ่งของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ในช่วงซึ่งประสาทตาของมนุษย์สามารถสัมผัสได้ ซึ่งมีความยาวคลื่นอยู่ระหว่าง 400-700 นาโนเมตร หากนำแท่งแก้วปริซึม (Prism) มาหักเหแสงอาทิตย์ ก็จะทำให้เห็นว่าแสงสีขาวถูกหักเหออกเป็นสีม่วง คราม น้ำเงิน เขียว เหลือง แสด แดง คล้ายกับสีของรุ้งกินน้ำ ซึ่งเรียกว่า “สเปกตรัม” (Spectrum) แสงแต่ละสีมีความยาวคลื่นแตกต่างกัน ตัวอย่างเช่น แสงสีม่วงมีความยาวคลื่นน้อยที่สุด ในทางกลับกันแสงสีแดงมีความยาวคลื่นมากที่สุด นักดาราศาสตร์ทำการศึกษาเทห์วัตถุท้องฟ้าโดยการศึกษาคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่วัตถุแผ่รังสีออกมา สเปกตรัมของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าทำให้เราทราบถึงคุณสมบัติทางกายภาพของดวงดาว อันได้แก่ อุณหภูมิ และพลังงาน (นอกจากนั้นยังบอกถึง ธาตุองค์ประกอบทางเคมี)



ภาพที่ 2-8 สเปกตรัมของแสงอาทิตย์ [10]

สเปกตรัมของแสงอาทิตย์ในภาพที่ 2-8 แสดงให้เห็นถึงระดับความเข้มของพลังงานในช่วงความยาวคลื่นต่างๆ จะเห็นได้ว่า ดวงอาทิตย์มีความเข้มของพลังงานมากที่สุดที่ความยาวคลื่น 500 นาโนเมตร เส้นสีเข้มบนแถบสเปกตรัม หรือ รอยหยักบนเส้นกราฟ แสดงให้เห็นว่า มีธาตุไฮโดรเจนอยู่ในชั้นบรรยากาศของดวงอาทิตย์ ดาวแต่ละดวงมีสเปกตรัมไม่เหมือนกัน ฉะนั้นสเปกตรัมจึงเป็นเสมือนลายมือของดาว

นอกจากแสงที่ตามองเห็นแล้วยังมีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าชนิดอื่นๆ ได้แก่ รังสีที่มีความยาวคลื่นถัดจากสีแดงออกไป เราเรียกว่า “รังสีอินฟราเรด” หรือ “รังสีความร้อน” เราองไม่เห็นรังสีอินฟราเรด แต่เรารู้สึกถึงความร้อนได้ สัตว์บางชนิด เช่น งู มีประสาทสัมผัสรังสีอินฟราเรด มันสามารถทราบตำแหน่งของเหยื่อได้ โดยการสัมผัสรังสีอินฟราเรดซึ่งแผ่ออกมาจากร่างกายของเหยื่อ รังสีที่มีความยาวคลื่นน้อยกว่าแสงสีม่วงเรียกว่า “รังสีอัลตราไวโอเล็ต” แม้ว่าเราจะมองไม่เห็น แต่เมื่อเราดำกแดดนานๆ ผิวหนังจะไหม้ด้วยรังสีชนิดนี้ นอกจากรังสีอัลตราไวโอเล็ตและรังสีอินฟราเรดแล้ว ยังมีคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าประเภทอื่นๆ ซึ่งเรียงลำดับตามความยาวคลื่นได้ดังนี้



ภาพที่ 2-9 ประเภทของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า [10]

รังสีแกมมา (Gamma Ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นน้อยกว่า 0.01 นาโนเมตร โฟตอนของรังสีแกมมามีพลังงานสูงมาก กำเนิดจากแหล่งพลังงานนิวเคลียร์ เช่น ดาวระเบิด หรือ ระเบิดปรมาณู เป็นอันตรายมากต่อสิ่งมีชีวิต

รังสีเอ็กซ์ (X-Ray) มีความยาวคลื่น 0.01 - 1 นาโนเมตร มีแหล่งกำเนิดในธรรมชาติมาจากดวงอาทิตย์ เราใช้รังสีเอ็กซ์ในทางการแพทย์ เพื่อส่องผ่านเซลล์เนื้อเยื่อ แต่ถ้าได้ร่างกายได้รับรังสีนี้มากๆ ก็จะเป็นอันตราย

รังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet Radiation) มีความยาวคลื่น 1 - 400 นาโนเมตร รังสีอัลตราไวโอเล็ตมีอยู่ในแสงอาทิตย์ เป็นประโยชน์ต่อร่างกาย แต่หากได้รับมากเกินไปก็จะทำให้ผิวไหม้ และอาจทำให้เกิดมะเร็งผิวหนัง

แสงที่ตามองเห็น (Visible Light) มีความยาวคลื่น 400 - 700 นาโนเมตร พลังงานที่แผ่ออกมาจากดวงอาทิตย์ ส่วนมากเป็นรังสีในช่วงนี้ แสงแดดเป็นแหล่งพลังงานที่สำคัญของโลก และยังช่วยในการสังเคราะห์แสงของพืช

รังสีอินฟราเรด (Infrared Radiation) มีความยาวคลื่น 700 นาโนเมตร - 1 มิลลิเมตร โลกและสิ่งมีชีวิตแผ่รังสีอินฟราเรดออกมา ก๊าซเรือนกระจก เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ และไอน้ำในบรรยากาศดูดซับรังสีนี้ไว้ ทำให้โลกมีความอบอุ่น เหมาะกับการดำรงชีวิต

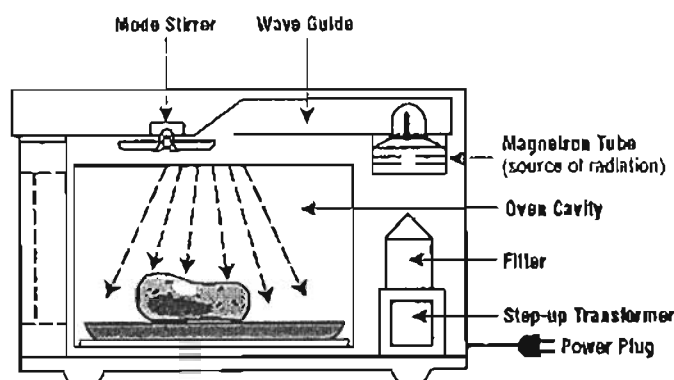
คลื่นไมโครเวฟ (Microwave) มีความยาวคลื่น 1 มิลลิเมตร - 10 เซนติเมตร ใช้ประโยชน์ในด้านโทรคมนาคมระยะไกล นอกจากนั้นยังนำมาประยุกต์สร้างพลังงานในเตาอบอาหาร

คลื่นวิทยุ (Radio Wave) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นมากที่สุด คลื่นวิทยุสามารถเดินทางผ่านชั้นบรรยากาศได้ จึงถูกนำมาใช้ประโยชน์ในด้านการสื่อสาร โทรคมนาคม

2.5.3 คลื่นไมโครเวฟ

คลื่นไมโครเวฟจากเตาอบไมโครเวฟเป็นสนามของพลังงานไฟฟ้า และพลังงานแม่เหล็กอยู่ด้วยกัน จึงจัดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความเร็วเท่ากับความเร็วแสงมีการแผ่รังสีเหมือนแสง แต่มีพลังงานน้อยกว่า เคลื่อนที่ในรูปแบบคลื่น โดยตู้อบไมโครเวฟจะประกอบไปด้วย

1. แมกนีตรอน (Magnetron) 2. ส่วนควบคุมแมกนีตรอน (โดยทั่วไปเรียกว่า “ไมโครคอนโทรลเลอร์”) 3. ท่อนำคลื่น (Waveguide) และ 4. ช่องสำหรับอบอาหาร



ภาพที่ 2-10 ภาพตัดขวางภายในเตาอบไมโครเวฟ [11]

หลักการทำงานของเตาอบไมโครเวฟ [12] คือ การให้ความร้อนกับอาหารโดยการแผ่คลื่นย่านความถี่ไมโครเวฟโดยปกติจะใช้ช่วงความถี่ 2450 เมกะเฮิร์ตซ์ หรือ ความยาวคลื่น 12.24 เซนติเมตร ผ่านเข้าไปในอาหาร โมเลกุลของน้ำ ไขมัน และ น้ำตาล ที่อยู่ในอาหารจะดูดซับพลังงานของคลื่นที่ผ่านเข้าไปและเกิดเป็นความร้อนขึ้น ในกระบวนการที่เรียกว่า การเกิดความร้อนในสารไดอิเล็กตริก (Dielectric Heating) เนื่องจากโมเลกุลของน้ำส่วนใหญ่เป็นโมเลกุลที่มีขั้วไฟฟ้า คือ มีประจุบวก และประจุลบที่ขั้วตรงกันข้าม เมื่อคลื่นไมโครเวฟซึ่งเป็นสนามไฟฟ้าผ่านเข้าไป โมเลกุลเหล่านี้ก็จะถูกเหวี่ยงไปมาและหมุนตัวเพื่อปรับเรียงตัวตามสนามแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งสนามแม่เหล็กไฟฟ้านี้เป็นสนามแม่เหล็กที่มีการเปลี่ยนแปลงสลับไปมา จึงส่งผลให้โมเลกุลเหล่านี้หมุนกลับไปมา ทำให้โมเลกุลของน้ำเกิดการเสียดสีกันและเสียดสีกับโมเลกุลอื่นๆ ต่อจนเกิดเป็นพลังงานจลน์และพลังงานจลน์นี้จะกลายเป็นพลังงานความร้อนทำให้เกิดความร้อนขึ้น ซึ่งต่างจากการให้ความร้อนในแบบเดิม (เปลวไฟ, ขดลวดไฟฟ้า) ซึ่งอาศัยหลัก การนำ การพา และการแผ่รังสี การให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟนี้จะมีประสิทธิภาพในการเกิดความร้อนสูงสุด ในการให้ความร้อนแก่น้ำ และ ประสิทธิภาพต่ำเมื่อให้ความร้อนแก่ ไขมัน น้ำตาล และ น้ำแข็ง

2.6 งานวิจัยที่ผ่านมา

ในการวิจัยจำเป็นต้องศึกษาถึงเนื้อหาข้อมูลของผลงานวิจัยต่างๆ ที่ผ่านมา เพื่อเป็นการรวบรวมข้อมูลเนื้อหาสาระ ผลการทดลอง หรือแม้แต่อ้างอิงถึงผลการทดลองที่ได้ผลสอดคล้องกัน ซึ่งในการวิจัยครั้งนี้ได้รวบรวมผลงานวิจัยต่างๆ โดยแบ่งออกเป็นผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการปรับปรุงผิวซิลิกา ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ตลอดจนถึงงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการนำคลื่นไมโครเวฟมาใช้ในกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันต่างๆ

ผลงานวิจัยที่ผ่านมาที่ศึกษาเกี่ยวกับการปรับปรุงผิวซิลิกา ด้วยกระบวนการทางพอลิเมอไรเซชันต่าง ๆ สำหรับนำไปใช้เป็นสารเติมแต่งในยางธรรมชาติ ได้แก่

วีรเดช และคณะ [13] ศึกษาถึงผลของปริมาณการเติมสารตัวเติมซิลิกา และแคลเซียมคาร์บอเนต ในยางโฟม (Cellular Rubber) โดยพิจารณาถึง สมบัติเชิงกล กายภาพ และโครงสร้างจุลภาค รวมถึงปริมาณการดูดซับไทลูอินของยางโฟมที่ผ่านการอัดขึ้นรูป (Compression Moulding) ที่อุณหภูมิคงรูป 160 องศาเซลเซียส และเวลาคงรูป 7 นาที พบว่า ยางโฟมที่ปริมาณซิลิกา 20 phr จะให้ปริมาณการดูดซับสารละลายที่สภาวะสมดุลลดลง ส่วนสมบัติความทนทานต่อแรงดึง และความทนทานต่อการขัดถูดีขึ้น แต่กลับมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณซิลิกาสูงกว่า 20 phr ทั้งนี้เนื่องจาก เกิดการรวมกลุ่มกันของซิลิกาทำให้ประสิทธิภาพการกระจายตัวและการเสริมแรงภายในเนื้อยางลดลง และเมื่อผสมแคลเซียมคาร์บอเนตในปริมาณระหว่าง 0 ถึง 30 phr ที่ปริมาณซิลิกา 20 phr พบว่า แคลเซียมคาร์บอเนตที่ปริมาณ 20-30 ให้สมบัติเชิงกลของโดยรวมไม่เปลี่ยนแปลงนัก และเมื่อเพิ่มปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตมากกว่า 30 phr พบว่า สมบัติเชิงกลลดลง เนื่องจากระบบมีสารตัวเติมมากเกินไปในทางกลับกันพบว่า ปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนตที่ผสมกลับไม่มีผลต่อปริมาณการดูดซับสารละลายที่สภาวะสมดุล

พงษ์ธร และคณะ [14] ศึกษาประสิทธิภาพในการเสริมแรงของซิลิกาทั้งในยางคลอโรพรีน และในยางผสมระหว่างคลอโรพรีนและยางธรรมชาติ โดยพิจารณาถึงปริมาณซิลิกา และปริมาณสารคงรูปเอทิลีนไธโอยูเรีย (Ethylene thiourea : ETU) พบว่า ซิลิกาสามารถช่วยเพิ่มความสามารถการเสริมแรงในยางได้ดี ทั้งยางคลอโรพรีนและยางผสมระหว่างคลอโรพรีนกับยางธรรมชาติ สำหรับยางธรรมชาติความสามารถในการเสริมแรงกลับมีผลไม่เปลี่ยนแปลงนัก ทั้งนี้เนื่องจากยางธรรมชาติสามารถตกผลึกได้เมื่อถูกยืด ยางจึงมีค่าความทนต่อแรงดึงค่อนข้างสูงในทางกลับกันเมื่อให้ปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้น พบว่า ยางมีค่าความทนต่อแรงดึงลดลง เนื่องจากซิลิกาเกิดการรวมกลุ่มกันทำให้ประสิทธิภาพการกระจายตัว และการเสริมแรงภายในเนื้อยางลดลง และเมื่อพิจารณายางผสมระหว่างคลอโรพรีนและยางธรรมชาติ พบว่า เอทิลีนไธโอยูเรียสามารถช่วยทำให้ยางผสมระหว่างคลอโรพรีนและยางธรรมชาตินั้น มีอัตราเร็วในการคงรูปที่สูงเพียงพอที่ไม่ทำให้ยางเกิดการแยกเฟส เนื่องจากยางคลอโรพรีนไม่สามารถคงรูปได้ด้วยกำมะถันหรือเพอร์ออกไซด์ ซึ่งเกิดจากการที่อะตอมของคลอรีนที่อยู่ในโมเลกุลมีค่าอิเล็กโตรเนกาติวิตี (Electronegativity : EN) สูง ทำให้ไปดึงอิเล็กตรอนที่อยู่ในบริเวณพันธะคู่ ทำให้พันธะคู่ที่มีอยู่มีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาลดลง เป็นเหตุให้ไม่สามารถคงรูปด้วยกำมะถันได้

Song และ Park [15] ศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของซิลิกาด้วยออกทิลไตรเอทอกซี-ซีไฮเลน โดยเปรียบเทียบระหว่างการทำปฏิกิริยาในวัฏภาคของเหลวและวัฏภาคก๊าซ โดยการทำปฏิกิริยาในวัฏภาคก๊าซจะใช้เครื่องแอโรซอลสเปร์ย์ ซึ่งอนุภาคซิลิกาผสมอยู่ในสารละลายเอทานอล 1% โดยน้ำหนัก โดยโมเลกุลของออกทิลไตรเอทอกซีซีไฮเลน จะทำปฏิกิริยากับน้ำแล้วกลับไปอยู่

ในรูปของไฮดรอกไซด์ ซึ่งไฮดรอกไซด์นี้จะไปทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวซิลิกา โดยจะใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 100-350 องศาเซลเซียส และความเข้มข้นของออกทิลไตรเอทอกซีไซเลนระหว่าง 1.6-13 กรัมต่อซิลิกา 1 กรัม จากนั้นซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงจะถูกกรองด้วยเครื่องกรอง สำหรับการทำปฏิกิริยาในวัฏภาคของเหลวจะถูกเตรียมโดยการนำซิลิกาไปผสมกับออกทิลไตรเอทอกซีไซเลนใน Water Bath ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1-16 ชั่วโมง อนุภาคซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวจะถูกนำไปล้าง เพื่อกำจัดออกทิลไตรเอทอกซีไซเลนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาออก โดยซิลิกาที่ปรับปรุงผิวจะถูกวิเคราะห์ด้วยวิธีฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด (FTIR) พบว่า ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เมื่อความเข้มข้นของออกทิลไตรเอทอกซีไซเลนเพิ่มขึ้น จะทำให้ปริมาณไฮโดรคาร์บอนที่มาเกาะบนพื้นผิวซิลิกาเพิ่มขึ้น แต่เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง 250 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นของพีค CH_x Stretching กลับต่ำลง ทั้งนี้เกิดจากการระเหยของสารละลายออกทิลไตรเอทอกซีไซเลน เนื่องจากออกทิลไตรเอทอกซีไซเลนมีจุดเดือดต่ำกว่าอุณหภูมิของปฏิกิริยา (85 องศาเซลเซียส) ดังนั้นจึงทำให้มีปริมาณอนุภาคของออกทิลไตรเอทอกซีไซเลนในปฏิกิริยาลดน้อยลง ในขณะที่เมื่อใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาสูงขึ้น ปริมาณของหมู่ CH_x จะเพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และการควบแน่นของออกทิลไตรเอทอกซีไซเลน มีปริมาณเพิ่มขึ้น จึงทำให้มีอัตราการเกิดปฏิกิริยา ระหว่างไฮดรอกไซด์ของออกทิลไตรเอทอกซีไซเลน และหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวซิลิกามากขึ้น และเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยวิธีสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (SEM) พบว่า เมื่อความเข้มข้นของออกทิลไตรเอทอกซีไซเลนเพิ่มขึ้น จะเกิดการเกาะกลุ่มของออกทิลไตรเอทอกซีไซเลนในรูปของไฮดรอกไซด์ และเมื่อนำซิลิกาไปวิเคราะห์ความสามารถในการละลายน้ำด้วยวิธี Ethanol Volume Ratio (EVR) พบว่า ค่า EVR ลดลงเมื่ออุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบค่า EVR ของซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงในวัฏภาคก๊าซและวัฏภาคของเหลว พบว่า ค่า EVR ของซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงในวัฏภาคก๊าซจะมีค่าเป็น 2 เท่า ของซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงในวัฏภาคของเหลว

Sheng และคณะ [16] ศึกษาผลกระทบของสารเติมแต่งที่ทำหน้าที่หลายอย่าง (Multifunction Additive : MFA) ที่มีผลต่อการเชื่อมต่อนระหว่างผงเขม่าดำและซิลิกาที่เติมลงในยางธรรมชาติ โดยที่ MFA เป็นสารลดแรงตึงผิวประจุบวกจำพวกเกลือไดแอมีนของกรดคาร์บอกซิลิก $(\text{RNH}_2^+(\text{CH}_2)_3\text{NH}_3^+(\text{RCOO}^-)_2)$ และเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยวิธีฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด พบว่า การเชื่อมต่อนระหว่างผงเขม่าดำกับยางมีค่าลดลงเมื่อความเข้มข้นของ MFA เพิ่มขึ้น เนื่องจาก ผงเขม่าดำเกาะกันเป็นกลุ่ม ส่งผลให้โมเลกุลของยางธรรมชาติเคลื่อนได้ลดลง (Immobilized) ในทางกลับกัน พบว่า MFA จะช่วยเพิ่มการกระจายตัวของซิลิกาและทำให้พื้นผิวสัมผัสระหว่างซิลิกากับยางธรรมชาติเพิ่มขึ้น ฉะนั้นการเพิ่ม MFA จะเป็นการช่วยเพิ่มความเป็นขั้วของซิลิกา จึงทำให้ MFA ดูดซับบนพื้นผิวซิลิกาได้ดีกว่าผงเขม่าดำ

Nah และคณะ [17] ศึกษาถึงปัจจัยที่มีผลต่อการกระจายตัวของซิลิกาหรือผงเขม่าดำในยางธรรมชาติ พบว่า การใช้เบนโซไทเอโซลซัลฟิनाไมด์ (N-Tertbutyl-2-Benzothiazole Sulfonamide) สามารถช่วยเพิ่มการกระจายตัวของซิลิกาและการคืนสภาพของเนื้อยางธรรมชาติได้ดีในระบบที่ไม่มีการเติมไซเลนคัปปีง ในทางกลับกัน ระบบที่มีการเติมไซเลนคัปปีง พบว่ามีการคืนสภาพของเนื้อยางธรรมชาติลดลง ส่วนระบบที่มีการเติมซิลิกาในยางธรรมชาติที่ผ่านการวัลคาไนเซชันโดยไม่มีการเติมไซเลนคัปปีง พบว่า ยางธรรมชาติมีค่าความทนทานต่อการดึงสูงขึ้น เมื่อใช้เบนโซไทเอโซลซัลฟิनाไมด์เพิ่มขึ้น

Kim และคณะ [18] ศึกษาการปรับปรุงผิวซิลิกาด้วย Methyl Methacrylate (MMA) ภายใต้การฉายคลื่น Ultraviolet (UV) สำหรับกระบวนการ กราฟท์ พอลิเมอไรเซชัน (Graft Polymerization) โดยเลือกระยะเวลาการฉายคลื่นยูวีที่ 5 – 40 นาที และความยาวคลื่นที่ 200 - 500 นาโนเมตร จากการวิเคราะห์ด้วยวิธี สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี พบว่า ซิลิกาที่ผ่านกระบวนการกราฟท์ พอลิเมอไรเซชัน จะมีขนาดอนุภาคเพิ่มขึ้น โดยอนุภาคจะมีขนาดใหญ่ที่สุดที่สภาวะเวลาการฉายคลื่นยูวี 25 นาที โดยมีขนาดเท่ากับ 456 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดเพิ่มขึ้นถึง 78 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อให้เวลาในการฉายคลื่นยูวีนานกว่า 25 นาที พบว่า อนุภาคจะมีขนาดลดลงซึ่งเป็นไปตามข้อสรุปของ Kaczmarek et al. โดยอธิบายไว้ว่า สายโซ่ของพอลิเมอร์ที่ได้มีขนาดสั้นลง เป็นผลมาจากการแตกตัวของพันธะคาร์บอนกับคาร์บอน (C-C) ในระหว่างการฉายคลื่นยูวีจึงเกิดการสลายตัวของพอลิเมอร์ และจากการวิเคราะห์ด้วยวิธีฟูเรียรทรานส์ฟอร์มมามานสเปกโตรสโคปี (FT-Raman Spectroscopy) พบว่า ซิลิกาที่ผ่านกระบวนการกราฟท์ พอลิเมอไรเซชันจะเกิดลักษณะเฉพาะที่ความยาวคลื่น 1003 และ 1030 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงลักษณะเฉพาะของพันธะ Si-O-C หมายถึง การเกาะกันระหว่างพันธะคาร์บอนของ PMMA และพันธะบริเวณผิวซิลิกา ซึ่งแตกต่างจากซิลิกาที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการกราฟท์ พอลิเมอไรเซชัน โดยจะพบลักษณะของพันธะ Si-O-H ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะบริเวณผิวซิลิกาเท่านั้น

O'Haver และคณะ [19] ศึกษาการพัฒนาปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติโดยผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยโคพอลิเมอร์ต่างๆ โดยแบ่งเป็น 2 ระบบ โดยใช้ไอโซพรีนและ 1,3-Butadiene ควบคู่กับ Vinyl Acetate, Acrylonitrile, 4-Methoxy-Styrene และ Methyl Methacrylate (MMA) และใช้ CTAB และ AIBN เป็นสารลดแรงตึงผิวและตัวริเริ่มแก่ระบบตามลำดับ โดยทดสอบถึงสมบัติ เวลาการคงรูปของยาง, Break Strength, Tear Energy และ Elongation to Break พบว่า ซิลิกาที่ปรับปรุงผิวด้วยระบบโคพอลิเมอร์ของไอโซพรีนและ 1,3-Butadiene จะให้เวลาการคงรูปของยางที่ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุงผิว ซึ่งระบบที่ใช้โคพอลิเมอร์ของไอโซพรีนกับ 4-Methoxy-Styrene จะให้เวลาการคงรูปของยางดีที่สุดเท่ากับ 1.7 นาที ส่วนระบบที่ใช้โคพอลิเมอร์ 1,3-butadiene กับ MMA จะให้เวลาการคงรูปของยางเท่ากับ 3.1 นาที นอกจากนี้พบว่า ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุง

ผิวด้วยระบบโคพอลิเมอร์ของไอโซพรีนกับ 4-Methoxy-Styrene และโคพอลิเมอร์ 1, 3-Butadiene กับ MMA จะให้สมบัติ Break Strength, Tear Energy และ Elongation to Break ของยางดีขึ้นเช่นกัน

Che และคณะ [20] ศึกษาการพัฒนาเทอโมพลาสติกของ Polybutylene Terephthalate (PBT) ด้วยการปรับปรุงผิวซิลิกาสำหรับกระบวนการกราฟท์ พอลิเมอร์ไรเซชัน (Graft Polymerization) โดยพิจารณาสมบัติของซิลิกาด้วยการทดสอบ Transmission Electron Microscopy (TEM) และ Atomic Force Microscope (AFM) และสมบัติทางกายภาพของ PBT ด้วยการทดสอบ Tensile Strength, Impact Strength และ Elongation at Break ซึ่งเมื่อวิเคราะห์ TEM พบว่า ซิลิกาที่ผ่านการกราฟท์ อนุภาคของซิลิกาจะมีขนาดเพิ่มขึ้นและมีการกระจายตัวและจัดเรียงตัวในเนื้อ PBT แบบเป็นแนวเส้นตรง และเมื่อวิเคราะห์ด้วย AFM พบว่า ซิลิกาที่ผ่านการกราฟท์จะมีการกระจายตัวได้ดีกว่า ซิลิกาที่ไม่ได้ผ่านการกราฟท์ โดยมีการกระจายตัวและรวมเป็นเนื้อเดียวกับ PBT ได้ดีไม่เกิดการเกาะรวมเป็นกลุ่มก้อน นอกจากนั้นทำการทดสอบสมบัติทางกายภาพของ PBT หลังเติมซิลิกาที่ผ่านการกราฟท์ พบว่า PBT จะมีสมบัติ Tensile Strength, Impact Strength และ Elongation at Break ดีกว่า PBT ที่เติมซิลิกาธรรมดา โดย Tensile Strength มีค่าเท่ากับ 56.4 MPa, Impact Strength มีค่าเท่ากับ 50 KJm² และ Elongation at Break มีค่าเท่ากับ 72.3 เปอร์เซ็นต์ ในทางกลับกัน พบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณซิลิกาใน PBT เพิ่มขึ้น สมบัติของ Tensile Strength, Impact Strength และ Elongation at Break กลับมีค่าลดลง

Jeon และคณะ [21] ศึกษาการปรับปรุงผิวซิลิกาโดยอาศัยกระบวนการไฮโดรไลซิส ซึ่งใช้กรดไนตริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 นาที และกระบวนการควบแน่น ซึ่งใช้แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายมอนอเมอร์ออร์แกโนแอลคอกซีไซเลน (Organoalkoxysilance) และเมื่อนำซิลิกาที่ผ่านกระบวนการมาวิเคราะห์ พบว่า อัตราการเกิดกระบวนการไฮโดรไลซิสในมอนอเมอร์ที่ดีที่สุดคือ เมททิลไตรเมทอกซีไซเลน (Methyltrimethoxysilance:MTMS) ส่วนมอนอเมอร์ที่ดีที่สุดสำหรับกระบวนการควบแน่นคือ ไวนิลไตรเมทอกซีไซเลน

ผลงานวิจัยที่ผ่านมาที่ศึกษาเกี่ยวกับการปรับปรุงผิวซิลิกา โดยอาศัยปฏิกิริยา แอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ได้แก่

O'Haver และคณะ [22] ศึกษาการปรับปรุงผิวของซิลิกาจากปฏิกิริยาแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน โดยใช้มอนอเมอร์ 3 ชนิด คือ สไตรีน, ไอโซพรีน และบิวตะไดอิน และ ไอโซพรีน 3 ชนิด คือ สไตรีนกับบิวตะไดอิน, สไตรีนกับไอโซพรีน และ ไอโซพรีนกับบิวตะไดอิน โดยใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Hexadecyltrimethylammoniumbromine : CTAB) เป็นสารลดแรงตึงผิว และใช้

2, 2-เอโซบิส-2-โพรไพโอไนไตรล (2,2'-azobis-2-Methylpropionitrile: AIBN) เป็นตัวริเริ่ม จากนั้นนำซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุง แล้วนำมาผสมกับยางสังเคราะห์แล้วขึ้นรูปนำไปทดสอบสมบัติทางกายภาพของยางสังเคราะห์ เช่น เวลาที่ใช้ในการคงรูป สมบัติการเสริมแรง เป็นต้น เมื่อเปรียบเทียบซิลิกาที่ใช้มอนอเมอร์ชนิดต่างๆ พบว่า ซิลิกาที่ใช้ บิวตะไดอินเป็นมอนอเมอร์ ให้สมบัติทางกายภาพของยางดีกว่าการใช้มอนอเมอร์ชนิดอื่นๆ ส่วนซิลิกาที่โคมอนอเมอร์ระหว่างสไตรีนกับบิวตะไดอิน จะให้สมบัติทางกายภาพที่ดีกว่าการใช้โคมอนอเมอร์ชนิดอื่นๆ

Chinpan และคณะ [23] ได้ศึกษาการปรับปรุงผิวซิลิกาโดยอาศัยกระบวนการแอตโมเซลล์ลาร์พอลิเมอไรเซชัน โดยใช้โคมอนอเมอร์ 2 ชนิดคือ สไตรีน-บิวตะไดอิน และ สไตรีนไอโซพรีนโดยใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียม เป็นสารลดแรงตึงผิว และใช้ 2, 2-เอโซบิส-2-เมทิลโพร-ไพโอไนไตรล์ เป็นตัวริเริ่ม พบว่า ในขั้นตอนการคงรูปนั้นพอลิเมอร์ที่เคลือบบนซิลิกาสามารถสร้างพันธะกับสารประกอบยางได้ คุณสมบัติทางกายภาพต่างๆ ของยางได้ถูกปรับปรุงให้ดีขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่า การใช้อัตราส่วนของโคมอนอเมอร์กับสารเคลือบผิวที่ต่ำ จะทำให้คุณสมบัติทางกายภาพต่างๆ ของยางมีค่าดีที่สุด

Pongprayoon และคณะ [24] ในงานวิจัยนี้จะใช้ชั้นฟิล์มบางเคลือบบน Cotton โดยอาศัยกระบวนการแอตโมเซลล์ลาร์ พอลิเมอไรเซชัน โดยใช้สไตรีนเป็นมอนอเมอร์และใช้เคลือบลงบน Cotton จากนั้นจะศึกษาผลกระทบของสารลดแรงตึงผิว สไตรีน ตัวริเริ่มและความเข้มข้นของสารละลายไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน จากนั้นจะศึกษาคุณสมบัติชั้นฟิล์มของพอลิสไตรีนโดยใช้ SEM FTIR และ GPC ซึ่งชั้นฟิล์มของพอลิสไตรีนที่เคลือบบนผิว Cotton จะไปเพิ่มความไม่ชื้นให้กับพื้นผิวของ Cotton ทดสอบโดยการ Drop Test ผลการทดลองที่ได้พบว่า ชั้นฟิล์มของพอลิสไตรีนที่เคลือบบนผิว Cotton จะทำให้พื้นผิวของ Cotton มีคุณสมบัติไม่ดูดซับน้ำได้มากกว่า 30 นาที

Nantasorn และคณะ [4] ศึกษาการปรับปรุงสมบัติของยางธรรมชาติโดยใช้ซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงแล้วจากปฏิกิริยาแอตโมเซลล์ลาร์พอลิเมอไรเซชันแบบระบบต่อเนื่อง ในการวิจัยครั้งนี้ใช้เฮกซะเดซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Hexadecyltrimethylammoniumbromide : CTAB) เป็นสารลดแรงตึงผิวและใช้สไตรีนกับไอโซพรีนเป็นโคมอนอเมอร์ พบว่าซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงแล้วสามารถลดพื้นที่ผิว (BET Surface Area) และเพิ่มค่าเฉลี่ยการเกาะตัว (Mean Agglomerate) เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยวิธีฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด (FT-IR) แสดงให้เห็นการมีอยู่ของสไตรีนและไอโซพรีน เมื่อนำซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวแล้วไปผสมกับยางจะส่งผลให้เวลาที่ใช้ในการคงรูป (T_{90} Cure Time) ลดลง รวมทั้งปรับปรุงค่าโมดูลัส, ความต้านทานต่อการเสียดสี (Abrasion Resistance) และความต้านทานการกดอัด (Compression Set) สภาวะที่ทำให้ได้ผลการวิจัยที่ดีที่สุดคือ ใช้โคโมโนเมอร์ 5 กรัมต่อซิลิกา 1 กิโลกรัม โดยใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 นาที

Chaisirimahamorakot และคณะ [25] ศึกษาการปรับปรุงผิวซิลิกาเพื่อใช้เป็นสารเสริมแรงในยางด้วยวิธี แอดไมเซลลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชันแบบต่อเนื่อง พบว่า การใช้กระบวนการแอดไมเซลลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันสามารถทำให้ซิลิกาและยางผสมเข้ากันได้ดี การปรับปรุงผิวซิลิกานี้ทำให้พื้นที่ผิวซิลิกาลดลง และมีค่ากึ่งกลางของขนาดการจับตัวของเม็ดซิลิกาเพิ่มขึ้น ผลจากเครื่องสแกนิง-อิเล็กตรอน ไมโครสโคป พบถึงการเพิ่มขึ้นของการเกาะตัวกันของเม็ดซิลิกา และผลจากฟูเรียทรานฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรสโคป พบว่า มีการเกิดของสไตรีนและไอโซพรีนบนผิวซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุง จากนั้นเมื่อพิจารณาถึงปริมาณมอนอเมอร์และเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาต่อกระบวนการแอดไมเซลลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน พบว่า 5 กรัมมอนอเมอร์ต่อ 1 กิโลกรัม ซิลิกา และเวลาการทำปฏิกิริยา 60 นาที จะให้ปริมาณพอลิเมอร์สูงที่สุดบนผิวซิลิกา

Sam [26] ศึกษาการปรับปรุงและวิเคราะห์คุณลักษณะพื้นผิวของสไตรีนบนซิลิกาตกตะกอนโดยกระบวนการแอดไมเซลลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน : สารริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบละลายน้ำ (VA-044) และแบบไม่ละลายน้ำ (AIBN) โดยใช้ CTAB เป็นสารลดแรงตึงผิว พบว่า การดูดซับของ CTAB บนซิลิกานิดไม่มีพูนมีค่าประมาณ 130 ไมโครโมลาร์ต่อกรัมซิลิกา ในขณะที่แอดโซลูบิลิตี้ของสไตรีนใน CTAB เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสไตรีนเพิ่มขึ้น ซึ่งเวลาที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแอดไมเซลลาร์คือ 2 ชั่วโมง และเมื่อทดลองเปลี่ยนอัตราส่วนปริมาณมอนอเมอร์ต่อสารก่อปฏิกิริยาทั้ง 2 ชนิด จำนวน 8 อัตราส่วน พบว่า สารก่อปฏิกิริยาชนิดละลายน้ำ (VA-044) จะช่วยให้เกิดพอลิเมอร์ฟิล์มที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงกว่า พอลิเมอร์ฟิล์มที่ได้จากสารก่อปฏิกิริยาชนิดไม่ละลายน้ำ (AIBN) โดยฟิล์มที่เกิดขึ้นมีความหนาอยู่ในช่วง 2 ถึง 15 นาโนเมตร

Aurmsuvan และคณะ [27] ศึกษาผลกระทบความเข้มข้นของตัวกระตุ้น, จำนวนมอนอเมอร์ และจำนวนสารลดแรงตึงผิว ที่มีต่อคุณสมบัติของพอลิสไตรีนที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี แอดไมเซลลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชันบนผิวซิลิกาที่ไม่มีพูน (Aerosil® OX50) โดยเมื่อใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาสองชั่วโมง และอัตราส่วนระหว่างตัวกระตุ้นและมอนอเมอร์ ที่ไม่ควรน้อยกว่า 1 : 15 พบว่า อัตราการเกิดพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงมีเปอร์เซ็นต์สูงขึ้น และเมื่อการยืดเกาะของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้น และการละลายในชั้นไมเซลที่ยืดเกาะสไตรีนที่ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้น จาก 20 ไมโครโมล เป็น 100 ไมโครโมลต่อกรัมซิลิกา พบว่า พอลิสไตรีนที่เกิดบนผิว ซิลิกาจะมีลักษณะแผ่ขยายมากขึ้น และจำนวนพอลิสไตรีนที่เกิดบนผิวซิลิกาจะมีมากขึ้นตามลำดับ

Nantasorn และคณะ [28] ศึกษาการปรับปรุงผิวซิลิกาเพื่อใช้เป็นสารเสริมแรงในยางด้วยวิธีแอดไมเซลลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชันแบบต่อเนื่องของระบบที่ใช้ CTAB เป็นสารลดแรงตึงสไตรีนและไอโซพรีนเป็นโคมอนอเมอร์ ผิวโดยเปรียบเทียบสมบัติของยางคอมปาวด์ พบว่า การใช้กระบวนการแอดไมเซลลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชันสามารถทำให้ซิลิกาและยางผสมเข้ากันได้ดี

ซึ่งการปรับปรุงผิวซิลิกาจะทำให้พื้นที่ผิวซิลิกาลดลง และมีค่ากึ่งกลางของขนาดการจับตัวของเม็ดซิลิกาเพิ่มขึ้น โดยซิลิกาที่ปรับปรุงด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันสามารถลดเวลาการคงรูปยาง ตลอดจนค่า โมดูลัส และค่าความต้านทานการขาด ซึ่งให้ผลที่ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับซิลิกาทั่วไป หรือกับซิลิกาในระบบแบบแบทช์ เนื่องจากระบบแบบต่อเนื่องสามารถคงตัวคุณสมบัติต่างๆ ได้มากกว่าระบบแบบแบทช์โดยปริมาณมอนอเมอร์และเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาต่อกระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน พบว่า 5 กรัมมอนอเมอร์ต่อ 1 กิโลกรัม ซิลิกา และเวลาการทำปฏิกิริยา 30 นาที จะให้ปริมาณพอลิเมอร์สูงสุดบนผิวซิลิกา

ผลงานวิจัยที่ผ่านมาที่ศึกษาเกี่ยวกับการนำคลื่นไมโครเวฟ มาใช้ในกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันต่างๆ ได้แก่

Zhu และคณะ [29] ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาอิมัลชันพอลิเมอร์ไรเซชันของเมทิลเมทาไครเลต (Methyl Methacrylate : MMA) ภายใต้การฉายคลื่นไมโครเวฟ (Pulsed Microwave Irradiation : PMI) โดยปัจจัยสำคัญที่ศึกษาคือ เวลาในการทำปฏิกิริยา พบว่าเมื่อใช้เวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟช่วงสั้นๆ อัตราการเกิดปฏิกิริยาจะเพิ่มสูงขึ้นและน้ำหนักของพอลิเมอร์จะมากขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการที่ใช้ความร้อนในการทำปฏิกิริยา (Conventional Heating : CH); ความเข้มข้นของตัวริเริ่ม พบว่า กระบวนการ Microwave Irradiation (MI) จะใช้ความเข้มข้นของตัวริเริ่ม (0.2% wt.) น้อยกว่ากระบวนการ CH (0.4% wt.) ถึง 2 เท่า และที่ความเข้มข้นของ ตัวริเริ่มทุกค่า การฉายคลื่นไมโครเวฟจะให้ค่า Conversion ที่สูงกว่ากระบวนการที่ใช้ความร้อน โดยที่ความเข้มข้นของตัวริเริ่มต่ำๆ (0.1% wt.) กระบวนการ CH เกือบทั้งหมดจะไม่เกิดการ พอลิเมอร์ไรซ์เลย; กำลังในการฉาย พบว่า ที่ค่า Conversion เดียวกัน (90%) กำลังในการฉายคลื่นไมโครเวฟที่ต่ำ (30.2 kW) จะใช้พลังงานในการฉายคลื่นไมโครเวฟน้อยกว่ากำลังในการฉายคลื่นไมโครเวฟที่สูง (120.4 kW) แต่ที่ค่า Conversion เดียวกัน (90%) กำลังในการฉายคลื่นไมโครเวฟที่ต่ำจะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยามากกว่ากำลังในการฉายคลื่นไมโครเวฟที่สูง

Zhu และคณะ [30] ทำการทดลองปฏิกิริยาอิมัลชัน พอลิเมอร์ไรเซชัน ของสไตรีนสำเร็จโดยใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium Persulfate : KPS) เป็นตัวริเริ่มในการเกิดปฏิกิริยา และใช้โซเดียมโดเดคซิลซัลโฟเนต (Sodium Dodecylsulfonate) เป็น Emulsifier ภายใต้กระบวนการ PMI ที่กำลังสูง โดยศึกษาถึงผลของอุณหภูมิ, ความเข้มข้นของตัวริเริ่ม, ตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการฉายคลื่นไมโครเวฟ (กำลังในการฉาย, Duty Cycle, พลังงานในการฉาย และ ช่วงของการสั่น) ที่มีต่อกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชัน โดยเปรียบเทียบกับกระบวนการ CH ผลที่ได้พบว่า อัตราการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรซ์ มีส่วนสำคัญที่ทำให้อัตราการแตกตัวของ KPS (2.4 เท่า เมื่อเทียบกับกระบวนการ CH ที่ 70°C) และปริมาณของอนุภาค (5 เท่า เมื่อเทียบกับกระบวนการที่ใช้ CH) เพิ่มขึ้น สำหรับความเข้มข้นของตัวริเริ่มใช้

ความเข้มข้นที่ 0.10 และ 0.20 wt% พบว่าให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาภายใต้กระบวนการ MI มีค่าเท่ากับ 129% และ 38% ตามลำดับ ผลของสภาวะที่ใช้กระบวนการ PMI จะมีผลที่ดีกว่าเมื่อเทียบกับกระบวนการ CH ในส่วนของอุณหภูมิการเกิด Glass-Transition (T_g) และความสม่ำเสมอของเนื้อพอลิเมอร์ ภายใต้สภาวะ PMI และ CH พบว่าไม่แตกต่างกัน ซึ่งบอกได้ว่า การใช้สภาวะ PMI มีผลกระทบน้อยต่อสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างของพอลิเมอร์

Chen และคณะ [31] ศึกษาผลการควบคุมการเกิด เรดิคัล พอลิเมอร์ไรเซชัน ของ MMA โดยใช้สารเคมี AIBN/CuBr₂/2,2'-bipyridine (bpy)/CH₃CN & AIBN/CuCl/bpy เป็นตัวริเริ่มในการเกิดปฏิกิริยาภายใต้การฉายคลื่นไมโครเวฟพบว่า สามารถควบคุมน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ MMA ได้โดยมีการกระจายตัวของพอลิเมอร์ที่ต่ำ จากนั้นศึกษาผลของเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา, อัตราส่วนการใช้ มอนอเมอร์ต่อตัวริเริ่ม, น้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของพอลิเมอร์โดยใช้กระบวนการ MI เปรียบเทียบกับกระบวนการ CH ในการทำปฏิกิริยาผลที่ได้พบว่า การใช้กระบวนการ MI ให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มสูงขึ้น การกระจายตัวของพอลิเมอร์อยู่ในช่วงแคบๆ และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาน้อยลงกว่าเดิม

Klun และคณะ [32] ศึกษาการสลายตัว (Depolymerization) ของพอลิเอไมด์-6 โดยพิจารณาปริมาณโมเลกุลเส้นตรงของกรดอะมิโนคาโปรอิก (ε-Aminocaproic Acid) ภายใต้การฉายคลื่นไมโครเวฟที่กำลังการฉาย 200 วัตต์ เป็นระยะเวลา 12 ถึง 23 นาที พบว่า ที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 200 วัตต์ ที่ระยะเวลา 12 ถึง 15 นาที ปริมาณการเกิดโมเลกุลเส้นตรงเพิ่มสูงขึ้น 35 % ยืนยันถึงการเกิดฟิล์มพอลิเอไมด์ที่เพิ่มมากขึ้น และเมื่อให้เวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟนานขึ้นถึง 20 นาที ปริมาณการเกิดโมเลกุลเส้นตรงที่ได้กลับลดลงเกือบถึง 60 % ผลที่ได้เป็นไปในทำนองเดียวกันกับเวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟ 23 นาที ปริมาณที่ลดลงของโมเลกุลเส้นตรงกรดอะมิโน คาโปรอิก ยืนยันถึงการสลายตัวของพอลิเอไมด์-6 เมื่อใช้เวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟนานกว่า 15 นาที

Liu และ Su [33] ศึกษาถึงความเสถียรทางความร้อนของวัสดุนาโนคอมโพสิตที่เตรียมด้วยปฏิกิริยา In-situ พอลิเมอร์ไรเซชัน ของ สไตรีน กับ Macromonomer ภายใต้การฉายคลื่นไมโครเวฟ (Microwave Irradiation) พบว่า เปอร์เซนต์การกราฟท์ (PG%) ของสภาวะที่ดีที่สุดมีค่าถึง 33.14 เปอร์เซนต์ และมีค่าเปอร์เซนต์ Conversion (C%) ของสไตรีนเท่ากับ 98.92 เปอร์เซนต์ และจากการวิเคราะห์ด้วยวิธีการวัดน้ำหนักทางความร้อน (Thermogravimetric Analysis : TGA) พบว่า ผลิตภัณฑ์ซิลิกาที่ผ่านการทำปฏิกิริยาโคพอลิเมอร์ไรเซชันจะมีค่าความเสถียรทางความร้อนดีกว่าซิลิกาที่ไม่ได้ผ่านการทำปฏิกิริยา หรือดีกว่าการใช้พอลิสไตรีนเพียงอย่างเดียว

Zhu และคณะ [34] ศึกษาถึงปฏิกิริยาอิมัลชัน พอลิเมอร์ไรเซชันของสไตรีน โดยใช้ไนโตรออกไซด์ (Nitroxide) เป็นสื่อในการทำให้มอนอเมอร์เกิดการแตกตัวภายใต้การฉายคลื่นไมโครเวฟ (Microwave Irradiation) ที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส พบว่า พอลิเมอร์

ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาจะมีน้ำหนักโมเลกุลและมีค่าเปอร์เซ็นต์ Conversion ที่เพิ่มขึ้น และมีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วงที่แคบ โดยคอลลอยด์ที่ได้จะมีลักษณะคล้ายน้ำยาง นอกจากนั้นยังศึกษาถึงความแตกต่างของแหล่งที่ให้ความร้อนแก่ระบบ โดยทำการเปรียบเทียบระบบที่ให้ความร้อนด้วยการฉายคลื่นไมโครเวฟ และระบบที่ให้ความร้อนในแบบธรรมดา (Conventional Heating) พบว่า อนุภาคของคอลลอยด์ที่ได้จากระบบที่ให้ความร้อนด้วยการฉายคลื่นไมโครเวฟจะมีขนาดอนุภาคและน้ำหนักโมเลกุลที่เพิ่มสูงขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคของคอลลอยด์ที่ได้จากระบบที่ให้ความร้อนในแบบธรรมดา

Correa และคณะ [35] ศึกษาถึงปฏิกิริยาอิมัลชัน พอลิเมอร์ไรเซชันของสไตรีนภายใต้การฉายคลื่นไมโครเวฟ (Microwave Irradiation) ซึ่งมี Potassium Persulfate ($K_2S_2O_8$) ความเข้มข้น 0.04 - 0.16% wt ทำหน้าที่เป็นตัวริเริ่มโดยใช้กำลังการฉายที่ 175 วัตต์และ 800 วัตต์ สำหรับระยะเวลาการฉาย 360 วินาที พบว่า ที่ค่าเปอร์เซ็นต์ Conversion ของสไตรีนเท่ากับ 90 เปอร์เซ็นต์ กำลังการฉายที่ 800 วัตต์ จะใช้ระยะเวลาเพียง 60 วินาทีส่วนกำลังการฉายที่ 175 วัตต์ จะใช้ระยะถึง 360 วินาที แสดงถึงพลังงานที่มากกว่าที่ไปเหนี่ยวนำโมเลกุลจนกลายเป็นความร้อนให้กับระบบได้เร็วกว่า และเมื่อพิจารณาที่ปริมาณความเข้มข้นของตัวริเริ่ม พบว่า ที่ระยะเวลาในการฉายคลื่นเดียวกัน ความเข้มข้นของตัวริเริ่ม 0.04% wt จะให้ค่าเปอร์เซ็นต์ Conversion น้อยที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับความเข้มข้นของตัวริเริ่ม 0.08, 0.12 และ 0.16% wt แต่เมื่อพิจารณาที่ความเข้มข้นของตัวริเริ่ม 0.08, 0.12 และ 0.16% wt กลับพบว่า ที่ระยะเวลาในการฉายคลื่นเดียวกันค่าเปอร์เซ็นต์ Conversion ที่ได้กลับมีค่าใกล้เคียงกัน นอกจากนั้นยังศึกษาถึงความแตกต่างของแหล่งที่ให้ความร้อนแก่ระบบ โดยพบว่า ที่ค่าเปอร์เซ็นต์ Conversion เดียวกัน ระบบที่ให้ความร้อนในแบบธรรมดา (Conventional Heating) ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส จะใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานานถึง 66 นาที

บทที่ 3

อุปกรณ์ และวิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี สำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอไรเซชัน

3.1.1.1 เครื่องมือ

- ก) เต้าอบไมโครเวฟ รุ่น MW102W ยี่ห้อ Samsung
 - ข) เครื่องวิเคราะห์ลักษณะหมู่ฟังก์ชัน (Fourier Transform Infrared Spectrometer) รุ่น Spectrum 2000 ของบริษัท Perkin Elmer
 - ค) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) รุ่น JSM-5410LV
 - ง) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง (Transmission Electron Microscope) รุ่น AJEM-200CX
 - จ) เครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Visible – Spectrophotometer) รุ่น UV-Vis 500 ของบริษัท Unicam Analtech Co.,Ltd.
 - ฉ) เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 3 ตำแหน่ง รุ่น PG 503-S ของบริษัท Mettler Toledo
 - ช) เครื่องวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH-Meter) รุ่น 1120 ของบริษัท Mettler Toledo
 - ซ) ตู้อบไฟฟ้า (Hot Air Oven) รุ่น UL40 ของบริษัท Memmert
 - ฌ) ตู้แช่ (Upright Cooler) รุ่น PT203 ของบริษัท Every Digital
 - ญ) บั้มสุญญากาศ (Vacuum Pump)
- ###### 3.1.1.2 อุปกรณ์
- ก) กระดาษกรองเบอร์ 5 ของบริษัท Wahrtman
 - ข) ชุดกรองดูด (Buchner Funnel)
 - ค) เทอร์โมมิเตอร์ 0-100 องศาเซลเซียส (Termometer)
 - ง) บีกเกอร์ขนาด 1000 ml, 250 ml และ 100 ml
 - จ) ปิเปต (Pipet) ขนาด 1 ml
 - ฉ) อุปกรณ์ให้ความร้อน (Hot Plate)
 - ช) แท่งแก้วกวนสาร

3.1.1.3 สารเคมี

- ก) ซิลิกา Hi-Sil[®] 255 (Silica) ของบริษัท Siam Silica Co., Ltd
- ข) เซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide; CTAB)
- ค) ไอโซพรีน (Isoprene)
- ง) โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium Persulfate; $K_2S_2O_8$)
- จ) เตตระไฮโดรฟูราน (Tetrahydrofuran; THF)
- ฉ) น้ำ Deionized Water (DI)
- ช) โซเดียมไฮดรอกไซด์
- ซ) เอทานอล (Ethanol)
- ณ) ยางธรรมชาติ (Natural Rubber; STR 5L)

3.1.2 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีสำหรับกระบวนการเตรียมและทดสอบผลิตภัณฑ์ยาง

3.1.2.1 เครื่องมือ

- ก) เครื่องผสมยาง (External Mixer 6") ของบริษัท Lab Tech Engineering Company LTD.
- ข) เครื่องอัดขึ้นรูปยาง (Compression Mold) ของบริษัท DAH TYAN Industrial Co., LTD.
- ค) เครื่องทดสอบการคงรูปของยาง (Rheometer) รุ่น EK 100H ของบริษัท EEKON
- ง) เครื่องวัดความหนา (Gauge) ของบริษัท Teclock Corporation
- จ) เครื่องป้อนชิ้นงาน (Cutting Board and Machine) ของบริษัท CEAST
- ฉ) เครื่องทดสอบความทนต่อการสึกหรอของยาง (Abrasion Tester) ของบริษัท FRANK

3.1.2.2 สารเคมี

- ก) กรดสเตียริก (Stearic Acid)
- ข) ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide)
- ค) ขี้ผึ้ง (Wax)
- ง) Polyethylene glycol (PEG 400)
- จ) สารตัวเติม 22CP46
- ฉ) Mercapto Benzothiazyl Disulfide (MBTS)
- ช) TMTM
- ซ) ซัลเฟอร์ (Sulphur)

3.2 วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.2.1 วิธีการเตรียมขั้นตอนการดูดซับของ CTAB บนพื้นผิวของซิลิกา

เซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ 1.4 กรัม ละลายใน Deionized Water 100 มิลลิลิตร จากนั้นปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนสารละลายมีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 8 เติมซิลิกาลงในสารละลาย 8 กรัม กวนสารละลายตลอดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.2.2 วิธีการเตรียมขั้นตอนการปรับปรุงพื้นผิวซิลิกาโดยใช้ความร้อน

เติมไอโซพรีน 0.8 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย 3.2.1 กวนสารละลายตลอดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลา เติมเอทานอล และ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ตามปริมาณสารเคมีที่สภาวะต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3-1 จากนั้นกวนสารละลายให้เข้ากันอย่างช้าๆ โดยใช้ Hot Plate ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ผ่านการพอลิเมอไรเซชันไปล้างโดยใช้ชุดกรองดูดกรองตะกอนซิลิกาออกจากสารละลาย จากนั้นล้างตะกอนซิลิกากับน้ำอุ่นและ เอทานอล เพื่อกำจัด CTAB ที่เหลือและ ไอโซพรีนที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยาออกจนหมด แล้วจึงนำตะกอนซิลิกาที่ได้ไปอบในตู้อบไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

3.2.3 วิธีการเตรียมขั้นตอนการปรับปรุงพื้นผิวซิลิกาโดยใช้คลื่นไมโครเวฟ

เติมไอโซพรีน 0.8 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย 3.3.1 กวนสารละลายตลอดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลา เติมเอทานอล 10.02 มิลลิลิตร และโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0.22 กรัม จากนั้นนำสารละลายที่ได้เตรียมใส่หลอดทดลอง นำหลอดทดลองที่บรรจุสารละลายวางในชั้นวางไมโครเวฟ แล้วนำเข้าเตาอบไมโครเวฟ โดยเปลี่ยนแปลงกำลังการฉายและเวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟเพื่อหา สภาวะการฉายคลื่นไมโครเวฟที่เหมาะสมตามตารางที่ 3-2 เมื่อครบกำหนดเวลา นำสารละลายที่ผ่านการพอลิเมอไรเซชันไปล้าง ตามขั้นตอนที่ 3.2.2 จากนั้นอบจนแห้งแล้วจึงนำไปวิเคราะห์

ตารางที่ 3-1 ปริมาณสารเคมีของการปรับปรุงพื้นผิวซิลิกาในระบบการใช้ความร้อน

ปริมาณซิลิกา (กรัม)	ปริมาณ CTAB (กรัม)	ปริมาณ เอทานอล (มิลลิลิตร)	ปริมาณ ไอโซพรีน (มิลลิลิตร)	ปริมาณ $K_2S_2O_8$ (กรัม)
8	1.40	10.02	0.27	0.07
				0.22
				0.66

ตารางที่ 3-1 (ต่อ)

ปริมาณซิลิกา (กรัม)	ปริมาณ CTAB (กรัม)	ปริมาณ เอทานอล (มิลลิลิตร)	ปริมาณ ไอโซพรีน (มิลลิลิตร)	ปริมาณ $K_2S_2O_8$ (กรัม)
8	1.40	10.02	0.8	0.07
				0.22
				0.66
8	1.40	10.02	2.4	0.07
				0.22
				0.66

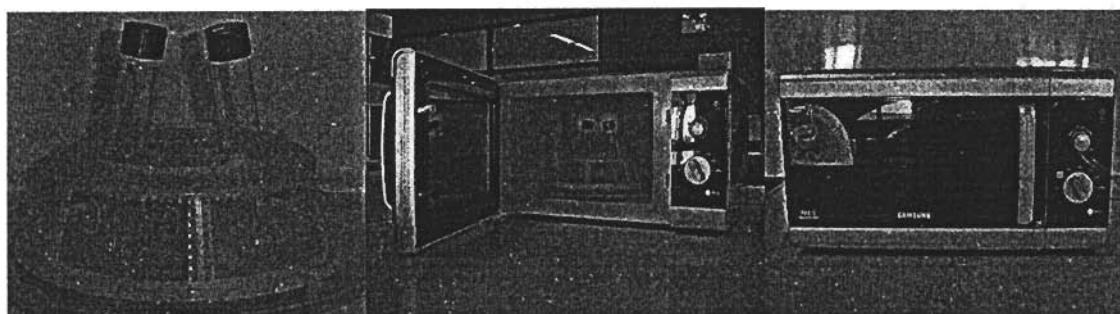
ตารางที่ 3-2 ปริมาณสารเคมีของการปรับปรุงผิวซิลิกาในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ

ปริมาณ ซิลิกา (กรัม)	ปริมาณ CTAB (กรัม)	ปริมาณ เอทานอล (มิลลิลิตร)	ปริมาณ ไอโซพรีน (มิลลิลิตร)	ปริมาณ $K_2S_2O_8$ (กรัม)	กำลัง การฉาย (วัตต์)	เวลา การฉาย (วินาที)
8	1.40	10.02	0.8	0.22	180	30
						60
						90
						120
						180
						240
					850	10
						20
						30
						40
						60
						90

เมื่อได้สภาวะการฉายคลื่นไมโครเวฟที่เหมาะสมแล้ว จึงทดลองเปลี่ยนแปลงปริมาณมอนอเมอร์และปริมาณตัวริเริ่ม เพื่อหาสภาวะปริมาณสารที่เหมาะสมในการฉายคลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในตารางที่ 3-3 จากนั้นอบจนแห้งแล้วจึงนำไปวิเคราะห์

ตารางที่ 3-3 ปริมาณสารเคมีของการปรับปรุงผิวซิลิกาในระบบการเปลี่ยนความเข้มข้นมอนอเมอร์และตัวริเริ่มที่สภาวะการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที

ปริมาณ ซิลิกา (กรัม)	ปริมาณ CTAB (กรัม)	ปริมาณ เอทานอล (มิลลิลิตร)	ปริมาณ ไอโซพรีน (มิลลิลิตร)	ปริมาณ $K_2S_2O_8$ (กรัม)
8	1.40	10.02	0.27	0.22
				0.11
				-
			0.8	0.22
				0.11
				-
			2.4	0.22
				0.11
				-



ภาพที่ 3-1 หลอดทดลองและเตาอบไมโครเวฟ รุ่น MW 102w ของ ซัมซุง

3.3 การพิสูจน์คุณลักษณะและลักษณะพื้นผิวของซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการ แอดไมเซลลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน

3.3.1 การทดสอบสมบัติความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobicity Test)

นำซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงผิวประมาณ 1 กรัม ลอยลงบนผิวน้ำ เพื่อแสดงลักษณะของความไม่ชอบน้ำและเป็นการยืนยันถึงการมีของฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกา โดยเปรียบเทียบกันระหว่าง ซิลิกาที่ไม่ได้รับการปรับปรุง ซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการใช้ความร้อน

และซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ สำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไฮดรอกซี

3.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะหมู่ฟังก์ชันเฉพาะบนผิวซิลิกา ด้วยวิธีฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรด-สเปกโตรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy : FTIR)

เตรียมสารตัวอย่างด้วยเทคนิคแบบ KBr-pellet โดยนำ KBr มาบดผสมในซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงผิวที่จะวิเคราะห์ จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นใส แล้วนำไปวิเคราะห์เพื่อหาหมู่ฟังก์ชันเฉพาะ โดยเปรียบเทียบกับระหว่างซิลิกาที่ไม่ได้รับการปรับปรุง ซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการใช้ความร้อน และซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ สำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไฮดรอกซี

3.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวซิลิกาด้วยวิธี สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (Scanning Electron Microscope: SEM)

นำซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงผิวมาวางบนแป้นทองเหลืองแล้วนำไปเคลือบทอง จากนั้นนำไปเข้าเครื่อง SEM เพื่อวิเคราะห์ลักษณะผิวและลักษณะการกระจายตัวของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกาโดยเปรียบเทียบกับระหว่าง ซิลิกาที่ไม่ได้รับการปรับปรุง ซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการใช้ความร้อน และซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ สำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไฮดรอกซี

3.3.4 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและขนาดของซิลิกาด้วยวิธี ทรานสมิชันอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (Transmission Electron Microscope : TEM)

นำซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงผิวมาวางบนกริดแล้วนำไปเคลือบทอง จากนั้นนำไปเข้าเครื่อง TEM เพื่อวิเคราะห์ลักษณะผิวและขนาดของซิลิกา โดยเปรียบเทียบกับระหว่าง ซิลิกาที่ไม่ได้รับการปรับปรุง ซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการใช้ความร้อน และซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ สำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไฮดรอกซี

3.4 วิธีการเตรียมขั้นตอนการสกัดฟิล์มที่เคลือบบนพื้นผิวซิลิกา

เตรียมซิลิกาที่ผ่านการอบจนแห้ง 1 กรัม ละลายในเตตระไฮโดรฟูราน หรือ โทลูอีน 22 มิลลิลิตร กวนและให้ความร้อนอย่างสม่ำเสมอที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อสารละลายอุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง กรองซิลิกาออกจากสารละลาย และนำสารละลายที่ได้ไปวิเคราะห์การดูดกลืนแสง โดยทดสอบด้วยวิธี UV-Visible Spectrophotometer (UV) ส่วนตะกอนซิลิกาที่กรองได้ นำไปอบเพื่อไล่ความชื้นจนแห้งแล้วนำมาคำนวณหา % Weight Loss โดยเปรียบเทียบกับระหว่าง ซิลิกาที่ไม่ได้รับการปรับปรุง ซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการใช้ความร้อน และซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุงในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ สำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไฮดรอกซี

3.5 วิธีการเตรียมขั้นตอนการผสมเคมียางและขึ้นรูปยาง

เตรียมยาง STR 5L ขนาด 100 กรัม ทำการนวดโดยใส่เข้าเครื่องผสมยางเพื่อเป็นการเตรียมยางให้พร้อมสำหรับขั้นตอนการผสมสารเคมี และยังเป็นการทำยางให้นิ่มเพื่อให้สารเคมีที่จะใส่ลงไปสามารถเกาะติดและผสมลงบนเนื้อยางได้ โดยให้ความร้อนที่ลูกกลิ้งเป็นอุณหภูมิ 60 ถึง 70 องศาเซลเซียส เมื่อนวดยางจนนุ่มแล้ว ให้ใส่ส่วนผสมที่จะผสมตามสูตรยางที่กำหนดตามตาราง 3-4 อย่างช้าๆ โดยเริ่มจาก ซิลิกาปรับปรุงผิว, Zinc Oxide, Stearic Acid, PEG 400, 22CP46 และ Wax ตามปริมาณที่กำหนด ตามลำดับ แล้วทำการนวดอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งผสมจนเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นทำการใส่สารตัวเร่ง Cure Time โดยใส่ MBT, MBTS, TMTM และ Sulphur ตามปริมาณที่กำหนด ตามลำดับ แล้วทำการนวดอย่างต่อเนื่องพร้อมกับกลับเนื้อยางโดยใช้เหล็กปลายแหลมกรีดแผ่นยางเป็นมุมเฉียง เพื่อกลับเนื้อยางให้ส่วนผสมเข้ากัน เสร็จแล้วจึงนำไปทดสอบการ Cure Time โดยใช้ Rheometer Tester เพื่อหาระยะเวลาในการอัดขึ้นรูป จากนั้นนำยางที่ได้ใส่แม่พิมพ์และเข้าเครื่องอัดขึ้นรูป ตามระยะเวลาที่ได้จากการทดสอบการ Cure Time เมื่อครบกำหนดเวลานำยางออกมาพักตัวเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้แบบยางที่พร้อมนำไปตรวจสอบสมบัติจำเพาะของยาง โดยสมบัติจำเพาะของยางที่จะทดสอบแสดงดังตารางที่ 3-5

ตารางที่ 3-4 สูตรปริมาณสารในขั้นตอนการผสมเคมียาง

ส่วนประกอบ	อัตราส่วน
Natural Rubber	100
Silica	40
Zinc Oxide	3
Stearic Acid	1
Polyethylene glycol	1.2
22CP46	1
Wax	1
MBT	0.4
Mercapto Benzothiazyl Disulphide	0.8
TMTM	0.12
Sulphur	2.5

ตารางที่ 3-5 สมบัติในการวิเคราะห์ความจำเพาะของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิว

สมบัติในการวิเคราะห์	วิธีการ	เครื่องมือ
Cure Time (t_{90} , min)	ASTM 2084-93 [37]	Rheometer Tester
Tensile Properties (Elongation to Break, %; Modulus, MPa)	ASTM-D 412-92 [38]	Tensile Tester
Tear Strength (N/mm)	ASTM-D 624 [39]	Tear Tester
Abrasion Loss (vol. Loss/kilocycles)	DIN-53516 [40]	Abrasion Tester

บทที่ 4

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลองในการวิจัยครั้งนี้ ได้จัดเรียงเป็นหมวดหมู่ตามลักษณะและขั้นตอนของงานวิจัย คือ

4.1 ผลของการศึกษาปัจจัยที่มีต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกา

4.2 ผลของการพิสูจน์การมีอยู่ของฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกา

4.3 ผลของการทดสอบสมบัติจำเพาะของยางธรรมชาติ

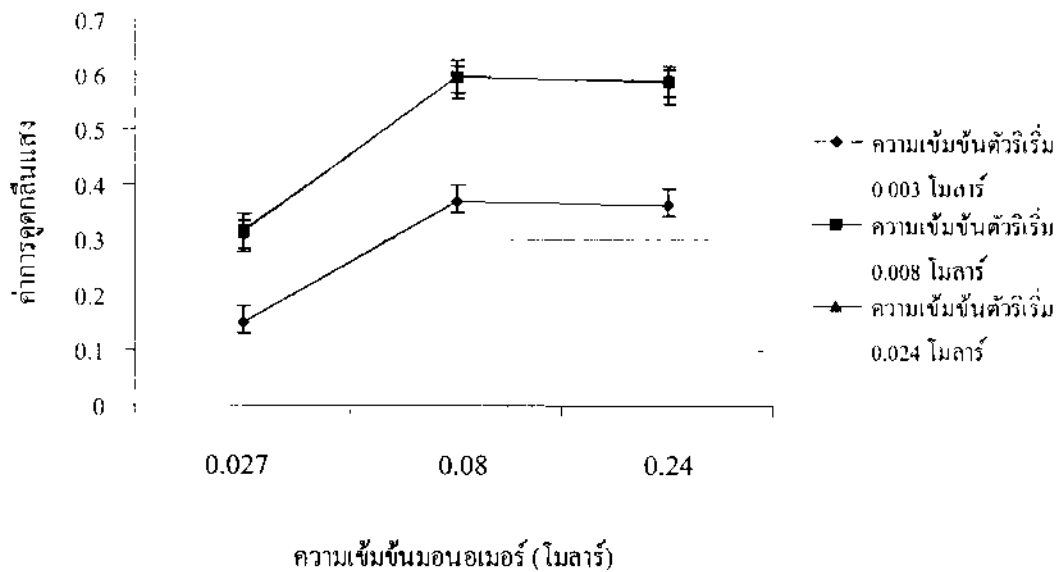
ดังมีรายละเอียดของผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลองแต่ละหมวดหมู่ดังต่อไปนี้

4.1 ผลของการศึกษาปัจจัยที่มีต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกา

การวิจัยได้ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์ บนผิวซิลิกา ที่สภาวะต่างๆ โดยปัจจัยที่ทำการศึกษา คือ ปริมาณความเข้มข้นของมอนอเมอร์และตัวริเริ่ม ในระบบการใช้ความร้อน ปริมาณกำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟและเวลาในการทำปฏิกิริยา และ ปริมาณความเข้มข้นของมอนอเมอร์ และตัวริเริ่มในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

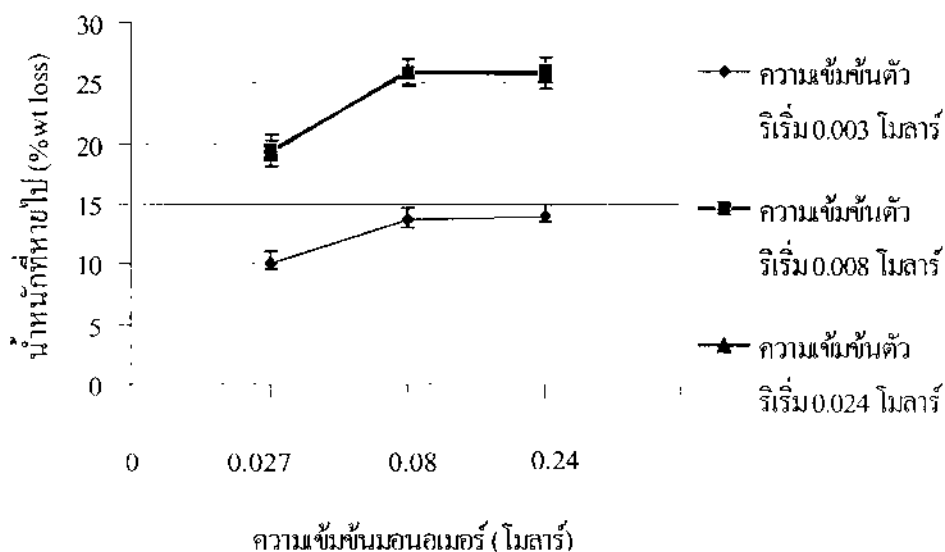
4.1.1 ผลของความเข้มข้นของมอนอเมอร์ และตัวริเริ่มที่มีต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์ บนผิวซิลิกาที่เตรียมได้จากกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้ความร้อน

ผลการทดลองได้ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเคลือบของพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกาด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน จากการวิเคราะห์ด้วยวิธี ยูวี สเปกโตรสโกปี ที่ความยาวคลื่น 236 nm ของสารสกัดด้วย THF ดังแสดงในภาพที่ 4-1 กับ เปอร์เซนต์น้ำหนักที่หายไปที่ได้จากการสกัดซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยสารสกัด THF ดังแสดงในภาพที่ 4-2 และสารสกัด Toluene ดังแสดงในภาพที่ 4-3

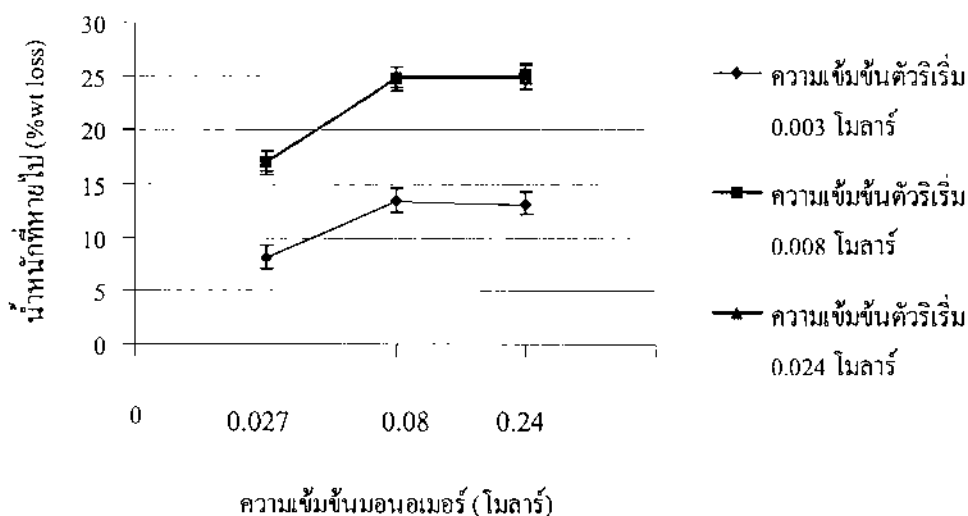


ภาพที่ 4-1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงยูวี กับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นของตัวริเริ่มต่างๆ ในระบบการใช้ความร้อน

จากภาพที่ 4-1 นำค่าการดูดกลืนแสงยูวีของซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อนมาพล็อตกราฟ พบว่า เมื่อความเข้มข้นของมอนอเมอร์และตัวริเริ่มเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่าการดูดกลืนแสงยูวีมีค่าเพิ่มขึ้น โดยได้ค่าการดูดกลืนแสงยูวีมากที่สุด คือ 0.5977 ในสภาวะการใช้ความเข้มข้นมอนอเมอร์ 0.08 โมลาร์ และความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.008 โมลาร์



ภาพที่ 4-2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นของตัวริเริ่มต่างๆของสภาวะการใช้ความร้อน โดยใช้ THF เป็นสารสกัด



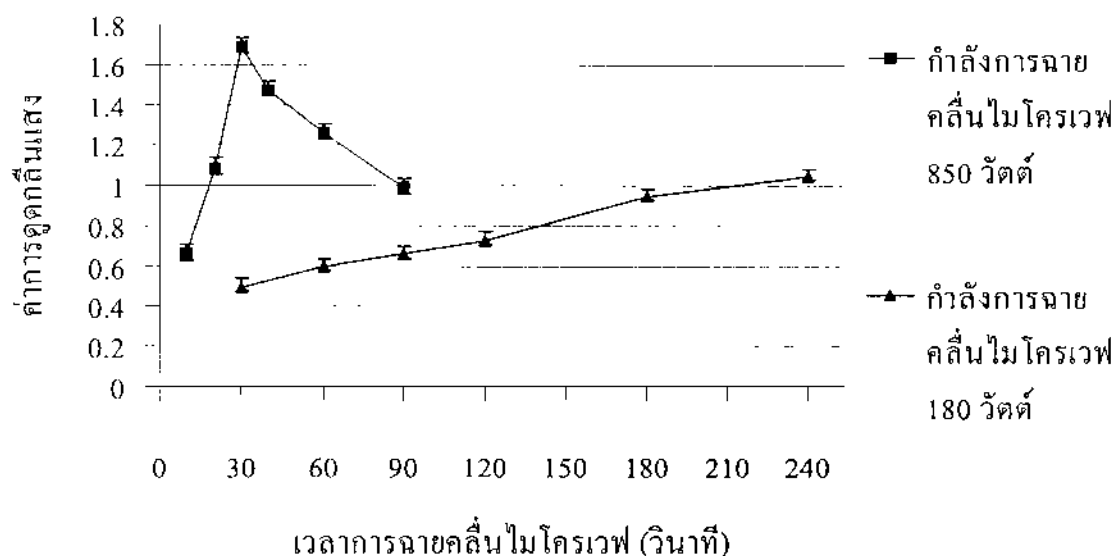
ภาพที่ 4-3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับความเข้มข้นมอนอเมอร์และความเข้มข้นของตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้ความร้อน โดยใช้ Toluene เป็นสารสกัด

จากผลของค่าการดูดกลืนแสงยูวี ผลที่ได้สอดคล้องกับเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจากการนำซิลิกาปรับปรุงผิวระบบการใช้ความร้อนมาสกัดด้วย THF และ Toluene ดังแสดงในภาพที่ 4-2 และภาพที่ 4-3 พบว่า เมื่อความเข้มข้นของมอนอเมอร์และตัวริเริ่มเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าเพิ่มขึ้น โดยสภาวะการใช้ความร้อนมอนอเมอร์ 0.08 โมลาร์ และความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.008 โมลาร์ คือสภาวะที่ให้เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปสูงที่สุด คือ 25.8 %wt loss

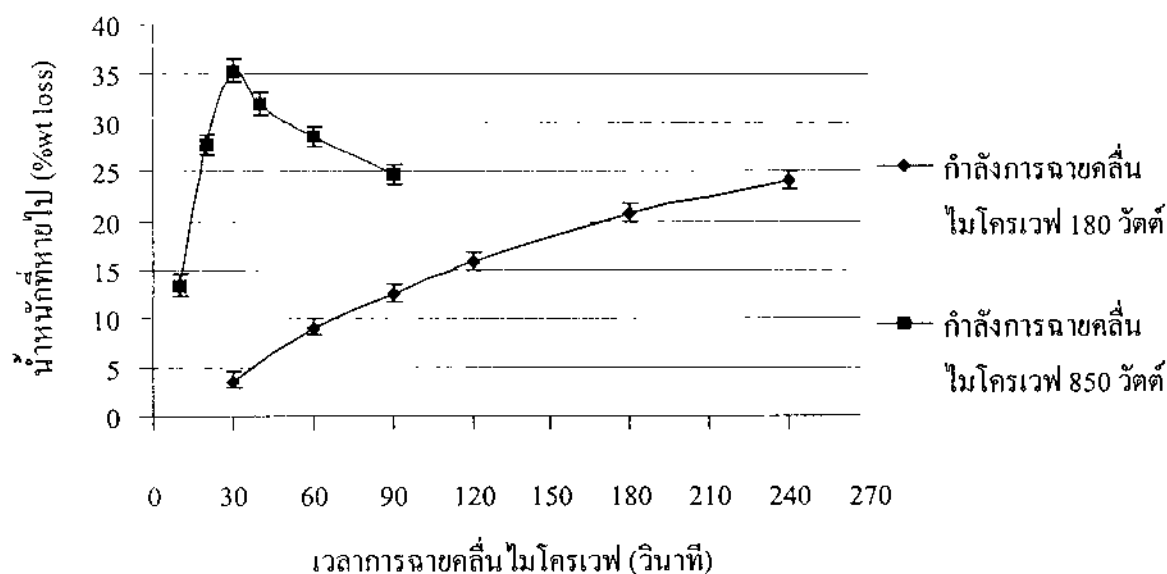
เมื่อทำการเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป จากการนำซิลิกาปรับปรุงผิวมาสกัดด้วยสารสกัด THF และ Toluene พบว่า ซิลิกาปรับปรุงผิวที่สกัดด้วย THF จะให้เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมากกว่าซิลิกาปรับปรุงผิวที่สกัดด้วย Toluene เนื่องจาก THF และ Toluene มีความสามารถในการละลายต่อพอลิไอโซพรีนที่ไม่เท่ากัน โดย THF จะมีความสามารถในการละลายที่มากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ Toluene

4.1.2 ผลของกำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟและเวลาในการทำปฏิกิริยาที่มีต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกา ที่เตรียมได้จากกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไอโซพรีนในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

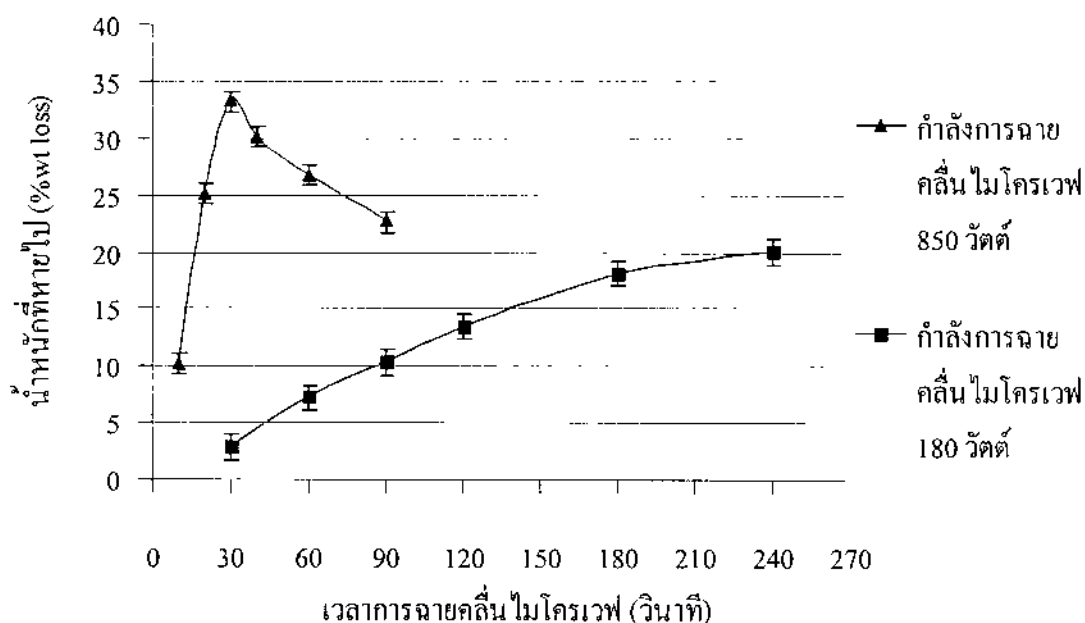
ผลการทดลองได้ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเคลือบ ของพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกาด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไอโซพรีน จากการวิเคราะห์ด้วยวิธี ยูวี สเปกโตรสโกปี ที่ความยาวคลื่น 236 nm ของสารสกัดด้วย THF ดังแสดงในภาพที่ 4-4 กับเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปที่ได้จากการสกัดซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยสารสกัด THF ดังแสดงในภาพที่ 4-5 และสารสกัด Toluene ดังแสดงในภาพที่ 4-6



ภาพที่ 4-4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงยูวี กับเวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟต่างๆ ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ



ภาพที่ 4-5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไป กับเวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟต่างๆ ของสภาวะการใช้คลื่นไมโครเวฟโดยใช้ THF เป็นสารสกัด



ภาพที่ 4-6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟต่างๆ ของสภาวะการใช้คลื่นไมโครเวฟโดยใช้ Toluene เป็นสารสกัด

จากภาพที่ 4-4 เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงยูวีของซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟมาพล็อตกราฟ พบว่า ที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 180 วัตต์ เมื่อให้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 30 วินาที จนถึง 240 วินาที ปรากฏว่าค่าการดูดกลืนแสงยูวีมีค่าเพิ่มขึ้น และที่ กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เมื่อให้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นจาก 10 วินาที จนถึง 30 วินาที ปรากฏว่าค่าการดูดกลืนแสงยูวีมีค่าเพิ่มขึ้นเช่นกัน โดยที่สภาวะกำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที จะให้ค่าการดูดกลืนแสงยูวีมากที่สุดถึง 1.6882 ในทางกลับกัน เมื่อให้เวลาในการทำปฏิกิริยามากกว่า 30 วินาที ค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่ได้กลับมีค่าลดลงทั้งนี้เนื่องจาก พลังงานที่ได้จากการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟที่สูงเป็นระยะเวลานานๆ ก่อให้เกิดการสลายตัวของพอลิไอโซพรีน (Depolymerization) จึงทำให้ปริมาณฟิล์มบนพื้นผิวซิลิกาที่ลดลง

จากผลของค่าการดูดกลืนแสงยูวี ผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจากการนำซิลิกาปรับปรุงผิว ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟมาสกัดด้วยสารสกัด THF ดังแสดงในภาพที่ 4-5 และสารสกัด Toluene ดังแสดงในภาพที่ 4-6

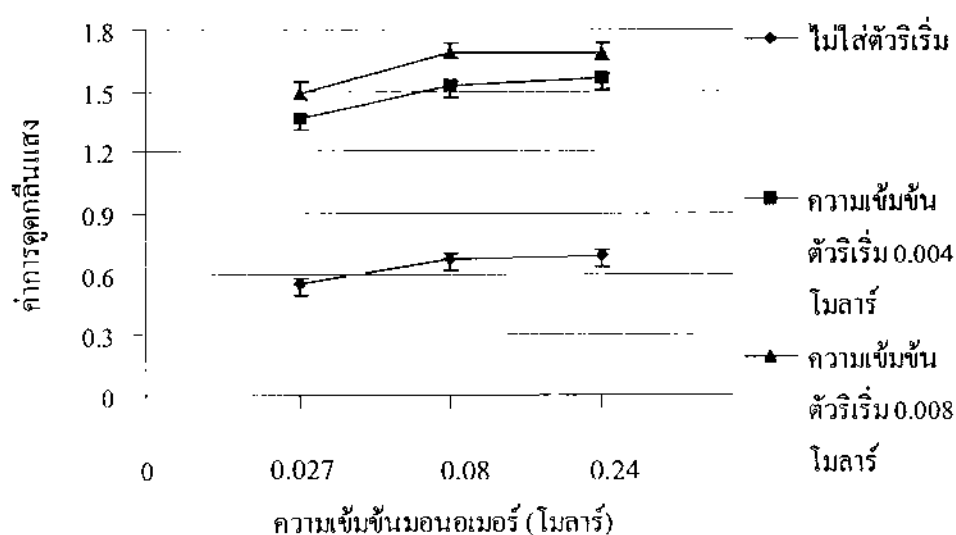
จากภาพที่ 4-5 และภาพที่ 4-6 เมื่อพิจารณา กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ พบว่า ที่กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 180 วัตต์ เมื่อให้เวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟเพิ่มขึ้นจาก 30 วินาที จนถึง 240 วินาที ปรากฏว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าเพิ่มขึ้น ส่วนที่ กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เมื่อให้เวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟเพิ่มขึ้นจาก 10 วินาที จนถึง 30 วินาที

ปรากฏว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าเพิ่มขึ้น และเมื่อให้เวลาการฉายคลื่นไมโครเวฟมากกว่า 30 วินาที ปรากฏว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปที่ได้มีค่าลดลงเช่นกัน ซึ่งสภาวะการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที จะเป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการวิจัยครั้งนี้ โดยให้เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมากที่สุดคือ 35.3%wt loss

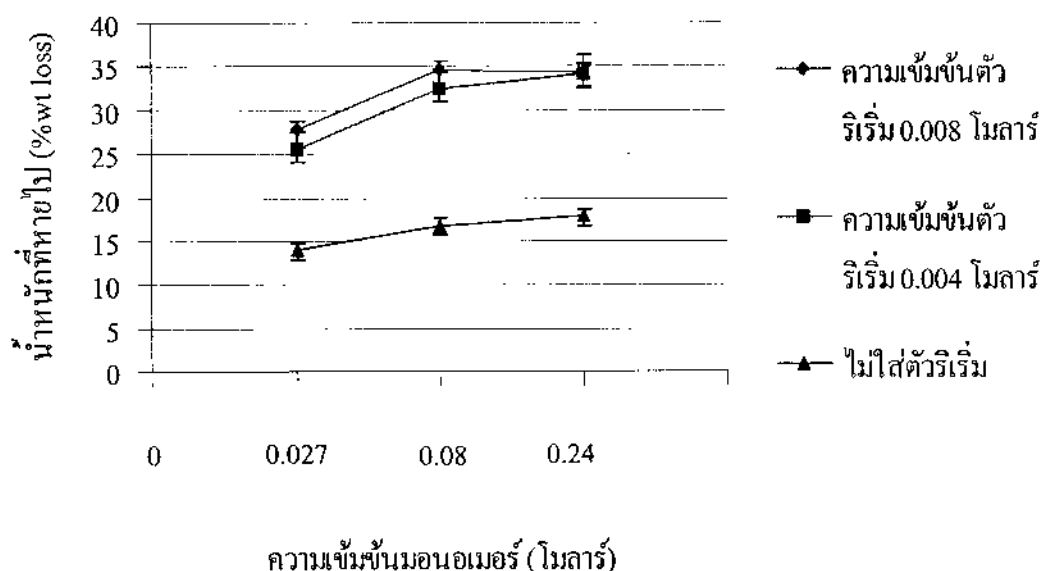
เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบเวลาในการทำปฏิกิริยา ระหว่างระบบการใช้ความร้อนที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 3 ชั่วโมง กับระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟที่ใช้เวลาในการทำปฏิกิริยา 30 วินาที พบว่า ระบบที่ใช้คลื่นไมโครเวฟ สามารถลดเวลาการทำปฏิกิริยาได้ถึง 360 เท่า เนื่องจากการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ เป็นการให้ความร้อนแก่โมเลกุลโดยตรง ซึ่งแตกต่างจากการให้ความร้อนทั่วๆ ไปที่อาศัยหลักการนำ การพา จึงทำให้การใช้คลื่นไมโครเวฟ มีประสิทธิภาพที่ดีกว่า

4.1.3 ผลของความเข้มข้นของมอนอเมอร์ และตัวริเริ่มที่มีต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกาที่เตรียมได้จากกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชัน ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ โดยใช้กำลังการฉายที่ 850 วัตต์ เป็นระยะเวลา 30 วินาที

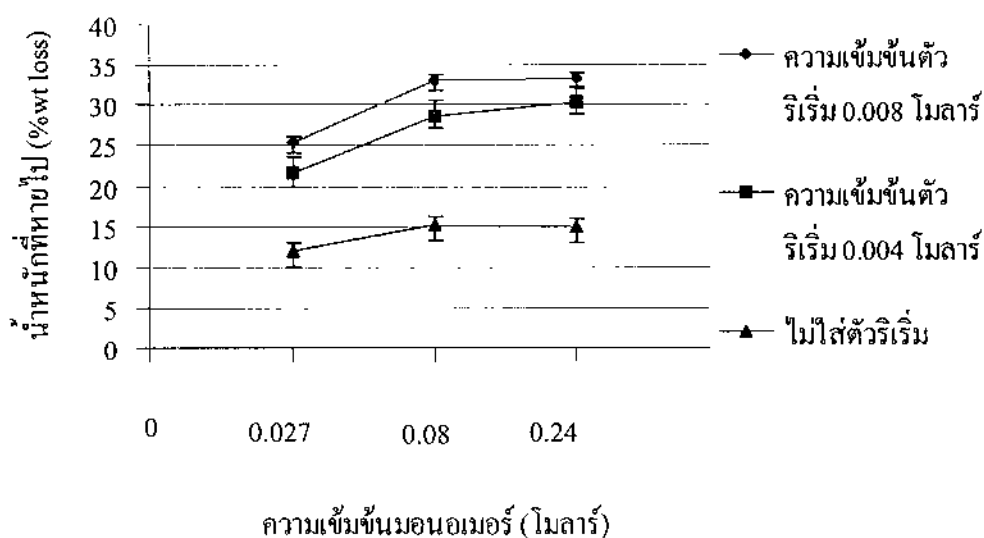
ผลการทดลองได้ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเคลือบของพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกาด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์ พอลิเมอไรเซชัน จากการวิเคราะห์ด้วยวิธี ยูวี สเปกโตรสโคปี ที่ความยาวคลื่น 236 nm ของสารสกัดด้วย THF ดังแสดงในภาพที่ 4-7 กับเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปที่ได้จากการสกัดซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยสารสกัด THF ดังแสดงในภาพที่ 4-8 และสารสกัด Toluene ดังแสดงในภาพที่ 4-9



ภาพที่ 4-7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสงยูวี กับความเข้มข้นของมอนอเมอร์และตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์เป็นเวลา 30 วินาที



ภาพที่ 4-8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที โดยใช้ THF เป็นสารสกัด



ภาพที่ 4-9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับความเข้มข้นมอนอเมอร์ที่ความเข้มข้นตัวริเริ่มต่างๆ ของสภาวะการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที โดยใช้ Toluene เป็นสารสกัด

จากภาพที่ 4-7 เมื่อนำค่าการดูดกลืนแสงยูวีของซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที มาพล็อตกราฟเพื่อดูลักษณะแนวโน้มปริมาณการเกิดฟิล์มพอลิไอโซพรีน พบว่า เมื่อความเข้มข้นมอนอเมอร์เพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าการดูดกลืนแสงยูวีมีค่าเพิ่มขึ้นเช่นกัน

เมื่อพิจารณาถึงความเข้มข้นของตัวริเริ่ม พบว่า สภาวะที่ไม่ใส่ตัวริเริ่มค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่ได้มีค่าน้อยมาก เมื่อเปรียบเทียบกับ สภาวะที่ใส่ตัวริเริ่ม และเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบกับ สภาวะที่ใส่ตัวริเริ่มระหว่างการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.004 โมลาร์ กับการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.008 โมลาร์ พบว่า ที่สภาวะการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.008 โมลาร์ จะให้ค่าการดูดกลืนแสงยูวีสูงที่สุด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 1.6882 ส่วนที่สภาวะการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.004 โมลาร์ ค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่ได้ก็มีค่าใกล้เคียงกับสภาวะการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.008 โมลาร์

จากค่าการดูดกลืนแสงยูวี ผลที่ได้สอดคล้องกับเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจากการนำซิลิกาปรับปรุงผิวระบบการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที มาสกัดด้วยสารสกัด THF ดังแสดงในภาพที่ 4-8 และสารสกัด Toluene ดังแสดงในภาพที่ 4-9 พบว่า

จากภาพที่ 4-8 และ ภาพที่ 4-9 เมื่อพิจารณาถึงความเข้มข้นของตัวริเริ่ม พบว่า สภาวะที่ไม่ใส่ตัวริเริ่ม เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าน้อยมาก เมื่อเปรียบเทียบกับ สภาวะที่ใส่ตัวริเริ่ม เนื่องจากเมื่อระบบปราศจากตัวริเริ่มซึ่งเป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยา เป็นผลทำให้การเกิดปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้ไม่เต็มที่ ส่งผลให้การเกิดพอลิไอโซพรีนเกิดได้ในปริมาณที่น้อย จึงทำให้ปริมาณพอลิไอโซพรีนที่สกัดได้มีปริมาณที่น้อยเช่นกัน และเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบกับสภาวะที่ใส่ตัวริเริ่มระหว่างการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.004 โมลาร์ กับการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.008 โมลาร์ พบว่า ที่สภาวะการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.008 โมลาร์ จะให้เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมากที่สุด คือ 34.5%wt loss แสดงให้เห็นถึงปริมาณพอลิไอโซพรีนที่สกัดได้มีปริมาณที่มาก แต่ในทางกลับกันที่สภาวะการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.004 โมลาร์ เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกลับมีค่าใกล้เคียงกับสภาวะการใช้ความเข้มข้นตัวริเริ่ม 0.008 โมลาร์ เนื่องจากการทำปฏิกิริยาโดยการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ สามารถเหนี่ยวนำตัวริเริ่มให้เกิดการกระตุ้นปฏิกิริยาได้อย่างเต็มที่ ถึงแม้ระบบจะมีปริมาณความเข้มข้นตัวริเริ่มลดลงก็ตาม จึงอาจกล่าวได้ว่า การใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิดปฏิกิริยาแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันสามารถลดปริมาณตัวริเริ่มได้ถึง 50 เปอร์เซ็นต์

4.2 ผลของการพิสูจน์การมีอยู่ของฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกา

การวิเคราะห์พื้นผิวของซิลิกาที่ได้รับการปรับปรุง และพิสูจน์การมีอยู่ของฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกา ทำได้โดยศึกษาจากคุณลักษณะความไม่ชอบน้ำและจากการทดสอบ

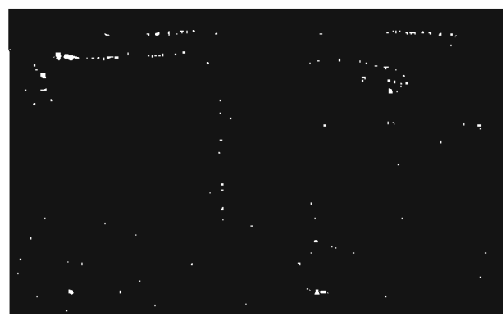
ด้วยเครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ ได้แก่ เครื่องมือวิเคราะห์ฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรสโคป (Fourier Transform Infrared Spectroscopy : FTIR) เครื่องมือวิเคราะห์ ยูวี สเปกโตรสโคป (UV-Spectroscopy) เครื่องมือวิเคราะห์สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคป (Scanning Electron Microscope : SEM) และ เครื่องมือวิเคราะห์ทรานสมิชันอิเล็กตรอนไมโครสโคป (Transmission Electron Microscope: TEM)

4.2.1 วิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำ

กระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันของระบบที่ใช้ความร้อนและระบบที่ใช้ คลื่นไมโครเวฟเป็นตัวเหนี่ยวนำให้เกิดปฏิกิริยานั้นมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงพื้นผิวซิลิกา ทำให้ พื้นผิวของซิลิกามีสมบัติเปลี่ยนไปจากสมบัติมีขั้ว (Hydrophilic) เปลี่ยนไปเป็นสมบัติไม่มีขั้ว (Hydrophobic) โดยในการศึกษาครั้งนี้ได้เลือกวิธีการลอยน้ำ จากภาพที่ 4-10 แสดงผลการลอยน้ำ ของซิลิกาที่ปรับปรุงผิวทั้งระบบที่ใช้ความร้อน และระบบที่ใช้คลื่นไมโครเวฟเปรียบเทียบกับ ซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุงผิว พบว่า ซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุงผิวด้วยปฏิกิริยาแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันจะจมลงอย่างรวดเร็วเมื่อทำการลอยน้ำ ในทางกลับกัน ซิลิกาที่ปรับปรุงผิว ทั้งระบบที่ใช้ความร้อนและระบบที่ใช้คลื่นไมโครเวฟโดยการเคลือบฟิล์มพอลิไอโซพรีน สามารถ ลอยตัวอยู่บนพื้นผิวน้ำได้นานกว่า แสดงให้เห็นว่าการปรับปรุงพื้นผิวซิลิกาด้วยปฏิกิริยา แอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน สามารถทำให้พื้นผิวของซิลิกามีคุณสมบัติเปลี่ยนแปลงไป จากสมบัติมีขั้วเปลี่ยนไปเป็นสมบัติไม่มีขั้ว



(ก)

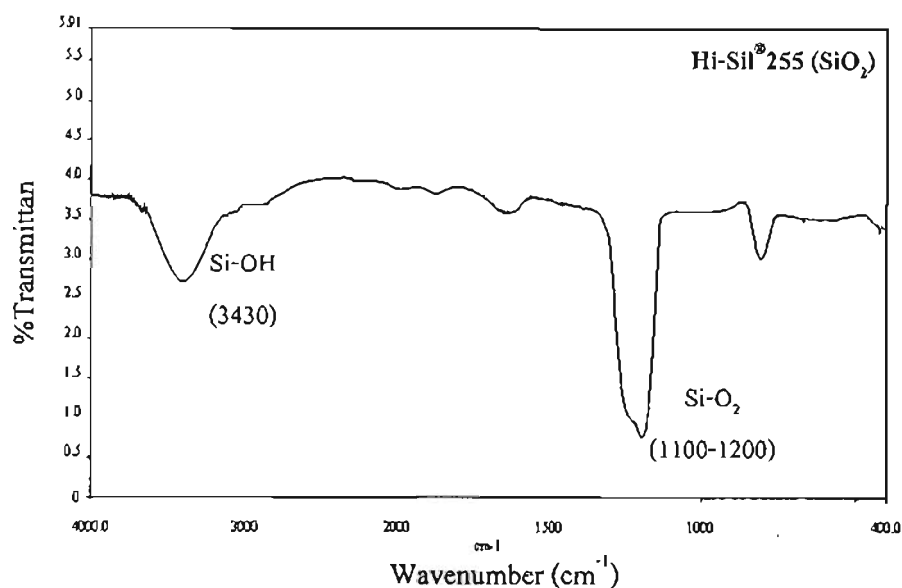


(ข)

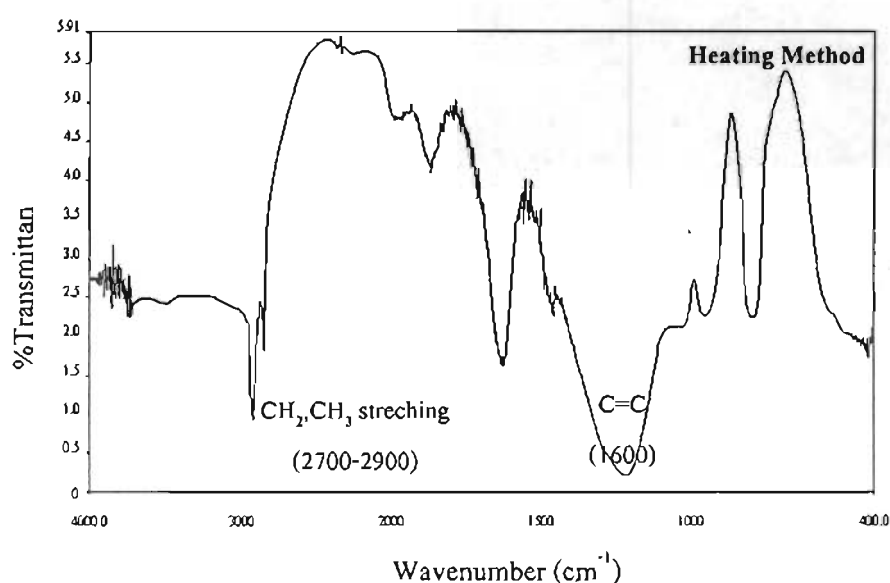
ภาพที่ 4-10 แสดงผลการลอยน้ำของซิลิกาปรับปรุงผิว (ก) เปรียบเทียบระหว่างซิลิกา ปรับปรุงผิวระบบที่ใช้ความร้อนและซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุงผิว, (ข) เปรียบเทียบระหว่างซิลิกาปรับปรุงผิวระบบที่ใช้คลื่นไมโครเวฟและ ซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุงผิว

4.2.2 วิเคราะห์ลักษณะหมู่ฟังก์ชันเฉพาะด้วยวิธีฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy: FTIR)

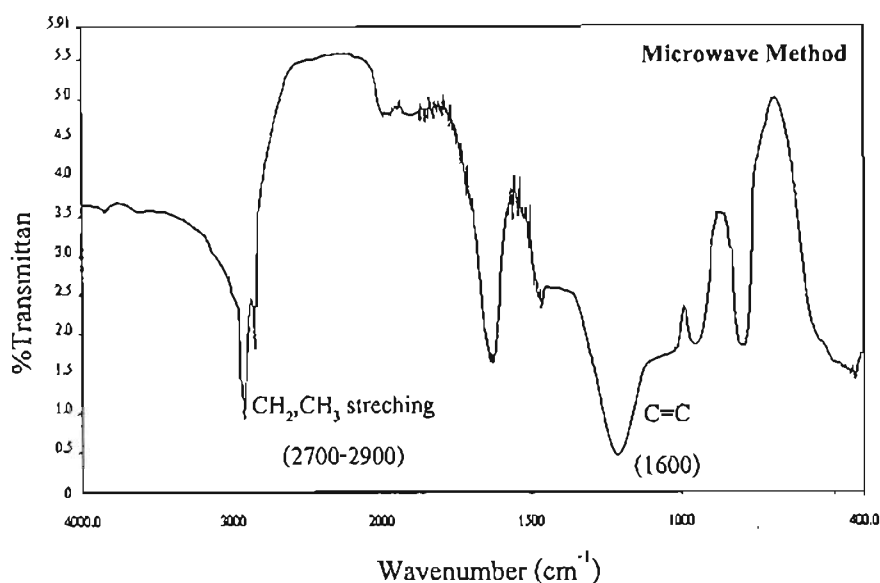
การวิเคราะห์ด้วยวิธีฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี เป็นการวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันนอลเพื่อบ่งบอกลักษณะเฉพาะของซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ซิลิกาที่ปรับปรุงผิวในระบบความร้อน และซิลิกาที่ปรับปรุงผิวในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-11 ถึงภาพที่ 4-13



ภาพที่ 4-11 สเปกตรัม FTIR แสดงหมู่ฟังก์ชันนอลเฉพาะของซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว



ภาพที่ 4-12 สเปกตรัม FTIR แสดงหมู่ฟังก์ชันนอลเฉพาะของซิลิกาที่ปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน

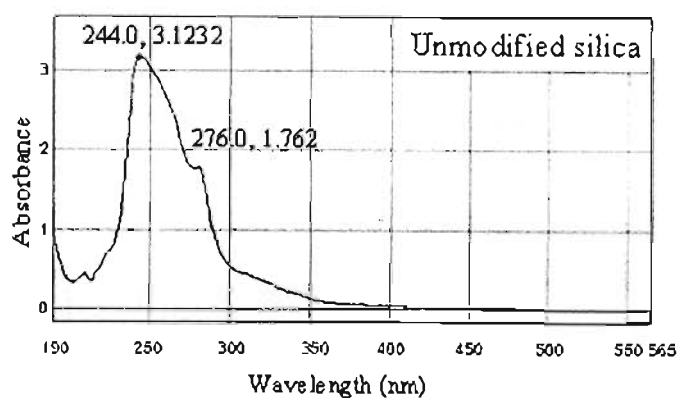


ภาพที่ 4-13 สเปกตรัม FTIR แสดงหมู่ฟังก์ชันนอลเฉพาะของซิลิกาที่ที่ปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

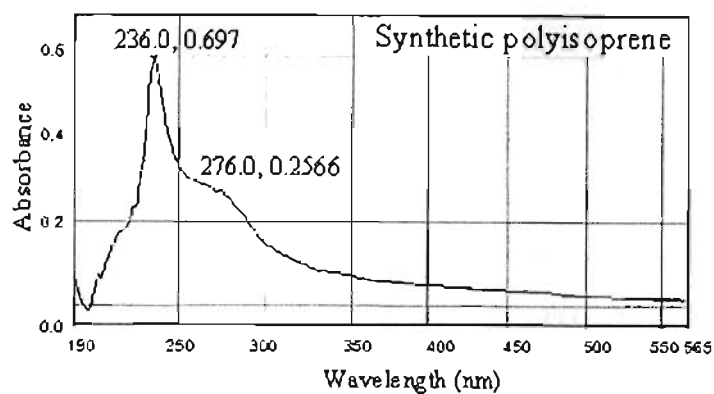
จากภาพที่ 4-11 ถึง ภาพที่ 4-13 พบว่า สเปกตรัมที่แสดงลักษณะเฉพาะของซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิวจะพบลักษณะเฉพาะที่ความยาวคลื่น 3430 cm^{-1} และ $1100\text{--}1200\text{ cm}^{-1}$ โดยหมายถึงลักษณะเฉพาะของหมู่ซิลินอล และหมู่ไฮดรอกเซน ตามลำดับ ส่วนสเปกตรัมที่แสดงลักษณะเฉพาะของซิลิกาที่ปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ พบว่า หมู่ซิลินอลที่แสดงถึงลักษณะเฉพาะของซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิวนั้นหายไป แต่จะพบลักษณะสเปกตรัมเฉพาะที่ความยาวคลื่น 1600 cm^{-1} และ $2700\text{--}2900\text{ cm}^{-1}$ โดยหมายถึงลักษณะเฉพาะของพันธะคู่คาร์บอน (C=C) และหมู่เมทิล (CH_3 , CH_2) ซึ่งแสดงถึงลักษณะเฉพาะของพอลิไอโซพรีนหรือฟิล์มพอลิไอโซพรีนที่เคลือบอยู่บนผิวซิลิกา

4.2.3 วิเคราะห์การดูดกลืนแสงยูวีด้วยวิธี ยูวี สเปกโตรสโคปี (UV-Spectroscopy)

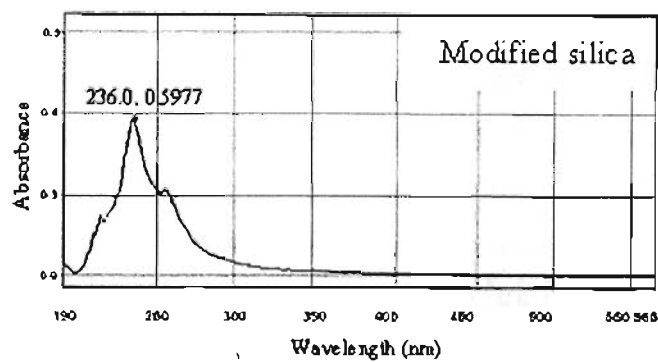
การวิเคราะห์ด้วยวิธียูวีสเปกโตรสโคปี เป็นการวิเคราะห์หาค่าการดูดกลืนแสงยูวีเพื่อบ่งบอกถึงลักษณะเฉพาะของซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้ความร้อนและซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ โดยพิจารณาในช่วงความยาวคลื่น $190\text{--}565\text{ nm}$ ดังแสดงในภาพที่ 4-14



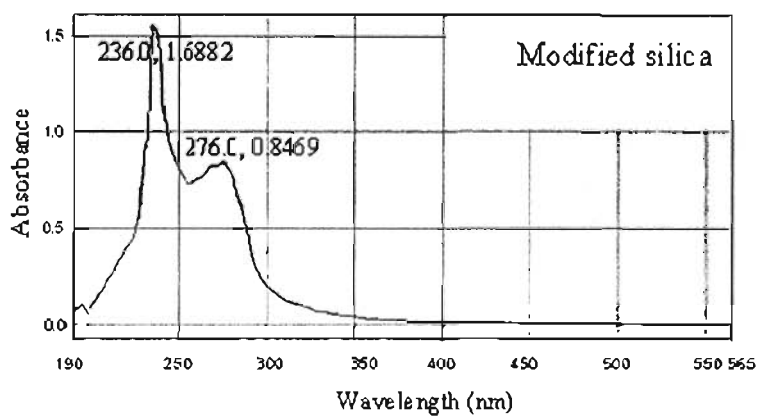
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

ภาพที่ 4-14 สเปกตรัม UV แสดงค่าการดูดกลืนแสง (ก) ซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) พอลิไอโซพรีนที่ได้จากการสกัดจากยางธรรมชาติ, (ค) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และ (ง) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

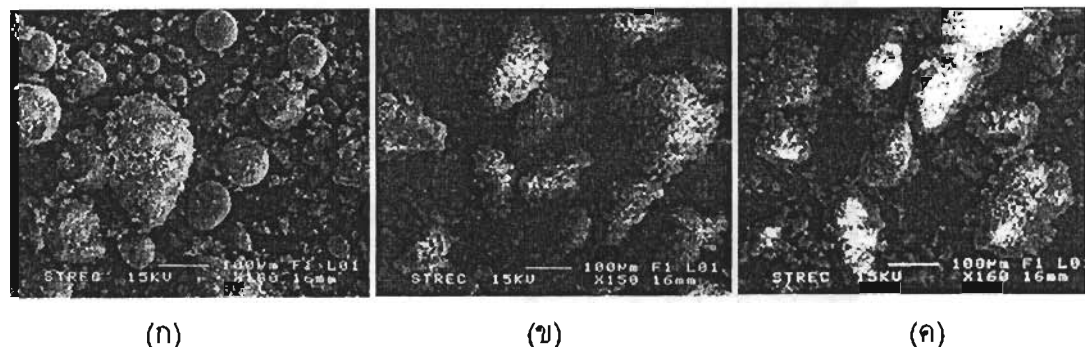
สเปกตรัมที่แสดงลักษณะเฉพาะของซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว จะพบลักษณะเฉพาะที่ความยาวคลื่น 244 nm ซึ่งแตกต่างจากสเปกตรัมของพอลิไอโซพรีนที่ได้จากการสกัดจากยางธรรมชาติ โดยจะพบลักษณะเฉพาะที่ความยาวคลื่น 236 nm ในทำนองเดียวกัน สเปกตรัมที่แสดงลักษณะเฉพาะของซิลิกาที่ปรับปรุงผิว ด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ จะพบลักษณะเฉพาะที่ความยาวคลื่น 236 nm เช่นเดียวกัน

4.2.4 วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและเปอร์เซ็นต์คาร์บอน ด้วยวิธีสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (Scanning Electron Microscopy : SEM)

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง สำหรับการทดสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี ได้จัดเรียงเป็นหมวดหมู่ดังนี้

4.2.4.1 ผลของการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยวิธีสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี

การวิเคราะห์ลักษณะผิวซิลิกาด้วยวิธีสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี เป็นการวิเคราะห์เพื่อศึกษาถึงลักษณะการกระจายตัวของพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกา ทั้งซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-15

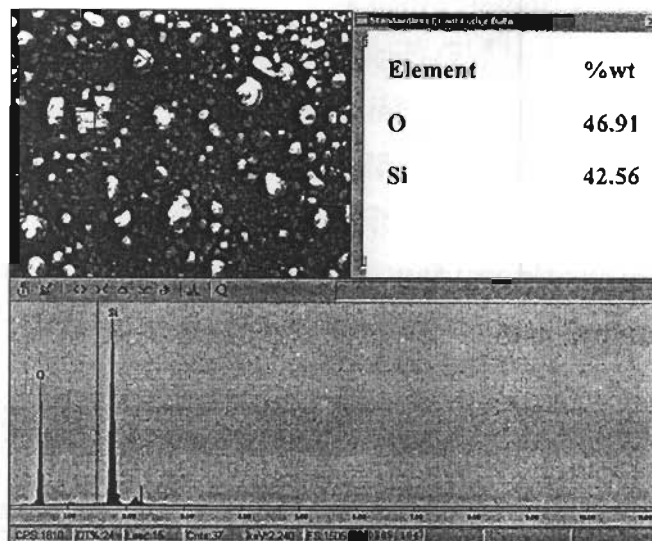


ภาพที่ 4-15 ลักษณะการกระจายตัวของฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวของ (ก) ซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อนและ (ค) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

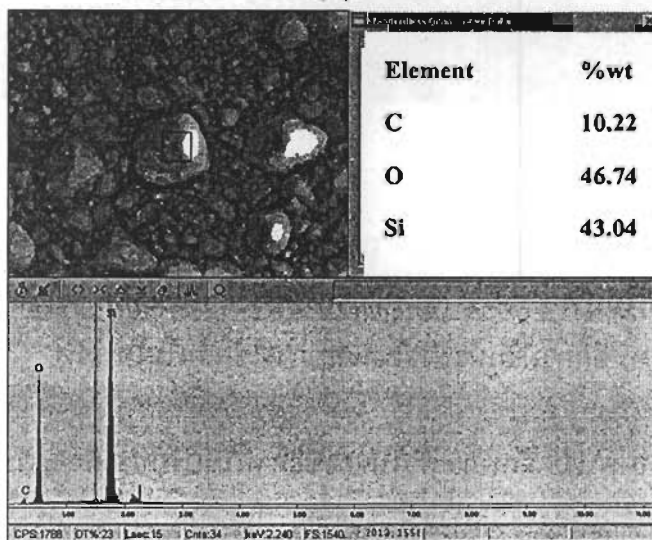
จากภาพที่ 4-15 พบว่า ลักษณะทั่วไปของซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิวจะพบลักษณะเฉพาะของการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนเนื่องจากสภาพผิวของซิลิกามีความเป็นขรุขระ เพราะมีองค์ประกอบของหมู่ไฮดรอกซิลจึงทำให้ดูดซับความชื้นได้ดี ซึ่งแตกต่างจากลักษณะของซิลิกาที่ปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ โดยจะพบลักษณะเฉพาะของเม็ดซิลิกามีการกระจายตัว ลักษณะแบบนี้แสดงให้เห็นถึงสภาพผิวที่ไม่ดูดซับความชื้นจากการถูกเคลือบด้วยฟิล์มพอลิไอโซพรีน

4.2.4.2 ผลของการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์คาร์บอน ด้วยวิธีสแกนนิ่งอิเล็กตรอน ไมโครสโคปี

การวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์คาร์บอนบนผิวซิลิกา ด้วยวิธีสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี เป็นการวิเคราะห์เพื่อดูถึงปริมาณคาร์บอน ซึ่งเป็นองค์ประกอบของพอลิไอโซพรีนที่เคลือบอยู่บนผิวซิลิกา โดยจะพิจารณาวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์คาร์บอนบนผิวซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้ความร้อนและซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-16

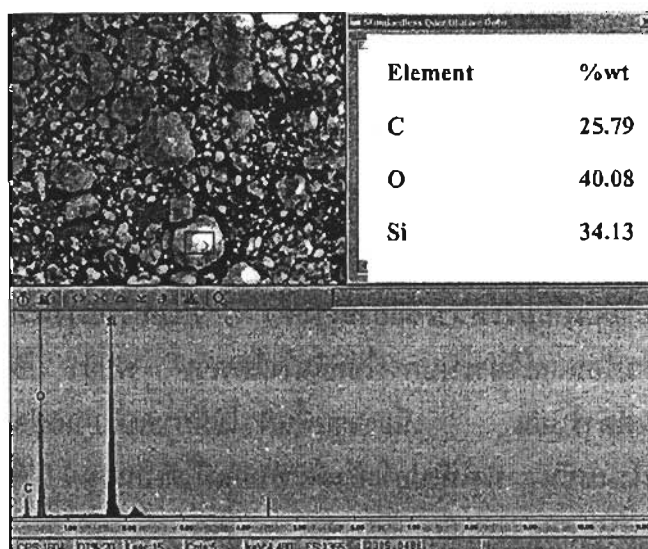


(ก)



(ข)

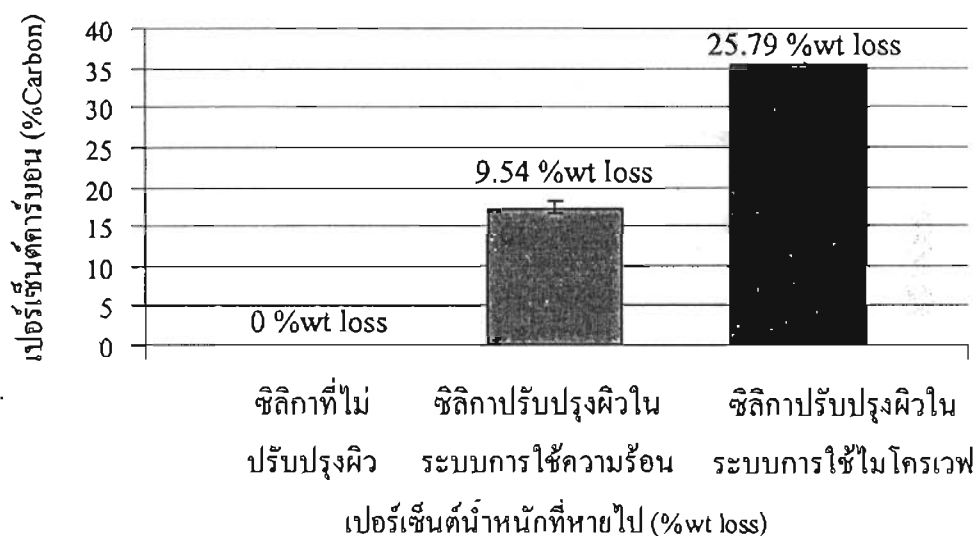
ภาพที่ 4-16 เปอร์เซนต์คาร์บอนของซิลิกาที่สภาวะต่างๆ (ก) ซิลิกาที่ไม่ได้ปรับปรุง
(ข) ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และ (ค) ซิลิกาปรับปรุงผิว
ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ



(ก)

ภาพที่ 4-16 (ต่อ)

จากค่าเปอร์เซ็นต์คาร์บอนบนผิวซิลิกาในระบบต่างๆ ด้วยวิธีสแกนนิ่งอิเล็กตรอน ไมโครสโคปีเมื่อนำค่าที่ได้มาพล็อตกราฟ และเปรียบเทียบกับเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจะได้ความสัมพันธ์ดังภาพที่ 4-17

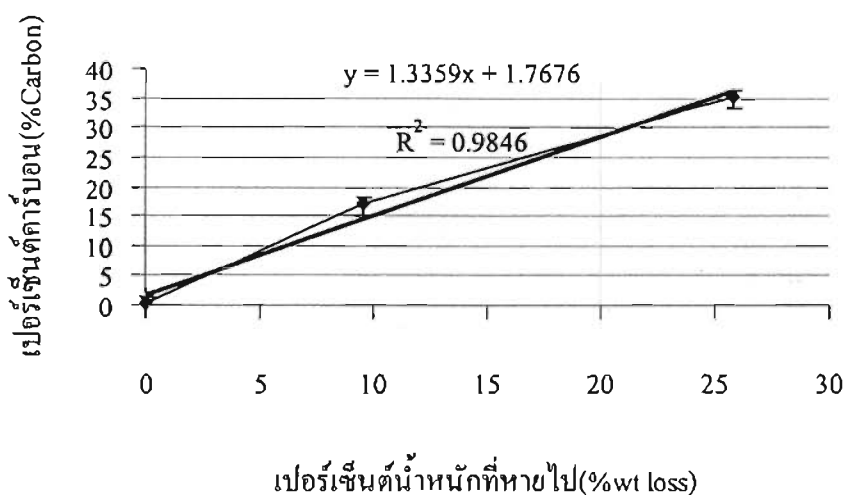


ภาพที่ 4-17 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเปอร์เซ็นต์คาร์บอนของซิลิกาธรรมชาติที่ไม่ปรับปรุงผิว ซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

จากภาพที่ 4-17 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเปอร์เซ็นต์คาร์บอนของซิลิกาแบบต่างๆ พบว่า เมื่อเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปเพิ่มขึ้น เปอร์เซ็นต์คาร์บอนที่ได้จะมีค่าเพิ่มขึ้นเช่นกัน เนื่องจากเมื่อเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปมีค่าเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นถึงปริมาณพอลิไอโซพรีนที่สกัดได้มีปริมาณมากขึ้น ดังนั้นเมื่อปริมาณพอลิไอโซพรีนมีมากขึ้นเปอร์เซ็นต์คาร์บอนที่ได้จึงมีค่าเพิ่มมากขึ้นเช่นกัน

เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบระหว่างซิลิกาธรรมชาติ ที่ไม่ปรับปรุงผิวกับซิลิกาปรับปรุงผิว ทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ พบว่า ซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว จะไม่ปรากฏเปอร์เซ็นต์คาร์บอน เนื่องจากพื้นผิวไม่มีการเปลี่ยนแปลงเพราะยังไม่ได้ผ่านกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน ทำให้เปอร์เซ็นต์คาร์บอนที่ได้เป็นศูนย์ ซึ่งแตกต่างจากซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตโมเซลลาร์พอลิเมอไรเซชัน ของระบบที่ใช้ความร้อนและระบบที่ใช้คลื่นไมโครเวฟ โดยจะปรากฏเปอร์เซ็นต์คาร์บอน เนื่องจากพื้นผิวเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเพราะถูกเคลือบด้วยฟิล์มพอลิไอโซพรีน โดยซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตโมเซลลาร์ พอลิเมอไรเซชัน ของระบบที่ใช้คลื่นไมโครเวฟ จะให้เปอร์เซ็นต์คาร์บอนมากที่สุดถึง 25.79%

เมื่อนำค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกา ทั้งก่อนและหลังมาเปรียบเทียบกับเปอร์เซ็นต์คาร์บอนของซิลิกา ทั้งก่อนและหลัง จะได้ความสัมพันธ์ดังภาพที่ 4-18



ภาพที่ 4-18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเปอร์เซ็นต์คาร์บอนของซิลิกาทุกๆ สภาวะ

จากภาพที่ 4-18 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเปอร์เซ็นต์คาร์บอนของซิลิกาทุกๆ สภาวะ พบว่าได้ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสินใจ (R^2) เท่ากับ 0.9846 และได้สมการของความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปกับเปอร์เซ็นต์คาร์บอน ดังสมการ 4-1

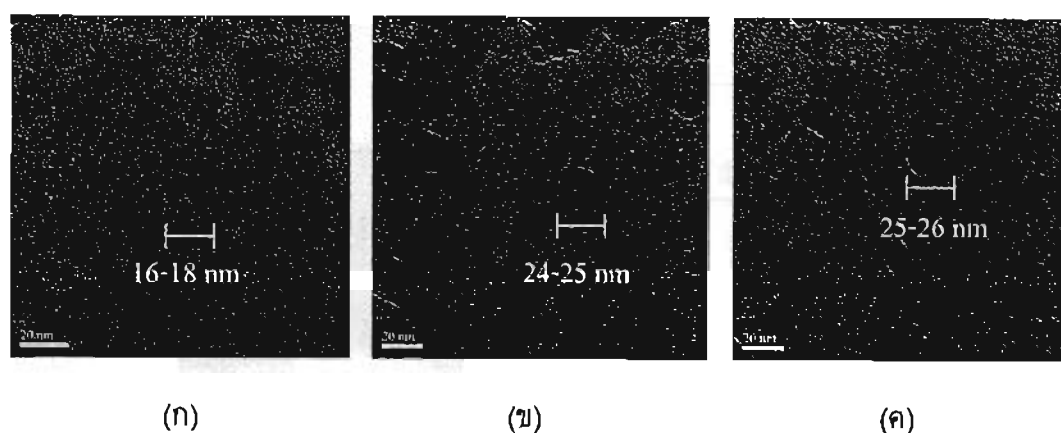
$$Y = 1.3359X + 1.7676 \quad (4-1)$$

หรือ

เปอร์เซ็นต์คาร์บอน = 1.3359 ของ เปอร์เซนต์น้ำหนักที่หายไป + 1.7676

4.2.5 วิเคราะห์ขนาดด้วยวิธี ทรานสมิซันอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (Transmission Electron Microscopy : TEM)

การวิเคราะห์ขนาดซิลิกาด้วยวิธี ทรานสมิซันอิเล็กตรอนไมโครสโคปี เป็นการวิเคราะห์เพื่อศึกษาขนาดของซิลิกาที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากถูกเคลือบด้วยฟิล์มพอลิไอโซพรีน โดยจะพิจารณาซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน และซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-18



ภาพที่ 4-19 ขนาดของเม็ดซิลิกา (ก) ซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) ซิลิกาที่ปรับปรุงผิวในระบบความร้อนและ (ค) ซิลิกาที่ปรับปรุงผิวในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ

จากภาพที่ 4-19 แสดงถึงขนาดของเม็ดซิลิกาที่ระบบต่างๆ พบว่า ขนาดซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิวจะพบขนาดโดยเฉลี่ยที่ 16 ถึง 18 nm ส่วนซิลิกาที่ปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอไรเซชันในระบบความร้อนและในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ จะพบขนาดโดยเฉลี่ยที่ 24 ถึง 26 nm ซึ่งหมายถึงซิลิกามีขนาดเพิ่มขึ้น ขนาดที่เพิ่มขึ้นนี้แสดงให้เห็นถึงการถูกเคลือบของพอลิไอโซพรีน

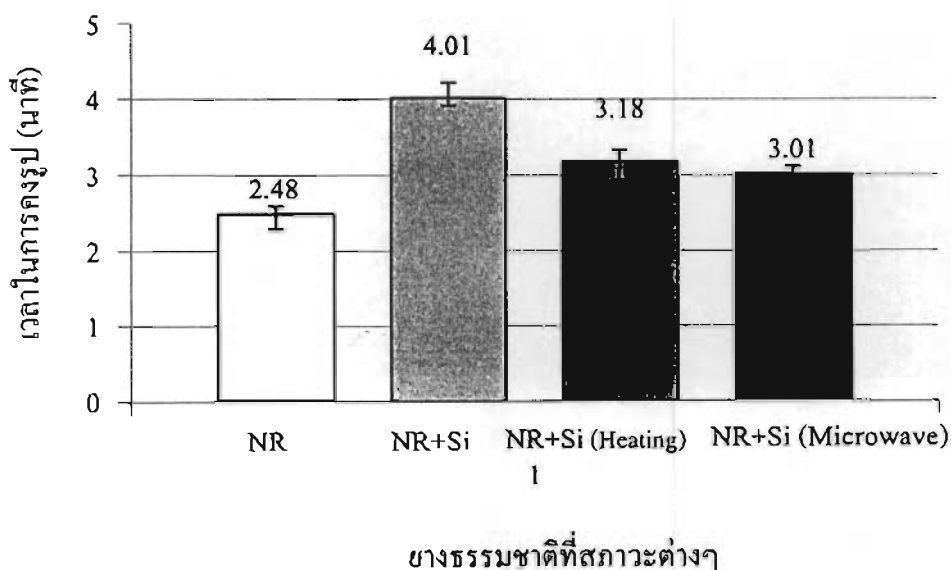
4.3 ผลของการทดสอบสมบัติจำเพาะของยางธรรมชาติ

การทดสอบสมบัติจำเพาะของยางธรรมชาติก่อน และหลังผสมซิลิกาปรับปรุงผิวสำหรับการวิจัยได้ทำการทดสอบสมบัติจำเพาะต่างๆ เช่น ทดสอบระยะเวลาการคงรูป ทดสอบ

วัดแรงดึงจนขาด ทดสอบวัดการยืดตัวจนขาด ทดสอบวัดแรงดึง ณ จุดยึดที่กำหนด ทดสอบวัดแรงฉีกขาด ทดสอบการสูญเสียเนื้อเยื่อจากการสึกหรอ และทดสอบการรวมเป็นเนื้อเดียวกันระหว่างซิลิกาปรับปรุงผิวกับยางธรรมชาติด้วยวิธี สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี ดังมีรายละเอียดต่อไปนี้

4.3.1 ทดสอบระยะเวลาการคงรูป (Cure Time)

การทดสอบระยะเวลาการคงรูปของยางธรรมชาติ ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบกับยางที่มีส่วนผสมของสารเสริมแรงแตกต่างกันออกไปคือ ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา (NR) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว (NR+Si) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการ แอต์ไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน (NR+Si (Heating)) และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิว ด้วยกระบวนการแอต์ไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ (NR+Si (Microwave)) ดังแสดงในภาพที่ 4-20



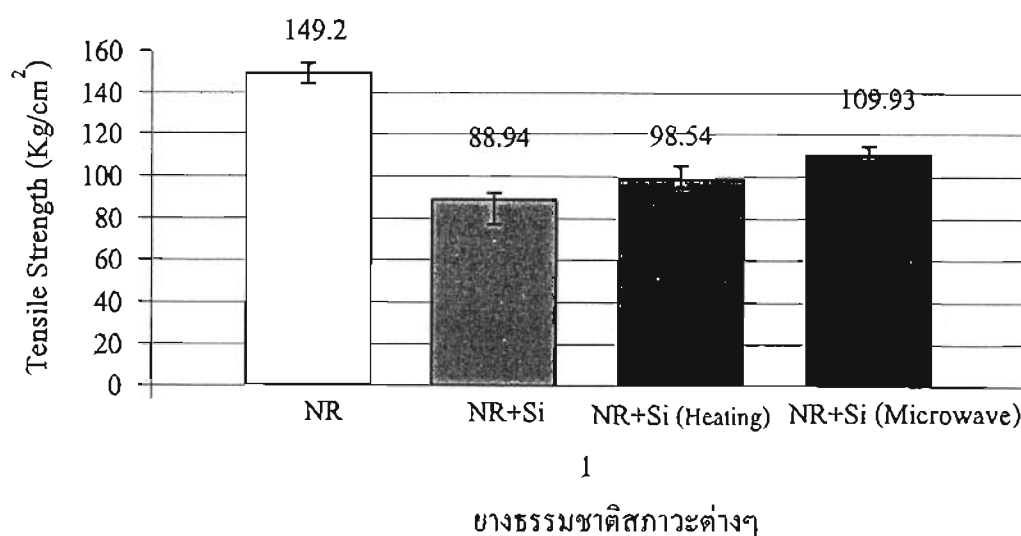
ภาพที่ 4-20 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการคงรูปของยางกับยางธรรมชาติสถานะต่างๆ

จากภาพที่ 4-20 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ ระหว่างเวลาการคงรูปของยางกับยางธรรมชาติสถานะต่างๆพบว่า ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟจะใช้เวลาการคงรูปของยางน้อยกว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว เนื่องจากการปรับปรุงผิวซิลิกาโดยการเคลือบด้วยฟิล์มพอลิไอโซพรีนสามารถเปลี่ยนแปลงความเป็นกรดบนผิวซิลิกาได้ ทำให้เกิดการยับยั้งการวัลคาไนซ์ที่น้อยลง ซึ่งมีผลทำให้ใช้เวลาการคงรูปน้อยลงเช่นกัน จึงเป็นการแสดงถึงสมบัติ

ที่ดีขึ้นของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิว ทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

4.3.2 ทดสอบวัดแรงดึงจนขาด (Tensile Strength)

การทดสอบวัดแรงดึงจนขาดของยางธรรมชาติ ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบเกี่ยวกับยางที่มีส่วนผสมของสารเสริมแรงแตกต่างกันออกไปคือ ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้ความร้อน และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-21



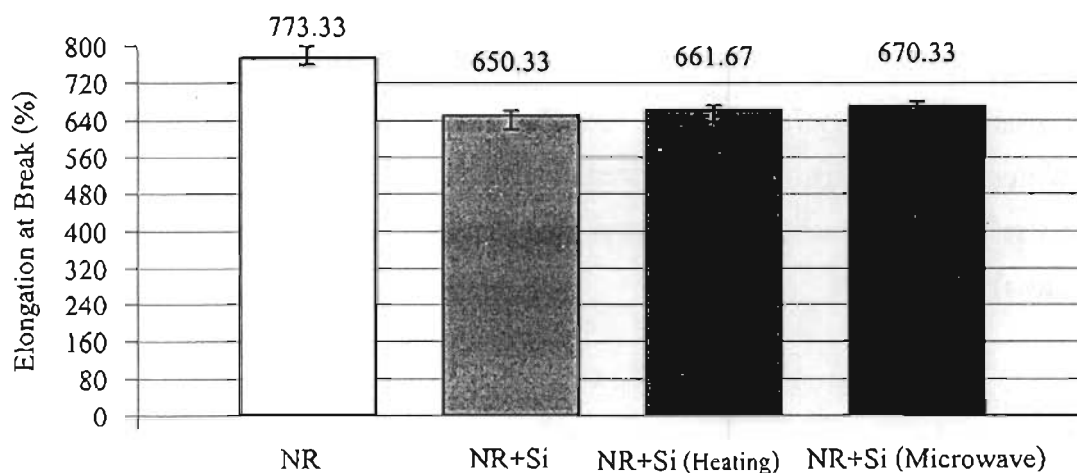
ภาพที่ 4-21 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานต่อการดึง (Tensile Strength) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ

จากภาพที่ 4-21 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ ระหว่างค่าความต้านทานต่อการดึงกับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ พบว่า ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ จะให้ค่าความต้านทานต่อการดึงของยางสูงกว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว จึงเป็นการแสดงถึงสมบัติที่ดีขึ้นของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อน และในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

4.3.3 ทดสอบวัดการยืดตัวจนขาด (Elongation at Break)

การทดสอบวัดการยืดตัวจนขาดของยางธรรมชาติ ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบเกี่ยวกับยางที่มีส่วนผสมของสารเสริมแรงแตกต่างกันออกไปคือ ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้ความร้อน และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

แอตไมเซลลาร์ พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกา
ปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลลาร์พอลิเมอไรเซชัน ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ
ดังแสดงในภาพที่ 4-22



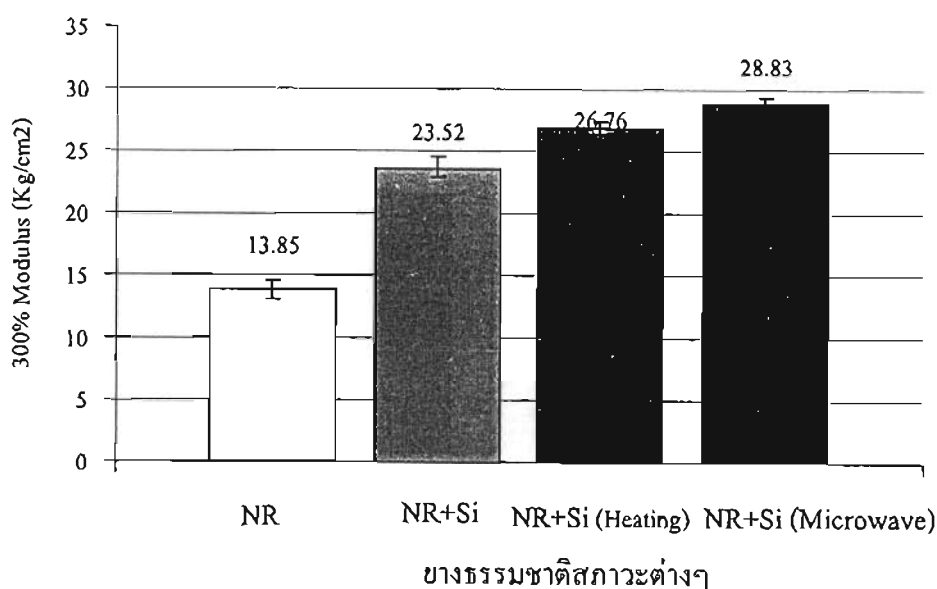
ยางธรรมชาติที่สภาวะต่างๆ

ภาพที่ 4-22 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะยืดจนกระทั่งขาด (Elongation to Break) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ

จากภาพที่ 4-22 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ ระหว่างระยะยืดจนกระทั่งขาด กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ พบว่า ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ จะให้ค่าระยะยืดจนกระทั่งขาดของยางสูงกว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว จึงเป็นการแสดงถึงสมบัติที่ดีขึ้นของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

4.3.4 ทดสอบวัดแรงดึง ณ จุดยืดที่กำหนด (300% Modulus)

การทดสอบวัดแรงดึง ณ จุดยืดที่กำหนดของยางธรรมชาติได้ทำการทดลองเปรียบเทียบกับยางที่มีส่วนผสมของสารเสริมแรงแตกต่างกันออกไปคือ ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลลาร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลลาร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-23

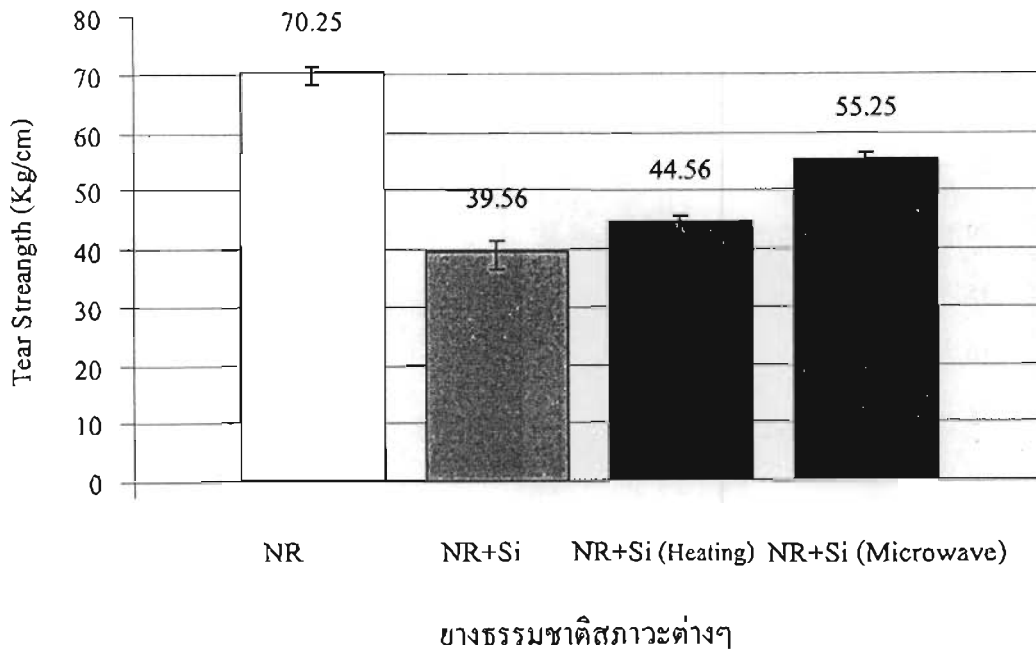


ภาพที่ 4-23 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง 300% โมดูลัส (300% Modulus) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ

จากภาพที่ 4-23 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ ระหว่างค่า 300% โมดูลัส กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ พบว่า ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟจะให้ค่า 300% โมดูลัส ของยางสูงกว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว แสดงให้เห็นถึงการใช้แรงในการดึงที่สูงกว่าสำหรับการทำให้ยางยืดถึง 300% จึงเป็นการยืนยันถึงสมบัติที่ดีขึ้นของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

4.3.5 ทดสอบวัดแรงฉีกขาด (Tear Strength)

การทดสอบวัดแรงฉีกขาดของยางธรรมชาติ ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบกับยางที่มีส่วนผสมของสารเสริมแรงแตกต่างกันออกไปคือ ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-24

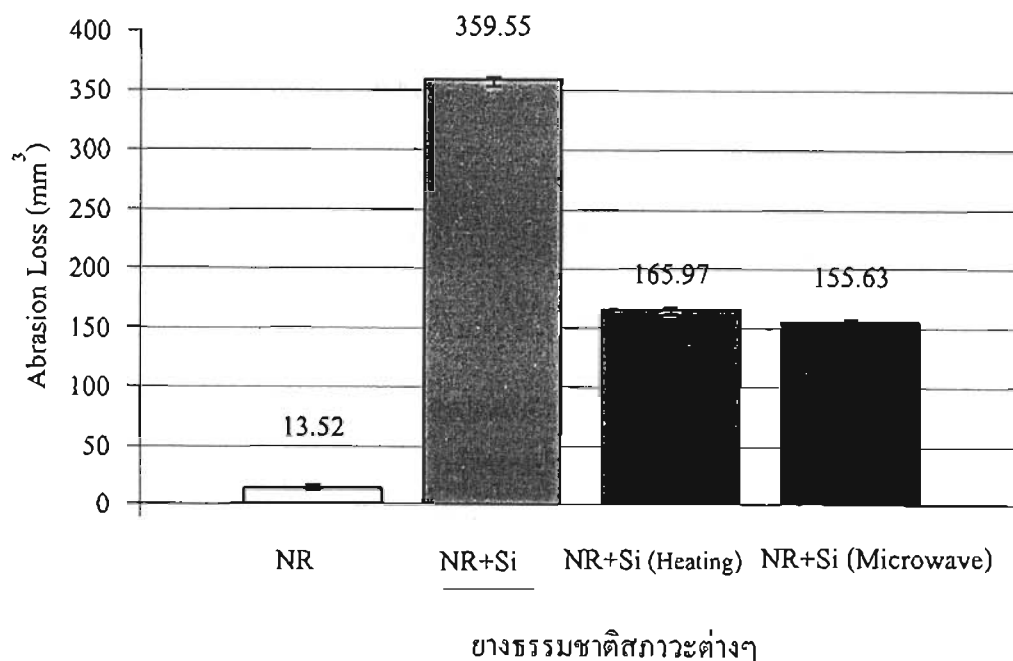


ภาพที่ 4-24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานต่อการฉีกขาด (Tear Strength) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ

จากภาพที่ 4-24 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดกับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ พบว่า ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ จะให้ค่าความต้านทานต่อการฉีกขาดของยางสูงกว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว แสดงให้เห็นถึงการใช้แรงในการฉีกยางให้ขาดที่สูงกว่า จึงเป็นการยืนยันถึงสมบัติที่ดีขึ้นของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

4.3.6 ทดสอบการสูญเสียเนื้อยางจากการสึกหรอ (Abrasion loss)

การทดสอบการสูญเสียเนื้อยางจากการสึกหรอ เป็นการทดสอบความเหนียวของยางธรรมชาติที่สภาวะต่างๆ ตามมาตรฐาน ดีไอเอ็นโดยการวิจัยได้ทำการทดลองเปรียบเทียบกับยางที่มีส่วนผสมของสารเสริมแรงแตกต่างกันออกไปคือ ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์พอลิเมอร์ไรเซชัน ในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-25

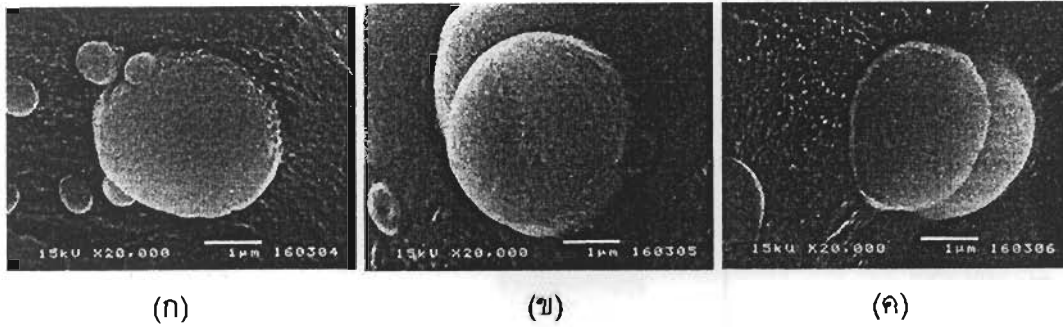


ภาพที่ 4-25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการสูญเสียจากการขัดถู (Abrasion loss) กับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ

จากภาพที่ 4-25 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ ระหว่างค่าการสูญเสียจากการขัดถูกับยางธรรมชาติสภาวะต่างๆ พบว่า ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อนและในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ จะให้ค่าการสูญเสียจากการขัดถูของยางต่ำกว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว แสดงให้เห็นถึงสมบัติของยางมีความเหนียวมากขึ้น ไม่เกิดการยุ่ยได้ง่ายเมื่อทำการทดสอบ จึงเป็นการยืนยันถึงสมบัติที่ดีขึ้นของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวทั้งในระบบการใช้ความร้อน และในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

4.3.7 ทดสอบการรวมเป็นเนื้อเดียวกันระหว่างซิลิกา ปรับปรุงผิวกับยางธรรมชาติด้วยวิธีสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (Scanning Electron Microscopy : SEM)

การทดสอบการรวมเป็นเนื้อเดียวกันระหว่างซิลิกา ปรับปรุงผิวกับเนื้อยางธรรมชาติ ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบกับยาง ที่มีส่วนผสมของสารเสริมแรงแตกต่างกันออกไปคือ ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ในกระบวนการใช้ความร้อน และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์-โรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ ดังแสดงในภาพที่ 4-26



ภาพที่ 4-26 ลักษณะการยึดเกาะกันระหว่างฟิล์มพอลิไอโซพรินบนผิวซิลิกากับเนื้อยางธรรมชาติ (ก) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้ความร้อน และ (ค) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยครั้งนี้ประสบความสำเร็จได้จาก การนำเอาเทคโนโลยีไมโครเวฟ (Microwave Technology) มาประยุกต์ใช้ในกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชัน โดยเป็นตัวเหนี่ยวนำให้เกิดปฏิกิริยา สำหรับการเคลือบนาโนฟิล์มของพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกา จากการศึกษาถึงปัจจัยต่างๆ ที่มีต่อการกระจายตัวของพอลิเมอร์บนผิวซิลิกาพบว่า การใช้คลื่นไมโครเวฟ ในกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันที่ใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที จะให้ผลดีที่สุด โดยมีผลช่วยลดปริมาณการใช้ตัวริเริ่มได้ถึง 50 เปอร์เซ็นต์ และยังสามารถลดเวลาในการเกิดปฏิกิริยาได้ถึง 360 เท่า จากนั้นเมื่อนำซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันมาพิสูจน์ ถึงการมีอยู่ของฟิล์มพอลิไอโซพรีนบนผิวซิลิกา ด้วยการทดสอบสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยการลอยน้ำ พบว่า ซิลิกาที่ไม่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันจะจมลงในน้ำทันที แต่สำหรับซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชัน จะสามารถลอยตัวอยู่บนผิวน้ำได้นานกว่า ซึ่งเป็นการยืนยันถึงคุณสมบัติของความไม่ชอบน้ำบนพื้นผิวซิลิกา หลังจากที่ได้รับการปรับปรุงโดยการเคลือบด้วยฟิล์มพอลิไอโซพรีน และเมื่อนำซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชัน มาวิเคราะห์ด้วยวิธี ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (FTIR) และวิธียูวี สเปกโตรสโกปี (UV) พบว่า ปรากฏพิคที่เป็นลักษณะเฉพาะของพอลิไอโซพรีน และเมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธี สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (SEM) พบว่า ซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชัน จะมีลักษณะการกระจายตัวเป็นเม็ด โดยแตกต่างจาก ซิลิกาที่ไม่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชัน ซึ่งจะมีลักษณะจับตัวเป็นกลุ่มก้อนเนื่องจากการดูดซับความชื้น โดยสภาวะของซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชัน ในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟจะให้เปอร์เซ็นต์คาร์บอนมากที่สุด คือ 25.79% wt จากนั้นเมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยวิธี ทรานสมิชันอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (TEM) พบว่า ซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวจะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้นจาก 16-18 nm เป็น 24-25 nm ซึ่งเป็นความหนาของฟิล์มในระดับนาโนเมตร จากนั้นเมื่อนำมาวิเคราะห์โดยวิธีการสกัดด้วยตัวทำละลาย THF และ Toluene เพื่อบ่งบอกแนวโน้มปริมาณการมีอยู่ของพอลิไอโซพรีน พบว่า ที่สภาวะซิลิกา 8 กรัม ไอโซพรีน 0.8 มิลลิลิตร โดยใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที จะมีปริมาณการเกิดฟิล์มพอลิไอโซพรีนมากที่สุด โดยมี%wt loss ที่ได้จากการสกัดด้วย THF เท่ากับ 35.3 % และจากการสกัดด้วย Toluene เท่ากับ 33.3%

จากนั้นเมื่อทดสอบสมบัติทางกายภาพของยางที่มีส่วนผสมต่างกันคือ ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาไม่ปรับปรุงผิว ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิว โดยการเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบความร้อน และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิว โดยการเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ พบว่า ค่า 300% โมดูลัส (300% Modulus) ค่าความต้านทานต่อการดึง (Tensile Strength) ค่าระยะยืดจนกระทั่งขาด (Elongation to Break) ค่าความต้านทานต่อการฉีกขาด (Tear Strength) ของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิว โดยการเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ จะมีค่ามากที่สุดในทุกๆ ค่าโดยให้ค่ามากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวโดยการเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบความร้อนถึง 10% ส่วนค่าการสูญเสียจากการขัดถู (Abrasion Loss) ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวโดยการเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ จะให้ค่าน้อยกว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิวโดยให้ค่าน้อยกว่าถึง 131% จากนั้นเมื่อนำมาทดสอบการรวมเป็นเนื้อเดียวกันระหว่างซิลิกากับยางธรรมชาติด้วยวิธี สแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (SEM) พบว่า ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ไม่ปรับปรุงผิวจะให้ลักษณะการยึดเกาะกัน ระหว่างฟิล์มพอลิไอโซพรีนกับเนื้อยางไม่เป็นเนื้อเดียวกันโดยยังคงเหลือช่องว่างระหว่างซิลิกากับเนื้อยาง ซึ่งแตกต่างจากยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวโดยการเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีน จะให้ลักษณะการยึดเกาะกันระหว่างฟิล์มพอลิไอโซพรีนกับเนื้อยางเป็นเนื้อเดียวกัน สังเกตได้จากการไม่มีช่องว่างระหว่างซิลิกากับเนื้อยาง จากผลการทดลองทั้งหมดยืนยันได้ว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิวโดยการเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ สามารถให้สมบัติทางกายภาพของยางที่ดีกว่ายางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาไม่ปรับปรุงผิว และยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาปรับปรุงผิว โดยการเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบความร้อน

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 จากการวิจัยในครั้งนี้ ได้ทดลองโดยใช้คลื่นไมโครเวฟสำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันแบบกะ (Batch) ดังนั้นเพื่อเป็นการพัฒนาความรู้ของการวิจัยให้เพิ่มสูงขึ้น จึงควรมีการศึกษาเพิ่มเติมในส่วนของการใช้คลื่นไมโครเวฟสำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชันแบบต่อเนื่อง (Continue)

5.2.2 ควรมีการศึกษาเพิ่มเติมในส่วนของการเลือกใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ สำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน เนื่องจากมีผลก่อให้เกิดการ Depolymerization

5.2.3 จากการวิจัยในครั้งนี้ ได้เกิดการ Depolymerization เกิดขึ้นจากการใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิดกระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน ดังนั้นเพื่อเป็นการพัฒนาความรู้ของการวิจัยในด้านการใช้คลื่นไมโครเวฟ สำหรับกระบวนการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอร์ไรเซชัน จึงควรมีการศึกษาผลของการ Depolymerization ให้ละเอียดยิ่งขึ้น

5.2.4 ควรมีการศึกษาเพิ่มเติมในส่วนของปริมาณสารเสริมแรง ที่ผสมลงในยางธรรมชาติ เพื่อหาสภาวะที่ดีที่สุดของปริมาณสารเสริมแรง ทั้งสารเสริมแรงที่ไม่ได้ปรับปรุงและสารเสริมแรงที่ได้รับการปรับปรุง

เอกสารอ้างอิง

1. ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์. เคมีพอลิเมอร์พื้นฐาน. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์โอเดียนสโตร์, 2527.
2. พงษ์ธร แซ่อูย. ยาง ชนิด สมบัติ และการใช้งาน. พิมพ์ครั้งที่ 2. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ, 2547.
3. Wagner, M. P. "Reinforcing silicas and silicates." Rubber Chemistry and Technology. 3 (1976) : 703-774.
4. Nantasorn P. Improvement of Natural Rubber Properties by Modification of Silica Surface using a Continuous Admicellar Polymerization System. Masters Thesis in Petrochemical Technology, The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, 2005.
5. Lee, C., et al. "Two site Absolubilization Model of Incorporation of Alcohols into Adsorbed Surfactant Aggregates." Langmuir. 12 (1990) : 1758-1762.
6. Rosen, M.J. Surfactants and Interfacial Phenomena. 2nd ed. New York: John Willy and Sons, c1989.
7. Scamehorn, J.F. and Harwell, J.H. Surfactant-Based Treatment of Process Streams. In Surfactant in Chemical/Process Engineering. New York: Marcel Dekker, 1988.
8. Wu, J., Harwell, J.H. and O'Rear, E.A. "Two-Dimensional Solvents : Kinetics of Styrene Polymerization in Admicelles at or Near Saturation." The Journal of Physical Chemistry. 3 (1987) : 623-634.
9. Wu, J., Harwell, J.H. and O'Rear, E.A. "Two-Dimensional Reaction Solvents : Surfactant Bilayers in the Formation of Ultrathin Film." Langmuir. 3 (1987) : 531-537.
10. กองทัพอากาศ. Learning module on Earth Science and Astronomy. [Online] 2003. Available from E-mail : lesaclub@kirdkao.org.
11. สถาบันส่งเสริมการสอนวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สสวท). หนังสือเรียนวิชาฟิสิกส์ 1 ว 422 หลักสูตรมัธยมศึกษาตอนปลาย. กรุงเทพมหานคร : กระทรวงศึกษาธิการ, 2524.

12. ชวน คล้ายปาน. โครงการฟิสิกส์ และวิศวกรรม. [Online] 2545. Available from
E-mail : chuan@mail.dss.go.th.
13. วีระเดช พิณเสนาะ และคนอื่นๆ. "อิทธิพลของปริมาณสารตัวเติม ซิลิกา แคลเซียม
คาร์บอเนต และสารตัวเติมผสม ที่มีต่อสมบัติยางโฟมธรรมชาติ". วารสาร
วิทยาศาสตร์สงขลานครินทร์. 1 (ม.ค.-ก.พ. 46) : 75-90.
14. พงษ์ธร แซ่ฮ้อย. การเสริมแรงของซิลิกาในยางพอลิคลอโรพรีนและยางผสมระหว่าง
พอลิคลอโรพรีนและยางธรรมชาติ. กรุงเทพมหานคร : ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและ
วัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ, พ.ศ. 2548.
15. Song S. A. and Park S. B. "Hydrophobic Modification of Silica Nanoparticle by
Using Aerosol Spray Reactor." Collids and Surfaces A: Physicochemical
Engineering. 236 (2004) : 623-634.
16. Sheng E., et al. "Effects of alkylation of silica on Interfacial Interaction and Molecule
Motions Between silicas and Rubber." Journal of Applied Polymer Science.
9 (1996) : 1321-1328.
17. Nah C., et al. "Natural Rubber Composite Reinforced with Silica or Carbon Black." Polymer International. 8 (2003) : 1382-1389.
18. Kim, S., et al. "Surface Modification of Silica Nanoparticles by UV-Induced Graft
Polymerization of Methyl Methacrylate." Journal of Colloid and Interface
Science. 292(1) (2005) : 93-98.
19. O'Haver, J.H., et al. "Polar Copolymer-Surface-Modified Precipitated Silica." Journal of Applied Polymer Science. 59(9) (1996) : 1427-1435.
20. Che, J., et al. "Graft Polymerization onto Nano-Sized SiO₂ Surface and its
Application to The Modification of PBT." Journal of Materials Letters.
59 (2005) : 1603-1609.
21. Jeon, B. J., Hah, H.J and Koo, S.M. "Surface Modification of Silica Particles With
Organoalkoxysilance Through Two-step (acid-base) Process in Aqueous
Solution." Journal of Ceramic Processing Research. 3(3) (2002) : 216-221.
22. O'Haver, J.H., et al. "Organic Polymer-Surface Modified Precipitated Silica." Journal of Applied Polymer Science. 55(2) (1995) : 1627-1641.
23. Chinpan, N. Comparison of Rubber Reinforcement using Various Surface Modified
Silica. Masters Thesis in petrochemical technology, The Petroleum and
Petrochemical College, Chulalongkorn University, 1996.

24. Pongprayoon T., Yanumet N. and Edgar A. O'Rear. "Admicellar Polymerization of Styrene on Cotton." Journal of Colloid and Interface Science. 249 (2002) : 227-234.
25. Chaisirimahamorakot, S. Modification of Silica Surface for Rubber Reinforcement Using A Continuous Admicellar Polymerization System. Masters Thesis in Petrochemical Technology, The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, 2001.
26. Sam Hom N. Surface Modification and Characterization of Polystyrene Formed via Admicellar Polymerization on Precipitated Silica : Water Soluble vs. Insoluble Initiator and Application of RAFT Agent via Admicellar Polymerization. Masters Thesis in Petrochemical Technology, The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, 2002.
27. Aurmsuvan, N. Characterization of Polystyrene Foamed via Admicellar Polymerization : The Effect of Initiator Concentration. Masters Thesis in Petrochemical Technology, The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, 2002.
28. Nantasorn P. "Admicellar Polymerization Modified Silica via A Continuous Stirred Tank Reactor System : Comparative Properties of Rubber Compounding." Chemical Engineering Journal. 108 (2005) : 213-218.
29. Zhu, X. "Emulsion Polymerization of Methyl Methacrylate under Pulsed Microwave Irradiation." European Polymer Journal. 39 (2003) : 1187-1193.
30. Zhu, X. "Emulsion Polymerization of Styrene under Pulsed Microwave Irradiation." Journal of Applied Polymer Science. 89 (2003) : 28-35.
31. Chen, G. "Controlled "living" Radical Polymerization of Methyl Methacrylate using AIBN As The Initiator Under Microwave Irradiation." Radiation Physics and Chemistry. 69 (2004) : 129-135.
32. Klun, U. and Krzan, A. "Rapid Microwave Induce Depolymerization of Polyamide-6." Journal of Applied Polymer Science. 41 (2000) : 4361-4365.
33. Liu, P. and Su, Z. "Thermal Stabilities of Polystyrene/Silica Hybrid Nanocomposites via Microwave-Assisted in situ Polymerization." Materials Chemistry and Physics. 94(2-3) (2005) : 412-416.

34. Zhu, X., et al. 2006. Microwave-Assisted Nitroxide Mediated Miniemulsion Polymerization of Styrene. Radiation Physics and Chemistry, In Press, Corrected Proof. Available Online at <http://www.sciencedirect.com>.
35. Correa, R., Gonzalez, G. and Dougar, V. "Emulsion Polymerization in a Microwave Reactor." Journal of Applied Polymer Science. 39 (1998) : 1471-1474.
36. ASTM DESIGNATION : D2084-93, Standard test method for rubber property-vulcanization using oscillating disk cure meter.
37. ASTM DESIGNATION : D412-92, Standard test method for vulcanized rubber and thermoplastic rubber and thermoplastic elastomers-tension.
38. ASTM DESIGNATION : D624, Standard test method for vulcanized rubber and thermoplastic rubber and thermoplastic elastomers- tear.
39. DIN DESIGNATION : 53516, Standard test method for vulcanized rubber and thermoplastic rubber and thermoplastic elastomers-abrasion resistance.

ภาคผนวก ก

การศึกษาการดูดซับของสารละลาย
เซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์บนผิวซิลิกา

ตารางที่ ก-1 ค่าการดูดซับของสารละลายเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์บนพื้นผิวซิลิกา (CTAB Adsorption Isotherm on Hi-Sil 255) เมื่อใช้ซิลิกา 1 กรัมในระบบของสารละลาย 20 มิลลิกรัม ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง ประมาณ 8 (pH 8) [27]

ครั้งที่	ความเข้มข้น CTAB เริ่มต้น (ไมโครโมลาร์)	ความเข้มข้น CTAB สุดท้าย (ไมโครโมลาร์)	CTAB ที่ถูกดูดซับ (ไมโครโมล / กรัม)
1	30000	3550	529
2	27000	1785	504
3	24000	810	464
4	21000	165	417
5	15000	95	298
6	12000	90	238
7	9000	80	178
8	25000	905	482
9	22500	425	442
10	17500	125	348
11	15000	100	298
12	12500	90	248
13	20000	330	393
14	18000	145	357
15	16000	100	318
16	14000	90	278
17	10000	80	198
18	8000	80	158
19	6000	70	119
20	59600	31400	564
21	46100	18300	556
22	59600	30800	576
23	47000	18500	570
24	24500	885	472
25	53000	25250	555

ตารางที่ ก-1 (ต่อ)

ครั้งที่	ความเข้มข้น CTAB เริ่มต้น (ไมโครโมลาร์)	ความเข้มข้น CTAB สุดท้าย (ไมโครโมลาร์)	CTAB ที่ถูกดูดซับ (ไมโครโมล / กรัม)
26	40500	12550	559
27	17800	123	354
28	3550	7050	569
29	31500	3950	551
30	27500	1650	517

ภาคผนวก ข

วิธีคำนวณการเตรียมปริมาณสารเคมี

การคำนวณหาปริมาณการใช้สารเคมีเริ่มต้น [8]

คำนวณหาปริมาณการใช้ CTAB โดยคิดจาก Bulk Concentration Below CMC (900 μ M-920 μ M) ซึ่งในที่นี้เลือกใช้ที่ความเข้มข้น 25000 μ M โดยใช้น้ำ 1 ลิตรต่อการดูดซึมของ CTAB 482 μ mol/g. silica

$$CTAB_{Adsorp} = \frac{([CTAB]_I - [CTAB]_E) / 1000 \times V_{Sol}}{W_{Silica}}$$

โดยที่	$CTAB_{Adsorp}$	=	Adsorption of CTAB (μ mol/g)
	$[CTAB]_I$	=	Initial Concentration of CTAB Solution (μ M)
	$[CTAB]_E$	=	Equilibrium Concentration of CTAB (μ M)
	V_{Sol}	=	Volume of Solution (ml)
	W_{Silica}	=	Weight of Silica (g)
ดังนั้น	$CTAB_{Adsorp}$	=	482 μ mol/g. silica
	$[CTAB]_E$	=	905 μ M
	V_{Sol}	=	100 ml.
	W_{Silica}	=	8 g
เพราะฉะนั้น	$[CTAB]_I$	=	0.04 M
หมายถึง มี CTAB 1.456 g ในน้ำ 100 ml หรือประมาณ 1.4 g			

คำนวณหาปริมาณการใช้ตัวริเริ่ม ($K_2S_2O_8$)

จากงานวิจัยที่ผ่านมาของ Jonh H.O'Haver ใช้ ซิลิกา 160 g ต่อ CTAB 15 g ต่อ น้ำ 2000 ml ต่อ AIBN 1.15 g ต่อ Ethanol 100 ml ต่อ Monomer 6 g หรือ ใช้ ซิลิกา 8 g ต่อ CTAB 0.75 g ต่อ น้ำ 100 ml ต่อ AIBN 0.06 g ต่อ Ethanol 5 ml ต่อ Monomer 0.30 g

โดยที่ CTAB มีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ 364 g/mol

$K_2S_2O_8$ มีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ 270 g/mol

Isoprene มีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ 68.12 g/mol และมีความหนาแน่น 0.681 g/ml

Ethanol มีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ 46.07 g/mol และมีความหนาแน่น 0.791 g/ml

ดังนั้นปรับอัตราส่วนเชิงโมลจะได้

CTAB	AIBN	Ethanol	Monomer
$0.75/364 = 0.002$	$0.06/164 = 0.0004$	$(5 \times 0.791)/46.07 = 0.086$	$0.3/68.12 = 0.004$
อัตราส่วนคือ 1	: 0.2	: 43	: 2

โดยที่ CTAB 1 mol จะใช้ AIBN ในปฏิกิริยา 0.2 mol

ซึ่งถ้าใช้ CTAB 0.004 mol จะต้องใช้ AIBN ในปฏิกิริยา $0.2 \times 0.0004 = 0.0008$ mol

แต่ในทางปฏิบัติใช้ $K_2S_2O_8$ จึงต้องเปลี่ยน AIBN ไปเป็น $K_2S_2O_8$

โดยที่ $K_2S_2O_8$ 1 mol จะเท่ากับ 270 g

ถ้า $K_2S_2O_8$ 0.0008 mol จะเท่ากับ $270 \times 0.0008 = 0.22$ g

คำนวณหาปริมาณการใช้ Ethanol

โดยที่ CTAB 1 mol จะใช้ Ethanol ในปฏิกิริยา 43 mol

ซึ่งถ้าใช้ CTAB 0.004 mol จะต้องใช้ Ethanol ในปฏิกิริยา $43 \times 0.004 = 0.172$ mol

หรือ $(0.172 \times 46.07) / 0.791 = 10.02$ ml

คำนวณหาปริมาณการใช้ Isoprene

โดยที่ CTAB 1 mol จะใช้ Isoprene ในปฏิกิริยา 2 mol

ซึ่งถ้าใช้ CTAB 0.004 mol จะต้องใช้ Isoprene ในปฏิกิริยา $2 \times 0.004 = 0.008$ mol

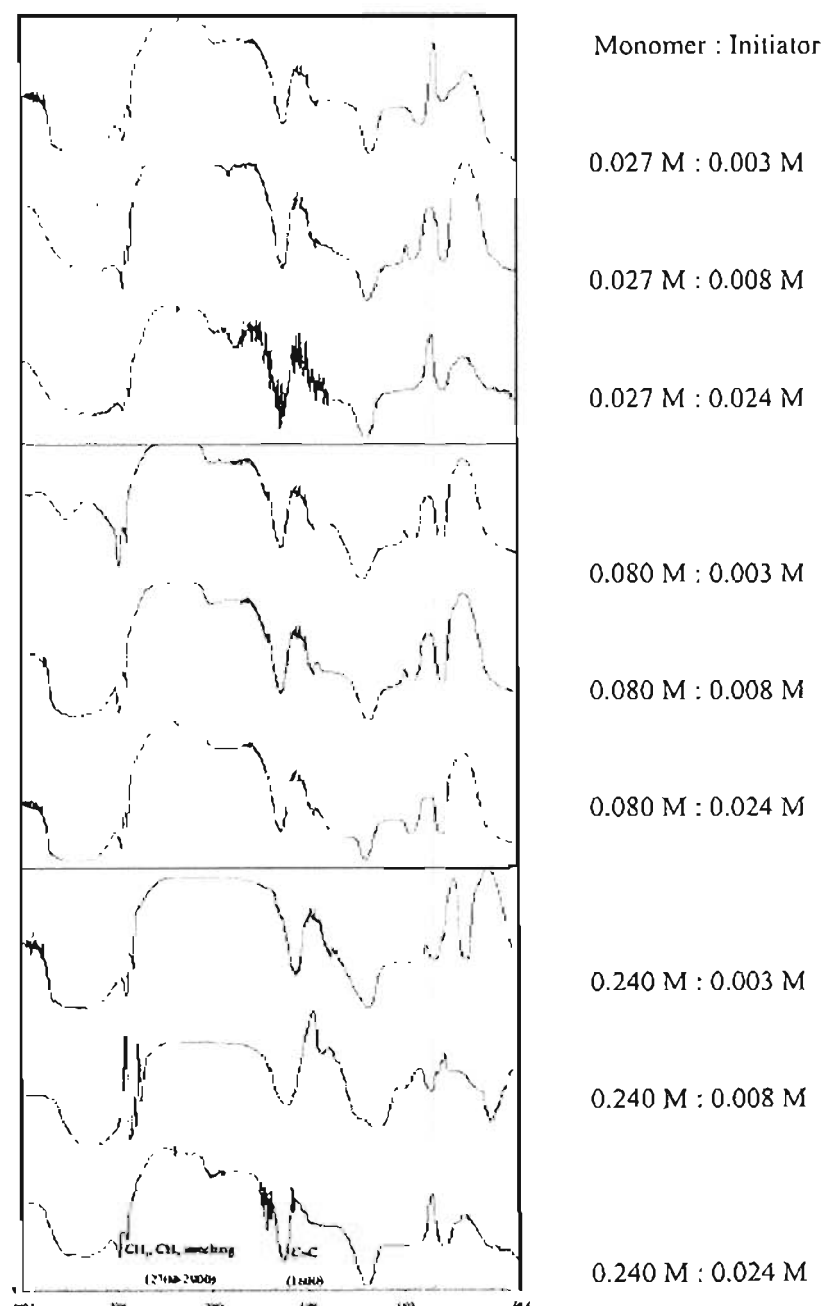
หรือ $(0.008 \times 68.12) / 0.681 = 0.80$ ml

ดังนั้นปริมาณสารเริ่มต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ในน้ำ 100 ml ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง มีดังนี้

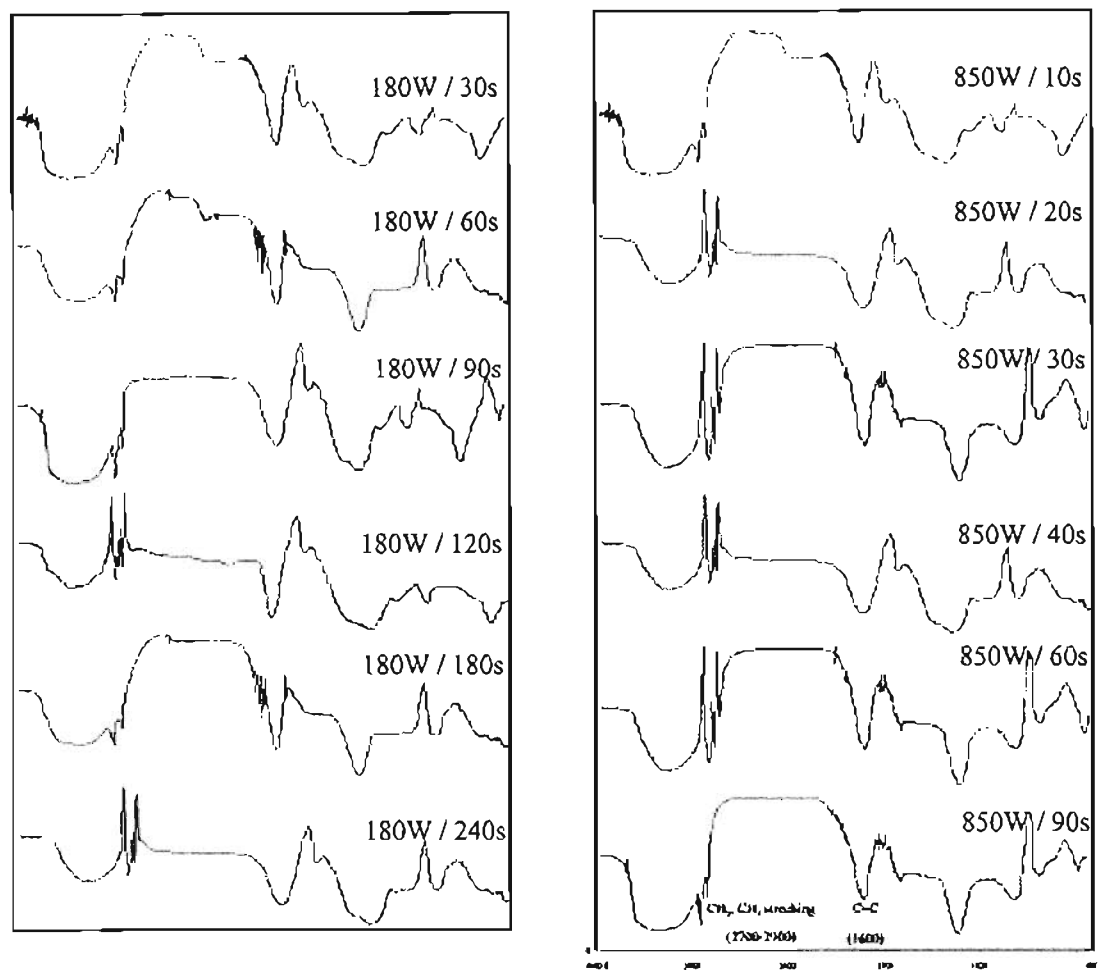
ปริมาณ Silica	=	8 g
ปริมาณ CTAB	=	1.4 g
ปริมาณ $K_2S_2O_8$	=	0.22 g
ปริมาณ Isoprene	=	0.80 ml หรือ 0.008 mol
ปริมาณ Ethanol	=	10.02 ml หรือ 0.172 mol

ภาคผนวก ค

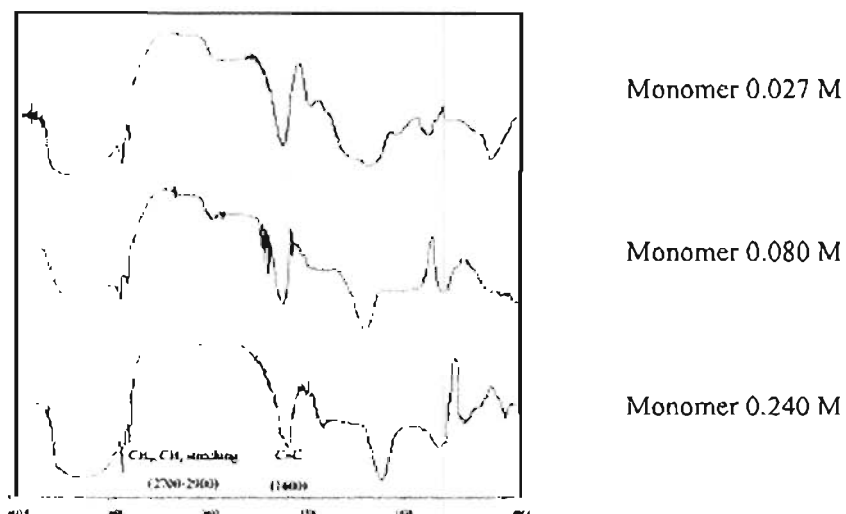
ข้อมูลจากการทดลอง



ภาพที่ ค-1 FTIR Spectra ของซิติกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์สาร
พอลิเมโรไซเซนในระบบความร้อน



ภาพที่ ค-2 FTIR Spectra ของชิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์ลาร์
พอลิเมอร์ไรเซชันในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ



ภาพที่ ค-3 FTIR Spectra ของชิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์สาร
พอลิเมอไรเซชันในระบบกำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์
เป็นเวลา 30 วินาที

ตารางที่ ค-1 แสดงค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่สภาวะต่างๆ ของระบบการใช้ความร้อน

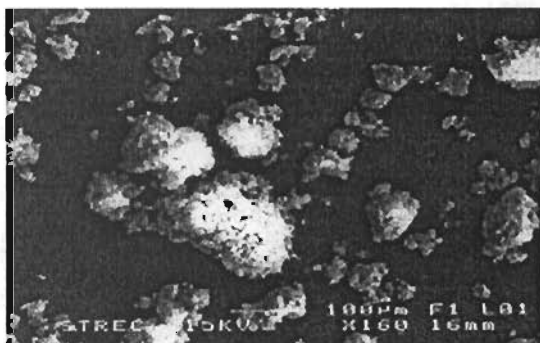
สภาวะ	ค่าการดูดกลืนแสง (cm^{-1})
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.003 M	0.1500
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.008 M	0.3156
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.024 M	0.3121
Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.003 M	0.3686
Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.008 M	0.5977
Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.024 M	0.6000
Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.003 M	0.3645
Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.008 M	0.5878
Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.024 M	0.5898

ตารางที่ ค-2 แสดงค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่สภาวะต่างๆ ของระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

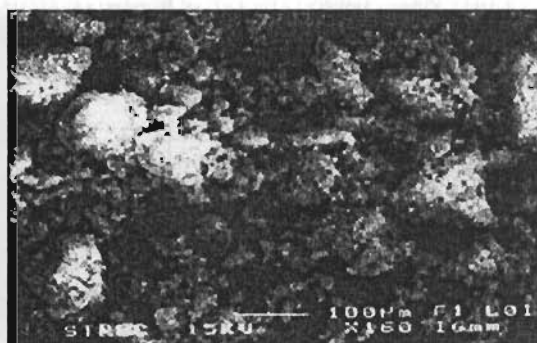
สภาวะ	ค่าการดูดกลืนแสง (cm^{-1})
180W / 30s	0.4982
180W / 60s	0.5977
180W / 90s	0.6569
180W / 120s	0.7282
180W / 180s	0.9469
180W / 240s	1.0469
850W / 10s	0.6569
850W / 20s	1.0880
850W / 30s	1.6882
850W / 40s	1.4686
850W / 60s	1.2586
850W / 90s	0.9889

ตารางที่ ค-3 แสดงค่าการดูดกลืนแสงยูวีที่สภาวะต่างๆ ของระบบการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที

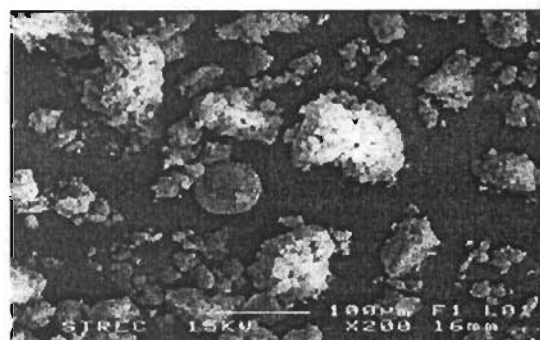
สภาวะ	ค่าการดูดกลืนแสง (cm^{-1})
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.008 M	1.4897
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.004 M	1.3672
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.000 M	0.5456
Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.008 M	1.6882
Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.004 M	1.5252
Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.000 M	0.6682
Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.008 M	1.6820
Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.004 M	1.5623
Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.000 M	0.6891



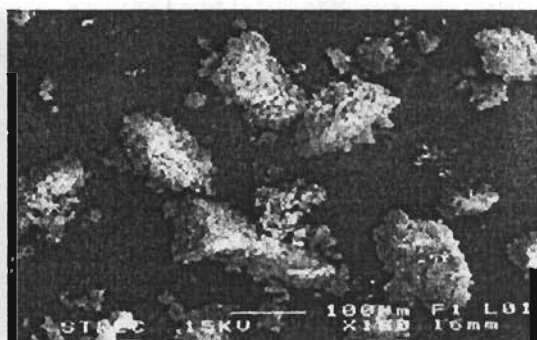
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.003 M



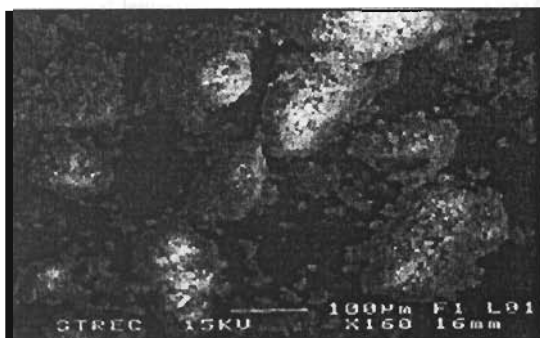
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.008 M



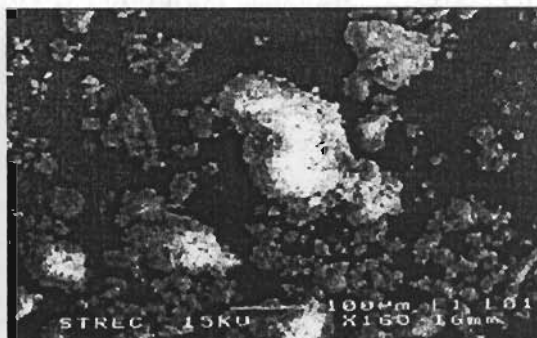
Monomer : Initiator ; 0.027 M : 0.024 M



Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.003 M

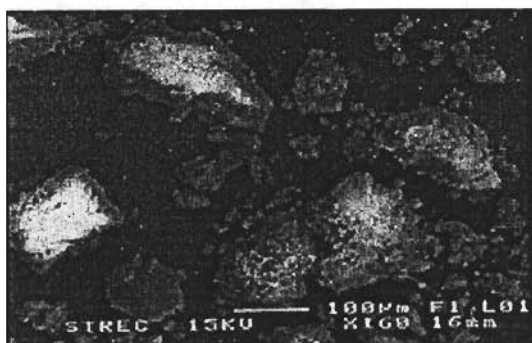


Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.008 M

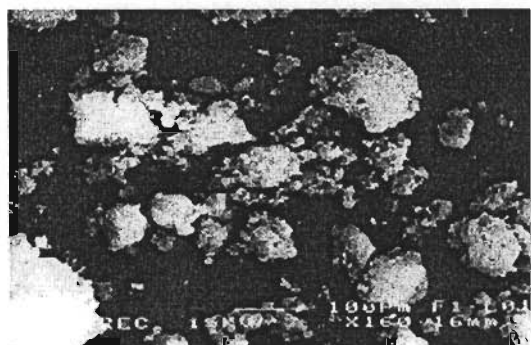


Monomer : Initiator ; 0.080 M : 0.024 M

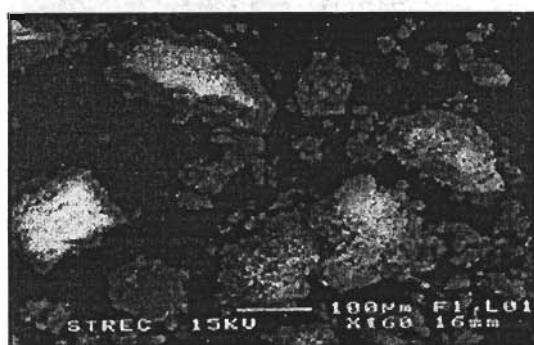
ภาพที่ ค-4 SEM Photogram ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตไมเซลล์าร์
พอลิเมอร์ไอเซนในระบบความร้อน



Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.003 M

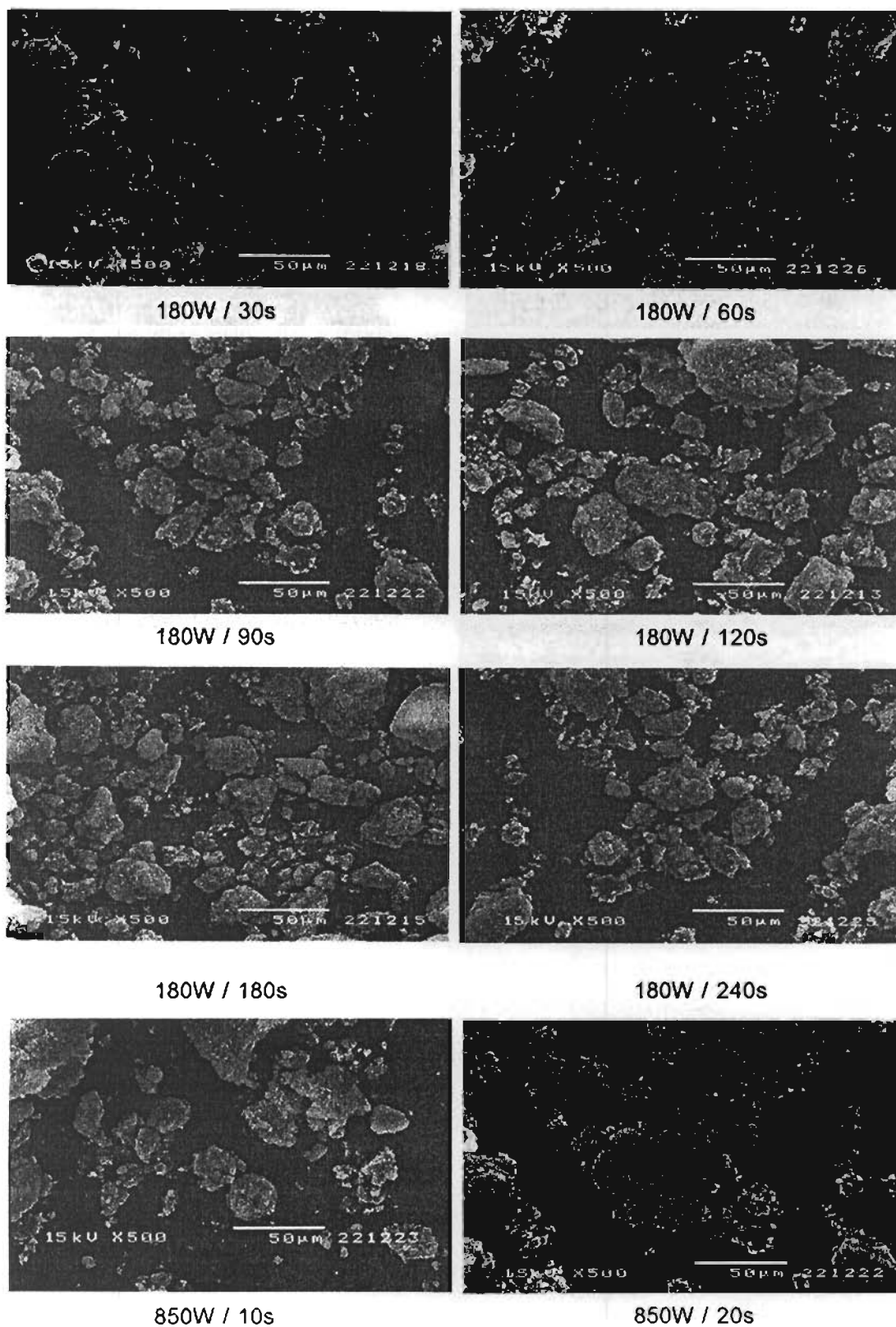


Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.008 M

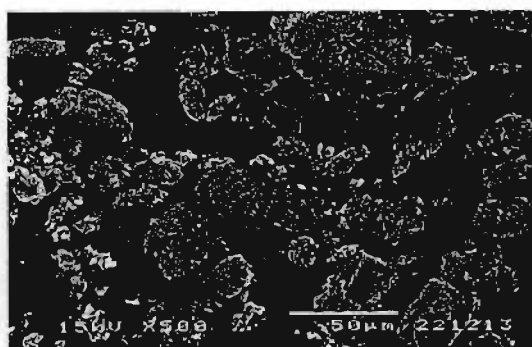


Monomer : Initiator ; 0.240 M : 0.024 M

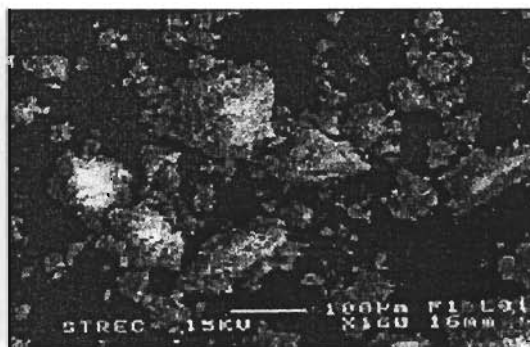
ภาพที่ ค-4 (ต่อ)



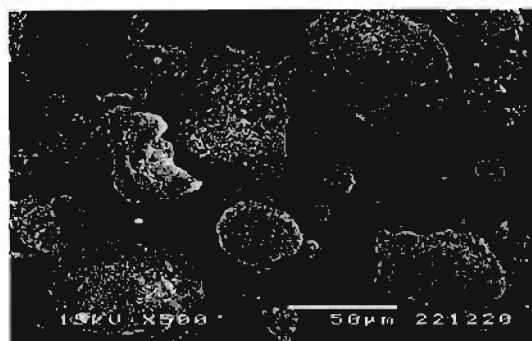
ภาพที่ ค-5 SEM Photogram ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์
พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ



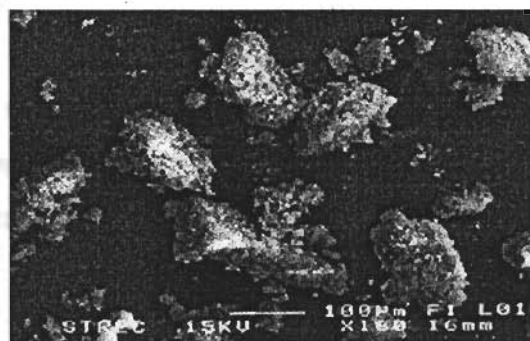
850W / 30s



850W / 40s

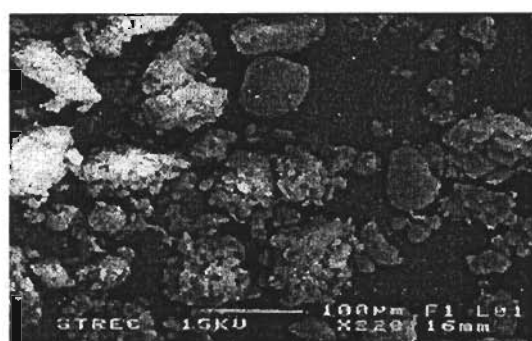


850W / 60s

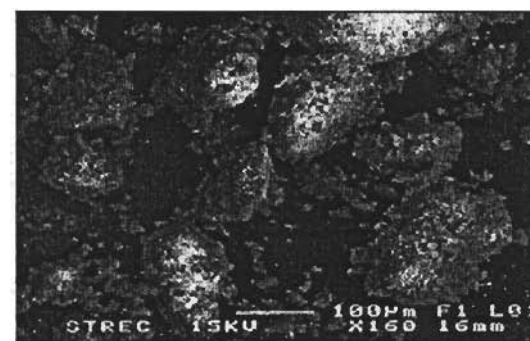


850W / 90s

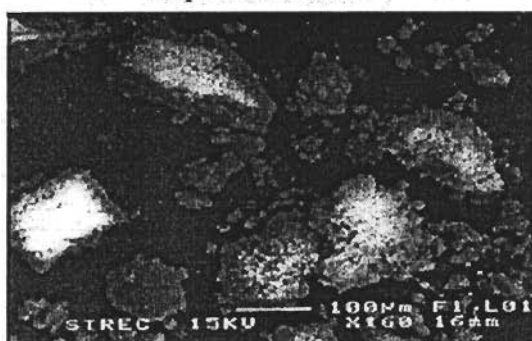
ภาพที่ ค-5 (ต่อ)



Isoprene 0.027 M



Isoprene 0.240 M



Isoprene 0.080 M

ภาพที่ ค-6 SEM Photogram ของซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้กำลังการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาที



(ก)

(ข)

(ค)

ภาพที่ ค-7 TEM Photogram ของซิลิกา (ก) ไม่ปรับปรุงผิว, (ข) ซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้ความร้อน และ (ค) ซิลิกาปรับปรุงผิวด้วยกระบวนการแอตโมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการใช้คลื่นไมโครเวฟ

ตารางที่ ค-4 แสดงผลการทดสอบสมบัติการคงรูปของยางที่ส่วนผสมต่างๆ

ชนิดของยาง	เวลาในการคงรูป (Cure Time, นาที)
ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา	2.48
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาธรรมดา	4.01
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบความร้อน	3.18
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ	3.01

ตารางที่ ค-5 แสดงผลการทดสอบความต้านทานต่อการขัดถูของยางที่ส่วนผสมต่างๆ

ชนิดของยาง	ค่าการสูญเสียจากการขัดถู (Abrasion Loss, mm ³)
ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา	13.52
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาธรรมดา	359.55
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบความร้อน	165.97
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ	155.63

ตารางที่ ค-6 แสดงผลการทดสอบสมบัติความต้านทานแรงดึงของยางที่ส่วนผสมต่างๆ

ชนิดของยาง	300%Modulus (kg/cm ²)	Elongation (%)	Tensile Strength (kg/cm ²)
ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา	13.85	773.33	149.2
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาธรรมชาติ	23.52	650.33	88.94
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบความร้อน	26.76	661.67	98.54
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยพอลิไอโซพรีนในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ	28.83	670.33	109.93

ตารางที่ ค-7 แสดงผลการทดสอบสมบัติความต้านทานต่อการฉีกขาดของยางที่ส่วนผสมต่างๆ

ชนิดของยาง	ค่าความต้านทานต่อการฉีกขาด (Tear Strength , kg/cm ²)
ยางธรรมชาติที่ไม่ผสมซิลิกา	70.25
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาธรรมชาติ	39.56
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยพอลิ ไอโซพรีนในระบบความร้อน	44.56
ยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ถูกเคลือบด้วยพอลิ ไอโซพรีนในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ	55.25

ตารางที่ ค-8 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตโมเซลลาร์พอลิเมอไรเซชันในระบบความร้อนโดยอาศัยการสกัดด้วยตัวทำละลาย THF และ โทลูอีน

สภาวะ		น้ำหนัก หลอด	น้ำหนัก ซิลิกา สกัด (กรัม)	น้ำหนัก ก่อนสกัด (กรัม)	น้ำหนัก หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	ตัวทำละลาย THF	ตัวทำละลาย Toluene						
ปริมาณ มอนอเมอร์ (กรัม)	ปริมาณ ตัวริเริ่ม (กรัม)	ทดสอบ	น้ำหนัก	ก่อนสกัด	หลังสกัด	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	%	%						
	น้ำหนัก								ก่อนสกัด	หลังสกัด	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)
	น้ำหนัก								ก่อนสกัด	หลังสกัด	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)
0.27	0.07	42.156	1	43.156	42.256	0.9	10	8						
	0.22	42.095	1	43.095	42.231	0.864	13.6	13.3						
	0.66	42.267	1	43.267	42.407	0.86	14	13						
0.8	0.07	42.202	1	43.202	42.397	0.805	19.5	17						
	0.22	42.295	1	43.295	42.553	0.742	26	24.9						
	0.66	42.265	1	43.265	42.525	0.74	25.8	25.2						
2.4	0.07	42.248	1	43.248	42.441	0.807	19.3	17						
	0.22	42.342	1	43.342	42.602	0.74	26	24.9						
	0.66	42.231	1	43.231	42.485	0.746	25.7	25						
ซิลิกา		42.305	1	42.305	42.305	1	0	0						

ตารางที่ ค-9 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตโมเซลลาร์พอลิเมอไรเซชันในระบบการฉายคลื่นไมโครเวฟ โดยอาศัยการสกัดด้วยตัวทำละลาย THF และ โทลูอีน

สภาวะ	น้ำหนัก หลอด ทดลอง (กรัม)	น้ำหนัก ซิลิกาก่อน สกัด (กรัม)	น้ำหนักรวม ก่อนสกัด (กรัม)	น้ำหนักรวม หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	ตัวทำละลาย	
						THF	Toluene
180W / 30 sec	42.964	1	43.964	43	0.964	% weigh loss	% weigh loss
180W / 60 sec	42.008	1	43.008	42.098	0.91	3.6	2.6
180W / 90 sec	42.23	1	43.23	42.3548	0.8752	9	6
180W / 120 sec	42.248	1	43.248	42.406	0.842	12.78	10.4
180W / 180 sec	42.342	1	43.342	42.55	0.792	15	12.8
180W / 240 sec	42.231	1	43.231	42.471	0.76	18.1	18.2
850W / 10 sec	42.156	1	43.156	42.289	0.867	19.07	21.9
850W / 20 sec	42.095	1	43.095	42.372	0.723	13.3	10.3
850W / 30 sec	42.267	1	43.267	42.62	0.647	27.7	25.2
850W / 40 sec	42.202	1	43.202	42.62	0.681	35.3	33.3
850W / 60 sec	42.295	1	43.295	42.521	0.698	31.9	29.3
850W / 90 sec	42.265	1	43.265	42.597	0.668	30.2	28
ซิลิกา	42.365	1	43.365	42.511	0.754	24.6	22.7
				43.365	1	0	0

ตารางที่ ค-10 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปของซิลิกาที่ผ่านกระบวนการแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอไรเซชันในระบบที่เปลี่ยนความเข้มข้นมอนอเมอร์และตัวริเริ่มที่สภาวะการฉายคลื่นไมโครเวฟ 850 วัตต์ เป็นเวลา 30 วินาทีโดยอาศัยการสกัดด้วยตัวทำละลาย THF และโทลูอีน

สภาวะ		น้ำหนัก หลอด	น้ำหนักซิลิกา าก่อนสกัด (กรัม)	น้ำหนักรวม ก่อนสกัด (กรัม)	น้ำหนักรวม หลังสกัด (กรัม)	น้ำหนักซิลิกา หลังสกัด (กรัม)	ตัวทำละลาย	
ปริมาณ มอนอเมอร์ (กรัม)	ปริมาณ ตัวริเริ่ม (กรัม)	ทดลอง (กรัม)	(กรัม)	(กรัม)	(กรัม)	(กรัม)	THF	Toluene
0.27	0.07	42.267	1	43.267	42.62	0.647	35.3	% weight loss
	0.03	42.964	1	43.964	43.294	0.67	33	% weight loss
	0	42.267	1	43.008	42.1328	0.8752	29.5	% weight loss
0.8	0.07	42.248	1	43.248	42.406	0.842	30	% weight loss
	0.03	42.342	1	43.342	42.44	0.902	28	% weight loss
	0	42.156	1	43.156	42.18	0.976	25	% weight loss
2.4	0.07	42.231	1	43.231	42.304	0.927	8	% weight loss
	0.03	42.095	1	43.095	42.165	0.93	7	% weight loss
	0	42.23	1	43.23	42.266	0.964	5	% weight loss
ซิลิกา		42.305	1	42.305	42.305	1	0	% weight loss

ภาคผนวก ง

มาตรฐานการทดสอบยางวัลคาไนซ์

การทดสอบวัดแรงดึง ณ จุดยืดที่กำหนด (Percentage Modulus)

วัสดุที่ทดสอบ : ยาง, พลาสติก หรือ เทอร์โมพลาสติก

อุปกรณ์

1. เครื่องทดสอบแรงดึง
2. Micrometer (Guage)
3. มีดปัดชิ้นงาน
4. เครื่องปั๊มชิ้นงาน

วิธีการ

1. เตรียมชิ้นงานตามแบบวิธีทดสอบของแต่ละวัสดุ
2. ตั้งรายละเอียดของเครื่องตามวิธีทดสอบของแต่ละวัสดุ
3. นำชิ้นงานยึดติดกับเครื่องทดสอบแรงดึง
4. เปิดเครื่องดึงชิ้นงานจนถึงจุดที่กำหนด อ่านค่าแรงดึงของชิ้นงานที่ระยะห่างต่างๆ ใน

ขณะที่ชิ้นงานยืดตัวออกจากเดิม 2 เซนติเมตร ดังนี้

- 4.1 100 % Modulus วัดที่ระยะชิ้นงานยืดได้ 4 เซนติเมตร
- 4.2 200 % Modulus วัดที่ระยะชิ้นงานยืดได้ 6 เซนติเมตร
- 4.3 300 % Modulus วัดที่ระยะชิ้นงานยืดได้ 8 เซนติเมตร
- 4.4 400 % Modulus วัดที่ระยะชิ้นงานยืดได้ 10 เซนติเมตร
- 4.5 500 % Modulus วัดที่ระยะชิ้นงานยืดได้ 12 เซนติเมตร
- 4.6 600 % Modulus วัดที่ระยะชิ้นงานยืดได้ 14 เซนติเมตร

5. คำนวณค่าการทดสอบ

$$\% \text{ Modulus} = \frac{\text{แรงที่ใช้ดึงชิ้นงานจนถึงระยะที่กำหนด (kg)}}{\text{พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน (cm}^2\text{)}}$$

การทดสอบวัดการยืดตัวจนขาด (Elongation at Break)

วัสดุที่ทดสอบ : วัสดุทุกชนิด

อุปกรณ์

1. เครื่องทดสอบแรงดึง
2. Micrometer (Guage)
3. มีดปัดชิ้นงาน
4. เครื่องปั๊มชิ้นงาน

วิธีการ

1. เตรียมชิ้นงานตามแบบวิธีทดสอบของแต่ละวัสดุ
2. ตั้งรายละเอียดของเครื่องตามวิธีทดสอบของแต่ละวัสดุ (เช่นเดียวกับการทดสอบวัดแรงดึงจนขาด)
3. นำชิ้นงานยึดติดกับเครื่องทดสอบแรงดึง
4. เปิดเครื่องตั้งชิ้นงานจนขาด อ่านค่าระยะยืดที่ได้
5. คำนวณค่าการทดสอบ

$$\% \text{ Elongation at Break} = \frac{\text{ระยะการยืดจนขาด} - \text{ระยะที่กำหนดไว้}(2 \text{ cm}) \times 100}{\text{ระยะที่กำหนดไว้}}$$

การทดสอบวัดแรงดึงจนขาด (Tensile Strength)

วัสดุที่ทดสอบ : ยาง, ผ้า, หนัง, พลาสติก, EVA และ กระดาษ

อุปกรณ์

1. เครื่องทดสอบแรงดึง
2. Micrometer (Guage)
3. มีดปมชิ้นงาน
4. เครื่องปมชิ้นงาน

วิธีการ

1. เตรียมชิ้นงานตามแบบวิธีทดสอบของแต่ละวัสดุ
2. ตั้งรายละเอียดของเครื่องตามวิธีทดสอบของแต่ละวัสดุ
3. นำชิ้นงานยึดติดกับเครื่องทดสอบแรงดึง
4. เปิดเครื่องตั้งชิ้นงานจนขาด อ่านค่าแรงดึงที่ได้
5. คำนวณค่าแรงดึงในหน่วยของการทดสอบแต่ละวัสดุ

กรณีของยาง, พลาสติก, โฟม และ EVA

วิธีการ (ASTM D 412)

1. เตรียมชิ้นงานโดยใช้มีดปมรูป Dumbbell ความหนา 4 mm.
2. ทำเครื่องหมาย Bench Marks ที่ชิ้นงาน ความยาว 2 เซนติเมตร ระหว่างคอคอดรูป Dumbbell
3. วัดความหนาของชิ้นงาน
4. ตั้งความเร็วของเครื่องทดสอบ 300 มิลลิเมตร/นาที (ตั้งระยะห่างของ Clamp 4 นิ้ว) นำชิ้นงานยึดติดกับเครื่องตั้ง เปิดเครื่องตั้งจนชิ้นงานขาด บันทึกค่าแรงดึง (วิธีทดสอบนี้สามารถทดสอบหาค่า % Modulus และค่า Elongation at Break ไปพร้อมๆกันได้)

5. การคำนวณหาค่าแรงดึงและค่า % Modulus

$$\text{ค่าแรงดึง} = \frac{\text{แรงที่ใช้ดึงชิ้นงานจนขาด (kg)}}{\text{พื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน (cm}^2\text{)}}$$

การทดสอบการทนต่อการสึกหรอแบบ ดี ไอ เอ็น (DIN Abrasion : DIN 53516)

วัสดุที่ทดสอบ : ยางธรรมชาติ และ ยางสังเคราะห์ ต่างๆ

อุปกรณ์

1. เครื่องทดสอบการสึกหรอแบบ ดี ไอ เอ็น
2. ชุดสว่านเตรียมชิ้นงานและชิ้นทดสอบ
3. ชิ้นงานทดสอบมาตรฐานเปรียบเทียบ

ข้อกำหนดของอุปกรณ์และการทดสอบ

1. แท่น Abrasive แบบ Roller ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 150 ± 0.2 มิลลิเมตร และขนาดความยาว 500 มิลลิเมตร
2. กระดาษทรายเบอร์ 60
3. ความเร็วรอบของแท่น Abrasive คือ 40 ± 1 รอบ/นาที
4. มุมองศาการทดสอบ คือ 3° องศา
5. แรงกดชิ้นงานขณะทดสอบ 10 ± 0.2 นิวตัน
6. ระยะทางของการทดสอบ 40 ± 0.2 เซนติเมตร
7. ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขึงชิ้นงานและชิ้นงานทดสอบมาตรฐานเปรียบเทียบ 16 ± 0.2 มิลลิเมตร
8. ความหนาของชิ้นงานและชิ้นงานทดสอบมาตรฐานเปรียบเทียบ 6 มิลลิเมตร
9. ความยาวของชิ้นงานที่โผล่ยื่นจากแท่นจับชิ้นงาน 2 ± 0.2 มิลลิเมตร

วิธีการ

1. เตรียมชิ้นงานและชิ้นงานทดสอบมาตรฐานเปรียบเทียบ ด้วยชุดสว่านเตรียมชิ้นงานอย่างน้อย 3 ชิ้นงาน ชิ้นงานที่เหลือนำไปหาค่าความหนาแน่น (ชิ้นงานก่อนนำไปทดสอบให้ตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้องไม่ต่ำกว่า 16 ชั่วโมง หลังจากอัดขึ้นรูปเสร็จสิ้น (Vulcanized))
2. ชั่งน้ำหนักชิ้นงานและชิ้นงานทดสอบมาตรฐานเปรียบเทียบ
3. หาค่าเปรียบเทียบอำนาจการขัดของ Abrasive ก่อนการทดสอบชิ้นงาน โดยการนำชิ้นงานทดสอบมาตรฐานเปรียบเทียบไปยึดติดกับแท่นจับชิ้นงานแล้วตั้งโปรแกรมการทดสอบของเครื่อง

4. เปิดเครื่องทดสอบให้ชิ้นงานทดสอบเคลื่อนที่เป็นระยะทาง 40 เซนติเมตร ปิดเครื่องทดสอบพร้อมทำความสะอาดแล้วนำชิ้นงานชั่งน้ำหนัก
5. นำชิ้นงานยึดติดกับเครื่องทดสอบ ปฏิบัติการเช่นเดียวกับการทดสอบชิ้นงานทดสอบมาตรฐานเปรียบเทียบ ปฏิบัติจนครบ 3 ชิ้นงาน หรือตามจำนวนที่ต้องการ โดยมีข้อปฏิบัติย่อยที่สำคัญอีก คือ
 - 5.1 กรณีที่ชิ้นงานมีน้ำหนักหายไปหลังขัดครบระยะ 40 เซนติเมตร มากกว่า 400 มิลลิกรัม แต่ไม่เกิน 600 มิลลิกรัม ให้หยุดเครื่องทดสอบที่ประมาณ $\frac{1}{2}$ ของระยะทางที่กำหนด ทำการปรับตั้งชิ้นงานใหม่ (ให้ชิ้นงานไพล่จากแท่นจับ ชิ้นงาน 2 ± 0.2 มิลลิเมตร แต่ชิ้นงานต้องเหลือความหนาไม่น้อยกว่า 5 มิลลิเมตร) เปิดเครื่องทดสอบต่อจนครบระยะทางที่กำหนด
 - 5.2 กรณีที่ชิ้นงานมีน้ำหนักหายไปหลังขัดครบระยะ 40 เซนติเมตร มากกว่า 600 มิลลิกรัม ให้หยุดเครื่องทดสอบที่ประมาณ $\frac{1}{2}$ ของระยะทางที่กำหนด แล้วคำนวณค่าการทดสอบกลับให้เป็นระยะทางเทียบเท่า 40 เซนติเมตร (คูณ 2)
6. หาค่าเปรียบเทียบอำนาจการขัด Abrasive ด้วยชิ้นงานทดสอบมาตรฐานเปรียบเทียบหลัง

การทดสอบชิ้นงานทุกครั้ง โดยปฏิบัติเช่นเดียวกับข้อ 3 และ 4
7. รายงานค่าการทดสอบเป็นปริมาตรที่หายไป จาก

$$\text{Abrasion} = \frac{200 (m_1 - m_2) \times 1000}{d \times g}$$

m_1 คือ น้ำหนักของชิ้นงานก่อนทดสอบ (กรัม)

m_2 คือ น้ำหนักของชิ้นงานหลังทดสอบ (กรัม)

d คือ ความหนาแน่นของชิ้นงานทดสอบ

g คือ ค่าความคมของกระดาษทราย

การทดสอบวัดแรงฉีกขาด (Tear Strength)

วัสดุที่ทดสอบ : ยาง, พลาสติก หรือ เทอร์โมพลาสติก

อุปกรณ์

1. เครื่องทดสอบแรงดึง
2. Micrometer (Guage)
3. มีดปัดชิ้นงาน
4. เครื่องปั๊มชิ้นงาน

วิธีการ (ASTM D 624)

1. เตรียมชิ้นงานตามแบบวิธีทดสอบของแต่ละวัสดุ
2. วัดความหนาของชิ้นงาน ตรงตำแหน่งรูปมุดฉาก
3. นำชิ้นงานยึดติดกับเครื่องทดสอบแรงดึง
4. ตั้งความเร็วของเครื่อง เปิดเครื่องดึงชิ้นงานจนขาด อ่านค่าแรงดึงที่ได้
5. คำนวณค่าการทดสอบ

$$\text{ค่าแรงฉีกขาด} = \frac{\text{แรงที่ใช้ดึงชิ้นงานจนฉีกขาด (kg)}}{\text{ความหนาของชิ้นงาน (cm)}}$$

ผลงานทางวิชาการ

การใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิดการแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอไรเซชัน

ของพอลิไอโซพรีนสำหรับการดัดแปรผิวซิลิกา

MICROWAVE RADIATION INDUCED ADMICELLAR
POLYMERIZATION OF POLYISOPRENE FOR SILICA SURFACE
MODIFICATION

ธีรศักดิ์ ใจชื่อตรง¹, ธีรวิฑูร พงศ์ประยูร¹, พิริยาทร สุวรรณมาลา²

Theerasak Jaisuetong¹, Thirawudh Pongprayoon¹, Phiriyatorn Suwanmala²

¹Department of Chemical Engineering, King Mongkut's Institute of Technology North
Bangkok, Bangkok 10800, Thailand

²Chemistry and Material Science Research Program, Office of Atoms for Peace

บทคัดย่อ: ซิลิกานิยมใช้เป็นสารเติมแต่งสำหรับผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลผิวของซิลิกาประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิลและซิลานอล มีคุณสมบัติเป็นกรดและสามารถทำปฏิกิริยากับตัวเร่งที่มีคุณสมบัติเป็นเบส ทำให้ยับยั้งการวัลคาไนซ์ นอกจากนี้ ผิวของซิลิกาเป็นขั้วและชอบน้ำจึงมีแนวโน้มอย่างสูงที่จะดูดความชื้น ซึ่งจะมีผลทำให้เวลาที่ใช้ในการบ่มช้าลง เพื่อเป็นการแก้ปัญหาดังกล่าว ได้ทำการเคลือบพอลิไอโซพรีนบนผิวของซิลิกาโดยใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิด แอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอไรเซชัน ทำการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของซิลิกาที่ได้รับการดัดแปรโดยใช้ FT-IR และการทดสอบ Hydrophobicity ผลการทดลองยืนยันว่า คลื่นไมโครเวฟสามารถเหนี่ยวนำให้พอลิไอโซพรีนเคลือบบนผิวของซิลิกาโดยการเกิดแอตไมเซลล์ลาร์ พอลิเมอไรเซชัน

Abstract: Silica is generally used as filler for natural rubber products in order to improve the mechanical properties. Silica surface possesses siloxane and silanol groups. The silanol groups are acidic and interact with the basic accelerators, leading to deactivate vulcanization. Moreover, silica surface is polar and hydrophilic, it has a strong tendency to adsorb moisture, which adversely retards cure time. These affect the compatibility between silica and natural rubber. As a solution to this problem, polyisoprene was coated on silica surface by microwave radiation induced admicellar polymerization. The modified silica was characterized by FT-IR and hydrophobicity test. The results confirm that polyisoprene was successfully coated on silica surface by microwave radiation induced admicellar polymerization.

Introduction: The use of microwave radiation for the preparation and processing of polymers has received increasing interest due to significant advantages over the conventional methods. Microwave radiation can transfer energy uniformly and quickly, and complete the synthesis of polymer within a short time [1,2]. The in-situ polymerization on substrate surface within the bilayer surfactant aggregates, called "admicellar polymerization", was successfully used in many applications [3,4,5,6,7]. Fundamentally, the process of admicellar polymerization consists of three main steps, admicelle

formation, monomer adsorption, and polymer formation as illustrated in Figure 1. After the polymerization is complete, the upper layers of surfactant on polymeric film are washed off to expose the polymeric film coating on substrate surface. Modification of the silica surface by coating of copolymer has been accomplished by admicellar polymerization. Silica has been coated by reaction with styrene-co-isoprene [8]. The results proved that modified silica can enhance the good performance of rubber products. In this work, polyisoprene film was coated on silica surface by microwave radiation induced admicellar polymerization in order to enhance the silica/natural rubber compatibility and therefore can be used for improving rubber product performance.

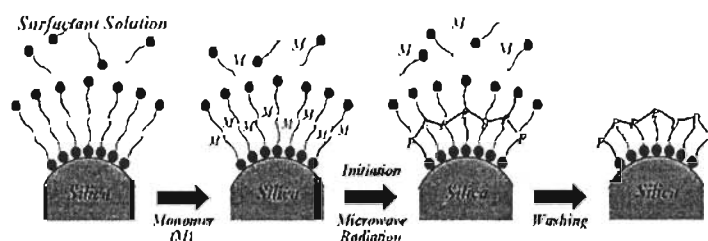


Figure 1. Admicellar polymerization process.

Methodology: Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) 0.7 g was added to 50 ml of distilled water. The solution was adjusted to pH 8 using 0.01 M sodium hydroxide (NaOH). 4 g of precipitated silica was added to CTAB solution and stirred for 24 hr at room temperature. Then, isoprene was added at a 1:2 mole ratio vs. adsorbed surfactant along with 4.93 ml ethanol. Then, 0.11 g of potassium persulfate was added to the reaction mixture and the reaction mixture was subjected to microwave radiation at 850 watts for 30 seconds. After admicellar polymerization, the sample was filtered, washed with distilled water to remove surfactant until the wash water no longer foamed on agitation. The modified silica was then dried at 40°C in the oven for 2 days. The modified silica was characterized by hydrophobicity test. The modified silica was Soxhlet extracted with THF for 24 hr. After the solution was evaporated off, the remaining polymer was characterized by FT-IR.

Results, Discussion and Conclusion: The hydrophobicity of the modified silica was determined by dispersing modified silica and unmodified silica on the water surface. The modified silica floated on the water surface while the unmodified silica sank immediately (Figure 2). This supported that polyisoprene was coated on silica surface by microwave radiation induced admicellar polymerization. An FT-IR spectrum of the extract from modified silica was taken and compared to that of standard polyisoprene and the extract from the unmodified silica. The extract from the admicellar-treated sample shows characteristic peaks of an aliphatic carbon double bond (C=C) peak at 1600 cm^{-1} , and CH_2 , CH_3 stretching peaks at 2700-2900 cm^{-1} . These peaks are absent from the extract from unmodified silica. The spectra provide evidence of the presence of polyisoprene on the silica surface. It can be concluded that polyisoprene has been successfully coated on silica surface via microwave radiation induced admicellar polymerization.

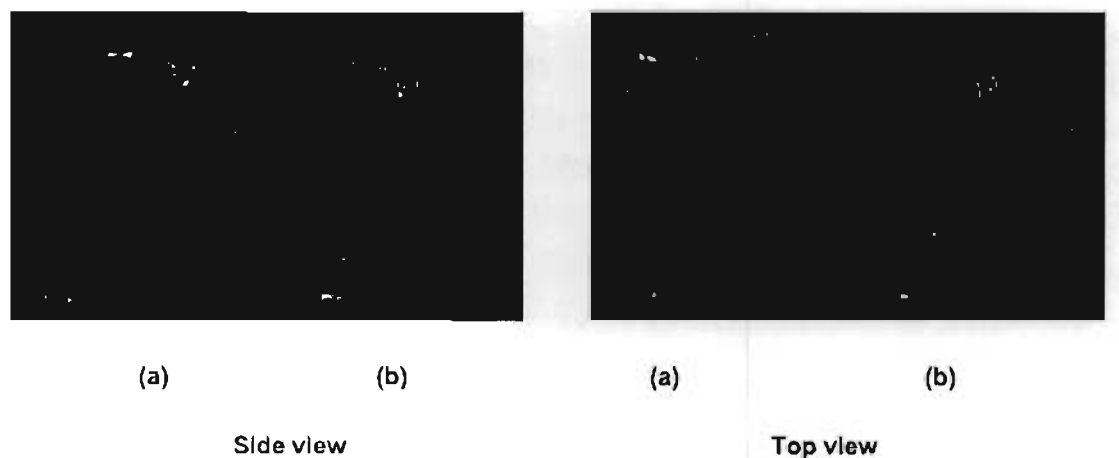


Figure2. Demonstration of hydrophobicity of modified silica and unmodified silica by floating test at side and top views; (a) modified silica and (b) unmodified silica

References:

- (1) Zhu, X. (2003) *European Polymer Journal*, **39**, 1187-1193
- (2) R. Corraa; G. Gonzalez; and V. Dougar (1998) *Journal of Applied Polymer Science*, **39**, 1471-1474
- (3) Pongprayoon, T. (2002) *Journal of colloid and Interface Science*, **249**, 227-234
- (4) O'Haver, J.; Harwell, J. H.; Evans, L. R.; and Waddell, W. H. (1996) *Journal of Applied Polymer Science*, **59**, 1427-1435
- (5) Lai, C.; Harwell, J. H.; and O'Rear, E. A., *Langmuir* (1995), **11**, 905
- (6) O'Haver, J.; Harwell, J. H.; O'Rear, E. A.; Snodgrass, L. J.; and Waddell, W. H., *Langmuir* (1994), **10**, 2588
- (7) Wu, J.; Harwell, J. H.; and O'Rear, E. A. (1987) *The Journal of Physical Chemistry*, **91**(3), 623-634
- (8) Nontasorn, P.; Chavadej, S.; Rangsunvigit, P.; John H.; O'Haver, J.; Chaisirimahamorakot, S.; and Na-Ranong, N. (2005) *Chemical Engineering Journal*, **108**, 213-218

Keywords: Admicellar Polymerization, Microwave radiation, polyisoprene, silica

Polyisoprene Coated Silica via Microwave Induced Admicellar Polymerization

¹Thirawudh Pongprayoon and ¹Theerasak
Jaisuetong

Department of Chemical Engineering, King Mongkut's
Institute of Technology North Bangkok,
Bangkok 10800, Thailand

ABSTRACT

Silica is a basic filler for natural rubber products in order to enhance the mechanical properties. The siloxane and silanol groups of silica deactivate the vulcanization of natural rubber and make the mixing difficult because of the incompatibility between the polar silica surface and the hydrophobic natural rubber surface. To solve these problems, polyisoprene, which has a similar chemical property to the main component of natural rubber (cis-polyisoprene), was coated on the silica surface. Admicellar polymerization is a technique to form a nanometer-thick polymeric film on a substrate surface. The technique is based on the in-situ reaction within bilayer adsorbed surfactant. In this study microwave was induced to initiate the admicellar polymerization in order to shorten the reaction time and uniformly generate heat in the system. The UV Spectrophotometer was an appliance to prove the presence of polyisoprene film coated on silica, and FTIR was also utilized to identify the polyisoprene film. Moreover, SEM micrographs provided the different morphologies of the modified and unmodified silica. All results obviously show that the

silica surface was completely coated by microwave induced admicellar polymerization. The optimum of microwave power and retention time for film formation, studied by UV absorbance at 236 nm, was 850 Watt for 30 min.

KEYWORDS: Admicellar Polymerization, Microwave Radiation, Modified Silica

1 INTRODUCTION

Silica is generally used as the reinforcement in order to the improvement of mechanical properties with a neutral color for commercial rubber products. However, silica lacks the compatibility of silica-rubber interface. This cause affects the poor dispersion of silica inside the rubber compound. In order to achieve the compatibility, several methods have been considerable to improve the interaction between hydrocarbon surface of rubber and inorganic silica surface. The methods consisting of bifunctional organosilanes, grafting, and in situ polymerization are available for silica surface modification. Within the recent, admicellar polymerization has also been proposed to be a competition method and successfully improved the mechanical properties of rubber products by coating the copolymer of styrene-butadiene and styrene-isoprene on silica surface using batch (O'Haver et al, 1996; Thammathanakul, 1996) and continuous (Nontasorn et al, 2005) process. The mechanism of admicellar polymerization was first explained by Wu et al in 1987, and later other researchers have employed this technique to several applications using different polymers coating on different substrates (Wu et al, 1987A, 1988B; Sakhalkar et al, 1995; Glady et al, 2000; Yaun et al,

2001; Pongprayoon et al, 2001). This process consists of three main steps: the formation of bilayer adsorbed surfactant on solid surface called "admicell", the solubilization of monomer into the inner core of admicell, and the reaction for polymer formation inside the admicell. After finishing all steps, the outer layer of surfactant must be removed to represent the polymeric film on the surface.

Fig. 1 shows the admicellar polymerization steps to modify the silica surface

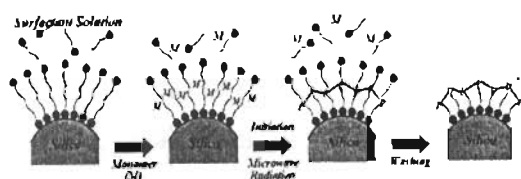


Figure 1. Admicellar polymerization process.

In this work polyisoprene, which has a similar chemical property to the main component of natural rubber (cis-polyisoprene), was selected to coat on the silica surface particularly for improvement of the natural rubber product. The ultra-thick polyisoprene film was synthesized on the silica surface to enhance the interaction of the interface. The thickness of polymeric film formed by admicellar polymerization determined by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) (Wei et al, 2003; Pongprayoon et al, 2005) and atomic force microscopy (AFM) (Yuan et al, 2002) was lower than 10 nm.

Microwave radiation was interested to apply for admicellar polymerization system in this work. The use of microwave for polymer synthesis has achieved in many researches. They showed the significant advantages compared with the conventional thermal heating method. Microwave radiation can provide efficiency, selective and fast polymerization method

by heating the molecular directly through the interaction between the microwave energy and molecular dipole moments of chemicals in the system. The emulsion polymerization was also successfully conducted under high power microwave radiation (Klum et al, 2000; Zhu et al, 2003A, 2003B). Using microwave as an alternative method for various polymerization reactions has been increased in the last decade.

2 EXPERIMENTAL

2.1 MATERIAL

The amorphous precipitated silica, Hi-Sil[®]₂₅₅ with the specific area of 170 ± 15 m²/g, was purchased from Siam Silica Co. Ltd. Cetyltrimethylammonium Bromine (CTAB) 98% purity and Isoprene 98% purity were purchased from Fluka. Potassium persulfate (K₂S₂O₈) 98% purity and tetrahydrofuran (THF) were purchased from Merck and Fisher Scientific, respectively. All materials were used without further purification

2.2 MICROWAVE INDUCE ADMICELLAR POLYMERIZATION

Cetyltrimethylammonium bromine (CTAB) 0.7 g was added to 50 ml of distilled water. The solution was adjusted to pH 8 using 0.01 M sodium hydroxide (NaOH). 4 g precipitated silica was added to CTAB solution and stirred for 24 hr at room temperature. Then, isoprene was added at the 1:2 mole ratio vs. adsorbed surfactant along with 4.93 ml ethanol. Then, 0.11 g potassium persulfate was added to the mixture for initiation and subjected to microwave radiation at 180 watt and 850 watt with varying the reaction time.

After admicellar polymerization step, the sample was filtered, washed with distilled water to remove surfactant until the wash water no longer foamed on agitation. The modified silica was then dried at 40°C in the oven for 2 days.

2.3 CHARACTERIZATION OF THE MODIFIED SILICA

The modified silica was simply examined by floating on the water surface for hydrophobicity test. The polymeric film coated on the silica modified was soxhlet extracted with THF for 24 hr. for UV obserbant examination to characterize and study film formation (UV-Vis500, Unicam Analtech Co.,Ltd.). Fourier Transform Infrared Spectrometer (spectrum 2000, Perkin Elmer) and Scanning Electron Microscope (JSM-5410LV, JEDL) were utilized to identify the polyisoprene film and investigate the morphology of unmodified and modified silica.

3 RESULTS AND DISCUSSIONS

3.1 SURFACE CHARACTERIZATION

After modifying silica surface by admicellar polymerization induced with microwave, the modified silica was surface tested by flotation. It was found that modified silica floated on water surface whereas the unmodified silica sank to the bottom immediately. The UV absorption of extracted THF solution of unmodified silica, modified silica and synthetic polyisoprene were measured to study the polyisoprene film formation. The results are shown in Figure2.

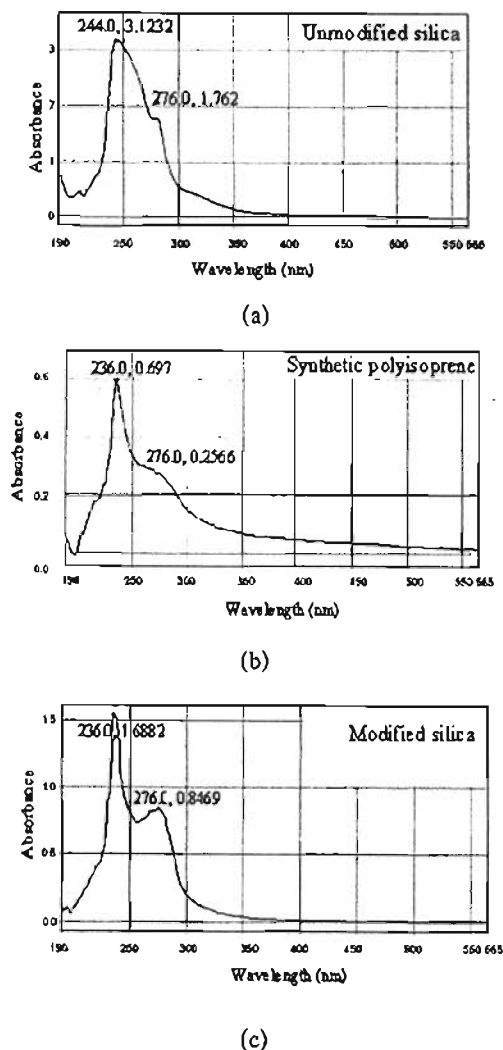
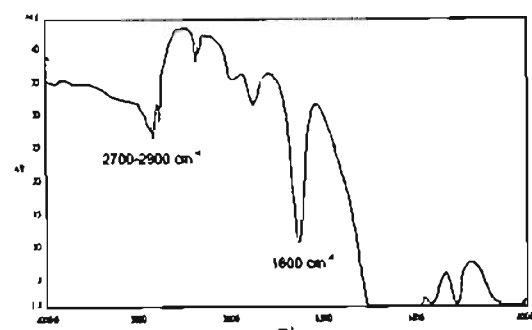
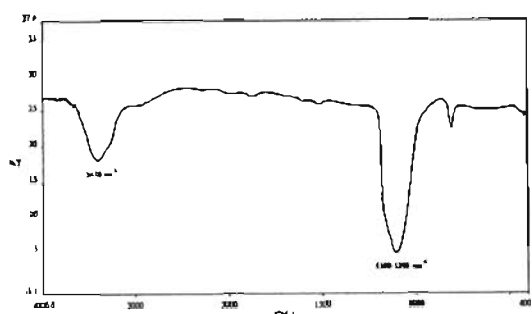


Figure 2. UV Characteristic peaks of (a) unmodified silica, (b) Synthetic Polyisoprene, (c) modified silica

The figure shows that the UV peaks of synthetic polyisoprene (Figure2b) and the modifying silica (Figure2c) were represent at 236 nm wavelength whereas the UV peaks of unmodified silica was represent at the wavelength of 244 nm. In order to confirm the success of polyisoprene film formed on silica surface by microwave induced admicellar polymerization, FTIR was also used for identification of polyisoprene film show in the Figure 3



(a)



(b)

Figure 3. FTIR spectrum of (a) modified silica and (b) unmodified silica

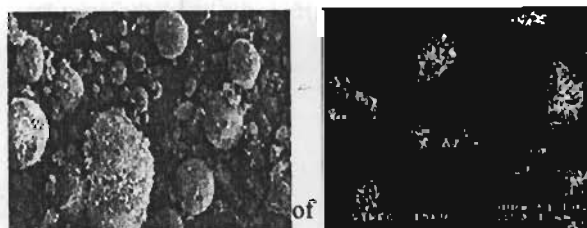
The FTIR Spectrums of the unmodified silica and the modified silica are clearly different. The sample of the modified silica shows the characteristic peaks of polyisoprene of an aliphatic carbon double bond (C=C) peak at 1600 cm⁻¹, and CH₂, CH₃ stretching peaks at 2700-2900 cm⁻¹, whereas the peaks of unmodified silica had no signal of polyisoprene peak. These supported the success of polyisoprene film formed on silica surface.

3.2 SEM MICROGRAPH

The SEM micrograph of the unmodified silica and the modified silica are shown in Figure4. Comparisons between the unmodified and modified silica images showed that the surface of most modified silica sample appeared rough as compared to the surface of the unmodified silica.

3.3 THE EFFECT OF MICROWAVE POWER AND RADIATION TIME ON FILM FORMATION

The results in Table 1 show the relative effect of microwave power and radiation times on film formation observed by UV absorbance at the wavelength of $\lambda = 236$ nm.



and (b) modified silica

TABLE 1. The effect of microwave power and times on UV absorbance at the wavelength of $\lambda = 236$ nm.

Power (Watt)	Time for radiation (Sec.)	Absorbance (%)
180	30	0.4982
	60	0.5977
	90	0.6569
	120	0.7282
850	30	1.6882
	60	1.2586
	90	0.9889

The UV absorbance of using 180 w microwave power increased with the longer reaction time. This means that longer reaction time can produce higher polyisoprene film formation. For the experiment at 850 w microwave, the UV absorbance reaction were

reverse from the former experiment. UV absorbance decreased when the reaction time increased. However, UV absorbance are mostly higher than that of using 180 w. The results meant the formed film was depolymerized with high microwave power and over reaction time. This behavior was similar to the study by U. Klum and A. Krzan. The results showed that the optimum condition of microwave induced admicellar polymerization was 850 w for 30 sec.

4 CONCLUSION

Microwave radiation was successfully employed to modify silica surface using admicellar polymerization in the optimum condition of 850 w microwave power and 30 s radiation time. Surface characterization by UV, FTIR and SEM were confirmed that polyisoprene film coated on silica surface.

REFERENCES

- O'Haver, J. H., Harwell, J. H., Evans, L. R., and Waddell, W. H. (1996), *J. Appl. Polym. Sci.*, 59(9), 1427-1435
- Thammathadanukul, V., O'Haver, J. H., Harwell, J. H., Osuwan, S., Na-Ranong, N., and Waddell, W. H. (1996). *J. Appl. Polym. Sci.*, 59(11), 1741-1750
- Nontasorn, P., Chavadej, S., Rangsunvigit, P., O'Haver, Chaisirimahamorakot, S., and Na-Ranong, N. (2005). *Chem. Eng. J.*, 108, 213-218
- Wu, J., Harwell, J. H., and O'Rear, E. A. (1987A). *J. Phys. Chem.*, 91, 623-634
- Wu, J., Harwell, J. H., and O'Rear, E. A. (1987B). *Langmuir* 3, 531-537
- Sakhalkar, S. S., and Hirt, D. E. (1995). *Langmuir* 11, 3369-3373
- Grady, B. P., O'Rear, E. A., Penn, L. S., and Pedicini, A. (1998). *Polymer Composites* 19, 579-587
- Cho, G., Glatzhofer, D. T., Fung, B. M., Yuan, W., and O'Rear, E. A. (2000). *Langmuir* 16, 4424
- Yaun, W., O'Rear, E. A., Cho, G., Funkhouser, G. P., and Glatzhofer, D. T. (2001). *Thin Solid Films* 358, 96-108
- Pongprayoon, T., Yanumet, N., and O'Rear, E. A. (2001). *J. Colloid Interface Sci.* 249, 227-234
- Wei, X., Carswell, A. D.W., Alvarez, W. E., and Grady, B. (2003). *J. Colloid Interface Sci.* 264, 296-300
- Pongprayoon, T., Yanumet, N., O'Rear, E. A., Alvarez, W. E., and Resasco, D. E. (2005). *J. Colloid Interface Sci.* 281, 307-315
- Yuan, W.L., O'Rear, E. A., Grady, B. P., and Glatzhofer, D. T. (2002). *Langmuir*. 18, 3343-3351
- Klum, U. and Krzan, A. (2000). *Rapid microwave induced depolymerization of polyamide-6*, *J. Appl. Polym. Sci.*, 41, 4361-4365
- Zhu, X. Chen, J. Zhou, N. Cheng, Z. and Lu, J. (2003A). *Emulsion Polymerization of Methyl Methacrylate under Pulsed Microwave Irradiation*, *European Polymer Journal*. 39, 1187-1193
- Zhu, X. Chen, J. Zhou, N. Cheng, Z. and Lu, J. (2003B). *Emulsion Polymerization of Styrene under Pulsed Microwave Irradiation*, *J. Appl. Polym. Sci.*, 89, 28-35.

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ : นายธีรศักดิ์ ใจชื่อตรง
 ชื่อวิทยานิพนธ์ : การใช้คลื่นไมโครเวฟเหนี่ยวนำให้เกิดการแอตไมเซลล์าร์ พอลิเมอไรเซชัน
 ของพอลิไอโซพรีนสำหรับการปรับปรุงผิวซิลิกา
 สาขาวิชา : วิศวกรรมเคมี

ประวัติ

ประวัติส่วนตัว เกิดเมื่อวันที่ 15 มกราคม 2523 สถานที่ติดต่อ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ 1518 ถนนพิบูลสงคราม เขตบางซื่อ จังหวัดกรุงเทพมหานคร 10800 โทรศัพท์ 0-2913-2500-24 ต่อ 8236, 8230 โทรสาร 0-2587-0024

ประวัติการศึกษา ปี พ.ศ. 2541-2544 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีมหานคร

ประวัติการฝึกงาน เดือนเมษายน ถึง พฤษภาคม 2543 เข้าฝึกงานที่ บริษัท Global Utilities Services Co., Ltd.

ผลการวิจัย

1. Theerasak Jaisuetong, Thirawudh Pongprayoon and Phiriyatorn Suwanmala. Microwave Radiation Induced Admicellar Polymerization of Polyisoprene for Silica Surface Modification. In 31st Congress on Science and Technology of Thailand. 18-20 October 2005, Nakhonrachasima.

2. Theerasak Jaisuetong and Thirawudh Pongprayoon. Polyisoprene Coated Silica via Microwave Induced Admicellar Polymerization. งานประชุมวิชาการวิศวกรรมเคมี และเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทยครั้งที่ 16 ปี พ.ศ. 2549