

## บทที่ 4

### ผลการวิจัย และวิจารณ์ผลการวิจัย

#### 4.1 การตรวจสอบกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพของอนุภาคซิงค์ออกไซด์

จากกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพของอนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยการทรีทเมนต์ด้วย Sodium Silicate Solution (SSS) และ Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) นั้นมีจุดประสงค์เพื่อเปลี่ยนแปลงประจุที่ผิวให้แก่อนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยโมเลกุลของสารที่เติมลงไปนี้จะไปดูดซับ (adsorption) บริเวณผิวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ และอาจเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ซึ่งคาดว่าจะสามารถช่วยทำให้อนุภาคของซิงค์ออกไซด์กระจายตัว รวมถึงเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะระหว่างอนุภาคซิงค์ออกไซด์กับโครงข่ายของยางธรรมชาติ (filler-rubber) ได้ดียิ่งขึ้น โดยการตรวจสอบความสามารถในการกระจายตัว การเปลี่ยนแปลงประจุที่ผิว และการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคซิงค์ออกไซด์นั้นสามารถตรวจสอบได้ด้วย Zeta Potential Analyzer และ Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopy ตามลำดับ



รูป 4.1 การตรวจสอบการกระจายตัวในน้ำ (pH~10) ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ทรีทเมนต์ด้วย

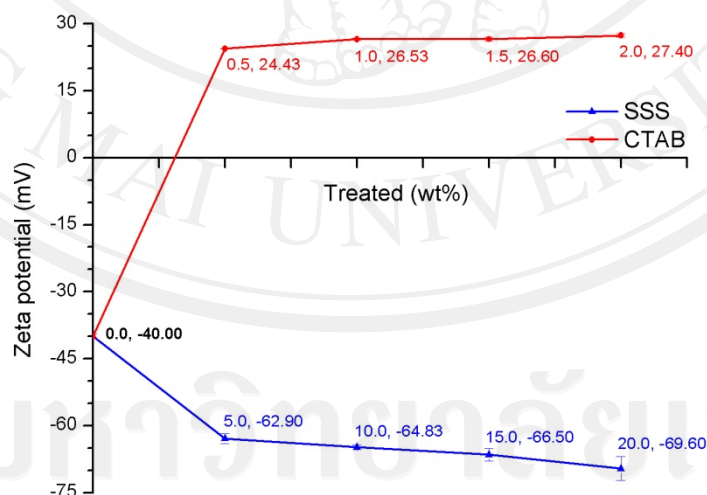
สาร Sodium Silicate Solution (SSS) 1 wt%, 5 wt%, 10 wt%, 15 wt%, 20 wt%

และ 25 wt% ตามลำดับจากซ้ายไปขวา เมื่อตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 12 ชั่วโมง

เมื่อนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์และอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพไปอัลตราโซนิกกับน้ำกลั่น พบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ปกติจะแขวนลอยในน้ำและจะตกตะกอนเมื่อตั้งทิ้งไว้ประมาณ 1-2 ชั่วโมงจากรูป 4.1 เมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพด้วย Sodium Silicate Solution (SSS) จะเห็นว่ามีการกระจายตัว และมีความเสถียรของอนุภาคแขวนลอยในน้ำได้ดีเมื่อทดสอบ โดยการตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมงจากการทริทเมนต์ด้วย SSS พบว่าสัดส่วนที่เหมาะสมคือที่ 10 wt% จะมีความเสถียรของอนุภาคซิงค์ออกไซด์แขวนลอยในน้ำดีที่สุด และในทำนองเดียวกันสำหรับการทริทเมนต์ด้วย CTAB พบว่าสัดส่วนที่เหมาะสมคือที่ 5 wt%

#### 4.1.1 การตรวจสอบความสามารถในการกระจายตัวด้วย Zeta Potential Analyzer

จากรูป 4.2 จะเห็นว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในสารละลายน้ำที่มี pH~10 ก่อนผ่านการทริทเมนต์ด้วย SSS และ CTAB จะมีค่า  $\zeta$  อยู่ที่ประมาณ -40.0 mV หลังจากการทริทเมนต์ด้วย SSS ค่า  $\zeta$  มีแนวโน้มเป็นลบเพิ่มขึ้นตามสัดส่วน SSS ที่เพิ่มขึ้น โดยมีค่าเฉลี่ยอยู่ที่ -65.9 mV ในทางกลับกันอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ทริทเมนต์ด้วย CTAB ค่า  $\zeta$  มีแนวโน้มเป็นบวกเพิ่มขึ้นตามสัดส่วน CTAB ที่เพิ่มขึ้น โดยมีค่าเฉลี่ยอยู่ที่ 26.2 mV



รูป 4.2 กราฟ Zeta potential ( $\zeta$ ) ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการทริทเมนต์ด้วย SSS และ CTAB

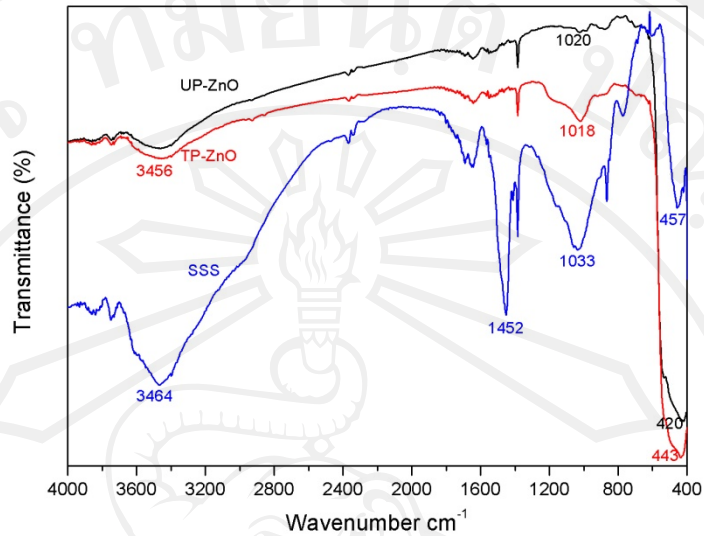
จากค่า Zeta potential ( $\zeta$ ) จะเห็นว่า functional reagent ทั้งสองชนิดมีความแตกต่างในการเปลี่ยนแปลงประจุที่ผิวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์โดย CTAB นั้นจะส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงประจุที่ผิวได้มากกว่า โดยมีค่า  $\Delta\zeta \sim 60$  ในขณะที่ SSS มีค่า  $\Delta\zeta \sim 20$  แต่ทั้งนี้ทั้งนั้นเมื่อเปรียบเทียบการกระจายตัวและการแขวนลอยในสารละลายน้ำที่มี pH  $\sim 10$  ค่า SSS จะส่งผลต่อการกระจายตัวและการแขวนลอยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ได้ดีกว่า CTAB เนื่องจากค่า  $\zeta$  มีค่าเฉลี่ยอยู่ที่  $-65.9$  mV ซึ่งไม่อยู่ในช่วง  $-30$  mV ถึง  $30$  mV

#### 4.1.2 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR

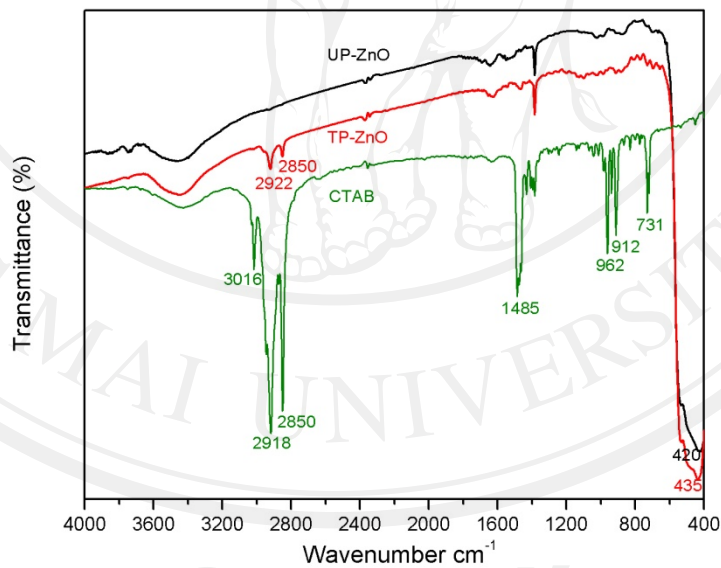
การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพ จากรูป 4.3 FT-IR spectra ของ sodium silicate solution (SSS), อนุภาคซิงค์ออกไซด์ (UP-ZnO) และอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการทรีทเมนต์ด้วย SSS (TP-ZnO)

จากกราฟ SSS พบพีกการดูดกลืนคลื่นอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น 3464, 1452, 1033 และ 457  $\text{cm}^{-1}$  การดูดกลืนที่พบมากในช่วง 3464  $\text{cm}^{-1}$  เกิดจากกลุ่มพันธะไฮดรอกซิล (hydroxyl bond) คลื่นอินฟราเรดในช่วง  $\sim 890$ -1020  $\text{cm}^{-1}$  เกิดจากการดูดกลืนจากพันธะ Si-O ของกลุ่มสาร SiOH(OH)<sub>3</sub> และในช่วงดังกล่าวนี้พบว่าที่  $\sim 945$   $\text{cm}^{-1}$  เป็นการดูดกลืนโดยส่วนใหญ่จากพันธะ Si-OH ในกลุ่มโมโนเมอร์ของ Si(OH)<sub>4</sub> ส่วนช่วง 1050-1200  $\text{cm}^{-1}$  เป็นช่วงที่เป็นลักษณะเฉพาะการดูดกลืนของกลุ่มพันธะ Si-O-Si สำหรับกราฟ UP-ZnO พบพีกที่คลื่นอินฟราเรดถูกดูดกลืนมากของกลุ่มพันธะไฮดรอกซิลที่ 3456  $\text{cm}^{-1}$  และอีกช่วงซึ่งเกิดจากพันธะของ Zn-O คือที่ช่วง 420  $\text{cm}^{-1}$  [18]

เมื่อเปรียบเทียบกราฟของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ UP-ZnO กับกราฟของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการทรีทเมนต์ด้วย SSS (TP-ZnO) พบว่าพีกของพันธะ Zn-O อยู่ที่ 443  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงให้เห็นอิทธิพลของการเปลี่ยนแปลงลักษณะและขนาดของอนุภาค นอกจากนี้ยังพบพีกการดูดกลืนที่ช่วง 1018  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นช่วงการดูดกลืนที่เกิดจากกลุ่มพันธะของซิลิเกต (silicate species) ทำให้สรุปได้ว่า SSS มีการดูดซับบนอนุภาคซิงค์ออกไซด์



รูป 4.3 กราฟ FT-IR spectra ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการทริทเมนต์ด้วย SSS



รูป 4.4 กราฟ FT-IR spectra ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการทริทเมนต์ด้วย CTAB

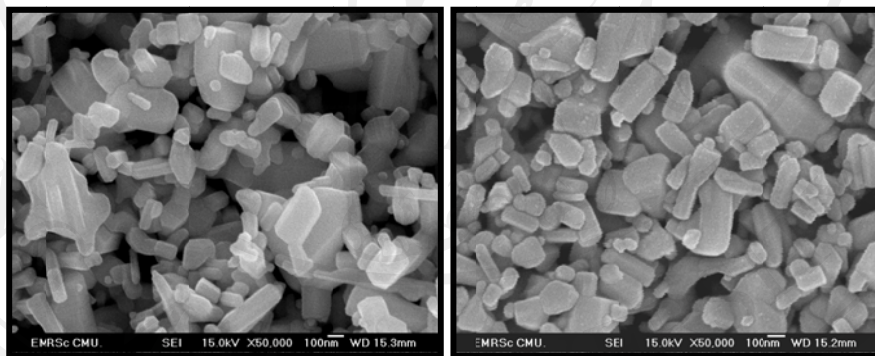
จากรูป 4.4 FT-IR spectra ของ Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB), อนุภาคซิงค์ออกไซด์ (UP-ZnO) และอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการทริทเมนต์ด้วย CTAB (TP-ZnO)

จากกราฟ CTAB พบพีคการดูดกลืนคลื่นอินฟราเรดในช่วงเลขคลื่น 3016, 2918, 2850, 1485, 962, 912 และ 731  $\text{cm}^{-1}$  คลื่นอินฟราเรดที่ถูกดูดกลืนมากช่วง 2800-3020  $\text{cm}^{-1}$  เกิดจากการ

ดูดกลืนเฉพาะของCTABโดยในช่วง 2918, 2850 $\text{cm}^{-1}$ จะสอดคล้องกับการดูดกลืนของกลุ่มสมมาตร และไม่สมมาตรของ C-CH<sub>2</sub> ในโซ่เมทิลีน (methylene chains) ส่วนช่วง 1450-1500  $\text{cm}^{-1}$  เป็นช่วงการดูดกลืนที่แสดงการเสียรูป (deformation) ของกลุ่มพันธะ-CH<sub>2</sub>- และ -CH<sub>3</sub> และพีคส่วนน้อยในช่วง 3011  $\text{cm}^{-1}$  เป็นการดูดกลืนของกลุ่มไม่สมมาตรของ C-CH<sub>3</sub> และกลุ่มสมมาตร N-CH<sub>3</sub>[16]

เมื่อเปรียบเทียบกราฟของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ UP-ZnO กับกราฟของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ที่ผ่านการทรีทเมนต์ด้วย CTAB (TP-ZnO) พบว่าพีคของพันธะ Zn-O อยู่ที่ 443  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งแสดงให้เห็นอิทธิพลของการเปลี่ยนแปลงลักษณะและขนาดของอนุภาค นอกจากนี้พบพีคการดูดกลืนในช่วง 2922 และ 2850  $\text{cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นช่วงการดูดกลืนที่เกิดจากกลุ่มโซ่เมทิลีน (methylene chains) ทำให้สรุปได้ว่า CTAB มีการดูดซับบนอนุภาคซิงค์ออกไซด์

#### 4.1.3 ศึกษาลักษณะของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ กระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพด้วยภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



ก)

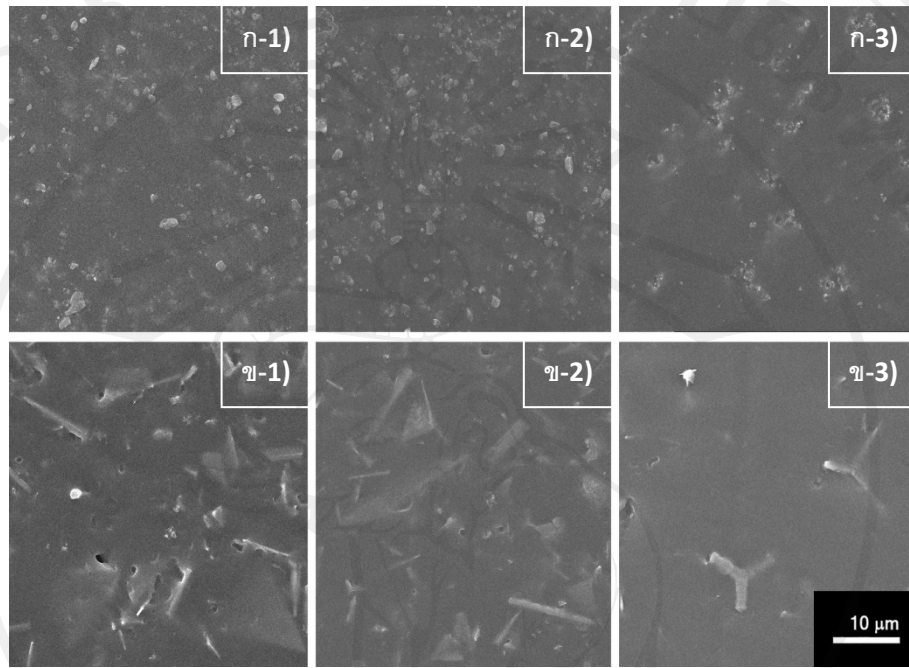
ข)

รูป 4.5 ภาพ FE-SEM 50,000X ของ ก) อนุภาคซิงค์ออกไซด์ปกติ ข) อนุภาคซิงค์ออกไซด์ ที่ผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพด้วย SSS

จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEI-SEM) ดังรูป 4.5 จะเห็นว่าของอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีขนาด 100-400nm โดยจากลักษณะอนุภาคจะเห็นว่าไม่มีความแตกต่างของลักษณะผิวเมื่อเปรียบเทียบก่อนและหลังจากการทรีทเมนต์ด้วย SSS

#### 4.2 ศึกษาลักษณะของวัสดุผสมยางธรรมชาติกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์

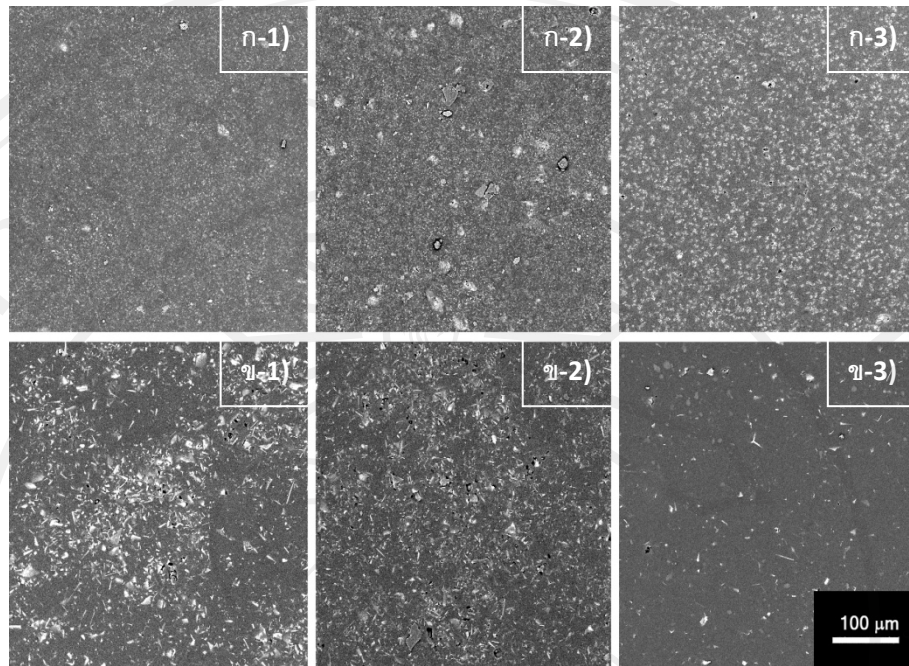
##### 4.2.1 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัสดุผสมยางธรรมชาติกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์



รูป 4.6 ภาพถ่าย SEI-SEM, top views วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ

ก) ZnO nanopowder ข) Tetrapod shaped ZnO Whisker

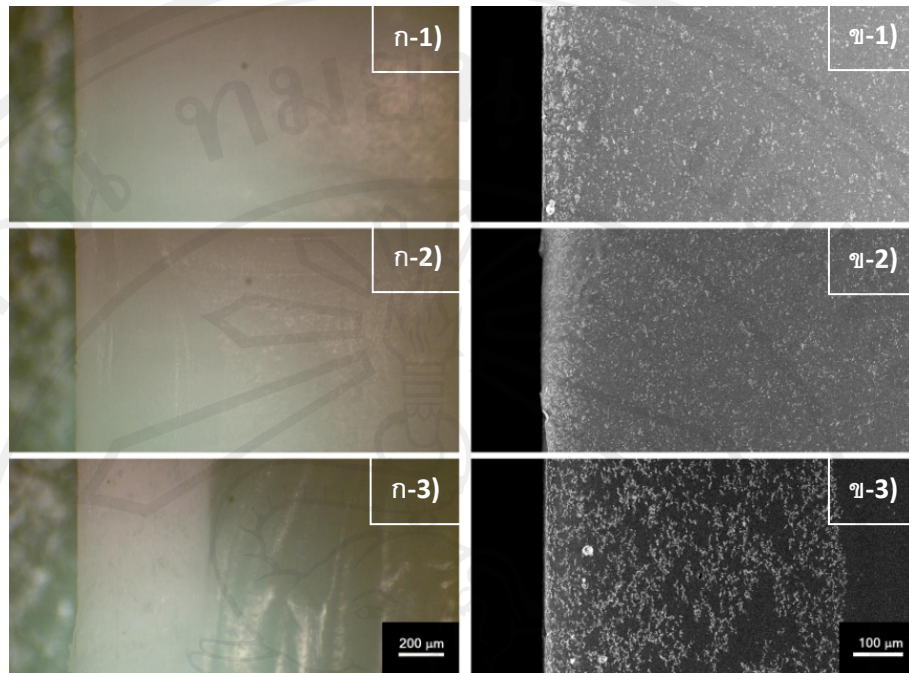
จากรูป 4.6 SEI-SEM, top views แสดงลักษณะทางจุลภาคของวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder (ก -1), CTAB-ZnO nanopowder (ก -2), SSS-ZnO nanopowder (ก -3), Tetrapod shaped ZnO Whisker (ข-1), CTAB-Tetrapod shaped ZnO Whisker (ข-2) และ SSS-Tetrapod shaped ZnO Whisker (ข-3) ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีลักษณะการกระจายตัวในเนื้อยางธรรมชาติแตกต่างกันโดยเป็นผลมาจากการเปลี่ยนประจุที่ผิวของอนุภาคซึ่งจะเห็นได้ชัดเจนยิ่งขึ้นเมื่อใช้เทคนิค BEI-SEM ดังรูป 4.7



รูป 4.7 ภาพถ่าย BEI-SEM, top views วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ

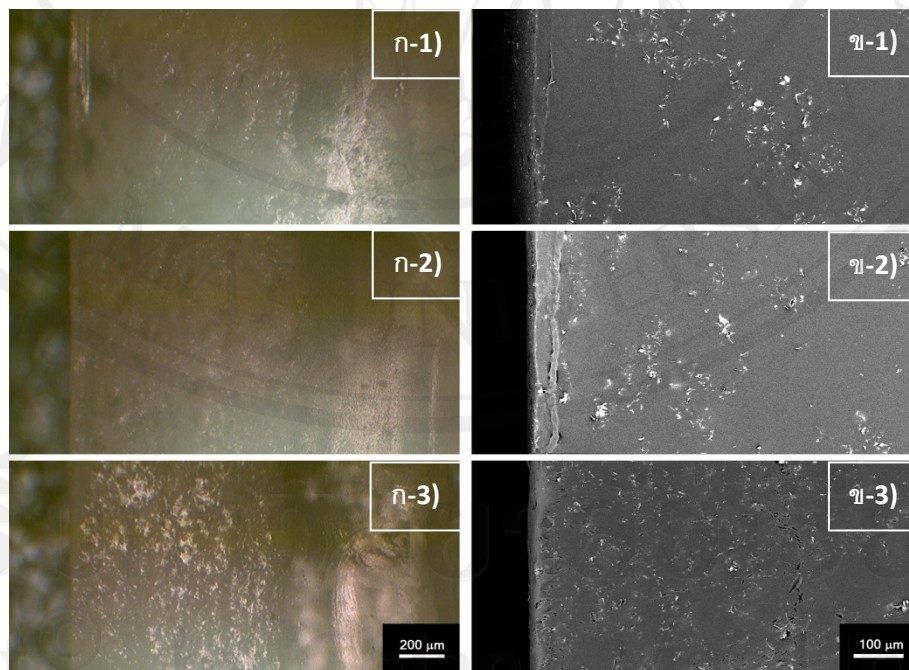
ก) ZnOnanopowder ข) Tetrapod shaped ZnO Whisker

จากรูป 4.8 ภาพถ่าย cross section จากกล้อง OM (ก) และ BEI-SEM (ข) แสดงลักษณะทางจุลภาคของวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnOnanopowder (ก-1, ข-1), CTAB-ZnOnanopowder (ก-2, ข-2) และ SSS-ZnOnanopowder (ก-3, ข-3) ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีลักษณะการกระจายตัวในเนื้อยางธรรมชาติแตกต่างกัน โดยกรณีของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ยังไม่ได้ผ่านการเพิ่มประสิทธิภาพ และอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ทรูทเมนต์ด้วย CTAB จะมีการกระจายตัวทั่วทั้งเนื้อยาง แต่ CTAB-ZnOnanopowder จะมีลักษณะของกลุ่มอนุภาคที่ค่อนข้างสม่ำเสมอกว่า และกระจายตัวได้ดีกว่า ส่วนในกรณีของ SSS-ZnOnanopowder พบการแยกตัวออกเป็นชั้นที่ชัดเจน โดยจะไม่กระจายตัวทั่วทั้งเนื้อยางซึ่งอาจเป็นผลมาจากการเปลี่ยนประจุที่ผิวของอนุภาคที่สูงเกินไป ทำให้การยึดติดกับโครงข่ายของยางธรรมชาติไม่ค่อยดีมากนัก



รูป4.8ภาพถ่าย cross section วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnOnanopowder

ก) ถ่ายด้วย OM ข)ถ่ายด้วย BEI-SEM

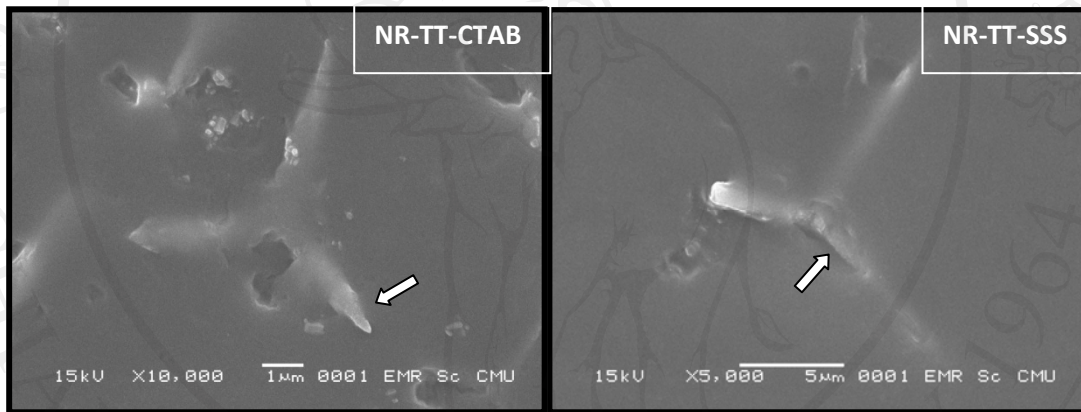


รูป4.9ภาพถ่าย cross section วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker

ก) ถ่ายด้วย OM ข)ถ่ายด้วย BEI-SEM



จากรูป 4.9 ภาพถ่าย cross section จากกล้อง OM (ก) และ BEI-SEM (ข) แสดงลักษณะทางจุลภาคของวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker (ก-1, ข-1), CTAB-Tetrapod shaped ZnO Whisker (ก-2, ข-2) และ SSS-Tetrapod shaped ZnO Whisker (ก-3, ข-3) ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีลักษณะการกระจายตัวในเนื้อยางธรรมชาติที่คล้ายๆกัน คือมีการแยกตัวออกเป็นชั้นที่ชัดเจน โดยจะไม่กระจายตัวทั่วทั้งเนื้อยางดังเช่นในกรณีของ ZnO nanopowder แต่จะมีความหนาของชั้นที่แตกต่างกัน ซึ่งผลส่วนหนึ่งอาจมาจากการเปลี่ยนแปลงที่ผิวของอนุภาค และนอกจากนั้นอาจมีผลของการที่อนุภาคมีมวลสูงเกินไปทำให้เกิดการตกตะกอนก่อนการเซตตัวของโครงข่ายยางธรรมชาติ



รูป 4.10 ภาพ SEI-SEM วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker

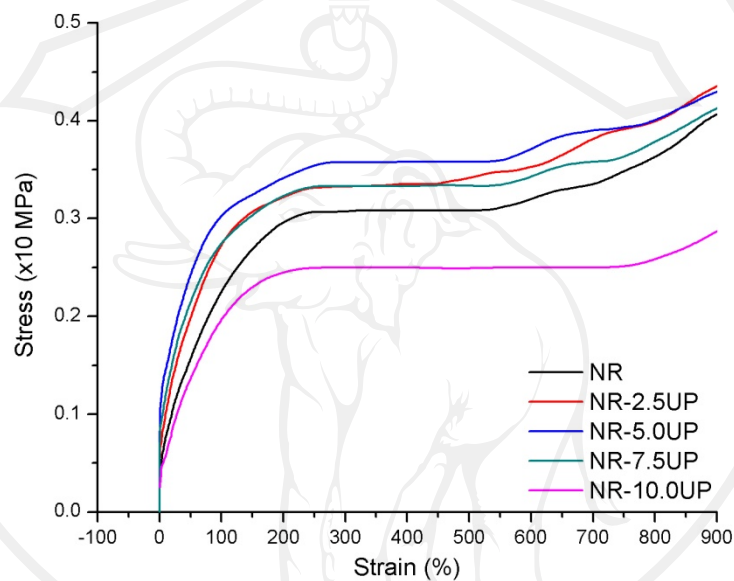
จากรูป 4.10 ลักษณะการรวมตัวของวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker หลังผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพแล้ว ในกรณีของการทริทเมนต์ด้วย CTAB (NR-TT-CTAB) จะเห็นว่า T-ZnO ยึดเกาะกับเนื้อของยางธรรมชาติได้ดีมากสังเกตได้จากปลายเข็มที่ทะลุออกมาจากเนื้อวัสดุผสมซึ่งมุมผิวสัมผัส (contact angle) มีน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับกรณีทริทเมนต์ด้วย SSS (NR-TT-SSS) จะเห็นว่า T-ZnO กับยางธรรมชาติยังมีมุมผิวสัมผัสที่ค่อนข้างมาก ซึ่งชี้ให้เห็นถึงการรวมตัวยังไม่ค่อยดีมากนัก และอาจเป็นผลเนื่องมาจากการมีประจุที่ผิวของอนุภาคสูงนั่นเอง

#### 4.3 สมบัติเชิงกลวัสดุผสมยางธรรมชาติกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์

ในส่วนนี้จะทำการศึกษาความแข็งแรงและความยืดหยุ่นวัสดุผสมยางธรรมชาติและความสัมพันธ์ของสมบัติเชิงกลกับปริมาณของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่เติมในยางธรรมชาติ

##### 4.3.1 การทดสอบแรงดึง (Tensile test of NR/ ZnO nanocomposites)

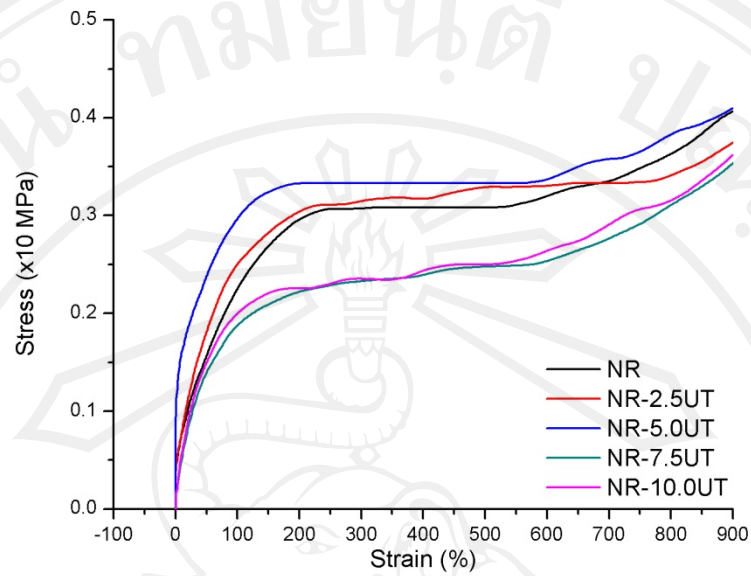
##### 4.3.1.1 กราฟ stress-strain วัสดุผสมยางธรรมชาติกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์



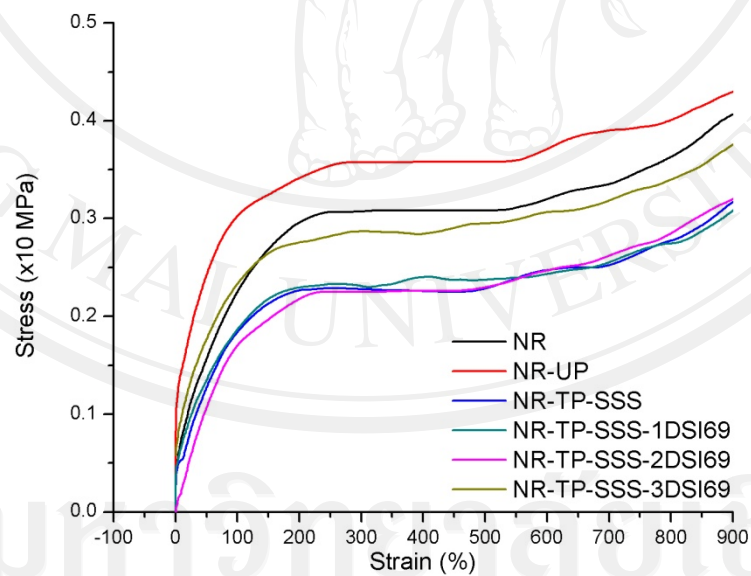
รูป 4.11 กราฟ stress-strain วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder

ก่อนการทรีทเมนต์ด้วย functional reagent

จากรูป 4.11 จะเห็นว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder ก่อนนำไปผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพในสัดส่วน 5 phr (NR-5.0UP) จะแสดงผลการทดสอบแรงดึงได้ดีที่สุดซึ่งจากกราฟจะเห็นว่าค่า tensile strength at yield สูงกว่ายางธรรมชาติ (NR) ประมาณ 15% และในทำนองเดียวกันจากรูป 4.12 วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker ในสัดส่วน 5 phr (NR-5.0UT) ก็ให้ผลการทดสอบแรงดึงได้ดีที่สุดเช่นกัน โดยมีค่า tensile strength at yield สูงกว่ายางธรรมชาติ (NR) ประมาณ 10%

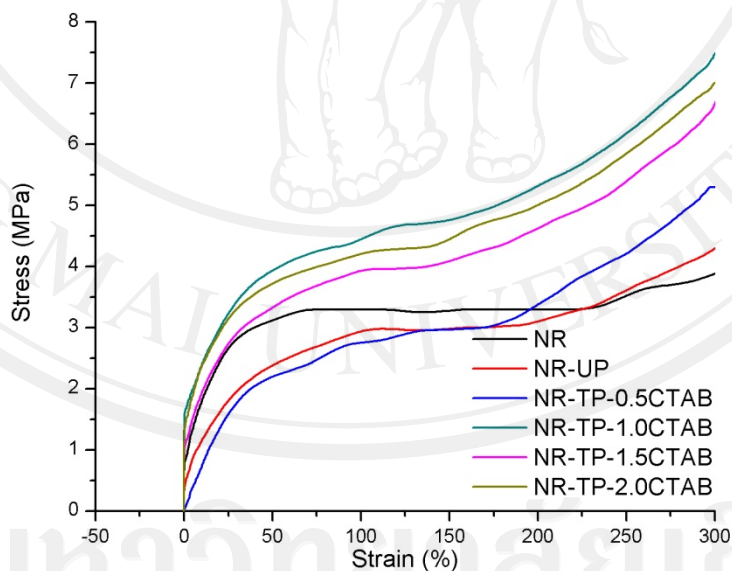


รูป 4.12 กราฟ stress-strain วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker ก่อนการทรีทเมนต์ด้วย functional reagent



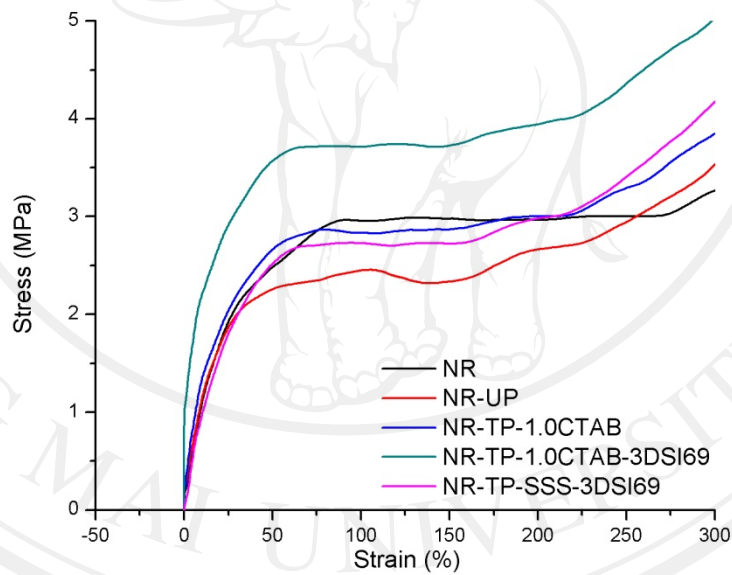
รูป 4.13 กราฟ stress-strain วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder หลังการทรีทเมนต์ด้วย SSS 10 wt%

จากรูป 4.13 จะเห็นว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติในสัดส่วน ZnOnanopowder 5 phr หลังนำไปผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพจากการทรีทเมนต์ด้วย SSS ในสัดส่วน 10wt% ของปริมาณอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (NR-TP-SSS) ซึ่งแสดงสมบัติการแขวนลอยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ดี เมื่อนำไปทดสอบแรงดึงพบว่าผลการทดสอบจะต่ำกว่ายางธรรมชาติ (NR) ถึง 20% และต่ำกว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnOnanopowder ก่อนผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพ (NR+UP) ถึง 30% ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากผลจากการแยกตัวเป็นชั้นของอนุภาค อีกทั้งค่า Zeta potential ( $\zeta$ ) ที่เป็นลบมากขึ้นส่งผลถึงการเพิ่มขึ้นของประจุที่ผิวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์จึงทำให้การยึดติดกันระหว่างโครงข่ายของยางธรรมชาติกับผิวของอนุภาคแย่ง หลังจากที่ได้เติม SI-69 พบว่าวัสดุผสมให้ผลการทดสอบแรงดึงของวัสดุผสมมีแนวโน้มที่ดีขึ้นเนื่องจากจาก SI-69 เข้าไปเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลของ SSS และโครงข่ายของยางธรรมชาติซึ่งในสัดส่วนที่เติม SI-69 ลงไป 2.18 wt% ของปริมาณอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (NR-TP-SSS-3DSI69) จะแสดงค่า tensile strength at yield ในระดับที่ใกล้เคียงกับยางธรรมชาติ (NR) แต่ก็ยังต่ำกว่า NR+UP



รูป 4.14 กราฟ stress-strain วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnOnanopowder หลังการทรีทเมนต์ด้วย CTAB 0.5 wt%, 1.0 wt%, 1.5 wt% และ 2.0 wt%

จากรูป 4.14 จะเห็นว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติในสัดส่วน ZnOnanopowder 5 phr หลังนำไปผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพจากการทริทเมนต์ด้วย CTAB ในสัดส่วน 0.5 wt%, 1.0 wt%, 1.5 wt% และ 2.0 wt% ของปริมาณอนุภาคซิงค์ออกไซด์ เมื่อนำไปทดสอบแรงดึงพบว่า การทริทเมนต์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วย CTAB 1.0 wt% (NR-TP-1.0CTAB) ให้ผล tensile strength at yield ที่ดีที่สุดซึ่งสูงกว่ายางธรรมชาติ (NR) ถึง 40% และสูงกว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnOnanopowder ก่อนผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพ (NR-UP) ถึงเกือบ 50% ทั้งนี้เป็นผลมาจากค่า Zeta potential ( $\zeta$ ) ที่เป็นบวกและประจุที่ผิวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีค่าไม่สูงมากนักจึงทำให้การยึดติดกันระหว่างโครงข่ายของยางธรรมชาติกับผิวของอนุภาคได้ดี อีกทั้งมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีขึ้นด้วย

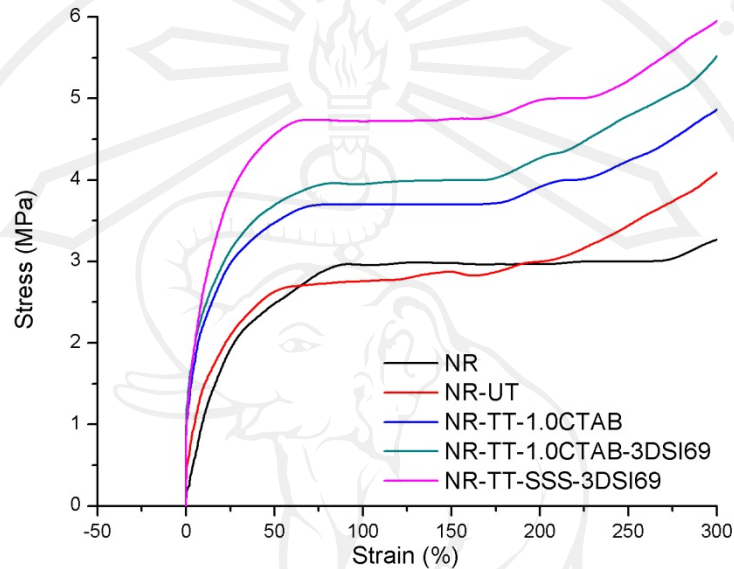


รูป 4.15 กราฟ stress-strain วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnOnanopowder

หลังการทริทเมนต์ด้วย SSS 10 wt% เทียบกับ CTAB 1.0 wt%

จากรูป 4.15 เมื่อเปรียบเทียบวัสดุผสมยางธรรมชาติในสัดส่วน ZnOnanopowder 5 phr หลังนำไปผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพจากการทริทเมนต์ด้วย CTAB 1.0 wt% และ SSS 10 wt% โดยเติม SI-69 เพิ่มลงไป 2.18 wt% เมื่อนำไปทดสอบแรงดึงพบว่า การทริทเมนต์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วย CTAB (NR-TP-1.0CTAB-3DSI69) ให้ผล tensile strength at yield ที่ดีที่สุดซึ่งสูง

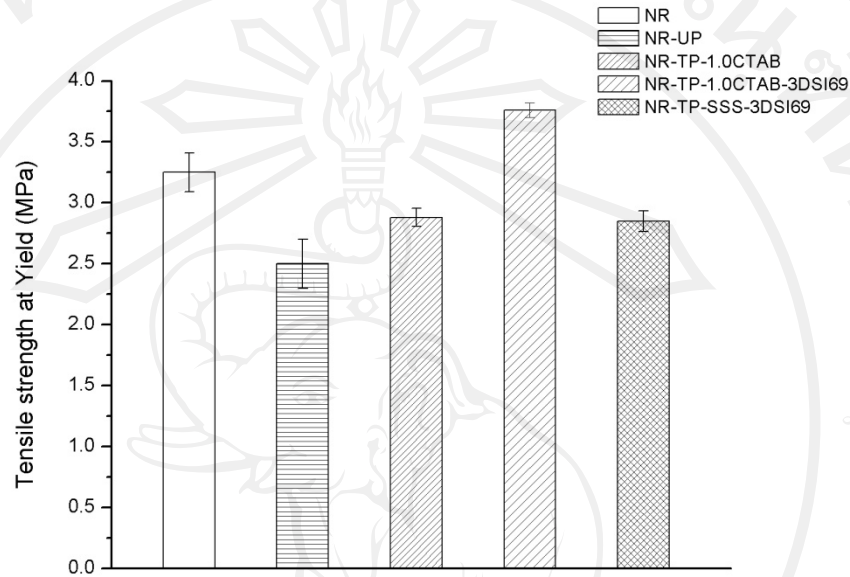
กว่ายางธรรมชาติ (NR) ถึง 15% และสูงกว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder ก่อนผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพ (NR-UP) ถึง 50% ในขณะที่การทริทเมนต์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วย SSS (NR-TP-SSS-3DSI69) ให้ผลการทดสอบแก่ใกล้เคียงกับยางธรรมชาติ (NR) เท่านั้น



**รูป 4.16** กราฟ stress-strain วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker หลังการทริทเมนต์ด้วย SSS 10 wt% เทียบกับ CTAB 1.0 wt%

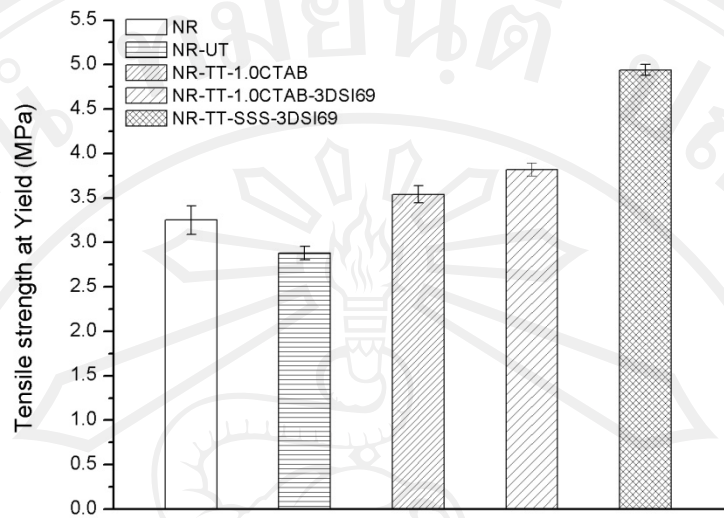
จากรูป 4.16 เมื่อเปรียบเทียบวัสดุผสมยางธรรมชาติในสัดส่วน Tetrapod shaped ZnO Whisker 5 phr หลังนำไปผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพจากการทริทเมนต์ด้วย CTAB 1.0 wt% และ SSS 10 wt% โดยเติม SI-69 เพิ่มลงไป 2.18 wt% เมื่อนำไปทดสอบแรงดึงพบว่า การทริทเมนต์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วย SSS (NR-TT-SSS-3DSI69) ให้ผล tensile strength at yield ที่ดีที่สุดซึ่งสูงกว่ายางธรรมชาติ (NR) ถึง 25% และสูงกว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker ก่อนผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพ (NR-UT) ถึง 40% ในขณะที่การทริทเมนต์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วย CTAB (NR-TT-1.0CTAB-3DSI69) ให้ผล tensile strength at yield สูงกว่ายางธรรมชาติ (NR) 17% และสูงกว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker ก่อนผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพ (NR-UT) 32%

#### 4.3.1.2 ค่าความทนต่อแรงดึง (tensile strength at yield) วัสดุผสมยางธรรมชาติกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์



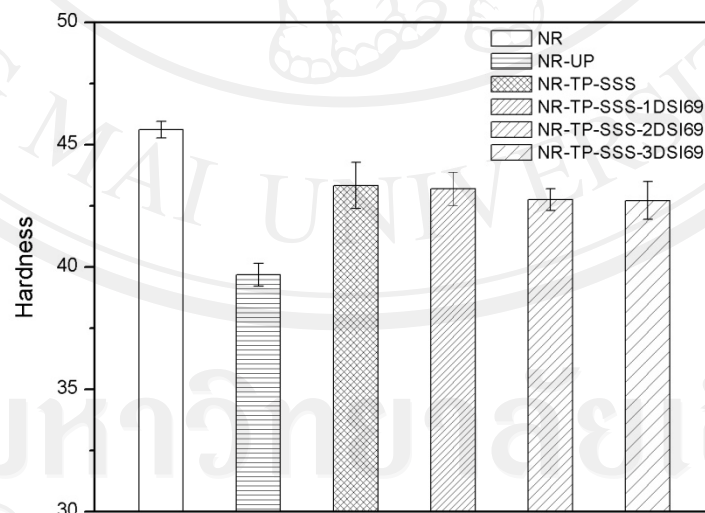
รูป 4.17 กราฟ tensile strength at yield วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder หลังการทรีทเมนต์ด้วย SSS 10 wt% เทียบกับ CTAB 1.0 wt%

จากรูป 4.17 และ 4.18 เมื่อเปรียบเทียบความทนต่อแรงดึง (tensile strength at yield) วัสดุผสมยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วย ZnO nanopowder (ZnO) กับ Tetrapod shaped ZnO Whisker (T-ZnO) จะเห็นว่า T-ZnO ช่วยเพิ่มความทนต่อแรงดึงได้สูงกว่า ZnO และสูงกว่ายางธรรมชาติได้โดยจะเห็นได้อย่างชัดเจน จากวัสดุผสมยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วย T-ZnO ที่ผ่านการทรีทเมนต์ด้วย SSS (NR-TP-SSS-3DSI69) ดังที่ได้อธิบายไว้แล้วข้างต้น



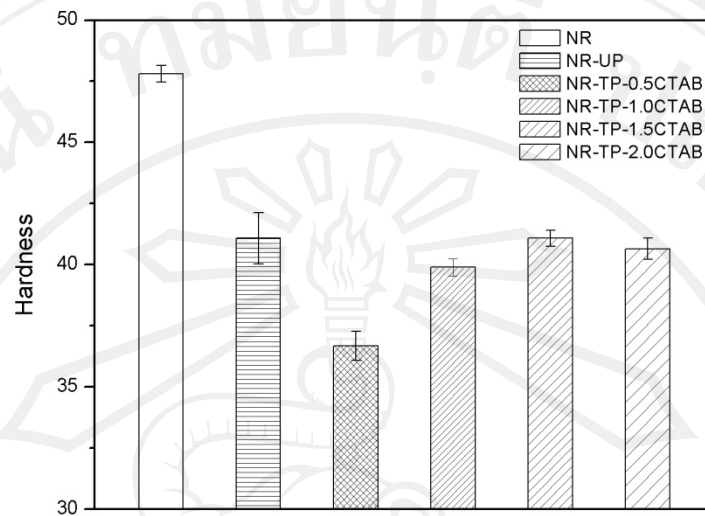
รูป 4.18 กราฟ tensile strength at yield วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker หลังการทรีทเมนต์ด้วย SSS 10 wt% เทียบกับ CTAB 1.0 wt%

#### 4.3.2 ความแข็งวัสดุผสมยางธรรมชาติ(Hardness of NR/ ZnO nanocomposites)

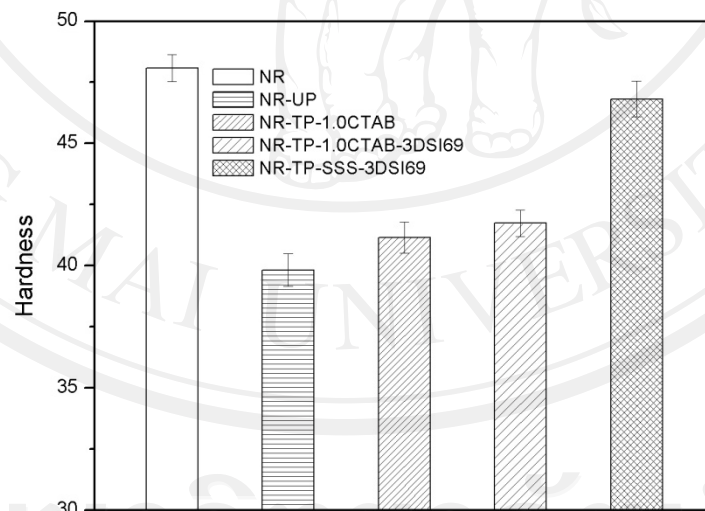


รูป 4.19 กราฟความสัมพันธ์ของค่า hardness วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder หลังการทรีทเมนต์ด้วย SSS 10 wt%

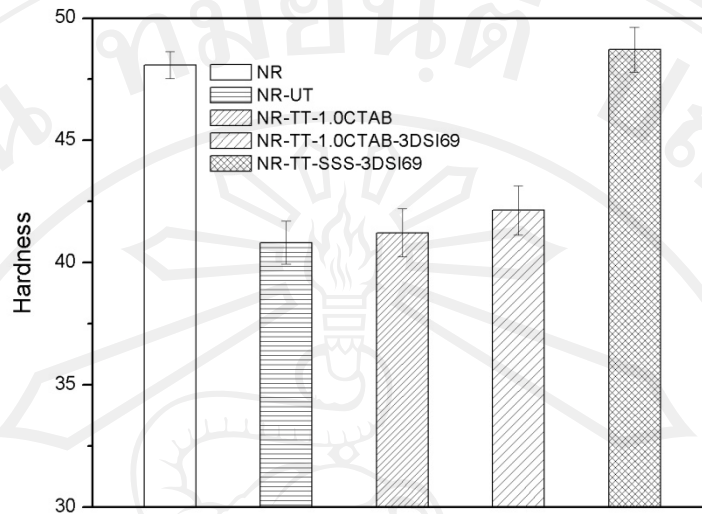




รูป 4.20 กราฟความสัมพันธ์ของค่า hardness วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder หลังการทรีทเมนต์ด้วย CTAB 0.5 wt%, 1.0 wt%, 1.5 wt% และ 2.0 wt%



รูป 4.21 กราฟความสัมพันธ์ของค่า hardness วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ ZnO nanopowder หลังการทรีทเมนต์ด้วย SSS 10 wt% เทียบกับ CTAB 1.0 wt%



รูป 4.22 กราฟความสัมพันธ์ของค่า hardness วัสดุผสมยางธรรมชาติกับ Tetrapod shaped ZnO Whisker หลังการทรีทเมนต์ด้วย SSS 10 wt% เทียบกับ CTAB 1.0 wt%

การวิเคราะห์ค่าความแข็งของวัสดุผสมยางธรรมชาติโดยเทคนิค Shore type “A” Durometer ตามมาตรฐาน ASTM D2240 จากกราฟพบว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ยังไม่ได้ผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพทั้ง ZnO nanopowder และ Tetrapod shaped ZnO Whisker จะส่งผลให้ค่าความแข็งลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุผสมที่เติมอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการเพิ่มประสิทธิภาพที่เหมาะสมจะช่วยทำเพิ่มค่าความแข็งวัสดุผสมยางธรรมชาติได้

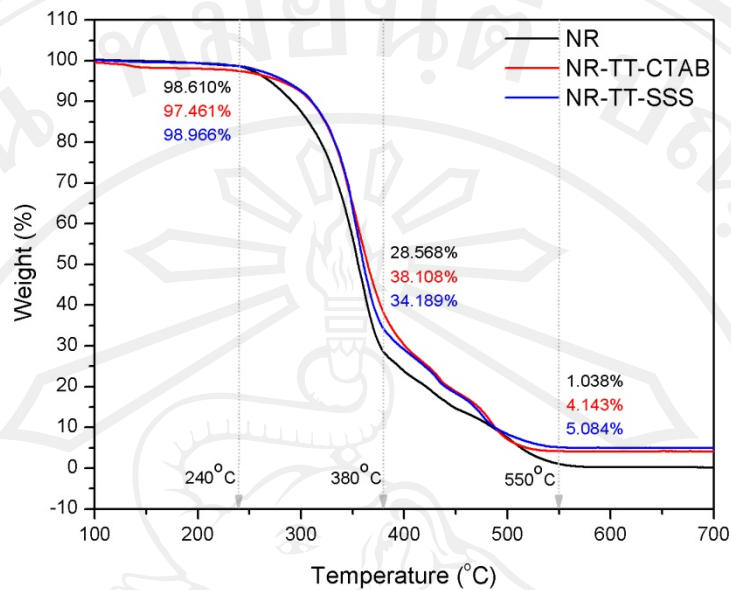
ตาราง 4.1 ตารางสรุปสมบัติทางกลวัสดุผสมของยางธรรมชาติกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์

mixtures	Tensile stress at % Modulus (Mpa)					Tensile Strength at Yield (Mpa)	Hardness (shore A)
	20%	50%	100%	200%	300%		
NR	1.10	1.70	2.30	3.10	3.10	3.01	45.61
NR+UP	1.60	2.50	3.10	3.60	3.60	3.25	39.68
10%SSS	0.60	1.40	1.90	2.50	2.50	2.34	43.33
10%SSS+1DSi69	1.10	1.40	1.90	2.50	2.50	2.45	43.20
10%SSS+2DSi69	0.60	1.20	1.90	2.30	2.30	2.40	42.75
10%SSS+3DSi69	1.40	1.90	2.30	2.70	3.10	2.60	42.71
NR	2.70	3.00	3.30	3.30	4.00	3.25	47.81
NR+UP	1.70	2.30	3.00	3.30	4.30	3.06	41.08
0.5%CTAB	1.70	2.30	3.00	3.30	5.30	2.94	36.68
1.0%CTAB	3.00	4.00	4.70	5.30	7.30	4.54	39.89
1.5%CTAB	2.70	3.30	4.00	4.70	6.70	3.82	41.08
2.0%CTAB	3.00	3.70	4.30	5.00	7.00	4.18	40.65
NR	2.00	2.70	3.00	3.00	3.30	3.25	48.09
NR+UP	2.00	2.30	2.70	2.70	3.70	2.50	39.82
NR+TP+1.0CTAB	2.00	2.70	3.00	3.00	4.00	2.88	41.16
NR+TP+1.0CTAB+3DSi69	2.70	3.70	4.00	4.00	5.00	3.76	41.74
NR+TP+10SSS+3DSi69	1.70	2.70	3.00	3.00	4.80	2.85	46.82
NR	2.00	2.70	3.00	3.00	3.30	3.25	48.09
NR+UT	2.00	2.70	3.00	3.00	4.00	2.88	40.82
NR+TT+1.0CTAB	2.70	3.70	3.70	4.00	5.00	3.54	41.22
NR+TT+1.0CTAB+3DSi69	3.00	3.70	4.00	4.30	5.30	3.82	42.14
NR+TT+10SSS+3DSi69	3.00	4.00	4.00	4.30	6.00	4.06	48.71

#### 4.4 สมบัติทางความร้อนวัสดุผสมยางธรรมชาติกับอนุภาคซิงค์ออกไซด์

ตาราง 4.2 ตารางวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักในแต่ละช่วงอุณหภูมิ

mixtures	%wt loss			
	100-240°C	240-380°C	380-550°C	550-700°C
NR	1.609	70.045	27.533	0.876
NR-TT-CTAB	2.095	59.302	34.017	0.034
NR-TT-SSS	1.447	64.447	29.147	0.155



รูป 4.23 การวิเคราะห์ Thermogravimetric Analysis (TGA)

การวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักของวัสดุผสมของยางธรรมชาติเมื่อได้รับความร้อน (Thermogravimetric Analysis: TGA) ซึ่งจะวัดน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจากกราฟได้วิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักในแต่ละช่วงดังแสดงในตารางที่ 4.2 จากช่วงอุณหภูมิ 240-380°C วัสดุผสมยางธรรมชาติกับอนุภาค Tetrapod shaped ZnO Whisker ที่ผ่านการเพิ่มประสิทธิภาพด้วย CTAB (NR-TT-CTAB) และ SSS (NR-TT-SSS) พบการสูญเสียน้ำหนักน้อยกว่ายางธรรมชาติ (NR) 10.473% และ 5.598% ตามลำดับ จากข้อมูลนี้ทำให้ทราบว่าวัสดุผสมยางธรรมชาติมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีขึ้น

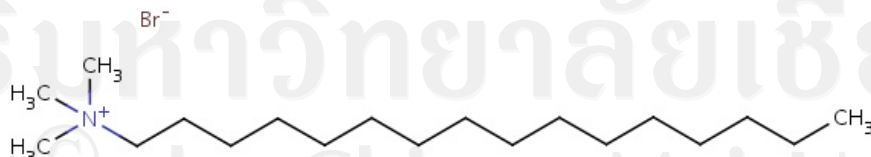
นอกจากนั้นกราฟวัสดุผสมยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยอนุภาคซิงค์ออกไซด์ยังแสดงถึงปริมาณของแข็งที่เหลือในช่วงอุณหภูมิ 550-700°C ซึ่งเป็นหลักฐานที่ยืนยันได้ว่ามีปริมาณอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในสัดส่วนประมาณ 5 phr ในวัสดุผสมยางธรรมชาติ

#### 4.5 วิจารณ์ผลการวิจัย

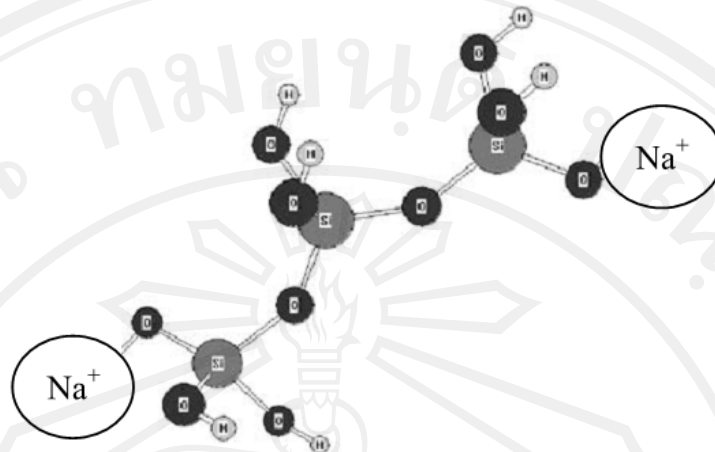
- การผสมอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ในปริมาณเปอร์เซ็นต์น้อยๆ เป็นการเพิ่มความแข็งแรงและค่ามอดูลัส เนื่องจากอนุภาคซิงค์ออกไซด์ มีการกระจายตัวสม่ำเสมอในยางธรรมชาติ ดังภาพจาก SEM ข้างต้น ทำให้มีแรงยึดบริเวณรอยต่อระหว่างอนุภาคซิงค์ออกไซด์กับโมเลกุลของยางธรรมชาติ และอนุภาคซิงค์ออกไซด์จะดูดกลืนพลังงานเอาไว้ขณะมีการยืดหยุ่นเกิดขึ้น

- เมื่อผสมอนุภาคซิงค์ออกไซด์ในปริมาณมากเกินไปจะเกิดการจับกันเป็นกลุ่มก้อน เนื่องจากโดยปกติแล้วอนุภาคซิงค์ออกไซด์กับยางธรรมชาติเป็นการรวมตัวกันที่มีลักษณะคล้ายน้ำกับน้ำมัน นั่นคืออนุภาคซิงค์ออกไซด์เป็นอนุภาคที่มีประจุ ส่วนยางธรรมชาตินั้นจะเป็นโมเลกุลที่ไม่มีประจุ ดังนั้นแรงอันตรึงระหว่างอนุภาคกับอนุภาค (filler-filler interaction) จะมีอิทธิพลมากกว่าแรงกิริยาระหว่างอนุภาคกับยางธรรมชาติ (filler-rubber interaction) ทำให้อนุภาคซิงค์ออกไซด์เกิดการเลื่อนไปมาได้ง่าย เนื่องจากการที่อนุภาคซิงค์ออกไซด์มาอยู่ใกล้กันจะมีแรงกระทำต่อกันเป็นแรงอย่างอ่อนที่เรียกว่าแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals force) จึงทำให้ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุผสมอาจลดลง

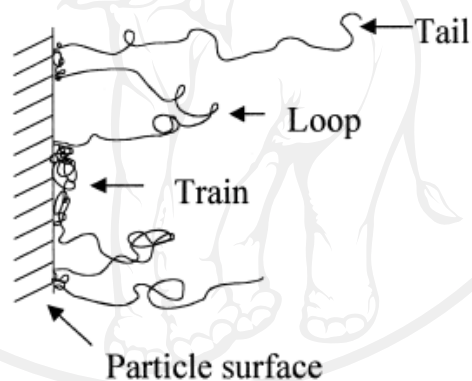
- การเพิ่มประสิทธิภาพอนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วย CTAB แสดงโครงสร้างดังรูป 4.24 และ SSS แสดงโครงสร้างดังรูป 4.25 ซึ่งจะเห็นว่ามีส่วนของโมเลกุลที่มีขั้วทำให้สามารถยึดติดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยแรงระหว่างขั้ว (dipole-dipole force) ได้ง่ายเนื่องจากอนุภาคซิงค์ออกไซด์แสดงประจุที่ผิวเป็นบวกเมื่ออยู่ในสารละลายน้ำ ซึ่งส่วนของโมเลกุลที่ไม่มีขั้วก็จะมีรูปแบบตามยึดติดที่ผิวอนุภาคได้หลายรูปแบบเช่น Tail, Loop และ Train แสดงดังรูป 4.26 ซึ่งในส่วนนี้เองที่จะช่วยให้อนุภาคซิงค์ออกไซด์สามารถกระจายตัวได้ดียิ่งขึ้น ซึ่งนอกจากจะช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวเฉพาะให้กับอนุภาคแล้วในส่วนนี้จะเป็นสารอินทรีย์ซึ่งมีความเป็นขั้วต่ำจึงเข้ากับยางธรรมชาติได้ง่าย



รูป 4.24 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของ Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB)[27]



รูป 4.25 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของ Sodium trisilicate solution (SSS) [12]



รูป 4.26 แสดงรูปแบบการยึดติดของสายโซ่โมเลกุลบนผิวอนุภาค Tail, Loop และ Train [28]

จากผลการทดสอบสมบัติเชิงกล และสมบัติเชิงความร้อน ทำให้ทราบว่า การเติมอนุภาค ซิงค์ออกไซด์ในยางธรรมชาตินั้นเป็นการเพิ่มสมบัติเชิงกลและสมบัติเชิงความร้อนให้แก่ยางธรรมชาติ โดยทำให้ยางธรรมชาติมีความแข็งแรง ยึดหยุ่นได้ดี มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีขึ้น และสมบัติต่างๆ เหล่านี้ทำให้สามารถนำวัสดุผสมยางธรรมชาติที่เสริมแรงด้วยอนุภาค ซิงค์ออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่อไปได้