

การประยุกต์ใช้เทคนิครามาน (Raman technique) ในการหาลักษณะเฉพาะของยางผสม

วีรศักดิ์ สมितिพงษ์¹ Michel Nardin² และ Jacques Schultz³

Abstract

Smitthipong, W.¹, Nardin, M.² and Schultz, J.²

Raman technique application for rubber blends characterization

Songklanakarin J. Sci. Technol., 2007, 29(6) : 1609-1618

Raman spectroscopy has been employed in a number of studies to examine the morphological changes in a variety of materials. It is a non-destructive analysis method and an equally useful method for the investigation of material structure. Recently, Raman spectroscopy has been developed to employ as an imaging instrumentation. Sample surface scanning in X- and Y-axis and sample depth (Z-axis) can be carried out by modifying the focus of the laser beam from the Raman microscope. Therefore, three-dimensional images can be thus built by using special software. The surface and bulk properties of immiscible rubber blend were investigated by Raman spectroscopy. The results obtained by Raman spectroscopy were in good agreement with those of Scanning Electron Microscope (SEM). The combination of Raman spectrometry and SEM clearly elucidates the identification of phases between the dispersed phase and the matrix (continuous phase) of the immiscible rubber blends.

Key words : elastomer, rubber blends, Raman spectroscopy, scanning electron microscope

¹Materials Research Laboratory, University of California, Santa Babara, CA 93106, USA. ²Institut de Chimie des Surface et Interfaces, CNRS-UPR 9069, 15 rue Jean Starcky, BP 2488, 68057 Mulhouse, France.

¹Ph.D. (Polymer Chemistry) Post-doctoral Researcher, Materials Research Laboratory, University of California, Santa Babara, CA 93106, USA. ²Ph.D. (Physical Chemistry) Directeur de recherche au CNRS, ³Ph.D. (Physical Chemistry) Prof., Institut de Chimie des Surface et Interfaces, CNRS-UPR 9069, 15 rue Jean Starcky, BP 2488, 68057 Mulhouse, France

Corresponding e-mail: wirasaks@mrl.ucsb.edu, wirasak_noom@yahoo.com

รับต้นฉบับ 22 พฤษภาคม 2549

รับลงพิมพ์ 1 กรกฎาคม 2550

บทคัดย่อ

วีรศักดิ์ สมิทธิพงษ์ Michel Nardin และ Jacques Schultz

การประยุกต์ใช้เทคนิครามาน (Raman technique) ในการหาลักษณะเฉพาะของยางผสม

ว. สงขลานครินทร์ วทท. 2550 29(6) : 1609-1618

รามานสเปกโตรสโกปี (Raman spectroscopy) ได้ถูกนำมาใช้ในการศึกษาการเปลี่ยนแปลงสัณฐานวิทยา (morphology) ของวัสดุชนิดต่าง ๆ โดยไม่ทำลายเนื้อวัสดุและยังใช้ในการศึกษาโครงสร้างของวัสดุได้ เมื่อเร็วๆ นี้ รามานสเปกโตรสโกปี ได้ถูกพัฒนามาใช้แสดงข้อมูลเชิงรูปภาพได้ นอกจากข้อมูลเชิงสเปกตรัมตามปกติแล้ว และสามารถทำการวัดตัวอย่างได้ถึงสามมิติ คือสามารถเลื่อนฐานรองกล้องจุลทรรศน์ที่มีตัวอย่างติดอยู่ได้ทั้งแนวตั้ง (แกน Y) และแนวนอน (แกน X) นอกจากนี้ยังสามารถปรับโฟกัสของเลเซอร์จากกล้องจุลทรรศน์ ทำให้สามารถวัดลึกลงไปในเนื้อตัวอย่างได้ (แกน Z) หลังจากนั้นจะนำข้อมูลทั้งสามแกนมาประมวลผลอีกครั้งโดยใช้ซอฟต์แวร์พิเศษที่เขียนขึ้นมาโดยเฉพาะ ทำให้สามารถเห็นเป็นโครงสร้าง 3 มิติได้ งานวิจัยนี้ได้ศึกษาสมบัติที่พื้นผิวและในเนื้อวัสดุของยางผสมชนิดที่เข้ากันไม่ได้โดยใช้รามานสเปกโตรสโกปี พบว่า ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากรามานสเปกโตรสโกปีสามารถนำมาใช้สนับสนุนผลการวิเคราะห์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ การนำเทคนิคทั้งสองนี้มาใช้ร่วมกันทำให้สามารถแก้ปัญหาการหาเอกลักษณ์ (identification) ของเฟส ระหว่างเฟสย่อยและเฟสหลักสำหรับยางผสมชนิดที่เข้ากันไม่ได้

ในปัจจุบัน การผสมยางตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปมีความสำคัญมากขึ้นสำหรับการนำไปใช้ประโยชน์ทั้งทางด้านวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม เนื่องจากของผสมที่ได้จะมีสมบัติเฉพาะที่ไม่สามารถพบได้ในยางชนิดเดียว ยางแต่ละชนิดมีสมบัติที่เด่นและด้อยแตกต่างกันไป เช่น ยางธรรมชาติ (natural rubber, NR) มีสมบัติเชิงกลที่ดี แต่ไม่ทนทานต่อน้ำมัน ในขณะที่ยางไนไตรล์ดัดแปรประเภท hydrogenated acrylonitrile butadiene rubber (HNBR) มีสมบัติเชิงกลที่ไม่ดี แต่สามารถทนต่อน้ำมันและความร้อนได้ดี ดังนั้นการผสมของยางทั้งสองชนิด จะทำให้เสริมสมบัติที่ดีของยางทั้งสองชนิด นั่นคือ ยางที่ได้จะมีสมบัติเชิงกลที่ดี และสามารถทนทานต่อน้ำมันได้ การผสมยางชนิดต่างๆ เข้าด้วยกันมักเกิดจากการรวมตัวกันด้วยแรงทางฟิสิกส์ที่ไม่ใช่พันธะทางเคมี (covalent bond) เช่น การบดผสม เป็นต้น สมบัติเชิงฟิสิกส์ของยางผสมจึงขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ เช่น ธรรมชาติของยาง (nature of rubber) สัดส่วนของยางที่ใช้ (blend composition) สัณฐานวิทยาของยางผสม (blend morphology) เป็นต้น โดยทั่วไป เราสามารถใช้สัณฐานวิทยาของยางผสมเป็นตัวบ่งชี้การเข้ากันของยางผสม (blend compatibility) (Tinker and Jones, 1998)

รามานสเปกโตรสโกปี (Raman spectroscopy)

ได้ถูกนำมาใช้ในการศึกษาการเปลี่ยนแปลงสัณฐานวิทยา (morphology) ของวัสดุชนิดต่างๆ เช่น พอลิเมอร์ โลหะ เซรามิก และโมเลกุลทางชีวภาพ เป็นต้น (Maslar, 2001) เมื่อเร็วๆ นี้ รามานสเปกโตรสโกปีได้ถูกพัฒนามาใช้แสดงข้อมูลเชิงรูปภาพได้ (Blach, 2005) นอกจากข้อมูลเชิงสเปกตรัมตามปกติแล้ว วิธีนี้ยังมีข้อดีต่างจากสเปกโตรสโกปีอื่นๆ คือ มีความละเอียดในการวิเคราะห์ได้ถึงไมโครเมตร และการที่สามารถปรับโฟกัสของเลเซอร์จากกล้องจุลทรรศน์ของรามานได้ (confocal microscope) ทำให้สามารถทำการวิเคราะห์ได้ลึกลงไปในเนื้อวัสดุ แต่มีข้อจำกัดของวัสดุที่ต้องเป็นวัสดุที่โปร่งแสงเท่านั้น

งานวิจัยนี้ได้นำเสนอการใช้รามานสเปกโตรสโกปีในการหาลักษณะเฉพาะของยางผสมระหว่างยางพอลิไอโซพรีนสังเคราะห์ (synthetic polyisoprene rubber, IR) ซึ่งมีโครงสร้างทางเคมีเหมือนยางธรรมชาติ และยางไนไตรล์ดัดแปรประเภท hydrogenated acrylonitrile butadiene rubber (HNBR) ซึ่งนับเป็นงานวิจัยใหม่ที่ประยุกต์ใช้เทคนิครามาน (Raman technique) ในการหาเอกลักษณ์ (identification) และการกระจายตัวของอนุภาค (size distribution) ของยางผสม ทั้งที่พื้นผิวและภายในของยางผสม ประกอบกับการพัฒนาเทคนิคนี้ด้วยการเขียนซอฟต์แวร์พิเศษ

ขึ้นเพื่อสร้างภาพจำลองสามมิติจากข้อมูลของรามานที่ได้ จะทำให้สามารถวิเคราะห์พื้นฐานวิทยาของยางผสมได้ดีขึ้น (Smitthipong, 2005)

ขั้นตอนการเตรียมยางผสม

สำหรับยาง IR ที่ใช้เป็นเกรด Natsyn 2200 จาก Goodyear Tire and Rubber Company ซึ่งผ่านกระบวนการผลิตโดยใช้คะตะลิสต์ชนิด Ziegler จึงทำให้มีโครงสร้างทางเคมีใกล้เคียงกับยางธรรมชาติมาก โดยประกอบด้วยโครงสร้างของซิส-1,4-พอลิไอโซพรีน ประมาณ 96-98% (Smitthipong *et al.*, 2004) ส่วนยาง HNBR ที่ใช้เป็นเกรด Therban® A 3907 จาก Bayer AG ผลิตโดยการผ่านกระบวนการเติมไฮโดรเจนเข้าไปยังยางไนไตรล์ (nitrile rubber, NBR) ซึ่งทำให้มีปริมาณของยางไนไตรล์อยู่ 39% โดยน้ำหนัก (Marshall, 1990) และมีสัดส่วนของการเติมไฮโดรเจน (hydrogenation degree) อยู่ที่ 99% โดยโมลสมบัติทางกายภาพของยาง IR และยาง HNBR ได้ถูกศึกษาไว้โดย Smitthipong และคณะ (2007)

ก่อนทำการผสม ยาง IR ได้ถูกบดโดยใช้เครื่องบดผสมระบบปิด (internal mixer) ซึ่งมีปริมาตรของห้องบด 50 ลบ.ซม. ใช้ความเร็วของหัวบด 30 รอบ/นาที เป็นเวลา 20 นาที ที่อุณหภูมิ 70°C เพื่อทำให้ค่าความหนืดภายใน (intrinsic viscosity, $[\eta]$) ลดลงจาก 225 มล./กรัม เป็น 130 มล./กรัม แล้วจึงนำมาผสมเข้ากับยาง HNBR ($[\eta] \approx 123$ มล./กรัม) โดยใช้ความเร็วของหัวบด 30 รอบ/นาที เป็นเวลา 25 นาที ที่อุณหภูมิ 80°C ยางผสมระหว่างยาง IR และยาง HNBR ที่เตรียมได้จะถูกเรียกเป็นรหัสตามปริมาณของยาง IR ในยางผสม เช่น ยางผสม 10IR จะสัมพันธ์กับยางผสมที่มีปริมาณยาง IR อยู่ 10% โดยน้ำหนัก และยาง HNBR อยู่ 90% โดยน้ำหนัก

รามานสเปกโตรสโกปี (Raman spectroscopy)

รามานสเปกโตรสโกปีที่ใช้ ประกอบด้วย เลเซอร์ที่ได้จาก He-Ne ที่ความยาวคลื่น 633 นม. ใช้กำลัง 17 มิลลิวัตต์ ที่ความละเอียด 1 cm^{-1} แล้วยังประกอบไปด้วยกล้องจุลทรรศน์พร้อมฐานรอง (Olympus BX40, LabRam) ซึ่งประกอบไปด้วยเลนส์ขนาดต่างๆ คือ 10 เท่า 50 เท่า และ 100 เท่า ระบบกรองแสงและเครื่องบันทึกสัญญาณแบบ

Charge Coupled Device detector โดยใช้ silicon wafer ในการสอบเทียบ (calibration) สเปกตรัม ที่เลขที่คลื่น (wavenumber) 520.5 cm^{-1} สามารถทำการวัดตัวอย่างได้ถึงสามมิติ คือ สามารถเลื่อนฐานรองกล้องจุลทรรศน์ที่มีตัวอย่างติดอยู่ได้ทั้งแนวตั้ง (แกน Y) และแนวนอน (แกน X) นอกจากนี้ยังสามารถปรับโฟกัสของเลเซอร์จากกล้องจุลทรรศน์ ทำให้สามารถวัดลึกลงไปในตัวตัวอย่างได้ (แกน Z) สำหรับจุดเลเซอร์ที่ฉายไปยังตัวอย่างจะมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1 ไมโครเมตร

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Philips 525M) ที่ใช้พลังงานกระตุ้น 30 กิโลโวลต์ ได้ถูกนำมาใช้ศึกษาพื้นฐานวิทยาของยางผสม โดยการนำตัวอย่างที่ผ่านการทดสอบด้วยรามานสเปกโตรสโกปีแล้วมาแช่ในไนโตรเจนเหลว เพื่อให้ตัวอย่างแข็งตัวสำหรับทำการหักชิ้นตัวอย่างเพื่อดูผิวหน้า (cryogenically fracture) แล้วจึงนำไปบันทึกภาพ

การหาลักษณะเฉพาะของยางผสม (rubber blends characterization)

ช่วงเลขที่คลื่นของรามานสเปกตรัมสำหรับยาง IR และยาง HNBR แสดงดัง Table 1 (Cocrates, 2001) และรามานสเปกตรัมสำหรับยาง IR และยาง HNBR แสดง

Table 1. Vibrational modes of Raman principle bands for IR and HNBR.

Wavenumbers (cm^{-1})	Attribution
IR	
2910	CH_3 stretch
1665	C=C stretch
1450	CH_2 deformation
1378	CH_3 deformation
HNBR	
2899	CH_3 stretch
2855	CH_2 stretch
2236	C \equiv N stretch
1440	CH_2 deformation

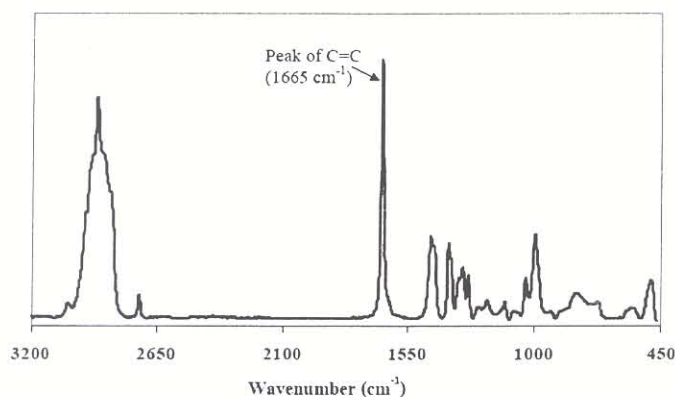


Figure 1. Raman spectra of raw IR.

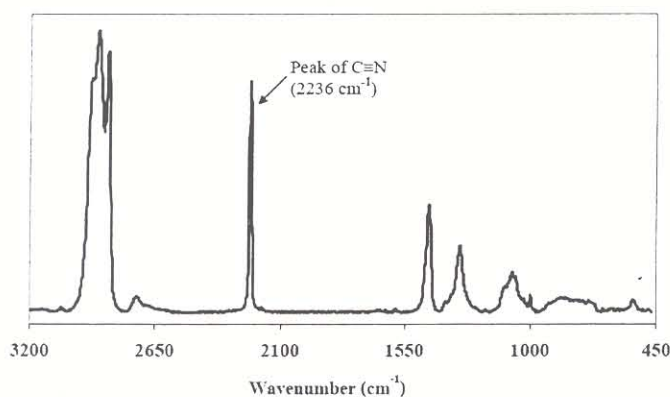


Figure 2. Raman spectra of raw HNBR.

ตั้ง Figure 1 และ 2 ตามลำดับ พบว่า รามานสเปกตรัมสำหรับยาง IR แสดงเลขที่คลื่น 1665 cm^{-1} เฉพาะสำหรับ C=C stretching vibrational bond (Smithipong, 2005) ซึ่งไม่ปรากฏในรามานสเปกตรัมสำหรับยาง HNBR ในทางตรงข้ามกันรามานสเปกตรัมสำหรับยาง HNBR แสดงเลขที่คลื่น 2236 cm^{-1} เฉพาะสำหรับ C≡N stretching vibrational bond (Zhao, 1994) ซึ่งไม่ปรากฏในรามานสเปกตรัมสำหรับยาง IR เช่นกัน ดังนั้นจึงสามารถใช้ความแตกต่างของเลขที่คลื่นจากรามานสเปกตรัมในการหาลักษณะเฉพาะของยางผสมระหว่างยาง IR และยาง HNBR ได้ต่อไป

จาก Figure 3 แสดงรามานสเปกตรัมที่พื้นผิวของยางผสม 50IR (ซ้ายมือ) และแสดงรูปภาพที่ได้จากการประมวลผลของรามานสเปกตรัมโดยเลื่อนตัวอย่างในแนวตั้ง

(แกน Y) และแนวนอน (แกน X) ทุกๆ 10 ไมโครเมตร โดยช่วงเวลาที่ใช้สร้างรูปภาพขึ้นอยู่กับจำนวนสเปกตรัมที่นำมาประมวลผล (ขวามือ) พบว่า อนุภาคของยาง HNBR (dispersed phase) กระจายตัวอยู่ในยาง IR (continuous phase) จากผลการวิเคราะห์นี้ชี้ชัดได้ว่ารามานสเปกโตรสโกปีสามารถนำมาใช้ศึกษาสัณฐานวิทยาของยางผสมได้ และจากการปรับโฟกัสของเลเซอร์จากกล้องจุลทรรศน์ ทำให้สามารถวัดเข้าไปในเนื้อยางผสม 50IR ที่ความลึกจากพื้นผิวลงไปตั้งแต่ 0-10 ไมโครเมตร โดยแต่ละชั้นจะห่างกัน 2 ไมโครเมตร (Figure 4) พบว่า อนุภาคของยาง HNBR ยังคงกระจายตัวอยู่ในยาง IR สำหรับยางผสม 50IR ที่ระดับความลึกต่างๆ เนื่องจากยาง HNBR มีความหนืด ($[\eta] \cong 123$ มล./กรัม) ต่ำกว่าความหนืดของยาง IR ($[\eta] \cong 130$ มล./กรัม) เป็นที่ทราบกันดีว่าเฟสที่กระจายตัวของของผสม

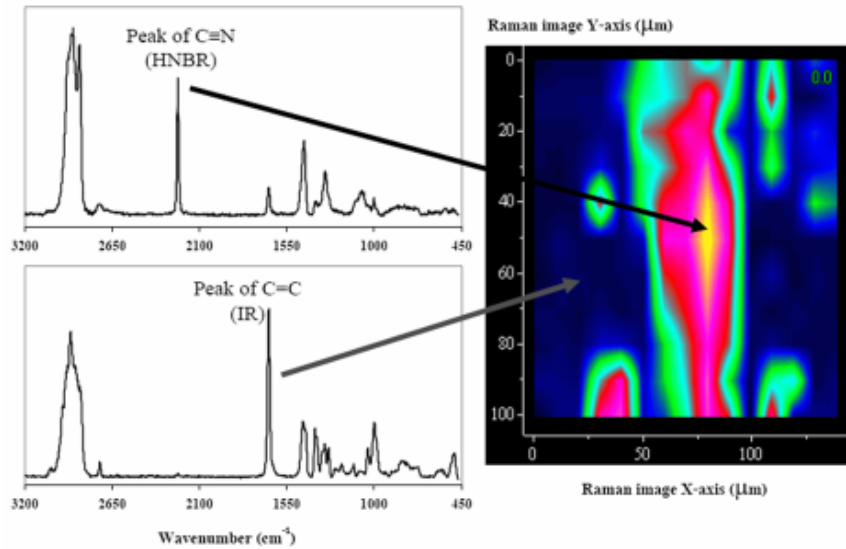


Figure 3. Spectra (left) and image (right) of Raman spectrometry of the blends 50IR at the surface.

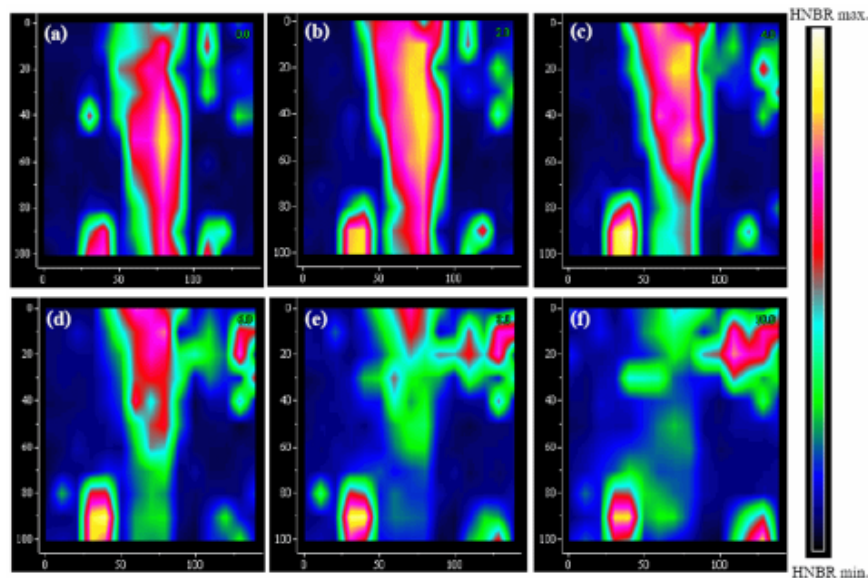


Figure 4. Raman image at various depths of blends 50IR: (a) at surface; (b) at 2 μm depth from the surface; (c) at 4 μm depth from the surface; (d) at 6 μm depth from the surface; (e) at 8 μm depth from the surface; (f) at 10 μm depth from the surface.

(Color figure can be viewed in the electronic version)

มักจะมีความหนืดต่ำกว่าเฟสหลักเสมอ (Jones and Richards, 1999) การวิเคราะห์ที่ได้นี้ให้ผลคล้ายคลึงกับผลการวิจัยของยางผสมชนิดอื่นๆ เช่น Hamed (1981) ได้พบว่า อนุภาคของยางสไตรีนบิวตาไดอีน (styrene-butadiene rubber,

SRB) กระจายตัวอยู่ในเฟสหลักของยางธรรมชาติ (NR) ที่ความเข้มข้นของยางผสม 50% โดยน้ำหนัก

จาก Figure 4 แสดงรูปภาพที่ได้จากการประมวลผลของรามานสเปกตรัมสำหรับยางผสม 50IR ที่ระดับความลึก

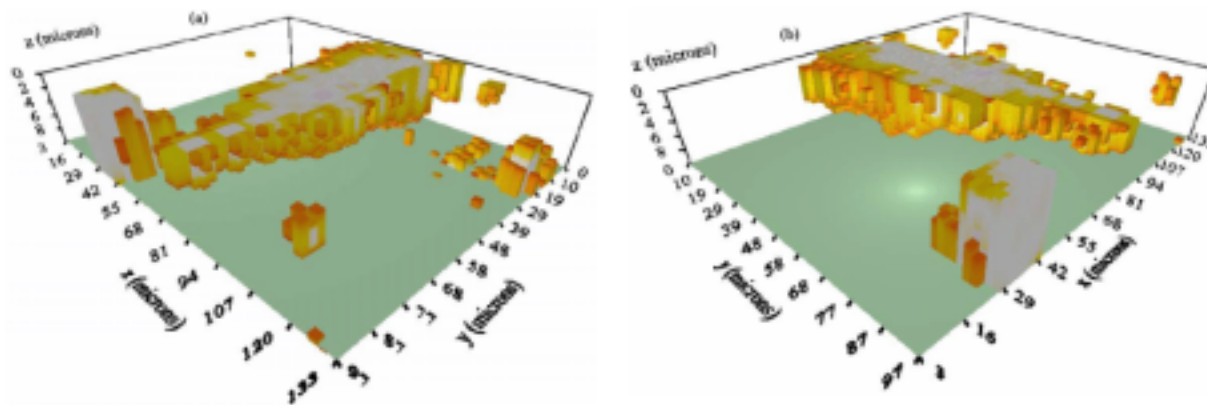


Figure 5. 3D images of blends 50IR present HNBR particles disperse in an IR continuous phase with two orientations (a) and (b) perpendicular.

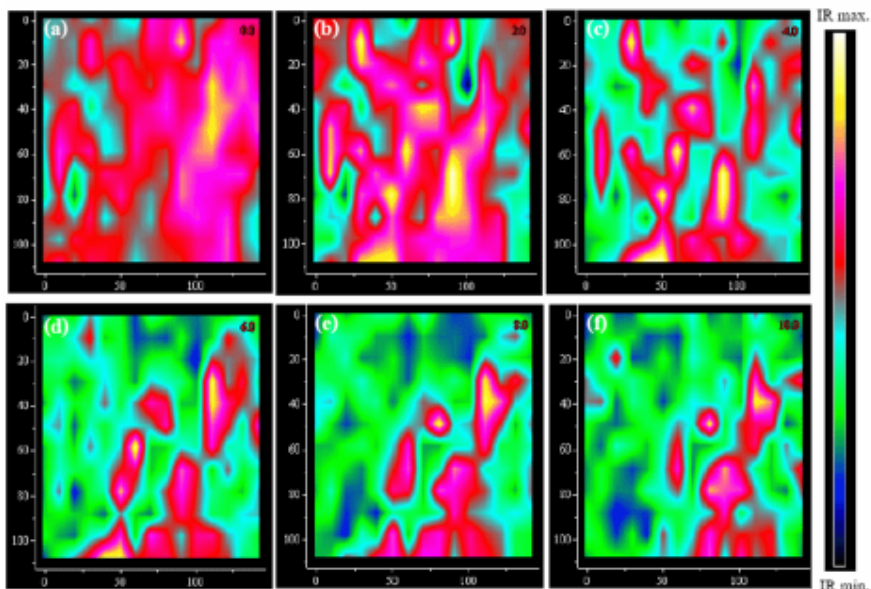


Figure 6. Raman image at various depths of blends 30IR: (a) at surface; (b) at 2 μm depth from the surface; (c) at 4 μm depth from the surface; (d) at 6 μm depth from the surface; (e) at 8 μm depth from the surface; (f) at 10 μm depth from the surface.

(Color figure can be viewed in the electronic version)

ต่างๆ ในลักษณะ 2 มิติ ซึ่งจะถูกนำมาประมวลผลอีกครั้ง โดยใช้ซอฟต์แวร์พิเศษที่เขียนขึ้นมาโดยเฉพาะ ทำให้สามารถเห็นเป็นโครงสร้าง 3 มิติได้ในทิศทางต่างๆ กัน (Figure 5a และ 5b) จึงทำให้ช่วยวิเคราะห์พื้นฐานวิทยาของยางผสมได้ดีขึ้น จากรูป 3 มิติที่ได้สนับสนุนผลการวิเคราะห์ว่า ยาง HNBR เป็น dispersed phase กระจายอยู่ในยาง IR ซึ่งเป็น continuous phase

เราสามารถ应用技术เดียวกันนี้กับยางผสมที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้ จาก Figure 6 แสดงรูปภาพที่ได้จากการประมวลผลของรามานสเปกตรัมสำหรับยางผสม 30IR ที่ความลึกจากพื้นผิวลงไปตั้งแต่ 0-10 ไมโครเมตร พบว่าเฟสของยาง IR แสดงลักษณะคล้าย dispersed phase แต่ไม่สามารถแยกออกจากเฟสของยาง HNBR ได้อย่างชัดเจนเหมือนกับในกรณีของ 50IR ผลการวิเคราะห์ที่ได้นี้คล้ายคลึง

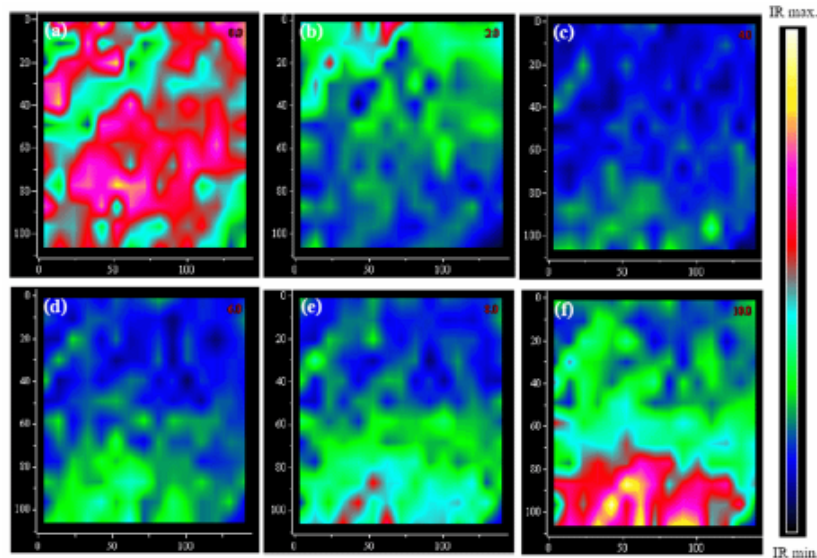


Figure 7. Raman image at various depths of blends 20IR: (a) at surface; (b) at 2 μm depth from the surface; (c) at 4 μm depth from the surface; (d) at 6 μm depth from the surface; (e) at 8 μm depth from the surface; (f) at 10 μm depth from the surface.

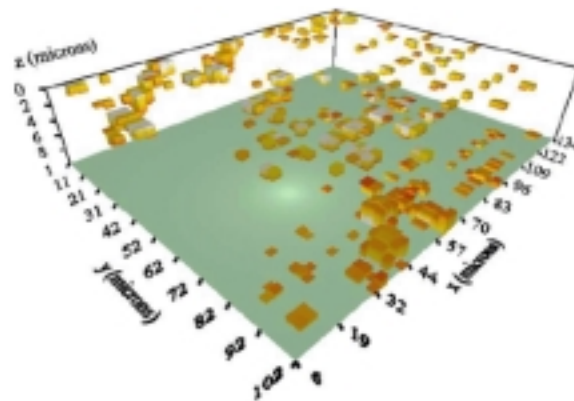


Figure 8. 3D image of blends 20IR presents IR particles disperse in a HNBR continuous phase.
(Color figure can be viewed in the electronic version)

กับผลการวิจัยของ George และคณะ (1995) ที่ได้แสดงว่า อนุภาคของยางไนไตรล์ (NBR) กระจายตัวอยู่ในเฟสหลักของพอลิพรอพิลีน (polypropylene, PP) ที่ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ผสม 50% โดยน้ำหนัก แต่กลับพบลักษณะที่พอลิเมอร์ทั้งสองชนิดผสมกันอยู่โดยไม่สามารถแยกเฟสได้ชัดเจนที่ความเข้มข้น 70% โดยน้ำหนักของยาง NBR นอกจากนี้ Figure 6 ยังแสดงอีกว่ามีปริมาณของยาง IR อยู่มากที่พื้นผิวของยางผสม 30IR แต่อย่างไรก็ตาม ผลการ

ทดสอบในลักษณะที่คล้ายคลึงกันนี้ยังตรวจพบในยางผสม 20IR เช่นกันคือ มีปริมาณของยาง IR อยู่มากที่พื้นผิวของยางผสม 20IR (Figure 7) แต่กลับพบว่าอนุภาคของยาง IR กระจายตัวอยู่ในยาง HNBR ซึ่งสามารถตรวจสอบได้ชัดเจนกว่าจากรูปภาพแสดงโครงสร้าง 3 มิติ (Figure 8) ผลการวิเคราะห์ของ 20IR คล้ายคลึงกับผลการวิจัยของ Sirisinha และคณะ (2001) ซึ่งพบว่า อนุภาคของยางธรรมชาติกระจายตัวอยู่ในเฟสหลักของยาง NBR ที่ความ

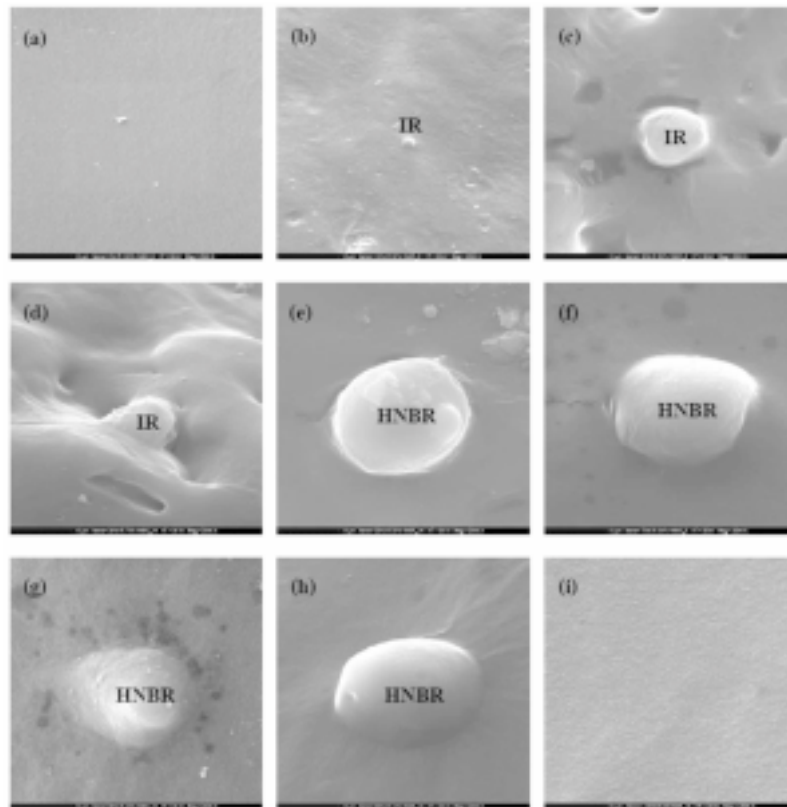


Figure 9. SEM photographs of the freezing fracture surfaces of raw rubbers and rubber blends (original magnification x 2500): (a) HNBR, (b) 10IR, (c) 20IR, (d) 30IR, (e) 50IR, (f) 70IR, (g) 80IR, (h) 90IR; (i) IR [↔ 10 μm].

เข้มข้น 20% โดยน้ำหนักของยางธรรมชาติ ดังนั้นที่ความเข้มข้นของยาง IR 30% โดยน้ำหนักของยางผสม (30IR) น่าจะเป็นจุดเริ่มต้นของการเปลี่ยนแปลงของเฟส ระหว่างเฟสหลักและเฟสย่อย ถ้าความเข้มข้นของยาง IR ต่ำกว่า 30% โดยน้ำหนักของยางผสม ยาง IR จะกระจายตัวอยู่ในยาง HNBR แต่ถ้าความเข้มข้นของยาง IR สูงกว่า 30% โดยน้ำหนักของยางผสม ยาง HNBR จะกระจายตัวอยู่ในยาง IR โดยตัวอย่างของยางผสมเหล่านี้จะถูกทำการทวนสอบอีกครั้งด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) ต่อไป

เราสามารถสรุปได้ว่า รูปภาพที่ได้จากการประมวลผลของรามานสเปกตรัมสำหรับยางผสมประกอบไปด้วยพื้นที่สองส่วนคือ ส่วนที่เป็นพื้นหรือเฟสหลัก (continuous phase หรือ matrix) และส่วนที่มีลักษณะคล้ายอนุภาคกระจายตัวอยู่ (dispersed phase) โดยรูปทรงของเฟสทั้งสองขึ้นอยู่กับ

กับความหนืดของยางทั้งสองเฟส

นอกจากนี้สำหรับยางผสมระหว่างยาง IR และยาง HNBR พบว่ามีปริมาณของยาง IR อยู่มากที่พื้นผิวของยางผสม ซึ่งสอดคล้องกับค่าพลังงานพื้นผิว (surface energy, γ) ของยาง IR ที่มีค่าค่อนข้างต่ำกว่าค่าของยาง HNBR ($\gamma_{IR} = 31.5$ มจ./เมตร² และ $\gamma_{HNBR} = 34.8$ มจ./เมตร²) โดยยาง IR ที่ปรากฏที่พื้นผิวของยางผสมจะช่วยลดพลังงานระหว่างเฟส (interfacial energy) ระหว่างยางผสมและอากาศได้ (Smítthipong *et al.*, 2007) ผลที่ได้นี้สนับสนุนกับผลการวิจัยสำหรับของผสมชนิดอื่นๆ เช่น คอมโพสิตเป็นต้น (Jones and Richards, 1999)

เราสามารถทำการทวนสอบผลการวิเคราะห์ของรามานสเปกโตรสโกปีได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Figure 9) พบว่าสัณฐานวิทยาของยางผสมแสดงโครงสร้างเป็นสองเฟสเช่นกัน โดยมีเฟสที่เป็นอนุภาคกระจาย

อยู่ในเฟสหลัก นอกจากนี้ยังพบว่าอนุภาคของยาง IR จะกระจายตัวอยู่ในเฟสหลักของยาง HNBR โดยที่ความเข้มข้นของยาง IR ไม่เกิน 30% โดยน้ำหนัก และตั้งแต่ความเข้มข้นนี้เป็นต้นไปจะเกิดการเปลี่ยนแปลงของเฟส โดยยาง IR จะกลายเป็นเฟสหลักแทน สำหรับผลการทวนสอบที่ได้สนับสนุนผลการวิเคราะห์จากรามานสเปกโตรสโกปี โดยทั่วไปของผสมจะแสดงสัญญาณวิทยาที่ชัดเจนของอนุภาคของเฟสย่อย (minority phase) กระจายตัวอยู่ในเฟสหลัก (majority phase) โดยขนาดของอนุภาคจะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของเฟสย่อย จาก Figure 9 พบว่า ขนาดอนุภาคของยาง HNBR ก่อนข้างจะคงที่และมีขนาดใหญ่กว่ายาง IR ทั้งนี้สามารถอธิบายได้จากความแตกต่างระหว่างความหนืด และ/หรือพลังงานพื้นผิวของทั้งสองเฟส ผลการวิเคราะห์ที่ได้นี้เป็นไปตามผลการวิจัยของ Dao (1984), Thomas (1999) และ Kukaleva (2000) สำหรับตัวอย่างของของผสมระบบต่าง ๆ เป็นอย่างดี

บทสรุป

รามานสเปกโตรสโกปี สามารถใช้ในการหาลักษณะเฉพาะของยางผสมได้ จากรูปภาพประมวลผลของรามานสเปกตรัมสำหรับยางผสม สามารถชี้บ่งถึงลักษณะการกระจายตัวของเฟสได้ โดยการใช้ซอฟต์แวร์พิเศษที่เขียนขึ้นมาใหม่จะช่วยสนับสนุนผลการวิเคราะห์สัญญาณวิทยาของยางผสมที่ได้จากรามานสเปกโตรสโกปีได้ดี อย่างไรก็ตามซอฟต์แวร์พิเศษนี้กำลังถูกพัฒนาให้มีความแม่นยำยิ่งขึ้น ซึ่งจะมีประโยชน์อย่างมากในการช่วยประกอบผลการวิเคราะห์สัญญาณวิทยาของวัสดุ นอกจากนี้ยังพบอีกว่าสัญญาณวิทยาของยางผสมขึ้นอยู่กับสัดส่วนของยางที่ใช้ ซึ่งสัญญาณวิทยาของยางผสมที่พบแสดงโครงสร้างเป็นสองเฟส โดยมีเฟสที่เป็นอนุภาคกระจายตัวอยู่ในเฟสหลัก โดยอนุภาคของยาง IR จะกระจายตัวอยู่ในเฟสหลักของยาง HNBR ตรงเท่าที่ความเข้มข้นของยาง IR ไม่เกิน 30% โดยน้ำหนักของยางผสม และตั้งแต่ความเข้มข้นที่มากกว่าความเข้มข้นนี้เป็นต้นไปจะเกิดการเปลี่ยนแปลงของเฟส โดยยาง IR จะกลายเป็นเฟสหลักแทน สำหรับผลการวิเคราะห์ที่ได้จากรามานสเปกโตรสโกปีสามารถนำมาใช้สนับสนุนผลการวิเคราะห์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้อีกด้วย

เอกสารอ้างอิง

- Blach, J.-F., Daoudi, A., Buisine, J.-M. and Bormann, D. 2005. Raman mapping of polymer dispersed liquid crystal, *Vib. Spectrosc.*, 39 : 31-36.
- Cocrates, G. 2001. Infrared and Raman Characteristic Group Frequencies Tables and Charts, John Wiley & Sons Ltd., 3rd edition, Chichester.
- Dao, K.C. 1984. Rubber phase dispersion in polypropylene, *Polymer*, 25 : 1527-1533.
- George, S., Joseph, R., Thomas, S. and Varughese, K.T. 1995. Blends of Isotactic Polypropylene and Nitrile Rubber - Morphology, Mechanical Properties - and Compatibilization, *Polymer*, 36 : 4405-4416.
- Hamed, G.R. 1981. Tack and Green Strength of NR, SBR and NR-SBR Blends, *Rubber Chem. Technol.*, 54 : 403-414.
- Jones, R.A.L. and Richards, R.W. 1999. *Polymers at Surfaces and Interfaces*, Cambridge University Press, Cambridge.
- Kukaleva, N., Jollands, M., Cser, F. and Kosior, E. 2000. Influence of phase structure on impact toughening of isotactic polypropylene by metallocene-catalyzed linear low-density polyethylene, *J. Appl. Polym. Sci.*, 76 : 1011-1018.
- Marshall, A.J., Jobe, I.R., Dee, T. and Taylor, C. 1990. Determination of the degree of hydrogenation in hydrogenated nitrile-butadiene rubber (HNBR), *Rubber Chem. Technol.*, 36 : 244-255.
- Maslar, J.E., Hurst, W.S., Bowers Jr., W.J., Hendricks, J.H., Aquino, M.I. and Levin, I. 2001. *In situ* Raman spectroscopy investigation of chromium surfaces under hydrothermal conditions, *Appl. Surf. Sci.*, 180 : 102-118.
- Sirisinha, C., Bualek-Limcharoen, S. and Thunyarittikorn, J. 2001. Relationships among blending conditions, size of dispersed phase, and oil resistance in natural rubber and nitrile rubber blends, *J. Appl. Polym. Sci.*, 82 : 1232-1237.
- Smitthipong, W. 2005. Study of adhesive and self-adhesive properties of rubbers and rubber blends, Ph.D. Thesis, University of Haute Alsace, France.
- Smitthipong, W., Nardin, M., Schultz, J., Nipithakul, T. and Suchiva, K. 2004. Study of tack properties of uncrosslinked natural rubber, *J. Adhesion Sci. Technol.*, 18 : 1449-1463.

- Smítthipong, W., Nardin, M., Schultz, J. and Suchiva, K. 2007. Adhesion and self-adhesion of rubbers, crosslinked by electron beam irradiation. *Intl. J. Adhesion & Adhesives*, 27 : 352-357.
- Thomas, S. and Groeninckx, G. 1999. Nylon 6/ethylene propylene rubber (EPM) blends: Phase morphology development during processing and comparison with literature data, *J. Appl. Polym. Sci.*, 71 : 1405-1425.
- Tinker, A.J. and Jones, K.P. 1998. *Blends of Natural Rubber: Novel Techniques for Blending with Speciality Polymers*, Chapman & Hall Ltd., London.
- Zhao, W., Yu, L., Zhong, X., Zhang, Y. and Sun, J. 1994. Radiation vulcanization of hydrogenated acrylonitrile butadiene rubber (HNBR), *J. Appl. Polym. Sci.*, 54 : 1199-1205.