

การปรับปรุงสมบัติห่วงโซ่ของเอบีเอสและออร์แกโนมอนอเมอร์ลิลโลไนต์นาโนคอมพอสิตด้วย  
สารประกอบซิลิกอนที่เตรียมจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร



นางสาวศิริลักษณ์ บุญไกร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต

สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2552

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



IMPROVEMENT OF FLAME RETARDANT PROPERTIES OF  
ABS/ORGANOMONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES WITH SILICON COMPOUNDS  
PREPARED FROM AGRICULTURAL WASTES

Miss Sirilak Boonkrai

A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Doctor of Philosophy Program in Materials Science

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2009

Copyright of Chulalongkorn University

**522395**



ศิริลักษณ์ บุญไกร: การปรับปรุงสมบัติหน่วงไฟของเอบีเอสและออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิตด้วยสารประกอบซิลิกอนที่เตรียมจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร. (IMPROVEMENT OF FLAME RETARDANT PROPERTIES OF ABS / ORGANO MONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES WITH SILICON COMPOUNDS PREPARED FROM AGRICULTURAL WASTES) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : รศ.ดร.ดวงดาว อัจจงค์, 151 หน้า

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมและปรับปรุงสมบัติหน่วงไฟของอะครีโลไนไตรล์-บิวตะไดอีน-สไตรีน (เอบีเอส) โดยปรับเปลี่ยนปริมาณของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร ชนิดของซิลิกาเทรน และปริมาณของออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์ (โอเอ็มที) ซิลิกาถูกสกัดจากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรคือ แกลบและซังข้าวโพด โดยวิธีไฮโดรลิซิสด้วยกรด ซิลิกาที่สกัดจากแกลบและซังข้าวโพดนี้ถูกดัดแปรพื้นผิวด้วยสารประสานไวนิลไตรเมทอกซีไซเลนและ 3-อะมิโนโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลนก่อนผสมกับเอบีเอสและออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์ที่อัตราส่วนต่างๆ ด้วยเทคนิคหลอมเหลวโดยใช้เครื่องอัดรีดเกลียวหนอนคู่ จากนั้นซิลิกาจากแกลบและซังข้าวโพดได้ถูกนำไปเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกาเทรน ซิลิกาเทรนที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปผสมกับเอบีเอสและออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์ที่ปริมาณต่างๆ ศึกษาผลของสารประสานและชนิดของซิลิกาเทรนที่มีต่อสมบัติหน่วงไฟและสมบัติเชิงกลของเอบีเอสนาโนคอมพอสิต

ผลการศึกษาพบว่าสารประสาน 3-อะมิโนโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน เหมาะสำหรับกราฟต์บนพื้นผิวซิลิกา เอบีเอสที่ประกอบด้วยออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ซิลิกาที่ดัดแปรพื้นผิวด้วย 3-อะมิโนโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลนร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก และซิลิกาเทรนจากซังข้าวโพดร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ให้ประสิทธิภาพหน่วงไฟที่ดีที่สุดซึ่งมีค่าอัตราการเผาไหม้ต่ำสุดที่ 18.35 มิลลิเมตรต่อนาที ค่าเปอร์เซ็นต์ออกซิเจนอินเด็กซ์สูงสุดที่ 19.6 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้พบว่าสามารถลดอัตราการเผาไหม้ลงถึง 70.64 เปอร์เซ็นต์ และเพิ่มค่าเปอร์เซ็นต์ออกซิเจนอินเด็กซ์ถึง 13.29 เปอร์เซ็นต์เมื่อเปรียบเทียบกับผลของเอบีเอสที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่งใด ผลของการส่องด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่านและเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์พบว่าเอบีเอส / ออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์ / ซิลิกาที่ผ่านการดัดแปร / ซิลิกาเทรนนาโนคอมพอสิตมีโครงสร้างแบบแทรกสอดและแบบกระจายอิสระ อนุภาคของซิลิกาที่ดัดแปรและออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์ถูกพบว่ากระจายและอยู่ในสไตรีน-อะครีโลไนไตรล์เมตริกซ์ นอกจากนี้ออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์และซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรสามารถเพิ่มสมบัติหน่วงไฟของเอบีเอสเมตริกซ์ เนื่องจากผลของซินนิจิสติกะหว่างออร์แกโนมอนต์มอริลโลไนต์และซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรระหว่างการเผาไหม้ของเอบีเอสโดยเกิดเก็บปกคลุมพื้นผิว สมบัติความทนต่อแรงดึงและมอดุลัสยืดหยุ่นเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรและซิลิกาเทรนเพิ่มขึ้น ในขณะที่สมบัติความทนต่อแรงกระแทกลดลงทั้งนี้อาจเป็นเพราะความแข็งของซิลิกาและซิลิกอนในซิลิกาเทรน นอกจากนี้พบว่าสมบัติความทนต่อแรงดึงระหว่างเอบีเอสนาโนคอมพอสิตที่ประกอบด้วยซิลิกาที่สกัดจากแกลบและซังข้าวโพดไม่แตกต่างกันเท่าไรนักและมีค่าใกล้เคียงกับเอบีเอสนาโนคอมพอสิตที่ประกอบด้วยซิลิกาทางการค้า

ภาควิชา.....วัสดุศาสตร์.....

ลายมือชื่อนิสิต.....

สาขาวิชา.....วัสดุศาสตร์.....

ลายมือชื่ออ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....

ปีการศึกษา.....2552.....

# #4773870423 : MAJOR MATERIALS SCIENCE

KEYWORDS : ABS / GRAFTED SILICA / FLAME RETARDANT / MELT-BLENDING /  
NANOCOMPOSITES / MONTMORILLONITE

SIRILAK BOONKRAI : IMPROVEMENT OF FLAME RETARDANT PROPERTIES OF ABS /  
ORGANOMONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES WITH SILICON COMPOUNDS  
PREPARED FROM AGRICULTURAL WASTES. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF.  
DUANGDAO AHT-ONG, Ph.D., 151 pp.

This research involves an improvement of flame retardant properties of acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) by varying type and amount of modified silica, type of silatrane, and organomontmorillonite (OMT) loading. The silica was extracted from agricultural wastes such as rice husk and corn cob by acid hydrolysis. The obtained rice husk silica (RHS) and corn cob silica (CCS) were surface-modified with silane coupling agents, i.e., vinyltrimethoxysilane (VTMO) and 3-aminopropyltrimethoxysilane (AMMO) before blending with ABS and OMT at various ratios by melt-blending technique using twin-screw extruder. After that, RHS and CCS were used as a starting material for silatrane synthesis. The synthesized silatrane at various contents was also blended with ABS and OMT. The effect of silane coupling agents and types of silatrane on flammability and mechanical properties of ABS nanocomposites were studied. The results showed that AMMO was suitable for grafting on silica. It was shown that ABS with 5 wt% of OMT, 20 wt% of AMMO-g-CCS, and 10 wt% of CCSilatrane gave the most efficiency of flame retardant properties (i.e., lowest burning rate at 18.35 mm/min and highest LOI value at 19.6%). In addition, it could decrease the burning rate up to 70.64% and increase LOI value up to 13.29% when compared to neat ABS. TEM and XRD results revealed that ABS/OMT/modified silica/silatrane nanocomposites were consisting of both intercalated and exfoliated structure. The OMT, modified silica particles, and silatrane were found to disperse and reside in the SAN matrix. In addition, OMT and modified silica could enhance flame retardant properties of ABS matrix because of a synergistic effect between OMT and modified silica by forming siliceous layer on surface during the combustion of ABS nanocomposites. Tensile strength and modulus of elasticity increased with increasing amount of modified silica and silatrane; whereas impact strength decreased obviously. This resulted from the rigidity and agglomeration of silica and silicon containing in silatrane. No significant difference in the tensile properties between ABS nanocomposites containing RHS and CCS; they also had comparable tensile properties to those having commercial silica.

Department : ..... Materials Science .....

Student's Signature  .....

Field of Study : ..... Materials Science .....

Advisor's Signature  .....

Academic Year : ..... 2009 .....

## ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to express her deepest gratitude to Associate Professor Dr. Duangdao Aht-Ong, her advisor, for advice, guidance, concern, sacrifice, and encouragement throughout this research.

She would be also grateful to Assistant Professor Dr. Sirithan Jiemsirilers, the chairman of this thesis committee. Furthermore, she would like to thank deeply Associate Professor Dr. Kawee Srikulkit, Assistant Professor Dr. Sireerat Charuchinda, Associate Professor Dr. Pranat Potiyaraj, and Dr. Wannee Chinsirikul for their useful comments and valuable suggestions.

She would like to thank JJ-degussa Chemicals (T) Co., Ltd. and Connell Bros. Co., Ltd (Thailand) for providing silane coupling agents and also Siam Chemical Co., Ltd. for supplying maleic acid used in this research. She wishes to thank Dr. Sarintorn Limpanart and Mr. Srichalai Khunthon at The Metallurgy and Materials Science Research Institute for chemical and XRD supports. In addition, she would be appreciated to Miss Chatriya and other staffs at Mettler Toledo (Thailand) Co., Ltd. for their help with DSC and TGA analysis.

She would acknowledge deeply the financial support from The 90<sup>TH</sup> Anniversary of Chulalongkorn University Fund (Ratchadaphiseksomphot Endowment Fund) and the National Center of Excellent for Petroleum, Petrochemicals, and Advance Materials, Chulalongkorn University.

She would like to thank her friends (Kang, Ohm, Ben, Pui, Poo, Auang, Birth, Mew, Boh, Ta, Pee, Ao), and other people at the Department of Materials Science, Chulalongkorn University, whose names are not mentioned here, for their relationship, love, guidance, and encouragement throughout this thesis.

Finally, she wishes to express her deep gratitude to her dearest family (mom, sister (Auang), brother in law (Noom), niece (Neon), cousin (Maew), and especially her dad who has not seen and joined in her graduation day but he is always on her mind forever.

## CONTENTS

	PAGE
Abstract in Thai.....	iv
Abstract in English.....	v
Acknowledgements.....	vi
Contents.....	vii
List of Tables.....	xv
List of Figures.....	xvii
List of Abbreviations.....	xvi
CHAPTER	
I Introduction .....	1
1.1 Background.....	1
1.2 Objectives of Research .....	3
II Theory and Literature Review.....	5
2.1 Polymer Clay Nanocomposites .....	5
2.2 ABS.....	7
2.3 Flame Retardants.....	8
2.3.1 Classification of Fire Retardant Additives.....	9
2.3.1.1 Halogen-Containing Flame Retardants.....	9

	PAGE
2.3.1.2 Nitrogen/Phosphorus-Containing Flame Retardants.....	10
2.3.1.3 Metal hydroxide-Containing Flame Retardants.....	10
2.3.1.4 Zinc/Boron-Containing Flame Retardants.....	11
2.3.1.5 Melamines.....	11
2.3.1.6 Silicon-Containing Flame Retardant.....	11
2.3.2 The Burning Process of Plastics.....	12
2.3.2.1 Heating.....	12
2.3.2.2 Decomposition.....	12
2.3.2.3 Ignition.....	13
2.3.3 Combustion of Polymers and the Combustion Cycle.....	13
2.3.4 Flammability of Polymers.....	15
2.3.5 Mechanisms of Fire Retardant Action.....	15
2.3.5.1 Physical Action.....	16
2.3.5.2 Chemical Action.....	16
2.3.5.2.1 Reaction in The Condensed Phase.....	17
2.3.5.2.2 Reaction in The Gas Phase.....	17
2.3.6 Testing of Flame Retardant Plastics .....	17
2.3.6.1 Limiting Oxygen Index.....	17



	PAGE
2.3.6.2 UL 94 HB Horizontal Burning Test Procedure.....	18
2.4 Silica and Silatrane.....	21
2.4.1 Silica.....	21
2.4.1.1 Rice.....	22
2.4.1.2 Corn.....	23
2.4.2 Silatrane Complex.....	25
2.5 Literature Review.....	26
III Experimental Procedure.....	27
3.1 Materials.....	27
3.1.1 Polymer matrix.....	27
3.1.2 Organomontmorillonite (OMT).....	27
3.1.3 Silane coupling agents.....	27
3.1.4 Catalysts.....	27
3.1.5 Solvent.....	28
3.1.6 Commercial silica.....	28
3.2 Instruments.....	30
3.3 Experimental Procedure.....	31
3.3.1 Preparation of silica from rice husk and corn cob ash .....	32
3.3.2 Preparation of VTMO/AMMO grafted on silica.....	32

	PAGE
3.3.3 Preparation of silatrane complex.....	33
3.3.4 Preparation of ABS nanocomposites.....	34
3.3.4.1 Preparation of ABS/OMT nanocomposites.....	34
3.3.4.2 Preparation of ABS/OMT/silane-g-silica nanocomposites.....	35
3.3.4.3 Preparation of ABS/OMT/silane-g-silica/silatrane nanocomposites.....	35
3.4 Characterization and Testing.....	36
3.4.1 Characterization of rice husk silica, corn cob silica, and commercial silica.....	36
3.4.1.1 Particle size.....	36
3.4.1.2 Surface morphology.....	36
3.4.1.3 Functional group.....	36
3.4.1.4 Chemical composition for elemental analysis.....	36
3.4.1.5 Surface area.....	37
3.4.1.6 Elemental analysis.....	37
3.4.2 Characterization of silatrane and modified silica with silane coupling agent.....	37
3.4.2.1 Chemical structure.....	37
3.4.2.2 Functional group.....	37
3.4.2.3 Crystal structure.....	38

	PAGE
3.4.2.4 Particle size.....	38
3.4.2.5 Specific surface.....	38
3.4.3 Characterization and testing of ABS nanocomposites.....	38
3.4.3.1 Crystal structure.....	38
3.4.3.2 Dispersibility.....	39
3.4.3.3 Morphology.....	39
3.4.4 Thermal Properties.....	39
3.4.5 Flammability Properties.....	40
3.4.5.1 The limiting oxygen index (LOI).....	40
3.4.5.2 UL-94 test.....	41
3.4.6 Mechanical Properties.....	42
3.4.6.1 Tensile Strength.....	42
3.4.6.2 Impact Strength.....	42
IV Results and Discussion.....	44
4.1 Characterization of Rice Husk Silica and Corn Cob Silica.....	44
4.1.1 CHN Analysis.....	45
4.1.2 Elemental Analysis.....	47
4.1.3 Chemical Structure by FTIR Technique.....	48

	PAGE
4.1.4 Crystallinity of RHS and CCS.....	48
4.1.5 Particle size and Surface Area Analysis.....	50
4.1.6 Morphological Studies.....	50
4.2 Characterization of Surface Modified Silica.....	53
4.2.1 Chemical Structure by FTIR technique.....	54
4.2.2 Chemical Structure by <sup>29</sup> Si NMR Technique.....	56
4.2.3 Crystallinity by XRD Technique.....	62
4.2.4 Morphological Studies.....	63
4.2.5 Thermal Properties.....	64
4.2.5.1 Thermogravimetric Analysis (TGA).....	64
4.3 Characterization of SSilatrane, RHSilatrane, and CCSilatrane.....	67
4.3.1 Chemical Structure by FTIR Technique.....	67
4.3.2 Chemical Structure by <sup>29</sup> Si NMR Technique.....	68
4.3.3 Chemical Structure by <sup>1</sup> H NMR Technique.....	70
4.3.4 Chemical Structure by <sup>13</sup> C Technique.....	70
4.3.5 Particle Size and Surface Area Analysis.....	72
4.3.6 Morphological Studies.....	72
4.3.7 Crystallinity by XRD Technique.....	73
4.3.8 Thermal Properties.....	74

	PAGE
4.4 Characterization of ABS Nanocomposites.....	77
4.4.1 Chemical Structure by FTIR Technique.....	77
4.4.2 Crystallinity by XRD Technique.....	79
4.4.3 Morphological Studies.....	83
4.4.3.1 Scanning electron microscopy (SEM).....	83
4.4.3.2 Transmission electron microscopy (TEM).....	87
4.4.4 Thermal Stability.....	93
4.4.4.1 Differential Scanning Calorimetry (DSC).....	95
4.4.5 Flammability Properties of ABS composites.....	98
4.4.5.1 Effect of OMT Loading .....	98
4.4.5.2 Effect of Silane Coupling Types and Contents .....	100
4.4.5.3 Effect of Silatrane Type and Contents.....	106
4.4.6 Mechanical Properties.....	110
4.4.6.1 Impact Strength.....	110
4.4.6.1.1 Effect of Silane Coupling Types and Contents.....	110
4.4.6.1.2 Effect of Silatrane Types and Contents.....	112
4.4.6.2 Tensile Properties.....	113
4.4.6.2.1 Effect of Silane Coupling Types and Contents.....	113

	PAGE
4.4.6.2.2 Effect of Silatrane Type and Contents.....	117
V Conclusions.....	118
5.1 Expected Benefits.....	119
5.2 Suggestion for Future Work.....	121
References.....	122
Appendix.....	123
Biography.....	149

## LIST OF TABLES

	PAGE
Table 2.1 Materials classifications for UL-94V.....	20
Table 2.2 The burning rate of UL-94 test.....	21
Table 2.3 Silica contents in various plants.....	22
Table 2.4 Cultivation area, total and average rice production in each period.....	23
Table 2.5 Area, total and average rice production in each country.....	23
Table 2.6 Total corn production in each country.....	24
Table 2.7 Cultivation area, total and average corn production in Thailand.....	24
Table 3.1 Chemicals used in this research.....	29
Table 3.2 Experimental instruments.....	30
Table 3.3 Formulations used in this study.....	35
Table 3.4 The burning rate of UL-94 test.....	42
Table 4.1 CHN analysis of rice husk and corn cob before hydrolysis and after incineration.....	48
Table 4.2 XRF results from rice husk analysis.....	49
Table 4.3 XRF results from corn cob analysis.....	49
Table 4.4 Particle size and surface area of silica and OMT.....	53
Table 4.5 TGA data of AMMO grafted on commercial silica, RHS, and CCS.....	68
Table 4.6 TGA data of VTMO grafted on commercial silica and RHS.....	70

Table 4.7 Particle size and surface area of various silatrane.....	75
Table 4.8 TGA data of SSilatrane, RHSilatrane, and CCSilatrane.....	79
Table 4.9 TGA and DSC data of ABS nanocomposites.....	99
Table 4.10 UL-94 and LOI test of ABS/OMT nanocomposites.....	100
Table 4.11 UL-94 and LOI test of ABS/OMT/AMMO-g-silica nanocomposites.....	102
Table 4.12 UL-94 and LOI test of ABS/OMT/VTMO-g-silica nanocomposites.....	105
Table 4.13 UL-94 and LOI test of ABS/OMT/AMMO-silica/silatrane nanocomposites.....	108
Table 4.14 Mechanical properties of ABS nanocomposites.....	121



## LIST OF FIGURES

## PAGE

Figure 2.1 Intercalated structure and Exfoliated structure .....	5
Figure 2.2 Structure of montmorillonite.....	6
Figure 2.3 Ion Exchange Reaction.....	7
Figure 2.4 Acrylonitrile-butadiene-styrene copolymer.....	8
Figure 2.5 Worldwide consumption of flame retardants between 2000 and 2010.....	9
Figure 2.6 Combustion of plastics.....	10
Figure 2.7 Combustion cycle of polymer.....	11
Figure 2.8 Mechanism of nitrogen/phosphorous-containing flame retardant.....	14
Figure 2.9 Mechanism of aluminum trioxide flame retardant.....	15
Figure 2.10 Limiting oxygen index testing.....	19
Figure 3.1 Flow chart of manufacturing process.....	40
Figure 3.2 Schematic of VTMO/AMMO grafted on silica surface.....	42
Figure 3.3 Experimental apparatus of silatrane synthesis.....	43
Figure 3.4 LOI test apparatus.....	52
Figure 3.5 Vertical (a) and horizontal (b) burning test for UL-94 grade.....	53
Figure 4.1 XRF spectra of rice husk silica and corn cob silica.....	59

Figure 4.2 FTIR spectra of commercial silica, RHS, and CCS.....	60
Figure 4.3 XRD patterns of MMT, OMT, commercial SiO <sub>2</sub> , RHS and CCS.....	62
Figure 4.4 SEM micrographs of rice husk before hydrolysis (a) and after incineration (b), corn cob before hydrolysis (c) and after incineration (d), and commercial silica (e, f) , respectively.....	65
Figure 4.5 Schematic of (a) reaction of AMMO/VTMO grafted on silica and (b) hydrolysis on silanol group.....	16
Figure 4.6 FTIR spectra of AMMO-g-SiO <sub>2</sub> and VTMO-g-RHS.....	17
Figure 4.7 FTIR spectra of AMMO grafting on various silica.....	18
Figure 4.8 Silanol group on silica surface.....	19
Figure 4.9 <sup>29</sup> Si NMR of hydroxylated SiO <sub>2</sub> , hydroxylated RHS, and hydroxylated CCS.....	20
Figure 4.10 <sup>29</sup> Si NMR of hydroxylated SiO <sub>2</sub> , VTMO-g-SiO <sub>2</sub> , and AMMO-g-SiO <sub>2</sub> .....	22
Figure 4.11 <sup>29</sup> Si NMR of hydroxylated RHS, VTMO-g-RHS and AMMO-g-RHS.....	23
Figure 4.12 <sup>29</sup> Si NMR of hydroxylated CCS and AMMO-g-CCS.....	24
Figure 4.13 <sup>29</sup> Si NMR of AMMO-g-SiO <sub>2</sub> , AMMO-g-RHS, and AMMO-g-CCS.....	25
Figure 4.14 XRD patterns of AMMO-g-SiO <sub>2</sub> , AMMO-g-RHS, and AMMO-g-CCS.....	26
Figure 4.15 SEM micrographs of AMMO-g-SiO <sub>2</sub> (a), AMMO-g-RHS (b), and AMMO-g-CCS (c).....	27
Figure 4.16 TGA thermograms of VTMO-g-SiO <sub>2</sub> and VTMO-g-RHS.....	28
Figure 4.17 TGA curves of AMMO-g-SiO <sub>2</sub> , AMMO-g-RHS, and AMMO-g-CCS.....	29
Figure 4.18 Schematic of silatrane synthesis.....	30

Figure 4.19 FTIR of SSilatrane, RHSilatrane, and CCSilatrane.....	31
Figure 4.20 <sup>29</sup> Si NMR of SSilatrane, RHSilatrane, and CCSilatrane.....	32
Figure 4.21 <sup>1</sup> H NMR of SSilatrane, RHSilatrane, and CCSilatrane.....	33
Figure 4.22 <sup>13</sup> C NMR of SSilatrane, RHSilatrane, and CCSilatrane.....	34
Figure 4.23 SEM images of (a,b) SSilatrane, (c,d) RHSilatrane, and (e,f) CCSilatrane.....	35
Figure 4.24 XRD patterns of SSilatrane (a), RHSilatrane (b), and CCSilatrane (c).....	36
Figure 4.25 Schematic of dimerization in silatrane complex synthesis.....	37
Figure 4.26 TGA curves of SSilatrane, RHSilatrane, and CCSilatrane.....	38
Figure 4.27 FTIR of ABS nanocomposites.....	39
Figure 4.28 XRD patterns of ABS/OMT/VTMO-g - silica and ABS/OMT/AMMO-g-silica nanocomposites.....	40
Figure 4.29 XRD patterns of ABS/OMT/AMMO-g-SiO <sub>2</sub> /SSilatrane, ABS/OMT/AMMO-g- RHS/RHSilatrane, ABS/OMT/AMMO-g-CCS/CCSilatrane nanocomposites.....	41
Figure 4.30 SEM images of (a) ABS pure, (b) ABS/OMT, (c) ABS/OMT/VTMO-g-SiO <sub>2</sub> , (d) ABS/OMT/VTMO- g-RHS, (e) ABS/OMT/AMMO-g-SiO <sub>2</sub> , (f) ABS/OMT/AMMO-g-RHS, and (g) ABS/OMT/AMMO-g-CCS, respectively.....	42

Figure 4.31 SEM images of (a,b) ABS/OMT/AMMO-g-SiO <sub>2</sub> /SSilatrane, (c,d) ABS/OMT/AMMO-g-RHS/RHSilatrane, and (e,f) ABS/OMT/AMMO-g-CCS/CCSilatrane at lower magnification (x500) and higher magnification (x5,000).....	43
Figure 4.32 SEM-EDX micrographs of ABS/OMT/AMMO-g-RHS/RHSilatrane (a, b) and ABS/OMT/AMMO-g-CCS/CCSilatrane (c, d).....	44
Figure 4.33 TEM images stained with OsO <sub>4</sub> of (a,b) ABS/OMT/VTMO-g-SiO <sub>2</sub> , (c,d) ABS/OMT/VTMO-g-RHS, and (e,f) ABS/OMT nanocomposites at lower magnification (x50,000) and higher magnification (x200,000), respectively.....	44
Figure 4.34 TEM images (without staining with OsO <sub>4</sub> ) of (a,b) ABS/OMT/AMMO-g-RHS and (c,d) ABS/OMT/AMMO-g-CCS nanocomposites at lower magnification (x50,000) and higher magnification (x200,000), respectively.....	45
Figure 4.35 TEM images (without staining with OsO <sub>4</sub> ) of (a,b)ABS/OMT/AMMO-g-SiO <sub>2</sub> /SSilatrane (c,d), ABS/OMT/AMMO-g-RHS/RHSilatrane , and (e,f), ABS/OMT/AMMO-g-CCS/CCSilatrane nanocomposites at lower magnification .....	46
Figure 4.36 TGA graphs of ABS/OMT/AMMO-g-SiO <sub>2</sub> /SSilatrane (top), ABS/OMT/AMMO-g-RHS/RHSilatrane (middle), and ABS/OMT/AMMO-g-CCS/SSilatrane (bottom).....	47
Figure 4.37 DSC thermograms of ABS/OMT/AMMO-g-RHS (top) and ABS/OMT/AMMO-g-CCS (bottom).....	48

Figure 4.38 DSC thermograms of ABS/OMT/AMMO-g-RHS/RHSilatrane (top) and ABS/OMT/AMMO-g-CCS/CCSilatrane (bottom).....	49
Figure 4.39 Effect of OMT loading on flammability of ABS nanocomposites 4.4.5.2 Effect of Silane Coupling Types and Contents .....	50
Figure 4.40 Effect of AMMO-g-silica loading on flammability of ABS/OMT nanocomposites.....	51
Figure 4.41 Effect of VTMO-g-silica loading on flammability of ABS/OMT nanocomposites.....	52
Figure 4.42 Flammability test of ABS/OMT/AMMO-g-RHS and ABS/OMT/VTMO-g-RHS.....	53
Figure 4.43 Effect of each silatrane type on flammability of ABS.....	54
Figure 4.44 Photographs of UL-94 HB burning test of ABS/OMT/AMMO-g-CCS/CCSilatrane (A) and ABS/OMT/AMMO-g-RHS/RHSilatrane (B).....	55
Figure 4.45 Effect of type and content of modified silica on impact strength.....	56
Figure 4.46 Effect of silane coupling type on impact strength.....	57
Figure 4.47 Effect of silatrane loading on impact strength.....	58
Figure 4.49 Effect of type and content of silica on tensile strength.....	59
Figure 4.50 Effect of silane coupling type on tensile strength.....	60
Figure 4.51 Effect of type and content of silane coupling on Young's modulus.....	61
Figure 4.52 Effect of silane coupling type on Young's modulus.....	62

Figure 4.53 Effect of silatrane on tensile properties of ABS.....	63
Figure 4.54 Effect of filler loading on tensile strength.....	64
Figure 4.55 Effect of filler loading on Young's modulus.....	65