

บทที่ 3



วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์การทดลอง

3.1.1 สารเคมี

1. Styrene monomer (0.005 % inhibitor) (AR grade, Sigma-Aldrich Chemie GmbH)
2. Sodium dodecyl sulfate (SDS) powder (97% purity, Cognis, Bangkok, Thailand)
3. 2,2'-azoisobutyronitrile (AIBN) (AR grade, Siam Chemical Industry Co.,LTD., Samutprakarn, Thailand)
4. Methanol (practical grade)
5. Silicon dioxide, nanopowder, 15 nm, (Sigma-Aldrich, Missouri, USA)
6. 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTMS), Z-6030 Silane (Dow Corning, Michigan, USA)
7. Distilled water

3.1.2 อุปกรณ์การทดลอง

1. 500 cm³ Pyrex glass reactor (Aldrich, Canada)
2. Double jacket condenser
3. Dropping funnel
4. Stirring/temperature controlled digital hotplate
5. Magnetic stirrer
6. Dynamic light scattering analyzer (DLS) รุ่น Nano-series ZX (ศูนย์วิจัยเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ)
7. Gel permeation chromatographer (GPC) รุ่น Water 150-CV (ศูนย์วิจัยเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ)
8. Differential scanning calorimeter (DSC) รุ่น Perkin Elmer Diamond DSC (ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

9. Nuclear magnetic resonance (NMR) รุ่น Bruker Biospin DPX-300

(ศูนย์วิจัยเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ)

10. Fourier transform infrared spectrophotometer (FTIR) รุ่น FT-IR model 1760

(ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

11. Transmission electron microscope (TEM) รุ่น JEOL JEM-2100 (ศูนย์เครื่องมือวิจัย

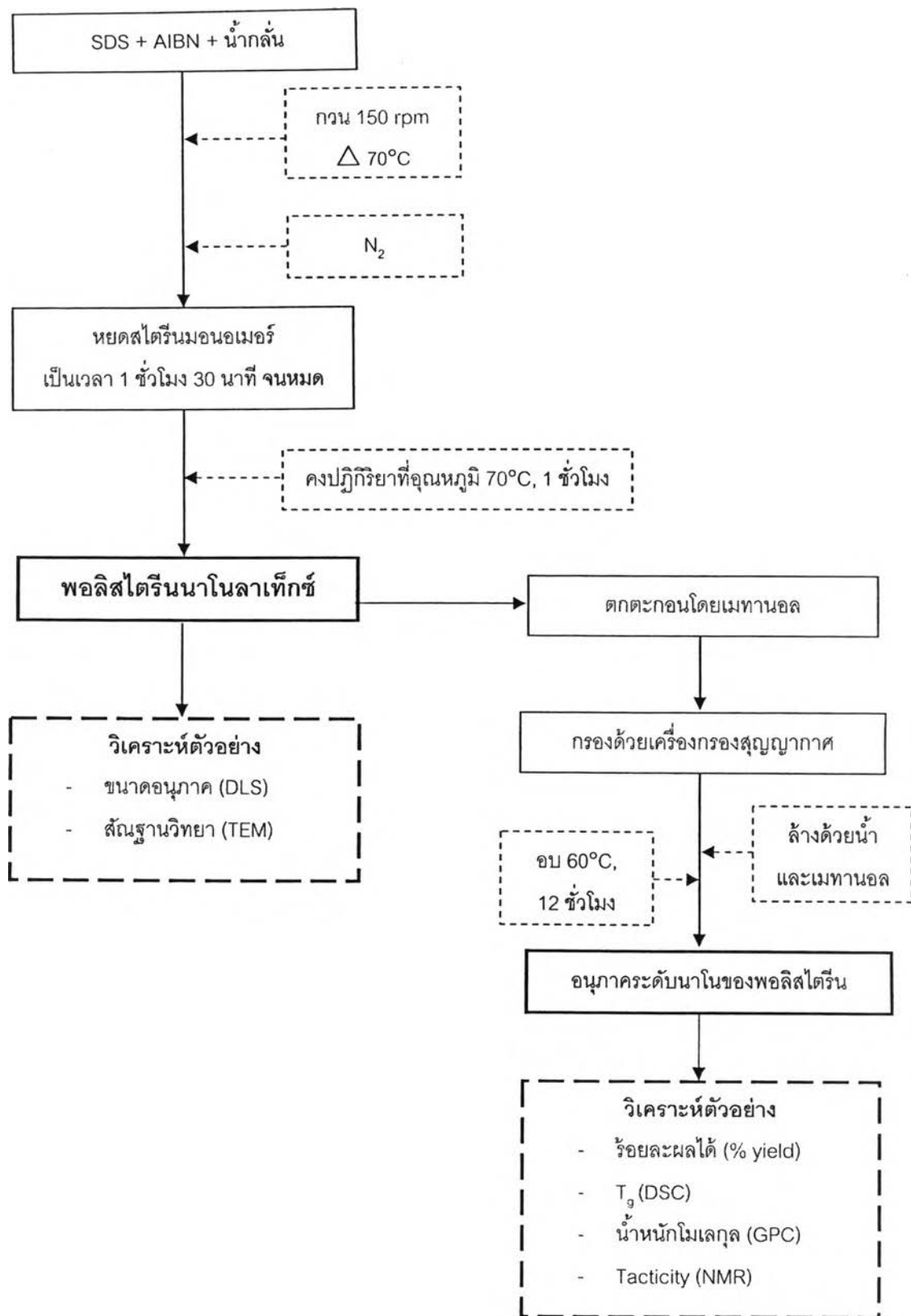
วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

12. Scanning electron microscope (SEM) รุ่น JEOL JSM-6400 (ศูนย์เครื่องมือวิจัย

วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์และวิเคราะห์พอลิस्टาไดรีนนาโนลาเท็กซ์

รูปที่ 3.1 แสดงแผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์และการวิเคราะห์พอลิस्टาไดรีนนาโนลาเท็กซ์ที่เตรียมจากกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์และวิเคราะห์พอลิสไตรีนนาโนลาเท็กซ์ที่เตรียมจากกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

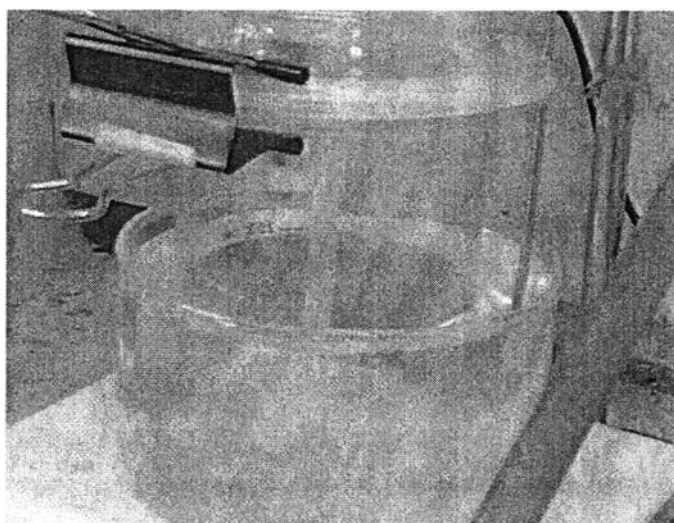
3.3 การเตรียมพอลิไทรีนนาโนลาเท็กซ์

พอลิไทรีนนาโนลาเท็กซ์ถูกเตรียมโดยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโคร-อิมัลชัน โดยใช้ส่วนผสมดังแสดงในตารางที่ 3.1

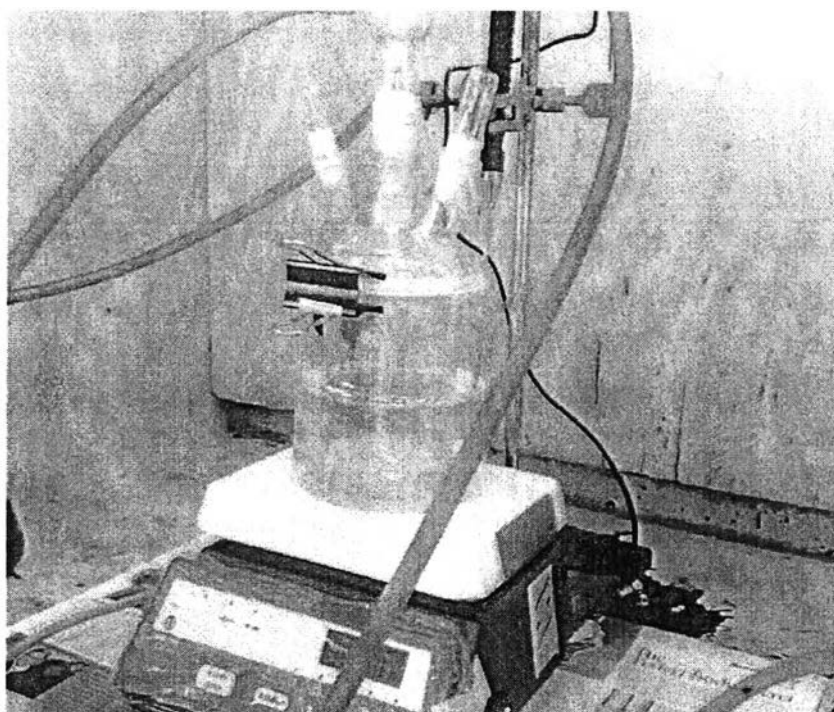
ตารางที่ 3.1 สูตรที่ใช้เตรียมพอลิไทรีนนาโนลาเท็กซ์

Water (cm ³)	Styrene (cm ³)	AIBN (g)	SDS (g)
60	22.5	0.08, 0.12, 0.18, 0.24, 0.3	4
60	22.5	0.08, 0.12, 0.18, 0.24, 0.3	8

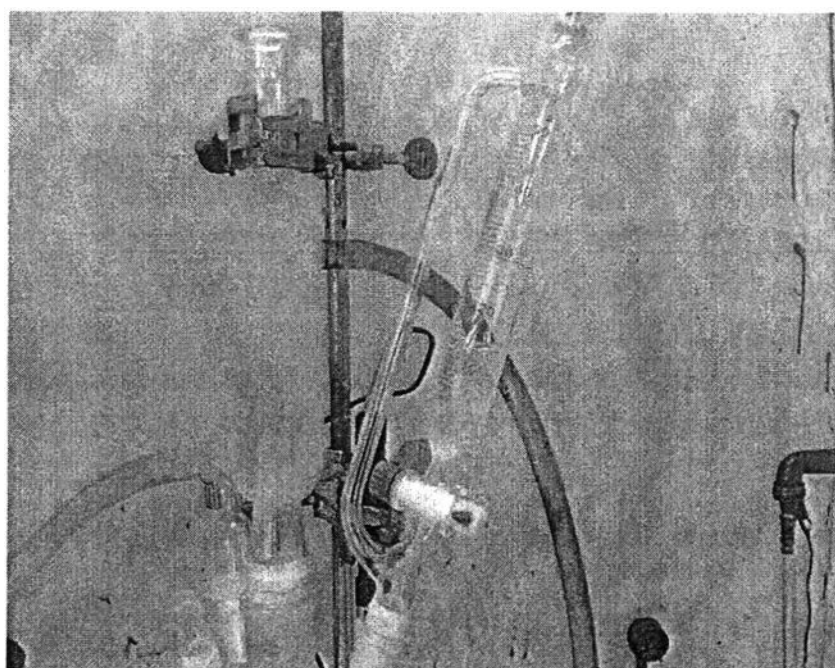
ขั้นตอนการเตรียมพอลิไทรีนนาโนลาเท็กซ์เริ่มจากนำ SDS และ AIBN ตามอัตราส่วนในตารางที่ 3.1 ใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์ (รูปที่ 3.2) จากนั้นเติมน้ำกลั่นและให้ความร้อนภายใต้การกวนอย่างต่อเนื่องและสม่ำเสมอที่อัตราเร็วในการหมุนของแท่งแม่เหล็ก 150 รอบต่อนาที แล้วจ่ายแก๊สไนโตรเจนผ่านหลอดนำแก๊สเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ (รูปที่ 3.3) เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจนถึง 70 องศาเซลเซียส จึงเริ่มหยดสไตรีนมอนอเมอร์ที่ละหดยเล็กน้อยอย่างสม่ำเสมอโดยใช้ dropping funnel (รูปที่ 3.4) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที จนหมด จากนั้นคงปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ต่ออีก 1 ชั่วโมง ก่อนการหล่อเย็นที่อุณหภูมิต่ำ เพื่อให้สไตรีนมอนอเมอร์เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเป็นพอลิไทรีนได้อย่างสมบูรณ์



รูปที่ 3.2 Reactor ที่ใช้สังเคราะห์พอลิไทรีนนาโนลาเท็กซ์



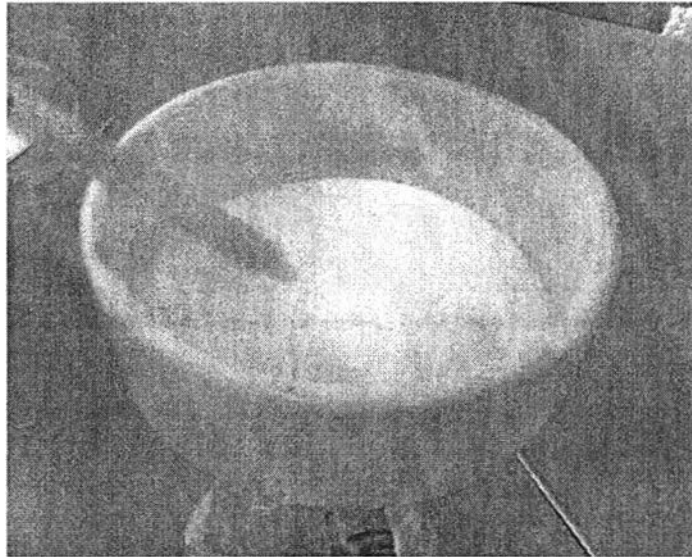
รูปที่ 3.3 การติดตั้งเครื่องปฏิกรณ์, condenser และท่อนำเข้าแก๊ส



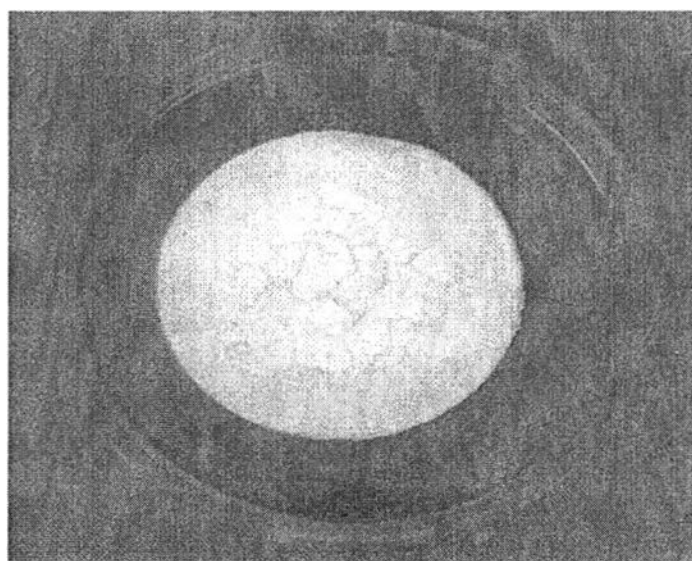
รูปที่ 3.4 การติดตั้ง dropping funnel เพื่อหยดสไตรีนมอนอเมอร์

3.4 การแยกตัวอย่างพอลิเมอร์

แบ่งพอลิสดิเร็นนาโนลาเท็กซ์ที่สังเคราะห์ได้ไปตกตะกอนโดยใช้เมทานอลที่มากเกินไป แล้วกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ (รูปที่ 3.5) ล้างสารลดแรงตึงผิวและสารเริ่มปฏิกิริยาเหลืออยู่ด้วยเมทานอลและน้ำจนหมด (รูปที่ 3.6) นำตัวอย่างที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง



รูปที่ 3.5 การกรองพอลิสดิเร็นด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ



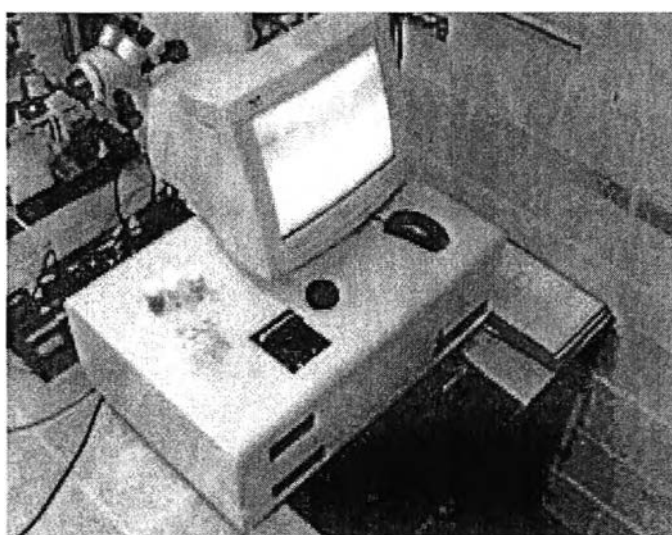
รูปที่ 3.6 สารตัวอย่างที่ได้ก่อนนำไปอบ

3.5 การวิเคราะห์อนุภาคพอลิस्टไตรีนนานาโนลาเท็กซ์

3.5.1 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค

(Particle size and particle size distribution)

วิเคราะห์ number-average diameter (D_n) และ intensity-average diameter (D_z) ของพอลิस्टไตรีนด้วยเครื่อง Dynamic light scattering (DLS) (รูปที่ 3.7) ซึ่งสามารถวิเคราะห์ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาคระดับนาโนในช่วง 0.6-6000 นาโนเมตร



รูปที่ 3.7 Dynamic light scattering (DLS)

3.5.2 ร้อยละผลได้ (% yield)

ร้อยละผลได้คำนวณได้จากสมการที่ 3.1

$$\text{ร้อยละผลได้ (\% yield)} = \frac{\text{ร้อยละของแข็ง}}{\text{ร้อยละของน้ำหนักรวมของอนุภาคในระบบ}} \times 100 \quad (3.1)$$

ร้อยละของแข็งหาได้จากสมการที่ 3.2

$$\text{ร้อยละของแข็ง (\% solid)} = \frac{\text{น้ำหนักแห้งของพอลิเมอร์ (กรัม)}}{\text{น้ำหนักเปียกของพอลิเมอร์ลาเท็กซ์ (กรัม)}} \times 100 \quad (3.2)$$

ร้อยละน้ำหนักมอนอเมอร์ในระบบหาได้จากสมการที่ 3.3

$$\text{ร้อยละน้ำหนักมอนอเมอร์ในระบบ} = \frac{\text{ปริมาณมอนอเมอร์ในระบบ (กรัม)}}{\text{ปริมาณของสารละลายในระบบ (กรัม)}} \times 100 \quad (3.3)$$

3.5.3 น้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight)

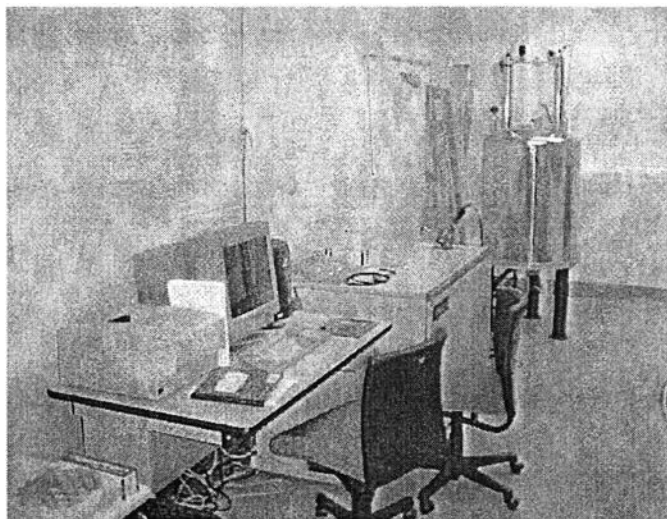
วิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ (M_n และ M_w) ด้วยเครื่อง Gel permeation chromatographer (GPC) รุ่น Water 150-CV (รูปที่ 3.8) ภาวะที่ใช้ทดสอบคือ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 30 มิลลิลิตรต่อนาที ละลายสารตัวอย่างใน tetrahydrofuran (0.3% w/v) กรองสารละลายด้วย filter membrane nylon (pore size 0.45 μm) คอลัมน์ที่ใช้ คือ PL gel 10 μm จำนวน 2 คอลัมน์



รูปที่ 3.8 Gel permeation chromatographer (GPC)

3.5.4 การจัดเรียงตัวของพอลิเมอร์ (Tacticity)

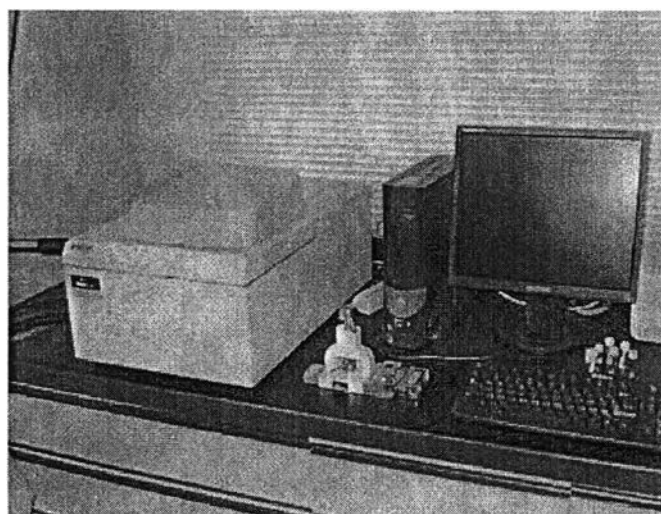
วิเคราะห์การจัดเรียงตัวของพอลิเมอร์ (tacticity) ด้วยเครื่อง Nuclear magnetic resonance spectroscopy (NMR) (รูปที่ 3.9) โดยวิเคราะห์ที่ 300 MHz ด้วยสารละลาย CDCl_3 ที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.9 Nuclear magnetic resonance spectroscope (NMR)

3.5.5 อุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (T_g)

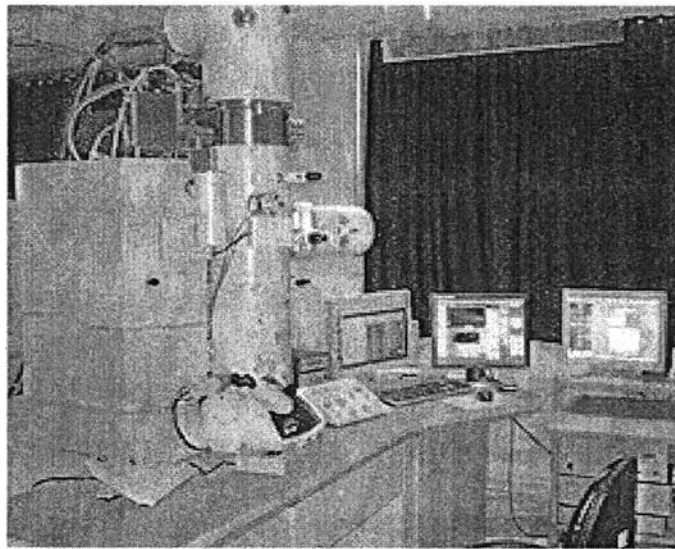
วิเคราะห์อุณหภูมิกลาสแทรนซิชันของพอลิสไตรีนด้วยเครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC) รุ่น Perkin Elmer Diamond DSC (รูปที่ 3.10) โดยใช้สารตัวอย่าง 10 มิลลิกรัม อัตราเร็วในการให้ความร้อน $20^{\circ}\text{C min}^{-1}$ เริ่มสแกนจากอุณหภูมิ 50-180 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.10 Differential scanning calorimeter (DSC)

3.5.6 สัณฐานวิทยา

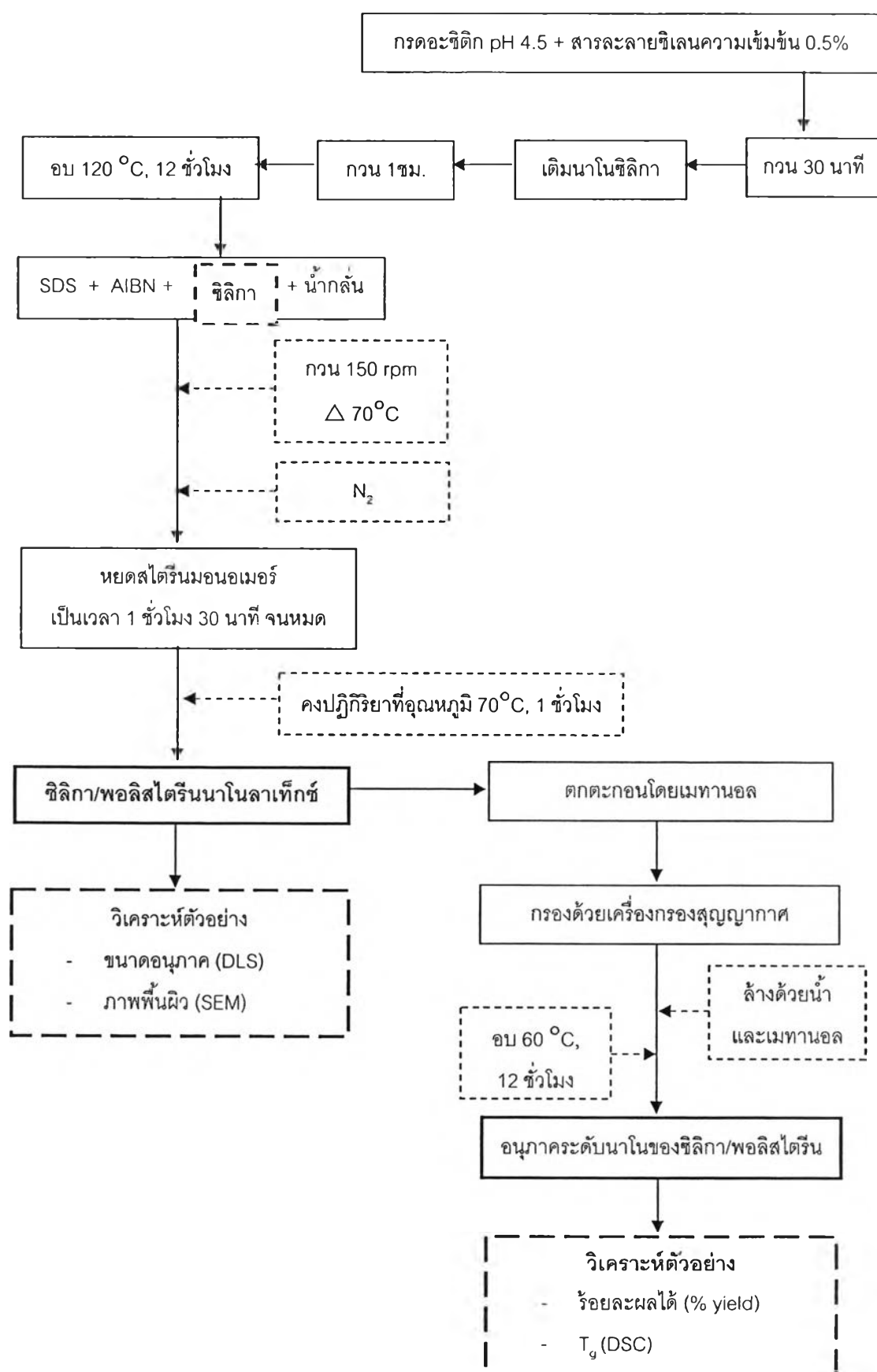
วิเคราะห์สัณฐานวิทยาของพอลิสไตรีนและอนุภาคเชิงประกอบระดับนาโนของซิลิกา/พอลิสไตรีน ด้วยเครื่อง Transmission electron microscopy (TEM) รุ่น JEOL JEM-2100 (รูปที่ 3.11) ดำเนินการที่ 80 kV เจือจางพอลิเมอร์ด้วยน้ำกลั่นจนมีความเข้มข้น 0.1-0.5 wt% ก่อนวางตัวอย่างบนคอปเปอร์กริด



รูปที่ 3.11 Transmission electron microscope (TEM)

3.6 ขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์อนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิต

รูปที่ 3.12 แสดงแผนภาพขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์อนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิตผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน



รูปที่ 3.12 ขั้นตอนการเตรียมและวิเคราะห์อนุภาคซีลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิต

3.7 การเตรียมอนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิตผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

3.7.1 การปรับปรุงผิวของอนุภาคนาโนซิลิกาด้วยสารคู่ควบซิเลน (MPTMS)

เตรียมสารละลายของกรดแอซีติกให้มี pH เท่ากับ 4.5 แล้วเติมสารละลายเจือจางของสารคู่ควบซิเลน (ความเข้มข้น 0.5%) ในสารละลายกรดแอซีติกที่เตรียมได้ โดยกวนส่วนผสมไปพร้อมๆ กัน เมื่อเติมสารละลายเจือจางของสารคู่ควบซิเลนจนหมด ทำการกวนส่วนผสมต่อไปอีก 30 นาที จนได้สารละลายใสเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นจึงเติมอนุภาคระดับนาโนของซิลิกาโดยปริมาณของสารคู่ควบซิเลนต่อปริมาณซิลิกาเท่ากับ 0.3:1 [27] ลงในส่วนผสมแล้วกวนต่ออีก 1 ชั่วโมง นำส่วนผสมที่ได้ทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.7.2 การเตรียมอนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิต

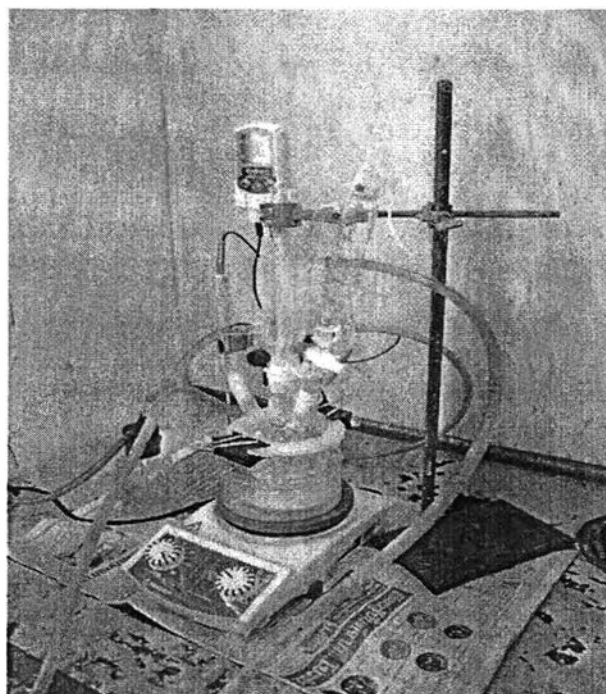
อนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิตลาเท็กซ์ เตรียมโดยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน โดยใช้ส่วนผสมดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สูตรที่ใช้ในการเตรียมอนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิต

Water (cm ³)	styrene (cm ³)	AIBN (g)	SDS (g)	Pre-treated SiO ₂ (g)
60	22.5	0.08	8	0.39
60	22.5	0.08	8	2.25
60	22.5	0.08	8	4.50
60	22.5	0.08	8	6.75
60	22.5	0.08	8	11.25

ขั้นตอนการเตรียมอนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิตเริ่มจากนำอนุภาคระดับนาโนของซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบซิเลน (MPTMS) สารลดแรงตึงผิว (SDS) และสารเริ่มปฏิกิริยา (AIBN) ใส่ลงในเครื่องปฏิกรณ์โดยใช้ปริมาณตามสูตรที่กำหนดในตารางที่ 3.2

จากนั้นเติมน้ำกลั่นและให้ความร้อนภายใต้การกวนอย่างต่อเนื่องและสม่ำเสมอที่อัตราเร็วในการหมุนของแท่งแม่เหล็ก 150 รอบต่อนาที แล้วจ่ายแก๊สไนโตรเจนผ่านหลอดนำแก๊สเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ (รูปที่ 3.13) และเมื่ออุณหภูมิสูงถึง 70 องศาเซลเซียส จึงเริ่มทำการหยดสไตรีนมอนอเมอร์ทีละหยดเล็กๆ อย่างสม่ำเสมอโดยใช้ dropping funnel เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที จนหมด จากนั้นให้คงปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ต่ออีก 1 ชั่วโมง ก่อนทำการหล่อเย็นที่อุณหภูมิต่ำ เพื่อให้สไตรีนมอนอเมอร์เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันเป็นพอลิสไตรีนอย่างสมบูรณ์



รูปที่ 3.13 การติดตั้งอุปกรณ์การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/พอลิสไตรีน

3.8 การแยกตัวอย่าง

แบ่งอนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้ไปตกตะกอนโดยใช้เมทานอลปริมาณมากเกินไป แล้วทำการกรองโดยใช้เครื่องกรองสุญญากาศ ล้างสารลดแรงตึงผิวและสารเริ่มปฏิกิริยาโดยใช้เมทานอลและน้ำ นำตัวอย่างที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ดังที่กล่าวไปแล้วในหัวข้อ 3.4

3.9 การวิเคราะห์อนุภาคซิลิกา/พอลิไตรรีนนาโนคอมพอสิต

3.9.1 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค

(Particle size and particle size distribution)

วิเคราะห์ number-average diameter (D_n) และ intensity-average diameter (D_z) ของพอลิไตรรีนและอนุภาคซิลิกา/พอลิไตรรีนนาโนคอมพอสิตโดยใช้เทคนิค Dynamic light scattering (DLS) ซึ่งสามารถวิเคราะห์ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาคระดับนาโนในช่วง 0.6-6000 นาโนเมตร

3.9.2 ร้อยละผลได้ (% yield)

ร้อยละผลได้คำนวณได้จากสมการที่ 3.1

$$\text{ร้อยละผลได้ (\% yield)} = \frac{\text{ร้อยละของแข็ง}}{\text{ร้อยละของน้ำหนักรวมของมอนอเมอร์ในระบบ}} \times 100 \quad (3.1)$$

ร้อยละของแข็งหาได้จากสมการที่ 3.2

$$\text{ร้อยละของแข็ง (\% solid)} = \frac{\text{น้ำหนักแห้งของพอลิเมอร์ (กรัม)}}{\text{น้ำหนักเปียกของพอลิเมอร์ลาเท็กซ์ (กรัม)}} \times 100 \quad (3.2)$$

ร้อยละน้ำหนักรวมของมอนอเมอร์ในระบบหาได้จากสมการที่ 3.3

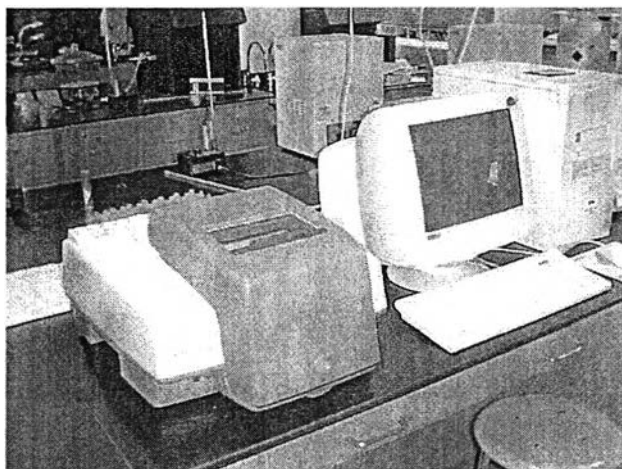
$$\begin{aligned} & \text{ร้อยละโดยน้ำหนักรวมของมอนอเมอร์ในระบบ} \\ & = \frac{\text{ปริมาณมอนอเมอร์ในระบบ (กรัม)} + \text{ปริมาณซิลิกา (กรัม)}}{\text{ปริมาณของสารละลายในระบบ (กรัม)}} \times 100 \quad (3.3) \end{aligned}$$

3.9.3 อุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (T_g)

วิเคราะห์อุณหภูมิกลาสแทรนซิชันของอนุภาคซิลิกา/พอลิไตรรีนนาโนคอมพอสิต โดยใช้เทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) รุ่น Perkin Elmer Diamond DSC โดยใช้สารตัวอย่าง 10 มิลลิกรัม อัตราเร็วในการให้ความร้อน $20^\circ\text{C min}^{-1}$ เริ่มสแกนจากอุณหภูมิ 50-180 องศาเซลเซียส

3.9.4 หมู่ฟังก์ชันของพอลิไทรีนและสารคู่ควบซีเลนบนพื้นผิวของอนุภาคนาโนคอมพอสิต

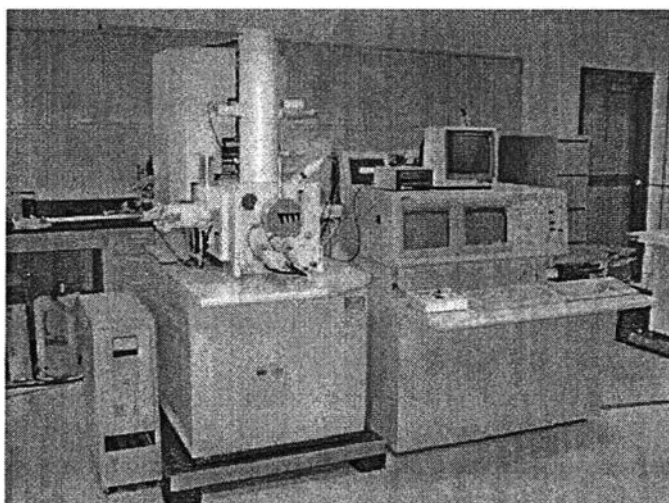
วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพอลิไทรีนนาโนลาเท็กซ์ และสารคู่ควบซีเลนบนพื้นผิวของอนุภาคนาโนคอมพอสิต ด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectrometer (FTIR) รุ่น FT-IR model 1760 (รูปที่ 3.14)



รูปที่ 3.14 Fourier transform infrared spectrometer (FTIR)

3.9.5 สัณฐานวิทยา

วิเคราะห์พื้นผิวของอนุภาคนาโนคอมพอสิตของซิลิกา/พอลิไทรีน ด้วยเครื่อง Scanning electron microscopy (SEM) รุ่น JEOL JSM-6400 (รูปที่ 3.15) ดำเนินการที่ 15 kV เคลือบตัวอย่างด้วยทองคำก่อนส่องด้วยกล้อง



รูปที่ 3.15 Scanning electron microscope (SEM)