

## การเตรียมและสมบัติของอีวีโอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลในต้นภาคตะวันออก

นางสาวชุติมา วรวาส

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2552  
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION AND PROPERTIES OF EVA/POLYSTYRENE/MONTMORILLONITE  
NANOCOMPOSITES

Miss Chutima Worawas

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science Program in Applied Polymer Science and Textile Technology  
Department of Materials Science  
Faculty of Science  
Chulalongkorn University  
Academic Year 2009  
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การเตรียมและสมบัติของอีวีเอ/พอลิสไตรีน/

มอนเต็มอิลโลไนต์นาโนคอมโพสิต

โดย

นางสาวชุติมา วรรณา

สาขาวิชา

วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์

คณะกรรมการตัดสิน  
คณะกรรมการติดตามหลักสูตรปฏิญญาณhabilit

คณะกรรมการติดตามหลักสูตรปฏิญญาณhabilit

(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หวานองเป้า)

คณะกรรมการสอบบัณฑิต

ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริวันว์ เจริญศิริเลิศ)

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก  
(รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร์)

กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ พิชัยราช)

กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(อาจารย์ ดร.พรพิพิญ แซ่เป๊)

**ชุติมา วรรยาส : การเตรียมและสมบัติของอีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์  
นาโนคอมโพสิต. (PREPARATION AND PROPERTIES OF EVA / POLYSTYRENE /  
MONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES). อ. ที่ปรึกษาหลักวิทยานิพนธ์หลัก :  
รศ. เสาระจัน ชัยจิตต์, 94 หน้า**

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อเตรียมนาโนคอมโพสิตจากເອົາລືນໄວນິລເຄື່ອງໂຄພອລິມອຣ (ອົງເອ) ພອລິສໄຕຣີນອນຸກາຄຸນາດນາໃນເມຕຣ ແລະ ມອນຕົມອອົລໂລໄນຕໍ່ດ້ວຍກາຮັກພອລິມອຣແບບດີຝເພື່ອເຈັນເຂີຍລໄມໂຄຮົມລັບຊັນ ໂດຍໃຫ້ໂສເດີຢັມໂດເຄື່ອລໜັດເພື່ອ ແລະ 2,2'-ອະໂຫຼືບິສໄອໂຫຼືບິທໂຣໃນໄຕຣລເປັນສາລັດແຮງ ຕຶງຝົວແລະສາວເຈັນປັງກິໂຮຍາ ຕາມລຳດັບ ໂດຍປົກມານຂອງເໝັ້ນໃນນາໂລເທັກໜີທີ່ວັດດ້ວຍວິທີ່ຊັ້ນໜັກມີ ຄ່າປະມານ 22 ເປົ້ອງເໜັນຕົ້ນ ຂາດອນຸກາຄຸນາດນາໃໝ່ຂອງພອລິສໄຕຣີນທີ່ຫາຈາກເຄື່ອງວັດຂາດອນຸກາຄຸດ້ວຍ ເຖິງນິກາກຮະເຈັງແສງແບບພລວຕົມມີຄ່າເທົ່າກັບ 15 ນາໂລເມຕຣ ແລະ ສັນສົ້າຂອງອນຸກາຄພອລິສໄຕຣີນ ຮູ່ປະກອມຄູກຕຽບພບດ້ວຍກຳລັອງຈຸດທຽບສົມບັດຕະບັດນາໂມເມຕຣທີ່ມີອັຕຣາສ່ວນໂດຍໜັກແໜ່ງເທົ່າກັບ 90/10, 80/20 ແລະ 70/30 ໄດ້ຄູກຜສມກັນມອນຕົມອອົລໂລໄນຕໍ່ປົກມານ 1, 3 ແລະ 5 ສ່ວນຕ່ອງເຮັນວ້ອຍສ່ວນ ດ້ວຍເຄື່ອງປິ່ນ ຜສມຄວາມເຈົ້າສູງ ທີ່ຄວາມເຈົ້າ 3000 ອອບຕ່ອນາທີ ເປັນເວລາ 5 ນາທີ ຂອງຜສມທີ່ເຕີ່ມໄດ້ຄູກຫລ່ອ ໃນແມ່ແບບທີ່ທຳຈາກກະຈຸກ ແລ້ວນໍາໄປເປັ້ນຮູ່ປັດຍວິທີ່ອັດແບບໃຫ້ເປັນແຜ່ນບາງໆ ຕ່ອໄປ ຈາກນັ້ນຈິງຈາກ ໄດ້ຄູກຕຽບສອບໂຄຮົມສ້າງ ສມບັດຕ້ານຄວາມທນແຮງດຶງ ສມບັດເຊີງກລພລວຕ ພຸດຕິກຣມທາງຄວາມຮ້ອນ ແລະ ສັນສົ້າວິທີ່າດ້ວຍເຄື່ອງເອົາລືນໄວນິລເຄື່ອງໂຄພອລິມອຣ ເຄື່ອງທດສອບຢູ່ນິເວອົງແຊລ ເຄື່ອງ ວິເຄຣະໜີ່ສມບັດເຊີງກລພລວຕ ເຄື່ອງເຫຼືອວົມແກວວິເມທົກແຄນາໄລເຊອງ ແລະ ກຳລັອງຈຸດທຽບສົມບັດຕ້ານຄວາມທນແຮງດຶງ ສມບັດເຊີງກລພລວຕ ເສົ່ຽງກາພທາງຄວາມຮ້ອນຂອງນາໂລໂຄມພອສິດໄດ້ຄູກປັບປຸງເມື່ອເຕີມມອນຕົມອອົລໂລໄນຕໍ່ໃນປົກມານທີ່ເໜາະສົມ

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต.....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่ออ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....

ปีการศึกษา 2552 .....

# #5172262423: MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEYWORDS: EVA / POLYSTYRENE / MONTMORILLONITE / NANOCOMPOSITE

CHUTIMA WORAWAS : PREPARATION AND PROPERTIES OF EVA /  
POLYSTYRENE / MONTMORILLONITE NANOCOMPOSITES. THESIS ADVISOR:  
ASSOC. PROF. SAOWAROJ CHUAYJULJIT, 94 pp.

The aim of this research is to prepare nanocomposites from ethylene vinyl acetate copolymer (EVA), polystyrene (PS) nanoparticles and montmorillonite (MMT) by latex compounding. The nanolatex of PS was synthesized by differential microemulsion polymerization using sodium dodecyl sulfate and 2,2'-azobisisobutyronitrile as a surfactant and an initiator, respectively. Solid content of the nanolatex determined by gravimetric method is about 22%. Average particle size of PS nanoparticles measured by a dynamic light scattering analyzer was 15 nm. Spherical-shaped PS nanoparticles were observed under a transmission electron microscope. The polymer blends of EVA and PS at EVA/PS dry weight ratios of 90/10, 80/20 and 70/30 were mixed with MMT at the amount of 1, 3 and 5 phr using a high speed mixer at 3000 rpm for 5 min. The latex mixtures were cast on a glass mold and then compressed into thin sheets. After that, the samples were examined for their structures, tensile properties, dynamic mechanical properties, thermal behaviors and morphology using an X-ray diffractometer, universal testing machine, dynamic mechanical analyzer, thermal gravimetric analyzer and scanning electron microscope, respectively. The results showed that the tensile properties, dynamic mechanical properties and thermal stability of the obtained intercalated nanocomposites could be improved by the addition of an appropriate amount of MMT.

Department : Materials Science ..... Student's Signature.....

Field of Study : Applied Polymer Science and Textile technology Advisor's Signature.....

Academic Year : 2009 .....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ เพราะได้รับความเชื่อเพื่อด้านเครื่องมือ วัสดุดิบและสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ รวมทั้งความช่วยเหลือและคำแนะนำทางวิชาการอย่างดีเยี่ยมจากผู้ทรงคุณวุฒิหลายท่าน ข้าพเจ้าจึงขอขอบคุณบุคคลและหน่วยงานที่เกี่ยวข้องดังรายนาม ต่อไปนี้

1. รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ชัยจุลจิตร์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำปรึกษาแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ การแก้ไขปัญหา การสนับสนุนทุนในการวิจัย รวมทั้งการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์
2. ศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูงที่ได้ให้ทุนสนับสนุนด้านการศึกษาและงานวิจัย
3. ดร.ชัยวัฒน์ นรภานต์กร ที่ให้คำแนะนำและการแก้ปัญหาอย่างดีเยี่ยมโดยเสมอมา
4. คุณอัญญา พุฒมหิทธิสุทธิ ที่ให้คำแนะนำและการแก้ปัญหาอย่างดีเยี่ยมโดยเสมอมา
5. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
6. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
7. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ
8. บริษัท ดาว คอนนิ่ง จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์สารเคมี
9. บริษัท สยามเคมีคอล จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์สารเคมี
10. บริษัท อิเทอร์นอล เรชิน จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์สารเคมี

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบคุณบิดา มารดา พี่สาว น้องสาว รวมทั้งคุณณัฐณิชา ปิยะวงศ์ ที่ให้การสนับสนุนในด้านกำลังใจและด้านทุนทรัพย์ในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี รวมทั้งอาจารย์ทุกท่านที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ให้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ และพี่ๆ เพื่อนๆ นิสิตภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกท่านสำหรับความช่วยเหลือ และความปรารถนาดีแก่ผู้วิจัยตลอดมา

## สารบัญ

หน้า	
บทคัดย่อภาษาไทย	๑
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	๒
กิตติกรรมประกาศ	๓
สารบัญ	๔
สารบัญตาราง	๕
สารบัญภาพ	๖
บทที่	
1. บทนำ	๑
2. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	๓
2.1 เอกธีนีวนิลแอชีเต็ตโพลิเมอร์	๓
2.2 พอลิสไตรีน	๕
2.2.1 การเตรียมมอนโเมอร์	๖
2.2.2 พอลิเมอไรเซ็น	๖
2.2.3 สมบัติและการนำไปใช้ประโยชน์	๘
2.3 แร่ดิน	๙
2.3.1 มอนต์มอริลไนต์	๑๓
2.4 นาโนคอมพอสิต	๑๕
2.4.1 ลักษณะสำคัญของพอลิเมอร์-เคลย์นาโนคอมพอสิต	๑๗
2.4.2 ผลิตภัณฑ์สำคัญของพอลิเมอร์-เคลย์นาโนคอมพอสิต	๑๗
2.4.3 แนวโน้มการพัฒนานาโนเคลย์ และพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต	๑๘
2.5 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน	๒๐
2.6 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน	๒๔
2.7 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอร์เรนเชียลไมโครอิมัลชัน	๒๗
3. วิธีดำเนินงานวิจัย	๓๑
3.1 สารเคมีที่ใช้	๓๑

## บทที่

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง .....	32
3.2.1 อุปกรณ์ที่ใช้เตรียมนาโนเล็กซ์ .....	32
3.2.2 อุปกรณ์ที่ใช้เตรียมชิ้นตัวอย่างทดสอบ .....	32
3.2.3 เครื่องวิเคราะห์และทดสอบสมบัติ .....	32
3.3 วิธีการทดลอง .....	33
3.3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์นาโนเล็กซ์ของพอลิสไตรีน .....	33
3.3.2 การแยกพอลิสไตรีนออกจากนาโนเล็กซ์ .....	35
3.3.3 การวิเคราะห์นาโนเล็กซ์ .....	36
3.3.3.1 เปอร์เซ็นต์ผลได้ของพอลิสไตรีนในนาโนเล็กซ์ .....	36
3.3.3.2 สัณฐานวิทยาของอนุภาคระดับนาโนของพอลิสไตรีน .....	37
3.3.3.3 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค .....	37
3.3.4 การเตรียมอีวีเอ พอลิสไตรีนและมอนต์มอริลโลในตันนาในคอมพิวเตอร์ .....	39
3.3.5 การวิเคราะห์และทดสอบอีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลในตันนาในคอมพิวเตอร์ .....	41
3.3.5.1 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา .....	41
3.3.5.2 สมบัติด้านความทันแรงดึง .....	42
3.3.5.3 การตรวจสอบโครงสร้างผลึก .....	42
3.3.5.4 สมบัติทางความร้อน .....	43
3.3.5.5 สมบัติเชิงกลพลวัต .....	44
4. ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง .....	45
4.1 พอลิสไตรีนนาโนเล็กซ์ .....	45
4.2 เปอร์เซ็นต์ของแท้ (%solid) เปอร์เซ็นต์ผลได้ (%yield) และขนาดอนุภาค .....	45
ของพอลิสไตรีน .....	45
4.3 สัณฐานวิทยาของพอลิสไตรีนที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร .....	46
4.4 สัณฐานวิทยา .....	46
4.5 สมบัติด้านความทันแรงดึงของวัสดุนาโนคอมพิวเตอร์ .....	49
4.5.1 สมบัติความทันแรงดึง .....	49

## หน้า

## บทที่

4.5.2 ยังส์มอดูลัส	51
4.5.3 เปอร์เซ็นต์การยึดตัว	52
4.6 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของมอนต์มอริลโลในด้วยเทคนิค XRD	53
4.7 เสถียรภาพทางความร้อนที่ตรวจสอบด้วยเทคนิค TGA	56
4.8 สมบัติเชิงกลพลวัต (Dynamic mechanical property)	58
<b>5. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ</b>	<b>63</b>
5.1 สรุปผลการทดลอง	63
5.2 ข้อเสนอแนะ	64
รายการอ้างอิง	65
ภาคผนวก	68
ภาคผนวก ก	69
ภาคผนวก ข	70
ภาคผนวก ค	73
ภาคผนวก ง	81
<b>ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์</b>	<b>94</b>

## สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 3.1 สมบัติของเอทิลีนไวนิลแอซีเทตโคลิเมอร์ชั้น	31
ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารที่ใช้สังเคราะห์นาโนเล็กซ์	34
ตารางที่ 3.3 ปริมาณสารที่ใช้เตรียมอีวีເອ/ພໂລສໄຕຣີນ/ມອນຕົມອຣິລໂລໄນຕົນາໂນຄອມພອສີຕ	39
ตารางที่ 4.1 ເປົກວັດທີຂອງແຂງ ເປົກວັດທີຜລໄດ້ ແລະ ຂາດອນຸກາຄຂອງພໂລສໄຕຣີນທີ່ ສັງເຄຣະໜ້າຈາກກະບວນກາຮັດພໂລສີເປົດໃຫຍ່ໄລ້ໂຄຮູມລັບຊັ້ນ	46
ตารางที่ 4.2 ດໍາ 2 $\theta$ ຂອງພຶກຕ່າງໆ ທີ່ປ່າກງູນໃນກາຟ XRD	55
ตารางที่ 4.3 ດໍາ d-spacing ຂອງມອນຕົມອຣິລໂລໄນຕົ້ນທີ່ດຳນວນຈາກສົມກາຮັດຂອງແບຣກກ	55
ตารางที่ 4.4 ອຸດໝາກມີກາຮັດສລາຍຕ້ວທີ່ຕຽບສອບດ້ວຍເຖິງ TGA	57

## สารบัญภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของอีวีเอ .....	3
รูปที่ 2.2 ขั้นของชิลิกาเตตระยีดวัล .....	9
รูปที่ 2.3 ขั้นของอะดูมินาออกตะยีดวัล .....	10
รูปที่ 2.4 โครงสร้างของมอนเต็มอวิลโลไนต์ .....	14
รูปที่ 2.5 การยึดติดกันระหว่างขั้นของดินกับประจุบวกที่อยู่ระหว่างขั้นของดิน .....	14
รูปที่ 2.6 การกระจายตัวของเคลย์ในพอลิเมอร์คอมโพสิต .....	16
รูปที่ 2.7 โครงสร้างของอินเตอร์คาเดตและเอกซ์ฟอลิโอนานะคอมโพสิต .....	17
รูปที่ 2.8 ผลการทดสอบความทนแรงดึงของอีวีเอและมอนเต็มอวิลโลไนต์นาโนคอมโพสิต .....	19
รูปที่ 2.9 ผล TGA ของอีวีเอและมอนเต็มอวิลโลไนต์นาโนคอมโพสิต .....	20
รูปที่ 2.10 ค่า CMC และสมบัติทางกายภาพของสารละลายสารลดแรงตึงผิว .....	21
รูปที่ 2.11 การเกิดไมเซลล์ในกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน .....	22
รูปที่ 2.12 องค์ประกอบของระบบอิมัลชัน .....	23
รูปที่ 2.13 แผนภาพเฟสของ isotropic microemulsion .....	25
รูปที่ 2.14 กลไกการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน .....	26
รูปที่ 2.15 กลไกการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์ด้วยกระบวนการเกิดแบบ ดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน .....	28
รูปที่ 2.16 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารลดแรงตึงผิวกับขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ .....	29
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมนาโนเลเท็กซ์ของพอลิสไตรีน .....	33
รูปที่ 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้สังเคราะห์นาโนเลเท็กซ์ของพอลิสไตรีน .....	34
รูปที่ 3.3 การตกตะกอนพอลิสไตรีนด้วยเมทานอลที่มากเกินพอ .....	35
รูปที่ 3.4 การล้างและกรองอนุภาคตะบันนาโนที่เตรียมได้ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ .....	35
รูปที่ 3.5 ตกตะกอนของพอลิสไตรีนก่อนนำไปอบ .....	36
รูปที่ 3.6 เครื่องซั่นน้ำหนัก .....	37
รูปที่ 3.7 เครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) รุ่น JEOL JEM-1230 .....	38
รูปที่ 3.8 เครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) Analyzer รุ่น Nano-series ZX .....	38

รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการเตรียมอีวีเอ พอลิสไตรีนและมอนเติร์มอริลโลไนต์นาโนคอมโพสิต.....	39
รูปที่ 3.10 เครื่องบันความเร็วสูง.....	40
รูปที่ 3.11 แม่พิมพ์ที่ทำจากแผ่นกระจกขนาด $20 \times 20 \times 0.15$ เซนติเมตร.....	40
รูปที่ 3.12 เครื่องอัดแบบ (compression molding machine) ของบริษัท LAB TECH จำกัด.....	41
รูปที่ 3.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กtronแบบส่องกลาร (SEM รุ่น Jeol JSM-5410LV).....	41
รูปที่ 3.14 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K.....	42
รูปที่ 3.15 เครื่อง XRD ของ Bruker รุ่น AXS Model D8 Discover.....	43
รูปที่ 3.16 เครื่อง Thermogravimetric analyzer ของ METTLER TOLEDO รุ่น TGA/SDTA 851 <sup>°</sup> .....	44
รูปที่ 3.17 เครื่อง Dynamic mechanical analyzer ของ METTLER TOLEDO รุ่น 861 <sup>°</sup> .....	44
<b>รูปที่ 4.1 พอลิสไตรีนนาโนเล็กซ์ที่สังเคราะห์ได้จากการเกิดพอลิเมอร์ แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน.....</b>	<b>45</b>
รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดของพอลิสไตรีนที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตรที่สังเคราะห์ จากการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน.....	46
รูปที่ 4.3 สัณฐานวิทยาของพอลิสไตรีนที่รวมตัวกันเป็นทรงกลม.....	47
รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ของ (a) อีวีเอบริสุทธิ์ และพอลิเมอร์ผสมของ (b) 70EVA/30PS, (c) 80EVA/20PS และ (d) 90EVA/10PS.....	48
รูปที่ 4.5 ภาพ SEM ของนาโนคอมพอสิตของ (a) 70EVA/30PS/1MMT, (b) 70EVA/30PS/3MMT, (c) 70EVA/30PS/5MMT, (d) 80EVA/20PS/1MMT, (e) 80EVA/20PS/3MMT, (f) 80EVA/20PS/5MMT, (g) 90EVA/10PS/1MMT, (h) 90EVA/10PS/3MMT และ (i) 90EVA/10PS/5MMT.....	49
รูปที่ 4.6 ความทนแรงดึงของพอลิเมอร์ผสม (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ผสม นาโนคอมพอสิต (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนเติร์มอริลโลไนต์).....	50
รูปที่ 4.7 ยังสมอคูลัสของพอลิเมอร์ผสม (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ผสม นาโนคอมพอสิต (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนเติร์มอริลโลไนต์).....	51

รูปที่ 4.8 เปอร์เซ็นต์การยึดตัวของพอลิเมอร์ฟัล (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ฟัล นาโนคอมโพสิต (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนเต็มอวิลโลไนต์) .....	52
รูปที่ 4.9 กราฟ XRD ของ (a-c) มอนเต็มอวิลโลไนต์ และอีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนเต็มอวิลโลไนต์ นาโนคอมพอยต์ที่เตรียมจากการใส่เม็ดมอนเต็มอวิลโลไนต์ปริมาณ 1, 3 และ 5 phr เข้าไปในพอลิเมอร์ฟัล อีวีเอ/พอลิสไตรีนที่อัตราส่วน 70/30, 80/20 และ 90/10 .....	54
รูปที่ 4.10 ร้อยละการถลวยตัวเป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์ฟัล และนาโนคอมพอยต์ 56	
รูปที่ 4.11 มอดูลัสสัมบูรณ์เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์ฟัล และนาโนคอมพอยต์ .....	60
รูปที่ 4.12 ค่า Tan $\delta$ เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์ฟัล และนาโนคอมพอยต์ .....	62

# บทที่ 1

## บทนำ

พอลิเมอร์ผสม (polymer blends) และพอลิเมอร์คอมโพสิต (polymer composites) เป็นวัสดุที่สามารถปรับปรุงสมบัติ ลดต้นทุนการผลิต เพิ่มมูลค่าของผลิตภัณฑ์ และขยายการใช้งานของวัสดุ หากแต่ปัจจุบันวัสดุพอลิเมอร์นาโนคอมพอยต์กำลังได้รับความสนใจเพิ่มมากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากสมบัติต่างๆ เช่น สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสมบัติการสกัดกั่นได้ถูกปรับปรุงด้วยการเติมพิลเลอร์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตรในปริมาณเล็กน้อย (ปกติไม่เกิน 5 % โดยน้ำหนัก) โดยมอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite) เป็นสารอนินทรีย์ที่ประกอบด้วยชั้นซิลิเกต (layer silicates) ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร ได้ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมพอยต์ (polymer nanocomposites) เพราะมีอยู่เป็นปริมาณมากในธรรมชาติ เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม และราคาถูก เนื่องจากมอนต์มอริลโลไนต์มีสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic) จึงทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นซิลิเกตขยายกว้างขึ้นเมื่อแช่ในน้ำ ดังนั้น สายโซ่พอลิเมอร์ที่อยู่ในเลเท็กซ์ที่มีน้ำเป็นตัวกลางอาจแทรกเข้าไประหว่างชั้นซิลิเกตภายใต้การบีบอัดอย่างรุนแรงโดยไม่จำเป็นต้องทำการตัดແ劈ร่องมอนต์มอริลโลไนต์ให้เป็นคอร์แกโนเคลร์ ซึ่งงานวิจัยนี้จะเตรียมนาโนคอมพอยต์ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างเอทิลีนไวนิลแอซีเตตโคพอลิเมอร์ (อีวีเอ) และพอลิสโตรีนที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตรที่เติมแต่งด้วยมอนต์มอริลโลไนต์ภายใต้ภาวะที่เป็นเลเท็กซ์หรือมัลตันเพื่อศึกษาสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลาสติก สมบัติทางความร้อน และสัณฐานวิทยาของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้โดยอีวีเอเป็นวัสดุที่ปราศจากยาโลเจน (zero-halogen material) ที่มีการใช้งานอย่างกว้างขวาง ทั้งนี้ขึ้นกับปริมาณของไวนิลแอซีเตต (VA) ที่มีอยู่ในโคพอลิเมอร์ โดยสามารถใช้งานในลักษณะเป็นยาง (VA = 40-45%) เทอร์โมพลาสติกอิเล็กโตริค (VA = 28-33%) และพลาสติก (VA = 9-18%) ในการทำเป็นพื้นรองเท้าชั้นกลาง (midsole) คุณภาพทางการแพทย์ชนิดใช้ครั้งเดียว ของเด็กเล่น การหลอมด้วยความร้อน (hot melt adhesives) ฟิล์มหดรัด (shrink film) เทปภาฯ และชนวนหุ้มสายเคเบิล เป็นต้น ในขณะที่พอลิสโตรีนเป็นพอลิเมอร์ที่มีการใช้งานอย่างกว้างในทางการค้าที่สามารถขึ้นรูปได้ง่าย และมีความคงรูปสูง แต่มีความเปราะที่จำกัดการใช้งาน การผสมอีวีเอกับพอลิสโตรีนที่อนุภาคขนาดนาโนเมตรและมอนต์มอริลโลไนต์ปริมาณเล็กน้อย จะส่งผลให้น้ำหนักและความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์เปลี่ยนไปอย่างไม่มีนัยสำคัญ โดยสมบัติของอีวีเออาจได้รับการปรับปรุงจากอนุภาคขนาดนาโนของสารอินทรีย์ (พอลิสโตรีน) และสารอนินทรีย์ (มอนต์มอริลโลไนต์) การสังเคราะห์มัลตันของพอลิสโตรีนที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตรโดยทั่วไปใช้กระบวนการการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครมัลตัน (microemulsion polymerization) หากแต่จะมีข้อเสียหลายประการ ได้แก่ การใช้สารลดแรงตึงผิว (surfactant) จำนวนมาก ปริมาณพอลิสโตรีน

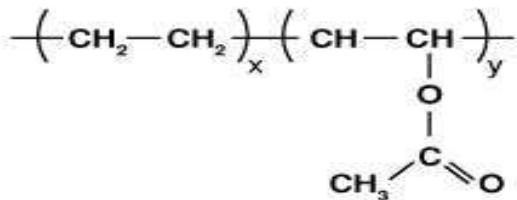
ในเด็กซึ่งเตรียมได้มีค่าต่ำ ( $< 10\%$  โดยน้ำหนัก) และอนุภาคของพอลิสไตรีนมีการกระจายขนาดที่กว้าง ซึ่งการใช้สารลดแรงตึงผิวในปริมาณมากทำให้ไม่ได้รับการพัฒนาสู่อุตสาหกรรม เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวมีราคาแพง สิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายในการกำจัดสารลดแรงตึงผิวออกจากระบบภายในห้องสูดปฏิกิริยา และสารลดแรงตึงผิวที่ตกลงมีผลทำให้ผลิตภัณฑ์มีสมบัติดีลงโดยงานวิจัยนี้จะใช้กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน (differential microemulsion polymerization) สังเคราะห์พอลิสไตรีนที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร โดยการใช้อโซเซบิสไอโซบิวทิโวไนไตรอล (azobisisobutyronitrile, AIBN) และโซเดียมโดเดซิลซัลไฟต์ (sodium dodecyl sulfate, SDS) เป็นสารเริ่มปฏิกิริยา (initiation) และสารลดแรงตึงผิว ตามลำดับ ในระบบของการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชันจะประกอบด้วยตัวกลาง (น้ำ) สารลดแรงตึงผิว และสารเริ่มปฏิกิริยาผงสมอญี่ในเครื่องปฏิกรณ์ เมื่อให้ความร้อนแก่ระบบจนถึงอุณหภูมิที่สามารถเกิดพอลิเมอร์ได้แล้ว จึงเริ่มหยดสู่ไตรีนมอนอเมอร์ลงไปทีละหยดด้วยระยะเวลาอันสั้น การทำเช่นนี้จะสามารถจำกัดการเติบโตของอนุภาคพอลิเมอร์ได้ และสามารถคงอัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวและมอนอเมอร์ให้สูงได้เป็นเวลานาน ทำให้ใช้สารลดแรงตึงผิวในปริมาณที่ต่ำกว่า และให้เปอร์เซ็นต์ได้ (%yield) ที่สูงกว่ากระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน งานวิจัยนี้คาดหวังว่านาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้จะได้รับการปรับปรุงทั้งสมบัติเชิงกล สมบัติเชิงกลพลวัต และสมบัติทางความร้อน

## บทที่ 2

### วารสารปริทัศน์

#### 2.1 เอทิลีนไวนิลแอซีเทตโคพอลิเมอร์ (Ethylene vinyl acetate copolymer, EVA) [1-3]

เอทิลีนไวนิลแอซีเทตโคพอลิเมอร์ (Ethylene vinyl acetate copolymer) หรืออีวีเอ (EVA) คือ โคพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จากการบวนการโคพอลิเมอร์ไวเซ็นแบบบัลก์ต่อเนื่อง (continuous bulk) หรือแบบสารละลาย (solution) ระหว่างเอทิลีนมอนومอร์ (ethylene monomer) กับไวนิลแอซีเทตมอนอมอร์ (vinyl acetate monomer) ซึ่งไวนิลแอซีเทตจะจัดเรียงตัวอย่างไม่สม่ำเสมอในสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยปกติอีวีเอที่นำมาใช้งานจะมีปริมาณของไวนิลแอซีเทตอยู่ในช่วง 2-50% และมีค่าดัชนีการไหล (melt index, MI) อยู่ที่ 5-25 กรัม/10 นาที โดยมีการจัดกลุ่มของอีวีเอตามปริมาณของไวนิลแอซีเทตที่อยู่ในโมเลกุลของพอลิเมอร์ ดังนี้ ถ้ามีปริมาณไวนิลแอซีเทตอยู่ในช่วง 9-18% จะจัดอยู่ในกลุ่มของพลาสติก (plastics) ถ้ามีอยู่ในช่วง 28-33% จะจัดอยู่ในกลุ่มเทอร์โมพลาสติกอิลัสติเมอร์ (thermoplastic elastomers) และถ้ามีถึง 45% จะจัดอยู่ในกลุ่มของยาง (rubbers) โดยมีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 สูตรโครงสร้างของอีวีเอ

อีวีเอเป็นผลงานการวิจัยของบริษัทดูปองต์ (DuPont) ประเทศสหรัฐอเมริกา ซึ่งได้รับการจดสิทธิบัตรตั้งแต่ปี ค.ศ.1956 และถูกผลิตออกสู่ตลาดในปี ค.ศ.1960 ภายใต้ชื่อทางการค้าว่า เอลเว็กซ์ (Elvax) ปัจจุบันถูกนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์ กาว และพื้นรองเท้า เป็นต้น

สมบัติของอีวีเอขึ้นกับปริมาณไวนิลแอซีเทตที่อยู่ในโคพอลิเมอร์ ถ้าปริมาณไวนิลแอซีเทตเพิ่มขึ้น จะทำให้ความสม่ำเสมอของโครงสร้างลดลง ซึ่งมีผลให้ความเป็นผลลัพธ์ และถ้ามี

ปริมาณไวนิลแอซีเทตต่ำ (7-8 mole%) อีวีเอจะมีลักษณะคล้ายพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำที่ถูกดัดแปลง (modified low density of polyethylene) และถ้ามีปริมาณไวนิลแอซีเทต (10-15 mole%) จะมีความยืดหยุ่นคล้ายพลาสติกไซเซอร์ซึ่งอาจเป็นข้อดีในการใช้งานบางอย่าง เพราะความยืดหยุ่นโดยไม่จำเป็นต้องใส่พลาสติกไซเซอร์ที่อาจสูญเสียไประหว่างการใช้งาน สำหรับอีวีเอที่มีปริมาณของไวนิลแอซีเทตประมาณ 11 ร้อยละโดยโมล อาจถูกใช้เป็นสารเติมแต่งใน hot melt coating และ adhesive

ยางอีวีเอจะมีปริมาณไวนิลแอซีเทตอยู่ 40-70 ร้อยละโดยโมล เนื่องจากสายโซ่อ่อนยาง อีวีเอมีความคิ่มตัวสมบูรณ์ จึงทำให้ยางชนิดนี้ทนต่อการเสื่อมสภาพเนื่องจากความร้อน โอดิโซน และสภาพดินฟ้าอากาศได้เป็นอย่างดี (สามารถใช้งานได้อย่างต่อเนื่องในอุณหภูมิสูงถึง 125 องศาเซลเซียส) ส่วนหมุ่แอซีเทตซึ่งมีความเป็นขั้วสูง จะทำให้ยางมีความทนทานต่อน้ำมันและตัวทำละลายที่ไม่มีข้าวได้ดี แต่ยางอีวีเอมีสมบัติการหักงอที่อุณหภูมิต่ำเมื่อ แล้วเนื่องจากยางมีความเป็นขั้วสูง จึงมีสมบัติความเป็นอนวนไฟฟ้าไม่ดี ส่วนใหญ่จะใช้ในการผลิตปลอกหัวม้าย เคเบิลเน็ตเวกอร์ที่ต้องการสมบัติพิเศษด้านความทนทานต่อการเสื่อมสภาพอันเนื่องมาจากโอดิโซน สภาพอากาศ ความร้อน และน้ำมันเท่านั้น และเนื่องจากสายโซ่อ่อนลักษณะของยางอีวีเอเป็นพันธะเดี่ยวทั้งหมด ดังนั้น ยางชนิดนี้จึงไม่สามารถทำให้คงรูปได้ด้วยกำมะถัน แต่สามารถคงรูปได้ด้วยสารเปอร์ออกไซด์ และการเลือกใช้สารตัวเติม สารทำให้ยานิ่ม และสารช่วยในกระบวนการผลิต ควรทำด้วยความระมัดระวัง เนื่องจากสารตัวเติมที่มีฤทธิ์เป็นกรด หรือสารประกอบที่มีพันธะคู่อยู่ในโมเลกุลสามารถรบกวนการคงรูปด้วยเปอร์ออกไซด์ เนื่องจากยางอีวีเอมีความทนทานต่อสภาพดินฟ้าอากาศสูง จึงไม่จำเป็นต้องเติมสารป้องกันการเสื่อมสภาพลงไป แต่ในกรณีที่ต้องการนำยางคงรูปไปใช้ที่อุณหภูมิสูงมาก ก็อาจเติมสารป้องกันการเสื่อมสภาพลงไปได้ ส่วนสารทำให้ยางนิ่มนิยมใช้กับยางชนิดนี้ ได้แก่ น้ำมันพาราฟินิกที่ระเหยได้ต่ำ หรือน้ำมันในกลุ่มเอนเซอร์ นอกจากการคงรูปด้วยระบบเปอร์ออกไซด์แล้ว ยังสามารถทำให้คงรูปได้ด้วยการฉาวยังสีที่มีพลังงานสูง

นอกจากนี้ สมบัติของยางยังขึ้นกับน้ำหนักโมเลกุลอีกด้วย โดยอีวีเอที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ จะมีความหนืดต่ำ จึงง่ายต่อการผลิตหรือขึ้นรูป ส่วนอีวีเอที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง จะเหมาะสมกับงานยืดติดที่ต้องการความแข็งแรงที่อุณหภูมิสูง และยืดหยุ่นได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ การขึ้นรูปอีวีเอทำได้หลายวิธี ได้แก่ การอัดแบบ (compression molding) การฉีดแบบ (injection molding) และการอัดวีด (extrusion) ให้เป็นแผ่นแล้วใช้บล็อกมีดตัดให้มีรูปร่างตามต้องการ

ปัจจุบันมีการนำอีวีเอมาใช้งานหลากหลายมากขึ้น เนื่องจากมีสมบัติที่ดี ดังนี้

- มีราคาถูก
- มีความทนแรงกระแทก (impact strength) สูง
- ชีวิตงานของอีวีเอมีลักษณะใส หรือสีขาวง่ายต่อการให้สี
- มีความยืดหยุ่นและทนต่อการโค้งงอได้ดี
- สามารถละลายได้มากขึ้นเมื่อมีปริมาณไวนิลแอซีเทตเพิ่มขึ้น
- สามารถต้านการซึมผ่านของน้ำและเกลือได้ดี ซึ่งความสามารถในการซึมผ่านจะน้อยลงถ้ามีปริมาณไวนิลแอซีเทตเพิ่มขึ้น
- มีความต้านทานสภาวะแวดล้อมได้ดี
- สามารถต้านทานการเกิดรอยแตกได้ดี
- สามารถต้านทานแสง UV และโคลอเจนได้ดี
- ไม่มีกลิ่น ใช้ทำบรรจุภัณฑ์ เพราะสามารถปิดผนึกได้ดีที่อุณหภูมิต่ำ และสามารถสัมผัสอาหารได้ตามกฎของ FDA
- สามารถทำการเชื่อมโดยข้าม (crosslinking) ได้ ทำให้มีสมบัติเชิงกลที่ดี
- อีวีเอมีความเป็นข้าวสูงจากหมู่แอซีเทต ทำให้ทนน้ำมัน (oil resistance) และสามารถยึดเกาะกับวัสดุอื่น และมีความแข็งแรงยึดเกาะที่ดี

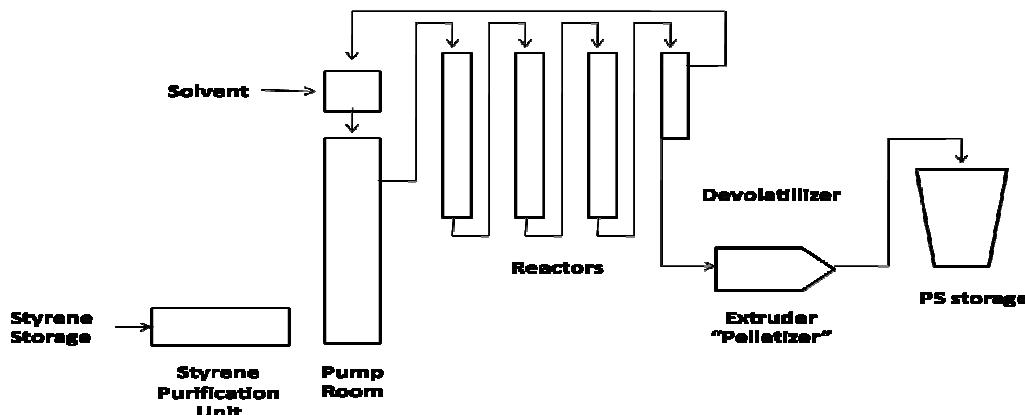
## 2.2 พอลิสไตรีน (Polystyrene) [4,5]

พอลิสไตรีนเป็นเทอร์โมพลาสติกที่ได้จากการสังเคราะห์สไตรีนบนอเมอร์ด้วยวิธีการเกิดพอลิเมอร์แบบรวมตัว (addition polymerization) ได้เป็นพอลิสไตรีนชนิดใช้งานทั่วไป (general purpose polystyrene, GPPS) ถูกผลิตขึ้นครั้งแรกโดยบริษัท I.G. Farbenindustrie ประเทศเยอรมัน และบริษัท Dow chemical ประเทศสหรัฐอเมริกา การนำพอลิสไตรีนมาใช้เป็นบรรจุภัณฑ์ได้รับความนิยมมานานแล้ว เนื่องจากขึ้นรูปง่าย และมีความใส ทำให้มองเห็นผลิตภัณฑ์ที่บรรจุอยู่ได้ชัดเจน

พอลิสไตรีนมีความโปร่งใส แข็งแต่เบร้า ไม่ดูดความชื้น ไม่น้ำไฟฟ้า เนื้อเยื่าต่อสารเคมีทนกรด ทนด่าง ผสมสีได้ง่าย ทั้งยังขึ้นรูปได้ง่าย ทนความร้อนได้ดี และละลายได้ดีในตัวทำละลายอะโรมาติก เช่น เบนซิน และโกลูcin เป็นต้น จัดเป็นพลาสติกที่มีน้ำหนักเบาที่สุดในพลาสติกชนิดแข็ง สามารถเกิดเป็นโคโพลิเมอร์ได้ง่าย เช่น SBR SAN และ ABS เป็นต้น

### 2.2.1 การเตรียมมอนомер [4]

อุตสาหกรรมการเตรียมสไตรีนมอนอมอร์จากเป็นชิ้นเม็ดนี้



ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในขั้นตอนดีไซด์คราโนเซ็น (ขั้นตอนที่ 2) อาจเป็นออกไซด์ของโลหะ เช่น  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$  และ  $\text{K}_2\text{O}$  เป็นต้น สไตรีนที่ได้สามารถแยกออกจากเอทิลเบนซิน และทำให้บริสุทธิ์โดยการกลั่นแบบลำดับส่วน และลดความดัน อีกทั้งมีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีกลิ่นเฉพาะตัวคล้ายกลิ่นกระเทียม และมีจุดเดือด 145 องศาเซลเซียส

### 2.2.2 พอลิเมอไรเซชัน [5]

การสังเคราะห์พอลิสไตรีนมีได้ทั้งแบบบัลก์ แบบสารละลาย แบบแขวนลอย และแบบอิมัลชัน

#### พอลิเมอไรเซชันแบบบัลก์ (Bulk polymerization)

เป็นกระบวนการพอลิเมอไรเซชันที่ประกอบด้วยสไตรีนมอนอมอร์ สารเริ่มต้นปฏิกิริยาประเภทเปอร์ออกไซด์ และอาจเติมตัวทำละลายลงไปเล็กน้อย ในระหว่างการเตรียมอาจเกิดจุดร้อน (hot spot) ในเครื่องปฏิกิริยา เป็นผลให้พอลิเมอร์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลไม่สม่ำเสมอ หรือเรียกปรากฏการณ์ว่า “ทرومส์ดอร์ฟ” (Trommsdorff) ดังนั้น จึงแก้ปัญหาดังกล่าวโดยแบ่งขั้นตอนการสังเคราะห์เป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นแรก เรียกว่า ขั้นพรีพอลิเมอไรเซชัน (prepolymerization) ซึ่งสไตรีนมอนอมอร์จะเกิดปฏิกิริยาด้วยความร้อน (thermal polymerization) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 วัน โดยปฏิกิริยาดำเนินไป 33-35% และภายในเครื่องปฏิกิริยาจะประกอบด้วยสายโซ่พอลิเมอร์สั้นๆ และมอนอมอร์ที่ไม่เกิดปฏิกิริยา ในขั้นที่สอง ของผสมที่ได้จากขั้นแรกจะถูกถ่ายไป

ยังหอปูริกริยาซึ่งสูงประมาณ 25 พุต ในหอปูริกริยาดังกล่าวของเหลวจะไหลจากด้านบนลงด้านล่าง ซึ่งแต่ละตอนของหอจากบนสู่ล่างนั้นมีช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 110-180 องศาเซลเซียส ส่วนตรงกลางหอ มีอุณหภูมิประมาณ 150 องศาเซลเซียส และส่วนด้านล่างสุดของหอ มีอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เพื่อให้ปูริกริยาเกิดอย่างสมบูรณ์ และอีกเหตุผลหนึ่ง คือ เพื่อลมอนเอมอร์ที่เหลือติดมากับพอลิเมอร์ออก ส่วนพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จะถูกผ่านเข้าสู่เครื่องอัดรีดเพื่อทำเป็นเม็ดพอลิสไตรีนต่อไป

### พอลิเมอไรเซชันแบบละลาย (Solution polymerization)

เป็นกระบวนการพอลิเมอไรเซชันที่แก้ปัญหาการเตรียมพอลิสไตรีนแบบบัลก์ที่มีปัญหารือถึงการถ่ายเทความร้อนขณะที่ปูริกริยาดำเนินไป และความหนืดที่สูงขึ้นตามน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่เพิ่มขึ้น จึงทำให้ควบคุมการผลิตได้ยาก อีกทั้งน้ำหนักโมเลกุลของพอลิสไตรีนที่ได้มีสมำเสมอ ซึ่งการเตรียมพอลิสไตรีนแบบสารละลายประกอบด้วยสตีรีนมองเอมอร์ สารเริ่มต้นปูริกริยา ตัวทำละลาย และสารถ่ายโอนสายโซ่ (chain transfer agent) ตัวทำละลายส่วนใหญ่เป็นตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีจุดเดือดปานกลาง เช่น ไกลอิน และ ไนโคลเอกเซน เป็นต้น

การเตรียมพอลิสไตรีนแบบสารละลายจะได้พอลิสไตรีนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสมำเสมอ แต่ค่าใช้จ่ายในการผลิตสูง เนื่องจากราคาของตัวทำละลายและค่าใช้จ่ายในการนำตัวทำละลายกลับมาใช้ใหม่ค่อนข้างสูง ดังนั้น กระบวนการนี้จึงไม่นิยมใช้ในเชิงพาณิชย์ แต่จะใช้ในห้องปฏิบัติการมากกว่า

### พอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอย (Suspension polymerization)

การสังเคราะห์พอลิสไตรีนด้วยกระบวนการแบบสารละลาย มีข้อจำกัดเรื่องค่าใช้จ่ายของตัวทำละลาย ซึ่งตัวทำละลายอินทรีย์บางชนิดมีค่าการถ่ายเทความร้อนต่ำ เพราะมีค่าความจุความร้อนต่ำ ส่วน “น้ำ” เป็นตัวทำละลายที่มีจุดเดือดและค่าความจุความร้อนสูง และที่สำคัญ คือ ไม่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม ดังนั้น จึงหมายที่จะใช้เป็นตัวทำละลายในการเตรียมพอลิสไตรีน แต่น้ำ เป็นตัวทำละลายที่มีข้อสูง ไม่สามารถละลายสตีรีนมองเอมอร์และพอลิสไตรีนได้ ดังนั้น จึงมีการผสมผสานระหว่างการพอลิเมอไรซ์แบบบัลก์และแบบสารละลายเข้าด้วยกัน ซึ่งเรียกว่ากระบวนการนี้ว่า กระบวนการแบบแขวนลอย โดยสตีรีนมองเอมอร์และสารเบปอร์ออกไซด์ ซึ่งเป็นสารเริ่มต้นปูริกริยาจะกระจายเป็นเม็ดเล็กๆ แขวนลอยอยู่ในน้ำ ด้วยการใช้ไบพัคต์ และสารช่วยการกระจาย (dispersant) หรือสารเพิ่มเสถียรภาพ (stabilizer) โดยสารทั้งสองจะหุ้มเม็ดสตีรีนเพื่อป้องกันการรวมตัว ซึ่งภายในเม็ดสตีรีน มองเอมอร์ที่แขวนลอยจะเสนอในเครื่องปูริกริย์ขนาดเล็ก (micro

reactor) และจะมีการถ่ายโอนความร้อนดีกว่ากระบวนการแบบสารละลายน โดยทั่วไปนิยมใช้ พอกลไนล์แลกออกออลเป็นสารช่วยกระจาย ซึ่งลักษณะและขนาดของเม็ดพอลิสไตรีนที่เตรียมได้จะ ถูกควบคุมด้วยความเร็วของการกวน และอัตราส่วนโดยปริมาตรของสไตรีนมอนโอมอร์และน้ำที่ เติมเข้าไปในเครื่องปฏิกรณ์

ข้อเสียของการเตรียมพอลิสไตรีนด้วยกระบวนการแบบแขวนลอย คือ ปริมาณเม็ด พอลิสไตรีนที่เตรียมได้ต่อครั้งค่อนข้างน้อย เนื่องจากปริมาตรส่วนใหญ่ในเครื่องปฏิกรณ์เป็นน้ำ (70%) และเม็ดพอลิสไตรีนที่ได้มีความชื้นสูง จึงต้องนำไปอบก่อนใช้งาน บางครั้งการอบด้วย ความร้อนสูงอาจทำให้เม็ดพอลิสไตรีนเปลี่ยนสีได้ ซึ่งปกติวิธีนี้นิยมใช้เตรียมโฟมพอลิสไตรีน (expandable polystyrene, EPS) เป็นส่วนใหญ่ เพราะสามารถเติมสารฟู (blowing agent) เข้า ไปในระหว่างการผลิตได้

### พอลิเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization)

การเตรียมพอลิสไตรีนด้วยกระบวนการแบบอิมัลชัน จะมีวิธีและหลักการคล้าย กระบวนการแบบแขวนลอย ต่างกันตรงที่สารเริ่มต้นปฏิกิริยาจะละลายอยู่ในน้ำซึ่งเป็นตัวกลาง สำหรับการกระจาย ดังนั้น สารเริ่มต้นปฏิกิริยาที่นิยมใช้ คือ  $K_2S_2O_8$  (potassium persulfate) โดย เม็ดสไตรีนจะแขวนลอยอยู่ในน้ำในลักษณะของคลอลอยด์ และมีสารประเภทสูญทำหน้าที่เป็น อิมัลซิฟายเออร์ (emulsifier) ป้องกันไม่ให้เม็ดสไตรีนกลับมารวมตัวกัน

#### 2.2.3 สมบัติและการนำไปใช้ประโยชน์ [4]

พอลิสไตรีนมีความหนาแน่น  $1.04-1.06 \text{ g/cm}^3$  มีโครงสร้างเป็นแบบอะแทกติก และมี ความเป็นอสัณฐาน (amorphous) หรือไม่มีความเป็นผลึกเลย พอลิสไตรีนที่มีโครงสร้างแบบ ไอโซแทกติกสามารถเตรียมได้โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาซีเกลอร์-แแนวตา เช่น  $n$ -butyllithium แต่สมบัติ ไม่มีอะไรเหนือกว่าโครงสร้างแบบอะแทกติกมากนัก ดังนั้น จึงไม่มีการผลิตพอลิสไตรีนที่เป็นแบบ ไอโซแทกติกในเชิงพาณิชย์

พอลิสไตรีนสามารถละลายได้ในตัวทำละลายหลายชนิด ได้แก่ ตัวทำละลายประเภท อะโรเมติกไฮดรคาร์บอน เช่น เบนซีน และทิฟูอิน เป็นต้น ตัวทำละลายประเภทไฮดรคาร์บอนที่ มีคลอรีนเป็นองค์ประกอบ เช่น คาร์บอนเตตระคลอไจด์ ( $CCl_4$ ) คลอโรฟอร์ม ( $CHCl_3$ ) ไตรคลอโร- เอทิลีน ( $CHCl=CCl_2$ ) คลอโรเบนซีน ( $Ar-Cl$ ) และ 1,2-ไดคลอโรเบนซีน ( $Ar-2Cl$ ) เป็นต้น ตัวทำละลายจำพวกคีโนน เช่น เมทิลเอทิลคีโนน ( $CH_3CH_2COCH_3$ ) แต่ไม่ละลายในอะซีโตน และ

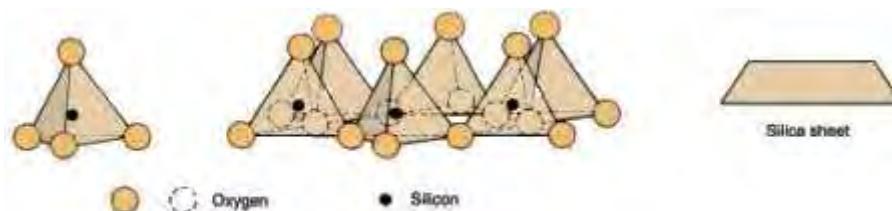
ตัวทำละลายจำพวก酇เตอร์ เช่น เอทิลอะซีเตต ( $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$ ) แต่ไม่ละลายในแอลกอฮอล์ ไฮโดรคาร์บอนอิมตัว เช่น เอทาน และเอปเทน เป็นต้น

พอลิสไตรินมีสมบัติเนื่องต่อปฏิกิริยาเคมีที่ว่าไปเข่นเดียวกับไฮโดรคาร์บอนพอลิเมอร์อื่นๆ แต่สามารถกรดแก๊สและเบสแก๊สที่ไปได้ดี อีกทั้งสามารถกรดเยื่อล์ด์ ตัวออกซิไดซ์ และตัวรีดิวซ์ที่ไปอย่างไรก็ตาม สมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์นี้จะลดลงถ้าพอลิเมอร์สัมผัสกับแสงแดด ที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานานๆ (เช่น อาจเปลี่ยนเป็นสีเหลืองและเกิดรอยแตกได้)

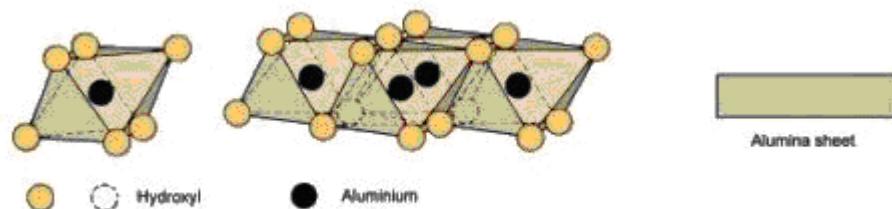
สมบัติของพอลิสไตรินที่ทำให้ได้รับความสนใจในเชิงการค้า คือ ขึ้นรูปง่าย โดยเฉพาะด้วยการฉีดแบบ และพอลิสไตรินหลังการเติมสาร เช่น พลาสติกไฮเซอร์ แอนดิออกซิแดนต์ สารเพิ่มเสถียรภาพที่เหมาะสมแล้ว จะสามารถขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีประโยชน์มากมาย เช่น เป็นชิ้นส่วนอุปกรณ์เครื่องใช้ไฟฟ้า ตัวมีปากกาลูกลิ้น ไม้บรรทัด ภาชนะ ขวดบรรจุอาหาร ของเด็กเล่น และฟิม เป็นต้น

### 2.3 แร่ดิน (clay) [6-9]

แร่ดินประกอบด้วยแร่ธาตุหลายชนิดขึ้นอยู่กับแหล่งกำเนิด โดยส่วนใหญ่เป็นสารประกอบจำพวกไฮดรัสอะลูมิโนซิลิเกต (hydrous aluminous silicate) มีสมบัติ plasticity เมื่อผสมกับน้ำ และเมื่อนำไปอบแห้งจะเประะโดย plasticity ของแร่ดินขึ้นกับธรรมชาติ และความละเอียดของแร่ดิน ถ้าละเอียดมากจะมี plasticity สูง ซึ่งแร่ดินที่นำไปสูตรคโนโลยีของนาโนเคลือบ และนาโนคอมพอยต์ เป็นแร่ที่มีจุดเด่น คือ มีโครงสร้างผลึกที่แผ่นแผ่น (sheet silicate) เรียงชั้นกันจัดอยู่ในพากฟิลโลซิลิเกต (phyllosilicate) ประกอบด้วยชั้นของซิลิกาเตตระไฮดิรัล (silica-tetrahedral) และอะลูมิโนออกตะไฮดิรัล (alumina-octahedral) ดังแสดงในรูปที่ 2.2 และ 2.3 ตามลำดับ และในระหว่างชั้นรอยต่อของชุด (interlayer) อาจมีไอโอดอนของโลหะ เช่น เหล็ก แคลเซียม แมกนีเซียม โซเดียม และโพแทสเซียม เป็นต้น หรือโมเลกุลของน้ำแทรกอยู่ ทำให้มีความ



รูปที่ 2.2 ชั้นของซิลิกาเตตระไฮดิรัล (silica tetrahedral )



รูปที่ 2.3 ชั้นของอะลูมินาออกตะอีดีรัล (alumina-octahedral)

ยึดหยุ่น และมีความเป็นข้าวที่สามารถนำมาใช้ประ邈ชน์ได้อย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรม โดยแร่ดินเหนียวในกลุ่มนี้ยังสามารถแบ่งออกได้อีกหลายแบบขึ้นอยู่กับปริมาณ ชนิดของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ชนิดโครงสร้างผลึก หรืออัญจูป เป็นต้น กลุ่มแร่ดินที่สำคัญ ได้แก่ อิลไลต์ (illite) เกอลินไนต์ (kaolinite) สเมคไทต์ (smectite) และเวอร์มิคิลิต (vermiculite) ยกเว้นแอ็ตตาบูลไกต์ (attapulgite) หรือรู้จักในนามปาลิกอร์ซไกต์ (palygorskite) มีโครงสร้างต่อเนื่องกันเป็นลูกโซ่ (chain silicate) แร่ดินในธรรมชาติสามารถแบ่งแยกตามโครงสร้างและองค์ประกอบทางเคมีได้ 4 กลุ่ม ดังนี้

### กลุ่มเกอลินไนต์ (Kaolinite group)

สูตรเคมีทั่วไป คือ  $2\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$  มีโครงสร้างแบบแผ่นชนิด 1:1 ประกอบด้วยแผ่นซิลิกาเตตระอีดีรัล 1 ชั้น จับยึดกับแผ่นอะลูมินาออกตะอีดีรัล 1 ชั้น และวางชั้อนกันขึ้นไปตามแนวแกน c และแต่ละแผ่นของอะลูมินาออกตะอีดีรัล และซิลิกาเตตระอีดีรัลจับยึดต่อเนื่องไปตามแนวอนที่เรียกว่าแกน a และ b เกอลินไนต์มีรูปผลึกแบบไตรคลินิก (triclinic) และในกลุ่มนี้ได้แก่ เกอลินไนต์ (kaolinite) ดิกไกต์ (dickite) นาไครต์ (nacrite) แฮลโลไซต์ (halloysite) และแอลโลฟลูเฟน (allophane) โดยลักษณะที่สำคัญของแร่กลุ่มนี้ คือ

- ไม่มีการแทนที่ของธาตุภายในโครงสร้างหรือมีน้อยมาก ซึ่งเป็นผลทำให้มีประจุต่ำ (low permanent charge)
- ผลึกแต่ละหน่วย (crystal unit) ยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจน ซึ่งเกิดขึ้นระหว่างชั้น (interlayer) มีผลทำให้แร่ดินเหนียวซิลิกेटมีการบวมตัวและหดตัว (swelling and shrinking) น้อยมาก
- ขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่เมื่อเทียบกับแร่ดินเหนียวชนิดอื่น เนื่องจากว่ามีหน่วยที่ยึดชั้อนกันค่อนข้างมาก ทำให้แร่ดินเหนียวกลุ่มนี้มีขนาด 0.1-5.0 ไมครอน แต่ส่วนใหญ่มี

- ขนาด 0.2-2.0 ไมครอน เนื่องจากอนุภาคมีขนาดใหญ่จึงทำให้มีพื้นที่ผิวภายนอก (external surface) น้อย และพื้นที่ผิวภายใน (internal surface) มีน้อยมากหรือไม่มีเลย
- มีความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอโอดอกวน (cation exchange capacity: CEC) ต่ำ เนื่องจากมีพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยและมีประจุลบในผลึกน้อยมาก CEC มีค่า 3–15 มิลลิสมมูลย์ (milliequivalent, meq)/100 กรัม

### กลุ่มแร่อิลไลต์ (Illite group)

มีสูตรเคมีทั่วไปดังนี้ คือ  $KAl_2(AlSi_3O_{10})(OH)_2$  เป็นแร่ดินเหนียวที่พบมากในหินตะกอน และในสภาพที่มีการตกตะกอนต่างๆ มีลักษณะโดยทั่วไปคล้ายกับแร่มัสโคไวต์ แร่น้ำบางที่เรียกว่า มิกา (mica) และจะคงสภาพอยู่ได้ดี ถ้ามีความเข้มข้นของซิลิกอนและอะลูมิเนียมปานกลางถึงสูง ในสภาพแวดล้อมที่เกิด แต่ถ้ามีพวกรายdro เนียมไอโอดอกวนปานกลางถึงสูงจะทำให้เสียเสถียรภาพ และเปลี่ยนเป็นเวอร์มิคิวไลต์ โดยลักษณะที่สำคัญของแร่กลุ่มนี้ คือ

- ประมาณ 15–25 เปอร์เซ็นต์ ของ  $Si^{+4}$  ในชั้นเตตระไฮดรัลจะถูกแทนที่ด้วย  $Al^{+3}$  จึงทำให้เกิดประจุลบที่ถาวร (permanent negative charge) ปริมาณมากในชั้นเตตระไฮดรัล
- ประจุลบที่เกิดในช่องว่างระหว่างชั้นซิลิกะทำให้สมดุลด้วย  $K^+$  ที่มีขนาดพอเหมาะ กับช่องว่างนั้น
- มีแรงดึงดูดสูงสุดตามกฎของ Coulomb ที่เกิดขึ้นระหว่างประจุลบในชั้นเตตระไฮดรัล และ  $K^+$  ที่อยู่ใกล้กัน
- เป็นพวกรึไม่สามารถขยายตัวได้ เนื่องจาก  $K^+$  เปรียบเสมือนสักทำหน้าที่ดินป่วยผลึก แต่ละหน่วยไกว์ด้วยกันค่อนข้างแน่น ซึ่งมีผลทำให้ไม่สามารถยืดเข้าหรือออกได้
- $K^+$  ไม่สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนไอโอดอกวนได้ (unexchangeable) หรือเป็นพวงที่ถูกตรึงไกว้ให้อยู่กับที่เท่านั้น (K-fixation)
- มีการบรวมตัวและหดตัว พื้นที่ผิวภายนอกและภายนอก และความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอโอดอกวนค่อนข้างต่ำ แต่มากกว่าแร่ดินเหนียวเคลินไนต์ [CEC ประมาณ 15–40 มิลลิสมมูลย์ (meq)/100 กรัม]

### กลุ่มแร่เวอร์มิคิวไลต์ (vermiculite)

มีสูตรเคมี คือ  $Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2 \cdot XH_2O$  เป็นแร่ดินเหนียวในกลุ่มมิกา ซึ่งเกิดขึ้นคลุม อยู่ร่วงของแร่โพลิ哥ไฟต์ และไบโอลิท และมักมีการแทนที่ซิลิกอนด้วยอะลูมิเนียม ประจุที่ขาดไป

ทำให้เกิดการแทนที่ Mg<sup>2+</sup> ด้วย Fe<sup>3+</sup> และไอออนที่ถูกดูดซับได้ เวอร์มิคิวไลต์แสดงลักษณะหลายอย่างคล้ายมอนต์莫ริลโลไนต์ เช่น การแตกเปลี่ยนไอออนบวก และซ่องว่างระหว่างชั้น ซึ่งแบ่งผันไปตามปริมาณของน้ำที่เป็นองค์ประกอบและชนิดของไอออนบวกที่ถูกดูดซับได้

ลักษณะพิเศษเฉพาะตัวของเวอร์มิคิวไลต์ คือ สามารถขยายตัวขนาดกับแกน C เพิ่มขึ้นได้ถึง 30 เท่า ของปริมาณเดิม เมื่อทำให้น้ำร้อนเข้าอย่างรวดเร็วจนถึงช่วงอุณหภูมิ 250-300 องศาเซลเซียส ผลกระทบจากการขยายตัวนี้ทำให้มาใช้เป็นวัสดุปรับปรุงดิน พบรากในการสลายตัวของไฟลโกลาไฟต์ และไบโอลาไฟต์ และพบในดินบางชนิดโดยลักษณะที่สำคัญของแร่กลุ่มนี้ คือ

- ประจุลบที่เกิดขึ้นในชั้นเตตระยีดรัลบางส่วนถูกทำให้สมดุลด้วยประจุบวกซึ่งเกิดขึ้นในชั้นออกตะไธรัล อันเนื่องจากมี Al<sup>3+</sup> และ Fe<sup>3+</sup> มากเกินไป
- ประจุลบสุทธิ (net negative charges) ถูกทำให้สมดุลด้วยไอออนบวกของ Mg<sup>2+</sup> และ Ca<sup>2+</sup> ในช่องว่างระหว่างชั้นซิลิกेट โดย Mg<sup>2+</sup> และ Ca<sup>2+</sup> จะมีน้ำล้อมรอบอยู่ด้วยจึงมีขนาดใหญ่กว่า K<sup>+</sup> ซึ่งมีขนาดใหญ่ไม่พอหมายกับช่องว่างระหว่างชั้นซิลิกेटที่ช้อนกันอยู่
- Mg<sup>2+</sup> และ Ca<sup>2+</sup> ในช่องว่างระหว่างชั้นซิลิกे�ตี้จะเป็นประจุบวกที่สามารถแยกเปลี่ยนได้
- เนื่องจากประจุลบสุทธิมีค่อนข้างสูง ซึ่งมีผลทำให้แรงดึงดูดที่ยึดระหว่างหน่วยของผลักกับไอออนบวกของ Mg<sup>2+</sup> และ Ca<sup>2+</sup> ในช่องว่างระหว่างชั้นซิลิกิตมีพอกปริมาณทำให้มีการขยายและหดตัวได้ไม่เต็มที่แล้วแต่ปริมาณของความชื้น
- มีพื้นที่ผิวภายในออกและภายในต่ำๆ คือ CEC ค่อนข้างสูง (100-150 meq/100 g)

### กลุ่มแร่สมคไทร์ (Smectite group)

มีสูตรเคมี คือ  $M_x(Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$  โดย M คือ แคตไอออน (cation) ที่มีส่วนประกอบที่สำคัญของหินชั้น (sedimentary rock) และทราย (sand) เป็นกลุ่มของแร่ดินที่สามารถแสดงการขยายตัว (expandability) เมื่อใส่น้ำหรือโมเลกุลของสารอินทรีย์เข้าไปในโครงสร้าง และมีสมบัติแยกเปลี่ยนไอออนบวก แร่ในกลุ่มนี้ได้แก่ มอนต์莫ริลโลไนต์ (montmorillonite) บีเดลไลต์ (beidellite) และนอนโตรไนต์ (nontronite) และพวนนีมีโครงสร้างแบบแพร่นชนิด 2:1 ดังแสดงในรูปที่ 2.4 สามารถใช้ในอุตสาหกรรมอิฐ (brick) เซรามิก (ceramic) และใช้ทำโคลนเจาะ (drilling mud) มีลักษณะแบร์เพนน์ไปได้มาก เพราะองค์ประกอบแบร์เพนน์ได้โดยเฉพาะน้ำ แม้แต่ค่าดัชนีหักเหของแสงยังเปลี่ยนแปลงได้ในพิสัย 1.50-1.64 แร่กลุ่มนี้มีการแทนที่ของอะตอมมาก องค์ประกอบของแร่แบร์เพนน์ออกไปจากสูตรเคมี มีการแทนที่อะลูมิเนียมโดยแมกนีเซียม และแทนที่ซิลิกอนโดยอะลูมิเนียม ซึ่งทำให้เกิดประจุลบบนชั้นโครงสร้าง ทำให้สามารถดูดซับไอออนบวก เช่น Ca<sup>2+</sup>, Na<sup>+</sup> และ H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> ไว้ระหว่างชั้นในโครงสร้างได้ ทำให้แร่ชนิดนี้สามารถพองตัวเมื่อถูกน้ำและ

แลกเปลี่ยนไอออนบวกได้ปกติมอนต์มอริลโลไนต์จะเป็นแร่ที่มีอะลูมิเนียมสูง และมีแร่ที่อ่อนในกลุ่มนี้ที่มีลักษณะใกล้เคียงกัน แต่ มีองค์ประกอบแตกต่างกันไปบ้าง คือ นอกironite ซึ่งมีสีเหลืองแกรมเขียว มีเหล็กมาก เพราะมีการแทนที่อะลูมิเนียมด้วยเหล็ก ชาโพไนต์มีการแทนที่อะลูมิเนียมด้วยแมกนีเซียม ซูโคไนต์มีการแทนที่อะลูมิเนียมด้วยสังกะสี และบีเดลไอล์ดมีการแทนที่ชิลิกอนด้วยอะลูมิเนียม ถ้าถูกน้ำแล้วจะลื่นเมื่อเห็นสนุ่น และทำให้เกิดลักษณะเหมือนวัสดุเมื่อแข่น้ำ

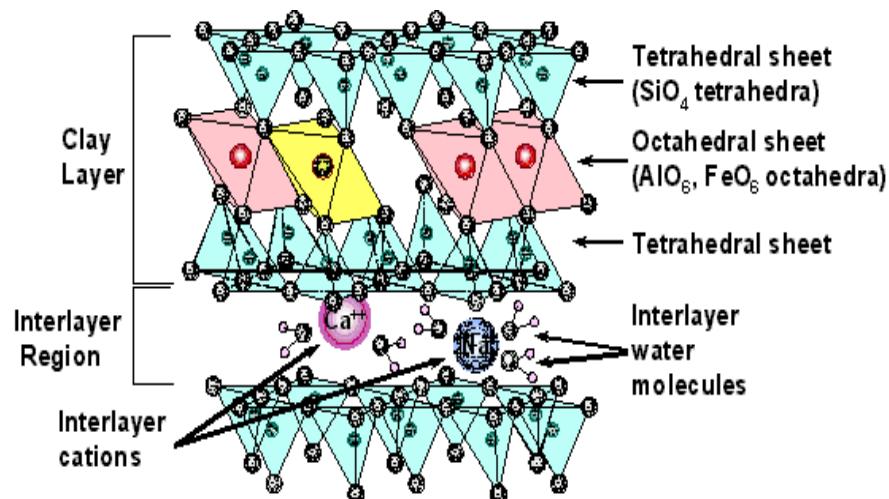
การดูดประจุ (charge balance) เกิดขึ้นจากการแทนที่ของไอออนในชั้นออกตะหីดรอน (Al หรือ Mg) และชั้นเตตระไฮดรอล โดยส่วนมากใช้ Ca หรือ Na เป็นตัวแลกเปลี่ยนประจุ ผลรวมระหว่างความหนาของชั้นดิน และพื้นที่บริเวณระหว่างชั้นของดินแต่ละชุดจะมีความกว้างของช่องว่างเท่าๆ กัน ซึ่งคำนวณจากระนาบ 001 โดยตรวจสอบได้จากเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรากชัน (X-ray Diffraction) ค่าระยะห่างระหว่างชั้น ( $d$ -spacing) ของ silica-alumina-silica 1 ชุดของดินใช้เดี่ยมมอนต์มอริลโลไนต์จะมีค่าตั้งแต่ 9.6-20 อั้งสตรอม สำหรับดินที่กระจายตัวในน้ำ ตำแหน่งที่มีประจุบวกหรือไม่เกิดขึ้นได้ก็จะเกิดเป็นพันธ์ไซโตรเจน โดยลักษณะที่สำคัญของแร่กลุ่มนี้คือ

- ประจุลบเกิดขึ้นน้อยมากในชั้นเตตระไฮดรอล ส่วนใหญ่เกิดในชั้นออกตะหីดรอน (บางส่วนของ  $\text{Al}^{+3}$  ถูกแทนที่ด้วย  $\text{Mg}^{+2}$ )
- ประจุลบที่เกิดขึ้นทั้งหมดมีปริมาณน้อยกว่าในເວອຣົມືກິລໄໄລ໌ ແລະ ອິລໄໄລ໌
- ประจุลบที่เกิดขึ้นระหว่างชั้นชิลิกेटจะถูกทำให้สมดุลด้วย  $\text{Mg}^{+2}$  และ  $\text{Ca}^{+2}$  ซึ่งมีน้ำล้อมรอบในช่องคล้ายคลึงกับເວອຣົມືກິລໄໄລ໌
- แรงดึงดูดระหว่างผลึกแต่ละหน่วยกับ  $\text{Mg}^{+2}$  และ  $\text{Ca}^{+2}$  ในช่องว่างระหว่างชั้นชิลิกेट จะค่อนข้างอ่อน จึงทำให้มีการยึดและหดตัวของดินเนื่องจากเกิดขึ้นโดยการยึด และหดตัวจะขึ้นกับปริมาณความชื้นที่ได้รับ
- ไอออนบวกของ  $\text{Mg}^{+2}$  และ  $\text{Ca}^{+2}$  ในช่องว่างระหว่างชั้นชิลิกेटเป็นพวกรที่สามารถแลกเปลี่ยนได้
- เป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็ก ( $0.01\text{--}1.0$  ไมครอน) มีการสลายตัวหรือแตกหักเป็นอนุภาคขนาดเล็กได้ง่าย จึงทำให้มีพื้นที่ผิวทั้งภายในและภายนอกสูง และมี CEC ค่าอนข้างสูงประมาณ  $80\text{--}100$  มิลลิสมมูลด์ (meq)/100 กรัม

### 2.3.1 มอนต์มอริลโลไนต์ (Montmorillonite) [6-10]

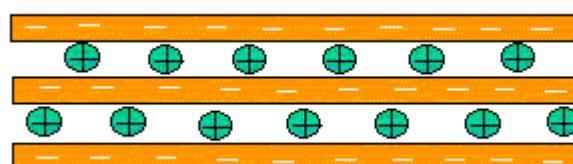
มอนต์มอริลโลไนต์ ออยู่ในตระกูลฟิลโลชิลิกेट (phyllosilicate) มีต้นกำเนิดจากผุนภูเขาไฟแหล่งที่พบมากอยู่ในเมริกาเหนือ จีน ญี่ปุ่น ฝรั่งเศส สูตรเคมี คือ  $\text{Al}_4\text{Si}_8\text{O}_{20}(\text{OH})_4\cdot n\text{H}_2\text{O}$  เป็น

แร่ดินเหนียวที่สำคัญนำไปสู่เทคโนโลยีของนาโนเคลร์ และ nano-composite นี้ องจากว่า มีโครงสร้างผลึกแผ่นเป็นแผ่น หรือชั้นเรียงซ้อนกัน มีลักษณะโครงสร้างชั้นผลึกที่เรียกว่า 2:1 ประกอบด้วยชั้นของอะลูมิเนียมออกไซด์รัล ที่ถูกประกอบอยู่ตรงกลางระหว่างชั้นซิลิกาเตตตะไธดรัล ชั้นผลึกเหล่านี้มีความยืดหยุ่น และมีความเป็นข้าวหรือประจุ โดยแต่ละชั้นมีความหนาประมาณ 0.7-1.0 นาโนเมตร มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง (700-800 ตารางเมตรต่อกรัม) [18] และมีความยาวมากกว่าความหนา 200 เท่าระหว่างชั้นจะมีช่องว่างขนาดเล็ก เรียกว่า แกแลอรี่ (gallery) (รูปที่ 2.4)



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของมอนต์morillonite [7]

ในช่องว่างระหว่างชั้นซิลิกาเตตจะมีประจุลพธ์เป็นลบ จึงมักจะมีประจุบวกของโซเดียม ไอโอดิน แมกนีเซียม ไอโอดิน อะลูมิเนียม ไอโอดิน หรือแคลเซียม ไอโอดิน เข้ามาแทรกอยู่ระหว่างชั้นผลึกเพื่อให้เกิดสมดุลของประจุ (ไม่มีประจุ) และจะทำหน้าที่ยึดชั้นของดินที่มีประจุลบเอาไว้ ด้วยกัน จึงทำให้ชั้นของดินยึดติดแน่น (รูปที่ 2.5)



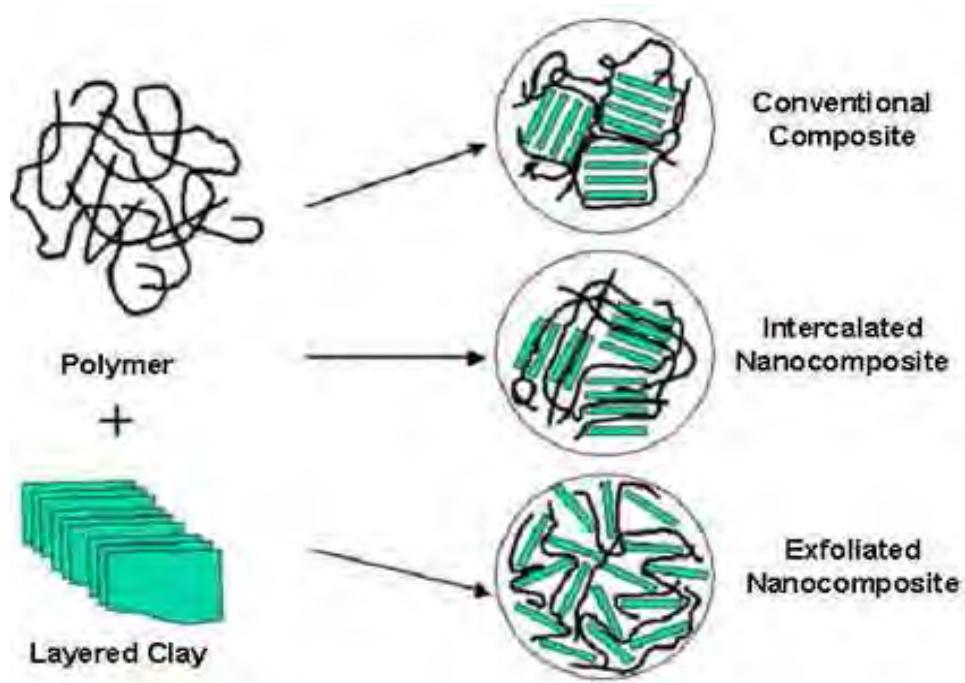
รูปที่ 2.5 การยึดติดกันระหว่างชั้นของดินกับประจุบวกที่อยู่ระหว่างชั้นของดิน [8]

เนื่องจากสมบัติของความมีข้าวจึงทำให้มอนเต็มอวิลโลในต์ขอบน้ำ (ความหนาของชั้นผลึกข้ายถึง 1.2 นาโนเมตร เมื่อมีความชื้น) และดูดน้ำได้มาก เพราะสามารถขยายตัวได้มาก และถูกน้ำไปใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมอาหาร เคมีภัณฑ์ เครื่องสำอาง เพราะสามารถดูดพิษต่างๆ ได้ดี ใช้ในอุตสาหกรรมปิโตรเลียมเพื่อปรับความหนืด หรือใช้เป็นสารดูดกลิ่นรวมถึงในงานบำบัดน้ำเสีย มอนเต็มอวิลโลในต์นิยมใช้เป็นสารเสริมแรงให้กับพอลิเมอร์ เนื่องจากทำให้สมบัติบางอย่างของพอลิเมอร์ดีขึ้น เช่น ความทนแรงดึง (tensile strength) ความทนการดัดโค้ง (flexural strength) และความต้านทานความร้อน (heat resistance) เป็นต้น ซึ่งได้มีการเปิดเผยแพร่โดยทีมงานวิจัยที่ห้องปฏิบัติการบริษัท ผู้ผลิตรายนี้อยู่ในประเทศไทย คือบริษัทโดยต้า โดยนำมอนเต็มอวิลโลในต์มาเสริมแรงให้กับไนลอน 6 เพื่อผลิตชิ้นส่วนรถยนต์ [13]

## 2.4 นาโนคอมโพสิต (Nanocomposites) [11-13]

พอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตเป็นวัสดุชนิดใหม่ที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในช่วงเวลาไม่กี่ปีที่ผ่านมา เนื่องจากสามารถปรับปูงสมบัติของวัสดุพอลิเมอร์ให้มีความแตกต่างจากเดิมได้โดยการเติมสารจำพวกซิลิกेटที่มีช่องว่างเล็กๆ ระดับนาโนเมตรในปริมาณต่ำ (น้อยกว่า 10 เปอร์เซ็นต์) โดยกลุ่มของพอลิเมอร์จะเข้าไปแทรกตัวอยู่บางส่วน และทำให้สมบัติของวัสดุผสมนี้เปลี่ยนไปทั้งสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน สมบัติทางแสง ความทนทานสารเคมี ความต้านทานการติดไฟ และสมบัติการสกัดกั่น โดยไม่มีผลทำให้ความหนาแน่นของผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ โดยเหตุที่มีศักยภาพในการนำวัสดุชนิดนี้ไปใช้ในเชิงประยุกต์จึงทำให้มีความก้าวหน้าในงานวิจัยเกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว ทั้งในลักษณะของการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตชนิดใหม่ การพัฒนาสารเจือที่เหมาะสม การวิเคราะห์โครงสร้าง การอธิบายเชิงทฤษฎี รวมทั้งการจำลองแบบโมเดลด้วยคอมพิวเตอร์เพื่อให้เกิดความเข้าใจต่อโครงสร้างและสมบัติของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตมากขึ้น โดยการวิจัยเกี่ยวกับพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตได้เน้นการพัฒนาวิธีดัดแปลงโดยการใช้ตัวเร่งการเข้ากัน เช่น การดัดแปลงโดยการรีดหัวหอยเพื่อปรับปรุงให้เกิดโครงสร้างแบบเอกซ์ฟอลิเอต (exfoliate) ระหว่างการผสม และการรวมตัวกับพอลิเมอร์

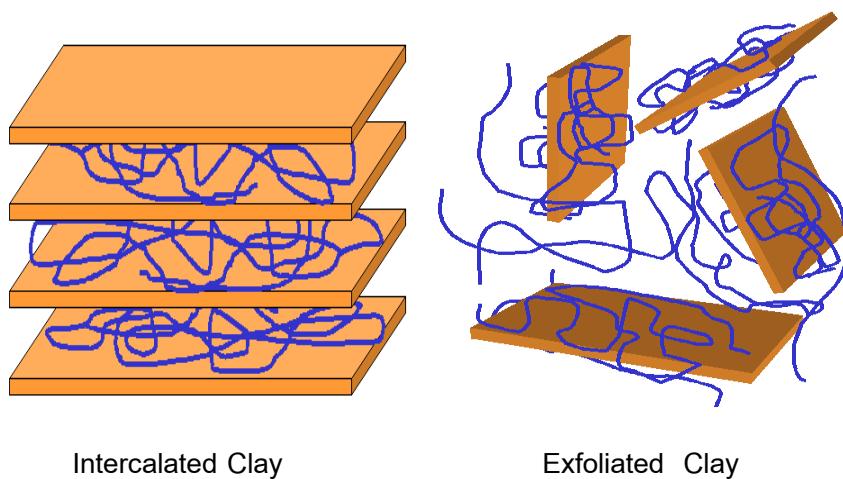
พอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตได้พัฒนาสู่การค้าเป็นครั้งแรกโดย Toyota Central R&D laboratory โดยใช้ caprolactam (nylon-clay nanocomposite) [13] เนื่องจากเมื่อได้ผสมพอลิเมอร์กับօร์กานเคลย์แล้วทำให้ชั้นซิลิกे�ตขยายออกจากกัน จึงเรียกว่า พอลิเมอร์เคลย์นาโนคอมโพสิต (polymer-clay nanocomposites) ซึ่งการกระจายตัวของเคลย์ในเนื้อพอลิเมอร์จะแบ่งเป็น 3 ลักษณะ ดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 การกระจายตัวของเคลย์ในพอลิเมอร์คอมโพสิต [10]

จากรูปที่ 2.6 แสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์-เคลย์สามารถเกิดเป็นวัสดุคอมโพสิตได้ 3 แบบ ดังนี้

1. **คอมพอสิตแบบทั่วไป (Conventional composites)**: โดยอนุภาคของเคลย์จะเกาะกันเป็นกลุ่ม และพอลิเมอร์ไม่มีการแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นของเคลย์
2. **อินเทอร์คาเลตนาโนคอมพอสิต (Intercalated nanocomposites)**: อนุภาคของเคลย์ มีการเกาะกันเป็นกลุ่ม แต่พบว่าระหว่างชั้นของเคลย์มีการขยายตัวเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากสายโซ่พอลิเมอร์สามารถแทรกเข้าไปอยู่ภายในชั้นของเคลย์ โดยไม่ทำให้ชั้นของเคลย์ กระฉัดกระจาย ซึ่งยังคงสังเกตเห็นว่าเคลย์ยังคงมีการจัดเรียงตัวเป็นชั้นๆ ช้อนทับกันอยู่ (รูปที่ 2.7)
3. **เอกซ์ฟอลิเอตนาโนคอมพอสิต (Exfoliated nanocomposites)**: ชั้นของเคลย์ จะกระจายตัวออกจากกันไม่มีโครงสร้างผลึกในแนวแกน C ทำให้ได้นาโนคอมพอสิตที่ไม่มีการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางแสง แต่มีสมบัติเชิงกล และสมบัติป้องกันการซึมผ่านของแก๊สได้ดีอีกด้วย (รูปที่ 2.7)



รูปที่ 2.7 โครงสร้างของอินเตอร์คาเดตและเอกซ์ฟอลิเอกตนาโนคอมโพสิต

#### 2.4.1 ลักษณะสำคัญของพอลิเมอร์-เคลย์นาโนคอมพอยสิต [10]

- มีความใส เพราะอนุภาคขนาดนาโนเมตรจะเล็กกว่าความยาวคลื่นแสง UV-Vis มา ก จึงไม่ทำให้แสงเกิดการสะท้อน ไม่เกิดความมут ไม่ทึบแสง แต่จะปล่อยแสง
- มีความแข็งแรง มอดูลัสสูงขึ้น เนื่องจากความแข็งของชั้นชิลิเกต
- มีสมบัติสกัดกันการซึมผ่านของแก๊ส เนื่องจากอนุภาคเคลย์ที่กระจายอยู่ในเนื้อของพอลิเมอร์มีพื้นผิวและมี aspect ratio สูง ทำให้ระหว่างทางการเคลื่อนของแก๊สเพิ่มมากขึ้น
- ทนความร้อนสูงได้ดี เพราะชิลิเกตเป็นชนวนที่ดี การเผาไหม้ทำให้เกิดถ่าน (char) ปกคลุมที่ผิวน้ำ จึงไม่สามารถไฟ และไฟดับรวดเร็ว
- เมื่อผสมในพอลิเมอร์ที่นำไฟฟ้าได้ จะทำให้นำไฟฟ้าหรืออิเล็กทรอนได้ดีขึ้น เพราะจำกัดการจัดตัวของโมเลกุลให้อยู่ในภาวะที่เอื้อต่อการนำไฟฟ้า เช่น สายโซ่โมเลกุลจะถูกยึดออกมากกว่าจะขาดตัวทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนสะดวกขึ้น

#### 2.4.2 ผลิตภัณฑ์สำคัญของพอลิเมอร์-เคลย์นาโนคอมพอยสิต [10]

- ชิ้นส่วนรถยนต์ ซึ่งให้ความแข็งแรง คงทน และทนไฟ
- สีพ่นรถยนต์ ให้ความคงทนมากขึ้น
- แผ่นพิล์มกันออกซิเจนในขวดยา/อาหาร อาหารกระป๋อง ป้องกันอาหารเสื่อมสภาพ

- ขวดน้ำอัดลม เปียร์ ป้องกันการสูญเสียแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อัดไว้
- ลูกเห็บนิส ลูกบอล ป้องกันการสูญเสียแก๊สภายในลูกบอล ลูกเห็บนิส

#### 2.4.3 แนวโน้มการพัฒนาในเคลร์ และพอลิเมอร์ nano คอมโพสิต [9]

**ต่างประเทศ :** เทคโนโลยีได้รับการพัฒนาและถ่ายทอดสู่อุตสาหกรรมอย่างรวดเร็วในหลายประเทศ เช่น สหรัฐอเมริกา แคนาดา ญี่ปุ่น จีน เกาหลี และอีกหลายประเทศในยุโรป ได้แก่ เยอรมัน ฝรั่งเศส อิตาลี เป็นต้น โดยเน้นการนำไปใช้ ดังต่อไปนี้

1. ชิ้นส่วนรถยนต์ ในปี 2004 บริษัทผู้ผลิตรถยนต์รายใหญ่ของโลกต่างประกาศว่าจะนำชิ้นส่วนที่ผลิตจากพอลิเมอร์ nano คอมโพสิตมาใช้ในรถยนต์ เพื่อว่าในอนาคตสามารถผลิตรถยนต์ทั้งคันที่ทำจาก nano คอมโพสิตได้ ซึ่งมีความปลอดภัยสูง โดยเฉพาะจากไฟไหม้ ช่วยลดความสูญเสีย โดยที่ความร้อนสูงขึ้น และลดการลามไฟ

2. ผลิตภัณฑ์การแพทย์ ได้แก่ ชิ้นส่วนที่ต้องทนน้ำ ด้านการซึมผ่านของแก๊ส เช่น เครื่องมือแพทย์ และชิ้นส่วนลิ้นหัวใจเทียม

3. ผลิตภัณฑ์สำหรับอาหารและยา ได้แก่ ฟิล์มป้องกันการซึมผ่านของออกซิเจน และแก๊สต่างๆ และขวดน้ำอัดลม

**ประเทศไทย :** มีศักยภาพที่จะพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลากหลาย

1. อุตสาหกรรมยานยนต์: ชิ้นส่วนรถยนต์

2. ผลิตภัณฑ์การแพทย์: สารคอมโพสิตอุดพื้น สายยางหรือห่อต่างๆ

3. ผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาตินาโน คอมโพสิต: ประเก็บลักษณะ ให้ความทนทาน แก็บปูนaha ยาเสื่อมสภาพเร็ว

4. ผลิตภัณฑ์กีฬา: ลูกบอล ลูกเห็บนิส

5. อุตสาหกรรมเกษตร: ฟิล์มการเกษตร ฟิล์มห่อผัก ผลไม้ ฟิล์มเลี้ยงต้นอ่อน

6. อุตสาหกรรมเสื้อผ้าและแฟชั่น: เสื้อ irony nano คอมโพสิตที่ไฟ ให้ความอบอุ่น ย้อมสี

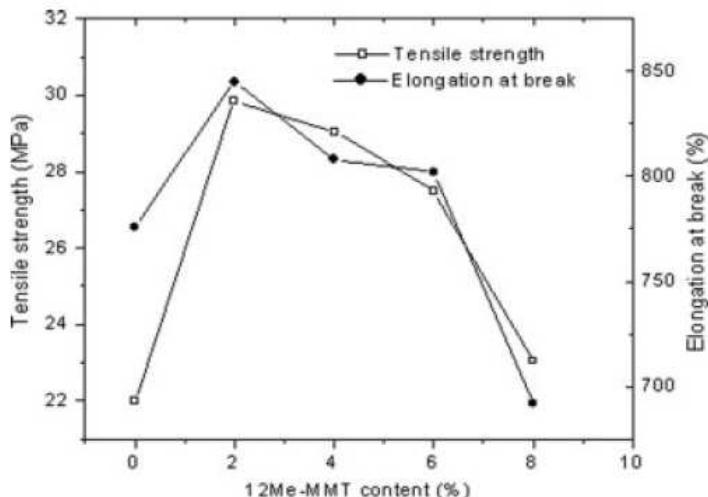
ติดได้ดี

7. พลังงานและสิ่งแวดล้อม: ตัวตรวจวัดแก๊สอันตราย บำบัดน้ำเสีย สารอิเล็กโทรไลต์ ในแบบเตอร์เชิ่ง (solid battery) เช่น แบตเตอรี่ชินิเดลิเทียมไอโอดอน (lithium ion battery)

8. อุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์อาหาร: ฟิล์มต้านแก๊สออกซิเจนซึมผ่าน ลดโอกาสอาหาร

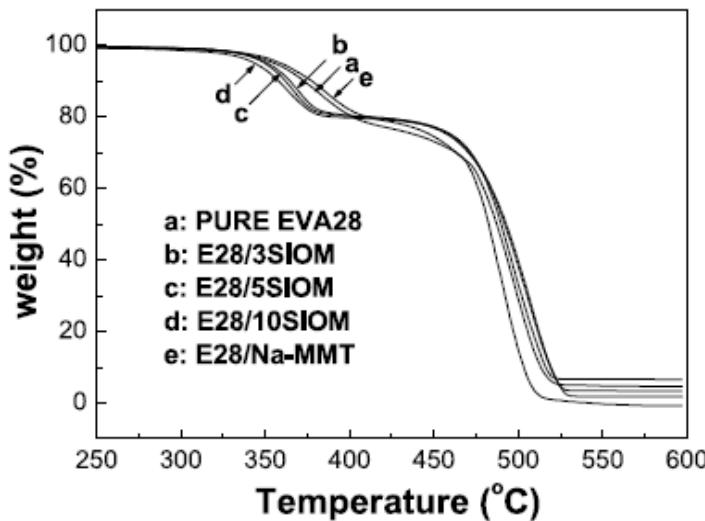
### เสื่อมสภาพ เป็นต้น

Srivastava และคณะ [26] ได้เตรียมนาโนคอมโพสิตระหว่างอีวีโอด้วยมอนต์มอริลโลไนต์โดยกระบวนการผสมแบบหลอม เมื่อนำไปทดสอบพบว่านาโนคอมพอสิตที่ได้มีเสถียรภาพทางความร้อนสูงขึ้นและมีค่าความทนแรงดึงที่สูงขึ้น เมื่อเติมมอนต์มอริลโลไนต์ที่ 2% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อเติมมอนต์มอริลโลไนต์มากกว่า 2% โดยน้ำหนัก ค่าความทนแรงดึงมีค่าต่ำลง ดังแสดงในรูปที่ 2.8 เนื่องจากเมื่อปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์มากขึ้นจะเกาะรวมกันทำให้เกิดเป็นจุดบกพร่องบนชิ้นทดสอบ นั่นแสดงให้เห็นว่าการเติมมอนต์มอริลโลไนต์จะช่วยปรับปรุงสมบัติของอีวีโอด้วย แต่เติมได้เพียงปริมาณเล็กน้อยเท่านั้น



รูปที่ 2.8 ผลการทดสอบความทนแรงดึงของอีวีโอด้วยมอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต

Wei และ Zhang [27] เมื่อพิจารณาจากผลของ TGA พบร่วมมอนต์มอริลโลไนต์ช่วยปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อนของอีวีโอี้ให้สูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ผล TGA ของอีวีเอและมอนเติมอริลไนต์นาโนคอมพ็อกซิต

## 2.5 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization) [4]

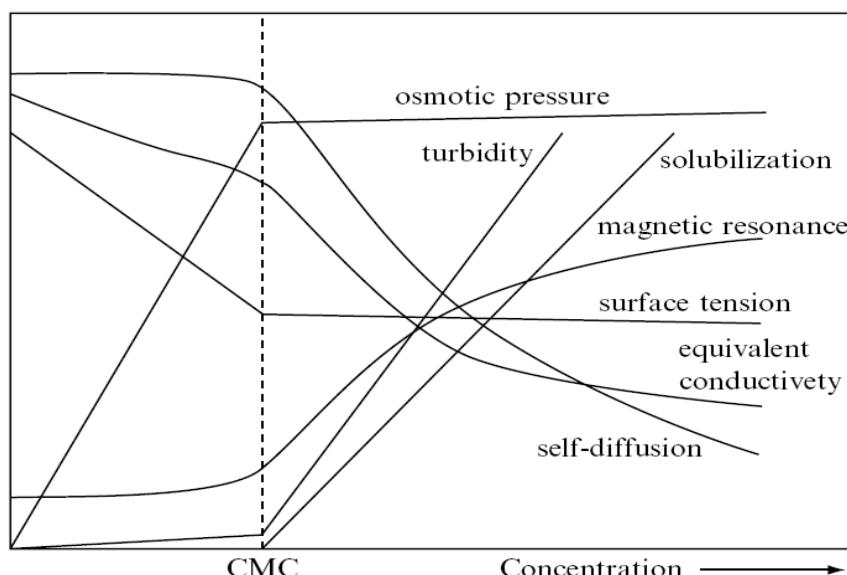
กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชันเป็นกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบฟรีเรดิกัด (free radical polymerization) แบบหนึ่งที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่สำคัญหลายชนิด เช่น พอลิไวนิลคลอไทร์ พอลิไวนิลแอค్యూเทต และพอลิคลอโรพรีน เป็นต้น โดยอิมัลชันหรือเลเทกซ์ที่เตรียมได้สามารถนำไปใช้งานได้โดยตรง เช่น สี การสารเคลือบผิว และน้ำยาขัดพื้น เป็นต้น

ส่วนประกอบในระบบของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน คือ

1. มอนโอมิโนที่ไม่ละลายในน้ำ (water-insoluble monomer) หรือละลายน้ำได้น้อยมาก เช่น บิวตะไดอิน สไตรีน อะคริลไนต์ไตรล์ไวนิลแอค్యూเทต และไวนิลคลอไทร์ เป็นต้น
2. ตัวกลางสำหรับการกระจาย โดยส่วนมากใช้น้ำเป็นตัวกลาง
3. สารลดแรงตึงผิว (surfactant)
4. สารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายในน้ำ (water soluble initiator) (เช่น โซเดียมเบอร์ชัลเฟต, NaPS) หรือสารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายในน้ำมัน (oil-soluble initiator) (เช่น 2,2'-อะโซบิส-ไอโซบิวทิโนไตรล์, AIBN)

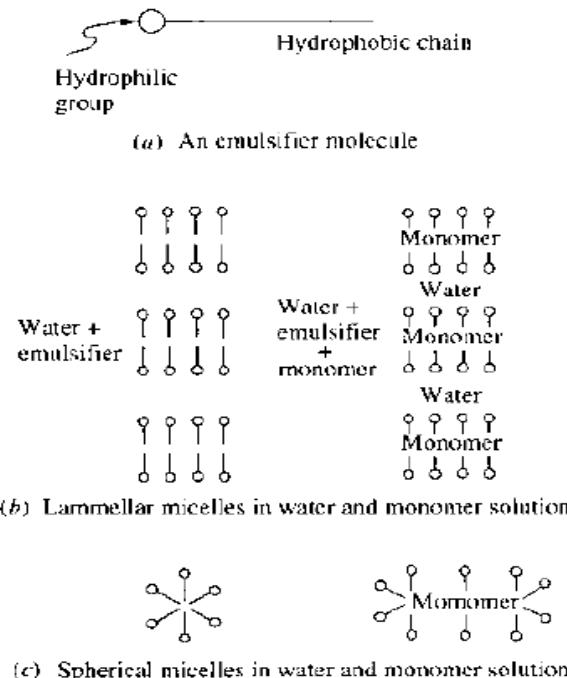
สารลดแรงตึงผิวมีบทบาทสำคัญมากในกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน โดยเกิดจากความสามารถของสารลดแรงตึงผิวประจุลบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนหัวที่ชอบน้ำ (hydrophilic head) และส่วนหางที่เป็นสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนยาวที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic tail) สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ส่วนใหญ่เป็นชนิดแอนิโอนิก (anionic surfactants) เช่น โซเดียมไดเดซิลชัลเฟต (sodium dodecyl

sulphate, SDS) โดยเมื่อละลายสารลดแรงตึงผิวน้ำ สมบัติทางกายภาพของสารละลายที่ได้ เช่น ความดันอสโนมิก (osmotic pressure) สภาพการนำ (conductivity) ความหนืดสัมพัทธ์ (relative viscosity) และแรงตึงผิว (surface tension) จะเปลี่ยนแปลงไปจากสมบัติเดิมของน้ำ โดยรูปที่ 2.10 แสดงการเปลี่ยนแปลงตามความเข้มข้นเชิงโมลาร์ของสารลดแรงตึงผิวที่ละลายอยู่ ในน้ำ พบร่วมกัน ที่ระดับความเข้มข้นหนึ่งจะมีการเปลี่ยนแปลงความซันของสมบัติต่างๆ อย่าง ทันทีทันใด ซึ่งความเข้มข้นนี้ เรียกว่า ความเข้มข้นไมเมเซลล์วิกฤต (critical micelle concentration, CMC)



รูปที่ 2.10 ค่า CMC และสมบัติทางกายภาพของสารละลายสารลดแรงตึงผิว [14]

เมื่อใส่สารลดแรงตึงผิวเด็กน้อยในน้ำ ไม่เกิดข้อของสารลดแรงตึงผิวจะกระจายไปทั่วอย่าง อิสระ และเมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้นสูงกว่าค่า CMC (CMC หมายถึง ความเข้มข้นต่ำสุดของสารลดแรงตึงผิวซึ่งอยู่ในรูปไมเมเซลล์) ไมเกิดข้อของสารลดแรงตึงผิวจะรวมตัวกันใน ลักษณะเป็นกลุ่ม叫做อยด์เด็กๆ เรียกว่า ไมเมเซลล์ (micelles) โดยค่า CMC ของสารลดแรงตึงผิว ส่วนใหญ่อยู่ระหว่าง 0.001-0.1 มอลต่อลิตร และรูปแบบของไมเมเซลล์แสดงไว้ในรูปที่ 2.11



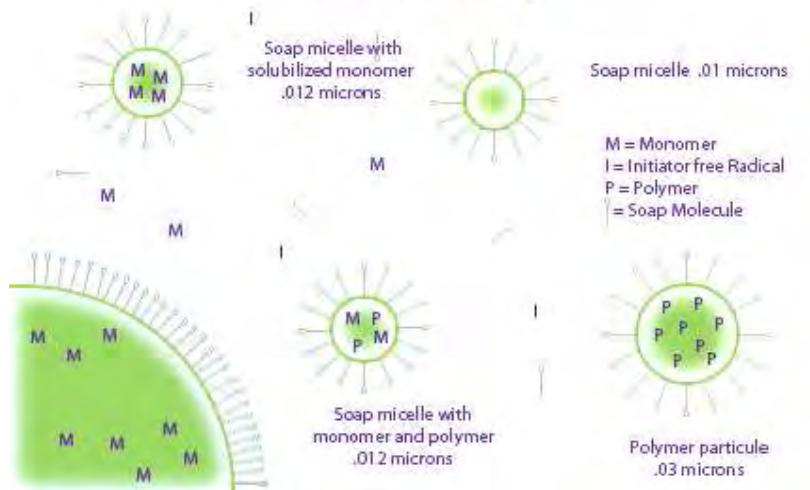
รูปที่ 2.11 การเกิดไมเซลล์ในกระบวนการการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน [15]

ไมเซลล์ทั่วไปมีขนาด 2-10 นาโนเมตร ซึ่งประกอบด้วยสารลดแรงตึงผิว 50-150 ไมเลกุล และไมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวที่จัดตัวในรูปไมเซลล์อยู่ในลักษณะที่หันปลายไม่ชอบน้ำเข้าด้านในของไมเซลล์และหันปลายไอออนิกออกทางตัวกลางที่เป็นน้ำ

เมื่อเติมมอนโเมอร์ที่มีความสามารถในการละลายน้ำต่ำ (0.01-1%) เข้าสู่ระบบที่มีการกวนตลอดเวลา มอนโเมอร์บางส่วนจะละลายในไมเซลล์ ทำให้ขนาดของไมเซลล์ใหญ่ขึ้น มอนโเมอร์อื่นๆ (ยกเว้นส่วนที่ละลายน้ำซึ่งมีเพียงเล็กน้อยเท่านั้น) จะอยู่กันเป็นหยดเล็กๆ ที่มีรัศมี 2-3 ไมโครเมตร กระจายไปทั่วระบบ หยดมอนโเมอร์เหล่านี้ค่อนข้างเสถียร (ไม่ว่ามีขนาดเป็นหยดใหญ่) ดังนั้น ระบบจึงประกอบด้วย 3 วัฏภาค คือ

1. วัฏภาคของน้ำที่มีมอนโเมอร์และสารลดแรงตึงผิวละลายอยู่เล็กน้อย
2. หยดมอนโเมอร์ที่อยู่ค่อนข้างเสถียร
3. ไมเซลล์ที่อิ่มตัวด้วยมอนโเมอร์ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าหยดมอนโเมอร์มาก แต่มีจำนวนมากกว่ามาก องค์ประกอบของระบบแสดงไว้ในรูปที่ 2.12

## Mechanism of emulsion polymerization (Harkins theory)



รูปที่ 2.12 องค์ประกอบของระบบอิมัลชัน [16]

เมื่อเติมสารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายน้ำได้เข้าสู่ระบบ พ्रีแอดิคัลที่เกิดจากการแตกตัวของสารเคมีปฏิกิริยาจะสามารถทำปฏิกิริยากับมอนโอมอร์ในระบบได้ทั้ง 3 วัภภาศ ภายในระบบ คือ

1. มอนโอมอร์ที่ละลายในน้ำ
2. หยดมอนโอมอร์ (โดยการแพร์)
3. ไมเซลล์ที่อิ่มตัวด้วยมอนโอมอร์ (โดยการแพร์)

เนื่องจากในสารละลายส่วนที่เป็นน้ำจะมีความเข้มข้นของมอนโอมอร์ต่ำมาก จึงอาจกล่าวได้ว่าไม่มีปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ในน้ำ ดังนั้นจึงเหลือเพียง 2 วัภภาศ เท่านั้นที่จะเกิดปฏิกิริยา คือ ในไมเซลล์ และในหยดมอนโอมอร์ จากการคำนวนพบว่าจำนวนไมเซลล์มีประมาณ  $10^{18}$  ไมเซลล์ต่อตารางเซนติเมตร หรือเท่ากับพื้นผิว 50-100 ตารางเมตร หรือประมาณ 10-1000 เท่า ของพื้นผิวทั้งหมดของหยดมอนโอมอร์ จากอัตราการแพร์ของพรีแอดิคัลซึ่งแพร่ผ่านโดยตรงกับพื้นที่ผิว พรีแอดิคัลทั้งหมดที่เกิดขึ้นจึงแพร์เข้าสู่ไมเซลล์ทำให้ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ทั้งหมดเกิดขึ้นภายในไมเซลล์ นอกจานี้ การคำนวนพบว่าไม่มีการเกิดพอลิเมอร์ในหยดมอนโอมอร์เลย

เมื่อพรีแอดิคัลแพร์เข้าไปในไมเซลล์กระบวนการเริ่มปฏิกิริยาและการขยายขนาดจะเกิดขึ้นทันที ซึ่งในขณะเดียวกันจะมีการป้อนมอนโอมอร์จากแหล่งอื่นๆ คือ จากหยดมอนโอมอร์ และมอนโอมอร์ที่ละลายในน้ำเข้าสู่ไมเซลล์นี้ ขนาดของไมเซลล์จะขยายใหญ่ขึ้นควบคู่ไปกับการขยายขนาดของพอลิเมอร์ (ซึ่งขณะนี้เรียกว่าอนุภาคมอนโอมอร์-พอลิเมอร์) จึงจำเป็นต้องมี

โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มเข้ามาเพื่อคงความเสถียรของไไมเซลล์ ซึ่งทำโดยดึงจากไไมเซลล์ อื่นๆ ที่ไม่ได้มีปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ การขยายขนาดจะดำเนินต่อไปเรื่อยๆ ในอนุภาค มอนโอมอร์-พอลิเมอร์จะกว่าพริ变速คัลย์ในจะแพร่เข้าไปยังอนุภาคนั้นเพื่อดำเนินขั้นตอนสิ้นสุด ปฏิกิริยาแบบรวมตัว หรือพริ变速คัลของพอลิเมอร์ที่กำลังขยายขนาดเกิดการสิ้นสุดปฏิกิริยาแบบ ถ่ายทอดสู่มอนโอมอร์อื่นและแพร่ออกจากอนุภาคนั้น

#### **ข้อดีของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน คือ**

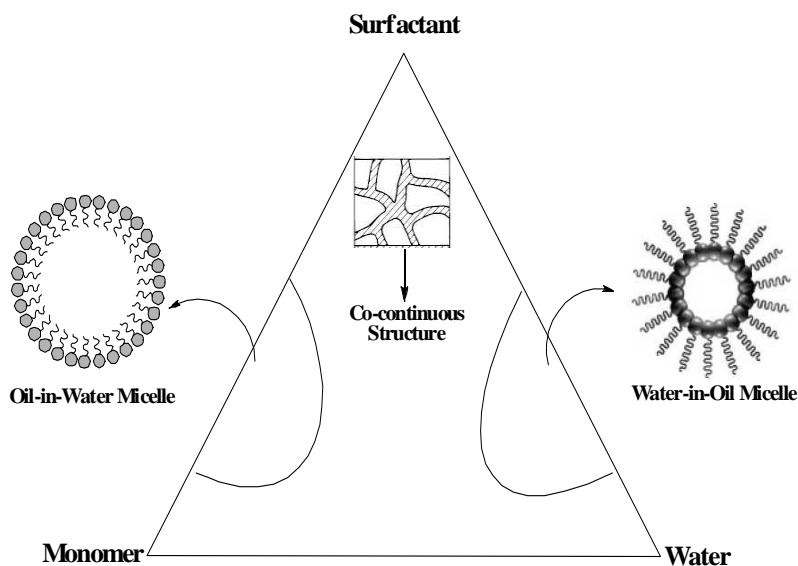
1. ความหนืดต่ำตลอดปฏิกิริยา
2. การควบคุมอุณหภูมิของปฏิกิริยาทำได้ง่าย
3. พอลิเมอร์ที่ได้อยู่ในรูปของอิมัลชันหรือเล็กซ์ สามารถนำไปใช้ได้ทันทีโดยไม่ต้องนำไปผ่านกระบวนการการตกตะกอน
4. ได้ร้อยละของการเปลี่ยนแปลงเป็นพอลิเมอร์ (% conversion) สูง
5. อัตราการเกิดปฏิกิริยาเร็วมาก โดยพอลิเมอร์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลสูง และมีการกระจายขนาดอนุภาคที่แคบ

#### **ข้อเสียของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน คือ**

1. การจำกัดสารลดแรงตึงผิวออกจากพอลิเมอร์อิมัลชันทำได้ยาก
2. ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์มีขนาดใหญ่ (มากกว่า 100 นาโนเมตร)

### **2.6 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน (Microemulsion polymerization) [17]**

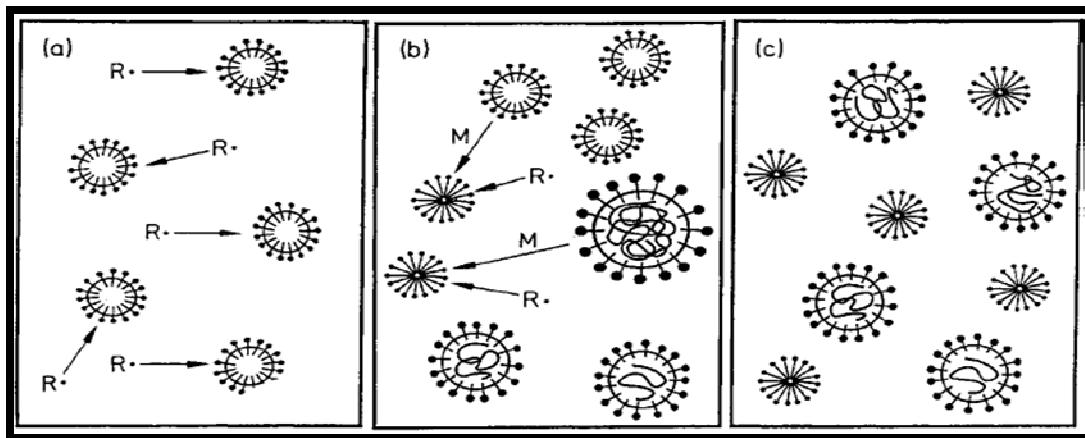
ไมโครอิมัลชัน คือ ของเหลวสองชนิดที่ไม่สามารถผสม融解กันได้ โดยมีเสถียรภาพทาง เทคโนโลยีไดนามิกส์ มีความเป็นไอโซโทรปิก และมีความใส ซึ่งประกอบด้วยน้ำ น้ำมัน และสารลด แรงตึงผิว ในระบบไมโครอิมัลชันที่มีปริมาณน้ำมันมากกว่าน้ำมันจะเกิดไไมเซลล์แบบ oil-in-water (o/w) และในระบบที่มีปริมาณน้ำมันมากกว่าน้ำจะเกิดไไมเซลล์แบบ water-in-oil (w/o) ซึ่งระบบ ทั้งสองจะมีหยดน้ำมันเล็กๆ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางต่ำกว่า 10 นาโนเมตร ถูกล้อมรอบด้วยสาร ลดแรงตึงผิว 1 ชั้น ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 แผนภาพเฟสของ isotropic microemulsion [17]

กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันได้ถูกพัฒนาขึ้นเป็นครั้งแรกโดย Stoffer และคณะ [18] โดยใช้มีทิลอะคริเลต (methyl acrylate) มอนอเมอร์ในการศึกษาระบบไมโครอิมัลชัน ดังกล่าวเป็นระบบแบบน้ำในน้ำมัน (water-in-oil system, W/O) กล่าวคือ มีเฟสกระจาย (disperse phase) ได้แก่ น้ำที่ถูกคลุกรวมบด้วยน้ำมันซึ่งเป็นเฟสต่อเนื่อง (continuous phase) ปัจจุบันกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เนื่องจากสามารถใช้เตรียมพอลิเมอร์เดเท็กซ์ที่มีอนุภาคขนาดระดับนาโนเมตรได้ และพอลิเมอร์ที่ได้ยังมีน้ำหนักโมเลกุลสูง จึงถูกนำไปประยุกต์ใช้ในงานหลาย ๆ ด้าน เช่น พอลิเมอร์นำไฟฟ้า (conducting polymer) พอลิเมอร์ซัพพอร์ตสำหรับการประสานไอออนของโลหะ (polymeric support for binding metal ions) และอนุภาคคลอလอยด์ที่มีหมู่ฟังก์ชันหลากหลายสำหรับใช้งาน ในด้านวัสดุพอลิเมอร์ทางการแพทย์ อย่างไรก็ตาม กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน เป็นวิธีที่ต้องใช้สารลดแรงตึงผิวในปริมาณมาก และบางครั้งมากกว่าปริมาณมอนอเมอร์

โดยกลไกการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันแสดงไว้ในรูปที่ 2.14 ซึ่งในระบบประกอบด้วยน้ำ มอนอเมอร์ สารเริ่มปฏิกิริยาและสารลดแรงตึงผิว



รูปที่ 2.14 กลไกการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน [19]

#### กลไกการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. รูปที่ 2.14(a) แสดงขั้นเริ่มปฏิกิริยา (initiation) โดยระบบประกอบด้วย ตัวกลางที่เป็นน้ำ มองเอมอร์ไมเซลล์ (monomer micelles) และฟิวแรดิคัลของสารเริ่มปฏิกิริยา ( $R^{\cdot}$ ) โดยปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์เริ่มขึ้นเมื่อฟิวแรดิคัลเคลื่อนเข้าไปทำปฏิกิริยากับมองเอมอร์ไมเซลล์

2. รูปที่ 2.14(b) แสดงขั้นขยายขนาด (propagation) ของพอลิเมอร์ภายในไมเซลล์ และเปลี่ยนไปเป็นพอลิเมอร์ไมเซลล์ (polymer micelle) นอกจากนี้ มองเอมอร์ในไมเซลล์ และที่เหลืออยู่ในพอลิเมอร์ไมเซลล์อาจแพร่เข้าสู่ไมเซลล์ว่าง (empty micelle) และทำปฏิกิริยากับ ฟิวแรดิคัลของสารเริ่มปฏิกิริยาที่ถูกจับโดยไมเซลล์ว่างเกิดเป็นพอลิเมอร์ไมเซลล์ได้ เช่นกัน

3. รูปที่ 2.14(c) แสดงขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (termination) โดยฟิวแรดิคัลที่มีในระบบถูกทำให้หมดไปด้วยกระบวนการสิ้นสุดการขยายขนาดของสายโซ่พอลิเมอร์ (chain termination process)

Leong และ Candau [20] ได้รายงานการเกิดพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคไมโครอิมัลชันของ อัคริลามิเด (acrylamide) ในโพลูอิน ซึ่งทำให้ได้ออนุภาคที่มีขนาดเล็กและน้ำหนักโมเลกุลสูงมาก แต่ต้องใช้อัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวที่สูงกว่าระบบอิมัลชันทั่วไป เนื่องจากในระบบมีไมเซลล์ เป็นจำนวนมากจึงจำเป็นต้องใช้สารลดแรงตึงผิวบิโรมานมากกว่า สารลดแรงตึงผิวเหล่านี้นอกจาก มีราคาแพงแล้ว ยังมีผลต่อสมบัติของพอลิเมอร์ที่สั้นเคระห์ได้ อีกทั้งการทำจัดสารลดแรงตึงผิว ออกจากระบบภายหลังการเกิดพอลิเมอร์สิ้นสุดลงทำได้ยาก และต้องใช้ค่าใช้จ่ายสูงอีกด้วย นอกจากนี้ ร้อยละของพอลิเมอร์ที่สั้นเคระห์ได้ยังมีบิโรมานน้อยกว่าร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก

โดยทั่วไปแล้ว การเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันต่างจากการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน เพราะระบบประจุบด้วยหยดไมโครอิมัลชันขนาดระดับนาโนเมตรที่มีเสถียรภาพทางเหอรวมไดนามิกส์ และหยดเล็กๆ เหล่านี้มีอนุภาคของพอลิเมอร์ (เส้นผ่านศูนย์กลาง 10-50 นาโนเมตร) บรรจุอยู่ โดยแต่ละอนุภาคของพอลิเมอร์ประกอบด้วยสายโซ่ไมเลกุลของพอลิเมอร์เพียง 2-3 ไมเลกุลเท่านั้น นอกจากนี้ พอลิเมอร์ที่เตรียมได้ยังมีน้ำหนักโมเลกุลสูงมาก ( $10^6$ - $10^7$  g mol $^{-1}$ ) อีกด้วย

#### ข้อดีของการบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน คือ

1. ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์มีขนาดเล็ก (น้อยกว่า 50 นาโนเมตร)
2. ได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง

#### ข้อเสียของการบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน คือ

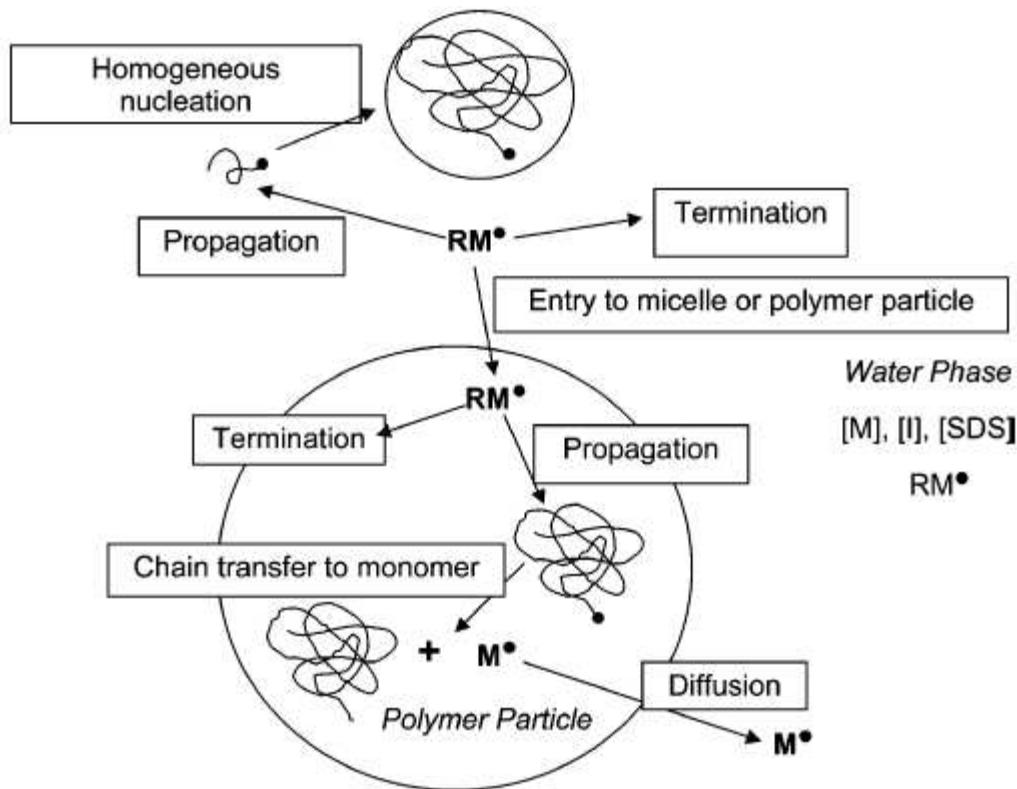
1. อัตราส่วนระหว่างมอนомнอเมอร์ต่อสารลดแรงตึงผิวต่ำ (น้อยกว่า 1)
2. ปริมาณการเกิดพอลิเมอร์ต่ำ (น้อยกว่าร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก)

### 2.7 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอร์เรนเชียลไมโครอิมัลชัน

(Differential microemulsion polymerization)

การเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอร์เรนเชียลไมโครอิมัลชันเป็นการปัจจุบันกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันให้ใช้สารลดแรงตึงผิวลดลง โดยยังสามารถสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรและควบคุมขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ได้อีกด้วย อีกทั้งร้อยละผลได้ของพอลิเมอร์ในอิมัลชันมากกว่าร้อยละผลได้ของพอลิเมอร์จากการกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน [21-24] ซึ่งหลักการของเทคนิคนี้คือการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน กล่าวคือ ในระบบแรกเริ่มประกอบด้วยน้ำ สารลดแรงตึงผิว และสารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายน้ำ ( เช่น แอมโมเนียมเบอร์ชัลเฟต ) ผสมอยู่ในเครื่องปฏิกิริยาระบบจุดถึงที่อุณหภูมิที่กำหนด จึงเริ่มหดมอนомнอเมอร์ลงไปในระบบที่ละหมาด ไมเซลล์ของสารลดแรงตึงผิวจะแยกกันดึงมอนомнอเมอร์เข้าไปอยู่ในไมเซลล์ได่ง่ายกว่าเทคนิคการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน จึงทำให้เทคนิคนี้สามารถลดปริมาณความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่จำเป็นต้องใช้ให้มีค่าต่ำกว่าค่าความเข้มข้นไมเซลล์วิถีกุตติได้ นอกจากนี้ ยังสามารถควบคุมขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ได้อีกด้วย

รูปที่ 2.15 แสดงกลไกการเกิดพอลิเมอร์ด้วยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชันที่นำเสนอด้วย He และคณะ [22] ซึ่งภายในระบบก่อนเกิดปฏิกิริยาประกอบด้วยสารเริ่มปฏิกิริยา สารลดแรงตึงผิว และสารลดแรงตึงผิวร่วม (co-surfactant)

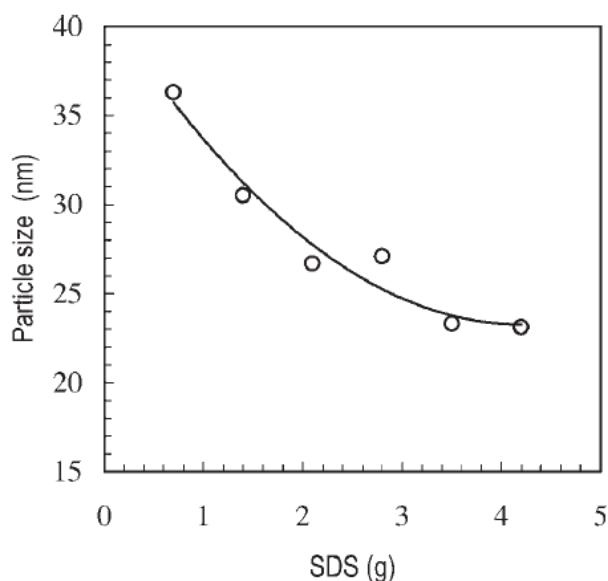


รูปที่ 2.15 กลไกการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์ด้วยกระบวนการเกิดแบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

โดยสารเริ่มปฏิกิริยาแตกตัวในเฟสน้ำภายในและคัดปฐมภูมิ ซึ่งแบ่งส่วนเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ที่ป้อนเข้าสู่ระบบด้วยการหยดอย่างต่อเนื่องเกิดเป็นมอนอเมอร์และคัด ( $RM^*$ ) และขยายเป็นพอลิเมอร์และคัด ดังแสดงในรูปที่ 2.15 ซึ่งพอลิเมอร์และคัดเหล่านี้จะขยายขนาดในเฟสน้ำจนได้ความยาวสายโซ่วิกฤติ (critical chain length) และตกตะกอนโดยการเคลื่อนเข้าไปอยู่ในไมเซลล์เกิดเป็นอนุภาคของพอลิเมอร์ กลไกดังกล่าวเรียกว่าการเกิดอนุภาคแบบนีโอดียา (homogeneous nucleation) นอกจากนี้  $RM^*$  ยังสามารถเคลื่อนเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ในไมเซลล์ที่บรวมตัวด้วยมอนอเมอร์เกิดเป็นอนุภาคพอลิเมอร์กลไกนี้เรียกว่าการเกิดอนุภาคแบบไม่เป็นนีโอดียา (heterogeneous nucleation) ซึ่งอนุภาคพอลิเมอร์พีแรดิคัลเหล่านี้จะขยายขนาดต่อไป และสายโซ่พอลิเมอร์จะสิ้นสุดการขยายภายหลังการเกิด chain transfer ไปยังมอนอเมอร์ และมอนอเมอร์แรดิคัลที่เกิดจาก chain transfer และมอนอเมอร์

แอดิคัลที่เกิดจาก chain transfer (M) สามารถเริ่มต้นเกิดพอลิเมอร์ต่อไปได้ หรือแพร์ออกซูเฟสแน่น  
เนื่องจากมีขนาดที่เล็กมาก [21]

He และ Pan [24] ได้ทำการสังเคราะห์พอลิสไตรีนที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนด้วยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครมัลชัน โดยใช้เอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟตเป็นสารเริ่มปฏิกิริยา และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟตเป็นสารลดแรงตึงผิว จากผลการทดลอง พบร่วมกันว่า การสังเคราะห์พอลิสไตรีนด้วยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครมัลชัน นอกจากราดใหญ่ที่ได้พอลิสไตรีนที่มีขนาดอนุภาคต่ำกว่า 50 นาโนเมตร (ประมาณ 20 นาโนเมตร) ดังแสดงในรูป 2.16 ยังใช้สารลดแรงตึงผิวปะมาณน้อยกว่าการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครมัลชันมาก



รูปที่ 2.16 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารลดแรงตึงผิวกับขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์

Nshuti และคณะ [25] เตรียมวัสดุ nanoคอมพอลิเมอร์สมรระหว่างอีวีเอและพอลิสไตรีนด้วยเคลย์ที่ดัดแปลงโดยกลีอเฟอร์เซน (ferrocene) และเพอร์โตรีเมียม (ferrocenium) โดยกระบวนการผสมแบบหลอมเหลว (melt blending) พบร่วมกันว่าพอลิเมอร์คอมพอลิเมอร์ที่เตรียมได้มีเสถียรภาพทางความร้อนสูงกว่าพอลิเมอร์บิสทีฟิลีฟ์ จากการยืนยันด้วยเทคนิค TEM พบร่วมกันว่าเคลย์ที่ถูกดัดแปลงจะจับตัวได้ไม่ดีในเมทริกซ์ของอีวีเอและพอลิสไตรีน จึงทำให้สมบัติเชิงกลไม่ได้รับการปรับปรุง ซึ่งการผสมพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างต่างกันจะทำให้วัสดุที่ได้มีสมบัติเชิงกลต่ำลง เนื่องจากความไม่เข้ารวมตัวซึ้งกันและกัน ดังนั้น จึงได้มีงานวิจัยจำนวนมากที่มุ่งเน้นที่จะเพิ่มความเข้ากันได้และปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์สม และจากการวิจัยดังกล่าวทำให้เกิดแนวความคิดที่จะ

ปรับปรุงสมบัติของวีโวโดยการนำไปผสมกับพอลิสไตรีนที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร ปริมาณเล็กน้อยแล้วเสริมแรงด้วยมอนต์มอริลโลในตัวในสภาพที่เป็นอิมัลชันเพื่อเพิ่มความเข้ากันให้กับนาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้

## บทที่ 3

### วิธีการทดลอง

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้

- สไตรีนเมโรมอร์ [มีส่วนผสมของสารยับยั้ง (inhibitor) 10-15 ส่วนในล้านส่วน (part per million, ppm)] ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี จำกัด (Siam Chemical Industry Co., Ltd.)
- โซเดียมโดเดซิลซัลฟेट (sodium dodecyl sulfate, SDS) ชนิดเกรดที่มีความบริสุทธิ์ ร้อยละ 97 ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทคอกนิส (ประเทศไทย) จำกัด [Cognis (Thailand) Co., Ltd.]
- 2,2'-อะโซบิสไอกไซบิวทิโนไนเตรล (2,2'-azobisisobutyronitrile, AIBN) ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทสยามเคมีคอลอินดัสตรี จำกัด (Siam Chemical Industry Co., Ltd.)
- เมทานอล เกรดที่ใช้ทั่วไป (practical grade)
- น้ำกลั่น
- แวนอนต์มอริลอลaine ได้รับความอนุเคราะห์จากสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- เอทิลีนไวนิลแอซีเทตโคพอลิเมอร์ (ethylene vinyl acetate copolymer, EVA) (EVA DA-101) อิมัลชัน ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทอีเทอร์นัลเรซิน (Eternal Resin Co., Ltd.) สมบัติแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติของเอทิลีนไวนิลแอซีเทตโคพอลิเมอร์อิมัลชัน

สมบัติ	ผลการทดสอบ
Appearance	milky white homogeneous viscous liquid
Viscosity (cps, 25°C)	2,100
Non-volatile content (%) 160°C, 40 minutes	55.3
pH	4.5

### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

#### 3.2.1 อุปกรณ์ที่ใช้เตรียมนาโนเล็กซ์

1. เครื่องให้ความร้อนและกวานสารแบบควบคุมด้วยระบบดิจิตอล (stirring/temperature controlled digital hot plate)
2. เครื่องปฏิกรณ์แก้วไพรีกซ์ (Pyrex glass reactor) ขนาด 500 ml แบบมีฝาปิด-เปิด
3. แท่งแม่เหล็ก (magnetic bar)
4. อุปกรณ์ควบแน่นแบบสองชั้น (double jacket condenser)
5. กรวยหยดสารแบบปิด (closed dropping funnel)

#### 3.2.2 อุปกรณ์ที่ใช้เตรียมชิ้นตัวอย่างทดสอบ

1. เครื่องผสมความเร็วสูง (high speed mixer) ที่สามารถปรับความเร็วروبได้
2. เตาอบแบบสูญญากาศ (vacuum oven)
3. แม่พิมพ์ที่ทำจากแผ่นกระจกขนาด  $20 \times 20 \times 0.15$  เซนติเมตร
4. เครื่องอัดแบบ (compression molding) ของบริษัท LAB TECH จำกัด

#### 3.2.3 เครื่องวิเคราะห์และทดสอบสมบัติ

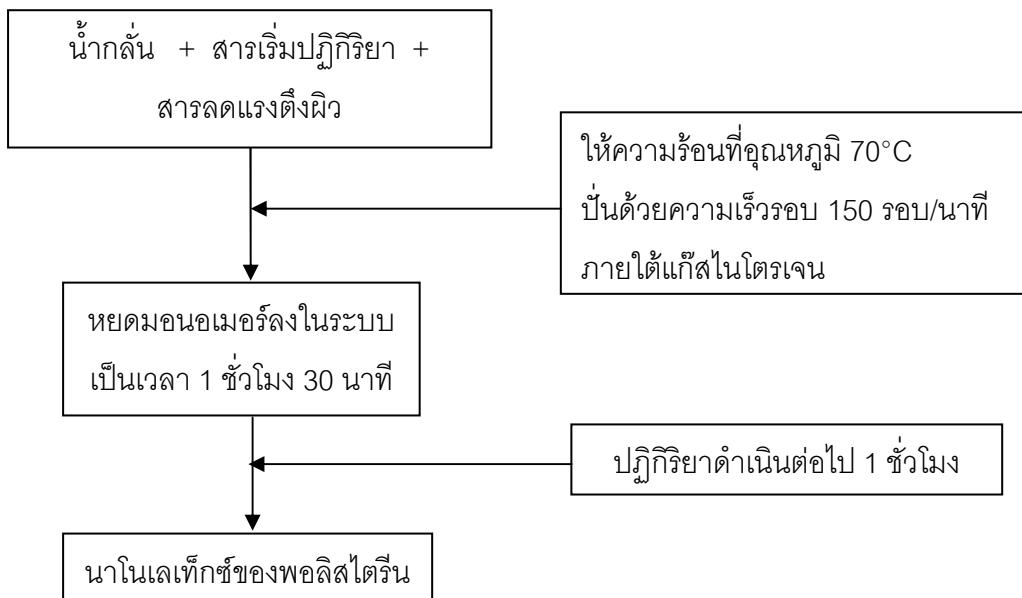
1. ทดสอบหาเปอร์เซ็นต์ของแข็ง (%solid) ในนาโนเล็กซ์ที่เตรียมได้จากการกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเพกเวนเชียล ไมโครอิมัลชันด้วย Gravimetric Method เพื่อใช้คำนวณน้ำหนักของนาโนเล็กซ์ที่ใช้ผสมกับอีวีเออิมัลชันและมอนต์มอริลโลไนต์
2. เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคการกระเจิงแสงแบบพลวัต (Dynamic Light Scattering Analyzer, DLS) รุ่น Nano-series ZX (ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ)
3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น Jeol JSM-5410LV (คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

4. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) รุ่น JEOL JEM-1230 (ແພນກໜັງປົງປິກາຮົງພຍາບາລສີຣາຊ)
5. เครื่องทดสอบความหนาแนงดึง (Tensile Testing Machine) รุ่น LLOYD LR 100K Universal Testing Machine (ภาควิชาວัสดุศาสตร์ ຈຸ່າລັງກຽມໝາວິທະຍາລັຍ)
6. เครื่อง X-ray diffraction (XRD) รุ่น Bruker AXS D8 Discover (ຄນະພລັງງານແລະ ສິ່ງແວດລ້ອມ ມາວິທະຍາລັຍເຕຄໂນໂລຢີພຣະຈອມເກລ້າຍນຸ້ງ)
7. เครื่องเทอร์โมແກຣວິມທຣິກແອນາໄລເຊອວ (Thermogravimetric Analyzer, TGA) รุ่น METTLER TOLEDO TGA/SDTA 851<sup>°</sup> (ภาควิชาວັສດຸສາສົກ ຈຸ່າລັງກຽມໝາວິທະຍາລັຍ)
8. เครื่องວິເຄາະໜີສົມບັດເຊີງກລພລວັດ (Dynamic Mechanical Analyzer, DMA) รุ่น METTLER TOLEDO DMA/SDTA 861<sup>°</sup> (ภาควິຈາວັສດຸສາສົກ ຈຸ່າລັງກຽມໝາວິທະຍາລັຍ)

### 3.3 ວິທີການທດລອງ

#### 3.3.1 ຂັ້ນຕອນການສັງເຄຣະໜາໃນເລເທັກໜີຂອງພອລິສໍໄຕຣິນ

ການສັງເຄຣະໜາໃນເລເທັກໜີຂອງພອລິສໍໄຕຣິນດ້ວຍກະບວນກາເກີດພອລິເມອວີແບບ ດີຟເພື່ອເຮັດວຽກໃນໂຄຮີມັດຊັ້ນມີຂັ້ນຕອນແລະ ປົມານສາວທີ່ໃຊ້ດັ່ງແສດງໄວ້ໃນຮູບທີ່ 3.1 ແລະ ຕາງໆທີ່ 3.2 ຕາມລຳດັບ

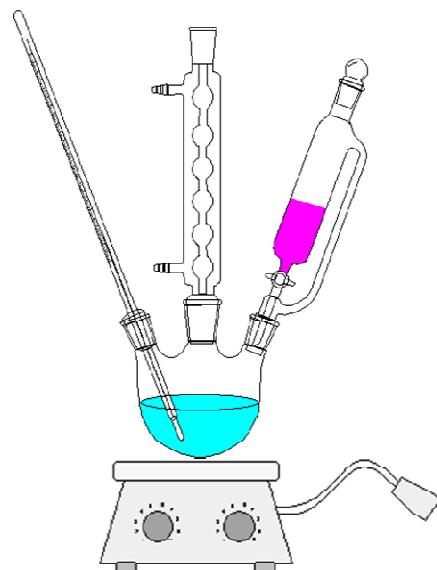


ຮູບທີ່ 3.1 ຂັ້ນຕອນການເຕີຍມນາໃນເລເທັກໜີຂອງພອລິສໍໄຕຣິນ

### ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารที่ใช้สังเคราะห์นาโนเล็กซ์

Composition	Amount
SDS (g)	8
Styrene monomer (ml)	22.5
AIBN (g)	0.12
Distilled water (ml)	60

การเตรียมนาโนเล็กซ์ของพอลิสไตรีนเริ่มจากนำสารลดแรงตึงผิว (SDS) 8 กรัม สารเริ่มปฏิกิริยา (AIBN) 0.12 กรัม และน้ำกลั่น 60 มิลลิลิตร ใส่ลงใน glass reactor ที่มีการต่อ double jacket condenser และควบคุมอุณหภูมิด้วย hot plate (ดังแสดงในรูปที่ 3.2) และให้ความร้อนภายใต้การวนอย่างต่อเนื่องและสม่ำเสมอที่อัตราเร็วในการหมุนของแท่นแม่เหล็ก 150 รอบ/นาที ภายใต้บรรยายกาศของแก๊สในโตรเจนโดยทำการจ่ายแก๊สในโตรเจนผ่านหลอดนำแก๊สเข้าสู่เครื่องปฏิกิริยา เมื่ออุณหภูมิสูงถึง 70 องศาเซลเซียส จึงเริ่มหยดสไตรีนมอนโคเมอร์ที่ละหยอดเด็กๆ อย่างสม่ำเสมอโดยใช้ dropping funnel เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที จนหมด (22.5 มิลลิลิตร) จากนั้นให้คงปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส พร้อมการวนต่ออีก 1 ชั่วโมง เพื่อให้สไตรีนมอนโคเมอร์เกิดปฏิกิริยาเป็นพอลิสไตรีนอย่างสมบูรณ์ แล้วตั้งทิ้งไว้ให้เย็นลงมาที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้สังเคราะห์นาโนเล็กซ์ของพอลิสไตรีน

### 3.3.2 การแยกพอลิสไตรีนออกจากน้ำในแล็ทเก็ช

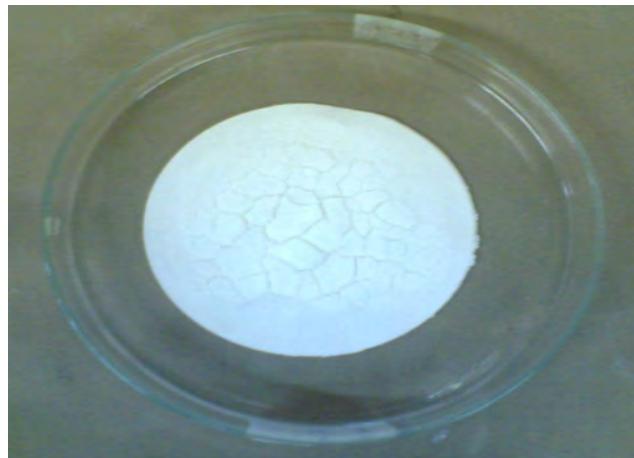
นำน้ำในแล็ทเก็ชของพอลิสไตรีนที่สังเคราะห์ได้จากข้อ 3.3.1 ซึ่งบรรจุอยู่ใน glass reactor ไปทำให้ตกรากอนโดยใช้เมทานอลปริมาณมากเกินพอก (รูปที่ 3.3) ตั้งทิ้งไว้ให้ตกรากอนประมาณ 5-10 นาที แล้วกรองด้วยเครื่องกรองระบบสุญญากาศ (รูปที่ 3.4) และล้างสารลดแรงตึงผิวและโอลิโกเมอร์ด้วยน้ำกลันและเมทานอลอย่างละ 1 ลิตร นำตกรากอนของพอลิสไตรีนที่แยกได้ (รูปที่ 3.5) ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วเก็บไว้เพื่อทำการวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.3 การตกรากอนพอลิสไตรีนด้วยเมทานอลที่มากเกินพอก



รูปที่ 3.4 การล้างและกรองอนุภาคขนาดนาโนเมตรที่เตรียมได้ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ



รูปที่ 3.5 ตะกอนของพอลิสไตรีนก่อนนำไปอบ

### 3.3.3 การวิเคราะห์นาโนเลเท็กซ์

#### 3.3.3.1 ร้อยละผลได้ (% yield) ของพอลิสไตรีนในนาโนเลเท็กซ์

ร้อยละผลได้ของพอลิสไตรีนในนาโนเลเท็กซ์ของพอลิสไตรีนที่สังเคราะห์ได้จากข้อ 3.3.1 หาได้จากการซั่งน้ำหนักด้วยเครื่องซั่งที่มีความระเอียดสูง (รูปที่ 3.6) ซึ่งคำนวณได้จากการที่ 3.1

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

โดยร้อยละของแข็งหาได้จากการที่ 3.2

$$\text{ร้อยละของแข็ง (% solid)} = \frac{\text{น้ำหนักของพอลิสไตรีนในนาโนเลเท็กซ์}}{\text{น้ำหนักของนาโนเลเท็กซ์ (g)}} \times 100 \quad (3.2)$$

และเปอร์เซ็นต์ของมอนอเมอร์หาได้จากการที่ 3.3

$$\text{ร้อยละของมอนอเมอร์} = \frac{\text{น้ำหนักของมอนอเมอร์ (g)}}{\text{น้ำหนักของผสม (g)}} \times 100 \quad (3.3)$$

### หมายเหตุ :

1. น้ำหนักของพอลิสไตรีนในนาโนเลเท็กซ์ หาได้จากการตกละกอนนาโนเลเท็กซ์ในข้อ 3.3.2
2. น้ำหนักของมอนомерหาได้จากการความหนาแน่นของสไตรีน ( $0.904 \times \text{ปริมาตรของสไตรีน}$ )
3. น้ำหนักของผสมได้จากน้ำหนักของสไตรีนมอนomer + SDS + AIBN + น้ำกลั่น



รูปที่ 3.6 เครื่องชั่งน้ำหนัก

### 3.3.3.2 สัณฐานวิทยาของอนุภาคขนาดนาโนเมตรของพอลิสไตรีน

วิเคราะห์สัณฐานวิทยาของอนุภาคขนาดนาโนเมตรของพอลิสไตรีนด้วยเครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) รุ่น JEOL JEM-1230 (รูปที่ 3.7) ซึ่งดำเนินการที่ 80 kV โดยทำการเจือจางนาโนเลเท็กซ์ด้วยน้ำกลั่นจนมีความเข้มข้นประมาณ 0.1-0.5 wt% ก่อนวางตัวอย่างลงบนคوبเปอร์กาวิด



รูปที่ 3.7 เครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) รุ่น JEOL JEM-1230

### 3.3.3.3 ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค

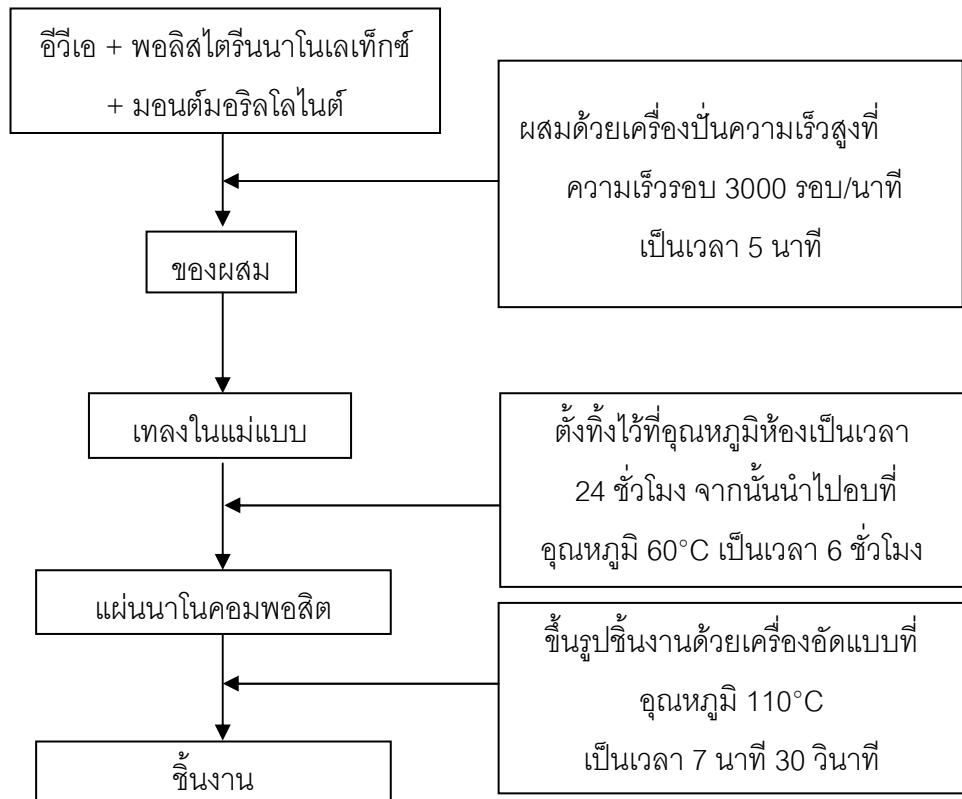
นำ nano เทคซ์ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.1 ไปวิเคราะห์หา number-average diameter ( $D_n$ ) และ intensity-average diameter ( $D_z$ ) ด้วยเครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) Analyzer รุ่น Nano-series ZX (รูปที่ 3.8) ของอนุภาคต่างๆที่อยู่ใน nano เทคซ์ชีวิเคราะห์ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาคได้ในช่วง 0.6-6000 นาโนเมตร



รูปที่ 3.8 เครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) Analyzer รุ่น Nano-series ZX

### 3.3.4 การเตรียมอีวีเอ พอลิสไตรีนและมอนต์มอริลโลในต้นนาในคอมพอยสิต

ขั้นตอนการเตรียมอีวีเอ พอลิสไตรีนและมอนต์มอริลโลในต้นนาในคอมพอยสิตแสดงไว้ในรูปที่ 3.9 โดยปริมาณของสารที่ใช้แสดงไว้ในตารางที่ 3.3



รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการเตรียมอีวีเอ พอลิสไตรีนและมอนต์มอริลโลในต้นนาในคอมพอยสิต

ตารางที่ 3.3 ปริมาณสารที่ใช้เตรียมอีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลในต้นนาในคอมพอยสิต

ปริมาณ พอลิสไตรีน (%solid )	ปริมาณ นาในเลเท็กซ์ (ที่ใช้จริง) (g)	EVA (%solid)	ปริมาณ EVA (ที่ใช้จริง) (g)	MMT (phr)	ปริมาณ MMT (ที่ใช้จริง) (g)
10	22	90	78	1	1
20	38	80	62	3	3
30	52	70	48	5	5

การเตรียมอีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนเต็มอริลไลน์ตนาในคอมพอยติ๊ต เริ่มจากการนำอีวีเอ อิมัลชัน พอลิสไตรีนมาในเล็กซ์ และมอนเต็มอริลไลน์ต มาผสมกันตามอัตราส่วนที่ได้แสดงไว้ใน ตารางที่ 3.3 จากนั้นทำการปั่นผสมด้วยเครื่องปั่นความเร็วสูง (high speed mixer) (รูปที่ 3.10) ด้วยความเร็ว 3000 รอบ/นาที เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเทของผสมที่ได้ลงในแม่แบบที่ทำจากแผ่น กระดาษที่มีขนาด  $20 \times 20 \times 0.15$  เซนติเมตร (รูปที่ 3.11) และตั้งทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงทำการอบที่อุณหภูมิ  $60^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำชิ้นงานออกจากแม่แบบไป ขึ้นรูปเป็นแผ่นด้วยเครื่องอัดแบบ ดังแสดงในรูปที่ 3.12 ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 นาที 30 วินาที จะได้ชิ้นงานสำหรับวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ต่อไป



รูปที่ 3.10 เครื่องปั่นความเร็วสูง (high speed mixer)



รูปที่ 3.11 แม่พิมพ์ที่ทำจากแผ่นกระดาษขนาด  $20 \times 20 \times 0.15$  เซนติเมตร



รูปที่ 3.12 เครื่องอัดแบบ (compression molding machine) ของบริษัท LAB TECH จำกัด

### 3.3.5 การวิเคราะห์และทดสอบอีวีโอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลในตัวโนคอมพอยต์

#### 3.3.5.1 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาพื้นผิวของชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กtronแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM รุ่น Jeol JSM-5410LV) (รูปที่ 3.13) ดำเนินการที่ 15 kV เคลือบตัวอย่างด้วยทองก่อนส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กtronแบบส่องกราด



รูปที่ 3.13 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กtronแบบส่องกราด (SEM รุ่น Jeol JSM-5410LV)

### 3.3.5.2 สมบัติด้านความทนแรงดึง (Tensile properties)

การทดสอบสมบัติด้านความทนแรงดึงของนาโนคอมพอสิตเป็นไปตามมาตรฐาน ASTM D882 เพื่อหาค่าความทนแรงดึง (tensile strength) เปอร์เซ็นต์การยืดตัว (%) elongation at break) และยั่งยืนอุดลักษณ์ (Young's modulus) ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K ดังแสดงในรูปที่ 3.14 โดยใช้ระยะดึง (gauge length) เท่ากับ 100 มิลลิเมตร Load cell 100 N และความเร็วในการดึงเท่ากับ 50 มิลลิเมตร/นาที



รูปที่ 3.14 เครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K

### 3.3.5.3 การตรวจสอบโครงสร้างผลึก

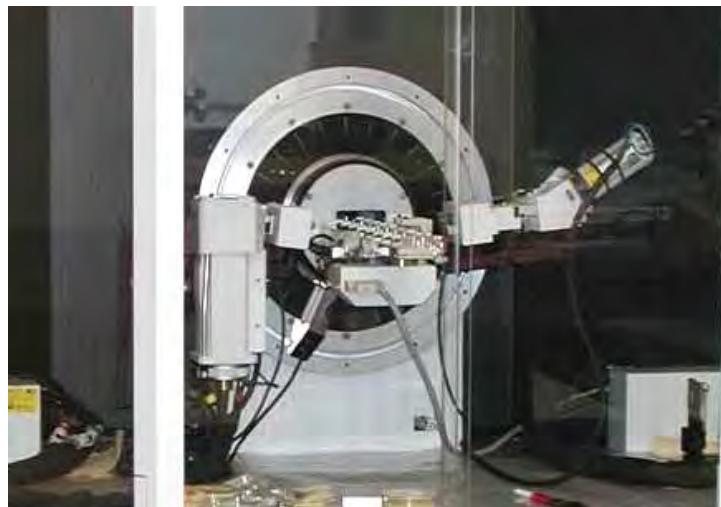
นำอะวีโอ/พอลิสไตริน/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้ไปตรวจสอบลักษณะโครงสร้างด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) ของ Bruker AXS Model D8 Discover (รูปที่ 3.15) โดยใช้วิธี ในการตรวจสอบ ดังนี้

หลอดรังสีเอ็กซ์	:	Cu
ความยาวคลื่น ( $\lambda$ )	:	0.154 nm
ความต่างศักย์	:	40 kV
กระแสไฟฟ้า	:	40 mA
มุมที่ใช้	:	1-10 degree
Increment	:	0.02 degree
Scan speed	:	0.5 sec/step

คำนวณหาขนาดช่องระหว่างชั้นของอะลูมิโนซิลิกे�ตด้วย Bragg's Equation

$$n\lambda = 2ds\sin\theta$$

เมื่อ	n	คือ จำนวนเต็ม (1, 2, 3, ..... n)
	$\lambda$	คือ ความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิด, หน่วย nm
	d	คือ ระยะห่างระหว่างผลึก, หน่วย nm
	$\theta$	คือ มุมตกกราบทของรังสีกับแผ่นผลึก



รูปที่ 3.15 เครื่อง XRD ของ Bruker รุ่น AXS Model D8 Discover

### 3.3.5.4 สมบัติทางความร้อน (Thermal properties)

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราฟิกและอัลตร้าซิส (Thermogravimetric analysis) เป็นการหาเสถียรภาพทางความร้อนของชิ้นงาน ทำโดยสังเกต การเปลี่ยนแปลงของมวลเทียบกับอุณหภูมิ สมบัติสำคัญที่สามารถหาได้จากการทดลองนี้ คือ อุณหภูมิในการลายตัว (degradation temperature) ของชิ้นงาน การทดสอบใช้เครื่อง METTLER TOLEDO รุ่น TGA/SDTA 851° (รูปที่ 3.16) โดยนำชิ้นงานที่มีน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุลงในภาชนะที่ทำจากอะลูมินาแล้วนำไปทดสอบในช่วงอุณหภูมิ 50-1000°C โดยใช้อัตราการให้ความร้อน (heating rate) 20°C/นาที ภายใต้บรรยากาศในตู้เรเจนท์ให้หลดด้วย อัตราเร็ว (gas flow rate) 20 มิลลิลิตร/นาที



รูปที่ 3.16 เครื่อง Thermogravimetric analyzer ของ METTLER TOLEDO รุ่น TGA/SDTA 851<sup>°</sup>

### 3.3.5.5 สมบัติเชิงกลพลวัต (Dynamic Mechanical Property)

อุณหภูมิกล้าสแแทرنซิชันของชิ้นงานสามารถหาได้จากผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Dynamic mechanical analyzer (DMA) ของ METTLER TOLEDO รุ่น 861<sup>°</sup> (รูปที่ 3.17) โดยใช้ ตัวจับแบบ compression เพื่อจับชิ้นงานที่มีขนาด  $10 \times 10 \times 1$  มิลลิเมตร ทดสอบภายใต้ความถี่ 1 Hz ในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ -50°C ถึง 140°C โดยใช้แก๊สไนโตรเจนเหลวในการลดอุณหภูมิใน การทดสอบ



รูปที่ 3.17 เครื่อง Dynamic mechanical analyzer ของ METTLER TOLEDO รุ่น 861<sup>°</sup>

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

#### 4.1 พอลิสไตรีนนาโนเล็กซ์

พอลิสไตรีนนาโนเล็กซ์ที่สังเคราะห์ได้จากการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเพอเรน-เชียลไมโครอิมัลชัน มีลักษณะเป็นของเหลวสีขาวขุ่น ดังแสดงในรูปที่ 4.1



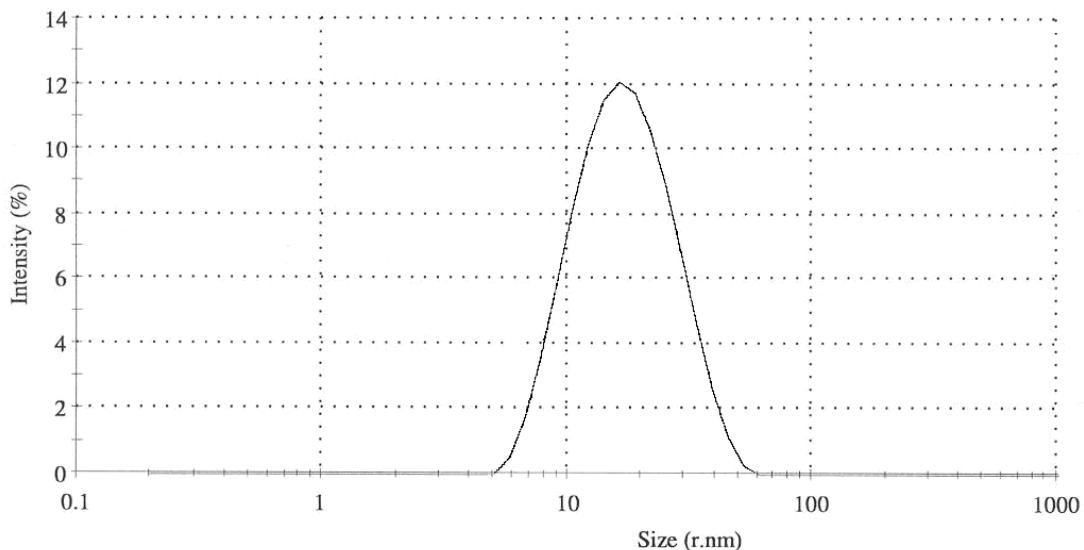
รูปที่ 4.1 พอลิสไตรีนนาโนเล็กซ์ที่สังเคราะห์ได้จากการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเพอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

#### 4.2 เปอร์เซ็นต์ของแข็ง (%solid) เปอร์เซ็นต์ผลได้ (%yield) และขนาดอนุภาคของพอลิสไตรีน

ผลของเปอร์เซ็นต์ของแข็ง เปอร์เซ็นต์ผลได้ และขนาดอนุภาคของพอลิสไตรีนที่สังเคราะห์ได้จากการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเพอเรนเชียลไมโครอิมัลชันที่ใช้ SDS 8 กวัม, AIBN 0.12 กวัม และสไตรีนモノเมอร์ 22.5 มิลลิลิตร แสดงในตารางที่ 4.1 โดยการกระจายขนาดอนุภาคที่วิเคราะห์ได้จากเครื่องวิเคราะห์การกระจัดเจิงแสงแบบพลวัต (Dynamic Light Scattering Analyzer, DLS) รุ่น Nano-series ZX แสดงไว้ในรูปที่ 4.2

ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์ของแข็ง เปอร์เซ็นต์ผลได้ และขนาดอนุภาคของพอลิสไตรีนที่สังเคราะห์จากการกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเพอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

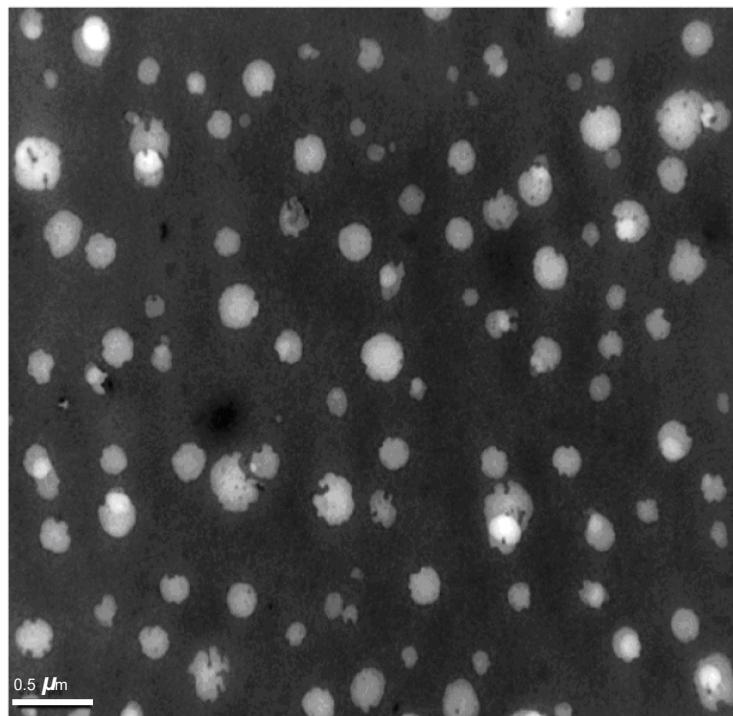
ตัวอย่าง	ร้อยละของแข็ง (% solid)	ร้อยละผลได้ (% yield)	ขนาดอนุภาค
พอลิสไตรีน	22.0	95.68	15.07 $\pm$ 0.04



รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดของพอลิสไตรีนที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตรที่สังเคราะห์จากการกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเพอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

#### 4.3 สัณฐานวิทยาของพอลิสไตรีนที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร

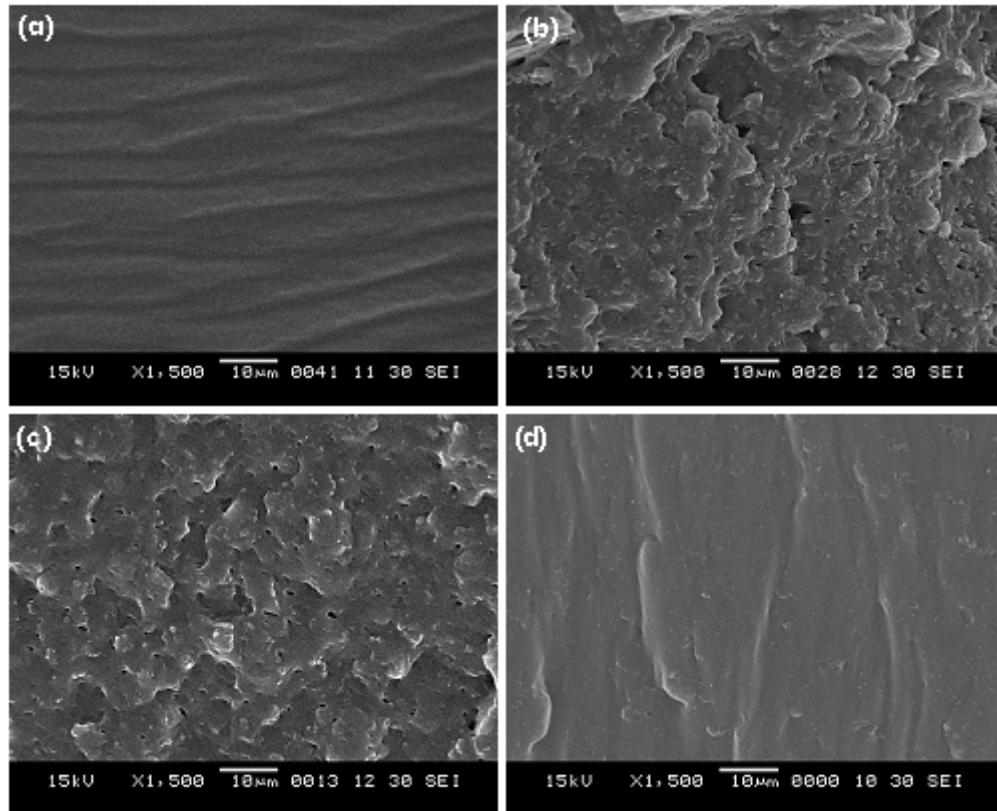
สัณฐานวิทยาของพอลิสไตรีนที่สังเคราะห์จากการกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเพอเรน-เชียลไมโครอิมัลชันที่ได้จากการตรวจสอบด้วยเทคนิค TEM แสดงไว้ในรูปที่ 4.3 พบว่า โนเลกุลของพอลิสไตรีนรวมตัวกันมีอนุภาคเป็นทรงกลม



รูปที่ 4.3 สัณฐานวิทยาของพอลิสไตรีนที่รวมตัวกันเป็นทรงกลม

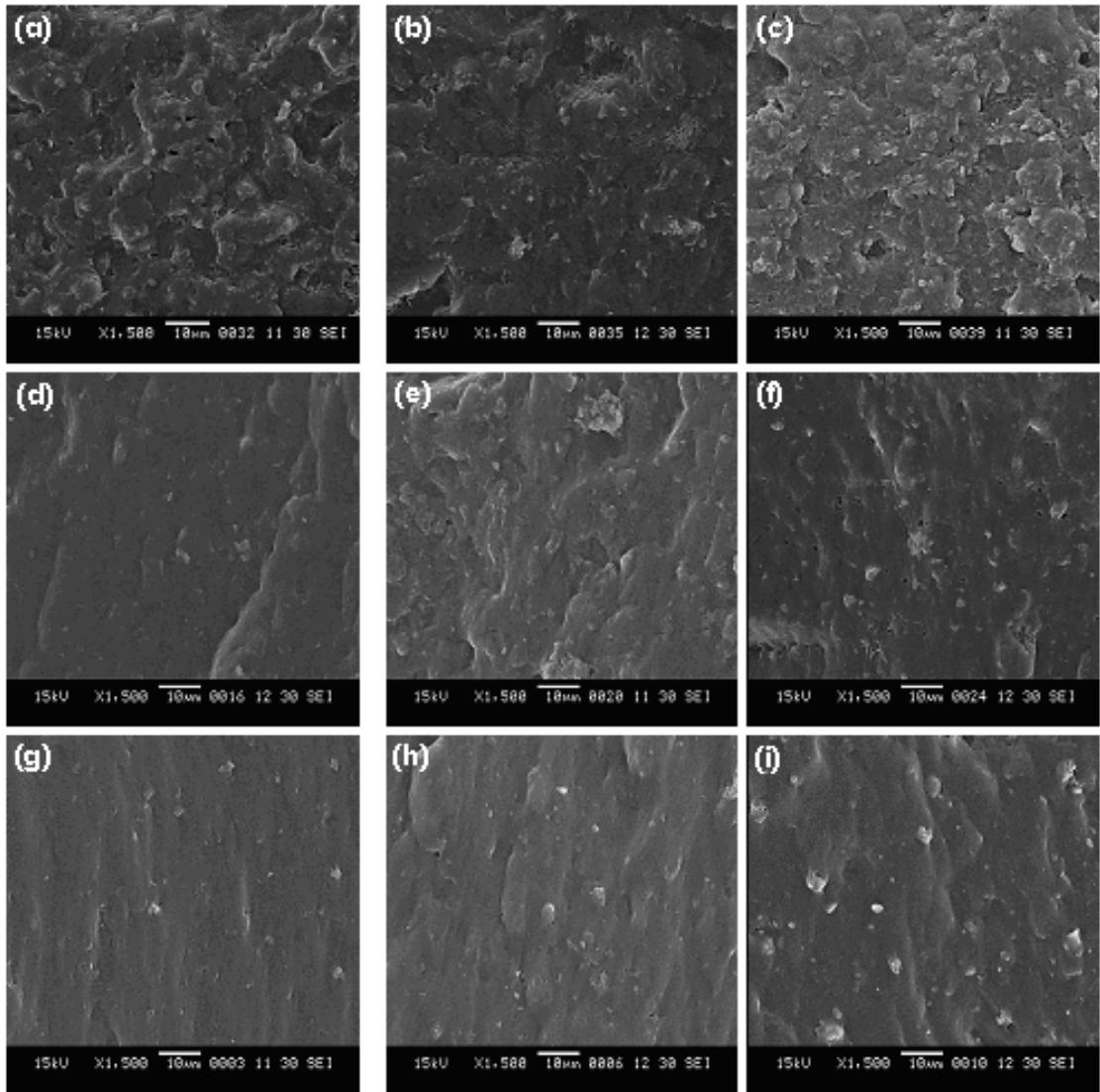
#### 4.4 สัณฐานวิทยา (Morphology)

สัณฐานวิทยาของอีวีเอบิสุทธิ์ และพอลิเมอร์ผสมอีวีเอ/พอลิสไตรีนนาโนเล็กซ์ที่อัตราส่วน 70/30, 80/20 และ 90/10 ที่ได้จากการตรวจสอบด้วยเทคนิค SEM แสดงไว้ในรูปที่ 4.4 ภายใต้กำลังขยาย 1500 เท่า พบร่วมกับพื้นผิวเรียบแต่หักของอีวีเอบิสุทธิ์ค่อนข้างเรียบเพียงเฟสเดียว หากแต่มีสัณคล้ายคลื่น เนื่องจากเป็นลักษณะรอยแตกหักของวัสดุที่เหนียว (tough material) สำหรับพอลิเมอร์ผสม พบร่วมกับความเข้ากันได้ระหว่างพอลิเมอร์ทั้งสองลดลงเมื่อปริมาณของพอลิสไตรีนเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องจากอนุภาคขนาดนาโนเมตรของพอลิสไตรีนจับกันเป็นกลุ่มก้อน ความสามารถในการกระจายตัวลดลง ซึ่งพิจารณาได้จากการมีลักษณะรอยแตก (crack) ซ่องว่าง (void) และความหยาบ (roughness) ของพื้นผิว เนื่องจากพอลิสไตรีนที่เกาะกันเป็นกลุ่มก้อนหลุดออกไปจากเมทริกซ์ของอีวีเอ ซึ่งความไม่เข้ากันของอีวีเอและพอลิสไตรีโนอาจมีผลทำให้สมบัติด้านความทนแรงดึงของพอลิเมอร์ผสมลดลง



รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ของ (a) อีวีเอบิสูทธิ์ และพอลิเมอร์สมน้ำ (b) 70EVA/30PS, (c) 80EVA/20PS และ (d) 90EVA/10PS

รูปที่ 4.5 แสดงสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์สมนาโนคอมโพสิตที่เติมมอนต์มอริลโลไนต์ปริมาณ 1, 3 และ 5 phr ที่กำลังขยาย 1500 เท่า พบร่วมกับความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ทั้งสองเพิ่มขึ้นในขณะที่การเกาะเป็นกลุ่มก้อนของพอลิสไตรีนลดลง โดยจากรูปแสดงให้เห็นว่าซองว่างและรอยแตกลดลง ทั้งนี้อาจเนื่องจากไม่เกิดข้ออภิสิทธิ์และพอลิสไตรีนได้สอดแทรก (intercalate) เข้าไปในระหว่างชั้นชิลิเกตของมอนต์มอริลโลไนต์ ทำให้ความเข้ากันได้ของวัสดุ nanoคอมโพสิตเพิ่มขึ้น ซึ่งอาจส่งผลให้สมบูรณ์ด้านความทนแรงดึงของวัสดุ nanoคอมโพสิตได้รับการปรับปรุง

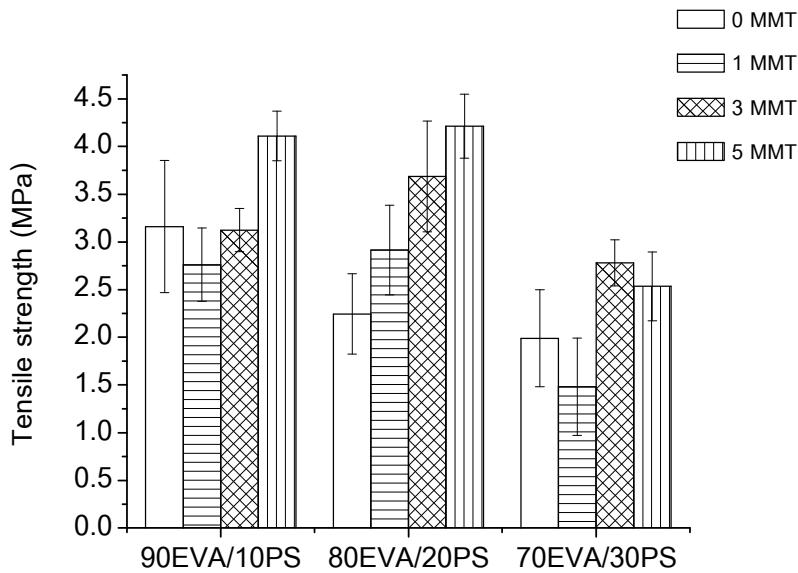


**รูปที่ 4.5** ภาพ SEM ของนาโนคอมโพสิตของ (a) 70EVA/30PS/1MMT, (b) 70EVA/30PS/3MMT, (c) 70EVA/30PS/5MMT, (d) 80EVA/20PS/1MMT, (e) 80EVA/20PS/3MMT, (f) 80EVA/20PS/5MMT, (g) 90EVA/10PS/1MMT, (h) 90EVA/10PS/3MMT และ (i) 90EVA/10PS/5MMT

#### 4.5 สมบัติด้านความทนแรงดึงของวัสดุนาโนคอมพอยส์

##### 4.5.1 ความทนแรงดึง

ผลการทดสอบความทนแรงดึงของพอลิเมอร์ผสม (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ผสมนาโนคอมพอยส์ (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนเตอร์มอริลโลไนต์) ที่เตรียมได้โดยวิธีการหล่อเป็นแผ่นในแม่แบบที่ทำจากกระดาษ แล้วนำมาตัดเป็นชิ้นทดสอบได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.6

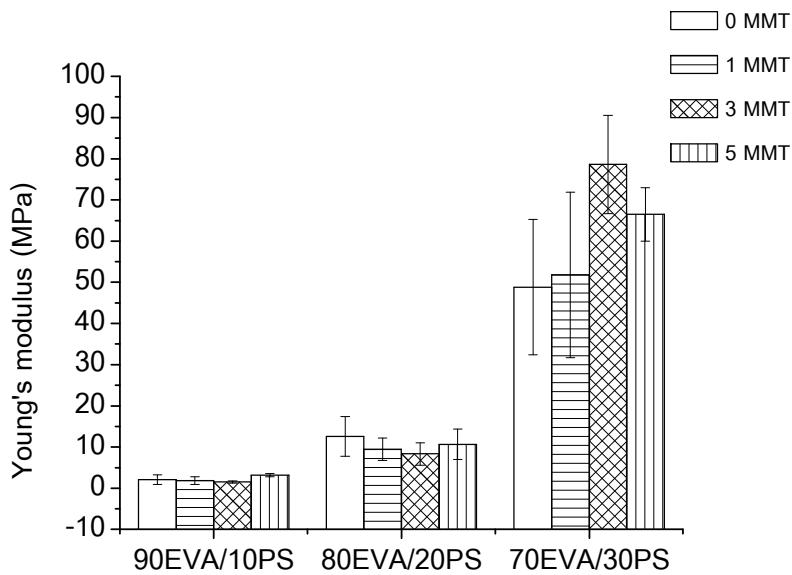


รูปที่ 4.6 ความทนแรงดึงของพอลิเมอร์ผสม (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ผสม  
นาโนคอมโพสิต (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์)

จากรูปที่ 4.6 แสดงให้เห็นว่าความทนแรงดึงของพอลิเมอร์ผสมระหว่างอีวีเอและพอลิสไตรีนมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณของอีวีเอที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องจากความมีข้าวของหมู่แอกซีเกตในโมเลกุลของอีวีเอที่ทำให้มีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลสูง ซึ่งส่งผลให้ค่าความทนแรงดึงสูงขึ้นตามปริมาณของอีวีเอที่เพิ่มขึ้น ในทางกลับกัน การใส่พอลิสไตรีนที่มีอันตรายขนาดนาโนเมตรจำนวนมากในพอลิเมอร์ผสมทำให้มีแนวโน้มที่จะเกิดการเกาะเป็นกลุ่มก้อน และมีการกระจายตัวในพอลิเมอร์เมทริกซ์ไม่ดีซึ่งได้ส่งผลให้ความทนแรงดึงลดลง อย่างไรก็ตาม การใส่มอนต์มอริลโลไนต์เข้าไปในพอลิเมอร์ผสมในปริมาณที่เหมาะสมทำให้วัสดุ nano composite ที่ได้มีความทนแรงดึงเพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุดที่ 4.21 MPa เมื่ออัตราส่วนระหว่างอีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์ เท่ากับ 80/20/5 การที่ความทนแรงดึงมีค่าเพิ่มขึ้นเป็นผลเนื่องมาจากการมีอันตรายระหว่างพื้นผิว (interfacial interaction) ของมอนต์มอริลโลไนต์กับพอลิเมอร์เมทริกซ์ที่เกิดจากการที่โมเลกุลของพอลิเมอร์ได้สอดแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นซิลิเกตของมอนต์มอริลโลไนต์ นอกจากนี้ การเตรียมนาโนคอมโพสิตของอีวีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์สามารถทำได้ง่าย เพราะอีวีเอประกอบด้วยหมู่มีข้าวตังที่ได้กล่าวมาแล้วจึงเกิดอัตราการยักกับมอนต์มอริลโลไนต์อย่างมีประสิทธิภาพ ดังนั้นนาโนคอมโพสิตที่มีอีวีเอและมอนต์มอริลโลไนต์จำนวนมากจะมีความทนแรงดึงสูงกว่า ดังแสดงในรูปที่ 4.6

#### 4.5.2 ยังส์มอดูลัส

ผลของยังส์มอดูลัสที่ได้จากการทดสอบสมบัติด้านความทนแรงดึงของพอลิเมอร์ฟลู (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ฟลูในคุณภาพพอลิเมอร์ฟลู (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์) แสดงไว้ในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 ยังส์มอดูลัสของพอลิเมอร์ฟลู (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ฟลู

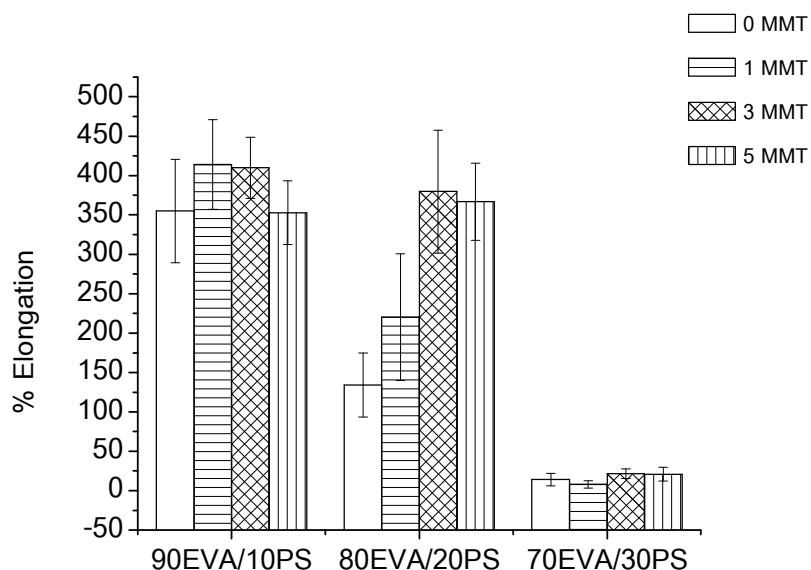
ในคุณภาพพอลิเมอร์ฟลู (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์)

จากรูปที่ 4.7 แสดงค่ายังส์มอดูลัสของพอลิเมอร์ฟลู และพอลิเมอร์ฟลูในคุณภาพพอลิเมอร์ฟลู ซึ่งเป็นไปตามที่คาดไว้ว่าชิ้นงานมีค่ายังส์มอดูลัสเพิ่มขึ้นตามปริมาณพอลิสไตรีนที่เพิ่มขึ้น รวมทั้งการใส่มอนต์มอริลโลไนต์เข้าไปในปริมาณเพียงพอที่ทำให้มอดูลัสมีค่าเพิ่มขึ้น การที่ชิ้นงานมีค่ามอดูลัสเพิ่มขึ้นเนื่องจากพอลิสไตรีนเป็นวัสดุที่มีความแข็งตึง และมอนต์มอริลโลไนต์มีสันฐานวิทยาเป็นแผ่น (platelet) จึงสามารถขัดขวางการเคลื่อนไหวของสายโซ่ไมเลกุลของอีวีเอได้อย่างมีประสิทธิภาพ นอกจากนี้ ไมเลกุลของอีวีเอและพอลิสไตรีนบางส่วนยังได้สอดแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นชิลิกेट จึงทำให้จำกัดการเคลื่อนไหวของพอลิเมอร์ทั้งสองอีกด้วย ดังนั้น วัสดุพอลิเมอร์นาในคุณภาพพอลิเมอร์ที่มียังส์มอดูลัสสูงที่สุด คือ ที่มีอัตราส่วนของอีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์เท่ากับ 70/30/3 แต่ที่อัตราส่วน 70/30/5 มีค่ายังส์มอดูลัสลดลงเนื่องจากมีปริมาณพอลิสไตรีนและมอนต์มอริลโลไนต์มากทำให้หักพอลิสไตรีนและมอนต์มอริลโลไนต์เกิดการแตกหักกันเอง ทำให้

เกิดซ่องว่างระหว่างรายต่อของพอลิสไตรีนและมอนต์มอริลโลไนต์ ทำให้ปริมาณครอส/DDP ไม่legend ของอีวีเอมากขึ้น อีวีเอจึงสามารถเคลื่อนที่ได้ง่าย ทำให้ค่าร้อยละลดลง

#### 4.5.3 เปอร์เซ็นต์การยืดตัว (% Elongation )

ผลของเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด ที่ได้จากการทดสอบสมบัติด้านความทนแรงดึงของพอลิเมอร์ผสม (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ผสมในคอมโพสิต (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์) แสดงไว้ในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 เปอร์เซ็นต์การยืดตัวของพอลิเมอร์ผสม (อีวีเอ/พอลิสไตรีน) และพอลิเมอร์ผสมนาในคอมโพสิต (อีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์)

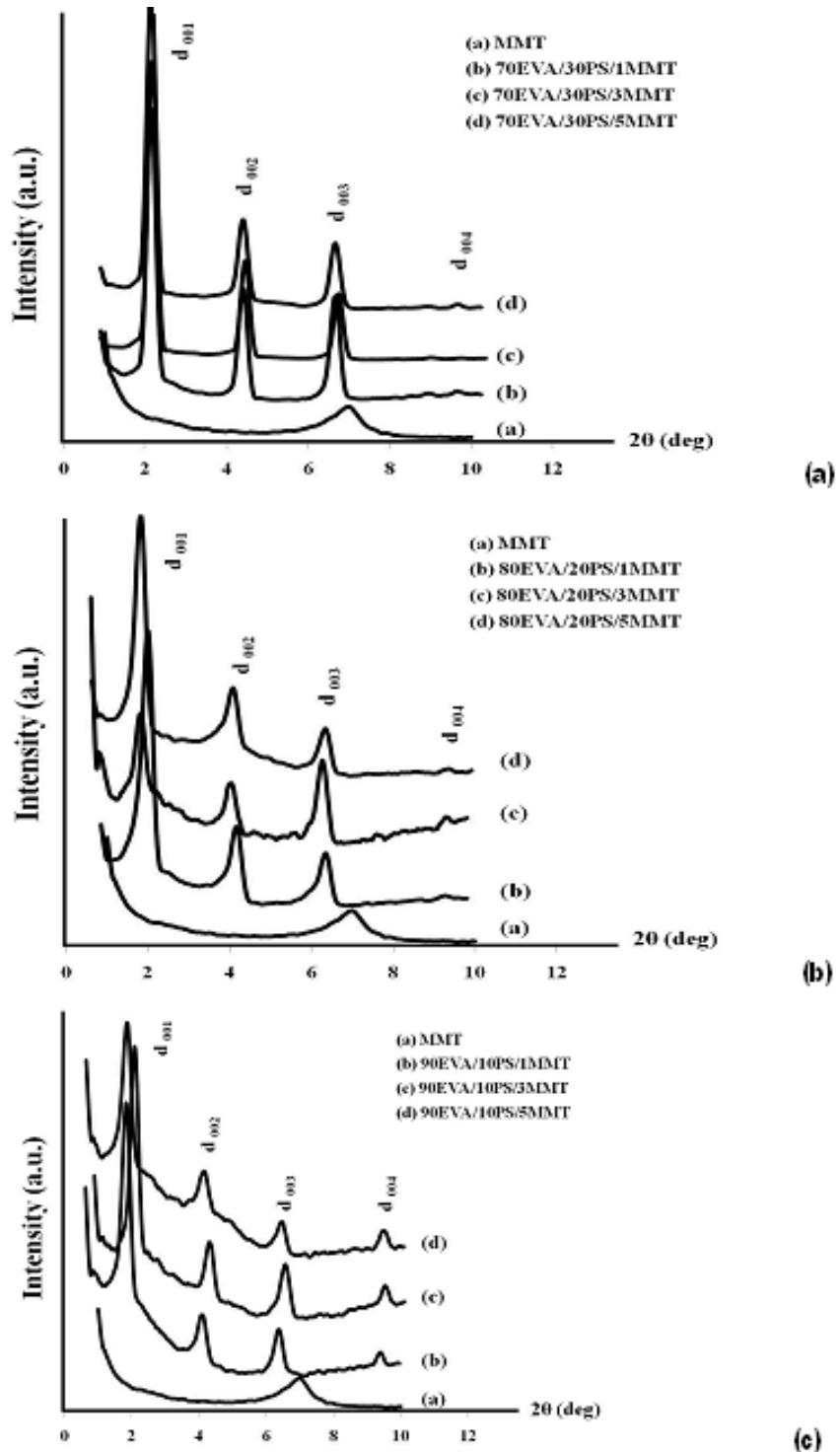
จากรูปที่ 4.8 แสดงค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัวของพอลิเมอร์ผสม และพอลิเมอร์ผสมนาในคอมโพสิต ซึ่งสังเกตพบว่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัวมีค่าลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อปริมาณของพอลิสไตรีนในชิ้นงานเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เพราะพอลิสไตรีนเป็นพอลิเมอร์ที่มีความแข็งเปราะ ดังนั้นเมื่อปริมาณพอลิสไตรีนเพิ่มขึ้นจะทำให้ความสามารถในการยืดตัวลดลง ซึ่งพบว่า เปอร์เซ็นต์การยืดตัวมีค่าต่ำสุดที่อัตราส่วนระหว่างอีวีเอ/พอลิสไตรีน เท่ากับ 70/30 และ การใส่มอนต์มอริลโลไนต์เข้าไปในพอลิเมอร์ผสมอัตราส่วนนี้ไม่ได้ช่วยปรับปรุงให้เปอร์เซ็นต์การยืดตัวเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามพบว่าพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนอื่น (80EVA/20PS และ 90EVA/10PS) การใส่มอนต์มอริลโลไนต์ในปริมาณที่เหมาะสมจะสามารถปรับปรุงเปอร์เซ็นต์การยืดตัวได้อย่างมี

ประสิทธิภาพ แต่การเพิ่มขึ้นของเปอร์เซ็นต์การยึดตัวไนได้เปรียบตามปริมาณมอนเต็มอวิลโลไนต์ที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจ เพราะยิ่งมีปริมาณมอนเต็มอวิลโลไนต์เพิ่มขึ้นจะยิ่งมีอันตรกิริยากับพอลิเมอร์มากขึ้นจนทำให้ความสามารถในการยึดตัวของชิ้นงานลดลง

#### 4.6 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของมอนเต็มอวิลโลไนต์ด้วยเทคนิค XRD

รูปที่ 4.9 แสดงกราฟ XRD ของมอนเต็มอวิลโลไนต์ และนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยอีวี เอ พอลิสไตรีน และมอนเต็มอวิลโลไนต์อัตราส่วนต่างๆ กัน โดยมอนเต็มอวิลโลไนต์บีสุทธิ์แสดงพีกของระนาบ 001 ที่  $2\theta = 7^\circ$  ซึ่งสอดคล้องกับค่าระยะ  $d_{001}$  เท่ากับ 1.261 นาโนเมตร ขณะที่พีกของระนาบ 001 ของมอนเต็มอวิลโลไนต์ในวัสดุนาโนคอมโพสิตเลื่อนเข้าสู่ค่า  $2\theta$  ที่ลดลง ซึ่งแสดงถึงระยะ  $d_{001}$  มีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งผลที่ได้แสดงว่าสายโซ่พอลิเมอร์ได้สอดแทรกเข้าไปในระหว่างชั้นของมอนเต็มอวิลโลไนต์ จึงมีผลทำให้ค่า  $d_{001}$  เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม ค่า  $d_{001}$  จะคำนวณจากพีกแรกที่ปรากฏอยู่ในกราฟ XRD นอกจากนี้ ยังพบพีกที่ตำแหน่ง  $2\theta$  อื่นๆ ของระนาบ 002, 003, 004 อีกด้วย ซึ่งแสดงถึงการมีโครงสร้างแบบสอดแทรกที่ค่อนข้างเป็นระเบียบ [28] นอกจากนี้ ตารางที่ 4.2 และ 4.3 ยังแสดงค่า  $2\theta$  ที่อ่านได้จากกราฟ XRD ทั้งหมด และที่คำนวณค่า  $d$ -spacing ได้จากสมการของแบรอก

จากรูปที่ 4.9 พบว่า ปรากฏพีกที่สำคัญ 4 พีก ที่  $2\theta$  ประมาณ  $2.18^\circ$ ,  $4.34^\circ$ ,  $6.54^\circ$  และ  $9.44^\circ$  ซึ่งผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าปริมาณของมอนเต็มอวิลโลไนต์ ไม่มีผลต่อโครงสร้างผลึกของนาโนคอมโพสิต



รูปที่ 4.9 กราฟ XRD ของ (a-c) มอนต์มอริลโลไนต์ และอีวีเอ/พอลิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์ นาโนคอมโพสิตที่เตรียมจากการใส่เม็ดมอนต์มอริลโลไนต์ปริมาณ 1, 3 และ 5 phr เข้าไปในพอลิเมอร์ผสมอีวีเอ/พอลิสไตรีนที่อัตราส่วน 70/30, 80/20 และ 90/10

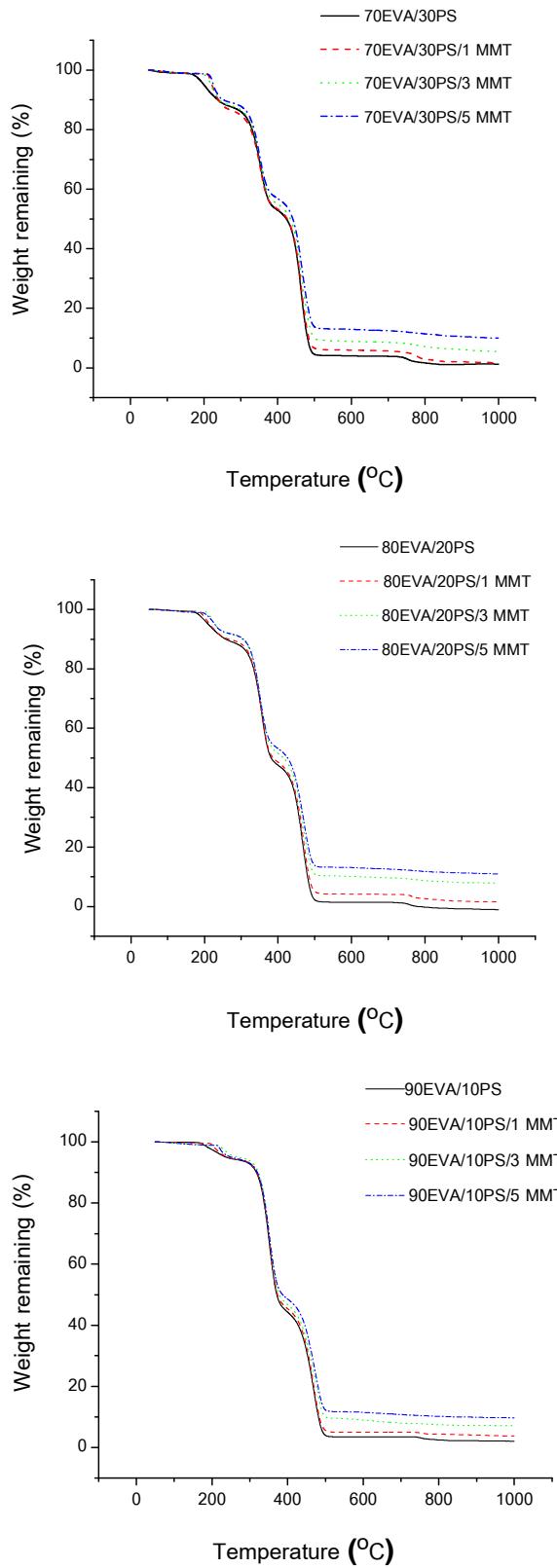
ตารางที่ 4.2 ค่า  $2\theta$  ของพีกต่างๆ ที่ปรากฏในกราฟ XRD

EVA/PS/MMT	$2\theta_{001}$	$2\theta_{002}$	$2\theta_{003}$	$2\theta_{004}$
MMT	7			
70/30/1MMT	2.2	4.36	6.54	9.44
70/30/3MMT	2.2	4.38	6.56	9.44
70/30/5MMT	2.2	4.36	6.54	9.44
80/20/1MMT	2.16	4.32	6.52	9.46
80/20/3MMT	2.18	4.36	6.54	9.48
80/20/5MMT	2.16	4.34	6.54	9.46
90/10/1MMT	2.16	4.34	6.54	9.46
90/10/3MMT	2.16	4.34	6.54	9.44
90/10/5MMT	2.16	4.34	6.52	9.42

ตารางที่ 4.3 ค่า d-spacing ของมอนเติมอวิลโล่ในตัวที่คำนวณจากสมการของแบร์ก์

EVA/PS/MMT	$d_{001}$	$d_{002}$	$d_{003}$	$d_{004}$
MMT100	1.26			
70/30/1MMT	4.01	2.02	1.35	0.94
70/30/3MMT	4.01	2.02	1.35	0.94
70/30/5MMT	4.01	2.02	1.35	0.94
80/20/1MMT	4.08	2.04	1.35	0.93
80/20/3MMT	4.05	2.02	1.35	0.93
80/20/5MMT	4.08	2.03	1.35	0.93
90/10/1MMT	4.08	2.03	1.35	0.93
90/10/3MMT	4.085	2.03	1.35	0.94
90/10/5MMT	4.085	2.03	1.35	0.94

#### 4.7 เส้นยีรภาพทางความร้อนที่ตรวจสอบด้วยเทคนิค TGA



รูปที่ 4.10 ร้อยละการสลายตัวเป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์สมและนาโนคอมโพสิต

ตารางที่ 4.4 แสดงคุณสมบัติการสลายตัวของ SDS, อีวีเอ, พอลิสไตรีน, พอลิเมอร์ฟลูอิดในต์ที่ตรวจสอบด้วยเทคนิค TGA

ตารางที่ 4.4 คุณสมบัติการสลายตัวที่ตรวจสอบด้วยเทคนิค TGA

Blend system	Onset <sub>1</sub> (°C)	Onset <sub>2</sub> (°C)	Onset <sub>3</sub> (°C)	50% Decomposition temperature (°C)
70EVA/30PS	173	318	432	425
70EVA/30PS/1MMT	212	319	433	430
70EVA/30PS/3MMT	207	318	430	440
70EVA/30PS/5MMT	216	316	431	445
80EVA/20PS	174	314	430	385
80EVA/20PS/1MMT	186	315	432	395
80EVA/20PS/3MMT	208	319	438	420
80EVA/20PS/5MMT	203	318	436	431
90EVA/10PS	168	319	433	378
90EVA/10PS/1MMT	194	320	437	380
90EVA/10PS/3MMT	216	317	432	380
90EVA/10PS/5MMT	210	319	435	395
EVA	319	436		
PS	215	415		
SDS	204			

จากตารางที่ 4.4 เมื่อพิจารณาคุณสมบัติการสลายตัวของชิ้นงานอีวีเอ พบว่า มีคุณสมบัติสลายตัวอยู่สลายตัว 2 ช่วง คือ ประมาณ 319°C ที่เกิดจากการสลายตัวของหมู่แอกซีเทต และการ

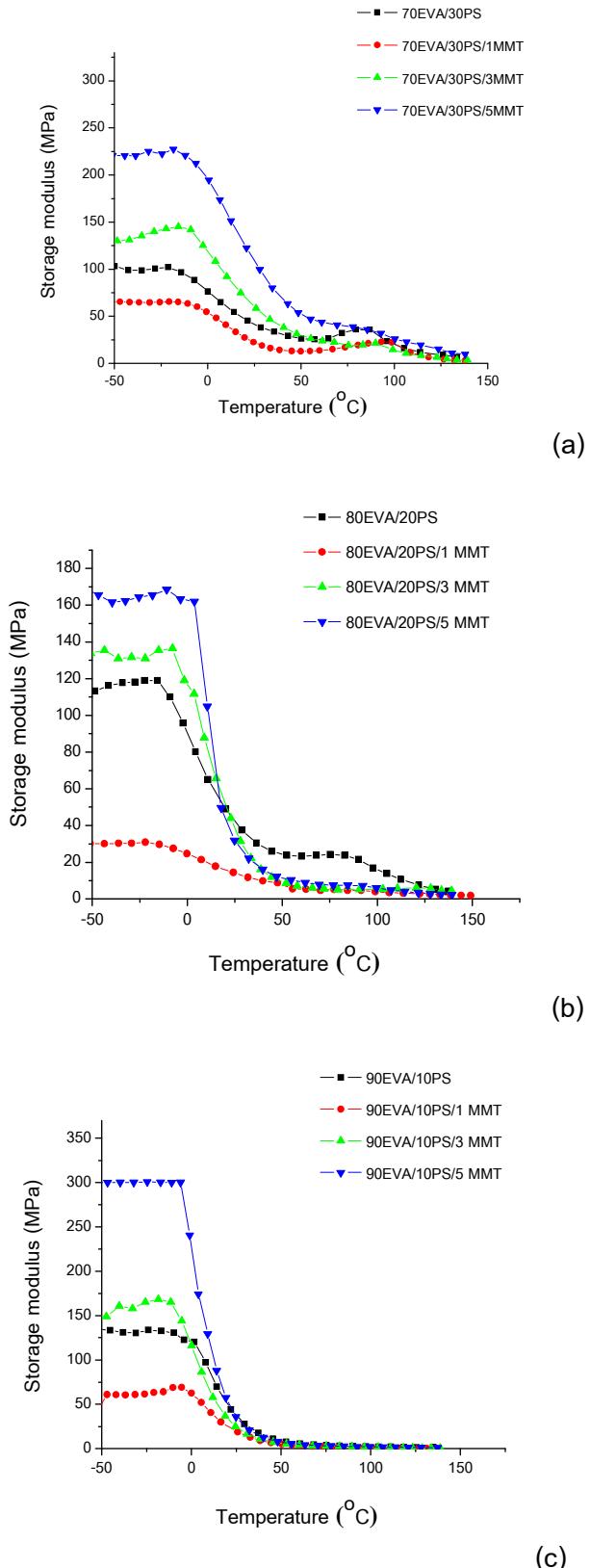
สลายตัวช่วงที่สองที่ประมาณ  $436^{\circ}\text{C}$  ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของสายโซ่เอทิลีน (ethylene chain) [27] ส่วนชิ้นงานของพอลิสไตรีนได้พบการสลายตัวที่อุณหภูมิ 2 ช่วง คือที่ประมาณ  $215^{\circ}\text{C}$  ซึ่งเป็นอุณหภูมิการสลายตัวของ SDS ที่หลงเหลือจากขั้นตอนการสังเคราะห์พอลิสไตรีน และที่ประมาณ  $415^{\circ}\text{C}$  ซึ่งเป็นอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิสไตรีน

เมื่อพิจารณาอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์ผสม และพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตพบว่า มี 3 ช่วง คือ ช่วงแรกที่ประมาณ 173-216 องศาเซลเซียส ช่วงที่สองที่ประมาณ 314-320 องศาเซลเซียส และช่วงที่สามประมาณ 430-437 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิการสลายตัวของ SDS, อีวีโอ และพอลิสไตรีน ตามลำดับ เมื่อพิจารณาอุณหภูมิการสลายตัวเมื่อนำหนักของชิ้นงานลดลง 50 เปอร์เซ็นต์ พบร้า ชิ้นงานที่มีปะริมาณอีวีโอสูงมีอุณหภูมิการสลายตัวต่ำกว่า เนื่องจากอุณหภูมิการสลายตัวของอีวีโอมีค่าต่ำกว่าของพอลิสไตรีน ดังนั้น เมื่อปะริมาณอีวีโอเพิ่มมากขึ้น จึงมีผลให้อุณหภูมิการสลายตัวโดยรวมมีค่าลดลง อย่างไรก็ตามเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้นเมื่อใส่เม็ดมอริลโลไลน์เข้าไป ทั้งนี้เนื่องจากมอนเติร์มมอริลโลไลน์เป็นสารอนินทรีย์ที่ประกอบด้วยชั้นของซิลิกेटซึ่งมีอุณหภูมิการสลายตัวสูง รวมทั้งมีสมบัติการสกัดกั้น (barrier properties) สูง จึงป้องกันความร้อนไม่ให้ผ่านพอลิเมอร์ได้เร็ว และขัดขวางการระเหยของไมเลกุลเล็กๆ ที่เกิดระหว่างการสลายตัว ดังนั้น สูตรที่มีเม็ดมอริลโลไลน์เพิ่มขึ้นจึงมีอุณหภูมิการสลายตัวสูงขึ้น นั่นคือมอนเติร์มมอริลโลไลน์ช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้กับวัสดุนาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้

#### 4.8 สมบัติเชิงกลพลวัต (Dynamic mechanical property)

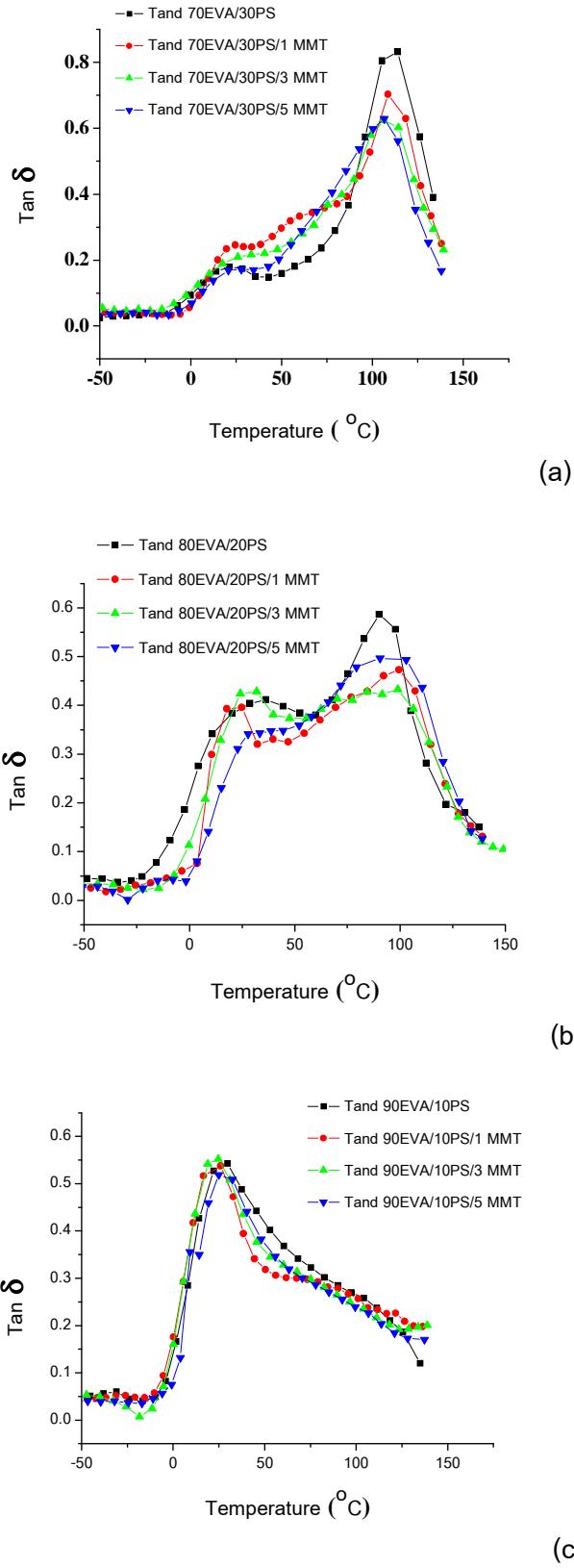
การตรวจสอบสมบัติเชิงกลพลวัตเพื่อวัดสมบัติเชิงกลของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงรูปร่างภายใต้แรงที่ไม่ต่อเนื่อง (periodic forces) ซึ่งผลของชั้นซิลิกेटในมอนเติร์มมอริลโลไลน์ต่อค่ามอดุลส์สะสม (storage modulus,  $E'$ ) ของวัสดุนาโนคอมโพสิตเป็นพังก์ชันกับอุณหภูมิแสดงไว้ในรูปที่ 4.10 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า มอดุลส์สะสมของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตทุกอัตราส่วนของอีวีโอ/พอลิสไตรีนที่ได้ใส่มอนเติร์มมอริลโลไลน์ปะริมาณ 3 และ 5 phr มีค่าเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากการมีอัตราเริยาระหว่างชั้นซิลิกे�ตกับสายโซ่ไมเลกุลของพอลิเมอร์ จึงมีผลทำให้มอดุลส์สะสมมีค่าเพิ่มขึ้น ดังนั้นการเติมมอนเติร์มมอริลโลไลน์ในพอลิเมอร์ผสมจะช่วยปรับปรุงสมบัติการใช้งานเชิงกลได้ด้วย ในขณะที่ค่ามอดุลส์สะสมของนาโนคอมโพสิตที่ใส่มอนเติร์มมอริลโลไลน์ 1 phr มีค่าลดลง อาจเนื่องจากการ

สอดแทรกของสายโซ่พอลิเมอร์เข้าไปในมอนเต็มอวิลโล้เนต์เกิดเพียงเล็กน้อย และยังขาดขวางการจัดเรียงตัวของอิทธิพลด้วย ซึ่งมีผลให้ปริมาตรเสรี (free volume) รอบๆ สายโซ่อิทธิพลเพิ่มขึ้น จึงทำให้การเคลื่อนที่ของพอลิเมอร์เกิดได้ง่ายขึ้นและมอดูลัสลดลง



รูปที่ 4.11 มอดูลัสสัมบูรณ์ฟังก์ชันกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์ผสานและนาโนคอมโพสิต

รูปที่ 4.11 แสดงค่า  $\tan \delta$  ของพอลิเมอร์สมและพอลิเมอร์สมนาโนคอมโพสิตเป็นพังก์ชันกับอุณหภูมิ พบว่า อุณหภูมิก拉斯แทรนซิชัน (glass transition temperature,  $T_g$ ) ของอีวีເອ และพอลิสไตรีนมีค่าประมาณ  $25^\circ\text{C}$  และ  $120^\circ\text{C}$  ตามลำดับ ในทุกอัตราส่วนของอีวีເອ/พอลิสไตรีน (70EVA/30PS และ 80EVA/20PS) แต่ที่อัตราส่วนของอีวีເອ/พอลิสไตรีน 90EVA/10PS จะสังเกต อุณหภูมิก拉斯แทรนซิชันของพอลิสไตรีนได้ไม่ชัดเจนเนื่องจากปริมาณของพอลิสไตรีนมีน้อย การใส่มอนต์มอริลโลในพอลิเมอร์สมพบว่าอุณหภูมิก拉斯แทรนซิชันมีการเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น นั่นแสดงว่าการใส่มอนต์มอริลโลในพอลิเมอร์สมไม่มีผลต่ออุณหภูมิก拉斯แทรนซิชันของพอลิเมอร์สมนาโนคอมโพสิต



รูปที่ 4.12 ค่า  $\tan \delta$  เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิของพอลิเมอร์ผสานและนาโนคอมโพสิต

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 สามารถสังเคราะห์พอลิสไตรีนที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 15.07 นาโนเมตร และมีเปอร์เซ็นต์ผลได้ประมาณ 96% ด้วยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโคร มิลลิชัน

5.1.2 จากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของพอลิสไตรีนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กtronon แบบส่องผ่าน พบร่วมกับไม่เกลูลของพอลิสไตรีนรวมตัวกันมีอนุภาคเป็นทรงกลม

5.1.3 จากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของชิ้นงานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กtrononแบบส่องกราด พบร่วมกับความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมเพิ่มขึ้นเมื่อได้เติมมอนต์มอริลโลในต์เข้าไปเนื่องมาจากการสอดแทรกของสายโซ่พอลิเมอร์เข้าไประหว่างชั้นซิลิเกตของมอนต์มอริลโลในต์

5.1.4 การผสมมอนต์มอริลโลในต์เข้าไปในพอลิเมอร์ผสมในปริมาณเท่ากัน พบร่วมกับสามารถปรับปรุงสมบัติความทนแรงดึง ยังสมดุลส์ และเปอร์เซ็นต์การยึดตัว ณ จุดขาด ของวัสดุ นานาคอมโพสิต

5.1.5 จากการตรวจสอบโครงสร้างสร้างผลึกของชิ้นงานด้วยเทคนิค XRD พบร่วมกับพอลิเมอร์ผสมนาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นแบบสอดแทรก

5.1.6 จากการตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมนาโนคอมโพสิต ด้วยเทคนิค TGA พบร่วมกับการใส่มอนต์มอริลโลในต์เข้าไปในพอลิเมอร์ผสมได้ทำให้นานาคอมโพสิตที่เตรียมได้มีเสถียรภาพทางความร้อนเพิ่มขึ้น เนื่องจากมอนต์มอริลโลในต์เป็นสารอนินทรีย์ที่มีเสถียรภาพทางความร้อนสูง มีสมบัติการสกัดกั้นที่ดี

5.1.7 จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตด้วยเทคนิค DMA พบร่วมกับพอลิเมอร์ผสมนาโนคอมโพสิตมีค่ามอดุลส์สั่งสมเพิ่มขึ้นเมื่อใส่มอนต์มอริลโลในต์ในปริมาณ 3 และ 5 phr เนื่องจากความมีอัตราการลดลงระหว่างชั้นซิลิเกตกับสายโซ่ไม่เกลูลของพอลิเมอร์ ซึ่งมีผลช่วยปรับปรุงสมบัติการใช้งานผลิตภัณฑ์

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ทดลองเตรียมพอลิเมอร์ผสมนาโนคอมโพสิตจากพอลิเมอร์อื่นๆ เพื่อให้ได้รัสดุ่งประเทศใหม่ๆ ที่มีสมบัติเหมาะสมกับการใช้งาน

5.2.2 ทดลองเตรียมพอลิเมอร์ผสมนาโนคอมโพสิตจากสารอนินทรีย์ที่มีอนุภาคระดับนาโนประเทศอื่นๆ เช่น ชิลิกา คาร์บอนนาโนทิวบ์ และไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นต้น เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการเสริมแรงของสารเหล่านี้

## รายการอ้างอิง

- [1] Pramanik, M. 2001. Preparation and Properties of Ethylene Vinyl Acetate-Clay Hybrids. Materials Science Letters 20: 1377-1380.
- [2] MTEC. Ethylene Vinyl Acetate. 2008. National Metal and Materials Technology Center [Online]. Available from : <http://www.mtec.or.th> [2009,March]
- [3] SpecialChem. Ethylene Copolymer. 2009. SpecialChem [Online]. Available from : <http://www.specialchem4adhesives.com/tc/ethylene-copolymers> [2009,March]
- [4] ชัยวัฒน์ เจนวนิชย์. 2527. เคมีพอลิเมอร์พื้นฐาน. สงขลา: ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- [5] Chuayjuljit, S., and others. 2005. Use of Natural Rubber-g-Polystyrene as a Compatibilizer in Casting Natural Rubber/Polystyrene Blend Films. Journal of Applied Polymer Science 95: 826-831.
- [6] ระพีพรรณ ทองระดา. 2548. การเตรียมนาโนคอมโพลิตของพีวีซี/อีวีเอ/มอนเต็มอวิลโลไนต์. วิทยานิพนธ์ปริญญาดุษฎีบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [7] Clois, E.P. and Gary, W.B. 2004. Physical Properties of Polymer/Clay Nanocomposites. Texas: Texas State University.
- [8] Bergaya, F., Theng, B.K.G. and Lagaly, G. 2006. Handbook of Clay Science. Elsevier.
- [9] บงกช นันทบุญเลิศ. 2548. การเตรียมนาโนคอมโพลิตของยางธรรมชาติ/อีวีเอ/มอนเต็มอวิลโลไนต์. วิทยานิพนธ์ปริญญาดุษฎีบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [10] รัตนวรรณmgrพันธุ์. 2552. นาโนเคลย์/นาโนคอมโพลิต(Nanoclay/Nanocomposites) [ออนไลน์]. แหล่งที่มา: [www.thaiscience.com/lab\\_vol/P18/NANOCLAY.asp](http://www.thaiscience.com/lab_vol/P18/NANOCLAY.asp) [2552, มกราคม 3 ]
- [11] Ray, S.S., Pouliot, S., Bousmina, M. and Utracki, L.A. 2004. Role of Organically Modified Layered Silicate as an Active Interfacial Modifier in Immiscible Polystyrene/Polypropylene Blends. Polymer 45: 8403-8413.

- [12] Ray, S.S. and Okamoto, M. 2003. Polymer/Layered Silicate Nanocomposites: A Review from Preparation to Processing. Progress in Polymer Science 28: 1539-1641.
- [13] Kojima, Y., Usuki, A., Kawasumi, M., Okada, A., Kurauchi, T. and Kamigaito, O. 1993. Synthesis of Nylon 6-Clay Hybrid by Montmorillonite Intercalated with 3-Caprolactam. Journal of Polymer Science: Part A: Polymer Chemistry 31: 983.
- [14] Preston, W. 1948. Some Correlating Principles of Detergent Action. Journal of Physical Colloid Chemistry 52: 84-97.
- [15] Copek, I. 1999. Radical Polymerization of Polar Unsaturated Monomers in Direct Microemulsion Systems. Advances in Colloid and Interface Science 80: 85-149.
- [16] Encyclopedia Britannica. 2009. [ອອນໄລນ໌]. ແຫວ່ງທີມາ: <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/1426100/chemistry-of-industrial-polymers> [2009, May]
- [17] Elaissari, A. 2003. Colloidal Polymers. New York: Marcel Dekker.
- [18] Stoffer, J.O. and Bone, T. 1980. Polymerization in Water-in-Oil Microemulsion Systems. Journal of Polymer Science: Polymer Chemistry Edition 18: 2641-2648.
- [19] Antonietti, M. 1995. Polymerization in Microemulsions-a New Approach to Ultrafine, Highly Functionalized Polymer Dispersions. Macromolecular Chemistry and Physics 196: 441-466.
- [20] Jayakrishnan, A., and Shah, D.O. 1984. Polymerization of Oil-in-Water Microemulsion: Polymerization of Styrene and Methyl Methacrylate Journal of Polymer Science: Polymer Letters Edition 22: 31-38.
- [21] He, G., Pan, Q., and Rempel, G. L. 2003. Synthesis of Poly(methyl methacrylate) Nanosize Particles by Differential Microemulsion Polymerization. Macromolecular Rapid Communications 24: 585-588.
- [22] He, G., Pan, Q., and Rempel, G.L. 2007. Modeling of Differential Microemulsion Polymerization for Synthesizing Nanosized Poly(methyl methacrylate) Particles. Industrial Engineering and Chemistry Research 46: 1682-1689.

- [23] He, G., Pan, Q., and Rempel, G.L. 2007. Differential Microemulsion Polymerization of Styrene: A Mathematical Kinetic Model. Journal of Applied Polymer Science 105: 2129-2137.
- [24] He, G., and Pan, Q. 2004. Synthesis of Polystyrene and Polystyrene/Poly-(methyl/methacrylate) Nanoparticles. Macromolecular Rapid Communications 25: 1545-1548.
- [25] Nshuti, C.M. and Wilkie, C.A. 2007. Ferrocene and Ferrocenium Modified Clays and Their Styrene and EVA Composites. Polymer Degradation and Stability 92: 1803-1812.
- [26] Pramanik, M., Srivastava, S.K. and Samantaray, B.K. 2001. Preparation and Properties of Ethylene Vinyl Acetate-Clay Hybrids. Journal of Materials Science Letters 20: 1377-1380.
- [27] Zhang, W., Chen, D., Zhao, Q., and Fang, Y. 2003. Effects of different Kinds of clay and different vinyl acetate content on the morphology and properties of EVA/clay nanocomposites. Polymer 44: 7953-7961.
- [28] Liang, Y., and others. 2005. Preparation and properties of isobutylene-isoprene rubber (IIR)/clay nanocomposites. Polymer Testing 24: 12-17.

ภาคผนวก

## ภาคผนวก ก

**ตาราง ก. ขนาดอนุภาชนะลี่ย์ของพอลิสไทรีนนำไปใช้เท่าชั้น**

สารตัวอย่าง	ขนาดอนุภาชนะ (นาโนเมตร)	ขนาดอนุภาชนะลี่ย์ (นาโนเมตร)	ค่าเบี่ยงเบน มาตรฐาน
PS	15.05		
	15.12	15.07	0.04
	15.04		

## ภาคผนวก ๖

**ตาราง ๖-๑ ค่าความหนาแรงดึงของอีวีเอ พอลิสไตรีนนาโนแล็ทิกซ์ และมอนต์มอริลโลไนเตอร์  
นาโนคอมพอยสิต**

สารตัวอย่าง EVA/PS/MMT	ค่าสูงสุด (MPa)	ค่าต่ำสุด (MPa)	ค่าเฉลี่ย (MPa)	ค่าเบี่ยงเบน <sup>มาตรฐาน</sup>
70/30	3.0026	1.2669	1.9902	0.50767
70/30/1MMT	2.4681	0.88901	1.4815	0.5098
70/30/3MMT	3.2217	2.4190	2.7801	0.24296
70/30/5MMT	3.0256	2.0186	2.5336	0.36188
80/20	2.7989	1.6334	2.2448	0.42281
80/20/1MMT	3.6668	2.2191	2.9162	0.47018
80/20/3MMT	4.5599	2.7786	3.6865	0.57984
80/20/5MMT	5.0364	3.8364	4.2132	0.33645
90/10	4.4373	2.3910	3.1602	0.6918
90/10/1MMT	3.4505	2.4239	2.7611	0.38454
90/10/3MMT	3.4638	2.6420	3.1239	0.22742
90/10/5MMT	4.6324	3.6998	4.1108	0.26104

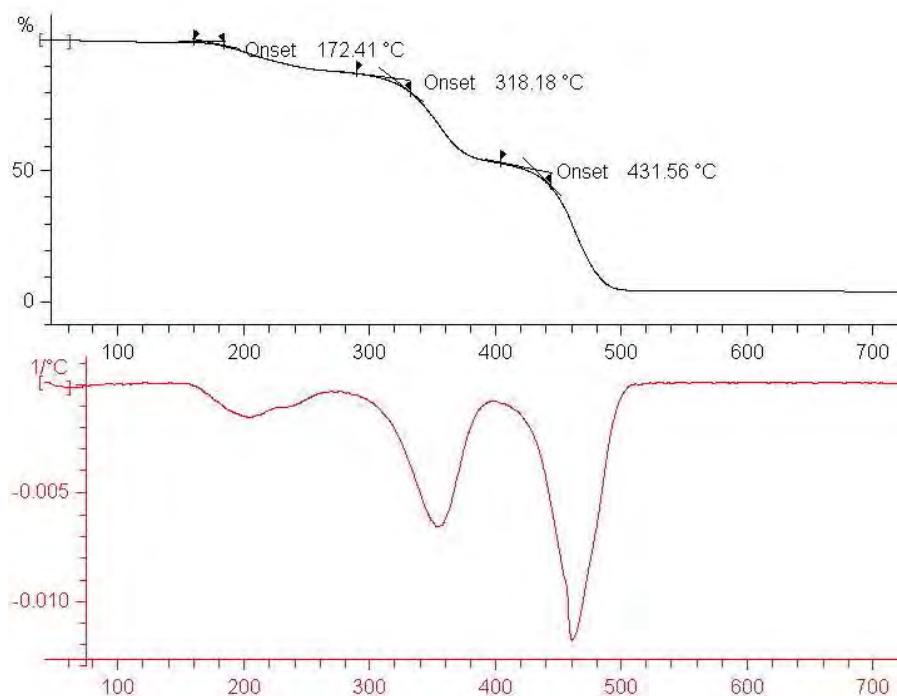
**ตาราง ข-2 ค่ามอดัลส์ของปังของอีวีเอ พอลิสไตรีนนานาในแลเท็กซ์ และมอนต์มอริลโล่ไนต์  
นาโนคอมพอยสิต**

สารตัวอย่าง EVA/PS/MMT	ค่าสูงสุด (MPa)	ค่าต่ำสุด (MPa)	ค่าเฉลี่ย (MPa)	ค่าเบี่ยงเบน <sup>มาตรฐาน</sup>
70/30	80.143	33.858	48.825	16.398
70/30/1MMT	85.335	29.498	51.796	20.114
70/30/3MMT	97.561	55.125	78.589	11.934
70/30/5MMT	75.586	53.980	66.474	6.475
80/20	19.630	4.370	12.559	4.831
80/20/1MMT	14.735	5.743	9.438	2.736
80/20/3MMT	11.940	4.645	8.317	2.717
80/20/5MMT	19.328	7.117	10.664	3.685
90/10	3.729	0.733	2.094	1.125
90/10/1MMT	3.941	0.942	1.865	0.972
90/10/3MMT	1.982	1.194	1.495	0.232
90/10/5MMT	3.932	2.591	3.162	0.379

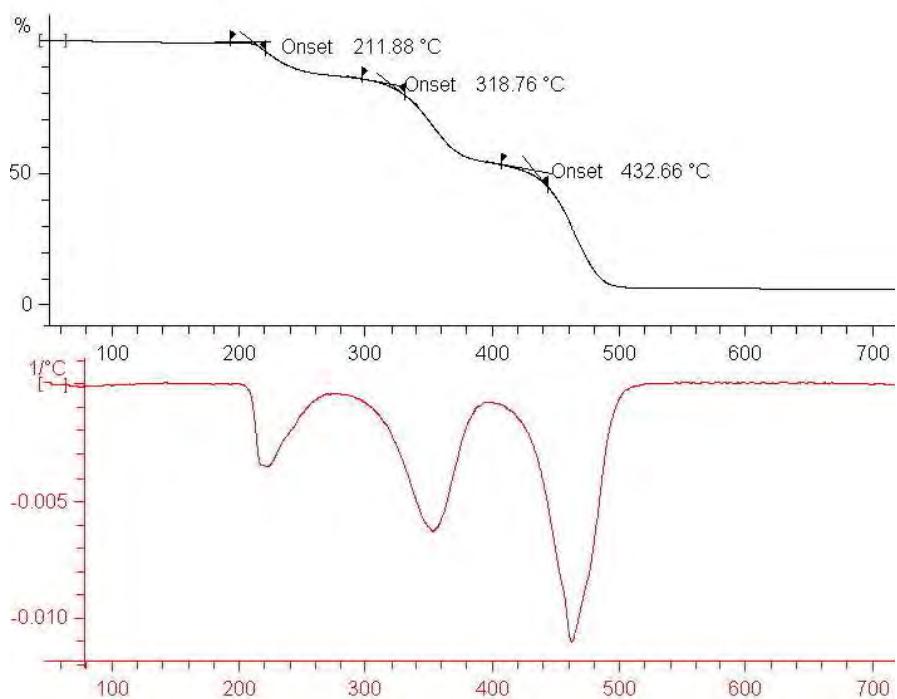
**ตาราง ช-3 วัสดุละของกาวยึดตัวของอีวีเอ พอลิสไตรีนไนโตรเจน เท็กซ์ และมอนเต็มอวิตโลไนต์**  
**นานาคอมพ็อกซิต**

สารตัวอย่าง EVA/PS/MMT	ค่าสูงสุด	ค่าต่ำสุด	ค่าเฉลี่ย	ค่าเบี่ยงเบน <sup>มาตรฐาน</sup>
70/30	27.952	4.9775	14.259	7.9716
70/30/1MMT	15.831	3.2860	8.0968	4.6472
70/30/3MMT	34.006	13.396	21.489	6.1221
70/30/5MMT	37.968	11.673	20.877	8.8166
80/20	178.2	57.201	133.96	40.649
80/20/1MMT	413.01	136.69	220.3	80.574
80/20/3MMT	494.41	283.06	379.66	77.88
80/20/5MMT	469.71	292.97	366.8	48.813
90/10	469.03	268.60	354.93	65.581
90/10/1MMT	480.96	308.04	413.9	56.959
90/10/3MMT	449.38	344.24	409.82	38.825
90/10/5MMT	398.61	281.30	352.85	40.404

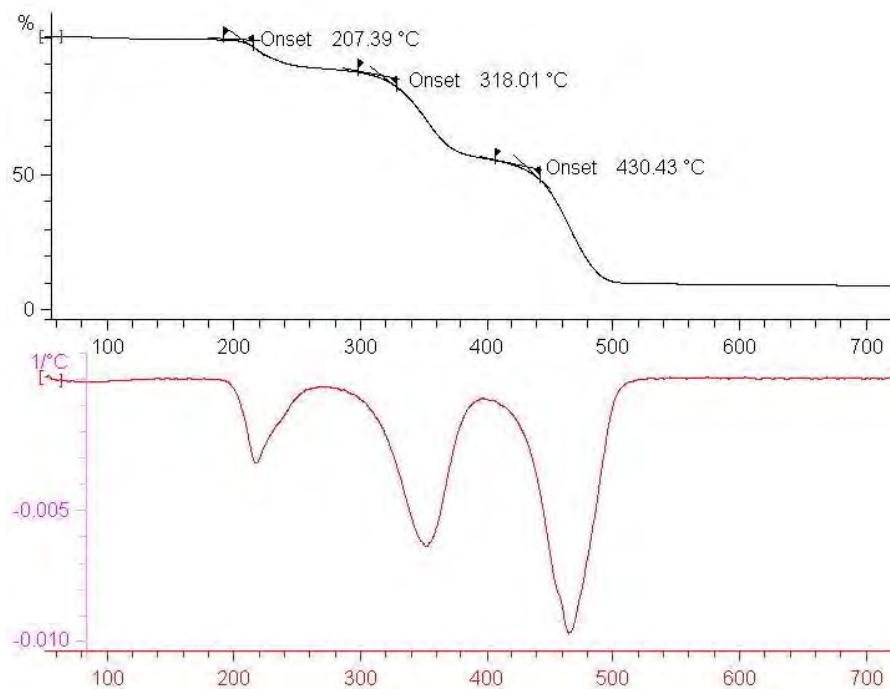
### ภาคผนวก ค



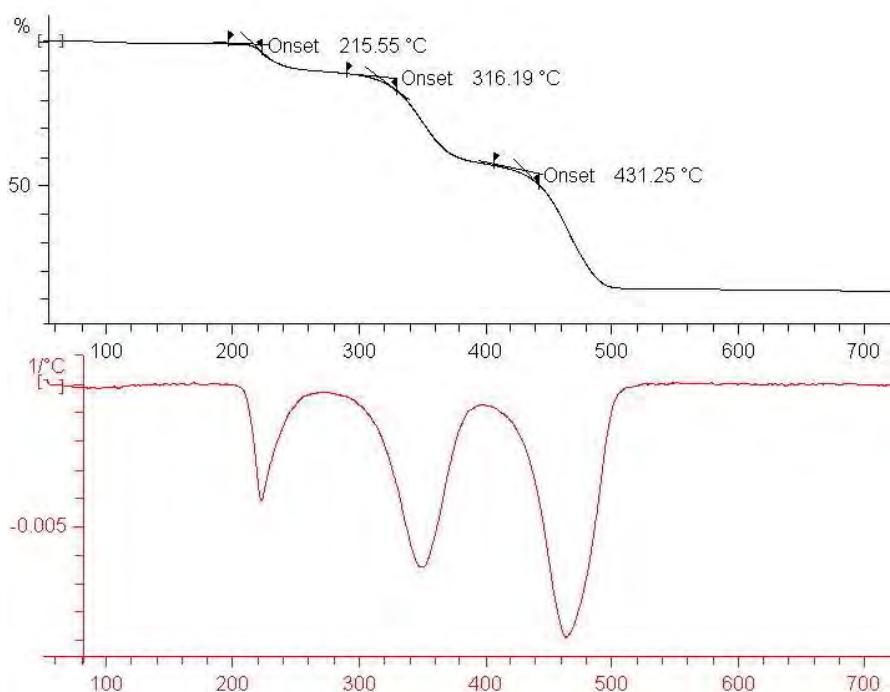
รูป ค-1 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 70EVA/30PS



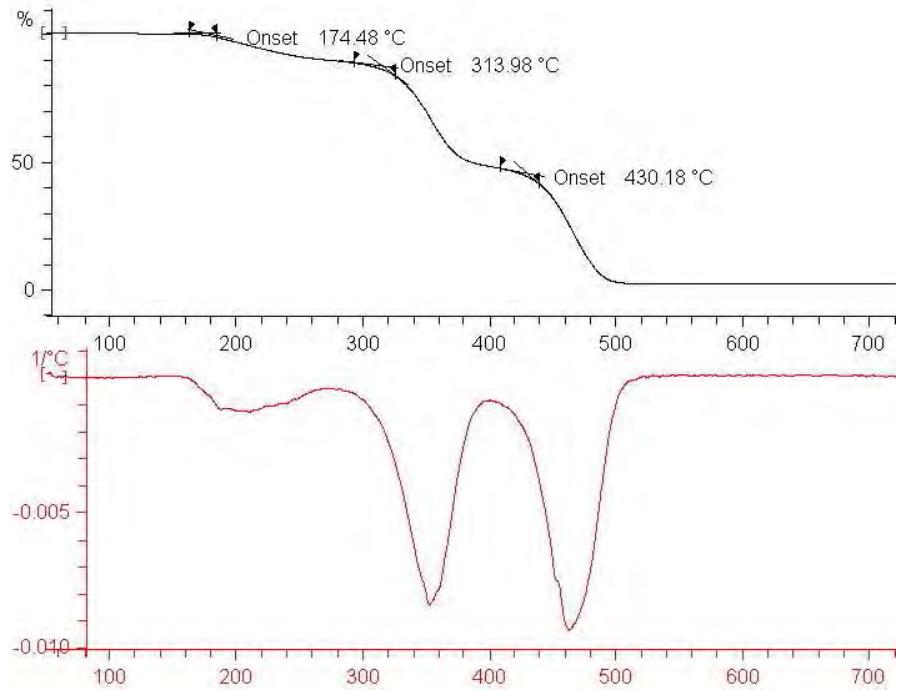
รูป ค-2 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยส์ 70EVA/30PS/1MMT



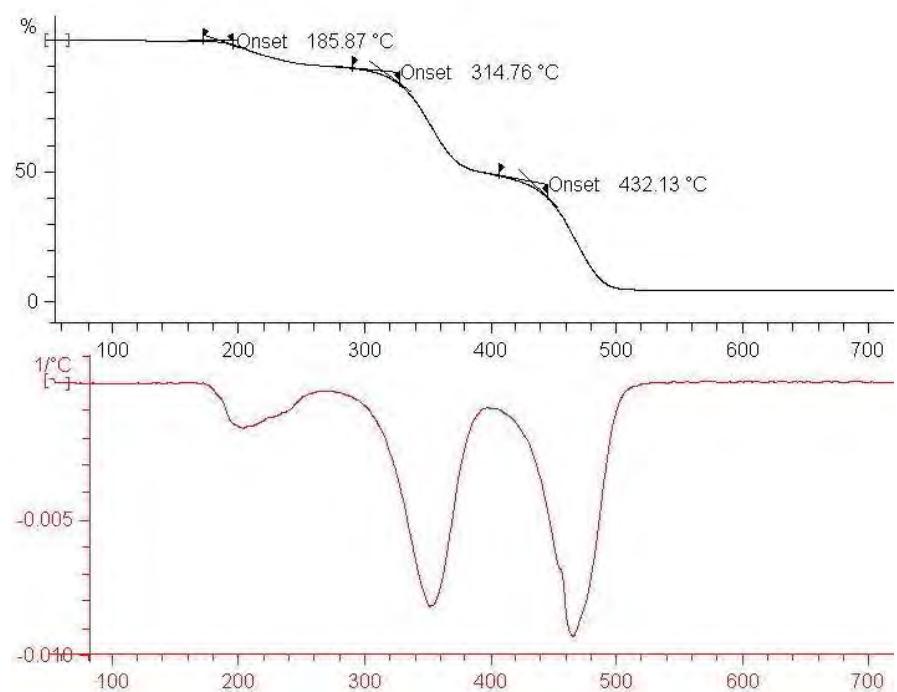
รูป ค-3 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 70EVA/30PS/3MMT



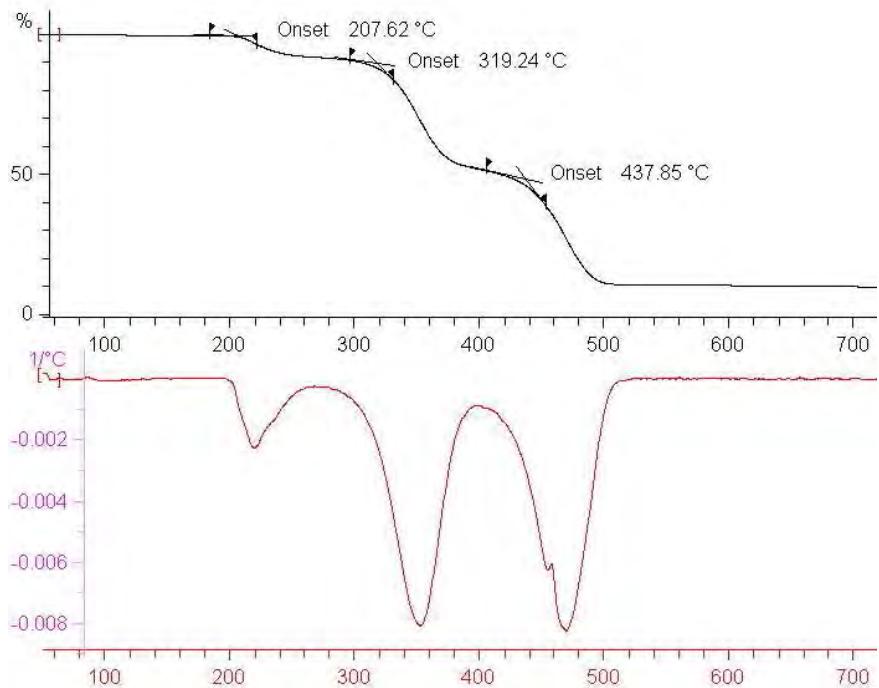
รูป ค-4 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 70EVA/30PS/5MMT



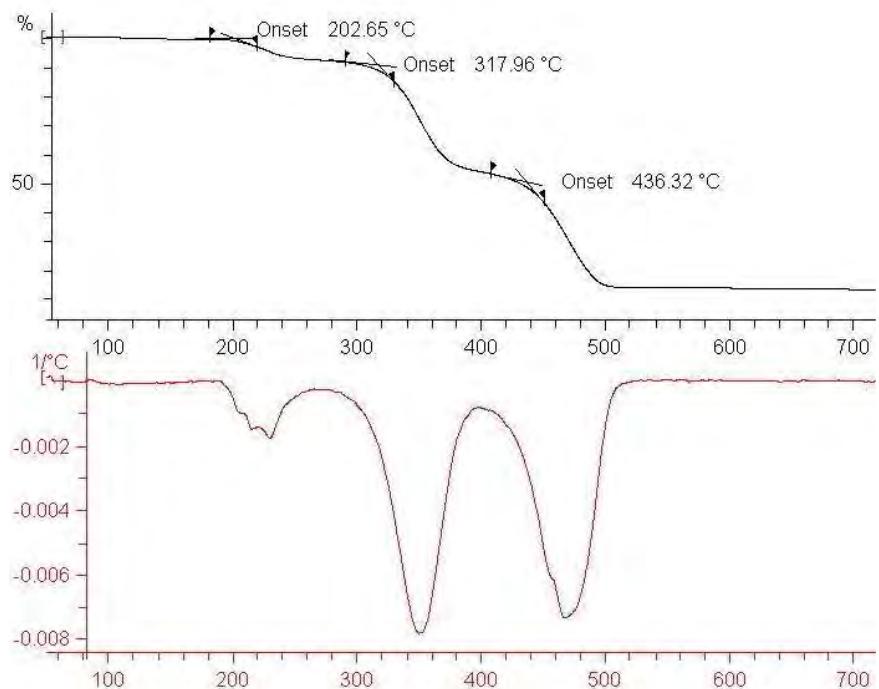
รูป ค-5 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 80EVA/20PS



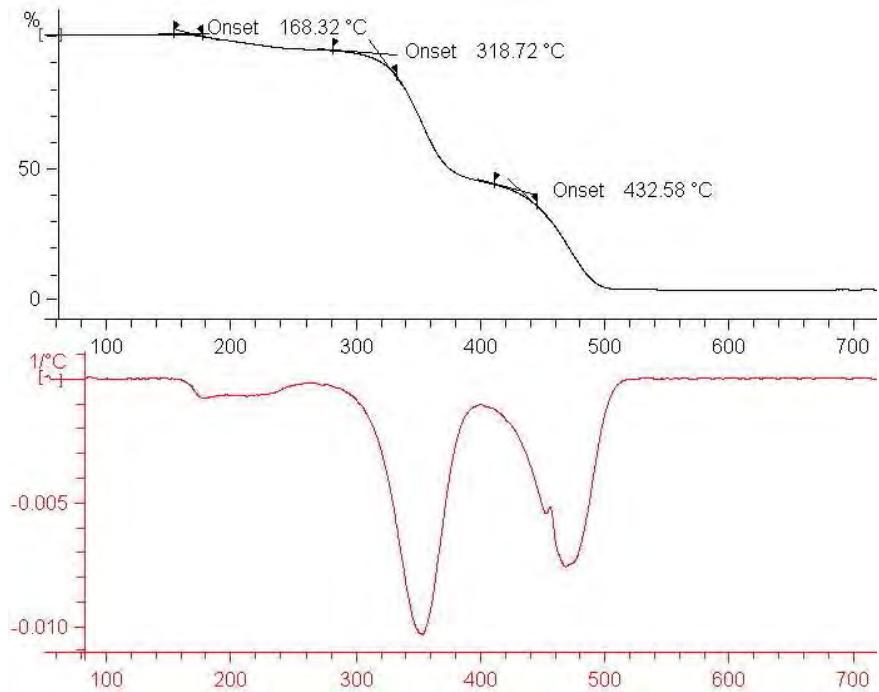
รูป ค-6 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยส์ 80EVA/20PS/1MMT



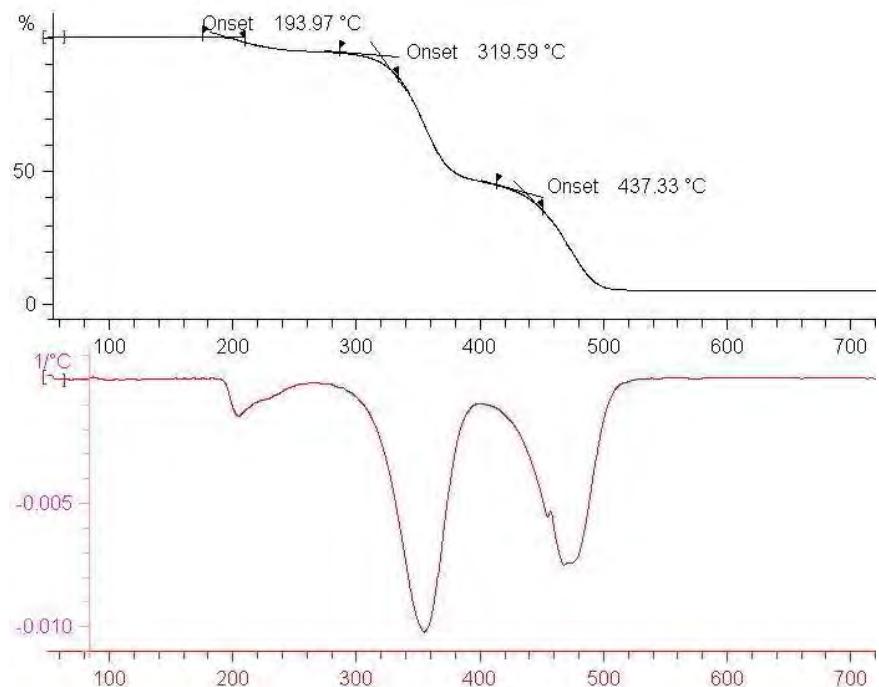
รูป ค-7 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 80EVA/20PS/3MMT



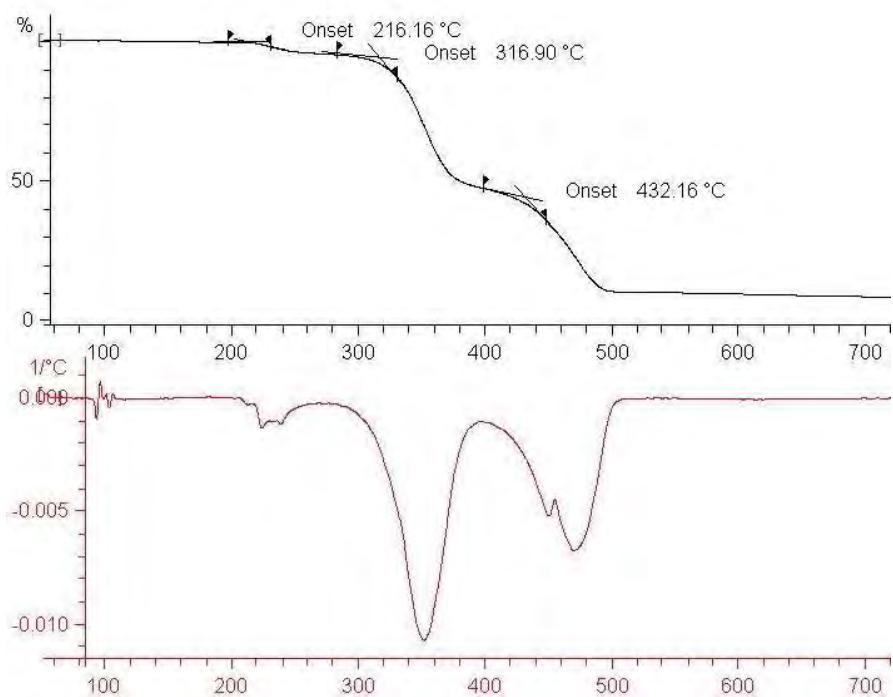
รูป ค-7 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 80EVA/20PS/5MMT



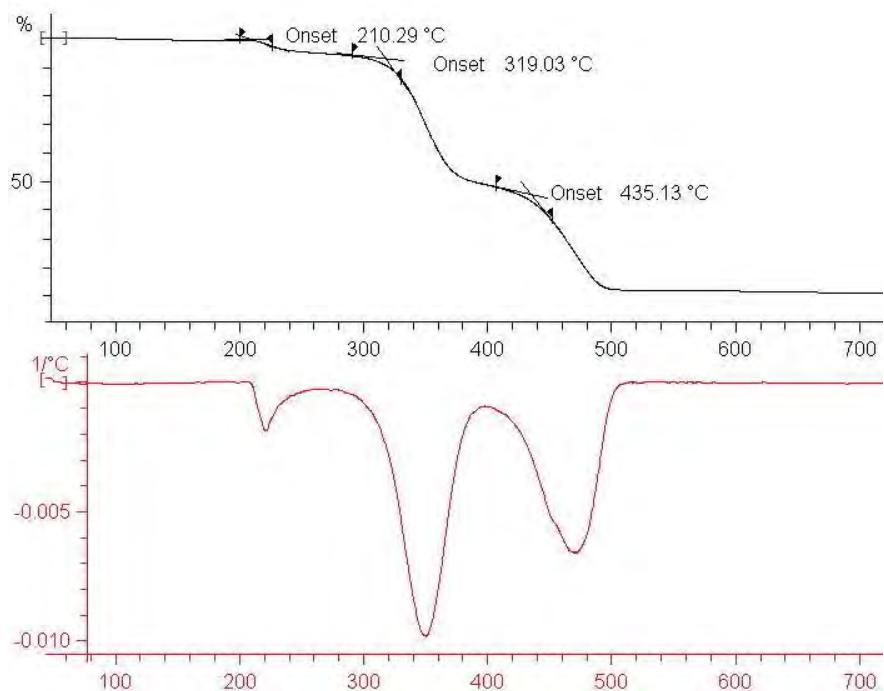
รูป ค-8 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS



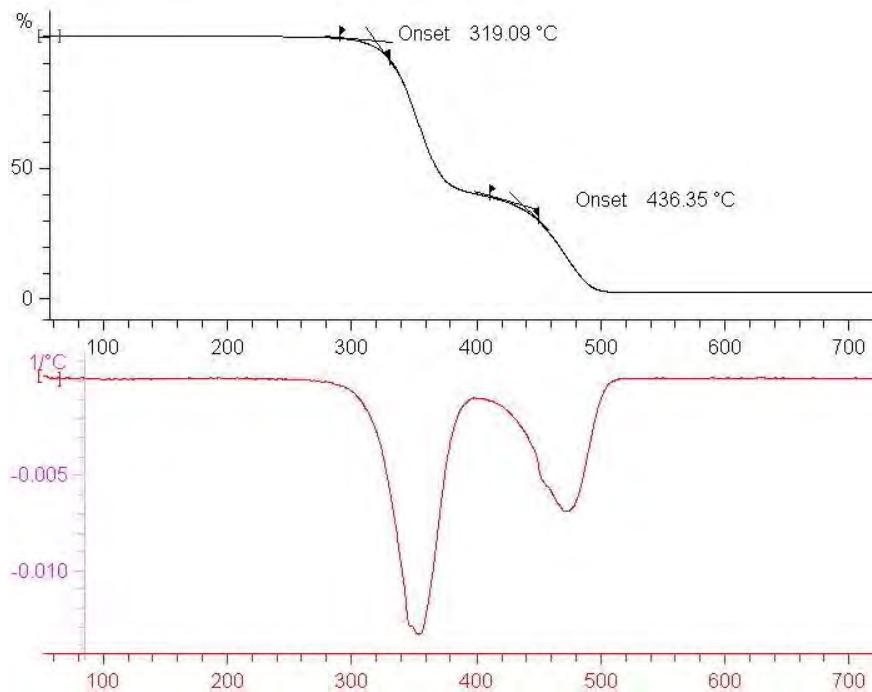
รูป ค-9 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยต์ 90EVA/10PS/1MMT



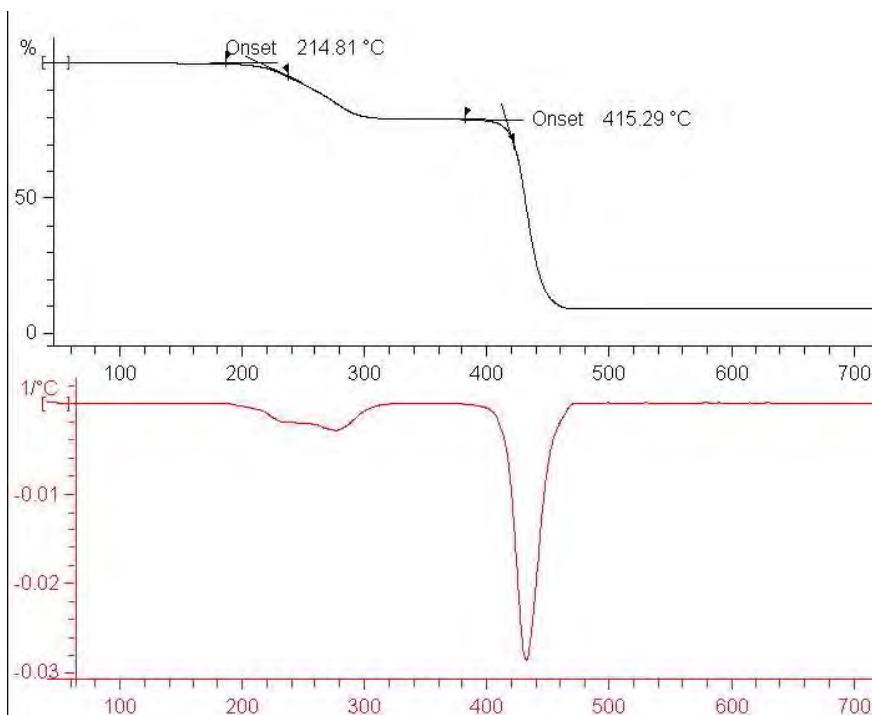
รูป ค-10 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS/3MMT



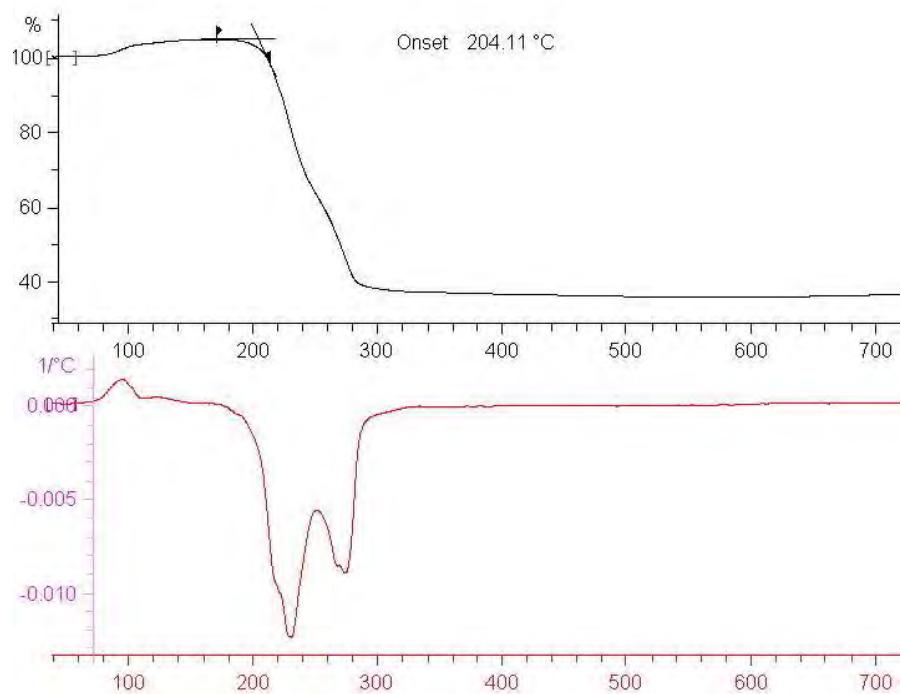
รูป ค-11 TGA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS/5MMT



รูป ค-12 TGA เทอร์โมแกรมของอีวีເກ

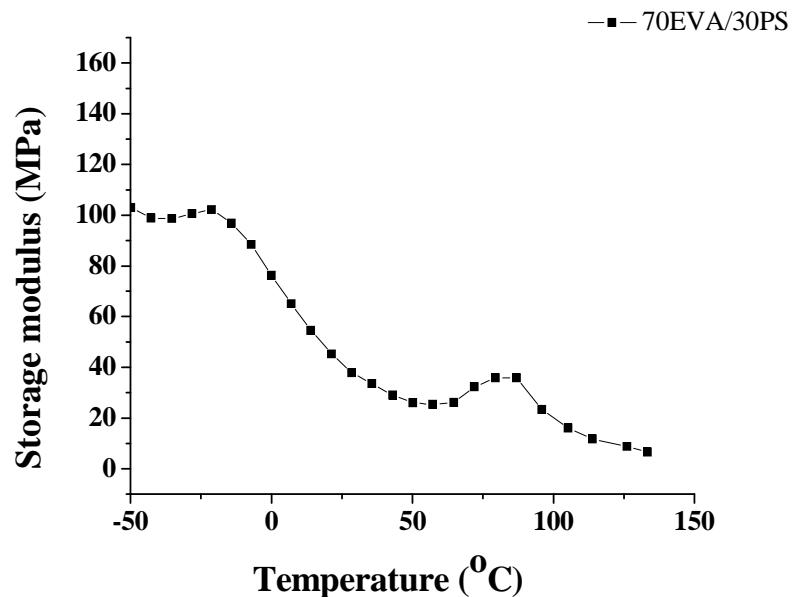


รูป ค-13 TGA เทอร์โมแกรมของพอลิສ්ටූරීන

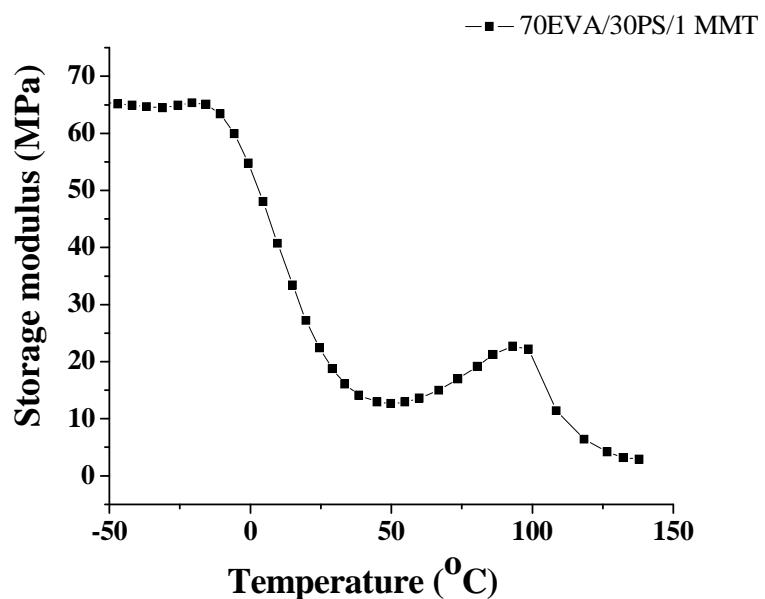


รูป ค-14 TGA เทอร์โมแกรมของโซเดียมไดเดซิลซัลเฟต

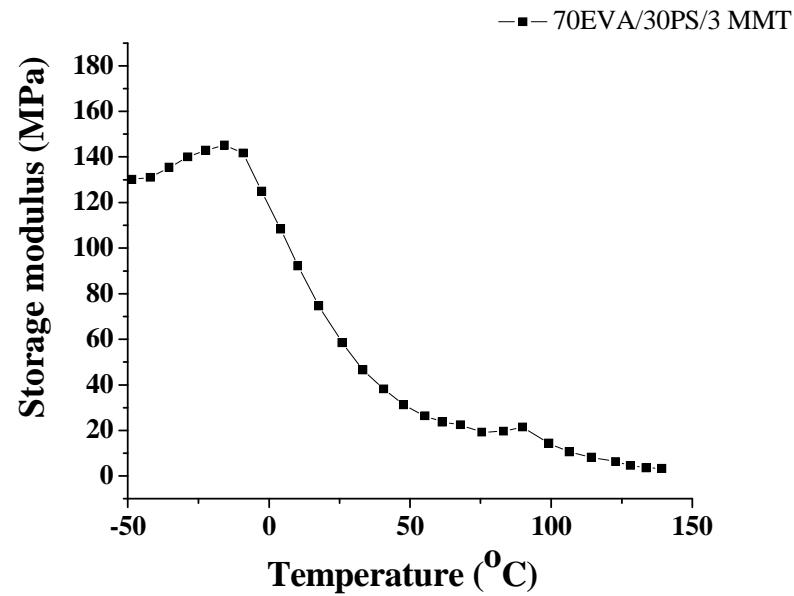
### ภาคผนวก ๔



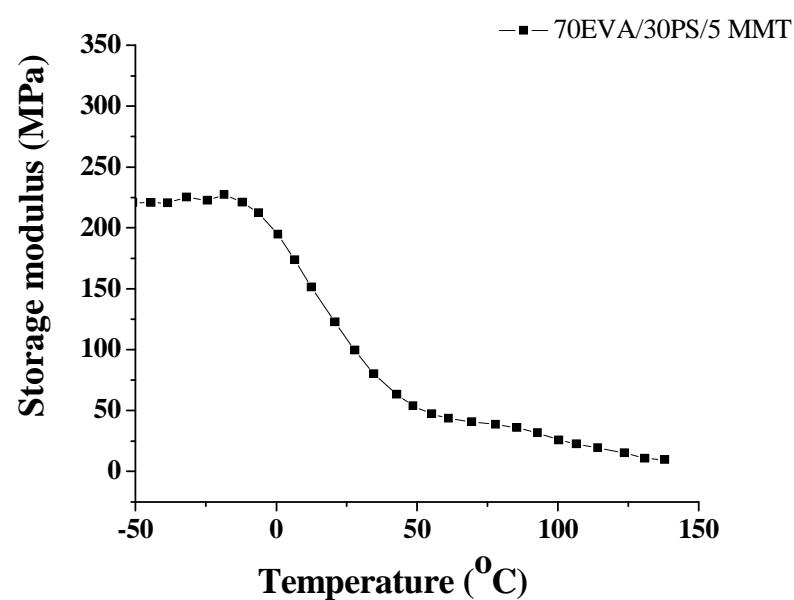
รูป ๔-1 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 70EVA/30PS



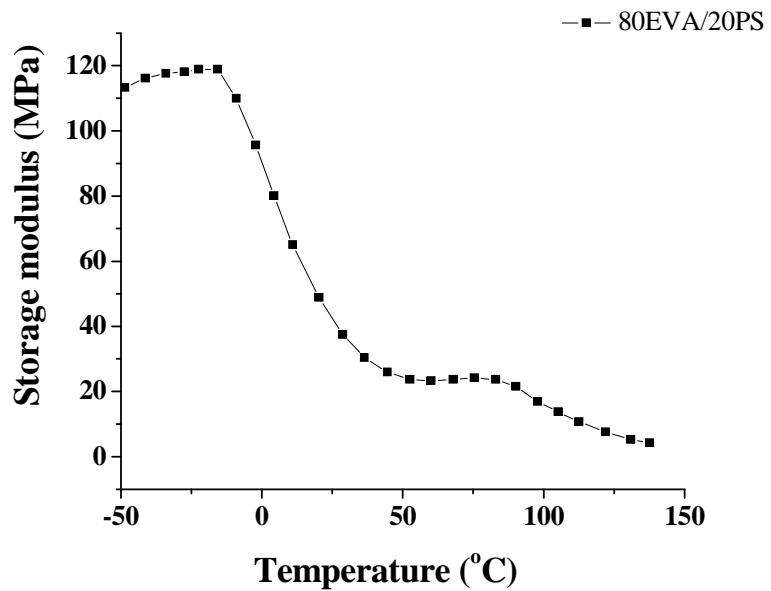
รูป ๔-2 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยส์ 70EVA/30PS/1MMT



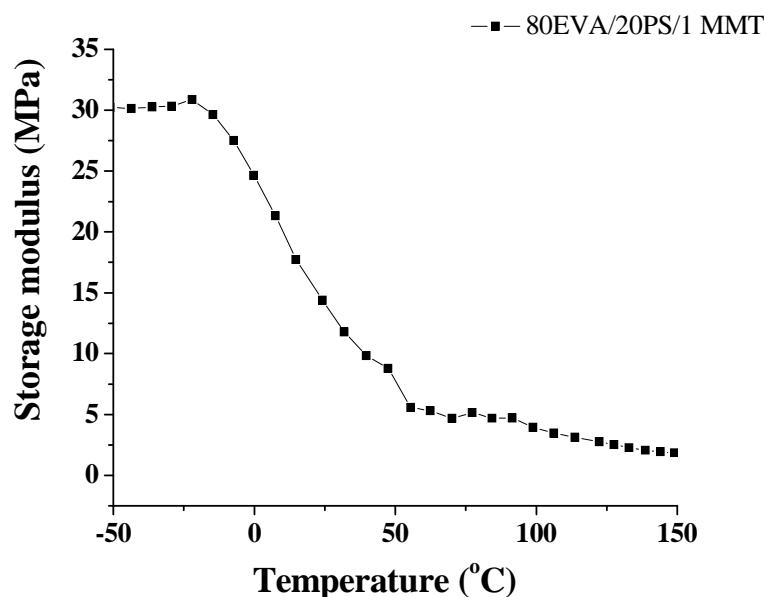
ຮັບ ຂ-3 DMA ເຫດວິນແກຣມຂອງນາໂນຄອມພອສີຕ 70EVA/30PS/3MMT



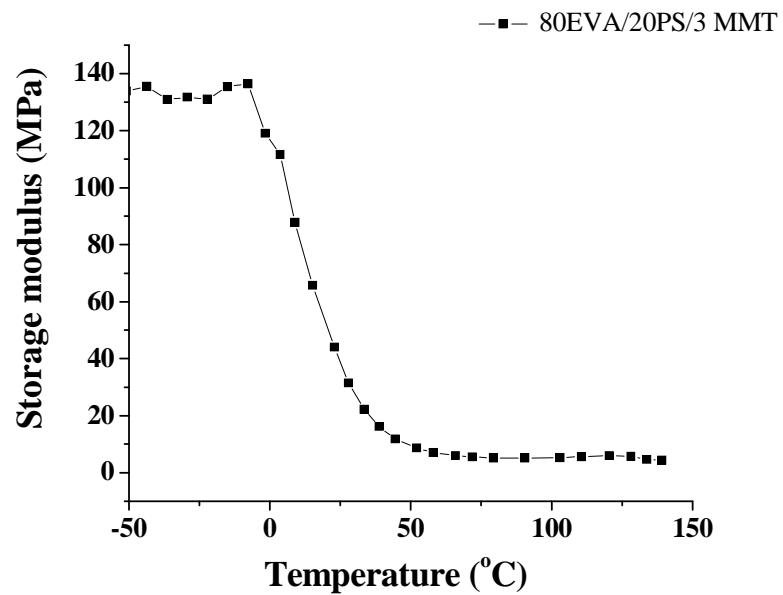
ຮັບ ຂ-4 DMA ເຫດວິນແກຣມຂອງນາໂນຄອມພອສີຕ 70EVA/30PS/5MMT



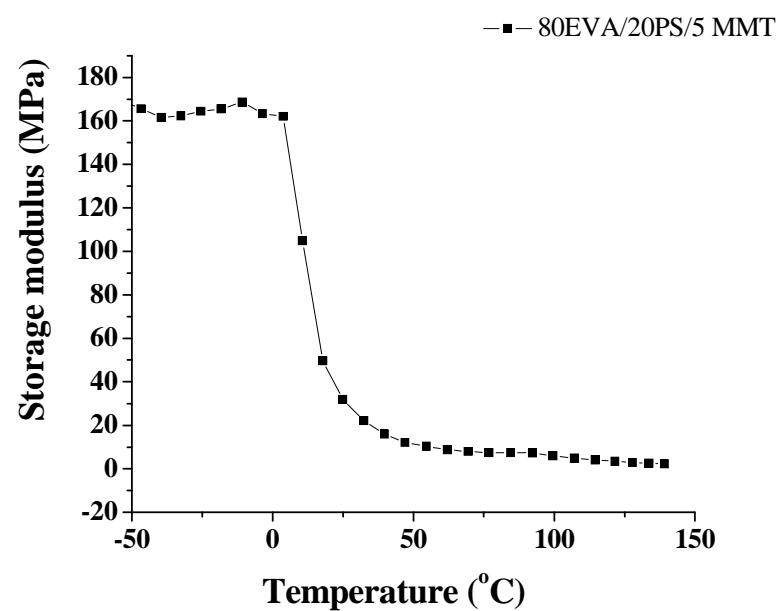
รูป ๔-5 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 80EVA/20PS



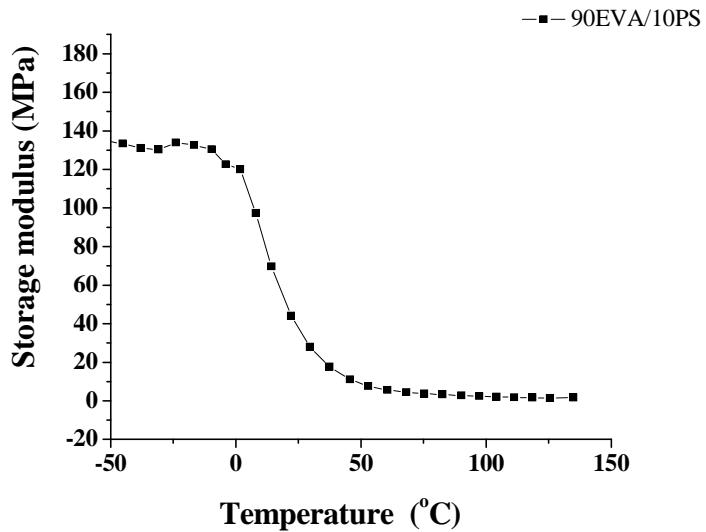
รูป ๔-6 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยส์ 80EVA/20PS/1MMT



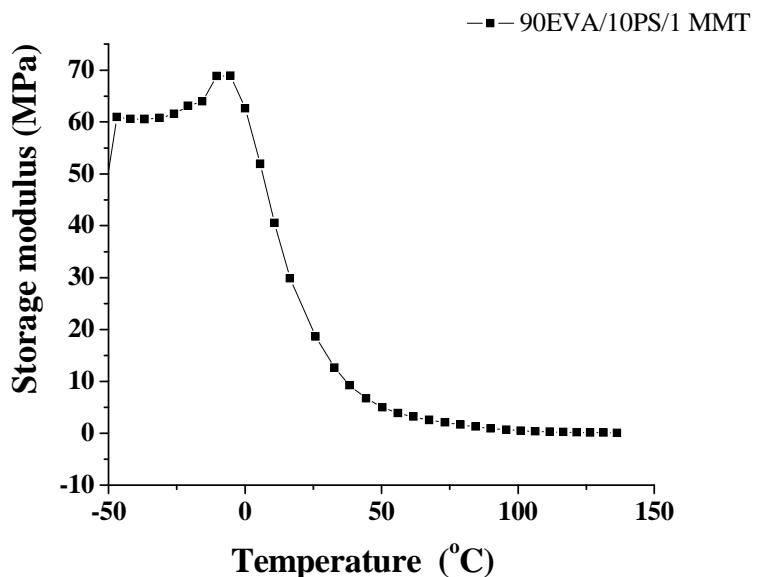
รูป ๔-7 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 80EVA/20PS/3MMT



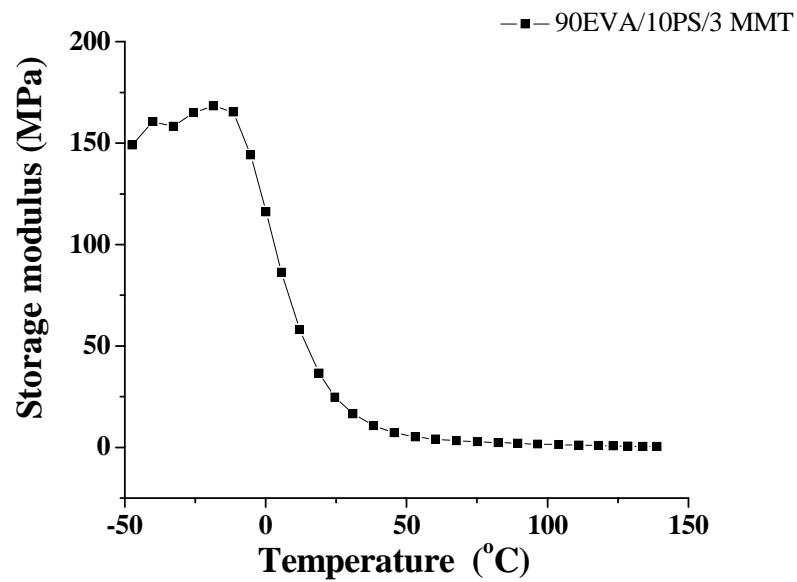
รูป ๔-8 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยต์ 80EVA/20PS/5MMT



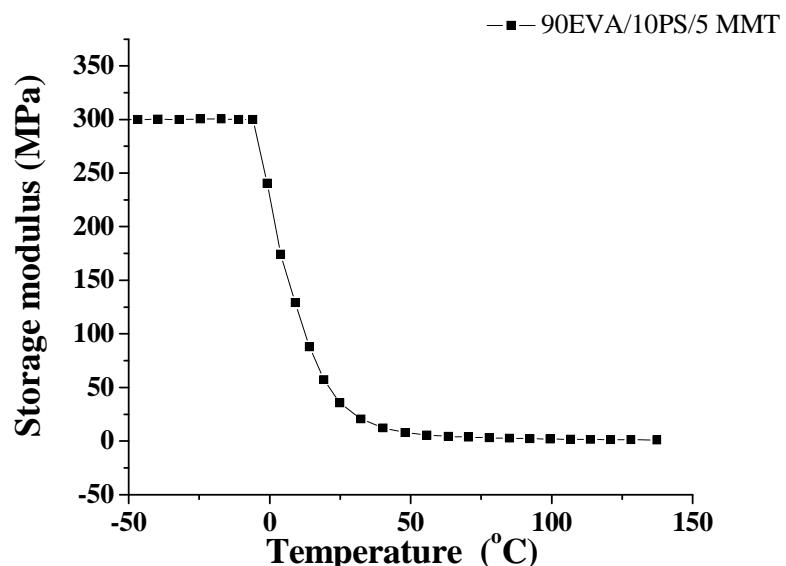
รูป ๔-๙ DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS



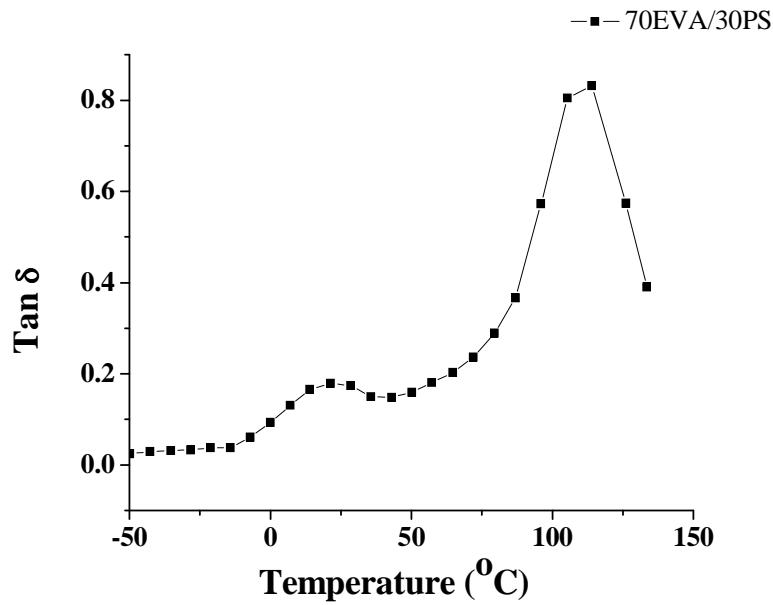
รูป ๔-๑๐ DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยต์ 90EVA/10PS/1MMT



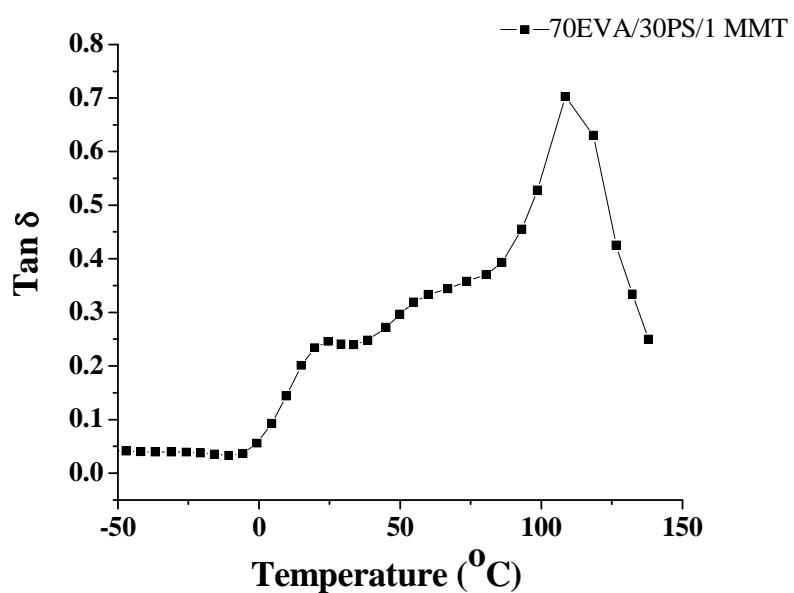
รูป ๔-11 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS/3MMT



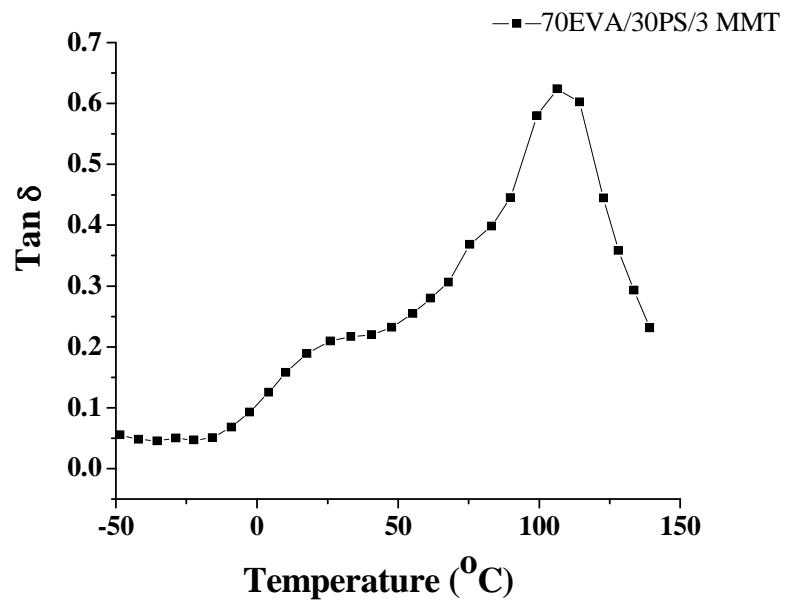
รูป ๔-12 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยต์ 90EVA/10PS/5MMT



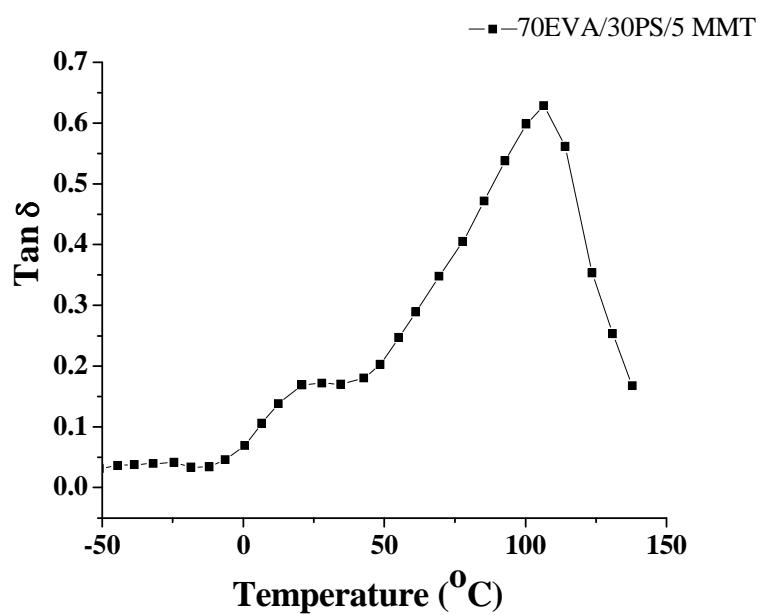
รูป ๔-13 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 70EVA/30PS



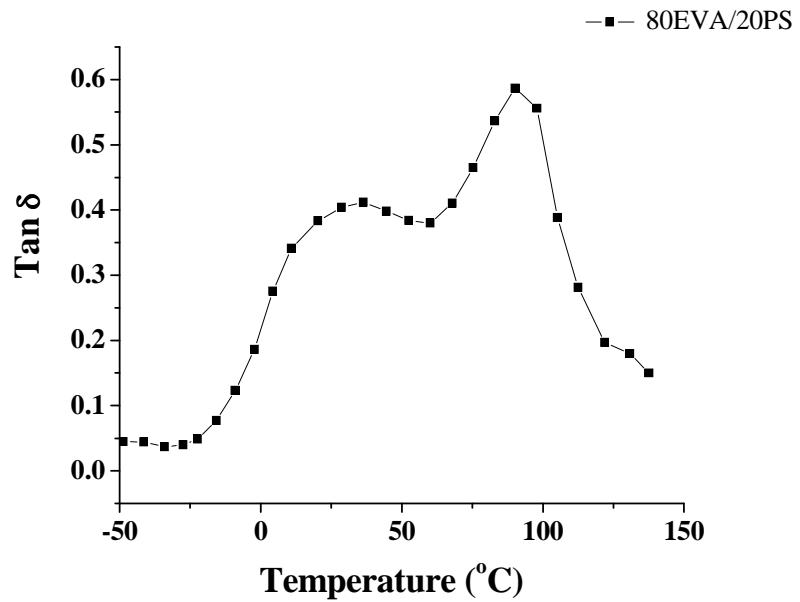
รูป ๔-14 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 70EVA/30PS/1MMT



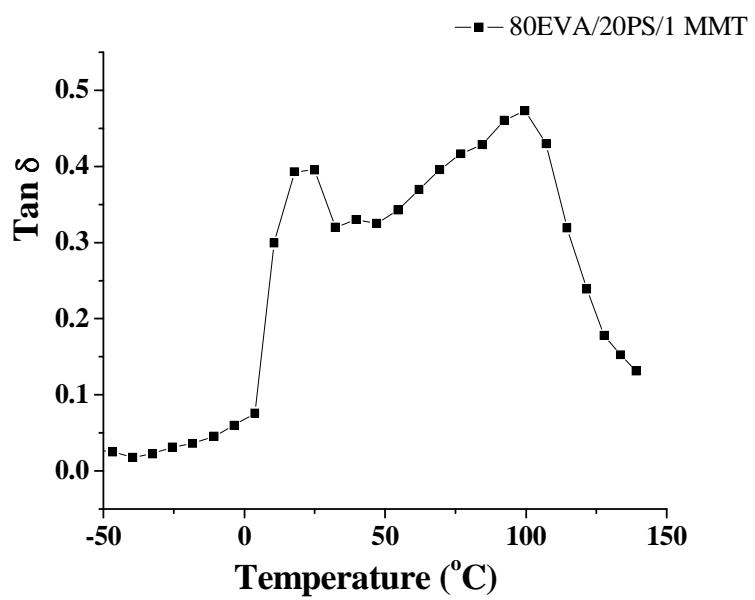
รูป ๔-15 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 70EVA/30PS/3MMT



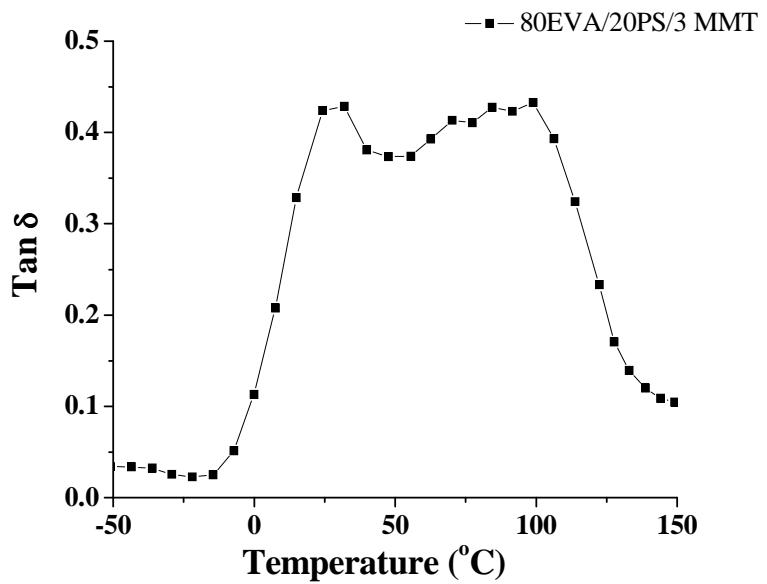
รูป ๔-16 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยต์ 70EVA/30PS/5MMT



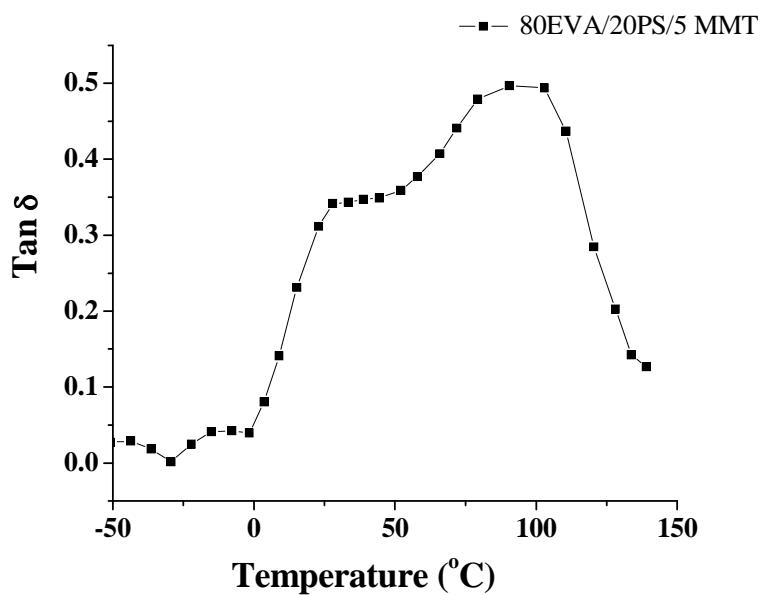
รูป ๔-17 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 80EVA/20PS



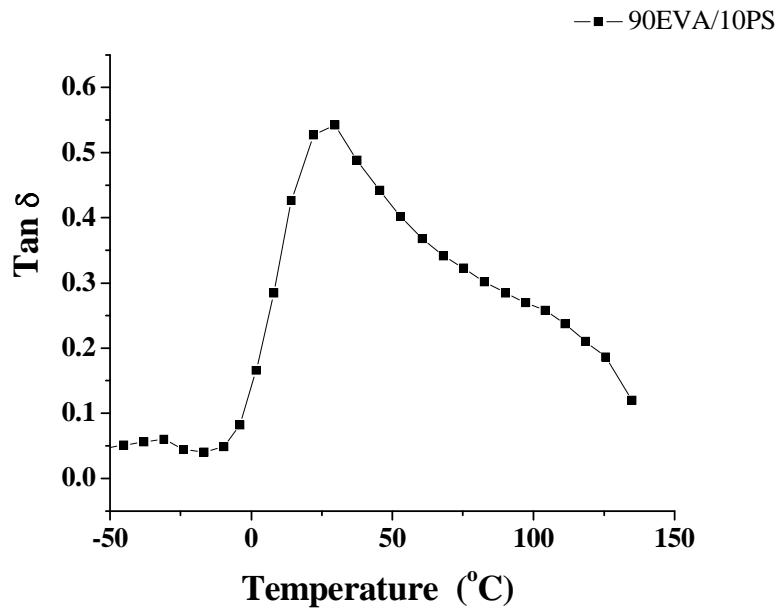
รูป ๔-18 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยส์ 80EVA/20PS/1MMT



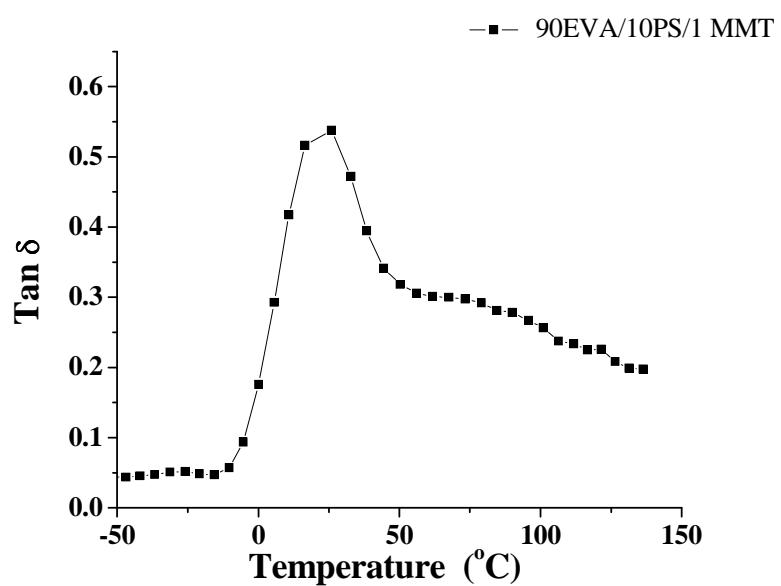
รูป ๔-19 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 80EVA/20PS/3MMT



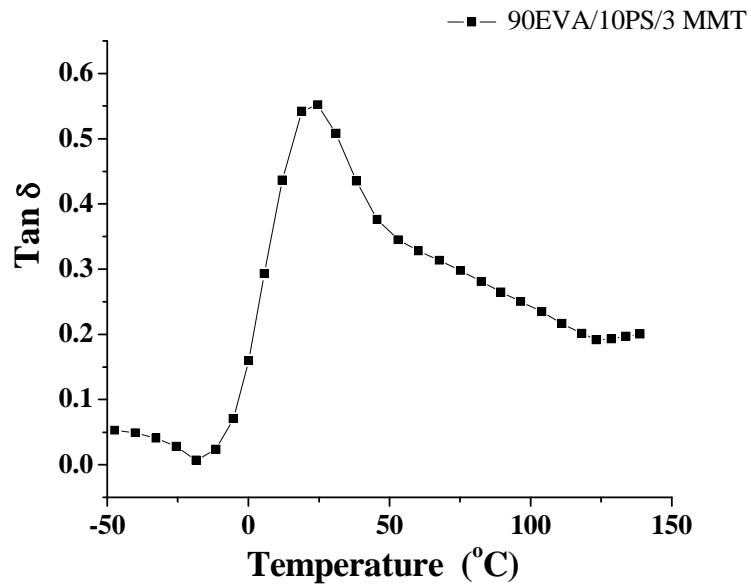
รูป ๔-20 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมพอยส์ 80EVA/20PS/5MMT



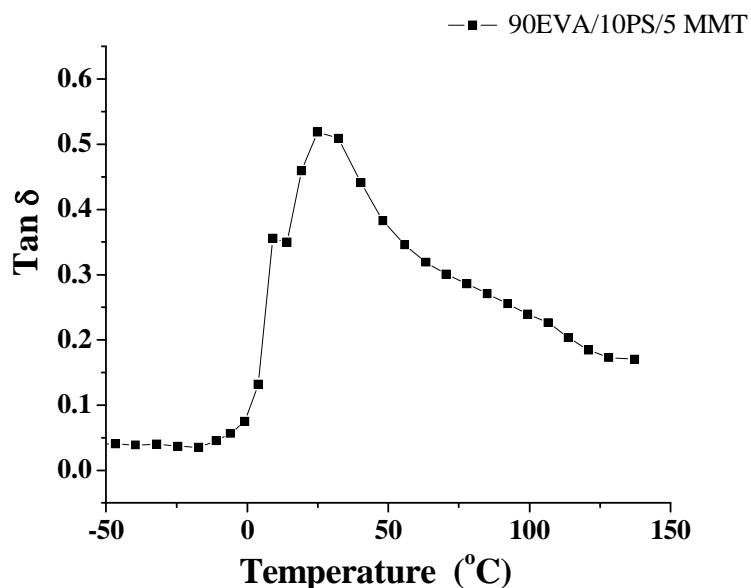
รูป ๔-21 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS



รูป ๔-22 DMA เทอร์โมแกรมของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS/1MMT



รูป ๔-23 DMA เทคโนโลยีการขึ้นรูปของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS/3MMT



รูป ๔-24 DMA เทคโนโลยีการขึ้นรูปของนาโนคอมโพสิต 90EVA/10PS/5MMT

ตาราง ๔-1 ค่าอุณหภูมิกลางสเทอร์นชิ้นของพอลิเมอร์สมและนาโนคอมโพสิต

Blend system	T <sub>g</sub> EVA (°C)	T <sub>g</sub> PS (°C)
70EVA/30PS	21.4	113.9
70EVA/30PS/1MMT	24.55	108.6
70EVA/30PS/3MMT	25.95	106.4
70EVA/30PS/5MMT	27.9	106.6
80EVA/20PS	28.75	97.9
80EVA/20PS/1MMT	24.9	99.6
80EVA/20PS/3MMT	24.25	99
80EVA/20PS/5MMT	27.95	102.95
90EVA/10PS	29.65	-
90EVA/10PS/1MMT	25.95	-
90EVA/10PS/3MMT	24.6	-
90EVA/10PS/5MMT	24.9	-

## ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวชุติมา วรรยาส เกิดเมื่อวันที่ 21 มีนาคม พ.ศ. 2529 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาระบบคอมพิวเตอร์และสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2550 หลังจากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2551 และสำเร็จการศึกษาในภาคปลายปีการศึกษา 2552