

การดัดแปรโครงสร้างและผิวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์สำหรับสารยึดติดฐานพียู



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

STRUCTURAL AND SURFACE MODIFICATION OF LAYERED DOUBLE HYDROXIDES FOR  
PU-BASED ADHESIVE



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science in Chemical Technology

Department of Chemical Technology

FACULTY OF SCIENCE

Chulalongkorn University

Academic Year 2020

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การดัดแปรโครงสร้างและผิวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ สำหรับสารยึดติดฐานพียู
โดย	น.ส.ลักษณะชนก ทันเจริญ
สาขาวิชา	เคมีเทคนิค
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ศาสตราจารย์ ดร.ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย

---

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ  
การศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	
.....	ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ศาสตราจารย์ ดร.ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย)	
.....	กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.อัมพรพรรณ ศิริวิริยานันท์)	

ลักษณะชก ทันเจริญ : การดัดแปรโครงสร้างและผิวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์  
 สำหรับสารยึดติดฐานพียู. ( STRUCTURAL AND SURFACE MODIFICATION OF  
 LAYERED DOUBLE HYDROXIDES FOR PU-BASED ADHESIVE) อ.ที่ปรึกษาหลัก :  
 ศ. ดร.ชวลิต งามจรุสศรีวิชัย

งานวิจัยนี้ศึกษาการดัดแปรโครงสร้างของแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (MgAl LDH) โดยการสอดแทรกโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) และการดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำให้เลชันด้วยอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน (APS), เมทิลไตรเมทอกซีไซเลน (MTMS) และออกตะเดซิลไตรเมทอกซีไซเลน (OTMS) และศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al ชนิดของสารคู่ควบไซเลน และอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al จากการศึกษาพบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นมากที่สุดและ APS เกิดการกระจายตัวบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้ดีกว่า MTMS และ OTMS เนื่องจาก APS กระจายตัวในสารละลายเอทานอลได้ดีกว่า MTMS และ OTMS อีกทั้ง APS ของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> เกิดการกระจายตัวบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้ดีกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub> เนื่องจากการเพิ่มปริมาณ APS ทำให้ APS เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกันเองมากขึ้น นอกจากนี้ยังศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพและเคมีของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ได้แก่ ปริมาณและชนิดของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร จากการศึกษาพบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ที่ 3 % โดยน้ำหนัก เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู เนื่องจากสายโซ่พียูเกิดการสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ได้ง่าย ทำให้ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์แยกออกจากกัน PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% มีค่าความทนต่อแรงเฉือนมากที่สุด เนื่องจากหมู่เอมีนของ APS สามารถทำพันธะไฮโดรเจนกับหมู่ยูรีเทนได้ ซึ่งเป็นแรงยึดเหนี่ยวที่แข็งแรง และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3% มีค่าความทนต่อแรงเฉือนและค่าการยึดตัว ณ จุดขาดต่ำที่สุด เนื่องจาก OTMS ที่เกิดการรวมตัวกันบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ทำให้สายโซ่พียูมีความสามารถในการเปลี่ยนรูปลดลง

สาขาวิชา เคมีเทคนิค

ลายมือชื่อนิสิต .....

ปีการศึกษา 2563

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก .....

# # 6270155023 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEYWORD: Layered double hydroxides Intercalation Silylation Nanocomposites  
PU adhesive

Lakchanok Tancharean : STRUCTURAL AND SURFACE MODIFICATION OF  
LAYERED DOUBLE HYDROXIDES FOR PU-BASED ADHESIVE. Advisor: Prof.  
Chawalit Ngamcharussrivichai, Ph.D.

This work studied the structural modification of magnesium-aluminum layered double hydroxides (MgAl LDH) by intercalation with sodium dodecyl sulfate (SDS) and surface modification of MgAl LDH by silylation with (3-aminopropyl)triethoxysilane (APS), methyl(trimethoxy)silane (MTMS) and octadecyl (trimethoxy)silane (OTMS). The effect of SDS : Al molar ratio silane coupling agent and APS : Al molar ratio on the physicochemical properties of modified MgAl LDH were also investigated. The results showed that  $LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$  exhibited the highest interlayer spacing. The APS had better dispersibility on metal hydroxides layer than MTMS and OTMS, as APS dispersed thoroughly in ethanol. The higher amount of APS was increased the rate of self-condensation. The effect of addition and type of modified MgAl LDH on the mechanical and physicochemical properties of PU adhesive/modified MgAl LDH nanocomposites were also investigated. The results showed that 3 %  $LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$  loading had good dispersion in PU adhesive because the  $LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$  easily exfoliated. The  $PU/LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}-3\%$  possessed the highest shear strength, as a result of the bonding between the amine group of APS and urethane group. The  $PU/LDH_w-SDS_{1.0}-OTMS_{2.4}-3\%$  exhibited the lowest shear strength and elongation at break because of the OTMS aggregation, reducing the PU chains ability to rearrange.

Field of Study: Chemical Technology

Student's Signature .....

Academic Year: 2020

Advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับความกรุณาอย่างสูงจาก ศาสตราจารย์ ดร.ชวลิต งามจรุสศรีวิชัย อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ได้กรุณาสละเวลาให้คำปรึกษา คำแนะนำ ข้อคิดเห็น ตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ที่เกี่ยวเนื่องกับงานวิจัยมาโดยตลอด รวมทั้งมอบ ความรู้และความเข้าใจด้านวิชาการอย่างดียิ่งตลอดระยะเวลาการศึกษาจนทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ สำเร็จสมบูรณ์ไปได้ด้วยดี รวมถึงขอขอบพระคุณคณาจารย์ทุกท่านในภาควิชาเคมีเทคนิค ที่ให้ความรู้ และคำแนะนำต่าง ๆ

ขอกราบขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร.ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ ประธานกรรมการสอบ วิทยานิพนธ์ รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ และดร.อัมพรพรรณ ศิริวิริยานันท์ กรรมการ สอบวิทยานิพนธ์ ที่ให้คำแนะนำในการแก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการ ช่างเทคนิค และบุคลากรทุกท่านในภาควิชาเคมีเทคนิคที่ กรุณาอำนวยความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการ และช่วยเหลือในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ต่าง ๆ

ขอขอบคุณ นายอดิคุณ โชติรัตน์โชติ นางสาวปริศนา แสงขำ นายสาธิต อยู่สถิตย์ นายศุภธีร์ เขาวมาลี นายศุภากร เศรษฐบุตร นายชนสิทธิ์ แก้วงาม นางสาวรุจีลักษณ์ คุ่มให้ นางสาวพิมลพรรณ เล็กสมบูรณ์ นายณัฐภัทร เทียนสุวรรณ และนายหาญณรงค์ พิทยชินโชติ สมาชิกห้องปฏิบัติการ Extraction ทุกท่านที่ให้การสนับสนุน ให้คำปรึกษา และชี้แนะแนวทางแก้ไขปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นใน งานวิจัย และเป็นกำลังใจให้แก่ผู้วิจัยอย่างดีเยี่ยมเสมอมา

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ญาติพี่น้อง และผู้อยู่เบื้องหลัง ที่คอยดูแล ช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา และเป็นกำลังใจอย่างดีในการสนับสนุนจนสำเร็จการศึกษา

ลักษณ์ชนก ทันเจริญ

## สารบัญ

	หน้า
.....ค	ค
บทคัดย่อภาษาไทย.....ค	ค
.....ง	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....ง	ง
กิตติกรรมประกาศ.....จ	จ
สารบัญ.....ฉ	ฉ
สารบัญตาราง.....ฉ	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....ฐ	ฐ
บทที่ 1 บทนำ..... 1	1
1.1 ความเป็นมาและสำคัญของปัญหา..... 1	1
1.2 วัตถุประสงค์..... 3	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย..... 3	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัยนี้..... 4	4
1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย..... 4	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... 6	6
2.1 พอลิยูรีเทน..... 6	6
2.1.1 สมบัติทางเคมีและการใช้ประโยชน์ของพอลิยูรีเทน..... 6	6
2.1.2 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทน..... 8	8
2.1.3 สารยึดติดฐานพียู..... 10	10
2.2 เลขอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์..... 11	11
2.2.1 การสังเคราะห์เลขอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์..... 14	14

2.2.2	ประโยชน์ของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์.....	15
2.3	การดัดแปรโครงสร้างและผิวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์.....	17
2.3.1	การดัดแปรโครงสร้างของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ .....	17
2.3.1.1	การสอดแทรก.....	17
2.3.1.2	สารลดแรงตึงผิว.....	19
2.3.1.3	โซเดียมโตะเตซิลซัลเฟต.....	19
2.3.2	การดัดแปรผิวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์.....	20
2.3.2.1	ปฏิกิริยาซิลิเลชัน .....	20
2.3.2.2	สารคู่ควบไซเลน.....	22
2.3.2.3	อะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน.....	23
2.3.2.4	เมทิลไตรเมทอกซีไซเลน .....	24
2.3.2.5	ออกตะเตคซิลไตรเมทอกซีไซเลน .....	24
2.4	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	25
บทที่ 3	วิธีการดำเนินการวิจัย .....	27
3.1	วัสดุและสารเคมี.....	27
3.1.1	การสังเคราะห์ MgAl LDH.....	27
3.1.2	การดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH.....	27
3.1.3	การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร...27	
3.2	อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้.....	28
3.3	การสังเคราะห์ MgAl LDH.....	29
3.4	การดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH.....	30
3.4.1	ซิลิเลชันแบบแห้ง.....	32
3.4.2	ซิลิเลชันแบบเปียก.....	34
3.4.3	การสอดแทรกและซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ.....	36



3.4.4 การสอดแทรกและซิลิเลชันพร้อมกัน.....	38
3.4.5 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al .....	39
3.4.6 ผลของชนิดสารคู่ควบไซเลน.....	40
3.4.7 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al .....	40
3.5 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ก่อนและหลังการดัดแปรโครงสร้างและผิว .....	41
3.5.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์: X-ray diffraction (XRD) .....	41
3.5.2 เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี: Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR).....	44
3.5.3 เทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปีแบบกระจายความยาวคลื่น: Wavelength dispersive X-ray fluorescence spectroscopy (WDXRF).....	45
3.5.4 เทคนิคโซลิด-สเตท ซิลิกอน-29 เมจิกแองเกิลสปินนิงนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี: Solid-state <sup>29</sup> Silicon magic-angle-spinning nuclear magnetic resonance spectroscopy (Solid-state <sup>29</sup> Si MAS NMR).....	46
3.5.5 เทคนิคการวัดมุมสัมผัสน้ำ: Water contact angle measurement (WCA) .....	47
3.5.6 เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันและการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์: Field emission scanning electron microscopy–Energy dispersive X-ray spectroscopy (FESEM-EDS).....	48
3.6 การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรโครงสร้างและผิว .....	50
3.6.1 ผลของปริมาณ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร .....	50
3.6.2 ผลของชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร .....	51
3.7 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรโครงสร้างและผิว .....	52
3.7.1 เทคนิคการทดสอบความต้านทานแรงเฉือน: Lap shear strength .....	52
3.7.2 เทคนิคการวัดความหนืด: Viscosity measurement .....	53

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	54
4.1 การดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH.....	54
4.1.1 ผลของวิธีการดัดแปร.....	54
4.1.1.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง .....	54
4.1.1.2 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน.....	58
4.1.1.3 สภาพชอบ/ไม่ชอบน้ำ.....	61
4.1.2 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al .....	63
4.1.2.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง .....	63
4.1.2.2 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน .....	67
4.1.2.3 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน.....	70
4.1.2.5 สัณฐานวิทยา .....	75
4.1.3 ผลของชนิดสารคู่ควบไซเลน.....	78
4.1.3.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง .....	78
4.1.3.2 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน .....	81
4.1.3.3 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน.....	84
4.1.3.4 สภาพชอบ/ไม่ชอบน้ำ.....	88
4.1.3.5 สัณฐานวิทยา .....	89
4.1.4 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al .....	90
4.1.4.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง .....	90
4.1.4.2 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน .....	92
4.1.4.3 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน.....	95
4.1.4.4 สภาพชอบ/ไม่ชอบน้ำ.....	98
4.2 การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร .....	99
4.2.1 ผลของปริมาณ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร .....	99

4.2.1.1 สมบัติทางกายภาพ .....	99
4.2.1.2 สมบัติเชิงโครงสร้าง .....	100
4.2.1.3 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันของนาโนคอมพอสิต .....	103
4.2.2 ผลของชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร .....	105
4.2.2.1 สมบัติทางกายภาพ .....	105
4.2.2.2 สมบัติเชิงโครงสร้างของนาโนคอมพอสิต .....	107
4.2.2.3 สมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิต .....	109
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ .....	112
5.1 สรุปผลการวิจัย .....	112
5.2 ข้อเสนอแนะ .....	113
บรรณานุกรม .....	113
ภาคผนวก ก .....	121
ประวัติผู้เขียน .....	124

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ส่วนประกอบที่ใช้ในการผลิตพียู [5].....	9
ตารางที่ 2.2 ชื่อและสูตรเคมีของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ [17].....	13
ตารางที่ 2.3 ชนิดของสารคู่ควบไซเลนที่สามารถนำไปใช้งานเป็นตัวประสานที่ดีกับพอลิเมอร์ได้ [32] .....	23
ตารางที่ 3.1 สมบัติทางกายภาพและโครงสร้างของสารคู่ควบไซเลนแต่ละชนิด [36].....	31
ตารางที่ 3.2 วิธีการดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH .....	31
ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al และ APS : Al ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร....	39
ตารางที่ 3.4 ชนิดสารคู่ควบไซเลนและอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al และสารคู่ควบไซเลน : Al ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร.....	40
ตารางที่ 3.5 อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al และ APS : Al ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร....	40
ตารางที่ 3.6 ปริมาณ $LDH_w$ -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub> ในนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร .....	51
ตารางที่ 3.7 ชนิดและปริมาณ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรในนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐาน พียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร .....	51
ตารางที่ 4.1 ตำแหน่งพีค XRD และระยะระหว่างระนาบผลึก .....	57
ตารางที่ 4.2 หมู่ฟังก์ชันของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร.....	61
ตารางที่ 4.3 ตำแหน่งพีค XRD และระยะระหว่างระนาบผลึก .....	66
ตารางที่ 4.4 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T <sup>n</sup> .....	68
ตารางที่ 4.5 หมู่ฟังก์ชันของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร.....	73
ตารางที่ 4.6 ตำแหน่งพีค XRD และระยะระหว่างระนาบผลึก .....	81
ตารางที่ 4.7 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T <sup>n</sup> .....	83
ตารางที่ 4.8 หมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร.....	87

ตารางที่ 4.9 ปริมาณสารคู่ควบไซเลนในวัสดุ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร จากเทคนิค WDXRF...87

ตารางที่ 4.10 ตำแหน่งพีค XRD และระยะระหว่างระนาบผลึก .....92

ตารางที่ 4.11 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T<sup>n</sup> .....94

ตารางที่ 4.12 หมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร.....97

ตารางที่ 4.13 ปริมาณ APS ในวัสดุ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร จากเทคนิค WDXRF.....97

ตารางที่ 4.14 หมู่ฟังก์ชันของสารยึดติดฐานพียู..... 105

ตารางที่ 4.15 ความทนต่อแรงเฉือน (shear strength) และการยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) ของนาโนคอมพอสิต ..... 110

ตารางที่ 4.16 ค่าความหนืดที่อุณหภูมิห้องของนาโนคอมพอสิต..... 110



## สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 1.1 การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ด้วยวิธีการสอดแทรก SDS [1].....	3
รูปที่ 1.2 การดัดแปรผิวของ MgAl LDH ด้วยปฏิกิริยาซิลิเลชัน [2].....	3
รูปที่ 2.1 โครงสร้างทั่วไปของพอลิยูรีเทน [3] .....	6
รูปที่ 2.2 การใช้ประโยชน์จากฟิยู [5].....	8
รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาควบนั่นระหว่างไดไอโซไซยานตกับพอลิเอทิลีนไดออกไซด์เพื่อผลิตฟิยู [4] .....	8
รูปที่ 2.4 โครงสร้างของพอลิเอทิลีนไดออกไซด์และพอลิเอทิลีนไดออกไซด์ [7] .....	9
รูปที่ 2.5 โครงสร้างของแอมโมเนียมไดไอโซไซยานต (a) โทลูอีนไดไอโซไซยานต (b) ไดฟีนิลมีเทนไดไอโซไซยานต และ (c) แนพทิลีนไดไอโซไซยานต [8].....	10
รูปที่ 2.6 โครงสร้างของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ [16] .....	12
รูปที่ 2.7 โครงสร้างของบรูไซต์และไฮโดรทัลไซต์ [17].....	13
รูปที่ 2.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม [17] .....	14
รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาการนำกรดของ LDH [20] .....	15
รูปที่ 2.10 การสอดแทรกสายโซ่พอลิเมอร์ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH [24].....	17
รูปที่ 2.11 การสอดแทรก SDS เข้าสู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH [25] .....	18
รูปที่ 2.12 โครงสร้างทั่วไปของสารลดแรงตึงผิว [27] .....	19
รูปที่ 2.13 โครงสร้างของโซเดียมดีเตซิลซัลเฟต [28] .....	20
รูปที่ 2.14 ปฏิกิริยาซิลิเลชันแบบเปียก [30].....	21
รูปที่ 2.15 ปฏิกิริยาซิลิเลชันแบบแห้ง [31].....	22
รูปที่ 2.16 โครงสร้างทั่วไปของสารคู่ควบไซเลน [32] .....	22
รูปที่ 2.17 สารคู่ควบไซเลนเป็นตัวกลางเชื่อมระหว่างวัสดุอินทรีย์และวัสดุอนินทรีย์ [15].....	23
รูปที่ 2.18 โครงสร้างของอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน [33].....	24

รูปที่ 2.19 โครงสร้างของเมทิลไตรเมทอกซีไซเลน [34].....	24
รูปที่ 2.20 โครงสร้างของออกตะเดคซิลไตรเมทอกซีไซเลน [34].....	24
รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ LDH ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม.....	30
รูปที่ 3.2 การดัดแปรผิวของ MgAl LDH ด้วยการทำซิลิเลชันแบบแห้ง.....	33
รูปที่ 3.3 การดัดแปรผิวของ MgAl LDH ด้วยการทำซิลิเลชันแบบเปียก.....	35
รูปที่ 3.4 การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และ การดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ.....	37
รูปที่ 3.5 การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และ การดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิลิเลชันพร้อมกัน.....	39
รูปที่ 3.6 เครื่อง X-ray diffractometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Discover [37] .....	42
รูปที่ 3.7 รูปแบบการตกกระทบและการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในเทคนิค XRD ตามกฎของแบรกก์ [38] .....	42
รูปที่ 3.8 เครื่อง Attenuated total reflection-Fourier transform infrared spectrometer (ATR-FTIR) ยี่ห้อ Thermo Fisher Scientific รุ่น Nicolet iS5 [39].....	44
รูปที่ 3.9 แสดงเครื่อง X-ray fluorescence spectrometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น S8 Tiger [40].....	45
รูปที่ 3.10 เครื่อง Solid-state nuclear magnetic resonance spectrometer .....	46
รูปที่ 3.11 เครื่องวัด water contact angle measurement ยี่ห้อ Ramé-hart รุ่น Standard goniometer model 200-F1 [42].....	47
รูปที่ 3.12 การวัดมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวของวัสดุของแข็ง [42].....	48
รูปที่ 3.13 เครื่อง Field emission scanning electron microscope ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-7610F [43].....	49
รูปที่ 3.14 การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพิวกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร .....	50
รูปที่ 3.15 เครื่อง Universal testing machine ยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H10 KM [44].....	52
รูปที่ 3.16 เครื่อง Viscometer ยี่ห้อ Brookfield รุ่น KU-2 [45].....	53
รูปที่ 4.1 รูปแบบ XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยวิธีแตกต่างกัน (A) high angle และ (B) low angle.....	56

รูปที่ 4.2 ระนาบผลึกต่าง ๆ ของโครงสร้าง LDH (A) ไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ในช่องว่างระหว่างชั้น และ (B) ไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{DS}^-$  anion ในช่องว่างระหว่างชั้น.....57

รูปที่ 4.3 สเปกตรัม FTIR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยวิธีแตกต่างกัน (a) LDH (b)  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  (c)  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  (d)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ (e)  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ .....60

รูปที่ 4.4 มุมสัมผัสน้ำของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยวิธีแตกต่างกัน (a) LDH (b)  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  (c)  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  (d)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ (e)  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ .....62

รูปที่ 4.5 รูปแบบ XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกัน (A) high angle และ (B) low angle.....65

รูปที่ 4.6 โครงสร้างไฮโดรทัลไซต์ของ (A)  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  และ (B)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_n\text{-APS}_{2.4}$  โดย  $n = 0.6, 0.8, 1.0$  และ  $1.2$ .....66

รูปที่ 4.7 สเปกตรัม  $^{29}\text{Si}$  CP/MAS NMR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร.....68

รูปที่ 4.8 สเปกตรัม FTIR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกัน (a) LDH (b)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  (c)  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  (d)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$  (e)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.8}\text{-APS}_{2.4}$  (f)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ (g)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$ .....72

รูปที่ 4.9 มุมสัมผัสน้ำของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกัน (a) LDH (b)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  (c)  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  (d)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$  (e)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.8}\text{-APS}_{2.4}$  (f)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ (g)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$ .....75

รูปที่ 4.10 ภาพถ่าย FESEM (กำลังขยาย 100,000 เท่า) ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกัน (a) LDH (b)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  (c)  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  (d)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$  และ (e)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$ .....77

รูปที่ 4.11 รูปแบบ XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบโซเลนแตกต่างกัน (A) high angle และ (B) low angle.....80

รูปที่ 4.12 สเปกตรัม  $^{29}\text{Si}$  CP/MAS NMR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบโซเลนแตกต่างกัน (a)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  (b)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  และ (c)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-OTMS}_{2.4}$ .....82

รูปที่ 4.13 สเปกตรัม FTIR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบโซเลนแตกต่างกัน (a) LDH (b)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  (c)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$  และ (d)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$ ...86



รูปที่ 4.14 มุมสัมพันธ์น้ำของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบไซเลนที่แตกต่างกัน  
 (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>...88

รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย FESEM (กำลังขยาย 100,000 เท่า) ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิด  
 สารคู่ควบไซเลนแตกต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ  
 (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>.....89

รูปที่ 4.16 รูปแบบ XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมล  
 ของ APS : Al แตกต่างกัน (A) high angle และ (B) low angle .....91

รูปที่ 4.17 สเปกตรัม <sup>29</sup>Si CP/MAS NMR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร.....93

รูปที่ 4.18 สเปกตรัม FTIR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al  
 แตกต่างกัน (a) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub> (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub> .....96

รูปที่ 4.19 มุมสัมพันธ์น้ำของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al  
 แตกต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ  
 (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub>.....98

รูปที่ 4.20 ลักษณะทางกายภาพของนาโนคอมพอสิตที่มีปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> แตกต่างกัน  
 (a) PU (b) PU/LDH-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% (c) PU/LDH-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% และ  
 (d) PU/LDH-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-20%..... 100

รูปที่ 4.21 รูปแบบ XRD ของนาโนคอมพอสิตที่มีปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> แตกต่างกัน  
 (A) high angle และ (B) low angle..... 102

รูปที่ 4.22 สายโซ่ยูรีเทนเกิดพันธะไฮโดรเจนกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ [68]..... 103

รูปที่ 4.23 สเปกตรัม FTIR ของนาโนคอมพอสิตที่มีปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> แตกต่างกัน  
 (a) PU (b) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% (c) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% และ  
 (d) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-20%..... 104

รูปที่ 4.24 ลักษณะทางกายภาพของนาโนคอมพอสิตที่มีชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร  
 แตกต่างกัน (a) PU (b) PU/LDH-3% (c) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% (d) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-  
 MTMS<sub>2.4</sub>-3% และ (e) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3% ..... 106

รูปที่ 4.25 รูปแบบ XRD ของนาโนคอมพอสิตที่มีชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรแตกต่างกัน  
 (A) high angle และ (B) low angle..... 108

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันชีวิตประจำวันของมนุษย์ล้วนมีความเกี่ยวข้องกับผลิตภัณฑ์ปิโตรเคมีอยู่ตลอดเวลา ไม่ว่าจะเป็นปัจจัยสี่ ได้แก่ อาหาร ยารักษาโรค เครื่องนุ่งห่ม และที่อยู่อาศัย ล้วนใช้ผลิตภัณฑ์ปิโตรเคมีเป็นวัตถุดิบและเป็นส่วนประกอบหลักในการผลิตทั้งสิ้น ในอนาคตประชากรทั่วโลกต้องการมีชีวิตความเป็นอยู่ที่ดีขึ้น สอดคล้องกับความต้องการที่เพิ่มขึ้น ส่งเสริมให้ผลิตภัณฑ์ปิโตรเคมีเข้ามามีบทบาทสำคัญต่อการดำรงชีวิตของมนุษย์มากขึ้น พอลิยูรีเทน (polyurethane, PU) เป็นหนึ่งในพอลิเมอร์ที่นิยมใช้ผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ปิโตรเคมีมากที่สุด เนื่องจากมีสมบัติทางกายภาพและเคมีที่หลากหลาย โดยสามารถเตรียมให้มีลักษณะได้ทั้งแข็งเหนียวหรือนุ่มฟูแบบฟองน้ำ ส่งผลให้สามารถควบคุมลักษณะทางสัณฐานวิทยาและสมบัติทางกายภาพและเคมีของวัสดุได้ตามความต้องการ ดังนั้นพียูจึงสามารถตอบสนองความต้องการที่หลากหลายของเทคโนโลยีสมัยใหม่ได้ เช่น อุตสาหกรรมการขนส่ง อุตสาหกรรมการก่อสร้าง อุตสาหกรรมเฟอร์นิเจอร์ และอุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์ เป็นต้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งการนำพียูมาใช้เป็นสารยึดติด (adhesives) ในบรรจุภัณฑ์ประเภทบรรจุภัณฑ์อ่อนตัว (flexible packaging) ที่ทำมาจากพลาสติก ฟิล์ม ฟิล์ม และกระดาษ โดยเอกลักษณ์ของบรรจุภัณฑ์อ่อนตัว คือ การขึ้นรูปจากวัสดุหลายชั้น ดังนั้นสารยึดติดจึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งเพื่อใช้สำหรับเชื่อมประสานวัสดุหลายชั้นให้ยึดติดกันได้ ทั้งนี้สารยึดติดต้องมีสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพและเคมีที่เหมาะสมกับการนำไปใช้งานด้วย

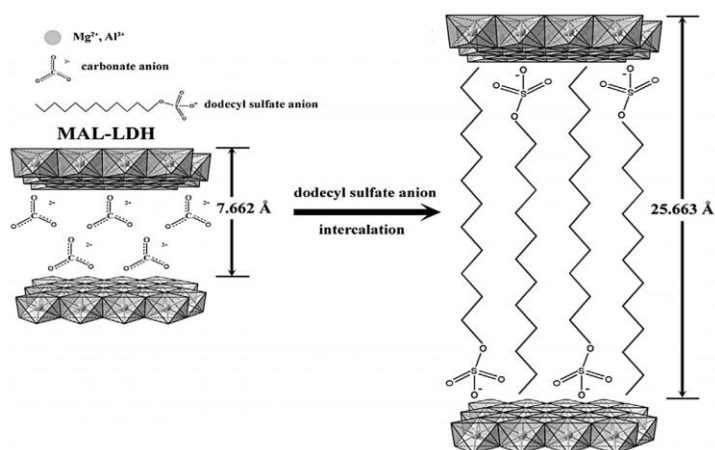
สารยึดติดฐานพียูหรือสารยึดติดฐานพอลิยูรีเทนเหมาะสำหรับใช้ยึดติดผิววัสดุที่มีขี้มีความต้านทานต่อสารเคมีและตัวทำละลายสูง และสามารถนำไปใช้งานได้ในช่วงอุณหภูมิที่กว้าง แต่สารยึดติดฐานพียูมีสมบัติป้องกันการซึมผ่านของแก๊สและไอน้ำต่ำ (gas and water vapor barrier properties) เนื่องจากพียูเป็นโมเลกุลที่มีขี้ เมื่อนำไปใช้งานในรูปของสารยึดติดที่ภาวะความชื้นสัมพัทธ์สูงอาจก่อให้เกิดปัญหาการบวมพองและหลุดล่อนได้ และสารยึดติดฐานพียูมีความต้านทานต่อรังสีอัลตราไวโอเล็ตต่ำ ทำให้เมื่อสารยึดติดเกิดการเปลี่ยนสีได้ง่าย ดังนั้นการเติมวัสดุที่ดูดซับน้ำต่ำ มีความแข็งแรงสูง และมีเสถียรภาพทางความร้อนสูงเข้าไปผสมกับสารยึดติดฐานพียูจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการใช้งานเป็นสารยึดติดในบรรจุภัณฑ์ที่ดียิ่งขึ้น

ส่วนประกอบทั้งสองได้อย่างสมบูรณ์ โดยพอลิเมอร์แสดงสมบัติความยืดหยุ่นและความสามารถในการรับแรงสั่นสะเทือนได้ดี ขณะที่วัสดุอินทรีย์แสดงสมบัติความแข็งแรงและมีเสถียรภาพทางความร้อนสูง งานวิจัยที่ผ่านมาเน้นศึกษานาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ

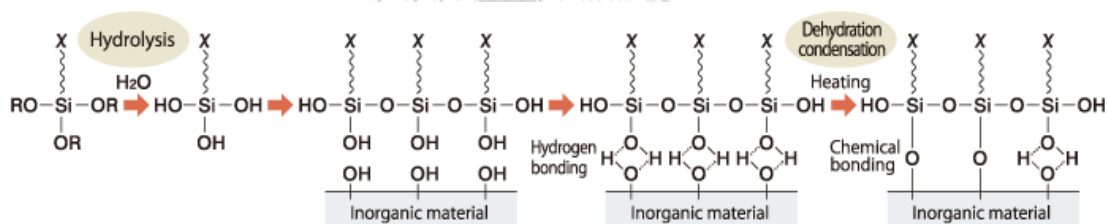
วัสดุอนินทรีย์ โดยนิยมใช้ซิลิกา (silica) และเลเยอร์ซิลิเกต (layered silicates) เป็นวัสดุอนินทรีย์ในสารยึดติดฐานพียูแต่การใช้เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (LDH) เป็นวัสดุอนินทรีย์ในสารยึดติดฐานพียูยังมีการศึกษาวิจัยไม่แพร่หลายนัก ซึ่ง LDH มีสมบัติเชิงโครงสร้างที่โดดเด่น คือ สามารถสอดแทรกไอออนหรือโมเลกุลที่ต้องการเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH เพื่อปรับแต่งหรือดัดแปรโครงสร้างและองค์ประกอบให้เหมาะสมต่อการใช้งานได้อย่างหลากหลาย อีกทั้ง LDH ยังมีวิธีการสังเคราะห์ที่ง่ายและมีราคาถูก แต่การผสม LDH ลงในสารยึดติดฐานพียูมักพบปัญหา LDH เกิดการกระจายตัวได้ไม่ดีในสารยึดติดฐานพียู เนื่องจาก LDH มีสภาพความเป็นขั้วสูง จึงเกิดการรวมตัวกันในสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอซิเตตเป็นตัวทำละลาย ซึ่ง LDH ที่รวมตัวกันทำให้สมบัติเชิงกลของสารยึดติดฐานพียูลดลง ปัญหาดังกล่าวแก้ไขได้โดยทำการดัดแปรโครงสร้างและผิว (structural and surface modification) ของ LDH เพื่อให้ LDH เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู จึงควรได้รับการศึกษาและพัฒนาต่อไป

งานวิจัยนี้เลือกทำการดัดแปรโครงสร้างและผิวของแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (MgAl LDH) เนื่องจาก  $Mg^{2+}$  และ  $Al^{3+}$  เป็นไอออนประจุบวกที่มีความเป็นพิษต่ำ จึงไม่ก่อให้เกิดอันตรายเมื่อนำไปใช้ในสารยึดติดฐานพียูสำหรับงานบรรจุภัณฑ์ โดยทำการดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ผ่านการสอดแทรกหรืออินเทอร์คาลชัน (intercalation) ด้วยสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) เมื่อ SDS สอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ MgAl LDH ทำให้ช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์มีขนาดกว้างมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 1.1 และ MgAl LDH มีสภาพไม่ชอบน้ำสูงขึ้น ส่งผลให้ MgAl LDH เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอซิเตตเป็นตัวทำละลาย และทำการดัดแปรผิวของ MgAl LDH ผ่านการทำซิลิเลชัน (silylation) ด้วยสารคู่ควบไซเลน (silane coupling agent) ซึ่งสารคู่ควบไซเลนที่เลือกใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่ (3-aminopropyl)triethoxysilane (APS), methyl(trimethoxy)silane (MTMS) และ octadecyl(trimethoxy)silane (OTMS) สารคู่ควบไซเลนดังกล่าวทำหน้าที่เป็นตัวประสานหรือเป็นตัวกลางเชื่อมระหว่างพียูกับ MgAl LDH เนื่องจากสารคู่ควบไซเลนประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันสารอนินทรีย์และสารอนินทรีย์อยู่ด้วยกันภายในโครงสร้าง ซึ่งหมู่ฟังก์ชันสารอนินทรีย์สามารถทำพันธะเคมีกับพียูได้และหมู่ฟังก์ชันสารอนินทรีย์สามารถทำซิลิเลชันกับ MgAl LDH ได้ ดังแสดงในรูปที่ 1.2 ส่งผลให้ MgAl LDH ผสมเข้ากันได้ดีกับสารยึดติดฐานพียู ดังนั้นการสอดแทรกและซิลิเลชันจึงเป็นวิธีการดัดแปรโครงสร้างและผิวที่เหมาะสมสำหรับ MgAl LDH เพื่อให้ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรสามารถผสมเข้ากันได้ดีและกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู จึงช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลของสารยึดติดฐานพียูให้ดีขึ้นได้ งานวิจัยนี้ทำการศึกษาหาอัตราส่วนองค์ประกอบที่เหมาะสมในการดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH โดยตัวแปรที่ศึกษา ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al ชนิด

ของสารคู่ควบไซเลน และอัตราส่วนโดยโมลของสารคู่ควบไซเลน : Al เพื่อให้ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรสามารถผสมเข้ากันได้ดีและกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลของสารยึดติดฐานพียู



รูปที่ 1.1 การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ด้วยวิธีการสอดแทรก SDS [1]



รูปที่ 1.2 การดัดแปรผิวของ MgAl LDH ด้วยปฏิกิริยาซิลิเลชัน [2]

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. ศึกษาการดัดแปรโครงสร้างและผิวของแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ด้วยสารลดแรงตึงผิวและสารคู่ควบไซเลนชนิดต่าง ๆ
2. ศึกษาความเข้ากันได้ของแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ที่ผ่านการดัดแปรกับสารยึดติดฐานพียู

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

สังเคราะห์ MgAl LDH ผ่านวิธีการตกตะกอนร่วม ศึกษาเชิงเปรียบเทียบวิธีการดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH ที่แตกต่างกัน จากนั้นศึกษาหาอัตราส่วนองค์ประกอบที่เหมาะสมในการดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH โดยตัวแปรที่ศึกษา ได้แก่ อัตราส่วนโดยโมลของ

SDS : Al ชนิดของสารคู่ควบไซเลน และอัตราส่วนโดยโมลของสารคู่ควบไซเลน : Al ที่ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของวัสดุที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เทคนิควิเคราะห์ต่าง ๆ จากนั้นผสม MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรลงในสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอซิเทตเป็นตัวทำละลาย และศึกษาสมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร โดยทดสอบความหนืด (viscosity) ด้วยเครื่อง Brookfield viscometer และทดสอบสมบัติการต้านทานแรงเฉือนด้วยวิธี lap shear strength ด้วยเครื่อง Universal testing machine

#### 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากการวิจัยนี้

ได้วิธีการและภาวะที่เหมาะสมในการดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH สำหรับสารยึดติดฐานพียู

#### 1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1. ศึกษาค้นคว้าทฤษฎี งานวิจัย และข้อมูลที่เกี่ยวข้อง
2. สังเคราะห์ MgAl LDH ผ่านวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้แมกนีเซียมไนเตรท (magnesium nitrate hexahydrate,  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ) และอะลูมิเนียมไนเตรท (aluminum nitrate nonahydrate,  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ) ตกตะกอนร่วมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH) ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $Mg^{2+} : Al^{3+}$  เท่ากับ 3:1 จากนั้นทำการบ่ม (aging) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง กรองและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionized water) จนมีค่าพีเอช (pH) เป็นกลาง อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ซ้ำมคืน
3. ศึกษาเปรียบเทียบวิธีการดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และการดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิลิเลชัน ทั้งหมด 4 วิธี ดังนี้
  - ซิลิเลชันแบบแห้ง
  - ซิลิเลชันแบบเปียก
  - การสอดแทรกและซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ
  - การสอดแทรกและซิลิเลชันพร้อมกัน
4. ศึกษาหาอัตราส่วนองค์ประกอบในการดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH โดยตัวแปรที่ศึกษามีดังนี้
  - อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al ได้แก่ 0.6 : 1.0, 0.8 : 1.0, 1.0 : 1.0 และ 1.2 : 1.0
  - ชนิดของสารคู่ควบไซเลน ได้แก่ APS, MTMS และ OTMS

- อัตราส่วนโดยโมลของสารคู่ควบไซเลน : Al ได้แก่ 1.4 : 1.0, 2.4 : 1.0 และ 3.4 : 1.0
5. ศึกษาสมบัติทางกายภาพและเคมีของวัสดุที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เทคนิควิเคราะห์ ดังนี้
- สมบัติเชิงโครงสร้าง: X-ray diffraction (XRD)
  - หมู่ฟังก์ชัน: Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)
  - องค์ประกอบทางเคมีของธาตุซิลิกอน: Solid-state <sup>29</sup>silicon nuclear magnetic resonance spectroscopy (Solid-state <sup>29</sup>Si NMR)
  - องค์ประกอบธาตุ: Wavelength dispersive X-ray fluorescence spectroscopy (WDXRF)
  - สัณฐานวิทยา: Scanning electron microscopy (SEM)
  - สภาพชอบ/ไม่ชอบน้ำ: Water contact angle measurement (WCA)
6. ศึกษาหาปริมาณและชนิดของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรในนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร โดยนำ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรปริมาณ 3, 5 และ 20 % โดยน้ำหนัก ไปกวนในเอทิลแอลกอฮอล์ 10 มิลลิลิตร แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องโซนิคที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปผสมกับสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายปริมาณ 10 กรัม โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส พร้อมกับกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
7. ศึกษาสมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร โดยทดสอบความเหนียวด้วยเครื่องวัดความเหนียว Brookfield viscometer และทดสอบสมบัติการต้านทานแรงเฉือนด้วยวิธี lap shear strength ด้วยเครื่อง Universal testing machine
8. วิเคราะห์ข้อมูลที่ได้จากการทดลอง สรุปผล และเขียนวิทยานิพนธ์

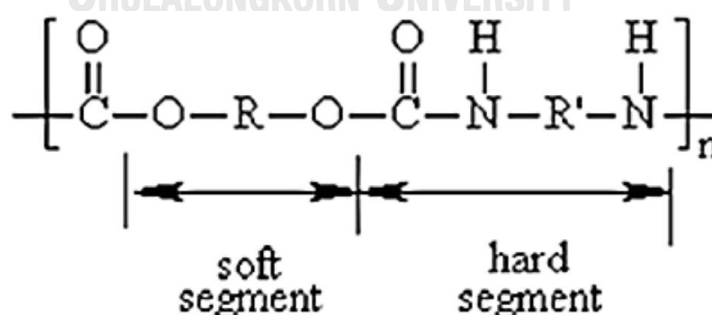
## บทที่ 2

### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 พอลิยูรีเทน

##### 2.1.1 สมบัติทางเคมีและการใช้ประโยชน์ของพอลิยูรีเทน

พอลิยูรีเทน (polyurethane) หรือที่นิยมเรียกว่า พียู (PU) ผลิตขึ้นครั้งแรกในช่วงสงครามโลกครั้งที่สอง เพื่อใช้ทดแทนยางธรรมชาติและใช้ในการผลิตกระดาด แก้ว สีสตาร์ต ผ้าที่มีความทนทาน และการเคลือบผิวโลหะ ไม้ และอิฐ เพื่อป้องกันการกัดกร่อน ลักษณะโครงสร้างทั่วไปของพียูแสดงดังรูปที่ 2.1 พียูเป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่ประกอบด้วยมอนอเมอร์อย่างน้อย 2 ชนิด เชื่อมต่อกันด้วยพันธะยูรีเทน (urethane linkage,  $\text{-NHCOO-}$ ) โดยความแตกต่างของพียูแต่ละชนิดขึ้นอยู่กับโครงสร้างของหมู่แอลคิล (R และ R') และจำนวนหน่วยซ้ำของพียู (n) นอกจากนี้โครงสร้างของหมู่แอลคิลยังสามารถใช้บ่งบอกถึงแนวโน้มสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพและเคมีของพียูได้ โครงสร้างของพียูแบ่งออกได้เป็น 2 ส่วนสำคัญ คือ ส่วนนิ่ม (soft segment) และส่วนแข็ง (hard segment) โดยส่วนนิ่มเกิดจากสารในกลุ่มพอลิออล (polyol) ที่มีหมู่ฟังก์ชัน  $\text{-O-C-}$  ซึ่งมีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (*glass transition temperature, T<sub>g</sub>*) ที่ต่ำ ทำให้ส่วนนี้แสดงลักษณะของอีลาสโตเมอร์ ขณะที่ส่วนแข็งเกิดจากสารในกลุ่มไอโซไซยานาต (isocyanate) ที่มีหมู่ฟังก์ชัน  $\text{-NHCO-}$  ซึ่งมี *T<sub>g</sub>* สูงและมีความเป็นผลึกสูง ดังนั้นส่วนแข็งจึงเป็นตัวกำหนดความแข็งแรงของพียู อย่างไรก็ตามลักษณะนิ่มหรือแข็งของพียูแต่ละชนิดมีความแตกต่างกันขึ้นกับสัดส่วนระหว่างพอลิออลและไอโซไซยานาตในพียู [3, 4]



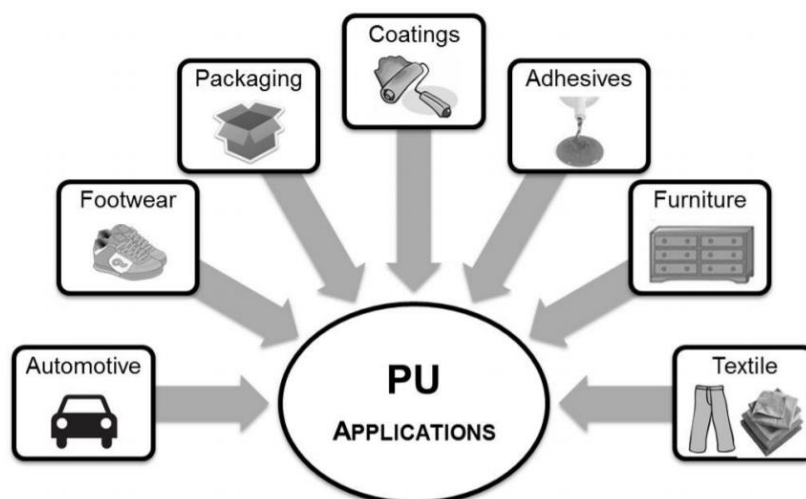
รูปที่ 2.1 โครงสร้างทั่วไปของพอลิยูรีเทน [3]

พียูส่วนใหญ่เป็นพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมเซต คือ ไม่สามารถหลอมเหลวและขึ้นรูปใหม่ได้ และพียูเป็นพอลิเมอร์ชนิดเดียวที่สามารถเตรียมให้มีลักษณะได้ทั้งแข็งเหนียวหรือนุ่มฟูแบบฟองน้ำ ทำให้พียูสามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้อย่างหลากหลาย เช่น ในอุตสาหกรรมยานยนต์ อุตสาหกรรมก่อสร้าง อุตสาหกรรมเฟอร์นิเจอร์ และอุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์ เป็นต้น ปริมาณการใช้งานพียูจึงมีแนวโน้มสูงขึ้น

ประเภทสินค้าที่ผลิตจากพียู แสดงดังรูปที่ 2.2 ได้แก่

1. สารยึดติด (adhesives) สำหรับพื้นผิวที่มีขี้ว เช่น โลหะ พลาสติก ไม้ เซรามิกซ์ และเส้นใย เป็นต้น มีความต้านทานต่อสารเคมีและตัวทำละลายสูง และสามารถใช้งานได้ในช่วงอุณหภูมิกว้าง
2. โฟมอ่อน (flexible foam) สำหรับใช้ในงานเฟอร์นิเจอร์ เช่น เบาะรองนั่งและเก้าอี้ นวม เป็นต้น มีความต้านทานต่อการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส มีความต้านทานต่อสารเคมีสูง มีความยืดหยุ่นสูง สามารถกลับคืนสู่สภาพเดิมได้เมื่อเกิดแรงกระทำให้ผิดรูปบ้าง
3. โฟมแข็ง (rigid foam) สำหรับใช้ทำฉนวนกันความร้อนในรถยนต์ ผนัง หลังคา และไม้เทียม มีความแข็งแรงและมีค่าความเป็นฉนวนกันความร้อนที่ดี
4. อีลาสโตเมอร์ (elastomers) สำหรับใช้ทำแผ่นยาง ลูกกลิ้งในอุตสาหกรรม ล้อ และยาง มีความต้านทานต่อการเสียดสีและการขีดถูสูง ทนความร้อนสูง และทนแรงกดได้มากกว่ายางชนิดอื่น
5. พลาสติก (plastics) สำหรับใช้ทำอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ มีความแข็งแรงและทนความร้อนได้ดี
6. สารเคลือบผิว (sealants) สำหรับใช้เคลือบสีเฟอร์นิเจอร์ไม้ มีความต้านทานต่อสารเคมีและการขีดถูสูง มีความต้านทานต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน มีความแวววาวและสามารถใช้งานได้ในช่วงอุณหภูมิที่กว้าง
7. สิ่งทอ (textile) สำหรับผลิตเป็นเส้นใยสแปนเด็กซ์ (spandex fiber) นิยมนำมาทำเครื่องแต่งกาย วัสดุในหมอนและเครื่องนอน มีความทนทานและมีความยืดหยุ่นสูง สามารถทนต่อการดึงยึดได้มากที่สุดเมื่อเทียบกับเส้นใยประเภทอื่น [5]

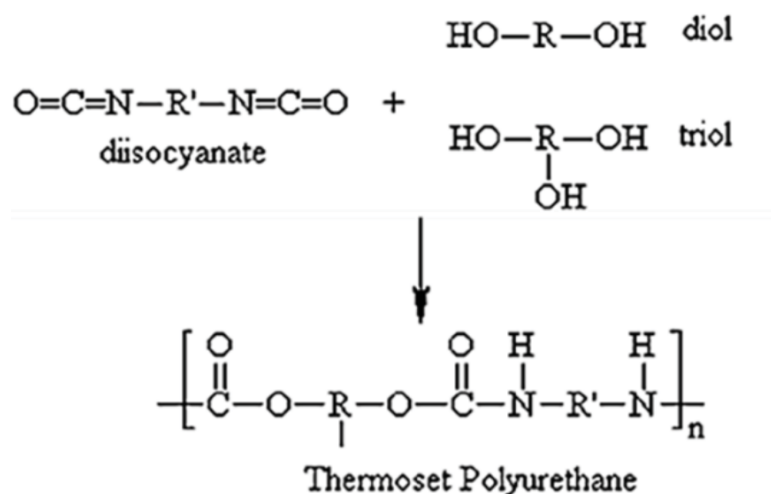




รูปที่ 2.2 การใช้ประโยชน์จากพียู [5]

### 2.1.2 การสังเคราะห์พอลิยูรีเทน

พียูถูกจัดให้เป็นสารประกอบพอลิเมอร์ที่สามารถสังเคราะห์ได้จากการทำปฏิกิริยา เช่นเดียวกับอีพอกไซด์ (epoxides) พอลิเอสเทอร์แบบไม่อิ่มตัว (unsaturated polyester) และ ฟีนอลิก (phenolic) โดยพันธะยูรีเทนเกิดจากการทำปฏิกิริยาควมนระหว่างสารประกอบ ไอโซไซยาเนตที่มีหมู่ฟังก์ชันไอโซไซยาเนตอย่างน้อยสองหมู่ ( $R'-(N=C=O)_{n \geq 2}$ ) กับสารประกอบ แอลกอฮอล์ที่มีหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลอย่างน้อยสองหมู่ ( $R-(OH)_{n \geq 2}$ ) ในระบบที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมีพันธะยูรีเทนอยู่ในสายโซ่พียู [6] ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ตารางที่ 2.1 แสดง ตัวอย่างส่วนประกอบที่ใช้ในการผลิตพียู

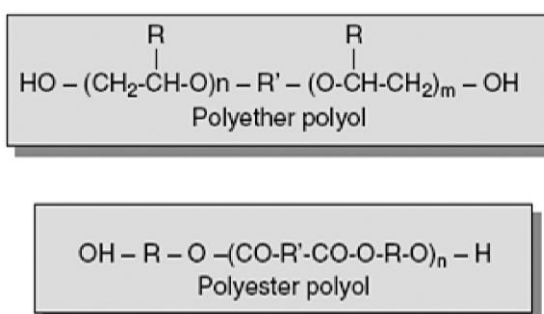


รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาควมนระหว่างไดไอโซไซยาเนตกับพอลิแอลกอฮอล์เพื่อผลิตพียู [4]

ตารางที่ 2.1 ส่วนประกอบที่ใช้ในการผลิตพียู [5]

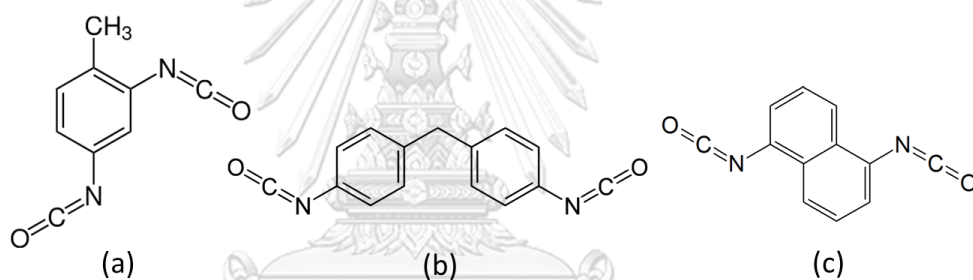
Component	Type	
Diisocyanate	Aromatic	Toluene-2,4-diisocyanate and toluene-2,6-diisocyanate (TDI), 4,4'-methylene-bis-(phenylisocyanate) (MDI)
	Alicyclic	Isophoronediiisocyanate (IPDI), 4,4'-methylene-bis(cyclohexylisocyanate) (HDMI)
	Aliphatic	1,6-diisocyanatohexane
Polyol	Aliphatic linear polyethers	Polyethylene oxide, polypropylene oxide poly(tetramethylene oxide) glycol
	Aromatic polyethers	Dianole 24
	Aliphatic saturated polyesters	Polyadipates of ethylene glycol, diethylene glycol or propylene glycol, polycaprolactonediol
Chain extenders	Diols	Ethylene glycol, 1,4-butanediol
	Diamines	1,2-ethylenediamine; 1,6-hexamethylene diamine
	Amine	1,4-diazabicyclo-[2,2,2]-octane
Catalysts	Tin	Dibutyltindilaurate

พอลิออลถูกใช้เป็นส่วนผสมหลักในการผลิตพียู พอลิออล คือ สารประกอบแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group, -OH) หลายหมู่อยู่ด้วยกันในโครงสร้างของพอลิออล พอลิออลแบ่งออกเป็น 2 ชนิดหลัก ได้แก่ พอลิอีเทอร์พอลิออล (polyether polyols) และพอลิเอสเทอร์พอลิออล (polyester polyol) แสดงโครงสร้างดังรูปที่ 2.4 พอลิอีเทอร์พอลิออลสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาโคพอลิเมอไรเซชัน (copolymerization) ระหว่างโพรพิลีนออกไซด์ (propylene oxide) กับเอทิลีนออกไซด์ (ethylene oxide) พอลิอีเทอร์พอลิออลนิยมใช้ในการผลิตโฟมพียู และพอลิเอสเทอร์พอลิออลสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาโคพอลิเมอไรเซชันระหว่างเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) กับบิวเทนไดออล (1,4-butanediol) และกรดอะดิปิก (adipic acid) พอลิเอสเทอร์พอลิออลนิยมใช้ในการผลิตสารยึดติดฐานพียูและอีลาสโตเมอร์ [4, 7]



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของพอลิอีเทอร์พอลิออลและพอลิเอสเทอร์พอลิออล [7]

ไดไอโซไซยาเนตถูกใช้เป็นส่วนผสมหลักในการผลิตพียู ไดไอโซไซยาเนตมีลักษณะเป็น ไดฟังก์ชันนอล (difunctional) คือมีหมู่ไอโซไซยาเนต 2 หมู่ ทำให้มีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาสูง แบ่งออกเป็น 3 ชนิด ได้แก่ แอโรแมติกไดไอโซไซยาเนต (aromatic diisocyanate) แอลิไซคลิกไดไอโซไซยาเนต (alicyclic diisocyanate) และแอลิฟาติกไดไอโซไซยาเนต (aliphatic diisocyanate) แอโรแมติกไดไอโซไซยาเนตนิยมนำมาใช้ในปฏิกิริยาควบแน่นเพื่อผลิตสารยึดติดฐานพียู เนื่องจากวงแหวนแอโรแมติกที่เชื่อมระหว่างหมู่ไอโซไซยาเนตมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาสูง ซึ่งแอโรแมติกไดไอโซไซยาเนตที่นิยมใช้ผลิตสารยึดติดฐานพียู มี 3 ชนิด ได้แก่ โทลูอินไดไอโซไซยาเนต (toluene-2,4-diisocyanate, TDI) ไดฟีนิลมีเทนไดไอโซไซยาเนต (4,4-diphenylmethane diisocyanate, MDI) และแนพทิลีนไดไอโซไซยาเนต (1,5-naphthylene diisocyanate, NDI) แสดงโครงสร้างดังรูปที่ 2.5 ซึ่งมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่า แอลิไซคลิกไดไอโซไซยาเนตและแอลิฟาติกไดไอโซไซยาเนต อีกทั้งแอโรแมติกไดไอโซไซยาเนตยังมีราคาที่สูงกว่า [5, 8]



รูปที่ 2.5 โครงสร้างของแอโรแมติกไดไอโซไซยาเนต (a) โทลูอินไดไอโซไซยาเนต (b) ไดฟีนิลมีเทนไดไอโซไซยาเนต และ (c) แนพทิลีนไดไอโซไซยาเนต [8]

### 2.1.3 สารยึดติดฐานพียู

สารยึดติด (adhesive) หรือที่นิยมเรียกว่า กาว คือ วัสดุที่มีสมบัติในการเชื่อมประสานระหว่างพื้นผิวของชิ้นงานสองชิ้นให้ติดกัน สามารถพบได้ในธรรมชาติและได้จากการสังเคราะห์ สารยึดติดถูกนำมาใช้ตั้งแต่ยุคอียิปต์โบราณ ชาวอียิปต์ได้นำกาวจากพีชมาใช้สำหรับยึดติดเครื่องมือที่ทำมาจากเซรามิก ในยุคต่อมามนุษย์รู้จักผลิตกาวจากวัสดุที่ได้จากธรรมชาติ เช่น แป้ง น้ำตาล และโปรตีน เป็นต้น [9] ปัจจุบันสารยึดติดสามารถแบ่งออกได้หลายประเภท ได้แก่ สารยึดติดในตัวทำละลาย (solvent-base adhesive) สารยึดติดลาเทกซ์ (latex adhesive) หรือกาวลาเทกซ์ สารยึดติดที่ไวต่อความดัน (pressure sensitive adhesive) สารยึดติดแบบหลอม (hot melt adhesive) และสารยึดติดที่ว่องไว (reactive adhesive) สารยึดติดฐานพียูหรือสารยึดติดฐาน

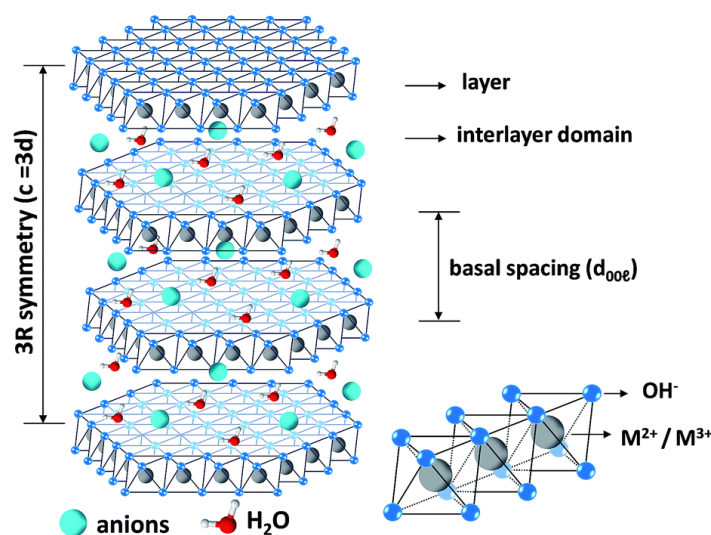
พอลิยูรีเทนจะอยู่ในประเภทสารยึดติดในตัวทำละลาย ซึ่งประกอบด้วยสารยึดติดฐานพียูที่ละลายอยู่ในตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น น้ำ เอทิลแอลกอฮอล์ และโทลูอีน เป็นต้น การยึดติดหรือการเชื่อมประสานจะเกิดขึ้นเมื่อตัวทำละลายระเหยออกไปจนหมด ส่งผลให้เกิดฟิล์มของแข็งเชื่อมประสานผิวของวัสดุสองชิ้นเข้าด้วยกัน สารยึดติดฐานพียูเหมาะสำหรับใช้ยึดติดผิววัสดุที่มีขี้ เช่น โลหะ เซรามิกซ์ และเส้นใย เป็นต้น เนื่องจากสารยึดติดฐานพียูมีพันธะยูรีเทนในโครงสร้าง ทำให้เกิดอันตรกิริยากับผิววัสดุที่มีขี้ได้ดี เช่น โลหะที่มีอะตอมของธาตุไฮโดรเจนบนผิว พันธะยูรีเทนทำพันธะเคมีกับไฮโดรเจนบนผิวของโลหะ ทำให้เกิดการยึดเกาะกับผิวโลหะได้เป็นอย่างดี นอกจากนี้ยังสามารถใช้กับวัสดุที่มีความพรุนได้ เช่น โฟม ไม้ และผ้า เป็นต้น แต่สารยึดติดฐานพียูเป็นสารประกอบอินทรีย์ที่ประกอบด้วยธาตุไนโตรเจน คาร์บอน และออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลัก ดังนั้นจึงมีความต้านทานต่อรังสีอัลตราไวโอเล็ตต่ำ ทำให้เกิดการเปลี่ยนสีของเนื้อสารยึดติดได้ง่าย และสารยึดติดฐานพียูมีความต้านทานต่ออนุมูลอิสระสูงกว่าความต้านทานต่ออนุมูลอิสระต่ำ สำหรับงานด้านบรรจุภัณฑ์สารยึดติดที่เหมาะสมต้องมีสมบัติต้านทานอนุมูลอิสระสูง ต้านทานแรงดึงและแรงเฉือนได้ดี รวมถึงต้องมีสมบัติป้องกันการซึมผ่านของแก๊สและไอน้ำได้ดี ดังนั้นจึงควรผสมวัสดุอนินทรีย์ที่เหมาะสมลงไปเพื่อปรับปรุงสมบัติดังกล่าวของสารยึดติดฐานพียู [9-12]

งานวิจัยจำนวนมากศึกษาเกี่ยวกับนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับวัสดุอนินทรีย์ เช่น Esmailie และคณะ [13] ศึกษาผลของซิลิกาที่มีต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของสารยึดติดฐานพียู จากการทดสอบแรงเฉือนของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับซิลิกาบนผิวของโลหะ-โลหะพบว่า ซิลิกาช่วยเพิ่มความต้านทานแรงเฉือนได้ดี และการเพิ่มปริมาณซิลิกาช่วยปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อนของสารยึดติดฐานพียูให้ดีขึ้น แต่การเพิ่มปริมาณของซิลิกาทำให้เกิดการเกาะรวมตัวกันของอนุภาคของซิลิกาในสารยึดติดฐานพียู ส่งผลให้ความต้านทานแรงเฉือนของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับซิลิกาตกลง ดังนั้นจึงมีการศึกษานาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับวัสดุอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างเป็นชั้น เช่น เลเยอร์ซิลิเกต (layered silicates) เพื่อลดการเกาะรวมตัวกันหรือเพิ่มการกระจายตัวของวัสดุอนินทรีย์ในสารยึดติดฐานพียู [14, 15]

## 2.2 เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

LDH ถูกสังเคราะห์ขึ้นครั้งแรกในห้องปฏิบัติการปี ค.ศ.1942 เมื่อ Feithnecht ผสมสารละลายเกลือไนเตรทของโลหะแมกนีเซียมและอะลูมิเนียมกับสารละลายเบส โดยขณะนั้นยังไม่สามารถวิเคราะห์หาโครงสร้างที่แน่ชัดได้ จนกระทั่งในปี ค.ศ. 1960 Almann และ Taylor ศึกษาลักษณะโครงสร้างของของแข็งที่ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction (XRD)) พบว่า โครงสร้างประกอบด้วยชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์ที่มีประจุบวกจัดเรียงตัวซ้อนกัน โดยมีไอออน

ประจุลบและโมเลกุลน้ำอยู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์ (interlayer spacing) LDH ที่พบประกอบด้วยแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์คาร์บอเนต มีสูตรเคมี คือ  $Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$  ซึ่งมีคาร์บอเนต (carbonate,  $CO_3^{2-}$ ) เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น ดังแสดงในรูปที่ 2.6 [16]



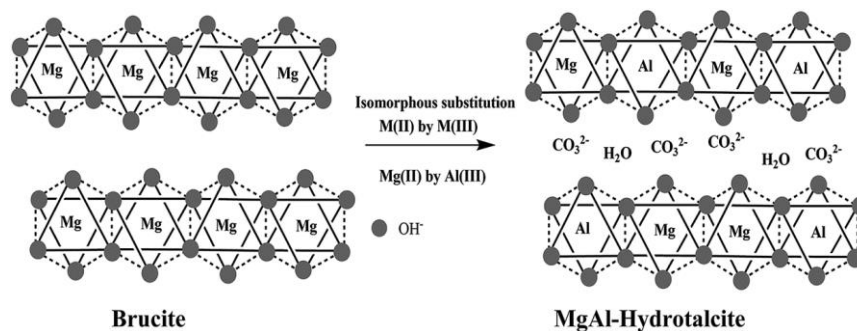
รูปที่ 2.6 โครงสร้างของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ [16]

LDH มีสูตรเคมีทั่วไป คือ  $[M^{2+}_{1-x}M^{3+}_x(OH)]A^{n-}_{x/n} \cdot yH_2O$  โดย  $M^{2+}$  แทนโลหะประจุสองบวก เช่น  $Mg^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  และ  $Zn^{2+}$  เป็นต้น  $M^{3+}$  แทนโลหะประจุสามบวก เช่น  $Al^{3+}$ ,  $Cr^{3+}$ ,  $Ga^{3+}$ ,  $Sc^{3+}$  และ  $Fe^{3+}$  เป็นต้น  $A^{n-}$  แทนไอออนประจุลบที่มีประจุเท่ากับ  $n$  เช่น  $F^-$ ,  $Cl^-$ ,  $Br^-$ ,  $I^-$ ,  $ClO_4^-$ ,  $NO_3^-$ ,  $ClO_3^-$ ,  $IO_3^-$ ,  $OH^-$ ,  $CO_3^{2-}$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $S_2O_3^{2-}$ ,  $WO_4^{2-}$ ,  $CrO_4^{2-}$ ,  $[Fe(CN)_6]^{3-}$  และ  $[Fe(CN)_6]^{4-}$  เป็นต้น  $x$  แทนอัตราส่วนโดยโมลของ  $M^{3+}/(M^{2+} + M^{3+})$  และ  $y$  แทนจำนวนโมเลกุลของน้ำที่อยู่ในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH [17] LDH มีองค์ประกอบทางเคมีที่หลากหลายสามารถปรับแต่งได้ขึ้นกับชนิดของประจุสองบวกและประจุสามบวก ชนิดของไอออนประจุลบ และอัตราส่วนโดยโมลของโลหะประจุสองบวกต่อโลหะประจุสามบวก ซึ่งมีชื่อเรียกแตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ชื่อและสูตรเคมีของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ [17]

Name	Chemical formula
Brucite	$Mg(OH)_2$
Gibbsite	$Al(OH)_3$ monoclinic
Hydrotalcite	$Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$
Manasseite	$Mg_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$
Quintinite	$Mg_4Al_2(OH)_{12}CO_3 \cdot 3H_2O$
Pyroaurite	$Mg_6Fe_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4.5H_2O$
Stichtite	$Mg_6Cr_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$
Barbertonite	$Mg_6Cr_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$
Takovite	$Ni_6Al_2(OH)_{16}CO_3 \cdot OH \cdot 4H_2O$
Reevesite	$Ni_6Fe_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$
Desautelsite	$Mg_6Mn_2(OH)_{16}CO_3 \cdot 4H_2O$
Hydrocalumite	$Ca_6Al_2(OH)_{12}(CO_3)_{2.2} OH_{1.56} \cdot 4.76H_2O$
Fougèrite	$[Fe^{2+}_4Fe^{3+}_2(OH)_{12}][CO_3] \cdot 3H_2O$

แมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ (MgAl layered double hydroxide, MgAl LDH) หรือไฮดรทัลไซต์ (hydrotalcite) มีโครงสร้างตั้งต้นจากชั้นของโลหะแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ( $Mg(OH)_2$ ) หรือชั้นบรูไซต์ (brucite layer) ที่มีการจัดเรียงโครงสร้างแบบออกตะฮีดรอล (octahedral) ของ  $Mg^{2+}$  กับ  $OH^-$  เมื่อบางตำแหน่งของ  $Mg^{2+}$  ถูกแทนที่ด้วย  $Al^{3+}$  ทำให้ประจุโดยรวมของชั้นโลหะไฮดรอกไซด์เป็นบวก จึงต้องมีการดุลประจุบวกนี้ด้วยไอออนประจุลบ โดยทั่วไปคือ  $CO_3^{2-}$  และน้ำ ซึ่งอยู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์ [17] ดังแสดงในรูปที่ 2.7

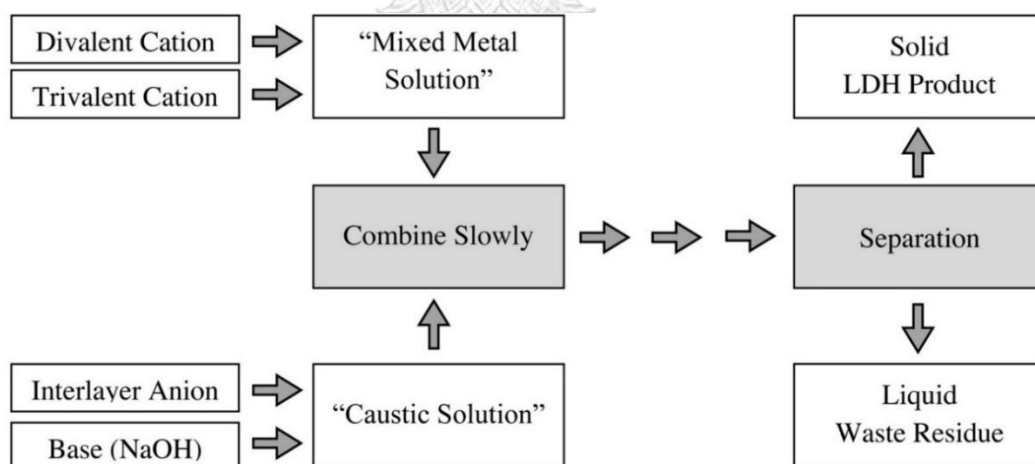


รูปที่ 2.7 โครงสร้างของบรูไซต์และไฮดรทัลไซต์ [17]

## 2.2.1 การสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

LDH มีวิธีการสังเคราะห์ที่หลากหลาย เช่น วิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation method) วิธีการใช้ยูเรีย (urea method) วิธีการใช้ความร้อน (hydrothermal treatment method) และวิธีโซลเจล (sol-gel method) เป็นต้น ซึ่งวิธีการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีการสังเคราะห์ที่นิยมมากที่สุด เนื่องจากมีขั้นตอนการสังเคราะห์ที่ไม่ซับซ้อน LDH ที่ได้มีความเป็นผลึกสูงและสามารถขยายขนาดการผลิต (scale-up production) ได้ง่ายกว่าวิธีอื่น ๆ [17, 18]

การตกตะกอนร่วมเป็นการสอดแทรกไอออนประจุลบเข้าสู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH โดยตรง ซึ่งเป็นการตกตะกอนร่วมกันระหว่างสารละลายเกลือของโลหะประจุสองบวกและโลหะประจุสามบวก กับสารละลายเบสที่มีไอออนประจุลบที่ต้องการสอดแทรกผสมอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 2.8 ไอออนประจุลบที่ต้องการสอดแทรกต้องมีความสามารถในการคูลประจุของชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มากกว่าไอออนร่วมของเกลือโลหะ มิเช่นนั้นไอออนร่วมของเกลือโลหะจะสอดแทรกเข้าสู่ช่องว่างระหว่างชั้นแทนไอออนประจุลบที่ต้องการ การตกตะกอนร่วมควรทำภายใต้ภาวะไนโตรเจนเพื่อป้องกันการเกิดคาร์บอนเนตจากอากาศ และอุณหภูมิในการบ่ม (aging) มีผลต่อลักษณะความเป็นผลึกของสารที่ตกตะกอน โดยสามารถให้อุณหภูมิได้ตั้งแต่ 0-100 องศาเซลเซียส เป็นเวลาหลายชั่วโมงจนถึงหลายวัน [18]



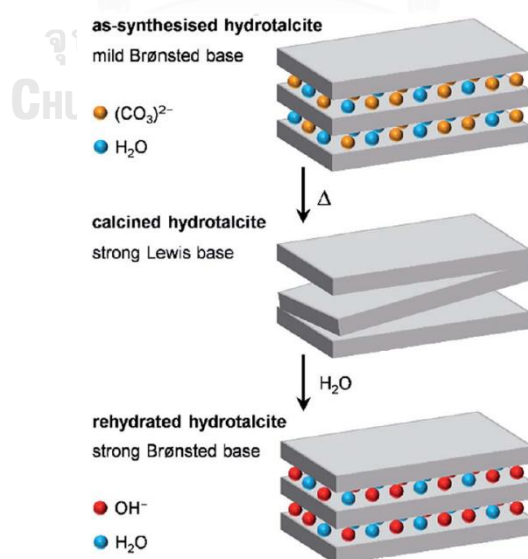
รูปที่ 2.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์เลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม [17]

## 2.2.2 ประโยชน์ของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

ปัจจุบันมีการนำ LDH มาประยุกต์ใช้งานอย่างแพร่หลายในอุตสาหกรรม แบ่งเป็นด้านต่าง ๆ ดังนี้

### 1. ด้านตัวเร่งปฏิกิริยา (catalysis)

โครงสร้างของ LDH ไม่เหมาะสมสำหรับการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยตรง เนื่องจากมีช่องว่างระหว่างชั้นที่แคบ โดยภายในช่องว่างระหว่างชั้นมีไอออนประจุลบที่มีความเป็นเบสต่ำ จึงนิยมนำ LDH ไปผ่านกระบวนการปรับปรุงด้วยวิธีต่าง ๆ ก่อนนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น ทำการเผา LDH ในช่วงอุณหภูมิ 400-600 องศาเซลเซียส ส่งผลให้ไอออนประจุลบ น้ำ และหมู่ไฮดรอกไซด์ในช่องว่างระหว่างชั้นถูกกำจัดออก ทำให้ LDH ไม่สามารถคงโครงสร้างไว้ได้ จึงเกิดการแตกหักและพังทลายเปลี่ยนเป็นโลหะออกไซด์ผสม (mixed metal oxides) ซึ่งมีสมบัติเป็นกรดและเบสประเภทลิวอิส (Lewis acid and base) และผลึกของโลหะออกไซด์ผสมมีขนาดเล็กมาก ทำให้มีพื้นที่ผิวสูง นอกจากนี้เมื่อนำโลหะออกไซด์ผสมมาสัมผัสกับน้ำหรือความชื้นสามารถคืนโครงสร้าง (reconstruction) กลับไปเป็น LDH ได้อีกครั้ง เรียกปรากฏการณ์นี้ว่า การจดจำรูป (memory effect) ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ซึ่งการคืนโครงสร้างเป็นวิธีการดัดแปรโครงสร้างและสมบัติทางกายภาพและเคมีของ LDH ให้เหมาะสมต่อการใช้งาน เช่น การเพิ่มขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์ เปลี่ยนสมบัติทางเคมีจากโลหะออกไซด์ผสมที่มีความเป็นกรดและเบสชนิดลิวอิสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นกรดและเบสประเภทบรอนสเตส (Brønsted base) [19]



รูปที่ 2.9 ปรากฏการณ์จดจำรูปของ LDH [20]



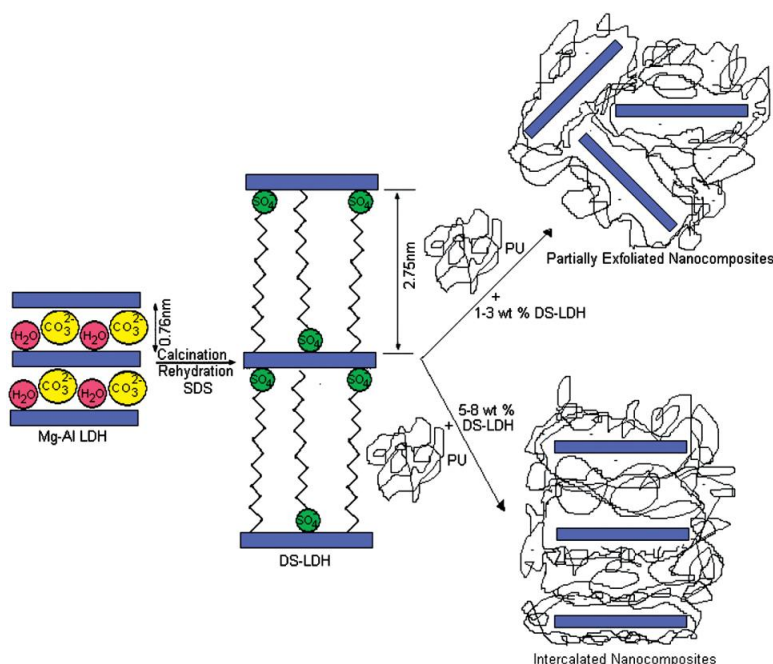
## 2. ด้านสิ่งแวดล้อม (environmental)

LDH สามารถเกิดการแลกเปลี่ยนไอออน (ion exchange) ระหว่างไอออนประจุลบที่ต้องการกับไอออนประจุลบเดิมในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH ได้ ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการดูดซับ (adsorption) สารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ที่ปนเปื้อนในน้ำเสียจากโรงงานอุตสาหกรรมได้ เช่น สีย้อมและสารลดแรงตึงผิว เป็นต้น โดยนำ LDH มาใช้ในการดูดซับสารปนเปื้อนเข้าสู่ช่องว่างระหว่างชั้นโดยตรง หรือใช้ในรูปของโลหะออกไซด์ผสมโดยอาศัยปรากฏการณ์จذبจำรูปของ LDH [21]

## 3. ด้านพอลิเมอร์ (polymer)

พอลิเมอร์ที่มีองค์ประกอบของคลอไรด์ เช่น พอลิไวนิลคลอไรด์ (polyvinylchloride, PVC) สามารถเกิดปฏิกิริยาดีไฮโดรคลอไรเนชัน (dehydrochlorination) ภายใต้ความร้อนและแสงยูวีได้ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาที่สามารถเกิดขึ้นได้เอง ทำให้ PVC เกิดการเสื่อมสภาพ จึงมีการนำ LDH มาใช้ใน PVC เพื่อป้องกันหรือชะลอการเสื่อมสภาพของ PVC เนื่องจากเมื่อ LDH เกิดการสลายตัวทางความร้อน โครงสร้างของ LDH จะปลดปล่อยน้ำและไอออนประจุลบออกมาจากช่องว่างระหว่างชั้นเพื่อช่วยหน่วงการติดไฟของ PVC และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น LDH กลายเป็นสารตกค้างในรูปของโลหะออกไซด์ปกคลุมผิวของ PVC [22, 23]

LDH ถูกนำมาใช้เป็นสารอนินทรีย์ในสารยึดติดฐานพอลิเมอร์ เช่น พอลิยูรีเทน (polyurethane, PU) และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol, PVA) เป็นต้น เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกล ความต้านทานอุณหภูมิสูง และสมบัติป้องกันการซึมผ่านของแก๊สและไอน้ำของสารยึดติดฐานพอลิเมอร์ ซึ่งสมบัติดังกล่าวขึ้นกับการกระจายตัวของอนุภาค LDH ในสารยึดติดฐานพอลิเมอร์ โดยการกระจายตัวที่ดีของ LDH ในสารยึดติดฐานพอลิเมอร์ คือ สายโซ่พอลิเมอร์ต้องสามารถเกิดการสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH ได้ง่าย และชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ของ LDH เกิดการแยกออกจากกัน (exfoliation) ดังแสดงในรูปที่ 2.10 [24]



รูปที่ 2.10 การสอดแทรกสายโซ่พอลิเมอร์ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH [24]

## 2.3 การดัดแปรโครงสร้างและผิวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

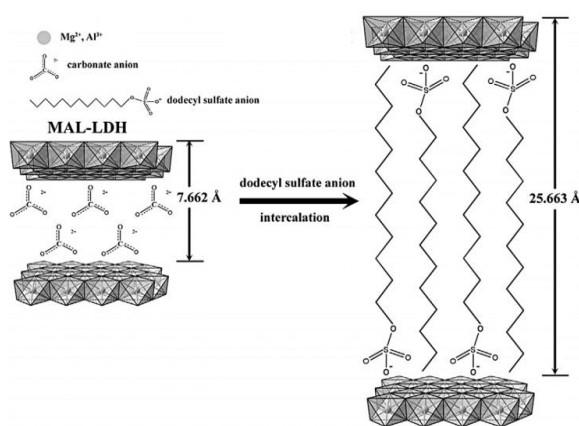
ขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH ขึ้นกับชนิดและขนาดของไอออนประจุลบที่อยู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้น โดยทั่วไป LDH ทั้งที่พบในธรรมชาติและได้จากการสังเคราะห์จะมีคาร์บอนेटเป็นไอออนประจุลบหลัก จึงทำให้มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นที่แคบ (2.9 อังสตรอม) ส่งผลให้การประยุกต์ใช้ LDH สำหรับงานด้านสารยึดติดค่อนข้างจำกัด ดังนั้นจึงจำเป็นต้องทำการดัดแปรโครงสร้างและผิวของ LDH เพื่อขยายช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์และเพื่อให้ LDH เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติด โดยการสอดแทรกหรืออินเทอร์คาลชัน (intercalation) ถูกนำมาใช้เพื่อดัดแปรโครงสร้างของ LDH และการทำซิลิเลชัน (silylation) ถูกนำมาใช้เพื่อดัดแปรผิวของ LDH

### 2.3.1 การดัดแปรโครงสร้างของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

#### 2.3.1.1 การสอดแทรก

การสอดแทรกหรืออินเทอร์คาลชัน (intercalation) เป็นวิธีการดัดแปรโครงสร้างของ LDH ที่นิยมที่สุด เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายและมีขั้นตอนไม่ซับซ้อน ซึ่ง LDH จะถูกเรียกว่าวัสดุเลเยอร์โฮสต์ (layered host material) และโมเลกุลที่ต้องการสอดแทรกเข้าไปในวัสดุเลเยอร์โฮสต์จะถูกเรียกว่าเกสต์ (guest) เกสต์ที่นิยมใช้ในการสอดแทรก ได้แก่ ไอออนประจุลบขนาดใหญ่ สารอินทรีย์ แอนไอออน (organic anion) มอนอเมอร์ (monomer) และพอลิเมอร์ การสอดแทรกไอออน

ประจุลบเข้าสู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH สามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่ การแลกเปลี่ยนไอออน (ion-exchange) การตกตะกอนร่วม (co-precipitation) การฟื้นฟูสภาพ (reconstruction) และกระบวนการทางความร้อน (thermal or melting reaction) ในงานวิจัยนี้เลือกทำการดัดแปรโครงสร้างของ LDH โดยการสอดแทรกสารลดแรงตึงผิวโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) เข้าสู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH และไอออนประจุลบของ SDS เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนกับไอออนประจุลบเดิมในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH ส่งผลให้ช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH เกิดการเปลี่ยนแปลง ดังแสดงในรูปที่ 2.11 [2, 20, 25]



รูปที่ 2.11 การสอดแทรก SDS เข้าสู่ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH [25]

ปัจจัยที่ส่งผลต่อการแลกเปลี่ยนไอออนของ LDH ได้แก่

### 1. สัมพรรคภาพของไอออนประจุลบ (affinity for anion)

การแลกเปลี่ยนไอออนขึ้นกับชนิดและจำนวนไอออนประจุลบเดิมในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH เรียงความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนจากยากไปง่าย ดังนี้  $\text{CO}_3^{2-} > \text{SO}_4^{2-} > \text{OH}^- > \text{F}^- > \text{Cl}^- > \text{Br}^- > \text{NO}_3^- > \text{I}^-$  โดยทั่วไปนิยมใช้ LDH ที่มีไนเตรทเป็นไอออนประจุลบภายในช่องว่างระหว่างชั้นเป็นสารตั้งต้นในการแลกเปลี่ยนไอออน เนื่องจากสามารถเกิดการแลกเปลี่ยนได้ง่าย

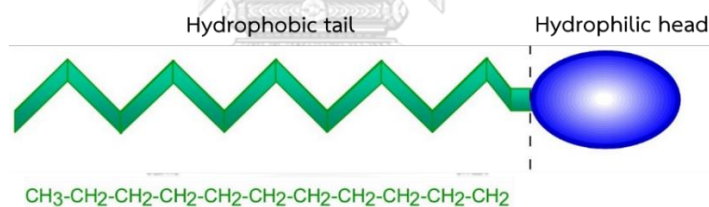
### 2. ความหนาแน่นของประจุบวกในชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ (charge density)

เมื่อความหนาแน่นของประจุบวกในชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มาก ส่งผลให้อันตรกิริยาทางประจุไฟฟ้า (electrostatic interaction) ระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์กับประจุลบเดิมในช่องว่างระหว่างชั้นสูง จึงเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนได้ยาก ซึ่งความหนาแน่นของประจุบวกในชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ขึ้นกับอัตราส่วนโดยโมลของโลหะประจุสองบวกต่อโลหะประจุโลหะสามบวก ( $\text{M}^{2+}/\text{M}^{3+}$ ) เมื่อ

อัตราส่วนโดยโมลของ  $M^{2+}/M^{3+}$  ลดลง ความหนาแน่นของประจุบวกในชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มีค่าเพิ่มขึ้น [26]

### 2.3.1.2 สารลดแรงตึงผิว

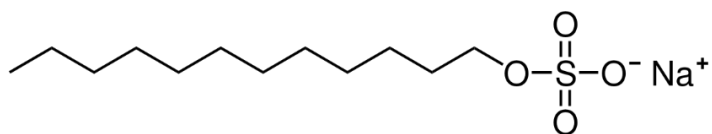
สารลดแรงตึงผิว (surfactant) หรือ surface active agent เดิมมาจากภาษาเยอรมันว่า Tensid ตั้งโดยนักเคมีชาวเยอรมันในปี ค.ศ. 1960 สารลดแรงตึงผิวเป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างเป็นแอมฟิพาติก (amphipathic) ประกอบด้วย 2 ส่วนสำคัญ ดังแสดงในรูปที่ 2.12 คือ ส่วนหัวหรือส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic head) เป็นส่วนที่มีขั้วสามารถรวมตัวได้ดีกับน้ำ เช่น กรดคาร์บอกซิลิก (carboxylic acid), ฟอสเฟต (phosphate), กรดอะมิโน (amino acid) หรือแอลกอฮอล์ (alcohol) เป็นต้น และส่วนหางหรือส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic tail) เป็นส่วนที่ไม่มีขั้วสามารถรวมตัวได้ดีกับไขมัน มักเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน เช่น กรดไขมันสายโซ่ยาว (long-chain fatty acid) หรือกรดไขมันไฮดรอกซี (hydroxy fatty acid) เป็นต้น เมื่อสารลดแรงตึงผิวอยู่ในสารละลาย โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจัดเรียงตัวสะสมอยู่บริเวณรอยต่อระหว่างผิวของสารละลาย โดยหันส่วนหัวเข้าสู่เฟสที่มีขั้วและหันส่วนหางเข้าสู่เฟสที่ไม่มีขั้ว ทำให้ค่าแรงตึงผิวของสารละลายนั้น ๆ ลดลง [27]



รูปที่ 2.12 โครงสร้างทั่วไปของสารลดแรงตึงผิว [27]

### 2.3.1.3 โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต

โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulfate, SDS) หรือโซเดียมลอริลซัลเฟต (sodium lauryl sulfate, SLS) เป็นสารลดแรงตึงผิวประเภทแอนไอออน มีโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.13 สามารถพบได้ในธรรมชาติ มีลักษณะทางกายภาพเป็นผงสีขาว มีสูตรโมเลกุลคือ  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{SO}_4\text{Na}^+$  น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 288.38 g/mol มีค่าความเข้มข้นวิกฤติของไมเซลล์ (critical micelle concentration, CMC) เท่ากับ 6-8 มิลลิโมลาร์ หรือ 0.1728-0.2304 % โดยน้ำหนักต่อปริมาตร [28]



รูปที่ 2.13 โครงสร้างของโซเดียมโอดิเตซิลซัลเฟต [28]

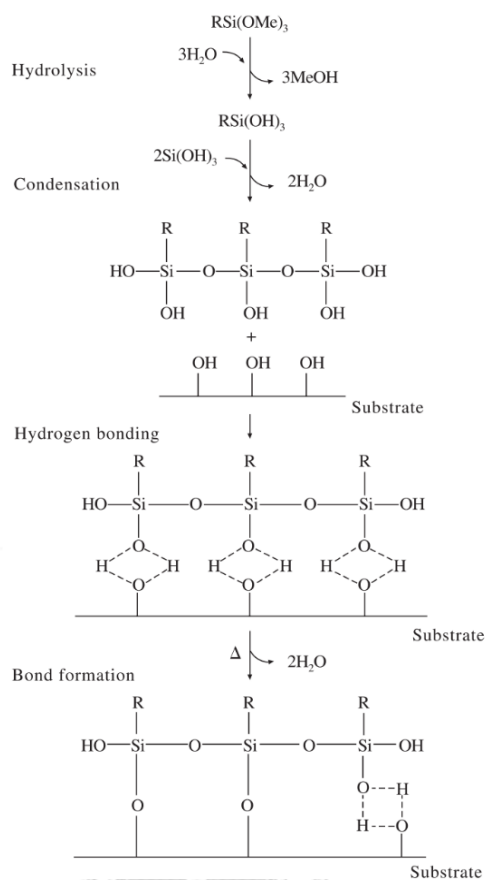
## 2.3.2 การตัดแปรมีวของเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์

### 2.3.2.1 ปฏิกิริยาซิลิเลชัน

ปฏิกิริยาซิลิเลชัน (silylation) เป็นกระบวนการตัดแปรมีวของวัสดุอนินทรีย์ ซึ่งเกิดขึ้นระหว่างหมู่แอลคอกซี (alkoxy group, -O-R) ของสารคู่ควบไฮเลนกับหมู่ไฮดรอกซิลของวัสดุอนินทรีย์ เช่น -Si-OH ในแก้ว, -Al-OH ในแร่ และ metal-OH ในโลหะ เป็นต้น LDH จัดเป็นวัสดุอนินทรีย์ชนิดหนึ่งที่มีหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ จึงสามารถทำการซิลิเลชันเพื่อตัดแปรมีวได้ โดยการตัดแปรมีวของ LDH ผ่านการทำซิลิเลชันก่อนนำไปผสมกับสารยึดติดฐานพียู มี 2 วิธี ดังนี้

#### 1. ซิลิเลชันแบบเปียก (wet silylation)

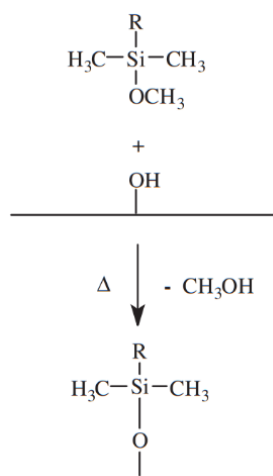
เมื่อสารคู่ควบไฮเลนอยู่ในสถานะที่มีน้ำหรือความชื้น สารคู่ควบไฮเลนเกิดปฏิกิริยาซิลิเลชันผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของหมู่แอลคอกซี เช่น หมู่เอทอกซี (ethoxy group, -OCH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>) และหมู่เมทอกซี (methoxy group, -OCH<sub>3</sub>) เป็นต้น ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นหมู่ไฮดรอกซิล (silanol group, -Si-OH) ซึ่งไม่เสถียร หมู่ไฮดรอกซิลจึงเกิดปฏิกิริยาควบนั่นเอง (self-condensation) กับหมู่ไฮดรอกซิลใกล้เคียงหรือเกิดปฏิกิริยาควบนั่น (condensation) กับหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของ LDH พร้อมกับกำจัดน้ำออกมา ทำให้ได้พันธะซิลอกเซน (siloxane, -Si-O-Si-) และพันธะ -Si-O-metal บนผิวของ LDH ดังแสดงในรูปที่ 2.14 ข้อดีของการทำซิลิเลชันแบบเปียก คือ LDH ได้รับการตัดแปรมีวอย่างสม่ำเสมอและใช้สารคู่ควบไฮเลนที่ความเข้มข้นต่ำ แต่ข้อเสีย คือ ถ้าในระบบมีปริมาณน้ำมากเกินไป หมู่ไฮดรอกซิลเกิดการทำพันธะกับโมเลกุลของน้ำมากกว่าควบนั่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของ LDH และหมู่ไฮดรอกซิลเกิดการควบนั่นเองมากกว่าควบนั่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของ LDH [29, 30]



รูปที่ 2.14 ปฏิกิริยาซิลิเลชันแบบเปียก [30]

## 2. ซิลิเลชันแบบแห้ง (dry silylation)

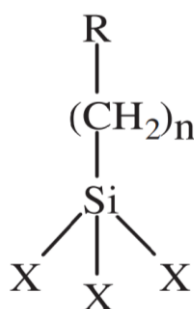
เมื่อสารคู่ควบไซเลนอยู่ในสถานะที่ปราศจากน้ำ หมู่อัลคอกซีของสารคู่ควบไซเลนสามารถเกิดปฏิกิริยาควแน่นกับหมู่อิโตรอกซิลบนผิวของ LDH ได้โดยตรง โดยไม่ผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิประมาณ 50-120 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 4-12 ชั่วโมง ทำให้ได้พันธะไซลอกเซนและพันธะ -Si-O-metal บนผิวของ LDH พร้อมกับกำจัดแอลกอฮอล์ออกมา ดังแสดงในรูปที่ 2.15 เครื่องผสมที่มีความเร็วรอบสูง (high speed mixer) ถูกนำมาใช้เพื่อให้สารคู่ควบไซเลนเกิดการกระจายตัวได้ดีบนผิวของ LDH ข้อดีของการทำซิลิเลชันแบบแห้ง คือ ใช้ระยะเวลาสั้นและเกิดของเสียจากการผลิตน้อย ทำให้ซิลิเลชันแบบแห้งเป็นที่นิยมในระดับอุตสาหกรรม แต่ข้อเสีย คือ ต้องใช้สารคู่ควบไซเลนที่มีความเข้มข้นสูง และ LDH ได้รับการตัดแปรผิวที่สม่ำเสมอค่อนข้างยากเมื่อเทียบกับซิลิเลชันแบบเปียก [31]



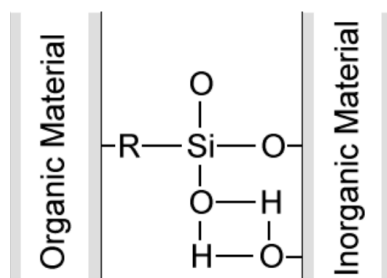
รูปที่ 2.15 ปฏิกิริยาซิลิเลชันแบบแห้ง [31]

### 2.3.2.2 สารคู่ควบไซเลน

สารคู่ควบไซเลน (silane coupling agent) มีสูตรเคมีทั่วไปคือ  $\text{R}-(\text{CH}_2)_n-\text{Si}-\text{X}_3$  ประกอบด้วยธาตุซิลิคอน (silicon, Si) เป็นอะตอมกลาง โดย R คือหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์ เช่น หมู่ไวนิล (vinyl group) หมู่เมทิล (methyl group) หมู่อีพอกซี (epoxy group) และหมู่เอมีน (amine group) เป็นต้น และ X คือหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์ ได้แก่ หมู่เมทอกซี (methoxy group) และหมู่เอทอกซี (ethoxy group) โครงสร้างของสารคู่ควบไซเลนแสดงดังรูปที่ 2.16 ซึ่งมีหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์รวมอยู่ด้วยกันภายในโครงสร้างของสารคู่ควบไซเลน หมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์สามารถทำพันธะเคมีกับวัสดุอินทรีย์ได้ เช่น พอลิเมอร์ และยาง เป็นต้น และหมู่ฟังก์ชันสารอนินทรีย์สามารถทำพันธะเคมีกับวัสดุอนินทรีย์ได้ เช่น แร่ โลหะ ไฟเบอร์ และเซรามิก เป็นต้น ดังนั้นสารคู่ควบไซเลนจึงทำหน้าที่เป็นตัวประสานหรือตัวกลางเชื่อมระหว่างวัสดุอินทรีย์กับวัสดุอนินทรีย์ ซึ่งโดยปกติไม่ยึดติดกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.17 ตารางที่ 2.3 แสดงชนิดของสารคู่ควบไซเลนที่สามารถนำไปใช้งานเป็นตัวประสานที่ดีกับพอลิเมอร์ [15, 32]



รูปที่ 2.16 โครงสร้างทั่วไปของสารคู่ควบไซเลน [32]



รูปที่ 2.17 สารคู่ควบไซเลนเป็นตัวกลางเชื่อมระหว่างวัสดุอินทรีย์และวัสดุอนินทรีย์ [15]

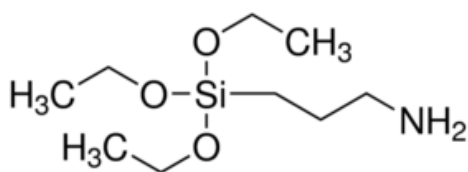
ตารางที่ 2.3 ชนิดของสารคู่ควบไซเลนที่สามารถนำไปใช้งานเป็นตัวประสานที่ดีกับพอลิเมอร์ได้ [32]

Chemical Type	Chemical Name	Curing Agent for Polymer Type/Application
Amine	Aminopropyltriethoxysilane	Acrylic, nylon, epoxy, phenolics, melamines, PVC, urethanes, nitrile rubber
Diamine	Diaminopropyltrimethoxysilane	Acrylic, nylon, epoxy, phenolics, melamines, PVC, urethanes, nitrile rubber
Methacrylate	3-Methacryloxypropyltrimethoxysilane	Unsaturated polyesters, acrylics, EVA, polyolefin
Epoxy	3-Glycidoxypropyltrimethoxysilane	Epoxy, PBT, urethanes, acrylics, polysulfides
Methyl	Methyltrimethoxysilane	Hydrophobing agent for mineral surfaces
Isobutyl	Isobutyltrimethoxysilane	Hydrophobing agent for mineral surfaces, masonry water repellent
Phenyl	Phenyltrimethoxysilane	Hydrophobing, dispersing aid for minerals, blends with silanes, thermal stability
Octyl	Octyltriethoxysilane	Hydrophobing, dispersion of minerals in polyolefins, masonry water repellent
Vinyl	Vinyltrimethoxysilane	Graft to polyethylene for moisture cross-linking EPDM rubber, SBR, polyolefin
Chloroalkyl	3-Chloropropyltrimethoxysilane	Urethanes, epoxy, nylon, phenolics, polyolefins
Chloroalkyl	3-Chloropropyltriethoxysilane	Urethanes, epoxy, nylon, phenolics, polyolefins
Vinylbenzylamino types	Vinylbenzylaminotrimethoxysilane	Epoxies for PCBs, polyolefins, all polymer

### 2.3.2.3 อะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน

อะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน ((3-aminopropyl)triethoxysilane, APS) เป็นสารคู่ควบไซเลนที่มีหมู่ฟังก์ชันสารอนินทรีย์เป็นหมู่เอทอกซีและหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์เป็นหมู่อะมิโนโพรพิล ดังแสดงในรูปที่ 2.18 มีลักษณะทางกายภาพเป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีกลิ่นฉุน สูตรโมเลกุลคือ  $C_9H_{23}NO_3Si$  น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 221.4 g/mol มีค่าแรงตึงผิววิกฤติเท่ากับ 35.0 mN/m และมีจุดเดือดเท่ากับ 217 องศาเซลเซียส [33]

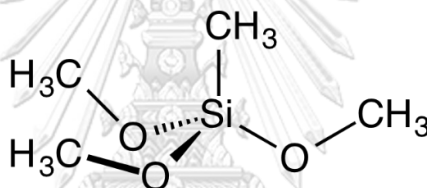




รูปที่ 2.18 โครงสร้างของอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน [33]

### 2.3.2.4 เมทิลไตรเมทอกซีไซเลน

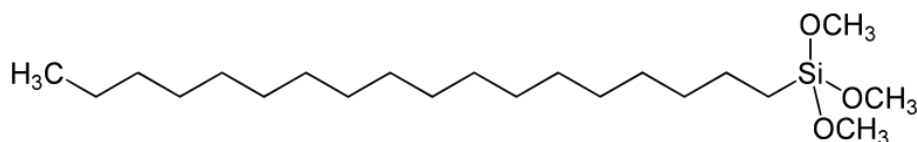
เมทิลไตรเมทอกซีไซเลน ((methyl(trimethoxy)silane, MTMS) เป็นสารคู่ควบไซเลนที่มีหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์เป็นหมู่เมทอกซีและหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์เป็นหมู่เมทิล ดังแสดงในรูปที่ 2.19 มีลักษณะทางกายภาพเป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีกลิ่นฉุน สูตรโมเลกุลคือ  $C_4H_{12}O_3Si$  น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 136.2 g/mol มีค่าแรงตึงผิววิกฤติเท่ากับ 22.5 mN/m และมีจุดเดือดเท่ากับ 104 องศาเซลเซียส [34]



รูปที่ 2.19 โครงสร้างของเมทิลไตรเมทอกซีไซเลน [34]

### 2.3.2.5 ออกตะเดคซิลไตรเมทอกซีไซเลน

ออกตะเดคซิลไตรเมทอกซีไซเลน ((octadecyl(trimethoxy)silane, OTMS) เป็นสารคู่ควบไซเลนที่มีหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์เป็นหมู่เมทอกซีและหมู่ฟังก์ชันสารอินทรีย์เป็นหมู่ ออกตะเดคซิล ดังแสดงในรูปที่ 2.20 มีลักษณะทางกายภาพเป็นของเหลวใส ไม่มีสี และมีกลิ่นฉุน สูตรโมเลกุลคือ  $C_{21}H_{46}O_3Si$  น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 374.7 g/mol มีค่าแรงตึงผิววิกฤติเท่ากับ 27.6 mN/m และมีจุดเดือดเท่ากับ 170 องศาเซลเซียส [34]



รูปที่ 2.20 โครงสร้างของออกตะเดคซิลไตรเมทอกซีไซเลน [34]

## 2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Tao และคณะ [2] ศึกษาการดัดแปร MgAl LDH ผ่านการทำซิลิเลชันของ APS ด้วยวิธีที่แตกต่างกัน ได้แก่ วิธีไฮโดรไลซิสซิลิเลชัน (hydrolysis silylation) วิธีซิลิเลชันโดยตรง (direct silylation) และวิธีการสอดแทรกและซิลิเลชัน (intercalation and silylation) พบว่า การทำซิลิเลชันไม่สามารถเกิดขึ้นได้โดยตรงกับสารตั้งต้น MgAl LDH ที่เป็นของแข็งแห้ง แต่เมื่อใช้สารตั้งต้นเป็นตะกอน MgAl LDH พบว่า การทำซิลิเลชันสามารถเกิดขึ้นได้ผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ APS ทำให้ได้หมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของ MgAl LDH ได้ และเมื่อสอดแทรก SDS เข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ MgAl LDH พบว่า ช่องว่างระหว่างชั้นของ MgAl LDH กว้างมากขึ้น ทำให้ APS สามารถเข้าไปทำปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลภายในช่องว่างระหว่างชั้นได้มากขึ้น เมื่อพิจารณาองค์ประกอบทางเคมีของ APS พบว่า การสอดแทรก SDS ทำให้ APS มีรูปแบบพันธะ monodentate ( $T^1$ ) มากขึ้น จึงสรุปได้ว่าการสอดแทรก SDS เข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ MgAl LDH ทำให้ APS กระจายตัวในโครงสร้างของ MgAl LDH ได้มากขึ้น

Yuan และคณะ [35] ศึกษาผลของความเข้มข้นของ SDS ที่มีต่อสมบัติเชิงโครงสร้างและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ ความเข้มข้นของ SDS ที่ศึกษา ได้แก่ 0.0025, 0.0050, 0.0100, 0.0150 และ 0.0200 โมล พบว่า ที่ความเข้มข้นของ SDS ต่ำกว่า 0.0100 โมล โดเดคซิลซัลเฟตแอนไอออน (dodecyl sulfate anion,  $DS^-$  anion) ถูกยึดติดอยู่บริเวณผิวภายนอกและมุมของ MgAl LDH แต่ไม่สามารถเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ MgAl LDH ได้ ทำให้การทำซิลิเลชันของ APS เกิดได้แค่บริเวณผิวภายนอกของ MgAl LDH และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ SDS ให้มากกว่าหรือเท่ากับ 0.0100 โมล พบว่า  $DS^-$  anion สามารถเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ MgAl LDH ได้ ทำให้การทำซิลิเลชันของ APS เกิดขึ้นในช่องว่างระหว่างชั้นได้ และอนุภาคของ MgAl LDH มีขนาดใหญ่ขึ้น จึงสรุปได้ว่าการเพิ่มความเข้มข้นของ SDS ทำให้ช่องว่างระหว่างชั้นของ MgAl LDH กว้างมากขึ้น และเกิดซิลิเลชันภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ MgAl LDH ได้มากขึ้น

He และคณะ [30] ศึกษาการดัดแปรโครงสร้างและผิวที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ซึ่งผ่านการดัดแปรโครงสร้างด้วยการสอดแทรก SDS และผ่านการดัดแปรผิวด้วยการทำซิลิเลชันแบบเปียกของ APS พบว่า โครงสร้างของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรมีวัฏภาค SDS เกิดขึ้น ซึ่งเกิดจากการเกาะรวมตัวกันของ SDS และพบพันธะไฮดรอกเซน  $-Si-O-Si-$  และพันธะ  $-Si-O-M-$  ใน MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ซึ่งแสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาควบแน่นระหว่าง APS กับ APS และ APS กับ MgAl LDH ตามลำดับ อีกทั้ง MgAl LDH ที่ผ่านการ

ตัดแปรมีอุณหภูมิการกำจัดหมู่ไฮดรอกซิล (dehydroxylation) เพิ่มขึ้น ส่งผลให้เสถียรภาพทางความร้อนสูงขึ้นเมื่อเทียบกับ MgAl LDH ที่ไม่ผ่านการตัดแปร ดังนั้นสามารถนำ MgAl LDH ที่ผ่านการตัดแปรไปประยุกต์ใช้ในงานพอลิเมอร์เพื่อช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ได้

Zhang และคณะ [32] ศึกษาวัสดุนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH โดย MgAl LDH ผ่านการตัดแปรโครงสร้างด้วยการสอดแทรก SDS และผ่านการตัดแปรผิวด้วยการทำซิลิเลชันแบบเปียกของ APS (LDH-SDS-APS) เมื่อผสม LDH-SDS-APS ปริมาณ 3 % โดยน้ำหนักลงในสารยึดติดฐานพียู พบว่า สายโซ่พียูเกิดการสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH-SDS-APS ทำให้ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์แยกออกจากกัน จึงมีพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ของ LDH-SDS-APS กับสายโซ่พียูมากขึ้น หมู่ฟังก์ชันยูรีเทนจึงเกิดอันตรกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่เอมีนของ LDH-SDS-APS ได้มากขึ้น ส่งผลให้ LDH-SDS-APS กระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู และช่วยเพิ่มความต้านทานแรงเฉือน (shear strength) ของสารยึดติดฐานพียู จึงสรุปได้ว่า LDH-SDS-APS ปริมาณ 3 % โดยน้ำหนัก เป็นปริมาณที่เหมาะสมสำหรับนำไปผสมกับสารยึดติดฐานพียูเพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลของสารยึดติดฐานพียู

Kotal และคณะ [24] ศึกษาผลของปริมาณ MgAl LDH ที่ผ่านการตัดแปรที่มีต่อสมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการตัดแปร โดย MgAl LDH ผ่านการตัดแปรโครงสร้างด้วยการสอดแทรก SDS (LDH-SDS) ปริมาณ LDH-SDS ที่ศึกษา ได้แก่ 1, 3, 5 และ 8 % โดยน้ำหนัก พบว่า เมื่อเติม LDH-SDS ปริมาณ 1-3 % โดยน้ำหนัก ลงในสารยึดติดฐานพียู นาโนคอมพอสิตที่ได้พบชั้นโลหะไฮดรอกไซด์บางส่วนของ LDH-SDS เกิดการแยกออกจากกัน (partially exfoliated nanocomposites) ซึ่งเกิดจากสายโซ่พียูสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH-SDS แล้วดันให้ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์บางส่วนแยกออกจากกัน ส่งผลให้ LDH-SDS กระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู และช่วยเพิ่มความต้านทานแรงดึง (tensile strength) ของสารยึดติดฐานพียู แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ LDH-SDS เป็น 5-8 % โดยน้ำหนัก นาโนคอมพอสิตที่ได้พบสายโซ่พียูสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH-SDS (intercalated nanocomposites) และมี LDH-SDS เกาะรวมตัวกันในสารยึดติดฐานพียู ทำให้ความต้านทานแรงดึงของสารยึดติดฐานพียูลดลง จึงสรุปได้ว่าการเติม LDH-SDS ที่ปริมาณ 1-3 % โดยน้ำหนัก ลงในสารยึดติดฐานพียูช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลของสารยึดติดฐานพียูได้

### บทที่ 3

#### วิธีการดำเนินการวิจัย

#### 3.1 วัสดุและสารเคมี

##### 3.1.1 การสังเคราะห์ MgAl LDH

1. แมกนีเซียมไนเตรท (magnesium nitrate hexahydrate:  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ , AR grade 99%, Sigma Aldrich)
2. อะลูมิเนียมไนเตรท (aluminum nitrate nonahydrate:  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ , AR grade 98%, Sigma Aldrich)
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide: NaOH, AR grade, Loba Chemie)
4. น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

##### 3.1.2 การดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH

1. โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulfate:  $C_{12}H_{25}O_4SNa$ , GC grade 98%, Sigma Aldrich)
2. 3-อะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน (3-aminopropyltriethoxysilane:  $C_9H_{23}NO_3Si$ , AR grade 98%, Sigma Aldrich)
3. เมทิลไตรเมทอกซีไซเลน (methyltrimethoxysilane:  $C_4H_{12}O_3Si$ , GC grade 98%, Fluka)
4. ออกตะเดซิลไตรเมทอกซีไซเลน (octadecyltrimethoxysilane:  $C_{21}H_{46}O_3Si$ , technical grade, Sigma Aldrich)
5. เอทานอล (ethanol:  $C_2H_6O$ , AR grade, Merck)
6. แก๊สไนโตรเจน ( $N_2$ , 99.99%, Thai Japan Gas Co.,Ltd.)

##### 3.1.3 การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

1. สารยึดติดฐานพียู (polyurethane adhesive, PU-019, ตราแปดเซียน)
2. เอทิลแอซิเตต (ethyl acetate:  $C_4H_8O_2$ , AR grade, Merck)

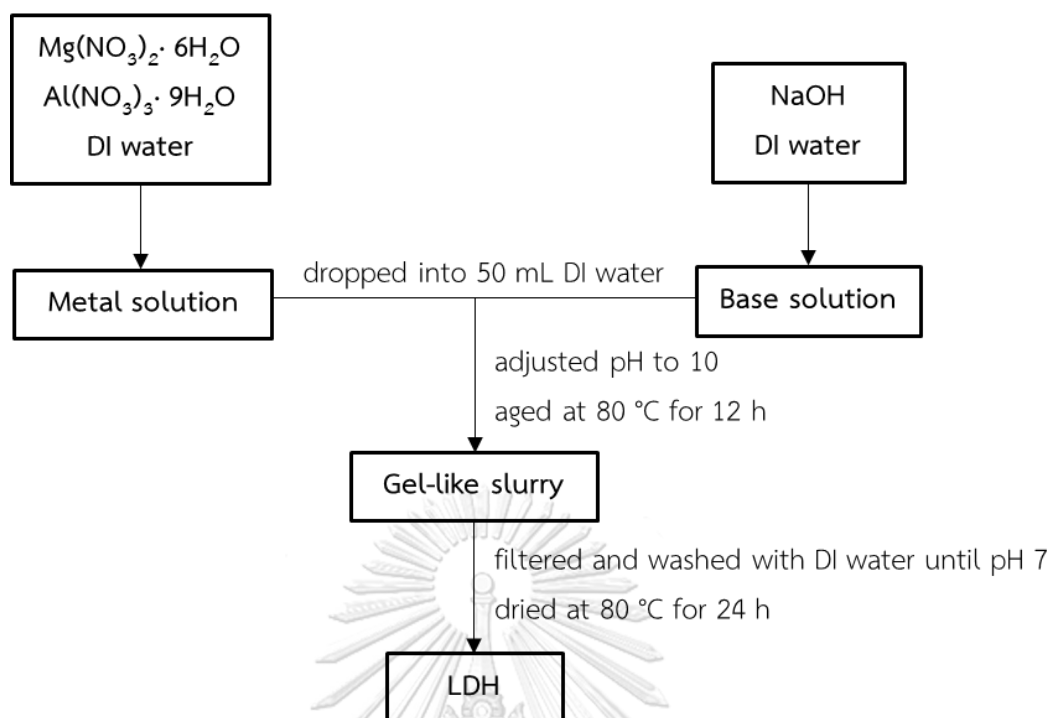
### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้

1. ปีกเกอร์ (beaker)
2. กรวยหยด (dropping funnel)
3. ขวดก้นกลมสามคอ (three-neck round-bottom flask)
4. แท่งกวนแม่เหล็ก (magnetic bar)
5. กระบอกตวง (graduated cylinder)
6. หลอดหยดสารแบบแก้ว (glass dropper) และจุกยาง (rubber bulb)
7. ขวดลดความดัน (suction flask) และกรวยบุชเนอร์ (Buchner funnel)
8. คอนเดนเซอร์ไ้ใส่กระเปราะ (allihn condenser)
9. กระดาษชั่งสาร (weighting paper)
10. กระดาษกรอง (filter paper)
11. กระดาษลิตมัส (litmus paper)
12. กระจกนาฬิกา (watch glass)
13. ช้อนตักสารสแตนเลส (stainless spatula)
14. โกร่งบดยา (pestle and mortar)
15. ขวดแก้วพร้อมฝาปิด (laboratory bottle with PP-screw cap)
16. เครื่องชั่งสาร (analytical balance)
17. เครื่องวัดกรด-เบส (pH meter)
18. โถปลอดความชื้น (desiccator)
19. เครื่องกวนสารพร้อมให้ความร้อน (hot-plate stirrer) และเทอร์โมคัปเปิล (thermocouple)
20. ปุ่มดูดอากาศ (aspirator pump)
21. อ่างน้ำมันซิลิโคน (silicone oil bath)
22. อ่างน้ำ (water bath)
23. ตู้อบไฟฟ้า (electric oven)
24. เครื่องคลื่นเสียงความถี่สูง (sonicator)

### 3.3 การสังเคราะห์ MgAl LDH

การสังเคราะห์ MgAl LDH ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม แสดงดังรูปที่ 3.1 มีขั้นตอนดังนี้

- (1) ละลาย  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  (9.6 กรัม) และ  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  (4.7 กรัม) ในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 44 มิลลิลิตร กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จนได้สารละลายที่มีลักษณะใส ไม่มีสี
- (2) เตรียมสารละลายเบส โดยชั่ง NaOH 4.0 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 มิลลิลิตร กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จนสารละลายที่ได้มีลักษณะใส ไม่มีสี
- (3) ใช้กรวยหยดของเหลวหยดสารละลายในข้อ (1) และ (2) อย่างช้า ๆ ลงในปิกเกอร์ที่มีน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 50 มิลลิลิตร พร้อมกับกวนสารละลายตลอดเวลา ปรับค่าพีเอชของสารละลาย ให้เท่ากับ 10 ( $pH \approx 10$ ) โดยค่อย ๆ หยดสารละลาย NaOH จนกระทั่งค่าพีเอชคงที่เท่ากับ 10 และ กวนต่อเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเทของผสมที่ได้จากการตกตะกอนร่วมใส่ขวดแก้วและปิดฝา นำไปกวนในอ่างน้ำมันซิลิโคนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- (4) กรองตะกอนสีขาวจากของผสมในข้อ (3) ด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศโดยใช้กระดาษกรอง เบอร์ 42 และล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนกระทั่งค่าพีเอชของน้ำล้างเป็นกลาง ( $pH \approx 7$ )
- (5) นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และบดให้ละเอียด ได้ผงของแข็งสีขาว โดยเขียนแทนด้วย LDH

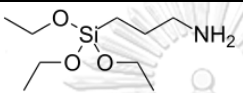
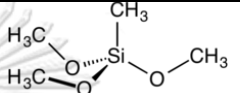
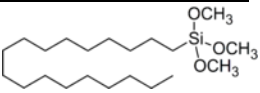


รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ LDH ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม

### 3.4 การดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH

การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และการดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิลิเลชันของสารคู่ควบไซเลนที่แตกต่างกัน แสดงดังตารางที่ 3.1 ภายใต้ภาวะแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยมีเอทานอลเป็นตัวทำละลาย มีทั้งหมด 4 วิธี ได้แก่ ซิลิเลชันแบบแห้ง, ซิลิเลชันแบบเปียก, การสอดแทรกและซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ และการสอดแทรกและซิลิเลชันพร้อมกัน แสดงดังตารางที่ 3.2 ใช้สัญลักษณ์เป็น LDH<sub>x</sub>-SDS<sub>n</sub>-S<sub>m</sub> โดย x คือ d, w และ c แทนวิธีการดัดแปร MgAl LDH n คือ 1.0 แทนอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al m คือ 2.4 แทนอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al และ S คือ APS แทนชนิดของสารคู่ควบไซเลน

ตารางที่ 3.1 สมบัติทางกายภาพและโครงสร้างของสารคู่ควบไซเลนแต่ละชนิด [36]

Chemical name	(3-aminopropyl) triethoxysilane	Methyl(trimethoxy) silane	Octadecyl-(trimethoxy)silane
Abbreviation	APS	MTMS	OTMS
Molecular weight (g/mol)	221.4	136.2	374.7
Boiling point (°C)	217	102-104	170
Critical surface tension (mN/m)	35.0	22.5	27.6
Structure			

ตารางที่ 3.2 วิธีการดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH

Sample	Structural and surface modification method
LDH <sub>d</sub> -APS <sub>2.4</sub>	ซิลิเลชันแบบแห้ง (dry silylation)
LDH <sub>w</sub> -APS <sub>2.4</sub>	ซิลิเลชันแบบเปียก (wet silylation)
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>	การสอดแทรกและซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ (intercalation and wet silylation respectively)
LDH <sub>c</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>	การสอดแทรกและซิลิเลชันพร้อมกัน (intercalation and silylation together)



### 3.4.1 ซิลิเลชันแบบแห้ง

การตัดแปรผิวของ MgAl LDH ด้วยการทำซิลิเลชันแบบแห้ง แสดงดังรูปที่ 3.2 มีขั้นตอนดังนี้

(1) ละลาย  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  (9.6 กรัม) และ  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  (4.7 กรัม) ในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 44 มิลลิลิตร กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จนได้สารละลายที่มีลักษณะใส ไม่มีสี

(2) เตรียมสารละลายเบส โดยชั่ง NaOH 4.0 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 มิลลิลิตร กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จนสารละลายที่ได้มีลักษณะใสไม่มีสี

(3) ใช้กรวยหยดของเหลวหยดสารละลายในข้อ (1) และ (2) อย่างช้า ๆ ลงในปิกเกอร์ที่มีน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 50 มิลลิลิตร พร้อมกับกวนสารละลายตลอดเวลา ปรับค่าพีเอชของสารละลายให้เท่ากับ 10 ( $pH \approx 10$ ) โดยค่อย ๆ หยดสารละลาย NaOH จนกระทั่งค่าพีเอชคงที่เท่ากับ 10 และกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเทของผสมที่ได้จากการตกตะกอนรวมใส่ขวดแก้วและปิดฝานำไปกวนในอ่างน้ำมันซิลิโคนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

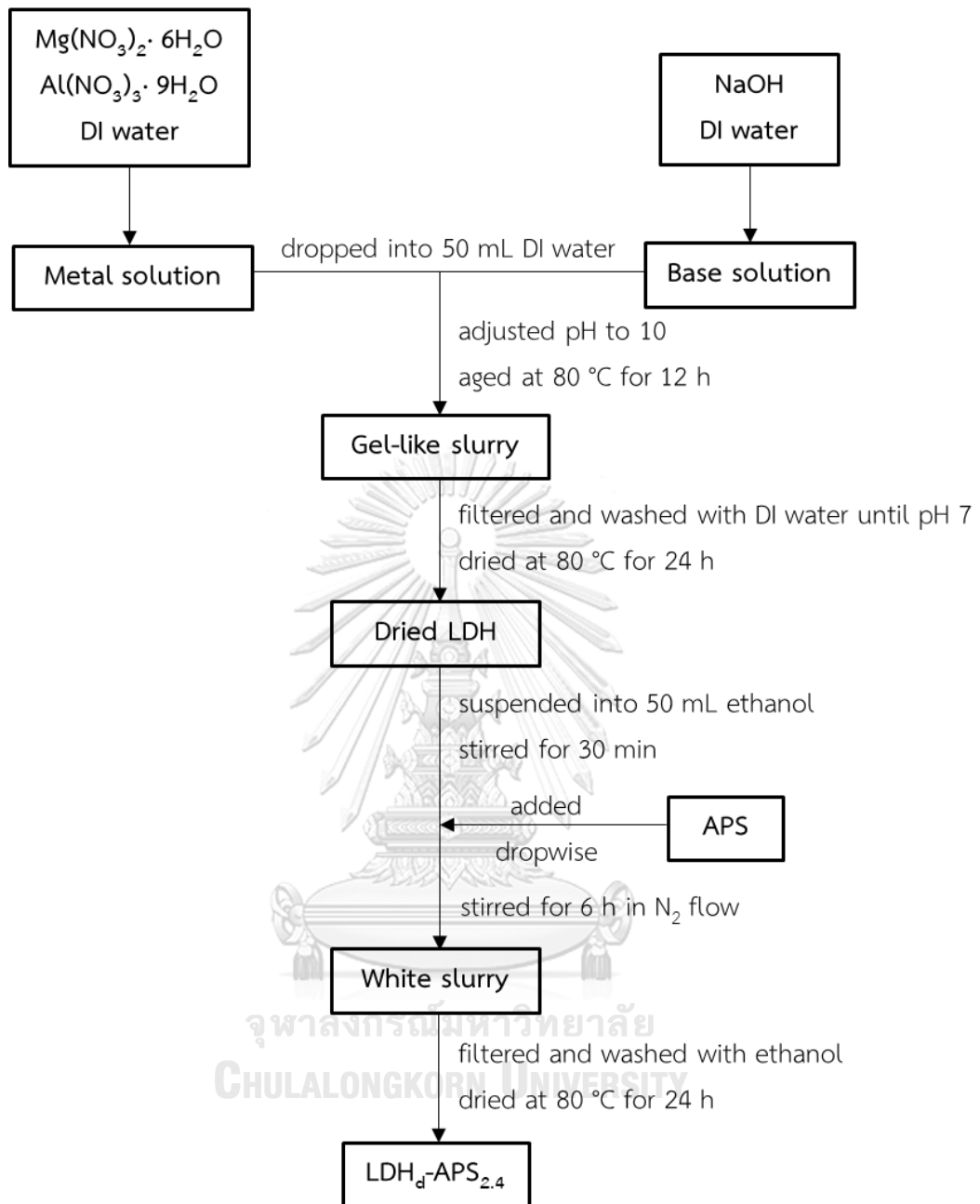
(4) กรองตะกอนสีขาวจากของผสมในข้อ (3) ด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนกระทั่งค่าพีเอชของน้ำล้างเป็นกลาง ( $pH \approx 7$ )

(5) นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และบดให้ละเอียด ได้ผงของแข็งสีขาว

(6) นำผงสีขาวที่ได้ไปกวนในเอทานอลปริมาตร 50 มิลลิลิตร ด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นค่อย ๆ หยด APS ปริมาตร 7 มิลลิลิตร ลงในสารละลายและกวนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กภายใต้ภาวะแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยคิดเป็นอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เท่ากับ 2.4 : 1.0 เมื่อครบเวลาได้ของผสมที่มีสีขาว

(7) กรองตะกอนสีขาวจากของผสมในข้อ (6) ด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และล้างด้วยเอทานอลปริมาตร 500 มิลลิลิตร

(8) นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และบดให้ละเอียด ได้ผงของแข็งสีขาว โดยเขียนแทนด้วย  $LDH_d-APS_{2.4}$

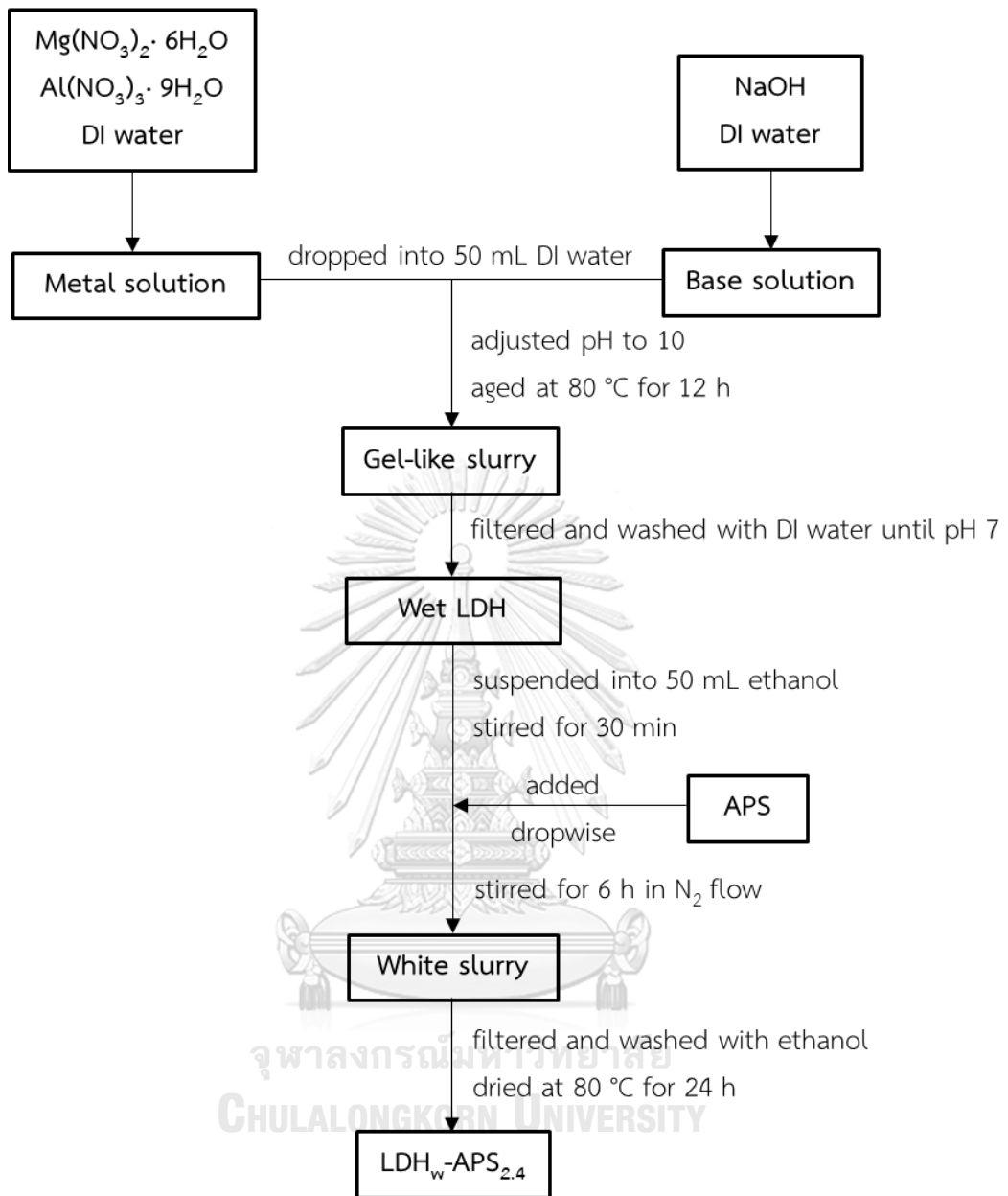


รูปที่ 3.2 การดัดแปรผิวของ MgAl LDH ด้วยการทำซิริเลชันแบบแห้ง

### 3.4.2 ซิลิเลชันแบบเปียก

การตัดแปรผิวของ MgAl LDH ด้วยการทำซิลิเลชันแบบเปียก แสดงดังรูปที่ 3.3 มีขั้นตอนดังนี้

- (1) ละลาย  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  (9.6 กรัม) และ  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  (4.7 กรัม) ในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 44 มิลลิลิตร กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จนได้สารละลายที่มีลักษณะใส ไม่มีสี
- (2) เตรียมสารละลายเบส โดยชั่ง NaOH 4.0 กรัม ละลายในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 มิลลิลิตร กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จนสารละลายที่ได้มีลักษณะใสไม่มีสี
- (3) ใช้กรวยหยดของเหลวหยดสารละลายในข้อ (1) และ (2) อย่างช้า ๆ ลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 50 มิลลิลิตร พร้อมกับกวนสารละลายตลอดเวลา ปรับค่าพีเอชของสารละลายให้เท่ากับ 10 ( $pH \approx 10$ ) โดยค่อย ๆ หยดสารละลาย NaOH จนกระทั่งค่าพีเอชคงที่เท่ากับ 10 และกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเทของผสมที่ได้จากการตกตะกอนรวมใส่ขวดแก้วและปิดฝานำไปกวนในอ่างน้ำมันซิลิโคนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- (4) กรองตะกอนสีขาวจากของผสมในข้อ (3) ด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนกระทั่งค่าพีเอชของน้ำล้างเป็นกลาง ( $pH \approx 7$ )
- (5) นำตะกอนสีขาวที่ได้ไปกวนในเอทานอลปริมาตร 50 มิลลิลิตร ด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นค่อย ๆ หยด APS ปริมาตร 7 มิลลิลิตร ลงในสารละลายและกวนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กภายใต้ภาวะแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยคิดเป็นอัตราส่วนโมลของ APS : Al เท่ากับ 2.4 : 1.0 เมื่อครบเวลาได้ของผสมที่มีสีขาว
- (6) กรองตะกอนสีขาวจากของผสมในข้อ (5) ด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และล้างด้วยเอทานอลปริมาตร 500 มิลลิลิตร
- (7) นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และบดให้ละเอียด ได้ผงของแข็งสีขาว โดยเขียนแทนด้วย  $LDH_w-APS_{2.4}$

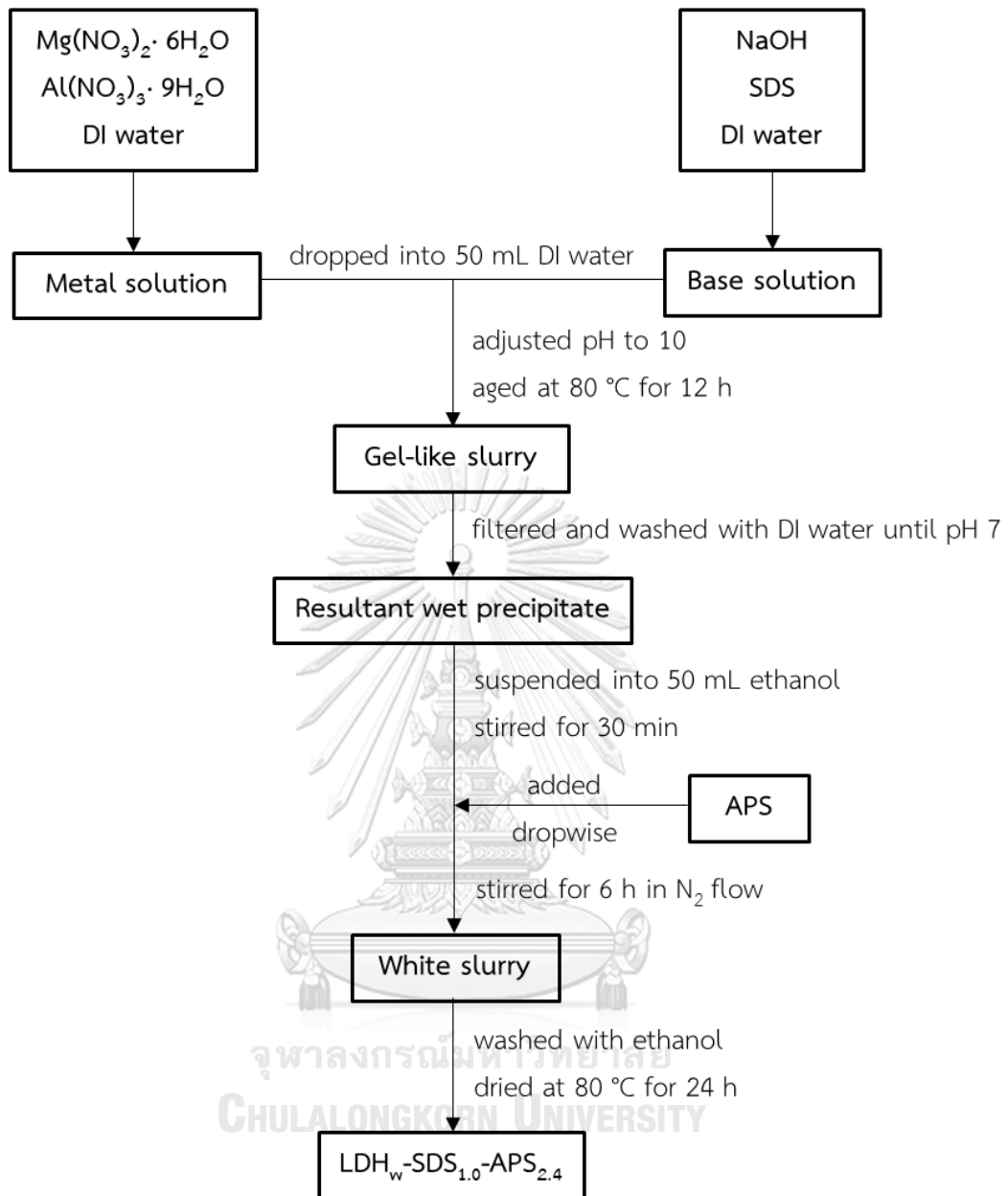


รูปที่ 3.3 การดัดแปรผิวของ MgAl LDH ด้วยการทำซิลิเลชันแบบเปียก

### 3.4.3 การสอตแทรกและซิติเลชันแบบเปียกตามลำดับ

การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอตแทรก SDS และการดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำให้ซิติเลชันแบบเปียกตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 3.4 มีขั้นตอนดังนี้

- (1) ละลาย  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  (9.6 กรัม) และ  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  (4.7 กรัม) ในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 44 มิลลิลิตร กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จนได้สารละลายที่มีลักษณะใส ไม่มีสี
- (2) ละลาย NaOH (4.0 กรัม) และ SDS (3.6 กรัม) ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 มิลลิลิตร โดยคิดเป็นอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 1.0 : 1.0 กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15 นาที จนได้สารละลายที่มีลักษณะใสไม่มีสี
- (3) ใช้กรวยหยดของเหลวหยดสารละลายในข้อ (1) และ (2) อย่างช้า ๆ ลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 50 มิลลิลิตร พร้อมกับกวนสารละลายตลอดเวลา ปรับค่าพีเอชของสารละลายให้เท่ากับ 10 ( $pH \approx 10$ ) โดยค่อย ๆ หยดสารละลาย NaOH จนกระทั่งค่าพีเอชคงที่เท่ากับ 10 และกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเทของผสมที่ได้จากการตกตะกอนร่วมใส่ขวดแก้วและปิดฝานำไปกวนในอ่างน้ำมันซิลิโคนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- (4) กรองตะกอนสีขาวจากของผสมในข้อ (3) ด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนกระทั่งค่าพีเอชของน้ำล้างเป็นกลาง ( $pH \approx 7$ )
- (5) นำตะกอนสีขาวที่ได้ไปกวนในเอทานอลปริมาตร 50 มิลลิลิตร ด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นค่อย ๆ หยด APS ปริมาตร 7 มิลลิลิตร ลงในสารละลายและกวนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กภายใต้ภาวะแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยคิดเป็นอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เท่ากับ 2.4 : 1.0 เมื่อครบเวลาได้ของผสมที่มีสีขาว
- (6) กรองตะกอนสีขาวจากของผสมในข้อ (5) ด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และล้างด้วยเอทานอลปริมาตร 500 มิลลิลิตร
- (7) นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และบดให้ละเอียด ได้ผงของแข็งสีขาว โดยเขียนแทนด้วย  $LDH_w\text{-}SDS_{1.0}\text{-}APS_{2.4}$

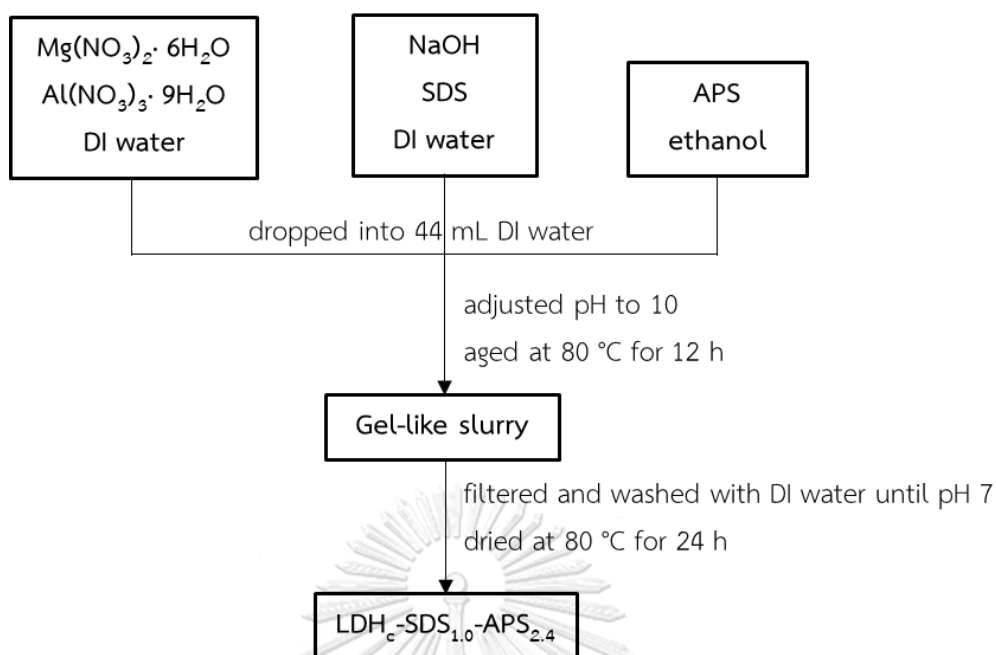


รูปที่ 3.4 การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และ การดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิติเลชันแบบเปียกตามลำดับ

### 3.4.4 การสอตแทรกและซิติเลชันพร้อมกัน

การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอตแทรก SDS และการดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำให้ซิติเลชันพร้อมกัน แสดงดังรูปที่ 3.5 มีขั้นตอนดังนี้

- (1) ละลาย  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  (9.6 กรัม) และ  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  (4.7 กรัม) ในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 44 มิลลิลิตร กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที จนได้สารละลายที่มีลักษณะใส ไม่มีสี
- (2) ละลาย NaOH (4.0 กรัม) และ SDS (3.6 กรัม) ในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 มิลลิลิตร โดยคิดเป็นอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 1.0 : 1.0 กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15 นาที จนได้สารละลายที่มีลักษณะใสไม่มีสี
- (3) เตรียมสารละลายสารคู่ควบไซเลน โดยผสม APS ปริมาตร 7 มิลลิลิตร ในเอทานอลปริมาตร 50 มิลลิลิตร คิดเป็นอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เท่ากับ 2.4 : 1.0 กวนสารละลายที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที
- (4) ใช้กรวยหยดของเหลวหยดสารละลายในข้อ (1) (2) และ (3) อย่างช้า ๆ ลงในปิกเกอร์ที่มีน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 44 มิลลิลิตร พร้อมกับกวนสารละลายตลอดเวลา ปรับค่าพีเอชของสารละลายให้เท่ากับ 10 ( $pH \approx 10$ ) โดยค่อย ๆ หยดสารละลาย NaOH จนกระทั่งค่าพีเอชอยู่ที่เท่ากับ 10 และกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเทของผสมที่ได้จากการตกตะกอนร่วมใส่ขวดแก้ว และปิดฝานำไปกวนในอ่างน้ำมันซิลิโคนด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- (5) กรองตะกอนสีขาวจากของผสมในข้อ (4) ด้วยชุดกรองพร้อมปั๊มดูดอากาศโดยใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 และล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จนกระทั่งค่าพีเอชของน้ำล้างเป็นกลาง ( $pH \approx 7$ )
- (6) นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และบดให้ละเอียด ได้ผงของแข็งสีขาว โดยเขียนแทนด้วย  $LDH_c\text{-}SDS_{1.0}\text{-}APS_{2.4}$



รูปที่ 3.5 การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และ การดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิติเลชันพร้อมกัน

### 3.4.5 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al

การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS ที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกันได้แก่ 0.6 : 1.0, 0.8 : 1.0, 1.0 : 1.0 และ 1.2 : 1.0 แสดงดังตารางที่ 3.3 ใช้สัญลักษณ์เป็น  $LDH_x-SDS_n-S_m$  โดย  $x$  คือ  $w$  แทนวิธีการดัดแปร MgAl LDH ด้วยการสอดแทรก และซิติเลชันแบบเปียกตามลำดับ  $n$  คือ 0.6, 0.8, 1.0 และ 1.2 แทนอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al  $m$  คือ 2.4 แทนอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al และ  $S$  คือ APS แทนชนิดของสารคู่ควบไซเลน

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al และ APS : Al ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

Sample	Chemical composition (mole)			Molar ratio	
	$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	SDS	APS	SDS : Al	APS : Al
$LDH_w-SDS_{1.0}$	0.0125	0.0125	-	1.0 : 1.0	-
$LDH_w-APS_{2.4}$	0.0125	-	0.0300	-	2.4 : 1.0
$LDH_w-SDS_{0.6}-APS_{2.4}$	0.0125	0.0075	0.0300	0.6 : 1.0	2.4 : 1.0
$LDH_w-SDS_{0.8}-APS_{2.4}$	0.0125	0.0100	0.0300	0.8 : 1.0	2.4 : 1.0
$LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$	0.0125	0.0125	0.0300	1.0 : 1.0	2.4 : 1.0
$LDH_w-SDS_{1.2}-APS_{2.4}$	0.0125	0.0150	0.0300	1.2 : 1.0	2.4 : 1.0



### 3.4.6 ผลของชนิดสารคู่ควบไซเลน

การดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิลิเลชันแบบเปียก ด้วยชนิดสารคู่ควบไซเลนที่แตกต่างกัน ได้แก่ APS, MTMS และ OTMS แสดงดังตารางที่ 3.4 ใช้สัญลักษณ์เป็น  $LDH_x-SDS_n-S_m$  โดย  $x$  คือ  $w$  แทนวิธีการดัดแปร MgAl LDH ด้วยการสอดแทรกและซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ  $n$  คือ 1.0 แทนอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al  $m$  คือ 2.4 แทนอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al และ  $S$  คือ APS, MTMS และ OTMS แทนชนิดของสารคู่ควบไซเลน

**ตารางที่ 3.4** ชนิดสารคู่ควบไซเลนและอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al และสารคู่ควบไซเลน : Al ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

Sample	Type of silane	Molar ratio	
		SDS : Al	Silane : Al
$LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$	(3-aminopropyl)triethoxysilane	1.0 : 1.0	2.4 : 1.0
$LDH_w-SDS_{1.0}-MTMS_{2.4}$	methyl(trimethoxy)silane	1.0 : 1.0	2.4 : 1.0
$LDH_w-SDS_{1.0}-OTMS_{2.4}$	octadecyl(trimethoxy)silane	1.0 : 1.0	2.4 : 1.0

### 3.4.7 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al

การดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิลิเลชันแบบเปียก ที่อัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al แตกต่างกันได้แก่ 1.4 : 1.0, 2.4 : 1.0 และ 3.4 : 1.0 แสดงดังตารางที่ 3.5 ใช้สัญลักษณ์เป็น  $LDH_x-SDS_n-S_m$  โดย  $x$  คือ  $w$  แทนวิธีการดัดแปร MgAl LDH ด้วยการสอดแทรกและซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ  $n$  คือ 1.0 แทนอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al  $m$  คือ 1.4, 2.4 และ 3.4 แทนอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al และ  $S$  คือ APS แทนชนิดของสารคู่ควบไซเลน

**ตารางที่ 3.5** อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al และ APS : Al ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

Sample	Chemical composition (mole)			Molar ratio	
	$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	SDS	APS	SDS : Al	APS : Al
$LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{1.4}$	0.0125	0.0125	0.0175	1.0 : 1.0	1.4 : 1.0
$LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$	0.0125	0.0125	0.0300	1.0 : 1.0	2.4 : 1.0
$LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{3.4}$	0.0125	0.0125	0.0426	1.0 : 1.0	3.4 : 1.0

### 3.5 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ก่อนและหลังการตัดแปรรองสร้างและผิว

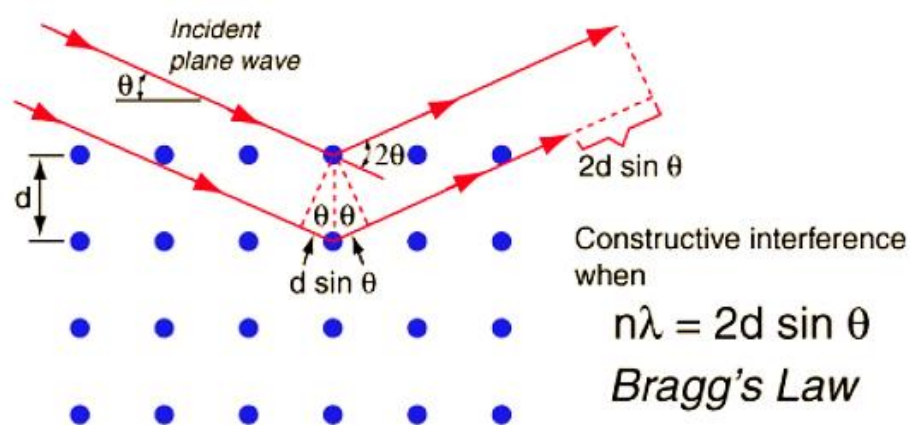
#### 3.5.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์: X-ray diffraction (XRD)

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและวัฏภาคโลหะของ MgAl LDH ก่อนและหลังการตัดแปรรองสร้างด้วยเทคนิค XRD ใช้เครื่อง X-ray diffractometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Discover ดังแสดงในรูปที่ 3.6 งานวิจัยนี้ใช้ความยาวคลื่นรังสีเอ็กซ์ชนิด Cu K $\alpha$  (ความยาวคลื่นเท่ากับ 1.5406 อังสตรอม) แรงดันไฟฟ้า 40 กิโลโวลต์ กระแสไฟฟ้า 40 มิลลิแอมแปร์ อัตราการสแกน 0.02 องศาต่อวินาที และมุม  $2\theta$  ในช่วง 1 ถึง 10 องศา สำหรับการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มุมแคบ (low angle analysis) และในช่วง 5 ถึง 80 องศา สำหรับการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มุมกว้าง (high angle analysis) การวิเคราะห์เริ่มจากเตรียมตัวอย่างประมาณ 1 ถึง 2 กรัม กดลงบนภาตใส่ตัวอย่างและเกลี่ยให้ผิวหน้าของตัวอย่างเรียบเสมอกับขอบของภาชนะใส่ตัวอย่าง จากนั้นนำไปประกอบบนแท่นวางตัวอย่างของเครื่อง XRD

เทคนิค XRD อาศัยหลักการยิงรังสีเอ็กซ์ที่ทราบความยาวคลื่นไปตกกระทบลงบนระนาบของผลึกตัวอย่าง การเลี้ยวเบนจะเกิดขึ้นเมื่อเส้นทางการเดินของรังสีทั้งสองต่างกันเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น สามารถคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ยิงผ่านผลึกในตัวอย่างได้โดยอาศัยหลักการของแบรกก์ (Bragg's law) หรือสมการ  $2d\sin\theta = n\lambda$  เมื่อรังสีตกกระทบทำมุม  $\theta$  กับระนาบของผลึกซึ่งมีระยะห่างระหว่างระนาบผลึกเท่ากับ  $d$  จะเกิดรังสีสะท้อนทำมุมขนาดเท่ากับมุมตกกระทบ ดังแสดงในรูปที่ 3.7 เทคนิค XRD สามารถใช้วิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคนี้แสดงเป็นรูปแบบ XRD (XRD pattern) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุมตกกระทบ ( $2\theta$ ) กับความเข้มของสัญญาณ (intensity) การระบุโครงสร้างหรือวัฏภาคของผลึกในตัวอย่างจากรูปแบบ XRD ใช้ตำแหน่งและความเข้มของพีคที่ปรากฏขึ้น ซึ่งแปรตามระนาบผลึก (crystal plane) และปริมาณของผลึก ตามลำดับ โดยสามารถนำมาวิเคราะห์หาสมบัติเชิงโครงสร้างได้ เช่น ระยะระหว่างระนาบ (d-spacing) ขนาดเซลล์หน่วย (unit cell parameter) และขนาดผลึกเฉลี่ย (average crystallite size) เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้ระบุวัฏภาค (phase) ของสารตัวอย่างเพื่อทราบถึงโครงสร้างว่าสารตัวอย่างดังกล่าวมีโครงสร้างหรือเป็นผลึกประเภทใด



รูปที่ 3.6 เครื่อง X-ray diffractometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Discover [37]



รูปที่ 3.7 รูปแบบการตกกระทบและการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในเทคนิค XRD ตามกฎของแบรกก์ [38]

การคำนวณของเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

(1) ระยะห่างระหว่างระนาบ คำนวณได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ตามกฎของแบรกก์  
ดังแสดงในสมการที่ (3.1)

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (3.1)$$

- เมื่อ  $d$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ, อังสตรอม (interplanar spacing, Å)  
 $\theta$  คือ มุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กับระนาบผลึก, องศา (angle between the X-ray and lattice plane, degree)  
 $N$  คือ จำนวนเต็มแทนอันดับการเลี้ยวเบน ( $n = 1$ )  
 $\lambda$  คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์, อังสตรอม (wavelength, Å)

(2) ขนาดเซลล์หน่วยเฮกซะโกนอล (hexagonal unit cell) ของ LDH คำนวณได้จากข้อมูลระนาบผลึกของวัสดุภาคที่สนใจ ดังแสดงในสมการที่ (3.2)

$$a_0 = d_{hkl} \times \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3.2)$$

- เมื่อ  $a_0$  คือ ขนาดเซลล์หน่วย, อังสตรอม (unit cell parameter, Å)  
 $d_{hkl}$  คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ, อังสตรอม (interplanar spacing, Å)  
 $h, k, l$  คือ ดัชนีระนาบผลึก

(3) ขนาดผลึกเฉลี่ย คำนวณได้จากข้อมูลระนาบผลึกที่สนใจด้วยสมการเชอร์เรอร์ (Scherrer's equation) ดังแสดงในสมการที่ (3.3)

$$D_p = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.3)$$

- เมื่อ  $D_p$  คือ ขนาดผลึกเฉลี่ย, อังสตรอม (crystallite size, Å)  
 $K$  คือ แฟกเตอร์รูปทรง (shape factor)  
 $\beta$  คือ ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีค, เรเดียน (full width at half maximum, radian)

### 3.5.2 เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี: Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)

การวิเคราะห์โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันของ MgAl LDH ก่อนและหลังการดัดแปร รวมถึงวิเคราะห์โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันของสารยึดติดฐานฟิยูด้วยเทคนิค FT-IR ใช้เครื่อง attenuated total reflection-fourier transform infrared spectrometer (ATR-FTIR) ยี่ห้อ Thermo Fisher Scientific รุ่น Nicolet iS5 ดังแสดงในรูปที่ 3.8 งานวิจัยนี้ใช้จำนวนรอบในการวิเคราะห์ 96 สแกน ที่ความละเอียดในการแยกพิก (resolution)  $4\text{ cm}^{-1}$  และความเร็วแสง (optical velocity)  $0.4747$  เซนติเมตรต่อวินาที โดยทำการศึกษาที่เลขคลื่น  $1,700\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  และ  $4,000\text{-}2,800\text{ cm}^{-1}$  สำหรับ MgAl LDH ก่อนและหลังการดัดแปร และที่เลขคลื่น  $4,000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  สำหรับสารยึดติดฐานฟิยู การวิเคราะห์เริ่มจากเตรียมตัวอย่างประมาณ 0.2 ถึง 0.5 กรัม วางลงบนแผ่นวางตัวอย่าง จากนั้นหมุนให้หัววิเคราะห์ (probe) แนบสนิทกับสารตัวอย่าง

เทคนิค FT-IR อาศัยหลักการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงกลาง (middle infrared region) ประมาณ  $4,000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$  เมื่อโมเลกุลของสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากรังสีอินฟราเรด พันธะเคมีในโมเลกุลจะเกิดการสั่น (stretching) หรือการหมุน (bending) ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของโมเลกุลขึ้น การที่โมเลกุลดูดกลืนรังสีอินฟราเรดได้นั้นความถี่ของรังสีอินฟราเรดต้องเท่ากับความถี่ในการสั่นของโมเลกุลของสารนั้น ๆ สารแต่ละชนิดจะมีค่าความถี่ของการสั่นที่จำเพาะและแตกต่างกัน ข้อมูลนี้ถูกประมวลผลโดยใช้สมการฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม ซึ่งสามารถคำนวณพลังงานของแต่ละความยาวคลื่นและแปลผลออกมาในรูปแบบสเปกตรัม เทคนิค FT-IR สามารถใช้วิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของการดูดกลืนแสง (absorbance) กับเลขคลื่น (wavenumber)



รูปที่ 3.8 เครื่อง Attenuated total reflection-Fourier transform infrared spectrometer (ATR-FTIR) ยี่ห้อ Thermo Fisher Scientific รุ่น Nicolet iS5 [39]

### 3.5.3 เทคนิคเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์สเปกโทรสโกปีแบบกระจายความยาวคลื่น: Wavelength dispersive X-ray fluorescence spectroscopy (WDXRF)

การวิเคราะห์องค์ประกอบและปริมาณของธาตุใน MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร เพื่อศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al และอัตราส่วนโดยโมลของสารคู่ควบไซเลน : Al ที่พบในสารตัวอย่าง หลังผ่านการดัดแปรด้วยเทคนิค WDXRF ใช้เครื่อง wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น S8 Tiger ดังแสดงในรูปที่ 3.9 การวิเคราะห์เริ่มจากเตรียมสารตัวอย่างประมาณ 0.2 ถึง 0.5 กรัม ผสมกับกรดบอริก (boric acid) ที่อัตราส่วน 1 ต่อ 1 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำไปอัดเป็นแผ่นด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก โดยผิวหน้าของสารตัวอย่างต้องเรียบเสมอกับขอบของถาดรองตัวอย่าง (sample holder) จากนั้นนำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ไปประกอบบนแท่นวางตัวอย่างภายในเครื่อง และทำการวิเคราะห์ภายใต้ภาวะสุญญากาศ

เทคนิค WDXRF อาศัยหลักการวัดความแตกต่างของการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ที่เป็นลักษณะเฉพาะของธาตุด้วยสเปกตรัมเชิงพลังงาน และเทคนิค WDXRF สามารถใช้วิเคราะห์สารตัวอย่างได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้จะแสดงในลักษณะของเปอร์เซ็นต์โดยมวลของธาตุต่าง ๆ ในสารตัวอย่าง ซึ่งสามารถนำไปคำนวณหาอัตราส่วนโดยโมลของธาตุโดยหารด้วยมวลโมเลกุลของธาตุนั้น ๆ



รูปที่ 3.9 แสดงเครื่อง X-ray fluorescence spectrometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น S8 Tiger [40]

### 3.5.4 เทคนิคโซลิต-สเตท ซิลิกอน-29 เมจิกแองเกิลสปินนิงนิวเคลียร์แมกเนติก เรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี: Solid-state $^{29}\text{Si}$ magic-angle-spinning nuclear magnetic resonance spectroscopy (Solid-state $^{29}\text{Si}$ MAS NMR)

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนใน MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรในสถานะของแข็งด้วยเทคนิค Solid-state  $^{29}\text{Si}$  MAS NMR ใช้เครื่อง Solid-state  $^{29}\text{Si}$  MAS NMR spectrometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น Ascend 400WB ดังแสดงในรูปที่ 3.10 งานวิจัยนี้ใช้โหมดแบบครอสโพลาไรเซชัน (cross polarization, CP) โดยกำหนดภาวะในการวิเคราะห์ไว้ดังนี้ ความถี่สเปกโทรมิเตอร์ (spectrometer) 79.50 เมกะเฮิร์ต เวลาสัมผัส (CP contact time) 3 มิลลิวินาที เวลาดีเลย์ (delay time) 2 วินาที และจำนวนสแกน (number of scan) 3600 สแกน โดยใช้ 4,4-dimethyl-4-silapentane-1-sulfonic acid (DSS) เป็นสารเทียบมาตรฐาน การวิเคราะห์เริ่มจากเตรียมสารตัวอย่างประมาณ 0.2 ถึง 0.5 กรัม ในภาชนะรองรับ จากนั้นนำไปวางบนแท่นวางตัวอย่างของเครื่อง

เทคนิค Solid-state  $^{29}\text{Si}$  MAS NMR อาศัยหลักการวัดระดับพลังงานที่แตกต่างกันของนิวเคลียสซิลิกอนที่อยู่ภายใต้อิทธิพลของสนามแม่เหล็ก เทคนิคนี้ใช้วิเคราะห์สารตัวอย่างได้ทั้งเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคนี้แสดงเป็นรูปแบบสเปกตรัม NMR ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้ม (intensity) กับตำแหน่งของสัญญาณ (chemical shift) โดยการระบุชนิดของพันธะเคมีที่เกิดอันตรกิริยากับธาตุซิลิกอน



รูปที่ 3.10 เครื่อง Solid-state nuclear magnetic resonance spectrometer ยี่ห้อ Bruker รุ่น Ascend 400WB [41]

### 3.5.5 เทคนิคการวัดมุมสัมผัสผิวน้ำ: Water contact angle measurement (WCA)

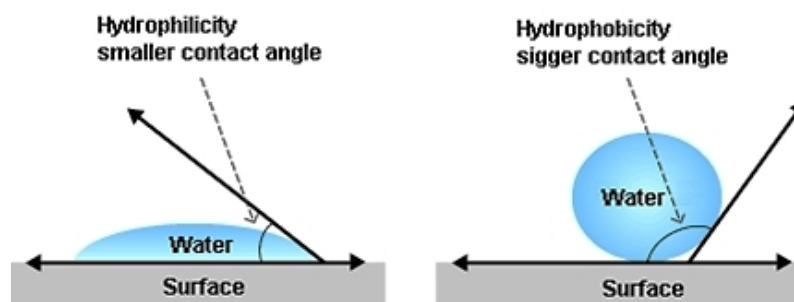
การวิเคราะห์สภาพชอบ (hydrophilicity) /ไม่ชอบน้ำ (hydrophobicity) ของ MgAl LDH ก่อนและหลังการดัดแปรด้วยเทคนิค WCA ใช้เครื่อง Water contact angle measurement ยี่ห้อ Ramé-hart รุ่น Standard goniometer model 200-F1 ดังแสดงในรูปที่ 3.11 งานวิจัยนี้ใช้ไมโครปิเปตหยดน้ำปริมาตร 20 ไมโครลิตร ลงบนผิวของวัสดุและถ่ายภาพหลังจากผ่านไป 5 วินาที การวิเคราะห์เริ่มจากเตรียมสารตัวอย่างประมาณ 0.1 กรัม โดยนำไปอัดขึ้นรูปเป็นแผ่นกลมบางด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก และติดบนเทปกาวที่ติดอยู่บนกระจกสไลด์ ซึ่งเป็นภาชนะรองรับตัวอย่าง จากนั้นนำไปวางบนแท่นวางตัวอย่างของเครื่อง

เทคนิค WCA อาศัยหลักการวัดมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวของวัสดุของแข็ง ถ้าผิวของวัสดุมีสภาพชอบน้ำสูง มุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวของวัสดุมีขนาดแคบมาก ขณะที่ถ้าผิวของวัสดุมีสภาพไม่ชอบน้ำสูง มุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวของวัสดุมีขนาดกว้างมาก ดังแสดงในรูปที่ 3.12 ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคนี้แสดงเป็นรูปภาพของหยดน้ำบนผิวของสารตัวอย่างและระบุมุมสัมผัสผิวน้ำ



รูปที่ 3.11 เครื่องวัด water contact angle measurement ยี่ห้อ Ramé-hart รุ่น Standard goniometer model 200-F1 [42]





รูปที่ 3.12 การวัดมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวของวัสดุของแข็ง [42]

### 3.5.6 เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันและการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์: Field emission scanning electron microscopy–Energy dispersive X-ray spectroscopy (FESEM-EDS)

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา (morphology) และขนาดอนุภาคของ MgAl LDH ก่อนและหลังการดัดแปรด้วยเทคนิค FESEM ใช้เครื่อง Field emission scanning electron microscope ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-7610F ดังแสดงในรูปที่ 3.13 การวิเคราะห์เริ่มจากการเตรียมสารตัวอย่างโดยการบดให้เป็นผงละเอียด โรยผงตัวอย่างลงบนเทปกาวคาร์บอนที่ติดอยู่บนภาชนะตัวอย่าง จากนั้นเคลือบตัวอย่างด้วยแพลทินัมก่อนนำเข้าเครื่องวิเคราะห์

เทคนิค FESEM อาศัยหลักการยิงลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron source) ไปบนตัวอย่าง เพื่อให้ตัวอย่างเกิดการสูญเสียอิเล็กตรอนชั้นนอก เกิดเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) หลุดออกมา และถูกตรวจจับด้วยดีเทคเตอร์ภายในเครื่อง เพื่อแปรผลเป็นสัญญาณไฟฟ้าหรือสัญญาณภาพที่มีกำลังขยาย (magnification) ตั้งแต่ 25 ถึง 1,000,000 ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคนี้แสดงเป็นรูปภาพซึ่งบ่งบอกถึงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวอย่างมีลักษณะอย่างไร มีการรวมตัวหรือเกาะกลุ่มกันในลักษณะอย่างไร และยังสามารถคำนวณหาขนาดอนุภาคได้จากการใช้โปรแกรมอื่น ๆ เช่น image j เป็นต้น

สำหรับเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ เป็นเทคนิคที่ใช้แยกสัญญาณเอ็กซ์เรย์ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะ (characteristic X-rays) ของธาตุที่แตกต่างกันด้วยสเปกตรัมเชิงพลังงาน ควบคู่กับการใช้ซอฟต์แวร์ประมวลผลสัญญาณที่ได้ทำให้หาธาตุที่เป็นส่วนผสมของตัวอย่างได้ ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้มีลักษณะเป็นสเปกตรัม EDS ซึ่งจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนสัญญาณเอ็กซ์เรย์ที่ตรวจจับได้ (X-ray counts) ในแกน Y กับพลังงาน (energy) ที่ใช้ในการวิเคราะห์ ในหน่วย keV ในแกน X พิกัดที่เกิดขึ้นในสเปกตรัมจะสอดคล้องกับธาตุที่เป็นองค์ประกอบ

ของตัวอย่างที่ทำการทดสอบ จากนั้นซอฟต์แวร์ที่ใช้จะคำนวณเป็นปริมาณร้อยละโดยอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในบริเวณที่เลือกทำการทดสอบ

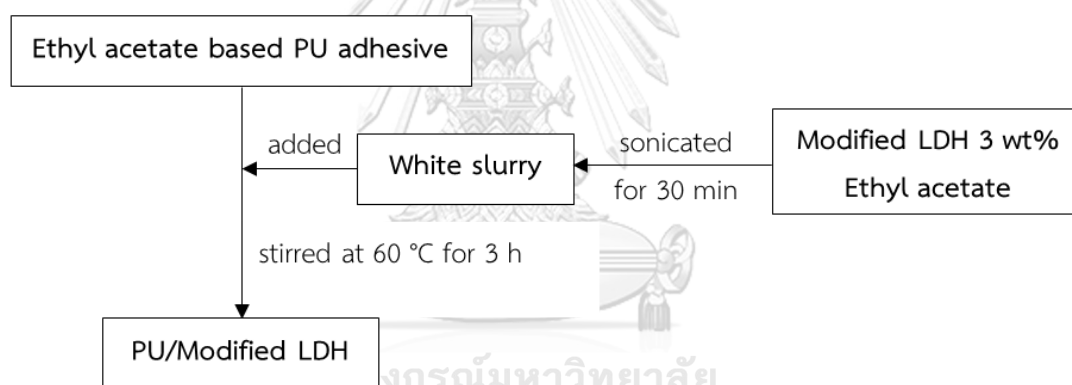


รูปที่ 3.13 เครื่อง Field emission scanning electron microscope  
ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-7610F [43]

### 3.6 การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรโครงสร้างและผิว

การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรโครงสร้างและผิว แสดงดังรูปที่ 3.14 มีขั้นตอนดังนี้

- (1) นำ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ปริมาณ 3 % โดยน้ำหนัก ไปกวนในเอทิลแอซิเตทปริมาตร 10 มิลลิลิตร จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องโซนิคที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 30 นาที เมื่อครบเวลาได้ของผสมที่มีสีขาว
- (2) นำของผสมที่ได้มากวนกับสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอซิเตทเป็นตัวทำละลายปริมาณ 10 กรัม ด้วยแท่งกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยปิดฝาปิ๊งเกอร์ด้วยพลาสติกห่ออาหาร เมื่อครบเวลาได้นาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ซึ่งเป็นของเหลวหนืดสีขาว



รูปที่ 3.14 การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

#### 3.6.1 ผลของปริมาณ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ด้วยปริมาณ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรแตกต่างกัน ได้แก่ 3, 5 และ 20 % โดยน้ำหนัก แสดงดังตารางที่ 3.6 ใช้สัญลักษณ์เป็น PU/X-Y% โดย X คือ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> แทนชนิดของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร และ Y คือ 3, 5 และ 20 แทนปริมาณของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

ตารางที่ 3.6 ปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ในนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

Sample	Chemical composition (g)	
	PU adhesive	LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>
PU	10.00	0.00
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub> -3%	10.00	0.30
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub> -5%	10.00	0.50
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub> -20%	10.00	2.00

### 3.6.2 ผลของชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ด้วยชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรแตกต่างกัน ได้แก่ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> แสดงดังตารางที่ 3.7 ใช้สัญลักษณ์เป็น PU/X-Y% โดย X คือ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> แทนชนิดของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร และ Y คือ 3 แทนปริมาณของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

ตารางที่ 3.7 ชนิดและปริมาณ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรในนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

Sample	Modified MgAl LDH	
	Type	Amount (g)
PU	-	-
PU/LDH-3%	LDH	0.30
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub> -3%	LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>	0.30
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -MTMS <sub>2.4</sub> -3%	LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -MTMS <sub>2.4</sub>	0.30
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -OTMS <sub>2.4</sub> -3%	LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -OTMS <sub>2.4</sub>	0.30

### 3.7 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการตัดแปรรโครงสร้างและผิว

#### 3.7.1 เทคนิคการทดสอบความต้านทานแรงเฉือน: Lap shear strength

การทดสอบความสามารถในการยึดติดของสารยึดติดฐานพียูก่อนและหลังผสมกับ MgAl LDH ที่ผ่านการตัดแปรร โดยพิจารณาจากความสามารถในการต้านทานแรงเฉือนด้วยเทคนิค lap shear strength ใช้เครื่อง Universal testing machine ยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H10 KM ดังแสดงในรูปที่ 3.15 งานวิจัยนี้ใช้ภาวะในการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D1000 โดยใช้แผ่นอะลูมิเนียมพอลีเป็นวัสดุในการทดสอบซึ่งจัดเป็นบรรจุภัณฑ์อ่อนตัวถูกเชื่อมประสานด้วยสารยึดติดฐานพียู

เทคนิค lap shear strength อาศัยหลักการตรวจวัดพฤติกรรมเชิงกลของวัสดุเมื่อได้รับแรงกระทำจากภายนอก เมื่อชิ้นงานได้รับความเค้นจากภายนอก ความเค้นจะถูกถ่ายเทไปยังบริเวณสารยึดติด ทำให้สารยึดติดเกิดการยึดตัวจนกระทั่งถึงขีดจำกัดความสามารถในการแบกรับความเค้น จึงเกิดการสูญเสียรูปร่างและฉีกขาด โดยความเค้นสูงสุดที่สารยึดติดรับได้ คือ ค่าความทนต่อแรงเฉือน (shear strength) และระยะที่สารยึดติดสามารถยึดตัวได้สูงสุดก่อนเกิดการฉีกขาด คือ ค่าการยึดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) ผลการวิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิคนี้แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้น (stress) และความเครียด (strain) ซึ่งสามารถนำมาหาค่าความทนต่อแรงเฉือนและการยึดตัว ณ จุดขาดได้



รูปที่ 3.15 เครื่อง Universal testing machine ยี่ห้อ Hounsfield รุ่น H10 KM [44]

### 3.7.2 เทคนิคการวัดความหนืด: Viscosity measurement

การวิเคราะห์ความหนืดของสารยึดติดฐานพียู ก่อนและหลังผสมกับ MgAl LDH ที่ผ่านการตัดแปรร ด้วยเครื่อง Viscometer ยี่ห้อ Brookfield รุ่น KU-2 ซึ่งเป็นมาตรวัดความหนืดแบบดิจิตอล ดังแสดงในรูปที่ 3.16 งานวิจัยนี้ใช้แกนหมุน (spindle) ชนิด KU2-75Y ที่ความเร็วรอบในการหมุน (paddle speed) 200 รอบต่อนาที ภายใต้ภาวะอุณหภูมิห้อง การวิเคราะห์เริ่มจากเตรียมสารตัวอย่างปริมาตร 500 มิลลิลิตร ในภาชนะบรรจุตัวอย่าง จากนั้นนำไปวางบนแท่นวางตัวอย่างของเครื่อง แล้วตั้งแกนของมอเตอร์ลง เพื่อให้แกนหมุนจุ่มลงในสารตัวอย่าง

การวัดความหนืดของสารยึดติดอาศัยหลักการวัดแรงต้านทานการไหลภายในของสารยึดติด ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จะแสดงเป็นตัวเลขบนจอดิจิตอลในหน่วยเซนติพอยส์ (centipoise, cPs) ซึ่งสามารถนำข้อมูลไปอธิบายค่าความหนืดของสารยึดติดฐานพียูได้



รูปที่ 3.16 เครื่อง Viscometer ยี่ห้อ Brookfield รุ่น KU-2 [45]

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

#### 4.1 การดัดแปรโครงสร้างและผิวของ MgAl LDH

##### 4.1.1 ผลของวิธีการดัดแปร

การดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และการดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิลิเลชัน มีทั้งหมด 4 วิธี ได้แก่ ซิลิเลชันแบบแห้ง ( $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$ ), ซิลิเลชันแบบเปียก ( $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$ ), การสอดแทรกและซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ ) และการสอดแทรกและซิลิเลชันพร้อมกัน ( $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ ) ซึ่งส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ดังนี้

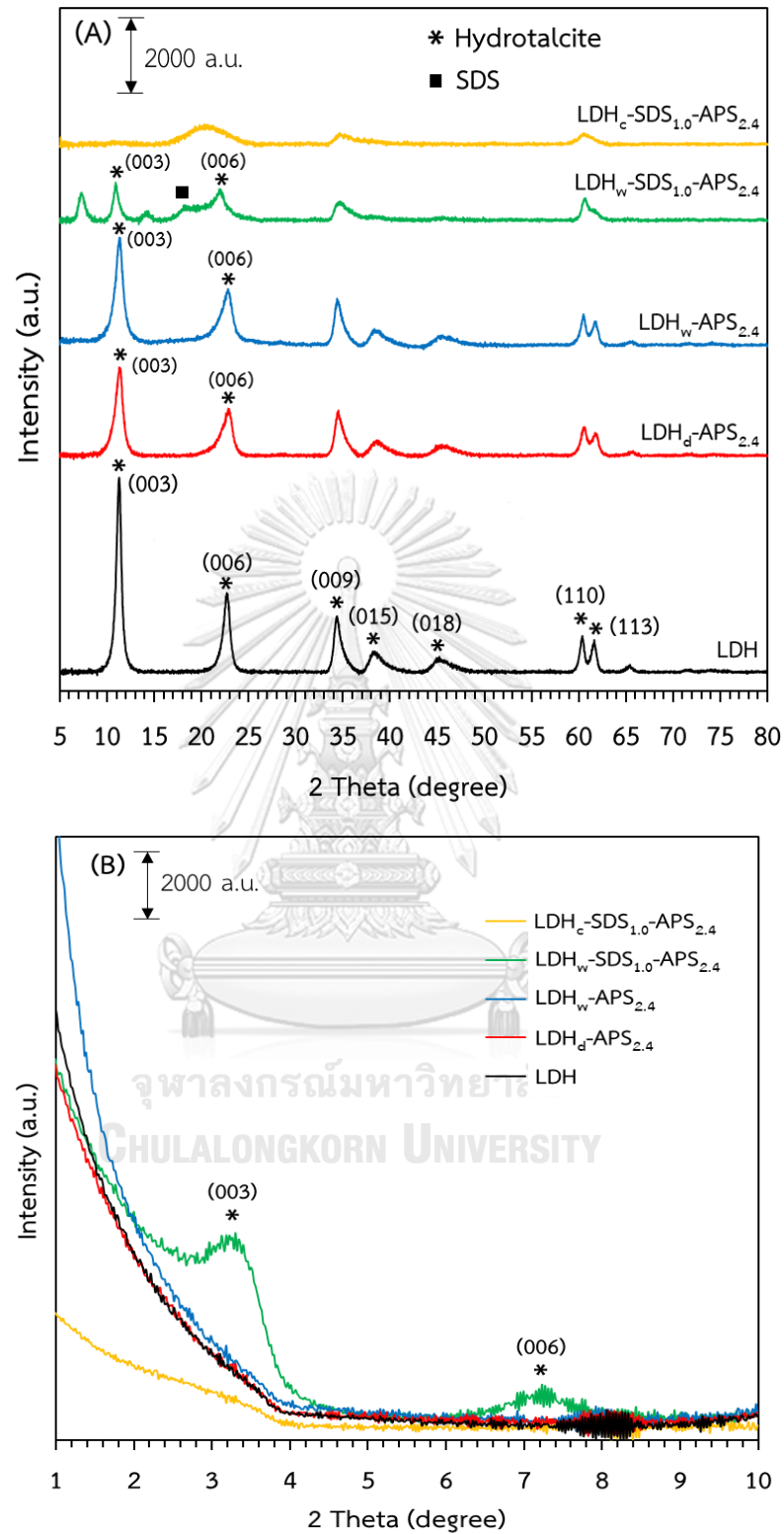
##### 4.1.1.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง

รูปที่ 4.1 (A) แสดงรูปแบบ high angle XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า  $\text{LDH}$ ,  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  แสดงรูปแบบ XRD ที่สอดคล้องกับแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดีบีลไฮดรอกไซด์หรือไฮโดรทัลไซต์ (hydrotalcite) ประกอบด้วยพีค XRD ทั้งหมด 7 พีค ที่ตำแหน่ง  $2\theta$  ประมาณ 11, 23, 34, 39, 46, 60 และ 62 องศา ซึ่งแสดงระนาบ (003), (006), (009), (015), (018), (110) และ (113) ตามลำดับ [46] พิจารณาระนาบ (003) และ (006) ซึ่งแสดงถึงระยะห่างระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ( $d_{003}$ ) และความหนาของชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ( $d_{006}$ ) ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.1 เมื่อทำการดัดแปรผิวของ MgAl LDH ผ่านการทำซิลิเลชัน พบว่า  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มีค่า  $d_{003}$  และ  $d_{006}$  ใกล้เคียงกับ LDH ซึ่งสอดคล้องกับไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น [46] (รูปที่ 4.2 (A)) แต่  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มีความสูงของพีคระนาบ (003) และ (006) ต่ำกว่า LDH แสดงว่า APS ไม่ได้เข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์ แต่เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบริเวณผิวภายนอกและมุมของไฮโดรทัลไซต์ แรงยึดเหนี่ยวระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์จึงลดลง ส่งผลให้ปริมาณลำดับชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ที่ซ้อนทับกัน (order of stacking) ลดลง [2] และ  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  มีความสูงของพีคระนาบ (003) และ (006) ต่ำกว่า  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  ผ่านการดัดแปรผิวด้วยการทำซิลิเลชันแบบแห้ง ทำให้หมู่เอทอกซีของ APS เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลของไฮโดรทัลไซต์ได้โดยตรง แต่  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  ผ่านการดัดแปรผิวด้วยการทำซิลิเลชันแบบเปียก ทำให้หมู่เอทอกซีของ APS

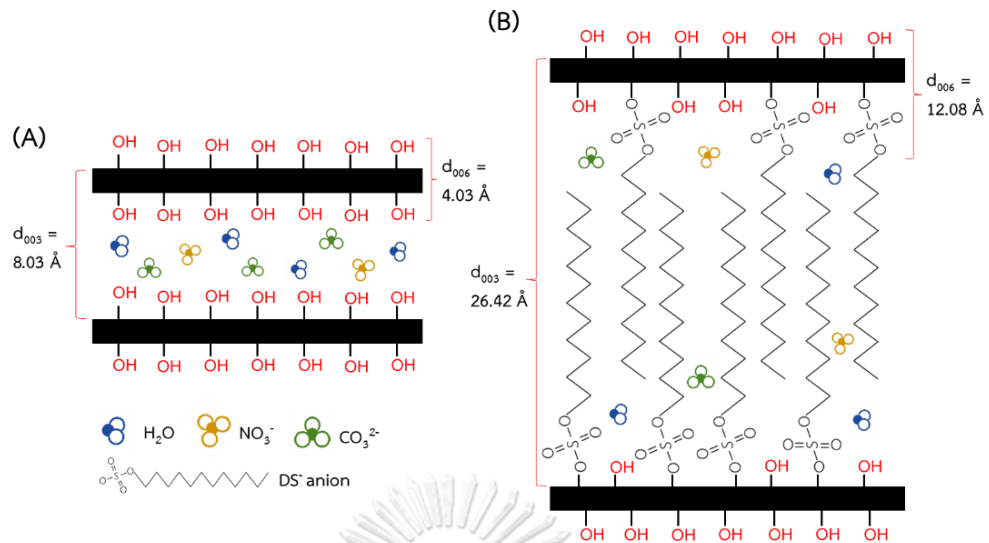
เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสได้เป็นหมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลสามารถเกิดปฏิกิริยาควบนั่นกันเองกับหมู่ไฮดรอกซิลข้างเคียงได้ ทำให้เหลือปริมาณหมู่เอทอกซีเพื่อเกิดปฏิกิริยาควบนั่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบริเวณผิวภายนอกและมุมของไฮโดรทัลไซต์น้อยลง ดังนั้น  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  จึงมีปริมาณลำดับชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ที่ซ้อนทับกันมากกว่า  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  นอกจากนี้เมื่อทำการตัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS พบว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ปรากฏพีก XRD ที่ตำแหน่ง  $2\theta$  ประมาณ 19 องศา ซึ่งแสดงถึงวัฏภาคของ SDS เนื่องจาก SDS ที่ใช้ในขั้นตอนการสังเคราะห์มีปริมาณมากเกินไป ทำให้ SDS เกิดการรวมตัวกันแล้วแยกตัวออกจากไฮโดรทัลไซต์ [47] และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความสูงของพีคระนาบ (003) และ (006) ต่ำกว่า LDH มาก เนื่องจาก SDS เข้าไปแทนที่  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนภายในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์ ส่งผลให้ความสูงของพีค (003) และ (006) มีค่าลดลง ขณะที่  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ไม่แสดงวัฏภาคไฮโดรทัลไซต์ พบเพียงพีคที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 20.52 องศา เนื่องจาก SDS และ APS ยึดเกาะบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ทำให้ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์จัดเรียงตัวกันได้ไม่สมบูรณ์และไม่เป็นระเบียบ และตัวอย่างทั้งหมดไม่แสดงวัฏภาค APS แสดงว่า APS เกิดการกระจายตัวได้ดีในโครงสร้างของไฮโดรทัลไซต์

รูปที่ 4.1 (B) แสดงรูปแบบ low angle XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการตัดแปร พบว่า LDH,  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ไม่ปรากฏพีก XRD ใด ๆ แต่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  แสดงพีก XRD ที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 3.34 และ 7.31 องศา ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบ (003) และ (006) ตามลำดับ มีค่า  $d_{003}$  และ  $d_{006}$  เท่ากับ 26.42 และ 12.08 อังสตรอม ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับไฮโดรทัลไซต์ที่มีโดเดซิลซัลเฟตแอนไอออน ( $\text{DS}^-$  anion,  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{SO}_4^-$ ) เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น [48] (รูปที่ 4.2 (B))





รูปที่ 4.1 รูปแบบ XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยวิธีแตกต่างกัน  
(A) high angle และ (B) low angle



รูปที่ 4.2 ระนาบผลึกต่าง ๆ ของโครงสร้าง LDH (A) ไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ในช่องว่างระหว่างชั้น และ (B) ไฮโดรทัลไซต์ที่มี DS- anion ในช่องว่างระหว่างชั้น

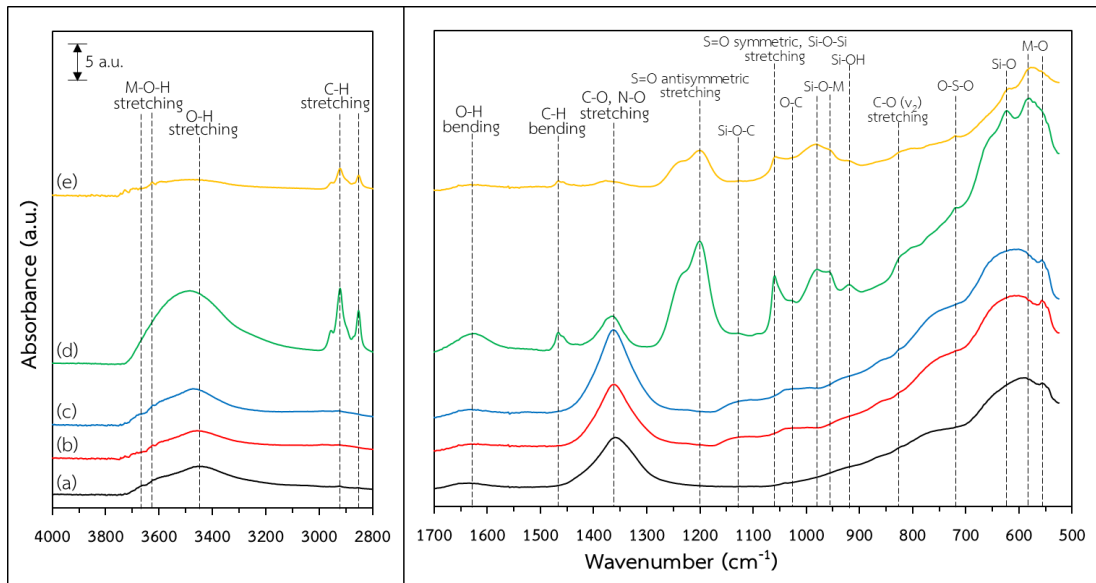
ตารางที่ 4.1 ตำแหน่งพีก XRD และระยะระหว่างระนาบผลึก

Sample	At high angle				At Low angle			
	(003)		(006)		(003)		(006)	
	$2\theta$ ( $^\circ$ )	d ( $\text{\AA}$ )	$2\theta$ ( $^\circ$ )	d ( $\text{\AA}$ )	$2\theta$ ( $^\circ$ )	d ( $\text{\AA}$ )	$2\theta$ ( $^\circ$ )	d ( $\text{\AA}$ )
LDH	11.34	7.79	22.91	3.88	-	-	-	-
LDH <sub>d</sub> -APS <sub>2,4</sub>	11.37	7.77	23.04	3.86	-	-	-	-
LDH <sub>w</sub> -APS <sub>2,4</sub>	11.43	7.73	22.79	3.90	-	-	-	-
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1,0</sub> -APS <sub>2,4</sub>	11.00	8.03	22.04	4.03	3.34	26.42	7.31	12.08
LDH <sub>c</sub> -SDS <sub>1,0</sub> -APS <sub>2,4</sub>	-	-	20.52	4.32	-	-	-	-

#### 4.1.1.2 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน

รูปที่ 4.3 แสดง FTIR สเปกตรัมของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร และตารางที่ 4.2 แสดงหมู่ฟังก์ชันของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงแถบที่บ่งบอกถึง หมู่ฟังก์ชันของไฮโดรทาลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น ได้แก่ ช่วงแถบ  $3,670$  และ  $3,610 \text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ M-O-H (M-O-H stretching) ที่พบบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ของไฮโดรทาลไซต์ โดย M แทนแมกนีเซียมหรืออะลูมิเนียม แถบ  $3,450$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ O-H (O-H stretching) ที่พบในโมเลกุลของน้ำบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์หรือน้ำระหว่างอนุภาคของไฮโดรทาลไซต์ แถบ  $1,630 \text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ O-H (O-H bending) ที่พบในโมเลกุลของน้ำในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทาลไซต์ แถบ  $1,365 \text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C-O ( $\text{C-O v}_3$  stretching) ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  และ N-O (N-O stretching) ของ  $\text{NO}_3^-$  ซึ่งเป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทาลไซต์ แถบ  $825 \text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C-O ( $\text{C-O v}_2$  stretching) ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  และแถบ  $583$  และ  $560 \text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ M-O (M-O stretching) บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ของไฮโดรทาลไซต์ [49]  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของไฮโดรทาลไซต์ใกล้เคียงกับ LDH เนื่องจาก APS เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลแค่บริเวณผิวภายนอกและมุมของไฮโดรทาลไซต์ จึงไม่ทำให้โครงสร้างไฮโดรทาลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้นเกิดการเปลี่ยนแปลง แต่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ O-H สูงขึ้นและแถบลดลงเลื่อนไปที่ค่าเลขคลื่นสูงขึ้นเมื่อเทียบกับ LDH เนื่องจากเกิดการรวมตัวกัน (aggregation) ของอนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  หลังผ่านการดัดแปร และแถบการสั่นของพันธะ C-O และ N-O ลดลงเมื่อเทียบกับ LDH เนื่องจาก  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{NO}_3^-$  ในช่องว่างระหว่างชั้นถูกแทนที่ด้วย  $\text{DS}^-$  anion [50] ขณะที่  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ M-OH, O-H, C-O และ N-O ต่ำกว่า LDH เนื่องจาก  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีโครงสร้างไฮโดรทาลไซต์ที่ไม่สมบูรณ์ทำให้มีปริมาณพันธะดังกล่าวน้อยกว่า LDH เมื่อทำการดัดแปรผิวของ MgAl LDH ผ่านการทำซิเลชัน พบว่า  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ปรากฏแถบเพิ่มเติมเมื่อเปรียบเทียบกับ LDH ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ APS ได้แก่ แถบ  $1,130 \text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ Si-O-C (Si-O-C stretching) ใน APS แถบ  $1,060 \text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ Si-O-Si (Si-O-Si

stretching) ในโครงข่ายซิลอกเซน ซึ่งแสดงถึงการควบแน่นกันเองระหว่าง APS ที่อยู่ใกล้เคียงกัน ช่วงแถบ 990 ถึง  $950\text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ Si-O-M (Si-O-M stretching) แสดงถึงการควบแน่นกันระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของ APS กับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ของไฮโดรทัลไซต์ และแถบ  $925\text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ Si-OH (Si-OH stretching) แสดงถึงหมู่ไฮดรอกซิลของ APS ที่ไม่เกิดการควบแน่น [2]  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบที่บ่งบอกหมู่ฟังก์ชันของ APS ต่ำ แสดงว่ามีปริมาณ APS เพียงเล็กน้อยใน  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์แคบ ทำให้ APS ไม่สามารถเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นได้ APS จึงเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลแค่ บริเวณผิวภายนอกและมุมของไฮโดรทัลไซต์ ขณะที่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบที่บ่งบอกหมู่ฟังก์ชันของ APS สูงกว่า  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ทำการดัดแปรโครงสร้างผ่านการสอดแทรก SDS ทำให้ช่องว่างระหว่างชั้นมีขนาดกว้างมากขึ้น APS จึงสามารถเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นเพื่อเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้มากขึ้น แต่  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบดังกล่าวต่ำกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ทำการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันพร้อมกันในระบบที่มีปริมาณน้ำมากเกินไป หมู่ไฮดรอกซิลจึงทำพันธะกับโมเลกุลของน้ำมากกว่าควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของไฮโดรทัลไซต์ และหมู่ไฮดรอกซิลเกิดการควบแน่นกันเองมากกว่าควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของไฮโดรทัลไซต์ นอกจากนี้  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ยังปรากฏแถบเพิ่มเติมเมื่อเปรียบเทียบกับ  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ SDS ได้แก่ ช่วงแถบ 2,980 ถึง  $2,900\text{ cm}^{-1}$  และแถบ  $2,848\text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C-H (C-H stretching) ที่พบในหมู่เมทิล ( $-\text{CH}_3$ ) และหมู่เมทิลีน ( $-\text{CH}_2-$ ) ของ SDS ตามลำดับ แถบ  $1,460\text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C-H (C-H bending) ที่พบในหมู่เมทิลและเมทิลีนของ SDS และแถบ 1,200, 1,060 และ  $720\text{ cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ S=O antisymmetric stretching, S=O symmetric stretching และ O-S-O bending ตามลำดับ ซึ่งพบใน SDS [47]  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบที่บ่งบอกหมู่ฟังก์ชันของ SDS สูงกว่า  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก SDS ของ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เกิดการสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์ได้อย่างสมบูรณ์ ขณะที่  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีโครงสร้างไฮโดรทัลไซต์ที่ไม่สมบูรณ์ ทำให้ SDS เข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์ได้น้อยกว่า [30]



รูปที่ 4.3 สเปกตรัม FTIR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยวิธีแตกต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>d</sub>-APS<sub>2.4</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (e) LDH<sub>c</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>

ตารางที่ 4.2 หมู่ฟังก์ชันของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

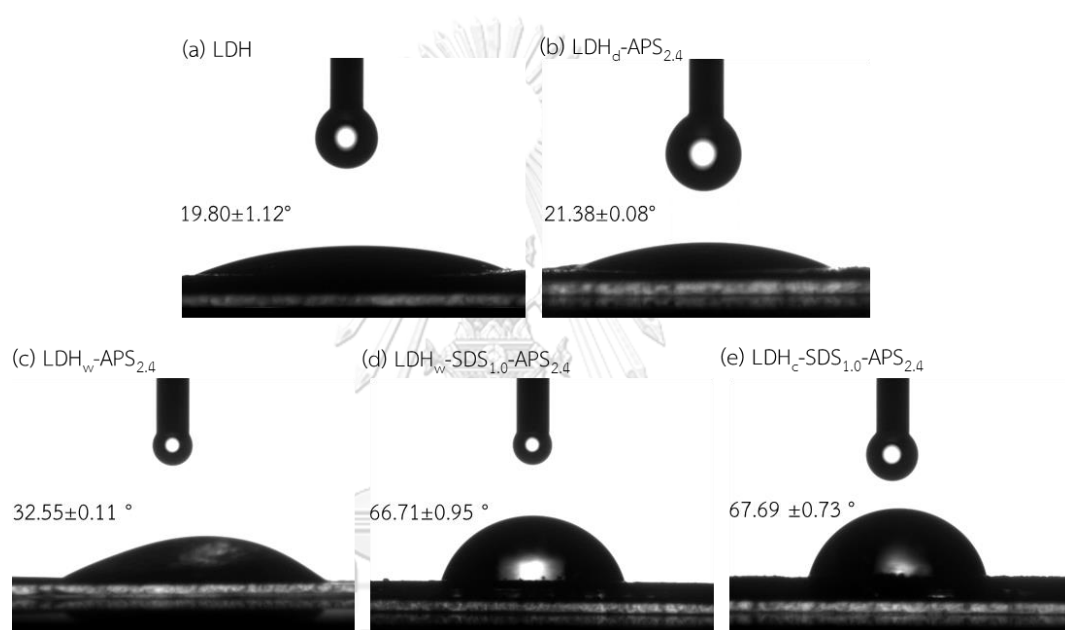
Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )	Functional group
3,670, 3,610	M-O-H stretching of hydroxide layer
3,450	O-H stretching of water
2,980-2,900	C-H stretching of -CH <sub>3</sub> group
2,848	C-H stretching of -CH <sub>2</sub> group
1,630	O-H bending of interlayer water
1,460	C-H bending of -CH <sub>2</sub> and -CH <sub>3</sub> group
1,365	C-O stretching of CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (ν <sub>3</sub> ) and N-O stretching of NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> in interlayer space of hydrotalcite
1,200, 1,060	S=O antisymmetric and symmetric stretching of SDS
1,130	Si-O-C stretching of APS
1,060	Si-O-Si stretching of self-condensation of APS
1,025	O-C stretching of APS
990-950	Si-O-M stretching of condensation between APS and hydrotalcite in metal hydroxide layer
925	Si-OH stretching of silanol group
825	C-O stretching of CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (ν <sub>2</sub> )
720	O-S-O bending of SDS
625	Si-O stretching of APS
583, 560	M-O stretching in metal hydroxide layer

\* M = Magnesium or Aluminium

#### 4.1.1.3 สภาพชอบ/ไม่ชอบน้ำ

รูปที่ 4.4 แสดงมุมสัมผัสผิวน้ำของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร พบว่ามุมสัมผัสผิวน้ำของ LDH, LDH<sub>d</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>c</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีค่าเท่ากับ  $19.80 \pm 1.12$ ,  $21.38 \pm 0.08$ ,  $32.55 \pm 0.11$ ,  $66.71 \pm 0.95$  และ  $67.69 \pm 0.73$  องศา ตามลำดับ LDH มีมุมสัมผัสผิวน้ำต่ำที่สุด เนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์เป็นจำนวนมาก ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลสามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับน้ำได้ดี ทำให้ LDH มีสภาพชอบน้ำสูง [51] LDH<sub>d</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีมุมสัมผัสผิวน้ำมากกว่า LDH เนื่องจาก APS ประกอบด้วยหมู่อะมิโนโพรพิล (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>N) ซึ่งมีสภาพไม่ชอบน้ำมากกว่าหมู่ไฮดรอกซิล แต่ LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีมุมสัมผัสผิวน้ำมากกว่า LDH<sub>d</sub>-APS<sub>2.4</sub> เนื่องจาก LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> ผ่านการดัดแปร

ผิวโดยทำการซิเลชันแบบเปียก อนุภาคของไฮโดรทัลไซต์จึงเกิดการกระจายตัวในสารละลายได้ดีกว่า ส่งผลให้ APS ที่เติมเข้ามาในระบบสามารถเกิดปฏิกิริยาควมแน่นกับไฮโดรทัลไซต์ได้ดีกว่า  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  ดังนั้น  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  จึงมีปริมาณ APS ต่อติดเชิงเคมี (grafting) บนผิวของไฮโดรทัลไซต์มากกว่า ทำให้มีสภาพไม่ชอบน้ำมากกว่า ขณะที่  $\text{LDH}_w\text{-SDS-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีมุมสัมผัสน้ำมากขึ้น เนื่องจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ผ่านการตัดแปรโครงสร้างด้วย SDS ซึ่งประกอบด้วยไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว ( $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{O}_4\text{SNa}$ ) จึงมีสภาพความเป็นขั้วต่ำ ทำให้เกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ง่าย ส่งผลให้  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีสภาพไม่ชอบน้ำมากกว่าตัวอย่างอื่น [2]



**รูปที่ 4.4** มุมสัมผัสน้ำของ MgAl LDH ที่ผ่านการตัดแปรด้วยวิธีแตกต่างกัน (a) LDH (b)  $\text{LDH}_d\text{-APS}_{2.4}$  (c)  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  (d)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ (e)  $\text{LDH}_c\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$

การตัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และการตัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยการทำซิเลชัน ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ซึ่งการสอดแทรกและซิเลชันตามลำดับ ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ ) เป็นวิธีที่เหมาะสม เนื่องจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นมากที่สุด และมีปริมาณ APS ถูกต่อติดเชิงเคมีบนผิวของ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มากที่สุด

#### 4.1.2 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al

การดัดแปร MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกันได้แก่ 0.6 : 1.0 ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$ ), 0.8 : 1.0 ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.8}\text{-APS}_{2.4}$ ), 1.0 : 1.0 ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ ) และ 1.2 : 1.0 ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$ ) ซึ่งส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ดังนี้

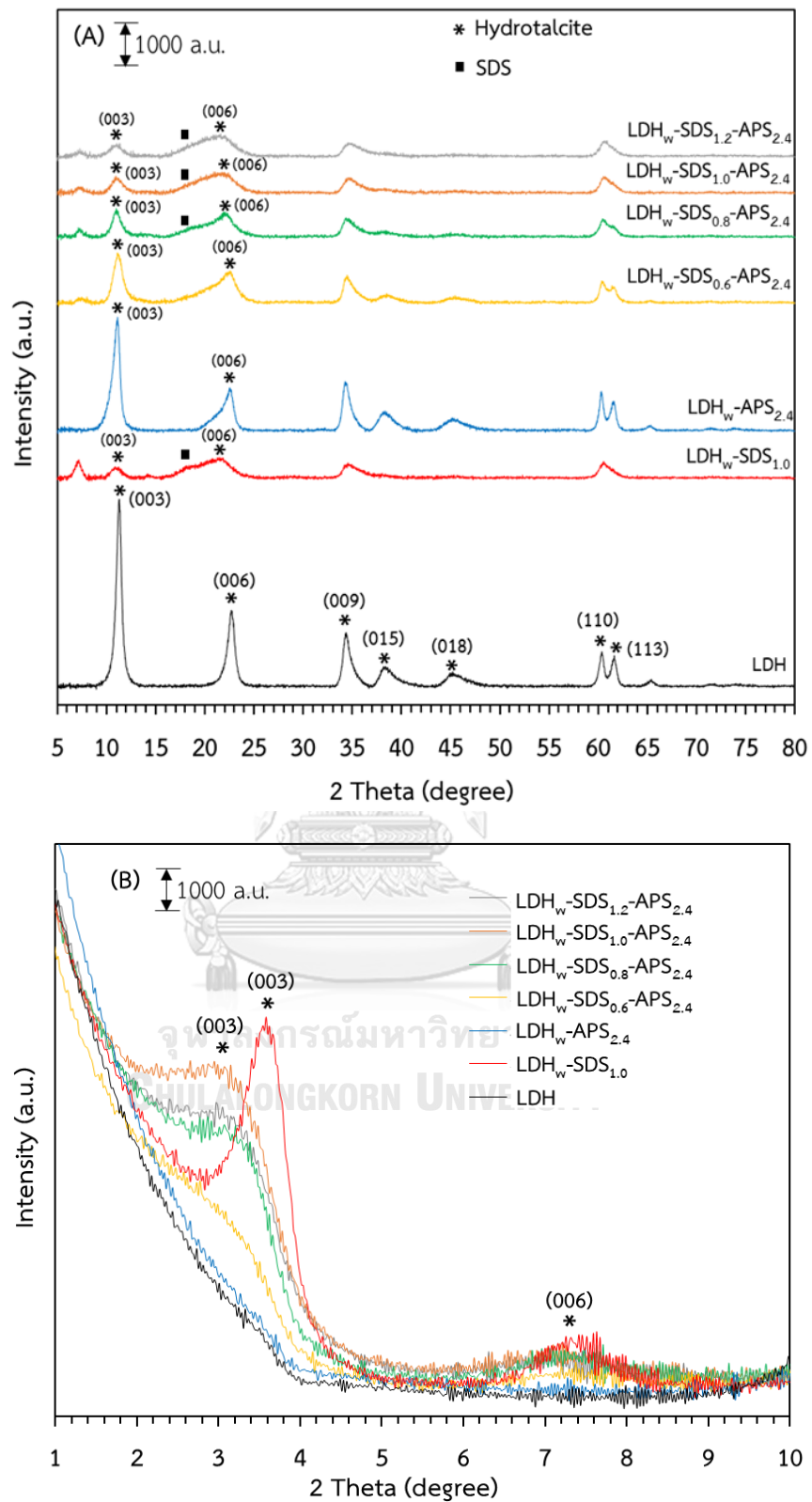
##### 4.1.2.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง

รูปที่ 4.5 (A) แสดงรูปแบบ high angle XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรพบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงรูปแบบ XRD ที่สอดคล้องกับแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์หรือไฮโดรทัลไซต์ [46] พิจารณาระนาบ (003) และ (006) ซึ่งค่า  $d_{003}$  และ  $d_{006}$  แสดงดังตารางที่ 4.3 พบว่า ตัวอย่างทั้งหมด มีค่า  $d_{003}$  และ  $d_{006}$  ใกล้เคียงกับ LDH ซึ่งสอดคล้องกับไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น [52] แต่ระนาบ (003) และ (006) ของ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มีความสูงพีคต่ำกว่าและลักษณะพีคกว้างกว่า LDH แสดงว่า APS ของ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  ไม่ได้เข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์ แต่เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบริเวณผิวภายนอกและมุมของไฮโดรทัลไซต์ (รูปที่ 4.6 (A)) ทำให้ปริมาณลำดับชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ที่ซ้อนทับกันลดลง [29] เมื่อทำการดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS เข้าสู่ช่องว่างระหว่างชั้นพบว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  มีความสูงของพีคระนาบ (003) และ (006) ต่ำกว่า LDH และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มาก เนื่องจาก SDS เข้าไปแทนที่  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนภายในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์ [53] นอกจากนี้เมื่อทำการดัดแปร MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ พบว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.8}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  มีความสูงของพีคระนาบ (003) และ (006) ลดลงเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al ตามลำดับ เนื่องจากปริมาณ SDS ที่มากขึ้น ทำให้  $\text{DS}^-$  anion สามารถแทนที่  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ในช่องว่างระหว่างชั้นผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนได้มากขึ้น [35] นอกจากนี้  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.8}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  ยังปรากฏพีค XRD ที่ตำแหน่ง  $2\theta$  ประมาณ 19 องศา ซึ่งเป็นพีคที่แสดงวัฏภาค SDS ที่แยกตัวออกจากไฮโดรทัลไซต์ [47]

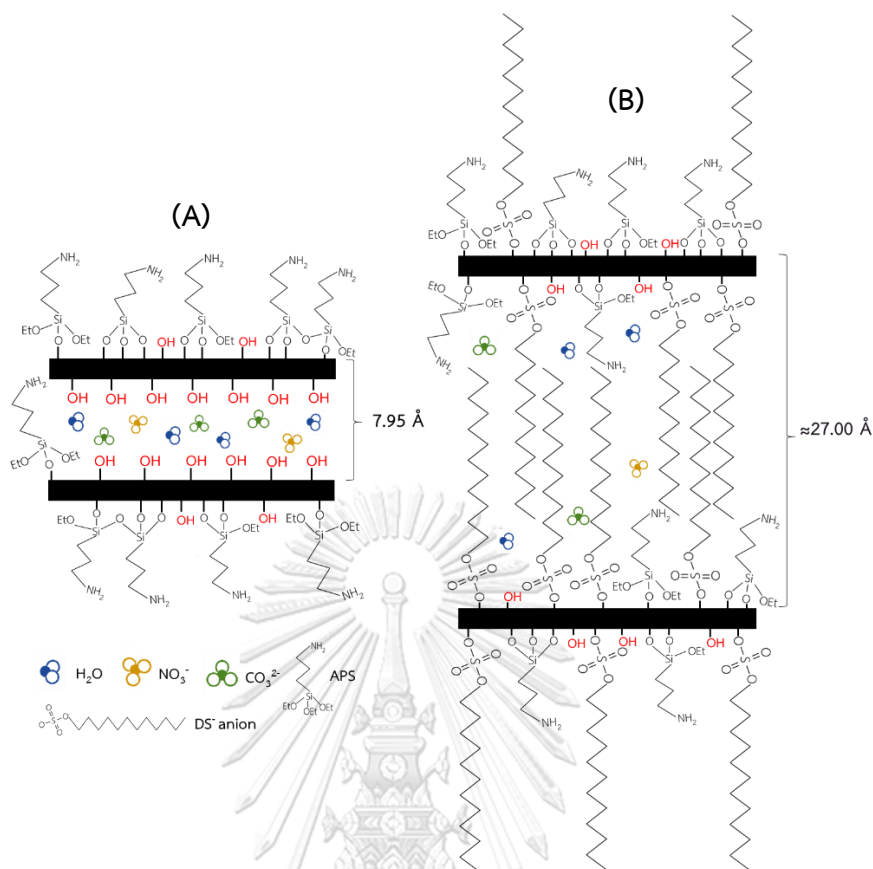


และตัวอย่างทั้งหมดไม่แสดงวิภาค APS แสดงว่า APS เกิดการกระจายตัวได้ดีในโครงสร้างของไฮโดรทัลไซต์

รูปที่ 4.5 (B) แสดงรูปแบบ low angle XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรพบว่า LDH และ LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> ไม่ปรากฏพีก XRD ใด ๆ แต่ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.8</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> แสดงพีก XRD ที่ตำแหน่ง 2θ ประมาณ 3.50 และ 7.20 องศา ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบ (003) และ (006) ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับไฮโดรทัลไซต์ที่มี DS<sup>-</sup> anion เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น โดย DS<sup>-</sup> anion ทำพันธะกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ในลักษณะตั้งฉากและจัดเรียงตัวแบบชั้นเดียว (vertical intersectional monolayer) ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์ [29] (รูปที่ 4.6 (B)) แต่ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.8</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีค่า d<sub>003</sub> และ d<sub>006</sub> มากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> เนื่องจากเมื่อทำการดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS เข้าสู่ช่องว่างระหว่างชั้น ทำให้ช่องว่างระหว่างชั้นกว้างมากขึ้น APS จึงสามารถเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นเพื่อเกิดปฏิกิริยาควมแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้มากขึ้น ส่งผลให้ขนาดช่องว่างระหว่างชั้นกว้างกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> นอกจากนี้เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al พบว่า ความสูงของพีคระนาบ (003) เพิ่มขึ้น เนื่องจากปริมาณ SDS ที่มากขึ้น ทำให้ DS<sup>-</sup> anion แทนที่ CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ H<sub>2</sub>O ในช่องว่างระหว่างชั้นผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนได้มากขึ้น แต่เมื่อเพิ่มไปจนถึงที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 1.2 : 1.0 (LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>) พบว่า ความสูงพีก (003) มีค่าลดลง เนื่องจากมีปริมาณ SDS มากเกินไปที่จะสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นได้



รูปที่ 4.5 รูปแบบ XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกัน (A) high angle และ (B) low angle



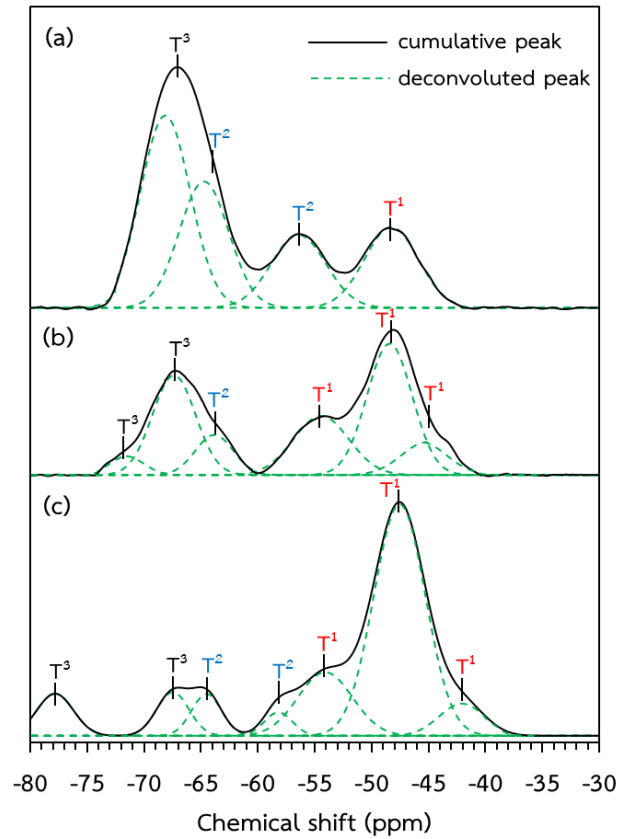
รูปที่ 4.6 โครงสร้างไฮโดรทัลไซต์ของ (A) LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (B) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>n</sub>-APS<sub>2.4</sub>  
โดย n = 0.6, 0.8, 1.0 และ 1.2

ตารางที่ 4.3 ตำแหน่งพีค XRD และระยะระหว่างระนาบผลึก

Sample	At high angle				At Low angle			
	(003)		(006)		(003)		(006)	
	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)
LDH	11.29	7.83	22.63	3.92	-	-	-	-
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub>	11.08	7.98	21.43	4.14	3.58	24.65	7.45	11.85
LDH <sub>w</sub> -APS <sub>2.4</sub>	11.12	7.95	22.55	3.94	-	-	-	-
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>0.6</sub> -APS <sub>2.4</sub>	11.24	7.86	22.18	4.00	3.50	25.21	7.21	12.25
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>0.8</sub> -APS <sub>2.4</sub>	11.12	7.95	21.74	4.08	3.30	26.74	7.21	12.25
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>	11.14	7.93	21.49	4.13	3.07	28.74	7.27	12.15
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.2</sub> -APS <sub>2.4</sub>	11.06	7.99	21.42	4.14	3.28	26.90	7.25	12.18

#### 4.1.2.2 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน

รูปที่ 4.7 แสดงสเปกตรัม  $^{29}\text{Si}$  CP/MAS NMR ของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร และ ตารางที่ 4.4 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน สารคู่ควบไซเลน APS ประกอบด้วยพันธะ Si-O-R' จำนวน 3 พันธะ โดย R' แทนหมู่เอทอกซี ( $-\text{CH}_2\text{CH}_3$ ) จึงใช้สัญลักษณ์ T<sup>n</sup> เพื่ออธิบายการเกิดโครงข่ายไซลอกเซนในโครงสร้างไฮโดรทัลไซต์ [41] เมื่อทำการดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียก ตามลำดับ พบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>1</sup> มากกว่า LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> แต่มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>2</sup> และ T<sup>3</sup> น้อยกว่า LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> แสดงว่าการสอดแทรก SDS ทำให้ APS เกิดการกระจายตัวดีขึ้นหรือเกิดการรวมตัวกันลดลงบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ เนื่องจาก SDS ที่ทำพันธะกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ทำหน้าที่ขัดขวางไม่ให้ APS เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกันเอง นอกจากนี้เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al พบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>1</sup> มากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> แต่มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>2</sup> และ T<sup>3</sup> น้อยกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> แสดงว่าการเพิ่มปริมาณ SDS ทำให้ APS เกิดการกระจายตัวดีขึ้นหรือเกิดการรวมตัวกันลดลงบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ เนื่องจากเมื่อปริมาณ SDS เพิ่มขึ้น จึงมี SDS ทำพันธะกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มากขึ้น ทำให้ APS เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกันเองได้ยากขึ้นจากการถูกจำกัดด้วยการมีอยู่ของ SDS [29, 54-56]



รูปที่ 4.7 สเปกตรัม  $^{29}\text{Si}$  CP/MAS NMR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

ด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกัน (a) LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub>

(b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>

ตารางที่ 4.4 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T<sup>n</sup>

Sample	Chemical shift (ppm)	Area (%)	Assignments	Notation	Distribution (%)	Schemes [2]
LDH <sub>w</sub> -APS <sub>2.4</sub>	-48.27	17.98	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>	17.98	
	-56.43	16.53	Hydrolyzed bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>	42.39	
	-64.73	25.86	Hydrolyzed bidentate II	T <sup>2</sup>		
	-68.13	39.63	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>	39.63	

ตารางที่ 4.4 (ต่อ) องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T<sup>n</sup>

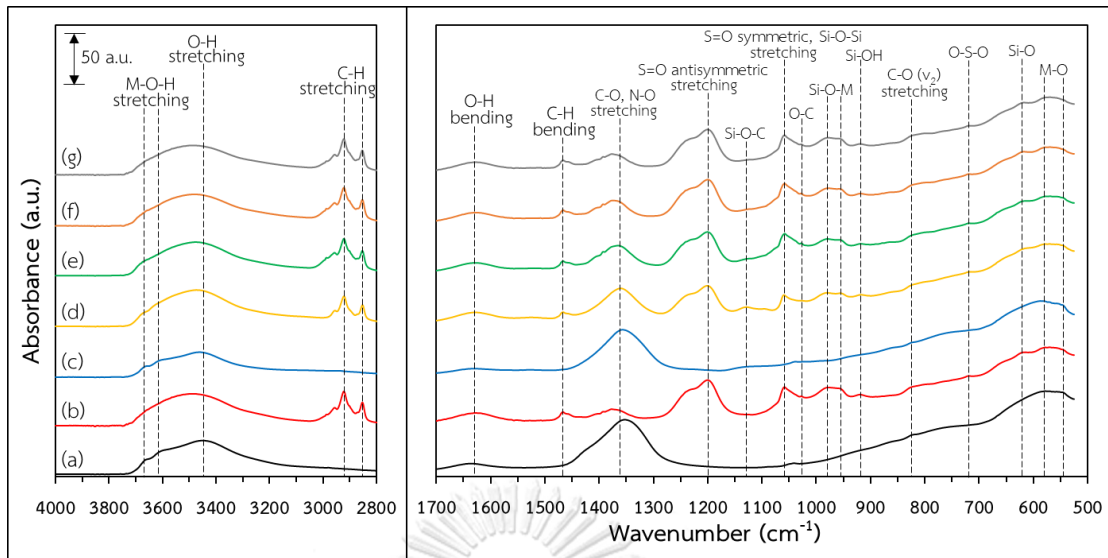
Sample	Chemical shift (ppm)	Area (%)	Assignments	Notation	Distribution (%)	Schemes [2]
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>0.6</sub> - APS <sub>2.4</sub>	-45.15	9.55	Hydrolyzed monodentate I	T <sup>1</sup>	62.66	
	-48.43	34.21	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-54.44	18.90	Monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-63.83	8.79	Hydrolyzed bidentate II	T <sup>2</sup>	8.79	
	-67.37	24.76	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>	28.55	
-71.56	3.79	Tridentate II	T <sup>3</sup>			
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.2</sub> - APS <sub>2.4</sub>	-42.07	6.75	Hydrolyzed monodentate I	T <sup>1</sup>	77.73	
	-47.55	54.99	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-54.09	15.99	Monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-58.20	3.05	Hydrolyzed bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>	8.79	
	-64.51	5.74	Hydrolyzed bidentate II	T <sup>2</sup>		
	-67.47	6.53	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>	13.48	
	-77.81	6.95	Tridentate II	T <sup>3</sup>		

### 4.1.2.3 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน

รูปที่ 4.8 แสดง FTIR สเปกตรัมของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร และตารางที่ 4.5 แสดง หมู่ฟังก์ชันของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงแถบที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของไฮโดรทาลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น เช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4.1.1.2 และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ O-H ต่ำกว่า LDH เนื่องจาก APS ที่เกาะรวมตัวกันอยู่บนผิวของไฮโดรทาลไซต์ ทำให้การรวมตัวกันของอนุภาคไฮโดรทาลไซต์ลดลง ขณะที่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.8}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ O-H สูงกว่า LDH และแถบดีงกล่าวเลื่อนไปที่ค่าเลขคลื่นสูงขึ้นเมื่อเทียบกับ LDH เนื่องจากอนุภาคเกิดการรวมตัวกันหลังผ่านการดัดแปร ซึ่งเกิดจาก SDS ที่ยึดเกาะบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ซึ่งสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนของ SDS สามารถเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนของ SDS ของอนุภาคใกล้เคียงได้ ส่งผลให้อนุภาคเกิดการรวมตัวกันได้ง่ายขึ้นหลังผ่านการดัดแปร [53]  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ C-O และ N-O ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{NO}_3^-$  ในช่องว่างระหว่างชั้นใกล้เคียงกับ LDH เนื่องจาก APS ไม่ได้เข้าไปแทนที่  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{NO}_3^-$  ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทาลไซต์ แต่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ C-O และ N-O ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{NO}_3^-$  ในช่องว่างระหว่างชั้นต่ำกว่า LDH เนื่องจาก SDS เข้าไปแทนที่  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนภายในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทาลไซต์ นอกจากนี้เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al พบว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.8}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ C-O และ N-O ของ  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{NO}_3^-$  ในช่องว่างระหว่างชั้นลดลงตามลำดับ เนื่องจากการเพิ่มปริมาณ SDS เป็นการเพิ่มการแทนที่ไอออนประจุลบเดิมในช่องว่างระหว่างชั้น ส่งผลให้  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{NO}_3^-$  มีปริมาณลดลง [56] แต่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบดีงกล่าวเท่ากับ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจากที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 1.2 : 1.0 มีปริมาณ SDS มากเกินไปสำหรับการสอดแทรกเข้าไปแทนที่  $\text{CO}_3^{2-}$  และ  $\text{NO}_3^-$  ในช่องว่างระหว่างชั้น เมื่อทำการดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS พบว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.8}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  ปรากฏแถบเพิ่มเติมเมื่อเปรียบเทียบกับ LDH ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ SDS เช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4.1.1.2  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ S=O antisymmetric stretching และ S=O symmetric stretching ของ SDS ต่ำกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  เนื่องจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ทำการดัดแปร

MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ เมื่อช่องว่างระหว่างชั้นมีขนาดกว้างมากขึ้นจากผลของ SDS ทำให้ APS สามารถเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นเพื่อเกิดปฏิกิริยาควมแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้ ส่งผลให้ SDS ที่เกิดแรงยึดเหนี่ยวทางไฟฟ้า (electrostatic force) กับชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ในช่องว่างระหว่างชั้นเกิดการหลุดออก ดังนั้น  $LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$  จึงเหลือปริมาณ SDS ในช่องว่างระหว่างชั้นน้อยกว่า  $LDH_w-SDS_{1.0}$  และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al พบว่า  $LDH_w-SDS_{0.6}-APS_{2.4}$ ,  $LDH_w-SDS_{0.8}-APS_{2.4}$  และ  $LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ S=O antisymmetric stretching และ S=O symmetric stretching ของ SDS สูงขึ้นตามลำดับเนื่องจากมีปริมาณ SDS สอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นมากขึ้น แต่  $LDH_w-SDS_{1.2}-APS_{2.4}$  มีความเข้มของแถบดังกล่าวเท่ากับ  $LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$  เนื่องจากที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 1.2 : 1.0 มีปริมาณ SDS มากเกินไปสำหรับการสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้น โดย SDS ส่วนเกินนี้จะกระจายตัวอยู่ในสารละลายและถูกชะล้างออกในขั้นตอนการกรองและล้างตะกอน [57] เมื่อทำการตัดแปรผิวของ MgAl LDH ผ่านการทำซิลิเลชันแบบเปียก พบว่า  $LDH_w-SDS_{0.6}-APS_{2.4}$ ,  $LDH_w-SDS_{0.8}-APS_{2.4}$ ,  $LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$  และ  $LDH_w-SDS_{1.2}-APS_{2.4}$  ปรากฏแถบเพิ่มเติมเมื่อเปรียบเทียบกับ LDH ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ APS เช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4.1.1.2 แต่  $LDH_w-APS_{2.4}$  ไม่ปรากฏแถบดังกล่าวเนื่องจาก  $LDH_w-APS_{2.4}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นแคบ ทำให้ APS ไม่สามารถเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นได้ ดังนั้นจึงพบปริมาณ APS ในตัวอย่างน้อยมากจนไม่สามารถตรวจสอบได้ และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al พบว่า  $LDH_w-SDS_{0.6}-APS_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ Si-O-Si และ Si-O-M stretching มากกว่า  $LDH_w-SDS_{0.8}-APS_{2.4}$ ,  $LDH_w-SDS_{1.0}-APS_{2.4}$  และ  $LDH_w-SDS_{1.2}-APS_{2.4}$  เนื่องจากที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 0.6 : 1.0 มีปริมาณ SDS น้อย ทำให้ APS เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารละลายและเกิดการควมแน่นกันเองได้ยากขึ้น จึงพบหมู่ฟังก์ชัน Si-O-Si น้อยกว่าตัวอย่างอื่น และปริมาณ SDS น้อย ทำให้มี APS ควมแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้น้อย จึงพบหมู่ฟังก์ชัน Si-O-M น้อยกว่าตัวอย่างอื่น





รูปที่ 4.8 สเปกตรัม FTIR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> (e) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.8</sub>-APS<sub>2.4</sub> (f) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (g) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>

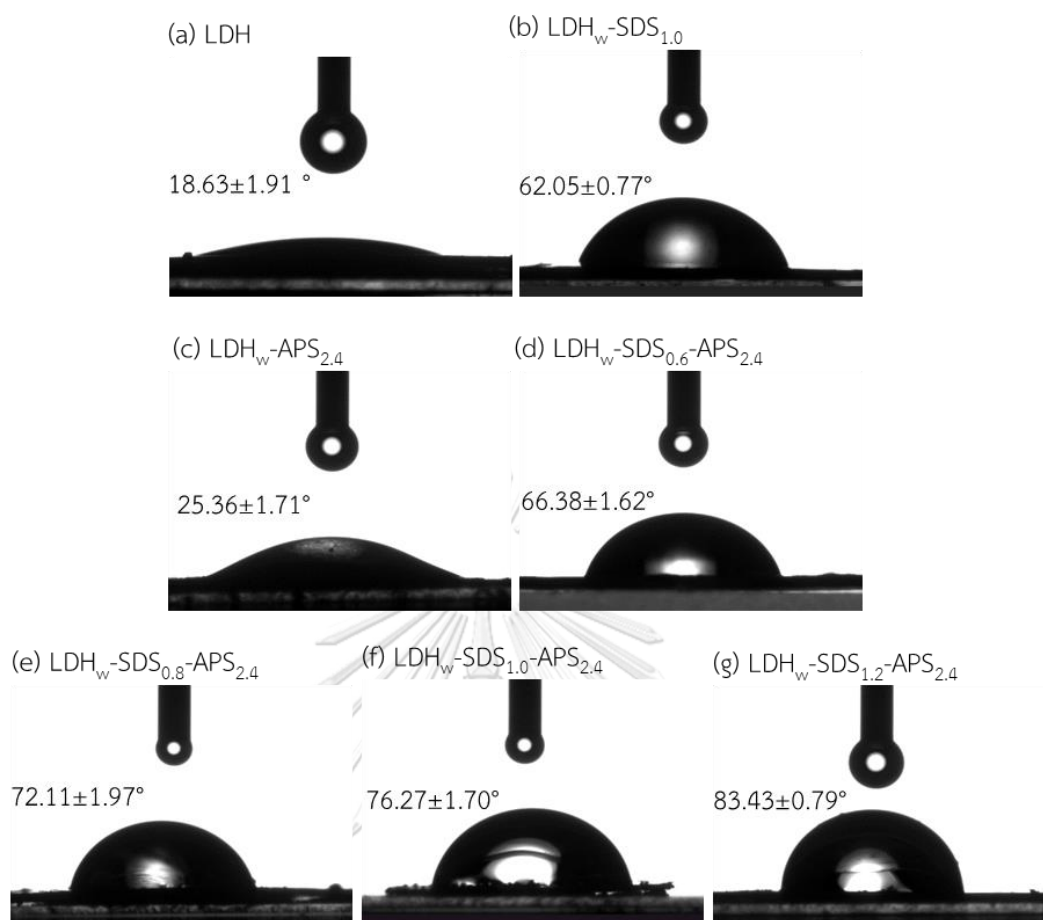
ตารางที่ 4.5 หมู่ฟังก์ชันของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )	Functional group
3,660, 3,600	M-O-H stretching of hydroxide layer
3,450	O-H stretching of water
2,980-2,900	C-H stretching of -CH <sub>3</sub> group
2,850	C-H stretching of -CH <sub>2</sub> group
1,630	O-H bending of interlayer water
1,463	C-H bending of -CH <sub>2</sub> and -CH <sub>3</sub> group
1,365	C-O stretching of CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (ν <sub>3</sub> ) and N-O stretching of NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> in interlayer space of hydrotalcite
1,200, 1,060	S=O antisymmetric and symmetric stretching of SDS
1,130	Si-O-C stretching of APS
1,060	Si-O-Si stretching of self-condensation of APS
1,026	O-C stretching of APS
990-950	Si-O-M stretching of condensation between APS and hydrotalcite in metal hydroxide layer
920	Si-OH stretching of silanol group
825	C-O stretching of CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (ν <sub>2</sub> )
720	O-S-O bending of SDS
620	Si-O stretching of APS
577, 548	M-O stretching in metal hydroxide layer

\* M = Magnesium or Aluminium

#### 4.1.2.4 สภาพชอบ/ไม่ชอบน้ำ

รูปที่ 4.9 แสดงมุมสัมผัสผิวน้ำของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า มุมสัมผัสผิวน้ำของ LDH, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>, LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.8</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีค่าเท่ากับ  $18.63 \pm 1.91$ ,  $62.05 \pm 0.77$ ,  $25.36 \pm 1.71$ ,  $66.38 \pm 1.62$ ,  $72.11 \pm 1.97$ ,  $76.27 \pm 1.70$  และ  $83.43 \pm 0.79$  องศา ตามลำดับ LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีมุมสัมผัสผิวน้ำมากกว่า LDH เนื่องจาก APS ประกอบด้วยหมู่อะมิโนโพรพิล ซึ่งมีสภาพไม่ชอบน้ำมากกว่าหมู่ไฮดรอกซิล ทำให้ LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> เกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ยากกว่า LDH [51] และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> มีมุมสัมผัสผิวน้ำมากกว่า LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> เนื่องจาก SDS ประกอบด้วยไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว ( $\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$ ) ซึ่งมีสภาพไม่ชอบน้ำมากกว่าหมู่อะมิโนโพรพิลของ APS ทำให้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> เกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ยากกว่า LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> ขณะที่ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีมุมสัมผัสผิวน้ำมากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> เนื่องจาก LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีทั้งหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่อะมิโนโพรพิลของ SDS และหมู่อะมิโนโพรพิลของ APS ในสารตัวอย่าง ทำให้มีสภาพไม่ชอบน้ำมากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> ที่มีเพียงหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่อะมิโนโพรพิลของ SDS ในสารตัวอย่าง นอกจากนี้เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al พบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.8</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีมุมสัมผัสผิวน้ำมากขึ้นตามลำดับ เนื่องจากมีปริมาณ SDS ในสารตัวอย่างมากขึ้น จึงเกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ยากขึ้น [29, 35]



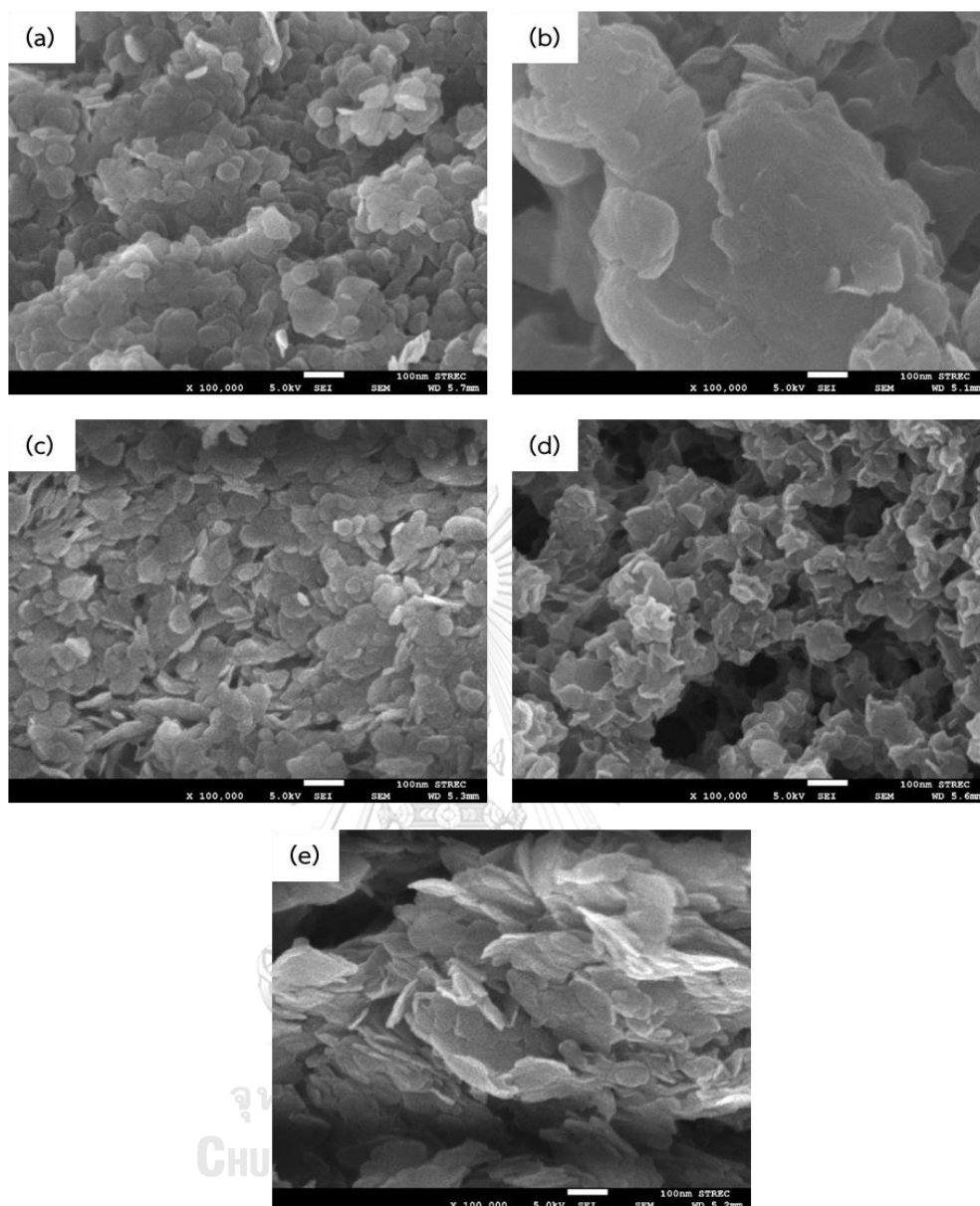
รูปที่ 4.9 มุมสัมผัสผิวน้ำของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al แตกต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> (e) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.8</sub>-APS<sub>2.4</sub> (f) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (g) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>

#### 4.1.2.5 สัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย FESEM ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า สัณฐานโดยทั่วไปของ LDH, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>, LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีลักษณะเป็นเกล็ด (platelet) ที่มีขนาดแตกต่างกัน จากโปรแกรม image J ที่ใช้หาขนาดอนุภาคสามารถเรียงลำดับขนาดอนุภาคจากเล็กไปใหญ่ได้ดังนี้ LDH < LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> < LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> < LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> < LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> (56.11, 60.43, 90.83, 125.83 และ 647.13 nm ตามลำดับ) LDH มีลักษณะพื้นผิวขรุขระ ซึ่งเกิดจากอนุภาคขนาดเล็กเกาะรวมตัวกัน LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีลักษณะคล้ายกับ LDH ซึ่ง APS ที่เกาะรวมตัวกันอยู่บนผิวของไฮโดรทัลไซต์ ทำให้การรวมตัวกันของอนุภาค LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> เกิดได้น้อยลง เนื่องจาก

การทำพันธะระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของอนุภาคใกล้เคียงเกิดได้ยากขึ้น ขณะที่อนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  มีขนาดใหญ่ขึ้นมากเมื่อเทียบกับ  $\text{LDH}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นกว้างกว่า  $\text{LDH}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-APS}_{2.4}$  และอนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  เกิดการเกาะรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน เนื่องจาก SDS ที่กระจายตัวอยู่บนผิวของไฮโดรทัลไซต์ ทำให้อนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  เกิดการรวมตัวกันได้ง่ายขึ้นจากการเกิดแรงแวนเดอร์วาลส์ ระหว่างโมเลกุล SDS ของอนุภาคใกล้เคียง นอกจากนี้เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al พบว่าอนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  มีขนาดใหญ่ขึ้นแต่ไม่เท่ากับ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}$  เนื่องจากการมี APS ช่วยลดการรวมตัวกันของอนุภาค และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$  มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{0.6}\text{-APS}_{2.4}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นที่แคบกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  [58, 59]





รูปที่ 4.10 ภาพถ่าย FESEM (กำลังขยาย 100,000 เท่า) ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al ต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-APS<sub>2.4</sub> (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>0.6</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (e) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>

การดัดแปร MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al ต่างกัน ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH โดยอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 1.0 : 1.0 (LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>) เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสม เนื่องจาก LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์มากที่สุด และ APS เกิดการกระจายตัวได้ดีบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ซึ่งส่งผลดีต่อการนำ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>

ไปผสมกับสารยึดติดฐานพียู เนื่องจากสายโซ่พียูสามารถสอดแทรกเข้าไปภายในช่องว่างระหว่างชั้นของ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ได้ง่าย และหมู่เอมีนของ APS สามารถเกิดอันตรกิริยากับหมู่ยูรีเทนได้ง่าย ทำให้  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู

### 4.1.3 ผลของชนิดสารคู่ควบไซเลน

การดัดแปร MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ โดยใช้ชนิดสารคู่ควบไซเลนที่แตกต่างกัน ได้แก่ APS ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ ), MTMS ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$ ) และ OTMS ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$ ) ซึ่งส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ดังนี้

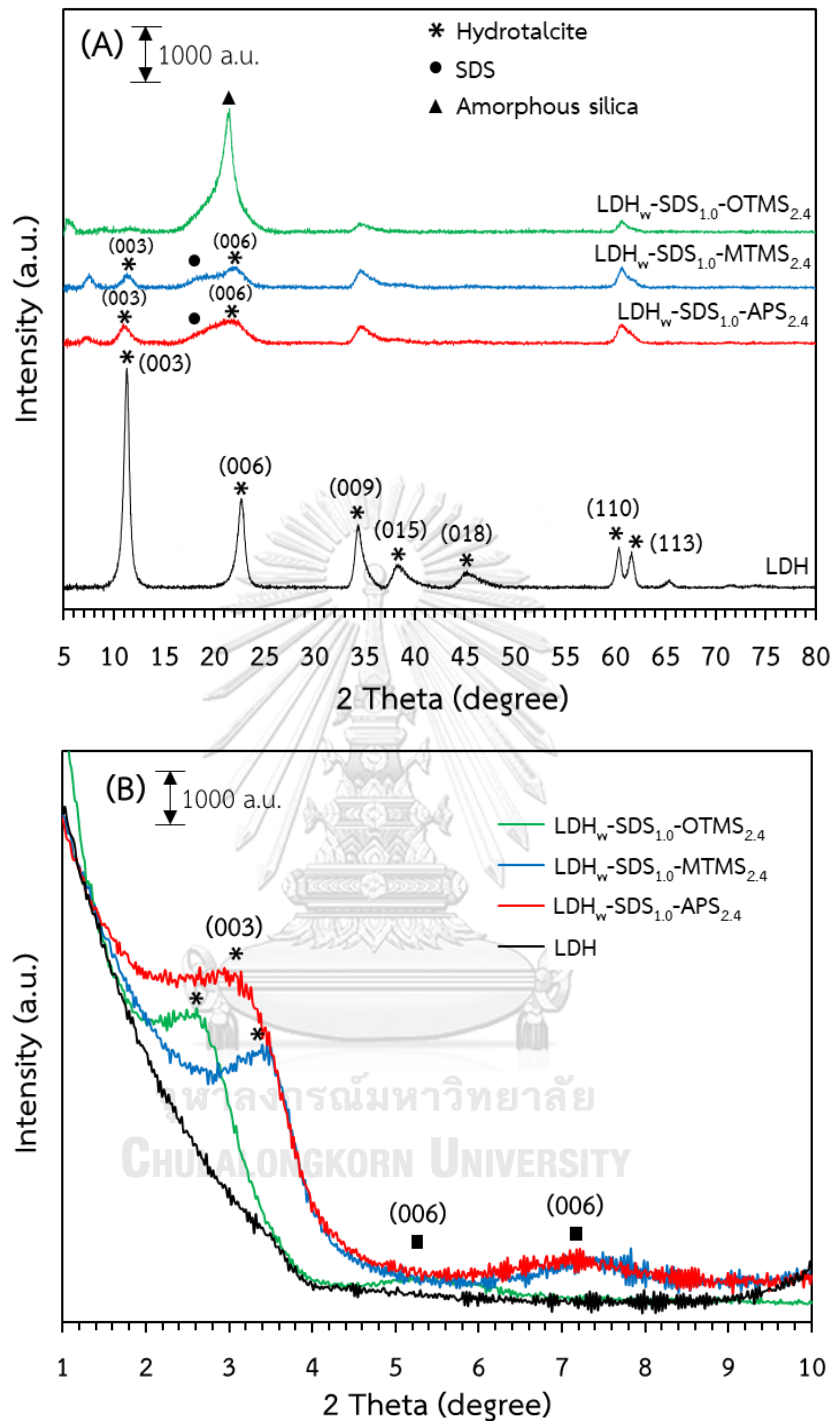
#### 4.1.3.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง

รูปที่ 4.11 (A) แสดงรูปแบบ high angle XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า LDH,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$  แสดงรูปแบบ XRD ที่สอดคล้องกับแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์หรือไฮโดรทัลไซต์ [46] พิจารณาระนาบ (003) และ (006) ซึ่งค่า  $d_{003}$  และ  $d_{006}$  แสดงดังตารางที่ 4.8 พบว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$  มีค่า  $d_{003}$  และ  $d_{006}$  ใกล้เคียงกับ LDH ซึ่งสอดคล้องกับไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น แต่มีความสูงของพีค (003) และ (006) ต่ำกว่า LDH เนื่องจาก SDS เข้าไปแทนที่  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนภายในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์ ส่งผลให้ความสูงของพีค (003) และ (006) มีค่าลดลง [30]  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$  ไม่พบวัฏภาคไฮโดรทัลไซต์ เนื่องจาก OTMS บางส่วนเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ของไฮโดรทัลไซต์ ซึ่ง OTMS มีขนาดโมเลกุลใหญ่มาก ทำให้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ลดลง ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์จึงเกิดการแยกออกจากกัน ทำให้ไม่พบโครงสร้างไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น แต่พบพีคที่ตำแหน่ง 21.53 องศา ซึ่งเป็นออสซิลฐานซิลิกา (amorphous silica) เนื่องจาก OTMS มีสภาพความเป็นขั้วต่ำมาก เมื่อ OTMS อยู่ในระบบที่มีเอทานอลเป็นตัวทำละลายซึ่งมีสภาพความเป็นขั้วสูง ทำให้ OTMS เกิดการรวมตัวกันและเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกันเองได้เป็นออสซิลฐานซิลิกายึดเกาะอยู่บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ [60]

รูปที่ 4.5 (B) แสดงรูปแบบ low angle XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรพบว่า LDH ไม่ปรากฏพีค XRD ใด ๆ แต่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$  แสดงพีค XRD ที่สัมพันธ์กับระนาบ (003) และ (006) ของไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{DS}^-$  anion เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น [35] จากตารางที่ 4.6 พบว่า ขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์กว้างมากขึ้นตามขนาดโมเลกุลของสารคู่ควบไซเลน เนื่องจากสารคู่ควบไซเลนเข้าไปทำปฏิกิริยาควบนั่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ภายในช่องว่างระหว่างชั้น โดย  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นกว้างกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$  เนื่องจาก APS มีขนาดโมเลกุลใหญ่กว่า MTMS ขณะที่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นกว้างกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก OTMS มีขนาดโมเลกุลใหญ่กว่า APS







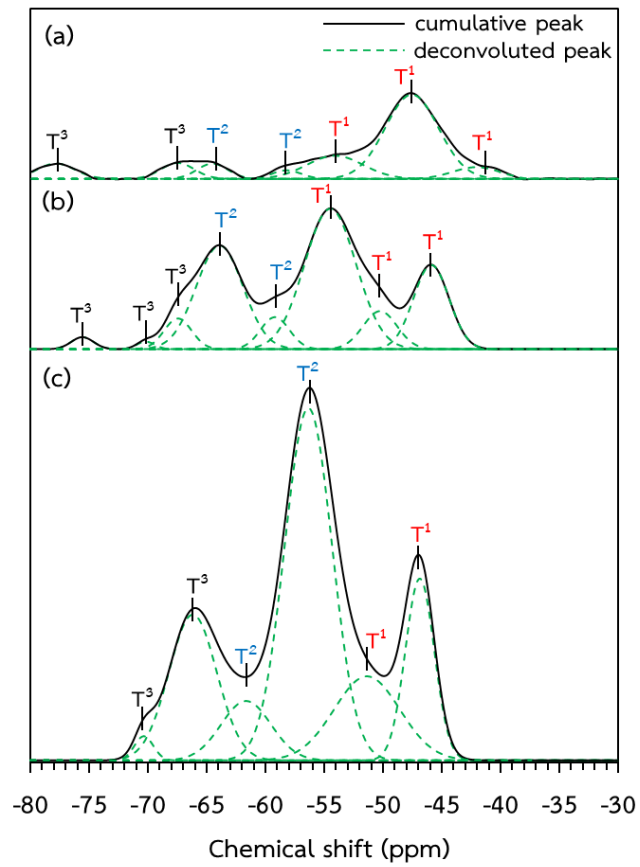
รูปที่ 4.11 รูปแบบ XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบไซเลนแตกต่างกัน  
(A) high angle และ (B) low angle

ตารางที่ 4.6 ตำแหน่งพีค XRD และระยะระหว่างระนาบผลึก

Sample	At high angle				At Low angle			
	(003)		(006)		(003)		(006)	
	2 $\theta$ (°)	d (Å)	2 $\theta$ (°)	d (Å)	2 $\theta$ (°)	d (Å)	2 $\theta$ (°)	d (Å)
LDH	11.29	7.83	22.63	3.92	-	-	-	-
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>	11.14	7.93	21.49	4.13	3.07	28.74	7.27	12.15
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -MTMS <sub>2.4</sub>	11.69	7.56	21.84	4.06	3.44	25.65	7.53	11.73
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -OTMS <sub>2.4</sub>	-	-	-	-	2.65	33.30	5.55	15.90

#### 4.1.3.2 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน

รูปที่ 4.12 แสดงสเปกตรัม  $^{29}\text{Si}$  CP/MAS NMR ของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร และ ตารางที่ 4.7 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน สารคู่ควบไซเลน APS, MTMS และ OTMS ประกอบด้วยพันธะ Si-O-R' จำนวน 3 พันธะ โดย R' แทนหมู่เมทอกซีหรือเอทอกซี จึงใช้สัญลักษณ์ T<sup>n</sup> เพื่ออธิบายการเกิดโครงข่ายไซลอกเซนในโครงสร้างไฮโดรทัลไซต์ [41] เมื่อเปลี่ยนชนิดสารคู่ควบไซเลนจาก APS เป็น MTMS และ OTMS พบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>1</sup> มากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> แต่มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>2</sup> และ T<sup>3</sup> น้อยกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> แสดงว่า APS เกิดการกระจายตัวบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้ดีกว่า MTMS หรือ APS เกิดการรวมตัวกันบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้น้อยกว่า MTMS เนื่องจาก APS มีสภาพความเป็นขั้วสูงกว่า MTMS ทำให้ APS เกิดการกระจายตัวในสารละลายเอทานอลได้ดีกว่า MTMS ดังนั้น APS จึงเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกันเองและเกิดการรวมตัวกันน้อยกว่า MTMS นอกจากนี้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>1</sup> มากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> แต่มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>2</sup> และ T<sup>3</sup> น้อยกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> แสดงว่า MTMS เกิดการกระจายตัวบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้ดีกว่า OTMS หรือ MTMS เกิดการรวมตัวกันบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้น้อยกว่า OTMS เนื่องจาก MTMS มีสภาพความเป็นขั้วสูงกว่า OTMS ทำให้ MTMS เกิดการกระจายตัวในสารละลายเอทานอลได้ดีกว่า OTMS ดังนั้น MTMS จึงเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกันเองและเกิดการรวมตัวกันน้อยกว่า OTMS [55, 56, 60]



รูปที่ 4.12 สเปกตรัม  $^{29}\text{Si}$  CP/MAS NMR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบไซเลนแตกต่างกัน (a)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  (b)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  และ (c)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-OTMS}_{2.4}$

ตารางที่ 4.7 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T<sup>n</sup>

Sample	Chemical shift (ppm)	Area (%)	Assignments	Notation	Distribution (%)	Schemes [2]
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1,2</sub> - APS <sub>2,4</sub>	-42.07	6.75	Hydrolyzed monodentate I	T <sup>1</sup>	77.73	
	-47.55	54.99	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-54.09	15.99	Monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-58.20	3.05	Hydrolyzed bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>	8.79	
	-64.51	5.74	Hydrolyzed bidentate II	T <sup>2</sup>		
	-67.47	6.53	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>	13.48	
-77.81	6.95	Tridentate II	T <sup>3</sup>			
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1,2</sub> - MTMS <sub>2,4</sub>	-45.90	16.14	Hydrolyzed monodentate I	T <sup>1</sup>	62.15	
	-50.25	7.00	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-54.48	39.01	Monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-59.19	4.99	Hydrolyzed bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>	31.10	
	-63.90	26.11	Hydrolyzed bidentate II	T <sup>2</sup>		
	-67.45	4.56	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>	6.75	
-70.19	0.73	Tridentate II	T <sup>3</sup>			
-75.57	1.46					

ตารางที่ 4.7 (ต่อ) องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T<sup>n</sup>

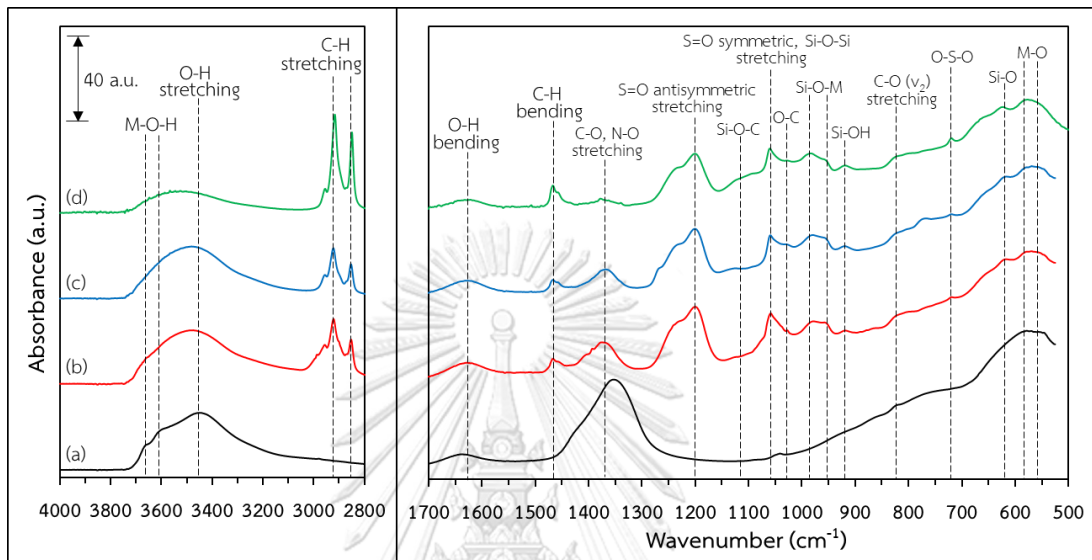
Sample	Chemical shift (ppm)	Area (%)	Assignments	Notation	Distribution (%)	Schemes [2]
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1,2</sub> -OTMS <sub>2,4</sub>	-46.75	12.21	Hydrolyzed monodentate I	T <sup>1</sup>	26.50	
	-50.74	14.29	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-56.18	42.63	Hydrolyzed bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>	54.93	
	-61.22	12.30	Hydrolyzed bidentate II	T <sup>2</sup>		
	-66.15	16.65	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>	18.57	
	-69.35	1.92				

#### 4.1.3.3 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน

รูปที่ 4.13 แสดง FTIR สเปกตรัมของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร และตารางที่ 4.8 แสดงหมู่ฟังก์ชันของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงแถบที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของไฮโดรทาลไซต์ที่มี CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ H<sub>2</sub>O เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น เช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4.1.1.2 LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-APS<sub>2,4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-MTMS<sub>2,4</sub> มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ O-H ใกล้เคียงกับ LDH แต่แถบบ่งชี้เลื่อนไปที่ค่าเลขคลื่นสูงขึ้น และไม่พบแถบที่สอดคล้องกับการสั่นของพันธะ M-OH stretching เมื่อเปรียบเทียบกับ LDH เนื่องจากอนุภาคเกิดการรวมตัวกันหลังผ่านการดัดแปร ขณะที่ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-OTMS<sub>2,4</sub> มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ O-H ต่ำกว่า LDH, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-APS<sub>2,4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-MTMS<sub>2,4</sub> เนื่องจาก OTMS มีสภาพความเป็นขั้วต่ำมาก จึงเกิดการรวมตัวกันแล้วปกคลุมอยู่บนผิวของไฮโดรทาลไซต์ ส่งผลให้มีน้ำทำพันธะกับหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของไฮโดรทาลไซต์ น้อยลง LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-APS<sub>2,4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-MTMS<sub>2,4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-OTMS<sub>2,4</sub> มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ C-O และ N-O ของ CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> และ NO<sub>3</sub><sup>-</sup> ในช่องว่างระหว่างชั้นต่ำกว่า LDH เนื่องจาก SDS และสารคู่ควบไซเลนเข้าไปแทนที่ CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ H<sub>2</sub>O ภายในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทาลไซต์ ขณะที่ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1,2</sub>-OTMS<sub>2,4</sub> มี

ความเข้มของแถบการสั่นดังกล่าวต่ำกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  เนื่องจาก OTMS มีขนาดโมเลกุลใหญ่กว่า APS และ MTMS มาก เมื่อ OTMS เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิล ทำให้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ลดลง ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์จึงเกิดการแยกออกจากกัน ส่งผลให้พบปริมาณ  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ในช่องว่างระหว่างชั้นน้อยมาก นอกจากนี้  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-OTMS}_{2.4}$  ยังปรากฏแถบเพิ่มเติมเมื่อเปรียบเทียบกับ LDH ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ SDS และสารคู่ควบไซเลน เช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4.1.1.2  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ SDS (S=O antisymmetric stretching และ S=O symmetric stretching) สูงกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  เนื่องจากในขั้นตอนการดัดแปรผิวของ MgAl LDH การต่อติดเชิงเคมีของสารคู่ควบไซเลนบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ส่งผลให้ SDS ที่เกิดแรงยึดเหนี่ยวทางไฟฟ้าบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์หลุดออกได้ ซึ่งหมู่เอทอกซีของ APS สามารถเกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้ยากกว่าหมู่เมทอกซีของ MTMS ทำให้มี APS ถูกต่อติดเชิงเคมีบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์น้อยกว่า MTMS ดังนั้น SDS ใน  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  จึงเกิดการหลุดออกน้อยกว่า ทำให้พบปริมาณ SDS เหลืออยู่ใน  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มากกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  ขณะที่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-OTMS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ SDS (S=O antisymmetric stretching และ S=O symmetric stretching) ต่ำกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  เนื่องจากหมู่ออกตะเดซิลของ OTMS มีสภาพความเป็นขั้วต่ำกว่าหมู่เมทิลของ MTMS มาก เมื่อ OTMS อยู่ในระบบที่มีเอทานอลเป็นตัวทำละลายจึงเกิดการรวมตัวกันและยึดเกาะอยู่บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ซึ่งมี SDS อยู่ ส่งผลให้ SDS ที่เกิดแรงยึดเหนี่ยวทางไฟฟ้าบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์หลุดออกได้มากกว่า ดังนั้นจึงพบปริมาณ SDS เหลืออยู่ใน  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-OTMS}_{2.4}$  น้อยกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  นอกจากนี้ความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ C-H (C-H stretching และ C-H bending) สูงขึ้นตามปริมาณหมู่เมทิลีน ( $-\text{CH}_2-$ ) ในสารคู่ควบไซเลน โดย  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบลักษณะดังกล่าวสูงกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  เนื่องจาก APS มีปริมาณหมู่เมทิลีนมากกว่า MTMS และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบลักษณะดังกล่าวสูงกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-APS}_{2.4}$  เนื่องจาก OTMS มีปริมาณหมู่เมทิลีนมากกว่า APS และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$  มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ Si-O-C ของสารคู่ควบไซเลน สูงกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  แสดงถึงการมีปริมาณสารคู่ควบไซเลนในสารตัวอย่างมากที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณสารคู่ควบไซเลนที่วิเคราะห์ได้จากเทคนิค WDXRF แสดงดังตารางที่ 4.11 เนื่องจาก OTMS เกิดการรวมตัวกันเป็นโครงข่ายซิลิกาอยู่บนผิวของไฮดรอกไซด์ ทำให้พบปริมาณ OTMS ในสารตัวอย่างมากที่สุด แต่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$  มี

ความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ Si-O-M ต่ำกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.2}\text{-MTMS}_{2.4}$  เนื่องจาก OTMS เกิดการรวมตัวกันเองได้ง่ายกว่า APS และ MTMS ทำให้ OTMS เกิดปฏิกิริยาควมแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ได้น้อยกว่า APS และ MTMS [30, 32, 61]



รูปที่ 4.13 สเปกตรัม FTIR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบไซเลนแตกต่างกัน (a) LDH (b)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  (c)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$  และ (d)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$

ตารางที่ 4.8 หมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )	Functional group
3,670, 3,610	M-O-H stretching of hydroxide layer
3,450	O-H stretching of water
2,980-2,900	C-H stretching of -CH <sub>3</sub> group
2,850	C-H stretching of -CH <sub>2</sub> group
1,620	O-H bending of interlayer water
1,465	C-H bending of -CH <sub>2</sub> and -CH <sub>3</sub> group
1,368	C-O stretching of CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (ν <sub>3</sub> ) and N-O stretching of NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> in interlayer space of hydrotalcite
1,200, 1,060	S=O antisymmetric and symmetric stretching of SDS
1,112	Si-O-C stretching of silane
1,060	Si-O-Si stretching of self-condensation of silane
1,028	O-C stretching of silane
990-950	Si-O-M stretching of condensation between APS and hydrotalcite in metal hydroxide layer
923	Si-OH stretching of silanol group
825	C-O stretching of CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (ν <sub>2</sub> )
719	O-S-O bending of SDS
620	Si-O stretching of silane
585, 553	M-O stretching in metal hydroxide layer

\* M = Magnesium or Aluminium

ตารางที่ 4.9 ปริมาณสารคู่ควบไซเลนในวัสดุ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร จากเทคนิค WDXRF

Sample	Silane (mole)
LDH	-
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>	0.0032
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -MTMS <sub>2.4</sub>	0.0060
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -OTMS <sub>2.4</sub>	0.0192



#### 4.1.3.4 สภาพชอบ/ไม่ชอบน้ำ

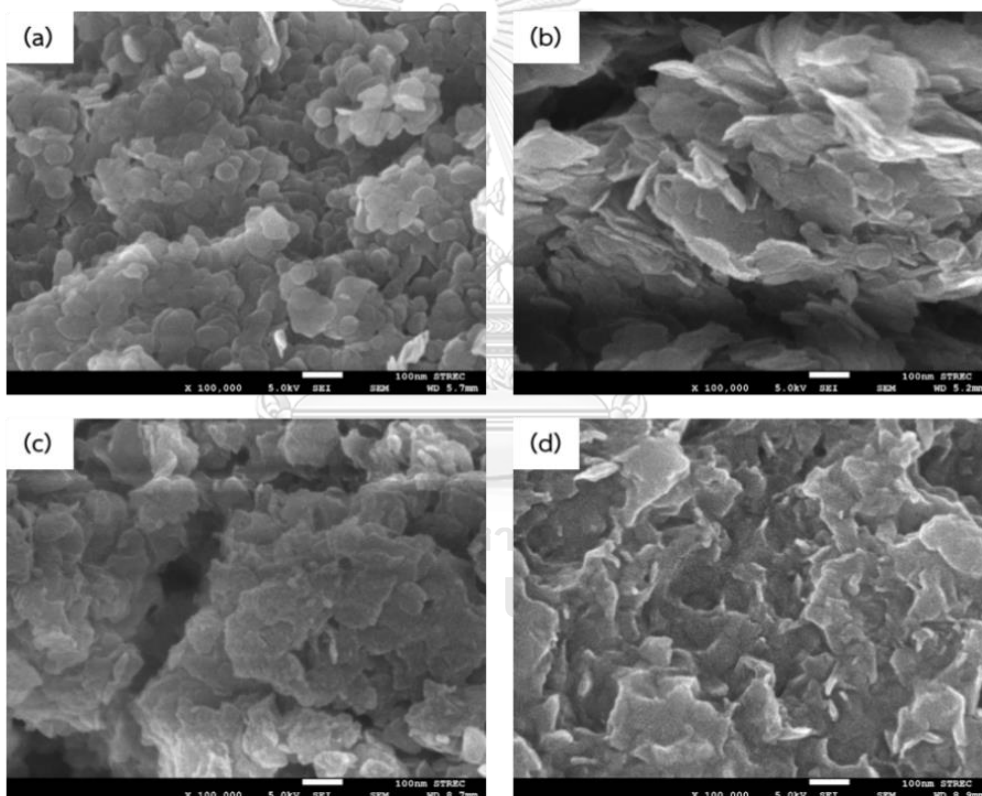
รูปที่ 4.14 แสดงมุมสัมผัสน้ำของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า มุมสัมผัสน้ำของ LDH, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> มีค่าเท่ากับ  $18.63 \pm 1.91$ ,  $76.27 \pm 1.70$ ,  $64.94 \pm 0.70$  และ  $99.41 \pm 2.38$  องศา ตามลำดับ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> มีมุมสัมผัสน้ำมากกว่า LDH เนื่องจาก MTMS ประกอบด้วยหมู่เมทิล ซึ่งมีสภาพไม่ชอบน้ำมากกว่าหมู่ไฮดรอกซิลของ LDH ทำให้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> เกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ยากกว่า LDH และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีมุมสัมผัสน้ำมากกว่าวัสดุ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> เนื่องจาก APS ประกอบด้วยหมู่อะมิโนโพรพิล ซึ่งมีสภาพความไม่ชอบน้ำมากกว่าหมู่เมทิลของ MTMS ทำให้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> เกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ยากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> นอกจากนี้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> มีมุมสัมผัสน้ำมากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> เนื่องจาก OTMS ประกอบด้วยหมู่ออกตะเตซิล ซึ่งมีสภาพความไม่ชอบน้ำมากกว่าหมู่อะมิโนโพรพิลของ APS ทำให้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> เกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ยากกว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>



รูปที่ 4.14 มุมสัมผัสน้ำของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบไซเลนที่แตกต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>

#### 4.1.3.5 สัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.15 แสดงภาพถ่าย FESEM ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> มีสัณฐานโดยทั่วไปคล้ายกับ LDH คือมีลักษณะผิวขรุขระ ซึ่งเกิดจากอนุภาคที่มีลักษณะเป็นเกล็ดเกาะรวมตัวกัน แต่ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> มีสัณฐานโดยทั่วไปแตกต่างจาก LDH คืออนุภาค LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> มีความหนาและใหญ่ ซึ่งเกิดจากอนุภาครวมตัวกันอย่างแน่นหนา เนื่องจากช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> มีขนาดกว้างมากและ OTMS เกิดการรวมตัวกันและควบแน่นกันเองเป็นโครงข่ายซิลิกาขนาดใหญ่เกาะบนผิวของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> ส่งผลให้เกิดอนุภาคที่มีขนาดแตกต่างกันเชื่อมติดกันและรวมตัวกันอย่างแน่นหนา [58, 59]



รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย FESEM (กำลังขยาย 100,000 เท่า) ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยชนิดสารคู่ควบไซเลนแตกต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>

การดัดแปร MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ ด้วยชนิดสารคู่ควบไซเลนที่แตกต่างกัน ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH โดย APS (LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>) เป็นสารคู่ควบไซเลนที่เหมาะสม เนื่องจาก APS เกิดการกระจายตัวได้ดีที่สุด

บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ซึ่งส่งผลดีต่อการนำ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ไปผสมกับสารยึดติดฐานพียู เนื่องจากหมู่เอมีนของ APS ที่กระจายตัวอยู่บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์สามารถเกิดอันตรกิริยากับหมู่ยูรีเทนได้ง่าย

#### 4.1.4 ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al

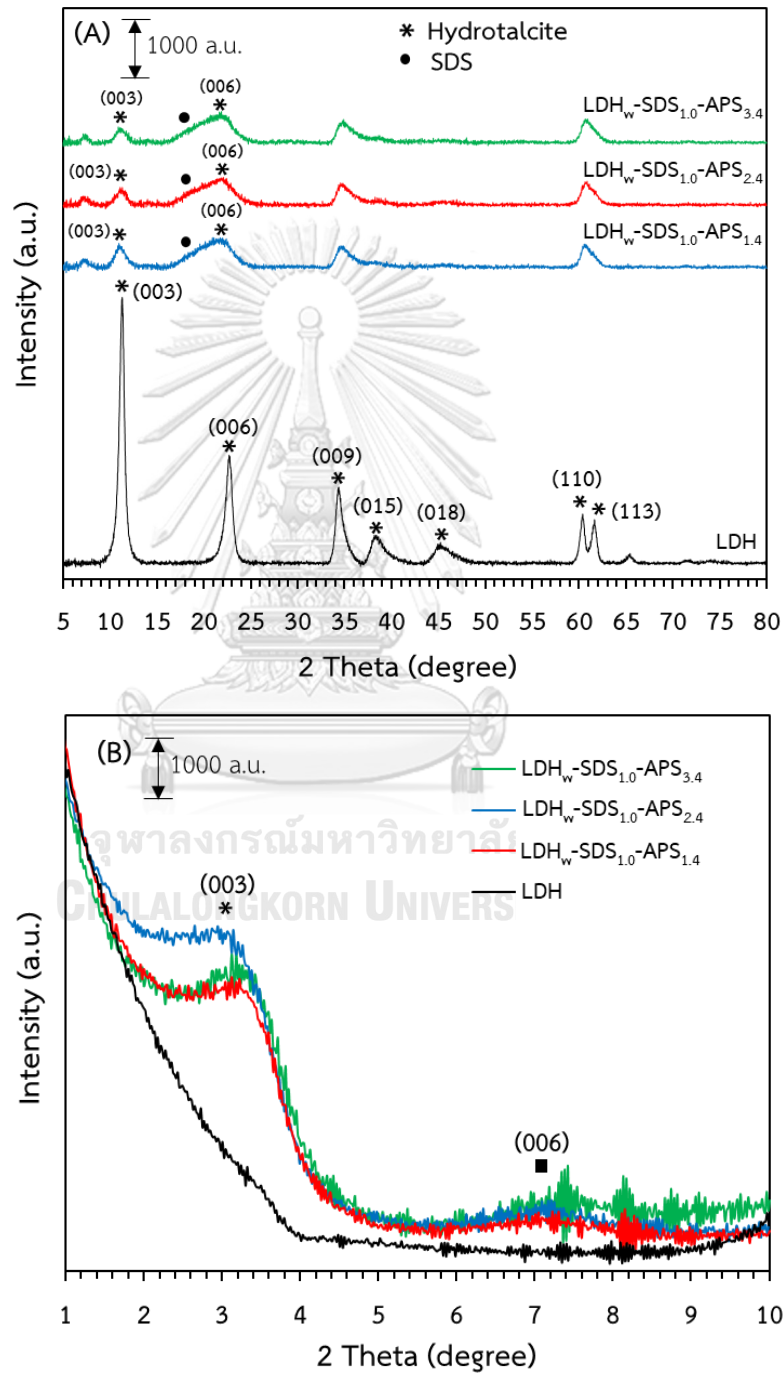
การดัดแปร MgAl LDH ผ่านการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al แตกต่างกันได้แก่ 1.4 : 1.0 ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{1.4}$ ), 2.4 : 1.0 ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ ) และ 3.4 : 1.0 ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{3.4}$ ) ซึ่งส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ดังนี้

##### 4.1.4.1 สมบัติเชิงโครงสร้าง

รูปที่ 4.16 (A) แสดงรูปแบบ high angle XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรพบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงรูปแบบ XRD ที่สอดคล้องกับแมกนีเซียม-อะลูมิเนียมเลเยอร์ดับเบิลไฮดรอกไซด์หรือไฮโดรทัลไซต์ [46] พิจารณาระนาบ (003) และ (006) ซึ่งค่า  $d_{003}$  และ  $d_{006}$  แสดงดังตารางที่ 4.10 พบว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{1.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{3.4}$  มีค่า  $d_{003}$  และ  $d_{006}$  ใกล้เคียงกับ LDH ซึ่งสอดคล้องกับไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น แต่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{1.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{3.4}$  มีความสูงของพีคระนาบ (003) และ (006) ต่ำกว่า LDH เนื่องจาก SDS เข้าไปแทนที่  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  และ  $\text{H}_2\text{O}$  ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนภายในช่องว่างระหว่างชั้น ส่งผลให้ความสูงของพีค (003) และ (006) มีค่าลดลง นอกจากนี้  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{1.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{3.4}$  ยังปรากฏพีค XRD ที่ตำแหน่ง  $2\theta$  ประมาณ 19 องศา ซึ่งเป็นพีคที่แสดงวิฤภาค SDS ที่แยกตัวออกจากไฮโดรทัลไซต์ [47]

รูปที่ 4.16 (B) แสดงรูปแบบ low angle XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรพบว่า LDH ไม่ปรากฏพีค XRD ใด ๆ แต่  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{1.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{3.4}$  แสดงพีค XRD ที่สัมพันธ์กับระนาบ (003) และ (006) ของไฮโดรทัลไซต์ที่มี  $\text{DS}^-$  anion เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น [16, 56] จากตารางที่ 4.10 เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al พบว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์กว้างกว่า  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{1.4}$  เนื่องจากปริมาณ APS มากขึ้น ทำให้ APS

สามารถเข้าไปทำปฏิกิริยาควบแน่นกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ภายในช่องว่างระหว่างชั้นได้มากขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เป็น 3.4 : 1.0 ( $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{3.4}$ ) พบว่า ช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์มีขนาดลดลง เนื่องจากมีปริมาณ APS มากเกินไปที่จะเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นได้



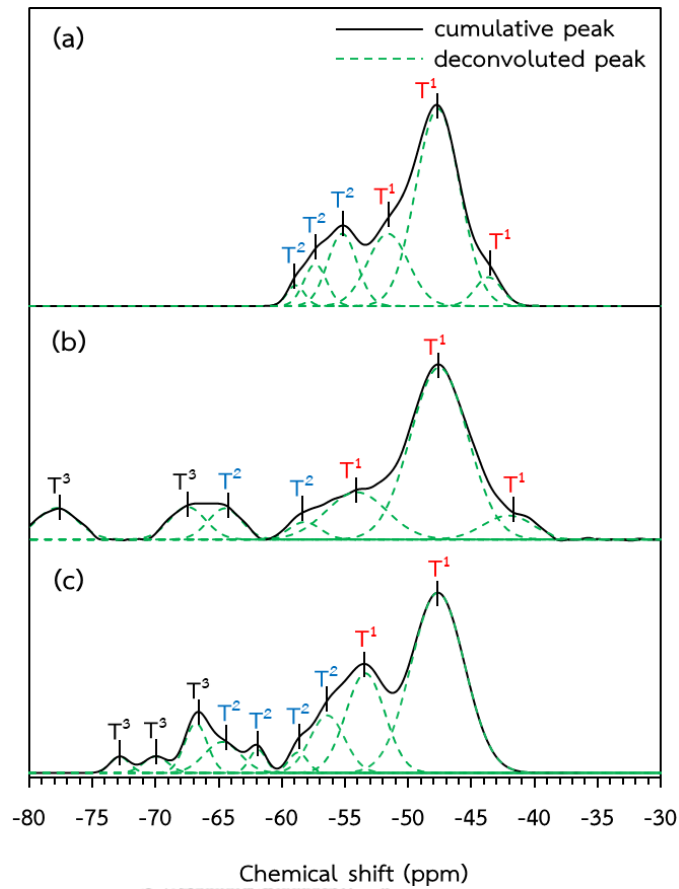
รูปที่ 4.16 รูปแบบ XRD ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al แตกต่างกัน (A) high angle และ (B) low angle

ตารางที่ 4.10 ตำแหน่งพีค XRD และระยะระหว่างระนาบผลึก

Sample	At high angle				At Low angle			
	(003)		(006)		(003)		(006)	
	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)	2θ (°)	d (Å)
LDH	11.29	7.83	22.63	3.92	-	-	-	-
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>1.4</sub>	11.19	7.90	21.54	4.12	3.22	27.41	7.29	12.11
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>	11.14	7.93	21.49	4.13	3.07	28.74	7.27	12.15
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>3.4</sub>	11.17	7.91	21.61	4.11	3.16	27.93	7.26	12.16

#### 4.1.4.2 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน

รูปที่ 4.17 แสดงสเปกตรัม <sup>29</sup>Si CP/MAS NMR ของ MgAl ที่ผ่านการตัดแปร และ ตารางที่ 4.11 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลน เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ สารคู่ควบไซเลน : Al พบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>1.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>3.4</sub> มีผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>1</sup> ลดลงตามลำดับ แต่ผลรวมโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>2</sup> และ T<sup>3</sup> เพิ่มขึ้นตามลำดับ แสดงว่าการเพิ่มปริมาณ APS ทำให้ APS เกิดการกระจายตัวลดลง หรือเกิดการรวมตัวกันมากขึ้นบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ เนื่องจากการเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ สารคู่ควบไซเลน : Al ทำให้ในระบบมีปริมาณ APS มากขึ้น แต่หมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มีปริมาณจำกัด ซึ่งถูกจำกัดด้วยการมีอยู่ของ SDS ทำให้เหลือปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลสำหรับควบแน่นกับ APS น้อยลง ดังนั้นการเพิ่มปริมาณ APS จึงทำให้ APS เกาะรวมตัวกันและควบแน่นกันเองบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มากขึ้น [32]



รูปที่ 4.17 สเปกตรัม  $^{29}\text{Si}$  CP/MAS NMR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al แตกต่างกัน (a)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1,2}\text{-APS}_{1,4}$  (b)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1,2}\text{-APS}_{2,4}$  และ (c)  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1,2}\text{-APS}_{3,4}$

ตารางที่ 4.11 องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T<sup>n</sup>

Sample	Chemical shift (ppm)	Area (%)	Assignments	Notation	Distribution (%)	Schemes [2]	
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1,2</sub> <sup>-</sup> APS <sub>1,4</sub>	-43.65	4.86	Hydrolyzed monodentate I	T <sup>1</sup>	91.76		
	-47.65	54.80	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>			
	-51.60	18.65	Monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>			
	-55.22	13.45		T <sup>1</sup>			
	-57.36	5.95	Hydrolyzed	T <sup>2</sup>		8.24	
	-58.90	2.29	bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>			
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1,2</sub> <sup>-</sup> APS <sub>2,4</sub>	-42.07	6.75	Hydrolyzed monodentate I	T <sup>1</sup>	77.73		
	-47.55	54.99	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>			
	-54.09	15.99	Monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>			
	-58.20	3.05	Hydrolyzed bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>		8.79	
	-64.51	5.74	Hydrolyzed bidentate II	T <sup>2</sup>			
	-67.47	6.53	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>		13.48	
	-77.81	6.95	Tridentate II	T <sup>3</sup>			

ตารางที่ 4.11 (ต่อ) องค์ประกอบทางเคมีของสารคู่ควบไซเลนชนิด T<sup>n</sup>

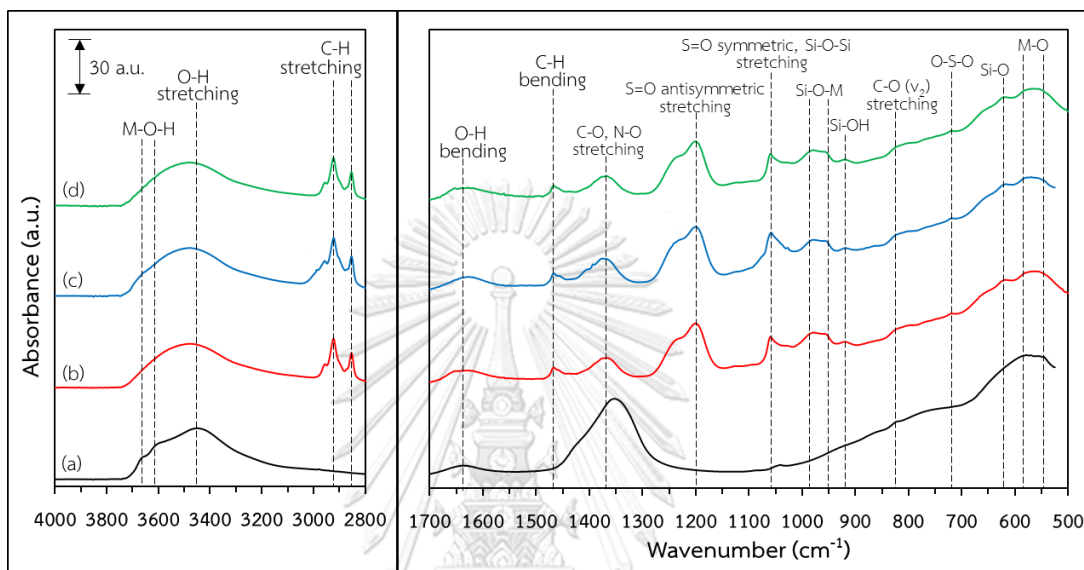
Sample	Chemical shift (ppm)	Area (%)	Assignments	Notation	Distribution (%)	Schemes [2]
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.2</sub> <sup>-</sup> APS <sub>3.4</sub>	-47.66	50.00	Hydrolyzed monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>	70.24	
	-53.40	20.24	Monodentate II <sup>29</sup>	T <sup>1</sup>		
	-56.41	10.32	Hydrolyzed bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>	20.15	
	-58.72	1.99	bidentate I <sup>29</sup>	T <sup>2</sup>		
	-61.91	2.04	Hydrolyzed bidentate II	T <sup>2</sup>		
	-64.71	5.80	bidentate II	T <sup>2</sup>	9.61	
	-66.80	5.84	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>		
	-69.98	2.14	Tridentate I <sup>29</sup>	T <sup>3</sup>		
-72.84	1.63	Tridentate II	T <sup>3</sup>			

#### 4.1.4.3 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน

รูปที่ 4.18 แสดง FTIR สเปกตรัมของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร และตารางที่ 4.12 แสดงหมู่ฟังก์ชันของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงแถบที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของไฮโดรทาลไซต์ที่มี CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ H<sub>2</sub>O เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น เช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4.1.1.2 LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub> ไม่พบแถบที่สอดคล้องกับการสั่นของพันธะ M-OH stretching เมื่อเทียบกับ LDH และแถบการสั่นของพันธะ O-H เลื่อนไปที่ค่าเลขคลื่นสูงขึ้นเมื่อเทียบกับ LDH เนื่องจากอนุภาคเกิดการรวมตัวกันหลังผ่านการดัดแปร และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub> มีความเข้มของแถบการสั่นของพันธะ C-O และ N-O ของ CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> และ NO<sub>3</sub><sup>-</sup> ในช่องว่างระหว่างชั้นต่ำกว่า LDH เนื่องจาก SDS เข้าไปแทนที่ CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ H<sub>2</sub>O ผ่านการแลกเปลี่ยนไอออนภายในช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทาลไซต์ นอกจากนี้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub> ปรากฏแถบเพิ่มเติมเมื่อเปรียบเทียบกับ LDH ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันของ SDS และ APS เช่นเดียวกับหัวข้อที่ 4.1.1.2 LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub> มีความเข้ม



ของแถบการสั่นของพันธะ Si-O-Si, Si-OH, Si-O-M และ Si-O stretching ของ APS ไม่แตกต่างกัน ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณ APS ที่วิเคราะห์ได้จากเทคนิค WDXRF แสดงดังตารางที่ 4.13 เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มีปริมาณจำกัด ซึ่งถูกจำกัดด้วยการมีอยู่ของ SDS ทำให้เหลือปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลสำหรับควมแน่นกับ APS น้อย ดังนั้นการเพิ่มปริมาณ APS ในระบบจึงไม่ส่งผลให้พบปริมาณ APS มากขึ้นอย่างชัดเจนในสารตัวอย่าง



รูปที่ 4.18 สเปกตรัม FTIR ของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al แตกต่างกัน (a) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub> (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub>

ตารางที่ 4.12 หมู่ฟังก์ชันที่สำคัญของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )	Functional group
3,670, 3,610	M-O-H stretching of hydroxide layer
3,450	O-H stretching of water
2,980-2,900	C-H stretching of -CH <sub>3</sub> group
2,850	C-H stretching of -CH <sub>2</sub> group
1,620	O-H bending of interlayer water
1,465	C-H bending of -CH <sub>2</sub> and -CH <sub>3</sub> group
1,365	C-O stretching of CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (ν <sub>3</sub> ) and N-O stretching of NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> in interlayer space of hydrotalcite
1,200, 1,060	S=O antisymmetric and symmetric stretching of SDS
1,060	Si-O-Si stretching of self-condensation of silane
990-950	Si-O-M stretching of condensation between APS and hydrotalcite in metal hydroxide layer
920	Si-OH stretching of silanol group
825	C-O stretching of CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> (ν <sub>2</sub> )
718	O-S-O bending of SDS
620	Si-O stretching of silane
580, 548	M-O stretching in metal hydroxide layer

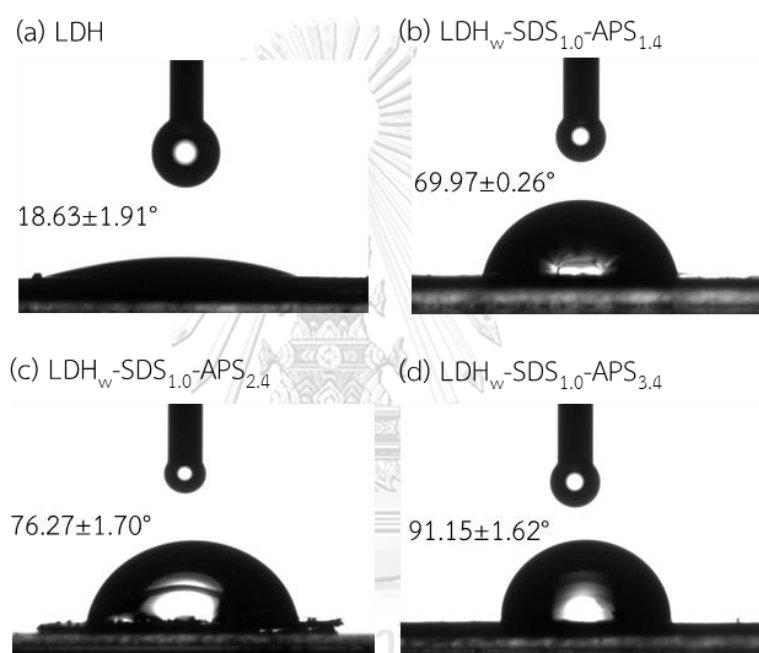
\* M = Magnesium or Aluminium

ตารางที่ 4.13 ปริมาณ APS ในวัสดุ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร จากเทคนิค WDXRF

Sample	APS (mole)
LDH	-
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>1.4</sub>	0.0031
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub>	0.0032
LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>3.4</sub>	0.0036

#### 4.1.4.4 สภาพชอบ/ไม่ชอบน้ำ

รูปที่ 4.19 แสดงมุมสัมผัสน้ำของ MgAl ที่ผ่านการดัดแปร พบว่า มุมสัมผัสน้ำของ LDH, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub> มีค่าเท่ากับ  $18.63 \pm 1.91$ ,  $69.97 \pm 0.26$ ,  $76.27 \pm 1.70$  และ  $91.15 \pm 1.62$  องศา ตามลำดับ เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al พบว่า LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub> มีมุมสัมผัสน้ำมากขึ้น เนื่องจากมีปริมาณ APS มากขึ้นและ APS เกิดการรวมตัวกันบนผิวของไฮโดรทัลไซต์มากขึ้น ทำให้วัสดุที่ได้เกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ยากขึ้น



รูปที่ 4.19 มุมสัมผัสน้ำของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al แตกต่างกัน (a) LDH (b) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>1.4</sub> (c) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และ (d) LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>3.4</sub>

การดัดแปร MgAl LDH โดยการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al แตกต่างกัน ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH โดยอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เท่ากับ 2.4 : 1.0 (LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>) เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสม เนื่องจาก LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของไฮโดรทัลไซต์มากที่สุด และ APS เกิดการกระจายตัวได้ดีบนผิวของไฮโดรทัลไซต์ ซึ่งมีโครงสร้างซิลิกาชนิด T<sup>1</sup> แบบ hydrolyzed monodentate I และ II<sup>29</sup> มากที่สุด ซึ่งส่งผลดีต่อการนำวัสดุ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ไปผสมกับสาร

ยึดติดฐานพียู เนื่องจากหมู่เอมีนของ APS และหมู่ไซลานอลของ APS สามารถเกิดอันตรกิริยากับหมู่ยูรีเทนได้ง่าย

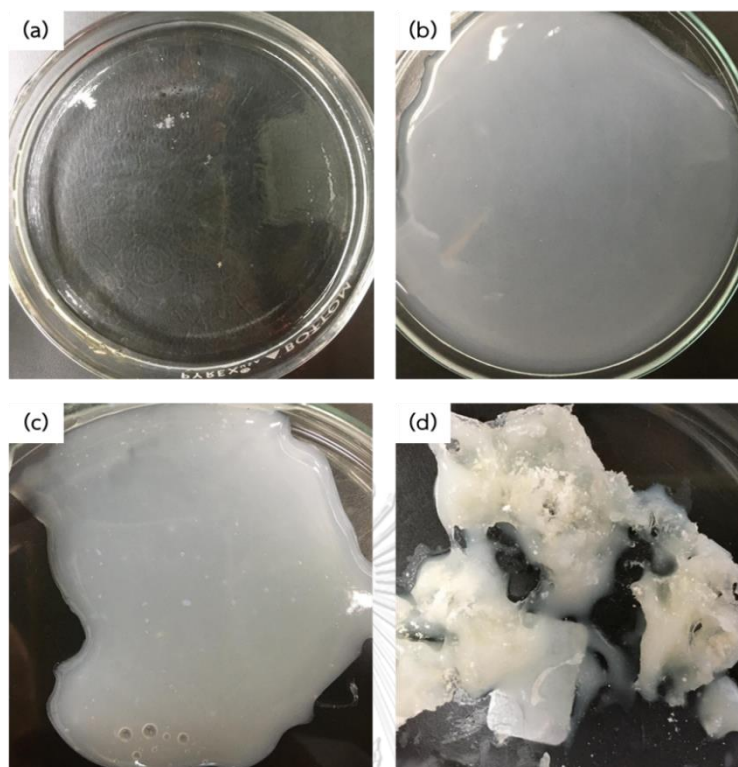
## 4.2 การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

### 4.2.1 ผลของปริมาณ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร โดยผสม  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ปริมาณแตกต่างกันลงในสารยึดติดฐานพียู ได้แก่ 3 % ( $\text{PU}/\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-3\%}$ ), 5 % ( $\text{PU}/\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-5\%}$ ) และ 20 % ( $\text{PU}/\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-20\%}$ ) โดยน้ำหนัก ซึ่งส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของนาโนคอมพอสิต ดังนี้

#### 4.2.1.1 สมบัติทางกายภาพ

รูปที่ 4.20 แสดงลักษณะทางกายภาพของนาโนคอมพอสิต พบว่า PU มีลักษณะใส ไม่มีสี เมื่อทำการผสม  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ในปริมาณ 3, 5 และ 20 % โดยน้ำหนัก ลงในสารยึดติดฐานพียู พบว่า  $\text{PU}/\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-3\%}$  มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันคล้ายกับ PU แต่มีสีขุ่นมากกว่า PU เนื่องจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู ขณะที่  $\text{PU}/\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-5\%}$  มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันคล้ายกับ  $\text{PU}/\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-3\%}$  แต่มีอนุภาคสีขาวบางส่วนในสารยึดติดฐานพียู เนื่องจากมีปริมาณ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มากเกินไป ทำให้อนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  บางส่วนเกิดการรวมตัวกันและกระจายตัวได้ไม่ดีในสารยึดติดฐานพียู นอกจากนี้  $\text{PU}/\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-20\%}$  มีลักษณะไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เนื่องจากมีปริมาณ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มากเกินไป ทำให้อนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  รวมตัวกันและแยกตัวออกจากสารยึดติดฐานพียู



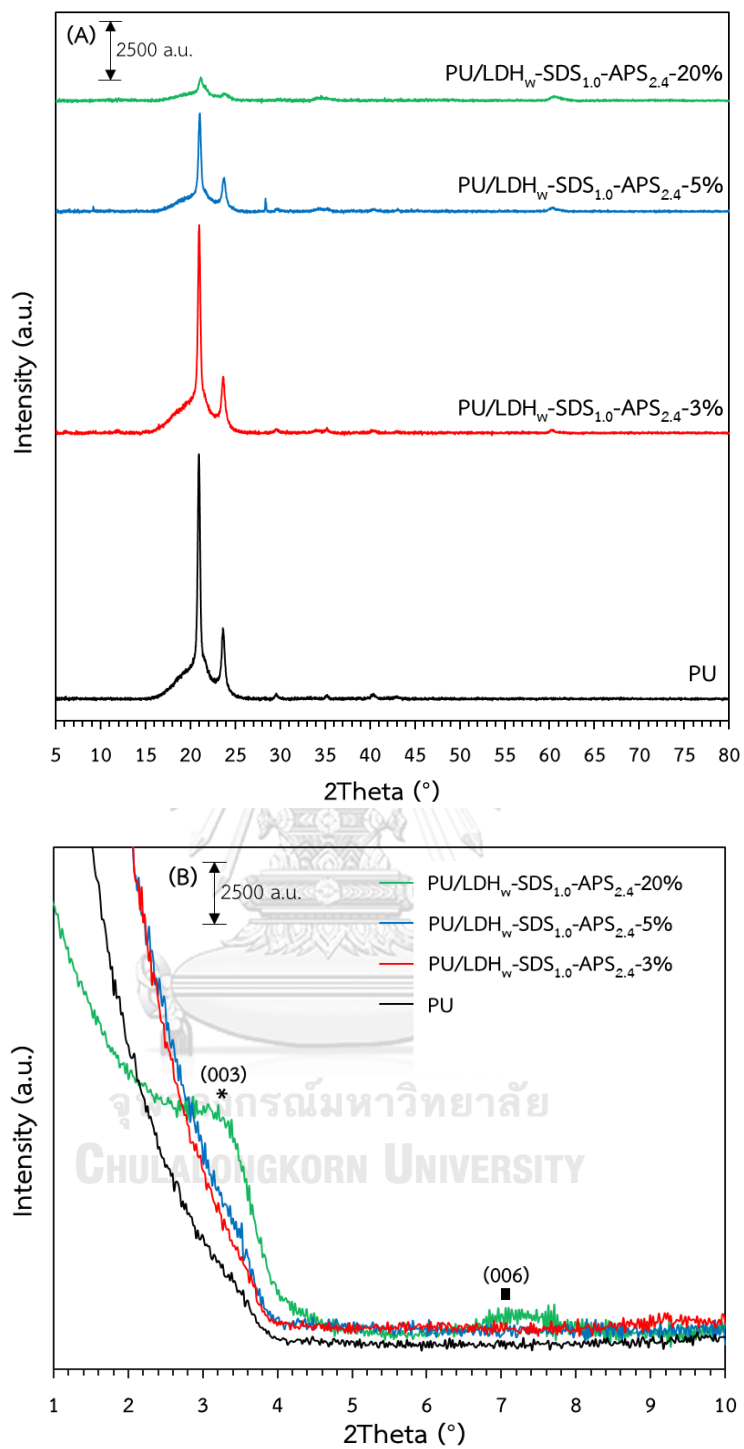
รูปที่ 4.20 ลักษณะทางกายภาพของนาโนคอมพอสิตที่มีปริมาณ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ต่างกัน  
 (a) PU (b)  $\text{PU/LDH-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-3\%}$  (c)  $\text{PU/LDH-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-5\%}$  และ  
 (d)  $\text{PU/LDH-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-20\%}$

#### 4.2.1.2 สมบัติเชิงโครงสร้าง

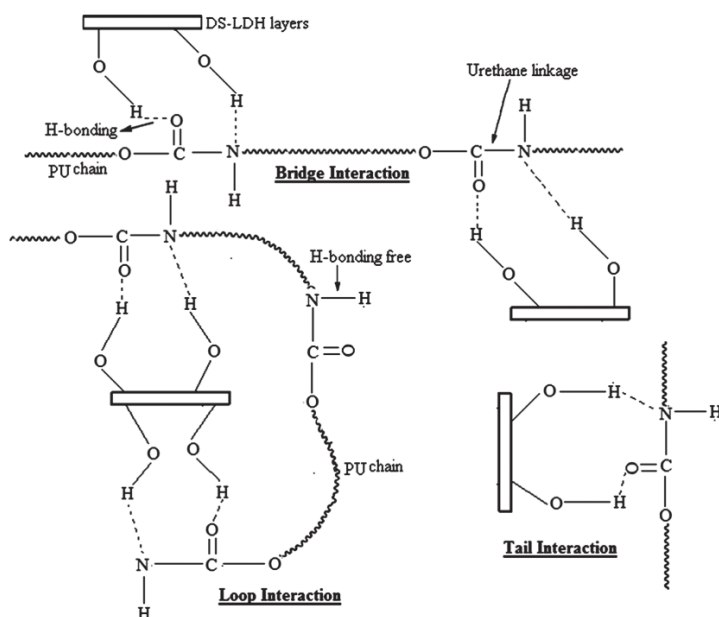
รูปที่ 4.21 (A) แสดงรูปแบบ high angle XRD ของนาโนคอมพอสิต พบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงรูปแบบ XRD ของพอลิยูรีเทน ประกอบด้วยพีค XRD ที่ตำแหน่ง  $2\theta$  ประมาณ 21 และ 24 องศา ซึ่งสอดคล้องกับส่วนแข็ง (hard segment, -NHCO-) และส่วนนิ่ม (soft segment, -C-O-C-) ของพอลิยูรีเทน ตามลำดับ [62-65]  $\text{PU/LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-3\%}$  มีความสูงของพีคที่แสดงวัฏภาคพอลิยูรีเทนต่ำกว่า PU เนื่องจากอนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ในสาร ยึดติดฐานพียูไปขัดขวางการเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างสายโซ่พียู ส่งผลให้การเชื่อมขวางของสายโซ่พียูลดลง [32] เมื่อเพิ่มปริมาณ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ในสารยึดติดฐานพียู พบว่า  $\text{PU/LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-5\%}$  มีความสูงของพีคที่แสดงวัฏภาคพอลิยูรีเทนต่ำกว่า  $\text{PU/LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-3\%}$  เนื่องจากปริมาณ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ที่เพิ่มขึ้นไปขัดขวางการเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างสายโซ่พียู ส่งผลให้การเชื่อมขวางของสายโซ่พียูลดลง ขณะที่  $\text{PU/LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}\text{-20\%}$  มีความสูงของพีคที่แสดงวัฏภาคพอลิยูรีเทนต่ำกว่า

PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% เนื่องจากปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ที่มากเกินไป ทำให้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ผสมเข้ากันได้ไม่ดีและแยกตัวออกจากสารยึดติดฐานพียู [10, 24, 32]

รูปที่ 4.21 (B) แสดงรูปแบบ low angle XRD ของนาโนคอมพอสิต พบว่า PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% ไม่ปรากฏรูปแบบ XRD ใด ๆ เช่นเดียวกับกับ PU เนื่องจากสายโซ่พียูเกิดการสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> และเกิดอันตรกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ (รูปที่ 4.22) หรือเกิดอันตรกิริยากับหมู่เอมีนของ APS ที่อยู่บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ส่งผลให้ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์แยกออกจากกัน (exfoliation) จึงไม่พบวิถีภาคของไฮโดรทัลไซต์ใน PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% ขณะที่ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-20% แสดงพีค XRD ที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 3.26 และ 7.15 องศา ซึ่งสัมพันธ์กับระนาบ (003) และ (006) ของไฮโดรทัลไซต์ที่มี DS<sup>-</sup> anion อยู่ในช่องว่างระหว่างชั้นตามลำดับ เนื่องจากมีปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ในสารยึดติดฐานพียูมากเกินไป ทำให้ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> เกาะรวมตัวกันเอง สายโซ่พียูจึงไม่สามารถสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ได้ หรือสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ได้น้อย จึงไม่สามารถทำให้ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์แยกออกจากกันได้ [66, 67]



รูปที่ 4.21 รูปแบบ XRD ของนาโนคอมพอสิตที่มีปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ต่างกัน  
(A) high angle และ (B) low angle



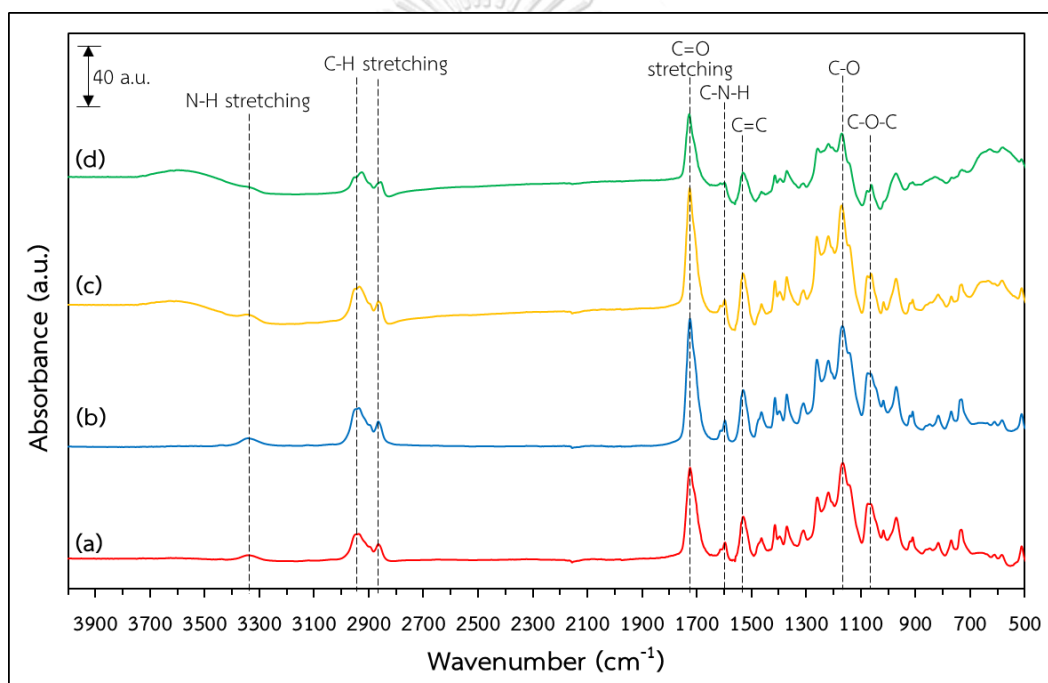
รูปที่ 4.22 สายโซ่ยูรีเทนเกิดพันธะไฮโดรเจนกับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ [68]

#### 4.2.1.3 โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันของนาโนคอมพอสิต

รูปที่ 4.23 แสดง FTIR สเปกตรัมของนาโนคอมพอสิต และตารางที่ 4.14 แสดงหมู่ฟังก์ชันของนาโนคอมพอสิต พบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงแถบที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของพอลิยูรีเทน ได้แก่ แถบ 3,329 สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ -NH (-NH stretching) ในสายโซ่พียู ช่วงแถบ 2,980 ถึง 2,900  $\text{cm}^{-1}$  และ 2,865  $\text{cm}^{-1}$  สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C-H (C-H stretching) ที่พบในหมู่เมทิล ( $-\text{CH}_3$ ) และหมู่เมทิลีน ( $-\text{CH}_2-$ ) ตามลำดับ แถบ 1,722 สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C=O (C=O stretching) ของหมู่คาร์บอนิลในสายโซ่พียู แถบ 1,593 สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C-N (C-N stretching) ในสายโซ่พียู แถบ 1,530 สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ C=C ในวงแอรโรแมติก แถบ 1,162 สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ -C-O-C- ในสายโซ่พียู และแถบ 1,065 สอดคล้องกับเอกลักษณ์การสั่นของพันธะ  $-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-$  ในสายโซ่พียู พิจารณาช่วงแถบ 3,700 ถึง 3,400  $\text{cm}^{-1}$  ที่สอดคล้องกับการสั่นของพันธะ O-H stretching ของไฮดรอกไซด์ พบว่า PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% ไม่ปรากฏพีกในช่วงแถบดังกล่าว เนื่องจากสายโซ่พียูทำให้อนุภาค LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> เกิดการรวมตัวกันลดลง โดยสายโซ่พียูเกิดการสอดแทรกระหว่างอนุภาคของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> แล้วเกิดอันตรกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่เอมีนของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> ขณะที่ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-20% ปรากฏพีกในช่วงแถบดังกล่าว เนื่องจากมีปริมาณ



LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มากเกินไป ทำให้อนุภาค LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> รวมตัวกันในสารยึดติดฐานพียู ซึ่ง PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-20% มีความสูงพิกของช่วงแถบดังกล่าวสูงกว่า PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% เนื่องจาก PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-20% มีปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub> มากกว่า PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% พิจารณาช่วงแถบต่ำกว่า 700 cm<sup>-1</sup> ที่สอดคล้องกับการสั่นของพันธะ M-O stretching ของไฮโดรทัลไซต์ พบว่า PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% ไม่ปรากฏพิกในช่วงแถบดังกล่าว เนื่องจาก LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS กระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู ขณะที่ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-APS<sub>2.4</sub>-20% มีความเข้มของพิกในช่วงแถบดังกล่าวสูงขึ้นตามลำดับ เนื่องจากมีปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS มากเกินไป ทำให้อนุภาค LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS เกาะรวมตัวกัน [68-70]



รูปที่ 4.23 สเปกตรัม FTIR ของนาโนคอมพอสิตที่มีปริมาณ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ต่างกัน  
 (a) PU (b) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% (c) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-5% และ  
 (d) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-20%

ตารางที่ 4.14 หมู่ฟังก์ชันของสารยึดติดฐานพียู

Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )	Functional group
3,329	-NH stretching of urethane linkage
2,980-2,900	C-H stretching of -CH <sub>3</sub> groups
2,865	C-H stretching of -CH <sub>2</sub> groups
1,722	C=O stretching of carbonyl groups in urethane linkage
1,593	C-N stretching of urethane linkage
1,530	C=C of aromatic ring
1,162	-C-O-C- of urethane linkage
1,065	-CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub> - of urethane linkage

การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร โดยผสม LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ปริมาณแตกต่างกันลงในสารยึดติดฐานพียู ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของนาโนคอมพอสิต โดย LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> ที่ 3 % โดยน้ำหนัก (PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3%) เป็นปริมาณที่เหมาะสม เนื่องจากอนุภาค LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู

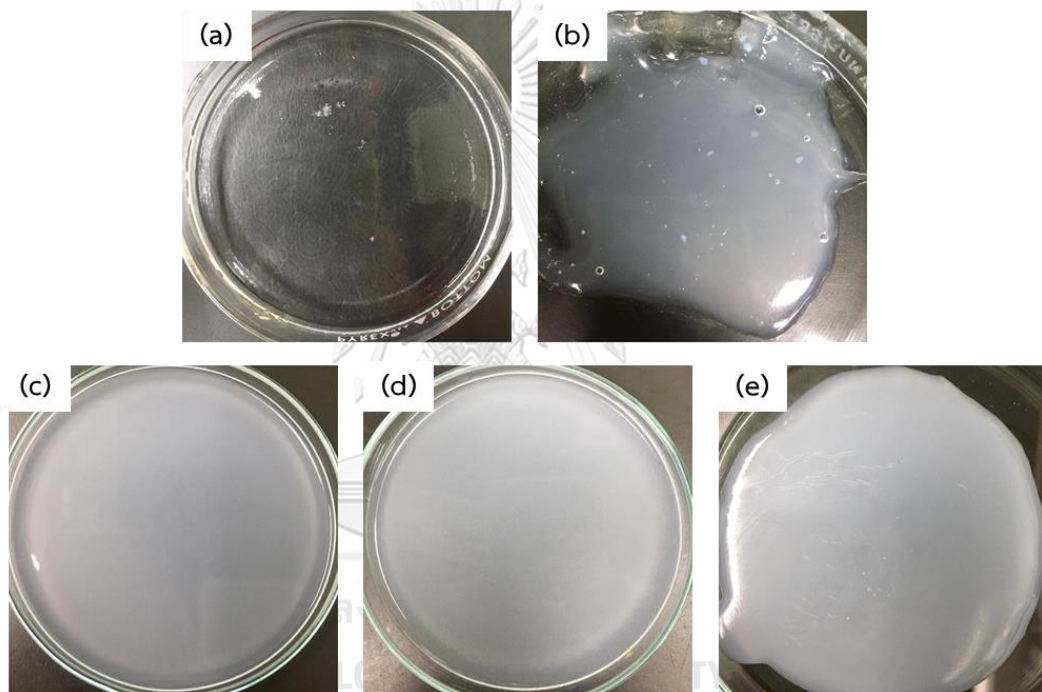
#### 4.2.2 ผลของชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร โดยผสมชนิดของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรโดยการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับแตกต่างกันลงในสารยึดติดฐานพียู ได้แก่ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> (PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3%), LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> (PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub>-3%) และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> (PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3%) ซึ่งส่งผลต่อสมบัติเชิงโครงสร้างและสมบัติทางกายภาพและเคมีของนาโนคอมพอสิต ดังนี้

##### 4.2.2.1 สมบัติทางกายภาพ

รูปที่ 4.24 แสดงลักษณะทางกายภาพของนาโนคอมพอสิต พบว่า PU มีลักษณะใส ไม่มีสี เมื่อทำการผสม LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> ลงในสารยึดติดฐานพียู พบว่า PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3%, PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub>-3% และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3% มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันคล้ายกับ PU

แต่มีสีขุ่นมากกว่า PU เนื่องจากผิวของ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$ ,  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$  ประกอบด้วย SDS และสารคู่ควบไซเลน ทำให้ตัวอย่างดังกล่าวมีสภาพไม่ชอบน้ำสูง อนุภาคจึงเกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอซิเทตเป็นตัวทำละลาย อีกทั้งสารคู่ควบไซเลนสามารถเกิดอันตรกิริยากับสายโซ่พียูได้ ส่งผลให้ตัวอย่างดังกล่าวเกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู ขณะที่ PU/LDH-3% พบอนุภาคสีขาวในสารยึดติดฐานพียู ซึ่งเกิดจากอนุภาค LDH รวมตัวกันในสารยึดติดฐานพียู เนื่องจาก LDH มีสภาพชอบน้ำสูง จึงเกิดการกระจายตัวได้ไม่ดีในสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอซิเทตเป็นตัวทำละลาย

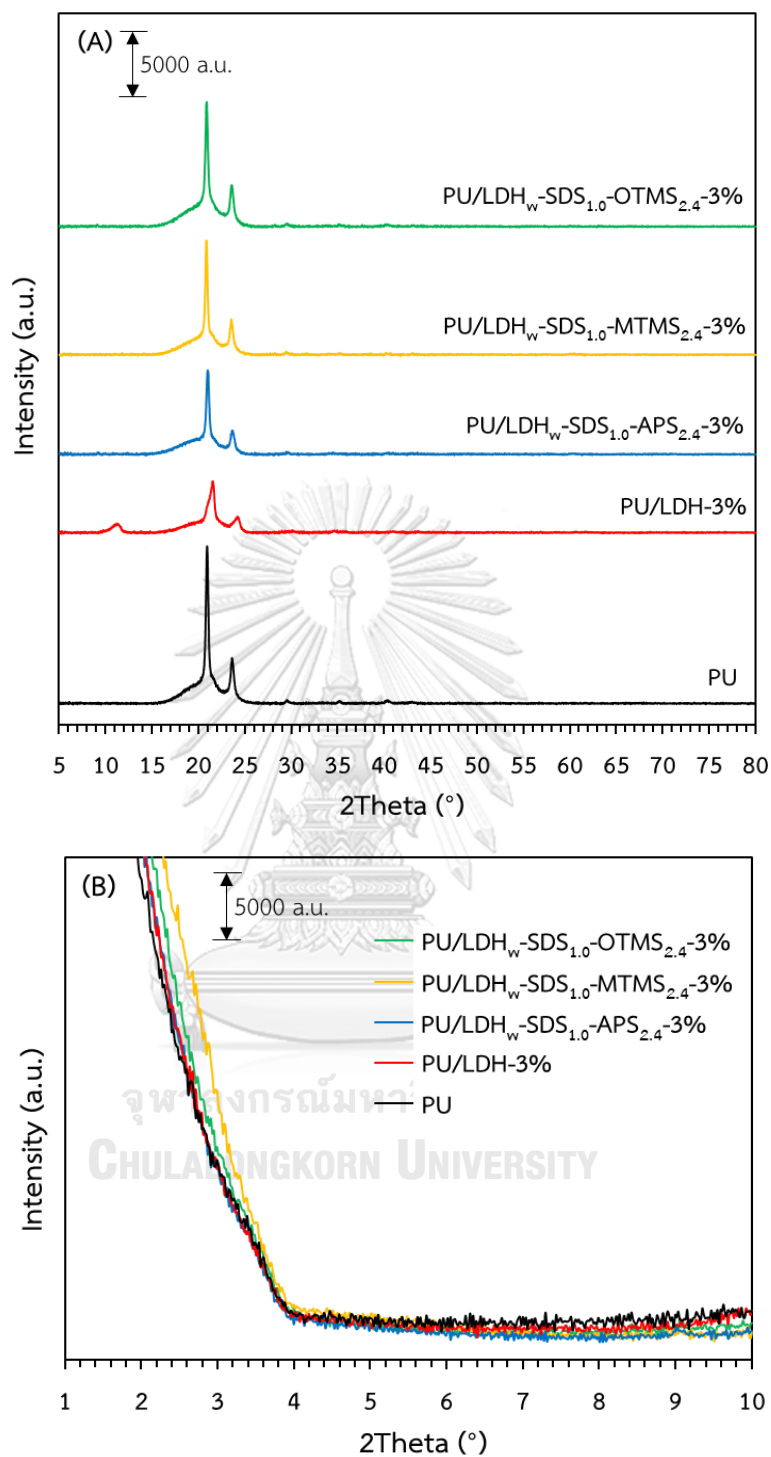


**รูปที่ 4.24** ลักษณะทางกายภาพของนาโนคอมพอสิตที่มีชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรแตกต่างกัน (a) PU (b) PU/LDH-3% (c) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% (d) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub>-3% และ (e) PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3%

#### 4.2.2.2 สมบัติเชิงโครงสร้างของนาโนคอมพอสิต

รูปที่ 4.25 (A) แสดงรูปแบบ high angle XRD ของนาโนคอมพอสิต พบว่า ตัวอย่างทั้งหมดแสดงรูปแบบ XRD ของพอลิยูรีเทน PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3%, PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub>-3% และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3% ไม่พบพีคของระนาบ (003) และ (006) ของไฮดรอกไซด์ เนื่องจากโครงสร้างของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> เกิด exfoliation อย่างสมบูรณ์ในสารยึดติดฐานพียู โดยสายโซ่พียูสอดแทรกเข้าไปในช่องว่างระหว่างชั้นของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> และเกิดอันตรกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ส่งผลให้ชั้นโลหะไฮดรอกไซด์แยกออกจากกัน จึงไม่พบวิภาคของไฮดรอกไซด์ ขณะที่ PU/LDH-3% ปรากฏพีค XRD ที่ตำแหน่ง  $2\theta$  เท่ากับ 11 องศา ซึ่งแสดงระนาบ (003) ของไฮดรอกไซด์ที่มี CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup> และ H<sub>2</sub>O เป็นไอออนประจุลบในช่องว่างระหว่างชั้น เนื่องจากโครงสร้างของ LDH ไม่เกิด exfoliation และ LDH มีสภาพชอบน้ำสูง จึงเกิดการกระจายตัวได้ไม่ดีในสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลาย ส่งผลให้ LDH เกิดการรวมตัวกันและแยกตัวออกจากสารยึดติดฐานพียู [32, 61]

รูปที่ 4.25 (B) แสดงรูปแบบ low angle XRD ของนาโนคอมพอสิต พบว่า ตัวอย่างทั้งหมดไม่ปรากฏรูปแบบ XRD ใด ๆ เนื่องจากโครงสร้างของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>, LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub> และ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> เกิด exfoliation อย่างสมบูรณ์ในสารยึดติดฐานพียู



รูปที่ 4.25 รูปแบบ XRD ของนาโนคอมพอสิตที่มีชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรแตกต่างกัน  
(A) high angle และ (B) low angle

#### 4.2.2.3 สมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิต

ตารางที่ 4.15 แสดงความทนต่อแรงเฉือน (shear strength) และการยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) ของนาโนคอมพอสิต พบว่า PU/LDH-3% มีค่าความทนต่อแรงเฉือนและค่าการยืดตัว ณ จุดขาดต่ำกว่า PU แสดงว่า LDH ลดความต้านทานแรงเฉือนของสารยึดติดฐานพียู เนื่องจาก LDH ใน PU/LDH-3% มีสภาพความเป็นขั้วสูง จึงเกิดการรวมตัวกันในสารยึดติดฐานพียูที่มีเอทิลแอซิเตตเป็นตัวทำละลาย ซึ่งอนุภาค LDH ที่รวมตัวกันจะลดความสามารถในการเปลี่ยนรูปของสายโซ่พียู และลดความสามารถในการยืดหยุ่นของสายโซ่พียู ทำให้สายโซ่พียูมีความสามารถต้านทานแรงเฉือนลดลง [71] และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3% มีค่าความทนต่อแรงเฉือนและค่าการยืดตัว ณ จุดขาดต่ำกว่า PU เนื่องจาก OTMS ใน LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> มีสภาพความเป็นขั้วต่ำมาก ซึ่ง OTMS จะเกาะรวมตัวกันอยู่บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ของ LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> เมื่อผสม LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-OTMS<sub>2.4</sub> กับสารยึดติดฐานพียู OTMS ที่เกาะรวมตัวกันจะลดความสามารถในการเปลี่ยนรูปของสายโซ่พียู ทำให้สายโซ่พียูมีความสามารถต้านทานแรงเฉือนลดลง แต่ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3% มีค่าความทนต่อแรงเฉือนและค่าการยืดตัว ณ จุดขาดสูงกว่า PU/LDH-3% เนื่องจาก OTMS มีหมู่ออกตะเตซิลซึ่งเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว จึงทำให้ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3% มีความยืดหยุ่นมากกว่า PU/LDH-3% ขณะที่ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub>-3% มีค่าความทนต่อแรงเฉือนและค่าการยืดตัว ณ จุดขาดสูงกว่า PU เนื่องจาก MTMS สามารถเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับสายโซ่พียูได้ ซึ่งแรงยึดเหนี่ยวที่เกิดขึ้นช่วยเพิ่มความต้านทานแรงเฉือนของสารยึดติดฐานพียู และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% มีค่าความทนต่อแรงเฉือนและค่าการยืดตัว ณ จุดขาดมากกว่า PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub>-3% เนื่องจาก APS มีหมู่เอมีนที่ปลายสายโซ่สามารถทำพันธะไฮโดรเจนกับหมู่ยูรีเทนได้ ซึ่งเป็นแรงยึดเหนี่ยวที่แข็งแรงกว่าพันธะของ MTMS กับสายโซ่พียู และ APS ประกอบด้วยไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาวกว่า MTMS ทำให้ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% มีความยืดหยุ่นมากกว่า จึงสามารถต้านทานแรงเฉือนได้มากกว่า [72, 73]

ตารางที่ 4.15 ความทนต่อแรงเฉือน (shear strength) และการยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) ของนาโนคอมพอสิต

Sample	Shear strength (MPa)	Elongation at break (%)
PU	2.886	2.060
PU/LDH-3%	2.780	1.690
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub> -3%	3.096	3.500
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -MTMS <sub>2.4</sub> -3%	3.034	2.820
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -OTMS <sub>2.4</sub> -3%	2.823	1.810

ตารางที่ 4.16 แสดงค่าความหนืดของนาโนคอมพอสิต พบว่า PU/LDH-3%, PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3 %, PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-MTMS<sub>2.4</sub>-3 % และ PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.2</sub>-OTMS<sub>2.4</sub>-3% มีค่าความหนืดมากกว่า PU แสดงว่านาโนคอมพอสิตดังกล่าวมีความสามารถต้านทานการไหลสูงกว่า PU เนื่องจากเมื่อเติม MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรลงในสารยึดติดฐานพียู ทำให้มีอนุภาคของแข็งอยู่ในสารยึดติดฐานพียู ซึ่งอนุภาคของแข็งจะทำให้ความสามารถต้านทานการไหลสูงขึ้น โดย PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3% มีค่าความหนืดใกล้เคียงกับ PU มากที่สุด เนื่องจากอนุภาค LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยึดติดฐานพียู ขณะที่ PU/LDH-3% มีค่าความหนืดมากที่สุด เนื่องจากอนุภาค LDH เกิดการรวมตัวกันในสารยึดติดฐานพียู

ตารางที่ 4.16 ค่าความหนืดที่อุณหภูมิห้องของนาโนคอมพอสิต

Sample	Viscosity (cPs)
PU	687
PU/LDH-3%	1005
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -APS <sub>2.4</sub> -3%	700
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -MTMS <sub>2.4</sub> -3%	754
PU/LDH <sub>w</sub> -SDS <sub>1.0</sub> -OTMS <sub>2.4</sub> -3%	980

การเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร โดยผสมชนิดของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรโดยการสอดแทรก SDS และซิลิเลชันแบบเปียกตามลำดับแตกต่างกันลงในสารยึดติดฐานพียู ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพและเคมีของนาโนคอมพอสิต โดย LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub> (PU/LDH<sub>w</sub>-SDS<sub>1.0</sub>-APS<sub>2.4</sub>-3%) เป็นวัสดุที่เหมาะสม

สำหรับนำมาผสมกับสารยัดติดฐานพียู เนื่องจากอนุภาค  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารยัดติดฐานพียู และช่วยเพิ่มความต้านทานแรงเฉือนของสารยัดติดฐานพียู





## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์และวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรโครงสร้างด้วยการสอดแทรก SDS และการดัดแปรผิวด้วยการทำซิลิเลชัน เพื่อใช้สำหรับเตรียมนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร จากผลการศึกษาวิจัยสามารถสรุปผลได้ดังนี้

1. วิธีการดัดแปร MgAl LDH ที่แตกต่างกัน ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH โดยการสอดแทรกและซิลิเลชันตามลำดับเป็นวิธีที่เหมาะสม เนื่องจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  มีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์มากที่สุด และมีปริมาณ APS ถูกดูดซับเชิงเคมีบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มากที่สุด
2. การเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al ส่งผลต่อขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์ การกระจายตัวของ APS บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ และมุมสัมผัสน้ำ ซึ่งมีแนวโน้มสูงขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของอัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al
3. ชนิดสารคู่ควบไซเลนที่แตกต่างกัน ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH โดยการกระจายตัวของสารคู่ควบไซเลนบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์มีแนวโน้มลดลงเมื่อเปลี่ยนชนิดสารคู่ควบไซเลนจาก APS เป็น MTMS และ OTMS ตามลำดับ
4. การเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH โดยอัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เท่ากับ 2.4 : 1.0 เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับสารยึดติดฐานพียู เนื่องจากมีขนาดช่องว่างระหว่างชั้นของโลหะไฮดรอกไซด์มากที่สุด และ APS เกิดการกระจายตัวได้ดีบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์
5. การกระจายตัวของ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ในสารยึดติดฐานพียูมีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มขึ้นของปริมาณ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ในสารยึดติดฐานพียู ซึ่ง  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  ที่ 3 % โดยน้ำหนัก เป็นปริมาณที่เหมาะสมสำหรับนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$

6. ชนิดของ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลของนาโนคอมพอสิต โดยค่าความทนต่อแรงเฉือนและค่าการยืดตัว ณ จุดขาด มีแนวโน้มลดลงเมื่อเปลี่ยนชนิด MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรจาก  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-APS}_{2.4}$  เป็น  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-MTMS}_{2.4}$  และ  $\text{LDH}_w\text{-SDS}_{1.0}\text{-OTMS}_{2.4}$  ตามลำดับ

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาผลของวิธีการดัดแปรผิวของ MgAl LDH โดยใช้สารคู่ควบไซเลนชนิด MTMS และ OTMS และศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของ MTMS : Al และ OTMS : Al ที่มีต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH โดยมุ่งเน้นแก้ไขปัญหาการรวมตัวกันของสารคู่ควบไซเลนชนิด MTMS และ OTMS บนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นแนวทางการเพิ่มความต้านทานแรงเฉือนของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

2. ศึกษาผลของชนิดสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อสมบัติทางกายภาพและเคมีของ MgAl LDH โดยเปลี่ยนชนิดสารลดแรงตึงผิวจาก SDS เป็นชนิดอื่น เช่น lauric acid (LA), palmitic acid (PA), stearate (SA) และ lauryl phosphate (LP) เป็นต้น เพื่อปรับปรุงการกระจายตัวของสารคู่ควบไซเลนบนชั้นโลหะไฮดรอกไซด์ ซึ่งเป็นแนวทางการเพิ่มค่าความทนต่อแรงเฉือนและการยืดตัว ณ จุดขาดของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

3. ศึกษาสมบัติทางกายภาพและเคมีของนาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร ได้แก่ ระยะเวลาที่นาโนคอมพอสิตเปลี่ยนสภาพจากของเหลวไหลได้ไปสู่สภาพเจล (gel time) ด้วยเครื่องวัดค่าเวลาความเป็นเจล ทดสอบสภาพชอบและไม่ชอบน้ำของนาโนคอมพอสิตด้วยการวัดมุมสัมผัสผิวน้ำ และวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค TEM เพื่อสนับสนุนผลการวิเคราะห์นาโนคอมพอสิตของสารยึดติดฐานพียูกับ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปรที่เตรียมได้ ซึ่งเป็นแนวทางสำหรับการนำไปใช้งานร่วมกับบรรจุภัณฑ์อ่อนตัวในภาวะต่าง ๆ

## บรรณานุกรม

- [1] S. Li, H. Qin, R. Zuo, Z. Bai, Friction properties of La-doped Mg/Al layered double hydroxide and intercalated product as lubricant additives, *Tribology International* 91 (2015) 60-66.
- [2] Q. Tao, J. Zhu, R.M. Wellard, T.E. Bostrom, R.L. Frost, P. Yuan, H. He, Silylation of layered double hydroxides via an induced hydrolysis method, *Journal of Materials Chemistry* 21(29) (2011).
- [3] J.K. Fink, Poly(urethane)s, *Reactive Polymers: Fundamentals and Applications* 2018, pp. 71-138.
- [4] L. Jiang, Z. Ren, W. Zhao, W. Liu, H. Liu, C. Zhu, Synthesis and structure/properties characterizations of four polyurethane model hard segments, *R Soc Open Sci* 5(7) (2018) 180536.
- [5] J.O. Akindoyo, M.D.H. Beg, S. Ghazali, M.R. Islam, N. Jeyaratnam, A.R. Yuvaraj, Polyurethane types, synthesis and applications – a review, *RSC Advances* 6(115) (2016) 114453-114482.
- [6] P. Sundberg, M. Karppinen, Organic and inorganic-organic thin film structures by molecular layer deposition: A review, *Beilstein J Nanotechnol* 5 (2014) 1104-36.
- [7] D.E. Heath, S.A. Guelcher, S.L. Cooper, Polyurethanes, *Biomaterials Science* 2020, pp. 103-107.
- [8] J.K. Fink, Poly(urethane)s, *Reactive Polymers Fundamentals and Applications* 2013, pp. 49-93.
- [9] H. Dodiuk, I. Belinski, A. Dotan, S. Kenig, Polyurethane adhesives containing functionalized nanoclays, *Journal of Adhesion Science and Technology* 20(12) (2006) 1345-1355.
- [10] T. Efrat, H. Dodiuk, S. Kenig, S. McCarthy, Nanotailoring of polyurethane adhesive by polyhedral oligomeric silsesquioxane (POSS), *Journal of Adhesion Science and Technology* 20(12) (2006) 1413-1430.
- [11] M. Amrollahi, G.M.M. Sadeghi, Y. Kashcooli, Investigation of novel polyurethane elastomeric networks based on polybutadiene-ol/polypropyleneoxide mixture and

- their structure–properties relationship, *Materials & Design* 32(7) (2011) 3933-3941.
- [12] P.G. Pape, Adhesion Promoters: Silane Coupling Agents, *Applied Plastics Engineering Handbook* 2017, pp. 555-572.
- [13] M. Esmailie Rad, G. Mir Mohamad Sadeghi, Evaluation of the Effect of Nanosilica on Thermal and Mechanical Properties of Metal–Metal and Metal–Glass Canola-Based Polyurethane/Nanosilica Adhesives, *Polymer-Plastics Technology and Engineering* 54(16) (2015) 1661-1666.
- [14] S.J. Skosana, C. Khoathane, T. Malwela, Enhancing the adhesion strength of polyurethane coatings by dispersing layered silicates via sonication and high-shear mixing method, *Polymer Bulletin* 78(1) (2020) 203-221.
- [15] C. Sanchez, P. Belleville, M. Popall, L. Nicole, Applications of advanced hybrid organic-inorganic nanomaterials: from laboratory to market, *Chem Soc Rev* 40(2) (2011) 696-753.
- [16] G. Mishra, B. Dash, S. Pandey, Layered double hydroxides: A brief review from fundamentals to application as evolving biomaterials, *Applied Clay Science* 153 (2018) 172-186.
- [17] F.L. Theiss, G.A. Ayoko, R.L. Frost, Synthesis of layered double hydroxides containing Mg<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup>, Ca<sup>2+</sup> and Al<sup>3+</sup> layer cations by co-precipitation methods—A review, *Applied Surface Science* 383 (2016) 200-213.
- [18] S. Carlino, The intercalation of carboxylic acids into layered double hydroxides: a critical evaluation and review of the different methods, *Solid State Ionics* 98(1) (1997) 73-84.
- [19] A.A. Bhattacharyya, G.M. Woltermann, J.S. Yoo, J.A. Karch, W.E. Cormier, Catalytic SO<sub>x</sub> abatement: the role of magnesium aluminate spinel in the removal of SO<sub>x</sub> from fluid catalytic cracking (FCC) flue gas, *Industrial & Engineering Chemistry Research* 27(8) (1988) 1356-1360.
- [20] G.M. Lari, A.B.L. de Moura, L. Weimann, S. Mitchell, C. Mondelli, J. Pérez-Ramírez, Design of a technical Mg–Al mixed oxide catalyst for the continuous manufacture of glycerol carbonate, *Journal of Materials Chemistry A* 5(31) (2017) 16200-16211.
- [21] J. Orthman, H.Y. Zhu, G.Q. Lu, Use of anion clay hydrotalcite to remove coloured organics from aqueous solutions, *Separation and Purification Technology* 31(1)

- (2003) 53-59.
- [22] T. Shigeo Miyata, K. Masataka Kuroda, METHOD FOR INHIBITING THE THERMAL OR ULTRAVIOLET DEGRADATION OF THERMOPLASTIC RESIN AND THERMOPLASTIC RESIN COMPOSITION HAVING STABILITY TO THERMAL OR ULTRAVIOLET DEGRADATION, 1980.
- [23] K. Shanmuganathan, C.J. Ellison, Layered Double Hydroxides, Polymer Green Flame Retardants 2014, pp. 675-707.
- [24] M. Kotal, S.K. Srivastava, S.K. Manu, Layered double hydroxide as nanofiller in the development of polyurethane nanocomposites, J Nanosci Nanotechnol 10(9) (2010) 5730-40.
- [25] Z. Rezvani, M. Akbari, Surface modification of hydroxyapatite crystals by Mg–Al–CO<sub>3</sub>-layered double hydroxides in HA/Mg–Al–CO<sub>3</sub>–LDH nanocomposite, New Journal of Chemistry 39(7) (2015) 5189-5196.
- [26] A.I. Khan, D. O'Hare, Intercalation chemistry of layered double hydroxides: recent developments and applications, J. Mater. Chem. 12(11) (2002) 3191-3198.
- [27] Y. Nakama, Surfactants, Cosmetic Science and Technology 2017, pp. 231-244.
- [28] P. Damberg, J. Jarvet, A. Gräslund, Micellar Systems as Solvents in Peptide and Protein Structure Determination, Nuclear Magnetic Resonance of Biological Macromolecules - Part B 2001, pp. 271-285.
- [29] Q. Tao, H. He, T. Li, R.L. Frost, D. Zhang, Z. He, Tailoring surface properties and structure of layered double hydroxides using silanes with different number of functional groups, Journal of Solid State Chemistry 213 (2014) 176-181.
- [30] Q. Tao, H. He, R.L. Frost, P. Yuan, J. Zhu, Nanomaterials based upon silylated layered double hydroxides, Applied Surface Science 255(7) (2009) 4334-4340.
- [31] A.P. Amrute, B. Zibrowius, F. Schüth, Mechanochemical Grafting: A Solvent-less Highly Efficient Method for the Synthesis of Hybrid Inorganic–Organic Materials, Chemistry of Materials 32(11) (2020) 4699-4706.
- [32] H. Zhang, J. Zhang, R. Yun, Z. Jiang, H. Liu, D. Yan, Nanohybrids of organo-modified layered double hydroxides and polyurethanes with enhanced mechanical, damping and UV absorption properties, RSC Advances 6(41) (2016) 34288-34296.
- [33] A. Pang, H. Ismail, Effects of kenaf loading and 3-aminopropyltriethoxysilane

- coupling agent on the properties of polypropylene/waste tire dust/kenaf composites, *Journal of Thermoplastic Composite Materials* 27(12) (2013) 1607-1619.
- [34] A.A. Issa, A.S. Luyt, Kinetics of Alkoxysilanes and Organoalkoxysilanes Polymerization: A Review, *Polymers (Basel)* 11(3) (2019).
- [35] Q. Tao, J. Yuan, R.L. Frost, H. He, P. Yuan, J. Zhu, Effect of surfactant concentration on the stacking modes of organo-silylated layered double hydroxides, *Applied Clay Science* 45(4) (2009) 262-269.
- [36] A. König, A. Malek, U. Fehrenbacher, G. Brunklaus, M. Wilhelm, T. Hirth, Silane-functionalized Flame-retardant Aluminum Trihydroxide in Flexible Polyurethane Foam, *Journal of Cellular Plastics* 46(5) (2010) 395-413.
- [37] C.L.U.o. Nijmegen, The D8 ADVANCE is an advanced and efficient tool for analytical tasks in X-ray diffraction, 2019. <http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/dirdif/xtal/documents/equipment/d8/whatis.html>.
- [38] A.P. GmbH, X-Ray diffraction (XRD), 2019. <https://wiki.anton-paar.com/en/x-ray-diffraction-xrd/>.
- [39] Manualzz, Thermo Scientific Nicolet iS10 FT-IR Spectrometer. (Accessed 28 April 2020).
- [40] BRUKER, Quality and Process control with XRF made ECONomic and ECOlogic. <https://www.bruker.com/products/x-ray-diffraction-and-elemental-analysis/x-ray-fluorescence/s8-tiger-eco.html>. (Accessed 27 April 2020).
- [41] B. Reif, S.E. Ashbrook, L. Emsley, M. Hong, Solid-state NMR spectroscopy, *Nat Rev Methods Primers* 1 (2021).
- [42] N. Nagy, Contact Angle Determination on Hydrophilic and Superhydrophilic Surfaces by Using  $\theta$ -Type Capillary Bridges, *Langmuir* 35(15) (2019) 5202-5212.
- [43] STREC, Field emission scanning electron microscope and energy dispersive X-ray spectrometer - FESEM-EDS (7610F), 2020. <http://www.strec.chula.ac.th/base/equipments-rates/field-emission-scanning-electron-microscope-and-energy-dispersive-x-ray-spectrometer-fesem-eds-7610f>.
- [44] V. Koncar, Structural health monitoring of processes related to composite manufacturing, *Smart Textiles for In Situ Monitoring of Composites2019*, pp. 295-

381.

- [45] E. Shim, Bonding requirements in coating and laminating of textiles, *Joining Textiles* 2013, pp. 309-351.
- [46] B. Wiyantoko, P. Kurniawati, T.E. Purbaningtias, I. Fatimah, Synthesis and Characterization of Hydrotalcite at Different Mg/Al Molar Ratios, *Procedia Chemistry* 17 (2015) 21-26.
- [47] Y. Kong, Y. Huang, C. Meng, Z. Zhang, Sodium dodecylsulfate-layered double hydroxide and its use in the adsorption of  $17\beta$ -estradiol in wastewater, *RSC Advances* 8(55) (2018) 31440-31454.
- [48] F.R. Costa, A. Leuteritz, U. Wagenknecht, D. Jehnichen, L. Häußler, G. Heinrich, Intercalation of Mg–Al layered double hydroxide by anionic surfactants: Preparation and characterization, *Applied Clay Science* 38(3-4) (2008) 153-164.
- [49] J.T. Klopogge, L. Hickey, R.L. Frost, FT-Raman and FT-IR spectroscopic study of synthetic Mg/Zn/Al-hydrotalcites, *Journal of Raman Spectroscopy* 35(11) (2004) 967-974.
- [50] M. Dinari, S. Neamati, Surface modified layered double hydroxide/polyaniline nanocomposites: Synthesis, characterization and Pb<sup>2+</sup> removal, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 589 (2020).
- [51] J. Wang, T. Pan, J. Zhang, X. Xu, Q. Yin, J. Han, M. Wei, Hybrid films with excellent oxygen and water vapor barrier properties as efficient anticorrosive coatings, *RSC Advances* 8(38) (2018) 21651-21657.
- [52] M.R. Berber, I.H. Hafez, Synthesis of a New Nitrate-Fertilizer Form with a Controlled Release Behavior via an Incorporation Technique into a Clay Material, *Bull Environ Contam Toxicol* 101(6) (2018) 751-757.
- [53] S.G. Intasa-Ard, K.J. Imwiset, S. Bureekaew, M. Ogawa, Mechanochemical methods for the preparation of intercalation compounds, from intercalation to the formation of layered double hydroxides, *Dalton Trans* 47(9) (2018) 2896-2916.
- [54] Q. Tao, J. Zhu, R.L. Frost, T.E. Bostrom, R.M. Wellard, J. Wei, P. Yuan, H. He, Silylation of layered double hydroxides via a calcination-rehydration route, *Langmuir* 26(4) (2010) 2769-73.

- [55] C. Zhang, J. Yu, K. Feng, L. Xue, D. Xie, Synthesis and characterization of triethoxyvinylsilane surface modified layered double hydroxides and application in improving UV aging resistance of bitumen, *Applied Clay Science* 120 (2016) 1-8.
- [56] J. Zhu, P. Yuan, H. He, R. Frost, Q. Tao, W. Shen, T. Bostrom, In situ synthesis of surfactant/silane-modified hydrotalcites, *J Colloid Interface Sci* 319(2) (2008) 498-504.
- [57] J.-H. Yang, W. Zhang, H. Ryu, J.-H. Lee, D.-H. Park, J.Y. Choi, A. Vinu, A.A. Elzatahry, J.-H. Choy, Influence of anionic surface modifiers on the thermal stability and mechanical properties of layered double hydroxide/polypropylene nanocomposites, *Journal of Materials Chemistry A* 3(45) (2015) 22730-22738.
- [58] S. Poolachira, S. Velmurugan, Exfoliated hydrotalcite-modified polyethersulfone-based nanofiltration membranes for removal of lead from aqueous solutions, *Environ Sci Pollut Res Int* 27(24) (2020) 29725-29736.
- [59] V. Prevot, Y. Tokudome, 3D hierarchical and porous layered double hydroxide structures: an overview of synthesis methods and applications, *Journal of Materials Science* 52(19) (2017) 11229-11250.
- [60] S. Afzal, W.A. Daoud, S.J. Langford, Superhydrophobic and photocatalytic self-cleaning cotton, *J. Mater. Chem. A* 2(42) (2014) 18005-18011.
- [61] Y. Zhao, W. Yang, Y. Xue, X. Wang, T. Lin, Partial exfoliation of layered double hydroxides in DMSO: a route to transparent polymer nanocomposites, *Journal of Materials Chemistry* 21(13) (2011).
- [62] M. Joshi, B. Adak, B.S. Butola, Polyurethane nanocomposite based gas barrier films, membranes and coatings: A review on synthesis, characterization and potential applications, *Progress in Materials Science* 97 (2018) 230-282.
- [63] M.B. Karimi, G. Khanbabaie, G.M.M. Sadeghi, Vegetable oil-based polyurethane membrane for gas separation, *Journal of Membrane Science* 527 (2017) 198-206.
- [64] M. Kotal, S.K. Srivastava, S.K. Manu, A.K. Saxena, K.N. Pandey, Preparation and properties of in-situ polymerized polyurethane/stearate intercalated layer double hydroxide nanocomposites, *Polymer International* 62(5) (2013) 728-735.
- [65] D. Macocinschi, D. Filip, E. Paslaru, B.S. Munteanu, R.P. Dumitriu, G.M. Pricope, M. Aflori, M. Dobromir, V. Nica, C. Vasile, Polyurethane-extracellular matrix/silver



- bionanocomposites for urinary catheters, *Journal of Bioactive and Compatible Polymers* 30(1) (2014) 99-113.
- [66] M. Kotal, S.K. Srivastava, A.K. Bhowmick, S.K. Chakraborty, Morphology and properties of stearate-intercalated layered double hydroxide nanoplatelet-reinforced thermoplastic polyurethane, *Polymer International* 60(5) (2011) 772-780.
- [67] S.K. Srivastava, Mechanical and dynamical mechanical properties of layered double hydroxide-filled elastomer and elastomeric blend nanocomposites, *Layered Double Hydroxide Polymer Nanocomposites 2020*, pp. 347-409.
- [68] C.S. Wong, K.H. Badri, Chemical Analyses of Palm Kernel Oil-Based Polyurethane Prepolymer, *Materials Sciences and Applications* 03(02) (2012) 78-86.
- [69] A. Asefnejad, M.T. Khorasani, A. Behnamghader, B. Farsadzadeh, S. Bonakdar, Manufacturing of biodegradable polyurethane scaffolds based on polycaprolactone using a phase separation method: physical properties and in vitro assay, *Int J Nanomedicine* 6 (2011) 2375-84.
- [70] Z.-P. Zhang, X.-F. Song, L.-Y. Cui, Y.-H. Qi, Synthesis of Polydimethylsiloxane-Modified Polyurethane and the Structure and Properties of Its Antifouling Coatings, *Coatings* 8(5) (2018).
- [71] A. Khoon Poh, L. Choy Sin, C. Sit Foon, C. Cheng Hock, Polyurethane wood adhesive from palm oil-based polyester polyol, *Journal of Adhesion Science and Technology* 28(11) (2014) 1020-1033.
- [72] G. Starukh, V. Budzinska, S.Y. Brychka, Structural characterization, thermal and mechanical properties of polyurethane-MgAl-layered double hydroxide nanocomposites prepared via physical dispersion, *Applied Nanoscience* 9(5) (2019) 987-996.
- [73] M. Kotal, S.K. Srivastava, Structure-property relationship of polyurethane/modified magnesium aluminium layered double hydroxide nanocomposites, *International Journal of Plastics Technology* 15(S1) (2011) 61-68.

## ภาคผนวก ก

การคำนวณปริมาณสารเคมีสำหรับสังเคราะห์ MgAl LDH ที่ผ่านการดัดแปร

ก1 การคำนวณน้ำหนักสารตั้งต้นโลหะสำหรับสังเคราะห์ MgAl LDH

ตารางที่ ก 1 น้ำหนักโมเลกุลของสารตั้งต้นโลหะสำหรับสังเคราะห์ MgAl LDH

Chemical	Molecular weight (g/mol)
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	256.32
$Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$	374.99

คำนวณการเตรียม MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $Mg^{2+} : Al^{3+}$  เท่ากับ 3 : 1

ถ้าต้องการ  $Mg^{2+}$  0.0375 โมล ต้องใช้  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  0.0375 โมล

โดยที่  $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$  0.0375 โมล คิดเป็น 0.0375 โมล  $\times$  256.32  $\frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}}$  = 9.60 กรัม

ถ้าต้องการ  $Al^{3+}$  0.0125 โมล ต้องใช้  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  0.0125 โมล

โดยที่  $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$  0.0125 โมล คิดเป็น 0.0125 โมล  $\times$  374.99  $\frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}}$  = 4.70 กรัม

ก2 การคำนวณน้ำหนักสารตั้งต้นสำหรับการดัดแปร MgAl LDH

ตารางที่ ก 2 น้ำหนักโมเลกุลของสารตั้งต้นสำหรับการดัดแปร MgAl LDH

Chemical	Molecular weight (g/mol)
SDS	288.37
APS	221.37
MTMS	136.22
OTMS	374.70

1. การคำนวณการดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 0.6 : 1

Al 0.0125 โมล ต้องใช้ SDS 0.0075 โมล คิดเป็น 0.0075 โมล  $\times$  288.37  $\frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}}$  = 2.16 กรัม

คำนวณการดัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 0.8 : 1

Al 0.0125 โมล ต้องใช้ SDS 0.0100 โมล คิดเป็น 0.0100 โมล  $\times$  288.37  $\frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}}$  = 2.88 กรัม

คำนวณการตัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 1.0 : 1

$$\text{Al } 0.0125 \text{ โมล ต้องใช้ SDS } 0.0125 \text{ โมล คิดเป็น } 0.0125 \text{ โมล} \times 288.37 \frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}} = 3.60 \text{ กรัม}$$

คำนวณการตัดแปรโครงสร้างของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ SDS : Al เท่ากับ 1.2 : 1

$$\text{Al } 0.0125 \text{ โมล ต้องใช้ SDS } 0.0150 \text{ โมล คิดเป็น } 0.0150 \text{ โมล} \times 288.37 \frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}} = 4.33 \text{ กรัม}$$

2. คำนวณการตัดแปรผิวของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เท่ากับ 2.4 : 1

$$\text{Al } 0.0125 \text{ โมล ต้องใช้ APS } 0.0300 \text{ โมล คิดเป็น } 0.0300 \text{ โมล} \times 221.37 \frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}} = 6.64 \text{ กรัม}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร} = \frac{\text{น้ำหนัก}}{\text{ความหนาแน่น}} = \frac{6.64 \text{ กรัม}}{0.946 \frac{\text{กรัม}}{\text{มิลลิลิตร}}} = 7.02 \text{ มิลลิลิตร}$$

คำนวณการตัดแปรผิวของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ MTMS : Al เท่ากับ 2.4 : 1

$$\text{Al } 0.0125 \text{ โมล ต้องใช้ MTMS } 0.0300 \text{ โมล คิดเป็น } 0.0300 \text{ โมล} \times 136.22 \frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}} = 4.09 \text{ กรัม}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร} = \frac{\text{น้ำหนัก}}{\text{ความหนาแน่น}} = \frac{4.09 \text{ กรัม}}{0.955 \frac{\text{กรัม}}{\text{มิลลิลิตร}}} = 4.28 \text{ มิลลิลิตร}$$

คำนวณการตัดแปรผิวของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ OTMS : Al เท่ากับ 2.4 : 1

$$\text{Al } 0.0125 \text{ โมล ต้องใช้ OTMS } 0.0300 \text{ โมล คิดเป็น } 0.0300 \text{ โมล} \times 374.70 \frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}} = 11.24 \text{ กรัม}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร} = \frac{\text{น้ำหนัก}}{\text{ความหนาแน่น}} = \frac{11.24 \text{ กรัม}}{0.883 \frac{\text{กรัม}}{\text{มิลลิลิตร}}} = 12.73 \text{ มิลลิลิตร}$$

3. คำนวณการตัดแปรผิวของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เท่ากับ 1.4 : 1

$$\text{Al } 0.0125 \text{ โมล ต้องใช้ APS } 0.0175 \text{ โมล คิดเป็น } 0.0175 \text{ โมล} \times 221.37 \frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}} = 3.87 \text{ กรัม}$$

$$\text{คิดเป็นปริมาตร} = \frac{\text{น้ำหนัก}}{\text{ความหนาแน่น}} = \frac{3.87 \text{ กรัม}}{0.946 \frac{\text{กรัม}}{\text{มิลลิลิตร}}} = 4.09 \text{ มิลลิลิตร}$$

คำนวณการตัดแปรผิวของ MgAl LDH ที่อัตราส่วนโดยโมลของ APS : Al เท่ากับ 3.4 : 1

Al 0.0125 โมล ต้องใช้ APS 0.0425 โมล คิดเป็น 0.0425 โมล  $\times$  221.37  $\frac{\text{กรัม}}{\text{โมล}}$  = 9.41 กรัม

$$\text{คิดเป็นปริมาตร} = \frac{\text{น้ำหนัก}}{\text{ความหนาแน่น}} = \frac{9.41 \text{ กรัม}}{0.946 \frac{\text{กรัม}}{\text{มิลลิลิตร}}} = 9.95 \text{ มิลลิลิตร}$$



## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ลักษณะชนก ทันเจริญ
วัน เดือน ปี เกิด	5 สิงหาคม 2539
สถานที่เกิด	สุโขทัย
วุฒิการศึกษา	มหาวิทยาลัยศิลปากร
ที่อยู่ปัจจุบัน	20/4 ม.2 ต.บ้านด่าน อ.บ้านด่านลานหอย จ.สุโขทัย 64140



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
CHULALONGKORN UNIVERSITY