

การเตรียมนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา



นางสาว ศิวลักษณ์ จันทร์คง

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

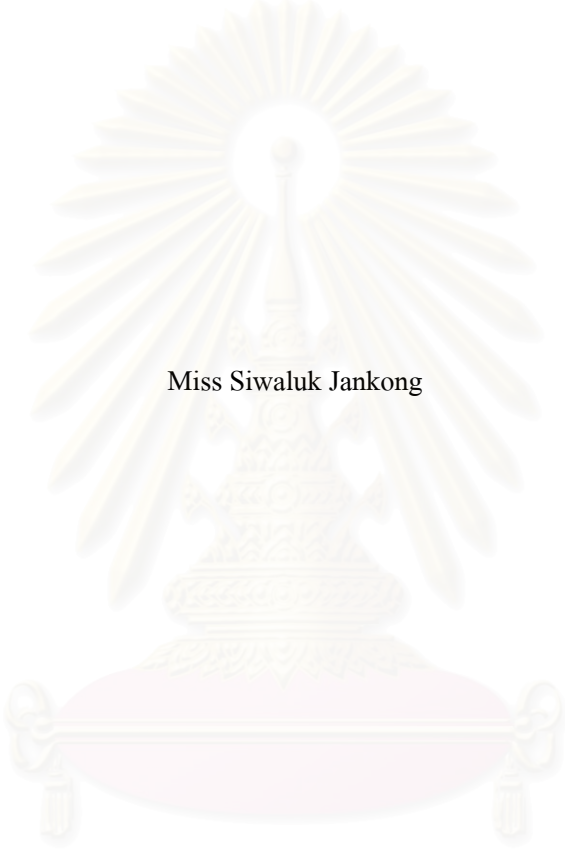
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2550

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF POLYPROPYLENE/HYDROPHOBIC SILICA
NANOCOMPOSITE



Miss Siwaluk Jankong

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Applied Polymer Science and Textile Technology

Department of Material Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2007

Copyright of Chulalongkorn University

ศิวลักษณ์ จันทร์คง : การเตรียมนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดร โฟบิกซิลิกา.

(PREPARATION OF POLYPROPYLENE/HYDROPHOBIC SILICA NANOCOMPOSITE)

อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : รศ. ดร. กาวี ศรีฤทธิง, 83 หน้า.

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการประยุกต์หลักการของนาโนเทคโนโลยีเพื่อเตรียมฟิล์มนาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิพรอพิลีนและไฮโดร โฟบิกซิลิกา ซึ่งได้ทำการผสมคอมพอสิตด้วย 2 เทคนิคคือเทคนิคการผสมโดยใช้เครื่องอัลทริคเกลียวคู่ใช้พอลิพรอพิลีนแวกซ์เป็นสารเติมแต่งช่วยในการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาในพอลิพรอพิลีนเมทริกซ์ และเปรียบเทียบกับเทคนิคการผสมโดยใช้ตัวทำละลาย decalin เพื่อจุดประสงค์ในการหาวิธีในการผสมคอมพอสิตเพื่อให้ได้อนุภาคซิลิกากระจายในเนื้อพอลิพรอพิลีนอย่างสม่ำเสมอ หลังจากนั้นนำนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้นำไปขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิตโดยอาศัยเครื่องอัดแม่แบบ ฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่ได้นำไปวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM วิเคราะห์ดูขนาดของผลึกด้วย hot stage ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC และ TGA ทดสอบสมบัติเชิงกล และสมบัติการซึมผ่านของแก๊ส ผลของภาพถ่าย SEM พบว่า วิธีการผสมด้วยเครื่องอัลทริคเกลียวคู่พบว่าพอลิพรอพิลีนแวกซ์ทำให้การกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาในพอลิพรอพิลีนเมทริกซ์แย่งลง ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการผสมด้วยการใช้ตัวทำละลาย decalin พบว่าอนุภาคของซิลิกากระจายเป็นเนื้อเดียวกันในพอลิพรอพิลีนเมทริกซ์ และผลการทดสอบอื่นๆของฟิล์มนาโนคอมพอสิตพบว่าวิธีการผสมด้วยการใช้ตัวทำละลาย decalin แสดงค่าสมบัติทนแรงดึงที่เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณความเข้มข้นของซิลิกามากขึ้น มีขนาดของผลึกที่เล็กกว่า มีอุณหภูมิการเกิดผลึกที่สูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคการผสมด้วยเครื่องอัลทริคเกลียวคู่ ซึ่งสอดคล้องกับได้สมบัติทนแรงดึงที่เพิ่มขึ้นตามปริมาณความเข้มข้นของซิลิกาที่เพิ่มขึ้น สำหรับผลการทดสอบการซึมผ่านของแก๊สพบว่าฟิล์มนาโนคอมพอสิตทุกชนิดแสดงค่าการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนที่เพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ซึ่งแสดงว่าค่าด้านการซึมผ่านของแก๊สแย่งลงเมื่อมีอนุภาคซิลิกาผสมอยู่ในเมทริกซ์ของพอลิพรอพิลีน

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

ลายมือชื่อนิติศ.....สิงลักข์ ๒.....จันทร์คง

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก.....ดร. กาวี ศรีฤทธิง

ปีการศึกษา 2550

4972508323 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEY WORD : NANOCOMPOSITE FILM, HYDROPHOBIC SILICA, CRYSTALLIZATION TEMPERATURE AND OXYGEN PERMEABILITY

SIWALUK JANKONG : PREPARATION OF POLYPROPYLENE/HYDROPHOBIC SILICA NANOCOMPOSITE. THESIS PRINCIPAL ADVISOR : ASSOC.PROF. KAWEE SRIKULKIT, Ph.D, 83 pp.

In this work, polypropylene/hydrophobic silica nanocomposite films were prepared. Two methods of composite mixing including extrusion with PP wax as a dispersing aid and dissolution in decalin were investigated. After that, iPP/hydrophobic silica nanocomposite flat films were produced by compression moulding. The nanocomposite films were characterized using scanning electron microscopy (SEM), hot stage, differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetric analysis (TGA). SEM images revealed that in case of the extrusion mixing an increase in PP wax had a negative effect on hydrophobic silica particles distribution in PP matrix. It was believed that PP wax reduced the interphase friction force between PP matrix and silica particle due to a decrease in matrix viscosity. In comparison, PP and silica mixing by dissolution offered the extremely fine silica particles which were invisible when examined by SEM. As a result, nanocomposite films obtained from dissolution mixing exhibited an increasing tensile strength with an increase in silica content. On the other hand, composite films from extrusion mixing had an improved tensile properties albeit at the expense of particle size and distribution. It was also found that the smaller the particle size (dissolution mixing), the higher the crystallization temperature of PP. Finally, for oxygen permeability test, all types of nanocomposite films exhibited the deteriorating barrier property to prevent oxygen permeation through films.

Department: Materials Science

Student's signature: ...*Siwaluk Jankong*...

Field of study: Applied Polymer Science and Textile Technology Principal Advisor's signature: ...*Kawee Srikulkit*...

Academic year: 2007

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ นั้น เป็นเพราะได้รับคำแนะนำทางด้านวิชาการ การเอื้อเฟื้อสถานที่ เครื่องมือ และวัสดุสำหรับการทำวิทยานิพนธ์ อีกทั้งยังได้รับการช่วยเหลือและการแนะแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิในด้านต่างๆ เป็นอย่างดี

ผู้วิจัยจึงใคร่ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. กาวิ ศรีภูถกิจ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่ให้คำปรึกษา และการแก้ปัญหาในการทำวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณ รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร รองศาสตราจารย์ ดร. เข็มชัย เหมะจันทร์ และรองศาสตราจารย์ ดร. ดวงดาว อางองค์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ที่ให้คำแนะนำ และแนวคิดที่เป็นประโยชน์ต่อการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

นอกจากนี้ขอขอบคุณอาจารย์ที่ ศรีสวัสดิ์ และอาจารย์ทุกท่านในภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ให้คำแนะนำ และแนวคิดในการทำวิทยานิพนธ์และให้ความอนุเคราะห์ในการใช้สถานที่ เครื่องมือในการทดสอบ

ขอขอบคุณ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ให้การสนับสนุนด้านเครื่องมือและสถานที่ในการทำวิจัย

สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ญาติพี่น้อง และมิตรสหายทุกท่านที่ให้การสนับสนุนและให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนกระทั่งสำเร็จด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ผู้ประสิทธิ์ประสาทวิชาการ จนสามารถทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้เป็นผลสำเร็จตามที่มุ่งหวังไว้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ง
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ ..	
1 บทนำ.....	1
2 วารสารปริทัศน์.....	3
2.1 นาโนเทคโนโลยี.....	3
2.2 วัสดุคอมพอสิตและวัสดุนาโนคอมพอสิต.....	4
2.3 พอลิพรอพิลีน (polypropylene).....	5
2.3.1 บทนำ.....	5
2.3.2 การสังเคราะห์พอลิพรอพิลีน.....	6
2.3.3 สมบัติและการนำไปใช้ประโยชน์.....	7
2.4 ซิลิกา (silica).....	7
2.4.1 ซิลิกาธรรมชาติ (natural silicas).....	7
2.4.2 ซิลิกาสังเคราะห์ (synthetic silicas).....	8
2.4.3 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์ระดับนาโนโดยวิธี Flame aerosol process.....	11
2.4.3.1 เครื่องปฏิกรณ์ (aerosol reactor).....	12
2.4.3.1.1 flame reactor.....	12
2.4.3.1.2 Pyrolysis Reactor.....	13
2.4.4 ไฮโดรโฟบิกซิลิกา (hydrophobic silica).....	14
2.5 พอลิพรอพิลีนแว็กซ์ (polypropylene wax).....	14
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	15

บทที่	หน้า
3 การทดลอง.....	17
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมี.....	17
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	18
3.3 แผนภูมิวิธีการทดลอง.....	19
3.3.1 การผสมมาสเตอร์แบทช์ (masterbatch) ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่.....	20
3.3.2 การเตรียมนาโนคอมพอสิต.....	21
3.3.3 การผสมพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาด้วยเทคนิคการละลาย.....	24
3.3.4 การขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิต.....	24
3.4 การทดสอบ.....	26
3.4.1 การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง.....	26
3.4.2 การทดสอบสมบัติการโปร่งแสง.....	27
3.4.3 การทดสอบการซึมผ่านของแก๊ส.....	28
3.4.4 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM.....	28
3.4.5 การวิเคราะห์ขนาดของผลึก.....	29
3.4.6 การทดสอบสมบัติทางความร้อน.....	30
3.4.6.1 การทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA.....	30
3.4.6.2 การทดสอบหาอุณหภูมิการเกิดผลึกโดยใช้เทคนิค DSC.....	31
4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	32
4.1 การศึกษาหาภาวะการผสมพอลิพรอพิลีนกับไฮโดรโฟบิกซิลิกา.....	32
4.1.1 การผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่.....	32
4.1.2 การผสมด้วยการละลายในตัวทำละลาย Decalin.....	32
4.2 การศึกษาหาภาวะสำหรับการขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิต.....	36
4.3 การวิเคราะห์.....	42
4.3.1 ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของฟิล์มนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค SEM.....	43
4.3.2 ผลของขนาดผลึกสเฟียรูไลต์ในนาโนคอมพอสิต.....	46

บทที่	หน้า
4.4 การทดสอบ.....	49
4.4.1 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน / ไฮโดรโฟบิกซิลิกา.....	50
4.5 ผลการทดสอบสมบัติการโปร่งแสง.....	52
4.6 ผลการทดสอบสมบัติการซึมผ่านของแก๊ส.....	53
4.7 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อน.....	54
4.7.1 การทดสอบสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค DSC.....	54
4.7.2 การทดสอบสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA.....	57
5 สรุปผลการทดลอง.....	59
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	59
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	59
รายการอ้างอิง.....	60
ภาคผนวก.....	62
ภาคผนวก ก.....	64
ภาคผนวก ข.....	65
ภาคผนวก ค.....	72
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	83

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของพรีซิพิตเซชัน.....	10
ตารางที่ 2.2 แสดงการสังเคราะห์แอมัลกัมจากวิธีต่างๆ.....	12
ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย.....	18
ตารางที่ 3.2 ภาวะในการผสมมาสเตอร์แบชด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่.....	21
ตารางที่ 3.3 แสดงอัตราส่วนในการผสมมาสเตอร์แบชกับพอลิพรอพิลีนและ พอลิพรอพิลีนแวกซ์.....	22
ตารางที่ 3.4 ภาวะในการผสมนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่.....	23
ตารางที่ 3.5 แสดงอัตราส่วนระหว่างพอลิพรอพิลีน ซิลิกาและเดคาลิน.....	24
ตารางที่ 3.6 ภาวะในกระบวนการผสมด้วยเครื่องอัดแบบ (Compression Molding).....	25
ตารางที่ 4.1 แสดงอัตราส่วนในสูตรผสมของพอลิพรอพิลีน /ไฮโดรโฟบิกซิลิกา / พอลิพรอพิลีนแวกซ์ และภาพเม็คซิปที่ได้จากเครื่องอัดรีด.....	33
ตารางที่ 4.2 แสดงอัตราส่วนในสูตรผสมของพอลิพรอพิลีน /ไฮโดรโฟบิกซิลิกา และภาพลักษณะผงคอมพอสิตหลังจากละลายในตัวทำละลาย.....	36
ตารางที่ 4.3 ภาวะในกระบวนการผสมด้วยเครื่องอัดแบบ (Compression Molding).....	38
ตารางที่ 4.4 แสดงสูตรผสมที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มพอลิพรอพิลีน /ไฮโดรโฟบิกซิลิกา / พอลิพรอพิลีนแวกซ์ คอมพอสิตที่ได้จากเครื่องอัดรีดสกรูคู่ และแสดงภาพถ่ายของฟิล์มที่ได้.....	39
ตารางที่ 4.5 แสดงสูตรผสมที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มด้วยการทำการละลายก่อนทำการอัดแบบ และแสดงภาพถ่ายของฟิล์มที่ได้.....	42
ตารางที่ 4.6 ค่าเฉลี่ยขนาดผลึกสเฟียรูไลต์ของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ซิลิกา.....	46
ตารางที่ 4.7 อุณหภูมิก่อนผลึกของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา.....	56
ตารางที่ 4.8 อุณหภูมิการสลายตัวของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา.....	58

สารบัญภาพ

ภาพประกอบ	หน้า
ภาพที่ 2.1 แสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์ที่มีสูตรเคมีเหมือนกัน	6
ภาพที่ 2.2 โมเดลแสดงลักษณะโครงสร้างของซิลิกา	9
ภาพที่ 2.3 หมู่ฟังก์ชันเคมีที่อยู่บนพื้นผิวของซิลิกา	10
ภาพที่ 2.4 แสดงเครื่องปฏิกรณ์แบบ flame aerosol process	13
ภาพที่ 2.5 ไฮโดรโฟบิกฟุมซิลิกา	14
ภาพที่ 3.1 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทำงานทดลอง	19
ภาพที่ 3.2 เครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (twin screw extruder)แบบป้อนวัตถุดิบสองทาง	20
ภาพที่ 3.3 เครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (twin screw extruder)	23
ภาพที่ 3.4 เครื่องอัดแบบ	25
ภาพที่ 3.5 ขนาดชิ้นงานของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา เพื่อใช้ทดสอบสมบัติด้านแรงดึง	26
ภาพที่ 3.6 เครื่อง universal testing machine	27
ภาพที่ 3.7 เครื่องวัดสี (reflectance spectrophotometer)	27
ภาพที่ 3.8 เครื่องการซึมผ่านของแก๊ส (gas permeability tester)	28
ภาพที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope)	29
ภาพที่ 3.10 เครื่อง hot stage และ กล้องจุลทรรศน์ (polarized optical microscope)	30
ภาพที่ 3.11 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (thermo gravimetric analyzer, TGA)	31
ภาพที่ 3.12 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (differential scanning calorimetry, DSC)	31
ภาพที่ 4.1 แผนภูมิขั้นตอนการขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องอัดแม่แบบ	37
ภาพที่ 4.2 แสดงการถ่ายภาพ SEM ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่อัตราส่วนนาโน คอมพอสิตพอลิพรอพิลีน: ซิลิกา a) 99 : 1, (b) 97.5 : 2.5 , (c) 95 : 5 , (d) 92.5 : 7.5	42
ภาพที่ 4.3 แสดงภาพ SEM ของฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่ได้จากการผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่ อัตราส่วนพอลิพรอพิลีน :ซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์ (a) 99 : 1 : 0 , (b) 97.5 : 1 : 1 , (c) 96.5 : 1 : 2.5 , (d) 92.5 : 1 : 5	44
ภาพที่ 4.4 แสดงภาพ SEM ของฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่ได้จากการผสมด้วยเทคนิคการละลาย อัตราส่วนพอลิพรอพิลีน:ซิลิกา (a) 99 : 1, (b) 97.5 : 2.5 , (c) 95 : 5 , (d) 92.5 : 7.5	45

ภาพที่ 4.5 ขนาดผลึกสเฟียรูไลต์นาโนคอมพอสิตที่ผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่อัตราส่วน พอลิพรอพิลีน:ซิลิกา (a) พอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ (b) 99:1, (c) 97.5:2.5, (d) 95:5 , (e) 92.5 : 7.5.....	47
ภาพที่ 4.6 ขนาดผลึกสเฟียรูไลต์นาโนคอมพอสิตที่ผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่อัตราส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรโฟบิกซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์ (a) 92.5 : 7.5 : 0 , (b) 91.5 : 7.5 : 1 , (c) 90 : 7.5 : 2.5 , (d) 87.5 : 7.5 : 5.....	48
ภาพที่ 4.7 ขนาดผลึกสเฟียรูไลต์นาโนคอมพอสิตที่ผสมด้วยตัวทำละลายอัตราส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรโฟบิกซิลิกา (a) 99 : 1, (b) 97.5 : 2.5 , (c) 95 : 5 , (d) 92.5 : 7.5.....	49
ภาพที่ 4.8 สมบัติความต้านแรงดึงของฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ ไฮโดรโฟบิกซิลิกา.....	50
ภาพที่ 4.9 สมบัติความต้านแรงดึงของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาที่ สัดส่วน 92.5: 7.5 แสดงเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็น.....	51
ภาพที่ 4.10 ค่าความโปร่งแสงของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา.....	52
ภาพที่ 4.11 สมบัติด้านการโปร่งแสงของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา ที่สัดส่วน 92.5 : 7.5 แสดงเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็น.....	53
ภาพที่ 4.12 ค่าการซึมผ่านของแก๊สของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา (a) พอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์, (b) PP 95 : silica 5 ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่, (c) PP 97.5 : silica 2.5 ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่, (d) PP 99 : silica 1 ด้วยตัวทำละลาย, (e) PP 97.5 : silica 2.5 ด้วยตัวทำละลาย, (f) PP 95 : silica 5 ด้วยตัวทำละลาย, (g) PP 92.5 : silica 7.5 ด้วยตัวทำละลาย.....	54
ภาพที่ 4.13 อุณหภูมิก่อผลึกของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา.....	55
ภาพที่ 4.14 เสถียรภาพทางความร้อนของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา.....	57

บทที่ 1

บทนำ

พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตเป็นวัสดุที่กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมากทั้งในด้านวิชาการและในภาคอุตสาหกรรม นาโนคอมพอสิตเป็นวัสดุเชิงประกอบที่มีวัสดุเสริมแรงที่มีขนาดระดับนาโนเมตรกระจายอยู่ในพอลิเมอร์เมทริกซ์ในปริมาณเพียงเล็กน้อยเท่านั้น แต่มีผลอย่างมากต่อสมบัติเชิงกล สมบัติการซึมผ่านของแก๊ส สมบัติการทนไฟ และเสถียรภาพทางความร้อนเหนือกว่าวัสดุคอมพอสิตดั้งเดิมที่ใช้กันอยู่ทั่วไป การที่วัสดุเสริมแรงมีขนาดระดับนาโนเมตรทำให้มีพื้นที่ผิวมากสำหรับการเสริมแรง นอกจากนี้ยังทำให้ความบกพร่อง ที่เกิดขึ้นในชิ้นงานมีขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับสารเสริมแรงที่มีขนาดระดับไมครอนหรือใหญ่กว่า จึงทำให้ได้วัสดุคอมพอสิตที่มีความแข็งแรงสูง

พอลิเมอร์ที่ใช้ในการเตรียมนาโนคอมพอสิตมีหลายชนิด พอลิพรอพิลีนเป็นวัสดุที่น่าสนใจมากชนิดหนึ่งเนื่องจาก มีราคาถูกและมีสมบัติเชิงกลที่ดี ทำเป็นผลิตภัณฑ์ได้หลากหลาย เช่น ทำฟิล์มสำหรับบรรจุภัณฑ์ ขวด ท่อ และอื่นๆ พอลิพรอพิลีนแบ่งตามโครงสร้างแบบสเตอริโอ (stereo configuration) ได้ 3 ชนิด คือ แบบไอโซแทกติก (isotactic) แบบซินดิโอแทกติก (syndiotactic) และแบบอะแทกติก (atactic) ซึ่งจัดแบ่งตามโครงสร้างความเป็นระเบียบและไม่เป็นระเบียบของการจัดเรียงตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ อันเป็นผลต่อความสามารถในการเกิดผลึกที่แตกต่างกันเช่น พอลิเมอร์ชนิด ไอโซแทกติก และพอลิเมอร์ชนิด ซินดิโอแทกติก จะสามารถเกิดผลึกได้ค่อนข้างสูงเพราะความเป็นระเบียบของโครงสร้างทำให้สามารถจัดเรียงตัวกันเป็นโครงสร้างของผลึกได้ง่าย ส่วนโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบไม่สามารถทำได้ เนื่องจากโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบจะขัดขวางการตกผลึกของโครงสร้างผลึกนั่นเอง การที่พอลิเมอร์สามารถมีโครงสร้างผลึกสูงๆมีผลทำให้พอลิเมอร์มีความแข็งแรงสูง ทนต่อตัวทำละลาย และสารเคมีได้ดี สำหรับ พอลิพรอพิลีนชนิดอะแทกติก มักไม่มีประโยชน์ ส่วนพอลิพรอพิลีนชนิดไอโซแทกติก มีสมบัติที่สำคัญคือ คงทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีและตัวทำละลายได้ดีมาก มีความต้านทานไฟฟ้า และการแตกหักของพอลิเมอร์ชนิดนี้จะต้องใช้พลังงานสูงหรือมีความแข็งแรงที่สูง เป็นพลาสติกทางการค้าที่เบาชนิดหนึ่ง ซึ่งทำให้พอลิพรอพิลีนชนิดไอโซแทกติก สามารถใช้งานได้ดีในอุณหภูมิที่สูง

อย่างไรก็ตามข้อเสียพอลิเมอร์พอลิพรอพิลีนชนิดนี้ คือ การต้านทานการเกิด crack propagation ที่ต่ำมาก ซึ่งเป็นสาเหตุทำให้วัสดุมีการแตกหักง่าย ดังนั้นในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้ ฟูมซิลิกา (fumed silica) มาเป็นวัสดุเสริมแรงเพื่อเตรียมพอลิพรอพิลีน/ซิลิกานาโนคอมพอสิต โดยมีจุดประสงค์เพื่อเพิ่มเสถียรภาพทางรูปร่างที่อุณหภูมิสูง ลดการหดตัวและการเกิดรอยแตก และสมบัติที่เกี่ยวข้องกับการซึมผ่านของแก๊สเป็นต้น ฟูมซิลิกาถึงแม้จะมีขนาดในระดับ

นาโนเมตร (ประมาณ 10 นาโนเมตร) แต่ในความเป็นจริงอนุภาคเหล่านี้จะเกิดการรวมตัวกันจับกันเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate) ที่มีขนาดใหญ่ประมาณ 100-200 ไมครอนซึ่งมีขนาดใหญ่มาก เนื่องจากพื้นผิวของซิลิกาประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (si-oh) จึงยึดเกาะเกี่ยวข้องกับอนุภาคข้างเคียงด้วยพันธะไฮโดรเจน การแยกอนุภาคฟุ้งซิลิกาให้ออกจากกันทำได้ยาก ดังนั้นการใช้ฟุ้งซิลิกาโดยตรงจึงเกิดการกระจายตัวไม่ดีในพอลิเมอร์เมทริกซ์นำไปสู่สมบัติต่างๆไม่ดีขึ้นเท่าที่คาดการณ์ไว้ ในขณะที่พอลิพรอพิลีนก็มีสมบัติไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) ทำให้เข้ากันได้ยากกับฟุ้งซิลิกาซึ่งมีสมบัติชอบน้ำ ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงเลือกใช้ไฮโดรโฟบิกฟุ้งซิลิกาซึ่งมีสมบัติไม่ชอบน้ำเหมือนกันกับพอลิพรอพิลีน โดยไฮโดรโฟบิกฟุ้งซิลิกาในงานวิจัยนี้เป็นฟุ้งซิลิกาที่ผ่านการตัดแปรด้วยออร์แกโนซิลเลน (organosilane) ดังนั้นจึงคาดว่าอนุภาคซิลิกาจะสามารถกระจายตัวเข้าเป็นเนื้อเดียวกันกับพอลิเมอร์ได้ดี แต่ด้วยปัญหาของฟุ้งซิลิกาที่มีอนุภาคเล็กมากซึ่งเกิดการฟุ้งกระจายสร้างปัญหาความยุ่งยากในขั้นตอนของการผสมกับพอลิเมอร์ จึงได้นำพอลิพรอพิลีนแว็กซ์ (polypropylene wax) ซึ่งเป็นสารหล่อลื่นและป้องกันการฟุ้งกระจายของฟุ้งซิลิกาในระหว่างผสม และยังทำหน้าที่ลดแรงเสียดทานระหว่างโมเลกุลของพอลิเมอร์ทำให้สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการเคลื่อนที่ผ่านไปมาซึ่งกันและกันได้ คาดว่าช่วยทำให้อนุภาคซิลิกาแตกตัวแยกออกจากกันและกระจายตัวในพอลิเมอร์ได้สม่ำเสมอ และทำการเปรียบเทียบกับกรณีผสมพอลิพรอพิลีนกับไฮโดรโฟบิกซิลิกาด้วยเทคนิคการละลายในตัวทำละลาย decalin โดยแผนงานวิจัยนี้คือทำการเตรียมฟิล์มนาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิพรอพิลีนกับไฮโดรโฟบิกซิลิกา การผสมทำโดยสองวิธีการคือ 1. ผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (twin screw extruder) (พอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา/พอลิพรอพิลีนแว็กซ์) 2. ผสมด้วยการละลายและอัลตราโซนิก (พอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา/decalin(ตัวทำละลาย)) คอมพอสิตที่เตรียมได้ถูกนำไปขึ้นรูปเป็นฟิล์มให้มีความหนาประมาณ 120 ไมครอนโดยอาศัยเครื่องอัดแม่แบบ (compression) ฟิล์มที่ได้จะนำไปวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและทดสอบทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสมบัติการซึมผ่านของแก๊สต่อไป

บทที่ 2

วารสารปริทัศน์

2.1 นาโนเทคโนโลยี

นาโนเทคโนโลยีเกี่ยวข้องกับ การศึกษา การสร้าง และประยุกต์ใช้วัสดุที่มีขนาดในช่วงนาโนเมตร (nanometre) หรือสิบกำลังลบเก้าเมตร หรือ 1 ส่วนพันล้านของ 1 เมตร วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีการจัดการวัสดุในระดับนาโนสเกล นำไปสู่การพัฒนาเทคโนโลยีเกี่ยวกับการจัดการอะตอมและโมเลกุลโดยการสร้างเครื่องจักรไฮเทคหรืออุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่สามารถควบคุมหรือบังคับการจัดกลุ่มของโมเลกุลเพื่อสร้างวัสดุขนาดจิ๋วที่มีรูปร่างได้ตามต้องการ

2.2 วัสดุคอมโพสิตและวัสดุนาโนคอมโพสิต [1,2]

คอมโพสิต คือ การนำเอาวัสดุที่มีสมบัติแตกต่างกันตั้งแต่ 2 ชนิดหรือมากกว่ามาประกอบกัน สร้างเป็นวัสดุที่มีโครงสร้างใหม่ เพื่อใช้งานเป็นส่วนประกอบของการดำเนินชีวิตประจำวัน ไม่ว่าจะเป็นในส่วนของงานอุตสาหกรรม ซึ่งรวมถึงอากาศยาน การขนส่งทางภาคพื้นดิน ทางน้ำ บรรจุก๊าซ อุตสาหกรรมผลิต อุปกรณ์ที่มีคุณภาพมากกว่าในอดีต เช่น ไม้เทนนิส ไม้กอล์ฟ ตัวถังรถแข่ง เรือแข่ง และอื่นๆ รวมไปถึงงานด้านวิศวกรรมก่อสร้างต่างๆ

ในการนำเอาผลิตภัณฑ์ที่สร้างขึ้นจากวัสดุคอมโพสิตขึ้นรูปด้วยพอลิเมอร์ (polymer matrix composites structures) มาใช้เพื่อทดแทน หรือแข่งขันกับวัสดุที่ใช้งานดั้งเดิม แต่ได้มีวิวัฒนาการและพัฒนาการใช้งานอย่างสูงสุดมาแล้ว เช่น ไม้ เหล็ก คอนกรีต ฯลฯ เป็นเรื่องที่น่าทึ่งซับซ้อนมากเนื่องจากจะต้องผ่านกระบวนการผลิตที่อำนวยความสะดวกการแข่งขันด้านราคา โดยเปรียบเทียบกับความจำเป็นในการใช้งานและสมรรถนะของวัสดุอุปกรณ์นั้นๆ

วัสดุคอมโพสิต (composite materials) มีส่วนเหนือกว่าวัสดุใช้งานดั้งเดิม (conventional materials) อยู่หลายประการ เช่น มีค่าความแกร่งและแข็ง (stiffness and Strength) สูง แต่มีค่าความถ่วงจำเพาะ (density) ต่ำ หมายความว่า เป็นวัสดุที่เบาแต่แข็งแรงกว่า ถ้าเปรียบเทียบความแข็งแรงต่อน้ำหนัก การขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ได้ง่าย และสามารถออกแบบให้เกิดประโยชน์ด้านความสวยงามควบคู่ไปกับการใช้ความรู้ด้านวิศวกรรมโครงสร้าง (innovative functional and structural design concepts) นอกจากนี้ยังมีความได้เปรียบเรื่องความทนทานต่อการกัดกร่อนจากสารเคมี (corrosion resistances) และสภาพดินฟ้าอากาศได้ดีอีกด้วย สิ่งต่างๆดังที่ได้กล่าวมาแล้ว ทำให้ “คอมโพสิต” เป็นวัสดุที่นำมาใช้ประโยชน์ได้สูง โดยมีราคาที่ประหยัด ถ้าเลือกใช้วัสดุพื้นฐานที่ไม่แพง เช่น ใยแก้ว ใยธรรมชาติ รวมทั้งการผลิต การออกแบบผลิตภัณฑ์ที่มีรูปแบบซับซ้อนใช้งานได้ ดี สวยงาม และอายุการใช้งานที่ทนทาน

การออกแบบผลิตภัณฑ์ที่ใช้ “คอมพอสิต” จะมีความยุ่งยาก และต้องใช้ความรู้ในหลายๆ ด้านมาประกอบกัน ทำให้เป็นสิ่งท้าทายสำหรับนักออกแบบผลิตภัณฑ์ เพราะไม่เพียงแต่มีความรู้เรื่องการออกแบบรูปร่างเท่านั้น แต่จะต้องออกแบบโดยใช้วัสดุที่เหมาะสมกับการใช้งาน และขบวนการในการใช้เทคโนโลยีการผลิตที่ถูกต้อง เพื่อผลลัพธ์ที่ออกมาเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีคุณภาพสูง และราคาเหมาะสมกับคุณภาพ รวมถึงอายุใช้งานที่ยาวนาน

โดยทั่วไปวัสดุคอมพอสิตประกอบด้วยวัตถุดิบ 3 ส่วน คือ เมทริกซ์ วัสดุเสริมแรง และ สารเติมแต่งเพื่อเพิ่มเติมสมบัติอื่นๆ ที่ต้องการ องค์ประกอบสองส่วนแรกมีความสำคัญที่จะทำให้ได้วัสดุที่เบาและแข็งแรง สำหรับพลาสติกคอมพอสิตเสริมแรงด้วยเส้นใยมีองค์ประกอบที่สำคัญ 3 ส่วนเช่นกัน คือ เมทริกซ์ ได้แก่ พอลิเมอร์ต่างๆ ซึ่งมีหลายประเภท เช่น เทอร์โมพลาสติก (thermoplastics) ยาง (rubbers) และสำคัญที่สุดคือ เทอร์โมเซตติงพลาสติก (thermosetting plastics) องค์ประกอบต่อไป คือ เส้นใยแก้วรวมถึงเส้นใยอื่นๆที่มีความแข็งแรงแบบเดียวกัน และ องค์ประกอบสุดท้าย คือ สารเติมแต่ง (additives) เพื่อทำให้มีคุณสมบัติที่ต้องการโดยครบถ้วน สารเติมแต่งที่สำคัญ คือ สารเร่งปฏิกิริยา หรือสารคะตะลิสต์ (catalyst) สารต้านการออกซิเดชัน (antioxidants) สารป้องกันการจับก้อน (antiblocking agents) สารเชื่อมต่อ (coupling agents) เป็นต้น

ในปัจจุบันวัสดุเชิงประกอบนาโนคอมพอสิตกำลังได้รับความสนใจอย่างสูง ทั้งนี้เพราะวัสดุเชิงประกอบชนิดนี้มีสมบัติที่ดีกว่าเมื่อเทียบกับวัสดุเชิงประกอบแบบดั้งเดิม แต่มีสัดส่วนของวัสดุเสริมแรงน้อยกว่า วัสดุเชิงประกอบนาโนคอมพอสิตมีองค์ประกอบ 2 องค์ประกอบเหมือนวัสดุเชิงประกอบทั่วไป คือมีเมทริกซ์เป็นพอลิเมอร์และวัสดุเสริมแรง (reinforcing materials) โดยวัสดุเสริมแรงจะมีขนาดในระดับ 10 – 100 นาโนเมตรศักยภาพการใช้ประโยชน์ของวัสดุนาโนเช่น ในอุตสาหกรรมยานยนต์และสิ่งทอ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา การพัฒนาฟิล์มพลาสติกนาโนคอมพอสิตที่มีสมบัติความสามารถในการสกัดกั้นการผ่านของแก๊ส หรือเพิ่มการแพร่ผ่านของแก๊สชนิดที่ต้องการ เพื่อใช้ทำบรรจุภัณฑ์เพื่อยืดอายุความสดของผักและผลไม้ และเพิ่มมูลค่าการส่งออก การผลิตผงนาโนฯ มาใช้ในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียและไวรัส หรือทำให้ไม่เปียกน้ำ เป็นต้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.3 พอลิพรอพิลีน (polypropylene) [3,4]

2.3.1 บทนำ

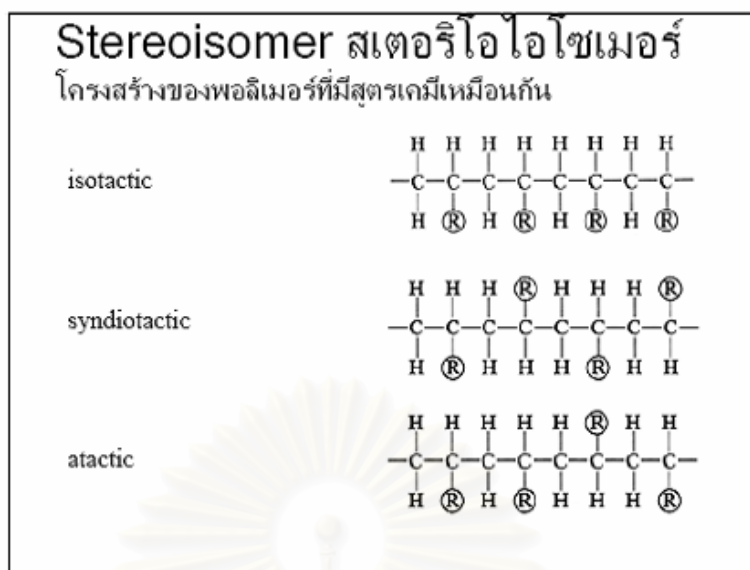
จากการประสบความสำเร็จในการพอลิเมอไรเซชันเอธิลีน โดยการใช้สาร organometallic เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) จึงมีความพยายามที่จะใช้สารเร่งชนิดนี้สำหรับพอลิเมอไรเซชันสารโอเลฟินตัวอื่นๆ ที่น่าสนใจ คือ พอลิพรอพิลีน (propylene) พอลิพรอพิลีนชนิดน้ำหนักโมเลกุลสูง จึงถูกผลิตขึ้นในปี ค.ศ.1952 โดย Fontana แต่พอลิเมอร์ที่ได้รับมีลักษณะคล้ายน้ำมันและจาระบี ต่อมาในปี ค.ศ.1954 Professor Giulio Natta จากมหาวิทยาลัย Milan Polytechnic ประเทศอิตาลี ได้พบว่าสาร Ziegler-type catalyst นี้สามารถนำมาใช้ในการพอลิเมอไรเซชันพรอพิลีนให้เป็นพอลิพรอพิลีนในลักษณะเชิงเส้นตรง (linear) ชนิดน้ำหนักโมเลกุลสูงได้ และสามารถแยกพอลิพรอพิลีนในพอลิเมอร์ต่างๆ โดยการใช้ความแตกต่างในความสามารถละลายพอลิเมอร์เหล่านั้น และพบว่าพอลิเมอร์บางกลุ่มมีความหนาแน่นสูงถึง 0.91 ซึ่งพอลิเมอร์อื่นๆ มีความหนาแน่นเพียง 0.85 และพอลิเมอร์เหล่านี้ยังมีความหลากหลายในจุดหลอมละลายด้วย และบางส่วนของพอลิเมอร์มีลักษณะความเป็นผลึก (crystallinity) ส่วนที่เหลือก็จะเป็นบริเวณอสัณฐาน (amorphous)

โมเลกุลของพอลิพรอพิลีนประกอบด้วยโซ่โมเลกุลยาวของธาตุอะตอมคาร์บอนโดยมีหมู่เมทิล (methyl) ยื่นออกมาเป็นกิ่งก้านด้านข้างของโซ่โมเลกุลซึ่งมีอิทธิพลต่อการจัดเรียงของสายโซ่พอลิเมอร์ ซึ่งแบ่งตามโครงสร้างแบบสเตอริโอ (stereo configuration) ได้ 3 ชนิด พอลิพรอพิลีน ชนิด ไอโซแทกติก (isotactic) ซินดีโอแทกติก (syndiotactic) และอะแทกติก (atactic) ดังแสดงไว้ในภาพที่ 2.1

พอลิพรอพิลีนชนิดไอโซแทกติก (isotactic) เป็นรูปแบบโครงสร้างซึ่งมีการจัดเรียงของหมู่เมทิล อยู่บนระนาบเดียวกันของสายโซ่หลักโมเลกุลพอลิเมอร์

พอลิพรอพิลีนชนิดซินดีโอแทกติก (syndiotactic) เป็นหนึ่งในโครงสร้างซึ่งมีหมู่เมทิลที่อยู่ในลักษณะตำแหน่งสลับตรงกันข้ามอย่างมีระเบียบและต่อซ้ำๆ กันไปโดยตลอดอย่างสม่ำเสมอ โดยกลุ่มโมเลกุลด้านข้างแต่ละกลุ่มจะเกาะยึดสลับกันทั้งด้านบนและด้านล่างของโครงสร้างโซ่หลักของโมเลกุล พอลิเมอร์

พอลิพรอพิลีนชนิดอะแทกติก (atactic) เป็นหนึ่งในโครงสร้างซึ่งมีหมู่เมทิลที่เกาะยึดกันอยู่อย่างไม่เป็นระเบียบและต่อซ้ำๆ กันไปโดยตลอดตามโครงสร้างโซ่หลักของโมเลกุลพอลิเมอร์



ภาพที่ 2.1 แสดงโครงสร้างของพอลิเมอร์ที่มีสูตรเคมีเหมือนกัน [2]

การมีโครงสร้างที่มีความเป็นระเบียบและการขาดความเป็นระเบียบของสารพอลิเมอร์ส่งผลถึงความสามารถในการตกผลึกที่แตกต่างกันเช่น พอลิเมอร์ชนิดไอโซแทกติก และพอลิเมอร์ชนิดซินดิโอแทกติก เมื่อมีการตกผลึกทำให้มีการตกผลึกได้ค่อนข้างสูงเพราะความเป็นระเบียบของโครงสร้างทำให้สามารถจัดเรียงตัวกันเป็นโครงสร้างของผลึกได้ง่าย ส่วนโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบไม่สามารถทำได้ เนื่องจากโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบจะขัดขวางการตกผลึกของโครงสร้างผลึกนั่นเอง การที่พอลิเมอร์สามารถมีโครงสร้างผลึกสูงๆมีผลทำให้ พอลิเมอร์มีความแข็งแรงสูง ทนต่อตัวทำละลาย และสารเคมีได้ดี สำหรับพอลิพรอพิลีนชนิดอะแทกติก มักไม่มีประโยชน์ ส่วนพอลิพรอพิลีนชนิดไอโซแทกติก มีสมบัติที่สำคัญคือ คงทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีและตัวทำละลายได้ดีมาก มีความต้านทานไฟฟ้าและการแตกหักของพอลิเมอร์ชนิดนี้จะต้องใช้พลังงานสูงหรือมีความแข็งแรงที่สูง

พอลิพรอพิลีนชนิดซินดิโอแทกติกก็สามารถตกผลึกได้ง่ายเช่นเดียวกันกับพอลิพรอพิลีนชนิดไอโซแทกติกแต่มีสมบัติคือยกกว่าคือมีจุดหลอมเหลวที่ต่ำกว่าประมาณ 20 องศาเซลเซียส และสามารถละลายได้ดีในอีเทอร์ และละลายในไฮโดรคาร์บอนได้ยากกว่าพอลิพรอพิลีนชนิดไอโซแทกติกโดยทั่วไปแล้วพอลิเมอร์ชนิดซินดิโอแทกติกได้รับความสนใจน้อยกว่าพอลิพรอพิลีนชนิดไอโซแทกติกทั้งนี้เพราะ พอลิเมอร์ชนิดไอโซแทกติกเตรียมได้ง่ายกว่า

2.3.2 การสังเคราะห์พอลิพรอพิลีน [5]

การสังเคราะห์พอลิพรอพิลีน โดยนำมอนอเมอร์ซึ่งได้มาจากผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียมด้วยวิธีการกลั่นลำดับส่วน การเกิดพอลิเมอร์ของแก๊สพรอพิลีน จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เรียกว่า “ตัวเร่งปฏิกิริยาซีเกลอร์-เนตตา” ซึ่งได้จากปฏิกิริยาระหว่างทิตาเนียมไตรคลอไรด์ในแนฟทา

ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน พอลิเมอร์ที่เกิดขึ้นจากพรอพิลีนจะผ่านการกวนเพื่อให้ปล่อยตัวเร่งออกมา จากนั้นทำการกรองให้สะอาดและได้ออกมาเป็นผงเรซิน ในระหว่างนี้อาจมีการเติมสารเติมแต่งเพื่อให้เรซินที่ได้อยู่ตัวไม่เสื่อมสภาพเนื่องจากแสงและความร้อนเร็วเกินไป

2.3.3 สมบัติและการนำไปใช้ประโยชน์ [5]

พอลิพรอพิลีนมีสมบัติคล้าย ๆ พอลิเอทิลีนคือเกิดการพองตัวเมื่อในตัวทำละลายเดียวกัน แต่ที่แตกต่างออกไปก็มี เช่น มีความหนาแน่นต่ำกว่าคือประมาณ 0.90 กรัม/ซม³ อุณหภูมิหลอมตัว (Tm) 164-170 °C ซึ่งสูงกว่าพอลิเอทิลีน สมบัติการละลายคล้ายพอลิเอทิลีน คือไม่ละลายในตัวทำละลายใด ๆ ที่อุณหภูมิห้อง แต่ถ้าเกิน 80 °C ขึ้นไปสามารถละลายในตัวทำละลายอะโรมาติก ไฮโดรคาร์บอน และคลอรีเนตไฮโดรคาร์บอน

พอลิพรอพิลีนที่ใช้ทางการค้า มักผสมด้วยสารเติมแต่ง เช่น สี,ผงคาร์บอนดำ,ใยแก้ว,ยาง,และตัวแอนติออกซิแดนต์ เป็นต้น เพื่อให้สมบัติดีขึ้น เหมาะกับการใช้งาน

พอลิพรอพิลีนใช้ทำวัสดุของใช้ในครัว แผ่นฟิล์มสำหรับห่อ ถุงพลาสติกใส่ของร้อน ๆ เชือกปอพลาสติก,กล่องแบตเตอรี่,กระเป๋าล้างชยะ,ถังน้ำ,ท่อน้ำ,ชิ้นส่วนตู้เย็น, และอื่น ๆ อีกมากมาย

2.4 ซิลิกา (silica)

2.4.1 ซิลิกาธรรมชาติ (natural silicas) [6,7]

ซิลิกาธรรมชาติได้จากหลายแหล่งด้วยกันเช่น ทราย (sand) ควอร์ตซ์ (quartz) หรือขี้เถ้าแกลบ (rice hull ash) เป็นต้น ซิลิกาที่ได้แต่ละชนิดจะมีความหนาแน่น ปริมาณผลึก ขนาดของผลึก และความแข็งแตกต่างกัน โดยควอร์ตซ์จะมีความแข็งสูงที่สุด (mohs hardness=7) ซึ่งก่อนที่จะนำไปใช้เป็นฟิลเลอร์ในพลาสติก จะต้องนำซิลิกาธรรมชาติเหล่านี้ไปบดจนมีขนาดของอนุภาคโดยเฉลี่ยอยู่ในช่วง 1-10 ไมโครเมตรเสียก่อน

เนื่องจากอนุภาคของควอร์ตซ์แข็งมากจึงสามารถขัดสีแม่แบบหรือเครื่องจักรได้ (อนุภาคยิ่งหยาบ ยิ่งขัดสีสูง) ดังนั้น ส่วนใหญ่จะนำควอร์ตซ์ไปใช้ในกรณีที่มีการขึ้นรูปเป็นแบบของเหลว เช่น การหล่อ (casting) ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น (ความทนแรงอัดและความทนแรงดัด โค้งเพิ่มขึ้น) ทนทานความร้อนได้สูงขึ้น และยังช่วยให้ต้นทุนการผลิตลดลงด้วย สำหรับเทอร์โมพลาสติก (เช่น ไนลอน เทอร์โมพลาสติกพอลิเอสเตอ์) จะใช้ซิลิกาชนิดที่มีอนุภาคอ่อนกว่าและขัดสีได้น้อยกว่าควอร์ตซ์ ตัวอย่างเช่น ไตรโพลีที่มีอนุภาคที่ละเอียด

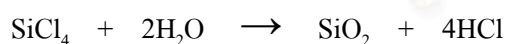
เพื่อให้ซิลิกาสามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์ จะต้องปรับแต่งพื้นผิวซิลิกาด้วยไซเลนเสียบก่อน ซึ่งไซเลนที่เหมาะสมสำหรับซิลิกาที่ใช้กับอีพอกซีเรซิน ได้แก่ อะมิโนหรืออีพอกซีไซเลน ส่วนไซเลนที่เหมาะสมสำหรับซิลิกาที่ใช้กับไนลอนและเทอร์โมพลาสติกพอลิเอสเตอร์คือ อะมิโนไซเลน ในขณะที่ไซเลนที่เหมาะสมสำหรับซิลิกาที่ใช้กับพอลิเอสเตอร์ที่ขึ้นรูปโดยการหล่อ ได้แก่ ไวนิลไซเลน

สำหรับไดอะอะซิโตนไฮดรอกไซด์ได้จากซากของสัตว์ทะเลเขตเดียว เช่น หอยชนิดต่างๆซึ่งทับถมกันมานานหลายล้านปี ซิลิกาชนิดนี้มีโครงสร้างอสังฐาน มีความพรุนสูงและมีการดูดซับน้ำมันสูง ซึ่งการนำไปใช้งานกับพลาสติก ส่วนใหญ่ใช้เป็นสารกันติด

2.4.2 ซิลิกาสังเคราะห์ (synthetic silicas)

ซิลิกาสังเคราะห์เตรียมได้จากการนำซิลิกาไฮโดรเจล (silica hydrogel) มาขจัดน้ำ (ซิลิกาไฮโดรเจลได้มาจากปฏิกิริยาระหว่างโซเดียมซิลิเกตและกรด) ซิลิกาที่ได้เรียกว่าพรีซิพิเตต ซิลิกา (precipitated silica) ซึ่งมีขนาดของอนุภาคโดยเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.02-0.1 ไมโครเมตร และมีความหนาแน่นเท่ากับ 2.0 กรัม/ซม³

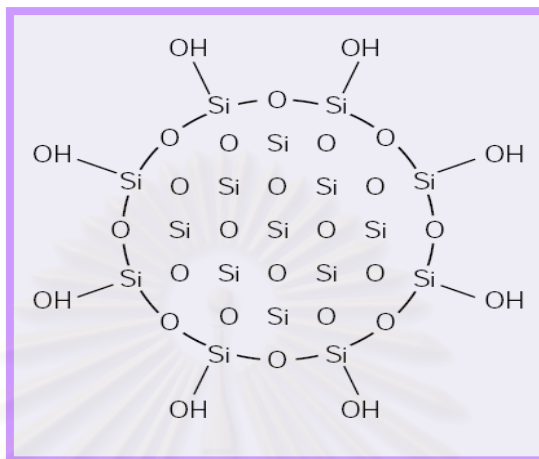
นอกจากนี้ อาจเตรียมซิลิกาสังเคราะห์ได้จากการเผาซิลิกอนเตตระคลอไรด์ (SiCl₄) ที่อุณหภูมิสูงพร้อมทั้งเป่าอากาศและไฮโดรเจนเข้าไปด้วย ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นไปดังสมการ



ซิลิกาที่ได้เรียกว่าไพโรเจนิคซิลิกา (pyrogenic silica) หรือฟุ้งซิลิกา (fumed silica) ซึ่งมีอนุภาคที่ละเอียดมาก (ขนาดของอนุภาคโดยเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.007-0.05 ไมโครเมตร) และมีความหนาแน่นเท่ากับ 2.2 กรัม/ซม³

โครงสร้างของไพโรเจนิคซิลิกาจะไม่อยู่อย่างเดี่ยวๆ ในรูปของอนุภาคปฐมภูมิแต่จะอยู่รวมกันเป็นกลุ่มก้อนที่เรียกว่าแอกกรีเกตเกิดเป็น โครงสร้างปฐมภูมิ ซึ่งโครงสร้างปฐมภูมินี้ไม่สามารถถูกทำลายได้ในระหว่างกระบวนการผสมเพราะเกิดจากแรงดึงดูดทางเคมีที่แข็งแรง (พันธะโควาเลนต์) นอกจากนี้แอกกรีเกตของซิลิกายังชอบอยู่รวมกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่เกิดเป็นโครงสร้างทุติยภูมิและเรียกก้อนขนาดใหญ่นี้ว่าแอกโกลเมอเรตดังแสดงในภาพที่ 2.2 เมื่อเปรียบเทียบกับเขม่าดำ โครงสร้างทุติยภูมิของซิลิกาจะมีความแข็งแรงสูงกว่าเนื่องมาจากการเกาะ

กลุ่มกันของซิลิกาเกิดจากแรงดึงดูดของพันธะไฮโดรเจน (H-bone) ซึ่งมีความแข็งแรงสูงกว่าแรง แวนเดอร์วาลส์ที่พบในกรณีของเขม่าดำ



ภาพที่ 2.2 โมเดลแสดงลักษณะ โครงสร้างของซิลิกา[6]

พื้นที่ผิวจำเพาะเป็นปัจจัยสำคัญในการบ่งบอกถึงประสิทธิภาพของการเสริมแรงซิลิกาที่มีขนาดของอนุภาคปฐมภูมิเล็กจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงและให้การเสริมแรงที่ดี เทคนิคที่นิยมใช้ในการวัดขนาดของพื้นที่ผิวจำเพาะของสารตัวเดิม

สมบัติทั่วไปของฟริชพิเทตซิลิกาแม้ว่าฟริชพิเทตซิลิกาจะมีหลายเกรดให้เลือกใช้ตามความเหมาะสมแต่ในภาพรวมแล้ว สมบัติทั่วไปของฟริชพิเทตซิลิกาสามารถสรุปได้ดังแสดงในตารางที่ 2.1 น้ำหนักที่สูญเสียไปที่ 105 °C ส่วนใหญ่เป็นน้ำหนักของน้ำที่ควบแน่นอยู่ภายในรูพรุนของซิลิกาในการผลิตซิลิกานั้นผู้ผลิตจำเป็นต้องควบคุมน้ำหนักที่สูญเสียไปที่ 105 °C ให้อยู่ในช่วงที่เหมาะสม เพราะถ้าน้ำหนักที่สูญเสียไปนี้มีค่าต่ำกว่า 3% ก็จะทำให้การแตกตัวของซิลิกาเป็นไปได้ยากยิ่งขึ้น ส่วนการสูญเสียน้ำหนักของน้ำที่ถูกดูดซับโดยหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของซิลิกาจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 200 °C และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น น้ำซึ่งเป็นองค์ประกอบบนพื้นผิวของซิลิกาก็จะเริ่มสูญเสียดังที่อุณหภูมิระหว่าง 700-900 °C

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครังสีเอกซ์ (x-ray analysis) พบว่าซิลิกาสังเคราะห์มีโครงสร้างอสัณฐานเมื่อนำมาใช้กับพลาสติก พริซิพิเทตซิลิกาจะเสริมความแข็งแรงให้กับพลาสติก ช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางรูปร่างที่อุณหภูมิสูง ช่วยลดการหดตัวและการเกิดรอยแตก ช่วยเพิ่มสมบัติการเป็นฉนวนไฟฟ้า ทำให้พลาสติกมีความแข็งเพิ่มขึ้น และช่วยเพิ่มความทนทานต่อการขีดข่วน (scratch resistance) นอกจากนี้ยังใช้ซิลิกาชนิดนี้เป็นสารกันติดและสารกันให้ลื่น (release agent) ด้วย

เนื่องจากไฟโรจินิกซิลิกามีราคาสูงเมื่อเปรียบเทียบกับราคาของพลาสติกส่วนใหญ่ ดังนั้นจึงไม่ค่อยนำซิลิกาชนิดนี้มาใช้เป็นฟิลเลอร์ และจากการที่ไฟโรจินิกซิลิกามีอนุภาคที่ละเอียดมาก ทำให้มันสามารถเพิ่มความหนืดให้กับของเหลวทุกประเภท การนำซิลิกาชนิดนี้มาใช้ประโยชน์ก็คือ การนำมาใช้เป็นสารข้น (thickening agent) หรือสารเพิ่มทิกโซโทรปีก (thixotropy agent) ให้กับพลาสติกที่การขึ้นรูปหรือการใช้งานจำเป็นต้องให้ความหนืดของระบบสูง

2.4.3 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์ระดับนาโนโดยวิธี Flame aerosol process

วิธีนี้จะเป็วิธีสังเคราะห์ที่จะทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันขึ้น โดยจะทำที่อุณหภูมิสูง อนุภาคที่ได้จะอยู่ในลักษณะของแอโรโซลซึ่งเป็นลักษณะหนึ่งของคอลลอยด์รูปแบบที่ธรรมดาที่สุดของคอลลอยด์มี 4 รูปดังนี้

1. โซล (sol) มีอนุภาคของคอลลอยด์ที่เป็นของแข็งกระจายอยู่ในของเหลว เช่น แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ $[Mg(OH)_2]$ ในน้ำ เป็นน้ำนมแห่งแมกนีเซียม (milk of magnesia)
2. เจล (gel) มีอนุภาคของคอลลอยด์ที่เป็นของเหลวกระจายอยู่ในของแข็งเช่น น้ำกระจายอยู่ในโปรตีน ตัวอย่างเช่น เจลาติน หรือวุ้น
3. อิมัลชัน(emulsion) มีอนุภาคของคอลลอยด์ที่เป็นของเหลวกระจายอยู่ในของเหลว เช่น ไขมันอยู่ในน้ำ ตัวอย่างเช่น นำนม
4. แอโรโซล(aerosol) มีอนุภาคของแข็งและของเหลวกระจายอยู่ในแก๊ส เช่น ขี้เถ้าในอากาศ ควันบุหรี่ น้ำในอากาศ หมอก สีของควันบุหรี่ เป็นต้น

Aerosol process เป็นวิธีที่สามารถผลิตซิลิกานาโนได้ในเชิงการค้า โดยอนุภาคที่ได้จะมีลักษณะเป็นผง (powder) มีเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 100 นาโนเมตร ซึ่งอนุภาคที่ได้นั้นจะมีการเปลี่ยนแปลงจากแก๊สไปเป็นอนุภาค (gas-to-particle) โดยอนุภาคของ แอโรโซล สามารถทำการสังเคราะห์ได้หลายวิธีดังตารางที่ 2.2

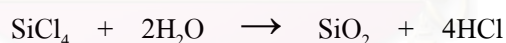
ตารางที่ 2.2 แสดงการสังเคราะห์แอโรโซลจากวิธีต่างๆ [8]

	Flame	Evap/Con Reaction	Laser	Plasma	Hot Wall	Spray Pyrolysis
Max size, μm	1	0.1-10	1	1	10	0.1-100
Spread	broad	narrow	Narrow	broad	narrow	broad
Morphology	solid agglomerates	solid	solid	solid agglomerates	spherical solid	spherical solid, porous
Max Temp.,K	2500	<2000	2,000	25,000	2,000	hollow
Material	oxides	material and oxides	oxides and non oxide	oxides and non-oxide	oxides and non-oxide	1,600 oxides and non-oxide
Complexity	low	low	medium	high	low	low

2.4.3.1 เครื่องปฏิกรณ์ (aerosol reactor)

2.4.3.1.1 flame reactor

เป็นเครื่องปฏิกรณ์ที่มีการใช้กันอย่างแพร่หลายในระดับอุตสาหกรรมในการผลิตอนุภาคออกไซด์ของอนินทรีย์ โดยใช้กระบวนการแอโรโซลซึ่งสารตั้งต้นจะมีลักษณะเป็นไอและจะถูกป้อนเข้าเตาเผาโดยการผสมกับออกซิเจน โดยมีแก๊สเฉื่อยเป็นแก๊สตัวพาและใช้ไฮโดรเจนหรือมีเทนใช้เป็นเชื้อเพลิงในกระบวนการ ซึ่งปฏิกิริยาที่จะเกิดขึ้นแสดงดังสมการต่อไปนี้



*SiCl ในที่นี้อาจใช้สารตั้งต้นอื่นที่มี Si เป็นสารประกอบ

ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะเกิดกับไอน้ำ ซึ่งกระบวนการนี้จะเรียกว่าปฏิกิริยา flame hydrolysis โดยแก๊สที่ออกมาจะประกอบไปด้วยอนุภาคของซิลิกา แก๊สของกรดไฮโดรคลอริก ไฮโดรเจนและแก๊สคลอรีน ซึ่งจะแยกอนุภาคของซิลิกาออกมาโดยใช้เครื่องไซโคลน (cyclone separators) ในกระบวนการจะใช้อุณหภูมิของเปลวไฟในช่วง 1850-2000 องศาฟาเรนไฮต์



* ที่มา Vital A , Klotz U , Granlef T and Bueyer R

ภาพที่ 2.4 แสดงเครื่องปฏิกรณ์แบบ flame aerosol process

2.4.3.1.2 Pyrolysis Reactor

เป็นเครื่องปฏิกรณ์แบบแรกเริ่มที่มีการผลิตแอโรโซลซึ่งอนุภาคที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 20 ถึง 300 นาโนเมตร อุณหภูมิของเตาเผา 1100-1700 องศาเซลเซียส โดยเครื่องปฏิกรณ์จะแบ่งออกเป็น 3 ส่วนคือ

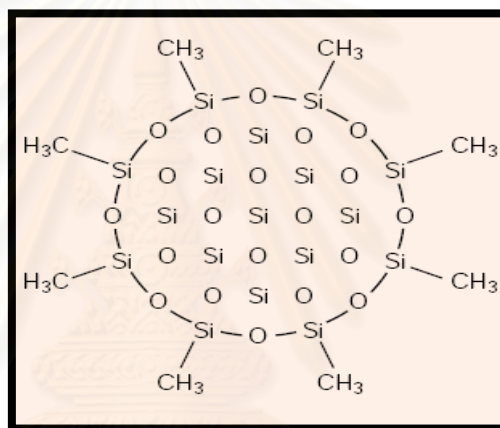
- ส่วนการผสม (mixing zone) จะมีการผสมกันระหว่างแก๊สกับอากาศ (gas/air mixture)
- ส่วนท่อปฏิกรณ์ (cylindrical reactor) จะเป็นบริเวณที่มีการเกิดปฏิกิริยา
- ส่วนการทำให้เย็น (water quench)

การเตรียมอนุภาคโดยวิธีนี้ทำได้โดยนำสารอัลคอกไซด์ ซึ่งเป็นสารประกอบอินทรีย์ของโลหะไปเผาที่อุณหภูมิสูงพอภายใต้สภาวะที่เหมาะสม จากนั้นจะเกิดการสลายตัวและได้ผลิตภัณฑ์เป็นผงเซรามิก ออกไซด์ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า ไพโรไลซิส (pyrolysis โดยที่ pyro หมายถึงความร้อนหรือไฟ) การเตรียมผงเซรามิกโดยวิธีนี้ค่อนข้างง่ายและรวดเร็วกว่าเมื่อเทียบกับวิธีโซล-เจล โดยเริ่มจากการนำสารตั้งต้น ไปละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสม เช่น ไซลีน เป็นต้น สารตั้งต้นที่ใช้ส่วนใหญ่จะไม่ไวต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส จึงไม่เกิดอันตรายต่อผู้ใช้ เมื่อสัมผัสกับความชื้นในอากาศ ส่วนสารที่เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสแล้ว จะได้ผลิตภัณฑ์เป็น

สารประกอบไฮดรอกไซด์ เมื่อนำไปเผา ก็จะได้ผงเซรามิกเช่นกัน ตัวอย่างเซรามิกที่ได้จากวิธีนี้ เช่น การเตรียมไทเทเนียมไดออกไซด์และซิลิกา เป็นต้น

2.4.4 ไฮโดรโฟบิกซิลิกา (hydrophobic silica)

บริเวณพื้นผิวของซิลิกาถูกปรับปรุงโดยการทำปฏิกิริยาคิวซารออร์แกโนซิลิโคนชนิดต่างๆ เพื่อปรับปรุงความไม่ชอบน้ำ เพื่อเพิ่มความเข้ากันได้กับพอลิเมอร์เมทริกซ์ ซึ่งทั้งนี้เนื่องจากพื้นที่ผิวของซิลิกามีหมู่ไฮดรอกซิล (Si-OH) ที่ชอบน้ำ (hydrophilic) อยู่เป็นจำนวนมากจึงมีแนวโน้มเกาะตัวกันและไม่สามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์เมทริกซ์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกการเติมซิลิกา ที่มีความไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) เพื่อเพิ่มความเข้ากันได้กับพอลิเมอร์เมทริกซ์ดังรูปภาพที่ 2.5



ภาพที่ 2.5 ไฮโดรโฟบิกพุ่มซิลิกา[6]

2.5 พอลิพรอพิลีนแว็กซ์ (polypropylene wax)

พอลิพรอพิลีนแว็กซ์เป็นสารเติมแต่ง (additives) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่น (lubricity) โดยไปลดแรงเสียดทานระหว่างโมเลกุลของพอลิเมอร์ ทำให้สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการเคลื่อนที่เลื่อนไถลผ่านไปมาซึ่งกันและกัน ลักษณะของพอลิพรอพิลีนแว็กซ์คือ

- สายโซ่โมเลกุลพอลิพรอพิลีนสั้น
- น้ำหนักโมเลกุลต่ำ
- ดัชนีการไหลสูง
- ความหนืดต่ำกว่าพอลิโอฟีนส์

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่ศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตของพอลิพรอพิลีนชนิดไอโซแทกติกกับ ซิลิกา เพื่อให้เกิดการกระจายตัวที่ดีของสารเสริมแรง เพิ่มสมบัติเชิงกล และสมบัติอื่นๆ

Bikiaris และคณะ [10] ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการเตรียมนาโนคอมพอสิตระหว่าง ไอโซแทกติกพอลิพรอพิลีนและซิลิกา (iPP/SiO₂) ที่อัตราส่วนร้อยละ 1, 2.5, 5, 7.5, 10 และ 15 โดย น้ำหนัก และสารช่วยผสมมาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิพรอพิลีน (PP-g-MA) ที่อัตราส่วนร้อยละ 1, 2.5 และ 5 โดยน้ำหนักด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (twin screw extruder) ผลการทดลองพบว่าที่ อัตราส่วนของซิลิการ้อยละ 2.5-5 โดยน้ำหนัก ให้ค่าความต้านทานแรงดึง (tensile strength) ดีที่สุดในขณะที่อัตราส่วนของซิลิกามากกว่านี้จะเกิดการเกาะกลุ่มกันของนาโนซิลิกาทำให้ค่าความต้านทานแรงดึงมีค่าลดลง อย่างไรก็ตามอัตราส่วนของซิลิกาที่เพิ่มขึ้นทำให้ค่า Young's modulus มีค่าเพิ่มมากขึ้น สำหรับสารช่วยผสม PP-g-MA มีผลทำให้การกระจายตัวของนาโนซิลิกาในพอลิเมอร์เมทริกซ์ดีขึ้นทำให้สมบัติทางกลที่ดีขึ้น

Garcia และคณะ [11] ศึกษา นาโนคอมพอสิตของพอลิพรอพิลีนกับซิลิกาสองชนิดคือ colloidal เปรียบเทียบกับ powder silica ที่อัตราส่วนร้อยละ 4.5 โดยน้ำหนัก ด้วยเครื่องอัดรีดชนิดเกลียวคู่ ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าซิลิกาชนิด colloidal มีการกระจายตัวที่ดีกว่าซิลิกาชนิด powder silica นำไปสู่การเพิ่มสมบัติเชิงกลที่ดีด้วย

Papageorgiou และคณะ [12] ศึกษาการเกิดผลึก (crystallization kinetics) และ nucleation activity ของฟิลเลอร์ (filler) ในนาโนคอมพอสิตของ พอลิพรอพิลีนกับซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรผิว ผลการศึกษาพบว่าปริมาณซิลิกาที่มากขึ้นจะมีการเกิดผลึกที่เร็วขึ้น

Liu และ Marianna [13] ทำการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาและสมบัติทางกายภาพ นาโน คอมพอสิตของพอลิพรอพิลีนและโอเลฟินเทอร์โมพลาสติกที่ประกอบด้วย นาโนซิลิกา 2 ชนิด คือ นาโนซิลิกาที่ไม่ดัดแปรและนาโนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยไซเลน ที่อัตราส่วนร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ผลการทดลองคือนาโนซิลิกาที่ผ่านการดัดแปรด้วยไซเลนจะมีการกระจายตัวในพอลิเมอร์ได้ดีกว่านาโนซิลิกาที่ไม่ดัดแปรซึ่งสามารถเพิ่มสมบัติเชิงกลให้ดีขึ้นด้วย

Vladimiror และคณะ [14] ศึกษา นาโนคอมพอสิตฟิล์มของพอลิพรอพิลีนและพุ่มซิลิกาซึ่งมีมาเลอิกแอนไฮไดรด์กราฟต์พอลิพรอพิลีน (PP-g-MA) เป็นสารช่วยผสมโดยวิธีการผสมแบบ หลอมเหลวด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (twin screw extruder) ผลการทดลองพบว่า เกิดการรวมตัวกันของอนุภาคซิลิกาเมื่อปริมาณของซิลิกาเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อปริมาณสารช่วยผสม PP-g-MA เพิ่มขึ้น จะทำให้การรวมตัวกันของอนุภาคซิลิกาตกลง และผลการซึมผ่านของแก๊สพบว่า เมื่อปริมาณซิลิกาเพิ่มขึ้นส่งผลให้อัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและไนโตรเจนของฟิล์มมีค่าลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิพรอพิลีน

ปรีชาติ กล้ารัศมี และคณะ [15] ศึกษาผลการปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันของซิลิกาสำหรับเตรียม คอมพอสิตยางธรรมชาติ พื้นผิวของซิลิกาถูกปรับเปลี่ยนโดยการทำปฏิกิริยาซิลิเลชันด้วยสารออร์แกโนซิลิโคนชนิดต่าง ๆ เพื่อปรับปรุงความไม่ชอบน้ำและเพิ่มความเข้ากันได้กับยางธรรมชาติ คอมพอสิตยางธรรมชาติถูกเตรียมโดยเครื่องผสมยางแบบสองลูกกลิ้งและโดยการปั่นกวนแล้วนำไปขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์ม จากการศึกษาผลพบว่าซิลิกาทุกขนาดเมื่อปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันแล้วมีอัตราส่วนโมลของไฮโดรเจนต่อคาร์บอนเป็น 3 ต่อ 1 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดการเกาะติดของหมู่เมทิลบนหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของซิลิกา เมื่อนำซิลิกาดังกล่าวมาหาความพรุนด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจนพบว่าซิลิกาที่ผ่านการปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันแล้วมีพื้นที่ผิวลดลงเมื่อเทียบกับซิลิกาก่อนการปรับเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน และพบว่าเตรียมคอมพอสิตยางธรรมชาติด้วยเครื่องผสมยางแบบสองลูกกลิ้งส่งผลให้คอมพอสิตยางธรรมชาติมีความพรุนลดลงเมื่อนำมาวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าอนุภาค ซิลิกาแตกออก ส่วนการเตรียมคอมพอสิตด้วยการปั่นกวนพบว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติมีความพรุนเพิ่มขึ้นและมีการกระจายตัวของซิลิกาอย่างสม่ำเสมอ

สลักจิต บัวทอง [16] ศึกษาการนำเทคนิคแอคไมเซลลาร์พอลิเมอไรเซชันมาใช้ปรับปรุงผิวซิลิกาโดยใช้รังสีแกมมาเป็นตัวเหนี่ยวนำให้เกิดปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ฟิล์มพอลิไอโซพรีนเคลือบบนผิวซิลิกา ภายใต้ระบบที่ใช้เซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียม (CTAB) เป็นสารลดแรงตึงผิวและใช้ไอโซพรีนเป็นโมโนเมอร์ นำซิลิกาที่ทำการปรับปรุงผิวมาทำการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีของพื้นผิวด้วยเทคนิค ผลการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีของพื้นผิวด้วยเทคนิคต่างๆ แสดงให้เห็นถึงความสำเร็จในการสังเคราะห์ฟิล์ม พอลิไอโซพรีนบนผิวของซิลิกา นอกจากนี้ได้ทำการศึกษสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ทำการปรับปรุงผิวโดยใช้รังสีแกมมาเป็นตัวเหนี่ยวนำเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ทำการปรับปรุงผิวโดยใช้ตัวริเริ่ม สมบัติเชิงกลที่ทำการวิเคราะห์ ได้แก่ เวลาที่ใช้ในการคงรูป ค่าการสูญเสียเนื่องจากการขาด ระยะเวลาตั้งจนกระทั่งขาดค่า 300% มอดูลัส และแรงที่ใช้ในการดึงจนขาด พบว่ายางธรรมชาติที่ผสมซิลิกาที่ทำการปรับปรุงผิวโดยใช้รังสีแกมมาเป็นตัวเหนี่ยวนำ มีค่าสมบัติเชิงกลต่างๆ ได้แก่ เวลาที่ใช้ในการคงรูปเท่ากับ 4.11 นาที ค่าการสูญเสียเนื่องจากการขาดเท่ากับ 157.94 มม³ ระยะเวลาตั้งจนกระทั่งขาดเท่ากับ 671.66% ค่า 300% มอดูลัสเท่ากับ 29.03 กก/ซม² และแรงที่ใช้ในการดึงจนขาดเท่ากับ 110.04 กก/ซม² แสดงให้เห็นว่าการใช้เทคนิคแอคไมเซลลาร์พอลิเมอไรเซชันโดยการเหนี่ยวนำด้วยรังสีแกมมาเพื่อให้เกิดฟิล์มพอลิไอโซพรีน สามารถพัฒนาสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติได้ดีกว่าการใช้ โปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวริเริ่ม

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมี

วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลองมีดังนี้

1. เม็ดพลาสติกพอลิพรอพิลีน ชื่อทางการค้า Moplen HP561R ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท เอ็ช เอ็ม ซี โปลิเมอร์ จำกัด โดยมีสมบัติดังนี้

- อัตราการไหล (230 องศาเซลเซียสต่อ 2.16 กิโลกรัม) 20 เดซิกรัมต่อนาที
- ความหนาแน่น 0.90 กรัมต่อตารางเซนติเมตร
- ความต้านแรงดึง ณ จุดคราก 32 เมกะปาสคัล
- ความสามารถในการยืดดึง ณ จุดคราก 11 เปอร์เซ็นต์
- มอดูลัสการโค้งงอ 1240 เมกะปาสคัล
- ความทนแรงกระแทกที่ 23 องศาเซลเซียส 24 จูล/เมตร
- อุณหภูมิการงอโดยความร้อนที่ 455 กิโลปาสคัล 34 องศาเซลเซียส

2. ไฮโดรโพลิบิกซิลิกา ชื่อทางการค้า AROSIL® R 974 เป็นผลิตภัณฑ์ของ Degussa AG (Thailand): ขนาดของอนุภาค 12 นาโนเมตร และปรับสภาพผิวให้มีความไม่ชอบน้ำด้วย dimethyl dichlorosilane ลักษณะเป็นผงเบาฟุ้งกระจาย

3. พอลิพรอพิลีนแว็กซ์ ชื่อทางการค้า TP Licocene PP 6102 บริษัทเป็นผลิตภัณฑ์ของ Clariant (Thailand) จำกัด โดยมีสมบัติดังนี้

- ความหนืด ที่ 170 องศาเซลเซียส ประมาณ 145 °C
- ความหนาแน่น ที่ 20 องศาเซลเซียส ประมาณ 60 mPa*S
- ค่าความเป็นกรดในหน่วย mg KOH/g เท่ากับ 0

- รูปร่างลักษณะเมล็ดละเอียดสีขาว

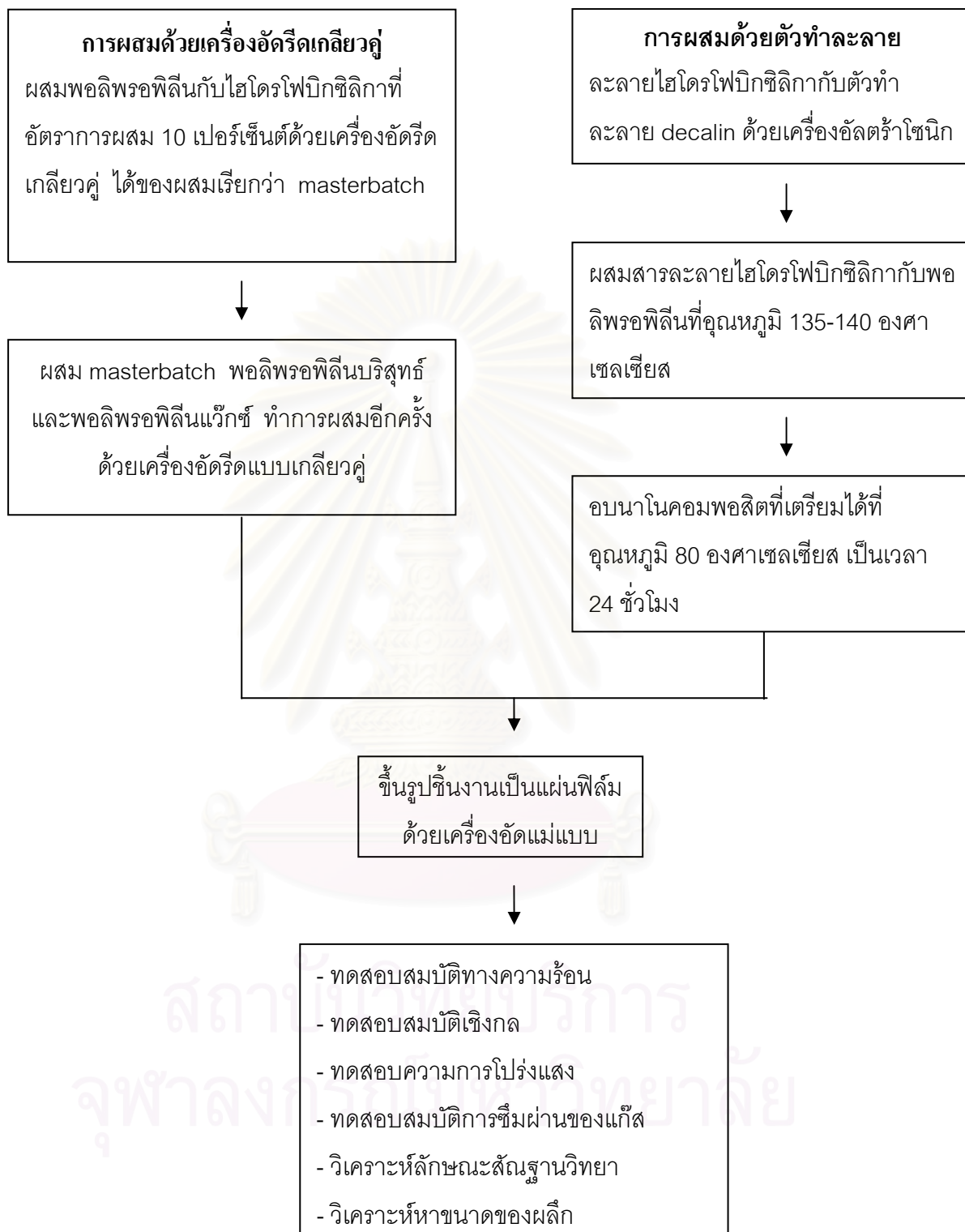
4. ตัวทำละลาย Decalin ในงานวิจัยนี้ใช้ตัวทำละลายพอลิพรอพิลีน จากบริษัท Fluka จำกัด
Decahydronaphthalene (cis+trans) C₁₀H₁₈

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างการทดลอง วิเคราะห์ และทดสอบ มีดังต่อไปนี้
ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

อุปกรณ์/เครื่องมือ	รุ่น	ผู้ผลิต
เครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (co-rotating twin screw extruder)	Scientific	Lab Tech Engineering
เครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (co-rotating twin screw extruder)	TSE-16-TC	Thermo PRISM
เครื่องอัดแบบ (compression molding)	Hydraulic Column	Lab Tech Engineering
เครื่องวัดความต้านแรงดึง (universal testing machine)	LLOYD LR 5 K	LLOYD Instruments
เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ differential scanning calorimeter (DSC)	DSC822e	Perkin Elmer
เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ thermogravimetric analysis (TGA)	TGA/SDTA851	Mettler Toledo
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด scanning electron microscopy (SEM)	JSM-5900LV	JEOL
เครื่องวัดสี (reflectance spectrophotometer)	Macbeth	Macbet color-Eye 7000
เครื่องวัดการซึมผ่านของแก๊ส (gas permeability tester)	Oxygen Permeation Analyzer	linois 8000
เครื่อง hot stage	FP82HT Hot stage	Mettler Toledo
กล้องจุลทรรศน์ (polarized optical microscope)	sz40	Olympus

3.3 แผนภูมิวิธีการทดลอง



ภาพที่ 3.1 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการทำการทดลอง

3.3.1 การผสมมาสเตอร์แบทช์ (masterbatch) ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่

นำเม็ดพลาสติกพอลิพรอพิลีน 450 กรัมและไฮโดรโฟบิกซิลิกา (aerosil) 50 กรัม (อัตราส่วน PP: aerosil ,9: 1) มาผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (twin screw extruder) ดังภาพที่ 3.2 โดยใช้ภาวะการผสมดังแสดงในตารางที่ 3.2 หลังออกจากหัวคายพอลิเมอร์จะผ่านลงไปใต้น้ำเพื่อทำให้เย็นตัวก่อนผ่านเข้าเครื่องตัดเม็ดพลาสติกให้ออกเป็นเม็ดพอลิเมอร์ชิปที่มีความเข้มข้นของ aerosil ปริมาณสูงเรียกว่า มาสเตอร์แบทช์ จากนั้นนำมาสเตอร์แบทช์ที่ได้มาหาปริมาณของ aerosil ที่แท้จริงด้วยเทคนิค TGA



ภาพที่ 3.2 เครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (twin screw extruder) แบบป้อนวัตถุดิบสองทาง

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.2 ภาวะในการผสมมาสเตอร์แบ็ทซ์ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่

บาร์เรลสกรูของเครื่องอัดรีดเกลียวคู่	อุณหภูมิในการผสม (°C)
โซน 1	180
โซน 2	190
โซน 3	190
โซน 4	200
โซน 5	200
โซน 6	205
โซน 7	205
โซน 8	210

หมายเหตุ : ความเร็วรอบสกรู 121 รอบ/นาที

3.3.2 การเตรียมนาโนคอมพอสิต (จาก 3.3.1)

เตรียมนาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิพรอพิลีน ซิลิกา พอลิพรอพิลีนแวกซ์ จากนั้นนำมาผสมมาสเตอร์แบ็ทซ์ที่ได้มาซึ่งน้ำหนัก เพื่อนำไปทำการผสมกับพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์และพอลิพรอพิลีนแวกซ์โดยการคำนวณอัตราส่วนผสมระหว่างมาสเตอร์แบ็ทซ์กับเม็ดพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ ตามตารางที่ 3.3 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA พบว่ามีซิลิกาอยู่ในมาสเตอร์แบ็ทซ์เท่ากับร้อยละ 18 จึงสามารถคำนวณหาน้ำหนักมาสเตอร์แบ็ทซ์ที่ต้องการเพื่อให้ได้สัดส่วนของซิลิกาในนาโนคอมพอสิตได้ดังแสดงไว้ในตารางโดยน้ำหนักรวมของคอมพอสิตทุกสูตรที่ใช้เท่ากับ 450 กรัม การผสมนาโนคอมพอสิตอาศัยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่รุ่น TSE-16-TC ตามภาพที่ 3.3 โดยให้ภาวะการผสมดังแสดงในตารางที่ 3.4 ซิลิกาหลังออกจากหัวดายจะถูกทำให้เย็นด้วยน้ำแล้วจึงผ่านเข้าเครื่องตัดเม็ด

ตารางที่ 3.3 แสดงอัตราส่วนในการผสมมาตรฐานเบ้ท์กับพอลิพรอพิลีนบริสุทธิและพอลิพรอพิลีนแวกซ์

สูตร	ซิลิกา (ร้อยละ)	มาตรฐานเบ้ท์ (กรัม)	พอลิพรอพิลีนบริสุทธิ (กรัม)	พอลิพรอพิลีนแวกซ์ (กรัม)
E1	1.0	25.0	425.00	0
E2	2.5	62.5	387.50	0
E3	5.0	125.0	325.00	0
E4	7.5	187.5	262.50	0
E5	1.0	25.0	420.50	4.50
E6	2.5	62.5	383.00	4.50
E7	5.0	125.0	320.50	4.50
E8	7.5	187.5	258.00	4.50
E9	1.0	25.0	413.75	11.25
E10	2.5	62.5	376.25	11.25
E11	5.0	125.0	313.75	11.25
E12	7.5	187.5	251.25	11.25
E13	1.0	25.0	402.50	22.50
E14	2.5	62.5	365.00	22.50
E15	5.0	125.0	302.50	22.50
E16	7.5	187.5	240.00	22.50



ภาพที่ 3.3 เครื่องอัดรีดเกลียวคู่ (twin screw extruder)

ตารางที่ 3.4 ภาวะในการผสมนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่

บาร์เรลสกรูในเครื่องอัดรีดเกลียวคู่	อุณหภูมิในการผสม (°C)
โซน 1	170
โซน 2	180
โซน 3	190
โซน 4	200
โซน 5	210

หมายเหตุ : ความเร็วรอบสกรู 121 รอบ/นาที

3.3.3 การผสมพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาด้วยเทคนิคการละลาย

เตรียมนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีนและซิลิกา ในอัตราส่วนร้อยละเดียวกันกับการเตรียมนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องอัลทริคเกิลยวคู โดยนำซิลิกาไปละลายตัวทำละลาย decalin แล้วผสมกันด้วยเครื่องอัลตราโซนิกที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำสารละลายให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 130-145 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ต่อด้วยนำพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ใส่ลงไป ในสารละลายและทำการกวนตลอดเวลา จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เพื่อระเหยตัวทำละลายออกไปเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้เป็นพองนาโนคอมพอสิต เพื่อนำไปขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิตต่อไป ปริมาณของพอลิพรอพิลีน ซิลิกาและเดคาลินที่ใช้ในสูตรการละลายต่างๆ แสดงในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 แสดงอัตราส่วนระหว่างพอลิพรอพิลีน ซิลิกาและเดคาลิน

สูตร	S1	S2	S3	S4
ซิลิกา (ร้อยละ)	1.0	2.5	5.0	7.5
ซิลิกา (กรัม)	0.1428	0.3570	0.7140	1.0710
พอลิพรอพิลีน (กรัม)	13.2090	13.5660	13.9230	14.1372
เดคาลิน(มล)	100	100	100	100

3.3.4 การขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิต (จาก 3.3.3)

นำพองนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาไปขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางโดยนำไปเข้าเครื่องอัดแม่แบบ (compression molding) ภาพที่ 3.4 โดยชั่งเม็ดนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา โดยหาภาวะที่เหมาะสมในการผสมดังตารางข้างล่างที่ 3.6 จากนั้นนำแม่แบบออกจากเครื่องอัด นำฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่ได้ไปทดสอบสมบัติต่อไป



ภาพที่ 3.4 เครื่องอัดแบบ

ตารางที่ 3.6 ภาวะในกระบวนการผสมด้วยเครื่องอัดแบบ (compression molding)

Temp (^o C)	cooling time (sec)	Pressure (bar)	Pre-heating time(sec.)	Pressing before Venting time(sec)	Final pressing time (sec.)	Venting time(sec)
180	60	100	180	0	420	0
180	30	100	180	0	420	0
180	0	100	180	0	420	0

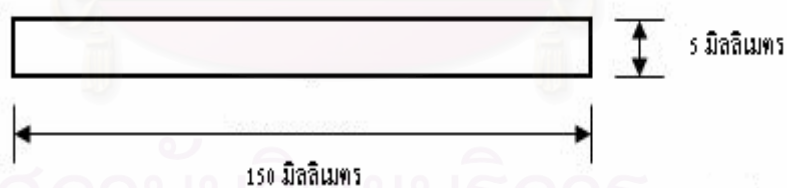
3.4 การทดสอบ

การทดสอบฟิล์มในงานวิจัยนี้เป็นการทดสอบหาสมบัติของฟิล์มนาโนคอมพอสิตระหว่างพอลิพรอพิลีนและซิลิกา ซึ่งประกอบไปด้วย

3.4.1 การทดสอบสมบัติต้านแรงดึง

ทดสอบสมบัติต้านแรงดึงฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา ตามมาตรฐาน ASTM D 882-02 “Standard Test Method for Tensile Properties of Thin Plastic Sheeting” ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR100K แสดงในรูปภาพที่ 3.6 โดยตัดชิ้นทดสอบเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด กว้าง 5 มิลลิเมตร ยาว 150 มิลลิเมตรดังแสดงในภาพที่ 3.5 โดยใช้สภาวะในการทดสอบ ดังนี้

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ	50	
ระยะดึง (gage length)	100	มิลลิเมตร
น้ำหนักที่ใช้ทดสอบ	50	กิโลนิวตัน
ความเร็วในการทดสอบ	12.50	มิลลิเมตรต่อนาที
ความหนา	0.10 -1.27	มิลลิเมตร



ภาพที่ 3.5 ขนาดชิ้นงานของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา เพื่อใช้ทดสอบสมบัติต้านแรงดึง



ภาพที่ 3.6 เครื่อง universal testing machine

3.4.2 การทดสอบสมบัติการโปร่งแสง

ทำการทดสอบการโปร่งแสงของฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา ด้วยเครื่องวัดสี (reflectance spectrophotometer) รุ่น macbeth ดังรูปภาพที่ 3.7 ในช่วงความยาวคลื่น 360 ถึง 750 นาโนเมตร



ภาพที่ 3.7 เครื่องวัดสี (reflectance spectrophotometer)

3.4.3 การทดสอบการซึมผ่านของแก๊ส

การหาค่าการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนนั้นทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D3985 ด้วยเครื่องทดสอบการซึมผ่านของแก๊สดังรูปภาพที่ 3.8 ซึ่งทำการทดสอบที่สภาวะดังนี้

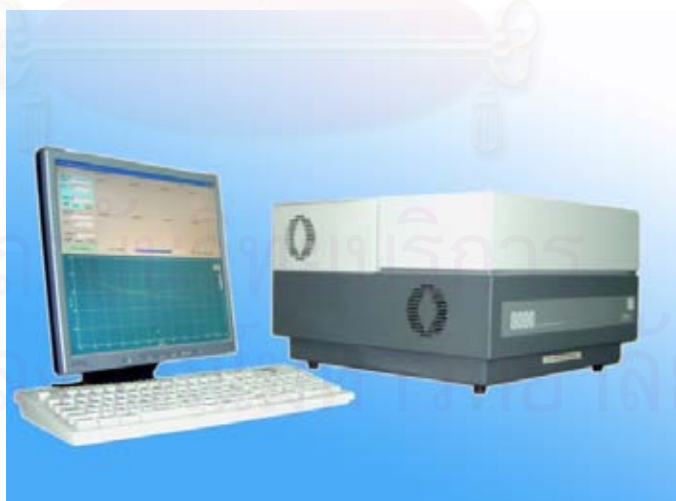
ช่วงของการวัด	0.008 – 400,000 cc/m ² .day
สภาวะการวัด	20-50 องศาเซลเซียส , ร้อยละความชื้นสัมพัทธ์ 0
ขนาดชิ้นทดสอบ	14 เซนติเมตร
ความหนา	0.01-1.27 มิลลิเมตร

สูตรที่ใช้คำนวณการซึมผ่านของแก๊ส

$$(\text{cc/m}^2 \cdot \text{day}) \text{ Oxygen Permeability} = \frac{\text{OTR} * \text{Thickness} (\mu\text{m})}{25.4 (\mu\text{m})}$$

OTR คือค่าอัตราการซึมผ่านแก๊สออกซิเจน (cc/m².day)

Thickness คือค่าความหนาของชิ้นงานทดสอบ (μm)



ภาพที่ 3.8 เครื่องการซึมผ่านของแก๊ส (gas permeability tester)

3.4.4 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM

ทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) ดังรูปภาพที่ 3.9 เพื่อวิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวของไฮโดรโฟบิกซิลิกาในพอลิเมอร์เมทริกซ์พอลิพรอพิลีน



ภาพที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope)

3.4.5 การวิเคราะห์ขนาดของผลึก

นำชิ้นทดสอบมาวิเคราะห์หาขนาดผลึก ทำการทดสอบด้วยเครื่อง hot stage ดังรูปภาพที่ 3.10 อัดรายการให้ความร้อนเท่ากับ 10 องศาเซลเซียส / นาที อุณหภูมิระหว่าง 50 – 200 องศาเซลเซียส แล้วทำให้เย็นด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียส / นาที จนถึง 50 องศาเซลเซียส จากนั้นนำชิ้นทดสอบมาวัดขนาดของสเฟียรูไลต์ที่ได้โดยกล้องจุลทรรศน์ (polarized optical microscope)



ภาพที่ 3.10 เครื่อง hot stage และ กล้องจุลทรรศน์ (polarized optical microscope)

3.4.6 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

3.4.6.1 การทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA

ทดสอบทางความร้อนของฟิล์มนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก แอนาไลเซอร์ ดังรูปภาพที่ 3.11 โดยเพื่อหาเสถียรภาพทางความร้อน และอุณหภูมิในการสลายตัวของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน อัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียส / นาที ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50-600 องศาเซลเซียส

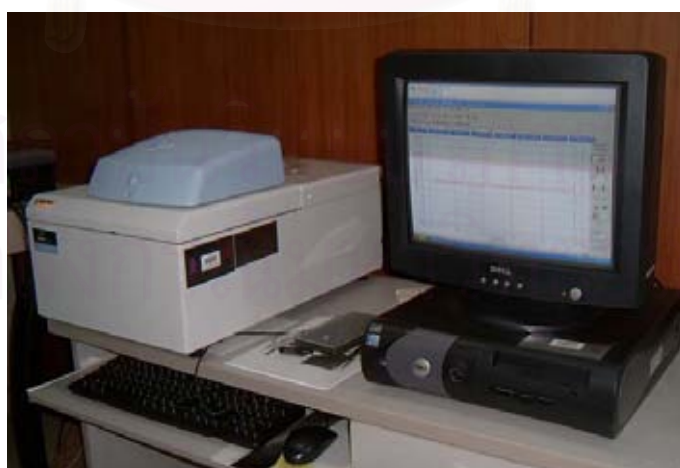
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ภาพที่ 3.11 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (thermo gravimetric analyzer, TGA)

3.4.6.2 การทดสอบหาอุณหภูมิการเกิดผลึกโดยใช้เทคนิค DSC

ทำการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ดังรูปภาพที่ 3.12 เพื่อหาอุณหภูมิการเกิดผลึกทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยให้ความร้อนที่ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที แล้วให้ความร้อนในอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50 – 200 องศาเซลเซียส จากนั้นให้ความร้อนคงที่ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำให้เย็นโดยใช้อัตราการทำให้เย็น 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 50 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 3.12 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (differential scanning calorimetry, DSC)

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การศึกษาหาภาวะการผสมพอลิพรอพิลีนกับไฮโดรโฟบิกซิลิกา

4.1.1 การผสมด้วยเครื่องอัลทรีดเกลียวคู่

เครื่องมือที่ใช้ในการผสมพอลิพรอพิลีนกับไฮโดรโฟบิกซิลิกาในการทดลองนี้คือเครื่องอัลทรีดแบบเกลียวคู่ นั้นพบว่าการปรับอุณหภูมิในแต่ละโซนของบาร์เรลสกรูมีผลต่อการเข้ากันระหว่างพอลิพรอพิลีนและไฮโดรโฟบิกซิลิกา โดยภาวะที่เหมาะสมที่ได้จากการทดลองนี้ได้แสดงไว้ในตารางทดลองในหัวข้อ 3.3.1 โดยอุณหภูมิเริ่มต้นที่บาร์เรลสกรูโซน 1 คือ 180 องศาเซลเซียส และโซน 8 (โซนปลายสุดของบาร์เรลสกรู) คือ 210 องศาเซลเซียส จากการนำพอลิเมอร์คอมพอสิตไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA พบว่ามีส่วนของซิลิกาโดยเฉลี่ยประมาณร้อยละ 18 ซึ่งมีความเข้มข้นสูงดังนั้น จึงได้นำคอมพอสิตที่ได้ ไปผสมกับพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์เพื่อลดความเข้มข้นของซิลิกา โดยในการทดลองนี้จะเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต 16 สูตร ในแต่ละสูตรมีอัตราส่วนระหว่าง พอลิพรอพิลีน : ซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์ดังแสดงในตารางที่ 3.4 โดยพอลิพรอพิลีนแวกซ์ที่เติมลงไปในช่วงนี้เพื่อทำหน้าที่สารหล่อลื่นเพื่อลดแรงเสียดทานระหว่างโมเลกุลของพอลิเมอร์ทำให้สายโซ่เกิดการเคลื่อนที่ผ่านไปมาซึ่งกันและกันได้ การเตรียมนาโนคอมพอสิตได้อาศัยเครื่องอัลทรีดเกลียวคู่เช่นเดียวกับขั้นตอนการเตรียมมาสเตอร์แบ็ทซ์ ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมนาโนคอมพอสิตแสดงไว้ในตารางที่ 3.5 โดยอุณหภูมิที่เริ่มต้นที่บาร์เรลสกรูโซน 1 คือ 180 องศาเซลเซียส และโซน 5 (โซนปลายสุดของบาร์เรลสกรู) คือ 210 องศาเซลเซียส นาโนคอมพอสิตที่ออกมาจากหัวตายได้ถูกทำให้เย็นด้วยน้ำ หลังจากนั้นได้ทำการตัดเป็นเม็ดชิปดังภาพที่แสดงในตารางที่ 4.1





4.1.2 การผสมด้วยการละลายในตัวทำละลาย Decalin

ในการทดลองนี้ได้เสนออีกแนวทางในการผสมไฮโดรโฟบิกซิลิกากับพอลิพรอพิลีนโดยการละลายในตัวทำละลาย ซึ่งตัวทำละลายที่ใช้คือ Decalin วิธีการผสมได้แสดงในหัวข้อ 3.3.3 ผลผลิตจากการผสมด้วยวิธีนี้ได้เป็นนาโนคอมพอสิตในรูปผงดังแสดงไว้ในตาราง 4.2

ตารางที่ 4.1 แสดงอัตราส่วนในสูตรผสมของพอลิพรอพิลีน /ไฮโดรฟอบิกซิลิกา / พอลิพรอพิลีน
แว็กซ์ และภาพเม็ดชิปที่ได้จากเครื่องอัดรีด

สูตร	สัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรฟอบิกซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแว็กซ์	ภาพเม็ดชิป
E1	99 : 1 : 0	
E2	97.5 : 2.5 : 0	
E3	95 : 5 : 0	
E4	92.5 : 7.5 : 0	
E5	98 : 1 : 1	

สูตร	สัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรฟลิกซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแว็กซ์	ภาพเม็ดยิป
E6	96.5 : 2.5 : 1	
E7	94 : 5 : 1	
E8	91.5 : 7.5 : 1	
E9	96.5 : 1 : 2.5	
E10	95 : 2.5 : 2.5	
E11	92.5 : 5 : 2.5	

สูตร	สัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรฟิสิกซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์	ภาพเม็ดยิป
E12	90 : 7.5 : 2.5	
E13	94 : 1 : 5	
E14	92.5 : 2.5 : 5	
E15	90 : 5 : 5	
E16	87.5 : 7.5 : 5	

ส่วนลักษณะทางกายภาพของนาโนคอมพอสิตเตรียมด้วยการละลายในตัวทำละลาย ภายหลังจากการระเหยตัวทำละลายออกพบว่านาโนคอมพอสิตที่ได้มีลักษณะเป็นผงสีขาว เหมือนกันทุกสูตรดังแสดงตารางที่ 4.2

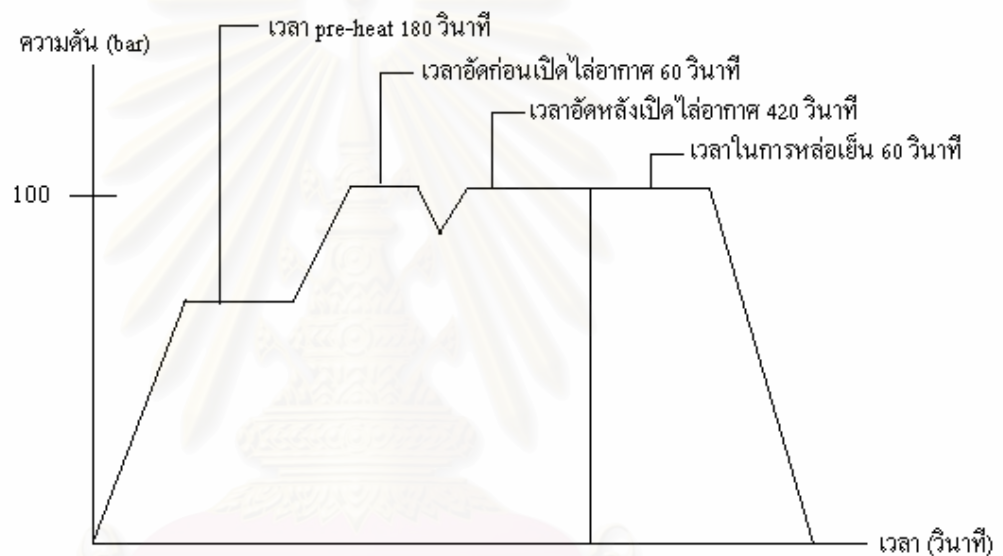
ตารางที่ 4.2 แสดงอัตราส่วนในสูตรผสมของพอลิพรอพิลีน /ไฮโดรโฟบิกซิลิกา และภาพลักษณะผงคอมพอสิตหลังจากละลายในตัวทำละลาย

สูตร	สัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรโฟบิกซิลิกา	ภาพลักษณะผงนาโนคอมพอสิต
S1	99 : 1	
S2	97.5 : 2.5	
S3	95 : 5	
S4	92.5 : 7.5	

4.2 การศึกษาหาภาวะสำหรับการขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิต

พอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกานาโนคอมพอสิตที่ได้จากเครื่องอัดรีดเกลียวคู่และที่ได้จากเทคนิคการละลายได้นำมาขึ้นรูปเป็นฟิล์มด้วยเครื่องการอัดแบบ จากการศึกษาหาภาวะในการขึ้นรูปฟิล์ม นั้นพบว่าการปรับอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็นมีผลอย่างมากต่อฟิล์มพอลิเมอร์

คอมพอสิตที่ได้ การปรับอุณหภูมิที่ไม่เหมาะสมทำให้เกิดปัญหาต่างๆ ซึ่งจะทำให้พอลิเมอร์หลอมตัวยังไม่ดีพอต่อการขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์ม หรือถ้าปรับตั้งอุณหภูมิที่สูงเกินไปจะทำให้ฟิล์มใหม่และฟิล์มที่ได้มีสมบัติเชิงกลไม่ดี พบว่าที่ 180 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการขึ้นรูป ซึ่งถ้าอุณหภูมिन้อยกว่านี้จะทำให้การขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิตไม่ได้ ส่วนเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็น มีผลต่อสมบัติเชิงกล และความโปร่งแสงของฟิล์ม โดยโปรไฟล์ของอุณหภูมิเวลาหล่อเย็นที่เหมาะสมในการขึ้นรูปแสดงในภาพที่ 4.1 โดยเฉพาะเวลาหล่อเย็นมีผลต่อความใสของฟิล์มอย่างมากดังแสดงในตารางตารางที่ 4.3 ส่วนในตารางที่ 4.4 แสดงสูตรผสมที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม



ภาพที่ 4.1 แผนภูมิขั้นตอนการขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องอัดแม่แบบ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย






ตารางที่ 4.3 ภาวะในกระบวนการผสมด้วยเครื่องอัดแบบ (Compression Molding)

อุณหภูมิ (องศา เซลเซียส)	หล่อเย็น time (วินาที)	ความดัน (บาร์)	เวลา pre-heat (วินาที)	เวลาอัดก่อนเปิด ไล้อากาศ (วินาที)	เวลาอัดหลังเปิด ไล้อากาศ (วินาที)	ลักษณะทาง กายภาพ
180	60	100	180	60	420	ฟิล์มมีความ โปร่งแสงน้อย ที่สุด
180	30	100	180	60	420	ฟิล์มมีความ โปร่งแสงปาน กลาง
180	0	100	180	60	420	ฟิล์มมีความ โปร่งแสงมาก ที่สุด





หมายเหตุ : ความหนา 0.5 มิลลิเมตร

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.4 แสดงสูตรผสมที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มพอลิพรอพิลีน /ไฮโดร โฟบิกซิลิกา / พอลิพรอ-
 พิลีนแวกซ์ คอมพอสิตที่ได้จากเครื่องอัดรีดสกรูคู่ และแสดงภาพถ่ายของฟิล์มที่ได้

สูตร	สัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรโฟบิกซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์	ภาพถ่ายของฟิล์ม
E1	99 : 1 : 0	
E2	97.5 : 2.5 : 0	
E3	95 : 5 : 0	
E4	92.5 : 7.5 : 0	
E5	98 : 1 : 1	

สูตร	สัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรฟอบิกซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์	ภาพถ่ายของฟิล์ม
E6	96.5 : 2.5 : 1	
E7	94 : 5 : 1	
E8	91.5 : 7.5 : 1	
E9	96.5 : 1 : 2.5	
E10	95 : 2.5 : 2.5	
E11	92.5 : 5 : 2.5	





สูตร	สัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรฟลิกซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์	ภาพถ่ายของฟิล์ม
E12	90 : 7.5 : 2.5	
E13	94 : 1 : 5	
E14	92.5 : 2.5 : 5	
E15	90 : 5 : 5	
E16	87.5 : 7.5 : 5	

ฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่ได้จากการผสมด้วยเทคนิคการละลายพบว่ามีความโปร่งแสงมากกว่าฟิล์มที่ได้จากการผสมด้วยเครื่องอัดรีดในการผสมด้วยเทคนิคนี้มีจุดประสงค์เพื่อให้อนุภาคไฮโดรฟลิกซิลิกาเกิดการกระจายตัวในพอลิพรอพิลีนได้ดียิ่งขึ้น โดยได้ทำการละลายพอลิพรอพิลีนใน decalin และอาศัยอัลตราโซนิกในการช่วยทำให้ไฮโดรฟลิกซิลิกากระจายตัวใน

พอลิพรอพิลีนตามวิธีในหัวข้อ 3.3.3 จนได้ผงพอลิพรอพิลีนคอมพอสิต จึงนำไปขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดแบบ ตามวิธี 4.2.1 ลักษณะของฟิล์มที่ได้พบว่าไม่สามารถสังเกตเห็นอนุภาคไฮโดรโฟบิกซิลิกาได้ด้วยตาเปล่า

ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเทคนิคนี้ช่วยทำให้อนุภาคซิลิกามีขนาดเล็กลงจนอยู่ในระดับนาโนเมตรได้ ในตารางที่ 4.5 แสดงสูตรผสมที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม และแสดงภาพถ่ายของฟิล์มที่ได้

ตารางที่ 4.5 แสดงสูตรผสมที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มด้วยการทำการละลายก่อนทำการอัดแบบ และแสดงภาพถ่ายของฟิล์มที่ได้

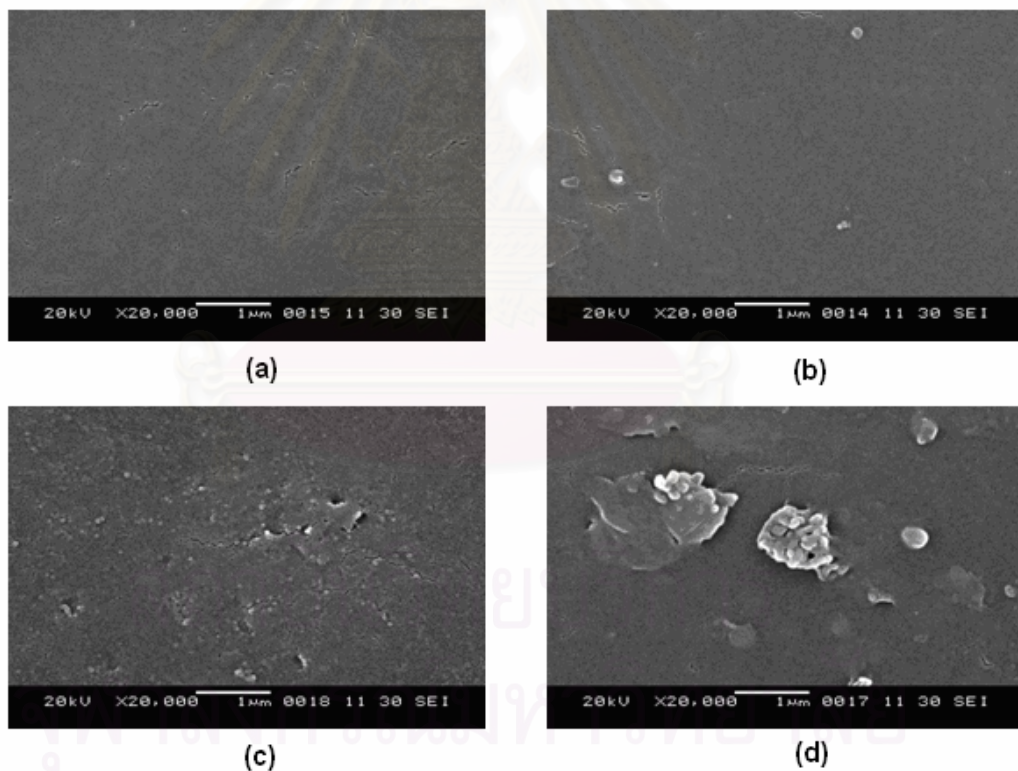
สูตร	สัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ไฮโดรโฟบิกซิลิกา	ภาพถ่ายของฟิล์ม
S1	99 : 1	
S2	97.5 : 2.5	
S3	95 : 5	
S4	92.5 : 7.5	

4.3 การวิเคราะห์

4.3.1 ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของฟิล์มนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค SEM

ผลของพอลิพรอพิลีนแวกซ์และตัวทำละลายต่อการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาแสดงให้เห็นด้วยการถ่ายภาพ SEM

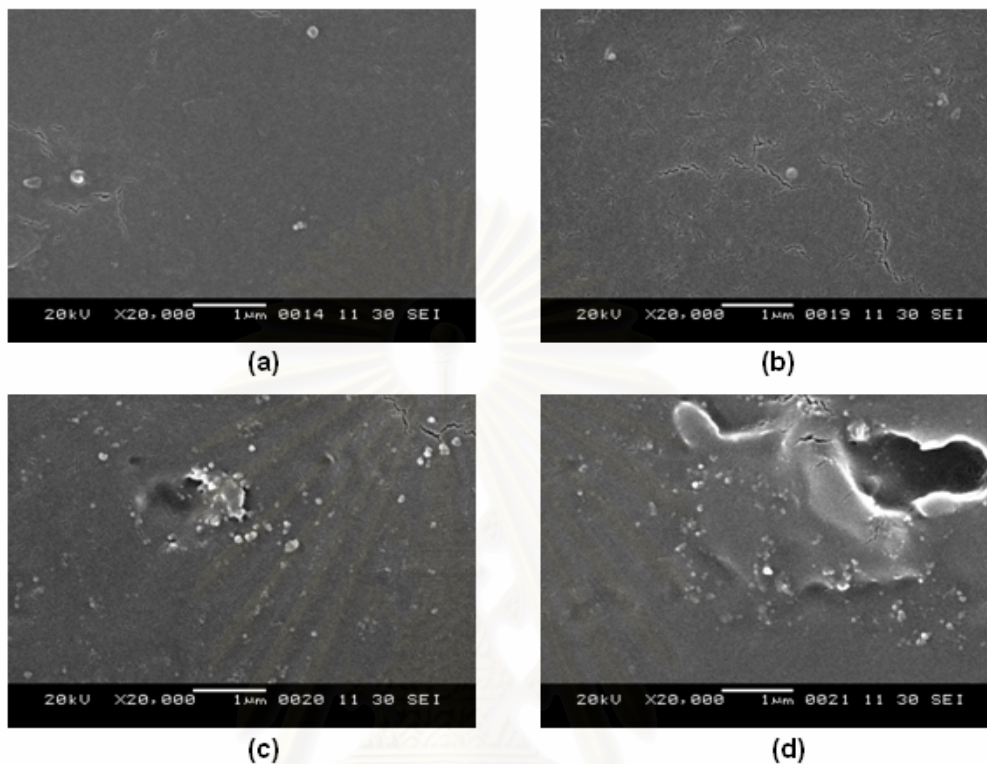
ภาพที่ 4.2-4.4 แสดงการเปรียบเทียบสัณฐานวิทยาที่กำลังขยาย 20,000 เท่าของฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาที่ผ่านการผสมด้วยเครื่องอัลตราโซนิกและผสมด้วยตัวทำละลาย โดยฟิล์มที่เตรียมจากพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ได้จากเครื่องอัลตราโซนิกจะมีอัตราส่วนของพอลิพรอพิลีนแวกซ์ต่างๆ เพื่อศึกษาอิทธิพลของแวกซ์ต่อการกระจายตัว



ภาพที่ 4.2 แสดงการถ่ายภาพ SEM ด้วยเครื่องอัลตราโซนิกอัตราส่วนนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน: ซิลิกา (a) 99 : 1, (b) 97.5 : 2.5, (c) 95 : 5, (d) 92.5 : 7.5

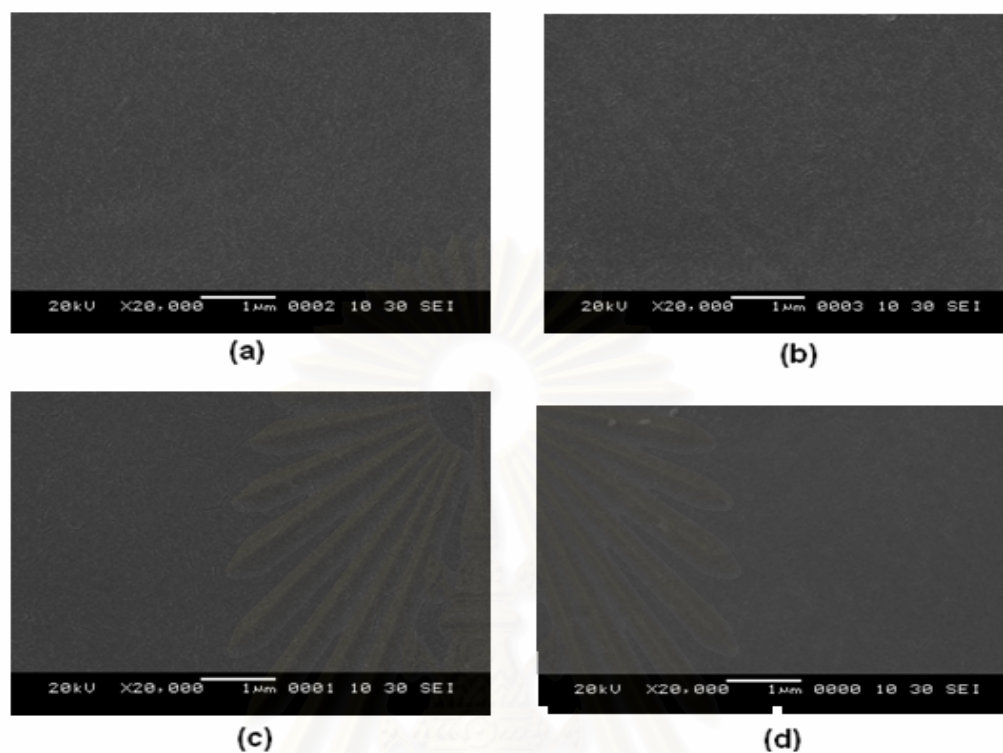
ภาพที่ 4.2 แสดงการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาในฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน : ไฮโดรโฟบิกซิลิกาจากภาพที่ 4.2 (a) ที่อัตราส่วนพอลิพรอพิลีน : ซิลิกา 99 : 1 และไม่มีการเติม

พอลิพรอพิลีนแวกซ์ พบว่าซิลิกามีการกระจายตัวดีและที่อัตราส่วนพอลิพรอพิลีน : ซิลิกา, 97.5 : 2.5 , 95 : 5 และ 92.5 : 7.5 จะเกิดการเกาะกลุ่มกันของซิลิกา



ภาพที่ 4.3 แสดงภาพ SEM ของฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่ได้จากการผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่ อัตราส่วนพอลิพรอพิลีน :ซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์ (a) 99 : 1 : 0 , (b) 97.5 : 1 : 1 , (c) 96.5 : 1 : 2.5 , (d) 92.5 : 1 : 5

ภาพที่ 4.3 (a) แสดงการกระจายตัวของอนุภาคซิลิกาค่อนข้างเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ ไม่พบว่ามีไฮโดรโฟบิกซิลิกาเกิดการเกาะกลุ่มกัน แสดงว่าไฮโดรโฟบิกซิลิกามีความสามารถในการกระจายตัวได้ดีในเมทริกซ์ของพอลิพรอพิลีนได้โดยไม่ต้องอาศัยตัวช่วยพอลิพรอพิลีนแวกซ์ เมื่อเพิ่มพอลิพรอพิลีนแวกซ์ลงไปดังรูป 4.3 (b, c, d) จะพบว่าไฮโดรโฟบิกซิลิกาเกิดการเกาะกลุ่มกัน และมีการกระจายตัวได้ไม่ดี โดยเฉพาะในฟิล์มที่สัดส่วน 96.5 : 1 : 2.5 (แวกซ์) , (d) 92.5 : 1 : 5 (แวกซ์) พบว่ายิ่งเพิ่มสัดส่วนของแวกซ์ลงไปกลับยิ่งทำให้อนุภาคซิลิการวมตัวกันมากขึ้น ซึ่งสรุปได้ว่าพอลิพรอพิลีนแวกซ์ไม่ได้ทำหน้าที่เป็นตัวช่วยกระจายตัวให้กับอนุภาคซิลิกา ทั้งนี้อาจเป็นเพราะพอลิพรอพิลีนแวกซ์เกิดการแทรกสอดในพอลิพรอพิลีนได้ดีกว่า ทำให้แรงเสียดทานระหว่างกันลดลง ดังนั้นจึงไปลดแรงที่ช่วยทำให้อนุภาคซิลิกาแยกออกจากกัน จึงปรากฏเห็นว่าอนุภาคซิลิกาอยู่รวมกันเป็นกลุ่มก้อนมากขึ้นตามสัดส่วนของพอลิพรอพิลีนแวกซ์



ภาพที่ 4.4 แสดงภาพ SEM ของฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่ได้จากการผสมด้วยเทคนิคการละลาย อัตราส่วนพอลิพรอพิลีน:ซิงก้า (a) 99 : 1, (b) 97.5 : 2.5 , (c) 95 : 5 , (d) 92.5 : 7.5

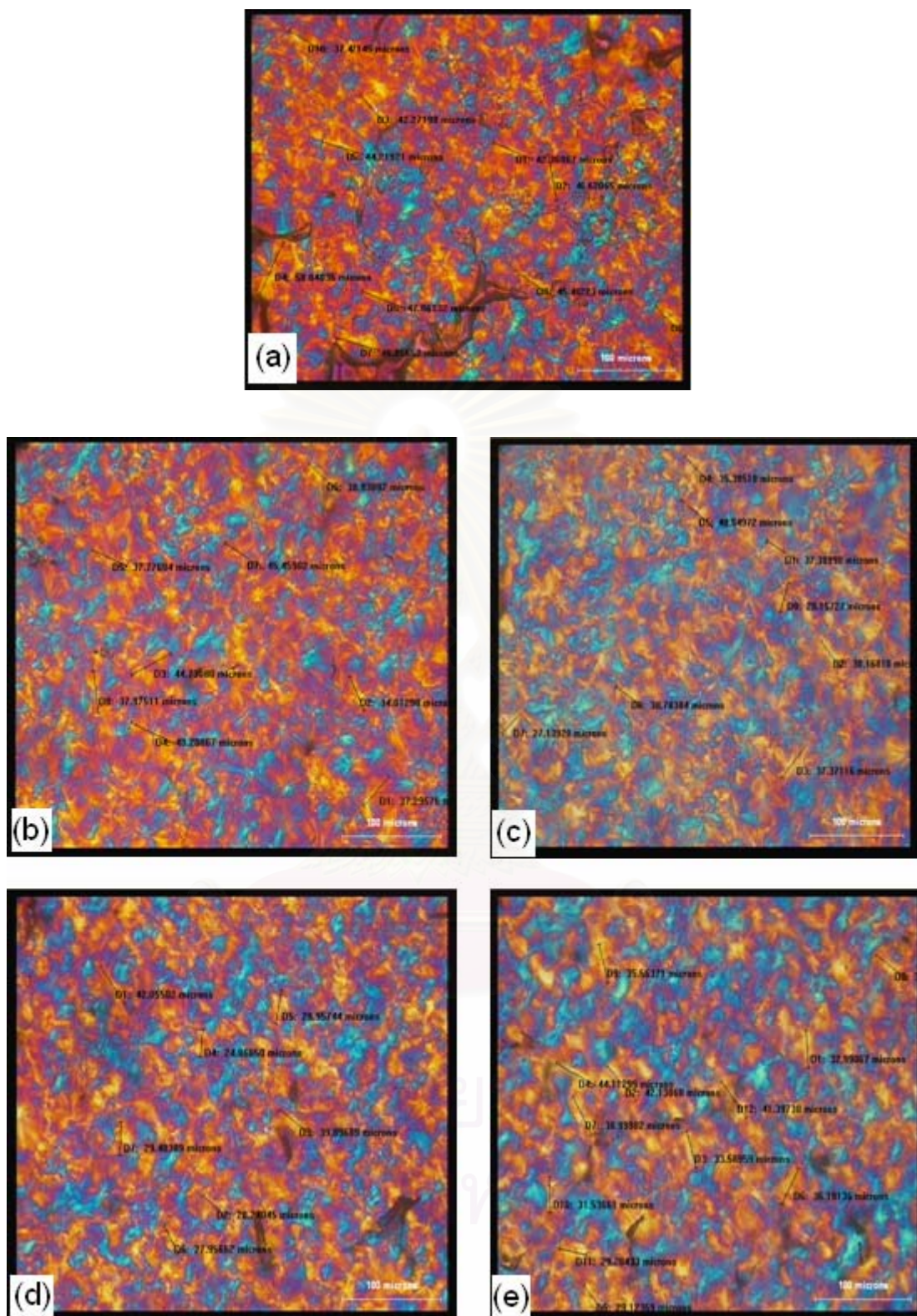
ภาพที่ 4.4 (a , b , c และ d) แสดงให้เห็นว่าอนุภาคซิงก้าสามารถกระจายตัวได้ดีมากในพอลิพรอพิลีน เมื่อใช้เทคนิคการละลายในการผสม โดยไม่สามารถมองเห็นอนุภาคของซิงก้าในฟิล์มนาโนคอมพอสิตในทุกอัตราส่วนของพอลิพรอพิลีน : ซิงก้า คือ 99 : 1, 97.5 : 2.5 , 95 : 5 และ 92.5 : 7.5 แสดงให้เห็นว่าตัวทำละลาย decalin ช่วยทำให้อนุภาคซิงก้ากระจายตัวในพอลิพรอพิลีนได้ดี และการใช้อัลตราโซนิคยังสามารถช่วยทำให้อนุภาคซิงก้าแตกตัวออกจากกันให้อยู่ในระดับนาโนเมตรได้

4.3.2 ผลของขนาดผลึกสเฟียรูไลต์ในนาโนคอมพอสิต

ขนาดผลึกสเฟียรูไลต์ในนาโนคอมพอสิตจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Hot Stage โดยการทำให้พอลิเมอร์หลอมเหลว แล้วลดความร้อนลงโดยใช้อัตราการลดอุณหภูมิที่คงที่ภาพถ่ายของผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงแสดงไว้ในรูป 4.5-4.7 และขนาดของผลึกได้สรุปไว้ในตารางที่ 4.6

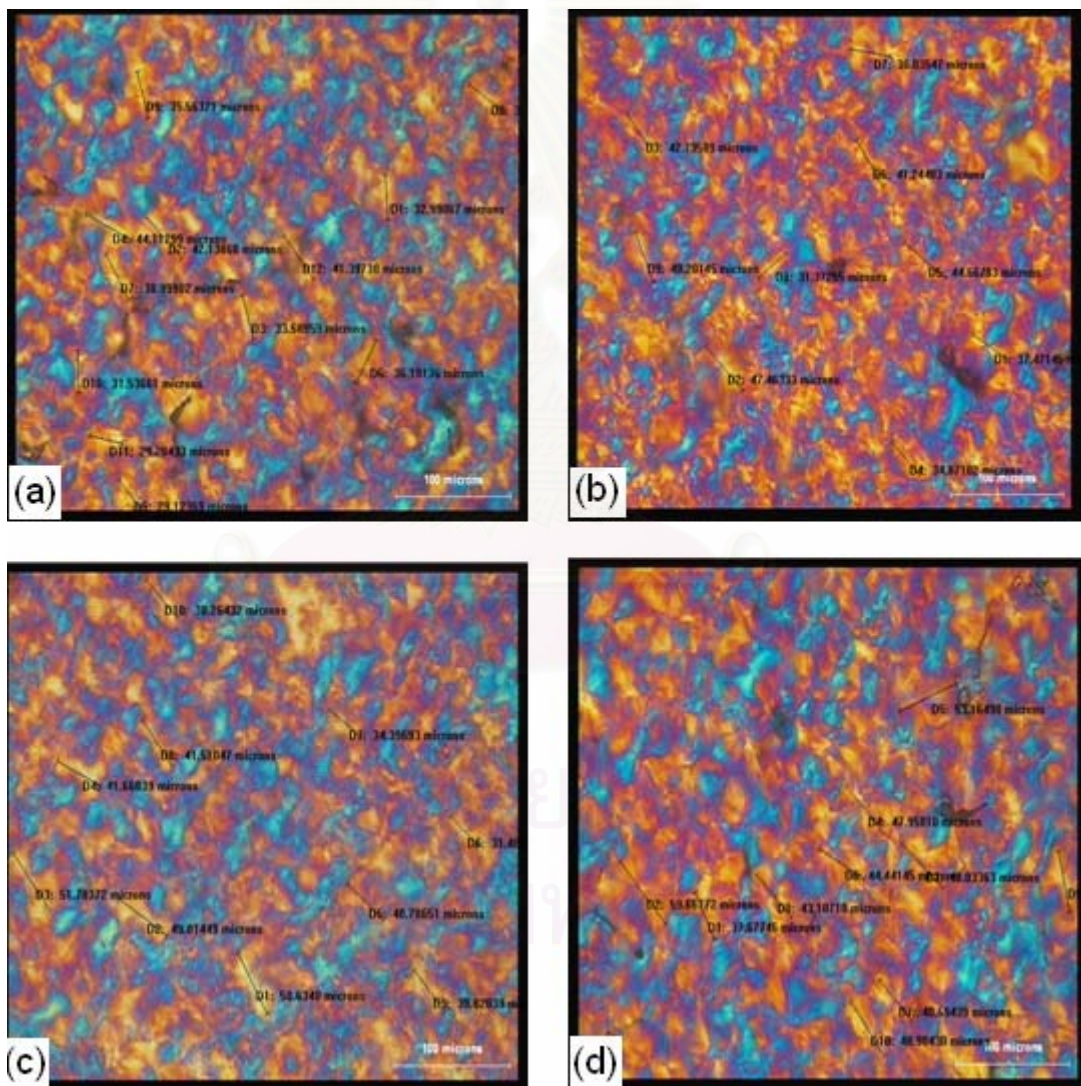
ตารางที่ 4.6 ค่าเฉลี่ยขนาดผลึกสเฟียรูไลต์ของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ซิลิกา

สูตร	อัตราส่วนที่ใช้ในการผสมนาโนคอมพอสิต พอลิพรอพิลีน : ซิลิกา: พอลิพรอพิลีนแวกซ์ด้วย เครื่องอัดรีดเกลียวคู่	ค่าเฉลี่ยขนาดของผลึกสเฟียรูไลต์ (ไมครอน)
PP pure	100 : 0 : 0	45.6782
E1	99 : 1 : 0	31.6644
E2	97.5 : 2.5 : 0	34.1553
E3	95 : 5 : 0	35.8585
E4	92.5 : 7.5 : 0	39.2705
E8	91.5 : 7.5 : 0	40.5938
E12	90 : 7.5 : 2.5	43.0976
E16	87.5 : 7.5 : 5	47.1823
สูตร	อัตราส่วนที่ใช้ในการผสมนาโนคอมพอสิต พอลิพรอพิลีน : ซิลิกาด้วยการละลาย	ค่าเฉลี่ยขนาดของผลึกสเฟียรูไลต์ (ไมครอน)
S1	99 : 1	40.77478
S2	97.5 : 2.5	35.17678
S3	95 : 5	34.5957
S4	92.5 : 7.5	29.19059



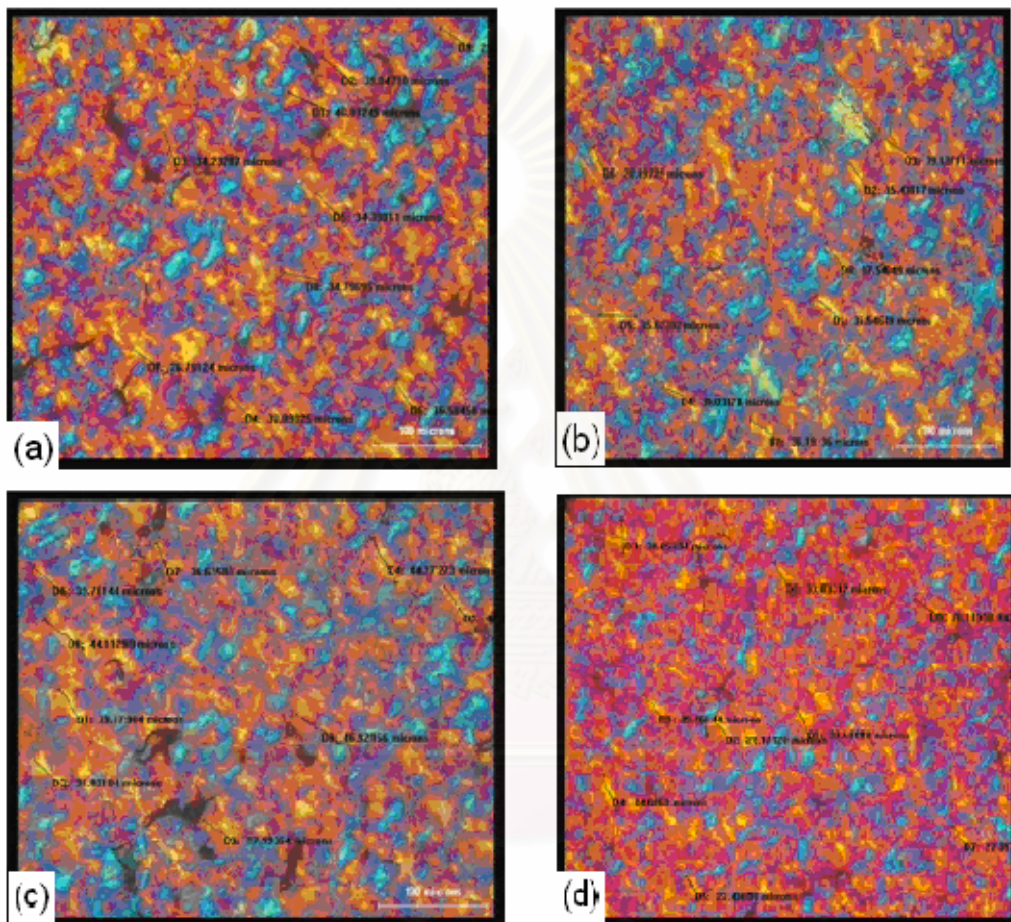
ภาพที่ 4.5 ขนาดผลึกสเฟียรูไลต์นาโนคอมพอลิตที่ผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่อัตราส่วน
 พอลิพรอพิลีน:ชิติกา (a) พอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ (b) 99:1, (c) 97.5:2.5, (d) 95:5 ,
 (e) 92.5 : 7.5

จากภาพที่ 4.5 พบว่าพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์มีผลึกที่มีขนาดใหญ่โดยมีค่าเฉลี่ยขนาดผลึกสเฟียรูไลท์ประมาณ 45.6782 ไมครอน และที่อัตราส่วนพอลิพรอพิลีน:ซิลิกา, 97.5 : 2.5 ขนาดของผลึกเล็กลงเนื่องมาจากซิลิกามีการกระจายตัวได้ดีจึงขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่โมเลกุลพอลิพรอพิลีนทำให้มีการจัดเรียงตัวกันเกิดเป็นผลึกที่มีขนาดใหญ่ได้ยาก แต่เมื่อทำการเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของซิลิกาที่อัตราส่วนพอลิพรอพิลีน:ซิลิกา, 97.5 : 2.5, 95 : 5 , 92.5 : 7.5 พบว่าขนาดผลึกเริ่มมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากว่าซิลิกาเกิดการเกาะกลุ่มจึงไม่แสดงอิทธิพลต่อการจัดเรียงตัวของสายโซ่โมเลกุลของพอลิพรอพิลีนมากเท่ากับอนุภาคซิลิกาที่มีขนาดเล็กกว่า จึงทำให้ขนาดของผลึกใหญ่กว่าด้วย



ภาพที่ 4.6 ขนาดผลึกสเฟียรูไลท์นาโนคอมพอสิตที่ผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกี่ยวข้องกับอัตราส่วนพอลิพรอพิลีน : ไฮโดรโฟบิกซิลิกา : พอลิพรอพิลีนแวกซ์ (a) 92.5 : 7.5 : 0 , (b) 91.5 : 7.5 : 1 , (c) 90 : 7.5 : 2.5 , (d) 87.5 : 7.5 : 5

จากภาพที่ 4.6 พบว่าฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่อัตราส่วน 92.5 : 7.5 : 0 , 91.5 : 7.5 : 1 , 90 : 7.5 : 2.5 , 87.5 : 7.5 : 5 เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของพอลิพรอพิลีนเว็กซ์จะทำให้เกิดขนาดของผลึกใหญ่ขึ้นเนื่องจากพอลิพรอพิลีนเว็กซ์ทำให้ซิติกาเกิดการเกาะกลุ่มกันจึงทำให้ผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น ด้วยเหตุผลเดียวกันกับที่กล่าวมาข้างต้น



ภาพที่ 4.7 ขนาดผลึกสเฟียรูไลต์นาโนคอมพอสิตที่ผสมด้วยตัวทำละลายอัตราส่วน พอลิพรอพิลีน : โสโครโปบิกซิติกา (a) 99 : 1, (b) 97.5 : 2.5 , (c) 95 : 5 , (d) 92.5 : 7.5

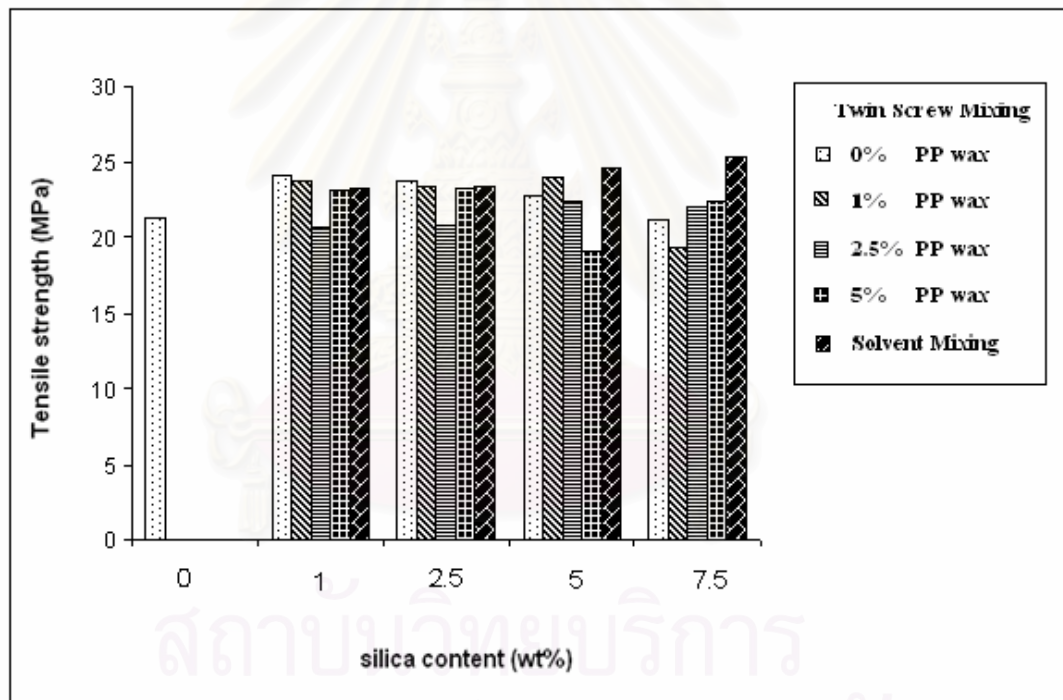
จากภาพที่ 4.7 ฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้จากการผสมด้วยเทคนิคการละลายที่อัตราส่วน พอลิพรอพิลีน : โสโครโปบิกซิติกา 99 : 1 , 97.5 : 2.5 , 95 : 5 และ 92.5 : 7.5 พบว่าการเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของซิติกามากขึ้นจะทำให้ขนาดของผลึกเล็กลงเมื่อเปรียบเทียบกับอัตราส่วน พอลิพรอพิลีน : โสโครโปบิกซิติกา เปรียบเทียบที่อัตราส่วน 99 : 1 การผสมนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิคการละลายกับการผสมนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่ขนาดผลึกเฉลี่ยเท่ากับ 29.19059 กับ 35.8585 ตามลำดับ พบว่าขนาดผลึกของการผสมนาโนคอมพอสิตด้วย

เทคนิคการละลายจะมีขนาดผลึกที่เล็กกว่าเนื่องจากซิลิกามีขนาดเล็กกว่าและการกระจายตัวได้ดีกว่า ทำให้สามารถทำหน้าที่เป็นตัวก่อผลึกให้กับพอลิพรอพิลีน จึงทำให้ได้ขนาดของผลึกที่เล็กกว่า

4.4 การทดสอบ

4.4.1 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา

ในการทดลองนี้ได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา ผลของสมบัติความต้านแรงดึงแสดงในภาพที่ 4.8



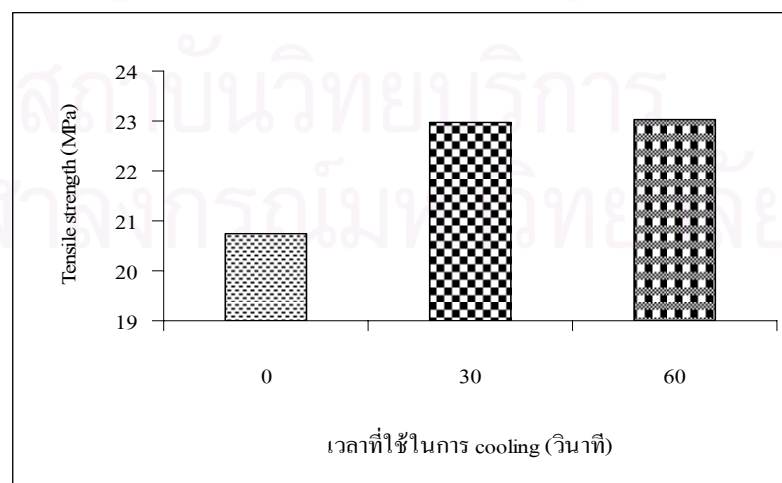
ภาพที่ 4.8 สมบัติความต้านแรงดึงของฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา

จากภาพที่ 4.8 แสดงผลของปริมาณซิลิกาและปริมาณพอลิพรอพิลีนเวกซ์ต่อสมบัติของฟิล์มที่เตรียมจากพอลิเมอร์คอมพอสิตได้จากเครื่องอัดรีด และผลของซิลิกาต่อสมบัติฟิล์มที่ได้จากเทคนิคการละลาย จากรูปค่าความต้านแรงดึงของฟิล์มพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์เท่ากับ 21.32 เมกะปาสคัล ในขณะที่ฟิล์มนาโนคอมพอสิตจากเครื่องอัดรีดพบว่าสมบัติความต้านแรงดึงของฟิล์มมีค่ามากขึ้น จากแนวโน้มค่าความต้านแรงดึงเพิ่มขึ้นตามปริมาณของซิลิกา แสดงว่าซิลิกามีสมบัติ

เสริมแรงให้กับฟิล์ม และพบว่าช่วงของสัดส่วนชิลิการะหว่างร้อยละ 2.5 -5.0 ทำให้สมบัติความต้านแรงดึงของฟิล์มมีค่าที่ดีที่สุด อันเนื่องมาจากอนุภาคเกิดการกระจายตัวที่ดีในพอลิพรอพิลีน แต่เมื่อเพิ่มปริมาณชิลิกาขึ้นมากถึงร้อยละ 7.5 ค่าความต้านแรงดึงมีค่าลดลงอย่างชัดเจนและต่ำกว่าค่าความต้านแรงดึงของฟิล์มพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ ทั้งนี้เนื่องมาจากการแยกเฟสระหว่างเมทริกซ์และตัวเสริมแรงซึ่งเป็นผลมาจากการเกาะกลุ่มกันของชิลิกา ในเนื้อเมทริกซ์สอดคล้องกับผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา (ภาพที่ 4.3)

การเติมพอลิพรอพิลีนแวกซ์ลงไปในช่วงขั้นตอนการอัดรีดเพื่อช่วยให้อนุภาคชิลิกาเกิดการกระจายตัวในเนื้อเมทริกซ์ได้ดีขึ้นนั้น พบว่าการกระจายตัวของอนุภาคกับแวลลงเมื่อมีการเติมพอลิพรอพิลีนแวกซ์ และพบว่าสมบัติความต้านแรงดึงของฟิล์มนาโนคอมพอสิตเมื่อเพิ่มปริมาณพอลิพรอพิลีนแวกซ์ที่ทุกอัตราส่วนของชิลิกามีแนวโน้มลดลงสอดคล้องกับผลการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา แสดงให้เห็นว่าการเติมพอลิพรอพิลีนแวกซ์ ไม่ได้ช่วยให้ชิลิกากระจายตัวในเนื้อเมทริกซ์ได้อย่างดี อีกทั้งการเติมในปริมาณที่มากก็กลับทำให้สมบัติความต้านทานแรงดึงลดลง

สมบัติความต้านทานแรงดึงของฟิล์มพอลิพรอพิลีนและชิลิกานาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยการผสมด้วยเทคนิคการทำละลาย มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณชิลิกาเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 1.0 2.5 5.0 และ 7.5 ตามลำดับ สอดคล้องกับการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา (ภาพที่ 4.4) แสดงให้เห็นว่า การเตรียมฟิล์มนาโนคอมพอสิตของพอลิพรอพิลีนและชิลิกาด้วยการผสมด้วยเทคนิคการทำละลาย ช่วยให้ชิลิกากระจายตัวได้ดีในเนื้อเมทริกซ์ ลดการเกิดการแยกตัวระหว่างสองเฟส เกิดการกระจายตัวของชิลิกาดีสมบัติความต้านแรงดึงมีค่าสูงขึ้น ในการทดลองนี้ยังพบว่าเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็นมีผลต่อสมบัติความต้านแรงดึง ดังแสดงในภาพที่ 4.9

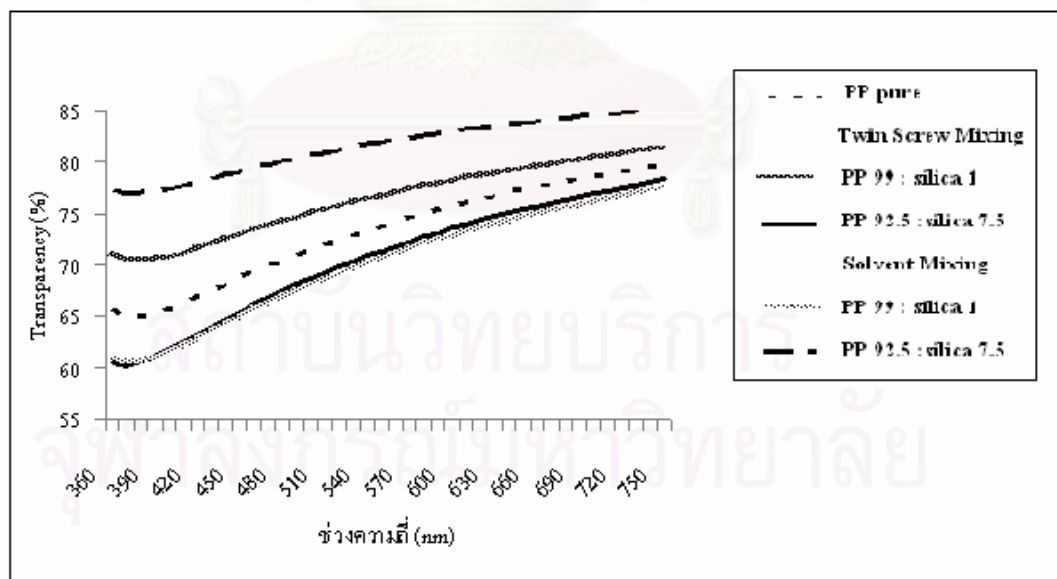


ภาพที่ 4.9 ผลของเวลาที่ใช้หล่อเย็นต่อสมบัติความต้านทานแรงดึงของฟิล์มนาโนคอมพอสิตสัดส่วน พอลิพรอพิลีน : ชิลิกา 92.5 : 7.5

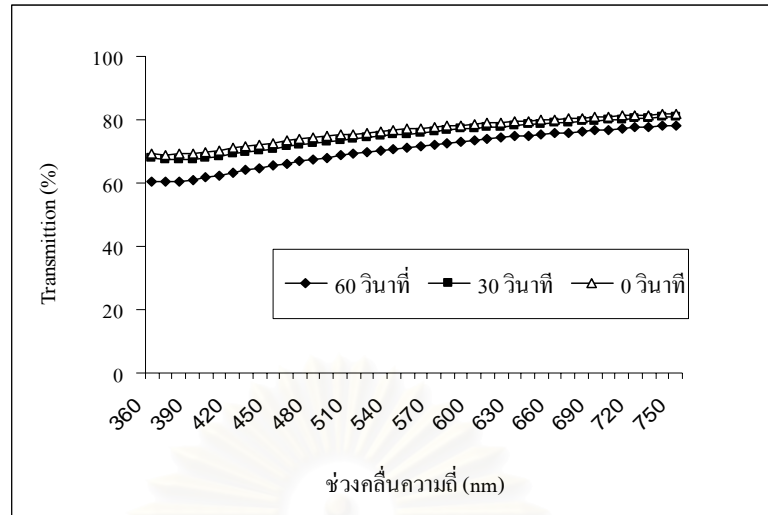
จากภาพที่ 4.9 เป็นการหาเวลาที่เหมาะสมในการใช้หล่อเย็นเพื่อให้ได้สมบัติความต้านแรงดึงที่ดีที่สุด โดยเลือกฟิล์มที่อัตราส่วนของพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาที่ 92.5 : 7.5 พบว่าเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็น 60 วินาที มีค่าความต้านแรงดึงสูงสุดที่ 23.038 เมื่อเปรียบเทียบกับเวลาที่ไม่ได้ใช้ในการหล่อเย็น และที่ใช้ในการหล่อเย็นที่ 30 วินาทีที่มีค่าแรงต้านแรงดึงที่ 22.961 ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะใช้เวลาในการหล่อเย็นที่ 60 วินาทีเพื่อให้ได้ค่าความต้านทานแรงดึงที่ดีที่สุด

4.5 ผลการทดสอบสมบัติการโปร่งแสง

จากภาพที่ 4.10 ผลการทดลองความโปร่งแสงของเตรียมนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาที่ได้จากการผสมกันด้วยการทำละลายโดยเลือกสูตรฟิล์มที่อัตราส่วน PP: silica 92.5: 7.5 จะให้ค่าความโปร่งแสงมากที่สุดอันเนื่องมาจากการกระจายตัวที่ดีของไฮโดรโฟบิกซิลิกาและขนาดผลึกที่มีขนาดเล็กในนาโนคอมพอสิต ส่วนค่าการโปร่งแสงของเตรียมนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่ที่อัตราส่วน PP: silica 99: 1 ค่าการโปร่งแสงต่ำใกล้เคียงกับฟิล์มพอลิพรอพิลีนซึ่งเกิดเนื่องมาจากการกระจายตัวที่ไม่ดีของไฮโดรโฟบิกซิลิกาในเนื้อเมทริกซ์และผลึกที่มีขนาดใหญ่ทำให้แสงผ่านฟิล์มนาโนคอมพอสิตไม่ดี



ภาพที่ 4.10 ค่าความโปร่งแสงของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา

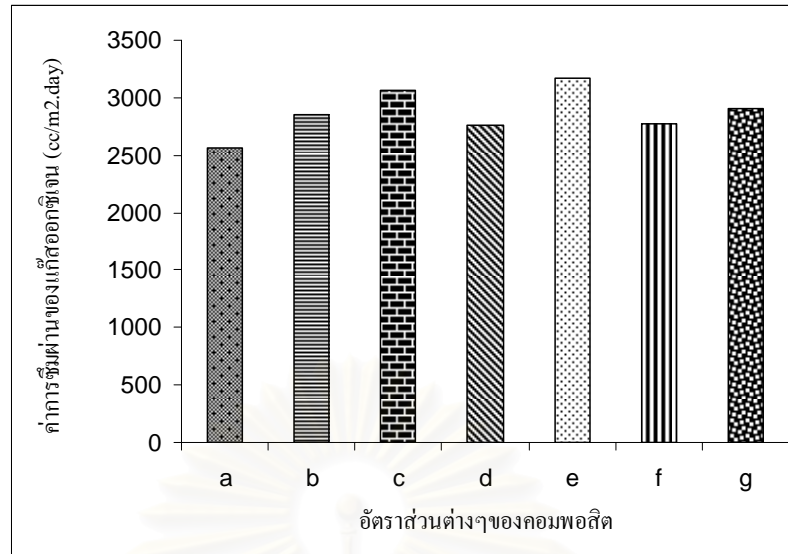


ภาพที่ 4.11 สมบัติด้านการโปร่งแสงของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาที่ สัดส่วน 92.5 : 7.5 แสดงเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็น

ภาพที่ 4.11 ผลของเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็นต่อสมบัติด้านความโปร่งใส ที่อัตราส่วนของ พอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา 92.5 : 7.5 พบว่าเวลาที่ใช้ในการหล่อเย็นภายใน 0 วินาที จะทำให้ฟิล์มมีสมบัติด้านการโปร่งแสงมากที่สุดเนื่องมาจากการทำให้ฟิล์มเย็นตัวอย่างรวดเร็วจะทำให้ สายโซ่โมเลกุลมีการจัดเรียงตัวที่ไม่ดี มีความเป็นผลึกต่ำ แต่ปรากฏว่าเวลาที่ให้ฟิล์มเย็นตัวอย่าง รวดเร็วจะทำให้สมบัติความต้านแรงดึงของฟิล์มต่ำ ดังนั้นจึงได้ทำการค่อยๆทำให้ฟิล์มเย็นตัว ภายใน 30 วินาที และ 60 วินาที และพบว่าฟิล์มมีความใสลดลงตามลำดับ แต่จะได้สมบัติความต้าน แรงดึงที่เพิ่มขึ้นตามลำดับด้วยเช่นกัน ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกใช้เวลาในการหล่อเย็น 60 วินาที เพื่อให้ได้สมบัติของฟิล์มที่เหมาะสมที่สุด

4.6 ผลการทดสอบสมบัติการซึมผ่านของแก๊ส

ผลของการวัดค่าการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ ไฮโดร โฟบิกซิลิกาแสดงในภาพที่ 4.12



ภาพที่ 4.12 ค่าการซึมผ่านของแก๊สของนาโนคอมพอลิเมอร์พอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา

(a) พอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์, (b) PP 95 : silica 5 ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่, (c) PP 97.5 : silica 2.5 ด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่, (d) PP 99 : silica 1 ด้วยตัวทำละลาย, (e) PP 97.5 : silica 2.5 ด้วยตัวทำละลาย, (f) PP 95 : silica 5 ด้วยตัวทำละลาย, (g) PP 92.5 : silica 7.5 ด้วยตัวทำละลาย

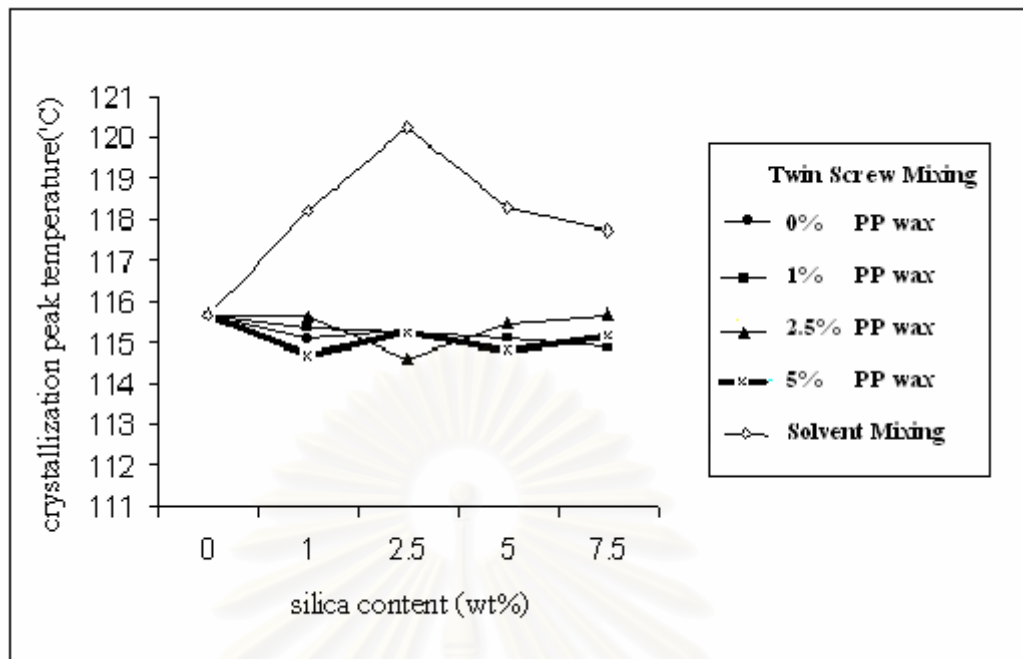
ฟิล์มนาโนคอมพอลิเมอร์ที่ได้จากการผสมด้วยเครื่องอัดรีด แสดงค่าการซึมผ่านของแก๊สสูงกว่าพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ ทั้งนี้เนื่องจากระหว่างเฟสของเมทริกซ์และอนุภาคซิลิกาไม่เกิดการเชื่อมประสานอย่างสมบูรณ์จึงทำให้แก๊สออกซิเจนสามารถซึมผ่านได้มากขึ้น

ส่วนฟิล์มนาโนคอมพอลิเมอร์ที่ได้จากการผสมด้วยตัวทำละลาย แม้ว่าเทคนิคนี้สามารถช่วยให้ อนุภาคซิลิกากระจายตัวได้ดี และมีขนาดเล็ก แต่ก็ยังพบว่าความต้านทานของออกซิเจนต่ำกว่าของฟิล์มพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ ซึ่งแสดงว่าภายในฟิล์มคอมพอลิเมอร์นั้นมีทั้งขนาดเล็กกว่า และมีการกระจายของผลึกที่ไม่สม่ำเสมอ จึงส่งผลทำให้ออกซิเจนสามารถซึมผ่านฟิล์มได้สูงขึ้น

4.7 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อน

4.7.1 การทดสอบสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค DSC

ภาพที่ 4.13 แสดงผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของนาโนคอมพอลิเมอร์พอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาด้วยเทคนิค DSC เพื่อหาอุณหภูมิหลอมเหลวและอุณหภูมิก่อผลึกของวัสดุนาโนคอมพอลิเมอร์ที่เตรียมได้



ภาพที่ 4.13 อุณหภูมิก่อผลึกของนาโนคอมพอลิเมอร์พอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.7 อุณหภูมิก่อผลึกของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา

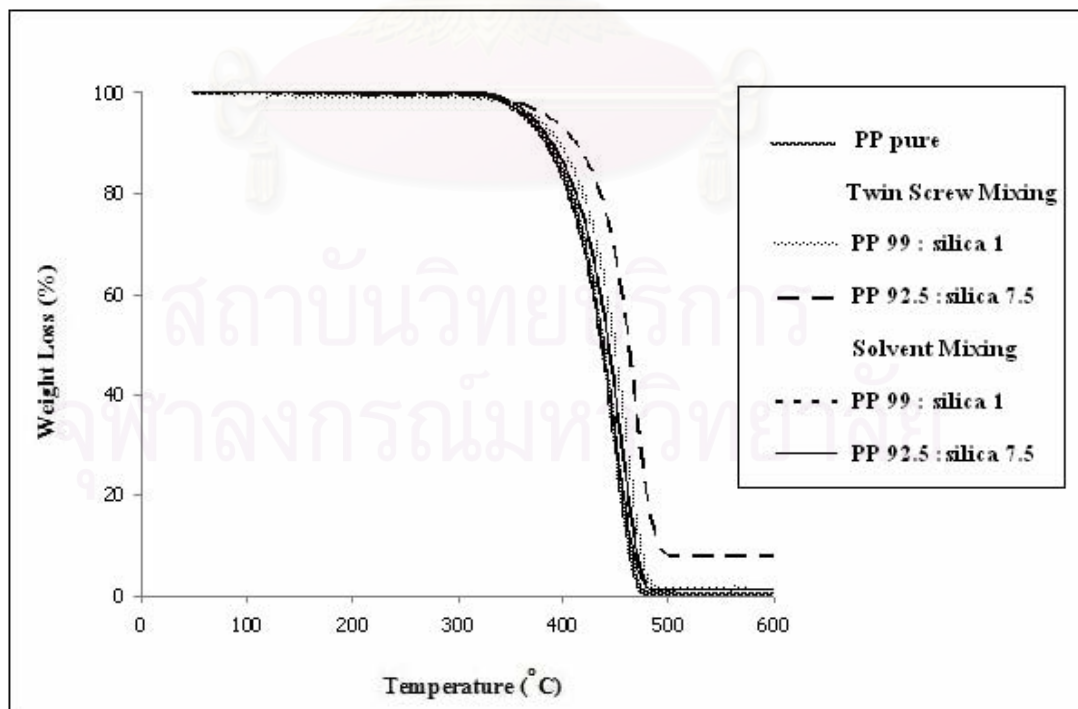
สูตร	อุณหภูมิก่อผลึก ($^{\circ}\text{C}$) T_c
PP pure	115.70
E1	115.08
E2	115.30
E3	114.79
E4	115.22
E5	115.38
E6	115.09
E7	115.25
E8	114.92
E9	115.64
E10	114.61
E11	115.49
E12	115.68
E13	114.70
E14	115.25
E15	114.84
E16	115.18
S1	118.23
S2	120.24
S3	118.29
S4	117.72

ผลการวิเคราะห์การหาอุณหภูมิเกิดผลึกด้วยเทคนิคDSCในฟิล์มนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกาพบว่าฟิล์มที่เตรียมมาจากพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ผ่านการผสมด้วยเครื่องอัดรีดเกลียวคู่มีอุณหภูมิการเกิดผลึกที่ไม่แตกต่างกันไปจากอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ จากเทอร์โมแกรมของพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์พบว่าอุณหภูมิการเกิดผลึกที่ 115.7°C ในขณะที่ผลจากเทอร์โมแกรมของฟิล์มคอมพอสิต (สูตรที่มีอัตราส่วนของซิลิกาและพอลิพรอพิลีน

แวกซ์ต่างๆ) มีอุณหภูมิการผลึกอยู่ในช่วง 114-115 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นว่าทั้งพอลิเมอร์คอมพอสิตและพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์มีอุณหภูมิเกิดผลึกที่ไม่แตกต่างกัน ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากอนุภาคซิลิกาที่มีขนาดใหญ่จนเกิดไปที่จะสามารถทำหน้าที่เป็นตัวก่อผลึกได้ในขณะที่เทอร์โมแกรมของฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่เตรียมจากการผสมพอลิเมอร์คอมพอสิตด้วยเทคนิคการละลายมีอุณหภูมิการเกิดผลึกที่สูงกว่าฟิล์มที่ได้เตรียมจากพอลิเมอร์คอมพอสิตจากเครื่องอัดรีดอีกด้วย จากเทอร์โมแกรมพบว่าอุณหภูมิการเกิดผลึกในช่วง 118–120 °C แสดงให้เห็นว่าอนุภาคซิลิกาที่มีขนาดเล็กมากและสามารถทำหน้าที่ช่วยก่อผลึกให้พอลิพรอพิลีนได้และจากการที่มีอุณหภูมิการผลึกที่สูงกว่าพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์จึงทำให้สมบัติของฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่เตรียมด้วยเทคนิคการละลายมีสมบัติที่ดีทั้งสมบัติความต้านทานแรงดึงสมบัติความโปร่งแสงเป็นต้น แต่ก็ยกเว้นสมบัติการต้านการซึมผ่านของแก๊สที่พบว่าลดลง

4.7.2 การทดสอบสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิค TGA

นาโนคอมพอสิตถูกนำมาวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA เพื่อหาอุณหภูมิการสลายตัวเนื่องจากความร้อน (decomposition temperature, Td) และเสถียรภาพทางความร้อน (thermal stability) โดยทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาผลของไฮโดรโฟบิกซิลิกาที่มีผลต่ออุณหภูมิการสลายตัวเนื่องจากความร้อนและเสถียรภาพทางความร้อนของนาโนคอมพอสิต



ภาพที่ 4.14 เสถียรภาพทางความร้อนของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา

ตารางที่ 4.8 อุณหภูมิการสลายตัวของนาโนคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน/ไฮโดรโฟบิกซิลิกา

สูตร	อุณหภูมิการสลายตัว (°C)
	T_{onset}
PP pure	385.97
E1	393.65
E4	389.07
S1	403.96
S4	415.54

ผลการตรวจสอบพบว่านาโนคอมพอสิตทุกสูตรจะมีอุณหภูมิการสลายตัวเนื่องจากความร้อนและเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงกว่าพอลิพรอพิลีนบริสุทธิ์ดังแสดงในภาพที่ 4.14 ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากไฮโดรโฟบิกซิลิกามีเสถียรภาพทางความร้อนสูง จึงเป็นการเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้กับนาโนคอมพอสิตด้วย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 นาโนคอมพอสิตของพอลิพรอพิลีนกับซิลิกาที่ผสมกันด้วยเครื่องอัลทรีดเก็ลียวคู่ พบว่าซิลิกาเกาะเป็นกลุ่มก้อน เมื่อเติมพอลิพรอพิลีนเร็วซึ่งยังทำให้กลุ่มก้อนของซิลิกามีขนาดใหญ่ มากขึ้น กระจายตัวไม่ดีในพอลิเมอร์คอมพอสิต

5.1.2 นาโนคอมพอสิตของพอลิพรอพิลีนกับซิลิกาที่ผสมกันด้วยตัวทำละลายและ อัลตราโซนิก พบว่าอนุภาคซิลิกาแตกตัวเป็นขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรในทุกอัตราส่วนของ พอลิพรอพิลีน : ซิลิกา คือ 99 : 1, 97.5 : 2.5, 95 : 5 และ 92.5 : 7.5 ซึ่งมีการกระจายตัวในคอมพอสิต ได้ดี

5.1.3 การขึ้นรูปฟิล์มนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องอัดแบบ พบว่าภาวะการหล่อเย็นมีผลต่อ ความโปร่งแสงของฟิล์ม โดยฟิล์มที่ทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็วจะมีความโปร่งแสงมากที่สุด ขณะที่ เวลาที่ใช้ในการหล่อเย็นช้าลงจะได้ฟิล์มที่มีความโปร่งแสงลดลง ในทางตรงกันกลับพบว่าได้ความ ต้านแรงดึงของฟิล์มเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเวลาที่ใช้การเย็นตัวของฟิล์มมีอิทธิตต่อขนาดของผลึกที่ได้

5.1.4 ฟิล์มนาโนคอมพอสิตของพอลิพรอพิลีนกับซิลิกาที่ผสมกันด้วยตัวทำละลาย แสดง สมบัติเชิงกล สมบัติเชิงความร้อน (มีอุณหภูมิตกผลึกสูงกว่า) เมื่อเทียบกับฟิล์มนาโนคอมพอสิตที่ ผ่านการผสมกันด้วยเครื่องอัลทรีดเก็ลียวคู่

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.2 .ในการเตรียมนาโนคอมพอสิตควรใส่สารช่วยการกระจายตัวชนิดอื่นเพื่อดูการ กระจายตัวของซิลิกาให้ดีขึ้น

5.2.3 ควรเลือกใช้เทคนิคอื่นที่หลากหลายในการผสมนาโนคอมพอสิตเพื่อลดการฟุ้ง กระจายของไฮโดรโฟบิกซิลิกา และการกระจายตัวที่ดีขึ้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

1. กิตติ อนุชาพัค, ดวงดาว อางองค์, รัตนาวรรณ มกรพันธ์, สมชาย พิณจตุมการณ์ และ พิทักษ์ วราฤทธิชัย. คอมโพสิท.พิมพ์ครั้งที่1. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์ไอเอสพรีนติ้ง เฮ้าส์, 2548.
2. มาลินี ชัยสุภกิจสินธุ์. เคมีพอลิเมอร์. กรุงเทพมหานคร: สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, 2546.
3. เสาวรจน์ ช่วยจตุจิตร. วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์1. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.
4. เสาวรจน์ ช่วยจตุจิตร. ฟิล์มพลาสติก. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2546.
5. ประเสริฐ ค่านธำรงกุล. การควบคุมคุณภาพ (เส้นใยสังเคราะห์). ปทุมธานี: ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี, (ม.ป.ป.).
6. ชิตีมา รุกชไชยศิริกุล. เคมีอินทรีย์ 2. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยรามคำแหง, 2544.
7. อรุษา สรวารี. สารเติมแต่งพอลิเมอร์ เล่ม1. พิมพ์ครั้งที่1. กรุงเทพมหานคร: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2546.
8. พงษ์ธร แซ่ฮุย. สารเคมียาง. กรุงเทพมหานคร: ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ กระทรวงวิทยาศาสตร์, 2548.
9. เสาวรจน์ ช่วยจตุจิตร. สมบัติของพอลิเมอร์. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2543.
10. Bikiar, D. N., Vassiliou, A., Eleni, P., and Karayannidis, G. P. Compatibilisation effect of PP-g-MA copolymer on iPP/SiO₂ nanocomposites prepared by melt mixing. European Polymer Journal 41 (February 2005): 1965–1978.
11. Garcia, M., et al. Polypropylene/SiO₂ nanocomposites with improved mechanical properties. Rev.Adv.Mater.Sci 6 (February 2004): 169-175.
12. Papageorgiou, G. Z., Achilias, D. S., Bikiaris, D. N., Karayannidis, G.P. Crystallization kinetics and nucleation activity of filler in polypropylene/surface-treated SiO₂ nanocomposites. Thermochimica Acta 427 (May 2005): 117–128.

13. Liu, Y., and Kontopoulou, M. The structure and physical properties of polypropylene and thermoplastic olefin nanocomposites containing nanosilica. Polymer 47 (October 2006): 7731-7739.
14. Vladimirov, V., Betchev, C., Vassiliou, A., Papageorgiou, G., Bikiaris D. Dynamic mechanical and morphological studies of isotactic polypropylene/fume silica nanocomposites with enhanced gas barrier properties. Composites Science and Technology 66 (January 2006): 2935-2944.
15. ปารีชาติ กล้ารัมย์, ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ และ ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย. การปรับปรุงพื้นผิวของซิลิกาสำหรับคอมพอสิตยางธรรมชาติ. การประชุมวิชาการวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย 29-30 ตุลาคม 2550.
16. นางสาวสลักจิต บัวทอง. การปรับปรุงผิวซิลิกาด้วยพอลิไอโซพรีนเพื่อเพิ่มคุณสมบัติของยางธรรมชาติโดยใช้รังสีแกมมาเหนี่ยวนำให้เกิดปฏิกิริยาแอตไมเซลล์าร์พอลิเมอร์ไรเซชัน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ. 2548.



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สูตร	การเตรียมนาโนคอมพอลิตด้วยการผสมด้วยเครื่องอัดเกลียวคู่ อัตราส่วน PP : Silica : PP wax
E1	99 : 1 : 0
E2	97.5 : 2.5 : 0
E3	95 : 5 : 0
E4	92.5 : 7.5 : 0
E5	98 : 1 : 1
E6	96.5 : 2.5 : 1
E7	94 : 5 : 1
E8	91.5 : 7.5 : 1
E9	96.5 : 1 : 2.5
E10	95 : 2.5 : 2.5
E11	92.5 : 5 : 2.5
E12	90 : 7.5 : 2.5
E13	94 : 1 : 5
E14	92.5 : 2.5 : 5
E15	90 : 5 : 5
E16	87.5 : 7.5 : 5
สูตร	การเตรียมนาโนคอมพอลิตด้วยการผสมด้วยเทคนิคตัวทำละลาย อัตราส่วน PP : Silica
S1	99 : 1
S2	97.5 : 2.5
S3	95 : 5
S4	92.5 : 7.5

ภาคผนวก ก

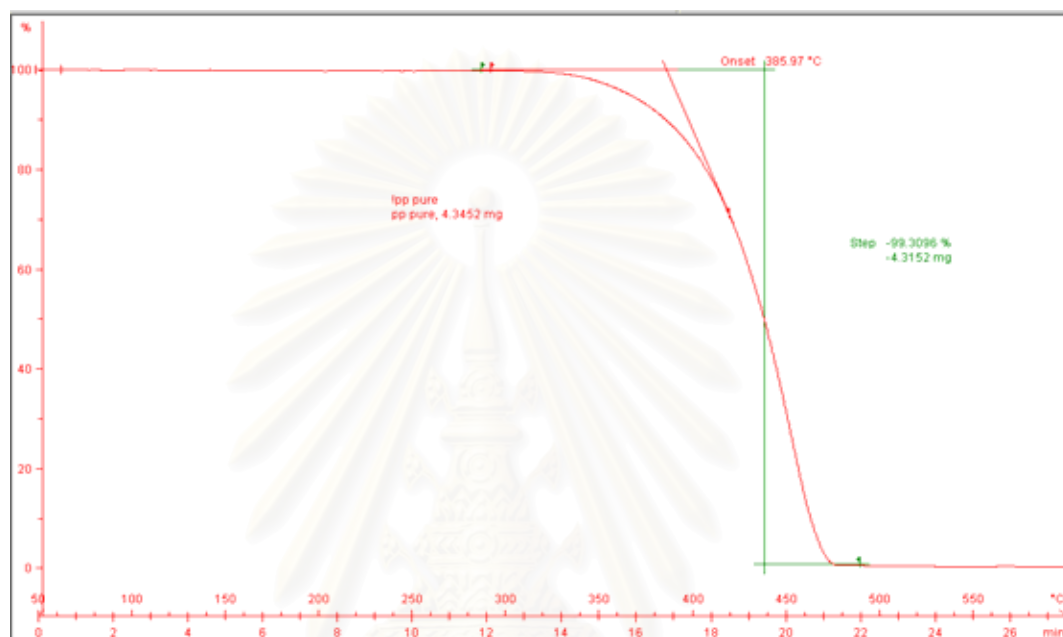
ตาราง ก.1 สมบัติเชิงกล นาโนคอมพอลิทีฟออลิพรอพิลีน /ไฮโดรโฟบิกซิลิกา / พอลิพรอพิลีนแก้ว

สูตร	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	Mean	SD
PP pure	18.995	21.261	21.686	22.171	22.506	21.3238	1.385080
E1	23.010	23.521	23.833	25.112	25.166	24.1284	0.968387
E2	23.488	23.601	23.704	23.839	23.938	23.7140	0.180101
E3	22.416	22.610	22.720	22.727	23.594	22.8134	0.454099
E4	20.215	20.315	21.014	21.757	22.206	21.1014	0.874889
E5	22.618	23.407	23.707	23.852	24.891	23.6950	0.821292
E6	21.912	22.110	23.728	24.700	24.796	23.4492	1.379542
E7	22.101	23.178	24.450	24.467	25.309	23.9010	1.261641
E8	18.461	18.689	19.250	19.763	20.009	19.2344	0.666197
E9	19.594	19.853	20.608	20.913	22.430	20.6796	1.116389
E10	19.851	19.921	21.140	21.507	21.610	20.8058	0.857995
E11	21.029	22.130	22.861	22.893	23.041	22.3908	0.839430
E12	20.389	22.131	22.260	22.480	22.712	21.9944	0.924293
E13	22.621	22.795	22.994	23.026	23.992	23.0856	0.532401
E14	22.805	23.119	23.233	23.402	23.585	23.2288	0.295193
E15	18.685	18.752	18.858	19.084	19.988	19.0734	0.533187
E16	21.519	22.067	22.497	22.531	23.397	22.4022	0.690580
S1	22.577	22.928	23.270	23.432	24.017	23.2448	0.542746
S2	22.539	23.364	23.657	23.717	23.807	23.4168	0.518023
S3	23.035	23.723	24.203	25.981	26.034	24.5952	1.354563
S4	24.685	24.878	24.983	25.563	25.992	25.2202	0.541523

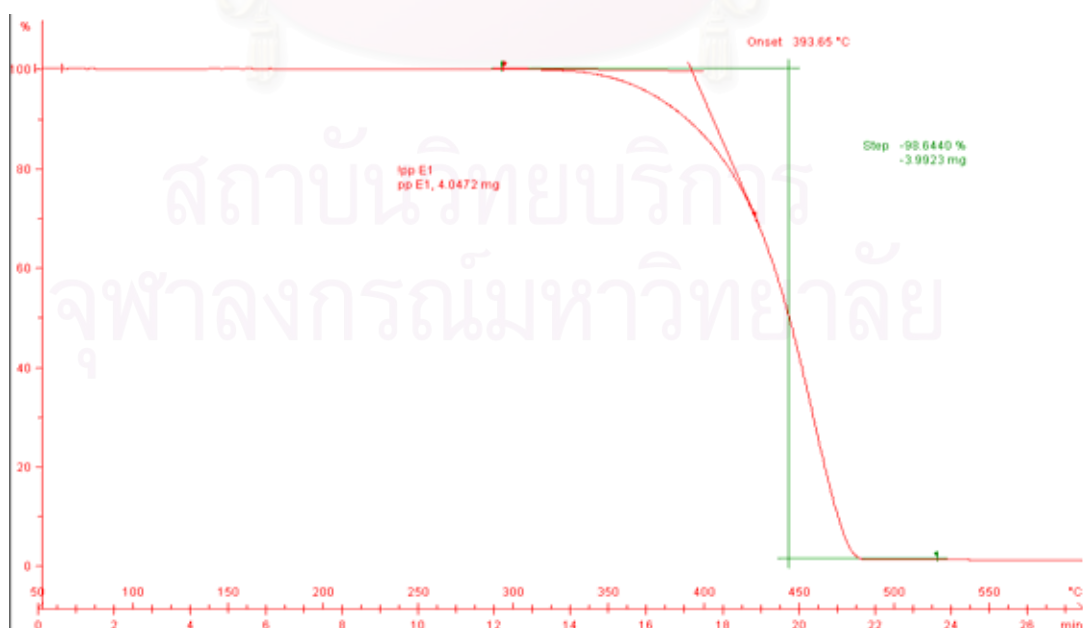
ภาคผนวก ข

กราฟผลการทดสอบสมบัติทางความร้อน TGA

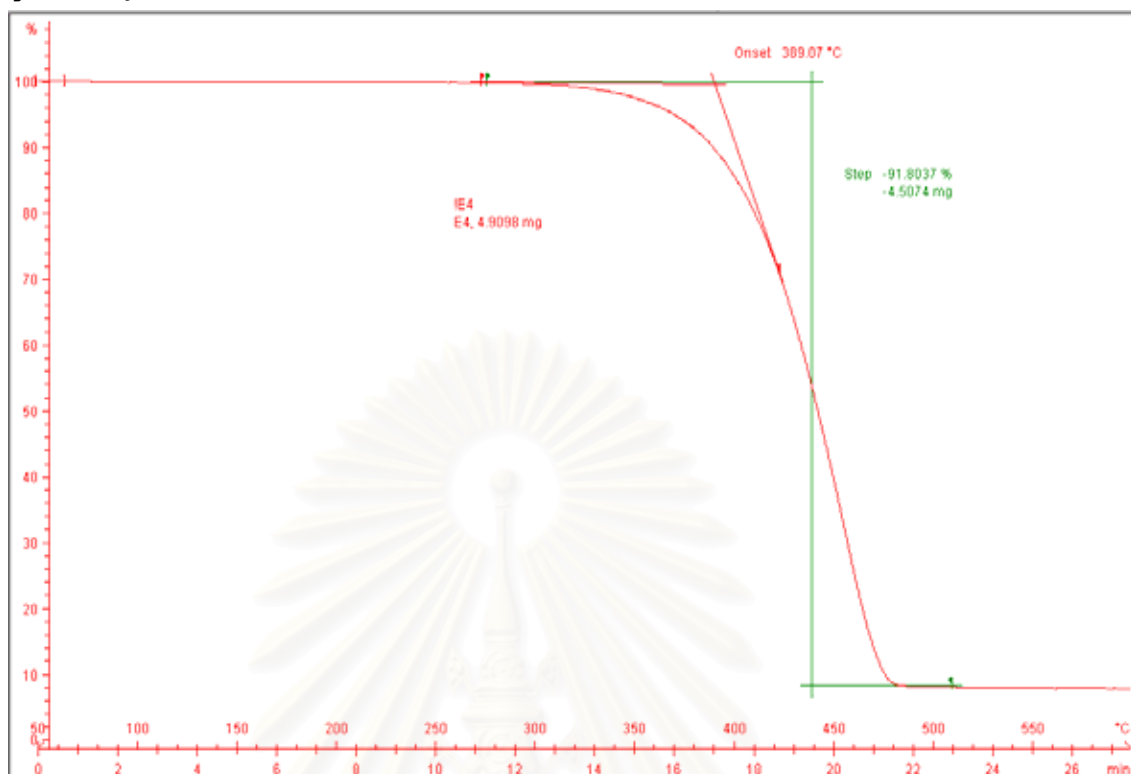
รูปที่ ข.1 สูตร PP Pure



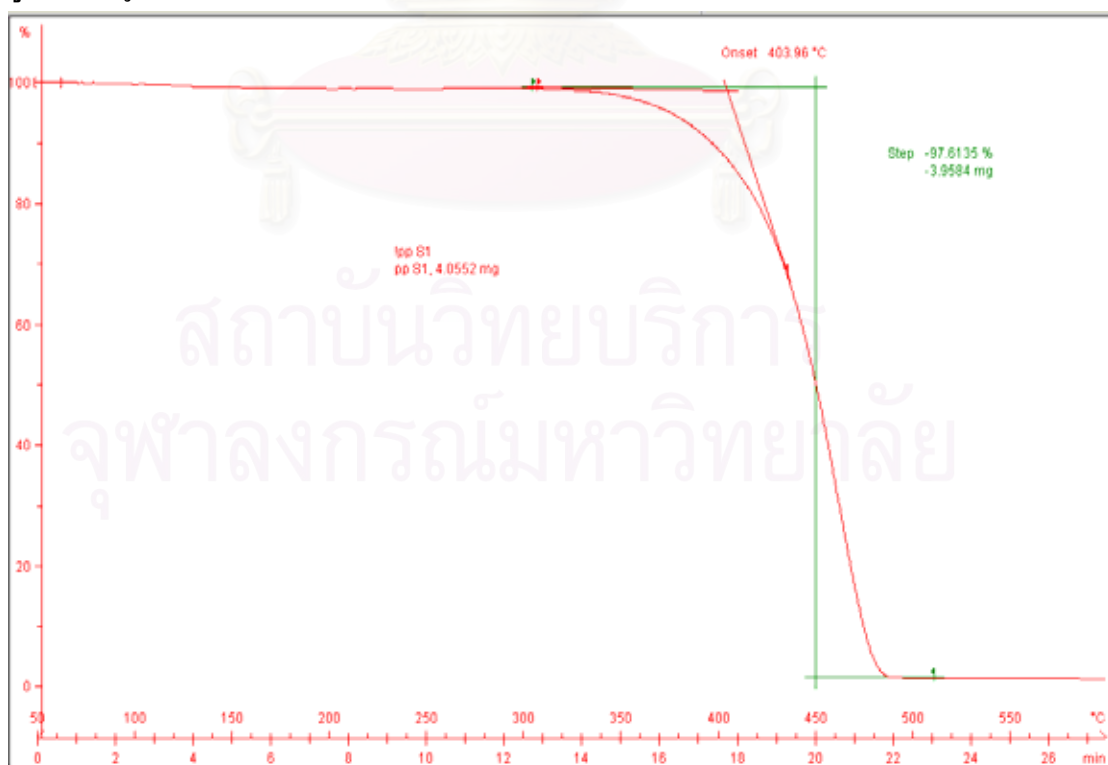
รูปที่ ข.2 สูตร E1



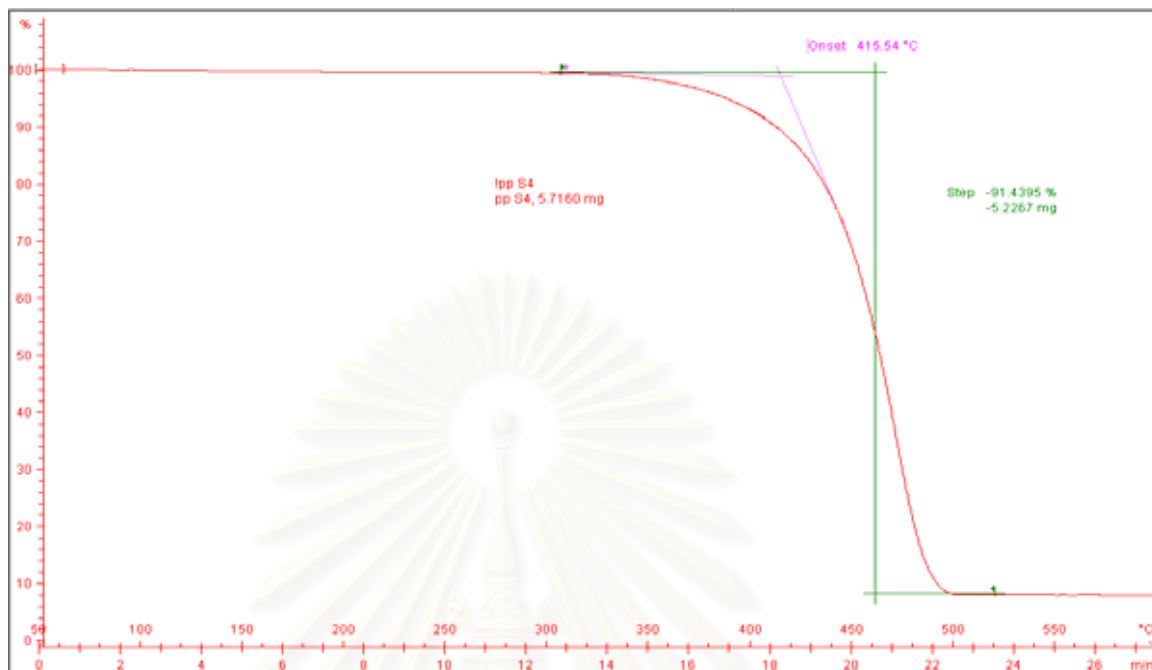
รูปที่ ข.3 สูตร E4



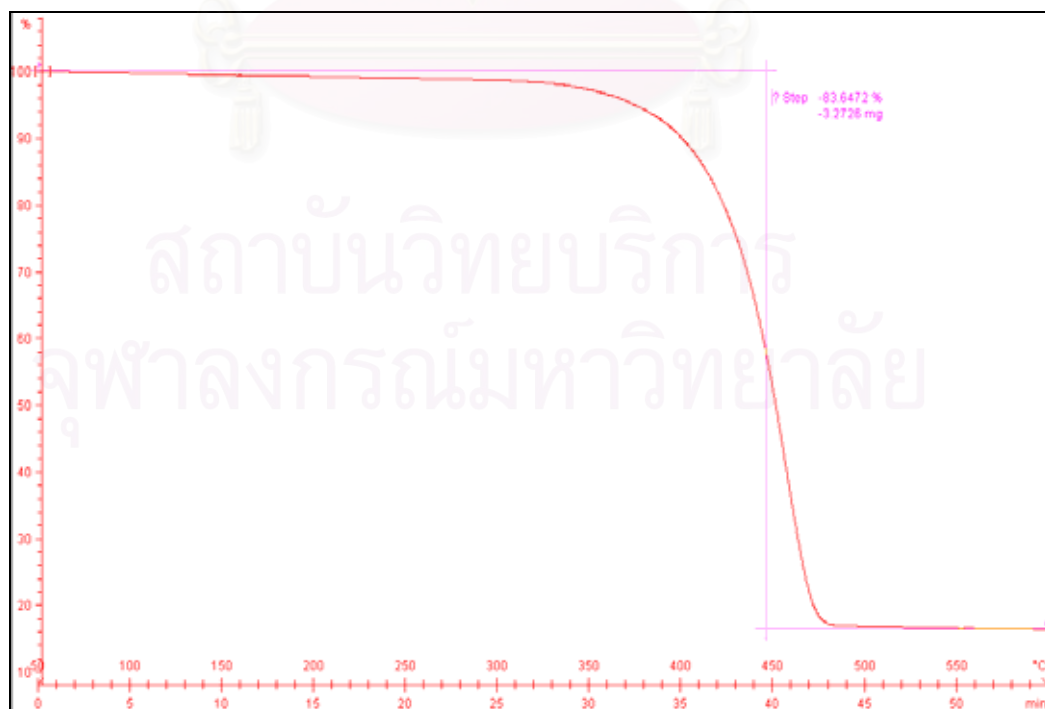
รูปที่ ข.4 สูตร S1



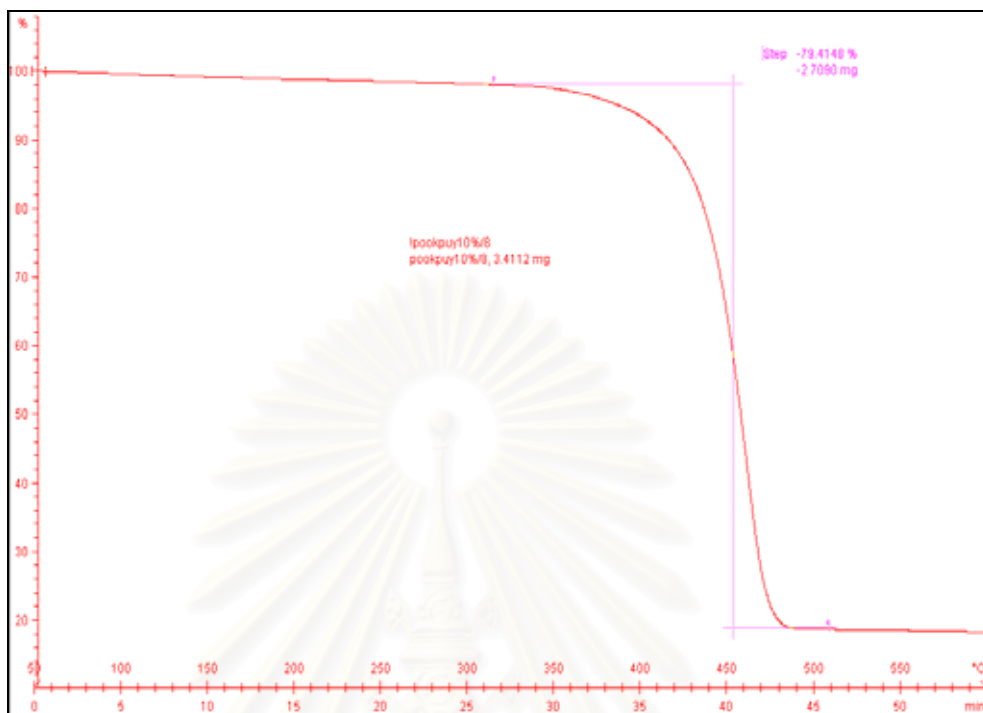
รูปที่ ข.5 สูตร S4



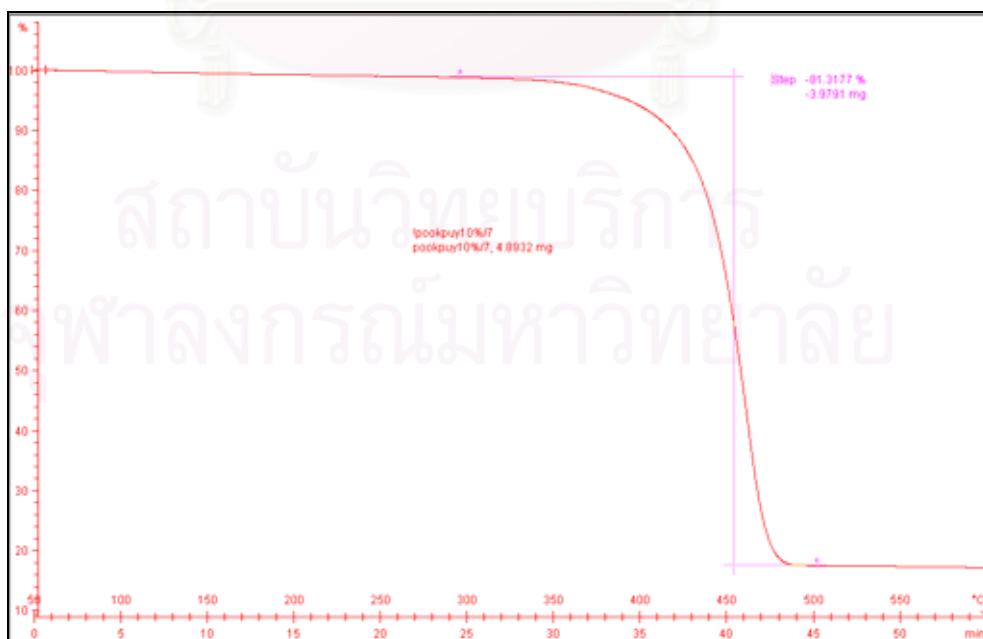
กราฟแสดงผลการทดสอบปริมาณซิลิกาที่ได้มาจากมาสเตอร์แบตช์
รูปที่ ข.5 ทดสอบครั้งที่ 1



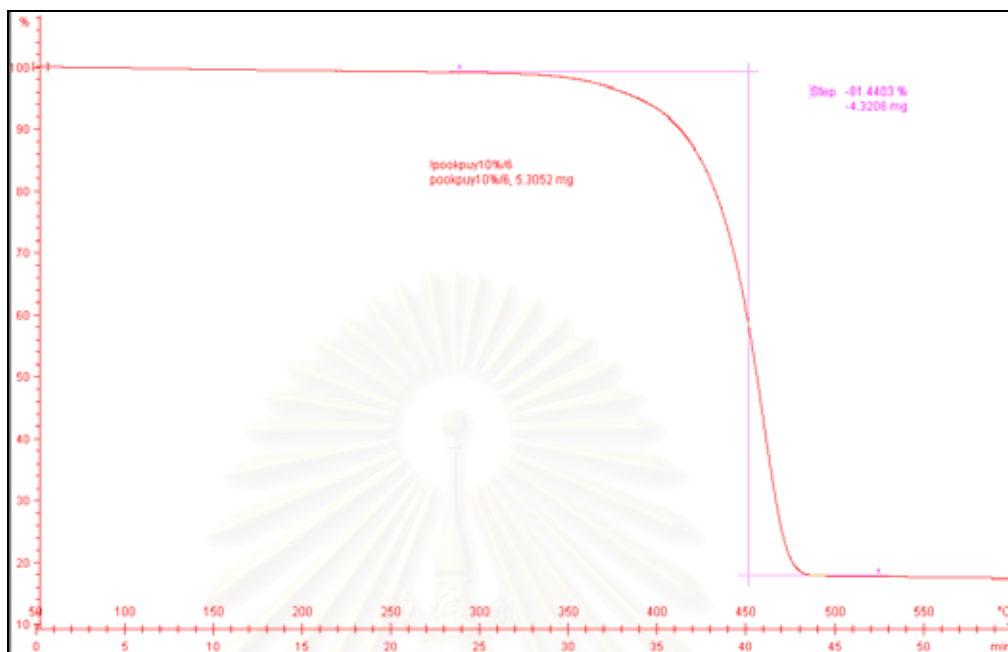
รูปที่ ข.7 ทดสอบครั้งที่ 2



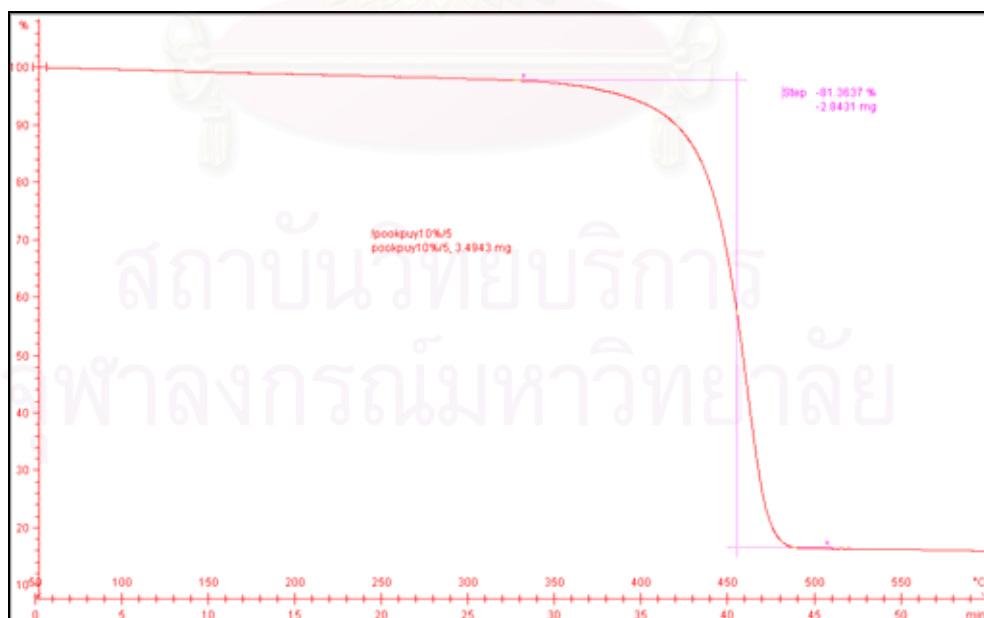
รูปที่ ข.8 ทดสอบครั้งที่ 3



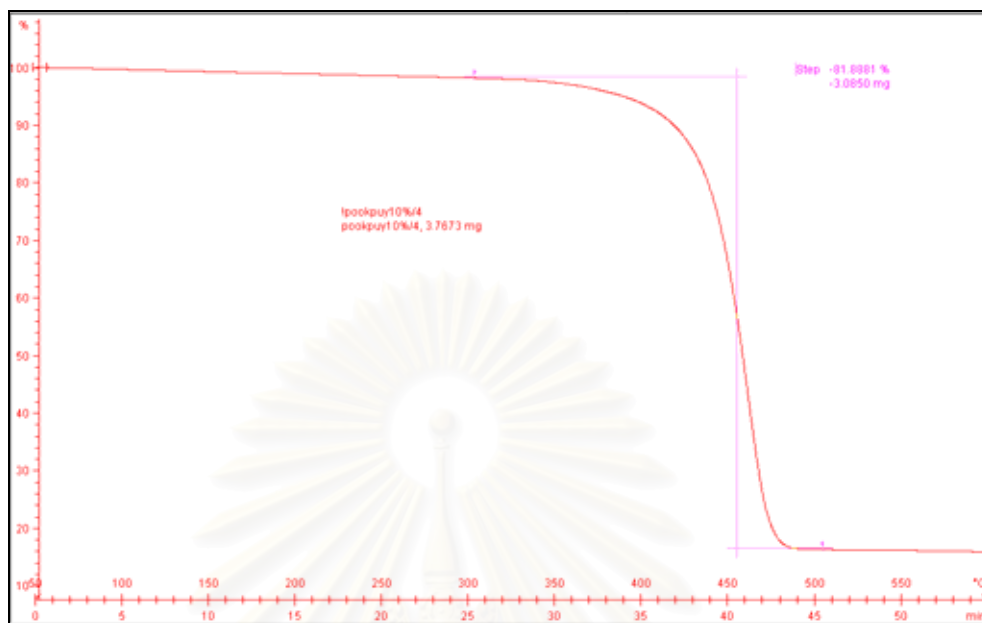
รูปที่ ข.9 ทดสอบครั้งที่ 4



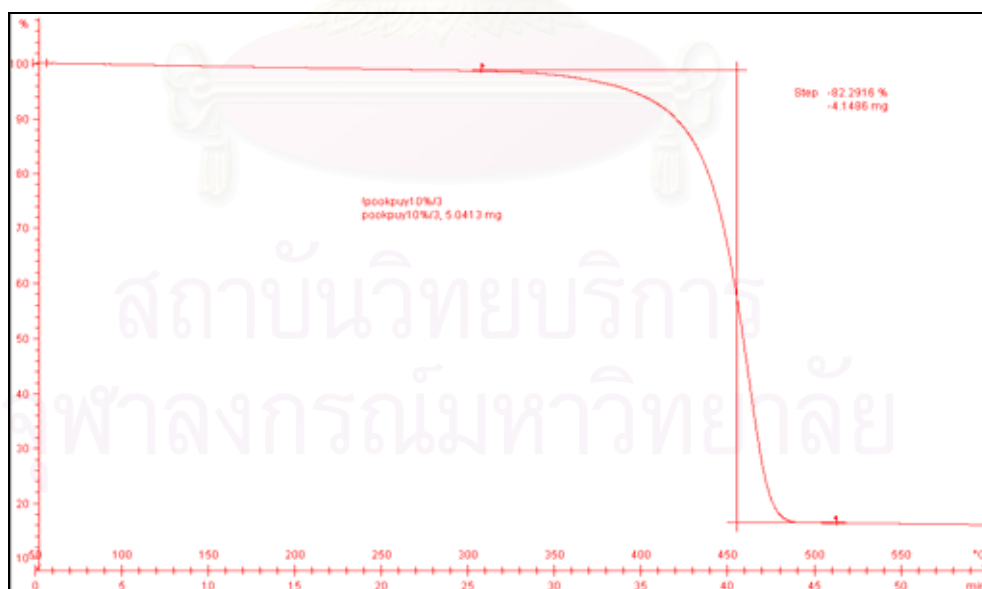
รูปที่ ข.10 ทดสอบครั้งที่ 5



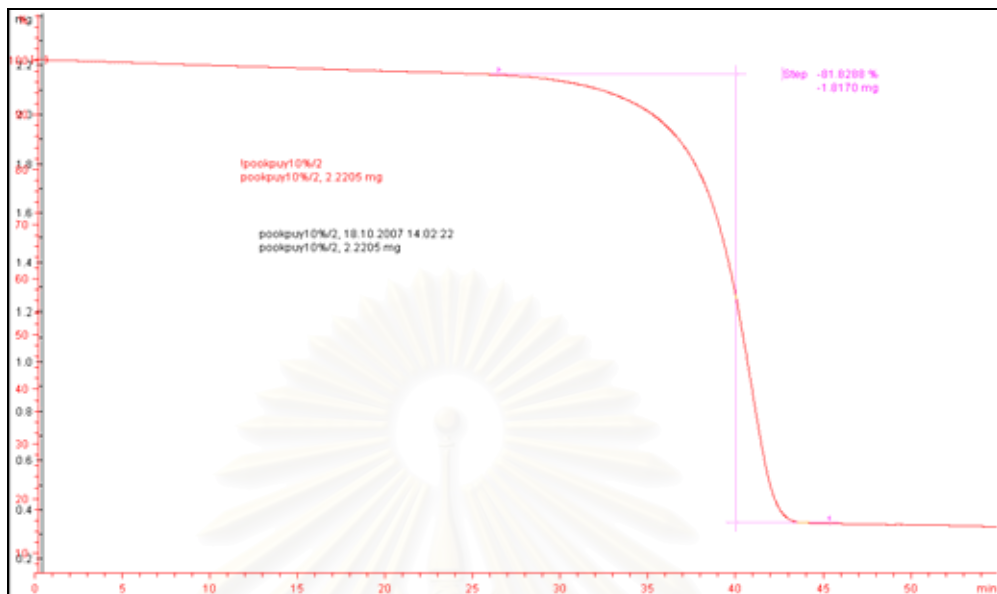
รูปที่ ข.11 ทดสอบครั้งที่ 6



รูปที่ ข.12 ทดสอบครั้งที่ 7



รูปที่ ข.13 ทดสอบครั้งที่ 8

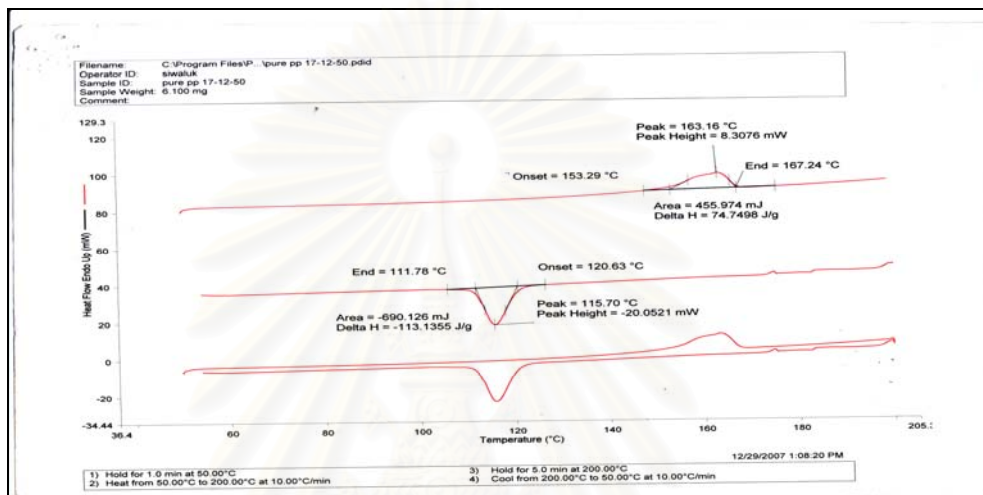


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

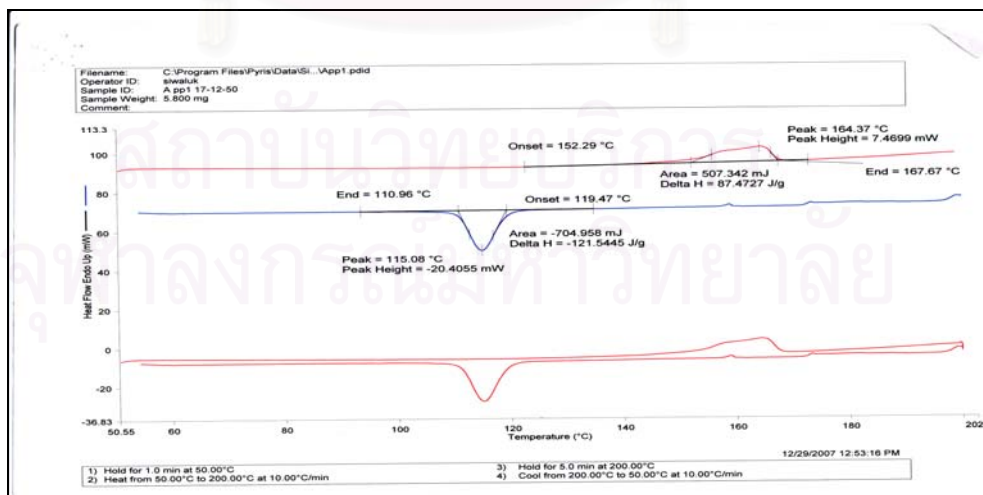
ภาคผนวก ค

กราฟผลการทดสอบสมบัติทางความร้อน DSC

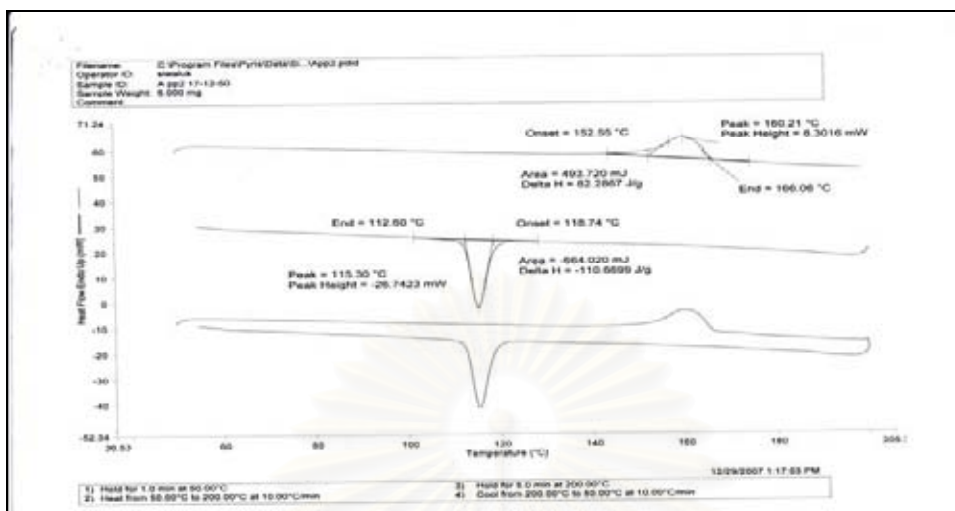
รูป ก.1 สูตร PP pure



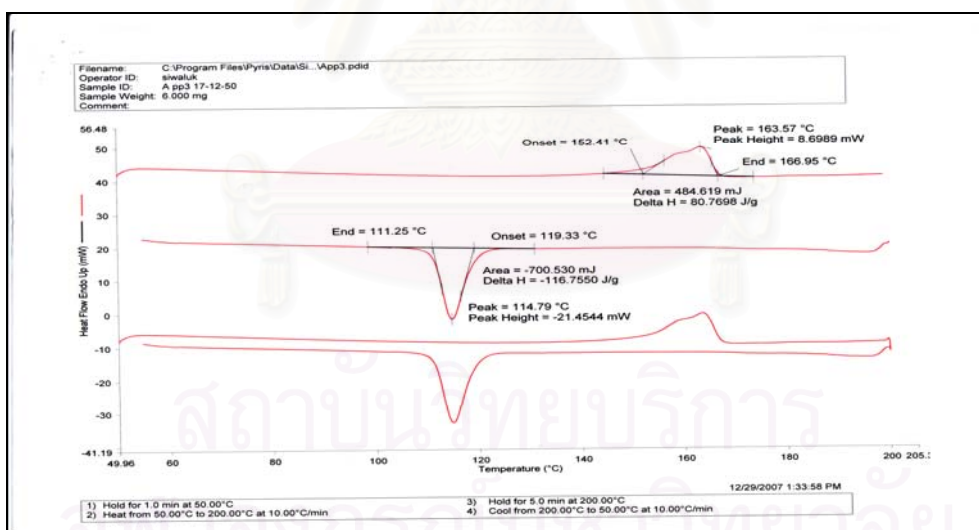
รูป ก.1 สูตร E1



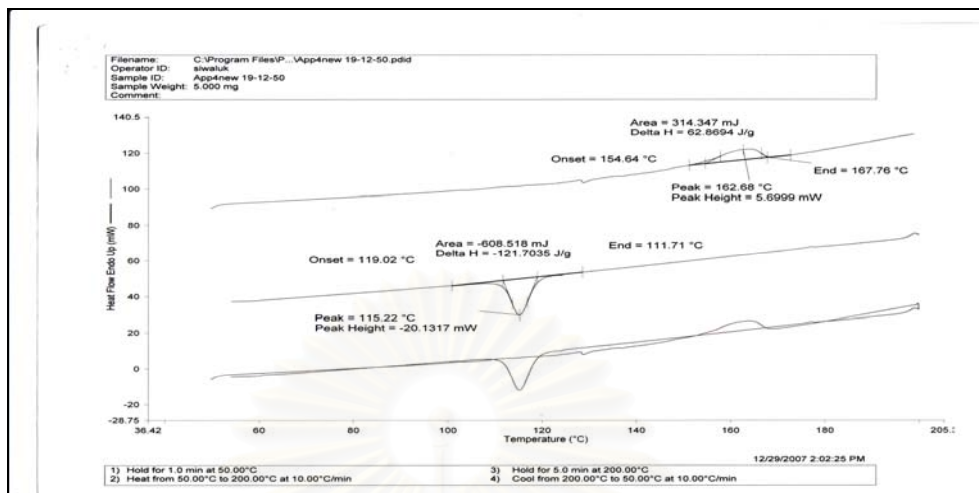
รูป ก.2 สูตร E2



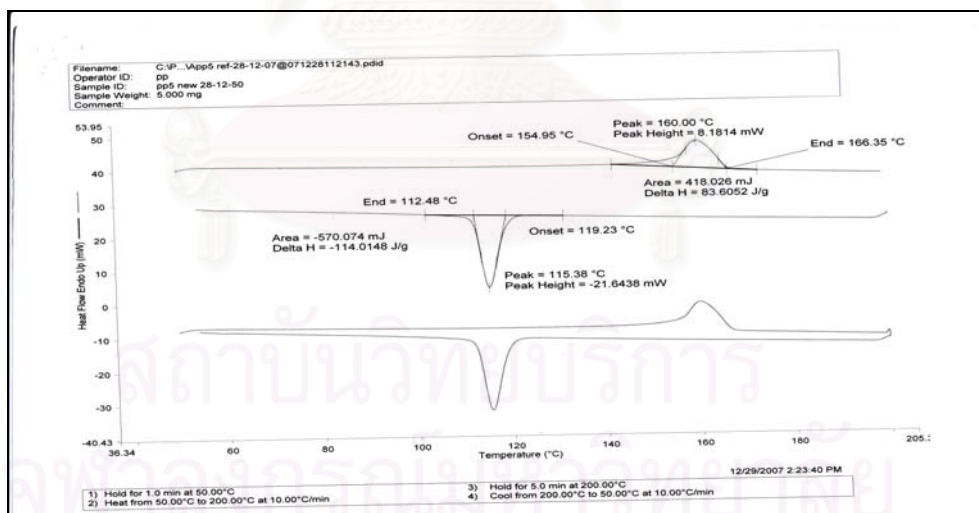
รูป ก.3 สูตร E3



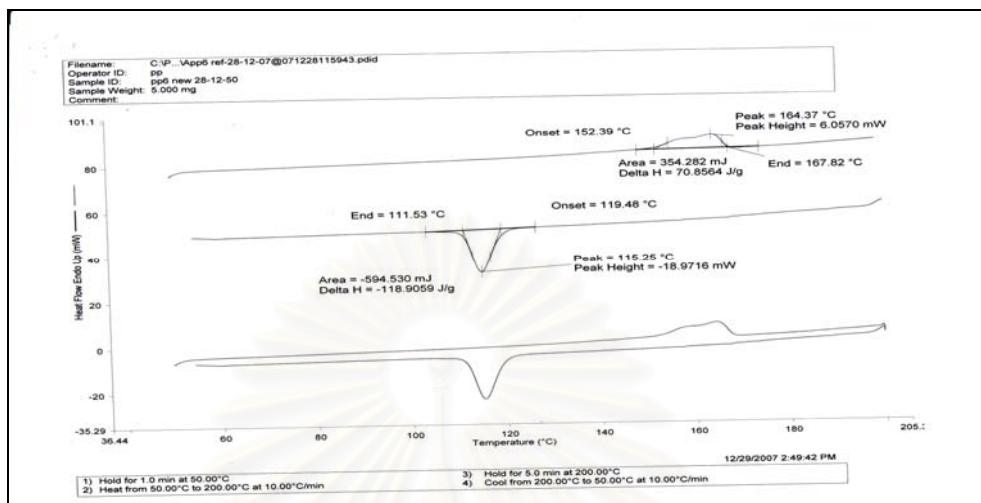
รูป ก.4 สูตร E4



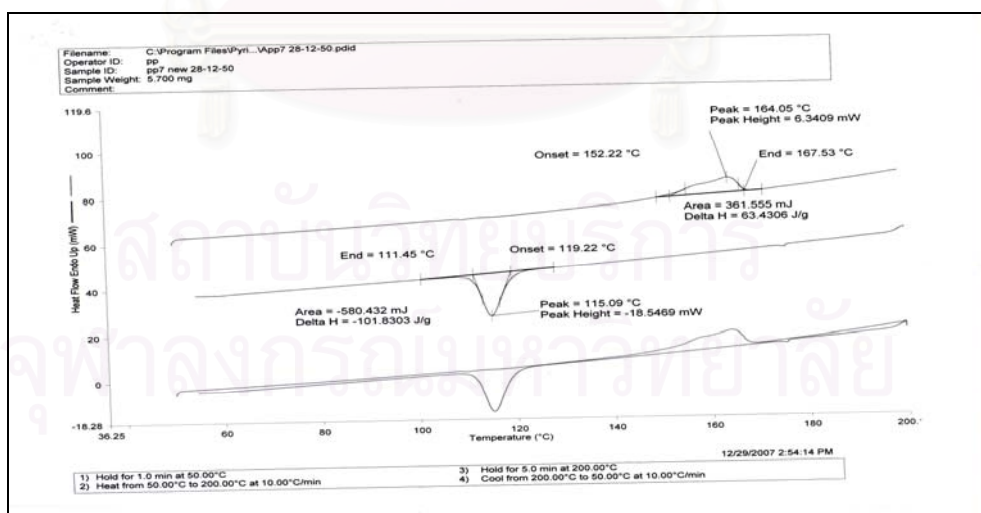
รูป ก.5 สูตร E5



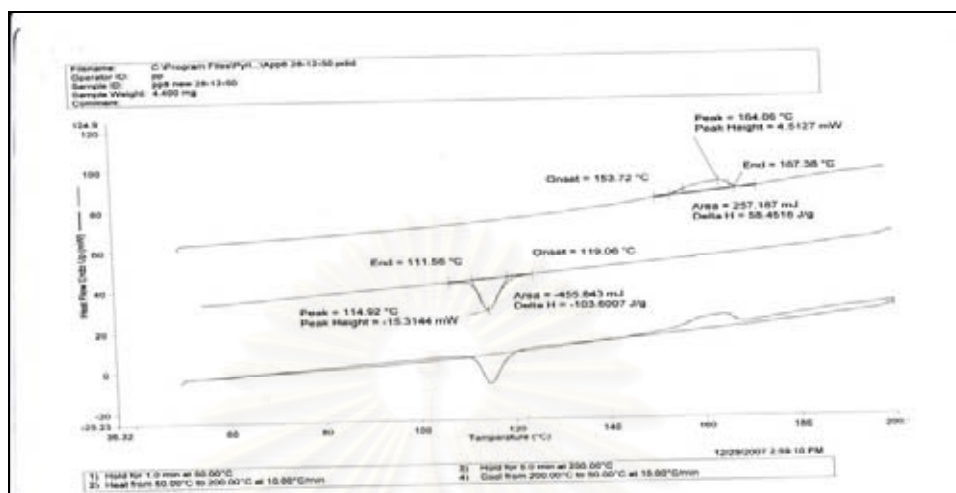
รูป ก.6 สูตร E6



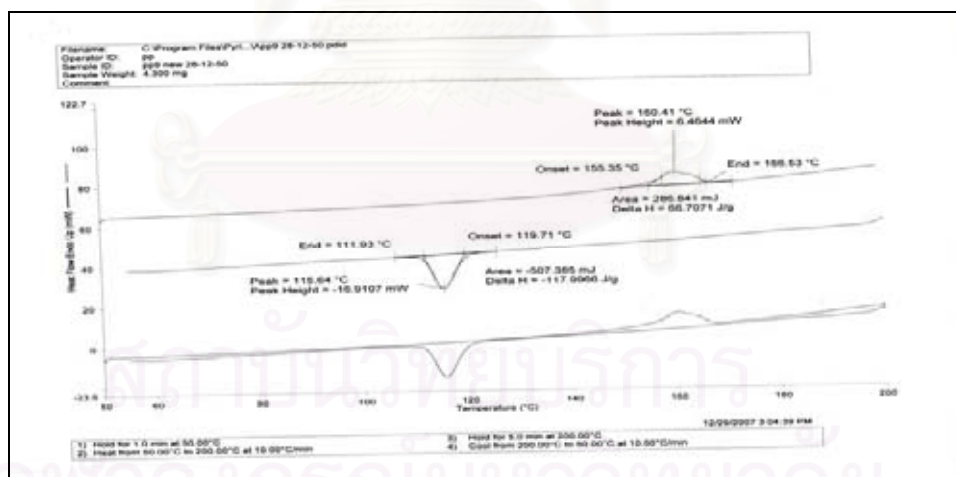
รูป ก.7 สูตร E7



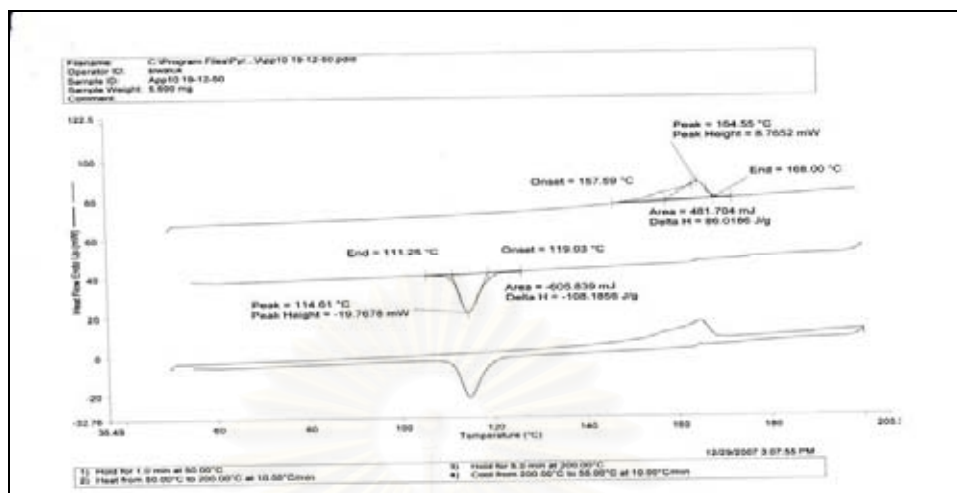
รูป ก.8 สูตร E8



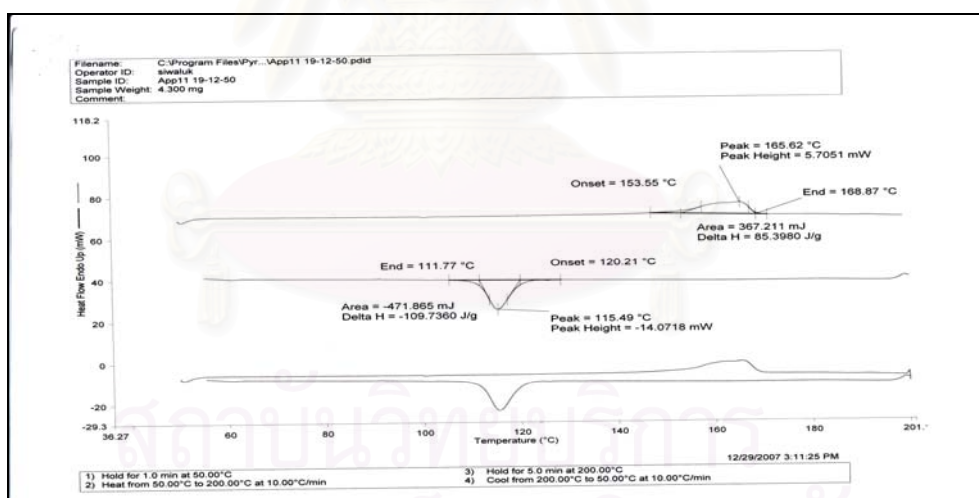
รูป ก.9 สูตร E9



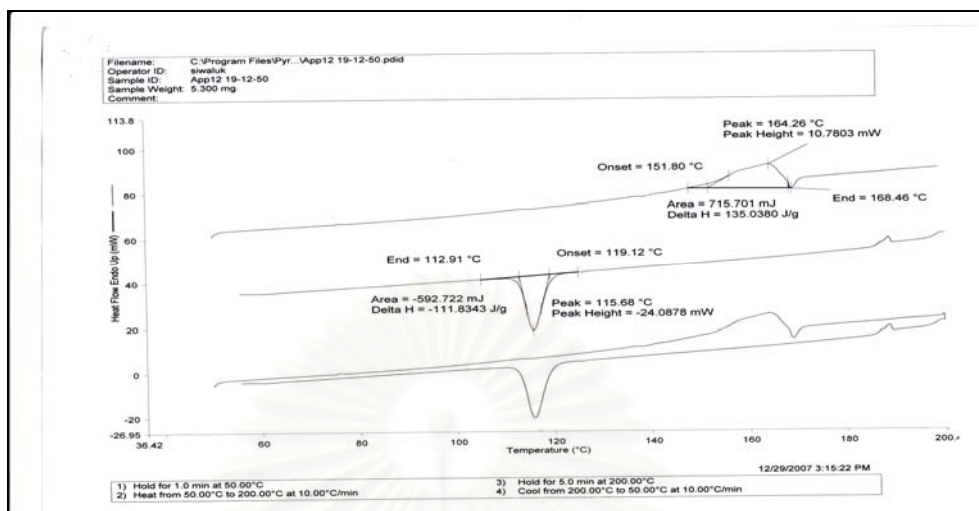
รูป ก.10 สูตร E10



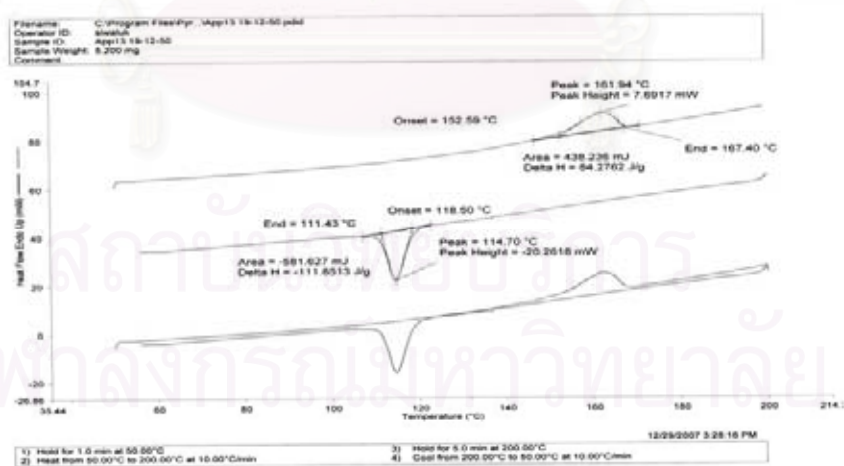
รูป ก.11 สูตร E11



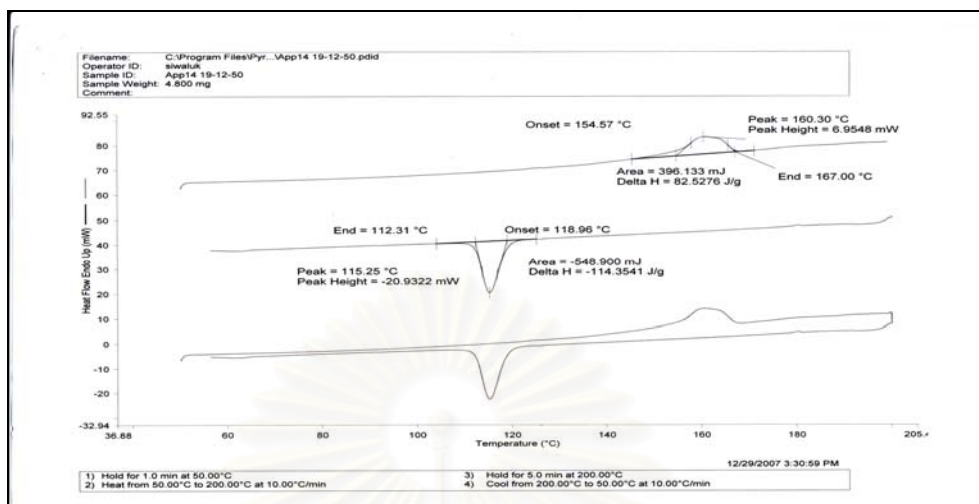
รูป ก.12 สูตร E12



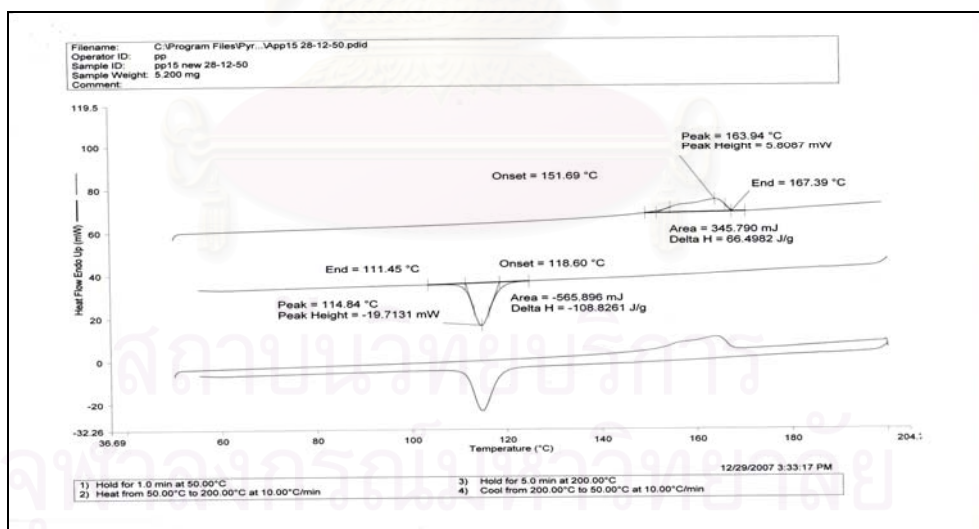
รูป ก.13 สูตร E13



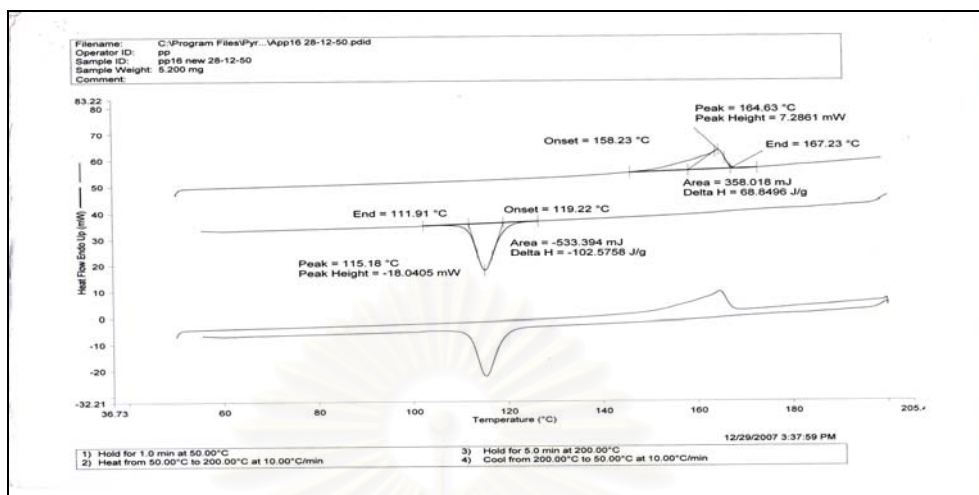
รูป ก.14 สูตร E14



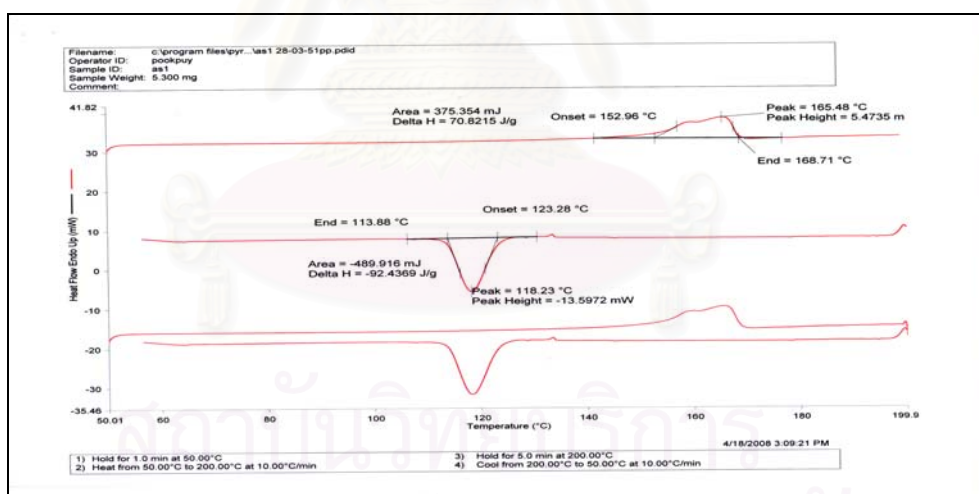
รูป ก.15 สูตร E15



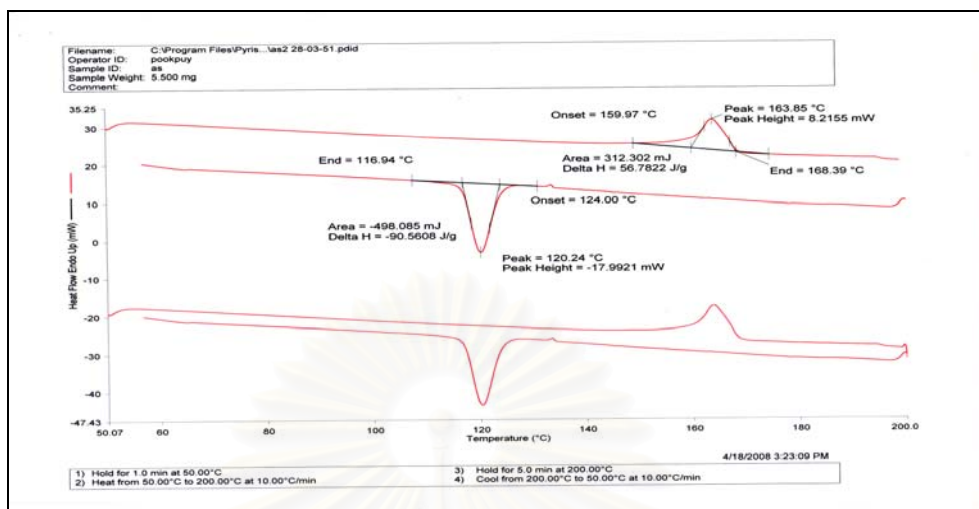
รูป ก.16 สูตร E16



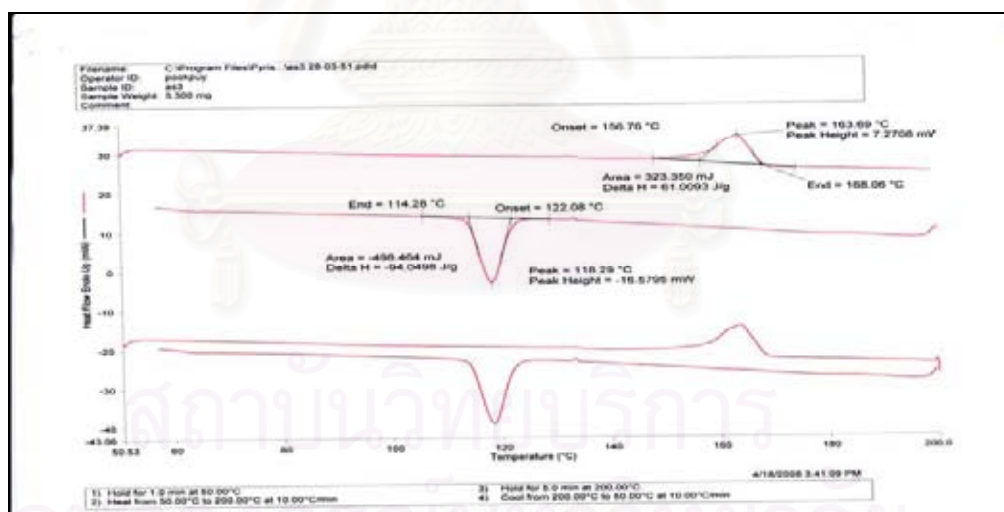
รูป ก.17 สูตร S1



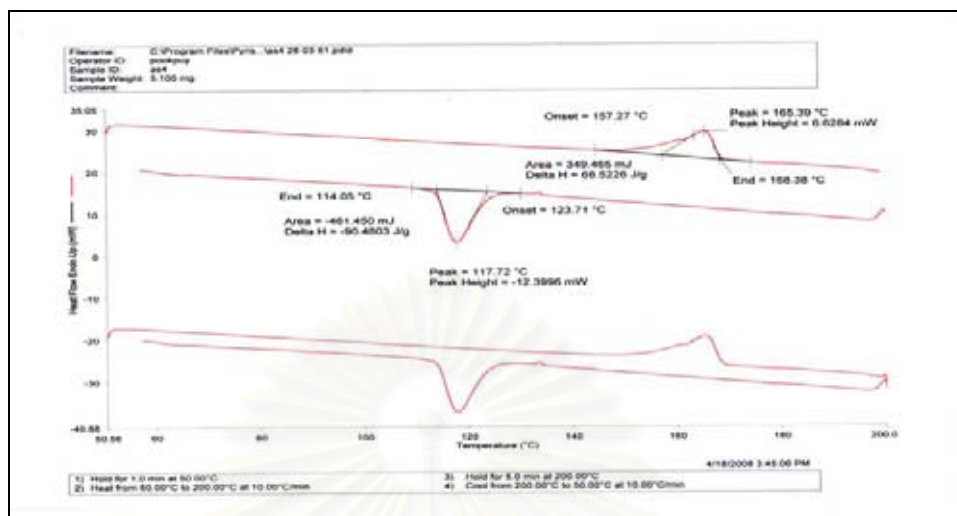
รูป ก.18 สูตร S2



รูป ก.19 สูตร S3



รูป ก.1 สูตร S4



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาว ศิวลักษณ์ จันท์คง เกิดวันที่ 9 กรกฎาคม 2526 ที่จังหวัด กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต วิชาเอกวิศวกรรมเคมีสิ่งทอ-การผลิตเส้นใยสังเคราะห์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ในปีการศึกษา 2548 หลังจากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อภาคต้นปีการศึกษา 2549 และสำเร็จการศึกษาในภาคปลายปีการศึกษา 2551 รวมระยะเวลาในการศึกษา 2 ปี



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย