



3.1 สารเคมีที่ใช้

1. เมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ (methyl methacrylate monomer, MMA) (Commercial grade, TMMA Co.,Ltd.)
2. โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulfate, SDS) (97% purity, Cognis, Bangkok, Thailand)
3. 2,2' เอโซไอโซบิวทิโรไนไตรล์ (2,2' azoisobutyronitrile, AIBN) (AR grade, Siam Chemical Industry Co., Ltd.)
4. ซิลิกา (ขนาดอนุภาค 15 นาโนเมตร) (Sigma-Aldrich, Missouri, USA)
5. γ -Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTMS) (Dow Corning, Michigan, USA)
6. น้ำกลั่น
7. เมทานอล (practical grade)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

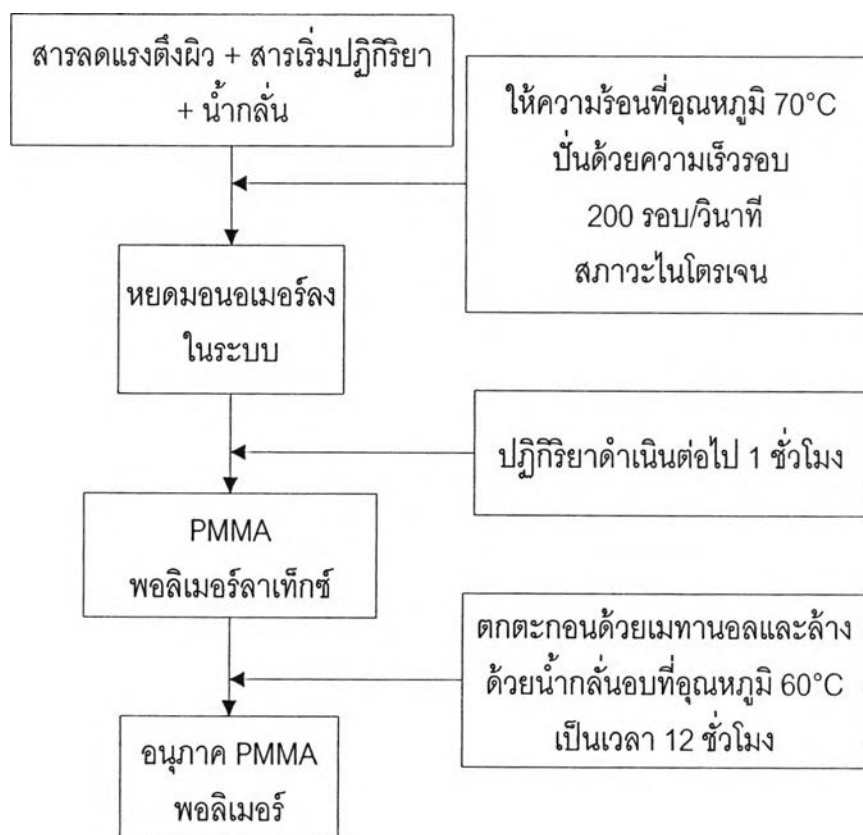
1. 500 cm³ Pyrex glass reactor (Aldrich, Canada)
2. Double jacket condenser
3. Dropping funnel
4. Stirring/temperature controlled digital hotplate
5. Magnetic stirrer
6. Dynamic light scattering analyzer (DLS) (Nano-series ZX) (ศูนย์วิจัยเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ)
7. Differential scanning calorimeter (DSC) (Perkin Elmer Diamond DSC)
8. Nuclear magnetic resonance (NMR) (Bruker Biospin DPX-300 NMR spectrometer) (ศูนย์วิจัยเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ)
9. Fourier transform infrared spectrophotometer (FTIR) (FT-IR model 1760)
10. Transmission electron microscope (TEM) (JEOL JEM-2100) (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

11. Scanning electron microscope (SEM) (JSM-6400)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การสังเคราะห์ PMMA ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโน

ขั้นตอนการสังเคราะห์ PMMA ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนด้วยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชันแสดงไว้ในรูปที่ 3.1

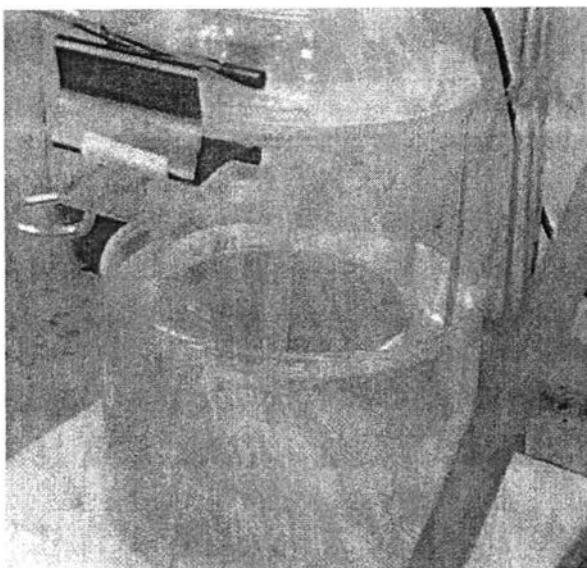


รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียม PMMA ด้วยวิธีการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

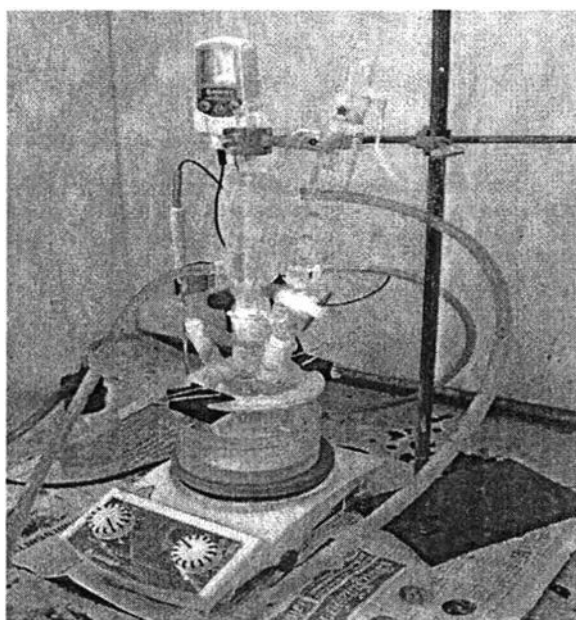
ตารางที่ 3.1 ส่วนผสมที่ใช้เตรียม PMMA ด้วยวิธีการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียล ไมโครอิมัลชัน

สารลดแรงตึงผิว (SDS) (กรัม)	มอนอเมอร์ (MMA) (มิลลิลิตร)	สารเริ่มปฏิกิริยา (AIBN) (กรัม)	น้ำกลั่น (มิลลิลิตร)
1.4	22.5	0.12	60
	22.5	0.15	60
	22.5	0.18	60
	22.5	0.24	60
	22.5	0.32	60
0.3	22.5	0.12	60
	22.5	0.15	60
	22.5	0.18	60
	22.5	0.24	60
	22.5	0.32	60

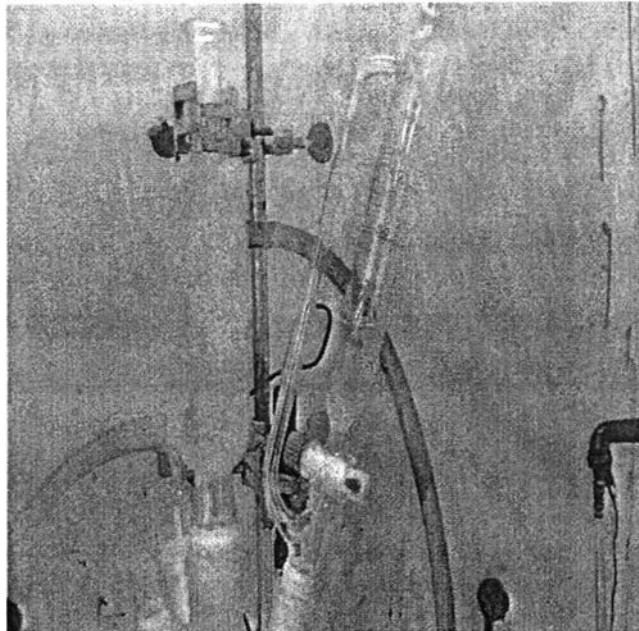
ในระบบเริ่มแรกประกอบด้วยสารลดแรงตึงผิว (SDS) สารเริ่มปฏิกิริยา (AIBN) และตัวกลาง (น้ำกลั่น) ผสมกันอยู่ใน glass reactor (รูปที่ 3.2) โดยการควบคุมอุณหภูมิด้วย hot plate (รูปที่ 3.3) พร้อมทั้งกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กความเร็ว 200 รอบ/นาที ภายใต้ภาวะของแก๊สไนโตรเจน เมื่ออุณหภูมิของระบบเท่ากับ 70 องศาเซลเซียส จึงเริ่มหยดมอนอเมอร์ (MMA) ลงไปในระบบด้วย dropping funnel (รูปที่ 3.4) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที แล้วปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินต่อไปอีกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์



รูปที่ 3.2 Glass reactor ที่ใช้สังเคราะห์ PMMA

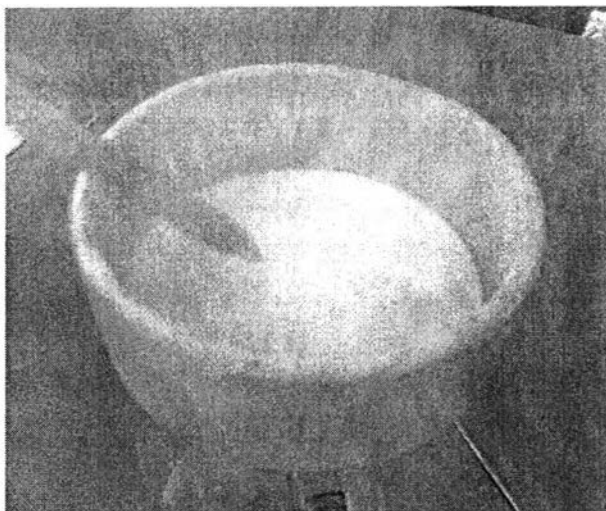


รูปที่ 3.3 การติดตั้ง glass reactor, condenser บน hot plate

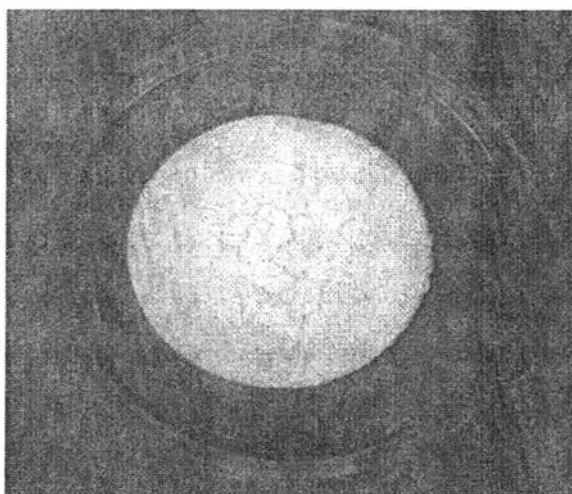


รูปที่ 3.4 การติดตั้ง dropping funnel เพื่อหยด MMA มอนอเมอร์

หลังสิ้นสุดปฏิกิริยาแล้วนำ glass reactor ที่บรรจุพอลิเมอร์ลาเท็กซ์ไปแช่ในน้ำเย็น เพื่อให้ อุณหภูมิต่ำลง แล้วจึงแยกอนุภาคพอลิเมอร์ออกมาเพื่อใช้ในการวิเคราะห์ต่อไป โดยนำไปทำให้ตก ตะกอนด้วยเมทานอลปริมาณมากเกินพอ แล้วกรองด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ (รูปที่ 3.5) และ ล้างสารลดแรงตึงผิว และโพลิโกเมอร์ด้วยน้ำกลั่นและเมทานอลจนหมด นำตะกอนที่แยกได้ (รูปที่ 3.6) ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง



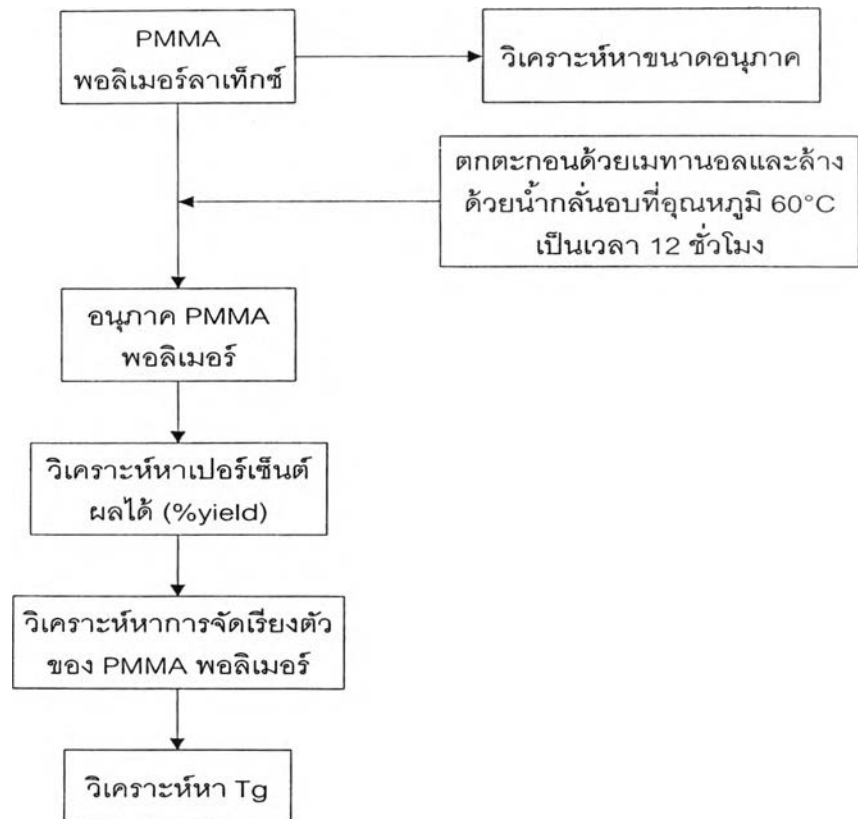
รูปที่ 3.5 การล้างและกรองอนุภาคของ PMMA ด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ



รูปที่ 3.6 PMMA ที่ได้จากการตกตะกอนและกรอง

3.3.2 การวิเคราะห์ PMMA

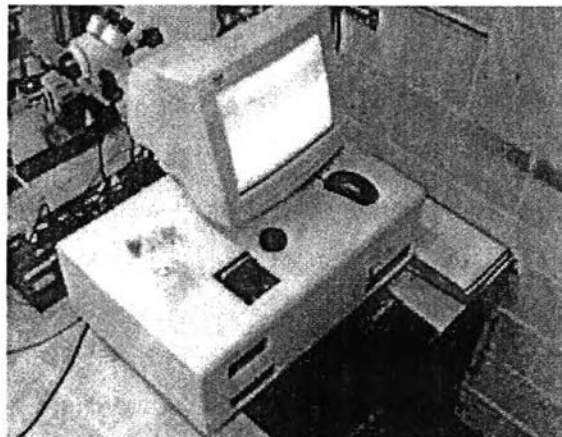
ขั้นตอนการวิเคราะห์อนุภาคของ PMMA ที่เตรียมได้ แสดงไว้ในรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 ขั้นตอนการวิเคราะห์อนุภาคของ PMMA ที่เตรียมได้

3.3.2.1 วิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาคของ PMMA

นำอนุภาคของ PMMA ที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์หา number-average diameter (D_n) และ intensity-average diameter (D_2) ด้วยเครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) Analyzer รุ่น Nano-series ZX (ศูนย์วิจัยเทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ) (รูปที่ 3.8) ซึ่งสามารถวิเคราะห์ขนาดและการกระจายขนาดอนุภาคระดับนาโนได้ในช่วง 0.6-6000 นาโนเมตร



รูปที่ 3.8 เครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) Analyzer

3.3.2.2 วิเคราะห์ร้อยละผลได้ (% yield)

ร้อยละผลได้ของ PMMA คำนวณได้จากสมการที่ 3.1

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

ร้อยละของแข็งหาได้จากสมการที่ 3.2

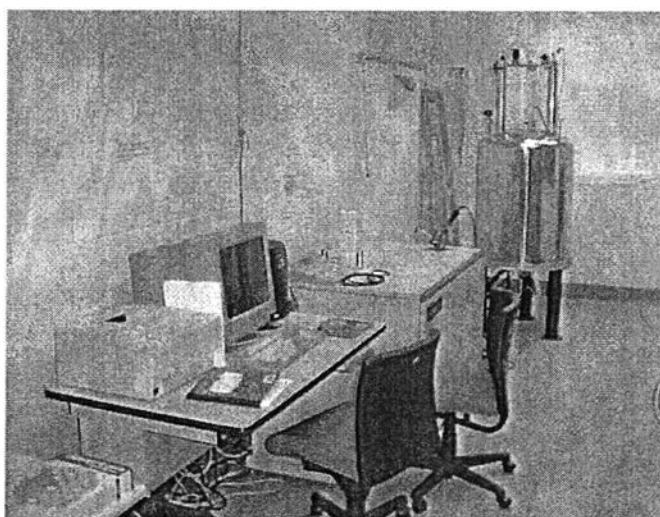
$$\text{ร้อยละของแข็ง (\% solid)} = \frac{\text{น้ำหนักแห้งของ PMMA พอลิเมอร์ (กรัม)}}{\text{น้ำหนักเปียกของ PMMA ลาเท็กซ์ (กรัม)}} \times 100 \quad (3.2)$$

ร้อยละน้ำหนักมอนอเมอร์ในระบบหาได้จากสมการที่ 3.3

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

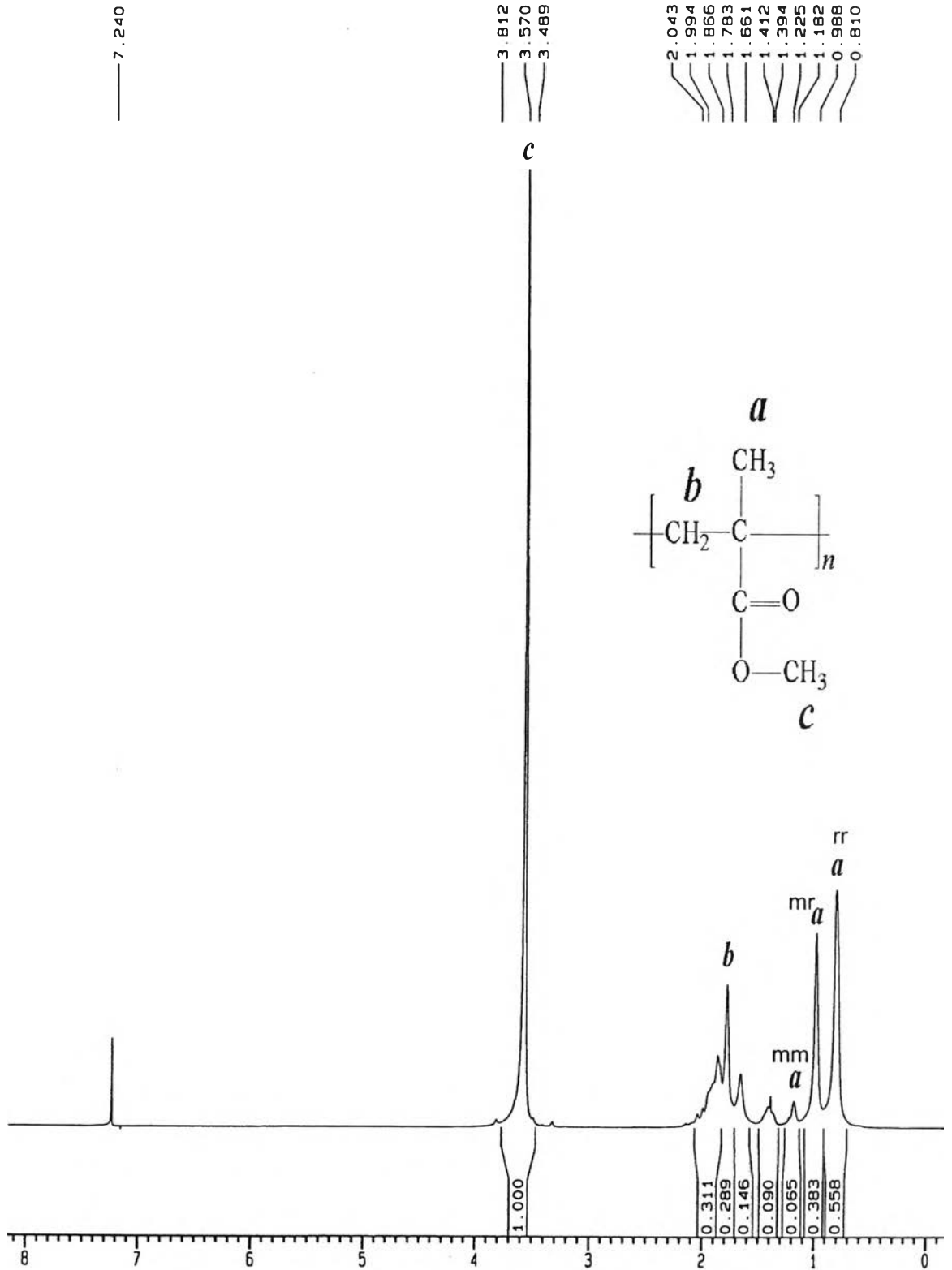
3.3.2.3 วิเคราะห์การจัดเรียงตัวของ PMMA

วิเคราะห์การจัดเรียงตัวของ PMMA ด้วยเครื่อง Nuclear Magnetic Resonance ($^1\text{H-NMR}$) รุ่น Bruker Biospin DPX-300 NMR spectrometer (รูปที่ 3.9) โดยทำการวิเคราะห์ที่ 300 MHz ด้วยสารละลาย CDCl_3 ที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.9 เครื่อง Nuclear Magnetic Resonance

แล้วจึงนำข้อมูลได้พีคที่แสดงลักษณะเฉพาะของการจัดเรียงตัวมาคำนวณหาร้อยละการ
จัดเรียงตัวด้วยเทคนิคที่เรียกว่าTriad determination [26]



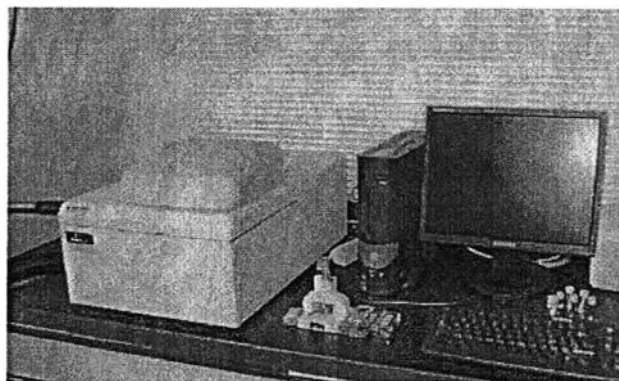
รูปที่ 3.10 แสดงตัวอย่าง ¹H-NMR สเปกตรัมของ PMMA ลาเท็กซ์

โดย rr คือ การจัดเรียงตัวแบบ syndotactic mr คือ การจัดเรียงตัวแบบ heterotactic และ mm คือ การจัดเรียงตัวแบบ isotactic ซึ่งมีสูตรการคำนวณร้อยละการจัดเรียงตัวดังนี้

$$\text{ร้อยละการจัดเรียงตัว} = \frac{rr, mr \text{ หรือ } mm}{rr + mr + mm} \times 100 \quad (3.4)$$

3.3.2.4 วิเคราะห์หาอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (T_g) ของ PMMA

วิเคราะห์หาอุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (T_g) ของ PMMA ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) รุ่น Perkin Elmer Diamond DSC (รูปที่ 3.10) โดยใช้สารตัวอย่าง 10 มิลลิกรัม อัตราเร็วในการให้ความร้อน $20^\circ\text{C min}^{-1}$ เริ่มสแกนจากอุณหภูมิ 50-180 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.11 เครื่อง Differential Scanning Calorimeter

3.3.3 การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิตผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

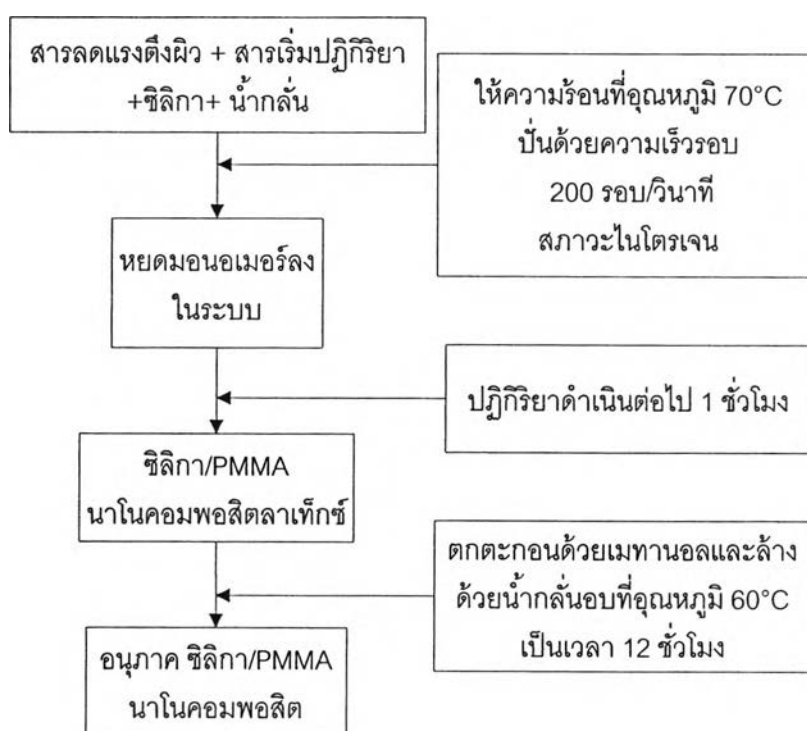
3.3.3.1 การปรับปรุงผิวของอนุภาคนาโนซิลิกาด้วยสารคู่ควบซิเลน

เตรียมสารละลายของกรดแอสติกให้มี pH เท่ากับ 4.5 แล้วเติมสารละลายเจือจางของสารคู่ควบซิเลน (ความเข้มข้น 0.5%) ในสารละลายกรดแอสติกที่เตรียมได้ โดยกวนส่วนผสมไปพร้อมๆ กัน เมื่อเติมสารละลายเจือจางของสารคู่ควบซิเลนจนหมด ทำการกวนส่วนผสมต่อไปอีก 30 นาที จนได้สารละลายใสเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นจึงเติมอนุภาคนาโนซิลิกา (15 นาโนเมตร) ในส่วนผสม

แล้วกววนต่ออีก 30 นาที นำส่วนผสมที่ได้ทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3.3.3.2 การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต

ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต ผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชันแสดงไว้ในรูปที่ 3.11



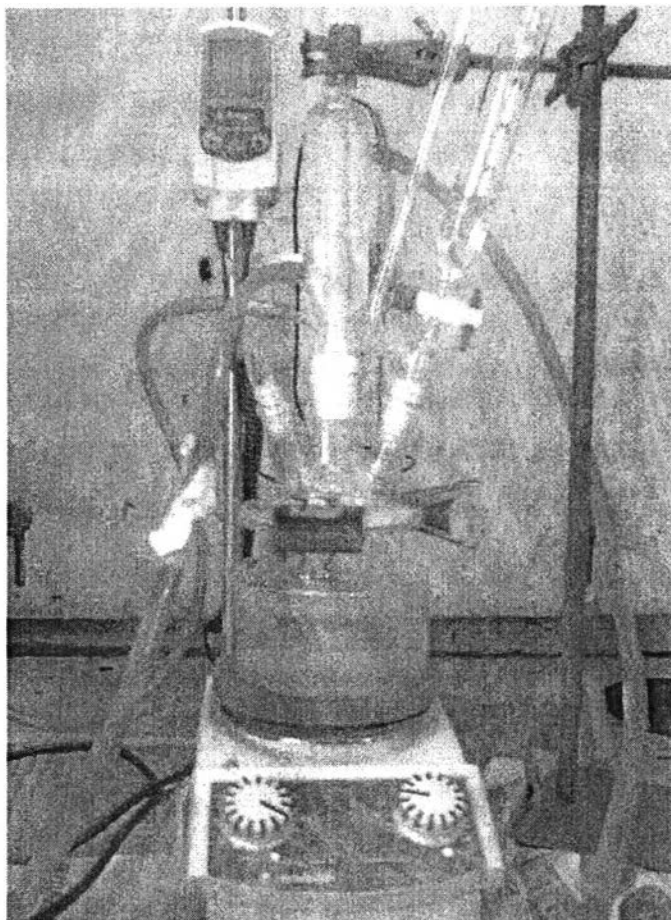
รูปที่ 3.12 ขั้นตอนการเตรียมอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต

ตารางที่ 3.2 แสดงส่วนผสมที่ใช้สังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต ผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

ตารางที่ 3.2 ส่วนผสมที่ใช้สังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต

MMA (มิลลิลิตร)	SDS (กรัม)	AIBN (กรัม)	Pre-treated silica (กรัม)	น้ำกลั่น (มิลลิลิตร)
22.5	1.4	0.15	0.175	60
22.5	1.4	0.15	2.250	60
22.5	1.4	0.15	4.500	60
22.5	1.4	0.15	6.750	60
22.5	1.4	0.15	11.250	60

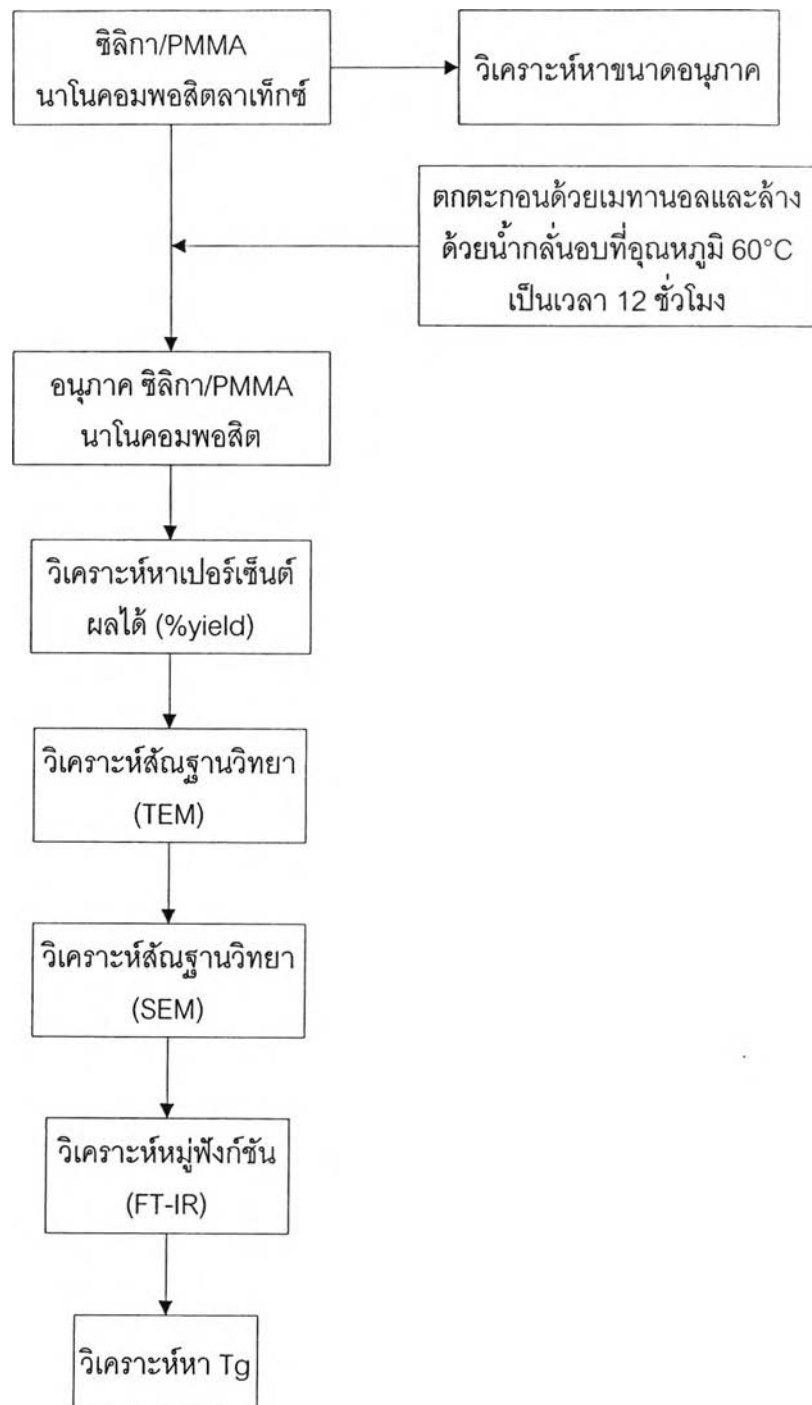
ขั้นตอนการเตรียมอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต เริ่มจากนำอนุภาคระดับนาโนของซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบซิลเลน (MPTMS) สารลดแรงตึงผิว (SDS) และ สารเริ่มปฏิกิริยา (AIBN) ใส่ลงใน glass reactor โดยใช้ปริมาณตามสูตรที่กำหนดในตารางที่ 3.2 จากนั้นเติมน้ำกลั่นและให้ความร้อนภายใต้การกวนอย่างต่อเนื่องและสม่ำเสมอที่อัตราเร็วในการหมุนของแท่งแม่เหล็ก 150 รอบต่อนาที แล้วจ่ายแก๊สไนโตรเจนผ่านหลอดนำแก๊สเข้าสู่เครื่องปฏิกรณ์ (รูปที่ 3.13) และเมื่ออุณหภูมิสูงถึง 70 องศาเซลเซียส จึงเริ่มทำการหยด MMA ที่ละหยดเล็กๆ อย่างสม่ำเสมอโดยใช้ dropping funnel เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที จนหมด จากนั้นให้คงปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ต่ออีก 1 ชั่วโมง เพื่อให้ MMA เปลี่ยนเป็น PMMA ได้อย่างสมบูรณ์ ก่อนทำการหล่อเย็นที่อุณหภูมิต่ำ



รูปที่ 3.13 การติดตั้งอุปกรณ์ที่ใช้สังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA

3.3.4 การวิเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/พอลิเมทิลเมทาครีเลต คอมพอสิต

ขั้นตอนการวิเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต แสดงไว้ในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 ขั้นตอนการวิเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต

3.3.4.1 ขนาดและการกระจายขนาดของอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต

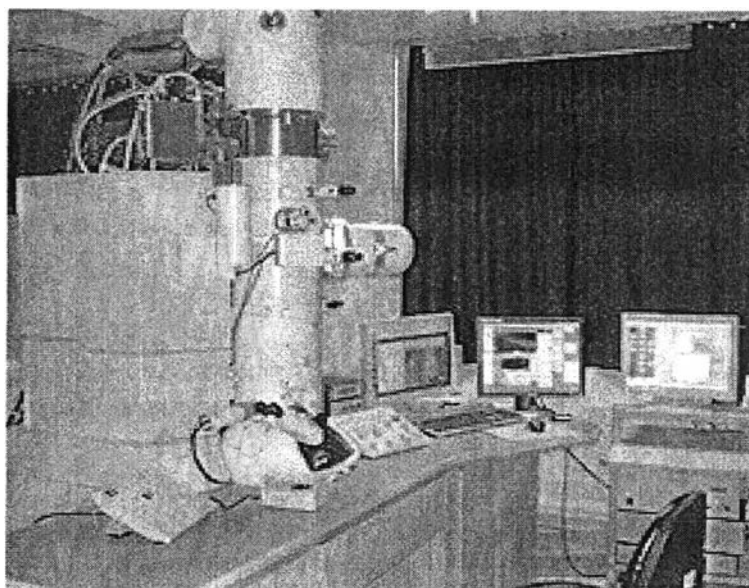
วิเคราะห์ number-average diameter และ intensity-average diameter ของอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) Analyzer เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2.1

3.3.4.2 วิเคราะห์ร้อยละผลได้ (% yield)

วิธีคำนวณหาร้อยละผลได้ทำเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2.2

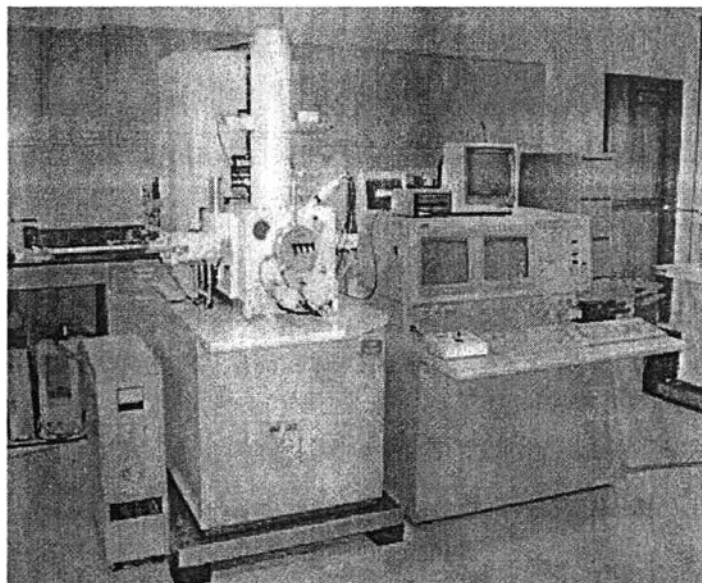
3.3.4.3 วิเคราะห์สัณฐานวิทยาของอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต

วิเคราะห์สัณฐานของอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต ด้วยเครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM) รุ่น JEOL JEM-2100 (รูปที่ 3.15) ซึ่งดำเนินการที่ 80 kV โดยทำการเจือจาง PMMA ลาเท็กซ์ด้วยน้ำกลั่นจนมีความเข้มข้นประมาณ 0.1-0.5 wt% ก่อนวางตัวอย่างลงบนคอปเปอร์กริด



รูปที่ 3.15 เครื่อง Transmission Electron Microscope

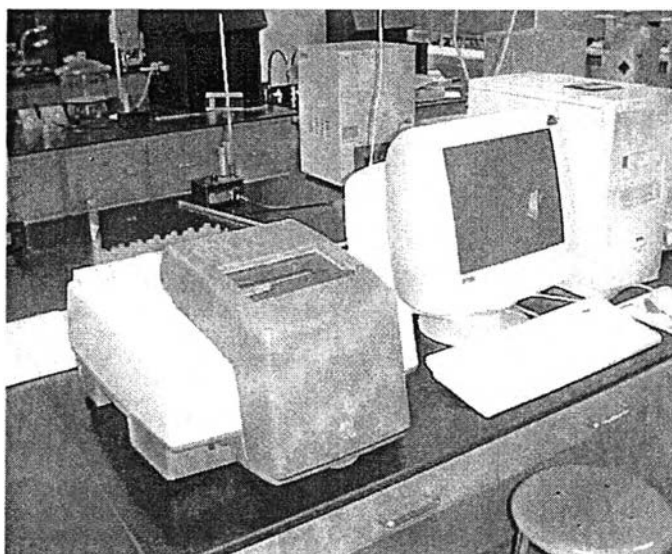
วิเคราะห์พื้นผิวของอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) รุ่น JEOL JSM-5410LV (รูปที่ 3.16) ซึ่งดำเนินการที่ 15 kV โดยเคลือบตัวอย่างด้วยทองคำก่อนส่องด้วยกล้อง



รูปที่ 3.16 เครื่อง Scanning Electron Microscope

3.3.4.4 วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนผิวหน้าของอนุภาคนาโนซิลิกา

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันบนผิวหน้าของอนุภาคนาโนซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบซิลีนและเคลือบด้วย PMMA แล้วด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR) รุ่น FT-IR model 1760 (รูปที่ 3.17)



รูปที่ 3.17 เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer

3.3.4.5 วิเคราะห์หาอุณหภูมิกลาสแทรนซิชันของอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต

วิเคราะห์หาอุณหภูมิกลาสแทรนซิชันของอนุภาคระดับนาโนของซิลิกา/PMMA คอมพอสิต ที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimetry (DSC) รุ่น Perkin Elmer Diamond DSC โดยใช้สารตัวอย่าง 10 มิลลิกรัม อัตราเร็วในการให้ความร้อน $20^{\circ}\text{C min}^{-1}$ เริ่มสแกนจากอุณหภูมิ 50-180 องศาเซลเซียส