



## บทที่ 2

### เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 ข้อมูลเบื้องต้น

นาโนคอมพอสิต (nanocomposite) ของซิลิกา/พอลิเมอร์ได้ถูกนำไปประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวาง เช่น เป็นวัสดุเสริมแรงในวัสดุพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต (polymer nanocomposite materials) ตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) หรือตัวนำพายา (drug carrier) การเตรียมนาโนคอมพอสิตเหล่านี้มีความสำคัญอย่างยิ่งในด้านนาโนเทคโนโลยี หลักการสำคัญในการเตรียมอนุภาคนาโนคอมพอสิตดังกล่าว คือ การห่อหุ้ม (encapsulation) หรือการกราฟต์ (grafting) พอลิเมอร์บนผิวของอนุภาคนาโนซิลิกา [4] ซึ่งการห่อหุ้มมีทั้งทางกายภาพ (physical) หรือทางเคมี (chemical) ขึ้นกับว่ามีพันธะทางเคมีบนพื้นผิวหรือไม่ (ระหว่างอนุภาคอนินทรีย์ระดับนาโนและพอลิเมอร์) โดยการห่อหุ้มทางกายภาพอาจกระทำโดยการผสมอนุภาคอนินทรีย์ระดับนาโนกับพอลิเมอร์ หรือใส่อนุภาคอนินทรีย์ระดับนาโนในมอนอเมอร์ตามด้วยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบ *in situ* การมีแรงดึงดูดอย่างอ่อนระหว่างอนุภาคอนินทรีย์และพอลิเมอร์เนื่องจากปฏิกิริยาพันธะโคเวเลนต์ ส่วนการห่อหุ้มทางเคมีนั้นจะมีแรงดึงดูดระหว่างผิวที่แข็งแรงเนื่องจากจะมีพันธะโคเวเลนต์เกิดขึ้น ซึ่งรู้จักในชื่อของการเกิดไฮบริไดเซชัน (hybridization) มีได้ 2 รูปแบบ คือ การดัดแปรอนุภาคอนินทรีย์ระดับนาโนด้วยสารคู่ควบ (coupling agent) หรือทำหน้าที่เป็นโคมอนอเมอร์ที่มีพันธะคู่สำหรับการเกิดพอลิเมอร์กับไวนิลมอนอเมอร์ อีกรูปแบบอาจทำโดยการเตรียมผิวของอนุภาคอนินทรีย์ระดับนาโนด้วยสารประกอบที่มีหมู่เริ่มปฏิกิริยา ซึ่งเปรียบเหมือนสารเริ่มปฏิกิริยาระดับแมโคร (macroinitiator) สำหรับการเกิดพอลิเมอร์ของไวนิลมอนอเมอร์ [5]

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ที่จะเตรียมอนุภาคซิลิกา/พอลิไตรีนนาโนคอมพอสิตให้มีขนาดต่ำกว่า 50 นาโนเมตร เนื่องจากพอลิไตรีนเป็นพอลิเมอร์ทางการค้าที่มีราคาถูก มีการใช้งานอย่างกว้างขวางและสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานต่างๆ ได้มากมาย ปัจจุบันการสังเคราะห์พอลิไตรีนที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเป็นสิ่งที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างยิ่งในการพัฒนาด้านพอลิเมอร์นาโนเทคโนโลยี ซึ่งการเตรียมอนุภาคซิลิกา/พอลิไตรีนนาโนคอมพอสิตโดยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชันไม่สามารถเตรียมให้มีขนาดอนุภาคระดับต่ำกว่า 50 นาโน

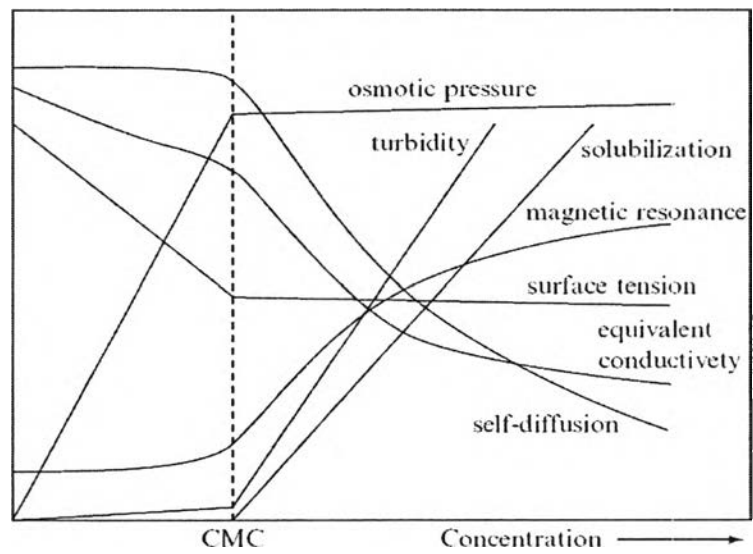
ระบบที่สามารถสังเคราะห์พอลิस्टาไทรีนให้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 50 นาโนเมตร คือ กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน ซึ่งเป็นระบบที่สามารถเตรียมคอลลอยด์พอลิเมอร์ให้กระจายในเฟสของเหลว ซึ่งเทคนิคการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันจำเป็นต้องใช้สารลดแรงตึงผิวในปริมาณที่ค่อนข้างสูง โดยสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ นอกจากมีราคาแพง ยังส่งผลให้สมบัติบางอย่างของพอลิเมอร์ที่ได้ต่ำลง ยากต่อการลดขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ และก่อให้เกิดปัญหาในการกำจัดสารลดแรงตึงผิวออกจากระบบอีกด้วย

ดังนั้น จึงได้มีการพัฒนากระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันเป็นกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน โดย Gwangwei และคณะ [2] ซึ่งเป็นนักวิจัยกลุ่มแรกที่รายงานการใช้เทคนิคการเกิดพอลิเมอร์แบบนี้ โดยสามารถลดปริมาณการใช้สารลดแรงตึงผิว และสามารถรักษาขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์ให้อยู่ในช่วง 15 นาโนเมตร และกลไกการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์เป็นแบบ homogeneous nucleation [7-8] การเกิดพอลิเมอร์แบบนี้ใช้เทคนิคการหยดมอนอเมอร์สู่ระบบที่ละลายด้วยระยะเวลาอันสั้น (differential monomer feeding) ทำให้สามารถจำกัดการเติบโตของอนุภาคพอลิเมอร์ได้ และยังใช้สารลดแรงตึงผิวในปริมาณที่น้อยกว่ามาก นอกจากนี้ การเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชันยังสามารถรักษาอัตราส่วนระหว่างสารลดแรงตึงผิวต่อมอนอเมอร์ให้สูงได้เป็นระยะเวลานาน จึงทำให้เกิดอนุภาคพอลิเมอร์ที่ได้มีขนาดเล็กและมีค่าร้อยละของพอลิเมอร์มากกว่าการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน

## 2.2 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization) [9]

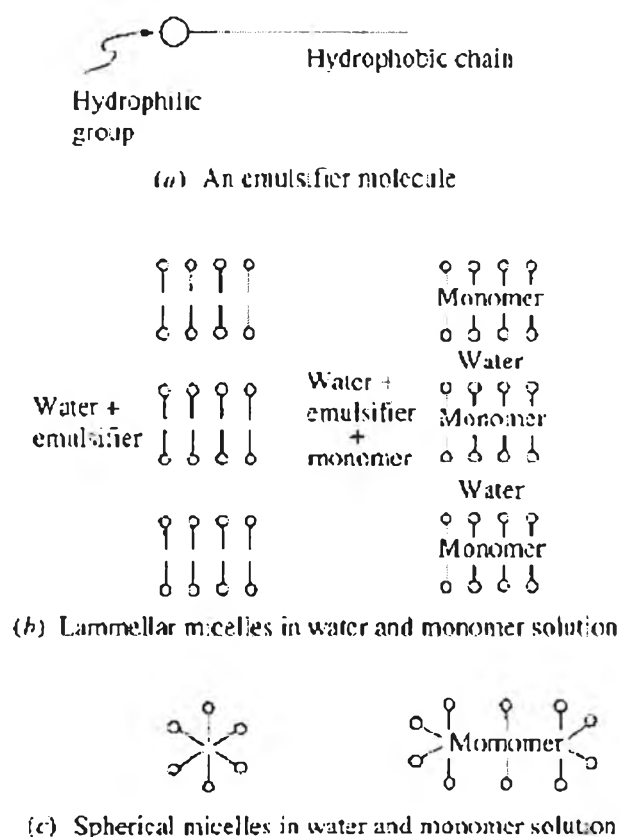
กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชันถูกใช้ครั้งแรกในระหว่างสงครามโลกครั้งที่ 2 เพื่อใช้ผลิตยางสังเคราะห์ คือ ยางสไตรีนบิวตะไดอีน (styrene butadiene rubber, SBR) ปัจจุบันยังเป็นกระบวนการหลักในการเตรียมพอลิเมอร์ที่สำคัญเชิงพาณิชย์ เช่น พอลิไวนิลคลอไรด์ [poly(vinyl chloride), PVC] พอลิไวนิลแอสีเตต [poly(vinyl acetate), PVAc] และพอลิคลอโรพรีน (polychloroprene) เป็นต้น โดยพอลิเมอร์อิมัลชันหรือลาเทกซ์ (latex) ที่เตรียมได้สามารถนำไปใช้งานได้โดยตรง เช่น สี กาว สารเคลือบผิว และน้ำยาขัดพื้น เป็นต้น ในระบบของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชันประกอบด้วยมอนอเมอร์ที่ไม่ละลายน้ำ (water-insoluble

monomer) (เช่น บิวตะไดอิน, สไตรีน, อะคริโลไนไตรล์, ไวนิลแอซีเตต และไวนิลคลอไรด์) ตัวกลาง (ส่วนใหญ่ใช้น้ำ) สารลดแรงตึงผิว (surfactant) และสารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายในน้ำ (water soluble initiator) (เช่น โซเดียมเปอร์ซัลเฟต, NaPS) หรือสารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายในน้ำมัน (oil-soluble initiator) (เช่น 2,2'-อะโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรล์, AIBN) ซึ่งสารลดแรงตึงผิวมีบทบาทสำคัญมากในกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนหัวที่ชอบน้ำ (hydrophilic head) และส่วนหางซึ่งเป็นสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนยาวที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic tail) สารลดแรงตึงผิวที่ใช้ส่วนใหญ่เป็นชนิดแอนไอออนิก (anionic surfactants) (เช่น โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต, SDS) เมื่อละลายสารลดแรงตึงผิวในน้ำ สมบัติทางกายภาพของสารละลายที่ได้ เช่น ความดันออสโมติก (osmotic pressure) สภาพการนำ (conductivity) ความหนืดสัมพัทธ์ (relative viscosity) และแรงตึงผิว (surface tension) จะเปลี่ยนแปลงไปจากสมบัติเดิมของน้ำ โดยรูปที่ 2.1 แสดงการเปลี่ยนแปลงตามความเข้มข้นเชิงโมลาร์ของสารลดแรงตึงผิวที่ละลายอยู่ในน้ำ พบว่า ที่ระดับความเข้มข้นหนึ่งจะมีการเปลี่ยนแปลงความชันของสมบัติต่างๆ อย่างทันทีทันใด ซึ่งความเข้มข้นนี้ เรียกว่า ความเข้มข้นไมเซลล์วิกฤต (critical micelle concentration, CMC)



รูปที่ 2.1 ค่า CMC และสมบัติทางกายภาพของสารละลายสารลดแรงตึงผิว [10]

เมื่อใส่สารลดแรงตึงผิวเล็กน้อยในน้ำ โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะกระจายไปทั่วอย่างอิสระ และเมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้นสูงกว่า critical micelle concentration (CMC) (CMC หมายถึง ความเข้มข้นต่ำสุดของสารลดแรงตึงผิวซึ่งอยู่ในรูปไมเซลล์) โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะรวมตัวกันในลักษณะเป็นกลุ่มคอลลอยด์เล็กๆ เรียกว่า ไมเซลล์ (micelles) โดยค่า CMC ของสารลดแรงตึงผิวส่วนใหญ่อยู่ระหว่าง 0.001-0.1 โมล/ลิตร และรูปแบบของไมเซลล์แสดงไว้ในรูปที่ 2.2



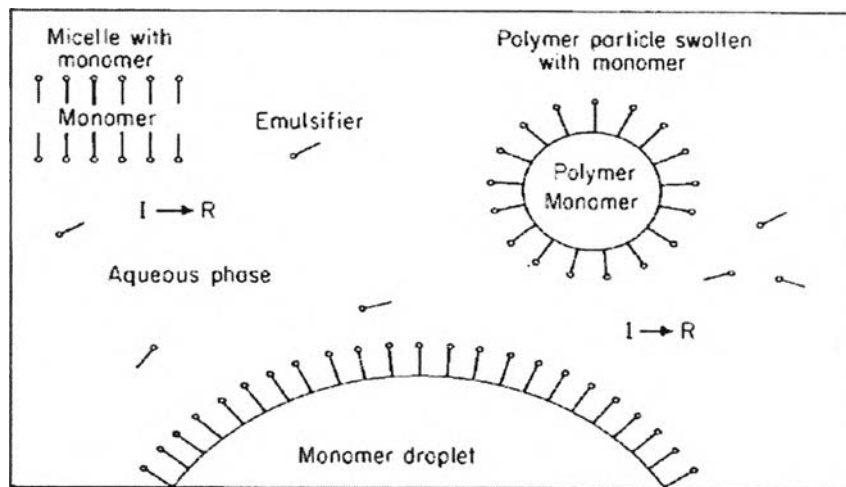
รูปที่ 2.2 การเกิดไมเซลล์ในกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน [11]

ไมเซลล์ทั่วไปมีขนาด 2-10 นาโนเมตร ซึ่งประกอบด้วยสารลดแรงตึงผิว 50-150 โมเลกุล โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวที่จัดตัวในรูปไมเซลล์อยู่ในลักษณะที่หันปลายไม่ชอบน้ำเข้าด้านในของไมเซลล์และหันปลายไอออนิกออกทางตัวกลางที่เป็นน้ำ

เมื่อเติมมอนอเมอร์ที่มีความสามารถในการละลายน้ำต่ำ (ความสามารถในการละลายน้ำของมอนอเมอร์รวบรวมไว้ในตารางที่ 2.1) เข้าสู่ระบบ มอนอเมอร์บางส่วนจะละลายในไมเซลล์ ทำ

1. วิกฤตของน้ำที่มีสารลดแรงตึงผิวและมอนอเมอร์ละลายอยู่เล็กน้อย
2. หยดมอนอเมอร์ที่อยู่ค่อนข้างเสถียร
3. ไมเซลล์ที่อิมิตัวด้วยมอนอเมอร์ ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าหยดมอนอเมอร์มาก แต่มี

จำนวนมากกว่ามาก องค์ประกอบของระบบแสดงไว้ในรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 องค์ประกอบของระบบอิมัลชัน [12]

ตารางที่ 2.1 ความสามารถในการละลายน้ำของมอนอเมอร์ [9]

มอนอเมอร์	ความสามารถในการละลาย (wt%)	อุณหภูมิ (°C)
Styrene	0.0382	50
Butadiene	0.082	25
Methyl methacrylate	2	30
Acrylonitrile	7.4	25
Vinyl acetate	2.4	20
Vinyl chloride	0.11	25

เมื่อเติมสารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายน้ำได้เข้าสู่ระบบ ฟรีเรดิคัลที่เกิดจากการแตกตัวของสารเริ่มปฏิกิริยาจะสามารถทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ในระบบได้ทั้ง 3 ภูมิภาค ภายในระบบ คือ

1. มอนอเมอร์ที่ละลายในน้ำ
2. หยดมอนอเมอร์ (โดยการแพร่)
3. ไมเซลล์ที่อิมัลชันด้วยมอนอเมอร์ (โดยการแพร่)

เนื่องจากในสารละลายส่วนที่เป็นน้ำจะมีความเข้มข้นของมอนอเมอร์ต่ำมาก จึงอาจกล่าวได้ว่าไม่มีปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ในน้ำ ดังนั้น จึงเหลือเพียง 2 ภูมิภาค เท่านั้นที่จะเกิดปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ คือ ในไมเซลล์ และในหยดมอนอเมอร์ จากการคำนวณพบว่าจำนวนไมเซลล์จะมีประมาณ  $10^{18}$  ไมเซลล์ต่อตารางเซนติเมตร หรือเท่ากับพื้นที่ผิว 50-100 ตารางเมตร หรือประมาณ 10-1000 เท่าของพื้นที่ผิวทั้งหมดของหยดมอนอเมอร์ จากอัตราการแพร่ของฟรีเรดิคัลซึ่งแปรผันโดยตรงกับพื้นที่ผิว ฟรีเรดิคัลทั้งหมดที่เกิดขึ้นจึงแพร่เข้าสู่ไมเซลล์ทำให้ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ทั้งหมดเกิดขึ้นภายในไมเซลล์ นอกจากนี้ จากการคำนวณพบว่าไม่มีการเกิดพอลิเมอร์ในหยดมอนอเมอร์เลย

เมื่อฟรีเรดิคัลแพร่เข้าไปในไมเซลล์กระบวนการเริ่มปฏิกิริยาและการขยายขนาดจะเกิดขึ้นทันที ซึ่งในขณะเดียวกันจะมีการป้อนมอนอเมอร์จากแหล่งอื่นๆ คือ จากหยดมอนอเมอร์และมอนอเมอร์ที่ละลายในน้ำเข้าสู่ไมเซลล์นี้ ขนาดของไมเซลล์จะขยายใหญ่ขึ้นควบคู่ไปกับการขยายขนาดของพอลิเมอร์ (ซึ่งขณะนี้เรียกว่าอนุภาคมอนอเมอร์-พอลิเมอร์) จึงจำเป็นต้องมีโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มเข้ามาเพื่อคงความเสถียรของไมเซลล์ ซึ่งทำโดยดึงจากไมเซลล์อื่นๆ ที่ไม่ได้มีปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ การขยายขนาดจะดำเนินต่อไปเรื่อยๆ ในอนุภาคมอนอเมอร์-พอลิเมอร์ จนกว่าฟรีเรดิคัลอื่นจะแพร่เข้าไปยังอนุภาคนั้นเพื่อดำเนินขั้นตอนสิ้นสุดปฏิกิริยาแบบรวมตัว หรือฟรีเรดิคัลของพอลิเมอร์ที่กำลังขยายขนาดเกิดการสิ้นสุดปฏิกิริยาแบบถ่ายทอดสู่มอนอเมอร์อื่น และแพร่ออกจากอนุภาคนั้น

ข้อดีของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน คือ

1. ความหนืดต่ำตลอดปฏิกิริยา
2. การควบคุมอุณหภูมิของปฏิกิริยาทำได้ง่าย
3. พอลิเมอร์ที่ได้อยู่ในรูปของอิมัลชันหรือลาเท็กซ์ สามารถนำไปใช้ได้ทันทีโดยไม่ต้องนำไปผ่านกระบวนการตกตะกอน

4. ได้ร้อยละของการเปลี่ยนแปลงเป็นพอลิเมอร์ (%conversion) สูง
5. อัตราการเกิดปฏิกิริยาเร็วมาก โดยพอลิเมอร์ที่ได้มีน้ำหนักโมเลกุลสูง และมี

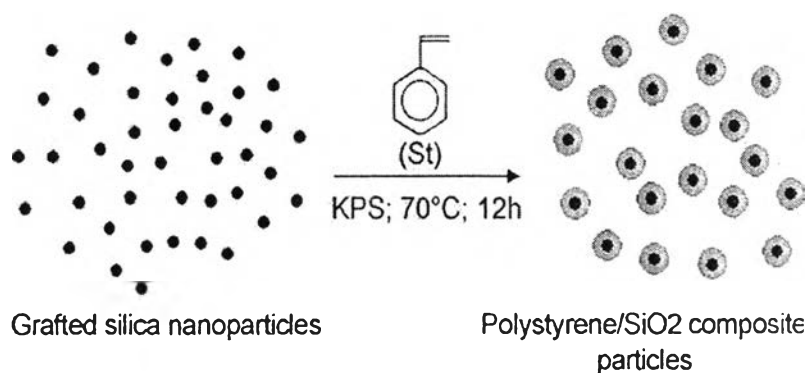
การกระจายขนาดอนุภาคที่แคบ

ข้อเสียของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน คือ

1. การกำจัดสารลดแรงตึงผิวออกจากพอลิเมอร์อิมัลชันทำได้ยาก
2. ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์มีขนาดใหญ่ (มากกว่า 100 นาโนเมตร)

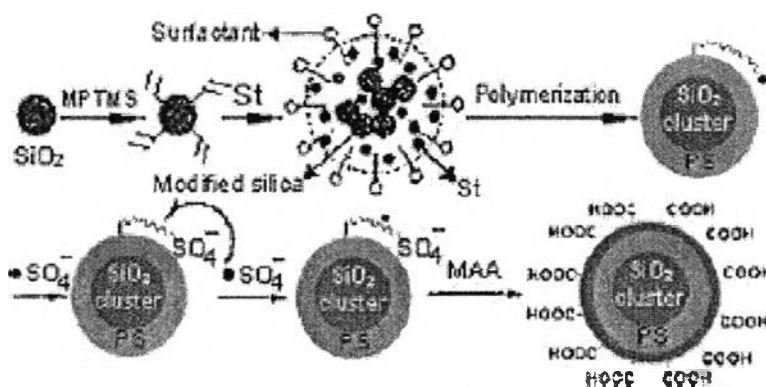
### 2.3 การสังเคราะห์อนุภาคคอปินทรีย์/พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน

Ding และคณะ [1] ได้ทดลองห่อหุ้มซิลิกาที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนด้วยพอลิสไตรีน โดยทำการตัดแปรพื้นผิวของอนุภาคซิลิกาด้วยกรดโอเลอิก (oleic acid) ซึ่งกรดโอเลอิกสามารถสร้างพันธะกับหมู่ซิลานอล (silanol groups) บนผิวของอนุภาคซิลิกาด้วยพันธะไฮโดรเจน ส่วนพันธะ C=C ของกรดโอเลอิกสามารถเกิดพอลิเมอร์ร่วมกับสไตรีนมอนอเมอร์ ซึ่งการมีกรดโอเลอิกบนผิวของซิลิกาที่ถูกตัดแปรสามารถศึกษาได้ด้วยเทคนิค FTIR เมื่อนำซิลิกาที่ถูกตัดแปรไปทำให้กระจายตัวในสารละลายที่มีสไตรีนมอนอเมอร์ สารลดแรงตึงผิว และสารเริ่มปฏิกิริยาผสมอยู่ภายใต้ภาวะที่ใช้ในการศึกษา สไตรีนมอนอเมอร์จะเกิดพอลิเมอร์ร่วมกับกรดโอเลอิก และเกิดเป็นพอลิสไตรีนเคลือบติดอยู่บนผิวของอนุภาคซิลิกาที่ถูกตัดแปรแล้ว ด้วยการสังเคราะห์แบบ *in situ* emulsion polymerization รูปที่ 2.4 แสดงกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิต จากการศึกษาสำนักฐานวิทยา พบว่าอนุภาคซิลิกาที่ถูกห่อหุ้มด้วยพอลิสไตรีนมีโครงสร้างแบบ core-shell



รูปที่ 2.4 กระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิต [1]

Zeng และคณะ [5] ได้ทดลองเตรียมอนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีน/พอลิเมทิลเมทาคริเลตนาโนคอมพอสิตผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบ *in situ* emulsion polymerization โดยใช้ซิลิกาที่มีขนาดอนุภาค  $10 \pm 5$  นาโนเมตร และเตรียมผิวซิลิกาด้วย 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTMS) ใช้แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต (APS) เป็นสารเริ่มปฏิกิริยา และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) เป็นสารลดแรงตึงผิว ที่อุณหภูมิ 82 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงเติมเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ (MMA) ที่ละลายด้วยอัตราเร็ว 5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง หลังจากนั้นปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปเป็นเวลา 30 นาที แล้วเพิ่มอุณหภูมิเป็น 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค TEM พบว่า อนุภาคนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นทรงกลมมีขนาดประมาณ 60 นาโนเมตร และมีโครงสร้างเป็น core-shell โดยมีกลุ่มของอนุภาคซิลิกาปฐมภูมิ 4-21 เม็ด เป็นแกนกลางของอนุภาคนาโนคอมพอสิต และมีพอลิเมทิลเมทาคริเลตเป็นเปลือกหุ้มอยู่ชั้นนอกสุด กลไกของการห่อหุ้มแสดงไว้ในรูปที่ 2.5



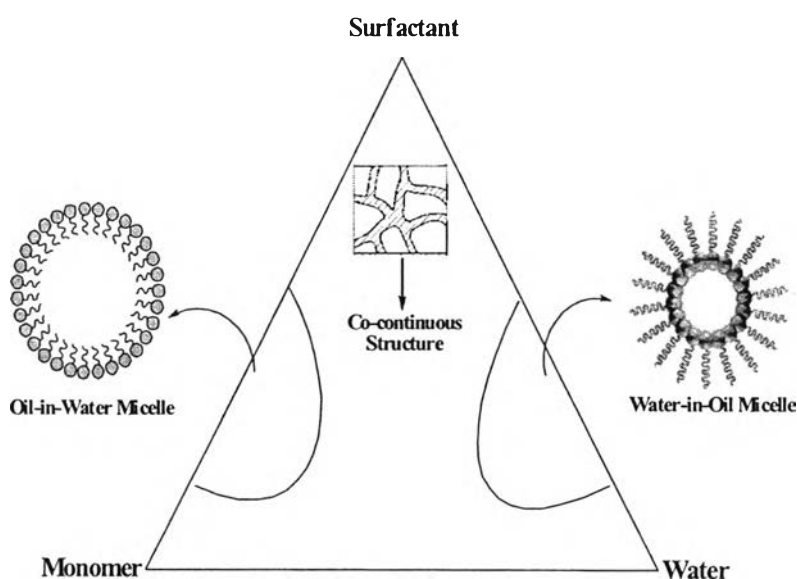
รูปที่ 2.5 กลไกการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีน/พอลิเมทิลเมทาคริเลตนาโนคอมพอสิต

[5]

#### 2.4 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน (Microemulsion polymerization) [13]

ไมโครอิมัลชัน คือ ของเหลวสองชนิดที่ไม่สามารถผสมผสานกันได้ โดยมีเสถียรภาพทางเทอร์โมไดนามิกส์ มีความเป็นไอโซโทรปิก และมีความใส ซึ่งประกอบด้วยน้ำ น้ำมัน และสารลดแรงตึงผิว ในระบบไมโครอิมัลชันที่มีปริมาณน้ำมากกว่าน้ำมันจะเกิดไมเซลล์แบบ oil-in-water (o/w) และในระบบที่มีปริมาณน้ำมันมากกว่าน้ำจะเกิดไมเซลล์แบบ water-in-oil (w/o) ซึ่งระบบ

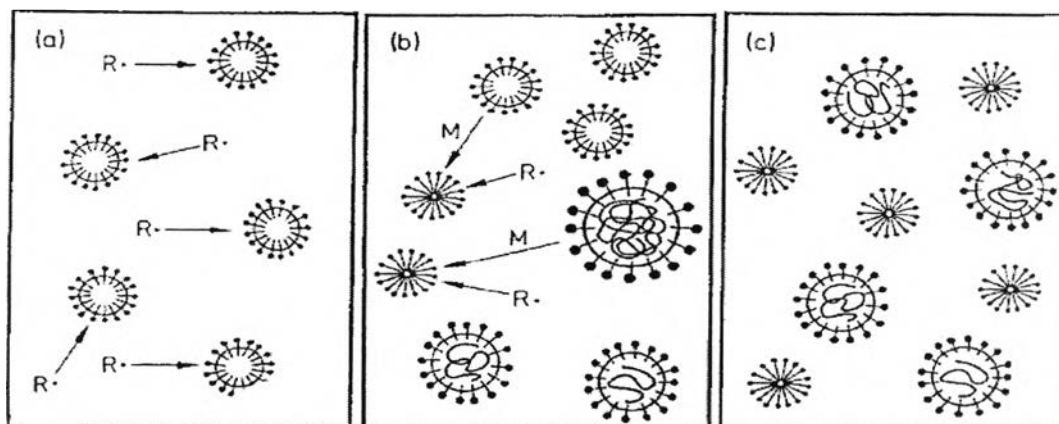




รูปที่ 2.6 แผนภาพเฟสของ isotropic microemulsion [13]

กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตั้งแต่ปี ค.ศ. 1980 เนื่องจากสามารถใช้เตรียมพอลิเมอร์ลาเท็กซ์ที่มีอนุภาคขนาดระดับนาโนเมตรได้ และพอลิเมอร์ที่ได้ยังมีน้ำหนักโมเลกุลสูง จึงถูกนำไปประยุกต์ใช้ในงานหลายๆ ด้าน เช่น พอลิเมอร์นำไฟฟ้า (conducting polymer) พอลิเมอร์ซัพพอร์ตสำหรับการประสานไอออนของโลหะ (polymeric support for binding metal ions) และอนุภาคคอลลอยด์ที่มีหมู่ฟังก์ชันหลากหลาย สำหรับใช้งานในด้านวัสดุพอลิเมอร์ทางการแพทย์ [14-19]

กลไกของการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันแสดงไว้ในรูปที่ 2.7 ซึ่งในระบบประกอบด้วยน้ำ มอนอเมอร์ สารเริ่มปฏิกิริยาและสารลดแรงตึงผิว



รูปที่ 2.7 แสดงกลไกการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน [20]

รูปที่ 2.7(a) แสดงขั้นเริ่มปฏิกิริยา (initiation) โดยระบบประกอบด้วยตัวกลางที่เป็นน้ำ มอนอเมอร์ไมเซลล์ (monomer micelles) และฟรีเรดิคัลของสารเริ่มปฏิกิริยา (R) ปฏิกิริยาของการเกิดพอลิเมอร์เริ่มขึ้นเมื่อฟรีเรดิคัลเคลื่อนเข้าไปทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ในมอนอเมอร์ไมเซลล์ รูปที่ 2.7(b) แสดงขั้นขยายขนาด (propagation) ของพอลิเมอร์ภายในไมเซลล์ว่าง (empty micelles) และทำให้มอนอเมอร์ไมเซลล์เปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์ไมเซลล์ (polymer micelle) นอกจากนี้ มอนอเมอร์ (M) ในมอนอเมอร์ไมเซลล์และที่เหลืออยู่ในพอลิเมอร์ไมเซลล์อาจแพร่เข้าสู่ไมเซลล์ และทำปฏิกิริยากับฟรีเรดิคัลของสารเริ่มปฏิกิริยาที่ถูกจับโดยไมเซลล์ว่างเกิดเป็นพอลิเมอร์ไมเซลล์ได้เช่นกัน รูปที่ 2.7(c) แสดงขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (termination) โดยฟรีเรดิคัลที่มีในระบบถูกทำให้หมดไปด้วยกระบวนการสิ้นสุดการขยายขนาดของสายโซ่พอลิเมอร์ (chain termination process)

นอกจากนี้ Xu และคณะ [21] พบว่าการใช้สารลดแรงตึงผิวร่วม เช่น n-pentanol ทำให้ SDS เกิดไมโครอิมัลชันที่โปร่งใส ส่วนการใช้สารลดแรงตึงผิวแบบแคตไอออนิก เช่น cetyltrimethylammonium bromide (CTAB), tetradecyltrimethylammonium bromide (TTAB) และ octadecyltrimethyl ammonium chloride (OTAC) ช่วยให้สไตรีนไมโครอิมัลชันมีเสถียรภาพ โดยไม่ต้องใช้สารลดแรงตึงผิวร่วม อย่างไรก็ตาม การใช้สารลดแรงตึงแบบไม่มีขั้วชนิด ethoxylated nonylphenol ร่วมกับ ethyl oxide ยังสามารถใช้เตรียมพอลิสไตรีนแบบไมโครอิมัลชันได้ จากกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันดังกล่าวนี้ ปริมาณมอนอเมอร์ที่ใช้

โดยทั่วไปแล้ว การเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันต่างจากการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน เพราะระบบประกอบด้วยหยดไมโครอิมัลชันขนาดระดับนาโนเมตรที่มีเสถียรภาพทางเทอร์โมไดนามิกส์ และหยดเล็กๆ เหล่านี้มีอนุภาคของพอลิเมอร์ (เส้นผ่านศูนย์กลาง 10-50 นาโนเมตร) บรรจุอยู่ โดยแต่ละอนุภาคของพอลิเมอร์ประกอบด้วยสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์เพียง 2-3 โมเลกุลเท่านั้น นอกจากนี้พอลิเมอร์ที่เตรียมได้ยังมีน้ำหนักโมเลกุลสูงมาก ( $10^6$ - $10^7$  g mol<sup>-1</sup>) อีกด้วย [14-19] ข้อดีและข้อเสียโดยสังเขปของการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันเทียบกับระบบอิมัลชันปกติ มีดังนี้

ข้อดีของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน คือ

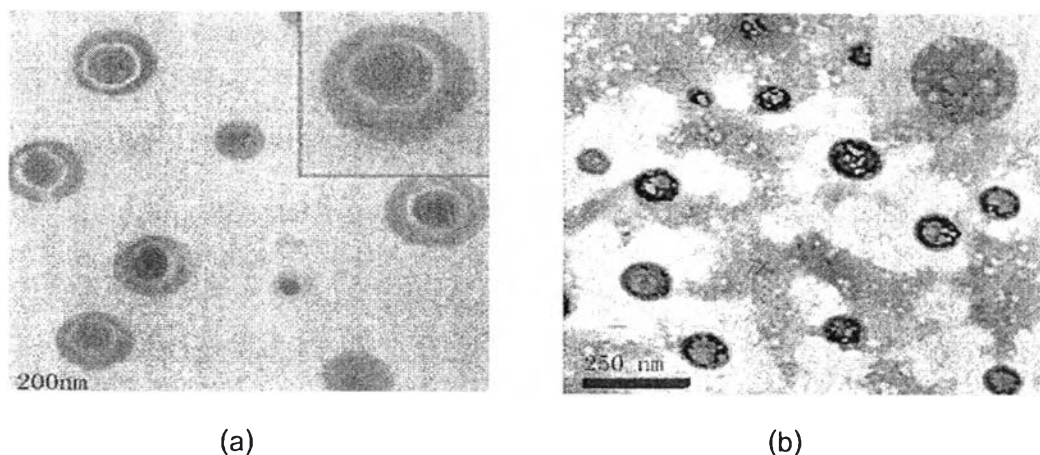
1. ขนาดอนุภาคของพอลิเมอร์มีขนาดเล็ก (น้อยกว่า 50 นาโนเมตร)
2. ได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง

ข้อเสียของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน คือ

1. อัตราส่วนระหว่างมอนอเมอร์ต่อสารลดแรงตึงผิวต่ำ (น้อยกว่า 1)
2. ปริมาณการเกิดพอลิเมอร์ต่ำ (น้อยกว่า 10 wt%)

## 2.5 การสังเคราะห์อนุภาคคอปินทรีย์/พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต ผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน

Xu และคณะ [22] ได้เตรียมอนุภาคซิลิกา/พอลิเมทิลเมทาคริเลตนาโนคอมพอสิตผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน โดยทำการปรับปรุงผิวของอนุภาคนาโนซิลิกาด้วยสารประกอบซิลีน 3-(trimethoxysilyl) propyl methacrylate (MSMA) ทั้งในภาวะที่เป็นกรดและเบส ก่อนนำไปสังเคราะห์ โดยการใช้โปแตสเซียมเปอร์ซัลเฟต (KPS) เป็นสารเริ่มปฏิกิริยาแบบแคตไอออนิก และใช้โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) เป็นสารลดแรงตึงผิว ผลปรากฏว่าภายใต้ภาวะที่เป็นกรดจะทำให้พื้นผิวของอนุภาคซิลิกามีความเป็นประจุเล็กน้อย ซึ่งมีผลทำให้อนุภาคนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้มีอนุภาคซิลิกาเพียงอนุภาคเดียวเป็นแกน (core) ดังแสดงในรูป 2.8(a) ในขณะที่ภายใต้ภาวะที่เป็นเบส ทำให้ความเป็นประจุบนพื้นผิวอนุภาคซิลิกาเพิ่มขึ้นนำไปสู่การเกิดโครงสร้างแบบเซลล์ูลาร์ในอนุภาคนาโนคอมพอสิต ดังแสดงในรูป 2.8(b)



รูปที่ 2.8 อนุภาคซิลิกา/พอลิเมทิลเมทาครีเลตนาโนคอมพอสิต [22]

## 2.6 กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน

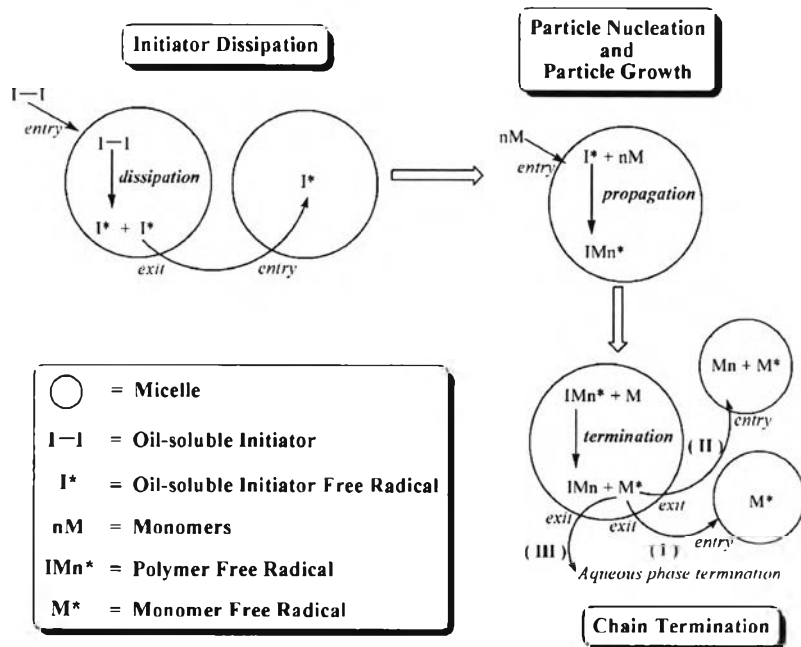
(Differential microemulsion polymerization)

การเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน (differential microemulsion polymerization) เป็นการปรับปรุงกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชันให้สามารถใช้สารลดแรงตึงผิวลดลง โดยยังสามารถสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรและร้อยละของพอลิเมอร์ในอิมัลชันมากกว่าที่ได้จากกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบไมโครอิมัลชัน [3,7,8,23] โดยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชันประกอบด้วย 3 ขั้นตอนสำคัญ คือ (1) ผสมสารเริ่มปฏิกิริยา สารลดแรงตึงผิวและน้ำตามอัตราส่วนที่กำหนดใน reactor (2) เติมนอนอเมอร์ที่ละลายเข้าสู่ reactor จนหมด และ (3) ปลอຍให้มอนอเมอร์ที่ยังไม่เข้าทำปฏิกิริยาเกิดปฏิกิริยากลายเป็นพอลิเมอร์อย่างสมบูรณ์ต่อไป

He และ Pan [23] ได้ทดลองสังเคราะห์พอลิสไตรีนที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนด้วยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน โดยใช้แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต (APS) เป็นสารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายในน้ำ และใช้โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) เป็นสารลดแรงตึงผิว อีกทั้งยังมีการใช้พอลิเมทิลเมทาครีเลต (PMMA) ปริมาณเล็กน้อย ทำหน้าที่เป็น "seed" โดยศึกษาภาวะของปฏิกิริยาต่างๆ ที่มีผลต่อขนาดอนุภาค พบว่าวิธีการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชันมีผลต่อการลดขนาดอนุภาคของพอลิสไตรีน และลดปริมาณการใช้สาร

ลดแรงตึงผิวได้ แต่ยังไม่สามารถสังเคราะห์พอลิสไตรีนให้มีขนาดอนุภาคต่ำกว่า 20 นาโนเมตรได้ ซึ่งหากมีการใช้พอลิเมทิลเมทาคริเลตปริมาณเล็กน้อยเป็น "nanoseed" พบว่า มีผลทำให้ขนาดอนุภาคของพอลิสไตรีนลดลงต่ำกว่า 20 นาโนเมตรอย่างเห็นได้ชัด นอกจากนี้ ยังพบว่า อัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวและมอนอเมอร์ทั้ง 2 ชนิด (SDS/styrene + MMA) มีค่าลดลงเหลือเพียง 0.043 เท่านั้น

Norakankorn และคณะ [24] ได้ทดลองสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) ผ่านกระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน โดยใช้ AIBN เป็นสารเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายในน้ำมัน (oil-soluble initiator) และใช้โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) เป็นสารลดแรงตึงผิว โดยแสดงกลไกการเกิดพอลิเมอร์ไว้ในรูปที่ 2.9 พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลสูงประมาณ 1-3 ล้าน และมีขนาดอนุภาคประมาณ 20-30 นาโนเมตร นอกจากนี้ ยังได้ลาเท็กซ์ของ PMMA ที่มีปริมาณของแข็งสูงถึงร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก และเมื่อเพิ่มปริมาณสารลดแรงตึงผิวจะทำให้การเปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์ (%conversion) สูงขึ้น ในขณะที่อัตราส่วนของมอนอเมอร์ต่อน้ำไม่มีนัยสำคัญใดๆ ต่อ %conversion ในงานวิจัยนี้สามารถลดปริมาณการใช้สารลดแรงตึงผิวให้ต่ำลงได้ถึง 1/130 ของปริมาณมอนอเมอร์โดยน้ำหนัก และอัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวต่อน้ำก็ลดลงอยู่ที่ 1/600



รูปที่ 2.9 กลไกการเกิดพอลิเมอร์แบบดิฟเฟอเรนเชียลไมโครอิมัลชัน [24]

## 2.7 การเพิ่มการยึดติดระหว่างอนุภาคอนินทรีย์/พอลิเมอร์ [25]

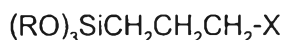
ปัญหาในการห่อหุ้มอนุภาคซิลิกาในระดับนาโนด้วยพอลิเมอร์ คือ การแยกเฟสระหว่างอนุภาคซิลิกาและพอลิเมอร์ ซึ่งวิธีเพิ่มการยึดเกาะระหว่างอนุภาคอนินทรีย์และพอลิเมอร์อาจทำได้ 5 วิธี คือ (1) การใช้พอลิเมอร์ที่มีอันตรกิริยา (พันธะแวนเดอร์วาล, พันธะไดโพล และพันธะไฮโดรเจน) กับอนุภาคอนินทรีย์ (2) การยึดติดด้วยพันธะโควาเลนต์ของชั้นอินทรีย์บนผิวของอนุภาคอนินทรีย์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารช่วยผสม (compatibilizer) ของพื้นผิวอนุภาค/พอลิเมอร์ (3) ทำการห่อหุ้มอนุภาคด้วยกระบวนการเกิดพอลิเมอร์เทคนิคพิเศษ เช่น กระบวนการเกิดพอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (4) การยึดติดของหมู่ฟังก์ชันบนอนุภาคที่สามารถเกิดพันธะโควาเลนต์กับพอลิเมอร์ หรือ (5) การยึดติดของหมู่เริ่มปฏิกิริยาบนผิวอนุภาคสำหรับการกราฟต์สายโซ่พอลิเมอร์

Ding และคณะ [1] ได้ทดลองห่อหุ้มซิลิกาที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนด้วยพอลิสไตรีน โดยทำการดัดแปรพื้นผิวของอนุภาคซิลิกาด้วยกรดโอเลอิก (oleic acid) ก่อน ซึ่งกรดโอเลอิกสามารถสร้างพันธะกับหมู่อซิลานอล (silanol groups) บนผิวของอนุภาคซิลิกาด้วยพันธะไฮโดรเจน ส่วนพันธะ C=C ของกรดโอเลอิกสามารถเกิดพอลิเมอร์ร่วมกับสไตรีนมอนอเมอร์ ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *in situ* emulsion polymerization โดยสามารถเพิ่มการยึดติดระหว่างซิลิกาและพอลิสไตรีนด้วยการกราฟต์พื้นผิว (surface grafting) ด้วยการปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคซิลิกาด้วยกรดโอเลอิก

Zeng และคณะ [5] ได้เพิ่มการยึดเกาะระหว่างอนุภาคซิลิกาและพอลิสไตรีนด้วยการเตรียมผิวซิลิกาที่มีขนาดอนุภาค  $10 \pm 5$  นาโนเมตร ด้วย 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPTMS) ซึ่งเป็นสารคู่ควบประเภทซิเลนที่มีพันธะคู่อยู่ในโครงสร้างเคมี สำหรับเกิดเป็นพอลิเมอร์ร่วมกับไวนิลมอนอเมอร์ และมีหมู่ฟังก์ชันสำหรับเกิดพันธะโควาเลนต์กับพื้นผิวของซิลิกา

## 2.8 สารคู่ควบประเภทซิเลน (Silane coupling agent) [26]

สารคู่ควบซิเลน คือ สารเคมีที่ประกอบด้วยซิลิกอนเป็นโครงสร้างพื้นฐานและมีหมู่ฟังก์ชันที่รองรับในการทำปฏิกิริยา 2 ชนิดภายในโมเลกุลเดียวคือ หมู่ฟังก์ชันอนินทรีย์และอินทรีย์ โครงสร้างโดยทั่วไปของสารคู่ควบซิเลนเป็นดังนี้

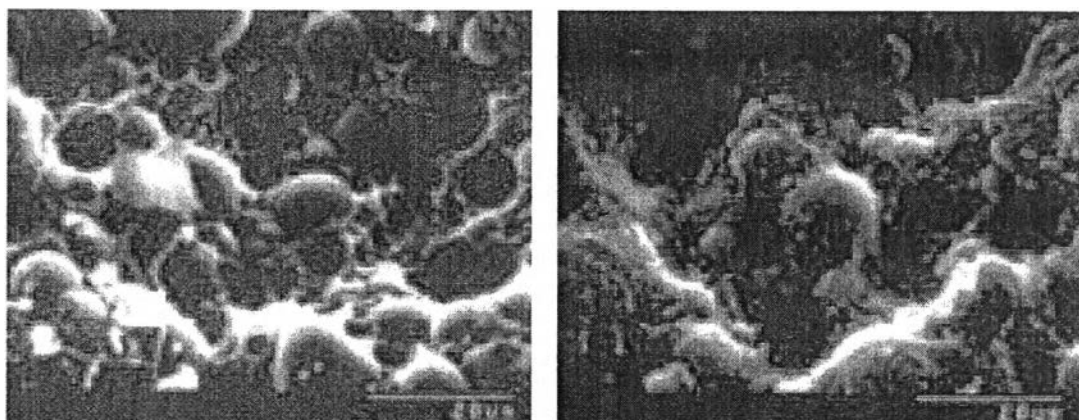


โดยที่ RO คือ หมู่ไฮโดรไลซ์ เช่น เมทอกซี เอทอกซี หรืออะซิโทกซี

X คือ หมู่อร์แกนอฟังก์ชัน เช่น อะมิโน เมทาคริลอกซี อีพอกซี เป็นต้น

สารคู่ควบซิเลนจะทำปฏิกิริยาที่ผิวหน้าระหว่างสารอนินทรีย์ (เช่น แก้ว เหล็ก หรือแร่) และสารอินทรีย์ (เช่น พอลิเมอร์อินทรีย์ หรือสารยึดติดระหว่างผิว) เพื่อสร้างพันธะระหว่างสาร 2 ชนิดที่ไม่เหมือนกัน

เมื่อพอลิเมอร์อินทรีย์ถูกเสริมแรงด้วยเส้นใยแก้วหรือแร่ธาตุอนินทรีย์อื่นๆ พื้นที่ที่อยู่ระหว่างผิวหน้าของพอลิเมอร์อินทรีย์และสารอนินทรีย์จะยึดติดกันด้วยแรงทางกายภาพและเคมี ซึ่งเป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อการยึดติด ความแข็งแรง สมบัติการขยายตัว และระยะเวลาการเก็บรักษาสมบัติของผลิตภัณฑ์ เมื่อเกิดการเข้าทำปฏิกิริยาของน้ำต่อผิวที่ชอบน้ำ (hydrophilic surface) ของสารเสริมแรงที่เป็นสารอนินทรีย์ จะสามารถทำลายพันธะระหว่างพอลิเมอร์และสารเสริมแรงได้ แต่สารคู่ควบซิเลนสามารถสร้างพันธะที่ทนทานต่อน้ำทำให้พันธะแข็งแรงขึ้นและสามารถป้องกันการแตกแยกของผิวหน้าวัสดุคอมโพสิตระหว่างการใช้งาน ดังแสดงในรูปที่ 2.10



(a)

(b)

รูปที่ 2.10 ภาพถ่าย SEM แสดงพื้นผิวของอีพอกซีเรซินที่เสริมแรงด้วยซิลิกาโดยที่

(a) ไม่ใช้สารคู่ควบซิเลน (b) ใช้สารคู่ควบซิเลน [26]

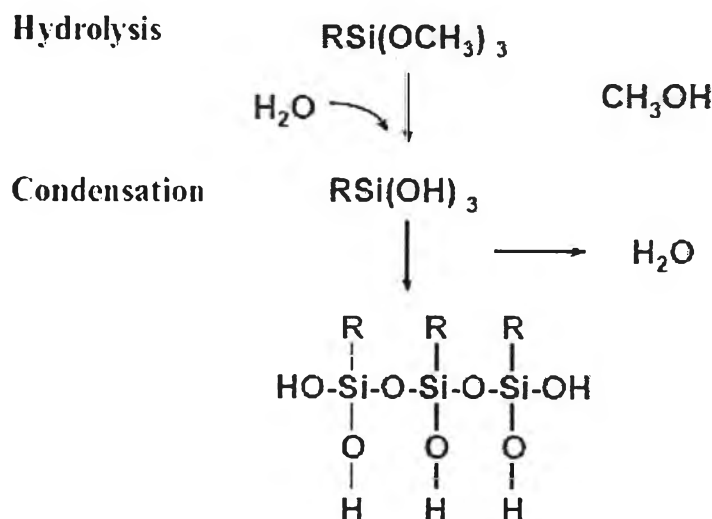
จากรูปที่ 2.10(a) พบว่า อนุภาคของซิลิกาปรากฏให้เห็นบนอิพอกซีที่ใช้เป็นเมทริกซ์แต่เมื่อใช้สารคู่ควบซิลิโคนดังรูปที่ 2.10(b) อิพอกซีสามารถเคลือบบนพื้นผิวของอนุภาคซิลิกาได้ดีขึ้นซึ่งสามารถเห็นได้อย่างชัดเจน

ในวัสดุคอมพอสิต สารคู่ควบซิลิโคนสามารถเพิ่มความแข็งแรงของการยึดติด และทำให้วัสดุทนต่อความชื้น หรือสิ่งแวดล้อมทั่วไปได้ และยังมีประโยชน์อื่นๆ อีกหลายประการดังนี้

1. ทำให้การเปียกผิว (wetting) ของเมทริกซ์บนวัสดุอนินทรีย์ดีขึ้น
2. ทำให้คอมพอสิตมีความเหนียวระหว่างสารขึ้นรูป
3. ทำให้คอมพอสิตมีผิวเรียบ
4. ทำให้คอมพอสิตมีความใสเพิ่มขึ้น

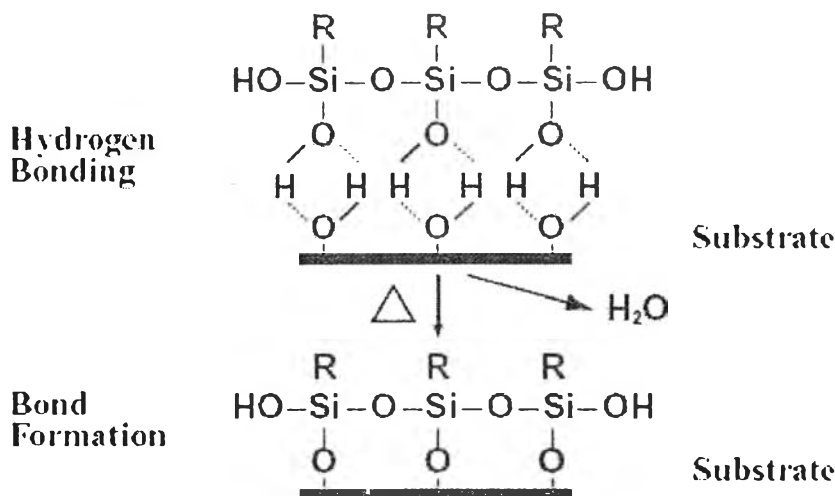
#### การสร้างพันธะของสารคู่ควบซิลิโคนกับสารอนินทรีย์

โครงสร้างของสารคู่ควบซิลิโคนประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันอนินทรีย์ที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา 3 หมู่อยู่บนซิลิกอน (โดยทั่วไป ได้แก่ เมทอกซี เอทอกซี หรืออะซิโตนอกซี) ซึ่งสามารถเกิดพันธะได้ดีกับหมู่โลหะไฮดรอกซิล โดยหมู่อัลคอกซีบนซิลิกอนจะถูกไฮโดรไลซ์เป็นซิลานอลเมื่อเติมน้ำเข้าสู่ปฏิกิริยาหรือน้ำที่ได้จากพื้นผิวของสารอนินทรีย์ เมื่อซิลานอลเกิดโคออร์ดิเนตกับหมู่โลหะไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของสารอนินทรีย์จะเกิดพันธะออกเซนขึ้นและมีการกำจัดน้ำออก ดังแสดงในรูปที่ 2.11 และ 2.12



รูปที่ 2.11 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของอัลคอกซีซิลิโคน [26]

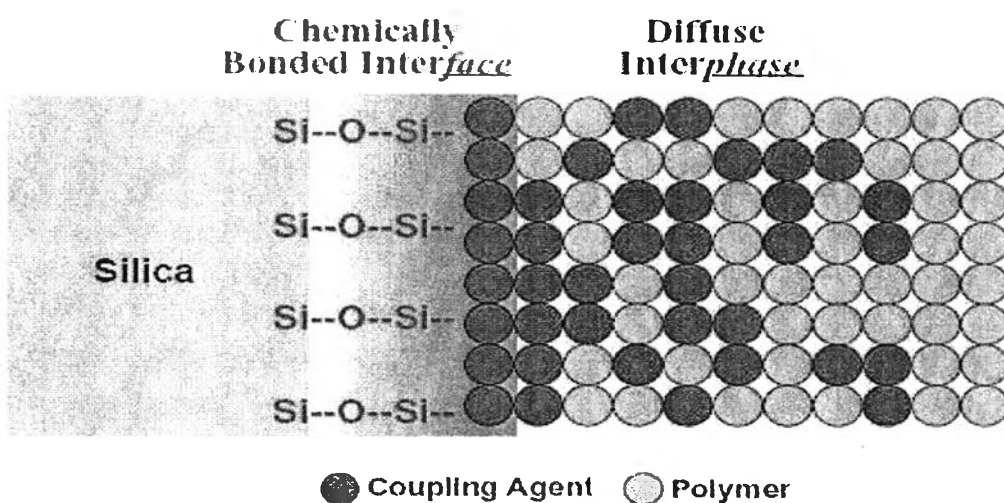




รูปที่ 2.12 การเกิดพันธะที่พื้นผิวของสารอินทรีย์ [26]

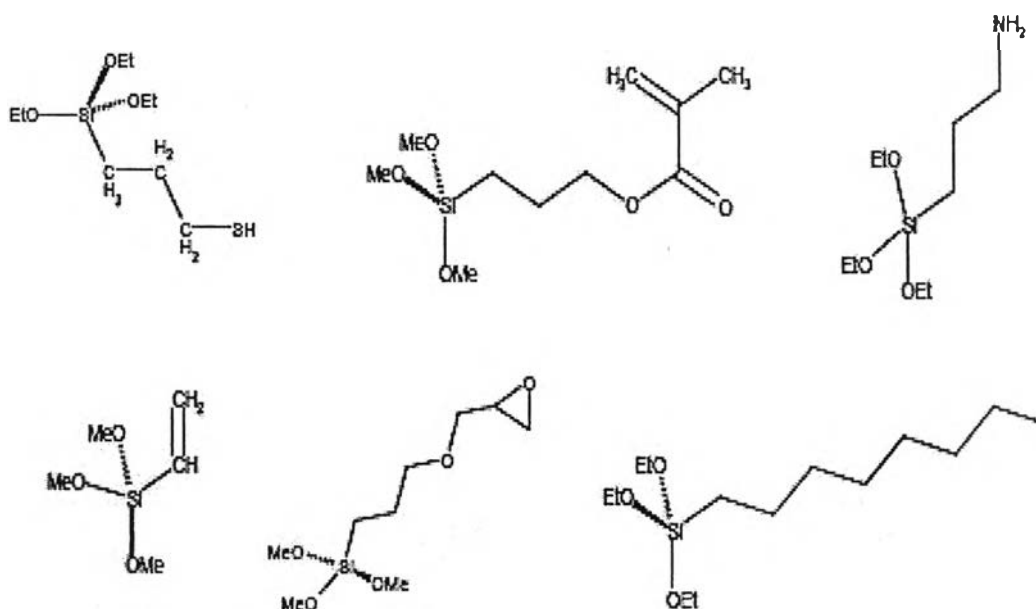
**การสร้างพันธะของสารคู่ควบซีเลนกับพอลิเมอร์**

การสร้างพันธะของสารคู่ควบซีเลนกับพอลิเมอร์ค่อนข้างมีความซับซ้อน ความว่องไวของเทอร์โมเซตพอลิเมอร์ควรเข้ากันกับความว่องไวของซีเลน เช่น อีพอกซีซีเลนหรืออะมีโนซีเลนจะเกิดพันธะกับอีพอกซีเรซิน อะมีโนซีเลนจะเกิดพันธะกับฟีนอลิกเรซิน หรือเมทาคริเลตซีเลนจะเกิดพันธะกับพอลิเอสเตอ์เรซินชนิดไม่อิ่มตัวที่เชื่อมกับพอลิสไตรีน สำหรับเทอร์โมพลาสติกการเกิดพันธะกับสารคู่ควบซีเลนสามารถอธิบายได้โดยการเกิดการแพร่ (inter-diffusion) หรือการแทรกซึม [inter-penetrating network (IPN)] ระหว่าง interphase ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 กลไกการเกิดพันธะแบบ inter-penetrating network (IPN) [26]

ในการที่จะทำให้เกิดการแทรกซึมอย่างมีประสิทธิภาพ ซิลินและเรซินต้องมีความเข้ากันได้ ซึ่งจะสามารถช่วยปรับปรุงวัสดุคอมพอสิตให้มีสมบัติที่ดีขึ้น ดังนั้น การเลือกใช้สารคู่ควบซิลินที่ประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชัน OR 3 หมู่ บนซิลิกอนควรจะเกิดพันธะได้ดีกับสารอินทรีย์ โครงสร้างของสารคู่ควบซิลินมีหลายชนิดดังแสดงในรูปที่ 2.14



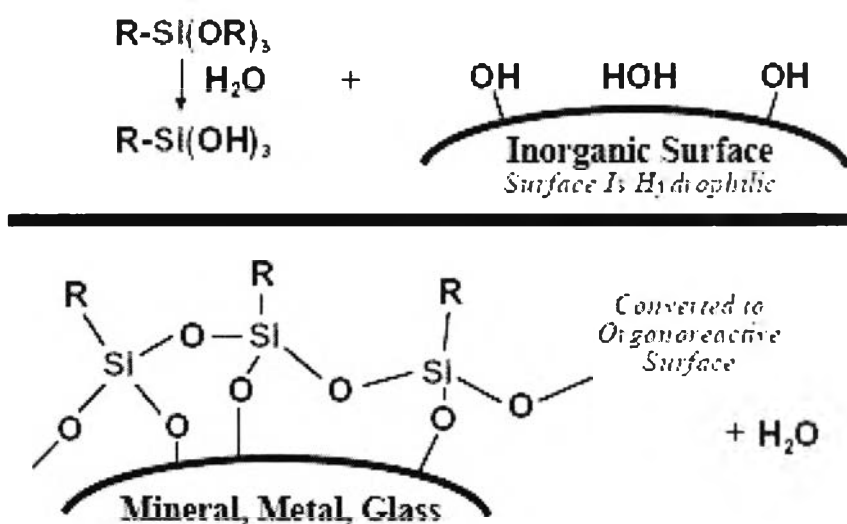
รูปที่ 2.14 โครงสร้างของสารคู่ควบซิลินในแบบต่างๆ [26]

### การนำสารคู่ควบซิลินไปประยุกต์ใช้

ออร์แกโนฟังก์ชันัลแอลคอกซีซิลิน สามารถคู่ควบพอลิเมอร์อินทรีย์กับวัสดุอนินทรีย์ได้ ดังนั้น จึงได้มีการนำสารคู่ควบซิลินไปใช้ในการปรับปรุงผิวของสารเสริมแรงต่างๆ เช่น เส้นใยแก้ว เพื่อให้เข้ากันได้ดีกับพลาสติกและยาง ซึ่งสามารถใช้ได้ทั้งในระบบของพอลิเมอร์ชนิดเทอร์โมเซตและเทอร์โมพลาสติก สารตัวเติม เช่น ซิลิกา ไมกา หรือเคลย์ สามารถทำการปรับปรุงผิวก่อนเติมสู่ระบบหรือปรับปรุงผิวในขณะที่ดำเนินการบวกรูป หรือเรียกว่า *in situ*

ปัจจุบันสารตัวเติมชนิดต่างๆ ได้กลายเป็นสารเติมแต่งที่สำคัญให้กับพอลิเมอร์อินทรีย์ หมู่ไฮดรอกซิลบนผิวหน้าของแร่ธาตุส่วนใหญ่จะเป็นส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic) และไม่สามารถเข้ากันได้ดีกับพอลิเมอร์อินทรีย์ อัลคอกซีซิลินจึงเหมาะสมต่อการปรับปรุงพื้นผิวของแร่ธาตุเหล่านั้นเพื่อเพิ่มความเข้ากันได้และการกระจายตัวในพอลิเมอร์ แร่ธาตุที่ประกอบด้วยซิลิกอนและหมู่อะลูมิเนียมไฮดรอกซิลบนผิวหน้าจะว่องไวในการเกิดพันธะกับอัลคอกซีซิลินเป็นอย่างมาก

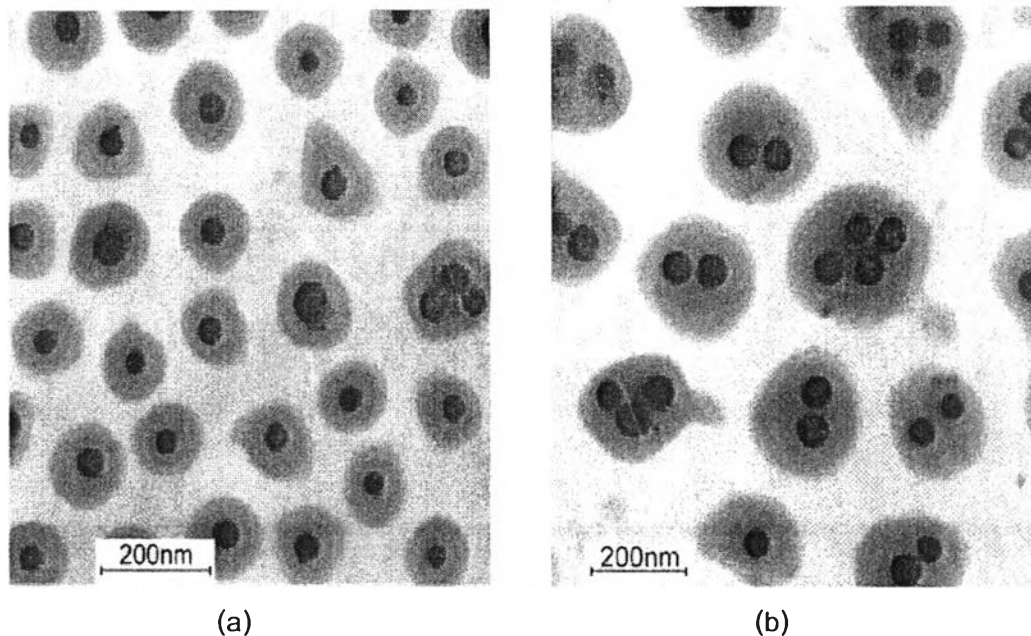
การปรับปรุงผิวหน้าของแร่ธาตุด้วยออร์แกโนซิลิโคนแสดงดังรูปที่ 2.15 สารคู่ควบซิลิโคนสามารถปรับปรุงผิวซิลิกา เม็ดแก้ว ทราวย ทัลค์ ไมกา เคลย์ และวอลลาสโทไนท์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ แต่สารคู่ควบซิลิโคนไม่สามารถสร้างพันธะที่แข็งแรงให้กับคาร์บอนแบล็ก กราไฟท์ และแคลเซียมคาร์บอเนต



รูปที่ 2.15 การปรับปรุงผิวหน้าของสารตัวเติมด้วยสารคู่ควบซิลิโคน [26]

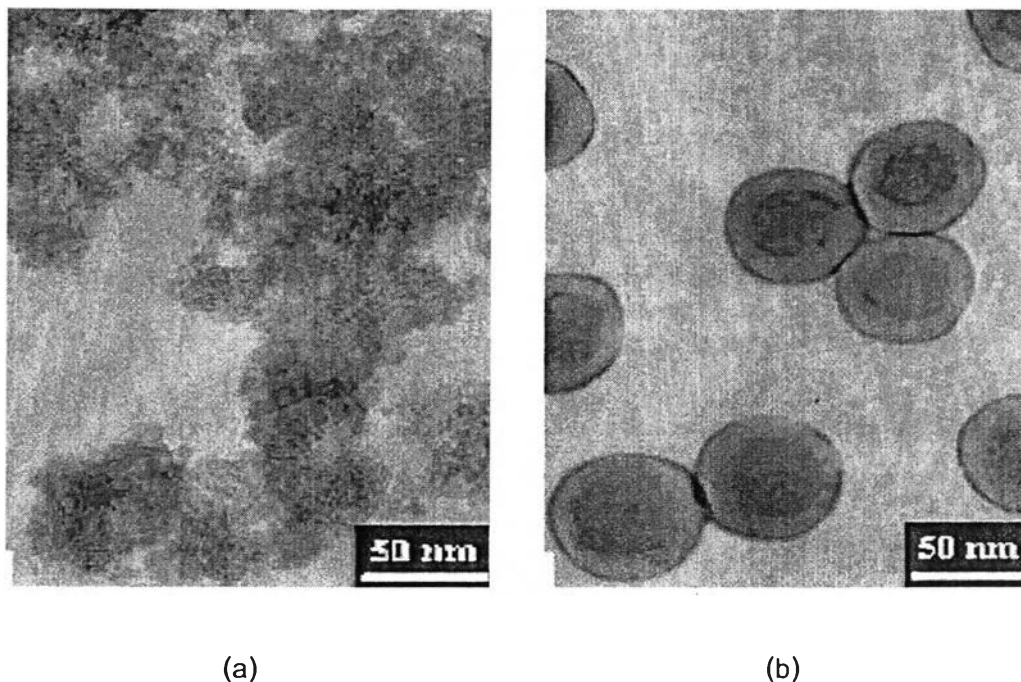
## 2.9 การตรวจสอบขนาดและสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค TEM

Ding และคณะ [1] ตรวจสอบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและสัณฐานวิทยาของอนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค transmission electron microscopy (TEM) ซึ่งตัวอย่างของภาพ TEM แสดงไว้ในรูปที่ 2.16(a) พบว่า อนุภาคมีโครงสร้างแบบ core-shell โดยมีซิลิกาเป็นแกนที่ถูกห่อหุ้มด้วยพอลิสไตรีน และมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 150-180 นาโนเมตร โดยอนุภาคซิลิกาก่อนทำการห่อหุ้มมีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร และชั้นพอลิสไตรีนหนาประมาณ 60 นาโนเมตร โดยอนุภาคนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้มีซิลิกาเพียง 1 อนุภาค แต่ในระบบที่มีปริมาณของอนุภาคซิลิกาเพิ่มขึ้น จากภาพ TEM ในรูปที่ 2.16(b) พบว่า อนุภาคนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้มีอนุภาคซิลิกามากกว่า 1 อนุภาค และมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 200-250 นาโนเมตร



รูปที่ 2.16 ภาพ TEM ของอนุภาคซิลิกา/พอลิสไตรีนนาโนคอมพอสิต [1]

รูปที่ 2.17 แสดงอนุภาคเชิงประกอบของซิลิกา/พอลิสไตรีน/พอลิเมทิลเมทาคริเลตจากงานวิจัยของ Zeng และคณะ [5] ซึ่งเป็นทรงกลมมีโครงสร้างเป็น core-shell แบบหลายชั้น (รูปที่ 2.17(b)) ซึ่งต่างจากซิลิกาปฐมภูมิ [รูปที่ 2.17(a)] โดยแก่นกลางประกอบด้วยกลุ่มซิลิกาปฐมภูมิ (สีเข้ม) ล้อมรอบด้วยพอลิสไตรีน (สีอ่อน) และชั้นนอกสุด (สีเข้ม) คือ พอลิเมทิลเมทาคริเลต



รูปที่ 2.17 ภาพ TEM ของ (a) อนุภาคซิลิกาปฐมภูมิ และ (b) อนุภาคซิลิกา/PS/PMMA นาโนคอมพอสิต [5]