

การเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นและประยุกต์เป็นนาโนฟิลเลอร์ในเส้นใยพอลิโพรพิลีน



นายสาริศ ถนนอมชาติ

ศูนย์วิทยทรัพยากร

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2551

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF DELAMINATED MONTMORILLONITE AND ITS APPLICATION AS NANOFILLER IN
POLYPROPYLENE FIBER

Mr. Sarit Thanomchat



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

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2008

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นและประยุกต์เป็น
นาโนฟิลเลอร์ในเส้นใยพอลิโพรพิลีน

โดย

นายสาริศ ถนนอมชาติ

สาขาวิชา

วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

รองศาสตราจารย์ ดร.ภาวี ศรีกุลกิจ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

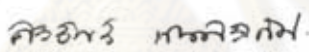
ดร.สรินทร์ ลิ้มปนาท

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโท

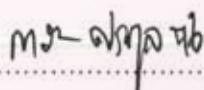


..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ นารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริพันธ์ เจียมศิริเลิศ)



..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.ภาวี ศรีกุลกิจ)



..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ดร.สรินทร์ ลิ้มปนาท)



..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ดวงดาว อัจจงคำ)



..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.เข็มชัย เหมะจันทร์)

สาริต ถนอมชาติ : การเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นและประยุกต์เป็นนาโนฟิลเลอร์ในเส้นใยพอลิโพรพิลีน. (PREPARATION OF DELAMINATED MONTMORILLONITE AND ITS APPLICATION AS NANOFILLER IN POLYPROPYLENE FIBER) อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : รศ. ดร. กาวี ศรีกุลกิจ, อ. ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม : ดร. สรินทร์ ลิ้มปนาท, 105 หน้า.

จุดประสงค์ของงานวิจัยนี้คือการเตรียมอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น โดยดัดแปรสารโตะเดซิลลามีนที่แทรกสอดอยู่ภายในช่องแกลลลอรี่ของออร์กาโนเคลย์ด้วยปฏิกิริยา Mannich เพื่อให้ได้เป็นโตะเดซิลฟอสฟอนิกแอซิด ซึ่งทำให้เกิดแรงผลักระหว่างชั้นแผ่นเคลย์แล้วแยกออกจากกัน จากการศึกษาโครงสร้าง หมู่ฟังก์ชันและสัณฐานวิทยาของมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยเทคนิค XRD, FT-IR, SEM และ TEM สามารถยืนยันได้ว่าโตะเดซิลฟอสฟอนิกแอซิด ภายในช่องแกลลลอรี่ของเคลย์จะทำให้ระยะห่างระหว่างช่องว่างขยายมากขึ้น ได้เป็นอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นที่มีความหนาของชั้นซิลิเกตที่น้อยกว่า 500 นาโนเมตรและมีการเรียงตัวซ้อนกันของชั้นซิลิเกตที่น้อยกว่า 10 ชั้น ทำการเตรียมพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตที่มีปริมาณร้อยละของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นเท่ากับ 2, 4, 6, 8 และ 10 โดยนำนักสารทั้งหมด ด้วยกระบวนการอัดรีดแบบหลอมเหลวทำการขึ้นรูปเส้นใยด้วยกระบวนการปั่นแบบหลอมเหลว จากนั้นศึกษาสมบัติของเส้นใยด้วยเทคนิค XRD, TGA และ DSC พบว่าการเติมอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นสามารถเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนและทำหน้าที่เป็นสารก่อก่อผลึกชนิดปีตาให้กับเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้ จากการศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตโดยการทดสอบสมบัติด้านแรงดึงและค่าอีลาสติคโมดูลัส พบว่าอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นสามารถเพิ่มค่าความต้านแรงดึงและค่าอีลาสติคโมดูลัสให้กับเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้

ศูนย์วิทยุโทรพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ
ปีการศึกษา 2551
ลายมือชื่อนิสิต..... กวีศร ถนอมชาติ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก..... ม.ศ. อรุณภ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม..... สรินทร์ ลิ้มปนาท

5072508823 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEYWORDS : DELAMINATED MONTMORILLONITE/ DODECYLPHOSPHONIC ACID CLAY/
POLYPROPYLENE NANOCOMPOSITE FIBER

SARIT THANOMCHAT : PREPARATION OF DELAMINATED MONTMORILLONITE AND ITS
APPLICATION AS NANOFILLER IN POLYPROPYLENE FIBER. THESIS ADVISOR : ASSOC.
PROF. KAWEE SRIKULKIT, Ph.D., THESIS CO-ADVISOR : SARINTORN LIMPANART, Ph.D.,
105 pp.

The aim of this research was to prepare delaminated montmorillonite particles via the modification of dodecylamine intercalant inside the clay gallery using Mannich reaction. As a result, dodecylamine was converted into dodecylphosphonic acid, creating repulsive force to achieve exfoliated clay platelets. The clay structure, functional groups and morphology were characterized by XRD, FT-IR, SEM and TEM techniques to confirm the presence of alkylphosphonic acid inside clay gallery causing the expansion of interlayer spacing. Silicate layers with thickness of less than 500 nm and the stacks containing less than 10 layers were achieved. Then, polypropylene nanocomposites with delaminated montmorillonite contents as 2, 4, 6, 8, and 10 wt% were prepared by melt extrusion. The obtained compound were spun into monofilament fiber using melt spinning process. The properties of spun composite fibers were characterized by XRD, DSC and TGA. The results indicate adding delaminated montmorillonite particles can raise the thermal stability and act as β -form nucleating agent for polypropylene fibers. The mechanical properties of polypropylene nanocomposite fibers were investigated by tensile testing and dynamic modulus testing. From the results, delaminated montmorillonite particle can increase tensile strength and elastic modulus of polypropylene fibers.

Department : Materials Science

Field of study : Applied Polymer Science and Textile Technology

Academic year : 2008

Student's signature..... Sarit Thanomchat

Advisor's signature..... Srikulkit

Co-Advisor's signature..... Sarintorn Limpant

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้อย่างสมบูรณ์เป็นเพราะได้รับคำแนะนำทางวิชาการ ความเชื่อเพื่อด้านเครื่องมือ วัสดุดิบและสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ อีกทั้งยังได้รับความช่วยเหลือและแนะนำในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิด้านต่างๆ เป็นอย่างนี้ ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบคุณบุคคล และหน่วยงานที่เกี่ยวข้องกันดังรายนาม ต่อไปนี้

1. รศ.ดร. กาวี ศรีภูถักิจ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และ ดร. สรินทร ลิ้มปนาท อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่ให้คำปรึกษาในการแก้ไขปัญหาและแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ รวมถึงการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์
2. สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
3. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
4. ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
5. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
6. ศูนย์ความเป็นเลิศด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมีและวัสดุขั้นสูง ที่ให้ทุนสนับสนุนในการวิจัย

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่ให้การสนับสนุนและให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ทุกท่านที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทความรู้ให้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ

ศูนย์วิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

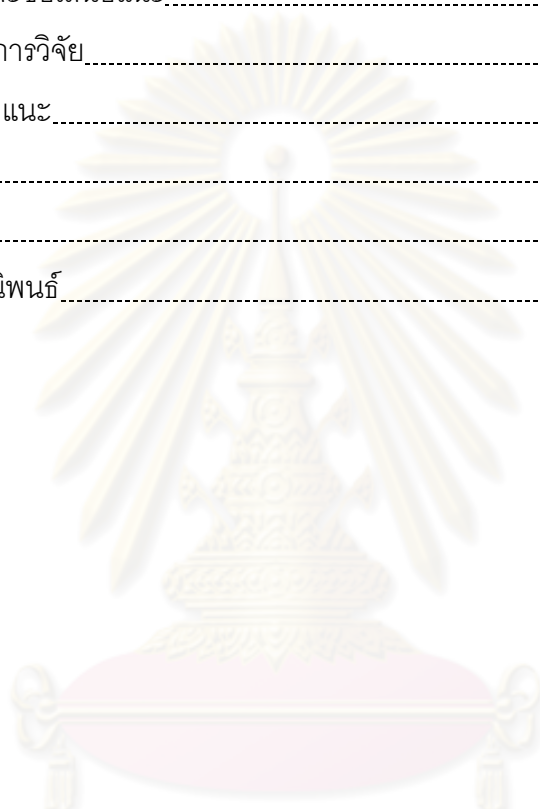
หน้า

| | |
|--|----|
| บทคัดย่อภาษาไทย..... | ง |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... | จ |
| กิตติกรรมประกาศ..... | ฉ |
| สารบัญ..... | ช |
| สารบัญตาราง..... | ฎ |
| สารบัญภาพ..... | ฏ |
| บทที่ | |
| 1. บทนำ..... | 1 |
| 2. ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... | 4 |
| 2.1 พอลิโพรพิลีน..... | 4 |
| 2.2 เส้นใยพอลิโพรพิลีน..... | 6 |
| 2.3 การผลิตเส้นใยแบบหลอมเหลว..... | 8 |
| 2.4 แร่ดิน..... | 9 |
| 2.5 นาโนคอมพอสิต..... | 12 |
| 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... | 17 |
| 3. วิธีดำเนินงานวิจัย..... | 19 |
| 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง..... | 19 |
| 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง..... | 19 |
| 3.3 วิธีการทดลอง..... | 21 |
| 3.3.1 การดัดแปรมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยโดเดซิลลามีน..... | 21 |
| 3.3.2 การเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น..... | 22 |
| 3.3.3 การเตรียมพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 23 |
| 3.3.4 การเตรียมเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 24 |
| 3.4 การวิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติ..... | 26 |
| 3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปร มอนต์มอริลโลไนต์ ชนิดแยกชั้นแผ่น และโครงสร้างผลึกของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค XRD..... | 26 |

| | |
|---|----|
| 3.4.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของมอนต์โมริลโลไนต์ที่ผ่านการตัดแปรและมอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR)..... | 27 |
| 3.4.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของมอนต์โมริลโลไนต์ที่ผ่านการตัดแปรและมอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิค SEM..... | 27 |
| 3.4.4 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของมอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิค TEM..... | 28 |
| 3.4.5 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนและสมบัติทางความร้อนของพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตและเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 29 |
| 3.4.6 การหาค่าดัชนีการหักเหของพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 30 |
| 3.4.7 การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิไพร์โรลีน..... | 30 |
| 3.4.8 การศึกษาลักษณะภายนอกและเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ด้วยกล้องจุลทรรศน์..... | 31 |
| 3.4.9 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 31 |
| 3.4.9.1 การศึกษาสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 31 |
| 3.4.9.2 การศึกษาค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 32 |
| 4. ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง..... | 33 |
| 4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคมอนต์โมริลโลไนต์ด้วยเทคนิค XRD..... | 33 |
| 4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของมอนต์โมริลโลไนต์ที่ตัดแปรด้วยโดเดซิลลามีน..... | 33 |
| 4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของมอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น..... | 34 |
| 4.1.2.1 การศึกษาผลของปริมาณของพอลิไพร์โรลีนที่มีต่อโครงสร้างของมอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น..... | 34 |

| | |
|---|----|
| 4.1.2.2 การศึกษาผลของหมู่ฟอสฟอนิกที่มีผลต่อโครงสร้างของ มอนต์มอริลโลไนต์..... | 35 |
| 4.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วย เทคนิค FT-IR..... | 35 |
| 4.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วย เทคนิค SEM..... | 38 |
| 4.4 การศึกษาสัณฐานวิทยาของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วย เทคนิค TEM..... | 39 |
| 4.5 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 41 |
| 4.5.1 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของมอนต์มอริลโลไนต์ ชนิดแยกชั้นแผ่น..... | 41 |
| 4.5.2 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค TGA..... | 42 |
| 4.5.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค DSC..... | 44 |
| 4.6 การศึกษาดัชนีการไหลของพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 46 |
| 4.7 การศึกษาการกระจายตัวของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น ในพอลิไพร์โรลีน..... | 46 |
| 4.8 การศึกษาลักษณะภายนอกของเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยกล้องจุลทรรศน์..... | 47 |
| 4.9 การศึกษาสัณฐานวิทยาของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น ในพอลิไพร์โรลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ด้วยเทคนิค SEM..... | 50 |
| 4.10 การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น ในพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP..... | 51 |
| 4.11 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 53 |
| 4.11.1 การศึกษาค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใย พอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 53 |
| 4.11.2 การศึกษาสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 55 |
| 4.12 การศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ชนิด C+W/PP ด้วยเทคนิค XRD..... | 57 |

| | |
|---|-----|
| 4.13 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT | |
| นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP | 59 |
| 4.13.1 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT | |
| นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ด้วยเทคนิค TGA..... | 59 |
| 4.13.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใย | |
| พอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค DSC..... | 60 |
| 5. สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ..... | 62 |
| 5.1 สรุปผลการวิจัย..... | 62 |
| 5.2 ข้อเสนอแนะ..... | 63 |
| รายการอ้างอิง..... | 64 |
| ภาคผนวก..... | 67 |
| ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์..... | 106 |



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

| ตาราง | หน้า |
|--|------|
| ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารที่ใช้ในการเตรียมพอลิไพร์ฟิไลน์/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 23 |
| ตารางที่ 4.1 ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิไพร์ฟิไลน์/PMMT นาโนคอมพอสิต ด้วยเทคนิค TGA | 43 |
| ตารางที่ 4.2 ผลของปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นที่มีต่อสมบัติทางความร้อน ของพอลิไพร์ฟิไลน์/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 45 |
| ตารางที่ 4.3 การกระจายตัวของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิไพร์ฟิไลน์..... | 47 |
| ตารางที่ 4.4 เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิไพร์ฟิไลน์/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 50 |
| ตารางที่ 4.5 ผลของปริมาณ PMMT ที่มีต่อสมบัติทางความร้อนของเส้นใยพอลิไพร์ฟิไลน์ นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP-20..... | 61 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

| ภาพประกอบ | หน้า |
|--|------|
| รูปที่ 2.1 ชนิดของพอลิโพรพิลีนตามลักษณะโครงสร้างสเตอริโอ..... | 4 |
| รูปที่ 2.2 กระบวนการผลิตเส้นใยแบบหลอมเหลว..... | 9 |
| รูปที่ 2.3 โครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์..... | 10 |
| รูปที่ 2.4 แรงดึงดูดไฟฟ้าสถิตย์ที่ยึดแผ่นโครงสร้างของเคลย์..... | 11 |
| รูปที่ 2.5 ปฏิกริยาแลกเปลี่ยนประจุของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์..... | 11 |
| รูปที่ 2.6 ชนิดของออร์กาโนเคลย์..... | 12 |
| รูปที่ 2.7 ชนิดของพอลิเมอร์/เคลย์ คอมพอสิต..... | 13 |
| รูปที่ 2.8 การเตรียมพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิตแบบ solution intercalation..... | 14 |
| รูปที่ 2.9 การเตรียมพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิตแบบ In situ intercalative polymerization..... | 14 |
| รูปที่ 2.10 การเตรียมพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิตแบบ melt intercalation..... | 15 |
| รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการตัดแปรมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยไดอะซอลามีน..... | 21 |
| รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น..... | 22 |
| รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 24 |
| รูปที่ 3.4 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่..... | 24 |
| รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต..... | 25 |
| รูปที่ 3.6 เครื่องปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลว..... | 25 |
| รูปที่ 3.7 เครื่อง X-ray Diffractometer..... | 26 |
| รูปที่ 3.8 เครื่อง FT-IR spectrometer..... | 27 |
| รูปที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)..... | 28 |
| รูปที่ 3.10 เครื่อง transmission electron microscope (TEM)..... | 28 |
| รูปที่ 3.11 เครื่อง thermal gravimetric analysis (TGA)..... | 29 |
| รูปที่ 3.12 เครื่อง differential scanning calorimeter (DSC)..... | 29 |
| รูปที่ 3.13 เครื่องหาค่าดัชนีการไหล (melt flow index)..... | 30 |
| รูปที่ 3.14 เตาเผาไฟฟ้า 1,600 °C..... | 30 |
| รูปที่ 3.15 กล้องจุลทรรศน์..... | 31 |
| รูปที่ 3.16 เครื่องทดสอบ universal testing..... | 31 |
| รูปที่ 3.17 เครื่องทดสอบ dynamic modulus..... | 32 |

| | |
|---|----|
| รูปที่ 4.1 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของมอนต์มอริลโลไนต์ที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรและ dodecylamine clay (DMMT)..... | 33 |
| รูปที่ 4.2 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมแสดงการเปรียบเทียบโครงสร้างของ dodecylamine clay (DMMT) และ dodecylphosphonic acid-clay PMMT..... | 34 |
| รูปที่ 4.3 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมแสดงผลของหมู่ฟอสฟอนิกที่มีต่อโครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์..... | 35 |
| รูปที่ 4.4 อินฟราเรดสเปกตรัมเปรียบเทียบระหว่างมอนต์มอริลโลไนต์ และ dodecylamine clay (DMMT) | 36 |
| รูปที่ 4.5 อินฟราเรดสเปกตรัมแสดงผลของปริมาณฟอร์มัลดีไฮด์ที่มีต่อหมู่ฟังก์ชันของ PMMT..... | 37 |
| รูปที่ 4.6 อินฟราเรดสเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชันเปรียบเทียบระหว่าง PMMT ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ ฟอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน เท่ากับ 2:1, 6:1 และ dodecylamine clay (DMMT)..... | 37 |
| รูปที่ 4.7 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ dodecylamine clay (DMMT) | 38 |
| รูปที่ 4.8 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT)..... | 39 |
| รูปที่ 4.9 ภาพ TEM ของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT)..... | 40 |
| รูปที่ 4.10 กลไกการแยกชั้นแผ่นเคลย์โดยแรงผลักดันระหว่างประจุลบของสารแยกชั้นแผ่น dodecylphosphonic acid และชั้นเคลย์..... | 40 |
| รูปที่ 4.11 TG เทอร์โมแกรมของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT)..... | 41 |
| รูปที่ 4.12 DTG เทอร์โมแกรมของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT)..... | 41 |
| รูปที่ 4.13 TG เทอร์โมแกรมแสดงเสถียรภาพทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 400-520 °C ของพอลิไพร์โรลีนและพอลิไพร์โรลีน/PMMTนาโนคอมพอสิตที่ปริมาณ PMMT ต่างกัน..... | 43 |
| รูปที่ 4.14 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิไพร์โรลีนและพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต | 44 |
| รูปที่ 4.15 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิไพร์โรลีนและพอลิไพร์โรลีน/PMMTนาโนคอมพอสิต..... | 45 |
| รูปที่ 4.16 ค่าดัชนีการไหลของพอลิไพร์โรลีนและพอลิไพร์โรลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตที่ปริมาณ PMMT ต่างๆ กัน..... | 46 |
| รูปที่ 4.17 ลักษณะภายนอกของเส้นใยพอลิไพร์โรลีนและเส้นใยพอลิไพร์โรลีน/ PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C/PP-20..... | 49 |

| | |
|--|----|
| รูปที่ 4.18 ลักษณะภายนอกของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/ PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP-20..... | 49 |
| รูปที่ 4.19 ภาพ SEM ของอนุภาค PMMT ที่ได้จากการเผาพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP..... | 51 |
| รูปที่ 4.20 การกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C+W/PP..... | 52 |
| รูปที่ 4.21 ผลของการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP, C/PP และการกระจายตัวตามทฤษฎี..... | 52 |
| รูปที่ 4.22 ค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP draw ratio เท่ากับ 20 เท่า (C+W/PP-20)..... | 54 |
| รูปที่ 4.23 ค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP-20 และชนิด C/PP-20..... | 54 |
| รูปที่ 4.24 ค่าความต้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C/PP-20 และ C+W/PP-20 ที่ปริมาณ PMMT ต่างกัน..... | 56 |
| รูปที่ 4.25 ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ชนิด C/PP-20 และ C-W/PP ที่ปริมาณ PMMT ต่างกัน..... | 56 |
| รูปที่ 4.26 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามแนวความยาวเส้นใยของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและพอลิ- โพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่ผ่านการดึงยืดด้วย draw ratio 20 เท่า.... | 58 |
| รูปที่ 4.27 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามแนวตั้งฉากกับเส้นใยของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและพอลิ- โพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่ผ่านการดึงยืดด้วย draw ratio 20 เท่า.... | 58 |
| รูปที่ 4.28 TG เทอร์โมแกรมแสดงเสถียรภาพทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 400-510°C ของเส้น ใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/ PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP draw ratio เท่ากับ 20 เท่า ที่ปริมาณ PMMT ต่างกัน..... | 59 |
| รูปที่ 4.29 DSC เทอร์โมแกรมแสดงช่วงอุณหภูมิในการหลอมเหลว (T_m) ของเส้นใยพอลิโพรพิลีน และเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่มีปริมาณ PMMT เท่ากับ 4 wt% โดย draw ratio ของเส้นใยทั้งสองชนิดเท่ากับ 20 เท่า..... | 60 |
| รูปที่ 4.30 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิในการเกิดผลึก (T_c) ของเส้นใยพอลิโพรพิลีน และเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่มีปริมาณ PMMT เท่ากับ 4 wt% โดย draw ratio ของเส้นใยทั้งสองชนิดเท่ากับ 20 เท่า..... | 61 |

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

พอลิโพรพิลีนเป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอและพลาสติก เส้นใยพอลิโพรพิลีนเป็นเส้นใยสังเคราะห์ที่มีสมบัติที่ดี อาทิ ฉีดขึ้นรูปได้ง่าย มีความแข็งแรงสูงแต่น้ำหนักเบา ดูดความชื้นต่ำ ทนต่อรา แมลง และสารเคมี อย่างไรก็ตามข้อด้อยของเส้นใยพอลิโพรพิลีนคือ มีจุดหลอมเหลวต่ำ ย้อมสีได้ยาก มีเสถียรภาพทางความร้อนต่ำ ทนต่อรังสีอัลตราไวโอเล็ตต่ำ และติดไฟได้ง่าย ดังนั้นเพื่อปรับปรุงสมบัติของเส้นใยพอลิโพรพิลีน จึงจำเป็นต้องมีการเติมสารเติมแต่งลงไป在线ใย ซึ่งสารเติมแต่งที่มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตรจะมีความสามารถในการปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ให้โดดเด่นยิ่งขึ้น อาทิ สมบัติเชิงกล สมบัติการซึมผ่านของแก๊ส เสถียรภาพทางความร้อน และความสามารถในการทอวงไฟ นอกจากนี้ยังใช้ปริมาณที่น้อยในการปรับปรุงสมบัติให้กับพอลิเมอร์ ซึ่งในปัจจุบันมอนต์มอริลโลไนต์เป็นแร่ดินชนิดหนึ่งที่มีความสนใจอย่างแพร่หลายในการนำมาใช้เป็นสารเติมแต่งเพื่อปรับปรุงสมบัติให้กับพอลิเมอร์ อาทิ เสถียรภาพทางความร้อน สมบัติเชิงกล ความต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส และเพิ่มความสามารถในการทอวงไฟให้กับพอลิเมอร์

มอนต์มอริลโลไนต์เป็นแร่ดินเหนียวในกลุ่ม smectite ที่มีลักษณะเป็นแผ่นเกิดจากการเรียงซ้อนกันของชั้นอะลูมินาและซิลิกาโดยระหว่างชั้นมีไอออนบวกของโลหะ เช่น โซเดียม แคลเซียม โพแทสเซียม แมกนีเซียม หรือเหล็กแทรกอยู่ อย่างไรก็ตามการนำมอนต์มอริลโลไนต์มาใช้โดยตรงยังไม่สามารถให้สมบัติที่ดีได้ เป็นผลมาจากความสามารถในการเข้ากันระหว่างมอนต์มอริลโลไนต์และพอลิเมอร์ จึงจำเป็นต้องดัดแปรอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ก่อนที่จะนำไปผสมกับพอลิเมอร์ ถ้าอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปรเป็นชนิดแยกชั้นแผ่นโดยมีความหนาของชั้นแผ่นซิลิเกตในระดับนาโนเมตรจะสามารถปรับปรุงสมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล สมบัติการไหล และสมบัติป้องกันการซึมผ่านของแก๊สให้กับพอลิเมอร์ได้ดียิ่งขึ้น ดังนั้นในวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นในการเตรียมอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยวิธีการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่น ซึ่งเป็นสารที่มีประจุลบคล้ายกับประจุที่ผิวของมอนต์มอริลโลไนต์ โดยวิธีการสังเคราะห์ขึ้นภายในช่องแกลลลอรี่ โดยสารแยกชั้นแผ่นจะทำให้ชั้นแผ่นซิลิเกตของมอนต์มอริลโลไนต์แยกออกจากกัน และมีความบางระดับนาโนเมตร โดยผงนาโนเคลย์ที่ได้คาดว่าสามารถนำไปใช้ในการเตรียมเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตเพื่อปรับปรุงสมบัติของเส้นใยพอลิโพรพิลีน ทั้งสมบัติเชิงกลและ

สมบัติทางความร้อนได้โดยตรง โดยไม่ต้องการอาศัยกระบวนการหลอมเหลวเพื่อทำให้เกิดการแยกชั้นแผ่นเหมือนกับเทคนิคที่ใช้กับออร์กาโนเคลย์ทั่วไป

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาขั้นตอน ภาวะและวิธีการเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นโดยการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่นภายในช่องแกลลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์
2. เตรียมพอลิไพร์โรลีนนาโนคอมพอสิตและขึ้นรูปเส้นใยพอลิไพร์โรลีนนาโนคอมพอสิตด้วยกระบวนการปั่นแบบหลอมเหลว
3. วิเคราะห์และทดสอบสมบัติของเส้นใยพอลิไพร์โรลีนนาโนคอมพอสิต

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ดัดแปรมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนประจุกับโดเดซิลลามีน (dodecylamine) และสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่น (exfoliating agent) โดยอาศัยปฏิกิริยา Mannich ระหว่างโดเดซิลลามีนที่แทรกสอดอยู่ในช่องแกลลลอรี่กับฟอสฟอรัสแอซิด (phosphorus acid) โดยศึกษาผลของปริมาณฟอร์มัลดีไฮด์ที่ใช้ในการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่น ซึ่งอัตราส่วนโดยโมลของฟอร์มัลดีไฮด์ต่อโดเดซิลลามีนเท่ากับ 2:1, 3:1, 4:1, 5:1 และ 6:1 ตามลำดับ
2. ศึกษาสมบัติของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น ได้แก่ โครงสร้าง สัณฐานวิทยา หมู่ฟังก์ชันทางเคมี และเสถียรภาพทางความร้อน
3. เตรียมสารผสมระหว่างพอลิไพร์โรลีน/มอนต์มอริลโลไนต์ โดยกระบวนการอัดรีดด้วยความร้อน และศึกษาผลของปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์ที่มีต่อสมบัติของพอลิไพร์โรลีนนาโนคอมพอสิตในปริมาณร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 โดยน้ำหนักสารทั้งหมด
4. ศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิไพร์โรลีนนาโนคอมพอสิต และการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ในพอลิไพร์โรลีน
5. ขึ้นรูปเส้นใยพอลิไพร์โรลีนนาโนคอมพอสิตด้วยกระบวนการปั่นแบบหลอมเหลว
6. ศึกษาสมบัติทางความร้อน โครงสร้างผลึก และสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิไพร์โรลีนนาโนคอมพอสิต

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นที่มีความหนาของชั้นซิลิเกตในระดับนาโน-เมตร โดยการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่นภายในช่องแกลลอรี่ เพื่อนำไปใช้ในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีน



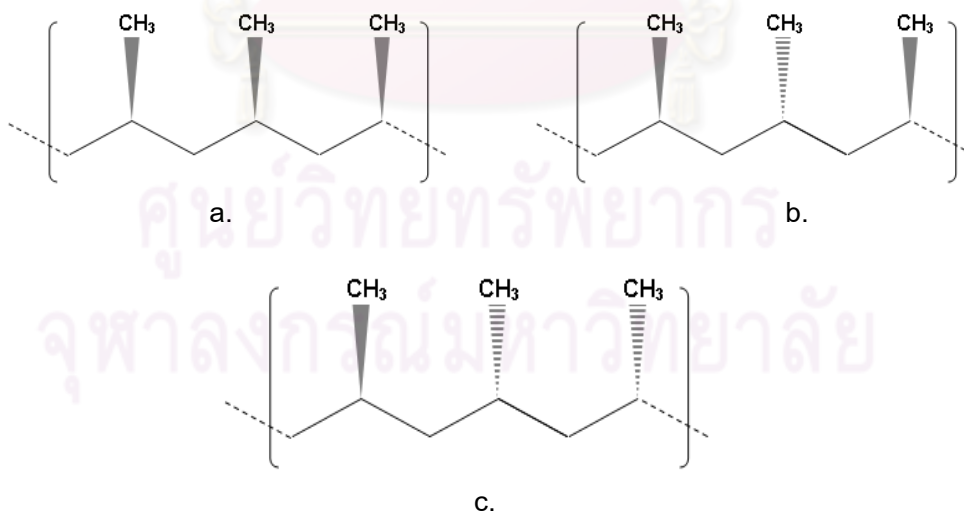
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 พอลิโพรพิลีน [1]

ในช่วงปีพ.ศ. 2493 ขณะนั้นพอลิเมอร์ประเภทพอลิโอเลฟินมีจำหน่ายแค่เพียงพอลิเอทิลีน พอลิโอไซบิวทิลีน และพอลิโอไซบิวทิลีน-ไอโซพรีน โคพอลิเมอร์ เท่านั้น ซึ่งความพยายามที่จะเตรียมพอลิโอเลฟินตัวอื่นๆ ยังไม่ประสบความสำเร็จเนื่องจากได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำเกินไป จนกระทั่งในปี พ.ศ. 2497 ศาสตราจารย์กิลลิโอ แนนตา (Prof. Giulio Natta) ชาวอิตาลีได้นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ศาสตราจารย์ คาร์ล ซีเกลอร์ (Prof. Karl Ziegler) ชาวเยอรมันค้นพบมาใช้ในการเตรียมพอลิโพรพิลีน โดยการปรับเปลี่ยนรูปแบบของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งทำให้ได้พอลิโพรพิลีนที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงแตกต่างกันส่งผลต่อสมบัติที่ต่างกันไป โดยสามารถแบ่งชนิดของพอลิโพรพิลีนตามลักษณะโครงสร้างสเตอริโอ (stereo configuration) ได้สามแบบคือไอโซแทกติก (isotactic) ซินดีโอแทกติก (syndiotactic) และอะแทกติก (atactic) ดังแสดงในรูปที่ 2.1 ซึ่งโครงสร้างทั้งสามแบบนี้จะมีความเป็นระเบียบที่ต่างกันส่งผลให้มีสมบัติที่ต่างกัน โดยไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนจะมีความหนาแน่นสูงเหมือนพอลิเอทิลีน แต่มีจุดอ่อนตัวสูงกว่าและมีความแข็งแรงกว่าแบบอื่นๆ ซึ่งมีส่วนของออสซิลลูชันทำให้ความแข็งแรงลดลง โดยบริษัทที่ผลิตไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนในทางการค้าได้เป็นครั้งแรกคือ Montecatini (Moplen) ในปีพ.ศ. 2500 หลังจากนั้นพอลิโพรพิลีนจึงกลายเป็นพอลิเมอร์สำคัญอีกชนิดหนึ่ง



รูปที่ 2.1 ชนิดของพอลิโพรพิลีนตามลักษณะโครงสร้างสเตอริโอ (stereo configuration)

a.) isotactic, b.) syndiotactic และ c.) atactic [2]

2.1.1 การสังเคราะห์พอลิโพรพิลีน

การสังเคราะห์พอลิโพรพิลีนเริ่มจากการนำพอลิโพรพิลีนมอนอเมอร์ที่ได้จากการกลั่นลำดับส่วนผลิตภัณฑ์ปิโตรเลียม โดยการเกิดพอลิเมอไรเซชันของแก๊สพอลิโพรพิลีนจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เรียกว่า “ตัวเร่งปฏิกิริยาซีเกลอร์-แนตตา” ที่นิยมใช้คือทิวเทเนียมไตรคลอไรด์กับอะลูมิเนียมไตรเอทิล อะลูมิเนียมไตริวทิลหรืออะลูมิเนียมไตรเอทิลโมโนคลอไรด์ในแนพทาภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน โดยอาจใช้ตัวเร่ง 10% แนพทา 90% ผ่านเข้าไปในเตาปฏิกรณ์ที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลาประมาณ 8 ชั่วโมง จะได้พอลิเมอริ์ถึง 80-85% เทคนิคการพอลิเมอไรเซชันมักใช้แบบแขวนลอยมากกว่าแบบสารละลาย การควบคุมน้ำหนักโมเลกุลทำได้โดยใช้ไฮโดรเจนเป็นตัวย่ำสายโซ่ หรืออาจปรับเปลี่ยนสัดส่วนของตัวเร่งอุณหภูมิ ความดันของมอนอเมอร์หรือความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งวัสดุที่อยู่ในของผสมหลังปฏิกิริยามีดังนี้

1. ไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีน
2. อะแทกติกพอลิโพรพิลีน
3. ตัวทำละลาย
4. มอนอเมอร์
5. ตัวเร่งปฏิกิริยา

ในการแยกไอโซแทกติกพอลิโพรพิลีนออกมาทำได้โดยผ่านของผสมที่ได้จากเตาปฏิกรณ์ไปยัง flash drum เพื่อแยกมอนอเมอร์ที่เหลือออกไปแล้วผ่านต่อไปที่เครื่องเซนตริฟิวจ์เพื่อแยกตัวทำละลายซึ่งละลายอะแทกติกพอลิเมอริ์อยู่ด้วยออกไป จากนั้นแยกตัวเร่งออกด้วยเมธานอลผสมกรดเกลือเล็กน้อย แล้วผ่านขบวนการเซนตริฟิวจ์อีกครั้งเพื่อแยกเมธานอล นำพอลิเมอริ์ที่ได้ไปล้างให้สะอาดและทำให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 80 °C

2.1.2 สมบัติของพอลิโพรพิลีนและการใช้ประโยชน์

พอลิโพรพิลีนที่เตรียมได้โดยตัวเร่งปฏิกิริยาซีเกลอร์-แนตตาจะมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 60,000 ถึง 200,000 มีความหนาแน่นประมาณ 0.90g/cm³ อุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) 164-170 °C ไม่ละลายในตัวทำละลายใดๆ ที่อุณหภูมิห้อง แต่ถ้าเกิน 80°C ขึ้นไปจะละลายในไฮโดรคาร์บอน อะโรมาติก และคลอริเนตไฮโดรคาร์บอน มีความทนแรงดึง ความแข็งดึง และความแข็งที่สูงมาก มีความมัน (gloss) ที่ดี มีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีมาก มีความเฉื่อยต่อสารเคมีและความชื้น แต่มีเสถียรภาพทางความร้อน แสงและการเกิดออกซิเดชันที่ต่ำกว่าพอลิเอทิลีน

พอลิโพรพิลีนที่ใช้ทางการค้ามักผสมสารเติมแต่ง เช่น สี ผงคาร์บอนดำ ไยแก้ว ยาง และสารแอนติออกซิแดนต์ เป็นต้นเพื่อให้สมบัติที่ดีขึ้นเหมาะกับการใช้งาน พอลิโพรพิลีนมักใช้ทำวัสดุ

ของใช้ในครัว แผ่นฟิล์มสำหรับห่อ ถุงพลาสติกใส่ของร้อน เชือกปอพลาสติก กล่องแบตเตอรี่ กระเป๋า ถังขยะ ถังน้ำ ท่อน้ำ ชิ้นส่วนตู้เย็น เส้นใยสิ่งทอทั้งแบบเส้นใยสั้นและเส้นใยยาว

2.2 เส้นใยพอลิโพรพิลีน

เส้นใยพอลิโพรพิลีนเป็นเส้นใยสังเคราะห์เป็นที่มีความแข็งแรงสูง ราคาถูกโดยมีการเพิ่มปริมาณการใช้ถึงร้อยละ 5 ในระยะเวลา 10 ปีที่ผ่านมา ในปีพ.ศ. 2542 ทั่วโลกได้มีการบริโภคเส้นใยพอลิโอเลฟินมากกว่า 5.5 ล้านตันและเป็นปริมาณร้อยละ 18 ของการผลิตเส้นใยสังเคราะห์ทั่วโลก [3] ในยุคแรกรูปแบบของเส้นใยพอลิโพรพิลีนผลิตที่ได้ยังมีจำกัดเนื่องจากเหตุผลทางด้านลิขสิทธิ์ จึงสามารถผลิตได้เพียงรูปแบบของสายเทปและเส้นใยยาว จนกระทั่งในช่วงต้นของปีพ.ศ. 2503 จึงได้มีการผลิตเส้นใยพอลิโพรพิลีนในรูปแบบของเส้นใยสั้นออกมาสู่ท้องตลาดจนในช่วงต้นของพ.ศ. 2513 ซึ่งเป็นยุคเริ่มแรกของการนำกระบวนการอัดรีดมาใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตฟิล์มซึ่งนำไปสู่การผลิตเส้นใยในรูปแบบที่หลากหลายขึ้น ในปัจจุบันการผลิตเส้นใยพอลิโพรพิลีนทำได้โดยนำเม็ดพอลิโพรพิลีนเรซินเข้าสู่กระบวนการปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลวผ่านหัวรีดได้เส้นใยออกมาจากนั้นนำเส้นใยยาวเข้าสู่กระบวนการดึงยึดให้เกิดการจัดเรียงตัวของโมเลกุลมีความเป็นระเบียบและเกิดผลึกเพิ่มขึ้น ซึ่งลักษณะของเส้นใยที่พบมีหลากหลายรูปแบบทั้งขนาด รูปทรง ความมัน และสมบัติเฉพาะด้าน โดยขึ้นกับการใช้งานที่ต้องการ [4]

เส้นใยพอลิโพรพิลีนสามารถนำมาใช้งานได้หลายรูปแบบ เช่น เชือก อวน พรมปูพื้นสนามหญ้าเทียม ผ้าคลุมดิน ใช้ทางการแพทย์ ยานยนต์ การเกษตร ผลิตภัณฑ์ตกแต่งบ้าน ในด้านการทำเครื่องนุ่งห่ม เส้นใยพอลิโพรพิลีนสามารถนำมาผสมกับเส้นใยธรรมชาติเพื่อทำเป็นเส้นใยที่แข็งแรง เนื้อนุ่มหรือผ้าห่ม [5]

2.2.1 สมบัติของเส้นใยพอลิโพรพิลีน [6]

สมบัติทางกายภาพ

ลักษณะภายนอก เมื่อดูจากกล้องจุลทรรศน์จะมีลักษณะเป็นเส้นใยพื่นที่หน้าตัดกลม และเป็นแท่งยาวใส มีความมันหลายระดับตั้งแต่ทึบ กึ่งทึบ สว่าง และพบทั้งชนิดของเส้นใยยาวและเส้นใยสั้น

ความแข็งแรง เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความแข็งแรงดีมาก โดยขึ้นกับระดับขั้นของการเกิดพอลิเมออร์หรือน้ำหนักโมเลกุล หากนำไปใช้งานเพื่อทำเป็นเชือกจะมีความแข็งแรงประมาณ 9.0 กรัม/ดีเนียร์ เส้นใยมีการทนต่อแรงซัดถูได้ดี

สภาพยืดหยุ่น ค่อนข้างดีใกล้เคียงกับไนลอนและถ้าได้รับแรงยืดคงที่เป็นเวลานานติดต่อกันจะเกิดผลอันเนื่องมาจากเวลาที่รับแรงทำให้เกิดการยืดตัวถาวรขึ้น

การคืนตัวจากแรงอัด เป็นสมบัติเด่นประการหนึ่งของพอลิโพรพิลีน ทำให้เหมาะกับการทำเป็นพรม

ความสามารถในการดูดซึมความชื้น ความสามารถในการดูดความชื้นต่ำจึงสามารถถ่ายเทความชื้นได้ดี จึงเหมาะสมต่อการทำผ้าอ้อมสำหรับเด็ก

การนำความร้อน เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความสามารถในการนำความร้อนต่ำกว่าเส้นใยชนิดอื่นจึงเหมาะสมต่อการทำผลิตภัณฑ์เสื้อผ้าหรือผ้าห่มที่ให้ความอบอุ่น

ความถ่วงจำเพาะ เป็นเส้นใยที่มีความถ่วงจำเพาะต่ำกว่าน้ำ (0.91 g/cm^3) จึงเป็นเส้นใยที่ลอยน้ำได้

ความทนต่อสารเคมี

กรด พอลิโพรพิลีนส่วนใหญ่ทนต่อกรดได้ดี ยกเว้นเฉพาะกรดไนตริกที่อุณหภูมิสูงต่าง พอลิโพรพิลีนทนต่อต่างได้ดีมาก สามารถซักล้างด้วยสบู่ น้ำยาซักผ้า โดยไม่มีผลเสียต่อเส้นใยและความแข็งแรงในขณะเปียกไม่เปลี่ยนแปลง

สารซักฟอก พอลิโพรพิลีนทนต่อสารซักฟอกทั่วไปได้ดีในอุณหภูมิที่ต่ำกว่า $150 \text{ }^\circ\text{F}$ แต่ถ้าสูงกว่านั้นจะมีผลเสียทำให้ความแข็งแรงลดลง ดังนั้นการซักพอลิโพรพิลีนจึงไม่ควรซักด้วยอุณหภูมิที่สูงเกินไป

ราและแมลง เส้นใยพอลิโพรพิลีนมีความต้านทานต่อการเกิดราและการถูกทำลายโดยแมลง

แสง ภายใต้อากาศปกติหากได้รับแสงโดยตรงเป็นเวลาติดต่อกันจะส่งผลให้ความแข็งแรงลดลง

ข้อเสียของเส้นใยพอลิโพรพิลีน

อย่างไรก็ตามข้อเสียของเส้นใยพอลิโพรพิลีนคือ

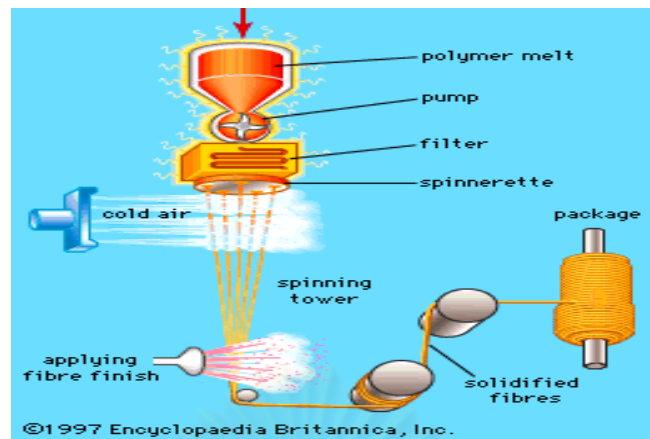
- 1) อุณหภูมิในการหลอมเหลวต่ำ ทำให้มีความไวต่อความร้อน ผลิตภัณฑ์เสียรูปทรงได้ง่าย
- 2) ย้อมสีติดยาก
- 3) มีเสถียรภาพต่อรังสียูวีและเสถียรภาพทางความร้อนต่ำ
- 4) ความสามารถในการคืนตัว (resilience) ต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับพอลิเอสเตอร์หรือไนลอน

- 5) แรงแย้ดเกาะกับกาวและเลเทกซ์ต่ำ
- 6) ติดไฟได้ง่ายจึงต้องการสารหน่วงไฟและสารเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อน

2.3 การผลิตเส้นใยแบบหลอมเหลว

การปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลว (melt spinning) เป็นระบบที่พัฒนาขึ้นมารองรับการผลิตเส้นใยสังเคราะห์ได้เป็นอย่างดี มีความเร็วในการผลิตสูง เป็นการปั่นเส้นใยโดยตรงด้วยการทำให้พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้แล้วมีสภาพเป็นของเหลวด้วยความร้อน เส้นใยที่ถูกปั่นเป็นเส้นจะอยู่ในสภาพที่กระแสมผ่านเพื่อให้เกิดการเย็นตัวลง ได้เส้นใยที่มีความแข็งแรง โดยนับเป็นกระบวนการที่ไม่ต้องใช้สารเคมีหรือตัวทำละลาย อีกทั้งสามารถควบคุมพื้นที่ภาคตัดขวางได้อย่างแม่นยำ [7]

กระบวนการปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลวอาจเริ่มจากกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันจนออกมาเป็นเส้นใยในสายการผลิตเดียวหรือเป็นกระบวนการผลิตแบบไม่ต่อเนื่องโดยเริ่มจากกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันออกมาได้เป็นเม็ดพอลิเมอร์ (polymer chip) แล้วนำเม็ดพอลิเมอร์ไปฉีดเป็นเส้นใยอีกทอดหนึ่ง สมบัติของพอลิเมอร์ที่จะผลิตด้วยกรรมวิธีแบบหลอมเหลวได้ ต้องสามารถทนต่อภาวะที่ใช้ในการหลอมตัว มีการเปลี่ยนสภาพจากของแข็งเป็นของเหลว แล้วผ่านการอัดรีดผ่านสปินเนอร์เรท (spinneret) จากนั้นเกิดการเย็นตัวเป็นเส้นใยได้ พร้อมทั้งมีการคงรูปในภาวะที่เป็นของเหลวได้ดี โดยความเร็วที่ใช้ในการผลิตมีตั้งแต่ 1,000 เมตรจนถึง 6,000 เมตรต่อนาที ในกรรมวิธีที่เสรีจันชั้นตอนเดียว (one step high speed spinning) และได้รับการพัฒนาให้ความเร็วในการผลิตสูงขึ้นดังเช่นในการผลิตแบบ melt-blow ซึ่งมีได้ถึง 10,000 เมตรต่อนาที แต่ปัจจุบันการผลิตให้เป็นเส้นยาว (filaments) ที่เป็นที่ยอมรับมากจะเป็นการผลิตเส้นใยที่เป็น POY (partially oriented yarn) และ FDY (fully draw yarn) การเติมสารเติมแต่งจะสามารถเพิ่มสมบัติต่างๆ ให้กับเส้นใย ทั้งสารเติมแต่งที่ทำหน้าที่เป็นสารตัวเติม (fillers) และสารเสริมแรง (reinforcements) เช่นเส้นใยแก้ว ไมกา (mica) ทัลค์ (talc) และแคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกล แต่อย่างไรก็ตามสารตัวเติมที่ใช้เช่น แคลเซียมคาร์บอเนตมักใช้เพียงเพื่อเป็นตัว extenders เพื่อช่วยลดราคาต้นทุนการผลิตลง และเพิ่มสมบัติเชิงกลเช่น ความแข็งตึง (stiffness) และความทนต่อแรงกระแทก (impact strength) ในปัจจุบันการนำอนุภาคนาโนมาใช้ในการปรับปรุงคุณภาพของเส้นใยสังเคราะห์กำลังได้รับความนิยมอย่างสูง เนื่องจากสามารถสร้างความโดดเด่นให้กับสมบัติของผลิตภัณฑ์ได้อย่างชัดเจน [8]



รูปที่ 2.2 กระบวนการผลิตเส้นใยแบบหลอมเหลว [9]

2.4 แร่ดิน (clay mineral) [10]

แร่ดินเป็นแร่ทุติยภูมิที่เกิดจากการผุพังของหิน โดยมีอนุภาคขนาดเล็กระดับไมครอนมีธาตุอลูมิเนียม ซิลิกอน และออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลัก โครงสร้างของแร่ดินคือสารประกอบแอนไฮดรัสอลูมิโนซิลิเกต (anhydrous aluminosilicate) แร่ดินส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นแผ่นเกิดจากการเรียงซ้อนกันของชั้นอลูมินา (alumina) และซิลิกา (silica) ระหว่างชั้นมีไอออนบวกของโลหะเช่น โซเดียม แคลเซียม โพแทสเซียม แมกนีเซียมหรือเหล็กแทรกอยู่ จากโครงสร้างและองค์ประกอบที่แตกต่างกัน ทำให้สามารถจำแนกชนิดของแร่ดินออกได้เป็น 5 ประเภทคือ

1. Kaolinite มีสูตรเคมีทั่วไปคือ $2\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ มีโครงสร้างแบบแผ่นชนิด 1:1 ประกอบด้วยชั้นซิลิกาเรียงสลับกับชั้นอลูมินา
2. Illite เป็นแร่ดินชนิด 2:1 ในหน่วยโครงสร้างจะมีชั้นซิลิกา 2 ชั้น ประกบชั้นอลูมินาอยู่ และในแต่ละหน่วยมีประจุบวกของโพแทสเซียมแทรกอยู่ ทำให้ดินกลุ่มนี้ไม่สามารถพองตัวในน้ำได้
3. Smectite โครงสร้างเป็นชนิด 2:1 เหมือนกลุ่มอิลไลต์ แต่ในชั้นโครงสร้างมีโมเลกุลของน้ำแทรกอยู่ และประจุบวกส่วนใหญ่ที่พบเป็น แคลเซียม แมกนีเซียม เหล็กและโซเดียม แร่กลุ่มนี้มีความสามารถในการพองตัวในน้ำได้ดี
4. Vermiculite มีโครงสร้างเหมือน Smectite แต่มีค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุสูงกว่า เมื่อเผาแล้วมีลักษณะคล้ายตัวหนอน
5. Palygorskite มีโครงสร้างต่อเนื่องเป็นลูกโซ่

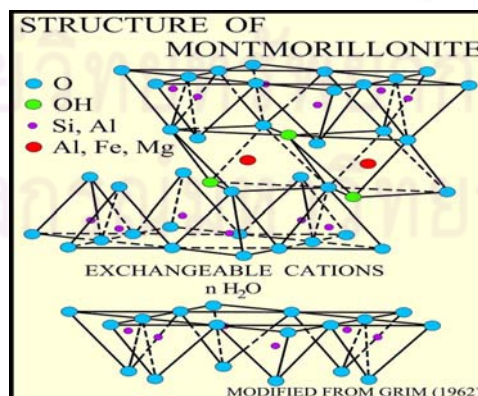
แร่ดินที่นิยมนำมาใช้งานส่วนใหญ่อยู่ในกลุ่ม kaolinite และ smectite โดยกลุ่ม kaolinite นิยมนำมาเป็นส่วนผสมในการทำผลิตภัณฑ์เซรามิกเช่น กระเบื้อง ถ้วยชาม และสุขภัณฑ์ เป็นต้น

สำหรับกลุ่ม smectite ที่รู้จักกันดีได้แก่ มอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite) ซึ่งนิยมนำมาใช้เป็น สารตัวเติมในอุตสาหกรรมสี หมึกพิมพ์ กระดาษ หรือใช้เป็นโคลนขุดเจาะ (drilling mud) และเป็น สารหล่อลื่น ปัจจุบันนี้ นักวิทยาศาสตร์ได้พยายามอาศัยสมบัติของแร่ดินกลุ่มนี้เพื่อเป็นประโยชน์ ในการใช้งานให้หลากหลายและมีประสิทธิภาพสูงขึ้น โดยใช้เทคนิคการปรับเปลี่ยนสภาพพื้นผิวให้ ได้ดินที่ชอบสารอินทรีย์หรือที่รู้จักกันทั่วไปว่า “ออร์กาโนฟิลิกเคลย์” (organophilic clay) ซึ่ง สามารถนำไปใช้ในระบบที่ใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ได้ เช่น ใช้เป็นสารปรับความหนืดในสี หมึกพิมพ์ และจาระบี

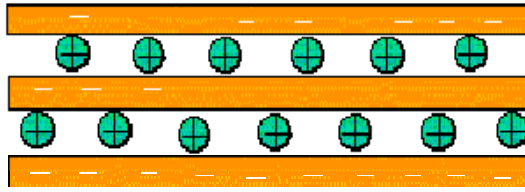
แร่ดินมีจุดเด่น คือมีโครงสร้างผลึกที่เป็นแผ่นหรือชั้นเรียงซ้อนกัน ทำให้มีความยืดหยุ่น และมีความเป็นขั้ว ที่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้อย่างกว้างขวางและนำไปสู่เทคโนโลยีของนาโน เคลย์และนาโนคอมพอสิต

2.4.1 มอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite) [10]

มอนต์มอริลโลไนต์มีสูตรโครงสร้างทางเคมีทั่วไปคือ $M_x(Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$ จัดเป็น แร่ที่นิยมนำมาใช้เตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต เนื่องจากโครงสร้างมีลักษณะเป็นชั้นหรือเป็น แผ่นซ้อนกันแบบ 2:1 กล่าวคือประกอบด้วยชั้นของซิลิกา 2 ชั้น ชั้นของอะลูมินา 1 ชั้น แทรกอยู่ ตรงกลาง ดังแสดงในรูปที่ 2.3 โดยแต่ละชั้นมีความหนาเพียง 0.7-1.0 นาโนเมตร แต่มีความยาว ประมาณ 1,000 เท่า ทำให้มีค่า aspect ratio สูง จึงเหมาะที่จะใช้เป็นสารเสริมแรงในวัสดุพอลิ- เมอร์ โดยมีช่องว่างระหว่างชั้นที่เรียกว่า gallery หรือ interlayer พื้นผิวของชั้นอะลูมิโนซิลิเกตมี ประจุลบซึ่งยึดเกาะกันด้วยประจุบวกของโลหะภายในช่องแกลลอรี่ เช่น โซเดียม แมกนีเซียม และ แคลเซียม เป็นต้น



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ [11]

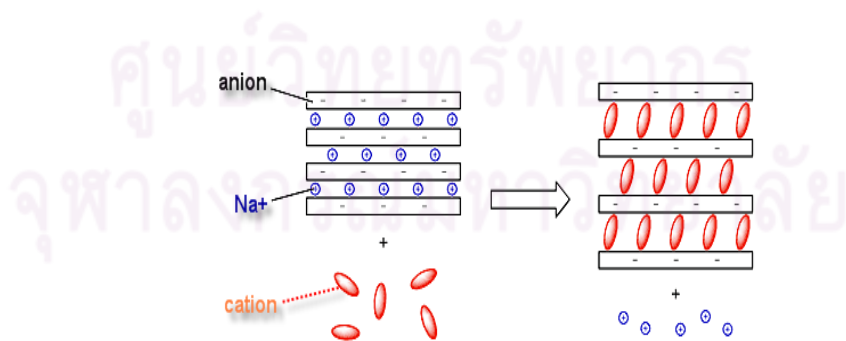


รูปที่ 2.4 แรงดึงดูดไฟฟ้าสถิตที่ยึดแผ่นโครงสร้างของเคลย์ [12]

เนื่องจากสมบัติความเป็นขั้วทำให้มอนต์มอริลโลไนต์มีสมบัติที่ชอบน้ำและดูดน้ำได้มาก ซึ่งโดยทั่วไปความหนาของชั้นผลึกสามารถขยายจนถึง 1.2 นาโนเมตรเมื่อมีความชื้น การที่มอนต์มอริลโลไนต์สามารถขยายตัวได้มากจึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมอาหาร เคมีภัณฑ์ เครื่องสำอาง ใช้ปรับความหนืดในอุตสาหกรรมปิโตรเลียม ใช้เป็นสารดูดกลิ่นในภาคปฏิภูลของสัตว์เลี้ยง รวมถึงในงานบำบัดน้ำเสีย เป็นต้น

2.4.2 ออร์กาโนฟิลิกเคลย์ (organophilic clay) [10]

ในธรรมชาติมอนต์มอริลโลไนต์มีสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic) จึงจำเป็นต้องปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างพอลิเมอร์ที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) กับมอนต์มอริลโลไนต์ โดยเตรียมเป็นมอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปร (modified montmorillonite) ก่อนที่จะนำไปผสมกับพอลิเมอร์ วิธีที่ง่ายที่สุดในการดัดแปรมอนต์มอริลโลไนต์ คือการทำปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนประจุ (ion exchange) ระหว่างประจุบวกภายในช่องแกลลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์กับสารอินทรีย์ที่มีประจุบวก (organic cation) เช่น เกลือแอมโมเนียม (ammonium salt) หรือเกลือฟอสโฟเนียม (phosphonium salt)



รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนประจุของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ [12]

มอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการตัดแปรแล้วจะเรียกว่า “ออร์กาโนเคลย์” หรือ “ออร์กาโนฟิลิกเคลย์” โดยปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนประจุด้วยสารอินทรีย์ที่มีประจุบวกจะทำให้ ระยะห่างของช่องว่างระหว่างชั้นของมอนต์มอริลโลไนต์หรือแกลลอรี่เพิ่มมากขึ้น ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความยาวและโครงสร้างของสารอินทรีย์ที่เข้าไปแทนที่ ซึ่งจะเรียกออร์กาโนเคลย์ที่มีโครงสร้างเช่นนี้ว่า ออร์กาโนเคลย์แบบแทรกสอด (intercalated clay) แต่ถ้าช่องแกลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์เกิดการขยายตัวมากจนทำให้แผ่นของมอนต์มอริลโลไนต์แยกออกจากกันและกระจัดกระจายอย่างไม่เป็นระเบียบ จะเรียกว่าออร์กาโนเคลย์แบบแยกจากกัน (exfoliated clay) ดังแสดงในรูปที่ 2.6 ซึ่งจะทำให้ได้อนุภาคของมอนต์มอริลโลไนต์ขนาดเล็กมากในระดับนาโนเมตร



รูปที่ 2.6 ชนิดของออร์กาโนเคลย์ [13]

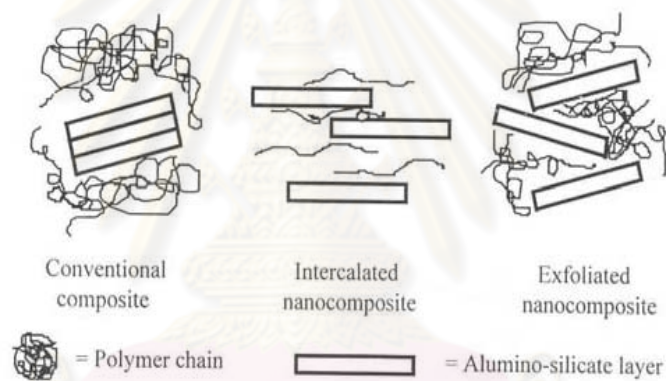
2.5 นาโนคอมพอสิต [14]

นาโนคอมพอสิต (nanocomposites) เป็นศาสตร์ที่ช่วยพัฒนาและปรับปรุงสมบัติของวัสดุคอมพอสิตแบบทั่วไปทั้งทางด้านความแข็งแรง เสถียรภาพทางความร้อน สมบัติทางแสง ความทนทานต่อสารเคมี และลดความสามารถในการติดไฟ ซึ่งนาโนคอมพอสิตที่ได้รับความสนใจและพัฒนากันอย่างแพร่หลายในปัจจุบันคือพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต

พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตเป็นวัสดุที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์โดยการเติมสารที่มีอนุภาคระดับนาโนเมตรให้กระจายตัวอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ ซึ่งสารดังกล่าวทำหน้าที่เสริมแรงให้กับพอลิเมอร์โดยจะเพิ่มพื้นที่ผิวยึดเกาะระหว่างพอลิเมอร์และสารเสริมแรงให้มากยิ่งขึ้น

พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตได้พัฒนาสำเร็จสู่การค้าเป็นครั้งแรกโดย Toyota Central R&D laboratory โดยใช้ caprolactam (nylon/clay nanocomposites) เนื่องจากเมื่อได้ผสมพอลิเมอร์กับออร์กาโนเคลย์แล้วจะทำให้ชั้นซิลิเกตขยายห่างจากกัน จึงเรียกว่าพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิต (polymer/clay nanocomposites) ซึ่งการกระจายตัวของเคลย์ในเนื้อพอลิเมอร์สามารถแบ่งได้ 3 ลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.7

1. ชนิดที่หนึ่งคอมพอสิตทั่วไป (conventional composite) จะประกอบด้วยสายโซ่พอลิเมอร์ที่ไม่แทรกสอดเข้าไประหว่างชั้นของซิลิเกต โดยที่แต่ละชั้นของมอนต์มอริลโลไนต์ยังรวมกันอยู่ และเฟสของพอลิเมอร์และเฟสของเคลย์จะแยกออกจากกันอย่างชัดเจน
2. นาโนคอมพอสิตแบบแทรกสอด (intercalated nanocomposite) ซึ่งคอมพอสิตชนิดนี้จะประกอบด้วยสายโซ่พอลิเมอร์ที่แทรกสอดเข้าไประหว่างชั้นซิลิเกตตั้งแต่ 1 สายโซ่ขึ้นไปทำให้ช่องว่างระหว่างชั้นของมอนต์มอริลโลไนต์ขยายออก แต่ชั้นของมอนต์มอริลโลไนต์ยังไม่แยกออกจากกันอย่างชัดเจน
3. นาโนคอมพอสิตแบบแยกจากกัน (exfoliated nanocomposite) ชั้นซิลิเกตของมอนต์มอริลโลไนต์จะแยกจากกันอย่างชัดเจนดังแสดงในรูปที่ 2.7 สายโซ่พอลิเมอร์จึงสามารถแทรกสอดเข้าไประหว่างชั้นโครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ ทำให้ได้นาโนคอมพอสิตที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันและให้สมบัติที่ดีกว่านาโนคอมพอสิตแบบแทรกสอด

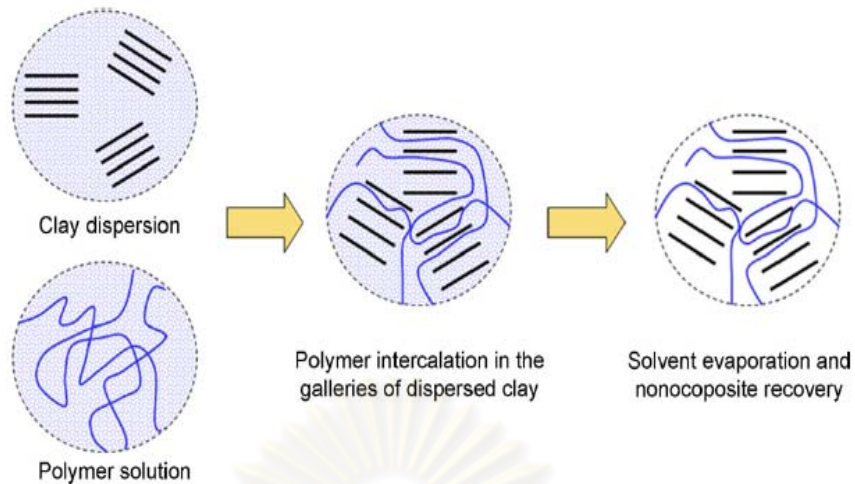


รูปที่ 2.7 ชนิดของพอลิเมอร์/เคลย์ คอมพอสิต [15]

2.5.1 การเตรียมวัสดุพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิต [16]

การเตรียมวัสดุพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิตในปัจจุบันมี 3 วิธีคือ

- 1) Solution intercalation เป็นวิธีที่มีพื้นฐานมาจากการใช้ตัวทำละลายที่พอลิเมอร์หรือพรีพอลิเมอร์สามารถถูกละลายได้และอนุภาคของเคลย์สามารถที่จะเกิดการบวมตัวในตัวทำละลายได้ ซึ่งตัวทำละลายที่นิยมใช้ได้แก่ คลอโรฟอร์ม (chloroform) และโทลูอีน (toluene) โดยวิธีนี้เมื่อพอลิเมอร์และสารละลายที่มีอนุภาคของเคลย์ที่เกิดการบวมตัวถูกผสมเข้าด้วยกัน พอลิเมอร์จะเกิดการแทรกสอดและแทนที่โมเลกุลของตัวทำละลายภายในชั้นของซิลิเกตของอนุภาคเคลย์ และเมื่อทำการขจัดตัวทำละลายออก จะทำให้ได้พอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมพอสิตที่มีโครงสร้างแบบแทรกสอด



รูปที่ 2.8 การเตรียมพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิตแบบ solution intercalation [17]

2) In situ intercalative polymerization วิธีนี้อนุภาคของเคลย์จะเกิดการบวมตัวภายในมอนอเมอร์เหลว (liquid monomer) หรือสารละลายของมอนอเมอร์ โดยการเกิดกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันจะเกิดขึ้นระหว่างชั้นของซิลิเกตเมื่อได้รับความร้อนหรือการแผ่รังสี การใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาอินทรีย์หรือตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ภายในชั้นของซิลิเกตในชั้นก่อนที่จะเกิดการบวมตัว

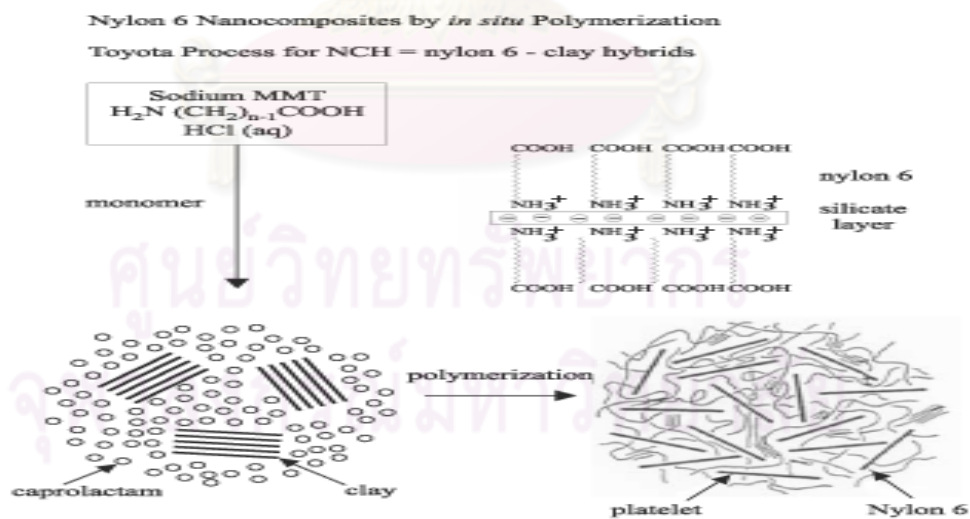


Figure 5. Formation of nylon 6 nanocomposites by in situ polymerization (Toyota Process).

รูปที่ 2.9 การเตรียมพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิตแบบ In situ intercalative polymerization [18]

3) Melt intercalation เป็นวิธีที่ประกอบด้วย การหลอมเหลวแบบได้รับแรงเฉือน และการผสมกันระหว่างพอลิเมอร์และมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปรเหนืออุณหภูมิอ่อนตัวของพอลิเมอร์ ซึ่งวิธีนี้จะดีกว่าสองวิธีแรกที่ว่ามาคือ เป็นวิธีที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมเนื่องจากไม่มีการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ และความเข้ากันได้ระหว่างพอลิเมอร์และอนุภาคของมอนต์มอริลโลไนต์จะเกิดเมื่อทำการขึ้นรูปทั้งแบบอัดรีดและแบบฉีด

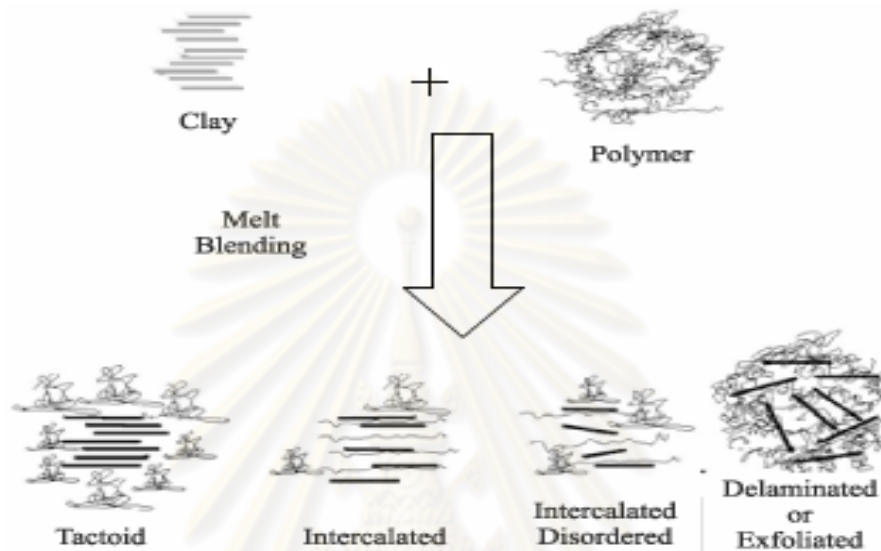


Figure 4. Schematic illustration of terminology used to describe nanocomposites formed from organoclays.

รูปที่ 2.10 การเตรียมพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิตแบบ melt intercalation [18]

2.5.2 ลักษณะสำคัญของพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิต [14]

ลักษณะสำคัญของพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมพอสิตได้แก่

1. มีความใส เพราะอนุภาคขนาดนาโนเมตรจะมีขนาดเล็กกว่าความยาวคลื่นแสง วิสสิเบิลมากแสงจึงไม่เกิดการกระเจิง จึงไม่เกิดความขุ่น ไม่ทึบแสง แต่จะโปร่งใส
2. มีความแข็งแรง มอดุลัสสูงขึ้น เนื่องจากความแข็งแรงของชั้นซิลิเกต
3. มีสมบัติการสกัดกั้นการซึมผ่านของแก๊ส เนื่องจากอนุภาคเคลย์ที่กระจายในเนื้อพอลิเมอร์จะมีพื้นที่ผิวและมีค่า aspect ratio สูง ทำให้ระยะทางการเคลื่อนที่ของแก๊สเพิ่มมากขึ้น
4. ทนความร้อนสูงได้ดี เพราะความเป็นฉนวนที่ดีของชั้นซิลิเกต เมื่อเกิดการเผาไหม้จะทำให้เกิดถ่าน (char) ปกคลุมที่ผิวหน้า จึงไม่ลามไฟและทำให้ไฟดับอย่างรวดเร็ว
5. เมื่อผสมในพอลิเมอร์ที่นำไฟฟ้าได้ จะทำให้พอลิเมอร์สามารถนำไฟฟ้าหรืออิเล็กทรอนิกส์ได้ดีขึ้น เพราะจำกัดการจัดเรียงตัวของโมเลกุลพอลิเมอร์ให้อยู่ในภาวะที่เอื้อต่อการนำไฟฟ้า โดยสายโซ่พอลิเมอร์จะถูกยึดออกมามากกว่าขดตัวทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนสะดวกขึ้น

2.5.3 ผลิตภัณฑ์สำคัญของพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต [14]

พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตสามารถนำมาใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ได้ในหลายรูปแบบ เช่น

1. ชิ้นส่วนรถยนต์ เช่น timing-belt cover โครงบุใต้หลังคา คอนโซล ตัวถัง ล้อรถยนต์ และถังน้ำมัน เป็นต้น ซึ่งช่วยเพิ่มความแข็งแรง คงทนและทนไฟ
2. สีพ่นรถยนต์ ให้ความคงทนมากขึ้น
3. แผ่นฟิล์มกันออกซิเจนในขวดยา/อาหาร กระบอ้งบรรจุอาหาร เพื่อป้องกันอาหารเสื่อมสภาพและยืดอายุสินค้าให้ยาวนานขึ้น
4. ขวดน้ำอัดลม เบียร์ ป้องกันการสูญเสียแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อัดไว้
5. ลูกเทนนิส ลูกบอลล ป้องกันการสูญเสียแก๊สภายในลูกบอลล ลูกเทนนิส
6. แผงวงจรอิเล็กทรอนิกส์ ช่วยให้ทนความร้อนได้มากขึ้น การหดตัวลดลง

2.5.4 แนวโน้มการพัฒนาวัสดุพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต [19]

ต่างประเทศ: เทคโนโลยีนี้ได้รับการพัฒนาและถ่ายทอดสู่อุตสาหกรรมอย่างรวดเร็วในหลายประเทศ เช่น สหรัฐอเมริกา แคนาดา ญี่ปุ่น จีน เกาหลี และอีกหลายประเทศในยุโรป ได้แก่ เยอรมัน ฝรั่งเศส อิตาลี เป็นต้น โดยเน้นการนำไปใช้ ดังตัวอย่างต่อไปนี้

1. ชิ้นส่วนรถยนต์ ในปี 2004 บริษัทผู้ผลิตรถยนต์รายใหญ่ของโลกต่างประกาศว่าจะนำชิ้นส่วนที่ผลิตจากพอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตมาใช้ในรถยนต์ โดยเชื่อว่าในอนาคตจะสามารถผลิตรถยนต์ทั้งคันที่ทำจากนาโนคอมพอสิตได้ ซึ่งจะมีความปลอดภัยสูง โดยเฉพาะจากอุบัติเหตุเพลิงไหม้
2. ผลิตภัณฑ์ทางการแพทย์ ได้แก่ ชิ้นส่วนที่ต้องทนน้ำ ด้านการซึมผ่านของแก๊ส เช่น ชิ้นส่วนลิ้นหัวใจเทียม
3. ผลิตภัณฑ์สำหรับอาหารและยา ได้แก่ ฟิล์มป้องกันการซึมผ่านของแก๊ส

ประเทศไทย: มีศักยภาพที่จะพัฒนาผลิตภัณฑ์ที่หลากหลายรูปแบบ

1. อุตสาหกรรมยานยนต์ อาทิ ชิ้นส่วนภายในรถยนต์
2. ผลิตภัณฑ์ทางการแพทย์ อาทิ สารคอมพอสิตอุดฟัน สายยางหรือท่อต่างๆ
3. ผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาตินาโนคอมพอสิต เช่น ปะเก็นล้อรถ
4. ผลิตภัณฑ์กีฬา เช่น ลูกบอลล ลูกเทนนิส
5. การผลิตฟิล์มการเกษตร ฟิล์มห่อผัก ผลไม้ ฟิล์มเลี้ยงต้นอ่อน ในอุตสาหกรรมการเกษตร
6. อุตสาหกรรมเสื้อผ้าโดยการผลิตเส้นใยนาโนคอมพอสิตที่ทนไฟ ให้ความอบอุ่น หรือยับยั้งกลิ่นได้ดี

7. ด้านพลังงานและสิ่งแวดล้อม อาทิ ตัวตรวจวัดแก๊สอันตราย บำบัดน้ำเสีย สารอิเล็กทรอนิกส์ในแบตเตอรี่ของแข็ง (solid battery) เช่น แบตเตอรี่ชนิด ลิเทียมไอออน
8. การผลิตฟิล์มต้านหรือเพิ่มแก๊สออกซิเจนซึมผ่านสำหรับอุตสาหกรรมอาหาร เพื่อลดการเสื่อมสภาพของอาหาร

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Nguyen และ Baird [20] ทำการปรับปรุงการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ ในพอลิโพรพิลีนโดยใช้ supercritical CO₂ เป็น processing aid โดยเตรียมนาโนคอมพอสิตด้วยกระบวนการ melt intercalation ซึ่งจากการทดสอบด้วยเทคนิค wide angle x-ray diffraction (WAXD) และ transmission electron microscopy (TEM) พบว่าชั้นซีลีเกตของมอนต์มอริลโลไนต์มีการกระจายตัวในพอลิเมอร์แบบแยกจากกันมากขึ้น และเมื่อศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมพอสิตด้วยการทดสอบความแข็งแรง พบว่าเมื่อใช้อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ในปริมาณ 4 wt% สามารถทำให้ค่ามอดุลัสของยัง (Young's modulus) เพิ่มขึ้น 34%

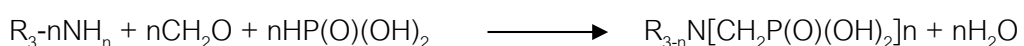
Morgan และ Harris [21] ได้เตรียมพอลิซิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต ด้วยวิธี solution intercalation แล้วนำสารละลายมาผ่านกระบวนการ sonication ซึ่งตัวทำละลายที่ใช้คือ chlorobenzene และสารอินทรีย์ที่ใช้ในการแลกเปลี่ยนประจุคือ 1,2-Dimethyl-3-*n*-hexadecyl imidazolium bromide (DMHDI-Br) เมื่อนำพอลิซิสไตรีน/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต มาทดสอบด้วยเทคนิค x-ray diffraction (XRD) และเทคนิค transmission electron microscopy (TEM) พบว่าค่าระยะห่างของช่องแกลลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์มีค่าเพิ่มขึ้น และมีการแยกชั้นซีลีเกตของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์แบบแยกจากกันในพอลิซิสไตรีน

He และคณะ [22] ทำการศึกษาการเตรียมวัสดุนาโนคอมพอสิตแบบแยกจากกันระหว่างพอลิโพรพิลีนและมอนต์มอริลโลไนต์ โดยเริ่มจากการดัดแปรอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ด้วย alkyl-triphenylphosphonium เพื่อนำไปใช้ในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาในการเตรียม ไอโซแทคติกพอลิโพรพิลีน (iso-tactic polypropylene)/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิต โดยวิธี in situ intercalative polymerization ซึ่งจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค x-ray diffraction (XRD) พบว่าการเตรียมพอลิโพรพิลีน/มอนต์มอริลโลไนต์นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค in situ intercalative polymerization ได้วัสดุนาโนคอมพอสิตแบบแทรกสอด โดยมีค่าระยะห่างของช่องแกลลลอรี่มากกว่า 5.8 นาโนเมตร และจากการทดสอบด้วยเทคนิค transmission electron microscopy (TEM) พบว่าค่าความหนาของชั้นซีลีเกตมีค่า 5-15 นาโนเมตร มีความยาวของแผ่นมอนต์มอริลโลไนต์ 100-200 นาโนเมตร และมีการกระจายตัวอย่างเป็นระเบียบในพอลิโพรพิลีน

Wang และคณะ [23] ได้ศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยกระบวนการ hydrothermal reaction โดยหลังจากทำปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนประจุแล้วจึงนำ slurry ที่ได้ใส่ใน autoclave ที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมงแล้วลดอุณหภูมิภายใน autoclave จนถึงอุณหภูมิห้องแล้วจึงนำมาล้างและอบ จากนั้นจึงบดและคัดกรองขนาดอนุภาค ซึ่งเมื่อทำการวิเคราะห์อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปร ด้วยเทคนิค x-ray diffraction (XRD) พบว่า ยังปรากฏพีค d_{001} ณ ตำแหน่ง $2\theta = 4.5^\circ$ ซึ่งสามารถบ่งชี้ได้ว่าอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ที่เตรียมได้ยังมีโครงสร้างเป็นแบบแทรกสอด จากการศึกษาด้วยเทคนิค scanning electron microscopy (SEM) พบว่าอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์มีความหนาของชั้นซิลิเกตที่น้อยกว่า 20 นาโนเมตร และเมื่อศึกษาสมบัติเชิงกลโดยนำอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ไปเสริมแรงในไนลอน-6 ในปริมาณ 2 wt% พบว่าค่าความทนแรงกระแทก (impact strength) ของไนลอน-6 จะมีค่าเพิ่มขึ้น 47.6 %

Chiu และคณะ [24] ทำการสังเคราะห์พอลิเอมีนที่มีกิ่ง (branched polyamines) เพื่อใช้เป็นสารแยกชั้นแผ่น (exfoliating agent) และใช้ในการแลกเปลี่ยนประจุภายในช่อง แกลลลอรี่ ซึ่งจากผลการทดสอบด้วยเทคนิค x-ray diffraction (XRD) และ transmission electron microscopy (TEM) พบว่าเมื่ออัตราส่วนของโมลของพอลิเอมีนต่อกรดเท่ากับ 3:6 จะสามารถเตรียมอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นได้

ในงานวิจัยนี้จะนำเสนอวิธีการเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น ด้วยวิธีการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่นภายในช่องแกลลลอรี่ โดยการเปลี่ยนสารอินเตอร์คาเลต (intercalating agent) ที่แทรกสอดอยู่ในช่องแกลลลอรี่ ให้เป็นสารที่มีประจุลบคล้ายกับประจุบนผิวของมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยปฏิกิริยา Mannich เพื่อใช้ในการเปลี่ยนหมู่เอมีนของสารอินเตอร์คาเลตให้เป็นหมู่ฟอสฟอนิกที่มีประจุลบซึ่งจะทำให้ได้อนุภาคของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT) หรือมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น โดยวิธีการสังเคราะห์อ้างอิงจากงานวิจัยของ Punyacharoennon และคณะ [25] ที่สามารถเตรียมพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันฟอสฟอนิก โดยการเปลี่ยนหมู่ปลายเอมีนของ polyamidoamine (PAMAM) ให้เป็นหมู่ฟอสโฟนิคโดยใช้ปฏิกิริยา Mannich ดังสมการที่ 1 ดังนั้นเมื่อนำหลักการดังกล่าวมาสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่นที่มีประจุลบภายในช่องแกลลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์ จึงคาดว่าจำนวนประจุลบที่หนาแน่นภายในช่องแกลลลอรี่จะทำให้เกิดแรงผลัก (repulsion force) ซึ่งทำให้แผ่นชั้นซิลิเกตของมอนต์มอริลโลไนต์สามารถแยกออกจากกันและได้ชั้นซิลิเกตที่มีความบางในระดับนาโนเมตร



สมการที่ 1 ปฏิกิริยาการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันเอมีนของ polyamidoamine (PAMAM) ให้เป็นฟอสฟอนิกโดยผ่านปฏิกิริยา Mannich

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. โซเดียมมอนต์มอริลโลไนต์ ค่าความสามารถในการแลกเปลี่ยนประจุบวกเท่ากับ 72 meq/100 g.clay (Southern Clay Product จำกัด)
2. สารลดแรงตึงผิวโดเดซิลลามีน (dodecylamine) ($\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{11}\text{-NH}_2$) (Fluka,Switzerland)
3. กรดฟอสฟอรัส ความบริสุทธิ์ 99% (Aldrich Chemistry, Germany)
4. พาราฟอร์มัลดีไฮด์ชนิดผง (Aldrich Chemistry,Germany)
5. กรดไฮโดรคลอริก 37 wt% (CARLO-ERBA)
6. พอลิโพรพิลีนชนิดผง ค่าดัชนีการไหล 25.8 กรัม/10 นาที (ทีเอสแอล อุตสาหกรรม จำกัด)
7. พอลิโพรพิลีนแวกซ์ (Clariant Licocene)
8. สารเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อน (Global Connections Public จำกัด)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. ขวดสามคอแก้ว
2. เครื่องแก้ว
3. เครื่องให้ความร้อนและกวนสารละลาย
4. เครื่องปั่นกวนเชิงกล ชนิดรอบความเร็วสูง (homogenizer)
5. เครื่องกรองสุญญากาศ
6. กระดาษกรอง
7. ตู้อบสาร
8. กระดาษวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง
9. ตะแกรงร่อนขนาด 200 mesh
10. ตะแกรงร่อนระบบสั่นสะเทือน (vibrating sieve) (Retsch) (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
11. Thermal Gravimetric Analyzer (TGA) (NETZSCH STA, 409 C/CD) (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)
12. Differential Scanning Calorimeter (DSC) (Perkin Elmer, Pyris 1)

(ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร)

13. Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FT-IR) (Perkin Elmer Spectrum one FT-IR spectrometer) (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

14. Scanning Electron Microscope (JEOL, JSM-5800LV) (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

15. Scanning Electron Microscope (PHILIPS, XL 30 CP) (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

16. Transmission Electron Microscope (JEOL, JEM-2100) (ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

17. X-ray Diffractometer (PHILIPS, X'Pert PW 3710) (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

18. เครื่องวัดดัชนีการหักเห (Kayeness)

19. เครื่องอัดรีดพลาสติกแบบหลอมเหลวชนิดเกลียวคู่ (BETOL) (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

20. เครื่องปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลว (Bradford University Research) (ภาควิชา วิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี)

21. Universal Testing Machine (Instron, 5583) (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

22. เตาไฟฟ้า 1600 °C (Carbolite, RHF 16/10) (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

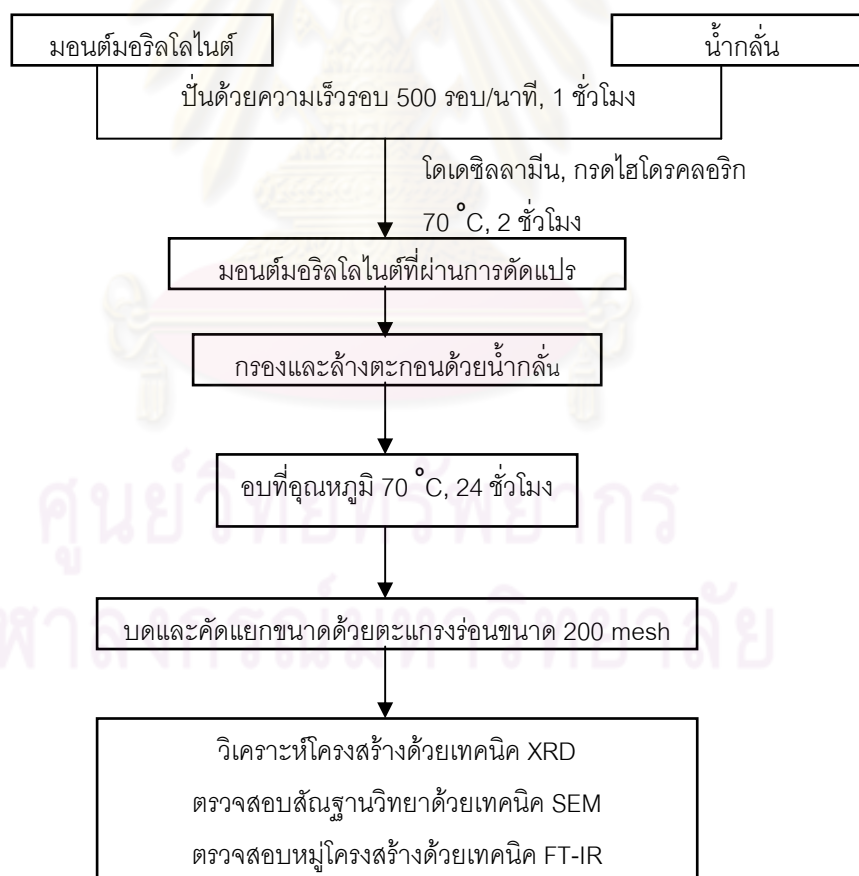
23. กล้องจุลทรรศน์ (Olympus, BX60) (สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย)

ศูนย์วิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การดัดแปรมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยโดเดซิลลามีน (dodecylamine clay, DMMT)

ทำการปั่นมอนต์มอริลโลไนต์ปริมาณ 50 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร ภายในขวดสามคอ ด้วยความเร็วรอบ 500 รอบ/นาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิของระบบจนถึง 70 °C แล้วจึงใส่โดเดซิลลามีนปริมาณร้อยละ 10 (เทียบกับน้ำหนักเคลย์) ตามด้วยกรดไฮโดรคลอริกในอัตราส่วนโดยโมลของกรดไฮโดรคลอริก : โดเดซิลลามีน เท่ากับ 4:1 ดำเนินปฏิกิริยาต่อไปเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการกรองมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปรแล้วด้วยเครื่องกรองสุญญากาศ แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่นจนมีค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 5 จากนั้นนำมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปร ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำการบดมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปรให้ละเอียดและคัดแยกขนาดโดยใช้ตะแกรงร่อนขนาด 200 mesh ก่อนนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD, ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FT-IR ดังขั้นตอนในรูป 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการดัดแปรมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยโดเดซิลลามีน

3.3.2 การเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น (dodecylphosphonic acid clay, PMMT)

ทำการปั่นอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ 50 กรัม ในน้ำกลั่น 500 มิลลิลิตร เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยความเร็วรอบ 500 รอบ/นาที เพิ่มอุณหภูมิของระบบจนถึง 70 °C แล้วใส่โดเดซิลลามีน ปริมาณร้อยละ 10 (เทียบกับน้ำหนักเคลย์) ตามด้วยกรดไฮโดรคลอริกในอัตราส่วนโดยโมลของ กรดไฮโดรคลอริก : โดเดซิลลามีน เท่ากับ 4:1 ตามด้วยกรดฟอสฟอรัสในอัตราส่วนโดยโมลของ ฟอสฟอรัสแอซิด : โดเดซิลลามีน เท่ากับ 2:1 เพิ่มอุณหภูมิของระบบจนถึง 90 °C จึงใส่พาราฟอร์มัลดีไฮด์ในอัตราส่วนโดยโมลของ พาราฟอร์มัลดีไฮด์:โดเดซิลลามีน เท่ากับ 2:1,3:1,4:1,5:1 และ 6:1 ตามลำดับ แล้วดำเนินปฏิกิริยาต่อไปเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการตัดแปรไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการบดมอนต์มอริลโลไนต์ที่ผ่านการตัดแปรให้ละเอียดและคัดแยกขนาดโดยใช้ตะแกรงร่อนขนาด 200 mesh ก่อนนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD ตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค FT-IR ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และ TEM และศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA ดังขั้นตอนในรูป 3.2



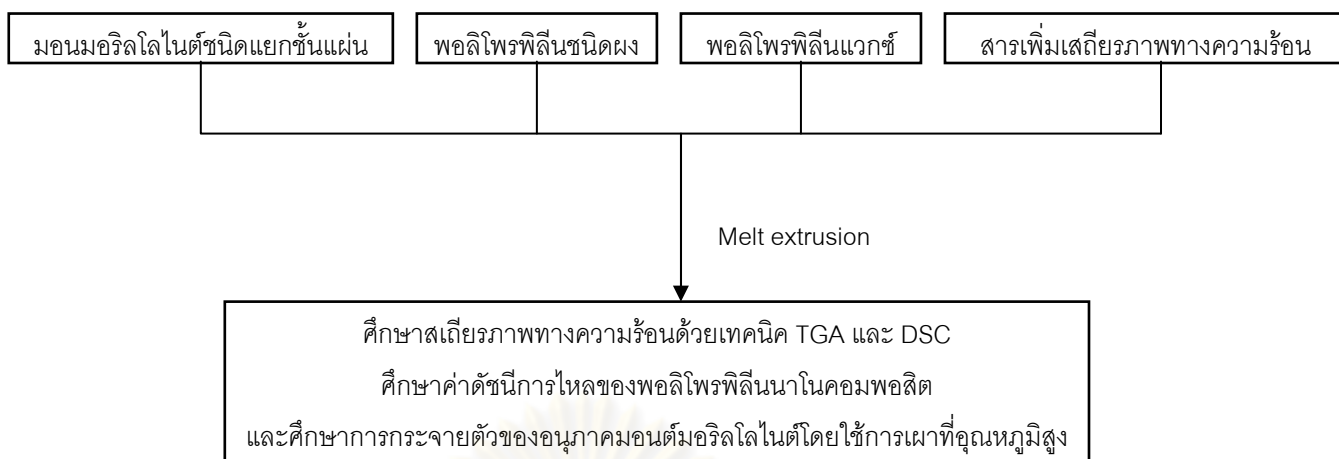
รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น

3.3.3 การเตรียมพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

ในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตจำนวน 5 สูตร โดยศึกษาผลของปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น (PMMT) ในสูตร 1, 2, 3, 4 และ 5 ในปริมาณร้อยละ 2, 4, 6, 8 และ 10 โดยน้ำหนักสารทั้งหมด ตามลำดับ โดยในสูตรผสมประกอบด้วย พอลิไพโรฟิลีน พอลิไพโรฟิลีนแวกซ์ สารเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อน และมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น ในสูตรที่ 6 คือการเตรียมของผสมพอลิไพโรฟิลีนที่ไม่มีการใส่อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น ซึ่งปริมาณสารที่ใช้ในงานวิจัยนี้แสดงดังตารางที่ 3.1 จากนั้นทำการผสมด้วยกระบวนการอัดรีดแบบหลอมเหลวด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ ดังรูปที่ 3.4 โดยใช้อุณหภูมิของ barrel zone และ die zone เท่ากับ 220 °C ความเร็วรอบของสกรูเท่ากับ 100 รอบ/นาที จากนั้นจึงทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของวัสดุนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค TGA และ DSC และศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลต์โดยใช้กระบวนการเผาทีอุณหภูมิสูง ดังขั้นตอนในรูป 3.3

ตารางที่ 3.1 ปริมาณสารที่ใช้ในการเตรียมพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

| ปริมาณสาร (กรัม) | สูตร | | | | | |
|------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| PMMT | 6 | 12 | 18 | 24 | 30 | - |
| พอลิไพโรฟิลีนชนิดผง | 233.25 | 227.25 | 221.25 | 215.25 | 209.25 | 239.25 |
| พอลิไพโรฟิลีนแวกซ์ | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| สารเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อน | 0.75 | 0.75 | 0.75 | 0.75 | 0.75 | 0.75 |
| รวม | 300 | 300 | 300 | 300 | 300 | 300 |



รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

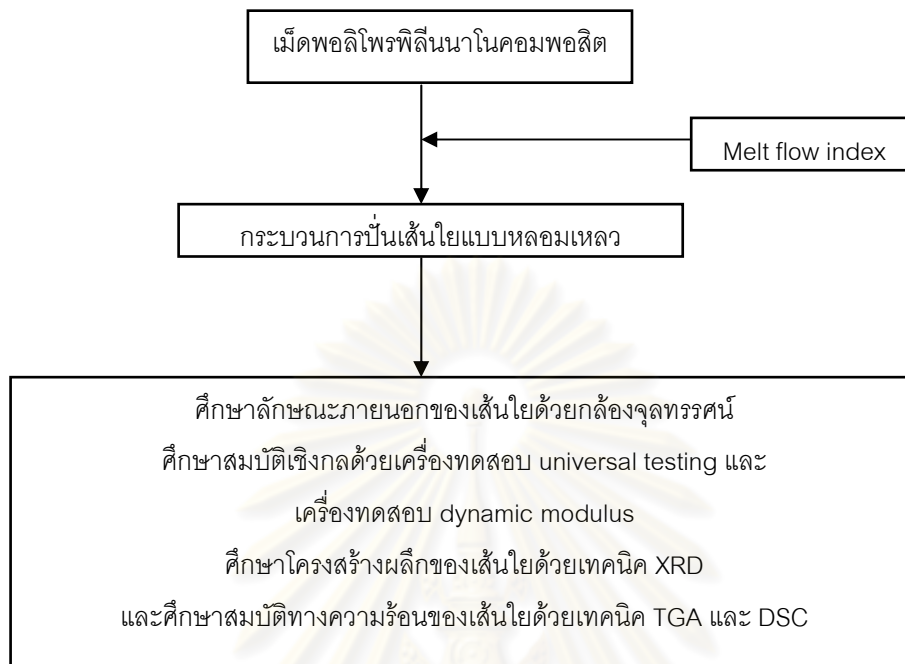


รูปที่ 3.4 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่

3.3.4 การเตรียมเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

ทำการปั่นเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยกระบวนการปั่นเส้นใยแบบ หลอมเหลว โดยใช้เครื่องปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลว ดังรูปที่ 3.6 โดยใช้อุณหภูมิในการหลอมเหลว เม็ดพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตเท่า 210 °C piston speed เท่ากับ 1.5 มิลลิเมตร/นาที อัตราเร็วในการม้วนเก็บเส้นใยของ ลูกกลิ้งตัวหน้า:ลูกกลิ้งตัวหลัง เท่ากับ 1:5 และใช้ draw ratio เท่ากับ 20 เท่า จากนั้นวัดขนาดและศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยก ชั้นแผ่นภายในพอลิเมอร์ด้วยกล้องจุลทรรศน์ ศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเครื่องทดสอบ universal testing และเครื่องทดสอบ dynamic modulus

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเส้นใยด้วยเทคนิค XRD และศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนและสมบัติทางความร้อนของเส้นใยด้วยเทคนิค TGA และ DSC ตามลำดับ ดังขั้นตอนในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMA นาโนคอมพอสิต



รูปที่ 3.6 เครื่องปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลว

3.4 การวิเคราะห์และตรวจสอบสมบัติ

3.4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปร มอนต์โมริลโลไนต์ ชนิดแยกชั้นแผ่น และโครงสร้างผลึกของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค XRD

วิเคราะห์โครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปร มอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น และโครงสร้างผลึกของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเครื่อง X-ray diffractometer ดังแสดงในรูป 3.7

โดยใช้ภาวะของการวิเคราะห์เป็นดังนี้

หลอดรังสีเอกซ์ : Cu

แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ : CuK_{α}

โดยเครื่องเริ่มทำการที่มุม 2θ ตั้งแต่ 3 องศา ถึง 40 องศา อัตราความเร็ว 1.2 องศา/วินาที คำนวณระยะห่างระหว่างระนาบ 001 (d_{001}) ของมอนต์มอริลโลไนต์จากสมการของแบรกก์ (Bragg's equation) ดังนี้

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

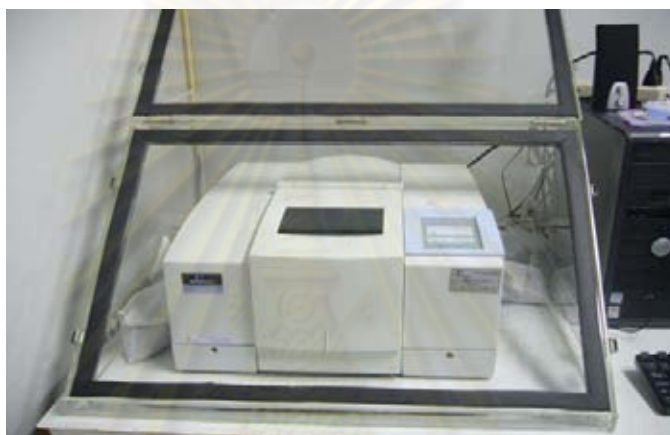
โดย d คือ ระยะห่างของชั้นระหว่างผลึก
n คือ ตัวเลขจำนวนเต็ม
 λ คือ ความยาวคลื่นของแสง ($\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$)
 θ คือ มุมที่รังสีเอกซ์ตกกระทบผิวของผลึก



รูปที่ 3.7 เครื่อง X-ray Diffractometer

3.4.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของมอนต์โมริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปรและมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR)

ศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปรและมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ ดังแสดงในรูป 3.10 โดยการนำสารตัวอย่างมาบดกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วนำไปอัดเป็นชิ้นทดสอบจากนั้นนำมาหาแถบการดูดกลืนที่เกิดจากหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ซึ่งสามารถบอกถึงโครงสร้างทางเคมีของสารได้



รูปที่ 3.8 เครื่อง FT-IR spectrometer

3.4.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของมอนต์โมริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปรและมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิค SEM

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของมอนต์โมริลโลไนต์ที่ผ่านการดัดแปรและมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดดังแสดงในรูป 3.9 กำลังขยาย 500, 1500, 3000, 5000, 10000, 20000 และ 40000 เท่า ใช้กระแสไฟฟ้าความต่างศักย์ 15 และ 20 กิโลโวลต์



รูปที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.4.4 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของมอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิค TEM

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของมอนต์โมริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเครื่อง Transmission electron microscope ดังแสดงในรูป 3.10 ทำการเตรียมตัวอย่างโดยการนำอนุภาคมอนต์โมริล-โลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นมากระจายตัวในเอทานอลจนมีความเข้มข้น 0.1-0.5 wt% แล้วจึงหยดตัวอย่างลงบนคอปเปอร์กริด รอให้แห้งแล้วจึงดำเนินการทดสอบที่ความต่างศักย์ 30 และ 40 kV



รูปที่ 3.10 เครื่อง transmission electron microscope (TEM)

3.4.5 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนและสมบัติทางความร้อนของพอลิ- ไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตและเส้นใยพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโน คอมพอสิต

Thermal gravimetric analysis (TGA)

ศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค TGA โดยใช้เครื่อง Thermal Gravimetric Analysis ดังแสดงในรูป 3.11 โดยนำชิ้นทดสอบซึ่งมีน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัม ใส่ในภาชนะอลูมินาโดยใช้สภาวะในการทดสอบเริ่มจากอุณหภูมิ 20-800 °C อัตราการให้ความร้อน 20 °C/ นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน



รูปที่ 3.11 เครื่อง thermal Gravimetric Analysis (TGA)

Differential scanning calorimetry (DSC)

ศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค DSC โดยใช้ เครื่อง Differential scanning calorimeter ดังแสดงในรูป 3.12 โดยนำชิ้นทดสอบปริมาณ 3.00-4.00 มิลลิกรัม มาให้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 25-250 °C อัตราการให้ความร้อน 20 °C/ นาที แล้วทำให้เย็นตัวลงมาที่อุณหภูมิ 25 °C อัตราการทำให้เย็นตัว 20 °C/นาที จากนั้นให้ความร้อนจนถึง 250 °C อีกครั้งแล้วจึงทำให้เย็นตัวลง



รูปที่ 3.12 เครื่อง differential scanning calorimeter (DSC)

3.4.6 การหาค่าดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีน/PMMA นาโนคอมพอสิต

หาค่าดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีน/PMMA นาโนคอมพอสิต ตามมาตรฐาน ASTM D1230 โดยใช้อุณหภูมิในการหลอมเหลวเท่ากับ $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ และน้ำหนักไหลต่อเท่ากับ 2.15 กิโลกรัม ดังแสดงในรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 เครื่องหาค่าดัชนีการไหล (melt flow index)

3.4.7 การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิโพรพิลีน

ศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิโพรพิลีนโดยใช้การเผาที่อุณหภูมิ $1,000\text{ }^{\circ}\text{C}$ จำนวน 10 ตัวอย่าง น้ำหนักแต่ละตัวอย่างเท่ากับ 2.00 กรัม โดยใช้เตาเผาไฟฟ้า $1,600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ดังแสดงในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 เตาเผาไฟฟ้า $1,600\text{ }^{\circ}\text{C}$

3.4.8 การศึกษาลักษณะภายนอกและเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ด้วยกล้องจุลทรรศน์

ศึกษาลักษณะภายนอกและวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต โดยใช้กล้องจุลทรรศน์ ดังแสดงในรูปที่ 3.15 โดยใช้กำลังขยายเท่ากับ 20 เท่า



รูปที่ 3.15 กล้องจุลทรรศน์

3.4.9 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

3.4.9.1 การศึกษาสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

ศึกษาสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ตามมาตรฐาน ASTM D3822 ด้วยเครื่องทดสอบ universal testing ดังแสดงในรูป 3.16 สถานที่ โดยใช้เวลาของตัวอย่างทดสอบ (gauge length) เท่ากับ 25 มิลลิเมตร อัตราเร็วของการดึง (crosshead speed) เท่ากับ 250 มิลลิเมตร/นาที น้ำหนักที่ใช้ในการดึงเท่ากับ 5 kN ความชื้นสัมพัทธ์ 50% และอุณหภูมิที่ใช้ทดสอบเท่ากับ 25 °C



รูปที่ 3.16 เครื่องทดสอบ universal testing

3.4.9.2 การศึกษาค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยโพลีโพรพิลีน/PMMA นาโนคอมพอสิต

ศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยโพลีโพรพิลีน/PMMA นาโนคอมพอสิตโดยการหาค่าอีลาสติคโมดูลัส ของเส้นใยด้วยเครื่อง dynamic modulus ดังแสดงในรูปที่ 3.17 โดยเครื่องทดสอบ dynamic modulus หรือ sonic modulus เป็นเครื่องมือหาค่าอีลาสติคโมดูลัสทั้งในเส้นใย พิล์ม กระดาษ และวัสดุอื่นๆ โดยการวัดความเร็วของเสียงที่วิ่งผ่านวัสดุเป็นจังหวะๆ โดยให้เสียงผ่านวัสดุที่ต้องการทดสอบ ซึ่งความเร็วที่วิ่งผ่านจะสะท้อนถึงลักษณะโครงสร้าง การจัดเรียงตัวและองค์ประกอบของวัสดุนั้น โดยความเร็วเสียงนั้นจัดเป็นพลังงานเชิงกลอย่างหนึ่ง การวัดความเร็วเสียงที่แม่นยำจะทำให้ทราบถึงโครงสร้างทางกายภาพและโครงสร้างทางเคมีของวัสดุนั้นๆ โดย

$$E = \rho C^2$$

เมื่อ

C = sound velocity (km/sec)

ρ = density (grams/cm³)

E = Elastic modulus

ผลการทดสอบจะบ่งบอกถึง สมบัติด้านความแข็งแรง (strength) ความแข็งตึง (stiffness) อีลาสติคซิตี (elasticity) ความสามารถในการย้อม (dyeability) ความยืดหยุ่น (resilience) ความล้าในวัสดุ (fatigue in materials)



รูปที่ 3.17 เครื่องทดสอบ dynamic modulus

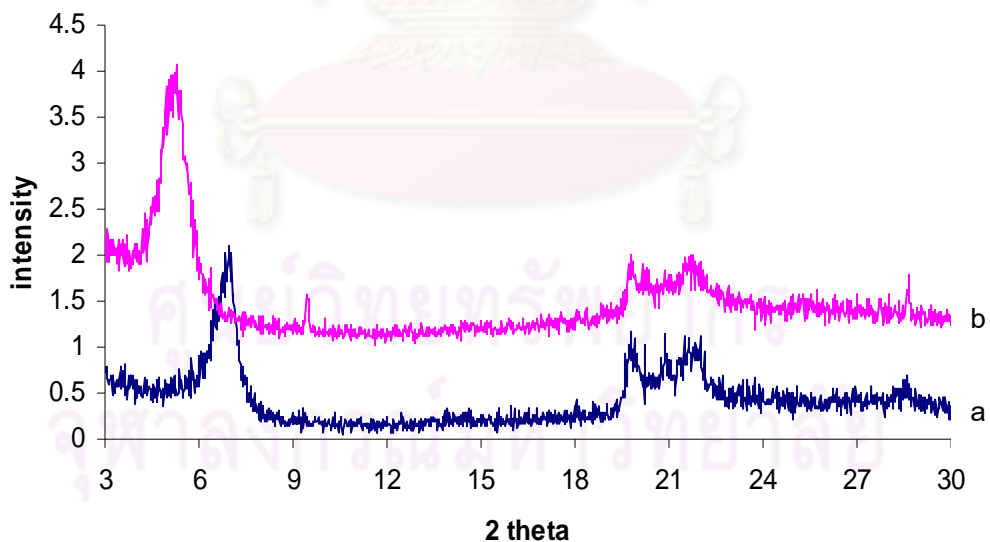
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ด้วยเทคนิค XRD

4.1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ที่ดัดแปรด้วยโดเดซิลลามีน

รูปที่ 4.1 แสดง XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมเปรียบเทียบโครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรและผ่านการดัดแปรด้วยโดเดซิลลามีน (dodecylamine clay, DMMT) ซึ่งพบว่าดิฟแฟร็กโทแกรมของมอนต์มอริลโลไนต์ที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรจะปรากฏพีก ณ ตำแหน่ง $2\theta = 7.13^\circ$ และเมื่อทำการเปรียบเทียบกับอนุภาค DMMT พบว่าพีกในระนาบ d_{001} มีการเปลี่ยนแปลงจากตำแหน่ง $2\theta = 7.13^\circ$ ไปเป็น $2\theta = 5.23^\circ$ ซึ่งจากสมการของ Bragg's law สามารถคำนวณค่าระยะห่างระหว่างชั้นดินได้เท่ากับ 12.39 \AA ($2\theta = 7.13^\circ$) และ 16.848 \AA ($2\theta = 5.23^\circ$) ตามลำดับ ซึ่งจากผลการทดสอบสามารถบ่งชี้ได้ว่าประจุบวกภายในช่องแกลลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์สามารถถูกแทนที่ได้ด้วย dodecylamine cation ในขั้นตอนการทำปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนไอออนบวก (cation exchange process) และได้อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ที่มีโครงสร้างแบบแทรกสอด

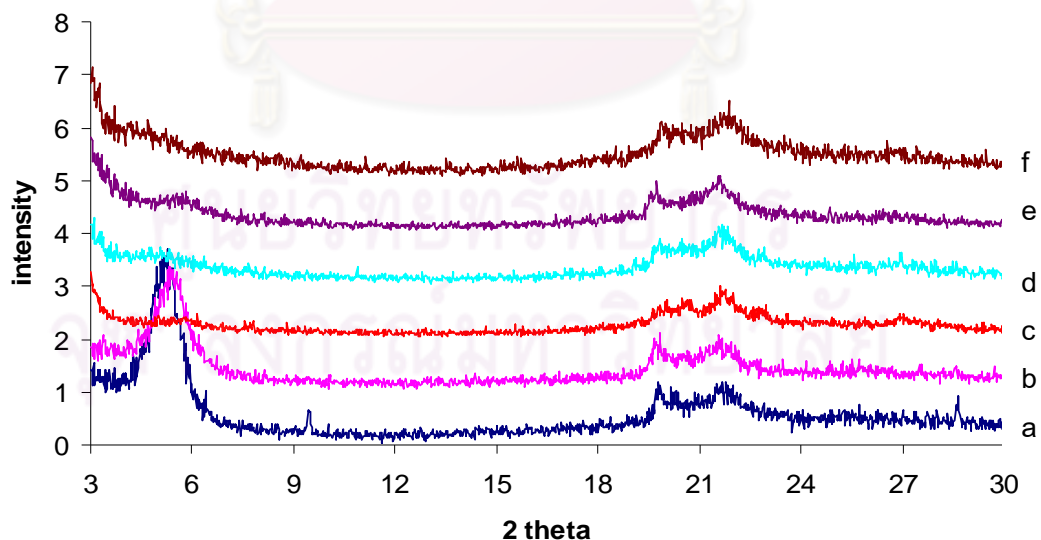


รูปที่ 4.1 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของ a.) มอนต์มอริลโลไนต์ที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปร และ b.) dodecylamine clay (DMMT)

4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น

4.1.2.1 การศึกษาผลของปริมาณของฟอร์มัลดีไฮด์ที่มีต่อโครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น

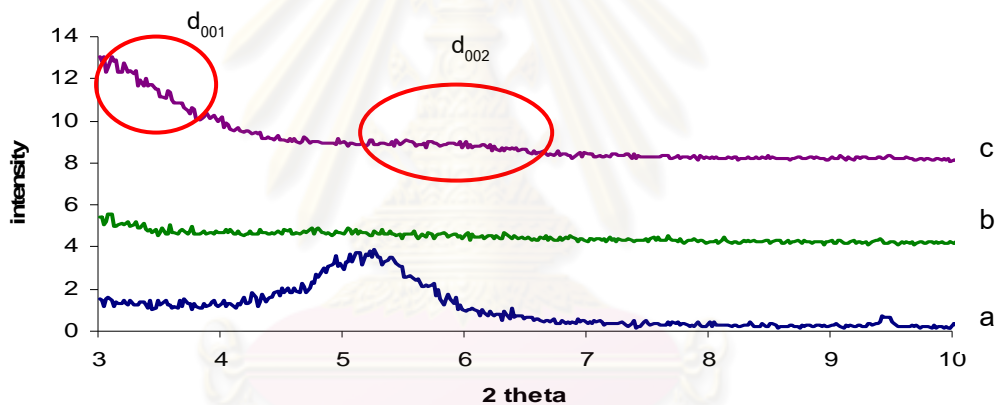
จากการเตรียมมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นหรือโดเดซิลฟอสฟอนิกแอซิดเคลย์ (dodecylphosphonic acid-clay, PMMT) โดยการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันเอมีนของโดเดซิลลามีน ($\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{11}-\text{NH}_2$) ภายในช่องแกลลลอรี่ไปเป็นโดเดซิลฟอสฟอนิกแอซิด (dodecylphosphonic acid, $[\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_{11}-\text{N}(\text{CH}_2\text{P}(\text{O})(\text{OH})_2)_2]$) ด้วยปฏิกิริยา Mannich โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลของฟอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน เท่ากับ 2:1, 3:1, 4:1, 5:1 และ 6:1 พบว่าเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของฟอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน มีค่าเพิ่มมากขึ้นจะทำให้ค่าความเข้มของพีก (intensity) ในระนาบ d_{001} ที่ตำแหน่ง $2\theta = 5.23^\circ$ มีค่าลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับโดเดซิลลามีนเคลย์ และเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของฟอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน เท่ากับ 6:1 จะทำให้พีกในระนาบ d_{001} ที่ตำแหน่ง $2\theta = 5.23^\circ$ หายไปจากดิฟแฟรกโทแกรม ซึ่งแสดงถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของมอนต์มอริลโลไนต์จากแบบแทรกสอด (intercalated) ไปเป็นแบบแยกจากกัน (exfoliated) เพิ่มมากขึ้น โดยเป็นผลมาจากการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันเอมีนไปเป็นอัลคิลฟอสฟอนิกแอซิด (alkylphosphonic acid) ทำให้เกิดแรงผลักระหว่างประจุลบของหมู่ฟอสฟอนิกและชั้นของเคลย์มาแทนที่แรงดึงดูดระหว่างประจุลบของชั้นเคลย์และประจุบวกของอัลคิลลามีน ซึ่งอัตราส่วนโดยโมลของฟอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์มอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในงานวิจัยนี้คือ 6:1



รูปที่ 4.2 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมแสดงการเปรียบเทียบโครงสร้างของ a.) dodecylamine clay (DMMT) และ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT) ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของฟอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน b.) 2:1, c.) 3:1, d.) 4:1, e.) 5:1 และ f.) 6:1

4.1.2.2 การศึกษาผลของหมู่ฟอสฟอนิกที่มีผลต่อโครงสร้างของมอนต์มอริล-ไลไนต์

รูปที่ 4.3 เป็นการยืนยันผลของหมู่ฟอสฟอนิกที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของมอนต์มอริลไลไนต์ ซึ่งจะเห็นได้ว่าดิฟแฟรกโทแกรมของ PMMT จะไม่ปรากฏพีกในระนาบ d_{001} ที่ตำแหน่ง $2\theta = 5.23^\circ$ และเมื่อทำการสังเคราะห์ polyoxymethylene clay (FMMT) โดยใช้วิธีการสังเคราะห์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์ dodecylphosphonic acid-clay แต่ไม่ต้องใช้กรดฟอสฟอรัสในการทำปฏิกิริยา เมื่อศึกษาโครงสร้างของอนุภาค FMMT ด้วยเทคนิค XRD จะพบพีกในระนาบ d_{001} ที่ตำแหน่ง $2\theta = 3.00^\circ$ และ d_{002} ที่ตำแหน่ง $2\theta = 5.80^\circ$ โดยมีลักษณะเป็นเนินเล็กๆ ซึ่งแสดงถึงโครงสร้างที่ยังเป็นแบบแทรกสอด จึงสามารถอธิบายได้ว่าประจุลบของหมู่ฟอสฟอนิกสามารถผลักดันแผ่นของเคลย์ออกจากกันได้ทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นดินมีค่าเพิ่มมากขึ้นจึงทำให้ได้อนุภาคมอนต์มอริลไลไนต์ที่มีโครงสร้างแบบแยกจากกัน

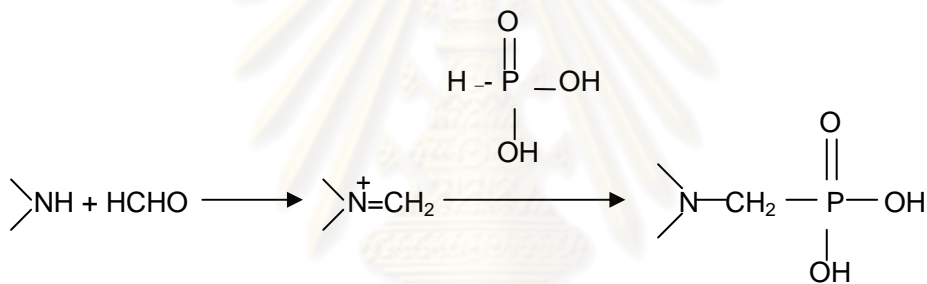


รูปที่ 4.3 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมแสดงผลของหมู่ฟอสฟอนิกที่มีต่อโครงสร้างของมอนต์มอริลไลไนต์ a.) dodecylamine clay (DMMT) b.) dodecylphosphonic acid-clay (PMMT) และ c.) polyoxymethylene clay (FMMT)

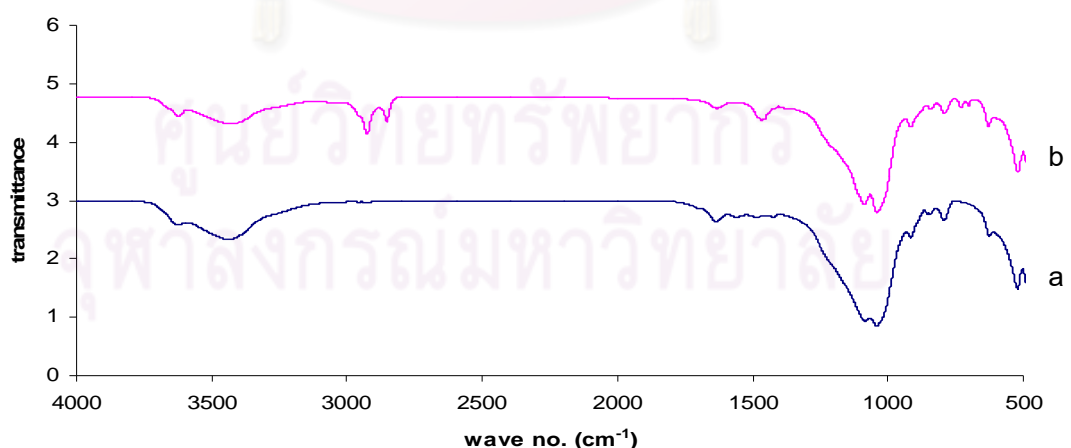
4.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของมอนต์มอริลไลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิค FT-IR

จากอินฟราเรดสเปกตรัมของ DMMT ดังแสดงรูปที่ 4.4 ปรากฏพีกการดูดกลืนรังสีที่ตำแหน่ง $2,918 \text{ cm}^{-1}$ แสดงถึง $-\text{CH}_2-$ asymmetric stretch ตำแหน่ง $2,850 \text{ cm}^{-1}$ แสดงถึง CH_3- symmetric stretch และ $1,448 \text{ cm}^{-1}$ แสดงถึง CH_3 -asymmetric deformation ซึ่งสามารถบ่งชี้ได้ถึงการแทรกสอดของ dodecylamine chloride ในช่องแกลลลารีของมอนต์มอริลไลไนต์ [26] เมื่อทำการเปลี่ยนหมู่เอมีนของ dodecylamine chloride ให้เป็นหมู่ฟอสฟอนิกโดยปฏิกิริยา Mannich ดังสมการที่ 4.1 ซึ่งโดยปกติแล้วในปฏิกิริยา Mannich จะเกิดสารอินเทอร์มีเดียตที่

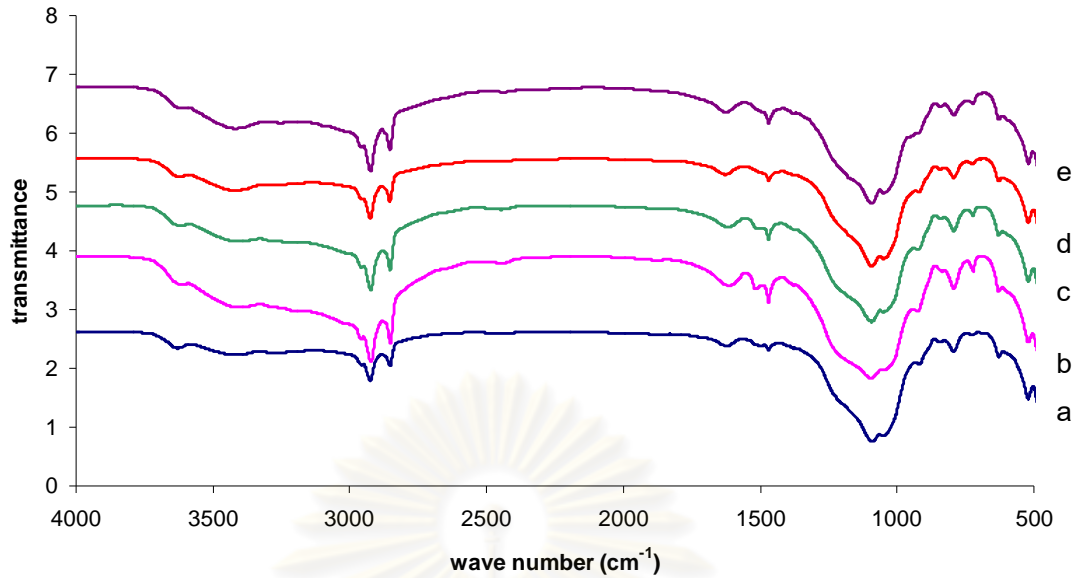
เรียกว่า iminium ion ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงได้เป็น trioxane/polyoxymethylene ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาผลของปริมาณของฟอร์มัลดีไฮด์ที่มีต่อการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่นภายในช่องแกลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์ โดยอัตราส่วนโดยโมลของ ฟอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน เท่ากับ 2:1, 3:1, 4:1, 5:1 และ 6:1 ตามลำดับ ซึ่งจากอินฟราเรดสเปกตรัมของ PMMT พบพีกการดูดกลืนรังสีตำแหน่ง $2,918\text{ cm}^{-1}$ แสดงถึง $-\text{CH}_2-$ asymmetric stretch ตำแหน่ง $2,850\text{ cm}^{-1}$ แสดงถึง CH_3- symmetric stretch ตำแหน่ง $1,448\text{ cm}^{-1}$ แสดงถึง CH_3- asymmetric deformation ดังแสดงในรูปที่ 4.5 นอกจากนี้ตามปกติแล้วพีกการดูดกลืนรังสีของหมู่ฟอสฟอนิก ($\text{P}=\text{O}$) จะปรากฏ ณ ตำแหน่งความยาวคลื่น $1,300 - 1,140\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งในกรณีของ PMMT พบว่าจะมีพีกของการดูดกลืนรังสีในบริเวณนี้ที่กว้างขึ้นกว่าเดิม ซึ่งเกิดจากการซ้อนทับกันกับพีกของซิลิกาซึ่งอยู่ในช่วง $1,130 - 1,000\text{ cm}^{-1}$ จึงทำให้พีกบริเวณนี้มีความกว้างมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ซึ่งสามารถบ่งชี้ได้ว่าการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่นโดยการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันเอมีนไปเป็นฟอสฟอนิกสามารถทำได้โดยผ่านปฏิกิริยา Mannich



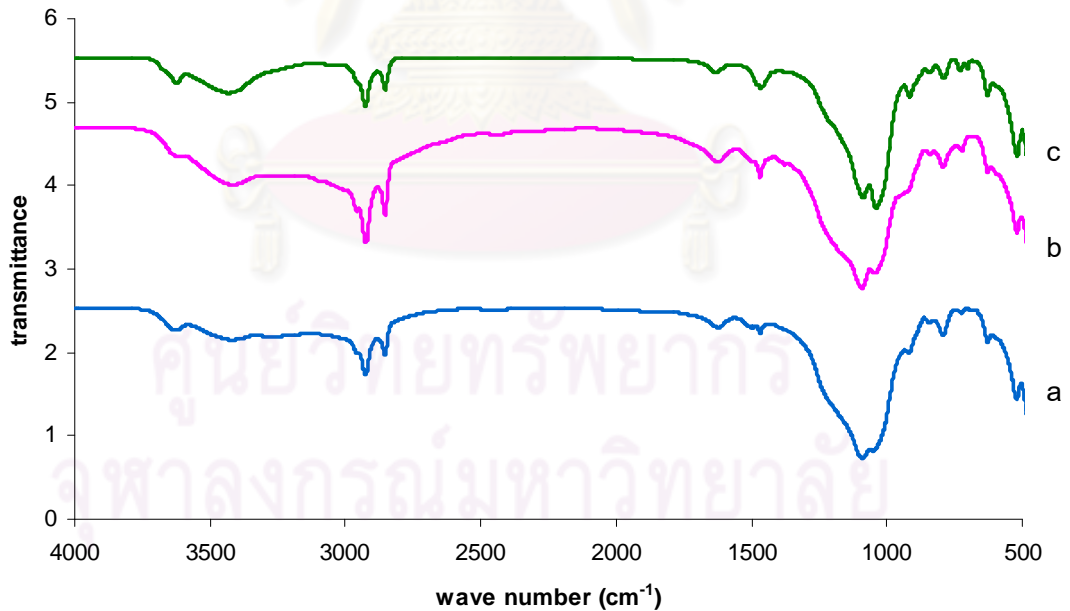
สมการที่ 4.1 ปฏิกิริยา Mannich ที่ใช้ในการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันเอมีนเป็นหมู่ฟอสฟอนิก



รูปที่ 4.4 อินฟราเรดสเปกตรัมเปรียบเทียบระหว่าง a.) มอนต์มอริลโลไนต์ และ b.) dodecylamine clay (DMMT)



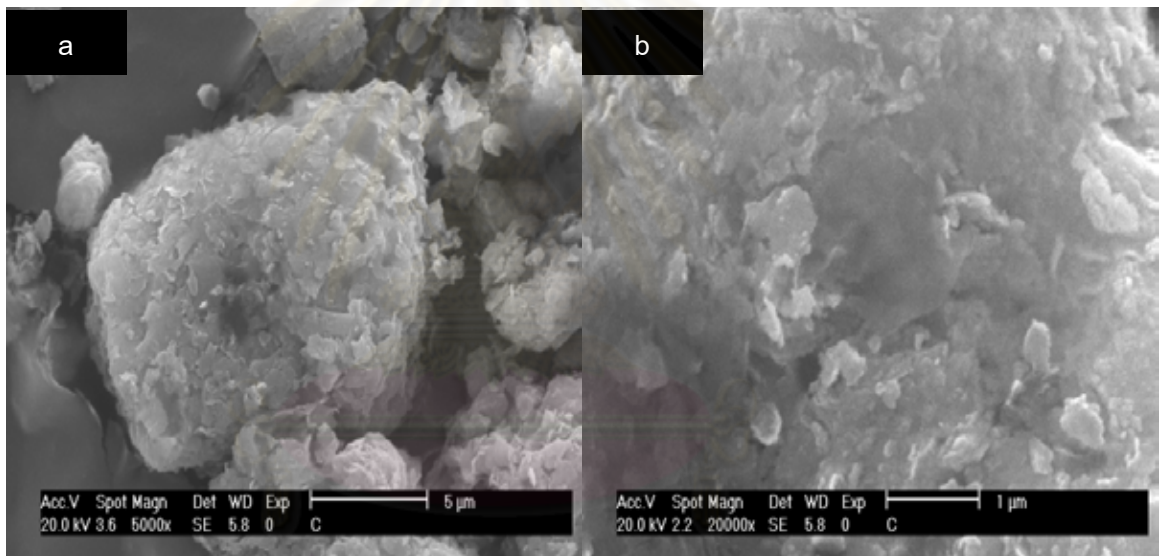
รูปที่ 4.5 อินฟราเรดสเปกตรัมแสดงผลของปริมาณพอร์มัลดีไฮด์ที่มีต่อหมู่ฟังก์ชันของ PMMT โดยอัตราส่วนโดยโมลของ พอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน เท่ากับ a.) 2:1, b.) 3:1, c.) 4:1, d.) 5:1 และ e) 6:1



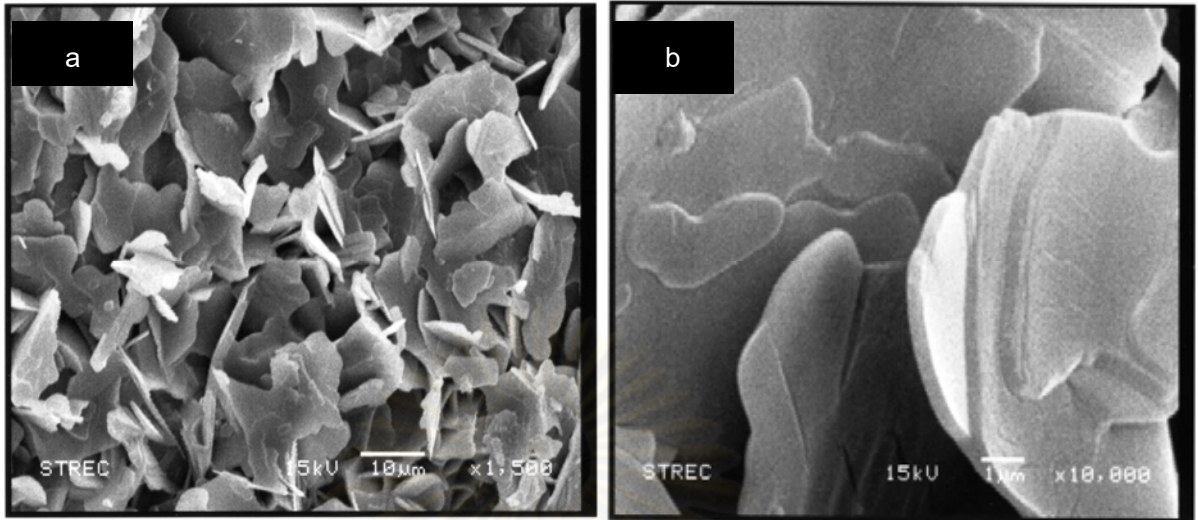
รูปที่ 4.6 อินฟราเรดสเปกตรัมแสดงหมู่ฟังก์ชันเปรียบเทียบระหว่าง PMMT ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ พอร์มัลดีไฮด์ : โดเดซิลลามีน เท่ากับ a.) 2:1, b.) 6:1 และ c.) dodecylamine clay (DMMT)

4.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิค SEM

จากผลการศึกษาด้วยเทคนิค SEM พบว่าเคลย์ที่ผ่านการดัดแปรด้วยโดเดซิลลามีน (dodecylamine clay, DMMT) ในรูปที่ 4.7 พบว่าอนุภาคของโดเดซิลลามีนเคลย์ที่ได้มีขนาดใหญ่ โดยเกิดจากการรวมกลุ่มกันของชั้นแผ่นเคลย์จำนวนมาก แต่ในกรณีของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น (dodecylphosphonic acid-clay, PMMT) ในรูปที่ 4.8-a.) พบว่าชั้นแผ่นของเคลย์มีการแยกตัวออกจากกันอย่างชัดเจนโดยมีความกว้างของชั้นแผ่นเคลย์ประมาณ 10 ไมโครเมตร และมีความหนาของชั้นแผ่นเคลย์ที่น้อยกว่า 100 นาโนเมตรจนถึง 500 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.8-b.) ซึ่งการแยกออกจากกันของชั้นแผ่นเคลย์เป็นผลมาจากแรงผลักระหว่างประจุลบของสารแยกชั้นแผ่นโดเดซิลฟอสฟอนิก แอซิด (dodecylphosphonic acid) และประจุลบของชั้นเคลย์



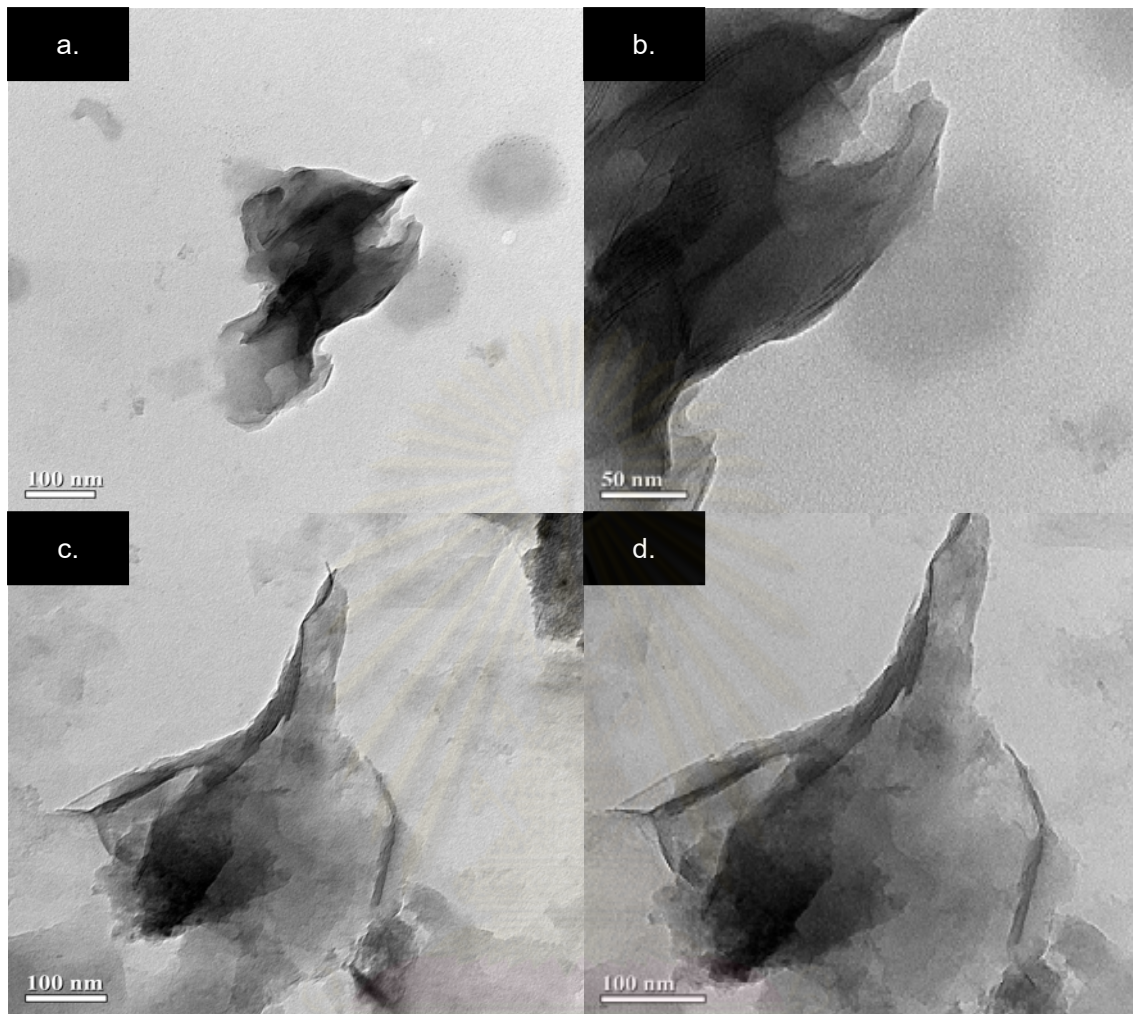
รูปที่ 4.7 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ dodecylamine clay (DMMT) a.) กำลังขยาย 5,000 เท่า b.) กำลังขยาย 20,000 เท่า



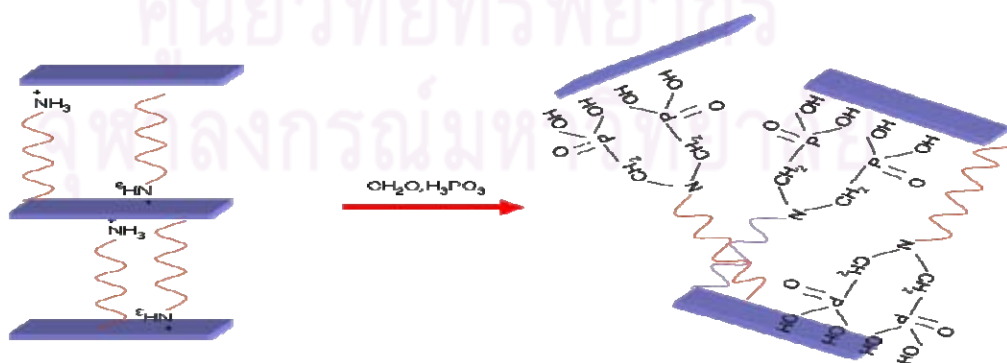
รูปที่ 4.8 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT)
a.) กำลังขยาย 1,500 เท่า b.) กำลังขยาย 10,000 เท่า

4.4 การศึกษาสัณฐานวิทยาของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นด้วยเทคนิค TEM

จากผลการศึกษาสัณฐานวิทยาของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT) ด้วยเทคนิค TEM ดังแสดงในรูปที่ 4.9 พบว่าการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่นภายในช่องแกลลอรี่ทำให้ได้ชั้นแผ่นเคลย์ที่มีความบางในระดับนาโนเมตร โดยมีการเรียงตัวของชั้นแผ่นเคลย์ที่น้อยกว่า 10 ชั้น ดังแสดงในรูป 4.9-b. และ 4.9-d. ซึ่งสามารถสังเกตเห็นขอบของชั้นแผ่นเคลย์ที่มีลักษณะเป็นเส้นจัดเรียงตัวซ้อนกัน โดยมีความหนาของชั้นแผ่นเคลย์ที่เรียงตัวซ้อนกันน้อยกว่า 50 นาโนเมตร ซึ่งตามธรรมชาติแล้วชั้นแผ่นเคลย์จะมีการเรียงตัวที่มากกว่า 100 ชั้น ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าการสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่น dodecylphosphonic acid ภายในช่องแกลลอรี่ของเคลย์สามารถแยกชั้นแผ่นเคลย์ออกจากกันด้วยอิทธิพลของแรงผลักระหว่างประจุลบของหมู่ฟอสฟอนิกของสารแยกชั้นแผ่นและประจุลบของชั้นเคลย์จึงสามารถแยกชั้นแผ่นเคลย์ออกจากกัน โดยอาศัยกลไกของการแยกชั้นแผ่นเคลย์แสดงดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.9 ภาพ TEM ของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT)

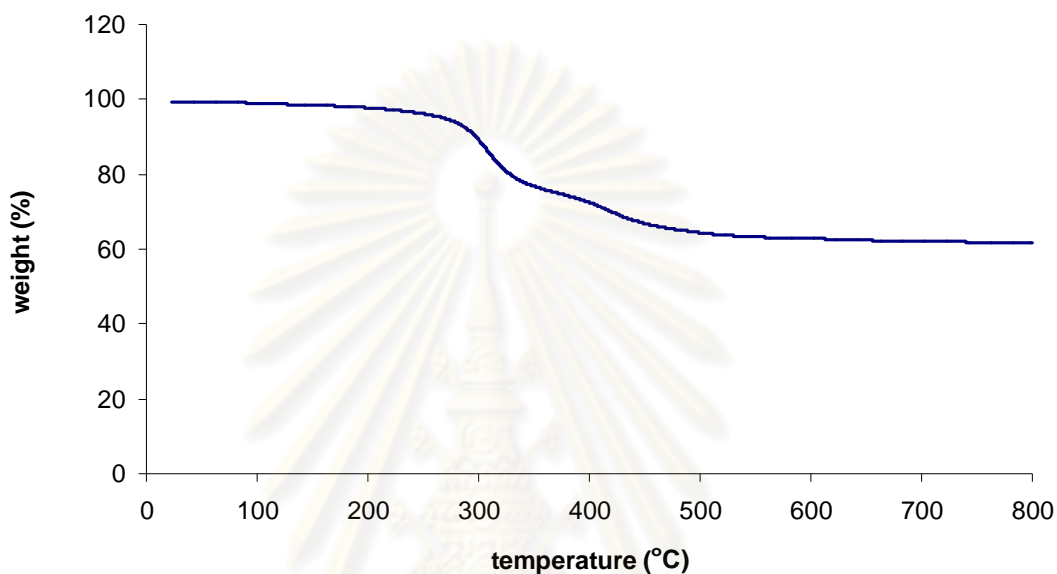


รูปที่ 4.10 กลไกการแยกชั้นแผ่นเคลย์โดยแรงผลักดันระหว่างประจุลบของสารแยกชั้นแผ่น dodecylphosphonic acid และชั้นเคลย์

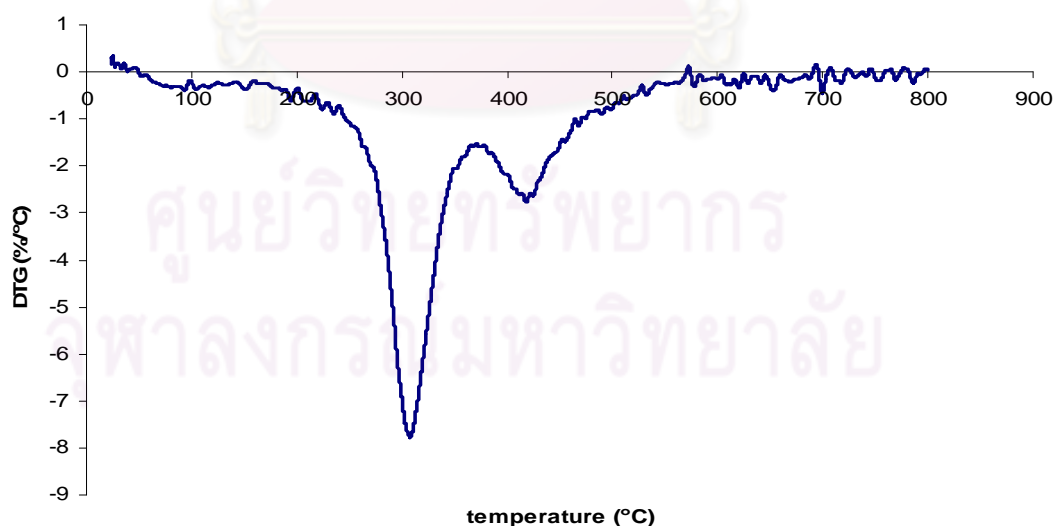
4.5 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

4.5.1 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่น

จาก TG และ DTG เทอร์โมแกรมของ PMMT ในรูปที่ 4.11 และ 4.12 พบว่ามีการสลายตัวในสองช่วงอุณหภูมิโดยช่วงแรกคือ 200-360 °C ซึ่งเป็นการสลายตัวของ alkylphosphonic acid ที่อยู่ภายในและภายนอกช่องแกลลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์ และช่วงที่สองคือ 380-600 °C ซึ่งเป็นช่วงของการเกิดปฏิกิริยา dehydroxylation ของอะลูมิเนียมซิลิเกต [26]



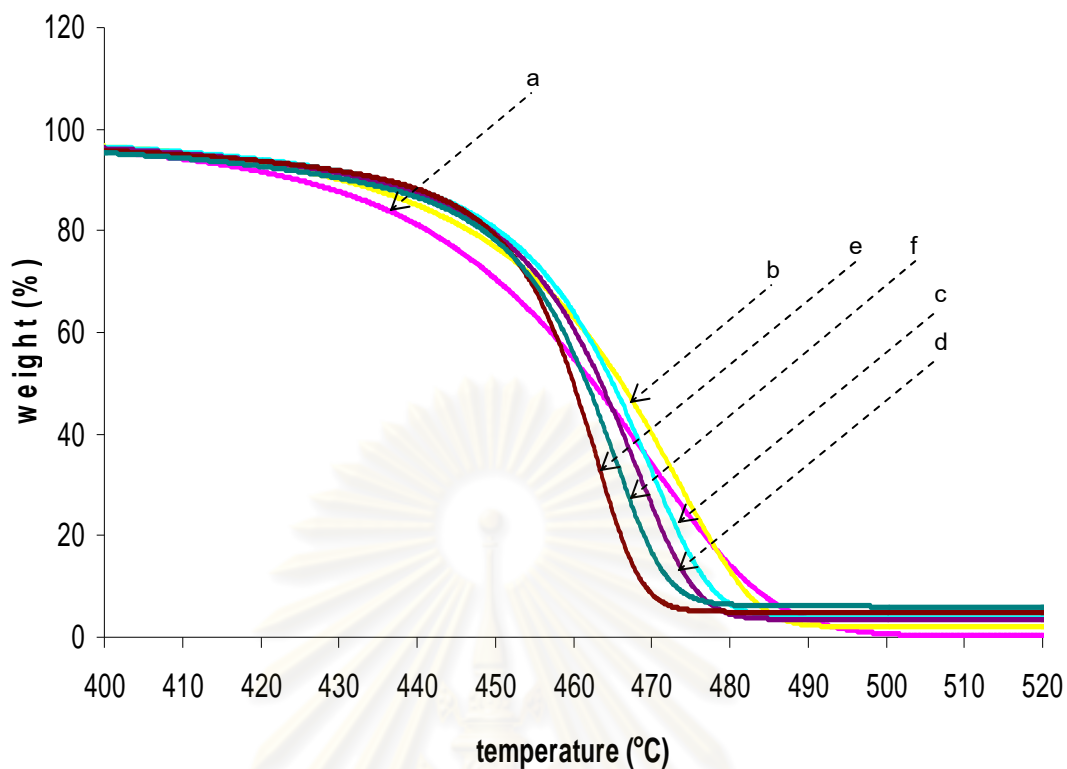
รูปที่ 4.11 TG เทอร์โมแกรมของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT)



รูปที่ 4.12 DTG เทอร์โมแกรมของ dodecylphosphonic acid-clay (PMMT)

4.5.2 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอม- พอสิตด้วยเทคนิค TGA

ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิไพโรฟิลีนเปรียบเทียบกับพอลิไพโรฟิลีนนาโนคอมพอสิตแสดงใน TG และ DTG เทอร์โมแกรมในรูปแบบที่ 4.13 และตารางที่ 4.1 พบว่าพอลิไพโรฟิลีนเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 432.6 °C เมื่อพิจารณาอุณหภูมิที่เริ่มเกิดการสลายตัวของพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต พบว่าจะมีค่าสูงกว่าพอลิไพโรฟิลีน ดังนี้ $T_d = 446.9$ °C (2 wt% PMMT), 448.8 °C (4 wt% PMMT), 450.0°C (6 wt% PMMT), 448.1°C (8 wt% PMMT) และ 447.8 °C (10 wt% PMMT) ซึ่งจากผลการทดสอบสามารถบ่งชี้ได้ว่าการเติมอนุภาค PMMT สามารถช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้กับพอลิไพโรฟิลีนได้ แต่ปริมาณในช่วง 2-10 wt% ไม่พบว่ามีผลแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งผลของการเติม PMMT แม้เพียงเล็กน้อยแต่สามารถเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้กับพอลิไพโรฟิลีนนั้น เป็นผลมาจากการที่อนุภาค PMMT สามารถดูดซับเอาพลังงานความร้อนไว้ในตัวเองระดับหนึ่ง และอัลคิลฟอสฟอนิกเป็นสารที่สามารถปลดปล่อยน้ำออกมาในขณะที่เกิดการสลายตัวจึงช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนได้ นอกจากนี้มอนต์มอริลโลไนต์ยังสามารถขัดขวางการแพร่ของสารระเหยที่เกิดจากการเผาไหม้ (volatile decomposition product) ของพอลิไพโรฟิลีนได้ [27] ทำให้การสลายตัวของพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตเกิดที่อุณหภูมิสูงกว่าพอลิไพโรฟิลีน ซึ่งจากงานวิจัยนี้พบว่าอุณหภูมิเริ่มสลายตัวของพอลิไพโรฟิลีนนาโนคอมพอสิตจะมีค่าสูงกว่าพอลิไพโรฟิลีนประมาณ 15 °C จึงสามารถบ่งชี้ได้ว่าการเติมอนุภาค PMMT สามารถเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้กับพอลิไพโรฟิลีนได้



รูปที่ 4.13 TG เทอร์โมแกรมแสดงเสถียรภาพทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 400-520 °C

ของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตที่มีปริมาณ PMMT ต่างกัน

a.) PP, b.) 2 wt% PMMT, c.) 4 wt% PMMT, d.) 6 wt% PMMT, e.) 8 wt% PMMT

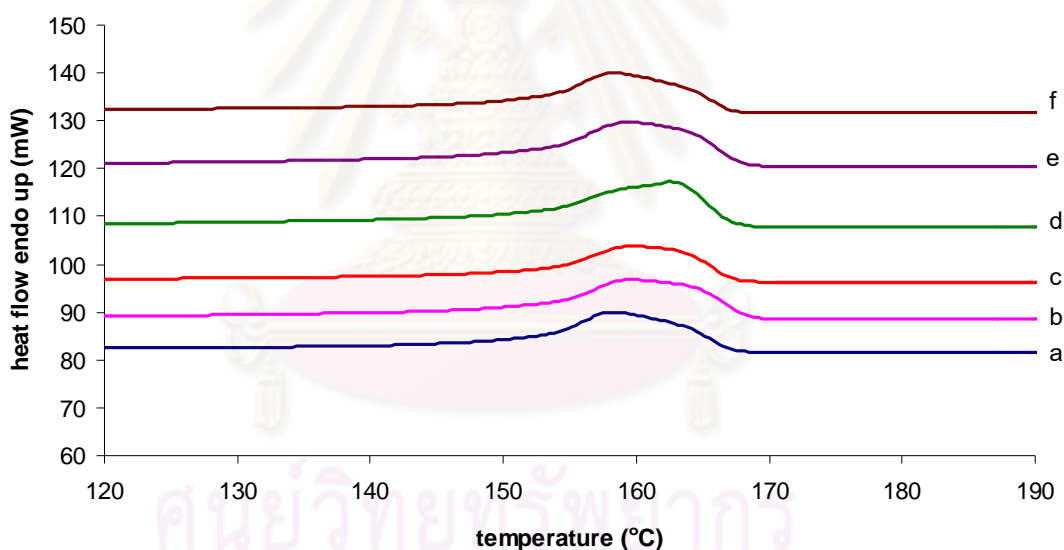
และ f.) 10 wt% PMMT

ตารางที่ 4.1 ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต
ด้วยเทคนิค TGA

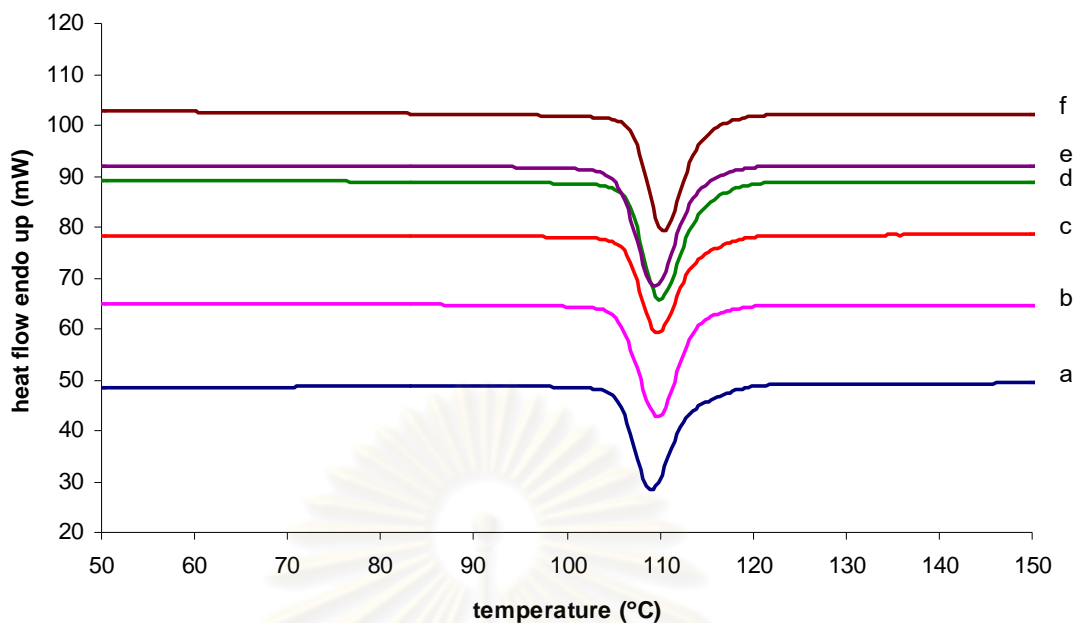
| ชั้นงานคอมพอสิต | อุณหภูมิเริ่มสลายตัว (T_{onset} , °C) | ร้อยละเถ้าที่เหลือ ที่อุณหภูมิ 800 °C |
|-----------------|---|--|
| PP | 432.60 | - |
| 2% PMMT | 446.90 | 1.48 |
| 4% PMMT | 448.80 | 3.16 |
| 6% PMMT | 450.00 | 2.82 |
| 8% PMMT | 448.10 | 4.37 |
| 10% PMMT | 447.80 | 6.10 |

4.5.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ด้วยเทคนิค DSC

จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค DSC ดังแสดงในรูปที่ 4.14, 4.15 และตารางที่ 4.2 พบว่าการเติมอนุภาค PMMT ส่งผลต่ออุณหภูมิที่ใช้ในการหลอมเหลวของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตเพียงเล็กน้อยและจาก DSC เทอร์โมแกรมในรูปที่ 4.15 พบว่าการเติมอนุภาค PMMT สามารถทำให้อุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดผลึกมีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยและเมื่อทำการคำนวณค่าปริมาณความเป็นผลึกพบว่า การเติมอนุภาค PMMT ไม่ส่งผลต่อค่าปริมาณความเป็นผลึกของพอลิโพรพิลีน จากผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ที่ไม่สามารถแสดงผลของการเปลี่ยนแปลงได้อย่างชัดเจนอาจเป็นผลมาจากการทดสอบด้วยเทคนิค DSC นั้นใช้ปริมาณสารตัวอย่างในการทดสอบปริมาณน้อย (3.00-4.00 มิลลิกรัม) ซึ่งในปริมาณนี้อาจมีปริมาณ PMMT ที่ไม่เพียงพอที่จะแสดงผลของการเปลี่ยนแปลงได้อย่างเด่นชัด



รูปที่ 4.14 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิการหลอมเหลวของพอลิโพรพิลีน และพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต a.) PP, b.) 2 wt% PMMT, c.) 4 wt% PMMT, d.) 6 wt% PMMT, e.) 8 wt% PMMT และ f.) 10 wt% PMMT



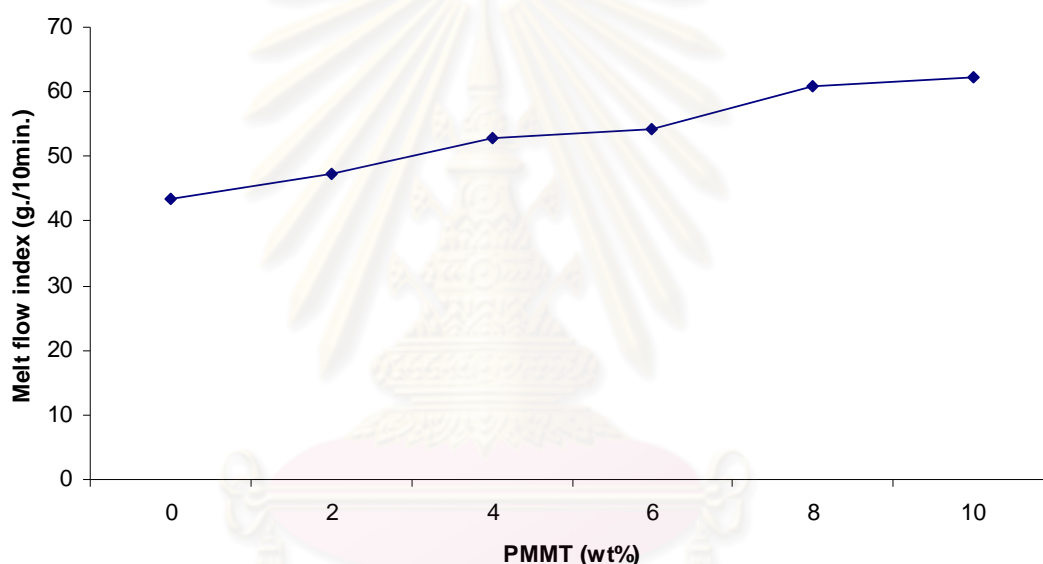
รูปที่ 4.15 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต a.) PP, b.) 2 wt% PMMT, c.) 4 wt% PMMT, d.) 6 wt% PMMT, e.) 8 wt% PMMT และ f.) 10 wt% PMMT

ตารางที่ 4.2 ผลของปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นที่มีต่อสมบัติทางความร้อนของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

| ชั้นงานคอมพอสิต | T_c (Peak) (°C) | T_c (Onset) (°C) | T_m (Peak) (°C) | T_m (Onset) (°C) | ΔH_f (J/g) | Degree of crystallinity |
|-----------------|-------------------------|--------------------------|-------------------------|--------------------------|-----------------------|----------------------------|
| PP | 109.22 | 113.64 | 162.16 | 149.83 | 78.68 | 47.21 |
| 2 wt% PMMT | 109.90 | 114.00 | 163.84 | 151.00 | 74.32 | 45.74 |
| 4 wt% PMMT | 109.87 | 114.32 | 166.50 | 155.83 | 69.74 | 44.05 |
| 6 wt% PMMT | 109.89 | 114.72 | 162.50 | 149.56 | 63.80 | 41.39 |
| 8 wt% PMMT | 109.58 | 114.09 | 163.84 | 151.09 | 64.22 | 42.83 |
| 10 wt% PMMT | 110.56 | 114.56 | 163.15 | 150.28 | 61.02 | 41.86 |

4.6 การศึกษาดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

จากการศึกษาดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตพบว่าค่าดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตมีค่าสูงกว่าพอลิโพรพิลีนและมีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อปริมาณของ PMMT ที่ใช้เพิ่มมากขึ้น ดังแสดงในรูป 4.16 เนื่องมาจากการที่แผ่นเคลือบไปแทรกในระหว่างสายโซ่พอลิโพรพิลีนจึงทำให้ความสามารถในการจัดเรียงตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ลดลง เมื่อเกิดการหลอมเหลวจึงทำให้สายโซ่พอลิเมอร์สามารถเคลื่อนผ่านกันได้ง่ายขึ้น ส่งผลให้การไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวดีขึ้นค่าดัชนีการไหลจึงมีค่าสูงมากขึ้น จากค่าดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตที่สูงขึ้นกว่าพอลิโพรพิลีน ทำให้สามารถนำเม็ดพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตมาใช้ในกระบวนการปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลวได้



รูปที่ 4.16 ค่าดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีนและพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตที่ปริมาณ PMMT ต่างๆ กัน

4.7 การศึกษาการกระจายตัวของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิโพรพิลีน

จากการศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิโพรพิลีนด้วยวิธีการสุ่มตัวอย่างพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตจำนวน 10 ตัวอย่าง ตัวอย่างละ 2.00 กรัม แล้วนำไปเผาหาปริมาณเถ้าหลงเหลือที่อุณหภูมิ 1000 °C ผลของปริมาณเถ้าหลงเหลือแสดงในตารางที่ 4.3 และ ภาคผนวก จ ซึ่งจากน้ำหนักของเถ้าหลงเหลือในแต่ละกลุ่มตัวอย่างพบว่าปริมาณของเถ้าหลงเหลือปริมาณที่ใกล้เคียงกันในแต่ละกลุ่มตัวอย่าง ซึ่งบ่งชี้ได้ว่าอนุภาคของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในพอลิโพรพิลีน อย่างไรก็ตามเป็นที่น่าสังเกตว่าร้อยละของเถ้าหลงเหลือที่พบมีค่าน้อยกว่าค่าที่คำนวณได้จาก

ทฤษฎี ซึ่งอาจเกิดจากการที่อนุภาคของ PMMT มีน้ำหนักเบากว่าผงพอลิโพรพิลีนจึงอาจเกิดการสูญเสียในระหว่างกระบวนการเตรียมของผสมและในกระบวนการอัดรีดแบบแบบหลอมเหลวได้

ตารางที่ 4.3 การกระจายตัวของมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิโพรพิลีน

| ตัวอย่าง | ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป | ร้อยละถ้าหลงเหลือจากการทดลอง | ร้อยละถ้าหลงเหลือจากการคำนวณตามทฤษฎี |
|-------------|--------------------------|------------------------------|--------------------------------------|
| 2 wt% PMMT | 99.28 | 0.72 | 1.07 |
| 4 wt% PMMT | 98.27 | 1.73 | 2.13 |
| 6 wt% PMMT | 97.45 | 2.55 | 3.20 |
| 8 wt% PMMT | 96.05 | 3.95 | 4.27 |
| 10 wt% PMMT | 95.43 | 4.57 | 5.33 |

4.8 การศึกษาลักษณะภายนอกของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตด้วยกล้องจุลทรรศน์

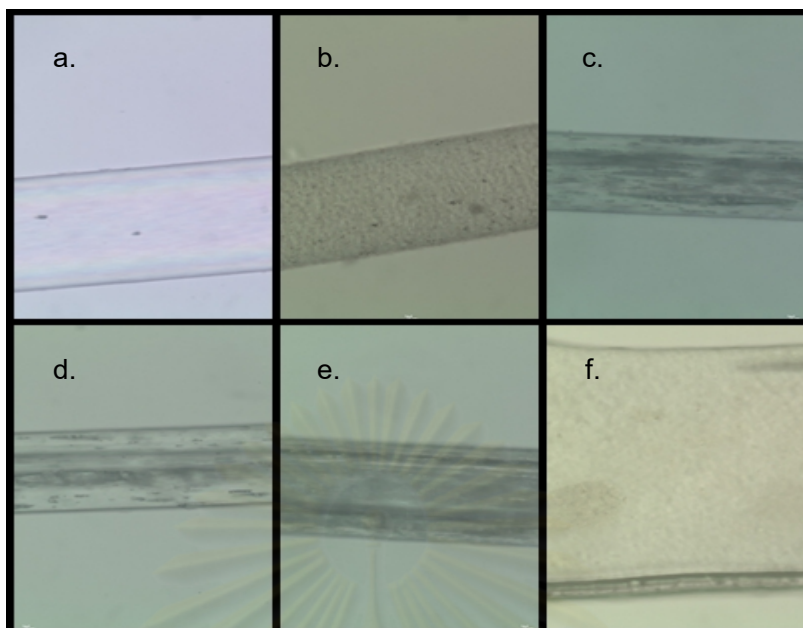
ผลของการฉีดเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตพบว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนที่มีปริมาณ PMMT มากขึ้นเป็น 8 และ 10 wt% ไม่สามารถที่จะฉีดเป็นเส้นใยที่มีความยาวต่อเนื่องได้ โดยจะมีการขาดในระหว่างกระบวนการฉีดเส้นใยและกระบวนการม้วนเก็บ เนื่องมาจากปริมาณ PMMT ที่มากเกินไปอาจทำให้เกิดการรวมกลุ่มกันของอนุภาค PMMT ทำให้เกิดการกระจายตัวในเนื้อพอลิเมอร์ไม่สม่ำเสมอ ส่งผลให้การไหลของพอลิเมอร์ในระหว่างกระบวนการหลอมเหลวไม่ต่อเนื่อง เมื่อฉีดเส้นใยจึงทำให้เส้นใยที่ได้มีผิวไม่เรียบ มีขนาดของเส้นใยไม่สม่ำเสมอ และมีขนาดใหญ่ จากนั้นเมื่อนำเส้นใยทั้งหมดมาเข้าสู่กระบวนการดึงยืดโดยใช้ draw ratio เท่ากับ 20 เท่า พบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดเล็กลง มีผิวที่เรียบขึ้นแต่ยังมีการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ที่ไม่สม่ำเสมอและไม่สามารถดึงยืดเส้นใยที่มีปริมาณ PMMT เท่ากับ 10 wt% ได้ โดยลักษณะภายนอกของและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยแสดงดังรูปที่ 4.17 และตารางที่ 4.4

จากปัญหาที่เกิดขึ้นจึงจำเป็นต้องปรับเปลี่ยนกระบวนการผสมพอลิโพรพิลีนกับ PMMT โดยจากงานวิจัยของ Hoshino และคณะ [28] ได้ทำการปรับปรุงการกระจายตัวของอนุภาคออร์กาโนเคลย์โดยการนำมาผสมกับโอเลฟินแวกซ์ซึ่งทำหน้าที่เป็น co-intercalant โดยใช้อัตราส่วนของออร์กาโนเคลย์ต่อโอเลฟินแวกซ์เท่ากับ 1:2 จากผลการทดสอบด้วยเทคนิค XRD และ TEM พบว่าอนุภาคออร์กาโนเคลย์มีการกระจายตัวในเนื้อพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูงได้ดีขึ้น เนื่องจากพอลิโอเลฟินแวกซ์จะเข้าไปแทรกสอดภายในช่องแกลลลอรี่ของออร์กาโนเคลย์ทำให้เกิดการ

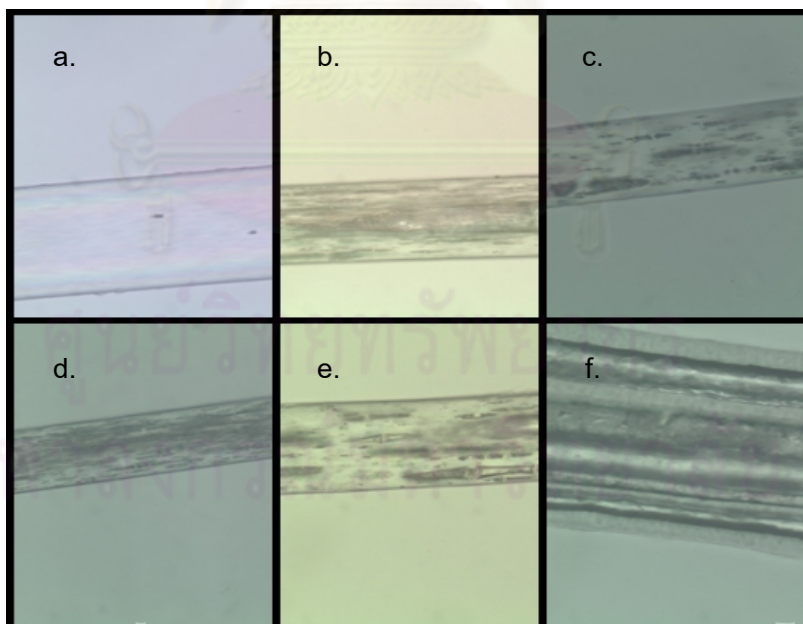
กระจายตัวในเบื้องต้นดีขึ้น เมื่อนำไปผสมกับพอลิเอทิลีนจึงทำให้ออร์กาโนเคลย์สามารถกระจายตัวในพอลิเอทิลีนได้ดีขึ้น

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้นำอนุภาค dodecylphosphonic acid-clay (PMMT) ในปริมาณร้อยละ 2, 4, 6, 8, และ 10 โดยน้ำหนักสารทั้งหมดมาผสมกับพอลิโพรพิลีนแวกซ์ในอัตราส่วน 1:2 (pre-dispersion) ก่อนแล้วทำการหลอมเหลวที่อุณหภูมิประมาณ 100 °C เมื่อหลอมเหลวหมดแล้วจึงรอให้เย็นตัวลงแล้วทำการบดและนำไปผสมกับผงพอลิโพรพิลีน พอลิโพรพิลีนแวกซ์ในส่วนที่เหลือและสารเติมเสถียรภาพทางความร้อนต่อไปจากนั้นจึงนำไปขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดรีดแบบหลอมเหลว โดยพบว่าเม็ดพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตที่ผ่านกระบวนการ pre-dispersion เมื่อนำมาเข้าสู่กระบวนการปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลวจะสามารถฉีดเส้นใยที่มีความต่อเนื่องได้เมื่อเพิ่มปริมาณของอนุภาค PMMT เป็น 8 และ 10 wt% โดยได้เส้นใยที่มีผิวเรียบยิ่งขึ้น มีการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ดีขึ้นและเส้นใยที่ได้ไม่มีการขาดในระหว่างกระบวนการปั่น อย่างไรก็ตามเมื่อทำการดึงยืดเส้นใยด้วย draw ratio เท่ากับ 20 เท่า พบว่าไม่สามารถที่จะดึงยืดเส้นใยที่มีปริมาณ PMMT เท่ากับ 10 wt% ได้ โดยลักษณะภายนอกและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิดนี้แสดงในรูปที่ 4.18 และตารางที่ 4.4 ซึ่งในงานวิจัยนี้จะให้สัญลักษณ์ของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมโดยวิธีปกติว่า C/PP และกรณีของพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมผ่านกระบวนการ pre-dispersion จะใช้สัญลักษณ์ว่า C+W/PP เส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C/PP ที่ใช้ draw ratio เท่ากับ 20 เท่า จะใช้สัญลักษณ์ว่า C/PP-20 และเส้นใย นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่ใช้ draw ratio เท่ากับ 20 เท่า จะใช้สัญลักษณ์ว่า C+W/PP-20

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.17 ลักษณะภายนอกของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/ PMMT นาโนคอม-
พอลิตชนิด C/PP-20 a.) PP, b.) 2 wt% PMMT, c.) 4 wt% PMMT, d.) 6 wt%
PMMT, e.) 8 wt% PMMT, f.) 10 wt% PMMT (ไม่สามารถดึงยืดได้)



รูปที่ 4.18 ลักษณะภายนอกของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/ PMMT นาโนคอม-
พอลิตชนิด C+W/PP-20 a.) PP, b.) 2 wt% PMMT, c.) 4 wt% PMMT, d.) 6 wt%
PMMT, e.) 8 wt% PMMT, f.) 10 wt% PMMT (ไม่สามารถดึงยืดได้)

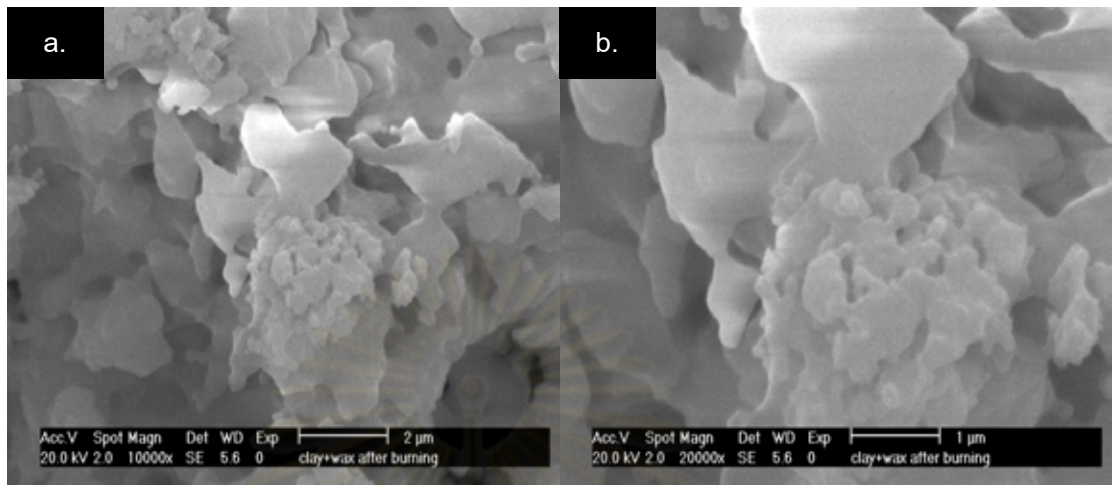
ตารางที่ 4.4 เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

| ตัวอย่าง | ปริมาณ PMMT (wt%) | เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใย (mm.) |
|--|-------------------|--|
| เส้นใยพอลิโพรพิลีน/ PMMT นาโนคอมพอสิต ชนิด C/PP-20 | 0 (PP) | 0.090 |
| | 2 | 0.084 |
| | 4 | 0.065 |
| | 6 | 0.068 |
| | 8 | 0.080 |
| | 10 | 0.199 |
| เส้นใยพอลิโพรพิลีน/ PMMT นาโนคอมพอสิต ชนิด C+W/PP-20 | 0 (PP) | 0.090 |
| | 2 | 0.063 |
| | 4 | 0.063 |
| | 6 | 0.050 |
| | 8 | 0.070 |
| | 10 | 0.164 |

4.9 การศึกษาพื้นฐานวิทยาของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ด้วยเทคนิค SEM

การถ่ายภาพพื้นผิวพอลิโพรพิลีนคอมพอสิตโดยตรงไม่สามารถเห็นลักษณะการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ดังนั้นจึงได้ทำการเผาเม็ดพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตที่อุณหภูมิ 1,000°C เพื่อกำจัดเอาส่วนของพอลิโพรพิลีนออกไปก่อน โดยใช้คอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่มีส่วนผสมของ PMMT อยู่ 10 wt% จากนั้นจึงนำเอาผงเคลย์ที่เหลือจากการเผาไหม้ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ผลที่ได้แสดงในรูป 4.19 โดยพบว่าอนุภาคเคลย์ที่พบประกอบด้วยแผ่นเคลย์บางขนาดใหญ่ที่มีความหนาของชั้นแผ่นที่น้อยกว่า 100 นาโนเมตรและแผ่นเคลย์ขนาดเล็กที่เกาะกลุ่มรวมกัน ซึ่งระหว่างแผ่นเคลย์พบช่องว่างขนาดแตกต่างกันไปโดยช่องว่างเหล่านี้เคยเป็นส่วนของพอลิเมอร์มาก่อนแต่หายไปเนื่องมาจากการเผาไหม้ จากภาพ SEM ทำให้สรุปได้ว่าเคลย์สามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์โดยเฉพาะเคลย์แผ่นบางขนาดใหญ่ ส่วนเคลย์แผ่นเล็ก ๆ ยังพบการจับกันเป็นกลุ่มก้อน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าแผ่นเคลย์ขนาดเล็กนั้นเกาะรวมตัวกันอย่างเหนียวแน่นและแทบจะไม่แยกออกจากกันแม้ว่าผ่านแรงเฉือนของเครื่องอัดรีดที่ใช้ในขั้นตอนของการผสม ซึ่งจากผลการทดสอบสามารถบ่งชี้ได้ว่าการเตรียมพอลิโพรพิลีน/PMMT

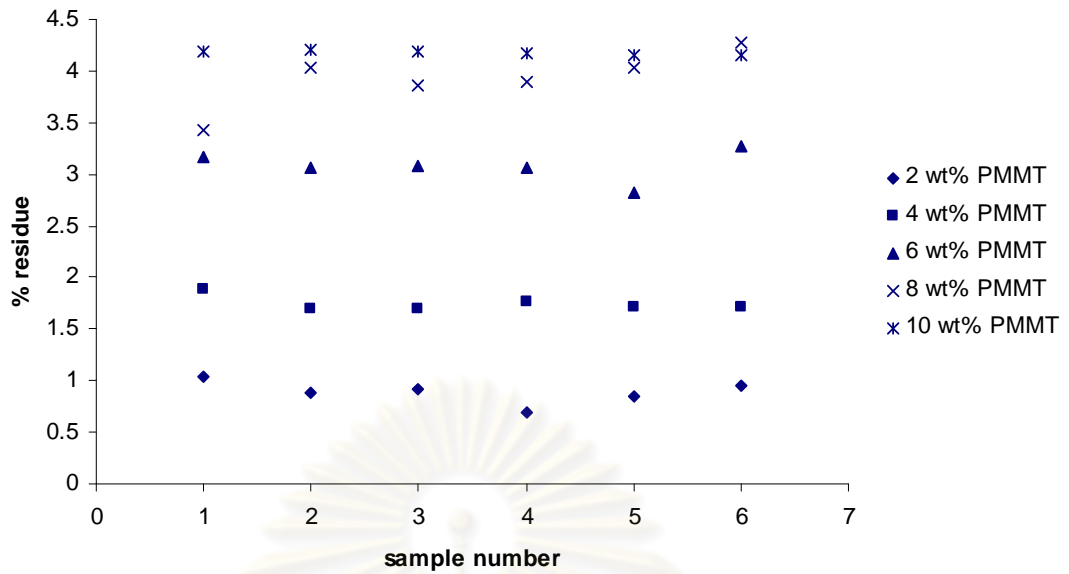
นาโนคอมพอสิตต์โดยผ่านกระบวนการ pre-dispersion ก่อนกระบวนการอัดรีดแบบหลอมเหลวนั้นสามารถช่วยให้ชั้นแผ่นเคลือบเกิดการกระจายตัวได้ดีขึ้น



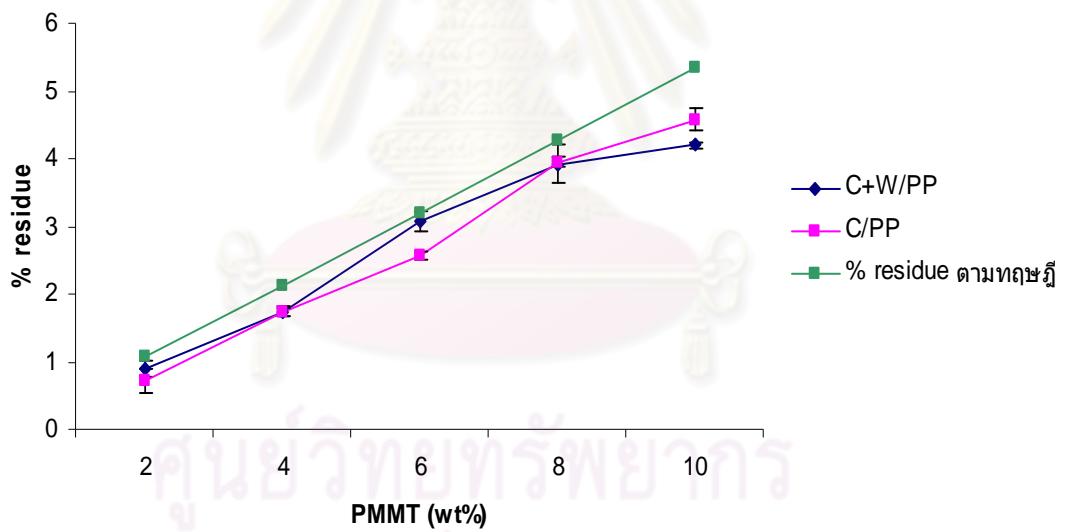
รูปที่ 4.19 ภาพ SEM ของอนุภาค PMMT ที่ได้จากการเผาพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตต์ชนิด C+W/PP a.) กำลังขยาย 10,000 เท่า และ b.) กำลังขยาย 20,000 เท่า

4.10 การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นในพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตต์ชนิด C+W/PP

การกระจายตัวของอนุภาคเคลือบเป็นสิ่งสำคัญมากต่อสมบัติวัสดุพอลิเมอร์คอมพอสิตต์ ดังนั้นในการทดลองนี้จึงได้ศึกษาการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในพอลิไพโรฟิลีนนาโนคอมพอสิตต์ที่ผ่านกระบวนการ pre-dispersion (C+W/PP) โดยการสุ่มตัวอย่างประมาณ 2.000 กรัม จำนวน 6 ตัวอย่าง แล้วนำไปเผาเพื่อหาปริมาณเถ้าที่เหลือ เมื่อพิจารณากราฟดังแสดงในรูป 4.20 พบว่าในทุกๆ สูตรผสมที่มีปริมาณ PMMT แตกต่างกัน การกระจายตัวของอนุภาคเคลือบในเนื้อพอลิเมอร์จะเป็นไปอย่างสม่ำเสมอและเมื่อทำการเปรียบเทียบปริมาณเถ้าหลงเหลือที่ได้จากการเผาพอลิไพโรฟิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตต์ชนิด C+W/PP, C/PP และค่าคำนวณได้จากทฤษฎีดังแสดงในรูป 4.21 พบว่าพอลิไพโรฟิลีนนาโนคอมพอสิตต์ชนิด C+W/PP จะมีการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ที่ใกล้เคียงกับทฤษฎีมากกว่าพอลิไพโรฟิลีนนาโนคอมพอสิตต์ชนิด C/PP ซึ่งอาจเป็นผลมาจากกระบวนการ pre-dispersion สามารถทำให้อนุภาค PMMT กระจายตัวในเนื้อพอลิเมอร์ได้ดีขึ้น แต่อย่างไรก็ตามค่าที่ได้ยังมีค่าน้อยกว่าทฤษฎีเนื่องมาจากการหายไปของอนุภาค PMMT ในระหว่างกระบวนการเตรียมของผสม (compound) และในกระบวนการขึ้นรูปแบบหลอมเหลว



รูปที่ 4.20 การกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP



รูปที่ 4.21 ผลของการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP, C/PP และการกระจายตัวตามทฤษฎี

4.11 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

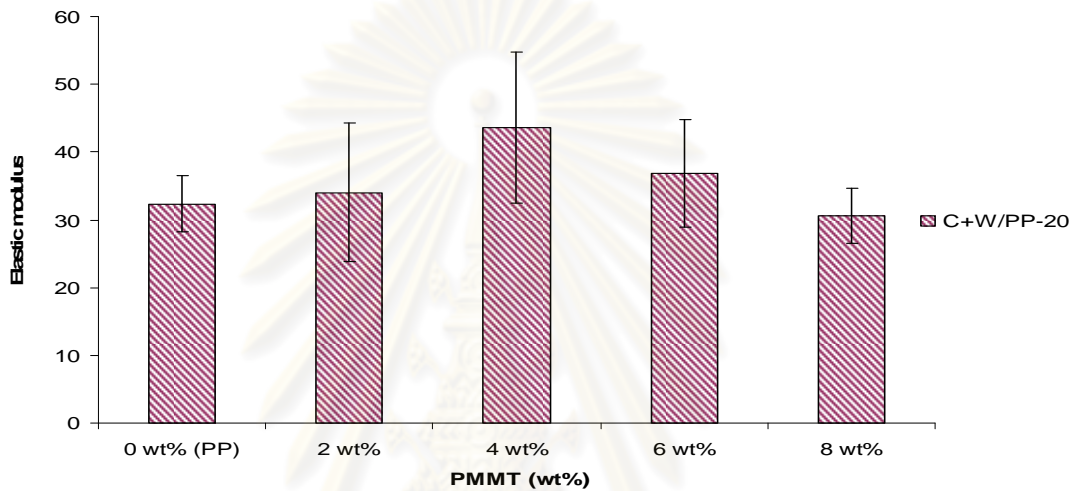
4.11.1 การศึกษาค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

จากผลการทดสอบค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ด้วยเครื่องทดสอบ dynamic modulus รูปที่ 4.22 แสดงค่าผลของปริมาณ PMMT ที่มีต่อค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่ใช้ draw ratio เท่ากับ 20 เท่า (C+W/PP-20) พบว่าการใส่อนุภาค PMMT ลงไปในพอลิโพรพิลีนจะทำให้ค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตมีค่าสูงขึ้น โดยเมื่อเติม PMMT ลงไปจนถึงปริมาณ 4 wt% จะทำให้ค่าอีลาสติคโมดูลัสมีค่าสูงที่สุด แต่เมื่อปริมาณของ PMMT เพิ่มขึ้นเป็น 6 wt% และ 8 wt% จะทำให้ค่าอีลาสติคโมดูลัสมีค่าลดลงตามลำดับ ซึ่งเป็นผลมาจากปริมาณเคลย์ที่มากเกินไปอาจทำให้ความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ลดลง โดยอนุภาค PMMT มีโอกาสจับตัวกันเป็นก้อนอีกครั้งในระหว่างกระบวนการขึ้นรูปเส้นใย เมื่อทำการทดสอบด้วยเครื่อง dynamic modulus คลื่นเสียงที่ส่งผ่านจึงสามารถเคลื่อนที่ผ่านได้ง่ายกว่าในกรณีที่อนุภาคของ PMMT มีการกระจายตัวอย่างกระจัดกระจายในเนื้อพอลิเมอร์ ดังนั้นเมื่อความเร็วเสียงที่ใช้มีค่าลดลงจึงส่งผลให้ค่าอีลาสติคโมดูลัสมีค่าลดลง

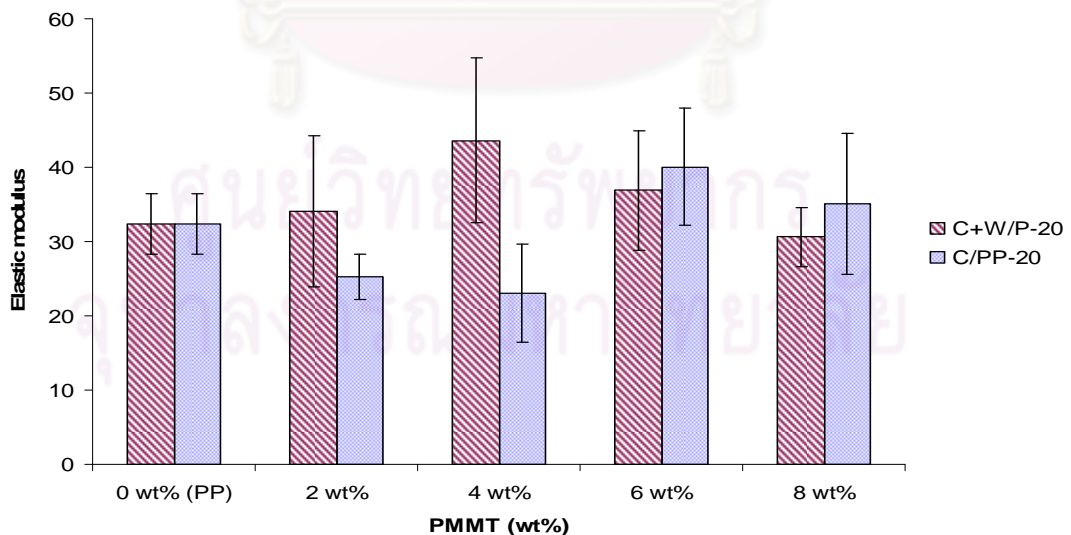
รูปที่ 4.23 แสดงค่าอีลาสติคโมดูลัสเปรียบเทียบระหว่างเส้นใยชนิด C/PP และชนิด C+W/PP ที่ draw ratio เท่ากับ 20 เท่า (C/PP-20 และ C+W/PP-20) พบว่าค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใย C+W/PP-20 จะมีค่าสูงกว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยชนิด C/PP-20 เมื่อปริมาณของ PMMT เท่ากับ 2 และ 4 wt% เนื่องจากพอลิโพรพิลีนแวกซ์ที่ใส่เข้าไปในกระบวนการ pre-dispersion จะทำหน้าที่เป็นสาร co-intercalant ทำให้ความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ดีขึ้น แต่เมื่อปริมาณของ PMMT เพิ่มขึ้นเป็น 6 และ 8 wt% พบว่าค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยชนิด C+W/PP-20 มีค่าลดลง ซึ่งเป็นผลมาจากการเติมปริมาณ PMMT ที่มากเกินไปอาจทำให้เกิดการรวมกลุ่มกันของอนุภาค PMMT อีกครั้งส่งผลให้ค่าอีลาสติคโมดูลัสที่ได้มีค่าลดลง ดังนั้นกระบวนการ pre-dispersion จึงไม่ส่งผลต่อความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาค PMMT เมื่อปริมาณ PMMT ที่ใช้มากเกินไป อย่างไรก็ตามจากผลการทดสอบสามารถบ่งชี้ได้ว่าการเตรียมพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต โดยผ่านกระบวนการ pre-dispersion สามารถนำมาฉีดเส้นใยที่มีสมบัติเชิงกลได้ดีกว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมโดยวิธีปกติ

ความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในพอลิโพรพิลีนและรูปแบบของการจัดเรียงตัวของแผ่นเคลย์ (ตั้งฉากหรือขนานกับแกนฟิลาเมนต์) นั้นมีความสำคัญต่อการจัดเรียงตัวของสายโซ่พอลิเมอร์และความแข็งแรงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ซึ่งจากการศึกษา

ความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP โดยการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตดังแสดงในหัวข้อที่ 4.10 พบว่าอนุภาค PMMT มีการกระจายตัวในเนื้อเมทริกซ์ได้อย่างค่อนข้างสม่ำเสมอเมื่อนำมาใช้ในการฉีดเส้นใยแล้วพบว่าค่าอีลาสติคโมดูลัสที่ได้มีความแปรปรวน ซึ่งคาดว่าเป็นผลมาจากการควบคุมรูปแบบการจัดเรียงตัวของแผ่นเคลย์ในเส้นใยพอลิโพรพิลีนไม่สามารถทำได้ จึงส่งผลกระทบต่อสมบัติเชิงกลของเส้นใยทำให้มีค่าความแปรปรวนสูง ดังนั้นการเติมเคลย์ลงไป在线ใยอาจก่อให้เกิดความยุ่งยากในการควบคุมคุณภาพของเส้นใยที่ผลิตได้



รูปที่ 4.22 ค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP draw ratio เท่ากับ 20 เท่า (C+W/PP-20)



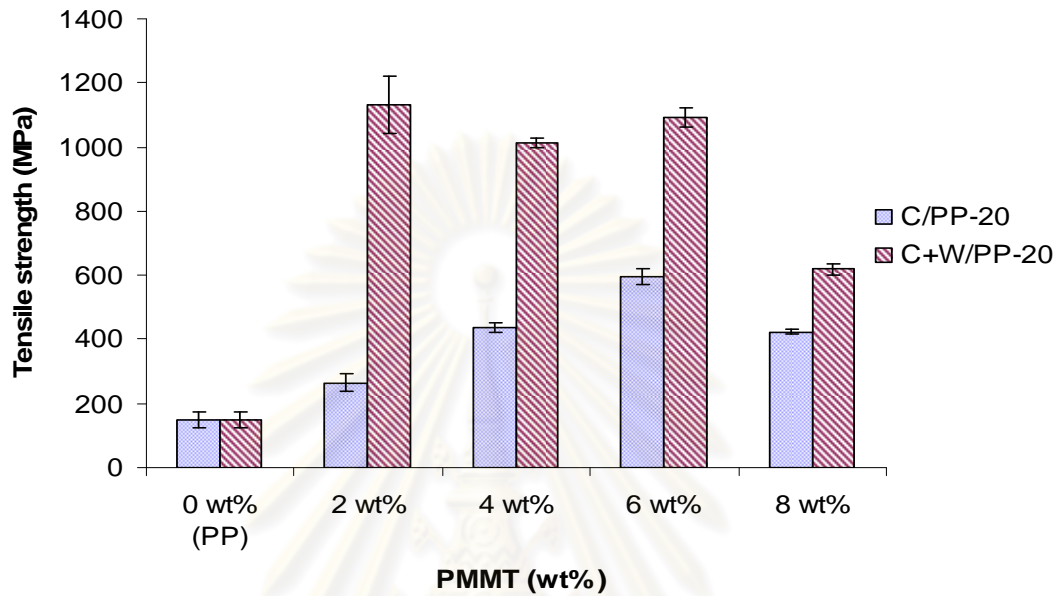
รูปที่ 4.23 ค่าอีลาสติคโมดูลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP-20 และชนิด C/PP-20

4.11.2 การศึกษาสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต

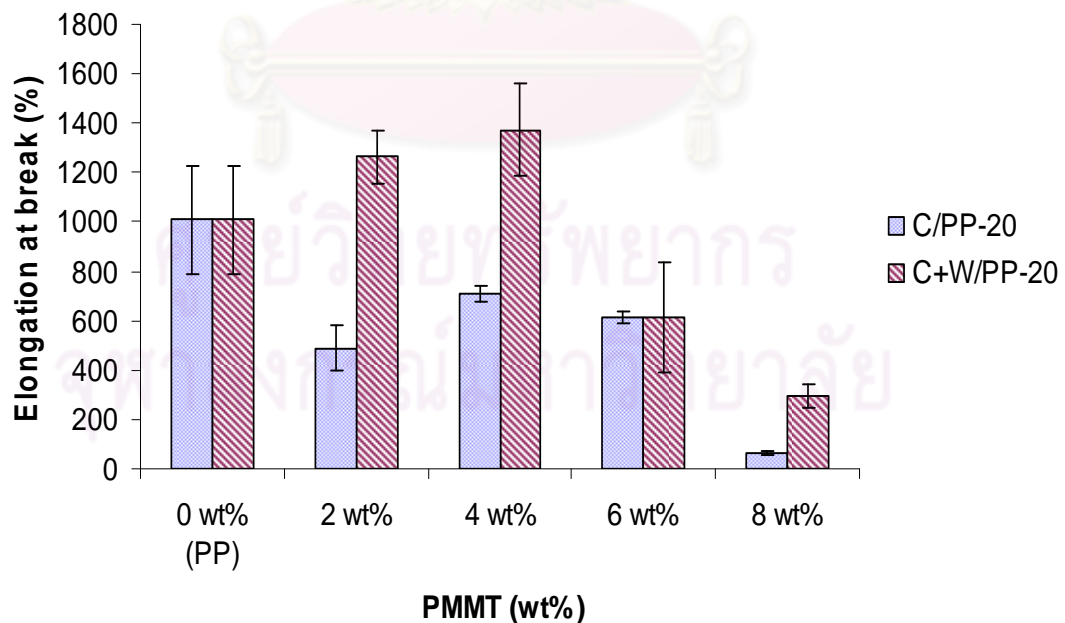
จากผลการศึกษาสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ระหว่างเส้นใยชนิด C/PP-20 และ C+W/PP-20 ที่ปริมาณ PMMT ต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.24 พบว่าการเติมอนุภาค PMMT ลงไปในพอลิโพรพิลีนจะทำให้ค่าความต้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนมีค่าสูงขึ้นเนื่องจากอนุภาค PMMT สามารถทำหน้าที่เป็นสารเสริมแรงให้กับพอลิโพรพิลีนได้ เมื่อเส้นใยได้รับแรงดึงพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์จะส่งผ่านแรงไปยังอนุภาค PMMT ที่ทำหน้าที่รับแรง ส่งผลให้ค่าความต้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตสูงขึ้น และจากผลการทดสอบพบว่าค่าความต้านแรงดึงของเส้นใยชนิด C+W/PP-20 จะมีค่าสูงกว่าเส้นใยชนิด C/PP-20 ซึ่งสามารถบ่งชี้ได้ว่าการนำอนุภาค PMMT มาผสมกับพอลิโพรพิลีนแวกซ์ ก่อนกระบวนการขึ้นรูปแบบหลอมเหลวจะทำให้ความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในเนื้อพอลิโพรพิลีนดีขึ้น ส่งผลให้ค่าความต้านทานแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP-20 มีค่าสูงมากกว่าชนิด C/PP-20 โดยปริมาณ PMMT ที่ทำให้สมบัติของเส้นใยดีขึ้นในช่วง 2-6 wt% และเมื่อเติมอนุภาค PMMT ในปริมาณ 8 wt% พบว่าค่าความต้านแรงดึงมีค่าลดลงซึ่งเป็นผลมาจากการเติมอนุภาค PMMT ที่มากเกินไปอาจทำให้ความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาคเคลย์ลดลง โดยอนุภาคของ PMMT อาจมีการจับตัวกันเป็นก้อนอีกครั้งในระหว่างกระบวนการขึ้นรูปเส้นใยทำให้เกิดเป็นจุดบกพร่องในเส้นใย (defect) .และทำให้เส้นใยที่ได้มีขนาดไม่สม่ำเสมอตลอดความยาวเส้นใย ค่าความต้านแรงดึงมีค่าลดลง

รูปที่ 4.25 การเปรียบเทียบค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดระหว่างเส้นใยชนิด C/PP-20 และ C+W/PP-20 พบว่าการเติมอนุภาค PMMT จะทำให้ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณ PMMT เพิ่มขึ้น โดยเป็นผลมาจากการที่ชั้นแผ่นเคลย์มีการจัดเรียงตัวทั้งในแนวนอนและตั้งฉากกับแกนฟิลาเมนต์ โดยไม่สามารถที่จะควบคุมการจัดเรียงตัวของชั้นแผ่นเคลย์ในกระบวนการปั่นเส้นใยแบบหลอมเหลวได้ ซึ่งชั้นแผ่นเคลย์ที่มีการจัดเรียงตัวตั้งฉากกับแกนฟิลาเมนต์จะขัดขวางการยืดตัวของเส้นใยทำให้ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาด ลดลง นอกจากนี้เมื่อปริมาณ PMMT เพิ่มขึ้นจะทำให้อนุภาค PMMT เกิดการรวมกลุ่มกันจึงไปขัดขวางการยืดตัวของเส้นใยทำให้ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดมีค่าลดลง แต่อย่างไรก็ตามค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP-20 จะมีค่าสูงกว่าชนิด C/PP-20 เนื่องจากกระบวนการ pre-dispersion จะทำให้การกระจายตัวของอนุภาค PMMT ในพอลิโพรพิลีนดีขึ้น การรวมกลุ่มกันของอนุภาค PMMT จึงเกิดได้น้อยลงกว่าการเตรียมโดยวิธีปกติ

จากผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยจึงสามารถบ่งชี้ได้ว่า ในงานวิจัยนี้การเตรียมพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ด้วยกระบวนการ pre-disperion สามารถนำมาใช้ขึ้นรูปเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าเส้นใยที่ได้จากพอลิโพรพิลีน/ PMMT นาโนคอมพอสิต ที่เตรียมโดยวิธีปกติ



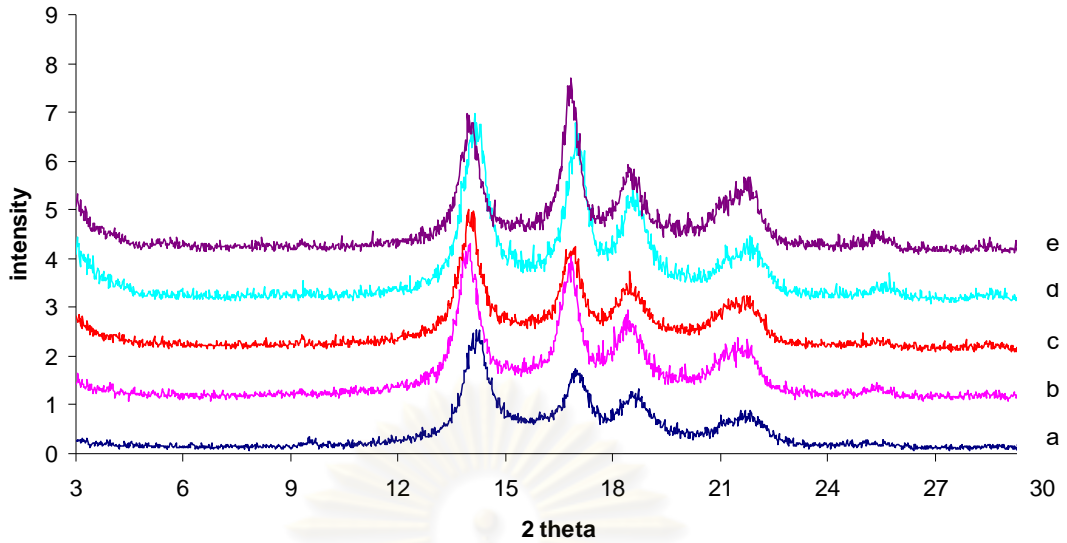
รูปที่ 4.24 ค่าความต้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C/PP-20 และ C+W/PP-20 ที่ปริมาณ PMMT ต่างกัน



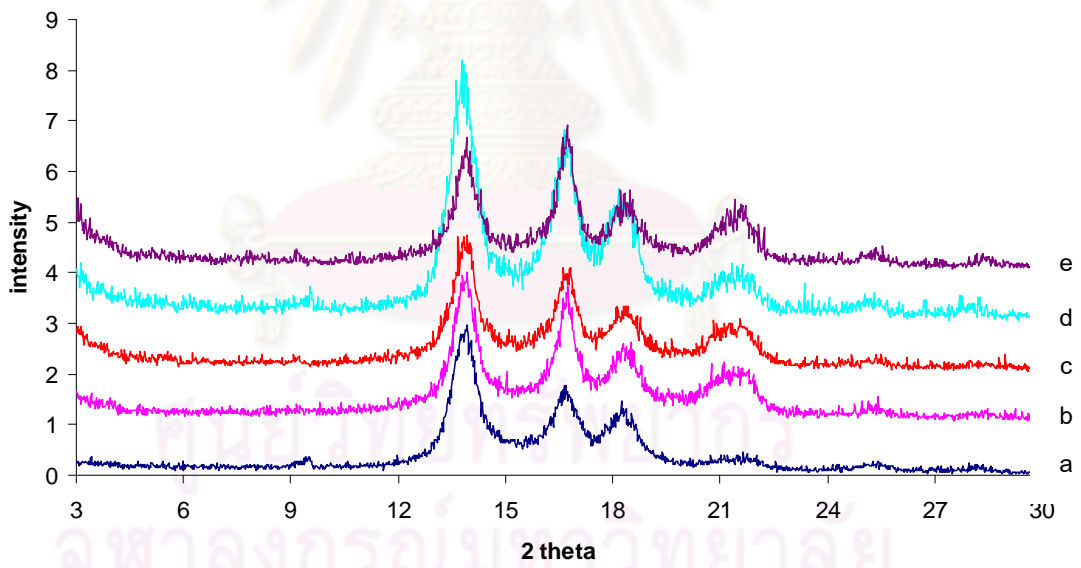
รูปที่ 4.25 ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C/PP-20 และ C+W/PP-20 ที่ปริมาณ PMMT ต่างกัน

4.12 การศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ชนิด C+W/PP ด้วยเทคนิค XRD

จากการศึกษาโครงสร้างผลึกของเส้นใยพอลิโพรพิลีนที่ผ่านการดึงยืดด้วย draw ratio เท่ากับ 20 เท่า และเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่ผ่านการดึงยืดด้วย draw ratio เท่ากับ 20 เท่า ด้วยเทคนิค XRD ทั้งในแนวความยาวของเส้นใยและแนวตั้งฉากกับเส้นใย แสดงในรูปที่ 4.26 และ 4.27 พบว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนจะปรากฏพีคของโครงสร้างผลึกที่ตำแหน่ง $2\theta = 14.27^\circ, 16.91^\circ, 18.43^\circ$ และ 21.51° ตามลำดับ ทั้งตามแนวความยาวและแนวตั้งฉากกับเส้นใย ซึ่งผลจากการเติมอนุภาค PMMT ลงไปในพอลิโพรพิลีนพบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงตำแหน่งของพีคโครงสร้างผลึกของพอลิโพรพิลีนและทำให้ได้เส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิดแยกจากกัน (exfoliated nanocomposite) เมื่อคำนวณพื้นที่ใต้กราฟของ XRD ดิฟแฟรกโทแกรมที่แสดงความเป็นผลึกของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตตั้งแต่ตำแหน่ง $2\theta = 13.00^\circ$ - 23.00° พบว่าพื้นที่ใต้กราฟมีค่าสูงขึ้นทั้งตามแนวความยาวของเส้นใยและแนวตั้งฉากกับเส้นใย ดังแสดงในตาราง ก-1 ภาคผนวก ก.2 ซึ่งสามารถบ่งชี้ได้ว่าอนุภาค PMMT สามารถทำหน้าที่เป็นสารก่อผลึกให้กับเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้และมีการกระจายตัวของชั้นแผ่นเคลือบอย่างกระจัดกระจายในเส้นใยพอลิโพรพิลีนทุกทิศทาง นอกจากนี้ ณ ตำแหน่ง $2\theta = 16.91^\circ$ ซึ่งแสดงพีคของการเกิดผลึกในส่วนบีตาเฟสนั้น [29] เมื่อทำการคำนวณพื้นที่ใต้กราฟตั้งแต่ตำแหน่ง $2\theta = 16.00^\circ$ - 17.80° พบว่าการเติมอนุภาค PMMT จะทำให้พื้นที่ใต้กราฟของบีตาเฟสเพิ่มมากขึ้น ดังแสดงในตาราง ก-1 ภาคผนวก ก.2 จึงสามารถบ่งชี้ได้ว่าอนุภาค PMMT สามารถทำหน้าที่เป็นสารก่อผลึกชนิดบีตาให้กับเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้



รูปที่ 4.26 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมตามแนวความยาวเส้นใยของเส้นใยพอลิโพรพิลีน และพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่ผ่านการดึงยืดด้วย draw ratio 20 เท่า
a.) PP, b.) 2 wt% PMMT, c.) 4 wt% PMMT, d.) 6 wt% PMMT e.) 8 wt% PMMT

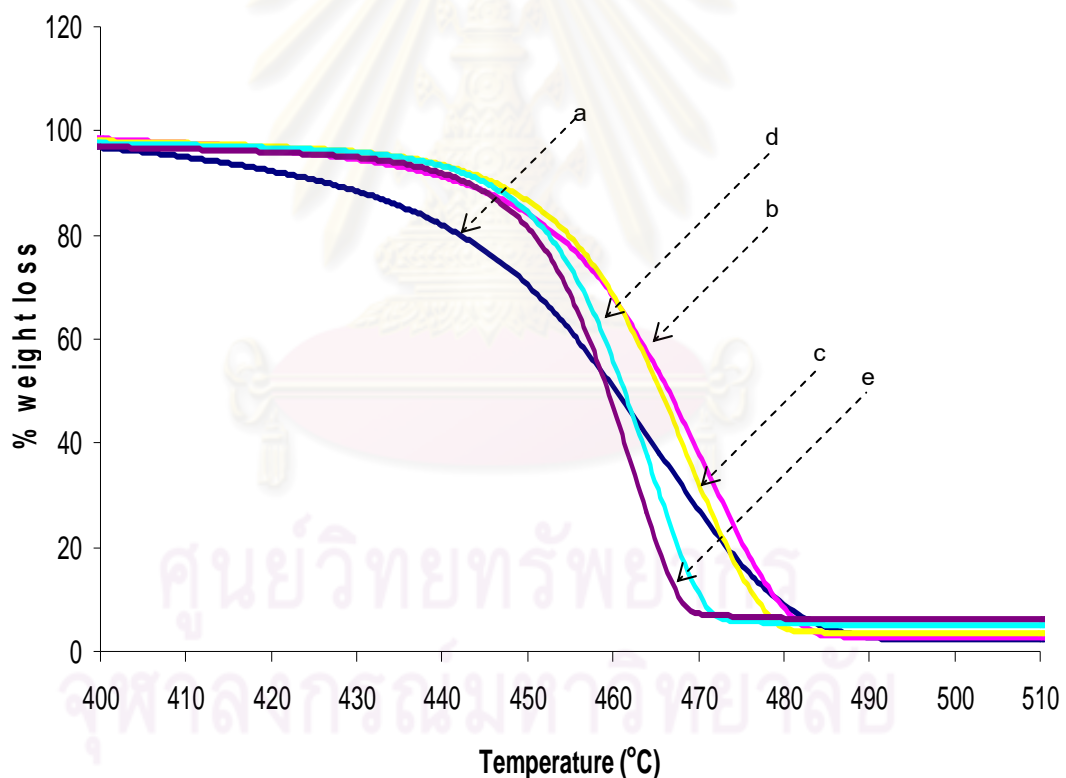


รูปที่ 4.27 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมตามแนวตั้งฉากกับเส้นใยของเส้นใยพอลิโพรพิลีน และพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่ผ่านการดึงยืดด้วย draw ratio 20 เท่า
a.) PP, b.) 2 wt% PMMT, c.) 4 wt% PMMT, d.) 6 wt% PMMT, e.) 8 wt% PMMT

4.13 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP

4.13.1 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ด้วยเทคนิค TGA

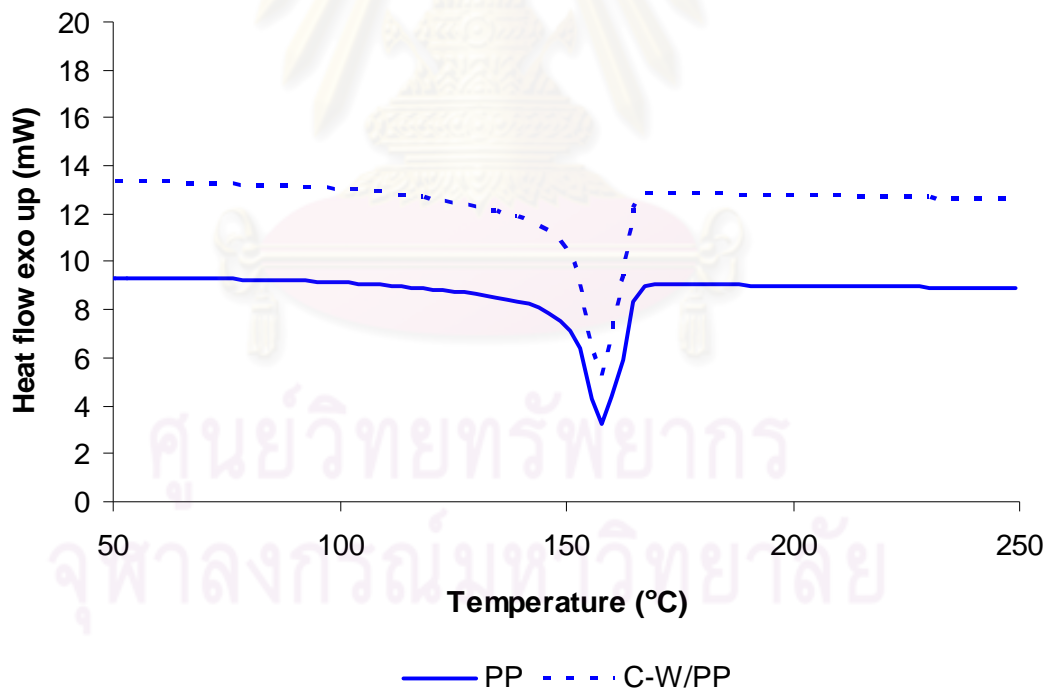
จากการทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีนเปรียบเทียบกับพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ดังแสดงในรูปที่ 4.28 พบว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนเริ่มสลายตัวที่อุณหภูมิ 432.70 °C และเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่มีอนุภาคของ PMMT มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัวที่สูงขึ้น ดังนี้ $T_d = 446.70$ °C (2 wt% PMMT), 446.21 °C (4 wt% PMMT), 447.31°C (6 wt% PMMT) และ 448.15 °C (8 wt% PMMT) ซึ่งจากการทดสอบสามารถบ่งชี้ได้ว่าการเติมอนุภาค PMMT สามารถช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้กับพอลิโพรพิลีนได้เช่นเดียวกันกับในกรณีของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ดังที่กล่าวมาในหัวข้อที่ 4.5.2



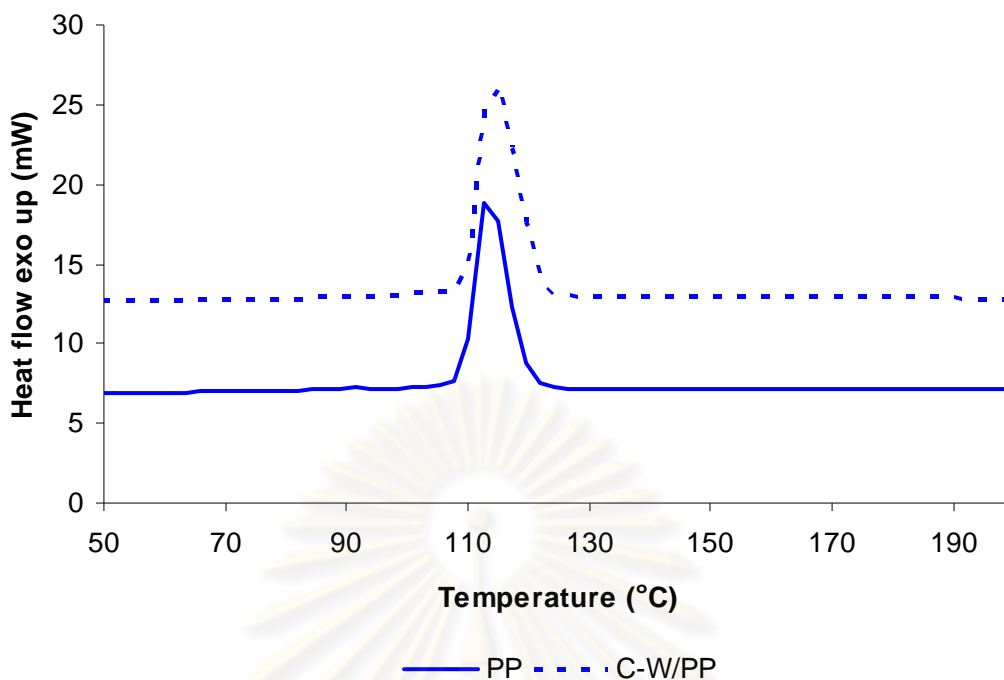
รูปที่ 4.28 TG เทอร์โมแกรมแสดงเสถียรภาพทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 400-510 °C ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/ PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP draw ratio เท่ากับ 20 เท่า ที่ปริมาณ PMMT ต่างกัน a.) PP, b.) 2 wt% PMMT, c.) 4 wt% PMMT, d.) 6 wt% PMMT และ 10 wt% PMMT

4.13.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอม-พอสิตด้วยเทคนิค DSC

จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่มีปริมาณ PMMT เท่ากับ 4 wt% โดยใช้การดึงยืดของเส้นใยทั้งสองชนิดด้วย draw ratio เท่ากับ 20 เท่า ด้วยเทคนิค DSC พบว่าการเติมอนุภาค PMMT ลงไป ไม่ทำให้คุณสมบัติในการหลอมเหลวและอุณหภูมิการเกิดผลึกของเส้นใยพอลิโพรพิลีนเปลี่ยนแปลงไป ดังแสดงในรูปที่ 4.29, 4.30 และตารางที่ 4.5 ทั้งนี้อาจเป็นไปได้จากข้อจำกัดของน้ำหนักตัวอย่างที่ใช้ในการวิเคราะห์หรืออยู่ในระดับที่น้อยมาก (ระหว่าง 3.00-4.00 มิลลิกรัม) ซึ่งอาจมีอนุภาค PMMT ไม่เพียงพอที่จะแสดงผลของการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางความร้อนให้เห็นอย่างเด่นชัด กล่าวอีกนัยหนึ่งคือในตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์นั้นมีความเป็นไปได้สูงที่จะไม่มีอนุภาคเคลือบในตัวอย่างทดสอบเลย อย่างไรก็ตามเมื่อทำการคำนวณหาค่าปริมาณความเป็นผลึกของเส้นใยทั้งสองชนิดพบว่าเส้นใยชนิด C+W/PP มีค่าปริมาณความเป็นผลึกที่สูงกว่าเส้นใยพอลิโพรพิลีนประมาณ 24.62% จึงสามารถกล่าวได้ว่าอนุภาค PMMT ที่เตรียมได้นั้นมีความสามารถในการทำหน้าที่เป็นสารก่อผลึกให้กับเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้



รูปที่ 4.29 DSC เทอร์โมแกรมแสดงช่วงอุณหภูมิในการหลอมเหลว (T_m) ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนและเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่มีปริมาณ PMMT เท่ากับ 4 wt% โดย draw ratio ของเส้นใยทั้งสองชนิดเท่ากับ 20 เท่า



รูปที่ 4.30 DSC เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิในการเกิดผลึก (T_c) ของเส้นใยพอลิโพรพิลีน และเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP ที่มีปริมาณ PMMT เท่ากับ 4 wt% โดย draw ratio ของเส้นใยทั้งสองชนิดเท่ากับ 20 เท่า

ตารางที่ 4.5 ผลของปริมาณ PMMT ที่มีต่อสมบัติทางความร้อนของเส้นใยพอลิโพรพิลีน นาโนคอมพอสิตชนิด C+W/PP-20

| ตัวอย่าง | T_c /Peak (°C) | T_c /Onset (°C) | T_m /Peak (°C) | T_m /Onset (°C) | ΔH_f (J/g.) | Degree of crystallinity |
|----------|---------------------|----------------------|---------------------|----------------------|------------------------|----------------------------|
| PP | 113.78 | 119.21 | 157.03 | 151.27 | 72.10 | 43.26 |
| C+W/PP | 113.85 | 121.76 | 157.26 | 150.84 | 85.35 | 53.91 |

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากผลการวิจัยการเตรียมอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นและการประยุกต์เป็นนาโนฟิลเลอร์ในเส้นใยพอลิโพรพิลีน สามารถสรุปผลได้ดังนี้

5.1.1 การสังเคราะห์มอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นสามารถทำได้โดยการเปลี่ยน dodecylamine ภายในช่องแกลลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์ไปเป็น dodecylphosphonic acid ผ่านปฏิกิริยา Mannich โดยผลของอัตราส่วนโดยโมลของ ฟอรั่มัลดีไฮด์ : เอมีน ที่สามารถทำให้ออร์แกนอเคลย์ที่มีโครงสร้างแบบแทรกสอดเปลี่ยนไปเป็นแบบแยกจากกันมากขึ้นคือ 6:1

5.1.2 การสังเคราะห์สารแยกชั้นแผ่น dodecylphosphonic acid ภายในช่องแกลลลอรี่ของมอนต์มอริลโลไนต์สามารถแยกชั้นแผ่นเคลย์ออกจากกันด้วยอิทธิพลของแรงผลักระหว่างประจุลบของหมู่ฟังก์ชันของ dodecylphosphonic acid และประจุลบของชั้นเคลย์ ทำให้ชั้นแผ่นเคลย์มีการแยกตัวออกจากกันอย่างชัดเจนโดยมีความกว้างของชั้นแผ่นเคลย์ประมาณ 10 นาโนเมตร และมีความหนาของชั้นแผ่นเคลย์ตั้งแต่น้อยกว่า 100 นาโนเมตรจนถึง 500 นาโนเมตร โดยมีการเรียงตัวของชั้นแผ่นเคลย์ที่น้อยกว่า 10 ชั้น

5.1.3 อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นสามารถปรับปรุงเสถียรภาพทางความร้อนให้กับพอลิโพรพิลีนได้

5.1.4 อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นสามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้กับเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้และเส้นใยพอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ที่ได้จากพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตที่ผ่านกระบวนการ pre-dispersion จะมีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าเส้นใยที่ได้จากพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตที่เตรียมโดยวิธีปกติ

5.1.5 อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นสามารถทำหน้าที่เป็นสารก่อผลึกชนิดปีตาให้กับเส้นใยพอลิโพรพิลีนได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

การนำอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ชนิดแยกชั้นแผ่นมาปรับปรุงคุณสมบัติของเส้นใยพอลิเมอร์นั้นไม่สามารถควบคุมลักษณะการจัดเรียงตัวของอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ได้ ดังนั้นการนำมาใช้เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติให้กับเส้นใยพอลิเมอร์จำเป็นต้องได้รับการพัฒนาต่อไปหรืออาจนำมาประยุกต์ใช้กับผลิตภัณฑ์ในรูปแบบอื่น เช่น แผ่นฟิล์ม หรือผ้าฝ้าย



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

- [1] ปรีชา พหลเทพ. พอลิเมอร์. พิมพ์ครั้งที่ 12. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง, 2547.
- [2] Wikipedia. Polypropylene [Online]. Wikipedia Foundation, Inc., 2009. Available from: <http://www.en.wikipedia.org> [2009, March 14]
- [3] Sheng, Z., and Harrocks, A. R. A Review of Flame Retardant Polypropylene Fiber. Progress in Polymer Science 28 (2003) : 1518.
- [4] Ahmed M. Polypropylene fiber-science and technology. Amsterdam: Elsevier, 1982.
- [5] วลัยกร นิตยพัฒน์. การเตรียมนาโนคอมพอสิตออร์กาโนเคลย์/พอลิพรอพิลีนที่ย้อมสีได้. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2547.
- [6] Nattaporn Aimampaiwong. Nanoclay/Polypropylene Nanocomposite Dyed Fiber. Master's thesis, Polymer Science Program The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, 2008.
- [7] วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา. อุตสาหกรรมสิ่งทอไทย. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร: สำนักพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2544.
- [8] Gupta, V. B., and Kothari V. K. Manufactured Fiber Technology. London: Chapman & Hall, 1997.
- [9] Encyclopedia Britannica. Melt Spinnig Process [Online]. Encyclopedia Britannica, 2009. Available from: <http://library.thinkquest.org/C005271F/chemistry.html> [2009, March 14]
- [10] Jureeporn Nantaragsa. Preparation of Biodegradable Nanocomposites From Low Density Polyethylene/Cassava Starch/Montmorillonite. Master thesis, Materials Science Faculty of Science Chulalongkorn University, 2006.
- [11] David Mogk. Montmorillonite Structure [Online]. Mineesota: Science Education Resource Center, 2009. Available form: http://serc.carleton.edu/NAGT_workshops/mineralogy/clay_mineralogy.html [2009, March 14]

- [12] ระพีพรรณ ทงระอา. การเตรียมนาโนคอมโพสิตของพีวีซี/อีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์.
วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2548.
- [13] อรรถกิต ฉัตรภูมิ. โครงสร้างดินเหนียว [Online]. กรุงเทพมหานคร: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล, 2552. แหล่งที่มา: <http://www.vichakarn.com>
[2009, March 16]
- [14] สิริพันธ์ วิริยะสุนทร. การเตรียมนาโนคอมโพสิตที่ย่อยสลายทางชีวภาพจากยางธรรมชาติ/แป้งสำปะหลัง/มอนต์มอริลโลไนต์. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2549.
- [15] Kampeerapappun, P., Srikutkit, K., and Pentrakoon, D. Preparation of Cassava Starch Montmorillonite Nanocomposite Film. J. Sci. Res. Chula. Univ 29 (2004): 185.
- [16] Suprakas, S. R., and Masami, O. Polymer/Layered Silicate Nanocomposites : A Review from Preparation to Processing. Progress in polymer science 28 (2003): 1549-1571.
- [17] Pavlidou S., and Papaspyrides, C. D. A Review on Polymer Layered Silicate Nanocomposites. Progress in polymer science 33 (2008): 1131.
- [18] D.R.Paul. Polymer/Clay nanocomposite [Online]. Texas: Department of Chemical Engineering and Texas Materials Institute, 2009. Available form: <http://www.scielo.br> [2009, March 16]
- [19] บงกช นันทบุญเลิศ. การเตรียมนาโนคอมโพสิตของยางธรรมชาติ/อีเอ/มอนต์มอริลโลไนต์. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2549.
- [20] Nguyen, Q. T., and Baird, D. G. An Improved Technique for Exfoliating and Dispersing Nanoclay Particles into Polymer Matrices Using Supercritical Carbon Dioxide. Polymer 48 (2007): 6923-6933.
- [21] Morgan, A. B., and Harris, J. D. Exfoliated Polystyrene-Clay Nanocomposites Synthesized by Solvent Blending with Sonication. Polymer 45 (2004): 8695-8703.

- [22] He, A., Wang, L., Li, J., Dong, L., and Han, C. C. Preparation of Exfoliated Isotactic Polypropylene/Alkyl-Triphenylphosphonium-Modified Montmorillonite Nanocomposites via In-situ Intercalative Polymerization. Polymer 47 (2006): 1767-1771.
- [23] Wang, Z., Wang, X., Li, G., and Zhang, Zhikun. Enhanced Exfoliation of Montmorillonite Prepared Hydrothermal Method. Applied Clay Scienc (2008): 1-5.
- [24] Chiu, C., C, C., Cheng, W., and Lin, J. Exfoliation of Smectite Clays by Branched Polyamines Consisting of Multiple Ionic Sites. European Polymer Journal 44 (2007): 628-636.
- [25] Punyacharoenon, P., Charuchinda, S., and Sirkulkit, K. Grafting and Phosphonic Acid Functionalization of Hyperbranched Polyamidoamine Polymer onto Ultrafine Silica. Journal of Applied Polymer Science 110(6) (2008): 3336-3347.
- [26] Ramos Filho, F. G., Melo, T. A., Rabello, M. S., and Silva, S. Thermal Stability of Nanocomposites Based on Polypropylene and Bentonite. Polymer Degradation and Stability 89 (2005): 386.
- [27] Qin, H., et al. Thermal Stability and Flammability of Polypropylene/Montmorillonite Composites. Polymer Degradation and Stability 85 (2004): 809-810.
- [28] Hoshino, J., Limpanart, S., and Khunthon, S. Preparation of Polymer-Clay Nanocomposites by Using Two Rollers Mill. 33rd Congress on Science and Technology of Thailand, pp. 1-4.
- [29] ศราวุทธิ์ คุสกุล. สมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีนคอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยดินเหนียวแปรรูป อินทรีย์และกลาสไฟเบอร์. วิทยานิพนธ์ปริญญาามหาบัณฑิต, สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2551

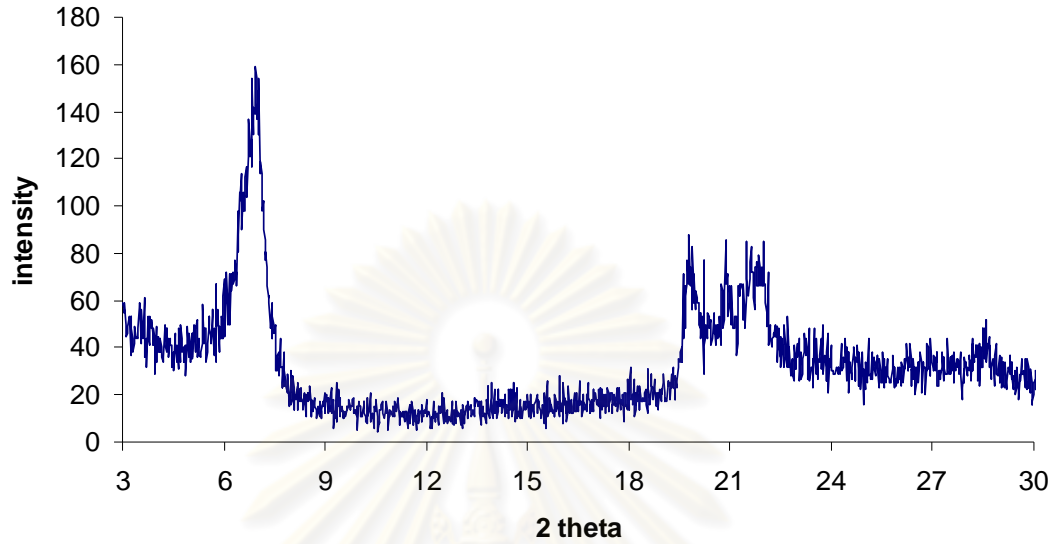


ภาคผนวก

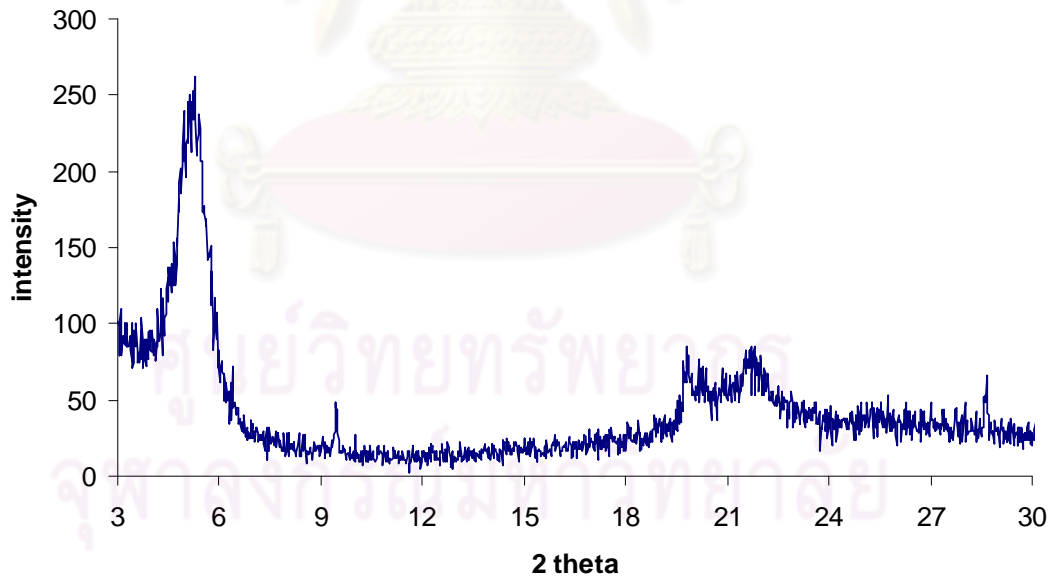
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

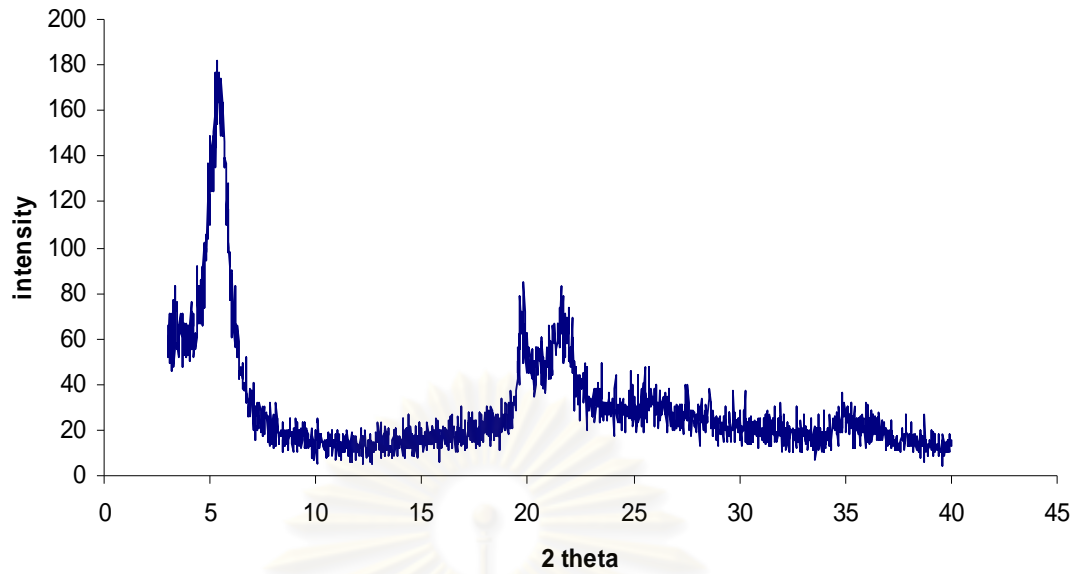
ภาคผนวก ก.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD



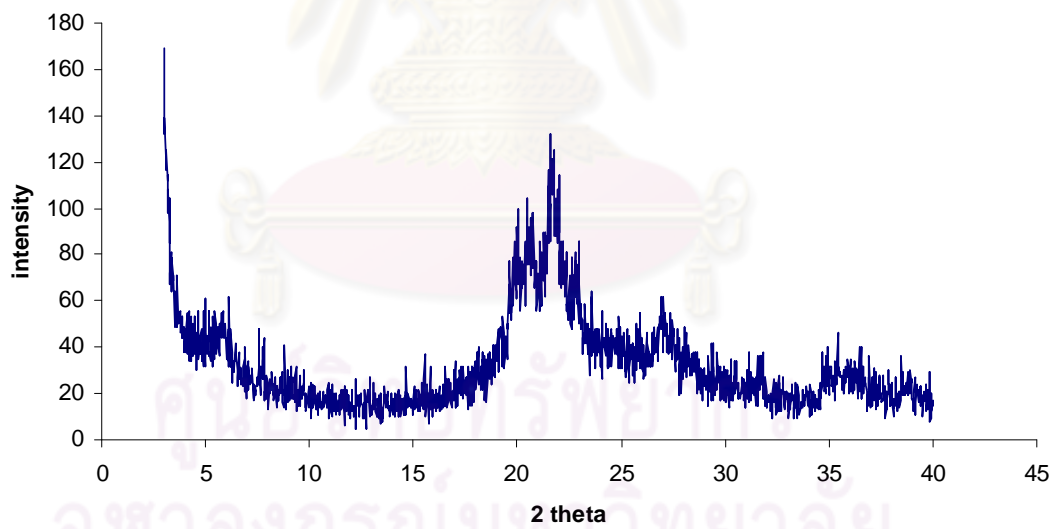
รูปที่ ก-1 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของมอนต์มอริลโลไนต์ที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปร



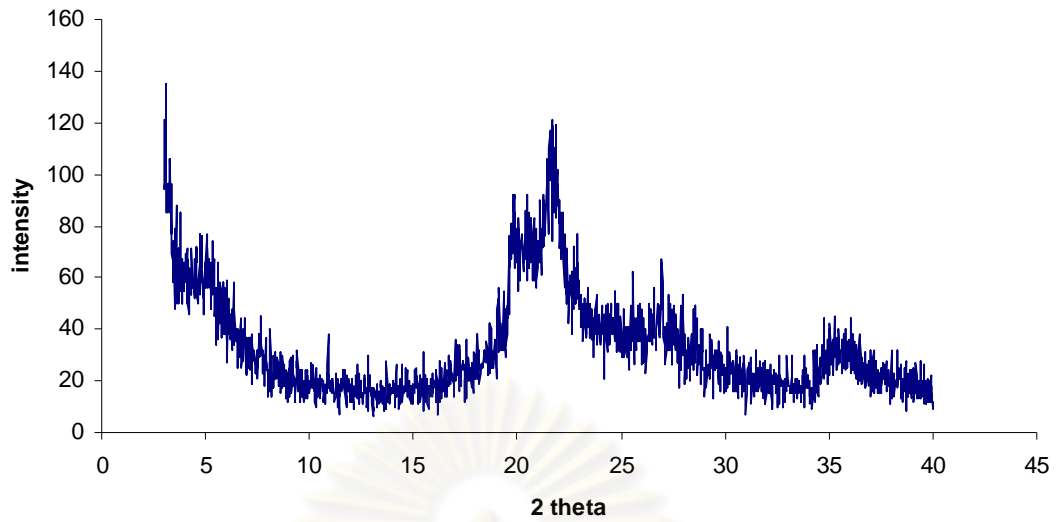
รูปที่ ก-2 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของ dodecylamine clay



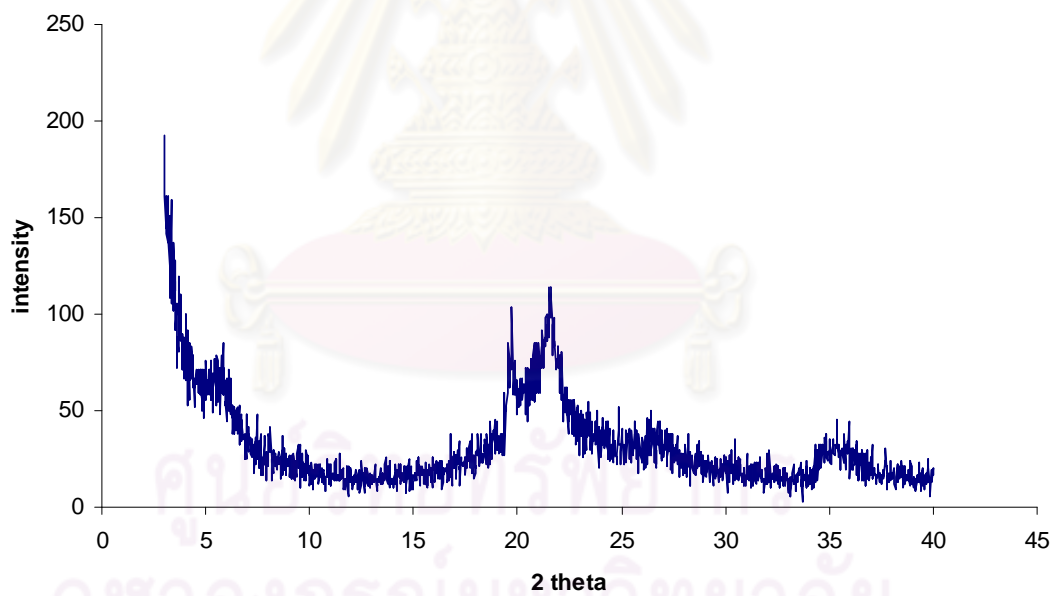
รูปที่ ก-3 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของโดเดคซิลฟอสฟอนิก แอซิดเคลย์ (PMMT) อัตราส่วนโดย
โมลของ ฟอรั่มลดีไฮด์ : เอมีน เท่ากับ 2:1



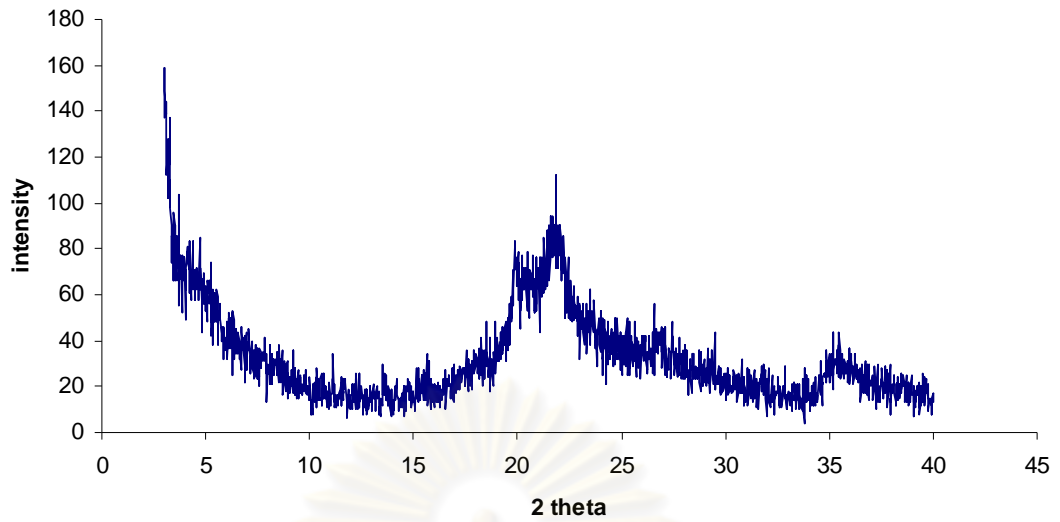
รูปที่ ก-4 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของโดเดคซิลฟอสฟอนิก แอซิดเคลย์ (PMMT) อัตราส่วนโดย
โมลของ ฟอรั่มลดีไฮด์ : เอมีน เท่ากับ 3:1



รูปที่ ก-5 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของโดเดคซิลฟอสฟอนิก แอซิดเคลย์ (PMMT) อัตราส่วนโดย
โมลของ ฟอร์มัลดีไฮด์ : เอมีน เท่ากับ 4:1

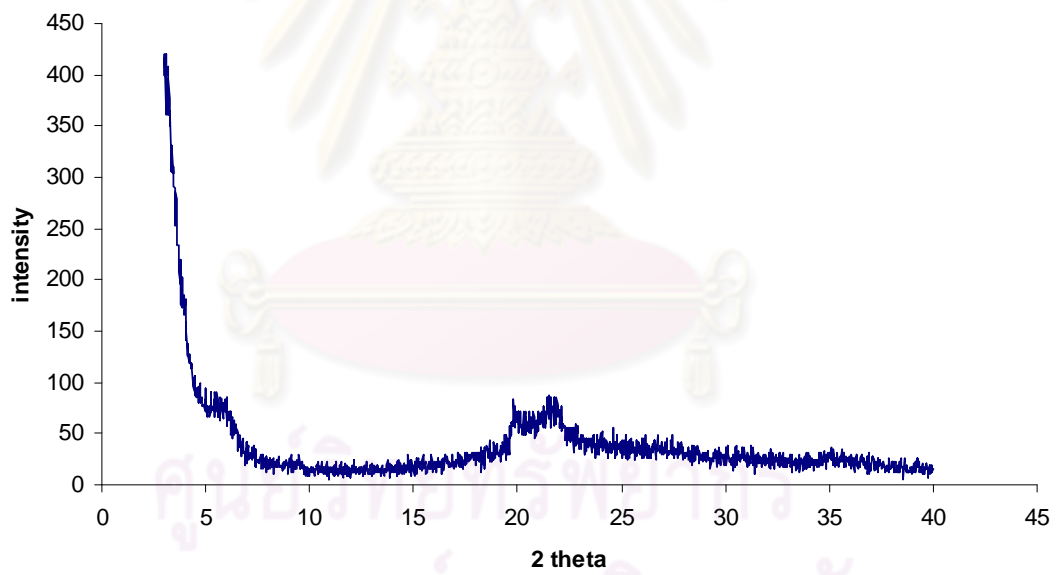


รูปที่ ก-6 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมของโดเดคซิลฟอสฟอนิก แอซิดเคลย์ (PMMT) อัตราส่วนโดย
โมลของ ฟอร์มัลดีไฮด์ : เอมีน เท่ากับ 5:1

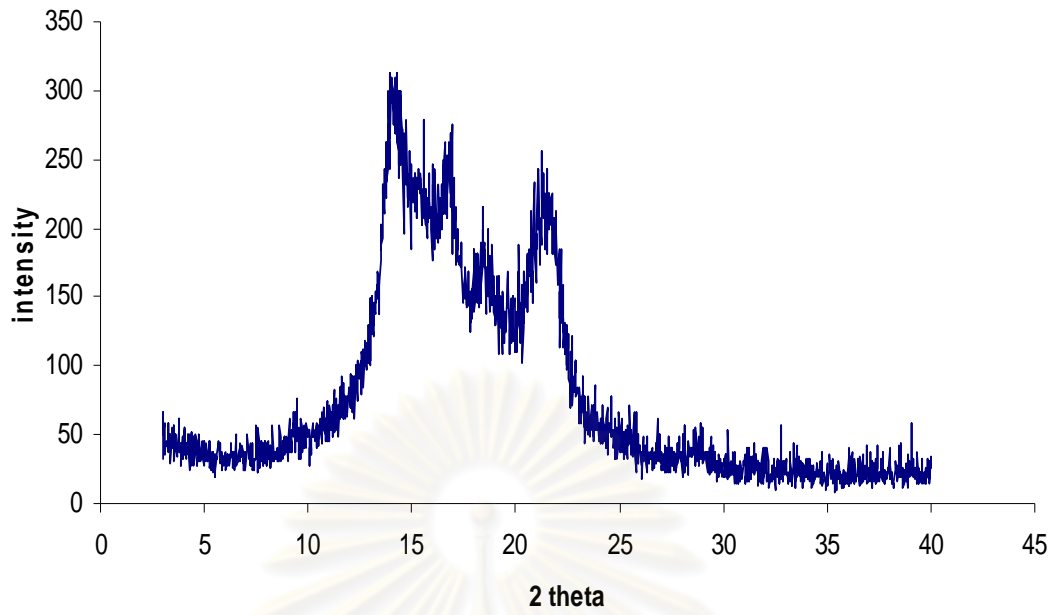


รูปที่ ก-7 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของโดเดคซิลฟอสฟอนิก แอซิดเคลย์ (PMMT) อัตราส่วนโดย

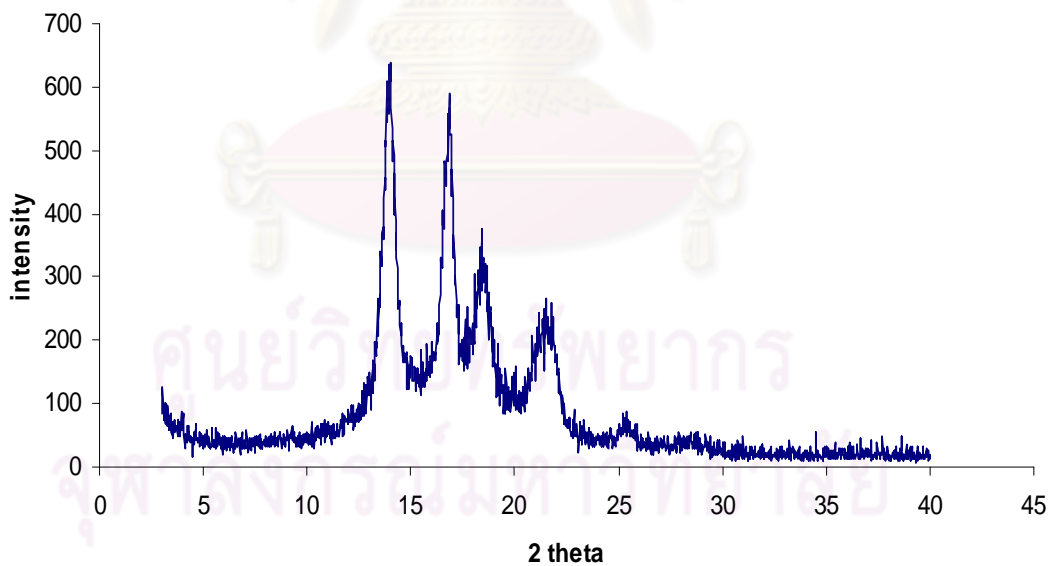
โมลของ ฟอรั่มลดีไฮด์ : เอมีน เท่ากับ 6:1



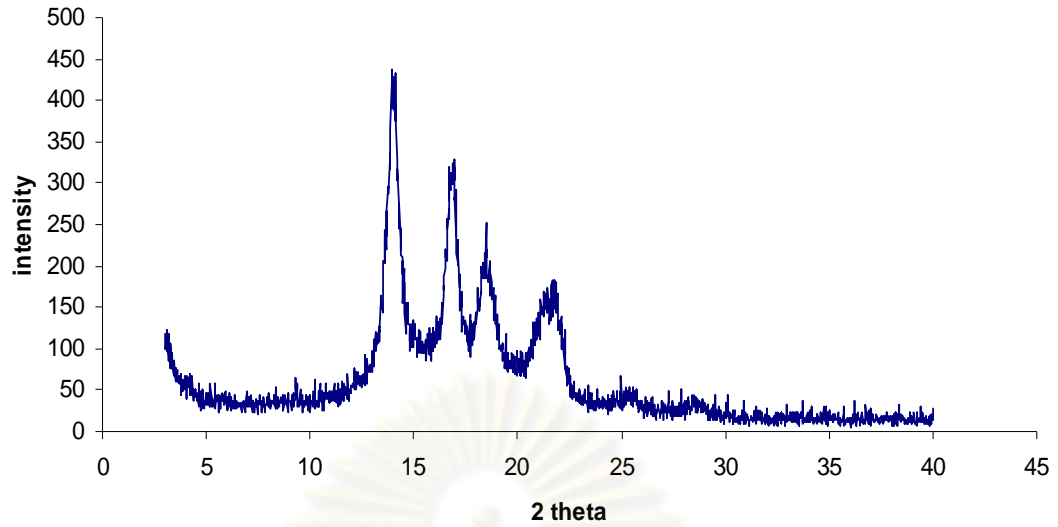
รูปที่ ก-8 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมของออร์แกนเคลย์ที่ไม่มีหมู่ฟอสฟอนิก



รูปที่ ก-9 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมตามแนวความยาวของเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีน draw ratio เท่ากับ 20 เท่า

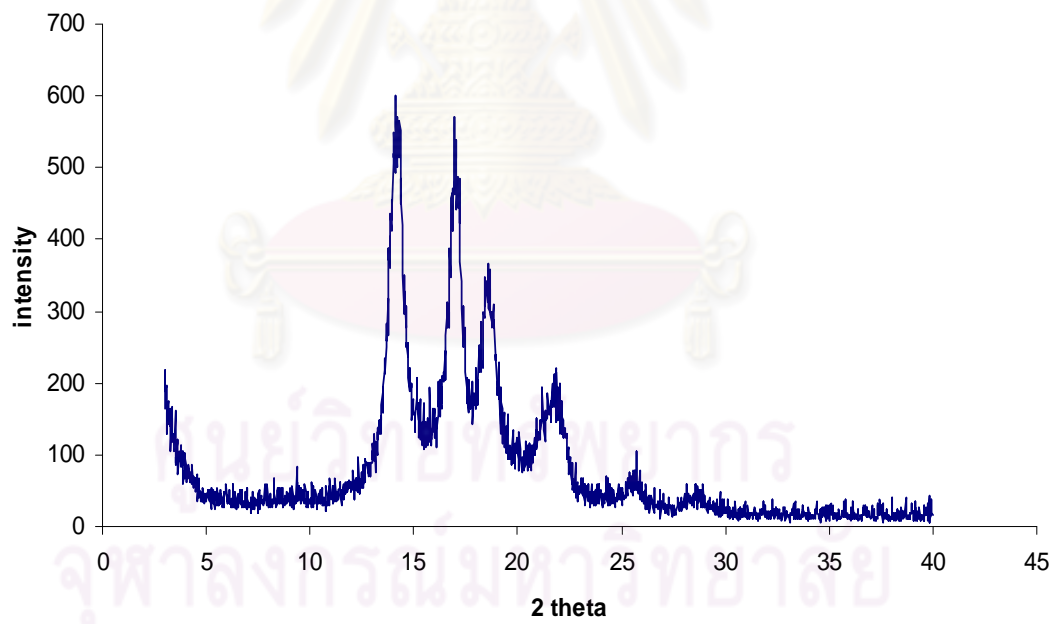


รูปที่ ก-10 XRD ดิฟแฟร็กโทแกรมตามความยาวของเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C-W/PP ปริมาณ PMMT เท่ากับ 2 wt% draw ratio เท่ากับ 20 เท่า



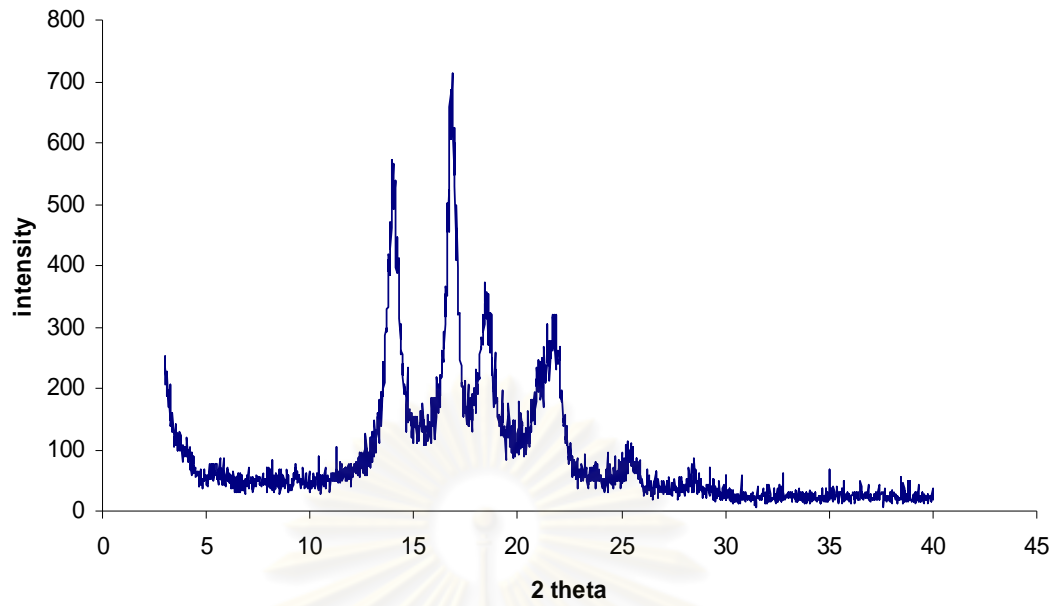
รูปที่ ก-11 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามความยาวของเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต

ชนิด C-W/PP ปริมาณ PMMT เท่ากับ 4 wt% draw ratio เท่ากับ 20 เท่า

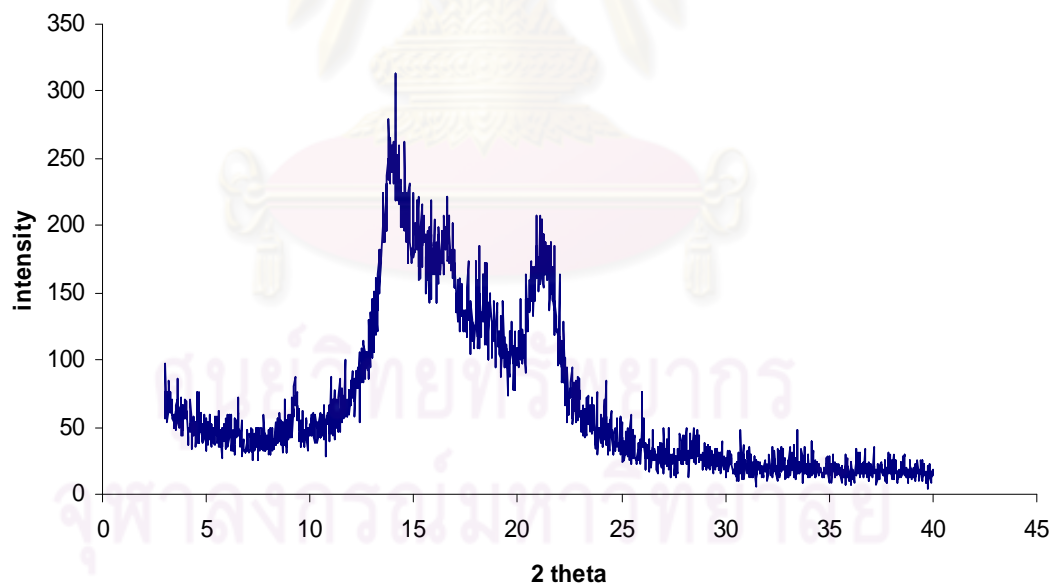


รูปที่ ก-12 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามความยาวของเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต

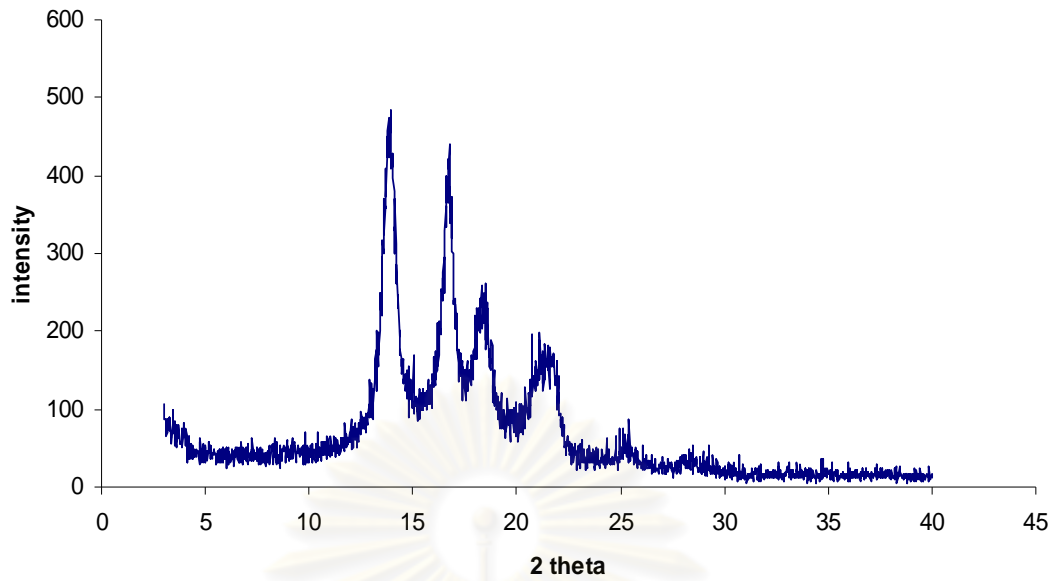
ชนิด C-W/PP ปริมาณ PMMT เท่ากับ 6 wt% draw ratio เท่ากับ 20 เท่า



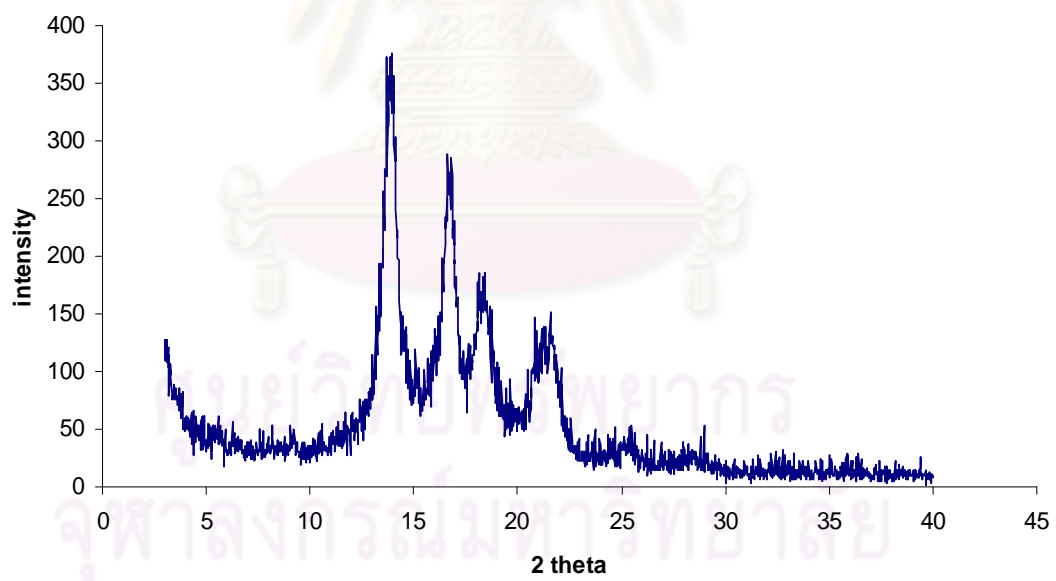
รูปที่ ก-13 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามความยาวของเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต
ชนิด C-W/PP ปริมาณ PMMT เท่ากับ 8 wt% draw ratio เท่ากับ 20 เท่า



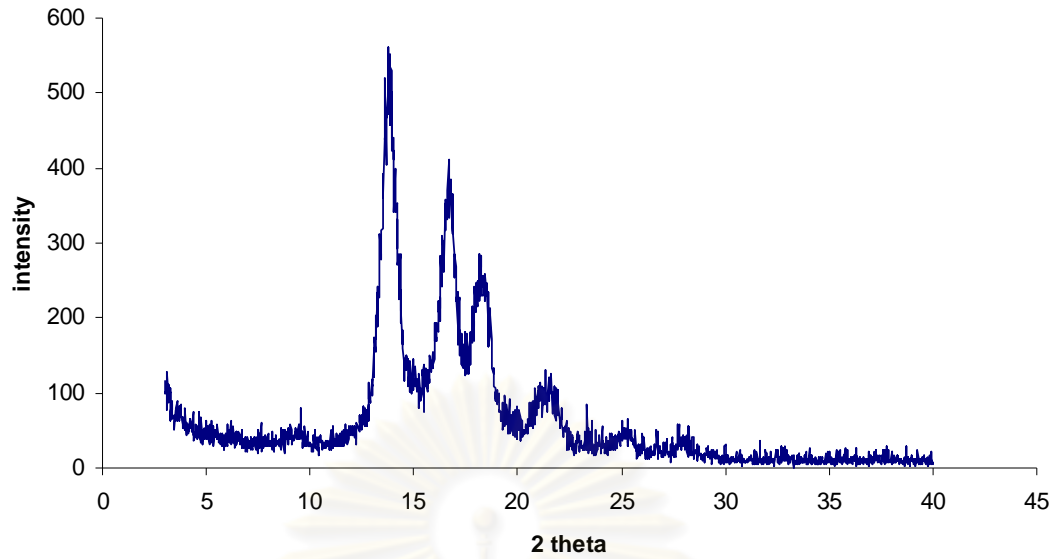
รูปที่ ก-14 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามตั้งฉากกับเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีน draw ratio
เท่ากับ 20 เท่า



รูปที่ ก-15 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามแนวตั้งฉากกับเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต
ชนิด C-W/PP ปริมาณ PMMT เท่ากับ 2 wt% draw ratio เท่ากับ 20 เท่า

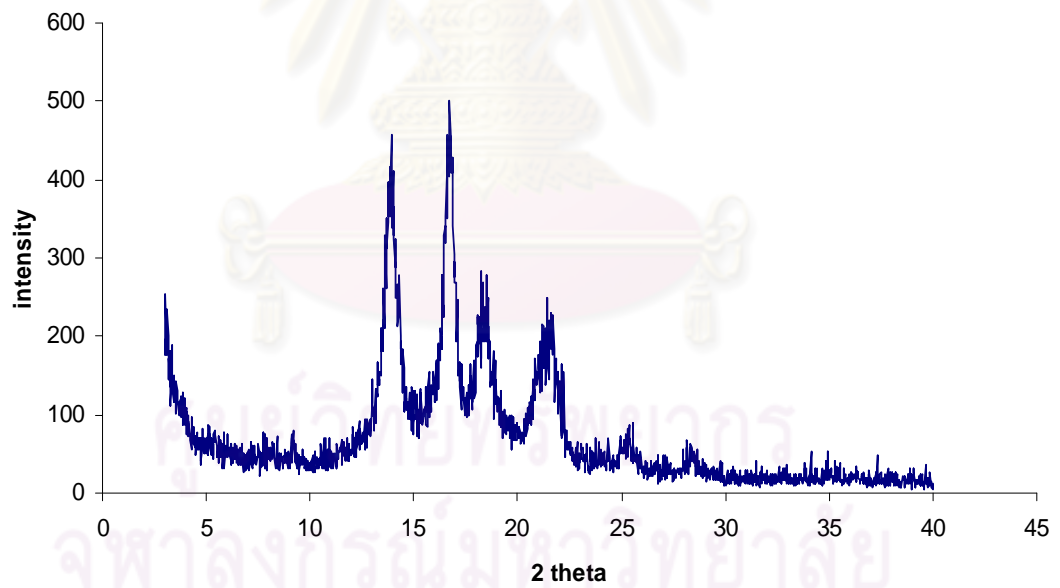


รูปที่ ก-16 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามแนวตั้งฉากกับเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต
ชนิด C-W/PP ปริมาณ PMMT เท่ากับ 4 wt% draw ratio เท่ากับ 20 เท่า



รูปที่ ก-17 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามแนวตั้งฉากกับเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต

ชนิด C-W/PP ปริมาณ PMMT เท่ากับ 6 wt% draw ratio เท่ากับ 20 เท่า



รูปที่ ก-18 XRD ดิฟแฟรกโทแกรมตามแนวตั้งฉากกับเส้นใยเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต

ชนิด C-W/PP ปริมาณ PMMT เท่ากับ 8 wt% draw ratio เท่ากับ 20 เท่า

ภาคผนวก ก.2 พื้นที่ใต้กราฟ XRD ดิฟแฟรกโทแกรมแสดงปริมาณความเป็นผลึกของเส้นใย

พอลิโพรพิลีน/PMMT นาโนคอมพอสิต ชนิด C+W/PP draw ratio 20 เท่า

ตาราง ก-1 พื้นที่ใต้กราฟแสดงปริมาณความเป็นผลึก ตั้งแต่ตำแหน่ง $2\theta = 13.00^{\circ}$ - 23.00°

| ปริมาณ PMMT (wt%) | พื้นที่ใต้กราฟ XRD ดิฟแฟรกโทแกรม ในแนวความยาวของเส้นใย | พื้นที่ใต้กราฟ XRD ดิฟแฟรกโทแกรม ตามแนวตั้งฉากกับเส้นใย |
|-------------------|--|---|
| 0 (PP) | 8.51 | 7.85 |
| 2 | 11.03 | 10.02 |
| 4 | 10.03 | 8.88 |
| 6 | 13.55 | 14.83 |
| 8 | 11.18 | 9.18 |

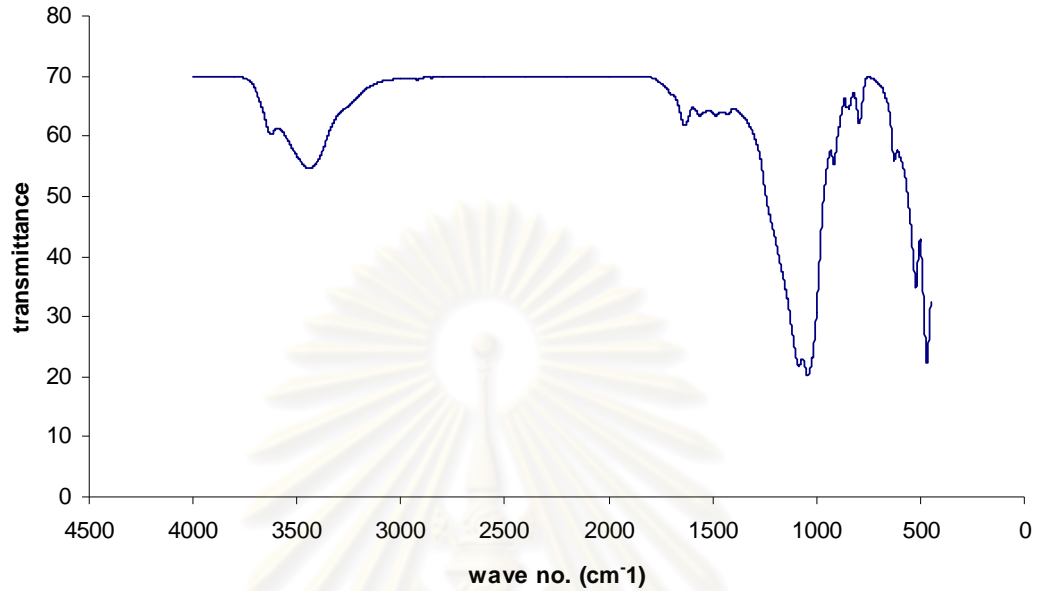
ตาราง ก-2 พื้นที่ใต้กราฟแสดงปริมาณความเป็นผลึกในส่วนบีตาเฟส ตั้งแต่ตำแหน่ง

$$2\theta = 16.00^{\circ}-17.80^{\circ}$$

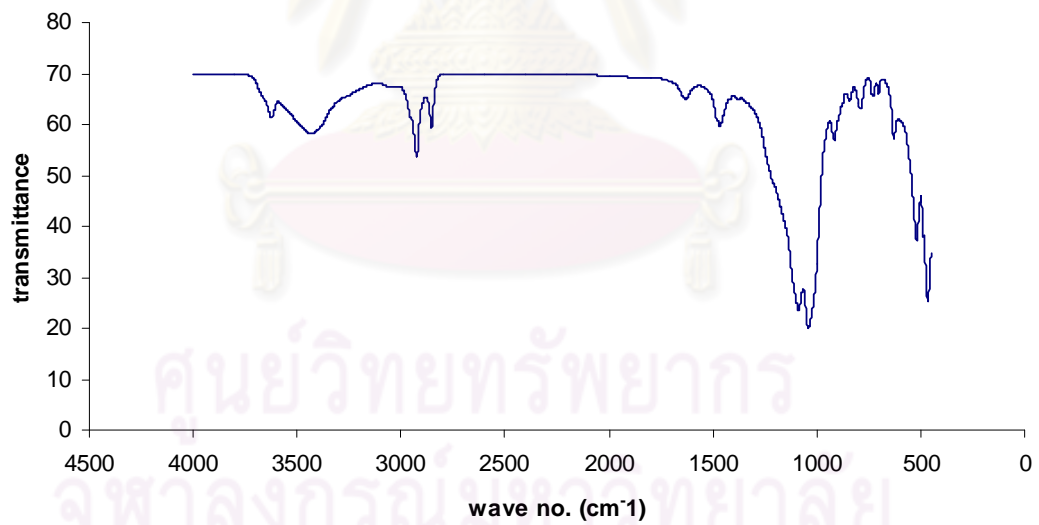
| ปริมาณ PMMT (wt%) | พื้นที่ใต้กราฟ XRD ดิฟแฟรกโทแกรม ในแนวความยาวของเส้นใย | พื้นที่ใต้กราฟ XRD ดิฟแฟรกโทแกรม ตามแนวตั้งฉากกับเส้นใย |
|-------------------|--|---|
| 0 (PP) | 1.93 | 1.95 |
| 2 | 2.74 | 2.44 |
| 4 | 2.26 | 2.08 |
| 6 | 3.42 | 3.90 |
| 8 | 2.92 | 2.38 |

ภาคผนวก ข

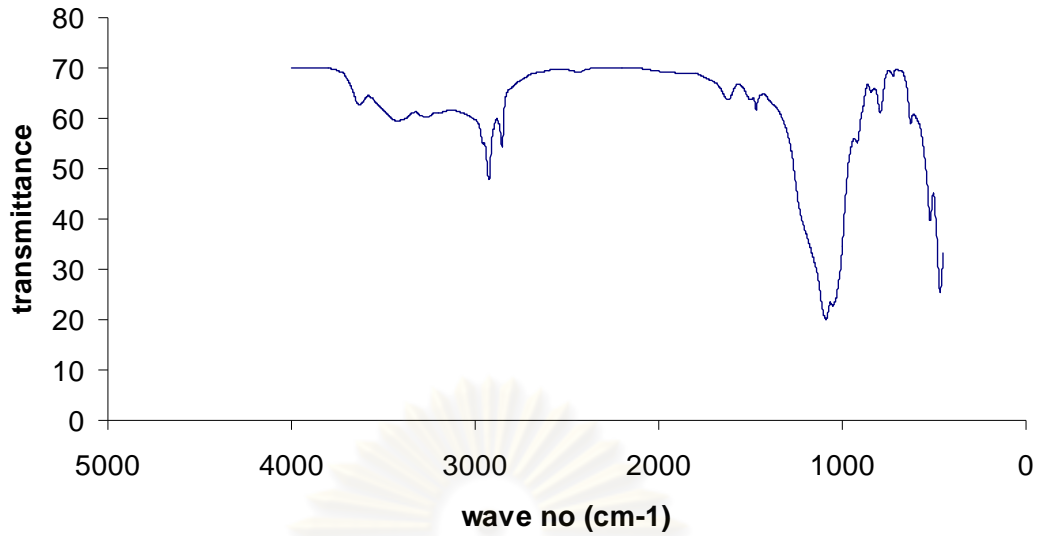
ภาคผนวก ข. การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)



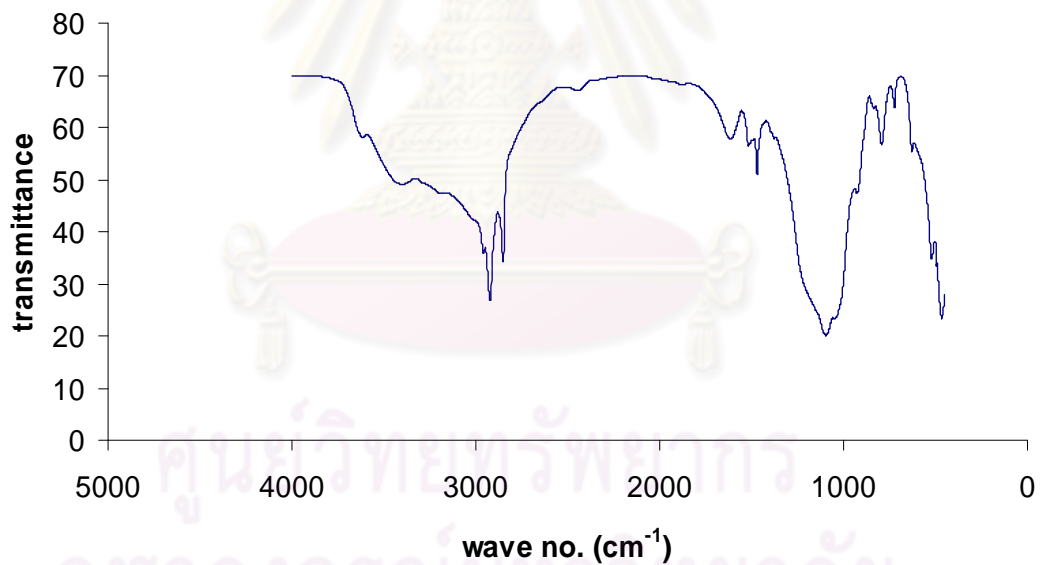
รูปที่ ข-1 อินฟราเรดสเปกตรัมของมอนต์มอริลโลไนต์ที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปร



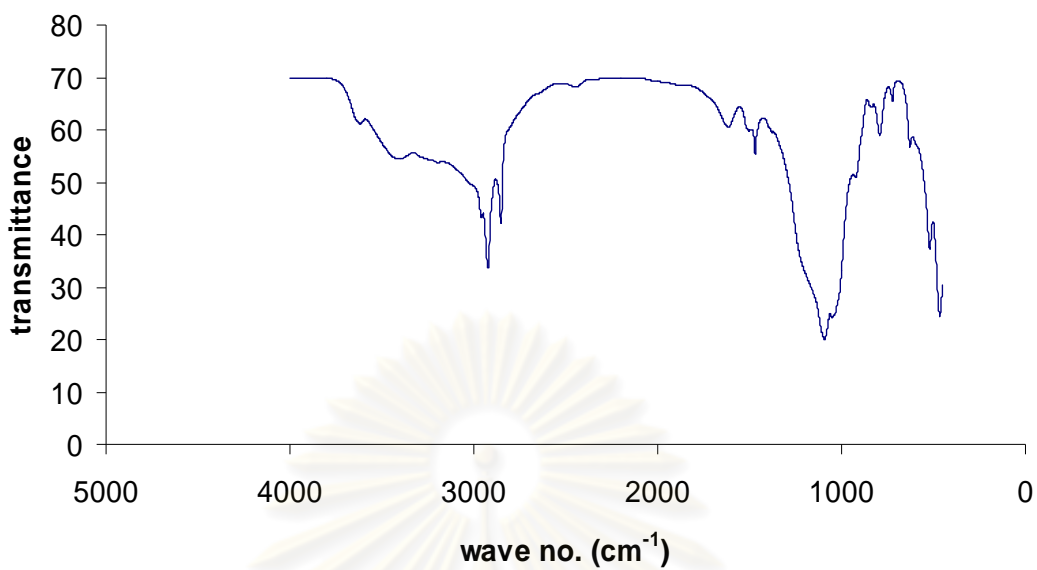
รูปที่ ข-2 อินฟราเรดสเปกตรัมของออร์กาโนเคลย์ที่ผ่านการดัดแปรด้วยโดเดซิลลามีน
(dodecylamine clay)



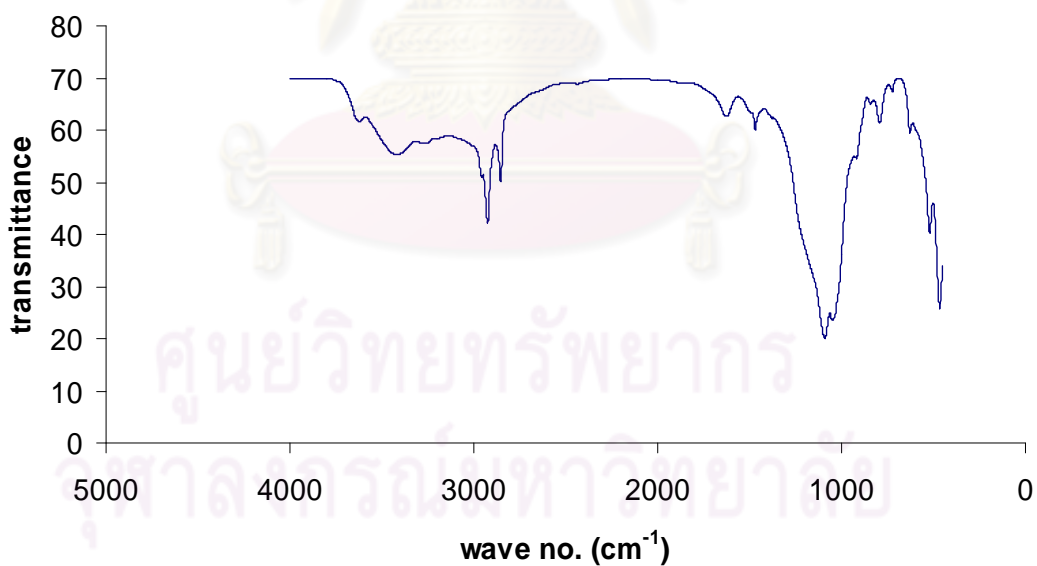
รูปที่ ข-3 อินฟราเรดสเปกตรัมของโพลีเอทิลีนไกลคอล-โพลีเมทิลเมทาครีเลต (PMMA) ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง โพลีเอทิลีนไกลคอล : โพลีเมทิลเมทาครีเลต เท่ากับ 2:1



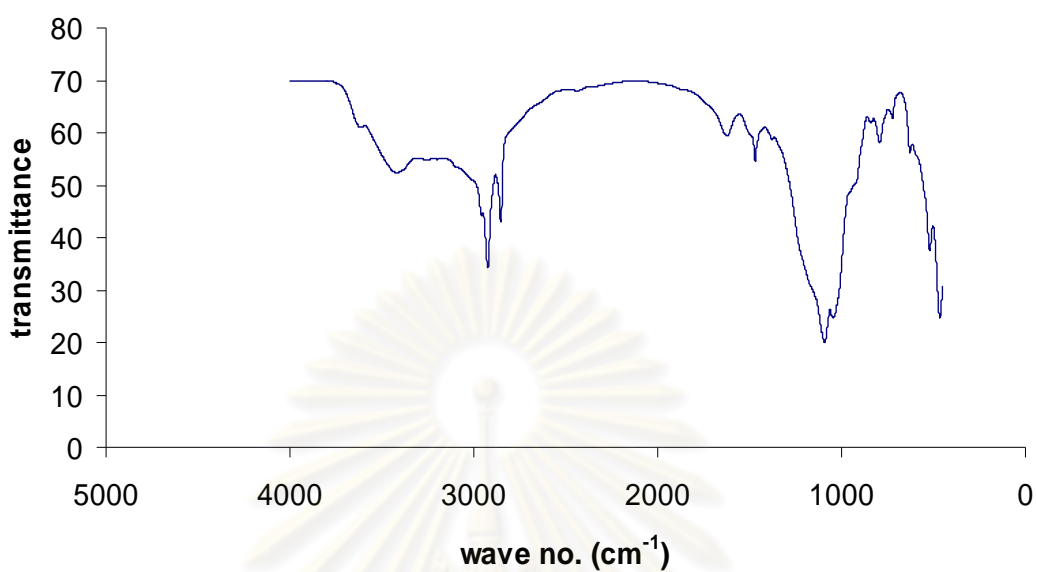
รูปที่ ข-4 อินฟราเรดสเปกตรัมของโพลีเอทิลีนไกลคอล-โพลีเมทิลเมทาครีเลต (PMMA) ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง โพลีเอทิลีนไกลคอล : โพลีเมทิลเมทาครีเลต เท่ากับ 3:1



รูปที่ ข-5 อินฟราเรดสเปกตรัมของโตนเดคซิลฟอสฟอนิก แอซิดเคลย์ (PMMT) ที่อัตราส่วนโดยโมล
ระหว่าง ฟอรั่มลดีไฮด์ : เอมีน เท่ากับ 4:1



รูปที่ ข-6 อินฟราเรดสเปกตรัมของโตนเดคซิลฟอสฟอนิก แอซิดเคลย์ (PMMT) ที่อัตราส่วนโดยโมล
ระหว่าง ฟอรั่มลดีไฮด์ : เอมีน เท่ากับ 5:1



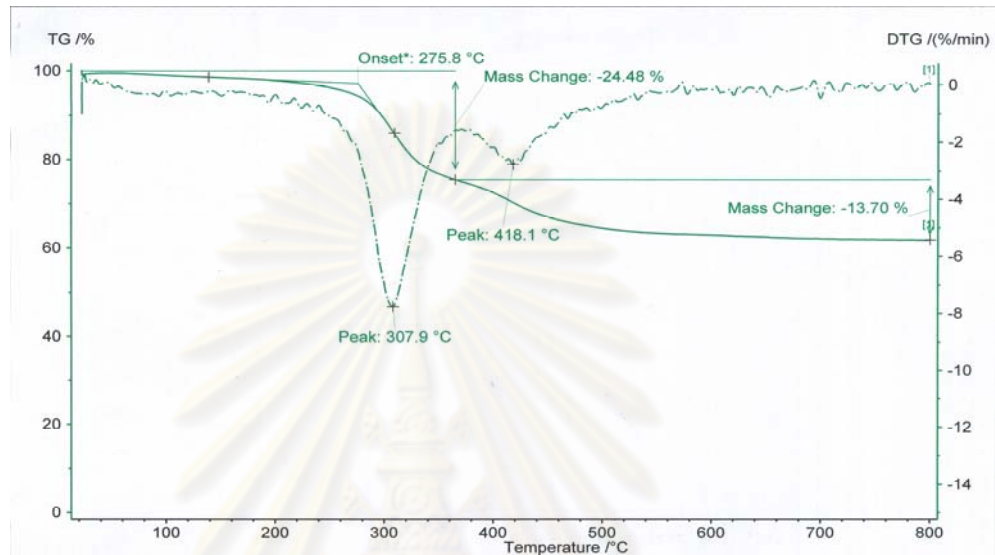
รูปที่ ข-7 อินฟราเรดสเปกตรัมของโดเดคซิลฟอสฟอนิก แอซิดเคลย์ (PMMT) ที่อัตราส่วนโดยโมล

ระหว่าง ฟอर्मัลดีไฮด์ : เอมีน เท่ากับ 6:1

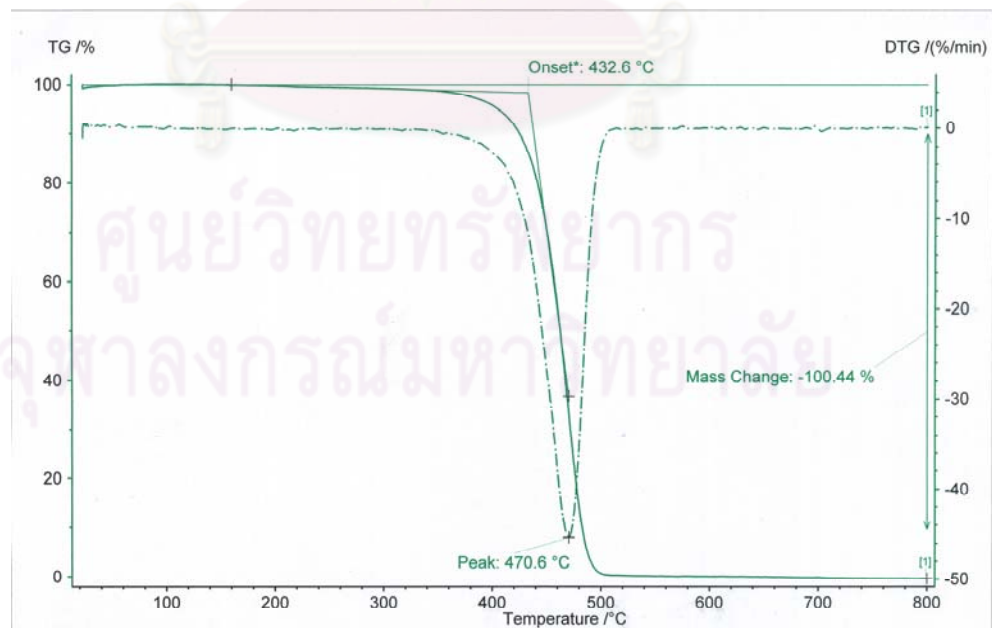
ศูนย์วิทยพัทยาการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ค

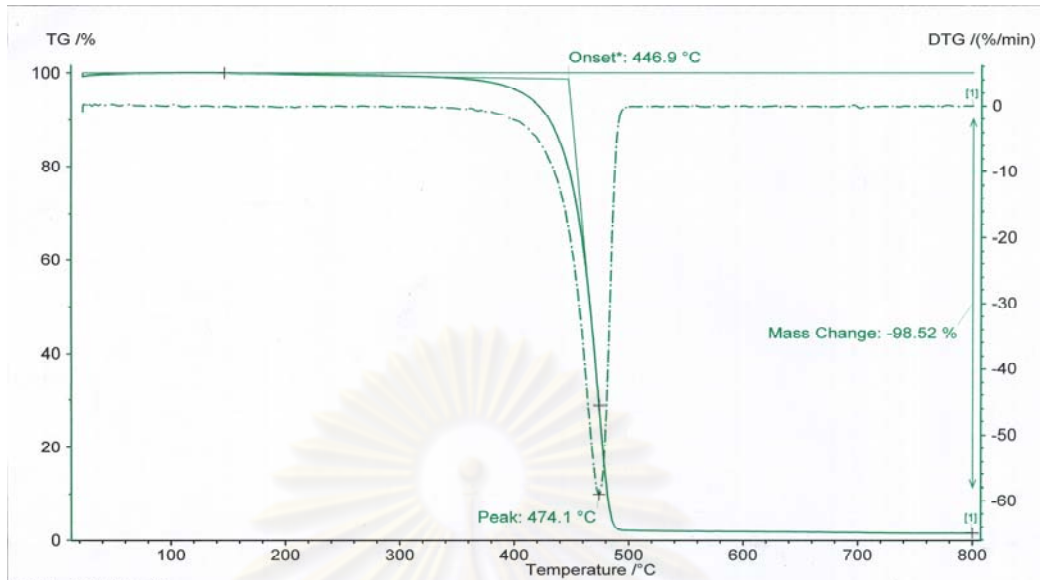
ภาคผนวก ค.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตและเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ด้วยเทคนิค TGA และ DSC



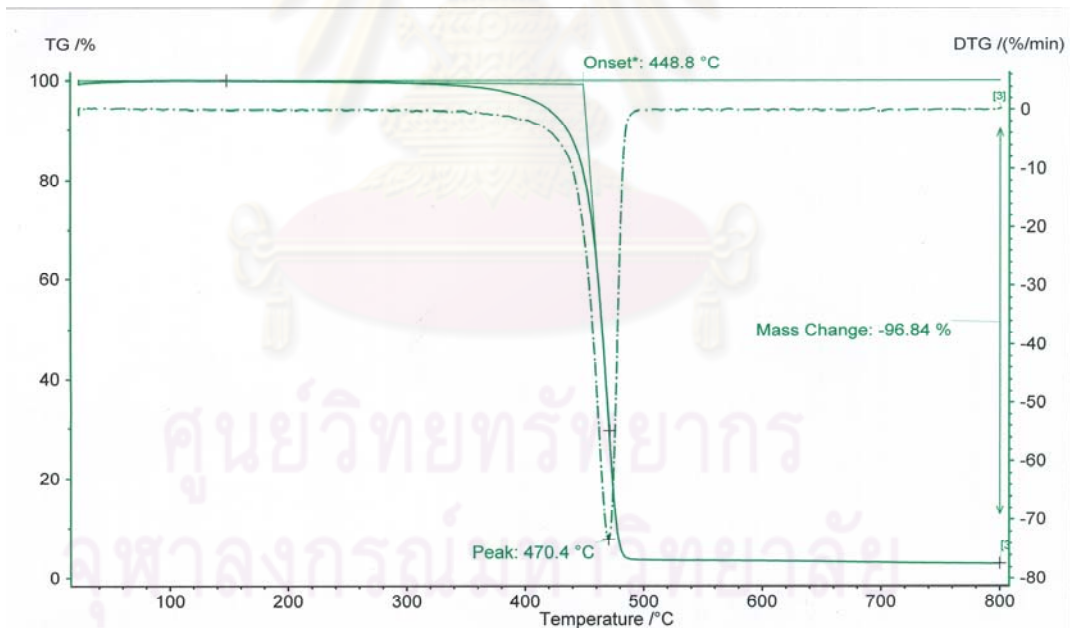
รูปที่ ค-1 TG เทอร์โมแกรมของ dodecylphosphonic acid-clay



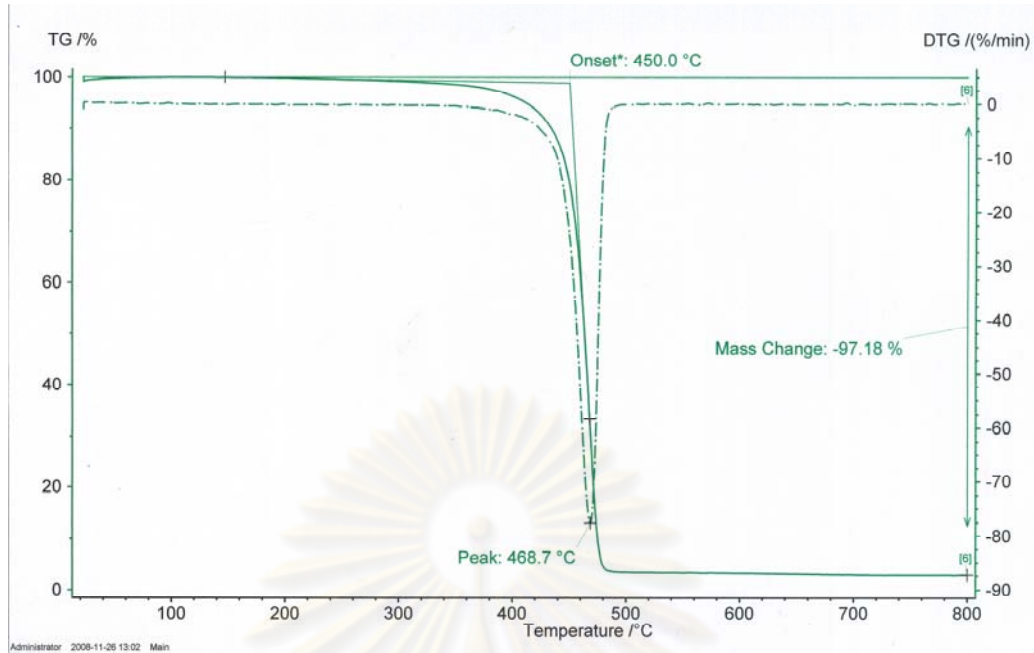
รูปที่ ค-2 TG เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีน



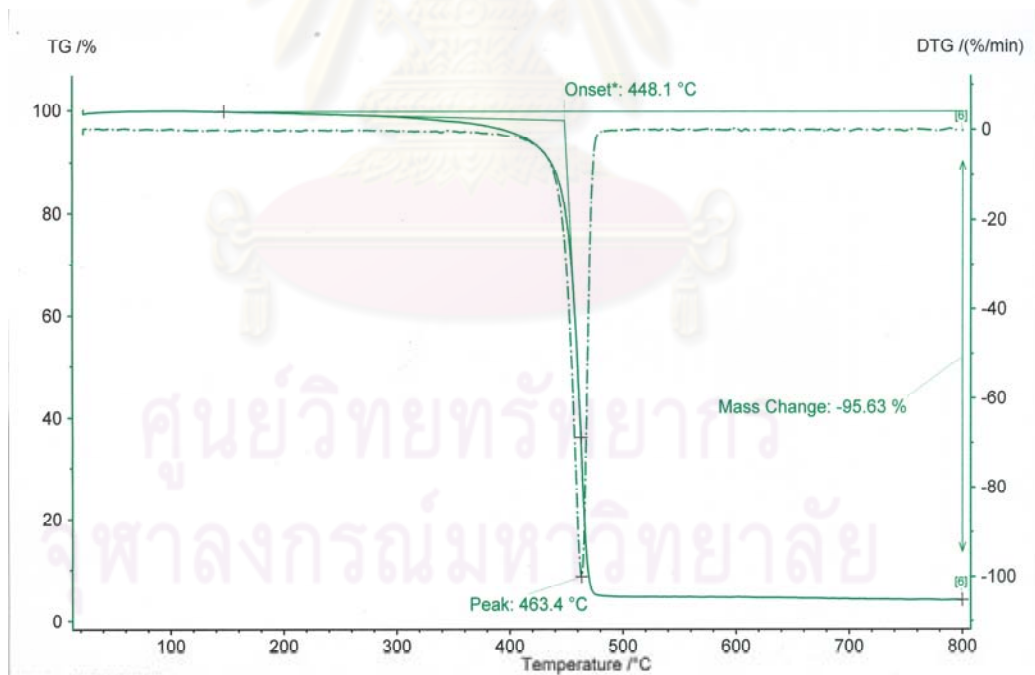
รูปที่ ค-3 TG เทอร์โมแกรมของพอลิไพร์ฟลีนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 2 wt%



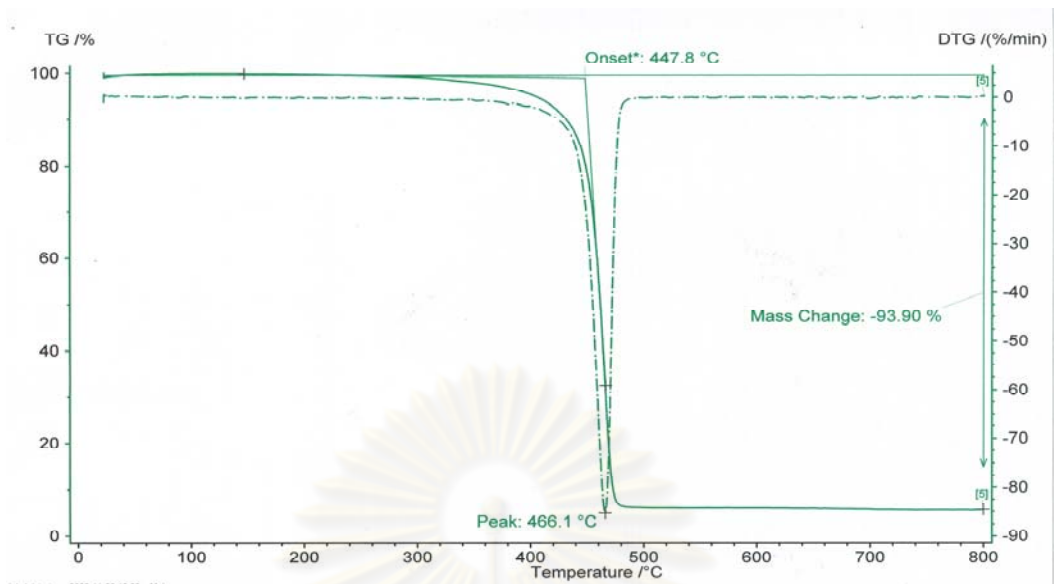
รูปที่ ค-4 TG เทอร์โมแกรมของพอลิไพร์ฟลีนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 4 wt%



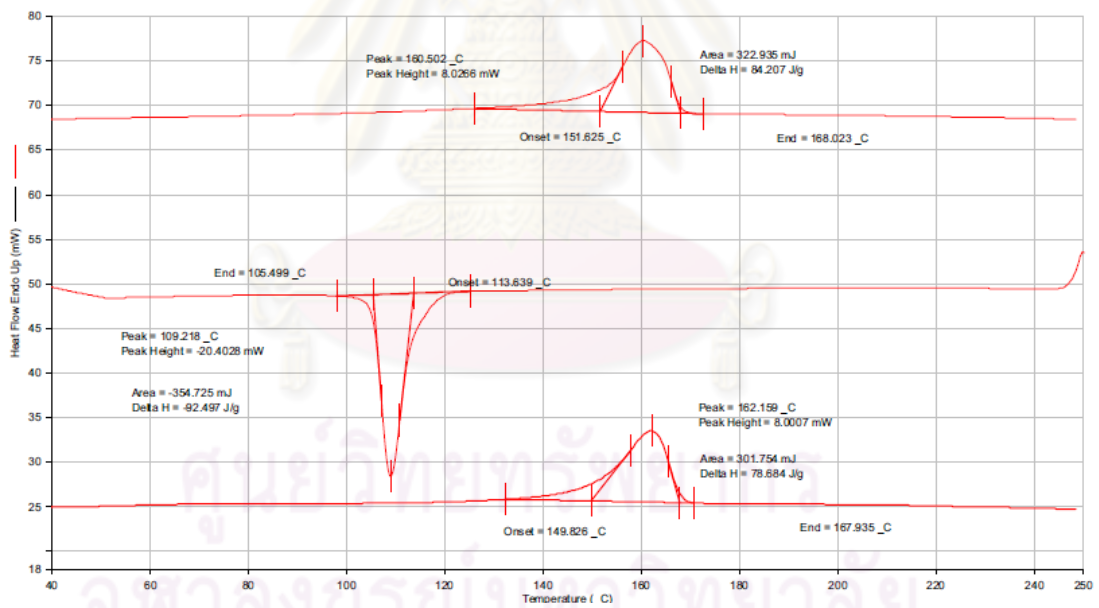
รูปที่ ค-5 TG เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 6 wt%



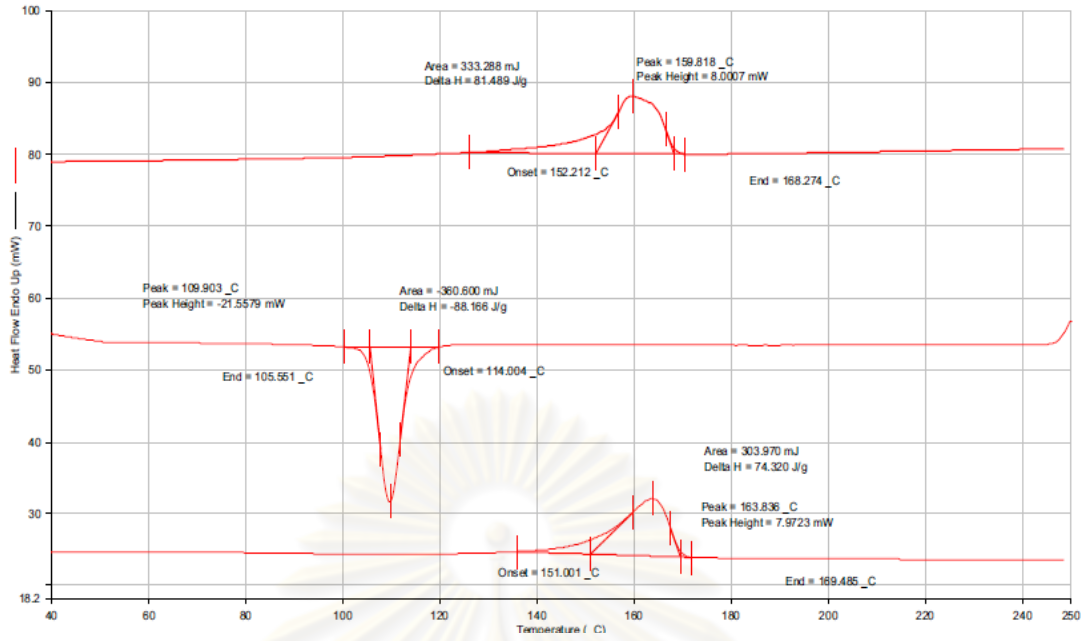
รูปที่ ค-6 TG เทอร์โมแกรมของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 8 wt%



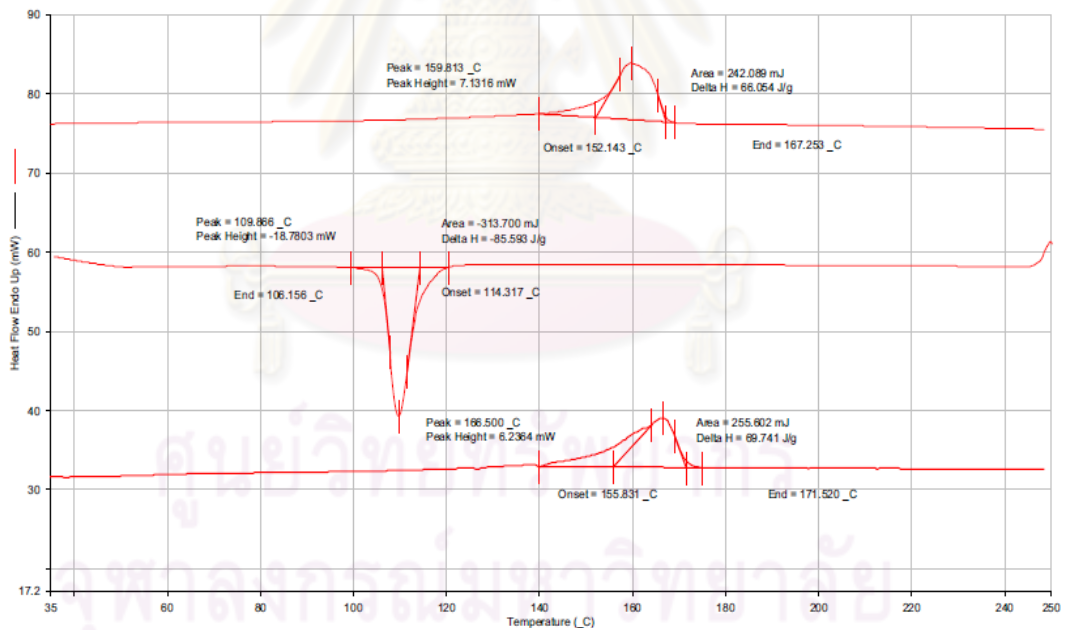
รูปที่ ค-7 TG เทอร์โมแกรมของพอลิไพร์ฟิซีนานาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT10 wt%



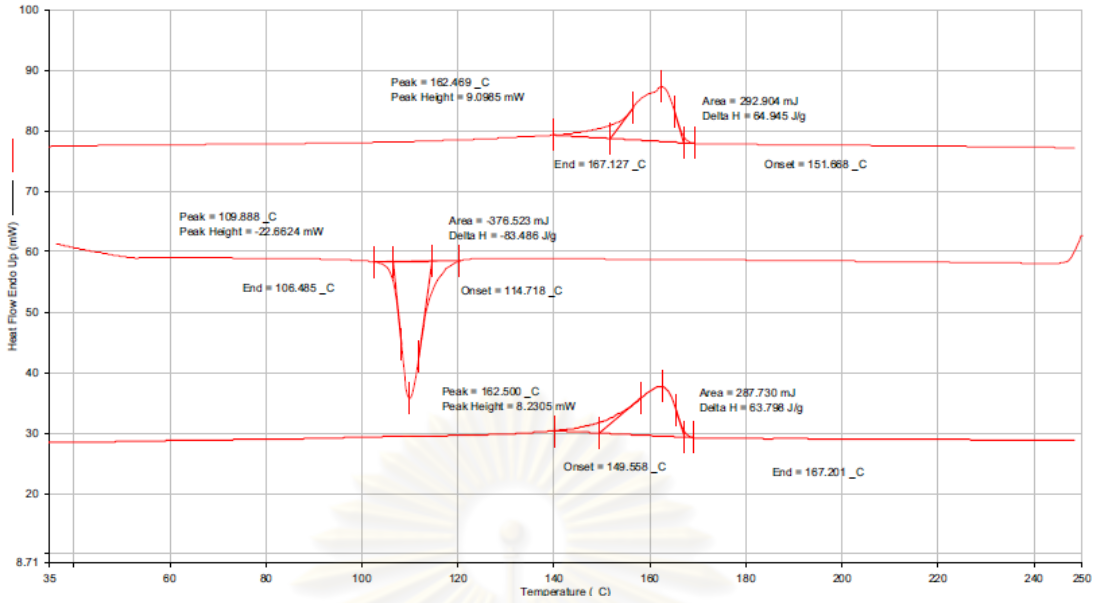
รูปที่ ค-8 กราฟ DSC ของพอลิไพร์ฟิซีน



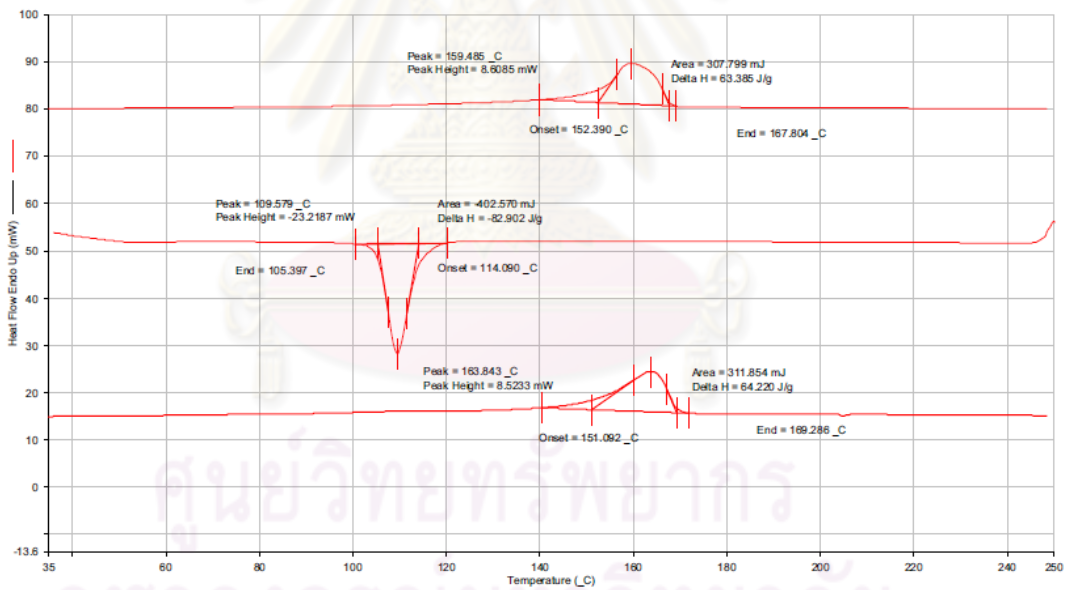
รูปที่ ค-9 กราฟ DSC ของพอลิไพโรฟิไลนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 2 wt%



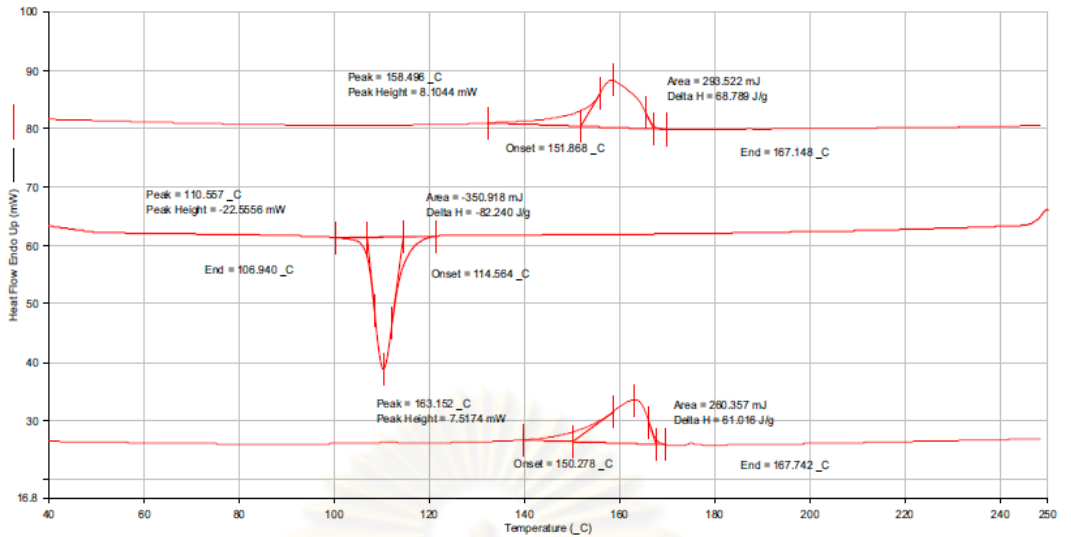
รูปที่ ค-10 กราฟ DSC ของพอลิไพโรฟิไลนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 4 wt%



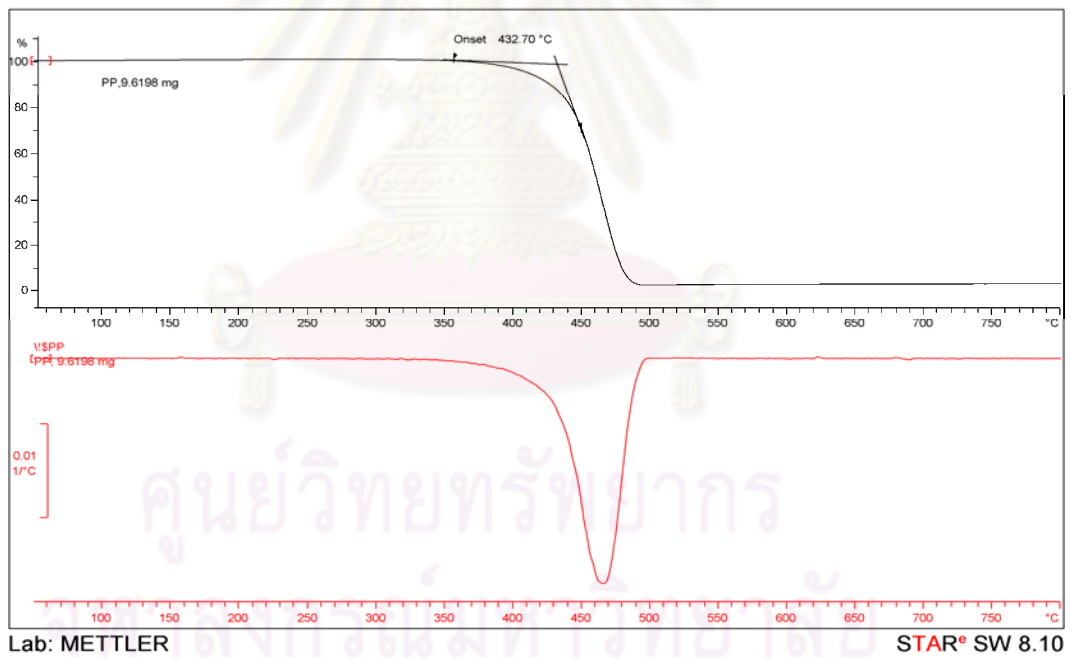
รูปที่ ค-11 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT6 wt%



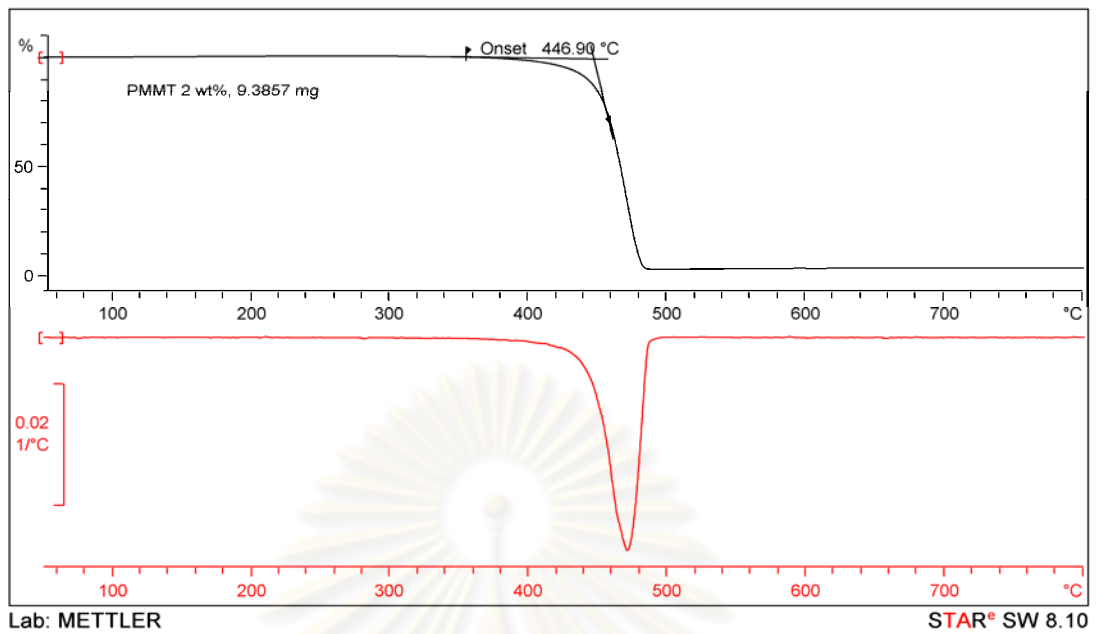
รูปที่ ค-12 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT8 wt%



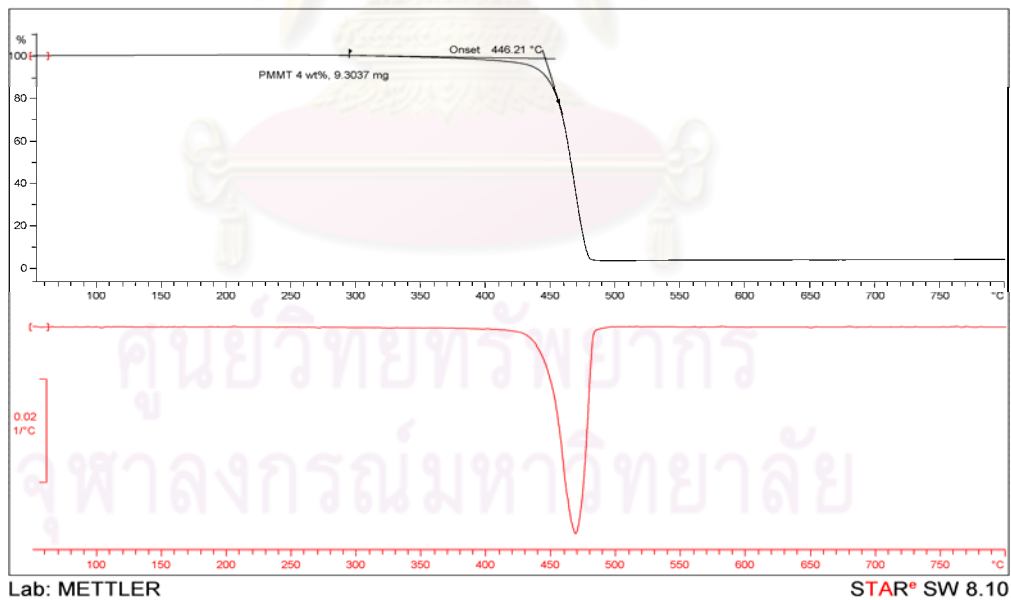
รูปที่ ค-13 กราฟ DSC ของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 10 wt%



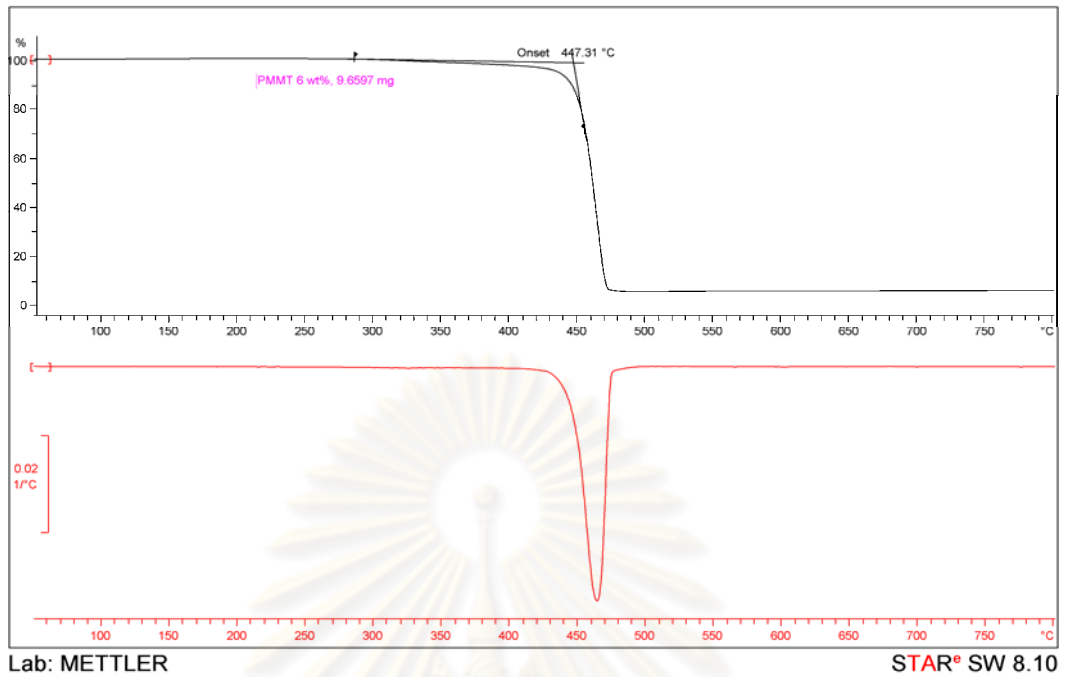
รูปที่ ค-14 TG เทอร์โมแกรมของเส้นใยพอลิโพรพิลีน draw ratio 20 เท่า



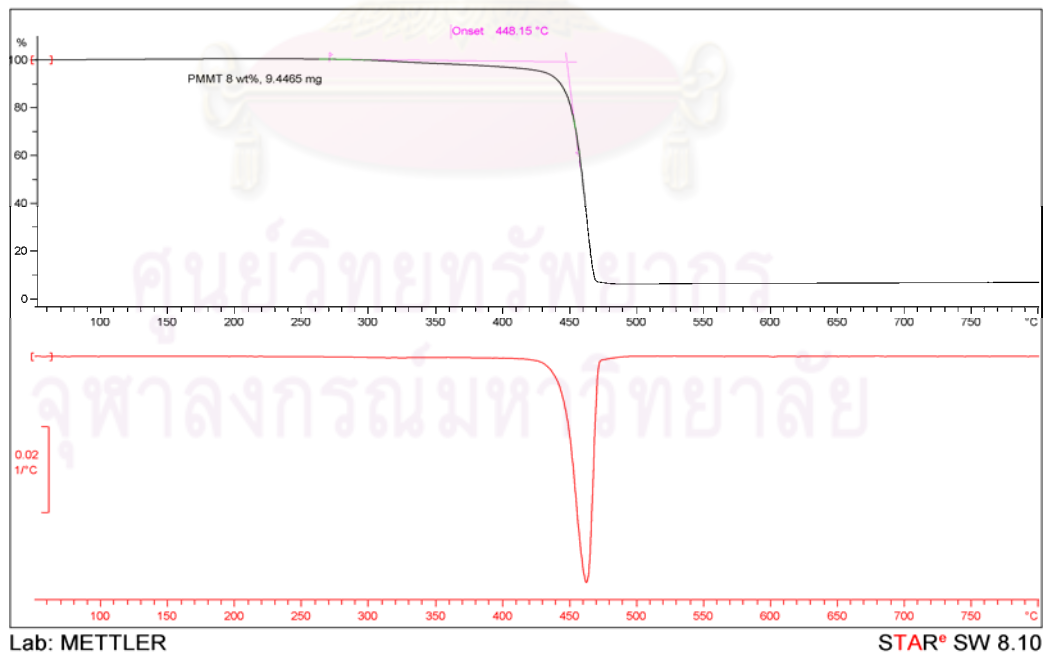
รูปที่ ค-15 TG เทอร์โมแกรมของเส้นใยพอลิไพโรฟีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 2 wt%
draw ratio 20 เท่า



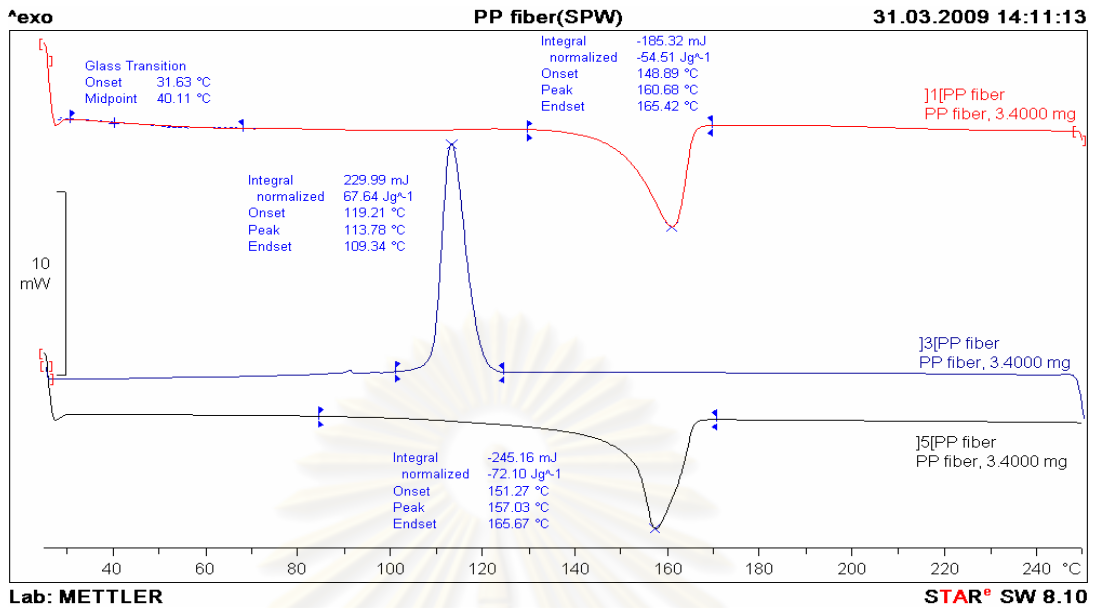
รูปที่ ค-16 TG เทอร์โมแกรมของเส้นใยพอลิไพโรฟีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 4 wt%
draw ratio 20 เท่า



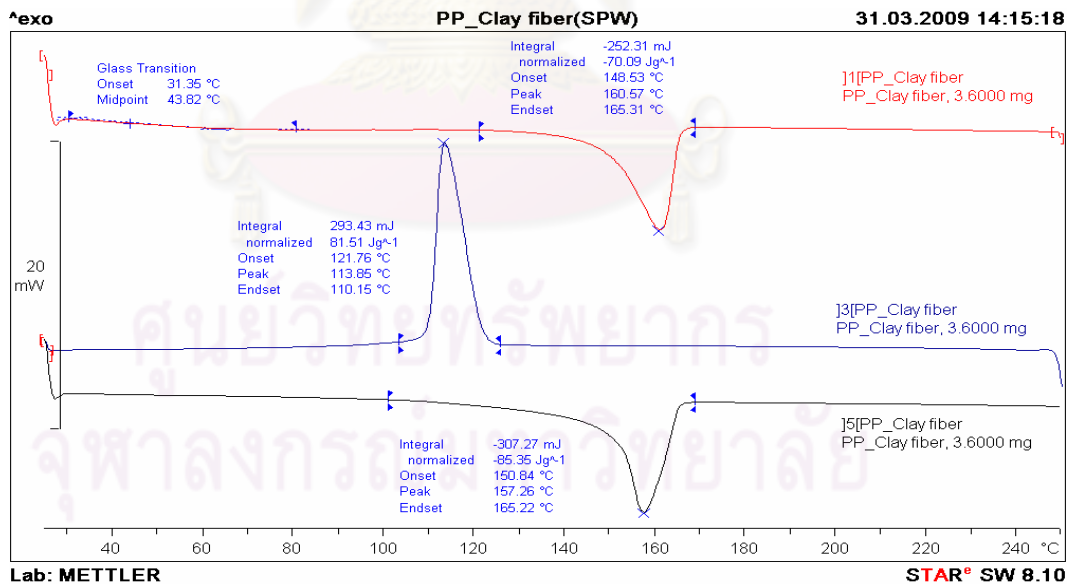
รูปที่ ค-17 TG เทอร์โมแกรมของเส้นใยพอลิไพโรฟีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 6 wt%
draw ratio 20 เท่า



รูปที่ ค-18 TG เทอร์โมแกรมของเส้นใยพอลิไพโรฟีนนาโนคอมพอสิตปริมาณ PMMT 8 wt%
draw ratio 20 เท่า



รูปที่ ค-19 กราฟ DSC ของเส้นใยพอลิโพรพิลีน draw ratio 20 เท่า



รูปที่ ค-20 กราฟ DSC ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ปริมาณ PMMT 4 wt% draw ratio 20 เท่า

ภาคผนวก ค.2 การคำนวณหาค่าปริมาณความเป็นผลึกของ (Degree of crystallinity)

พอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค DSC

$$\text{Degree of crystallinity} = \frac{\text{Enthalpy of crystallization}_{\text{DSC}} \times 100}{\text{Enthalpy of 100 percent crystallinity}} \times \frac{1}{\text{weight fraction of PP}}$$

เมื่อ $\Delta H (100\% \text{ crystallinity})_{\text{PP}} \sim 209 \text{ J/g}$.

ตัวอย่าง พอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 2 wt% PMMT $\Delta H_m = 88.166 \text{ J/g}$. ปริมาณพอลิโพร-
พิลีนเท่ากับ 233.25 กรัม ในปริมาณสารทั้งหมด 300 กรัม

$$\begin{aligned} \text{Degree of crystallinity} &= \frac{88.166 \times 100}{209} \times \frac{1}{(233.25/300)} \\ &= 54.26 \end{aligned}$$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ง

ภาคผนวก ง. การหาค่าดัชนีการไหลของพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต

| Sample | MFI (g./10 min.) | | | | | |
|----------------|------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | PP | 2 wt% PMMT | 4 wt% PMMT | 6 wt% PMMT | 8 wt% PMMT | 10 wt% PMMT |
| 1 | 43.60 | 33.53 | 52.64 | 54.15 | 59.10 | 51.56 |
| 2 | 43.13 | 41.25 | 52.40 | 43.48 | 65.62 | 49.13 |
| 3 | 41.65 | 33.67 | 52.64 | 51.24 | 67.33 | 57.34 |
| 4 | 42.79 | 36.16 | 55.52 | 56.09 | 59.21 | 63.11 |
| 5 | 42.27 | 52.60 | 52.28 | 64.15 | 65.57 | 61.76 |
| 6 | 41.70 | 47.09 | 57.86 | 42.33 | 63.17 | 64.12 |
| 7 | 43.67 | 47.86 | 55.22 | 43.80 | 56.66 | 59.72 |
| 8 | 43.39 | 37.15 | 47.56 | 55.34 | 57.60 | 60.73 |
| 9 | 39.79 | 47.13 | 54.02 | 40.56 | 60.83 | 61.99 |
| 10 | 43.48 | 33.18 | 54.10 | 53.43 | 62.38 | 51.68 |
| Average | 42.60 | 40.96 | 53.42 | 51.46 | 61.75 | 58.12 |
| S.D. | 1.21 | 6.82 | 2.57 | 6.71 | 3.47 | 5.14 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก จ

ภาคผนวก จ. การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาค PMMT

ภาคผนวก จ.1 การกระจายตัวของอนุภาค PMMT ตามทฤษฎี

$$\text{ปริมาณของ PMMT} = \frac{\text{ปริมาณสาร (กรัม)} \times \text{ปริมาณ PMMT (wt\%)}}{100}$$

ตัวอย่าง ปริมาณ PMMT ในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 2 wt% PMMT ปริมาณ 2.000 กรัม

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณ PMMT} &= \frac{2.000 \times 2}{100} \\ &= 0.04 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

ภาคผนวก จ.2 การหาปริมาณเถ้าหลงเหลือ

ตาราง จ-1 ปริมาณเถ้าหลงเหลือที่ได้จากการเผาอนุภาค PMMT

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | % weight loss |
|----------------|-------------|--------------------|---------------|
| 1 | 0.980 | 0.522 | 46.697 |
| 2 | 0.980 | 0.524 | 46.499 |
| 3 | 0.983 | 0.524 | 46.745 |
| 4 | 0.984 | 0.524 | 46.767 |
| 5 | 0.986 | 0.525 | 46.714 |
| S.D. | 0.002 | 0.001 | 0.107 |
| Average | 0.982 | 0.524 | 46.684 |
| | | % residue | 53.316 |

จากการทดลองพบว่าการเผา PMMT จะมีปริมาณเถ้าหลงเหลือ 53.316 %
การหาปริมาณเถ้าหลงเหลือในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตตามทฤษฎี

$$\% \text{ เถ้าหลงเหลือ} = \frac{\text{ปริมาณ PMMT} \times 53.316}{\text{ปริมาณสาร}}$$

ตัวอย่าง % เถ้าหลงเหลือในพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 2 wt% PMMT ปริมาณ 2.000 กรัม

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณ PMMT} &= \frac{2.000 \times 2}{100} \\ &= 0.04 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ ถ้ำหลงเหลือ} &= \frac{0.04 \times 53.316}{2.000} \\ &= 1.066 \% \end{aligned}$$

ตาราง จ-2 ปริมาณถ้ำหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 2 wt% PMMT

| sample | นน.สาร(g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 2.001 | 0.012 | 99.400 |
| 2 | 1.999 | 0.012 | 99.420 |
| 3 | 1.999 | 0.012 | 99.419 |
| 4 | 2.003 | 0.014 | 99.281 |
| 5 | 1.999 | 0.014 | 99.319 |
| 6 | 2.004 | 0.015 | 99.256 |
| 7 | 2.001 | 0.013 | 99.355 |
| 8 | 2.001 | 0.013 | 99.350 |
| 9 | 2.012 | 0.024 | 98.822 |
| 10 | 2.001 | 0.016 | 99.215 |
| average | 2.002 | 0.014 | 99.283 |
| S.D. | 0.004 | 0.004 | 0.176 |
| | | % residue | 0.716 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 1.066 |

ตาราง จ-3 ปริมาณถ้ำหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 4wt% PMMT

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 2.002 | 0.035 | 98.262 |
| 2 | 2.001 | 0.034 | 98.296 |
| 3 | 2.000 | 0.034 | 98.315 |
| 4 | 1.998 | 0.034 | 98.313 |
| 5 | 1.998 | 0.033 | 98.343 |
| 6 | 1.998 | 0.037 | 98.168 |
| 7 | 2.000 | 0.035 | 98.275 |
| 8 | 1.996 | 0.037 | 98.172 |
| 9 | 1.999 | 0.034 | 98.324 |
| 10 | 2.001 | 0.035 | 98.256 |
| average | 1.999 | 0.035 | 98.272 |
| S.D. | 0.002 | 0.001 | 0.061 |
| | | %residue | 1.728 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 2.126 |

ตาราง จ-4 ปริมาณเถ้าหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 6 wt% PMMT

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 2.004 | 0.053 | 97.335 |
| 2 | 1.965 | 0.056 | 97.380 |
| 3 | 1.999 | 0.051 | 97.469 |
| 4 | 2.004 | 0.050 | 97.520 |
| 5 | 2.001 | 0.051 | 97.472 |
| 6 | 2.001 | 0.050 | 97.482 |
| 7 | 2.013 | 0.050 | 97.531 |
| 8 | 2.023 | 0.052 | 97.435 |
| 9 | 2.002 | 0.052 | 97.417 |
| 10 | 1.999 | 0.052 | 97.423 |
| average | 2.001 | 0.051 | 97.446 |
| S.D. | 0.015 | 0.001 | 0.061 |
| | | % residue | 2.554 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 3.199 |

ตาราง จ-5 ปริมาณเถ้าหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 8 wt% PMMT

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 2.005 | 0.080 | 96.025 |
| 2 | 2.006 | 0.081 | 95.988 |
| 3 | 1.999 | 0.076 | 96.184 |
| 4 | 2.004 | 0.081 | 95.984 |
| 5 | 2.002 | 0.078 | 96.093 |
| 6 | 2.000 | 0.080 | 96.010 |
| 7 | 2.003 | 0.080 | 96.001 |
| 8 | 1.998 | 0.078 | 96.117 |
| 9 | 1.999 | 0.079 | 96.032 |
| 10 | 2.003 | 0.079 | 96.070 |
| average | 2.002 | 0.079 | 96.050 |
| S.D. | 0.003 | 0.001 | 0.065 |
| | | % residue | 3.950 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 4.265 |

ตาราง ๑-6 ปริมาณน้ำหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 10 wt% PMMT

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | % weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 2.000 | 0.091 | 95.452 |
| 2 | 2.011 | 0.100 | 95.028 |
| 3 | 2.000 | 0.087 | 95.646 |
| 4 | 2.001 | 0.091 | 95.436 |
| 5 | 2.004 | 0.089 | 95.559 |
| 6 | 2.001 | 0.092 | 95.382 |
| 7 | 2.000 | 0.089 | 95.550 |
| 8 | 1.998 | 0.092 | 95.384 |
| 9 | 1.998 | 0.092 | 95.415 |
| 10 | 2.000 | 0.092 | 95.414 |
| average | 2.001 | 0.092 | 95.427 |
| S.D. | 0.004 | 0.003 | 0.165 |
| | | % residue | 4.573 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 5.332 |

ตาราง ๑-7 ปริมาณน้ำหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 2 wt% PMMT ชนิด

C-W/PP

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 1.998 | 0.021 | 98.964 |
| 2 | 2.015 | 0.018 | 99.117 |
| 3 | 1.961 | 0.018 | 99.082 |
| 4 | 2.004 | 0.014 | 99.301 |
| 5 | 2.001 | 0.017 | 99.150 |
| 6 | 1.902 | 0.018 | 99.053 |
| average | 1.980 | 0.018 | 99.111 |
| S.D. | 0.043 | 0.002 | 0.113 |
| | | % residue | 0.889 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 1.066 |

ตาราง ๑-8 ปริมาณน้ำหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 4 wt% PMMT ชนิด

C-W/PP

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 2.002 | 0.038 | 98.107 |
| 2 | 2.005 | 0.034 | 98.309 |
| 3 | 2.002 | 0.034 | 98.312 |
| 4 | 2.002 | 0.035 | 98.237 |
| 5 | 2.003 | 0.034 | 98.287 |
| 6 | 2.010 | 0.034 | 98.288 |
| average | 2.004 | 0.035 | 98.257 |
| S.D. | 0.003 | 0.002 | 0.0782 |
| | | % residue | 1.743 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 2.126 |

ตาราง ๑-9 ปริมาณเถ้าหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 6 wt% PMMT ชนิด

C-W/PP

| sample | นน.สาร (g.) | นนสารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 1.997 | 0.063 | 96.835 |
| 2 | 2.001 | 0.061 | 96.936 |
| 3 | 1.999 | 0.061 | 96.928 |
| 4 | 1.998 | 0.061 | 96.932 |
| 5 | 2.005 | 0.057 | 97.172 |
| 6 | 2.005 | 0.066 | 96.723 |
| average | 2.001 | 0.062 | 96.921 |
| S.D. | 0.004 | 0.003 | 0.148 |
| | | % residue | 3.079 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 3.199 |

ตาราง ๑-10 ปริมาณเถ้าหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 8 wt% PMMT ชนิด

C-W/PP

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 2.005 | 0.069 | 96.578 |
| 2 | 1.998 | 0.081 | 95.961 |
| 3 | 2.004 | 0.077 | 96.149 |
| 4 | 1.996 | 0.078 | 96.102 |
| 5 | 2.001 | 0.081 | 95.967 |
| 6 | 2.002 | 0.085 | 95.734 |
| average | 2.001 | 0.078 | 96.082 |
| S.D. | 0.003 | 0.006 | 0.283 |
| | | % residue | 3.918 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 4.265 |

ตาราง ๑-10 ปริมาณเถ้าหลงเหลือจากการเผาพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต 10 wt% PMMT

ชนิด C-W/PP

| sample | นน.สาร (g.) | นน.สารหลังเผา (g.) | %weight loss |
|----------------|--------------|---------------------------|---------------|
| 1 | 2.004 | 0.084 | 95.813 |
| 2 | 2.000 | 0.084 | 95.799 |
| 3 | 2.003 | 0.084 | 95.810 |
| 5 | 2.003 | 0.085 | 95.772 |
| 6 | 1.999 | 0.084 | 95.782 |
| 8 | 2.003 | 0.084 | 95.787 |
| average | 2.002 | 0.084 | 95.796 |
| S.D. | 0.002 | 0.000 | 0.048 |
| | | % residue | 4.204 |
| | | % residue ตามทฤษฎี | 5.332 |

ภาคผนวก จ

ภาคผนวก จ. การศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต

ภาคผนวก จ.1 การศึกษา dynamic modulus ของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต

ตาราง จ-1 ค่ามอดุลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C/PP-15

| Sample | | Sonic's velocity (km/sec) | Young's modulus of elasticity |
|------------|---------|------------------------------|----------------------------------|
| PP | 1 | 1.39 | 21.83 |
| | 2 | 1.53 | 26.45 |
| | 3 | 1.47 | 24.42 |
| | average | 1.46 | 24.23 |
| | S.D. | 0.07 | 2.32 |
| 2 wt% PMMT | 1 | 1.59 | 28.57 |
| | 2 | 1.46 | 24.09 |
| | 3 | 1.43 | 23.11 |
| | average | 1.49 | 25.26 |
| | S.D. | 0.085 | 2.91 |
| 4 wt% PMMT | 1 | 1.52 | 26.11 |
| | 2 | 1.49 | 25.09 |
| | 3 | 1.45 | 23.76 |
| | average | 1.49 | 24.99 |
| | S.D. | 0.04 | 1.18 |
| 6 wt% PMMT | 1 | 1.2 | 16.27 |
| | 2 | 1.41 | 22.47 |
| | 3 | 1.46 | 24.09 |
| | average | 1.36 | 20.94 |
| | S.D. | 0.14 | 4.13 |
| 8 wt% PMMT | 1 | 1.55 | 27.15 |
| | 2 | 1.56 | 27.5 |
| | 3 | 1.56 | 27.53 |
| | average | 1.56 | 27.39 |
| | S.D. | 0.01 | 0.21 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตาราง ฉ-2 ค่ามอดุลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C/PP-20

| sample | | Sonic's velocity (km/sec) | Young's modulus of elasticity |
|------------|----------------|------------------------------|----------------------------------|
| PP | 1 | 1.57 | 27.85 |
| | 2 | 1.72 | 33.43 |
| | 3 | 1.78 | 35.8 |
| | average | 1.69 | 32.36 |
| | S.D. | 0.11 | 4.08 |
| 2 wt% PMMT | 1 | 1.47 | 22.79 |
| | 2 | 1.59 | 28.57 |
| | 3 | 1.47 | 24.42 |
| | average | 1.51 | 25.26 |
| | S.D. | 0.07 | 2.98 |
| 4 wt% PMMT | 1 | 1.48 | 24.75 |
| | 2 | 1.59 | 28.57 |
| | 3 | 1.18 | 15.73 |
| | average | 1.41 | 23.02 |
| | S.D. | 0.21 | 6.59 |
| 6 wt% PMMT | 1 | 1.73 | 33.82 |
| | 2 | 2.08 | 48.89 |
| | 3 | 1.82 | 37.43 |
| | average | 1.88 | 40.05 |
| | S.D. | 0.18 | 7.87 |
| 8 wt% PMMT | 1 | 2.02 | 46.11 |
| | 2 | 1.64 | 30.39 |
| | 3 | 1.6 | 28.93 |
| | average | 1.75 | 35.14 |
| | S.D. | 0.23 | 9.53 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตาราง ฉ-3 ค่ามอดุลัสของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตชนิด C-W/PP

draw ratio 20 เท่า

| Sample | | Sonic's Velocity (km/sec) | Young's modulus of elasticity |
|------------|---------|------------------------------|----------------------------------|
| PP | 1 | 1.57 | 27.85 |
| | 2 | 1.72 | 33.43 |
| | 3 | 1.78 | 35.8 |
| | average | 1.69 | 32.36 |
| | S.D. | 0.11 | 4.08 |
| 2 wt% PMMT | 1 | 2.01 | 45.65 |
| | 2 | 1.54 | 26.8 |
| | 3 | 1.62 | 29.66 |
| | average | 1.72 | 34.04 |
| | S.D. | 0.25 | 10.16 |
| 4 wt% PMMT | 1 | 2.22 | 55.69 |
| | 2 | 1.73 | 33.82 |
| | 3 | 1.91 | 41.22 |
| | average | 1.95 | 43.58 |
| | S.D. | 0.25 | 11.12 |
| 6 wt% PMMT | 1 | 1.69 | 32.27 |
| | 2 | 2.02 | 46.11 |
| | 3 | 1.69 | 32.27 |
| | average | 1.80 | 36.88 |
| | S.D. | 0.19 | 7.99 |
| 8 wt% PMMT | 1 | 1.52 | 26.11 |
| | 2 | 1.68 | 31.89 |
| | 3 | 1.73 | 33.82 |
| | average | 1.64 | 30.61 |
| | S.D. | 0.11 | 4.01 |

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก จ. 2 การศึกษาสมบัติเชิงกลของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิตด้วยเครื่อง

Universal testing machine

ตาราง จ-4 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีน draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 1.03 | 160.88 | 1206.67 | 0.090 |
| 2 | 1.20 | 186.04 | 1083.33 | 0.090 |
| 3 | 0.86 | 133.85 | 1206.67 | 0.090 |
| 4 | 0.79 | 123.44 | 820.00 | 0.090 |
| 5 | 0.93 | 143.79 | 740.00 | 0.090 |
| average | 0.96 | 149.60 | 1011.33 | 0.090 |
| S.D. | 0.16 | 24.60 | 218.93 | 0.000 |

ตาราง จ-5 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C/PP ปริมาณ

PMMT 2 wt% draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 1.23 | 221.01 | 536.67 | 0.084 |
| 2 | 1.43 | 257.27 | 456.66 | 0.084 |
| 3 | 1.50 | 270.43 | 433.34 | 0.084 |
| 4 | 1.57 | 283.46 | 646.67 | 0.084 |
| 5 | 1.61 | 289.63 | 420.00 | 0.084 |
| average | 1.43 | 264.36 | 498.67 | 0.084 |
| S.D. | 0.09 | 27.25 | 94.30 | 0.000 |

ตาราง จ-6 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C/PP ปริมาณ

PMMT 4 wt% draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 1.40 | 420.15 | 673.33 | 0.065 |
| 2 | 1.43 | 430.86 | 696.67 | 0.065 |
| 3 | 1.44 | 432.18 | 736.67 | 0.065 |
| 4 | 1.47 | 441.75 | 670.00 | 0.065 |
| 5 | 1.53 | 461.39 | 753.33 | 0.065 |
| average | 1.45 | 437.27 | 712.00 | 0.065 |
| S.D. | 0.05 | 15.51 | 32.37 | 0.000 |

ตาราง จ-7 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C/PP ปริมาณ

PMMT 6 wt% draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 2.17 | 594.63 | 586.67 | 0.068 |
| 2 | 2.33 | 639.32 | 600.00 | 0.068 |
| 3 | 2.10 | 574.42 | 623.33 | 0.068 |
| 4 | 2.12 | 580.08 | 650.00 | 0.068 |
| 5 | 2.14 | 587.33 | 620.00 | 0.068 |
| average | 2.17 | 595.16 | 616.00 | 0.068 |
| S.D. | 0.09 | 25.83 | 24.20 | 0.000 |

ตาราง จ-8 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C/PP ปริมาณ

PMMT 8 wt% draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 2.20 | 432.75 | 66.67 | 0.080 |
| 2 | 2.18 | 429.07 | 66.67 | 0.080 |
| 3 | 2.11 | 415.67 | 56.67 | 0.080 |
| 4 | 2.14 | 420.76 | 70.00 | 0.080 |
| 5 | 2.11 | 415.63 | 56.67 | 0.080 |
| average | 2.15 | 422.76 | 63.33 | 0.080 |
| S.D. | 0.04 | 7.82 | 6.24 | 0.000 |

ตาราง จ-9 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C-W/PP ปริมาณ

PMMT 2 wt% draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 3.71 | 1209.62 | 1400.00 | 0.063 |
| 2 | 3.25 | 1059.73 | 1273.33 | 0.063 |
| 3 | 3.81 | 1242.36 | 1303.33 | 0.063 |
| 4 | 3.35 | 1092.60 | 1106.67 | 0.063 |
| 5 | 3.24 | 1057.25 | 1230.00 | 0.063 |
| average | 3.47 | 1132.31 | 1262.67 | 0.063 |
| S.D. | 0.27 | 87.42 | 107.27 | 0.000 |

ตาราง ฉ-10 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C-W/PP

ปริมาณ PMMT 4 wt% draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 3.21 | 1024.44 | 1273.33 | 0.063 |
| 2 | 3.19 | 1017.06 | 1316.67 | 0.063 |
| 3 | 3.20 | 1021.45 | 1333.33 | 0.063 |
| 4 | 3.10 | 990.77 | 1236.67 | 0.063 |
| 5 | 3.15 | 1005.87 | 1706.67 | 0.063 |
| average | 3.17 | 1011.91 | 1373.33 | 0.063 |
| S.D. | 0.04 | 13.77 | 190.13 | 0.000 |

ตาราง ฉ-11 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C-W/PP

ปริมาณ PMMT 6 wt% draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 2.14 | 1096.50 | 706.67 | 0.050 |
| 2 | 2.12 | 1089.79 | 330.00 | 0.050 |
| 3 | 2.05 | 1054.08 | 416.67 | 0.050 |
| 4 | 2.22 | 1139.75 | 766.67 | 0.050 |
| 5 | 2.11 | 1085.182 | 840.00 | 0.050 |
| average | 2.13 | 1093.06 | 612.00 | 0.050 |
| S.D. | 0.06 | 30.76 | 225.03 | 0.000 |

ตาราง ฉ-12 ค่าสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยพอลิโพรพิลีนนาโนคอมพอสิต ชนิด C-W/PP

ปริมาณ PMMT 8 wt% draw ratio 20 เท่า

| sample | Load at Max. Load (N.) | Stress at Max. Load (MPa) | % strain at Auto.Break (%) | Diameter (mm.) |
|----------------|------------------------|---------------------------|----------------------------|----------------|
| 1 | 2.39 | 625.39 | 283.33 | 0.070 |
| 2 | 2.35 | 616.42 | 333.33 | 0.070 |
| 3 | 2.39 | 627.39 | 216.67 | 0.070 |
| 4 | 2.41 | 632.03 | 323.33 | 0.070 |
| 5 | 2.26 | 591.67 | 306.67 | 0.070 |
| average | 2.36 | 618.58 | 292.67 | 0.070 |
| S.D. | 0.06 | 16.07 | 46.51 | 0.000 |

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายสาริศ ถนอมชาติ เกิดวันที่ 7 กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2528 ที่จังหวัดอ่างทอง จบการศึกษา ระดับปริญญาตรี วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการ และวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ในปี การศึกษา พ.ศ. 2549 หลังจากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2550 และสำเร็จการศึกษาในภาคปลายปีการศึกษา 2551



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย