

การปลูกผลึกนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลบนวัสดุประกอบ
ระหว่าง พอลิเมอร์ร่วมพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต
ที่มีการฝังซิงค์ออกไซด์

HYDROTHERMAL GROWTH OF ZnO NANOCRYSTALS ON
ZnO EMBEDDED P(MMA-co-BA) SHEET



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2554

KMITL-2011-NT-M-001-007

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**HYDROTHERMAL GROWTH OF ZnO NANOCRYSTALS ON
ZnO EMBEDDED P(MMA-co-BA) ZnO SHEET**



**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
IN NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG**

2011

KMITL-2011-NT-M-001-007

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2011

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารลิขสิทธิ์ของสถาบันเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อเผยแพร่ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การปลูกผลึกนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการ
ไฮโดรเทอร์มอล บนวัสดุประกอบระหว่างพอลิเมอร์
ร่วมพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลตที่มีการฝัง
ซิงค์ออกไซด์

นักศึกษา

นางสาว ปิยพรรณ ปาณศรี

รหัสประจำตัว

51064608

ปริญญา

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต

สาขาวิชา

นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

พ.ศ.

2554

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผศ.ดร.ปทุมมา ศิริพันธ์ โนน

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

ผศ.ดร.ภัทราวุธ มนต์วิเศษ

รศ.ดร. จิตี หนูแก้ว

บทคัดย่อ

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์สามารถสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและนำไปฝังตัวในพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต (P(MMA-co-BA)) เมทริกซ์ โดยวัสดุประกอบนาโนระหว่างอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต (Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)) เตรียมด้วยวิธีการพอลิเมอไรเซชันขณะขึ้นรูปที่ 85 องศาเซลเซียส โดยมีอัตราส่วนโดยน้ำหนัก ระหว่าง PMMA: MMA: BA เป็น 2:6:2 โดยระบบสารละลายพอลิเมอร์ผสมประกอบด้วยเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ปริมาณ 1 % โดยน้ำหนักเทียบกับมอนอเมอร์ เอทิลีนไกลคอลไดเมททาคริเลตปริมาณ 1 % โดยน้ำหนักเทียบกับพอลิเมอร์และมอนอเมอร์ และไดเมทิลโทลูไอดีน 1 หยด โดยมีการปรับเปลี่ยนปริมาณซิงค์ออกไซด์ในวัสดุประกอบ ได้แก่ 0.1, 0.5 และ 1.0% โดยน้ำหนัก วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่เตรียมได้ถูกนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลในสารละลายผสมระหว่างซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) เข้มข้น 0.1 โมล/ลิตร และแอมโมเนีย (NH_4OH) เข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส โดยปรับเปลี่ยนค่าพีเอชของสารละลายผสม (พีเอช = 7, 8, 9 และ 10) และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล (4, 6, 8, 10, 12 และ 24 ชั่วโมง) พบว่าปริมาณและสัณฐานวิทยาของ ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่หลังการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลขึ้นอยู่กับสภาวะที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา โดยเมื่อค่าพีเอชของระบบไฮโดรเทอร์มอลเพิ่มขึ้นส่งผลให้ปริมาณ $Zn(OH)_4^{2-}$ เพิ่มขึ้นซึ่งนำไปสู่การเปลี่ยนแปลงรูปร่างของอนุภาคจากอนุภาคนาโนเปลี่ยนเป็นแท่งผลึกนาโน กลุ่มของแท่งนาโนที่เป็นผลึกรูปดอกไม้ และเส้นใยนาโนที่มีลักษณะพื้นผิวเป็นหนาม เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แหลมขนาดนาโน ในขณะที่เมื่อเพิ่มระยะเวลาของการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลจะส่งผลให้ปริมาณและความยาวของแท่งผลึก อีกทั้งอนุภาค Nano-ZnO ที่ฝังตัวอยู่ในวัสดุประกอบนาโนและอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลจะส่งผลให้วัสดุประกอบมีเสถียรภาพทางความร้อน และค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำเพิ่มขึ้น โดยวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึกที่ค่าพีเอชของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้ค่ามุมสัมผัสสูงสุดคือเท่ากับ 121° เทียบกับพอลิเมอร์ร่วมที่มีค่ามุมสัมผัสอยู่ที่ 71° ซึ่งแสดงถึงการเพิ่มขึ้นของสมบัติความไม่ชอบน้ำของวัสดุประกอบ นอกจากนี้อนุภาค Nano-ZnO ที่ฝังตัวอยู่ในวัสดุประกอบนาโนและอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลยังสามารถช่วยให้สมบัติการต้านทานเชื้อแบคทีเรียของวัสดุประกอบดีขึ้นอีกด้วย

คำสำคัญ : วัสดุประกอบนาโน, ซิงค์ออกไซด์, ไฮโดรเทอร์มอล, อะคริเลต พอลิเมอร์



Thesis Title	Hydrothermal Growth of ZnO Nanocrystals on ZnO Embedded P(MMA- <i>co</i> -BA) Sheet
Student	Miss Piyaphan Pannasri
Student ID	51064608
Degree	Master of Science
Program	Nanoscience and Nanotechnology
Year	2011
Thesis advisor	Asst. Prof. Dr. Punnama Siriphannon
Thesis Coadvisor	Asst. Prof. Dr. Pathavuth Monvisade Assoc.Prof.Dr. Jiti Nukaew

ABSTRACT

Zinc oxide nanoparticles (Nano-ZnO) were synthesized by hydrothermal reaction and embedded as seeding in the polymethylmethacrylate-*co*-butylacrylate (P(MMA-*co*-BA)) matrices. The Nano-ZnO/PMMA-*co*-BA nanocomposites were fabricated by *in-situ* polymerization at 85°C in which the weight ratio of PMMA: MMA: BA was 2:6:2. The solution mixtures contained 1 wt% of benzoyl peroxide (BPO) with respect to monomer (MMA+BA), 1 wt% of ethylene glycol dimethacrylate (EGDMA) with respect to polymer and monomer (PMMA+MMA+BA) and 1 drop of N,N-Dimethyl-1, 4- toluidene (DMT). The content of Nano-ZnO in the composites were varied, i.e. 0.1, 0.5 and 1.0 wt %. The Nano-ZnO/P(MMA-*co*-BA) nanocomposites were hydrothermal treated in aqueous solution of 0.1 mol/l of Zn(NO₃)₂·6H₂O and 0.1 mol/l of NH₄OH at 90°C under various pH (pH=7, 8, 9 and 10) and treatment time (4, 6, 8, 10, 12 and 24 hrs). ZnO nanostructures were observed on the surfaces of Nano-ZnO/P(MMA-*co*-BA) nanocomposites with different amount and shape depending on the treatment conditions. The higher the pH of solutions used in the hydrothermal treatment, the greater amount of Zn(OH)₄²⁻ nuclei were created, leading to a transformation of the ZnO morphology from nanoparticles to nanorods, nanorods bushes (flower-like nanostructure) and nanofibers with nanospines. Increasing hydrothermal treatment time resulted in an increase in amount and length of multidirectional grown ZnO nanorods. The Nano-ZnO seeds in the nanocomposite and newly-grown ZnO nanostructures from hydrothermal treatment could increase thermal stability and the contact angle of water droplet. The nanocomposites treated at pH=10 for 24 hrs shows the highest

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

contact angle is 121° which compare with 71° copolymer contact angle indicating the hydrophobicity of the nanocomposite. In addition, The Nano-ZnO seeds and the newly-grown ZnO could promote the antibacterial properties of the nanocomposites.

Keyword: Nanocomposite, Zinc Oxide, Hydrothermal, Acrylate polymer



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จได้ด้วยดีด้วยความช่วยเหลือ ให้คำแนะนำ คำปรึกษาและความเอาใจใส่ของอาจารย์ที่ปรึกษาได้แก่ ผศ.ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์ โนน ผศ.ดร.ภัทราวุธ มนต์วิเศษ และ รศ.ดร. จิติ หนูแก้ว ทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี ขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณ ดร. สิริพัฒน์ ประโตนเทพ รศ.ดร. ทวีชัย อมรศักดิ์ชัย และ ดร.คาริณี พรหมโยธิน ที่กรุณาตรวจสอบวิทยานิพนธ์ และกรุณาช่วยแก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้ถูกต้อง

ขอขอบพระคุณอาจารย์วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง และอาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่ประสิทธิประสาทวิชาความรู้และให้คำปรึกษา

ขอขอบพระคุณนักวิทยาศาสตร์ เจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีและศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์ทุกท่านที่เอื้อเพื่อความสะดวกในเรื่องอุปกรณ์และสารเคมี ตลอดจนเครื่องมือต่างๆ

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ประจำวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกท่านที่เอื้อเพื่อและอำนวยความสะดวกในการดำเนินงานวิจัยและการทำวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติที่ให้ความอนุเคราะห์ในการทดสอบ GPC

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ให้ความอนุเคราะห์ในการทดสอบ SEM และ XRF

ขอขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ ทุกท่าน สำหรับกำลังใจ ความห่วงใย ความปรารถนาดีและทุกๆ ความช่วยเหลือในขณะที่ทำงานวิจัย ทำให้งานสำเร็จลุล่วงได้ดี

ขอขอบพระคุณอย่างยิ่งสำหรับกำลังใจ ความเอาใจใส่ ความรักและแรงผลักดันจากบิดามารดาและน้อง

สำหรับคุณงามความดีอันใดซึ่งเกิดจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ผู้เขียนขอมอบให้ทุกๆ ความปรารถนาดีและความห่วงใยจากทุกๆ ท่านที่มีต่อผู้เขียนตลอดมา

ปิยพรรณ ปาณศรี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย	i
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	iii
กิตติกรรมประกาศ	v
สารบัญ	vi
สารบัญตาราง	x
สารบัญรูปภาพ	xi
คำอธิบายสัญลักษณ์ และ คำย่อ	xvi
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ชิงค์ออกไซด์	4
2.1.1 ข้อมูลทั่วไป	4
2.1.2 ประวัติของชิงค์ออกไซด์	5
2.1.3 ประโยชน์ของชิงค์ออกไซด์	6
2.1.4 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนชิงค์ออกไซด์	9
2.2 พอลิเมอร์อะคริลิก	15
2.2.1 พอลิเมทิลเมทาคริเลต	15
2.2.2 พอลิบิวทิลอะคริเลต	17
2.2.3 โคพอลิเมอร์	18
2.2.4 เทคนิคการสังเคราะห์พอลิเมอร์	21
2.3 วัสดุประกอบนาโน	22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.3.1 การแบ่งชนิดของวัสดุประกอบ	22
2.3.2 ข้อดีและข้อเสียของวัสดุประกอบ	23
2.3.3 การเตรียมวัสดุประกอบนาโน	24
2.4 การปลูกผลึก	25
2.4.1 วิธีการปลูกผลึก	25
2.4.2 เทคนิคการปลูกผลึกของสารซิงค์ออกไซด์	26
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	29
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย	36
3.1 สารเคมี	36
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	36
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	38
3.3.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	38
3.3.2 การสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาครีเลต (PMMA) ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย	40
3.3.3 การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเมทิลเมทาครีเลต - บิวทิลอะครีเลต (Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)) ด้วยวิธีพอลิเมอไรเซชันขณะขึ้นรูป (In-situ polymerization)	42
3.3.4 การปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	44
3.3.5 การทดสอบการยั้งยั้งเชื้อแบคทีเรีย	46
3.3.6 การทดสอบสมบัติการเปื่อย	46
3.3.7 การทดสอบสมบัติการยึดติด	46

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล	47
4.1 การสังเคราะห์สารตั้งต้น	47
4.1.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	47
4.1.2 การสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาคริเลต	50
4.2 การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต (Nano-ZnO/P(MMA-co-BA))	50
4.2.1 การทดสอบการกระจายตัวของอนุภาค Nano-ZnO ในมอนอเมอร์	50
4.2.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	53
4.2.3 การทดสอบสมบัติของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	57
4.3 การปลูกผลึก ZnO บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	60
4.3.1 ผลของค่าพีเอชในระบบการปลูกผลึก	61
4.3.2 ผลของการปรับเปลี่ยนระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล	66
4.4 การทดสอบสมบัติของวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึก	70
4.4.1 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ทั้งก่อนและหลังการปลูกผลึก	70
4.4.2 การทดสอบสมบัติการเปียก	72
4.4.3 การทดสอบสมบัติการต้านทานเชื้อแบคทีเรียของวัสดุประกอบ	76
4.4.4 การทดสอบสมบัติการยึดติดของอนุภาค ZnO บนพื้นผิววัสดุประกอบ	77
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	79
5.1 สรุปผลการวิจัย	79
5.2 ข้อเสนอแนะ	80
เอกสารอ้างอิง	81
ภาคผนวก ก	86

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก ข	88
ภาคผนวก ค	91
ภาคผนวก ง	95
ภาคผนวก จ	100
ภาคผนวก ฉ	102
ภาคผนวก ช	105
ประวัติผู้ทำงานวิจัย	107



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของซิงค์ออกไซด์	4
ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบการหาอัตราส่วนของมอนอเมอร์ต่อพอลิเมอร์	52
ตารางที่ 4.2 ลักษณะสัญญาณวิทยา ขนาดและองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวใหม่ บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)ในสภาวะการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีการเปลี่ยนแปลงค่าพีเอช	65
ตารางที่ 4.3 ลักษณะสัญญาณวิทยา ขนาดและองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวใหม่ บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)ในสภาวะการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีระยะเวลาแตกต่างกัน	69
ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย <i>E. Coli</i>	76
ตารางที่ ก.1 การเตรียมตัวอย่างในการทดสอบด้วยเทคนิค XRF และผลการทดลอง	87
ตารางที่ ข.1 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของความแข็งแรงดึง	89
ตารางที่ ข.2 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด	89
ตารางที่ ข.3 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่ามอดูลัสของยัง	90
ตารางที่ ฉ.1 จำนวน โคลิ โฟนีของเชื้อแบคทีเรียของวัสดุประกอบตัวอย่างที่ตรวจนับได้	104

สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1 โครงสร้างของซิงค์ออกไซด์	5
รูปที่ 2.2 แผนภาพการสังเคราะห์อนุภาคผงเซรามิกโดยวิธีการตกตะกอน	11
รูปที่ 2.3 แผนภาพการทำให้แห้งแบบระเหย	14
รูปที่ 2.4 โครงสร้างทางเคมีของพอลิเมทิลเมทาคริเลต	15
รูปที่ 2.5 แผนภาพปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทิลเมทาคริเลต	16
รูปที่ 2.6 โครงสร้างทางเคมีของพอลิไบิวทิลอะคริเลต	17
รูปที่ 2.7 ตัวอย่างการเติบโตของสัณฐานวิทยาซิงค์ออกไซด์หลังการปลูกผลึก	26
รูปที่ 2.8 แบบจำลองเทคนิค PLD	26
รูปที่ 2.9 แบบจำลองเทคนิค MOCVD	27
รูปที่ 2.10 แบบจำลองการชนของอนุภาคพลังงานสูงกับสารเป้าหมาย	28
รูปที่ 3.1 แผนงานการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์	39
รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์ PMMA ด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย	41
รูปที่ 3.3 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ด้วยวิธีพอลิเมอไรเซชัน ขณะขึ้นรูป	43
รูปที่ 3.4 แผนงานการปลูกผลึก ZnO บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	45
รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ Zn(OH) ₂	47
รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ Nano-ZnO	49
รูปที่ 4.3 สัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (Nano-ZnO)	49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

รูปที่ 4.4 การกระจายตัวของอนุภาค Nano-ZnO ในเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์และ บิวทิลอะคริเลตมอนอเมอร์ที่เวลาแตกต่างกัน (ก) หลังจากการกระจายตัวด้วยเครื่อง อัลตราโซนิค เป็นเวลา 30 นาที (ข) หลังตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง (ค) หลังตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง	51
รูปที่ 4.5 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์บนพื้นผิววัสดุประกอบและสัณฐานวิทยาบริเวณรอยแตกหักของ พอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) (ก) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO ต่างกัน (ข) 0.1 % (ค) 0.5% และ (ง) 1.0% โดยน้ำหนัก	54
รูปที่ 4.6 อันตรกิริยาระหว่างพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของ ซิงค์ออกไซด์	55
รูปที่ 4.7 เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิเมอร์ PMMA พอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบที่มีปริมาณ Nano-ZnO ที่แตกต่างกัน ด้วยเทคนิค GPC	56
รูปที่ 4.8 ความแข็งแรงดึงของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	57
รูปที่ 4.9 เปรอ์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาดของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	58
รูปที่ 4.10 ค่ามอดูลัสของยังของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	59
รูปที่ 4.11 สัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ร่วมภายหลังการปลูกผลึก โดยใช้ค่าพีเอชเท่ากับ 8 ระยะเวลา 24 ชั่วโมง	60

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

- รูปที่ 4.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และลักษณะสัณฐานวิทยาพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่มีการปรับเปลี่ยนค่าพีเอชของระบบสารละลายผสมเท่า 7(ก), 8(ข), 9(ค) และ 10(ง) 63
- รูปที่ 4.13 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังปลูกผลึก ZnO ที่มีค่าพีเอชของการทำปฏิกิริยา ไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง 64
- รูปที่ 4.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และลักษณะสัณฐานวิทยาพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 10 โดยปรับเปลี่ยนระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล เท่ากับ 4(ก), 6(ข), 8(ค), 10(ง), 12(จ) และ 24(ฉ) ชั่วโมง 68
- รูปที่ 4.15 เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO 0.1 , 0.5 และ 1.0% โดยน้ำหนักจากเทคนิค TGA 71
- รูปที่ 4.16 เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO 1.0% โดยน้ำหนัก และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีค่าพีเอช เท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง 71
- รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายและค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวของวัสดุประกอบทั้งก่อนและหลังการ ปลูกผลึกเทียบกับ P(MMA-co-BA) เมทริกซ์ ในระบบสารละลายที่มีค่าพีเอชแตกต่างกัน (ก) P(MMA-co-BA), (ข) Nano-ZnO/P(MMA-co-BA), (ค) พีเอชเท่ากับ 7, (ง) พีเอชเท่ากับ 8, (จ) พีเอชเท่ากับ 9 และ (ฉ) พีเอชเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง 74
- รูปที่ 4.18 แผนภาพลักษณะหยดน้ำของวัสดุประกอบ 75
- รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายและค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวของวัสดุประกอบที่ระยะเวลาปฏิกิริยา ไฮโดรเทอร์มอลที่เปลี่ยนไป (ก) 4, (ข) 6, (ค) 8, (ง) 10, (จ) 12 และ (ฉ) 24 ชั่วโมง 75

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.20 ลักษณะสัณฐานวิทยาบนพื้นผิวหลังการทดสอบการลอกโดยสก็อตเทป 3M [®] ที่ไม่ผ่านก่อนการทดสอบ (ก), เทปกาวและวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่ผ่านการปลูกผลึกหลังการทดสอบ (ข) เทปกาวและวัสดุประกอบที่เคลือบโดยวิธีการอัดความร้อนแก่ P(MMA-co-BA) (ค)	78
รูปที่ ค.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ที่พีเอชมีค่าเท่ากับ 7	92
รูปที่ ค.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ที่พีเอชมีค่าเท่ากับ 8	93
รูปที่ ค.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ที่พีเอชมีค่าเท่ากับ 9	94
รูปที่ ง.1 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง	96
รูปที่ ง.2 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง	96
รูปที่ ง.3 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง	96
รูปที่ ง.4 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมง	97
รูปที่ ง.5 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง	97
รูปที่ ง.6 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง	97
รูปที่ ง.7 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง	98

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

หน้า

รูปที่ ง.8 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง 98

รูปที่ ง.9 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมง 98

รูปที่ ง.10 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง 99

รูปที่ จ.1 ภาพถ่าย mapping ธาตุเชิงค้ำของวัสดุประกอบนาโน Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) 101
ภายหลังการปลูกผลึก ZnO ที่ค่าพีเอชเท่ากับ 10 และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา
ไฮโดรเทอร์มอลเป็น 24 ชั่วโมง



รายการคำย่อและสัญลักษณ์

BA	: Butyl acrylate
BPO	: Benzoyl peroxide
DMT	: Dimethyl toluidine
DSC	: Differential scanning calorimeter
EDS	: Energy dispersive X-ray spectroscopy
EGDMA	: Ethylene glycol dimethacrylate
<i>E.Coli</i>	: Escherichia coli
GPC	: Gel permeation chromatography
\bar{M}_n	: Number average molecular weight
\bar{M}_w	: Weight average molecular weight
MMA	: Methyl methacrylate
MWD	: Molecular weight distribution
P(MMA- <i>co</i> -BA)	: Poly(methyl methacrylate- <i>co</i> -butyl acrylate)
SEM	: Scanning electron microscope
TGA	: Thermogravimetric analyze
Tg	: Glass transition temperature
XRD	: X-ray diffractometer
XRF	: X-ray fluorescence spectrometer
ZnO	: Zinc Oxide
%R	: Percentage reduction of bacteria

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาของงานวิจัย [1, 2]

นาโนเทคโนโลยี เป็นเทคโนโลยีที่ทำการพัฒนาในระดับของอะตอมหรือโมเลกุล ซึ่งมีขนาดในระดับนาโนเมตรหรือที่เรียกสั้นๆว่า นาโน(1-100 นาโนเมตร) เมื่อจัดวางโมเลกุลหรืออะตอมในรูปแบบใหม่แล้วสมบัติของวัสดุจะเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมอย่างมากมาย เทคโนโลยีดังกล่าวช่วยปรับปรุงประสิทธิภาพและสมบัติของวัสดุ ทำให้สามารถใช้งานได้หลากหลายและมีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น เช่น มีความแข็งแรงขึ้น น้ำหนักเบา มีสมบัติในด้านแสงและการนำไฟฟ้าดี เป็นต้น เทคโนโลยีนาโนได้เข้าไปเกี่ยวข้องกับอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมในด้านการสื่อสาร โทรคมนาคม และไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์ที่พัฒนาอุปกรณ์นาโนต่างๆ ในการผลิตคอมพิวเตอร์ โทรศัพท์มือถือ หุ่นยนต์ และยานพาหนะต่างๆ อุตสาหกรรมยาที่ผลิตยาที่สามารถปลดปล่อยยาเพื่อรักษาเฉพาะที่ อุตสาหกรรมสิ่งทอที่ผลิตเส้นใยนาโนที่มีความแข็งแรงมาก ยืดหยุ่น น้ำหนักเบา ทนต่อการชำรุดฉีกขาด แต่ยังคงให้อากาศผ่าน จึงทำให้สวมใส่สบาย อุตสาหกรรมกีฬา อุตสาหกรรมรถยนต์ และอุตสาหกรรมอาหาร เป็นต้น

นาโนเทคโนโลยีได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้กับงานทางด้านพอลิเมอร์ ในการปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ให้ดีขึ้น โดยใช้เป็นส่วนของสารเสริมแรง (Reinforcement) ที่มีขนาดเล็กอยู่ในระดับนาโนเมตร (Nanometer) เมื่อเติมลงไปในพอลิเมอร์เมทริกซ์ (Polymer matrix) จะได้เป็นวัสดุประกอบนาโน ซึ่งวัสดุประกอบนาโนที่มีสมบัติหลายประการดีกว่าวัสดุประกอบทั่วไปที่มีสารเสริมแรงระดับไมโคร

หนึ่งในอนุภาคนาโนที่ได้รับความสนใจในการเตรียมวัสดุประกอบ คือ ซิงค์ออกไซด์ เนื่องจากอนุภาคซิงค์ออกไซด์สามารถเตรียมได้ง่ายและหลากหลายวิธีทั้งในระดับห้องปฏิบัติการและอุตสาหกรรม ซึ่งซิงค์ออกไซด์มีสมบัติทางกายภาพเด่นหลายประการจึงประยุกต์ใช้งานในหลายๆด้าน เช่น ป้องกันแสงอัลตราไวโอเลต (UV) มีความจุความร้อนสูง จุดหลอมเหลวสูง สัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ การนำความร้อนสูง และการยับยั้งแบคทีเรีย จากสมบัติเด่นต่างๆของ ซิงค์ออกไซด์ จึงได้มีการนำซิงค์ออกไซด์มาปรับปรุงพื้นผิวของพอลิเมอร์หลายชนิด อย่างไรก็ตามความสามารถในการยึดติดระหว่างอนุภาคซิงค์ออกไซด์กับพื้นผิวของวัสดุพอลิเมอร์นั้นไม่ค่อยดีนัก เนื่องจากความแตกต่างระหว่างช่วงของ ZnO กับพอลิเมอร์ จึงเป็นผลให้การยึดติดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบบนผิวพอลิเมอร์ไม่คงทนถาวร เกิดการหลุดร่อนระหว่างการใช้งาน

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมีการฝังอนุภาคซิงค์ออกไซด์ลงในพอลิเมอร์จากนั้นจึงนำวัสดุประกอบไปทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการก่อผลึกของ ZnO ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งผลึก ZnO ที่เกิดขึ้นใหม่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือการขงนเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปเผยแพร่เรียนด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะก่อตัวจากอนุภาค ZnO ที่ฝังอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์จึงช่วยลดปัญหาด้านการยึดติด นอกจากนี้อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ฝังตัวอยู่ในพอลิเมอร์ยังช่วยเพิ่มสมบัติในการป้องกันรังสีอัลตราไวโอเลต สมบัติการยับยั้งแบคทีเรียและสมบัติในการทำความสะอาดตัวเอง ซึ่งสมบัติเหล่านี้จะเป็นสมบัติที่เกิดจากซิงค์ออกไซด์ที่อยู่บนพื้นผิววัสดุประกอบเป็นหลัก นอกจากนี้การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เป็นวิธีที่ง่ายและเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมเนื่องจากใช้สารเคมีที่ไม่เป็นพิษและใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาไม่สูงมากนัก

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนเมตรด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล แล้วนำมาเตรียมวัสดุประกอบนาโน โดยมี P(MMA-co-BA) เป็นเมทริกซ์ โดยใช้เทคนิคพอลิเมอไรเซชันขณะขึ้นรูป (*In-situ* polymerization)
2. ศึกษาผลของสภาวะไฮโดรเทอร์มอล ต่อการก่อผลึกซิงค์ออกไซด์บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ
3. ศึกษาสมบัติต่างๆของวัสดุประกอบนาโน ZnO/P(MMA-co-BA) ทั้งก่อนและหลังการปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์โดยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล
2. ศึกษากระบวนการเตรียมวัสดุประกอบนาโนจาก P(MMA-co-BA) กับ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยใช้เทคนิคพอลิเมอไรเซชันขณะขึ้นรูป (*In-situ* polymerization)
3. ศึกษาสภาวะการปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์บนวัสดุประกอบนาโน ZnO/P(MMA-co-BA) ได้แก่
 - 3.1 ค่าพีเอชของระบบการปลูกผลึก ที่พีเอชมีค่าเท่ากับ 7, 8, 9 และ 10
 - 3.2 ระยะเวลาที่ใช้ในการปลูกผลึก ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่ 4, 6, 8, 10, 12 และ 24 ชั่วโมง
4. ทำการศึกษาสมบัติต่างๆ ของวัสดุประกอบนาโน เช่น สมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน สัณฐานวิทยา และสมบัติการยับยั้งแบคทีเรีย

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถผลิตวัสดุประกอบนาโนจาก ZnO/ P(MMA-co-BA) ที่มีสมบัติการยับยั้งแบคทีเรียได้ดี
 2. ได้รับความรู้ในการเตรียมวัสดุประกอบนาโน ZnO/ P(MMA-co-BA)
- เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ 2 ขั

3. สามารถนำองค์ความรู้นี้ไปต่อยอดในการใช้งานในพอลิเมอร์ชนิดอื่นและไปใช้งานในอุตสาหกรรมต่อไปในอนาคตได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

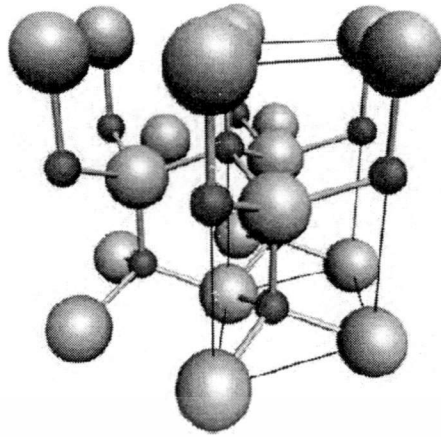
2.1 ซิงค์ออกไซด์

2.1.1 ข้อมูลทั่วไป

ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นสารเคมีชนิดหนึ่งที่มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว ละลายน้ำได้น้อยมาก มีลักษณะโครงสร้างรูปหกเหลี่ยม (Hexagonal Wurtzite) ดังแสดงในรูป 2.1 สมบัติโดยทั่วไปของซิงค์ออกไซด์ ได้แก่ มีขนาดอนุภาคที่เล็กมากประมาณ 0.1- 0.3 ไมครอน อนุภาคเรียงตัวหนาแน่นจึงทึบแสง สามารถป้องกันแสงอัลตราไวโอเล็ต (UV) ได้ มีความจุความร้อนสูง จุดหลอมเหลวสูง สัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ การนำความร้อนสูง [3, 4, 5] โดยสมบัติทั่วไปจะแสดงตามตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของซิงค์ออกไซด์

ชื่อ	<ul style="list-style-type: none">● ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide)● ซิงค์ (II) ออกไซด์ (Zinc (II) Oxide)● ซิงค์ไวท์ (Zinc White)
สูตรโมเลกุล	ZnO
น้ำหนักโมเลกุล	81.37 กรัมต่อโมล
สถานะและลักษณะ	ของแข็งผงสีขาวหรือสีเหลืองอ่อน ไม่มีกลิ่น
ความหนาแน่น	5.606 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร
จุดหลอมเหลว	1975 องศาเซลเซียส
ความถ่วงจำเพาะ	5.607 ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส
ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสัมพัทธ์	8.656
ดัชนีหักเห	2.008, 2.029
พีเอช	6.95
ช่องว่างแถบพลังงาน (Band gap)	3.37 อิเล็กตรอนโวลต์
การดูดกลืนรังสี	รังสีที่อยู่ในย่านของรังสียูวีแทบทั้งหมด



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของซิงค์ออกไซด์

2.1.2 ประวัติของซิงค์ออกไซด์ [6]

ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นที่รู้จักในนาม คาลาไมล์ (Calamile) ซึ่งเป็นภาษาอียิปต์โบราณ โดยเป็นแร่ธาตุจากสินแร่สมิทโซไนต์ (Smithsonite) ซึ่งมีองค์ประกอบ คือ $ZnCO_3$ มนุษย์รู้จักใช้ซิงค์ออกไซด์มายาวนาน โดยใช้ในการรักษาโรคตั้งแต่ในยุคอียิปต์โบราณ ในประเทศจีนเริ่มมีการใช้ในปี ค.ศ. 1596 พบว่ามีหนังสือตำรายาจีนชื่อ เบ็นเซากังมู เขียนโดย ชินเซินตี้ ได้บันทึกถึงการใช้ “หินลูกก้าง” โดยเมื่อผ่านกระบวนการแปรรูปจะกลายเป็นซิงค์ออกไซด์ซึ่งนำมาใช้รักษาโรคผิวหนัง โรคตาและโรคฟัน ในปี ค.ศ. 1750 -1850 เริ่มนำซิงค์ออกไซด์มาใช้เป็นยารักษาโรคในประเทศแถบยุโรป จึงมีงานวิจัยและการศึกษาเกี่ยวกับซิงค์ออกไซด์เพิ่มมากขึ้น

ใน ค.ศ. 1840 Leclair ชาวฝรั่งเศสเริ่มผลิตซิงค์ออกไซด์ในระดับอุตสาหกรรมเป็นคนแรก ผลิตโดยการเผาสังกะสีในสภาวะที่มีออกซิเจน ซึ่งเรียกกระบวนการนี้ว่า กระบวนการผลิตแบบฝรั่งเศส (French Process) ในปี ค.ศ. 1852 บริษัท The New Jersey Zinc Company ประเทศสหรัฐอเมริกาได้ผลิตซิงค์ออกไซด์ขึ้นบ้างแต่ได้พัฒนากระบวนการผลิตขึ้นมาใหม่โดยการหลอมแร่สังกะสีกับถ่านหินในเตาพิเศษโดยเฉพาะซึ่งเรียกกระบวนการนี้ว่ากระบวนการผลิตแบบอเมริกัน (American Process) ต่อมาในปี ค.ศ. 1893 บริษัทนี้ได้ผลิตซิงค์ออกไซด์จากโลหะสังกะสีโดยตรง โดยอาศัยกระบวนการผลิตแบบฝรั่งเศสและการผลิตแบบอเมริกัน จากการพัฒนากระบวนการผลิตใหม่นี้ทำให้สามารถผลิตซิงค์ออกไซด์ ที่มีขนาดและรูปร่างที่หลากหลาย อีกทั้งยังมีการเคลือบผิว (Surface Treatment) ด้วย Fatty acid เช่น Stearic acid เพื่อเพิ่มสมบัติในการกระจายตัวให้ดีขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.3 ประโยชน์ของซิงค์ออกไซด์

2.1.3.1 ด้านอุตสาหกรรม [3, 7, 8, 9]

1. ยาง

การผลิตยางจะต้องนำเอายางมาทำปฏิกิริยากับกำมะถัน (Vulcanization) เพื่อให้ยางแข็งขึ้นเหนียวขึ้นและมีความทนทานมากยิ่งขึ้น โดยทั่วไปแล้วปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นยากหรือเกิดไม่สมบูรณ์หากไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา การใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นตัวเร่งจะทำให้ปฏิกิริยานี้เกิดขึ้น โดยเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนที่เรียกว่า Zn-accelerators เร่งให้เกิดการเชื่อมโยงของซัลเฟอร์ (Sulfur Crosslinks) ในโมเลกุลยางเร็วขึ้นจนปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ อีกทั้งใช้เป็นสารตัวเติม (Filler) เพื่อปรับปรุงการนำความร้อนและการทนทานต่อแสงแดดได้ดีขึ้น โดยปกติแล้วผลิตภัณฑ์ที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนซ์ (Vulcanize Process) เมื่อทิ้งไว้นานจะมีการสลายตัวปล่อยกรดออกมาเรียกว่า aging ทำให้อายุการใช้งานสั้นลง ซิงค์ออกไซด์สามารถช่วยยืดอายุการใช้งานให้นานขึ้นโดยการทำปฏิกิริยากับกรดที่ปล่อยออกมา อุตสาหกรรมยางเป็นอุตสาหกรรมที่ใช้ซิงค์ออกไซด์มากที่สุด คือประมาณร้อยละ 50 ของปริมาณซิงค์ออกไซด์ทั้งหมด ปริมาณที่ใช้จะอยู่ระหว่าง 3-5 ส่วนต่ออย่างร้อยละ ในอนาคตคาดว่าจะมีการใช้งานมากขึ้นตามปริมาณการผลิตรถยนต์ที่เพิ่มขึ้นทุกปี

2. สี

ในการผลิตสีจะใช้ซิงค์ออกไซด์ในปริมาณที่มากรองลงมาจากอุตสาหกรรมยาง โดยทำหน้าที่เป็นรงควัตถุสีขาว (White Pigment) ปรับปรุงลักษณะการไหลให้ดีขึ้น คือ ลื่นและเรียบ วัตถุประสงค์ยืดอายุการเคลือบให้นานขึ้น โดยป้องกันแสงอัลตราไวโอเล็ตและทำปฏิกิริยากับกรดที่เกิดจากการสลายตัวของวัสดุประสาน (Binder) ให้เป็นกลาง ซิงค์ออกไซด์ชนิดที่มีตะกั่วปนอยู่ด้วยจะทำให้สีทนต่อลม ฟ้า อากาศได้ดี นอกจากนี้ซิงค์ออกไซด์ยังสามารถฆ่าเชื้อราได้อีกด้วย อุตสาหกรรมสีแบ่งออกเป็นสีเคลือบภายนอก สีรองพื้นโลหะ สีเคลือบภายใน ล้วนแต่ใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นส่วนผสมทั้งสิ้น ปริมาณที่ใช้อาจแตกต่างกันขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ของการใช้ เช่น เป็นส่วนผสมของสารเคลือบโลหะเพื่อป้องกันการกัดกร่อนและเพิ่มความเสถียร ทำหน้าที่เป็นตัวควบคุมความเป็นกรด-เบส ปริมาณที่ใช้ประมาณร้อยละ 0.5-4.0 โดยน้ำหนัก

3. เซรามิกและแก้ว

- แก้ว ในการผลิตแก้วซิงค์ออกไซด์ช่วยลดเวลาหลอมให้สั้นลงลดความหนืดเพิ่มความต้านทานต่อสารเคมีและดัชนีหักเห ลดอุณหภูมิจุดอ่อนตัว เพิ่มความยืดหยุ่น ลดสัมประสิทธิ์การขยายตัว ลดการแตกร้าวเนื่องจากเครื่องจักรและการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว ปริมาณการใช้ขึ้นอยู่กับชนิดของแก้ว เช่น แก้วสำหรับผลิตเป็นอุปกรณ์หรือเครื่องมือแก้วทนความร้อนใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นส่วนผสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ⁶ใช้

ไซค์ประมาณร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ส่วนแก้วที่ทนต่อกรดกัดแก้ว (HF) ใช้ไซค์ออกไซค์ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก

- สารเคลือบ สารเคลือบที่ใช้ในผลิตภัณฑ์เซรามิกประเภทเครื่องปั้นดินเผา นั้นมักมี ไซค์ออกไซค์ผสมอยู่ด้วยเพื่อช่วยเพิ่มการหลอมละลาย (Fluxing Agent) ลดการขยายตัวอีกทั้งเพิ่มความมันเงา ความขาว ความยืดหยุ่น ช่วยให้อายุการใช้งานสูงขึ้นและป้องกันการเกิดรอยร้าวเป็นชั้นๆ ไซค์ออกไซค์จะเกิดเป็นซิงค์ซัลไฟด์ในสารเคลือบ ทำให้เกิดเป็นลวดลายผลึกขณะเย็นตัวลง ผลิตภัณฑ์เครื่องดินเผาชนิดนี้จะมีลวดลายสวยงาม แปลกตา ราคาแพง ได้แก่ แจกัน เครื่องประดับของตกแต่งต่างๆ เป็นต้น

4. สิ่งทอ

ในอุตสาหกรรมสิ่งทอได้มีการใช้ประโยชน์จากไซค์ออกไซค์มานานแล้ว เพราะความขาวโดยธรรมชาติและความสามารถเข้ากันได้ดีกับเส้นใย ไม่ว่าจะเป็นเส้นใยธรรมชาติหรือเส้นใยสังเคราะห์ หน้าที่ของไซค์ออกไซค์ในกระบวนการปั่นด้าย การย้อมสี และการจัดผิวขั้นสุดท้าย คือ

- เป็นสารยึดติด (Fixing Agent) โดยรวมตัวกับ Surface-active agent เกิดเป็น Zn-acetate หรือ Zn-formate ช่วยให้อัตราการย้อมสีดีขึ้น
- อนุพันธ์ของไซค์ออกไซค์โดยเฉพาะซิงค์คลอไรด์ถูกนำมาใช้ปรับปรุงคุณภาพของผ้า เพื่อป้องกันการเกิดเชื้อราเป็นจุด และการเนาเสียซึ่งเกิดจากเชื้อราและแบคทีเรีย
- ทำหน้าที่เป็นตัวเพิ่มน้ำหนัก หรือตัวเติม ทำให้ผ้านุ่มมีน้ำหนัก
- เป็นส่วนผสม สำคัญของสารกันน้ำ (Water Proofing Agent) สารกันไฟ (Flame Proofing Agent) โดยผสมไซค์ออกไซค์กับ Chlorinated wax หรือ Resin

5. สารหล่อลื่น

ไซค์ออกไซค์ใช้ผสมในน้ำมันหล่อลื่น (Lubricating Oil) และจาระบี (Grease) ทำหน้าที่เป็นรงควัตถุ ตัวเติมและสารเคมี เพื่อปรับปรุงการหล่อลื่นให้ดีขึ้น ป้องกันการกัดกร่อน ยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของจาระบี

6. เคมี

ตลาดของไซค์ออกไซค์ในอุตสาหกรรมเคมีกำลังเพิ่มขึ้นเพราะว่าไซค์ออกไซค์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ในกระบวนการผลิตสารเคมีหลายปฏิกิริยา เช่น Alkylation, Oxidation, Dehydrogenation และ Hydrogenation เป็นต้น การผลิตเมทานอลก็เป็นกระบวนการหนึ่งที่ใช้ไซค์ออกไซค์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ไซค์ออกไซค์ยังเป็นสารเริ่มต้นในการผลิตสารประกอบสังกะสีตัวอื่นๆ เช่น $ZnCrO_4$, $ZnSO_4$, $ZnCl_2$, $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$, Zinc resinate และ Zinc stearate เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำใช้

2.1.3.2 ด้านเกษตรกรรม

ซิงค์ออกไซด์ใช้เติมลงไปในการอาหารสัตว์เพื่อป้องกันการขาดธาตุสังกะสีนอกจากนี้ซิงค์ออกไซด์ยังมีบทบาทที่สำคัญในการเพิ่มผลผลิตทางการเกษตร เนื่องจากซิงค์ออกไซด์ทำหน้าที่เป็นแหล่งให้ธาตุสังกะสีแก่พืช พืชที่ขาดธาตุสังกะสีจะมีลักษณะผิดปกติ คือมีใบน้อย ใบเป็นจุดต่างๆ โตช้าและให้ผลผลิตน้อย ลักษณะการนำไปใช้จะทำให้อยู่ในรูปสารละลายแล้วพ่นไปบนใบ แต่ปัจจุบันได้พัฒนาลักษณะการใช้ให้ได้ผลมากยิ่งขึ้นโดยการเติมลงไปในปี๋

2.1.3.3 ด้านเภสัชกรรม

การนำเอาซิงค์ออกไซด์มาใช้ประโยชน์ทางด้านนี้ยังมีน้อยแต่พอสรุปหน้าที่ได้ดังนี้

1. เป็นสารดับกลิ่นตัว (Mild Deodorant) โดยทำปฏิกิริยากับเหงื่อที่ออกมาหลังจากที่ผ่านกระบวนการเปลี่ยนซิงค์ออกไซด์ให้เป็นระดับนาโนซึ่งอยู่ในช่วง 1-100 นาโนเมตร พบว่านาโนซิงค์ออกไซด์สามารถระงับกลิ่นตัวด้วยกลไกต่อไปนี้

- นาโนซิงค์ออกไซด์สามารถเร่งปฏิกิริยาได้ทั้งกับสารที่เป็นกรดและเบส สามารถกำจัดกลิ่นที่ไม่พึงประสงค์โดยการทำปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วกับโมเลกุลของแอมโมเนียจากร่างกายหรือสิ่งแวดล้อม

- ป้องกันการก่อตัวของสารที่ทำให้เกิดกลิ่นที่ไม่พึงประสงค์ โดยนาโนซิงค์ออกไซด์จะทำปฏิกิริยากับโมเลกุลไทออล ซึ่งเป็นสาเหตุของกลิ่นเหม็นกลายเป็นซิงค์ซัลไฟด์

2. เป็นส่วนผสมของน้ำยาแก้ผดผื่นคัน (Calamine Lotion) และในยาหลายชนิด โดยที่ซิงค์ออกไซด์เป็นยาสมานแผล ลดการอักเสบและยับยั้งแบคทีเรียได้ดี นำมาใช้เป็นยาสมานผิวและรักษาโรคติดเชื้อที่ผิวหนังบางชนิด เช่น โรคเรื้อนกวาง โรคผิวหนังเป็นตุ่มพุพองจากเชื้อแบคทีเรีย โรคกลากเกลื้อน ฝี อาการคันตามผิวหนัง และผิวหนังระคายเคือง

3. เป็นส่วนผสมของสารต่อต้านจุลินทรีย์ (Antimicrobial) ซึ่งสามารถทนต่อความร้อนและลมฟ้าอากาศได้ในช่วงอุณหภูมิ 100-500 องศาเซลเซียส

4. ทำหน้าที่เป็นสารฆ่าเชื้อ (Fungicide) ในการเคลือบอุปกรณ์เก็บอากาศ

2.1.3.4 ด้านเครื่องสำอาง

ซิงค์ออกไซด์ได้นำมาใช้ประโยชน์ในการผลิตเครื่องสำอางหลายชนิด โดยทำหน้าที่เป็นตัวเติมในเครื่องสำอางแต่งหน้า ปริมาณที่ใช้ร้อยละ 13-15 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ซิงค์ออกไซด์ยังใช้เป็นส่วนผสมของรงควัตถุ ป้องกันแสงอัลตราไวโอเล็ตที่นำมาผลิตเป็นเครื่องสำอาง โดยเคลือบที่ผิวของอนุภาคสาร อนินทรีย์ตัวอื่น ทำหน้าที่ป้องกันแสง UV มีความปลอดภัยและอ่อนโยนต่อร่างกาย

สามารถป้องกันได้ทั้ง UVA และ UVB นอกจากนี้รังสีอัลตราไวโอเล็ตยังควบคุมความเป็นกรด-เบส ของผลิตภัณฑ์ให้เป็นกลาง คือประมาณ พีเอช 5.5-7.5 ซึ่งเหมาะสมสำหรับผิว

2.1.4 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

ในหัวข้อนี้ จะกล่าวถึงวิธีการทางเคมีที่ใช้สังเคราะห์ผงเซรามิก บางวิธีที่สามารถสังเคราะห์ อนุภาคผงเซรามิกที่มีขนาดเล็กมากและมีความบริสุทธิ์สูง ซึ่งวิธีการทางเคมีเหล่านี้สามารถนำมาใช้ใ้ นการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ได้

2.1.4.1 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method) [10, 11, 12, 13]

การตกตะกอน เป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกมาจาก สารละลายอย่างช้าๆ โดยอาศัยปริมาณสารเคมีที่พอเหมาะ ที่เรียกว่าตัวตกตะกอน (Precipitant) หรือมี การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดัน เพื่อทำให้ความสามารถในการละลายของระบบลดลง จึงทำให้ เกิดการตกตะกอนของระบบขึ้นได้

กลไกของการตกตะกอนมีรายละเอียด ดังนี้

1. สารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturation) เป็นสิ่งที่ทำให้เกิดการตกตะกอนขึ้นได้ โดยที่ สารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดนี้เป็นสารละลายที่เกิดจากการละลายของตะกอนเข้าไปอยู่ในวัฏภาคที่เป็น ของเหลว จนความเข้มข้นของสารที่เป็นตะกอนมากกว่าความเข้มข้นของสารนั้นที่อยู่ในสภาวะสมดุล สารละลายนี้จะมีค่าการอิ่มตัวยิ่งยวดสัมพัทธ์มากขึ้นเมื่อค่าความเข้มข้นของทั้งสองปริมาณนี้แตกต่างกัน มากขึ้น

2. การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) เป็นขั้นตอนที่เกิดขึ้นได้เองตามธรรมชาติจากสารละลายที่อยู่ใน สภาวะอิ่มตัวยิ่งยวด โดยเริ่มเกิดจากไอออนหรือโมเลกุลที่น้อยที่สุดรวมกันจนเกิดเป็นอนุภาคที่เล็ก ที่สุดของวัฏภาคที่เป็นตะกอนของแข็ง

3. การเจริญเติบโตของผลึก (Growth) เกิดหลังจากขั้นตอนการเกิดนิวเคลียส โดยไอออนต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบของตะกอนจะมาจับเกาะกันบนผิวของอนุภาคที่เล็กที่สุดจนมีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้ นิวเคลียสกลายเป็นอนุภาคคอลลอยด์ แล้วจึงรวมตัวกันเกิดเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่แยกตัวออกจาก สารละลาย

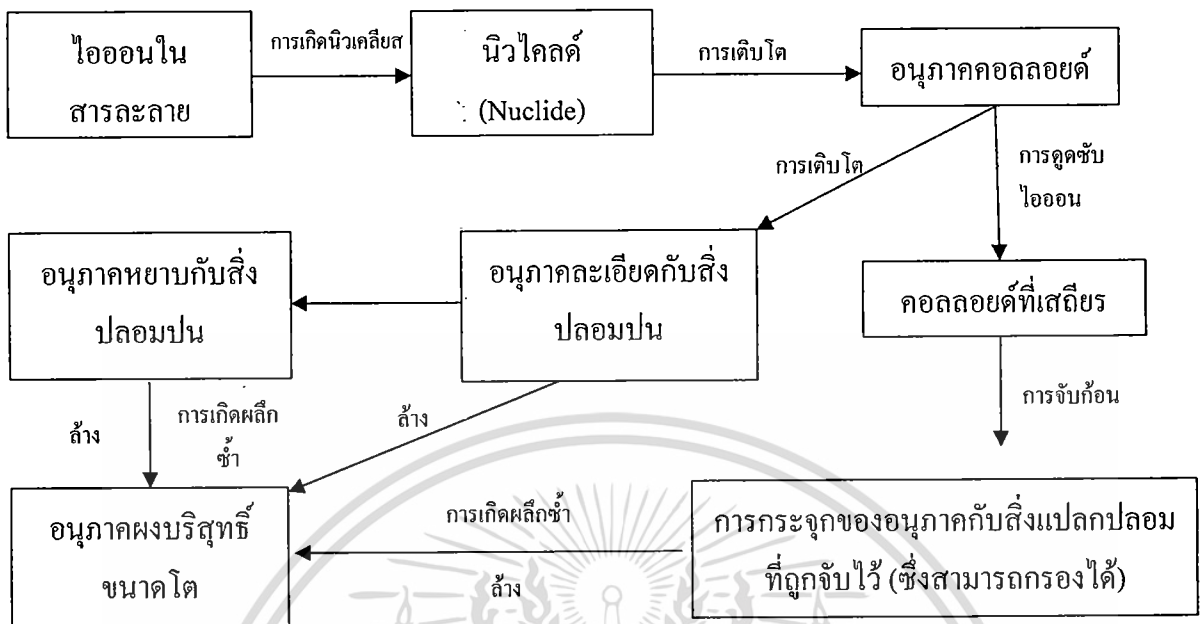
โดยทั่วไปแล้ว ถ้าระบบมีอัตราการเกิดนิวเคลียสที่สูง แต่มีอัตราการเติบโตที่ช้า อนุภาคของ ตะกอนที่ได้ออกมาจะมีขนาดเล็กตัวแปรสำคัญที่มีผลต่อความบริสุทธิ์และลักษณะทางกายภาพของ ตะกอนที่เตรียมได้ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น พีเอช และอัตราการผสมสารละลาย ส่วนสารที่ ตกตะกอนได้นี้จะมีความเหมาะสมหรือไม่เพียงใดนั้นขึ้นอยู่กับเงื่อนไขต่อไปนี้

1. สารนั้นต้องมีการละลายต่ำ (Low Solubility) เพื่อให้ตะกอนที่ได้เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์ และไม่เกิดการสูญเสียตะกอนไปในขณะที่ล้างตะกอน

2. สารที่ตกตะกอนได้ต้องมีความบริสุทธิ์สูง
3. ตะกอนที่ได้ต้องมีขนาดพอเหมาะเพื่อที่จะสามารถกรองออกได้ง่าย
4. สารที่ตกตะกอนได้ต้องไม่เกิดปฏิกิริยาเคมีขณะทำให้แห้งหรือขณะเผา และสารที่เตรียมได้ต้องมีส่วนประกอบที่แน่นอน

สำหรับการเตรียมสารนั้นต้องใช้สารที่มีสมบัติของการแยกตัวเป็นไอออนและการรวมตัวเพื่อเกิดสารใหม่ นั่นคือสารตัวหนึ่งต้องเป็นตัวให้อิเล็กตรอน และสารอีกตัวหนึ่งต้องเป็นตัวรับอิเล็กตรอน วิธีการตกตะกอนเป็นเทคนิคที่ถูกนำมาใช้ในการเตรียมผงเซรามิกอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน เนื่องจากสามารถทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและยังสามารถควบคุมสัณฐานวิทยา (Morphology) และการกระจายของขนาดอนุภาค (Particle Size Distribution) ได้เป็นอย่างดี แต่มีข้อเสียตรงที่จะต้องมีการแยกตะกอนออกจากสารละลาย การทำให้แห้งและการให้ความร้อนแก่ตะกอนเพื่อทำให้เกิดเป็นผงเซรามิกตามที่ต้องการ ซึ่งวิธีการทำให้แห้งและการแคลไซน์มักทำให้ตะกอนและผงเกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน (Agglomerate) ดังนั้นจึงนิยมทำให้สารที่เกาะกันเป็นกลุ่มก้อน แยกออกมาเป็นอนุภาคเดี่ยวๆ โดยการบด (Milling) ซึ่งในขั้นตอนนี้อาจเกิดการปนเปื้อนได้ จึงมีการพัฒนาโดย ultrasonic mixing แทนการบดเชิงกลซึ่งให้ขนาดอนุภาคที่เกิดขึ้นมีขนาดเล็กและสม่ำเสมอ

เทคนิคที่นิยมใช้ในการเตรียมผงเซรามิกโดยการตกตะกอนสารตั้งต้นที่อยู่ในรูปของเกลือด้วยการใช้สารช่วยตกตะกอนแล้วผ่านกระบวนการแคลไซน์เพื่อให้ได้เป็นสารประกอบออกไซด์ เรียกว่าเทคนิคการตกตะกอนร่วม ซึ่งเป็นวิธีการที่สามารถผสมสารให้เข้ากันในระดับอะตอมได้ โดยเริ่มจากการผสมสารละลายของโลหะที่ต้องการเตรียม หลังจากนั้นจึงเติมสารช่วยตกตะกอน เช่น กรดออกซาลิก กรดซิทริก และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เป็นต้น เนื่องจากสารประกอบของโลหะเหล่านี้มีความสามารถในการละลายต่ำ และจะเรียกชื่อของแต่ละเทคนิคตามชนิดของสารช่วยตกตะกอนที่ใช้ โดยขั้นตอนการตกตะกอน เป็นไปตามแผนภาพรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 แผนภาพการสังเคราะห์อนุภาคผงเซรามิกโดยวิธีการตกตะกอน

2.1.4.2 วิธีการทำปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-State Reaction) [10, 11]

วิธีการนี้เป็นวิธีที่นิยมใช้กันมากที่สุด เนื่องจากเตรียมได้ง่าย โดยการนำสารตั้งต้นที่อยู่ในสถานะของแข็งตามปริมาณที่ต้องการมาบดจนเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งอาจต้องใช้เครื่องเขย่าหรือเครื่องบดในการช่วยให้เข้ากัน หลังจากนั้นนำไปอบให้แห้ง แล้วเผาที่อุณหภูมิและเวลาตามที่กำหนดจะได้ผลิตภัณฑ์ของเซรามิกตามต้องการ แต่วิธีนี้มีข้อเสียคือ ผลผลิตที่ได้มักมีความบริสุทธิ์ต่ำ ได้สารเนื้อหยาบ ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน และอาจมีสารประกอบรูปอื่นๆ เจือปนจากสารตั้งต้นหรือจากชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการบด เช่น อะลูมินา เป็นต้น สิ่งเจือปนเหล่านี้จะมีผลกระทบต่อสมบัติต่างๆ ของสารที่ต้องการเตรียม โดยเฉพาะสมบัติทางไฟฟ้า

การเตรียมผงจากปฏิกิริยาสถานะของแข็งมีค่าใช้จ่ายน้อย แต่ผงที่สังเคราะห์ได้มักจะมีปัญหาเรื่องการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนโต ทำให้ต้องมีการบดย่อยลดขนาดอยู่เสมอ ถ้าการลดขนาดนั้นใช้ลูกบดก็ยิ่งทำให้ผงที่ได้ถูกปนเปื้อนมากขึ้น

2.1.4.3 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal Method) [10, 13, 14, 15]

วิธีไฮโดรเทอร์มอลเป็นวิธีการที่ได้รับความนิยมในระดับห้องปฏิบัติการสำหรับการเตรียมสารประกอบของออกไซด์อย่างง่าย ทำได้โดยการให้ความร้อนแก่สารตั้งต้นพวกเกลือของโลหะออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ หรือผงโลหะต่างๆ ที่อยู่ในรูปของสารละลาย หรือสารแขวนลอย ด้วยอุณหภูมิ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ 11 ใช้

และความดัน โดยใช้ น้ำ เป็นตัวกลาง หากเปลี่ยนตัวทำละลายเป็นชนิดอื่นก็จะมีชื่อเรียกแตกต่างกันไป เช่น โซลโวเทอร์มอล ไกลโคเทอร์มอล แอลกอฮอล์เทอร์มอล เป็นต้น ผงเซรามิกที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลนั้นจะไม่จำเป็นต้องผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ ทำให้ผงที่ได้มีลักษณะโดดเด่นเป็นพิเศษคือ มีความสม่ำเสมอทั้งองค์ประกอบทางเคมีและขนาดของอนุภาค (โดยทั่วไปจะมีขนาดประมาณ 10-12 นาโนเมตร) มีการกระจายตัวของอนุภาคแคบ ส่วนใหญ่เป็นพวกอนุภาคของผลึกเชิงเดี่ยว และเนื่องจากการสังเคราะห์สารจากวิธีไฮโดรเทอร์มอลนี้ต้องทำที่สภาวะอุณหภูมิและความดันที่สูง จึงทำให้ผงเซรามิกที่ได้ปราศจากน้ำ (Anhydrous Powder) โดยสิ่งที่จะต้องมีการควบคุมในระหว่างการทำปฏิกิริยาได้แก่ ค่าพีเอช อุณหภูมิ ประเภทของแหล่งกำเนิด และความเข้มข้นของสาร ที่เข้าทำปฏิกิริยากัน

การสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้น สามารถปรับเปลี่ยนได้หลากหลายสภาวะขึ้นอยู่กับรูปร่างและขนาดของผลึกที่ต้องการ โดยสภาวะที่สามารถปรับเปลี่ยนได้มีดังนี้

- สารตั้งต้น (Zinc Source) ได้แก่ ซิงค์ไนเตรต ซิงค์อะซิเตรต ซิงค์ซัลเฟต
- สารก่อผลึก ได้แก่ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH₄OH) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เอทานอล (C₂H₅OH) เมทานอล (CH₃OH)
- สารตัวเติม ได้แก่ พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) ซิทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) พอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP)
- อุณหภูมิ อยู่ในช่วง 80 ถึง 250 องศาเซลเซียส
- ค่าพีเอช อยู่ในช่วง พีเอช 8 ถึง 12

โดยตัวอย่างงานวิจัยการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล มีดังนี้

C.H. Lu และคณะ [16] ได้ทำการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์สำเร็จโดยการใช้ซิงค์ไนเตรตและแอมโมเนียเป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีอุณหภูมิมากกว่าหรือเท่ากับ 100 องศาเซลเซียส โดยผลการทดลองพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิการทำปฏิกิริยา มีผลต่อขนาดและปริมาณของซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้น และการปรับแก้ค่าพีเอชของสารละลายจาก 9 เป็น 12 รูปร่างผลึกของซิงค์ออกไซด์จะเปลี่ยนจากผลึกทรงรีเป็นผลึกแบบแท่ง

H. Wei และคณะ [17] ได้ทำการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์แบบแท่งโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลโดยใช้ซิงค์ไฮดรอกไซด์ (Zn(OH)₂) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาในสารละลายแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียสผลการทดลองพบว่าผลึกซิงค์ออกไซด์แบบแท่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 60-120 นาโนเมตร และมีความยาวในช่วง 200-400 นาโนเมตรและมีทิศทางการโตในแนวแกน *c* ซึ่งเป็นทิศทางที่มีอัตราการโตเร็วที่สุด

Q. Li และคณะ [18] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แบบแท่ง โดยการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิการทำปฏิกิริยาระหว่าง 92-98 องศาเซลเซียสพบว่าเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งนาโน มีขนาดเพิ่มจากช่วง 100-300 นาโนเมตร เป็น 500-700 นาโนเมตร ในขณะที่อุณหภูมิมีผลต่อค่าพีเอชของระบบสารละลาย คือ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นค่าพีเอชจะลดลงจาก 5.60 เป็น 5.35

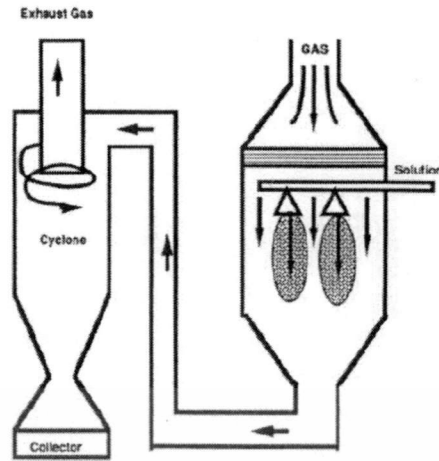
B. Cheng และคณะ [19] ได้ทำการศึกษาอัตราส่วนระหว่างความยาวต่อความกว้างของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์แบบแท่งโดยวิธีการสังเคราะห์แบบไฮโดรเทอร์มอล ของสารละลายระหว่างซิงค์อะซิเตรต ไคไฮเดรตและโซเดียมไฮดรอกไซด์ในเมทานอล เอทานอล โดยทำการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลาย ผลการศึกษาพบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนซิงค์ออกไซด์แบบแท่งที่เตรียมได้ในเมทานอลมีขนาด 25 นาโนเมตร ความยาว 100 นาโนเมตร ในขณะที่เส้นผ่านศูนย์กลางของนาโนซิงค์ออกไซด์แบบแท่งที่เตรียมได้ในเอทานอลมีขนาด 40 นาโนเมตร และความยาว 500 นาโนเมตร

2.1.4.4 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray-Drying Method) [10, 11]

วิธีการทำให้แห้งแบบละอองเป็นวิธีที่สังเคราะห์ผงเซรามิกจากของเหลวหรือสารแขวนลอย โดยวิธีการทำให้แห้งแบบละอองนี้ต้องอาศัยเครื่องทำละออง (Atomizer) ช่วยทำให้สารละลายแตกกลายเป็นละอองหยดเล็กๆ พร้อมกับฉีดผ่านเข้าไปในห้องอบที่ร้อนจัด เพื่อให้ของเหลวในหยดละอองระเหยตัวออกไปอย่างรวดเร็ว จากนั้นจึงกักเก็บอนุภาคผงที่ได้ซึ่งปกติจะเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาค

ปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อผงที่สังเคราะห์ได้โดยวิธีนี้ได้แก่รูปแบบของตัวทำละออง ความสัมพันธ์ระหว่างการไหลของลมร้อนกับลักษณะการเคลื่อนที่ของละอองในห้องอบแห้ง ซึ่งจะเป็นสิ่งกำหนดความเร็วในการระเหยของสารละลายและความชื้นตกค้างในอนุภาค ซึ่งจะส่งผลให้รูปร่างของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีหลายรูปแบบ

การเตรียมผงโดยวิธีนี้ ส่วนใหญ่จะใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย ข้อดีของการใช้น้ำคือ มีความปลอดภัยสูง การสังเคราะห์มีต้นทุนต่ำ ใช้งานได้สะดวก นอกจากนี้เกลือของโลหะยังสามารถละลายน้ำได้ดีอีกด้วย แต่ในการสังเคราะห์ผงบางชนิดที่ทำปฏิกิริยากับน้ำนั้น ต้องใช้แอลกอฮอล์มาเป็นตัวทำละลายแทนน้ำ โดยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง มีแผนผังดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 แผนผังการทำแห้งแบบระเหย

2.1.4.5 วิธีระเหยแห้ง (Evaporation Method) [13]

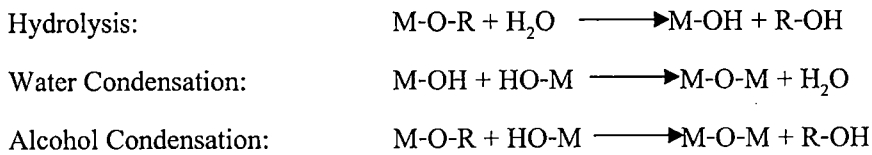
การสังเคราะห์ผงโดยวิธีการนี้ต้องอาศัยการระเหยสารที่เป็นตัวทำละลาย หรือสารที่ไม่ต้องการให้ออกไป จนเหลือแต่ตะกอนของสารที่ต้องการเท่านั้น โดยอาศัยการนำสารละลายของโลหะต่างๆ ที่ต้องการมาผสมกัน ซึ่งส่วนผสมเหล่านี้จะเกิดการผสมกันในระดับ โมเลกุล เพราะสารทั้งหมดอยู่ในเฟสเดียวกัน เมื่อให้ความร้อนแก่สารละลายผสมจนถึงอุณหภูมิที่พอเหมาะช่วงหนึ่ง จะสามารถกำจัดตัวทำละลายหรือสารที่ไม่ต้องการออกไปได้ เหลือไว้แต่เพียงตะกอนของสารที่ยังคงมีส่วนผสมในระดับ โมเลกุลเหมือนเดิม

2.1.4.6 วิธีโซล-เจล (Sol-Gel Method) [11, 13, 20]

การสังเคราะห์ผงโดยวิธีโซล-เจลนี้ทำได้โดยใช้สารตั้งต้นที่อยู่ในรูปของสารละลายซึ่งผสมเข้ากันได้เป็นอย่างดีและสามารถทำปฏิกิริยากันในระดับ โมเลกุล โมเลกุลที่เป็นสายโซ่ยาวจึงสามารถเกิดขึ้นได้ หรือสามารถเกิดอนุภาคที่มีขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ในของเหลวที่เรียกว่า โซล(Sol) หลังจากนั้นเมื่อสารละลายมีความเข้มข้นเพิ่มขึ้น สารละลายจะมีความหนืดมากขึ้นจนกลายเป็นสารกึ่งแข็งกึ่งเหลวที่เรียกว่า เจล (Gel) จากนั้นนำเจลที่ได้ไปทำให้แห้งสนิทโดยการอบแห้ง แล้วบดให้เป็นผงละเอียดก่อนที่จะนำไปเผาเคลือบต่อไป ณ อุณหภูมิที่เหมาะสม

ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ ไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) การควบแน่นด้วยน้ำ (Water Condensation) และ การควบแน่นด้วยแอลกอฮอล์ (Alcohol Condensation) ดังสมการ มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ พีเอช ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วน โมลของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในสภาวะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและโครงสร้างต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ 14 ใช้



เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Si, Zr, Al, Sn, Ce และ OR แทนหมู่แอลคิล

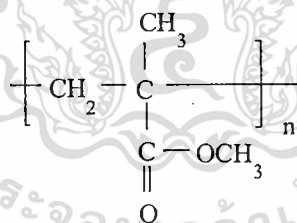
ข้อดีของวิธีโซล-เจล คือ พงที่ได้จากวิธีนี้มีขนาดเล็ก อยู่ในช่วงประมาณ 20-50 นาโนเมตร และมีความบริสุทธิ์สูงมาก และเนื่องจากการรวมตัวกันทุกโมเลกุลเป็นเนื้อเดียวกันของสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์ ทำให้เจลมีพื้นที่ผิวมา ส่งผลให้การตกผลึกและการซินเตอร์ทำได้อุณหภูมิไม่สูงมากนัก แต่ข้อเสียของวิธีนี้คือ สารตั้งต้นที่นำมาใช้มักมีราคาสูง และวิธีการนี้ค่อนข้างยุ่งยากกว่าวิธีปฏิบัติวิธานะของแข็งอยู่มาก

2.2 พอลิเมอร์อะคริลิก (Acrylic Polymers)

พอลิเมอร์อะคริลิก หมายถึงพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของอะคริลิกแอซิด และอนุพันธ์ของอะคริลิกแอซิด ซึ่งมีทั้งเมทาคริลิกแอซิดและเอสเทอร์ของอะคริลิกแอซิด (Acrylate Esters) อะคริโลไนไตรล์ อะคริลาไมด์ รวมทั้งพอลิเมอร์ร่วมที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาของมอนอเมอร์เหล่านี้ด้วย

2.2.1 พอลิเมทิลเมทาคริเลต (Poly (Methyl Methacrylate), PMMA) [21, 22, 23]

พอลิเมทิลเมทาคริเลต เป็นพอลิเมอร์ที่อยู่ในกลุ่มของอะคริลิกพอลิเมอร์ มีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังแสดงดังรูปที่ 2.3

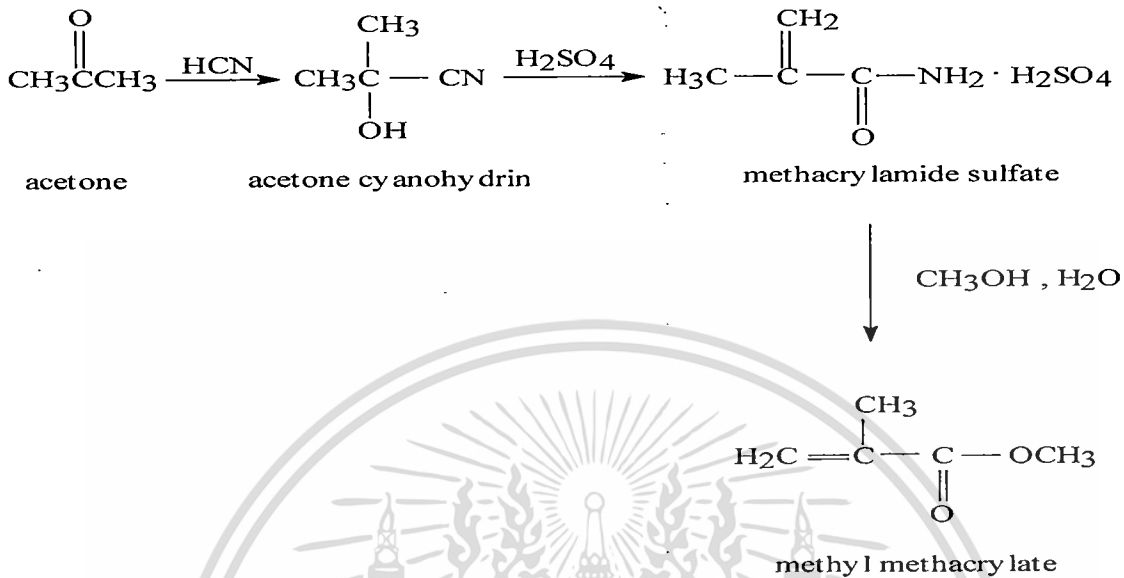


รูปที่ 2.4 โครงสร้างทางเคมีของพอลิเมทิลเมทาคริเลต

มอนอเมอร์ที่ใช้ในการเตรียม

เมทิลเมทาคริเลต (Methyl methacrylate, MMA) เป็นมอนอเมอร์ที่มีลักษณะเหลวใส ระเหยง่าย มีกลิ่นเหม็น มีจุดเดือดอยู่ที่ประมาณ 101 °C จุดหลอมเหลวเท่ากับ 48.2 °C สามารถละลายน้ำได้เล็กน้อย และละลายได้ดีในสารละลายอินทรีย์ เป็นมอนอเมอร์ที่ทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้รวดเร็วด้วยแสง ความร้อน การฉายรังสีและตัวเร่งปฏิกิริยา มอนอเมอร์ชนิดนี้มีกระบวนการเตรียมหลายขั้นตอน เริ่มด้วยการใช้อะซิโตนเป็นวัตถุดิบ เปลี่ยนอะซิโตนเป็นอะซิโตนไซยาโนไฮไดริน แล้วเติมกรดซัลฟิวริก

เข้มข้นที่ 100 °C จากนั้นนำผลผลิตที่ได้ผ่านลงไปยังสารละลายเมทานอล (มีน้ำเป็นตัวทำละลาย) ได้เป็นเมทิลเมทาคริเลต ซึ่งสามารถสรุปปฏิกิริยาทั้งหมดดังแสดงในรูปที่ 2.5



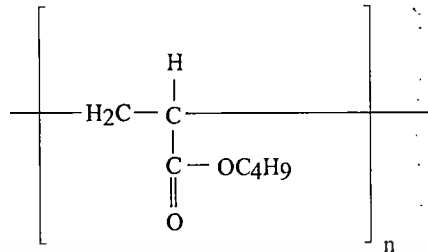
รูปที่ 2.5 แผนภาพปฏิกิริยาการสังเคราะห์เมทิลเมทาคริเลต

สมบัติและการนำไปใช้ประโยชน์ของพอลิเมทิลเมทาคริเลต

พอลิเมทิลเมทาคริเลตเป็นพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมพลาสติก มีโครงสร้างของสายโซ่โมเลกุลแบบอะแทกติก (Atactic) ทำให้มีการจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบ มีโครงสร้างที่เป็นอสัณฐาน (Amorphous Polymer) มีสมบัติเด่นในด้านความโปร่งใสที่เหมือนแก้ว (ความโปร่งใส 92% ของแก้วซึ่งเป็นสารอินทรีย์) มีความมันเงาสูง ค่าดัชนีการหักเหแสงเท่ากับ 1.49 มีลักษณะที่แข็งแต่เปราะแตกง่าย มีอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass Transition Temperature, Tg) เท่ากับ 105 องศาเซลเซียส มีความหนาแน่นเท่ากับ 1.19 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร พอลิเมทิลเมทาคริเลตมีสมบัติเชิงกลที่ดี มีความทนทานต่อสภาวะอากาศสูง ดูดซึมน้ำได้ต่ำ สึกกร่อนยาก ด้านทานรังสีอัลตราไวโอเล็ตได้ดี แต่มีความต้านทานต่อสารเคมีต่ำ พอลิเมอร์ชนิดนี้สามารถละลายได้ในตัวทำละลายได้หลายชนิด ได้แก่ เบนซีน โทลูอิน คลอโรฟอร์ม เอทิลีนคลอไรด์และเอทิลอะซิเตต เป็นต้น แต่ไม่สามารถทนทานต่อน้ำและสารอินทรีย์ทั่วไปได้เป็นอย่างดี รวมทั้งกรดอ่อนและเบสอ่อน เนื่องจากสมบัติที่ใสเหมือนแก้ว จึงมีการใช้กันอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น ส่วนประกอบของรถยนต์ ส่วนประกอบของเครื่องบิน ประตูห้องน้ำ หน้าต่าง หลังคาที่ให้แสงผ่าน แผ่นป้ายโฆษณา ตู้ปลา เลนส์ แวนตา โคมไฟ เป็นต้น

2.2.2 พอลิบิวทิลอะคริเลต (Poly(Butyl Acrylate, PBA) [24, 25]

พอลิบิวทิลอะคริเลต เป็นพอลิเมอร์ที่อยู่ในกลุ่มของอะคริลิกพอลิเมอร์ มีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 โครงสร้างทางเคมีของพอลิบิวทิลอะคริเลต

มอนอเมอร์ที่ใช้ในการเตรียม

บิวทิลอะคริเลต เป็นมอนอเมอร์ที่มีลักษณะเหลวใส ระเหยง่าย มีกลิ่นเหม็น มีจุดเดือดอยู่ที่ประมาณ 145 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลวเท่ากับ -64 องศาเซลเซียส สามารถละลายน้ำได้เล็กน้อย และละลายได้ดีในสารละลายอินทรีย์ เป็นมอนอเมอร์ที่ทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้รวดเร็วด้วยแสง ความร้อน การฉายรังสีและตัวเร่งปฏิกิริยา มอนอเมอร์ชนิดนี้มีกระบวนการเตรียมหลายขั้นตอนเริ่มด้วยการใช้บิวทิลแอลกอฮอล์ เมทิลอะคริเลต ไฮโดรควิโนน โทลูอินซิลโฟนิกแอซิดเป็นวัตถุดิบ โดยผ่านการกลั่นที่อุณหภูมิ 62-63 องศาเซลเซียส ที่อุณหภูมินี้เมทานอลและ เมทิลอะคริเลตจะถูกแยกออกมา หลังจากนั้น บิวทิลอะคริเลตก็จะถูกแยกตามมา

นอกจากนี้บิวทิลอะคริเลตอาจถูกแยกได้ด้วยกระบวนการเอสเทอร์รีฟิเคชันและแอลกอฮอล์ไลซิสของเมทิลหรือเอทิลอะคริเลตด้วยก็ได้

สมบัติและการนำไปใช้ประโยชน์ของพอลิบิวทิลอะคริเลต

พอลิบิวทิลอะคริเลต มีโครงสร้างที่เป็นอสัณฐาน (Amorphous Polymer) มีค่าดัชนีการหักเหแสงเท่ากับ 1.466 มีลักษณะที่อ่อนและเหนียว มีอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass Transition Temperature, Tg) เท่ากับ -55 องศาเซลเซียส มีความหนาแน่นเท่ากับ 1.087 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร พอลิบิวทิลอะคริเลตประกอบด้วยพันธะคู่และหมู่คาร์บอนิลจึงนิยมใช้ในการเตรียมเป็นพอลิเมอร์ร่วมกับมอนอเมอร์อื่นๆเช่น อะคริลิกแอซิด เมทาอะคริเลต อะคริโลไนไตร เป็นต้น นอกจากนี้ บิวทิลอะคริเลตถูกใช้ในงานด้านการเคลือบ ด้านกาว โดยเป็นตัวช่วยในการกระจายตัวของสี น้ำหมึก และกาว

120451

2.2.3 โคพอลิเมอร์ [26, 27]

โคพอลิเมอร์ คือ พอลิเมอร์ที่เกิดจากมอนอเมอร์ 2 ชนิด หรือมากกว่า 2 ชนิด โดยกระบวนการเตรียมโคพอลิเมอร์โดยใช้มอนอเมอร์ 2 ชนิดหรือมากกว่านี้ เรียกว่า โคพอลิเมอไรเซชัน (Copolymerization)

2.2.3.1 ประเภทของโคพอลิเมอร์

โคพอลิเมอร์ สามารถจำแนกออกเป็นชนิดต่างๆ ตามลักษณะการจัดเรียงตัวของหน่วยที่ซ้ำๆ กัน ในโมเลกุลออกเป็น 4 ประเภทคือ

1. โคพอลิเมอร์แบบสุ่ม (Random Copolymer) คือ โคพอลิเมอร์ประกอบด้วยมอนอเมอร์ A และมอนอเมอร์ B ในสัดส่วนต่างๆ ตามแต่จำนวนมอนอเมอร์จะเข้าทำปฏิกิริยา



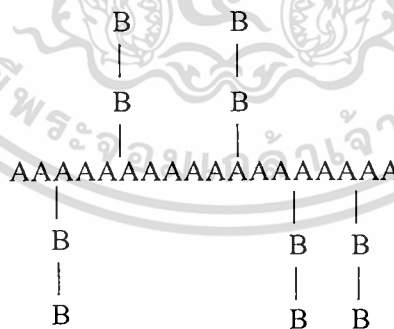
2. โคพอลิเมอร์แบบสลับ (Alternate Copolymer) คือ โคพอลิเมอร์จะประกอบด้วยมอนอเมอร์ A และ มอนอเมอร์ B เรียงสลับกันไป



3. บล็อกโคพอลิเมอร์ (Block Copolymer) คือ การสลับกันด้วยจำนวนมอนอเมอร์ชนิดเดียวกันมากกว่า 1 ตัวขึ้นไป



4. กราฟต์โคพอลิเมอร์ (Graft Copolymer) เป็นโคพอลิเมอร์ชนิดที่แกนหลักเป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งกิ่งก้านเป็นพอลิเมอร์อีกชนิดหนึ่ง



2.2.3.2 ปฏิกิริยาสังเคราะห์โคพอลิเมอร์และจลนพลศาสตร์

ในการสังเคราะห์โคพอลิเมอร์ถึงแม้ว่าจะใช้มอนอเมอร์ต่างชนิดกันโดยให้อัตราส่วนของมอนอเมอร์เป็น 1:1 จะไม่ทำให้โคพอลิเมอร์ที่ได้มีอัตราส่วนของแต่ละมอนอเมอร์ในสายโซ่โมเลกุลของโคพอลิเมอร์เป็น 1:1 ด้วย นอกจากนี้การจัดตัวของมอนอเมอร์อาจอยู่ในลักษณะต่างกัน โดยไม่ขึ้นกับอัตราส่วนของมอนอเมอร์ที่ใส่เข้าไปตอนเริ่มปฏิกิริยา มอนอเมอร์ต่างชนิดกันจะมีแนวโน้มที่เกิดเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรณ 18 ใช้

เป็นโคพอลิเมอร์ต่างกัน โดยขึ้นอยู่กับความว่องไวของมอนอเมอร์แต่ละชนิด มอนอเมอร์บางชนิดมีความว่องไวในการเกิดเป็นโคพอลิเมอร์มากกว่าเกิดเป็นโฮโมพอลิเมอร์

สมการ โคพอลิเมอร์ต่อไปนี้จะคิดจากกลไกอนุพลีอิสระ ดังนั้น โคพอลิเมอร์ที่ได้จะมี 2 แบบ ได้แก่ แบบสลับและแบบสุ่ม

ถ้าให้ M_1 และ M_2 เป็นมอนอเมอร์

mM_1 และ mM_2 เป็นอนุพลีอิสระที่ลงท้ายด้วย M_1 และ M_2

กำหนดให้อัตราส่วนของมอนอเมอร์ในโคพอลิเมอร์ = M_1/M_2 และอัตราส่วนของมอนอเมอร์ในปฏิกิริยาตอนเริ่มต้น = $m_1/m_2 = r_x$

ดังนั้น ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในขั้นแผ่ขยายโซ่จะมีโอกาสเกิดได้ 4 แบบ ดังนี้

ปฏิกิริยา	อัตรา	
$-M_1 \cdot + M_1 \rightarrow M_1 M_1 \cdot$	$k_{11}[M_1 \cdot][M_1]$	สมการที่ 2.1
$-M_1 \cdot + M_2 \rightarrow M_1 M_2 \cdot$	$k_{12}[M_1 \cdot][M_2]$	สมการที่ 2.2
$-M_2 \cdot + M_1 \rightarrow M_2 M_1 \cdot$	$k_{21}[M_2 \cdot][M_1]$	สมการที่ 2.3
$-M_2 \cdot + M_2 \rightarrow M_2 M_2 \cdot$	$k_{22}[M_2 \cdot][M_2]$	สมการที่ 2.4

โดยสมการ 2.1 และ 2.4 แสดงถึงการเกิดโฮโมพอลิเมอร์ ส่วนสมการ 2.2 และ 2.3 แสดงถึงการเกิดโคพอลิเมอร์ และค่า k คือค่าคงที่อัตราการเกิดปฏิกิริยา และอัตราของ M_1 ที่เข้าทำปฏิกิริยาในระยะเริ่มแรกหาได้จากอัตราการหายไปของ M_1 ที่เข้าไปอยู่ในพอลิเมอร์ในสมการที่ 2.1 และ 2.3 ในทำนองเดียวกันอัตราของ M_2 ที่เข้าทำปฏิกิริยาหาได้จากอัตราการหายไปของ M_2 ที่เข้าไปอยู่ในพอลิเมอร์ในสมการ 2.2 และ 2.4 เขียนเป็นสมการได้ดังนี้

$$\frac{-d[M_1]}{dt} = k_{11}[M_1 \cdot][M_1] + k_{21}[M_2 \cdot][M_1] \quad \text{สมการที่ 2.5}$$

$$\frac{-d[M_2]}{dt} = k_{12}[M_1 \cdot][M_2] + k_{22}[M_2 \cdot][M_2] \quad \text{สมการที่ 2.6}$$

อัตราการหายไปของมอนอเมอร์ M_1/M_2 คือองค์ประกอบของโคพอลิเมอร์มีค่าเท่ากับ

$$\frac{d[M_1]}{d[M_2]} = \frac{[M_1](k_{11}[M_1 \cdot] + k_{21}[M_2 \cdot])}{[M_2](k_{12}[M_1 \cdot] + k_{22}[M_2 \cdot])} \quad \text{สมการที่ 2.7}$$

เนื่องจากสมการ 2.7 มีความเข้มข้นของฟรีแรดิคคอล $M_1 \cdot$ และ $M_2 \cdot$ รวมอยู่ด้วย ซึ่งความเข้มข้นของฟรีแรดิคคอล วัดได้ยากมากในทางปฏิบัติ จึงพยายามจัดทอความเข้มข้นฟรีแรดิคคอล

เอกลักษณะเป็นเอกลักษณ์ของสารประกอบอินทรีย์บางชนิดเพื่อใช้ในการศึกษาหาความสัมพันธ์ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ 19 ใช้

$$[M_1 \cdot] = \frac{k_{21}[M_2][M_1]}{k_{12}[M_2]}$$

สมการที่ 2.8

กำหนดให้ $k_{11}/k_{12} = r_1$ และ $k_{22}/k_{21} = r_2$ แทนสมการ 2.8 ลงใน 2.7 จะได้

$$\frac{d[M_1]}{d[M_2]} = \frac{[M_1](r_1[M_1] + [M_2])}{[M_2]([M_1] + r_2[M_2])}$$

สมการที่ 2.9

โดยค่า r_1 และ r_2 เรียกว่า Reactivity Ratios แสดงถึงอัตราส่วนค่าคงที่ของปฏิกิริยาที่มอนอเมอร์ชนิดหนึ่งทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ชนิดเดียวกัน แล้วหารด้วยค่าคงที่อัตราของปฏิกิริยาที่มอนอเมอร์ชนิดนั้นทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ต่างชนิดกัน ค่านี้มีความสำคัญมากเพราะนำไปคำนวณหาองค์ประกอบของมอนอเมอร์ในโคพอลิเมอร์ และเมื่อพิจารณา ค่า reactivity ratio จะพบว่า

ก. กรณี $r_1 = r_2 = 0$ และ $k_{11} = k_{22} = 0$ จะพบว่า M_1 ไม่ชอบทำปฏิกิริยากันเองและมอนอเมอร์ M_2 ไม่ชอบทำปฏิกิริยากันเอง แต่ชอบรวมกับมอนอเมอร์ต่างชนิดกันและเนื่องจาก $k_{11} = k_{22} = 0$ กรณีเช่นนี้ โคพอลิเมอร์ที่เกิดขึ้นเป็นแบบสลับอย่างสมบูรณ์

ข. กรณีที่ r_1 มีค่าคงที่ ส่วน $r_2 = k_{22}/k_{21} = 0$ ดังนั้น $r_1 r_2 = 0$ ในกรณีนี้ M_2 ไม่ชอบทำปฏิกิริยากับ M_2 แต่ชอบทำปฏิกิริยากับ M_1 และ M_1 ชอบทำปฏิกิริยากับ M_2 โอกาสที่จะเกิดโคพอลิเมอร์แบบสลับมีมากขึ้น

ค. กรณี $r_1 = 1/r_2$ หรือ $r_1 r_2 = 1$ และ $k_{11}/k_{12} = k_{21}/k_{22}$ กรณีนี้เป็นโคพอลิเมอร์แบบอุดมคติหมายความว่าอนุโมลอิสระทั้งสองแสดงความชอบที่จะเข้าทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ต่างชนิดได้พอๆกัน การกระจายของมอนอเมอร์ในโซ่เป็นการสุ่มอย่างแท้จริง แต่องค์ประกอบในโคพอลิเมอร์จะไม่เท่ากับองค์ประกอบของมอนอเมอร์ที่ใส่ตอนเริ่มต้น

ง. กรณี $r_1 = r_2 = 1$ หมายความว่ามอนอเมอร์ทั้ง 2 มีความว่องไวเท่ากัน กรณีนี้ $k_{11}/k_{12} = k_{22}/k_{21} = 1$ โอกาสที่มอนอเมอร์ทั้งสองชนิดจะรวมกับชนิดอื่นๆหรือรวมตัวกับตัวเองมีค่าเท่ากัน โคพอลิเมอร์ไม่เพียงแต่จะมีการกระจายอย่างสมบูรณ์แต่องค์ประกอบในโคพอลิเมอร์ยังเท่ากับค่าความเข้มข้นของมอนอเมอร์เริ่มต้นและเป็นเช่นนั้นตลอดการสังเคราะห์

จ. กรณี r_1 และ r_2 มีค่าใกล้เคียงกัน และ $r_1 r_2 = 1$ พอลิเมอร์มีแนวโน้มเกิดเป็นแบบสุ่ม

ฉ. กรณี $r_1 > 1$ และ $r_2 > 1$ และ $k_{11} \gg k_{12}$, $k_{22} \gg k_{21}$ หมายความว่า มอนอเมอร์ M_1 ชอบทำปฏิกิริยากับ M_1 และมอนอเมอร์ M_2 ชอบทำปฏิกิริยากับ M_2 จึงเกิดเป็นโฮโมพอลิเมอร์ 2 สายโซ่ ไม่เกิดเป็นโคพอลิเมอร์ระหว่างมอนอเมอร์ 2 ชนิดนั้น หรือโคพอลิเมอร์แบบกลุ่ม

2.2.4 เทคนิคการสังเคราะห์พอลิเมอร์ [26]

เทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยทั่วไป แบ่งเป็น 4 เทคนิคด้วยกัน คือ

1. เทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์ (Bulk Polymerization)

เทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบบัลค์เป็นกระบวนการที่ง่ายที่สุด โดยการสังเคราะห์พอลิเมอร์มีเพียงมอนอเมอร์และตัวเริ่มต้นเท่านั้น ผลผลิตที่ได้จึงมีสิ่งเจือปนอยู่น้อยที่สุด แต่ปัญหาของกระบวนการนี้คือเมื่อปฏิกิริยาคำเนินไป ความหนืดของระบบอาจเพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับความหนืดของมอนอเมอร์ และเกิดการคายความร้อนสูง ทำให้เกิดการย่อยสลายของสายโซ่ได้

2. เทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย (Solution Polymerization)

การเกิดพอลิเมอร์โดยเทคนิคแบบสารละลายนี้ สามารถแก้ปัญหาของเทคนิคแบบบัลค์ได้ เนื่องจากตัวทำละลายจะทำหน้าที่ระบายและส่งผ่านความร้อนในระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ตัวทำละลายทำให้ความหนืดลดลง การควบคุมความร้อนทำได้ง่ายเมื่อเทียบกับแบบบัลค์ แต่การใช้ตัวทำละลายทำให้เกิดปัญหาการถ่ายโอนสายโซ่ และตัวทำละลายยังปนเปื้อนอยู่ในพอลิเมอร์ทำให้สมบัติเปลี่ยนไป

3. เทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอย (Suspension Polymerization)

เทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอยนี้ จะทำโดยการให้มอนอเมอร์แขวนลอยเป็นหยดเล็กๆ มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 50-500 ไมโครเมตร (ขนาดใหญ่กว่าเทคนิคอิมัลชัน) ในของเหลวที่ไม่ว่องไวต่อปฏิกิริยา เช่น น้ำ หยดของพอลิเมอร์จะถูกปั่นกววนอย่างรวดเร็ว เพื่อป้องกันการเกาะกันเป็นก้อน และอาจมีการเติมสารคงสภาพ (Dispersants) ด้วย โดยสารคงสภาพจะละลายปนอยู่ในชั้นน้ำ เพื่อป้องกันการเกิดเป็นเจลของพอลิเมอร์ มอนอเมอร์ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ควรเกิดผ่านกลไกอนุมูลอิสระและละลายในน้ำได้น้อยมาก พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นเม็ดกลมๆ คล้ายไข่มุก บางครั้งจึงเรียกรูปแบบนี้ว่า Pearl Polymerization

4. เทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน (Emulsion Polymerization)

เทคนิคนี้ได้รับการพัฒนามาจากวิธีแบบแขวนลอย ใช้มากในอุตสาหกรรม โดยเฉพาะพอลิเมอร์ที่เกิดผ่านกลไกอนุมูลอิสระ วิธีนี้ต่างจากแบบแขวนลอยตรงที่ตัวเริ่มต้นไม่ละลายในมอนอเมอร์แต่ละลายในตัวกลาง ซึ่งโดยส่วนใหญ่ คือ น้ำ แล้วแพร่เข้าไปในหยดมอนอเมอร์ ขนาดของหยดมอนอเมอร์จะมีขนาดเล็กกว่าแบบแขวนลอย คืออยู่ในช่วง 0.05-5 ไมโครเมตร ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นของระบบจะคล้ายน้ำนม อนุภาคในระบบอิมัลชันไม่ตกตะกอนทันทีที่หยุดปั่นกววนเพราะสารลดแรงตึงผิวซึ่งอยู่บนผิวอนุภาคของพอลิเมอร์ถูกล้อมรอบด้วยโมเลกุลของน้ำ จึงเรียกลักษณะของพอลิเมอร์ที่ได้ว่า ลาเท็กซ์ (Latex)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนํามาใช้

2.3 วัสดุประกอบนาโน (Nanocomposite) [28, 29]

วัสดุนาโนเป็นวัสดุที่สามารถเป็นได้ทั้ง โลหะ เซรามิก พอลิเมอร์และคอมโพสิต ซึ่งถูกสังเคราะห์ขึ้นมาโดยการตัดแปลงการจัดเรียงตัวของ อะตอมหรือโมเลกุลให้มีช่วงขนาด 0.1-100 นาโนเมตร โดยมีการเติมวัสดุที่เป็นองค์ประกอบอย่างน้อยหนึ่งชนิดที่เป็นของแข็งขนาดเล็กมากในช่วงนาโนเมตรลงไป ในเมทริกซ์หลัก อาจอยู่ในสถานะที่เป็นได้ทั้งอสัณฐาน กึ่งผลึก หรือผลึก โดยองค์ประกอบหลักของวัสดุประกอบคือ

1. ส่วนเสริมแรง (Reinforcement) คือส่วนที่เป็นโครงสร้างที่ให้ความแข็งแรงแก่วัสดุประกอบ วัสดุที่เป็นส่วนเสริมแรงนี้อาจเป็นได้ทั้ง เส้นใย (Fiber) อนุภาค (Particle) หรือแผ่น (Laminate)

2. เมทริกซ์ (Matrix) เป็นวัสดุที่ทำหน้าที่ยึดส่วนเสริมแรงเข้าด้วยกัน ให้อยู่ในตำแหน่งและการเรียงตัวที่กำหนด โดยจะล้อมรอบด้วยส่วนเสริมแรงเพื่อป้องกันส่วนเสริมแรงจากการเสียหายเนื่องจากสิ่งแวดล้อม เช่น อุณหภูมิสูง ความชื้น เป็นต้น มักมีความแข็งแรงน้อยกว่าส่วนเสริมแรง เมทริกซ์เป็นองค์ประกอบที่มีความต่อเนื่อง (Continuous Phase) จะทำหน้าที่เป็นตัวกลางถ่ายเทแรงที่ได้รับ (Load Transfer Medium) ไปสู่ส่วนเสริมแรง เมทริกซ์ที่นิยมใช้ในปัจจุบันได้แก่

- พอลิเมอร์ เรียกวัสดุประกอบชนิดนี้ว่า “Polymer Composites” สามารถใช้ได้ทั้ง พอลิเมอร์เทอร์โมพลาสติก และเทอร์โมเซต
- โลหะ เรียกวัสดุประกอบชนิดนี้ว่า “Metal Composites”
- เซรามิกส์ เรียกวัสดุประกอบชนิดนี้ว่า “Ceramic Composites”

2.3.1 การแบ่งชนิดของวัสดุประกอบ (Classification of Composites)

มีการแบ่งชนิดวัสดุประกอบในหลายแบบ อาจแบ่งชนิดคอมโพสิตตามลักษณะส่วนเสริมแรงสามารถแบ่งได้ดังนี้

1. วัสดุประกอบแบบเส้นใย (Fibrous Composites) คือวัสดุประกอบที่มีส่วนเสริมแรงเป็นเส้นใย (Fibers) อาจเป็นเส้นใยสั้น (Short Fibers) หรือเส้นใยยาวต่อเนื่อง (Continuous Fibers) มักเป็นเส้นใยขนาดเล็ก มีความแข็งแรงและมอดูลัสสูง ทำให้วัสดุประกอบมีความแข็งแรงตามแนวการเรียงตัวของเส้นใยสูงกว่าแนวอื่นๆ

2. วัสดุประกอบแบบแผ่นหรือลามิเนต (Laminar Composites) คือวัสดุประกอบที่ประกอบด้วยชั้นหรือแผ่นของวัสดุที่ยึดติดกันด้วยตัวเชื่อมเมทริกซ์ มีลักษณะเป็นชั้นๆ คล้ายแซนวิช (Sandwich) เป็นโครงสร้างคล้ายรังผึ้ง (Honeycomb)

3. วัสดุประกอบแบบเป็นก้อน (Particulate Composites) คือวัสดุประกอบที่มีส่วนเสริมแรงเป็นเม็ด (Beads) แผ่น (Flake) หรือผง (Powder) ที่มีขนาดเล็ก (มักมีขนาดเล็กกว่า 1 ไมครอน)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการ 22 ไปใช้

นอกจากนี้ สามารถแบ่งชนิดของวัสดุประกอบได้ตามลักษณะการเกิดของวัสดุประกอบ คือ

1. วัสดุประกอบจากธรรมชาติ (Natural Composites) คือวัสดุประกอบที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ เช่น ไม้ (Wood) ฟัน (Teeth) และกระดูก (Bone) ไม้เป็นวัสดุประกอบของเส้นใยเซลลูโลส (Cellulose) เป็นส่วนเสริมแรง โดยมีสารจำพวกลิกนิน (Lignin) เป็นเมทริกซ์ยึดเซลลูโลสไว้ด้วยกัน ส่วนกระดูกและฟันเป็นคอมโพสิตของผลึกแข็งอนินทรีย์ เช่น ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite) อยู่ในเมทริกซ์ของสารอินทรีย์คอลลาเจน (Collagen) ที่เหนียวเป็นต้น

2. วัสดุประกอบจากการสังเคราะห์ (Synthetic Composites) คือวัสดุประกอบที่ได้จากการสังเคราะห์ เช่น พลาสติกเสริมแรง วัสดุไฟเบอร์กลาส เป็นต้น

2.3.2 ข้อดีและข้อเสียของวัสดุประกอบ

- ข้อดี
- มีสมบัติต่อน้ำหนักหรือความหนาแน่น (Properties to Weight/Density Ratio) สูง เช่น ความแข็งแรงจำเพาะ (Specific Strength) มอดุลัสจำเพาะ (Specific Modulus) ความแข็งเปราะจำเพาะ (Specific Stiffness) เป็นต้น เนื่องจากวัสดุคอมโพสิตมีความหนาแน่นต่ำ น้ำหนักเบา
 - ช่วยลดน้ำหนักของวัสดุ
 - มีสมบัติหลากหลาย สามารถสร้างวัสดุคอมโพสิตให้เหมาะสมกับการใช้งาน เช่น การจัดเรียงตัวของเส้นใยตามแนวรับแรง
 - มีอายุการใช้งานยาวนาน มีสมบัติความต้านทานต่อการสึกกร่อนดี
 - มีสมบัติการรับแรงและมีการหน่วง (Damping) ที่ดี
 - ความทนทานต่อการฉีก (Fatigue Resistance) ดี
 - มีเสถียรภาพของรูปร่าง (Dimensional Stability) สูง เนื่องจากมีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (Coefficients of Thermal Expansion, CTE) ต่ำ เมื่อเทียบกับวัสดุอื่น เช่น โลหะ
- ข้อเสีย
- ต้นทุนการผลิตสูง เนื่องจากราคาของวัตถุดิบและเครื่องมือการขึ้นรูปคอมโพสิต
 - มักมีสมบัติแต่ละทิศทางไม่เท่ากัน หรือมีสมบัติแอนไอโซโทรปี (Anisotropy) เนื่องจากมีการจัดเรียงตัว (Orientation) ของส่วนเสริมแรง เป็นสาเหตุให้คอมโพสิตไม่แข็งแรงในแนวตั้งฉากกับแนวการเรียงตัว (Transverse Direction)
 - การต่อ (Attaching) หรือเชื่อมติดกับวัสดุอื่น ทำได้ยาก
 - การตรวจวิเคราะห์สมบัติคอมโพสิต ทำได้ยาก
 - การทำลายและนำกลับมาใช้ใหม่หรือรีไซเคิลทำได้ยาก

2.3.3 การเตรียมวัสดุประกอบนาโน [30, 31, 32]

การเตรียมวัสดุประกอบนาโนระหว่างอนุภาคนาโนและพอลิเมอร์ ได้แก่

1. การผสมโดยตรง

1.1 Two-Roll Mill เครื่องผสมแบบนี้ประกอบด้วยลูกกลิ้งสองลูกซึ่งทำจากเหล็กหล่อที่มีการเคลือบผิวให้มีความแข็งและลื่น ลูกกลิ้งทั้งสองมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 300-500 มิลลิเมตร และความยาวระหว่าง 800-1,500 มิลลิเมตร โดยวางขนานกันและหมุนสวนทางกันด้วยความเร็วแตกต่างกันเล็กน้อย ในขณะที่ทำการผสมจะมีการให้ความร้อนแก่พลาสติกผ่านผิวลูกกลิ้งทั้งสอง โดยความร้อนของลูกกลิ้งมาจากชุดให้ความร้อนไฟฟ้าหรือการไหลเวียนของน้ำร้อนหรือน้ำมันร้อนผ่านภายในลูกกลิ้ง ข้อดีของเครื่องผสมแบบนี้ คือ สามารถมองเห็นลักษณะและระดับการผสมเข้ากันของสารเติมแต่งและพลาสติกได้ สามารถทำการผสมในปริมาณที่แตกต่างกันได้ สะดวกในการทำความสะอาด รวมทั้งการผสมแบบนี้จะได้ผลิตภัณฑ์ในลักษณะแผ่น ซึ่งเหมาะ สำหรับการแปรรูปต่อโดยบางเทคนิค เช่น การอัด (Compression Molding) สำหรับข้อเสียของเครื่องผสมแบบนี้ คือ ผู้ปฏิบัติต้องมีทักษะในการใช้เครื่องเพราะต้องมีการช่วยผสมโดยการปาดพลาสติกให้เข้าไปอยู่ตรงกลางระหว่างลูกกลิ้งเสมอ ความสม่ำเสมอในการผสมในแต่ละครั้งค่อนข้างต่ำ และเกิดการสูญเสียสารเคมีหรือการปนเปื้อนได้ง่ายเนื่องจากการผสมในระบบเปิด

1.2 Brabender High-Shear Mixing เครื่องผสมแบบนี้ประกอบด้วยโรเตอร์ (Rotor) ซึ่งมีพื้นผิวไม่ราบเรียบเหมือนผิวลูกกลิ้ง จำนวนสองชุดบรรจุอยู่ในห้องผสมที่สามารถปรับอุณหภูมิได้โดยใช้น้ำมันร้อนหรือน้ำไหลหมุนเวียน โรเตอร์ทั้งสองหมุนสวนทางกัน ด้วยความเร็วในการหมุนที่สามารถปรับได้ การหมุนของโรเตอร์ภายในห้องผสมทำให้เกิดแรงเฉือนภายในห้องผสมสูงมาก จึงทำให้การกระจายตัวของสารเติมแต่งในพลาสติกเกิดขึ้นได้ดี ข้อดีของเครื่องผสมแบบนี้ คือ ใช้เวลาในการผสมสั้น ผู้ปฏิบัติไม่จำเป็นต้องมีทักษะสูง ไม่มีการสูญเสียวัสดุหรือเกิดการปนเปื้อน เนื่องจากการผสมทำในระบบปิด ขนาดและความสม่ำเสมอของการผสมในแต่ละครั้งค่อนข้างแน่นอน สำหรับข้อเสียของเครื่องผสมแบบนี้ คือ ไม่สามารถมองเห็นการผสมได้ และการทำความสะอาดห้องผสมทำได้ยาก

1.3 Melt Mixing เทคนิคนี้จะผสมอนุภาคนาโนกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ที่เลือก โดยอาศัยการให้ความร้อนทำให้พอลิเมอร์เกิดการหลอมเหลว สายโซ่ของพอลิเมอร์หลอมเหลว และอนุภาคนาโนจะกระจายตัวอยู่ในพอลิเมอร์เมทริกซ์

2. Solution Mixing เป็นเทคนิคที่มีการใช้ตัวทำละลาย โดยตัวทำละลายที่ใช้ต้องสามารถละลายพอลิเมอร์ และทำให้อนุภาคนาโนกระจายตัวได้ดี ตัวทำละลายที่นิยมใช้ส่วนใหญ่ ได้แก่ โทลูอิน คลอโรฟอร์ม ไซลีน เติตระไฮโดรฟลูอรัน เทคนิคนี้มีข้อเสีย คือ หาตัวทำละลายที่เหมาะสมและเสถียรต่อ

ความร้อนได้ยาก มีการตกค้างของตัวทำละลายในแผ่นวัสดุประกอบ มีการตกตะกอนของอนุภาค หรือ การตกผลึกของพอลิเมอร์ก่อนเวลา นอกจากนี้การผลิตทำได้ในปริมาณที่น้อย

3. *In-Situ* Polymerization เทคนิคนี้จะคล้ายกับเทคนิค Solution casting แต่ต่างกันตรงที่จะใช้ มอนอเมอร์เป็นตัวทำละลายแทน โดยขั้นตอนการทำ คือ จะทำให้อนุภาคกระจายตัวในมอนอเมอร์ก่อน แล้วจึงเติมตัวเริ่มต้นลงไปเพื่อทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน เทคนิคนี้มีข้อดี คือ ไม่มีตัวทำละลายตกค้าง อยู่ในวัสดุ ส่วนข้อเสีย คือ การควบคุมน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ทำได้ยาก อาจเกิดการตกตะกอน ของอนุภาคนานาโนก่อนที่จะทำปฏิกิริยาเสร็จ เนื่องจากความหนืดของมอนอเมอร์มีน้อยเกินไป

2.4 การปลูกผลึก (Crystal Growth) [33, 34]

ผลึกประกอบด้วยหน่วยเซลล์ (Unit Cell) ที่มีการเรียงตัวของอะตอมหรือโมเลกุลในลักษณะ เดียวกันทั้งผลึก การปลูกผลึกอาจทำได้หลายวิธีขึ้นกับธรรมชาติของสาร ดังต่อไปนี้

2.4.1 วิธีการปลูกผลึก

- การปลูกผลึกจากสารละลาย (Crystal Growth from Solution)

เป็นการนำสารที่ต้องการปลูกผลึกเชิงเดี่ยวไปละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสม แล้วปล่อยให้ ตัวทำละลายระเหย เมื่อสารละลายอยู่ในสภาวะอิ่มตัวด้วยยิ่ง (Supersaturated) สารละลายจะเกิดการ ตกตะกอน ผลึกที่ได้มักจะเป็นผลึกเล็กๆ ที่ตกตะกอนอยู่ในภาชนะ อาจจะใช้ผลึกเม็ดเล็ก (Seed Crystal) เป็นเชื้อล่อในสารละลายและจะมีผลึกจะมาเกาะอยู่รอบๆ ผลึกเม็ดเล็กจะได้ผลึกที่มีขนาด ใหญ่ขึ้น

- การปลูกผลึกจากไอ (Crystal Growth from Vapor)

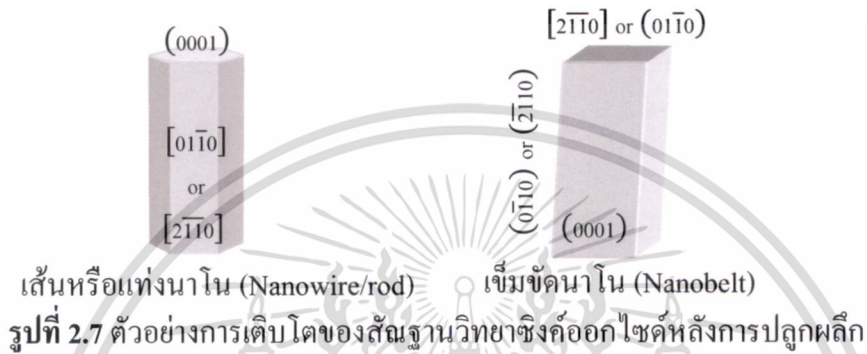
เป็นวิธีการปลูกผลึกที่นิยมใช้กับสารที่ระเหิดได้ และไม่ต้องใช้ผลึกเม็ดเล็กมาเป็นเชื้อล่อ โดย การนำสารที่ต้องการปลูกผลึกเชิงเดี่ยวไปใส่ไว้ในภาชนะปิดแล้วให้ความร้อนที่เพียงพอจนทำให้สาร นั้นกลายเป็นไอ แล้วไอจะไปควบแน่นเป็นผลึกภายในภาชนะในบริเวณที่มีอุณหภูมิต่ำกว่าจุดระเหิด (Sublime Point)

- การปลูกผลึกจากสารหลอมเหลว (Crystal Growth from Melt)

เป็นการทำให้สารที่ใช้ในการปลูกผลึกหลอมเหลวแล้วให้เย็นตัวลงอย่างช้าๆ และมีหลายแบบ เช่น การหลอมเหลวสารที่จะปลูกผลึกให้มีอุณหภูมิสูงกว่าจุดหลอมเหลวแล้วเทลงไปในหลอดแก้ว ปลายแหลม จากนั้นทำให้บริเวณ ปลายแหลมเย็นตัวลงจนทำให้เกิดการแข็งตัว ที่บริเวณปลายแหลม ของหลอดแก้วซึ่งมีเนื้อที่จำกัดแล้วจะเกิดนิวเคลียสของผลึกอันแรกและเกิดผลึกขนาดใหญ่ขึ้น โดย โมเลกุลของของเหลวที่จะมาเกาะ

2.4.2 เทคนิคการปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์

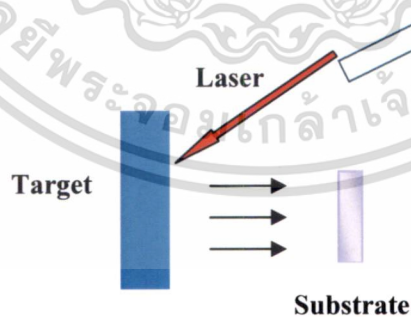
ผลึกซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างหลากหลายรูปแบบ โดยทั่วไปมีทิศทางการเติบโตของผลึกซิงค์ออกไซด์เกิดได้ดีในทิศทาง $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle (\pm [\bar{1}2\bar{1}0], \pm [2\bar{1}\bar{1}0], \pm [\bar{1}120])$ $\langle 01\bar{1}0 \rangle$ $(\pm [01\bar{1}0], \pm [10\bar{1}0], \pm [1\bar{1}00])$ และ $\pm [0001]$ โดยระนาบต่างๆเหล่านี้จะมีความว่องไวต่อการทำปฏิกิริยาที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับสภาวะและเทคนิคที่ใช้ในการปลูกผลึก ทำให้ผลึกซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีลักษณะวิทหายหลากหลายดังตัวอย่างที่แสดงในรูป 2.7



ตัวอย่างเทคนิคที่นิยมใช้ปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์ดังแสดงต่อไปนี้

2.4.2.1 เทคนิค Pulsed Laser Deposition (PLD)

เป็นกระบวนการที่ใช้พลังงานจากเลเซอร์ความเข้มสูงกระตุ้นให้อะตอมหรือโมเลกุล หลุดออกจากเป้าสาร (Target) ทำให้เกิดไอของสารที่ต้องการสังเคราะห์ เมื่อไอของสารมีมากเพียงพอ จะทำให้เกิดการควบแน่นเป็นผลึกบนแผ่นรองรับที่ต้องการ โดยที่การยิงลำเลเซอร์ลงบนเป้าสารจะทำให้เป็นจิ้งหะ แสดงดังรูปที่ 2.8



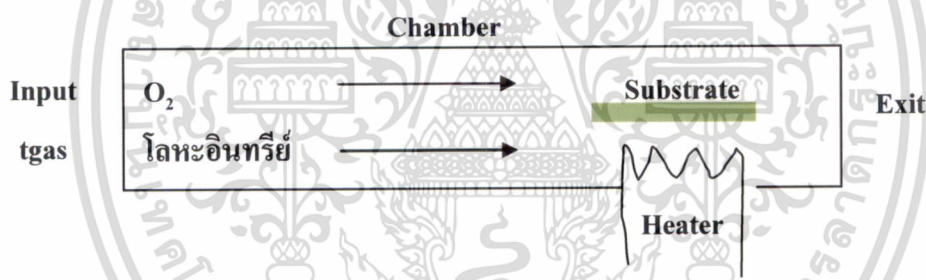
รูปที่ 2.8 แบบจำลองเทคนิค PLD

2.4.2.2 เทคนิค Thermal Evaporation

Thermal evaporation เป็นเทคนิคที่ง่าย คือการให้พลังงานความร้อนแก่สาร จนทำให้สารนั้นระเหยกลายเป็นไอ เมื่อไอของสารมีมากเพียงพอจะทำให้เกิดการควบแน่นเป็นฟิล์มบนแผ่นรองรับที่ต้องการ หรือควบแน่นลงบนก้อนสารอื่นๆ ซึ่งสามารถใช้ ขดลวดความร้อนเป็นตัวให้พลังงาน เช่น เต้าเผาสาร เป็นต้น โดยสามารถเผาสารในบรรยากาศของก๊าซต่างๆตามที่ต้องการได้ ยกตัวอย่างเช่น เผาซิงค์ออกไซด์ในบรรยากาศของออกซิเจน เป็นต้น

2.4.2.3 เทคนิค Metal Organic Chemical Vapor Deposition (MOCVD)

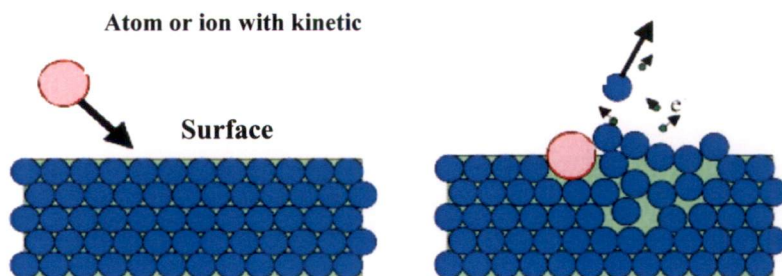
MOCVD เป็นเทคนิคที่ใช้ปฏิกิริยาเคมีของสาร โลหะอินทรีย์ ยกตัวอย่างเช่น Y.S Chang และคณะ [35] ได้ใช้ไดเอทิลซิงค์ $[Zn(C_2H_5)_2]$ ทำปฏิกิริยากับก๊าซออกซิเจน เกิดเป็นสารซิงค์ออกไซด์ ซึ่งปฏิกิริยานี้จะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง ประมาณ 475 องศาเซลเซียส ดังนั้นจึงต้องให้ความร้อนแก่แผ่นรองรับ ดังนั้นสารซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาเคมีดังกล่าวก็จะรวมตัวกันกลายเป็นฟิล์มบนแผ่นรองรับ แสดงดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 แบบจำลองเทคนิค MOCVD

2.4.2.4 เทคนิค Sputtering

วิธีการสปัตเตอริง เป็นกระบวนการที่ทำให้อะตอมที่ผิวหน้าของสาร (Target) หลุดออกมาโดยการเคลื่อนที่เข้าไปชนของอนุภาคที่มีพลังงานสูง ในระหว่างการชนหรือการกระทบกันจะเกิดการถ่ายเทพลังงานและ โมเมนตัมให้กับอะตอมที่ถูกชน และอะตอมใกล้เคียง การที่อะตอมที่ผิวหน้าของสาร สามารถที่จะเคลื่อนที่หลุดออกมาจากพื้นผิวของสารนั้นได้ จะต้องมีพลังงานที่เพียงพอที่จะชนะแรงยึดเหนี่ยวทางเคมีกับอะตอมใกล้เคียง และเป็นพลังงานจลน์ให้กับอะตอมที่หลุดออกมา และอะตอมที่หลุดออกมาจากผิวสาร แสดงดังรูป 2.10 ส่วนมากจะสามารถเคลื่อนที่ภายใต้สนามไฟฟ้า เนื่องจากอะตอมที่หลุดออกมาจะมีสถานะเป็นไอออนหรือบางครั้งการชนของอนุภาคพลังงานสูงอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าก็ได้



รูปที่ 2.10 แบบจำลองการชนของอนุภาคพลังงานสูงกับสารเป้าหมาย

2.4.2.5 เทคนิค Hydrothermal

การปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลนี้มีวิธีการและสภาวะในการปลูกผลึกดังได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 2.1.4. ตัวอย่างงานวิจัยที่ได้ผลึกซิงค์ออกไซด์รูปร่างลักษณะที่ต่างกันขึ้นอยู่กับสภาวะที่ใช้ เช่น

1. เส้นใยนาโนและแท่งนาโน (Nanowires and Nanorod)

U. Pal และ P. Santiago [36] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยใช้ซิงค์อะซิเตรดและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีอุณหภูมิในช่วง 80 -100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และควบคุมสัณฐานวิทยาโดยใช้สารลดแรงตึงผิวคือ เอทิลีนไดเอมีน จากการทดลองพบว่าผลึกซิงค์ออกไซด์มีการเติบโตในทิศทาง [002] อีกทั้งเมื่อทำการเติมสารลดแรงตึงผิวในปริมาณ 10% โดยน้ำหนัก แท่งผลึกซิงค์ออกไซด์จะมีอัตราส่วนความกว้างต่อความสูง (Aspect Ratio) มากกว่าการเติมสารลดแรงตึงผิว 5%

H. Yang และคณะ [37] ได้ทำการปลูกแท่งผลึกนาโนซิงค์ออกไซด์บนซิงค์ฟอสไฟด์โดยทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลระหว่างซิงค์ฟอสไฟด์และสารละลายแอมโมเนีย ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จากการทดลองพบว่าแท่งผลึกนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 100-250 นาโนเมตรและมีความยาวตั้งแต่ 4 ไมโครเมตรขึ้นอยู่กับระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาและผลึกมีทิศทางการเติบโตในแนวแกน c

2. ดอกไม้นาโนและทรงกะหล่ำ (Flower-like and Cabbage-like)

R. Wahab และคณะ [38] ได้ศึกษาการเติบโตของผลึกซิงค์ออกไซด์รูปร่างดอกไม้ โดยใช้สารละลายผสมระหว่างซิงค์อะซิเตรดดีไฮเดรตและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส พบว่าผลึกซิงค์ออกไซด์รูปร่างดอกไม้ที่ประกอบด้วยแท่งผลึกซิงค์ออกไซด์ซึ่งผลึกแต่ละแท่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 300-350 นาโน

เมตรและมีความยาว 2-4 ไมโครเมตร ที่เติบโตมาจากจุดกึ่งกลางเดียวกันและสามารถสังเคราะห์ได้โดยใช้ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเพียง 30 นาที

F. Li และคณะ [39] ได้ทำการปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์รูปทรงดอกไม้และทรงกะหล่ำโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยทำการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 120 150 และ 180 องศาเซลเซียส โดยควบคุมสัณฐานวิทยาด้วย CTAB ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิว ผลการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิของการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 120 องศาเซลเซียส ได้ผลึกซิงค์ออกไซด์รูปทรงดอกไม้ที่ประกอบด้วยแท่งผลึกซิงค์ออกไซด์ และเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิของปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเป็น 150 องศาเซลเซียส พบว่า ผลึกซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีรูปทรงกะหล่ำโดยเกิดจากการเติบโตที่ซ้อนทับกันของแผ่นนาโน 2 มิติ ซึ่งความหนาของแผ่นนาโนแต่ละแผ่นมีความหนาเท่ากับ 50 นาโนเมตร ในขณะที่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 180 องศาเซลเซียสแผ่นนาโนจะมีความหนาเพิ่มขึ้นเท่ากับ 100 นาโนเมตร

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

N. Uekawa และคณะ [40] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ โดยการให้ความร้อนแก่ซิงค์ไฮดรอกไซด์ ($Zn(OH)_2$) ในสารละลายประเภทไดออล (Diol Solution) ได้แก่ เอทิลีนไกลคอล, 1,3-โพรเพนไดออล และ 1,4-บิวเทนไดออล และใช้อุณหภูมิที่ 308–408 เคลวินเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยใช้ซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรตและแอมโมเนียเป็นสารตั้งต้นการตรวจวิเคราะห์ความเข้มข้นของ Zn^{2+} ในสารละลายประเภทไดออลทำโดยวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยไซเลนอลออเรนจ์ (Xylanol Orange) ที่ความยาวคลื่น 570 นาโนเมตร ผลจากการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า ทุกสภาวะเกิดผลึกซิงค์ออกไซด์และผลจากการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยอยู่ที่ 20 นาโนเมตร โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อใช้เอทิลีนไกลคอล เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคจะอยู่ที่ 9 นาโนเมตร แต่เมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์เป็นผลให้อนุภาคจะมีขนาดใหญ่ขึ้นคืออยู่ในช่วง 22-37 นาโนเมตร เมื่อศึกษาค่าการดูดกลืนแสงอัลตราไวโอเลตพบว่ามีค่าการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 390 นาโนเมตร ในขณะที่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 408 เคลวิน จะมีค่าการดูดกลืนแสงเพิ่มขึ้นเป็น 418 นาโนเมตร ค่าการดูดกลืนแสงจะมีค่ามากขึ้นเมื่ออนุภาคนาโนเล็กลง แต่เมื่อใช้อุณหภูมิต่ำกว่า 348 เคลวิน พบว่ามีการรวมตัวกันของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ การวิเคราะห์ค่าการกระจายขนาดรูพรุน (Pore Size Distribution) โดยคำนวณจากค่าการดูดซับของไนโตรเจน ที่ 77 เคลวินด้วยเทคนิค BJH พบว่าการกระจายขนาดรูพรุนของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการให้ความร้อนซิงค์ไฮดรอกไซด์ในเอทิลีนไกลคอลที่อุณหภูมิ 308 เคลวินมีค่าขนาดเท่ากับ 8 และ 30 นาโนเมตร ซึ่งรูพรุนที่ 8 นาโนเมตรคือรูพรุนที่เกิดระหว่างอนุภาคที่รวมตัวกัน นอกจากนี้ในการสังเคราะห์ที่ใช้เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ 29 ใช้

อุณหภูมิ 348 เคลวิน มีค่าขนาดรูพรุนเท่ากับ 10 นาโนเมตร การศึกษาการรวมตัวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยการปรับเปลี่ยนเวลาในการสังเคราะห์จาก 24 ชั่วโมง เป็น 2,4 และ 6 ชั่วโมง พบว่า เมื่อทำการให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง อนุภาคซิงค์ออกไซด์มีผลึกแบบออสถูเนียนและมีการรวมตัวกันสูง เมื่อทำการให้ความร้อนเป็นเวลา 4 ชั่วโมงอนุภาคมีขนาด 8 นาโนเมตร ในขณะที่เมื่อให้ความร้อนเป็นเวลา 6 ชั่วโมงพบว่า อนุภาคมีขนาด 8 นาโนเมตรและพบการรวมตัวกันจนอนุภาคมีขนาด 60 นาโนเมตร และการรวมตัวของอนุภาคเมื่อให้ความร้อนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง มีอนุภาคขนาด 105 นาโนเมตร หากทำการเปรียบเทียบการสังเคราะห์โดยใช้ ระหว่างเอทิลีนไกลคอล, 1,3-โพรเพนไดออล และ 1,4-บิวเทนไดออล ที่อุณหภูมิ 308 เคลวิน เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีขนาด 9 ถึง 11 นาโนเมตรตามลำดับ นอกจากนี้การศึกษาค่าความเข้มข้นของ Zn^{2+} โดยการให้ความร้อนแก่ $Zn(OH)_2$ ที่อุณหภูมิ 308 เคลวิน เป็นเวลา 24 ชั่วโมงในสารที่แตกต่างกัน พบว่า ค่า Zn^{2+} ใน 1,3-โพรเพนไดออล 1,4-บิวเทนไดออล และ เอทิลีนไกลคอล มีค่าเท่ากับ 64.0 62.2 และ 60.0 ppm ตามลำดับ

D. Yiamsawas และคณะ [41] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์โดยวิธีโซลโวเทอร์มอล (Solvothormal Method) โดยการทำให้ปฏิกิริยาของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรต (Zinc acetate dihydrate) ในตัวทำละลายต่างชนิด ได้แก่ เอทิลีน ไกลคอลและเอทานอล โดยมีพอลิไวนิลไพโรลิโดน (Polyvinyl Pyrrolidone, PVP) เป็นวัสดุแม่แบบ (Substrate) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ผลจากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซต์ (Hexagonal Wurtzite) และไม่พบฟิสิกของสิ่งเจือปนอื่นๆ ผลจากการศึกษาสัณฐานวิทยาของซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิค TEM พบว่าเมื่อใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย ผลึกซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีลักษณะเป็นแท่ง (Rod) มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ที่ 8.2 ± 2 นาโนเมตร และมีความยาวอยู่ที่ 54.3 ± 11 นาโนเมตร ในขณะที่เมื่อใช้เอทิลีนไกลคอลเป็นตัวทำละลายจะได้ผลึกเป็นทรงกลม (Sphere) มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ที่ 68.1 ± 7 นาโนเมตร โดย PVP มีหน้าที่ควบคุมสัณฐานวิทยาที่ได้โดยทำหน้าที่เป็นที่ยึดเกาะของผลึกซิงค์ออกไซด์ตามสายโซ่ของ PVP อีกทั้ง PVP ซึ่งมีโครงสร้างที่เกะกะ (Steric Effect) จึงช่วยป้องกันการรวมตัวกันของซิงค์ออกไซด์ ในขณะที่ถ้าไม่ใช้ PVP เป็นวัสดุแม่แบบในระบบ พบว่าซิงค์ออกไซด์ ที่เกิดขึ้นจะมีลักษณะไม่เป็นระเบียบและมีรูปร่างผลึกเป็นแบบครึ่งทรงกลม (Semi-sphere) มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ที่ 68.1 ± 9 นาโนเมตร ความยาวอยู่ที่ 108.4 ± 9 นาโนเมตร จากการศึกษาผลของการดูดกลืนแสงอัลตราไวโอเล็ตพบว่าซิงค์ออกไซด์แบบแท่งและทรงกลมมีค่าการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 355 นาโนเมตร ในขณะที่ผลึกครึ่งทรงกลมมีค่าการดูดกลืนแสงอยู่ที่ 366 นาโนเมตร

C.H. Lu และคณะ [15] ได้ทำการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) โดยใช้ซิงค์ไนเตรตและแอมโมเนียเป็นสารตั้งต้น โดยใช้อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนํ 30 ใช้

100 150 และ 200 องศาเซลเซียส ผลจากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า ทุกสภาวะจะมีผลึกของซิงค์ออกไซด์เกิดขึ้น และวัดขนาดของอนุภาคได้จากภาพ SEM พบว่าที่อุณหภูมิ 100 และ 150 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคเท่ากับ $1.25 \mu\text{m}$ และลดลงเป็น $0.85 \mu\text{m}$ แต่เมื่อใช้อุณหภูมิที่ 200 องศาเซลเซียส พบว่าปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่ได้ลดลงจาก 82 % เป็น 57% และอนุภาคมีขนาดเล็กลง หลังจากนั้นได้ทำการศึกษาผลของระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลต่อผลึกซิงค์ออกไซด์ที่เวลา 0 ถึง 2 ชั่วโมง พบว่าเกิดผลึกซิงค์ออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ $1.3 \mu\text{m}$ โดยมีปริมาณของซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นเพิ่มจาก 76% เป็น 83 % ผลจากการศึกษาการสลายตัวทางความร้อนด้วย TGA ของซิงค์ไฮดรอกไซด์พบว่ามีค่าการสลายตัวทางความร้อนอยู่ที่ประมาณ 100 องศาเซลเซียสซึ่งเป็นของน้ำ และ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งอุณหภูมิดังกล่าวเป็นอุณหภูมิที่ซิงค์ออกไซด์ถูกสังเคราะห์แบบเก่าซึ่งมีการเผาแคลไซน์ แล้วเอาไปศึกษา TGA พบว่าอยู่ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ในการศึกษาผลของค่าพีเอชของสารละลายตั้งต้น โดยใช้ค่าพีเอช ระหว่าง 9-12 พบว่า ทุกสภาวะมีผลึกซิงค์ออกไซด์เกิดขึ้นและที่พีเอช 9 ผลึกที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม ส่วนที่พีเอช 10 ผลึกมีลักษณะผสม ทั้งแบบกลมและรี ในขณะที่เพิ่มพีเอชของสารละลายให้มีค่ามากกว่า 11 พบว่าลักษณะผลึกที่ได้จะมีลักษณะหลากหลายทั้งแบบกลมรี และแบบแท่ง นอกจากนี้ปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะมีปริมาณลดลงเมื่อพีเอชมีค่ามากกว่า 11 และจะไม่มีปริมาณซิงค์ออกไซด์เกิดขึ้นเมื่อพีเอชมีค่าเท่ากับ 12.5

Z. Li และคณะ [42] ได้ทำการปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์บนซิงค์ฟอยล์ (Zn-foil) โดยใช้ซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรตและแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เป็นสารตั้งต้น ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสในหม้อนึ่งความดัน (Autoclave) เป็นเวลา 12 และ 24 ชั่วโมง โดยแยกออกเป็นสองการทดลอง การทดลองแรกกระทำโดยใช้ Zn-foil ซึ่งเป็นแหล่งของ Zn^{2+} ทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียมที่ปริมาณต่างกัน จากผลการศึกษาพบว่าการทดลองที่ใช้แอมโมเนีย 1.5 กรัม เป็นเวลา 12 และ 24 ชั่วโมง มีผลึกซิงค์ออกไซด์เกิดขึ้นมาจากซิงค์ฟอยล์โดยมีลักษณะเป็นแท่งปลายแหลม ในขณะที่เมื่อใช้แอมโมเนีย 3.5 กรัม พบว่าในช่วง 12 ชั่วโมงแรกไม่พบผลึกซิงค์ออกไซด์เกิดขึ้นในระบบเนื่องจากปริมาณของแอมโมเนียมีไฮดรอกไซด์มากเกินไป แต่ถ้ายี่ดระยะเวลาเป็น 24 ชั่วโมงพบว่ามีผลึกซิงค์ออกไซด์เกิดขึ้นแต่ไม่มีความเป็นระเบียบ ในการทดลองที่สองได้มีการใช้ซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต เป็นแหล่งของ Zn^{2+} พบว่าเมื่อใช้ปริมาณแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ต่อซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรตเป็น 7:3 กรัม ที่ระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 12 ชั่วโมง ผลึกที่ได้มีลักษณะเป็นบล็อก (Block-liked) เมื่อยี่ดเวลาเป็น 24 ชั่วโมงพบว่าผลึกมีรูปร่างเป็นแท่งขนาดใหญ่ ในขณะที่เมื่อใช้ปริมาณแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ต่อซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรตเป็น 5:3 กรัม ผลึกที่ได้มีลักษณะเป็นแท่งที่มีลักษณะบางกว่าและมีความยาวประมาณ $1.3 \mu\text{m}$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ 31 | ใช้

K. Yu และคณะ [43] ได้ทำการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์แบบแท่งที่จัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ (Well-aligned Crystalline) โดยใช้เอมโมเนียและซิงค์ในเตรตเป็นสารตั้งต้นมีอินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide, ITO) เป็นวัสดุแม่แบบ มีการใช้ซิงค์ออกไซด์เคลือบบน ITO ด้วยวิธีการจุ่ม (Dip-coating) และศึกษาผลของความเข้มข้น (0.04-0.1 โมลต่อลิตร) พีเอช (8-10) และเวลา (4-14 ชั่วโมง) ที่มีผลต่อสัญญาณวิทยาโดยให้ความร้อนของการทำปฏิกิริยาที่ 90 องศาเซลเซียส การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารตั้งต้นพบว่า เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้นความยาวของแท่งผลึกที่สังเคราะห์ได้ก็จะเพิ่มขึ้นด้วย โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ระหว่าง 80-500 นาโนเมตรและความยาวอยู่ระหว่าง 2-8 ไมโครเมตรอีกทั้งปลายของแท่งผลึกจะมีลักษณะเป็นรูปสมมาตรหกเหลี่ยมและมีทิศทางการโตไปตามแนวแกน c เมื่อทำการศึกษา XRD พบว่าพีคที่ตำแหน่ง 002 มีความเข้มสูงซึ่งสอดคล้องกับผลข้างต้นที่ระบุว่าซิงค์ออกไซด์จัดเรียงไปในทิศทางแนวแกน c การศึกษาผลของค่าพีเอชของระบบต่อสัญญาณวิทยาพบว่าเมื่อทำการเพิ่มค่าพีเอชเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นโดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 50 ถึง 170 นาโนเมตร นอกจากนี้เมื่อมีค่าพีเอชของระบบเปลี่ยนไปจะมีผลให้ผลึกซิงค์ออกไซด์ที่ได้จะเปลี่ยนจากท่อนาโนกลายเป็นแผ่นนาโน

E. Tang และคณะ [44] ทำการเตรียมวัสดุประกอบระหว่างอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และพอลิเมทิลเมทาคริลเลต (PMMA) ด้วยการต่อกิ่ง (Grafting) พอลิเมอร์ร่วม MMA และ MAA บนพื้นผิวของซิงค์ออกไซด์โดยการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน (Emulsion Polymerization) ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากการศึกษาสัญญาณวิทยาดด้วยเทคนิค TEM พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีผลึกทรงกลม และมีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกันและมีการกระจายตัวที่ดี ในขณะที่สัญญาณวิทยาของนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ทำการต่อกิ่งแล้วมีรูปร่างเป็นทรงกลมโดยอนุภาคซิงค์ออกไซด์ถูกล้อมรอบด้วยพอลิเมอร์ร่วม ผลการศึกษา FT-IR พบว่าอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ทำการต่อกิ่งจะปรากฏพีค $C=O$ ที่ 1732 cm^{-1} และพีค COO^- ที่ 1570 cm^{-1} และ 1400 cm^{-1} ในการตรวจสอบวิเคราะห์ ^{13}C NMR พบว่านาโนซิงค์ออกไซด์ที่ทำการต่อกิ่งกับพอลิเมอร์ มีการเลื่อนของพีค $C=O$ จาก 180.7 ppm เป็น 173.4 ppm ซึ่งให้เห็นถึงปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของซิงค์ออกไซด์และหมู่คาร์บอกซิลของ PMAA และเมื่อศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA พบว่านาโนซิงค์ออกไซด์ที่ทำการต่อกิ่ง มีเปอร์เซ็นต์การสลายตัวอยู่ที่ 68.2% โดยน้ำหนัก ในขณะที่พอลิเมอร์เริ่มต้นมีค่าการสลายตัวอยู่ที่ 85.3% ลักษณะการกระจายตัวของนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ทำการต่อกิ่งในตัวทำละลายโทลูอินพบว่าสามารถกระจายตัวอยู่ในโทลูอินได้โดยไม่มีการตกตะกอนในขณะที่นาโนซิงค์ออกไซด์ที่ไม่ได้ต่อกิ่งเริ่มตกตะกอนภายใน 1 วัน

Z. Liu และคณะ [45] ได้ศึกษาผลของวัสดุแม่แบบและชั้นอนุภาคที่ฝังอยู่ใน (Seed Layer) ต่อการปลูกผลึกนาโนซิงค์ออกไซด์แบบแท่ง โดยวิธีแรกซิงค์ออกไซด์ฟิล์มถูกเตรียมโดยวิธีการเคลือบลงบนแม่แบบ ITO ด้วยวิธีการจุ่มแล้วให้ความร้อนที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยสารละลายที่นำ ITO จุ่มนั้นทำปฏิกิริยากันด้วยวิธีโซลเจล (Sol-Gel, SG) ส่วนในแบบที่สองถูกเตรียมโดยวิธีการยัดเกาะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electrochemical Deposition, ED) มี ITO เป็นขั้วทำงาน (Working Electrode) แพตตินัมฟอยล์ (Pt-foil) เป็นขั้วช่วย (Counter Electrode) และ Ag/AgCl เป็นขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) การปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์ทำโดยการนำแผ่นแม่แบบที่เตรียมจุ่มในสารละลายซิงค์ไนเตรตและเฮกซะเอทิลีนเตตระไมน์ในอัตราส่วน 1:1 ที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากการศึกษาสัณฐานวิทยาที่ได้จากเทคนิค SEM ซิงค์ออกไซด์ที่ทำการปลูกทั้งบนแม่แบบที่เป็นกระจก ITO และกระจก ITO ที่ได้ทำการฝังอนุภาคภายในแล้วพบว่ารูปผลึกของซิงค์ออกไซด์เป็นแบบแท่งแต่ความหนาแน่นของผลึกต่างกันคือมีความหนาแน่นของผลึกมากในแม่แบบที่ได้ทำการฝังอนุภาคไว้ ในขณะที่ XRD พบพีคที่ตำแหน่ง 002 มีความเข้มสูงซึ่งแสดงถึงมีทิศทางการโตของผลึกไปในแนวแกน c ซึ่งสอดคล้องกับผลของสัณฐานวิทยาที่ได้ หากเปรียบเทียบแผ่นแม่แบบระหว่าง SG และ ED พบว่า ผลึกซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากแผ่นแม่แบบ ED มีความหนาแน่นของผลึกมากกว่าแผ่นแม่แบบ SG หลังจากนั้นจึงทำการปลูกผลึกบนแผ่นแม่แบบ ED ซ้ำ โดยการปรับเปลี่ยนค่าพลังงาน จาก -700 mV เป็น -1100mV และ -1400mV พบว่าผลึกที่ปลูกได้จาก -700 mV มีความเป็นระเบียบที่สุด ผลที่ได้สอดคล้องกับผล XRD ซึ่งใน -700 mV พีคตำแหน่ง 002 จะมีความเข้มชัดเจน ในขณะที่ -1100mV และ -1400mV พีคตำแหน่ง 002 มีความเข้มน้อยกว่าตำแหน่ง 100 และ 101 หลังจากนั้นได้นำฟิล์มที่ได้ไปทดสอบการส่องผ่านของแสงโดยเปรียบเทียบระหว่างแผ่นแม่แบบทั้งแบบ SG และ ED (ที่ -700 mV) พบว่าแผ่นแม่แบบแบบ ED มีค่าการส่องผ่านของแสงน้อยกว่าแบบ SG เมื่อมีช่วงค่าความยาวคลื่นมากกว่า 500 นาโนเมตร

X. Hu และคณะ [46] ได้ศึกษาการปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์แบบเส้นสั้น (Whisker-liked) ในระบบสารละลาย โดยใช้ซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรตและเฮกซะเมทิลีนเตตระไมน์ (HMT) และพอลิเอทิลีนอิมิน (PEI) ในอัตราส่วน 5:5:1 และทำการปรับเปลี่ยนค่าความเข้มข้นของระบบสารละลาย Zn^{2+} เป็น 0.025 0.05 และ 0.1 โมลต่อลิตร และทำการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 65 75 และ 88 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ได้ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของพีเอชที่เวลาเปลี่ยนแปลงไปพบว่าความเข้มข้นของ Zn^{2+} ลดลงในขณะที่ก่อผลึกซิงค์ออกไซด์ ในขณะเดียวกัน OH^- ได้มาจากการสลายตัวของ HMT เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นส่งผลให้ HMT สลายตัวเร็วขึ้นพร้อมทั้ง Zn^{2+} มีปริมาณลดลง จากการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย FESEM พบว่าที่ความเข้มข้น 0.025 อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส ซิงค์ออกไซด์แบบเส้นเกิดขึ้นโดยมีความยาว 260 นาโนเมตร เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 75 องศาเซลเซียสความยาวของผลึกเพิ่มเป็น 420 นาโนเมตร เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนํามาใช้

โนเมตร และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิถึง 88 องศาเซลเซียสจะได้ผลึกที่มีลักษณะความบางคือเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50 นาโนเมตร ในขณะที่ความยาวเป็น 700 นาโนเมตร หากเปรียบเทียบความเข้มข้น ที่ 0.05 และ 0.1 โมลต่อลิตรที่อุณหภูมิ 88 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงพบว่า ผลึกซิงค์ออกไซด์มีความยาวมากขึ้นเป็น 1.0 และ 1.4 ไมโครเมตรตามลำดับ ผลการศึกษา XRD พบว่าผลึกซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีความบริสุทธิ์ และไม่พบฟิสิกของสารเจือปนอื่น มีทิศทางการโตของผลึกที่ตำแหน่งฟิสิก 002 และจากการศึกษาค่าการส่องผ่านของแสงพบว่ามีการส่องผ่านของแสง มากกว่า 85% เมื่อใช้แผ่นฟิล์มที่เตรียมได้จากอุณหภูมิ 88 องศาเซลเซียสเมื่อความเข้มข้นเป็น 0.025 % และ 0.05 % ในขณะที่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 0.1% ค่าการส่องผ่านของแสงมีค่าลดลงเป็นผลจากขนาดของอนุภาคที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่าการดูดกลืนสูงจะอยู่ที่ความยาวคลื่นช่วง 360-390 นาโนเมตรซึ่งตรงกับแถบช่องว่างแถบพลังงานของซิงค์ออกไซด์

X. Zhou และคณะ[47] ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมซูเปอร์ไฮโดรโฟบิก (Superhydrophobic) และซูเปอร์ไฮโดรฟิลิก (Superhydrophilic) โดยใช้ 0.003 โมลของ ซิงค์ไนเตรดเฮกซะไฮเดรตและ 0.06 โมลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ผสมกับ 2 กรัมของพอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) ที่ละลายในตัวทำละลายผสมระหว่างเอทานอลและน้ำสารผสมที่ได้นำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสาร โดยใช้ความถี่สูงเป็นเวลา 10 นาที และทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 453 องศาเซลเซียสในหม้อหนึ่งความดัน (Autoclave) หลังจากนั้นซิงค์ออกไซด์ถูกแยกด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงตะกอน(Centrifuge) และล้างด้วยน้ำกลั่น ซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีผลึกเป็นทรงกลม หลังจากนั้นนำซิงค์ออกไซด์ที่ได้ไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ในหม้อหนึ่งความดันที่อุณหภูมิ 453 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 (NZ-7) ชั่วโมง และปรับเปลี่ยนเวลาเป็น 20 (NZ-20) และ 100 (NZ-100) ชั่วโมง นำผลที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าผลึกซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นอยู่ในรูปแบบของเฮกซะ โกนอลเวิร์ทไซต์ (Hexagonal Wurtzite) สำหรับผลของสัณฐานวิทยาจาก SEM พบว่าเมื่อเวลาของการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น จาก NZ-7 เป็น NZ-20 และ NZ-100 รูปร่างผลึกของซิงค์ออกไซด์เปลี่ยนจากผลึกแบบแท่งเป็นผลึกแบบรูปกรวย (Cone-liked) และผลึกแบบโคนที่มีความหนาตามลำดับ ผลจากการศึกษาการวัดมุมสัมผัสน้ำ พบว่าที่ผลึก NZ-7 มีค่ามุมสัมผัส เมื่อทดสอบกับน้ำอยู่ที่ 1.2° ในขณะที่ NZ-20 มีค่ามุมสัมผัสอยู่ที่ 18° และ NZ-100 มีค่ามุมสัมผัสอยู่ที่ 163.4° ซึ่งบ่งบอกถึงว่าซูเปอร์ไฮโดรโฟบิกและซูเปอร์ไฮโดรฟิลิก ขึ้นอยู่กับลักษณะสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันของซิงค์ออกไซด์ ผลจากการศึกษาค่าพลังงานบนพื้นผิวด้วย เทคนิค XPS พบว่า ค่าแลตทิซของออกซิเจนอยู่ที่ 530.4 eV ในขณะที่ไฮดรอกซิลที่อยู่บนพื้นผิวของซิงค์ออกไซด์อยู่ที่ 532 eV ซึ่งผลที่ระบุได้ว่าเมื่อเพิ่มเวลาของการทำปฏิกิริยามีผลทำให้หมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวมีค่าลดลงทำให้มีค่าความเป็นซูเปอร์ไฮโดรโฟบิกมากขึ้น

X. Ma และ W. Zhang [48] ได้ทำการศึกษาผลกระทบของผลึกซิงค์ออกไซด์แบบดอกไม้ (Flower-liked, f-ZnO) ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อนและสมบัติการยับยั้งแบคทีเรียของพอลิยูรีเทนแบบน้ำ (Waterborne Polyurethane, WPU) โดยได้ทำการเตรียมซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลในระบบปิดที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง หลังจากนั้นซิงค์ออกไซด์ที่ได้ถูกแยกด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงตะกอนและล้างด้วยน้ำกลั่น จนมีค่าเป็นกลางอบแห้งที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 48 ชั่วโมง นำซิงค์ออกไซด์ที่ได้ไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD พบว่าฟลักของผลึกที่เกิดขึ้นทั้งหมดเป็นฟลักของซิงค์ออกไซด์ โดยไม่พบฟลักของสารอื่นเจือปนและในขณะที่การศึกษาสัณฐานวิทยาจากเทคนิค SEM พบผลึกซิงค์ออกไซด์แบบดอกไม้ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 400 นาโนเมตร และความยาว 3 ไมโครเมตร หลังจากนั้นนำ f-ZnO ที่ได้มาปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบ γ -aminopropyltriethoxysilane (APS) เพื่อให้ซิงค์ออกไซด์มีหมู่ฟังก์ชัน (f-ZnO-NH₂) แล้วนำ f-ZnO-NH₂ ที่ได้มาทำปฏิกิริยากับ 3-isocyanatethyl-3,5,5-trimethyl-cyclohexylisocyanate (IPDI) จะได้ซิงค์ออกไซด์ที่มีหมู่ฟังก์ชันเป็น f-ZnO-NCO ต่อมานำ f-ZnO-NCO ที่ได้มาทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันกับ WPU ผลจากการศึกษาสัณฐานวิทยาของวัสดุประกอบ WPU/f-ZnO ที่ปริมาณ f-ZnO เท่ากับ 1% พบว่า f-ZnO มีการกระจายตัวของ f-ZnO ที่ดีใน WPU ในเนื้อของพอลิเมอร์ ในขณะที่เมื่อเพิ่มปริมาณเท่ากับ 4.0% พบว่ามีการกระจายตัวไม่ดีและมีการรวมตัวกันของอนุภาค ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าเมื่อปริมาณ f-ZnO เท่ากับ 0.5% มีค่าความแข็งแรงดึงยึด (Tensile Strength) มีค่ามากที่สุด คือเท่ากับ 12.6 MPa เพิ่มขึ้นจาก WPU 34% ในขณะที่เมื่อมีปริมาณ f-ZnO มากเกิน 1% จะมีค่าความแข็งแรงดึงยึดมีค่าลดลง อีกทั้งที่ค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยึด ณ จุดขาด (Elongation at Break) เมื่อมีการเติม f-ZnO มีค่าลดต่ำกว่า WPU และเมื่อปริมาณ f-ZnO มีมากกว่า 1% ค่าจะลดต่ำลงอย่างเห็นได้ชัด ผลจากการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนพบว่า ที่ปริมาณ f-ZnO ในวัสดุประกอบ เท่ากับ 0.5 1.5 และ 4.0 % มีการสลายตัวทางความร้อนอยู่ที่อุณหภูมิ 361.3 331.2 323.0 และ 318.5 องศาเซลเซียสตามลำดับ จากผลดังกล่าวสามารถระบุได้ว่า f-ZnO มีผลต่อการสลายตัวของสายโซ่พอลิเมอร์เนื่องจากการเกิดอนุมูลเปอร์ออกไซด์ (Peroxide Radical) ซึ่งเป็นตัวเร่งให้เกิดการเสถียรภาพของพอลิเมอร์ ผลจากการศึกษาการยับยั้งแบคทีเรียโดยใช้ *E.coli* กับ *S.aureus* พบว่าแบคทีเรียทั้งคู่มิมีปริมาณน้อยลงเมื่อเพิ่มปริมาณของ f-ZnO ใน WPU/f-ZnO และจะมีประสิทธิภาพสูงสุดเมื่อมีปริมาณ f-ZnO เท่ากับ 4.0%

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

1. เมทิลเมทาคริเลต (Methylmethacrylate, $C_5H_8O_2$) บริษัท ไทยมิตซูบิชิเคมิคอลส์ เคมีเคิล เกรดการค้า
2. บิวทิลเมทาคริเลต (Butylmethacrylate, $C_8H_{14}O$) บริษัท ไทยมิตซูบิชิเคมิคอลส์ เคมีเคิล เกรดการค้า
3. ซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (Zinc nitrate hexhydrate, $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) บริษัท Carlo Erba เกรดวิเคราะห์
4. แอมโมเนีย (Ammonia 30%v/v) บริษัท Carlo Erba เกรดวิเคราะห์
5. โทลูอีน (Toluene, C_7H_8) บริษัท Fisher Scientific เกรดวิเคราะห์
6. เมทานอล (Methanol, CH_3OH) บริษัท Fisher Scientific เกรดวิเคราะห์
7. เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide, BPO) บริษัท Carlo Erba เกรดวิเคราะห์
8. เอทิลีนไกลคอลไดเมทาคริเลต (Ethylene glycol dimethacrylate, EGDMA) บริษัท Merck เกรดวิเคราะห์
9. ไดเมทิลโทลูอิดีน (N, N-Dimethyl-1, 4- toluidene) บริษัท Alorich เกรดวิเคราะห์
10. อะลูมิเนียมไดออกไซด์ (Aluminium dioxide, Al_2O_3) เกรดวิเคราะห์
11. เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, C_2H_6OH), บริษัท Carlo Erba เกรดวิเคราะห์

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD) บริษัท Bruker AG รุ่น D 8 Advance
โดยใช้สถานะในการวิเคราะห์ดังนี้
ช่วงมุม 2θ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ : $30^\circ - 70^\circ$
Step size : 0.040°
Step time : 1 วินาที
2. เครื่องวัดการคายรังสีเอ็กซ์ (X-ray Fluorescence Spectrometer, XRF) บริษัท Bruker AG รุ่น SRS 3400

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการเรียนการสอนเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการน36ใช้

การเตรียมตัวอย่าง : โดยใช้ Al_2O_3 เป็นสารมาตรฐาน บดผสมรวมกับสาร
บอริก โดยกำหนดปริมาณ Al_2O_3 คงที่

3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)
บริษัท JEOL รุ่น JSM-5410LV

การเตรียมตัวอย่าง : หักชิ้นงาน แล้วนำชิ้นงานที่ได้ไปเคลือบด้วยทอง เพื่อ
คู่มาตรฐานวิทยาของชิ้นงานด้วยเครื่อง SEM

4. เครื่องวิเคราะห์เทอร์มัลกราวิเมตริก (Thermo Gravimetric Analyze, TGA) บริษัท
Perkin Elmer รุ่น Pyris 1 TGA

ช่วงอุณหภูมิในการวิเคราะห์ : 50 – 700 องศาเซลเซียส

อัตราการให้ความร้อน : $10^{\circ}C/min$

อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน : $40\text{ cm}^3/min$

ปริมาณสารที่ใช้ในการวิเคราะห์ : 20-30 มิลลิกรัม

5. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter,
DSC) บริษัท Perkin Elmer รุ่น Pyric Diamond DSC

สถานะที่ใช้ในการวิเคราะห์

ช่วงอุณหภูมิที่ใช้ในการวิเคราะห์ : $-50 - 150$ องศาเซลเซียส

อัตราการให้ความร้อน : $10^{\circ}C / min$

อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจน : 20 ml/min

ปริมาณสารตัวอย่าง : 3-5 มิลลิกรัม

6. เครื่องทดสอบเนกประสงค์ (Universal Testing Machine) บริษัท LLOYD Instrument
รุ่น LR 5K

7. เครื่องอัลตราโซนิค (Ultrasonic) บริษัท Cole-Parmer รุ่น 8832

8. เครื่องหมุนเหวี่ยงตกตะกอน (Centrifuge) บริษัท Sanyo รุ่น Centaur 2

9. เครื่องชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น Si-234

10. เครื่องให้ความร้อนและปั่นกวน (Hot Plate and Stirrer) บริษัท IKA®RCT รุ่น basic

11. อ่างควบคุมอุณหภูมิ (Waterbath) บริษัท Memmert รุ่น WNB29

12. ตู้อบสาร บริษัท Lab Compani รุ่น OF-11E

13. เครื่องวัดมุมสัมผัส (Contact Angle) บริษัท Dataphysic รุ่น OCA20

14. โกร่งบดสาร

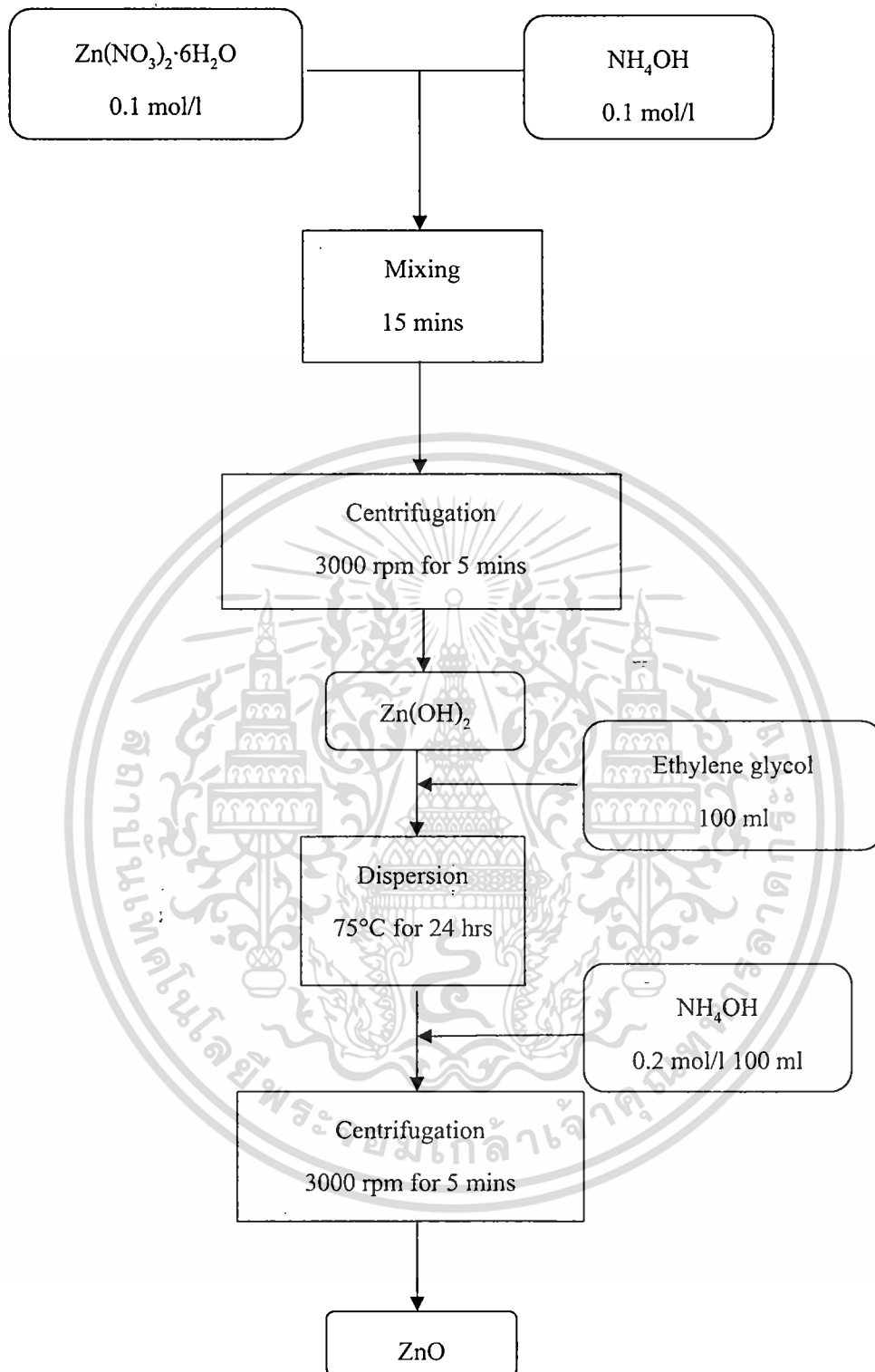
15. ผลิตภัณฑ์เครื่องแก้ว

16. เวอร์เนียร์

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (ZnO nanoparticles)

1. ผสมสารละลายระหว่าง แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) 0.1 โมล/ลิตร กับซิงค์ไนเตรดเฮกซะไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.1 โมล/ลิตร เป็นระยะเวลา 15 นาที
2. ตะกอนที่ได้ในข้อที่ 1 จะถูกแยกด้วยเครื่องแยกตะกอนแบบหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที
3. ตะกอนซิงค์ไฮดรอกไซด์ ($\text{Zn}(\text{OH})_2$) ที่ได้ถูกนำไปกระจายตัวในเอทิลีนไกลคอล 100 มิลลิลิตร
4. นำสารละลายผสมไปให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. หลังจากนั้นเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) เข้มข้น 0.2 โมล/ลิตร 100 มิลลิลิตร ลงในสารละลายผสมจะเกิดตะกอนซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ซึ่งสามารถแยกออกจากสารละลายด้วยเครื่องแยกตะกอนแบบหมุนเหวี่ยง ที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที
6. ตะกอนที่ได้ถูกนำไปอบแห้งที่ อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส
7. นำซิงค์ออกไซด์ที่ได้ตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD และ SEM

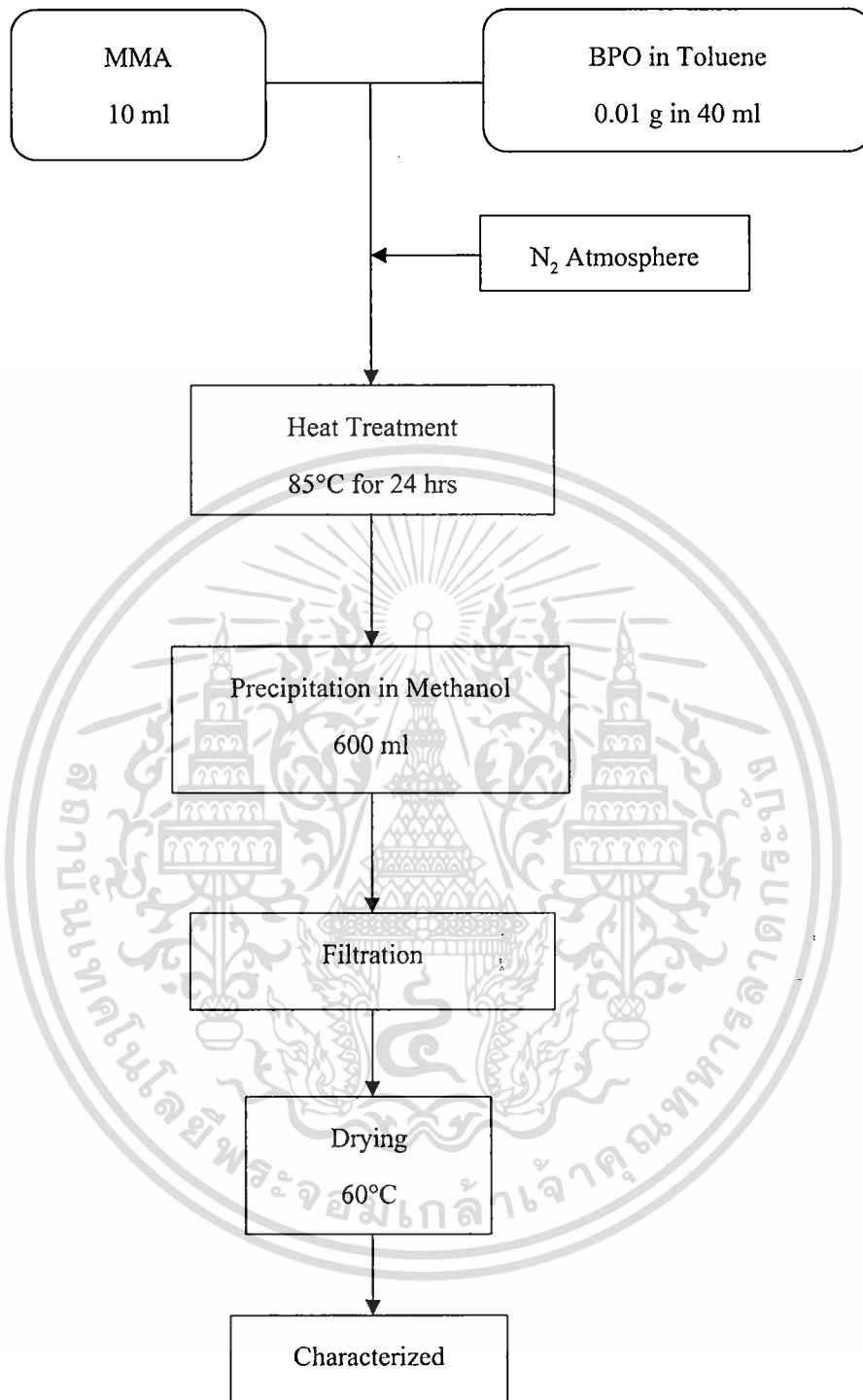


รูปที่ 3.1 แผนงานการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการน³⁹ใช้

3.3.2 การสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย

1. นำ เมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ (MMA) ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดก้นกลมขนาด 250 มิลลิลิตร
2. ละลายเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 0.01 กรัม ด้วยโทลูอีนปริมาตร 40 มิลลิลิตรแล้วเทใส่ขวดก้นกลมที่มีมอนอเมอร์อยู่ ผสมให้เข้ากัน
3. ผ่านแก๊สไนโตรเจนลงในสารละลายผสมเป็นเวลา 10 นาที ปิดด้วยจุกคอร์กที่ต่อกับลูกโป่งที่บรรจุแก๊สไนโตรเจนแล้วทันที
4. นำขวดก้นกลมมาให้ความร้อนในอ่างควบคุมอุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. นำขวดก้นกลมออกจากอ่างควบคุมอุณหภูมิ แล้วทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง
6. ทำการตกตะกอน PMMA โดยหยดของเหลวใส่ที่ได้ลงในเมทานอลปริมาตร 600 มิลลิลิตร พร้อมทั้งทำการปั่นกวาดด้วยแท่งแม่เหล็ก
7. นำตะกอน ที่ได้ ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
8. นำ PMMA ที่ได้ไปวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุล และการกระจายน้ำหนักโมเลกุล ด้วยเจลเพอมีเอชัน โครมาโทกราฟี (GPC)

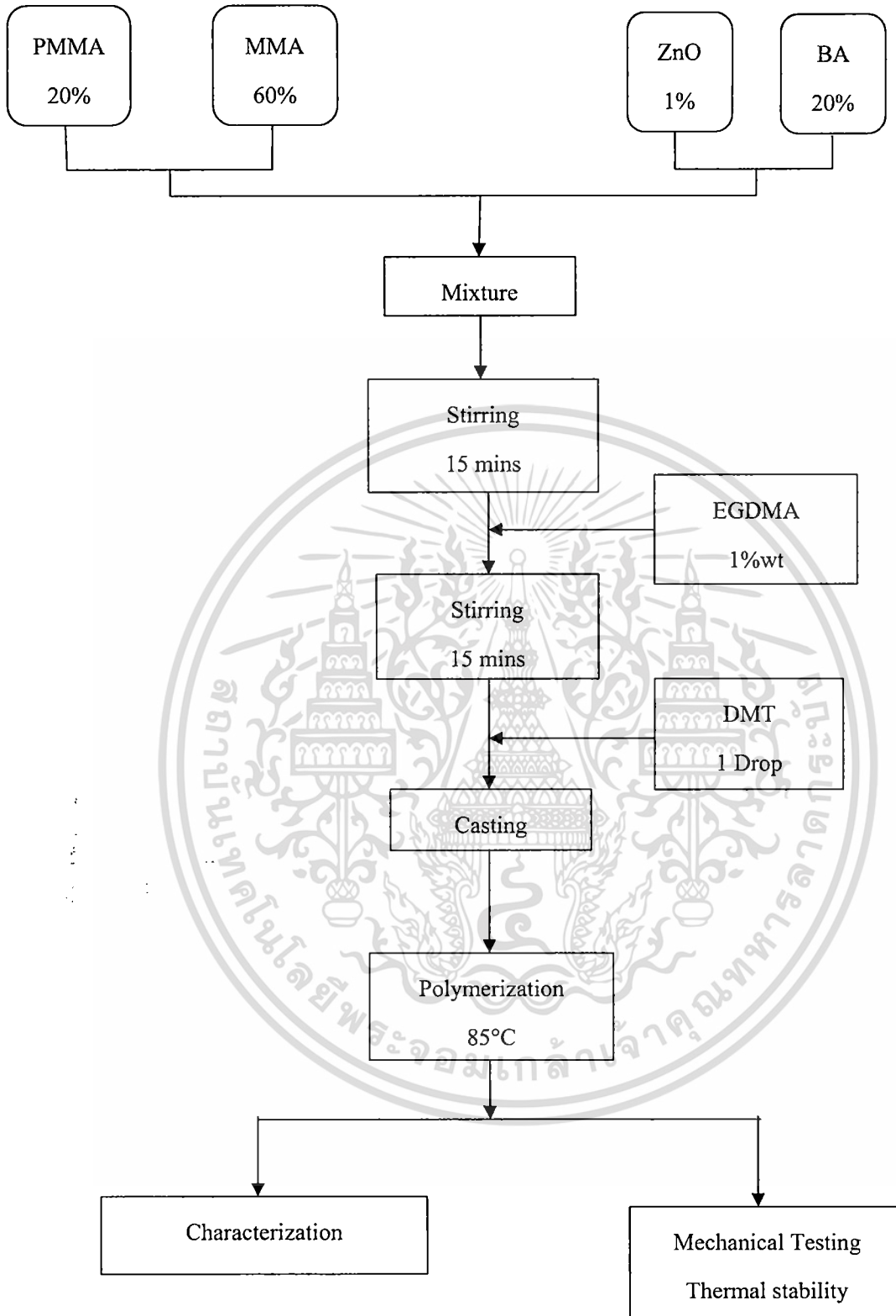


รูปที่ 3.2 แผนงานการสังเคราะห์ PMMA ด้วยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการน⁴¹ใช้

3.3.3 การเตรียมวัสดุประกอบนาโนระหว่างซิงค์ออกไซด์ (Nano-ZnO) กับพอลิเมอร์ร่วมพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต (P(MMA-co-BA) ด้วยวิธีพอลิเมอไรเซชันขณะขึ้นรูป (*In-situ* polymerization)

1. ละลาย PMMA ที่ได้ในข้อ 3.3.2 ใน MMA ในอัตราส่วน PMMA: MMA เท่ากับ 20:60 โดยน้ำหนักเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
2. นำ ZnO ปริมาณ 1.0 % โดยน้ำหนักเทียบกับพอลิเมอร์และมอนอเมอร์ กระจายตัวในบิวทิลอะคริเลต (BA) เป็นเวลา 30 นาทีด้วยเครื่องอัลตราโซนิคโดยใช้อัตราส่วน PMMA: MMA: BA เท่ากับ 20:60:20 โดยน้ำหนัก
3. นำสารแขวนลอยในข้อ 2 เติมลงในสารละลายพอลิเมอร์ในข้อ 1 จากนั้นทำการปั่นกวนเป็นเวลา 15 นาที แล้วเติมเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (BPO) ปริมาณ 1 % โดยน้ำหนัก เทียบกับน้ำหนักมอนอเมอร์แล้วทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นทำการเติมตัวเชื่อม โยงเอทิลีนไกลคอลไดเมทาคริเลต (EGDMA) ปริมาณ 1 % เทียบกับน้ำหนักพอลิเมอร์และมอนอเมอร์ แล้วทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นหยดไดเมทิลโทลูอีน (DMT) 1 หยด
4. นำสารละลายที่ได้ในข้อ 3 ไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันพร้อมกับขึ้นรูปด้วยวิธีหล่อแบบ แล้วจึงนำไปอบ ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ในตู้อบจนได้แผ่นวัสดุประกอบที่คงรูป
5. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้น แต่ปรับเปลี่ยนปริมาณ ZnO เท่ากับ 0.1% และ 0.5% โดยน้ำหนัก
6. นำแผ่นชิ้นงานที่เตรียมได้มาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD, TGA และ DSC ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM
7. ทดสอบสมบัติเชิงกลด้วยเครื่องทดสอบอเนกประสงค์

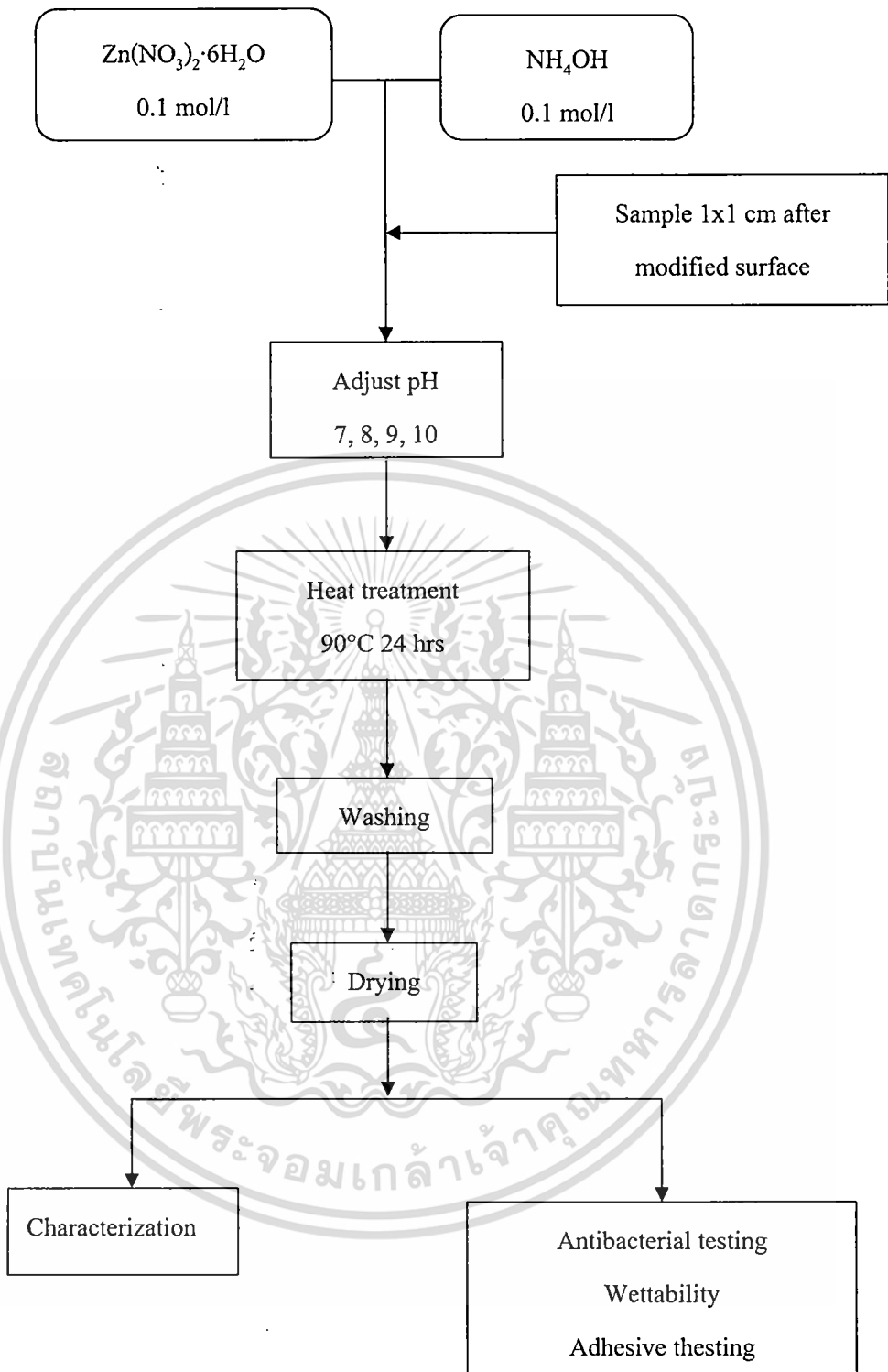


รูปที่ 3.3 แผนงานการเตรียมวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ด้วยวิธีพอลิเมอไรเซชัน
ขณะขึ้นรูป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการน⁴³ ใช้

3.3.4 การปลูกผลึกซิงค์ออกไซด์บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/ P(MMA-co-BA)

1. ผสมสารละลายระหว่าง แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) 0.1 โมล/ลิตร กับซิงค์ไนเตรตเฮกซะไฮเดรต ($\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.1 โมล/ลิตร ในขวดแก้วระบบปิดสุญญากาศ
2. นำวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ขนาด 1x1 เซนติเมตร ที่ผ่านการขัดผิวหน้าแล้ว ใส่ในสารผสมในข้อ 1
3. ทำการปรับ pH ของระบบสารผสมด้วยแอมโมเนียเข้มข้น 30 % v/v ให้มีค่าเท่ากับ 10
4. นำสารตัวอย่างข้างต้นมาทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล โดยความร้อนในอ่างควบคุมอุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. นำวัสดุประกอบ Nano-ZnO/ P(MMA-co-BA) ที่ผ่านการปลูกผลึกแล้วออกจากขวดแก้วแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นภายในเครื่องอัลตราโซนิก แล้วทิ้งไว้จนแห้งที่อุณหภูมิห้อง
6. ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ต้น แต่ปรับเปลี่ยนสภาวะในการปลูกผลึก ดังนี้
 - 6.1 ปรับ pH ของระบบเป็น 7, 8, 9 และ 10
 - 6.2 เปลี่ยนระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล เป็น 4, 6, 8, 10 และ 12 ชั่วโมง
7. นำชิ้นงานที่ได้หลังจากปลูกผลึก ZnO มาพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD TGA ศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM
8. ทดสอบสมบัติการฆ่าเชื้อแบคทีเรียและสมบัติการเปียกน้ำ



รูปที่ 3.4 แผนงานการปลูกฟิล์ม ZnO บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)

3.3.5 การทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย

นำพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ก่อนและหลังการปลูกผลึกที่มีค่าพีเอชของระบบการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง มาทดสอบเปรียบเทียบความสามารถในการต้านทานเชื้อแบคทีเรีย โดยใช้มาตรฐาน ASTM E2149-01 [49] โดยใช้แบคทีเรีย *Escherichia coli* โดยขั้นตอนในการทดสอบเป็นดังนี้

1. เตรียมสารแขวนลอยเชื้อตั้งต้น ความเข้มข้น 10^6 cfu/ml ลงในขวดรูปชมพู่
2. นำชิ้นตัวอย่างที่ต้องการทดสอบแช่ลงในสารแขวนลอยเชื้อที่เตรียมไว้ แล้วนำไปแช่ที่ความเร็ว 120 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
3. คูดสารแขวนลอยเชื้อภายหลังจากการแช่ชิ้นตัวอย่างถ่ายลงสู่จานเพาะเชื้อที่มีอาหารเลี้ยงเชื้อ แล้วเกลี่ยให้ทั่ว นำเข้าสู่อบฆ่าเชื้อที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำออกมานับจำนวนแบคทีเรียที่รอดชีวิต แล้วนำมาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย (Percentage reduction of bacteria, %R) ตามสมการที่ 3.1

$$\% R = \frac{A - B}{A} \times 100 \quad \text{สมการที่ 3.1}$$

โดย	% R	คือ	เปอร์เซ็นต์การลดลงของเชื้อแบคทีเรีย (%)
	A	คือ	จำนวน โคโลนีของเชื้อแบคทีเรียเริ่มต้น (cfu/ml)
	B	คือ	จำนวน โคโลนีของเชื้อแบคทีเรียภายหลังการแช่ชิ้นงาน (cfu/ml)

3.3.6 การทดสอบสมบัติการเปียก (Wettability)

นำพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ก่อนและหลังการปลูกผลึกที่มีค่าพีเอชของระบบการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง มาทดสอบสมบัติความชอบน้ำ (Hydrophilicity) ด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัสน้ำ (Contact Angle) โดยวิเคราะห์จากลักษณะของหยดน้ำและค่ามุมสัมผัส

3.3.7 การทดสอบการยึดติดของอนุภาค (Peel Test)

นำวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึกที่มีค่าพีเอชของระบบการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง มาทำการทดสอบการลอกโดยใช้มาตรฐาน ASTM 3330M-04 [50] และสก็อตเทป 3M® เทียบกับวัสดุประกอบที่ทำการเคลือบอนุภาคซิงค์ออกไซด์โดยการอัดร้อนต่อแผ่น P(MMA-co-BA)

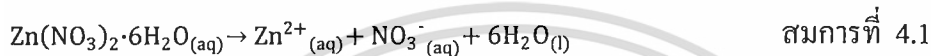
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

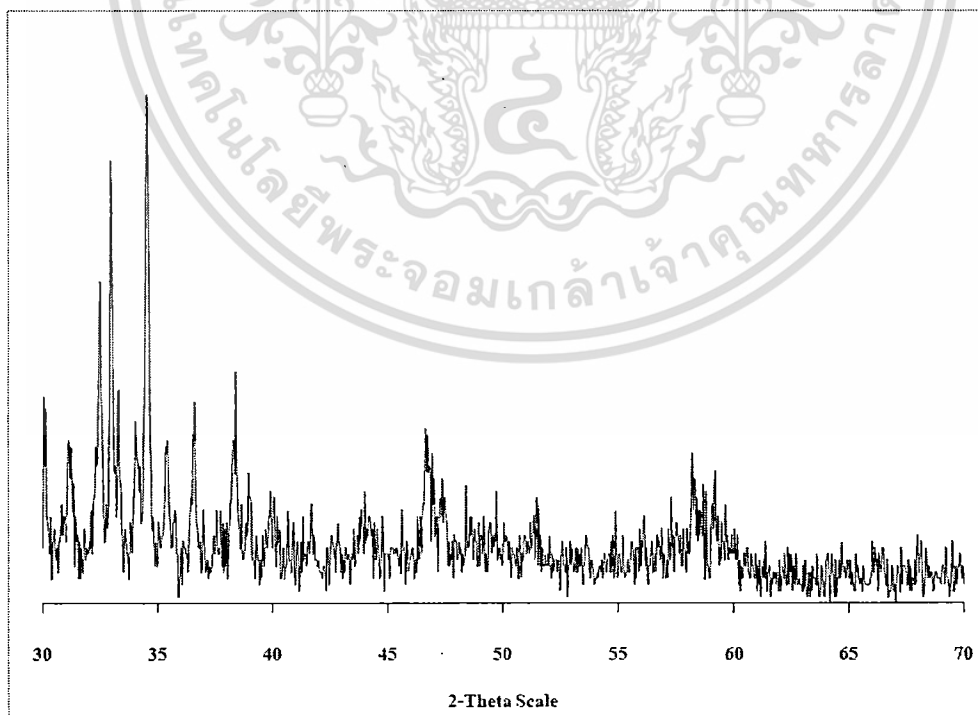
4.1 การสังเคราะห์สารตั้งต้น

4.1.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (Nano-ZnO) สามารถสังเคราะห์โดยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล จากการทำปฏิกิริยาระหว่าง $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ กับ NH_4OH ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยา ดังสมการ



จากปฏิกิริยาข้างต้นจะได้ผลิตภัณฑ์เป็นตะกอนขาว ซึ่งเมื่อนำไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 4.1 ซึ่งตะกอนที่ได้คือ ซิงค์ไฮดรอกไซด์ ($Zn(OH)_2$)

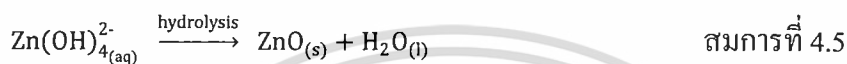
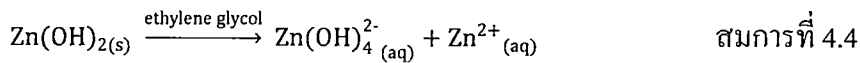


รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์อนุภาค $Zn(OH)_2$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลังจากนั้นนำตะกอนขาวของ $Zn(OH)_2$ ที่ได้ข้างต้นไปกระจายตัวในเอทิลีนไกลคอลที่อุณหภูมิ $75^\circ C$ เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าเมื่อมีการให้อุณหภูมิแก่ $Zn(OH)_2$ ที่กระจายตัวอยู่ในเอทิลีนไกลคอลจะก่อให้เกิดการก่อตัวเป็น $Zn(OH)_4^{2-}$ ซึ่ง $Zn(OH)_4^{2-}$ สามารถละลายได้ในสารละลายไดออล ส่งผลให้ปริมาณ Zn^{2+} ในสารละลายเพิ่มขึ้น[51] ดังสมการที่ 4.4

หลังจากนั้นทำการเติม NH_4OH อีกครั้ง เพื่อให้เบสเข้าไปทำปฏิกิริยากับ Zn^{2+} และ $Zn(OH)_4^{2-}$ เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะดำเนินไปตามปฏิกิริยา ดังสมการที่ 4.5 และ 4.6



หลังจากนั้นทำการแยกตะกอนขาวที่ได้และอบให้ความร้อนที่อุณหภูมิที่ $75^\circ C$ อนุภาคที่ได้ นำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD โดยทำการวัดที่มุม 2θ ตั้งแต่ 30° ถึง 60° ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 4.2 โดยพบว่าอนุภาคปรากฏพีกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 31.8° , 34.5° , 36.4° , 47.7° และ 56.8° และได้ทำการเทียบมาตรฐานกับฐานข้อมูล JCPDS No.36-1451 พบว่าพีกที่ได้ตรงกับพีกของ ZnO โดยไม่พบสารเจือปนอื่น อีกทั้งพีกที่ได้ยังมีลักษณะฐานที่กว้าง ซึ่งแสดงถึงความเป็นอนุภาคนาโนของสาร เมื่อนำไปคำนวณหาขนาดของผลึก ZnO ด้วยสมการของเชอร์เรอ (Scherrer Equation) ดังแสดงในสมการที่ 4.7 ได้ขนาดอนุภาคของ ZnO ที่สังเคราะห์ได้เท่ากับ 25.4 นาโนเมตร

$$d_{XRD} = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad \text{สมการที่ 4.7}$$

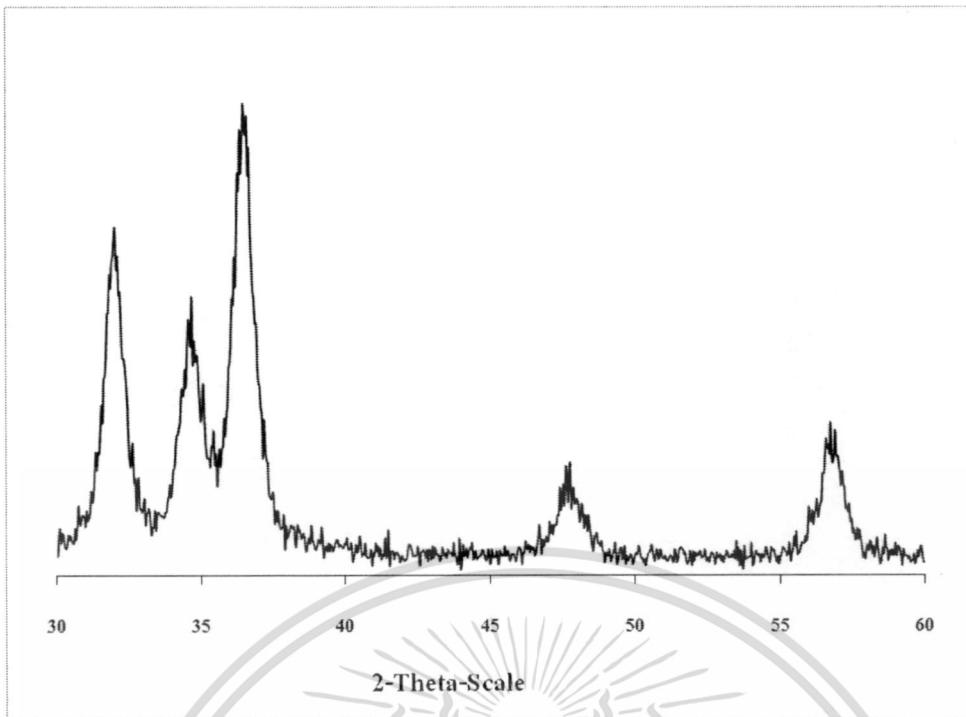
กำหนดให้ $K = 0.9$

$$\lambda = 1.54 \text{ \AA}$$

β = ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีก (Full Width at Half Maximum)

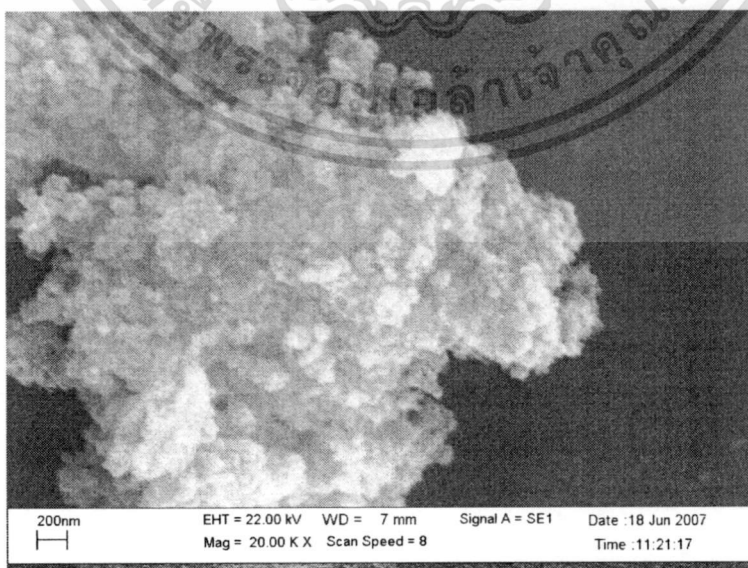
ของพีก 101

θ = มุมเลี้ยวเบนของแบรค (Bragg Diffraction Angle)



รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาค Nano-ZnO

รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาค Nano-ZnO พบว่าผลึก Nano-ZnO ที่ได้มีลักษณะเป็นอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กและมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ลักษณะที่ได้ดังกล่าว เนื่องจากการที่อนุภาค $Zn(OH)_2$ ถูกปกคลุมด้วยโมเลกุลของเอทิลีนไกลคอลซึ่งก่อให้เกิดความเกาะกัน ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ดังแสดงในสมการที่ 4.5 และ 4.6 เกิดขึ้นในพื้นที่ที่จำกัด ทำให้ Nano-ZnO ที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมขนาดเล็ก และเมื่อทำการวัดขนาดของอนุภาคจากภาพ SEM พบว่าอนุภาคมีขนาดประมาณ 30 นาโนเมตร ซึ่งใกล้เคียงกับผลการคำนวณขนาดอนุภาคจากเทคนิค XRD



รูปที่ 4.3 สัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (Nano-ZnO)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 การสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA)

PMMA ที่สังเคราะห์ได้ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลายมีเปอร์เซ็นต์ผลผลิตกันอยู่ที่ในช่วง 45-60 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อนำ PMMA ที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์หาน้ำหนักโมเลกุลด้วยเทคนิค GPC พบว่ามีค่า \bar{M}_n เท่ากับ 53,087 กรัม/โมล ค่า \bar{M}_w เท่ากับ 100,094 กรัม/โมล และค่า MWD เท่ากับ 1.885

4.2 การเตรียมวัสดุประกอบระหว่างพอลิเมอร์ร่วมพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลตกับอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (Nano-ZnO/P(MMA-co-BA))

ในงานวิจัยนี้เลือกใช้พอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต (P(MMA-co-BA)) เป็นเมทริกซ์หลักในการเตรียมวัสดุประกอบ เนื่องจากส่วนของบิวทิลอะคริเลตจะช่วยเพิ่มสมบัติความยืดหยุ่นของพอลิเมอร์เมทริกซ์

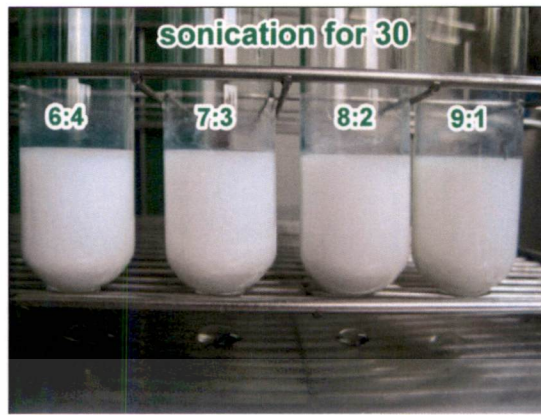
ในการเตรียมวัสดุประกอบเลือกใช้กระบวนการพอลิเมอไรเซชันขณะขึ้นรูป (*In-situ* Polymerization) โดยนำอนุภาค Nano-ZnO ไปกระจายตัวในมอนอเมอร์แล้วจึงนำไปเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ทั้งนี้จึงจำเป็นต้องศึกษาความสามารถการกระจายตัวของ Nano-ZnO ในมอนอเมอร์เดี่ยวและมอนอเมอร์ผสม เพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับการขึ้นรูป

4.2.1 การทดสอบการกระจายตัวของอนุภาค Nano-ZnO ในมอนอเมอร์

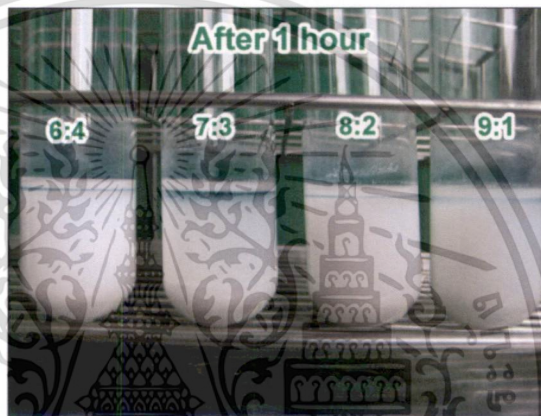
รูปที่ 4.4 แสดงการกระจายตัวของอนุภาค Nano-ZnO ในเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์ (MMA) และบิวทิลอะคริเลตมอนอเมอร์ (BA) หลังจากทำการกระจายตัวอนุภาค Nano-ZnO ด้วยอัลตราโซนิคเป็นเวลา 30 นาที (รูปที่ 4.4(ก)) พบว่าอนุภาค Nano-ZnO สามารถกระจายตัวได้สม่ำเสมอกว่าใน BA ซึ่งสังเกตได้จากความขุ่นของสาร ในขณะที่ใน MMA อนุภาค Nano-ZnO บางส่วนจะแยกตัวออกจากสารละลาย จึงสังเกตเห็นว่าสารละลายส่วนบนจะมีความขุ่นน้อยกว่าสารละลายที่อยู่ด้านล่างของหลอดทดลอง ในขณะที่การกระจายตัวของอนุภาค Nano-ZnO ในมอนอเมอร์ผสมระหว่าง MMA และ BA ในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน พบว่าในมอนอเมอร์ผสมทุกอัตราส่วนอนุภาค Nano-ZnO จะแยกตัวออกจากสารละลายจึงสังเกตเห็นว่าสารละลายส่วนบนจะมีความขุ่นน้อยกว่าสารละลายที่อยู่ด้านล่างของหลอดทดลอง เหมือนใน MMA มอนอเมอร์

เมื่อตั้งสารผสมทิ้งไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (รูปที่ 4.4(ข)) และ 4 ชั่วโมง (รูปที่ 4.4(ค)) พบว่าอนุภาคค่อยๆแยกตัวจากมอนอเมอร์การตกตะกอนใน BA จะช้ากว่า MMA

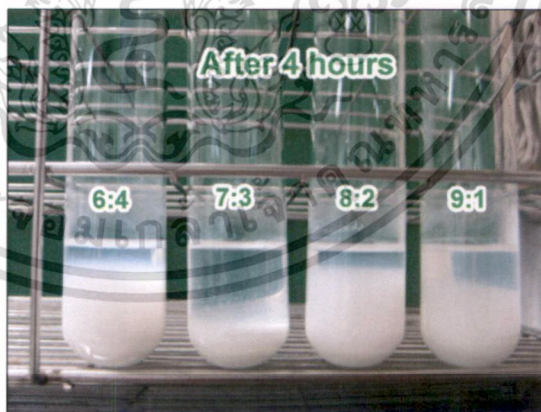
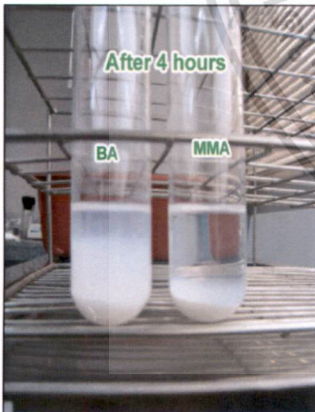
จากผลการทดลองข้างต้น สามารถสรุปได้ว่าอนุภาค Nano-ZnO สามารถกระจายตัวใน BA ได้ดีกว่าใน MMA ดังนั้นในการทดลองขั้นต่อไป จึงเตรียมวัสดุประกอบ โดยนำอนุภาค Nano-ZnO ไปกระจายตัวใน BA มอนอเมอร์ก่อน



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 4.4 การกระจายตัวของอนุภาค Nano-ZnO ในเมทิลเมทาคริเลตมอนอเมอร์และบิวทิลอะคริเลตมอนอเมอร์ที่เวลาแตกต่างกัน (ก) หลังจากการกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที (ข) หลังตั้งทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง (ค) หลังตั้งทิ้งไว้ 4 ชั่วโมง

อย่างไรก็ตามในขั้นตอนการเตรียมวัสดุประกอบจำเป็นต้องมีการเติม PMMA ลงไปในระบบ เพื่อปรับความหนืดของระบบให้เหมาะสมต่อการขึ้นรูปและลดปัญหาการหดตัวของชิ้นงานภายหลังการขึ้นรูป โดยในงานวิจัยนี้เลือกที่จะนำ PMMA มาละลายใน MMA ก่อน แล้วจึงนำไปผสมกับมอนอเมอร์ BA ที่มีอนุภาค Nano-ZnO กระจายตัวอยู่แล้วในข้างต้น

ดังนั้นจึงได้ทำการทดสอบเพื่อหาปริมาณ PMMA ที่เหมาะสม โดยกำหนดให้ปริมาณมอนอเมอร์ BA มีค่าคงที่เท่ากับ 20 ส่วน โดยน้ำหนัก และทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของมอนอเมอร์ MMA ต่อ PMMA เป็นไปตามตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบการหาอัตราส่วนของมอนอเมอร์ต่อพอลิเมอร์ (อัตราส่วนโดยน้ำหนัก)

MMA	BA	PMMA	ลักษณะชิ้นงานที่ได้
70	20	10	เกิดการหดตัวบนผิวหน้าของพอลิเมอร์ ทำให้ชิ้นงานที่ได้มีพื้นผิวขรุขระ ในขณะที่ซิงค์ออกไซด์บางส่วนเกิดการตกตะกอนอยู่ด้านล่างของชิ้นงาน
60	20	20	ชิ้นงานสามารถคงรูปได้ พื้นผิวไม่มีรอยตำหนิ และ ZnO สามารถกระจายตัวอยู่ในชิ้นงานได้ไม่มีการตกตะกอน
50	20	30	เกิดฟองอากาศ ภายในชิ้นงานจำนวนมาก
40	20	40	เกิดฟองอากาศ ภายในชิ้นงานจำนวนมาก

จากผลการทดสอบหาอัตราส่วนของมอนอเมอร์ต่อพอลิเมอร์ พบว่าเมื่อเติม PMMA ในปริมาณ 10 % โดยน้ำหนัก ลักษณะชิ้นงานที่ได้มีความขรุขระบนผิวชิ้นงานอีกทั้งซิงค์ออกไซด์บางส่วนตกตะกอนอยู่ด้านล่างของชิ้นงาน ซึ่งเป็นผลเนื่องมาจากปริมาณ PMMA ที่น้อยเกินไปนี้ ทำให้สารละลายมีความหนืดน้อย จึงเกิดการตะกอนของอนุภาค Nano-ZnO ขณะขึ้นรูปและชิ้นงานมีการหดตัวมากก่อให้เกิดรอยตำหนิบนพื้นผิวของชิ้นงาน

ในขณะที่เมื่อปริมาณ PMMA เพิ่มขึ้นเป็น 30% และ 40% โดยน้ำหนักพบว่า เกิดฟองอากาศขึ้นภายในชิ้นงานภายหลังการขึ้นรูปเป็นจำนวนมาก ซึ่งเป็นผลเนื่องมาจากความหนืดที่มากเกินไปจะส่งผลต่อฟองอากาศจำนวนมากขณะผสมโดยการปั่นกวน เมื่อทำการขึ้นรูปวัสดุประกอบฟองอากาศจึงถูกกักอยู่ภายในวัสดุประกอบ ดังนั้นอัตราส่วนที่พอเหมาะต่อการขึ้นรูปวัสดุประกอบ คือ PMMA: MMA: BA เท่ากับ 20: 60: 20 ซึ่งมีความหนืดที่เหมาะสมไม่ก่อให้เกิดการตกตะกอนและไม่เกิดฟองอากาศตกค้างภายในชิ้นงาน

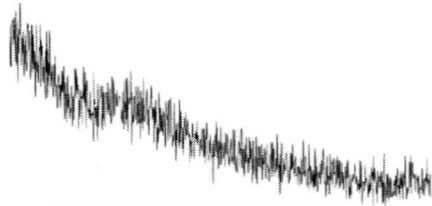
4.2.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)

เมื่อนำพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO ที่แตกต่างกัน มาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD บนพื้นผิวของวัสดุประกอบและพอลิเมอร์ร่วมโดยทำการวัดที่มุม 2θ ตั้งแต่ 30° ถึง 70° และสัณฐานวิทยาบริเวณรอยแตกหักด้วย SEM พบว่าพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) (รูปที่ 4.5(ก)) ปรากฏโครงสร้างอสัณฐาน (Amorphous) ของพอลิเมอร์ ในขณะที่สัณฐานวิทยาไม่พบอนุภาคใดเจือปน หลังจากนั้นนำวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO เท่ากับ 0.1% โดยน้ำหนัก (รูปที่ 4.5(ข)) พบว่าสัญญาณการเป็นอสัณฐานของพอลิเมอร์ มีสัญญาณที่แคบลง ในขณะที่สัณฐานวิทยาไม่พบอนุภาคใดเจือปน ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณของ Nano-ZnO ที่มีอยู่น้อยกว่าหากเปรียบเทียบกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ และอนุภาคมีขนาดเล็กจนไม่สามารถสังเกตเห็นได้

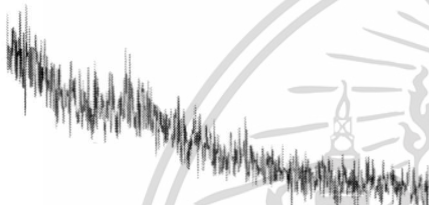
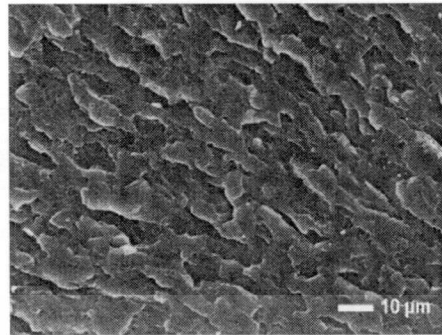
วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO เท่ากับ 0.5% (รูปที่ 4.5(ค)) เมื่อนำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ยังคงพบโครงสร้างอสัณฐานของพอลิเมอร์ และไม่พบอนุภาคใดเจือปน เช่นเดียวกับวัสดุประกอบที่มีปริมาณ Nano-ZnO เท่ากับ 0.1% ในขณะที่เมื่อนำวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO เท่ากับ 1.0% (รูปที่ 4.5(ง)) พบว่าสัญญาณรังสีเอ็กซ์ปรากฏฟีกของผลึก Nano-ZnO ขึ้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 31.8° , 34.5° และ 36.4° และโครงสร้างเป็นอสัณฐานของพอลิเมอร์ ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณ Nano-ZnO ในวัสดุประกอบมีปริมาณมากขึ้น สัญญาณรังสีเอ็กซ์จึงมีความเข้มข้น ในขณะที่สัณฐานวิทยาสามารถพบเห็นอนุภาค Nano-ZnO กระจายตัวอยู่ที่วัสดุประกอบ ทั้งนี้เนื่องจาก Nano-ZnO เริ่มมีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนจึงสามารถสังเกตเห็นอนุภาคได้ชัดเจนกว่าวัสดุประกอบที่มีปริมาณ Nano-ZnO น้อย

XRD

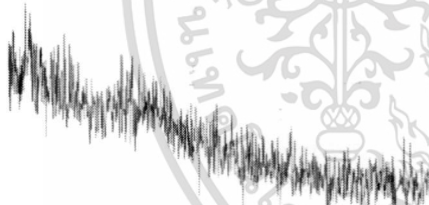
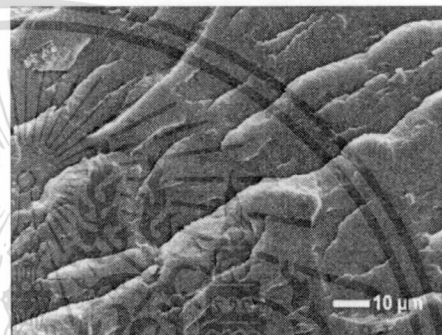
SEM



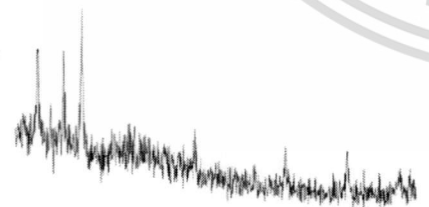
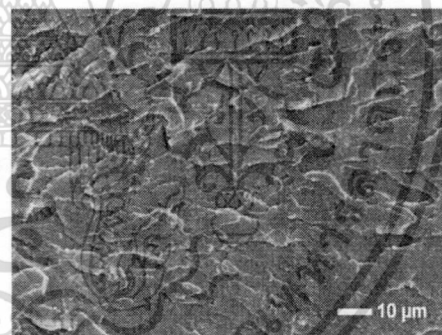
(ก)



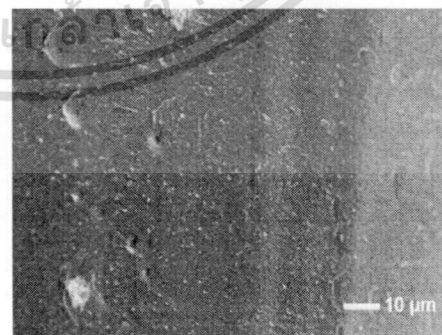
(ข)



(ค)



(ง)



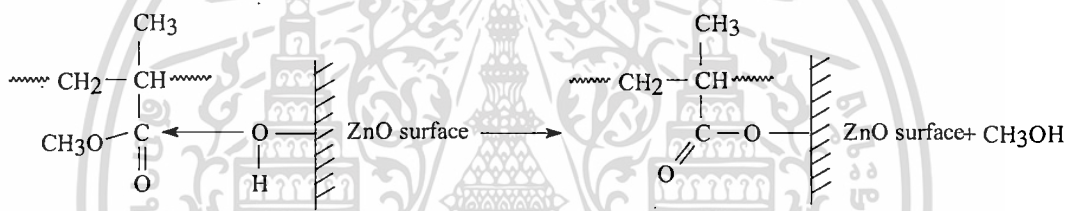
30 40 50 60 70
2-Theta

รูปที่ 4.5 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์บนพื้นผิววัสดุประกอบและสัณฐานวิทยาบริเวณรอยแตกหักของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) (ก) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO ต่างกัน (ข) 0.1 % (ค) 0.5% และ (ง) 1.0% โดยน้ำหนัก

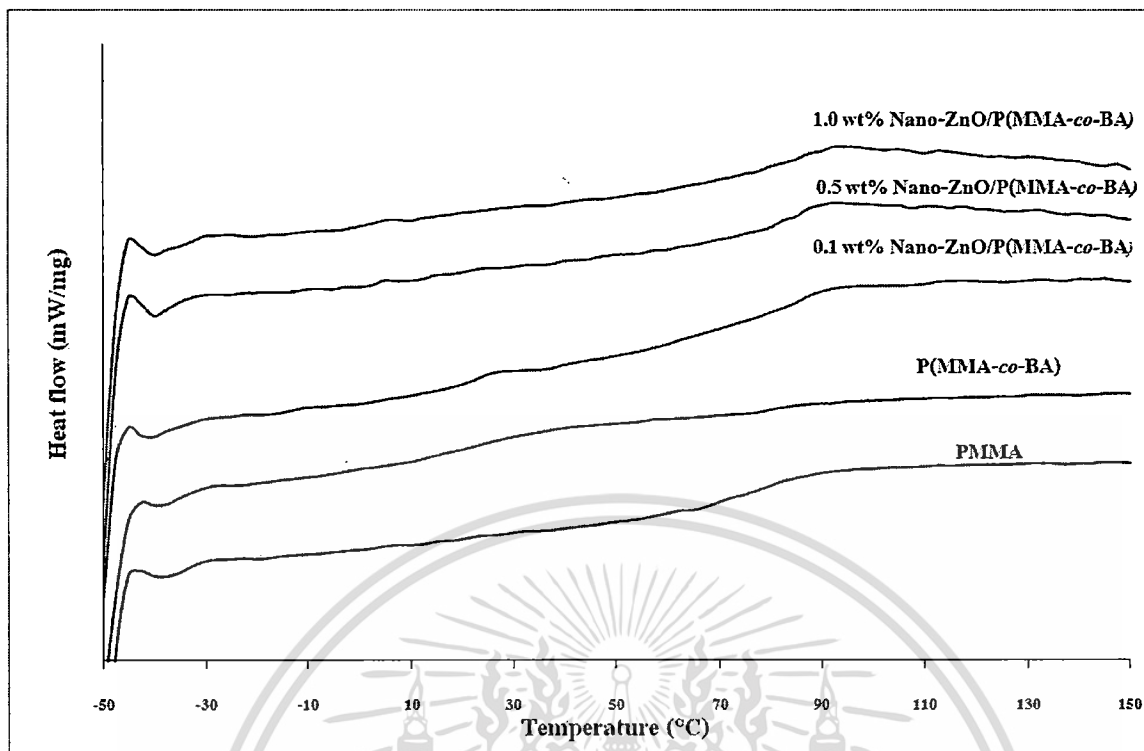
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข. เทคนิค DSC

เมื่อนำพอลิเมอร์ร่วมและวัสดุประกอบนาโนที่เตรียมได้มาวิเคราะห์ค่าอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วด้วยเทคนิค DSC พบว่า PMMA มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วอยู่ที่ 78°C ซึ่งมีค่าค่อนข้างต่ำกว่า PMMA ปกติทั้งนี้ก็เป็นเพราะว่าน้ำหนักโมเลกุลของ PMMA ที่สังเคราะห์ได้มีน้ำหนักโมเลกุลค่อนข้างต่ำ ในขณะที่เมื่อเติม BA มอนเมอร์เข้าไปเป็นพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) พบว่าค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วมีค่าลดลงเป็น 30°C เนื่องจากค่าอุณหภูมิลักษณะคล้ายแก้วที่ต่ำของ BA (-76°C)[52] อย่างไรก็ตามเมื่อทำการเติมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ในปริมาณแตกต่างกัน พบว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วเพิ่มขึ้นอีกครั้ง ซึ่งอยู่ในช่วง 73-76° C ทั้งนี้สันนิษฐานว่าเนื่องจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เติมลงไปในวัสดุประกอบนั้นเกิดอันตรกิริยากับพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) [53] ดังแสดงในรูปที่ 4.6 เป็นผลให้การเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์เกิดได้ยากขึ้น ส่งผลให้อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วเพิ่มขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.6 อันตรกิริยาระหว่างพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของซิงค์ออกไซด์

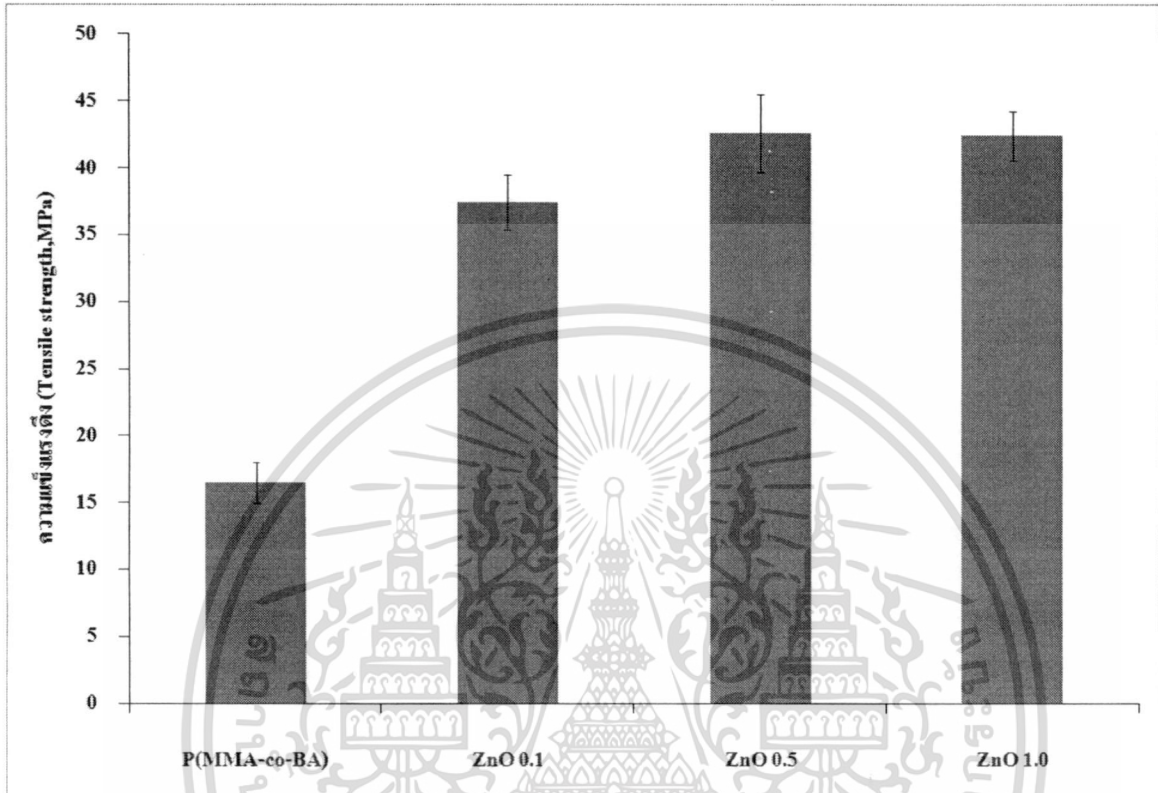


รูปที่ 4.7 เทอร์โมแกรมแสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิเมอร์ PMMA พอลิเมอร์ร่วม P (MMA-co-BA) และวัสดุประกอบที่มีปริมาณ Nano-ZnO ที่แตกต่างกันด้วยเทคนิค GPC

4.2.3 การทดสอบสมบัติของวัสดุประกอบนาโน

ก. การทดสอบความแข็งแรงดึง (Tensile)

เมื่อนำ P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่เตรียมได้ไปทดสอบสมบัติการรับแรงดึง ซึ่งได้ผลการทดสอบดังนี้



รูปที่ 4.8 ความแข็งแรงดึงของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)

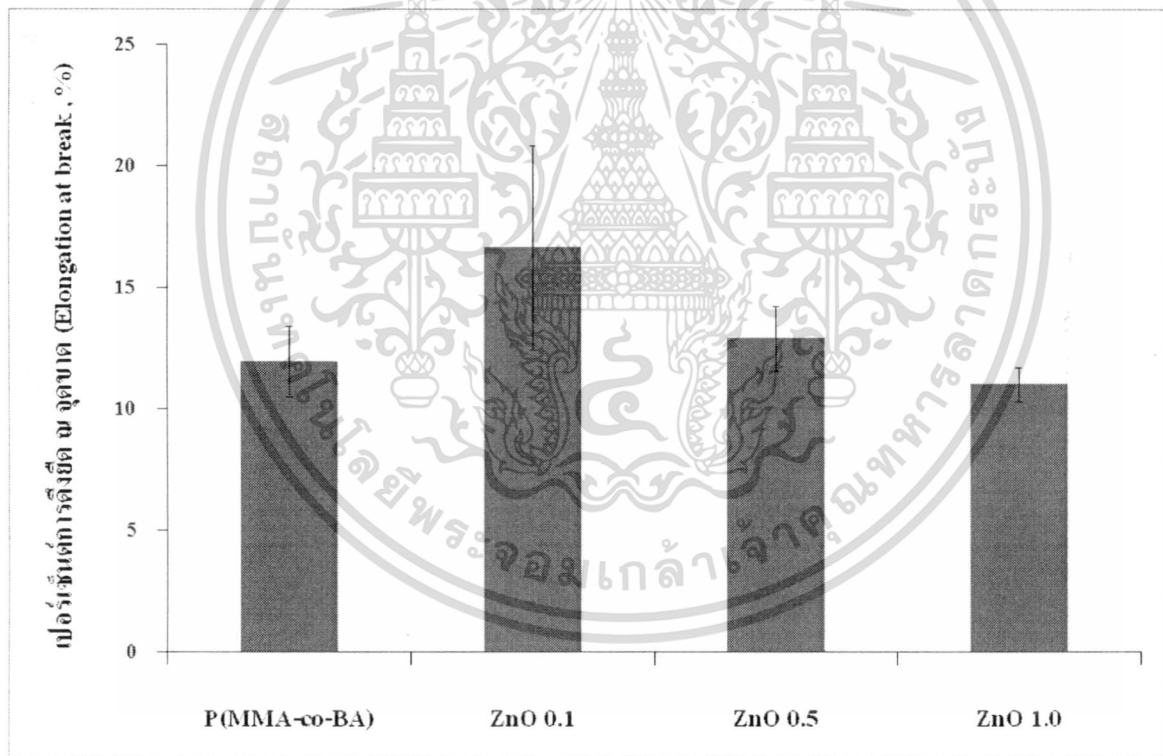
จากรูปที่ 4.8 แสดงค่าความแข็งแรงดึงของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) พบว่า P(MMA-co-BA) มีค่าความแข็งแรงดึงประมาณ 16 MPa และเมื่อเตรียมเป็นวัสดุประกอบ พบว่าวัสดุประกอบที่มีปริมาณ Nano-ZnO เท่ากับ 0.1% 0.5% และ 1.0% โดยน้ำหนักมีค่าความแข็งแรงดึงสูงกว่า P(MMA-co-BA) เนื่องจากอนุภาคของ Nano-ZnO เป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงกว่าพอลิเมอร์เมื่อให้แรงกระทำกับวัสดุประกอบ อนุภาค Nano-ZnO เหล่านี้จึงทำหน้าที่เป็นส่วนรับแรงหลักในวัสดุประกอบและอนุภาค Nano-ZnO มีการกระจายตัวที่ดีในวัสดุประกอบจึงสามารถส่งผ่านแรงระหว่างอนุภาคที่กระจายอยู่ได้ดีส่งผลให้วัสดุประกอบมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น อีกทั้งการที่ Nano-ZnO เกิดอันตรกิริยากับพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) (รูปที่ 4.6) ส่งผลให้วัสดุประกอบสามารถรับแรงกระทำได้สูงขึ้น

อย่างไรก็ตามเมื่อทำการปรับเปลี่ยนปริมาณ Nano-ZnO ในวัสดุประกอบนาโนจาก 0.1% เป็น 0.5% โดยน้ำหนัก จะมีค่าความแข็งแรงดึงสูงขึ้นเล็กน้อย และเมื่อปริมาณของ Nano-ZnO เพิ่มขึ้นเป็นเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.0% โดยน้ำหนัก พบว่าวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่เตรียมได้จะมีค่าความแข็งแรงดึงไม่เปลี่ยนแปลงไปจากการวัสดุประกอบที่มีปริมาณ Nano-ZnO เท่ากับ 0.5% มากนัก จากผลดังกล่าวสนับสนุนฐานว่าการเติมอนุภาค Nano-ZnO ที่มีปริมาณเท่ากับ 0.5% มีการกระจายตัวได้ดีในเมทริกซ์จึงเป็นผลให้ค่าความแข็งแรงดึงของวัสดุประกอบยังคงมีค่าเพิ่มสูงขึ้น แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ Nano-ZnO ในวัสดุประกอบเป็น 1.0% โดยน้ำหนัก ถึงแม้ว่าอนุภาค Nano-ZnO ยังมีการกระจายตัวที่ดี แต่เริ่มมีบางส่วนเกิดการรวมตัวกันจึงสามารถสังเกตเห็นได้ในภาพ SEM (รูปที่ 4.5 (ง)) จากผลดังกล่าวจึงส่งผลให้ค่าความแข็งแรงดึงของวัสดุประกอบที่มีปริมาณ Nano-ZnO เท่ากับ 1.0% ไม่เพิ่มขึ้นจากวัสดุประกอบที่มีปริมาณ Nano-ZnO เท่ากับ 0.5%

ข การทดสอบเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (Elongation at break)

เมื่อนำ P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่เตรียมได้ไปทดสอบเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด ซึ่งได้ผลการทดสอบดังนี้



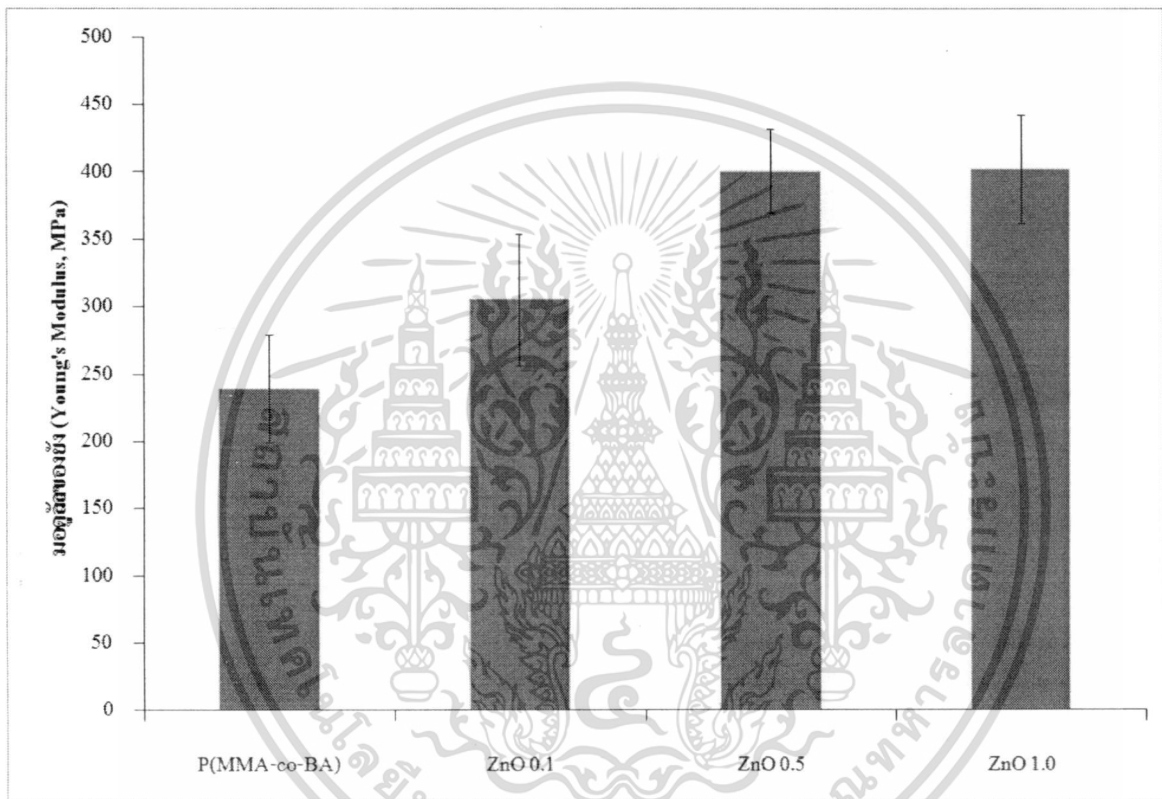
รูปที่ 4.9 เปอร์เซนต์การดึงยืด ณ จุดขาด ของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)

จากรูป 4.9 แสดงเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาดของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณของ Nano-ZnO เท่ากับ 0.1 0.5 และ 1.0% โดยน้ำหนัก พบว่าการเติม Nano-ZnO ในปริมาณต่างๆ เหล่านี้ไม่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงเปอร์เซ็นต์การเอกสทรานเป็นเอกสทรานที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอญูชาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดิ่งยึด ณ จุดขาดของวัสดุประกอบนาโนให้ต่างจาก P(MMA-co-BA) อย่างมีนัยสำคัญ ที่เป็นเช่นนี้ เพราะส่วนเสริมแรงที่อยู่ในวัสดุประกอบนาโนมีอนุภาคเล็กระดับนาโน จึงไม่ขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์เมื่อได้รับแรงดึง เปรียบเช่นต์การดิ่งยึด ณ จุดขาดจึงมีค่าคงที่

ค. การทดสอบค่ามอดูลัสของยัง (Young's Modulus)

เมื่อนำ P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่เตรียมได้ไปทดสอบค่ามอดูลัสของยัง ซึ่งได้ผลการทดสอบดังนี้



รูปที่ 4.10 ค่ามอดูลัสของยังของของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)

จากรูปที่ 4.10 แสดงค่ามอดูลัสของยังของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณของ Nano-ZnO เท่ากับ 0.1 0.5 และ 1.0% โดยนักพบว่าวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) มีค่ามอดูลัสของยังสูงกว่า P(MMA-co-BA) เนื่องจาก Nano-ZnO มีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเป็นผลให้บริเวณที่เกิดความเค้นสะสมระหว่างวัฏภาค (Stress Concentration) มีขนาดเล็กกว่าขนาดวิกฤต (Critical Stress Concentration) จึงทำให้วัสดุประกอบเสียสภาพได้ยากขึ้น และวัสดุประกอบนาโนมีค่ามอดูลัสของยังสูงขึ้นเมื่อปริมาณของ Nano-ZnO เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เป็นผลเนื่องมาจากส่วนเสริมแรงคือ Nano-ZnO มีความแข็งสูง ทำให้วัสดุประกอบมีความต้านทาน

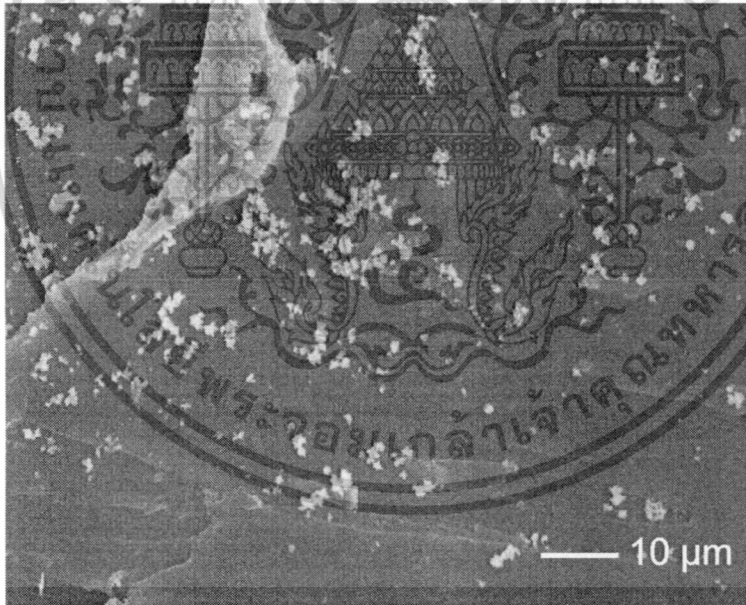
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการเปลี่ยนแปลงรูปร่างสูงขึ้น อีกทั้งอันตรกิริยาระหว่าง Nano-ZnO กับพอลิเมอร์เมทริกซ์ก็มีส่วนช่วยเพิ่มความต้านทานในส่วนนี้ด้วย แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของ Nano-ZnO เป็น 1.0% โดยน้ำหนัก พบว่าค่ามอดูลัสของยังมีค่าเริ่มคงที่ แต่การที่มีค่ามอดูลัสของยังสูงกว่า P(MMA-co-BA) เนื่องจากความแข็งของส่วนเสริมแรงนั่นเอง

อย่างไรก็ตามเนื่องจากพอลิเมอร์ร่วมที่ใช้เป็นเมทริกซ์ มีส่วนของ BA ซึ่งมีลักษณะอ่อนนิ่มและมีค่ามอดูลัสต่ำ [54] ดังนั้นค่ามอดูลัสจากวัสดุประกอบที่เตรียมได้จึงมีค่าเพิ่มขึ้นไม่มากนัก

4.3 การปลูกผลึก ZnO บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)

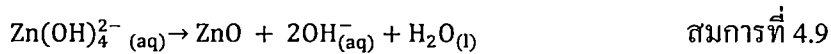
เมื่อนำพอลิเมอร์ร่วมที่ไม่ผ่านการฝังอนุภาค Nano-ZnO มาแช่ในสารละลายผสมระหว่าง $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ และ NH_4OH แล้วทำการปลูกผลึกโดยใช้ค่าพีเอชของระบบการปลูกผลึกเท่ากับ 8 โดยมีระยะเวลา 24 ชั่วโมงจะสังเกตเห็นอนุภาคของนาโนซิงค์ออกไซด์เกิดอยู่บนพื้นผิวของพอลิเมอร์ร่วม ทั้งนี้คาดว่าเนื่องมาจากการที่อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นใหม่จากสารละลายผสมเกิดการตกตะกอนมาเกาะอยู่บนผิวหน้าของวัสดุประกอบ ซึ่งสังเกตได้จากปริมาณที่เกิดขึ้นใหม่ไม่ครอบคลุมทั่วทั้งพื้นผิวของพอลิเมอร์ร่วม ดังแสดงในรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 สัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ร่วมภายหลังการปลูกผลึก โดยใช้ค่าพีเอชเท่ากับ 8 ระยะเวลา 24 ชั่วโมง

ดังนั้นจึงได้นำวัสดุประกอบนำวัสดุประกอบที่มีการฝังอนุภาค Nano-ZnO ไปแช่ในสารละลายผสมระหว่าง $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ และ NH_4OH ในสภาวะที่เป็นเบสจะทำให้ไอออนของ Zn^{2+} ในสารละลายเกิดการไฮโดรไลซิสให้อยู่ในรูปของ $Zn(OH)_4^{2-}$ ดังแสดงในสมการที่ 4.8 ซึ่งไอออนที่เกิดขึ้นนี้สามารถแยกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดอันตร-กิริยา กับพื้นผิวของอนุภาค Nano-ZnO ที่ฝังอยู่ในวัสดุประกอบ และเกิดปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (Dehydration) และเปลี่ยนเป็นอนุภาค ZnO ก่อตัวขึ้นบนพื้นผิววัสดุประกอบต่อไป ดังแสดงในสมการที่ 4.9



จากปฏิกิริยาดังกล่าว สามารถกล่าวได้ว่า อนุภาค Nano-ZnO เดิมที่ฝังอยู่ในวัสดุประกอบ จะทำหน้าที่เป็นตัวก่อผลึก ZnO ขึ้นบนพื้นผิววัสดุประกอบต่อไป

4.3.1 ผลของค่าพีเอชในระบบการปลูกผลึก

ในการศึกษาผลของพีเอชที่เปลี่ยนไปต่อการก่ออนุภาค ZnO ใหม่บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) โดยปรับค่าพีเอชของระบบสารละลายผสม $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ NH_4OH ให้มีค่าเท่ากับ 7, 8, 9 และ 10 จากนั้นนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

รูปที่ 4.12(ก) – (ง) แสดงรูปแบบการเรียงเบนรังสีเอ็กซ์และลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีการปรับเปลี่ยนค่าพีเอชของระบบสารละลายผสม เท่ากับ 7, 8, 9 และ 10 พบว่าทุกสภาวะของการปลูกผลึกจะพบสัญญาณของผลึก ZnO ซ้อนทับกับสัญญาณสัณฐานของพอลิเมอร์เมทริกซ์ เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบ Nano-ZnO/(P(MMA-co-BA)) จะเห็นว่าสัญญาณของ ZnO ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 31.8° , 34.5° และ 36.4° ซึ่งตรงกับมาตรฐาน JCPDS 36-1451 จะมีความชัดเจนมากขึ้นเมื่อผ่านการปลูกผลึกในระบบที่มีค่าพีเอชสูงขึ้น ในขณะที่เดียวกันสัญญาณสัณฐานของพอลิเมอร์เมทริกซ์จะค่อยๆลดลง ซึ่งผลดังกล่าวเนื่องมาจากปริมาณ ZnO ที่เพิ่มขึ้นบนพื้นผิววัสดุประกอบภายหลังการปลูกผลึกจะบดบังสัญญาณของพอลิเมอร์เมทริกซ์

เมื่อพิจารณาการเปลี่ยนแปลงของสัณฐานวิทยาบนพื้นผิววัสดุประกอบภายหลังการปลูกผลึก พบว่าอนุภาค ZnO ก่อตัวขึ้นใหม่ โดยเมื่อค่าพีเอชของระบบการปลูกผลึกมีค่าเท่ากับ 7 (รูปที่ 4.12 (ก)) สามารถพบเห็นอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กที่กระจายตัวอยู่บางบริเวณของวัสดุประกอบ ดังนั้นแผนภาพ XRD ภายหลังการปลูกผลึกที่พีเอช 7 จึงไม่สามารถสังเกตเห็นความแตกต่างจากวัสดุประกอบเริ่มต้นได้ ในขณะที่เมื่อทำการเพิ่มค่าพีเอชเป็น 8 (รูปที่ 4.12(ข)) จะสามารถพบเห็นผลึกที่มีลักษณะเป็นแท่ง (Rod-liked crystals) โดยมีความยาวของแท่งผลึกประมาณ 300 นาโนเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 250 นาโนเมตร และเมื่อเพิ่มพีเอชของระบบการปลูกผลึกเป็น 9 (รูปที่ 4.12(ค)) ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค ZnO มีผลึกเป็นรูปทรงดอกไม้ (Flower-liked crystals) ซึ่งเกิดจากการเติบโตของผลึก ZnO จากจุดกึ่งกลางไปยังทุกทิศทางจนมีลักษณะเป็นแท่งปลายแหลม โดยแต่ละแท่งผลึกมีความยาวของแท่งเท่ากับ 200 นาโนเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 125 นาโนเมตร และเมื่อทำการเอ็กซเรย์เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

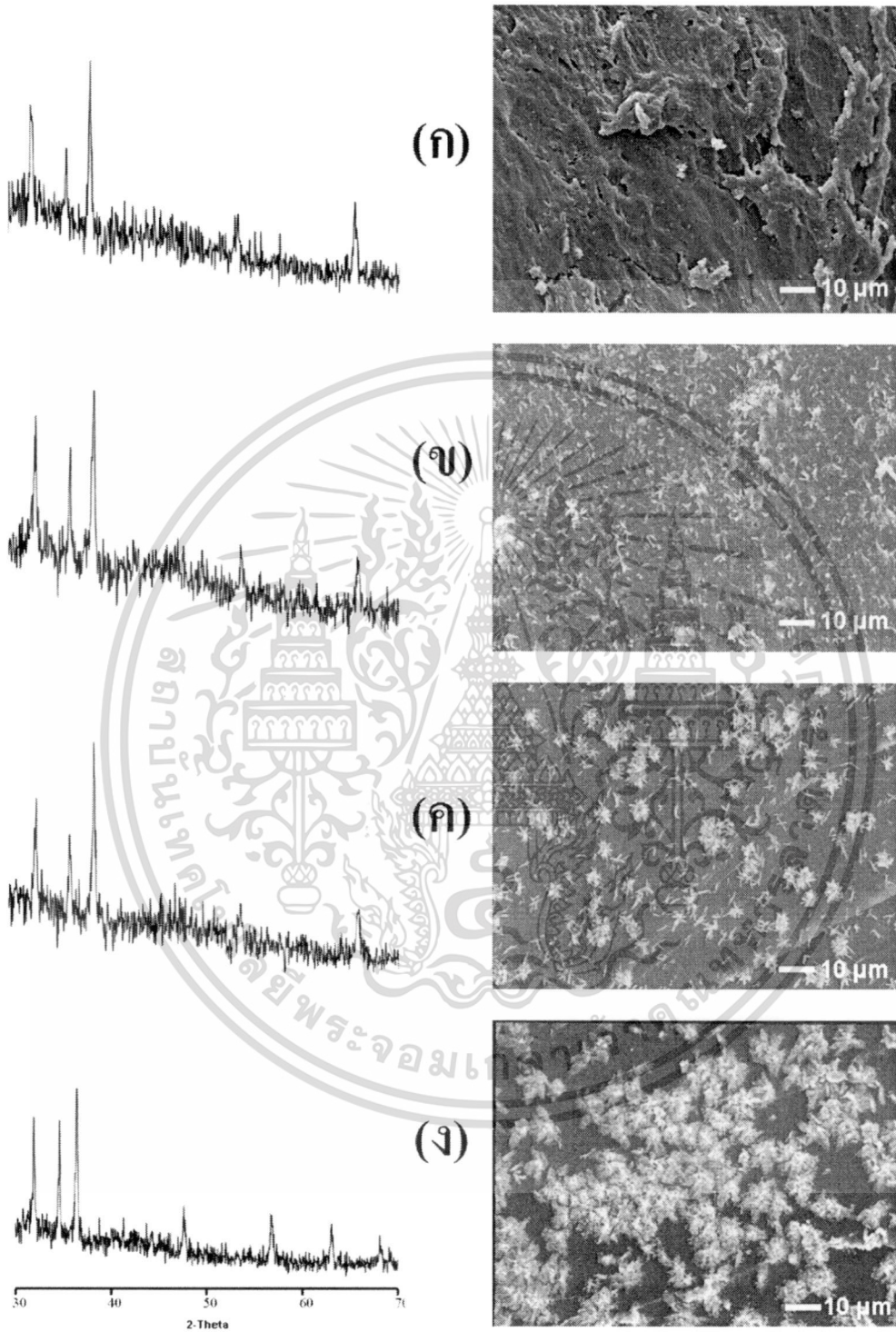
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปรับเปลี่ยนค่าพีเอชจนมีค่าเท่ากับ 10 (รูปที่ 4.12(ง)) จะสังเกตเห็นกลุ่มผลึก ZnO ที่ปกคลุมพื้นผิวส่วนใหญ่ของวัสดุประกอบ ซึ่งส่งผลให้สัญญาณของพอลิเมอร์เมทริกซ์ใน XRD ถูกบดบังด้วยสัญญาณของผลึก ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่ เมื่อศึกษาสัณฐานวิทยาของกลุ่มผลึก ZnO ดังกล่าวที่กำลังขยายสูง (รูปที่ 4.13) พบว่ากลุ่มผลึก ZnO ประกอบด้วยนาโนไฟเบอร์ (Nanofibers) ที่มีลักษณะเป็นเส้นยาวต่อเนื่องขนาดเล็กระดับนาโน โดยบนพื้นผิวของเส้นจะมีลักษณะเป็นหนามแหลม จากผลดังกล่าวสามารถบอกได้ว่าสัณฐานวิทยาของ ZnO เปลี่ยนแปลงเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงค่าพีเอชของระบบ ซึ่งค่าพีเอชที่เพิ่มขึ้นนั้นหมายถึงการเพิ่มขึ้นของ $Zn(OH)_4^{2-}$ ที่ก่อตัวบนอนุภาค ZnO ที่ฝังตัวอยู่ในวัสดุประกอบ ซึ่งทำหน้าที่เปรียบเหมือนจุดเริ่มต้นของการโตของผลึกให้เติบโตไปได้หลากหลายทิศทาง จากแท่งนาโน เป็นผลึกคอกไม้ และเป็นเส้นใยนาโนต่อไปบนพื้นผิว

นอกจากนี้ได้ศึกษาผลของค่าพีเอชต่อปริมาณของอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นมาใหม่โดยนำวัสดุประกอบก่อนและหลังการปลูกผลึก ZnO ไปวิเคราะห์หาปริมาณของ ZnO ด้วยเทคนิค XRF (ตารางที่ 4.2) โดยเติม Al_2O_3 เข้าไปในสารตัวอย่างเพื่อใช้เป็นสารมาตรฐาน (Standard addition) และศึกษาการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง ZnO ต่อ Al_2O_3 ที่เปลี่ยนไปภายหลังการปลูกผลึกที่ค่าพีเอชต่างๆเปรียบเทียบกับวัสดุประกอบก่อนการปลูกผลึก พบว่าปริมาณ ZnO เพิ่มขึ้นจาก 0.02 เป็น 0.05 ในสภาวะพีเอชมีค่าเท่ากับ 7 และปริมาณ ZnO มีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อยๆเมื่อระบบมีค่าความเป็นเบสเพิ่มขึ้น เป็น 0.09 0.18 และ 0.72 ในสภาวะค่าพีเอชเท่ากับ 8 9 และ 10 ตามลำดับ ซึ่งผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลจากภาพ SEM ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าค่าพีเอชของระบบการปลูกผลึกไม่เพียงแต่ส่งผลต่อรูปร่างผลึกเท่านั้น หากยังส่งผลต่อปริมาณ ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบอีกด้วย

XRD

SEM



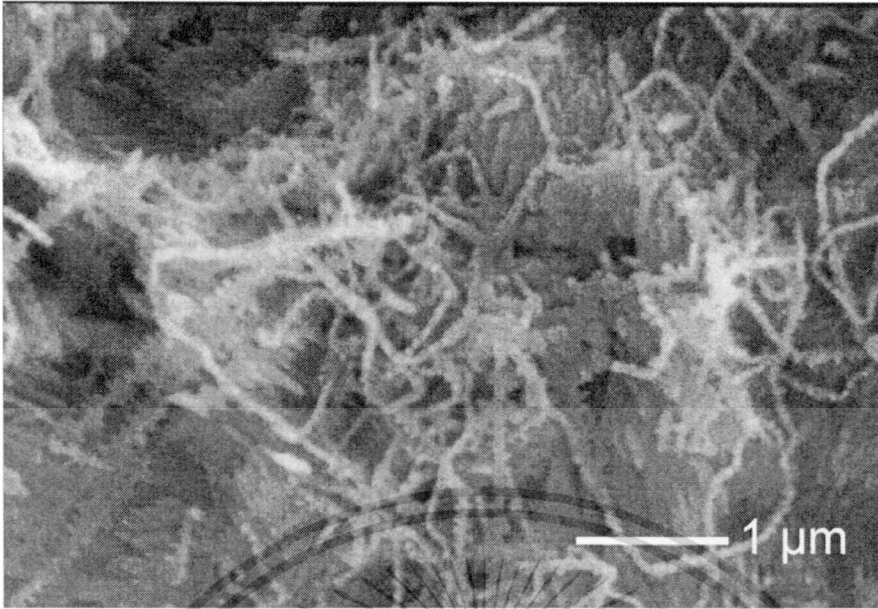
รูปที่ 4.12 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO

เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่มีการปรับเปลี่ยนค่าพีเอชของระบบสารละลายผสม เท่ากับ 7(ก), 8(ข),

9(ค) และ 10(ง)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีค่าพีเอชของการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



ตารางที่ 4.2 ลักษณะสัณฐานวิทยา ขนาด และองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ในสภาวะการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีการเปลี่ยนแปลงค่าพีเอช

แผนภูมิ XRD และ แผนภาพ SEM	สภาวะไฮโดรเทอร์มอล		ลักษณะอนุภาค		องค์ประกอบทางเคมี (wt %)				
	ค่าพีเอช	ระยะเวลา (hrs)	ลักษณะอนุภาค	ขนาดอนุภาค		ZnO	Al ₂ O ₃	อื่นๆ	อัตราส่วน โดยน้ำหนัก ZnO/Al ₂ O ₃
		ความยาว (nm)		เส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)					
รูปที่ 4.12 (ก)	7	24	n/a	n/a	n/a	4.8	83.5	11.7	0.06
รูปที่ 4.12(ข)	8		ผลึกแบบแท่ง (Rod-like crystal)	350	250	8.5	87.8	3.7	0.09
รูปที่ 4.12(ค)	9		ผลึกรูปดอกไม้ที่มีกลีบปลายแหลม (Flower-like clusters with shape tip petals)	200	125	14.7	81.7	3.6	0.18
รูปที่ 4.12(ง) รูปที่ 4.13 รูปที่ 4.14(ฉ)	10		กลุ่มผลึก ZnO ที่ปกคลุมด้วยเส้นใยนาโน ZnO ซึ่งมีลักษณะพื้นผิวเป็นหนามแหลม (clusters and nanofiber with nanospine)	n/a	n/a	40.4	55.7	3.9	0.72

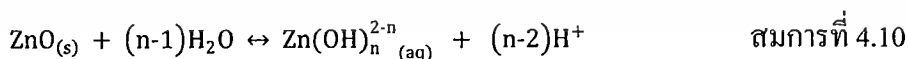
4.3.2 ผลของการปรับเปลี่ยนระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล

ในการศึกษาผลของระยะเวลาในการปลูกผลึก ZnO ด้วยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล โดยกำหนดให้พีเอชของระบบการปลูกผลึกมีค่าเท่ากับ 10 และปรับเปลี่ยนระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลจาก 4, 6, 8, 10, 12 และ 24 ชั่วโมง หลังการปลูกผลึกนำวัสดุประกอบที่ได้มาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD และวิเคราะห์พื้นฐานวิทยาด้วย SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.14(ก) – (ฉ)

จากแผนภาพ XRD เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลจะส่งผลให้สัญญาณของผลึก ZnO มีความชัดเจนมากขึ้นในขณะที่สัญญาณออสตราของพอลิเมอร์เมทริกซ์ลดลง ซึ่งผลดังกล่าวเป็นไปในทิศทางเดียวกับการเพิ่มค่าพีเอชของระบบการปลูกผลึก

เมื่อพิจารณาการเปลี่ยนแปลงของสัญญาณวิทยานบนพื้นผิววัสดุประกอบภายหลังจากการปลูกผลึกพบว่าที่ระยะการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล เท่ากับ 4 ชั่วโมง (รูปที่ 4.14(ก)) อนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่บนพื้นผิววัสดุประกอบมีลักษณะรูปผลึกเป็นดอกไม้ขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ห่างกัน ซึ่งประกอบด้วยแท่งผลึก ZnO โดยมีความยาวที่ 400 นาโนเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางที่ 200 นาโนเมตร และเมื่อเพิ่มระยะเวลาปฏิกิริยาดำเนิน เป็น 6 และ 8 ชั่วโมง (รูปที่ 4.14(ข) และ 4.14(ค)) พบว่าผลึกรูปดอกไม้มีขนาดโตขึ้นและก่อตัวปกคลุมพื้นผิวส่วนใหญ่ของวัสดุประกอบ อีกทั้งแต่ละกลุ่มผลึกจะประกอบด้วยแท่งผลึก ZnO จำนวนมากขึ้น โดยแต่ละแท่งผลึกจะมีความยาวประมาณ 930 และ 1200 นาโนเมตร เมื่อระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 6 และ 8 ชั่วโมง ตามลำดับ อย่างไรก็ตามการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาจะส่งผลต่อความยาวของแท่งผลึก แต่ไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งผลึก ZnO มากนัก

เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปจนถึง 10 ชั่วโมง พบว่าผลึก ZnO มีลักษณะเป็นรูปทรงดอกไม้ที่ปลายกลีบแตกออกเป็นแท่งขนาดเล็ก ดังแสดงในรูปที่ 4.14(ง) ซึ่งสันนิษฐานว่าเมื่ออนุภาค ZnO บนพื้นผิววัสดุประกอบแช่อยู่ในสารละลายที่มีค่าพีเอชเป็นเบสสูง เป็นระยะเวลานาน อนุภาค ZnO จะเกิดการละลายที่พื้นผิวได้เป็นไอออนของซิงค์ไฮดรอกไซด์ที่มีหลากหลายสปีชีส์เช่น $Zn(OH)_4^{2-}$ ดังแสดงในสมการที่ 4.10

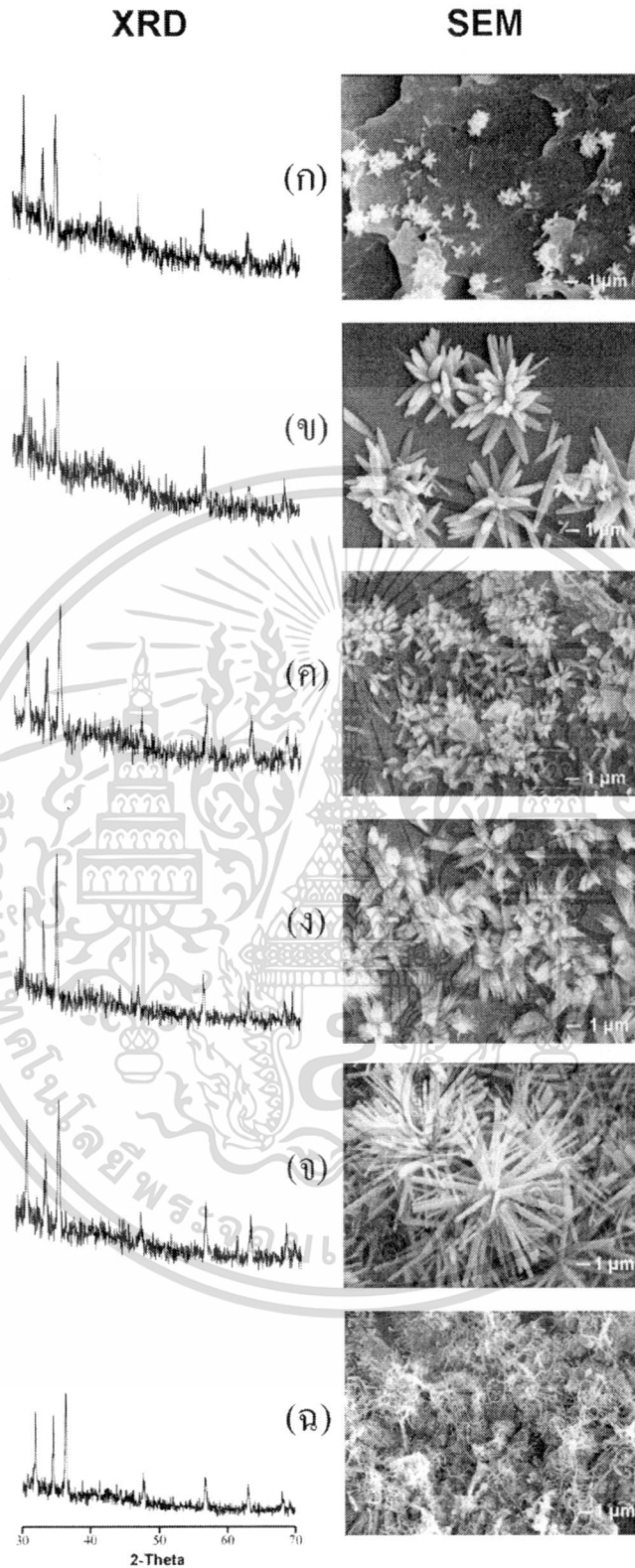


เมื่อเพิ่มระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลปฏิกิริยาในสมการที่ 4.10 จะดำเนินไปทางขวามือ ความเข้มข้นของไอออน $Zn(OH)_n^{2-n}$ ในระบบสารละลายจึงมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ เป็นผลให้สมดุลของระบบถูกรบกวน ดังนั้นปฏิกิริยาจึงเกิดการย้อนกลับส่งผลให้เกิดการก่อผลึกรูปเข็มขนาดเล็กจำนวนมากที่ปลายของผลึก ZnO เดิมที่มีลักษณะเป็นกลีบดอกไม้ ซึ่งกลไกการก่อผลึกลักษณะดังกล่าวได้ถูกนำเสนอโดย ยามาบิและอิมายิ (Yamabi and Imai) [55] และ ปีเตอร์สันและเกร็ก (Peterson and Gregg) [56] โดยเรียกว่า การละลายและการก่อผลึกใหม่ (Dissolution-Regrowth) นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะเป็นใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลังจากนั้นเมื่อเพิ่มระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเป็น 12 ชั่วโมง พบว่าผลึก ZnO ที่เกิดขึ้นใหม่เป็นกลุ่มเส้นใยนาโนที่มีลักษณะคล้ายพลุ ดังรูปที่ 4.14(จ) และเมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปถึง 24 ชั่วโมง พบว่ามีผลึก ZnO ก่อตัวขึ้นเป็นจำนวนมากและมีลักษณะกลุ่มผลึก ZnO ที่ปกคลุมด้วยเส้นใยนาโน ZnO ซึ่งมีลักษณะพื้นผิวเป็นหนามแหลม ซึ่งกลไกการก่อผลึกดังที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อที่ 4.3.1

ตารางที่ 4.3 แสดงการเปลี่ยนแปลงของปริมาณ ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่ ภายหลังจากการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่พีเอชเท่ากับ 10 โดยใช้ระยะเวลาแตกต่างกัน พบว่าอัตราส่วนโดยโมลของ ZnO/Al₂O₃ ไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อปรับเปลี่ยนระยะเวลาการทำปฏิกิริยาในช่วง 4-8 ชั่วโมง แสดงว่าปริมาณของผลึก ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่ มีค่าไม่แตกต่างกันนัก แต่เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยามากกว่า 10 ชั่วโมงพบว่า ปริมาณ ZnO มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด สันนิษฐานว่าเมื่อ ZnO อยู่ในสารละลายเป็นเวลานาน จะเกิดการละลายและการก่อผลึกใหม่ดังที่กล่าวมาแล้วข้างต้น จึงส่งผลให้ปริมาณ ZnO ในระบบมากขึ้นเช่นกัน จากผลดังกล่าวสามารถบอกได้ว่าระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเพิ่มขึ้น ไม่เพียงแต่ส่งผลต่อรูปร่างผลึกเท่านั้น หากยังส่งผลต่อปริมาณ ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบอีกด้วย





รูปที่ 4.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์และลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 10 โดยปรับเปลี่ยนระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล เท่ากับ 4(ก), 6(ข), 8(ค), 10(ง), 12(จ) และ 24(ฉ) ชั่วโมงนั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 ลักษณะสัณฐานวิทยา ขนาด และองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่บนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ในสภาวะการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีระยะเวลาแตกต่างกัน

แผนภูมิ XRD และ แผนภาพ SEM	สภาวะไฮโดรเทอร์มอล		ลักษณะอนุภาค			องค์ประกอบทางเคมี (wt %)			
	คำพินิจ	ระยะเวลา (hrs)	ลักษณะวิทยา	ขนาดอนุภาค		ZnO	Al ₂ O ₃	อื่นๆ	อัตราส่วน โดย น้ำหนัก ZnO/Al ₂ O ₃
				ความยาว (nm)	เส้นผ่าน ศูนย์กลาง (nm)				
รูปที่ 4.14(ก)	10	4	ผลึกรูปทรงดอกไม้ที่มีกลีบปลาย แหลม	400	200	6.71	80.6	12.69	0.08
รูปที่ 4.14(ข)		6	(Flower-like clusters with shape tip petals)	930	200	6.51	90.7	2.79	0.07
รูปที่ 4.14(ค)		8		1200	200	6.67	90.3	3.03	0.07
รูปที่ 4.14(ง)		10	กลุ่มผลึกรูปทรงดอกไม้ที่ปลาย กลีบแตกออกเป็นแท่งขนาดเล็ก (Flower-like clusters, each petal split to acicular nanostructure)	1300	n/a	15.3	80.8	2.90	0.20
รูปที่ 4.14(จ)		12	กลุ่มเส้นใยนาโนที่มีลักษณะคล้าย พลุ (Firework-like clusters with long nanowires)	2500	200	13.2	83.9	2.90	0.16

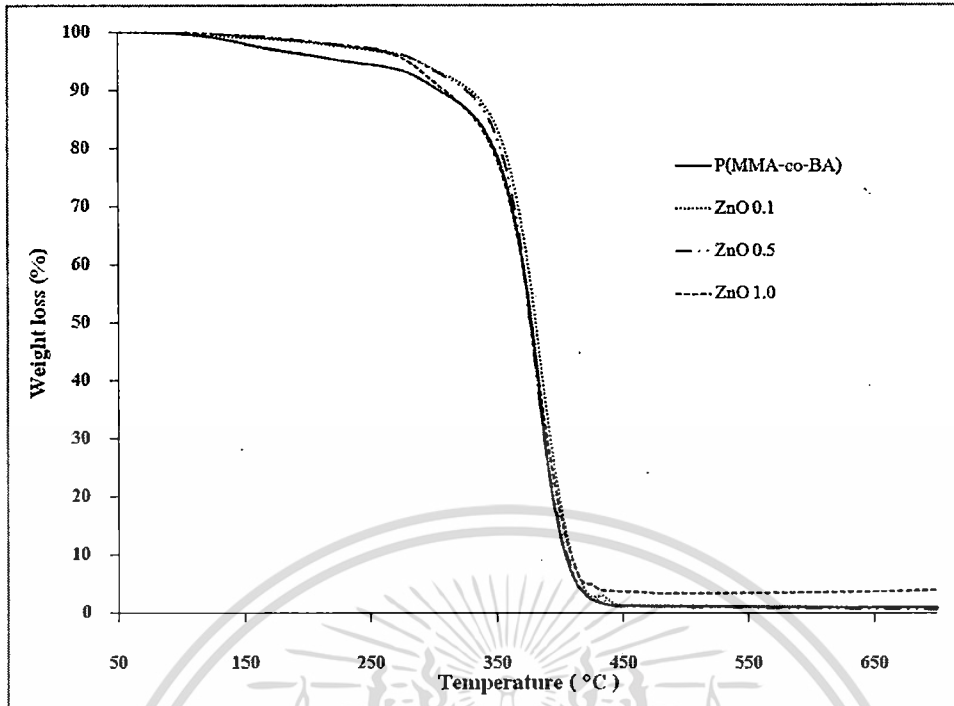
4.4 การทดสอบสมบัติของวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึก

4.4.1 สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบนาโน ก่อนและหลังการปลูกผลึก

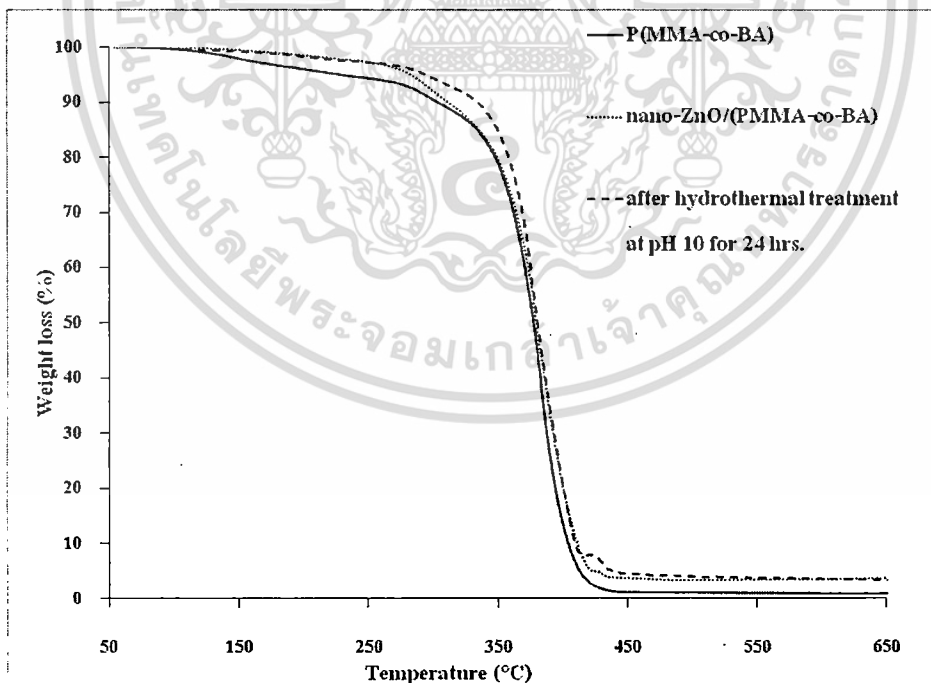
เมื่อนำเอาพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึกในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีค่าพีเอชเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง มาศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA ตั้งแต่อุณหภูมิ 50 ° ถึง 700 ° ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 4.15 ซึ่งพบว่า P(MMA-co-BA) มีช่วงอุณหภูมิการสลายตัว 2 ช่วงคือ ช่วงอุณหภูมิ 250°C ถึง 320°C เป็นอุณหภูมิการสลายตัวของ PMMA ที่เติมลงไปผสมกับมอนอเมอร์ก่อนที่จะทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน และช่วงที่สองคือที่อุณหภูมิ 320°C ถึง 385°C เป็นอุณหภูมิสลายตัวของ P(MMA-co-BA)

ส่วนวัสดุประกอบที่มีการเติม Nano-ZnO ในปริมาณ 0.1% 0.5% และ 1.0% โดยน้ำหนัก พบว่าอุณหภูมิสลายตัวช่วงแรกมีค่าเพิ่มสูงขึ้นกว่า P(MMA-co-BA) ซึ่งการที่วัสดุประกอบมีอุณหภูมิการสลายตัวสูงกว่า เนื่องจากสายโซ่ของ P(MMA-co-BA) เกิดอันตรกิริยากับ Nano-ZnO ซึ่ง Nano-ZnO มีความจุความร้อน (Heat capacity) สูงกว่าพอลิเมอร์ จึงสามารถดูดและกักเก็บพลังงานความร้อนที่ได้รับ อีกทั้งยังขัดขวางการส่งผ่านความร้อนไปยังพอลิเมอร์เมทริกซ์ให้ช้าลง เป็นผลให้การสลายตัวของพอลิเมอร์เมทริกซ์เกิดที่อุณหภูมิสูงขึ้น

สำหรับผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึกในระบบสารละลายพีเอชเท่ากับ 10 และระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 24 ชั่วโมงดังแสดงในรูปที่ 4.16 พบว่าวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึกมีเสถียรภาพทางความร้อนเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ทั้งนี้สาเหตุหลักน่าจะเนื่องมาจากชั้นอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นมาใหม่บนพื้นผิวทำหน้าที่เปรียบเสมือนชั้นของฉนวนกันความร้อน อีกทั้งอนุภาค ZnO ที่ฝังอยู่ในวัสดุประกอบยังมีส่วนช่วยในการหน่วงให้การส่งผ่านความร้อนไปยังส่วนของพอลิเมอร์ช้าลง ส่งผลให้วัสดุประกอบที่ผ่านการปลูกผลึกแล้วมีเสถียรภาพทางความร้อนสูงกว่าวัสดุประกอบนาโนเริ่มต้น



รูปที่ 4.15 เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO 0.1, 0.5 และ 1.0 % โดยน้ำหนัก จากเทคนิค TGA



รูปที่ 4.16 เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มี ปริมาณ Nano-ZnO 1.0 % โดยน้ำหนัก และวัสดุ ประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่มีค่าพีเอชเท่ากับ

10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.2 การทดสอบสมบัติการเปียก

การศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติบนพื้นผิวของวัสดุประกอบ สามารถทดสอบได้โดยใช้เครื่องวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ โดยมุมสัมผัสที่ได้ถ้ามีค่าน้อยจะแสดงถึงสมบัติความชอบน้ำของวัสดุ ในทางตรงกันข้ามค่ามุมสัมผัสที่ได้มีค่ามากจะแสดงถึงสมบัติความไม่ชอบน้ำของวัสดุ

รูปที่ 4.17 แสดงภาพถ่ายและค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ก่อนและหลังการปลูกผลึกเปรียบเทียบกับ P(MMA-co-BA) เริ่มต้นในกรณีของ P(MMA-co-BA) เริ่มต้นพบว่า หยดน้ำมีลักษณะแผ่กว้างบนพื้นผิวและสามารถวัดค่ามุมสัมผัสได้เท่ากับ 71° ดังแสดงในรูปที่ 4.17(ก)และ 4.18(ก)ค่ามุมสัมผัสดังกล่าวแสดงถึงความชอบน้ำของ P(MMA-co-BA) ส่วนวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ก่อนการปลูกผลึก พบว่ามีค่ามุมสัมผัสเท่ากับ 78° ซึ่งสูงกว่าค่ามุมสัมผัสของ P(MMA-co-BA) เล็กน้อย ดังแสดงในรูปที่ 4.17(ข) จากผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าการเติมอนุภาค Nano-ZnO โดยปริมาณ 1.0% โดยน้ำหนัก ไม่ส่งผลต่อสมบัติการเปียกของวัสดุประกอบอย่างมีนัยสำคัญ

เมื่อนำวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ภายหลังจากการปลูกผลึกโดยใช้สภาวะต่างๆ มาทำการวัดค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ พบว่าในกรณีที่ปรับค่าพีเอชของระบบการปลูกผลึกให้สูงขึ้น(ในช่วงพีเอช 7-10) ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวของวัสดุประกอบจะมีค่าเพิ่มขึ้นและรูปลักษณะของหยดน้ำจะค่อยๆเปลี่ยนแปลงจากหยดน้ำที่มีลักษณะแผ่กว้างเป็นหยดน้ำที่มีลักษณะทรงกลม ซึ่งผลดังกล่าวแสดงถึงสภาวะความไม่ชอบน้ำบนพื้นผิววัสดุประกอบ

(ก) ผลของค่าพีเอชของระบบการปลูกผลึก

โดยวัสดุประกอบที่ทำการปลูกผลึกที่ค่าพีเอชของระบบสารละลายเท่ากับ 7 (รูปที่ 4.17(ค)) มีค่ามุมสัมผัสเท่ากับ 87° ซึ่งเพิ่มจากวัสดุประกอบก่อนการปลูกผลึก ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่บนวัสดุประกอบมีขนาดเล็กกระจายตัวอยู่บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ ส่งผลต่อความขรุขระบนพื้นผิวทำให้หยดน้ำแผ่บนพื้นผิววัสดุประกอบได้ยากขึ้น ในขณะที่เมื่อเพิ่มพีเอชของระบบการปลูกผลึกเท่ากับ 8 (รูปที่ 4.17(ง)) จะเป็นผลให้ผลึก ZnO เติบโตขึ้น จึงส่งผลให้ค่ามุมสัมผัสที่ได้มีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 92°

เมื่อระบบการปลูกผลึกมีค่าพีเอชเท่ากับ 9 (รูปที่ 4.17(จ)) มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำเท่ากับ 102° และหยดน้ำมีพื้นที่ผิวสัมผัสกับวัสดุประกอบน้อยลง ซึ่งลักษณะดังกล่าวแสดงถึงความไม่ชอบน้ำของวัสดุประกอบ ซึ่งสันนิษฐานว่าเกิดจากการก่อตัวของผลึก ZnO จำนวนมากโดยมีลักษณะเป็นผลึกทรงดอกไม้ที่ประกอบด้วยผลึกแท่งนาโนที่เติบโตขึ้นในหลากหลายทิศทาง ผลึกลักษณะดังกล่าวจะมีช่องว่างจำนวนมากระหว่างแท่งผลึก ซึ่งช่องว่างเหล่านี้ทำให้พื้นผิวของวัสดุประกอบมีความขรุขระยิ่งขึ้น และสามารถกักเก็บอากาศไว้ภายในทำให้หยดน้ำไม่สามารถแผ่ปกคลุมบนพื้นผิวผลึกได้ อย่างไรก็ตามจะสังเกตได้ว่าค่ามุมสัมผัสที่พีเอชของระบบสารละลายมีค่าเท่ากับ 9 มีค่ามุมสัมผัสแตกต่างกับพีเอช 7 และ 8 ไม่มากนัก ทั้งนี้เนื่องจากที่พีเอชเท่ากับ 9 ปลูกผลึกการค่าไม่ต่างกันใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

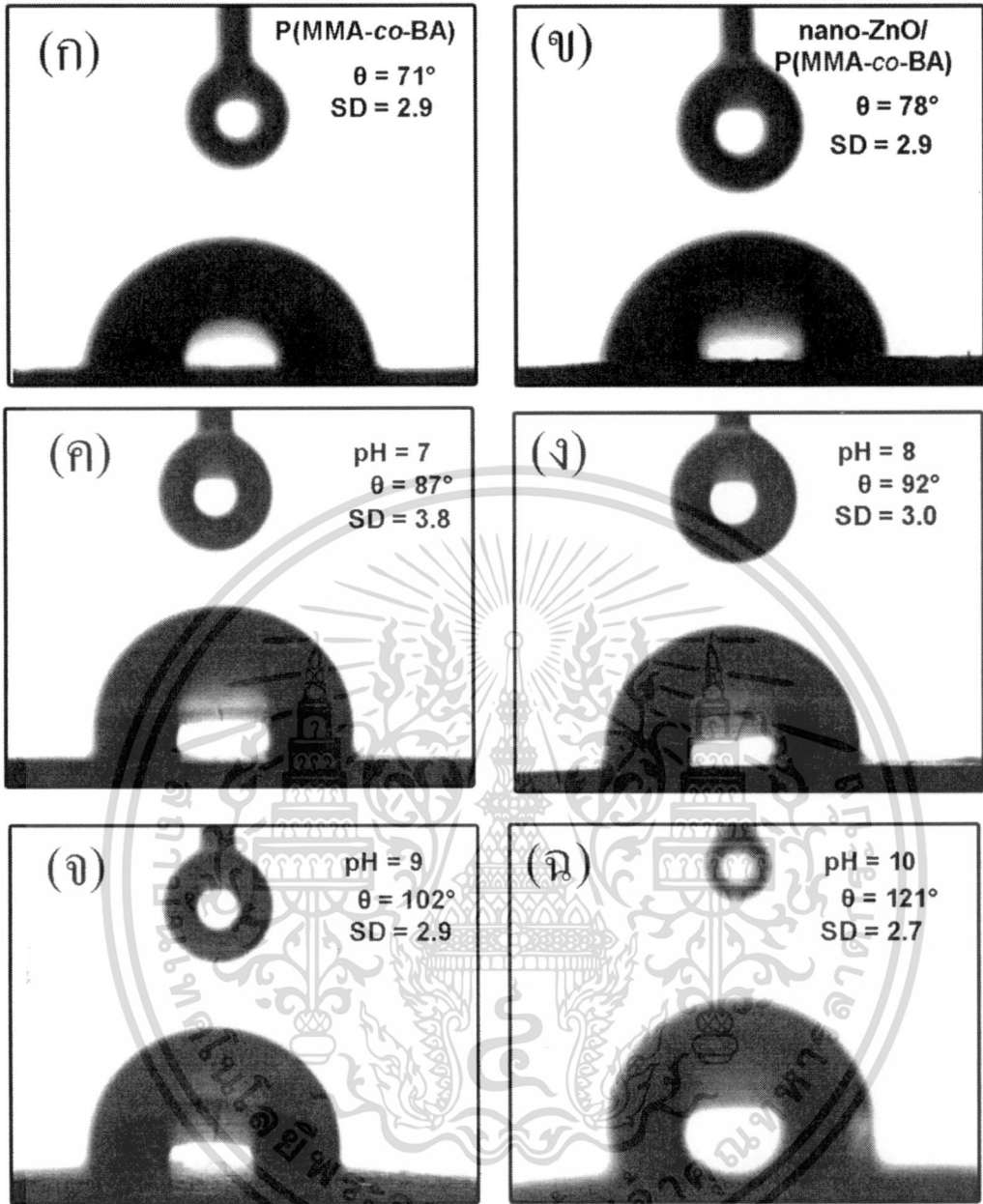
ดอกไม้ที่ได้ไม่มีความต่อเนื่องกัน และยังกระจายตัวอยู่ห่าง ๆ กันทำให้หยดน้ำยังคงสามารถแผ่ ออกไปได้ตามบริเวณที่ไม่มีอนุภาค ZnO ก่อตัวขึ้น ซึ่งพฤติกรรมดังกล่าวสอดคล้องกับ โมเดลของ เวนเซล (Wenzel state model) [57] ดังแสดงในรูปที่ 4.18(ข)

เมื่อทำการเพิ่มค่าพิเอชของระบบการปลูกผลึกเท่ากับ 10 พบว่าค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำที่ ได้มีค่าสูงสุด เท่ากับ 121° และหยดน้ำมีลักษณะค่อนข้างกลม ทั้งนี้เนื่องจากพื้นผิววัสดุประกอบถูก ปกคลุมด้วยผลึก ZnO ที่เกิดขึ้นใหม่จำนวนมากและมีลักษณะเป็นกลุ่มผลึก ที่ประกอบด้วยเส้นใย นาโน ZnO ที่มีลักษณะยาวต่อเนื่องทั่วทั้งพื้นผิว อีกทั้งบนพื้นผิวเส้นใยมีลักษณะเป็นหนามแหลม ซึ่งลักษณะดังกล่าวส่งผลให้หยดน้ำเกาะอยู่ส่วนบนของผลึก ZnO ในลักษณะเป็นหยดทรงกลม ซึ่ง พฤติกรรมดังกล่าวสอดคล้องกับ โมเดลของ แคสซี-แบกเตอร์ (Cassie-Baxter Model) [58] ดัง แสดงในรูปที่ 4.18(ค)

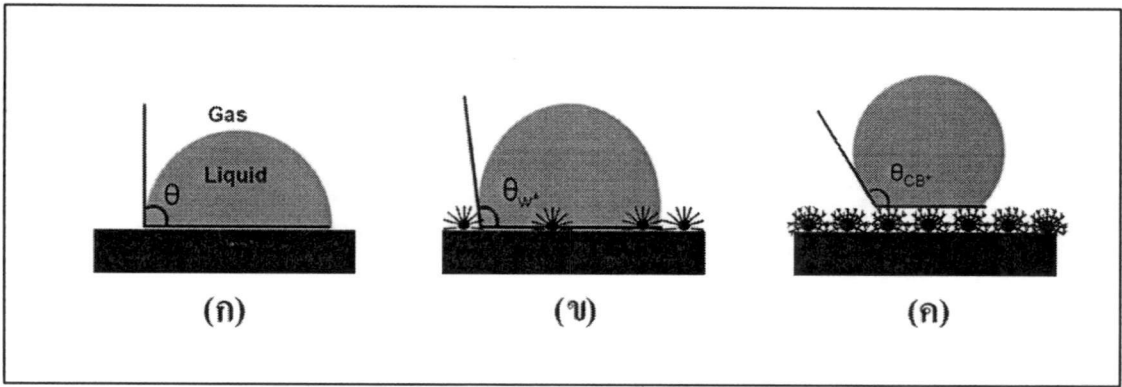
(ข) ผลของระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล

รูปที่ 4.19 แสดงภาพถ่ายและค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวของ P(MMA-co-BA) เปรียบเทียบกับ วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ก่อนและหลังการปลูกผลึก เมื่อใช้ ระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่เปลี่ยนไปเป็น 4, 6, 8, 10, 12 และ 24 ชั่วโมง พบว่า ในช่วงระยะเวลา 4-8 ชั่วโมงแรก พบว่าค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำที่ได้มีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก โดยมีค่าอยู่ในช่วง $100-102^\circ$ ทั้งนี้เนื่องจากระยะเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล มีค่า ไม่ต่างกันมากนัก ปริมาณอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวใหม่ยังมีปริมาณ ใกล้เคียงกันและมีลักษณะทาง สัณฐานวิทยาที่ไม่แตกต่างกัน ดังที่ได้แสดงมาแล้วในหัวข้อ 4.3.2

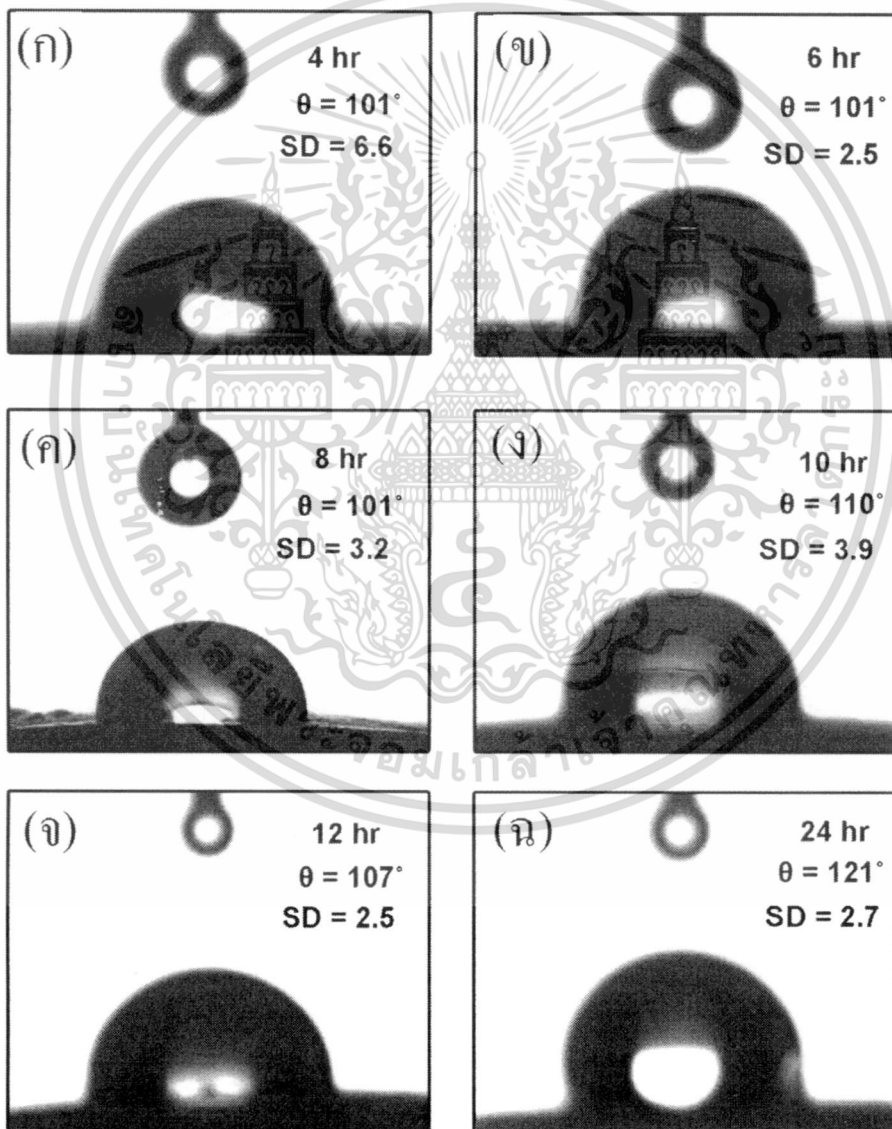
เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเป็น 10 และ 12 ชั่วโมง พบว่ามุม สัมผัสมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 110° และ 107° ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากขนาดของแท่งผลึก ZnO มีความยาว มากขึ้นจึงส่งผลให้ความขรุขระบนพื้นผิวของวัสดุประกอบมีค่ามากตามไปด้วย ซึ่งผลของค่าวัดมุม สัมผัสจะมากขึ้นอย่างเห็นได้ชัด เมื่อระยะเวลาการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 24 ชั่วโมง ซึ่งเป็นตัวบ่งบอกได้ว่าวัสดุประกอบมีความไม่ชอบน้ำมากขึ้น พื้นผิวลักษณะดังกล่าวสามารถเพิ่ม ประสิทธิภาพการทำความสะอาดตนเองของวัสดุประกอบให้ดียิ่งขึ้น



รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายและค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวของวัสดุประกอบทั้งก่อนและหลังการปลูกผลึกเทียบกับ P(MMA-co-BA) เมทริกซ์ ในระบบสารละลายที่มีค่าพีเอชแตกต่างกัน (ก) P(MMA-co-BA), (ข) Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) , (ค) พีเอชเท่ากับ 7, (ง) พีเอชเท่ากับ 8, (จ) พีเอชเท่ากับ 9 และ (ฉ) พีเอชเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 4.18 แผนภาพลักษณะหยดน้ำของวัสดุประกอบ



รูปที่ 4.19 ภาพถ่ายและค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวของวัสดุประกอบระยะเวลาการทำปฏิกิริยา

ไฮโดรเทอร์มอลที่เปลี่ยนไป (ก) 4, (ข) 6, (ค) 8, (ง) 10, (จ) 12 และ (ฉ) 24 ชั่วโมง ที่มีค่า

พีเอชเท่ากับ 10

เอกสารนี้เป็นเอกสารทสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.3 การทดสอบสมบัติการต้านทานเชื้อของวัสดุประกอบ

เมื่อนำพอลิเมอร์ P(MMA-co-BA) วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ก่อนการปลูกผลึก และวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึกที่พีเอชมีค่าเท่ากับ 10 และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเท่ากับ 24 ชั่วโมงโดยใช้ *E.coli* แล้วนำไปคำนวณหาค่าเปอร์เซ็นต์การลดลงของเชื้อแบคทีเรีย (Percentage reduction of bacteria, %R) พบว่าวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่มีปริมาณ Nano-ZnO 1.0% มีค่า %R มากกว่าพอลิเมอร์ P(MMA-co-BA) ผลดังกล่าวเนื่องมาจากสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียของ Nano-ZnO เกิดขึ้นเนื่องจากเมื่ออนุภาค ZnO สัมผัส โคนผนังเซลล์ของแบคทีเรียนั้นจะทำลายระบบผนังเซลล์และระบบการหายใจของแบคทีเรีย จึงส่งผลให้แบคทีเรียหยุดการเจริญเติบโตในที่สุด [59]

ในขณะที่วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึกมีค่า %R มากกว่าวัสดุประกอบก่อนการปลูกผลึกเพียงเล็กน้อย ทั้งนี้จะเนื่องมาจากวิธีการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM E2149-01 เป็นการทดสอบที่อาศัยการเขย่าให้ชิ้นงานตัวอย่างในสารแขวนลอยเชื้อแบคทีเรีย ดังนั้นแบคทีเรียที่สัมผัสโดยชิ้นงานตัวอย่างเท่านั้นถึงจะถูกทำลาย ด้วยเหตุนี้เมื่อทำการปลูกผลึกใหม่ อนุภาค ZnO จะก่อดัชนีผิวของวัสดุประกอบ ไม่สามารถแพร่ออกไปสัมผัสกับแบคทีเรียได้อย่างทั่วถึง ดังนั้นค่า %R ของวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึกที่ได้จึงไม่แตกต่างจากวัสดุประกอบก่อนการปลูกผลึกมากนัก ผลการทดสอบแสดงในตารางที่ 4.4

จากผลการวิเคราะห์ข้างต้นสามารถพิจารณาได้ว่าวัสดุประกอบที่มีการปลูกผลึกมีสมบัติในการต้านทานแบคทีเรียได้ดีกว่าวัสดุประกอบที่มีการฝังอนุภาค Nano-ZnO เพียงอย่างเดียว อย่างไรก็ตามรูปร่างของผลึกไม่มีผลต่อสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย แต่ปริมาณ ZnO ที่ก่อดัชนีใหม่หลังการปลูกผลึกเป็นปัจจัยสำคัญในการต้านทานเชื้อแบคทีเรียของวัสดุประกอบ

ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย *E.Coli*

ตัวอย่าง	%R
P(MMA-co-BA)	30.37
Nano-ZnO/ P(MMA-co-BA)	80.00
Nano-ZnO/ P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึก	82.89

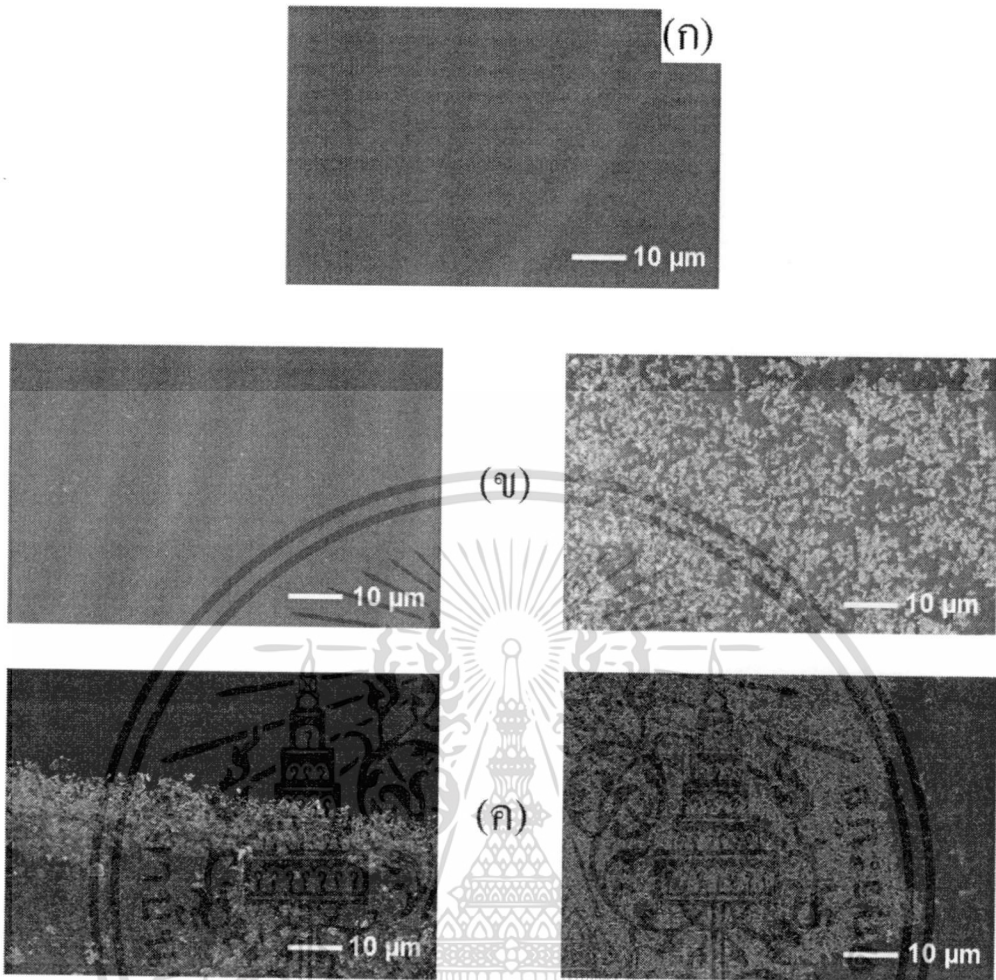
4.4.4 การทดสอบการยึดติดของอนุภาค ZnO บนพื้นผิวของวัสดุประกอบ

การยึดติดของอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่บนวัสดุประกอบหลังการปลูกผลึก สามารถทดสอบโดยเทคนิคการลอก (Peel Test) ตามมาตรฐาน ASTM 3330M-04 โดยเลือกใช้วัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึกที่พีเอชเท่ากับ 10 เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

รูปที่ 4.20(ก) แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวเทปกาว 3M[®] ที่ไม่ผ่านการทดสอบพบว่าพื้นผิวของสก็อตเทปไม่มีการเจือปนของอนุภาคอื่นๆ เมื่อเปรียบเทียบกับพื้นผิวสก็อตเทปหลังการลอก ดังแสดงในรูปที่ 4.20(ข) จะสังเกตเห็นว่ามีอนุภาคขนาดเล็ก กระจายตัวอยู่ห่างๆบนผิวสก็อตเทปภายหลังการทดสอบการลอก อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาพื้นผิวของวัสดุประกอบภายหลังการทดสอบ (รูปที่ 4.20(ข) ขวามือ) ไม่สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงของชั้นผลึก ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่

ในรูปที่ 4.20(ค) เป็นภาพถ่ายแสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของสก็อตเทปและพื้นผิวของ P(MMA-co-BA) ที่เคลือบผิวด้วยอนุภาค Nano-ZnO โดยใช้เทคนิคการให้ความร้อนกับ P(MMA-co-BA) พบว่าอนุภาค Nano-ZnO ลอกติดมากับสก็อตเทปในปริมาณที่มาก ในขณะที่เมื่อพิจารณาบนพื้นผิวของ P(MMA-co-BA) จะสังเกตเห็นบริเวณที่โดยสก็อตเทปลอกอนุภาค Nano-ZnO ออกจากบนพื้นผิวของวัสดุประกอบ (รูปที่ 4.20(ค) ขวามือ)

ทั้งนี้จากผลข้างต้นสามารถบ่งบอกว่าอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่จากผลึก Nano-ZnO ที่ถูกฝังอยู่ในวัสดุประกอบมีความสามารถในการยึดติดบนวัสดุประกอบได้ดีกว่าการเคลือบอนุภาค Nano-ZnO โดยตรงบนแผ่นพอลิเมอร์



รูปที่ 4.20 ลักษณะพื้นฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการทดสอบการลอก โดยมีเทปกาว 3M[®] ที่ไม่ผ่านการทดสอบ(ก), เทปกาวและวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ที่ผ่านการปลุกผลึกหลังการทดสอบ (ข) และเทปกาวและวัสดุประกอบที่เคลือบโดยวิธีการอัดร้อนแก่ P(MMA-co-BA)(ค)

บทที่ 5

สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

- อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์สามารถสังเคราะห์ได้โดยปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลระหว่างสารตั้งต้น 0.1 โมล/ลิตร ของซิงค์ไนเตรดเฮกซะไฮเดรตและ 0.1 โมล/ลิตร แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีค่าอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 25.4 นาโนเมตร

- วัสดุประกอบระหว่างอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์และพอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต(Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)) สามารถเตรียมได้โดยผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันขณะขึ้นรูปโดยการหล่อแบบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส โดยปริมาณ Nano-ZnO ที่เพิ่มขึ้นในวัสดุประกอบจะส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของสมบัติความแข็งแรงดึง ค่ามอดูลัส และเสถียรภาพทางความร้อน โดยไม่เปลี่ยนแปลงค่าเปอร์เซ็นต์ด่างยึด ณ จุดขาดของวัสดุ

- การนำวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ไปทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลในสารละลายผสมระหว่างซิงค์ไนเตรดเฮกซะไฮเดรตและแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส สามารถก่อให้เกิดการสร้างผลึก ZnO ที่มีโครงสร้างระดับนาโนบนพื้นผิวของวัสดุประกอบ โดย Nano-ZnO ที่ฝังอยู่ในวัสดุประกอบจะทำหน้าที่เป็นจุดก่อผลึกของ ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่จากปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลและช่วยเพิ่มสมบัติการยึดติดระหว่างผลึก ZnO ที่ก่อตัวขึ้นกับพื้นผิวของวัสดุประกอบ โดยการเพิ่มพีเอชของระบบการปลูกผลึก มีผลให้ปริมาณของอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่บนวัสดุประกอบเพิ่มขึ้นและมีสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกัน ในขณะที่ระยะเวลาในการปลูกผลึกจะส่งผลต่อการเพิ่มปริมาณและความยาวของแท่งผลึก ZnO

- การปลูกผลึก ZnO บนวัสดุประกอบมีผลให้วัสดุประกอบมีเสถียรภาพทางความร้อนเพิ่มขึ้น เพิ่มสมบัติความไม่ชอบน้ำบนพื้นผิวและสมบัติการต้านทานเชื้อแบคทีเรียบนพื้นผิวของวัสดุประกอบ

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. เนื่องจาก ZnO เป็นอนุภาคที่มีแถบช่องว่างพลังงานที่กว้าง ดังนั้นการมีอนุภาค ZnO อยู่ น่าจะส่งผลกระทบต่อสมบัติทางไฟฟ้า ดังนั้นควรมีการทดสอบสมบัติทางไฟฟ้าเพิ่มเติม
2. เนื่องจากการทดสอบสมบัติการต้านทานเชื้อแบคทีเรีย มีข้อจำกัดในการทดสอบกับชิ้นงานประเภทนี้ ดังนั้นจึงควรปรับเปลี่ยนวิธีการทดสอบสมบัติให้ดียิ่งขึ้น
3. นำกระบวนการที่ใช้ในการปลูกผลึกไปปรับใช้กับวัสดุหรือผลิตภัณฑ์ในอุตสาหกรรม



เอกสารอ้างอิง

- [1] Encyclopaedia of Science & Technology. 2002 9th ed. USA: McGraw-HILL
- [2] Kirk-Othmer encyclopaedia of chemical technology . 2004 5th ed. USA: Wiley
- [3] สอิ่ง จักษุศิตา. 2539. “ประโยชน์ของสังกะสีออกไซด์”. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ. ปีที่ 43 ฉบับที่ 139 หน้า 6-10
- [4] V.A coleman, C.Jagadish. 2006. “Basic Properties and Applications of ZnO”. Zinc Oxide-Bulk, thin films and nanostructures. 1st ed. UK: Elsevier
- [5] Wikipedia. 2010. “Zinc oxide”. [Online]. Available: http://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide
- [6] ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ. 2549. “โลหะสังกะสีกับสุขภาพ”. วารสารนาโนเทคโนโลยี ปีที่ 2 ฉบับที่ 2
- [7] Nano-Infinity Nanotech.2010. “Application of nano ZnO powder”. [Online]. Available: <http://www.b2bnano.com/application.htm>
- [8] International Zinc Association. 2010. “Zinc Oxide Applications”. [Online]. Available: <http://www.znoxide.org/applications.html>
- [9] IndiaMart. 2010. Chandigarh Zinc and Residues private limited. [Online]. Available: <http://www.indiamart.com/chandigarhzinc/products.html>
- [10] สุพล อนันตา. 2545. “กระบวนการประดิษฐ์สำหรับเซรามิกขั้นสูง (Fabrication process of advanced ceramics)”. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. หน้า 19-36
- [11] Terry A.Ring. 1996. Fundamentals of Ceramic Powder processing. USA: Academic Press
- [12] จินดา ศิริตา. 2548. “การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์”. วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. หน้า 6-33
- [13] ภัทธน์ธน์ วรจิตติพล. 2549. การสังเคราะห์และการหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนสังกะสีออกไซด์ที่เจือด้วยโลหะแตรนซิชัน. วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, หน้า 6-13

- [14] K.Byrappa, T. Adschiri. 2007. Hydrothermal Technology for nanotechnology. Cryst.Growth 53:117-166
- [15] K.Byrappa, M. Yoshimura. 2001. Handbook of Hydrothermal Technology, USA: Noyes Publications
- [16] C.H. Lu, C.H Yeh. 2000. "Influence of hydrothermal conditions on the morphology and particle size of zinc oxide powder". Ceram. Int. 26:351-357
- [17] H. Wei, Y. Wu, N. Lun, C. Hu. 2005. "Hydrothermal synthesis and characterization of ZnO nanorods". Mater. Sci. Eng A. 393: 80-82
- [18] Q. Li, V. Kumar, Y. Li, H. Zhang, T.J. Marks, R.P.H. Chang. 2005. "Fabrication of ZnO nanorods and nanotubes in aqueous solutions" Chem. Mater. 17: 1001-1006
- [19] B. Cheng, E.T. Samulski. 2004. "Hydrothermal synthesis of one-dimensional ZnO nanostructures with different aspect ratio". Chem. comm. 1:986-987
- [20] The sol-gel gateway. 2010. Sol-gel chemistry and technology [Online]. Available: www.solgel.com
- [21] ปรีชา พหลเทพ. 2544. โพลีเมอร์. กรุงเทพฯ. สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยรามคำแหง.
- [22] Wikipedia. 2007. "Acrylic glass". [online]. Available : http://www.wikipedia.org/wiki/Acrylic_glass.
- [23] S. L. Hsu. 1999. "Poly(methyl methacrylate)". Polymer data handbook. Oxford University.
- [24] Chessie E. Rehberg.1955. "n-Butyl acrylate". Organic Syntheses, Coll. Vol.3 P.146
- [25] Chemicaland21. 2010. "butyl acrylate". [Online].Available: <http://chemicaland21.com/industrialchem/functional%20Monomer/BUTYL%20ACRYLATE.htm>
- [26] ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์. 2527. เคมีโพลีเมอร์พื้นฐาน. กรุงเทพฯ. สำนักพิมพ์โอเดียนสโตร์.
- [27] มาลินี ชัยศุกกิจสินธ์. 2552. เคมีพอลิเมอร์. กรุงเทพฯ. คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นทรัพย์สินทางปัญญาของสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
 ไม่ควรละเมิดลิขสิทธิ์ของสถาบันฯ หากมีข้อผิดพลาดประการใดขออภัยเป็นอย่างสูง
 ไม่ควรนำเอกสารนี้ไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตจากสถาบันฯ

- [29] อธิพิพล แจ่มชัด. พอลิเมอร์คอมโพสิต. กรุงเทพฯ. เอกสารประกอบการศึกษา: ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [30] F. Hussain, M. Hojjati. 2006. "Review article: Polymer-matrix nanocomposites, Processing, Manufacturing, and Application: An overview". Composite material Vol.40
- [31] Z. Tadmor, C.G. Gogos. 2006. Principle of polymer processing. 2nd ed. USA: Wiley
- [32] ดร.ดรชณี พัทธวรกร 2553 "เทคโนโลยีกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์พอลิเมอร์" เอกสารประกอบการสอน ภาควิชา 262481, ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม, คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
- [33] ภาณุพัฒน์ ชัยวร. 2550. การเตรียมวิสเกอร์ซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธีการปลูกจากไอเพื่อใช้เป็น เซนเซอร์เอทานอล. วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, หน้า 11-15
- [34] Tumbull D. McGraw-hill Encyclopedia of Science & Technology. 1987. New York: McGraw- Hill Inc
- [35] Y.S. Chang and J.M Ting. 2001. "Growth of ZnO thin films and whisker". Thin Solid Films. 398-399:29-34
- [36] U.Pal and P.Santiago. 2005. "Controlling the morphology of ZnO nanostructures in a low-temperature hydrothermal process". J. Phys. Chem. B 109:15317-15321
- [37] H. Yang, Y. Song, L. Li, J. Ma, D. Chen, S. Mai, H. Zhao. 2008. "Large-scale growth of highly oriented ZnO nanorod arrays in the Zn-NH₃·H₂O hydrothermal system". Cryst. Growth Des. 8:1039-1043
- [38] R. Wahab, S.G. Ansari, Y.S. Kim, H.K. Seo, G.S. Kim, G. Khang, H.S. Shin. 2007. "Low temperature solution synthesis and characterization of ZnO nano-flowers". Mater. Res. Bull. 142:1640
- [39] F. Li, L. Hu, Z. Li, X. Huang. 2008. "Influence of temperature on the morphology and luminescence of ZnO micro and nanostructures prepared by CTAB-assisted hydrothermal method". J. Alloys Compd. 465:L14-L19

- [40] N.Uekawa, S.Iahii, T.Kojima, K. Kakegawa .2006. "Formation of porous spherical aggregated structure of ZnO nanoparticles by low-temperature heating of Zn(OH)₂ in diol solution" Mater.Lett. 61:1729-1734
- [41] D.Yiamsawas, K. Boonpavanitchakul, W. Kangwansupamonkon 2009 "Preparation of ZnO nanostructures by solvothermal method". Microscopy society of Thailand. 23:75-78
- [42] Z. Li, X. Huang, J. Liu, Y. Li, X. Ji, G. Li. 2007. "Growth and comparison of different morphologic ZnO nanorod arrays by a simple aqueous solution route". Mater.Lett. 61:4362-4365
- [43] K. Yu, Z. Jin, X. Liu, J. Zhao, J. Feng. 2007. "Shape alterations of ZnO nanocrystal arrays fabricated from NH₃·H₂O solutions". Surf. Sci. 253:4072-4078
- [44] E. Tang, G. Cheng, X. Ma .2006."Preparation of nano-ZnO/PMMA composite particle via grafting of the copolymer onto the surface of zinc oxide nanoparticles". Powder Technol. 161: 209-214
- [45] Z. Liu, J. Ya, L. E. 2010."Effects of substrates and seed layers on solution growing ZnO nanorods". J. solid state electrochem . 14:957-963
- [46] X. Hu, Y. Masuda, T. Ohji, K. Kato. 2009. "Control of crystal growth for ZO nanowhisker films in aqueous solution". Thin solid films. 518:906-910
- [47] X. Zhou, X. Gua, W. Ding, Y. Chen. 2008. "Superhydrophobic or superhydrophilic surfaces regulated by micro-nano structured ZnO powders" Applied surface science. 255: 3371-3374
- [48] X.Y. Ma, W.D. Zhang. 2009. "Effects of flower-like ZnO nanowhiskers on the mechanical, thermal, and antibacterial properties of waterborne polyurethane". Polym Degrad Stab. 94: 1103-1109
- [49] ASTM E2149-01 Standard Test Method for Determining the Antimicrobial Activity of Immobilized Antimicrobial Agents under Dynamic Contact Conditions (Withdrawn 2010)
- [50] ASTM 3330M-04 Standard Test Method for Peel Adhesion of Pressure-Sensitive Tape (Reapproved 2010)

- [51] W.J. Li, E.W. Shi, W.Z. Zhong, Z.W. Yin. 1999. "Growth mechanism and growth habit of oxide crystals". *J. Cryst. Growth*. 230:186-196
- [52] S.C. Liufu, H.N. Xiao, Y.P. Li. 2005. "Thermal analysis and degradation mechanism of polyacrylate/ZnO nanocomposite". *Polym. Degrad. Stabil.* 87: 103-110
- [53] Z.Chen, K. Gong. 2002. "Preparation and dynamic mechanical properties of poly(styrene-*b*-butadiene)-modified clay nanocomposites". *J. Appl. Polym. Sci.* 84:1499-1504
- [54] J.Z. Zheng, X.P. Zhou, J.R. Ying, X.L. Xie, Y.W. Mai. 2009. "Enhanced mechanical properties of polypropylene/silica nanocomposites with surface modification of nano-silica via *in situ* copolymerization of methyl methacrylate and butyl acrylate". *Chin. J. Polym. Sci.* 27:685-694
- [55] S. Yamabi, H. Imai. 2002. "Growth conditions for wurtzite zinc oxide films in aqueous solutions". *J. Mater. Chem.* 12:3773-3778
- [56] R.B. Peterson, C.L. Fields, B.A. Gregg. 2004. "Epitaxial chemical deposition of ZnO nanocolumns from NaOH solutions". *Langmuir*. 20:5114-5118
- [57] R.N. Wenzel 1936. "Resistance of solid surfaces to wetting by water". *Ind. Eng. Chem.* 28:988-994
- [58] A.B.D. Cassie, S. Baxter. 1944. "Wettability of porous surface". *Trans Faraday Soc* 40:546-551
- [59] Y. Xie, Y. He, P. L. Irwin, T. Jin, X. Shi. 2011. "Antibacterial activity and mechanism of action of zinc oxide nanoparticles against *Campylobacter jejuni*", *Appl Environ Microb.* 77:2325-2331


ภาคผนวก ก การเตรียมตัวอย่างและการคำนวณหาอัตราส่วนระหว่าง ZnO และ Al₂O₃



การเตรียมตัวอย่างในการทดสอบหาปริมาณอนุภาค ZnO ที่ก่อตัวขึ้นใหม่หลังทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล โดยเทคนิค XRF ทำได้โดยการใช้ Al_2O_3 ในปริมาณที่เท่ากันทุกตัวอย่างเป็นสารมาตรฐานเทียบกับปริมาณ ZnO ที่ก่อตัวใหม่ โดยน้ำหนักของสารในกระบวนการเตรียมตัวอย่างและองค์ประกอบทางเคมี ดังแสดงตามตารางที่ ก

ตารางที่ ก.1 การเตรียมตัวอย่างในการทดสอบด้วยเทคนิค XRF และผลการทดลอง

สถานะในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล		การเตรียมตัวอย่าง			องค์ประกอบทางเคมี (wt %)			
ค่าพีเอช	ระยะเวลา (ชั่วโมง)	น้ำหนักตัวอย่าง (กรัม)	น้ำหนัก Al_2O_3 (กรัม)	น้ำหนักสารบอริก (กรัม)	ZnO	Al_2O_3	อื่นๆ	อัตราส่วนโดยน้ำหนัก ZnO/ Al_2O_3
7	24	0.1444	0.3572	4.5000	4.8	83.5	11.7	0.06
8		0.1502	0.3514	4.5034	8.5	87.7	3.7	0.09
9		0.1634	0.3385	4.5009	14.7	81.7	3.6	0.18
10		0.1628	0.3377	4.5026	40.4	55.7	3.9	0.72
10	4	0.1461	0.3555	4.5015	6.71	80.6	12.7	0.08
	6	0.1424	0.3599	4.5101	6.51	90.7	2.8	0.07
	8	0.1532	0.3493	4.5102	6.67	90.3	3.0	0.07
	10	0.1537	0.3495	4.5050	16.3	80.8	2.9	0.20
	12	0.1655	0.3361	4.5106	13.2	83.9	2.9	0.16



ภาคผนวก ข ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของสมบัติความแข็งแรงดึง เปอร์เซ็นต์การดึง
ยืด ณ จุดขาด และค่ามอดูลัสของยัง ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)
พอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการ 88 ไปใช้

ตารางที่ ข. 1 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของความแข็งแรงดึง

ตัวอย่าง ค่า	ตัวอย่าง			
	P(MMA-co-BA)	ZnO 0.1 wt%	ZnO 0.5 wt%	ZnO 1.0 wt%
	15.03	36.78	43.99	44.23
	19.03	37.71	45.51	42.62
	16.14	37.66	42.20	39.49
	15.96	39.90	41.03	41.24
	16.35	34.11	47.86	41.98
	17.61	37.92	39.50	42.79
	17.44	40.37	40.00	41.81
	14.28	35.62	41.00	45.48
ค่าเฉลี่ย	16.48	37.50	42.63	42.45
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน	1.51	2.06	2.91	1.82

ตารางที่ ข. 2 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด

ตัวอย่าง ค่า	ตัวอย่าง			
	P(MMA-co-BA)	ZnO 0.1 wt%	ZnO 0.5 wt%	ZnO 1.0 wt%
	12.50	18.29	14.02	10.67
	12.50	11.89	14.02	10.36
	12.65	13.41	12.50	11.43
	10.82	14.82	13.41	11.89
	14.02	22.50	12.50	10.36
	11.78	14.82	10.06	12.19
	9.15	23.14	12.80	10.36
	12.34	14.45	14.08	10.97
ค่าเฉลี่ย	11.97	16.66	12.92	11.03
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน	1.45	4.20	1.34	0.73

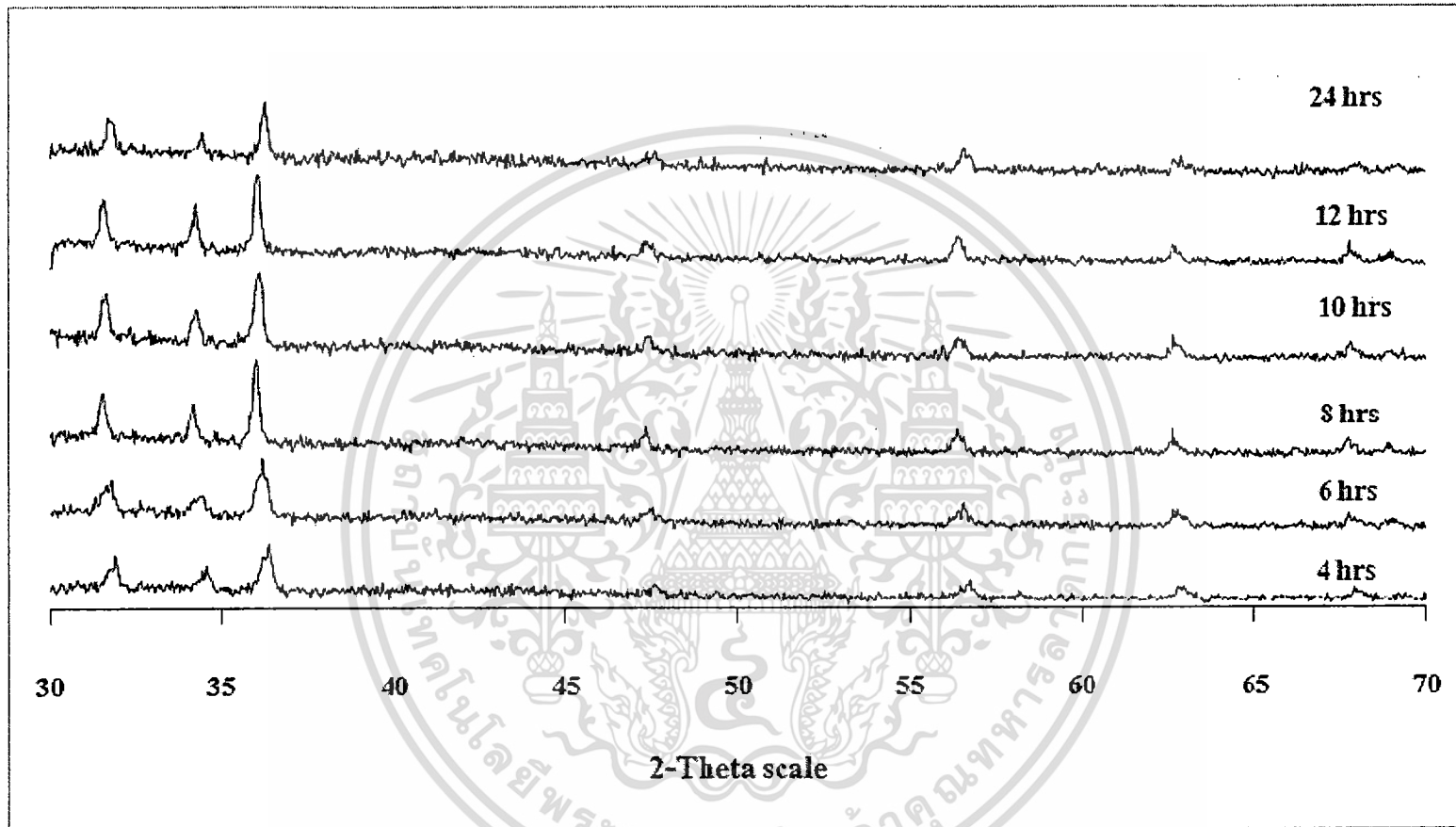
ตารางที่ ข. 3 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของค่ามอดูลัสของยัง

ตัวอย่าง ค่า	P(MMA-co-BA)	ZnO 0.1 wt%	ZnO 0.5 wt%	ZnO 1.0 wt%
	223.05	275.78	373.13	439.64
	292.74	325.86	411.18	421.78
	265.67	330.68	399.78	357.99
	234.48	325.41	381.81	383.21
	195.25	279.01	426.44	404.54
	209.39	327.65	456.20	344.03
	293.42	209.26	358.44	400.25
	200.46	366.92	399.78	465.93
ค่าเฉลี่ย	239.31	305.07	400.83	402.87
ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน	39.84	48.62	31.08	38.73

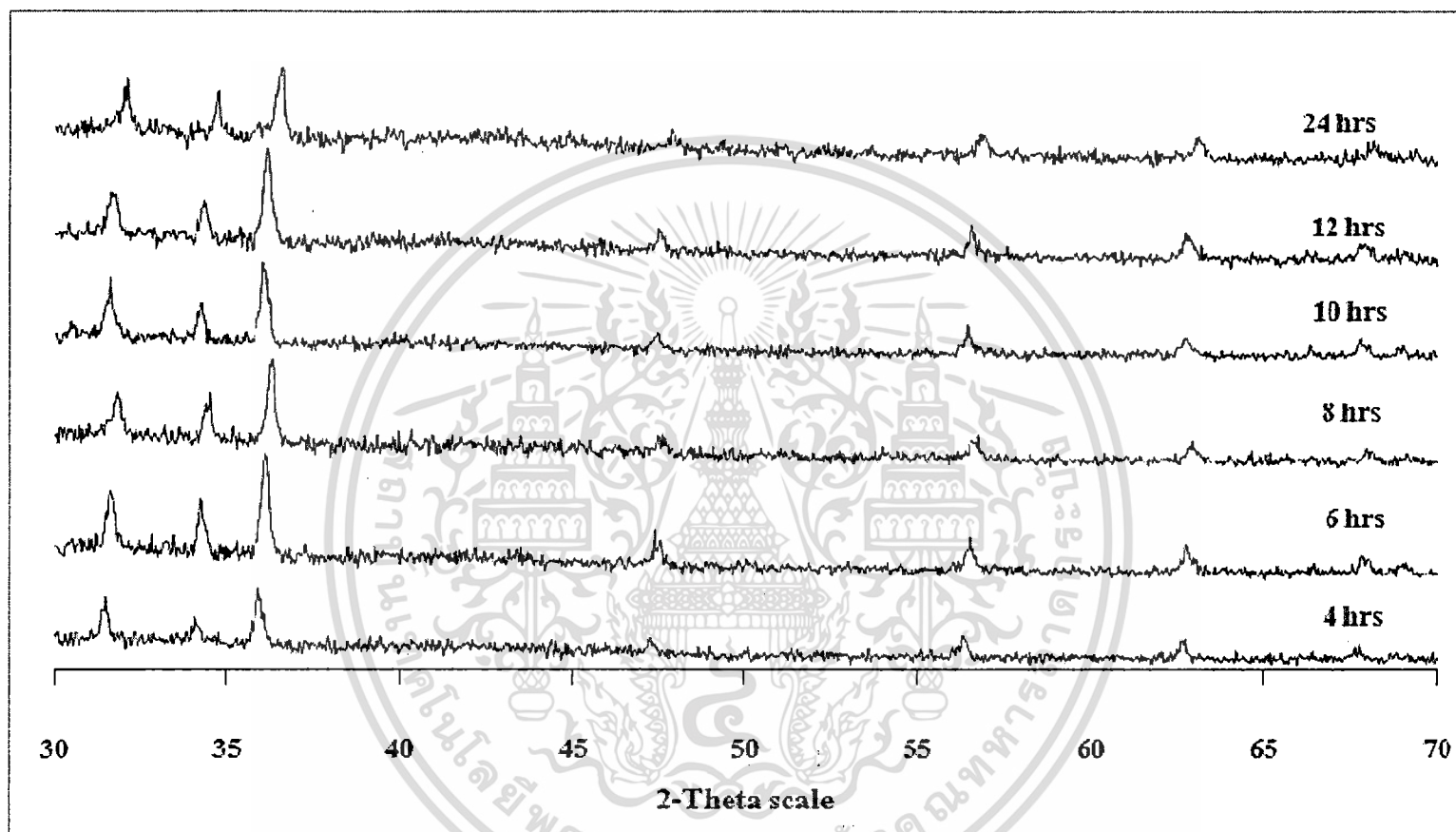
ภาคผนวก ค การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ภายหลังการปลูกผลึกที่สภาวะการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่แตกต่างกัน



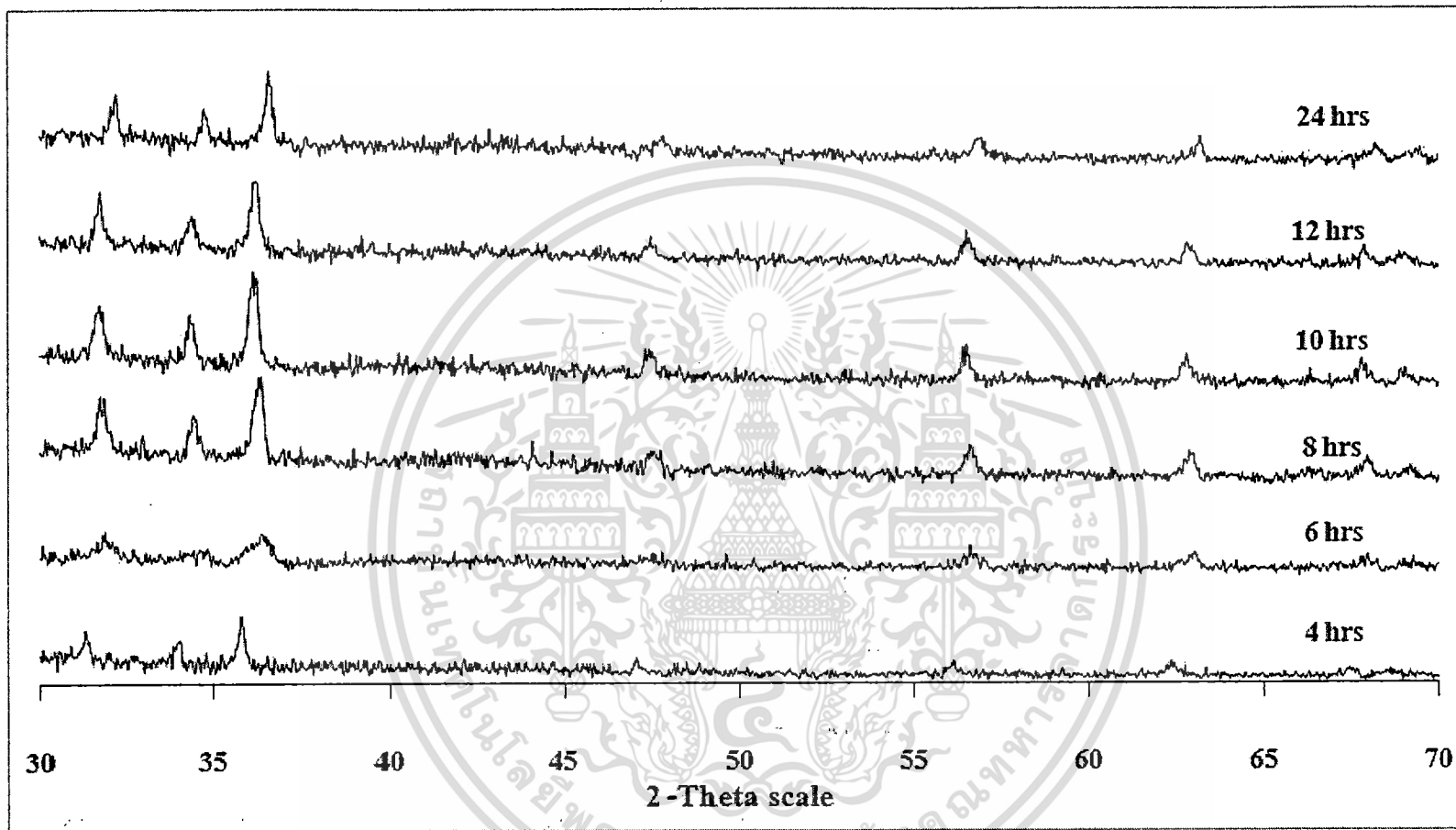
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ท.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ที่พีเอชมีค่าเท่ากับ 7



รูปที่ ก.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล ที่ที่เออร์มีค่าเท่ากับ 8

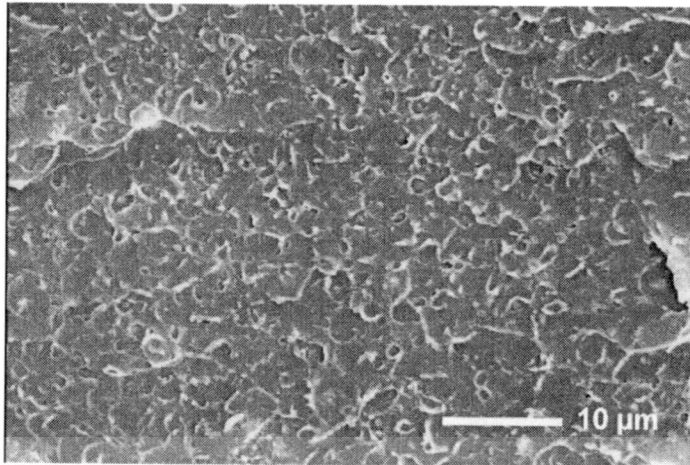


รูปที่ ก.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัสดุประกอบ Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึก ZnO ที่มีการเพิ่มระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลที่พีเอชมีค่าเท่ากับ 9

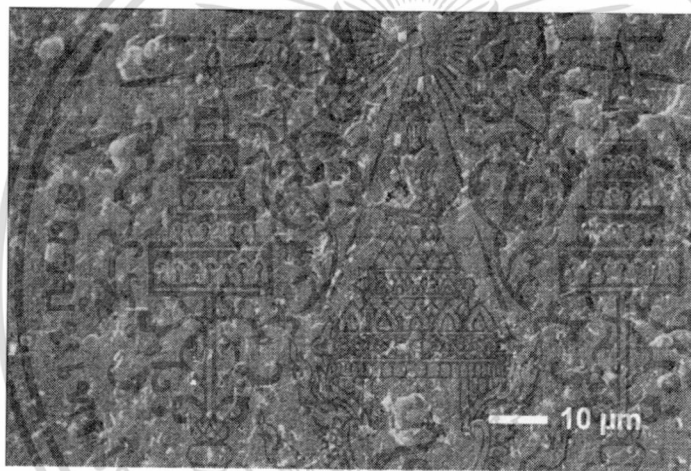
ภาคผนวก ง ลักษณะสัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่สภาวะต่างๆ



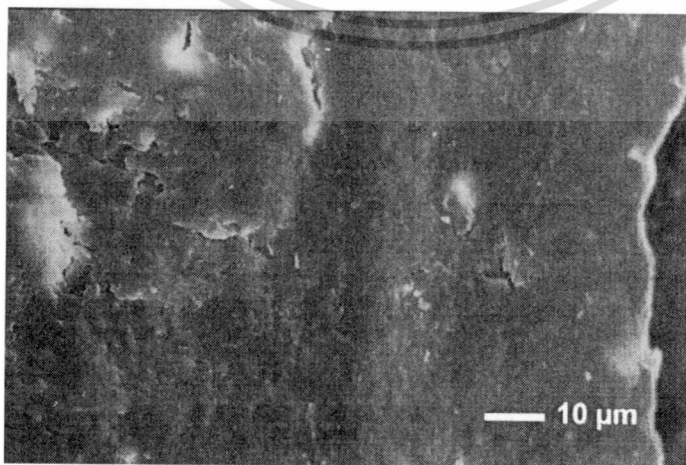
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการ 95 ไปใช้



รูปที่ ง.1 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง



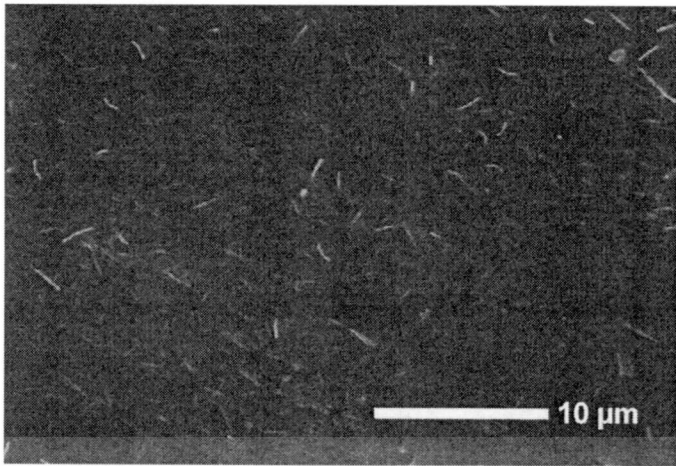
รูปที่ ง.2 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง



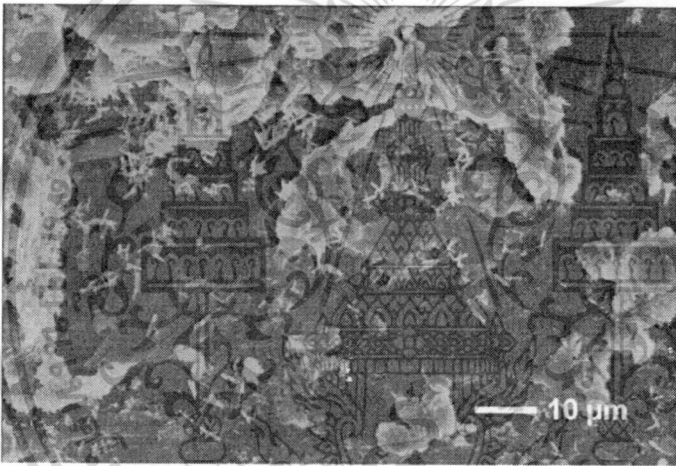
รูปที่ ง.3 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่หรือใช้เพื่อวัตถุประสงค์อื่นใด

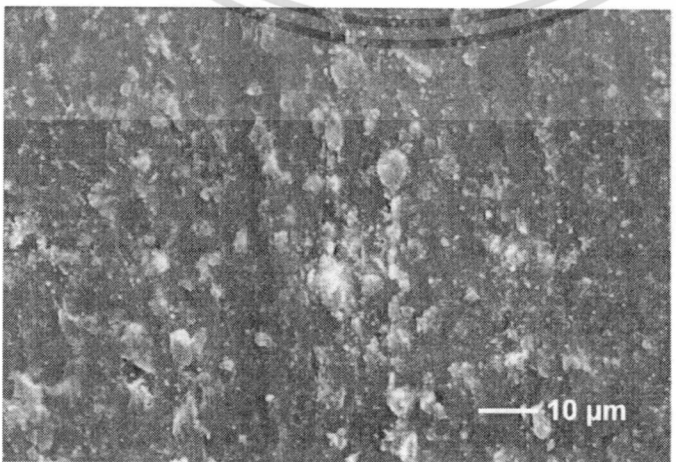
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการ 96 ไปใช้



รูปที่ ๓.๔ สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมง

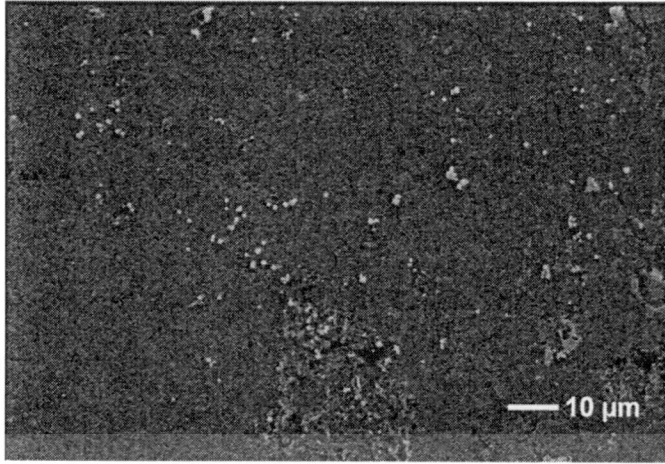


รูปที่ ๓.๕ สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 8 เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง



รูปที่ ๓.๖ สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง

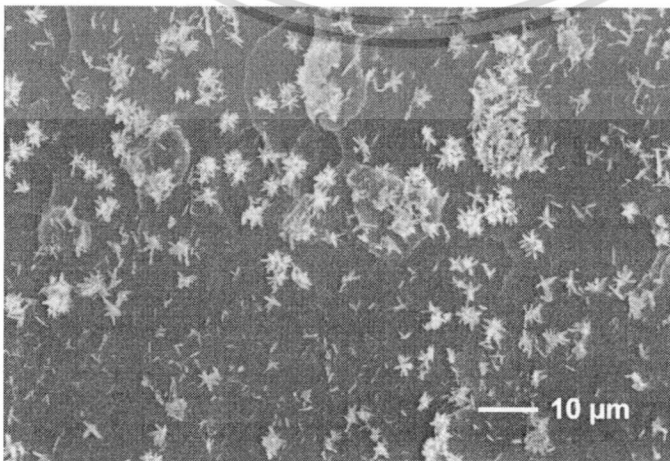
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อใช้ในการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่เชิงพาณิชย์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการไปใช้



รูปที่ ๓.๗ สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง

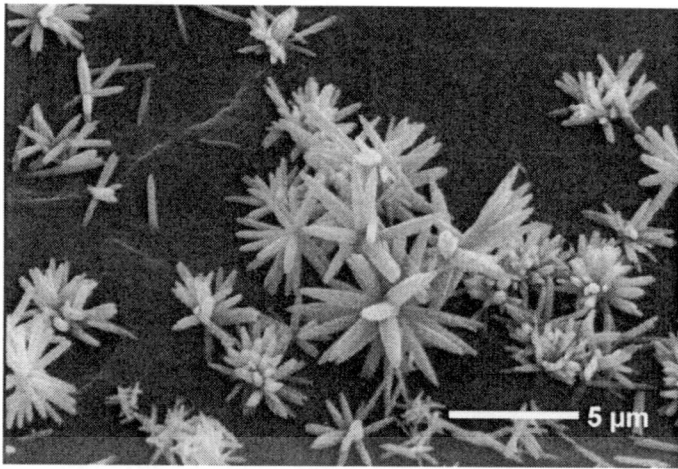


รูปที่ ๓.๘ สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง



รูปที่ ๓.๙ สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมง

ขอสารเป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออยู่ใต้หน้าเว็บไซต์นี้เป็นการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการ 98 ไปใช้



รูปที่ ๑.10 สัณฐานวิทยาของพื้นผิวหลังการปลูกผลึก ZnO ที่พีเอชเท่ากับ 9 เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง

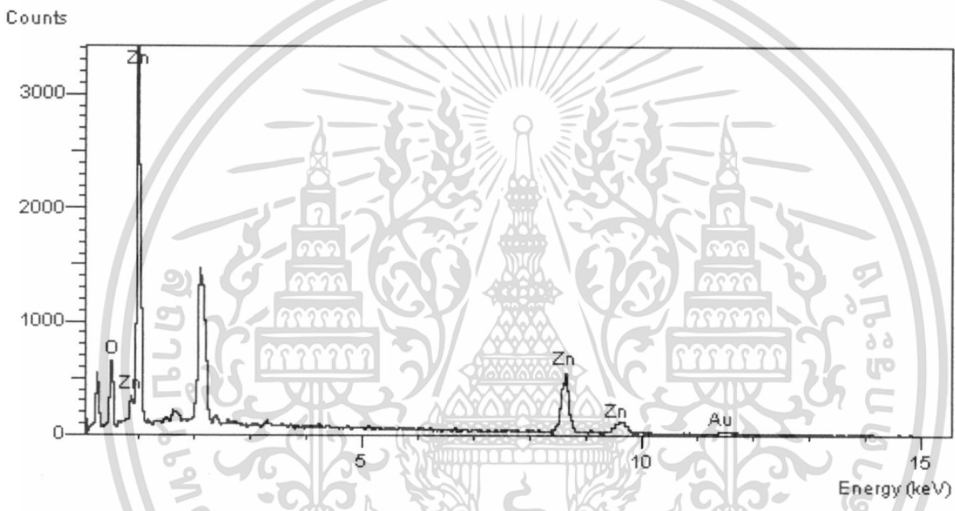
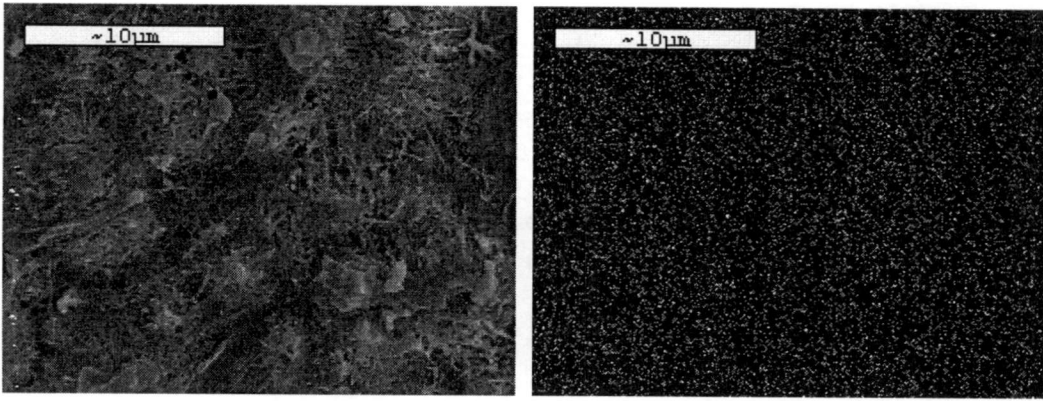


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการ ๑๑ ไปใช้




ภาคผนวก จ สัณฐานวิทยาจากเทคนิค SEM-EDS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกา**100** ไปใช้



รูปที่ จ. 1ภาพถ่าย mapping ธาตุเชิงลึกของวัสดุประกอบนาโน Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) ภายหลังจากปลูกผลึก ZnO ที่ค่าพีเอชเท่ากับ 10 และระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอลเป็น 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกา101ไปใช้



ภาคผนวก จ การคำนวณค่า %R และค่าจำนวน โคลิฟอร์มของเชื้อแบคทีเรียของตัวอย่าง
ที่ตรวจนับได้ จากการทดสอบความสามารถในการต้านทานเชื้อแบคทีเรีย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกา**102**ไปใช้

การคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การลดลงของแบคทีเรีย

$$\text{จากสูตร } \% R = \frac{A-B}{A} \times 100$$

โดย R คือ เปอร์เซ็นต์การลดลงของเชื้อแบคทีเรีย (%)

A คือ จำนวนโคโลนีของเชื้อแบคทีเรียเริ่มต้น (cfu/ml)

B คือ จำนวนโคโลนีของเชื้อแบคทีเรียภายหลังการแช่ชิ้นงานตัวอย่าง (cfu/ml)

ตัวอย่างการคำนวณ

P(MMA-co-BA)

$$\%R = \frac{(7.6 - 5.29)}{7.6} \times 100$$

$$= 30.39\%$$



ตารางที่ ๑.1 จำนวน โคลินของเชื้อแบคทีเรียของวัสดุประกอบตัวอย่างที่ตรวจนับได้ (cfu/ml)

ตัวอย่าง	จำนวน โคลินของเชื้อแบคทีเรีย (cfu/ml)			
	ครั้งที่ 1 ($\times 10^6$)	ครั้งที่ 2 ($\times 10^6$)	ครั้งที่ 3 ($\times 10^6$)	เฉลี่ย ($\times 10^6$)
P(MMA-co-BA)	6.90	3.56	5.41	5.29
Nano-ZnO/P(MMA-co-BA)	0.97	1.20	2.40	1.52
Nano-ZnO/P(MMA-co-BA) หลังการปลูกผลึก	1.30	1.30	-	1.3



ภาคผนวก ช วิธีการเคลือบ Nano-ZnO โดยวิธีการให้ความร้อนแก่พอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกา105ไปใช้

การเคลือบ Nano-ZnO โดยเทคนิคการอัดร่อนแก่พอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) เพื่อนำไปทดสอบสมบัติการยึดติด ทำได้ดังนี้

1. นำสารแขวนลอย Nano-ZnO ที่ถูกกระจายอยู่ในน้ำหยดลงบนแผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์
2. นำพอลิเมอร์ร่วม P(MMA-co-BA) มาให้ความร้อนพร้อมกดอัดที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 5 นาทีจะสังเกตเห็นว่าแผ่นพอลิเมอร์มีความอ่อนตัวลง
3. ทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

เมื่ออนุภาคนาโนที่ถูกเคลือบอยู่บนพื้นผิวของพอลิเมอร์แห้งแล้ว นำไปทดสอบการยึดติดโดยวิธีการลอกต่อไป



ประวัติผู้ทำงานวิจัย

ชื่อ นางสาวปิยพรรณ ปาณศรี
ภูมิลำเนา สงขลา
ที่อยู่ 86/9 หมู่ 10 ตำบลเขารูปช้าง อำเภอเมือง จังหวัดสงขลา 90000
การศึกษา -ระดับมัธยมศึกษา โรงเรียนนารีนารีเฉลิม
-ระดับปริญญาตรี (วท.บ.เคมี) สาขาปิโตรเคมี(นานาชาติ)
คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ผลงานวิจัย

ระดับปริญญาตรี : การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (Preparation of Zinc oxide nanoparticle)

ระดับปริญญาโท : การปลูกผลึกนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลบนวัสดุประกอบระหว่างพอลิเมอร์ร่วมพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลตที่มีการฝังซิงค์ออกไซด์ (Hydrothermal Growth of ZnO Nanocrystals on ZnO Embedded P(MMA-co-BA) Sheet)

ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์

Hydrothermal growth of ZnO nanostructures from nano-ZnO seeded in P(MMA-co-BA) matrix

DOI: 10.1007/s10965-011-9638-y