



การศึกษาสมบัติของพอลิเอทีลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต

โดย

นายวรณัฐ เรืองโกสุม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2550

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

การศึกษาสมบัติของพอลิเอทีลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต

โดย

นายวรรณัฐ เรืองโกสุม

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2550

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

**THE STUDY OF PROPERTIES OF POLYETHYLENE / LAYERED SILICATE
NANOCOMPOSITES**

**By
Worarat Roengkosum**

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree

MASTER OF ENGINEERING

Department of Materials Science and Engineering

Graduate School

SILPAKORN UNIVERSITY

2007

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร อนุมัติให้วิทยานิพนธ์เรื่อง “ การศึกษาสมบัติของ
พอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ” เสนอโดย นายวรณัฐ เริงโกสุม เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม
หลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

.....

(รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริชัย ชินะตั้งกูร)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่.....เดือน..... พ.ศ.....

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

1. อาจารย์ ดร.ณัฐวุฒิ ชัยยุตต์
2. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เหมะปะบุตร

คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์มานพ ปานะโปย)

...../...../.....

..... กรรมการ

(อาจารย์ ดร.ณัฐวุฒิ ชัยยุตต์)

...../...../.....

..... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เหมะปะบุตร)

...../...../.....

..... กรรมการ

(อาจารย์ ดร. สอาด ริยะจันทร์)

...../...../.....

48402224 : สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

คำสำคัญ : นาโนคอมโพสิต/พอลิเอทิลีน/clay

วรรณัฐ เรืองโกสุม : การศึกษาสมบัติของพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต. อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : อ.ดร.ณัฐวุฒิ ชัยยุตต์ และ ผศ.ดร.บุศรินทร์ เหมะปะบุตร. 109 หน้า.

หนึ่งในระบบนาโนคอมโพสิต ซึ่งเป็นระบบผสมระหว่างอินทรีย์พอลิเมอร์และอนินทรีย์เคลย์ที่ประกอบด้วยชั้นของซิลิเกต โดยนาโนคอมโพสิตของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE)/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ถูกเตรียมโดยใช้ organoclay (OMMT) ที่มีระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์มากกว่าเคลย์บริสุทธิ์ (Pristine clay) โดยที่เคลย์บริสุทธิ์จะถูกปรับปรุงคุณสมบัติด้วย Swelling agent แตกต่างกัน คือ Dodecylamine, Hexadecylamine และ Octadecylamine เพื่อให้กลายเป็น Organophilic clay พบว่าเคลย์ที่ถูกปรับปรุงคุณสมบัติด้วย Octadecylamine จะทำให้ได้ระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์มากที่สุด จากนั้นนำ OMMT ที่เตรียมได้มาผสมกับพอลิเมอร์ด้วยวิธีการหลอมเหลวและวิธีการใช้สารละลาย โดยวิธีการหลอมเหลว จะนำ OMMT ที่เตรียมได้มาผสมกับ HDPE ในขั้นแรกด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ จากนั้นนำมาผสมต่อเครื่องอัดรีดแบบภายใน และทำการอัดรีด เพื่อให้ได้ melt PE/OMMT nanocomposites สำหรับวิธีการใช้สารละลาย จะนำ OMMT มาผสมกับ HDPE ในเครื่องแก้วสำหรับทำปฏิกิริยาโดยที่มี Decahydronaphthalene ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวทำละลาย สารละลายที่ได้จะถูกเทลงไปในถาดแล้วปล่อยให้ตัวทำละลายระเหยออกไปจนได้เป็นแผ่นฟิล์มที่แห้งที่ เครื่องอัดรีดแบบภายใน จะถูกนำมาใช้ในการผสมแบบหลอมเหลวของแผ่นฟิล์มและทำการอัดรีด เพื่อให้ได้ solution PE/OMMT nanocomposites ระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์และสัณฐานวิทยาจะทำการศึกษด้วยเทคนิค WAXD และ TEM โดยการศึกษาสมบัติเชิงกลจะศึกษาด้วยการการดัดทางดัดแรงดึงยืด การกระแทกและความแข็งที่ผิววัสดุ ส่วนสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC และ TGA จากผลการทดลองด้วยการวิเคราะห์เทคนิค WAXD และ TEM พบว่า melt PE/o-OMMT nanocomposites เกิดการกระจายตัวเป็นแบบ Exfoliated ในขณะที่ OMMT ทุกชนิดใน solution PE/OMMT nanocomposites แสดงให้เห็นว่าเคลย์มีการกระจายตัวเป็นแบบ Intercalated/Exfoliated อย่างไรก็ตามการที่ปริมาณเคลย์เพิ่มขึ้น ทำให้การกระจายตัวเป็นแบบ Intercalated มากขึ้น เนื่องจากเคลย์มีแนวโน้มที่จะรวมกลุ่มกัน การเพิ่มปริมาณเคลย์ในพอลิเมอร์ จะช่วยเสริมสมบัติเชิงกลของวัสดุ โดยค่า Young's Modulus มีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เมื่อเพิ่มปริมาณ OMMT และพบว่าการเติม o-OMMT ลงไปปริมาณ 7% พบว่าค่า Young's modulus เพิ่มขึ้น 25.89% นอกจากนี้พบว่าการเติม OMMT ลงใน HDPE ทำให้ค่า Impact strength ลดลง สมบัติทางความร้อนพบว่ามีความเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณของ OMMT ในขณะที่จุดหลอมเหลวของนาโนคอมโพสิตมีแนวโน้มลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับ HDPE บริสุทธิ์

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ปีการศึกษา 2550
ลายมือชื่อนักศึกษา.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ 1. 2.

48402224 : MAJOR : POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING

KEY WORD : NANOCOMPOSITES/POLYETHYLENE/MONTMORILLONITE

WORANAT ROENGKOSUM : THE STUDY OF PROPERTIES OF POLYETHYLENE / LAYERED SILICATE NANOCOMPOSITES. THESIS ADVISORS : NATTAWUT CHAIYUT, Ph.D. AND ASST.PROF. BUSARIN KSAPABUTR, Ph.D. 109 pp.

One of the most nanocomposites systems is a hybrid based on an organic polymer and inorganic clay consisting of layered silicates. High density polyethylene (HDPE)/clay nanocomposites were prepared using an organoclay (OMMT) which had a larger interlayer spacing than its pristine. The pristine clay was first modified with different swelling agents (dodecylamine, hexadecylamine and octadecylamine) to obtain organophilic clay and found that the treatment of clay with octadecylamine showed the most increase of the interlayer distance. Then, the organoclays were compounded with HDPE by Melt method and Solution method. In melt method, the compounds were first mixed in Twin-screw Extruder then Internal mixer after that they were hot compressed to obtain melt PE/OMMT nanocomposites. For the solution method, these OMMT clays were mixed with HDPE in reactor having decahydronaphthalene as solvent. The obtained solution was poured into a tray and leaved the solvent evaporated until dried film obtained. Internal Mixer was used for melt mixing of the film and then hot pressed to obtain solution PE/OMMT nanocomposites. Morphology and interlayer spacing of the nanocomposites were investigated by TEM and X-ray techniques (WAXD). The mechanical properties were observed by tensile, impact and hardness tests. Thermal properties were investigated by DSC and TGA. The WAXD and TEM results showed that the melt PE/o-OMMT nanocomposites showed exfoliated, but all OMMTs in solution PE/OMMT Nanocomposites showed partially intercalated/exfoliated. However, when the clay content increased, they become more intercalated because clays had the trend to become more agglomerated. Increasing of clay loading to the polymer helped much improved the mechanical properties. Young's modulus increased slightly with increasing OMMT contents. Loading of 7% o-OMMT improved Young's modulus about 25.89%. Moreover, addition of OMMT to HDPE significantly decreased the impact strength. The thermal properties found to be increased with OMMT content, the melting point of the nanocomposites decreased slightly as compared to pure HDPE.

Department of Materials Science and Engineering Graduate School, Silpakorn University Academic Year 2007

Student's signature

Thesis Advisors' signature 1. 2.

กิตติกรรมประกาศ

การดำเนินงานวิจัยและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ สามารถบรรลุตามวัตถุประสงค์และสำเร็จ
ลุล่วงไปด้วยดี ผู้วิจัยต้องขอกราบขอบพระคุณ อาจารย์ ดร.ณัฐวุฒิ ชัยยุตต์ อาจารย์ที่ปรึกษา และ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เหมะปะบุตร อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่คอยให้คำแนะนำเป็นอย่างดี
ตลอดการดำเนินงานวิจัย ขอขอบคุณคุณคุณพินิจ เจียนระลึก นักวิทยาศาสตร์ประจำภาควิชาวิทยาการ
และวิศวกรรมวัสดุ ที่ให้ความช่วยเหลือในการจัดเตรียมอุปกรณ์ สารเคมี เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย
และวิธีการใช้เครื่องมือต่างๆ ตลอดจนคำแนะนำของคณาจารย์ เพื่อน พี่น้อง ภาควิชาวิทยาการและ
วิศวกรรมวัสดุ ทุกท่านที่ให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือตลอดงานวิจัย ขอขอบคุณภาควิชา
ฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดลที่ให้ความอนุเคราะห์เครื่อง Wide-angle X-ray
diffraction (WAXD) และศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่อง Transmission Electron Microscope (TEM)

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณ บิดา มารดา และครอบครัว ที่ให้การอุปการะ เป็นกำลังใจและ
ให้การสนับสนุนการศึกษา ผู้วิจัยมาโดยตลอด ผู้วิจัยขอขอบพระคุณอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
ความมุ่งหมายและวัตถุประสงค์ของการศึกษา.....	2
แนวคิดของงานวิจัย	2
ขอบเขตของการศึกษา	3
ขั้นตอนของการศึกษา.....	3
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย.....	5
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
ลักษณะโครงสร้างภายในโมเลกุลและสมบัติของพอลิเอทิลีน	8
ประเภทและลักษณะทางโครงสร้างของ Layered Silicates	12
ตัวประสาน (Compatibilizing agent or Swelling agent).....	17
วิธีการสังเคราะห์ Polyethylene/clay nanocomposites ที่นิยมใช้กันในปัจจุบัน	19
ลักษณะของการกระจายตัวของ Polymer/clay nanocomposites แบบต่างๆ.....	22
เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	23
3 วิธีการดำเนินการวิจัย.....	27
สารเคมี	27
เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานทดสอบ	28
เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	28
วิธีการปรับปรุงสมบัติของ Montmorillonite ด้วย Swelling agent ให้เป็น	
Organophilic clay (OMMT).....	29
การเตรียมพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธี Melt Method.....	30
การเตรียมพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธี Solution Method.....	32
การขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติต่างๆ.....	34

การวิเคราะห์ความสามารถในการดึงยึดของวัสดุ (Tensile strength) ตาม ASTM D1708.....	37
การวิเคราะห์ความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact testing) ตาม ASTM D256.....	38
การวิเคราะห์สมบัติความแข็งที่บริเวณผิวของวัสดุ (Hardness)	39
การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Wide-angle X-ray Diffraction (WAXD)	40
การวิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวของ Clay ด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscopy (TEM)	41
การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน ด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA).....	42
การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC).....	43
4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	44
การวิเคราะห์การปรับปรุงคุณสมบัติของ Montmorillonite ด้วย Swelling agent ที่ต่างกัน	44
อิทธิพลของชนิดของ Swelling agents ที่มีต่อลักษณะของระยะห่างระหว่าง ชั้นซิลิเกตของนาโนคอมโพสิตที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว.....	45
อิทธิพลของชนิดของ Swelling agents ที่มีต่อลักษณะระยะห่างระหว่าง ชั้นของนาโนคอมโพสิตที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method).....	52
เปรียบเทียบการเตรียม PE/Layered-silicate nanocomposites ด้วยวิธีการ เตรียมแบบหลอมเหลว (melt method) และการใช้สารละลาย (solution method)	57
การวิเคราะห์สมบัติการดึงยึดของวัสดุ (Tensile Testing)	59
การวิเคราะห์สมบัติการต้านทานต่อแรงกระแทก (Impact Testing).....	64
การวิเคราะห์สมบัติความแข็งของผิวหน้าวัสดุ (Hardness Testing).....	65
การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ (Thermal analysis)	66

บทที่	หน้า
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	77
สรุปผลการทดลอง.....	77
ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อไป	78
บรรณานุกรม	79
ภาคผนวก ก ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) และวิธีการใช้สาร ละลาย (Solution method).....	82
ภาคผนวก ข เทคนิคการทดสอบต่างๆ.....	96
ภาคผนวก ค ข้อมูลผลการทดสอบ Tensile Testing	102
ประวัติผู้วิจัย	108

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	การเปรียบเทียบ Blown film properties ของ LLDPE และ LDPE	11
2.2	แสดงการเปรียบเทียบสมบัติของ LDPE, HDPE	12
2.3	สูตรโครงสร้างทางเคมีที่อยู่ในกลุ่ม 2 : 1 phyllosilicates	15
3.1	วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ..	27
3.2	ตารางแสดงสมบัติทางกายภาพของเม็ดพลาสติก HDPE เกรด H501Y	28
3.3	อัตราส่วนวัตถุดิบและสารเคมีในการเตรียมพอลิเอทิลีน/เคลย์นาโนคอมโพสิต.	33
4.1	ค่ามุม 2θ และ d-spacing ของชั้น silicate ของ clay ที่ผ่านการปรับปรุงด้วย Swelling agent ชนิดต่างๆ	45
4.2	ค่ามุม 2θ และระยะห่างระหว่างชั้น clay (d-spacing) ของ nanocomposites ด้วย OMMT ต่างๆ ที่ปริมาณแตกต่างกันที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt Method)	48
4.3	ค่ามุม 2θ และระยะห่างระหว่างชั้น clay (d-spacing) ของ solution PE/OMMT Nanocomposites ด้วย OMMT ต่างๆ ที่ปริมาณต่างกันที่เตรียมโดยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method)	55
4.4	Inflection Temperature ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวและวิธีการใช้สารละลายที่ปริมาณของ OMMT แตกต่างกัน	70
4.5	สรุปผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว	73
4.6	สรุปผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย	74
ก-1	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ Pure HDPE ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)	83

ตารางที่	หน้า
ก-2	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/1% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 83
ก-3	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/3% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 84
ก-4	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/5% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 84
ก-5	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/7% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 85
ก-6	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/1% h-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 85
ก-7	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/3% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 86
ก-8	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/5% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 86
ก-9	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/7% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 87
ก-10	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/1% o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 87

ตารางที่	หน้า
ก-11	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/3% o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 88
ก-12	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/5% o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 88
ก-13	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/7% o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) 89
ก-14	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ Pure HDPE ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) 89
ก-15	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/1% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย..... 90
ก-16	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/3% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย..... 90
ก-17	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/5% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย..... 91
ก-18	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/7% d-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย..... 91
ก-19	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/1% h-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย..... 92
ก-20	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/3% h-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย..... 92
ก-21	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/5% h-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย..... 93
ก-22	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/7% h-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย..... 93

ตารางที่		หน้า
ก-23	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/1% o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย.....	94
ก-24	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/3% o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย.....	94
ก-25	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/5% o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย.....	95
ก-26	ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของ วัสดุ PE/7% o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย.....	95

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	Idealized structure ของ Montmorillonite	6
2.2	ลักษณะการกระจายตัวของเคลย์แบบ Conventional Composites	7
2.3	ลักษณะการกระจายตัวของเคลย์แบบ Nanocomposites	7
2.4	การพอลิเมอร์ไรเซชันของ LDPE.....	9
2.5	การจำแนกประเภทของสารพวก Silicate	14
2.6	ลักษณะ Microstructure ของ Montmorillonite	16
2.7	กระบวนการแลกเปลี่ยน Cation ระหว่าง alkylammonium ions และ Cations ระหว่างชั้นของเคลย์	18
2.8	(ก) การเกิด Hydrolysis ของ Silane และ (ข) ความเป็นไปได้ในการเกิด ปฏิกิริยาของหมู่ Silanols กับ Hydroxyl group ที่เกิดบริเวณผิวของ Inorganic surface.....	19
2.9	ขั้นตอนการสังเคราะห์พอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธี In-situ polymerization	20
2.10	ขั้นตอนการสังเคราะห์พอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธีการใช้สาร ใช้สารละลาย.....	20
2.11	ขั้นตอนการสังเคราะห์ Polymer/clay nanocomposites ด้วยวิธีการ Melt intercalation.....	21
2.12	แสดงลักษณะโครงสร้างอุดมคติ (Idealized) ของพอลิเมอร์/เคลย์ นาโน คอมโพสิต	22
3.1	การติดตั้งอุปกรณ์ในการเตรียม Oganophilic clay (OMMT).....	30
3.2	เครื่องผสมพอลิเมอร์หลอมเหลวแบบภายใน (Internal Mixer)	31
3.3	เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ (Twin-screw Extruder)	32
3.4	การติดตั้งอุปกรณ์ในการเตรียมสังเคราะห์ พอลิเอทีลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธี Solution method	33
3.5	เครื่องย่อยเม็ดพลาสติก (Plastic grider)	34
3.6	เครื่องขึ้นรูปแบบอัด (Compression molding).....	35
3.7	ตัวอย่างชิ้นงาน Microtensile ที่ถูกตัดด้วย Die cut ตาม ASTM D1708	35
3.8	Die cut สำหรับตัดชิ้นงาน Microtensile ตาม ASTM D1708.....	36

รูปที่		หน้า
3.9	เครื่อง Universal Testing Machine เพื่อทดสอบความสามารถในการ ดึงยืดของวัสดุ.....	38
3.10	เครื่องทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Tester).....	39
3.11	เครื่อง Shore D Hardness Tester Durometer Deadweight Test Stands	40
3.12	เครื่อง WAXD ยี่ห้อ Bruker D8 Advance	41
3.13	กล้อง TEM ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM 2010.....	42
3.14	เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ Thermal Gravimetric Analysis (TGA).....	43
3.15	เครื่องมือวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry	43
4.1	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค WAXD ของ Pristine clay (Na^+ -MMT) d-OMMT, h-OMMT และ o-OMMT	44
4.2	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค WAXD สำหรับ (ก) melt PE/d-OMMT (ข) melt PE/h-OMMT และ (ค) melt PE/o-OMMT nanocomposites ที่เตรียม ด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) ในปริมาณการเติม OMMT ที่ แตกต่างกัน.....	47
4.3	ตัวอย่างลักษณะการจับตัวของส่วนที่ไม่มีขั้วของ Swelling agent จับกับ สายโซ่พอลิเมอร์หลังจากเกิดปฏิกิริยา Polymerization แล้ว	49
4.4	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ของ melt PE/7% d-OMMT nanocomposites	50
4.5	แสดงภาพที่ได้จากการศึกษาของ Joong-Hee Lee และคณะ ของ PE-Layered Silicate nanocomposites โดยใช้ Swelling agent ปริมาณ 7%.....	51
4.6	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ของ melt PE/1% h-OMMT nanocomposites	51
4.7	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) (ก) solution PE/d-OMMT nanocomposites (ข) solution PE/h-OMMT nanocomposites (ค) solution PE/o-OMMT nanocomposites ในปริมาณการเติม OMMT ที่แตกต่างกัน	53

รูปที่		หน้า
4.8	ภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของ solution PE/1% d-OMMT nanocomposites	56
4.9	ภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของ solution PE/1% h-OMMT nanocomposites	56
4.10	ภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของ solution PE/1% o-OMMT nanocomposites	57
4.11	Young's Modulus ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วย (ก) วิธีการหลอมเหลว และ (ข) วิธีการใช้สารละลายที่ปริมาณ OMMT ต่างๆ....	60
4.12	Tensile strength ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ปริมาณ OMMT ต่างๆ โดยเตรียมด้วย (ก) วิธีการหลอมเหลว (ข) วิธีการใช้สารละลาย.....	61
4.13	% Strain at break ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ปริมาณ OMMT ต่างๆ โดยเตรียมด้วย (ก) วิธีการหลอมเหลว (ข) วิธีการใช้สารละลาย	62
4.14	ค่า Izod impact strength ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการ (ก) วิธีการหลอมเหลว และ (ข) วิธีการใช้สารละลาย ที่ปริมาณของ OMMT แตกต่างกัน	64
4.15	แสดงค่า Hardness Number ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ปริมาณของ OMMT แตกต่างกัน โดยเตรียมด้วย (ก) วิธีการหลอมเหลว (ข) วิธีการใช้ สารละลาย	65
4.16	แสดง TGA Thermogram ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการ หลอมเหลว (Melt method) โดยมี OMMT ชนิดต่างๆ ที่ปริมาณแตกต่างกัน (ก) melt PE/d-OMMT nanocomposites (ข) melt PE/h-OMMT nanocomposites (ค) melt PE/o-OMMT nanocomposites.....	67
4.17	แสดง TGA Thermogram ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการ ใช้สารละลาย (solution method) โดยมี OMMT ชนิดต่างๆ ที่ปริมาณแตกต่างกัน (ก) melt PE/d-OMMT nanocomposites (ข) melt PE/h-OMMT nanocomposites (ค) melt PE/o-OMMT nanocomposites.....	69

4.18	DSC Thermogram ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ปริมาณต่างๆ ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (ก) melt PE/d-OMMT nanocomposites (ข) melt PE/h-OMMT nanocomposites (ค) melt PE/o-OMMT nanocomposites	71
4.19	DSC Thermogram ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ปริมาณต่างๆ ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (ก) solution PE/d-OMMT nanocomposites (ข) solution PE/h-OMMT nanocomposites (ค) solution PE/o-OMMT nanocomposites	72
4.20	Degree of crystallinity ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วย วิธีการหลอมเหลว (melt method) โดยมีชนิดและปริมาณ OMMT แตกต่างกัน .	75
4.21	Degree of crystallinity ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วย วิธีการใช้สารละลาย (solution method) โดยมีชนิดและปริมาณ OMMT แตกต่างกัน	75

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันมีความพยายามในการปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ในด้านต่างๆ เช่น ความแข็งแรง ความเหนียว ปรับปรุงความสามารถในการซึมผ่านของแก๊ส ความต้านทานต่อความร้อน การลวกติดไฟ และเพื่อให้มีราคาที่ถูกลง แต่การเติมสารเติมแต่งลงไปบางครั้งอาจทำให้วัสดุคอมโพสิตมีความเปราะและมีความขุ่นมากขึ้น ดังนั้นวัสดุนาโนคอมโพสิต (Nanocomposites) จึงเป็นวัสดุแบบใหม่ที่ได้รับความสนใจ ซึ่งเป็นการเติมอนุภาคขนาดเล็กในระดับนาโนสเกลลงไปกระจายตัวในเนื้อสารที่ต้องการในที่นี้คือพอลิเมอร์

โดยพอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิต (Polymer/clay nanocomposites) ที่ได้มีการสังเคราะห์และประสบความสำเร็จ จะเป็นการสังเคราะห์กับพอลิเมอร์ที่มีขั้ว เพราะความเป็นขั้วสามารถทำให้อนุภาคเคลย์สามารถกระจายตัวได้ดี ในขณะที่ Olefin polymer ส่วนใหญ่ไม่มีขั้ว ดังนั้นวิธีการในการสังเคราะห์พอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิตดังกล่าว ก็มักใช้วิธี In-situ polymerization [1], solution method [2] และ melt intercalation [3] ซึ่งแต่ละวิธีก็มีจุดเด่นและจุดด้อยแตกต่างกัน

ในปัจจุบันสารเสริมแรงที่นิยมนำไปใช้ในกระบวนการผลิตพลาสติก ที่เกี่ยวข้องในอุตสาหกรรมมีอยู่หลายประเภท ในสารเสริมแรงเหล่านี้ เคลย์จัดว่าเป็นสารเสริมแรงที่มีคุณสมบัติโดดเด่นมากชนิดหนึ่ง เนื่องจากเคลย์เป็นสารเสริมแรงธรรมชาติที่สามารถหาได้ง่าย มีศักยภาพเพียงพอในการที่จะนำไปดัดแปลงเป็นสารเสริมแรงที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนสเกล โดยชนิดของเคลย์ที่สามารถนำไปใช้เป็นนาโนคอมโพสิตได้ จะอยู่ในกลุ่มของ Smectite ที่เรียกว่า “Montmorillonite (MMt)” ซึ่งมีชั้นของซิลิเกตที่มีรูปทรงเป็นรูปหลายเหลี่ยมซ้อนทับกันเป็นชั้นๆ โดยมีความกว้างและความยาวประมาณ 100 - 150 นาโนเมตร ส่วนความหนาของชั้นซิลิเกต (Silicate layer) จะอยู่ที่ 1 นาโนเมตรเท่านั้น แต่ปัญหาที่สำคัญของเคลย์ ซึ่งเป็นสารเสริมแรงที่เป็นสารอนินทรีย์ (Inorganic filler) ที่มีความเป็นขั้ว จึงไม่สามารถเข้ากันได้โดยง่ายกับพอลิเมอร์ที่ไม่มีขั้ว เช่น HDPE, PP เป็นต้น จึงจำเป็นต้องมีการปรับปรุงอนุภาคของเคลย์ โดยการเลือกใช้สาร Swelling agent ชนิดที่เหมาะสมเพื่อทำให้เกิดการกระจายตัวของชั้นซิลิเกตในพอลิเมอร์ได้ดีมากขึ้น

1.2 ความมุ่งหมายและวัตถุประสงค์ของการศึกษา

1.2.1 เพื่อศึกษาการเตรียม organoclay (OMMT) โดยทำการปรับปรุง MMT ด้วย Swelling agent ที่แตกต่างกัน

1.2.2 เพื่อศึกษาการเตรียม PE/OMMT nanocomposites โดยเปรียบเทียบระหว่างวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) และวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

1.2.3 เพื่อศึกษาอิทธิพลของปริมาณ OMMT และชนิดของ Swelling agent ที่เหมาะสมที่มีผลต่อสมบัติเชิงกล (Mechanical properties) และสมบัติทางความร้อน (Thermal properties) ของวัสดุนาโนคอมโพสิต

1.3 แนวคิดของงานวิจัย

งานวิจัยนี้ เป็นการศึกษาดังวิธีการเตรียมนาโนคอมโพสิต จาก High-density polyethylene (HDPE) และ Montmorillonite ที่ผ่านการปรับปรุงด้วย Swelling agent ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด ด้วยวิธีการใช้สารละลายและวิธีการหลอมเหลว และทำการหาอัตราส่วนที่เหมาะสมในการผสม เพื่อเป็นการปรับปรุงสมบัติต่างๆ ทั้งเชิงกลและทางความร้อนของ HDPE

โดยงานวิจัยนี้ ทำการศึกษาหาปริมาณ OMMT ที่เหมาะสมที่นำมาใช้ในการเสริมแรงให้มีประสิทธิภาพสูงสุด โดยแบ่งออกเป็นส่วนดังต่อไปนี้

1.3.1 การปรับปรุงสมบัติของ Montmorillonite ด้วย Swelling agent ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด คือ Dodecylamine, Hexadecylamine และ Octadecylamine

1.3.2 การเตรียมวัสดุพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ระหว่าง High-density polyethylene (HDPE) กับเคลย์ ในอัตราส่วน 0, 1, 3, 5 และ 7 % โดยน้ำหนักตามลำดับ ด้วยวิธีการเตรียมแบบ Solution Method และ Melt method

1.3.3 การเปรียบเทียบลักษณะทางโครงสร้างพื้นฐานวิทยา (Morphology) และลักษณะการกระจายตัวของชั้นเคลย์ด้วยเครื่อง Wide-angle X-ray Diffractometer (WAXD) และ Transmission Electron Microscopy (TEM) ของวัสดุที่เตรียมได้

1.3.4 การศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุที่เตรียมได้ โดยทำการศึกษาความสามารถในการดึงยืด (Tensile Test) ความแข็งที่ผิว (Hardness Test) และความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Test) ของวัสดุ

1.3.5 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของวัสดุที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง (Thermal Gravimetry Analysis, TGA) และเครื่อง Differential Scanning Analysis (DSC)

1.4 ขอบเขตของการศึกษา

1.4.1 พอลิเมอร์ที่ใช้ในการศึกษานี้เป็นพอลิเอทิลีนชนิด High-density polyethylene (HDPE) เกรด H501Y

1.4.2 Swelling agent ที่ใช้ มี 3 ชนิด ได้แก่ Dodecylamine, Hexadecylamine, Octadecylamine

1.4.3 การเตรียม HDPE/clay nanocomposites ด้วยวิธีการ solution method นั้น ใช้ Decahydronaphthalene (Decalin) เป็นตัวทำละลาย ภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจน

1.4.4 อัตราส่วนของเคลย์ที่ใช้ในการผสม เพื่อเปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของวัสดุที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลายและวิธีการหลอมเหลว คือ 0, 1, 3, 5 และ 7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

1.5 ขั้นตอนของการศึกษา

1.5.1 รวบรวมข้อมูลจากการศึกษาเอกสารต่างๆ และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.5.2 ออกแบบวิธีการทดลองและการวางแผนการทดลอง

1.5.3 ดำเนินงานวิจัย

1) การปรับปรุงสมบัติของ Montmorillonite (MMt) ด้วย Swelling agent ให้เป็น Organophilic clay (OMMt)

(1) เรียนรู้วิธีการใช้ ติดตั้งเครื่องมือและอุปกรณ์ในการดำเนินงานวิจัย

(2) ทำการปรับปรุงด้วย Swelling agents แตกต่างกัน 3 ชนิด คือ Dodecylamine, Hexadecylamine และ Octadecylamine

(3) ศึกษาการระยะห่างระหว่างชั้นของ Silicate layer ของ MMt ในพอลิเอทิลีน โดยใช้เทคนิค Wide-Angle X-ray Diffraction (WAXD)

2) การศึกษาวัสดุนาโนคอมโพสิตระหว่างพอลิเอทิลีน และ OMMt ด้วยวิธีการ Solution Method

(1) เรียนรู้วิธีการใช้ ติดตั้งเครื่องมือและอุปกรณ์ในการดำเนินงานวิจัย

(2) ทำการปรับปรุง MMt ด้วย Swelling agent แตกต่างกัน 3 ชนิด เพื่อปรับปรุงสมบัติความเป็นขั้วและระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์

(3) ผสม OMMt ที่ผ่านการปรับปรุงแล้ว ด้วยวิธีการ Solution Method ในอัตราส่วนของ OMMt เท่ากับ 0, 1, 3, 5 และ 7 % โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ที่อุณหภูมิ 160 °C ภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจน เพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชัน (Oxidation)

(4) เตรียมชิ้นงานด้วยวิธีการขึ้นรูปแบบอัด (Compression) แล้วตัดชิ้นงานด้วย Die cut ให้เป็นรูปชิ้นงาน Microtensile เพื่อนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล

(5) ศึกษาการกระจายตัวและโครงสร้างสัณฐานวิทยา (Morphology) ของ Silicate layer ของ OMMt ในพอลิเอทิลีน โดยใช้เทคนิค Wide-Angle X-ray Diffraction (WAXD) และเทคนิค Transmission Electron Microscopy (TEM)

(6) ทดสอบความสามารถในการดึงยืด (Tensile testing) ของวัสดุพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง Universal tensing machine ตามมาตรฐาน ASTM D 1708

(7) ทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง Impact Tester โดยทำการทดสอบแบบ Izod Impact Tester ตามมาตรฐาน ASTM D256

(8) ทดสอบความแข็งที่ผิววัสดุ (Hardness) โดยทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240

(9) ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) และ Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

3) การศึกษาวัสดุ Nanocomposites ระหว่างพอลิเอทิลีน และ OMMt ด้วยวิธีการ Melt Method

(1) เรียนรู้วิธีการใช้ ติดตั้งเครื่องมือและอุปกรณ์ในการดำเนินงานวิจัย

(2) ทำการปรับปรุง MMt ด้วย Swelling agent แตกต่างกัน 3 ชนิด เพื่อปรับปรุงความเป็นขั้วและระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์

(3) ผสม MMt ที่ผ่านการปรับปรุงแล้ว ด้วยวิธีการ Melt Method กับ พอลิเอทิลีนในอัตราส่วนของ MMt เท่ากับ 0, 1, 3, 5 และ 7% โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ด้วยเครื่อง ผสมภายใน (Internal Mixer) และเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ (Twin-screw Extruder)

(4) เตรียมชิ้นงานด้วยวิธีการขึ้นรูปแบบอัด (Compression) แล้วตัดชิ้นงานด้วย Die cut ให้เป็นรูปชิ้นงาน Microtensile เพื่อนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล

(5) ศึกษาการกระจายตัวและโครงสร้างสัณฐานวิทยา (Morphology) ของ Silicate layer ของ OMMt ในพอลิเอทิลีน โดยใช้เทคนิค Wide-Angle X-ray Diffraction (WAXD) และเทคนิค Transmission Electron Microscopy (TEM)

(6) ทดสอบความสามารถในการดึงยืด (Tensile testing) ของวัสดุ พอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง Universal tensing machine ตามมาตรฐาน ASTM

D 1708

(7) ทดสอบความทนทานต่อแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุพอลิเอทีลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง Impact Tester โดยทำการทดสอบแบบ Izod Impact Tester ตามมาตรฐาน ASTM D256

(8) ทดสอบความแข็งของผิววัสดุ (Hardness) โดยทำการทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D2240

(9) ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) และ Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

1.5.4 วิเคราะห์ผลการวิจัย

1.5.5 สรุปผลการวิจัย

1.5.6 การรายงานผลการวิจัย

- 1) การเสนอผลงานวิจัยในรูปรายงาน
- 2) การเสนอผลงานวิจัยในรูปแบบวารสารหรือโปสเตอร์
- 3) การเสนอผลงานวิจัยในรูปแบบการประชุม การสัมมนาทางวิชาการทางวิศวกรรมศาสตร์ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีระดับชาติ

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

1.6.1 สามารถเตรียม PE/OMMt nanocomposites ให้มีสมบัติเชิงกลและความเสถียรทางความร้อนดีขึ้น

1.6.2 ทราบถึงวิธีการที่เหมาะสมในการเตรียม PE/OMMt nanocomposites

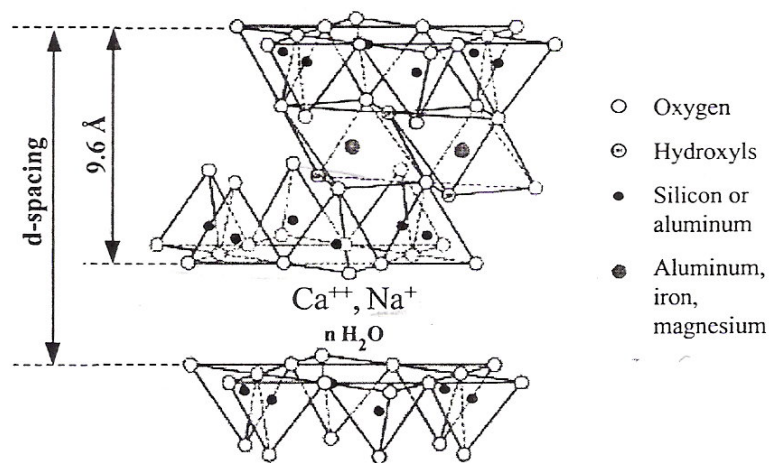
1.6.3 สามารถหาอัตราส่วนที่เหมาะสมของ OMMt ที่ใช้ในการเตรียม PE/OMMt nanocomposites

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในเทอมของนาโนคอมโพสิตนั้น เป็นการอธิบายลักษณะของวัสดุ 2 เฟส โดยที่เฟสหนึ่งเข้าไปกระจายตัวอยู่ในอีกเฟสหนึ่งในระดับนาโนเมตร (10^{-9} เมตร) ซึ่งโดยปกติแล้ว วัสดุนาโนคอมโพสิตที่เป็นพอลิเมอร์จะนิยมนิยมนเสริมแรงด้วย Nanofillers ชนิดต่างๆ ตัวอย่างเช่น precipitated silica, silica bead, cellulose whiskers, zeolites เป็นต้น

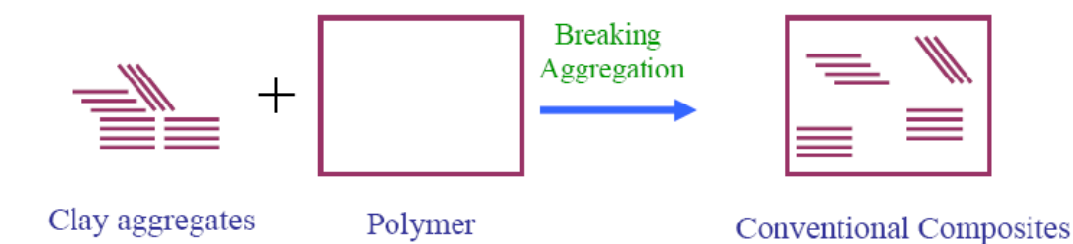
พอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิต เป็นอีกตัวอย่างหนึ่งของนาโนเทคโนโลยี ซึ่งสารเสริมแรงที่ใช้จะอยู่ในกลุ่ม Smectite clay ตัวอย่างเช่น hectorite, montmorillonite และ synthetic mica โดยวัสดุเหล่านี้ มักนิยมนำมาทำเป็นวัสดุเสริมแรง เพื่อเป็นการปรับปรุงสมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์ ลักษณะของเคลย์ในกลุ่ม Smectite นี้ มีลักษณะโครงสร้างเป็นชั้นๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 Idealized structure ของ montmorillonite [5]

ในอดีตความสนใจหลักในการใช้เคลย์ (Clay) เพื่อการเสริมแรงในวัสดุพอลิเมอร์ และเป็นการศึกษาถึงวิธีการทำให้อนุภาคของกลุ่มก้อนเคลย์เกิดการกระจายตัวออก เป็นอนุภาคเดี่ยวๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.2 เพื่อทำให้อยู่ในรูปของ micro-sized filler เพื่อเสริมแรงในพอลิเมอร์ ซึ่งจากรูปดังกล่าว จะทำให้พบว่าเมื่อเคลย์สามารถกระจายกลุ่มอนุภาคได้ดีก็จะสามารถช่วยสมบัติเชิงกลดีขึ้น แต่ก็ต้องใช้เคลย์ในปริมาณมาก เพื่อปรับปรุง Modulus ในขณะที่ strength และ toughness ของพอลิเมอร์ลดลง [4]

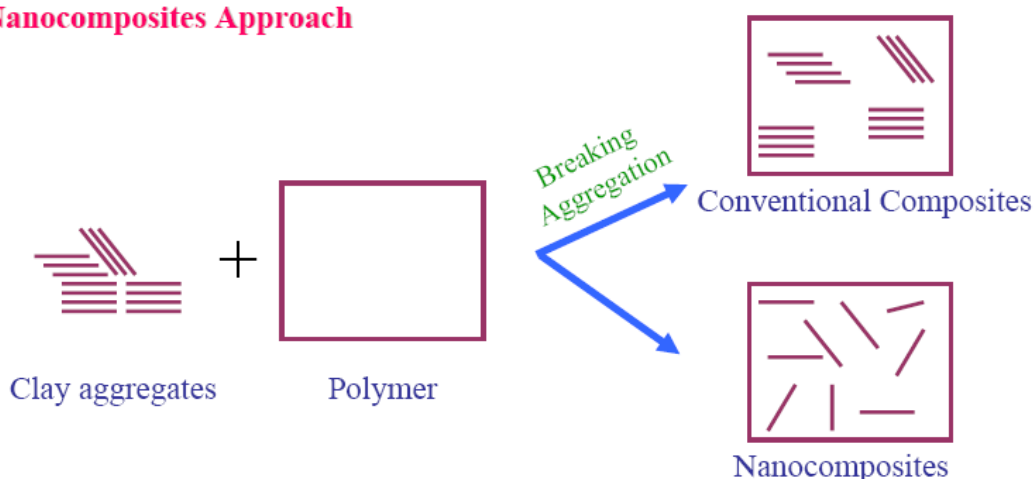
Conventional micro – composite Approach



รูปที่ 2.2 ลักษณะการกระจายตัวของเคลย์แบบ Conventional Composites [4]

ดังนั้นเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและเป็นการปรับปรุงสมบัติเชิงกล ทั้ง Modulus, strength และ toughness จึงไม่เพียงแต่ที่จะทำให้กลุ่มก้อนของอนุภาคเคลย์เกิดการแยกออกจากกัน แต่ต้องทำให้แต่ละชั้นในอนุภาคเคลย์แตกออกด้วย เพื่อให้เป็นนาโนคอมโพสิต ดังแสดงในรูปที่ 2.3

Nanocomposites Approach



รูปที่ 2.3 ลักษณะการกระจายตัวของเคลย์แบบ Nanocomposites [4]

มีงานวิจัยมากมายที่ทำการศึกษาระบบพอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ที่แสดงให้เห็นว่าเมื่อมีการเติมเคลย์ลงในพอลิเมอร์แล้ว สามารถช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลได้เป็นอย่างดี แม้ว่าจะใส่ปริมาณเคลย์ลงไปเพียงเล็กน้อย

Y. Kojima และคณะ [6] ได้ทำการศึกษา โดยเติมเคลย์ ลงใน Nylon 6 เพียง 3-4 % โดยน้ำหนัก พบว่าที่ปริมาณเคลย์ดังกล่าวสามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลได้เป็นอย่างดี โดยค่า Young's Modulus เพิ่มขึ้น 103% ค่า Tensile strength เพิ่มขึ้น 49% และสมบัติ Heat distortion temperature เพิ่มขึ้น 146% นอกจากนี้ยังสามารถปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและวิศวกรรมอื่นๆ เช่น ความสามารถในการทนทานต่อการขีดไฟ ความสามารถในการป้องกันการซึมผ่านของก๊าซ เป็นต้น

นอกจากนี้ ก็ยังส่งผลต่อสมบัติทางแสง (Optical properties) ของวัสดุอีกด้วย เนื่องจากความหนาของชั้นเคลือบแต่ละชั้นนั้นมีค่าที่ต่ำกว่าความยาวคลื่นแสง (Wavelength of visible light) ดังนั้นการที่เคลือบเกิดการ exfoliated ได้ดีในพอลิเมอร์ก็จะช่วยทำให้ได้ชิ้นงานที่มีสีเดียวกับเนื้อพลาสติก และชิ้นงานไม่ขุ่นเหมือนกับการเติมสารเติมเนื้อ (filler) ที่มีขนาดใหญ่

การประยุกต์ใช้ในเชิงพาณิชย์ของระบบพอลิเมอร์/เคลือบ นาโนคอมโพสิต ในสมัยแรกๆ ได้มีการนำมาประยุกต์ใช้กับระบบที่เป็น Nylon 6/clay nanocomposites เพื่อนำมาทำเป็นสายพานทามมิ่ง (Timing belt) ในรถยนต์ของบริษัทโตโยต้า (Toyota) ในปี ค.ศ. 1991 และหลังจากนั้นไม่นานก็ได้มีการนำ Nylon 6 nanocomposites มาประยุกต์ใช้กับเครื่องยนต์ GDI ของบริษัทมิตซูบิชิ (Mitsubishi) ในปี ค.ศ. 2001 และเมื่อไม่นานมานี้บริษัท Nobel Polymer ก็ได้มีการประยุกต์ใช้พอลิพรพิลีน/เคลือบ นาโนคอมโพสิต เพื่อนำมาใช้เป็นโครงสร้างหลักในเบาะที่นั่งหลังของรถยนต์ฮอนด้า (Honda) รุ่น Acura ในขณะที่บริษัท Ube ได้มีการพัฒนา Nylon 12/clay nanocomposites เพื่อใช้เป็นท่อลำเลียงเชื้อเพลิงในเครื่องยนต์และองค์ประกอบสำคัญ ในอุปกรณ์ระบบเชื้อเพลิงในรถยนต์ เป็นต้น [4]

2.1 ลักษณะโครงสร้างภายในโมเลกุลและสมบัติของพอลิเอทีลีน [7-9]

พอลิเอทีลีนเป็นพอลิเมอร์ที่มีปริมาณการผลิต และการใช้มากที่สุดชนิดหนึ่งของโลก เนื่องจากการที่พอลิเอทีลีนมีความสามารถในการป้องกันสารเคมีได้เป็นอย่างดี ความสามารถในการซึมผ่านของไอน้ำต่ำ ความสามารถในการดูดซึมน้ำต่ำ และง่ายต่อการกระบวนการขึ้นรูป นอกจากนี้โครงสร้างของพอลิเอทีลีนมีลักษณะเป็นเส้นตรง ทำให้มีความเป็นผลึกในโครงสร้างค่อนข้างสูง (Semi-crystalline) ทำให้มีความเป็น Toughness และ ductile สูง พอลิเอทีลีนมีความหนาแน่นหลายเกรดขึ้นอยู่กับประเภทของการผลิตกันท์แต่ละประเภทและการนำไปใช้งาน แต่ทั้งนี้พอลิเอทีลีนก็มีข้อจำกัดในเรื่องของการที่มีค่า Yield stress และมีจุดหลอมเหลวที่ต่ำ พอลิเอทีลีนส่วนใหญ่นิยมนำมาขึ้นรูปเป็นกล่องบรรจุภัณฑ์ ขวด แผ่นฟิล์ม และท่อ เป็นต้น

สำหรับวิธีการสังเคราะห์พอลิเอทีลีน สามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธี ดังนี้ 1) Gas phase method ของบริษัท Union Carbide 2) วิธี Solution method ของบริษัท Dow และ DuPont 3) Slurry emulsion method ของบริษัท Phillips และ 4) วิธี high-pressure method ซึ่งโดยทั่วไป ค่า Yield strength และอุณหภูมิหลอมเหลว (Melting temperature) จะมีค่าเพิ่มมากขึ้น และมีค่า Elongation ลดลง ตามปริมาณความหนาแน่นที่เพิ่มสูงขึ้นของพอลิเอทีลีน [8]

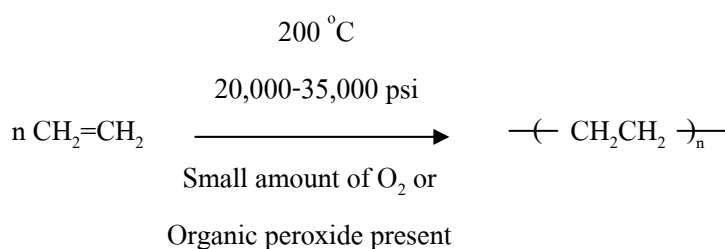
พอลิเอทิลีน สามารถแบ่งออกได้เป็นหลายชนิด ดังนี้

2.1.1 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำมาก (Very low density polyethylene, VLDPE)

พอลิเมอร์ชนิดนี้ ถูกคิดค้นและนำมาใช้โดยบริษัท Union Carbide ในปี ค.ศ. 1985 โดยมีลักษณะคล้ายกับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (Linear low density polyethylene, LLDPE) ส่วนใหญ่พอลิเมอร์ประเภทนี้นิยมนำมาผลิตขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มต่างๆ โดยมี elongation สูง สมบัติการป้องกัน environment stress cracking ดี และใช้อุณหภูมิในการขึ้นรูปต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับกลุ่มของพอลิเอทิลีนชนิดอื่นๆ ด้วยกันแล้วพบว่า VLDPE มีความยืดหยุ่น (Flexibility) สูง โดยปกติแล้วความหนาแน่นของพอลิเมอร์ชนิดนี้ จะมีค่าอยู่ระหว่าง 0.880 ถึง 0.912 g/cm³

2.1.2 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (Low density polyethylene, LDPE)

โดยปกติแล้วพอลิเมอร์ชนิดนี้ มี Impact strength, toughness และ ductility สูง ซึ่งนิยมนำมาทำเป็นถุงฟิล์มบรรจุภัณฑ์ลักษณะต่างๆ เช่นถุงฟิล์มบางสำหรับใส่ของหรือแผ่นฟิล์มหลายชั้น (Multilayer films) ทั้งแบบ Laminated และ Coextrudated พอลิเมอร์ชนิดนี้ มีการใช้งานอย่างกว้างขวาง แต่อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดนี้จะใช้วิธีการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบ ฟรีเรดิคัล (Free radical polymerization) ดังแสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 การพอลิเมอร์ไรเซชันของ LDPE [7]

2.1.3 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (Linear low density polyethylene, LLDPE)

พอลิเมอร์ชนิดนี้เป็นผลมาจากการปฏิวัติอุตสาหกรรมพลาสติก ด้วยการปรับปรุงสมบัติ Tensile strength ที่ความหนาแน่นเดิมเมื่อนำมาเปรียบเทียบกับ LDPE พอลิเอทิลีนชนิดใหม่นี้คือพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น ซึ่งมีกิ่งสั้น และมีความแน่นอนของ

ตำแหน่งของสายโซ่ที่มีระยะห่างที่ชัดเจน ทำให้ LLDPE เป็นพอลิเมอร์ที่มีการจัดเรียงโมเลกุลเป็นระเบียบกว่า LDPE (ซึ่งมีกิ่งที่มีความยาวและมีตำแหน่งแบบสุ่ม) ความเป็นระเบียบของโครงสร้างของกิ่งใน LLDPE ได้มาจากการใช้โคมอนอเมอร์ เช่นพวกกิบาเทน (Butane) โพรพิลีน (Propylene) เฮกเซน (Hexane) ออกเทน (Octane) เป็นต้น ทำปฏิกิริยาร่วมกับเอทิลีน โดยโคมอนอเมอร์เหล่านี้จะมีจำนวนคาร์บอนอะตอมเพิ่มขึ้นตามลำดับ ความยาวของกิ่งใน LLDPE ที่ผลิตจะขึ้นอยู่กับจำนวนคาร์บอนอะตอมในโมเลกุลโคโมโนเมอร์ที่ใช้ ตัวเร่งที่ใช้ในการเตรียม LLDPE เช่น ไททาเนียมเฮไลด์สังเคราะห์วัสดุต่างๆ เช่นอะลูมินา เป็นต้น

โดยปกติแล้ว LDPE จะทำการผลิตที่ความดันประมาณ 35,000 psi แต่ใน LLDPE ความดันจะอยู่ที่ประมาณ 30,000 psi ความหนาแน่นของ LLDPE อยู่ระหว่าง 0.915 ถึง 0.940 g/cm³ ซึ่ง LLDPE มีสมบัติคล้าย LDPE มาก กล่าวคือ มีความนุ่ม และลักษณะการใช้งานของ LLDPE ส่วนใหญ่ นิยมนำมาทำเป็นแผ่นฟิล์มหรือแผ่นพลาสติก ซึ่งอาจใช้ตัวเดียวหรือผสมกับ LDPE เพื่อจุดประสงค์ในการเพิ่มความเหนียว และสมบัติเด่นของฟิล์ม LLDPE คือ มีความสามารถในการทนต่อแรงดึงได้มาก ทำให้สามารถผลิตฟิล์มที่มีความบางกว่าโดยไม่เกิดการฉีกขาด มีความทนทานต่อการเจาะทะลุสูง และมีความเป็นผลึก (Crystallinity) สูงกว่า LDPE การเปรียบเทียบสมบัติ Blown Film ของ LLDPE และ LDPE ดังแสดงในตารางที่ 2.1

2.1.4 พอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (High density polyethylene, HDPE)

มีการค้นพบ HDPE ในปี ค.ศ. 1953 เป็นการผลิตโดยใช้อุณหภูมิและความดันต่ำกว่า LDPE มาก และเป็นพอลิเมอร์ที่มีความแข็งแรงสูงกว่าและมีอุณหภูมิการอ่อนตัว และปริมาณความเป็นผลึกสูงกว่าด้วย ผู้ที่ค้นพบวิธีการเตรียม HDPE คือ Carl Ziegler ศาสตราจารย์ชาวเยอรมัน ซึ่งได้เตรียมโดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ประกอบด้วยสารเคมี 2 กลุ่ม คือ Titanium Halide และ Aluminiumtrialkyl โดยตัวเร่งที่ใช้ ตัวอย่างเช่น Titaniumtetrachloride และ triethylaluminium เป็นต้น โดยใช้สภาวะในการผลิตคือ ที่อุณหภูมิ 60-70°C ความดันที่ใช้ 1-10 บรรยากาศ และในช่วงเวลาใกล้เคียงกัน ช่วงปี ค.ศ. 1956 บริษัท Phillip Petroleum ได้มีการค้นพบการใช้ตัวเร่ง Chromiumoxide ซึ่งตรึงไว้กับ Alumina โดยสามารถผลิต HDPE ที่มีความหนาแน่นต่ำแต่อุณหภูมิที่ใช้อยู่ค่อนข้างสูงอยู่ [10] และใช้ตัวทำละลายไฮโดรคาร์บอนที่ไม่ละลายตัวเร่ง ทำให้สะดวกในการแยกพอลิเมอร์จากกระบวนการผลิต เทคนิคนี้เป็นแบบ Slurry Method ซึ่งนิยมใช้กันมากที่สุดในการเตรียม HDPE ในปัจจุบัน และอีกวิธีหนึ่งที่ใช้ในการเตรียม HDPE คือ Standard oil process ซึ่งเป็นวิธีที่มีความคล้ายคลึงกับ Philip process โดยการใช้ตัวเร่งที่เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะทรานซิชัน ที่ตรึงอยู่บนวัสดุรองรับผสมกับโปรโมเตอร์ เช่น การใช้โมลิบดีนัมออกไซด์เป็นตัวเร่ง โดยใช้ร่วมกับโปรโมเตอร์ เช่นโลหะโซเดียม โลหะแคลเซียม หรือ

สารประกอบไฮโดรคาร์บอนของโลหะทั้งสองชนิดนี้ สภาวะในการเตรียม HDPE ของ Standard oil process นี้ จะใช้อุณหภูมิประมาณ 230-270 องศาเซลเซียส ที่ความดัน 40-80 บรรยากาศ

ตารางที่ 2.1 การเปรียบเทียบ Blown film properties ของ LLDPE และ LDPE [9]

Properties	LLDPE	LDPE
Density, g/cm ³	0.918	0.918
Melt Index, g/10 min	2.0	2.0
Dart Impact, g	110	110
Puncture Energy, J/mm	60	25
Machine direction tensile strength, MPa	33	20
Cross direction tensile strength, MPa	25	18
Machine direction tensile elongation, %	690	300
Cross direction tensile elongation, %	740	500
Machine direction Modulus, MPa	210	145
Cross direction modulus, MPa	250	175

ที่มา : Encyclopedia of Polymer Science, 2nd ed., vol. 6, Mike, Bikales, Overberger, Menges and Kroschwitz, Eds. Wiley Interscience, 1986, p.433.

การประยุกต์ใช้ HDPE โดยมากแล้วมักใช้ในการผลิตชิ้นงานโดยเทคนิคการเป่าเข้าเป่า (Extrusion Blown film) เช่นการผลิตขวดบรรจุเครื่องดื่ม ยาและสารเคมีต่างๆ ของเล่นเด็ก ถังน้ำมัน รถยนต์ เป็นต้น นอกจากนี้ยังนิยมนำ HDPE มาผลิตเป็นถุงพลาสติกที่สามารถทนความร้อนสูงกว่าพลาสติกที่ทำมาจาก LDPE แต่อย่างไรก็ตาม ถุงที่ผลิตจาก HDPE ไม่ใส เนื่องจากมีความเป็นผลึกสูงและมีขนาดผลึกที่ใหญ่ ชิ้นงานตัวอย่างที่ผลิตด้วยวิธีการฉีดเข้าเป่า (Injection Molding) เช่น เครื่องใช้ภายใน บ้าน ถังน้ำ และภาชนะต่างๆ ก็นิยมผลิตจาก HDPE ซึ่งโดยทั่วไปแล้ว HDPE มีความเหนียวมากกว่า LDPE การเปรียบเทียบ LDPE และ HDPE ดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 การเปรียบเทียบสมบัติของ LDPE, HDPE [10]

Properties	LDPE	HDPE
ความหนาแน่น (g/cm^3)	0.91-0.94	0.94-0.97
ความเป็นผลึก (%)	50-60	80-95
อุณหภูมิการหลอม ($^{\circ}\text{C}$)	98-120	127-135
ความสามารถในการทนต่อแรงดึง (GPa)	4.1-16	21-38
Young's Modulus (GPa)	0.1-0.26	0.41-1.24
การยืดที่จุดขาด (Elongation, %)	0.1-0.26	20-130
Impact strength (J/m)	ไม่แตก	27-1068
T_m ($^{\circ}\text{C}$) ภายใต้แรงกด 445 kPa	38-49	60-88

2.1.5 พอลิเอทิลีนชนิดน้ำหนักโมเลกุลสูง (Ultra high molecular weight polyethylene, UHMWPE)

พอลิเอทิลีนชนิดน้ำหนักโมเลกุลสูงนี้ โดยปกติมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ระหว่าง 3×10^6 ถึง 6×10^6 และเป็นพอลิเมอร์ที่ต้องอาศัยการแปรรูปด้วยเทคนิคพิเศษ เนื่องจากไม่สามารถใช้กระบวนการแปรรูปโดยทั่วไปได้ มักจะใช้พอลิเมอร์ชนิดนี้เป็นวัสดุรองพื้น (Liner) ในรถบรรทุก หรือรถปิกอัพ ฐานรองพื้นสกีบอร์ด อุปกรณ์ทางการแพทย์บางชนิด และนำมาผลิตเป็นส่วนประกอบของเครื่องยนต์ต่างๆ เช่น เฟือง เกียร์ เป็นต้น พอลิเอทิลีนชนิดนี้ มีการประยุกต์ใช้งานในทำนองเดียวกันกับพลาสติกวิศวกรรม โดยปกติแล้ว UHMWPE มีสมบัติที่ทนทานต่อการขีดข่วนสูง มี toughness สูง แต่อย่างไรก็ตามวัสดุชนิดนี้มีขั้นตอนการขึ้นรูปที่ยาก เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการพัฒนาผลิตภัณฑ์โดย Allied Chemical ในการพัฒนา Gel spinning UHMWPE ที่มีน้ำหนักเบา และแข็งแรงเมื่อเปรียบเทียบกับ Kevlar ในการนำไปประยุกต์ใช้เป็นเสื้อเกราะกันกระสุน เป็นต้น

2.2 ประเภทและลักษณะทางโครงสร้างของ Layered Silicates

โดยปกติแล้วเคลย์ ส่วนใหญ่มาจากแร่ที่ได้จากการระเบิดของภูเขาไฟ หรือจากกระบวนการ Hydrothermal ของ volcanic rock ซึ่งในกรณีแรกนั้น เมื่อภูเขาไฟระเบิด เกิดการฟุ้งกระจายไปในอากาศและจะถูกลมพัดพาไปตกที่ต่างๆ บางทีก็ตกที่ทะเลสาบ ทะเล แผ่นดิน เป็นต้น แล้วจะทับถมกันเป็นชั้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งบริเวณที่อยู่ใต้ทะเล ซึ่งมีโลหะได้แก่ อะลูมิเนียม แคลเซียม และแมกนีเซียม ซึ่งเป็นปัจจัยหนึ่งที่ทำให้เคลย์เกิดขึ้นมา ประกอบกับสภาวะและเวลาที่

เหมาะสม โดย Layered Silicates นี้ หมายรวมถึงเคลย์ที่เกิดจากธรรมชาติ (Natural clay) และเคลย์ ที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น เช่น Magdite [11], mica, laponite และ fluorohectorite [12] เป็นต้น

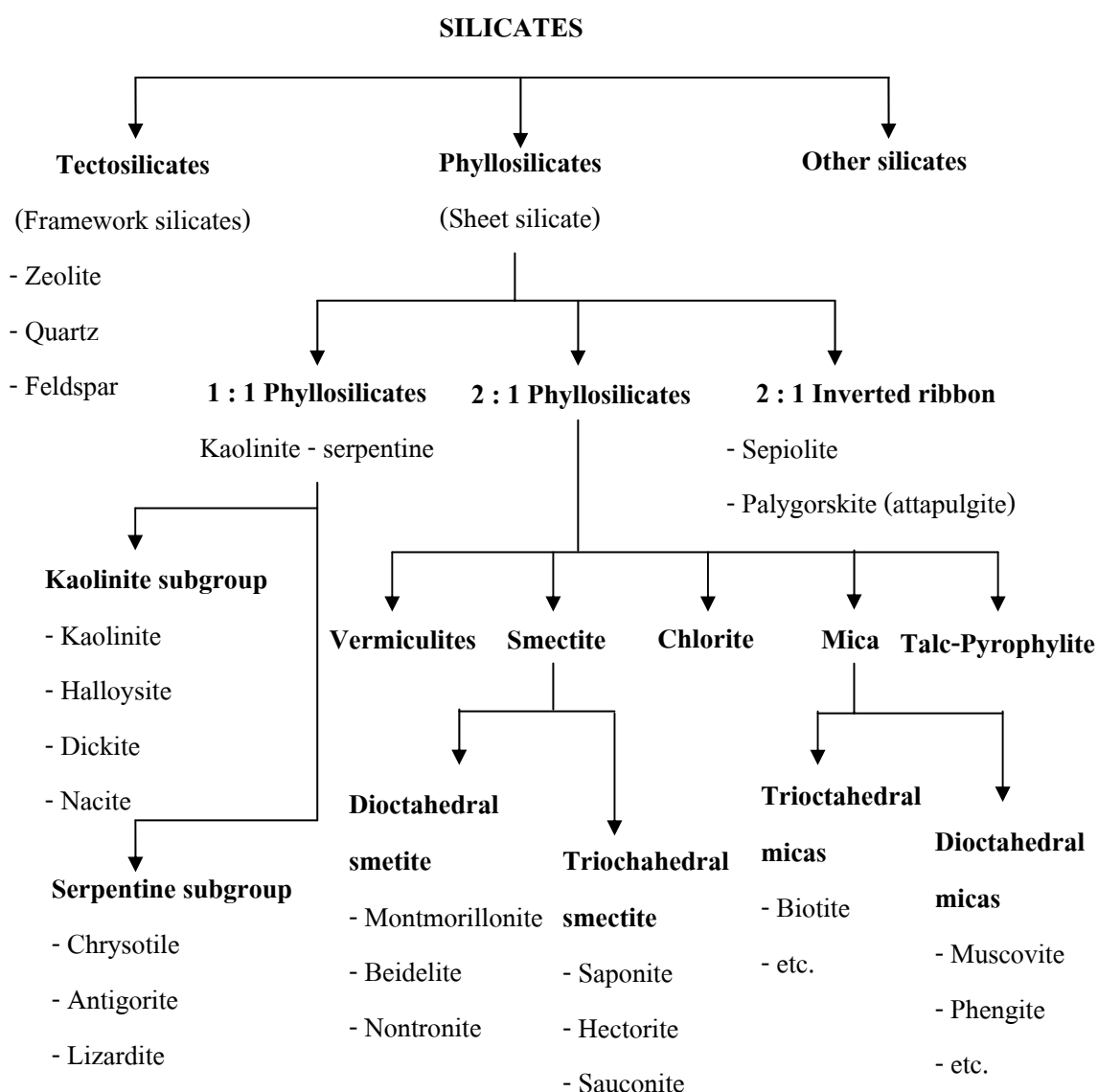
ในปัจจุบันได้มีการนำทั้งเคลย์ที่เกิดจากธรรมชาติ และเคลย์ที่ผ่านการสังเคราะห์ดังกล่าวมาใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต โดยในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาถึงการนำเคลย์ที่เกิดจากธรรมชาติจากกลุ่ม Smectite คือ Montmorillonite เนื่องจากความเหมาะสมของความหนาแน่นของประจุในแต่ละชั้นซึ่งถูกค้นพบโดย Dumour และ Salvétat [4] โดยขณะนี้ได้นิยมนำมาทำเป็น Nanofiller เพื่อใช้ในการเสริมแรงวัสดุต่างๆ ซึ่งเดิม Montmorillonite ที่อยู่ในรูป Pristine form จะประกอบไปด้วยปริมาณแร่ต่างๆ แตกต่างกันได้แก่ Crystobalite, Zeolite, Biotite, Quartz, Feldspar, Zircon และแร่อื่นๆ ที่พบในหินภูเขาไฟ ดังนั้นเคลย์ที่ต้องการนำมาใช้ในการสังเคราะห์นาโนคอมโพสิตนั้น จึงจำเป็นต้องทำให้บริสุทธิ์ก่อนนำมาใช้งาน

ในทางธรณีวิทยาแล้ว เคลย์มีความหมายที่กว้างและมีความหมายได้หลายความหมาย เช่นเป็นกลุ่มของเม็ดแร่ที่มีความละเอียดหรือเป็นหินชนิดหนึ่ง ส่วนความหมายที่นิยมใช้กันมากที่สุดคือ เป็นสารที่เป็นเม็ดเล็ก ละเอียดที่เกิดจากการสะสมของตะกอนจำพวก Non-aluminosilicates เช่นพวกหิน Shale หรือพวก Argillaceous soils เป็นต้น โดยเคลย์ หรือสารจำพวก Silicates ในปัจจุบันนี้จะแบ่งเป็น 3 ประเภทใหญ่ๆ [13] ดังนี้

1. Tectosilicates (Framework silicates) เป็นเคลย์ประเภทที่มีโครงสร้างเป็นโครงร่าง และมีรูพรุนอยู่จำนวนมาก
2. Phyllosilicates (Sheet silicates) เป็นเคลย์ประเภทที่มีชั้นซิลิเกตต่อกันเป็นชั้นๆ ในโครงสร้างซึ่งแต่ละชั้นของซิลิเกตจะมีลักษณะเป็นแผ่นสี่เหลี่ยม
3. Other silicates เป็นเคลย์ประเภทอื่นๆ ที่มีโครงสร้างต่างจากเคลย์ 2 ประเภทข้างต้น

ในอุตสาหกรรมการผลิตพลาสติกหรือผลิตพอลิเมอร์ส่วนใหญ่นั้น ใช้เคลย์เติมลงไปผสมกับผลิตภัณฑ์เพื่อเป็นการเสริมแรงให้กับผลิตภัณฑ์พลาสติกหรือพอลิเมอร์ เพราะเคลย์นั้นมีโครงสร้างเป็น Silicate ที่แข็งแรง จึงทำให้สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับผลิตภัณฑ์ได้ ส่วนประเภทของเคลย์ที่นิยมใช้เป็นสารเสริมแรงนั้น อยู่ในกลุ่มของ Sheet Silicates หรือที่นิยมเรียกว่า Layered silicates ชนิด 2 : 1 phyllosilicates ซึ่งภายในโครงสร้างของเคลย์ประเภทนี้ ประกอบด้วยชั้นของ Tetrahedrally coordinated silicon atom 2 ชั้น ที่ต่ออยู่กับส่วนปลายของชั้น Octahedral sheet ของ Aluminium หรือ Magnesium hydride โดยมีความหนาของชั้นประมาณ 1 นาโนเมตร และมีขนาดของชั้นประมาณ 30 นาโนเมตร จนถึงไมครอนหรืออาจใหญ่กว่า ซึ่งขึ้นอยู่กับลักษณะเฉพาะของแต่ละชนิดของ Layered Silicates โดยในแต่ละชั้น เมื่อมาอยู่ใกล้กัน ทำให้เกิดแรง Van der Waals ซึ่งเรียกว่า Interlayer หรือ Gallery ซึ่งการแทนที่กันภายในชั้นของ Silicates

ของประจุบวก เช่น Al^{3+} ถูกแทนที่โดย Mg^{2+} หรือ Mg^{2+} ถูกแทนที่ด้วย Li^{1+} ก่อให้เกิดประจุลบขึ้น เพื่อให้ประจุในระบบสมดุล โดยพวก Alkali และ Alkali earth cations ที่อยู่ใน Galleries ซึ่ง Layered Silicates ประเภทนี้ สามารถวิเคราะห์ได้โดยใช้วิธี Cation exchange capacity (CEC) ซึ่งจะได้แสดงเป็นหน่วย meq/100g ค่าประจุเหล่านี้จะไม่คงที่ แต่จะขึ้นอยู่กับชั้นต่อชั้นและมักนิยมใช้เป็นค่าเฉลี่ย การจำแนกสารจำพวก Silicates แสดงดังในรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 การจำแนกประเภทของสารพวก Silicate [13]

สารจำพวก Layered silicates มีโครงสร้างอยู่ 2 ประเภท คือ Tetrahedral - substituted และ octahedral - substituted นั้น โดยประจุลบจะอยู่ที่ผิวหน้าของชั้นซิลิเกต ดังนั้นจึงทำให้สารพวกพอลิเมอร์สามารถเข้าทำปฏิกิริยาได้ดีและว่องไวกว่า Octahedral - substituted layered silicate โดยลักษณะโครงสร้างและสมบัติทางเคมีของ Layered silicate ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.1 และตารางที่ 2.3 ดังนี้

ตารางที่ 2.3 สูตรโครงสร้างทางเคมีที่อยู่ในกลุ่ม 2 : 1 phyllosilicates^a [14]

2:1 Phyllosilicates	General formula
Montmorillonite	$M_x(Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$
Hectorite	$M_x(Mg_{6-x}Li_x)Si_8O_{20}(OH)_4$
Saponite	$M_xMg_6(Si_{8-x}Al_x)O_{20}(OH)_4$

^aM = Monovalent cation, x = degree of isomorphous substitution (between 0.5 and 1.3)

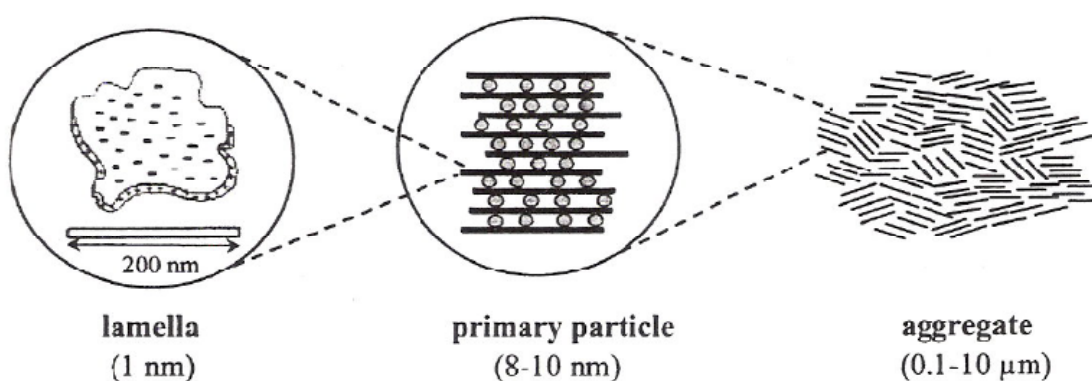
2.2.1 ประเภทของเคลย์ที่นิยมใช้เป็นสารเสริมแรงในอุตสาหกรรมพอลิเมอร์

1) Montmorillonite โดยเป็นเคลย์ที่อยู่ในประเภท 2:1 phyllosilicates มีสูตรโมเลกุล คือ $M_x(Al_{4-x}Mg_x)Si_8O_{20}(OH)_4$ โดย M_x คือ Monovalent cation และ x คือ Degree of isomorphous substitution (ส่วนมากอยู่ระหว่าง 0.5 ถึง 1.3) มีความยาวของอนุภาคประมาณ 100-150 นาโนเมตร ปริมาณของน้ำในโครงสร้างสามารถที่จะเปลี่ยนแปลงได้ เพราะในความเป็นจริงแล้ว เมื่อน้ำถูกดูดซึมโดยผลึกของ Montmorillonite จะทำให้เกิดการพองตัวขึ้น มีปริมาตรที่เปลี่ยนแปลงไป ทำให้สามารถนำ Montmorillonite ไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย โครงสร้างผลึกพื้นฐานของ Montmorillonite เป็นแบบ Smectite คือมีชั้น Octahedral alumina อยู่ระหว่างชั้น tetrahedral silicates โดยอะตอมในชั้นทั้งสองนี้จะเป็นอะตอมของออกซิเจนในชั้นใกล้เคียงที่อยู่ติดกัน ซึ่งทำให้พันธะที่เกิดขึ้นไม่แข็งแรง ทำให้น้ำหรือโครงสร้างของ Mineral เกิดการขยายตัวใน tetrahedral coordination และ Silicon อาจถูกแทนที่โดย alumina หรือ phosphorous แต่ใน Octahedral coordination aluminium นั้นอาจจะถูกแทนที่โดยแมกนีเซียม เหล็ก ลิเทียม โคโรเมียม ซิงค์หรือแม้แต่ निकิล ความแตกต่างในการแทนที่กันภายใน Lattice ในส่วนของตำแหน่งและชนิดของธาตุนี้เอง ทำให้ Montmorillonite เป็นเคลย์ที่มีความหลากหลายมาก

2) Saponite เป็นเคลย์ที่จัดอยู่ในกลุ่มของ 2:1 phyllosilicates เช่นเดียวกับ Montmorillonite แต่แตกต่างกันที่ Saponite จะอยู่ในประเภท trioctahedral smectite นอกจากนี้ขนาด Montmorillonite คือมีขนาดความกว้างของอนุภาคประมาณ 50-60 นาโนเมตร โดย Saponite มีสูตรโครงสร้างทางเคมีคือ $M_xMg_6(Si_{8-x}Al_x)O_{20}(OH)_4$

2.2.2 ลักษณะทางโครงสร้าง Microstructure ของ Montmorillonite

เมื่อมองภาพโดยรวม เราจะพบว่าแต่ละชั้นของ Montmorillonite นั้นจะมีค่า Aspect ratio lamella สูง โดยมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 100-200 นาโนเมตร และมีความหนาประมาณ 1 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 ลักษณะ Microstructure ของ Montmorillonite [14]

จากรูปที่ 2.6 แสดงให้เห็นลักษณะโครงสร้าง Microstructure ของ Montmorillonite โดยพบว่าจุดสี่เหลี่ยมในรูป Primart particle จะแทน Intercalated cation โดยปกติแล้วกลุ่มก้อนเคลย์เหล่านี้จะมีชั้น จะมีชั้นอยู่ภายในประมาณ 5-10 ชั้น

2.2.3 การแลกเปลี่ยนแคตไอออน (Cation Exchange)

1) กระบวนการในการแลกเปลี่ยน Cation

เคลย์ที่อยู่ในกลุ่มของ Smectite ตัวอย่างเช่น Montmorillonite โดยสามารถแลกเปลี่ยนไอออน โดยปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยนจะเกิดได้ใน water solution โดยทั่วไป Cation ที่เกิดการแลกเปลี่ยนจะเป็น Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , K^+ และ NH_4^+ การเกิดการแลกเปลี่ยนจะเกิดระหว่างไอออนของเคลย์ (X^+) และ electrolyte (Y^+) ดังแสดงในสมการ



2) Cation Exchange Capacity (CEC)

ปกติแล้วค่า CEC เป็นค่าที่แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออนที่มากที่สุดระหว่างกัน โดยมีหน่วยเป็น Milliequivalents per gram (meq/g) หรือโดยส่วนใหญ่จะพบในหน่วย Milliequivalent per 100 gram (meq/100 g) นอกจากนี้ยังมีหน่วยในระบบ SI เป็น “Coulombs per unit mass” โดยปกติค่า CEC 1 meq/g จะมีค่าเท่ากับ 96.5 C/g ในหน่วย SI Units

2.3 ตัวประสาน (Compatibilizing agent หรือ Swelling agent) [14]

การกระจายตัวของเซลล์ในพอลิเมอร์ มีลักษณะคล้ายกับการพยายามผสมน้ำกับน้ำมัน ให้เข้ากัน ซึ่งจะเกิดการแยกชั้นกันระหว่างชั้นของน้ำและน้ำมัน ในทำนองเดียวกัน ความเป็นขั้วของเซลล์และความไม่มีขั้วของพอลิเมอร์ที่มีความแตกต่างกัน ทำให้ความสามารถในการผสมกันทำได้ยาก จึงจำเป็นต้องใช้ตัวประสาน ซึ่งทำหน้าที่คล้ายกับเป็นผงซักฟอก เพื่อให้การผสมเกิดเข้ากันได้ อย่างดี โดยปกติแล้วโครงสร้างของตัวประสาน ประกอบด้วยโครงสร้าง 2 ส่วน คือ

1. Hydrophilic function (โดยจะชอบส่วนที่ไม่มีขั้ว ซึ่งไปจับกับเซลล์)
2. Organophilic function (โดยจะชอบส่วนที่มีขั้ว ซึ่งไปจับกับพอลิเมอร์)

ซึ่งจะทำให้เซลล์สามารถกระจายตัวได้ดีใน Polymer matrix โดยปกติแล้วตัวประสานที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์นาโนคอมโพสิต จะอยู่ในกลุ่มของ Amino acids ซึ่งได้รับความนิยมอย่างกว้างขวาง ซึ่งจะเป็น Alkylammonium ions เพราะสามารถเกิดการแลกเปลี่ยนและแทนที่ไอออนได้ง่ายในระหว่างชั้น

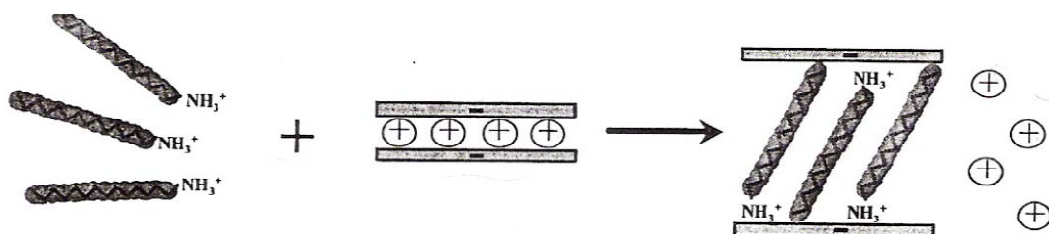
2.3.1 กรดอะมิโน (Amino Acids)

กรดอะมิโน เป็นโมเลกุลที่ประกอบด้วยหมู่อะมิโน ($-NH_2$) และ Acidic carboxylic group ($-COOH$) โดยในสภาวะที่เป็นกลาง โปรตอนจะเกิดการส่งผ่านจากหมู่คาร์บอกซิลิกไประหว่างโมเลกุลของหมู่อะมิโน การแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างกัน ทำให้เกิดหมู่ NH_3^+ ขึ้น และ Cation จะเกิดการ Intercalated ระหว่างชั้นของเซลล์ ทำให้เกิดเป็น Organophilics

2.3.2 Alkylammonium ions

โดยปกติแล้ว Montmorillonite ที่ถูกแลกเปลี่ยน Alkylammonium ions จะสามารถกระจายเข้าไปใน Polar organic liquids แล้วเกิดเป็นโครงสร้างแบบเจล (Gel structure) ที่มีปริมาณของเหลวสูง สมบัติดังกล่าวถูกค้นพบโดย Jordan [15] โดยพบว่า Alkylammonium ions สามารถเกิด Intercalated ได้ง่าย ระหว่างชั้นในระหว่างชั้นของเซลล์

Alkylammonium ions ที่มีการใช้งานอย่างกว้างขวาง จะมี Primary alkylamine อยู่ใน Acidic medium เพื่อทำให้เกิดการโปรตอนเตต (Protonate) หมู่อะมีน สูตรโครงสร้างทางเคมีทั่วไปจะเป็น $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{NH}_3^+$ โดย n มีค่าระหว่าง 1 ถึง 18 โดยถ้ายิ่งความยาวของ Ammonium ion มากก็จะมีผลต่อโครงสร้างของนาโนคอมโพสิตด้วย ซึ่ง Lan et al [16] ได้ทำการศึกษาพบว่าส่วนใหญ่ความยาวของสายโซ่ Alkylammonium ions ที่มีคาร์บอนอะตอมต่อกันมากกว่า 8 อะตอม เมื่อสังเคราะห์แล้วจะได้นาโนคอมโพสิตที่เกิดเป็นลักษณะ Exfoliation ในขณะที่ Alkylammonium ions ที่มีความยาวของสายโซ่สั้นกว่า 8 อะตอม จะเกิดนาโนคอมโพสิตในลักษณะที่เป็นแบบ Intercalation ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับกระบวนการสังเคราะห์ และประสิทธิภาพของตัวประสาน โดยกระบวนการแลกเปลี่ยน Linear alkylammonium ions ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.7

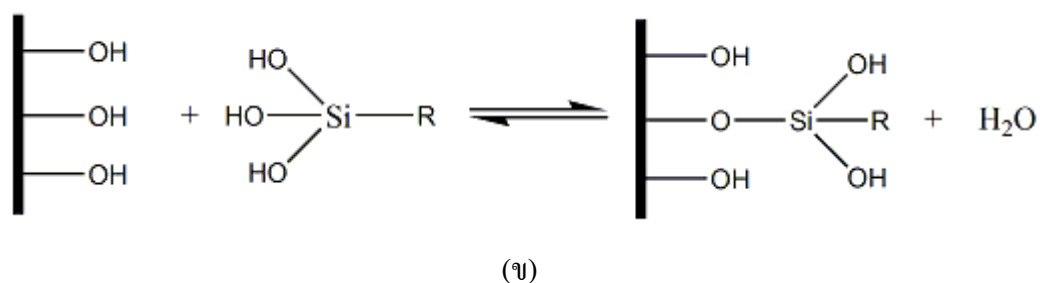
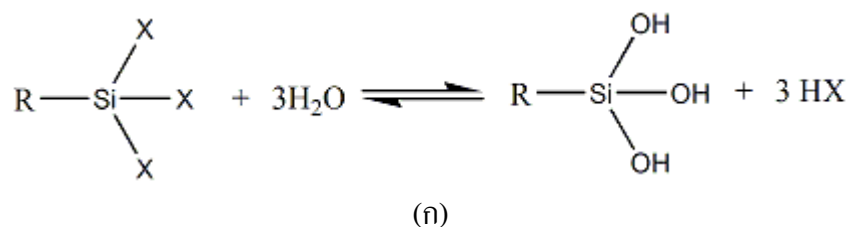


รูปที่ 2.7 กระบวนการแลกเปลี่ยน Cation ระหว่าง Alkylammonium ions และ Cations ระหว่างชั้นของเคลย์ [14]

2.3.3 Silanes [17]

ได้มีการนำ Silanes มาใช้ในการสังเคราะห์ Unsaturated polyester/clay nanocomposites โดย Silane coupling agents อยู่ในกลุ่มของ Organosilicon monomers ซึ่งมีสูตรโครงสร้างเป็น R-SiX_3 เมื่อ R คือ Organofunction group ที่ต่อเชื่อมเข้ากับ silicon และ X แทน hydrolyzable groups ที่สามารถเปลี่ยนไปเป็นหมู่ Silanols ด้วยการ Hydrolysis

ในกรณีของเคลย์ หมู่ Hydroxyl จะปรากฏบริเวณพื้นผิวหรือบริเวณขอบของชั้นเคลย์โดย Silane coupling จะเปลี่ยนไปเป็นหมู่ Reactive silanol เกิดโดยผ่านกระบวนการ Hydrolysis ดังแสดงในรูปที่ 2.8 (ก) ซึ่งเมื่อทำปฏิกิริยากับหมู่ Hydroxyl จะเกิดบน Inorganic surface ดังแสดงในรูปที่ 2.9 (ข)



รูปที่ 2.8 (ก) การเกิด Hydrolysis ของ Silane และ (ข) ความเป็นไปได้ในการเกิดปฏิกิริยาของหมู่ silanols กับ Hydroxyl group ที่เกิดบริเวณผิวของ inorganic surface [17]

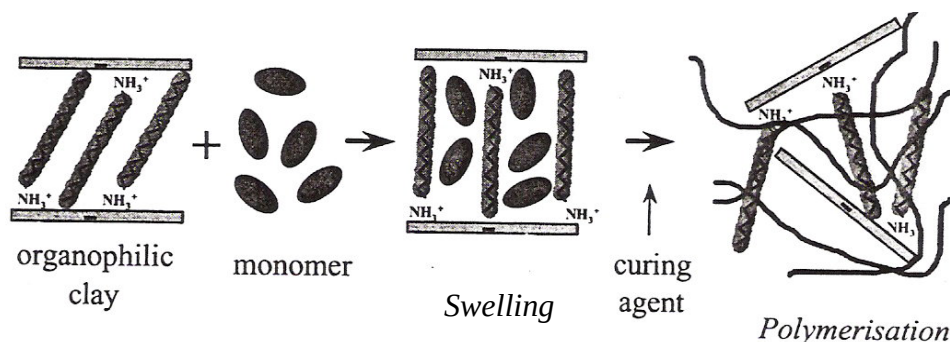
2.3.4 อื่นๆ

ตัวประสานอื่นๆ ที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมโพสิตเมื่อไม่นานมานี้ เช่นในกรณีของ Polystyrene/clay nanocomposites ก็จะมีการใช้ aminomethylstyrene และ Living free radical polymerization initiation (LFRP) ก็ได้มีการศึกษาและนำมาประยุกต์ใช้แล้ว [18]

2.4 วิธีการสังเคราะห์ Polymer/clay Nanocomposites ที่นิยมใช้กันในปัจจุบัน

2.4.1 In – situ Polymerization

กระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธี In – situ polymerization นี้เป็นวิธีแรกๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ Polymer / clay nanocomposites ปัจจุบันเป็นวิธีทั่วไปในการสังเคราะห์ Thermoset – clay nanocomposite ขั้นตอนดังแสดงในรูปที่ 2.8



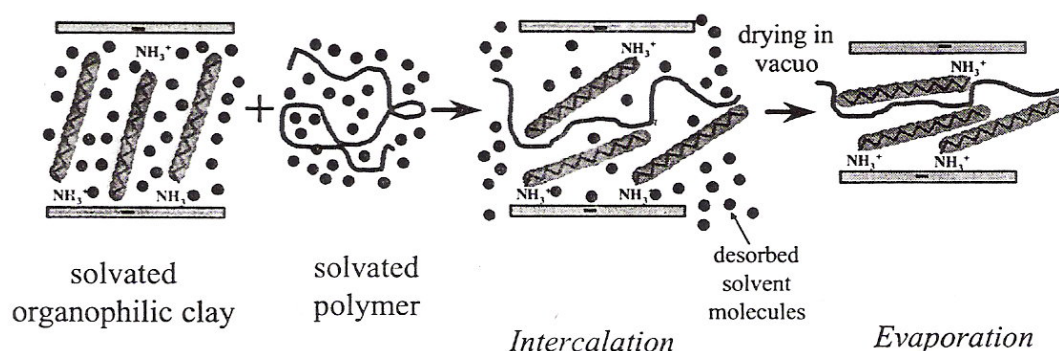
รูปที่ 2.9 ขั้นตอนการสังเคราะห์พอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธี In – situ polymerization [14]

จากรูป ขั้นตอนแรก Organoclay จะถูกทำให้บวมตัว (Swollen) ใน Monomer ในขั้นตอนนี้ต้องใช้ระยะเวลานาน ซึ่งมากน้อยจะขึ้นอยู่กับความเป็นขั้วของโมเลกุลมอนอเมอร์ หลังจากทีปฏิกิริยาเริ่มเกิดขึ้น จะทำการเติมเทอร์โมเซต (Thermoset) เช่น Epoxies หรือ Unsaturated polyester และ Curing agent หรือ Peroxide ตามลำดับ

ในระหว่างการเกิด Swelling phase จะเกิด Surface energy ของเคลย์สูงเข้าไปจับกับ Monomer molecule ที่มีขั้ว ทำให้เกิดการพองตัวออก ระยะระหว่างชั้นเพิ่มมากขึ้น

2) วิธีการใช้สารละลาย (Solution Method)

วิธีการนี้ จะคล้ายๆ กับ In – situ Polymerization โดย Organoclay จะถูกนำมากระจายตัวในสารละลายที่มีขั้ว เช่น Toluene หรือ N,N – dimethylformamide ทำให้เกิดโครงสร้างในลักษณะที่เป็นเจล (Gel) ดังแสดงในรูปที่ 2.9



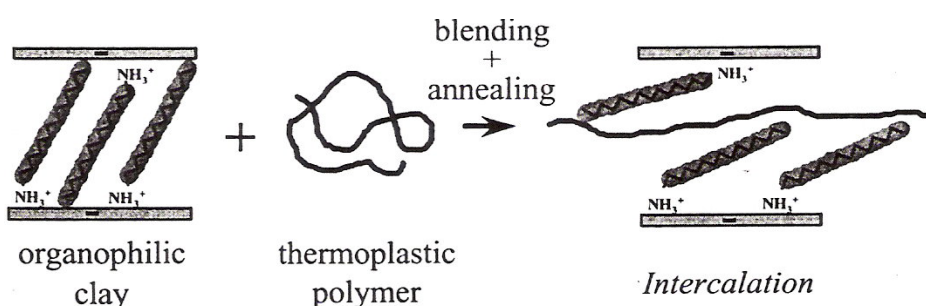
รูปที่ 2.10 ขั้นตอนการสังเคราะห์พอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมโพสิตด้วยวิธีการใช้สารละลาย [14]

จากรูปที่ 2.9 เริ่มต้น organoclay ถูกนำมาให้บวมตัวในตัวทำละลาย หลังจากนั้นพอลิเมอร์ซึ่งถูกละลายในตัวทำละลายนี้ นำมาเติมในตัวทำละลายและเกิดการกระจายตัวเป็นแบบ Intercalation ระหว่างชั้นของเคลย์ชั้นตอนสุดท้ายจะกำจัดตัวทำละลายออก โดยการระเหยออกไป ซึ่งปกติจะใช้ตู้อบ ซึ่งวิธีการนี้เหมาะสมกับการสังเคราะห์นาโนคอมโพสิต ที่เป็นพวก High – density polyethylene [19], polyimide [20] และ nematic liquid crystal polymer [21]

ข้อดีของการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้คือสามารถสังเคราะห์ Intercalated nanocomposite ที่พอลิเมอร์มีความเป็นขั้วต่ำหรือไม่มีขั้วเลย แต่อย่างไรก็ตามวิธีการนี้ ยากที่จะนำไปประยุกต์ใช้ต่อในโรงงานอุตสาหกรรม เนื่องจากต้องใช้ปริมาณของตัวทำละลายปริมาณมาก ทำให้สิ้นเปลืองต้นทุนในการผลิต [14]

3) Melt Intercalation

วิธี Melt intercalation เป็นวิธีการที่ได้มีรายงานไว้ในปี ค.ศ. 1993 โดย Vaia et al [15] ซึ่งเป็นการผสมเทอร์โมพลาสติก (Thermoplastic) ที่ผ่านการหลอมแล้วกับ organoclay เพื่อให้เกิดระยะห่างกันระหว่างพอลิเมอร์กับเคลย์ชั้น ดังแสดงในรูปที่ 5 หลังจากผสมกันเรียบร้อยแล้ว จะผ่านกระบวนการอบอ่อน (annealing) ที่อุณหภูมิเหนือ T_g (Glass Transition Temperature) ของพอลิเมอร์และเกิดเป็นวัสดุนาโนคอมโพสิต วิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้ แสดงดังในรูปที่ 2.11

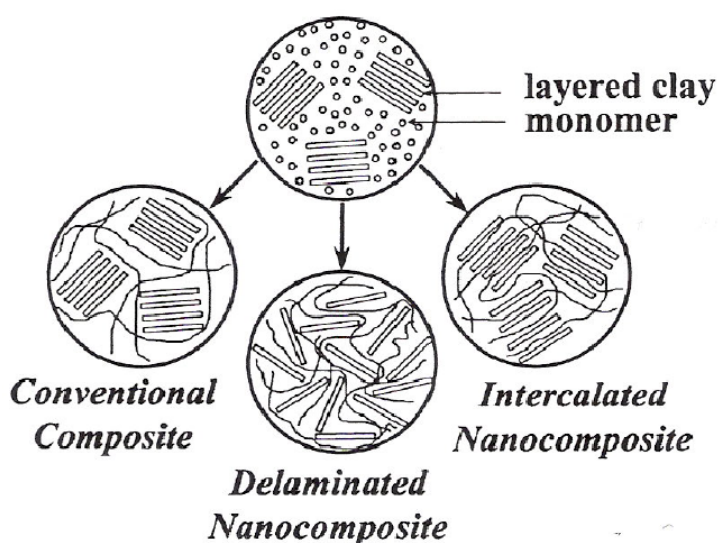


รูปที่ 2.11 ขั้นตอนการสังเคราะห์ polymer/clay nanocomposite ด้วยวิธี Melt Intercalation [14]

พอลิเมอร์เข้าไปแทรกตัวอยู่ในระหว่างชั้นของซิลิเกตได้ดี กระบวนการ Melt intercalation นี้ในปัจจุบันได้รับความนิยมอย่างสูง เนื่องจากสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมได้เลย โดยสามารถจะเตรียมพอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ได้โดยใช้เครื่อง extrusion ในโรงงาน

2.5 ลักษณะของการกระจายตัวของ Polymer/clay Nanocomposites แบบต่างๆ [14]

เมื่อไม่นานมานี้ Polymer/layered silicate nanocomposites ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก ทั้งในโรงงานอุตสาหกรรมและสถานศึกษาต่างๆ เพราะวัสดุชนิดนี้ สามารถแสดงให้เห็นว่าสามารถปรับปรุงสมบัติต่างๆ ให้ดีขึ้นได้มาก เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุพอลิเมอร์บริสุทธิ์หรือพวกคอมโพสิตอื่นๆ ซึ่งสมบัติที่ถูกปรับปรุงให้ดีขึ้นดังกล่าวนี้ ได้แก่การที่มี Modulus สูงขึ้น มีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น และมีความต้านทานต่อความร้อนสูงขึ้น สามารถลดการแพร่ผ่านของก๊าซได้ดีขึ้น และสามารถเพิ่มอัตราการย่อยสลายทางธรรมชาติของวัสดุพอลิเมอร์ได้มากขึ้น



รูปที่ 2.12 แสดงลักษณะโครงสร้างอุดมคติ (Idealized) ของพอลิเมอร์/เคลย์นาโนคอมโพสิต [14]

จากสมบัติต่างๆ เหล่านี้ ทำให้วัสดุชนิดนี้ได้รับความสนใจทั้งในส่วนทฤษฎีและภาคการผลิต แต่อย่างไรก็ตามความรู้เกี่ยวกับการผสมพอลิเมอร์กับ Layered silicate ที่ผ่านการปรับปรุงและวิธีการสังเคราะห์มีมานานแล้ว แต่ในส่วนของพอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิตนั้น เพิ่งมีการศึกษาอย่างจริงจังได้ไม่นานนัก โดยลักษณะของการกระจายตัวของนาโนคอมโพสิต สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภท ดังแสดงในรูปที่ 2.11 ดังต่อไปนี้

2.5.1 Conventional Composites

การเกิดคอมโพสิตในลักษณะนี้ จะเหมือนกับการที่เคลย์ ทำหน้าที่เป็น Conventional filler โดยที่สายโซ่พอลิเมอร์จะเข้าไปแทรกอยู่ระหว่างกลุ่มของชั้นเคลย์ที่ไม่เกิดการแตกออกจากกัน และในส่วน of สายโซ่พอลิเมอร์ก็ไม่มีแทรกตัวเข้าไปในระหว่างชั้นเคลย์

2.5.2 Intercalated Nanocomposites

เป็นนาโนคอมโพสิตที่เกิดจากการแทรกตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ เข้าไปในโครงสร้างของ Layered silicates โดยการเกิดนั้น จะไม่ขึ้นกับสัดส่วนของเคลย์ที่มีต่อพอลิเมอร์และสมบัติของ Intercalated nanocomposites นี้ จะมีลักษณะคล้ายกับวัสดุพวกเซรามิกซ์

2.5.3 Exfoliation Nanocomposites หรือ Delaminated Nanocomposites

เป็นนาโนคอมโพสิตที่ชั้นของเคลย์แยกออกจากกันโดยเด็ดขาด และมีการกระจายตัวอยู่ระหว่างสายโซ่โดยระยะทางเฉลี่ย ขึ้นอยู่กับน้ำหนักของเคลย์ซึ่งโดยปกติแล้วปริมาณของ Exfoliated nanocomposites จะมีน้อยกว่าพวก Intercalated Nanocomposites

2.6 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

S. Limpanart และคณะ [3] ได้ทำการศึกษาผลของ Surfactant coverage จากการเตรียมพอลิสไตรีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต (Polystyrene/clay nanocomposites) ที่เตรียมด้วยวิธี melt intercalation พบว่า Surface coverage ของ organoclay มีบทบาทสำคัญในการควบคุมลักษณะการกระจายตัวต่างๆ ของนาโนคอมโพสิตที่ได้ โดยสองรูปแบบที่พบ คือ Conventional Composites และ Intercalated Nanocomposites จะขึ้นอยู่กับ surface treatment ของ organoclay และยังมีปริมาณ Surface coverage ของเคลย์มาก ก็จะมีโอกาสที่จะเกิดเป็นลักษณะ Conventional Composites ในขณะที่การเกิดลักษณะ Intercalated Nanocomposites จะสังเกตได้ในกรณีที่ Organoclay มี Surface coverage ต่ำๆ นอกจากนี้ยังพบว่า Organoclay ที่ถูกกระจายเข้าไปในกลุ่มก้อนเคลย์ที่ซ้อนทับกับพอลิสไตรีนใน Organoclay layer พบว่าเกิดจากการเชื่อมเข้ากันระหว่าง Organoclay surface และ Molten polystyrene

Joong-Hee Lee และคณะ [22] ได้ทำการศึกษาสมบัติของพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ที่เตรียมด้วยวิธีการ Melt Intercalation โดยมี PP-g-MA และ PE-g-MA ทำหน้าที่เป็นตัวประสาน โดยเริ่มแรกจะทำการนำเคลย์บริสุทธิ์มาทำการปรับปรุงด้วย Swelling agent นั่นคือ Octadecylamine ในสารละลายเพื่อเปลี่ยนให้เป็น Organophilic clay (OMMT) ก่อนที่จะนำมาหลอมผสมกับตัวประสานดังกล่าว และสุดท้ายนำสารที่ได้มาหลอมผสมด้วยเครื่อง Internal Mixer กับ PE เพื่อสังเคราะห์ให้เป็นพอลิเมอร์/เคลย์ นาโนคอมโพสิต หลังจากนั้นทำการวิเคราะห์ผลการทดลองโดยการศึกษาลักษณะของการลักษณะและการกระจายตัวของชั้นเคลย์ด้วยเครื่อง WAXD, TEM, SEM และ TGA และทดสอบสมบัติทางกายภาพโดยวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Dynamic Mechanical Analysis, DMA และ Tension test ผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่าเคลย์ที่อยู่ในพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิตที่มี PP-g-MA เป็นตัวประสานมีลักษณะการกระจายตัวเป็นแบบ Exfoliation

ในขณะที่สมบัติเชิงกลและสมบัติความสามารถในการซึมผ่านของก๊าซมีค่าเพิ่มขึ้น ตามปริมาณของเคลย์ที่เติมลงไปมากขึ้นตามลำดับ

K. Chrissopoulou และคณะ [23] ได้ทำการศึกษา Polyethylene/Layered silicate nanocomposites สังเคราะห์โดยมีตัวประสาน (polymeric surfactant หรือ compatibilizer) เพื่อทำให้เกิดการผสมเข้ากันได้กับพอลิเอทิลีน ซึ่งการเติมสารเติมแต่งถูกนำมาใช้เพื่อทำให้เกิดเป็น Organoclay โดยรูปแบบของสารเติมแต่งที่เติมลงไป โดยเฉพาะในการศึกษางานวิจัยนี้ได้มีการนำ Maleic anhydride grafted polyethylene มาใช้ในการทดลองนี้ด้วย จากผลการทดลองเมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Wide-angle X-ray Diffraction (WAXD) และ Transmission Electron Microscopy (TEM) พบว่านาโนคอมโพสิต ที่ได้มีลักษณะการกระจายตัวที่เป็นแบบ Intercalated บางส่วนและเกิดเป็นแบบ Exfoliated บางส่วน ขึ้นอยู่กับชนิดและปริมาณของสารเติมแต่งต่างๆ ที่เติมลงไป

Naoki Hasegawa และคณะ [24] ได้ศึกษาถึงปัจจัยของการกระจายตัวในชั้นซิลิเกต (Silicate layer) ในโคพอลิเมอร์ (copolymer) ซึ่งอัตราส่วนในการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันในโคพอลิเมอร์และความยาวสายโซ่อัลคิล (alkyl) ของ organomodified reagents ใน organophilic clay การกระจายชั้นซิลิเกตในโคพอลิเมอร์ ขึ้นอยู่กับอัตราส่วนในการเกิดโคพอลิเมอร์ไรเซชันของหมู่ฟังก์ชัน (Functional group) และยังขึ้นอยู่กับความเป็นขั้วของพอลิเมอร์ นอกจากนี้ความยาวของสายโซ่อัลคิลของ organomodified reagents ยังมีอิทธิพลโดยตรงต่อการกระจายตัวของชั้นซิลิเกตโดยรวมแล้วในเรื่องของความเป็นขั้วจะทำให้พอลิเมอร์และ organophilic clay ผสมเข้ากันได้ และยังเป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้เกิดการกระจายตัวของชั้นซิลิเกตในพอลิเมอร์

Yu – Qing Zhang และคณะ [25] ได้ศึกษาการเตรียม nanocomposite ระหว่างพอลิโพรพิลีนและเคลย์ที่เตรียมโดยใช้ Swollen organoclay ซึ่งมีช่องว่างระหว่างชั้นใหญ่กว่าในกรณีของ pristine organoclay โดย organoclay นี้เริ่มแรกทำการปรับปรุงสมบัติด้วย Swelling agent ซึ่งจะใช้ Maleic Anhydride (MA) และ co – swelling agent ในสารละลาย หลังจากนั้นนำสารที่ได้มาผ่านการหลอมผสมด้วย PP-g-MA เพื่อให้ได้ Pre – intercalated composite (PIC) แล้วนำ PIC ที่ได้มาผสมกับพอลิโพรพิลีน เพื่อให้ได้ PP/clay nanocomposites (PPCN) โดยใช้ PP-g-MA ปริมาณเล็กน้อย หลังจากนั้น นำวัสดุที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, SEM, TEM, TGA จากผลการวิเคราะห์กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD แสดงว่า pristine clay จะมีระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์ (basal spacing) ประมาณ 1.6 nm ซึ่งกว้างกว่าเคลย์เดิมแต่ก็ยังเล็กกว่าของ organoclay และจากกราฟ XRD ของ organoclay ที่ถูกปรับปรุงด้วย Maleic Anhydride จะแสดงออกมาเป็น 2 peak ให้เห็นชัดเจน คือที่ 3° และ 5.5° เมื่อปริมาณของ Maleic Anhydride ต่อ organoclay เพิ่มขึ้น

ขึ้น peak ที่บริเวณ 5.5° จะเล็กลง และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM แสดงให้เห็นว่าชั้นของเคลย์ ใน Pre – intercalated composites ยังมีรูปแบบที่ซ้อนทับกันอยู่เป็นระเบียบ แต่อย่างไรก็ตามพบว่าเกิด exfoliated บางส่วนในพอลิโพรพิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิตที่เตรียมโดยใช้ Swollen agent ซึ่งประกอบด้วย PP-g-MA การกระจายตัวที่ดีของเคลย์ ทำให้พอลิโพรพิลีน มีความเสถียรทางความร้อนสูงขึ้นและมีค่า storage modulus เพิ่มขึ้น

Yu – Qing Zhang และคณะ [1] ได้ศึกษาการเตรียม nanocomposite ระหว่างพอลิโพรพิลีนและ clay ด้วยวิธี in – situ grafting – intercalating โดยเริ่มแรกจะทำการปรับปรุงเคลย์ด้วย Maleic Anhydride (MA) เพื่อให้เป็น organoclay ในสารละลายที่มีตัวเร่ง (Initiator) และมี co – swelling agent ปริมาณเล็กน้อย หลังจากนั้นทำการผสมกับพอลิโพรพิลีนเพื่อให้ได้ PP/clay grafting – intercalating composites (GIC) สุดท้ายนำ GIC ที่ได้มาผสมกับพอลิโพรพิลีนเพื่อให้ได้ PP/clay nanocomposites (PPCN) โดยโครงสร้างโมเลกุลระดับนาโนจะถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD, SEM, TEM, TGA และ DSC โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าระยะห่างระหว่างชั้น (basal spacing) ใน Maleic Anhydride – modified organoclay เป็น 30 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดที่กว้างกว่า original organoclay ที่ประมาณ 19.6 นาโนเมตร และจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ TEM พบว่า GIC และ PPCN แสดงให้เห็นถึงชั้นของเคลย์เกิดการ exfoliated เพียงบางส่วนสำหรับ GIC และเกิดการ exfoliated อย่างสมบูรณ์ใน PPCN จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA โดย PPCN แสดงให้เห็นถึงการมีความเสถียรทางความร้อน และการเพิ่มขึ้นของ storage modulus ซึ่งให้เห็นว่าเคลย์เป็นส่วนช่วยในการเสริมแรงให้กับ PP matrix เนื่องจากการที่เกิด intercalated และ exfoliated ระหว่างชั้นของซิลิเกต

Maged A. Osman และคณะ [26] ได้ศึกษาสมบัติการดึงยืด (Tensile properties) ของ nanocomposite ระหว่างพอลิเอทิลีนที่ถูกแทรกด้วยชั้นของเคลย์ โดยพบว่าโซเดียมไอออนของเคลย์ที่มีค่า cation exchange capacities (CEC) แตกต่างกันมาทำการปรับปรุงด้วย alkyl ammonium ions โดยมีสายโซ่ octadecyl 1 ถึง 4 สายโซ่ เชื่อมต่อกับอะตอมไนโตรเจน โดยการที่มีภาคตัดขวางของ cation ที่แตกต่างกัน ส่งผลต่อค่าพื้นที่ต่ออัตราส่วนของ cation ทำให้ organo – montmorillonites (OMs) มีพื้นผิวปกคลุมและแตกต่างกัน วัสดุนาโนคอมโพสิตของ OMs และ HDPE ที่ถูกเตรียม ได้มีการศึกษาอิทธิพลของโครงสร้าง monolayer ที่มีต่อการ exfoliated ของ montmorillonite และสมบัติการดึงยืดของวัสดุคอมโพสิต การที่ cation มีอัตราส่วนพื้นที่ภาคตัดขวางสูงๆ ทำให้สามารถปกคลุมผิวได้อย่างสมบูรณ์ และทำให้ระยะห่างระหว่าง clay (d-spacing) เพิ่มขึ้น จากการทดลองพบว่าการเกิด exfoliated เพียงบางส่วนโดยไม่มี compatibilizer จะส่งผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุ composite การปรับปรุงทำให้เกิดการ exfoliated จะทำให้ค่า elastic modulus และ yield

stress เพิ่มขึ้นแต่ yield strain และ stress at break ของ nanocomposites ลดลง และการเพิ่มขึ้นของ filler ที่เติมลงไปจะช่วยปรับปรุงสมบัติ elastic modulus แต่ทำให้สมบัติการดึงยึด (Tensile properties) ลดลง โดยจะมีความสัมพันธ์กับสัดส่วนปริมาตร (Volume fraction) ข้อมูล elastic modulus สามารถอธิบายได้ด้วยสมการ Halpin – Tsai

Micheal Alexandre และคณะ [27] ได้ศึกษาการสังเคราะห์และสมบัติเชิงกลของ nanocomposite ระหว่างพอลิเอทิลีนที่ถูกแทรกด้วยชั้นของซิลิเกต ที่เตรียมด้วยวิธีการ in – situ intercalative หรือเรียกว่า polymerization – filling technique และวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM, XRD DSC, DMA และ tensile testing ขึ้นแรกนำ Montmorillonite ที่ไม่ผ่านการปรับปรุงและ hectorite นำมา treat ด้วย trimethylaluminum – depleted methylaluminoxane แล้วทำการเติมพอลิเอทิลีนและพอลิเมอร์โพรเซสชัน จากการทดลองพบว่าสมบัติการดึงยึด (Tensile properties) ของ nanocomposites ค่อนข้างต่ำ นอกจากนั้นขึ้นอยู่กับธรรมชาติและปริมาณของ silicate ที่เติมลงไปน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเอทิลีนลดลง การปรับปรุง tensile และ shear moduli ตามปริมาณของ filler content การกระจายตัวแบบ exfoliation ของชั้นซิลิเกตถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-RD และ TEM ผลจากการ exfoliated ของโครงสร้างดังกล่าว ทำให้เกิดความเสถียรทางความร้อนดีขึ้น

L. Százdi และคณะ [28] ได้ทำการศึกษาพอลิโพรพิลีน/เคลย์ คอมโพสิต ที่เตรียมด้วยปริมาณ Silicate ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด โดย Silicate ที่เลือกใช้คือ Montmorillonite ซึ่งได้ถูกปรับปรุงและไม่ได้ถูกปรับปรุงให้เป็น Organophilic เพื่อทำการศึกษาสมบัติการกระจายตัวและสมบัติอื่นๆ ของวัสดุคอมโพสิตชนิดนี้ โดยโครงสร้างสัณฐานวิทยา (Morphology) ได้วิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) Scanning (SEM) และ Transmission Electron Microscope (TEM) และศึกษาสมบัติเชิงกล โดยวิเคราะห์สมบัติการดึงยึดของวัสดุ (Tensile properties) จากการวิเคราะห์ค่า Tensile yield stress ของ Composite จำนวนมาก พบว่าสมบัติเชิงกลมีความหลากหลายอยู่ในช่วงกว้าง เมื่อพิจารณาจากเทคนิค XRD และ TEM พบว่าไม่ปรากฏลักษณะที่แตกต่างของลักษณะการกระจายตัวแบบ Exfoliated ในขณะที่ PP/clay nanocomposites ที่ประกอบด้วย Maleinated PP มีสมบัติเชิงกลต่ำ ซึ่งชี้ให้เห็นว่ามีการกระจายตัวเป็นลักษณะ Exfoliation น้อยมาก ประมาณเพียง 8%

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

วัตถุดิบและสารเคมีต่างๆ ที่ใช้ในการเตรียมพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต แสดงในตารางที่ 3.1 และ 3.2 ดังต่อไปนี้

ตารางที่ 3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต

Materials	Type	Properties	Manufacturer
Resin	HDPE (H501Y)	MFI: 1.00/10 min (ดูตารางที่ 3.2)	Cementhai Chemical Co., Ltd., (Thailand)
Swelling agent	Dodecylamine	98% purity	Aldrich
	Hexadecylamine	90% purity	Aldrich
	Octadecylamine	99% purity	Fluka
Solution	Decahydronaphthalene (Decalin)	98% as <i>cis/trans</i> isomer	Riedel-de Haen
Clay	Na ⁺ Type MMt (Lot# 20060127GA-017)	Cloisite Na ⁺ CEC 96.2 mmol/100g	Southern Clay Product Inc. (USA)
Stabilizer	Irganox B215	67% Irgafos 168 33% Irganox 1010	Ciba Specialty Chemicals Ltd. (Thailand)

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงสมบัติทางกายภาพของเม็ดพลาสติก HDPE เกรด H501Y

Properties	Testing Method	Units	Value
Melt flow rate ที่ 190 °C	ASTM D1238	g/10 min	1.00
Density	ASTM D1505	g/cm ³	0.957
Tensile strength at yield	ASTM D638	kg/cm ³	280
Tensile strength at break	ASTM D638	kg/cm ³	390
Hardness, Shore D	ASTM D2240	-	62
Melting Point	ASTM D2117	°C	135
Application	Monofilament and flat yarn		

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานทดสอบ

3.2.1 เครื่องอบสูญญากาศ (Vacuum oven) ยี่ห้อ EYELA รุ่น VOS-301SD

3.2.2 เครื่องขึ้นรูปแบบอัด (Compression Molding) ยี่ห้อ Carver รุ่น 25-12H

3.2.3 เครื่องผสมพอลิเมอร์หลอมเหลวแบบภายใน (Internal Mixer) ยี่ห้อ Brabender Mixer Docking Station รุ่น W50EHT

3.2.4 เครื่องย่อยเม็ดพลาสติก (Plastic grider) ยี่ห้อ Bosco รุ่น BG 2523

3.2.5 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ (Twin screw extruder) ยี่ห้อ Thermo Haake รุ่น Rheomex PTW 16/25D

3.2.6 ชุดเครื่องบดย่อยละเอียด (Ball Mill)

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (Wide-Angle X-ray Diffraction) ยี่ห้อ Bruker D8 Advance

3.3.2 เครื่องวิเคราะห์สมบัติแรงดึงยึดเอนกประสงค์ (Universal Testing Machine) ยี่ห้อ LLOYD Instrument รุ่น LR 50 K

3.3.3 เครื่องทดสอบสมบัติแรงกระแทก (Pendulum Impact Tester) ยี่ห้อ Zwick รุ่น X5102.202

3.3.4 เครื่องทดสอบสมบัติความแข็งบริเวณผิววัสดุ (Shore D Hardness) ยี่ห้อ Durometer Hardness

3.3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน Transmission Electron Microscope (TEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-2010 และเครื่องตัดแบบบางพิเศษที่อุณหภูมิต่ำ ยี่ห้อ RMC รุ่น MTX

3.3.6 เครื่องวิเคราะห์การสลายตัวด้วยความร้อนของสาร (Thermogravimetric analyzer, TGA) ยี่ห้อ Mettler-Toledo รุ่น SDTA 851

3.3.7 เครื่องวิเคราะห์ Differential Scanning Calorimetry (DSC) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Pyris1

3.4 วิธีการปรับปรุงสมบัติของ Montmorillonite ด้วย Swelling agent ให้เป็น Organophilic clay (OMMT)

3.4.1 อบ Sodium Montmorillonite (MMT) ที่อุณหภูมิประมาณ 60 °C ทิ้งไว้ 1 คืน

3.4.2 ชั่ง MMT ที่ผ่านการอบแล้ว ปริมาณ 5 กรัม ละลายใน Deionized water ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ใน reactor ที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C กวนด้วย Mechanical stirrer อย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

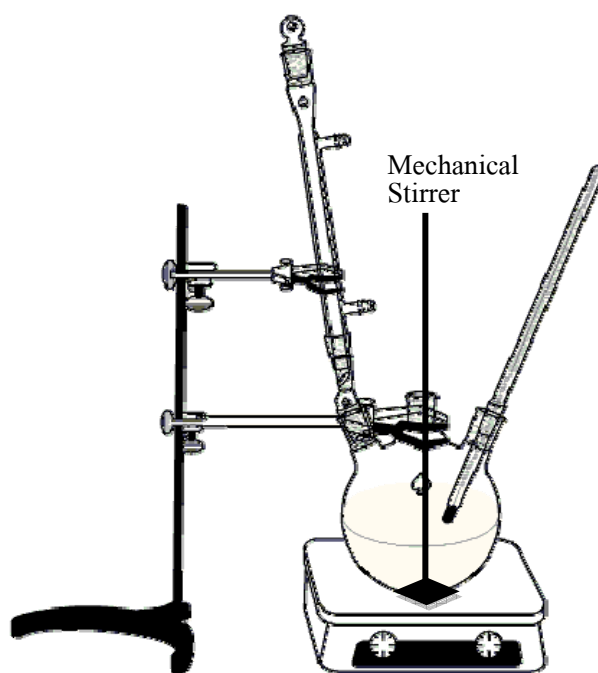
3.4.3 ชั่ง Dodecylamine ปริมาณ 1.35 กรัม (ดูรายละเอียดภาคผนวก ก) ละลายใน Deionized water ปริมาตร 250 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C และกวนผสมอย่างต่อเนื่องด้วย Magnetic bar เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1M ปริมาณเล็กน้อยอย่างช้าๆ และกวนผสมต่อเนื่องไปอีก 30 นาที

3.4.4 นำสารละลาย Dodecylamine ที่เตรียมได้ในข้อ 3.4.3 เทลงใน reactor ในข้อ 3.4.2 ทำการกวนต่อเนื่องด้วย Mechanical stirrer เป็นเวลาอีก 3 ชั่วโมง

3.4.5 กรองตะกอนที่ได้จากข้อ 3.4.4 ซึ่งมีลักษณะเป็นตะกอนสีขาวและล้างทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นที่มีอุณหภูมิ 70 °C เพื่อกำจัดกรดและสารละลายส่วนเกินออกโดยตรวจสอบจากกระดาษลิตมัส หลังจากนั้นนำไปอบในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C จนแห้ง

3.4.6 นำ OMMT ที่แห้งแล้วไปบดด้วยชุดเครื่องบดละเอียด (Ball mill) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำมาร่อนด้วยตะแกรงร่อน Mesh No. 200 ที่มีความละเอียด 0.075 nm จากนั้นนำไปเก็บไว้ใน Desiccator

3.4.7 ทำวิธีการเช่นเดียวกันนี้กับ Swelling agent ตัวอื่นๆ ทั้ง Hexadecylamine และ Octadecylamine



รูปที่ 3.1 การติดตั้งอุปกรณ์ในการเตรียม Organophilic clay (OMMT)

3.5 การเตรียมพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธี Melt Method

3.5.1 นำ OMMT ชนิดต่างๆ ที่เตรียมได้จากในข้อ 3.4 อบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ก่อนทำการเตรียมนาโนคอมโพสิต

3.5.2 ทำการเตรียมผสม Masterbatch ในอัตราส่วนปริมาณ OMMT 3 กรัม ต่อ HDPE 40 กรัม ด้วยเครื่องผสมพอลิเมอร์หลอมเหลวแบบภายใน ดังแสดงในรูปที่ 3.2 โดยใช้อุณหภูมิในการผสม 150 °C ความเร็วรอบ 30 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที



รูปที่ 3.2 เครื่องผสมพอลิเมอร์หลอมเหลวแบบภายใน (Internal Mixer)

3.5.3 เตรียม HDPE และ OMMT ชนิดต่างๆ ที่ปริมาณต่างกัน โดยใช้ Masterbatch และ PE ตามอัตราส่วนดังต่อไปนี้

- 1) ที่ OMMT 0 %wt ใช้ HDPE ปริมาณ 300 กรัม
- 2) ที่ OMMT 1 %wt ใช้ HDPE ปริมาณ 260 กรัมและ Masterbatch 40 กรัม
- 3) ที่ OMMT 3 %wt ใช้ HDPE ปริมาณ 180 กรัมและ Masterbatch 120 กรัม
- 4) ที่ OMMT 5 %wt ใช้ HDPE ปริมาณ 100 กรัมและ Masterbatch 200 กรัม
- 5) ที่ OMMT 7 %wt ใช้ HDPE ปริมาณ 20 กรัมและ Masterbatch 280 กรัม

3.5.4 นำส่วนผสมที่เตรียมได้ในข้อ 3.5.3 หลอมผสมในเครื่อง Twin-screw extruder ดังแสดงในรูปที่ 3.3 โดยมีอุณหภูมิการผสมจาก Hopper ถึงหัว Die ดังนี้ 160°C, 165°C, 170°C, 170°C, 175°C ตามลำดับ ที่ความเร็วรอบสกรู (Screw speed) เท่ากับ 120 รอบต่อนาที



รูปที่ 3.3 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ (Twin-screw Extruder)

3.6 การเตรียมพอลิเอทีลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต ด้วยวิธี Solution Method

3.6.1 เตรียมชั่งน้ำหนักส่วนประกอบต่างๆ ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.3

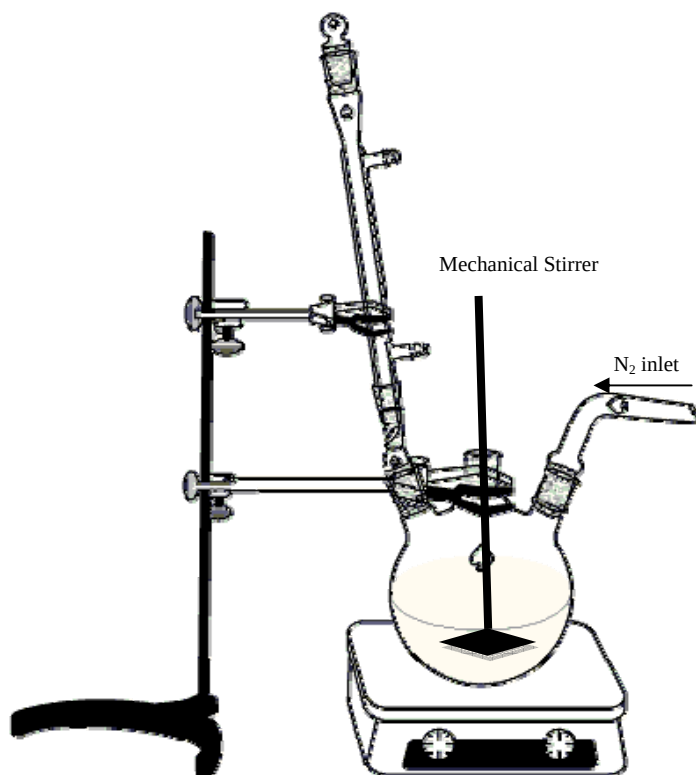
3.6.2 ผสมแต่ละอัตราส่วนใน Reactor ที่อุณหภูมิ 160 °C ภายใต้สภาวะไนโตรเจน เพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชัน (Oxidation) และกวนต่อเนื่องด้วย Mechanical stirrer เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.6.3 นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3.6.2 มาเทลงในถาดที่แห้งและสะอาด แล้วทิ้งให้แห้งใน Hood โดยให้อากาศสามารถถ่ายเทได้ตลอดเวลาจนแห้งสนิท

3.6.4 นำสารที่ได้จากข้อ 3.6.3 เข้าเครื่องผสมพอลิเมอร์หลอมเหลวแบบภายใน (Internal Mixer) เพื่อให้เคลย์สามารถกระจายตัวในพอลิเอทีลีน ได้ดีมากขึ้นและให้เกิดการระเหยของ decalin อย่างสมบูรณ์ จากนั้นตัดเป็นเม็ดเล็กๆ ด้วยเครื่องย่อยเม็ดพลาสติก (Grider) ดังแสดงในรูปที่ 3.5

ตารางที่ 3.3 อัตราส่วนวัตถุดิบและสารเคมีในการเตรียมพอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต

ปริมาณของ OMMT (%wt)	HDPE (g)	OMMT (g) (ทั้ง 3 ชนิด)	Irganox (g) (0.1 % wt of HDPE)	Decalin (ml)
0	40	0	0.04	400
1	40	0.4	0.04	400
3	40	1.2	0.04	400
5	40	2.0	0.04	400
7	40	2.8	0.04	400



รูปที่ 3.4 การติดตั้งอุปกรณ์ในการเตรียมสังเคราะห์ พอลิเอทิลีน/เคลย์ นาโนคอมโพสิต
ด้วยวิธี Solution Method



รูปที่ 3.5 เครื่องย่อยเม็ดพลาสติก (Plastic grider)

3.7 การขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้ในการทดสอบสมบัติต่างๆ

3.7.1 การขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้ในการทดสอบ Tensile properties

นำเม็ดพลาสติกที่เตรียมได้ทั้ง 2 วิธีและผ่านการบดด้วยเครื่องย่อยเม็ดพลาสติกแล้วนำมาขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นรูปแบบอัด (Compression Molding) ดังแสดงในรูปที่ 3.6 โดยมาใส่ลงในแม่พิมพ์และปิดประกบแม่พิมพ์ โดยก่อนการเติมเม็ดพลาสติกที่ผ่านการบดแล้ว ให้นำแผ่นสแตนเลสความหนาสูงมาวางระหว่างแม่พิมพ์แผ่นที่ 1 และ 2 เพื่อให้สามารถแกะชิ้นงานได้ง่ายขึ้น และให้ผิวมีความเรียบ โดยมาทำการขึ้นรูปชิ้นงานเป็นแผ่น Sheet ขนาด 20 x 20 x 1 cm (โดยจะใช้ปริมาณเม็ดพลาสติกประมาณ 20 g)

การใช้เครื่อง Compression molding ในการอัดเข้าแม่พิมพ์ มี 4 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 อุณหภูมิ 160 °C แรงอัด 0 pounds เป็นเวลา 10 นาที เพื่อให้เม็ดพลาสติกสามารถหลอมได้อย่างทั่วถึง

ขั้นตอนที่ 2 อุณหภูมิ 160 °C แรงอัด 25,000 pounds เป็นเวลา 3 นาที เพื่อให้เม็ดพลาสติกที่หลอมเหลวแล้วเกิดการไหลทั่วแม่พิมพ์และเป็นการไล่ความชื้น ตัวทำละลายและอากาศออกจากแม่พิมพ์

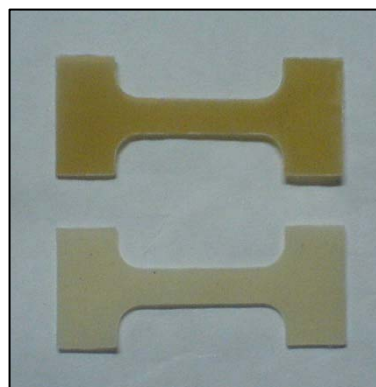
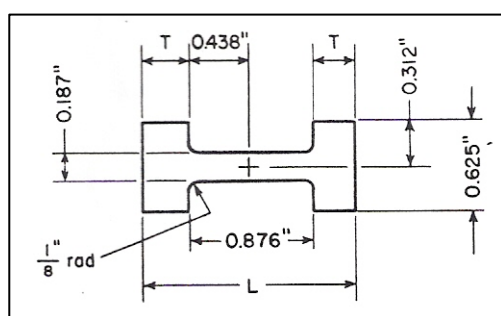
ขั้นตอนที่ 3 อุณหภูมิ 160 °C แรงอัด 35,000 pounds เป็นเวลา 2 นาที เพื่อให้เม็ดพลาสติกหลอมเหลวและเกิดการไหลทั่วแม่พิมพ์แล้วคงรูปมากยิ่งขึ้น

ขั้นตอนที่ 4 ทำให้เย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้อง โดยใช้น้ำหล่อเย็น

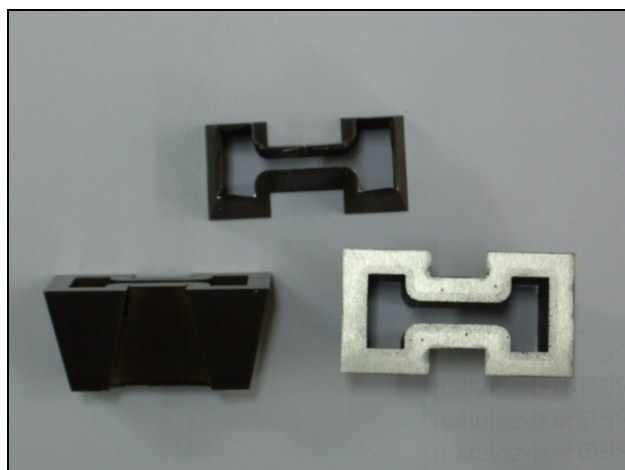
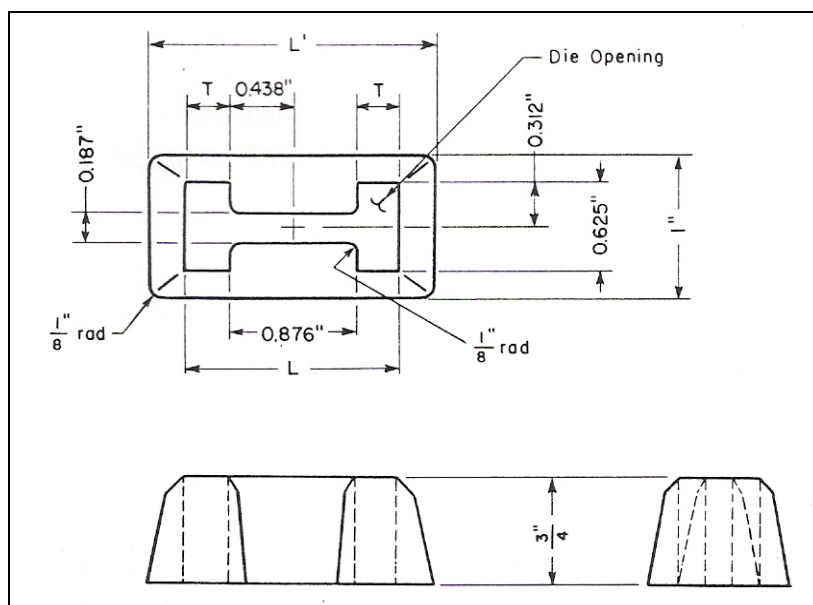
หลังจากนั้นนำแม่พิมพ์ออกจากเครื่อง Compression molding และแกะแม่พิมพ์ออกจากกัน จะได้แผ่นชิ้นงานตามต้องการ หลังจากนั้นนำไปตัดด้วย Die cut ดังแสดงในรูปที่ 3.7 และ 3.8 เป็นรูป Dog bone เพื่อนำไปทดสอบตาม ASTM D1708 ต่อไป



รูปที่ 3.6 เครื่องขึ้นรูปแบบอัด (Compression molding)



รูปที่ 3.7 ตัวอย่างชิ้นงาน Microtensile ที่ถูกตัดด้วย Die cut ตาม ASTM D1708



รูปที่ 3.8 Die cut สำหรับตัดชิ้นงาน Microtensile ตาม ASTM D1708

3.7.2 การขึ้นรูปชิ้นงานเพื่อใช้ในการทดสอบ Impact Test

นำเม็ดพลาสติกที่เตรียมได้ทั้ง 2 วิธีและผ่านการบดด้วยเครื่องย่อยเม็ดพลาสติก แล้วนำมาขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นรูปแบบอัด (Compression Molding) ดังแสดงในรูปที่ 3.6 โดยมาใส่ลงในแม่พิมพ์จนเต็มและปิดประกบแม่พิมพ์ โดยก่อนการเดิมเม็ดพลาสติกที่ผ่านการบดแล้ว ให้นำแผ่นไนล่อนทนความร้อนสูงมาวางระหว่างแม่พิมพ์แผ่นที่ 1 และ 2 เพื่อให้สามารถแกะชิ้นงานได้ง่ายขึ้นและผิวมีความเรียบ หลังจากนั้นทำการเดิมเม็ดพลาสติกลงในแม่พิมพ์จนเต็ม และใช้แผ่นไนล่อนทนความร้อนวางระหว่างแม่พิมพ์แผ่นที่ 2 และ 3 เช่นกัน แล้วทำการปิดประกบแม่พิมพ์

การใช้เครื่อง Compression molding ในการอัดเข้าแม่พิมพ์ มี 4 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 อุณหภูมิ 160 °C แรงอัด 0 pounds เป็นเวลา 10 นาที เพื่อให้เม็ดพลาสติกสามารถหลอมได้อย่างทั่วถึง

ขั้นตอนที่ 2 อุณหภูมิ 160 °C แรงอัด 25,000 pounds เป็นเวลา 3 นาที เพื่อให้เม็ดพลาสติกที่หลอมเหลวแล้วเกิดการไหลทั่วแม่พิมพ์และเป็นการไล่ความชื้น Solvent และอากาศออกจากแม่พิมพ์

ขั้นตอนที่ 3 อุณหภูมิ 160 °C แรงอัด 35,000 pounds เป็นเวลา 2 นาที เพื่อให้เม็ดพลาสติกหลอมเหลวและเกิดการไหลทั่วแม่พิมพ์แล้วคงรูปมากยิ่งขึ้น

ขั้นตอนที่ 4 ทำให้เย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้อง โดยใช้น้ำหล่อเย็น

หลังจากนั้นนำแม่พิมพ์ออกจากเครื่อง Compression molding และแกะแม่พิมพ์ออกจากกัน จะได้แผ่นชิ้นงานตาม ASTM D256 เพื่อนำไปทดสอบต่อไป

3.8 การวิเคราะห์ความสามารถในการดึงยึดของวัสดุ (Tensile strength) ตาม ASTM 1708

3.8.1 วัดความกว้างและความหนาของชิ้นงาน Tensile specimen ที่นำมาทดสอบ โดยทำการวัดค่า 3 ช่วง คือช่วงต้น ช่วงกลาง และช่วงปลาย แล้วนำค่ากลางที่วัดได้มาใช้ในการคำนวณ

3.8.2 ทำการวัด Gauge length ของชิ้นงานแล้วทำเครื่องหมายแสดงช่วงของ Gauge length ไว้

3.8.3 นำชิ้นงานที่เตรียมได้ ไปทดสอบแรงดึง ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine ดังแสดงในรูปที่ 3.9 โดยใช้ความเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตรต่อนาที และใช้ Load cell ขนาด 1 kN

3.8.4 บันทึกผลข้อมูลของค่า Tensile strength, Young's Modulus และ Percent strain at break และทำการทดสอบเช่นเดียวกันนี้กับทุกชิ้นงาน ตัวอย่างละ 10 ชิ้นงาน

3.8.5 นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองมาเขียนกราฟ หาความสัมพันธ์เปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของชิ้นงานที่เตรียมได้ในแต่ละสูตร



รูปที่ 3.9 เครื่อง Universal Testing Machine เพื่อทดสอบความสามารถในการดึงยึดของวัสดุ

3.9 การวิเคราะห์ความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact testing) ตาม ASTM D256

3.9.1 ทำการบากชิ้นงาน Impact specimen ที่นำมาทดสอบด้วยเครื่องทำรอยบาก โดยใช้ชิ้นงาน ทดสอบ ตัวอย่างละ 10 ชิ้นงาน

3.9.2 วัดความกว้างและความหนาบริเวณพื้นที่ด้านหลังรอยบากของชิ้นงาน

3.9.3 ทำการทดสอบเพื่อเปรียบเทียบสมบัติการรับแรงกระแทกของชิ้นงาน ด้วยวิธีการทดสอบแบบ Izod Impact Testing โดยนำชิ้นงานไปทดสอบโดยทำการยึดชิ้นงานกับฐานของเครื่องทดสอบให้แน่น โดยหันด้านที่มีรอยบากเข้าหา Pendulum (ขนาด 4 J) แล้วทำการปล่อย Pendulum ให้ตกลงมากระแทกชิ้นงาน

3.9.4 บันทึกค่าพลังงานที่ได้จากเครื่อง หน่วยเป็น mJ และทำการทดสอบเช่นเดียวกันนี้กับทุกชิ้นงาน

3.9.5 คำนวณหาค่าพลังงานเฉลี่ยต่อพื้นที่ของรอยแตก (mJ/mm^2)

3.9.6 คำนวณหาค่าเฉลี่ยและเบี่ยงเบนมาตรฐานของชุดข้อมูลแต่ละข้อมูล

3.9.7 ทำแผนภูมิควบคุม (Control Chart) เพื่อเลือกช่วงข้อมูลที่อยู่ในช่วงที่สามารถยอมรับได้

3.9.8 เลือกอัตราส่วนผสมที่ให้ค่า Impact strength ที่อยู่ในช่วงที่เหมาะสม



รูปที่ 3.10 เครื่องทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Tester)

3.10 การวิเคราะห์สมบัติความแข็งที่บริเวณผิวของวัสดุ (Hardness)

นำชิ้นงานที่มีความหนา ทดสอบโดยใช้หัวกด ชนิด Shore D ตาม ASTM D2240 (เป็นหัวกดแหลม ใช้น้ำหนักกด 5 กิโลกรัม) โดยนำชิ้นงานทดสอบวางลงบนแท่นทดสอบได้เครื่องมือวัดที่มีตุ้มน้ำหนักวางอยู่ด้านบน แล้วดันชิ้นงานขึ้นไปติดกับหัวกดจนตุ้มน้ำหนักยกขึ้นประมาณ $\frac{1}{4}$ นิ้ว จึงอ่านค่าที่ได้จากสเกล แล้วบันทึกผล Hardness D ณ ตำแหน่งการทดสอบอื่น รวม 3 ครั้ง จนครบ เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ ดังแสดงในรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 เครื่อง Shore D Hardness Tester Durometer Deadweight Test Stands

3.11 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Wide-angle X-ray Diffraction (WAXD)

นำชิ้นงานต่างๆ ทั้งชิ้นงาน PE/clay nanocomposites ที่ขึ้นรูปด้วยวิธี Melt Method และ Solution Method มาศึกษาระยะห่างระหว่างชั้น Silicates ของ Clay ด้วยเทคนิค Wide-angle X-ray Diffraction (WAXD) ทำโดยใช้เครื่อง Bruker D8 Advance ดังแสดงในรูปที่ 3.12 ที่มีแหล่งกำเนิดแสง X-ray เป็น Cu K_α โดยใช้ความยาวคลื่น $1.5406 \text{ \AA}$ ใช้กำลังไฟฟ้า 40 mV และกระแสไฟฟ้า 40 mA และใช้มุม 2θ ตั้งแต่ 2° ถึง 9° โดยใช้อัตราเร็ว 0.015° ต่อวินาที หลังจากนั้นทำการคำนวณหาค่า d-spacing (หรือ Basal spacing) จากกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ตามสมการ $n\lambda = 2d \sin\theta$ เมื่อ $n = 1, 2, 3, \dots$, λ คือค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ มีค่า 0.1541 nm , d คือระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและ θ คือมุมตกกระทบของรังสีเอกซ์กับระนาบผลึก



รูปที่ 3.12 เครื่อง WAXD ยี่ห้อ Bruker D8 Advance

3.12 การวิเคราะห์ลักษณะการกระจายตัวของ Clay ด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscopy (TEM)

3.12.1 ตัดชิ้นงานให้ได้ขนาดกว้าง 8 mm ยาว 10 mm

3.12.2 เชื้อนส่วนปลายของชิ้นงานให้เป็นรูปสี่เหลี่ยมคางหมู ขนาด 1x1 mm

(Specimen Timming)

3.12.3 นำชิ้นงานที่ได้ไปติดตั้งใน Cryochamber และประกอบเข้ากับเครื่องตัด Ultramicrotomes ทำการตัดตัวอย่างที่อุณหภูมิ -170°C ด้วยมีดเพชร

3.12.4 นำตัวอย่างที่ตัดแล้ววางลงในกริด (Grid) ที่มีคาร์บอนรองรับ ขนาด 200 ช่อง

3.12.5 นำกริดที่ได้ไปอบไล่ความชื้น ด้วยโคมไฟอินฟราเรด ประมาณ 15 นาที

3.12.6 นำตัวอย่างที่ได้ไปศึกษาด้วยกล้อง TEM ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM 2010 ดังแสดงในรูปที่ 3.13 ตั้งค่าแรงดันไฟฟ้าที่ 160 kV

3.12.7 บันทึกภาพที่ต้องการลงเครื่องคอมพิวเตอร์



รูปที่ 3.13 กล้อง TEM ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM 2010

3.13 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน ด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

ชั่งน้ำหนักชิ้นงานตัวอย่างเพื่อใช้ในการทดสอบ โดยมีน้ำหนักประมาณ 3-5 mg โดยการใช้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 50°C และเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 650°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน (Heating rate) เป็น $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจน เพื่อเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงของ % Weight loss เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิคนี้ แสดงดังในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

3.14 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC)

ทำการทดสอบชิ้นงานตัวอย่าง โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิเริ่มต้น $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ถึง $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ด้วยอัตราการให้ความร้อน (Heating rate) $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ เพื่อศึกษาพฤติกรรมการหลอมเหลวและศึกษา % Crystallinity ที่เกิดจากการผสม OMMT ลงใน พอลิเมอร์ของชิ้นงานทดสอบภายใต้สภาวะไนโตรเจน เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบ แสดงดังในรูปที่ 3.15



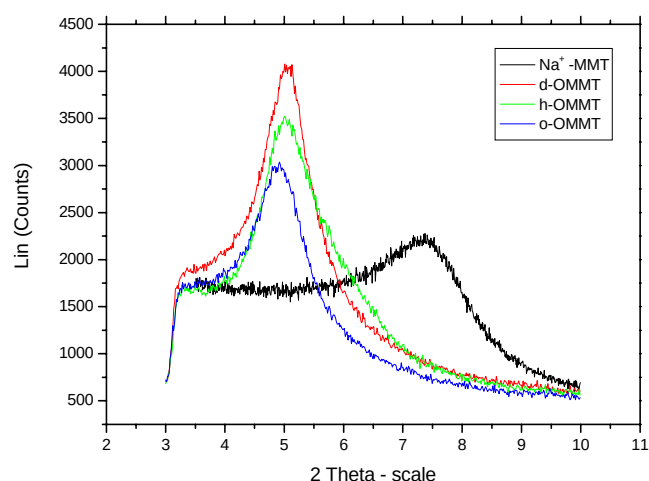
รูปที่ 3.15 เครื่องมือวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การวิเคราะห์การปรับปรุง Montmorillonite ด้วย Swelling agent ที่ต่างกัน

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาถึงอิทธิพลของ Swelling agent ที่แตกต่างกัน ที่มีต่อสมบัติของนาโนคอมโพสิต (Nanocomposites) ซึ่งโดยปกติแล้ว swelling agent จะทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างไอออนที่อยู่ในชั้นซิลิเกต (layered silicate) ของเคลย์ และไอออนของ swelling agent โดยไอออนของ Swelling agent จะเข้าไปแทรกระหว่างชั้นของซิลิเกต มีผลทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นของซิลิเกตเพิ่มมากขึ้น และช่วยให้สายโซ่โพลีเมอร์สามารถเข้าไปแทรกระหว่างชั้นซิลิเกตได้ง่าย ในที่นี้ทำการปรับปรุง Montmorillonite (Na^+ - MMT) โดยใช้ Swelling agent ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด ได้แก่ Dodecylamine ($\text{C}_{12}\text{H}_{27}\text{N}$), Hexadecylamine ($\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{N}$) และ Octadecylamine ($\text{C}_{18}\text{H}_{39}\text{N}$) และ Montmorillonite ที่ถูกปรับปรุงแล้ว (Organomontmorillonite; OMMT) ด้วย Dodecylamine จะเรียกว่า d-OMMT ที่ถูกปรับปรุงด้วย Hexadecylamine จะเรียกว่า h-OMMT และที่ถูกปรับปรุงด้วย Octadecylamine จะเรียกว่า o-OMMT ตามลำดับ หลังจากนั้นจะนำ Montmorillonite ที่ยังไม่ได้ปรับปรุงและที่ปรับปรุงแล้วไปทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Wide-Angle X-ray Diffraction (WAXD) เพื่อศึกษาระยะห่างระหว่างชั้นของ silicate โดย diffractogram ที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค WAXD ของ Pristine Clay (Na^+ -MMT), d-OMMT, h-OMMT และ o-OMMT

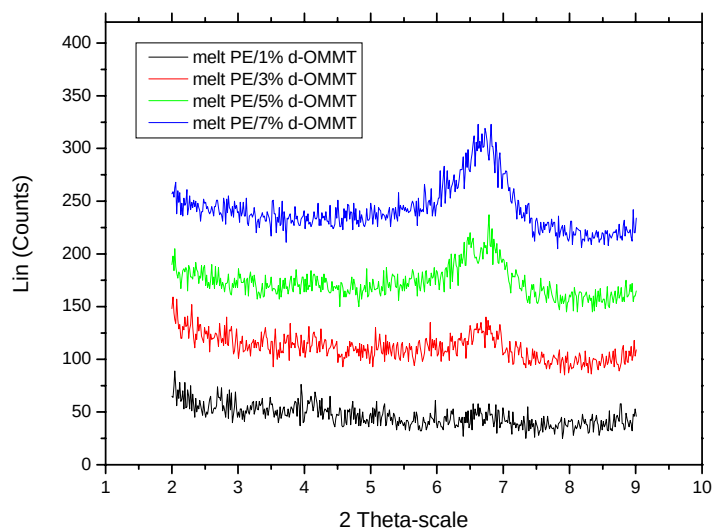
ตารางที่ 4.1 ค่ามุม 2θ และ d-spacing ของชั้นซิลิเกตของเคลย์ที่ปรับปรุงด้วย swelling agent ชนิดต่างๆ

Type of clay	Angle (2θ)	d-spacing (nm)
Pristine clay	7.47	1.18
d-OMMT	5.09	1.74
h-OMMT	4.96	1.78
o-OMMT	4.91	1.80

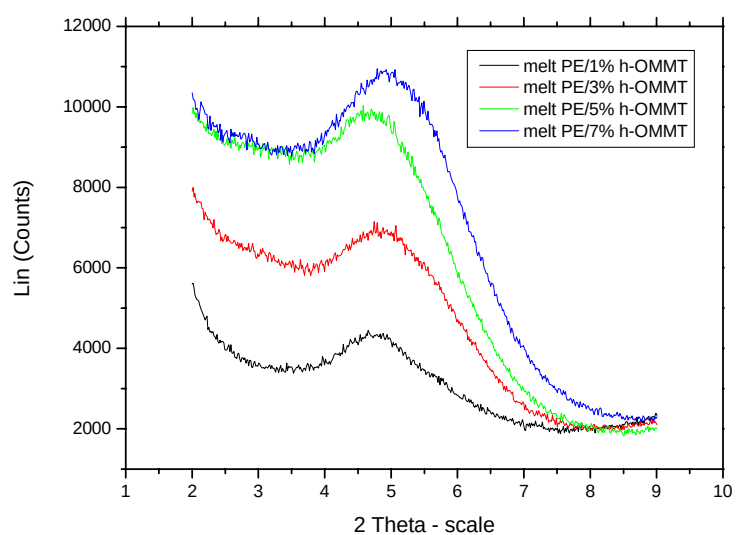
จากตารางที่ 4.1 พบว่าค่า d-spacing (basal spacing) ของชั้น Silicate ของ Na^+ Montmorillonite (Na^+ -MMT) ที่ยังไม่ได้ปรับปรุงด้วย swelling agent มีค่า 1.18 nm แต่เมื่อผ่านการปรับปรุงด้วย swelling agent แล้ว ค่า d-spacing มีค่าเพิ่มมากขึ้น โดยพบว่า o-OMMT มีค่าสูงสุด คือ 1.80 nm ในขณะที่ h-OMMT และ d-OMMT มีค่า 1.78 และ 1.74 ตามลำดับ ทั้งนี้การเพิ่มจำนวนของสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนที่มีขนาดความยาวเพิ่มขึ้น ทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์เพิ่มขึ้นด้วย โดยพบว่า OMMT ที่ผ่านการปรับปรุงด้วย Octadecylamine จะทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์ (d-spacing) เพิ่มขึ้นมากที่สุด ในทำนองเดียวกันกับการศึกษาของ S. Limpanart และคณะ [3] ที่ได้มีการศึกษาถึงอิทธิพลของ Alkyl ammonium salt ที่แตกต่างกันใน Polystyrene/clay nanocomposites พบว่ายังเพิ่มความยาวของสายโซ่ของ Alkyl ammonium salt มีความยาวมากขึ้น ช่วยทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นซิลิเกตเพิ่มมากขึ้นด้วย

4.2 อิทธิพลของชนิด Swelling agents ที่มีต่อระยะห่างระหว่างชั้นของซิลิเกตของนาโนคอมโพสิตที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

Montmorillonite ที่นำมาปรับปรุงด้วย Swelling agent ที่แตกต่างกัน 3 ชนิด ถูกนำมาผสมกับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) ด้วยวิธีการหลอมเหลว แล้วนำมาวิเคราะห์ระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์ด้วยเทคนิค WAXD และ TEM จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบ เพื่อศึกษาอิทธิพลของชนิด Swelling agent ที่แตกต่างกันที่มีผลต่อระยะห่างระหว่างชั้นของ silicate โดยผลการทดสอบด้วยเทคนิค WAXD ดังแสดงในรูปที่ 4.2

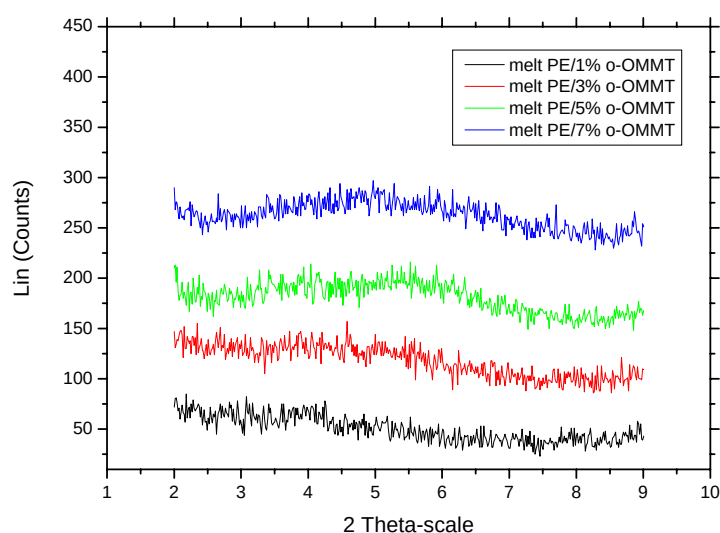


(ก)



(ข)

รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค WAXD สำหรับ (ก) melt PE/d-OMMT (ข) melt PE/h-OMMT และ (ค) melt PE/o-OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) ในปริมาณการเติม OMMT ที่แตกต่างกัน



(ก)

รูปที่ 4.2 (ต่อ)

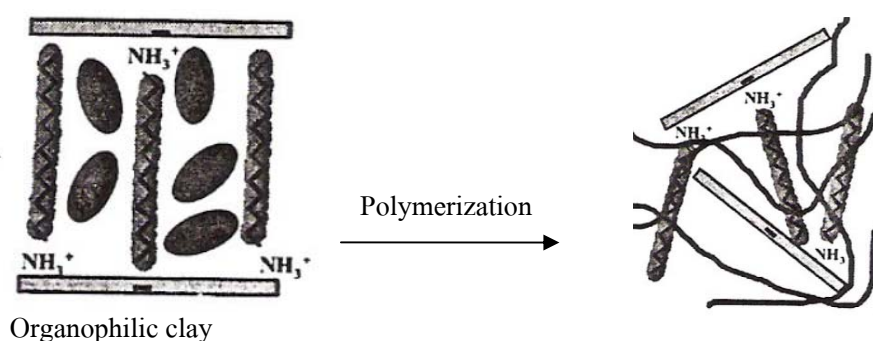
จากรูปที่ 4.2 (ก) แสดงผลการทดสอบด้วยเทคนิค WAXD ของ melt PE/d-OMMT nanocomposites, melt PE/h-OMMT nanocomposites และ melt PE/o-OMMT nanocomposites ซึ่งเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวในปริมาณของ OMMT ที่แตกต่างกัน พบว่ากราฟของ melt PE/1% d-OMMT nanocomposites ไม่เกิด peak ใดๆ ซึ่งบ่งบอกว่าชั้นของซิลิเกตมีแนวโน้มที่เกิดลักษณะการกระจายตัวแบบ Exfoliated ในขณะที่ melt PE/3% d-OMMT nanocomposite, melt PE/5% d-OMMT nanocomposite และ PE/7% d-OMMT nanocomposite เกิด peak เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจนที่มุม 2θ ประมาณ 6.8 องศา ซึ่งอาจจะเกิดจากการที่ส่วนที่ไม่มีขั้วของ Alkylammonium ion ไปจับกับสายโซ่พอลิเมอร์ ทำให้ลักษณะการกระจายตัวในลักษณะ Exfoliation น้อยลง [14] ดังแสดงในรูปที่ 4.3 โดยการเพิ่มปริมาณเคลย์เข้าไปมากขึ้น ก็จะไม่ผลทำให้ค่า d-spacing ของ d-OMMT เพิ่มขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 4.1 และจากกราฟ 4.2 (ก) เมื่อนำค่ามุม 2θ มาคำนวณด้วย Bragg's Equation จะได้ค่า d-spacing ดังแสดงในตารางที่ 4.2 ซึ่งเห็นได้ว่าระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์ใน melt PE/d-OMMT nanocomposite ที่ปริมาณของ d-OMMT 3%, 5% และ 7% มีค่า d-spacing ประมาณ 1.31 nm 1.30 nm และ 1.33 nm ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค

TEM ของ melt PE/7% d-OMMT nanocomposite ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ซึ่งบ่งบอกว่าชั้นของเคลย์ลักษณะการกระจายตัวเป็นแบบ Intercalated ทั้งนี้เมื่อพิจารณาการเพิ่มปริมาณเคลย์เข้าไปมากขึ้น อาจทำให้เกิดการซ้อนทับกัน (Stacked clay) ระหว่างชั้นของเคลย์ [3,31] ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ซึ่งได้แสดงผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ของ melt PE/7% d-OMMT nanocomposite

เมื่อเปรียบเทียบค่า d-spacing ของ nanocomposites ชนิดต่างๆ พบว่า d-OMMT และ h-OMMT มีค่าน้อยกว่า Pure OMMT โดยการที่มีพอลิเมอร์ในระบบ อาจจะทำให้ชั้นของ clay มีการอัดแน่นขึ้น ทำให้เกิดการลดขนาดของ d-spacing ลงได้ ซึ่งเคลย์อาจจะไม่ได้เกิดการแตกออกจากกันอย่างสมบูรณ์ เหมือนใน o-OMMT

ตารางที่ 4.2 มุม 2 θ และระยะห่างระหว่างชั้น Clay (d-spacing) ของ Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) ที่มีการเสริมแรงด้วย OMMT ชนิดต่างๆ ที่ปริมาณการเติมแตกต่างกัน

Type of specimen	Angle (2 θ)	d-spacing (nm)
melt PE/1% d-OMMT	-	-
melt PE/3% d-OMMT	6.74	1.31
melt PE/5% d-OMMT	6.79	1.30
melt PE/7% d-OMMT	6.62	1.33
melt PE/1% h-OMMT	5.03	1.75
melt PE/3% h-OMMT	5.06	1.74
melt PE/5% h-OMMT	4.95	1.78
melt PE/7% h-OMMT	5.03	1.75
melt PE/1% o-OMMT	-	-
melt PE/3% o-OMMT	-	-
melt PE/5% o-OMMT	-	-
melt PE/7% o-OMMT	-	-

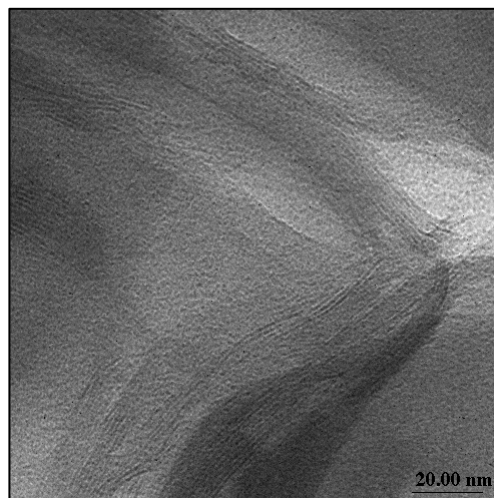


รูปที่ 4.3 ตัวอย่างลักษณะการจับตัวของส่วนที่ไม่มีหัวของ Swelling agent กับสายโซ่พอลิเมอร์หลังจากเกิดปฏิกิริยา Polymerization แล้ว [14]

ในรูปที่ 4.2 (ข) แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค WAXD ของ melt PE/h-OMMT nanocomposites ที่ปริมาณ OMMT ต่างกัน พบว่าเกิด peak ที่บริเวณ 2θ ประมาณ 5 องศา เมื่อนำมุม 2θ ที่ได้ มาคำนวณด้วย Bragg's equation ได้ค่า d-spacing ดังแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์ (d-spacing) ของ 1 3 5 และ 7%wt มีค่า 1.75 1.74 1.78 และ 1.75 nm ตามลำดับ ซึ่งเกิดจากการที่โมเลกุลของ Swelling agent สามารถเข้าไปแทรกตัวในระหว่างชั้นเคลย์ได้ การเติมเคลย์เข้าไปในระบบมากขึ้น ทำให้มีแนวโน้มเกิดเป็น nanocomposites ที่มีการกระจายตัวแบบ Intercalated มากขึ้น และพบว่า peak มีความเข้ม (Intensity) สูงมากขึ้นด้วย

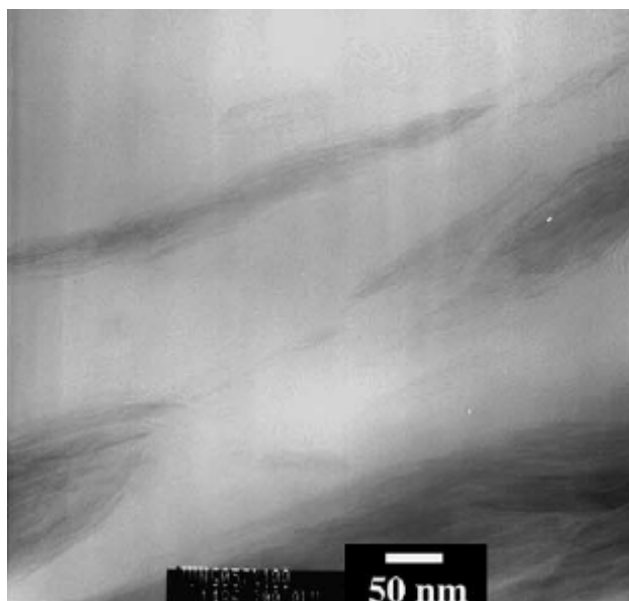
ในรูปที่ 4.2 (ค) แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Wide-Angle X-ray Diffraction (WAXD) ของ melt PE/o-OMMT nanocomposites ที่ปริมาณ OMMT แตกต่างกัน แสดงให้เห็นว่าชั้นงาน melt PE/o-OMMT nanocomposites นี้ Octadecylammonium ion สามารถแทรกเข้าไประหว่างชั้นของ Silicate ได้ดี นอกจากนี้การที่ swelling agent ดังกล่าว มีขนาดความยาวของสายโซ่คาร์บอน (C18) ที่ยาวกว่า swelling agent ชนิดอื่นๆ จนทำให้ชั้นซิลิเกตของ melt PE/o-OMMT nanocomposites สามารถขยายและแตกออก และเกิดเป็น Exfoliated nanocomposites ได้

และเมื่อเปรียบเทียบกับ PE ที่ผสมด้วย d-OMMT และ h-OMMT แล้วพบว่าระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์ที่มีการผสมด้วย swelling agent ชนิด Hexadecylamine มีค่าสูงกว่า เนื่องจาก Hexadecylamine มี 16 คาร์บอนอะตอม ส่วน Dodecylamine มี 12 คาร์บอนอะตอมและ d-spacing จะเพิ่มขึ้นตามความยาวของคาร์บอนอะตอมใน Swelling agent ที่ใช้ [3,14]

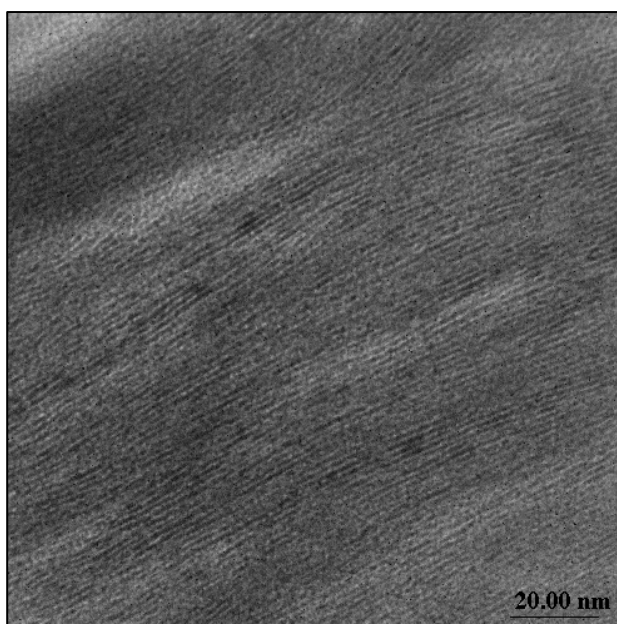


รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ของ melt PE/7% d-OMMT nanocomposites

รูปที่ 4.4 แสดงภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของนาโนคอมโพสิตที่มี d-OMMT ปริมาณ 7% พบว่ายังมีลักษณะการเรียงซ้อนทับกันของชั้นซิลิเกตและมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อน กระจายตัวได้ไม่ค่อยดีในเมทริกซ์ ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าอาจเกิดจากการจับตัวกันเองเป็นก้อนซ้อนกันอย่างต่อเนื่องในระหว่างการผสม ซึ่งมีลักษณะคล้ายๆ กับการศึกษาของ Joong-Hee Lee และคณะ [22] โดยทำการศึกษาในระบบ Polyethylene-layered silicate nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการ melt intercalation พบว่ามีลักษณะการกระจายตัวเป็นกลุ่มของชั้นซิลิเกต กระจายทั่วพอลิเมอร์เมทริกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ภาพที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ของ Joong-Hee Lee และคณะ [22] ของ PE-layered silicate nanocomposites โดยใช้ OMMT ปริมาณ 7%

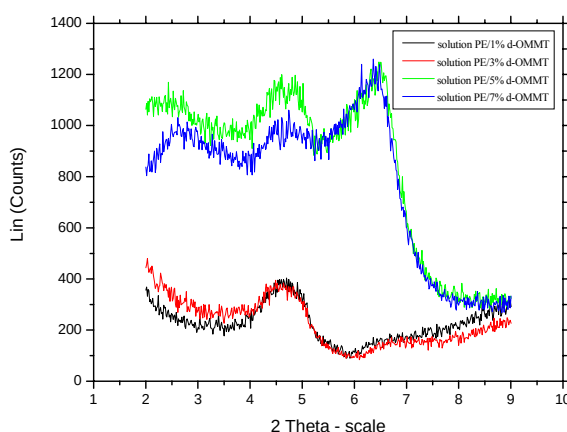


รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ของ melt PE/1% h-OMMT nanocomposites

จากรูปที่ 4.6 แสดงภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของ melt PE/1% h-OMMT nanocomposites พบว่าชั้นซิลิเกตมีการเรียงซ้อนกันในลักษณะ Intercalated ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค WAXD ที่แสดงให้เห็นถึงการผสมกันอย่างไม่สมบูรณ์ของพอลิเมอร์กับเคลย์ที่เติมลงไป

4.3 อิทธิพลของชนิด Swelling agents ที่มีต่อระยะห่างระหว่างชั้นของนาโนคอมโพสิตที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method)

จากรูปที่ 4.7 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Wide-Angle X-ray Diffraction (WAXD) ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย โดยใช้ swelling agent ที่แตกต่างกันและในปริมาณที่ต่างกัน ในรูปที่ 4.7 (ก) เกิด peak ที่เด่นชัด และเมื่อนำมาคำนวณค่า d-spacing ได้ผลสรุปดังแสดงในตารางที่ 4.3 โดยที่ solution PE/1% d-OMMT และ solution PE/3% d-OMMT มี peak เกิดขึ้น 2 ตำแหน่ง คือที่มุม 2θ ประมาณ 4.5 และ 6.6 โดยที่ตำแหน่ง 2θ ที่ประมาณ 6.6 องศา ปรากฏให้เห็นเป็น peak เกิดขึ้น แต่เนื่องจากอาจมีปริมาณของ Swelling agent ที่น้อย ทำให้ intensity ต่ำ ในขณะที่ solution PE/5% d-OMMT และ solution PE/7% d-OMMT มี peak เกิดขึ้น 3 ตำแหน่ง คือที่มุม 2θ ประมาณ 2.5 4.6 และ 6.6 องศา ซึ่งอาจจะเกิดจากการที่เมื่อเพิ่มปริมาณเคลย์มากขึ้น จึงมีแนวโน้มที่จะแตกตัวออกได้อย่างสมบูรณ์ยิ่งขึ้น ทำให้เคลย์เกิดการเรียงตัวซ้อนกันและจับกลุ่มกันเอง เป็นกลุ่มก้อนมากขึ้น อยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ ดังแสดงในรูปที่ 4.8

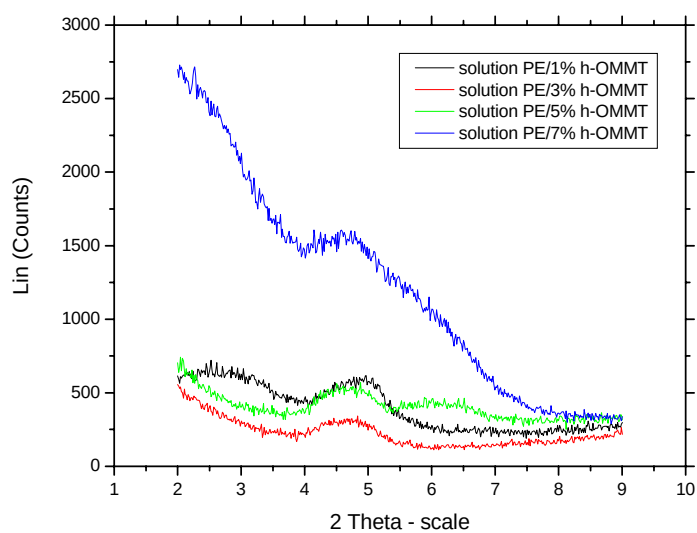


(ก)

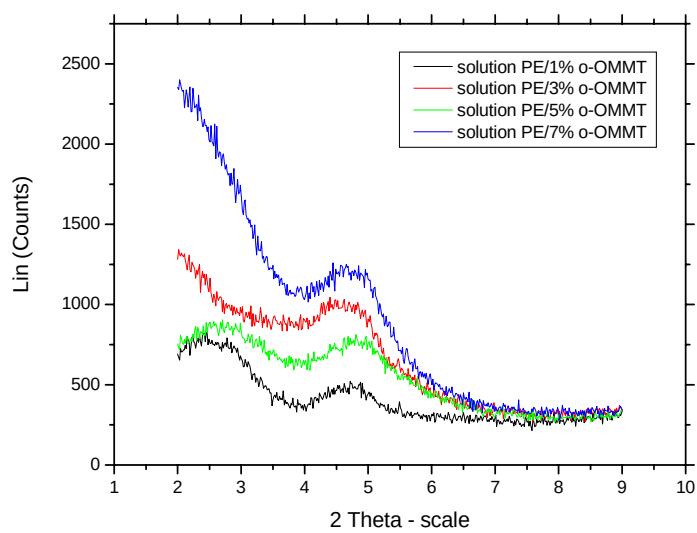
รูปที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution Method)

(ก) solution PE/d-OMMT nanocomposites (ข) solution PE/h-OMMT nanocomposites

(ค) solution PE/o-OMMT nanocomposites ในปริมาณการเติม OMMT ที่แตกต่างกัน



(จ)



(ค)

รูปที่ 4.7 (ต่อ)

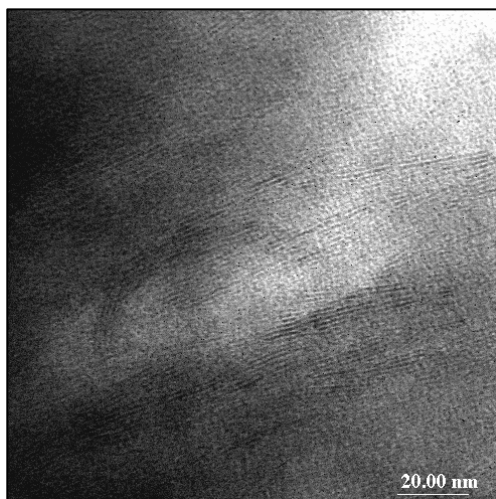
จากรูปที่ 4.7 (ข) แสดงผลการวิเคราะห์ WAXD ของ solution PE/h-OMMT ที่มีปริมาณ OMMT แตกต่างกัน พบว่าปรากฏ peak เกิดขึ้นเด่นชัด ที่มุม 2θ ประมาณ 4.9 และ 6.4 องศา เมื่อนำมุม 2θ ที่ได้ มาคำนวณด้วย Bragg's Equation จะได้ค่า d-spacing ของ solution PE/h-OMMT nanocomposites ที่มีปริมาณ OMMT เป็น 1 3 5 และ 7%wt ดังสรุปในตารางที่ 4.3 แต่เมื่อพิจารณาในส่วนของการ solution PE/7% h-OMMT พบว่า peak ที่เกิดขึ้นค่อนข้างกว้าง เมื่อเทียบกับอัตราส่วนอื่นๆ แสดงให้เห็นถึงเกิดลักษณะการกระจายตัวที่เป็นแบบ Intercalated nanocomposite ดังแสดงในรูปที่ 4.8 ซึ่งพบว่ามีลักษณะการซ้อนทับกันของชั้นซิลิเกต และมีบางส่วนที่เกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นกลุ่มก้อน กระจายในพอลิเมอร์เมทริกซ์ ซึ่งเกิดมาจากการกระจายตัวที่เป็นแบบ inhomogenous distribution ของ swelling agent ในระหว่างชั้น clay [23] และจากรูปที่ 4.7 (ค) แสดงผลการวิเคราะห์ WAXD ของ solution PE/o-OMMT ที่มีปริมาณ OMMT แตกต่างกัน จากกราฟปรากฏ peak เค้นชัดเกิดขึ้นที่มุม 2θ ประมาณ 2.5 และ 4.9 องศา เมื่อคำนวณด้วย Bragg's Equation แล้ว จะได้ค่า d-spacing ของ o-OMMT ที่ 1 3 5 และ 7%wt ดังสรุปในตารางที่ 4.3 และจากรูปที่ 4.10 พบว่ามีลักษณะของการจับเป็นกลุ่มก้อนของชั้นซิลิเกต และแยกเฟสอย่างชัดเจนกับพอลิเมอร์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่า การผสมด้วย swelling agent ที่ใช้ OMMT ชนิดนี้ มีลักษณะการกระจายตัวที่เป็นแบบ intercalated nanocomposite เพราะมีการเรียงซ้อนเป็นกลุ่มก้อนของชั้นเคลย์อย่างชัดเจน

เมื่อเปรียบเทียบค่า d-spacing ของนาโนคอมโพสิตที่ได้จาก OMMT ชนิด h-OMMT และ o-OMMT ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย พบว่าค่า d-spacing มีค่าไม่แตกต่างกันมาก เกิดมาจากการที่สายโซ่ของ swelling agent ไม่สามารถทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์ขยายหรือแตกออกได้มากนัก ซึ่งอาจเป็นผลมาจากวิธีการผสมด้วยวิธีนี้ คือเป็นผลมาจากในการผสม ความหนืดของสารละลายมีมาก ทำให้การผสมไม่ดีและแรงเฉือน (Shear) มีค่าต่ำ โดยได้รับแรงเฉือนจากการผสมใน Reactor และเครื่องผสมแบบภายใน เมื่อเปรียบเทียบกับที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว ที่ได้รับแรงเฉือนจากทั้งเครื่องผสมแบบภายใน และเครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่

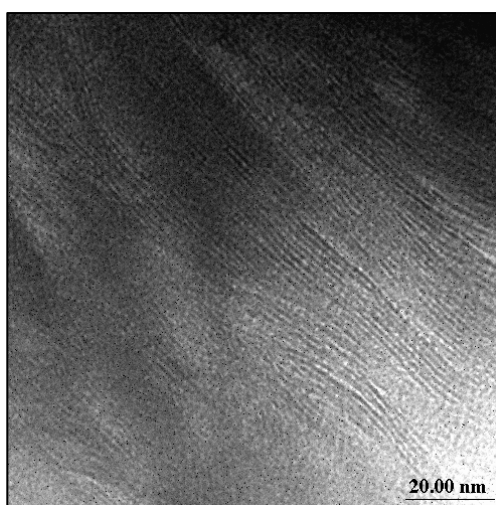
จากรูปที่ 4.7 นำค่าที่มุม 2θ มาหาค่า d-spacing จากสมการ Bragg's equation สามารถสรุปได้ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 มุม 2θ และระยะห่างระหว่างชั้น Clay (d-spacing) ของ solution PE/OMMT nanocomposites ด้วย OMMT ที่ปริมาณต่างๆ ที่เตรียมโดยวิธีการใช้สารละลาย

Type of clay	Angle (2θ)	d-spacing (nm)
solution PE/1% d-OMMT	4.53	1.95
	6.71	1.32
solution PE/3% d-OMMT	4.49	1.97
	6.55	1.35
solution PE/5% d-OMMT	2.54	3.47
	4.61	1.92
	6.47	1.37
solution PE/7% d-OMMT	2.50	3.53
	4.61	1.91
	6.47	1.36
solution PE/1% h-OMMT	5.06	1.74
solution PE/3% h-OMMT	4.91	1.80
solution PE/5% h-OMMT	4.72	1.87
	6.43	1.37
	6.51	1.35
solution PE/7% h-OMMT	4.72	1.87
solution PE/1% o-OMMT	2.50	3.53
	4.88	1.81
solution PE/3% o-OMMT	4.96	1.78
solution PE/5% o-OMMT	2.51	3.52
	4.72	1.87
solution PE/7% o-OMMT	4.75	1.87

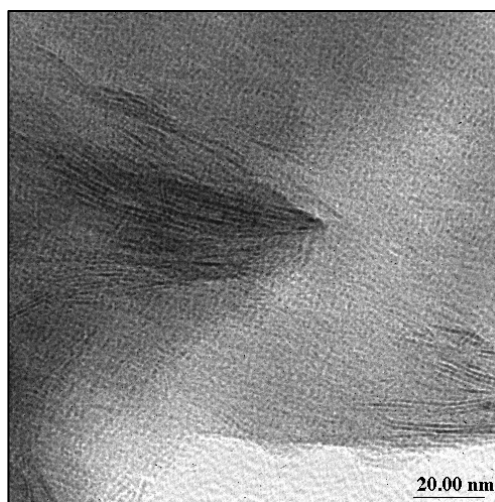


รูปที่ 4.8 ภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของ solution PE/1% d-OMMT nanocomposites



รูปที่ 4.9 ภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของ solution PE/1% h-OMMT nanocomposites

จากรูปที่ 4.8 และรูปที่ 4.9 เป็นภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของ solution PE/1% d-OMMT และ solution PE/1% h-OMMT ตามลำดับ พบว่ามีลักษณะคล้ายกันโดยจากทั้งสองรูปพบว่ามีลักษณะของการเรียงซ้อนกันเป็นลักษณะแบบ Intercalated ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค WAXD ในรูปที่ 4.7 ดังได้กล่าวไว้ข้างต้น



รูปที่ 4.10 ภาพที่ได้จากเทคนิค TEM ของ solution PE/1% o-OMMT nanocomposite

4.4 เปรียบเทียบการเตรียม PE/layered silicate nanocomposites ด้วยวิธีการเตรียมแบบหลอมเหลวและการใช้สารละลาย

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM เมื่อพิจารณาที่เคลย์ชนิดเดียวกัน เมื่อนำไปผสมกับ HDPE แล้วเตรียมด้วยวิธีหลอมเหลว ทำให้เกิดการกระจายของเฟสของ OMMT ชนิดต่างๆ ในเฟสของ HDPE ได้ดีขึ้นมากกว่าการเตรียมด้วยวิธีใช้สารละลาย ซึ่งเมื่อพิจารณาถึงกระบวนการเตรียมด้วยวิธีหลอมเหลวแล้ว พบว่าพอลิเมอร์จะต้องผ่านแรงเฉือน (Shear) ของเครื่องจักรหลายเครื่อง คือ เครื่องอัดรีดแบบเกลียวหนอนคู่ เครื่องผสมแบบภายใน และบางส่วนของกระบวนการขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นรูปแบบอัดรีด ในขณะที่กระบวนการเตรียมด้วยวิธีใช้สารละลาย จะผสมพอลิเอทิลีนกับเคลย์ และส่วนประกอบอื่นๆ ภายใน Reactor ที่มี Mechanical stirrer ก่อน ซึ่งหลังจากการผสมเสร็จสมบูรณ์แล้วรอเพื่อนำสารออกจาก Reactor ด้วยวิธีนี้จะทำให้เกิดการตกตะกอนของ OMMT แล้วเกิดการรวมตัวกันเองระหว่าง OMMT ที่มีอยู่ใน reactor ทำให้เกิดการรวมกลุ่มของ OMMT ในสารละลายและบางส่วนในระหว่างการระเหยตัวทำละลายออก หลังจากนั้นจึงนำพอลิเมอร์ที่ได้จากกระบวนการข้างต้น ผ่านเครื่องผสมแบบภายในและขึ้นรูปด้วยเครื่องขึ้นรูปแบบอัดรีด

แต่อย่างไรก็ตาม เมื่อเปรียบเทียบลักษณะการเกิดการผสมกัน ในลักษณะที่เป็นแบบ Intercalated nanocomposites นั้น พบว่าการเตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย ทำให้เกิดการกระจายได้ระหว่างเฟสของเคลย์กับเฟสของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง ดีกว่าการเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว ทั้งนี้เนื่องจากแรงเฉือนที่ได้รับน้อยกว่าในระบบของการเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว

กล่าวคือ การเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวนั้น มีบางส่วนที่เกิดการกระจายตัวในลักษณะที่เป็นแบบ Intercalated และมีบางส่วนที่เกิดการกระจายตัวในลักษณะที่เป็น Exfoliated ในขณะที่การเตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลายนั้น ส่วนใหญ่จะเกิดการเรียงซ้อนกันระหว่างชั้นซิลิเกตเป็นแบบ Intercalated และมีลักษณะการแยกเฟสระหว่างเฟสของ OMMT และเฟสของพอลิเมอร์ให้เห็น นั่นเป็นเพราะการที่ผสมด้วยวิธีใช้สารละลายนั้น มีตัวทำละลายคือ Decahydronaphthalene (Decalin) อยู่ในระบบ โดยสามารถอธิบายได้ว่าการผสมซึ่งเมื่อมีตัวทำละลาย ดังกล่าวเมื่ออยู่ในระบบแล้ว จะทำให้เกิดความไม่เป็นระเบียบสูงดังแสดงในสมการที่ 1

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad \text{สมการที่ 1}$$

โดย ΔG = Gibb's free energy
 ΔH = Enthalpy
 ΔS = Entropy
 T = Temperature (K)

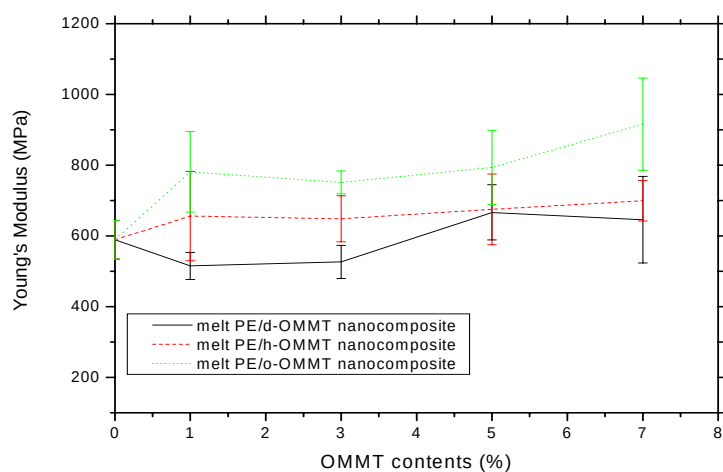
โดยการที่ระบบ เกิดการเปลี่ยนแปลงหรือเกิดการผสมกันได้นั้น ค่า ΔG จะต้องมามีค่าที่เป็นลบ ซึ่งนั่นหมายความว่าในเทอม $T\Delta S$ นั้นต้องมีค่าสูง แต่ T นั้นเป็นค่าของอุณหภูมิของระบบ ซึ่งในการทดลองนี้ใช้อุณหภูมิคงที่ ทำให้การที่ระบบเกิดการเปลี่ยนแปลงจะขึ้นอยู่กับค่า ΔS หรือค่าความไม่เป็นระเบียบของระบบ ดังนั้นการเตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลายนี้ มีค่า ΔS สูงกว่าการเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว เพราะในระบบวิธีการใช้สารละลายนั้น จะใช้สารละลายในระบบ ทำให้โมเลกุลของพอลิเมอร์สามารถเคลื่อนที่ได้มากขึ้น สามารถที่แทรกเข้าไปในชั้นของซิลิเกตของเคลย์ได้ง่ายกว่าการเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว ส่งผลทำให้การเตรียมโดยการใช้สารละลาย เกิดความเข้ากันได้ดีกว่าการขึ้นรูปแบบวิธีการหลอมเหลวในกรณีของลักษณะการกระจายตัวที่เป็นแบบ Intercalation [23]

4.5 การวิเคราะห์สมบัติการดึงยืดของวัสดุ (Tensile Testing)

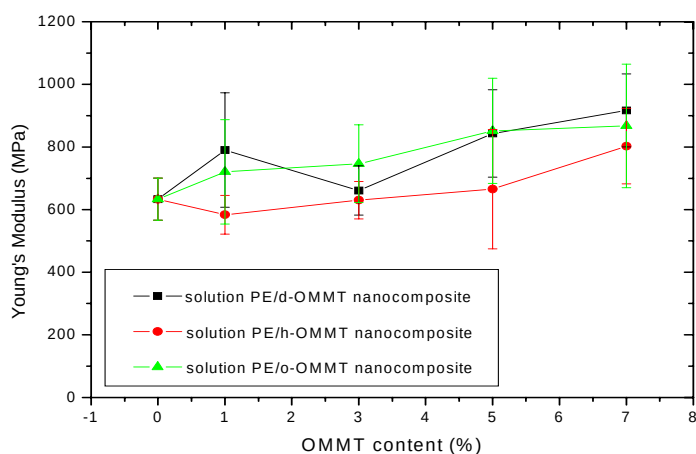
4.5.1 การวิเคราะห์สมบัติการต้านทานแรงดึงยืด (Young's Modulus)

ชิ้นงานทดสอบ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมได้ด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) และวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) ในสัดส่วนของ OMMT ชนิดต่างๆ ในปริมาณที่แตกต่างกัน เมื่อนำมาวิเคราะห์สมบัติการต้านทานแรงดึงยืดด้วยเครื่อง Universal Testing Machine โดยใช้ Load cell ขนาด 1 kN และอัตราเร็วในการดึง 50 mm/min ได้ผลดังในรูปที่ 4.11

จากรูปที่ 4.11 แสดงค่า Young's Modulus ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) ดังแสดงในรูปที่ 4.11 (ก) และที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) ดังแสดงในรูปที่ 4.11 (ข) ที่มีชนิดและปริมาณ OMMT ต่างกัน พบว่าจากการเตรียมด้วยวิธีการทั้ง 2 ให้ผลที่คล้ายกันคือเมื่อปริมาณเคลย์ที่เติมลงใน HDPE มากขึ้น ค่า Young's Modulus จะมีค่าเพิ่มมากขึ้น แต่เมื่อพิจารณาในรูปที่ 4.11 (ก) พบว่ากราฟของ melt PE/o-OMMT nanocomposite มีค่าเพิ่มขึ้นอย่างมาก เมื่อปริมาณ OMMT เพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นเพราะลักษณะการกระจายตัวของชั้น clay ที่เกิดเป็นแบบ Exfoliated nanocomposites ตามที่ได้วิเคราะห์ไว้ในหัวข้อ 4.2 ซึ่งมีการแตกตัวของ OMMT ที่ดี ซึ่งช่วยให้พอลิเมอร์มีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้น จึงสามารถทนทานต่อการเสียรูปได้ ในขณะที่ค่า Young's Modulus ของ melt PE/h-OMMT nanocomposites และ melt PE/d-OMMT nanocomposites มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เมื่อปริมาณ OMMT เพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นเพราะอาจจะเกิดจากบางส่วนเกิดการ Intercalated และการมีเคลย์บางส่วนเรียงซ้อนกันและจับตัวเป็นก้อนกันระหว่างชั้นดังตัวอย่างที่แสดงในรูปที่ 4.4 และ 4.5 นอกจากนี้ในรูปที่ 4.11 (ข) พบว่า solution PE/OMMT nanocomposites มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามปริมาณของเคลย์ที่เติมลงไป



(ก)



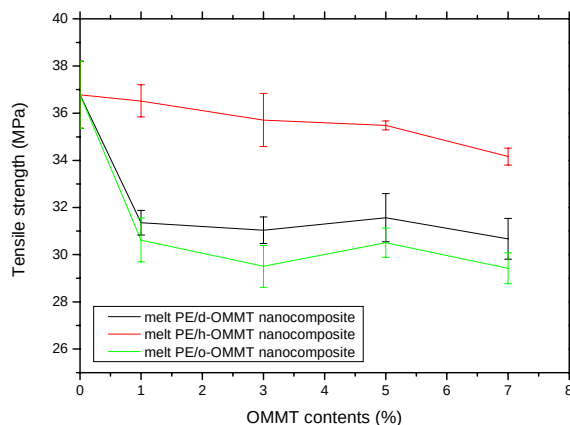
(ข)

รูปที่ 4.11 Young's Modulus ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วย (ก) วิธีการหลอมเหลวและ (ข) วิธีการใช้สารละลายที่ปริมาณ OMMT ต่างๆ

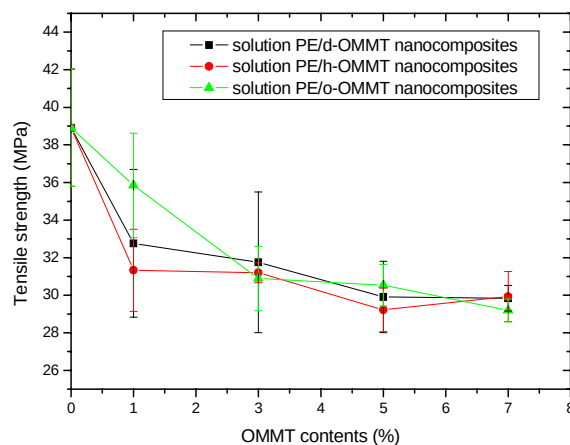
4.5.2 การวิเคราะห์สมบัติความแข็งแรงของการดึงยืด (Tensile strength)

จากรูปที่ 4.12 แสดงค่า tensile strength ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวและวิธีการใช้สารละลาย ที่ปริมาณ OMMT แตกต่างกัน จากรูปที่ 4.12 พบว่าจากการเตรียม PE/OMMT nanocomposites ทั้งสองวิธี Tensile strength มีแนวโน้มลดลง เมื่อ

ปริมาณของ OMMT เพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจาก OMMT ที่เติมเข้าไปนั้น ชัดขวางการจัดเรียงตัวของสายโซ่ของพอลิเมอร์ในขณะที่ทำการดึง ทำให้เกิดการเกิด strain hardening ลดลง นอกจากนี้ อาจเกิดจากการที่พอลิเมอร์และ OMMT นั้นมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างกันไม่ดีนัก ทำให้เกิดการส่งผ่านแรงได้ยากขึ้นตามไปด้วย [22]



(ก)



(ข)

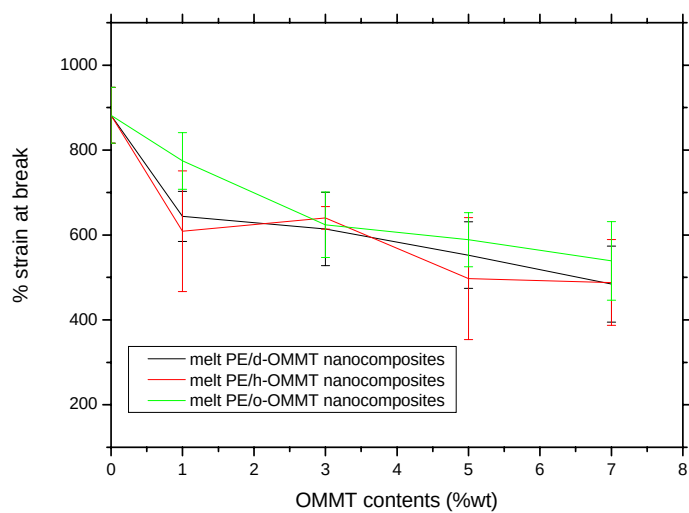
รูปที่ 4.12 Tensile strength ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ปริมาณ OMMT ต่างๆ โดยเตรียมด้วย (ก) วิธีการหลอมเหลว (ข) วิธีการการใช้สารละลาย

4.5.3 การวิเคราะห์สมบัติ Percent strain at break

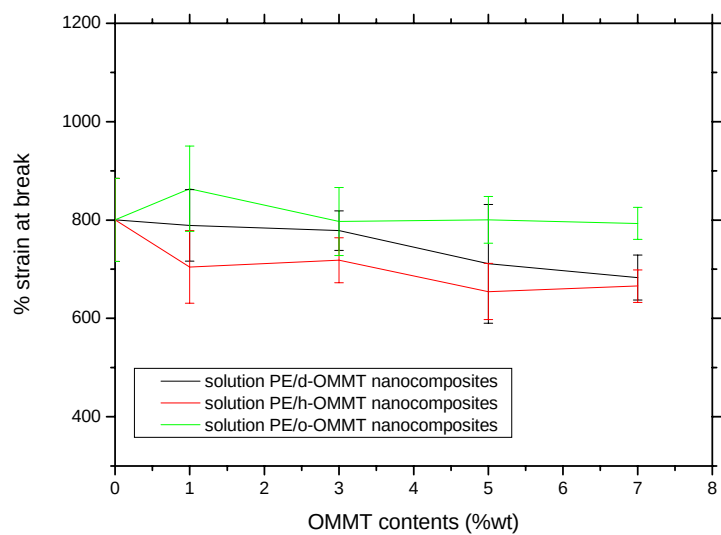
จากรูปที่ 4.13 แสดงค่า Percent strain at break ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ชนิดและปริมาณ OMMT ต่างๆ จากกราฟแสดงให้เห็นว่า การเตรียม PE/OMMT nanocomposites ด้วยวิธีการทั้งสองนั้น จะทำให้ค่า Percent strain at break มีแนวโน้มลดลง เมื่อปริมาณการเติม OMMT เพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเกิดจากการเพิ่มปริมาณของ OMMT มากขึ้น ทำให้ไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่โพลีเมอร์ โดยการที่ปริมาณของ OMMT เพิ่มมากขึ้น จะทำให้การเคลื่อนที่ผ่านกันของสายโซ่โพลีเมอร์เกิดได้ยากมาก นอกจากนี้ยังทำให้เกิดเป็นจุดรวมแรง (Stress concentration) ในชิ้นงาน ปัจจัยอื่นๆ นอกเหนือจากที่ได้กล่าวข้างต้น คือการที่ Nanocomposites มีลักษณะการกระจายตัวของ OMMT ที่เป็นแบบ Intercalated และมีบางส่วนที่เกิดการจับตัวของชั้นเคลือบเรียงซ้อนกันเป็นกลุ่มก้อน ก็อาจเป็นอีกสาเหตุที่ทำให้ไปขัดขวางเคลื่อนที่ของสายโซ่โพลีเมอร์ด้วย

เมื่อพิจารณารูปในรูปที่ 4.13 (ก) พบว่า melt PE/o-OMMT nanocomposites นั้น Percent strain at break มีแนวโน้มลดลงอย่างต่อเนื่อง เมื่อปริมาณ OMMT เพิ่มมากขึ้น ซึ่งเมื่อพิจารณาแล้วพบว่า melt PE/o-OMMT nanocomposites มีลักษณะการกระจายตัวที่เป็นแบบ Exfoliated ทำให้ OMMT สามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์ การเกิด stress concentration จึงเกิดขึ้นได้น้อยกว่า ในขณะที่ melt PE/d-OMMT nanocomposites และ melt PE/h-OMMT nanocomposites มีลักษณะการกระจายตัวที่เป็นแบบ Intercalated nanocomposites สายโซ่โพลีเมอร์สามารถเข้าไปแทรกระหว่างชั้นเคลือบได้บางส่วน ทำให้เกิดเป็นกลุ่มก้อนเคลือบเรียงซ้อนกัน เมื่อมีการเติมปริมาณ OMMT มากขึ้น จึงทำให้ Percent stain at break ลดลง

ในทำนองเดียวกันกับวิธีการเตรียม PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว ดังแสดงในรูปที่ 4.13 (ข) พบว่า Percent strain at break ของ nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีนี้มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย เมื่อปริมาณของ OMMT เพิ่มขึ้น



(ก)



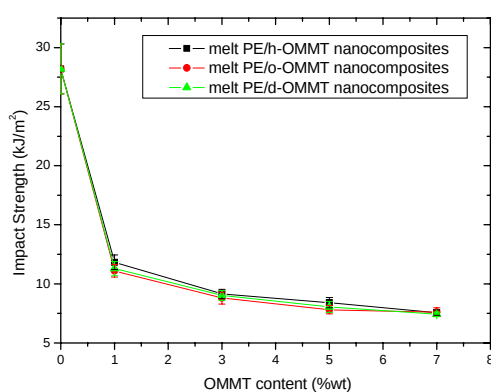
(ข)

รูปที่ 4.13 % Strain at break ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ชนิดและปริมาณ OMMT ต่างๆ โดยเตรียมด้วย (ก) วิธีการหลอมเหลว (ข) วิธีการใช้สารละลาย

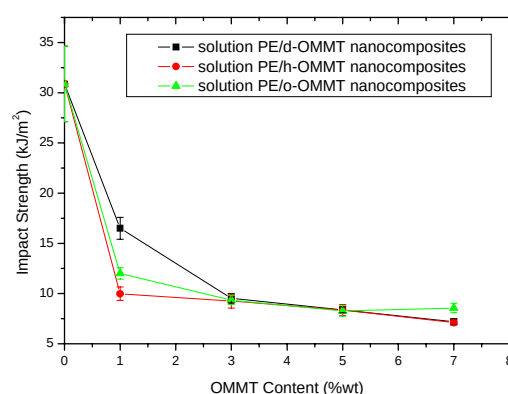
4.6 การวิเคราะห์สมบัติการต้านทานต่อแรงกระแทก (Impact Testing)

ชิ้นงานสำหรับการใช้ทดสอบความสามารถในการทนทานต่อแรงกระแทก (Impact specimens) เมื่อนำมาทดสอบสมบัติความสามารถในการทนทานต่อแรงกระแทกแบบ Izod Impact Testing ได้ผลการทดลอง ดังแสดงในรูปที่ 4.14

จากรูปที่ 4.14 เมื่อเปรียบเทียบค่า Impact strength ของชิ้นงานพบว่ามีแนวโน้มลดลงอย่างมาก ตามปริมาณของ OMMT ที่เติมลงไป และเมื่อพิจารณาค่า Impact strength ของ OMMT แต่ละประเภท พบว่ามีค่าใกล้เคียงกันมาก นอกจากนี้พบว่าการเติม OMMT ลงไปในปริมาณเพียง 1% ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวพบว่าค่า Impact strength มีค่าลดลงจาก Neat HDPE ถึง 41.95% ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากที่ในระหว่างการทดสอบ Impact Test นั้น เป็นการให้แรงกระแทกอย่างทันทีทันใดแก่ชิ้นงาน ทำให้แรงที่ได้รับไม่สามารถส่งผ่านไปยังสายโซ่พอลิเมอร์ได้ เนื่องจากผลจากการเกิด stress concentration ทำให้ถูกขัดขวางโดยเคลย์ที่แทรกอยู่ระหว่างสายโซ่ของโมเลกุล ส่งผลให้เกิดการแตกหักของชิ้นงานได้ง่ายมากขึ้น



(ก)



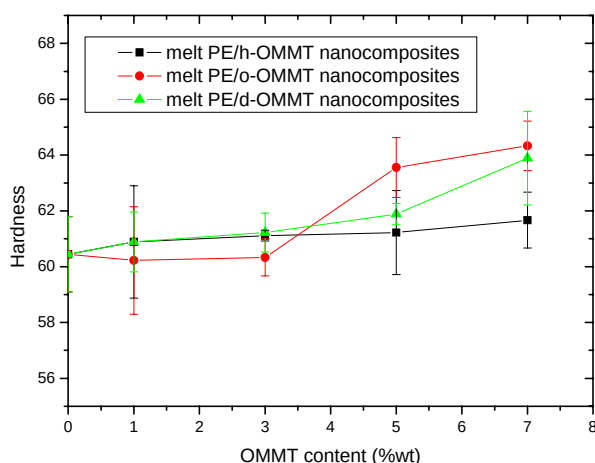
(ข)

รูปที่ 4.14 ค่า Izod impact strength ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วย

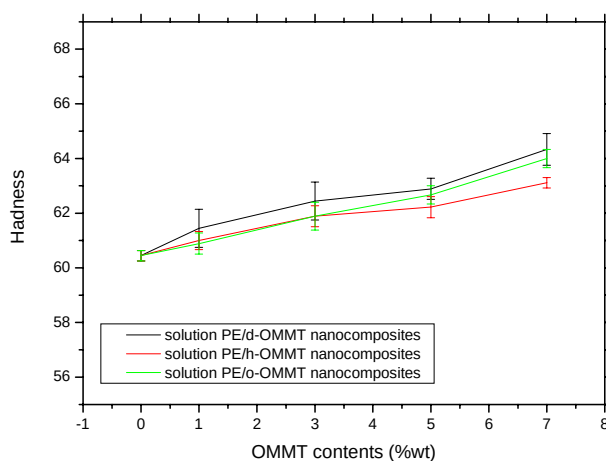
(ก) วิธีการหลอมเหลว และ (ข) วิธีการใช้สารละลายที่ปริมาณของ OMMT แตกต่างกัน

4.7 การวิเคราะห์สมบัติความแข็งของผิวหน้าวัสดุ (Hardness Testing)

จากรูปที่ 4.15 พบว่าค่า Hardness number จะมีค่าสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของ OMMT มากขึ้น โดย OMMT ที่เติมลงไปผสมในพอลิเมอร์นั้น จะช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับผิวของวัสดุ ให้มีความแข็งสูงทำให้ชิ้นงานทดสอบเมื่อได้รับแรงกดแล้ว เกิดการส่งผ่านแรงไปยัง OMMT ที่อยู่ในพอลิเมอร์



(ก)



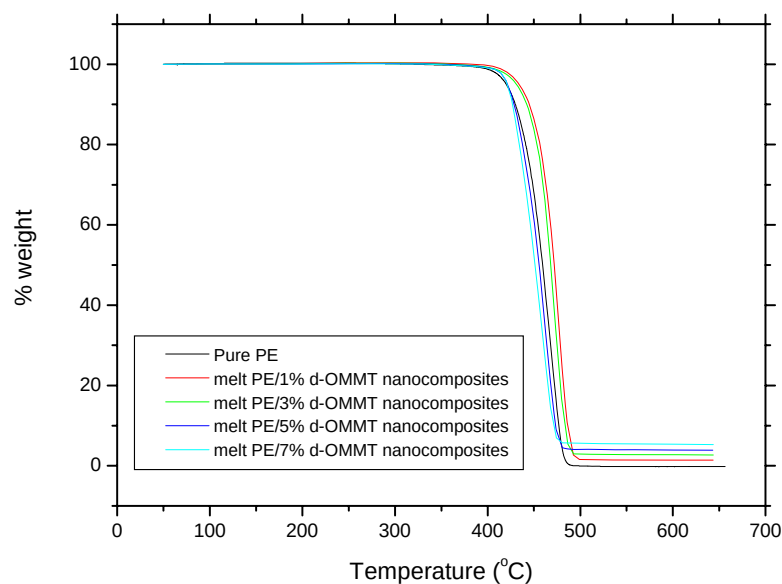
(ข)

รูปที่ 4.15 ค่า Hardness Number ของ PE/OMMT nanocomposites ที่ปริมาณของ OMMT แตกต่างกัน โดยเตรียมด้วย (ก) วิธีการหลอมเหลว (ข) วิธีการใช้สารละลาย

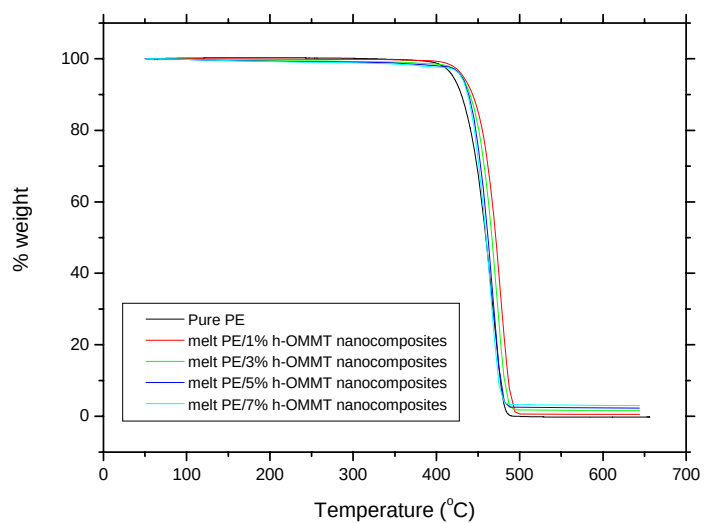
4.8 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ (Thermal Analysis)

4.8.1 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

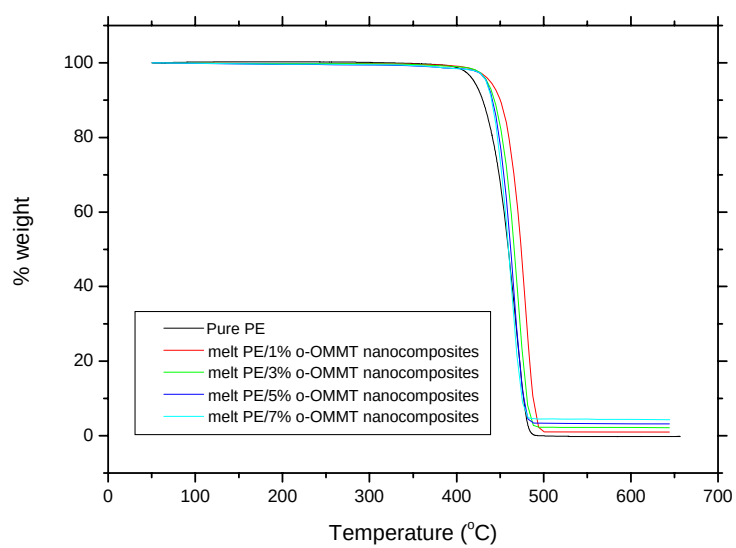
จากการทดสอบการสลายตัวทางความร้อนของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวด้วยเทคนิค Thermal gravimetric analysis (TGA) โดยการให้ความร้อนจาก 50°C ถึง 650°C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 10°C ได้ TGA thermogram แสดงดังรูปที่ 4.16 และ 4.17



(ก)



(ข)

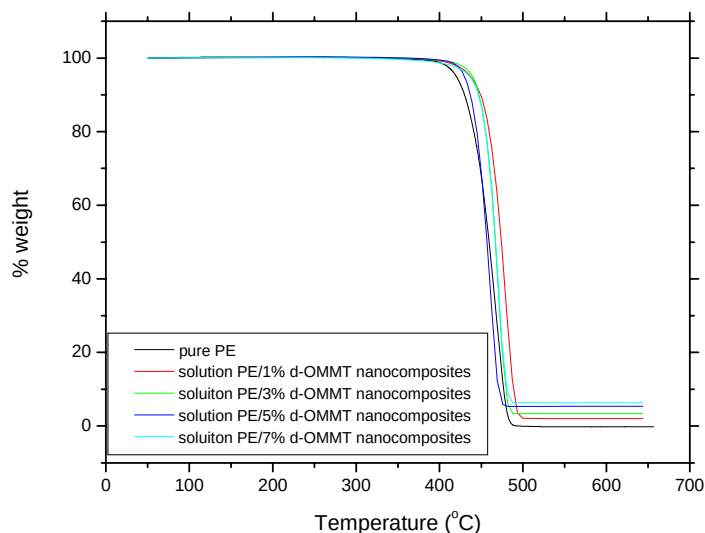


(ค)

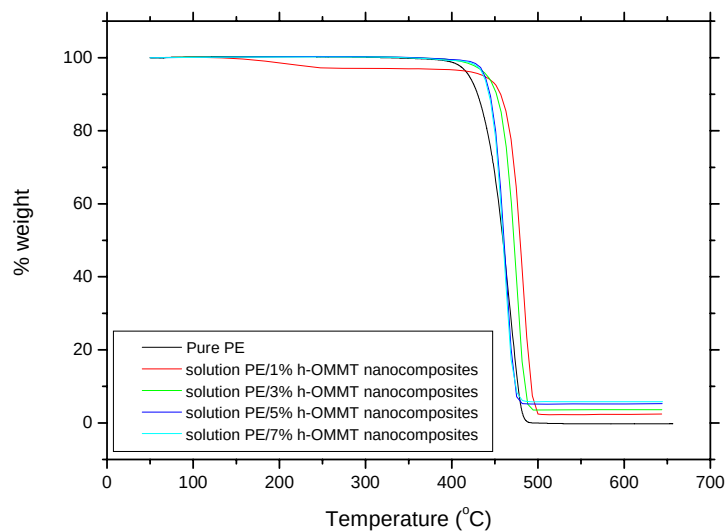
รูปที่ 4.16 TGA Thermogram ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) โดยมี OMMT ชนิดต่างๆ ที่ปริมาณแตกต่างกัน (ก) melt PE/d-OMMT nanocomposites (ข) melt PE/h-OMMT nanocomposites (ค) melt PE/o-OMMT nanocomposites

โดยทั่วไปแล้ว การเพิ่มปริมาณ OMMT ลงไปในพอลิเอทีลีน จะทำให้ความเสถียรทางความร้อน (Thermal stability) มีการเปลี่ยนแปลง

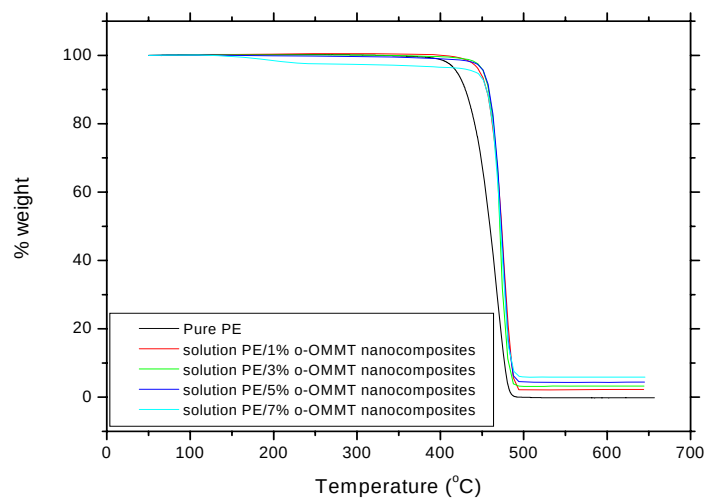
เมื่อพิจารณาจากที่ 4.16 4.17 และตารางที่ 4.4 พบว่าการเติม OMMT ลงใน PE จะทำให้ความเสถียรทางความร้อนเกิดการเปลี่ยนแปลงดัง แสดงให้เห็นว่า OMMT ที่เติมลงไป จะไปเร่งปฏิกิริยาการสลายตัวของพอลิเมอร์ ดังจะเห็นว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ OMMT ทำให้อุณหภูมิเริ่มต้น (Onset) ในการสลายตัวลดลง ทำให้เกิดการสลายตัวเร็วขึ้น โดยน้ำหนักสุดท้ายหลังจากการสลายตัว แสดงให้เห็นว่ามีค่าน้ำหนักใกล้เคียงกับปริมาณของ OMMT ที่เติมลงใน PE ทำให้เห็นว่า OMMT ที่เติมลงไปไม่สลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว และพบว่าอุณหภูมิในการสลายตัวทางความร้อน (Thermal decomposition) อยู่ในช่วงแคบ ระหว่าง 450-480 °C ซึ่งมีค่าลดลงตามปริมาณของ OMMT ที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้พบว่าความชันของกราฟ Percent weight loss ของนาโนคอมโพสิตมีแนวโน้มไม่แตกต่างเมื่อเพิ่มปริมาณของ OMMT ที่เติมลงไป โดยมีลักษณะค่อนข้างตั้งฉาก แสดงให้เห็นว่าการสลายตัวของนาโนคอมโพสิตเป็นแบบการระเบิด (Explosive) [22] ทั้งนี้การปรับปรุงสมบัติความเสถียรทางความร้อนของนาโนคอมโพสิตนี้อาจเป็นผลมาจากความสามารถในการซึมผ่านของก๊าซออกซิเจนลดลง เนื่องจากผลของความสลับซับซ้อนของอิทธิพลที่เกิดจากการเกิด Intercalated หรือ Exfoliated ของ OMMT ที่กระจายตัวอยู่ในพอลิเมอร์ [30]



(ก)



(บ)



(ค)

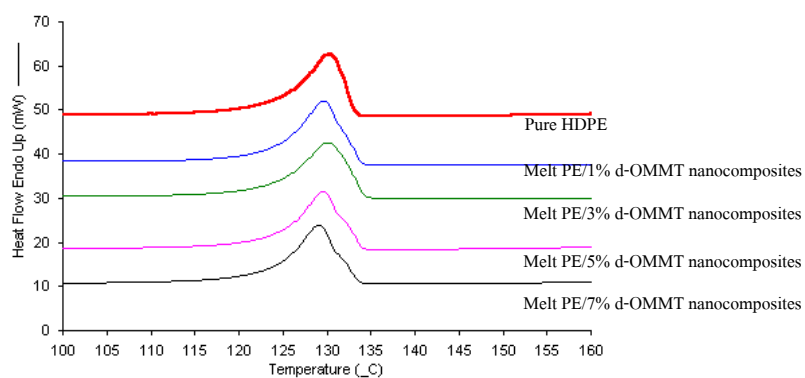
รูปที่ 4.17 TGA Thermogram ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) โดยมี OMMT ชนิดต่างๆ ที่ปริมาณแตกต่างกัน (ก) solution PE/d-OMMT nanocomposites (ข) solution PE/h-OMMT nanocomposites (ค) solution PE/o-OMMT nanocomposites

ตารางที่ 4.4 Inflection Temperature ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วย
วิธีการหลอมเหลวและวิธีการใช้สารละลายที่ปริมาณของ OMMT แตกต่างกัน

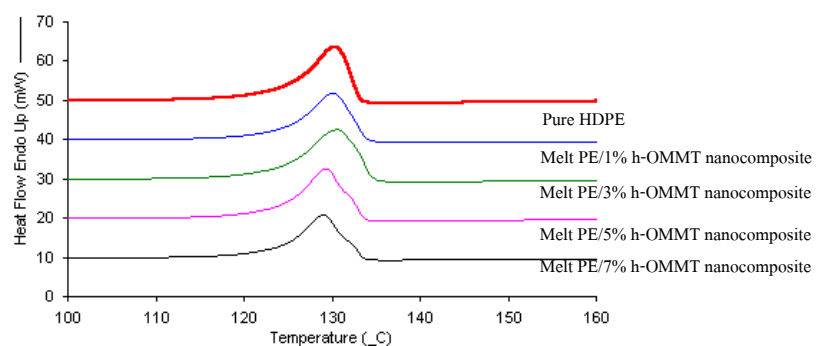
สารตัวอย่าง	Inflection Temperature (°C)	สารตัวอย่าง	Inflection Temperature (°C)
Pure HDPE	469	Pure HDPE	470
melt PE/1% d-OMMT	475	solution PE/1% d-OMMT	480
melt PE/3% d-OMMT	473	solution PE/3% d-OMMT	468
melt PE/5% d-OMMT	464	solution PE/5% d-OMMT	462
melt PE/7% d-OMMT	460	solution PE/7% d-OMMT	472
melt PE/1% h-OMMT	477	solution PE/1% h-OMMT	484
melt PE/3% h-OMMT	473	solution PE/3% h-OMMT	476
melt PE/5% h-OMMT	468	solution PE/5% h-OMMT	466
melt PE/7% h-OMMT	466	solution PE/7% h-OMMT	457
melt PE/1% o-OMMT	480	solution PE/1% o-OMMT	478
melt PE/3% o-OMMT	471	solution PE/3% o-OMMT	471
melt PE/5% o-OMMT	467	solution PE/5% o-OMMT	479
melt PE/7% o-OMMT	463	solution PE/7% o-OMMT	475

4.8.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry Analysis (DSC)

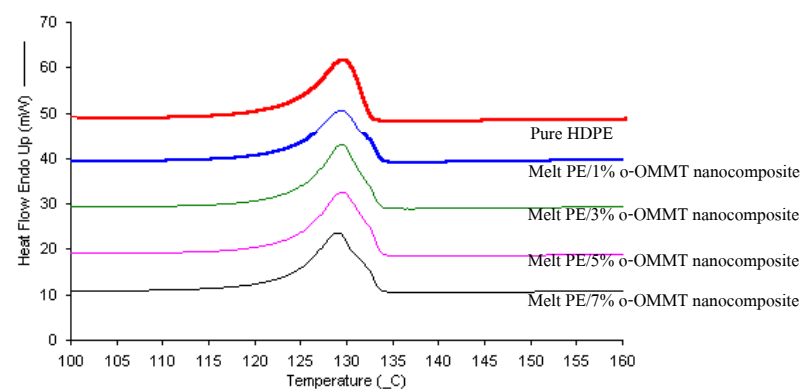
เมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์ในตารางที่ 4.5 และ 4.6 จะเห็นได้ว่า Lamellar thickness มีค่าแตกต่างกันเล็กน้อย ทั้งนี้อาจเป็นเพราะอุณหภูมิในการหลอมเหลวที่ต่างกัน ทำให้นิวเคลียสและระดับความเป็นผลึกแตกต่างกัน การเติม clay ลงไป ซึ่งทำหน้าที่เป็น nucleating agent จะเข้าไปขัดขวางการเติบโตของผลึก ผลึกที่ได้ก็จะมีขนาดและความเป็นผลึกที่ต่างกัน



(ก)

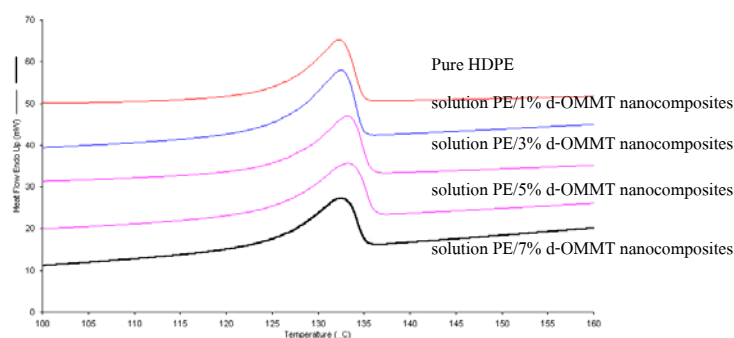


(ข)

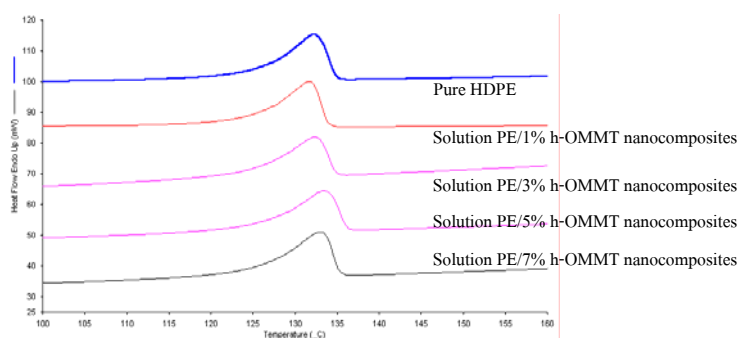


(ค)

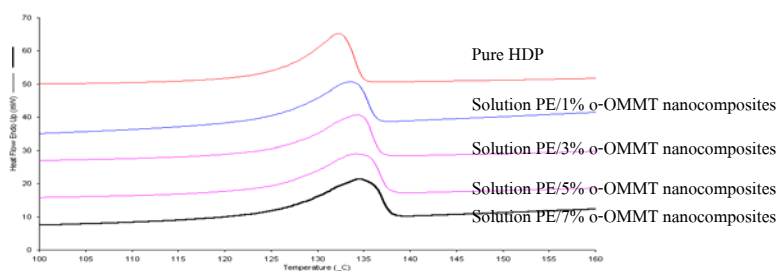
รูปที่ 4.18 DSC Thermogram ของ PE/OMMT nanocomposites โดยมี OMMT ชนิดต่างๆ ปริมาณต่างๆ ที่แตกต่างกันที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (ก) melt PE/d-OMMT nanocomposites (ข) melt PE/h-OMMT nanocomposites (ค) melt PE/o-OMMT nanocomposites



(ก)



(ข)



(ค)

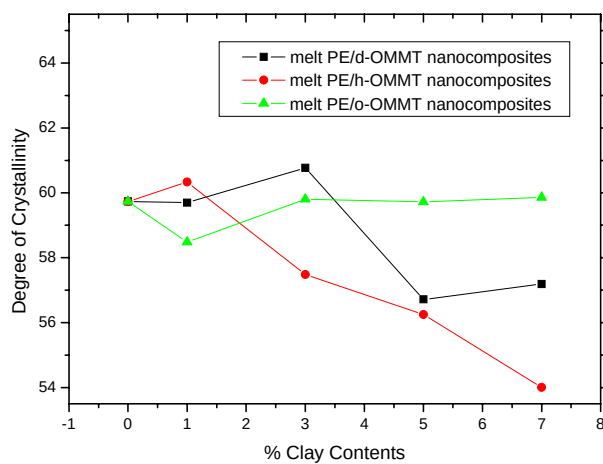
รูปที่ 4.19 DSC Thermogram ของ PE/OMMT nanocomposites โดยมี OMMT ชนิดต่างๆ ปริมาณต่างๆ ที่แตกต่างกันที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (ก) solution PE/d-OMMT nanocomposites (ข) solution PE/h-OMMT nanocomposites (ค) solution PE/o-OMMT nanocomposites

ตารางที่ 4.5 สรุปผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว

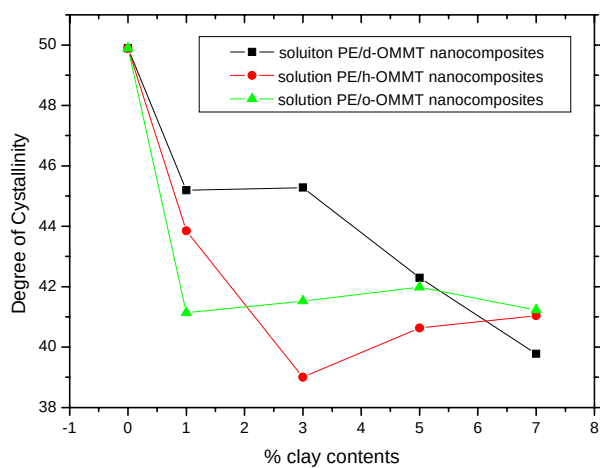
Materials	Percentage of crystallinity	Melting temperature (°C)	Lamellar thickness (nm)
Pure HDPE	59.73	134.95	8.85
melt PE/1% d-OMMT nanocomposites	59.70	134.70	8.65
melt PE/3% d-OMMT nanocomposites	60.77	135.30	9.16
melt PE/5% d-OMMT nanocomposites	56.72	134.50	8.49
melt PE/7% d-OMMT nanocomposites	57.19	134.31	8.35
melt PE/1% h-OMMT nanocomposites	60.33	135.14	9.02
melt PE/3% h-OMMT nanocomposites	57.48	135.78	9.61
melt PE/5% h-OMMT nanocomposites	56.25	134.35	8.38
melt PE/7% h-OMMT nanocomposites	54.01	133.31	7.66
melt PE/1% o-OMMT nanocomposites	58.48	134.63	8.59
melt PE/3% o-OMMT nanocomposites	64.71	134.48	8.48
melt PE/5% o-OMMT nanocomposites	59.72	134.62	8.58
melt PE/7% o-OMMT nanocomposites	59.86	134.33	8.36

ตารางที่ 4.6 สรุปผลการทดลองที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

Materials	Percentage of crystallinity	Melting temperature (°C)	Lamellar Thickness (nm)
Pure HDPE	49.89	134.82	8.75
solution PE/1% d-OMMT nanocomposites	45.19	134.82	8.75
solution PE/3% d-OMMT nanocomposites	45.28	135.61	9.44
solution PE/5% d-OMMT nanocomposites	42.29	133.97	8.10
solution PE/7% d-OMMT nanocomposites	39.78	133.31	7.66
solution PE/1% h-OMMT nanocomposites	43.85	135.50	9.34
solution PE/3% h-OMMT nanocomposites	39.00	134.57	8.55
solution PE/5% h-OMMT nanocomposites	40.63	135.42	9.27
solution PE/7% h-OMMT nanocomposites	41.04	137.07	11.08
solution PE/1% o-OMMT nanocomposites	41.23	136.23	10.08
solution PE/3% o-OMMT nanocomposites	41.98	136.64	10.54
solution PE/5% o-OMMT nanocomposites	41.52	137.56	11.76
solution PE/7% o-OMMT nanocomposites	40.14	137.89	12.27



รูปที่ 4.20 แสดง Degree of crystallinity ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) โดยมีชนิดและปริมาณ OMMT แตกต่างกัน



รูปที่ 4.21 Degree of crystallinity ของ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) โดยมีชนิดและปริมาณ OMMT แตกต่างกัน

โดยปกติการเติม OMMT ซึ่งทำหน้าที่เป็น nucleating agent ลงในพอลิเมอร์ จะช่วยให้พอลิเมอร์มีพื้นที่ในการเกิดผลึกได้มากขึ้น แต่จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) พบว่าเมื่อทำการเติม OMMT ลงใน PE ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวแล้ว ความสามารถในการเกิดผลึกลดลงตามปริมาณ OMMT ที่เติมลงไป ดังแสดงในรูปที่ 4.18 ทั้งนี้เนื่องมาจาก OMMT ที่มากขึ้น OMMT ไปรบกวนความเป็นผลึกของ HDPE จะเกิดการจับกลุ่มกันเอง ทำให้มีพื้นที่ผิวลดลง มีพื้นที่ในการเกิดผลึกลดลง จึงเป็นสาเหตุทำให้ขนาดของผลึกเล็กลงด้วย ทำให้พอลิเมอร์มีสมบัติเชิงกลลดลงดังที่กล่าวไว้ข้างต้น

เมื่อพิจารณาจากผลการทดลองของ melt PE/o-OMMT nanocomposites พบว่าอุณหภูมิการหลอมเหลว (Melting temperature) มีค่าไม่แตกต่างกัน ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากการที่ melt PE/o-OMMT nanocomposites มีการกระจายตัวเป็นแบบ Exfoliated ทำให้ขนาดผลึกมีขนาดใกล้เคียงกัน ในขณะที่ nanocomposites อื่นๆ พบว่ามีอุณหภูมิการหลอมเหลวที่แตกต่างกัน เป็นผลมาจากการกระจายตัวที่เป็นแบบ intercalated ทำให้เกิดการรวมกลุ่มเรียงซ้อนกันในชั้นซิลิเกต

จากการเปรียบเทียบสมบัติทางความร้อนของ Pure HDPE และ PE/OMMT nanocomposites ในปริมาณของ OMMT แตกต่างกัน โดยการเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวและวิธีการใช้สารละลาย พบว่าทั้งสองวิธีให้ผลที่มีแนวโน้มเดียวกัน คือ %Crystallinity อุณหภูมิการหลอมเหลวและ Lamella thickness มีแนวโน้มลดลง อย่างไรก็ตามการเตรียม PE/OMMT nanocomposites ด้วยวิธีการใช้สารละลาย จะมี melting temperature สูงกว่า กล่าวคือ PE/OMMT nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีนี้ จะหลอมได้ยากกว่า และจะมีความเป็นผลึกน้อยกว่า แต่มีขนาดของผลึกใหญ่กว่า

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากผลการศึกษาอิทธิพลของ Swelling agent ที่แตกต่างกัน ที่มีต่อสมบัติของนาโนคอมโพสิต (Nanocomposites) ในที่นี้จะทำการปรับปรุงคุณสมบัติของ Montmorillonite (Na^+ - MMT) โดยใช้ Swelling agent แตกต่างกัน 3 ชนิด ได้แก่ Dodecylamine ($\text{C}_{12}\text{H}_{27}\text{N}$) (d-OMMT), Hexadecylamine ($\text{C}_{16}\text{H}_{35}\text{N}$) (h-OMMT) และ Octadecylamine ($\text{C}_{18}\text{H}_{39}\text{N}$) (o-OMMT) พบว่า Na^+ - MMT ที่มีการปรับปรุงคุณสมบัติด้วย Octadecylamine สามารถปรับปรุงคุณสมบัติของ Montmorillonite ได้ดีที่สุด คือสามารถทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์มากที่สุด ทั้งนี้การเพิ่มจำนวนของคาร์บอนอะตอมที่มีขนาดความยาวเพิ่มขึ้นของ swelling agent จะทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นเคลย์เพิ่มขึ้นด้วย

เมื่อนำ OMMT ชนิดต่างๆ มาผสมกับ High-density polyethylene ด้วยวิธีการเตรียมที่แตกต่างกัน พบว่าการเตรียมคอมโพสิตด้วยวิธีการหลอมเหลวของ PE/o-OMMT nanocomposites สามารถทำให้เกิดการขยายตัวของชั้นซิลิเกตได้ดีที่สุด เนื่องจากผลของการปรับปรุงคุณสมบัติของ o-OMMT ดังได้กล่าวไว้ข้างต้นและพอลิเมอร์จะต้องผ่านแรง shear ของเครื่องจักรหลายเครื่อง ในขณะที่การเตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย มีลักษณะการซ้อนทับกันของชั้นซิลิเกตและมีบางส่วนที่เกิดการเกาะกลุ่มเรียงซ้อนกัน กระจายในพอลิเมอร์เมทริกซ์ของ swelling agent ในระหว่างชั้น clay นอกจากนี้ทำให้สมบัติทางความร้อน เสียไปด้วย สำหรับผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุ พบว่าค่า Young's Modulus ของ Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการต่างๆ มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณ OMMT ที่เติมลงไป ในขณะที่ค่า Tensile strength และ Percent elongation มีแนวโน้มลดลงทั้งนี้อาจเกิดจากการเพิ่มปริมาณของ OMMT มากขึ้น ทำให้ไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่โพลิเมอร์ โดยการที่ปริมาณของ OMMT เพิ่มมากขึ้น ทำให้การเคลื่อนที่ผ่านกันของสายโซ่โพลิเมอร์เกิดได้ยากมาก นอกจากนี้ยังทำให้เกิดเป็นจุดรวมแรง (Stress concentration) ในชิ้นงาน อย่างไรก็ตามความสามารถในการรับแรงกระแทกของวัสดุ (Impact Testing) มีค่าลดลง เนื่องจากการให้แรงกระแทกอย่างทันทีทันใดแก่ชิ้นงาน เนื่องจากผลจากการเกิด stress concentration ทำให้ถูกขัดขวางโดยเคลย์ที่แทรกอยู่ระหว่างสายโซ่ของโพลิเมอร์ ส่งผลให้เกิดการแตกหักของชิ้นงานได้ง่ายมากขึ้น นอกจากนี้ผลจากการวิเคราะห์ความแข็งของผิวหน้าวัสดุ (Hardness Testing) มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น ตามปริมาณ OMMT ที่เพิ่มขึ้น

จากผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุ Nanocomposites พบว่าอุณหภูมิในการสลายตัวทางความร้อน (Thermal decomposition) มีการเปลี่ยนแปลงอยู่ในช่วงเล็กน้อย ซึ่งมีแนวโน้มลดลงตามปริมาณของ OMMT ที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าความชันของกราฟ Percent weight loss ของนาโนคอมโพสิตมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ OMMT ที่เพิ่มสูงขึ้น จากการเปรียบเทียบสมบัติทางความร้อนของ Pure HDPE และ PE/OMMT nanocomposites ในปริมาณของ OMMT ต่างกัน โดยการเตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลวและวิธีการใช้สารละลาย พบว่าทั้งสองวิธีให้ผลที่มีแนวโน้มเดียวกัน คือ % Crystallinity อุณหภูมิการหลอมเหลวและ Lamella thickness มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อย

5.2 ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยต่อไป

5.1.1 เนื่องจากขั้นตอนสำหรับการเตรียม Nanocomposites ทั้งวิธีการหลอมเหลว (Melt method) และวิธีการใช้สารละลาย (Solution method) ประกอบด้วยขั้นตอนการเตรียมหลายขั้นตอน จึงอาจทำให้พอลิเมอร์เกิดการเสื่อมสภาพได้ง่าย

5.1.2 ในขั้นตอนการผสม PE/OMMT Nanocomposites ด้วยวิธีการใช้สารละลาย หลังจากการผสมใน Reactor เสร็จแล้วรอเทสารออกจาก Reactor จะพบว่าการตกตะกอนของ clay และจับตัวกันเป็นก้อนที่บริเวณด้านล่างของ Reactor ทำให้การผสม ควรมีการศึกษาหาวิธีการผสมที่มีประสิทธิภาพสูงขึ้น

5.1.3 จากการเตรียม PE/OMMT nanocomposites ด้วยวิธีการต่างๆ พบว่าการกระจายตัวของ OMMT ในพอลิเมอร์เมทริกซ์ จะมีการกระจายตัวที่เป็นแบบ Intercalated Nanocomposites ซึ่ง OMMT บางส่วนไม่สามารถแยกชั้นออกจากกันได้หรือรวมตัว ไม่แยกเฟสจากกัน จึงทำให้ clay ยังคงรวมตัวกันเป็นก้อน ส่งผลให้วัสดุ nanocomposites มีสมบัติเชิงกลไม่ดีเท่าที่ควร ซึ่งอาจมีการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับตัวประสาน (Compatibilizer) เพื่อช่วยทำให้ OMMT สามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์เมทริกซ์ได้มากขึ้น

บรรณานุกรม

- [1] Y. Zhang, J. Lee, J. Rhee, K. Rhee. "Polypropylene/clay nanocomposites prepared by in-situ grafting-intercalating in melt." Composites science and technology 2004, 64 (2004) : 1383-1389.
- [2] Z.Shen, G. Simon, Y. Cheng. "Comparison of solution and melt intercalation of polymer-clay nanocomposites." Polymer 2002, 43 (2002) : 4251-4260.
- [3] S. Limpanart, S. Khunthon, P. Taepaiboon, P. Supaphol, T.Srikirin, W. Udomkichdecha, Y. Boontongkong. "Effect of the surfactant coverage on the preparation of polystyrene-clay nanocomposites prepared by melt intercalation." Materials letters 2005, 59 (2005) : 2292-2295.
- [4] Fengge Gao. "Clay/polymer composites : the story." Materials today 22, 1 (November 2004) : 50-55.
- [5] U. Hoffman, K. Endel, D. Wilm. "Kristallstruktur and Quelling von Montmorillonite." Journal of Krist 1993, 86 (1993) : 340 – 348.
- [6] Y. Kojama, et al. "The studu of Nylon6-clay nanocomposites". Polymer science 31, 7 (1993) : 1755-1761.
- [7] Charles A. Harper, Handbook of Plastics Technologies. New York : McGrew-Hill, 2006. p27-30.
- [8] Domininghaus H. Plastics for Engineers, Materials, Proprties, Application, New York : Hunser Publishers, 1988, p.24.
- [9] Modern Plastic Encyclopedia, 1998, vol. 74, Number 13, McGrew-Hill, p.B-4.
- [10] Boedeker Plastic. Polyethylene Specification [Online]. Accessed 3 September 2006. Avariable from http://www.boedeker.com/mat_guide.html/
- [11] Z.Wang, T. Lan, and T.J. Pinnavaia. "Hybrid organic-inorganic nanocomposites formed from an epoxy polymer and a layered silicic acid (Magaditie)." Chemical Materials 1996, 8 (1996) : 2200-2204.
- [12] C.D. Manzy, B.D. Butler, H.J.M. Hanley, F.Tsvetkov, and D.G. Pfeiffer. "Clay platelet dispersion in a polymer matrix." Material Letters 1996, 28 (1996) : 379-382.

- [13] Ray, S. Sinha, O. Masami. "Polymer/layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing." *Polymer Engineering and science* 2003, 38 (2003) : 1351-1358.
- [14] Michael Alexandre, Philippe Dubois. "Polymer-layered silicate nanocomposites: preparation, properties and uses of a new class material." *Materials Science and Engineering* 2002, 8 (2002) : 1-63.
- [15] J.W. Jordan. "Organophilic Bentonites". *Physical Colloid Chemistry* 1949, 53 (1949) : 294-306.
- [16] T. Lan, P.D. Kaviratna, and T.J. Pinnavaia. "Mechanism of clay tactoid exfoliation in epoxy-clay nanocomposites." *Chemical Materials* 1995, 7 (1995) : 2144-2150.
- [17] E.P. Plueddemann.. "Silane coupling agents", 2nd Ed, New York : McGraw-Hill, 1991.
- [18] M. Laus, M. Camerani, M. Lelli, K. Sparnacci, F. Sandrolini and O.Francescangeli. "Hybrid nanocomposites based on polystyrene and a reactive organophilic clay." *Material Science* 1998, 33 (1998) : 2883-2888.
- [19] H. Jeon, H. Jung, S. Hudson. "Morphology of polymer and properties of polyimide clay hybrid." *Polymer Science : Part A* 1998, 41 (1998) : 107-113.
- [20] K. Yano, A. Usuki, A. Okada, T.kerenchi, O. Kamigaito. "Synthesis and properties of polyimide clay hybrid." *Polymer science : Part A* 1993, 31 (1993) : 2493-2498.
- [21] M. Kawassumi, N. Hasegawa, A. Usuki, O. Akane. "Neumatic liquid crystal/clay mineral composite." *Material Science and Enginneering* 1998, 6 (1998) : 135-143.
- [22] J. Lee, D. Jung, C. Hong, K. Rhee, S. Advani. "Properties of polyethylene-layered silicate nanocomposites prepared by melt intercalation with a PP-g-MA compatibilizer." *Composites science and technology* 2005, 65 (2005) : 1996-2002.
- [23] K. Crissopoulou, I Altintzi, S. Anastasiadis, E.Giannelis, M. Pitsikalis, N. Hadjichristidis, N. Theophilou. "Controlling the miscibility of polyethylene/layered silicate nanocomposites by altering the polymer/surface interactions." *Polymer* 2005, 46 (2005) : 12440-12451.
- [24] N. Hasegawa, A. Tsukigase, A Usuki. "Silicate layered dispersion in copolymer/clay nanocomposites." *Polymer* 2005, 41 (2005) : 1554-1557.
- [25] Y. Zhang, J. Lee, H. Jang, C. Nah. "Preparation of PP/clay nanocomposites using a swelling agent." *Composite Part B: Engineering* 2003, 35 (2003) : 113-118.

- [26] Marged A, Osman, J. Rupp. "Tensile properties of polyethylene-layered silicate nanocomposites." Polymer 2005, 64 (2005) : 1653-1660.
- [27] M. Alexandre, P. Bois, T. San, J. Garces, R. Jerome. "Polyethylene/layered silicate nanocomposites prepared by polymerization - filling technique synthesis and mechanical properties." Polymer 2002, 43 (2002) : 2123-2132.
- [28] L. Százdi, B.Pukánszky Jr, G. Vancso, B. Pukánszky. "Quantitative estimation of the reinforcing effect of layered silicates in PP nanocomposites." Polymer 2006, 47 (2006) : 4638-4648.
- [29] M.Tanniru, Q. Yuan, R.D.K. Misra. "On significant retention of impact strength in clay-reinforced high density-polyethylene (HDPE) nanocomposites." Polymer 2006, 47 (2006) : +22133-2146.

ภาคผนวก ก

**แสดงผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ
ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method) และวิธีการใช้สารละลาย (Solution method)**

ตารางที่ ก-1 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ
Pure HDPE ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.88	3.44	1.17	31.10
2	10.65	3.70	1.15	29.13
3	10.76	3.71	1.16	28.93
4	10.80	3.68	1.25	31.33
5	10.81	3.78	1.16	28.31
6	10.66	3.59	1.05	27.36
7	10.59	3.70	1.08	27.38
8	10.54	3.86	1.02	24.85
9	10.70	3.71	1.07	26.73
10	10.57	3.82	1.20	29.72
Average				28.20
SD				2.10

ตารางที่ ก-2 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ
PE/1% d-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.71	3.77	0.46	11.27
2	10.51	3.78	0.50	12.54
3	10.65	3.71	0.45	11.21
4	10.63	3.75	0.42	10.54
5	10.52	3.71	0.45	11.35
6	10.65	3.91	0.47	11.24
7	10.46	3.84	0.44	10.81
8	10.78	3.82	0.50	12.02
9	10.65	3.71	0.45	11.21
10	10.61	3.74	0.43	10.71
Average				11.29
SD				0.60

ตารางที่ ก-3 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/3% d-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.63	3.77	0.39	9.61
2	10.71	3.72	0.34	8.33
3	10.46	3.76	0.36	9.15
4	10.65	3.79	0.36	8.70
5	10.63	3.74	0.36	9.06
6	10.81	3.72	0.35	8.68
7	10.71	3.75	0.39	9.66
8	10.67	3.75	0.37	9.12
9	10.66	3.75	0.36	8.78
10	10.59	3.73	0.37	9.16
Average				9.03
SD				0.42

ตารางที่ ก-4 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/5% d-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.6	3.79	0.34	8.34
2	10.79	3.81	0.33	7.95
3	10.70	3.88	0.33	7.88
4	10.68	3.74	0.37	9.14
5	10.83	3.72	0.34	8.39
6	10.75	3.91	0.33	7.64
7	10.89	3.8	0.33	7.83
8	10.48	3.82	0.31	7.57
9	10.54	3.67	0.31	7.83
10	9.95	3.65	0.29	7.90
Average				8.05
SD				0.46

ตารางที่ ก-5 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/7% d-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.45	3.72	0.30	7.51
2	10.56	3.62	0.29	7.56
3	10.58	3.77	0.30	7.52
4	10.52	3.77	0.29	7.24
5	10.55	3.72	0.28	7.06
6	10.47	3.79	0.31	7.59
7	10.60	3.78	0.31	7.64
8	10.68	3.73	0.29	7.25
9	10.67	3.74	0.30	7.44
10	10.60	3.79	0.30	7.39
Average				7.42
SD				0.18

ตารางที่ ก-6 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/1% h-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	9.42	3.68	0.37	10.62
2	10.51	3.76	0.45	11.36
3	10.94	3.75	0.52	12.68
4	10.47	3.75	0.46	11.51
5	10.52	3.62	0.46	12.03
6	10.53	3.63	0.47	12.24
7	10.57	3.82	0.48	11.74
8	10.60	3.83	0.48	11.68
9	10.62	3.86	0.52	12.69
10	10.44	3.85	0.48	11.79
Average				11.83
SD				0.62

ตารางที่ ก-7 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/3% h-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.64	3.58	0.36	9.29
2	10.47	3.77	0.35	8.77
3	10.48	3.69	0.37	9.52
4	10.57	3.75	0.35	8.73
5	10.73	3.73	0.38	9.27
6	10.44	3.9	0.37	8.89
8	10.65	3.776	0.40	9.76
	10.58	3.75	0.34	8.52
9	10.93	3.79	0.39	9.22
10	10.55	3.64	0.37	9.40
Average				9.14
SD				0.30

ตารางที่ ก-8 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/5% h-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.38	3.56	0.34	8.98
2	10.59	3.68	0.34	8.67
3	10.48	3.66	0.35	9.10
4	10.33	3.7	0.32	8.35
5	10.86	3.76	0.34	8.28
6	10.55	3.7	0.34	8.58
7	10.57	3.73	0.31	7.69
8	10.62	3.76	0.33	8.19
9	10.45	3.78	0.33	8.13
10	10.54	3.77	0.33	8.08
Average				8.40
SD				0.43

ตารางที่ ก-9 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/7% h-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.47	3.77	0.32	7.93
2	10.64	3.81	0.32	7.67
3	10.62	3.78	0.32	7.87
4	10.78	3.73	0.31	7.59
5	10.55	3.76	0.30	7.36
6	10.67	3.71	0.31	7.65
	10.55	3.85	0.31	7.51
8	10.85	3.71	0.30	7.38
9	10.46	3.78	0.30	7.46
10	10.51	3.85	0.30	7.22
Average				7.56
SD				0.23

ตารางที่ ก-10 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/1% o-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.49	3.77	0.45	11.35
2	10.24	3.77	0.48	12.20
3	10.49	3.82	0.44	10.83
4	10.61	3.8	0.48	11.68
5	10.61	3.74	0.44	11.01
6	9.57	3.83	0.41	11.16
7	10.86	3.73	0.42	10.29
8	10.43	3.76	0.43	10.86
9	10.28	3.75	0.42	10.82
10	10.65	3.77	0.44	10.81
Average				11.10
SD				0.53

ตารางที่ ก-11 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/3% o-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.55	3.72	0.36	9.02
2	10.58	3.69	0.35	8.86
3	10.48	3.79	0.37	9.27
4	10.44	3.86	0.39	9.55
5	10.38	3.79	0.37	9.35
6	10.57	3.83	0.34	8.40
	10.41	3.77	0.33	8.38
8	10.62	3.74	0.35	8.64
9	10.55	3.81	0.32	7.94
10	10.45	3.82	0.35	8.59
Average				8.80
SD				0.50

ตารางที่ ก-12 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/5% o-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.62	3.74	0.32	7.83
2	10.67	3.76	0.32	7.80
3	10.52	3.77	0.34	8.37
4	10.55	3.76	0.31	7.76
5	10.47	3.78	0.33	8.11
6	10.21	3.81	0.29	7.43
7	10.55	3.74	0.29	7.32
8	10.55	3.77	0.31	7.74
9	10.50	3.78	0.30	7.43
10	10.51	3.78	0.33	8.28
Average				7.81
SD				0.63

ตารางที่ ก-13 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ
PE/7% o-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.67	3.69	0.30	7.42
2	10.64	3.75	0.30	7.44
3	10.63	3.79	0.32	7.72
4	10.71	3.78	0.35	8.52
5	10.47	3.81	0.31	7.60
6	10.76	3.82	0.30	7.23
7	10.58	3.79	0.30	7.48
8	10.42	3.79	0.31	7.85
9	10.66	3.73	0.30	7.42
10	10.56	3.77	0.30	7.33
Average				7.60
SD				0.37

ตารางที่ ก-14 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ
Pure HDPE ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย (Solution method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.89	3.82	1.22	29.33
2	10.89	4.11	1.13	25.20
3	10.87	3.86	1.16	27.55
4	10.97	3.83	1.14	27.04
5	10.70	3.88	1.41	33.96
6	10.62	3.68	1.27	32.47
7	10.70	4.04	1.52	34.95
8	10.49	3.97	1.48	35.37
9	10.86	3.91	1.46	34.29
10	10.84	3.83	1.18	28.42
Average				30.86
SD				3.76

ตารางที่ ก-15 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/1% d-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.07	3.00	0.53	17.51
2	10.01	3.07	0.52	16.63
3	10.20	3.01	0.50	16.03
4	9.98	3.05	0.44	14.46
5	10.09	2.99	0.53	17.34
6	10.21	2.94	0.49	16.19
7	9.93	3.06	0.49	16.09
8	10.38	3.02	0.53	16.68
9	10.18	3.01	0.48	15.66
10	10.05	3.03	0.57	18.42
Average				16.50
SD				1.10

ตารางที่ ก-16 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/3% d-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.99	4.07	0.43	9.59
2	11.23	4.16	0.40	8.54
3	11.05	4.12	0.43	9.36
4	11.05	4.08	0.44	9.76
5	10.80	4.11	0.44	9.73
6	11.12	4.14	0.44	9.56
7	10.83	4.13	0.41	8.99
8	11.07	4.11	0.47	10.13
9	11.01	4.09	0.45	9.97
10	11.02	4.1	0.44	9.74
Average				9.54
SD				0.47

ตารางที่ ก-17 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/5% d-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.71	4.11	0.35	7.93
2	10.85	4.09	0.38	8.54
3	10.78	4.11	0.36	8.13
4	11.15	4.11	0.38	8.27
5	10.83	4.1	0.40	8.87
6	10.99	4.04	0.37	8.22
7	10.40	4.09	0.37	8.65
8	11.04	4.11	0.38	8.35
9	10.65	4.06	0.38	8.65
10	10.72	4.17	0.37	8.17
Average				8.38
SD				0.29

ตารางที่ ก-18 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/7% d-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	11.03	4.28	0.33	6.80
2	11.13	4.14	0.33	7.03
3	10.97	4.16	0.32	6.99
4	11.31	4.23	0.33	6.77
5	11.00	4.18	0.34	7.22
6	10.97	4.11	0.35	7.61
7	10.45	4.2	0.33	7.31
8	10.63	4.17	0.32	7.13
9	10.86	4.28	0.35	7.44
10	11.01	4.16	0.35	7.49
Average				7.18
SD				0.29

ตารางที่ ก-19 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/1% h-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.99	4.00	0.47	10.65
2	10.78	4.27	0.41	8.86
3	10.87	4.12	0.42	9.18
4	11.02	4.22	0.48	10.32
5	10.86	4.15	0.47	10.30
6	11.24	4.20	0.46	9.57
7	10.99	4.05	0.44	9.89
8	10.93	4.11	0.43	9.55
9	10.95	4.17	0.50	10.84
10	11.02	4.18	0.49	10.62
Average				9.98
SD				0.67

ตารางที่ ก-20 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/3% h-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	11.12	4.10	0.41	8.95
2	11.02	4.04	0.45	10.02
3	11.11	4.20	0.48	10.09
4	11.19	4.10	0.42	9.02
5	11.20	4.16	0.38	8.03
6	10.85	4.13	0.39	8.66
7	10.81	4.05	0.43	9.80
8	11.15	4.13	0.42	8.93
9	11.21	4.09	0.46	9.99
10	10.82	4.10	0.40	8.99
Average				9.25
SD				0.69

ตารางที่ ก-21 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/5% h-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.99	4.18	0.40	8.69
2	10.50	4.28	0.37	8.12
3	10.86	4.06	0.42	9.32
4	10.92	4.07	0.35	7.79
5	11.03	4.13	0.40	8.71
6	11.09	4.15	0.38	8.19
7	11.33	4.17	0.40	8.40
8	11.20	4.13	0.39	8.39
9	10.74	4.17	0.33	7.35
10	11.06	4.17	0.40	8.54
Average				8.35
SD				0.54

ตารางที่ ก-22 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/7% h-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการหลอมเหลว (Melt method)

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.86	4.09	0.32	7.18
2	10.93	4.14	0.31	6.70
3	10.77	4.15	0.33	7.32
4	11.03	4.20	0.33	6.99
5	11.05	4.10	0.32	6.97
6	11.11	4.12	0.32	6.90
7	10.90	4.17	0.33	7.06
8	10.91	4.16	0.33	7.20
9	11.20	4.13	0.34	7.35
10	10.51	4.20	0.33	7.45
Average				7.11
SD				0.23

ตารางที่ ก-23 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/1% o-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.85	4.06	0.55	12.37
2	10.96	4.04	0.56	12.60
3	11.07	4.06	0.52	11.44
4	10.94	4.12	0.51	11.12
5	10.49	4.10	0.52	11.88
6	11.01	4.07	0.57	12.52
7	11.18	4.06	0.56	12.23
8	11.02	4.09	0.52	11.34
9	11.17	4.03	0.54	11.91
10	10.47	4.13	0.55	12.70
Average				12.01
SD				0.56

ตารางที่ ก-24 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/3% o-OMMT Nanocomposites ที่เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.95	4.18	0.42	8.98
2	10.92	4.12	0.43	9.54
3	10.82	4.02	0.45	10.32
4	10.61	4.15	0.42	9.47
5	10.76	4.17	0.43	9.43
6	11.24	4.13	0.44	9.41
7	11.07	4.10	0.43	9.43
8	10.89	4.05	0.42	9.32
9	10.67	4.14	0.39	8.78
10	10.94	4.14	0.40	8.81
Average				9.35
SD				0.44

ตารางที่ ก-25 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/5% o-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.80	4.17	0.40	8.68
2	10.87	4.12	0.40	8.89
3	11.08	4.19	0.39	8.23
4	11.19	4.12	0.37	7.92
5	11.44	4.11	0.37	7.83
6	10.56	4.30	0.35	7.69
7	11.18	4.12	0.36	7.69
8	10.88	4.17	0.36	7.87
9	10.75	4.11	0.40	8.99
10	10.95	4.14	0.40	8.76
Average				8.25
SD				0.52

ตารางที่ ก-26 ผลการทดสอบความสามารถในการรับแรงกระแทก (Impact Testing) ของวัสดุ PE/7% o-OMMT Nanocomposites เตรียมด้วยวิธีการใช้สารละลาย

No.	Width (mm)	Thickness (mm)	Impact Energy (J)	Impact strength (kJ/m ²)
1	10.71	4.11	0.42	9.52
2	11.27	4.15	0.40	8.49
3	11.08	4.10	0.37	7.97
4	11.23	4.11	0.38	8.04
5	10.57	4.20	0.38	8.42
6	10.86	4.18	0.39	8.48
7	10.92	4.14	0.38	8.27
8	10.53	4.09	0.39	8.94
9	11.06	4.09	0.41	8.98
10	10.59	4.15	0.38	8.44
Average				8.55
SD				0.47

ภาคผนวก ข
เทคนิคการทดสอบต่าง ๆ

การทดสอบสมบัติเชิงกล (Mechanical Testing)

1. Tensile Testing

การทดสอบสมบัติด้านการดึงยึดของพอลิเมอร์เป็นการทดสอบเชิงกลพื้นฐาน เพื่อใช้ในการหาสมบัติเชิงกลต่าง ๆ ของพอลิเมอร์ เช่น modulus, tensile strength at yield, elongation at yield, maximum tensile strength , elongation at break รวมถึงลักษณะการดึงยึดของพอลิเมอร์ (hard, tough, brittle, soft) ในการทดสอบจะใช้เครื่อง universal testing machine โดยการนำชิ้นตัวอย่างไปตัดตามรูปแบบที่จะทดสอบ แล้ววัดขนาดพื้นที่หน้าตัดก่อนนำไปทดสอบ ผลการทดลองจะได้เป็น stress-strain curve ซึ่งสามารถนำไปหาค่าสมบัติเชิงกลต่าง ๆ ที่กล่าวไว้ได้

2. Impact Testing

การทดสอบสมบัติด้านการรับแรงกระแทก เป็นการทดสอบสมบัติเชิงกลภายใต้อัตราเร็วในการเสียรูปที่สูงมากซึ่งจะทำให้พอลิเมอร์มีพฤติกรรมแบบ brittle มากกว่าการทดสอบภายใต้อัตราเร็วในการเสียรูปต่ำ ๆ การทดสอบด้านการรับแรงกระแทกที่นิยมใช้จะเป็นแบบ pendulum impact test ซึ่งจะใช้การปล่อยลูกตุ้มตามแรงโน้มถ่วงของโลกให้ตกลงมากระทบชิ้นตัวอย่าง การทดสอบแบบนี้ยังแยกเป็น 2 วิธี คือ izod impact test และ charpy impact test ในการทดสอบแบบ izod ชิ้นตัวอย่างชิ้นตัวอย่างจะถูกยึดที่ปลายด้านหนึ่ง ลูกตุ้มจะตกกระทบที่ปลายอีกด้านหนึ่ง โดยชิ้นตัวอย่างจะถูกบากในตำแหน่งที่ลูกตุ้มตกกระทบด้วย ส่วนการทดสอบแบบ charpy ชิ้นตัวอย่างจะถูกยึดที่ปลายทั้งสองข้าง ลูกตุ้มจะตกกระทบตรงกลางของชิ้นตัวอย่างซึ่งมีรอยบากอยู่ด้านหลัง impact test จึงเป็นการทดสอบสมบัติเชิงกลที่สำคัญในสถานะที่ชิ้นงานมีการเสียรูป (deformation) ที่อัตราเร็วสูง ๆ

การศึกษาสมบัติทางความร้อน (Thermal Analysis)

Thermogravimetric Analysis (TGA)

TGA เป็นวิธีการศึกษาสมบัติทางความร้อนที่ง่ายและเก่าที่สุด เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาความเสถียรทางความร้อน (thermal stability) ของพอลิเมอร์โดยจะทำการวัดน้ำหนักชิ้นงานที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อทำการเปลี่ยนอุณหภูมิด้วยอัตราเร็วที่คงเอาไว้แล้วแสดงเป็นกราฟระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของชิ้นตัวอย่างเทียบกับอุณหภูมิหรือเวลา เทคนิคนี้มีประโยชน์อย่างมากในการใช้หาอุณหภูมิการสลายตัว (decomposition temperature และ degradation temperature) รวมไปถึงการใช้หาอุณหภูมิการสลายตัวและวิเคราะห์เชิงปริมาณขององค์ประกอบต่าง ๆ ภายในชิ้นตัวอย่างได้ด้วย เช่น ใช้ในการหาปริมาณความชื้น, plasticizer และ solvent ซึ่งใช้หาสมบัติด้าน sorption และ desorption ของพอลิเมอร์ได้

การวิเคราะห์ระยะห่างระหว่างชั้น silicate ของ clay ชนิดต่างๆด้วยเทคนิค XRD

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่าง โดยรังสีเอ็กซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึกและจะถูกบันทึกค่า แล้วทำการวิเคราะห์ธรรมชาติของโครงสร้างผลึกนั้นๆ โดยระยะห่างระหว่างอะตอมนั้นสามารถคำนวณได้จากสมการของ Bragg

เทคนิคนี้เป็นที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงานด้านเคมีและเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุลต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นสารประกอบอินทรีย์ คีเอนเอ โปรตีนที่มีอยู่ตามธรรมชาติ รวมถึงวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้น อีกทั้งยังเป็นเทคนิคที่คอยเสริมเทคนิค Spectroscopic อื่น ๆ เช่น เทคนิคการเรืองแสงของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Fluorescence; XRF) โดยที่ XRF จะสามารถบอกได้ว่าวัสดุเหล่านั้นประกอบด้วยธาตุอะไรบ้าง ในขณะที่ XRD นั้นจะช่วยให้สามารถรู้ได้ว่าธาตุเหล่านั้นมีองค์ประกอบเป็นอย่างไร

1. ความเป็นมา

โครงสร้างผลึกโปรตีนชนิดแรกที่ใช้เทคนิค XRD ในการตรวจวัด คือ สเปิร์มของปลาฉลาม (myoglobin) ซึ่งถูกค้นพบโดย Max Perutz และ Sir John Cowdery Kendrew เมื่อปี ค.ศ. 1958 ทำให้พวกเขาได้รับรางวัลโนเบลสาขาเคมี การวิเคราะห์ myoglobin ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์นี้ได้รับการกระตุ้นจากการสังเกตเห็นผลึกของ myoglobin ในคราบเลือดที่แห้งกรังบนดาบฟ้าของเรือล่าปลาวาฬ การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยรังสีเอ็กซ์สามารถแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของคีเอนเอมีลักษณะเป็นเกลียวคู่ นอกจากนี้ ในปัจจุบันเทคนิคนี้ยังได้ถูกใช้ในการวิเคราะห์การออกฤทธิ์ของยา เช่น ยาด้านมะเร็ง ว่ามีกลไกการทำงานต่อโมเลกุลเป้าหมายได้อย่างไร

2. หลักการพื้นฐาน

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD นั้นจะใช้คุณสมบัติการเลี้ยวเบนรังสีของโครงสร้างผลึก ซึ่งเป็นไปตามสมการของ Bragg

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

โดยที่

$$n = 1, 2, 3, \dots,$$

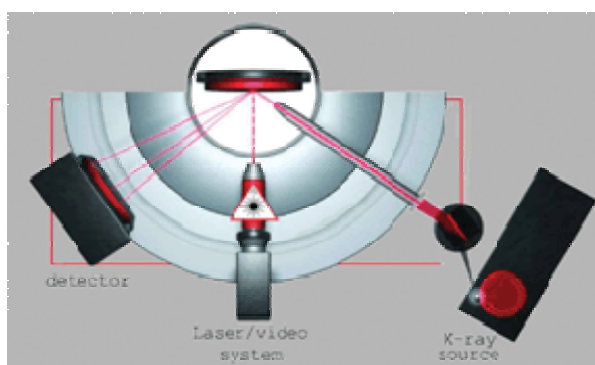
λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก

θ คือ มุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กับระนาบผลึก

ในขั้นตอนแรกนั้นต้องทำการปลูกผลึกที่สนใจแล้วนำผลึกที่ได้ไปแช่ในโตรเจนเหลว ผลึกที่แช่แข็งนี้จะไปลด radiation damage ซึ่งเกิดขึ้นในระหว่างการเก็บรวบรวมข้อมูลและลดการเคลื่อนไหวของอนุภาคนิวเคลียสในผลึก ผลึกจะถูกวางในเครื่อง diffractometer แล้วฉายด้วยรังสีเอ็กซ์ รังสีที่เกิดการเลี้ยวเบนจะถูกบันทึกลงบนแผ่นฟิล์มหรือคอมพิวเตอร์ ข้อมูลที่ได้จะถูกรวบรวมแล้วนำมาสร้างเป็นแผนผังของความหนาแน่นอิเล็กตรอนของโมเลกุล หลังจากนั้นอะตอมจะถูกปรับค่าตัวแปรต่าง ๆ เช่น ตำแหน่ง เทียบกับผังความหนาแน่นเพื่อให้ได้ค่าที่เหมาะสมที่สุด ค่าความเข้มที่มุมต่าง ๆ จะถูกนำมาพล็อตจนได้กราฟที่เรียกว่า diffractogram ซึ่งแต่ละ peak ที่เกิดขึ้นจะเป็นลักษณะเฉพาะของธาตุแต่ละชนิด

ด้วยหลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ทำให้เราได้ทราบถึงข้อมูลของวัสดุที่ต้องการศึกษาทั้งทางด้านกายภาพ เคมี และคุณสมบัติเชิงกลอย่างมากมาย



3. เทคนิค

เทคนิคที่ใช้หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์นี้สามารถแบ่งได้เป็น 2 เทคนิค ได้แก่

3.1 Single-Crystal Methods

โดยหลักแล้วเทคนิคนี้ใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างอะตอม (ความสมมาตร ตำแหน่ง ช่องว่าง เป็นต้น) ซึ่งวิธีการดั้งเดิมนั้น (Laue method) จะใช้ผลึกติดอยู่กับที่และทำการเปลี่ยนแปลงค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ เมื่อฉายลำรังสีให้ตกลงบนผลึกเดี่ยว จะทำการบันทึกผลการเลี้ยวเบนลงบนแผ่น Photographic plate ซึ่งใช้ในการบันทึกค่าความเข้มและตำแหน่งของรังสีที่เกิดการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันนั้นจะทำให้ผลึกเกิดการหมุนและอาศัยความก้าวหน้าของเทคโนโลยีของกล้องถ่ายภาพจุลทรรศน์ของการตรวจวัดปริมาณของรังสีที่เลี้ยวเบนจากวิธีการดั้งเดิม วิธีการนี้จะใช้รังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวแต่อาศัยการเปลี่ยนมุม θ โดยการเคลื่อนที่ของผลึกซึ่งอยู่บน

แท่นหมุน แล้วใช้ diffractometer และคอมพิวเตอร์ในการเก็บรวบรวมและจัดการข้อมูล ซึ่งจะให้ผลที่มีความแม่นยำมากกว่า

3.2 Powder Methods

เบื้องต้นแล้ววิธีการนี้จะใช้ในการระบุแร่ธาตุ โดยจะใช้บอกร่องประกอบและตรวจวัดความสัมพันธ์ของธาตุที่มีอยู่ในสารผสม เช่นเดียวกับ Single-Crystal Methods คือ แต่เดิมนั้นจะใช้เทคนิคของการถ่ายภาพในการบันทึกข้อมูลการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันจะใช้เครื่องมือที่เรียกว่า X-ray Powder Diffractometer และยังสามารถช่วยแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นในการเตรียมตัวอย่างผลึกแล้วไม่สามารถใช้วิธีการแรกในการตรวจวัดได้

3.3 X-ray Powder Diffractometer

แหล่งกำเนิดและเครื่องตรวจวัดรังสีเอ็กซ์ในปัจจุบันนี้มีข้อจำกัดที่สามารถตรวจวัดได้เฉพาะความเข้มของโฟตอนที่เกิดการเลี้ยวเบนเท่านั้น ไม่รวมเฟสซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของข้อมูลรูปร่างที่แท้จริงของความหนาแน่นอิเล็กตรอน ซึ่งการทำงานร่วมกันของเครื่องมือกับคอมพิวเตอร์จะช่วยแก้ปัญหานี้ได้

นอกจากที่จะสามารถแยกแยะธาตุต่างๆ ที่อยู่ในตัวอย่างแล้วนั้น X-ray Powder Diffractometer (XPRD) ถือเป็นวิธีการเดียวที่สามารถแยกแยะความแตกต่างของเฟสของอะตอมที่เป็นส่วนประกอบสำคัญในตัวอย่างได้จึงเป็นเทคนิคที่ได้รับการยอมรับว่ามีประสิทธิภาพ

4. การทำงานของ XRPD

เทคนิค X-ray Powder Diffractometry นั้นจะใช้ลำรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวฉายลงบนตัวอย่างที่ถูกวางอยู่บนแท่นหมุนเป็นมุม $\theta = 0-90^\circ$ รังสีที่เลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัดแล้วบันทึกบน inked strip chart เครื่องตรวจวัดจะหมุนไปพร้อมๆ กับแท่นหมุน แต่จะหมุนเป็นมุม 2θ และ strip chart จะหมุนไปพร้อมกับแท่นหมุนและเครื่องตรวจวัดด้วยความเร็วคงที่ เพื่อบันทึกค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เครื่องตรวจวัดวัดได้ แล้วนำมาพล็อตกราฟ diffractogram ซึ่งประกอบด้วยพีคต่างๆ โดยที่พีคแต่ละพีคจะเป็นลักษณะเฉพาะของเฟสอะตอมต่างๆ จากความสัมพันธ์ของสมการของ Bragg จะสามารถหาค่า d ของแต่ละพีคแล้วนำไปเปรียบเทียบกับมาตรฐานที่มีอยู่ เช่น JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) เป็นต้น ก็จะหาปริมาณสัมพัทธ์ของเฟสที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้

5. ข้อดีและข้อจำกัด

เทคนิค XRPD นั้นเป็นเทคนิคการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงาน สามารถใช้งานได้ง่าย ใช้ปริมาณตัวอย่างเพียงเล็กน้อย (ประมาณ 2 มิลลิกรัม) แต่เดิมนั้นแม้ว่าเทคนิคนี้จะมีข้อดีหลายอย่าง แต่ด้วยผลข้อมูลที่ช้าและในการใช้งานจำเป็นต้องอาศัยความเชี่ยวชาญเฉพาะด้าน ทำให้เทคนิคนี้ยังไม่ค่อยเป็นที่แพร่หลายมากนัก

แต่อย่างไรก็ตาม ใน 2-3 ปีที่ผ่านมาได้มีการพัฒนาด้านการออกแบบเครื่องมือให้ได้ผลข้อมูลที่รวดเร็วขึ้นและใช้งานได้ง่ายขึ้น และด้วยเทคโนโลยีทางด้าน Solid-state ทำให้เครื่องตรวจวัดไม่ต้องการการบำรุงรักษามากนัก ทำให้มีการนำไปใช้งานอย่างกว้างขวางมากขึ้น ตั้งแต่การใช้งานในห้องปฏิบัติการของมหาวิทยาลัย บริษัท การควบคุมขั้นตอนการผลิต รวมไปถึงช่วยให้ผู้ผลิตต่าง ๆ ได้รับความรู้ความเข้าใจในกระบวนการผลิตมากขึ้น

ภาคผนวก ค

ข้อมูลผลการทดสอบ Tensile Testing

ข้อมูลผลการทดสอบ Tensile Tesing

Pure HDPE

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	-	-	-
2	649.91	39.26	844.21
3	606.60	39.86	833.50
4	732.53	35.30	710.97
5	615.49	42.30	880.73
6	-	-	-
7	-	-	-
8	632.82	34.79	676.65
9	516.38	42.81	855.42
10	678.85	38.08	-
mean	633.22	38.91	800.25
SD	66.95	3.12	84.63

solution PE/5% d-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	-	-	-
2	626.39	29.94	431.02
3	774.62	31.48	579.04
4	709.50	29.02	383.08
5	537.34	26.88	-
6	638.18	27.24	491.65
7	713.93	28.97	-
8	742.88	29.70	260.48
9	580.76	30.16	290.48
10	749.91	29.32	-
mean	674.83	29.19	405.96
SD	82.46	1.42	120.79

solution PE/1% d-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	1281.73	29.98	-
2	1279.13	31.20	679.03
3	1203.89	31.24	717.20
4	-	-	-
5	1158.02	36.47	875.63
6	1299.07	39.52	873.46
7	1076.67	38.49	826.54
8	973.13	33.33	735.45
9	985.81	32.67	816.76
10	1256.27	33.92	787.34
mean	1168.19	34.09	788.93
SD	128.04	3.36	72.64

solution PE/7% d-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	647.58	27.96	629.72
2	885.54	31.29	690.31
3	642.13	28.23	641.98
4	645.85	28.89	699.93
5	715.43	30.56	639.93
6	671.30	25.98	705.39
7	780.80	28.67	657.07
8	815.24	28.46	708.73
9	-	-	-
10	711.99	32.06	773.90
mean	723.98	29.12	683.00
SD	86.09	1.87	45.85

solution PE/3% d-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	-	-	-
2	769.96	33.49	816.87
3	-	-	-
4	656.30	32.09	755.94
5	720.73	34.49	809.06
6	698.85	29.76	744.27
7	740.08	33.28	759.11
8	-	-	-
9	770.51	30.50	731.54
10	751.35	35.91	832.87
mean	729.68	32.79	778.52
SD	41.40	2.17	40.05

solution PE/1% h-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	-	-	-
2	657.07	28.68	594.81
3	631.98	28.42	583.74
4	626.05	28.55	737.10
5	614.82	29.55	-
6	983.63	29.01	718.42
7	584.47	29.95	772.21
8	1152.56	29.96	769.31
9	616.59	28.60	728.06
10	1194.29	28.31	732.80
mean	784.61	29.00	704.56
SD	251.16	0.65	73.69

solution PE/3% d-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	678.52	28.01	695.08
2	599.29	28.59	763.63
3	659.30	29.12	634.94
4	632.88	30.13	713.38
5	608.87	28.70	743.66
6	633.18	28.13	703.74
7	616.31	30.66	780.66
8	658.37	29.15	748.91
9	632.50	29.42	681.21
10	-	-	-
mean	635.47	29.10	718.36
SD	25.86	0.88	45.59

solution PE/1% o-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	670.26	29.50	-
2	523.25	35.00	895.95
3	653.55	28.30	495.73
4	570.49	28.35	723.00
5	556.31	28.00	26.44
6	1066.44	32.28	807.27
7	1009.98	31.77	804.11
8	571.54	28.25	713.66
9	495.28	29.36	766.17
10	541.89	33.01	869.00
mean	665.90	30.38	677.93
SD	203.81	2.45	270.51

solution PE/5% d-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	671.17	28.55	653.54
2	765.61	27.26	713.16
3	717.33	27.82	560.03
4	1266.69	28.72	662.59
5	1235.18	29.14	704.77
6	1327.67	29.08	665.88
7	590.46	28.06	577.97
8	677.99	27.75	697.49
9	635.10	26.83	-
10	688.48	27.48	-
mean	857.57	28.07	654.43
SD	293.54	0.78	57.06

solution PE/3% o-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	670.26	29.50	-
2	523.25	35.00	895.95
3	-	-	-
4	570.49	28.35	723.00
5	-	-	-
6	1066.44	32.28	807.27
7	1009.98	31.77	804.11
8	571.54	28.25	713.66
9	495.28	29.36	766.17
10	541.89	33.01	869.00
mean	681.14	30.94	797.02
SD	226.73	2.44	68.92

solution PE/7% d-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	716.49	27.83	-
2	589.50	29.15	637.89
3	630.36	28.28	689.82
4	1245.35	28.46	643.04
5	1072.66	28.78	698.49
6	660.12	28.63	677.69
7	1168.52	28.27	611.70
8	1153.71	28.40	653.28
9	1188.62	29.35	663.16
10	571.54	29.08	716.28
mean	899.69	28.63	665.70
SD	286.17	0.47	33.02

solution PE/5% o-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	552.63	30.88	784.37
2	525.85	30.84	792.18
3	-	-	-
4	521.26	33.51	850.96
5	542.50	31.07	778.00
6	-	-	-
7	531.05	29.10	712.66
8	563.41	32.45	825.94
9	561.50	34.73	863.20
10	529.99	29.51	793.93
mean	541.02	31.51	800.16
SD	16.47	1.93	47.38

solution PE/7% o-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	559.09	23.47	-
2	502.79	29.01	757.37
3	-	-	-
4	572.13	31.29	809.43
5	-	-	-
6	478.58	32.21	823.62
7	550.76	33.54	829.85
8	474.84	27.65	805.20
9	572.55	30.67	780.17
10	518.73	28.87	745.83
mean	528.68	29.59	793.07
SD	40.36	3.13	32.59

melt PE/3% d-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	889.90	37.41	478.56
2	803.87	37.79	575.85
3	-	-	-
4	-	-	-
5	808.58	36.84	556.25
6	843.73	37.94	525.43
7	-	-	-
8	879.15	38.20	-
9	1038.24	38.71	-
10	1083.57	37.70	576.51
mean	906.72	37.80	542.52
SD	110.90	0.59	41.35

melt Pure PE

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	-	-	-
2	649.91	39.26	844.21
3	606.60	39.86	833.50
4	732.53	35.30	710.97
5	615.49	42.30	880.73
6	-	-	-
7	800.61	45.88	908.71
8	632.82	34.79	676.65
9	516.38	42.81	855.42
10	678.85	38.08	-
mean	654.15	39.79	815.74
SD	85.70	3.80	87.46

melt PE/5% d-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	972.48	37.22	-
2	771.04	36.93	-
3	928.87	37.32	-
4	855.84	37.29	-
5	928.41	37.66	73.43
6	953.05	37.93	-
7	1037.60	37.94	163.56
8	973.89	38.04	173.51
9	833.94	37.36	54.22
10	731.25	37.09	266.54
mean	898.64	37.48	146.25
SD	97.47	0.39	85.57

melt PE/1% d-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	-	-	-
2	-	-	-
3	801.15	37.55	663.80
4	957.48	38.51	591.90
5	1020.24	37.13	606.07
6	744.35	37.80	652.55
7	1085.06	36.72	553.46
8	-	-	-
9	913.18	38.54	673.82
10	907.99	38.35	552.62
mean	918.49	37.80	613.46
SD	118.22	0.71	50.87

melt PE/7% d-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	1078.84	36.06	-
2	1097.04	36.04	281.51
3	852.52	36.30	291.85
4	844.34	36.77	327.02
5	744.62	37.03	390.25
6	833.34	36.71	-
7	956.35	37.44	-
8	881.39	37.13	261.23
9	830.57	37.83	-
10	959.25	37.31	275.49
mean	907.83	36.86	304.56
SD	113.52	0.60	47.46

melt PE/1% d-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	537.92	34.94	626.02
2	710.63	35.84	669.10
3	967.50	36.15	635.66
4	1150.13	36.89	482.16
5	1009.73	37.04	654.03
6	684.98	37.26	644.26
7	667.53	33.94	589.79
8	685.47	35.68	662.26
9	604.08	34.84	-
10	509.99	37.16	366.52
mean	752.80	35.97	592.20
SD	214.84	1.14	102.12

melt PE/7% h-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	676.98	33.97	549.59
2	725.12	34.24	409.23
3	632.76	34.07	538.17
4	-	-	-
5	-	-	-
6	-	-	-
7	770.83	34.82	589.60
8	642.13	33.78	-
9	749.13	34.07	354.35
10	-	-	-
mean	699.49	34.16	488.19
SD	57.38	0.36	100.87

melt PE/3% d-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	537.92	34.94	626.02
2	710.63	35.84	669.10
3	-	-	-
4	-	-	-
5	-	-	-
6	684.98	37.26	644.26
7	667.53	33.94	589.79
8	685.47	35.68	662.26
9	604.08	34.84	-
10	-	-	-
mean	648.44	35.42	638.29
SD	64.99	1.13	31.87

melt PE/1% o-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	-	-	-
2	941.35	37.20	717.38
3	604.76	35.65	663.20
4	821.33	36.31	572.03
5	728.95	34.54	700.90
6	833.55	36.47	720.37
7	-	-	-
8	756.54	35.99	605.38
9	-	-	-
10	-	-	-
mean	781.08	36.03	663.21
SD	113.55	0.89	62.10

melt PE/5% d-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	747.04	35.48	631.76
2	780.69	35.67	
3	-	-	-
4	756.36	35.66	389.82
5	-	-	-
6	580.69	35.38	301.54
7	-	-	-
8	544.27	35.54	573.09
9	-	-	-
10	643.30	35.17	590.88
mean	675.39	35.48	497.42
SD	99.97	0.19	143.58

melt PE/3% o-OMMT nanocomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	540.47	35.60	607.99
2	598.27	35.34	640.83
3	514.05	35.56	594.40
4	548.59	35.82	500.16
5	-	-	-
6	-	-	-
7	-	-	-
8	525.48	35.12	629.44
9	-	-	-
10	579.17	35.26	627.05
mean	551.00	35.45	599.98
SD	32.13	0.26	51.63

melt PE/5% o-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	857.37	35.43	398.85
2	775.17	35.67	486.06
3	926.30	35.79	612.44
4	959.22	36.59	332.77
5	664.63	36.11	-
6	833.09	34.06	560.72
7	687.78	35.13	-
8	767.59	35.03	609.36
9	812.14	35.00	-
10	652.83	34.54	585.00
mean	793.61	35.34	512.17
SD	105.24	0.75	110.21

melt PE/7% o-OMMT nancomposites

Sample	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Percentage strain at break
1	1036.50	35.36	-
2	826.10	35.46	173.51
3	904.92	35.32	54.22
4	1122.67	35.43	-
5	701.66	35.42	73.43
6	921.86	35.11	-
7	-	-	-
8	-	-	-
9	966.26	35.13	54.22
10	845.98	35.20	266.54
mean	915.74	35.30	124.38
SD	130.30	0.14	93.63

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ-สกุล นายวรณัฐ เริงโกศล
 ที่อยู่ 194 หมู่ 3 ตำบลนครสวรรค์ตก อำเภอเมือง จังหวัดนครสวรรค์
 ที่ทำงาน บริษัท เอสเอสแอล แมนูแฟกเจอริ่ง (ประเทศไทย) จำกัด
 100 หมู่ 5 ถนนบางนา-ตราด ก.ม. 36 ตำบลบางสมัคร อำเภอบางปะกง
 จังหวัดฉะเชิงเทรา 24180
 โทรศัพท์ 0 3857 0269 ต่อ 211

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2547 สำเร็จการศึกษาปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
 สาขาวิชาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์
 คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม
 มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์
 พ.ศ. 2548 ศึกษาต่อปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
 สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ บัณฑิตวิทยาลัย
 มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์

ประวัติการฝึกงานและทำงาน

เมษายน – พฤษภาคม พ.ศ. 2545 ตำแหน่ง นักศึกษาฝึกงาน
 บริษัท ยูนิลีเวอร์ ไทยโฮลดิ้ง จำกัด
 แผนก Supplier Development
 พ.ศ. 2549 ตำแหน่ง ผู้ช่วยสอนอาจารย์ (Teacher assistant)
 ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ
 คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม
 ธันวาคม พ.ศ. 2550 – ปัจจุบัน ตำแหน่ง Project Scientist
 Technical Innovation Centre
 บริษัท เอสเอสแอล แมนูแฟกเจอริ่ง (ประเทศไทย) จำกัด