

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมอนุภาคนาโนแมกนีไทท์ (Fe_3O_4) ที่กระจายในน้ำด้วยปฏิกิริยาการแตกสลายด้วยความร้อนของไอรอนทริอะซิติก อะซิโตนต (Fe(acac)₃) โดยแบ่งการทดลองเป็น 3 แนวทางได้แก่ แนวทางที่ 1 อนุภาคนาโนแมกนีไทท์ถูกเตรียมในพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันกรดคาร์บอกซิลิก (-COOH) ไฮดรอกซิล (-OH) และเอมีน (-NH₂) ศึกษาอัตราส่วนโดยโมลของหมู่ฟังก์ชันเพื่อให้ได้อนุภาคนาโนแมกนีไทท์ที่กระจายในน้ำและมีความเสถียร ยืนยันการมีพอลิเมอร์อยู่ในสารประกอบของอนุภาคแมกนีไทท์ด้วย FTIR ยืนยันโครงสร้างผลึกของสารประกอบเหล็กออกไซด์ที่อยู่ในรูปแมกนีไทท์ด้วยเทคนิค X-ray diffractometry (XRD) นอกจากนี้ได้ศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในปฏิกิริยาการแตกสลายต่อขนาดของอนุภาคด้วย จากเทคนิค Transmission electron microscopy (TEM) พบว่าอนุภาคมีขนาดอยู่ในช่วง 20-30 นาโนเมตร เทคนิค Atomic force microscopy (AFM) แสดงอนุภาคมีขนาดอยู่ในช่วง 20-50 นาโนเมตร และเทคนิค Photon correlation spectroscopy (PCS) พบว่าอนุภาคมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของปริมาตรไฮโดรไดนามิกโดยเฉลี่ยอยู่ในช่วง 147 ± 14 นาโนเมตร จาก vibrating sample magnetometry (VSM) พบว่าอนุภาคมีสมบัติเป็นซูเปอร์พาราแมกเนติก (superparamagnetic) และมีค่าการตอบสนองต่อแม่เหล็กที่จุดอิ่มตัว (M_s) 23 emu/g Fe_3O_4 และจากการทดสอบความเป็นพิษพบว่าอนุภาคไม่เป็นพิษต่อเซลล์ของสิ่งมีชีวิต

แนวทางที่ 2 อนุภาคนาโนแมกนีไทท์ถูกเตรียมในพอลิเอทิลีน ไกลคอล เมทิล อีเทอร์ (mPEG โอลิโกเมอร์) (น้ำหนักโมเลกุล 350 และ 750 กรัม/โมล) ที่ทำหน้าที่เป็นทั้งสารรีดิวซ์ และ

ตัวทำละลาย ยืนยันการมีอยู่ของ mPEG ในสารประกอบของอนุภาคแมกนีไทท์ด้วย FTIR ศึกษาผลของน้ำหนักโมเลกุลของ mPEG ต่อขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค TEM, AFM และ PCS จากเทคนิค TEM พบว่าอนุภาคที่เตรียมใน mPEG โอลิโกเมอร์ ทั้งสองน้ำหนักโมเลกุลมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 3-10 นาโนเมตร จาก AFM พบว่าอนุภาคมีขนาดอยู่ในช่วง 40-100 นาโนเมตร เทคนิค PCS แสดงว่าอนุภาคมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของปริมาตรไฮโดรไดนามิกโดยเฉลี่ยอยู่ในช่วง 35-40 นาโนเมตร และจาก VSM พบว่าอนุภาคนาโนทั้งสองชนิดมีค่าการตอบสนองต่อแม่เหล็กที่ดี (M_s ของอนุภาคที่เตรียมใน mPEG น้ำหนักโมเลกุล 350 และ 750 กรัม/โมล เป็น 47 และ 35 emu/g Fe_3O_4 ตามลำดับ) และแสดงสมบัติความเป็นซูเปอร์พาราแมกเนติก นอกจากนี้อนุภาคนาโนที่เตรียมใน mPEG ทั้งสองน้ำหนักโมเลกุลยังสามารถเสถียรอยู่ในน้ำได้เป็นระยะเวลาานาน โดยไม่มีการตกตะกอน

แนวทางที่ 3 พอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอทิลีน ไกลคอล เมทิล อีเทอร์ กับพอลิเทอซีรีบีวทิล อะไคเลต (mPEG-*b*-P(*t*-BA)) ที่สังเคราะห์จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันถ่ายโอนอะตอมแบบอนุมูลอิสระ (ATRP) ถูกนำมาทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเพื่อให้ได้เป็นพอลิเมอร์ร่วมระหว่างพอลิเอทิลีน ไกลคอล เมทิล อีเทอร์ กับพอลิอะไคลิก แอซิด (mPEG-*b*-PAA) พอลิเมอร์ร่วม mPEG-*b*-PAA ที่มีจำนวนหมู่คาร์บอกซิลิกในบิล็อคของ PAA ต่างกันสองจำนวน (14 และ 43 หมู่) เพื่อนำมาใช้เป็นสารเสถียรอนุภาคในชั้นน้ำ จากการศึกษาประสิทธิภาพการเสถียรอนุภาคด้วยพอลิเมอร์ mPEG-*b*-PAA ในชั้นน้ำพบว่าอนุภาคที่เตรียมในพอลิเมอร์ร่วมที่มีจำนวนหมู่คาร์บอกซิลิกสูงมีประสิทธิภาพการเสถียรในชั้นน้ำที่ดีกว่า และจากเทคนิค TEM พบว่าอนุภาคที่เสถียรด้วยพอลิเมอร์ร่วมมีขนาดประมาณ 6 นาโนเมตร

This work involved the syntheses of water dispersible magnetite nanoparticles (Fe_3O_4) by thermal decomposition reaction of iron (III) acetylacetonate ($\text{Fe}(\text{acac})_3$) in three approaches. In approach I, Fe_3O_4 were prepared in the polymers containing COOH , OH and NH_2 functional groups. Molar ratios of each functional group were tuned to obtain water dispersible and stable nanoparticles. FTIR showed the presence of the polymers in the polymer-magnetite complexes. X-ray diffractometry (XRD) indicated the formation of iron oxide in the form of magnetite. Effect of the decomposition time on the particle sizes was also investigated. According to transmission electron microscopy (TEM) technique, the size of particle ranged between 20-30 nm. Atomic force microscopy (AFM) showed that the particle size ranged between 20-50 nm. According to photon correlation spectroscopy (PCS) technique, hydrodynamic volume exhibited the average size between 147 ± 14 nm in diameter. According to vibrating sample magnetometry (VSM), the as prepared particles were superparamagnetic with saturation magnetization (M_s) 23 emu/g Fe_3O_4 . Cytotoxicity testing showed that the particles were not toxic to living cells.

In approach II, Fe_3O_4 were prepared in poly(ethylene glycol) methyl ether (mPEG oligomer) (\overline{M}_n 350 and 750 g/mol), serving as both reducing agent and reaction

solvent. FTIR indicated the presence of mPEG in the nanomagnetite complexes. Roles of \overline{M}_n of mPEG on their particle size were investigated *via* TEM, AFM and PCS. According to TEM technique, the size of particles as prepared in both \overline{M}_n of mPEG oligomers ranged between 3-10 nm. AFM showed that the particle size ranged between 40-100 nm. According to PCS technique, hydrodynamic volume exhibited the average size between 35-40 nm in diameter. From VSM technique, the nanoparticles showed good magnetic response (M_s of the particle as prepared in mPEG 350 and 750 g/mol were 47 and 35 emu/g Fe_3O_4 , respectively) and exhibited superparamagnetic properties. Furthermore, they were stable in aqueous dispersions with insignificant aggregation for long a period of time.

In approach III, mPEG-*b*-(poly(*t*-butyl acrylate) (mPEG-*b*-P(*t*-BA)) copolymers, prepared *via* atomic transfer radical polymerization (ATRP), were hydrolyzed to obtain mPEG-*b*-(poly acrylic acid) (mPEG-*b*-PAA) copolymers. mPEG-*b*-PAA copolymers having two different numbers of carboxylic group in PAA blocks (14 and 43 groups) were used as steric dispersants of magnetite nanoparticle in water phases. Transferring efficiency of the mPEG-*b*-PAA-stabilized particles was investigated. It was found that the particles prepared in the copolymer having more carboxylic group showed more transferring efficiency in aqueous phase. According to TEM, size of the copolymer-stabilized nanoparticles was about 6 nm.