สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

บทที่2
วิธีการทดลอง

ในการศึกษานี้ได้รับการสนับสนุนพอลิเมอร์จากศูนย์นาโนศาสตร์และนาโนเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยมหิดล น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ใช้ในการศึกษานี้ได้ทำการวัดโดยใช้เทคนิค gel permeation chromatography (GPC) ดังตารางที่ 2.1 สำหรับสมบัติการดูดกลืนแสงและการเปล่งแสงของพอลิเมอร์ทำการวัดโดยใช้เครื่อง UV-visible spectrometer diode drray (Analytikjena Specord 100) และ luminescence spectrometer (Perkin Elmer Luminescence LS55)

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย
วันที่ 7 ธ.ค. 2555
เลขทะเบียน 190924
เลขเรียกหนังสือ

ตารางที่ 2.1 น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ที่ใช้ในการทดลอง

ชนิดของพอลิเมอร์	น้ำหนักโมเลกุล	
	M_n (g/mol)	M_w/M_n
PF2/6	16,686	2.04
PF co Ant 5%	16,983	2.44
PF co Ant 20%	13,515	2.11

ในอากาศทั่วๆไปส่วนใหญ่จะประกอบด้วยแก๊สไนโตรเจนประมาณร้อยละ 78 แก๊สออกซิเจนประมาณร้อยละ 21 และแก๊สอื่นๆอีกประมาณร้อยละ 1 ได้แก่ แก๊สอาร์กอนประมาณร้อยละ 0.93 แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ประมาณร้อยละ 0.03 นอกจากนั้นอีกประมาณร้อยละ 0.04 เป็นแก๊สนีออน ฮีเลียม คริปตอน ซีนอน ไฮโดรเจน มีเทน ไนตรัสออกไซด์ และเรดอน แสดงดังตารางที่ 2.2 ซึ่งข้อมูลดังกล่าวจะมีความสำคัญสำหรับการคำนวณเพื่อควบคุมปริมาณออกซิเจน

ตารางที่ 2.2 ส่วนประกอบของอากาศที่ประกอบด้วยแก๊สชนิดต่างๆ

ชนิดของแก๊ส	ร้อยละ
ไนโตรเจน	78
ออกซิเจน	21
แก๊สอื่นๆ (อาร์กอน, คาร์บอนไดออกไซด์ ฯลฯ)	1

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ

2.1 การศึกษาผลของปริมาณออกซิเจนและอุณหภูมิของการอบ

เมื่อพอลิฟลูออรีนเกิดการออกซิเดชันด้วยความร้อนหรือด้วยการฉายแสงยูวี จะทำให้เกิดหมู่ฟลูออรีโนนขึ้นในสายโซ่หลักพอลิเมอร์ โดยจะส่งผลให้สมบัติการเปล่งแสงเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งคาดว่าจะเป็นผลมาจากปริมาณของออกซิเจนที่ทำให้เกิดหมู่ฟลูออรีโนนในสายโซ่หลักของพอลิฟลูออรีน จึงได้ทำการศึกษาผลของปริมาณออกซิเจนต่อการเกิดออกซิเดชันในฟิล์มบาง โดยทำการเตรียมสารละลาย PF2/6 และ copolymers ความเข้มข้น 0.3 mg/ml ในตัวทำละลายโทลูอีน จากนั้นนำมาเตรียมเป็นฟิล์มบางด้วยการ dropcast ลงบนแผ่นแก้วควอตซ์ที่สะอาดโดยให้มีค่าการดูดกลืนแสงระหว่าง 0.3-0.8 หน่วย ต่อจากนั้นนำฟิล์มบางของ PF2/6 และ copolymers ไปฉายแสงยูวีที่มีกำลังไฟฟ้า 6 วัตต์ ที่ความยาวคลื่น 200-400 nm ที่ความสูง 12 cm เป็นเวลา 10, 30 และ 60 นาที และนำไปอบที่อุณหภูมิ 120, 150 และ 180 °C ในสภาวะที่มีการควบคุมปริมาณออกซิเจนเท่ากับ 110, 8510 และ 21110 Pa ตามลำดับ ซึ่งวิธีการควบคุมปริมาณออกซิเจนทำได้ด้วยการควบคุมค่าความดันภายในเตาอบ ซึ่งในขั้นแรกจะทำการเปิดปั๊มที่ต่อเข้ากับเตาอบที่มีอุณหภูมิคงที่เพื่อดูดอากาศภายในเตาอบออกขณะเดียวกันก็สามารถปรับค่าความดันอากาศภายในตู้อบให้สอดคล้องกับปริมาณออกซิเจนที่ต้องการ จากนั้นเมื่อครบเวลาที่กำหนดการอบจึงทำการเปิดแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่เตาอบเพื่อปรับความดันภายในเตาอบให้เท่ากับความดันภายนอก แล้วจึงนำแผ่นฟิล์ม PF2/6 และ copolymers ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงและค่าการคายแสงเพื่อเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นต่อไป

2.2 การศึกษาผลของการฉายแสงยูวีต่อการเกิดออกซิเดชัน

การฉายแสงยูวีสามารถทำให้พอลิฟลูออรีนเกิดการออกซิเดชันได้เป็นหมู่ฟลูออรีโนนได้เช่นกัน ดังนั้นในการทดลองนี้จึงทำการศึกษาการเกิดออกซิเดชันด้วยการฉายแสงยูวี โดยทำการเตรียมฟิล์มบางของ PF2/6 และ copolymers ด้วยวิธี drop cast แล้วนำไปฉายแสงยูวีซึ่งมีความยาวคลื่น 200-400 nm ที่มีกำลังไฟฟ้า 6 วัตต์ ที่ระยะความสูงจากแหล่งกำเนิดแสง 12 cm ภายใต้ความดันบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิห้องที่มีปริมาณออกซิเจนเท่ากับ 21,110 Pa เป็นระยะเวลา 10, 30 และ 60 นาที จากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงและการคายแสงเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นต่อไป

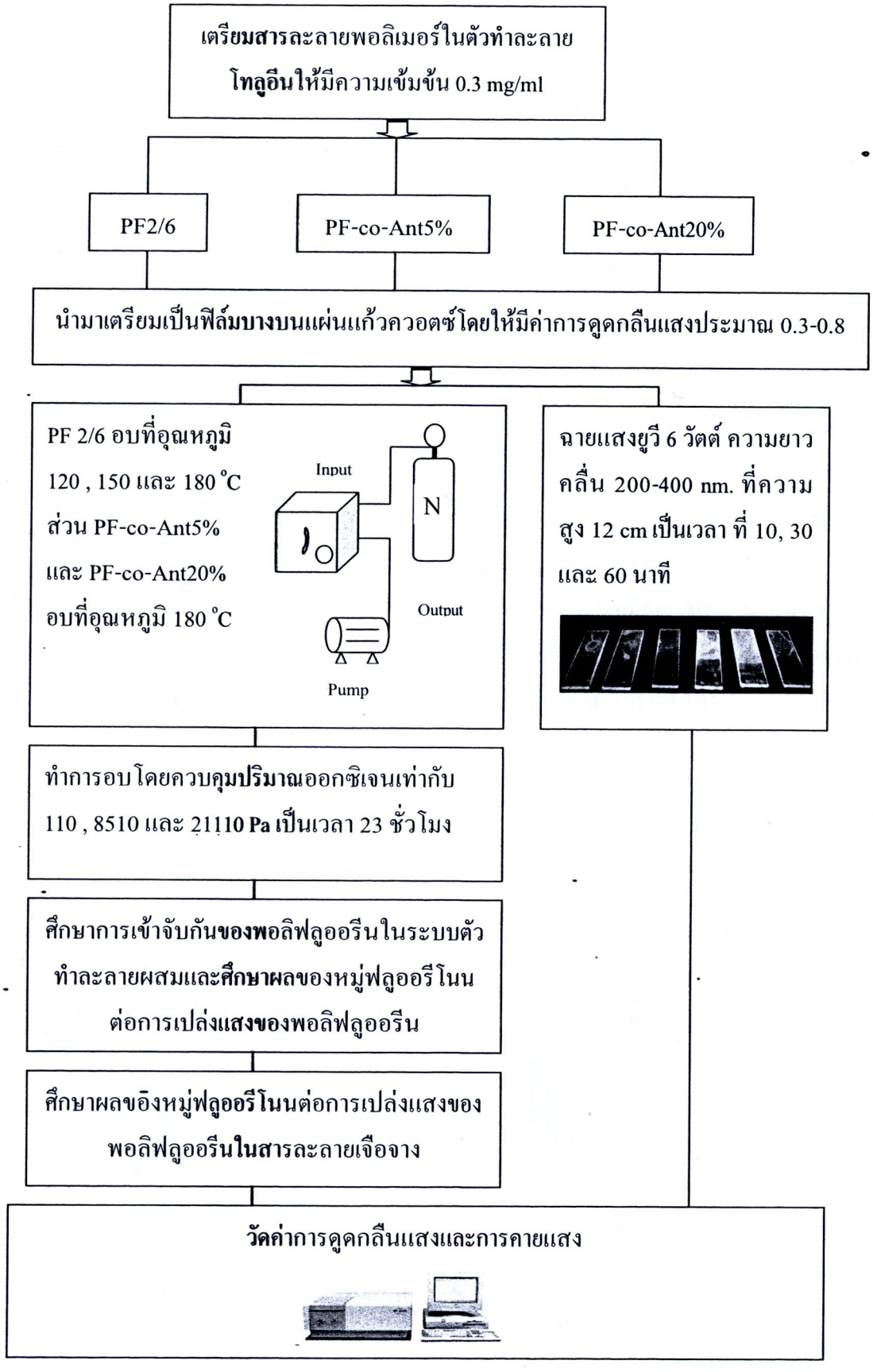
2.3 การศึกษาผลของหมู่ฟลูออรีโนนต่อสมบัติทางแสงของพอลิฟลูออรีนในสารละลายเจือจาง

โดยปกติแล้วพอลิฟลูออรีนเป็นสารเปล่งแสงสีฟ้า แต่ในบางกรณีก็อาจทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของเฉดสีกลายเป็นสีเขียว ซึ่งคาดว่าจะเป็นผลมาจากการเกิดหมู่ของฟลูออรีโนนในสายโซ่หลักของพอลิฟลูออรีน จึงได้ทำการศึกษาผลของหมู่ฟลูออรีโนนต่อการเปล่งแสงในสารละลาย โดยทำการเตรียมสารละลาย PF2/6 และ copolymers จากการทดลองตอนที่ 2.1 โดยนำฟิล์มของ PF2/6 และ copolymers มาล้างด้วยโทลูอีน จากนั้นนำสารละลาย PF2/6 และ copolymers ที่ได้จากการล้าง

ออกจากฟิล์ม มาทำให้อยู่ในรูปของสารละลายเจือจางโดยให้มีความเข้มข้นเป็นลำดับ 3 ความเข้มข้น โดยให้มีค่าการดูดกลืนแสงไม่เกิน 0.1 หน่วย แล้วนำสารละลายตัวอย่างทั้ง 3 ความเข้มข้นของ PF2/6 และ copolymers ทั้งหมดที่เตรียมได้ไปวัดสเปกตราการดูดกลืนแสงและการคายแสง โดยควบคุมอุณหภูมิในการตรวจวัดที่ 21 °C จากนั้นนำผลการทดลองที่ได้ไปเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน คือ 9,10-diphenylanthracene ในตัวทำละลายไซโคลเฮกเซนที่มีความเข้มข้น 1×10^{-6}, 4×10^{-6} และ 8×10^{-6} โมลาร์ เพื่อทำการศึกษาหาค่าประสิทธิภาพการคายแสงหรือ quantum yield ซึ่งการทดลองทั้งหมดแสดงโดยสรุปดังแผนภาพที่ 2.1

2.4 การศึกษาผลของตัวทำละลายต่อพฤติกรรมการเข้ามาจับกัน

เตรียม PF2/6 และ copolymers ในตัวทำละลายผสมระหว่างตัวทำละลายที่ดี ซึ่งในการศึกษานี้เลือกใช้โทลูอีนต่อตัวทำละลายที่ไม่ดี ในการทดลองนี้ใช้เมทธานอล โดยทำการเตรียมในอัตราส่วน 100:0, 40:60, 20:80 และ 10:90 โดยปริมาตร ให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 0.001 mg/ml ทุกอัตราส่วน จากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงและวัดค่าการคายแสงด้วยเซลล์ที่มีความหนา 1 cm เพื่อเปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น



รูปที่ 2.1 แสดงการทดลองโดยสรุปในการศึกษาสมบัติทางแสงของอนุพันธ์พอลิฟลูออรีน