บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 ผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ Organo-MMT

จากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ HTAB MMT และ Organo-MMT ด้วยเทคนิคต่างๆ ได้ผล ดังนี้

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ HTAB ด้วย FTIR พบพึกที่สำคัญดังนี้

 V_{max} : 3000-2800 cm⁻¹ (sat. C-H stretching), 1487-1462 cm⁻¹ (C-H bending for CH₃)

```
1470-1400 cm<sup>-1</sup> (C-H bending for CH<sub>2</sub>), 1250-1020 cm<sup>-1</sup> (C-N stretching)
```

สำหรับ MMT พบพึกที่สำคัญที่ตำแหน่ง

 V_{max} : 3623-3435 cm⁻¹ (O-H Streeching), 1637 cm⁻¹, 1096-1039 cm⁻¹ (Si-O Streeching), 470 cm⁻¹ (Si-O-Si bending)

และทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ Organo-MMT ด้วย FTIR พบพึกที่สำคัญดังนี้

 V_{max} : 3623-3435 cm⁻¹(O-H Streeching), 3000-2800 cm⁻¹ (sat. C-H stretching), 1487-1462 cm⁻¹ (C-H bending for CH₃), 1637 cm⁻¹, 1096-1039 cm⁻¹ (Si-O Streeching), 470 cm⁻¹ (Si-O-Si bending)

จากผลดังกล่าวพบพึกที่สำคัญที่ 3000-2800 cm⁻¹ และ 1470-1400 cm⁻¹ ใน Organo-MMT ซึ่ง แสดงถึงส่วนของสารอินทรีย์ของ HTAB ใน Organo-MMT ดังแสดงในรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 อินฟราเรคสเปกทรา ของ HTAB, MMT และ Organo-MMT

เมื่อตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ MMT ด้วย XRD โดยทำการวัดที่มุม 20 ตั้งแต่ 1 [°] ถึง 30[°] พบพึก ที่สำคัญที่ตำแหน่ง 20 เท่ากับ 5.9[°] สามารถนำไปคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบ 001 (d_{ool}) ได้ จากสมการ n λ = 2d sin0 ได้ระยะห่างระหว่างระนาบ 001 (d_{ool}) เท่ากับ 14.93 Å และเมื่อปรับปรุง โครงสร้างของ MMT ด้วยเฮกซะเดกซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (HTAB) และเรียก MMT ที่ ผ่านการดัดแปรโครงสร้างแล้วว่า Organo-MMT จากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของ Organo-MMT ด้วย XRD พบพึกสำคัญที่ตำแหน่ง 20 เท่ากับ 3.74[°] และคำนวณระยะห่างระหว่างระนาบ 001 (d_{ool}) ได้เท่ากับ 23.61 Å ซึ่งพบว่าระยะห่างระหว่างระนาบ 001 (d_{ool}) ของ Organo-MMT มีก่าสูงกว่า ระยะห่างระหว่างระนาบ 001 (d_{ool}) ของ MMT ซึ่งแสดงให้เห็นว่า HTAB ที่เติมลงไปเพื่อคัดแปร โครงสร้างของ MMT นั้นได้แทรกเข้าอยู่ระหว่างชั้นของ MMT จริง ผลการทดลอง แสดงได้ดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ (ก) MMT และ (ข) Organo-MMT

จากผลการตรวจวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวของ HTAB ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ที่ใช้ในการคัด แปรโครงสร้างของ MMTด้วยเทคนิค TGA ในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 50 °C ถึง 800 °C พบว่า HTAB มี อุณหภูมิการสลายตัวที่ 218 °C (รูปที่ 4.3n) ในบรรยากาศในโตรเจน และสลายตัวที่ 199 °C เมื่อ ทดสอบในบรรยากาศออกซิเจน (รูปที่ 4.3v) และเมื่อตรวจวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวเนื่องจาก ความร้อนภายใต้บรรยากาศในโตรเจนของ Organo-MMT พบว่า HTAB มีการสลายตัวที่อุณหภูมิ ประมาณ 230 °C (รูปที่ 4.3n) แสดงว่าสารอินทรีย์สลายที่อุณหภูมิสูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อ HTAB แทรกเข้าไปอยู่ระหว่างระนาบ 001 (d_{ool}) ของ MMT แทนที่ตำแหน่งของไอออนบวกของโซเดียม (Na⁺) ระนาบของ MMT ซึ่งเป็นสารอนินทรีย์ จะทำหน้าที่เป็นฉนวนความร้อน ทำให้สารอินทรีย์ที่
อยู่ระหว่างระนาบของ MMT ได้รับความร้อนช้าลง อีกทั้งอันตรกิริยาระหว่างประจุบวกของ HTAB
และประจุลบบนพื้นผิวของแผ่นผลึก MMT จึงส่งผลให้อุณหภูมิการสลายตัวของ HTAB มีค่าสูงขึ้น
และเมื่อวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวภายใต้บรรยากาศออกซิเจน
พบว่ามีสารอินทรีย์เป็น
องค์ประกอบอยู่ประมาณ 20% โดยน้ำหนัก (รูปที่ 4.3ง)



ร**ูปที่ 4.3** เทอร์ โมแกรมของ ก) HTABภายใต้บรรยากาศในโตรเจน ข) HTAB ภายใต้บรรยากาศ ออกซิเจน ค) Organo-MMT ภายใต้บรรยากาศในโตรเจน ง) Organo-MMT ภายใต้ บรรยากาศออกซิเจน และ จ) MMT ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน









รูปที่ 4.3 (ต่อ)



รูปที่ 4.3 (ต่อ)

4.2 ผลการหาตัวทำละลายที่เหมาะสมสำหรับ SBS และ Organo-MMT ในการเตรียม วัสดุประกอบ

ในการเตรียมวัสดุประกอบนาโน SBS/Organo-MMT โดยเทกนิกการเกลือบแบบหมุนเหวี่ยง (Spin coating) นั้น ขั้นตอนที่สำคัญที่สุดคือ การหาตัวทำละลายที่เหมาะสม (Solvent screening) ใน การเตรียมวัสดุประกอบนาโน ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวทำละลายพอลิเมอร์ และเป็นสารซึ่งทำให้ Organo-MMT เกิดการบวมตัวในขณะเตรียมวัสดุประกอบ ตัวทำละลายทำหน้าที่สำคัญคือเป็น ตัวกลางพาพอลิเมอร์เกลื่อนที่แทรกเข้าไประหว่างระนาบ 001 (*d*_{ool}) ของ MMT ซึ่งตัวทำละลายที่ นำมาทดสอบได้แก่ ไซลีน เฮกเซน โทลูอีน ออโซไดกลอโรเบนซีน เบนซีน และกลอโรเบนซีน ซึ่ง ดัวทำละลายที่เหมาะสมในการเตรียมวัสดุประกอบนาโน คือตัวทำละลายที่สามารถทำให้ Organo-MMT เกิดการกระจายและบวมตัว มีเสลียรภาพคงตัวอยู่ได้นานในสารละลาย [27] โดยที่จะไม่ ตกตะกอนในระหว่างการเตรียมวัสดุประกอบ และระเหยได้ง่าย ซึ่งได้ผลการทดสอบดังแสดงใน ตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการทดสอบตัวทำละลายชนิดต่างๆ สำหรับการเตรียมวัสดุประกอบ

	ผลการทดสอบ		
ชนดของตวทาละลาย	SBS	Organo-MMT	
ไซลีน	ດະລາຍ	บวมตัว ไม่ตกตะกอน	
เฮกเซน	ไม่ละลาย	บวมตัวเล็กน้อย ตกตะกอน	
โทลูอื่น	ດະດາຍ	บวมตัว ตกตะกอน	
ออโธไคคลอโรเบนซีน	ດະດາຍ	บวมตัว ตกตะกอน	
เบนซึน	บวมตัว	บวมตัว ตกตะกอน	
คลอ โรเบนซีน	ດະດາຍ	บวมตัว ไม่ตกตะกอน	

SBS/Organo-MMT

จากผลการทดสอบพบว่า SBS สามารถละลายได้ดีใน ไซลีน ออโซไดคลอโรเบนซีน โทลูอีน และคลอโรเบนซีน และเมื่อพิจารณาถึงการบวมตัวของ Organo-MMT ในตัวทำละลายต่าง ๆ พบว่า Organo-MMT บวมตัวและแขวนลอยได้ดี ในตัวทำละลาย 2 ชนิดคือ ไซลีน และคลอโรเบนซีน ดัง แสดงในรูปที่ 4.4 ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกใช้ไซลีนเป็นตัวทำละลาย เนื่องจากมีราคาถูกกว่าและมีใช้ แพร่หลายในอุตสาหกรรมมากกว่าคลอโรเบนซีน



(ข) คลอโรเบนซีน



(ก) ใซลีน



(ค) โทลูอื่น

ร**ูปที่ 4.4** ตัวอย่างรูปถ่ายแสดงการบวมตัวของ Organo-MMT ในตัวทำละลาย

4.3 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุประกอบนาโน

4.3.1 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุประกอบนาโนด้วย XRD

ฟิล์มวัสคุประกอบนาโน SBS/Organo-MMT ที่เตรียมด้วยเทคนิคการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง เมื่อนำมาตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD โดยทำการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ตั้งแต่มุม 20 เท่ากับ 1 ๊ถึง 10 ๊แสดงได้ดังรูปที่ 4.5



ร**ูปที่ 4.5** รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสคุประกอบ ก) SBS ข) SBS/0.25 % Organo-MMT ค) SBS/0.5% Organo-MMT ง) SBS/1% Organo-MMT จ) SBS/3% Organo-MMT ฉ) SBS/5% Organo-MMT และ ช) SBS/1% MMT

จากผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRD เพื่อต้องการทราบว่าวัสดุประกอบนาโนที่เตรียม ใด้เป็นวัสดุประกอบนาโนชนิดแตกกระเจิง (Exfoliated nanocomposites) หรือแบบแทรกตัว (Intercalated nanocomposites) โดยศึกษาปริมาณ Organo-MMT ที่มีผลต่อลักษณะของการเลี้ยวเบน ของรังสีเอ็กซ์ พบว่าวัสดุประกอบที่มีปริมาณของ Organo-MMT 0.25% 0.5% และ 1% โดยน้ำหนัก (รูปที่ 4.5 ข-ง) ไม่ปรากฏพีกในช่วง 20 ตั้งแต่ 1 ๊ ถึง 10 ๊ นอกจากนี้ยังได้นำชิ้นงานวัสดุประกอบ-นาโนที่เตรียมได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย XRF พบว่าฟิล์มวัสดุประกอบมีซิลิกอนและ อะลูมิเนียมซึ่งเป็นธาตุองค์ประกอบของ Organo-MMT และเมื่อนำชิ้นงานของวัสดุประกอบนาโน ไปพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วย TGA พบว่ามี Organo-MMT อยู่ในวัสดุประกอบนาโนซึ่งแสดงเปอร์เซ็นต์ ของ Organo-MMT ที่เหลืออยู่จากการทดสอบดังแสดงในภาคผนวก ก จึงยืนยันได้ว่ามี Organo-MMT อยู่ในฟิล์มตัวอย่างจริง การหายไปของพีกที่ตำแหน่ง 20 เท่ากับ 3.74 [°] สันนิษฐานได้ว่า สาย โซ่ของ SBS ได้เคลื่อนที่แทรกตัวเข้าไประหว่างระนาบ 001 (d_{ool}) ของ Organo-MMT เนื่องจาก ความมีขั้วของ HTAB ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ใกล้เคียงกับ SBS จึงเข้ากันได้ดี จนทำให้ระนาบของ Organo-MMT แยกออกจากกันอย่างอิสระ ทำให้วัสดุประกอบที่เตรียมได้เป็นวัสดุประกอบนาโน ชนิดแตกกระเจิง [44] แต่เมื่อวัสดุประกอบมีปริมาณของ Organo-MMT เพิ่มมากขึ้นเป็น 3% และ 5% โดยน้ำหนักของ SBS (รูปที่ 4.5 จ และ ฉ) จะปรากฏพีกที่ดำแหน่ง 20 ประมาณ 2[°] ซึ่งมี ระยะห่างระหว่างระนาบประมาณ 42 Å ซึ่งแสดงว่า d_{ool} ของ Organo-MMT มีระยะห่างระหว่าง ระนาบเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากมีการแทรกตัวของสายโซ่ของ SBS เข้าไประหว่างระนาบของ Organo-MMT แต่ระนาบของ Organo-MMT ยังมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างกันอยู่ทำให้ระนาบของ Organo-MMT ไม่แยกออกจากกันอย่างอิสระ สันนิษฐานว่าวัสดุประกอบที่เตรียมได้ เป็นวัสดุประกอบนา โนชนิดแทรกตัว ทั้งนี้เนื่องมาจากปริมาณของ Organo-MMT ที่มากขึ้น ทำให้มีปริมาตรอิสระ (Free volume) โดยรวมของระบบน้อยลง ทำให้อนุภาคของ Organo-MMT ไม่เกิดการแตกกระเจิงออก จากกัน เป็นผลให้วัสดุประกอบนาโนที่เตรียมได้ เป็นวัสดุประกอบนาโนชนิดแทรกตัว (Intercalated nanocomposites)

นอกจากนี้งานวิจัยนี้ยังได้เครียมวัสดุประกอบ SBS/1% MMT จากผลการตรวจวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าวัสดุประกอบที่เครียมได้มีพีกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ค่ำแหน่ง 20 ประมาณ 2[°] (รูป ที่ 4.5 ช) ซึ่งมีระยะห่างระหว่างระนาบประมาณ 42 Å ซึ่งแสดงว่าระนาบ 001 (*d_{oo}*) ของ MMT มี ระยะห่างระหว่างระนาบเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากมีการแทรกด้วของสายโซ่ของ SBS เข้าไประหว่าง ระนาบของ MMT แต่ระนาบของ MMT ยังมีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างกันอยู่ทำให้ระนาบของ MMT ไม่แยกออกจากกันอย่างอิสระ จากผลดังกล่าวแสดงถึงความแตกต่างระหว่างวัสดุประกอบ SBS/1% Organo-MMT กับวัสดุประกอบ SBS/1% MMT ทั้งนี้เป็นผลเนื่องมาจากระยะห่างระหว่างระนาบ *d_{ool}* ของ MMT มีค่าน้อยกว่า *d_{ool}* ของ Organo-MMT และความมีขั้วที่แตกต่างกันระหว่าง SBS กับ Na⁺ (Couter ion) ที่แทรกตัวอยู่ระหว่างระนาบ *d_{ool}* ของ MMT ทำให้สายโซ่ของพอลิเมอร์แทรกตัว เข้าไปในช่องว่างระหว่างระนาบของ MMT ได้ยากกว่า Organo-MMT ที่มีประจุบวกของ HTAB แทรกตัวอยู่ ซึ่งความมีขั้วของ HTAB ซึ่งเป็นสารอินทรีย์น่าจะใกล้เกียงกับขั้วของ SBS นอกจากนี้ สังเกตได้ว่าความเข้มของพึกที่คำแหน่ง 20 มีก่าลดลงแสดงว่า MMT บางส่วนเกิดการแตกกระเจิง แต่ยังมีบางส่วนที่พอลิเมอร์แทรกด้วเข้าไปเท่านั้น จึงจัดวัสดุประกอบนาโนระหว่าง SBS/1% MMT เป็นวัสดุประกอบนาโนแบบแทรกตัว (Intercalated nanocomposites)

นอกจากนี้วัสคุประกอบ SBS/1% MMT ในระหว่างการผสมจะมี MMT บางส่วนตกตะกอน ซึ่งแสดงว่าการใช้ MMT ที่ไม่ผ่านการดัดแปรโครงสร้างนั้นเข้ากับสารละลายพอลิเมอร์ได้ไม่ดี เนื่องจากวัสดุทั้งสองมีขั้วที่แตกต่างกันมาก เมื่อเทียบกับการใช้ Organo-MMT ในการเตรียมวัสดุ ประกอบนาโน

4.3.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วย TGA ของวัสดุประกอบนาโน

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของวัสคุประกอบนาโนในสภาวะก๊าซ ในโตรเจน ได้ผลการทดลองดังแสดงได้ดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 เทอร์ โมแกรมของวัสดุประกอบนาโนในสภาวะก๊าซในโตรเจน

จากการทดสอบสมบัติทางความร้อนของ SBS ด้วยเทคนิค TGA พบว่า SBS มีอุณหภูมิเริ่ม สลายตัวที่ 334 °C และมีอุณหภูมิสลายตัวหมดเท่ากับ 442 °C เมื่อนำมาเตรียมวัสดุประกอบนาโน SBS/Organo-MMT พบว่าวัสดุประกอบที่เตรียมได้มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัว และอุณหภูมิสลายตัว หมดของ SBS สูงขึ้น (ดังแสดงในตารางที่ 4.2) โดยเมื่อมีการเติม Organo-MMT 0.25% ถึง 5% โดย น้ำหนักของ SBS วัสดุประกอบที่เตรียมได้มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัวของ SBS ในช่วง 346-360 °C และ มีอุณหภูมิสลายตัวหมดของ SBS ในช่วง 440-470 °C สันนิษฐานว่าเนื่องมาจากสายโซ่ของ SBS ได้ แทรกเข้าไประหว่างระนาบของ Organo-MMT ซึ่งจัดเป็นสารอนินทรีย์ Organo-MMT จึงทำให้สาย โซ่ของพอลิเมอร์ได้รับความร้อนช้าลง และใช้เวลานานขึ้นในการที่จะส่งผ่านความร้อนไปยังสาย โซ่ของ SBS จนเกิดการสลายตัว อีกทั้งอาจมีอันตรกิริยาระหว่าง SBS กับ HTAB ที่แทรกตัวอยู่ใน โครงสร้างของ Organo-MMT ทำให้วัสดุประกอบที่เตรียมได้มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัว และสลายตัว หมดของ SBS ที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น ดังนั้นวัสดุประกอบที่เตรียมได้จึงมีเสถียรภาพทางความร้อน สูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าการเพิ่มขึ้นของปริมาณ Organo-MMT ไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิเริ่มสลายตัว และอุณหภูมิที่สลายตัวหมดของ SBS อย่างมีนัยสำคัญ

นอกจากนี้เมื่อมีการเติม MMT ปริมาณ 1% โดยน้ำหนักของ SBS ทำให้วัสดุประกอบที่เตรียม ได้มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัว และอุณหภูมิสลายตัวของ SBS สูงขึ้นเช่นเดียวกัน โดยมีอุณหภูมิเริ่ม สลายตัวเป็น 342 °C และมีอุณหภูมิสลายตัวหมดเป็น 450 °C ดังได้อภิปรายมาแล้วข้างต้น และจาก ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อปริมาณของ Organo-MMT และ MMT เท่ากับ 1% โดยน้ำหนัก ของ SBS วัสดุประกอบนาโน SBS/Organo-MMT ที่เตรียมได้จะมีอุณหภูมิเริ่มสลายตัว และ สลายตัวหมดของ SBS ที่สูงกว่าวัสดุประกอบนาโน SBS/MMT ดังแสดงในตารางที่ 4.2 ทั้งนี้ เนื่องมาจากสายโซ่ของ SBS สามารถแทรกเข้าไประหว่างระนาบ 001 (*d*_{oot}) ของ Organo-MMT ได้ ดีกว่า MMT เนื่องจาก Organo-MMT ความเข้ากันได้ของ SBS กับ Organo-MMT ที่ดีกว่า SBS กับ MMT

	อุณหภูมิเริ่มสลายตัวของ SBS	อุณหภูมิการสลายตัวของ SBS	
81 100 IV	(°C)	(°C)	
SBS	334	442	
SBS/0.25% Organo-MMT	346	468	
SBS/0.5% Organo-MMT	360	465	
SBS/1% Organo-MMT	357	466	
SBS/3% Organo-MMT	355	473	
SBS/5% Organo-MMT	343	460	
SBS/1% MMT	342	450	

ตารางที่ 4.2 อุณหภูมิการสลายตัวของ SBS ในวัสดุประกอบนาโนในบรรยากาศในโตรเจน

4.4 สัณฐานวิทยา

4.4.1 ผลการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย SEM/EDX

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology) ของวัสดุประกอบนาโนทำได้โดยใช้กล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยาย 10,000 เท่าเพื่อดูลักษณะของแผ่นฟิล์มบริเวณ รอยแตกหัก แสดงผลดังรูปที่ 4.7

จากรูปที่ 4.7 (ก)-(ฉ) ไม่พบอนุภาคของ Organo-MMT ในบริเวณรอยแตกหักของฟิล์มวัสดุ ประกอบนาโน SBS/Organo-MMT ที่ปริมาณของ Organo-MMT เท่ากับ 0.25% 0.5% 1 % 3% และ 5% โดยน้ำหนักของ SBS นอกจากนี้จากผลการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDX โดยทำการวิเคราะห์ธาตุ ซิลิกอน (Mapping) ดังแสดงในรูปที่ 4.8 (ก)-(ก) พบว่าวัสดุประกอบนาโน SBS/Organo-MMT ที่มี ปริมาณของOrgano-MMT เท่ากับ 0.25% 0.5% และ 1 % โดยน้ำหนักของ SBS มีการกระจายตัว ของ Organo-MMT ที่สม่ำเสมอ ไม่พบการรวมตัวกันของอนุภาคของ Organo-MMT สำหรับวัสดุ ประกอบ SBS/Organo-MMT ที่มีปริมาณ Organo-MMT เท่ากับ 3% และ 5% โดยน้ำหนักของ SBS แม้ว่าจากการสังเกตลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วย SEM จะไม่พบอนุภาคของ Organo-MMT แต่ จากผลการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDX พบว่าอนุภาคของ Organo-MMT จะรวมตัวกันอยู่เป็นกลุ่ม ดัง แสดงในรูปที่ 4.8 (ง)-(จ)

จากการสังเกตลักษณะทางสัณฐานวิทยาวัสดุประกอบ SBS/1% MMT ไม่พบว่าอนุภาคของ MMT อย่างชัดเจน และจากการวิเคราะห์ธาตุซิลิกอนด้วย EDX ในวัสดุประกอบนาโน SBS/1% MMT พบว่าอนุภาคของ MMT จะอยู่รวมกันเป็นกลุ่ม ทั้งนี้สันนิษฐานว่าเนื่องมาจากวัสดุทั้งสองมี ความมีขั้วแตกต่างกันมาก จึงส่งผลต่อความเข้ากันได้ สารละลายพอลิเมอร์และ MMT จึงเข้ากันได้ ไม่ดี มีการกระจายตัวของอนุภาคของ MMT ในพอลิเมอร์เมตริกซ์ไม่สม่ำเสมอ นอกจากนี้จากการ วิเคราะห์ธาตุด้วย EDX สามารถแสดงร้อยละองก์ประกอบของธาตุซิลิกอนได้ดังภาคผนวก จ



(\mathfrak{V}) SBS/0.25% Organo-MMT

(fi) SBS

รูปที่ 4.7 สัณฐานวิทยาจาก SEM ของฟิล์ม SBS และวัสคุประกอบนาโน



3) SBS/1% Organo-MMT



(A) SBS/0.5% Organo-MMT



(a) SBS/5% Organo-MMT



(1) SBS/3% Organo-MMT



(ช) SBS/1% MMT

รูปที่ 4.7 (ต่อ)



(fi) SBS



(1) SBS/0.25 % Organo-MMT



(f) SBS/0.5% Organo-MMT

ร**ูปที่ 4.8** สัณฐานวิทยาและการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDX



(1) SBS/1% Organo-MMT



(1) SBS/3% Organo-MMT





(a) SBS/5% Organo-MMT



(ช) SBS/1% MMT

รูปที่ 4.8 (ต่อ)

4.5 ผลการทดสอบสมบัติของแผ่นฟิล์มวัสดุประกอบนาโน

4.5.1 ผลการทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มวัสดุประกอบนาโน

เมื่อนำฟิล์ม SBS และฟิล์มวัสคุประกอบนาโน SBS/Organo-MMT ที่เตรียมได้ไปทดสอบ สมบัติการรับแรงดึง ได้ผลดังต่อไปนี้



รูปที่ 4.9 ความแข็งแรงคึงของฟิล์มวัสดุประกอบนาโน

้จากรูปที่ 4.9 แสดงค่าความแข็งแรงดึงของ SBS และวัสคุประกอบนาโน พบว่า SBS มีค่าความ แข็งแรงคึงประมาณ 17 MPa และเมื่อเตรียมเป็นวัสคประกอบโคยมี Organo-MMT ในปริมาณ 0.25% 0.5 % และ 1% พบว่าวัสคุประกอบที่เตรียมได้มีความแข็งแรงคึงสูงกว่า SBS เมื่อปริมาณ ของ Organo-MMT เพิ่มขึ้น ทั้งนี้สันนิษฐานว่าเนื่องมาจากอนุภาคของ Organo-MMT เป็นวัสดุซึ่งมี ้ความแข็งแรงมากกว่า SBS เมื่อเติมลงใน SBS จึงทำหน้าที่เป็นส่วนรับแรง นอกจากนี้วัสคุประกอบ นาโนที่เตรียมได้เป็นประเภทแตกกระเจิง ซึ่งสายโซ่ของ SBS ได้เกลื่อนที่แทรกตัวเข้าไประหว่าง ระนาบของ Organo-MMT ทำให้ระนาบของ Organo-MMT แยกออกจากกันอย่างอิสระจน กลายเป็นอนุภาคเสริมแรงระดับนาโน อีกทั้งอนุภาคของ Organo-MMT ยังมีการกระจายตัวอยู่อย่าง ้ก่อนข้างสม่ำเสมอในพอถิเมอร์เมตริกซ์ ทำให้ส่งผ่านแรงได้ดีขึ้น และเนื่องจากขนาดของอนุภาคอยู่ ในระดับนาโนซึ่งมีขนาดเล็ก จึงทำให้ความเค้นสะสมระหว่างวัฏภาค (Stress concentration) ลดลง ทำให้สมบัติการรับแรงของวัสคุประกอบ SBS/Organo-MMT ที่เตรียมได้ดีขึ้น แข็งแรงขึ้นอย่างเห็น ใด้ชัด แต่เมื่อปริมาณของ Organo-MMT เพิ่มขึ้นเป็น 3% และ 5% โดยน้ำหนักของ SBS พบว่าวัสดุ ประกอบ SBS/Organo-MMT ที่เตรียมได้จะมีค่าความแข็งแรงคึงน้อยกว่าเมื่อปริมาณของ Organo-MMT เป็น 1% โดยน้ำหนัก แต่ยังคงแข็งแรงกว่าฟิล์ม SBS จากผลการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDX พบว่าอนุภาคของ Organo-MMT เกาะกันเป็นกลุ่มๆ และเมื่อปริมาณของ Organo-MMT เพิ่มขึ้น พบว่าทั้งขนาดและปริมาณของกลุ่มก้อนก็เพิ่มขึ้นด้วย เป็นผลให้มีความเด้นสะสมระหว่างวัฏภาค (Stress concentration) สูงขึ้น บริเวณคังกล่าวจึงเป็นจุดอ่อนแอของชิ้นงาน วัสคุประกอบที่เตรียมได้ จึงมีค่าความแข็งแรงดึงลดลง

นอกจากนี้ยังพบว่าวัสดุประกอบนาโน SBS/1% MMT มีค่าความแข็งแรงดึงสูงกว่า SBS เนื่องจาก MMT เป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงมากกว่า SBS จึงช่วยในการรับแรงกระทำที่มากระทำต่อ วัสดุประกอบนาโนได้มากขึ้น แต่ค่าความแข็งแรงดึงของวัสดุประกอบที่เติม 1% MMT มีค่าน้อย กว่าการเติม 1% Organo-MMT ทั้งนี้เนื่องจาก Organo-MMT สามารถเข้ากันได้ดีกับ SBS ซึ่ง สามารถยืนยันได้จากการวิเคราะห์ธาตุด้วย EDX (รูปที่ 4.8) จะพบว่าอนุภาคของ MMT อยู่กันเป็น กลุ่มๆ มีการกระจายของอนุภาค MMT ไม่ดี (รูปที่ 4.8 ฉ) ทำให้วัสดุประกอบที่เตรียมได้เป็นแบบ แทรกตัว ในขณะที่วัสดุประกอบนาโน SBS/1% Organo-MMT เป็นแบบแตกกระเจิง



ชนิดของวัสดุประกอบ

รูปที่ 4.10 เปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาดของฟิล์มวัสดุประกอบนาโน

จากรูปที่ 4.10 แสดงเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาดของ SBS และ วัสดุประกอบ SBS/Organo-MMT พบว่าการเติม Organo-MMT ในช่วงปริมาณ 0.25%-5% หรือ 1% MMT ลงใน SBS ไม่ส่งผล ต่อเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาดของวัสดุประกอบนาโนที่เตรียมได้ ทั้งนี้เนื่องมาจากวัสดุ ประกอบที่เตรียมได้เป็นวัสดุประกอบนาโนชนิดแตกกระเจิงและแทรกตัว ขนาดของ Organo-MMT หรือ MMT มีขนาดเล็กอยู่ในระดับนาโนเมตร จึงไม่ขัดขวางการเคลื่อนที่ผ่านกันของสายโซ่ SBS เมื่อได้รับแรงดึง ซึ่งแตกต่างจากพฤติกรรมของวัสดุประกอบที่มีส่วนเสริมแรงระดับ ไมโครเมตร



ชนิดของวัสดุประกอบนาโน

รูปที่ 4.11 ค่ามอดุลัสของยังของวัสดุประกอบนาโน

จากการทดสอบค่ามอดุลัสของยัง พบว่าการเติม Organo-MMT หรือ MMT ลงใน SBS ทำให้ ้วัสคุประกอบที่เตรียมได้มีค่ามอคุลัสของยังสูงกว่า SBS ดังแสดงในรูปที่ 4.11 นอกจากนี้เมื่อเติม Organo-MMT ในปริมาณ 0.25% ถึง 1% โดยน้ำหนักของ SBS พบว่าค่ามอดุลัสของยังมีค่าเพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากส่วนเสริมแรง Organo-MMT มีความแข็งกว่าพอลิเมอร์บริสุทธิ์ และมีขนาคอยู่ใน ระดับนาโนเมตร นอกจากนี้ยังมีการกระจายตัวที่ดีอยู่ภายในวัสดุประกอบ (จากผลการวิเคราะห์ธาตุ ด้วย EDX) ทำให้กวามเก้นสะสมระหว่างวัฏภาก (Stress concentration) ต่ำ ส่งผลให้บริเวณรอยต่อ ระหว่างวัฏภาคของวัสคุประกอบ SBS/Organo-MMT ดังกล่าวแข็งแรง จึงสามารถรับแรงกระทำ ้จากภายนอกได้ดี ค่ามอดุลัสจึงสูงขึ้น และมีค่าสูงสุดเมื่อเติม 1% Organo-MMT แต่ในวัสดุประกอบ นาโน SBS/Organo-MMT ที่มี Organo-MMT ในปริมาณ 3% และ 5% โดยน้ำหนักของ SBS พบว่า ้ ค่ามอดุลัสของยังของวัสคุประกอบดังกล่าวจะมีค่าสูงกว่า SBS ดังได้กล่าวมาแล้วข้างต้น แต่เมื่อ เพิ่มขึ้นทำให้ค่ามอดุลัสของยังลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับการเติม ปริมาณของ Organo-MMT Organo-MMT ในปริมาณ 0.25%-1% เนื่องจาก Organo-MMT มีการรวมเป็นกลุ่มก้อน (จากผลการ วิเคราะห์ธาตุด้วย EDX) การกระจายตัวไม่ดี ทำให้ความเด้นสะสมระหว่างวัฏภาค (Stress concentration) สูง บริเวณรอยต่อระหว่างวัฏภาคไม่แข็งแรง ทำให้ความสามารถในการต้านทานการ เสียรูปต่ำลง ค่ามอดุลัสของยังของวัสดุประกอบนาโนดังกล่าวจึงมีก่าต่ำลง

นอกจากนี้การเตรียมวัสคุประกอบนาโน SBS/1% MMT พบว่าวัสคุประกอบที่เตรียมได้มีค่า มอคุลัสของยังสูงกว่า SBS เนื่องจาก MMT เป็นวัสคุที่มีความแข็งมากกว่า SBS แต่มีค่าต่ำกว่าวัสคุ ประกอบนาโนที่ใช้ 1% Organo-MMT ทั้งนี้เป็นเพราะ Organo-MMT เมื่อทำการคัคแปรโครงสร้าง แล้วทำให้ความมีขั้วลคลง ความแตกต่างระหว่างขั้วของ Organo-MMT กับ SBS จึงลคลง จึงเข้ากัน ใด้ดี ส่งผลให้ความเค้นสะสมระหว่างวัฏภาค (Stress concentration) ต่ำ ความสามารถในการ ด้านทานการเสียรูปสูงกว่า จึงทำให้ค่ามอดุลัสของยังของวัสดุประกอบนาโน SBS/1% MMT มีค่า เพิ่มขึ้นไม่มากนัก เมื่อเทียบกับวัสดุประกอบนาโนระหว่าง SBS/1% Organo-MMT

4.5.2 ผลการทดสอบการซึมผ่านของอากาศ

ผลการวัคสมบัติการซึมผ่านของอากาศตามมาตรฐาน ASTM D 1434 Procedure V แสดงผล ของความชั้นจากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาและระยะทางการเคลื่อนที่ของไอโซโพร-พานอล ได้ดังตารางที่ 4.3

ตัวอย่าง	ความชั้น (mm/s)	ความหนา (mm) ของแผ่นฟิล์ม	ความชั้น X ความหนา (mm²/s), Z	
SBS	8.000	0.050	0.400	
SBS/0.25% Organo-MMT	5.520	0.055	0.300	
SBS/0.5% Organo-MMT	5.180	0.055	0.28 0	
SBS/1% Organo-MMT	4.030	0.050	0.200	
SBS/3% Organo-MMT	4.640	0.050	0.230	
SBS/5% Organo-MMT	4.430	0.055	0.240	
SBS/1% MMT	4.130	0.060	0.250	

ตารางที่ 4.3 ความชั้นจากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาและระยะทางการเคลื่อนที่ของ ไอโซโพรพานอล

จากการวัดค่าการซึมผ่านของอากาศ โดยการสร้างกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างระยะ ทางการเคลื่อนที่ของไอโซโพรพานอลกับเวลา ค่าความชันของกราฟ (ระยะทางการเคลื่อนที่/เวลา) จะมีค่าผกผันกับความหนาของแผ่นฟิล์ม เมื่อทำการปรับค่าความชัน (Normallised slope) ดังกล่าว ด้วยความหนาของแผ่นฟิล์ม (Z) จะได้ค่าการซึมผ่านของอากาศเป็นปริมาตรของก๊าซต่อเวลาที่ซึม ผ่านแผ่นฟิล์ม พบว่าวัสดุประกอบนาโนที่เติม Organo-MMT ในปริมาณต่างๆ หรือเติม MMT จะมี ค่า Z ลดลงเมื่อเทียบกับ SBS ซึ่งแสดงว่าการซึมผ่านของอากาศในวัสดุประกอบนาโนมีค่าลดลง

แสดงว่าอากาศใช้เวลาในการซึมผ่านวัสดุประกอบนาโนจากด้านหนึ่งไปยังอีกด้านหนึ่งนานขึ้น ทั้งนี้เนื่องมาจากเมื่อมีการเติม Organo-MMT หรือ MMT ลงใน SBS จะทำให้ระยะทางการเกลื่อนที่ ของอากาศเพิ่มขึ้น เนื่องจากมีอนุภาคของ Organo-MMT หรือ MMT มาขัดขวางการเกลื่อนที่ของ อากาศทำให้ระยะทางและความคดเกี้ยวมากขึ้น จึงใช้เวลานานขึ้นในการเคลื่อนที่ผ่านฟิล์มเพราะ ต้องเคลื่อนที่อ้อมอนุภาคของเคลย์ที่ขวางการเคลื่อนที่อยู่

สำหรับในวัสดุประกอบนาโนที่มี Organo-MMT ในปริมาณ 0.25%-1% พบว่าค่า Z ของวัสดุ ประกอบนาโนดังกล่าวมีค่าลดลงเมื่อปริมาณของ Organo-MMT เพิ่มขึ้น เนื่องจากฟิล์มวัสดุ ประกอบที่เตรียมได้เป็นวัสดุประกอบนาโนชนิดแตกกระเจิง (Exfoliated nanocomposites) จึงทำให้ ระยะทางการเคลื่อนที่ผ่านของอากาศผ่านวัสดุประกอบนาโนมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากความคดโค้งของ เส้นทางการเดินทาง (d') ของอากาศผ่านวัสดุประกอบที่มีแผ่นของ Organo-MMT ที่แตกออกจาก กันกระจายอยู่ อธิบายได้ดังรูป 4.12 ข ทำให้ใช้เวลาในการเคลื่อนที่ผ่านฟิล์มวัสดุประกอบนานกว่า การเคลื่อนที่ผ่าน SBS การเดินทางของอากาศผ่าน SBS จะมีระยะทางที่สั้นกว่า การซึมผ่านของ อากาศจึงผ่านได้ดีกว่า



รูปที่ 4.12 แบบจำลองลักษณะการจัคเรียงตัวของ Organo-MMT ในแบบต่างๆ

สำหรับวัสดุประกอบนาโนที่มี Organo-MMT ในปริมาณ 3% และ 5% พบว่าก่า Z ของวัสดุ ประกอบดังกล่าวมีก่าสูงกว่าวัสดุประกอบนาโนที่มี Organo-MMT ในปริมาณ 1% แสดงว่าวัสดุ ประกอบนาโนที่มี Organo-MMT ในปริมาณ 3% และ 5% มีการซึมผ่านของอากาศมีก่าสูงกว่าวัสดุ ประกอบนาโนที่มี Organo-MMT ในปริมาณ 1% แต่การซึมผ่านของอากาศในวัสดุประกอบ ดังกล่าวจะมีก่าต่ำกว่าใน SBS ทั้งนี้เนื่องจากผลการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์วัสดุประกอบนาโนที่มี Organo-MMT ในปริมาณ 3% และ 5% พบว่าเป็นวัสดุประกอบนาโนชนิดแทรกตัว (Intercalated nanocomposites) ทำให้มีชั้นของ Organo-MMT ที่ยังไม่แยกจากกันอยู่ ส่งผลให้ระยะทางการ เกลื่อนที่ของอากาศผ่านฟิล์มวัสดุประกอบนาโนมีระยะทางที่สั้นกว่าการเกลื่อนที่ในฟิล์มวัสดุ ประกอบนาโนชนิดแตกกระเจิง ดังแสดงในรูปที่ 4.12 ค อากาศจึงซึมผ่านวัสดุประกอบนาโนชนิด แทรกตัวได้ง่ายกว่าวัสดุประกอบนาโนชนิดแตกกระเจิง อย่างไรก็ตามการซึมผ่านของอากาศใน วัสดุประกอบดังกล่าวมีก่าน้อยกว่าใน SBS

เมื่อเติม 1% MMT ใน SBS พบว่าวัสดุประกอบนาโนที่เตรียมได้มีการซึมผ่านของอากาศลดลง เมื่อเทียบกับ SBS แต่การซึมผ่านของอากาศยังคงสูงกว่าวัสดุประกอบนาโน SBS/1% Organo-MMT ทั้งนี้เนื่องจากความเข้ากันได้ของ Organo-MMT กับ SBS ดีกว่า MMT กับ SBS ทำให้ อนุภาคของ Organo-MMT เกิดการแตกกระเจิง และมีการกระจายตัวใน SBS สม่ำเสมอกว่า MMT ระยะทางการเคลื่อนที่ของอากาศในวัสดุประกอบนาโน SBS/1% Organo-MMT จึงมีค่าสูงกว่าใน วัสดุประกอบนาโน SBS/1% MMT ดังที่กล่าวมาแล้ว ทำให้การซึมผ่านของอากาศผ่านฟิล์มวัสดุ ประกอบนาโน SBS/1% Organo-MMT มีค่าต่ำกว่า

เมื่อน้ำค่า Z ของวัสดุประกอบหารด้วยค่า Z ของ SBS ทำให้ได้ค่า D/D' หรือค่า Tortousity factor (T) ซึ่งสามารถใช้ในการคาดคะเน Aspect ratio (L/W) ของ Organo-MMT และ MMT จาก สมการของคัสเลอร์ ดังแสดงในสมการที่ 2.5



ซึ่งผลการคำนวณแสดงได้ดังรูปที่ 4.13

รูปที่ 4.13 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัคส่วนโดยปริมาตรและ D/D' ตามสมการของคัสเลอร์

จากนั้นนำค่า D/D' ที่คำนวณได้ดังแสดงในตารางที่ 4.4 ไปกาดกะเนค่า Aspect ratio จากรูปที่ 4.13 ได้ก่า Aspect ratio ดังแสดงในตารางที่ 4.4

ตัวอย่าง	สัคส่วนโดยปริมาตร	Tortuosity factor	Aspect ratio
SBS/0.25% Organo-MMT	0.0013	0.76	600
SBS/0.5% Organo-MMT	0.0025	0.73	600
SBS/1% Organo-MMT	0.0052	0.50	600
SBS/3% Organo-MMT	0.154	0.58	100
SBS/5% Organo-MMT	0.0254	0.61	50
SBS/1% MMT	0.0052	0.62	600

ตารางที่ 4.4 ผลการคำนวนค่า Tortuosity factor และสัคส่วนโคยปริมาตรของวัสดุประกอบนาโน

พบว่าวัสดุประกอบนาโนที่เติม Organo-MMT ในปริมาณ 0.25%-1% พบว่า Organo-MMT มี ค่า aspect ratio ประมาณ 600 เนื่องจากในวัสดุประกอบนาโนที่มีปริมาณ Organo-MMT ในปริมาณ 0.25%-1% เป็นวัสดุประกอบนาโนชนิดแตกกระเจิง และมีการกระจายตัวของอนุภาคสม่ำเสมอ แยกออกจากกันอย่างอิสระแต่ในวัสดุประกอบนาโนที่เติม Organo-MMT ในปริมาณ 3% และ 5% พบว่ามีค่า Aspect ratio ลดลง เป็น 100 และ 50 ตามลำคับ ทั้งนี้เนื่องจากเมื่อปริมาณของ Organo-MMT เพิ่มขึ้น วัสดุประกอบนาโนที่เตรียมได้เป็นแบบแทรกตัว และมีการรวมกลุ่มของอนุภาคของ Organo-MMT ซึ่งขนาดของกลุ่มและจำนวนกลุ่มจะมากขึ้นเมื่อปริมาณของ Organo-MMT เพิ่มขึ้น สำหรับวัสดุประกอบนาโนที่เติมสำหรับวัสดุประกอบนาโนที่เติม 1% MMT พบว่า MMT มี aspect ratio ประมาณ 600

ค่าการซึมผ่านของอากาศมีค่าลดลงอย่างมากเมื่อเติมปริมาณ Organo-MMT ในปริมาณเพียง เล็กน้อยเท่านั้น ทั้งนี้สันนิษฐานว่าน่าจะมีสาเหตุมาจากเทคนิคการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยงที่ใช้ใน การขึ้นรูปวัสดุประกอบนาโน ส่งผลให้เกิดการจัดเรียงโครงสร้างของแผ่น MMT ออกไปในแนว รัศมีของแผ่นฟิล์มเนื่องจากแรงเหวี่ยง ทำให้การกระจายของอนุภาค Organo-MMT มีลักษณะดังรูป ที่ 4.14 จากภาพเห็นได้ว่าอากาศต้องเคลื่อนที่ผ่านแผ่นของ Organo-MMT ในระยะทางที่มากขึ้น เนื่องจาก ทำให้การซึมผ่านของอากาศลดลง



ร**ูปที่ 4.14** แบบจำลองการจัคเรียงตัวของ Organo-MMT และทิศทางการเกลื่อนที่ของอากาศซึ่ง กาดว่าเกิดขึ้นในฟิล์มวัสดุประกอบ

4.5.3 การวัดการส่องผ่านของรังสียูวี-วิสซิเบิล

เมื่อนำ SBS และวัสดุประกอบนาโนที่เตรียมได้ไปวัดการส่องผ่านของรังสียูวีซึ่งมีความยาว กลื่นตั้งแต่ 190 nm ถึง 400 nm และวัดการส่องผ่านของแสงที่ตามองเห็นได้ซึ่งมีความยาวกลื่น ตั้งแต่ 400 nm ถึง 600nm ผลการวัดแสดงได้ดังรูปที่ 4.15



ร**ูปที่ 4.15** การส่องผ่านของรังสียูวี-วิสซิเบิลใน SBS และวัสคุประกอบนาโน

จากรูปที่ 4.15 พบว่ารังสียูวีและแสงที่ตามองเห็นได้สามารถส่องทะลุผ่านฟิล์ม SBS ได้ดีกว่า วัสดุประกอบนาโน และเมื่อเติม Organo-MMT ในปริมาณ 0.25%-3% พบว่าการส่องผ่านของรังสี ยูวีและแสงที่ตามองเห็นได้ลดลงเมื่อปริมาณของ Organo-MMT เพิ่มขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งการ ลดลงของการส่องผ่านของรังสียูวีจะลดลงอย่างเห็นได้ชัด ในขณะที่การส่องผ่านของแสงในช่วงที่ ตามองเห็นได้มีค่าลดลงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ทั้งนี้เนื่องจาก Organo-MMT มีขนาดเล็กระดับนาโน เมตรใกล้เกียงกับความยาวกลิ่นของรังสียูวี จึงขัดขวางการส่องผ่านของรังสียูวีได้ดี แต่ไม่ขัดขวาง การส่องผ่านของคลิ่นแสงในช่วงที่ตามองเห็นได้ ทำให้วัสดุประกอบนาโนที่เตรียมได้มีลักษณะใส