

การเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เฟอร์โรฟลูอิด เพื่อใช้เป็นวัสดุป้องกันการคายประจุจากไฟฟ้าสถิต

ภาวิณี เจริญธนวงศ์ อัญญา เศรษฐีศักดิ์โก รติพร ยอดสวาท และ สุปราณี แก้วภิมย์ *

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์เฟอร์โรฟลูอิดโดยวิธีการตกตะกอนร่วมระหว่างไอออน (III) คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต และไอออน (II) คลอไรด์ เตตระไฮเดรต อัตราส่วน 2:1 ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และใช้เตตระเมทิลแอมโมเนียม-ไฮดรอกไซด์เป็นสารลดแรงตึงผิว พบว่าความหนืดของเฟอร์โรฟลูอิดที่สังเคราะห์ได้มีค่าเท่ากับ 6.5 cP โครงสร้างทางเคมีของอนุภาค Fe_3O_4 ในเฟอร์โรฟลูอิดถูกตรวจสอบโดยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน และฟูรีเยอร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทรสโคปี ลักษณะพื้นผิว การกระจายตัว และขนาดของอนุภาคของ Fe_3O_4 ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากนั้นนำเฟอร์โรฟลูอิดที่สังเคราะห์ได้มาใช้เป็นสารตัวเติมนำไฟฟ้า ในการเตรียมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เฟอร์โรฟลูอิด คอมโพสิต โดยใช้ปริมาณเฟอร์โรฟลูอิด 0, 5, 10, 15 และ 20% w/w และใช้กลูตารัลดีไฮด์เป็นสารเชื่อมขวาง (0.5% w/w เทียบกับน้ำหนักของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์) ศึกษาสมบัติของคอมโพสิตที่เตรียมขึ้น ได้แก่ สมบัติเชิงกลด้วยการทดสอบแรงดึง สันฐานวิทยา ความต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิว และการบวมตัวในน้ำ เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้เป็นวัสดุป้องกันการคายประจุจากไฟฟ้าสถิต ผลการทดลองที่ได้แสดงให้เห็นว่า คอมโพสิตที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติเชิงกล สันฐานวิทยา สภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิว และการบวมตัวในน้ำ เปลี่ยนแปลงไปตามปริมาณของ Fe_3O_4 และคอมโพสิตที่เตรียมโดยใช้ปริมาณเฟอร์โรฟลูอิด 10% w/w เหมาะสมที่จะใช้เป็นวัสดุป้องกันการคายประจุจากไฟฟ้าสถิต

คำสำคัญ : เฟอร์โรฟลูอิด, คอมโพสิต, วัสดุป้องกันการคายประจุจากไฟฟ้าสถิต , สภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิว

Preparation and Characterization of Poly(vinyl alcohol)/ferrofluid Composite for Use as Anti Electrostatic Discharge Material

Pawinee Jareonthanawong, Archaya Sedthisakko, Ratiporn Yodsawat and Supraneek Kaewpirom*

Abstract

In this project, ferrofluid was synthesized by a co-precipitation method between iron (III) chloride hexahydrate and iron (II) chloride tetrahydrate with a 2:1 ratio in ammonium hydroxide solution, using tetramethyl ammonium hydroxide as a surfactant. The synthesized ferrofluid exhibited the viscosity of 6.5 cP. The chemical structure of Fe_3O_4 particle was investigated using X-ray diffraction (XRD) and Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR). Scanning electron microscopy (SEM) analysis was carried out to study the surface, dispersion as well as particle size of Fe_3O_4 . The synthesized ferrofluid was later used as a conductive filler in the preparation of polyvinyl alcohol/ferrofluid composites, at various ratios e.g., 0, 5, 10, 15 and 20% w/w. Glutaraldehyde (0.5% w/w by weight of the polyvinyl alcohol) was used as a crosslinker. In order to evaluate the potential for use as anti-electrostatic discharge material, the properties of the prepared composites, such as mechanical properties, surface morphology, surface resistivity, and swelling ratio in water, were also investigated. The experimental results showed that the prepared composites exhibited the variation in mechanical properties, morphology, surface resistivity, and swelling ratio in water, depending on the Fe_3O_4 content. In conclusion, 10%w/w ferrofluid was the suitable amount for preparing the composite for use as anti-electrostatic discharge material.

Keywords : Ferrofluid, Composite, Anti-electrostatic discharge material, Surface resistivity

Department of Chemistry, Faculty of Science, Burapha University.

* Corresponding author, E-mail: kaewpiro@buu.ac.th Received 21 June 2012, Accepted 6 August 2012

1. บทนำ

การคายประจุจากไฟฟ้าสถิต (Electrostatic discharge, ESD) เป็นปรากฏการณ์ที่เกิดจากการเคลื่อนที่ของประจุไฟฟ้าบวก หรือลบ บนพื้นผิวของวัสดุที่มีศักดาไฟฟ้าไม่สมดุลกัน มักเกิดขึ้นได้ในสภาพอากาศที่เย็นและแห้ง[1] กระบวนการผลิตเชิงอุตสาหกรรมและอิเล็กทรอนิกส์ในปัจจุบัน ซึ่งชิ้นงานอิเล็กทรอนิกส์มีขนาดเล็กลง และมีประสิทธิภาพที่สูงขึ้น ทำให้มีวงจรไฟฟ้ามากมาย ในขนาดของชิ้นงานที่เล็ก ส่งผลให้ชิ้นงาน ไวต่อการเกิด การคายประจุจากไฟฟ้าสถิต ซึ่งมีผลทำให้สมบัติทางไฟฟ้าของชิ้นงานเหล่านั้นเปลี่ยนไป โดยชิ้นงานอาจมีคุณภาพลดลง หรือถูกทำให้เสียหาย จนไม่สามารถใช้งานได้ นักวิจัยจึงมีแนวคิด ผลิตสารป้องกัน การเกิดการคายประจุจากไฟฟ้าสถิตขึ้น ซึ่งสารป้องกัน การคายประจุ จากไฟฟ้าสถิตส่วนมากเป็นสารประเภท อนุภาคฝุ่น นํามาใช้ร่วมกับ สารตัวเติมที่มีสมบัตินำไฟฟ้า [2] และสารตัวเติมที่น่าสนใจชนิดหนึ่ง คือเฟอร์โรฟลูอิด

เฟอร์โรฟลูอิด (ferrofluid) ประกอบไปด้วยคอลลอยด์ของอนุภาคนาโนไอออนออกไซด์ (Fe_3O_4 หรือ $\gamma-Fe_2O_3$) ที่แพร่กระจายอยู่ในของเหลว มีสมบัติเป็นซูเปอร์พาราแมกเนติก (superparamagnetic) มีสภาพความเป็นแม่เหล็กสูง จึงใช้เป็นสารตัวนำไฟฟ้าได้ดี [3] พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ หรือ PVA เป็นพอลิเมอร์ที่น่าสนใจ ชนิดหนึ่งสำหรับนำมาใช้เป็นวัสดุป้องกันการคายประจุจาก ไฟฟ้าสถิต เนื่องจากเป็นพอลิเมอร์ที่ชอบน้ำ (hydrophilic) จึงดูดซับน้ำและความชื้นได้ดี ละลายน้ำ และย่อยสลาย โดยวิธีทางชีวภาพได้ [4] นอกจากนี้ ยังสามารถขึ้นรูป เป็นแผ่นฟิล์มได้ดี มีความเหนียว และทนต่อการขีดข่วน ดังนั้นคอมโพสิตที่สร้างจากพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และเฟอร์โรฟลูอิด เมื่อนำมาทำเป็นแผ่นฟิล์ม และเคลือบบนผิววัสดุ จะทำให้มีพื้นผิวทนต่อการขีดข่วน และมีความสามารถในการนำไฟฟ้ามากขึ้น จึงสามารถป้องกัน การคายประจุจากไฟฟ้าสถิตได้

การศึกษานี้ได้ทำการสังเคราะห์เฟอร์โรฟลูอิด โดยวิธีการตกตะกอนร่วมระหว่างไอออน (III) คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต กับไอออน (II) คลอไรด์ เตตระไฮเดรต ที่อัตราส่วน 2:1 ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และ

ใช้เตตระเมทิล แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ เป็นสารลดแรงตึงผิว เพื่อช่วยในการกระจายตัว วัดความหนืดของสารที่สังเคราะห์ได้โดยเครื่องวัดความหนืดแบบหมุน (rotational viscometer) ยืนยันโครงสร้าง โดยเทคนิคฟูรีเออร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (FT-IR) และเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ศึกษาลักษณะพื้นผิว การกระจายตัว และขนาดของอนุภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ใช้เฟอร์โรฟลูอิดที่สังเคราะห์ได้เป็นสารตัวเติมนำไฟฟ้า ในการสังเคราะห์พอลิไวนิลแอลกอฮอล์คอมโพสิต เพื่อใช้เป็นวัสดุป้องกันการคายประจุจากไฟฟ้าสถิต โดยใช้อัตราส่วนของ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์และเฟอร์โรฟลูอิดต่างกัน และใช้กุกูราลดีไฮด์เป็นสารเชื่อมขวาง (crosslinker) จากนั้นศึกษาสมบัติของคอมโพสิตที่เตรียมขึ้น ได้แก่ การบวมตัวในน้ำ สมบัติเชิงกล ลักษณะพื้นผิว และการกระจายตัว รวมถึงสภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิว (surface resistivity)

2. วัสดุ อุปกรณ์และวิธีทดลอง

2.1 การสังเคราะห์เฟอร์โรฟลูอิด

ซึ่งไอออน (III) คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต 2.7 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่น ปริมาตร 25 มิลลิลิตร และสารละลาย 0.1 M กรดไฮโดรคลอริก ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ตามลำดับ เขย่าจนกระทั่งสารละลายหมด จะได้สารละลายไอออน (III) คลอไรด์ จากนั้นซึ่งไอออน (II) คลอไรด์ เตตระไฮเดรต 1 กรัม ละลายด้วยสารละลาย 0.1 M กรดไฮโดรคลอริก 10 มิลลิลิตร เขย่าจนกระทั่งสารละลายหมด จะได้ไอออน (II) คลอไรด์

ผสมสารละลายทั้งสองเข้าด้วยกัน และเมื่อเขย่าให้เข้ากันแล้ว เติมสารละลาย 3 M แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 50 มิลลิลิตร โดยใช้กระบอกตวง ค่อยๆ เติมพร้อมกับเขย่า จนสังเกตเห็นว่า สารละลายเปลี่ยนเป็นสีดำ และเขย่าต่อ อีกประมาณ 3 นาที (ทำในตู้ควีน) จากนั้นเทสารละลาย ลงในถ้วยพลาสติกสีขาว และวางบนแท่งแม่เหล็กแรงสูง รอจนกระทั่งสารละลายแยกเป็นสองชั้น (สารละลายชั้นบนใส ชั้นล่างสีดำ เรียกว่า เฟอร์โรฟลูอิด) ให้เทสารละลายสีที่ลงไป ซึ่งขณะนั้น ถ้วยพลาสติกต้องวาง อยู่บน แท่งแม่เหล็ก

แรงสูงตลอดเวลา เติมน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร ลงในเฟอร์โรฟลูอิดและเขย่าเพื่อกำจัด สารละลาย แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ส่วนเกินออกไป ทำซ้ำอย่างน้อย สามครั้ง จึงเติม 10% w/w เติตระเมทิล แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ ปริมาตร 12.5 มิลลิลิตร และใช้แท่งแก้ว คนสารคนผสมให้กระจายทั่วกัน ประมาณ 2 นาที จึงวางแก้วพลาสติกลงบนแท่งแม่เหล็กแรงสูงรอจนกระทั่ง สารละลายแยกเป็นสองชั้น จึงเทส่วนที่เป็นของเหลวใส ชั้นบนทิ้งไปให้หมด ขณะที่ด้วยพลาสติก ต้องวางอยู่บนแท่งแม่เหล็กแรงสูง ตลอดเวลา และส่วนชั้นล่างนั้น เป็นสารเฟอร์โรฟลูอิดที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งมีสีดำ

2.2 การสังเคราะห์พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เฟอร์โรฟลูอิดคอมโพสิต

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เฟอร์โรฟลูอิด คอมโพสิต ที่มีปริมาณเฟอร์โรฟลูอิดต่างกัน คือ 0, 5, 10, 15, 20% w/w (เทียบกับน้ำหนักของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์) เตรียมได้ โดยวิธีการดังต่อไปนี้ ซึ่งเฟอร์โรฟลูอิดที่สังเคราะห์ได้ ลงในบีกเกอร์ เติมสารละลาย 10% w/v พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (น้ำหนักโมเลกุล 80,000 g/mol) กวนด้วยเครื่องกวน แบบใช้แม่เหล็ก เป็นเวลา 15 นาที หรือจนของผสม มีเนื้อสม่ำเสมอ จากนั้นเติมสารละลายเชื่อมขวาง (ประกอบด้วย สารละลาย 50% w/v เมทานอล 10% w/v กรดอะซิติก 1.2% w/v กลูตารัลดีไฮด์ และ 10% w/v กรดซัลฟิวริก ในอัตราส่วนโดยปริมาตร 3:2:2:1) [4] กวนต่ออีก 5 นาที จึงนำสารละลายที่ได้ ทำเป็นแผ่นฟิล์มโดยเทลงในจานเพาะเชื้อ (Petri-dish) หรือเคลือบบนกระจกที่ทำความสะอาดแล้ว ด้วยเครื่องเคลือบด้วยมือ (K-hand coater) หลังจากเจลก่อดัวขึ้น นำไปอบในตู้อบลมร้อนที่อุณหภูมิ 40 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และอบต่อในตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ฟิล์มแห้งของคอมโพสิตที่มีความหนา 0.06±0.01 มิลลิเมตร และ 0.03±0.01 มิลลิเมตร สำหรับฟิล์มหนา และฟิล์มที่เคลือบบนกระจก ตามลำดับ

2.3 การวิเคราะห์สมบัติ

เฟอร์โรฟลูอิดที่สังเคราะห์ แต่ยังไม่มีการเติมสารลดแรงตึงผิว จะถูกนำไปอบให้แห้งเพื่อให้ได้อนุภาคของ Fe₃O₄ ซึ่งมีลักษณะเป็นผงละเอียด จึงนำไปวิเคราะห์โครงสร้าง ด้วย

เทคนิค XRD (Panalytical, Expert) โดยวิเคราะห์จาก $2\theta = 0 - 90^\circ$ และ FT-IR (Perkin Elmer FT-IR System 2000) โดยใช้แผ่น KBr วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค SEM (LEO, 1450 VP) ตามลำดับ

ทดสอบสมบัติเชิงกลของคอมโพสิตด้วย Universal testing machine, Testometric, MICRO 350 ใช้ส่วนวัดแรง 50 N ความยาวพิกัด 30 mm อัตราเร็วในการดึง 10 mm/min ขึ้นตัวอย่างรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 50 mm × 0.5 mm × 0.06 mm และทำการทดลอง 10 ซ้ำต่อ 1 ตัวอย่าง วิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิค SEM (LEO,1450 VP) วัดความต้านทานไฟฟ้าของชิ้นงานด้วย Agilent technology digital multi-meter 5 ซ้ำต่อ 1 ตัวอย่าง และนำมาคำนวณ สภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิว ตามมาตรฐาน ASTM D 257 [5] ดังสมการ

$$P_s = \frac{P}{g} R_s \quad \text{เมื่อ } P = (a + b + 2g) \quad (1)$$

โดย R_s คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่วัดได้, หน่วย Ohm
a และ b คือ ความยาวและความกว้างของอิเล็กโทรดตามลำดับ, หน่วย cm และ g คือ เส้นผ่านศูนย์กลางของปลายเข็มวัด, หน่วย cm

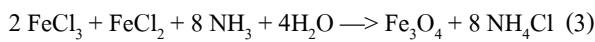
ศึกษาการบวมตัวในน้ำโดยวิธีชั่งน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 27±2°C โดย ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์ม ขนาด 8.5 mm × 8.5 mm × 0.06 mm บันทึกเป็นน้ำหนักแห้ง W_d จากนั้นแช่ฟิล์ม ในน้ำปราศจากไอออน 24 ชั่วโมง จึงนำฟิล์มขึ้นจากน้ำ ซับด้วยกระดาษกรองเพื่อกำจัดน้ำส่วนเกิน และชั่งน้ำหนักอีกครั้ง บันทึกเป็นน้ำหนักเปียก W_w และคำนวณร้อยละการบวมตัว (Swelling ratio) ตามสมการ [4]

$$\text{Swelling ratio} = \frac{W_w - W_d}{W_d} \times 100 \quad (2)$$

3. ผลการทดลอง และอภิปรายผล

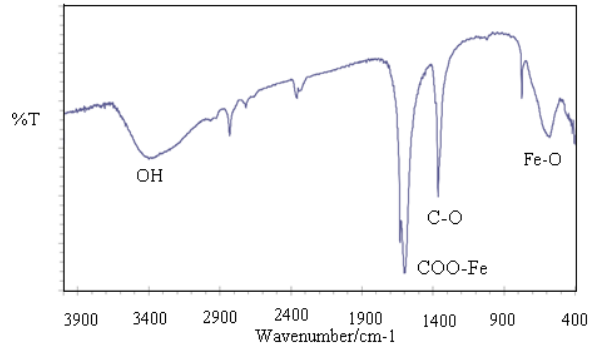
3.1 การวิเคราะห์โครงสร้างและสัญญาณวิทยาของเฟอร์โรฟลูอิด

ในการสังเคราะห์เฟอร์โรฟลูอิดนั้น Fe^{3+}/Fe^{2+} เปลี่ยนไปเป็น $FeO-Fe_2O_3$ หรือ Fe_3O_4 โดยเกิดการตกตะกอนร่วม [6] ดังสมการที่ 3



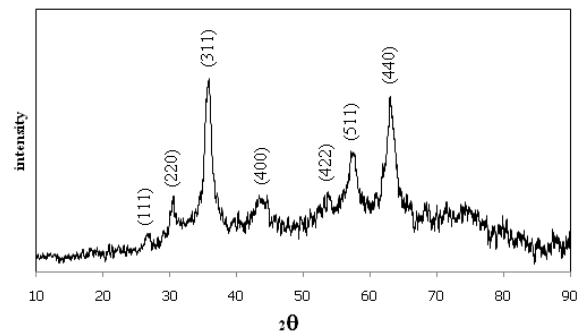
เฟอร์โรฟลูอิดมีลักษณะเป็นของเหลวหนืด วัดความหนืดได้เท่ากับ 6.5 ± 0.1 cP ประกอบด้วย อนุภาคคอลลอยด์ Fe_3O_4 ซึ่งมีสมบัติเป็นซูเปอร์ พาราแมกเนติก ทำให้เกิดการรวมตัว และดึงดูดกันระหว่างอนุภาค จึงต้องเติม สารลดแรงตึงผิว เตตระเมทิล แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ ทำให้อนุภาคเกิดการกระจายตัว โดยเตตระเมทิล แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ทำให้เกิดประจุไอออนในสารละลาย คือไฮดรอกไซด์ แอนไอออน (OH) และเตตระเมทิล แอมโมเนียมแคทไอออน (TMA⁺) โดยไฮดรอกไซด์แอนไอออน จะถูกดึงดูดบนพื้นผิว ของอนุภาค Fe_3O_4 และสร้างชั้นประจุลบที่ผิวของอนุภาค Fe_3O_4 และเตตระเมทิล แอมโมเนียม แคทไอออน จะถูกดึงดูดด้วยชั้นของประจุลบที่ผิวของอนุภาค Fe_3O_4 เกิดเป็นชั้นของประจุบวก เมื่ออนุภาค Fe_3O_4 เข้าใกล้กัน ซึ่งระหว่างชั้นนั้น เป็นประจุบวกก็จะเกิดการผลักกัน ทำให้อนุภาค Fe_3O_4 ไม่สามารถรวมตัวกันได้ จึงเกิดการกระจายตัว [3,7]

จากการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของตัวอย่างอนุภาค Fe_3O_4 (รูปที่ 1) พบพีกสำคัญ ที่เลขคลื่น 3399 cm^{-1} ของ -OH stretching ซึ่งเกิดจากการดูดซับโมเลกุลน้ำของอนุภาค Fe_3O_4 และที่เลขคลื่น 580 cm^{-1} ปรากฏพีกของ Fe-O ของอนุภาค Fe_3O_4 [8] ส่วนพีกที่เลขคลื่น $1600-1650\text{ cm}^{-1}$ และ 1350 cm^{-1} นั้นคาดว่า เป็นของหมู่คอนจูเกตของคาร์บอนิล COO-Fe และ C-O stretching ตามลำดับ ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาของ Fe^{3+}/Fe^{2+} ที่เหลือ กับ แก๊ส คาร์บอนไดออกไซด์ในอากาศ



รูปที่ 1 อินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาค Fe_3O_4

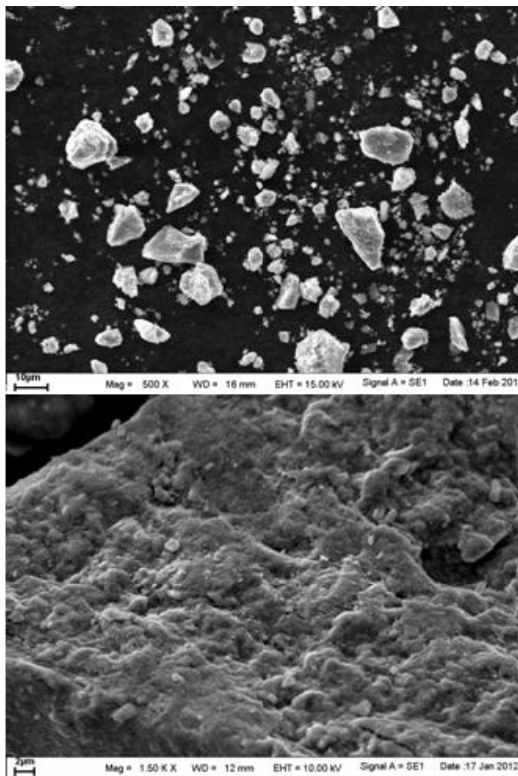
เมื่อทดสอบตัวอย่างอนุภาค Fe_3O_4 ที่สังเคราะห์ได้ ด้วยเทคนิค XRD ได้ดิฟแฟรกโตแกรม (diffractogram) ดังรูปที่ 2 ซึ่งแสดงดิฟแฟรกชันพีก (diffraction peak) ที่สำคัญที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 30, 36, 44, 58 และ 62 ตามลำดับ ข้อมูลจาก XRD บอกให้ทราบว่า โครงผลึกของ Fe_3O_4 ที่สังเคราะห์ได้ เป็นแบบแมกนีไทต์ (magnetite) ซึ่งข้อมูลที่ได้ ตรงกับ ดิฟแฟรกชันพีก ที่มีผู้ศึกษามาแล้ว [9-10]



รูปที่ 2 ดิฟแฟรกโตแกรมของอนุภาค Fe_3O_4

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM ของตัวอย่างอนุภาค Fe_3O_4 (รูปที่ 3) พบว่าพื้นผิวมีลักษณะขรุขระ เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนระหว่างอนุภาค Fe_3O_4 และวัดขนาดของอนุภาค จากภาพถ่าย พบว่าอยู่ในช่วง $80\text{ nm}-20\text{ }\mu\text{m}$ ซึ่งมีขนาดใหญ่มาก ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากกระบวนการ หรือสภาวะที่ใช้ ในการสังเคราะห์ เช่น อัตราส่วนระหว่างไอออน (III) คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรต และไอออน (II) คลอไรด์ เตตระไฮเดรตที่ใช้ อุณหภูมิ เวลาในการเกิดปฏิกิริยา และปริมาณน้ำ กล่าวคือถ้าใช้อุณหภูมิสูง จะทำให้อนุภาคมีขนาดเล็ก ระดับนาโน เป็นคอลลอยด์กระจายอยู่

ในสารละลาย แต่ถ้าใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยานานหรือมีปริมาณน้ำที่สูง จะทำให้อนุภาคเกิดการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนมากขึ้น ส่งผลให้เกิดการตะกอนของอนุภาค Fe_3O_4 ขนาดใหญ่ [11] ซึ่งในงานวิจัยนี้ ขณะสังเคราะห์ไม่มีการให้ความร้อน และใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย อนุภาคจึงเกิดการรวมตัว เป็นตะกอนขนาดใหญ่ได้

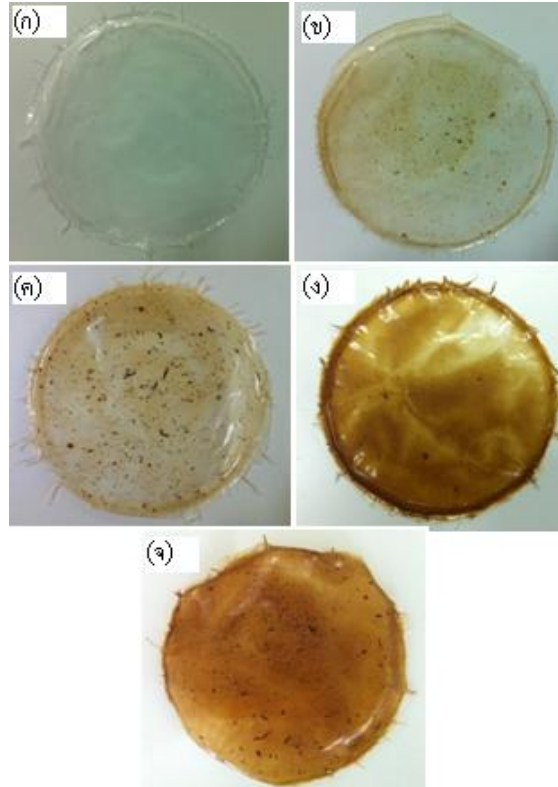


รูปที่ 3 ลักษณะพื้นผิว และการกระจายตัวของอนุภาค Fe_3O_4

3.2 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เฟอร์โรฟลูอิด คอมโพลิต

3.2.1 ลักษณะทางกายภาพของแผ่นฟิล์มคอมโพลิต

ตัวอย่างแผ่นฟิล์มคอมโพลิต ที่มีสัดส่วนของ เฟอร์โรฟลูอิดต่างกัน คือ 0, 5, 10, 15 และ 20% w/w มีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มเรียบใส เมื่อไม่มีการเติม เฟอร์โรฟลูอิด และจะมีสีน้ำตาลเข้มขึ้นตามลำดับ เมื่อเติมเฟอร์โรฟลูอิด ในปริมาณ 5, 10, 15 และ 20% w/w นอกจากนี้ ยังพบการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค Fe_3O_4 เป็นก้อนขนาดใหญ่ แต่มีขนาดและการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอ เมื่อมองด้วยตาเปล่า ดังรูปที่ 4

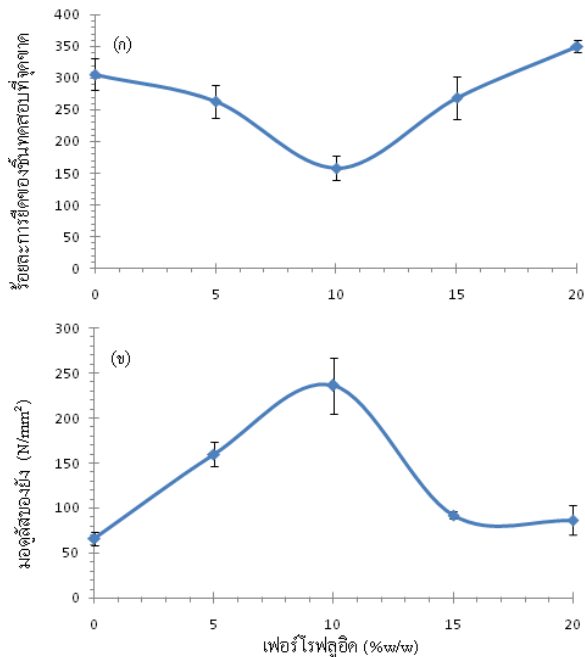


รูปที่ 4 แผ่นฟิล์มคอมโพลิต ที่มีปริมาณเฟอร์โรฟลูอิดต่างกัน (ก) 0 (ข) 5 (ค) 10 (ง) 15 และ (จ) 20 % w/w

3.2.2 สมบัติเชิงกล

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของเฟอร์โรฟลูอิดและร้อยละการยืดของชิ้นทดสอบที่จุดขาด (รูปที่ 5(ก)) และมอดูลัสของยัง (รูปที่ 5(ข)) แสดงให้เห็นว่า ร้อยละการยืดของชิ้นทดสอบที่จุดขาด ในช่วงแรก มีแนวโน้มลดลงเนื่องจากพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เป็นพอลิเมอร์ที่มีความเหนียวมาก เมื่อเสริมแรงด้วย อนุภาค Fe_3O_4 ซึ่งแข็ง ทำให้ความยืดหยุ่นของคอมโพลิต มีแนวโน้มลดลง และมอดูลัสของยังมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มปริมาณเฟอร์โรฟลูอิดมากกว่า 10% w/w กลับพบว่าร้อยละการยืดที่จุดขาดมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น และค่ามอดูลัสของยังมีแนวโน้มลดลง ทั้งนี้เนื่องจาก สายโซ่ไฮโดรคาร์บอนในโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิว ที่เติมลงในเฟอร์โรฟลูอิด ทำหน้าที่เป็นพลาสติกไซเซอร์ (plasticizers) ในคอมโพลิต ช่วยเพิ่มความอ่อนตัว โดยไม่ทำปฏิกิริยากับ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์แต่จะแทรกอยู่ ระหว่างโมเลกุลของ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ทำให้

แรงดึงดูค ระหว่างโมเลกุลของพอลิเมอร์จะลดลงจึงเคลื่อนที่ได้ง่ายขึ้น พิล์มคอมโพสิตจึงยืดหยุ่นได้ดีขึ้น [12] ส่งผลให้ร้อยละการยึดของชั้นทดสอบที่จุดขาดเพิ่มขึ้น และค่ามอดูลัสของยังลดลง

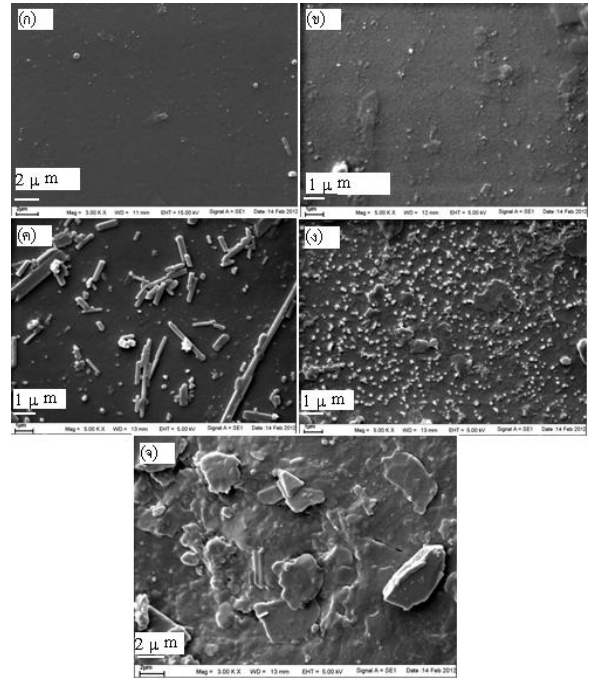


รูปที่ 5 ผลของปริมาณเฟอร์โรฟูลูอิดต่อ (ก) ร้อยละการยึดที่จุดขาด และ (ข) มอดูลัสของยัง สำหรับแผ่นฟิล์มคอมโพสิต

3.2.3 ลักษณะพื้นผิว และการกระจายตัวของอนุภาค Fe_3O_4

ภาพถ่าย SEM (รูปที่ 6) ของฟิล์มคอมโพสิต แสดงให้เห็นว่าฟิล์มที่ไม่เติม เฟอร์โรฟูลูอิด มีพื้นผิวเรียบ แต่เมื่อมีการเติมเฟอร์โรฟูลูอิดที่สัดส่วนต่างกัน พบว่าเฟอร์โรฟูลูอิดนั้นไม่สามารถเข้าร่วมเป็นเนื้อเดียวกันกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ จึงเห็นลักษณะพื้นผิว ที่มีการกระจายตัวของอนุภาค Fe_3O_4

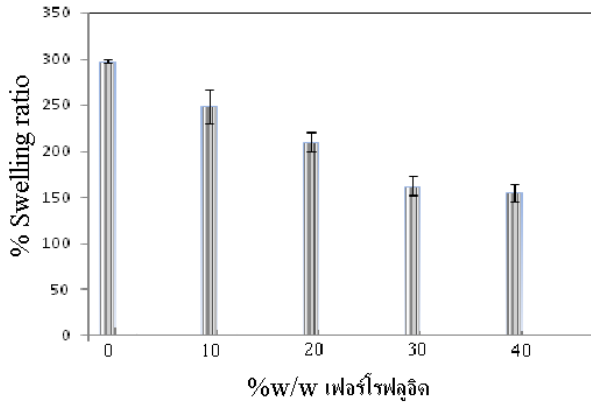
สำหรับคอมโพสิตที่มีปริมาณเฟอร์โรฟูลูอิด 5% w/w พบว่าอนุภาค Fe_3O_4 มีปริมาณน้อย จึงกระจายตัวได้ดี โดยไม่มีการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อน แต่เมื่อเพิ่มปริมาณ เฟอร์ฟูลูอิดเป็น 10, 15 และ 20 %w/w พบว่า ปริมาณของ อนุภาค Fe_3O_4 ที่เพิ่มขึ้น ทำให้เกิดการรวมตัวซ้อนทับกัน เป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคเพิ่มขึ้นด้วย



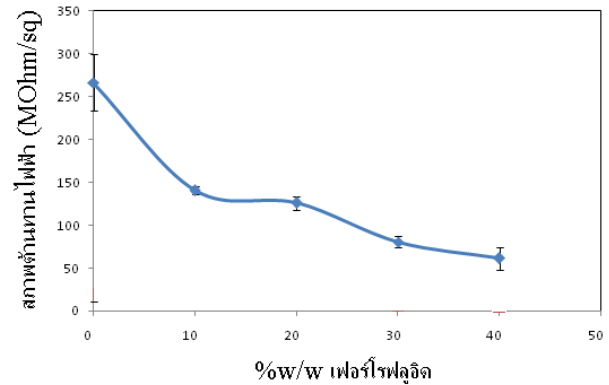
รูปที่ 6 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มคอมโพสิต ที่มีปริมาณเฟอร์โรฟูลูอิดต่างกัน (ก) 0 (ข) 5 (ค) 10 (ง) 15 และ (จ) 20 % w/w

3.2.4 การบวมตัวในน้ำ

เพื่อความแตกต่างอย่างชัดเจนของอัตราการบวมตัวในน้ำ คอมโพสิตถูกเตรียมเพิ่ม ให้มีความเข้มข้นของ เฟอร์โรฟูลูอิดเป็น 0, 10, 20, 30 และ 40%w/w โดยอัตรา การบวมตัวในน้ำ ของคอมโพสิต สัมพันธ์กับ ปริมาณเฟอร์โรฟูลูอิด ดังแสดงในรูปที่ 7 จากรูปพบว่า แผ่นคอมโพสิตมีการบวมตัวในน้ำมากที่สุด (300%) เมื่อไม่เติมเฟอร์โรฟูลูอิด เนื่องจาก พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ มีสมบัติความมีขี้วและชอบน้ำ จึงสามารถดูดน้ำได้ปริมาณมาก แต่เมื่อปริมาณ เฟอร์โรฟูลูอิดเพิ่มขึ้นเป็น 10, 20 และ 30 %w/w อัตราการบวมตัวในน้ำจะลดลงตามลำดับ จนกระทั่งเกือบคงที่ (ที่ประมาณ 150%) เมื่อปริมาณเฟอร์โรฟูลูอิดเพิ่มเป็น 40%w/w ทั้งนี้เนื่องมาจากอนุภาค Fe_3O_4 จะดึงดูดกับหมู่ไฮดรอกซิล ภายในโครงสร้างของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ [13] ทำให้โมเลกุลของน้ำแทรกเข้าไปในโครงสร้างของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ได้น้อยลง การบวมตัวจึงลดลง



รูปที่ 7 ผลของปริมาณเฟอร์โรฟลูอิด ต่อความสามารถ ในการบวมตัวในน้ำของฟิล์มคอมโพสิต



รูปที่ 8 ผลของปริมาณเฟอร์โรฟลูอิด ต่อสภาพต้านทาน ไฟฟ้าเชิงพื้นผิว ของฟิล์มคอมโพสิตที่เคลือบบนกระจก

3.2.5 สภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิว

รูปที่ 8 แสดงผลของปริมาณเฟอร์โรฟลูอิด ต่อค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิวของฟิล์มคอมโพสิต (หนา 30 μm) ที่เคลือบบนกระจก จากรูปพบว่า สภาพต้านทานไฟฟ้าของคอมโพสิตที่เคลือบบนกระจกอยู่ในช่วง 6.1 ถึง 26.6 ($\times 10^7$) Ohm per square ดังนั้น สภาพต้านทานไฟฟ้าของคอมโพสิตอยู่ในช่วงของวัสดุประเภทกระจายประจุไฟฟ้าสถิต (Static-dissipative) ซึ่งมีค่าสภาพต้านทานอยู่ในช่วง 10^5 - 10^9 Ohm per square [14-15] และค่าสภาพต้านทานไฟฟ้ามีแนวโน้มลดลง เมื่อปริมาณของเฟอร์โรฟลูอิดเพิ่มขึ้น เนื่องจากเฟอร์โรฟลูอิดเป็นสารตัวเติมที่มีสมบัติในการนำไฟฟ้าที่ดี จึงทำให้ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของคอมโพสิตลดลง นอกจากนี้ยังพบว่า การเติมเฟอร์โรฟลูอิดทำให้ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของคอมโพสิตลดลงอย่างรวดเร็วในช่วง 0 ถึง 10% w/w เฟอร์โรฟลูอิด ซึ่งจัดเป็นค่าความเข้มข้นวิกฤติ (Critical concentration region) [16] แต่เมื่อเติมเฟอร์โรฟลูอิดมากกว่า 10% w/w พบว่ามีการลดลงของค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า ในอัตราที่ไม่มากนักเมื่อเพิ่มปริมาณเฟอร์โรฟลูอิดจนถึง 40% w/w

4. บทสรุปผลวิจัย

เฟอร์โรฟลูอิดสังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วมระหว่าง $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ในอัตราส่วน 2:1 ในสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และใช้เตตระเมทิลแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เป็นสารลดแรงตึงผิว มีลักษณะเป็นของเหลวสีดำ มีกลุ่มของอนุภาค Fe_3O_4 แขนงลอยอยู่ มีความหนืดเท่ากับ 6.5 cP เมื่อนำไปเป็นสารตัวเติมในการสังเคราะห์พอลิไวนิลแอลกอฮอล์-เฟอร์โรฟลูอิดคอมโพสิต เพื่อประเมินศักยภาพ ในการใช้เป็นวัสดุป้องกันการคายประจุจากไฟฟ้าสถิต พบว่าค่าร้อยละการยึดเกาะ จุดขาด และค่ามอดูลัสของยัง ของคอมโพสิตดังกล่าวเปลี่ยนแปลงตามปริมาณของเฟอร์โรฟลูอิด ที่เป็นองค์ประกอบ การบวมตัวในน้ำมีค่ามากที่สุด เท่ากับ 300% เมื่อไม่เติมเฟอร์โรฟลูอิด และลดลงตามลำดับ เมื่อปริมาณเฟอร์โรฟลูอิดเพิ่มขึ้น จนต่ำที่สุดเท่ากับ 150% เมื่อปริมาณเฟอร์โรฟลูอิดเท่ากับ 40 %w/w

ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิวของคอมโพสิต ที่เคลือบบนกระจก แสดงให้เห็นว่าคอมโพสิตที่สังเคราะห์ได้มีค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าเชิงพื้นผิว อยู่ในช่วงของวัสดุประเภทกระจายประจุไฟฟ้าสถิต และ สัดส่วนผสมที่เหมาะสม สำหรับการใช้งานเป็นสารป้องกันการคายประจุจากไฟฟ้าสถิต คือ คอมโพสิตที่มีปริมาณเฟอร์โรฟลูอิด 10% w/w

5. กิติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจากศูนย์ความเป็นเลิศด้านนวัตกรรมทางเคมี (PERCH-CIC) สำนักงานคณะกรรมการ การอุดมศึกษา กระทรวงศึกษาธิการ ผู้เขียนขอขอบคุณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา ที่ให้การสนับสนุนสถานที่ วัสดุ และอุปกรณ์ ที่ใช้ใน งานวิจัยนี้

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] K. Patrakarn and T. Patrakarn, “*Physics 1*”, Chulalongkorn University Press, Bangkok. 2007. (in Thai)
- [2] Textile product development centre, “Static electricity”, Available: http://www.taitextile.org/tdc/?page_id=463, 22 February 2012. (in Thai)
- [3] N.B. Adelman, K.J. Beckman, D.J. Cambell, and A.B. Ellis, “Preparation and properties of an aqueous ferrofluid”, *Journal of chemical education*, 76(7), 1999, pp. 943-948.
- [4] T. Jamnonkan, and S. Kaewpirom, “Potassium release kinetics and water retention of controlled-release fertilizer based on chitosan hydrogels”, *Journal of Polymers and the environment*, 18, 1999, pp. 413-421.
- [5] American Society for Testing and Materials, “ASTM D 257: Surface resistivity volume resistivity meter”, *Annual book of ASTM standards*, Philadelphia, 2008, Vol.10.01
- [6] P. Hu, L. Yu, A. Zuo, C. Guo, and F. Yuan, “Fabrication of monodisperse magnetic hollow spheres”, *Journal of Physical Chemistry: Part C*, 113, 2009, pp. 900-906.
- [7] C. Scherer, and A.M. Figueire Neto, “Ferrofluids: properties and application”, *Brazilian Journal of Physics*, 35(3), 2005, pp. 718-727.
- [8] Y. Wei, B. Han, X.Y. Hu, Y.H. Lin, X.Z. Wang, and X.L. Deng, “Synthesis of Fe_3O_4 nanoparticles and their magnetic properties”, *Procedia Engineering*, 27, 2012, pp. 632-637.
- [9] E. Ghasemi, A. Mirhabibi, and M. Edrissi, “Synthesis and rheological properties of an iron oxide ferrofluid”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 320, 2008, pp. 2635-2639.
- [10] F.-Y. Cheng, C.-H. Su, Y.-S. Yang, C.-S. Yeh, C.-Y. Tsai, C.-L. Wu, M.-T. Wu, and D.-B. Shieh, “Characterization of aqueous dispersion of Fe_3O_4 nanoparticles and their medical applications”, *Biomaterials*, 26, 2005, pp. 729-738.
- [11] D. Chen, and R. Xu, “Hydrothermal synthesis and characterization of nanocrystalline Fe_3O_4 powder”, *Material Research Bulletin*, 33(7), 1998, pp. 1015-1021.
- [12] O. Sorrawaree, “*Polymer additives*”, Chulalongkorn University Press, Bangkok. 2003. (in Thai).
- [13] C. Albornoz, and S.E. Jacobo, “Preparation of biocompatible magnetic film from an aqueous ferrofluid”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 305, 2006, pp. 12-15.
- [14] S. Worramongkolchai, “*Polymer additives*”, Booknet, Bangkok. 2004. (in Thai).
- [15] J. Markarian, “New developments in antistatic and conductive adhesives”, *Plastic Additives and Compounding*, 2008, pp. 25-29.
- [16] W. Phuchaduek, and S. Kaewpirom, “Antistatic performance of poly(vinyl alcohol)-carbon black composites for use as antistatic coatings”, *Proceedings of Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON)*, Chiangmai, Thailand, 2012, pp. 1041-1044.