ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดมีโซโดยใช้บล็อคโคพอลิเมอร์ของออกซิเอททิลีนและออกซิบิวทิลีน เป็นแม่แบบ

ผู้เขียน นางสาวแก้วตา แก้วตาทิพย์

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีพอลิเมอร์

ปีการศึกษา 2548

บทคัดย่อ

ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดมีโซ (mesoporous silica) สังเคราะห์โดยใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ออกซิเอทธิลีนออกซิบิวทิลีนบล็อกโคพอลิเมอร์ ($E_{45}B_{10}$, $E_{18}B_{10}$, $E_{33}B_{10}E_{33}$ และ $E_{43}B_{14}E_{43}$) และออกซิเอทธิลีนออกซิโพรทิลีนบล็อกโคพอลิเมอร์ ($E_{20}P_{70}E_{20}$ (P123) และ $E_{106}P_{70}E_{106}$ (F127)) และสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุบวก cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) เป็นแม่แบบ ใช้ tetraethyl orthosilicate (TEOS) เป็นแหล่งให้ซิลิกา ศึกษาโครงสร้างของซิลิกาโดยใช้เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เครื่องวัดพื้นที่ผิว เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลเซอร์ เครื่องฟูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ศึกษาตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อรูปร่างและโครงสร้างของซิลิกา เช่น เวลาในการกวนสารละลาย อัตราส่วนของ TEOS กับ พอลิเมอร์ ความเข้มข้นของกรดและอัตราส่วนของพอลิเมอร์ผสม สำหรับซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ $E_{45}B_{10}$, $E_{18}B_{10}$, $E_{33}B_{10}E_{33}$ และ $E_{43}B_{14}E_{43}$ เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว การกวนสารละลายเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (วิธีที่ 2) จะได้ซิลิกาที่มีรูปร่างสม่ำเสมอมากขึ้น กว่าซิลิกาที่ได้จากการกวนสารละลายเป็นเวลา 24 ชั่วโมง (วิธีที่ 1) ค่าความหนาของผนังรูพรุนจะเพิ่มขึ้น เมื่ออัตราส่วนของ TEOS กับ $E_{18}B_{10}$ ลดลง สำหรับซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ CTAB:$E_{45}B_{10}$, $E_{45}B_{10}$:$E_{33}B_{10}E_{33}$ และ $E_{45}B_{10}$:$E_{43}B_{14}E_{43}$ เป็นแม่แบบร่วม การควบคุมปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครทำได้โดยเปลี่ยนอัตราส่วนของ CTAB:$E_{45}B_{10}$ เมื่ออัตราส่วนของ CTAB มากขึ้น ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครจะมีค่าน้อย ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครของซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ $E_{45}B_{10}$:$E_{33}B_{10}E_{33}$ และ $E_{45}B_{10}$:$E_{43}B_{14}E_{43}$ เป็นแม่แบบร่วม ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครจะมีค่าน้อยกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์โดยใช้ $E_{33}B_{10}E_{33}$ และ $E_{43}B_{14}E_{43}$ เป็นแม่แบบเพียงอย่างเดียว ซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดมีโซที่สังเคราะห์โดยใช้ระบบการรวมกันของ P123 และ F127 เป็นแม่แบบ จากผลที่ได้พบว่าค่ารัศมีรูพรุนและความเป็นผลึกของซิลิกา สามารถควบคุมได้โดยเปลี่ยนอัตราส่วนของ P123:F127 และความเป็นกรด ค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกาจะมีค่ามากขึ้นเมื่ออัตราส่วนโดยโมลของ P123:F127 มีค่าอยู่ระหว่าง 90:10 และ 50:50 อย่างไรก็ตามเมื่ออัตราส่วนโดยโมล

มากขึ้น (30:70 และ 10:90) ค่ารัศมีรูพรุนของซิลิกาจะลดลงเล็กน้อย เมื่อความเป็นกรดลดลง (2.0M HCl เป็น 0.6M HCl) ความเป็นผลึกของซิลิกามากขึ้น

Thesis Title	Synthesis of Mesoporous Silica Using Oxyethylene/Oxybutylene Block Copolymers as Structure Directing Agents
Author	Miss Kaewta Kaewtatip
Major Program	Polymer Science and Technology
Academic Year	2005

ABSTRACT

Mesoporous silicas were synthesized using nonionic surfactant oxyethylene/oxybutylene block copolymers ($E_{45}B_{10}$, $E_{18}B_{10}$, $E_{33}B_{10}E_{33}$ and $E_{43}B_{14}E_{43}$) and oxyethylene/oxypropylene block copolymers ($E_{20}P_{70}E_{20}$ (P123) and $E_{106}P_{70}E_{106}$ (F127)) and cationic surfactant cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) as templates. Tetraethyl orthosilicate (TEOS) was used as silica source. Silica structures were characterized by X-ray diffraction (XRD), nitrogen adsorption-desorption analysis, thermogravimetric analysis (TGA), Fourier Transform infrared spectroscopy (FT-IR), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). Various factors effect the silica morphologies and silica mesostructures such as molar ratios of mixed copolymers, molar ratios of TEOS:copolymer, acidity and stirring time. For mesoporous silica synthesized by using $E_{45}B_{10}$, $E_{18}B_{10}$, $E_{33}B_{10}E_{33}$ and $E_{43}B_{14}E_{43}$ as template alone, the stirring time of 3 h (method 2) showed more regular shape than that of 24 h (method 1). The wall thickness increased as decreasing TEOS:$E_{18}B_{10}$ ratios. For mesoporous silica synthesized by mixtures of CTAB:$E_{45}B_{10}$, $E_{45}B_{10}$:$E_{33}B_{10}E_{33}$ and $E_{45}B_{10}$:$E_{43}B_{14}E_{43}$ as templates, the control of micropore volume was achieved by changing the ratios of CTAB:$E_{45}B_{10}$, $E_{45}B_{10}$:$E_{33}B_{10}E_{33}$ and $E_{45}B_{10}$:$E_{43}B_{14}E_{43}$. High ratios of CTAB decreased micropore volume. Micropore volume of mesoporous silicas synthesized by mixtures of $E_{45}B_{10}$:$E_{33}B_{10}E_{33}$ and $E_{45}B_{10}$:$E_{43}B_{14}E_{43}$ as templates were lower than that synthesized using $E_{33}B_{10}E_{33}$ and $E_{43}B_{14}E_{43}$ alone. Mesoporous silicas were synthesized by mixed systems of P123 and F127 as templates. The results show that the mesoporous radius and crystallinity of mesoporous silicas can be controlled by changing the ratios of P123 and F127 and acidity. Mesoporous radius increased when the molar ratios of P123:F127 were between 90:10 and 50:50. However, at high molar

ratios (30:70 and 10:90), mesoporous radius slightly decreased. Highly crystalline of silica was tuned by decrease of the acidity (2.0M HCl to 0.6M HCl).