

四、樣品的製程

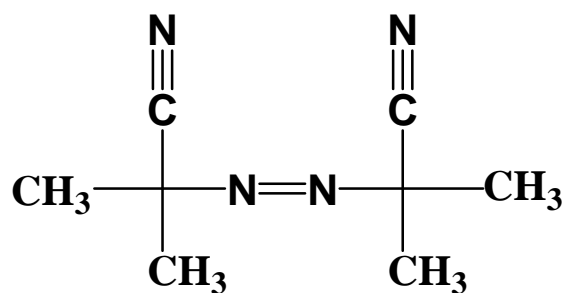
4.1 儀器設備與藥品

4.1.1 儀器設備

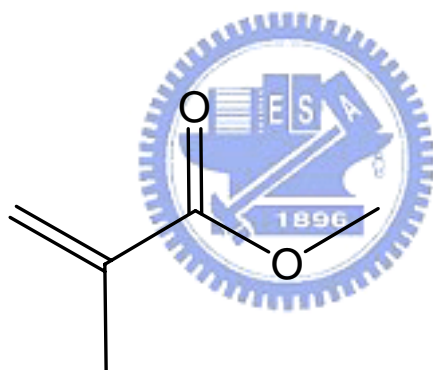
1. 反應烘箱：千瑞儀器公司。
2. 紫外與可見光光譜儀(UV-Vis spectrometer)：Hitach-U2000
3. 氣相層析質譜儀(Gas Chromatograph/Mass Spectromete , GC/MS)：VG Biotech TRI0-2000。
4. 玻璃切割平台(Tlc Plate Cutter)：Merck。
5. 玻璃器材及耗材：慶發玻璃儀器企業社
6. 線鋸機：DurQ，10” Band Saw
7. 光學桌：Newport RS 1000
8. 避振筒：Newport I-2000
9. 雷射：Coherent innova 300(514nm)、Verdi-V10 (532nm)
10. 雷射冷卻系統：Coherent laser pure 20(514nm)，coo
11. 光學元件：美商理寶公司。
12. 全像光學特性量測裝置：自行組裝。

4.1.2 藥品

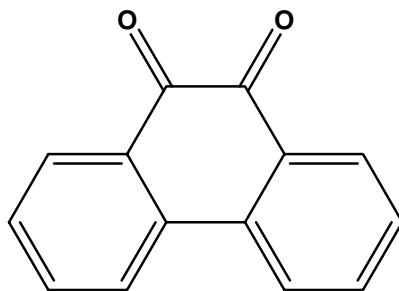
1. Azobisisobutyronitrile(AIBN) : $C_8H_{12}N_4$ (99%, TCI)



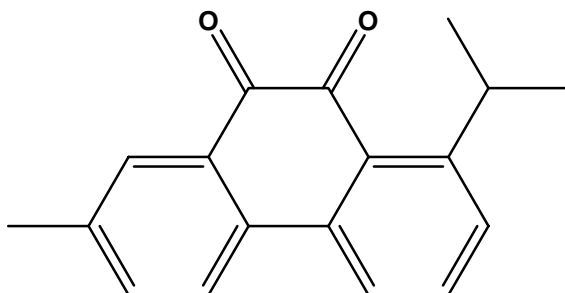
2. Methyl methacrylate(MMA) : $C_5H_8O_2$ (99%, Lancaster)



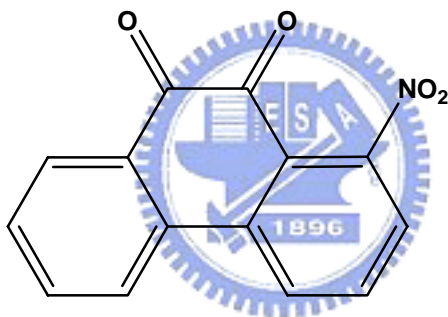
3. 9,10-phenanthrenequinone(PQ) : $C_{14}H_8O_2$ (99%, TCI)



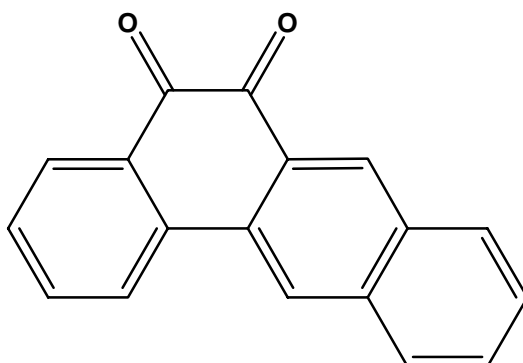
4. 1-isopropyl-7-methyl-9,10-phenanthrenequinone : $C_{18}H_{16}O_2$
(Aldrich)



5. 2-nitro-phenanthrenequinone : $C_{14}H_6NO_4$ (Aldrich)



6. 11,12-dihydrochrysen-11,12-dione : $C_{18}H_{10}O_2$ (Aldrich)



4.2 單體的純化

由於實驗所選取的 methyl methacrylate(MMA)單體中含有抑制劑 (Hydroquinone monomethyl ether, MEHQ)，所以為了減少對材料光聚合的影響，所以在製作樣品前必須經過純化的步驟，其裝置如圖 18 所示。

在純化前先把裝置通氮氣，減少水氣、氧氣會影響純化品質的氣體：為了不使純化過程中因為光或溫度而發生聚合反應，也盡量把光源減少並減緩升溫的速度和溫度，避免純化速度過快，把純化完的單體置於冰浴中。由於 MMA 單體的沸點為 100°C 、閃火點 9°C ，抑制劑的沸點為 243°C ，以減壓抽真空將單體沸點降低，減少將溫度升高時可能發生的危險(因為所使用的原料易燃)，當溫度升至 $35\text{-}60^{\circ}\text{C}$ 的溫度時純化反應即開始，並利用 pump 將氣體抽到 H-bar 的另一邊，使其經過迴流管 3°C 的低溫時，被凝結到底下的三頸瓶中。。而其他種的單體也利用此法純化，經過以上的步驟，可將樣品製成實驗中所需要的單體純化。

4.3 玻璃容器的製作

由於受限於樣品照光時需要平整的表面，一方面使通過樣品時的照射體積可控制，另一方面要使從背面入射的繞射效率量測光束得以平行的繞射到偵測器上。所以我們需要使樣品接受入射光的面都是平整的，而最簡單可行的方法就是利用玻璃的平整性、可穿透性，以及商業上容易獲得。

製備材料前，我們必須先將要使用的器皿加以洗淨，尤其最後灌模時所要用的容器及玻璃要特別洗淨，洗淨方式如圖 19 所示，需注

意的是，玻璃板只能用手清洗，不能用刷子刷，以免刮傷了玻璃表面。樣品模子須灌模的模子是使用兩片玻璃，中間夾上玻璃或是鐵弗龍做成的隔片，經過用白膠黏貼、高溫真空烘烤，才能確保樣品溶液不會滲漏。如圖 20 所示。

4.4 樣品的配製與合成

我們在本實驗中為了探討各種材料參數對光學性質的影響，所以嘗試在不同的溫度下，反應不同的時間，以決定一個最適合的反應條件。

當反應溫度愈高時，我們發現所需的反應時間愈短，但是拿這種條件來製做大體積的材料時，卻會發生類似突沸的現象，在材料中產生很多氣泡，這在光學的應用上是非常不利的。推測其原因，可能是因為啟始劑在某一時間同時分解，因而聚合反應一下子劇烈發生，產生很多的熱無法排除，所以反應完成後，看到很多氣泡被凍住在高分子塊狀材料裡面；而在反應溫度愈低時，相反的，其反應時間也愈長，但是比較不會產生氣泡，如同前述的理由，應該是因為啟始劑的分解

時間被拉開，以致其溫度不會一下子沖到很高，所以不會有類似突沸的現象發生。經過審慎的考慮，最後我們決定在 45°C 下反應 3 天來當作我們標準的製程。決定了製程步驟後，之對實驗及分析所需，我們製作下列樣品：

改變不同組成成份

為了探討不同的 PQ 衍生物成份與光學性質之間的關係，以及使

不同濃度的組成成份對全像光學性質之間的相關性。我們選擇了如表 4、5 中所列的組成，將這些成份分別裝入前一節所製成的玻璃容器中。

樣品名 組成	PQ	PQ1	PQ2	PQ3
PQ _x	0.7%	0.6%	0.26%	0.25%
AIBN	1.0%	1.0%	1.0%	1.0%
MMA	98.3%	98.4%	98.74%	98.75%

表 4. 最大溶解度樣品成份表

樣品名 組成	PQ	PQ1	PQ2	PQ3
PQ _x	0.25%	0.25%	0.25%	0.25%
AIBN	1.0%	1.0%	1.0%	1.0%
MMA	98.75%	98.75%	98.75%	98.75%

表 5. 同濃度樣品成份表

配置好藥品後，流程如下：

- 1、將溶液置於恆溫恆濕箱中，以 30°C 攪拌 1 小時，使 PQ 與 PQ1、PQ2、PQ3 和 AIBN 完全溶解於 MMA 單體液體中。
- 2、利用過濾針桶及孔徑為 0.2 μ m 的濾紙過濾掉無法溶解的雜質或過飽合而無法溶解的 PQ 和 PQ1、PQ2、PQ3。
- 3、將濾液繼續置於恆溫恆濕箱中，以 30°C 攪拌 23 小時，使聚合反應均勻地在溶液中反應。
- 4、將溶液拿出恆溫恆濕箱灌模，在灌模過程中，尚未灌模的溶液仍要持續攪拌，避免溶液變的不均勻。
- 5、將已灌好模的材料放入熱循環烘箱，以 40°C 烘烤 3 天。
- 6、將材料取出，將材料從模子中敲出。使用沙輪機將不要的部份(玻璃外部)磨掉後，放入冰箱冰約 20 分鐘，材料會與上下兩層玻璃自然分開。
- 7、用拭鏡紙將材料包好，然後外部在用鋁箔紙包上，及完成材料的製備。

圖 21 是我們所做成的 PMMA/PQ 衍生物樣品照片。很清楚地看到，具有良好的光學品質與均勻的穿透率。



圖 21 . PMMA/PQ 衍生物樣品(由左至右為 PQ,PQ1,PQ2,PQ3)