

第二章

利用多面體矽氧烷插層黏土提升聚苯乙烯奈米複合材料之熱性質

2.1 摘要

我們使用乳化聚合的方法製備聚苯乙烯/黏土奈米複合材料，奈米複合材料在 3wt% 的黏土含量下達到脫層結構。我們使用兩種不同的插層劑改質黏土：POSS (Polyhedral Oligomeric Silsesquioxane) 與 CPC (Cetylpyridinium chloride)。插層劑預先插層到分散於水中的黏土後再進行乳化聚合反應，雖然 POSS 插層後黏土的層間距離較 CPC 插層後的層間距離小，但聚苯乙烯與 POSS 互容性較佳，所以易使黏土達到脫層結構，而 CPC 則反之。紅外線光譜儀分析進一步確認 POSS 成功插層進入黏土層間，X 光繞射儀 (XRD) 與穿透式電子顯微鏡 (TEM) 觀察黏土在聚合物基材中分散的程度，POSS 改質黏土之奈米複合材料達到脫層結構 (exfoliated)，CPC 改質黏土之奈米複合材料達到插層結構 (intercalated)。在相同的聚合條件下奈米複合材料之聚苯乙烯分子量較純的聚苯乙烯分子量大，有添加黏土的聚苯乙烯之玻璃轉移溫度 (T_g) 較純的聚苯乙烯高 8°C 且熱裂解溫度高 21°C 。POSS 分子的存在於黏土中增加其高分子的熱穩定性。

2.2 簡介

黏土填充高分子系統預期改善其高分子基材 (polymer matrix) 許多性質的角色。在近年的文獻中，黏土填充高分子系統扮演改善其抗張強度、熱性質¹⁻⁹、熱變形溫度¹⁻⁶、阻燃性¹²、減低小分子滲透^{5, 10, 11}與溶劑的腐蝕性¹³等被廣泛的研究。

典型的奈米複合材料包含有機改質黏土與高分子基材 (Polymer matrix)。蒙托土 (MMT) 為層狀矽酸鹽結構，層與層間靠凡得瓦爾力及金屬離子的離子鍵緊緊結合在一起。介於層間的距離如同黏土的通道。改質無機黏土使得黏土與有機的高分子相容，其層間的陽離子 Na^+ 金屬與有機胺鹽或磷酸鹽進行陽離子交換，使得親水性黏土轉變為疏水性黏土。奈米複合材料使用混摻 (融熔混摻或溶液混摻) 或原位聚合法製備而成。

在此篇文章中，我們製備 CPC 改質黏土與 POSS 改質黏土的奈米複合材料 (圖示 1)。在本實驗室使用 CPC 改質黏土製備成聚苯乙烯奈米複合材料其熱性質沒有明顯改善¹⁴⁻¹⁸。典型的 POSS 分子其熱裂解溫度高達 300°C ，熱裂解溫度比其他的有機分子高。POSS 的組成為堅硬六面體結構，其側鏈長度為 0.53nm 本身結構為奈米尺寸，有八隻官能基可以進行插層黏土。POSS 的衍生物：四級胺鹽的官能基扮演改質黏土的重要角色；並進一步提高其奈米複合材料的熱性

質。

聚苯乙烯/黏土奈米複合材料藉由懸浮插層劑改質黏土與苯乙烯單體進行乳化聚合製備而成，紅外線光譜儀分析確認其 POSS 分子成功插入黏土中。X 光繞射儀與穿透式電子顯微鏡描述其黏土的層間距離與分散程度，聚苯乙烯/黏土奈米複合材料藉由微差熱掃描卡計與熱重量分析儀描述其熱性質。

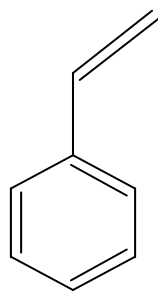
2.3 實驗

2.3.1 實驗藥品

1. 苯乙烯 (Styrene)

來源：Aldrich Chemical

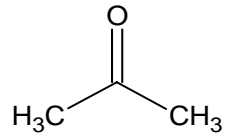
化學結構：



2. 丙酮 (Acetone)

來源：Aldrich Chemical

化學結構：



3. 甲醇 (Methanol)

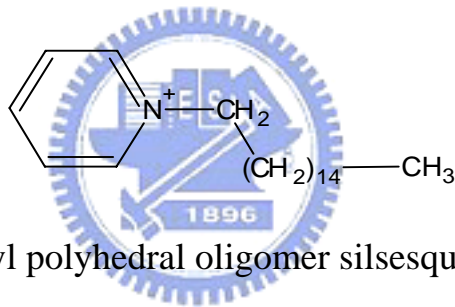
來源：Aldrich Chemical

化學結構：CH₃OH

4. Cetylpyridinium chloride (CPC)

來源：Acros Organics, USA

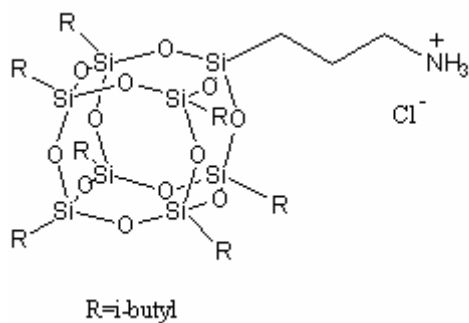
化學結構：



5. Aminopropylisobutyl polyhedral oligomer silsesquioxane (POSS)

來源：Hybrid Plastics

化學結構：



6. Sodium dodecyl sulfate (SDS)

來源：Curtin Matheson Scientific

化學結構： $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}$

7. Hydrochloride acid (HCl)

來源：Curtin Matheson Scientific

化學結構：HCl

8. Potassium persulfate ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$)

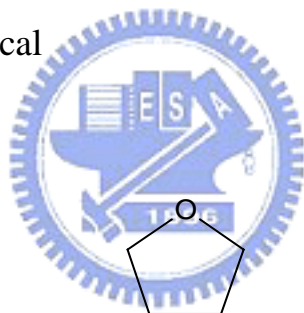
來源：Fisher Scientific Co.,

化學結構： $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$

9. Tetrahydrofuran (THF)

來源：Aldrich Chemical

化學結構：



10. Aluminum sulfate ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$)

來源：Fisher Scientific Co.

化學結構： $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$

11. Potassium hydroxide (KOH)

來源：Aldrich Chemical

化學結構：KOH

12. 蒙托土 (Na-MMT)

來源：Telekal

2.3.2 製備 CPC 改質之黏土

有機改質蒙托土包括 5g 的鈉-黏土分別與 1g、1.5g、2g 與 2.5g 的 CPC 進行插層。

2.3.3 製備 POSS 改質之黏土

1. 取預洗過的黏土 1g 與去離子水 50ml 置於 100ml 的雙頸圓底燒瓶中，在室溫下連續攪拌 4 小時。
2. 取 0.4g 的 POSS 與 1ml THF 置於燒瓶中後加入 1ml 10% 的鹽酸攪拌 1 小時。
3. 將 POSS 溶液加入黏土懸浮溶液攪拌 24 小時。
4. 將上述的溶液過濾並用去離子水洗數次後在室溫下的烘箱中乾燥 24 小時。

2.3.4 製備聚苯乙烯/黏土奈米複合材料

1. 取 0.3g 黏土於 40ml 的去離子水在室溫下攪拌四小時形成懸浮溶液。
2. 加入 0.12g 的插層劑(CPC 或 POSS)於上述溶液中再攪拌 4 小時。
3. 在溶液中加入 0.02g 的 KOH 與 0.4g 的 SDS 升溫至 50°C，此時緩慢加入苯乙烯單體 10g 與 0.05g $K_2S_2O_8$ 在 50°C 下進行聚合 8 小時。

4. 冷卻後，加入 2.5%10ml 的 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 於乳化聚合的溶液中，隨後加入 10ml 的稀鹽酸溶液並攪拌。
5. 加入丙酮使乳化聚合反應終止。
6. 將高分子用甲醇與水清洗數次並於 80°C 的烘箱中乾燥 24 小時
7. 用相同的步驟製備聚苯乙烯。

2.4 實驗儀器

1. 傅立葉紅外線光譜儀 (FT-IR)

型號：Nicolet Avatar320 FT-IR spectrophotometer

2. X-ray 繞射儀 (X-ray diffraction pattern)

型號：M18XHF-SPA

製造廠商：MacScience Co.,Japan

3. 微差掃描卡計 (Different Scanning Calorimeter,DSC)

型號：Du-Pont DSC-9000

代理公司：立源興業

4. 熱重量分析儀(Thermogravimetric Analyzer, TGA)

型號：TA Instruments Thermal Analyzer

5. 穿透式電子顯微鏡 (TEM)

型號：Hitachi H-7500 Electron Microscopy

6. 超薄切片機型號：Leica Ultracut UCT Microtome

7. GPC

2.5 材料測試及原理

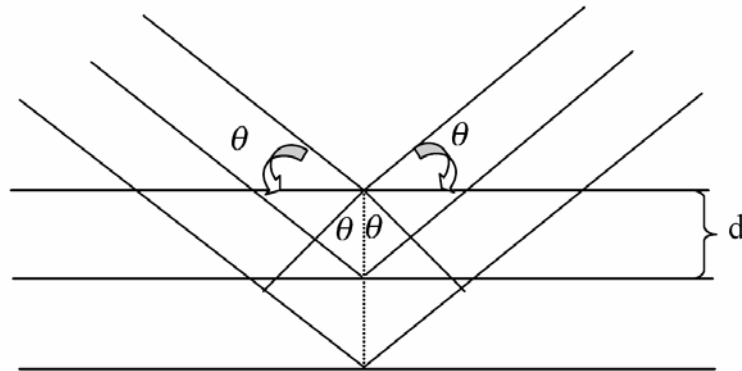
1. 傅立葉紅外線光譜儀 (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)

原理：利用分子振動或轉動時所需的能量和紅外線的能量相近的原理，紅外線的吸收光譜會因不同分子或不同官能基而有的轉動或振動能量，因此在不同的波速上會有不同的吸收，而在高分子的研究上，紅外線光譜不但可以由官能基波峰的變化來觀察高分子的反應情形或受熱變化，並且對於一些高分子鏈上各個分子交互作用力的變化情形也可以做定性上的探討。

2. X-ray 繞射儀 (X-ray Diffraction, XRD)

原理：X 光的繞射原理，在 1913 年 W.L.Bragg 父子在晶體結構分析實驗中，從散射 X 光的分布情形，他們認為可將散射現象視為入射光被晶面反射。此種反射如同鏡面反射，入射角等於反射角。某些散射角下，相鄰晶面散射之波彼此相位相同，光程差是波長的整數倍，產生建設性干涉，見下圖。滿足這種條件的繞射，稱之為布拉格定律(Bragg's law)。此實驗所用的為 Cu 靶， $\lambda=1.54$ A。公式如下：

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad n \text{ 為整數}$$



晶體繞射 X-Ray 時之布拉格定律繞射

3. 微差掃描卡計 (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

原理：DSC 可以快速方便的研究聚合物轉移現象，其工作原理，將參考物(一般的情況是一個空的金屬盤)和待測試樣(取極少量的待測樣品置於另一個相同的金屬盤)保持相同的升降溫速率和相同的溫度，由於參考物和待測物吸收能量會有不同，因此在升降溫過程中，產生了能量的差異，可以藉由紀錄下之圖形判斷聚合物的玻璃轉位點 T_g 和熔點 T_m 。在玻璃轉移時，待測聚合物的比熱會突然改變，DSC 圖上的基線會產生階梯式變化，可以藉由其變化知道 T_g 和 T_m 的位置。本實驗操作條件：第一次掃描速率為 $20^\circ\text{C}/\text{min}$ 從 30°C 掃描至 200°C 後極速冷卻至 30°C ，第二次掃描速率為 $20^\circ\text{C}/\text{min}$ 從 30°C 掃描至 200°C 進行測試其比熱容 (specific heat capacity, C_p) 轉換曲線的中點作為玻璃轉移溫度。

4. 熱重量分析儀 (Thermogravimetric Analyzer, TGA)

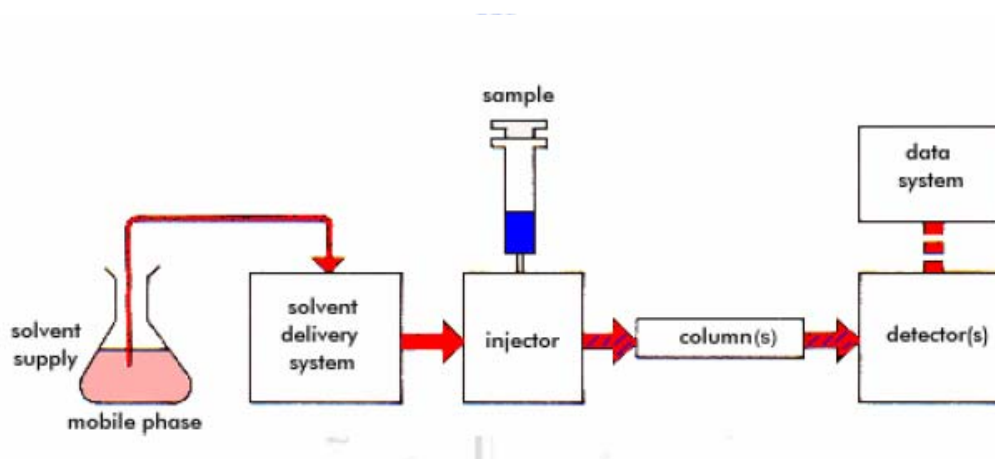
原理：熱重分析儀基本原理將待測物置於耐高溫容器中，此容器置於一可經由程式控制溫度的高溫爐內，待測物被置於高敏感高精度的天秤秤台上，在加熱和冷卻的過程中，此待測物會產生重量的變化。這個因溫度引起的重量變化可以被精密天平測出。本實驗中取樣品約8~10mg置於耐高溫容器中，通N₂x流量為40ml/min，升溫速率調整為20°C/min，由30°C加熱升溫至800°C，進行測試。

5. 穿透式電子顯微鏡 (Transmission Electronic Microscopy, TEM)

原理：在一般的材料分析技術之中，通常無法真正直接觀察到材料中的細微結構，因黏土片狀結構之奈米分散低於可見光之波長，無法以傳統光學之方式觀測；而且其微小顆粒亦非一般光學透鏡之放大倍率所能觀測的到，故需使用較可見光波長更小之電子束，以進行觀測。其偵測方式為利用電子具有比白光更短波長的特性，使獲得更高的解像力。其原理是利用電子槍射出電子射線，以電磁場聚焦在打到樣品薄片上；因樣品薄片上的組成成份並不全然相同，部份材料會使得電子四散，如無機層狀結構之黏土；而有機之高分子材料，則電子可通過樣品而聚集，利用電磁物鏡聚焦而成像，透過放大將電子束打在螢光幕上即可觀察以及攝影。

6. 凝膠滲透層析儀(Gel Permeation Chromatography, GPC)(下圖)

原理：當樣品溶解於溶劑(移動相)，以高壓進入管柱而滲透經過固定相，分子流過之速度會因分子量不同而有所差別，分子量較大之樣品分子不易受到固定基材中孔動的影響而保持其流速，而分子量較小的樣品分子則會不斷陷入基材的孔洞之，而減緩其流速，使得分子量不同之樣品分子能夠先後流出管柱。配合使用分子量精準之標準品，凝膠滲透層析儀可提供準確的樣品分子量，在聚合物材料的鑑定上扮演著重要的角色。



凝膠滲透層析儀(GPC)操作流程圖

2.6 結果與討論

此篇研究著重於比較兩種不同插層劑改質黏土並製備成奈米複合材料，CPC 插層劑其結構為一端具有四級胺鹽的官能基，另一端為長脂肪族碳鏈。POSS 插層劑特徵為多面體結構在轉角的七個位置為

異丁基的官能基。圖示 1 表示兩種具有四級胺鹽插層劑的結構，CPC 與 POSS 用來改質黏土。傳統的插層劑，例如 CPC 插層劑在高溫下為不穩定的。因此，我們預測具有 POSS 結構的插層劑製備成奈米複合材料具有較佳的熱穩定性。

2.6.1 X 光繞射光譜之分析

我們使用 X 光繞射儀來觀察改質後的黏土與奈米複合材料的層間距離，從 2θ 角度可以看出黏土通道中的層間距離的變化。圖 2-1 表示有機改質黏土在 CPC/Clay 不同比例的 X 光繞射圖，黏土的層間距離為繞射峰位置使用布拉格方程式所計算而得的。純的黏土繞射峰位置為 6.49° 其層間距離為 1.26 nm。CPC 插層劑進入黏土的通道中其層間距離隨著改變 CPC/Clay 的比例而增加，當 CPC/Clay 的比例為 0.4 時層間距離維持一定，表示插層劑在黏土的層間已經達到飽和狀態。此結果可以明確的表示 CPC 插層劑成功插層進入黏土通道中。

圖 2-2 為 POSS 插層黏土的 X 光繞射圖。POSS 插層劑其繞射峰位置 7.9° 與 8.8° 其產生的原因為 POSS 分子聚集所造成，當 POSS 插層劑插層進入黏土的通道中其層間距離從 1.26nm 增加至 1.61nm，表示 POSS 插層劑成功的插層進入黏土中。雖然 POSS 插層後的層間距離較 CPC 插層後的小，但是不會影響聚苯乙烯在黏土層間的分散性。

POSS 與 PS 會相互作用而進一步促進黏土達到插層與脫層的結構²⁰，在穿透式電子顯微鏡圖中表示之 POSS 改質的奈米複合材料達到完全脫層的程度較 CPC 改質的奈米複合材料高，此結果與上述的結果相當的一致。其 POSS /Clay 在 X 繞射圖只有一個繞射峰，沒有因為聚集的現象而偵測到其他的繞射峰。POSS 插層的流程圖表示在圖示 2，其層與層距離表示在圖中其由公示計算而得： $\Delta d = \text{層間距離} - \text{一片黏土的厚度} (\sim 1.0\text{nm})$ 。以 POSS 插層劑改質黏土為例，其層間距離介於鄰近的兩層黏土距離 (0.71nm)，非常接近 POSS 分子的尺寸。其 POSS 官能基 R (異丁基) 與苯乙烯單體的凡得瓦爾作用力可以允許苯乙烯單體能夠在黏土層間進行聚合反應。

高分子/黏土奈米複合材料的形成需要高分子插入黏土層間。有兩種術語對奈米複合材料進行分類：插層 (intercalation) 與脫層 (exfoliation)。以插層為例，高分子鏈進入黏土的通道中，其層間距離也隨之增加。換句話說，以脫層為例，黏土的層與層排列分佈為不規則的，表示他們本身不再與陽離子作用。敘述奈米複合材料的結構需要藉由 X 光繞射儀量測黏土之層間距離並且用穿透式電子顯微鏡觀察其黏土在高分子基材間確切的分佈情形。脫層結構的形成其結構黏土通常完全失去其規則性，用 X 光繞射儀所測的繞攝圖中沒有任何的繞射峰出現。有極大的可能會出現插層與脫層的結構；此現象需

要用穿透式電子顯微鏡偵測並進一步確認。

圖 2-3 表示 CPC 改質黏土的奈米複合材料與 POSS 改質黏土的奈米複合材料之 X 光繞射圖。CPC-與 POSS-製備的奈米複合材料在 X 光繞射圖中沒有任何的繞射峰被偵測到，所以奈米複合材料達到脫層的結構。但仍然需要穿透式電子顯微鏡來觀察黏土真實的結構與分散情形。由於繞射峰角度小於 3.5° 無法被 X 光繞射偵測器所接受，所以需要穿透式電子顯微鏡輔佐。

2.6.2 穿透式電子顯微鏡對奈米複合材料型態之分析

圖 2-4 表示 CPC-與 POSS-改質之奈米複合材料的穿透式電子顯微鏡影像。CPC 改質之奈米複合材料從圖中觀察為插層的結構。POSS 改質之奈米複合材料，每一個蒙托土層都脫離並且均勻分散於高分子基材中，其圖表中表示為完整的脫層其結果與 X 光繞射儀所測得的數據一致。

2.6.3 紅外線光譜儀之分析

紅外線光譜儀之分析進一步確認其 POSS 插層進入黏土層間。圖 2-5 表示純的 POSS、Clay 與 POSS 改質黏土後的紅外線光譜圖。黏土在 1040cm^{-1} 出現一個強的吸收峰其為 Si-O-Si 鍵。POSS 插層劑的 C-H 鍵之吸收峰於 $2950\text{-}2800\text{cm}^{-1}$ 出現，Si-C 鍵之吸收峰於 1230cm^{-1}

出現，POSS 結構之 Si-O-Si 鍵吸收峰於 1109cm^{-1} 出現。POSS 改質後的黏土具有 POSS 與黏土的吸收峰，明顯的表示 POSS 插層劑成功的插層於黏土的通道中，此結果與 X 光繞射儀所測得之結果一致。

2.6.4 玻璃轉移溫度之分析

圖 2-6 表示聚苯乙烯與插層劑改質黏土奈米複合材料之微差熱掃描卡計的溫度曲線。聚苯乙烯之玻璃轉移溫度為 100°C ，其 CPC 改質黏土與 POSS 改質黏土的奈米複合材料之玻璃轉移溫度各為 102°C 與 108°C 。黏土的存在具有減緩聚苯乙烯高分子鏈運動的能力，導致有較高的玻璃轉移溫度。分散較佳之 POSS 改質黏土之奈米複合材料其減緩高分子鏈運動的能力較 CPC 改質黏土之奈米複合材料佳。

2.6.5 奈米複合材料分子量之分析

表 2-2 所列出的純的聚苯乙烯奈米複合材料的分子量其反應條件與乳化聚合相近。純的聚苯乙烯相較於 CPC 與 POSS 改質之奈米複合材料具有較高的平均分子量（ M_n 與 M_w ）與較低的分子量分佈

（PDI）。之前的報導黏土扮演額外的微包的原因造成有較低的分子量

21。

2.6.6 熱穩定性之分析

圖 2-7 表示純的黏土、POSS 改質後之黏土與 CPC 改質之黏土的熱重量損失曲線，在預期中無機黏土具有特殊的熱穩定性。在高於 800°C 下黏土的熱重量損失只有 5.7% 符合三種在黏土中不同型態下的結晶水造成²²。相對的，有機插層劑插層於黏土中容易被裂解，其 CPC 與 POSS 改質之黏土相較於純的黏土易於在低溫裂解。改質後的黏土具有相同的重量組成比例 (Surfactant/Clay=0.4) 在熱重量損失 5% 下表現出不同的熱裂解溫度。POSS 改質之黏土在 386°C 下裂解而 CPC 改質之黏土在 278°C 下裂解。其 POSS 插層之黏土相較於 CPC 插層之黏土具有較好的熱穩定性。插層後的黏土之熱重量損失是由於熱裂解與除去的插層劑所造成，此結果與紅外線光譜儀分析一致且表示有機的插層劑存在於黏土中。



圖 2-8 表示純的聚苯乙烯與奈米複合材料之熱重量損失曲線，POSS 與 CPC 改質之奈米複合材料相較於聚苯乙烯表現出較高的熱裂解溫度。奈米複合材料開始的熱裂解溫度提升至較高的溫度發生，POSS 改質之奈米複合材料較 CPC 改質之奈米複合材料與純的聚苯乙烯有較好的熱穩定性。相較於純的聚苯乙烯下的 POSS 改質之奈米複合材料在 5% 下其熱裂解溫度提升 21°C，CPC 改質之奈米複合材料提升 18°C。表 2-1 為奈米複合材料之熱重量損失所整理之數據，POSS 改質之奈米複合材料在 50% 下之熱重量損失具有較高的熱裂解溫

度，以 CPC 插層之奈米複合材料其 50% 之熱重量損失與純的聚苯乙烯一樣。因此，CPC 改質之奈米複合材料之熱裂解溫度沒有高於純的聚苯乙烯而 POSS 改質之奈米複合材料其熱穩定性有很大的改善。

2.7 結論

我們製備聚 POSS 改質黏土的聚苯乙烯奈米複合材料達到脫層的結構，而 CPC 改質之奈米複合材料達到插層的結構。插層劑之插層進入黏土層間由 X 光繞射

儀與紅外線光譜儀進一步的確認。X 光繞射儀所測之結果指出 POSS 插層之黏土其層間距離由 1.26nm 增加至 1.61nm，其 POSS 改質之奈米複合材料的熱重量損失曲線相較於純的聚苯乙烯與 CPC 改質之奈米複合材料兩者中之熱裂解溫度達到最高，表示其 POSS 改質的奈米複合材料有較高的熱穩定性。POSS 存在於黏土中增加其純的聚苯乙烯的熱穩定性。在相同的乳化聚合條件下，POSS 與 CPC 插層劑改質黏土相較於純的聚苯乙烯具有較低的分子量 (M_n 與 M_w) 與較高的分子量分佈 (PDI)。CPC 與 POSS 改質之奈米複合材料相較於純的聚苯乙烯有較高的玻璃轉移溫度。

2.8 參考文獻

[1] Okada A, Kawasumi M, Usuki A, Kojima Y, Kurauchi T, Kamigaito O.

- Mater Res Soc Symp Proc 1990; 171: 45.
- [2] Okada A, Kawasumi M, Kurauchi T, Kamigaito O. Polym Prepr 1987; 28: 447.
- [3] Kojima Y, Usuki A, Kawasumi M, Okada A, Kurauchi T, Kamigaito O. J Polym Sci Part A: Polym Chem 1993; 31: 983.
- [4] Usuki A, Kojima Y, Kawasumi M, Okada A, Fukushima T, Kurauchi T, Kamigaito O. J Mater Res 1993; 8: 1179.
- [5] Yano K, Usuki A, Okada A, Kurauchi T, Kamigaito O. J Polym Sci Part A: Polym Chem 1993; 31: 2493.
- [6] Okada A, Usuki A. Mater Sci Eng 1995; 3: 109.
- [7] Lan T, Pinnavaia T. J Chem Mater 1994; 6: 2216.
- [8] Lan T, Pinnavaia T. J Chem Mater 1994; 6: 573.
- [9] Lan T, Kaviratna PD, Pinnavaia T. J Chem Mater 1995; 7: 2144.
- [10] Messersmith P, Giannelis EP. J Polym Sci Part A: Polym Chem 1995; 33: 1047.
- [11] Messersmith P, Giannelis EP. Chem Mater 1994; 6: 1719.
- [12] Gilman JW, Jackson CL, Morgan A, Harris R, Manias E, Giannelis EP, Wuthenow M, Hilton D, Phillips SA. Chem Mater 2000; 12: 1866.
- [13] Burnside SD, Giannelis EP. Chem Mater 1995; 7: 1597.
- [14] Tseng CR, Wu JY, Lee HY, Chang FC. Polymer 2001; 42: 10063.
- [15] Tseng CR, Lee HY, Chang FC. J. Polym Sci Part B: Polym Phys 2001; 39: 2097.
- [16] Wu HD, Tseng CR, Chang FC. Macromolecules 2001; 34: 2992.
- [17] Tseng CR, Wu JY, Lee HY, Chang FC. J Appl Polym Sci 2002; 85: 1370.
- [18] Tseng CR, Wu HD, Wu JY, Chang FC. J Appl Polym Sci 2002; 86:

2492.

[19]Jin Z, Alexander BM, Frank JL, Charles AW. Chem Mater 2001; 13:
3774.

[20]Wenhua Z, Bruce XF, Seo Y, Eric S, Hsiao B, Patrick TM, Yang NL,
Dayi X, Harald A, Miriam R, Jonathan S. Macromolecules 2002; 35:
8029.

[21]Dongyan W, Jin Z, Qiang Y, Charles AW. Chem Mater 2002; 14:
3837.

[22]Xie W, Gao Z, Pan W, Hunter D, Vaia RA, Singh A. PMSE Prepr
2000; 82: 284.



表 2-1. 聚苯乙烯奈米複合材料之熱性質分析

Sample	T_g , °C ^a	$T_{0.05}$, °C ^b	$T_{0.5}$, °C ^c	Char at 600 °C, %
PS	100	390	424	0
CPC/Clay/PS	102	408	424	2.9
POSS/Clay/PS	108	411	446	2.8

^a玻璃轉移溫度 (T_g), ^b熱重量損失 5% 的裂解溫度 ($T_{0.05}$), ^c熱重量損失 50% 的裂解溫度 ($T_{0.5}$).

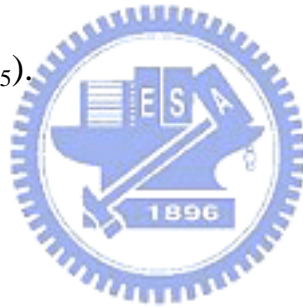
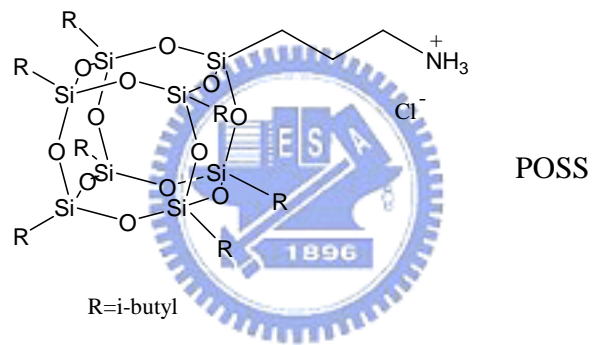
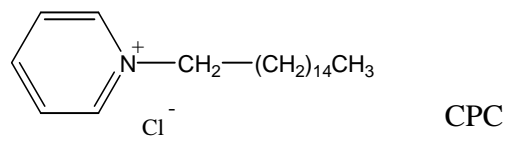


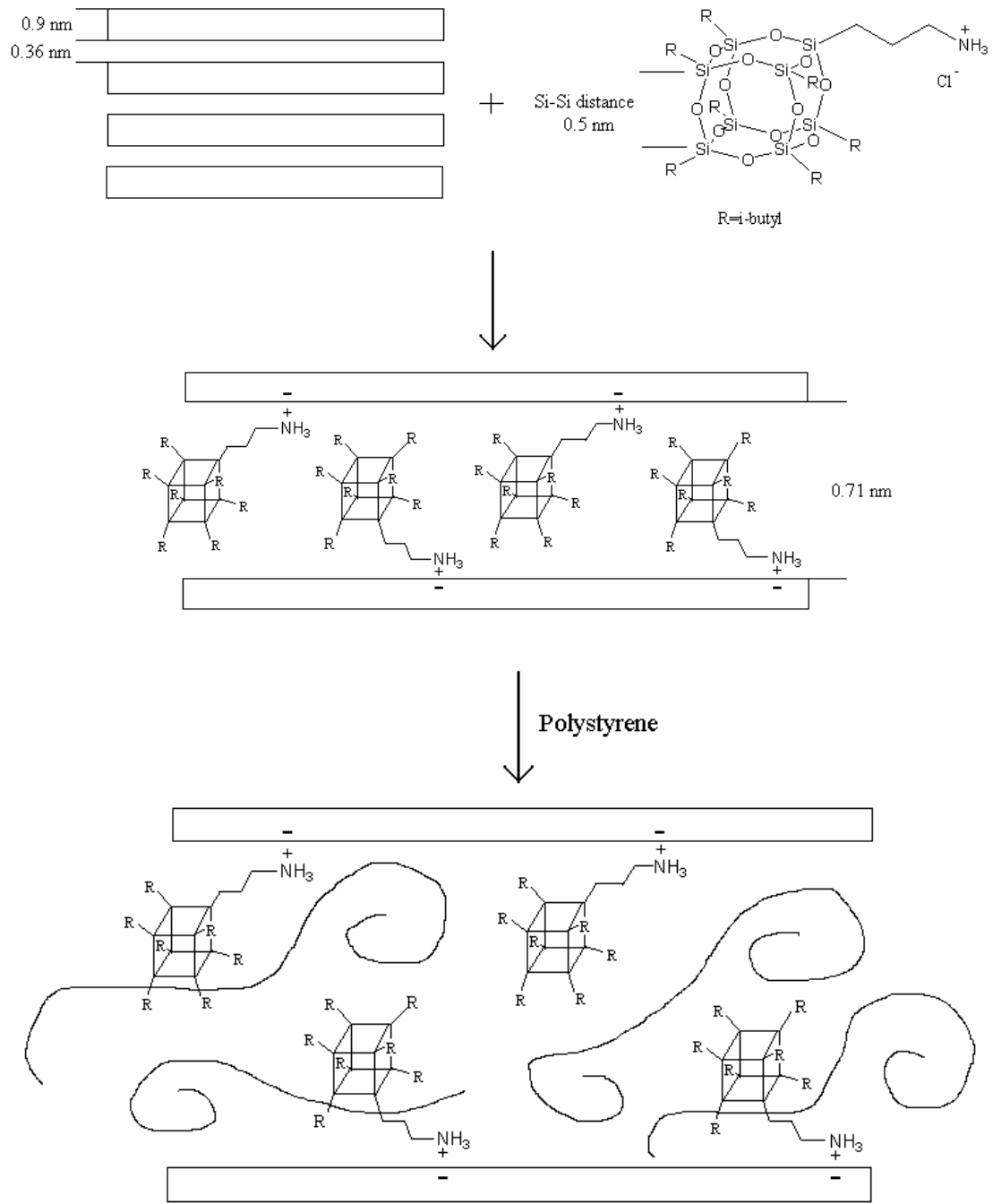
表 2-2. 聚苯乙烯奈米複合材料之分子量與分子量分佈

Sample	M_n ($\times 10^3$) ^a	M_w ($\times 10^3$) ^b	PDI (M_w/M_n) ^c
PS	26.1	31.8	1.22
CPC/Clay/PS	22.5	30.8	1.37
POSS/Clay/PS	21.9	31.1	1.42

^a數目平均分子量 (M_n), ^b重量平均分子量 (M_w), ^c分子量分布 (M_w/M_n).



圖示 2-1. 兩種插層劑 POSS 與 CPC 的化學結構.



圖示 2-2. 利用 POSS 插層黏土，並且用乳化聚合製備聚苯乙烯奈米複合材料。

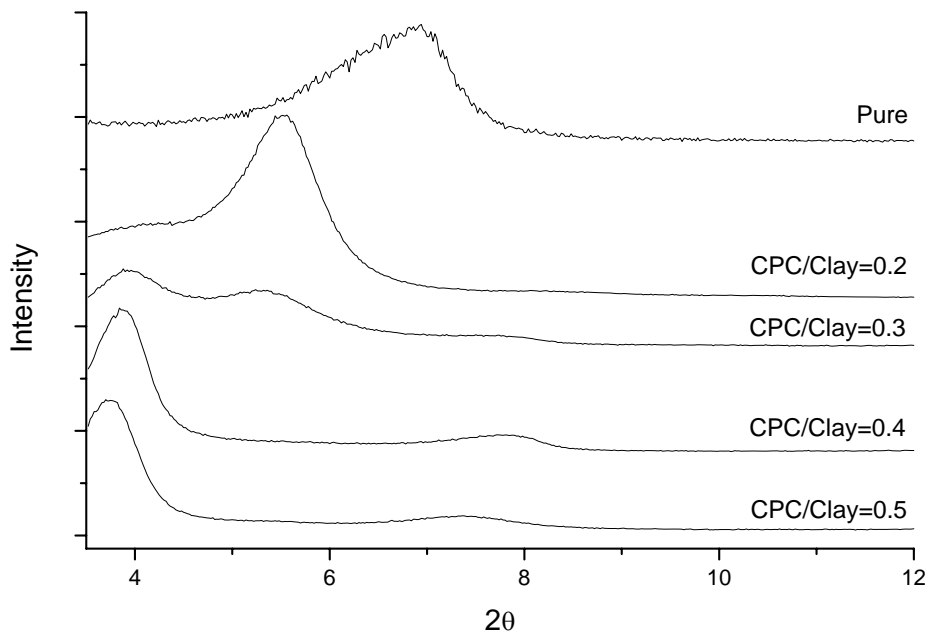


圖 2-1. 不同含量的插層劑 CPC 改質黏土的 X 光繞射圖.

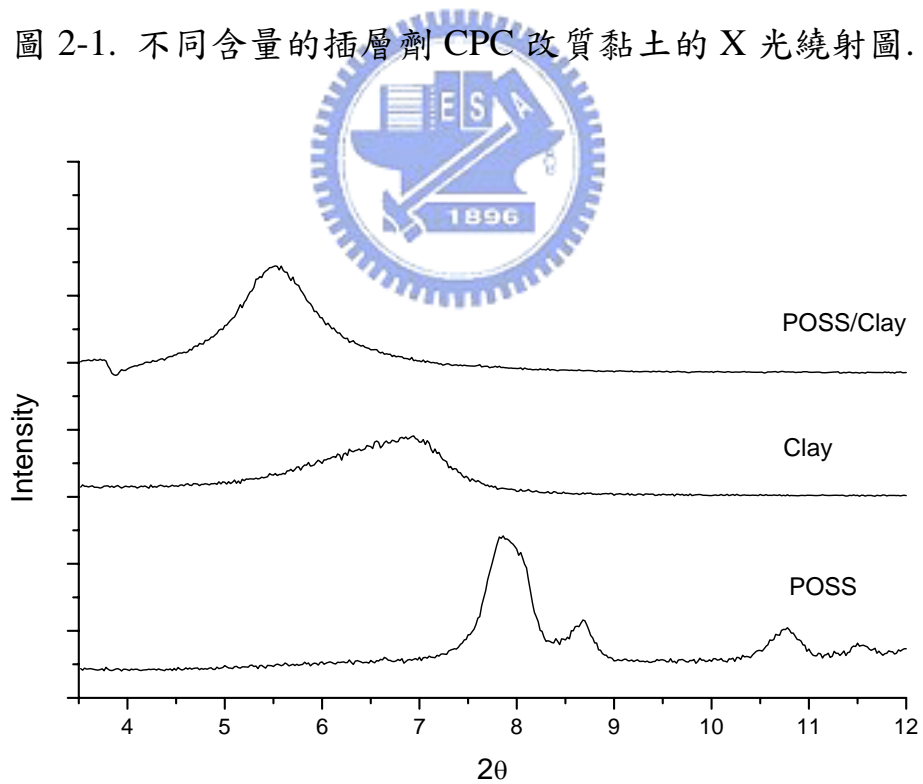


圖 2-2. 利用 POSS 改質黏土的 X 光繞射圖.

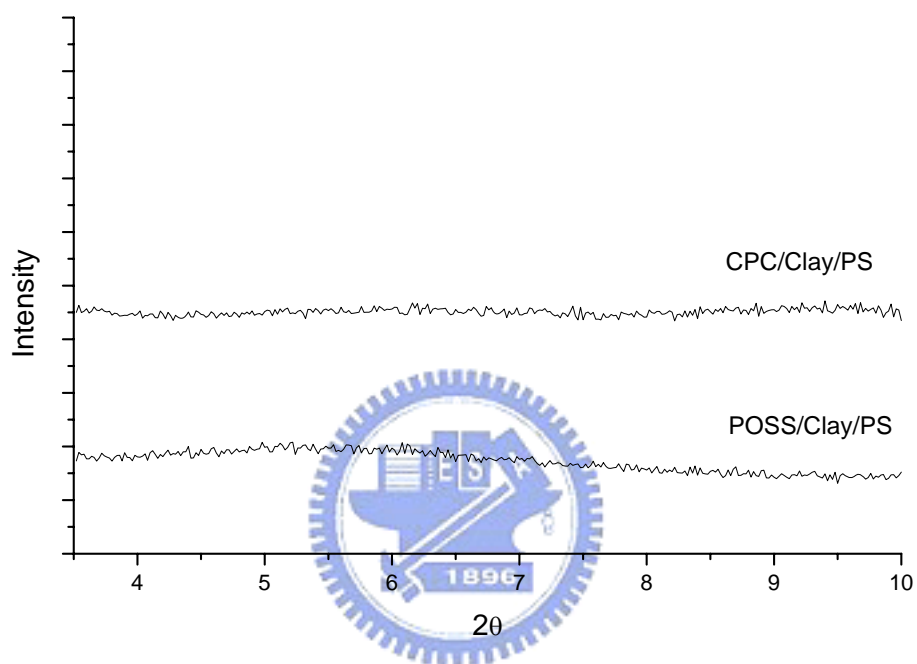


圖 2-3. 兩種插層劑 POSS 與 CPC 改質黏土所製備的聚苯乙烯奈米複合材料之 X 光繞射圖。

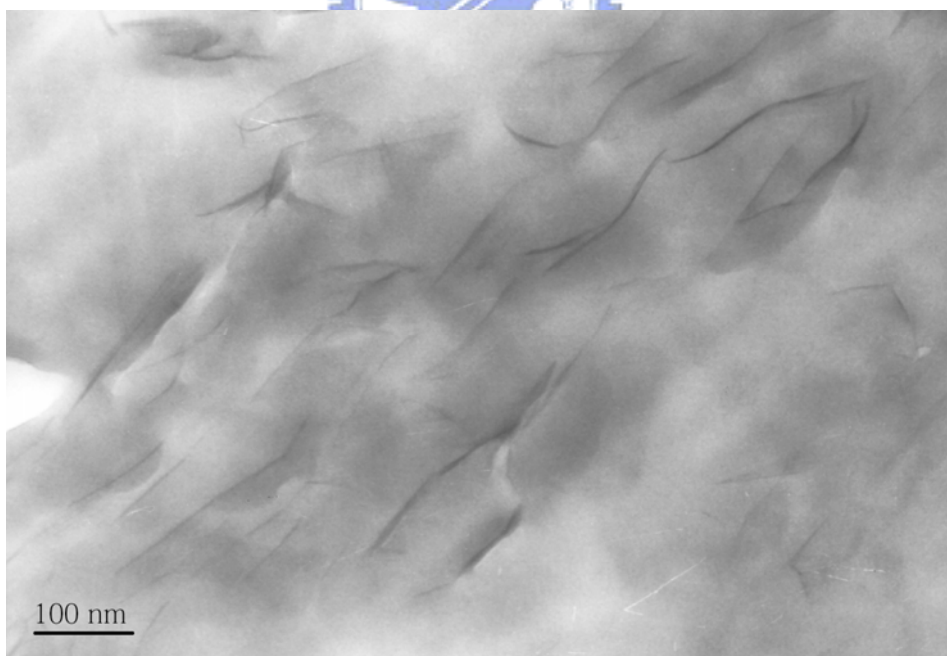
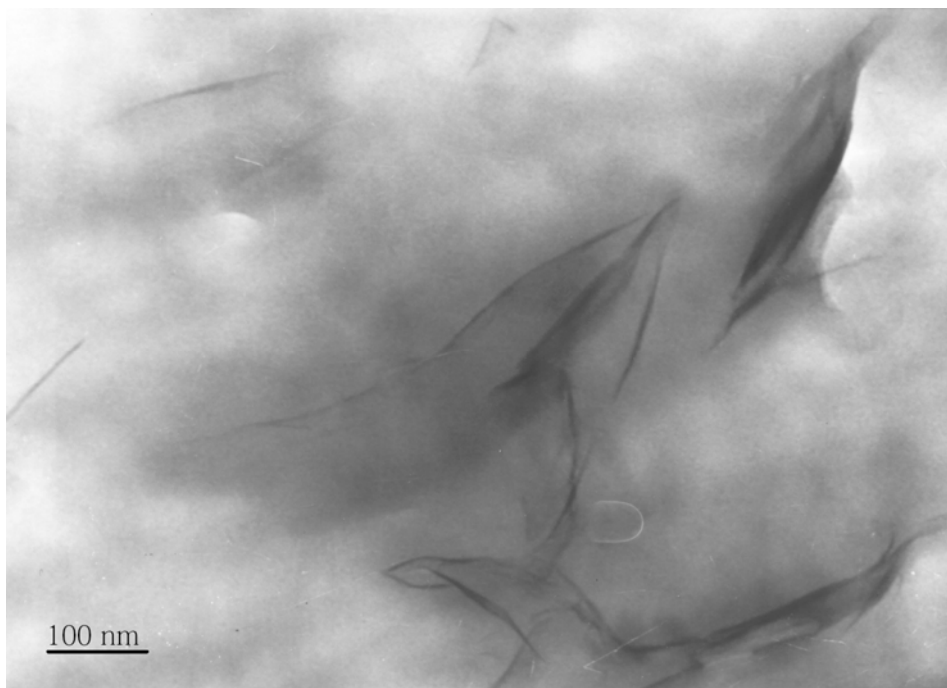


圖 2-4. 穿透式電子顯微鏡圖，上圖為 CPC 改質黏土的奈米複合材料；下圖為 POSS 改質黏土的奈米複合材料。

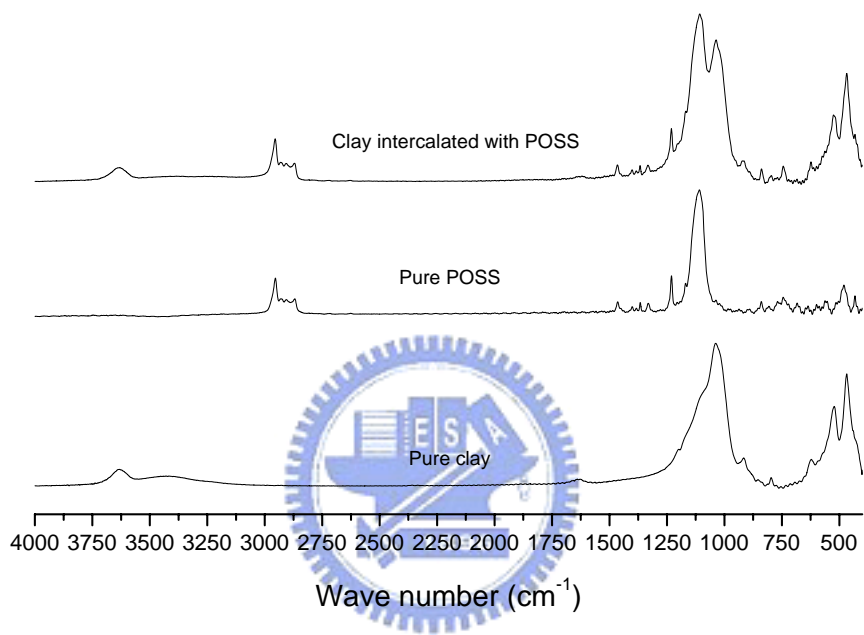


圖 2-5. 純的黏土插層劑改質與插層劑 POSS 改質後黏土的紅外線光譜圖。

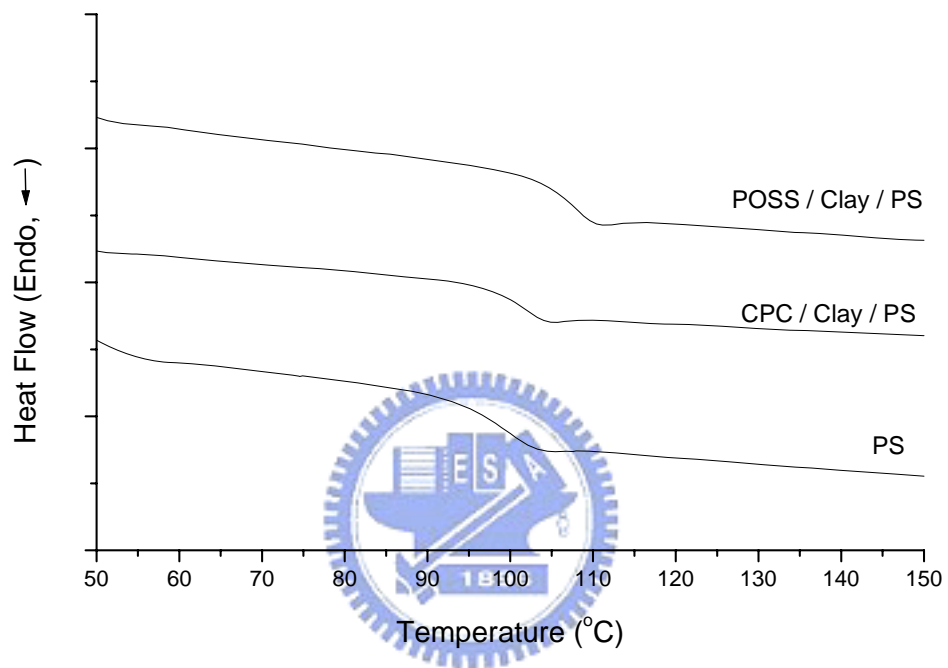


圖 2-6. 聚苯乙烯奈米複合材料的玻璃轉移溫度.

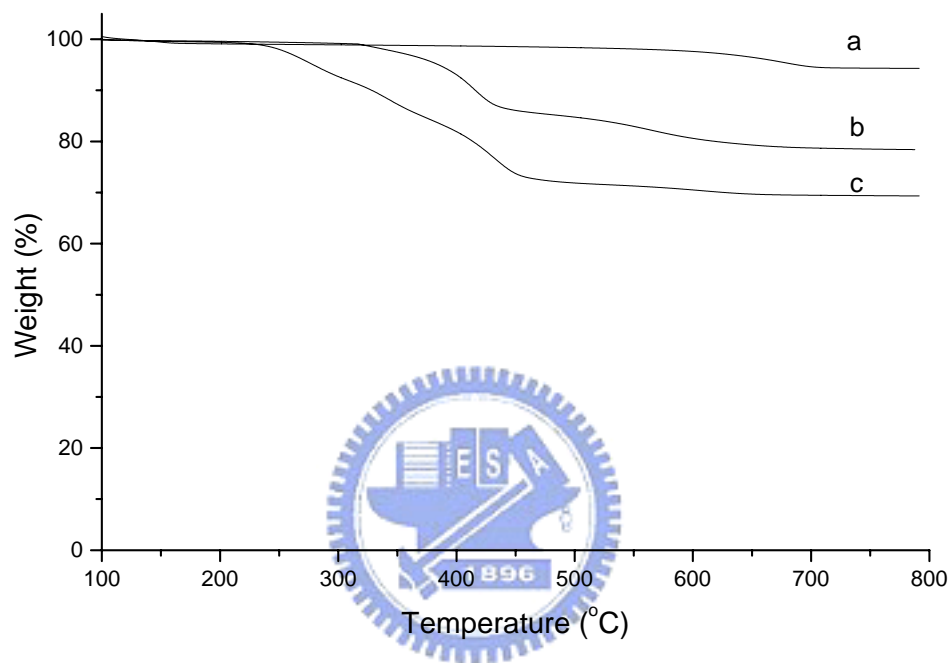


圖 2-7. 熱重量損失曲線 (a) 純的黏土，(b) POSS 改質黏土，(c) CPC 改質黏土。

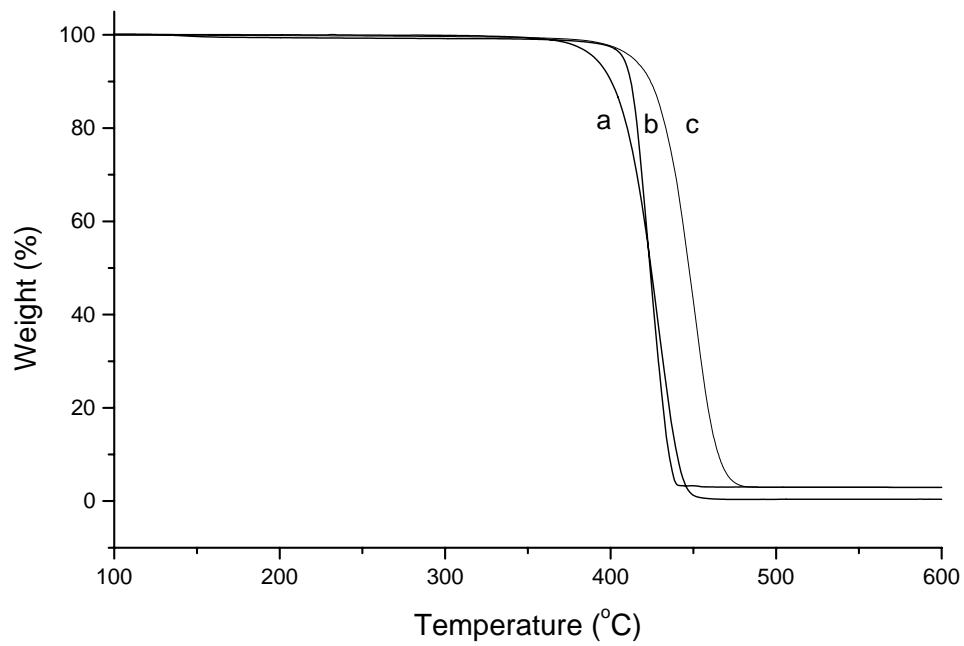


圖 2-8.在氮氣下，奈米複合材料的熱重量損失曲線 (a) 純的聚苯乙烯，(b) CPC 改質黏土的奈米複合材料，(c) POSS 改質黏土的奈米複合材料。