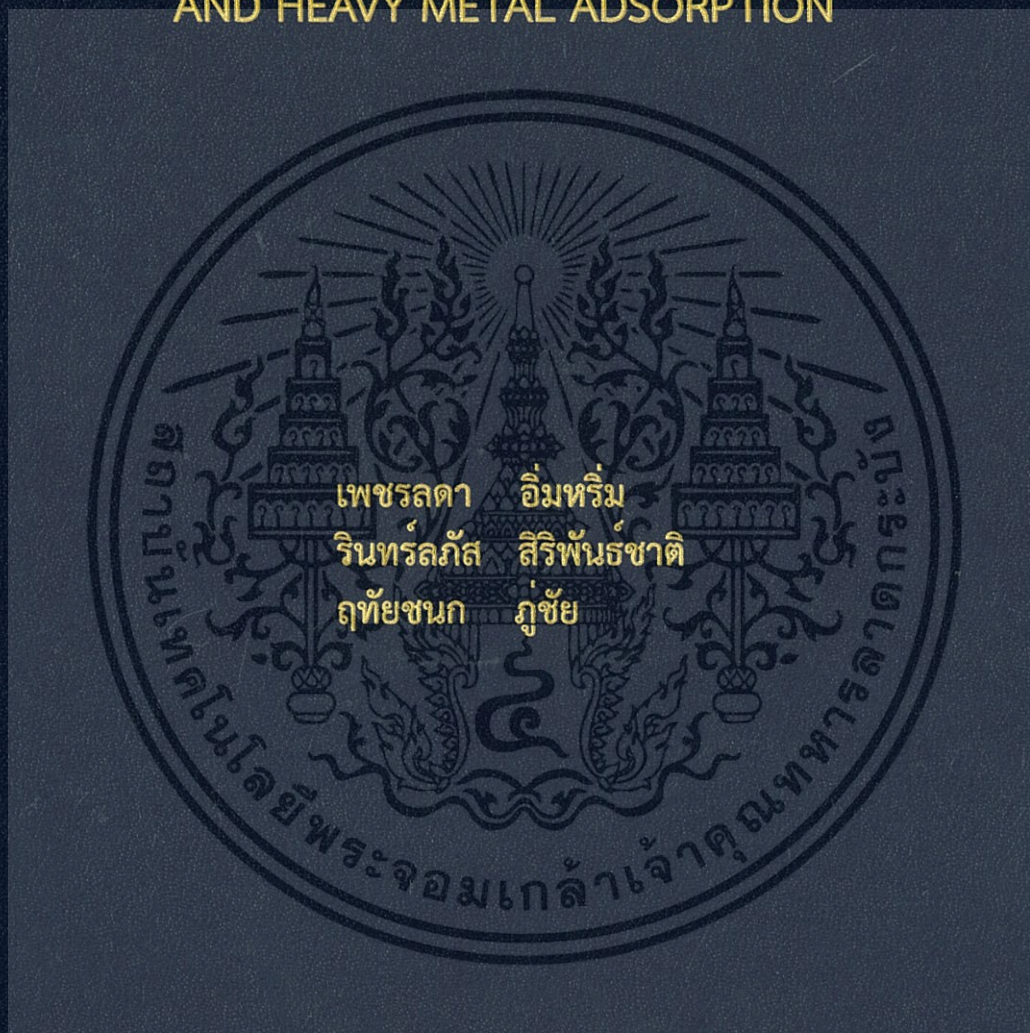


การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง
เพื่อใช้ในการดูดซับสีย้อมและโลหะหนัก

SYNTHESIS OF POLY HIGH INTERNAL PHASE
EMULSIONS COMPOSITE BEADS FOR DYE
AND HEAVY METAL ADSORPTION



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง
เพื่อใช้ในการดูดซับสีย้อมและโลหะหนัก

SYNTHESIS OF POLY HIGH INTERNAL PHASE
EMULSIONS COMPOSITE BEADS FOR DYE
AND HEAVY METAL ADSORPTION



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF POLY HIGH INTERNAL PHASE
EMULSIONS COMPOSITE BEADS FOR DYE
AND HEAVY METAL ADSORPTION



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ

การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูงเพื่อใช้ในการดูดซับสีย้อมและโลหะหนัก

Synthesis of poly high internal phase emulsions composite beads for dye and heavy metal adsorption

ชื่อนักศึกษา

เพชรลดา อิ่มหริ่ม 55050754

รินทร์ลภัส สิริพันธ์ชาติ 55050784

ฤทัยชนก ภูชัย 55050787

ปริญญา

วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา

เคมี

ปีการศึกษา

2558

อาจารย์ที่ปรึกษา

ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2558

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
รศ.ดร.นราธิป วิทยากร ประธานกรรมการ	
ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ กรรมการ	
ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูงเพื่อใช้ในการดูดซับสีย้อมและโลหะหนัก
ชื่อนักศึกษา	เพชรลดา อิ่มหริ่ม 55050754 รินทร์ลภัส สิริพันธ์ชาติ 55050784 ฤทัยชนก ภูชัย 55050787
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2558
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช

บทคัดย่อ

ในโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์เม็ดวัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง (poly high internal phase emulsions; polyHIPEs) โดยเติมสารเติมแต่ง (additives) ดังนี้ คือ ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ซิลิกา (SiO_2) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($\text{Co(Fe}_2\text{O}_4)$) เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและสมบัติการดูดซับสีย้อมและโลหะหนัก จากนั้นนำเม็ดวัสดุและเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ไปตรวจสอบสัญญาณวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ตรวจสอบการสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่อง (thermo gravimetric analysis; TGA) ตรวจสอบการดูดซับสีย้อมด้วยเครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-visible spectrophotometer; UV-Vis) และการดูดซับโลหะหนักด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectrometer; AAS) ผลที่ได้พบว่าสารละลายตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่ทำให้หยดอิมัลชัน HIPEs คงตัวแล้วเกิดเป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ได้ คือ น้ำปราศจากไอออนและสารละลายโพลีไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) โดยเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ได้จากสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนนั้นมีขนาดใหญ่ มีรูพรุนแบบกึ่งเปิด ส่วนเม็ดวัสดุที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC มีขนาดเล็กกว่า และมีรูพรุนแบบเปิด ซึ่งเกิดจากการแพร่ของน้ำจากอิมัลชัน HIPEs ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน จากนั้นเมื่อศึกษาผลของสารเติมแต่งพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวทั้งสองชนิดมีลักษณะที่คล้ายกันและสามารถใช้ในการดูดซับสีย้อมและโลหะหนักได้ โดยวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งซิงค์ออกไซด์ มีค่าร้อยละการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูซึ่งมีโครงสร้างซับซ้อนสูงได้ดีที่สุด โดยมีค่าร้อยละ 32.33 ซึ่งเป็นผลมาจากการมีโครงสร้างแบบรูพรุนเปิดและมีรูพรุนภายในขนาดใหญ่ สำหรับการดูดซับโลหะหนักพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมโคบอลต์เฟอร์ไรต์ มีความสามารถในการดูด-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึบสารละลายเหล็ก(II)ซัลเฟตที่ที่สุด คิดเป็นร้อยละ 92.02 เนื่องจากสมบัติความเป็นแม่เหล็ก และการกระจายตัวของสารเติมแต่งในเนื้อพอลิเมอร์อย่างทั่วถึง

คำสำคัญ : การดูดซึบ เม็ดวัสดุ polyHIPes วัสดุผสม



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Synthesis of poly high internal phase emulsions composite beads for dye and heavy metal adsorption		
Students	Phetlada	Imrim	55050754
	Lynlapat	Siripanchart	55050784
	Ruethaichanok	Phuchai	55050787
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic Year	2015		
Advisor	Asst.Prof.Dr.Panpailin Seeharaj		

Abstract

This research studied the synthesis and modification of dye and heavy metal adsorption properties of poly high internal phase emulsions (polyHIPEs) beads by adding 1 wt% of additives, including activated carbon, SiO₂, MgO, ZnO, Fe₃O₄ and CoFe₂O₄. Morphology of polyHIPEs beads were investigated using scanning electron microscope (SEM). Thermal decomposition was studied by thermal gravimetric analysis (TGA). Adsorption of dye and heavy metal properties were examined using UV-Visible spectro photometer and atomic adsorption spectrometer (AAS), respectively. The polyHIPEs beads could be prepared from stabilizing droplets of emulsions HIPEs in deionized water and poly(diallyldimethylammonium) (PDDAC) during polymerization process. The results showed that the polyHIPEs beads synthesized in deionized water were large beads and had semi-open pore structure, while the polyHIPEs beads synthesized in PDDAC were smaller and had open pore structure causing by diffusion of water from emulsions HIPEs during the polymerization. The polyHIPEs composites beads with ZnO having open pore structure and large pore throat showed the highest methylene blue adsorption of 30.33%. For heavy metal adsorption, it was found that polyHIPEs composites beads with CoFe₂O₄ having magnetic property showed the best adsorption efficiency of 92.02% in iron(II) sulphateheptahydrate solution. The adsorption testing indicated that the polyHIPEs composite beads can be used for dye and heavy metal adsorption

Keywords : Adsorption, PolyHIPEs beads and composites

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษนี้สำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี ด้วยความกรุณาชี้แนะแนวทาง ให้คำปรึกษาในการทำโครงการพิเศษจาก ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ นอกจากนี้ยังให้กำลังใจและการดูแลอย่างดี ตลอดจนให้ความรู้และประสบการณ์ที่ดีในการทำงาน

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.นราธิป วิทยากร และ ดร.ชาวลย์ ศรีวงษ์ กรรมการสอบโครงการพิเศษที่มีความเมตตา เอ็นดู และให้ความกรุณาตลอดเวลาอันมีค่าอย่างยิ่งในการเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ พร้อมทั้งให้คำแนะนำและเสนอข้อคิดเห็นที่เป็นประโยชน์เพื่อนำไปแก้ไขโครงการพิเศษให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการเคมี และเจ้าหน้าที่ห้องธุรการภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่อำนวยความสะดวกให้ความช่วยเหลือและอนุเคราะห์เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีสำหรับโครงการพิเศษ

ขอขอบพระคุณ นักวิทยาศาสตร์ประจำศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่ให้คำแนะนำ คำปรึกษา และบริการการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ในงานวิจัยของโครงการพิเศษนี้

ขอขอบพระคุณพี่ ๆ นักศึกษาปริญญาโท สาขาวิชาเคมี ที่คอยให้คำแนะนำวิธีการใช้เครื่องมือต่าง ๆ วิธีการทดลอง วิธีการคำนวณต่าง ๆ และคอยให้กำลังใจเสมอมา

ขอขอบพระคุณบิดา มารดา ตลอดจนญาติพี่น้องที่เลี้ยงดูข้าพเจ้ามาเป็นอย่างดีและคอยสนับสนุนในด้านต่าง ๆ

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ ที่คอยให้กำลังใจ ร่วมทุกข์ร่วมสุข รวมทั้งให้คำแนะนำดี ๆ ในการใช้โปรแกรมต่าง ๆ ในการทำโครงการพิเศษ

นอกเหนือจากบุคคลที่ได้กล่าวมาแล้วยังมีบุคคลอีกหลายท่านที่ให้ความอนุเคราะห์ และให้กำลังใจตลอดการทำโครงการพิเศษนี้ ทางผู้จัดทำขอขอบคุณมา ณ ที่นี้ด้วย

เพชรลดา อิมหริ่ม
รินทร์ลภัส สิริพันธ์ชาติ
ฤทัยชนก ภูชัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	ง
สารบัญ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	1
1.3 ขอบเขต.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 วัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง (PolyHIPEs).....	3
2.1.1 การเกิดอิมัลชัน (Emulsion).....	4
2.2 ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (Polymerization).....	5
2.2.1 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน.....	5
2.2.2 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization).....	6
2.2.3 กลไกการเกิดแบบไมเซลล์ (micelle nucleation).....	7
2.3 การสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs.....	8
2.3.1 วัฏภาคของสารอินทรีย์ (Organic phase).....	8
2.3.2 วัฏภาคของน้ำ.....	10
2.3.3 สารช่วยเพิ่มความคงตัวเพื่อให้เกิดเป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs.....	11
2.4 การนำไปใช้ประโยชน์.....	12
2.5 การดูดซับ.....	13
2.5.1 กลไกการดูดซับ.....	15
2.5.2 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ.....	15
2.5.3 สีย้อมเมทิลีนบลู.....	15
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	16
2.6.1 การสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs.....	16
2.6.2 สารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs.....	22
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	29
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	29
3.2 สารเคมี.....	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3 กระบวนการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs	30
3.3.1 การเตรียมมอนอเมอร์	30
3.3.2 การเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก	31
3.3.3 การเตรียมอิมัลชัน HIPEs	32
3.3.4 การเตรียมเม็ดวัสดุ polyHIPEs	33
3.3.5 การซ็อกเลตท์ (Soxhlet)	39
3.4 กระบวนการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs	40
3.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานและการสร้างกราฟมาตรฐาน	40
3.4.2 การเตรียมสารตัวอย่างและการวิเคราะห์สารตัวอย่าง	40
3.5 การทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก	40
3.5.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน และการสร้างกราฟมาตรฐาน	41
3.5.2 การเตรียมสารตัวอย่างและการวิเคราะห์สารตัวอย่าง	41
3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อน สมบัติการดูดซับสีย้อมและโลหะหนัก ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs	42
3.6.1 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	42
3.6.2 การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์ การสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน (Thermogravimetric analysis; TGA)	42
3.6.3 การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Visible spectrophotometer; UV-Vis)	43
3.6.4 การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectrometer; AAS)	44
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	46
4.1 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs	46
4.1.1 การศึกษาชนิดสารละลายตัวกลางที่ช่วยเพิ่มความคงตัว ในการเกิดเป็นเม็ดของเม็ดวัสดุ polyHIPEs	46
4.2 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs	51
4.2.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต	51
4.2.2 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)	55
4.2.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA).....	65

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.3 การดูดซับสีย้อม	67
4.4 การดูดซับโลหะหนัก	70
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	73
5.1 สรุปผลการวิจัย	73
5.2 ข้อเสนอแนะ	75
เอกสารอ้างอิง	76
ภาคผนวก.....	80
ภาคผนวก ก	81
ภาคผนวก ข.....	85
ภาคผนวก ค.....	88



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและความสามารถในการดูดซับสารละลายเหล็ก ที่ความเข้มข้น 15 ppm ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	22
3.1 แสดงอัตราส่วนสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	33
3.2 แสดงปริมาณสารเติมแต่งที่ช่วยเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPEs ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก.....	33
4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวที่เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน แตกต่างกัน	47
4.2 แสดงขนาดของรูพรุน (pore size) และรูพรุนภายใน (pore throat) โดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุ polyHIPEs.....	49
4.3 แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	52
4.4 แสดงขนาดของรูพรุน (pore size) และรูพรุนภายใน (pore throat) โดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	59
4.5 แสดงอุณหภูมิการสลายตัว (thermal decomposition; Td) ช่วงอุณหภูมิ การสลายตัว (thermal decomposition range; Td range) ร้อยละน้ำหนักที่หายไป และร้อยละน้ำหนักที่เหลืออยู่ (%Residual) ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัว ชนิดน้ำปราศจากไอออนจากเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA)	67
4.6 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและความสามารถในการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลู ที่ความเข้มข้น 15 ppm ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC	69
4.7 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและความสามารถในการดูดซับสารละลายเหล็กซัลเฟต ที่ความเข้มข้น 15 ppm ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC	71

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 กระบวนการเตรียมอิมัลชัน HIPEs และ polyHIPEs.....	4
2.2 การแตกตัวของตัวริเริ่มปฏิกิริยาโพแทสเซียมซัลเฟต.....	6
2.3 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุภาคลิเธียของตัวริเริ่มปฏิกิริยากับมอนอเมอร์สไตรีน.....	6
2.4 องค์ประกอบต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน.....	7
2.5 สูตรโครงสร้างของสไตรีน.....	9
2.6 สูตรโครงสร้างของไดไวนิลเบนซีน.....	9
2.7 สูตรโครงสร้างของโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต.....	9
2.8 สูตรโครงสร้างของโพลีไดแอลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์.....	11
2.9 สูตรโครงสร้างของโพลีไวนิลแอลกอฮอล์.....	11
2.10 สูตรโครงสร้างของโซเดียมไดเตลซัลเฟต.....	12
2.11 ลักษณะของวัสดุ polyHIPEs.....	13
2.12 สูตรโครงสร้างของเมทิลีนบลู.....	15
2.13 เครื่องมือในระบบไมโครฟลูอิด.....	16
2.14 ลักษณะของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ a) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสงแสดงการกระจายตัวของเม็ด polyHIPEs b) ภาพถ่าย SEM ของเม็ด polyHIPEs c) ภาพถ่าย SEM ในบริเวณพื้นผิวของเม็ด polyHIPEs และ d) ภาพถ่าย SEM ภายในบริเวณส่วนที่แตกของ polyHIPEs.....	17
2.15 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs.....	18
2.16 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนของสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนเท่ากับ 90 ต่อ 10 โดยน้ำหนัก และไม่มีส่วนผสมของปิโตรเลียมอีเทอร์.....	18
2.17 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนเท่ากับ 70 ต่อ 30 โดยปริมาตร.....	19
2.18 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs (a) เติม 0.5%C (b) เติม 1%C และ (c) เติม 1%Fe ₃ O ₄ (ด้านซ้ายกำลังขยาย 600 เท่า และด้านขวากำลังขยาย 1000 เท่า)....	20
2.19 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs (a) เติม 0.5%C+1% Fe ₃ O ₄ (b) เติม 0.5%C+3% Fe ₃ O ₄ (c) เติม 0.5%C+5% Fe ₃ O ₄ (d) เติม 1%C+5% Fe ₃ O ₄ และ (d) เติม 1%C+5% Fe ₃ O ₄ [4].....	21
2.20 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่มีผงถ่านกัมมันต์เป็นสารเติมแต่ง.....	23
2.21 โครงสร้างผลึกของซิลิกาแบบอสัณฐาน.....	24
2.22 โครงสร้างผลึกของแมกนีเซียม.....	24
2.23 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์.....	25
2.24 โครงสร้างผลึกของเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์.....	26
2.25 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร (a) polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตรที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก (b) polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตรที่ไม่ได้เคลือบด้วยกรดโอเลอิก.....	27
2.26 โครงสร้างผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	28

เอกสาร 2.26 โครงสร้างผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์..... 28 การค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1	แผนผังการเตรียมสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน (การสกัดด้วยขี้ผึ้งปฏิบัติการ).....	35
3.2	แผนผังขั้นตอนการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก.....	36
3.3	แผนผังการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPEs	37
3.4	แผนผังการเตรียมเม็ด polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs	38
3.5	การสกัดด้วยวิธีซ็อกเลตท์	39
3.6	เครื่อง scanning electron microscope (SEM)	42
3.7	เครื่อง thermogravimetric analysis (TGA)	43
3.8	เครื่อง UV-Visible spectrophotometer (UV-Vis).....	44
3.9	เครื่อง atom absorption spectrometer (AAS)	45
4.1	ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ ได้จากการใช้สารละลายตัวกลางที่มีการเติมสารเพิ่มความคงตัวชนิดต่าง ๆ (a) น้ำปราศจากไอออน (b) PDDAC และ (c) PVA	48
4.2	ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เตรียมได้จากการใช้สารละลายตัวกลาง ที่เพิ่มความคงตัวในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันแตกต่างกัน (a) น้ำปราศจากไอออน และ (b) PDDAC (ด้านซ้ายกำลังขยาย 500 เท่า และด้านขวากำลังขยาย 1000 เท่า)	49
4.3	แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของรูพรุนของเม็ดวัสดุ polyHIPEs (a) น้ำปราศจากไอออน และ (b) PDDAC (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))	50
4.4	แผนภูมิเปรียบเทียบขนาดของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs	52
4.5 (มีต่อ)	ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) และ (b) ผงถ่านกัมมันต์ (c) และ (d) ซิลิกา (e) และ (f) แมกนีเซียม (ด้านซ้ายสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวน้ำปราศจากไอออน และด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)	53
4.5 (ต่อ)	แสดงลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (g) และ (h) ซิลิกา (i) และ (j) เหล็กออกไซด์ (k) และ (l) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัว ชนิดน้ำปราศจากไอออนและด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)	54
4.6	การดูดติดแม่เหล็กของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) เหล็กออกไซด์ และ (b) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC	55
4.7 (มีต่อ)	ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) และ (b) ผงถ่านกัมมันต์ (c) และ (d) ซิลิกา (e) และ (f) แมกนีเซียมออกไซด์ (ด้านซ้ายสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัว ชนิดน้ำปราศจากไอออนและด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)	57

4.7 (ต่อ) แสดงภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (g) และ (h) ซิงค์ออกไซด์ (i) และ (j) เหล็กออกไซด์ (k) และ (l) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)	58
4.8 แผนภูมิเปรียบเทียบขนาดเฉลี่ยรูพรุน (pore size) ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs	59
4.9 แผนภูมิเปรียบเทียบขนาดเฉลี่ยรูพรุนภายใน (pore throat) ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPE	60
4.10 (มีต่อ) แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของขนาดรูพรุน ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) ผงถ่านกัมมันต์ (b) ซิลิกา และ (c) แมกนีเซียมออกไซด์ (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))	61
4.10 (ต่อ) แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของขนาดรูพรุน ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (d) ซิงค์ออกไซด์ (e) เหล็กออกไซด์ และ (f) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))	62
4.11 (มีต่อ) แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของขนาดรูพรุน ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) ผงถ่านกัมมันต์ (b) ซิลิกา และ (c) แมกนีเซียมออกไซด์ (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))	63
4.11 (ต่อ) แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของรูพรุน ของขนาดเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (d) ซิงค์ออกไซด์ (e) เหล็กออกไซด์ และ (f) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))	64
4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและน้ำหนัก ที่เปลี่ยนแปลงไปของเม็ดวัสดุ polyHIPEs	66
4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและน้ำหนัก ที่เปลี่ยนแปลงไปของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs	66
4.14 กราฟมาตรฐานของสารละลายเมทิลีนบลู	68
4.15 แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลู	69
4.16 กราฟมาตรฐานของสารละลายเหล็ก.....	71
4.17 แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการดูดซับสารละลายเหล็กซัลเฟต.....	72

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

วัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง (poly high internal phase emulsions หรือ polyHIPEs) เป็นวัสดุโพลีเมอร์ที่มีรูพรุนเปิดมากกว่าร้อยละ 74 โดยปริมาตรของวัสดุ [1] ทำให้มีสมบัติที่สำคัญ คือ มีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก น้ำหนักเบา ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำ ทำให้สามารถสังเคราะห์ได้ง่ายเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุที่มีรูพรุนชนิดอื่น เช่น วัสดุรูพรุนประเภทเซรามิกที่ใช้ อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่สูงกว่า ดังนั้น polyHIPEs จึงถูกนำมาใช้ในงานที่มีความต้องการพื้นที่ผิวสูง ๆ เช่น ใช้เป็นวัสดุตัวกรอง (filtration media) ในการกรองอากาศ และกรองแยกโลหะหนักในน้ำ ใช้เป็นอุปกรณ์แยกสารด้วยเทคนิคโครมาโตกราฟี แต่เนื่องจากวัสดุ polyHIPEs เป็นวัสดุในกลุ่มพอลิเมอร์ ทำให้มีสมบัติเชิงกลไม่ดีนัก คือ มีความเปราะ มีความเป็นขอล่ง ดังนั้นจึงได้มีการเติมสารเติมแต่ง (additives) ชนิดต่าง ๆ เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและเพิ่มสมบัติในการนำไปใช้งานเฉพาะทางให้มีความหลากหลายมากขึ้น นอกจากนี้ยังมีการปรับปรุงรูปร่างของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ให้มีลักษณะเป็นเม็ดเพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวและง่ายต่อการนำไปใช้งานในพื้นที่เล็ก ๆ เช่น การบรรจุลงในคอลัมน์ เป็นต้น ดังนั้นในโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ด้วยระบบอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil; W/O) โดยในวัฏภาคสารอินทรีย์ประกอบด้วยสารตั้งต้นมอนอเมอร์ คือ สไตรีน (styrene) และไดไวนิลเบนซีน (DVB) ใช้ซอร์บิแทนโมโนโอเลอเตด (span 80) เป็นสารลดแรงตึงผิว ส่วนวัฏภาคน้ำประกอบด้วย โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา และสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ($CaCl_2 \cdot H_2O$) เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ เพื่อเพิ่มความคงตัวในวัฏภาคน้ำ หลังจากนั้นเตรียมเม็ดวัสดุ polyHIPEs โดยวิธีการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอยในน้ำ (aqueous suspension polymerization) แล้วทำการศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่งแต่ละชนิด คือ ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) เพื่อเพิ่มสมบัติด้านการดูดซับและความแข็งแรง [1] การเติมซิลิกา (SiO_2) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เพื่อเพิ่มปริมาณรูพรุนและความแข็งแรง (reinforcement) [1] การเติมเหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($CoFe_2O_4$) เพื่อเพิ่มสมบัติความเป็นแม่เหล็กสำหรับดูดซับโลหะหนักในสารละลายหรือน้ำเสีย [2] ให้กับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs โดยมุ่งหวังในการปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและสมบัติการดูดซับของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs เพื่อให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานด้านการดูดซับสีย้อมหรือโลหะหนักต่อไปได้

1.2 วัตถุประสงค์

- 1) เพื่อศึกษาและสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์ที่มีรูพรุนสูงและน้ำหนักเบา (polyHIPEs beads)
- 2) เพื่อศึกษาผลของชนิดสารช่วยเพิ่มความคงตัวที่ใช้เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่มีต่อการเกิดเป็นเม็ดและรูพรุนของเม็ดวัสดุ polyHIPEs

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) เพื่อศึกษาผลของสารเติมแต่ง ได้แก่ ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ซิลิกา (SiO_2) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) ที่มีต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางการดูดซับของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

1.3 ขอบเขต

1) สังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ในระบบอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil; W/O) โดยใช้อัตราส่วนสารตั้งต้นสไตรีน (styrene) ต่อไดไวนิลเบนซีน (DVB) เท่ากับ 40:40

2) สังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs โดยการหยดลงในตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่มีสารเพิ่มความคงตัวในการเกิดเป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs คือ น้ำปราศจากไอออน (DI water) โพลีไดแอลิลิลโดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) และ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS)

3) สังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก

4) ตรวจสอบลักษณะทางกายภาพ สัณฐานวิทยาและสมบัติทางความร้อนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ

5) ตรวจสอบสมบัติการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูและโลหะหนัก คือ เหล็กซัลเฟต ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมได้

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1) สามารถสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ให้มีสมบัติทางกายภาพและสมบัติการดูดซับที่ดี

2) สามารถนำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ไปประยุกต์ใช้ในการดูดซับสีย้อมและโลหะหนักได้

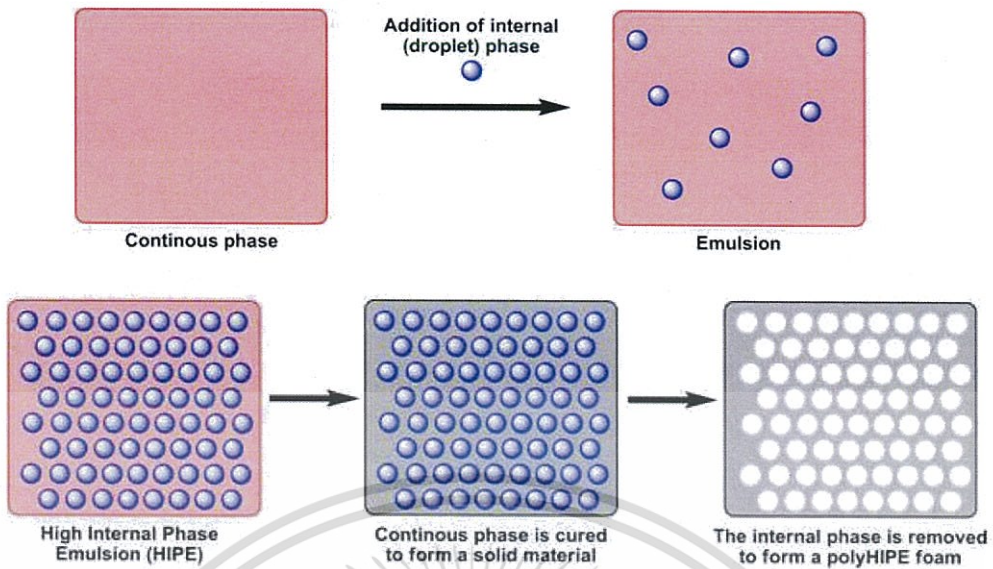
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื้อหาในบทนี้จะกล่าวถึงข้อมูลต่าง ๆ ที่ได้จากการศึกษาและรวบรวมเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับเม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง (poly high internal phase emulsion beads หรือ polyHIPEs beads) ซึ่งเป็นเนื้อหาเกี่ยวกับทฤษฎีพื้นฐาน วิธีการสังเคราะห์ และการนำไปใช้งานด้านต่าง ๆ รวมไปถึงงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.1 วัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง (PolyHIPEs)

polyHIPEs คือ วัสดุพอลิเมอร์ที่มีรูพรุนสูง โดยมีปริมาณรูพรุนอยู่ในโครงสร้างประมาณร้อยละ 74 โดยปริมาตรของวัสดุ [1] ซึ่งส่งผลให้วัสดุชนิดนี้มีน้ำหนักเบา มีลักษณะคล้ายโฟม ความหนาแน่นต่ำ และมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง จึงนิยมนำไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ เช่น การกรอง การดูดซับสาร หรือการแลกเปลี่ยนไอออน เป็นต้น โดยทั่วไปการขึ้นรูป polyHIPEs จะอยู่ในสภาพเป็นก้อน ทำให้ไม่สะดวกในการนำไปใช้งานสำหรับพื้นที่เล็ก ๆ ดังนั้นจึงมีการพัฒนาการขึ้นรูป polyHIPEs แบบเป็นเม็ดขึ้น เพื่อให้สามารถนำไปใช้งานในพื้นที่เล็ก ๆ ได้สะดวก เช่น การบรรจุลงในคอลัมน์ นอกจากนี้ยังเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสให้มากขึ้น polyHIPEs สามารถสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอยในน้ำ (aqueous suspension polymerization) โดยการเตรียมเม็ด polyHIPEs เริ่มจากการผสมสารให้อยู่ในรูปของอิมัลชัน HIPEs จากการให้แรงเฉือนแก่สารผสมจนวัฏภาคภายใน (internal phase emulsion) กระจายตัวในวัฏภาคภายนอกหรือวัฏภาคต่อเนื่อง (external phase emulsion) ซึ่งการกระจายตัวนี้ จำเป็นต้องใช้ตัวทำอิมัลชัน (emulsifying agent) หรือสารลดแรงตึงผิว (surfactant) เป็นตัวช่วยรักษาเสถียรภาพของอิมัลชัน HIPEs จากนั้นนำสารอิมัลชัน HIPEs ที่เตรียมไปทำให้เกิดการพอลิเมอไรเซชัน โดยการบรรจุอิมัลชัน HIPEs ลงในหลอดที่ใช้สำหรับหยด แล้วหยดลงในน้ำที่ผสมกับสารเพิ่มความคงตัวหรือสารลดแรงตึงผิวเพื่อให้คงสภาพเป็นเม็ด แล้วทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันด้วยการให้ความร้อนกับมอนอเมอร์ เพื่อให้เกิดการเชื่อมโยงสายโซ่จึงทำให้อิมัลชัน HIPEs เปลี่ยนสภาพจากของเหลวกลายเป็นของแข็ง และได้เป็น polyHIPEs ที่มีลักษณะเป็นเม็ดขึ้น จากนั้นนำเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ได้ไปผ่านวิธีการซ็อกเลตต์ (soxhlet) เพื่อขจัดสารหรือสิ่งตกค้างบางส่วนภายในโครงสร้างที่เป็นรูพรุนออก เพื่อให้ได้เป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีพื้นที่ผิวสูง รูปที่ 2.1 แสดงกระบวนการเตรียมอิมัลชัน HIPEs และ polyHIPEs



รูปที่ 2.1 กระบวนการเตรียมอิมัลชัน HIPEs และ polyHIPEs [3]

2.1.1 การเกิดอิมัลชัน (Emulsion)

อิมัลชัน (emulsion) คือ ระบบที่มีการผสมกันของของเหลวอย่างน้อย 2 ชนิด ที่ไม่เข้ากัน หรือไม่ละลายในกันและกัน (immiscible liquids) โดยมีหยดของของเหลวที่เป็นส่วนกระจายตัว หรือวัฏภาคภายใน (dispersed phase หรือ internal phase) กระจายอยู่ในตัวกลางของเหลวที่เป็นส่วนต่อเนื่องหรือวัฏภาคภายนอก (continuous phase หรือ external phase) เช่น น้ำและน้ำมัน ที่ผสมเป็นเนื้อเดียวกันได้โดยไม่แยกชั้น เมื่อมองด้วยตาเปล่าจะเห็นลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน โดยวัฏภาคสองชนิดที่มีขั้วต่างกันจะสามารถผสมเป็นเนื้อเดียวกันได้ด้วยการเติมตัวทำอิมัลชัน (emulsifier) หรือสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ลงไปในระบบ หรือการให้แรงเฉือนกับสารผสมทั้งสองวัฏภาคเพื่อให้สามารถผสมเข้ากันได้ แต่การใส่แรงเฉือนเพียงอย่างเดียวจะทำให้เกิดอิมัลชันเป็นเนื้อเดียวกันเพียงช่วงเวลาหนึ่งเท่านั้น เมื่อหยุดให้พลังงานหรือแรงเฉือนแล้วสารผสมจะกลับมาแยกชั้นอีก โดยปกติแล้วขนาดของหยดวัฏภาคภายในจะมีความสัมพันธ์กับลักษณะของอิมัลชัน ซึ่งจะมีผลต่อการกระเจิงแสงได้แตกต่างกัน ทำให้การมองเห็นจากภายนอกมีลักษณะที่ต่างกัน

2.1.1.1 ขนาดของหยดวัฏภาคภายในของอิมัลชัน และลักษณะของอิมัลชันที่มองเห็น

ขนาดน้อยกว่า 0.05 ไมโครเมตร ลักษณะของอิมัลชันที่มองเห็น คือ โปร่งใส (transparent)
 ขนาด 0.05 – 0.10 ไมโครเมตร ลักษณะของอิมัลชันที่มองเห็น คือ ขุ่นหรือโปร่งใส
 ขนาด 0.10 – 1.00 ไมโครเมตร ลักษณะของอิมัลชันที่มองเห็น คือ สีขาวมัวฟ้า
 ขนาดใหญ่กว่า 1.00 ไมโครเมตร ลักษณะของอิมัลชันที่มองเห็น คือ ขุ่นขาวทึบ

2.1.1.2 ประเภทของอิมัลชัน

เมื่อแบ่งชนิดของอิมัลชันตามชนิดของการเตรียม จะสามารถแบ่งอิมัลชันได้เป็น 3 ประเภท คือ อิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ และอิมัลชันชนิดเชิงซ้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1) อิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil emulsion หรือ w/o) เป็นอิมัลชันที่สามารถเจือจางได้ด้วยการเติมน้ำมันและมีค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำกว่าระบบอิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ เช่น เนย น้ำสลัด มายองเนส เป็นต้น

2) อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ (oil-in-water emulsion หรือ o/w) เป็นอิมัลชันที่มีวัฏภาคภายในเป็นน้ำมันและวัฏภาคภายนอกเป็นน้ำ อิมัลชันชนิดนี้สามารถทำให้เจือจางได้ด้วยการเติมน้ำ และมีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่าอิมัลชันประเภทน้ำในน้ำมัน

3) อิมัลชันชนิดเชิงซ้อน (multiple) เป็นอิมัลชันที่มีวัฏภาคภายในซึ่งเป็นของเหลวต่างชนิดซ้อนกันอยู่ เช่น น้ำ/น้ำมัน/น้ำ (w/o/w) หรือ น้ำมัน/น้ำ/น้ำมัน (o/w/o)

2.1.1.3 ส่วนประกอบของอิมัลชัน

ส่วนประกอบหลักของอิมัลชันมีอยู่ด้วยกัน 2 ส่วน คือ วัฏภาคน้ำและวัฏภาคน้ำมัน

1) วัฏภาคน้ำ (water phase หรือ aqueous phase) ได้แก่ น้ำและสารต่าง ๆ ซึ่งเป็นได้ทั้งของแข็งและของเหลวที่สามารถละลายได้ในน้ำ อาจเป็นสารเพิ่มความหนืดหรือสารช่วยในการกระจายตัว เช่น แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2)

2) วัฏภาคน้ำมัน (oil phase หรือ organic phase) ได้แก่ น้ำมันต่าง ๆ

3) สารลดแรงตึงผิวหรือตัวทำอิมัลชัน (surfactant หรือ emulsifier) เช่น สารที่ช่วยให้วัฏภาคน้ำและวัฏภาคน้ำมันรวมเป็นเนื้อเดียวกัน ได้แก่ สารกลุ่มซอร์บิแทน (span)

2.1.1.4 กลไกการเกิดอิมัลชันในของเหลว

การเกิดอิมัลชันได้นั้นต้องอาศัยกระบวนการ 2 ขั้นตอน คือ

1) ทำให้ของเหลวซึ่งเป็นวัฏภาคภายในแตกกระจายเป็นหยดเล็ก ๆ โดยอาศัยการให้พลังงานซึ่งอาจจะอยู่ในรูปของความร้อน (heat) หรือการเขย่า (mechanical agitation) เป็นต้น

2) การทำให้หยดเล็ก ๆ นั้นคงสภาพอยู่ได้ซึ่งอาศัยตัวทำอิมัลชัน หรือสารลดแรงตึงผิวเพื่อลดแรงตึงผิวระหว่างวัฏภาคน้ำและน้ำมัน

2.2 ปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชัน (Polymerization)

เนื่องจาก polyHIPEs เป็นวัสดุในกลุ่มพอลิเมอร์ จึงมีกลไกการเกิดปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันจากการรวมกันของมอนอเมอร์เพื่อกลายเป็นสารพอลิเมอร์ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่

2.2.1 กลไกการเกิดปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชัน

การสังเคราะห์ polyHIPEs ทำได้จากปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันแบบลูกโซ่ที่เกิดผ่านอนุมูลอิสระ โดยเริ่มจากการที่มอนอเมอร์ไม่อิ่มตัว (unsaturated monomer) เช่น สไตรีน และ ไดไวนิลเบนซีนทำปฏิกริยาซึ่งกันและกันภายใต้สภาวะที่มีความร้อน ความดัน และตัวเร่งปฏิกริยาที่เหมาะสม ทำให้พันธะคู่ที่อยู่ในมอนอเมอร์เปิดออกเป็นพันธะเดี่ยว 2 พันธะ และเกิดปฏิกริยาต่อกันของสายโซ่เป็นพอลิเมอร์ขึ้น ซึ่งการเกิดพอลิเมอไรเซชันสามารถแบ่งเป็น 3 ขั้นตอน คือ ขั้นริเริ่ม (initiation) ขั้นขยายสายโซ่ (propagation) และขั้นสิ้นสุดปฏิกริยา (termination) ซึ่งแต่ละขั้นตอนมีรายละเอียด ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

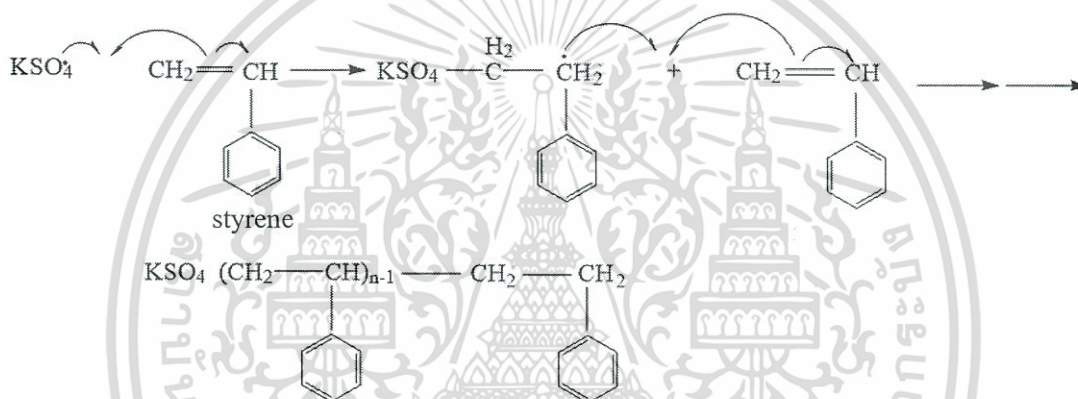
2.2.1.1 ขั้นริเริ่ม (Initiation)

ขั้นริเริ่มเป็นขั้นตอนที่เกิดการแตกตัว (decomposition) ของโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) ซึ่งเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาเป็นอนุมูลอิสระ (free radical หรือ $R\cdot$) ดังสมการที่ 2.2 แสดงการแตกตัวของตัวริเริ่มปฏิกิริยา $K_2S_2O_8$ เมื่อได้รับความร้อน



รูปที่ 2.2 การแตกตัวของตัวริเริ่มปฏิกิริยาโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต [3]

จากนั้นอนุมูลอิสระจะไปทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ของสไตรีน ดังแสดงในรูปที่ 2.3 หรือมอนอเมอร์ของไดไวนิลเบนซีน ซึ่งจะทำให้อนุมูลอิสระอยู่ที่ปลายสายโซ่ของสไตรีนหรือไดไวนิลเบนซีน เพื่อทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ตัวอื่น ๆ ต่อไป



รูปที่ 2.3 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระของตัวริเริ่มปฏิกิริยากับมอนอเมอร์สไตรีน [4]

2.2.1.2 ขั้นขยายสายโซ่ (Propagation)

ขั้นขยายสายโซ่จะเกิดการขยายของสายโซ่โดยการเกิดปฏิกิริยาไปเรื่อย ๆ ของสไตรีนหรือไดไวนิลเบนซีนที่มีอนุมูลอิสระ ทำให้เกิดการเชื่อมต่อของมอนอเมอร์จนเกิดเป็นสายโซ่ที่เชื่อมโยงกันขึ้น

2.2.1.3 ขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (Termination)

ขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยาเป็นขั้นตอนการหยุดปฏิกิริยา โดยเกิดจากสายโซ่ที่มีอนุมูลอิสระมารวมกัน ทำให้ไม่มีอนุมูลอิสระในสายโซ่อีกต่อไป จึงไม่เกิดการขยายของสายโซ่ และได้เป็นวัสดุพอลิเมอร์เกิดขึ้น

2.2.2 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization)

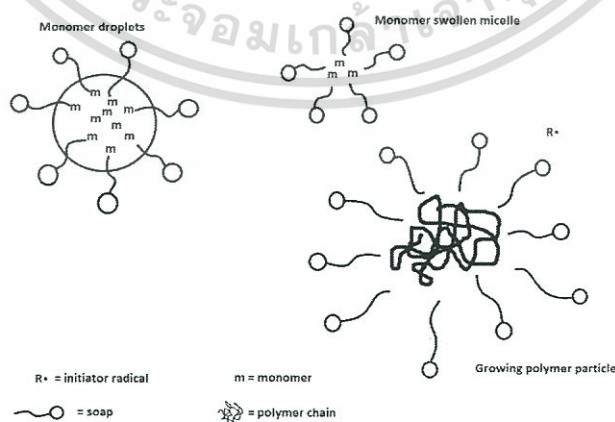
การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชันเป็นกระบวนการของระบบที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์สารผสมที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (heterogeneous) จึงมีการเติมสารลดแรงตึงผิว (emulsifier หรือ surfactant) ลงไป เพื่อช่วยลดแรงตึงผิวระหว่างวัฏภาคน้ำและหยดมอนอเมอร์ ช่วยทำให้ขนาดอนุภาคของหยดมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นในระบบอิมัลชันมีขนาดเล็กกว่าของระบบแขวนลอย เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(suspension polymerization) โดยกลไกการเกิดของพอลิเมอร์โรเซชันอาจเกิดได้หลายรูปแบบ เช่น ในกรณีที่มีมอนอเมอร์ละลายน้ำได้น้อยมาก แต่ละลายได้ดีในไมเซลล์ กลไกการเกิดของพอลิเมอร์จะเป็นแบบไมเซลล์ (micellar nucleation) ส่วนในกรณีที่มอนอเมอร์ละลายได้มากในน้ำ กลไกการเกิดของพอลิเมอร์จะเป็นแบบเนื้อเดียว (homogeneous nucleation) และถ้าทำให้หยดมอนอเมอร์มีขนาดเล็กมากจนสามารถกระจายอยู่ได้อย่างเสถียรในน้ำ จะทำให้มีกลไกการเกิดของพอลิเมอร์เป็นแบบมินิอิมัลชัน (miniemulsion) [4]

2.2.3 กลไกการเกิดแบบไมเซลล์ (micelle nucleation)

เป็นการใช้สารลดแรงตึงผิว เพื่อให้เกิดภาวะอิมัลชันโดยมีความเข้มข้นมากกว่าความเข้มข้นวิกฤติของการเกิดไมเซลล์ (critical micelle concentration หรือ CMC) ทำให้เกิดการรวมตัวเป็นไมเซลล์ (micelle) โดยที่โครงสร้างโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็นไฮโดรคาร์บอนไม่มีขั้ว (หาง) และส่วนที่เป็นคาร์บอกซิเลตมีขั้ว (หัว) ดังนั้นเมื่ออยู่ในน้ำ โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะหันส่วนที่ไม่ชอบน้ำเข้าด้านในของไมเซลล์ และหันส่วนที่ชอบน้ำออกด้านนอก ทำให้มอนอเมอร์ที่ใส่เข้าไปในระบบมีบางส่วนที่อยู่ภายในไมเซลล์ และมีบางส่วนที่กระจายตัวอยู่ในน้ำ เมื่อตัวริเริ่มที่อยู่ในน้ำได้รับความร้อนจะแตกตัวเกิดเป็นอนุมูลอิสระ เมื่ออนุมูลอิสระเคลื่อนที่เข้าสู่ไมเซลล์ก็จะเกิดการพอลิเมอร์โรเซชันขึ้นภายในเซลล์ ปฏิกิริยาจะดำเนินต่อไปเรื่อย ๆ จนกว่าอนุมูลอิสระตัวอื่นจะเคลื่อนที่เข้าไปในไมเซลล์ และทำให้พอลิเมอร์โรเซชันหยุดลง [5] ดังแสดงในรูปที่ 2.4 แสดงองค์ประกอบต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน นอกจากนี้ในการทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์โรเซชันแบบอิมัลชันอาจจะมีการเติมสารประกอบเมอร์แคปตัน (mercaptan) ลงไปเพื่อทำหน้าที่เป็นตัวโยกย้ายสายโซ่ (chain transfer agent) เพื่อควบคุมน้ำหนักของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ไม่ให้สูงเกินไป โดยกระบวนการแบบอิมัลชันจะประกอบไปด้วยวัฏภาคหรือองค์ประกอบที่สำคัญ 3 ส่วน คือ

- 1) หยดมอนอเมอร์ ซึ่งมีโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิว (surfactant/emulsifier) ห้อมล้อมอยู่
- 2) วัฏภาคของน้ำ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวกลาง (medium) ในการทำปฏิกิริยา
- 3) ไมเซลล์ (micelles) ซึ่งเกิดขึ้นเมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่เติมลงไปมีมากเกินไป ค่าความเข้มข้นวิกฤติ (critical micelle concentration; CMC)



รูปที่ 2.4 องค์ประกอบต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 การสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs

ในโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์เม็ดวัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง polyHIPEs จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบอิมัลชันในระบบอิมัลชันประเภทน้ำในน้ำมัน โดยเริ่มจากการปั่นกวนวัฏภาคของสารอินทรีย์ ประกอบด้วยมอนอเมอร์สองชนิด คือ สไตรีน (styrene) และ ไดไวนิลเบนซีน (divinylbenzene หรือ DVB) สารลดแรงตึงผิว (surfactant) คือ ซอร์บิแทนโมโนโอ-ลีเอท (span 80) ซึ่งเป็นตัวที่ช่วยทำให้วัฏภาคทั้งสองสามารถกระจายตัวร่วมกันในรูปของอิมัลชันได้ และตัวริเริ่มปฏิกิริยา (initiator) คือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) ซึ่งจะผสมอยู่ในวัฏภาคของน้ำที่มีแคลเซียมคลอไรด์ ($CaCl_2$) ที่ทำหน้าที่เป็นสารเพิ่มความคงตัว (stabilizer) โดยจะทำการหยุดวัฏภาคของน้ำลงในขณะปั่นกวนวัฏภาคสารอินทรีย์ ซึ่งในขั้นตอนนี้จะค่อย ๆ เกิดสารอิมัลชัน HIPEs ที่มีลักษณะเป็นสีขาวขุ่น โดยวัฏภาคของน้ำจะกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ อยู่ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ โดยทำการปั่นกวนเป็นเวลา 20 นาที หลังจากนั้นนำสารอิมัลชัน HIPEs ที่ได้บรรจุลงในหลอดที่ใช้สำหรับหยุด แล้วหยุดลงในสารละลายตัวกลางที่มีการเติมสารเพิ่มความคงตัวชนิดต่าง ๆ เช่น โพลีไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (polydiallyldimethylammoniumchloride; PDDAC) เพื่อให้ polyHIPEs คงสภาพเป็นเม็ดได้ ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน โดยได้ทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะได้เม็ด polyHIPEs ที่มีลักษณะเป็นของแข็ง จากนั้นนำไปกำจัดสิ่งตกค้างภายในรูพรุนด้วยเมทานอล (methanol) โดยใช้เทคนิคซ็อกเลตต์ (soxhlet) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้ได้เม็ด polyHIPEs ที่มีพื้นที่ผิวสูง

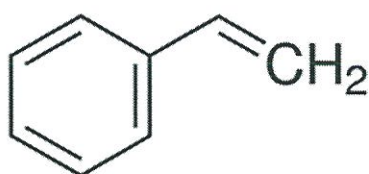
2.3.1 วัฏภาคของสารอินทรีย์ (Organic phase)

2.3.1.1 มอนอเมอร์ (Monomer)

โดยทั่วไปการสังเคราะห์ polyHIPEs จะนิยมใช้สไตรีนและไดไวนิลเบนซีนเป็นมอนอเมอร์ เนื่องจากสไตรีนมีโครงสร้างที่สามารถเกิดเรโซแนนซ์ได้ และไดไวนิลเบนซีนมีโครงสร้างที่คล้ายสไตรีน เมื่อเกิดพอลิเมอไรเซชันจะได้โครงสร้างที่มีความเป็นระเบียบ [4]

1) สไตรีน (styrene)

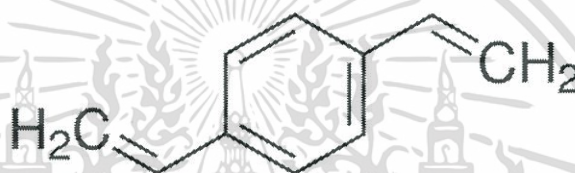
สไตรีนมีสูตรทางเคมี คือ C_8H_8 น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 104.15 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่นเท่ากับ 906.00 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร มีลักษณะเป็นของเหลวใสและชั้นเหนียว เป็นสารไวไฟ และทำปฏิกิริยารุนแรงกับสารจำพวกออกซิไดซิง (oxidizing agent) และกรดเข้มข้น สไตรีนมีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาได้ง่าย เนื่องจากมีหมู่แทนที่เป็นวงเบนซีน (benzene ring) ที่สามารถเกิดโครงสร้างเรโซแนนซ์ (resonance structure) ได้ ซึ่งส่งผลให้มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ทั้งแบบผ่านอนุมูลอิสระ (free radical polymerization) ผ่านไอออนบวก (cationic polymerization) และผ่านไอออนลบ (anionic polymerization) โดยสไตรีนนิยมใช้ในการผลิตยางสังเคราะห์พลาสติก เรซิน สี และฉนวนที่เป็นโฟม [7] รูปที่ 2.5 แสดงสูตรโครงสร้างของสไตรีน



รูปที่ 2.5 สูตรโครงสร้างของสไตรีน [8]

2) ไตไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene; DVB)

ไตไวนิลเบนซีน มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 130.19 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่นเท่ากับ 914.00 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร มีลักษณะเป็นของเหลวใส นิยมใช้เป็นตัวเชื่อมโองสายโซ่มีโครงสร้างคล้ายกับสไตรีน ดังนั้นเมื่อเกิดพอลิเมอร์เซชันจะได้โครงสร้างที่มีความเป็นระเบียบและสามารถเป็นตัวเชื่อมโองระหว่างสายโซ่ ทำให้เกิดเป็นช่องว่างได้ [4] รูปที่ 2.6 แสดงสูตรโครงสร้างของ DVB



รูปที่ 2.6 สูตรโครงสร้างของไตไวนิลเบนซีน [9]

2.3.1.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชัน คือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium persulphate; $K_2S_2O_8$)

โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต เป็นผลึกสีขาวที่สามารถละลายน้ำและสลายตัวได้ง่ายที่อากาศชื้นหรือในสารละลายแอลกอฮอล์ โดยมีการสลายตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส มีค่าความหนาแน่นอยู่ที่ 2.477 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรและเป็นสารออกซิไดส์ที่แรงมาก [4] รูปที่ 2.7 แสดงสูตรโครงสร้างของ $K_2S_2O_8$



รูปที่ 2.7 สูตรโครงสร้างของโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต [10]

2.3.1.3 ตัวทำอิมัลชัน หรือสารลดแรงตึงผิว คือ ซอร์บิทันโมโนโอเลอเทต (Sorbitan monooleate; span 80)

ซอร์บิทันโมโนโอเลอเทต มีสูตรทางเคมี คือ $C_{24}H_{44}O_6$ ลักษณะเป็นของเหลวหนืดมีสีเหลืองไม่ละลายในน้ำ แต่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ มีค่าความสมดุลระหว่างกลุ่มชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ (hydrophil-lipophile balance; HLB) ของตัวทำอิมัลชันอยู่ที่ 4.3 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะสมต่อการเกิดเอมัลชันเป็นเอมัลชันที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อิมัลชันประเภทน้ำในน้ำมัน (water-in-oil emulsion; w/o) โดยอิมัลชัน HIPEs ที่เกิดขึ้นอาจมีความไม่คงตัวหรือไม่มีเสถียรภาพ ทำให้ส่วนของน้ำและส่วนของน้ำมันแยกตัวออกจากกัน ซึ่งการแยกตัวกันนี้สามารถป้องกันได้ด้วยการใช้สารลดแรงตึงผิว (surfactant) หรือตัวทำอิมัลชัน (emulsifier หรือ emulsifying agent) ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวช่วยป้องกันไม่ให้ส่วนที่กระจายตัวในแต่ละวัฏภาคกลับมา รวมตัวกัน จึงทำให้อิมัลชันสามารถกระจายตัวและคงตัวอยู่ได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยสารลดแรงตึงผิวจะประกอบไปด้วยส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic) และส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) โดยส่วนที่ไม่ชอบน้ำอาจจะเป็นสารไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัวหรือไม่อิ่มตัว เช่น วงแหวนชนิดเซทเทอโรไซคลิก (heterocyclic) หรืออะโรมาติก (aromatic) ในขณะที่ส่วนที่ชอบน้ำอาจจะมีการจับตัวแบบประจุลบ หรือไม่มีประจุ จึงสามารถจัดแบ่งชนิดของสารลดแรงตึงผิวจากโครงสร้างในส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic)

โดยทั่วไปการพิจารณาความเหมาะสมในการนำสารลดแรงตึงผิวไปใช้งานจะประเมินจากค่าความสมดุลระหว่างกลุ่มชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ (hydrophil-lipophile balance; HLB) ซึ่งเป็นค่ามาตรฐานที่แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างหมู่ที่ชอบน้ำ (hydrophilic) และหมู่ที่ชอบน้ำมัน (lipophilic) ของตัวทำอิมัลชัน ซึ่งมีการกำหนดค่าอยู่ในช่วง 1-20 โดยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB อยู่ในช่วง 3-6 คือ สารจำพวกไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) จะสามารถละลายในน้ำมันได้ จึงเป็นตัวช่วยรักษาความคงตัวของอิมัลชันประเภทน้ำในน้ำมัน สำหรับสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB อยู่ในช่วง 8-18 เป็นสารประเภทที่ชอบน้ำ (hydrophilic) จะสามารถละลายได้ในน้ำจึงมีการจัดเรียงตัวแบบไมเซลล์ในน้ำ จึงเป็นตัวที่ช่วยรักษาความคงตัวในอิมัลชันประเภทน้ำมันในน้ำ

2.3.2 วัฏภาคของน้ำ

2.3.2.1 น้ำปราศจากไอออน (De-ionized water)

การใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นของเหลวที่กระจายในวัฏภาคภายนอกที่เป็นน้ำมันในการสังเคราะห์ polyHIPEs นั้นมีข้อดีเนื่องจากน้ำมีจุดเดือดที่ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งมากกว่าอุณหภูมิขณะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของ polyHIPEs (ประมาณ 75 องศาเซลเซียส) ทำให้ระหว่างการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs น้ำจะยังไม่ระเหยออกไปจากโครงสร้าง ส่งผลให้วัสดุที่ได้มีรูพรุนภายในโครงสร้าง โดยหากใช้สารชนิดอื่นที่มีจุดเดือดต่ำกว่านี้อาจจะทำให้เกิดการแน่นตัวของพอลิเมอร์เนื่องจากการระเหยออกไปในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ส่งผลให้ไม่เกิดรูพรุนหรือช่องว่างภายในวัสดุ และหากใช้สารที่มีจุดเดือดสูงกว่านี้ ก็อาจจะส่งผลให้พอลิเมอร์เกิดการเสียสภาพเมื่อทำการให้ความร้อนในขั้นตอนการอบแห้งที่อุณหภูมิสูง

2.3.2.2 สารเพิ่มความคงตัว คือ แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (Calciumchloride dehydrate; $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)

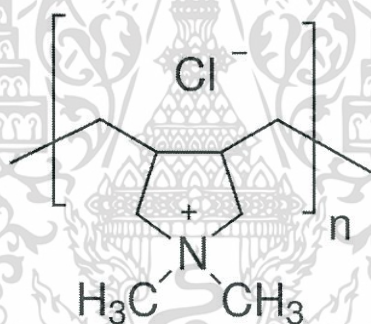
แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรตเป็นสารอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) ที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ดี การเติมสารแคลเซียมคลอไรด์ลงในวัฏภาคของน้ำช่วยให้อิมัลชัน HIPEs ประเภทน้ำในน้ำมันมีความคงตัว เนื่องจากสารอิเล็กโทรไลต์จะลดความสามารถในการละลายของวัฏภาคน้ำ ยังช่วยลดการหลอมรวมกันของอนุภาคน้ำขนาดเล็กให้เกิดเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ (coalescence) ได้ และลดการโตของอนุภาค (Oswald ripening) ทำให้ได้ polyHIPEs ที่มีรูพรุนภายในขนาดเล็กที่มีการกระจายตัวของรูพรุนอย่างสม่ำเสมอ ซึ่งการที่หยดน้ำไม่เกิดการหลอมรวมกันน่าจะเป็นผลมาจาก

เมื่อทำการเติมแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ส่งผลให้ความเป็นขั้วแรงขึ้น ทำให้ประจุมี โอกาสผลักกันมากขึ้น จึงไม่เกิดการรวมตัวกันของหยดน้ำ

2.3.3 สารช่วยเพิ่มความคงตัวเพื่อให้เกิดเป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs

2.3.3.1 โพลีไดแอลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (polydiallyldimethylammonium chloride; PDDAC)

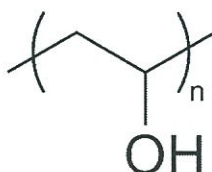
PDDAC เป็นพอลิอิเล็กโทรไลต์ (polyelectrolyte) ที่มีสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic polymer) หรือพอลิเมอร์ที่มีขั้วเป็นประจุบวก ซึ่งโครงการพิเศษนี้จะใช้สารละลาย PDDAC ในน้ำ เพื่อเป็นตัวกลางในขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของอิมัลชัน HIPEs เพื่อให้เป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs โดย PDDAC สามารถช่วยเพิ่มความคงตัวของหยดอิมัลชันในสารละลายตัวกลางได้ โดยเมื่อหยดอิมัลชัน HIPEs ลงในสารละลายตัวกลาง PDDAC ที่มีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส PDDAC จะเข้าไปล้อมรอบหยดอิมัลชัน โดยหันส่วนหางหรือส่วนที่ชอบน้ำมัน (hydrophobic tail) เข้าหาหยดอิมัลชัน และหันส่วนหัวหรือส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic head) เข้าหาน้ำ ซึ่งจะรวมตัวกันเป็นไมเซลล์ (micelle) ส่งผลให้หยดอิมัลชันสามารถแขวนลอยอยู่ใน สารละลายตัวกลางได้โดยไม่กลับมารวมตัวกันอีก [11] รูปที่ 2.8 แสดงสูตรโครงสร้างของ PDDAC



รูปที่ 2.8 สูตรโครงสร้างของโพลีไดแอลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ [12]

2.3.3.2 โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA)

PVA เป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ มีสูตรโมเลกุล คือ $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$ เป็นสารพิษไม่มีกลิ่น ละลายน้ำ ได้เป็นตัวทำละลายที่ดี ซึ่งโพลีไวนิลแอลกอฮอล์มีความเค้นแรงดึงและความยืดหยุ่นสูง รวมไปถึงมี สมบัติในการก่อฟิล์ม และการยึดติดเป็นกาว [13] รูปที่ 2.9 แสดงสูตรโครงสร้างของ PVA

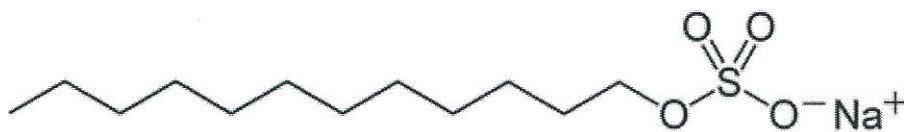


รูปที่ 2.9 สูตรโครงสร้างของโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ [13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.3.3 โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulfate; SDS)

SDS เป็นสารลดแรงตึงผิว สูตรโมเลกุล คือ $(C_{12}H_{25}SO_4Na)$ มีทั้งประจุบวกและลบ มีค่า HLB เท่ากับ 40 อยู่ในช่วงของสารที่ช่วยในการละลาย (solubilizers) มีความสามารถในการช่วยผสม ส่วนผสมอื่น ๆ ให้เข้ากันได้ดี [14] รูปที่ 2.10 แสดงสูตรโครงสร้างของ SDS



รูปที่ 2.10 สูตรโครงสร้างของโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต [14]

2.4 การนำไปใช้ประโยชน์

เนื่องจากวัสดุผสม polyHIPEs เป็นวัสดุที่มีน้ำหนักเบา และมีโครงสร้างที่มีรูพรุนสูง โดยขนาดรูพรุนมีขนาดตั้งแต่ไมโครเมตรไปจนถึงขนาดนาโนเมตร ทำให้เป็นวัสดุที่พื้นที่ผิวสูง จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น การกรอง การแยกโครมาโทกราฟี การดูดซับสาร การแลกเปลี่ยนไอออน ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและงานทางด้านวิศวกรรมเนื้อเยื่อ จากการนำไปประยุกต์ใช้งานที่หลากหลายจึงทำให้ปัจจุบันมีการศึกษาและพัฒนาสมบัติต่าง ๆ ของ polyHIPEs ให้เพิ่มมากขึ้น เช่น การปรับปรุงสมบัติของวัสดุผสม polyHIPEs ด้วยการเติมผงถ่านกัมมันต์ เพื่อเพิ่มสมบัติความแข็งแรง เป็นต้น ดังงานวิจัยของ Sebastijan Kovačič และคณะ [15] ได้ทำการเติมเหล็กออกไซด์ลงไปในวัสดุผสม polyHIPEs เพื่อเพิ่มสมบัติความเป็นแม่เหล็กให้เหมาะกับการใช้งาน งานวิจัยโดย Gregory และคณะ [16] ได้สังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ขึ้นเพื่อใช้ในการกรองอนุภาคของพอลิสไตรีน โดยก่อนทำการกรองวัสดุ polyHIPEs จะถูกบีบอัดเป็นแผ่นก่อน จากผลการทดสอบพบว่าสามารถกรองผลึกของพอลิสไตรีนที่ขนาด 1-5 ไมโครเมตร ออกจากสารละลายได้ถึงร้อยละ 95 จากงานวิจัยของ Bhumgara [16] ทำการสังเคราะห์วัสดุเพื่อใช้ในการกรองผ่านกระบวนการไมโครฟิลเตรชันแบบไหลขวาง (cross-flow microfiltration) และใช้วัสดุ polyHIPEs เป็นวัฏภาคนิ่ง (stationary phase) หรือตัวดูดซับในเครื่องโครมาโทกราฟีของเหลวสมรรถนะสูง (high pressure liquid chromatography; HPLC)

งานวิจัยของธารทิพย์ เอี่ยมสะอาด และคณะ [1] ได้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs รูปที่ 2.10 แสดงภาพถ่ายลักษณะของวัสดุ polyHIPEs ที่มีวัฏภาคของสารอินทรีย์ ประกอบด้วย มอนอเมอร์ คือ สไตรีนและไดไวนิลเบนซีน มีตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ AIBN และใช้ span 80 เป็นสารลดแรงตึงผิว แล้วใช้สารละลายแคลเซียมคลอไรด์เป็นสารช่วยเพิ่มความคงตัว โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีการหยดวัฏภาคของน้ำลงในวัฏภาคของสารอินทรีย์พร้อมกับการปั่นกวนด้วยความเร็วสูง เพื่อให้เกิดเป็นอิมัลชัน HIPEs จากนั้นนำอิมัลชัน HIPEs ที่ได้เข้าตู้อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าได้วัสดุ polyHIPEs ที่มีความเป็นขอล็ก ค่อนข้างมีความแข็งแรง มีปริมาตรรูพรุนร้อยละ 45.72 จากนั้นได้ทำการศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา (SiO_2) และเหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) พบว่าเมื่อนำวัสดุ polyHIPEs ที่มีสารเติมแต่งไปทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าการเติมผงถ่านกัมมันต์ทำให้วัสดุมีสมบัติเชิงกลดีขึ้นคือ มีค่า Young's modulus ไม่ต่ำกว่า 100 MPa อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มอดูลัสและสามารถรับแรงกดอัดได้ดีมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับที่ไม่เติมสารเติมแต่ง เพราะ มีความเป็นขอล็กน้อย และมีปริมาตรรูพรุนสูงขึ้นเป็นร้อยละ 86.17 โดยน้ำหนัก การเติมซิลิกาทำให้วัสดุมีความเป็นขอล็กมากขึ้น แตกร่วนง่าย มีปริมาตรรูพรุนใกล้เคียงกับตัวอย่างที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง และการเติมเหล็กออกไซด์พบว่าวัสดุมีลักษณะคล้ายคลึงกับแบบไม่เติมสารเติมแต่ง มีเพียงสีที่เปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลอ่อนตามสีของเหล็กออกไซด์แต่มีปริมาตรรูพรุนที่น้อยกว่า ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์มีค่าความหนาแน่นที่มากกว่าวัสดุที่ไม่เติมสารเติมแต่ง และมีแนวโน้มค่าความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณของเหล็กออกไซด์ และเมื่อพิจารณาวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมแต่งซิลิกา (ความหนาแน่น 2.3 g/cm^3) กับเหล็กออกไซด์ พบว่ามีแนวโน้มความหนาแน่นเพิ่มขึ้นตามปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เพิ่มเข้าไปเช่นกัน ซึ่งค่าความหนาแน่นที่เพิ่มมากขึ้นเป็นผลมาจากปริมาตรรูพรุนที่น้อยลง ปริมาณเนื้อสารที่เพิ่มขึ้น และน้ำหนักของสารเติมแต่งที่มีปริมาณเพิ่มมากขึ้น และเมื่อทดสอบการดูดซับโลหะหนักโดยการดูดซับโลหะเหล็กซัลเฟต ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) ผลที่ได้ คือ ที่สถานะที่เติมผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ผสมกับเหล็กออกไซด์ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก (1%C+15%Fe) และสถานะที่เติมซิลิการ้อยละ 1 โดยน้ำหนักกับเหล็กออกไซด์ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก (1%Si+15%Fe) สามารถทำการดูดซับเหล็กซัลเฟตความเข้มข้นเริ่มต้น 15 ppm ได้ร้อยละ 97.67 และ 98.33 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสมที่มีการเติมเหล็กออกไซด์สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านการดูดซับโลหะหนักในสารละลายได้



รูปที่ 2.11 ลักษณะของวัสดุ polyHIPEs [1]

2.5 การดูดซับ [18]

การดูดซับ (adsorption) หมายถึง การเพิ่มความเข้มข้นของสารที่พื้นที่ผิวของตัวดูดซับ (adsorbent) หรือในทางกลับกันเป็นการลดลงของความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับ (adsorbate) บนพื้นที่ผิวของตัวดูดซับ ซึ่งการดูดซับจะเกิดขึ้นได้ต่อเมื่อมีการสัมผัสกันโดยตรงระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ โดยสารที่มีพลังงานอิสระที่ผิวดำ (surface free energy; $\Delta G_{\text{surface}}$) จะถูกดูดซับได้ ส่วนสารที่มีพลังงานอิสระที่ผิวสูงจะไม่ถูกดูดซับ พลังงานอิสระที่ผิวของสารดูดซับจะมีความสัมพันธ์กับแรงตึงผิวและพื้นที่ผิว ดังสมการ (2.1) เมื่อความตึงผิว (surface tension) หรือพื้นที่ผิว (surface area) เปลี่ยนไปจะเป็นผลทำให้เกิดการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของพลังงานอิสระที่ผิว ($\Delta G_{\text{surface}}$) [1]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\Delta G_{\text{surface}} = \gamma A \quad [\text{สมการที่ 2.1}]$$

เมื่อ $\Delta G_{\text{surface}} =$ พลังงานอิสระที่ผิว

$\gamma =$ ความตึงผิว

$A =$ พื้นที่ผิว

ปริมาณการดูดซับขึ้นอยู่กับลักษณะโครงสร้างของตัวดูดซับ สมบัติทางเคมีที่ผิวของตัวดูดซับ และตัวถูกดูดซับ โดยกลไกการดูดซับมี 2 ประเภท คือ

1) การดูดซับทางเคมี (chemical adsorption หรือ chemisorption)

เกิดจากแรงกระทำระหว่างโมเลกุลที่สูงมาก คือ การดูดซับแบบนี้จะอาศัยการสร้างพันธะเคมี การดูดซับแบบนี้จะอาศัยการสร้างพันธะ ระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ โดยมีการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนทั้งสองฝ่าย มีความร้อนเกิดขึ้นสูง ซึ่งการดูดซับทางเคมีเป็นการดูดซับที่สารสามารถถูกดูดอยู่บนผิวตัวดูดซับได้เพียงชั้นเดียวเท่านั้น (monomolecular layer) และเกิดขึ้นอย่างจำเพาะเจาะจง โดยจะเกิดได้ต่อเมื่อตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับทำปฏิกิริยากันได้เท่านั้น และการดูดซับทางเคมีไม่สามารถผันกลับได้ (irreversible process) หรือผันกลับได้แต่น้อยมาก

2) การดูดซับทางกายภาพ (physical adsorption หรือ physisorption)

เป็นการดูดซับที่มีแรงกระทำอย่างอ่อน ๆ ระหว่างตัวดูดซับและตัวถูกดูดซับ โมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะอยู่ที่ผิวของตัวดูดซับ โดยอาศัยแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waals force) ซึ่งการดูดซับแบบกายภาพนี้โมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะถูกดูดซับไว้เป็นแบบชั้นเดียวที่ความดันต่ำ และเป็นแบบหลายชั้น (multimolecular layer) ที่ความดันสูง หรือตัวถูกดูดซับอาจเกิดการดูดซับในลักษณะของการดูดซับแบบหลายชั้นซ้อนกัน (superimpose layers) บนผิวของตัวดูดซับ ซึ่งไม่สามารถเกิดได้อย่างถาวร จะเกิดการผันกลับได้ง่าย (reversible) การดูดซับทางกายภาพจะเกิดขึ้นได้เร็วกว่าการดูดซับทางเคมี หรือถึงสภาวะสมดุลได้เร็วกว่า เพราะไม่จำเป็นต้องใช้พลังงานกระตุ้น (activation energy) เหมือนการดูดซับทางเคมี ยกเว้นในกรณีที่รูพรุนของตัวดูดซับมีขนาดเล็กมากจะทำให้อัตราการดูดซับช้าลง เป็นการดูดซับที่เกิดขึ้นอย่างไม่จำเพาะเจาะจง โดยสารต่าง ๆ สามารถถูกดูดซับบนผิวได้ และการแยกสารที่ถูกดูดซับออกจากตัวดูดซับสามารถทำได้ง่าย

นอกจากกระบวนการดูดซับทางกายภาพที่เกิดจากแรงแวนเดอร์วาลส์แล้ว ยังมีกระบวนการดูดซับที่เกิดจากแรงทางไฟฟ้าสถิต (electrostatic force) ซึ่งอาจเป็นแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีขั้วกับโมเลกุลที่มีขั้ว และโมเลกุลที่ไม่มีขั้วกับโมเลกุลที่ไม่มีขั้วด้วยกัน หรือระหว่างสารที่ไม่มีขั้วกับสารที่มีขั้ว ดังนี้

แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีขั้ว เกิดจากการจัดเรียงโมเลกุล (orientation effect) ทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีประจุตรงกันข้าม

แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว เกิดจากการกระจาย (dispersion effect) ซึ่งเห็นได้จากการที่โมเลกุลไม่มีขั้วสามารถเปลี่ยนเป็นไดโพลโมเลกุลได้ เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่อยู่ด้านใดด้านหนึ่งมาก และเมื่อโมเลกุลที่ไม่มีขั้วที่มีลักษณะเช่นเดียวกันเข้ามา ก็จะเกิดแรงดึงดูดซึ่งกันและกัน ซึ่งแรงนี้มักจะเป็นแรงอ่อน ๆ เช่น แรงดึงดูดระหว่างสารอินทรีย์และถ่านกัมมันต์

แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่มีขั้วกับโมเลกุลที่ไม่มีขั้ว เป็นผลเนื่องมาจากการเหนี่ยวนำ (induction effect) โดยโมเลกุลที่มีขั้วเข้ามาใกล้โมเลกุลที่ไม่มีขั้ว แล้วเหนี่ยวนำให้เกิดประจุที่ตรงกันข้าม ทำให้เกิดการดึงดูดซึ่งกันและกัน

การดูดซับทั้งแบบเคมีและกายภาพระหว่างวัฏภาคของแข็งและของเหลวเกิดขึ้นเมื่อโมเลกุลในวัฏภาคของเหลวเข้าใกล้และยึดติดกับของแข็ง เป็นผลจากแรงดึงดูดที่ผิวของของแข็งซึ่งเป็นตัวดูดซับ ซึ่งสามารถเอาชนะพลังงานจลน์ของโมเลกุลของสารที่อยู่ในของเหลวได้

2.5.1 กลไกการดูดซับ

การดูดซับเป็นการเคลื่อนย้ายสาร (mass transfer) จากของเหลวไปยังของแข็ง โดยการเกาะติดบนพื้นผิวของตัวดูดซับเกิดขึ้น 3 ระยะ ดังนี้

ระยะที่ 1 การแพร่ภายนอก (external diffusion) เป็นระยะที่โมเลกุลของตัวถูกดูดซับ (adsorbate) ในน้ำจะเคลื่อนที่ไปเกาะอยู่รอบนอกของตัวดูดซับ

ระยะที่ 2 การแพร่ภายใน (intraparticle diffusion หรือ pore diffusion) เป็นระยะที่โมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะฟุ้งกระจายเข้าไปในรูพรุนของตัวดูดซับ

ระยะที่ 3 การดูดซับ (adsorption) เป็นระยะที่เกิดการเกาะติดบนผิวในรูพรุนระหว่างตัวถูกดูดซับและพื้นผิวของตัวดูดซับ การเกาะติดในระยะที่ 3 อาจเกาะติดบนผิวด้วยแรงทางกายภาพหรือทางเคมีหรือทั้งสองชนิดพร้อมกัน

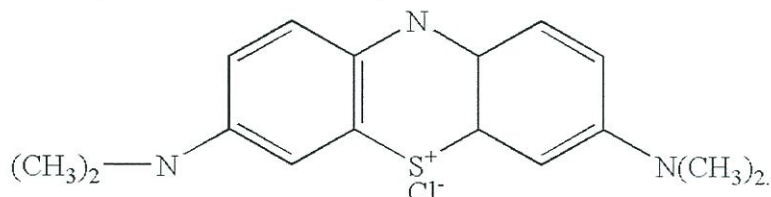
2.5.2 ปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ

2.5.2.1 ธรรมชาติของโมเลกุลที่เป็นตัวดูดซับ ซึ่งประกอบไปด้วยพื้นที่ผิวและโครงสร้างของรูพรุน ขนาดของตัวดูดซับ โดยถ้ามีขนาดเล็กจะส่งผลให้อัตราเร็วในการดูดซับเพิ่มขึ้น และหมู่ฟังก์ชันเฉพาะที่อยู่บนผิวของโมเลกุล

2.5.2.2 ธรรมชาติของโมเลกุลที่เป็นตัวถูกดูดซับ ซึ่งประกอบไปด้วยความสามารถในการละลาย น้ำหนักโมเลกุลและขนาดของโมเลกุล ความมีขั้ว (polarity) ของโมเลกุล โดยความสามารถในการดูดซับจะลดลงเมื่อความมีขั้วเพิ่มขึ้น เนื่องจากความมีขั้วเพิ่มขึ้นจะทำให้ความสามารถในการละลายเพิ่มขึ้น ผลจากค่า pH ผลจากอุณหภูมิ โดยถ้าอุณหภูมิเพิ่มขึ้นจะทำให้อัตราเร็วของการดูดซับเพิ่มขึ้นเช่นกัน แต่ความสามารถในการดูดซับบริเวณพื้นผิวจะลดลง เพราะเนื่องจากการดูดซับเป็นปฏิกิริยาแบบคายความร้อน

2.5.3 สีย้อมเมทิลีนบลู

สารประกอบเมทิลีนบลูเป็นสารอินทรีย์กลุ่มสารประกอบพวกเฮเทอโรไซคลิกอะโรมาติก (heterocyclic aromatic) ที่ย่อยสลายยาก ซึ่งมีสูตรทางเคมี คือ $C_{16}H_{18}N_3ClS$ หรือสามารถเรียกชื่อตามระบบ IUPAC (international union of pure and applied chemistry) ว่า 3,7-bis-(dimethylamino)-phenazathionium chloride หรือ tetramethylthionine chloride โดยมีโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.12 มีลักษณะเป็นผลึกสีเขียวเข้ม และละลายน้ำจะเป็นสีน้ำเงิน โดยเมทิลีนบลูมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 319.85 และมีจุดหลอมเหลวที่ 463.15 เคลวิน



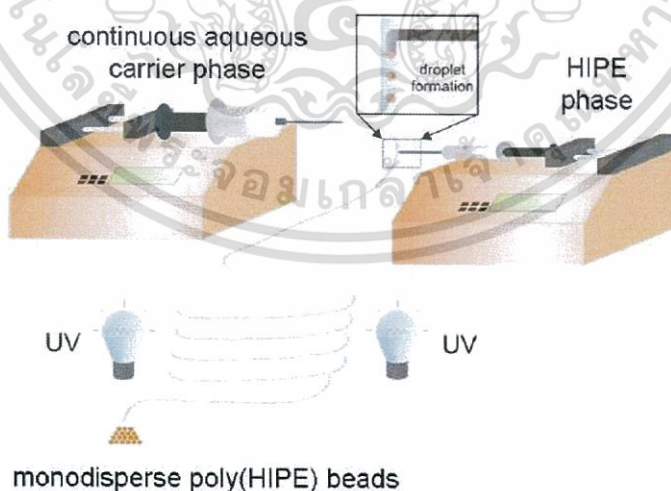
รูปที่ 2.12 สูตรโครงสร้างของเมทิลีนบลู [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

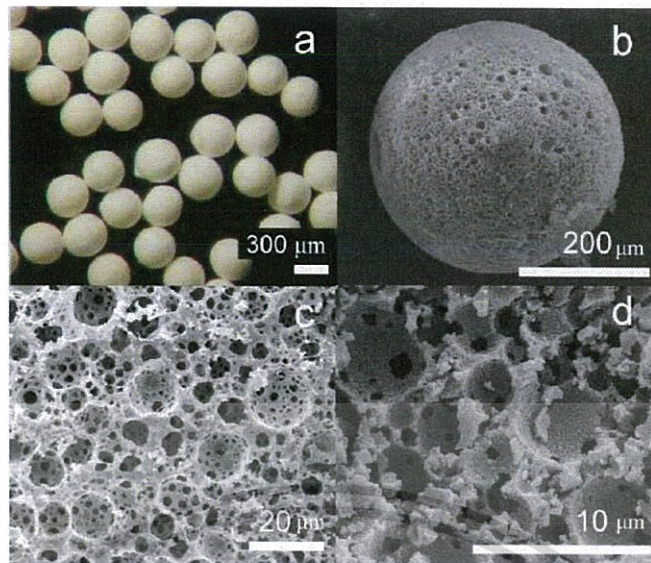
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.6.1 การสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs

มีรายงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวิธีการเตรียมเม็ดวัสดุ polyHIPEs ดังเช่นงานวิจัยของ M.Talha Gokmen และคณะ [19] ได้ศึกษาวิธีการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs จากการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPEs โดยใช้สารตั้งต้นที่มาจาก การละลาย 2,2 ไดเมททอกซี 2 ฟีนิลอะซิโตน (2,2-Dimethoxy-2-phenylacetophenone; DMPA) ในสารผสมระหว่างเอททิลีนไกลคอลไดเมททาคริเลท (ethylene glycol dimethylacrylate; EGDMA) และไกลซิديلเมทาธาอะคริเลท (glycidyl methacrylate; GMA) โดยมีโพลีเอททิลีนออกไซด์เบต้าโพลีโพรพิลีนออกไซด์เบต้าโพลีโพรพิลีนออกไซด์ (poly(ethylene oxide)-b-poly-(propylene oxide)-b-poly(ethylene oxide); PEO-PPO-PEO) ทำหน้าที่เป็นสารลดแรงตึงผิว จากนั้นผสมสารตั้งต้นทั้งหมดและทำการปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนแบบใบพัด (overhead stirrer) พร้อมทำการหยดวัสดุที่มีสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ เป็นสารเพิ่มความคงตัว ลงไปทั้งหมดภายในเวลา 30-40 นาที แล้วทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา ประมาณ 5-10 นาที เพื่อให้เกิดเป็นอิมัลชัน HIPEs จากนั้นนำอิมัลชัน HIPEs ที่ได้มาผ่านระบบไมโครฟลูอิด (micro fluid) ดังรูปที่ 2.13 แสดงเครื่องมือในระบบไมโครฟลูอิด ซึ่งเป็นเครื่องมือที่อยู่ในบรรจุภัณฑ์ที่ฉีดอิมัลชัน HIPEs และส่วนที่ฉีดวัสดุกลาง โดยใช้สารตัวกลางเป็นโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (poly(vinyl alcohol); PVA) ที่เคลื่อนที่ไปอย่างต่อเนื่อง (continuous carrier phase) ในการนำพาหยดอิมัลชัน HIPEs ไปผ่านการให้แสงอัลตราไวโอเล็ต (UV light) ซึ่งความร้อนที่เกิดขึ้นจากแสงอัลตราไวโอเล็ตจะทำให้หยดอิมัลชัน HIPEs เกิดปฏิกิริยาการเชื่อมต่อนของสายโซ่ (polymerization) เกิดเป็นเม็ด polyHIPEs โดยเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีนี้มีขนาดประมาณ 400 ไมโครเมตร และการเตรียมจากวิธีนี้จะทำให้ได้วัสดุที่มีขนาดรูพรุนขนาดใหญ่ รูปที่ 2.14 แสดงลักษณะของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 2.13 เครื่องมือในระบบไมโครฟลูอิด [19]

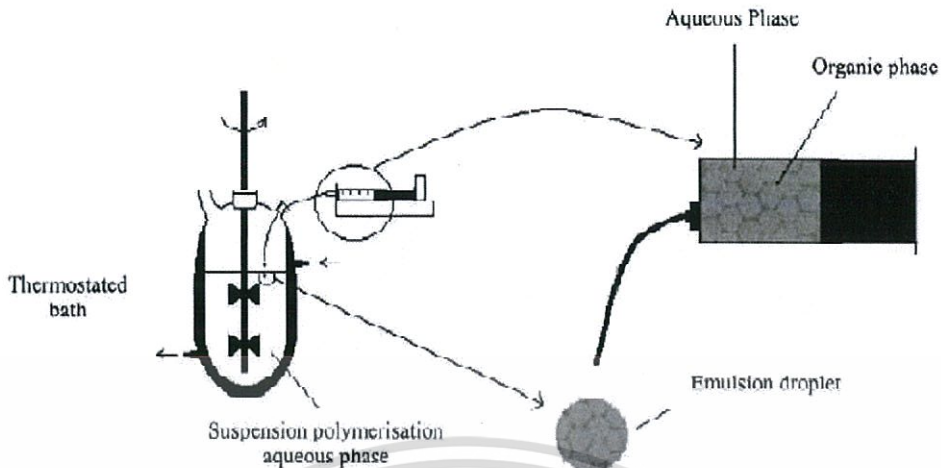


รูปที่ 2.14 ลักษณะของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ a) ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แสง แสดงการกระจายตัวของเม็ด polyHIPEs b) ภาพถ่าย SEM ของเม็ด polyHIPEs c) ภาพถ่าย SEM ในบริเวณพื้นผิวของเม็ด polyHIPEs และ d) ภาพถ่าย SEM ภายในบริเวณส่วนที่แตกของ polyHIPEs [19]

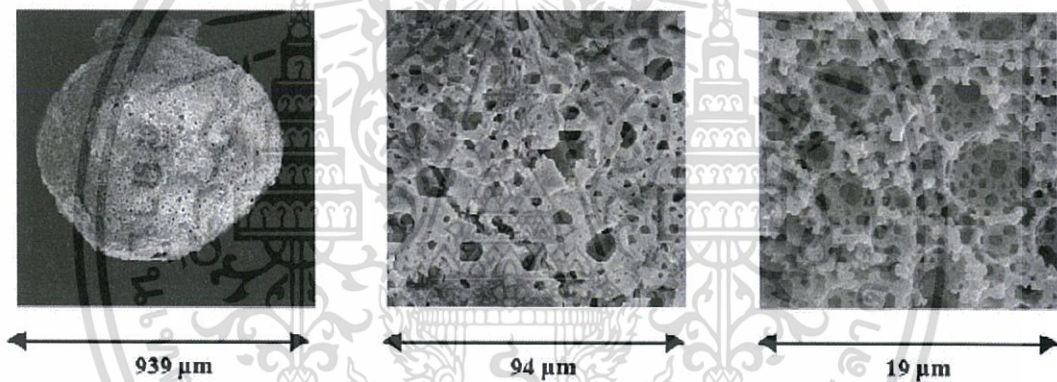
งานวิจัยของ Alexandre Desforges และคณะ [20] ได้ทำการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs ด้วยปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอย (suspension polymerization) โดยเริ่มต้นจากการเตรียมอิมัลชัน HIPEs โดยผสมวัตถุดิบของสารอินทรีย์ซึ่งประกอบด้วยไดไวนิลเบนซีน (divinylbenzene) สไตรีน (styrene) และใช้ซอร์บิแทนโมโนโอเลอเต (sorbitanmonooleate หรือ span 80) เป็นสารลดแรงตึงผิว ปั่นกวนด้วยความเร็ว 250 รอบต่อนาที สำหรับวัตถุดิบของน้ำ ประกอบด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (sodium chloride) และโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (potassium persulphate) ที่ใช้เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา โดยค่อย ๆ หยดวัตถุดิบของน้ำลงในวัตถุดิบอินทรีย์ในขณะที่ยังปั่นกวนอยู่ให้หมดภายใน 30 นาที จากนั้นจะได้อิมัลชัน HIPEs ซึ่งมีลักษณะเป็นสีขาวขุ่นและเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นทำการเตรียมเม็ดวัสดุ polyHIPEs วิธีดังรูปที่ 2.14 แสดงการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs โดยการค่อย ๆ หยดอิมัลชัน HIPEs ที่บรรจุอยู่ในเข็มฉีดยาลงในตุ๊กกลางของเหลว ซึ่งประกอบด้วยโพลีไดเอทิลลิตไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และปั่นกวนที่ความเร็ว 250-300 รอบต่อนาที ทิ้งไว้ระยะเวลาหนึ่งแล้วให้ความร้อนต่อที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยไม่ปั่นกวนเป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันอย่างสมบูรณ์ จากนั้นกรองเม็ดวัสดุที่ได้ นำมาล้างด้วยน้ำและเอทานอล (ethanol) แล้วนำไปขจัดสารตกค้างภายในรูพรุนด้วยเทคนิคซ็อกเลตท์ (soxhlet) โดยใช้สารเตตระไฮโดรฟูแรน (tetrahydrofuran; THF) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สุดท้ายนำมาคัดขนาดโดยการร่อนผ่านตะแกรง (sieving) โดยได้ศึกษาผลของการเติมปิโตรเลียมอีเทอร์ (petroleum ether; PE) เพื่อลดความหนืดของอิมัลชันขณะที่ฉีดออกจากเข็มฉีดยา จากผลการศึกษาพบว่าเม็ด polyHIPEs ที่มีส่วนผสมของปิโตรเลียมอีเทอร์ในอิมัลชันสามารถคงสภาพเป็นเม็ดได้ดี แต่มีความเปราะสูง ดังภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs แสดง

ในรูปที่ 2.15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs [20]

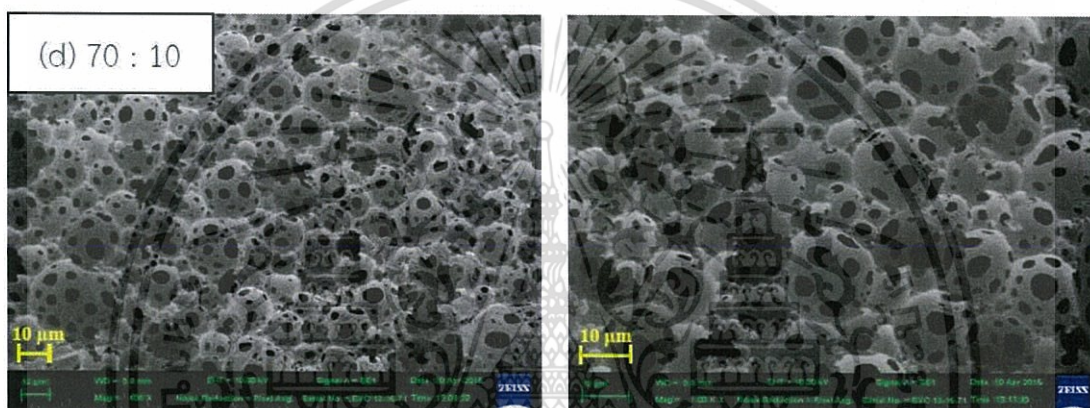


รูปที่ 2.16 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนของสไตรีน และไดไวนิลเบนซีนเท่ากับ 90 ต่อ 10 โดยน้ำหนัก และไม่มีส่วนผสมของปิโตรเลียมอีเทอร์

งานวิจัยของชลิตา แดงอ่อนและคณะ [4] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs โดยมีการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ เพื่อเพิ่มสมบัติทางกายภาพ และเหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) เพื่อเพิ่มสมบัติแม่เหล็กของเม็ดวัสดุ polyHIPEs โดยได้สังเคราะห์อิมัลชัน HIPEs ในระบบอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (water-in-oil; W/O) จากการผสมวิฏภาคของสารอินทรีย์ ประกอบด้วย สารตั้งต้นมอนอเมอร์สไตรีน (styrene) ไดไวนิลเบนซีน (DVB) และซอร์บิแทนโมโน-โอล์เอท (span 80) เป็นสารลดแรงตึงผิว ปั่นกวนเป็นเวลา 5 นาทีด้วยความเร็ว 750 รอบต่อนาที จากนั้นค่อย ๆ หยดวิฏภาคของน้ำที่ประกอบด้วย ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) และสารอิลีกโทรไลต์ คือ สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) ลงไปในขวดก้นกลมที่มีวิฏภาคของสารอินทรีย์อยู่ ปั่นกวนด้วยอัตราเร็ว 5 มิลลิลิตรต่อนาที แล้วทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นทำการเตรียมเม็ดวัสดุ polyHIPEs จากการหยดอิมัลชัน HIPEs ที่บรรจุอยู่ในหลอดฉีดยาลงในสารละลายตัวกลางโพลีไดแอลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) โดยรักษาอุณหภูมิให้อยู่ที่ 85 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำเม็ดที่ได้ไปบอบให้แห้งที่

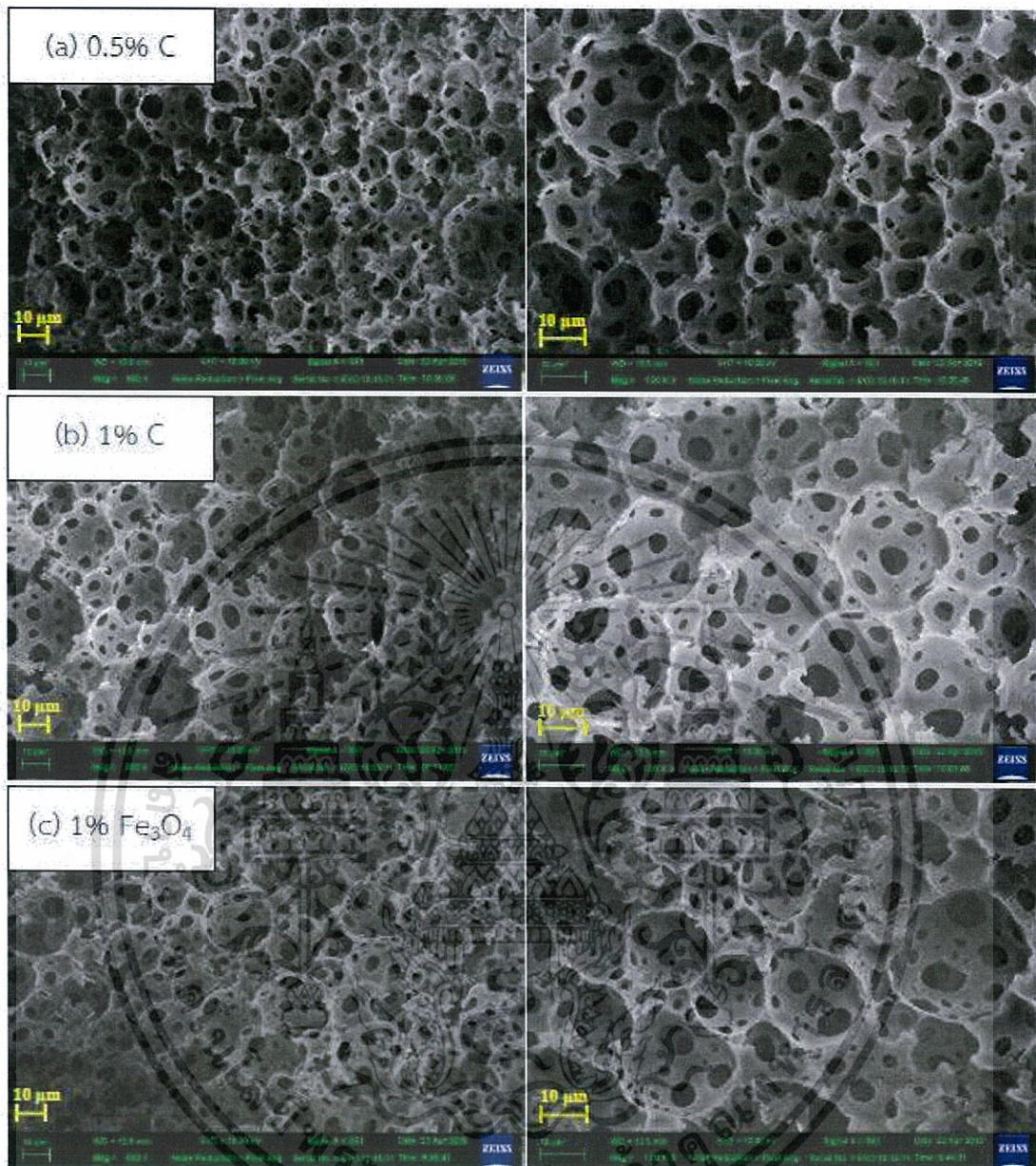
อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง และทำการกำจัดสิ่งตกค้างในรูพรุนภายใน โดยการสกัดแบบซ็อกเลตต์ด้วยเมทานอล นำวัสดุที่ได้ไปทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้ได้เม็ดวัสดุที่สมบูรณ์

จากการศึกษาพบว่าอัตราส่วนของสารตั้งต้นสไตรีน (styrene) ต่อ ไดไวนิลเบนซีน (DVB) ใน วิทยาศาสตร์ที่เหมาะสมที่ให้ลักษณะเม็ดวัสดุที่มีความสมบูรณ์ที่สุด คือ 70 ต่อ 30 โดยปริมาตร และใช้ความเข้มข้นของสารเพิ่มความคงตัว PDDAC ที่เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน คือ ที่ร้อยละ 3 โดยปริมาตร ซึ่งพบว่าลักษณะเม็ดเป็นทรงกลมขนาดเล็กที่สม่ำเสมอและไม่เกาะรวมกันระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน โดยเป็นผลมาจากที่สภาวะนี้มีปริมาณไมเซลล์ที่เหมาะสมที่อยู่ล้อมรอบหยดอิมัลชัน HIPEs ทำให้อิมัลชัน HIPEs สามารถคงตัวอยู่ได้ โดยเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ได้มีลักษณะเป็นเม็ดขนาดเล็กและมีความเป็นขอล็กน้อย นอกจากนี้ยังมีรูพรุนที่มีความสม่ำเสมอ ดังภาพ SEM ที่แสดงในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนเท่ากับ 70 ต่อ 30 โดยปริมาตร [4]

จากนั้นได้ศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่งพบว่าจากการเติมสารเติมแต่งชนิดผงถ่านกัมมันต์ (ร้อยละ 0.5 และ 1 โดยน้ำหนัก) เมื่อปริมาณผงถ่านกัมมันต์เพิ่มขึ้นส่งผลให้กึ่งก้านพอลิเมอร์ มีแนวโน้มแตกหัก และเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร (ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนัก) ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่ผสมเหล็กออกไซด์ร้อยละ 1 ($1\% \text{Fe}_3\text{O}_4$) มีขนาดรูพรุนใหญ่ขึ้นและรูพรุนมีลักษณะบิดเบี้ยวไม่เป็นทรงกลม ดังภาพถ่าย SEM ที่แสดงในรูปที่ 2.18

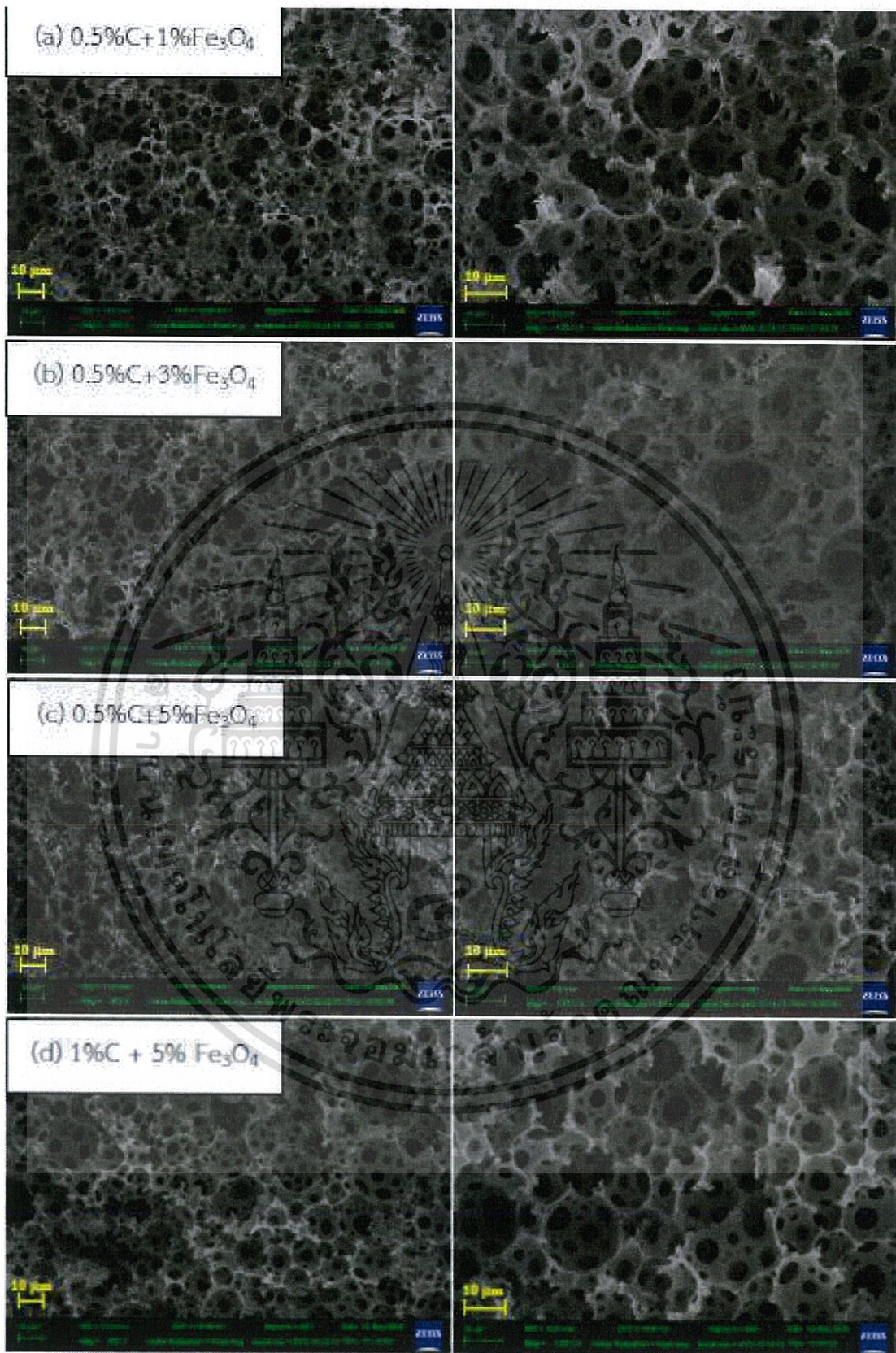


รูปที่ 2.18 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs (a) เต็ม 0.5%C (b) เต็ม 1%C และ (c) เต็ม 1%Fe₃O₄ (ด้านซ้ายกำลังขยาย 600 เท่า และด้านขวากำลังขยาย 1000 เท่า) [4]

เมื่อศึกษาการเติมสารเติมแต่งสองชนิดพบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 0.5 กับเหล็กออกไซด์ที่ปริมาณแตกต่างกัน (0.5%C+1%Fe₃O₄, 0.5%C+3%Fe₃O₄ และ 0.5%C+5%Fe₃O₄) มีขนาดรูพรุนและขนาดรูพรุนภายในที่ใกล้เคียงกัน และเมื่อมีปริมาณเหล็กออกไซด์เพิ่มขึ้นกึ่งภายในของเม็ดวัสดุผสมจะมีแนวโน้มแตกหักมากขึ้น ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ในสถานะที่มีปริมาณเหล็กออกไซด์ร้อยละ 5 เท่ากัน ผสมกับผงถ่านกัมมันต์ที่แตกต่างกันเป็นร้อยละ 1 กับร้อยละ 5 (0.5%C+5%Fe₃O₄ และ 1%C+5%Fe₃O₄) พบว่าเมื่อมีปริมาณถ่านกัมมันต์มากขึ้นจะส่งผลให้ขนาดรูพรุนและขนาดรูพรุนภายในมีแนวโน้มเล็กลง ดังแสดง

ในภาพ SEM รูปที่ 2.19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.19 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs (a) เต็ม 0.5%C+1% Fe₃O₄ (b) เต็ม 0.5%C+3% Fe₃O₄ (c) เต็ม 0.5%C+5% Fe₃O₄ (d) เต็ม 1%C+5% Fe₃O₄ และ (d) เต็ม 1%C+5% Fe₃O₄ [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากนั้นได้ศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กผ่านการทดสอบด้วยเครื่อง Vibrating sample magnetometer (VSM) พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์ในทุกอัตราส่วน แสดงสมบัติความเป็นแม่เหล็กแบบเฟอร์โรแมกเนติกแบบอ่อน (soft ferromagnetic) ที่เข้าใกล้สมบัติซูเปอร์พาราแมกเนติก (superpara magnetic) โดยเม็ดวัสดุ polyHIPEs 1%C+5%Fe₃O₄ มีค่าแมกนีไทต์เซชันมากที่สุด เท่ากับ 11.18 emu/g ด้านการดูดซับโลหะเหล็กในสารละลาย เหล็กซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต (FeSO₄.7H₂O) ที่ความเข้มข้น 15 ppm ได้ตรวจสอบปริมาณเหล็กที่ เหลืออยู่ด้วยเทคนิค AAS พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งมีค่าร้อยละการดูดซับ เป็น 85.55 เม็ดวัสดุที่มีการเติมสารเติมแต่งหนึ่งชนิดมีค่าร้อยละการดูดซับเพิ่มขึ้นในช่วง 88.58 - 88.83 ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งร่วมกันสองชนิดมีค่าร้อยละการดูดซับเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วงร้อยละ 89.91 - 95.59 ดังตารางที่ 2.1 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและความสามารถในการดูดซับสารละลายเหล็ก แสดงให้เห็นว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ขึ้นสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้าน การดูดซับโลหะหนักได้

ตารางที่ 2.1 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและความสามารถในการดูดซับสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 15 ppm ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

สถานะ	ความเข้มข้น เริ่มต้น (ppm)	ความเข้มข้น หลังการดูดซับ (ppm)	ร้อยละ การดูดซับ (%)	ความสามารถ ในการดูดซับ (mg/g)
polyHIPEs	15	2.17	85.55	3.21
0.5%C	15	1.71	88.58	3.31
1%C	15	1.68	88.83	3.31
1%Fe ₃ O ₄	15	1.42	90.53	3.38
0.5%C+1%Fe ₃ O ₄	15	0.51	96.59	3.61
0.5%C+3%Fe ₃ O ₄	15	0.85	94.33	3.53
0.5%C+5%Fe ₃ O ₄	15	1.51	89.91	3.37
1%C+5%Fe ₃ O ₄	15	0.68	95.5	3.58

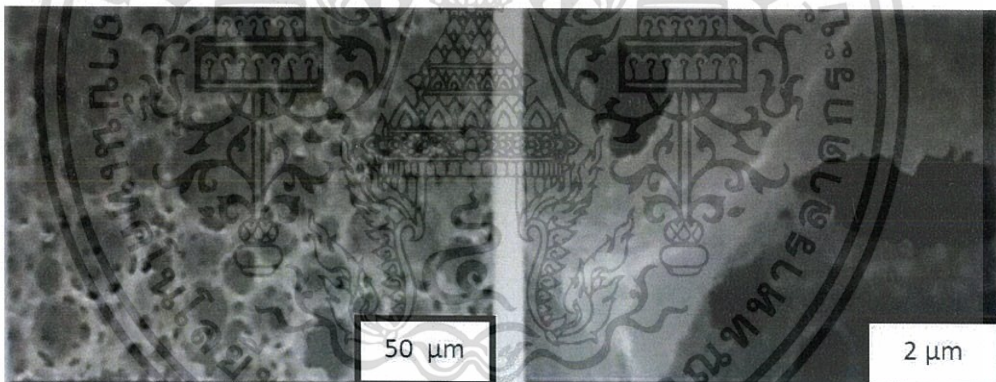
2.6.2 สารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs

เนื่องจากการศึกษาเกี่ยวกับการเติมสารเติมแต่ง (additives) เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและการดูดซับของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ยังไม่แพร่หลายมากนัก โครงการพิเศษนี้จึงได้ทำการศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา ซิงค์ออกไซด์ แมกนีเซียมออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีต่อสมบัติของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs สมบัติพื้นฐานของสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ และรายงานที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาผลของการนำสารเติมแต่ง ไปใช้ในการปรับปรุงสมบัติของเม็ดวัสดุ polyHIPEs มีดังนี้

2.6.2.1 ผงถ่านกัมมันต์ (Carbon black หรือ activated carbon)

ผงถ่านกัมมันต์ เป็นธาตุคาร์บอนบริสุทธิ์ มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน (amorphous) สมบัติหลักของผงถ่านกัมมันต์ คือ มีพื้นที่ผิวและมีรูพรุนสูงจึงมีสมบัติในการดูดซับ สารประกอบอินทรีย์ต่าง ๆ ที่อยู่ในของเหลวหรือก๊าซได้ในปริมาณสูง [1]

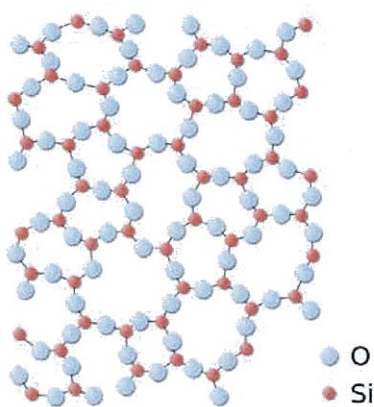
งานวิจัย Angelika Menner และคณะ [21] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยศึกษาการเติมผงถ่านกัมมันต์ (carbon black) เพื่อเพิ่มความแข็งแรง ใช้สารตั้งต้น คือ สไตรีนและไดไวโนล-เบนซีน ใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ เอโซบิสไอโซบิวทิโรไนไตรล์ (azo-bis-isobutyronitril; AIBN) ใช้สารเพิ่มความคงตัว คือ $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และสารลดแรงตึงผิว คือ ไฮเปอร์เมอร์ 1070 (hypermer 1070) โดยนำสารตั้งต้นที่เป็นวัฏภาคของสารอินทรีย์มาผสมและปั่นกวนเข้าด้วยความเร็วสูง และให้ความร้อนในขณะปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส จากนั้นเติม AIBN และ Hypermer 1070 ลงไปในวัฏภาคของสารอินทรีย์และใช้วัฏภาคของน้ำเป็นสารละลาย $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.034 โมลต่อลิตร ในการทดลองนี้จะทำการศึกษาผลของการเติมผงถ่านกัมมันต์และผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นในวัฏภาคของอินทรีย์ที่จะส่งผลต่อสมบัติวัสดุ polyHIPEs จากการศึกษพบว่า polyHIPEs มีสมบัติในด้านความแข็งแรงและมีความเป็นรูพรุนเพิ่มขึ้นเมื่อเติมผงถ่านกัมมันต์ โดยพบว่า การเติมผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักสามารถเพิ่มความแข็งแรงยืดหยุ่นมอดูลัส (elastic modulus) ได้มากที่สุด และได้ polyHIPEs ที่มีความเป็นรูพรุนเพิ่มขึ้นได้มาก ดังแสดงในภาพถ่าย SEM รูปที่ 2.20 แต่ยังมีข้อเสียในเรื่องของสีที่เปลี่ยนแปลงไปตามสีของถ่านกัมมันต์ที่เติมลงไป



รูปที่ 2.20 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่มีผงถ่านกัมมันต์เป็นสารเติมแต่ง [21]

2.6.2.2 ซิลิกา (SiO_2)

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์ (silicon dioxide) มีสูตรทางเคมี คือ SiO_2 และมีโครงสร้างเป็นแบบเตตระฮีดรอล ดังรูปที่ 2.21 มักพบได้ทั่วไปในธรรมชาติอาจในรูปของทรายหรือควอตซ์ การนำมาใช้เป็นสารเติมแต่งใน polyHIPEs นั้นต้องทำการเติมสารคู่ควบ (coupling agent) เพื่อเพิ่มอันตรกิริยาระหว่างพอลิเมอร์กับซิลิกาให้ยึดเหนี่ยวกันได้ดี ข้อดีของซิลิกา คือ ใช้เป็นสารเพิ่มความแข็งแรง เพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุผสม และยังมีเสถียรภาพทางเคมีที่ดี จึงเหมาะที่จะนำมาใช้เป็นสารเติมแต่งให้กับวัสดุ polyHIPEs

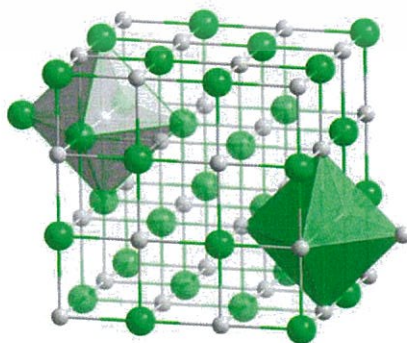


รูปที่ 2.21 โครงสร้างผลึกของซิลิกาแบบอสัณฐาน [22]

จากงานวิจัยของ O. Vivian และคณะ [23] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPes โดยเติมซิลิกา ลงไปเป็นสารเติมแต่งเพื่อเพิ่มสมบัติการซึมผ่านได้ (permeation) และเพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุ ทำการสังเคราะห์แบบ pickering HIPes เตรียมวัสดุของสารอินทรีย์จากสไตรีนและไดไวโนล-เบนซีน ในอัตราส่วน 50 ต่อ 50 โดยปริมาตร ใช้เอโซบิสไอโซบิพทีโรไนโตรล เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ อนุภาคของซิลิกาที่นำมาใช้จะถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกและมีขนาดอยู่ใน ระดับนาโนเมตร ใช้แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต เป็นสารช่วยเพิ่มความคงตัวในวัฏภาคของน้ำ การเตรียมทำได้โดยปั่นกวนวัฏภาคอินทรีย์เป็นเวลา 2 นาที แล้วเติมสารลดแรงตึงผิว คือ ไฮเปอร์เมอร์ 2296 เพื่อให้เกิดอิมัลชัน HIPes แล้วจึงเติมวัฏภาคน้ำ พบว่าโครงสร้างของวัสดุผสม polyHIPes มีรูพรุนขนาดไมโครเมตร (microporous) มีความแข็งแรง เนื่องจากการเสริมแรงของซิลิกา มีร้อยละ ของรูพรุนเพิ่มขึ้น และสามารถเพิ่มการซึมผ่านของอนุภาคได้ จากผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าสามารถ นำวัสดุผสม polyHIPes ที่สังเคราะห์ได้ไปใช้ตัวกลางแยกกรองทางเคมีและทางชีวภาพได้

2.6.2.3 แมกนีเซียมออกไซด์

แมกนีเซียมออกไซด์มีโครงสร้างผลึกแบบร็อกซอลท์ (rock salt) มีไอออนของแมกนีเซียม (Mg^{2+}) และออกซิเจน (O^{2-}) ที่จับกันด้วยพันธะไอออนิก ดังรูปที่ 2.22 แสดงลักษณะโครงสร้าง ของแมกนีเซียม มีลักษณะเป็นผงสีขาวละเอียด มีความเสถียรทั้งในทางเคมีและกายภาพที่อุณหภูมิสูง [24]



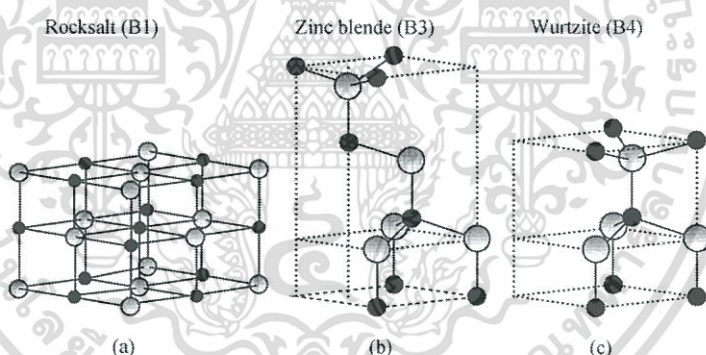
รูปที่ 2.22 โครงสร้างผลึกของแมกนีเซียม [24]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากงานวิจัยของ Zahida Rafiq และคณะ [25] ได้ศึกษาการนำซิงค์ออกไซด์และแมกนีเซียมออกไซด์ขนาดนาโนเมตรไปใช้ในการชุบโลหะทองแดง ในน้ำทิ้งจากการชุบโลหะด้วยไฟฟ้า (electroplating) พบว่าความเข้มข้นของโลหะทองแดงลดลงอย่างมาก ซึ่งการใช้ซิงค์ออกไซด์และแมกนีเซียมออกไซด์เป็นตัวชุบเป็นวิธีที่ไม่ยุ่งยาก ให้ประสิทธิภาพสูง และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม จึงเหมาะที่จะนำมาช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการชุบให้กับวัสดุ polyHIPEs

2.6.2.4 ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)

ซิงค์ออกไซด์เป็นสารอนินทรีย์ มีสูตรเคมี คือ ZnO น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 81.408 กรัมต่อโมล มีลักษณะเป็นผงสีขาว ไม่สามารถละลายน้ำได้ นิยมใช้เป็นสารเติมแต่ง ผลึกของซิงค์ออกไซด์จะจัดรูปได้ 3 แบบ ดังรูปที่ 2.23 ลักษณะโครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ ที่ประกอบด้วยโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซด์ (hexagonal wurtzite) ที่เป็นรูปแบบที่เสถียรที่สุด แบบผลึกซิงค์เบลน (cubic zinc blend) และที่พบมากที่สุด คือ แบบร็อกซอลท์ (cubic rock salt) ในงานทางอุตสาหกรรมเกี่ยวกับพลาสติกและพอลิเมอร์ นิยมใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นสารเพิ่มความคงตัว (stabilizer) เพื่อให้เกิดการต้านทานต่อความร้อน เพิ่มสมบัติเชิงกล และการกันน้ำหรือกันไฟ จากงานวิจัยของ Zahida Rafiq และคณะ [25] ดังที่ได้กล่าวมาข้างต้น ที่พบว่าซิงค์ออกไซด์สามารถชุบโลหะทองแดงที่ผสมในน้ำทิ้งจากการชุบโลหะด้วยไฟฟ้าได้ ดังนั้นการเติมซิงค์ออกไซด์เป็นสารเติมแต่งให้กับวัสดุ polyHIPEs น่าจะส่งผลดีในการช่วยให้การชุบดีขึ้น



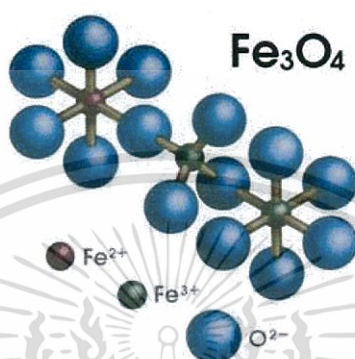
รูปที่ 2.23 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ [26]

2.6.2.5 เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4)

เหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร (magnetic nanoparticles) มีสมบัติด้านแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnetic properties) และสมบัติทางเคมีที่ดี สามารถนำมาใช้ในงานทางด้านต่าง ๆ เช่น ใช้สารนำวิถีควบคุมการนำส่งยา (drug delivery) การบำบัดรักษา มะเร็งด้วยความร้อน (magnetic hyperthermia) และช่วยเพิ่มความชัดในการถ่ายภาพแม่เหล็กเรโซแนนซ์ (magnetic resonance imaging; MRI) ในงานทางด้านวงการอิเล็กทรอนิกส์ มีการนำอนุภาคเหล็กนาโนมาใช้เป็นตัวกลางในการบันทึกข้อมูลในอุปกรณ์บันทึกข้อมูลเชิงแม่เหล็ก (magnetic recording media) เช่น เทปบันทึกภาพและเสียง ในงานทางด้านสิ่งแวดล้อม มีการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนมาผลิตเป็นวัสดุดูดซับโลหะหนัก (cation adsorption) และใช้เป็นตัวติดตามศึกษา

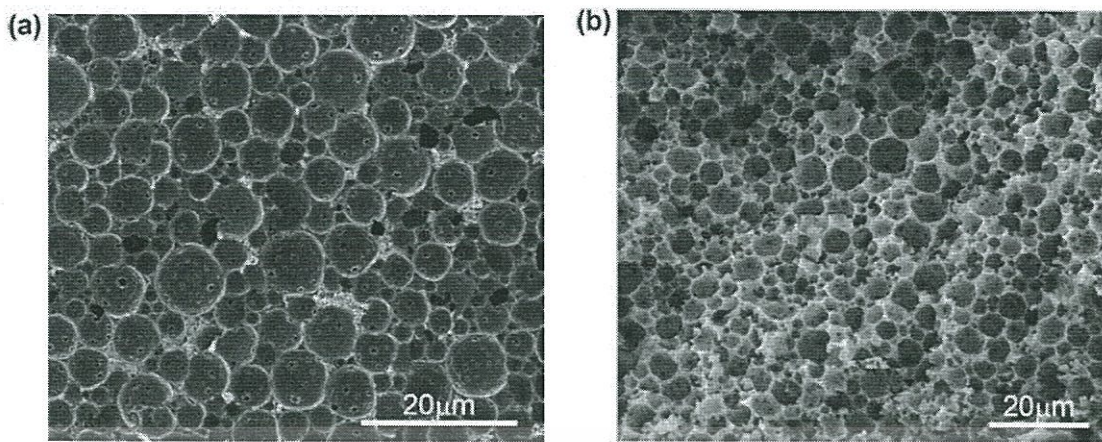
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การชะล้างของดิน (magnetic tracer) ส่วนใหญ่ชนิดของเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร ที่นำมาใช้งาน คือ แมกนีไทต์ (Fe_3O_4) ที่มีสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวดชนิดพาราแมกเนติก (superparamagnetic) และไม่มีอำนาจแม่เหล็กตกค้าง รูปที่ 2.24 แสดงโครงสร้างผลึกของเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์ (Fe_3O_4) โดยขนาดของอนุภาคแม่เหล็กแบบนาโนเมตรนี้มีผลต่อการนำไปผลิตวัสดุผสม (composites) และการมีสมบัติเป็นแม่เหล็กถาวรชนิดเดียว (stable single domain) ทำให้ง่ายต่อการติดตามและแยกกลับออกมาหลังการใช้งาน



รูปที่ 2.24 โครงสร้างผลึกของเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์ [27]

จากงานวิจัยของ Sebasjian และคณะ [15] ได้ทำการศึกษาการเตรียมวัสดุผสมระหว่าง polyHIPEs กับเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร โดยในการทดลองเริ่มจากเตรียมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโน โดยใช้สารผสมระหว่างไอร์ออน(II) ซัลเฟต ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) และไอร์ออน(III) ซัลเฟต ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$) แล้วทำการเคลือบอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรด้วยกรดโอเลอิก (oleic acid) พบว่าเหล็กออกไซด์ที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิกจะมีการกระจายตัวที่ดีกว่าเหล็กออกไซด์ที่ไม่ได้เคลือบด้วยกรดโอเลอิก ส่วนการเตรียม polyHIPEs ทำได้จากการผสมสารตั้งต้นคือ สไตรีนและไดไวนิลเบนซีน โดยใช้สารลดแรงตึงผิว คือ span 80 และใช้ $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาในวัฏภาคของน้ำ โดยจะค่อย ๆ หยดวัฏภาคของน้ำลงในวัฏภาคของสารอินทรีย์ พร้อมกับทำการปั่นกวนไปด้วย เมื่อเติมวัฏภาคของน้ำจนหมดและได้เป็นอิมัลชัน HIPEs จะนำไปอบต่อที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

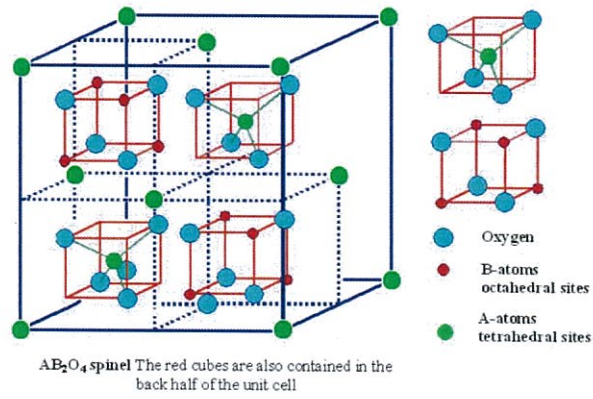


รูปที่ 2.25 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร (a) polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตรที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก (b) polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตรที่ไม่ได้เคลือบด้วยกรดโอเลอิก

จากรูปที่ 2.25 ที่แสดงภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร จะเห็นได้ว่าขนาดของรูพรุนของวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนที่มีการเคลือบและไม่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกไม่ได้มีความแตกต่างกันมากนัก โดยพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs มีขนาดรูพรุนเล็ก และมีเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่ได้มีการเติมเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร วัสดุ polyHIPEs ที่ผสมเหล็กออกไซด์จะแสดงสมบัติแม่เหล็กที่ยาววัด เมื่อเติมเหล็กออกไซด์เข้าไปในปริมาณที่มากกว่าร้อยละ 30 โดยน้ำหนักของวัสดุของสารอินทรีย์

2.6.2.3 โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4)

โคบอลต์เฟอร์ไรต์มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบอินเวอร์สสปินเนล (inverse spinel) ดังแสดงในรูปที่ 2.26 โดยไอออนบวกของโคบอลต์ (Co^{2+}) จะอาศัยอยู่ในครึ่งหนึ่งของช่องว่างแบบออกตะฮีดรอล (octahedral sites) ของออกซิเจนไอออน และไอออนบวกของเหล็ก (Fe^{3+}) ครึ่งหนึ่งจะอาศัยอยู่ในช่องว่างแบบออกตะฮีดรอล และอีกครึ่งหนึ่งอยู่ในช่องว่างแบบเตตระฮีดรอล (tetrahedral site) ของออกซิเจนไอออน พฤติกรรมทางกายภาพและสมบัติแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์จะขึ้นอยู่กับ การกระจายตัวของประจุบวกในช่องว่างแบบเตตระฮีดรอลและออกตะฮีดรอล ดังนั้นการควบคุมประจุบวกที่อาศัยอยู่ในช่องจึงมีความสำคัญต่อการควบคุมหรือกำหนดสมบัติแม่เหล็กของอนุภาคขนาดนาโนเมตรที่มีโครงสร้างสปินเนลของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ [28] จากงานวิจัยของพรชนก กุลไชยและคณะ [29] ความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ยังขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาค คือ เมื่อขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น ทำให้พื้นผิวจำเพาะมีค่าลดลงและส่งผลให้โมเมนต์แม่เหล็กที่อยู่ในบริเวณพื้นผิวนั้นมีปริมาณลดลง จึงสรุปได้ว่าค่า ขนาดผลึกใหญ่ขึ้นและส่งผลให้สภาพความเป็นแม่เหล็กของสารมีค่าเพิ่มขึ้นด้วย จากสมบัติความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ จึงเลือกใช้โคบอลต์เฟอร์ไรต์มาเป็นสารเติมแต่งใน polyHIPEs เพื่อที่จะช่วยในการดูดซับโลหะหนัก



รูปที่ 2.26 โครงสร้างผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ [28]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ปีกเกอร์
2. บิวเรต
3. ขวดปรับปริมาตร
4. แท่งแก้วคน
5. หลอดฉีดยา
6. แผ่นอะลูมิเนียมฟอยด์
7. ข้อนटकสาร
8. ชุดให้ความร้อน
9. เครื่องปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน
10. ตู้อบ
11. กระจกตวงสาร
12. กรวยแยก
13. ขวดสามคอ
14. กระจกนาฬิกา
15. อ่างน้ำมัน
16. เทอร์มิเตอร์
17. ชุดปั่นกวน
18. ชุดซีอกเลตท์
19. เครื่องชั่งสาร
20. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น EVO MA10 บริษัท Carl Zeiss
21. เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน (thermogravimetric analysis; TGA) รุ่น Pyris 1 TGA บริษัท Perkin Elmer
22. เครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Visible spectrophotometer; UV-Vis) รุ่น EVOLUTION 201 บริษัท THERMO
23. เครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectroscopy; AAS) รุ่น AAS-200 บริษัท Perkin Elmer

3.2 สารเคมี

1. น้ำปราศจากไอออน (de-ionized water)
2. สไตรีน (C₈H₈) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
3. ไดไวนิลเบนซีน (C₁₀H₁₀) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
4. ซอร์บิแทนโมโนโอเลอัท (C₂₄H₄₄O₆, span 80) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
5. แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (CaCl₂·2H₂O) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Riedel-deHaen
6. โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K₂S₂O₈) บริสุทธิ์ 97% บริษัท Ajax Finechem
7. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริสุทธิ์ 97% บริษัท Carlo Erba
8. โซเดียมซัลเฟตแอนไฮไดรอส (anhydrous Na₂SO₄) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Carlo Erba
9. โพลีไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ ((C₈H₁₆CIN)_n; PDDAC) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Aldrich
10. เมทานอล (CH₃OH) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

11. คลอโรฟอร์ม (CHCl_3) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
12. เหล็กซัลเฟต ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Carlo Erba
13. กรดโอเลอิก ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$; $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
14. ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
15. เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) ขนาดอนุภาคน้อยกว่า 50 นาโนเมตร บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Sigma-Aldrich
16. ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ขนาดอนุภาค 10–20 นาโนเมตร บริสุทธิ์ 99.5% บริษัท Sigma-Aldrich
17. แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท Carlo Erba
18. ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท Carlo Erba
19. โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($\text{Co}(\text{Fe}_2\text{O}_4)$) สังเคราะห์ขึ้นเอง ขนาดอนุภาค 10-15 นาโนเมตร
20. น้ำมันพาราฟิน (paraffin oil) บริษัท Lab system
21. โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{SO}_4\text{Na}$; SDS) บริสุทธิ์ 94-98% บริษัท Carlo Erba
22. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ ($[\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})]_n$; PVA) บริสุทธิ์ 99% บริษัท Chem-supply
23. เมทิลีนบลู ($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCL} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) บริสุทธิ์ 95% บริษัท Carlo Erba

3.3 กระบวนการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs

ในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยใช้สไตรีน (styrene) เป็นมอนอเมอร์และใช้ไดไวนิลเบนซีน (divinylbenzene) เป็นสารเชื่อมโยง (crosslink agent) ซึ่งการทำเม็ดวัสดุพอลิเมอร์ที่มีรูพรุนสูงนั้นจะให้อยู่ในรูปของอิมัลชัน HIPEs (emulsion HIPEs) ซึ่งประกอบไปด้วย 2 วัฏภาคหลัก คือ วัฏภาคที่เป็นสารอินทรีย์ (organic phase) และวัฏภาคที่เป็นน้ำ (aqueous phase) โดยใช้ซอร์บิแทนโมโนโอเลอิก (span 80) ที่เป็นสารลดแรงตึงผิว (surfactant) เป็นตัวช่วยทำให้ทั้งสองวัฏภาคสามารถกระจายตัวอยู่ร่วมกันในรูปแบบของอิมัลชันได้ โดยที่โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) ทำหน้าที่เป็นตัวริเริ่มการเกิดปฏิกิริยา (initiator) และแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารช่วยเพิ่มความคงตัว (stabilizer) ของน้ำ ทำให้วัฏภาคน้ำสามารถกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ อย่างสม่ำเสมอในสารอิมัลชันได้ โดยขั้นตอนต่าง ๆ ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs มีขั้นตอนดังนี้

3.3.1 การเตรียมมอนอเมอร์

เนื่องจากสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์มีการเติมสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยา (inhibitor) ในกลุ่มสารประกอบฟีนอล เช่น 2,4,6-trimethyl phenol ดังนั้นก่อนนำมาใช้งานจึงต้องทำการกำจัดสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาออกก่อน โดยการสกัดออกด้วยสารละลายเบสแก่ คือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร เพื่อให้มอนอเมอร์ทั้งสองสามารถเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันจากการเชื่อมโยงสายโซ่พอลิเมอร์ได้

3.3.1.1 การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร (wt/vol) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

- 1) ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 กรัม โดยเครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- 2) นำโซเดียมไฮดรอกไซด์ใส่ในบีกเกอร์ เติมน้ำปราศจากไอออนแล้วคนให้ละลายเป็นเนื้อเดียวกันลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรผ่านกรวยกรอง
- 3) ปรับปริมาตรด้วยที่หยดสารจนถึงขีดบอกปริมาตร ปิดจุกและกลับขวดขึ้นลงจนสารผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.2 การเตรียมสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน (การสกัดด้วยขี้ผึ้งปฏิกิริยา)

- 1) ตวงสไตรีนหรือไดไวนิลเบนซีนใส่ในกรวยแยก ปริมาตร 25 มิลลิลิตร
 - 2) เติมน้ำปราศจากไอออนละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ที่เตรียมได้จากตอนที่ 3.3.1.1 ลงไปในกรวยแยก 25 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายเข้ากัน
 - 3) ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น สำหรับสไตรีนชั้นบนจะได้สไตรีนที่มีสีเหลืองอ่อน และชั้นล่างเป็นสีใสของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีตัวขี้ผึ้งปฏิกิริยาที่ถูกสกัดออกมา ส่วนไดไวนิลเบนซีนชั้นบนจะได้ไดไวนิลเบนซีนที่มีสีเหลืองเข้มและชั้นล่างเป็นสีน้ำตาลแดงของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีตัวขี้ผึ้งปฏิกิริยา เมื่อแยกชั้นสมบูรณ์ให้ทำการเขย่งสารที่อยู่ชั้นล่างทิ้ง ทำขั้นตอนนี้ซ้ำสองครั้ง
 - 4) เติมน้ำปราศจากไอออนลงในกรวยแยก ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เพื่อกำจัดโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ปนเปื้อนในมอนอเมอร์ออก เขย่าให้สารละลายเข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น เปิดสารที่อยู่ด้านล่างทิ้ง ทำขั้นตอนนี้นั้นกว่าสารละลายที่ล้างจะมีค่า pH เป็นกลาง
 - 5) ทำการกำจัดน้ำส่วนเกินในมอนอเมอร์ออกด้วยการเติมโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส ประมาณ 2 กรัม
 - 6) เหมอนอเมอร์ที่ได้สกัดด้วยขี้ผึ้งปฏิกิริยาออกแล้วใส่ในบีกเกอร์และนำไปใช้ทันที
- แผนผังการเตรียมสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน (การสกัดด้วยขี้ผึ้งปฏิกิริยา) ดังแสดงในรูปที่ 3.1

3.3.2 การเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก

เนื่องจากมอนอเมอร์ที่ใช้เป็นสารที่ไม่มีขี้ผึ้ง ส่วนสารเติมแต่งที่ใช้บางชนิดนั้นเป็นสารที่มีขี้ผึ้งคือ เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($CoFe_2O_4$) ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และสังกะสีออกไซด์ (ZnO) จึงไม่สามารถกระจายตัวอยู่ร่วมกับเนื้อวัสดุที่ไม่มีขี้ผึ้งได้ ดังนั้นต้องเคลือบผิวของสารเติมแต่งด้วยสารคู่ควบ (coupling agent) คือ กรดโอเลอิก ($C_{18}H_{34}O_2$) เพื่อให้สารเติมแต่งสามารถกระจายตัวอยู่ในเนื้อมอนอเมอร์ได้ โดยมีขั้นตอนการเคลือบดังต่อไปนี้

- 1) ชั่งสารเติมแต่งที่มีขี้ผึ้ง จำนวน 1.00 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร
- 2) เติมน้ำคลอโรฟอร์ม (chloroform) ลงไป 5 มิลลิลิตร และเติมกรดโอเลอิก 5 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
- 3) เติมนเมทานอล 30 มิลลิลิตร เพื่อให้เกิดการตกตะกอน
- 4) ทำการปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน
- 5) เทสารละลายทิ้ง เก็บตะกอนไว้ แล้วล้างตะกอนที่มีกรดโอเลอิกที่เกินมาด้วยคลอโรฟอร์ม 5.00 มิลลิลิตรโดยการโซนิเคตเป็นเวลา 10 นาที
- 6) เติมนเมทานอล 30 มิลลิลิตร เพื่อให้เกิดการตกตะกอนอีกครั้งหนึ่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

7) ทำขั้นตอนที่ 5 และ 6 ซ้ำสองครั้ง เพื่อกำจัดกรดโอเลอิกที่เคลือบอยู่ที่ผิวของสารเติมแต่งที่เกินมา

8) นำสารที่ผ่านการเคลือบแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

9) ทำการบดเพื่อลดขนาดอนุภาคก่อนการนำไปใช้งาน หากบดแล้วผงอนุภาคติดกันให้ทำขั้นตอนที่ 5 และ 6 ซ้ำอีก

* หมายเหตุ 1. ผงถ่านกัมมันต์เป็นสารเติมแต่งที่ไม่มีขั้วจึงไม่ต้องทำการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก

2. เหล็กออกไซด์และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ มีสมบัติแม่เหล็ก ดังนั้นในขั้นตอนการปั่นกวนจะเปลี่ยนไปใช้เครื่องเขย่า (orbital shaker) แทน

แผนผังการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก แสดงดังแสดงในรูปที่ 3.2

3.3.3 การเตรียมอิมัลชัน HIPEs

1) ตวงสไตรีน ไดไวนิลเบนซีน และ span 80 ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.1 จากนั้นนำสารทั้งหมดใส่ลงไปในขวดก้นกลมสามคอ ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนด้วยความเร็ว 750 รอบต่อนาที (rpm) เป็นเวลา 5 นาที

2) เติมโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจำนวนร้อยละ 3 โดยโมลของมอนอเมอร์ ลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความเข้มข้น 0.034 โมลาร์ ที่เตรียมโดยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นเติมวัฏภาคน้ำที่ถูกบรรจุอยู่ในบิวเรตตามอัตราส่วนร้อยละ 80 โดยปริมาตรลงในขวดก้นกลมที่มีวัฏภาคสารอินทรีย์อยู่ในอัตราส่วนร้อยละ 20 โดยปริมาตร ด้วยอัตราเร็ว 5 มิลลิลิตรต่อนาที

3) เมื่อทำการเติมวัฏภาคน้ำหมดแล้ว ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 10 นาที จะได้สารอิมัลชัน HIPEs ที่มีสีขาวขุ่น

4) สำหรับการเตรียมอิมัลชัน HIPEs เพื่อนำไปขึ้นรูปเป็นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs นั้นจะทำการเตรียมอิมัลชัน HIPEs โดยการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ คือ ผงถ่านกัมมันต์ SiO_2 Fe_3O_4 CoFe_2O_3 MgO และ ZnO ตามอัตราส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.2 ลงในวัฏภาคอินทรีย์แล้วทำการปั่นกวนให้เข้ากัน จากนั้นจึงเติมวัฏภาคน้ำลงไป

แผนผังการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPEs แสดงดังแสดงในรูปที่ 3.3

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

Organic phase (20 vol%)						Aqueous phase (80 vol%)			
Styrene		DVB		Span 80		0.034 M CaCl ₂ ·2H ₂ O		Initiator K ₂ S ₂ O ₈	
vol%	mL	vol%	mL	vol%	mL	vol%	mL	%mol	g
40	6.00	40	6.00	20	3.00	80	60.00	3	0.76

ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณสารเติมแต่งที่ช่วยเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPEs ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก

ตัวอย่าง	สารเติมแต่ง (wt%)					
	C	SiO ₂	MgO	ZnO	Fe ₃ O ₄	CoFe ₂ O ₄
	g	g	g	g	g	g
1%C	0.10	-	-	-	-	-
1%SiO ₂	-	0.10	-	-	-	-
1%MgO	-	-	0.10	-	-	-
1%ZnO	-	-	-	0.10	-	-
1%Fe ₃ O ₄	-	-	-	-	0.10	-
1% CoFe ₂ O ₄	-	-	-	-	-	0.10

หมายเหตุ การคิดร้อยละโดยน้ำหนักคิดจากน้ำหนักมอนอเมอร์ของสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน

3.3.4 การเตรียมเม็ดวัสดุ polyHIPEs

1) เตรียมสารละลายตัวกลางชนิดต่าง ๆ 4 ชนิด คือ น้ำปราศจากไอออน (DI water) โพลี-ไดแอลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) และโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) และที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยปริมาตร เพื่อใช้เป็นสารช่วยในการคงตัวของอิมัลชัน HIPEs ระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเพื่อให้สามารถเกิดเป็นเม็ด polyHIPEs ได้ โดยมีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. เตรียมสารละลาย PDDAC ร้อยละ 3 โดยปริมาตร ปริมาณ 100 มิลลิลิตร โดยการละลายสารละลาย PDDAC 15 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน 85 กรัม
2. เตรียมสารละลาย SDS ร้อยละ 3 โดยปริมาตร ปริมาณ 100 มิลลิลิตร โดยการละลาย SDS 3.19 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน 96.94 กรัม
3. เตรียมสารละลาย PVA ร้อยละ 3 โดยปริมาตร ปริมาณ 100 มิลลิลิตร โดยการละลาย PVA 3.03 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน 96.97 กรัม โดยใช้ความร้อนช่วยในการละลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) นำสารละลายตัวกลาง PDDAC SDS และ PVA ที่เตรียมได้ และน้ำปราศจากไอออนใส่ในปีกเกอร์แล้วนำไปให้ความร้อนในอ่างน้ำมันจนมีอุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส

3) นำอิมัลชัน HIPEs ที่เตรียมได้จากขั้นตอน 3.3.3 เทใส่ในหลอดหยด แล้วค่อย ๆ หยดอิมัลชัน HIPEs ลงในสารละลายตัวกลางชนิดต่าง ๆ

4) รักษาอุณหภูมิของสารละลายตัวกลางไว้ที่ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้อิมัลชัน HIPEs เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันอย่างสมบูรณ์ ได้เป็นเม็ด polyHIPEs ขึ้น

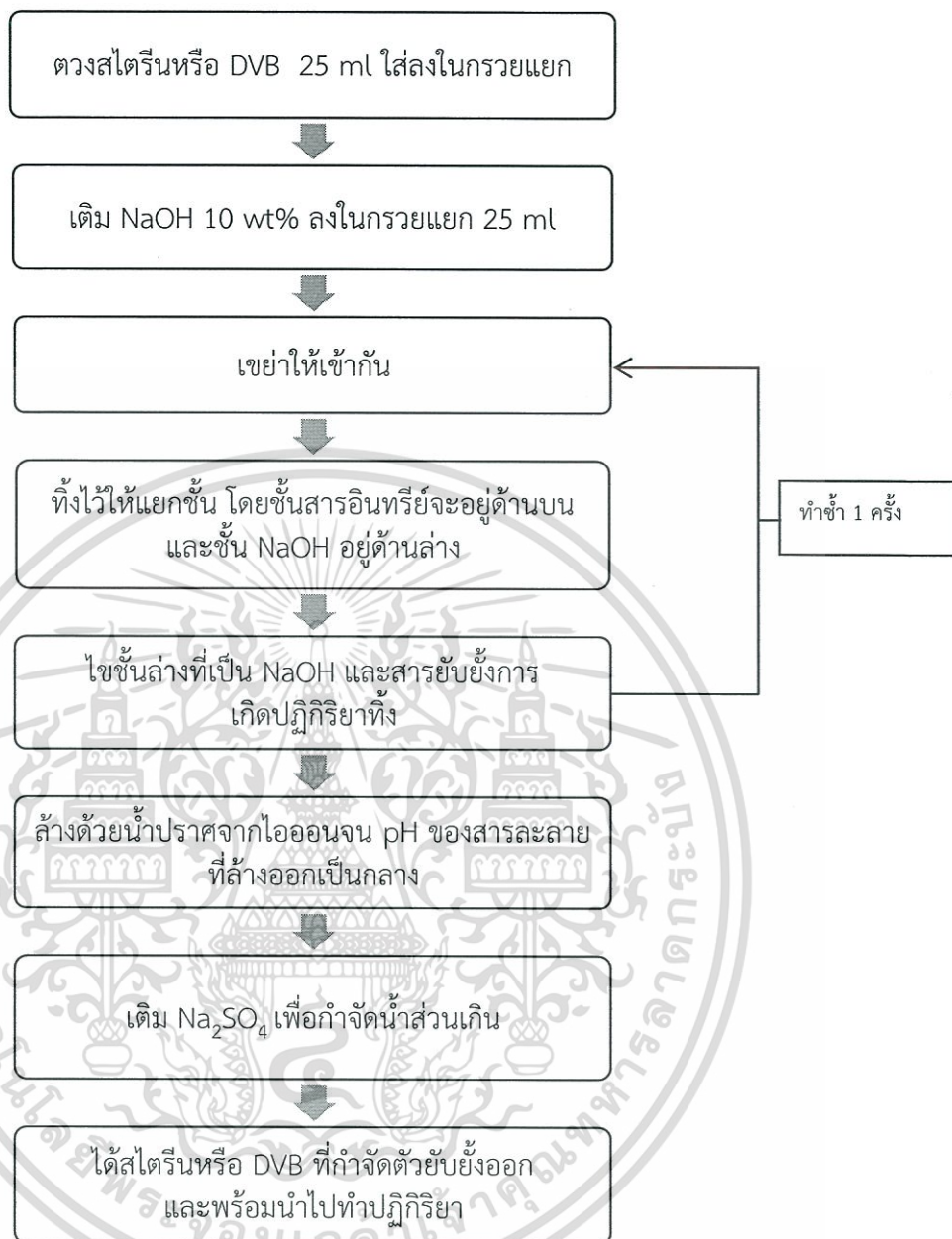
5) นำเม็ด polyHIPEs ที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จนน้ำหนักคงที่

6) ทำการกำจัดเศษวัสดุหรือสารที่ตกค้างที่อยู่ในรูพรุนภายในโครงสร้างของ polyHIPEs ด้วยการสกัดแบบซ็อกเล็ตต์ (soxhlet) โดยใช้เมทานอลที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยขั้นตอนและวิธีการซ็อกเล็ตต์ได้อธิบายอย่างละเอียดในหัวข้อที่ 3.3.5

7) นำวัสดุที่ได้ไปทำให้แห้ง โดยการอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จนน้ำหนักคงที่ จะได้เป็นวัสดุ polyHIPEs

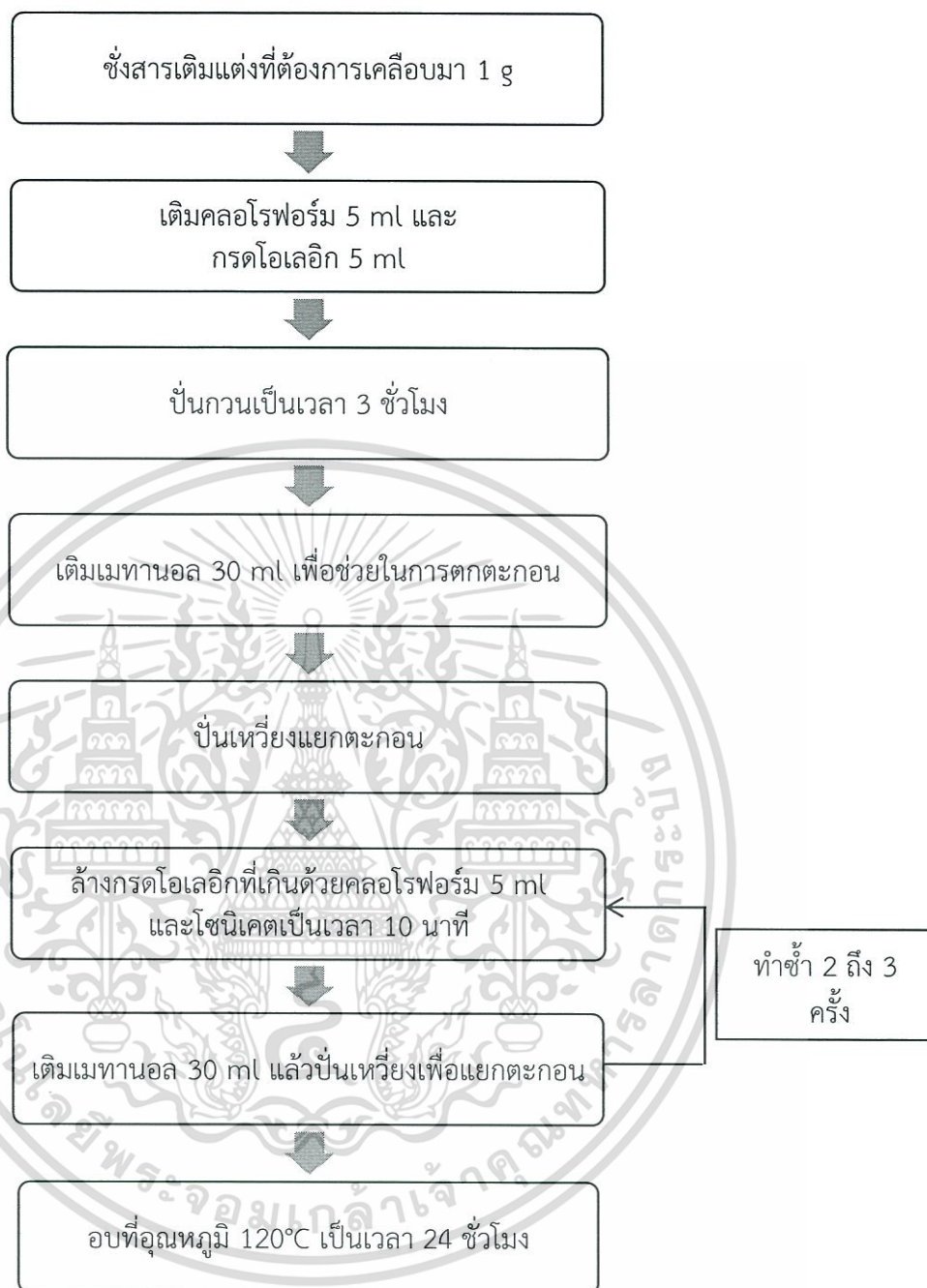
แผนผังการเตรียมเม็ด polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ดังแสดงในรูป 3.4





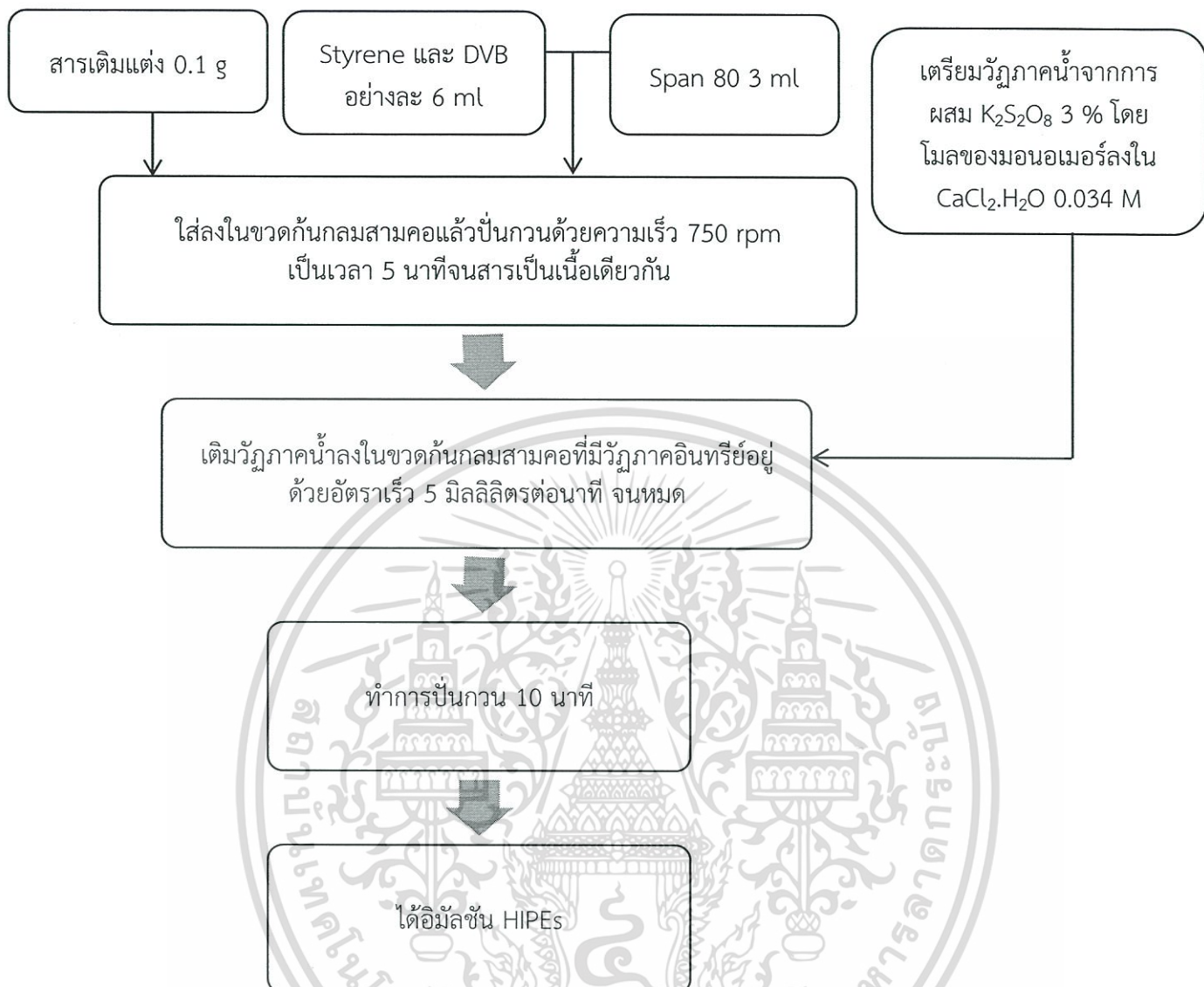
รูปที่ 3.1 แผนผังการเตรียมสไตรีนและไควนิลเบนซีน (การสกัดตัวยับยั้งปฏิกิริยา)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



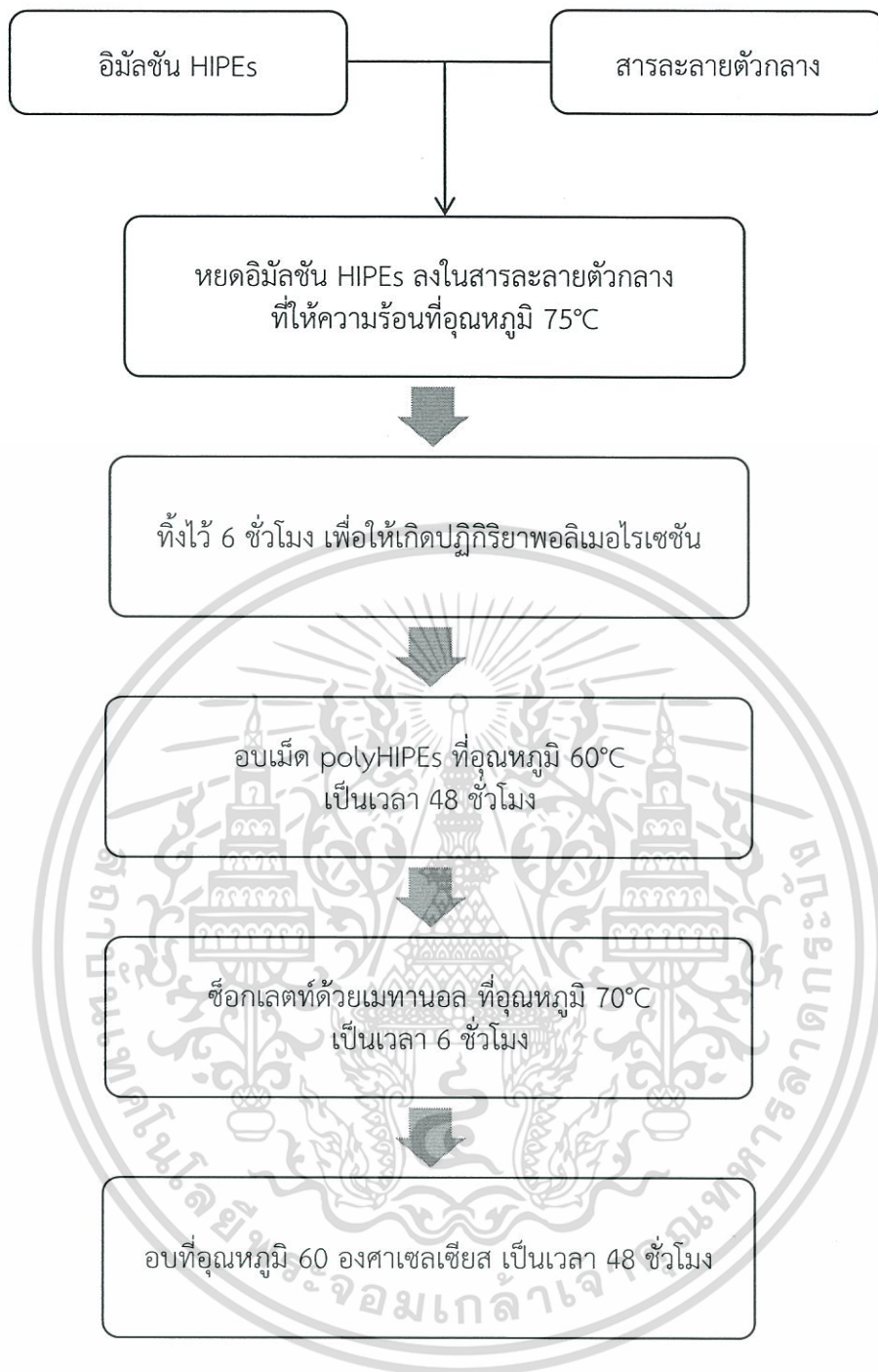
รูปที่ 3.2 แผนผังขั้นตอนการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.3 แผนผังการสังเคราะห์มีลชัน HIPS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

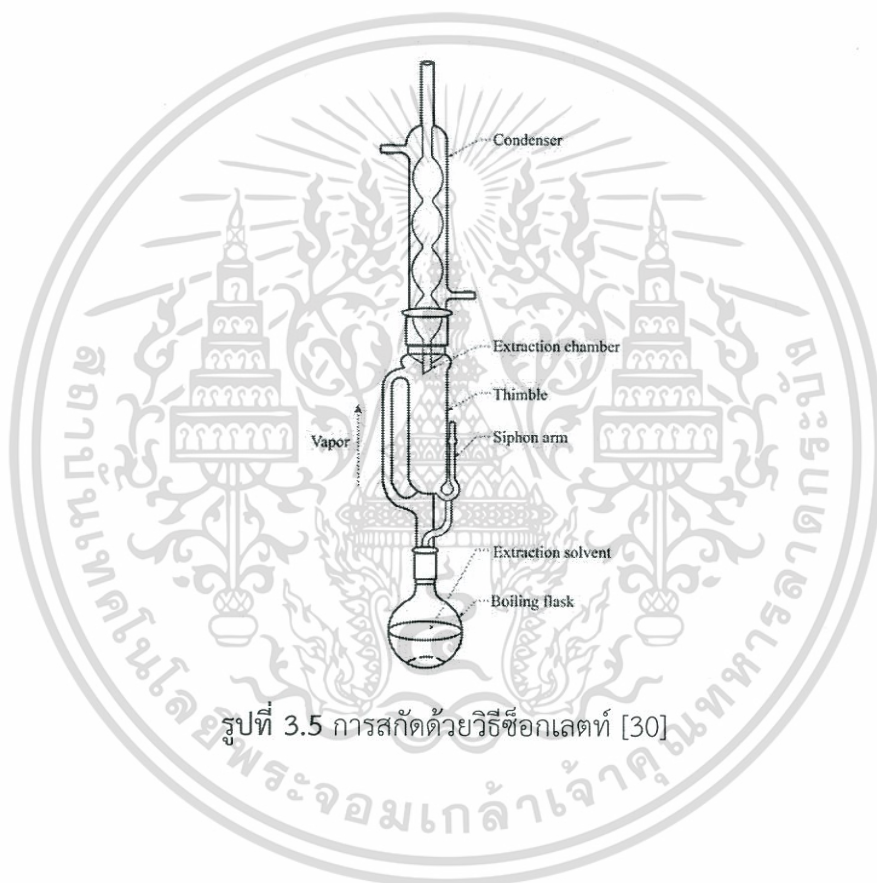


รูปที่ 3.4 แผนผังการเตรียมเม็ด polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.5 การซ็อกเลตต์ (Soxhlet)

- 1) นำเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ใส่ลงในถุงลวดตาข่ายสำหรับการซ็อกเลตต์
- 2) เติมนเมทานอล ลงไปในขวดก้นกลม
- 3) ต่อขวดก้นกลมเข้ากับชุดซ็อกเลตต์และคอนเดนเซอร์ แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ด้วยเตาให้ความร้อนแบบหลุมที่อยู่ด้านล่างของขวดก้นกลมดังแสดงในรูปที่ 3.5
- 4) เปิดน้ำผ่านคอนเดนเซอร์ให้มีการไหลผ่านของน้ำอย่างเหมาะสม โดยสังเกตจากอัตราการระเหยของเมทานอล
- 5) ทำการซ็อกเลตต์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
- 6) นำเม็ด polyHIPEs ที่ผ่านการซ็อกเลตต์ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จนมีน้ำหนักคงที่



รูปที่ 3.5 การสกัดด้วยวิธีซ็อกเลตต์ [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การทดสอบความสามารถในการดูดซับสีย้อม

ในโครงการพิเศษนี้ได้นำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้มาทำการทดสอบความสามารถในการดูดซับสีย้อม โดยสีย้อมที่ใช้ในการทดสอบการดูดซับ คือ สีย้อมเมทิลีนบลู (methylene blue) โดยมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

3.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานและการสร้างกราฟมาตรฐาน

3.4.1.1 เตรียมสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 100 ppm โดยทำการชั่งสารละลายเมทิลีนบลู 0.01 กรัม ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

3.4.1.2 เตรียมสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 0.00 2.00 4.00 6.00 8.00 และ 10.00 ppm จากสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 100 ppm ทำการปิเปตสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 100 ppm มา 0.00 2.00 4.00 6.00 8.00 และ 10.00 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

3.4.1.3 นำสารละลายเมทิลีนบลูความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ได้จากข้อ 3.4.1.2 มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Visible spectrophotometer; UV-Vis)

3.4.1.4 ทำการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและค่าความเข้มข้น เพื่อใช้ในการเทียบวิเคราะห์สารตัวอย่าง

3.4.2 การเตรียมสารตัวอย่างและการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

3.4.2.1 เตรียมชิ้นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs จำนวน 0.10 กรัม

3.4.2.2 เตรียมสารละลายเมทิลีนบลู (methylene blue; $C_{16}H_{18}N_3SCl$) เข้มข้น 150 ppm โดยทำการชั่งเมทิลีนบลู จำนวน 0.0150 กรัม ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

3.4.2.3 เตรียมสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 15 ppm โดยทำการปิเปตสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 150 ppm มา 10 มิลลิลิตร แล้วใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

3.4.2.4 ใส่เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมไว้ ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร

3.4.2.5 เทสารละลายเมทิลีนบลู ที่เตรียมไว้ลงไป 15 มิลลิลิตรแล้วแช่ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.4.2.6 เมื่อครบกำหนดกรองเอาสารละลายออก จากนั้นนำไปวัดปริมาณความเข้มข้นของเมทิลีนบลูที่เหลืออยู่ด้วยเครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Visible spectrophotometer; UV-Vis)

3.5 การทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก

ในโครงการพิเศษนี้ได้นำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้มาทำการทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก โดยโลหะหนักที่ใช้ในการทดสอบการดูดซับ คือ เหล็กที่เตรียมขึ้นจากสารละลายเหล็กซัลเฟตเซปตะไฮเดรต ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) โดยมีขั้นตอนการทดสอบ ดังนี้

3.5.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน และการสร้างกราฟมาตรฐาน

3.5.1.1 เตรียมสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm โดยทำการชั่งสารละลายเหล็กซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.01 กรัม ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

3.5.1.2 เตรียมสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 0.00 0.10 0.50 1.00 2.00 และ 3.00 ppm จากสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm ทำการปิเปตสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm มา 0.00 0.10 0.50 1.00 2.00 และ 3.00 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

3.5.1.3 นำสารละลายเหล็กมาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ได้จากข้อ 3.5.1.2 มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectroscopy; AAS)

3.5.1.4 ทำการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและค่าความเข้มข้น เพื่อใช้ในการเทียบวิเคราะห์สารตัวอย่าง

3.5.2 การเตรียมสารตัวอย่างและการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

3.5.2.1 เตรียมชิ้นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs จำนวน 0.10 กรัม

3.5.2.2 เตรียมสารละลายเหล็กซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) เข้มข้น 150 ppm โดยทำการชั่งเหล็กซัลเฟต จำนวน 0.0150 กรัม ใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

3.5.2.3 เตรียมสารละลายเหล็กซัลเฟต เข้มข้น 15 ppm ทำการปิเปตสารละลายเหล็กซัลเฟต เข้มข้น 150 ppm มา 10 มิลลิลิตร แล้วใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

3.5.2.4 ใส่เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมไว้ ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร

3.5.2.5 เทสารละลายเหล็กซัลเฟตที่เตรียมไว้ลงไป 15 มิลลิลิตร แล้วแช่ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

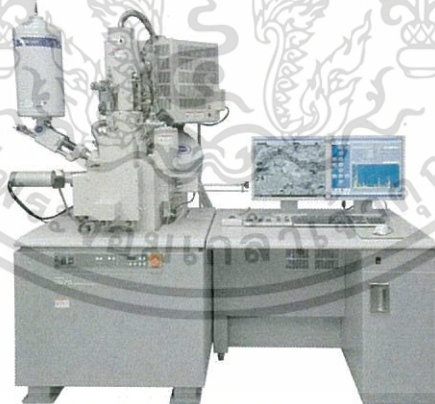
3.5.2.6 เมื่อครบกำหนดกรองเอาสารละลายออก จากนั้นนำไปวัดปริมาณความเข้มข้นเหล็กที่เหลืออยู่ด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectroscopy; AAS)

3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อน สมบัติการดูดซับสีย้อมและโลหะหนักของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

เมื่อทำการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs แล้วจะนำวัสดุที่ได้ไปทดสอบสมบัติด้านต่าง ๆ ดังนี้ คือ สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างทางสัณฐานวิทยา และสมบัติการดูดซับสีย้อมและโลหะหนัก

3.6.1 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

ในโครงการพิเศษนี้ ได้นำเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอน เพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก ลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา เมื่อลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้ จะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไป และสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอโทรทัศน์ได้ [31] ซึ่งจากการศึกษาด้วยเทคนิค SEM จะทำให้ทราบถึงลักษณะสัณฐานวิทยาของเม็ด polyHIPEs ลักษณะเครื่อง SEM แสดงดังในรูปที่ 3.6

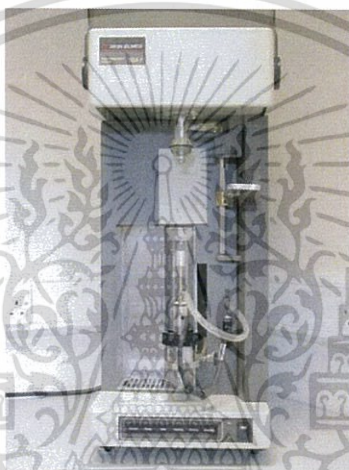


รูปที่ 3.6 เครื่อง scanning electron microscope (SEM) [32]

3.6.2 การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน (Thermogravimetric analysis; TGA)

การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุโดยใช้ TGA เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุโดยเฉพาะพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อน โดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องซึ่งมีความไวสูง โดยลักษณะเครื่อง TGA ดังแสดงในรูปที่ 3.7 เทคนิคนี้เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือการระเหยของน้ำ การตกผลึก การเปลี่ยนวิวัฒนาการ การสลายตัวของวัสดุ และการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน ในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค TGA ตัวอย่างจะถูกรวบรวมบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยอุปกรณ์ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในที่ใช้อาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการสลายตัวหรือการเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ ของสารตัวอย่าง [33] ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาโดยใช้สภาวะทดสอบคือ ทำการทดสอบในสภาวะบรรยากาศไนโตรเจน โดยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ คือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และเริ่มต้นการศึกษาที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.7 เครื่อง thermogravimetric analysis (TGA) [34]

3.6.3 การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Visible spectrophotometer; UV-Vis)

การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Vis spectroscopy) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สารโดยอาศัยหลักการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ต (ยูวี) ถึงช่วงวิสิเบิล ความยาวคลื่นประมาณ 190-1000 nm ส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อนหรือสารอนินทรีย์ ทั้งที่มีสีและไม่มีสี สารแต่ละชนิดจะดูดกลืนรังสีในช่วงความยาวคลื่นที่แตกต่างกัน และปริมาณการดูดกลืนรังสีก็ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารนั้น การดูดกลืนแสงของสารต่าง ๆ เป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นของสาร เมื่อสารมีความเข้มข้นมากจะดูดกลืนพลังงานแสงได้มาก ในทางตรงข้ามหากสารมีความเข้มข้นน้อยก็จะดูดกลืนพลังงานแสงได้น้อย จึงสามารถใช้วิเคราะห์ได้ในเชิงคุณภาพและปริมาณ เป็นเทคนิคที่ให้สภาพไวที่ดีและใช้กันอย่างแพร่หลาย ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) และค่าความยาวคลื่น (wavelength) เมื่อทราบค่าการดูดกลืนแสงจากสารตัวอย่างแล้วจะสามารถทราบความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้จากการเทียบกราฟมาตรฐาน [35]

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาโดยใช้สภาวะทดสอบ คือ ศึกษาการดูดซับสีของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs สารละลายเมทิลีนบลูที่มีความเข้มข้น 15 ppm ที่อุณหภูมิห้อง และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ใช้สารละลายเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 0.00 2.00 4.00 6.00 8.00 และ 10.00 ppm สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน



รูปที่ 3.8 เครื่อง UV-Visible spectrophotometer (UV-Vis) [36]

3.6.4 การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectrometer; AAS)

การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรสโกปี (AAS) เทคนิค AAS เป็นเทคนิคที่สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณโลหะได้มากถึง 70 ธาตุ ระดับความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้อยู่ในระดับ ppm (part per million; หนึ่งในล้านส่วน) ลักษณะเครื่อง AAS ดังแสดงในรูปที่ 3.9 หลักการของเทคนิคนี้ คือ อิเล็กตรอนที่อยู่ภายในอะตอม เมื่อได้รับพลังงานจะดูดกลืนพลังงาน และเปลี่ยนวงโคจรไปอยู่ในวงโคจรใหม่ที่ระดับพลังงานสูงขึ้นกว่าเดิม ซึ่งพลังงานที่ให้กับอะตอมจะเป็นพลังงานแสงที่มีความจำเพาะกับธาตุแต่ละชนิด โดยค่าการดูดกลืนแสงมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความเข้มข้นของโลหะ เมื่อโลหะมีความเข้มข้นมากจะดูดกลืนพลังงานแสงได้มาก ในทางตรงข้ามหากโลหะมีปริมาณน้อยก็จะดูดกลืนพลังงานแสงได้น้อย เป็นไปตามกฎของเบียร์แลมเบิร์ต (Beer-Lambert law) ในการวิเคราะห์จะทำการเปลี่ยนรูปของโลหะที่ปนอยู่ในสารละลายตัวอย่างให้กลายเป็นอะตอมโดยใช้พลังงานจากเปลวไฟด้วยส่วนสร้างอะตอม (atomizer) อะตอมที่เกิดขึ้นจะดูดกลืนพลังงานแสงที่ได้จากแหล่งกำเนิดแสง (radiation source) หลังจากนั้นแสงที่ผ่านการดูดกลืนแล้วจะถูกเลือกเฉพาะความยาวคลื่นที่จำเพาะกับธาตุแต่ละชนิด และถูกตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัด (detector) เพื่อเปลี่ยนจากสัญญาณแสงเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า จากนั้นเข้าไปที่หน่วยขยายสัญญาณ (amplifier) และถูกประมวลผลด้วยคอมพิวเตอร์ (signal processor) เมื่อทราบค่าการดูดกลืนแสงจากสารตัวอย่างแล้วจะสามารถทราบความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้จากการเทียบกราฟมาตรฐาน [37]

ในโครงการพิเศษนี้ ได้ทำการศึกษาโดยใช้สภาวะทดสอบ คือ ศึกษาการดูดซับโลหะหนักของเม็ดตัวสดูดผสม polyHIPEs สารละลายเหล็กซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 15 ppm ที่อุณหภูมิห้อง และใช้สารละลายเหล็กซัลเฟตความเข้มข้น 0.1 0.5 1 2.00 และ 3 ppm สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน



รูปที่ 3.9 เครื่อง atom absorption spectrometer (AAS) [38]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

ในบทนี้นำเสนอผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs โดยได้ศึกษาผลของชนิดสารเพิ่มความคงตัวในตัวกลางการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันในการเกิดเป็นเม็ดของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และผลของชนิดของสารเติมแต่งที่แตกต่างกัน ได้แก่ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา แมกนีเซียม-ออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ เพื่อใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs จากนั้นนำเม็ดวัสดุที่สังเคราะห์ได้ไปศึกษาสมบัติทางกายภาพ สัณฐานวิทยา และสมบัติการดูดซับสีย้อมและโลหะหนักตามลำดับ

4.1 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs

4.1.1 การศึกษาชนิดสารละลายตัวกลางที่ช่วยเพิ่มความคงตัวในการเกิดเป็นเม็ดของเม็ดวัสดุ polyHIPEs

4.1.1.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs โดยเริ่มจากการเตรียมอิมัลชัน HIPEs ด้วยระบบอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil emulsion; W/O) โดยใช้อัตราส่วนวัฏภาคสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคน้ำร้อยละ 20 ต่อ 80 โดยปริมาตร โดยใช้สารตั้งต้นในปริมาณดังแสดงในตารางที่ 3.1 จากนั้นได้นำอิมัลชัน HIPEs ที่ได้ไปหยดในสารละลายตัวกลางที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแล้วได้เป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ขึ้น โดยได้ศึกษาผลของการใช้สารละลายตัวกลางเพื่อเพิ่มความคงตัวของหยดอิมัลชัน HIPEs ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน เพื่อให้สามารถระบุและเกิดเป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่แตกต่างกัน ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน (DI water) โพลีไดแอลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยปริมาตร เมื่อนำเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.1 พบว่าเมื่อใช้สารละลายตัวกลางเพื่อเพิ่มความคงตัวของหยดอิมัลชัน HIPEs ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเป็นน้ำปราศจากไอออน ทำให้ได้เม็ดวัสดุที่มีขนาดใหญ่ มีลักษณะคล้ายโฟม และมีความเป็นขอล็กปานกลาง โดยความเป็นขอล็กสามารถอธิบายได้จากลักษณะของผิววัสดุที่มีความร่วนเป็นผง เมื่อเปลี่ยนชนิดของสารเพิ่มความคงตัวเป็น PDDAC ซึ่งเป็นสารในกลุ่มพอลิอิเล็กโทรไลต์ (polyelectrolyte) พบว่าเม็ดวัสดุที่ได้มีขนาดเล็ก และความเป็นขอล็กลดลง และเมื่อเปลี่ยนสารเพิ่มความคงตัวเป็น PVA พบว่าเม็ดวัสดุมีขนาดเล็ก เกาะกลุ่มเป็นก้อน ไม่สม่ำเสมอและถูกห่อหุ้มด้วยชั้นเคลือบของ PVA ที่มีลักษณะคล้ายกาว ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากการระเหยของน้ำระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่มีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียสด้วย จึงทำให้ PVA มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นจนเกิดเป็นชั้นเคลือบที่เคลือบผิวภายนอกเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเมื่อใช้สารเพิ่มความคงตัวเป็น

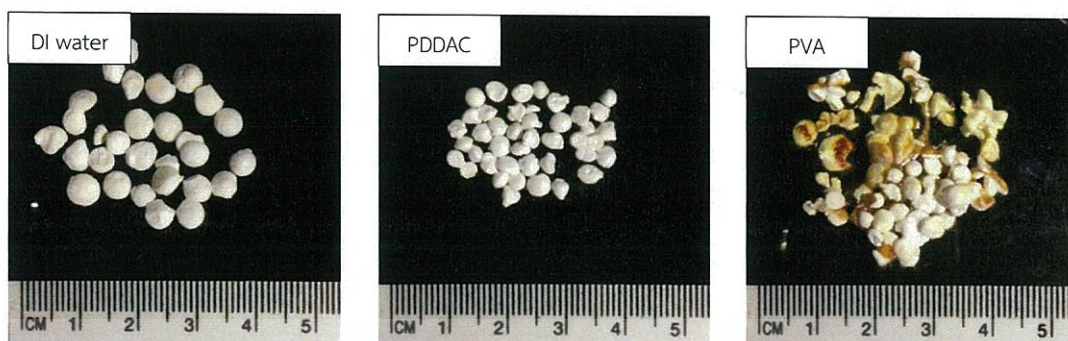
SDS พบว่าหยดอิมัลชัน HIPEs ที่หยดลงไปเกิดการละลายในสารเพิ่มความคงตัว ทำให้ไม่สามารถขึ้นรูปเป็นเม็ดวัสดุได้ ซึ่งเป็นผลมาจากค่าความสมดุลระหว่างกลุ่มชอบน้ำและชอบน้ำมัน (hydrophil-lipophile balance, HLB) ซึ่งเป็นค่าที่แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างหมู่ที่ชอบน้ำ (hydrophilic) และหมู่ที่ชอบน้ำมัน (lipophilic) ของตัวทำอิมัลชัน โดย SDS มีค่า HLB ประมาณ 40 [39] โดยอยู่ในช่วง 15 - 40 ซึ่งเป็นช่วงของสารที่ช่วยในการละลาย (solubilizers) ให้วัฏภาคน้ำและวัฏภาคอินทรีย์ให้ละลายเข้ากันได้ดี ทำให้อิมัลชัน HIPEs ที่หยดลงไปเกิดการกระจายตัวในสารเพิ่มความคงตัวชนิด SDS จึงไม่สามารถคงรูปเป็นเม็ดได้

จากผลของการสังเกตลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs พบว่าสารละลายตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันที่ช่วยเพิ่มความตัวของหยดอิมัลชัน HIPEs ให้สามารถคงรูปเป็นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ได้ คือ น้ำปราศจากไอออน และ PDDAC โดยเมื่อเปรียบเทียบขนาดของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากหยดอิมัลชัน HIPEs เริ่มต้นที่มีขนาดที่เท่ากัน พบว่าการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนจะทำให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีขนาดเม็ดเฉลี่ยใหญ่กว่าการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ดังแสดงผลในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวที่เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแตกต่างกัน

สารเพิ่มความคงตัว	ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้	ช่วงขนาดของเม็ดวัสดุ (mm)	ค่าเฉลี่ยของเม็ดวัสดุ (mm)
DI water	เป็นเม็ดขนาดใหญ่ สีขาว ลักษณะคล้ายโฟม มีความเป็นขอล็กปานกลาง	3.5 – 6.0	4.75 ± 1.25
PDDAC	เป็นเม็ดขนาดเล็ก สีขาว ลักษณะคล้ายโฟม มีความเป็นขอล็กน้อย	2.5 – 4.0	3.25 ± 0.75
PVA	เป็นเม็ดขนาดเล็ก สีขาว มีชั้นเคลือบที่มีลักษณะคล้ายกาวปกคลุมที่ผิว	1.0 – 6.0	3.50 ± 2.50
SDS	ไม่สามารถขึ้นรูปได้	-	-

หมายเหตุ ความเป็นขอล็กอธิบายได้จากลักษณะของผิววัสดุที่มีความร่วนเป็นผง



รูปที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายตัวกลางที่มีการเติมสารเพิ่มความคงตัวชนิดต่าง ๆ (a) น้ำปราศจากไอออน (b) PDDAC และ (c) PVA

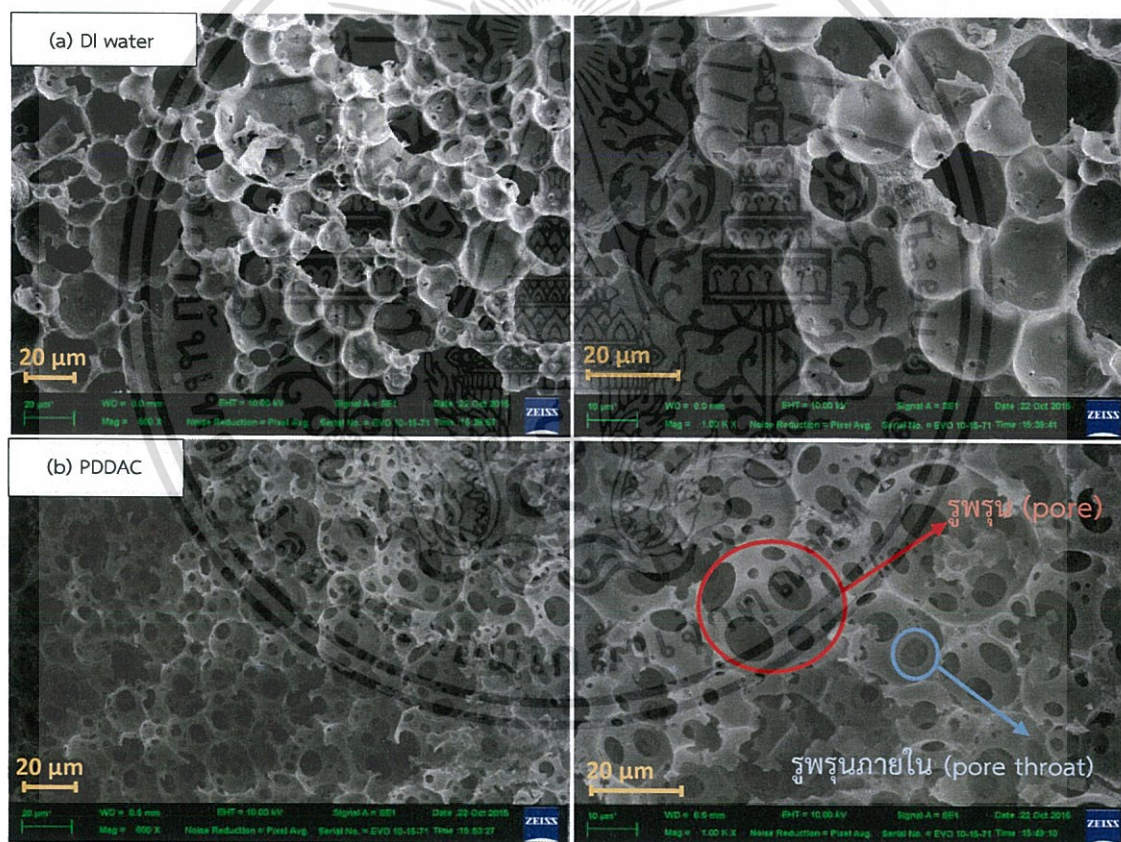
4.1.1.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวที่เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแตกต่างกัน คือ น้ำปราศจากไอออน และ PDDAC ที่กำลังขยาย 500 เท่า และ 1000 เท่า พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวทั้ง 2 ชนิด มีลักษณะที่แตกต่างกัน จากการใส่สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs มีลักษณะเป็นโฟมพอลิเมอร์ที่มีรูพรุนแบบกึ่งเปิด (semi-open pore) (โดยรูพรุนแบบกึ่งเปิด หมายถึง ลักษณะของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีรูพรุนภายในขนาดเล็ก) โดยรูพรุนที่เกิดขึ้นมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอกัน จากการวัดขนาดรูพรุนโดยใช้โปรแกรมอิมเมจ (image) [40] มีขนาดรูพรุน (pore size) และรูพรุนภายใน (pore throat) เฉลี่ยอยู่ที่ $24.76 \pm 5.33 \mu\text{m}$ และ $1.82 \pm 0.50 \mu\text{m}$ ตามลำดับ สำหรับการใส่สารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC พบรูพรุนที่มีลักษณะซับซ้อน คือ มีรูพรุนเปิด (open pore) ขนาดเล็กอยู่ภายใน ดังแสดงในรูปที่ 4.2 (b) และขนาดของรูพรุนและรูพรุนภายใน (pore throat) โดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่วัดได้จากภาพถ่าย SEM มีขนาด $25.99 \pm 3.49 \mu\text{m}$ และ $5.37 \pm 0.37 \mu\text{m}$ ตามลำดับ การที่เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวที่เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันชนิด PDDAC มีขนาดของรูพรุนและรูพรุนภายในที่สูงกว่าการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน เนื่องจาก PDDAC เป็นพอลิเมอร์ที่มีประจุบวกตามโครงสร้างที่แสดงในรูปที่ 2.8 ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารเพิ่ม-ความคงตัวของหยดอิมัลชัน HIPEs ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ได้จากการหันด้านที่มีประจุบวกเข้าหาหยดอิมัลชัน ซึ่งทำให้เกิดเป็นสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนไม่มีขั้วที่มีความเกาะกั๊อมรอบอยู่ภายนอกหยดอิมัลชัน HIPEs จึงทำให้หยดอิมัลชัน HIPEs คงสภาพเป็นเม็ดอยู่ได้ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน นอกจากนั้นการใช้ PDDAC ยังทำให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีลักษณะเป็นรูพรุนแบบเปิดและมีขนาดเล็กกว่าการใช้น้ำปราศจากไอออน ซึ่งน่าจะมีส่วนมาจากการที่น้ำที่อยู่ภายในอิมัลชัน HIPEs เกิดการแพร่ออกมาระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน จึงทำให้เนื้อของเม็ดวัสดุเกิดการแน่นตัวมากขึ้น สำหรับเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนที่สามารถคงสภาพเป็นเม็ดอยู่ได้และมีโครงสร้างภายในเป็นรูพรุนแบบกึ่งเปิดนั้นมีสาเหตุมาจาก

หดยดิมัลชัน HIPEs มีวิภูภคภคยนอกเป็นวิภูภคคอินทริยที่ไมมีขั้วทำใหหดยดิมัลชัน HIPEs ยังคงรูปอยู่ในสารเพิ่มคคต้วขนิคนี้้ำปราศจากไอออนที่เป็นโมเลกุลมีขั้วขณะเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ และการที่น้ำไม่สามารถแพร่ออกมาจากหดยดิมัลชัน HIPEs ในระหว่างการเกิดพอลิเมอไรเซชันได้ ทำใหเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มคคต้วขนิคนี้้ำปราศจากไอออนมีขนาดใหญ่มากกว่าขนิค PDDAC

ตารางที่ 4.2 แสดงขนาดของรูพรุน (pore size) และรูพรุนภายใน (pore throat) โดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุ polyHIPEs

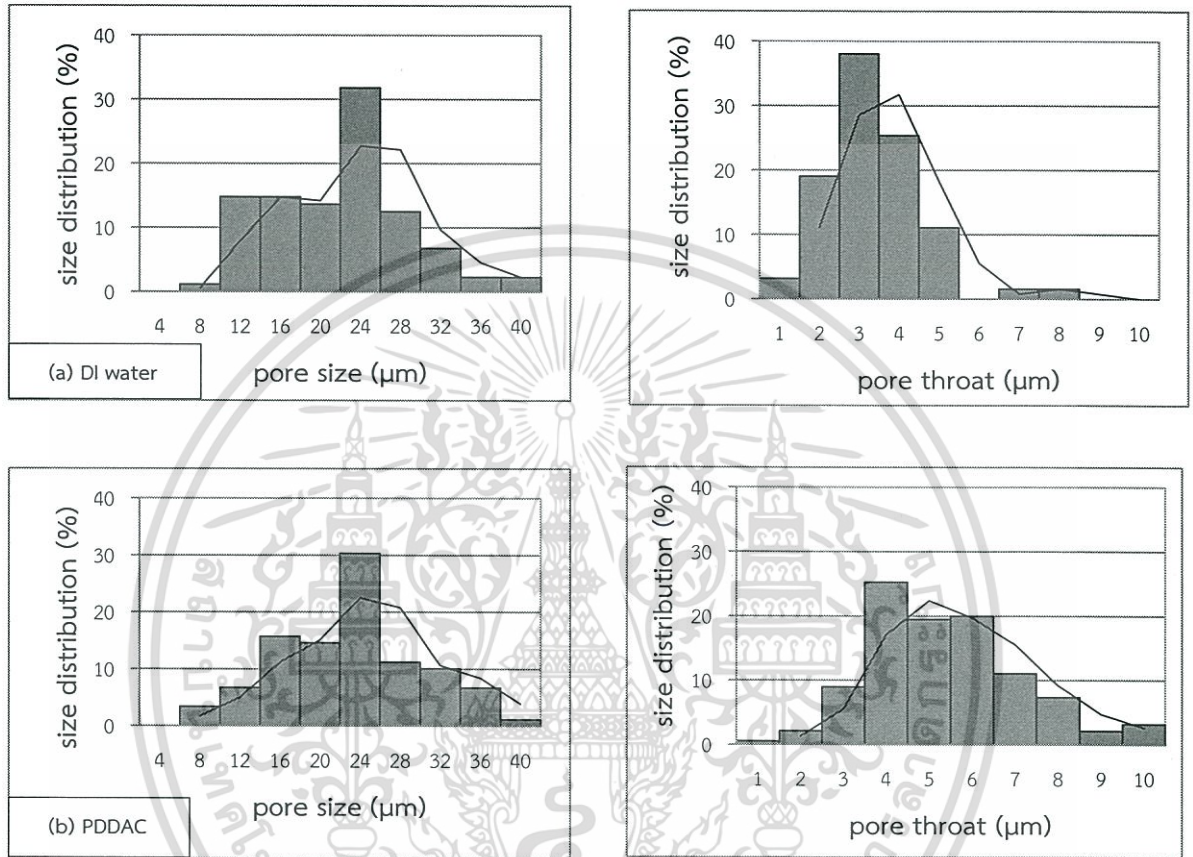
สารตัวกลาง	Pore size \pm SD (μm)	Pore throat size \pm SD (μm)
DI water	24.76 \pm 5.33	1.82 \pm 0.50
PDDAC	25.99 \pm 3.49	5.37 \pm 0.37



รูปที่ 4.2 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เตรียมได้จากการใช้สารละลายตัวกลางที่เพิ่มคคต้วในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแตกต่างขนิคกัน (a) น้ำปราศจากไอออน และ (b) PDDAC (ด้านซ้ายกำลังขยาย 500 เท่า และด้านขวากำลังขยาย 1000 เท่า)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.3 เปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของเม็ดวัสดุ polyHIPEs เมื่อสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวทั้งสองชนิด คือ น้ำปราศจากไอออน และ PDDAC พบว่าขนาดของรูพรุน (pore size) มีลักษณะการกระจายตัวของรูพรุนคล้ายกัน และขนาดของรูพรุนภายในที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC มีแนวโน้มการกระจายตัวกว้างกว่าเม็ดวัสดุที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน



รูปที่ 4.3 แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของรูพรุนของเม็ดวัสดุ polyHIPEs (a) น้ำปราศจากไอออน และ (b) PDDAC (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))

4.2 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

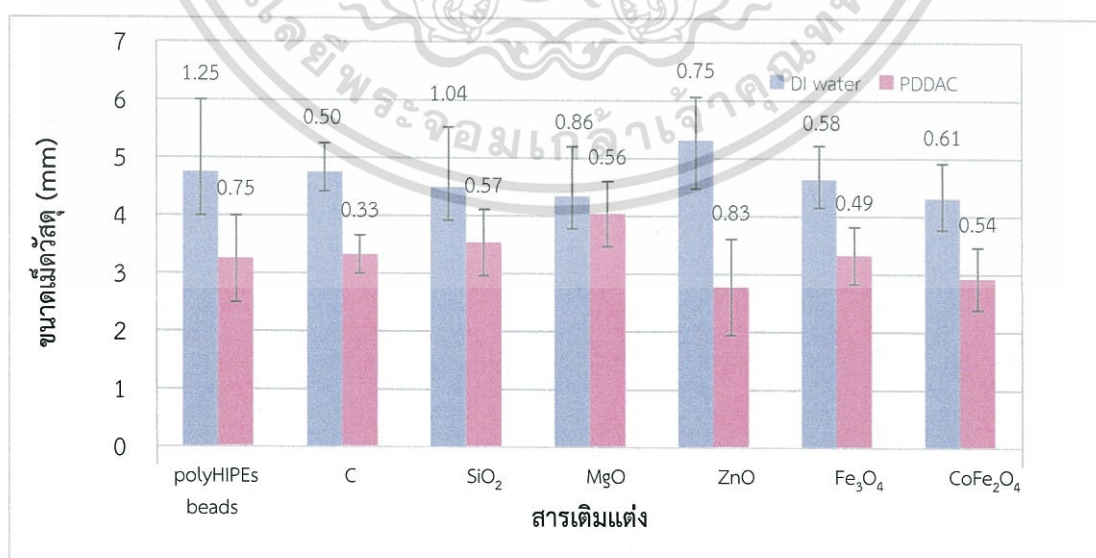
หลังทำการศึกษาผลของชนิดสารละลายตัวกลางที่ช่วยเพิ่มความคงตัวในการเกิดเป็นเม็ดของเม็ดวัสดุ polyHIPEs แล้ว ได้ทำการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสมด้วยการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ คือ ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ซิลิกา (SiO_2) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) ในปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และได้ผลการศึกษาสสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

4.2.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต

จากการสังเกตลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งต่างชนิดกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.4 พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดซิลิกา (SiO_2) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ได้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีสีขาว ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) ได้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีสีเทา ดังแสดงในรูปที่ 4.5 เมื่อเปรียบเทียบกันแล้วเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งนั้นมีความเป็นขอล็กมากกว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่ง โดยเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนมีความเป็นขอล็กมากกว่าในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ซึ่งสารเติมแต่งที่ส่งผลให้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs มีความเป็นขอล็กมากที่สุด คือ ซิลิกาและซิงค์ออกไซด์ เมื่อเปรียบเทียบขนาดเม็ดโดยเฉลี่ยแล้วพบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากหยดอิมัลชัน HIPEs เริ่มต้นที่เท่ากัน มีขนาดที่เล็กกว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่ง เนื่องจากสารเติมแต่งทำให้อิมัลชัน HIPEs มีความหนืดเพิ่มขึ้น เมื่อเปรียบเทียบเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งพบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เตรียมได้ ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC มีขนาดที่เล็กกว่าที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน ซึ่งผลที่ได้มีแนวโน้มเดียวกันกับขนาดของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนและ PDDAC ที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่ง ดังที่ได้อธิบายก่อนหน้านี้นี้ เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด Fe_3O_4 และ CoFe_2O_4 แสดงสมบัติแม่เหล็กโดยถูกดูดติดด้วยแม่เหล็กดังแสดงในรูปที่ 4.6

ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

สารเพิ่มความคงตัว	สารเติมแต่ง	ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้	ขนาดของเม็ดวัสดุ (mm)
DI water	-	มีสีขาว ความเป็นขอล็กปานกลาง	4.87 ± 0.47
	Activated carbon, C	มีสีเทา ความเป็นขอล็กปานกลาง	4.75 ± 0.50
	SiO ₂	มีสีขาว ความเป็นขอล็กมาก	4.49 ± 1.04
	MgO	มีสีขาว ความเป็นขอล็กมาก	4.34 ± 0.86
	ZnO	มีสีขาว ความเป็นขอล็กมาก	5.31 ± 0.75
	Fe ₃ O ₄	มีสีเทา ความเป็นขอล็กปานกลาง มีสมบัติแม่เหล็ก	4.64 ± 0.58
	CoFe ₂ O ₄	มีสีเทา ความเป็นขอล็กมาก มีสมบัติแม่เหล็ก	4.31 ± 0.61
PDDAC	-	มีสีขาว ความเป็นขอล็กน้อย	3.35 ± 0.34
	Activated carbon, C	มีสีเทา ความเป็นขอล็กปานกลาง	3.33 ± 0.33
	SiO ₂	มีสีขาว ความเป็นขอล็กมาก	3.54 ± 0.57
	MgO	มีสีขาว ความเป็นขอล็กมาก	4.04 ± 0.56
	ZnO	มีสีขาว ความเป็นขอล็กมาก	2.78 ± 0.83
	Fe ₃ O ₄	มีสีเทา ความเป็นขอล็กน้อย มีสมบัติแม่เหล็ก	3.33 ± 0.49
	CoFe ₂ O ₄	มีสีเทา ความเป็นขอล็กน้อย มีสมบัติแม่เหล็ก	2.93 ± 0.54



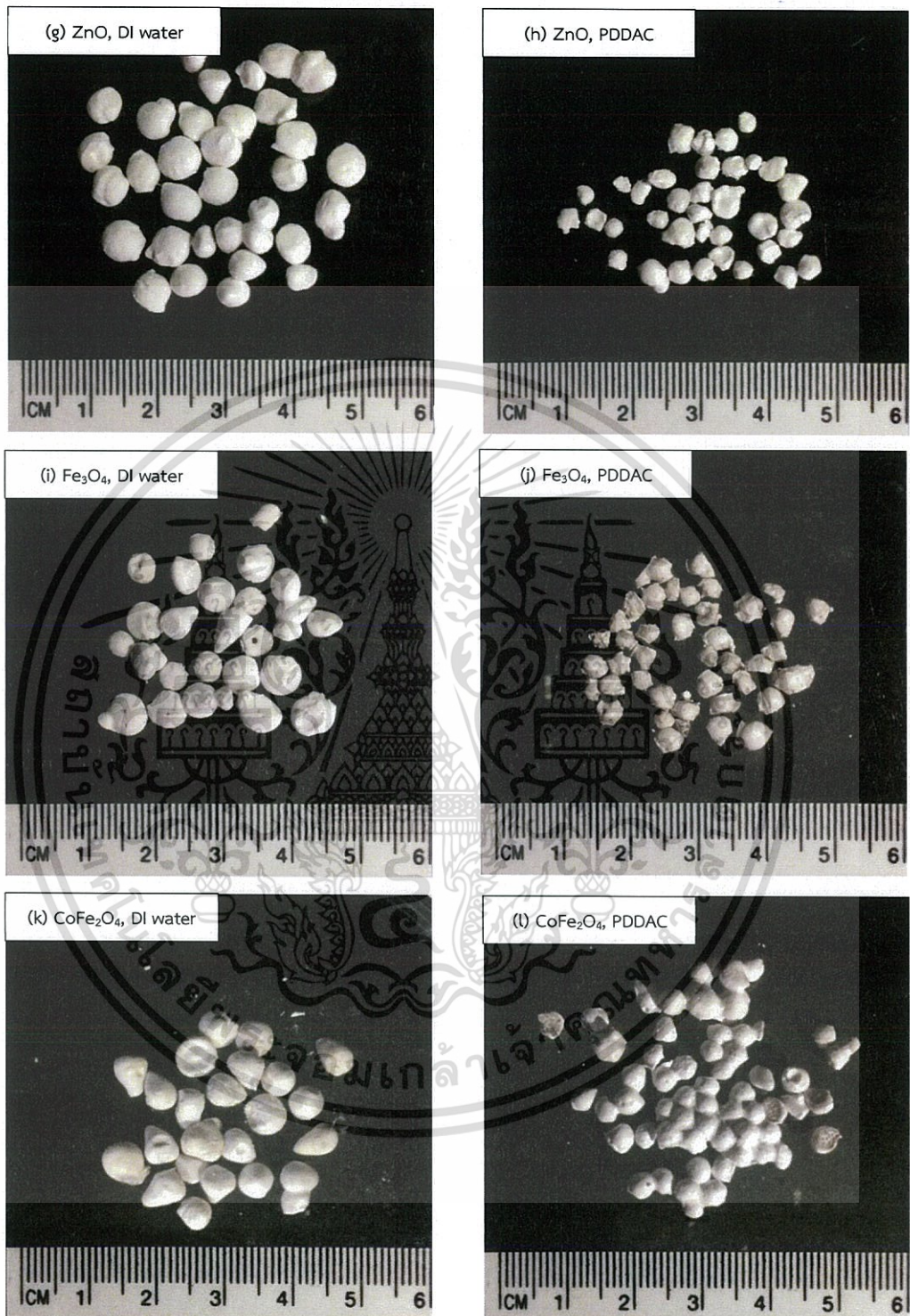
รูปที่ 4.4 แผนภูมิเปรียบเทียบขนาดของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



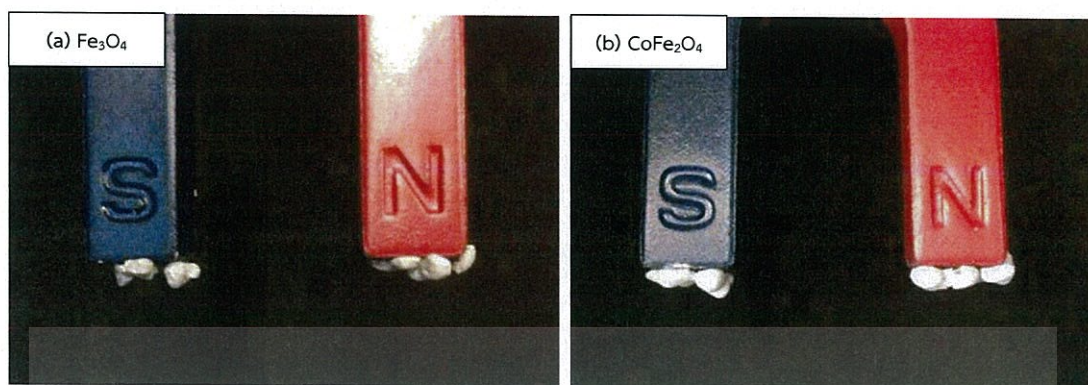
รูปที่ 4.5 (มีต่อ) ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) และ (b) พงถ่ายันกัมมันต์ (c) และ (d) ซิลิกา (e) และ (f) แมกนีเซียมออกไซด์ (ด้านซ้ายสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนและด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 (ต่อ) แสดงลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (g) และ (h) ซิงค์ออกไซด์ (i) และ (j) เหล็กออกไซด์ (k) และ (l) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนและด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 การดูดติดแม่เหล็กของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) เหล็กออกไซด์ และ (b) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC

4.2.2 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)

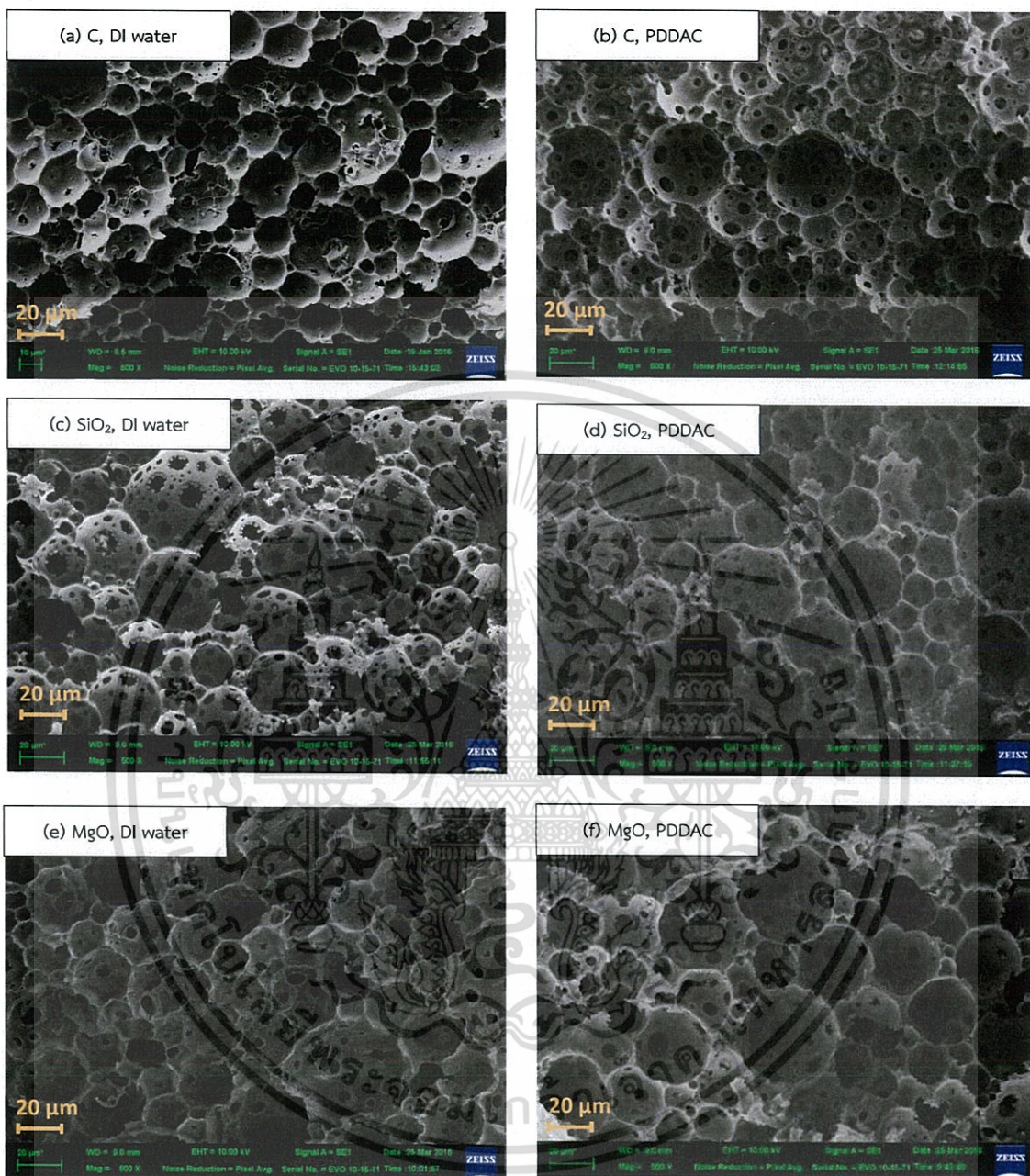
เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM และขนาดรูพรุนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ ซึ่งคือออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ในปริมาณที่เท่ากัน คือ ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ โดยสังเคราะห์ในสารละลายตัวกลางที่เพิ่มความคงตัวในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ 2 ชนิด คือ น้ำปราศจากไอออน และ PDDAC ที่กำลังขยาย 500 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.7 และตารางที่ 4.4 พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ มีลักษณะและจำนวนของรูพรุนภายในที่แตกต่างกัน ซึ่งเป็นผลมาจากชนิดและลักษณะของสารเติมแต่งที่เติมลงไป ทำให้มีผลต่อรอยต่อระหว่างวัฏภาคน้ำและวัฏภาคอินทรีย์ภายในอิมัลชัน HIPEs จึงเกิดเป็นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีโครงสร้างของรูพรุนภายในที่ต่างกัน [42] โดยพบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดผงถ่านกัมมันต์ (ซึ่งเป็นสารเติมแต่งที่สามารถกระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ได้ ดังนั้นจึงไม่ต้องทำการเคลือบด้วยกรดโอเลอิกก่อนเติมลงในวัฏภาคสารอินทรีย์) มีลักษณะโครงสร้างของรูพรุนภายในของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs คล้ายกับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่งทั้งที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC โดยมีลักษณะโครงสร้างของรูพรุนภายในเป็นรูพรุนกึ่งเปิดและรูพรุนเปิดตามลำดับ

สำหรับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดซิลิกา และ ซิงค์ออกไซด์ พบว่าลักษณะโครงสร้างของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC มีลักษณะที่คล้ายคลึงกัน คือ ลักษณะเป็นรูพรุนเปิด ส่วนลักษณะโครงสร้างของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด แมกนีเซียมออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ทั้งสามชนิดมีลักษณะที่คล้ายคลึงกัน คือ ลักษณะเป็นรูพรุนกึ่งเปิด

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์-เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC พบว่ามีขนาดรูพรุนและรูพรุนภายในเฉลี่ยอยู่ในช่วง $21.5 - 26.5 \mu\text{m}$ และ $2.4 - 5.6 \mu\text{m}$ ตามลำดับ โดยเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด ซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ และซิงค์ออกไซด์ ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดซิลิกาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC พบว่ามีขนาดรูพรุนและรูพรุนภายในเฉลี่ยอยู่ในช่วงที่สูงที่สุด

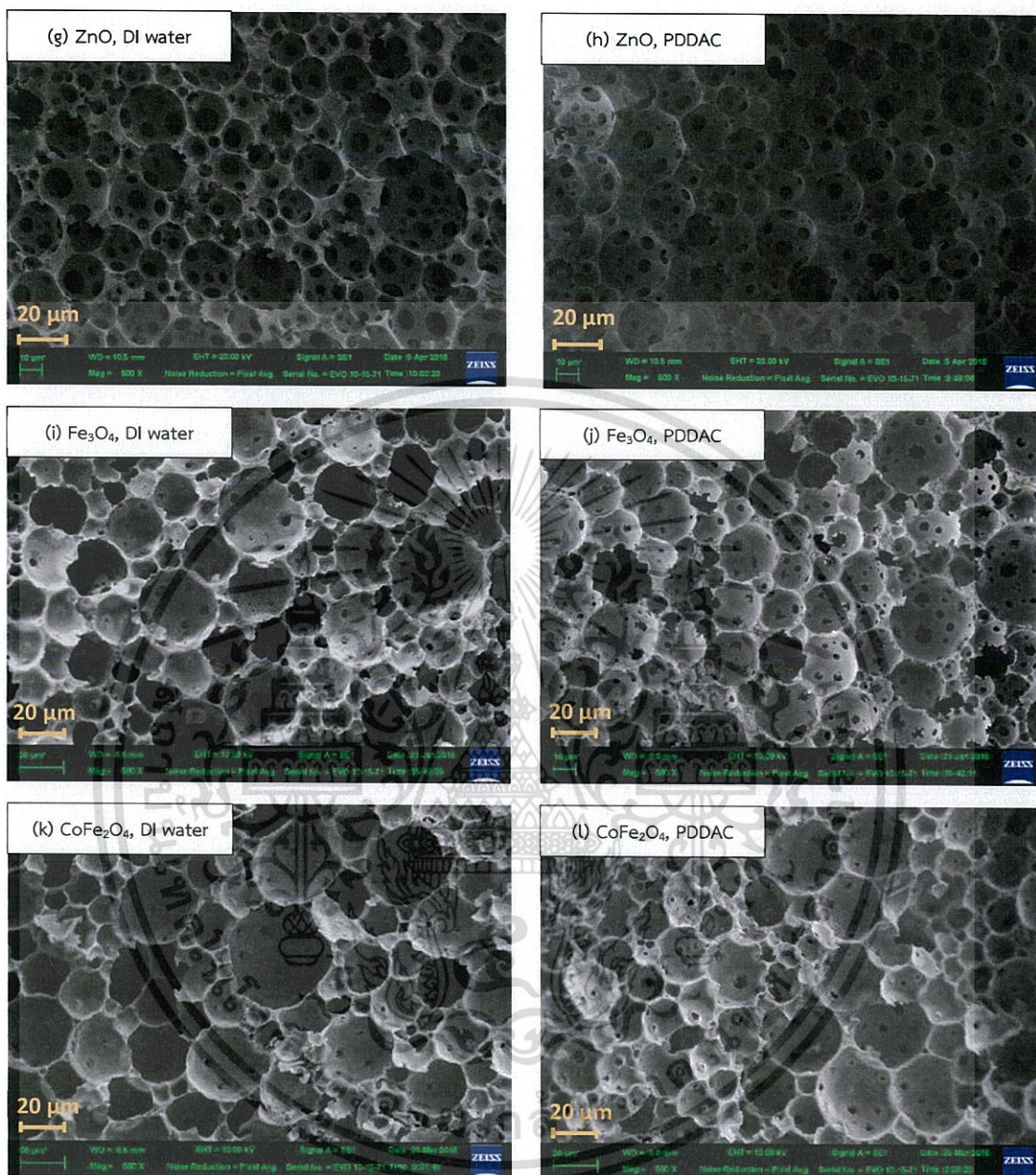


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 (มีต่อ) ภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) และ (b) ผงถ่านกัมมันต์ (c) และ (d) ซิลิกา (e) และ (f) แมกนีเซียมออกไซด์ (ด้านซ้ายสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนและด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

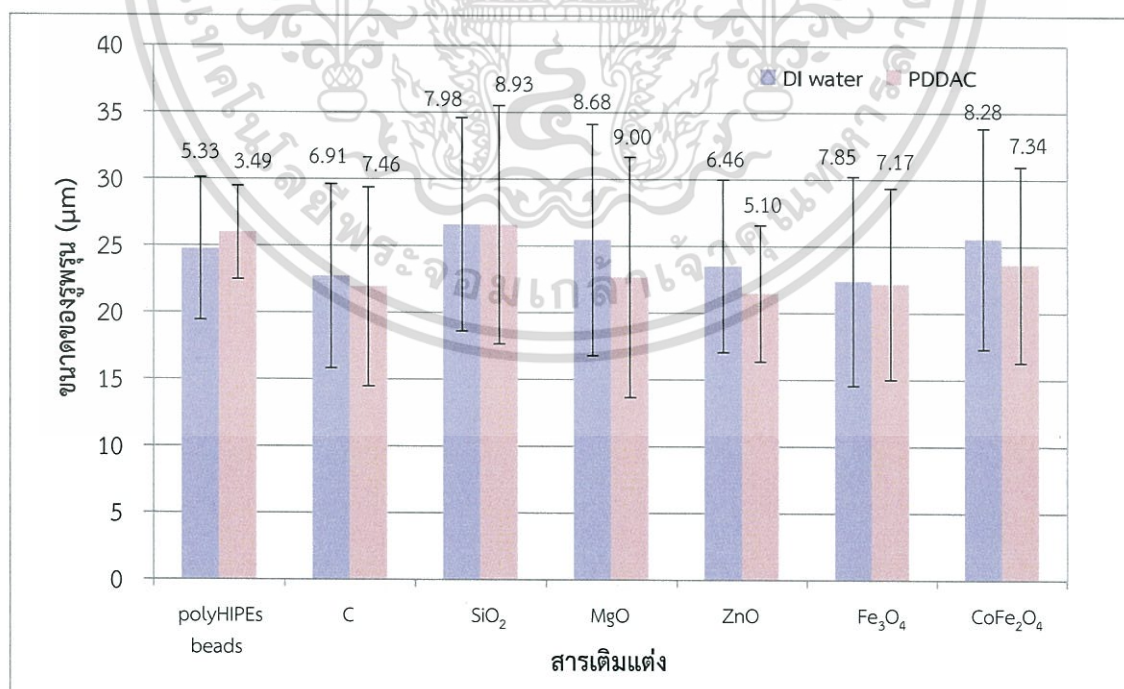


รูปที่ 4.7 (ต่อ) แสดงภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 500 เท่า ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (g) และ (h) ซิงค์ออกไซด์ (i) และ (j) เหล็กออกไซด์ (k) และ (l) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนและด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

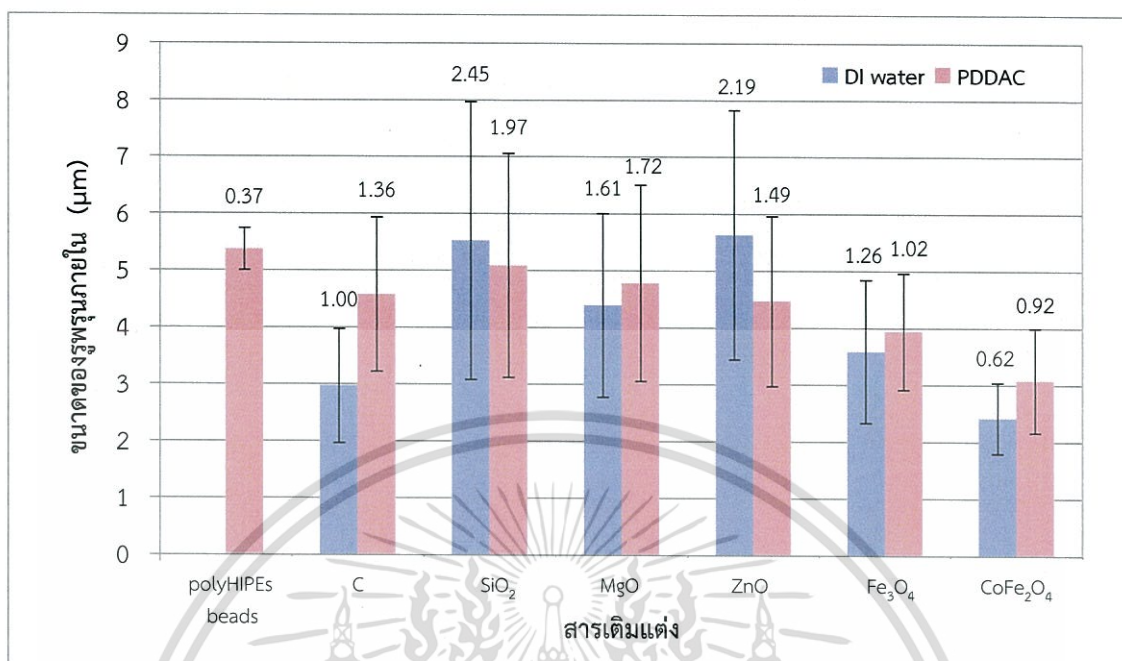
ตารางที่ 4.4 แสดงขนาดของรูพรุน (pore size) และรูพรุนภายใน (pore throat) โดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

สารเพิ่มความคงตัว	สารเติมแต่ง	Pore size \pm SD (μm)	Pore throat \pm SD (μm)
DI water	-	24.76 \pm 5.33	-
	Activated carbon	22.73 \pm 6.91	2.97 \pm 1.00
	SiO ₂	26.61 \pm 7.98	5.53 \pm 2.45
	MgO	25.45 \pm 8.68	4.39 \pm 1.62
	ZnO	23.52 \pm 6.46	5.63 \pm 2.20
	Fe ₃ O ₄	22.84 \pm 7.85	3.588 \pm 1.26
	CoFe ₂ O ₄	25.57 \pm 8.28	2.42 \pm 0.62
PDDAC	-	25.99 \pm 3.49	5.37 \pm 0.37
	Activated carbon	21.93 \pm 7.46	4.58 \pm 1.36
	SiO ₂	26.57 \pm 8.93	5.09 \pm 1.97
	MgO	22.65 \pm 8.99	4.72 \pm 1.72
	ZnO	21.46 \pm 5.10	4.47 \pm 1.49
	Fe ₃ O ₄	22.17 \pm 7.17	3.94 \pm 1.02
	CoFe ₂ O ₄	23.63 \pm 7.34	3.08 \pm 0.92



รูปที่ 4.8 แผนภูมิเปรียบเทียบขนาดเฉลี่ยรูพรุน (pore size) ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

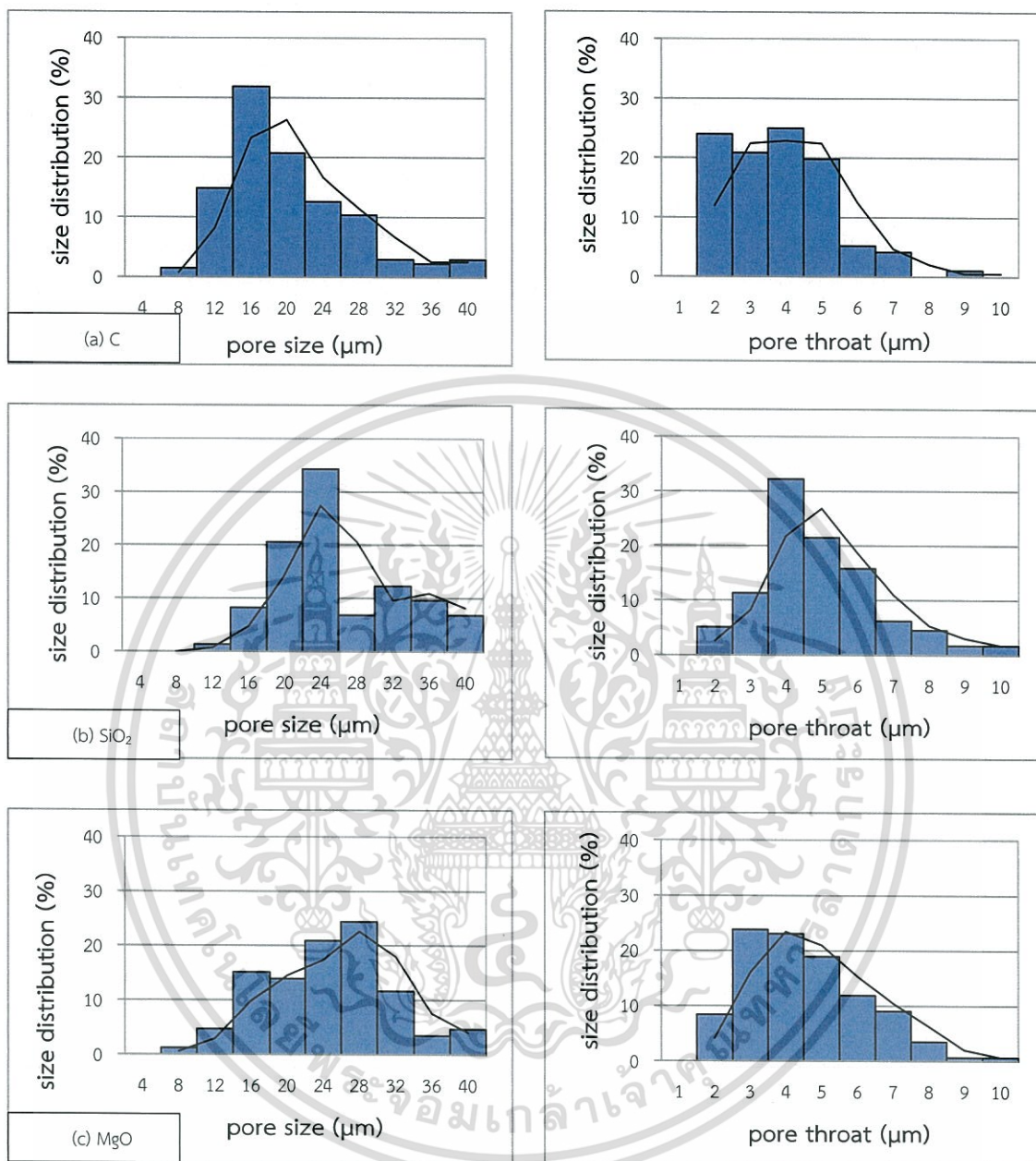
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



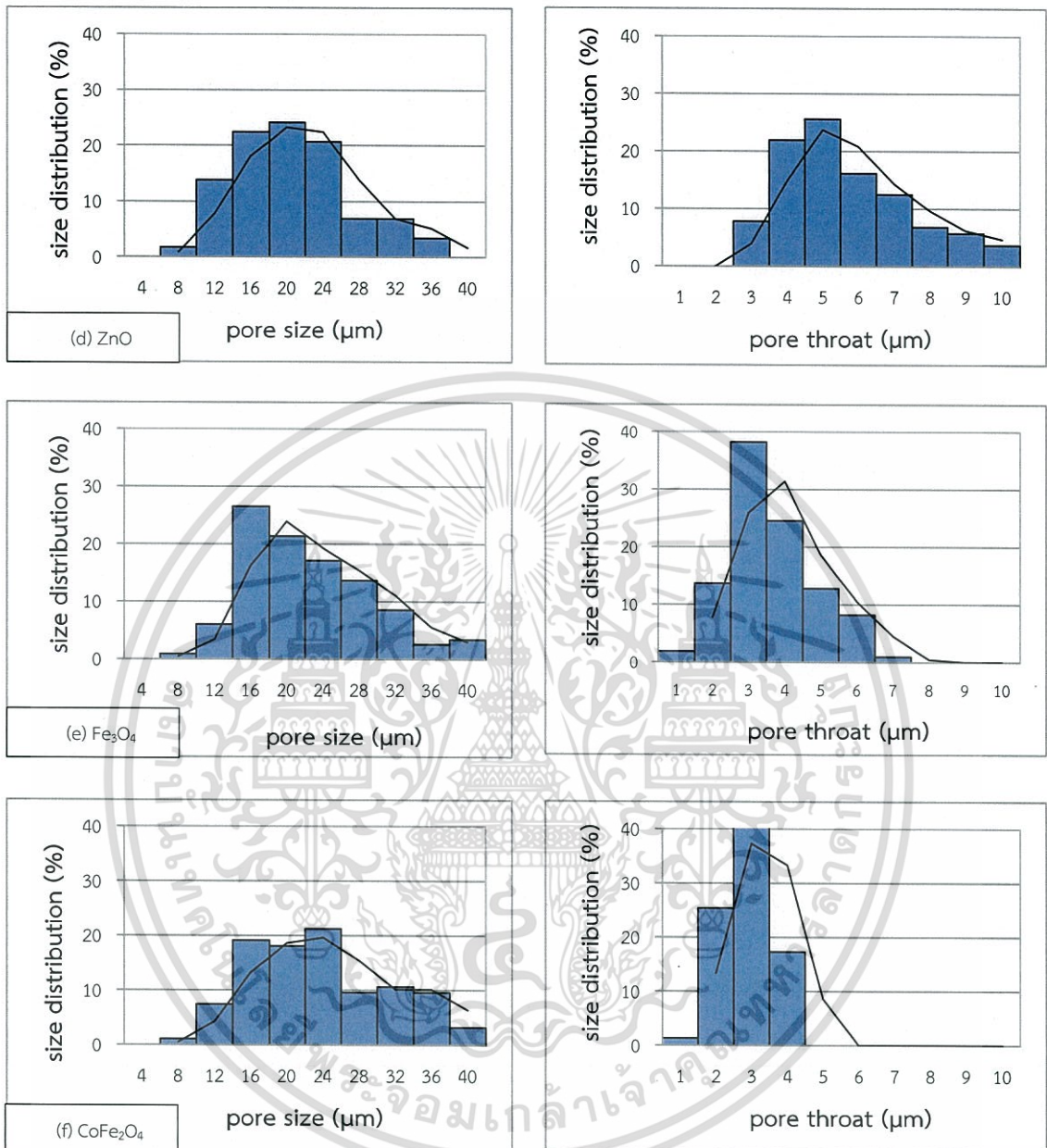
รูปที่ 4.9 แผนภูมิเปรียบเทียบขนาดเฉลี่ยรูพรุนภายใน (pore throat) ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

จากรูป 4.10 ที่แสดงการเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของเม็ดวัสดุชนิดต่าง ๆ ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน พบว่าการกระจายตัวของขนาดรูพรุน และรูพรุนภายในมีแนวโน้มที่มีลักษณะการกระจายตัวที่กว้างใกล้เคียงกันแสดงให้เห็นถึงการมีขนาดรูพรุนและรูพรุนภายในที่มีขนาดที่แตกต่างกัน ยกเว้นสารเติมแต่งชนิดซิลิกาทำให้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs มีแนวโน้มการกระจายตัวของขนาดรูพรุนแคบ นอกจากนี้การเติมสารเติมแต่งชนิดเหล็กออกไซด์และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ส่งผลให้แนวโน้มการกระจายตัวของขนาดรูพรุนภายในมีลักษณะแคบเมื่อเปรียบเทียบกับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดอื่น

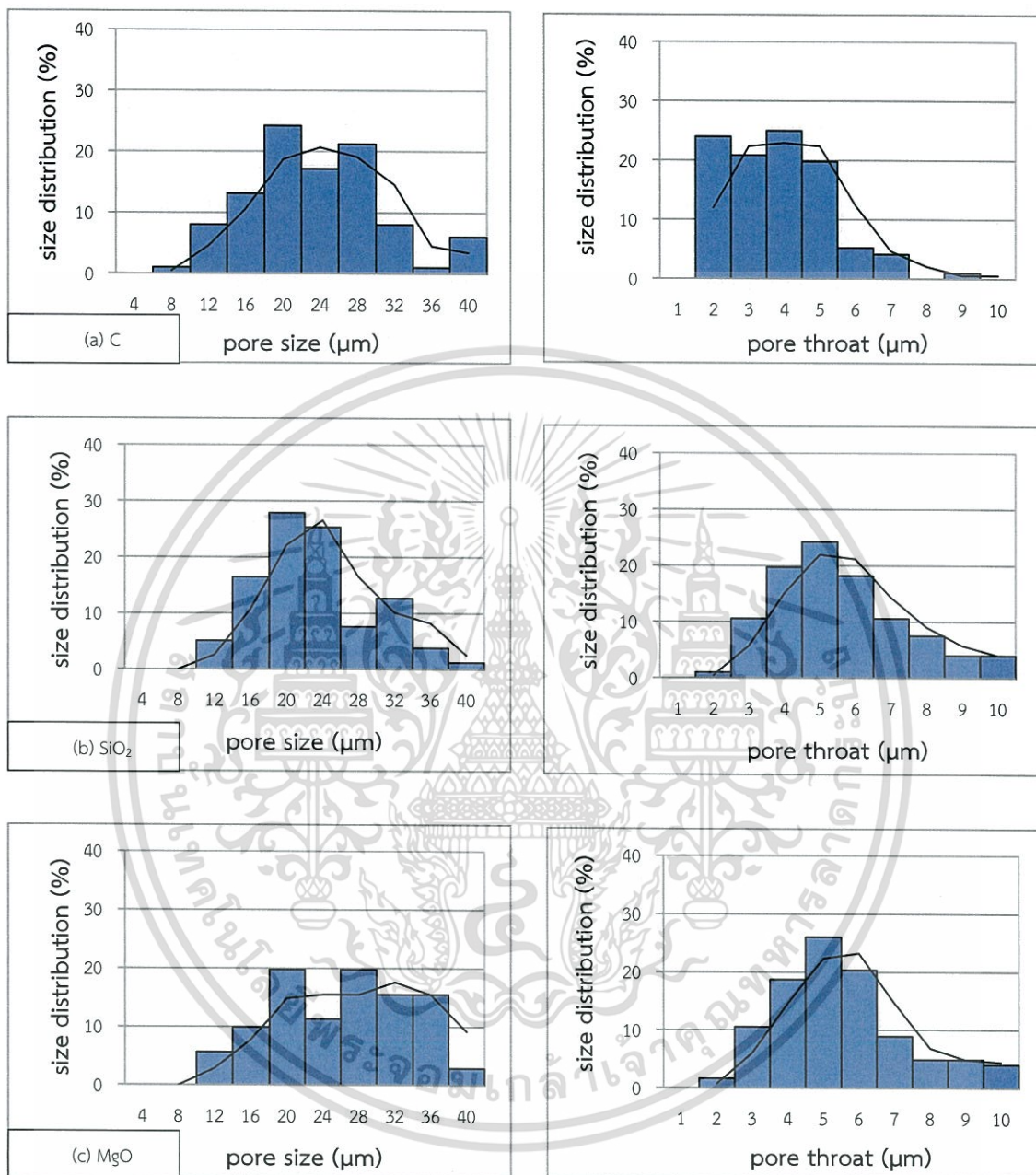
จากรูป 4.11 ที่แสดงการเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของรูพรุนของขนาดเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ พบว่าขนาดของรูพรุน และรูพรุนภายในมีแนวโน้มที่มีลักษณะการกระจายตัวที่กว้างใกล้เคียงกัน ยกเว้นสารเติมแต่งชนิดคาร์บอน และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ทำให้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs มีแนวโน้มการกระจายตัวของขนาดรูพรุนภายในมีขนาดที่แคบ เมื่อเปรียบเทียบกับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดอื่น



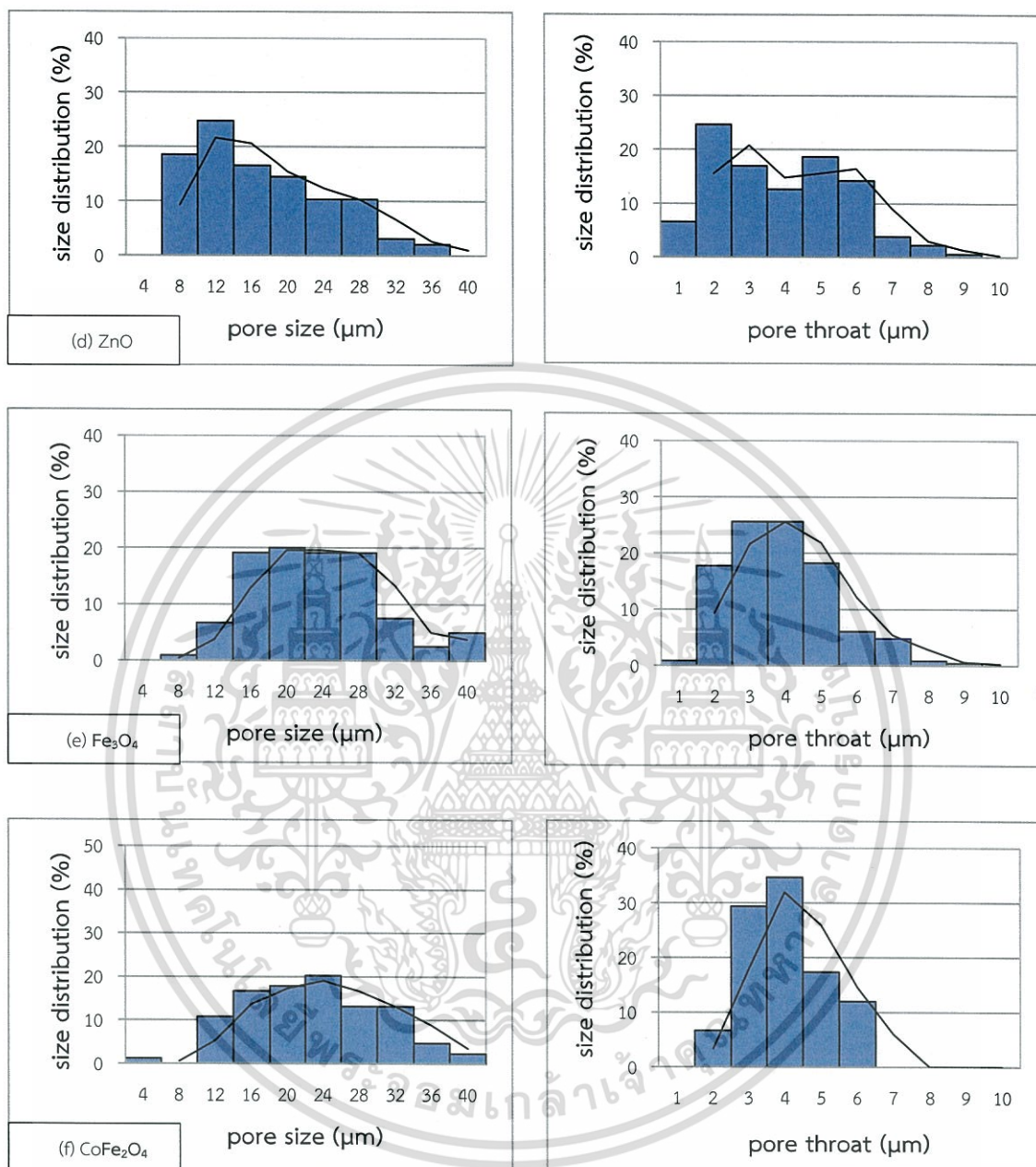
รูปที่ 4.10 (มีต่อ) แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) ผงถ่านกัมมันต์ (b) ซิลิกา และ (c) แมกนีเซียมออกไซด์ (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))



รูปที่ 4.10 (ต่อ) แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPES ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (d) ซิงค์ออกไซด์ (e) เหล็กออกไซด์ และ (f) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))



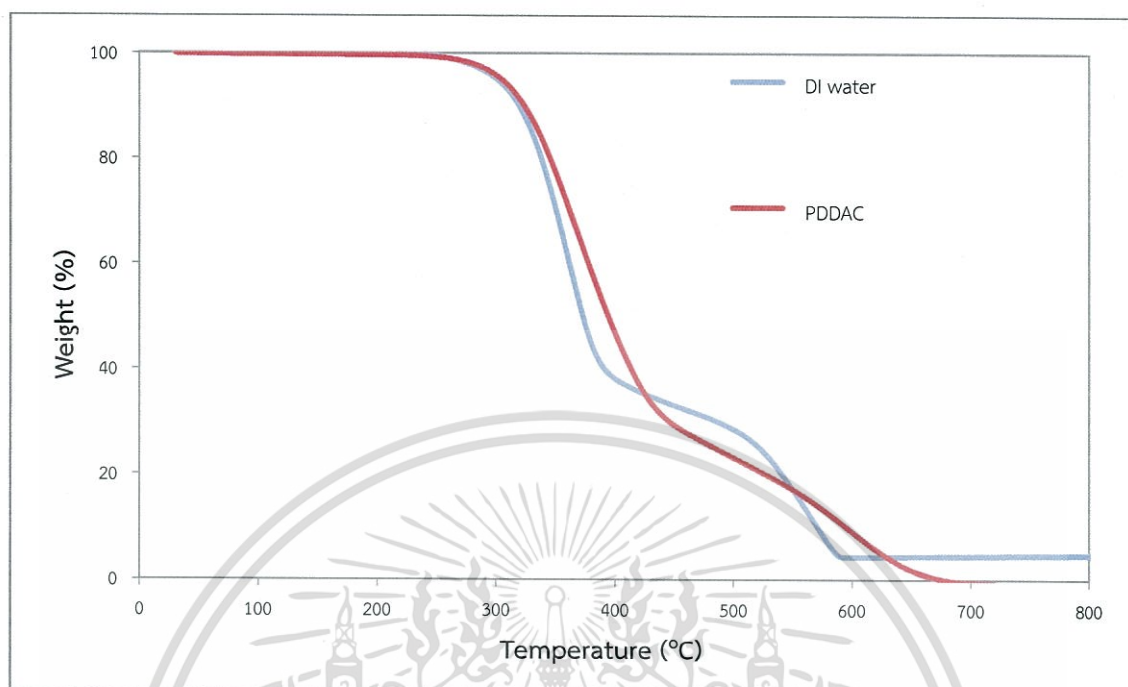
รูปที่ 4.11 (มีต่อ) แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) ผงถ่านกัมมันต์ (b) ซิลิกา และ (c) แมกนีเซียมออกไซด์ (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))



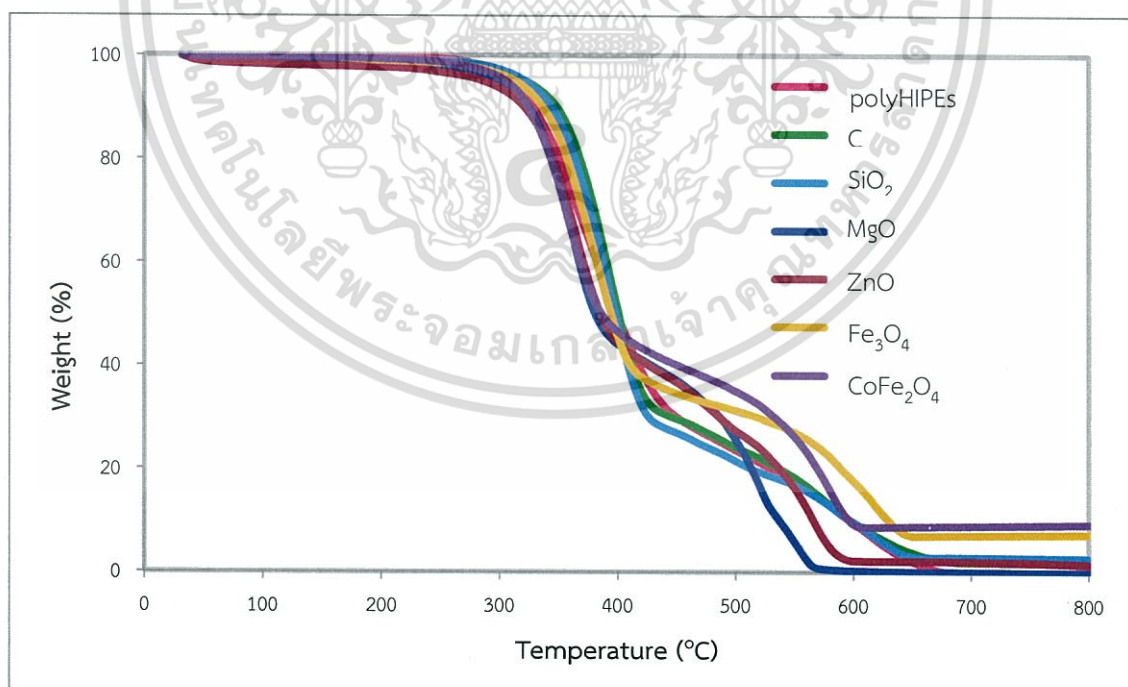
รูปที่ 4.11 (ต่อ) แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการกระจายตัวของรูพรุนของขนาดเม็ดวัสดุผสม polyHIPES ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (d) ซิงค์ออกไซด์ (e) เหล็กออกไซด์ และ (f) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายรูพรุน (pore size) และด้านขวารูพรุนภายใน (pore throat))

4.2.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA)

จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนของเม็ดวัสดุและเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ด้วยเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA) เพื่อวิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารจากอุณหภูมิที่วัสดุเกิดการสลายตัวและน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของสาร โดยการวิเคราะห์แสดงช่วงอุณหภูมิในการสลายตัวและร้อยละของน้ำหนักที่หายไป ดังแสดงในรูปที่ 4.12 4.13 และตารางที่ 4.5 พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารจำพวกไฮโดรคาร์บอนในช่วงอุณหภูมิ 200 – 450 องศาเซลเซียส ส่วนช่วงอุณหภูมิ 450 – 600 องศาเซลเซียส เป็นช่วงการสลายตัวของเก้าคาร์บอนที่ถูกเผาไหม้ โดยจะเห็นว่าอุณหภูมิการสลายตัวของเม็ดวัสดุและวัสดุผสม polyHIPEs ในโครงการพิเศษนี้มีค่าสูงขึ้นจากที่รายงานในงานวิจัยของชลิตา แดงอ่อนและคณะ [4] ที่มีอุณหภูมิการสลายตัวสารประเภทไฮโดรคาร์บอนในช่วง 200 – 400 องศาเซลเซียสและช่วง 400 – 500 องศาเซลเซียสคือช่วงการสลายตัวของเก้าคาร์บอนที่ถูกเผาไหม้ เนื่องจากสัดส่วนโดยปริมาตรของสารตั้งต้นสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนที่ใช้แตกต่างกัน ซึ่งในโครงการพิเศษนี้ใช้อัตราส่วน 40:40 ส่วนงานวิจัยที่กล่าวถึงใช้ 70:10 จึงส่งผลให้เม็ดวัสดุและเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs มีเสถียรภาพทางความร้อนที่เพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้อัตราส่วนของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนที่สูงยังมีส่วนทำให้พบองค์ประกอบบางส่วนของถ่าน (char) คงเหลืออยู่ ซึ่งแสดงช่วงการสลายตัวที่อุณหภูมิสูง ดังเห็นได้จากเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนที่พบน้ำหนักขององค์ประกอบเหลืออยู่หลังอุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ร้อยละ 5.00 โดยน้ำหนัก [44] จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนของเม็ดวัสดุผสมที่เติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่งและเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง มีเสถียรภาพทางความร้อนและอุณหภูมิการสลายตัวที่มีลักษณะไม่แตกต่างกันนัก โดยเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และ โคบอลต์เฟอร์ไรต์ มีร้อยละของน้ำหนักที่เหลืออุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เท่ากับ 2.40 2.70 0.20 2.45 7.50 และ 8.00 โดยน้ำหนักตามลำดับ ดังแสดงในภาคผนวก ค โดยน้ำหนักที่เหลืออยู่หลังการสลายตัวที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส แสดงถึงปริมาณของสารเติมแต่งจำพวกสารประกอบออกไซด์ยกเว้นในกรณีของการเติมสารเติมแต่งชนิดผงถ่านกัมมันต์ โดยอุณหภูมิการสลายตัวของซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เหล็กออกไซด์และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ คือ 2950 3600 2360 1536 และ 1570 องศาเซลเซียส ตามลำดับ [22, 24, 45, 1, 46] เห็นได้ว่าสารเติมแต่งประเภทสารประกอบออกไซด์ทั้งหมดมีอุณหภูมิการสลายตัวมากกว่า 2000 องศาเซลเซียส ดังนั้น ปริมาณองค์ประกอบที่เหลือหลังอุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสอยู่จะแสดงให้เห็นถึงปริมาณของสารเติมแต่งที่กระจายตัวในเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของเม็ดวัสดุ polyHIPEs



รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.5 แสดงอุณหภูมิการสลายตัว (thermal decomposition; Td) ช่วงอุณหภูมิการสลายตัว (thermal decomposition range; Td range) ร้อยละน้ำหนักที่หายไป และร้อยละน้ำหนักที่เหลืออยู่ (%Residual) ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC

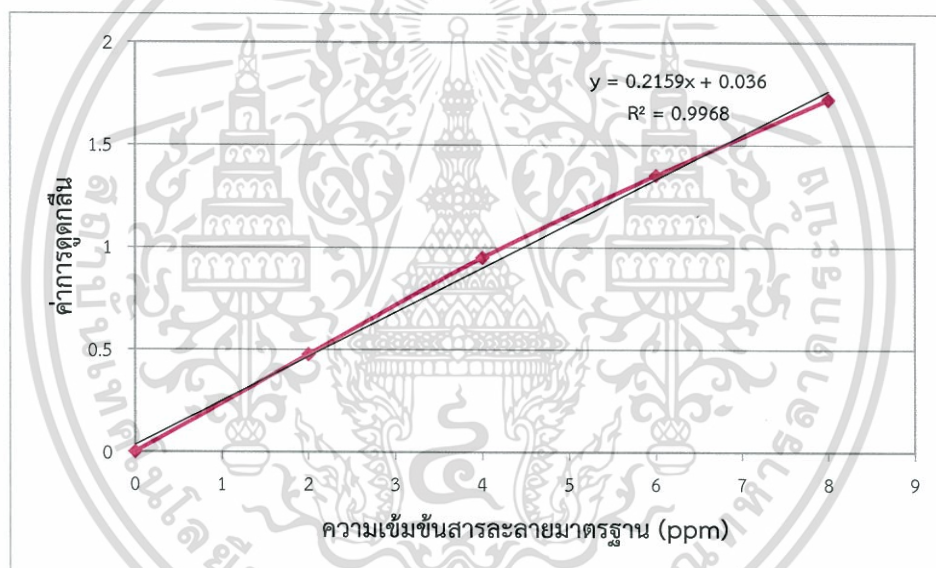
สารเติมแต่ง	Td	Td range		% Residual at 800°C
	°C	°C	wt.%	
polyHIPEs in DI water	384.63	250 - 700	95.00	5.00
polyHIPEs in PDDAC	361.61	275 - 688	100.00	0.00
Activated carbon	389.43	270 - 690	97.50	2.40
SiO ₂	387.18	263 - 684	96.30	2.70
MgO	360.42	249 - 582	99.80	0.20
ZnO	364.62	232 - 620	99.75	2.45
Fe ₃ O ₄	381.16	252 - 665	92.00	7.50
CoFe ₂ O ₄	357.10	250 - 630	95.00	8.00

4.3 การดูดซับสีย้อม

ในการศึกษาสมบัติการดูดซับสีย้อมของเมทิลีนบลู ได้เริ่มจากการเตรียมสารละลายเมทิลีนบลู ความเข้มข้น 2 4 6 8 และ 10 ppm จากสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 100 ppm แล้วนำไปสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานและค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 664 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดของเมทิลีนบลู ที่วัดได้จากเครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Vis spectroscope) ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.14 จากนั้นนำเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งมาทำการศึกษาศักยภาพการดูดซับสีย้อม โดยการแช่เม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ในสารละลายเมทิลีนบลูเข้มข้น 15 ppm ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวัดความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหลือจากการดูดซับ ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.15 พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC มีค่าร้อยละการดูดซับเป็น 32.24 และ 29.10 ตามลำดับ จากรูป 4.12 แสดงแผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการดูดซับสีย้อม เห็นว่าเมื่อใช้สารเพิ่มความคงตัวเป็นน้ำปราศจากไอออนมีค่าร้อยละการดูดซับสีย้อมมากกว่าสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC เล็กน้อย ซึ่งเป็นผลมาจากในขั้นตอนการเกิดพอลิเมอร์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC เนื้อของหยดอิมัลชัน HIPEs มีการหดตัว ส่งผลให้เนื้อของเม็ดวัสดุมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากการแพร่ของหยดน้ำออกมาสู่ภายนอกในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ทำให้เม็ดวัสดุที่สังเคราะห์จากสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC มีปริมาตรต่อน้ำหนักที่น้อยกว่าเม็ดวัสดุที่สังเคราะห์ด้วยสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน ดังจะเห็นได้จากรูปที่ 4.2 ที่แสดงภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เตรียมได้จากการใช้สารละลายตัวกลางที่เพิ่มความคงตัวในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน ที่มีรูพรุนแบบกึ่งเปิด ทำให้มีเนื้อและพื้นที่ผิวของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สามารถดูดซับเมทิลีนบลูที่สูงกว่า

เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ที่มีรูพรุนแบบเปิดที่ประกอบด้วยรูพรุนและรูพรุนภายใน โดยความสามารถในการดูดซับของเมทิลีนบลูขึ้นกับพื้นที่ผิวของเม็ดวัสดุ polyHIPEs เนื่องจากเมทิลีนบลูมีโครงสร้างโมเลกุลขนาดใหญ่ จึงต้องใช้พื้นที่ผิวในการดูดซับต่อโมเลกุลมาก [43]

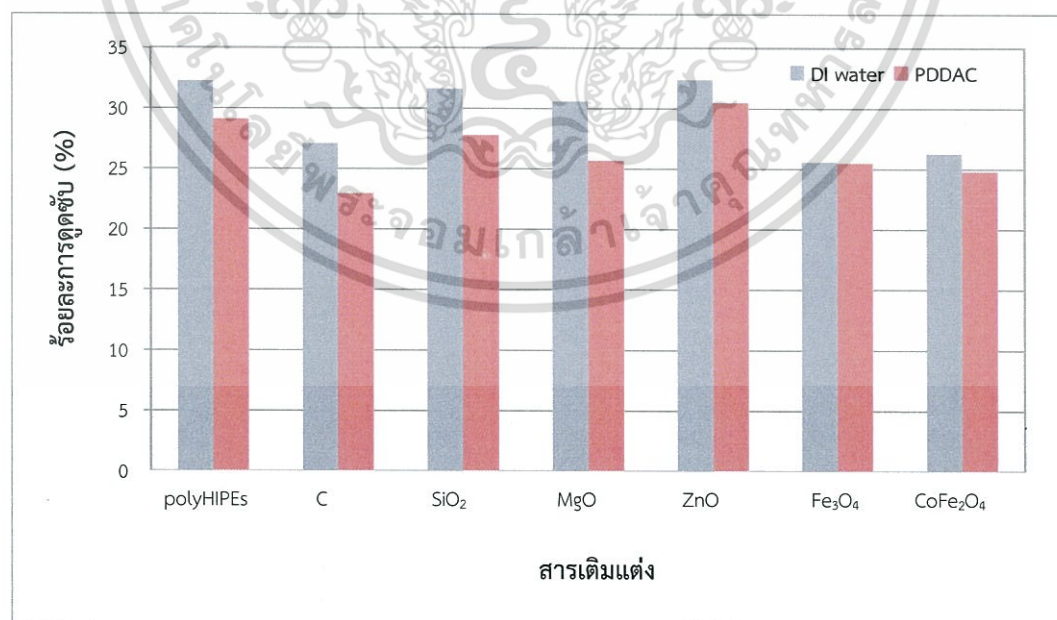
จากตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.15 พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ด้วยสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนและ PDDAC มีค่าการดูดซับเมทิลีนบลูในช่วงร้อยละ 29 - 33 เมื่อเปรียบเทียบผลโดยรวมแล้ว พบว่าการเติมสารเติมแต่งชนิดซิงค์ออกไซด์ มีค่าร้อยละการดูดซับเมทิลีนบลูสูงสุดทั้งที่เตรียมในน้ำปราศจากไอออนและ PDDAC ซึ่งมีค่าเท่ากับ 32.33 และ 30.46 ตามลำดับ ผลที่เกิดขึ้น เนื่องจากการที่ซิงค์ออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำ (semiconductor) ที่มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (photocatalyst) [47] ที่มีพื้นผิวเป็นประจุลบ จึงทำให้ช่วยในการดูดซับเมทิลีนบลูที่มีโครงสร้างเป็นประจุบวกได้ดี



รูปที่ 4.14 กราฟมาตรฐานของสารละลายเมทิลีนบลู

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและความสามารถในการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลูที่ความเข้มข้น 15 ppm ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC

สารเพิ่มความคงตัว	สารเติมแต่ง	ความเข้มข้นหลังการดูดซับ (ppm)	ร้อยละการดูดซับ (%)	ความสามารถในการดูดซับ (mg/g)
DI water	polyHIPEs beads	10.16	32.24	0.97
	Activated carbon	10.94	27.07	0.74
	SiO ₂	10.26	31.63	0.91
	MgO	10.42	30.53	0.91
	ZnO	10.15	32.33	0.91
	Fe ₃ O ₄	11.16	25.59	0.75
	CoFe ₂ O ₄	11.06	26.24	0.78
PDDAC	polyHIPEs beads	10.63	29.10	0.88
	Activated carbon	11.56	22.95	0.68
	SiO ₂	10.84	27.75	0.78
	MgO	11.15	25.68	0.76
	ZnO	10.43	30.46	0.90
	Fe ₃ O ₄	11.18	25.49	0.75
	CoFe ₂ O ₄	11.28	24.80	0.74



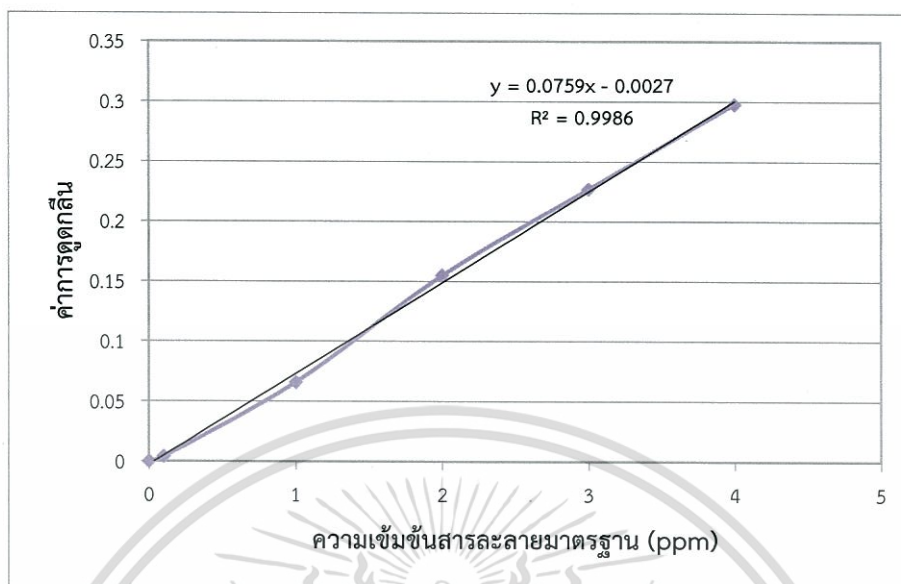
รูปที่ 4.15 แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการดูดซับสารละลายเมทิลีนบลู

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 การดูดซับโลหะหนัก

ในการศึกษาสมบัติการดูดซับโลหะหนักของสารละลายเหล็กซัลเฟต ได้เริ่มจากการเตรียมสารละลายมาตรฐานความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 2.0 และ 3.0 ppm จากสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm แล้วนำไปสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้จากเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (AAS) ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.16 จากนั้นได้นำเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ มาทำการศึกษาศักยภาพการดูดซับโลหะหนัก ด้วยการแช่เม็ดวัสดุ polyHIPEs ลงในสารละลายเหล็ก(III)ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) เข้มข้น 15 ppm ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวัดความเข้มข้นของโลหะหนักที่เหลือจากการดูดซับด้วยเครื่อง AAS ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.17 พบว่าเม็ดวัสดุและเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ในสารละลายตัวกลางที่เพิ่มความคงตัวในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันทั้งสองชนิด คือ น้ำปราศจากไอออน และ PDDAC มีค่าร้อยละการดูดซับใกล้เคียงกัน คือ อยู่ในช่วงร้อยละ 85 – 92 ซึ่งมีค่าการดูดซับที่สูงกว่าเมทิลีนบลู เนื่องจากอนุภาคของเหล็กมีขนาดเล็กกว่าโมเลกุลของสีย้อมเมทิลีนบลู ซึ่งต้องการพื้นที่ผิวในการดูดซับต่ออะตอมน้อยกว่า ดังนั้นจึงมีสมบัติในการดูดซับโลหะหนักมากกว่าสมบัติในการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลู ถึงแม้ว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีพื้นที่ผิวในการดูดซับที่เท่ากัน โดยเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ และ ซิงค์ออกไซด์ ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC มีลักษณะโครงสร้างที่มีรูพรุนแบบเปิดที่ประกอบด้วยรูพรุนภายในส่งผลให้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs มีค่าร้อยละการดูดซับโลหะหนักที่สูงในช่วง 88 – 90

สำหรับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดเหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC ที่แสดงสมบัติแม่เหล็ก มีค่าร้อยละการดูดซับในช่วง 88 – 92 โดยค่าร้อยละการดูดซับของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งชนิดโคบอลต์เฟอร์ไรต์ มีแนวโน้มมากกว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดเหล็กออกไซด์ ซึ่งเป็นผลมาจากการที่โคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดอนุภาค 10 – 15 nm ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าขนาดอนุภาคของเหล็กออกไซด์ คือ 50 nm ทำให้อนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เติมลงไปสามารถกระจายอยู่ในเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ได้ดีกว่าอนุภาคของเหล็กออกไซด์ จึงส่งผลให้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดโคบอลต์เฟอร์ไรต์ มีค่าการร้อยละการดูดซับที่มากกว่าเล็กน้อย

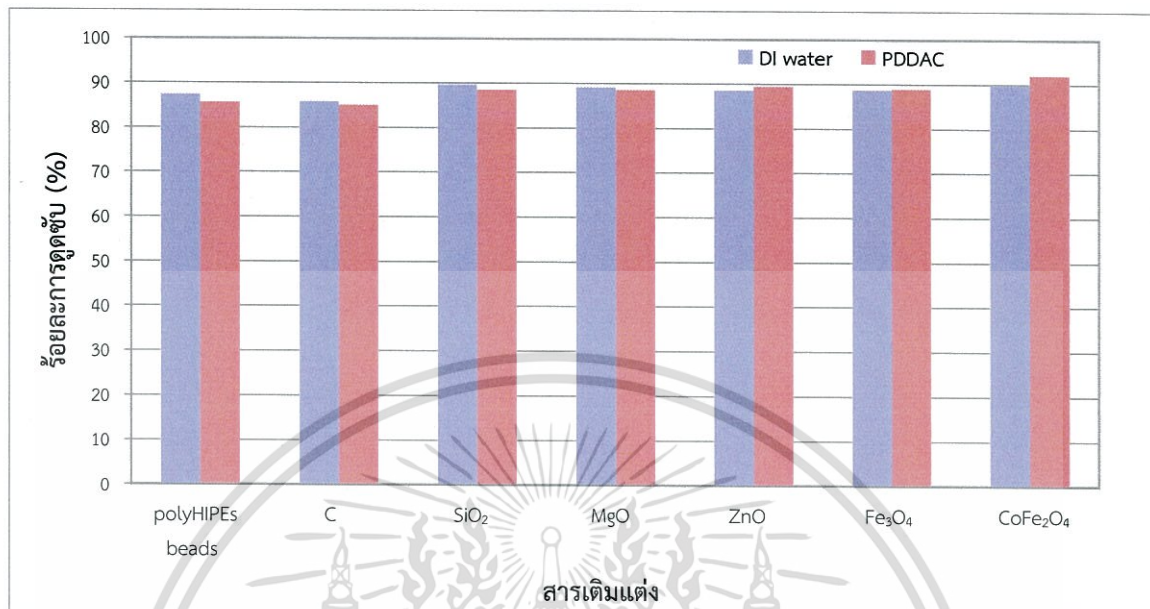


รูปที่ 4.16 กราฟมาตรฐานของสารละลายเหล็ก

ตารางที่ 4.7 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและความสามารถในการดูดซับสารละลายเหล็ก(III)ซัลเฟตที่ความเข้มข้น 15 ppm ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC

สารเพิ่มความคงตัว	สารเติมแต่ง	ความเข้มข้นหลังการดูดซับ (ppm)	ร้อยละการดูดซับ (%)	ความสามารถในการดูดซับ (mg/g)
DI water	polyHIPEs beads	1.90	87.37	2.55
	Activated carbon	2.14	85.75	2.49
	SiO ₂	1.55	89.68	2.62
	MgO	1.63	89.16	2.52
	ZnO	1.72	88.54	2.48
	Fe ₃ O ₄	1.70	88.66	2.49
	CoFe ₂ O ₄	1.52	89.88	2.61
PDDAC	polyHIPEs beads	2.17	85.55	3.21
	Activated carbon	2.26	84.96	2.49
	SiO ₂	1.73	88.50	2.59
	MgO	1.72	88.55	2.53
	ZnO	1.59	89.42	2.61
	Fe ₃ O ₄	1.65	88.98	2.66
	CoFe ₂ O ₄	1.20	92.02	2.68

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.17 แผนภูมิเปรียบเทียบร้อยละการดูดซับสารละลายเหล็กซัลเฟต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs ซึ่งเป็นวัสดุโฟมพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักเบา และมีโครงสร้างที่เป็นรูพรุนสูง โดยการเตรียมจากอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil emulsion) โดยใช้วัฏภาคของสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคของน้ำในอัตราส่วนร้อยละ 20 ต่อ 80 โดยปริมาตร ในวัฏภาคสารอินทรีย์ประกอบด้วย มอนอเมอร์ คือ สไตรีนและสารเชื่อมโยงสายโซ่ไดไวนิลเบนซีน อัตราส่วน 40 : 40 โดยปริมาตรและใช้ span 80 เป็นสารลดแรงตึงผิว ส่วนวัฏภาคน้ำประกอบด้วย โพลีเอทิลีนเทอร์ฟทาเลตเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาและแคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวช่วยเพิ่มความคงตัวของวัฏภาคน้ำ การเตรียมอิมัลชัน HIPEs ทำได้โดยการหยดวัฏภาคของน้ำลงในวัฏภาคสารอินทรีย์ พร้อมทั้งทำการปั่นกวนด้วยความเร็วสูง จากนั้นนำอิมัลชัน HIPEs ที่ได้มาบรรจุลงในหลอดหยด แล้วหยดลงในสารละลายตัวกลางที่ช่วยเพิ่มความคงตัวของวัฏภาคต่าง ๆ ที่มีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันอย่างสมบูรณ์ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เป็นของแข็ง จากนั้นนำเม็ดวัสดุที่ได้ไปสกัดด้วยเมทานอล ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดสิ่งตกค้างภายในรูพรุน โดยใช้เทคนิคซ็อกท์เล็ต (soxhlet) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้เป็นวัสดุ polyHIPEs ที่สมบูรณ์ โดยได้ศึกษาชนิดของสารช่วยเพิ่มความคงตัวที่ใช้เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) คือ น้ำปราศจากไอออน (DI water) โพลีไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) และศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ซิลิกา (SiO₂) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เหล็กออกไซด์ (Fe₃O₄) และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe₂O₄) ในปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก

จากผลการศึกษาชนิดของสารช่วยเพิ่มความคงตัวที่ใช้เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่มีต่อการเกิดเป็นเม็ดและรูพรุนของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ด้วยลักษณะทางกายภาพและสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs พบว่าชนิดของสารช่วยเพิ่มความคงตัวที่ใช้เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่สามารถช่วยให้หยดอิมัลชัน HIPEs คงรูปเป็นเม็ดได้ คือ น้ำปราศจากไอออน และ PDDAC โดยลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุที่ใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน มีลักษณะเป็นเม็ดสีขาว ลักษณะคล้ายโฟม มีความเป็นซอล์กปานกลาง ส่วนในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC มีลักษณะเม็ดสีขาว ลักษณะคล้ายโฟม มีความเป็นซอล์กน้อย โดยเมื่อเปรียบเทียบขนาดของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากหยดอิมัลชัน HIPEs เริ่มต้นที่มีขนาดเท่ากัน พบว่าการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนจะทำให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีขนาดเม็ดเฉลี่ยใหญ่กว่าการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากการแพร่ของน้ำออกจากอิมัลชัน HIPEs ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน สำหรับลักษณะโครงสร้างของเม็ดวัสดุจากภาพถ่าย SEM พบว่า การใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนทำให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีลักษณะโครงสร้างเป็นรูพรุนแบบกึ่งเปิด (semi-open pore)

โดยรูพรุนที่เกิดขึ้นมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอที่ประกอบด้วยรูพรุนภายในขนาดเล็ก จากการศึกษาวิเคราะห์ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูพรุนโดยใช้โปรแกรมอิมเมจ (imageJ) พบว่ามีขนาดรูพรุน (pore size) และรูพรุนภายใน (pore throat) เฉลี่ยอยู่ที่ $24.76 \pm 5.33 \mu\text{m}$ และ 1.82 ± 0.50 ตามลำดับ ส่วนสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC พบโครงสร้างเป็นรูพรุนที่มีลักษณะซับซ้อน คือ มีรูพรุนเปิด (open pore) ที่ประกอบด้วยรูพรุนภายในขนาดเล็กอยู่ภายใน และขนาดของรูพรุนและรูพรุนภายใน โดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่วัดได้จากถ่ายภาพ SEM มีขนาด $25.99 \pm 3.49 \mu\text{m}$ และ $5.37 \pm 0.37 \mu\text{m}$ ตามลำดับ จากนั้นได้ทำการศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ซิลิกา (SiO_2) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) และโคบอลต์-เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) ในปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก โดยสังเคราะห์ในสารละลายตัวกลางที่เพิ่มความคงตัวในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันทั้ง 2 ชนิด คือ น้ำปราศจากไอออน และ PDDAC การศึกษาลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดซิลิกา (SiO_2) แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) และซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ได้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีสีขาว ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) เหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) ได้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีสีเทา โดยเม็ดวัสดุที่เติม Fe_3O_4 และ CoFe_2O_4 แสดงสมบัติแม่เหล็ก เมื่อเปรียบเทียบกับโดยรวมพบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งมีความเป็นขอล็กมากกว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่ง จากนั้นศึกษาลักษณะโครงสร้างจากภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ มีลักษณะโครงสร้างของรูพรุนภายในที่แตกต่างกัน ซึ่งเป็นผลมาจากลักษณะเฉพาะตัวของสารเติมแต่งที่เติมลงไป ทำให้มีผลต่อรอยต่อระหว่างวัฏภาคน้ำและวัฏภาคอินทรีย์ภายในอิมัลชัน HIPEs จึงเกิดเป็นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีโครงสร้างของรูพรุนภายในที่ต่างกัน โดยพบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดผงถ่านกัมมันต์ ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC มีลักษณะโครงสร้างรูพรุนที่คล้ายกับเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่ง สำหรับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดซิลิกาและซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC มีลักษณะเป็นรูพรุนแบบเปิดที่ประกอบด้วยรูพรุนภายในขนาดใหญ่ ส่วนลักษณะโครงสร้างของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด แมกนีเซียมออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC คือ ลักษณะเป็นรูพรุนกึ่งเปิด

สำหรับแนวโน้มการกระจายตัวของขนาดรูพรุนและรูพรุนภายใน พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดโคบอลต์เฟอร์ไรต์ จะมีการกระจายตัวของขนาดรูพรุนภายในแคบที่สุด

จากการทดสอบความสามารถในด้านการดูดซับสีย้อมสารละลายเมทิลีนบลู ที่ความเข้มข้น 15 ppm แล้วตรวจวัดความเข้มข้นของสีย้อมเมทิลีนบลูที่เหลือจากการดูดซับด้วยเครื่องวิเคราะห์การดูดกลืนแสง (UV-Vis spectrometer) พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ใช้สารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออนมีค่าร้อยละการดูดซับสีย้อมมากกว่าสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC คือ ร้อยละ 32.24 และ 29.10 ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบกับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ พบว่า การเติมสารเติมแต่งชนิดซิงค์ออกไซด์ ทำให้มีค่าร้อยละการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูสูงสุดเท่ากับ 32.33

จากการทดสอบความสามารถในด้านการดูดซับโลหะหนักในสารละลายเหล็กซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) ที่ความเข้มข้น 15 ppm แล้วตรวจสอบปริมาณเหล็กที่เหลืออยู่ด้วยเทคนิค AAS พบว่าเม็ดวัสดุและเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา แมกนีเซียมออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ เหล็กออกไซด์ และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ในสารละลายตัวกลางที่เพิ่มความคงตัวในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันทั้งสองชนิด คือน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC มีค่าร้อยละการดูดซับใกล้เคียงกัน คือ อยู่ในช่วงร้อยละ 85.00 – 92.00 โดยเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน และ PDDAC ที่แสดงสมบัติแม่เหล็กมีค่าร้อยละการดูดซับที่สูงที่สุด คือ ร้อยละ 89.88 และ 92.02 ตามลำดับ ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดเล็กทำให้กระจายตัวได้ดีในเนื้อเม็ดวัสดุ ผลการศึกษาสมบัติการดูดซับแสดงให้เห็นว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ขึ้นสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้าน การดูดซับสีย้อมและโลหะหนักได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาองค์ประกอบภายในของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ด้วยเทคนิค energy dispersive spectrometry (EDS) เพื่อให้ทราบถึงการกระจายตัวของสารเติมแต่งในเนื้อพอลิเมอร์
2. ศึกษาปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ด้วยเทคนิคการดูดซับไนโตรเจนโดยวิธีของ Brunauer Emmett Teller (BET)
3. ศึกษาเพิ่มเติมสมบัติความเป็นแม่เหล็กของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมเหล็กออกไซด์ (Fe_3O_4) และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) ด้วยเครื่อง vibrating sample magnetometer (VSM)
4. ศึกษาสมบัติการดูดซับโลหะหนักของสารละลายเหล็กซัลเฟตที่ความเข้มข้นสูงขึ้น เพื่อให้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ดูดซับสารละลายได้ถึงจุดอิ่มตัว

เอกสารอ้างอิง

- [1] ธารทิพย์ เอี่ยมสะอาด, วรินทร์ยา ภูอวด, เอกรัฐ โชติจากรุประภาวัฒน์ และเอกศิษฐ์ ฐาศิริทรัพย์. 2556. “การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติวัสดุพอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง.” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [2] มหาวิทยาลัยมหิดล. 2014. การบำบัดน้ำเสีย. [Online]. Available : http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/ecology/chapter3/chapter3_water13.htm
- [3] EU Seventh Framwork. 2011. Highly insulating polymer. [Online]. Available : <http://www.fp7-hip.eu/technical-summary-1>
- [4] ชลิตา แต่งอ่อน, นวรัตน์ รัตนอมรภิรมย์ และวรรณปวีณ์ ต้นทอง. 2557. “การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติเม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง”. วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) สาขาเคมีอุตสาหกรรม.สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- [5] Department of chemistry. 2004. Emulsion polymerization. [Online]. Available : http://www.sci.buu.ac.th/~Chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_files/chapter3_1.html
- [6] V. Jatukporn. 2014. Polymer polymerization. [Online]. Available : <http://www.seem.kmutt.ac.th/research/pentec/download/Chapter%203%20Polymerization%20method.pdf>
- [7] Pollution control department. 2004. Styrene. [Online]. Available : http://www.pcd.go.th/info_serv/Datasmel/l3styrene.htm
- [8] Wikimedia. 2010. Styrene. [Online]. Available : <http://en.wikipedia.org/wiki/Styrene>
- [9] Wikimedia. 2010. Divinylbenzene. [Online]. Available : <http://en.wikipedia.org/wiki/Divinylbenzene>
- [10] Sigma-aldrich. Potassium persulfate. [Online]. Available : <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/216224?lang=en®ion=US>
- [11] Wikimedia. 2010. PolyDADMAC. [Online]. Available : <http://en.m.wikipedia.org/wiki/PolyDADMAC>
- [12] Sigma-aldrich. Poly(diallyldimethylammonium chloride) solution. [Online]. Available : <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich/409014?lang=en®ion=US>
- [13] ไทยโพลีเคมีคอล. Polyvinyl alcohol. [Online]. Available : <http://thaipolychemicals.blogspot.com/2014/01/polyvinyl-alcohol.html>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [14] Wikimedia. 2010. สารลดแรงตึงผิว. [Online]. Available : <https://th.wikipedia.org/wiki/%E0%B8%AA%E0%B8%B2%E0%B8%A3%E0%B8%A5%E0%B8%94%E0%B9%81%E0%B8%A3%E0%B8%87%E0%B8%95%E0%B8%B6%E0%B8%87%E0%B8%9C%E0%B8%B4%E0%B8%A7>
- [15] S. Kovačič, G. Ferik, M. Drofenik and P. Krajnc. “Nanocomposite polyHIPEs with magnetic nanoparticles: preparation and heating effect”. *Reactive & Functional Polymers: General* 72 (2012) 955-961.
- [16] Ross James Carnachan. “Emulsion-derived (PolyHIPE) Foams For Structural Materials Applications”. *Doctoral thesis*, Durham University. 2004
- [17] Cecilia Lambert. 2006. **System and Method**. [Online]. Available : <http://slideplayer.com/slide/4502584/>
- [18] Tricia Cregger, Randal W. Eveland and Antoinette Bower. ชื่อสิ่งประดิษฐ์. U.S patent no. 8481331. November 2005. Kanagawa Academy of Science and Technology. 2012. **Photocatalyst**. [Online]. Available : http://www.newkast.or.jp/english/Photocatalyst_%20Group.html
- [19] M. Talha Gokmen, Wim Van Camp, Patrick J. Colver, Stefan A. F. Bon and Filip E. Du Prez. “Fabrication of Porous “Clickable” Polymer Beads and Rods through Generation of High Internal Phase Emulsion (HIPE) Droplets in a Simple Microfluidic Device”. *Macromolecules* 2009, 42, 9289–9294
- [20] Alexandre Desforges, Marianne Arpontet, Herve Deleuze ,Olivier Mondain-Monval. “Synthesis and functionalisation of polyHIPE beads”. *Reactive & Functional Polymers*. 53 (2002) 183–192
- [21] Angelika Menner, Ronald Powell and Alexander Bismarck. “A new route to carbon black filled polyHIPEs”. *Soft Matter*. General 2 (2006) 337-342.
- [22] Wikipedia. 2012. **Amorphous solid**. [Online]. Available : http://www.wikiwand.com/en/Amorphous_solid
- [23] O. Vivian. Ikem, A. Menner and S. Tommy, “Highly permeable macroporous polymers synthesized from pickering medium and high internal phase emulsion templates”. *advance material*.
- [24] Wikimedia. 2010. **Magnesium oxide**. [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Magnesium_oxide
- [25] Zahida Rafiq, Rabia Nazir, Durr-e-Shahwar, Muhammad Raza Shah, Shujat Ali. “Utilization of magnesium and zinc oxide nano-adsorbents as potential materials for treatment of copper electroplating industry wastewater”. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 2 (2014) : 642–651

- [26] Hadis Morkoç and Ümit Özgür, “Zinc Oxide: Fundamentals”. *Materials and Device Technology*.
- [27] Chethan Thimmappa. 2009. **why is hematite Fe₃O₄**. [Online]. Available : <http://worldfamos.blogspot.com/2009/03/why-is-hematite-fe3o4.html>
- [28] Bashar Issa ^{1,†,*}, Ihab M. Obaidat ^{1,†}, Borhan A. Albiss ² and Yousef Haik ^{3,4}. 2013. **Magnetic Nanoparticles: Surface Effects and Properties Related to Biomedicine Applications**. [Online]. Available : <http://www.mdpcw.com/1422-0067/14/11/21266/htm>
- [29] พรชนก กุลไชย. 2557. “Microstructure and Magnetic Properties of Cobalt Ferrites Nanoparticles”. วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
- [30] Threeb. 2006. **Soxhlet**. [Online]. Available : <http://buymarijuanaseeds.com/community/threads/the-soxhlet-extractor.9026>
- [31] Nanokmitl. 2010. **Scanning electron microscopy**. [Online]. Available : <http://www.nano.kmitl.ac.th/index.php/tool/218-scanning-electron-microscopysem.html>
- [32] A.Mon. 2009. **Scanning electron microscopy**. [Online]. Available : <http://roilbilad.files.wordpress.com/2010/10/sem.jpg>
- [33] Nanotec. 2009. **Thermogravimetric analysis**. [Online]. Available : http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=569
- [34] Takeshi. 2014. **Thermogravimetric analyzer**. [Online]. Available : <http://www.sec.psu.ac.th/facilities/img/web015.jpg>
- [35] STIC. 2015. **UV-Visible spectrophotometer**. [Online]. Available : <http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/spectroscopy-chemical-analysisinstrument/item/140-uv-visible-spectrophotometer.html>
- [36] AZO Materials. 2015. **UV-Visible spectrophotometer**. [Online]. Available : <http://www.azom.com/equipment-details.aspx?EquipID=1177>
- [37] Ebonie. 2009. **Atomic absorption spectroscopy**. [Online]. Available : <http://glasswarechemical.com/scientific-instrument/อะตอมมิคแอบซอร์ปชัน>
- [38] Department of environment engineering. 2014. **Atomic absorption spectroscopy**. [Online]. Available : http://www.env.eng.chula.ac.th/sites/default/files/atomic_absorption_0.jpg
- [39] Furth, Bolton, Potter, Priddle. 1984. **Biological Detergents**. [Online]. Available : <http://lclane.net/text/detergents.html>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [40] นิรนาม. 2553. วิธีการใช้โปรแกรม ImageJ. [Online]. Available : <http://kb.psu.ac.th/Psukb/bitstream/2553/2586>
- [41] มหิดล. 2553. สารละลาย. [Online]. Available : http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/ap-chemistry2/liquid_solution/solution_dissolution%20.%20htm
- [42] Alejandro Vilchez, Carlos Rodriguez-Abreu, Jordi Esquena, Angelika Menner and Alexander Bismarck. “Macroporous polymers obtained in highly concentrated emulsions stabilized solely with magnetic nanoparticles”. American Chemical Society Langmuir 2011 (13342-13352)
- [43] Yanhong Li, Yunge Fan, and Jianbiao Ma. 2001 “Thermal, physical and chemical stability of porous polystyrene-type beads with different degrees of crosslinking”. State Key Laboratory of Functional Polymer Materials for Adsorption and Separation, Institute of Polymer Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, People’s Republic of China
- [44] พรสวรรค์ อัสวแสงรัตน์ และวีระวัฒน์ คลออุตมินันตร. 2553. การดูดซับสีย้อมด้วยตัวดูดซับจากธรรมชาติ. [Online]. Available : [http://www.kmitl.ac.th/lej/PDFjournal53/Volume27_No4_DEC2553_\(11\)1373.pdf](http://www.kmitl.ac.th/lej/PDFjournal53/Volume27_No4_DEC2553_(11)1373.pdf)
- [45] AHP Materials Inc. 2011. Zinc Oxide – Properties, Applications and the Future for ZnO. [Online]. Available : <http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=5818>
- [46] PRESCOTT, Tim. 2008. A method of preparation of a rod of cobalt ferrite. [Online]. Available : http://cordis.europa.eu/result/rcn/4478_en.html
- [47] ปวีณา เหลลากุล และพรสวรรค์ ศรีคำ. 2557. “การเตรียมและวิเคราะห์สมบัติวัสดุนาโนคอมโพสิต TiO₂/ZnO”. วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี. มหาวิทยาลัยมหาสารคาม



ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การเตรียมสารเคมี

1. สารเคมี

สไตรีน (C ₈ H ₈)	บริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 104.15 กรัมต่อโมล
ไดไวนิลเบนซีน (C ₁₀ H ₁₀)	บริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 130.19 กรัมต่อโมล
ซอร์บิแทนโมโนลิเอท (C ₂₄ H ₄₄ O ₆)	บริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 428.60 กรัมต่อโมล
แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (CaCl ₂ ·2H ₂ O)	บริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 147.02 กรัมต่อโมล
โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K ₂ S ₂ O ₈)	บริสุทธิ์ 97.0%	มวลโมเลกุล 270.33 กรัมต่อโมล
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	บริสุทธิ์ 97.0%	มวลโมเลกุล 40.00 กรัมต่อโมล
โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS)	บริสุทธิ์ 94-98%	มวลโมเลกุล 288.00 กรัมต่อโมล
โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA)	บริสุทธิ์ 99.0%	มวลโมเลกุล 100,000 กรัมต่อโมล
โพลีไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC)	บริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 250,000 กรัมต่อโมล

2. วิธีการคำนวณ

2.1 การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร (wt/vol) ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

ในสารละลาย 100 มิลลิลิตร จะมี NaOH 10 กรัม
ดังนั้น น้ำหนัก NaOH ที่ต้องชั่งเท่ากับ 10.00 กรัม

2.2 การเตรียมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (CaCl₂·2H₂O) เข้มข้น 0.034 โมลาร์ ปริมาตร 60 มิลลิลิตร

ในสารละลาย 1000 มิลลิลิตร จะมี CaCl₂·2H₂O อยู่ 0.034 โมล

CaCl₂·2H₂O จำนวน 1 โมล มีน้ำหนัก 147.02 กรัม

ถ้าต้องการ CaCl₂·2H₂O 0.034 โมล ในน้ำ 60 มิลลิลิตร จะต้องชั่ง CaCl₂·2H₂O น้ำหนัก

$$\frac{0.034 \text{ mol} \times 147.02 \text{ g} \times 60 \text{ ml}}{1 \text{ mol} \times 1000 \text{ ml}} \text{ กรัม}$$

ดังนั้น น้ำหนัก CaCl₂·2H₂O ที่ต้องชั่ง = 0.2999 กรัม

2.3 การเตรียมโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) เข้มข้นร้อยละ 3 โดยโมลของมอนอเมอร์

ใช้อัตราส่วนของ styrene : DVB เป็น 40 ต่อ 40 คิดเป็น 6 มิลลิลิตร ต่อ 6 มิลลิลิตร

จากความหนาแน่นของ styrene = 0.906 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เตรียมปริมาตร 6

มิลลิลิตร

จากสูตร
$$D = \frac{M}{V}$$

เมื่อ D = ความหนาแน่นของสาร (กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร)

M = มวลรวมของสาร (กิโลกรัม)

V = ปริมาตรรวมของวัตถุ (ลูกบาศก์เมตร)

แทนค่า
$$0.906 = \frac{M}{6}$$

$$M = 5.436 \text{ กรัม}$$

จากความหนาแน่นของ DVB = 0.914 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เตรียมปริมาตร 6 มิลลิลิตร

แทนค่า
$$0.914 = \frac{M}{6}$$

$$M = 5.484 \text{ กรัม}$$

มวลโมเลกุลของ styrene = 104.15 กรัมต่อโมล

จากสูตร
$$\text{mol} = \frac{g}{MW}$$

เมื่อ mol คือ จำนวนโมลของสาร (โมล)

g คือ มวลของสาร (กรัม)

MW คือ มวลโมเลกุลของสาร (กรัมต่อโมล)

แทนค่า
$$\text{mol} = \frac{5.436}{104.15}$$

$$\text{mol} = 0.052 \text{ โมล}$$

มวลโมเลกุลของ DVB = 130.19 กรัมต่อโมล

$$\text{mol} = \frac{5.484}{130.19}$$

$$\text{mol} = 0.042 \text{ โมล}$$

จำนวนโมลของมอนอเมอร์ = จำนวนโมล styrene + จำนวนโมล DVB

$$= 0.052 + 0.042$$

$$= 0.094 \text{ โมล}$$

3% โมลของมอนอเมอร์ = $0.03 \times$ จำนวนโมลของมอนอเมอร์

$$= 0.03 \times 0.094$$

$$= 2.82 \times 10^{-3} \text{ โมล}$$

มวลโมเลกุลของ $K_2S_2O_8 = 270.33 \text{ g/mol}$

$$\begin{aligned} \text{แทนค่า} \quad 0.039 &= \frac{g}{MW} \\ g &= 2.82 \times 10^{-3} \times 270.33 \\ g &= 0.76 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

2.4 การเตรียมสารละลายโพลีไดแอลลิไลโดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยปริมาตร จากสารละลาย PDDAC เข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ที่บริสุทธิ์ร้อยละ 99.9

มี PDDAC 20 กรัม ในสารละลาย 100 กรัม

$$\begin{aligned} \text{ถ้าต้องการ PDDAC 3.0 กรัม จะต้องชั่งสารละลาย} &= \frac{3 \times 100}{20} \\ &= 15 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

ดังนั้นจะต้องใช้สารละลาย PDDAC เข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ในการเตรียมสารละลาย PDDAC เข้มข้นร้อยละ 3 โดยปริมาตร เท่ากับ 15 กรัม

2.5 การเตรียมสารละลายโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยมวลต่อปริมาตร จากสาร SDS ที่บริสุทธิ์ร้อยละ 94

มี SDS 94 กรัม ในสาร 100 กรัม

$$\begin{aligned} \text{ถ้าต้องการ SDS 3.0 กรัม จะต้องชั่งสาร} &= \frac{3 \times 100}{94} \\ &= 3.19 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

ดังนั้นจะต้องใช้สาร SDS ที่บริสุทธิ์ร้อยละ 94 ในการเตรียมสารละลาย SDS เข้มข้นร้อยละ 3 โดยมวลต่อปริมาตร เท่ากับ 3.19 กรัม

2.6 การเตรียมสารละลายโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยมวลต่อปริมาตร จากสาร PVA ที่บริสุทธิ์ร้อยละ 99.0

มี PVA 99 กรัม ในสาร 100 กรัม

$$\begin{aligned} \text{ถ้าต้องการ PVA 3.0 กรัม จะต้องชั่งสาร} &= \frac{3 \times 100}{99} \\ &= 3.03 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

ดังนั้นจะต้องใช้สาร PVA ที่บริสุทธิ์ร้อยละ 99 ในการเตรียมสารละลาย PVA เข้มข้นร้อยละ 3 โดยมวลต่อปริมาตร เท่ากับ 3.03 กรัม

2.7 การเตรียมสารเติมแต่ง

Styrene มีน้ำหนักโมเลกุล 104.15 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่น 0.906 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

DVB มีน้ำหนักโมเลกุล 130.19 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่น 0.914 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ใช้อัตราส่วนของ styrene : DVB เป็น 40 ต่อ 40 คิดเป็น 6 มิลลิลิตร ต่อ 6 มิลลิลิตร
หาน้ำหนักเป็นกรัมของมอนอเมอร์

น้ำหนัก styrene

จาก $D = \frac{M}{V}$

แทนค่า $0.906 = \frac{M}{6}$

$$M = 5.436 \text{ กรัม}$$

น้ำหนัก DVB

จาก $D = \frac{M}{V}$

แทนค่า $0.914 = \frac{M}{6}$

$$M = 5.484 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น น้ำหนักมอนอเมอร์ = $5.436 + 5.484 = 10.920$ กรัม

สารเติมแต่งร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก = $0.01 \times$ น้ำหนักมอนอเมอร์

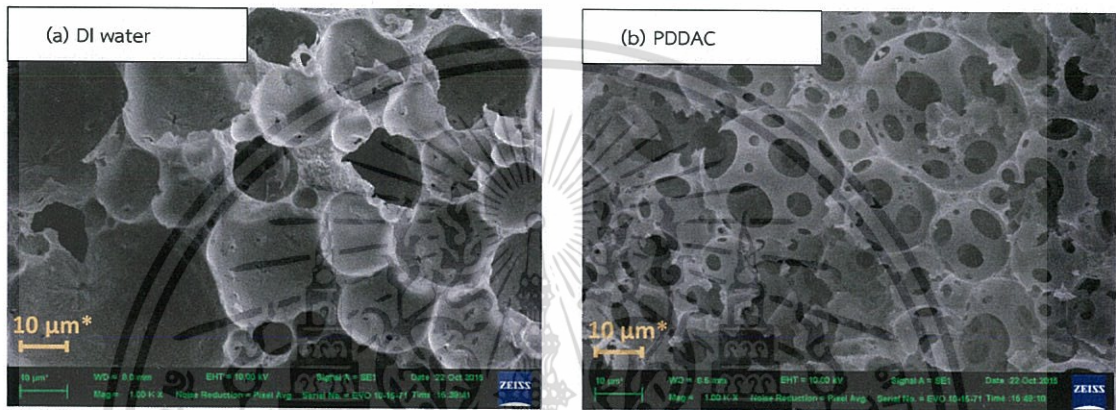
$$= 0.01 \times 10.920 \text{ กรัม}$$

$$= 0.1092 \text{ กรัม}$$

ภาคผนวก ข

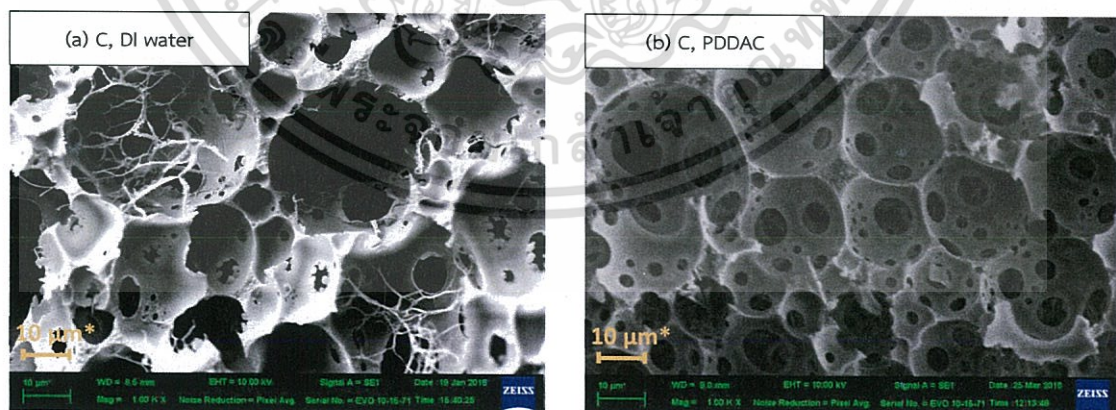
ผลการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)

(ก) การสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs



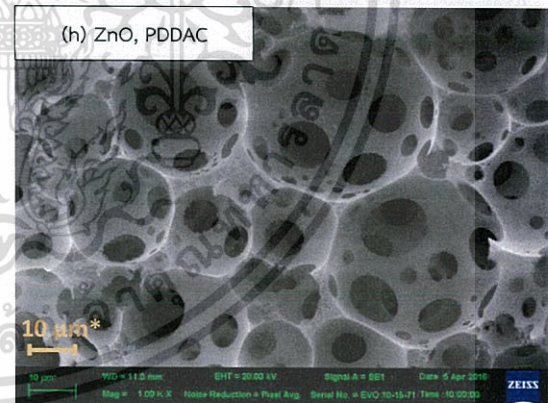
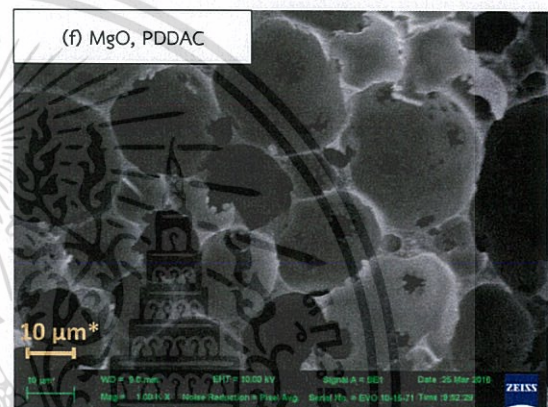
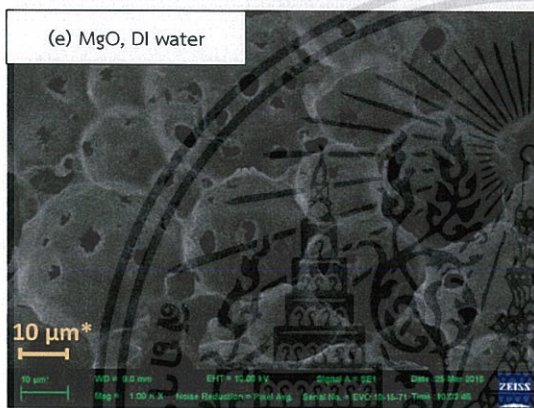
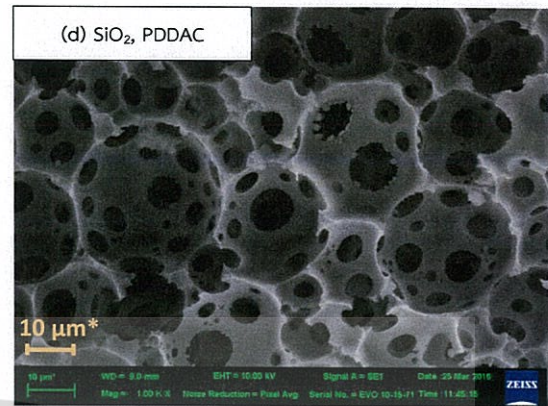
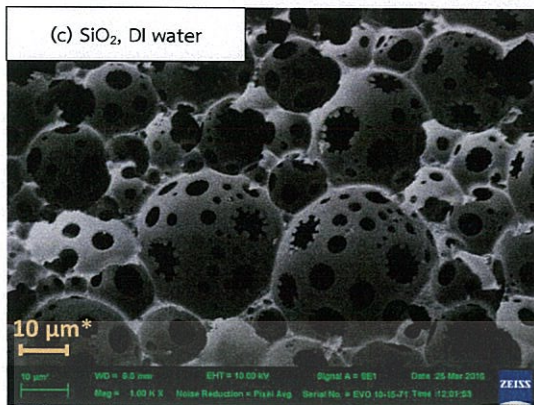
รูปแสดงภาพถ่าย SEM กำลังขยาย 1000 เท่าของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เตรียมได้จากการใช้สารเพิ่มความคงตัวที่เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแตกต่างกัน (a) น้ำปราศจากไอออน และ (b) PDDAC

(ข) การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs



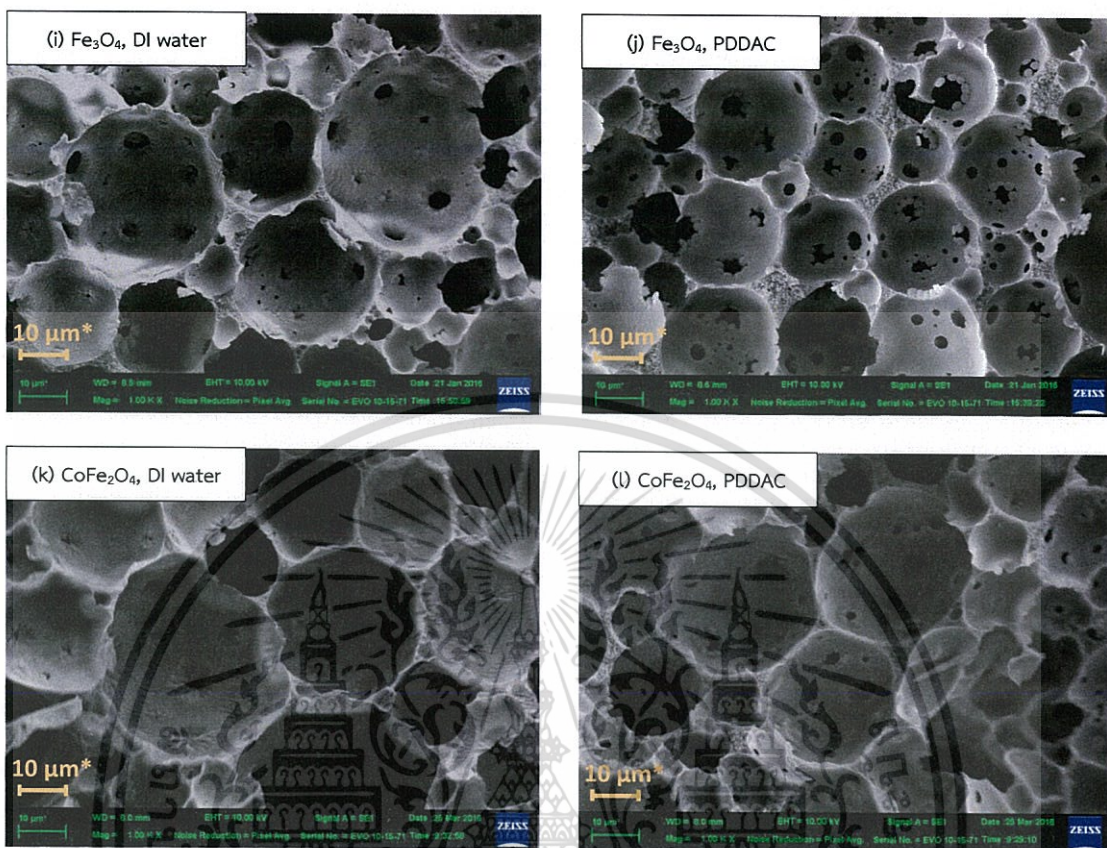
รูปแสดงภาพถ่าย SEM (มีต่อ) กำลังขยาย 1000 เท่า ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (a) และ (b) ผงถ่านกัมมันต์ (ด้านซ้ายในสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด DI water และด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปแสดงภาพถ่าย SEM (ต่อ) กำลังขยาย 1000 เท่า ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (c) และ (d) ซิลิกา (e) และ (f) แมกนีเซียมออกไซด์ (g) และ (h) ซิงค์ออกไซด์ (ด้านซ้ายในสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด DI water และด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



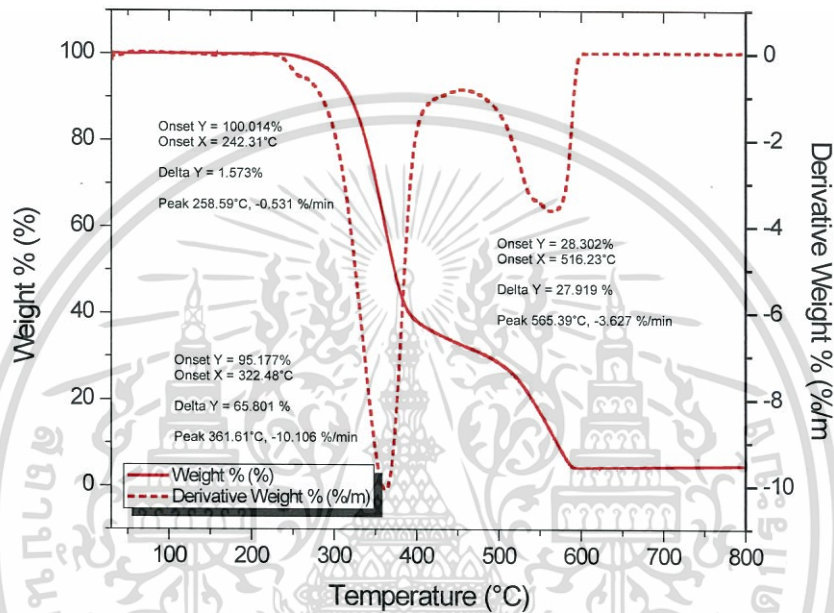
รูปแสดงภาพถ่าย SEM (ต่อ) กำลังขยาย 1000 เท่า ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิด (i) และ (j) เหล็กออกไซด์ และ (k) และ (l) โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ด้านซ้ายในสังเคราะห์ในสารเพิ่มความคงตัวชนิด DI water และด้านขวาในสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

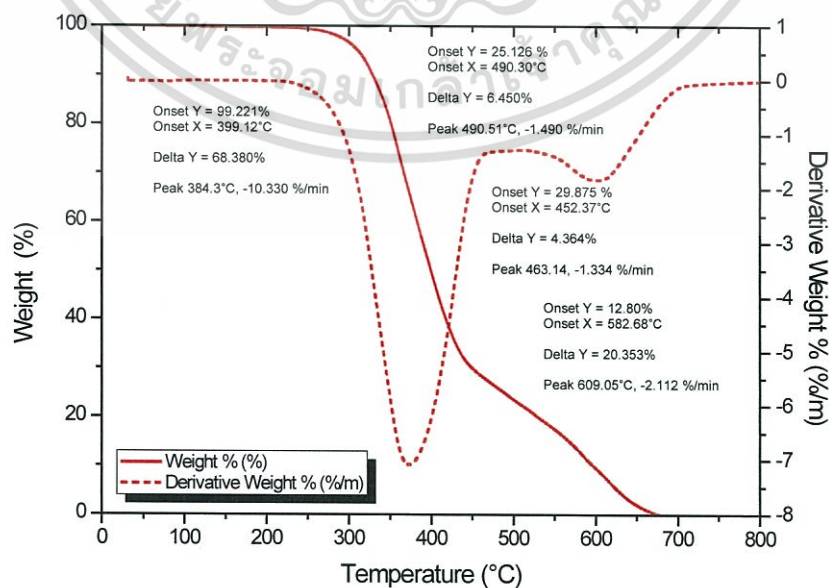
ภาคผนวก ค

ผลจากการศึกษาการสลายตัวทางความร้อน

(ก) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายตัวกลางที่มีการเติมสารเพิ่มความคงตัวชนิดน้ำปราศจากไอออน

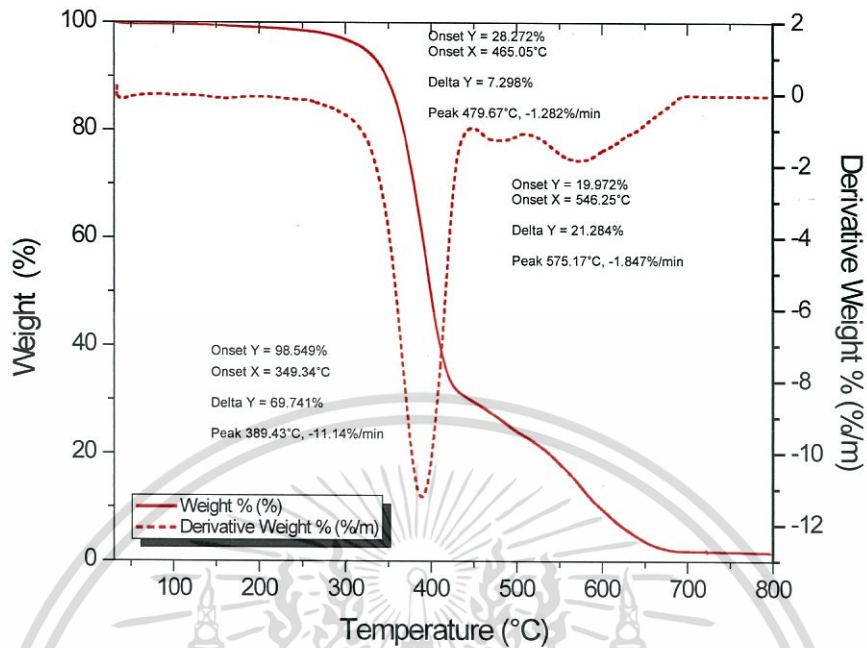


(ข) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายตัวกลางที่มีการเติมสารเพิ่มความคงตัวชนิด PDDAC

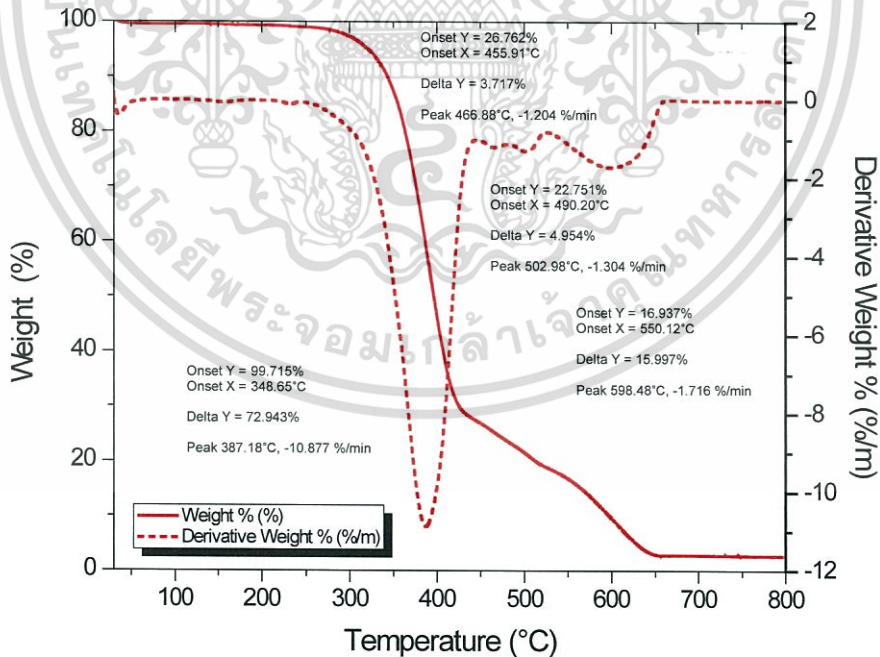


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(ค) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดผงถ่านกัมมันต์

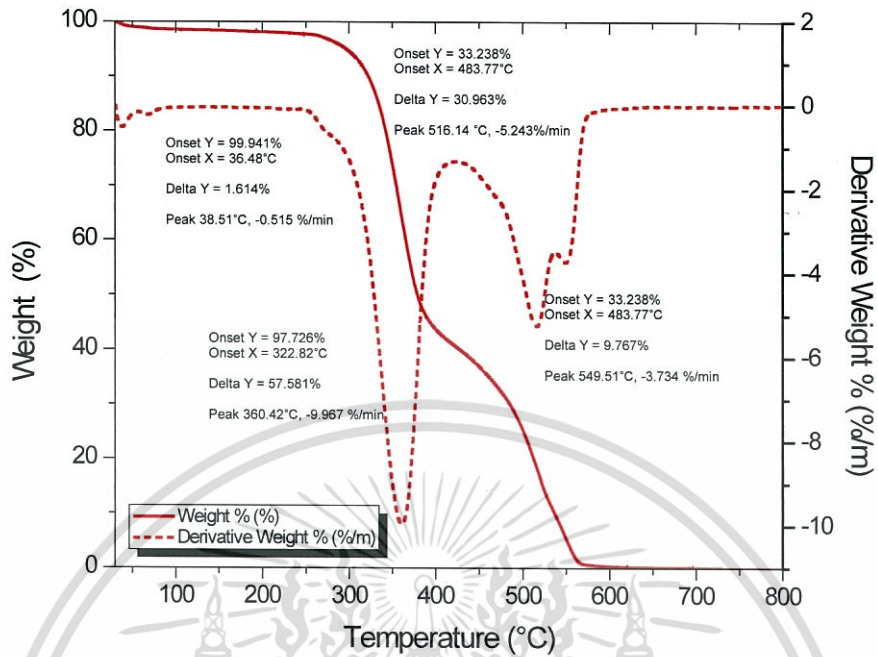


(ง) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดซิลิกา

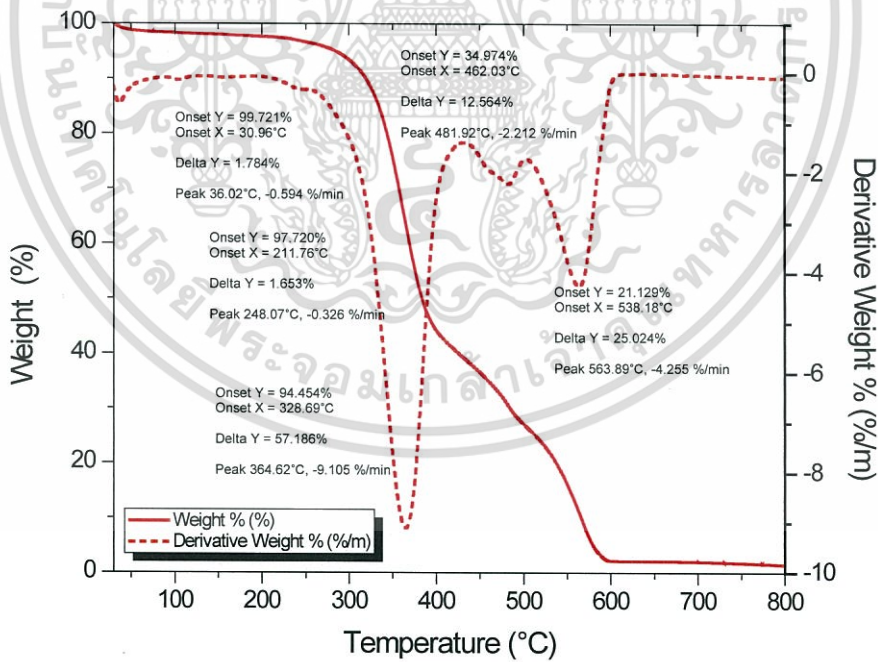


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(จ) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPes ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดแมกนีเซียมออกไซด์

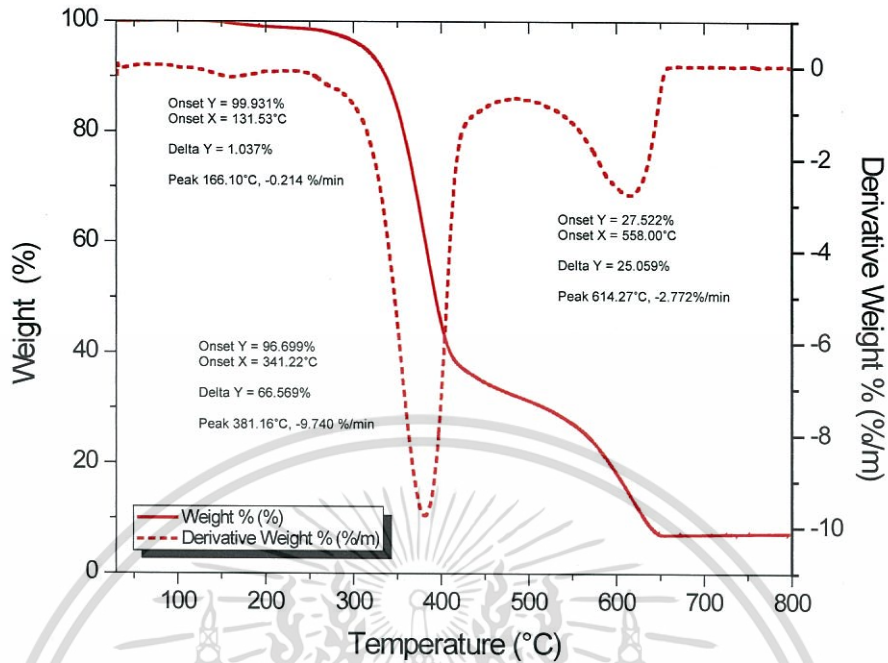


(ฉ) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPes ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดซิงค์ออกไซด์

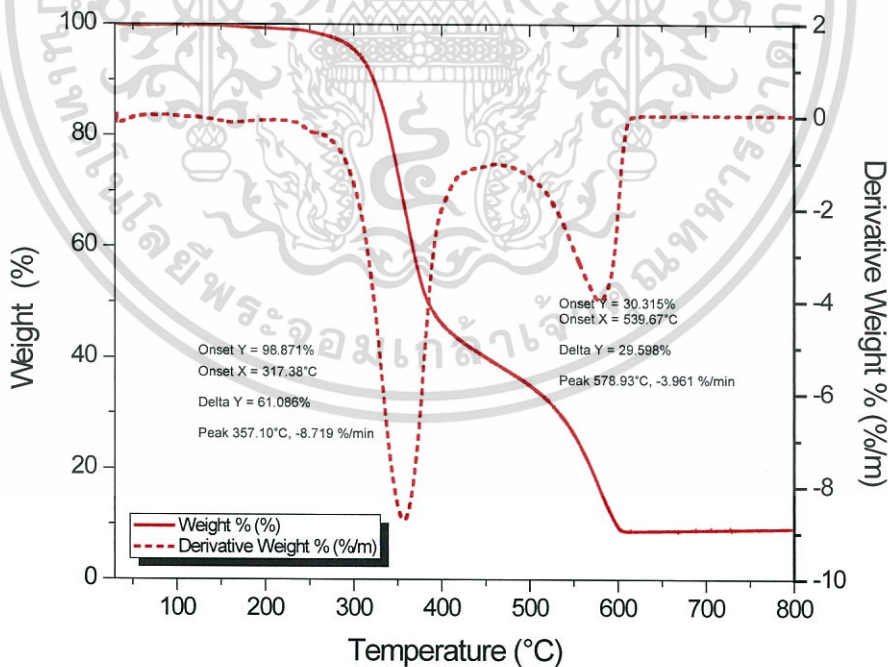


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(ข) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPes ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดเหล็กออกไซด์



(ค) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPes ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดโคบอลต์เฟอร์ไรต์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้