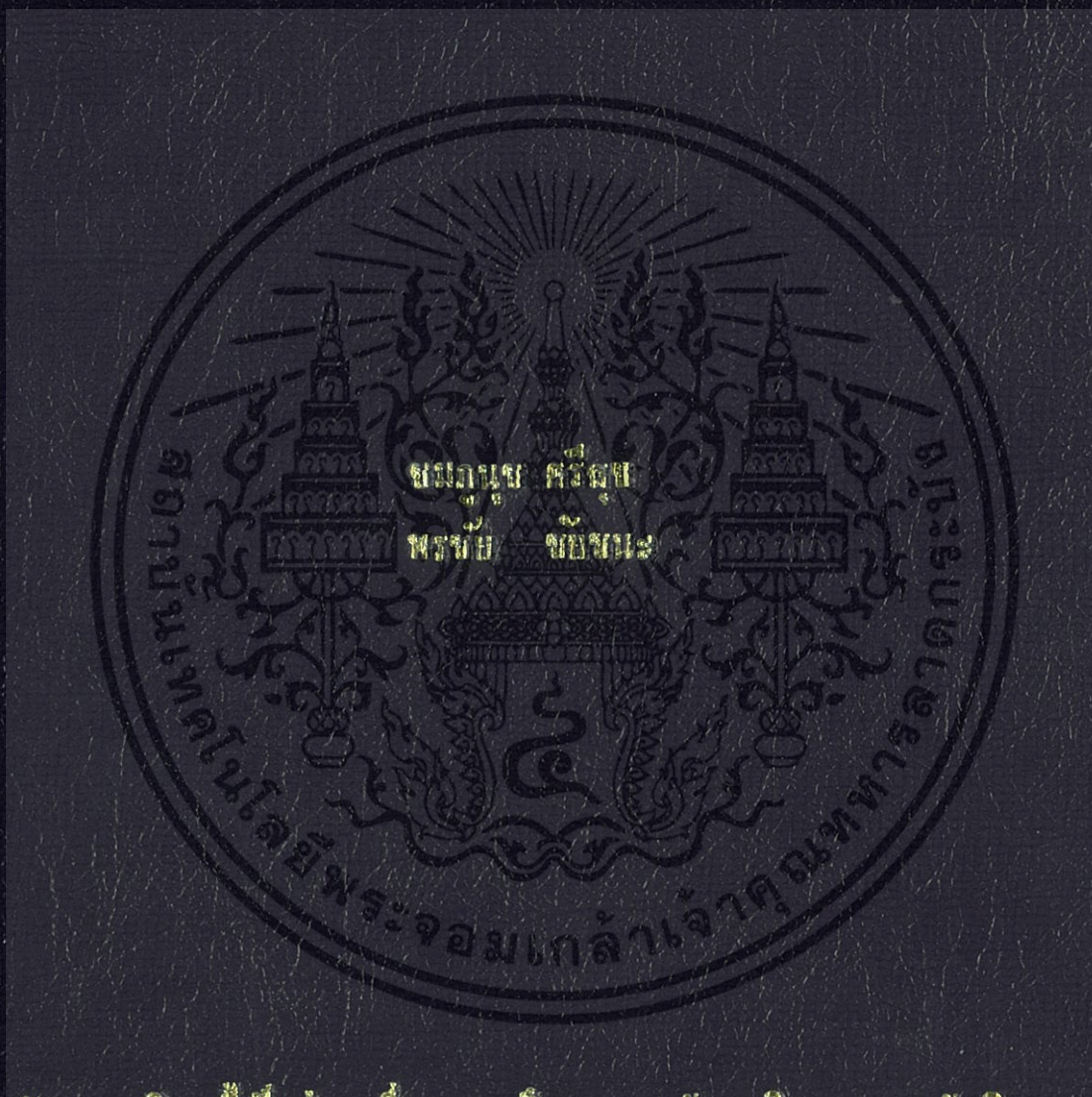


การสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีซิลิกาและเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรเป็น

Synthesis and characterization of polyHIPEs composites with silica  
and iron oxide nanoparticles



โครงการพัฒนาและเผยแพร่ของภาควิชาคานาและวัสดุวิศวกรรมวัสดุศาสตร์บัณฑิต

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา ๒๕๕๕

การสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์

ขนาดอนุภาคนาโน

Synthesis and characterization of polyHIPEs composites with silica  
and iron oxide nanoparticles



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม

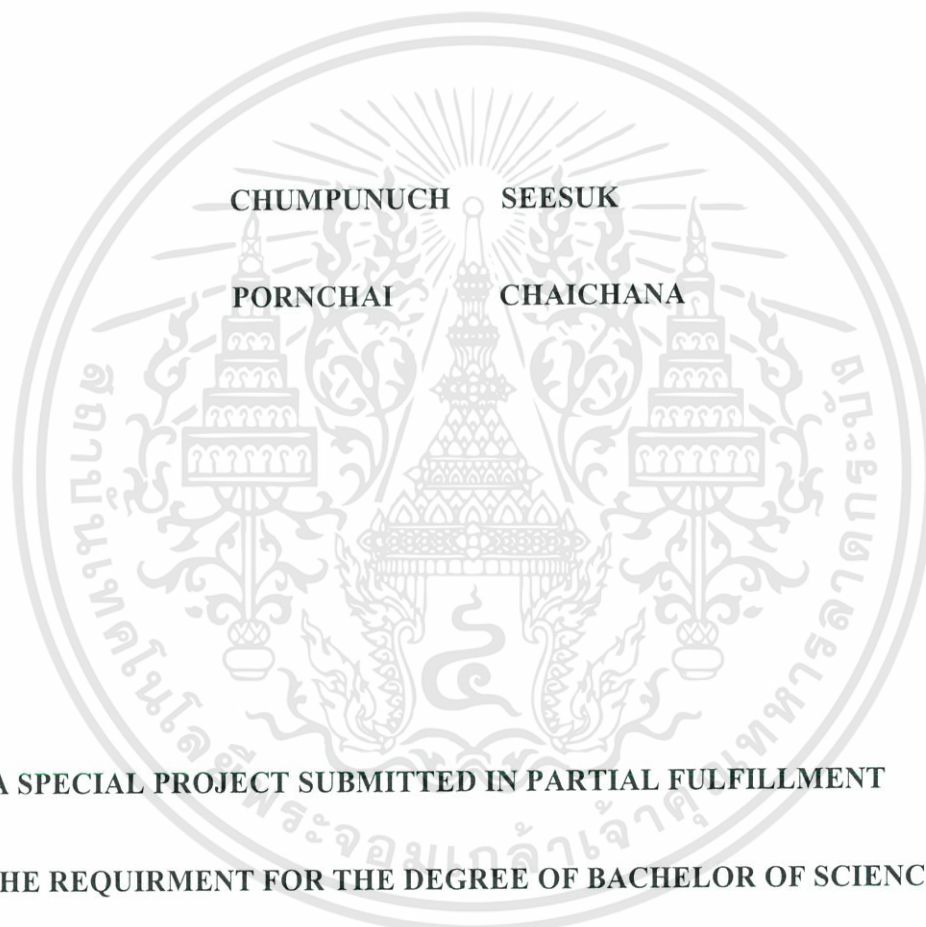
คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2555

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF POLYHIPES COMPOSITES  
WITH SILICA AND IRON OXIDE NANOPARTICLES**



**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE**

**IN INDUSTRIAL CHEMISTRY**

**FACULTY OF SCIENCE**

**KING MONGKUT' S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG**

**ACADEMIC YEAR 2012**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์  
ขนาดอนุภาคนาโน  
Synthesis and characterization of polyHIPEs composites with silica  
and ironoxide nanoparticles



ชื่อนักศึกษา นางสาวชুমณูช ศรีสุข  
นายพรชัย ชัยชนะ

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ปานไพลิน สีหาราช

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้  
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี  
อุตสาหกรรม ประจำปีการศึกษา 2555

| คณะกรรมการสอบ        | ลายมือชื่อ   |
|----------------------|--|
| ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร |  |
| ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์    |  |
| ดร.ปานไพลิน สีหาราช  |  |

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

|                    |  |          |  |
|--------------------|--|----------|--|
| หัวข้อโครงการพิเศษ | การสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์ |          |  |
|                    | ขนาดอนุภาคนาโน   |          |  |
| ชื่อนักศึกษา       | นางสาวชুমภุษา ศรีสุข                                     | 52050149 |  |
|                    | นายพรชัย ชัยชนะ  | 52050201 |  |
| ปริญญา             | วิทยาศาสตรบัณฑิต   |          |  |
| สาขาวิชา           | เคมีอุตสาหกรรม   |          |  |
| ปีการศึกษา         | 2555   |          |  |
| อาจารย์ที่ปรึกษา   | ดร.ปานไพลิน สีหาราช                                      |          |  |

### บทคัดย่อ

จากงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง (Poly High Internal Phase Emulsions, polyHIPEs) ซึ่งเป็นวัสดุที่มีลักษณะโครงสร้างที่มีความเป็นรูพรุนและมืองศาการเชื่อมโยงสูงจึงทำให้เป็นวัสดุที่มีความหนาแน่นต่ำและมีน้ำหนักเบา จึงสามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย เช่น งานทางด้านกรงและการแพทย์ polyHIPEs เตรียมได้โดยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันของวัฏภาคสารอินทรีย์โดยมีสารตั้งต้นคือสไตรีน (Styrene,  $C_8H_8$ ) กับสารเชื่อมโยงคือ ไดไวนิลเบนซีน (DVB,  $C_{10}H_{10}$ ) โดยมีตัวริเริ่มปฏิกิริยาคือเอโซบิสไอโซบิวทิลโรโนไตรด์ (AIBN,  $C_8H_{12}N_4$ ) และโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $K_2(SO_4)_2$ ) และใช้ซอร์บิแทนโมโนโคเดคาโนเอท (Span20) และซอร์บิแทนโมโนลีเอท (Span80) เป็นสารลดแรงตึงผิวเพื่อให้วัฏภาคระหว่างสารอินทรีย์กับวัฏภาคของน้ำเข้ากัน ส่วนวัฏภาคของน้ำจะมีแคลเซียมคลอไรด์ ( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ ) เป็นสารช่วยในการคงตัวของอิมัลชัน การเตรียมเริ่มจากการนำสารที่เป็นวัฏภาคสารอินทรีย์ไปปั่นจนเข้าด้วยกันแล้วค่อย ๆ หยดส่วนที่เป็นวัฏภาคของน้ำลงไป จากนั้นนำสารที่เตรียมได้ไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน แล้วนำไปสกัดด้วยเทคนิคการซ็อกซ์เลต (Soxhlet) โดยเมทานอล ( $CH_3OH$ ) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อกำจัดของแข็งบางส่วนที่ตกค้างอยู่ในโครงสร้าง โดยการสังเคราะห์จะศึกษาการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยปริมาตรของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีน และอัตราส่วนระหว่าง Span20 กับ Span80 และผลของการเติมสารเสริมแรงคือซิลิกา ( $SiO_2$ ) เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกล และอนุภาคแม่เหล็กนาโน ( $Fe_3O_4$ )

เพื่อเพิ่มสมบัติแม่เหล็ก โดยเมื่อทำการศึกษาลักษณะทางกายภาพโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่า อัตราส่วนของสารตั้งต้นที่ทำให้ได้ polyHIPEs ที่มีความแข็งแรง และมีลักษณะความเป็นรูพรุนดีที่สุดคือ สไตรีน/DVB/Span20/Span80 เท่ากับ 50/30/0/20 %vol ใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา และจากการศึกษาสมบัติทางกลโดย Universal Testing Machine (UTM) พบว่า polyHIPEs ที่มีการเติม  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  จะมีความอดุลล์สูงขึ้น และการเติม  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  จะมีความอดุลล์สูงที่สุด

คำสำคัญ : พอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง, ซิลิกา, เหล็กออกไซด์, อิมัลชัน



|                                |   |
|--------------------------------|---|
| <b>Special Project Section</b> | Synthesis and characterization of polyHIPEs composites with silica and iron oxide nanoparticles |
| <b>Students</b>                | Miss Chumpunuch Seesuk<br>Mr. Pornchai Chaichana  |
| <b>Degree</b>                  | Bachelor of Science   |
| <b>Program</b>                 | Industrial Chemistry  |
| <b>Academic Year</b>           | 2012  |
| <b>Advisor</b>                 | Dr.Panpailin Seeharaj   |

### ABSTRACT

This special project studied the synthesis and charecterization of poly high internal phase emulsion, polyHIPEs. PolyHIPEs are highly porous polymer with high interconnected pore. Since they have low density and low weight, polyHIPEs can be used in a wide range of applications such as the filtration and medical applications. PolyHIPEs can be prepared by the polymerization of the organic phase including in polystyrene and divinyl benzene as a linking agent. The initiator used in this study was azobis-isobutyronitrile (AIBN) and potassium persulphate ( $K_2(SO_4)_2$ ) while sorbitan laurate (Span20) and sorbitan oleate (Span80) were used as surfactants. Calcium chloride ( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ ) was dissolved in aqueous phase for stabilizing the emulsion. The emulsion was form by gradually dropping the aqueous phase into the organic phase. The polymerization process was carried out in oven at  $70\text{ }^\circ\text{C}$  for 24 hours , after that polyHIPEs were Soxhlet extracted with methanol for 6 hours. Morphological, thermal and physical properties of the preparation polyHIPEs were analyzed by SEM, Helium pycnometer, TGA and universal testing machine. The results showed that the optimum ratio of precursors was styrene/DVB/Span20/Span80 as 50/30/0/20 %vol and AIBN as an initiator, polyHIPEs had high porosity, good mechanical and bulk density of  $1.1780\text{ g/cm}^3$ . The compression testing showed that addition of silica and iron oxide nanoparticles into the polyHIPEs resulted in the improvement of mechanical properties. The young's modulus of polyHIPEs, polyHIPEs with silica and iron oxide nanoparticles and

polyHIPEs with iron oxide nanoparticles were  $2.3661 \pm 0.64$ ,  $2.5019 \pm 0.27$  and  $4.7465 \pm 0.17$  MPa, respectively.



# กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ก็เพราะความกรุณาจาก ดร.ปานไพลิน สีหาราช ที่ให้โอกาสในการเป็นที่ปรึกษาโครงการพิเศษ เป็นผู้ให้ความรู้และสอนทักษะการทำงาน จึงขอขอบพระคุณอย่างสูงมา ณ ที่นี้ด้วย

ขอขอบพระคุณอย่างสูงสำหรับ ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร และ ดร.ชวาลย์ ศรีวงษ์ ที่ช่วยเป็นกรรมการในการสอบและตรวจทาน แก้ไข ให้โครงการพิเศษฉบับนี้มีความถูกต้องสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณอาจารย์ทุกท่านที่ได้ให้วิชาความรู้จนสามารถทำให้พวกเราสามารถทำงานให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ตลอดจนเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้ให้ความรู้และคำแนะนำต่าง ๆ

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ ทุกคนที่คอยให้กำลังใจในยามที่ท้อแท้และเกิดปัญหา ตลอดจนรุ่นพี่และรุ่นน้องทุกคนที่คอยเป็นห่วง และให้กำลังใจตลอดมา

ขอขอบคุณความพยายาม และความอดทน ที่ช่วยเป็นแรงผลักดันให้โครงการนี้ประสบความสำเร็จไปได้ด้วยดี

ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ผู้ให้กำเนิด ตลอดจนญาติพี่น้องทุกท่านที่ให้โอกาสในการศึกษาและโอกาสในการเรียนรู้สิ่งต่าง ๆ และให้กำลังใจในการทำทุกอย่างให้ผ่านไปได้ด้วยดีตลอดมา

นางสาวชฎาภุช ศรีสุข

นายพรชัย ชัยชนะ

# สารบัญ

|  | หน้า |
|--|------|
| บทคัดย่อภาษาไทย  | I    |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ   | III  |
| กิตติกรรมประกาศ  | V    |
| สารบัญ   | VI   |
| สารบัญตาราง  | XII  |
| สารบัญรูปภาพ   | XIII |
| บทที่ 1 บทนำ   |      |
| 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย                            | 1    |
| 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย                                      | 2    |
| 1.3 ขอบเขตของการวิจัย  | 2    |
| 1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินการ                        | 2    |
| 1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ  | 2    |
| บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง                            |      |
| 2.1 High internal phase emulsion (HIPE) และ polyHIPEs            | 3    |
| 2.1.1 การเกิดอิมัลชัน (Emulsion)                                 | 4    |
| 2.1.1.1 ขนาดขนาดหยดอนุภาควัฏภาคภายใน และลักษณะอิมัลชันที่มองเห็น | 4    |

## สารบัญ(ต่อ)

|   | หน้า |
|---|------|
| 2.1.1.2 ชนิดของอิมัลชัน   | 4    |
| 2.1.1.3 ส่วนประกอบของอิมัลชัน   | 6    |
| 2.1.1.4 กลไกการเกิดอิมัลชัน   | 6    |
| 2.2 กระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์  | 7    |
| 2.2.1 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบบัลค์  | 7    |
| 2.2.2 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบสารละลาย   | 7    |
| 2.2.3 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย  | 8    |
| 2.2.4 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน   | 9    |
| 2.3 การสังเคราะห์และลักษณะทางกายภาพของ polyHIPEs  | 11   |
| 2.3.1 การเตรียม HIPE และการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน<br>(HIPE Preparation and polymerization) | 11   |
| 2.3.1.1 สารลดแรงตึงผิว  | 12   |
| 2.3.1.2 สารเพิ่มความคงตัว   | 13   |
| 2.3.1.3 ตัวริเริ่มปฏิกิริยา   | 13   |
| 2.3.1.3.1 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยความร้อน   | 13   |
| 2.3.1.3.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยผ่านปฏิกิริยารีดอกซ์                                   | 15   |
| 2.3.2 ลักษณะทางกายภาพของ polyHIPEs  | 16   |
| 2.3.2.1 ลักษณะโครงสร้างของรูพรุน (Cellular structure)   | 16   |

## VII

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ(ต่อ)

|   | หน้า |
|---|------|
| 2.3.2.2 ขนาดของช่องว่างและการเชื่อมโยงภายใน<br>(Void and interconnect size) | 16   |
| 2.3.2.3 พื้นที่ผิว  | 17   |
| 2.4 การนำ polyHIPEs ไปใช้งาน  | 17   |
| 2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs  | 19   |
| 2.5.1 สารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs                            | 23   |
| 2.5.1.1 ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ )   | 23   |
| 2.5.1.2 เหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )                            | 25   |
| 2.6 ข้อมูลและสมบัติของสารตั้งต้นที่ใช้การสังเคราะห์ polyHIPEs               | 29   |
| 2.6.1 สไตรีน (Styrene)  | 29   |
| 2.6.2 ไดไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene, DVB)                                   | 30   |
| 2.6.3 เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรล์ (Azobisisobutyronitrile, AIBN)              | 30   |
| 2.6.4 ซอร์บิแทน โมโนโคเดคาโนเอท (Span 20)                                   | 31   |
| 2.6.5 ซอร์บิแทน โมโนลีเอท (Span 80)   | 32   |
| 2.6.6 แคลเซียมคลอไรด์ (Calcium chloride-2-hydrate)                          | 32   |
| 2.6.7 โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium persulfate )                         | 33   |
| 2.6.8 กรดโอเลอิก (Oleic acid)   | 33   |

## VIII

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## สารบัญ(ต่อ)

|  | หน้า |
|--|------|
| บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย  | 34   |
| 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์   | 34   |
| 3.2 สารเคมี  | 35   |
| 3.3 การบวนการสังเคราะห์ poly high internal phase emulsions                         |      |
| 3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมมอนอเมอร์  | 36   |
| 3.3.2 การเคลือบซิลิกาและเหล็กออกไซด์ด้วยกรดโอเลอิก                                 | 37   |
| 3.3.3 การเตรียมอิมัลชัน HIPE   | 38   |
| 3.3.4 การเตรียม polyHIPEs  | 39   |
| 3.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างทางสัณฐานวิทยา และสมบัติเชิงกล            | 46   |
| 3.3.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างทางสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)  | 46   |
| 3.3.5.2 การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA) | 47   |
| 3.3.5.3 การตรวจสอบปริมาตรและความหนาแน่นโดยเครื่อง Helium pycnometer                | 49   |
| 3.3.5.4 การตรวจสอบสมบัติทางกลด้วยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM)           | 50   |

## สารบัญ(ต่อ)

|  | หน้า |
|--|------|
| บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล   | 51   |
| 4.1 การสังเคราะห์ polyHIPEs  | 51   |
| 4.1.1 ศึกษาอัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs  | 51   |
| 4.2 ศึกษาผลของการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์   | 58   |
| 4.2.1 ศึกษาการเคลือบซิลิกาและเหล็กออกไซด์ด้วยกรดโอเลอิก  | 58   |
| 4.2.2 ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์  | 60   |
| 4.2.2.1 การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA)  | 62   |
| 4.2.2.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาโดยเทคนิค Scanning electron microscope (SEM)  | 64   |
| 4.2.2.3 การศึกษาความหนาแน่นโดยใช้ Helium pycnometer  | 66   |
| 4.2.2.4 การศึกษาสมบัติทางกลโดยการทดสอบความต้านแรงกด (Compression) โคนการใช้เครื่อง Universal testing machine (UTM) | 67   |

# สารบัญ(ต่อ)

|                                     | หน้า |
|-------------------------------------|------|
| บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ | 69   |
| 5.1 สรุปผลการวิจัย                  | 69   |
| 5.2 ข้อเสนอแนะ                      | 70   |
| เอกสารอ้างอิง                       | 71   |
| ภาคผนวก                             | 74   |



# สารบัญตาราง

| ตารางที่ | หน้า  |    |
|----------|---|----|
| 2.1      | แสดงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาของตัวเริ่มปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ ที่แตกตัวโดยความร้อน             | 14 |
| 2.2      | แสดงการเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาตรส่วนที่เป็นน้ำ                                  | 19 |
| 3.1      | แสดงอัตราส่วนสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs   | 40 |
| 3.2      | แสดงปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs  | 41 |
| 3.3      | แสดงปริมาณ $\text{SiO}_2$ และ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs                 | 42 |
| 4.1      | แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละอัตราส่วน                         | 54 |
| 4.2      | แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละอัตราส่วนของซิลิกาและเหล็กออกไซด์ | 61 |
| 4.3      | แสดงค่าความหนาแน่น (Bulk density) ของ polyHIPEs   | 66 |
| 4.4      | แสดงสมบัติของ polyHIPEs ที่มีการใส่สารเติมแต่ง  | 67 |

# สารบัญรูป

| รูปที่ | หน้า   |    |
|--------|--|----|
| 2.1    | แสดงการเกิดอิมัลชัน 2 แบบ คือ (ก) อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ<br>(ข) อิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน   | 5  |
| 2.2    | แผนภาพจำลองระบบของการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย   | 8  |
| 2.3    | แสดงองค์ประกอบต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์<br>แบบอิมัลชัน  | 10 |
| 2.4    | แสดงการเตรียม HIPEs และ polyHIPEs  | 12 |
| 2.5    | แสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสไตรีนและ DVB   | 12 |
| 2.6    | แสดงปฏิกิริยาการแตกตัวของ AIBN   | 14 |
| 2.7    | แสดงปฏิกิริยารีดอกซ์ของสาร โฟแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต   | 15 |
| 2.8    | แสดงการนำ polyHIPEs ไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ   | 18 |
| 2.9    | ภาพถ่าย SEM ของ poly HIPEs ที่มีปริมาตรรูพรุนเป็น 90%  | 20 |
| 2.10   | ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่มีเขม่าดำเป็นสารเสริมแรง  | 21 |
| 2.11   | แสดงลักษณะ polyHIPEs ที่ใช้ออกาโนเคลย์เป็นสารเสริมแรง และเคลือบ<br>ด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโน  | 22 |
| 2.12   | แสดงโครงสร้างแบบเตตระฮีดรัลของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ )  | 23 |
| 2.13   | ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs (ก) วัฏภาคสารอินทรีย์ 16 vol %<br>และไม่ใส่ $\text{SiO}_2$ (ข) วัฏภาคสารอินทรีย์ 16 vol% และใส่<br>$\text{SiO}_2$ 1 wt% (ค) วัฏภาคสารอินทรีย์ 40 vol% และไม่ใส่ $\text{SiO}_2$ | 24 |

## สารบัญรูป(ต่อ)

| รูปที่ | หน้า  |    |
|--------|---|----|
| 2.14   | แสดงโครงสร้างของเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )   | 26 |
| 2.15   | แสดงภาพ TEM ของเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโน<br>(ก) เหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก<br>(ข) เหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่ไม่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก                        | 27 |
| 2.16   | แสดงภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโน<br>(ก) polyHIPEs ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก<br>(ข) polyHIPEs ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ไม่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก | 28 |
| 2.17   | แสดงโครงสร้างโมเลกุลของสไตรีน ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}=\text{CH}_2$ )  | 29 |
| 2.18   | แสดงโครงสร้างโมเลกุลของไดไวนิลเบนซีน ( $\text{C}_{10}\text{H}_{10}$ )   | 30 |
| 2.19   | แสดงโครงสร้างโมเลกุลของเอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรล์<br>( $\text{CH}_3$ ) <sub>2</sub> C(CN)N=NC(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CN  | 31 |
| 2.20   | แสดงโครงสร้างโมเลกุลของซอร์บิแทนโมโนโคเคทาโนเอท ( $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_6$ )  | 31 |
| 2.21   | แสดงโครงสร้างโมเลกุลของซอร์บิแทนโมโนลิเอท ( $\text{C}_{24}\text{H}_{44}\text{O}_6$ )  | 32 |
| 2.22   | แสดงโครงสร้างโมเลกุลแคลเซียมคลอไรด์   | 32 |
| 2.23   | แสดงโครงสร้างโมเลกุลของโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$  | 33 |
| 2.24   | แสดงโครงสร้างโมเลกุลของกรดโอเลอิก   | 33 |
| 3.1    | แผนผังแสดงกระบวนการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPE โดยใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา  | 43 |
| 3.2    | แผนผังแสดงกระบวนการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPE โดยใช้ $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$ เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา   | 44 |
| 3.3    | แผนผังแสดงกระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs   | 45 |
| 3.4    | แสดงภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)  | 46 |
| 3.5    | แสดงภาพเครื่อง Thermogravimetric Analysis   | 48 |
| 3.6    | แสดงเครื่อง Helium pycnometer   | 49 |

## สารบัญรูป(ต่อ)

| รูปที่ | หน้า  |    |
|--------|---|----|
| 3.7    | แสดงเครื่อง Universal Testing Machine (UTM)   | 50 |
| 4.1    | แสดงภาพถ่ายของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ในสูตรที่ 1 – 8 ตามตารางที่ 4.1  | 55 |
| 4.2    | แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs ที่อัตราส่วน<br>โดยปริมาตร(%vol) ของ St/DVB/Span20/Span80 (%vol) และสารริเริ่มคือ AIBN<br>ตามตาราง 4.1 (ก, สูตรที่ 1) 40/40/10/10 (ข, สูตรที่ 2) 40/40/0/20<br>(ค, สูตรที่ 3) 30/50/0/20 (ง, สูตรที่ 4) 50/30/0/20 | 56 |
| 4.3    | แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs ที่อัตราส่วน<br>โดยปริมาตรของ (%vol) ของ St/DVB/Span20/Span80 (%vol) และสารริเริ่ม<br>คือ $K_2(SO_4)_2$ (จ, สูตรที่ 5) 40/40/10/10 (ฉ, สูตรที่ 7) 30/50/0/20<br>(ช, สูตรที่ 8) 50/30/0/20                          | 57 |
| 4.4    | แสดงเทอร์โมแกรมของซิลิกาที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก   | 59 |
| 4.5    | แสดงเทอร์โมแกรมของเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก   | 60 |
| 4.6    | แสดงภาพถ่าย polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง (1) polyHIPEs<br>(2) polyHIPEs + $SiO_2$ 1 %wt (3) polyHIPEs + $SiO_2$ 1 %wt + $Fe_3O_4$ 3 %wt<br>(4) polyHIPEs + $Fe_3O_4$ 3 %wt   | 61 |
| 4.7    | แสดงเทอร์โมแกรมของ polyHIPEs ที่ไม่มีสารเติมแต่ง  | 62 |
| 4.8    | แสดงเทอร์โมแกรมของ polyHIPEs + $SiO_2$ + $Fe_3O_4$  | 63 |
| 4.9    | แสดงเทอร์โมแกรมของ polyHIPEs + $Fe_3O_4$  | 63 |

## สารบัญรูป(ต่อ)

| รูปที่ | หน้า   |    |
|--------|--|----|
| 4.10   | แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs (ก) polyHIPEs (ข) polyHIPEs + SiO <sub>2</sub> + Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (ค) polyHIPEs + Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>              | 65 |
| 4.11   | แสดงค่า Young's modulus ของสารตัวอย่าง   | 67 |
| 4.12   | แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียด เปรียบเทียบระหว่าง polyHIPEs , polyHIPEs + Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> + SiO <sub>2</sub> และ polyHIPEs + Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> | 68 |



## คำย่อและสัญลักษณ์

|  |                                   |
|--|-----------------------------------|
| polyHIPEs                                      | poly high internal phase emulsion |
| DVB  | Divinylbenzene                    |
| AIBN   | Azobisisobutyronitrile            |
| Span20   | Sorbitan laurate                  |
| Span80   | Sorbitan oleate                   |
| CaCl <sub>2</sub>                              | Calcium chloride                  |
| K <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> | Potassium persulfate              |
| NaOH   | Sodium hydroxide                  |
| CH <sub>3</sub> OH                             | Methanol                          |
| SEM  | Scanning electron microscope      |
| TGA  | Thermo gravimetric analysis       |
| UTM  | Universal testing machine         |

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ในปัจจุบันพอลิเมอร์โพลีชนิดรูพรุนสูง (Poly High Internal Phase Emulsions, polyHIPEs) กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมากสำหรับการนำไปพัฒนาเป็นวัสดุใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น ใช้เป็นวัสดุสำหรับการทำตัวกรอง (Filtration media) ใช้เป็นวัสดุที่อยู่กับที่ในการแยกสารโดยเทคนิคโครมาโทกราฟี ใช้ในการดักจับฝุ่นในอากาศ และใช้ในงานด้าน โครงร่างวิศวกรรมเนื้อเยื่อ (Tissue engineering scaffolds) โดยใช้เป็นวัสดุที่ช่วยในการเจริญเติบโตของเซลล์เนื้อเยื่อกระดูก เป็นต้น เนื่องจากพอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูงมีข้อดี คือ ง่ายในการสังเคราะห์และมีสมบัติที่เหมาะสมเช่นมีรูพรุนสูงและมีความหนาแน่นต่ำทำให้มีน้ำหนักเบา มีค่าการเชื่อมโยงภายในรูพรุนสูง ทำให้ polyHIPEs มีความเหมาะสมสำหรับการนำมาใช้งานในด้านต่าง ๆ ดังกล่าวข้างต้น ที่การใช้วัสดุที่มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรมากจะให้ประสิทธิภาพที่ดี แต่เนื่องจากสมบัติเชิงกลของวัสดุ polyHIPEs ยังไม่ดีนัก คือ วัสดุ polyHIPEs มีความเปราะ แตกหักง่าย ดังนั้นในปัจจุบันจึงมีงานวิจัยที่ทำการศึกษาและพัฒนาวัสดุ polyHIPEs ให้มีความแข็งแรงมากขึ้น โดยการเติมสารเสริมแรง เช่น ถ่านคาร์บอน (Carbon black) [1] และซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) [2] ซึ่งจากการศึกษาพบว่า สมบัติในด้านความแข็งแรงของวัสดุ polyHIPEs ยังไม่ดีพอในการสังเคราะห์โดยใช้เขม่าดำเป็นสารตัวเติม ซึ่งส่งผลให้ไม่สามารถนำ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปใช้ในอุตสาหกรรมได้ ด้วยเหตุนี้จึงทำให้มีการคิดที่จะใช้ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) เป็นสารเสริมแรงเนื่องจากเป็นสารที่หาได้ง่าย ราคาไม่แพงนัก และสามารถช่วยเพิ่มความแข็งแรงได้เป็นอย่างดี นอกจากการเพิ่มสมบัติทางด้านความแข็งแรงแล้ว ยังมีรายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับศึกษาการเพิ่มสมบัติทางด้านต่าง ๆ ของ polyHIPEs ให้มีสมบัติที่หลากหลายเหมาะสมต่อการนำไปใช้งานทางด้านต่าง ๆ มากยิ่งขึ้น เช่น การเพิ่มสมบัติแม่เหล็กโดยการเติมเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) และการเพิ่มสมบัติในการป้องกันแบคทีเรียโดยการนำวัสดุ polyHIPEs ไปเคลือบด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโน (Silvernano particles, SNPs) [3]

สำหรับในงานวิจัยนี้จึงมีความสนใจทำการศึกษาการสังเคราะห์ polyHIPEs ชนิดใหม่ที่มีการเพิ่มสมบัติด้านความแข็งแรงโดยการใส่ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) เป็นสารเสริมแรงโดยใช้เหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) เพื่อเพิ่มสมบัติความเป็นแม่เหล็กและสารตั้งต้นที่ใช้เป็นมอนอเมอร์ คือ สไตรีน (Styrene) และไดไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene, DVB) และใช้เอไอบีเอ็น (AIBN) หรือโปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$ ) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา (Initiator) พอลิเมอไรเซชัน (Polymerization) แล้วทำการ

ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ สัณฐานวิทยา และสมบัติเชิงกลของวัสดุที่สังเคราะห์ได้เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในระดับอุตสาหกรรมต่อไป

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของการเติมสารเสริมแรงซิลิกาและเหล็กออกไซด์ที่มีต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของวัสดุ polyHIPEs

## 1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง (polyHIPEs)

1.3.2 ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์

## 1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีดำเนินการ

1.4.1 ศึกษาค้นคว้าข้อมูลและทบทวนเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง

1.4.2 จัดซื้อวัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

1.4.3 สังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs

1.4.4 สังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมสารเสริมแรงซิลิกาและสารเพิ่มสมบัติแม่เหล็ก เหล็กออกไซด์

1.4.5 นำวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบสัณฐานวิทยา สมบัติทางกายภาพ และสมบัติทางกล

## 1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1 สามารถสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ที่มีการปรับปรุงสมบัติเชิงกลด้วยซิลิกาและสมบัติแม่เหล็กด้วยเหล็กออกไซด์

1.5.2 สามารถนำผลที่ได้ไปเป็นข้อมูลพื้นฐานสำหรับการประยุกต์ใช้วัสดุ polyHIPEs ในอุตสาหกรรมต่อไป

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

ในบทนี้จะกล่าวถึงข้อมูลที่ได้จากการรวบรวมเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับพอลิเมอร์ โฟมชนิดรุกรุนสูง (Poly high internal phase emulsions, polyHIPEs) การนำไปใช้งาน และวิธีการเตรียม รวมไปถึงงานวิจัยอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการเติมสารเติมแต่ง โดยมีรายละเอียดดังนี้

#### 2.1 High internal phase emulsions (HIPE) และ polyHIPEs

polyHIPEs คือ พอลิเมอร์ที่โครงสร้างมีลักษณะเป็นรูพรุน ลักษณะคล้ายโฟม มีความหนาแน่นต่ำ ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน (Polymerization) ของมอนอเมอร์และการเชื่อมโยงกันของพอลิเมอร์ร่วมในวัฏภาคต่อเนื่อง ซึ่งโดยทั่วไปวัสดุ polyHIPEs จะประกอบด้วยวัฏภาคภายในอิมัลชัน (High internal phase emulsion) ซึ่งเมื่อแข็งตัวแล้วก็คือบริเวณที่เป็นรูพรุนหรือช่องว่างที่ครอบคลุมเนื้อที่มากกว่า 74% โดยปริมาตรของ HIPE โดยในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันรูพรุนด้านในจะเกิดจากการเปลี่ยนแปลง โดยมอนอเมอร์จะเกิดการเชื่อมต่อกันมีลักษณะเป็นทรงกลม และสารลดแรงตึงผิวทำให้มอนอเมอร์ที่เป็นทรงกลมแต่ละอันเกิดการเชื่อมโยงกัน ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางด้านการเชื่อมโยงของวัฏภาคภายใน polyHIPEs ขึ้น โดย polyHIPEs สามารถเตรียมได้จากระบบอิมัลชันที่เป็นทั้งแบบน้ำมันในน้ำ (Oil-in-water, O/W) หรือแบบน้ำในน้ำมัน (Water-in-oil, W/O) การเตรียม polyHIPEs นั้นจำเป็นต้องใช้สารอิมัลซิไฟเออร์ซึ่งเป็นตัวทำอิมัลชัน (Emulsifying agent) หรือ สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นตัวช่วยรักษาเสถียรภาพของอิมัลชัน (HIPE) จากนั้นจะนำสารอิมัลชัน (HIPE) ที่ได้ไปทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันโดยการให้ความร้อนเพื่อเปลี่ยนสภาพสารอิมัลชันเป็นของแข็ง polyHIPEs แล้วทำการสกัดของแข็ง polyHIPEs ที่ได้โดยการสกัดด้วยเทคนิคการซ็อกเลตต์ (Soxhlet) เพื่อขจัดสารบางส่วนที่เหลือตกค้างในโครงสร้างภายในก่อนจึงจะได้วัสดุ polyHIPEs ที่สมบูรณ์

### 2.1.1 การเกิดอิมัลชัน (Emulsion)

อิมัลชัน (Emulsion) หมายถึง ผลิตภัณฑ์รูปแบบหนึ่งที่ประกอบด้วยของเหลวอย่างน้อย 2 ชนิด ซึ่งไม่เข้ากันหรือไม่ละลายในกันและกัน เช่น น้ำและน้ำมัน ถ้าต้องนำมาไว้ด้วยกันในลักษณะที่ผสมผสานเข้าเป็นเนื้อเดียวกันก็ต้องใช้ตัวทำอิมัลชัน (Emulsifier) เป็นตัวผสมทั้งสองเข้าด้วยกัน อิมัลชันที่เกิดขึ้นถ้ามองด้วยตาเปล่าจะเห็นลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันแต่ถ้า มองด้วยกล้องจุลทรรศน์ก็จะเห็นเป็น 2 วัฏภาค คือ เห็นเป็นหยดเล็ก ๆ ของของเหลวชนิดหนึ่งซึ่งเรียกว่าวัฏภาคภายใน (Internal or dispersed phase) กระจายตัวแทรกอยู่ในของเหลวอีกชนิดหนึ่งซึ่งเรียกว่า วัฏภาคภายนอก (External or continuous phase) โดยทั่วไปหยดของวัฏภาคภายในอาจมีขนาดต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ขนาดที่เล็กกว่า 0.05 ไมครอน จนถึง 25 ไมครอน ซึ่งขนาดอนุภาคของวัฏภาคภายในมีผลต่อการกระจายแสงได้ต่างกัน จึงทำให้อิมัลชันมีลักษณะภายนอกที่มองเห็นได้แตกต่างกัน [4]

#### 2.1.1.1 ขนาดหยดอนุภาควัฏภาคภายใน และลักษณะอิมัลชันที่มองเห็น

เล็กกว่า 0.05 ไมครอน โปร่งใส (Transparent)

0.05 – 0.10 ไมครอน ขุ่นหรือโปร่งใส (Translucent)

0.10 – 1.00 ไมครอน สีขาวอมฟ้า

ใหญ่กว่า 1.00 ไมครอน ขุ่นขาวทึบ

#### 2.1.1.2 ชนิดของอิมัลชัน

2.1.1.2.1 แบ่งตามลักษณะภายนอกที่มองเห็นได้เป็น 2 ชนิด คือ

1). แมโครอิมัลชัน (Macro emulsion) คือ อิมัลชันลักษณะขุ่นขาวที่พบโดยทั่วไป อนุภาคของวัฏภาคภายในของอิมัลชันชนิดนี้มักมีขนาดตั้งแต่ 0.25 – 10 ไมครอน (โดยทั่วไปจะใหญ่กว่า 1 ไมครอน) จึงทำให้เกิดความแตกต่างในค่าดัชนีการหักเหของแสงของวัฏภาคทั้งสอง และเกิดการกระจายแสงทำให้มองเห็นเป็นลักษณะขุ่นขาว อิมัลชันนี้อาจแบ่งย่อยได้เป็นอิมัลชันเนื้อหยาบ (Coarse emulsion) ซึ่งมีอนุภาคค่อนข้างใหญ่ และอิมัลชันเนื้อละเอียด (Fine emulsion) ซึ่งมีอนุภาคค่อนข้างเล็กหรือเล็กกว่า 5 ไมครอนลงไป โดยแมโครอิมัลชันเป็นอิมัลชันชนิดที่พบมากที่สุด

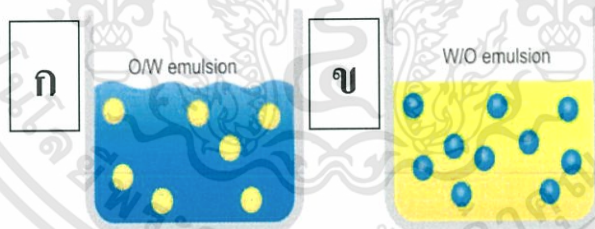
2). ไมโครอิมัลชัน (Micro emulsion) มีลักษณะโปร่งใส เนื่องจากอนุภาคของวัฏภาคภายในเล็กมาก (ประมาณ 10 –75 นาโนเมตร) ซึ่งมีค่าน้อยกว่าหนึ่งในสี่ของความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ (Visible light) จึงไม่หักเหหรือกระจายแสง แสงจึงสามารถทะลุผ่านได้ ทำให้ดูโปร่งใส โดยหยดของวัฏภาคภายในจะมีลักษณะกลมและถูกล้อมรอบด้วยฟิล์มของตัวทำอิมัลชัน

2.1.1.2.2 แบ่งตามชนิดของของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายในและวัฏภาคภายนอก ได้เป็น 3 ชนิด คือ

1. อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ (Water-in-oil emulsion) อิมัลชันชนิดนี้มีวัฏภาคภายในเป็นน้ำ วัฏภาคภายนอกเป็นน้ำมัน

2. อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ (Oil-in-water emulsion) อิมัลชันชนิดนี้กลับกันกับชนิดแรก คือ มีวัฏภาคภายในเป็นน้ำมัน วัฏภาคภายนอกเป็นน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 2.1

3. อิมัลชันเชิงซ้อน (Multiple emulsion) เป็นอิมัลชันที่มีวัฏภาคภายในซ้อนกันอยู่ ซึ่งเป็นของเหลวต่างชนิดกัน เช่น น้ำ/น้ำมัน/น้ำ (Water/Oil/Water) หรือ น้ำมัน/น้ำ/น้ำมัน (Oil/Water/Oil) โดยอิมัลชันเชิงซ้อนเหล่านี้สามารถกลับกลายเป็นอิมัลชันชนิดธรรมดาได้ เช่น น้ำ/น้ำมัน/น้ำ ซึ่งมีน้ำเป็นวัฏภาคภายนอก แต่วัฏภาคภายในเป็นน้ำมัน จะมีหยดเล็ก ๆ ของหยดน้ำซ้อนอยู่ภายในอีกทีเมื่อกลับกลายเป็นอิมัลชันธรรมดาจะกลายเป็นชนิด น้ำมันในน้ำ



รูปที่ 2.1 แสดงการเกิดอิมัลชัน 2 แบบ คือ (ก) อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ (ข) อิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน [5]

### 2.1.1.3 ส่วนประกอบของอิมัลชัน

มีส่วนประกอบหลักสำคัญ 3 ส่วน คือ

1. วัฏภาคน้ำ (Water phase) ได้แก่ น้ำและสารต่าง ๆ ซึ่งอาจเป็นของแข็งหรือของเหลวที่ละลายได้ในน้ำ อาจเป็นสารเพิ่มความหนืดและการกระจายตัว เช่น  $\text{CaCl}_2$
2. วัฏภาคน้ำมัน (Oil phase) ได้แก่ น้ำมันต่าง ๆ เช่น สารมอนอเมอร์ตั้งต้น สไตรีน และ DVB และตัวทำอิมัลชัน (Emulsifier) ซึ่งเป็นตัวสำคัญในการผสมผสานให้วัฏภาคน้ำและน้ำมันให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน ได้แก่ พวกลดแรงตึงผิวต่าง ๆ เช่น Span, Sodium lauryl sulfate

### 2.1.1.4 กลไกการเกิดอิมัลชัน

ปกติของเหลวสองชนิดซึ่งไม่เข้ากันเมื่อถูกนำมารวมจะแยกกันอยู่เป็น 2 ชั้น เนื่องจากเกิดแรงตึงระหว่างผิวขึ้น แต่เมื่อมีการเขย่าผสมเพื่อเป็นการเพิ่มพลังงานและเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างของเหลวทั้งสอง จะทำให้ของเหลวที่กระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ ในกันและกันได้ และมีลักษณะของอิมัลชันเกิดขึ้น แต่การเกิดอิมัลชันนี้เป็นเพียงเหตุการณ์ที่เกิดขึ้นชั่วคราว ซึ่งหลักการทางเทอร์โมไดนามิกส์อธิบายได้ว่า การเขย่าเป็นการเพิ่มพลังงานที่พื้นผิว (Surface free energy) ของเหลว จึงเข้ากันได้ชั่วคราว สถานะนี้ถือว่าไม่คงสภาพ เพราะเมื่อหยุดเขย่าหรือหยุดกวน ของเหลวเหล่านั้นก็จะพยายามกลับมารวมตัวกันและแยกชั้นดังเดิม เนื่องจากมีการปรับสถานะให้เข้าจุดคงสภาพโดยลดพื้นที่ผิวการสัมผัสระหว่างกันให้น้อยที่สุด เหตุการณ์ดังกล่าวนี้สามารถทำให้เกิดขึ้นอย่างถาวรได้ โดยการเติมตัวทำอิมัลชันลงไปก่อนการเขย่า ซึ่งจะทำให้เกิดการกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ ในกันและกันของของเหลวทั้งสองชนิดโดยที่ยังคงสภาพอยู่และไม่กลับมาแยกชั้นดังเดิม

ดังนั้น การเกิดอิมัลชันได้ต้องอาศัยกระบวนการ 2 ขั้นตอน ประกอบด้วย

1. การทำให้ของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายในแตกกระจายเป็นหยดเล็ก ๆ โดยอาศัยการให้พลังงานซึ่งอาจใช้ในรูปแบบของความร้อน (Heat) การคนหรือเขย่า (Mechanical agitation) การสั่นสะเทือนโดยคลื่นเสียง (Ultrasonic vibration) หรือไฟฟ้า (Electricity) เป็นต้น
2. การทำให้หยดเล็ก ๆ ที่กระจายตัวอยู่นั้นคงสภาพอยู่ได้ซึ่งอาศัยตัวทำอิมัลชันเพื่อลดแรงตึงผิวระหว่างวัฏภาค

## 2.2 กระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์

กรรมวิธีในการสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยกลไกแบบลูกโซ่ผ่านตัวกลางอนุมูลอิสระสามารถจำแนกได้เป็น 4 วิธีหลักดังนี้ [31]

1. การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบบัลค์ (Bulk polymerization)
2. การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบสารละลาย (Solution polymerization)
3. การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย (Suspension polymerization)
4. การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization)

โดย 2 วิธีแรกจัดเป็นปฏิกิริยาแบบเนื้อเดียว (Homogeneous) ซึ่งหมายถึงการที่สารละลายที่อยู่ในสถานะหรือถึงทำปฏิกิริยา จะเป็นสารอินทรีย์ทั้งหมด ในขณะที่ 2 วิธีหลังจะเป็นระบบเนื้อผสม (Heterogeneous) ซึ่งหมายถึงการที่สารละลายประกอบด้วยวัฏภาคของสารอินทรีย์และวัฏภาคของน้ำ

### 2.2.1 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบบัลค์

กรรมวิธีนี้จัดเป็นวิธีที่ง่ายที่สุดเนื่องจากสารตั้งต้นจะมีเพียงมอนอเมอร์และตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่สามารถละลายได้ในมอนอเมอร์ อย่างไรก็ตามปัญหาสำคัญของการสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยวิธีนี้ คือ มีความร้อนคายออกมาจากปฏิกิริยามาก อาจส่งผลให้เกิดการระเหยของสารออกมานอกถังปฏิกิริยาหรือถังปฏิกิริยาอาจจะระเบิดออกได้ ดังนั้นในทางปฏิบัติจึงต้องมีวิธีการควบคุมความร้อนที่เกิดขึ้นให้ได้

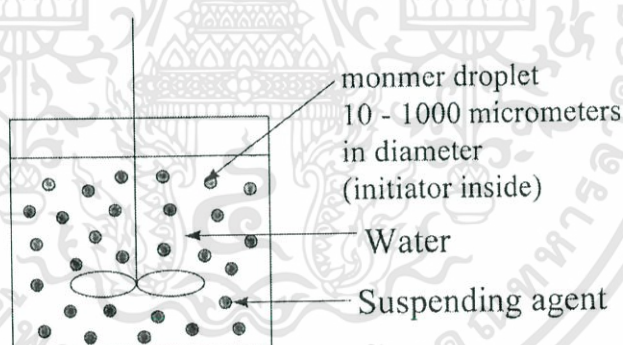
### 2.2.2 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบสารละลาย

กระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบสารละลายจะต่างจากกระบวนการแบบบัลค์ตรงที่มีการเติมตัวทำละลายอินทรีย์ลงไปเพื่อช่วยในการระบายความร้อนและลดความหนืดของสารละลายในสถานะทำปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามกรรมวิธีในการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบนี้จะมีข้อเสียในด้านของความเป็นพิษ และความไวไฟของตัวทำละลายส่วนใหญ่ที่นิยมใช้ เช่น โทลูอิน เบนซีน และ

ไซโคลเฮกเซน นอกจากนั้นในทางปฏิบัติ ยังต้องมีการเพิ่มขึ้นตอนของการแยกผลิตภัณฑ์พอลิเมอร์ออกจากตัวทำละลายและมอนอเมอร์ที่ยังหลงเหลืออยู่จากปฏิกิริยาซึ่งถือว่าเป็นการเพิ่มขึ้นตอนและค่าใช้จ่ายที่สูงขึ้น นอกจากนั้นตัวทำละลายอินทรีย์ยังอาจจะทำให้เกิดปฏิกิริยาโยกย้ายสายโซ่กับพอลิเมอร์ที่กำลังโตได้อีกด้วย

### 2.2.3 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย

เพื่อที่จะหลีกเลี่ยงปัญหาจากการใช้ตัวทำละลายดังกล่าวข้างต้น จึงได้มีการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ พอลิเมอร์โดยใช้น้ำเป็นตัวกลาง (Medium) ในการทำปฏิกิริยาโดยทั่วไปแล้วจะใช้น้ำประมาณ 2 ถึง 4 เท่าของมอนอเมอร์โดยปริมาตร และในการทำปฏิกิริยาจะต้องมีการกวนสารละลาย หรือของผสมระหว่างมอนอเมอร์กับน้ำเพื่อให้เกิดการแตกตัวของหยดมอนอเมอร์ ซึ่งจะช่วยให้มอนอเมอร์มีพื้นที่ผิวมากขึ้นและมีการระบายความร้อนที่ดีขึ้น โดยทั่วไปแล้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของหยดมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นจะอยู่ในช่วงประมาณ 10 - 1000 ไมครอน ( $\mu\text{m}$ ) ทั้งนี้จะขึ้นอยู่กับความเร็วในการกวนด้วย



รูปที่ 2.2 แผนภาพจำลองระบบของการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย

จากรูปที่ 2.2 จะเห็นได้ว่าตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ใช้ในระบบนี้จะเป็นสารประเภทที่สามารถละลายได้ในวัฏภาคของมอนอเมอร์ (เช่น สารประกอบเปอร์ออกไซด์ และ AIBN เป็นต้น) นอกจากนั้นในการทำปฏิกิริยาจะมีการเติมสารช่วยในการแขวนลอย (Suspending agent) ลงไปด้วย เพื่อช่วยป้องกันการรวมตัวเป็นก้อน (Agglomeration) ของอนุภาคพอลิเมอร์ที่เกิดขึ้น (โดยพอลิเมอร์ร่วมดังกล่าวจะหันด้านที่มีขั้วเข้าหาน้ำและหันเอาด้านที่มีขั้วน้อยกว่าเข้าหาอนุภาคพอลิเมอร์)

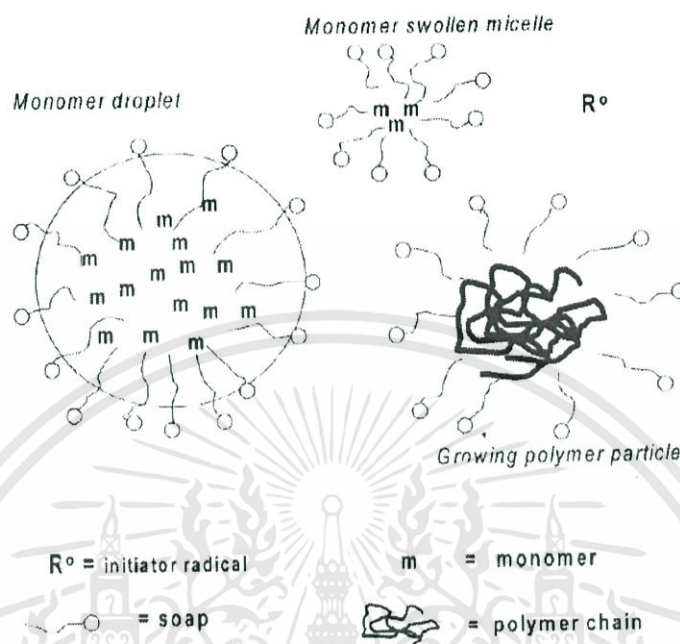
## 2.2.4 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน

กระบวนการแบบอิมัลชันมีลักษณะคล้ายกระบวนการแบบแขวนลอยในด้านของการใช้น้ำเป็นตัวกลางในการทำปฏิกิริยา อย่างไรก็ตามปฏิกิริยาแบบอิมัลชันจะมีลักษณะที่แตกต่างจากแบบปฏิกิริยาแบบแขวนลอย คือ ประเภทของตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ใช้ ขนาดของหยดมอนอเมอร์ตอนเริ่มต้น ตำแหน่งของการเกิดปฏิกิริยา ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่ได้และจลนศาสตร์ (kinetic) ของปฏิกิริยา

ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์แบบอิมัลชันจะเป็นสารที่ละลายในวัฏภาคของน้ำ เช่น potassium persulfate ( $K_2(SO_4)_2$ ) หรือของผสมระหว่าง cumene hydroperoxide กับ  $FeSO_4$  เป็นต้น ในขณะที่ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ใช้ในระบบแขวนลอยจะละลายในวัฏภาคของมอนอเมอร์ ดังนั้นปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชันจึงมีโอกาสสูงที่จะไม่ได้เกิดในวัฏภาคของหยดมอนอเมอร์ นอกจากนั้นในการทำปฏิกิริยาแบบอิมัลชันจะมีการเติมสารลดแรงตึงผิว (Surfactant หรือ emulsifier หรือ soap) ลงไปด้วย เพื่อช่วยลดแรงตึงผิวของหยดมอนอเมอร์และช่วยทำให้ขนาดของอนุภาคของหยดมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นในระบบอิมัลชันมีขนาดเล็กกว่าของระบบแขวนลอย โดยในระบบอิมัลชันจะมีขนาดของหยดมอนอเมอร์ประมาณ 1 - 10  $\mu m$  (ขึ้นอยู่กับอัตราการกวนด้วย) ซึ่งถือว่าเล็กมากเมื่อเทียบกับขนาดของหยดมอนอเมอร์ประมาณ 10 - 1000  $\mu m$  ที่เกิดขึ้นในกรณีของกระบวนการแบบแขวนลอย

ยิ่งไปกว่านั้นการเติมสารลดแรงตึงผิวลงไปในปริมาณที่มากพอจนกระทั่งเลขจุดความเข้มข้นวิกฤตที่จะเริ่มเกิดไมเซลล์ (Critical micelle concentration, CMC) จะทำให้มีการรวมตัวของโมเลกุลสารลดแรงตึงผิวเกิดเป็นไมเซลล์ ซึ่งจะเป็นตำแหน่งที่มีความสำคัญสำหรับการเกิดปฏิกิริยา

เมื่อพิจารณากลไกในการเกิดปฏิกิริยาแล้วจะพบว่ากระบวนการแบบอิมัลชันจะมีลักษณะที่แตกต่างจากกระบวนการอื่น ๆ เช่น แบบบัลค์ แบบสารละลายและแบบแขวนลอย เป็นอย่างมาก โดยเมื่อพิจารณาแผนภาพในรูปที่ 2.3 จะเห็นว่ากระบวนการแบบอิมัลชันจะประกอบไปด้วยวัฏภาคหรือองค์ประกอบที่สำคัญ 3 ส่วนคือ หยดมอนอเมอร์ ซึ่งมีโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวล้อมรอบอยู่ วัฏภาคของน้ำ ซึ่งเป็นตัวกลางในการทำปฏิกิริยา และไมเซลล์ ซึ่งเกิดขึ้นเมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่เติมลงไปมีมากเกินค่าความเข้มข้นวิกฤต (CMC)



รูปที่ 2.3 แสดงองค์ประกอบต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน

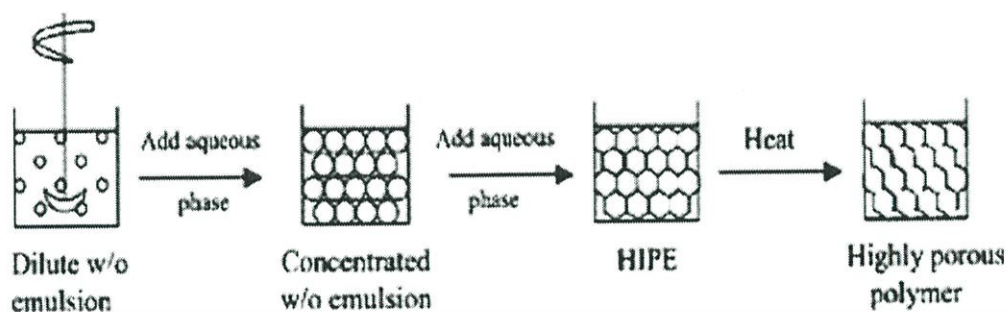
ซึ่งโดยอุดมคติแล้วปฏิกิริยาอาจจะเกิดขึ้นที่ส่วนใดส่วนหนึ่งใน 3 องค์ประกอบที่กล่าวถึงข้างต้นก็ได้ แต่เมื่อพิจารณาในด้านของความน่าจะเป็นแล้วพบว่าโอกาสในการเกิดปฏิกิริยาในหยดมอนอเมอร์จะมีน้อยมาก ทั้งนี้เนื่องจากหยดมอนอเมอร์จะมีขนาดใหญ่มากเมื่อเทียบกับขนาดของไมเซลล์ (1 - 10  $\mu\text{m}$  และ 2 - 10 nm ตามลำดับ) ดังนั้นพื้นที่ผิวของไมเซลล์จึงมีค่ามากกว่าของหยดมอนอเมอร์ ดังนั้นความน่าจะเป็นที่ตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะแพร่เข้าไปในหยดมอนอเมอร์จะน้อยกว่าความน่าจะเป็นหรือโอกาสที่ตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะแพร่เข้าไปในไมเซลล์

ส่วนการเกิดปฏิกิริยาในวัฏภาคของน้ำนั้นสามารถเกิดขึ้นได้เช่นกันแต่ถือว่ามีส่วนน้อยมาก เนื่องจากจะมีความเข้มข้นของมอนอเมอร์ที่ละลายอยู่ในวัฏภาคของน้ำน้อยมาก นอกจากนั้นสายโซ่พอลิเมอร์ที่กำลังเกิดปฏิกิริยา (Propagating chain) ที่เกิดขึ้นในวัฏภาคของน้ำก็จะตกตะกอนทันทีที่มีขนาดโมเลกุลยาวขึ้นเพียงเล็กน้อย (ในระดับ oligomer) ดังนั้นตำแหน่งที่สำคัญในการเกิดปฏิกิริยาสังเคราะห์พอลิเมอร์ในระบบอิมัลชันจึงเหลือเพียงในไมเซลล์ ซึ่งอาจจะกล่าวได้ว่าไมเซลล์เป็นตัวกลางที่ทำให้มอนอเมอร์กับตัวริเริ่มปฏิกิริยาแพร่มาเจอกันและทำปฏิกิริยากัน

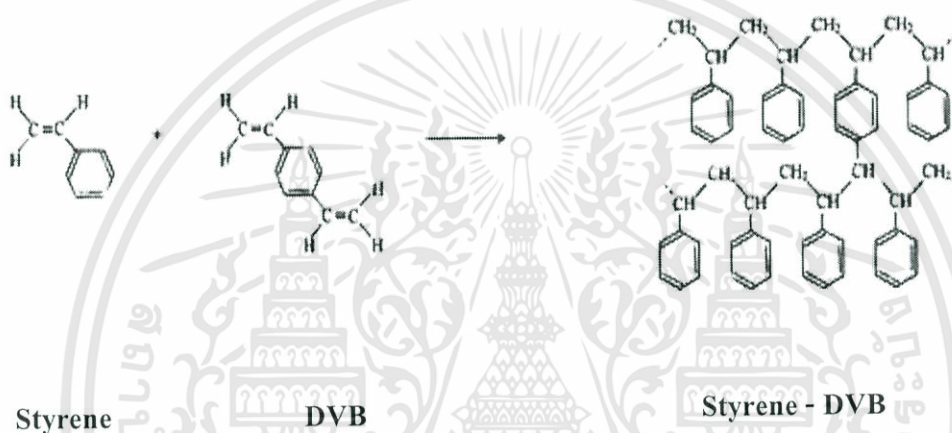
## 2.3 การสังเคราะห์และลักษณะทางกายภาพของ polyHIPEs

### 2.3.1 การเตรียม HIPE และการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (HIPE Preparation and polymerization)

โดยทั่วไปแล้วการสังเคราะห์ polyHIPEs จะประกอบด้วยสารตั้งต้น 2 วัสดุ คือ วัสดุของสารอินทรีย์และวัสดุของน้ำ โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการใช้วัสดุสารอินทรีย์คือ สไตรีน (Styrene) และไดไวนิลเบนซีน (DVB) เป็นสารเชื่อมโยงพอลิเมอร์ร่วม เนื่องจาก DVB สามารถเกิดการเชื่อมโยงได้ดี ซึ่งสารตั้งต้นมอนอเมอร์ที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์ต้องถูกกำจัดตัวยับยั้งปฏิกิริยาออกก่อน โดยการใช้สารละลาย 5% โซเดียมไฮดรอกไซด์ และน้ำกลั่น และเพื่อให้ HIPE ที่เตรียมได้นั้นมีความคงตัวอยู่ จำเป็นต้องใช้อิมัลซิไฟเออร์หรือสารลดแรงตึงผิวซึ่งละลายในวัสดุสารอินทรีย์มีลักษณะเป็นหยดกลม ๆ ล้อมรอบวัสดุของน้ำไว้ เพื่อป้องกันการเสถียรภาพกลับของอิมัลชันเมื่อเกิดการเชื่อมโยง ทำให้พอลิเมอร์สามารถเกิดเป็นช่องว่างเนื่องจากการเชื่อมโยงของสารเชื่อมโยงได้ดังแสดงในรูปที่ 2.5 โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่ใช้คือ ซอร์บิแทนโมนอดเดคาโนเอท (Span 20) และซอร์บิแทนโมนอลิเอท (Span 80) สำหรับส่วนที่เป็นวัสดุของน้ำจะประกอบด้วยน้ำปราศจากไอออน ตัวริเริ่มปฏิกิริยาซึ่งใช้เอโซบิสไอโซบิวโรไนไตรล์ (Azobisisobutyronitrile, AIBN) และ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium persulfate,  $K_2(SO_4)_2$ ) และสารอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้เพื่อเพิ่มความคงตัวของอิมัลชัน คือ แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ ) โดยการสังเคราะห์จะเริ่มจากใส่วัสดุสารอินทรีย์ในขวดสามคอ และใช้ใบพัดรูปตัวดี (D) ในการปั่นกวน โดยทำการปั่นกวนด้วยความเร็วสูง จากนั้นค่อย ๆ หยดวัสดุของน้ำลงไป และเมื่อหยดวัสดุของน้ำหมดแล้วก็ปั่นกวนต่อ จากนั้นจะนำ HIPE ที่ได้มาใส่ในบีกเกอร์และปิดด้วย ฟลอยด์และนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำ polyHIPEs ที่ได้ออกจากบีกเกอร์และนำไปสกัดด้วยเมทานอล (methanol) โดยใช้เทคนิคการซ็อกซ์เลต (Soxhlet) และนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักที่ตั้งรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แสดงการเตรียม HIPE และ polyHIPEs



รูปที่ 2.5 แสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสไตรีนและ DVB

### 2.3.1.1 สารลดแรงตึงผิว

การจะประเมินว่าสารลดแรงตึงผิวนั้นเหมาะสมกับการใช้งานหรือไม่ ส่วนใหญ่จะประเมินจากค่าความสมดุลระหว่างกลุ่มชอบน้ำและกลุ่มไม่ชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิว เรียกว่าค่าเอชแอลบี (Hydrophil-lipophile balance, HLB) [6] ซึ่งมีการกำหนดค่าอยู่ในช่วง 1 ถึง 20 โดยค่า HLB ระหว่าง 3 – 6 จะทำให้เกิดอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน และค่า HLB เท่ากับ 12 เหมาะสำหรับการเกิดอิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำ ซึ่งสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้คือ Span 20 และ Span 80 ซึ่งมีค่าแรงตึงผิวเท่ากับ 8.6 และ 4.3 ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในการทำให้อนุภาคภายในขนาดใหญ่ในอิมัลชันเกิดการแตกตัวเป็นหยดอนุภาคเล็ก ๆ ต้องใช้ความดันในการแตกตัวสูงขึ้น ซึ่งการให้ความดันทำได้โดยการให้ความเค้น (Stress) เข้าสู่ของเหลวโดยการคน หากต้องการแรงดันมากขึ้นต้องใช้การคนที่แรงขึ้นจึงจำเป็นต้องใช้พลังงานสูงในการทำให้เกิดหยดอนุภาคขนาดเล็ก ๆ ดังนั้นสารลดแรงตึงผิวจึงมีบทบาทสำคัญในการทำให้เกิดอิมัลชัน โดยจะทำหน้าที่ลดแรงตึงระหว่างผิว (Interfacial tension) ทำให้ลดความดันที่ใช้ในการแตกตัวของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ให้มีขนาดเล็กลง และยังช่วยป้องกันการรวมตัวกัน (Coalescence) ของหยดอนุภาคที่เกิดขึ้นใหม่ กระบวนการที่เกิดขึ้นระหว่างการเกิดอิมัลชัน ได้แก่ การแตกตัวของหยดอนุภาคขนาดใหญ่ การดูดซับของสารลดแรงตึงผิวและการชนกันของหยดอนุภาค อาจเป็นสาเหตุทำให้เกิดการรวมตัวกันของหยดอนุภาคในอิมัลชันได้

### 2.3.1.2 สารเพิ่มความคงตัว

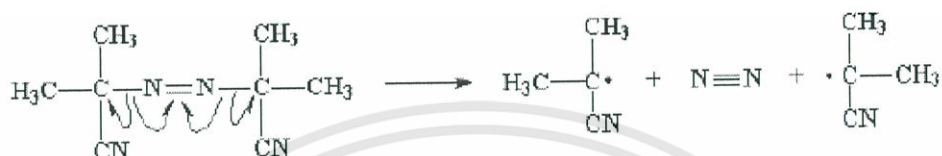
จากงานวิจัยของ Aronson และ Petko [7] พบว่าการเติมอิเล็กโทรไลต์ (Electrolytes) ในวัฏภาคของน้ำช่วยให้อิมัลชันแบบน้ำในน้ำมันของ HIPE มีความคงตัว เนื่องจากเกลือจะลดความสามารถในการละลายของวัฏภาคน้ำ ลดการหลอมรวมกันของหยดอนุภาคเล็ก ๆ เกิดเป็นอนุภาคที่ขนาดใหญ่ขึ้น (Coalescence) และลดการโตของอนุภาค (Oswald ripening) ซึ่งเกิดจากความสามารถในการละลายของหยดอนุภาคขนาดใหญ่และเล็กมีความแตกต่างกันทำให้เกิดการแพร่ของของเหลวชั้นภายในผ่านของเหลวชั้นภายนอกเกิดการเติบโตของอนุภาคขนาดใหญ่มากขึ้น และอนุภาคขนาดเล็กหายไป โดยการเกิด Oswald ripening และ Coalescence จะทำให้เกิดอิมัลชันไม่คงตัวแต่ก็สามารถป้องกันได้โดยการเติมอิเล็กโทรไลต์ เช่น  $\text{CaCl}_2$  หรือ  $\text{NaCl}$

### 2.3.1.3 ตัวริเริ่มปฏิกิริยา

#### 2.3.1.3.1 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยความร้อน [8]

ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยความร้อนมักจะเป็นสารประกอบประเภทเปอร์ออกไซด์ เช่น เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide) ไดอะเซทิลเปอร์ออกไซด์ (Diacetyl peroxide) ไดเทอร์เทียรีบิวทิลเปอร์ออกไซด์ (Di-*t*-butylperoxide) ซึ่งสารเปอร์ออกไซด์เหล่านี้จะเกิดการแตกตัวที่ตำแหน่งพันธะระหว่างออกซิเจนกับออกซิเจน นอกจากนั้นยังมีสารประกอบเอโซ เช่น เอโซบิสไอโซบิวทิลไนไตรล์ (Azo-bisobutyronitrile) หรือ AIBN ซึ่งจะเกิดการแตกตัวที่พันธะระหว่าง

คาร์บอนกับไนโตรเจนในอนุมูลอิสระ ดังรูปที่ 2.6 โดยตัวเริ่มปฏิกิริยาแต่ละชนิดจะมีช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแตกตัวที่ต่างกันดังแสดงในตารางที่ 2.1



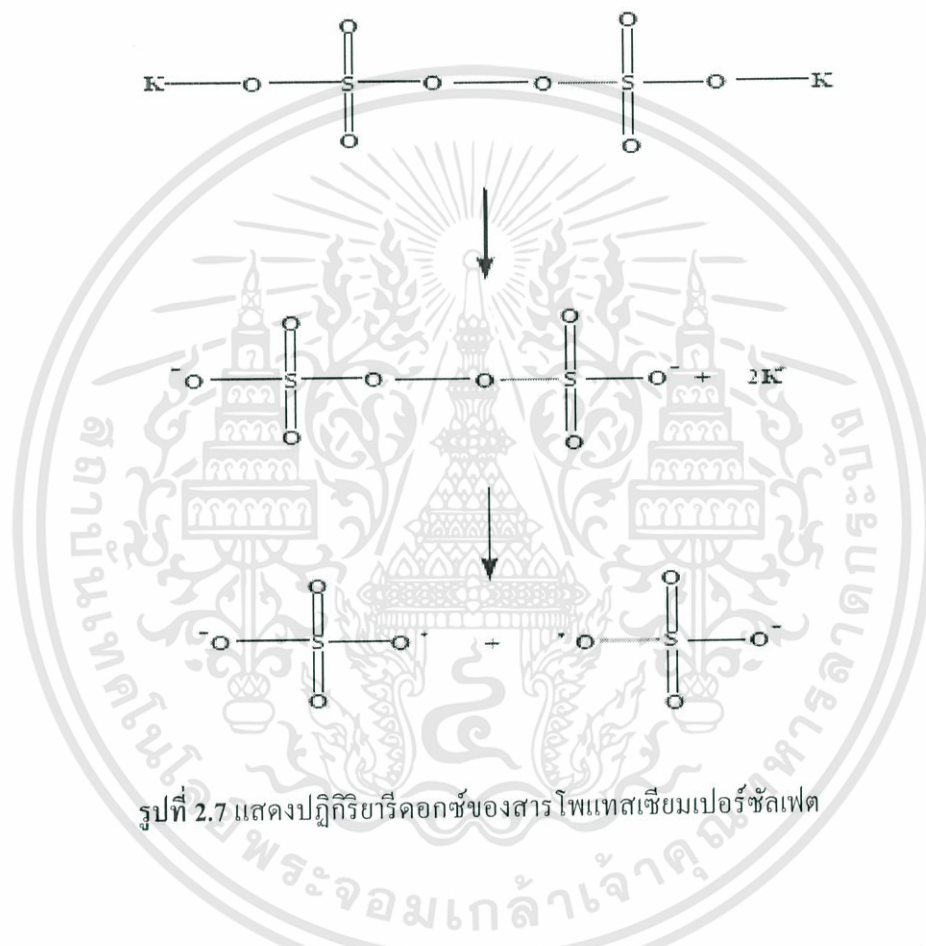
รูปที่ 2.6 แสดงปฏิกิริยาการแตกตัวของ AIBN

ตารางที่ 2.1 แสดงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาของตัวเริ่มปฏิกิริยาชนิดต่างๆ ที่แตกตัว โดยความร้อน [9]

| ชื่อ                           | อุณหภูมิที่แตกตัว ( $^{\circ}\text{C}$ ) |
|--------------------------------|--|
| Dibenzoyl peroxide             | 40 - 90                                  |
| Di-t-butyl peroxide            | 80 - 150                                 |
| Azo-bisisobutyronitrile (AIBN) | 20 - 100                                 |
| Hydrogen peroxide              | 30 - 80                                  |
| Cumene hydroperoxide           | 50 - 100                                 |

### 2.3.1.3.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยผ่านปฏิกิริยารีดอกซ์

ตัวอย่างของตัวริเริ่มปฏิกิริยาประเภทนี้ได้แก่สารเปอร์ออกโซไดซัลเฟต เช่น โพแทสเซียมเปอร์ออกโซไดซัลเฟตหรือโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $K_2(SO_4)_2$ ) ซึ่งสามารถแตกตัวได้เองที่อุณหภูมิต่ำ ( $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) โดยไม่ต้องใช้ร่วมกับตัวริควัสดังแสดงในรูปที่ 2.7



มีข้อสังเกตว่า ตัวริเริ่มปฏิกิริยาแบบรีดอกซ์ส่วนใหญ่จะสามารถละลายได้ในน้ำ ดังนั้นจึงสามารถนำไปใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยผ่านกรรมวิธีแบบอิมัลชันได้ดี

### 2.3.2 ลักษณะทางกายภาพของ polyHIPEs

#### 2.3.2.1 ลักษณะโครงสร้างของรูพรุน (Cellular structure)

polyHIPEs เป็นวัสดุที่เป็นได้ทั้งรูพรุนแบบเซลล์เปิดและรูพรุนแบบเซลล์ปิด ในการสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุนแบบเซลล์ปิด แผ่นฟิล์มของมอนอเมอร์รอบ ๆ หยดของอิมัลชันจะเกิดเป็นเชื้อพอลิเมอร์ ซึ่งหยดที่เกิดจากอิมัลชันไว้ในโฟม การสังเคราะห์แบบนี้จะทำให้ได้วัสดุที่มีความหนาแน่นสูง ซึ่งทำให้การนำวัฏภาคของน้ำออกจากวัสดุนั้นเป็นเรื่องยาก อีกแบบคือแบบที่สังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุนแบบเซลล์เปิดและโครงสร้างมีการเชื่อมต่อกัน วัสดุแบบเซลล์เปิดถูกสร้างให้มีความสามารถในการซึมผ่านสูงและมีความหนาแน่นต่ำ ซึ่งความหนาแน่นนั้นขึ้นอยู่กับปริมาณของวัฏภาคที่อยู่ภายในอิมัลชัน เมื่อพิจารณาตัวแปรที่ควบคุมลักษณะรูพรุนของวัสดุ polyHIPEs ที่เตรียมได้จากสารตั้งต้นมอนอเมอร์ระหว่าง Styrene และ DVB พบว่าโครงสร้างของรูพรุนจะขึ้นอยู่กับอัตราส่วนระหว่างวัฏภาคของน้ำกับวัฏภาคน้ำมัน และปริมาณของสารลดแรงตึงผิวในวัฏภาคของน้ำมัน โดย Cameron และคณะ [10] พบว่าความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวส่งผลต่อความหนาของฟิล์มบนหยดอิมัลชัน โดยถ้าสารลดแรงตึงผิวมีความเข้มข้นมากจะทำให้ฟิล์มที่เคลือบอยู่บนหยดอิมัลชันบางกว่า ด้วยเหตุนี้ เมื่อเกิดการเชื่อมโยงจะทำให้โวนิลมอนอเมอร์เกิดการหดตัวและการหดตัวก็จะส่งผลต่อการเชื่อมโยงของแต่ละช่องว่างของรูพรุนทำให้ได้ polyHIPEs ที่มีความหนาแน่นมากและรูพรุนมีขนาดเล็ก

#### 2.3.2.2 ขนาดของช่องว่างและการเชื่อมโยงภายใน (Void and interconnect size)

มีหลายตัวแปรที่ส่งผลกระทบต่อขนาดโดยเฉลี่ยของช่องว่างและการเชื่อมโยงภายในรูพรุนของ polyHIPEs จากการศึกษาถึงอิทธิพลของแรงเนื่องจากประจุในวัฏภาคของน้ำ พบว่าเมื่อความเข้มข้นของ  $\text{CaCl}_2$  เพิ่มขึ้น ทำให้ทั้งขนาดและการเชื่อมต่อกันของรูพรุนเพิ่มขึ้น สำหรับอิทธิพลของเกลือที่มีต่อขนาดของรูพรุนและการเชื่อมโยงภายใน ทดสอบโดยการเพิ่มปริมาณของ  $\text{CaCl}_2$  ที่ใส่ลงไป HIPE และพบว่าทั้งขนาดและการเชื่อมโยงภายในของรูพรุนเพิ่มขึ้น โดยมีความสัมพันธ์กับเสถียรภาพของอิมัลชัน ซึ่งถ้าความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้นหรือมีส่วนที่ไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้นในวัฏภาคสารอินทรีย์และมีความเป็นขั้วเพิ่มขึ้นในส่วนที่เป็นวัฏภาคของน้ำ  $\text{CaCl}_2$  ที่ใส่ลงไปจะทำให้อิมัลชันมีเสถียรภาพเพิ่มมากขึ้น

### 2.3.2.3 พื้นที่ผิว

polyHIPEs เป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวสูงเนื่องจากขนาดของรูพรุนเป็นขนาดระดับไมครอน ซึ่งเกิดจากการแทนที่ในวัฏภาคสารอินทรีย์ด้วยวัฏภาคของน้ำทำให้พื้นที่ผิวของวัสดุ polyHIPEs เพิ่มขึ้น ในวัสดุที่มีความเป็นรูพรุน มีช่องว่างขนาดใหญ่และมีรูพรุนขนาดเล็กอยู่ในช่องว่าง เกิดจากการแยกกันของ 2 วัฏภาคของพอลิเมอร์ในขณะที่เกิดการเชื่อมโยง คือวัฏภาคสารอินทรีย์และวัฏภาคของน้ำ ดังเช่นในการศึกษาพื้นที่ผิวของ polyHIPEs โดยการใช้โทลูอินเป็นสารช่วยให้เกิดรูพรุนในอัตรา 1:1 ต่อมอนอเมอร์ และใช้ DVB ในปริมาณมาก (80%) วัสดุ polyHIPEs ที่ได้มีพื้นที่ผิว 350 ตารางเมตรต่อกรัม [11] ซึ่งการที่พื้นที่ผิวของ polyHIPEs เพิ่มขึ้น เนื่องจากการเกิดเป็นช่องว่างและรูพรุนเป็นจำนวนมาก จึงทำให้พื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากสมบัติส่วนนี้จึงสามารถนำ polyHIPEs ไปประยุกต์ใช้งานต่าง ๆ ได้

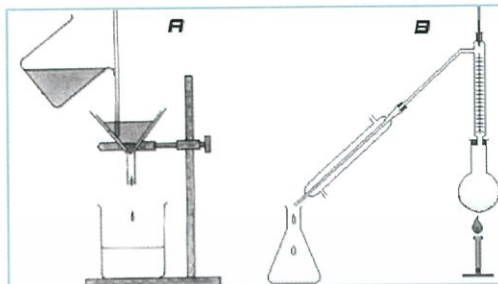
### 2.4 การนำ polyHIPEs ไปใช้งาน

เนื่องจาก polyHIPEs มีโครงสร้างที่มีรูพรุนสูง และมีองศาการเชื่อมโยงสูง โดยมีโครงสร้างของรูพรุนมีขนาดไมโครเมตรจนถึงนาโนเมตร จึงเป็นวัสดุที่สามารถนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น ด้านการกรอง, การแยก, โครมาโตกราฟี, การดูดซับและการแลกเปลี่ยนไอออน ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และงานทางด้านวิศวกรรมเนื้อเยื่อ ดังนั้นจึงมีความพยายามที่จะศึกษาและพัฒนาสมบัติต่าง ๆ ของ polyHIPEs ให้ดีขึ้นและหลากหลายมากยิ่งขึ้นเพื่อนำไปใช้งานในรูปแบบต่าง ๆ ได้ สำหรับการนำไปใช้งานนั้นได้มีผู้ศึกษาการนำ polyHIPEs ไปใช้งานด้านต่าง ๆ มากมาย ดังแสดงในรูปที่ 2.8

มีผู้ศึกษาความสามารถในการใช้งานของ polyHIPEs เป็นจำนวนมากโดยเฉพาะ polyHIPEs ที่สังเคราะห์โดยใช้สไตรีนและ DVB เป็นสารตั้งต้น ดังเช่น Gregory และคณะ [12] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs แล้วนำไปทดสอบสมบัติการกรอง ซึ่งสามารถกรองพอลิสไตรีน 95% ที่มีขนาดอนุภาค 1 - 5  $\mu\text{m}$  ออกจากสารละลายได้ Bhumgara [13] ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ที่จะนำไปใช้เป็นวัฏภาคคงที่ (Stationary phase) สำหรับงานด้านโครมาโตกราฟี (High-performance liquid chromatography, HPLC) โดยจะบรรจุ polyHIPEs ที่ได้ลงในคอลัมน์ของเครื่อง HPLC และอีกคณะวิจัยคือ Williams และ Wroblewski [14] ได้แนะนำให้ใช้ สไตรีนและ DVB ในการสังเคราะห์ polyHIPEs เพื่อนำไปเป็นวัสดุในการดักจับอนุภาคหรือฝุ่นในอากาศ



ใช้งานด้านการแยกสาร



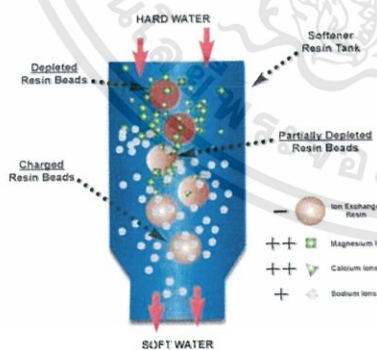
ใช้ในงานด้านการกรอง



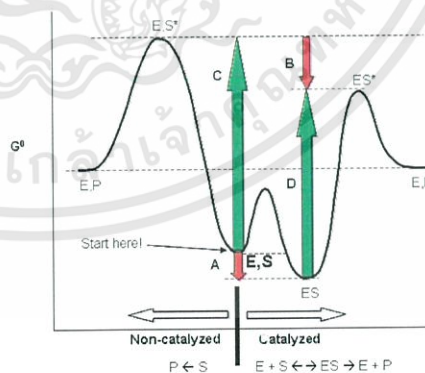
ใช้งานด้านการดูดซับ



ใช้งานด้านโครมาโตกราฟี



ใช้งานด้านการแลกเปลี่ยนไอออน



ใช้งานด้านตัวเร่งปฏิกิริยา

รูปที่ 2.8 แสดงการนำ polyHIPEs ไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs

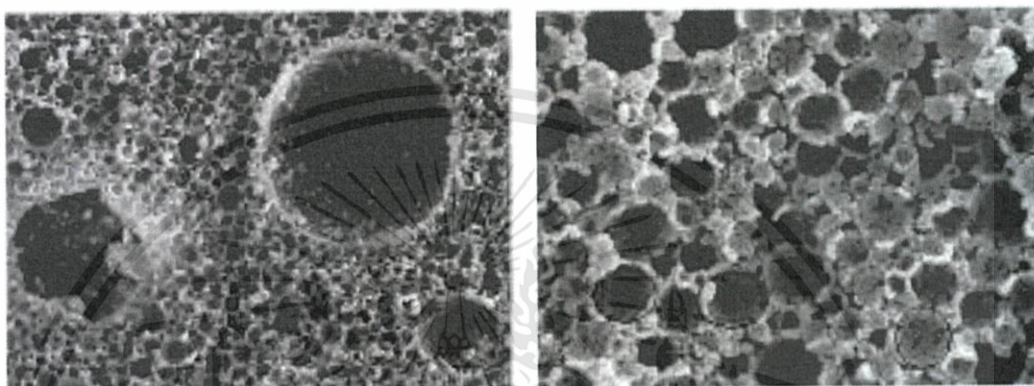
การสังเคราะห์ polyHIPEs กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก ดังนั้นจึงมีผู้ศึกษาและทำการเตรียม polyHIPEs ด้วยวิธีต่าง ๆ มากมาย ดังเช่น

Peter Krajnc และคณะ [15] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยใช้การสังเคราะห์แบบอิมัลชัน และทำการศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของส่วนที่เป็นน้ำว่าจะส่งผลต่อสมบัติของ polyHIPEs อย่างไร โดยใช้สารมอนอเมอร์ตั้งต้นที่ใช้การทดลองครั้งนี้คือ Glycidyl methacrylate (GMA) และ Ethylene glycol dimethacrylate (EGDMA) ซึ่งก่อนจะทำการสังเคราะห์จะนำสาร 2 ชนิดนี้มาล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อกำจัดตัวยับยั้งออกก่อน ใช้ Potassium persulfate เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา, Calcium chloride dihydrate ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) เป็นสารเพิ่มความคงตัว, Diethylamine และ Synperonic PEL 121 เป็นสารลดแรงตึงผิว การสังเคราะห์สารทำได้โดยผสมสารในส่วนที่เป็นวัฏภาคสารอินทรีย์ คือ Glycidyl methacrylate (GMA), Ethylene glycol dimethacrylate (EGDMA) และ Synperonic PEL 121 แล้วทำการปั่นกวนโดยใช้ความเร็วรอบเป็น 350 รอบต่อนาที จากนั้นค่อย ๆ เติมส่วนที่เป็นน้ำที่ประกอบด้วย Potassium persulfate ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) 2 %wt และ  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  2 %wt ละลายในน้ำปราศจากไอออนแล้วนำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นทำให้ polyHIPEs ที่ได้มาทำให้มีความบริสุทธิ์มากขึ้นโดยการนำมาสกัดด้วยเทคนิคซ็อกซ์เลต (Soxhlet) สกัดด้วยน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และสกัดต่อด้วย Ethanol เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 2.2 แสดงการเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาตรส่วนที่เป็นน้ำ [15]

| Sample | Volume of aqueous phase<br>(ml) | Porosity<br>(%) | Average pore size (nm) |
|--------|---------------------------------|-----------------|------------------------|
| 1      | 60                              | 57.0            | 104                    |
| 2      | 75                              | 75.6            | 229                    |
| 3      | 80                              | 83.9            | 278                    |
| 4      | 90                              | 90.2            | 501                    |
| 5      | 75                              | 76.1            | 42                     |

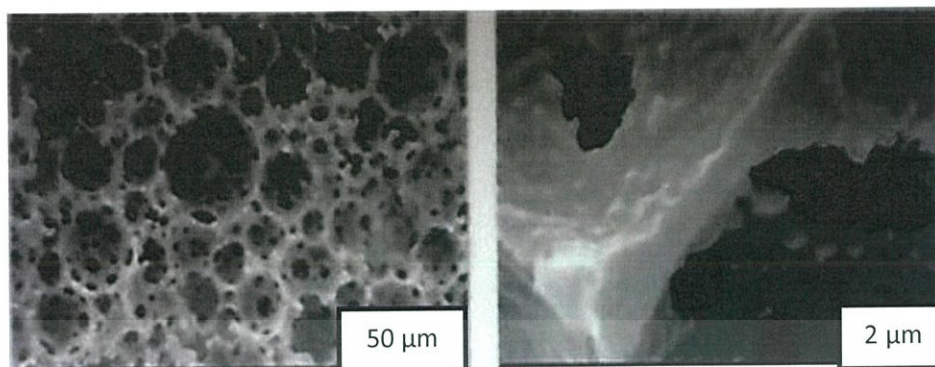
จากการศึกษาพบว่า polyHIPEs ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีนี้มีรูพรุนและสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานต่าง ๆ ได้ โดยในตารางที่ 2.2 แสดงการเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาตรส่วนที่เป็นน้ำ ซึ่งพบว่าการใช้ส่วนที่เป็นน้ำ 90 มิลลิลิตร ทำให้โฟมมีปริมาตรรูพรุนสูงถึง 90% และมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยเป็น 501 นาโนเมตร ซึ่ง polyHIPEs ที่ได้แสดงดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ภาพถ่าย SEM ของ poly HIPEs มีปริมาตรรูพรุนเป็น 90% [15]

Angelika Menner และคณะ [1] ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs ในลักษณะที่คล้ายกันกับงานวิจัยของ Peter และคณะ แต่ได้ทำการศึกษาการใช้ถ่านคาร์บอน (carbon black) เป็นสารเติมแต่งเพื่อเพิ่มความแข็งแรง และใช้สารตั้งต้นคือ Styrene และ DVB ใช้  $\alpha, \alpha'$ -azoisobutyronitrile (AIBN) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ใช้  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  เป็นสารเพิ่มความคงตัว และ Hypermer 1070 เป็นสารลดแรงตึงผิว โดยการทดลองจะทำในลักษณะที่คล้ายกัน คือ นำสารตั้งต้นที่เป็นวัสดุภาคสารอินทรีย์มาผสมและปั่นกวนด้วยความเร็วสูง ซึ่งในที่นี้ใช้ 1000 รอบต่อนาที และมีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ในขณะที่ทำการปั่นกวน จากนั้นเติม AIBN, Hypermer 1070 และส่วนที่เป็นน้ำซึ่งประกอบด้วย  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0.034 โมลต่อลิตร โดยในการทดลองนี้จะทำการศึกษาผลของการเติมถ่านคาร์บอนและผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นในวัสดุภาคสารอินทรีย์ต่อสมบัติของ polyHIPEs ที่ได้ เมื่อผสมเสร็จแล้วใส่ในหลอดฟลาคอน (Flacon tube) แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาสกัดด้วยเทคนิคการซ็อกท์เลต โดยใช้ น้ำกลั่น ต่อด้วย เมทานอล และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ด้วยตู้อบสุญญากาศ โดย polyHIPEs ที่ได้จะมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.10

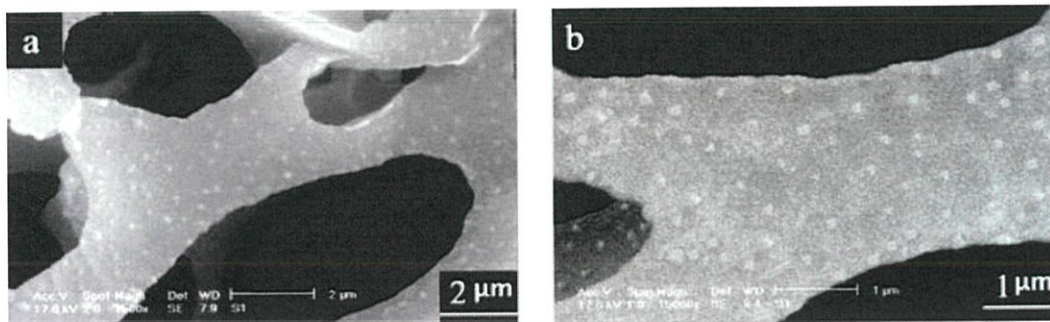
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.10 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่มีเขม่าดำเป็นสารเสริมแรง [1]

จากการศึกษาพบว่าการใช้ถ่านคาร์บอนเป็นสารเสริมแรงนั้นทำให้ polyHIPEs มีสมบัติในด้านความแข็งแรงและมีความเป็นรูพรุนเพิ่มขึ้น แต่ยังมีข้อเสียในด้านของสีที่เปลี่ยนแปลงไปตามสีของถ่านคาร์บอนที่เติมลงไป

S.Sadeghi และ M.R.Moghbeli [3] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยใช้ออกาโนเคลย์ (Organoclay) เป็นสารเสริมแรง และเคลือบ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโน (Silver nanoparticles, SNPs) เพื่อเพิ่มสมบัติในการป้องกันแบคทีเรีย โดยการทดลองทำได้โดยการใช้สารตั้งต้นคือ สไตรีน และ DVB, Acrylonitrile เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาและ Span 80 เป็นสารลดแรงตึงผิว ปั่นกวนด้วยความเร็ว 400 รอบต่อนาที แล้วค่อยเติมส่วนที่เป็นวัตถุดิบของน้ำลงไปซึ่งประกอบด้วย  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ที่ละลายในน้ำปราศจากไอออน จากนั้นเติมออกาโนเคลย์ลงไปแล้วทำการปั่นกวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ต่อด้วยการผ่านคลื่นความถี่สูง โดยใช้เทคนิคการผ่านคลื่นความถี่สูง (Ultrasonic) เป็นเวลา 10 นาที เพื่อให้อนุภาคกระจายตัวได้ดียิ่งขึ้น แล้วนำสารที่ได้ใส่ในภาชนะที่ปิดสนิท นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง จากนั้นนำออกมาอบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปสกัดด้วยเครื่องซ็อกซ์เลต (Soxhlet) โดยใช้ น้ำและเมทานอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเคลือบด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโน โดยใช้ Polyvinylalcohol (PVA) เป็นสารช่วยการยึดติด ซึ่ง polyHIPEs ที่ได้จะลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 แสดงลักษณะ polyHIPEs ที่ใช้ออกาโนเคลย์เป็นสารเสริมแรง และเคลือบด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโน [3]

ซึ่งจากการศึกษาพบว่า การเติมออกาโนเคลย์ทำให้ polyHIPEs มีความแข็งแรงมากขึ้น คือ มีค่าความแข็งแรงดึงเพิ่มขึ้น 133% เมื่อออกาโนเคลย์ 1 wt% และเพิ่มขึ้น 271% เมื่อใส่ออกาโนเคลย์ 3 wt% และการใช้ออกาโนเคลย์ทำให้การเคลือบด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโนได้ผลดียิ่งขึ้นคือการเกาะติดของอนุภาคซิลเวอร์นาโนกระจายทั่วถึงมากขึ้น ทำให้ได้วัสดุผสม polyHIPEs และซิลเวอร์นาโนที่มีประสิทธิภาพในการนำไปใช้งานเพิ่มมากขึ้น

จากงานวิจัยของ Vivian O. [35] และคณะ ได้ทำการสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูงซึ่งเป็นรูพรุนแบบปิด โดยใช้สไตรีนเป็นมอนอเมอร์ และมีโพลี(เอททิลีนไกลคอล) ไดเมทาคริเลท (poly(ethylene glycol) dimethacrylate) เป็นสารเชื่อมโยง ใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ใช้  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  เป็นสารเพิ่มความคงตัวของหยดอิมัลชัน และมีการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 wt% โดยมีการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก ซึ่งเคลือบโดย ชั่งไทเทเนียมไดออกไซด์ 1 กรัม แล้วเติมคลอโรฟอร์ม (Chloroform) 7 มิลลิลิตร และกรดโอเลอิก (Oleic acid) 8 มิลลิลิตร บั่นกวนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นเติมเมทานอล 30 มิลลิลิตร เพื่อให้สารเกิดการตกตะกอน แล้วจึงนำไปปั่นเหวี่ยงแยกตะกอนด้วยเครื่องเซนติฟิว (Centrifugation) จากนั้นเติมคลอโรฟอร์ม 7 มิลลิลิตร และโซนิเคตเป็นเวลา 30 นาที และเติมเมทานอล 30 มิลลิลิตร แล้วปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน และทำซ้ำอีก 2 ครั้ง เพื่อกำจัดกรดโอเลอิกที่เหลือออก จากนั้นจึงนำอนุภาคที่ได้มาอบให้แห้ง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส จะได้อนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก จากนั้นจึงนำไปทดสอบด้วย TGA พบว่ามีปริมาณของกรดโอเลอิกที่เคลือบอยู่  $3.5 \pm 0.5$  wt% ซึ่งทำให้ลดความเป็นขั้วของไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ จึงทำให้มีการดูดซับที่แข็งแรงที่บริเวณระหว่างวัฏ

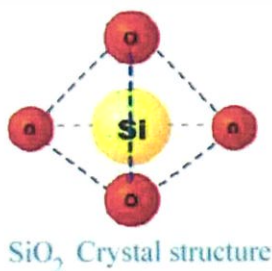
ภาคน้ำกับวัฏภาคของสารอินทรีย์ ทำให้ป้องกันการรวมตัวกันของหยดมอนอเมอร์กลายเป็นหยดขนาดใหญ่

### 2.5.1 สารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs

ในปัจจุบันการศึกษาเกี่ยวกับการประยุกต์ใช้วัสดุ polyHIPEs กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจาก polyHIPEs เป็นวัสดุที่สังเคราะห์ได้ง่าย มีราคาถูก มีน้ำหนักเบา และสามารถนำไปปรับใช้กับการใช้งานต่าง ๆ ได้หลากหลาย แต่ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้นั้นยังมีความแข็งแรงไม่เพียงพอแก่การนำไปใช้งาน ดังนั้นจึงมีการศึกษาเกี่ยวกับการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของ polyHIPEs โดยการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ ลงไปซึ่งจะส่งผลถึงสมบัติเชิงกล ลักษณะทางกายภาพ และความแข็งแรงที่ได้ของ polyHIPEs ซึ่งความแข็งแรงของระบบที่ได้นั้นขึ้นอยู่กับการทำปฏิกิริยาของพอลิเมอร์กับสารเสริมแรงเพื่อให้สัดส่วนปริมาตรต่อน้ำหนักเพิ่มขึ้น โดยทั่วไปสารเสริมแรงที่ใช้จะมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 - 100 นาโนเมตร ซึ่งชนิดและโครงสร้างโมเลกุลของสารเสริมแรงจะมีผลต่อการเชื่อมต่อกับผิวพอลิเมอร์ซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางกลของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้

#### 2.5.1.1 ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ )

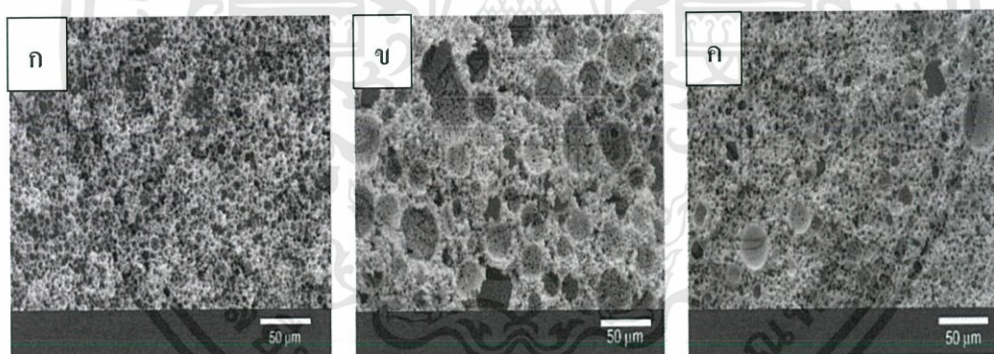
ซิลิกา หรือซิลิกอนไดออกไซด์ (Silicon dioxide) คือสารประกอบระหว่างออกไซด์และซิลิกอนรวมตัวกันเป็นสูตรทางเคมี คือ  $\text{SiO}_2$  และมีสูตรโครงสร้างเป็นแบบเตตระฮีดรัลดังแสดงในรูปที่ 2.12 ซิลิกามักพบได้ทั่วไปในธรรมชาติอาจอยู่ในรูปของทรายหรือควอตซ์ ซิลิกาเป็นสารประกอบที่มีจำนวนมากโดยทั่วไปบนเปลือกโลก [16] สำหรับการใช้ซิลิกาเป็นสารเสริมแรงนั้นจะต้องการเติมสารคู่ควบ (Coupling Agent) เพื่อเพิ่มอันตรกิริยาระหว่างพอลิเมอร์กับซิลิกาให้ยึดเหนี่ยวกันได้ดียิ่งขึ้น ซึ่งซิลิกามีข้อดี คือ ใช้เป็นสารเพิ่มความแข็งแรง เพิ่มความเหนียวให้กับวัสดุผสม และมีเสถียรภาพทางเคมี จึงเหมาะแก่การนำมาใช้เป็นสารเสริมแรงกับวัสดุ polyHIPEs เพื่อปรับปรุงสมบัติด้านความแข็งแรง



รูปที่ 2.12 แสดง โครงสร้างแบบเตตระฮีดรัลของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Kristina Haibach และคณะ [2] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชันเข้มข้น (Concentrated emulsion) ซึ่งมีเป้าหมายที่จะได้พอลิเมอร์ที่มีรูพรุนสูง ความหนาแน่นต่ำ และมีความแข็งแรงสูง โดยในการทดลองใช้สารตั้งต้นคือ สไตรีน , DVB, Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS) เป็นสารคู่ควบไซเลน (Coupling agent) ,ใช้  $\alpha,\alpha'$ -azoisobutyronitrile (AIBN) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ใช้  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  เป็นสารเพิ่มความคงตัว ใช้ Hypermer 1070 เป็นสารลดแรงตึงผิว และใช้  $\text{SiO}_2$  ขนาด 200 - 300 นาโนเมตร เป็นสารเสริมแรง โดยทำการปั่นกวนที่ความเร็วคงที่ 400 รอบต่อนาที โดยค่อย ๆ เติม  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ที่ละลายในน้ำ ปราศจากไอออนลงไปยังอย่างช้า ๆ จนหมด และปั่นต่อโดยเพิ่มความเร็วเป็น 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที นำสารที่ได้ใส่หลอดฟลาคอน (Flacon tube) อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์โดยการสกัดด้วยเทคนิคซ็อกซ์เลต (Soxhlet) ด้วยน้ำและเมทานอล (Mathanol) ตามลำดับและอบให้แห้งด้วยตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จะได้ polyHIPEs ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs (ก) วัสดุภาคสารอินทรีย์ 16 vol% และไม่มีใส่  $\text{SiO}_2$  (ข) วัสดุภาคสารอินทรีย์ 16 vol% และใส่  $\text{SiO}_2$  1 wt% (ค) วัสดุภาคสารอินทรีย์ 40 vol% และไม่มีใส่  $\text{SiO}_2$  [2]

จากผลการศึกษาพบว่า การเพิ่มอัตราส่วนของวัสดุภาคสารอินทรีย์จาก 16 vol% เป็น 40 vol% ทำให้ความหนาแน่นของ polyHIPEs เพิ่มขึ้น และการเติม  $\text{SiO}_2$  1 wt% ทำให้พอลิเมอร์ที่ได้มีค่าความแข็งแรงเพิ่มขึ้นมาก โดยพบว่าค่าความแข็งแรงดึงจะเพิ่มขึ้นเป็น 100% คือเพิ่มจาก 3 MPa เป็น 6 MPa ในอัตราส่วนที่มีวัสดุภาคสารอินทรีย์เป็น 16 vol% และเมื่อเพิ่มวัสดุภาคสารอินทรีย์เป็น 40 vol% ความแข็งแรงยืดหยุ่นเพิ่มเป็น 280% คือเพิ่มจาก 25 MPa เป็น 95 MPa

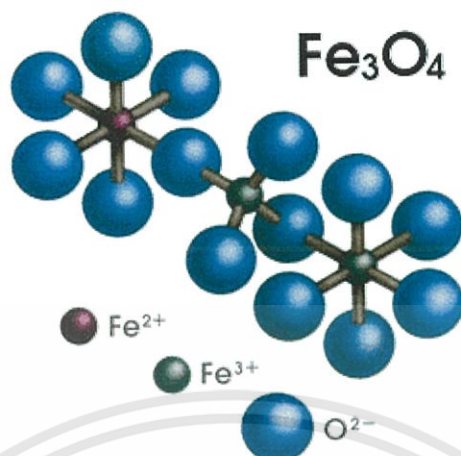
### 2.5.1.2 เหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

ปัจจุบันอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Magnetic nanoparticles) กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากอนุภาคแม่เหล็กกลุ่มนี้มีสมบัติด้านแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic properties) และสมบัติด้านเคมีที่ดี ดังนั้น จึงมีการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ เช่น ด้านการแพทย์โดยมีการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนมาเป็นสารนำวิถีควบคุมการนำส่งยา (Drug delivery) การบำบัดรักษามะเร็งด้วยความร้อน (Magnetic hyperthermia) และช่วยเพิ่มความชัดในการถ่ายภาพแม่เหล็กเรโซแนนซ์ (Magnetic resonance imaging, MRI) [17-18] ด้านวงการอิเล็กทรอนิกส์มีการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนมาใช้เป็นตัวกลางในการบันทึกข้อมูลในอุปกรณ์บันทึกข้อมูลเชิงแม่เหล็ก (Magnetic recording media) เช่นเทปบันทึกภาพและเสียง ดิสเก็ตบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์ เป็นต้น ด้านสิ่งแวดล้อม มีการนำเอาอนุภาคแม่เหล็กนาโนมาผลิตเป็นวัสดุดูดซับโลหะหนัก (Cation absorption) และใช้เป็นตัวติดตามศึกษาการชะล้างของดิน (Magnetic tracer) ซึ่งการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนไปประยุกต์ใช้ต้องคำนึงถึงสมบัติเฉพาะของอนุภาคเป็นหลัก เนื่องจากสมบัติของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ใช้จะแตกต่างกันขึ้นอยู่กับลักษณะงาน เช่น งานด้านการแพทย์ หรืองานด้านสิ่งแวดล้อม ส่วนใหญ่ใช้อนุภาคนาโนซึ่งอยู่ในรูปอนุภาคเหล็กออกไซด์ แมกนีไทต์ หรือแมกนีไมต์ ขนาดอนุภาค 5 – 25 นาโนเมตร และมีสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวดชนิดพาราแมกเนติก (Super Paramagnetic) และไม่มีอำนาจแม่เหล็กตกค้าง โดยขนาดของอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีผลต่อการนำไปผลิตเป็นวัสดุรวม และการมีสมบัติแม่เหล็กถาวรชนิดโดเมนเดี่ยว (Stable single domain) ทำให้ง่ายต่อการติดตามและแยกกลับออกมาหลังการใช้งาน [19]

แมกนีไทต์ (Magnetite) เป็นแร่แม่เหล็กมีสูตรเคมีเป็น  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  หรือบางครั้งเรียกว่าเหล็กออกไซด์มีลักษณะเป็นก้อนสีน้ำตาลเข้มถึงสีดำนำไปเข้าเครื่องบดเพื่อบดให้ละเอียดจะมีเนื้อสีดำ มันวาว มีคุณสมบัติเป็นแม่เหล็กดังนั้นเรียกว่าแร่แม่เหล็ก

จากรูปที่ 2.14 แสดงโครงสร้างของเหล็กออกไซด์ซึ่งสามารถเขียนเป็นปฏิกิริยาได้ดังนี้ คือ



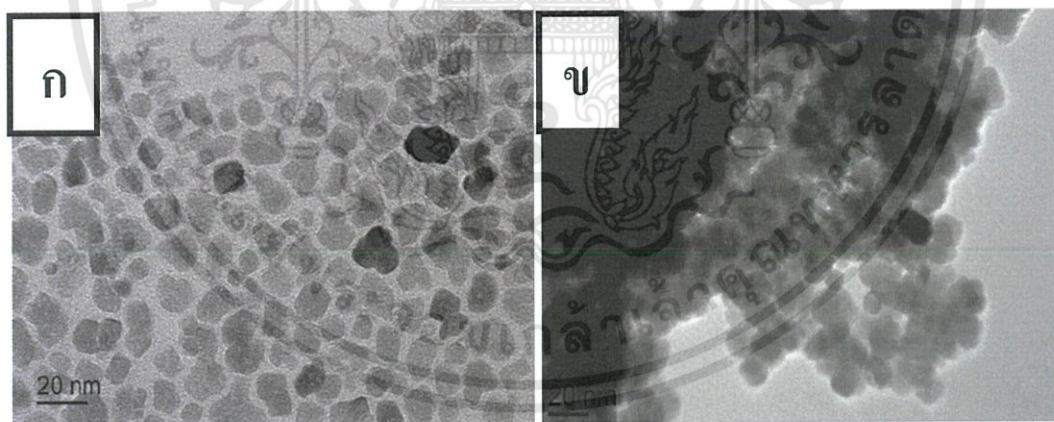


รูปที่ 2.14 แสดงโครงสร้างของเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) [20]

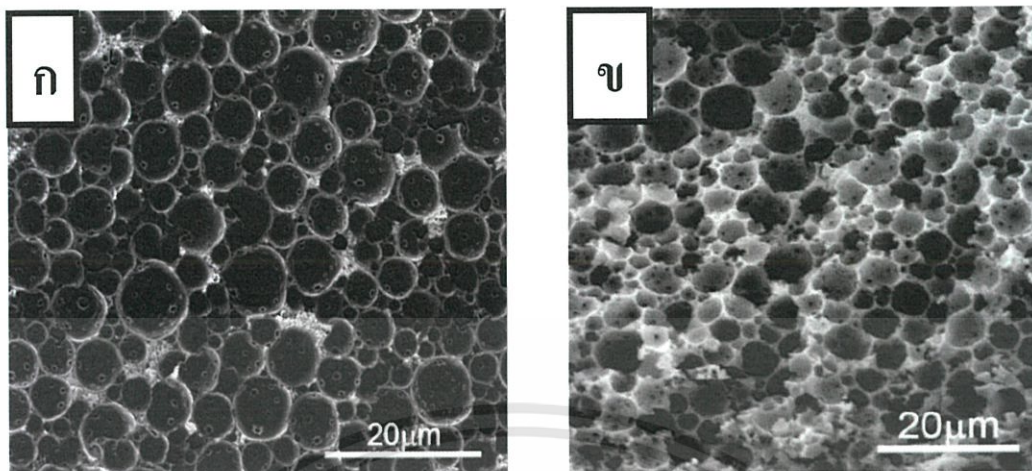
จากการศึกษาเพื่อการปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในด้านสิ่งแวดล้อม โดย Ioannis A. และคณะ [21] ได้ทำการศึกษากำจัดอาร์เซนิก (Arsenic) จากน้ำที่มีการปนเปื้อน โดยการใช้วัสดุ polyHIPEs ที่เคลือบด้วยเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโน โดยการเตรียม polyHIPEs ทำในลักษณะคล้ายกับงานวิจัยของ Kristina Haibach และคณะ แต่ได้ทำการนำ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้มาเคลือบด้วยไฮดรอกไซด์ (Iron hydroxides) เนื่องจาก polyHIPEs มีพื้นที่ผิวมากจึงทำให้ไฮดรอกไซด์สามารถเกาะที่ผิวของวัสดุ polyHIPEs ได้มาก และนำ polyHIPEs ไปบรรจุในคอลัมน์ และทำการกำจัดอาร์เซนิกออกจากน้ำโดยการผ่านน้ำที่มีอาร์เซนิกปนเปื้อนอยู่ไปในคอลัมน์ ซึ่งจากการศึกษาพบว่า polyHIPEs สามารถดูดซับอาร์เซนิกได้บ้างแต่ยังดูดซับได้ไม่ดีพอที่จะนำไปใช้งานได้จริง เนื่องจากมีปัจจัยหลายอย่าง ทั้งค่าความเป็นกรดต่าง ชนิดของอาร์เซนิก และความเข้มข้นของอาร์เซนิก ที่ส่งผลต่อการดูดซับของอาร์เซนิก

และจากงานวิจัยของ Sebastijan และคณะ [22] ได้ทำการศึกษากำจัดวัสดุผสมระหว่าง polyHIPEs กับอนุภาคแม่เหล็กนาโนแบบแมกนีไทต์และแบบแมกนีไมต์ โดยอนุภาคนาโนเหล็กออกไซด์จะเข้าไปในวัฏภาคต่อเนื่องของ HIPEs เพื่อศึกษาลักษณะ polyHIPEs ที่ได้และทดสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กและผลกระทบจากความร้อน (Heating effect) การทดลองเริ่มจาก

การเตรียมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนจะใช้สารผสมระหว่าง ไอร์ออน(II) ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )และ ไอร์ออน(III) ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) จากนั้นทำการเตรียม polyHIPEs ทั้งหมด 3 ตัวอย่าง ในตัวอย่างที่ 1 จะทำการเตรียม polyHIPEs ปกติที่ไม่มีการเติมอนุภาคแม่เหล็กนาโน ตัวอย่างที่ 2 จะเตรียม polyHIPEs ที่มีการเติมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก (Oleic acid) และ ตัวอย่างที่ 3 จะเตรียม polyHIPEs ที่เติมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ไม่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก ซึ่ง ทั้ง 3 ตัวอย่างใช้วัตถุดิบและวัตถุดิบสารอินทรีย์ที่เหมือนกันและใส่ในปริมาณเท่ากัน โดยสารตั้งต้นที่ใช้คือ สไตรีนและ DVB มี Span 80 เป็นสารลดแรงตึงผิวและใช้  $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาในวัตถุดิบของน้ำ โดยการเตรียม polyHIPEs ทั้ง 3 แบบ ทำได้โดยการผสมวัตถุดิบสารอินทรีย์และค่อย ๆ หยด วัตถุดิบของน้ำลงไปแล้วทำการปั่นจน เมื่อเติมวัตถุดิบของน้ำหมดจะนำสารที่ได้ไปเชื่อมโยงโดยทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เช่น โดยนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำไปสกัดโดยใช้เทคนิคการซ็อกที่เลดด้วยเอทานอลและน้ำปราศจากไอออนโดยรูปที่ 2.15 แสดงให้เห็นว่าเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิกมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีกว่าเหล็กออกไซด์ที่ไม่ได้เคลือบด้วยกรดโอเลอิก โดย polyHIPEs ที่สังเคราะห์จะมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.15 แสดงภาพ TEM ของเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโน (ก) เหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก (ข) เหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่ไม่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก [22]



รูปที่ 2.16 แสดงภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโน (ก) polyHIPEs ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก (ข) polyHIPEs ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ไม่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก [22]

จากภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 2.16 จะเห็นได้ว่าขนาดของรูพรุนของ polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่มีการเคลือบและไม่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิกไม่แตกต่างกันมากนัก โดยพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้จะมีขนาดรูพรุนเล็กกว่าเมื่อเทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนและจากการทดสอบความเป็นแม่เหล็กพบว่า วัสดุ polyHIPEs ผสมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนแสดงสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวด

## 2.6 ข้อมูลและสมบัติของสารตั้งต้นที่ใช้การสังเคราะห์ polyHIPEs

### 2.6.1 สไตรีน (Styrene)

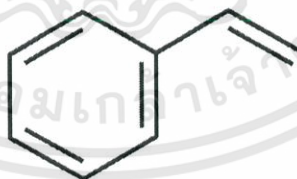
สูตรทางเคมี  $C_6H_5C=CH_2$

น้ำหนักโมเลกุล 104.16 g/mol

ลักษณะ ของเหลวใสและขุ่นเหนียว ระเหยง่าย ติดไฟง่าย กลิ่นหอมหวานคล้ายดอกไม้

การใช้งาน ใช้ในการผลิตยางสังเคราะห์ และพลาสติก เรซิน สี ฉนวนที่เป็น โฟม ใช้ผลิตพลาสติก โดยการผสมกับพอลิเมอร์ตัวอื่น ๆ เช่น Acrylonitrile-butadiene-styrene plastics ใช้ทำกระเป๋iabแบบแข็ง Acrylonitrile-styrene plastics ใช้ในชิ้นส่วนรถยนต์และของใช้ในบ้านและบรรจุภัณฑ์

ผลต่อสุขภาพ เป็นสารระเหย ถ้าหายใจเข้าไปจะระคายจุก ปวดศีรษะ มึนงง อ่อนเพลีย คลื่นไส้ และมีเมามาก ถ้าได้รับในปริมาณสูง ๆ อาจชักและเสียชีวิตได้ การหายใจเข้าไปในระยะนาน ๆ แม้ว่าการซึมซับต่ำอาจจะทำให้มีอาการทางประสาทตา การได้ยินเสื่อมลง และการตอบสนองช้า มีการทำลายไขกระดูก ทำลายตับและไต มีผลต่อประสาทส่วนกลางและส่วนปลาย โดยมีผลทำการเคลื่อนไหวและการทรงตัวไม่ดี มีผลต่อการเดินหัวใจ เป็นสารก่อกลายพันธุ์ และเป็นสารก่อมะเร็งในมนุษย์ได้



รูปที่ 2.17 แสดง โครงสร้าง โมเลกุลของสไตรีน ( $C_6H_5C=CH_2$ )

### 2.6.2 ไดไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene ,DVB)

สูตรทางเคมี  $C_{10}H_{10}$

น้ำหนักโมเลกุล 130.18 g/mol

ลักษณะ ของเหลวใส ระเหยง่าย

การใช้งาน ไดไวนิลเบนซีนสามารถใช้เป็นมอนอเมอร์ที่มีปฏิกิริยาร่วมกับพอลิเมอร์ เช่น เอสเตอร์ เรซินหรือสไตรีน โดยไดไวนิลเบนซีนจะทำหน้าที่เป็นมอนอเมอร์ร่วมทำให้เกิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างเป็นร่างแห



รูปที่ 2.18 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของไดไวนิลเบนซีน ( $C_{10}H_{10}$ )

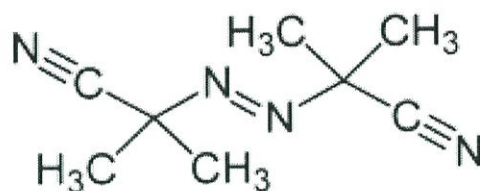
### 2.6.3 เอโซบิสไอโซบิวทิโรไนไตรล์ (Azobisisobutyronitrile , AIBN)

สูตรทางเคมี  $(CH_3)_2C(CN)N=NC(CH_3)_2CN$

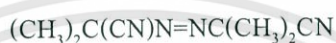
น้ำหนักโมเลกุล 164.21 g/mol

ลักษณะ ของเหลวใส ละลายได้ในแอลกอฮอล์และสารทำละลายอินทรีย์ทั่วไป แต่เป็น ไม่ละลายในน้ำ

การใช้งาน สารนี้จะป็นอนุมูลอิสระเริ่มต้นการพอลิเมอไรเซชัน



รูปที่ 2.19 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของเอโซบิสไอโซบิวทิโรไนไตรล์



#### 2.6.4 ซอร์บิแทน โมโนโคเดคาโนเอท (Span 20)

สูตรทางเคมี  $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_6$

น้ำหนักโมเลกุล 346.47 g/mol

ลักษณะ เป็นของเหลวสีเหลืองใสและเหนียวมาก ละลายน้ำ ไม่มีกลิ่น มีค่า HLB (Hydrophilic-lipophile balance) = 8.6

การใช้งาน เป็นสารลดแรงตึงผิวและอิมัลชันเพื่อให้วัฏภาคน้ำและวัฏภาคของสารอินทรีย์เข้ากันมากขึ้น



รูปที่ 2.20 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของซอร์บิแทน โมโนโคเดคาโนเอท ( $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_6$ )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

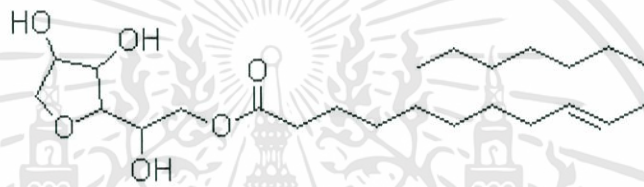
### 2.6.5 ซอร์บิแทนโมโนลิเอท (Span 80)

สูตรทางเคมี  $C_{24}H_{44}O_6$

น้ำหนักโมเลกุล 428.60 g/mol

ลักษณะ ของเหลวสีเหลืองใส ละลายน้ำ ไม่มีกลิ่น มีค่า HLB = 4.3

การใช้งาน ใช้เป็นสารลดแรงตึงผิว เพื่อให้วัฏภาคน้ำและวัฏภาคของสารอินทรีย์เข้ากันมากขึ้น และยังเป็นสารป้องกันไฟฟ้าสถิตย์ที่เหมาะสมสำหรับยาเครื่องสำอาง , สิ่งทอ , สี ฯลฯ



รูปที่ 2.21 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของซอร์บิแทนโมโนลิเอท ( $C_{24}H_{44}O_6$ )

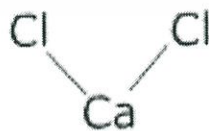
### 2.6.6 แคลเซียมคลอไรด์ (Calcium chloride-2-hydrate)

สูตรทางเคมี  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$

น้ำหนักโมเลกุล 147.02 g/mol

ลักษณะ ของแข็งสีขาวที่อุณหภูมิห้อง ดูดความชื้น

การใช้งาน ละลายในน้ำโดยใช้เป็นสารอิเล็กโทรไลต์เพิ่มความคงตัวของอิมัลชัน



รูปที่ 2.22 แสดงโครงสร้างโมเลกุลแคลเซียมคลอไรด์

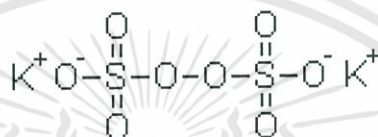
### 2.6.7 โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium persulfate )

สูตรทางเคมี  $K_2(SO_4)_2$

น้ำหนักโมเลกุล 270.32 g/mol

ลักษณะ ผงแป้ง สีขาว

การใช้งาน สารนี้จะเป็นอนุมูลอิสระเริ่มต้นการพอลิเมอร์ไรเซชัน



รูปที่ 2.23 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต  $K_2(SO_4)_2$

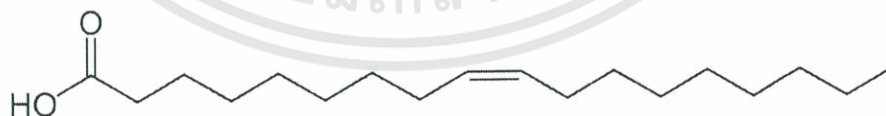
### 2.6.8 กรดโอเลอิก (Oleic acid)

สูตรทางเคมี  $C_{18}H_{34}O_2$

น้ำหนักโมเลกุล 282.46 g/mol

ลักษณะ สีเหลืองอ่อนหรือสีน้ำตาลเหลืองเหลวมัน มีกลิ่นเหมือนน้ำมันหมู

การใช้งาน ใช้เคลือบ  $Fe_3O_4$  และ  $SiO_2$



รูปที่ 2.24 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของกรดโอเลอิก

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินการวิจัย

ในส่วนของการดำเนินงานวิจัยจะกล่าวถึงขั้นตอนการสังเคราะห์ polyHIPEs (Poly high internal phase emulsions) โดยเริ่มตั้งแต่อุปกรณ์และเครื่องมือ สารเคมี กระบวนการเตรียมมอนอเมอร์ ที่ใช้สังเคราะห์ polyHIPEs จากนั้นจะเป็นการตรวจสอบสมบัติทางภาพและโครงสร้างทางสัณฐานวิทยาของวัสดุที่สังเคราะห์ได้

#### 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- |                                 |                                     |
|---------------------------------|-------------------------------------|
| 3.1.1 บีกเกอร์                  | 3.1.13 เครื่องชั่งดิจิทัล           |
| 3.1.2 กระจกตวงสาร               | 3.1.14 ตู้อบ                        |
| 3.1.3 ขวดปรับปริมาตร            | 3.1.15 แผ่นอะลูมิเนียมฟลอยด์        |
| 3.1.4 ขวดกั้นกลม                | 3.1.16 กระดาษลิตมัส                 |
| 3.1.5 ขวดสามคอ                  | 3.1.16 เครื่อง TGA NETZSCH TG       |
| 3.1.6 บิวเรต                    | 3.1.17 เครื่อง SEM บริษัท การ์ล     |
| 3.1.7 กระจกนาฬิกา               | ไซส์ส จำกัด รุ่น EVO                |
| 3.1.8 ซ้อนตักสารอลูมิเนียม209F3 | 3.1.18 เครื่อง UTM บริษัท LLOYD     |
| 3.1.9 หลอดชนิดยา                | Instrument จำกัด รุ่น LR 5K         |
| 3.1.10 ชุดปั่นกวน               | 3.1.19 เครื่อง Ultrapycnometer 1000 |
| 3.1.11 ชุดให้ความร้อน           | quantachrome corporation รุ่น 2.12  |
| 3.1.12 ชุดช็อกห์เลต (Soxhlet)   |                                     |

### 3.2 สารเคมี

- 3.2.1 น้ำปราศจากไอออน (deionized water)
- 3.2.2 สไตรีน (C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>) บริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Merck
- 3.2.3 ไดไวนิลเบนซีน (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>) บริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Merck
- 3.2.4 ซอร์บิแทนโมโนโคเดคาโนเอท (C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>6</sub>) บริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Merck
- 3.2.5 ซอร์บิแทนโมโนลิเอท (C<sub>24</sub>H<sub>44</sub>O<sub>6</sub>) บริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Merck
- 3.2.6 เอโซบิสไอโซบิวทิลโรไนไตรล์ (C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>4</sub>) บริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Sigma-Aldrich
- 3.2.7 โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) บริสุทธิ์ 97.0 % บริษัท Ajax Finechem
- 3.2.8 แคลเซียมคลอไรด์เตรไฮเดรต (CaCl<sub>2</sub>·10H<sub>2</sub>O) บริสุทธิ์ 99.9 %  
บริษัท Riedel-deHaen
- 3.2.9 โซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) บริสุทธิ์ 99.9 %  
บริษัท Carlo Erba Reagenti SpA
- 3.2.10 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Labachemie
- 3.2.11 เมทานอล (CH<sub>3</sub>OH) บริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Merck
- 3.2.11 น้ำกลั่น
- 3.2.12 กรดโอเลอิก (C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>2</sub>) บริสุทธิ์ 90 % บริษัท Aldrich
- 3.2.13 เหล็กออกไซด์ (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) บริสุทธิ์ 98 % บริษัท Aldrich ขนาดอนุภาค 10 – 20 nm
- 3.2.14 ซิลิกา (SiO<sub>2</sub>) บริสุทธิ์ 99.5 % บริษัท Aldrich ขนาดอนุภาค 50 nm

### 3.3 การบวนการสังเคราะห์ poly high internal phase emulsions

ในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ polyHIPE (Poly high internal phase emulsions) ที่ใช้ สไตรีนเป็นมอนอเมอร์และ DVB เป็นสารเชื่อมโยง (Crosslink agent) ซึ่งระบบที่สังเคราะห์เป็น ระบบอิมัลชัน (Emulsion) คือมี 2 วัฏภาคคือ วัฏภาคที่เป็นสารอินทรีย์ (Organic phase) และวัฏภาคที่เป็นน้ำ (Aqueous phase) จึงต้องมีซอร์บิแทนโมโนโดเดคาโนเอท (Span 20) และซอร์บิแทนโมโนลิเอท (Span 80) เป็นสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เพื่อช่วยให้ 2 วัฏภาครวมเป็นเนื้อเดียวกัน อีกทั้งยังมี AIBN หรือ  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา (Initiator) และ  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  เป็นสารช่วยเพิ่มความคงตัว (Stabilizer)

#### 3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมมอนอเมอร์

เนื่องจากสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์ มีการเติมสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยา (Inhibitor) เป็นพวกสารประกอบประเภทฟีนอล เช่น 2,4,6-trimethyl phenol และสารชนิดอื่น เช่น เบนโซควิโนน (p-benzoquinone) ดังนั้นก่อนนำมาทำการใช้งาน จึงต้องทำการกำจัดสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาออกก่อน โดยการนำมาสั่งด้วยสารละลายเบสแก่ คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โดยใช้อัตราส่วนระหว่างมอนอเมอร์ต่อ 10% w/v โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 1:1 โดยปริมาตร

##### 3.3.1.1 การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10% w/v ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

1. กำหนดน้ำหนักของ NaOH ที่ต้องการใช้และชั่ง NaOH ด้วยเครื่องชั่งละเอียดแบบ 4 ตำแหน่ง
2. นำ NaOH ที่ได้ใส่ในบีกเกอร์ เติมน้ำกลั่นลงไป คนจน NaOH ละลายจนหมด เเทสารละลายที่ได้ผ่านกรวยกรองลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
3. ล้างบีกเกอร์จากข้อ 2 ด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อย แล้วเทลงในขวดปรับปริมาตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดบอกปริมาตร ปิดจุกและกลับขวดขึ้นลงจนสารผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

### 3.3.1.2 การเตรียมสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน

1. ตวงสไตรีนหรือไดไวนิลเบนซีนใส่ในกรวยแยกจำนวน 25 มิลลิลิตร
2. เติม 10% โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เตรียมได้ลงไปในกรวยแยก 25 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายผสมกันแล้วตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วเปิดสารที่อยู่ชั้นล่างทิ้ง ทำขั้นตอนนี้ซ้ำสองครั้ง
3. เติมน้ำกลั่นลงในกรวยแยก 25 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายผสมกันแล้วตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น แล้วเปิดสารที่อยู่ชั้นล่างทิ้ง ทำขั้นตอนนี้นานกว่าสารละลายที่ได้จะมีค่า pH เป็นกลาง
4. ทำการกำจัดน้ำที่เหลืออยู่ในสารละลายโดยใช้  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  anhydrous
5. เทสารละลายที่ได้ใส่ไว้ในบีกเกอร์และต้องใช้ภายใน 3 วัน

### 3.3.2 การเคลือบซิลิกาและเหล็กออกไซด์ด้วยกรดโอเลอิก

เนื่องจากซิลิกาและเหล็กออกไซด์มีความเป็นขั้วสูง ทำให้สามารถละลายในวัฏภาคของน้ำได้ ดังนั้นจึงต้องทำการเคลือบด้วยกรดโอเลอิกก่อน เนื่องจากกรดโอเลอิกเป็นสารไม่มีขั้ว ดังนั้นจึงนำมาเคลือบบนผิวของสารทั้ง 2 เพื่อลดความเป็นขั้ว ทำให้ซิลิกาและเหล็กออกไซด์สามารถละลายอยู่ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ได้

#### 3.3.2.1 ขั้นตอนการเคลือบซิลิกาด้วยกรดโอเลอิก

1. ชั่งซิลิกาจำนวน 1 กรัมใส่ในบีกเกอร์
2. เติมคลอโรฟอร์ม (Chloroform) ลงไป 7 มิลลิลิตร และเติมกรดโอเลอิกลงไป 8 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrer) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง
3. เติมเมทานอล (methanol) 30 มิลลิลิตรเพื่อให้สารเกิดการตกตะกอน
4. นำไปปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน

5. ทำการกำจัดกรดโอเลอิกที่เกินมาโดยการ นำตะกอนที่ได้มาเติมคลอโรฟอร์ม 7 มิลลิลิตร และ โซนิเคตเป็นเวลา 30 นาที
6. เติมเมทานอล 30 มิลลิลิตร และปั่นเหวี่ยงแยกตะกอนอีกครั้งหนึ่ง
7. ทำซ้ำ ข้อ 5 – 6 อีก 3 ครั้ง เพื่อกำจัดโอเลอิกที่เหลือ
8. นำไปอบที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

### 3.3.2.2 ขั้นตอนการเคลือบเหล็กออกไซด์ด้วยกรดโอเลอิก

การเคลือบเหล็กออกไซด์ด้วยกรดโอเลอิกทำได้ในลักษณะเดียวกันกับการเคลือบซิลิกา โดยเปลี่ยนจากซิลิกาเป็นเหล็กออกไซด์

### 3.3.3 การเตรียมอิมัลชัน HIPE

#### 1. การเตรียมโดยใช้เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรด์เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา

1. เตรียมวัฏภาคสารอินทรีย์โดยการตวงสไตรีน ไดไวนิลเบนซีน Span 20 และ Span 80 ตามอัตราส่วนต่างๆ แล้วเติม 3 %mol AIBN นำสารทั้งหมดใส่ลงไปในขวดก้นกลม 3 คอ

2. ปั่นกวนด้วยความเร็ว 1000 rpm เป็นเวลา 5 นาที

3. เตรียมวัฏภาคที่เป็นน้ำโดยการนำ 0.034 M  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ละลายในน้ำปราศจากไอออน 160 มิลลิลิตร แล้วค่อย ๆ เติมลงในขวดก้นกลมที่มีของผสมอินทรีย์อยู่ ด้วยอัตราเร็ว 5 มิลลิลิตรต่อนาที

4. เมื่อทำการเติมส่วนที่เป็นน้ำหมดแล้ว ให้ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที

## 2. การเตรียมโดยใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา

1. เตรียมวัฏภาคสารอินทรีย์โดยการดวงสไปดรีน ไดไวนิลเบนซีน Span 20 และ Span 80 ตามอัตราส่วนต่าง ๆ ใส่ลงในขวดสามคอ
2. เตรียมวัฏภาคที่เป็นน้ำโดยการเติม 3 %mol  $K_2(SO_4)_2$  ลงในสารละลาย 0.034 M  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  ที่ละลายในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 160 มิลลิลิตร แล้วค่อยๆเติมลงในขวดก้นกลมที่มีของผสมอินทรีย์อยู่ด้วยอัตราเร็ว 5 มิลลิลิตรต่อนาที
3. เมื่อทำการเติมส่วนที่เป็นสารละลายหมดแล้ว ให้ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 15 นาที

สำหรับการเพิ่มสมบัติทางกลและสมบัติแม่เหล็กของ polyHIPEs จะทำโดยการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนลงไปในช่วงขั้นตอนการเตรียมของผสมอินทรีย์ โดยจะเลือกเติมในสถานะการสังเคราะห์ที่ให้ polyHIPEs มีสมบัติดีที่สุด โดยอัตราส่วนและปริมาณสารต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ

### 3.3.4 การเตรียม polyHIPEs

1. ถ้ายาสารอิมัลชัน HIPE ที่เตรียมได้ใส่บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตรแล้วนำแผ่นอะลูมิเนียมฟลอยด์มาปิดปากบีกเกอร์ให้สนิท
2. นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ  $80^{\circ}C$  เป็นเวลา 48 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน
3. นำสารที่ขึ้นรูปได้ไปทำการอบแห้งต่อที่อุณหภูมิ  $70^{\circ}C$  เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วนำไปทำการสกัดแบบซ็อกซ์เลทต์ (Soxhlet) โดยเมทานอล (Methanol) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
4. นำวัสดุที่ได้ไปทำการให้แห้งโดยการอบในเตาอบที่อุณหภูมิ  $60^{\circ}C$  เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs

| สภาวะที่ใช้<br>ในการ<br>สังเคราะห์ | วิภาค<br>สารอินทรีย์<br>(%vol) | องค์ประกอบของวิภาค<br>สารอินทรีย์<br>St/DVB/Span20/Span80<br>(%vol) | วิภาคน้ำ<br>(%vol) | Stabilizer<br>CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O<br>(mol/dm <sup>3</sup> ) | Initiator      |  |
|------------------------------------|--------------------------------|---|--------------------|--|----------------|--|
|                                    |                                |   |                    |  | AIBN<br>(%mol) | K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub><br>(%mol) |
| 1                                  | 20                             | 40/40/10/10   | 80                 | 0.034  | 3              | -  |
| 2                                  | 20                             | 40/40/0/20  | 80                 | 0.034  | 3              | -  |
| 3                                  | 20                             | 30/50/0/20  | 80                 | 0.034  | 3              | -  |
| 4                                  | 20                             | 50/30/0/20  | 80                 | 0.034  | 3              | -  |
| 5                                  | 20                             | 40/40/10/10   | 80                 | 0.034  | -              | 3  |
| 6                                  | 20                             | 40/40/0/20  | 80                 | 0.034  | -              | 3  |
| 7                                  | 20                             | 30/50/0/20  | 80                 | 0.034  | -              | 3  |
| 8                                  | 20                             | 50/30/0/20  | 80                 | 0.034  | -              | 3  |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPeS

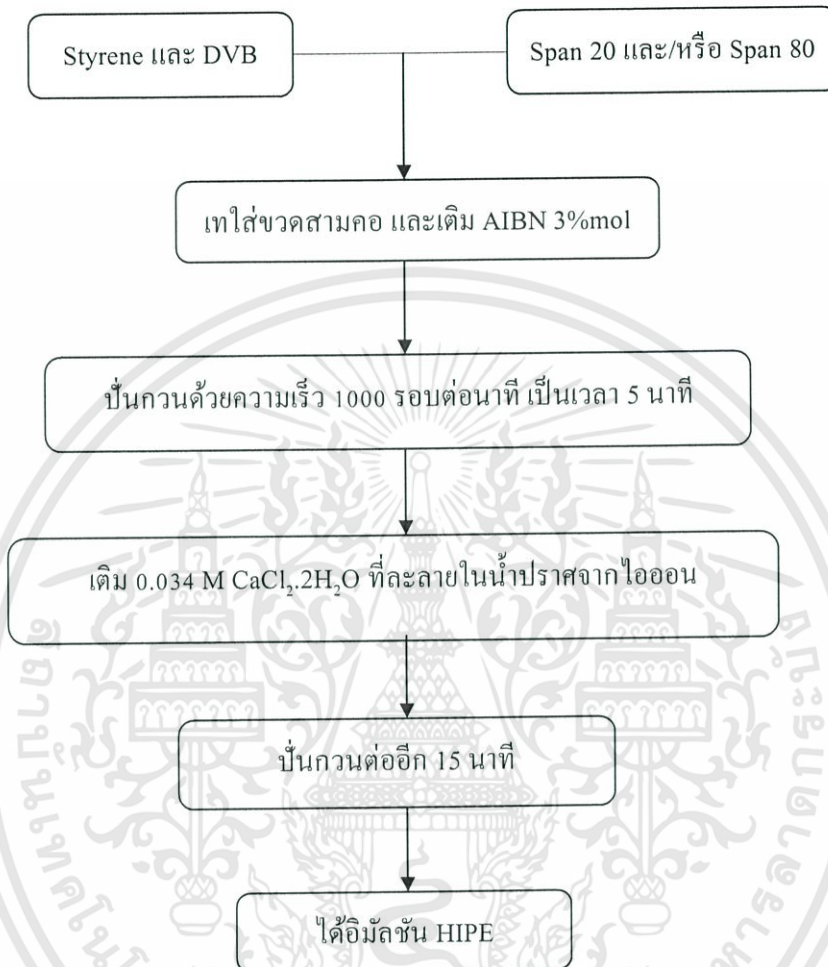
| สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ | วิฏภาคสารอินทรีย์ (ml) | องค์ประกอบของวิฏภาคสารอินทรีย์ Si/DVB/Span20/Span80 ( ml ) | วิฏภาคน้ำ ( ml ) | Stabilizer CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O ( g ) | Initiator |  |
|----------------------------|------------------------|--|------------------|---|-----------|--|
|                            |                        |  |                  |   | AIBN (ml) | K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> (g) |
| 1                          | 40                     | 16/16/4/4  | 160              | 2.499   | 0.9622    | -  |
| 2                          | 40                     | 16/16/0/8  | 160              | 2.499   | 0.9622    | -  |
| 3                          | 40                     | 12/20/0/8  | 160              | 2.499   | 0.9622    | -  |
| 4                          | 40                     | 20/12/0/8  | 160              | 2.499   | 0.9622    | -  |
| 5                          | 40                     | 16/16/4/4  | 160              | 2.499   | -         | 1.3592   |
| 6                          | 40                     | 16/16/0/8  | 160              | 2.499   | -         | 1.3592   |
| 7                          | 40                     | 12/20/0/8  | 160              | 2.499   | -         | 1.3592   |
| 8                          | 40                     | 20/12/0/8  | 160              | 2.499   | -         | 1.3592   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

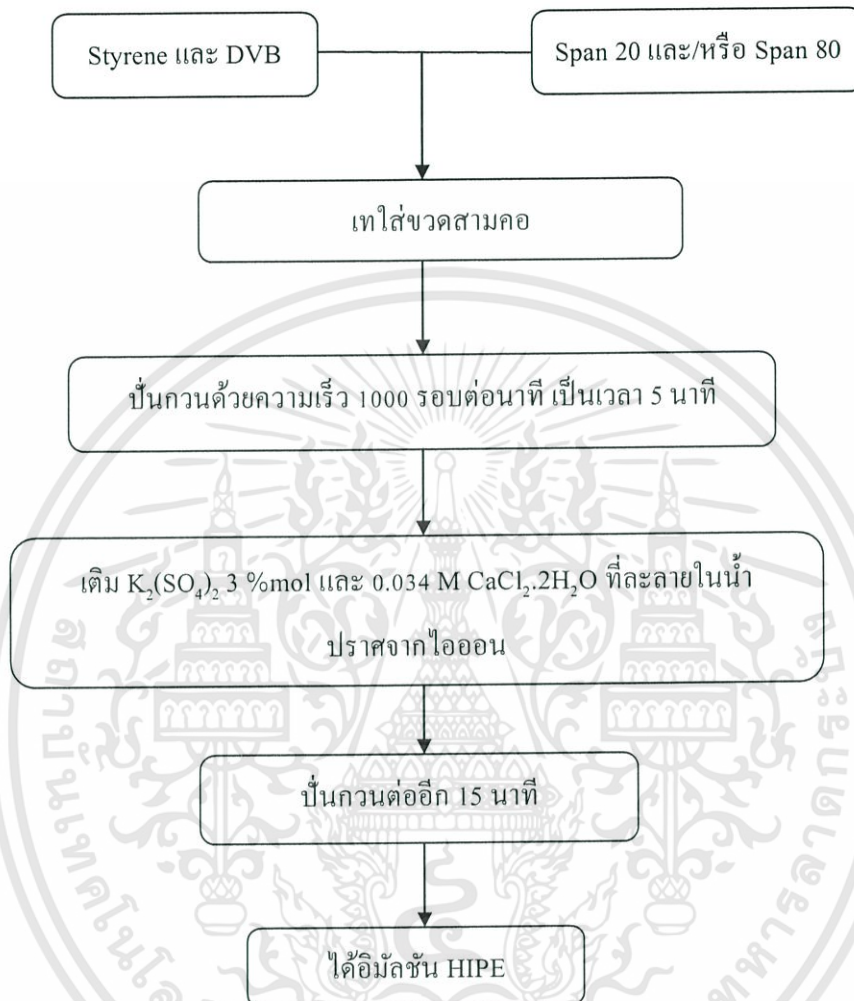
ตารางที่ 3.3 แสดงปริมาณ  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs

| ตัวอย่างที่ | $\text{SiO}_2$ |        | $\text{Fe}_3\text{O}_4$ |        |
|-------------|----------------|--------|-------------------------|--------|
|             | (%wt)          | (g)    | (%wt)                   | (g)    |
| 1           | 1              | 0.2909 | -                       | -      |
| 2           | 1              | 0.2909 | 3                       | 0.8726 |
| 3           | -              | -      | 3                       | 0.8726 |

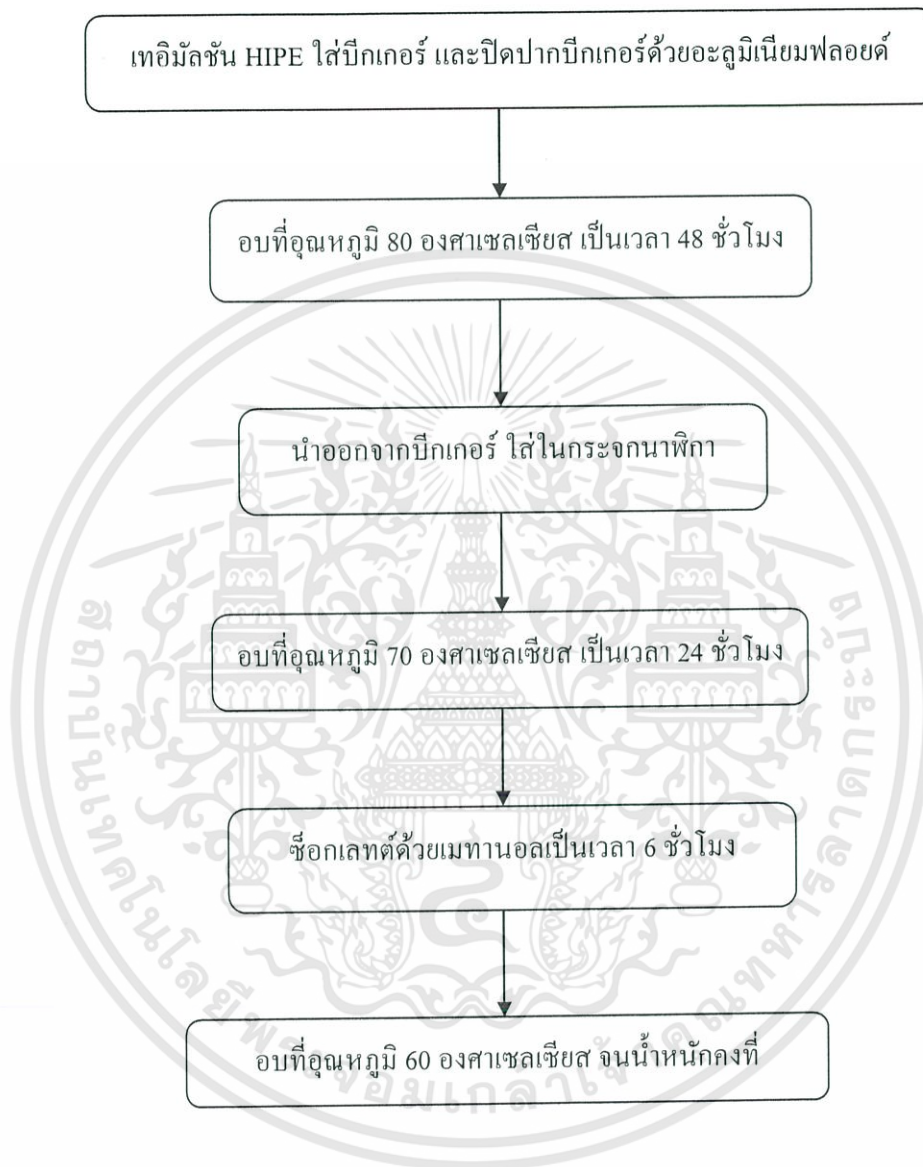
หมายเหตุ : โดยจะเติมสารเติมแต่งดังตารางลงในสูตรที่ 4 คือใช้ St/DVB/Span20/Span80 เท่ากับ 50/30/0/20 %vol



รูปที่ 3.1 แผนผังแสดงกระบวนการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPE โดยใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา



รูปที่ 3.2 แผนผังแสดงกระบวนการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPE โดยใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา



รูปที่ 3.3 แผนผังแสดงกระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs

### 3.3.5 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างทางสัณฐานวิทยา และสมบัติเชิงกล

#### 3.3.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างทางสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

นำ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปทำการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดย หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะ โฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไป



รูปที่ 3.4 แสดงภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) [23]

### 3.3.5.2 การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA)

TGA เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุ เมื่อได้รับความร้อน โดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับหรือระเหยของน้ำ การตกผลึก (Crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคการแตกตัวของวัสดุ (Decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันหรือปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometry)

ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ

### ความสามารถในการวิเคราะห์

- องค์ประกอบของสาร (Composition)
- เสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability/decomposition)
- ปริมาณสารสัมพันธ์ที่เกิดปฏิกิริยา (Stoichiometry of reaction)
- จลพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยา (Kinetics of reaction)
- การบวนการดูด / คายพลังงาน (Desorption/adsorption processes)
- การระเหย (Evaporation)



รูปที่ 3.5 แสดงภาพเครื่อง Thermogravimetric Analysis [26]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.5.3 การตรวจสอบปริมาตรและความหนาแน่นโดยเครื่อง Helium pycnometer

การทำงานอาศัยหลักการแทนที่รูพรุนด้วยก๊าซ เมื่อบรรจุตัวอย่างวัสดุลงในช่องบรรจุที่มีปริมาตรแน่นอน ( $V_1$ ) แล้วไล่อากาศออกแล้วแทนที่ด้วยก๊าซฮีเลียม โดยกระบวนการ Pressurization - depressurization cycles เครื่องมีวัดนี้ทำงานที่อุณหภูมิห้องที่ความดันบรรยากาศสูงถึง 20 psig ซึ่งค่าความชื้นของวัสดุไม่เปลี่ยนแปลงไปอย่างมีนัยสำคัญ เมื่อส่งผ่านก๊าซฮีเลียมเข้าไปในช่องพักก๊าซ บันทึกค่าความดัน  $P_1$  เมื่อเปิดวาล์วระหว่างช่องบรรจุวัสดุกับช่องพักก๊าซ ( $V_2$ ) ก๊าซฮีเลียมจะเข้าไปในช่องบรรจุวัสดุ บันทึกค่าความดัน  $P_2$  (เท่ากันทั้งสองช่อง)

จากกฎของก๊าซอุดมคติ

$$P_1 (V_1 - V_s) = P_2 (V_1 + V_2 - V_s)$$

เมื่อ  $V_s$  = ปริมาตรของของแข็ง ไม่รวมปริมาตรรูพรุน

$$\text{ดังนั้น } V_s = V_1 - \frac{P_2 V_2}{(P_2 - P_1)}$$



รูปที่ 3.6 แสดงเครื่อง Helium pycnometer [29]

### 3.3.5.4 การตรวจสอบสมบัติทางกลด้วยเครื่อง Universal Testing Machine (UTM)

เครื่อง Universal testing machine เป็นเครื่องทดสอบวัสดุเอนกประสงค์ สามารถให้แรงกระทำต่อชิ้นงาน ทั้งแรงดึง แรงอัด แรงคด ซึ่งแรงทำให้นั้นจะเป็นแรงทดสอบที่คงที่ในการกระทำต่อชิ้นงาน (Static load test) ในการทดสอบนั้น เมื่อนำชิ้นงานมาติดตั้งกับหัวจับชิ้นงาน (บางอันจะเป็นหัวกด) load cell จะออกแรงกระทำต่อชิ้นงาน ซึ่งเซนเซอร์ใน load cell จะแปลงค่าแรงดึง แรงอัด แรงคด เป็นสัญญาณทางไฟฟ้าในลำดับต่อไปโดยทั่วไปส่วนประกอบหลัก ของเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) ประกอบด้วย ตัวเครื่อง (Frame) Load cell หัวจับชิ้นงาน และคอมพิวเตอร์ โดยสภาวะที่ใช้ในการทดสอบคือ ทดสอบสมบัติการต้านแรงกดใช้ 50 kN load ด้วยอัตราเร็ว 1 mm/min กดจนกระทั่งความสูงของตัวอย่างลดลงครึ่งหนึ่ง ตัวอย่างที่ใช้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 mm และสูง 10 mm



รูปที่ 3.7 แสดงเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในบทนี้จะเสนอผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยทำการศึกษาสภาวะสกัดส่วนของมอนอเมอร์ที่ให้ผลดีที่สุด และนำสัดส่วนที่ดีที่สุดมาเติมสารเสริมแรงซิลิกา และเหล็กออกไซด์ หลังจากนั้นจะทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพ สัณฐานวิทยาและสมบัติเชิงกล ตามลำดับต่อไป

#### 4.1 การสังเคราะห์ polyHIPEs

ในการสังเคราะห์ poly HIPEs ได้ศึกษาการสังเคราะห์ที่สภาวะต่าง ๆ ตามที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.1 เพื่อศึกษาอัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs ในระบบน้ำในน้ำมัน (Water in oil) โดยได้ทำการปรับเปลี่ยนปริมาณของสไตรีน และ DVB ในช่วง 30 – 50 %vol และ span20/span80 ในช่วง 0 - 20%vol และนำสูตรที่ได้ผลดีที่สุดมาเพิ่มสมบัติความแข็งแรงโดยการเติมสารเติมแต่ง 1 %wt และเพิ่มสมบัติแม่เหล็กโดยการเติมเหล็กออกไซด์ 3 %wt

##### 4.1.1 ศึกษาอัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs

ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs ที่สภาวะของวัฏภาคสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคของน้ำ เป็น 20 : 80 โดยในวัฏภาคของสารอินทรีย์จะแบ่งเป็น 2 สภาวะคือ สภาวะที่ใช้ AIBN (สูตรที่ 1, 2, 3 และ 4 ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1) กับสภาวะที่ใช้  $K_2(SO_4)_2$  (สูตรที่ 5, 6, 7 และ 8) ในส่วนของมอนอเมอร์มีการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของ styrene : DVB เป็น 40 : 40 %vol (ตัวอย่างที่ 1, 2, 5 และ 6) 30 : 50 %vol (สูตรที่ 3 และ 8) 50 : 30 %vol (ตัวอย่างที่ 4 และ 7) และมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของ Span 20 : Span 80 เป็น 10 : 10 %vol (สูตรที่ 1 และ 5) และ 0 : 20 %vol (สูตรที่ 2 , 3 , 4 , 6 , 7 และ 8) แล้วนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยการสังเกต ดังแสดงในรูปที่ 4.1 และในตารางที่ 4.1 แล้วทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.2 และ 4.3

เมื่อพิจารณาในสูตรที่มีการใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาเป็น AIBN พบว่า polyHIPEs ที่ได้จะมีสมบัติทางกายภาพที่ดีกว่าในสูตรที่ใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา โดยเมื่อเปรียบเทียบสูตรที่มีองค์ประกอบของ วิทยาศาสตร์อินทรีย์เท่ากัน พบว่าสูตรที่ใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะได้ polyHIPEs ที่เปราะ แตกง่าย และเมื่อแตกแล้วจะร่วนเป็นเศษเล็ก ๆ และมีความเป็นขอลค์มากกว่าสูตรที่ใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา อย่างเช่นในสูตรที่ 5 และ 8 จะเกิดการแตกร่วนจนเป็นเศษเล็ก ๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.1 (8) ซึ่งการที่ polyHIPEs ที่เตรียมได้จากการใช้ตัวริเริ่มเป็น  $K_2(SO_4)_2$  มีความคงตัวน้อยกว่าที่เตรียมได้จากการใช้ AIBN น่าจะมีสาเหตุมาจาก  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ใช้สำหรับกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization) ซึ่งสามารถละลายได้ในวัฏภาคของน้ำ ดังนั้นปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มจึงมี โอกาสสูงที่ตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะไม่เข้าไปทำปฏิกิริยาในวัฏภาคของหยดมอนอเมอร์ เนื่องจากหยดมอนอเมอร์ที่มีไมเซลล์ล้อมรอบมีขนาดใหญ่มากเมื่อเทียบกับขนาดของไมเซลล์ที่ลอยอยู่อิสระ (สารลดแรงตึงผิว) ในวัฏภาคของน้ำ (ดังแสดงในรูปที่ 2.3) ดังนั้นพื้นที่ผิวของไมเซลล์จึงมีมากกว่าหยดมอนอเมอร์ จึงทำให้โอกาสที่ตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะแพร่เข้าไปในหยดมอนอเมอร์มีน้อยกว่าโอกาสที่ตัวริเริ่มจะแพร่ไปในไมเซลล์ และการใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มยังทำให้หยดของมอนอเมอร์ที่ได้มีขนาดเล็กกว่าหยดมอนอเมอร์ที่ได้จากการใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา [31] จึงทำให้ polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากการใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยามีลักษณะรูพรุนที่มีขนาดเล็กเป็นจำนวนมาก จึงทำให้มีลักษณะการเชื่อมโยงกันของวัฏภาคภายในที่ค่อนข้างหนาแน่น แต่มีความแข็งแรงน้อย ในขณะที่ AIBN เป็นตัวริเริ่มสำหรับกระบวนการพอลิเมอร์แบบแขวนลอย (Suspension polymerization) ซึ่งสามารถละลายได้ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ จึงทำให้การเกิดปฏิกิริยาในของหยดมอนอเมอร์เกิดขึ้นได้ดี และขนาดของหยดมอนอเมอร์ที่ได้ก็ใหญ่กว่าหยดมอนอเมอร์ที่ได้จากการใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ดังนั้นความหนาแน่นของ polyHIPEs จึงน้อยกว่า

เมื่อพิจารณาในสูตรที่มีการใช้สภาวะที่เหมือนกันแต่เปลี่ยนสัดส่วนของสารลดแรงตึงผิว (สูตรที่ 1 และ 2) พบว่า สูตรที่มีการใช้ Span 80 เพียงอย่างเดียวมีความแข็งแรงมากกว่าและมีความเป็นขอลค์น้อยกว่าสูตรที่มีการผสมระหว่าง Span 80 และ Span 20 ในอัตราส่วน 1:1 เนื่องจากค่า HLB ของ Span 80 = 4.3 ซึ่งอยู่ในช่วงที่เหมาะสมในการเกิดอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมันซึ่งเป็นระบบที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ ระหว่าง 2 – 6 [32] แต่เมื่อทำการผสม Span 80 และ Span 20 ทำให้ได้ค่า HLB

เท่ากับ 6.45 [33] ซึ่งการมีค่า HLB เพิ่มขึ้นแสดงถึงการมีส่วนที่ชอบน้ำมากขึ้น ทำให้กระจายตัวในน้ำได้ดีขึ้น ดังนั้นจึงทำให้การจับตัวของไมเซลล์กับหยดมอโนเมอร์มีน้อยลง หยดมอโนเมอร์จึงมีความคงตัวน้อยลง ดังนั้นโอกาสที่จะเกิดการรวมตัวกันมีมากขึ้น จึงทำให้เกิดการเชื่อมโยงระหว่างกันน้อย

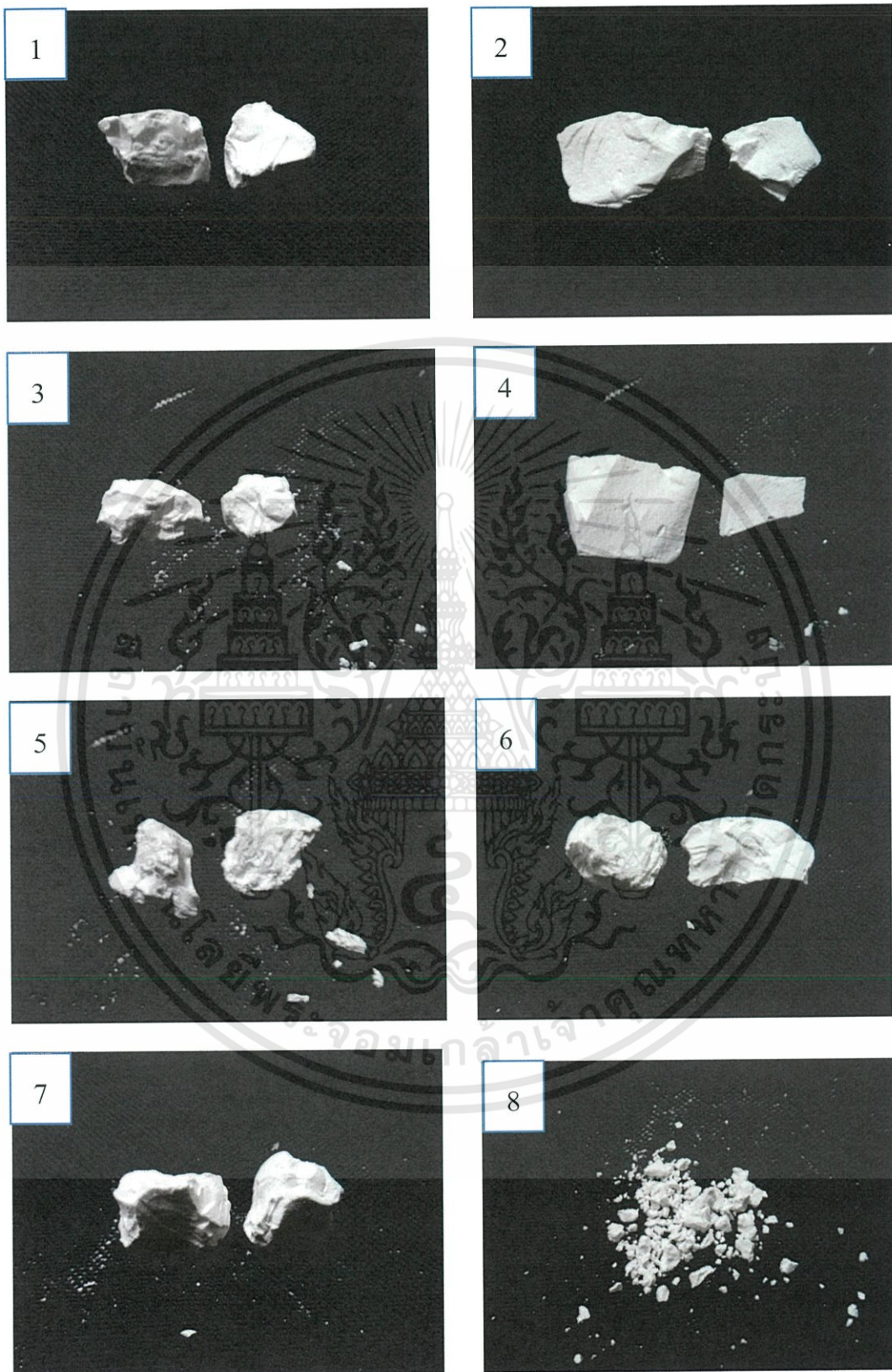
เมื่อพิจารณาสูตรที่มีการเปลี่ยนสัดส่วนของมอโนเมอร์กับสารเชื่อมโยง (สูตรที่ 2 3 และ 4) จะเห็นได้ว่าในสูตรที่ใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา และใส่สไตรีนมากกว่าจะมีสมบัติที่ดีกว่าสูตรที่มีการใส่ DVB มากกว่า ทั้งนี้เนื่องจากสไตรีนเป็นมอโนเมอร์หลักในการเกิดพอลิเมโรไซเซชัน ดังนั้นเมื่อมีสไตรีนปริมาณมากก็จะเกิดการพอลิเมโรไซเซชันได้มากและมีการเชื่อมโยงมาก จึงทำให้ได้พอลิเมอร์ที่มีสายโซ่โมเลกุลยาวที่มีกิ่งก้านน้อย จึงทำให้เนื้อพอลิเมอร์ที่ได้มีความแข็งแรงและไม่ค่อยเป็นขอล็ค



ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละอัตราส่วน

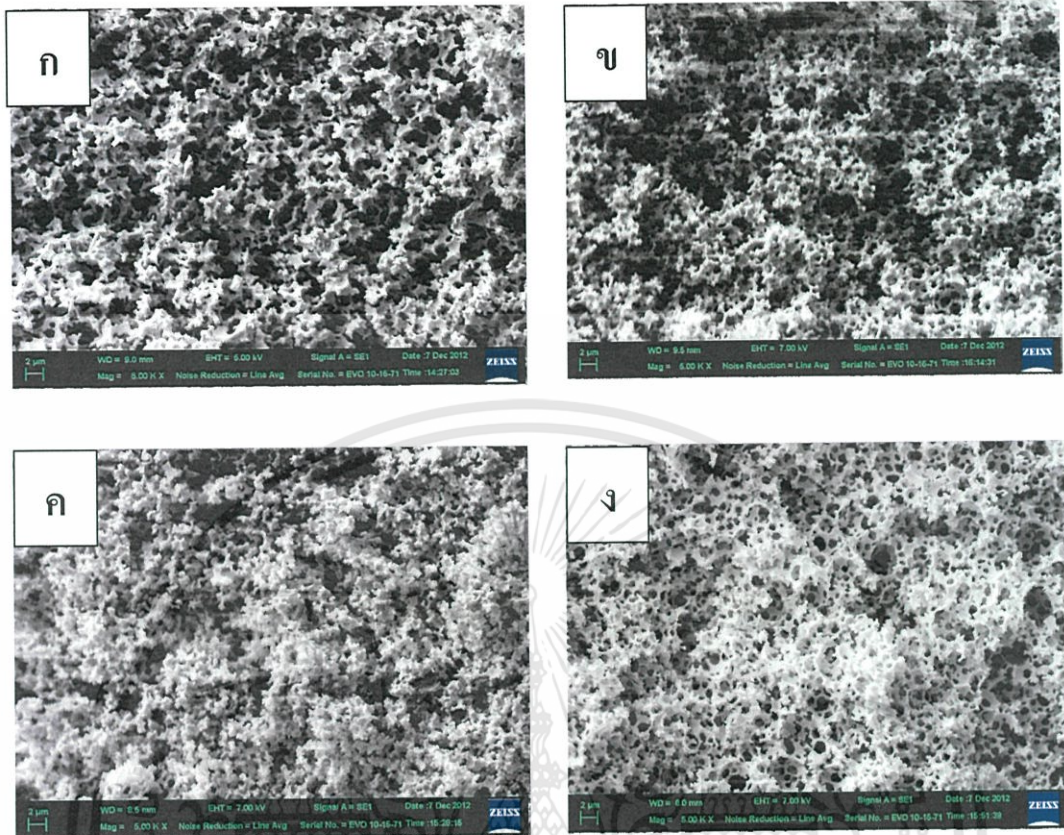
| สูตรที่ | องค์ประกอบของวัสดุภาค<br>สารอินทรีย์<br>St/DVB/Span 20/Span 80<br>(%vol) | Initiator      |  | ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้               |
|---------|--|----------------|--|---|
|         |  | AIBN<br>(%mol) | K <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub><br>(%mol) |   |
| 1       | 40/40/10/10  | 2              | -  | เปราะแตกง่าย ไม่แข็งแรง เป็นชอล์กเล็กน้อย |
| 2       | 40/40/0/20   | 2              | -  | เปราะแตกง่าย ไม่แข็งแรง ค่อนข้างเป็นชอล์ก |
| 3       | 30/50/0/20   | 2              | -  | แตกง่ายมาก ค่อนข้างเป็นชอล์ก              |
| 4       | 50/30/0/20   | 2              | -  | ค่อนข้างแข็งแรง ไม่แตกง่าย เป็นชอล์กน้อย  |
| 5       | 40/40/10/10  | -              | 2  | แตกง่ายมาก ร่วน เป็นชอล์กมาก              |
| 6       | 40/40/0/20   | -              | 2  | เปราะแตกง่าย ไม่แข็งแรง เป็นชอล์กมาก      |
| 7       | 30/50/0/20   | -              | 2  | แตกง่ายมาก ไม่แข็งแรง ค่อนข้างเป็นชอล์ก   |
| 8       | 50/30/0/20   | -              | 2  | แตกง่ายมาก ร่วน เป็นชอล์กมาก              |

หมายเหตุ : รายละเอียดปริมาณสารทั้งหมดแสดงไว้อย่างละเอียดดังตารางที่ 3.1 และ 3.2

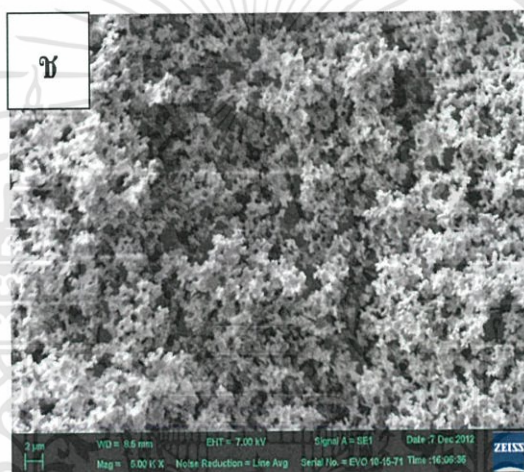
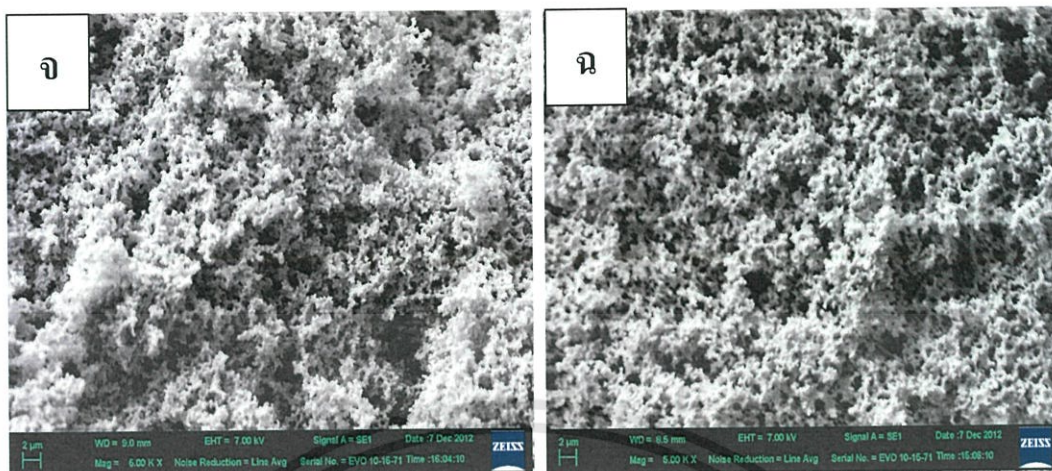


รูปที่ 4.1 แสดงภาพถ่ายของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ในสูตรที่ 1 – 8 ตามตารางที่ 4.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs ที่อัตราส่วนโดยปริมาตร(%vol) ของ St/DVB/Span20/Span80 (%vol) และสารริเริ่มคือ AIBN ตามตาราง 4.1 (ก, สูตรที่ 1) 40/40/10/10 (ข, สูตรที่ 2) 40/40/0/20 (ค, สูตรที่ 3) 30/50/0/20 (ง, สูตรที่ 4) 50/30/0/20



รูปที่ 4.3 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs ที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของ (%vol) ของ St/DVB/Span20/Span80 (%vol) และสารริเริ่มคือ  $K_2(SO_4)_2$  (จ, สูตรที่ 5) 40/40/10/10 (ฉ, สูตรที่ 7) 30/50/0/20 (ช, สูตรที่ 8) 50/30/0/20

## 4.2 ศึกษาผลของการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์

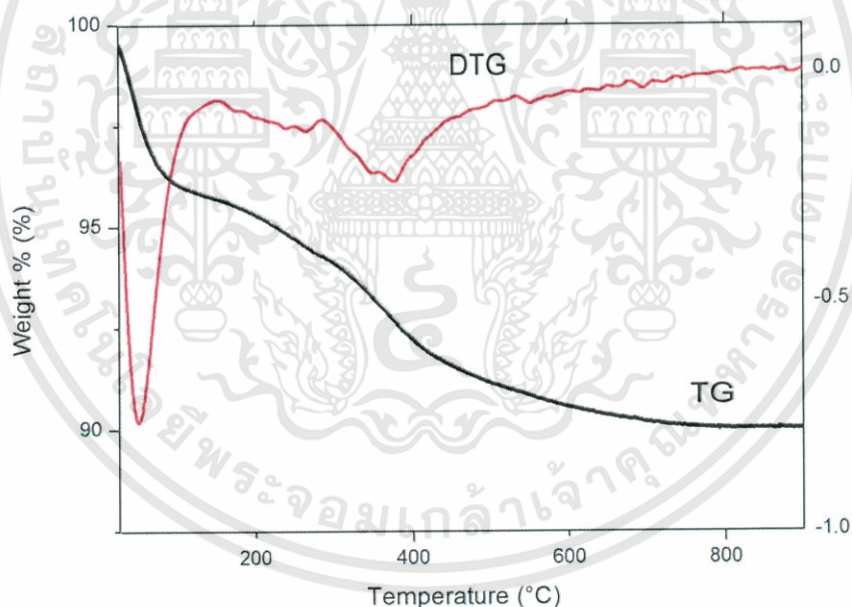
จากผลการตรวจสอบด้วยการสังเกตและผลจากการตรวจสอบด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จึงสรุปได้ว่าสูตรที่ใส่ สไตรีน/DVB/Span 20/Span 80 ในอัตราส่วนโดยปริมาตร (%vol) 50/30/0/20 เป็นสูตรที่ดีที่สุดเนื่องจากได้ polyHIPEs ที่มีลักษณะทางกายภาพที่ดีที่สุด คือ เมื่อบีบด้วยมือจะมีความแข็งแรง ไม่เปราะ แตกง่าย มีความเป็นขอลักษณ์น้อยที่สุด มีความคงตัวของโฟมดีกว่าสูตรอื่น ๆ คือไม่แตกร่วนง่าย เมื่อแตกหักยังคงรูปอยู่ได้ไม่เป็นเศษเล็ก ๆ และเมื่อตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่ามีการเชื่อมต่อกันของหยดมอนอเมอร์มาก ผนังเซลล์ที่เชื่อมต่อกันมีลักษณะบาง และมีแนวโน้มที่จะมีความหนาแน่นต่ำ เนื่องจากมีรูพรุนขนาดใหญ่กว่าเมื่อเทียบกับสูตรอื่น ๆ จึงได้นำเอาสูตรที่ 4 มาปรับปรุงสมบัติด้านความแข็งแรงด้วยการเติมซิลิกาและเพิ่มความเป็นแม่เหล็กด้วยการเติมเหล็กออกไซด์

โดยก่อนที่จะเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ลงไป ใน polyHIPEs ได้นั้นเราต้องทำการเคลือบซิลิกาและเหล็กออกไซด์ด้วยกรดโอเลอิกก่อนเนื่องจากซิลิกามีหมู่ไฮดรอกซิล (Silanol,  $H_4OSi$ ) ซึ่งมีความเป็นขี้ผึ้ง และเหล็กออกไซด์ก็เป็นวัสดุที่มีความเป็นขี้ผึ้ง ทำให้สามารถละลายในวัฏภาคของน้ำได้ ดังนั้นเพื่อให้สารเติมแต่งที่จะใส่ลงไปสามารถละลายอยู่ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ได้จึงต้องมีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก ( $C_{18}H_{34}O_2$ ,  $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7COOH$ ) เสียก่อน เนื่องจากกรดโอเลอิกเป็นกรดไขมันไม่อิ่มตัวซึ่งมีทั้งส่วนที่มีขี้ผึ้งและส่วนที่ไม่มีขี้ผึ้ง ดังนั้นการเคลือบด้วยกรดโอเลอิกจึงทำให้ส่วนที่มีขี้ผึ้งของกรดโอเลอิกจับกับส่วนที่มีขี้ผึ้งของซิลิกาและเหล็กออกไซด์ และส่วนที่ไม่มีขี้ผึ้งที่เคลือบอยู่ด้านบนก็จะทำให้ซิลิกาและเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกสามารถละลายในวัฏภาคของสารอินทรีย์ได้ และเมื่อได้ซิลิกาและเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกแล้ว จากนั้นจึงทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกลงไป ในวัฏภาคสารอินทรีย์ตามตารางที่ 3.3

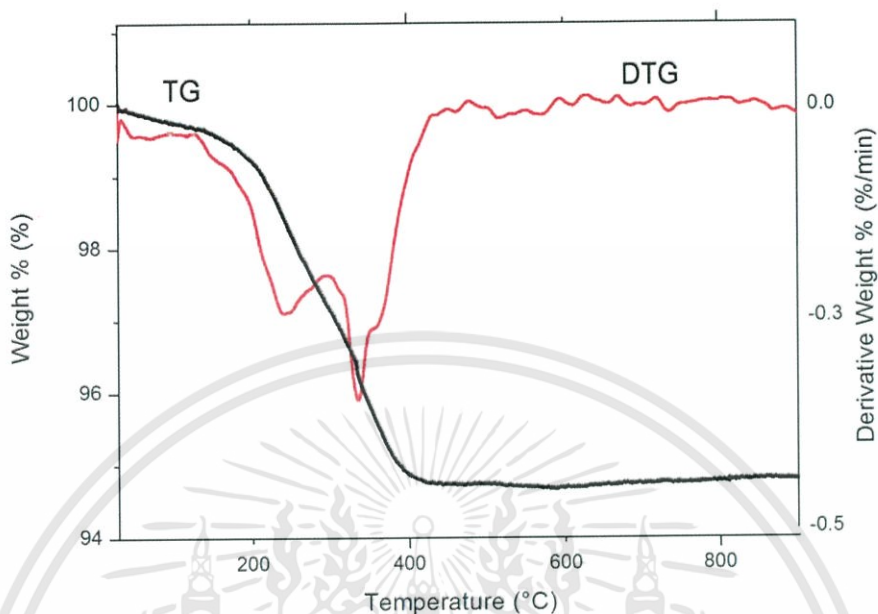
### 4.2.1 ศึกษาการเคลือบซิลิกาและเหล็กออกไซด์ด้วยกรดโอเลอิก

ในการสังเคราะห์จะใส่ซิลิกาและเติมเหล็กออกไซด์ตามปริมาณในตารางที่ 3.3 (โดยคิดจากน้ำหนักของซิลิกาและเหล็กออกไซด์บริสุทธิ์) ของวัฏภาคสารอินทรีย์ โดยเมื่อมีการ

เคลือบกรดโอเลอิกแล้วจะทำให้น้ำหนักจริงของซิลิกาและเหล็กบริสุทธิ์ที่เติมลงไปน้อยกว่าปกติ ดังนั้นจึงต้องมีการคำนวณปริมาณกรดโอเลอิกที่เคลือบอยู่ว่ามีปริมาณเท่าไร แล้วจึงนำน้ำหนักที่ได้มาหาปริมาณซิลิกาและเหล็กออกไซด์ที่แท้จริงที่ต้องเติมลงไปเมื่อทำการสังเคราะห์ จากรูปที่ 4.4 และ 4.5 แสดงเทอร์โมแกรมของซิลิกาและเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก ตามลำดับ จากผลของเทคนิค TGA พบว่า กรดโอเลอิกมีการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 200 – 400 องศาเซลเซียส (อุณหภูมิการสลายตัวของกรดโอเลอิกตามทฤษฎี [34]) โดยกรดโอเลอิกจะสลายตัวออกไปจนหมดแล้วจะเหลือเพียงซิลิกาและเหล็กออกไซด์คิดเป็น 94.293 %wt และ 94.867 %wt ตามลำดับ ที่อุณหภูมิมากกว่า 600 องศาเซลเซียส ซึ่งจากค่าที่ได้ สามารถนำไปคำนวณหาปริมาณการเคลือบติดของกรดโอเลอิกบนผิวของซิลิกาและเหล็กออกไซด์ได้เป็น 5.707 %wt และ 5.133 %wt ตามลำดับ จากนั้นนำค่าที่ได้ไปคำนวณหาปริมาณของซิลิกาและเหล็กที่แท้จริงที่ต้องเติมลงไป ใน polyHIPEs



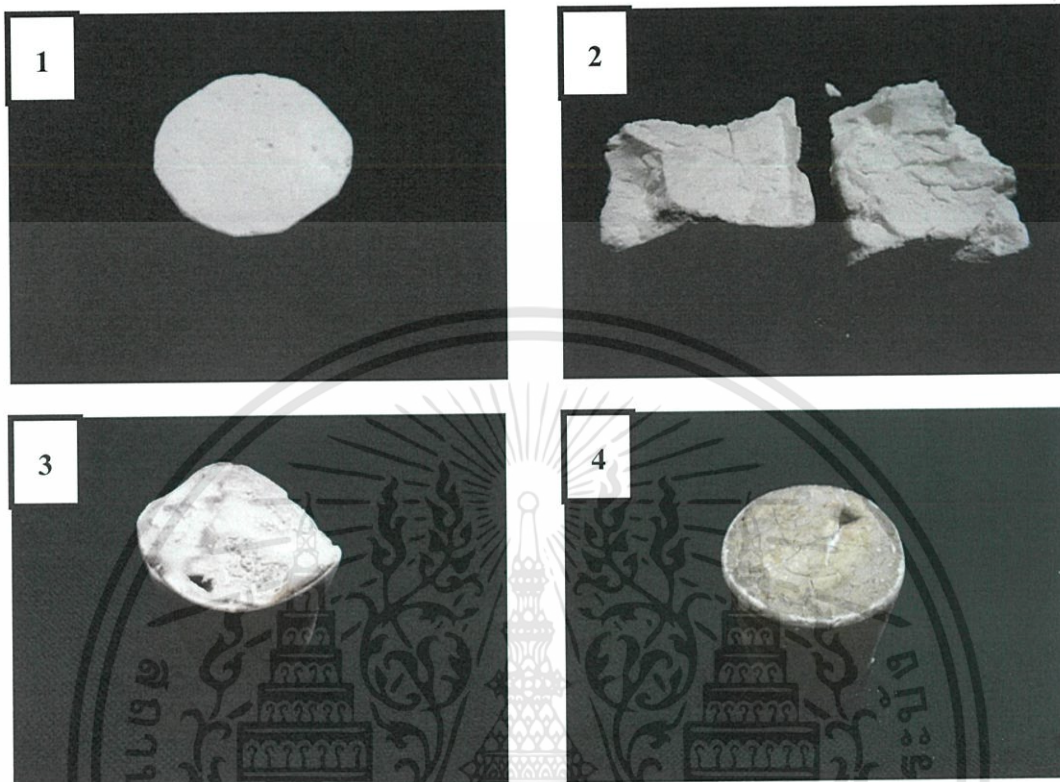
รูปที่ 4.4 แสดงเทอร์โมแกรมของซิลิกาที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก



รูปที่ 4.5 แสดงเทอร์โมแกรมของเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก

#### 4.2.2 ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์

ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยนำเอาสูตรที่ 4 คือใช้อัตราส่วนของสไตรีน/DVB/Span20/Span80 เป็น 50/30/0/20 %vol ใช้ AIBN เป็นสารริเริ่มปฏิกิริยา และวัฏภาคของน้ำ 80 %vol และนำมาปรับปรุงสมบัติด้านความแข็งแรงโดยการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ (ตัวอย่างที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง , ตัวอย่างที่เติมซิลิกา 1 %wt เพียงอย่างเดียว, ตัวอย่างที่เติมซิลิกา 1 %wt และเหล็กออกไซด์ 3 %wt และตัวอย่างที่เติมเหล็กออกไซด์ 3 %wt เพียงอย่างเดียว) ซึ่งจากการศึกษาการสังเคราะห์ polyHIPEs ทั้ง 4 ตัวอย่าง พบว่ามีลักษณะแสดงดังตารางที่ 4.2 ซึ่ง polyHIPEs ที่เติมซิลิกา 1 %wt เพียงอย่างเดียว มีความแข็งแรงน้อยมาก ร่วน และเป็นขอลค์มาก จึงได้นำเฉพาะ polyHIPEs ที่มีความคงตัวดี คือตัวอย่างที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง , ตัวอย่างที่เติมซิลิกา 1 %wt เพียงอย่างเดียว, ตัวอย่างที่เติมซิลิกา 1 %wt และเหล็กออกไซด์ 3 %wt และตัวอย่างที่เติมเหล็กออกไซด์ 3 %wt เพียงอย่างเดียวไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ ต่อไป โดยรูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่าย polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่าย polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง (1) polyHIPEs (2) polyHIPEs + SiO<sub>2</sub> 1 %wt (3) polyHIPEs + SiO<sub>2</sub> 1 %wt + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 3 %wt (4) polyHIPEs + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 3 %wt

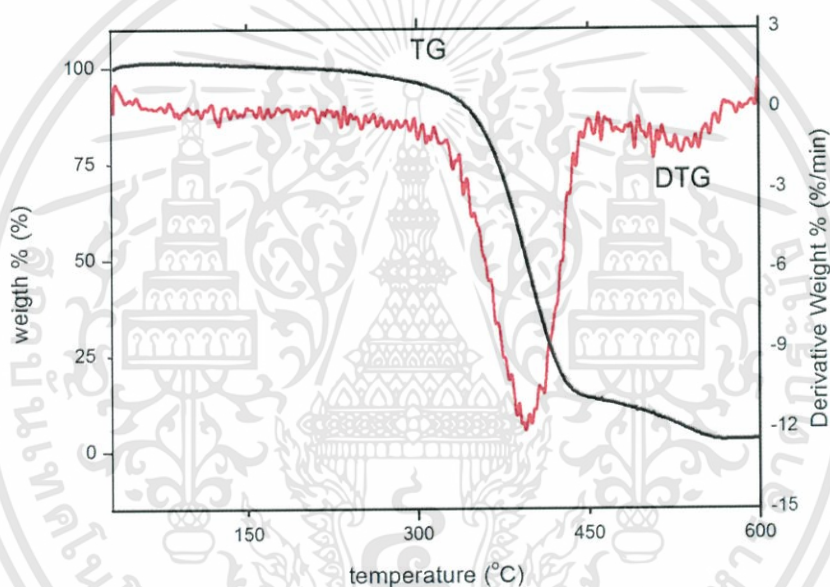
ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของ polyHIPEs ที่ตั้งเคราะห์ได้ในแต่ละอัตราส่วนของซิลิกาและเหล็กออกไซด์

| สูตรที่ | SiO <sub>2</sub> (%wt) | Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (%wt) | ลักษณะที่สังเกตได้                       |
|---------|------------------------|--------------------------------------|--|
| 1       | -                      | -                                    | ค่อนข้างแข็งแรง ไม่แตกง่าย เป็นขอล็คน้อย |
| 2       | 1                      | -                                    | เปราะแตกง่ายมาก ร่วน เป็นขอล็คมาก        |
| 3       | 1                      | 3                                    | ค่อนข้างแข็งแรง ไม่แตกง่าย เป็นขอล็คน้อย |
| 4       | -                      | 3                                    | แข็งแรง ไม่แตกง่าย เป็นขอล็คน้อยมาก      |

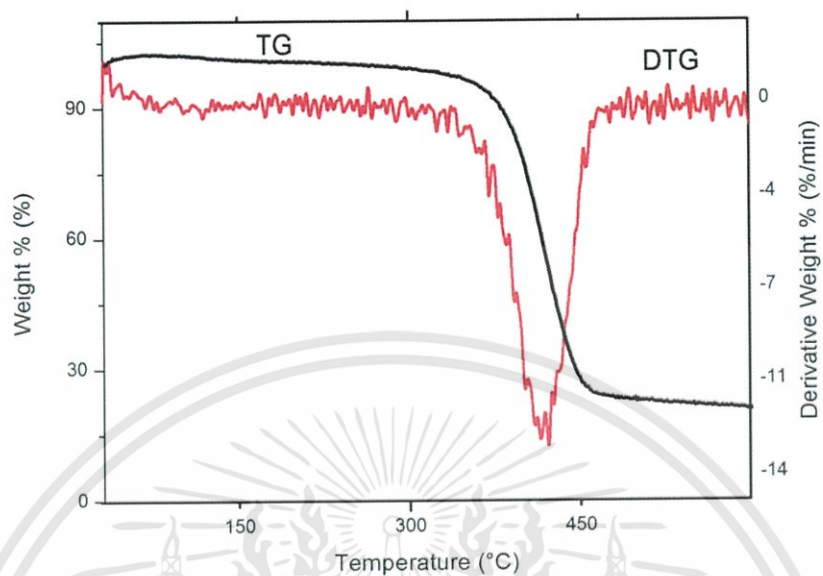
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2.2.1 การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA)

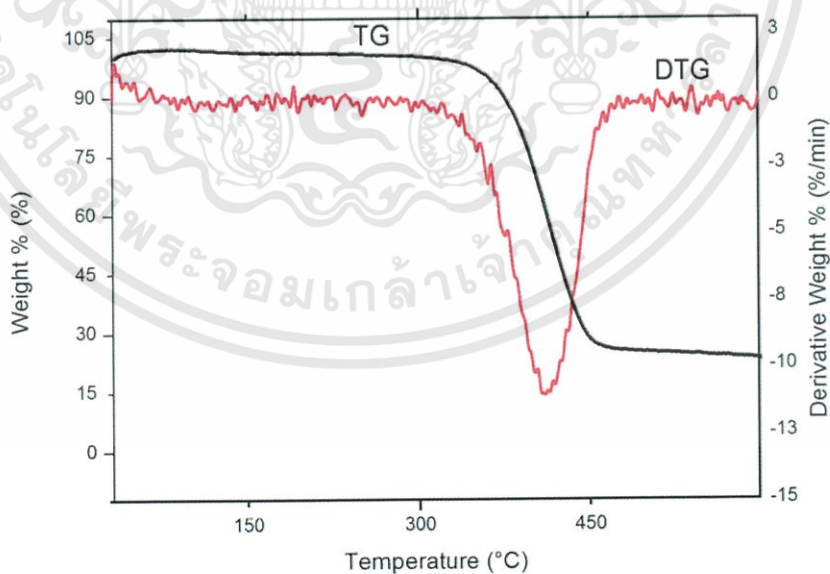
การศึกษาสมบัติทางความร้อนของ polyHIPEs ที่ไม่มีสารเติมแต่ง polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ และ polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์ ด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer, TGA) ให้ผลดังรูปที่ 4.7 รูปที่ 4.8 และรูปที่ 4.9 ตามลำดับ



รูปที่ 4.7 แสดงเทอร์โมแกรมของ polyHIPEs ที่ไม่มีสารเติมแต่ง



รูปที่ 4.8 แสดงเทอร์โมแกรมของ polyHIPEs + SiO<sub>2</sub> + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



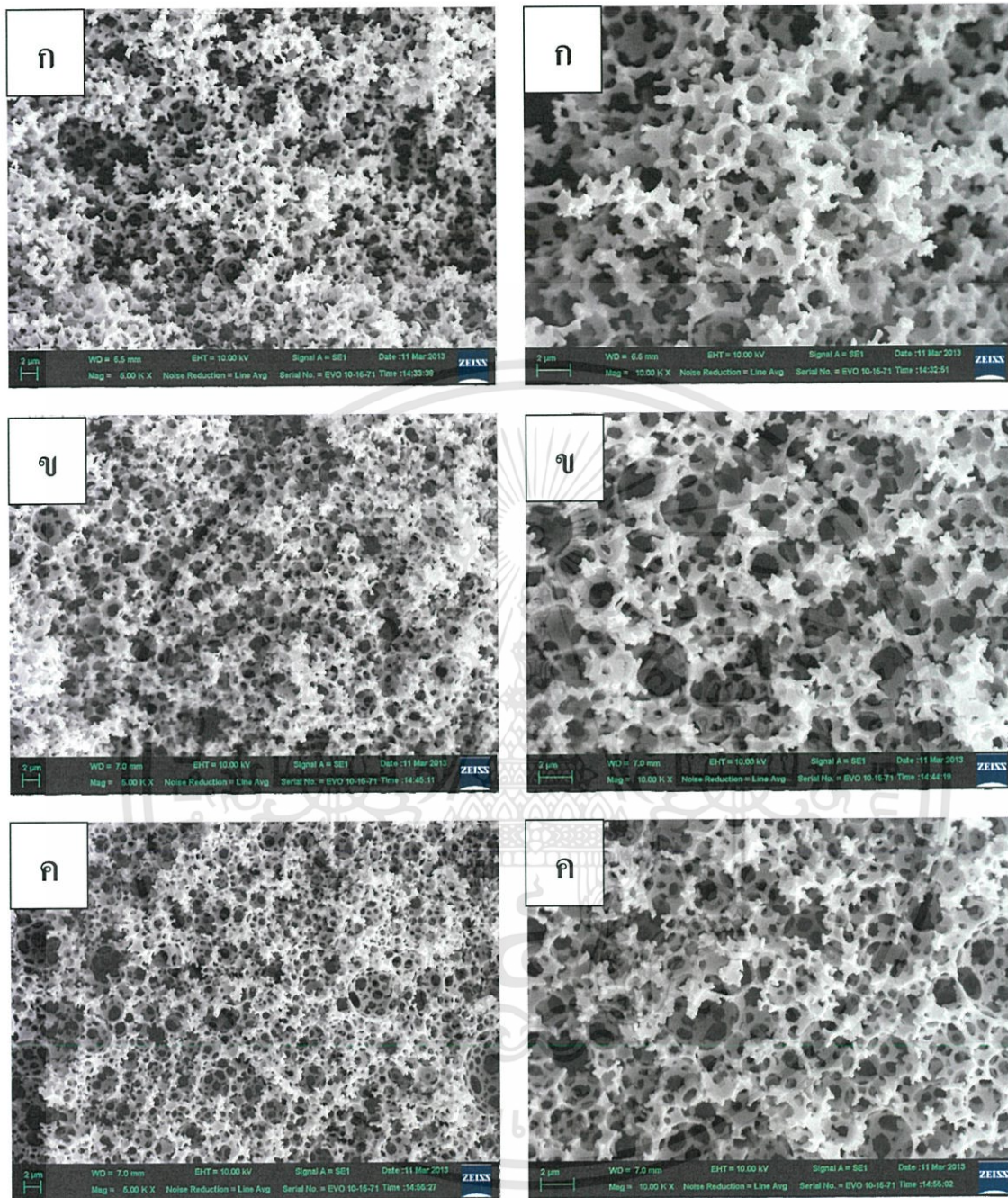
รูปที่ 4.9 แสดงเทอร์โมแกรมของ polyHIPEs + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.7, 4.8 และ 4.9 แสดงเทอร์โมแกรมของ polyHIPEs ที่ไม่มีสารเติมแต่ง, polyHIPEs ผสมซิลิกาและเหล็กออกไซด์และ polyHIPEs ผสมเหล็กออกไซด์พบว่าอุณหภูมิการสลายตัวของทั้ง 3 สูตร อยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกัน คือ ระหว่าง 350 – 450 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของสไตรีนและ DVB [36] และมีการสลายตัวของกรดโอเลอิกในช่วงอุณหภูมิ 200 – 400 องศาเซลเซียสด้วย โดยในสูตรที่ไม่มีสารเติมแต่ง (รูปที่ 4.7) จะพบว่ามีการสลายตัวของสไตรีนและ DVB จะสลายตัวไป เหลือเพียงถ่านคาร์บอนที่สลายตัวไม่หมดในช่วงอุณหภูมิ 300 – 600 องศาเซลเซียส คิดเป็น 86.30 %wt ซึ่งส่วนที่เหลือจะเป็นถ่านคาร์บอนที่สลายตัวไม่หมด ซึ่ง คิดเป็น 13.70 %wt ในสูตรที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ (รูปที่ 4.8) และสูตรที่มีการเติมเหล็กออกไซด์เพียงอย่างเดียว (รูปที่ 4.9) มีการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 350 – 450 องศาเซลเซียส เกิดการสลายตัวไปคิดเป็น 79.26 %wt และ 76.68 %wt ตามลำดับ ซึ่งเป็นการสลายตัวของสไตรีน DVB และกรดโอเลอิก ส่วนที่เหลือจะเป็นซิลิกาและเหล็กออกไซด์ รวมถึงถ่านคาร์บอนที่เกิดการเผาไหม้ไม่หมด ซึ่งไม่สลายตัวในช่วงอุณหภูมิที่ต่ำกว่า 600 องศาเซลเซียส

#### 4.2.2.2 การศึกษาสัณฐานวิทยาโดยเทคนิค Scanning electron microscope (SEM)

นำสารที่ได้มาตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.10 พบว่าวัสดุทั้ง 3 ตัวอย่างมีวิวัฒนาการภายในแบบต่อเนื่อง มีรูพรุนแบบเปิด และขนาดของรูพรุนไม่แตกต่างกันมาก แต่จะสังเกตได้ว่าใน polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์จะมีช่องว่างขนาดใหญ่มากกว่าเมื่อเทียบ polyHIPEs ที่ไม่มีสารเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ ทั้งนี้อาจมีสาเหตุเนื่องมาจากซิลิกาและเหล็กออกไซด์ซึ่งเป็นสารที่มีขี้ ไม่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกครอบคลุมพื้นที่ผิวทั้งหมด จึงอาจทำให้ซิลิกาและเหล็กออกไซด์ยังคงมีความเป็นขี้บางส่วน ดังนั้น จึงมีโอกาสที่หยดมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นจะเกิดการรวมตัวกันได้สูงกว่าในสูตรของ polyHIPEs ที่ไม่มีสารเติมสารเติมแต่ง โดยพบว่า สูตรที่เติมเหล็กออกไซด์เพียงอย่างเดียวมีขนาดของช่องว่างเล็กกว่าสูตรที่เติมทั้งซิลิกาและเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs (ก) polyHIPEs (ข) polyHIPEs +  $\text{SiO}_2$  +  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (ค) polyHIPEs +  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (ด้านขวามือกำลังขยาย 10000 เท่า ด้านซ้ายมือกำลังขยาย 5000 เท่า)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2.2.3 การศึกษาความหนาแน่นโดยใช้ Helium pycnometer

จากการผลการศึกษาความหนาแน่น (Bulk density) ของ polyHIPEs โดยเทคนิค Helium pycnometer ผลของค่าความหนาแน่นของ polyHIPEs ที่ไม่ใส่สารเติมแต่ง และ polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ พบว่าแสดงในตารางที่ 4.3 โดยพบว่า polyHIPEs มีความหนาแน่นเท่ากับ  $1.1780 \pm 0.0033 \text{ g/cm}^3$  และ  $1.2131 \pm 0.0157 \text{ g/cm}^3$  ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่มีการใส่สารเติมแต่ง ที่มีการใช้สารตั้งต้นปริมาณเท่ากันคือ st/DVB/Span20/Span80 เท่ากับ 50/30/0/20 %vol พบว่า ความหนาแน่นที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Angelika Menner และคณะ [1] ซึ่งมีค่าความหนาแน่นเท่ากับ  $1.162 \pm 0.002 \text{ g/cm}^3$  และมีความเป็นรูพรุนเท่ากับ  $86 \pm 2 \%$  จึงมีแนวโน้มที่วัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จะมีความเป็นรูพรุนที่ใกล้เคียงกัน และเมื่อพิจารณาการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ พบว่า ทำให้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ซึ่งขัดแย้งกับผลที่ได้จาก SEM ที่การเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์จะทำให้ polyHIPEs มีรูพรุนขนาดใหญ่กว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง ซึ่งควรจะมีค่าความหนาแน่นน้อยกว่า แต่เนื่องจากความหนาแน่นต้องพิจารณาจากมวลต่อปริมาตรของสาร ดังนั้น ใน polyHIPEs ที่เติมซิลิกาและออกไซด์จะมีน้ำหนักของสารเติมแต่งรวมอยู่ด้วยจึงส่งผลต่อน้ำหนักรวมของสาร เมื่อนำมาคำนวณจึงทำให้ความหนาแน่นที่ได้มีค่ามาก และ polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์เพียงอย่างเดียวก็มีแนวโน้มที่จะมีความหนาแน่นมากขึ้นด้วย เนื่องจากมีการเชื่อมโยงของวัฏภาคภายในจำนวนมาก และรูพรุนมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเทียบกับ polyHIPEs ที่เติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าความหนาแน่น (Bulk density) ของ polyHIPEs

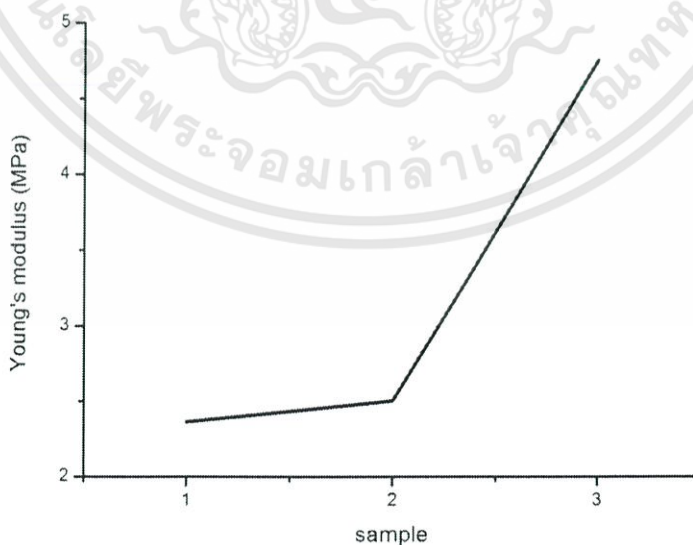
| ตัวอย่างที่ | สารตัวอย่าง  | Bulk density ( $\text{g/cm}^3$ ) $\pm$ SD |
|-------------|--|---|
| 1           | polyHIPEs  | $1.1780 \pm 0.0033$                       |
| 2           | polyHIPEs + $\text{SiO}_2$ + $\text{Fe}_3\text{O}_4$ | $1.2131 \pm 0.0157$                       |

#### 4.2.2.4 การศึกษาสมบัติทางกลโดยการทดสอบความต้านแรงกด (Compression) โดนการ ใช้เครื่อง Universal testing machine (UTM)

สมบัติเชิงกลที่ทำการศึกษา คือ ค่ามอดูลัส โดยได้ทำการทดสอบ polyHIPEs ที่มีการปรับปรุงสมบัติโดยการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ และ polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์ เพียงอย่างเดียว เทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง โดยให้ผลการทดลองดังแสดงในรูปที่ 4.11 4.12 และตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงสมบัติของ polyHIPEs ที่มีการใส่สารเติมแต่ง

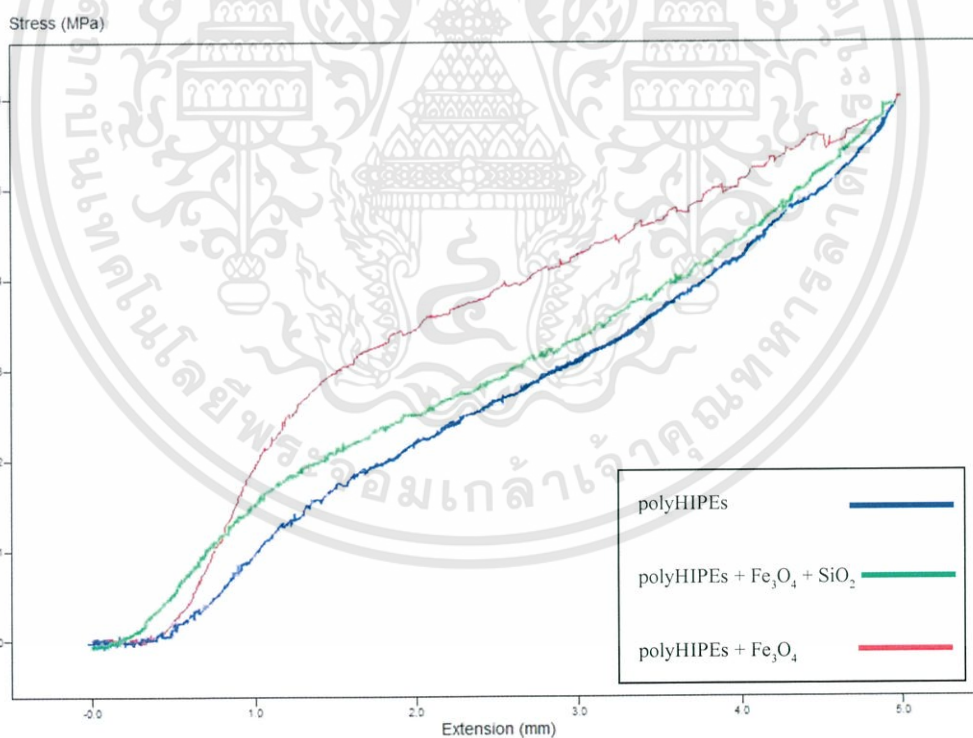
| ตัวอย่างที่ | สารตัวอย่าง   | Young's modulus (MPa) $\pm$<br>SD |
|-------------|---|-----------------------------------|
| 1           | polyHIPEs   | 2,3661 $\pm$ 0.64                 |
| 2           | polyHIPEs + SiO <sub>2</sub> + Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> | 2,5019 $\pm$ 0.27                 |
| 3           | polyHIPEs + Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>                    | 4,7465 $\pm$ 0.17                 |



รูปที่ 4.11 แสดงค่า Young's modulus ของสารตัวอย่าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.3 จะเห็นได้ว่า เมื่อเปรียบเทียบ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งกับ สูตรที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ พบว่า สูตรที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ให้ค่า มอดูลัสที่สูงกว่า เนื่องจากมีความหนาแน่นมากกว่าและการเติมสารเติมแต่งเข้าไปวิฤภาคของ สารอินทรีย์ ทำให้การส่งผ่านแรงลดลงเมื่อมีแรงกดมากกระทำ ดังนั้น polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติม แต่งจึงมีค่ามอดูลัสสูงกว่า polyHIPEs ที่ไม่ได้ใส่สารเติมแต่ง แต่เมื่อพิจารณาจากสูตรที่มีการเติมทั้ง ซิลิกาและเหล็กออกไซด์ พบว่ามีช่องว่างขนาดใหญ่มากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ polyHIPEs ที่เติม เหล็กออกไซด์เพียงอย่างเดียว จึงทำให้มีความหนาแน่นน้อยกว่า สมบัติด้านความแข็งแรงจึงน้อย กว่า เนื่องจากการเชื่อมโยงของวิฤภาคภายใน โดยเมื่อมีความหนาแน่นมากการเชื่อมโยงก็จะยิ่งมี มาก ทำให้ polyHIPEs สามารถรับแรงได้มากขึ้นด้วยเช่นกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.12 โดยพบว่า polyHIPEs ที่เติมเหล็กเพียงอย่างเดียวให้ค่ามอดูลัสสูงที่สุดที่  $4.7465 \pm 0.17$  MPa



รูปที่ 4.12 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียด เปรียบเทียบระหว่าง polyHIPEs , polyHIPEs + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> + SiO<sub>2</sub> และ polyHIPEs + Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยการปรับเปลี่ยนปริมาณของสไตรีนและ DVB โดยใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยา 2 ชนิด คือ AIBN และ  $K_2(SO_4)_2$  และใช้สารลดแรงตึงผิว 2 ชนิดซึ่งให้ค่า HLB ที่ต่างกัน คือ Span20 และ Span80 สังเคราะห์โดยใช้วัฏภาคของน้ำที่มีการใส่สารเพิ่มความคงตัว คือ  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  80 % vol และวัฏภาคของสารอินทรีย์ 20 % vol การสังเคราะห์เริ่มจากการเตรียมวัฏภาคสารอินทรีย์โดยการผสมสไตรีน DVB Span20/Span80 และตัวริเริ่มปฏิกิริยาตามสัดส่วนต่าง ๆ จากนั้นจะทำการหยุดวัฏภาคของน้ำพร้อมกับทำการปั่นกวนด้วยความเร็วสูงเพื่อให้วัฏภาคของสารอินทรีย์และวัฏภาคของน้ำเกิดเป็นอิมัลชันขึ้น จากนั้นจะนำอิมัลชันที่ได้ไปทำให้เกิดกระบวนการพอลิเมอไรเซชันในเตาอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดเป็น polyHIPEs แล้วนำไปทดสอบสมบัติทางกายภาพพบว่า ในสูตรที่ใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะมีความเปราะ แตกง่าย และเป็นขอลค์มากกว่าสูตรที่ใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา เนื่องจาก  $K_2(SO_4)_2$  ละลายได้ในวัฏภาคของน้ำและ AIBN ละลายได้ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ ดังนั้น AIBN จึงสามารถเกิดปฏิกิริยาในหยดมอนอเมอร์ได้ดีกว่า และสูตรที่มีการใช้สไตรีนมากกว่า DVB และใช้ Span80 เพียงอย่างเดียวทำให้ polyHIPEs มีความแข็งแรงมากที่สุด เนื่องจากเกิดการเชื่อมโยงของสไตรีนเป็นสายโซ่ยาว และเกิดการเชื่อมโยงมาก จึงทำให้ polyHIPEs ที่ได้มีความแข็งแรง ซึ่งจากการศึกษาพบว่า การสังเคราะห์โดยใช้ สไตรีน/DVB/Span20/Span80 เท่ากับ 50/30/0/20 %vol จะให้ polyHIPEs ที่มีสมบัติดีที่สุด

จากนั้นจึงได้ทำการปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs โดยการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ โดยในการสังเคราะห์จะทำการเคลือบซิลิกาและเหล็กออกไซด์ด้วยกรดโอเลอิกก่อน เนื่องจากซิลิกาและเหล็กออกไซด์มีความเป็นขั้วจึงไม่กระจายตัวในวัฏภาคของสารอินทรีย์ ซึ่งการเคลือบกรดโอเลอิกจะทำให้ซิลิกาและเหล็กออกไซด์สามารถกระจายตัวในวัฏภาคสารอินทรีย์ได้ จากนั้นจึงทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs โดยเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ แล้วจึงนำมาทดสอบสัณฐานวิทยาพบว่า polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ จะมีรูพรุนที่มีขนาดใหญ่กว่าเมื่อ

เปรียบเทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่ใส่สารเติมแต่ง และ polyHIPEs ที่เติมเหล็กออกไซด์เพียงอย่างเดียว โดยจากการทดสอบความหนาแน่นพบว่า polyHIPEs ที่ไม่ใส่สารเติมแต่ง และ polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ มีความหนาแน่นเท่ากับ  $1.1780 \text{ g/cm}^3 \pm 0.0033 \text{ g/cm}^3$  และ  $1.2131 \pm 0.0157 \text{ g/cm}^3$  ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับค่ามอดูลัสที่ได้จากการทดสอบการต้านแรงกด โดยพบว่า การใส่สารเติมแต่งทำให้ความแข็งแรงของ polyHIPEs เพิ่มขึ้น โดยพบว่า polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กมีค่ามอดูลัสเท่ากับ  $2.5019 \pm 0.27 \text{ MPa}$  ต่ำกว่า polyHIPEs ที่เติมเหล็กออกไซด์เพียงอย่างเดียว ซึ่งมีค่ามอดูลัสเท่ากับ  $4.7465 \pm 0.17 \text{ MPa}$  เนื่องจากการมีรูพรุนขนาดใหญ่ จึงทำให้มีความหนาแน่นต่ำ ความแข็งแรงจึงต่ำกว่าในสูตรที่ใส่เหล็กออกไซด์เพียงอย่างเดียว

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของซิลิกาและเหล็กออกไซด์ให้ละลายอยู่ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ได้มากขึ้น เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการเสริมแรงให้ดีขึ้น
2. ศึกษาปริมาณของเหล็กออกไซด์ที่ใช้เพื่อให้ polyHIPEs ที่สังเคราะห์แสดงสมบัติความเป็นแม่เหล็กยิ่งยวด
3. ศึกษาสารเติมแต่งชนิดอื่นเพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้แก่ polyHIPEs ให้ดีขึ้น

### เอกสารอ้างอิง

- [1] Angelika Menner, Ronald Powell, Alexander Bismarck. A new route to carbon black filled polyHIPEs. *soft matter*.2006
- [2] Kristina Haibach , Angelika Menner , Ronald Powell , Alexander Bismarck. Tailoring mechanical properties of highly porous polymer foams: Silica particle reinforced polymer foams via emulsion templating. *Polymer* 47 (2006) 4513–4519
- [3] S. Sadeghi and M.R. Moghbeli. Synthesis and dispersion of colloidal silver nanoparticles on microcellular polyHIPE support. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 409(2012)42– 51
- [4] [online]. Available from: <http://www.maproud.com/article/emulsion.html>
- [5] [online]. Available from: <http://www.foodnetworksolution.com/vocab/word/674/emulsion>
- [6] [online]. Available from: <http://coursewares.mju.ac.th:81/e-learning50/FT320/0315.htm>
- [7] Aronson and Petko. Highly concentrated water in oil emulsions: Influence of electrolyte on their properties and stability. *J. Colloid Interface Sci.* 159(1993)134-149
- [8] [online]. Available from: <http://www.seem.kmutt.ac.th/research/pentec/download/Chapter%202%20Free%20radical%20po%20lymerization.pdf>
- [9] D.Braun, H. Cherdron, W. Kern. *Practical Molecular Organic Chemistry*. Harwood Academic Publishers. London. (1984)135
- [10] L. Albiston, N.R. Cameron, D.P. Gregory, D.C. Sherrington. Study of the formation of the open-cellular morphology of poly(styrene/divinylbenzene) polyHIPE materials by cryo-SEM. *COLLOID & POLYMER SCIENCE* *Colloid Polym.* 274, 592 (1996).
- [11] P. Hainey, I.M. Huxham, B. Rowatt, D.C. Sherrington, L. Tetley. Synthesis and ultrastructural studies of styrene-divinylbenzene PolyHIPE polymers. *Macromolecules.* 24 (1991)117.
- [12] Carnachan and Ross James. Emulsion-derived (PolyHIPE) foams for structural materials applications. Doctoral thesis, Durham University.2004

- [13] Z. Bhumgara. PolyHIPEs Foam Material As Filtration Media. Polymeric Foam Filter Media. University of Exeter. 1995
- [14] S. Laurent, D. Forge, M. Port, A. Roch, C. Robic, L.V. Elst, R.N. Muller. Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations, and biological applications. *Chem. Rev.* 108 (2008)2064-2110.
- [15] Peter Krajnc, Nermina Leber, Dejan Stefanec, Sandra Kontrec, Ale's Podgornik. Preparation and characterisation of poly(high internal phase emulsion) methacrylate monoliths and their application as separation media. *Journal of Chromatography A*, 1065 (2005) 69–73
- [16] [online]. Available from: <http://th.wikipedia.org/wiki/ซิลิกอนไดออกไซด์>
- [17] A.H. Lu, E.L. Salabas, F. Schuth. Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application. *Angew. Chem. Int. Ed.* 46 (2007) 1222-1244.
- [18] O. Veiseh, J.W. Gunn, M.Q. Zhang. Design and fabrication of magnetic nanoparticles for targeted drug delivery and imaging. *Adv Drug Delivery Rev.* 62 (2010) 284-304.
- [19] นุชรีย์ ชมเชย. การพัฒนาและศึกษาสมบัติเฉพาะของวัสดุร่วมเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโน. วิทยาสตรมหาบัณฑิต สาขาฟิสิกส์. มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. 2553
- [20] [online]. Available from: <http://worldfamos.blogspot.com/2009/03/why-is-hematite-fe3o4.html>
- [21] Ioannis A. Katsoyiannis, Anastasios I. Zouboulis. Removal of arsenic from contaminated water sources by sorption onto iron-oxide-coated polymeric materials. *Water Research* 36 (2002) 5141–5155
- [22] Sebastijan Kovačič, Gregor Ferik, Mihael Drogenik, Peter Krajnc. Nanocomposite polyHIPEs with magnetic nanoparticles: preparation and heating effect. *Reactive & Functional Polymers* (2012)
- [23] [online]. Available from: [http://www.nanocenter.umd.edu/new\\_facilities/NispLab.php](http://www.nanocenter.umd.edu/new_facilities/NispLab.php)
- [24] [online]. Available from: <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>
- [25] [online]. Available from: <http://www.hkbu.edu.hk/~matsci/thermoanal/thermoanal.htm>
- [26] [online]. Available from: <http://www.materials.co.uk/tga.htm>

- [27] [online].Available from: [https://www.rexpo.jp/mar2011/exhiSearch/BJ/en/search\\_detail.php?id=328](https://www.rexpo.jp/mar2011/exhiSearch/BJ/en/search_detail.php?id=328)
- [28] [online].Available from: <http://www.kayoptical.co.uk/cat.asp?catid=31>
- [29] [online].Available from: <http://www.el.utwente.nl/tdm/istg/research/vsm/vsm.htm>
- [30] [online].Available from: <http://www.pore-cor.com/pycno.htm>
- [31] [online].Available from: <http://www.seem.kmutt.ac.th/research/pentec/download/Chapter%203%20Polymerization%20method.pdf>
- [32] [online].Available from: <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/0303>
- [33] [online].Available from: <http://www.courseworkbank.info/courseworkbank.info.php?f=R0NTRS9TY2llbmNIL0Zvcml1bGF0aW9uIHByYWN0aWNhbCAtIEVtdWxzaw9ucy5wZGY=>
- [34] [online].Available from: <http://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/8595/15.pdf?sequence=18>
- [35] Vivian O.Ikem, Angelika Menner, Anexander Bismarck. High – Porosity Macroporous Polymers Synthesized from Titania – Particle – Stabilized Medium and High Internal Phase Emulsions. Langmuir Article (2010).



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก

### สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

|  |                     |  |
|--|---------------------|--|
| - C <sub>8</sub> H <sub>8</sub>                  | ความบริสุทธิ์ 99.9% | มวลโมเลกุล 104.15 g/mol  |
| - C <sub>10</sub> H <sub>10</sub>                | ความบริสุทธิ์ 99.9% | มวลโมเลกุล 130.18 g/mol  |
| - C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub>  | ความบริสุทธิ์ 99.9% | มวลโมเลกุล 164.21 g/mol  |
| - C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>6</sub> | ความบริสุทธิ์ 99.9% | มวลโมเลกุล 346.47 g/mol  |
| - C <sub>24</sub> H <sub>44</sub> O <sub>6</sub> | ความบริสุทธิ์ 99.9% | มวลโมเลกุล 428.60 g/mol  |
| - Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>                | ความบริสุทธิ์ 99.9% | มวลโมเลกุล 142.01 g/mol  |
| - CH <sub>3</sub> OH                             | ความบริสุทธิ์ 99.9% | มวลโมเลกุล 32.04 g/mol   |
| - CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O           | ความบริสุทธิ์ 99.9% | ความเข้มข้น 0.037 mol/dm <sup>3</sup><br>มวลโมเลกุล 147.02 g/mol |
| - K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>   | ความบริสุทธิ์ 97.0% | ความเข้มข้น 5% mol<br>มวลโมเลกุล 270.32 g/mol                    |
| - NaOH   | ความบริสุทธิ์ 99.9% | ความเข้มข้น 10% w/v<br>มวลโมเลกุล 40.00 g/mol                    |

## วิธีการคำนวณ

การเตรียม NaOH เข้มข้น 10% w/v

จาก 10% w/v

ในสารละลาย 100 มิลลิลิตร จะมี NaOH อยู่ 10 กรัม

น้ำหนัก NaOH ที่ต้องชั่ง = 10 กรัม

การเตรียม 0.034 M  $\text{CaCl}_2$

จาก 0.034 M

ในสารละลาย 1000 มิลลิลิตร จะมี  $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  อยู่ 0.034 โมล

$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  1 โมล มีมวลโมเลกุล 147.02 กรัม

$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  1 โมล มีน้ำหนัก 147.02 กรัม

ถ้า  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  0.034 โมล จะมีน้ำหนัก  $\frac{0.034 \times 147.02}{1}$  กรัม

ดังนั้น น้ำหนัก  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ที่ต้องชั่งเท่ากับ 4.9987 กรัม

### การเตรียม AIBN เข้มข้น 2%mol ของ monomer

ยกตัวอย่าง เช่น ใช้ปริมาณ Styrene/DVB เป็น 16/16 มิลลิลิตร

จากความหนาแน่นของ Styrene =  $0.906 \text{ g/cm}^3$  เตรียมที่ 16 มิลลิลิตร

จากสูตร ; 
$$D = \frac{M}{V}$$

เมื่อ D คือ ความหนาแน่นของสาร (หน่วยเป็น กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร)

M คือ มวลรวมของสาร (หน่วยเป็น กิโลกรัม)

V คือ ปริมาตรรวมของวัตถุ (หน่วยเป็น ลูกบาศก์เมตร)

แทนค่า ; 
$$0.906 = \frac{M}{16}$$

$$M = 14.496 \text{ g}$$

จากความหนาแน่นของ DVB =  $0.914 \text{ g/cm}^3$  เตรียมที่ 16 มิลลิลิตร

แทนค่า ; 
$$0.914 = \frac{M}{16}$$

$$M = 14.624 \text{ g}$$

มวลโมเลกุลของ Styrene =  $104.15 \text{ g/mol}$

จากสูตร 
$$\text{mol} = \frac{\text{g}}{\text{MW}}$$

เมื่อ mol คือ จำนวนโมลของสาร (หน่วยเป็น โมล)

g คือ มวลของสาร (หน่วยเป็นกรัม)

MW คือ มวลโมเลกุลของสาร (หน่วยเป็นกรัมต่อโมล)

$$\text{แทนค่า ;} \quad \text{mol} = \frac{14.496}{104.15}$$

$$\text{mol} = 0.1391 \text{ โมล}$$

มวลโมเลกุลของ DVB = 130.18 g/mol

$$\text{mol} = 14.624/130.18$$

$$\text{mol} = 0.1123 \text{ โมล}$$

จำนวนโมลของมอนอเมอร์ = จำนวนโมลของ Styrene + จำนวนโมลของ DVB

$$\text{จำนวนโมลของมอนอเมอร์} = 0.1391 \text{ โมล} + 0.1123 \text{ โมล}$$

$$= 0.2514 \text{ โมล}$$

$$2 \% \text{mol ของมอนอเมอร์} = 0.02 \times \text{จำนวนโมลของมอนอเมอร์}$$

$$\text{แทนค่า ; } 2 \% \text{mol ของมอนอเมอร์} = 0.02 \times 0.2514$$

$$= 5.028 \times 10^{-3} \text{ โมล}$$

มวลโมเลกุลของ AIBN เท่ากับ 164.21 g

$$\text{จากสูตร ;} \quad \text{mol} = \text{g}/\text{MW}$$

$$\text{จะได้} \quad \text{g} = \text{mol} \times \text{MW}$$

$$\text{g} = 5.028 \times 10^{-3} \times 164.21$$

$$= 0.8256 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น น้ำหนักของ AIBN ที่ต้องชั่ง เท่ากับ 0.8256 กรัม

จากความหนาแน่นของ AIBN =  $0.858 \text{ g/cm}^3$

$$D = \frac{M}{V}$$

$$0.858 = 0.8256/V$$

$$V = 0.9622 \text{ มิลลิลิตร}$$

ปริมาณที่ต้องตวง = 0.9622 มิลลิลิตร

การเตรียม  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  เข้มข้น 2%mol ของ monomer

จาก 2%mol ของมอนอเมอร์ เท่ากับ  $5.028 \times 10^{-3}$  โมล

มวลโมเลกุลของ  $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2 = 270.32 \text{ g}$

$$g = \text{mol} \times \text{MW}$$

$$g = 5.028 \times 10^{-3} \times 270.32$$

$$= 1.3592 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น น้ำหนักที่ต้องชั่ง เท่ากับ 1.3592 กรัม

การเตรียม  $\text{SiO}_2$  1%wt และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

Styrene มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 104.15 g/mol มีความหนาแน่นเท่ากับ  $0.906 \text{ g/cm}^3$  และ

DVB มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 130.18 g/mol มีความหนาแน่นเท่ากับ  $0.914 \text{ g/cm}^3$

หาน้ำหนักเป็นกรัมของมอนอเมอร์

น้ำหนักของ Styrene

จาก 
$$D = \frac{M}{V}$$

$$0.906 = \frac{M}{20}$$

$$M = 18.12 \text{ g}$$

น้ำหนักของ DVB

$$0.914 = \frac{M}{12}$$

$$M = 10.968 \text{ g}$$

$$\text{น้ำหนักของมอนอเมอร์} = 18.12 + 10.968 = 29.088 \text{ g}$$

$$\text{SiO}_2 \text{ 1\%wt} = 0.01 \times \text{น้ำหนักของมอนอเมอร์}$$

$$= 0.01 \times 29.088$$

$$= 0.2909 \text{ g}$$

$$\text{ดังนั้น } \text{SiO}_2 \text{ 1\%wt} = 0.2909 \text{ g}$$

$$\text{Fe}_3\text{O}_4 \text{ 3\%wt} = 0.03 \times \text{น้ำหนักของมอนอเมอร์}$$

$$= 0.03 \times 29.088$$

$$= 0.8726 \text{ g}$$

ดังนั้น  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  3%wt = 0.8726 g

หาปริมาณ  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ทั้งหมดที่ต้องซั่ง

$\text{SiO}_2$

100% มี  $\text{SiO}_2$  อยู่ 9.169 mg

5.707% มี  $\text{SiO}_2$  อยู่ 0.5233 mg

ดังนั้น

สารปริมาณ  $9.169 \times 10^{-3}$  g มี oleic เคลือบอยู่  $0.5233 \times 10^{-3}$  g

ถ้าสารปริมาณ 0.2909 g มี oleic เคลือบอยู่ 0.0166 g

ดังนั้น ต้องซั่ง  $\text{SiO}_2$  ทั้งหมดเท่ากับ  $0.2909 + 0.0166 = 0.3075$  g

$\text{Fe}_3\text{O}_4$

100% มี  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  อยู่ 9.415 mg

5.133% มี  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  อยู่ 0.4694 mg

ดังนั้น

สารปริมาณ  $9.145 \times 10^{-3}$  g มี oleic เคลือบอยู่  $0.4694 \times 10^{-3}$  g

ถ้าสารปริมาณ 0.8726 g มี oleic เคลือบอยู่ 0.0448 g

ดังนั้น ต้องซั่ง  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ทั้งหมดเท่ากับ  $0.8726 + 0.0448 = 0.9174$  g