

การสังเคราะห์ และปรับปรุงสมบัติ  
เม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูปทรงสูง

SYNTHESIS AND MODIFIED PROPERTIES  
OF POLY HIGH INTERNAL PHASE EMULSION BEADS



นางสาวชลิตา                      แดงอ่อน  
นางสาวนารัตน์                  รัตนอมรภิรมย์  
นางสาววรรณปวีณ์              ต้นทอง

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2557

การสังเคราะห์ และปรับปรุงสมบัติ  
เม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูปทรงสูง

SYNTHESIS AND MODIFIED PROPERTIES  
OF POLY HIGH INTERNAL PHASE EMULSION BEADS



นางสาวชลิตา

แดงอ่อน

นางสาวนรรัตน์

รัตนอมริรัมย์

นางสาววรรณปวีณ์

ต้นทอง

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อี. สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปีการศึกษา 2557

SYNTHESIS AND MODIFIED PROPERTIES  
OF POLY HIGH INTERNAL PHASE EMULSION BEADS



MISS CHALITA TANGON  
MISS NAWARAT RATTANAAMORNPHIROM  
MISS WANPAVEE TONTHONG

A SPECIAL PROJECT EDUCATION SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT

OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE  
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY DEPARTMENT OF CHEMISTRY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2014

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติเม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิด  
รูพรุนสูง

Synthesis and modified properties of poly high internal phase  
emulsion beads

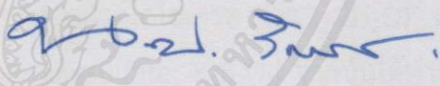
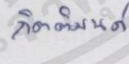
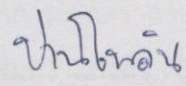
ชื่อนักศึกษา	นางสาวชลิตา	แดงอ่อน	รหัสนักศึกษา	54050161
	นางสาวนวรรตน์	รัตนอมรภิรมย์	รหัสนักศึกษา	54050191
	นางสาววรรณปวีณ์	ต้นทอง	รหัสนักศึกษา	54050259

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา เคมี

อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปานไพลิน สีหาราช

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้  
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมี  
อุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2557

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร ประธานกรรมการ	
ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติดุลย์ กรรมการ	
ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกไปเผยแพร่และอ้างถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้  
ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ซับอยู่ในช่วง 89.91–96.59 ซึ่งแสดงว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นตัวดูดซับโลหะหนักได้

คำสำคัญ : เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs อีมีลชัน พอลิเมอร์ชนิดรูพรุน วัสดุผสม



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Synthesis and modified properties of poly high internal phase emulsion beads		
Students	Miss Chalita	Tangon	Student ID 54050161
	Miss Nawarat	Rattanaamornphirom	Student ID 54050191
	Miss Wanpavee	Tonthong	Student ID 54050259
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Academic Year	2014		
Advisor	Asst.Prof.Dr.Panpailin Seeharaj		

### Abstract

This research studied the synthesis and modified properties of polyHIPEs beads by addition of additives including activated carbon (0.5 and 1 wt%) and iron oxide ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) nanoparticles (1.3 and 5 wt%). polyHIPEs were synthesized in water-in-oil emulsion system using organic phase consisted of styrene and divinylbenzene as monomers, span80 as a surfactant, aqueous phase consisted of calcium dihydrate solution and potassium persulfate as an initiator. polyHIPEs beads were polymerized by dropping emulsion HIPEs in aqueous medium containing poly(diallyldimethylammonium chloride; PDDAC) as a stabilizer. The results showed that the optimum condition to obtain spherical polyHIPEs beads with less chalkiness was the use of styrene to divinylbenzene volume ratio of 70:10 and 3vol% of PDDAC. Adding of activated carbon (0.5 and 1 wt%) to form polyHIPEs composite beads could increase pore size while  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticle (1.3 and 5 wt%) induced magnetic property to the composites. PolyHIPEs composite beads with 1 wt % of activated carbon and 5 wt % of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  had the highest saturated magnetization of 11.18 emu/g. The adsorption test showed that the polyHIPEs composite beads with activated carbon and  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  nanoparticle can be used for iron adsorption in 15 ppm  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  solution with the %adsorption ranging from 89.91 to 96.59 %.

**Keyword: polyHIPEs beads, emulsion, porous polymer, composites**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปานไพลิน สีหาราช เป็นอย่างสูงที่เป็นที่ปรึกษา  
โครงการพิเศษฉบับนี้ให้คำปรึกษา สอนให้ได้คิด วิเคราะห์ และช่วยแก้ปัญหา ทำให้โครงการพิเศษเล่ม  
นี้สำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นราธิป วิทยากร และ ดร.กิตติมนต์ จิระกิตติคุณ  
เป็นอย่างสูงสำหรับ ที่ช่วยเป็นกรรมการคุมสอบ และตรวจสอบความถูกต้องให้โครงการพิเศษฉบับนี้

ขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านที่ได้ให้ความรู้ ให้คำปรึกษาจนทำให้ผ่านลุล่วงมาได้ด้วยดี

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร-  
ลาดกระบัง ที่ให้ความรู้ และคำแนะนำในการใช้เครื่องมือต่าง ๆ

ขอขอบคุณคุณเอกศิษฐ์ ฐาศิริทรัพย์ และคุณพัชรา พสุพงศ์ ที่ให้คำปรึกษา แนะนำ และดูแล  
น้องมาโดยตลอด

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ ที่ให้กำลังใจในเวลาที่เกิดปัญหา ให้คำปรึกษา

ขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ที่ให้โอกาสในการศึกษา และเรียนรู้สิ่งต่าง ๆ เป็นแรงผลักดัน  
และให้กำลังใจในการทำงาน ทำให้ทุกอย่างผ่านไปด้วยดี

นางสาวชลิตา

แดงอ่อน

นางสาวนวิรัตน์

รัตนอมริมย์

นางสาววรรณวิณี

ต้นทอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	ง
สารบัญ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ญ
<b>บทที่ 1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมา และความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ขั้นตอนของการวิจัย และดำเนินงาน.....	2
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>4</b>
2.1 เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	4
2.1.1 การเกิดอิมัลชัน (Emulsion).....	5
2.1.1.1 ประเภทของอิมัลชัน.....	7
2.1.1.2 ส่วนประกอบของอิมัลชัน.....	8
2.2 กระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs .....	9
2.2.1 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน.....	9
2.2.1.1 ขั้นริเริ่ม (Initiation) .....	9
2.2.1.2 ขั้นขยายสายโซ่ (Propagation) .....	10
2.2.1.3 ขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (Termination) .....	10
2.2.2 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization).....	10
2.3 การสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs.....	11
2.3.1 วัสดุอินทรีย์.....	12
2.3.1.1 โมโนเมอร์.....	12
2.3.1.1.1 สไตรีน.....	12
2.3.1.1.2 ไทไวนิลเบนซีน.....	13
2.3.1.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน.....	13

2.3.1.3	ตัวทำอิมัลชัน หรือ สารลดแรงตึงผิว.....	13
2.3.2	วิทยาภาคน้ำ.....	14
2.3.2.1	น้ำปราศจากไอออน.....	14
2.3.2.2	สารเพิ่มความคงตัว.....	14
2.3.3	สารช่วยเพิ่มความคงตัวเพื่อให้เกิดเม็ด polyHIPEs.....	15
2.4	การนำ polyHIPEs ไปใช้งาน.....	15
2.5	งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ และปรับปรุงสมบัติของเม็ด polyHIPEs.....	16
2.5.1	การสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs.....	16
2.5.2	สารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs.....	21
2.5.2.1	ผงถ่านกัมมันต์.....	22
2.5.2.2	เหล็กออกไซด์.....	26
<b>บทที่ 3</b>	<b>วิธีดำเนินการวิจัย.....</b>	<b>36</b>
3.1	เครื่องมือ และอุปกรณ์.....	36
3.2	สารเคมี.....	37
3.3	กระบวนการสังเคราะห์.....	37
3.3.1	ขั้นตอนการเตรียมโมโนเมอร์.....	37
3.3.1.1	การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร.....	37
3.3.1.2	การเตรียมสไตรีน และไดไวนิลเบนซีน.....	38
3.3.2	การเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก.....	38
3.3.3	การเตรียมอิมัลชัน HIPEs.....	39
3.3.4	การเตรียมเม็ด polyHIPEs.....	45
3.3.5	ขั้นตอนการซ็อกท์เลท.....	46
3.4	การทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก.....	47
3.4.1	การเตรียมสารละลายมาตรฐาน และสร้างกราฟมาตรฐาน.....	47
3.4.2	การเตรียมสารตัวอย่าง และการวิเคราะห์สารตัวอย่าง.....	47
3.5	การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ และโครงสร้างทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อน สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับโลหะหนักของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	48
3.5.1	การตรวจสอบความเป็นแม่เหล็ก (VSM) .....	48
3.5.2	การตรวจสอบสัณฐานวิทยา (SEM) .....	49
3.5.3	การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อน (TGA) .....	50
3.5.4	การทดสอบการดูดซับโลหะหนัก (AAS) .....	51

บทที่ 4 ผลการวิจัย และอภิปรายผล.....	52
4.1 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs.....	52
4.1.1 ศึกษาอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์.....	52
4.1.1.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต.....	52
4.1.1.2 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM.....	55
4.1.2 ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลาย PDDAC.....	58
4.2 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	61
4.2.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยการสังเกต.....	61
4.2.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA.....	63
4.2.3 การศึกษาสมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM.....	64
4.2.4 การศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM.....	68
4.2.5 การศึกษาความสามารถในการดูดซับโลหะหนักด้วยเทคนิค AAS.....	71
บทที่ 5 สรุปผลวิจัย และข้อเสนอแนะ.....	74
5.1 สรุปผลวิจัย.....	74
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	76
เอกสารอ้างอิง.....	77
ภาคผนวก ก.....	81
ภาคผนวก ข.....	85
ภาคผนวก ค.....	86

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ค่า HLB ที่สัมพันธ์กับการนำไปใช้เลือกตัวทำอิมัลชัน.....	14
2.2 อัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs.....	17
2.3 ร้อยละความสามารถในการกำจัดนิกเกิลของวัสดุแต่ละประเภท.....	22
2.4 สัดส่วนองค์ประกอบ และสมบัติกายภาพของตัวอย่าง polyHIPEs ที่สังเคราะห์.....	23
2.5 สมบัติของวัสดุ polyHIPEs แต่ละตัวอย่าง.....	23
2.6 องค์ประกอบของอิมัลชัน HIPEs ค่าความเป็นแม่เหล็ก พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของวัสดุ polyHIPEs.....	29
2.7 ปริมาณสารเติมแต่งที่ช่วยเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPEs.....	32
2.8 ผลของปริมาณรูพรุน พื้นที่ผิว และขนาดของรูพรุนเฉลี่ยของวัสดุ polyHIPEs และ วัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้จากเทคนิค BET.....	33
2.9 ค่าความเข้มข้นการดูดกลืนของสารละลายเหล็กก่อน และหลังการดูดซับด้วย polyHIPEs.....	35
3.1 อัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPEs.....	40
3.2 อัตราส่วนความเข้มข้นของ PDDAC ที่ใช้เป็นตัวกลางในการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs.....	41
3.3 อัตราส่วนของสารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	42
4.1 ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs เมื่อใช้อัตราส่วนของสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ต่างกัน.....	54
4.2 ขนาดของรูพรุน และขนาดของรูพรุนภายในโดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุ polyHIPEs.....	56
4.3 ลักษณะทางกายภาพของเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายตัวกลาง PDDAC ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ.....	59
4.4 ลักษณะทางกายภาพที่ได้จากวิธีการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งในอัตราส่วนที่ต่างกัน.....	61
4.5 อุณหภูมิการสลายตัว ช่วงอุณหภูมิการสลายตัว และร้อยละน้ำหนักที่หายไปของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs จาก TGA.....	63
4.6 ขนาดของรูพรุน และขนาดของรูพรุนภายในโดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดเดียว.....	65

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.7 ขนาดของรูพรุน และขนาดของรูพรุนภายในโดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิด.....	66
4.8 ค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว ค่าความเป็นแม่เหล็กคงค้าง และค่าความแรงของสนามแม่เหล็ก ณ จุดอิ่มตัว.....	69
4.9 ค่าความสามารถในการดูดซับสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 15 ppm ของสภาวะต่าง ๆ.....	73



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 ลักษณะของ polyHIPEs ชนิดก้อน (ซ้าย) และชนิดเม็ด (ขวา).....	5
2.2 ลักษณะโครงสร้างภายในของวัสดุ polyHIPEs.....	5
2.3 การเกิดของระบบอิมัลชัน.....	6
2.4 การผันกลับของวัฏภาคในอิมัลชัน.....	6
2.5 ระบบอิมัลชันที่มีวัฏภาคภายใน.....	7
2.6 ลักษณะระบบอิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ และชนิดน้ำในน้ำมัน.....	8
2.7 องค์ประกอบต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน.....	11
2.8 สูตรโครงสร้างของ styrene.....	12
2.9 สูตรโครงสร้างของ DVB.....	13
2.10 สูตรโครงสร้างของ $K_2S_2O_8$ .....	13
2.11 สูตรโครงสร้างของ PDDAC.....	15
2.12 ตัวอย่างการนำเม็ด polyHIPEs บรรจุคอลัมน์เพื่อใช้ในการกรองแยกโมเลกุล.....	16
2.13 อุปกรณ์ และวิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs.....	18
2.14 ภาพ SEM ของเม็ด polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนของ styrene ต่อ DVB เท่ากับ 90 ต่อ 10 โดยน้ำหนัก และไม่มีส่วนผสมของ PE.....	18
2.15 ลักษณะเม็ด polyHIPEs.....	19
2.16 ภาพ SEM ของเม็ด polyHIPEs (a)ลักษณะของทั้งเม็ด (b) ภาพตัดขวาง (c) รูปหุ่นบนพื้นผิวของเม็ด (d) พื้นผิวที่แตกหัก.....	19
2.17 เครื่องมือไมโครฟลูอิด.....	20
2.18 (a) ภาพถ่าย OM แสดงขนาดการกระจายตัวของเม็ด polyHIPEs (b) ภาพถ่าย SEM ของเม็ด polyHIPEs (c) ภาพถ่าย SEM บริเวณพื้นผิว และ(d) ภาพถ่าย SEM ภายในบริเวณส่วนที่แตกของ polyHIPEs.....	21
2.19 ภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs.....	24
2.20 ภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (ตัวอย่างที่ 2) โครงสร้างรูพรุนเปิด (b) พื้นผิวภายใน.....	24
2.21 ภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (ตัวอย่างที่ 3) โครงสร้างเชื่อมต่อกภายในรูพรุน (b) พื้นผิวภายใน.....	24
2.22 ภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (ตัวอย่างที่ 4) .....	25
2.23 ภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (ตัวอย่างที่ 5) .....	25
2.24 ผลการทดสอบความสามารถในการซึมผ่านน้ำ.....	26

2.25 โครงสร้างของเหล็กแมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) .....	27
2.26 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ไม่ผสมแม่เหล็ก และผสมแม่เหล็ก.....	28
2.27 สภาพความเป็นแม่เหล็กของวัสดุ polyHIPEs ที่อุณหภูมิห้อง.....	29
2.28 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร.....	30
2.29 กราฟแสดงสภาพความเป็นแม่เหล็ก.....	31
2.30 ภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ และเหล็ก- ออกไซด์ ในอัตราส่วนต่าง ๆ.....	34
3.1 แผนผังขั้นตอนการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก.....	43
3.2 แผนผังการสังเคราะห์อีมีลชัน HIPEs.....	44
3.3 แผนผังการเตรียมเม็ด polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs.....	45
3.4 การสกัดด้วยวิธีซ็อกท์เลทท์.....	46
3.5 โครงสร้างหลักของ VSM.....	48
3.6 ภาพเครื่อง SEM.....	49
3.7 ภาพเครื่อง TGA.....	50
3.8 ภาพเครื่อง AAS.....	51
4.1 กลไกการโยกย้ายสายโซ่ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนของโมโนเมอร์สไตรีน ใกล้เคียงกับโมโนเมอร์ไดไวนิลเบนซีน (polyHIPEs 1 2 และ 3).....	53
4.2 กลไกปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนของโมโนเมอร์สไตรีน มากกว่าโมโนเมอร์ไดไวนิลเบนซีน (polyHIPEs 4).....	54
4.3 ภาพถ่ายของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนของสไตรีนต่อ ไดไวนิลเบนซีนที่ต่างกัน.....	55
4.4 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนของสไตรีนต่อ ไดไวนิลเบนซีนที่ต่างกัน.....	57
4.5 ภาพจำลองการเกิดไมเซลล์และการเกิดเป็นเม็ดหดยอดอีมีลชัน HIPEs ในสารละลายตัวกลาง PDDAC ที่ความเข้มข้น (a) 2-2.5%PDDAC (b) 3%PDDAC และ(c) 3-3.5%PDDAC.....	59
4.6 ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลาย PDDAC ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน.....	60
4.7 ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติม 0.5%C 1%C และ 1% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	62
4.8 ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติม 0.5%C+1% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 0.5%C+3% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ 0.5%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ และ 1%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	62
4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับน้ำหนักที่เปลี่ยนไปของเม็ดวัสดุผสมที่สภาวะ 0.5%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	64
4.10 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สภาวะ 0.5%C 1%C และ1% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .....	65

4.11 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สภาวะ 0.5%C+1% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>  
0.5%C+3% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 0.5%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.....67

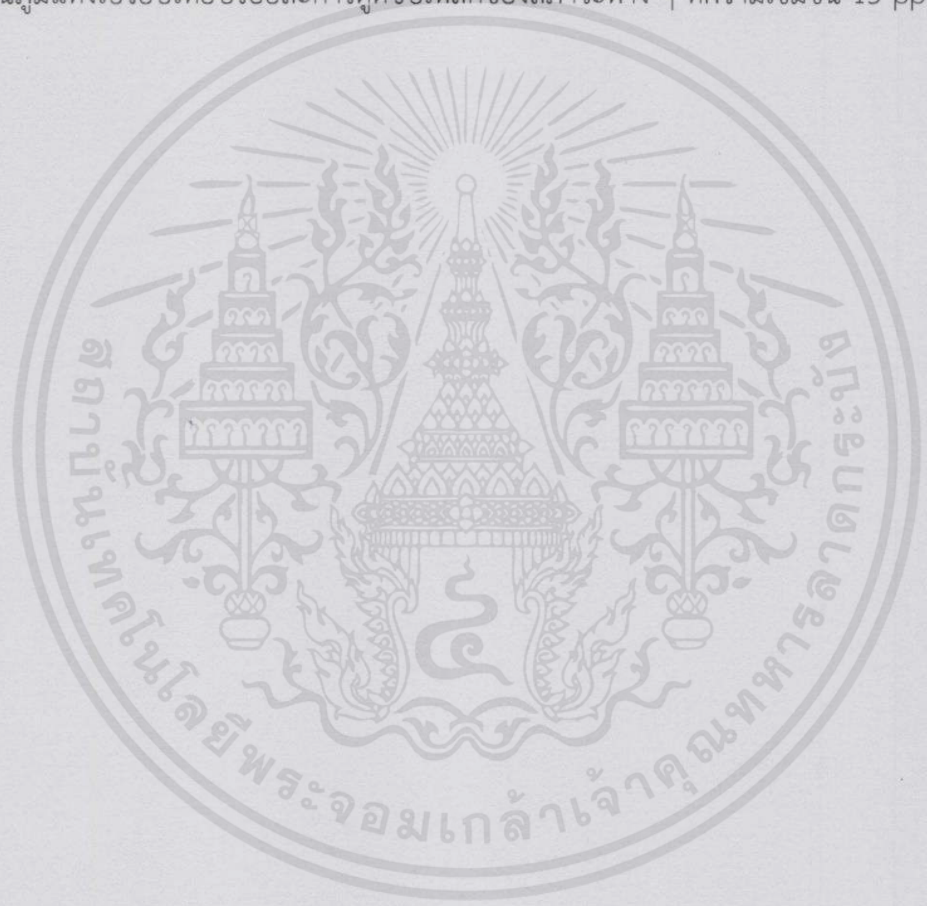
4.12 กราฟเส้นโค้งฮิสเตอร์เรซิสของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมเหล็กออกไซด์  
ร้อยละ 1 และผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 5 กับเหล็กออกไซด์ที่ปริมาณแตกต่างกัน..... 70

4.13 กราฟเส้นโค้งฮิสเตอร์เรซิสของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์  
ที่ปริมาณแตกต่างกันและเหล็กออกไซด์ร้อยละ 5.....70

4.14 การดูดติดแม่เหล็กของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.....71

4.15 กราฟมาตรฐานของสารละลายเหล็ก.....72

4.16 แผนภูมิแท่งเปรียบเทียบร้อยละการดูดซับเหล็กของสภาวะต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 15 ppm....73



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

วัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรพุนสูง (poly high internal phase emulsion หรือ polyHIPEs) เป็นวัสดุโพลีเมอร์ที่มีรูพรุนเปิดเป็นจำนวนมากโดยมีปริมาณรูพรุนมากกว่า 74% โดยปริมาตรของวัสดุ [1] ส่งผลให้มีคุณสมบัติที่สำคัญ คือ มีน้ำหนักเบา และมีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก อีกทั้งวัสดุ polyHIPEs ยังสามารถทำการสังเคราะห์ได้ง่าย และใช้อุณหภูมิต่ำในการสังเคราะห์ที่ต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุประเภทอื่น ๆ ดังนั้นวัสดุ polyHIPEs จึงได้ถูกนำมาใช้งานที่ต้องการพื้นที่ผิวจำเพาะสูง เช่น ใช้เป็นอุปกรณ์แยกสารด้วยเทคนิคโครมาโตกราฟี ใช้ในการดูดซับและการแลกเปลี่ยนไอออน แต่เนื่องจากวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ส่วนใหญ่จะมีลักษณะเป็นก้อนที่มีรูปร่างตามแม่แบบที่ใช้ในการขึ้นรูป ซึ่งมีพื้นที่ผิวสัมผัสกับสารที่ต้องการดูดซับน้อย ดังนั้นในโครงการพิเศษนี้จึงมีความสนใจที่จะทำการปรับปรุงรูปร่างของวัสดุ polyHIPEs โดยการทำให้มีลักษณะเป็นเม็ด เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวให้กับวัสดุ และง่ายต่อการนำไปใช้งานด้านการกรองหรือการดูดซับ อีกทั้งยังต้องการปรับปรุงสมบัติทางกายภาพ และสมบัติแม่เหล็กของวัสดุ polyHIPEs เพื่อเพิ่มความสามารถในการนำวัสดุ polyHIPEs ไปประยุกต์ใช้งานให้มีความหลากหลายยิ่งขึ้น โดยการเติมสารเติมแต่ง (additives) 2 ชนิด คือ ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) เพื่อเพิ่มปริมาณรูพรุน และเหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ ) อนุภาคขนาดนาโนเมตรเพื่อเพิ่มสมบัติแม่เหล็กให้กับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs โดยมุ่งหวังให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับในการแยกโลหะหนักในสารละลายได้ โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์และปรับปรุงคุณสมบัติของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ในระบบอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil; W/O) โดยในวัฏภาคสารอินทรีย์ประกอบด้วย สารตั้งต้นโมโนเมอร์ คือ สไตรีน (styrene) และไดไวนิลเบนซีน (DVB) ใช้ซอร์บิแทนโมโนลิเอต (Span80) เป็นสารลดแรงตึงผิว ส่วนวัฏภาคน้ำประกอบด้วย โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $K_2S_2O_8$ ) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา และใช้สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ( $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ ) เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) เพื่อเพิ่มความคงตัวของวัฏภาคน้ำ และได้เตรียมเม็ด polyHIPEs โดยวิธีการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบแขวนลอยในน้ำ (aqueous suspension polymerization) และใช้สารละลายโพลีไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ เป็นสารเพิ่มความคงตัว และได้ทำการเติมสารเติมแต่งผงถ่านคาร์บอน และเหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ ) อนุภาคขนาดนาโนเมตรเพื่อปรับปรุงสมบัติทางกายภาพ และสมบัติแม่เหล็กให้กับวัสดุผสม polyHIPEs

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไปว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1) เพื่อศึกษาและสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง (polyHIPEs composites)
- 2) เพื่อศึกษาผลของปัจจัยที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs อันประกอบไปด้วยอัตราส่วนของสารตั้งต้น และปริมาณของสารเพิ่มความคงตัว
- 3) เพื่อศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ ที่มีต่อสมบัติทางกายภาพ และเหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ ) อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่มีต่อสมบัติแม่เหล็กของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs
- 4) เพื่อศึกษาสมบัติในการเป็นตัวดูดซับโลหะหนักของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) สังเคราะห์เม็ดวัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง โดยใช้อัตราส่วนของสารตั้งต้น สไตรีน (styrene) ต่อ ไดไวนิลเบนซีน (DVB) ในวัฏภาคอินทรีย์ที่แตกต่างกัน โดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตร ดังนี้ 40:40 50:30 60:20 และ 70:10
- 2) สังเคราะห์เม็ดวัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง โดยใช้ความเข้มข้นของสารเพิ่มความคงตัว PDDAC ที่เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่แตกต่างกัน ดังนี้ 0% 2% 2.5% 3.0% 3.5% 4.0% 4.5% และ 5.0% โดยปริมาตร
- 3) สังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ในปริมาณ 0.5% และ 1% โดยน้ำหนัก เพื่อเพิ่มสมบัติทางกายภาพ และเหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ ) อนุภาคขนาดนาโนเมตร ในปริมาณ 1% 3% และ 5% โดยน้ำหนัก เพิ่มสมบัติแม่เหล็กของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

## 1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

- 1) ศึกษาค้นคว้าข้อมูล
- 2) จัดซื้ออุปกรณ์ และสารเคมี
- 3) สังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs
- 4) ปรับสภาพพื้นผิวสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิกเพื่อให้สารเติมแต่งสามารถแทรกตัวอยู่ในเม็ดวัสดุ polyHIPEs ได้
- 5) สังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง ผงถ่านกัมมันต์ และเหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ ) อนุภาคขนาดนาโนเมตร
- 6) นำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน (thermogravimetric analysis; TGA) ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ตรวจสอบสมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั้น

(vibrating sample magnetometer; VSM) และสมบัติการดูดซับโลหะหนักด้วยเครื่องอะตอมมิค แอ็บซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectroscopy; AAS)

### 1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

- 1) สามารถสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีสมบัติทางกายภาพที่ดี และมีสมบัติความเป็นแม่เหล็ก
- 2) สามารถนำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้งานเป็นตัวดูดซับโลหะหนักได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

เนื้อหาในบทนี้จะกล่าวถึงข้อมูลที่ได้จากการศึกษาและการรวบรวมเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับเม็ดวัสดุผสมพอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง (poly high internal phase emulsions beads หรือ polyHIPEs beads) ซึ่งเป็นเนื้อหาเกี่ยวกับหลักการในการสังเคราะห์ วิธีการสังเคราะห์ และการนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ รวมไปถึงงานวิจัยอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้อง โดยมีรายละเอียดดังนี้

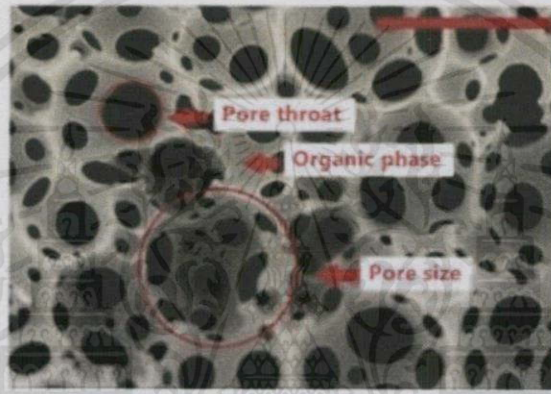
#### 2.1 เม็ดวัสดุ polyHIPEs

PolyHIPEs คือ วัสดุพอลิเมอร์ที่มีวัฏภาคภายในที่เป็นรูพรุนที่อยู่ในโครงสร้างมากกว่าร้อยละ 74 โดยปริมาตรของวัสดุ [1] จึงส่งผลให้ polyHIPEs มีน้ำหนักเบา มีลักษณะคล้ายโฟม มีความหนาแน่นต่ำ และมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง จึงนิยมนำไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ เช่น การดูดซับสาร การกรอง และการแลกเปลี่ยนไอออน เป็นต้น โดยทั่วไปเม็ดวัสดุ polyHIPEs (polyHIPEs beads) สามารถสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) แบบอิมัลชัน (emulsion polymerization) ซึ่งการเตรียมสารผสมให้อยู่ในรูปของอิมัลชัน (HIPEs) นั้นทำได้โดยการให้แรงเฉือนแก่สารผสมจนวัฏภาคภายใน (internal phase emulsion) เกิดการกระจายตัวในวัฏภาคภายนอก (external phase emulsion) ซึ่งการกระจายตัวนี้จำเป็นต้องใช้ตัวทำอิมัลชัน (emulsifying agent) หรือ สารลดแรงตึงผิว (surfactant) เป็นตัวช่วยรักษาเสถียรภาพของอิมัลชัน (HIPEs) จากนั้นนำสารอิมัลชัน HIPEs ที่เตรียมได้ไปทำให้เกิดพอลิเมอไรเซชัน โดยการบรรจุอิมัลชัน HIPEs ลงในหลอดฉีดยา (syringe) แล้วหยดลงในน้ำที่ผสมสารลดแรงตึงผิวเพื่อให้คงสภาพเป็นเม็ดได้และให้ความร้อนเพื่อให้โมโนเมอร์เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน เพื่อให้เกิดการเชื่อมโยงสายโซ่ แล้วเปลี่ยนสภาพเป็นของแข็งและได้เป็น polyHIPEs ที่มีลักษณะเป็นเม็ดขึ้น จากนั้นนำเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เป็นของแข็งมาทำการสกัด โดยใช้เทคนิคซ็อกเลตต์ (soxhlet) เพื่อขจัดสารหรือสิ่งตกค้างบางส่วนที่อยู่ภายในโครงสร้างที่เป็นรูพรุนออก ทำให้ได้เป็นเม็ดวัสดุพอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง รูปที่ 2.1 และ 2.2 แสดงลักษณะทางกายภาพและโครงสร้างภายในของ polyHIPEs

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.1 แสดงลักษณะของ polyHIPEs ชนิดก้อน (ซ้าย) และชนิดเม็ด (ขวา)

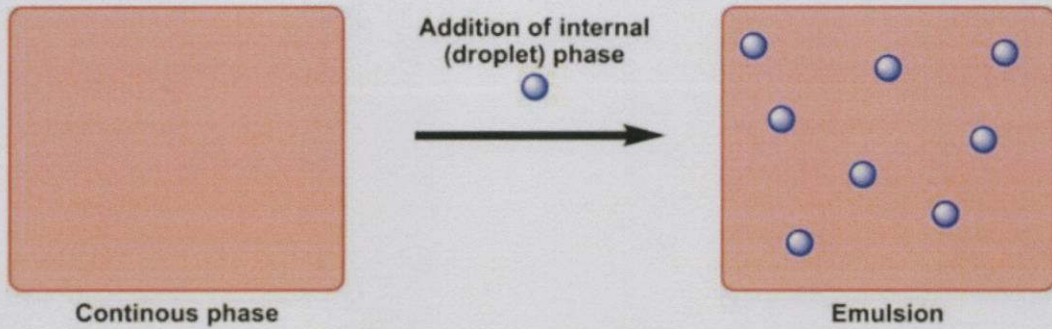


รูปที่ 2.2 แสดงลักษณะโครงสร้างภายในของวัสดุ polyHIPEs [2]

### 2.1.1 การเกิดอิมัลชัน (Emulsion)

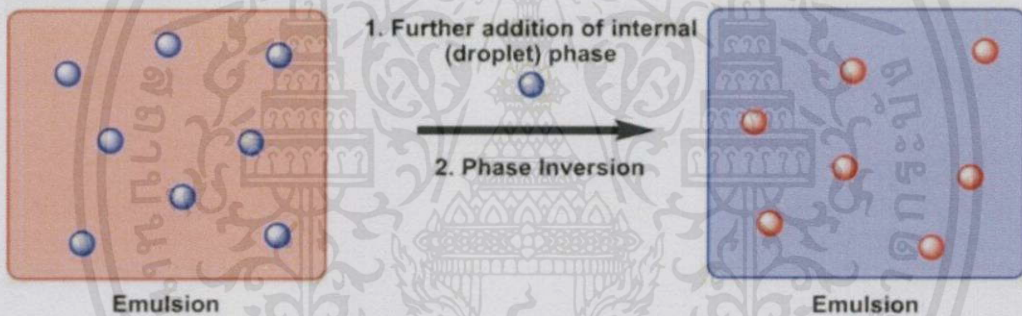
เมื่อของเหลวสองชนิดที่ไม่ละลายในกันและกัน (immiscible liquids) ผสมกัน เช่น น้ำและน้ำมัน จะมีของเหลวชนิดหนึ่งมีลักษณะเป็นหยดน้ำแขวนลอยอยู่ในของเหลวอีกชนิดหนึ่ง จะเรียกระบบนี้ว่าอิมัลชัน (emulsion) ในอิมัลชันหยดของเหลวชนิดหนึ่งจะเป็นวัฏภาคภายในหรือส่วนที่กระจายตัว (dispersed phase หรือ internal phase) กระจายแทรกตัวอยู่ในของเหลวอีกชนิดหนึ่งที่เป็นวัฏภาคภายนอกหรือส่วนที่ต่อเนื่อง (external phase หรือ continuous phase) ดังแสดงในรูปที่ 2.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 แสดงการเกิดของระบบอิมัลชัน ซึ่งจะมีของเหลวชนิดหนึ่งมีลักษณะเป็นหยดแขวนลอยอยู่ในของเหลวอีกชนิดหนึ่ง [2]

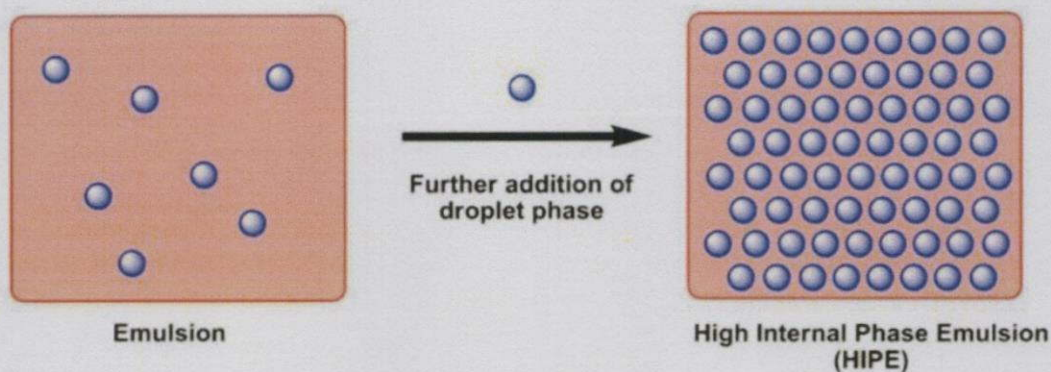
ในอิมัลชันเจือจาง จะมีปริมาตรของวัฏภาคต่อเนื่องมากกว่าวัฏภาคภายใน โดยในอิมัลชันส่วนใหญ่ การเพิ่มเข้ามาของวัฏภาคภายในที่ปริมาณวิกฤตจะส่งผลให้เกิดการผันกลับของวัฏภาค โดยวัฏภาคภายในจะกลับมาเป็นวัฏภาคต่อเนื่อง ซึ่งการผันกลับของวัฏภาคได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แสดงการผันกลับของวัฏภาคในอิมัลชัน [2]

เพื่อให้อิมัลชันยังคงสภาพอยู่จะต้องรักษาเสถียรภาพทางพลังงานจลน์ไว้ ถ้าระบบไม่เสถียร อิมัลชันจะเกิดการแยกตัว กลายเป็นของเหลวแยกส่วนกัน ซึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อความเสถียรของอิมัลชันมีหลายอย่าง เช่น อุณหภูมิ สารเคมีที่ใช้ในแต่ละวัฏภาค สารเติมแต่ง เช่น สารลดแรงตึงผิว สารละลายอิเล็กโทรไลต์ และความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนของวัฏภาคภายในและวัฏภาคต่อเนื่อง โดยทั่วไปอิมัลชันที่เจือจางจะมีความเสถียรมากกว่าอิมัลชันเข้มข้น โดยระบบอิมัลชันที่มีปริมาณของวัฏภาคภายในมากกว่าร้อยละ 74 ของปริมาณอิมัลชันทั้งหมด (อัตราส่วนของวัฏภาคภายในมากกว่าร้อยละ 74 โดยปริมาตร) จะเรียกว่า ระบบอิมัลชันที่มีวัฏภาคภายในสูง (high internal phase emulsions; HIPEs)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.5 แสดงระบบอิมัลชันที่มีวัฏภาคภายในสูง [2]

ซึ่งอัตราส่วนของวัฏภาคภายในร้อยละ 74 เป็นอัตราส่วนของวัฏภาคภายในที่มีรูปร่างเป็นหยดอนุภาคทรงกลม (droplet) ที่มีความสม่ำเสมอที่สามารถเติมลงไปในวัฏภาคภายนอกได้มากที่สุด โดยไม่ก่อให้เกิดการบิดเบี้ยวของรูปร่างทรงกลม เมื่อถูกบรรจุอยู่ในปริมาณที่กำหนด ถ้ามีอัตราส่วนของวัฏภาคภายในที่สูงกว่านี้ จะส่งผลให้หยดอนุภาคทรงกลมที่ได้ อาจเกิดการบิดเบี้ยวของรูปร่าง เปลี่ยนเป็นอนุภาคทรงหลายเหลี่ยม หรืออาจเกิดการกระจายตัวของหยดอนุภาคที่มีขนาดที่ต่างกัน เพื่อให้หยดอนุภาคสามารถบรรจุลงในอิมัลชันได้ รูปที่ 2.5 แสดงการเกิดระบบอิมัลชันที่มีวัฏภาคภายในสูง (HIPEs) ซึ่งขนาดของหยดวัฏภาคภายในของอิมัลชันจะมีความสัมพันธ์กับลักษณะของอิมัลชัน โดยถ้าขนาดของหยดอนุภาคมีขนาดเล็กกว่า 0.05 ไมโครเมตร อิมัลชันจะมีลักษณะโปร่งใส (transparent) ถ้าขนาดของหยดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.05 ถึง 0.10 ไมโครเมตร อิมัลชันจะมีลักษณะขุ่นหรือโปร่งใส ถ้าขนาดของหยดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.10 ถึง 1.00 ไมโครเมตร อิมัลชันจะมีลักษณะสีขาวอมฟ้า ถ้าขนาดของหยดอนุภาคใหญ่กว่า 1.00 ไมโครเมตร อิมัลชันจะมีลักษณะสีขาวขุ่นทึบ

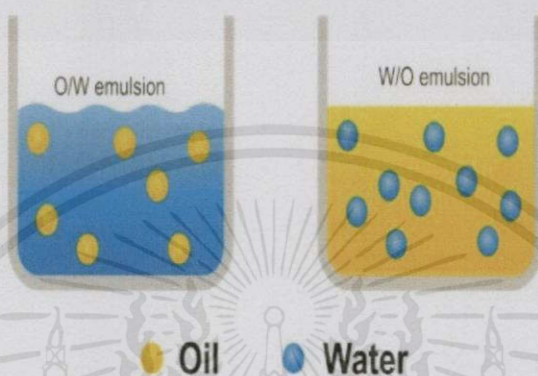
#### 2.1.1.1 ประเภทของอิมัลชัน

ระบบอิมัลชันสามารถแบ่งเป็น 2 ประเภทหลัก คือ อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำและชนิดน้ำในน้ำมัน [3]

1) อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ (oil-in-water emulsion; O/W) ซึ่งมีน้ำมันเป็นวัฏภาคภายใน และน้ำเป็นวัฏภาคภายนอก เช่น นม (milk) อิมัลชันประเภทนี้สามารถทำให้เจือจางได้ด้วยการเติมน้ำ มีค่าการนำไฟฟ้า (electrical conductivity) สูงกว่าระบบอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน และสามารถผสมกับสีชนิดที่ละลายน้ำ (water soluble dye) ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) อิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil emulsion; W/O) มีน้ำเป็นวัฏภาคภายใน และน้ำมันเป็นวัฏภาคภายนอก เช่น เนย (butter) มายองเนส (mayonnaise) น้ำสลัด (salad dressing) และไส้กรอก (sausage) อิมัลชันประเภทนี้สามารถทำให้เจือจางได้ด้วยการเติมน้ำมัน มีค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำกว่าระบบอิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ และสามารถผสมกับสีชนิดที่ละลายน้ำมัน (oil soluble dye) ได้ [13]



รูปที่ 2.6 แสดงลักษณะของระบบอิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำและชนิดน้ำในน้ำมัน [3]

#### 2.1.1.2 ส่วนประกอบของอิมัลชัน

อิมัลชันจะมีส่วนประกอบหลักอยู่ด้วยกัน 2 ส่วน คือ วัฏภาคน้ำและวัฏภาคน้ำมัน

1) วัฏภาคน้ำ (water หรือ aqueous phase) ได้แก่ น้ำและสารต่าง ๆ ซึ่งอาจจะเป็นของเหลวหรือของแข็งที่สามารถละลายได้ในน้ำ หรือเป็นสารเพิ่มความหนืดและช่วยในการกระจายตัว เช่น โพลีไดแอลิลโดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) หรือสารอเล็กโตรไลต์ เช่น สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ ) เป็นต้น

2) วัฏภาคน้ำมัน (oil หรือ organic phase) ได้แก่ น้ำมันต่าง ๆ ตัวทำอิมัลชัน (emulsifier) และสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ต่าง ๆ เช่น สารกลุ่มซอร์บิแทน (span) ซึ่งเป็นสารที่สำคัญในการทำให้วัฏภาคน้ำและน้ำมันรวมเป็นเนื้อเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.2 กระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs

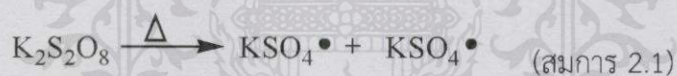
ในการสังเคราะห์ polyHIPEs จะใช้กระบวนการพอลิเมอไรเซชันซึ่งเป็นกระบวนการที่เกิดจากปฏิกิริยาการรวมกันของโมโนเมอร์แล้วกลายเป็นสารพอลิเมอร์ที่มีโมเลกุลขนาดใหญ่

### 2.2.1 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน

การสังเคราะห์ polyHIPEs เป็นการเกิดพอลิเมอไรเซชันแบบลูกโซ่ที่เกิดผ่านอนุมูลอิสระ ซึ่งเกิดจากการที่โมโนเมอร์ไม่อิ่มตัว (unsaturated monomer) ทำปฏิกิริยาซึ่งกันและกันภายใต้สภาวะที่มีความร้อน ความดัน และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม พันธะคู่ที่อยู่ในโมโนเมอร์จะเปิดออกเป็นพันธะเดี่ยว สองพันธะ และเกิดปฏิกิริยาต่อสายโซ่ได้เป็นพอลิเมอร์ขึ้น การเกิดพอลิเมอไรเซชันแบบรวมตัวสามารถแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอนคือ ขั้นริเริ่ม (initiation) ขั้นขยายสายโซ่ (propagation) และขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (termination) ซึ่งแต่ละขั้นตอนมีรายละเอียดดังนี้

#### 2.2.1.1 ขั้นริเริ่ม (Initiation)

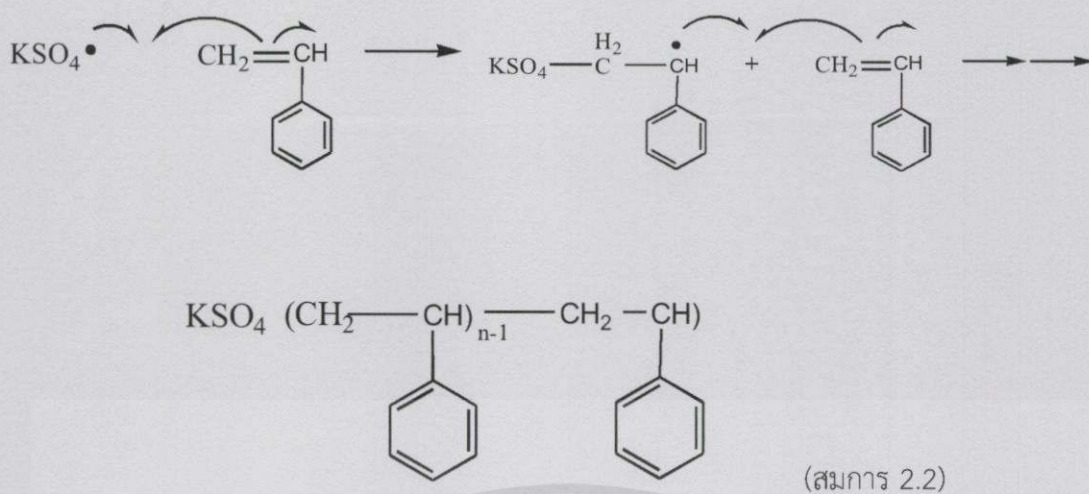
ขั้นริเริ่มเป็นขั้นตอนที่เกิดการแตกตัว (decomposition) ของตัวริเริ่มปฏิกิริยา ซึ่งในโครงการพิเศษนี้ได้ใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $K_2S_2O_8$ ) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา โดย  $K_2S_2O_8$  สามารถแตกตัวทำให้เกิดเป็นอนุมูลอิสระ (Free radical หรือ  $R^\bullet$ ) ดังแสดงในสมการที่ 2.1



สมการที่ 2.1 แสดงการแตกตัวของตัวริเริ่มปฏิกิริยา  $K_2S_2O_8$

จากนั้นอนุมูลอิสระจะทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์ของสไตรีนแสดงในสมการที่ 2.2 หรือโมโนเมอร์ของไดไวนิลเบนซีนซึ่งจะทำให้มีอนุมูลอิสระอยู่ที่ปลายสายโซ่สไตรีนหรือไดไวนิลเบนซีนเพื่อทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์อื่นต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



สมการที่ 2.2 แสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระของตัวริเริ่มปฏิกิริยากับโมโนเมอร์สไตรีน

### 2.2.1.2 ขั้นขยายสายโซ่ (Propagation)

ในขั้นตอนนี้ของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันจะเกิดการขยายสายโซ่ โดยจะเกิดปฏิกิริยาการขยายสายโซ่ต่อเนื่องไปเรื่อย ๆ ของสไตรีน หรือไดไวนิลเบนซีนที่มีอนุมูลอิสระ จะเกิดการเชื่อมต่อกันของโมโนเมอร์จนเกิดเป็นสายโซ่และมีการเชื่อมโยงสายโซ่ขึ้น

### 2.2.1.3 ขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (Termination)

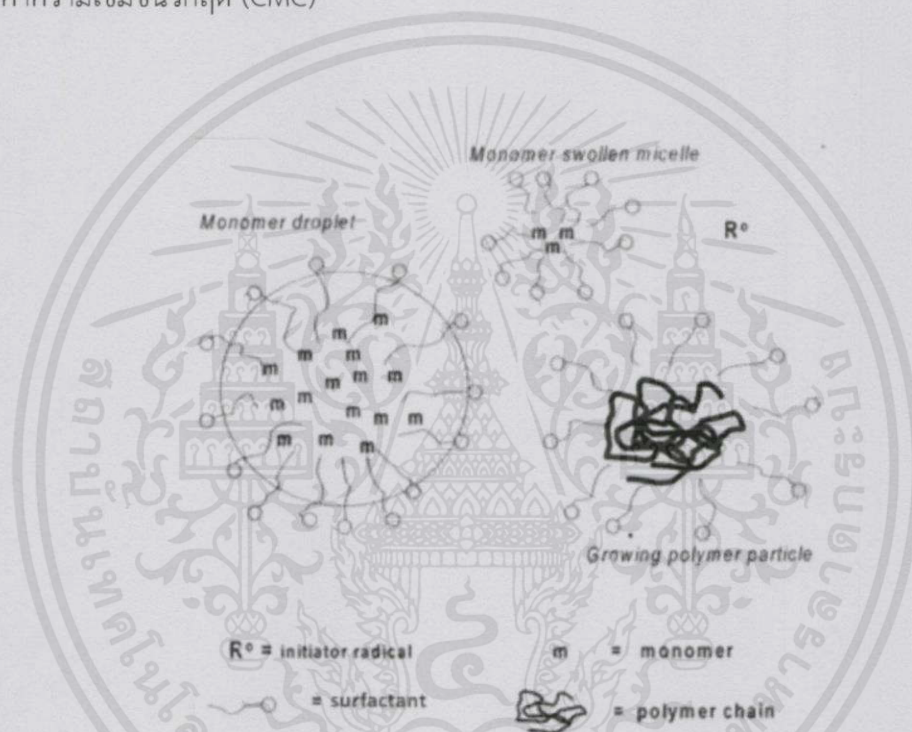
ขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยาเป็นขั้นตอนการหยุดปฏิกิริยา คือ เกิดจากสายโซ่ที่มีอนุมูลอิสระมารวมกัน ทำให้ไม่มีอนุมูลอิสระในสายโซ่อีกต่อไป จึงไม่เกิดการขยายสายโซ่ และได้เป็นวัสดุพอลิเมอร์ขึ้น

## 2.2.2 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization)

การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชันเป็นกระบวนการที่ระบบที่ใช้ในการสังเคราะห์ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (heterogeneous) จึงมีการเติมสารลดแรงตึงผิว (surfactant หรือ emulsifier) ลงไปเพื่อช่วยลดแรงตึงผิวระหว่างวัฏภาคน้ำและหยดโมโนเมอร์ และช่วยทำให้ขนาดของอนุภาคของหยดโมโนเมอร์ที่เกิดขึ้นในระบบอิมัลชันมีขนาดเล็กกว่าของระบบแขวนลอย (suspension polymerization) ในกระบวนการนี้จะทำการเติมสารลดแรงตึงผิวลงไปในปริมาณที่มากพอจนกระทั่งเลยจุดความเข้มข้นวิกฤตที่จะเริ่มเกิดไมเซลล์ (critical micelle concentration; CMC) ซึ่งจะทำให้มีการรวมตัวของโมเลกุลสารลดแรงตึงผิวเกิดเป็นไมเซลล์ โดยโมโนเมอร์ที่ใส่ลงไปจะเข้าไปอยู่ภายในไมเซลล์ และบางส่วนกระจายอยู่ในน้ำ ตัวริเริ่มที่อยู่ในน้ำเมื่อได้รับความร้อนจะแตกตัวเกิดเป็นแรดิคัล เมื่อแรดิคัลเคลื่อนที่เข้าสู่ไมเซลล์ก็จะเกิดพอลิเมอไรเซชันขึ้นในไมเซลล์ ปฏิกิริยาจะดำเนินต่อไปเรื่อย

ๆ จนกว่าแรติคัลตัวอื่นจะเคลื่อนเข้าไปในไมเซลล์และทำให้พอลิเมอร์เชนหยุดลง [5] ดังแสดงในรูปที่ 2.7 นอกจากนี้ในการทำปฏิกิริยาแบบอิมัลชันยังอาจจะมีการเติมสารประกอบเมอร์แคปตัน (mercaptan) ลงไปเพื่อทำหน้าที่เป็นตัวโยกย้ายสายโซ่ (chain transfer agent) เพื่อควบคุมน้ำหนักโมเลกุลของ พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ให้ได้ไม่ให้อู้อกเกินไป โดยกระบวนการแบบอิมัลชันจะประกอบไปด้วยวัฏภาคหรือองค์ประกอบที่สำคัญ 3 ส่วน คือ

1. หยดโมโนเมอร์ ซึ่งมีโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิว (surfactant / emulsifier) ห้อมล้อมอยู่
2. วัฏภาคของน้ำ ซึ่งเป็นตัวกลาง (medium) ในการทำปฏิกิริยา
3. ไมเซลล์ (micelles) ซึ่งเกิดขึ้นเมื่อความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่เติมลงไปมีมากเกินไป ค่าความเข้มข้นวิกฤต (CMC)



รูปที่ 2.7 แสดงองค์ประกอบต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน [4]

## 2.3 การสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs

โดยทั่วไปการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs ประกอบด้วยสองวัฏภาค คือ วัฏภาคของน้ำ และวัฏภาคของสารอินทรีย์ โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์เม็ดวัสดุพอลิเมอร์ผสมชนิดรูปทรงสูง (polyHIPEs beads) จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบอิมัลชันที่ป็นระบบน้ำในน้ำมัน โดยเริ่มจากการปั่นกวนวัฏภาคสารอินทรีย์ ซึ่งในวัฏภาคสารอินทรีย์จะประกอบไปด้วยสไตรีน (styrene) และไดไวนิลเบนซีน (divinylbenzene หรือ DVB) เป็นโมโนเมอร์ มีซอร์บิแทนโมโนลิเอท (span80) เป็นสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ที่เป็นตัวช่วยทำให้สองวัฏภาคสามารถกระจายตัวอยู่ร่วมกันในรูปแบบของอิมัลชันได้ และมีโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $K_2S_2O_8$ ) ทำหน้าที่เป็นตัวเริ่มปฏิกิริยา

(initiator) โดยผสมอยู่ในวัฏภาคของน้ำที่มีแคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ ) เป็นสารช่วยเพิ่มความคงตัว (stabilizer) จากนั้นจะทำการหยดวัฏภาคน้ำลงไปในขณะที่ปั่นกวน ซึ่งในขั้นตอนนี้จะเกิดสารอิมัลชัน HIPEs ที่มีลักษณะสีขาวขุ่น โดยวัฏภาคของน้ำจะกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ อยู่ในวัฏภาคสารอินทรีย์ โดยใช้เวลาในการปั่นกวนทั้งหมด 20 นาที หลังจากนั้นนำสารอิมัลชันที่ได้มาบรรจุลงในหลอดฉีดยา เพื่อหยดลงในน้ำที่ผสมอยู่กับโพลีไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (poly diallyldimethylammonium chloride; PDDAC) ที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะได้เม็ด polyHIPEs ที่เป็นของแข็ง จากนั้นนำไปสกัดด้วยเมทานอล (methanol) เพื่อกำจัดสิ่งตกค้างภายในรูพรุน โดยใช้เทคนิคซ็อกเลทต์ (soxhlet) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้เม็ด polyHIPEs ที่สมบูรณ์

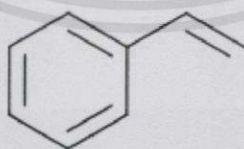
### 2.3.1 วัฏภาคสารอินทรีย์

#### 2.3.1.1 โมโนเมอร์

การสังเคราะห์ polyHIPEs จะนิยมใช้สไตรีนและไดไวนิลเบนซีนเป็นโมโนเมอร์ เนื่องจากสไตรีนมีโครงสร้างที่สามารถเกิดเรโซแนนซ์ได้ และไดไวนิลเบนซีนมีโครงสร้างที่คล้าย สไตรีนเมื่อเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันจะได้พอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างที่มีความเป็นระเบียบ

##### 2.3.1.1.1 สไตรีน (Styrene)

สไตรีนมีลักษณะเป็นของเหลวใสและขุ่นเหนียว สูตรทางเคมี คือ  $\text{C}_8\text{H}_8$  น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 104.15 ความหนาแน่นเท่ากับ 906.00 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร เป็นสารไวไฟ จะทำปฏิกิริยาอย่างรุนแรงกับสารจำพวกตัวทำออกซิไดซ์ (oxidizing agent) และกรดเข้มข้น นิยมใช้ในการผลิตยางสังเคราะห์ พลาสติก เรซิน สี และฉนวนที่เป็นโฟม เป็นต้น [6] โดยโครงสร้างของสไตรีนมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.8

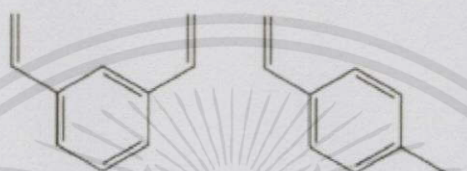


รูปที่ 2.8 แสดงสูตรโครงสร้างของสไตรีน [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.3.1.1.2 ไดไวนิลเบนซีน (DVB)

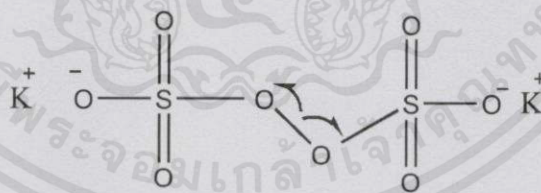
ไดไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene หรือ DVB) มีลักษณะเป็นของเหลวใส น้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 130.19 ความหนาแน่นเท่ากับ 914.00 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร นิยมใช้เป็นตัวเชื่อมโอยงสายโซ่ (crosslinker) มีโครงสร้างที่คล้ายสไตรีนดังแสดงในรูปที่ 2.9 เมื่อเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันจะมีความเป็นระเบียบ สามารถใช้เป็นตัวเชื่อมโอยงระหว่างสายโซ่ และทำให้เกิดเป็นช่องว่างได้



รูปที่ 2.9 แสดงสูตรโครงสร้างของ DVB [8]

### 2.3.1.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน คือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $K_2S_2O_8$ )

โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (potassium persulphate) มีลักษณะเป็นผลึกสีขาว ละลายน้ำได้ ไม่ละลายในแอลกอฮอล์ สลายตัวได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียสและเป็นสารออกซิไดส์ที่แรงมาก สูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 แสดงสูตรโครงสร้างของ  $K_2S_2O_8$

### 2.3.1.3 ตัวทำอิมัลชัน หรือ สารลดแรงตึงผิว คือ ซอร์บิทานโมโนสเตียเรต (Span80)

ซอร์บิทานโมโนสเตียเรต (sorbitan monooleate) หรือ Span80 มีค่าความสมดุลระหว่างกลุ่มชอบน้ำและกลุ่มไม่ชอบน้ำของตัวทำอิมัลชัน หรือ ค่า HLB (hydrophil-lipophile balance) เท่ากับ 4.3 ดังแสดงในตารางที่ 2.1 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะสมต่อการเกิดอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (water-in-oil emulsion; W/O) ในกระบวนการเกิดอิมัลชันจากการใช้แรงเฉือนเพื่อให้เกิดการกระจายตัวของแต่ละวัฏภาค อิมัลชันที่เกิดขึ้นอาจไม่คงตัวหรือไม่มีเสถียรภาพ ทำให้เมื่อระยะเวลาผ่านไปอาจเกิดการแยกตัวของอิมัลชันที่เกิดจากการกลับมารวมตัวของแต่ละวัฏภาค ซึ่งการ

แยกตัวนี้สามารถป้องกันได้โดยใช้ตัวทำอิมัลชัน (emulsifier หรือ emulsifying agent) หรือ สารลดแรงตึงผิว (surfactant) ที่ทำหน้าที่เป็นตัวช่วยป้องกันไม่ให้ส่วนที่กระจายตัวของแต่ละวัฏภาคกลับมา รวมกันทำให้อิมัลชันสามารถกระจายตัวและคงตัวอยู่ได้อย่างมีเสถียรภาพ

ตารางที่ 2.1 ค่า HLB ที่สัมพันธ์กับการนำไปใช้เลือกตัวทำอิมัลชันให้เหมาะสมกับระบบอิมัลชันแบบต่าง ๆ [ 1 ]

ค่า HLB ที่เหมาะกับระบบอิมัลชัน	
3-6	W/O-emulsifiers
7-9	Humectants
8-18	O/W-emulsifiers
15-18	Turbidity stabilization

### 2.3.2 วัฏภาคของน้ำ

#### 2.3.2.1 น้ำปราศจากไอออน (De-ionized water)

ในการสังเคราะห์ polyHIPEs จากระบบอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมันได้ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายใน (internal phase) ที่กระจายตัวในวัฏภาคภายนอก (external phase) ที่เป็นน้ำมัน โดยน้ำมีข้อดี คือ เมื่อให้ความร้อน น้ำสามารถระเหยออกจากโครงสร้าง ทำให้เกิดช่องว่างหรือรูพรุนภายในวัสดุได้ และ เนื่องจากน้ำมีจุดเดือดที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งมากกว่าอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของ polyHIPEs (อุณหภูมิประมาณ 85 องศาเซลเซียส) ดังนั้นในระหว่างการเกิดพอลิเมอไรเซชัน น้ำจะยังไม่ระเหยออกไปจากโครงสร้าง ทำให้วัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นรูพรุนในโครงสร้าง หากใช้สารชนิดอื่นที่มีจุดเดือดต่ำกว่านี้อาจเกิดการระเหยตัวในระหว่างการเกิดพอลิเมอไรเซชัน ทำให้พอลิเมอร์เกิดการแน่นตัวส่งผลให้ไม่มีช่องว่างหรือรูพรุนภายในวัสดุ แต่หากใช้สารที่เป็นวัฏภาคภายในที่มีจุดเดือดสูงอาจส่งผลทำให้พอลิเมอร์เสียสภาพเมื่อให้ความร้อนในขั้นตอนการอบแห้ง

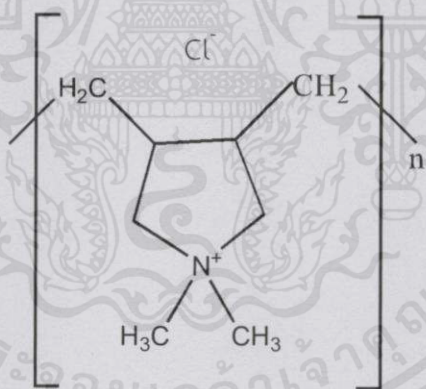
#### 2.3.2.2 สารเพิ่มความคงตัว คือ แคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จากการศึกษาพบว่า การเติมสารอิเล็กโทรไลต์ (electrolytes) จำพวกเกลือในวัฏภาคของน้ำ จะช่วยให้อิมัลชันมีความคงตัว เนื่องจากเกลือจะลดความสามารถในการละลายของวัฏ

ภาคน้ำ และช่วยลดการรวมกันของหยดอนุภาคน้ำที่มีขนาดเล็กให้เกิดเป็นหยดอนุภาคขนาดใหญ่ได้ โดยสารเพิ่มความคงตัวที่นิยมใช้ คือ แคลเซียมคลอไรด์ เพราะมีความสามารถละลายน้ำได้ดี

### 2.3.3 สารช่วยเพิ่มความคงตัวเพื่อให้เกิดเป็นเม็ด polyHIPEs

โพลีไดอัลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (poly diallyldimethylammonium chloride หรือ PDDAC) เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic polymer) หรือ พอลิเมอร์มีขั้วที่มีประจุบวก โดยโครงสร้างพิเศษนี้จะผสม PDDAC กับน้ำเพื่อใช้เป็นตัวกลางในขั้นตอนการทำให้อิมัลชัน HIPEs เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้เป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ขึ้น เนื่องจาก PDDAC สามารถช่วยเพิ่มความคงตัวของหยดอิมัลชันในสารละลายตัวกลางได้ โดยเมื่อหยดอิมัลชัน HIPEs ลงในสารละลายตัวกลาง PDDAC ที่มีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส PDDAC จะเข้าไปล้อมรอบหยดอิมัลชันโดยจะหันส่วนหางหรือส่วนที่มีสมบัติชอบไขมัน (hydrophobic tail) เข้าหาหยดอิมัลชัน และหันส่วนหัวหรือส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic head) เข้าหาน้ำ จะเกิดการรวมตัวกันเป็นไมเซลล์ (micelle) ทำให้หยดอิมัลชันสามารถแขวนลอยอยู่ในสารละลายตัวกลาง โดยไม่กลับมารวมตัวกันได้อีก [9] ทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้เป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ขึ้น โดย PDDAC มีสูตรโครงสร้างดังแสดงในรูปที่ 2.11

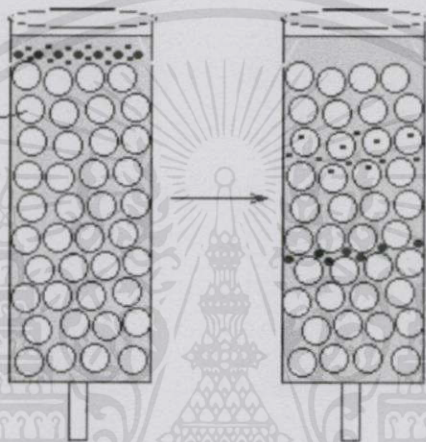


รูปที่ 2.11 แสดงสูตรโครงสร้างของ PDDAC

## 2.4 การนำ polyHIPEs ไปใช้งาน

วัสดุผสมพอลิเมอไร (poly high internal phase emulsions หรือ polyHIPEs) เป็นวัสดุที่มีน้ำหนักเบาและมีโครงสร้างที่มีรูพรุนสูง โดยขนาดของรูพรุนของ polyHIPEs อยู่ในระดับไมโครเมตรจนถึงนาโนเมตร จึงส่งผลให้มีพื้นที่ผิวสูง จึงสามารถนำมาประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย เช่น การกรอง การแยก การดูดซับสาร การแลกเปลี่ยนไอออน หรือใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ตัวอย่างการนำเม็ดวัสดุ polyHIPEs บรรจุลงในคอลัมน์เพื่อใช้ในการกรองแยกโมเลกุลดังแสดงในรูปที่ 2.12 และจากความสามารถในการนำไปประยุกต์ใช้งานที่หลากหลายทำให้ในปัจจุบันมีการศึกษาและพัฒนาสมบัติ

ต่าง ๆ ของ polyHIPEs มากขึ้นเพื่อให้สามารถนำไปใช้งานในรูปแบบต่าง ๆ ได้ เช่น การปรับปรุงวัสดุ polyHIPEs ให้มีสมบัติทางแม่เหล็กด้วยการเติมเหล็กออกไซด์ หรือ การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสในการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นโดยการเติมผงถ่านคาร์บอน เป็นต้น ดังเช่นในงานวิจัยของ Michael Tebboth และคณะ [10] ได้นำ polyHIPEs ไปประยุกต์ใช้งานในเทคนิคโครมาโทกราฟีสำหรับการแยกของเหลวโดยการควบคุมขนาดรูพรุน ความยาวของรูพรุน และการปรับปรุงสมบัติของ polyHIPE เพื่อให้เหมาะสมต่อการใช้งาน ซึ่งในงานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสามารถนำ polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากโมโนเมอร์ คือ เมทาอะครีเลท (methacrylates) มาใช้ในเทคนิคโครมาโทกราฟีเพื่อในการแยกโปรตีน และสารชีวโมเลกุลต่าง ๆ ได้



รูปที่ 2.12 แสดงการตัวอย่างการนำเม็ด polyHIPEs บรรจุคอลัมน์เพื่อใช้ในการกรองแยกโมเลกุล [11]

## 2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติของเม็ด polyHIPEs

### 2.5.1 การสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs

เนื่องจากในปัจจุบันมีความสนใจในการสังเคราะห์ polyHIPEs เป็นอย่างมาก โดยในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาวิธีการสังเคราะห์ polyHIPEs ในรูปแบบเม็ด เนื่องจากเม็ด polyHIPEs สามารถนำมาใช้งานในด้านการกรองได้ดีกว่าแบบก้อน เพราะสามารถบรรจุลงในคอลัมน์ได้ง่าย และมีพื้นที่ผิวมากกว่า ซึ่งจากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง พบว่ามีรายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวิธีการเตรียม polyHIPEs แบบเม็ด ดังนี้

Alexandre Desforges และคณะ [12] ได้ทำการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs โดยใช้วิธีการสังเคราะห์แบบแขวนลอย (suspension) และทำการศึกษาผลของอัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่มีต่อสมบัติของเม็ด polyHIPEs ขั้นตอนในการเตรียมเม็ด polyHIPEs เริ่มจากการสังเคราะห์อิมัลชันผสมจากการผสมวัฏภาคสารอินทรีย์ซึ่งประกอบด้วยไดไวนิลเบนซีน (divinylbenzene หรือ DVB) สไตรีน (Styrene) และสารลดแรงตึงผิว คือ ซอบีแทนโมโนลิเอท (sorbitanmonooleate หรือ Span80) ในขวดก้นกลม โดยใช้ความเร็วในการปั่นกวน 250 รอบต่อ

นาที่ และใช้วัฏภาคน้ำคือสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (sodium chloride) และตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (potassium persulphate) โดยจะค่อย ๆ หยดวัฏภาคน้ำลงไปในวัฏภาค อินทรีย์ในขวดก้นกลมภายในเวลา 30 นาที จะได้อิมัลชันสีขาวที่มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้น ขั้นตอนการทำให้เป็นเม็ด polyHIPEs ดังวิธีที่แสดงในรูปที่ 2.13 ซึ่งทำได้โดยการค่อย ๆ หยดอิมัลชันที่ บรรจุอยู่ในเข็มฉีดยา โดยใช้อัตราการหยด 70 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง ลงในตัวกลางของเหลวแขวนลอยที่ ประกอบด้วยโพลีไดอัลไธลแอมโมเนียมคลอไรด์ (poly(diallyldiethylammonium-chloride); PDDAC) ร้อยละ 3.5 ในขณะที่ทำหยดอิมัลชันจะควบคุมอุณหภูมิของระบบแขวนลอยที่ 80 องศาเซลเซียส และใช้แท่งแม่เหล็กปั่นกวนที่ความเร็ว 250 ถึง 300 รอบต่อนาทีทิ้งไว้ระยะเวลาหนึ่ง แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสโดยไม่ปั่นกวนเป็นเวลาอย่างน้อย 6 ชั่วโมงเพื่อให้ เม็ด polyHIPE ที่ได้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) อย่างสมบูรณ์ หลังจากนั้นกรอง เม็ด polyHIPEs ที่ได้แล้วนำมาล้างด้วยน้ำและเอทานอล (ethanol) แล้วนำเม็ด polyHIPEs มาสกัด ให้บริสุทธิ์ด้วยเทคนิคซ็อกเลทต์ด้วยสารเตตระไฮโดรฟูแรน (tetrahydrofuran หรือ THF) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และล้างด้วยเอทานอล แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สุดท้ายนำเม็ด polyHIPEs มาคัดขนาดโดยการร่อนผ่านตะแกรง (sieving) ซึ่งจากการศึกษาพบว่า การเติมปิโตรเลียมอีเทอร์ (Petroleum ether; PE) ร้อยละ 20 โดยปริมาตรและการลดอัตราส่วนของ ไดไวโนลเบนซีน สามารถลดความหนืดของอิมัลชันขณะฉีดออกจากเข็มได้ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการ สังเคราะห์สารในอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน 5 อัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 2.2

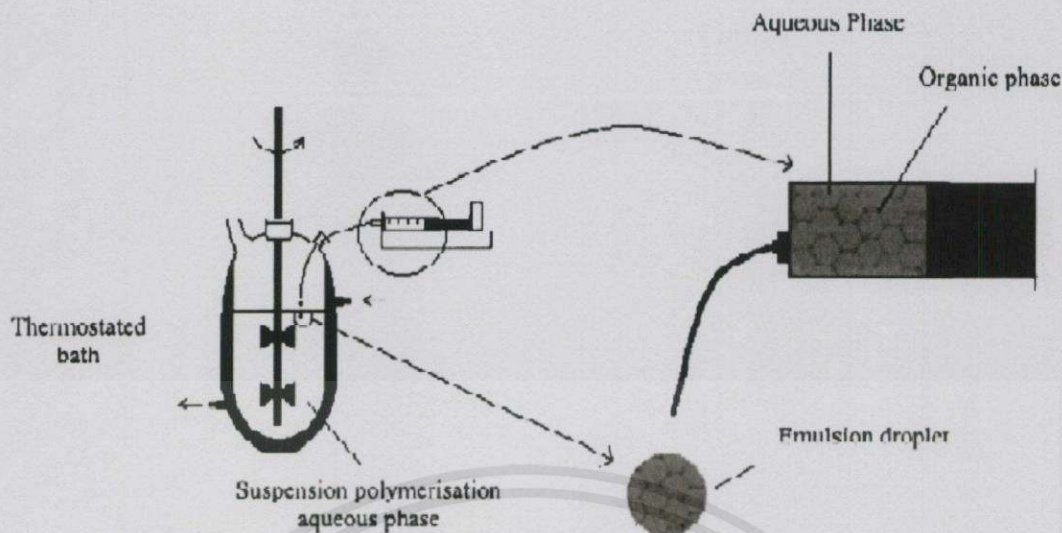
ตารางที่ 2.2 อัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs [12]

Preparation of (S-DVB) polyHIPE <sup>a</sup> beads					
polyHIPE <sup>a</sup>	Styrene weight (%)	DVB <sup>b</sup> weight (%)	Petroleum ether <sup>b</sup>	Yield of beads (%)	Beads aspect
P <sub>0</sub>		100	Y	70	Spherical ~ 3 mm
P <sub>1</sub>	50	50	Y	95	Spherical ~ 2.5 mm
P <sub>2</sub>	90	10	Y	65	Spherical ~ 1 mm
P <sub>3</sub>	90	10	N	75	Spherical ~ 1 mm
P <sub>4</sub>	99	1	N	20	Powder

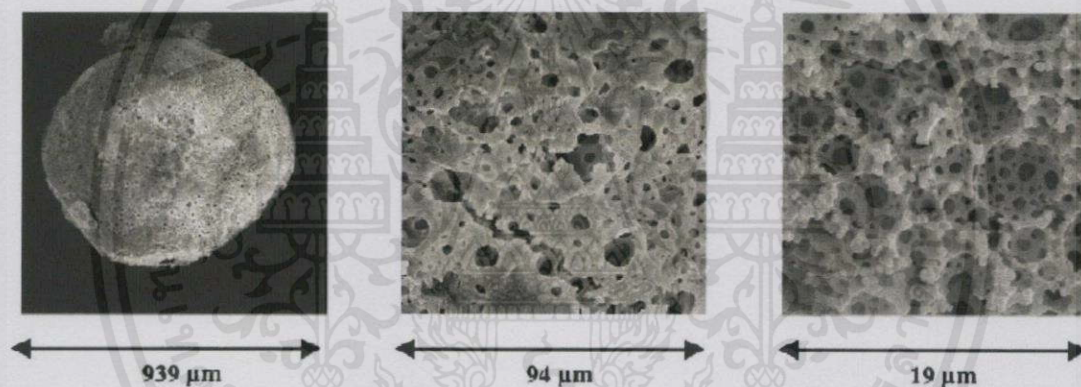
<sup>a</sup> 80% commercial DVB.

<sup>b</sup> 20% (v/v) in the continuous phase where appropriate.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 อุปกรณ์และวิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs [12]

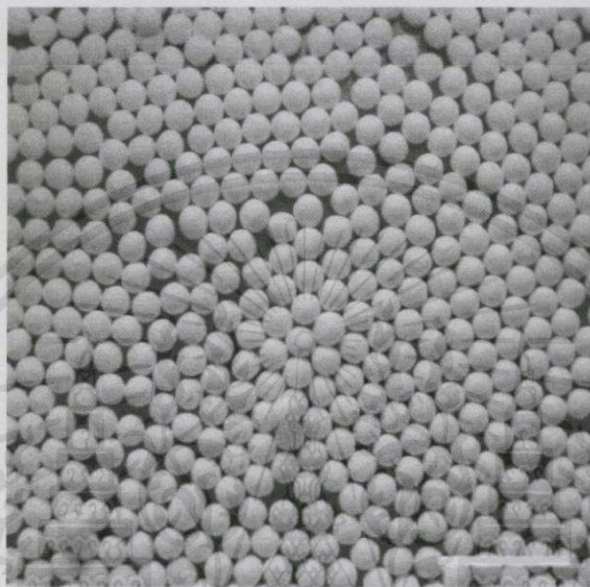


รูปที่ 2.14 ภาพถ่าย SEM ของเม็ด polyHIPE ที่มีอัตราส่วนของ Styrene ต่อ DVB เท่ากับ 90:10 โดยน้ำหนักและไม่มีส่วนผสมของ PE (สูตร P<sub>3</sub>) [12]

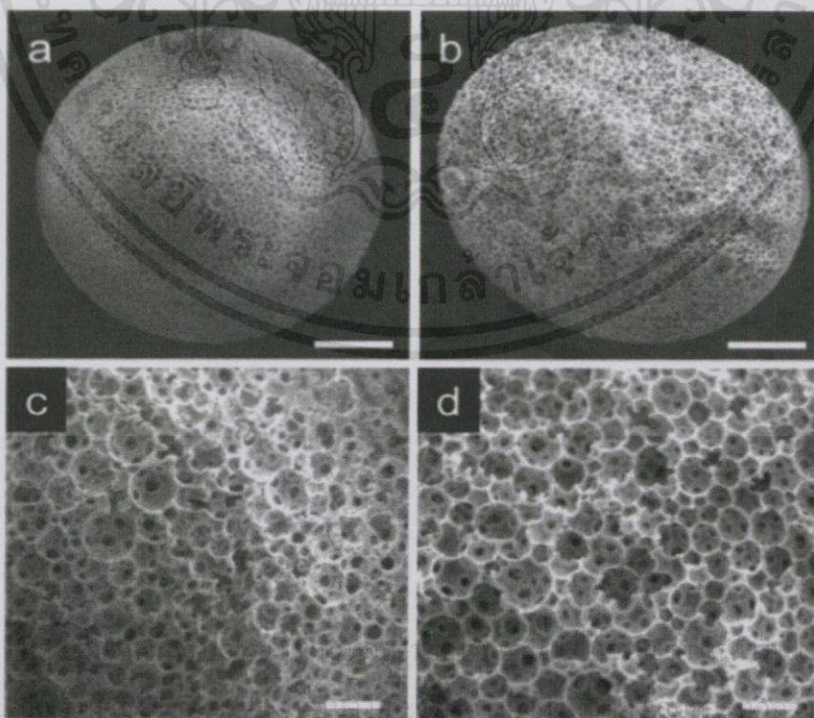
จากผลการศึกษาพบว่า เม็ด polyHIPEs ที่มีส่วนผสมของปิโตรเลียมอีเทอร์ (petroleum; PE) ในอิมัลชันสามารถคงสภาพเป็นเม็ดได้ดี แต่สมบัติของเม็ดมีความเปราะสูง โดยโครงสร้างจุลภาคของเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากสูตร P<sub>3</sub> ที่วิเคราะห์จากเทคนิค SEM แสดงในรูปที่ 2.14

H. Zhang และคณะ [13] ได้ทำการสังเคราะห์เม็ด polyHIPE โดยใช้วิธีการพอลิเมอไรเซชันแบบตกตะกอน (sedimentation polymerization) โมโนเมอร์ที่ใช้ คือ อะคริลาไมด์ (acrylamide; AM) และ เอ็นเอ็นเมททิลีนบิสอะคริลาไมด์ (N,N-methylenebisacrylamide; MBAM) ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก) บั่นกวนเข้าด้วยกัน แล้วค่อย ๆ เติมน้ำมัน (light mineral oil) ลงไป จากนั้นเติมตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (potassium persulfate) และสารช่วยลดแรงตึงผิว คือ โซเดียมโดเดคซิลซัลเฟต (sodium dodecylsulfate; SDS) และ โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (poly(vinyl)alcohol; PVA) จะได้อิมัลชันของ polyHIPEs จากนั้นใช้เข็มฉีดยาหยดอิมัลชัน

ลงในคอลัมน์แก้วโดยให้ความร้อนไปด้วย จะเกิดการตกตะกอนของเม็ดที่กั้นคอลัมน์ แล้วให้ความร้อนต่อไปเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันอย่างสมบูรณ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นกรองเม็ด polyHIPEs ออกแล้วล้างด้วยเฮกเซน (n-hexane) และอะซิโตน (acetone) นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ในสภาวะสุญญากาศ ลักษณะของเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2.15 และ 2.16

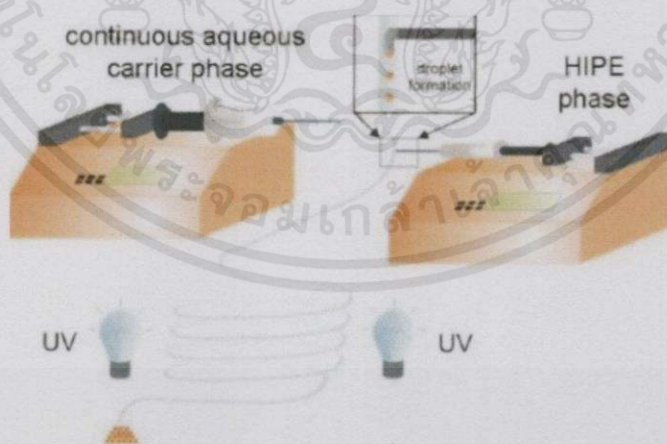


รูปที่ 2.15 ลักษณะเม็ด polyHIPEs [13]



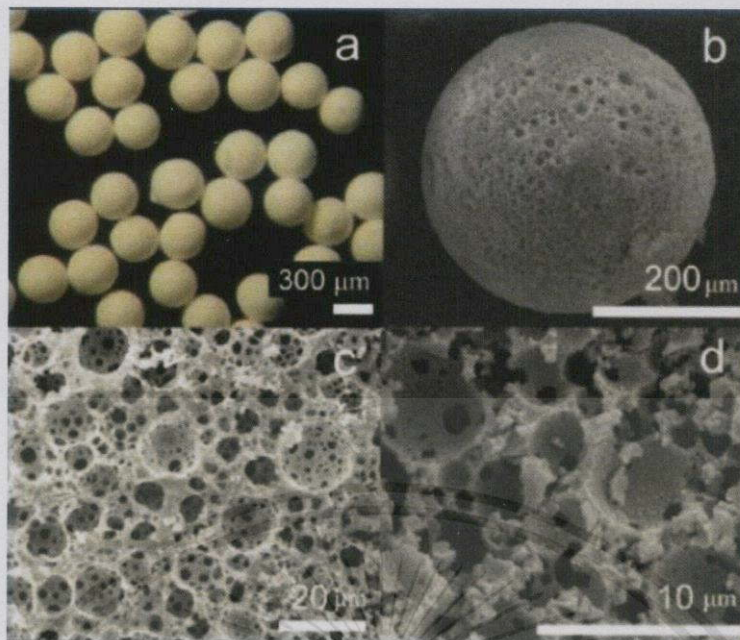
รูปที่ 2.16 ภาพถ่าย SEM ของเม็ด polyHIPEs (a) ลักษณะของทั้งเม็ด (b) ภาพตัดขวาง (c) รูพรุนบนพื้นผิวของเม็ด และ (d) พื้นผิวที่แตกหัก [13]

จากงานวิจัยของ M. Thlha และคณะ [14] ได้ทำการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs ด้วยเครื่องไมโครฟลูอิด (microfluid device) ขั้นตอนการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs มีดังนี้ คือ ละลาย 2,2 ไดเมททอกซี 2 ฟีนิลอะซิโตน (2,2-dimethoxy-2-phenylacetophenone; DMPA) ในเอททิลีนไกลคอลไดเมททาอะครีเลท (ethylene glycol dimethacrylate; EGDMA) และ ไกลซิดิลเมททาอะครีเลท (glycidyl methacrylate; GMA) โดยใช้ โพลีเอททิลีนออกไซด์เบต้าโพลีพรอพิลีนออกไซด์เบต้าโพลีเอททิลีนออกไซด์ (poly(ethylene oxide)-b-poly(propylene oxide)-b-poly(ethylene oxide); PEO-PPO-PEO) แล้วทำการปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นใบพัด (overhead stirrer) โดยขณะปั่นกวนค่อย ๆ หยดสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ที่ใช้ทั้งหมดภายในเวลา 30-40 นาที แล้วทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 5-10 นาทีเพื่อให้สารเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำสารผสมที่ได้มาหยดเป็นเม็ด polyHIPEs ด้วยเครื่องไมโครฟลูอิด ซึ่งเครื่องไมโครฟลูอิดจะแบ่งเป็นสองส่วนคือส่วนเข็มฉีดยาที่บรรจุสารผสมอิมัลชันกับเข็มฉีดยาของส่วนที่เป็นวัฏภาคตัวกลางคือ สารละลายพีวีเอ (PVA) ที่เคลื่อนที่ต่อเนื่อง (continuous carrier phase) โดยเข็มฉีดยาที่บรรจุอิมัลชันผสมจะทำการฉีดหยดอิมัลชันเข้าไปในสารละลายตัวกลางที่เคลื่อนที่อยู่ในสายยางทำให้มีหยดสารผสมอิมัลชันเคลื่อนที่ต่อเนื่องอยู่ในตัวกลาง PVA ซึ่งในขณะที่หยดสารผสมเคลื่อนที่ในสายยางจะมีการให้แสง UV เป็นเวลาอย่างน้อย 15 นาทีเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน จะดังที่แสดงในรูป 2.17 สุดท้ายทำการกรองเม็ดสารผสมหรือเม็ด polyHIPEs และล้างด้วยน้ำ ไดคลอโรมีเทน (dichloromethane; DCM) เมทานอล (MeOH) DCM และ DEE แล้วนำไปอบข้ามคืนในตู้อบสูญญากาศเพื่อทำให้แห้ง ลักษณะเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากวิธีการนี้ได้ดังแสดงในรูปที่ 2.18



รูปที่ 2.17 แสดงเครื่องมือไมโครฟลูอิด [14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.18 แสดง (a) ภาพถ่าย OM แสดงขนาดการกระจายตัวของเม็ด polyHIPEs (b) ภาพถ่าย SEM ของเม็ด polyHIPEs (c) ภาพถ่าย SEM บริเวณพื้นผิว และ (d) ภาพถ่าย SEM ภายในบริเวณส่วนที่แตกของ polyHIPEs [14]

### 2.5.2 สารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs

ปัจจุบันมีความสนใจศึกษาการสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติของวัสดุ polyHIPEs โดยการเติมสารเติมแต่ง (additives) เพื่อการนำไปใช้งานที่หลากหลาย เช่น จากการศึกษาวิจัยของ Vivian O. Ikem และคณะ [15] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมชนิดรูพรุนสูง polyHIPEs กับ อนุภาคไททาเนีย (titania;  $\text{TiO}_2$ ) เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุผสม polyHIPEs ในการทดลองนี้ วัสดุของสารอินทรีย์ประกอบด้วย โมนอเมอร์ คือ สไตรีน (styrene) และ พอลิเอทิลีนไกลคอลไดเมทิลอะคริเลต (poly ethylene glycol dimethacrylate; PEGDMA) อัตราส่วนของวัสดุอินทรีย์เท่ากับ 50 : 50 โดยปริมาตร และใช้สารเติมแต่ง คือ อนุภาคไททาเนียที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่ความเข้มข้น 1% 5% และ 10% โดยน้ำหนัก การนำอนุภาคไททาเนียเคลือบด้วยกรดโอเลอิกจะช่วยเพิ่มสมบัติความไม่ชอบน้ำ (hydrophobicity) และช่วยขัดขวางไม่ให้เกิดการรวมตัวกันของอนุภาค

จากผลการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของสารเติมแต่ง หรือ ความเข้มข้นของอนุภาคไททาเนียที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก จาก 1% โดยน้ำหนัก ไปเป็น 5% และ 10% โดยน้ำหนัก ส่งผลให้ขนาดของรูพรุนของ polyHIPEs ลดลง ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น และมีค่านัยมอดูลัส (Young's modulus) ที่ลดลง จึงทำให้วัสดุมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น แต่ปริมาณของสารเติมแต่งที่เพิ่มขึ้นไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าความแข็งแรงกด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อการศึกษานี้เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 2.5.2.1 ผงถ่านกัมมันต์ (carbon black หรือ activated carbon; AC)

ผงถ่านกัมมันต์ เป็นรูปแบบหนึ่งของธาตุคาร์บอนที่ผ่านการปรับสมบัติด้วยกระบวนการทางเคมี สมบัติเด่นของผงถ่านกัมมันต์ คือ มีพื้นที่ผิวสูง เนื่องจากมีปริมาณรูพรุนมากจึงส่งผลให้สามารถนำไปใช้ในการดูดซับสารประกอบอินทรีย์ต่าง ๆ ได้ทั้งที่อยู่ในของเหลว หรือก๊าซได้ในปริมาณสูง

จากการศึกษางานวิจัยของ Mona Karnib และคณะ [16] ได้ทำการทดลองเปรียบเทียบความสามารถในการกำจัดโลหะหนักโดยใช้ถ่านกัมมันต์ (AC) ซิลิกา (silica) และวัสดุผสมระหว่างซิลิกากับถ่านกัมมันต์ ในการกำจัดโลหะหนักดังนี้ คือ ตะกั่ว แคดเมียม นิกเกิล โครเมียม และสังกะสี ผลการทดลองพบว่า ถ่านกัมมันต์สามารถกำจัดนิกเกิลได้ถึงร้อยละ 90 และที่ความเข้มข้นของนิกเกิล 30 และ 200 ppm วัสดุผสมระหว่างซิลิกา และถ่านกัมมันต์ มีประสิทธิภาพดีที่สุดในกำจัดนิกเกิลผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 2.3 ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าถ่านกัมมันต์มีสมบัติช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับได้ดี

ตารางที่ 2.3 ร้อยละความสามารถในการกำจัดนิกเกิลของวัสดุแต่ละประเภท [16]

Particle	Removal percentage of 30 ppm Nickel	Removal percentage of 200 ppm Nickel
AC	90.4	84.1
Silica	70.3	60.1
Silica/AC (2:3) composite	92.1	87.6

จากงานวิจัยของ A. Menner และคณะ[17] ได้ทำการเติมผงถ่าน (carbon black) ลงในวัสดุพอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง (polyHIPEs) ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs คือ ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (อุณหภูมิห้อง) และอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และศึกษาผลของการเติมผงถ่านที่มีต่อความเป็นรูพรุน (porosity) ความหนาแน่น (density) สัณฐานวิทยา (morphology) ขนาดรูพรุน (pore size) และขนาดรูพรุนภายใน (pore throat size) และทดสอบความสามารถในการซึมผ่านของน้ำ (water permeability) โดยงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ตัวอย่างที่แตกต่างกันดังนี้ เตรียมตัวอย่างที่ 1 (HIPE1) ทำการปั่นกวนวัฏภาคอินทรีย์ประกอบด้วยโมโนเมอร์ คือ สไตรีน และไดไวนิลเบนซีน สารลดแรงตึงผิว คือ ไฮเปอร์เมอร์ 1070 (hypermer 1070) ร้อยละ 20 โดยปริมาตร และตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ AIBN โดยทำการเตรียมที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ตัวอย่างที่ 2 (HIPEs 2) เตรียมเหมือนตัวอย่างที่ 1 แต่ใช้อุณหภูมิในการเตรียม 70 องศาเซลเซียส ส่วนตัวอย่างที่ 3-5 (HIPEs 3-5) ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่าง

polyHIPEs กับผงถ่าน โดยนำผงถ่านปั่นจนกว่าจะถึงอนุภาคอินทรีย์ที่มีความเร็ว 15,000 รอบต่อนาทีเพื่อให้ผงถ่านกระจายตัวเป็นเนื้อเดียวกันอยู่ในวัฏภาคอินทรีย์ ใส่สารลดแรงตึงผิว คือ ไฮเปอร์เมอร์ 1070 จากนั้นค่อย ๆ หยดวัฏภาคน้ำ คือ สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรตเข้มข้น 0.034 โมลต่อลิตร ลงในวัฏภาคอินทรีย์จะได้มีลชันของ HIPEs จากนั้นเทมีลชัน HIPEs ลงในแม่แบบนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำก้อนโฟม polyHIPEs ที่ได้ไปสกัดด้วยเทคนิคซ็อกท์เลทต์ด้วยสารละลายเมทานอล สุดท้ายนำไปอบแห้งในเตาอบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส สัดส่วนองค์ประกอบและสมบัติกายภาพของตัวอย่าง polyHIPEs ที่สังเคราะห์ดังแสดงในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 สัดส่วนองค์ประกอบและสมบัติกายภาพของตัวอย่าง polyHIPEs ที่สังเคราะห์ [17]

Sample code	Organic phase <sup>a</sup> (vol%)	Organic phase composition: DVB/S/ Hypermer 1070 <sup>b</sup> (vol%/vol%/vol%)	Carbon black (wt%)	HIPE stirring time/min	Physical impression of polyHIPE
1	20	50/30/20	—	15	Chalky
2	20	50/30/20	—	15	Chalky
3	20	50/30/20	1	15	Very brittle
4	20	40/40/20	1	10	Less chalky
5	40	40/40/20	1	10	Less chalky

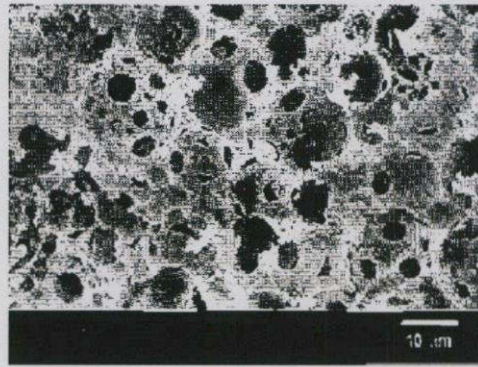
<sup>a</sup> Volume of the organic phase relative to the total volume of the emulsion. <sup>b</sup> Content of DVB, styrene (S) and surfactant Hypermer 1070 relative to the organic phase volume; additionally, the organic phase contained 2 mol% AIBN as initiator.

ผลการทดลองพบว่า ตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (HIPEs 1) มีลักษณะทางกายภาพ ที่มีความเป็นเป็นซ็อกท์สูง มีสีขาว และเป็นวัสดุรูพรุนที่มีโครงสร้างรูพรุนเชื่อมต่อกันภายใน (interconnected) ดังแสดงในรูปที่ 2.19 และตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส (HIPEs 2) ลักษณะทางกายภาพ มีความเป็นเป็นซ็อกท์ มีสีขาว เป็นวัสดุของแข็งดังแสดงในรูปที่ 2.20 เมื่อเปรียบเทียบ HIPEs 1 และ HIPEs 2 พบว่า HIPEs 2 มีความหนาแน่นมากกว่า HIPEs 1 แต่ร้อยละความเป็นรูพรุน ขนาดรูพรุน และขนาดรูพรุนภายนอกไม่แตกต่างกันดังแสดงในตาราง 2.5

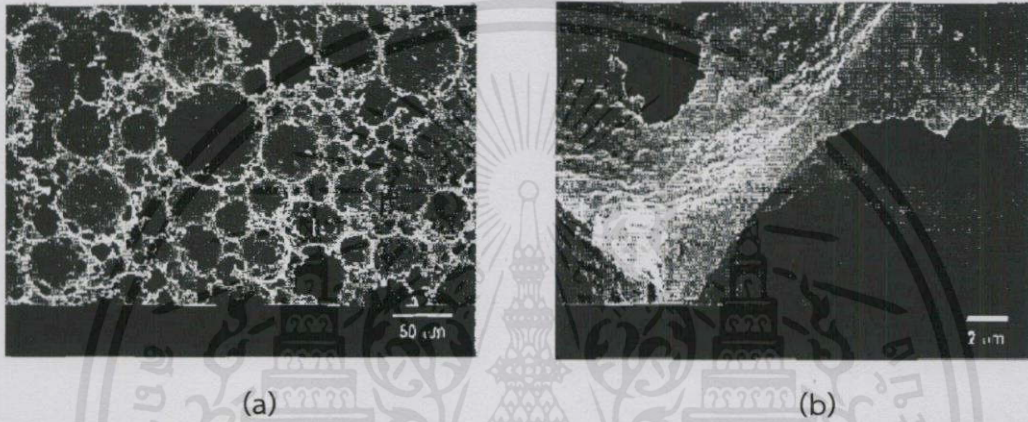
ตาราง 2.5 สมบัติของวัสดุ polyHIPEs แต่ละตัวอย่าง [17]

Sample code	Bulk density/ g cm <sup>-3</sup>	Envelope density/g cm <sup>-3</sup>	Porosity (%)	Average pore diameter/ $\mu$ m	Average pore throat diameter/ $\mu$ m	Surface area/ m <sup>2</sup> g <sup>-1</sup>	Permeability/ 10 <sup>-12</sup> m <sup>2</sup>	Elastic modulus/MPa	$T_g$ /°C
1	1.162 ± 0.002	0.159 ± 0.002	86 ± 2	10 ± 5	3 ± 0.5	5.84 ± 0.05	0.63 ± 0.09	38 ± 5	410 ± 5
2	1.427 ± 0.001	0.162 ± 0.004	89 ± 1	15-80	3-10	—	—	17 ± 2	457 ± 5
3	1.329 ± 0.007	0.176 ± 0.002	87 ± 1	30-150	10 ± 2	—	—	—	450 ± 5
4	1.268 ± 0.004	0.131 ± 0.001	90 ± 0.5	5 ± 2	2 ± 0.5	8.44 ± 0.05	2.30 ± 0.03	8 ± 2	380 ± 5
5	1.162 ± 0.002	0.282 ± 0.003	76 ± 1	8 ± 3	3 ± 0.5	7.06 ± 0.05	1.94 ± 0.05	26 ± 3	430 ± 5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

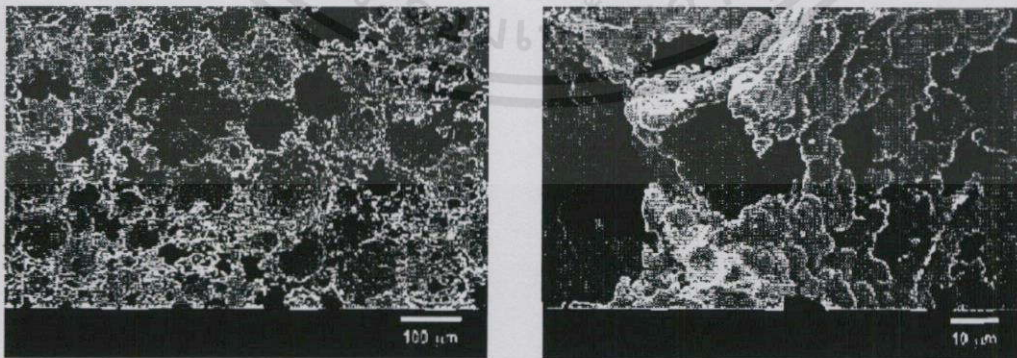


รูปที่ 2.19 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (HIPEs 1) [17]



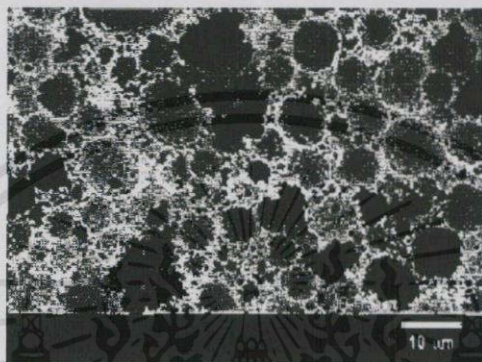
รูปที่ 2.20 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (a) โครงสร้างรูพรุนเปิด และ (b) พื้นผิวภายใน [17]

สำหรับตัวอย่างที่มีการเติมผงถ่านคาร์บอน (HIPEs 3) พบว่า สมบัติทางกายภาพ มีแนวโน้มที่มีความเปราะสูง เนื่องจากผงถ่านคาร์บอนที่เติมเป็นตัวทำให้เกิดความเค้นบริเวณผนังรูพรุนทำให้บริเวณพื้นที่ของโครงสร้างระหว่างกิ่งกับเนื้อพอลิเมอร์อ่อนแอ ดังแสดงในรูปที่ 2.21 จึงส่งผลให้สมบัติเชิงกลลดลงด้วย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวน (a) สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุ (b) ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่าที่ รูปที่ 2.21 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (a) โครงสร้างเชื่อมต่อภายในรูพรุน และ (b) พื้นผิวภายใน [17]

เมื่อเปรียบเทียบตัวอย่างที่ประกอบด้วยวัฏภาคอินทรีย์ร้อยละ 20 โดยปริมาตร และผงถ่านคาร์บอนร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก (HIPEs 4) และตัวอย่างที่ประกอบด้วยวัฏภาคอินทรีย์ร้อยละ 40 โดยปริมาตร และผงถ่านคาร์บอนร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก (HIPEs 5) พบว่า HIPEs 4 มีรูพรุนภายในมีการกระจายตัว และมีค่าความเป็นรูพรุนร้อยละ 90 แสดงว่าพื้นที่ผิวมากดังแสดงในรูปที่ 2.22 ส่วน HIPEs 5 มีลักษณะเป็นรูพรุนเปิด มีความหนาแน่นภายใน (envelope density) มากกว่า HIPEs 4 แสดงว่ามีปริมาณรูพรุนภายในน้อย และมีค่าความเป็นรูพรุนร้อยละ 76 ดังแสดงในรูป 2.23



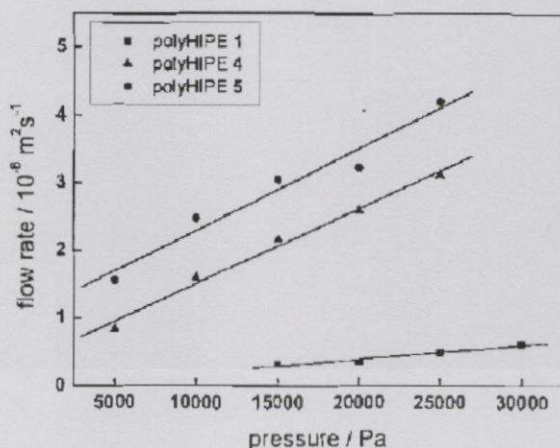
รูปที่ 2.22 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (HIPEs 4) [17]



รูปที่ 2.23 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs (HIPEs 5) [17]

การทดสอบความสามารถในการซึมน้ำทางผู้วิจัยได้ทำการเปรียบเทียบ HIPEs 1 HIPEs 4 และ HIPEs 5 พบว่า HIPEs 4 มีความสามารถในการซึมน้ำมากที่สุด ดังที่แสดงในตาราง 2.5 และรูปที่ 2.24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

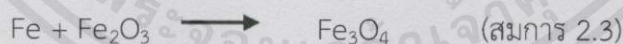


รูปที่ 2.24 แสดงผลการทดสอบความสามารถในการซึมผ่านน้ำ [17]

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

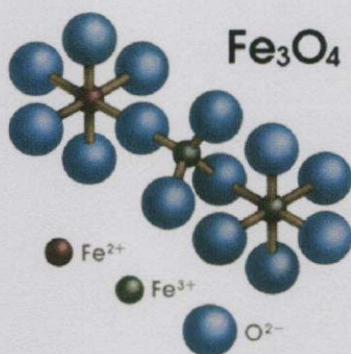
อนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตร (magnetic nanoparticles) มีสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวดชนิดพาราแมกเนติก (super paramagnetic) จึงส่งผลให้อนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตรสามารถตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กภายนอกได้อย่างรวดเร็ว และไม่มีอำนาจแม่เหล็กตกค้าง (remnant magnetization) โดยส่วนใหญ่อนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตรที่ใช้จะอยู่ในรูปของเหล็กแมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) หรือแมกฮีไมต์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ขนาดอนุภาค 5 ถึง 25 นาโนเมตร จากสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวดจึงได้มีการนำอนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตรมาประยุกต์ใช้อย่างแพร่หลาย เช่น ในทางการแพทย์มีการนำอนุภาคแม่เหล็กขนาดนาโนเมตรมาใช้เป็นอุปกรณ์ควบคุมการปลดปล่อยและนำส่งยาเพื่อใช้ในการรักษามะเร็ง เป็นต้น ทางสิ่งแวดล้อม ได้มีการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนใช้ในการดูดซับแยกโลหะหนัก เป็นต้น

แมกนีไทต์ (magnetite) หรือเหล็กออกไซด์เป็นแร่เหล็กมีสูตรโมเลกุลเป็น  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  เกิดจากการรวมตัวของ  $\text{FeO}$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ซึ่งสามารถเขียนเป็นปฏิกิริยาได้ดังสมการที่ 2.3



สมการที่ 2.3 แสดงปฏิกิริยาการเกิด  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

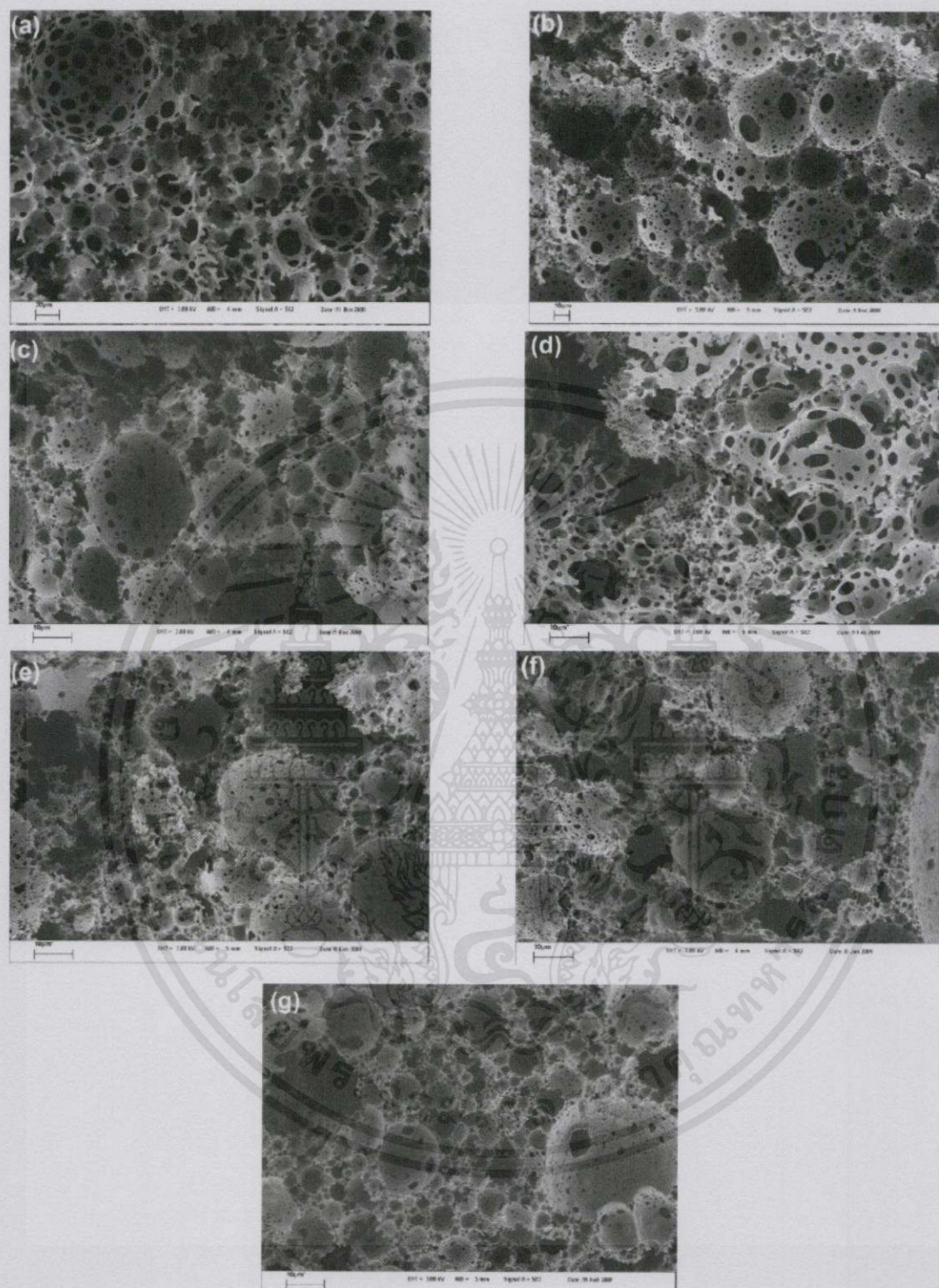
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.25 แสดงโครงสร้างของเหล็กแมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) [18]

จากการศึกษางานวิจัยของ Emine Hilal Mert และคณะ [19] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่าง polyHIPEs กับอนุภาคแม่เหล็กนาโนแบบแมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ที่ผ่านการปรับปรุงพื้นผิวด้วยสารคู่ควบ (coupling agent) คือ กรดฮิวมิก (humic acid; HA) โดยศึกษาผลของอัตราส่วนของสารเติมแต่งแม่เหล็กที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติของ polyHIPEs ในการทดลองนี้วัสดุภาคของสารอินทรีย์ประกอบด้วยโมโนเมอร์ คือ สไตรีน (styrene) และ ไดไวเนลเบนซีน (divinylbenzene) สารลดแรงตึงผิว คือ ซอร์บิแทนโมโนลิเอท (span 80) ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรล์ (AIBN) และใช้วัสดุภาคของน้ำ คือ น้ำปราศจากไอออน ในการสังเคราะห์เป็นอิมัลชันได้ทำการผสมเหล็กแมกนีไทต์ที่ผ่านการปรับปรุงผิวด้วยกรดฮิวมิกปริมาณต่าง ๆ กับสารตั้งต้นในวัสดุภาคอินทรีย์ทั้งหมดในอ่างอัลตราโซนิก (ultrasonic bath) เป็นเวลา 30 นาทีเพื่อให้สารทั้งหมดเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำไปปั่นกวนด้วยเครื่องใบพัดปั่นกวน โดยขณะปั่นกวนให้ค่อย ๆ หยดวัสดุภาคน้ำลงไปจนหมดแล้วปั่นกวนต่ออีก 10 นาที จากนั้นนำอิมัลชันที่ได้เทใส่แม่แบบแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำวัสดุที่ได้ไปสกัดด้วยเทคนิคซ็อกซ์เลทต์โดยใช้เมทานอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง สุดท้ายนำไปอบแห้งโดยตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.26 แสดงภาพถ่าย SEM ของ (a) polyHIPEs ที่ไม่ผสมแม่เหล็ก (b) polyHIPEs ผสม

5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (c) polyHIPEs ผสม 10% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (d) polyHIPEs ผสม 20% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (e) polyHIPEs ผสม

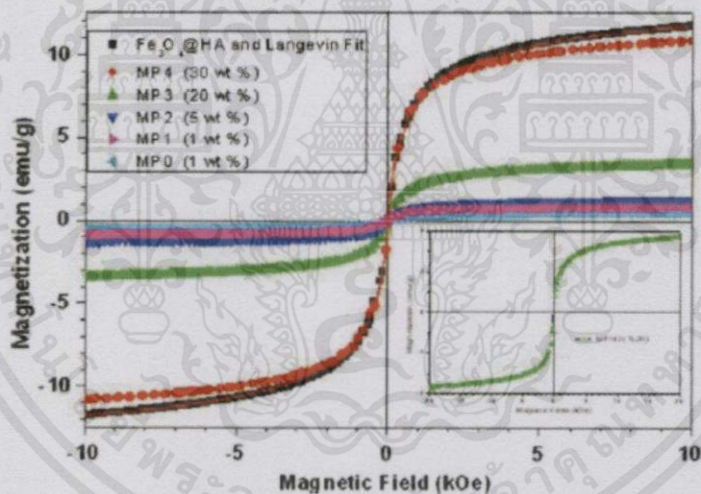
30% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (f) polyHIPEs ผสม 40% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  และ (g) polyHIPEs ผสม 50% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (ร้อยละโดย

น้ำหนัก) [19]

จากรูป 2.26 จะเห็นได้ว่าวัสดุผสม polyHIPEs เมื่อใส่อนุภาคเหล็กนาโนจะมีขนาดรูพรุนที่เล็กลงเมื่อเทียบกับวัสดุผสม polyHIPEs ที่ไม่ใส่อนุภาคเหล็กนาโนดังแสดงในตารางที่ 2.6 และผลจากการทดสอบความเป็นแม่เหล็กพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs มีค่าความเป็นแม่เหล็กสูงสุดเมื่อใส่อนุภาคเหล็กนาโนร้อยละ 30 โดยน้ำหนักของโมโนเมอร์ดังแสดงในรูปที่ 2.27 ซึ่งมีค่าแมกนีไทด์เซชันเท่ากับ 11.79 emu/g

ตารางที่ 2.6 องค์ประกอบของอิมัลชัน HIPEs ค่าความเป็นแม่เหล็ก พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนของวัสดุ polyHIPEs [19]

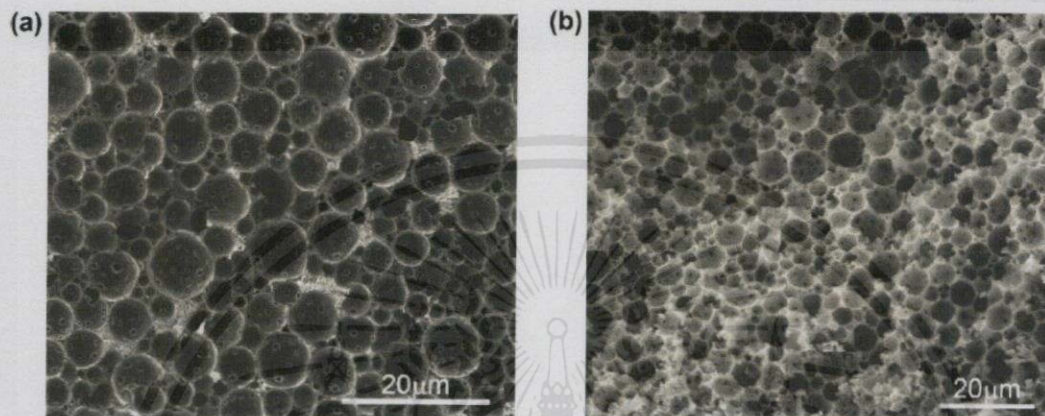
Sample	Wt.% of $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @HA	$M_s$ (emu $\text{g}^{-1}$ )	Normalized saturation magnetization by $M_s$ of $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @HA	Wt.% of coating on $\text{Fe}_3\text{O}_4$ @HA	Specific surface area ( $\text{m}^2 \text{g}^{-1}$ )	Average pore size ( $\text{\AA}$ )
$\text{Fe}_3\text{O}_4$ @HA	100	13.89	100	0	-	-
MPC	0	-	-	-	35.08	50.58
MP1	1	0.63	4.5	95.5	38.25	22.53
MP2	5	1.35	9.7	90.3	36.48	27.43
MP3	20	4.07	29.3	70.7	19.63	36.21
MP4	30	11.79	84.9	15.1	8.77	36.91



รูปที่ 2.27 แสดงสภาพความเป็นแม่เหล็กของวัสดุ polyHIPEs ที่อุณหภูมิห้อง [19]

จากการศึกษางานวิจัยของ Sebastijan และคณะ [20] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับอนุภาคแม่เหล็กนาโนแบบแมกนีไทต์ และแมกนีไมต์ เพื่อศึกษาลักษณะของสมบัติความเป็นแม่เหล็กและผลกระทบทางความร้อน (heating effect) ในการเตรียม polyHIPEs โดยใช้วัฏภาคของสารอินทรีย์ประกอบด้วยโมโนเมอร์ คือ สไตรีน และไดไวนิลเบนซีน สารลดแรงตึงผิว คือ Span80 วัฏภาคของน้ำประกอบด้วย ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ) ส่วนอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ที่ใช้ในการทดลองนี้สังเคราะห์ขึ้นจากวิธีการตกตะกอนจากสารตั้งต้น คือ ไอรอน(II) ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต (iron(II) sulphate heptahydrate;  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) และไอรอน(III) ซัลเฟตไฮเดรต (iron(III) sulphate hydrate;  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) นำ

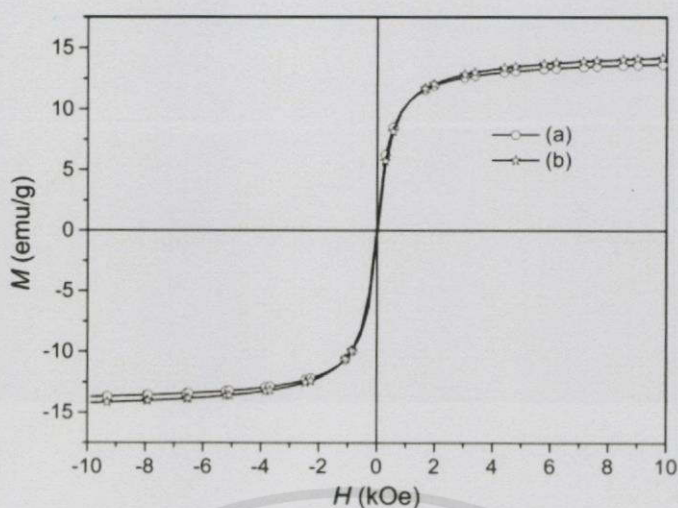
อนุภาคเหล็กออกไซด์ที่ได้มาทำการเคลือบด้วยสารคู่ควบ คือ กรดโอเลอิก (oleic acid) โดยจะทำการสังเคราะห์อีมีลชันด้วยการผสมวิภาคสารอินทรีย์และเหล็กออกไซด์โดยการปั่นกวน แล้วค่อย ๆ หยดวิภาคน้ำลงไปจนหมด จากนั้นนำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน สุดท้ายนำไปสกัดด้วยวิธีการซ็อกเลทต์ด้วยเอทานอลและน้ำปราศจากไอออน ซึ่งลักษณะของวัสดุ polyHIPEs ที่ได้แสดงดังรูปที่ 2.28



รูปที่ 2.28 แสดงภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร  
 (a) polyHIPE ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรที่ผ่านการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก  
 (b) polyHIPE ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรที่ไม่ผ่านการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก [20]

จากรูปที่ 2.28 พบว่าขนาดรูพรุนของวัสดุผสม polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรที่ผ่านการเคลือบ และไม่ผ่านการเคลือบกรดโอเลอิกมีขนาดไม่ต่างกัน ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรจะมีรูพรุนขนาดเล็กกว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร จากผลการทดสอบด้วยเทคนิคการสลายตัวทางความร้อน (thermogravimetric analysis) พบว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการใส่อนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรมีเสถียรภาพทางความร้อนดีกว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่ไม่เติมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตร และเมื่อนำไปทดสอบความเป็นแม่เหล็กพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรแสดงสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวดเมื่อเติมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรมากกว่าร้อยละ 30 โดยน้ำหนักของโมโนเมอร์ ซึ่งวัสดุทั้งสองชนิดมีค่าแมกนีไทด์เซชันเท่ากับ 13 emu/g ดังแสดงในรูป 2.29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.29 แสดงกราฟแสดงสภาพความเป็นแม่เหล็ก (a) polyHIPE ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรที่ผ่านการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก (b) polyHIPE ผสมอนุภาคเหล็กออกไซด์ขนาดนาโนเมตรที่ไม่ผ่านการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก [20]

จากงานวิจัยของธารทิพย์ เอี่ยมสะอาด และคณะ [1] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs โดยการเติมสารเติมแต่งสามชนิด คือ ถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) และเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ขนาดอนุภาคนาโนเมตร เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกล สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับโลหะหนัก โดยสังเคราะห์ polyHIPEs ในระบบอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (water-in-oil; W/O) ใช้สารตั้งต้นโมโนเมอร์ คือ สไตรีน (styrene) ไดไวนิลเบนซีน (DVB) มีเอโซบิสไอโซบิวทีโรไนโตรล (AIBN) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา และใช้ซอร์บิแทนโมโนลิเอท (Span80) เป็นสารลดแรงตึงผิว โดยใช้อัตราส่วนระหว่างวัฏภาคอินทรีย์ต่อวัฏภาคน้ำคิดเป็นร้อยละ 20 ต่อร้อยละ 80 โดยปริมาตร และใช้ปริมาณสารเติมแต่ง ดังแสดงในตารางที่ 2.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า, ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.7 แสดงปริมาณสารเติมแต่งที่ช่วยเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPEs [1]

ตัวอย่าง	สารเติมแต่ง (wt%)		
	Activated carbon	SiO <sub>2</sub> (10-20 nm)	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (<50 nm)
1%C	1	-	-
1%Si	-	1	-
5%Fe	-	-	5
1%C+5%Fe	1	-	5
1%C+10%Fe	1	-	10
1%C+15%Fe	1	-	15
1%Si+5%Fe	-	1	5
1%Si+10%Fe	-	1	10
1%Si+15%Fe	-	1	15

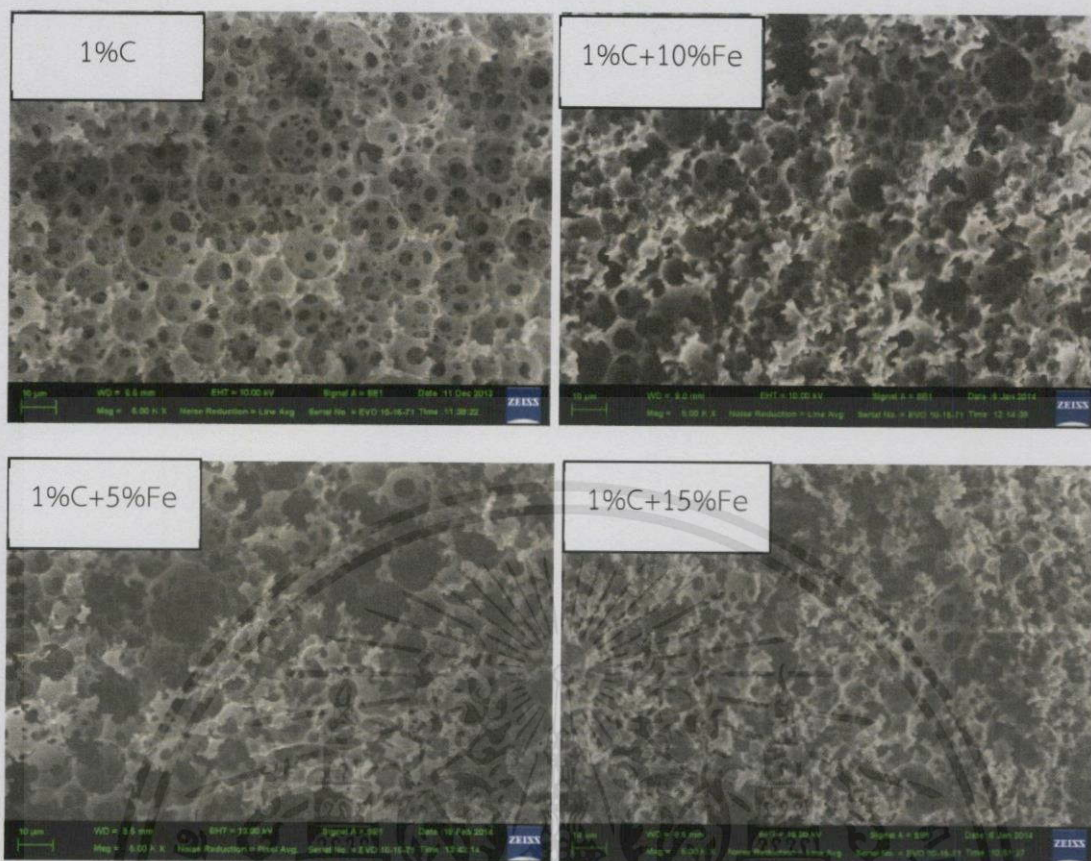
จากการศึกษาพบว่า การเติมผงถ่านกัมมันต์ร่วมกับเหล็กออกไซด์สามารถเพิ่มปริมาณรูพรุน และเพิ่มพื้นที่ผิวให้กับวัสดุผสม polyHIPEs ได้โดยพบว่าเมื่อเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ และเหล็กออกไซด์ 1%C+5%Fe ปริมาตรรูพรุนมีค่าใกล้เคียงกับวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่เติมสารเติมแต่ง คือ ร้อยละ 45.42 โดยปริมาตร แต่มีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้นเป็น 673.90 ตารางเมตรต่อกรัม โดยขนาดรูพรุนเฉลี่ยมีขนาดเล็กลง คือ 21 อังสตรอม และเมื่อยิ่งเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์เข้าไปในตัวอย่าง 1%C+10%Fe และ 1%C+15%Fe พบว่ายิ่งทำให้วัสดุมีปริมาตรรูพรุนลดลง ส่งผลให้พื้นที่ผิวลดน้อยลงตามไปด้วย ซึ่งผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 2.8 และจากรูป 2.30 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิด โดยวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ ในตัวอย่าง 1%C+5%Fe จะพบว่ามีขนาดรูพรุนที่หลากหลายกว่า ตัวอย่าง 1%C ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์เพียงอย่างเดียว โดยรวมมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยที่ใหญ่กว่า และมีขนาดกึ่งก้านพอลิเมอร์ใหญ่กว่า ทำให้มีปริมาณเนื้อสารเพิ่มมากขึ้น และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ดังเช่นตัวอย่าง 1%C+10%Fe และ 1%C+15%Fe พบว่าวัสดุที่ได้มีความซับซ้อนของขนาดรูพรุนเพิ่มมากขึ้น และปริมาณเนื้อสารก็มีมากขึ้นตามแนวโน้มของการเติมเหล็กออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.8 แสดงผลของปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนเฉลี่ยของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้จากเทคนิค BET [1]

ตัวอย่าง	Pore volume (%)	Surface area (m <sup>2</sup> /g)	Pore size (Å)
PolyHIPEs	45.72	420.20	30.38
1%C	86.17	707.90	19.09
1%Si	39.97	454.60	27.07
5%Fe	18.47	164.60	21.59
1%C+5%Fe	45.42	673.90	21.65
1%C+10%Fe	9.43	79.45	16.67
1%C+15%Fe	11.83	112.50	14.32
1%Si+5%Fe	64.94	667.90	24.23
1%Si+10%Fe	46.24	361.60	24.13
1%Si+15%Fe	22.86	210.40	19.15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.30 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ และเหล็กออกไซด์ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่กำลังขยายขนาด 5000 เท่า [1]

จากการศึกษาสมบัติเชิงกลพบว่า เมื่อมีการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียวในตัวอย่าง และเติมสารเติมแต่งสองชนิดในตัวอย่าง คือ คาร์บอน และเหล็กออกไซด์ทำให้สมบัติเชิงกลของวัสดุผสม polyHIPEs ดีขึ้น คือ มีค้ำยงมอดูลัสเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง แต่วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งซิลิกากับเหล็กออกไซด์จะได้ค้ำยงมอดูลัสที่ต่ำลง เนื่องจากทั้งซิลิกา และเหล็กออกไซด์มีการปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคด้วยกรดโอเลอิก ส่งผลให้เกิดการเชื่อมโยงภายในโครงสร้างไม่สมบูรณ์

การศึกษสมบัติแม่เหล็กพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์กับเหล็กออกไซด์ และวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมซิลิกากับเหล็กออกไซด์จะมีค่าแมกนีไทด์เซชันเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ โดยพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs 1%C+15%Fe และ 1%Si+15%Fe มีค่าแมกนีไทด์เซชันสูงสุดที่ 11.89 และ 12.87 emu/g ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการนำวัสดุผสม polyHIPEs และมาศึกษาการดูดซับโลหะหนักพบว่าตัวอย่างวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์กับถ่านกัมมันต์ สามารถดูดซับเหล็กที่ความเข้มข้นเริ่มต้น 3 ppm ได้ร้อยละ 97.67 และตัวอย่างวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์กับซิลิกาสามารถดูดซับเหล็กได้ร้อยละ 98.33 ดังแสดงในตารางที่ 2.9 แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสม polyHIPEs สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในดูดซับโลหะหนักได้

**ตารางที่ 2.9** แสดงค่าความเข้มข้นการดูดกลืนของสารละลายเหล็กก่อน และหลังการดูดซับด้วย polyHIPEs [1]

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นเริ่มต้น (ppm)	ความเข้มข้นหลังการดูดซับ (ppm)	ร้อยละการดูดซับของโลหะเหล็ก (%ppm)
1%C+15%Fe	3.00	0.07	97.67
1%Si+15%Fe	3.00	0.05	98.33

ซึ่งจากการศึกษาเอกสารทางวิชาการทำให้โครงงานพิเศษนี้มีความสนใจในการศึกษาการเตรียมเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง 2 ชนิด คือ ผงถ่านกัมมันต์ และเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนเมตรเพื่อเพิ่มสมบัติทางกายภาพและสมบัติแม่เหล็กให้กับวัสดุผสม polyHIPEs

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- |  |                                   |
|--|-----------------------------------|
| 3.1.1 ปีกเกอร์   | 3.1.11 หลอดฉีดยา                  |
| 3.1.2 กระบอกตวงสาร   | 3.1.12 อ่างน้ำมัน                 |
| 3.1.3 กรวยแยก  | 3.1.13 ชุดปั่นกวน                 |
| 3.1.4 บิวเรต   | 3.1.14 ชุดให้ความร้อน             |
| 3.1.5 ขวดสามคอ   | 3.1.15 ชุดซีอ็อกซ์เลทต์           |
| 3.1.6 ขวดปรับปริมาตร   | 3.1.16 เครื่องปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน |
| 3.1.7 แท่งแก้วคน   | 3.1.17 ตู้อบ                      |
| 3.1.8 กระจกนาฬิกา  | 3.1.18 เครื่องชั่งสาร             |
| 3.1.9 แผ่นอะลูมิเนียมฟอยด์   | 3.1.19 เทอร์มิเตอร์               |
| 3.1.10 ซ้อนตักสาร  |                                   |
| 3.1.20 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น EVO MA10 บริษัท Carl Zeiss                   |                                   |
| 3.1.21 เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากความร้อน (thermogravimetric analysis; TGA) รุ่น Pyris 1 TGA บริษัท Perkin Elmer |                                   |
| 3.1.22 เครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั่น (vibrating sample magnetometer; VSM) ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์        |                                   |
| 3.1.23 เครื่องอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectroscopy ; AAS) รุ่น AAS – 200 บริษัท Perkin Elmer        |                                   |

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 3.2 สารเคมี

- 3.2.1 น้ำปราศจากไอออน (de-ionized water)
- 3.2.2 สไตรีน (C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.3 ไทไวนิลเบนซีน (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.4 ซอร์บิทานโมโนลิเอท (C<sub>24</sub>H<sub>44</sub>O<sub>6</sub>, Span80) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.5 แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Riedel-deHaen
- 3.2.6 โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) บริสุทธิ์ 97% บริษัท Ajax Finechem
- 3.2.7 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริสุทธิ์ 97% บริษัท Carlo Erba
- 3.2.8 โซเดียมซัลเฟตแอนไฮไดรรัส (Anhydrous Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Carlo Erba
- 3.2.9 โพลีไดเอทิลลิดิเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Aldrich
- 3.2.9 เมทานอล (CH<sub>3</sub>OH) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.10 คลอโรฟอร์ม (CHCl<sub>3</sub>) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.11 กรดโอเลอิก (CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>7</sub>CH=CH(CH<sub>2</sub>)<sub>7</sub>COOH) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.12 เหล็กซัลเฟต (FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Carlo Erba
- 3.2.13 ผงถ่านกัมมันต์ (activated carbon) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.14 เหล็กออกไซด์ (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck (ขนาด <50 นาโนเมตร)
- 3.2.15 น้ำมันพาราฟิน (paraffin oil) บริษัท Lab system

## 3.3 กระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs

### 3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมโมโนเมอร์

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

1. ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 กรัม โดยเครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. นำโซเดียมไฮดรอกไซด์ใส่ในบีกเกอร์ เติมน้ำปราศจากไอออนแล้วคนให้ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรผ่านกรวยกรอง
3. ปรับปริมาตรด้วยที่หยดสารจนถึงขีดบอกปริมาตร ปิดจุกและกลับขวดขึ้นลงจนสารผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.3.1.2 การเตรียมสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน (การสกัดด้วยยับยั้งปฏิกิริยา)

1. ตวงสไตรีน หรือไดไวนิลเบนซีนใส่ในกรวยแยก จำนวน 25.00 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ที่เตรียมได้ ลงไปในกรวยแยก 25.00 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายเข้ากัน
3. ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น สำหรับสไตรีนด้านบนจะได้สไตรีนที่มีสีเหลืองอ่อน และชั้นล่างมีสีใสของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีตัวยับยั้งปฏิกิริยา ส่วนไดไวนิลเบนซีนด้านบนจะได้ ไดไวนิลเบนซีนที่มีสีเหลืองเข้ม และชั้นล่างเป็นสีน้ำตาลแดงของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีตัวยับยั้งปฏิกิริยา เมื่อแยกชั้นสมบูรณ์ให้ทำการไขสารที่อยู่ชั้นล่างทิ้ง ทำขั้นตอนนี้ซ้ำสองครั้ง
4. เติมน้ำปราศจากไอออนลงในกรวยแยก 25.00 มิลลิลิตร ขั้นตอนนี้ทำเพื่อกำจัดโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ปนเปื้อนในโมโนเมอร์ออก เขย่าให้สารละลายเข้ากันแล้วตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น เปิดสารที่อยู่ด้านล่างทิ้ง ทำขั้นตอนนี้นั้นกว่าสารละลายจะมีค่า pH เป็นกลาง
5. ทำการกำจัดน้ำส่วนเกินในโมโนเมอร์ออกด้วยการเติมโซเดียมซัลเฟตแอนไฮดรัส
6. เทโมโนเมอร์ที่ได้ใส่ไว้ในบีกเกอร์ และนำไปใช้ทันที

### 3.3.2 การเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก

เนื่องจากโมโนเมอร์ที่ใช้เป็นสารที่ไม่มีขั้ว แต่สารเติมแต่ง คือ เหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ ) อนุภาคนาโนเมตรที่เติมไปเพื่อเพิ่มสมบัติแม่เหล็กนั้นเป็นสารที่มีขั้ว ซึ่งไม่สามารถกระจายตัวอยู่ร่วมกันในเนื้อวัสดุได้ จึงจำเป็นต้องเคลือบผิวของสารเติมแต่งด้วยสารคู่ควบ (coupling agent) คือ กรดโอเลอิก เพื่อให้มีความมีขั้วหายไป และสามารถกระจายตัวอยู่ในเนื้อโมโนเมอร์ได้ โดยมีขั้นตอนการเคลือบดังต่อไปนี้

1. ชั่งเหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ ) จำนวน 1.000 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำคลอโรฟอร์ม (chloroform) ลงไป 5.00 มิลลิลิตร และเติมกรดโอเลอิก 5.00 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
3. เติมนเมทานอล 30.00 มิลลิลิตร
4. ทำการปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน
5. เทสารละลายทิ้ง เก็บตะกอนไว้ แล้วล้างตะกอนเหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ ) ที่มีกรดโอเลอิกที่เกินมาด้วยคลอโรฟอร์ม 5.00 มิลลิลิตรโดยการโซนิเคตเป็นเวลา 10 นาที
6. เติมนเมทานอล 30.00 มิลลิลิตร เพื่อให้เกิดการตกตะกอนอีกครั้งหนึ่ง
7. ทำข้อ 5-6 ซ้ำอีกสองครั้ง เพื่อกำจัดกรดโอเลอิกที่เคลือบอยู่ที่ผิวของ  $Fe_3O_4$  ที่เกินมา
8. นำสารที่ผ่านการเคลือบแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามใช้ข้อมูลไปเผยแพร่ต่อผู้อื่นโดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสารหรือแจ้งให้ทราบไปใช้

ชั่วโมง

9. ทำการบดเพื่อลดขนาดอนุภาคก่อนการนำไปใช้งาน  
แผนผังการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก แสดงดังรูปที่ 3.1

### 3.3.3 การเตรียมอิมัลชัน HIPEs

1. ตวงสไตรีน ไทไวนิลเบนซีน และ Span 80 ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.1 จากนั้นนำสารทั้งหมดใส่ลงไปในขวดก้นกลมสามคอ ขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนด้วยความเร็ว 750 รอบต่อนาที (rpm) เป็นเวลา 5 นาที

2. เติมโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจำนวนร้อยละ 3 โดยโมลของโมโนเมอร์ ลงในสารละลาย 0.034 M แคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ที่เตรียมโดยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นเติมวัฏภาคน้ำที่บรรจุอยู่ในบิวเรตตามอัตราส่วนร้อยละ 80 โดยปริมาตร ลงในขวดก้นกลมที่มีวัฏภาคน้ำอินทรีย์อยู่ ด้วยอัตราเร็ว 5.00 มิลลิลิตรต่อนาที

3. เมื่อทำการเติมวัฏภาคน้ำหมดแล้ว ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 10 นาที

4. จะได้สารอิมัลชันที่มีสีขาวขุ่น ลักษณะคล้ายน้ำสลัด

5. สำหรับการเตรียมวัสดุผสมเม็ด polyHIPEs นั้นจะทำการเตรียมอิมัลชัน HIPEs โดยการเติมสารเติมแต่งตามอัตราส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.3 ลงในวัฏภาคน้ำอินทรีย์ แล้วทำการปั่นกวนให้เข้ากัน จากนั้นจึงเติมวัฏภาคน้ำลงไป

แผนผังการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPEs แสดงดังรูปที่ 3.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์อีมีลชัน HIPEs

สภาวะ	Organic phase (20%vol)						Aqueous phase (80%vol)			
	Styrene		DVB		Span80		0.034 M CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O		Initiator K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	
	vol%	mL	vol%	mL	vol%	mL	vol%	mL	%mol	g
PolyHIPEs 1	40	6.00	40	6.00	20	3.00	80	60.00	3	0.76
PolyHIPEs 2	50	7.50	30	4.50	20	3.00				0.79
PolyHIPEs 3	60	9.00	20	3.00	20	3.00				0.80
PolyHIPEs 4	70	10.50	10	1.50	20	3.00				0.82



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากความเข้มข้นของสารละลายโพลีไดแอลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) ที่ใช้เป็นสารช่วยในการคงตัวในตัวอย่างที่ใช้ในการเกิดพอลิเมอร์เซชันนั้นมีผลต่อรูปร่าง และการเกิดเป็นเม็ด polyHIPEs ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาถึงผลของความเข้มข้นของ PDDAC ที่ใช้ในตัวอย่างเพื่อศึกษาผลของ PDDAC ที่มีผลต่อรูปร่างและลักษณะของเม็ด polyHIPEs โดยความเข้มข้นของสารละลายตัวอย่าง PDDAC ที่ใช้ ดังแสดงในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงอัตราส่วนความเข้มข้นของ PDDAC ที่ใช้เป็นตัวอย่างในการสังเคราะห์เม็ด polyHIPEs

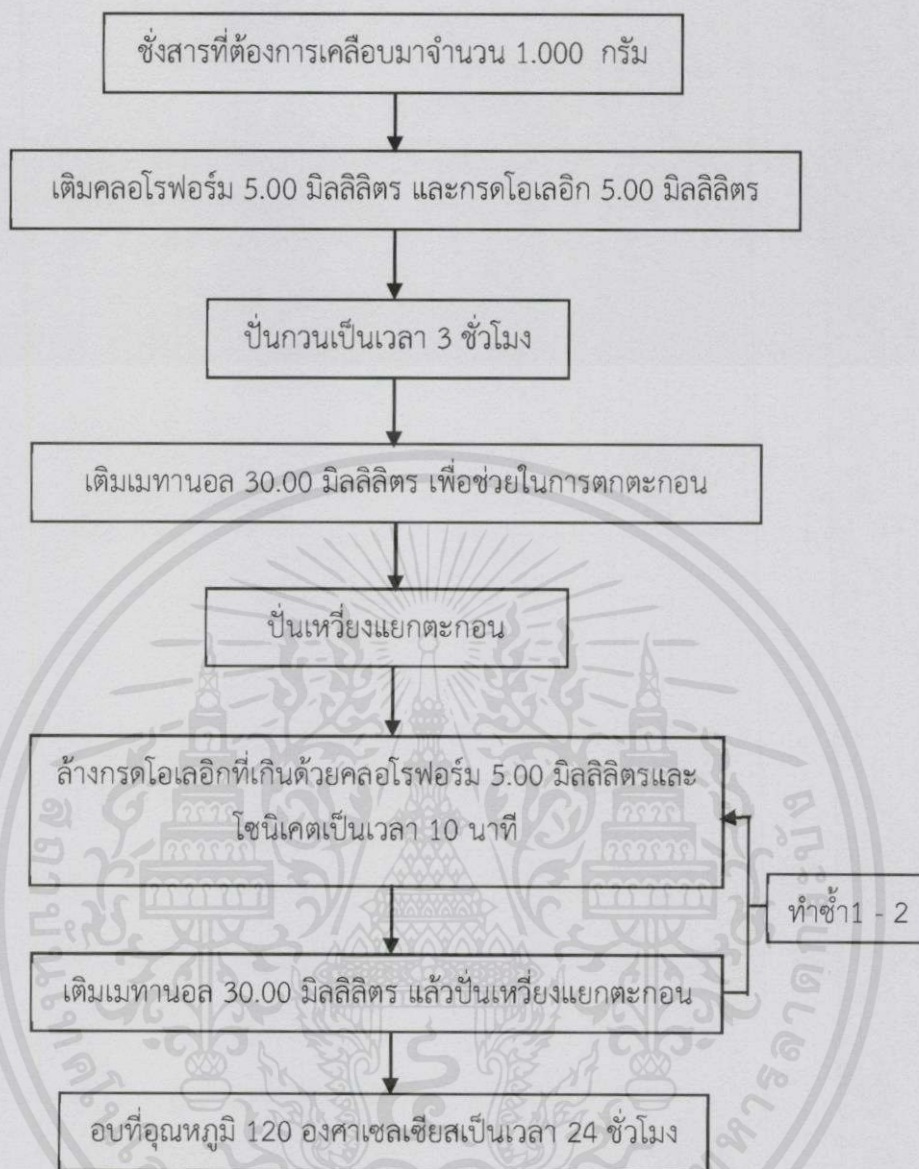
สภาวะ	อัตราส่วนวัฏภาคอินทรีย์		ความเข้มข้นของ PDDAC ในสารละลาย 100 mL		ปริมาณสารเติมแต่ง
	styrene (vol%)	DVB (vol%)	vol%	g	
polyHIPEs 5			0	0.0	-
polyHIPEs 6			2	10.0	-
polyHIPEs 7			2.5	12.5	-
polyHIPEs 8			3	15.0	-
polyHIPEs 9	เลือกจากตารางที่ 3.1		3.5	17.5	-
polyHIPEs 10			4	20.0	-
polyHIPEs 11			4.5	22.5	-
polyHIPEs 12			5	25.0	-

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.3 แสดงอัตราส่วนของสารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

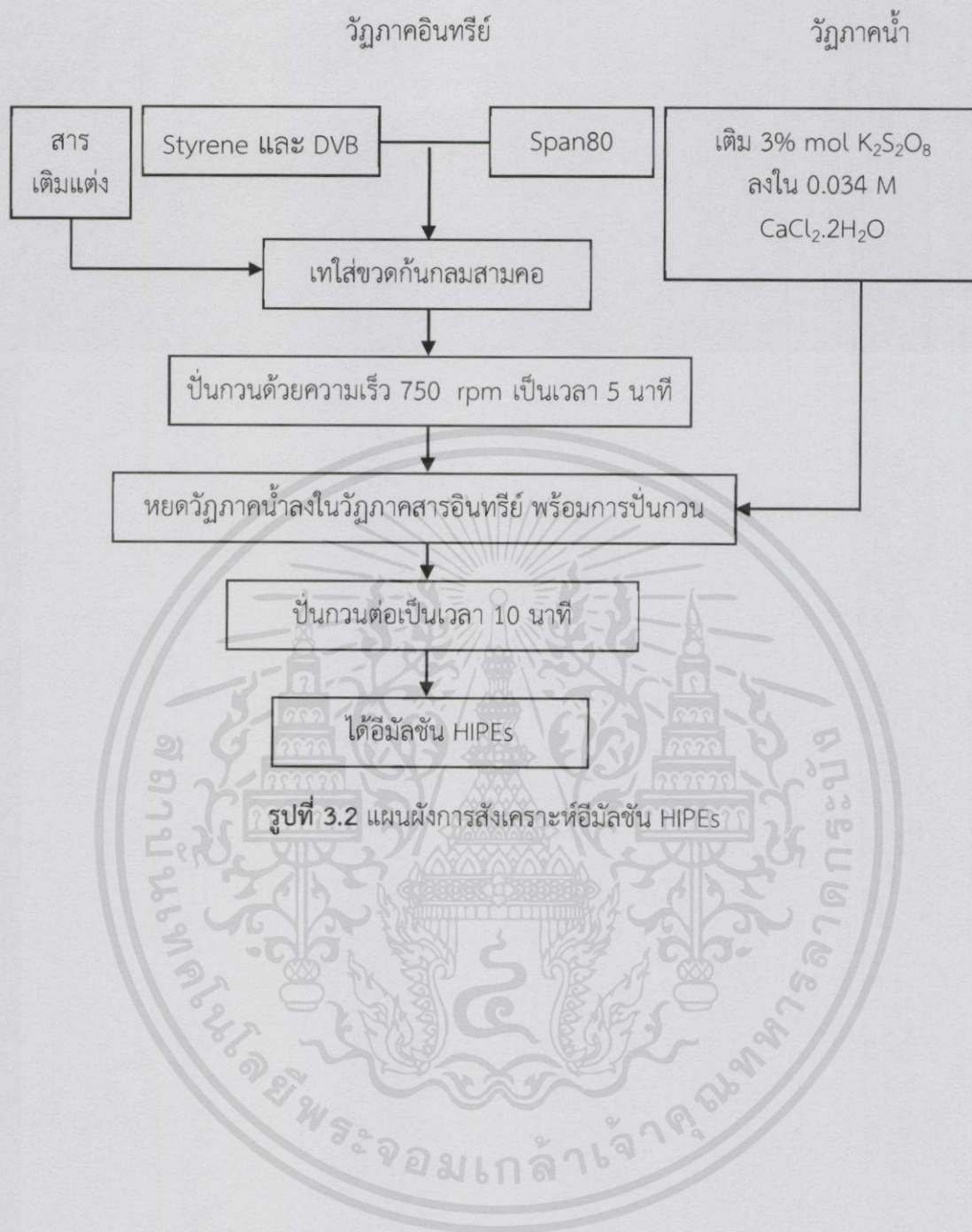
สภาวะ	อัตราส่วนวัฏภาค อินทรีย์		ความเข้มข้น ของ PDDAC ในสารละลาย 100 mL		ปริมาณสารเติมแต่ง			
					activated carbon		Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (<50 nm)	
	styrene (vol%)	DVB (vol%)	vol%	g	wt%	g	wt%	g
0.5%C					0.5	0.054	-	-
1%C					1.0	0.108	-	-
1%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>					-	-	1	0.114
0.5%C+1%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	เลือกจากตารางที่ 3.1		เลือกจาก ตารางที่ 3.2		0.5	0.054	1	0.114
0.5%C+3%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>					0.5	0.054	3	0.344
0.5%C+5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>					0.5	0.054	5	0.573
1%C+5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>					1.0	0.108	5	0.573

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 แผนผังขั้นตอนการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 "ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้"

### 3.3.4 การเตรียมเม็ด polyHIPEs

1. เตรียมสารละลายตัวกลาง 100 มิลลิลิตรโดยการละลายสารละลายโพลีได-แอลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) 17.5 กรัม ในน้ำปราศจากไอออน 82.5 กรัม เพื่อช่วยในการคงตัว นำสารละลายตัวกลางที่อยู่ในบีกเกอร์ไปให้ความร้อนจนในอ่างน้ำมันจมนีออนที่มีอุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส

2. นำหลอดฉีดยาขนาด 10 มิลลิลิตร ดูดอีมีลชัน HIPEs ที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่

3.3.3 ใส่ในกระบอกฉีดยา แล้วค่อย ๆ หยดอีมีลชัน HIPEs ลงในสารละลายตัวกลาง

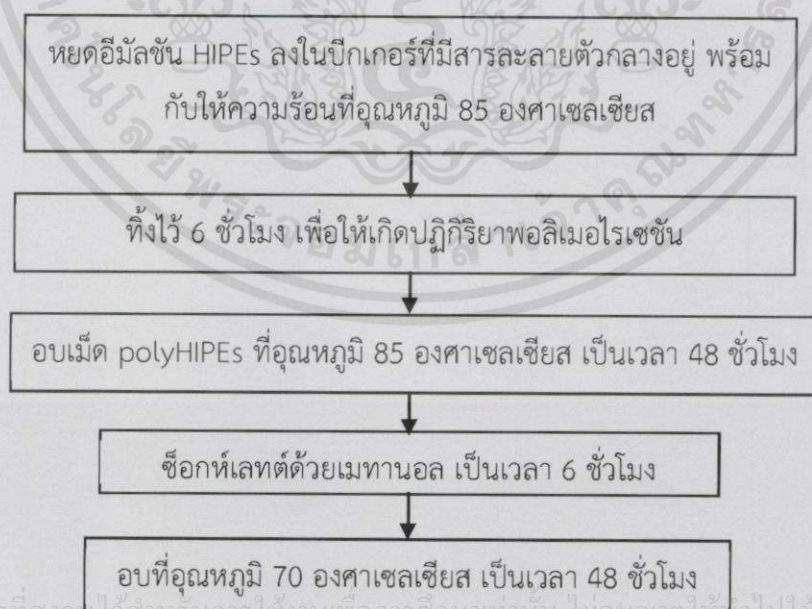
3. รักษาอุณหภูมิของสารละลายตัวกลางไว้ที่ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้อีมีลชัน HIPEs เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันอย่างสมบูรณ์ ได้เป็นเม็ด polyHIPEs ขึ้น

4. นำเม็ด polyHIPEs ที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

5. ทำการกำจัดเศษวัสดุหรือสารที่ตกค้างที่อยู่ในรูพรุนภายในโครงสร้างของ polyHIPEs โดยการสกัดแบบซ็อกซ์เลทต์ (soxhlet) ด้วยเมทานอล เป็นเวลา 6 ชั่วโมง โดยขั้นตอนและวิธีการซ็อกซ์เลทต์ได้อธิบายอย่างละเอียดในหัวข้อที่ 3.3.5

6. นำวัสดุที่ได้ไปทำให้แห้ง โดยการอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จนน้ำหนักคงที่

แผนผังการเตรียมเม็ด polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ดังแสดงในรูป 3.3



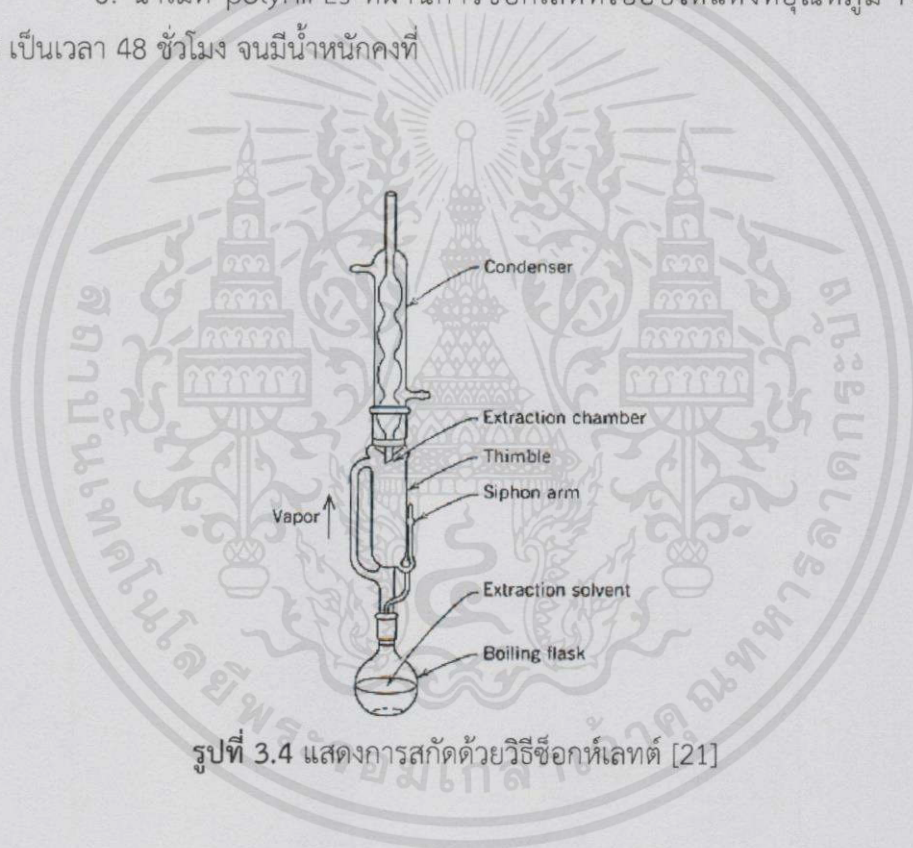
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรณีใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น

รูปที่ 3.3 แผนผังการเตรียมเม็ด polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

### 3.3.5 ขั้นตอนการซ็อกซ์เลทต์ (Soxhlet)

1. นำเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่ได้ใส่ลงไปในถุงลวดตาข่ายสำหรับการซ็อกซ์เลทต์
2. เติมน้ำมันอล ลงไปในขวดก้นกลม
3. ต่อขวดก้นกลมเข้ากับชุดซ็อกซ์เลทต์และคอนเดนเซอร์ แล้วทำการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ด้วยเตาให้ความร้อนแบบหลุมที่อยู่ด้านล่างของขวดก้นกลมดังรูปที่ 3.4
4. เปิดน้ำผ่านคอนเดนเซอร์ให้มีการไหลผ่านของน้ำอย่างเหมาะสม โดยสังเกตจากอัตราการระเหยของเมทานอล
5. ทำการซ็อกซ์เลทต์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง
6. นำเม็ด polyHIPEs ที่ผ่านการซ็อกซ์เลทต์ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จนมีน้ำหนักคงที่



รูปที่ 3.4 แสดงการสกัดด้วยวิธีซ็อกซ์เลทต์ [21]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.4 การทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก

ในโครงการพิเศษนี้ได้นำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้มาทำการทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก โดยโลหะหนักในที่ใช้ในการทดสอบการดูดซับ คือ เหล็กที่เตรียมขึ้นจากสารละลายเหล็กซัลเฟต โดยมีขั้นตอนการทดสอบ ดังนี้

#### 3.4.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐาน และการสร้างกราฟมาตรฐาน

1. เตรียมสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm โดยทำการปิเปตสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 1000 ppm มา 10.00 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

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

3. นำสารละลายเหล็กมาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ ที่ได้จากข้อ 2 มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectroscopy; AAS)

4. ทำการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและค่าความเข้มข้น เพื่อใช้ในการเทียบวิเคราะห์สารตัวอย่าง

#### 3.4.2 การเตรียมสารตัวอย่าง และการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

1. เตรียมขึ้นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs จำนวน 0.1 กรัม

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

3. เตรียมสารละลายเหล็กซัลเฟต เข้มข้น 15 ppm ทำการปิเปตสารละลายเหล็กซัลเฟตเข้มข้น 150 ppm มา 10 มิลลิลิตร แล้วใส่ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร

4. ใส่เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมไว้ ลงในบีกเกอร์ขนาด 25 มิลลิลิตร

5. เทสารละลายเหล็กซัลเฟตที่เตรียมไว้ลงไป แล้วแช่ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

6. เมื่อครบกำหนดกรองเอาสารละลายออก จากนั้นนำไปวัดปริมาณความเข้มข้นเหล็กที่เหลืออยู่ด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (AAS)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

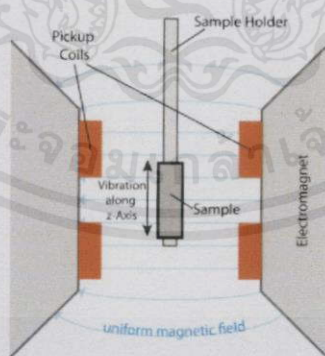
### 3.5 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ และโครงสร้างทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อน สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับโลหะหนักของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

เมื่อทำการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs แล้วจะนำวัสดุที่ได้ไปทดสอบสมบัติด้านต่าง ๆ ดังนี้ คือ สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อน และสมบัติแม่เหล็ก

#### 3.5.1 การตรวจสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่อง Vibrating sample magnetometer (VSM)

การตรวจสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กสามารถทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค VSM โดยเทคนิคนี้สารตัวอย่างจะบรรจุในแท่งใส่สารตัวอย่างรูปทรงกระบอก จากนั้นนำไปวางในบริเวณที่มีสนามแม่เหล็กส่งผ่านตลอดเวลา ดังแสดงในรูป 3.5 โดยสนามแม่เหล็กจะถูกสร้างขึ้น และควบคุมโดยแท่งแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnet) ที่อยู่ด้านข้าง เมื่อสารตัวอย่างอยู่ในสนามแม่เหล็กจะถูกทำให้เกิดสภาพแม่เหล็กหรือเรียกว่าถูกแมกนีไทซ์ (magnetized) โดยสารตัวอย่างที่ถูกแมกนีไทซ์จะสร้างฟลักซ์ (flux) แม่เหล็กตัดผ่าน (ตามกฎของฟาราเดย์) ความต่างศักย์ที่ได้จะถูกนำมาใช้ในการคำนวณและวัดค่าโมเมนต์แม่เหล็ก (magnetic moment) หากวัสดุมีสมบัติการเป็นแม่เหล็กในระหว่างทำการวิเคราะห์วัสดุจะเกิดการสั่น หรือการเคลื่อนที่ทำให้ได้ค่าโมเมนต์แม่เหล็กเกิดขึ้น

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาโดยใช้สภาวะทดสอบ คือ ทำการทดสอบในช่วงความเข้มของสนามแม่เหล็ก -7000 ถึง 7000 Oersteds (Oe) และทำการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง

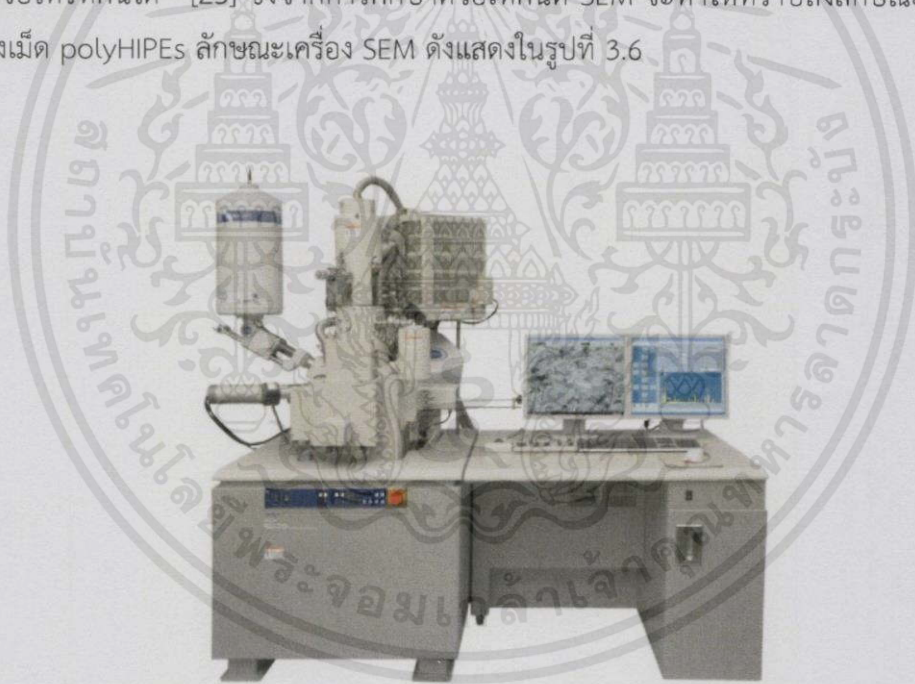


รูปที่ 3.5 แสดงโครงสร้างหลักของ vibrating sample magnetometer (VSM) [22]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.5.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Scanning electron microscope (SEM)

ในโครงการพิเศษนี้ได้นำเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์ที่ได้มาตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) หลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของ ลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์ และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไป และสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอตริทัศน์ได้ [23] ซึ่งจากการศึกษาด้วยเทคนิค SEM จะทำให้ทราบถึงลักษณะสัณฐานวิทยาของเม็ด polyHIPEs ลักษณะเครื่อง SEM ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 แสดงภาพเครื่อง scanning electron microscope (SEM) [24]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.5.3 การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric analysis (TGA)

การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุโดยใช้ TGA เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุโดยเฉพาะพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อน โดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องซึ่งที่มีความไวสูง โดยลักษณะเครื่อง TGA ดังแสดงในรูปที่ 3.7 เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือการระเหยของน้ำ การตกผลึก การเปลี่ยนวัฏภาคการสลายตัวของวัสดุ และการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน ในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค TGA ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องซึ่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยอุปกรณ์ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในที่ใช้ อาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการสลายตัว หรือการเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ ของสารตัวอย่าง [25] ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาโดยใช้สภาวะทดสอบ คือ ทำการทดสอบในสภาวะบรรยากาศไนโตรเจน โดยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ คือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และเริ่มต้นการศึกษาที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.7 แสดงภาพเครื่อง thermogravimetric analysis (TGA) [26]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

### 3.5.4 การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectrometer; AAS)

การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรสโกปี (AAS) เทคนิค AAS เป็นเทคนิคที่สามารถใช้วิเคราะห์หาปริมาณโลหะได้มากถึง 70 ธาตุ ระดับความเข้มข้นที่วิเคราะห์ได้อยู่ในระดับ ppm (part per million; หนึ่งในล้านส่วน) ลักษณะเครื่อง AAS ดังแสดงในรูปที่ 3.8 หลักการของเทคนิคนี้ คือ อิเล็กตรอนที่อยู่ภายในอะตอม เมื่อได้รับพลังงานจะดูดกลืนพลังงาน และเปลี่ยนวงโคจรไปอยู่ในวงโคจรใหม่ที่ระดับพลังงานสูงขึ้นกว่าเดิม ซึ่งพลังงานที่ให้กับอะตอมจะเป็นพลังงานแสงที่มีความจำเพาะกับธาตุแต่ละชนิด โดยค่าการดูดกลืนแสงมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความเข้มข้นของโลหะ เมื่อโลหะมีความเข้มข้นมากจะดูดกลืนพลังงานแสงได้มาก ในทางตรงข้ามหากโลหะมีปริมาณน้อยก็จะดูดกลืนพลังงานแสงได้น้อย เป็นไปตามกฎของเบียร์แลมเบิร์ต (Beer-Lambert law) ในการวิเคราะห์จะทำการเปลี่ยนรูปของโลหะที่ปนอยู่ในสารละลายตัวอย่าง ให้กลายเป็นอะตอมโดยใช้พลังงานจากเปลวไฟด้วยส่วนสร้างอะตอม (atomizer) อะตอมที่เกิดขึ้นจะดูดกลืนพลังงานแสงที่ได้จากแหล่งกำเนิดแสง (radiation source) หลังจากนั้นแสงที่ผ่านการดูดกลืนแล้วจะถูกเลือกเฉพาะความยาวคลื่นที่จำเพาะกับธาตุแต่ละชนิด และถูกตรวจวัดด้วยเครื่องตรวจวัด (detector) เพื่อเปลี่ยนจากสัญญาณแสงเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า จากนั้นเข้าไปที่หน่วยขยายสัญญาณ (amplifier) และถูกประมวลผลด้วยคอมพิวเตอร์ (signal processor) เมื่อทราบค่าการดูดกลืนแสงจากสารตัวอย่างแล้วจะสามารถทราบความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้จากการเทียบกราฟมาตรฐาน [27]

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาโดยใช้สภาวะทดสอบ คือ ศึกษาการดูดซับของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs สารละลายเหล็กซัลเฟตที่มีความเข้มข้น 15 ppm ที่อุณหภูมิห้อง และใช้สารละลายมาตรฐานเหล็กที่มีความเข้มข้น 0.10 0.50 1.00 2.00 และ 3.00 ppm สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน



รูปที่ 3.8 แสดงภาพเครื่อง atom absorption spectrometer (AAS) [28]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในบทนี้ได้นำเสนอผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs โดยได้ทำการศึกษาผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs และผลของการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน จากนั้นนำเม็ดวัสดุที่สังเคราะห์ได้ไปทำการศึกษสมบัติทางกายภาพ สัณฐานวิทยา สมบัติความเป็นแม่เหล็ก และสมบัติการเป็นตัวดูดซับโลหะหนักตามลำดับ

#### 4.1 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs

##### 4.1.1 ศึกษาอัตราส่วนของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์

###### 4.1.1.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต

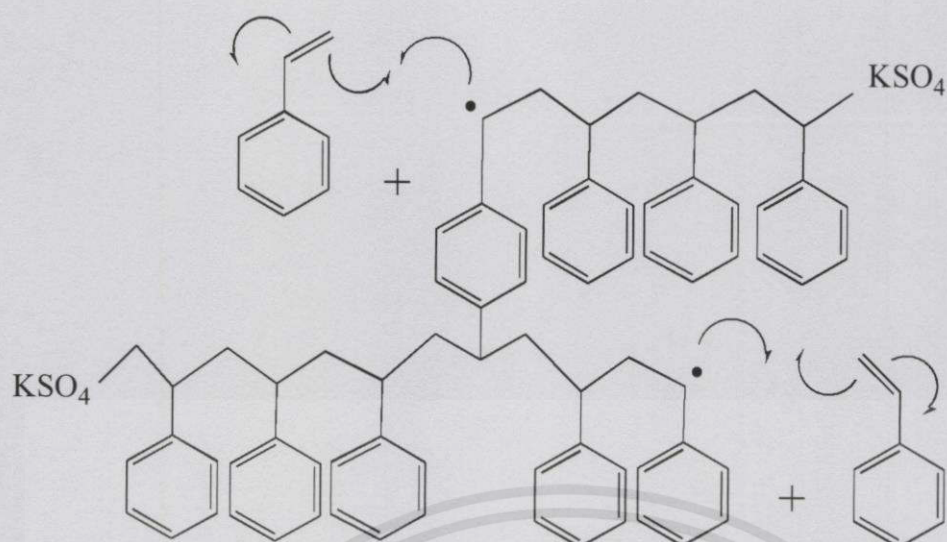
โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs จากระบบอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil emulsion) โดยใช้วัฏภาคสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคของน้ำในอัตราส่วนร้อยละ 20 ต่อ 80 โดยปริมาตร ใช้สไตรีนและไดไวนิลเบนซีนเป็นโมโนเมอร์ ใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ใช้ Span80 เป็นสารลดแรงตึงผิว และใช้โพลีไดแอลกิลโดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) เป็นสารเพิ่มความคงตัวของอิมัลชัน HIPEs ในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมโรเซชันในตัวกลาง เพื่อให้เกิดเป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ขึ้น โดยปริมาณสารตั้งต้นและอัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs ได้แสดงในตารางที่ 3.1 เมื่อนำเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนในวัฏภาคสารอินทรีย์ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต ซึ่งผลที่ได้จะแสดงในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.3 เมื่อพิจารณาลักษณะของเม็ดวัสดุ polyHIPEs พบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนเท่ากันที่ 40 ต่อ 40 โดยปริมาตร (polyHIPEs 1) จะทำให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เกาะรวมตัวกันเป็นก้อนขนาดใหญ่ มีความเปราะและมีความเป็นขอล็กสูง โดยความเป็นขอล็กอธิบายได้จากลักษณะของเม็ดที่มีความร่วนเป็นผง โดยเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนเป็น 50 ต่อ 30 (polyHIPEs 2) และ 60 ต่อ 20 (polyHIPEs 3) โดยปริมาตร พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ได้เกาะรวมตัวกันเป็นก้อน มีลักษณะคล้ายโฟม และยังมีความเป็นขอล็กสูงอยู่ จากนั้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนเป็น 70 ต่อ 10 โดยปริมาตร (polyHIPEs 4) พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ได้แยกตัวเป็นเม็ด มีลักษณะคล้ายโฟม และมีความเป็นขอล็กน้อย ซึ่งความเป็นขอล็กที่สูงที่พบในตัวอย่างที่มีการใช้อัตราส่วนของสายโซ่หลัก คือ สไตรีนและไดไวนิลเบนซีนที่ใช้เป็นสาร

เชื่อมโยงสายโซ่ที่ใกล้เคียงกัน (polyHIPEs 1 2 และ 3) น่าจะเป็นผลมาจากเมื่อมีอัตราส่วนของสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนที่ใกล้เคียงกันจะทำให้เกิดการเชื่อมโยงระหว่างสายโซ่หลักและสารเชื่อมโยงสูง ซึ่งอาจเกิดการโยกย้ายสายโซ่ (chain transfer) คือ การที่อนุมูลอิสระของสายโซ่หลักที่อยู่ในขั้นแผ่ขยาย (propagation) ไปจับกับสายโซ่อื่นที่มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่า ทำให้สายโซ่หลักนั้นสิ้นสุดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันเร็ว [14] โดยลักษณะสายโซ่ที่สิ้นสุดการเชื่อมโยงอาจมี 2 รูปแบบ ดังแสดงในรูป 4.1 ส่งผลให้ได้วัสดุที่เกิดการเชื่อมต่อกันของเม็ดพอลิเมอร์ที่มีสายโซ่ไม่ยาวนัก และมีความแข็งแรงต่ำ ดังนั้นเมื่อทดสอบด้วยการสัมผัสจึงส่งผลให้พอลิเมอร์ที่เป็นเม็ดเล็ก ๆ ที่เรียงตัวอยู่หลุดออกมาในลักษณะผงขอลค์ และเมื่อทำการเพิ่มอัตราส่วนของสไตรีนที่เป็นโมโนเมอร์หลักในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polyHIPEs 4) จะทำให้โอกาสของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่มีการเชื่อมโยงระหว่างสายโซ่หลักของพอลิเมอร์คือสไตรีนมากขึ้น กลไกแสดงปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนของโมโนเมอร์สไตรีนมากกว่าไดไวนิลเบนซีนในดังแสดงในรูปที่ 4.2 ซึ่งจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นทำให้ได้เป็นพอลิเมอร์ที่เกิดจากการเชื่อมโยงของสายโซ่ที่มีโมเลกุลยาว มีกิ่งก้านน้อย และมีอันดับการพอลิเมอไรเซชันที่สูง (degree of polymerization) จึงทำให้เนื้อพอลิเมอร์ที่ได้มีความแข็งแรงมีลักษณะคล้ายโฟมและมีความเป็นขอลค์ที่ลดลง



รูปที่ 4.1 แสดงกลไกการโยกย้ายสายโซ่ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนของโมโนเมอร์สไตรีนใกล้เคียงกับโมโนเมอร์ไดไวนิลเบนซีน (polyHIPEs 1 2 และ 3)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

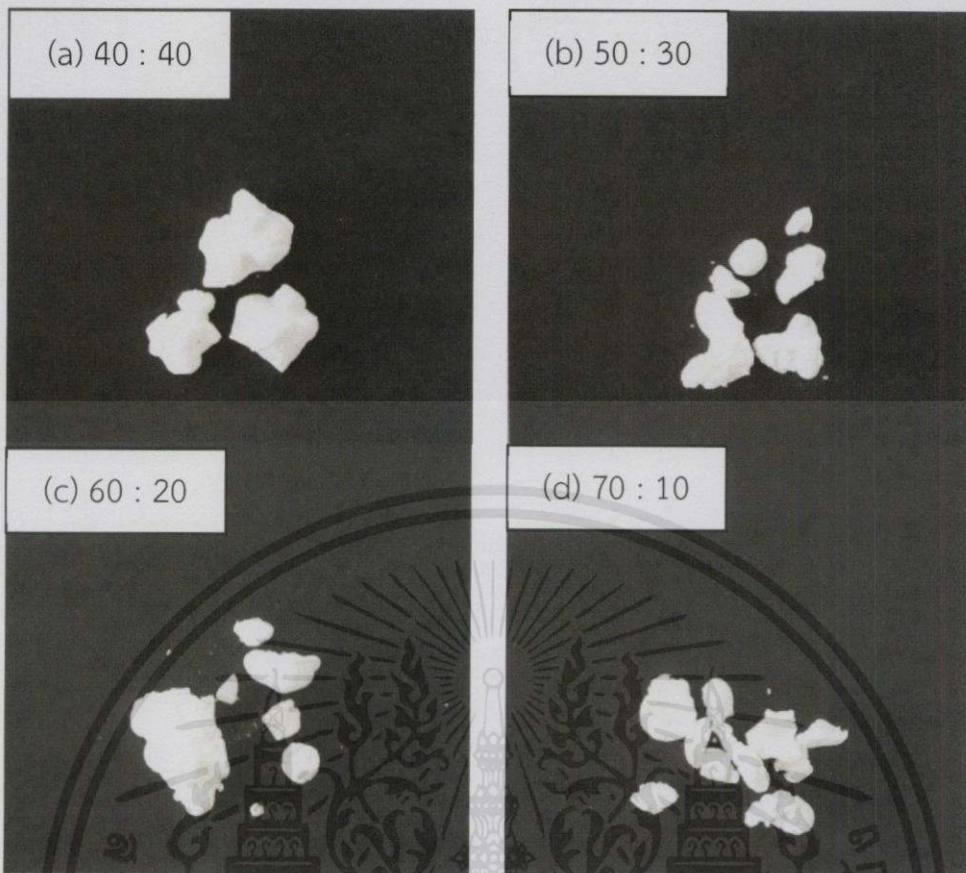


รูปที่ 4.2 แสดงกลไกปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีอัตราส่วนของโมโนเมอร์ สไตรีนมากกว่าโมโนเมอร์ไดไวโนลเบนซีน (polyHIPEs 4)

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs เมื่อใช้อัตราส่วนของสารตั้งต้น ในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน

สถานะ	วิญภาคสารอินทรีย์ (vol%)			ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้
	Styrene	DVB	Span80	
polyHIPEs 1	40	40	20	เป็นก้อนขนาดใหญ่ มีสีขาว มีความเปราะ และมีความเป็นขอล็กมาก
polyHIPEs 2	50	30	20	เป็นก้อนขนาดปานกลาง มีสีขาว มีลักษณะคล้ายโฟม และมีความเป็นขอล็กมาก
polyHIPEs 3	60	20	20	เป็นก้อนขนาดปานกลาง มีสีขาว มีลักษณะคล้ายโฟม และมีความเป็นขอล็กปานกลาง
polyHIPEs 4	70	10	20	เป็นเม็ดขนาดเล็ก มีสีขาว มีลักษณะคล้ายโฟม และมีความเป็นขอล็กน้อย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 แสดงภาพถ่ายของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากอัตราส่วนของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนที่ต่างกัน (a) polyHIPEs 1 40 : 40 โดยปริมาตร (b) polyHIPEs 2 50 : 30 โดยปริมาตร (c) polyHIPEs 3 60 : 20 โดยปริมาตร และ (d) polyHIPEs 4 70 : 10 โดยปริมาตร

#### 4.1.1.2 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนโดยปริมาตรของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนที่แตกต่างกัน ที่กำลังขยาย 600 เท่า และ 1000 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.4 และขนาดของรูพรุนและขนาดของรูพรุนภายในที่วัดได้จากภาพถ่าย SEM ดังแสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารตั้งต้นโมโนเมอร์สไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนที่อัตราส่วนต่าง ๆ มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นวัสดุที่มีรูพรุนสูงที่เกิดจากการเชื่อมโยงของกิ่งก้านพอลิเมอร์ที่เป็นวัฏภาคภายนอกอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของวัสดุ polyHIPEs โดยเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของสไตรีนเพิ่มมากขึ้นจะส่งผลให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีขนาดรูพรุน (pore size) ที่มีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้น และมีขนาดรูพรุนภายใน (pore throat) มีแนวโน้มที่ลดลง โดยที่อัตราส่วนของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนเท่ากับ 70 ต่อ 10 โดยปริมาตร (polyHIPEs 4) พบว่าได้วัสดุที่มีขนาดของรูพรุนที่สม่ำเสมอโดยมีขนาดรูพรุนที่เล็กที่สุดเป็น  $16.68 \pm 4.43$  ไมโครเมตร และมีรูพรุนภายในเป็น  $4.06 \pm 1.29$  ไมโครเมตร

จากผลของการสังเกตลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และผลของการศึกษา  
 สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบว่าการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs จากสภาวะที่ใช้วัฏภาค  
 อินทรีย์ที่มีอัตราส่วนสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนเท่ากับ 70 ต่อ 10 โดยปริมาตร คือ สภาวะที่ดีที่สุด  
 เนื่องจากได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีลักษณะเป็นเม็ดขนาดเล็กและมีความเป็นขอล็กน้อย นอกจากนี้  
 ยังมีรูพรุนที่มีความสม่ำเสมอ ดังนั้นจึงได้เลือกใช้สภาวะในการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs โดยการ  
 ใช้อัตราส่วนของสารตั้งต้นสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนเป็น 70 ต่อ 10 โดยปริมาตร

ตารางที่ 4.2 แสดงขนาดของรูพรุน (pore size) และ ขนาดของรูพรุนภายใน (pore throat) โดย  
 เฉลี่ยของเม็ดวัสดุ polyHIPEs

สภาวะ	อัตราส่วนสไตรีน ต่อไดไวนิลเบนซีน (vol : vol)	Pore size $\pm$ SD ( $\mu\text{m}$ )	Pore throat $\pm$ SD ( $\mu\text{m}$ )
polyHIPEs 1	40 : 40	28.04 $\pm$ 9.19	5.67 $\pm$ 2.00
polyHIPEs 2	50 : 30	21.61 $\pm$ 5.03	5.07 $\pm$ 1.37
polyHIPEs 3	60 : 20	21.99 $\pm$ 7.12	4.44 $\pm$ 1.53
polyHIPEs 4	70 : 10	16.68 $\pm$ 4.43	4.06 $\pm$ 1.29

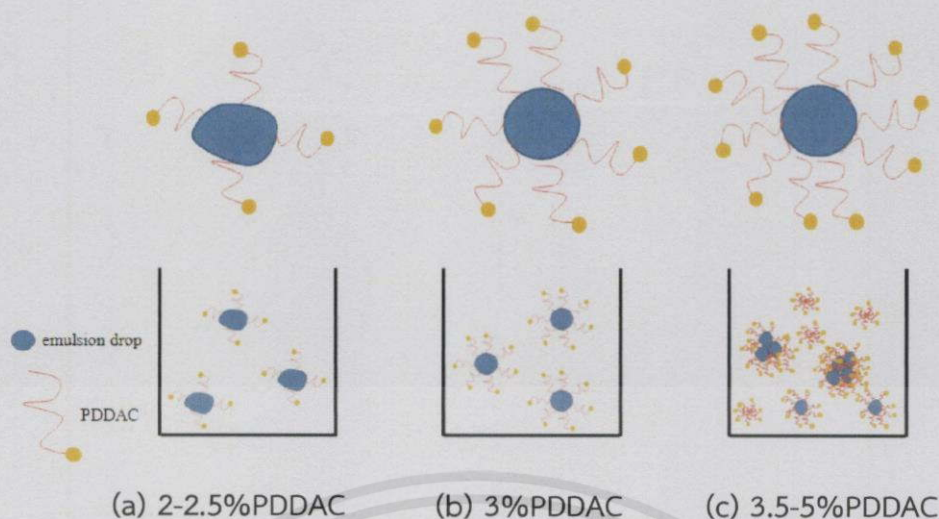
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



#### 4.1.2 ศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลาย PDDAC ที่ใช้เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน

ในขั้นตอนการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs นั้น จำเป็นต้องมีการใช้สารละลาย PDDAC เพื่อเป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ทำให้อิมัลชัน HIPEs ที่หยดลงไปในสารละลายตัวกลางยังคงรูปและสามารถเกิดเป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ได้ โดย PDDAC เป็นพอลิเมอร์มีขั้วที่มีประจุบวก จะทำหน้าที่เป็นสารเพิ่มความคงตัวของอิมัลชัน HIPEs ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ดังนั้นจึงได้ทำการศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายตัวกลาง PDDAC ที่ความเข้มข้นในช่วงร้อยละ 0 ถึง 5 โดยปริมาตร ที่มีต่อลักษณะของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.6 โดยพบว่าสภาวะที่ดีที่สุดที่ทำให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีลักษณะเป็นเม็ดทรงกลมขนาดเล็กที่สม่ำเสมอและไม่เกาะรวมกันในระหว่างที่เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันในสารละลายตัวกลาง คือ การสังเคราะห์โดยใช้สารละลายตัวกลาง PDDAC ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยปริมาตร (polyHIPEs8) โดยผลที่ได้น่าจะเป็นผลมาจากที่สภาวะของ PDDAC ที่ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยปริมาตร มีปริมาณไมเซลล์ที่เหมาะสมที่อยู่ล้อมรอบหยดอิมัลชัน HIPEs ทำให้อิมัลชัน HIPEs สามารถคงสภาพความเป็นเม็ดอยู่ได้ โดยถ้ามีปริมาณของไมเซลล์มากเกินไป (PDDAC เข้มข้นร้อยละ 3.5 ถึง 5 โดยปริมาตร; polyHIPEs9-12) ทำให้ไมเซลล์ที่เกิดขึ้นมีพื้นที่การกระจายตัวน้อย จึงมีโอกาสน้ำไม-เซลล์จะเคลื่อนที่เข้ามาใกล้และเกิดการรวมตัวกันจนถึงให้หยดอิมัลชัน HIPEs ให้เข้ามาชิดกัน ส่งผลให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ หรือถ้ามีปริมาณไมเซลล์น้อยเกินไป (PDDAC เข้มข้นร้อยละ 0 ถึง 2.5 โดยปริมาตร; polyHIPEs5-7) จะทำให้มีปริมาณไมเซลล์ไม่เพียงพอที่จะช่วยพยุงให้หยดอิมัลชัน HIPEs คงสภาพความเป็นเม็ดได้ ส่งผลให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีลักษณะที่แผ่เป็นแผ่น [29] รูปที่ 4.5 แสดงภาพจำลองการเกิดไมเซลล์และการเกิดเป็นเม็ดหยดอิมัลชัน HIPEs ในสารละลายตัวกลาง PDDAC ที่ความเข้มข้นต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น "ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า" ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

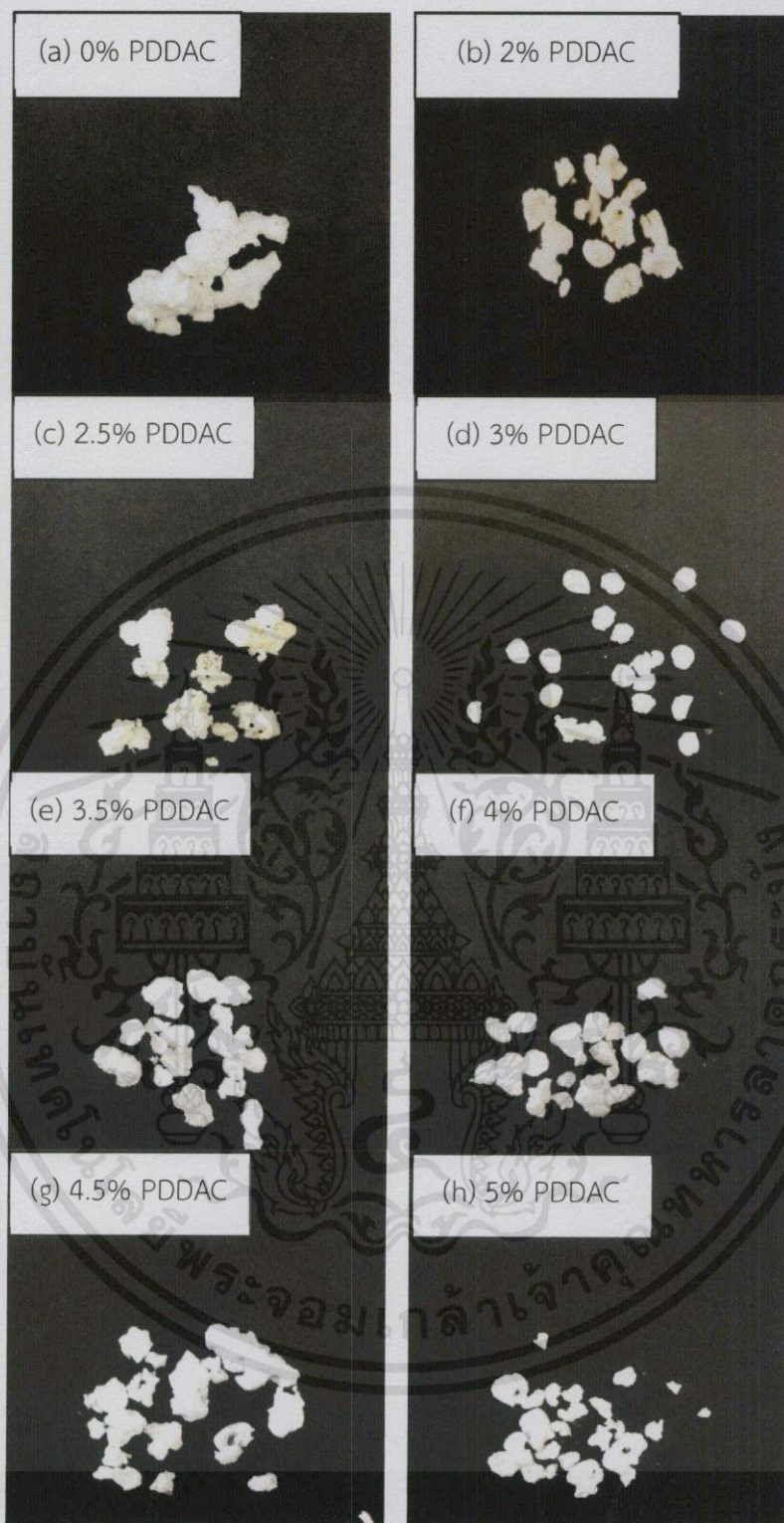


รูปที่ 4.5 แสดงภาพจำลองการเกิดไมเซลล์และการเกิดเป็นเม็ดหยดอิมัลชัน HIPEs ในสารละลายตัวกลาง PDDAC ที่ความเข้มข้น (a) 2-2.5%PDDAC (b) 3%PDDAC และ(c) 3-3.5%PDDAC

ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะทางกายภาพของเม็ด polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายตัวกลาง PDDAC ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

สถานะ	PDDAC (vol%)	ลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเกตได้
polyHIPEs 5	0	เกาะกลุ่มกันเป็นแผ่นขนาดใหญ่
polyHIPEs 6	2	เกาะกลุ่มกันเป็นก้อนขนาดใหญ่
polyHIPEs 7	2.5	เกาะกลุ่มกันเป็นก้อนขนาดใหญ่
polyHIPEs 8	3	เป็นเม็ดทรงกลมขนาดเล็กสม่ำเสมอ
polyHIPEs 9	3.5	เป็นเม็ดค่อนข้างกลมขนาดใหญ่ เกาะกลุ่มกันเป็นก้อน
polyHIPEs 10	4	เป็นเม็ดค่อนข้างกลมขนาดใหญ่ เกาะกลุ่มกันเป็นก้อน
polyHIPEs 11	4.5	เกาะกลุ่มกันเป็นก้อนขนาดใหญ่
polyHIPEs 12	5	เกาะกลุ่มกันเป็นก้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 แสดงลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลาย PDDAC ที่ใช้เป็นตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่ความเข้มข้นต่าง ๆ (a) 0% โดยปริมาตร (b) 2% โดยปริมาตร (c) 2.5% โดยปริมาตร (d) 3% โดยปริมาตร (e) 3.5% โดยปริมาตร (f) 4% โดยปริมาตร (g) 4.5% โดยปริมาตร และ (h) 5% โดยปริมาตร

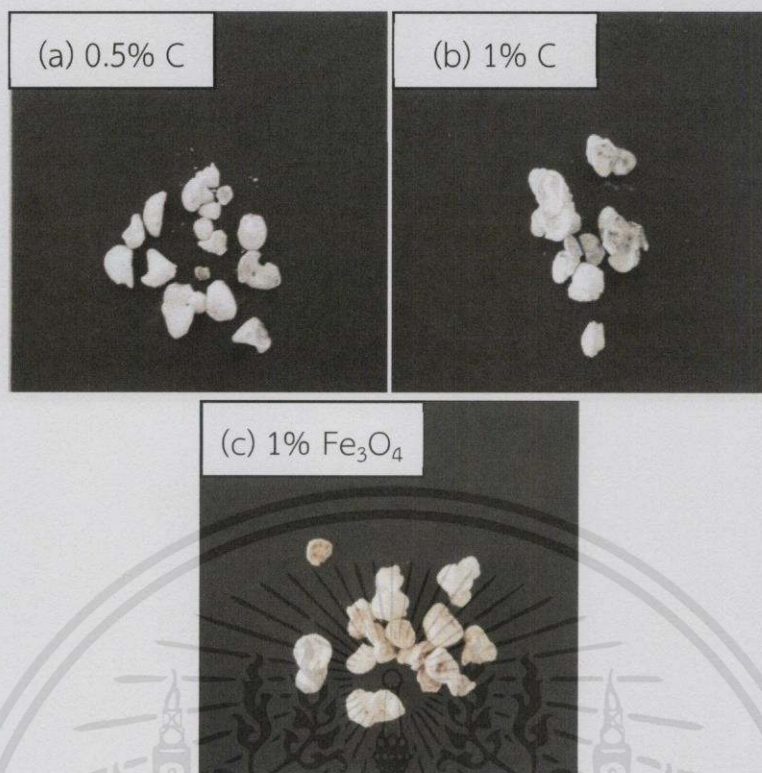
## 4.2 การสังเคราะห์เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

### 4.2.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต

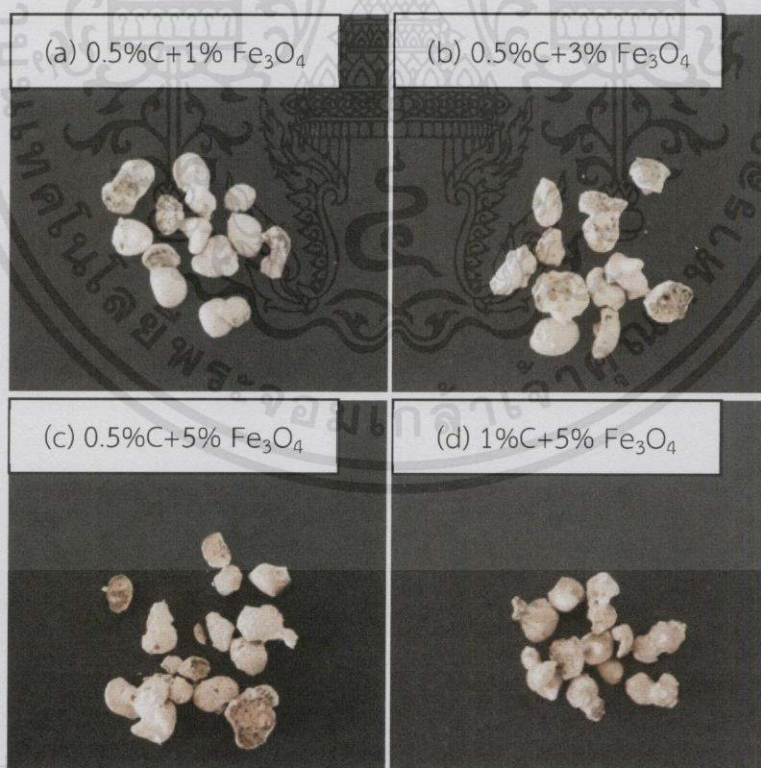
เมื่อพิจารณาลักษณะของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งสองชนิด คือ ผงถ่านกัมมันต์ (C) และเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ในปริมาณต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.4 พบว่าเมื่อเติมผงถ่านกัมมันต์เพียงชนิดเดียวในปริมาณร้อยละ 0.5 และร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ส่งผลให้ได้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีสีเทาและมีความเป็นขอล็กน้อย โดยการเติมผงถ่านกัมมันต์ในปริมาณที่ต่างกัน คือ 0.5%C และ 1%C ไม่ส่งผลที่ชัดเจนต่อลักษณะทางกายภาพของวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้ ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และที่เติมสารเติมแต่งร่วมกันสองชนิด คือ ผงถ่านกัมมันต์กับเหล็กออกไซด์ที่ปริมาณต่าง ๆ ( $0.5\%C+1\%\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $0.5\%C+3\%\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $0.5\%C+5\%\text{Fe}_3\text{O}_4$  และ  $1\%C+5\%\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) นั้นส่งผลทำให้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้มีลักษณะที่ใกล้เคียงกัน คือ มีสีน้ำตาลอ่อน และมีความเป็นขอล็กน้อย ดังแสดงในรูปที่ 4.7 และ 4.8 โดยพบว่าเมื่อทำการเติมสารเติมแต่งจะทำให้ได้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีขนาดที่ค่อนข้างใหญ่กว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งที่ใช้สภาวะในการสังเคราะห์เดียวกัน (polyHIPEs 9) ซึ่งเป็นผลมาจากเมื่อทำการเติมสารเติมแต่งจะส่งผลทำให้ได้อิมัลชัน HIPEs ที่มีความหนืดสูง จึงทำให้ได้หยดอิมัลชัน HIPEs ที่มีขนาดที่ใหญ่กว่าหยดอิมัลชัน HIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง

ตารางที่ 4.4 แสดงลักษณะทางกายภาพที่ได้จากวิธีการสังเกตเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน

สภาวะ	wt%		ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้
	Activated carbon	$\text{Fe}_3\text{O}_4$	
0.5%C	0.5	-	มีสีเทา มีความเป็นขอล็กน้อย
1%C	1	-	มีสีเทา มีความเป็นขอล็กน้อย
1% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	-	1	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็กน้อย
0.5%C+1% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	0.5	1	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็กน้อย
0.5%C+3% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	0.5	3	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็กน้อย
0.5%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	0.5	5	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็กน้อย
1%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$	1	5	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็กน้อย



รูปที่ 4.7 แสดงลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียว (a) 0.5%C (b) 1%C และ (c) 1%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ ห้ามการเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต

รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะทางกายภาพของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติม (a) 0.5%C+1%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (b) 0.5%C+3%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (c) 0.5%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ (d) 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

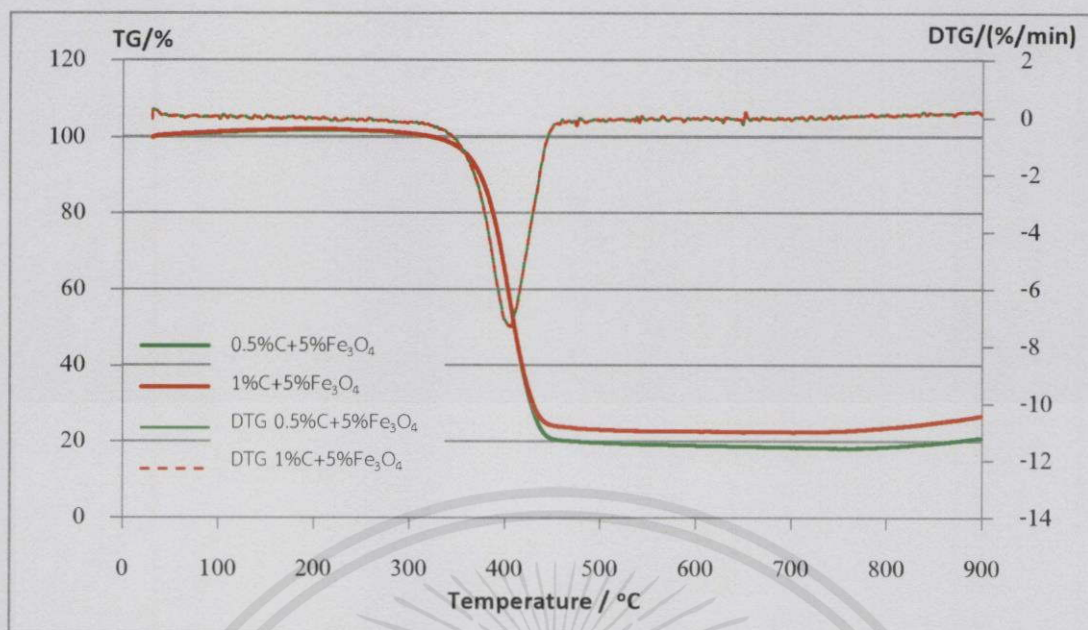
#### 4.2.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA)

จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์ร่วมกับเหล็กออกไซด์ด้วยเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA) เพื่อวิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารจากน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงเนื่องจากการสลายตัวเนื่องจากความร้อนดังแสดงผลในตารางที่ 4.5 และรูปที่ 4.9 พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมจาก 0.5%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเพียงช่วงเดียวคือ ที่ 320-450 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน และผงถ่านกัมมันต์ที่ถูกเผาไหม้ [1] โดยเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 0.5%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีร้อยละของน้ำหนักที่เหลือที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียสเท่ากับ 20 โดยน้ำหนัก ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> นั้นมีร้อยละของน้ำหนักที่เหลือเพิ่มขึ้นเป็น 23 กราฟ TGA และ DTA ดังแสดงในภาคผนวก ข โดยองค์ประกอบที่เหลืออยู่หลังการสลายตัวที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส คือ เหล็กออกไซด์ เนื่องจากเหล็กออกไซด์มีอุณหภูมิการสลายตัวอยู่ที่ 1536 องศาเซลเซียส [1] ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าเมื่อมีปริมาณผงถ่านกัมมันต์ในเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs เพิ่มขึ้นจากร้อยละ 0.5 เป็นร้อยละ 1 จะส่งผลทำให้เหล็กออกไซด์สามารถแทรกไปอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ได้ในปริมาณที่มากขึ้น

ตารางที่ 4.5 แสดงอุณหภูมิการสลายตัว (thermal decomposition; Td) ช่วงอุณหภูมิการสลายตัว (thermal decomposition range; Td range) ร้อยละน้ำหนักที่หายไป และร้อยละน้ำหนักที่เหลืออยู่ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส (%residual at 900°C) ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs จากเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA)

สภาวะ	Td	Td range		% Residual at 900°C
	°C	°C	wt%	
0.5%C+5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	404	320-450	80.00	20.00
1%C+5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	406	320-450	77.00	23.00

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 0.5%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

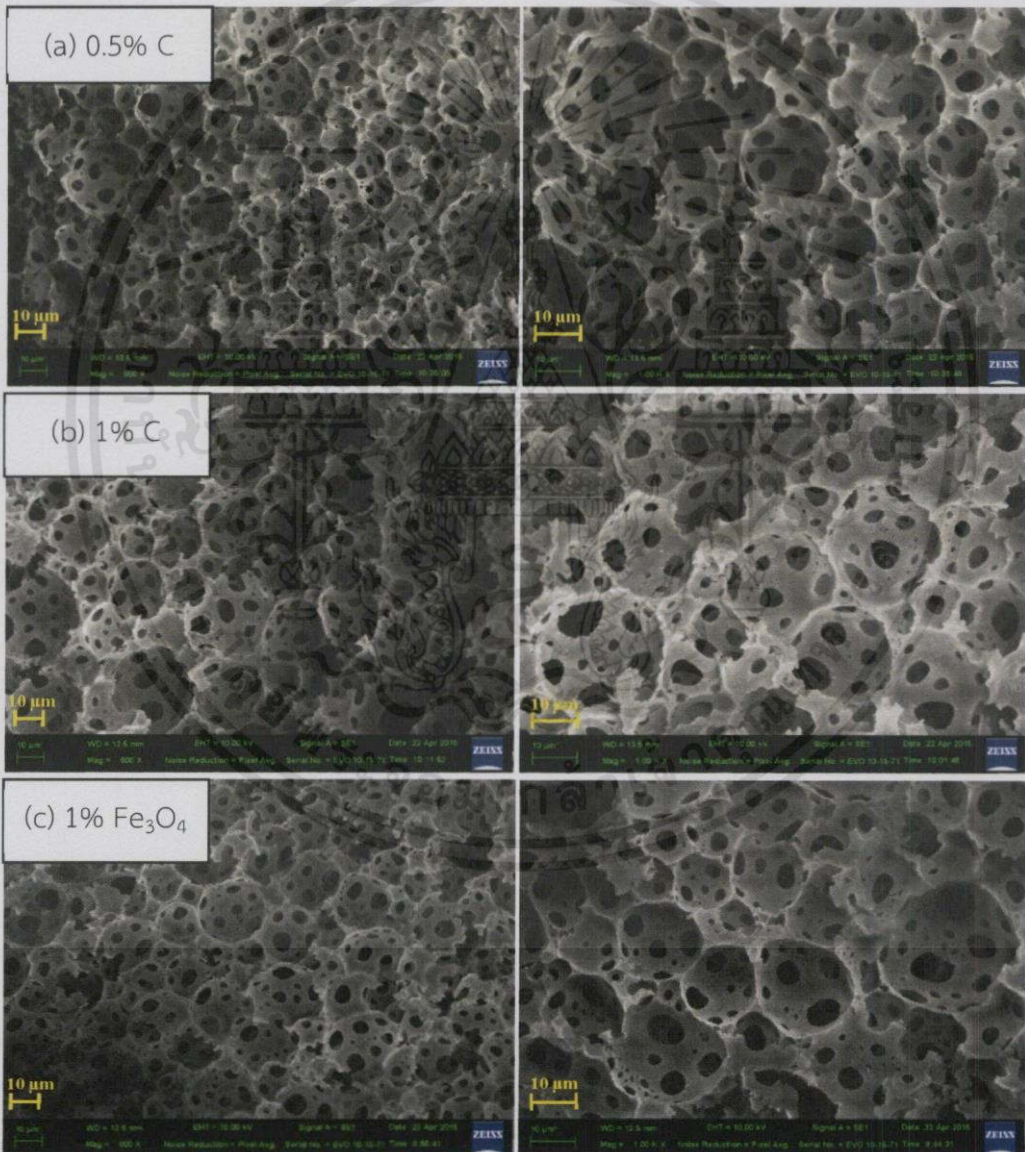
#### 4.2.3 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM และขนาดรูพรุนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียว คือ ผงถ่านกัมมันต์ หรือ เหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรในปริมาณที่แตกต่างกันที่กำลังขยาย 600 เท่า และ 1000 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.10 และ ตารางที่ 4.6 เมื่อเปรียบเทียบเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งกับเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง พบว่าการเติมสารเติมแต่งลงในเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่ส่งผลให้ขนาดของรูพรุนและขนาดของรูพรุนภายในของเม็ดวัสดุใหญ่ขึ้น เมื่อเปรียบเทียบเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีปริมาณของผงถ่านกัมมันต์ที่ต่างกันร้อยละ 0.5 กับร้อยละ 1 พบว่าที่เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 0.5%C มีขนาดของรูพรุนที่เล็กและสม่ำเสมอ อีกทั้งยังพบว่าปริมาณผงถ่านกัมมันต์ที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้กึ่งก้านพอลิเมอร์มีแนวโน้มที่มีความแตกหักมากขึ้น เนื่องจากผงถ่านกัมมันต์ที่เพิ่มขึ้นอาจเข้าไปแทรกตัวอยู่บริเวณช่องว่างระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ทำให้ขัดขวางการเชื่อมโยงของสายโซ่พอลิเมอร์จึงทำให้ได้พอลิเมอร์ที่มีลักษณะที่เปราะ และเมื่อเปรียบเทียบเม็ดวัสดุผสมที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์กับเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร (1%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) พบว่าที่เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 1%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> จะมีขนาดรูพรุนเล็กกว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์ (0.5%C และ 1%C) อีกทั้งรูพรุนที่เกิดขึ้นยังมีลักษณะที่บิดเบี้ยวและไม่เป็นทรงกลม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สร้างขึ้นเพื่อการศึกษานี้เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.6 แสดงขนาดของรูพรุน (pore size) และ ขนาดของรูพรุนภายใน (pore throat) โดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งชนิดเดียว

สถานะ	Pore size $\pm$ SD ( $\mu\text{m}$ )	Pore throat $\pm$ SD ( $\mu\text{m}$ )
polyHIPEs	$16.68 \pm 4.43$	$4.06 \pm 1.29$
0.5%C	$19.54 \pm 6.59$	$4.50 \pm 1.68$
1%C	$22.73 \pm 5.28$	$4.90 \pm 1.86$
1%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	$16.99 \pm 4.25$	$5.00 \pm 1.61$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ภายใต้การดำเนินงานของสถาบันวิจัยและพัฒนาพื้นที่พิเศษ (สาขานวัตกรรม) มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

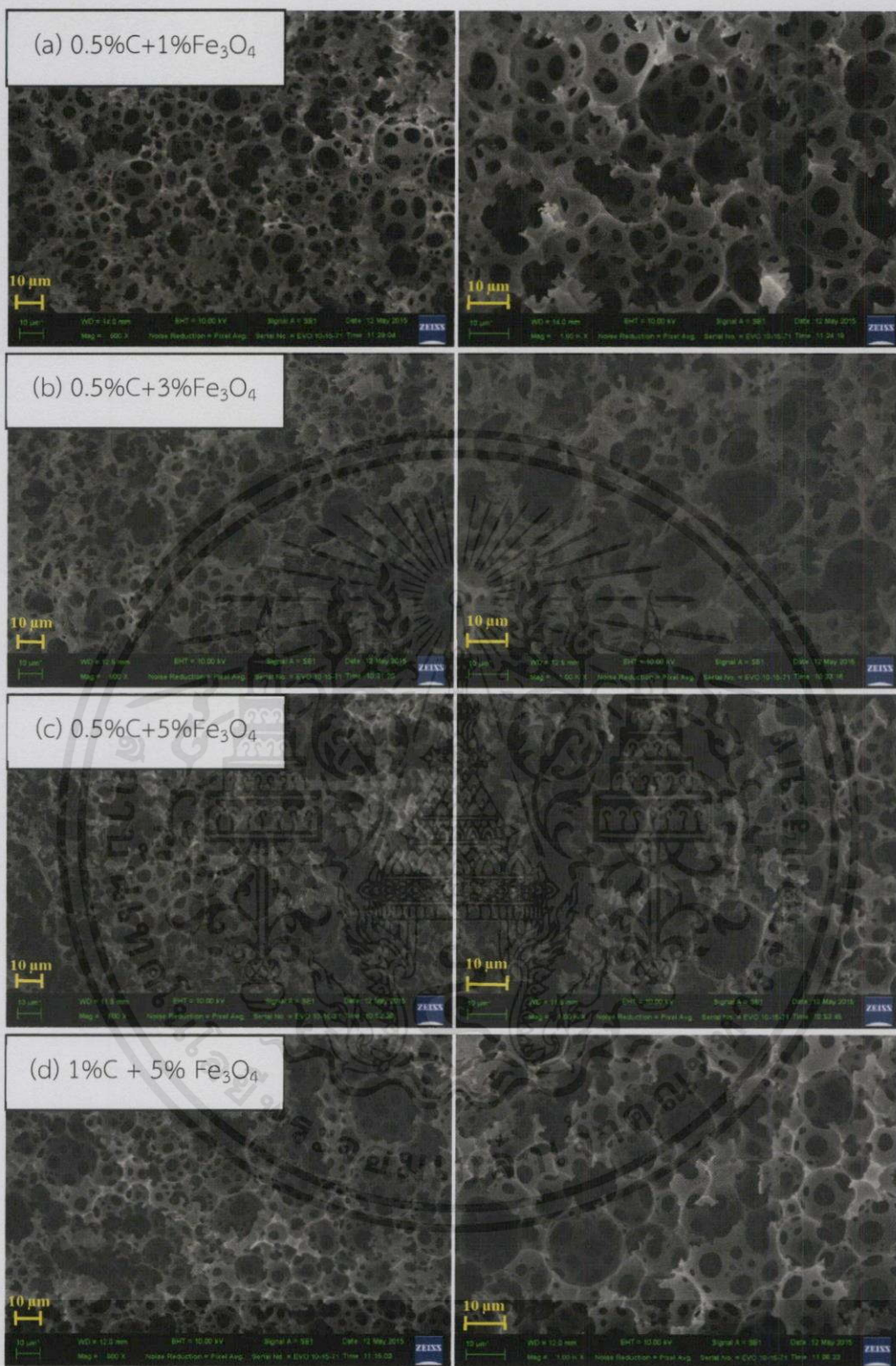
ไม่ทำรูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs (a) เติม 0.5% C (b) เติม 1% C และ (c) เติม 1% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (ด้านซ้ายกำลังขยาย 600 เท่า และ ด้านขวากำลังขยาย 1000 เท่า)

เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 600 เท่า และ 1000 เท่าและขนาดรูพรุนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งร่วมกันสองชนิด คือ ผงถ่านกัมมันต์ และเหล็กออกไซด์ที่ปริมาณต่างกันดังนี้ 0.5%C+1% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 0.5%C+3% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 0.5%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ดังแสดงในรูปที่ 4.11 และตารางที่ 4.7 พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และเหล็กออกไซด์ที่ปริมาณที่ต่างกันนั้นมีขนาดรูพรุนและรูพรุนภายในที่ใกล้เคียงกัน โดยมีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 19.09 – 26.70 ไมโครเมตร และขนาดรูพรุนภายในอยู่ในช่วง 4.32 – 5.39 ไมโครเมตร จากรูป SEM พบว่าลักษณะของกึ่งก้านพอลิเมอร์ของวัสดุผสมมีแนวโน้มที่มีความแตกหักมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของเหล็กออกไซด์เพิ่มขึ้น ซึ่งอาจเป็นผลมาจากเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่ใช้เป็นสารเติมแต่งได้ผ่านการเคลือบเพื่อปรับปรุงผิวด้วยสารคู่ควบคือ กรดโอเลอิกซึ่งเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีสายโซ่ที่ยาว ทำให้สายโซ่ของกรดโอเลอิกอาจไปรบกวนการเชื่อมโยงของสายโซ่พอลิเมอร์ส่งผลให้สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการเชื่อมต่อพันธะที่ไม่สมบูรณ์จึงเกิดการแตกหักขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบกับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์ที่แตกต่างกันแต่มีปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เท่ากัน คือ ที่สภาวะ 0.5%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> กับที่สภาวะ 1%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> พบว่าเมื่อปริมาณของผงถ่านกัมมันต์เพิ่มขึ้น (1%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) จะทำให้ได้เม็ดวัสดุผสมที่มีโครงสร้างที่มีขนาดของรูพรุนมีความสม่ำเสมอและมีขนาดของรูพรุนและรูพรุนภายในที่เล็กลง โดยเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะ 0.5%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีขนาดของรูพรุนเท่ากับ 26.70 ± 19.09 ไมโครเมตร และมีขนาดของรูพรุนภายในเท่ากับ 4.99 ± 1.85 ไมโครเมตร ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะ 1%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีขนาดของรูพรุนเท่ากับ 13.17 ± 2.94 ไมโครเมตร และมีขนาดของรูพรุนภายในเท่ากับ 4.32 ± 1.37 ไมโครเมตร จากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ทำให้ได้เป็นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีลักษณะทางกายภาพและสัณฐานวิทยาที่แตกต่างจากเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง

ตารางที่ 4.7 แสดงขนาดของรูพรุน (pore size) และ ขนาดของรูพรุนภายใน (pore throat) โดยเฉลี่ยของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิด

สภาวะ	Pore size ± SD (µm)	Pore throat ± SD (µm)
0.5%C+1% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	19.09 ± 6.88	5.39 ± 2.06
0.5%C+3% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	25.98 ± 12.86	6.33 ± 2.09
0.5%C+5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	26.70 ± 19.09	4.99 ± 1.85
1%C+5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	13.17 ± 2.94	4.32 ± 1.37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 แสดงภาพถ่าย SEM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs (a) เติม 0.5%C+1% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (b) เติม

0.5%C+3% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (c) เติม 0.5%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (d) เติม 1%C+5% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (ด้านซ้ายกำลังขยาย

600 เท่า และ ด้านขวากำลังขยาย 1000 เท่า)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับบริการ ใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น มิอนุญาติให้นำไปเผยแพร่ ใช้งานด้าน การค้า  
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมี เหตุผลเปลี่ยนแปลง และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

#### 4.2.4 การศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กโดยใช้เทคนิคการสั่นของวัสดุในสนามแม่เหล็ก (Vibrating sample magnetometer (VSM))

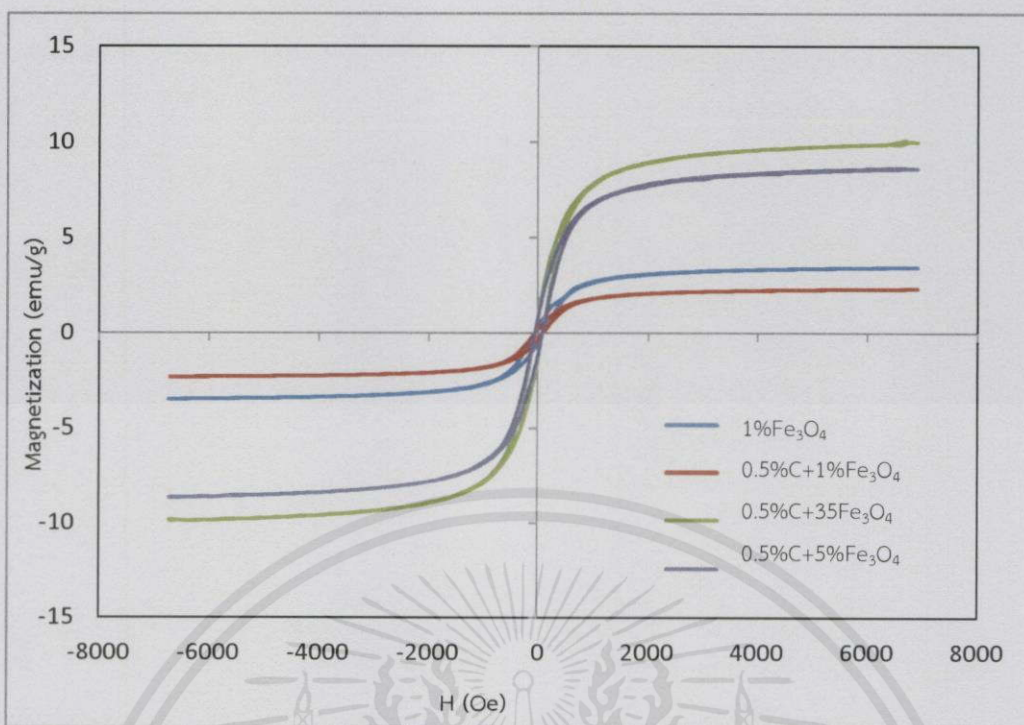
ตารางที่ 4.8 และรูปที่ 4.12 และ 4.13 แสดงผลการศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ ที่ได้ทำการทดสอบโดยใช้เทคนิค vibrating sample magnetometer (VSM) โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้องและให้สนามแม่เหล็ก (H) ในช่วง 7000 ถึง -7000 (ออร์สเตด; Oe) เมื่อพิจารณาเส้นโค้งฮิสเตอร์เรซิสของแม่เหล็ก (hysteresis loop) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกนีไทเซชัน (magnetization) กับค่าความเข้มของสนามแม่เหล็ก (magnetic field; H) พบว่าเส้นโค้งฮิสเตอร์เรซิสของเม็ดวัสดุผสมทั้งหมด (รูปที่ 4.10 และ 4.11) มีลักษณะแบบเดียวกัน คือ มีเส้นโค้งฮิสเตอร์เรซิสที่แสดงสมบัติเป็นวัสดุเฟอร์โรแมกเนติกชนิดอ่อน (soft ferromagnetic) เนื่องจากมีพื้นที่ภายในลูปน้อย ซึ่งแสดงถึงพลังงานที่วัสดุใช้ในการเปลี่ยนทิศทางแมกนีไทเซชันที่น้อย [1] โดยลักษณะกราฟจะใกล้เคียงกับวัสดุที่แสดงสมบัติความเป็นแม่เหล็กยิ่งยวด (superparamagnetic) เนื่องจากเหล็กออกไซด์ที่เติมลงในวัสดุผสม polyHIPEs มีขนาดน้อยกว่า 50 นาโนเมตร ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (saturated magnetization) ค่าความเป็นแม่เหล็กคงค้าง (remanent magnetization) และค่าความเข้มของสนามแม่เหล็ก ณ จุดอิ่มตัว (field at saturation) พบว่า เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะ 1%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว 3.53 emu/g ส่วนวัสดุผสมเม็ด polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์ในปริมาณเท่ากันเป็นร้อยละ 0.5 แต่มีปริมาณเหล็กออกไซด์ที่แตกต่างกัน (0.5%C+1% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , 0.5%C+3% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  และ 0.5%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) นั้น มีแนวโน้มที่มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวที่เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณเหล็กออกไซด์เพิ่มขึ้น แต่พบว่าที่สภาวะ 0.5%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ได้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวที่ใกล้เคียงกับสภาวะ 0.5%C+3% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากปริมาณเหล็กออกไซด์ที่ปริมาณเหล็กออกไซด์ร้อยละ 3 เป็นปริมาณอิ่มตัวมากที่สุดที่จะเติมลงไปในวัฏภาคสารอินทรีย์ที่มีผงถ่านกัมมันต์อยู่ร่วมด้วยร้อยละ 5 ดังนั้นเมื่อเติมเหล็กออกไซด์ในปริมาณที่เพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก จึงเป็นปริมาณที่มากเกินไปที่เหล็กออกไซด์จะสามารถอยู่ในวัฏภาคสารอินทรีย์ที่มีถ่านกัมมันต์อยู่ร่วมด้วยร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก โดยสังเกตได้ว่าในขั้นตอนการหยดอีมีลชัน HIPEs ลงในสารละลายตัวกลาง PDDAC นั้นได้มีอนุภาคเหล็กออกไซด์บางส่วนหลุดออกมาอยู่ในสารละลายตัวกลาง ส่งผลทำให้เมื่อขึ้นรูปเป็นของแข็งแล้วเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 0.5%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  จึงมีค่าแม่เหล็กอิ่มตัวที่ใกล้เคียงกับ 0.5%C+3% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  เมื่อวัสดุผสม polyHIPEs มีปริมาณผงถ่านกัมมันต์เพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 1 และเหล็กออกไซด์เป็นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (1%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) พบว่ามีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวเพิ่มขึ้นเป็น 11.18 emu/g ซึ่งเป็นไปได้ว่าปริมาณผงถ่านกัมมันต์ที่มากขึ้นส่งผล ทำให้เหล็กออกไซด์สามารถเข้าไปกระจายตัวอยู่ในวัฏภาคสารอินทรีย์ได้มากขึ้น จึงทำให้วัสดุผสมเม็ด polyHIPEs 1%C+5% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวที่สูง

โดยผลค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวที่ได้จากเทคนิค VSM สอดคล้องกับผลจากเทคนิค TGA ที่วัสดุผสม polyHIPEs 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีร้อยละของน้ำหนักที่เหลืออยู่หลังการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ที่แสดงถึงปริมาณองค์ประกอบของเหล็กออกไซด์ในปริมาณที่มากกว่าวัสดุผสม 0.5%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> จึงส่งผลทำให้มีค่าแม่เหล็กอิมิตัวมากกว่า โดยเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของธารทิพย์ เอี่ยมสะอาด [1] ซึ่งทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs แบบก้อนที่มีการเติมสารเติมแต่งในปริมาณที่เท่ากัน คือ มีปริมาณผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 และเหล็กออกไซด์เป็นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) พบว่าวัสดุผสม polyHIPEs แบบก้อนมีค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวเท่ากับ 3.97 emu/g ซึ่งมีค่าน้อยกว่าวัสดุ polyHIPEs แบบเม็ดที่สังเคราะห์ได้จากโรงงานพิเศษนี้ โดยลักษณะการดูดติดแม่เหล็กถาวรของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> แสดงในรูป 4.14

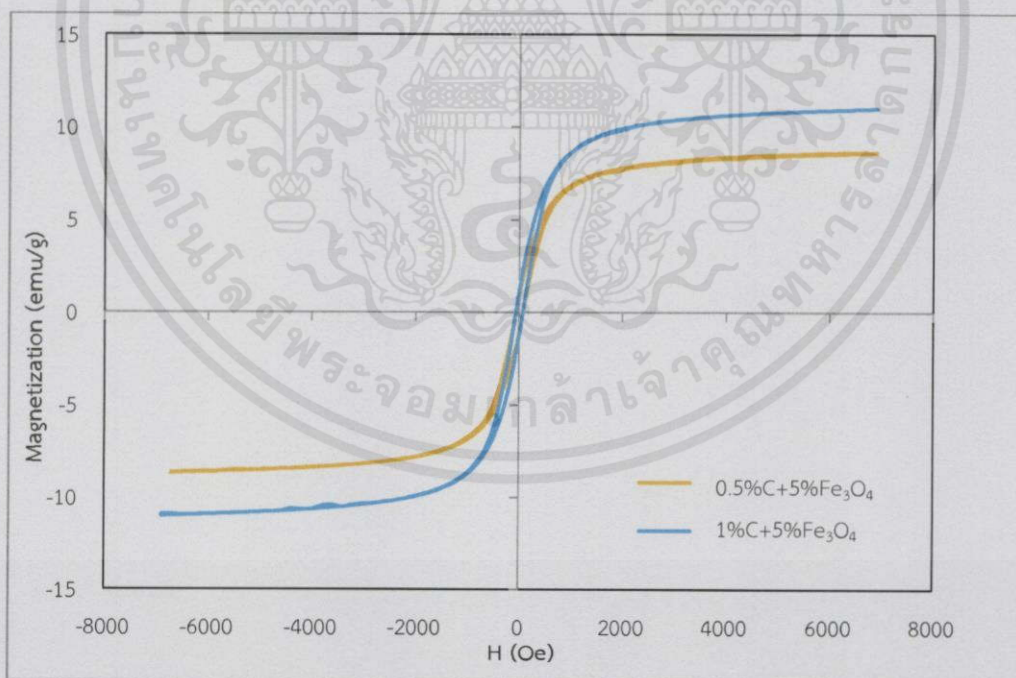
ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิตัว ค่าความเป็นแม่เหล็กคงค้าง และค่าความเข้มของสนามแม่เหล็ก ณ จุดอิมิตัว

สภาวะ	Saturated magnetization (emu/g)		Remanent magnetization (emu/g)		Field at saturation (H) (Oe)	
1% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	3.53	-3.52	0.59	-0.42	52.72	-56.88
0.5%C+1%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	2.35	-2.35	0.36	-0.28	56.41	-55.99
0.5%C+3% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	10.10	-10.06	1.52	-1.30	50.27	-48.87
0.5%C+5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	8.83	-8.81	1.39	-1.06	55.29	-53.34
1%C+5% Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	11.18	-11.20	1.53	-1.31	54.00	-52.86

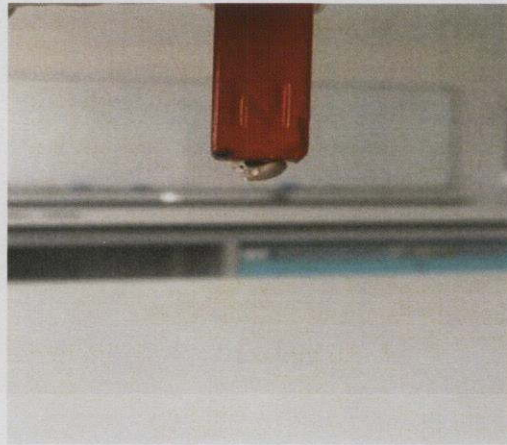
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปให้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.12 แสดงกราฟเส้นโค้งฮิสเตอร์เรซิสของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมเหล็กออกไซด์ร้อยละ 1 และผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 5 กับเหล็กออกไซด์ที่ปริมาณแตกต่างกัน



รูปที่ 4.13 แสดงกราฟเส้นโค้งฮิสเตอร์เรซิสของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ที่ ปริมาณแตกต่างกันและเหล็กออกไซด์ร้อยละ 5 การศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



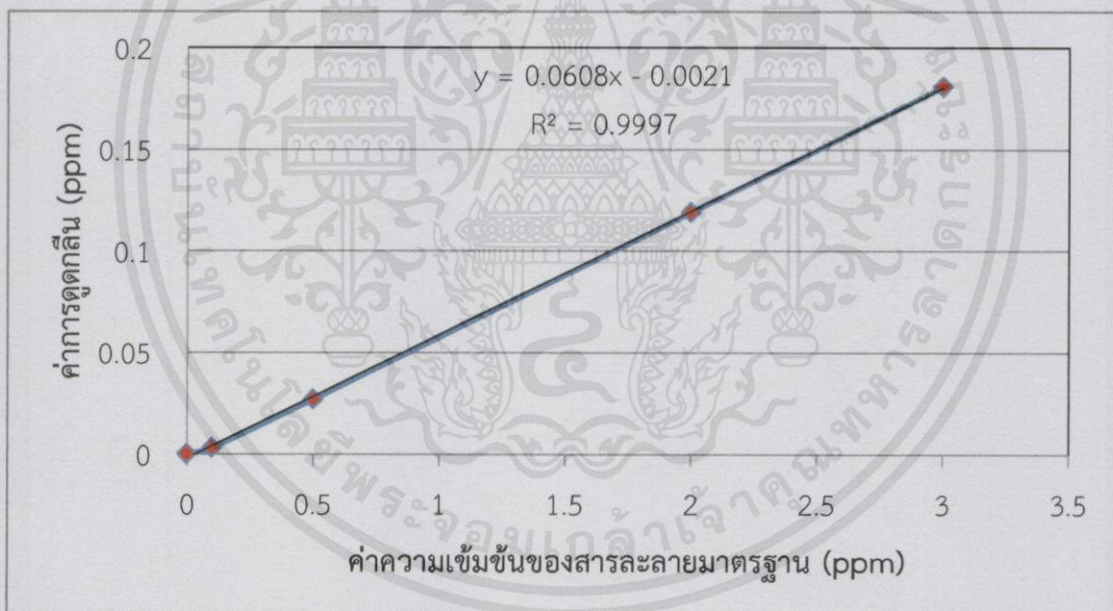
รูปที่ 4.14 แสดงการดูดติดแม่เหล็กของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

#### 4.2.5 การศึกษาการดูดซับโลหะหนักด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectrometer; AAS)

สารละลายมาตรฐานเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 2.0 และ 3.0 ppm ได้เตรียมจากสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 1000 ppm แล้วจึงนำไปสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้จากเครื่อง AAS ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.15 จากนั้นได้นำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ในปริมาณต่าง ๆ มาทำการศึกษสมบัติการดูดซับโลหะหนัก โดยการแช่เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ในสารละลายเหล็กซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต (FeSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O) ความเข้มข้น 15 ppm ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วนำสารละลายที่ได้ไปวัดความเข้มข้นของเหล็กที่เหลือจากการดูดซับด้วยเครื่อง AAS ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.9 และรูปที่ 4.16 พบว่า เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งมีค่าร้อยละการดูดซับเป็น 85.55 ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ในปริมาณที่ต่างกัันมีค่าร้อยละในการดูดซับเพิ่มขึ้นใกล้เคียงกันในช่วง 88.58-88.83 เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์ร้อยละ 1 มีค่าร้อยละการดูดซับเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 90.53 ส่วนการดูดซับของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งร่วมกันสองชนิดพบว่าเม็ดวัสดุผสมที่เติมผงถ่านกัมมันต์เท่ากันร้อยละ 0.5 แต่ปริมาณเหล็กออกไซด์ต่างกัน มีค่าร้อยละการดูดซับที่มีแนวโน้มลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ ซึ่งค่าการดูดซับที่ลดลงมีความสัมพันธ์กับขนาดรูพรุนภายในของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่ลดลงเมื่อมีปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เพิ่มขึ้นดังแสดงในตารางที่ 4.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าพื้นที่ผิวของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs น่าจะเป็นปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อสมบัติการดูดซับส่วนสมบัติแม่เหล็กที่เกิดขึ้นจากการเติมเหล็กออกไซด์นั้นเป็นปัจจัยรอง สำหรับเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติม 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีค่าร้อยละการดูดซับเท่ากับ 95.5 ซึ่งใกล้เคียงกับเม็ดวัสดุผสม 0.5%C+1%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 0.5%C+3%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> เมื่อเปรียบเทียบสมบัติการดูดซับของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ในโครงการพิเศษนี้กับงานวิจัยของ ธาตรีพิทย์ เอี่ยมสะอาด [1] ที่ได้สังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีลักษณะเป็นก้อน และมีการเติมสารเติมแต่งในปริมาณที่มากกว่าคือ มีปริมาณถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 และเหล็กออกไซด์ร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก (1%C+15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ซึ่งเป็นสถานะที่สามารถดูดซับโลหะเหล็กในสารละลายเหล็กซัลเฟตได้ดีที่สุดโดยมีค่าความสามารถในการดูดซับเป็น 0.293 มิลลิกรัมของตัวดูดซับต่อน้ำหนักกรัมของตัวดูดซับ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกัน พบว่า เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้จากโครงการพิเศษนี้ซึ่งมีปริมาณของสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์ในปริมาณที่น้อยกว่ามีความสามารถดูดซับโลหะเหล็กได้ดีกว่าคือ มีค่าความสามารถในการดูดซับอยู่ในช่วง 3.37-3.61 มิลลิกรัมต่อกรัม ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าสามารถปรับปรุงสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุผสม polyHIPEs ได้โดยการขึ้นรูปทำให้มีลักษณะเป็นเม็ด

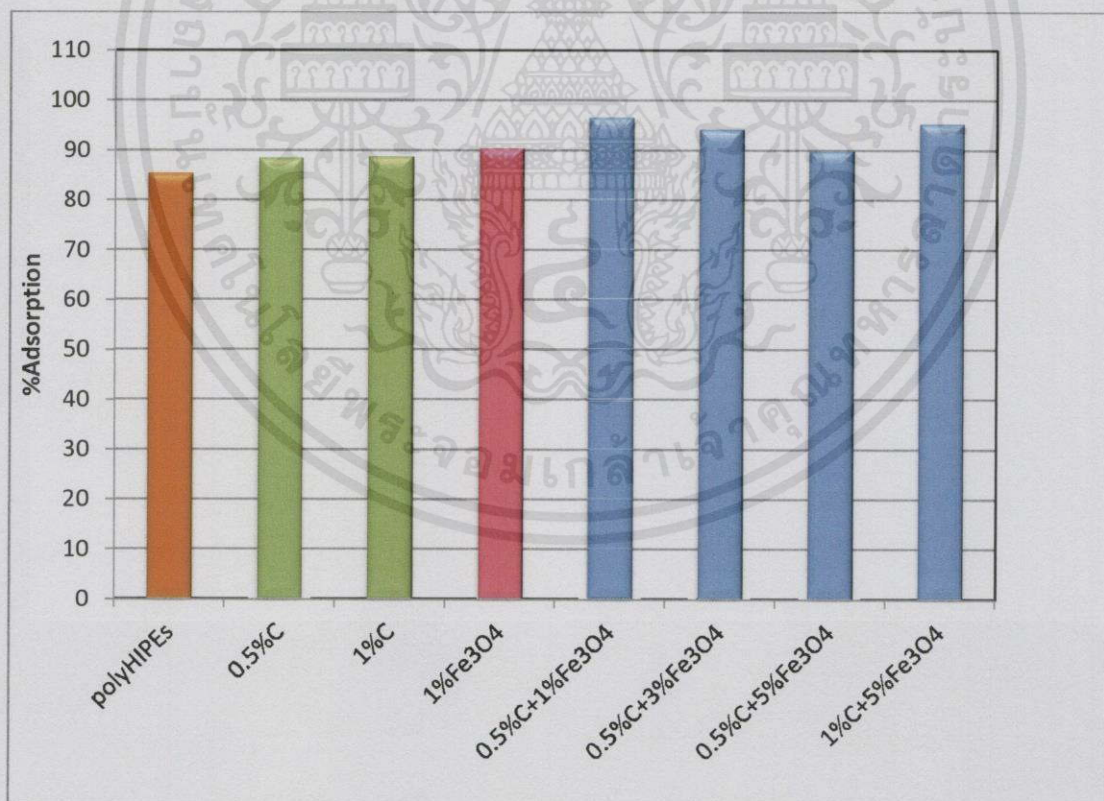


รูปที่ 4.15 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายเหล็ก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.9 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและความสามารถในการดูดซับสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 15 ppm ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs

สถานะ	ความเข้มข้นเริ่มต้น (ppm)	ความเข้มข้นหลังการดูดซับ (ppm)	ร้อยละการดูดซับ (%)	ความสามารถในการดูดซับ (mg/g)
polyHIPEs	15	2.17	85.55	3.21
0.5%C	15	1.71	88.58	3.31
1%C	15	1.68	88.83	3.31
1%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	15	1.42	90.53	3.38
0.5%C+1%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	15	0.51	96.59	3.61
0.5%C+3%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	15	0.85	94.33	3.53
0.5%C+5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	15	1.51	89.91	3.37
1%C+5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	15	0.68	95.5	3.58



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
รูปที่ 4.16 แสดงแผนภูมิแท่งเปรียบเทียบร้อยละการดูดซับเหล็กของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ต่าง ๆ  
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ก็ตาม อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้  
ที่ความเข้มข้น 15 ppm

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs ซึ่งเป็นวัสดุโฟมพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักเบา และมีโครงสร้างที่เป็นรูพรุนสูง โดยการเตรียมจากอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water-in-oil emulsion) โดยใช้วัฏภาคของสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคของน้ำในอัตราส่วนร้อยละ 20 ต่อ 80 โดยปริมาตร ในวัฏภาคสารอินทรีย์ประกอบด้วยโมโนเมอร์ คือ สไตรีนและสารเชื่อมโยงสายโซ่ไดไวนิลเบนซีน และใช้ span80 เป็นสารลดแรงตึงผิว ส่วนวัฏภาคน้ำประกอบด้วยโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา แคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวช่วยเพิ่มความคงตัวของวัฏภาคน้ำ และใช้โพลีไดแอลลิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) เป็นสารเพิ่มความคงตัวในตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) การสังเคราะห์สามารถทำได้โดยการหยดวัฏภาคของน้ำลงในวัฏภาคสารอินทรีย์ พร้อมทั้งทำการปั่นกวนด้วยความเร็วสูง เพื่อให้เกิดเป็นอิมัลชัน HIPEs จากนั้นนำอิมัลชัน HIPEs ที่ได้มาบรรจุลงในหลอดฉีดยา (syringe) แล้วหยดลงในสารละลายตัวกลาง PDDAC ที่มีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันอย่างสมบูรณ์ แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เป็นของแข็ง จากนั้นนำเม็ดวัสดุที่ได้ไปสกัดด้วยเมทานอลเพื่อกำจัดสิ่งตกค้างภายในรูพรุนโดยใช้เทคนิคซ็อกท์เล็ท (soxhlet) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้เป็นเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สมบูรณ์

จากผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพและสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM ของเม็ดวัสดุ polyHIPEs พบว่าสภาวะที่ดีที่สุดที่ทำให้เม็ดวัสดุ polyHIPEs มีลักษณะเป็นเม็ดทรงกลมขนาดเล็ก มีความเป็นขอล็กน้อย และมีขนาดรูพรุนที่เล็กและสม่ำเสมอ คือ การใช้อัตราส่วนของสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนในวัฏภาคสารอินทรีย์เท่ากับ 70 ต่อ 10 และใช้สารละลายตัวกลางที่มีปริมาณของ PDDAC ร้อยละ 3 โดยปริมาตร จากนั้นได้ทำการศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ (ร้อยละ 0.5 และ 1 โดยน้ำหนัก) และเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร (ร้อยละ 1 3 และ 5 โดยน้ำหนัก) เพื่อให้เกิดเป็นเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs เมื่อเปรียบเทียบเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ผสมถ่านกัมมันต์ร้อยละ 0.5 (0.5%C) และ ร้อยละ 1 (1%C) พบว่า เมื่อมีปริมาณผงถ่านกัมมันต์เพิ่มขึ้นส่งผลให้กึ่งก้านพอลิเมอร์มีแนวโน้มแตกหัก ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่ผสมเหล็กออกไซด์ร้อยละ 1 (1%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) มีขนาดรูพรุนใหญ่ขึ้นและรูพรุนมีลักษณะบิดเบี้ยวไม่เป็นทรงกลม ส่วนเม็ดวัสดุที่มีการเติมสารเติมแต่งร่วมกันสองชนิด พบว่า เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 0.5 กับเหล็กออกไซด์ที่ปริมาณแตกต่างกัน (0.5%C+1%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 0.5%C+3%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 0.5%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) มีขนาดรูพรุนและขนาดรูพรุนภายในที่ใกล้เคียงกัน โดยกึ่งก้านภายในของเม็ดวัสดุผสมมีแนวโน้ม

แตกหักมากขึ้นเมื่อมีปริมาณเหล็กออกไซด์เพิ่มขึ้น ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีปริมาณผงถ่านกัมมันต์แตกต่างกันเป็นร้อยละ 1 กับร้อยละ 5 กับเหล็กออกไซด์ร้อยละ 5 เท่ากัน ( $0.5\%C+5\%Fe_3O_4$  และ  $1\%C+5\%Fe_3O_4$ ) พบว่าเมื่อมีปริมาณถ่านกัมมันต์มากขึ้นจะส่งผลในขนาดรูพรุนและขนาดรูพรุนภายในมีแนวโน้มเล็กลง

จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ด้วยเทคนิค TGA พบว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs  $0.5\%C+5\%Fe_3O_4$  และ  $1\%C+5\%Fe_3O_4$  มีร้อยละของน้ำหนักที่เหลือซึ่งแสดงถึงปริมาณของเหล็กออกไซด์เท่ากับร้อยละ 20 และ 23 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าเมื่อมีปริมาณของผงถ่านกัมมันต์เพิ่มขึ้น จะส่งผลทำให้เหล็กออกไซด์สามารถเข้าไปแทรกกระจายตัวอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ได้มากขึ้น เมื่อนำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM พบว่าเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์ในทุกอัตราส่วนแสดงสมบัติความเป็นแม่เหล็กแบบเฟอร์โรแมกเนติกแบบอ่อน (soft ferromagnetic) ที่เข้าใกล้สมบัติซูเปอร์พาราแมกเนติก (superparamagnetic) โดยเม็ดวัสดุ polyHIPEs  $1\%C+5\%Fe_3O_4$  มีค่าแมกนีไทซ์ชันมากที่สุด เท่ากับ  $11.18 \text{ emu/g}$  และจากการทดสอบความสามารถในด้านการดูดซับโลหะเหล็กในสารละลายเหล็กซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ( $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ ) ที่ความเข้มข้น 15 ppm แล้วตรวจสอบปริมาณเหล็กที่เหลืออยู่ด้วยเทคนิค AAS พบว่า เม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งมีค่าร้อยละการดูดซับเป็น 85.55 เพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 90.53 ส่วนเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งร่วมกันสองชนิดมีค่าร้อยละการดูดซับเพิ่มขึ้นอยู่ในช่วงร้อยละ 89.91- 95.59 แสดงให้เห็นว่าเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ขึ้น สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านการดูดซับโลหะหนักได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

- 1) ศึกษาเพิ่มเติมการปรับเปลี่ยนวิธีการสังเคราะห์เม็ดวัสดุ polyHIPEs เพื่อให้ได้เม็ดวัสดุ polyHIPEs มีลักษณะรูปร่างเป็นทรงกลมมากขึ้น
- 2) ศึกษาเพิ่มเติมการเปลี่ยนชนิดของสารเติมแต่ง เพื่อให้เม็ดวัสดุผสม polyHIPEs มีสมบัติตามที่ต้องการ และเหมาะสมกับการนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ
- 3) ศึกษาเพิ่มเติมการเปลี่ยนชนิดของสารที่ช่วยเพิ่มความคงตัวที่ผสมอยู่ในสารละลายตัวกลางที่ใช้ในขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน เพื่อทำให้อิมัลชัน HIPEs สามารถแขวนลอยอยู่ในสารละลายตัวกลางโดยที่ยังคงสภาพเป็นเม็ดได้ และทำให้มีลักษณะรูปร่างที่เป็นทรงกลมมากขึ้น โดยอาจใช้สารเพิ่มความคงตัวเป็นเฮกซะเดคซิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB)
- 4) ตรวจสอบองค์ประกอบของผงขอลึกที่เกิดจากการทดสอบสมบัติทางกายภาพของเม็ดวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้
- 5) ศึกษาองค์ประกอบภายในเนื้อพอลิเมอร์ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ด้วยเทคนิค energy dispersive spectrometry (EDS)
- 6) ศึกษาปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวของเม็ดวัสดุ polyHIPEs และเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ด้วยเทคนิคการดูดซับไนโตรเจนโดยวิธีของ Brunauer Emmett Teller (BET)
- 7) ศึกษาความสามารถของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ในการนำไปใช้งานในด้านการกรอง เช่น การนำเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ไปใช้งานเป็นวัสดุตัวกรองในการแยกสารด้วยเทคนิคโครมาโตกราฟี เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

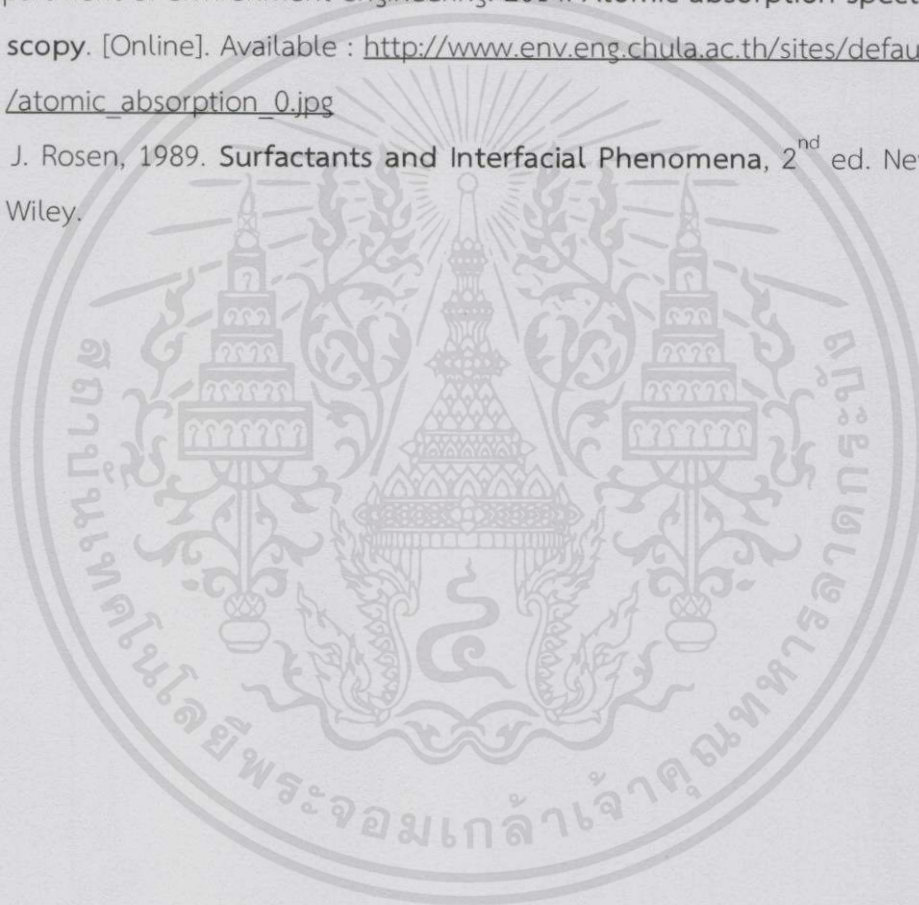
## เอกสารอ้างอิง

- [1] ชารทิพย์ เอี่ยมสะอาด และคณะ. 2556. “การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติวัสดุพอลิเมอร์ชนิด **รูพรุนสูง**”. วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) สาขาเคมีอุตสาหกรรม. สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [2] EU Seventh Framwork. 2011. **Highly insulating polymer**. [Online]. Available : <http://www.fp7-hip.eu/technical-summary-1>
- [3] Food network solution. 2010. **Emulsion**. [Online]. Available : <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/0674/emulsion%E0%B8%AD%E0%B8%B4%E0%B8%A1%E0%B8%B1%E0%B8%A5%E0%B8%8A%E0%B8%B1%E0%B8%99>
- [4] V. Jatukporn. 2014. **Polymer polymerization**. [Online]. Available : <http://www.seem.kmutt.ac.th/research/pentec/download/Chapter%203%20Polymerization%20method.pdf>
- [5] Department of chemistry. 2004. **Emulsion polymerization**. [Online]. Available : [http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer\\_Chemistry/image\\_files/chapter3\\_1.html](http://www.sci.buu.ac.th/~chemistry/staff/thanida/Polymer_Chemistry/image_files/chapter3_1.html)
- [6] Pollution control department. 2004 . **styrene**. [Online]. Available : [http://www.pcd.go.th/info\\_serv/Datasmel/l3styrene.htm](http://www.pcd.go.th/info_serv/Datasmel/l3styrene.htm)
- [7] Wikimedia. 2010. **Styrene**. [Online]. Available : <http://en.wikipedia.org/wiki/Styrene>
- [8] Wikimedia. 2010. **Divinylbenzene**. [Online]. Available : <http://en.wikipedia.org/wiki/Divinylbenzene>
- [9] Wikimedia. 2010. **PolyDADMAC**. [Online]. Available : <http://en.m.wikipedia.org/wiki/PolyDADMAC>
- [10] M. Tabboth, A. Menner, A. Kogelbauer and A. Bismarck. “**Polymerised high internal phase emulsions for fluid separation applications**”. Chemical Engineering: General 4 (2014) 114-120.
- [11] T. Frey. 2014. **Chromatography**. [Online]. Available : <http://www.sci.sdsu.edu/TFrey/Bio750/Chromatography.html>
- [12] A. Desforges, M. Arpontet, H. Deleuza and O. M. Monval. “**Synthesis and functionalisation of polyHIPE beads**”. Reactive and Functional Polymers: General 53 (2002) 183-192.

เอกสารนี้เป็น **functionalisation of polyHIPE beads**. Reactive and Functional Polymers: General 53 (2002) 183-192. เนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [13] H.Zhang and A.I. Cooper. “**Synthesis of Monodisperse Emulsion-Templated Polymer Beads by Oil-in-Water-in-Oil (O/W/O) Sedimentation Polymerization**”. Chem Mater: General 14 (2002) 4017-4020.
- [14] M. T. Gikmen, W. V. Camp, P. J. Colver, S. A. F. Bon and F. E. Du Prez. “**Fabrication of porous clickable polymer beads and rods through generation of high internal emulsion (HIPE) droplets in a simple microfluidic device**”. Macromolecules: General 42 (2009) 9289-9294.
- [15] Vivian O. Ikem, Angelika Menner, and Alexander Bismarck. “**High-Porosity Macroporous Polymers Synthesized from Titania-Particle-Stabilized Medium and High Internal Phase Emulsions**”. Langmuir article (2010) 8836-8841.
- [16] M. Karnib, A. Kabbanī, H. Holail and Z. Olama. “**Heavy Metals Removal Using Activated Carbon, Silica and Silica Activated Carbon Composite**”. Energy Procedia: General 50 (2014) 113-120.
- [17] A. Menner, R. Powell and A. Bismarck. “**A new route to carbon black filled polyHIPEs**”. Soft Matter: General 2 (2006) 337-342.
- [18] Worldfamous. 2009. Hematite. [Online]. Available : <http://worldfamous.blogspot.com/2009/03/why-is-hematite-fe3o4.html>
- [19] E. Hilal Mert, H. Yildirm, A. Talha Üzümcü and H. Kavas. “**Synthesis and characterization of magnetic polyHIPEs with humic acid surface modified magnetic iron oxide nanoparticles**”. Reactive & Functional Polymers: General 73 (2013) 175-181.
- [20] S. Kovačič, G. Ferik, M. Drogenik and P. Krajnc. “**Nanocomposite polyHIPEs with magnetic nanoparticles: preparation and heating effect**”. Reactive & Functional Polymers: General 72 (2012) 955-961.
- [21] Threeb. 2006. Soxhlet. [Online]. Available : <http://buymarijuanaseeds.com/community/threads/the-soxhlet-extractor.90267/>
- [22] Wikimedia. 2014. Vibrating sample magnetometer. [Online]. Available : [http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/f/f2/VSM\\_en.svg/2000px\\_VSM\\_en.svg.png](http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/f/f2/VSM_en.svg/2000px_VSM_en.svg.png)
- [23] Nanokmitl. 2010. Scanning electron microscopy. [Online]. Available : <http://www.nano.kmitl.ac.th/index.php/tool/218-scanning-electron-microscopysem.html>

- [24] A.Mon. 2009. **Scanning electron microscopy**. [Online]. Available : <http://roilbilad.files.wordpress.com/2010/10/sem.jpg>
- [25] Nanotec. 2009. **Thermogravimetric analysis**. [Online]. Available : [http://www.nanotec.or.th/th/?page\\_id=569](http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=569)
- [26] Takeshi. 2014. **Thermogravimetric analyzer**. [Online]. Available : <http://www.sec.psu.ac.th/facilities/img/web015.jpg>
- [27] Ebonie. 2009. **Atomic absorption spectroscopy**. [Online]. Available : <http://glasswarechemical.com/scientific-instrument/อะตอมมิกแอบซอร์บชัน>
- [28] Department of environment engineering. 2014. **Atomic absorption spectroscopy**. [Online]. Available : [http://www.env.eng.chula.ac.th/sites/default/files/atomic\\_absorption\\_0.jpg](http://www.env.eng.chula.ac.th/sites/default/files/atomic_absorption_0.jpg)
- [29] M. J. Rosen, 1989. **Surfactants and Interfacial Phenomena**, 2<sup>nd</sup> ed. New York : Wiley.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## ภาคผนวก ก

### การเตรียมสารเคมี

#### 1. สารเคมี

สไตรีน (C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 104.15 กรัมต่อโมล
ไดไวนิลเบนซีน (C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 130.19 กรัมต่อโมล
ซอร์บิแทนโมโนอีเอท (C <sub>24</sub> H <sub>44</sub> O <sub>6</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 428.60 กรัมต่อโมล
แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O)	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 147.02 กรัมต่อโมล
โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )	ความบริสุทธิ์ 97.0%	มวลโมเลกุล 270.33 กรัมต่อโมล
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	ความบริสุทธิ์ 97.0%	มวลโมเลกุล 40.00 กรัมต่อโมล

#### 2. วิธีการคำนวณ

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

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

2.2 การเตรียมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) เข้มข้น 0.034 โมลาร์

ในสารละลาย 1000 มิลลิลิตร จะมี CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O อยู่ 0.034 โมล

CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O จำนวน 1 โมล มีน้ำหนัก 147.02 กรัม

ถ้า CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 0.034 โมล จะมีน้ำหนัก =  $\frac{0.034 \times 147.02}{1}$  กรัม

ดังนั้น น้ำหนัก CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O ที่ต้องชั่ง = 4.9987 กรัม

2.3 การเตรียมโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตเข้มข้นร้อยละ 3 โดยโมลของโมโนเมอร์

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

จากความหนาแน่นของ styrene = 0.906 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เตรียมที่ 6 มิลลิลิตร

จากสูตร  $D = \frac{M}{V}$

เมื่อ  $D =$  ความหนาแน่นของสาร (กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร) นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

$M =$  มวลรวมของสาร (กิโลกรัม) อ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$V =$  ปริมาตรรวมของวัตถุ (ลูกบาศก์เมตร)

$$\text{แทนค่า} \quad 0.906 = \frac{M}{6}$$

$$M = 5.436 \text{ กรัม}$$

จากความหนาแน่นของ DVB = 0.914 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เตรียมที่ 6 มิลลิลิตร

$$\text{แทนค่า;} \quad 0.914 = \frac{M}{6}$$

$$M = 5.484 \text{ กรัม}$$

มวลโมเลกุลของ styrene = 104.15 กรัมต่อโมล

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

เมื่อ mol คือ จำนวนโมลของสาร (โมล)

g คือ มวลของสาร (กรัม)

MW คือ มวลโมเลกุลของสาร (กรัมต่อโมล)

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

$$\text{mol} = 0.052 \text{ โมล}$$

มวลโมเลกุลของ DVB = 130.19 กรัมต่อโมล

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

$$\text{mol} = 0.042 \text{ โมล}$$

จำนวนโมลของโมโนเมอร์ = จำนวนโมล Styrene + จำนวนโมล DVB

$$= 0.052 + 0.042$$

$$= 0.094 \text{ โมล}$$

3% โมลของโมโนเมอร์ = 0.03 × จำนวนโมลของโมโนเมอร์

$$= 0.03 \times 0.094$$

$$= 2.82 \times 10^{-3}$$

มวลโมเลกุลของ  $K_2S_2O_8$  = 270.33 g/mol

$$\text{แทนค่า;} \quad 0.039 = \frac{g}{MW}$$

$$g = 2.82 \times 10^{-3} \times 270.33$$

$$g = 0.76 \text{ กรัม}$$

เอกสาร 2.4 การเตรียมสารละลายโพลีไดแอคทิลไดเมทิลแอมโมเนียมคลอไรด์ (PDDAC) ความเข้มข้นร้อยละ 3 โดยปริมาตร

ทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มี PDDAC 20 กรัม ในสารละลาย 100 กรัม

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

## 2.5 การเตรียมผงถ่านกัมมันต์

styrene มีน้ำหนักโมเลกุล 104.15 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่น 0.906 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

DVB มีน้ำหนักโมเลกุล 130.19 กรัมต่อโมล มีความหนาแน่น 0.914 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ใช้อัตราส่วนของ styrene : DVB เป็น 70 ต่อ 100 คิดเป็น 10.5 มิลลิลิตร ต่อ 1.5 มิลลิลิตร  
หาน้ำหนักเป็นกรัมของโมโนเมอร์

น้ำหนัก Styrene

$$\begin{aligned} \text{จาก} \quad D &= \frac{M}{V} \\ \text{แทนค่า} \quad 0.906 &= \frac{M}{10.5} \\ M &= 9.513 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

น้ำหนัก DVB

$$\begin{aligned} \text{จาก} \quad D &= \frac{M}{V} \\ \text{แทนค่า} \quad 0.914 &= \frac{M}{1.5} \\ M &= 1.371 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

ดังนั้น น้ำหนักโมโนเมอร์ = 9.513 + 1.371 = 10.884 กรัม

$$\begin{aligned} 2.5.1 \text{ ผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก} &= 0.005 \times \text{น้ำหนักโมโนเมอร์} \\ &= 0.005 \times 10.884 \\ &= 0.054 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} 2.5.2 \text{ ผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก} &= 0.01 \times \text{น้ำหนักโมโนเมอร์} \\ &= 0.01 \times 10.884 \\ &= 0.108 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

## 2.6 การเตรียมเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก

$\text{Fe}_3\text{O}_4$  ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก 100 % มี กรดโอเลอิกเคลือบอยู่ 5.133%

ดังนั้น จะมี  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  อยู่ =  $100\% - 5.133\% = 94.867\%$

2.6.1  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  1%wt =  $0.01 \times$  น้ำหนักโมโนเมอร์

$$= 0.01 \times 10.884$$

$$= 0.108 \text{ กรัม}$$

มี  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  94.867 กรัม ในเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก 100 กรัม

$$\text{ถ้า } \text{Fe}_3\text{O}_4 \text{ 0.108 กรัม จะมี} = \frac{0.108 \times 100}{94.867}$$

$$= 0.114 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น ต้องชั่งเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก = 0.114 กรัม

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

$$= 0.03 \times 10.884$$

$$= 0.327 \text{ กรัม}$$

มี  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  94.867 กรัม ในเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยโอเลอิก 100 กรัม

$$\text{ถ้า } \text{Fe}_3\text{O}_4 \text{ 0.327 กรัม จะมี} = \frac{0.327 \times 100}{94.867}$$

$$= 0.344 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น ต้องชั่งเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก = 0.344 กรัม

2.6.3  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  5%wt =  $0.05 \times$  น้ำหนักโมโนเมอร์

$$= 0.05 \times 10.884$$

$$= 0.544 \text{ กรัม}$$

มี  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  94.867 กรัม ในเหล็กออกไซด์ที่เคลือบด้วยโอเลอิก 100 กรัม

$$\text{ถ้า } \text{Fe}_3\text{O}_4 \text{ 0.544 กรัม จะมี} = \frac{0.544 \times 100}{94.867}$$

$$= 0.573 \text{ กรัม}$$

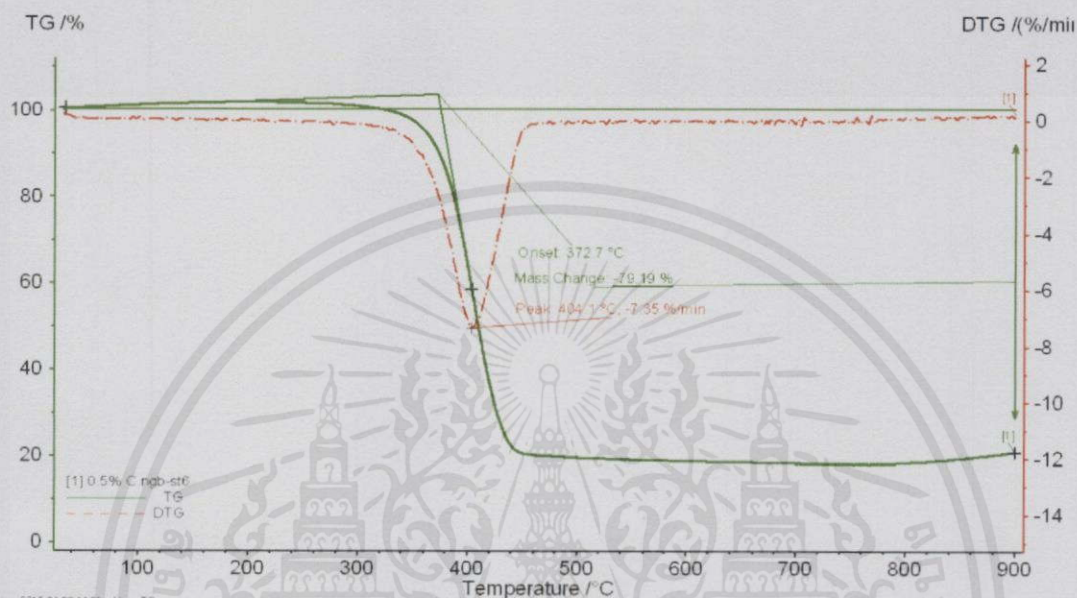
ดังนั้น ต้องชั่งเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิก = 0.573 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

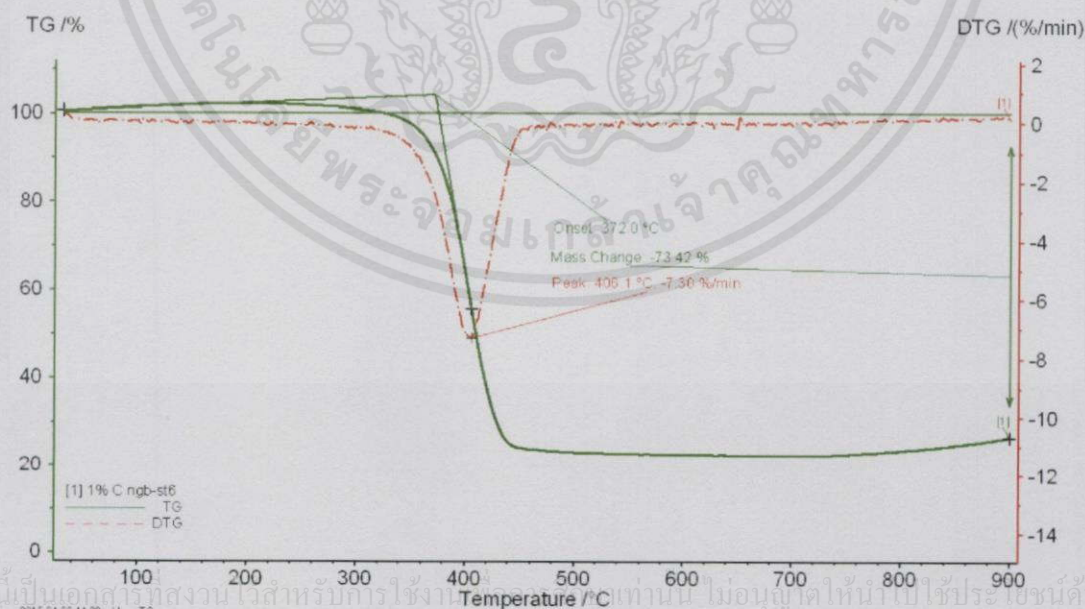
## ภาคผนวก ข

### ผลการศึกษาการสลายตัวทางความร้อน

(ก) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 0.5%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



(ข) กราฟ TGA ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



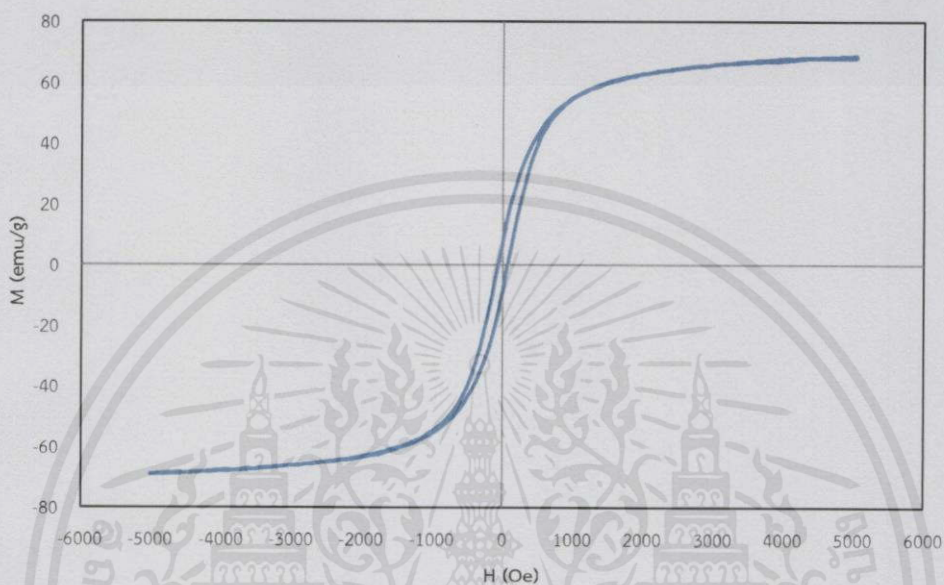
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

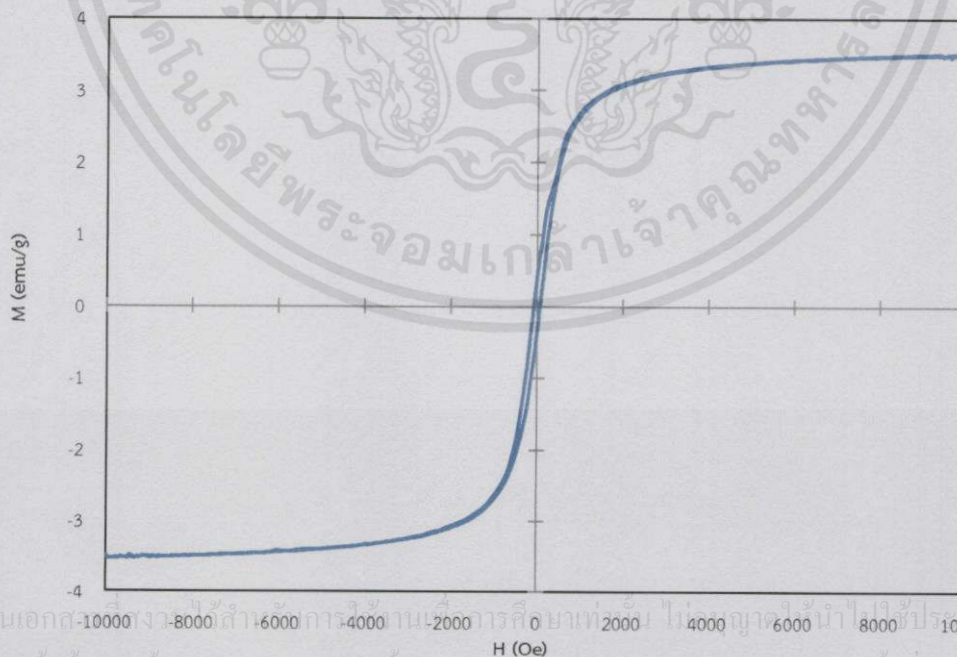
## ภาคผนวก ค

### ผลการศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็ก

(ก) กราฟ VSM ของเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

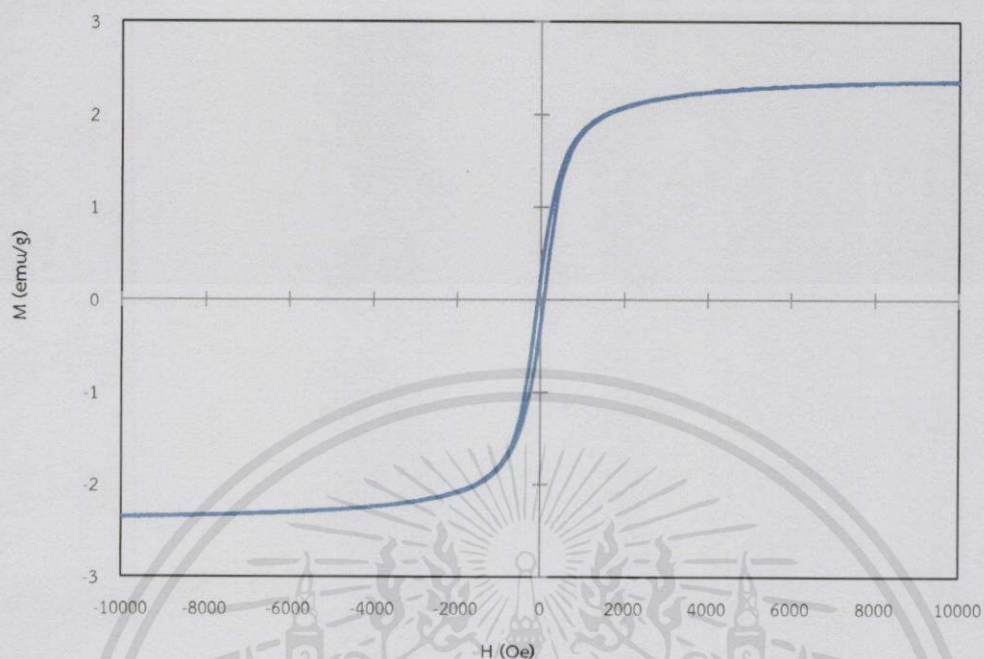


(ข) กราฟ VSM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะ 1% $\text{Fe}_3\text{O}_4$

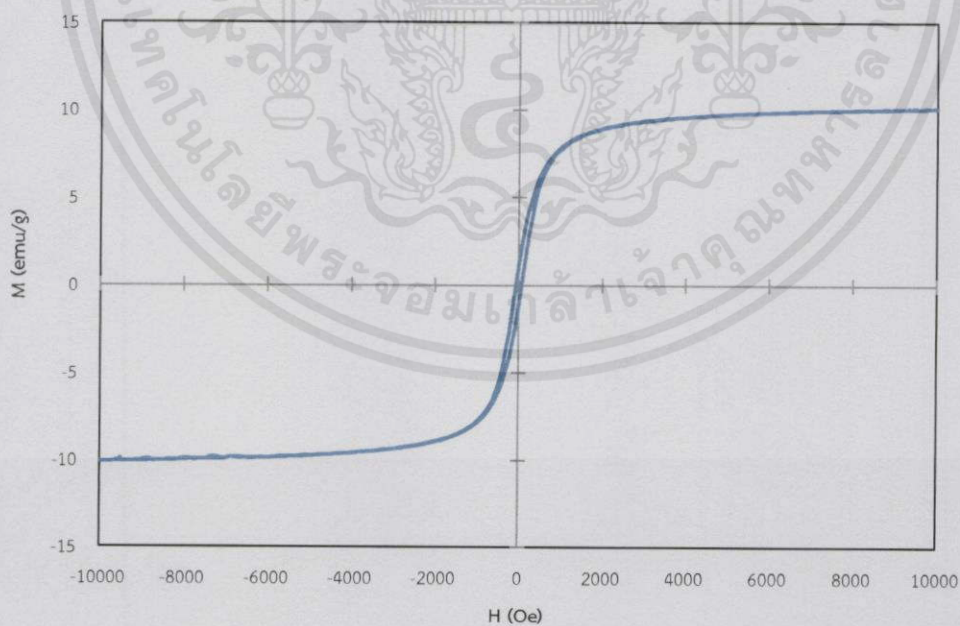


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่วางไว้สำหรับใช้งานในการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(ค) กราฟ VSM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะ 0.5%C+1%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

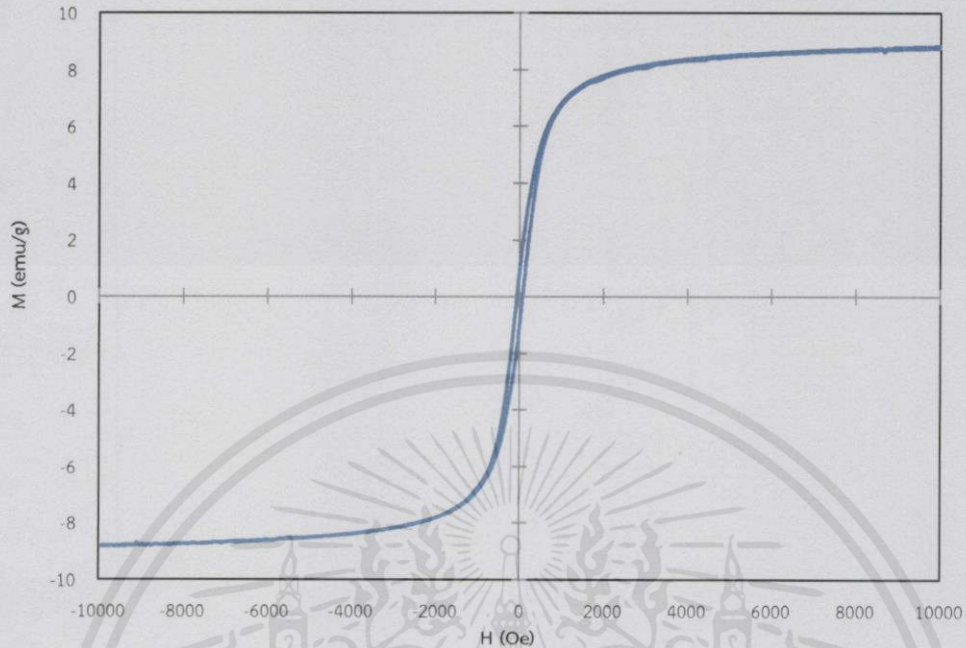


(ง) กราฟ VSM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะ 0.5%C+3%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

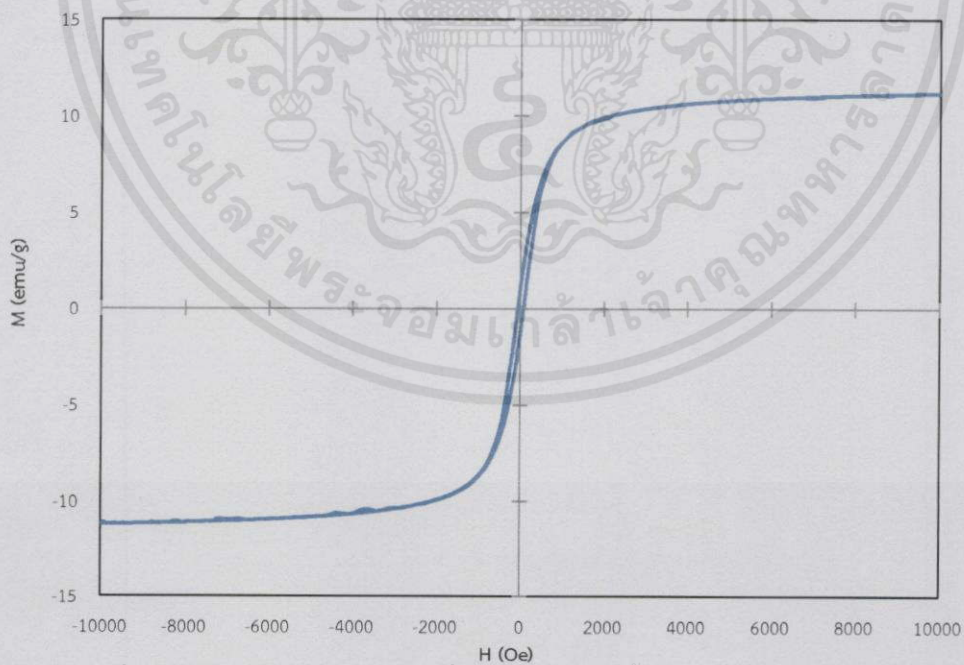


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(จ) กราฟ VSM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะ 0.5%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



(ฉ) กราฟ VSM ของเม็ดวัสดุผสม polyHIPEs ที่สภาวะ 1%C+5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า  
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้