

การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติวัสดุพอลิเมอร์รูพรุน  
SYNTHESIS AND MODIFIED PROPERTIES OF HIGH POROUS  
POLYMER MATERIALS (POLYBUPES)

สารพิมพ์ เคียมฉลาด  
จวนทรยา กลาวค  
เดอรัฐ โขติงการประภาวัฒน์  
เดอภินภู สุภาวิฑิตย์

โครงการนี้สนับสนุนโดยสำนักงานส่งเสริมการศึกษานอกระบบ  
และตามอัธยาศัย กรมส่งเสริมการศึกษานอกระบบ  
และตามอัธยาศัย  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีกรรณีนพชา 2556

การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติวัสดุพอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง  
SYNTHESIS AND MODIFIED PROPERTIES OF HIGH POROUS  
POLYMER MATERIALS (POLYHIPES)

ชารทิพย์	เอี่ยมสอาด
วรินทร์ยา	ภูอวด
เอกรัฐ	โชติจารุประภาวัฒน์
เอกศิษฐ์	ฐาศิริทรัพย์

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต  
สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2556

**SYNTHESIS AND MODIFIED PROPERTIES OF HIGH POROUS  
POLYMER MATERIALS (POLYHIPES)**

**TANTHIP**

**EAMSA-ARD**

**WARINYA**

**PU-ODD**

**EKKARATH**

**CHOTICHARUPRAPHAWAT**

**EAKKASIT**

**THASIRISAP**

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE  
IN INDUSTRY CHEMISTRY  
FACULTY OF SCIENCE  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2013**

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติวัสดุพอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง  
Synthesis and modified properties of high porous polymer materials  
(polyHIPEs)


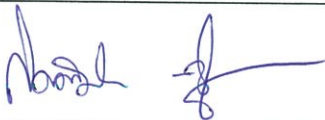

ชื่อนักศึกษา น.ส.ธารทิพย์ เตียมสอาด  
น.ส.วรินทร์ยา ภูอวด  
นายเอกรัฐ โชติจารุประภาวัฒน์  
นายเอกศิษฐ์ ฐาศิริทรัพย์

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม

อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ปานไพลิน สีหาราช

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้  
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมี  
อุตสาหกรรม ประจำปีการศึกษา 2556

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร	
ดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์	
ดร.ปานไพลิน สีหาราช	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

**หัวข้อโครงการพิเศษ**      การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติวัสดุพอลิเมอร์ชนิดรูพรุนสูง  
Synthesis and modified properties of high porous polymer materials  
polyHIPEs

<b>ชื่อนักศึกษา</b>	น.ส.ชารทิพย์    เอี่ยมสอาด	53050244
	น.ส.วรินทร์ยา    ภูอวด	53050337
	นายเอกรัฐ        โชติจารุประภาวัฒน์	53050401
	นายเอกศิษฐ์     ฐาศิริทรัพย์	53050402
<b>ปริญญา</b>	วิทยาศาสตรบัณฑิต	
<b>สาขาวิชา</b>	เคมีอุตสาหกรรม	
<b>ปีการศึกษา</b>	2556	
<b>อาจารย์ที่ปรึกษา</b>	ดร.ปานไพลิน สีหาราช	

### บทคัดย่อ

วัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูงถูกพัฒนาขึ้นเพื่อใช้ในงานที่ต้องการพื้นที่ผิวสูง เช่น ใช้เป็นวัสดุตัวกรอง โดยวัสดุ polyHIPEs เป็นวัสดุที่มีน้ำหนักเบา มีปริมาตรรูพรุนสูง มีพื้นที่ผิวมาก และสามารถสังเคราะห์ได้ง่าย แต่ยังมีสมบัติเชิงกลที่ไม่ดีนัก มีความเปราะ คือมีความเป็นขอล็ค ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงศึกษาการสังเคราะห์และการปรับปรุงวัสดุ polyHIPEs โดยการเติมสารเติมแต่ง ผงถ่านกัมมันต์  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกล เพิ่มสมบัติแม่เหล็กและการเป็นตัวดูดซับ ซึ่งการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs จะทำโดยวิธีอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (Water-in-oil) ที่มีวัฏภาคสารอินทรีย์ประกอบไปด้วย มอนอเมอร์ คือ สไตรีนและไดไวนิลเบนซีน มีตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ เอโซบิสไอโซบิวทิลโรโนไทรล์ (AIBN) และใช้ ซอร์บิแทน โมโนลิเอท (Span80) เป็นสารลดแรงตึงผิว แล้วใช้วัฏภาคน้ำที่มีแคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวช่วยเพิ่มความคงตัว จากนั้นได้ทำการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) วิเคราะห์ปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวด้วยวิธีของ Brunauer Emmett Teller (BET) วิเคราะห์อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) ทดสอบความแข็งแรงต่อแรงกดด้วยเครื่อง Universal testing machine สอบความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่อง Vibrating sample magnetometer และทดสอบการเป็นตัวดูดซับด้วยเทคนิค Atomic absorption spectroscopy (AAS) ซึ่งผลจากการวิเคราะห์พบว่าวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งมีลักษณะเป็นก้อนสีขาว มีความเป็นขอล็คค่อนข้างมีความแข็งแรง มีปริมาตรรูพรุน 45.72% โดยน้ำหนัก สำหรับวัสดุ polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ 1% โดยน้ำหนัก จะมีความแข็งแรง แต่เปราะ มีความ

เป็นขอลค์น้อย และมีปริมาตรพูนเพิ่มขึ้นถึง 86.17% โดยน้ำหนัก มีค่างมอดูลัสเท่ากับ  $6.7195 \pm 0.8898$  MPa แต่เมื่อเติมซิลิกา 1% โดยน้ำหนัก ทำให้ได้วัสดุที่มีความเป็นขอลค์เพิ่มมากขึ้น มีปริมาตรพูนเท่ากับ 39.97% โดยน้ำหนัก มีค่างมอดูลัสเท่ากับ  $6.7195 \pm 0.8898$  MPa เมื่อพิจารณาวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ 1% และเหล็กออกไซด์ 5% โดยน้ำหนัก พบว่า มีความเป็นขอลค์น้อย มีความแข็งแรง เมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์จะทำให้มีปริมาตรพูนลดน้อยลง และตัวอย่างที่เติมผงถ่านกัมมันต์ 1% และเหล็กออกไซด์ 15% โดยน้ำหนัก มีค่างมอดูลัสสูงที่สุด คือ  $7.8132 \pm 0.8666$  MPa และ มีค่าแมกนีไทเซชันสูงที่สุด คือ 11.89 emu/g ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกา 1% และเหล็กออกไซด์ 5% โดยน้ำหนัก พบว่า มีความแข็งแรง มีความเป็นขอลค์น้อยลง และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ก็มีปริมาตรพูนลดลงเช่นเดียวกัน แต่มีความสามารถในการรับแรงกดอัดต่ำกว่า polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง ซึ่งวัสดุผสม ที่เติมซิลิกา 1% และเหล็กออกไซด์ 5% โดยน้ำหนัก มีค่าแมกนีไทเซชันสูงที่สุด คือ 12.87 emu/g และจากการทดสอบการเป็นตัวดูดซับของวัสดุผสม polyHIPEs จากการเติมผงถ่านกัมมันต์ 1% กับเหล็กออกไซด์ 15% โดยน้ำหนัก และซิลิกา 1% กับเหล็กออกไซด์ 15% โดยน้ำหนักพบว่าสามารถดูดซับสารละลายเหล็กเข้มข้น 3 ppm ได้ 97.67 % และ 98.33 % ตามลำดับ

**คำสำคัญ :** วัสดุพอลิเมอร์ชนิดพูนสูง (Poly high internal phase emulsion หรือ polyHIPEs) อิมัลชัน วัฏภาคภายใน วัฏภาคภายนอก

<b>Title</b>	Synthesis and modified properties of high porous polymer materials polyHIPEs
<b>Students</b>	Tanthip Eamsa-ard Warinya Pu-oud Ekkarath Choticharupraphawat Eakkasit Thasirisap
<b>Degree</b>	Bachelor of Science
<b>Major Program</b>	Industrial chemistry
<b>Academic Year</b>	2013
<b>Advisor</b>	Dr. Panpailin Seeharaj

### ABSTRACT

Poly high internal phase emulsion (PolyHIPEs) materials with light weight, high porosity and easy to synthesis were developed for using in high surface area applications. However, chalkiness, brittleness and poor mechanical properties limit to use of polyHIPEs in practical applications. Therefore, this research studied the synthesis and modified properties of polyHIPEs by the addition of additives including the activated carbon, SiO<sub>2</sub> and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. PolyHIPEs were synthesized using the water-in-oil emulsion technique. The organic phase consisted of both styrene and divinylbenzene as monomers, AIBN as an initiator and Span80 as a surfactant. The polyHIPEs with no additive were chalkiness, white and having the porosity of 45.72%vol. PolyHIPEs composites with the activated carbon 1%wt. was strong, brittle and less chalkiness than without no additives. The porosity of the composites increased to 86.17%vol and the Young's modulus of  $6.7195 \pm 0.8898$  MPa. PolyHIPEs composites with SiO<sub>2</sub> 1%wt. was chalkiness, having porosity of 39.97%vol and the Young's modulus of  $5.8213 \pm 0.0358$  MPa. PolyHIPEs composites with the activated carbon and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> showed good mechanical properties. While polyHIPEs composites with SiO<sub>2</sub> and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> showed poor mechanical properties. The polyHIPEs composites with the activated carbon 1%wt. and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 15%wt. had the highest Young's modulus of  $7.8132 \pm 0.8666$  MPa and the saturated magnetization of 11.89 emu/g. The adsorption testing showed that the polyHIPEs composites with the activated carbon 1%wt. and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 15%wt. and with SiO<sub>2</sub> 1%wt. and Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 15%wt. can be used for the iron absorbtion.

**Keywords :** Poly high internal phase emulsion, polyHIPEs, emulsion, internal phase and external phase.

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีก็เพราะความกรุณาจาก ดร.ปานไพลิน สีหาราช ที่ให้โอกาสในการเป็นที่ปรึกษาโครงการพิเศษ เป็นผู้ให้ความรู้และสอนทักษะการทำงาน รวมถึงสนับสนุนทุกทุกสิ่งทุกอย่าง จึงขอขอบพระคุณอย่างสูง ณ ที่นี้ด้วย

ขอขอบพระคุณอย่างสูงสำหรับ ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร ผศ.ดร.บุณณมา ศิริพันธ์ โนน และ ดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ ที่ช่วยเป็นกรรมการในการสอนและตรวจทานแก้ไข ให้โครงการพิเศษฉบับนี้มีความถูกต้องสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณอาจารย์ทุกท่านที่ได้ให้วิชาความรู้จนสามารถทำให้พวกเราสามารถทำงานให้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ตลอดจนเจ้าหน้าที่คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ได้ให้ความรู้ ความช่วยเหลือ และคำแนะนำต่าง ๆ

ขอขอบคุณเพื่อน ๆ ทุกคนที่คอยให้กำลังใจในยามที่ท้อแท้และเกิดปัญหา ตลอดจนรุ่นพี่ และรุ่นน้องที่คอยเป็นห่วง และให้กำลังใจตลอดมา

ขอขอบคุณความพยายาม ความอดทน ที่ช่วยเป็นแรงผลักดันให้โครงการนี้ประสบความสำเร็จไปได้ด้วยดี

ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ผู้ให้กำเนิด ตลอดจนญาติพี่น้องทุกท่านที่ให้โอกาสในการศึกษาและ โอกาสการเรียนรู้สิ่งต่าง ๆ และให้กำลังใจในการทำทุกอย่างให้ผ่านไปได้ด้วยดีตลอดมา

นางสาวธารทิพย์ เอี่ยมสอาด

นางสาววรินทร์ยา ภูอวด

นายเอกรัฐ โชติจารุประภาวัฒน์

นายเอกศิษฏ์ จูาศิริทรัพย์

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	III
กิตติกรรมประกาศ	V
สารบัญ	VI
สารบัญตาราง	X
สารบัญรูปภาพ	XI
<b>1 บทนำ</b>	<b>1</b>
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	1
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีดำเนินการ	2
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	2
<b>2 ทฤษฎีและหลักการ</b>	<b>3</b>
2.1 High internal phase emulsions (HIPEs) และ polyHIPEs	3
2.1.1 การเกิดอิมัลชัน (Emulsion)	3
2.1.1.1 ขนาดของหยดวิภาคภายในของอิมัลชัน และลักษณะอิมัลชันที่มองเห็น	4
2.1.1.2.1 แบ่งตามลักษณะภายนอกที่มองเห็น	4
2.1.1.2.2 แบ่งตามชนิดของการเตรียมอิมัลชัน	5
2.1.1.3 ส่วนประกอบของอิมัลชัน	6
2.1.1.4 กลไกการเกิดอิมัลชันในของเหลว	6
2.2 กระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs	7
2.2.1 การสังเคราะห์ polyHIPEs	7
2.2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน	8
2.2.2.1 ขั้นริเริ่ม (Initiation)	8
2.2.2.2 ขั้นขยายสายโซ่ (Propagation)	9
2.2.2.3 ขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (Termination)	9
2.2.3 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization)	9

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.2.3.1 กลไกการเกิดแบบไมเซลล์ (Micellar nucleation)	10
2.2.3.2 กลไกการเกิดแบบเนื้อเดียว (Homogeneous nucleation)	10
2.2.3.3 กลไกการเกิดแบบมินิอิมัลชัน (Miniemulsion)	10
2.3 สารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยแบ่งตามวิธีกา	11
2.3.1 วิธีกาสารอินทรีย์	11
2.3.1.1 โมโนเมอร์	11
2.3.1.1.1 สไตรีน	11
2.3.1.1.2 ไดไวนิลเบนซีน	12
2.3.1.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรล์	12
2.3.1.2.1 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยความร้อน	12
2.3.1.2.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวผ่านปฏิกิริยารีดอกซ์	13
2.3.1.3 สารลดแรงตึงผิว คือ ซอร์บิแทน โมโนสเตียเรต (Span80)	14
2.3.1.3.1 สารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุลบ (Anionic surfactant)	14
2.3.1.3.2 สารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุบวก (Cationic surfactant)	14
2.3.1.3.3 สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ (Non-ionic surfactant)	14
2.3.2 วิธีกาของน้ำ	16
2.3.2.1 น้ำปราศจากไอออน	16
2.3.2.2 สารเพิ่มความคงตัว คือ แคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )	16
2.4 ลักษณะทางกายภาพของ polyHIPEs	17
2.4.1 ลักษณะโครงสร้างภายนอก	17
2.4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะโครงสร้างของรูพรุน	17
2.4.3 ปัจจัยที่มีผลต่อขนาดของช่องว่างและการเชื่อมโยงภายใน	18
2.4.4 ปัจจัยที่มีผลต่อพื้นที่ผิว	18
2.5 การนำ polyHIPEs ไปใช้งาน	18
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs	19
2.6.1 การสังเคราะห์ polyHIPEs	19

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.6.2 การปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs	21
2.6.2.1 สารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs	23
2.6.2.1.1 ผงถ่านกัมมันต์ (Carbon black หรือ Activated carbon)	23
2.6.2.1.2 ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ )	24
2.6.2.1.3 เหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )	26
2.7 ทฤษฎีการดูดซับ	29
<b>3 วิธีการดำเนินการวิจัย</b>	<b>31</b>
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	31
3.2 สารเคมี	32
3.3 กระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs	32
3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมโมโนเมอร์	33
3.3.1.1 การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ร้อยละ 10 w/v	33
3.3.1.2 การเตรียมสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน (การสกัด Inhibitor)	33
3.3.2 การเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก	34
3.3.3 การเตรียมอิมัลชัน HIPEs	35
3.3.4 การเตรียม polyHIPEs	36
3.3.5 ขั้นตอนการซ็อกซ์เลทต์ (Soxhlet)	37
3.3.6 การตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs	41
3.3.6.1 การวัดค่าความหนาแน่นแบบง่ายของวัสดุ	41
3.3.6.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)	41
3.3.6.3 การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA)	43
3.3.6.4 การตรวจสอบปริมาณพื้นที่ผิวโดยวิธีของ Brunauer Emmett Teller	44
3.3.6.5 การตรวจสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่อง Vibrating sample magnetometer (VSM)	45

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.6.6 การตรวจสอบสมบัติทางกลด้วยเครื่อง Universal testing machine	46
3.3.6.7 การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องอะตอมมิก แอปซอร์พชัน สเปกโตรสโกปี (Atom absorption spectroscopy, AAS)	47
3.3.6.8 การทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก	58
<b>4 ผลการวิจัยละเอียดอภิปรายผล</b>	49
4.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต	49
4.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อน โดยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA)	53
4.3 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)	56
4.4 การศึกษาปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer Emmet Teller (BET)	64
4.5 การศึกษาความหนาแน่น ด้วยวิธีหาความหนาแน่นอย่างง่าย และวิธีแทนที่ด้วยน้ำ	68
4.6 การศึกษาสมบัติทางกลด้วยการทดสอบความแข็งแรงกด (Compression testing)	70
4.7 ศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็ก โดยใช้เทคนิคการสั่นของวัสดุในสนามแม่เหล็ก Vibrating sample (VSM)	74
4.8 การศึกษาการดูดซับโลหะหนักด้วยเครื่องอะตอมมิก แอปซอร์พชัน สเปกโตรมิเตอร์ (Atomic absorption spectrometer, AAS)	78
<b>5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ</b>	81
5.1 สรุปผลการวิจัย	80
5.2 ข้อเสนอแนะ	83
<b>เอกสารอ้างอิง</b>	84
ภาคผนวก ก การคำนวณและการเตรียมสารเคมี	88
ภาคผนวก ข ผลการศึกษาการขยายตัวทางความร้อน	92
ภาคผนวก ค ผลค่าความแข็งแรงกดอัดของวัสดุ	95

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 อุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาของตัวริเริ่มปฏิกิริยา	13
ตารางที่ 2.2 ค่า HLB ที่สัมพันธ์กับการนำไปใช้เลือกตัวทำอิมัลชัน	15
ตารางที่ 2.3 การเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาตรส่วนที่เป็นน้ำ	21
ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs	35
ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารเติมแต่งที่ช่วยเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPEs	36
ตารางที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ ในวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs	51
ตารางที่ 4.2 อุณหภูมิการสลายตัวและร้อยละน้ำหนักที่หายไปของวัสดุ polyHIPEs	53
ตารางที่ 4.3 ผลของปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนเฉลี่ย	64
ตารางที่ 4.4 ค่าความหนาแน่นของวัสดุ polyHIPEs	67
ตารางที่ 4.5 ค่า Young's Modulus และความเค้น ณ จุดรับแรงสูงสุด	70
ตารางที่ 4.6 ค่าแมกนีไทซ์เซชันและค่าความแรงของสนามแม่เหล็กสูงสุด ณ จุดอิ่มตัว	74
ตารางที่ 4.7 แสดงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานและค่าการดูดกลืนแสง	79
ตารางที่ 4.8 ค่าความเข้มข้นการดูดกลืนของสารละลายโลหะเหล็กก่อนและหลังการดูดซับ	79

# สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 อิมัลชันที่แบ่งตามชนิดของการเตรียมอิมัลชัน	5
รูปที่ 2.2 การเตรียม HIPE และ polyHIPEs	7
รูปที่ 2.3 การแตกตัวของตัวริเริ่มปฏิกิริยา AIBN	8
รูปที่ 2.4 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระของตัวริเริ่มปฏิกิริยากับ โมโนเมอร์สไตรีน	8
รูปที่ 2.5 การเชื่อมโยงเป็นสายโซ่และโครงร่างแหของโครงสร้างพอลิเมอร์ polyHIPEs	9
รูปที่ 2.6 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างสไตรีนและ DVB	12
รูปที่ 2.7 แสดงปฏิกิริยารีดอกซ์ของสาร โปแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต	13
รูปที่ 2.8 การจัดเรียงตัวของตัวทำอิมัลชัน หรือ สารลดแรงตึงผิว	15
รูปที่ 2.9 ลักษณะก้อนของวัสดุ polyHIPEs และ ลักษณะ โครงสร้างภายใน	17
รูปที่ 2.10 การนำ polyHIPEs ไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ	19
รูปที่ 2.11 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs มีปริมาตรรูพรุนเป็น 90%	20
รูปที่ 2.12 ลักษณะ polyHIPEs ที่ใช้เรซินอินทรีย์ (Organoclay) เป็นสารเสริมแรง	22
รูปที่ 2.13 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่มีผงถ่านกัมมันต์เป็นสารเติมแต่ง	24
รูปที่ 2.14 โครงสร้างแบบเตตระฮีดรอลของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ )	24
รูปที่ 2.15 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs	25
รูปที่ 2.16 โครงสร้างของเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )	26
รูปที่ 2.17 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโน	28
รูปที่ 3.1 ภาพจำลองแบบการดูดซับคาร์บอนสำหรับการ Soxhlet	37
รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก	38
รูปที่ 3.3 กระบวนการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPEs โดยใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา	39
รูปที่ 3.4 กระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs	40
รูปที่ 3.5 ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	42
รูปที่ 3.6 แสดงระบบการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	42
รูปที่ 3.7 แสดงภาพเครื่อง Thermogravimetric Analysis	43
รูปที่ 3.8 แสดงภาพเครื่องBrunauer Emmett Teller	44
รูปที่ 3.9 แสดงโครงสร้างหลักของ VSM	45
รูปที่ 3.10 แสดงเครื่อง Universal Testing Machine (UTM)	46
รูปที่ 3.11 แสดงเครื่อง Atomic absorption spectrometer (AAS)	47

## สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.1 ลักษณะทางกายภาพของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs	52
รูปที่ 4.2 กราฟพูนทงุมิและน้ำหนักของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่ใส่สารเติมแต่งชนิดเดียว	55
รูปที่ 4.3 กราฟพูนทงุมิและน้ำหนักของ polyHIPEs และ polyHIPEsผสมที่ใส่ C และ Fe	56
รูปที่ 4.4 กราฟพูนทงุมิและน้ำหนักของ polyHIPEs และ polyHIPEsผสมที่ใส่ Si และ Fe	56
รูปที่ 4.5 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยายขนาด 5000 เท่าของวัสดุ polyHIPEs	58
รูปที่ 4.6 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยายขนาด 10000 เท่าของวัสดุ polyHIPEs	59
รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยายขนาด 5000 เท่าของวัสดุผสม polyHIPEs (C+Fe)	60
รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยายขนาด 10000 เท่า ของวัสดุผสม polyHIPEs (C+Fe)	61
รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยายขนาด 5000 เท่า ของวัสดุผสม polyHIPEs (Si+Fe)	62
รูปที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยายขนาด10000 เท่า ของวัสดุ polyHIPEs (Si+Fe)	63
รูปที่ 4.11 แผนภูมิเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs	66
รูปที่ 4.12 แผนภูมิเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs	67
รูปที่ 4.13 แผนภูมิเปรียบเทียบความหนาแน่นของวัสดุ polyHIPEs	69
รูปที่ 4.14 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นต่อระยะกดของวัสดุ polyHIPEs	72
รูปที่ 4.15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นต่อระยะกด ของวัสดุผสม polyHIPEs (C+Fe)	72
รูปที่ 4.16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นต่อระยะกด ของวัสดุผสม polyHIPEs (Si+Fe)	73
รูปที่ 4.17 กราฟ Hysteresis loop ของผงเหล็กออกไซด์ ( $Fe_3O_4$ )	76
รูปที่ 4.18 กราฟ Hysteresis loop ของวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์	76
รูปที่ 4.19 กราฟ Hysteresis loop ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติม (C+Fe)	77
รูปที่ 4.20 กราฟ Hysteresis loop ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติม(Si+Fe)	77
รูปที่ 4.21 แสดงภาพการทดสอบการเหนียวนำวัสดุด้วยแม่เหล็กถาวร	78
รูปที่ 4.22 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายเหล็ก	80

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

วัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง (Poly high internal phase emulsion หรือ polyHIPEs) ได้ถูกพัฒนาขึ้นมาเพื่อใช้ในงานที่ต้องการพื้นที่ผิวจำเพาะสูง อาทิเช่น การนำมาใช้เป็นวัสดุตัวกรอง (Filtration media) ใช้สำหรับการเพาะเลี้ยงเนื้อเยื่อ ใช้เป็นอุปกรณ์ในการแยกสารด้วยเทคนิคโครมาโตกราฟี ใช้สำหรับกรองอากาศ และกรองแยกโลหะหนักในน้ำ เนื่องจากวัสดุ polyHIPEs มีสมบัติที่สำคัญ คือ การมีรูพรุนสูง ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก มีน้ำหนักเบา อีกทั้งยังสามารถทำการสังเคราะห์ได้ง่าย โดยใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ต่ำ เมื่อเทียบกับวัสดุรูพรุนชนิดอื่น เช่น เซรามิกรูพรุน แต่อย่างไรก็ตาม เนื่องจาก polyHIPEs เป็นวัสดุที่สังเคราะห์มาจากวัสดุกลุ่มพอลิเมอร์จึงทำให้มีสมบัติเชิงกลที่ยังไม่คึก ก่อตัวคือ มีความเปราะ มีความเป็นขอลัด และความแข็งแรงต่อแรงกดต่ำ (Compression strength) ดังนั้นทางผู้วิจัยจึงทำการศึกษาการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุ polyHIPEs โดยการเติมสารเติมแต่ง (Additives) ที่เป็นตัวเสริมแรง (Reinforcement) ลงไป ซึ่งในโครงการงานพิเศษนี้ได้ศึกษาผลของสารเสริมแรงสองชนิด คือ ผงถ่านกัมมันต์ (Activated Carbon) และ ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) นอกเหนือจากนี้ยังได้ทำการเพิ่มขีดความสามารถในการนำวัสดุ polyHIPEs ไปประยุกต์ใช้งานด้วยการเติมสารเติมแต่ง เพื่อเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPEs ให้หลากหลายยิ่งขึ้นด้วย การเติมเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ขนาดอนุภาคนาโนเพื่อเพิ่มสมบัติแม่เหล็กทำให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับในการแยกโลหะหนักออกจากน้ำเสียได้ โดยกระบวนการปรับปรุงสมบัติต่าง ๆ เหล่านี้ล้วนเป็นการเพิ่มขีดความสามารถในการนำไปใช้งานของวัสดุ polyHIPEs ได้ทั้งสิ้น ในโครงการงานพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs เพื่อเพิ่มสมบัติทางเชิงกล สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับโลหะหนัก โดยการเติมผงถ่านกัมมันต์  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  โดยใช้สารตั้งต้นโมโนเมอร์ คือ สไตรีน (Styrene) ไดไวนิลเบนซีน (DVB) และมีเอโซบิสไอโซบิวทิลโรไนไตรล์ (AIBN) เป็นตัวริเริ่มการเกิดปฏิกิริยา โดยใช้อัตราส่วนระหว่างวัฏภาคสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคน้ำคือเป็น ร้อยละ 20 ต่อ ร้อยละ 80 โดยปริมาตร

### 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการงานวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาและพัฒนาวัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง polyHIPEs

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ และซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) ที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของวัสดุผสม polyHIPEs

1.2.3 เพื่อศึกษาผลของการเติมเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) อนุภาคขนาดนาโนเพื่อเพิ่มสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสม polyHIPEs

1.2.4 เพื่อศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่งร่วมกันสองชนิดในวัสดุผสม polyHIPEs

### 1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์วัสดุพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง polyHIPEs

1.3.2 สังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง ผงถ่านกัมมันต์  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

1.3.3 ตรวจสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล สมบัติแม่เหล็กและสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง ผงถ่านกัมมันต์  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

### 1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีดำเนินการ

1.4.1 ศึกษาค้นหาข้อมูลและทบทวนเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง

1.4.2 จัดซื้อวัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

1.4.3 สังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs

1.4.4 ปรับสภาพพื้นผิวสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิกเพื่อให้สารเติมแต่งสามารถเข้าไปอยู่ในวัสดุ polyHIPEs ได้

1.4.5 สังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง ผงถ่านกัมมันต์  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

1.4.6 สังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิดเข้าไปอยู่ร่วมกัน

1.4.7 นำวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบพื้นฐานวิทยา สมบัติทางกล สมบัติทางกายภาพ สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับโลหะหนัก

### 1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1 สามารถสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุผสม polyHIPEs ได้จากการเติมผงถ่านกัมมันต์ และการเติม  $\text{SiO}_2$

1.5.2 สามารถสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติการเป็นแม่เหล็กและสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุผสม polyHIPEs ได้จากการเติม  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  อนุภาคขนาดนาโน

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

เนื้อหาในบทนี้จะกล่าวถึงข้อมูลที่ได้จากการศึกษาและรวบรวมเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้องกับพอลิเมอร์น้ำหนักเบาชนิดรูพรุนสูง (Poly high internal phase emulsions หรือ polyHIPEs) ซึ่งเป็นเนื้อหาเกี่ยวกับหลักการในการสังเคราะห์ วิธีการสังเคราะห์ และการนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ รวมไปถึงงานวิจัยอื่น ๆ ที่เกี่ยวข้อง โดยมีรายละเอียดดังนี้

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

PolyHIPEs คือ วัสดุพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักเบา โครงสร้างเป็นรูพรุนสูง ลักษณะคล้ายโฟม ความหนาแน่นต่ำ มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง นิยมนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น การกรอง การแลกเปลี่ยนไอออน การดูดซับสาร เป็นต้น polyHIPEs สังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอร์-ไรเซชันแบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization) ทั้งแบบน้ำมันในน้ำ (Oil-in-water หรือ O/W) และแบบน้ำในน้ำมัน (Water-in-oil หรือ W/O) โดยจะเตรียมสารผสมให้อยู่ในรูปของอิมัลชัน (HIPEs) จากการให้แรงเฉือนแก่สารผสมจนวัฏภาคภายใน (Internal phase emulsion) เกิดการกระจายตัวในวัฏภาคภายนอกหรือวัฏภาคต่อเนื่อง (External phase emulsion) ซึ่งการกระจายตัวนี้จำเป็นต้องใช้ตัวทำอิมัลชัน (Emulsifying agent) หรือ สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นตัวช่วยรักษาเสถียรภาพของอิมัลชัน (HIPEs) จากนั้นนำสารอิมัลชัน HIPEs ที่เตรียมได้ไปทำให้เกิดการพอลิเมอร์ไรเซชัน โดยการให้ความร้อนเพื่อให้โมโนเมอร์เกิดการเชื่อมโยงเป็นสายโซ่และร่างแห แล้วเปลี่ยนสภาพเป็นของแข็งได้เป็น polyHIPEs ในขั้นตอนนี้จะทำให้วัฏภาคภายในกลายเป็นรูพรุนที่อยู่ในโครงสร้างมากกว่าร้อยละ 74 โดยปริมาตรของวัสดุ จากนั้นนำ polyHIPEs ที่เป็นของแข็งมาทำการสกัด โดยใช้เทคนิคซ็อกเลตต์ (Soxhlet) เพื่อขจัดสารหรือสิ่งตกค้างบางส่วนที่เหลืออยู่ภายในโครงสร้างที่เป็นรูพรุนออก ทำให้ได้ polyHIPEs ที่สมบูรณ์

##### 2.1.1 การเกิดอิมัลชัน (Emulsion)

อิมัลชัน คือ สารผสมที่มีสถานะหยดของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายใน (Dispersed phase หรือ Internal phase) กระจายตัวอยู่ในตัวกลางของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายนอก (Continuous phase หรือ External phase) โดยที่วัฏภาคทั้งสองไม่ละลายในกันและกัน (Immiscible liquids) เช่น การที่น้ำและน้ำมันผสมเป็นเนื้อเดียวกันได้โดยไม่แยกชั้น โดยเมื่อมองด้วยตาเปล่าจะเห็นมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งการที่วัฏภาคสองชนิดที่มีความมีขั้วแตกต่างกันจะสามารถผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

ได้นี้ ต้องทำให้วัฏภาคทั้งสองมีพื้นที่ผิวสัมผัสกันมากขึ้นด้วยการเติมตัวทำอิมัลชัน (Emulsifier) หรือสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) แล้วให้แรงเฉือนเข้าไปในสารผสมทำให้วัฏภาคทั้งสองผสมเข้าด้วยกันได้ แต่การเกิดเป็นเนื้อเดียวกันจะเกิดเพียงช่วงระยะเวลาหนึ่งเท่านั้น เมื่อหยุดให้พลังงานหรือแรงเฉือน สารผสมก็จะกลับมาแยกชั้นกันอีกครั้ง โดยทั่วไปหยดของวัฏภาคภายในอาจมีขนาดต่าง ๆ กัน ตั้งแต่ขนาดเล็กกว่า 0.05 ไมโครเมตร จนถึง 25 ไมโครเมตร ซึ่งขนาดอนุภาคของวัฏภาคภายในมีผลต่อการกระเจิงแสงได้ต่างกัน จึงทำให้อิมัลชันมีลักษณะภายนอกที่มองเห็นได้แตกต่างกัน [1]

### 2.1.1.1 ขนาดของหยดวัฏภาคภายในของอิมัลชัน และลักษณะอิมัลชันที่มองเห็น

เล็กกว่า 0.05 ไมโครเมตร โปร่งใส (Transparent)

0.05 – 0.10 ไมโครเมตร ขุ่นหรือโปร่งใส

0.10 – 1.00 ไมโครเมตร สีขาวอมฟ้า

ใหญ่กว่า 1.00 ไมโครเมตร ขุ่นขาวทึบ

### 2.1.1.2 ชนิดของอิมัลชัน

#### 2.1.1.2.1 แบ่งตามลักษณะภายนอกที่มองเห็นได้เป็น 2 ชนิด คือ

1) แมโครอิมัลชัน (Macro emulsion) คือ อิมัลชันที่ขนาดหยดของวัฏภาคภายในมีเส้นผ่านศูนย์กลางเกินกว่า 0.1 ไมโครเมตร จึงทำให้เกิดความแตกต่างในค่าดัชนีการหักเหของแสงของวัฏภาคทั้งสองและเกิดการกระเจิงแสง ทำให้มองเห็นเป็นลักษณะขุ่นขาว อิมัลชันที่ขุ่นมัวนี้จะไม่เสถียรจึงมีความจำเป็นต้องมีตัวทำอิมัลชัน โดยอิมัลชันนี้อาจแบ่งย่อยได้อีก 2 ประเภท คือ อิมัลชันเนื้อหยาบ (Coarse emulsion) ซึ่งมีอนุภาคค่อนข้างใหญ่และอิมัลชันเนื้อละเอียด (Fine emulsion) ซึ่งมีอนุภาคค่อนข้างเล็กหรือเล็กกว่า 5 ไมโครเมตรลงไป โดยแมโครอิมัลชันเป็นอิมัลชันชนิดที่พบได้มากที่สุด

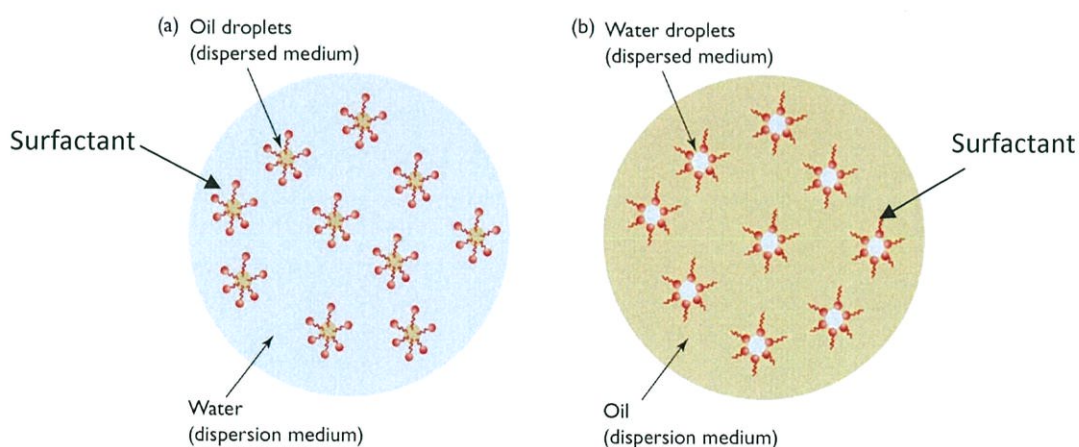
2) ไมโครอิมัลชัน (Micro emulsion) คือ อิมัลชันที่มีลักษณะโปร่งใสเนื่องจากอนุภาคของวัฏภาคภายในเล็กมาก (ประมาณ 10 – 75 นาโนเมตร) ซึ่งมีค่าน้อยกว่าหนึ่งในสี่ของความยาวคลื่นแสงที่มองเห็นได้ (Visible light) จึงไม่มีการหักเหหรือกระเจิงแสง แสงจึงสามารถทะลุผ่านได้ ทำให้ดูโปร่งใส หยดของวัฏภาคภายในของไมโครอิมัลชันมีลักษณะกลมถูกล้อมรอบด้วยฟิล์มของตัวทำอิมัลชัน

### 2.1.1.2.2 แบ่งตามชนิดของการเตรียมอิมัลชัน ได้เป็น 3 ชนิด คือ

1) อิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (Water-in-oil emulsion หรือ W/O) อิมัลชันชนิดนี้มีวิญญูภาคภายในเป็นน้ำวิญญูภาคภายนอกเป็นน้ำมัน เช่น มายองเนส เนยสด เป็นต้น ข้อสังเกตหรือวิธีทดสอบอิมัลชันประเภทนี้ คือ ใช้สีย้อมซูดานแบล็ค (Sudan Black) ซึ่งเป็นสีย้อมที่ละลายในน้ำมัน [2] และแสดงสมบัติการนำไฟฟ้าที่สอดคล้องกับวิญญูภาคของน้ำ (Aqueous phase)

2) อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ (Oil-in-water emulsion หรือ O/W) อิมัลชันชนิดนี้มีวิญญูภาคภายในเป็นน้ำมันวิญญูภาคภายนอกเป็นน้ำ เช่น นํ้านม ไอศกรีม เป็นต้น ข้อสังเกตหรือวิธีทดสอบอิมัลชันประเภทนี้ คือ ใช้สีย้อมเมทิลีนบลู (Methylene blue) ซึ่งเป็นสีย้อมที่ละลายในน้ำ และแสดงค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำ

3) อิมัลชันเชิงซ้อน (Multiple emulsion) เป็นอิมัลชันที่มีวิญญูภาคภายในซ้อนกันอยู่ ซึ่งเป็นของเหลวต่างชนิดกัน เช่น น้ำ/น้ำมัน/น้ำ (W/O/W) หรือ น้ำมัน/น้ำ/น้ำมัน (O/W/O) อิมัลชันเชิงซ้อนเหล่านี้สามารถกลับกลายเป็นอิมัลชันชนิดธรรมดาได้ เช่น น้ำ/น้ำมัน/น้ำ ซึ่งมีน้ำเป็นวิญญูภาคภายนอก แต่วิญญูภาคภายในเป็นน้ำมัน และจะมีหยดเล็ก ๆ ของหยดน้ำซ้อนอยู่ภายในวิญญูภาคของน้ำมันอีกที เมื่อกลับกลายเป็นอิมัลชันธรรมดาจะกลายเป็นอิมัลชันชนิด น้ำมันในน้ำ (O/W)



รูปที่ 2.1 แสดงอิมัลชันที่แบ่งตามชนิดของการเตรียมอิมัลชัน คือ (a) อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ และ (b) อิมัลชันชนิด น้ำในน้ำมัน [3]

### 2.1.1.3 ส่วนประกอบของอิมัลชัน

อิมัลชันมีส่วนประกอบหลักสำคัญอยู่ด้วยกัน 2 ส่วน คือ

1) วัฏภาคน้ำ (Water phase) ได้แก่ น้ำและสารต่าง ๆ ซึ่งอาจเป็นของแข็งหรือของเหลวที่ละลายได้ในน้ำ หรือเป็นสารเพิ่มความหนืดและการกระจายตัว เช่น แคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ )

2) วัฏภาคน้ำมัน (Oil phase) ได้แก่ น้ำมันต่าง ๆ เช่น สารโมโนเมอร์ตั้งต้นและตัวทำอิมัลชัน ที่เป็นตัวสำคัญในการผสมผสานให้วัฏภาคน้ำและน้ำมันเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน ได้แก่ พวกสารลดแรงตึงผิวต่าง ๆ เช่น สารกลุ่มซอร์บิแทน (Span) หรือ โซเดียมลอริลซัลเฟต (Sodium lauryl sulfate)

### 2.1.1.4 กลไกการเกิดอิมัลชันในของเหลว

ของเหลวทุกชนิดจะมีแรงตึงผิวต่อตัวของมันเอง เมื่อนำของเหลวสองชนิดที่ไม่ผสมเข้ากันมารวมกันจะเกิดการแยกเป็น 2 ชั้น การทำให้เกิดอิมัลชันทำได้โดยการเขย่ารวมกันเพื่อให้เกิดแรงเฉือนเป็นการเพิ่มพลังงานอิสระที่พื้นผิว (Surface free energy) ทำให้ของเหลวนั้นกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ ในกันและกันได้ แต่การเกิดอิมัลชันนี้เป็นอิมัลชันแบบชั่วคราว (Temporary emulsion) เมื่อหยุดเขย่าหรือกวน ของเหลวเหล่านั้นก็จะพยายามกลับมารวมตัวกันและแยกชั้นกันอีกครั้งเนื่องจากแรงตึงผิวของของเหลวแต่ละตัวจะพยายามทำให้อนุภาคของเหลวพยายามกลับมารวมตัวเข้าหากันเอง และจะแยกตัวออกจากของเหลวอีกชนิดหนึ่งเพื่อลดพื้นที่ผิวให้น้อยที่สุด เพราะเมื่อของเหลวมีอนุภาคใหญ่ขึ้นจะมีพื้นที่ผิวลดลง มีผลให้ของเหลวที่มีความหนาแน่นต่ำลอยตัวขึ้นชั้นบน ส่วนของเหลวที่มีความหนาแน่นสูงจะแยกตัวอยู่ชั้นล่าง แต่สามารถทำให้อิมัลชันเกิดขึ้นอย่างถาวรได้ (Permanent emulsion) โดยการเติมตัวทำอิมัลชันหรือสารลดแรงตึงผิวลงไปก่อนการเขย่าทำให้ของเหลวทั้งสองชนิดเกิดการกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ ในกันและกัน ทำให้ของเหลวทั้งสองชนิดยังคงสภาพอยู่ โดยไม่กลับมาแยกชั้นดังเดิมได้

ดังนั้นการเกิดอิมัลชันได้ต้องอาศัยกระบวนการ 2 ขั้นตอน คือ

1) การทำให้ของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายในแตกกระจายเป็นหยดเล็ก ๆ โดยอาศัยการให้พลังงานซึ่งอาจใช้ในรูปของความร้อน (Heat) การคนหรือเขย่า (Mechanical agitation) การสั่นสะเทือน โดยใช้คลื่นเสียง (Ultrasonic vibration) หรือไฟฟ้า (Electricity) เป็นต้น

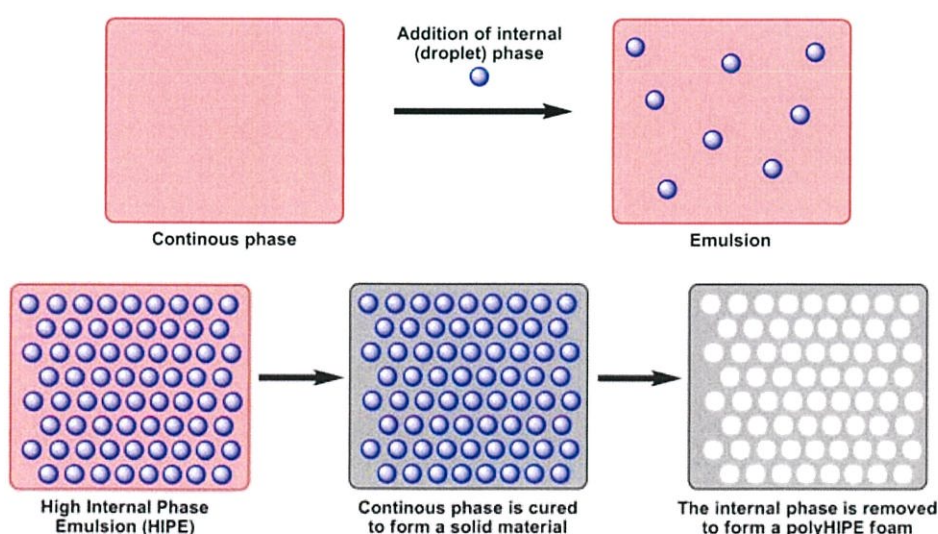
2) การทำให้หยดเล็ก ๆ ที่กระจายตัวอยู่นั้นคงสภาพอยู่ได้ ซึ่งอาศัยตัวทำอิมัลชันหรือสารลดแรงตึงผิวเพื่อลดแรงตึงผิวระหว่างวัฏภาค

## 2.2 กระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs

ในการสังเคราะห์ polyHIPEs จะใช้กระบวนการพอลิเมอไรเซชันซึ่งเป็นกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่เกิดจากปฏิกิริยาการรวมกันของโมโนเมอร์กลายเป็นสารที่มีโมเลกุลใหญ่และมีน้ำหนักโมเลกุลมากกว่าโมโนเมอร์หลายพันเท่าซึ่งสารที่สังเคราะห์ได้นี้จะเรียกว่าพอลิเมอร์

### 2.2.1 การสังเคราะห์ polyHIPEs

การสังเคราะห์จะเริ่มจากการนำวัตถุดิบสารอินทรีย์ (สไตรีนและไดไวนิลเบนซีน) ไปกำจัดสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยา (Inhibitor) โดยนำไปสกัดด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร (10%w/v NaOH) จากนั้นนำสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนที่ได้ใส่ลงในขวดสามคอ ทำการเติมตัวริเริ่มปฏิกิริยา (AIBN) และสารลดแรงตึงผิว (Span80) แล้วใช้ใบพัดรูปตัว D ในการปั่นกวน ทำการปั่นกวนด้วยความเร็วสูง จากนั้นค่อย ๆ หยดวัตถุดิบของน้ำที่มีสารอิเล็กโทรไลต์เพิ่มความคงตัว ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) ลงไป เมื่อหยดวัตถุดิบของน้ำหมดแล้วให้ทำการปั่นกวนต่อจนได้สารอิมัลชัน HIPEs ที่มีลักษณะสีขาวขุ่นเป็นของเหลวคล้ายน้ำสลัด แล้วจึงนำสารอิมัลชันที่ได้มาใส่ในบีกเกอร์ แล้วเติมน้ำปราศจากไอออน ลงบนผิวด้านบนและปิดด้วยแผ่นอะลูมิเนียมฟลอยด์ นำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อนำออกมาจากบีกเกอร์จะได้ polyHIPEs ที่แข็งตัว มีน้ำหนักเบาเนื่องจากโครงสร้างภายในมีรูพรุนสูง และนำไปสกัดด้วยเมทานอล (Methanol) เพื่อกำจัดสิ่งตกค้างภายในรูพรุน โดยใช้เทคนิคช็อกเลทต์ (Soxhlet) และนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ รูปที่ 2.2 แสดงกระบวนการเตรียม HIPE และ polyHIPEs



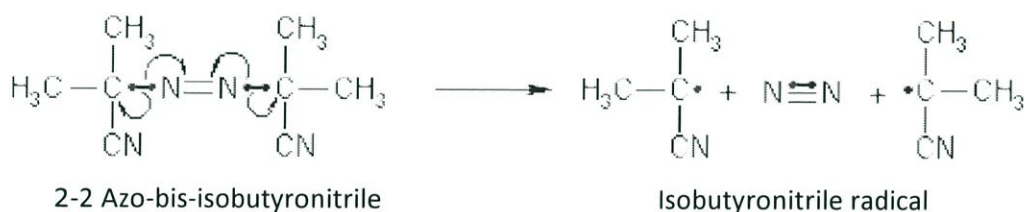
รูปที่ 2.2 แสดงการเตรียม HIPE และ polyHIPEs [4]

## 2.2.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน

การสังเคราะห์ polyHIPEs เป็นการเกิดพอลิเมอไรเซชันแบบปฏิกิริยาลูกโซ่ที่เกิดผ่านอนุมูลอิสระ เกิดจากการที่โมโนเมอร์ไม่อิ่มตัว (Unsaturated monomer) ทำปฏิกิริยาซึ่งกันและกันภายใต้สภาวะที่มีความร้อน ความดัน และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม พันธะคู่ที่อยู่ในโมโนเมอร์จะเปิดออกเป็นพันธะเดี่ยว 2 พันธะ และเกิดปฏิกิริยาได้เป็นพอลิเมอร์โดยที่ไม่มีสารอื่นได้ออกมา การเกิดพอลิเมอไรเซชันแบบรวมตัวสามารถแบ่งได้เป็น 3 ขั้นตอนคือ ขั้นริเริ่ม (Initiation) ขั้นขยายสายโซ่ (Propagation) และขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (Termination) ซึ่งแต่ละขั้นตอนมีรายละเอียดดังนี้

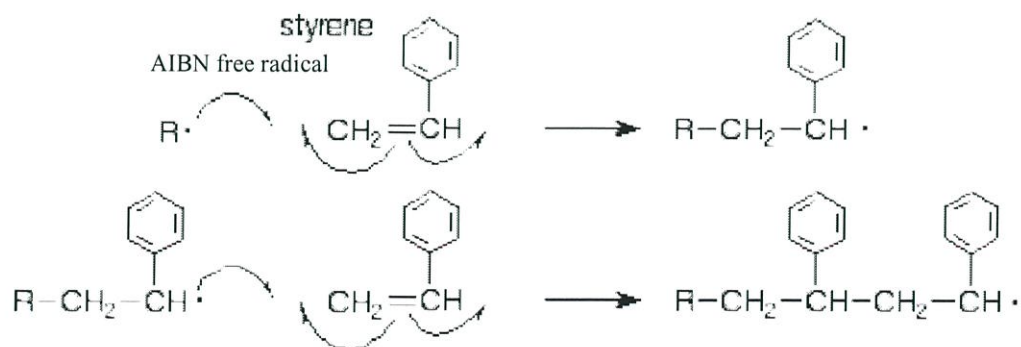
### 2.2.2.1 ขั้นริเริ่ม (Initiation)

ขั้นริเริ่มเป็นขั้นตอนที่เกิดการแตกตัว (Decomposition) ของตัวริเริ่มปฏิกิริยา (AIBN) และทำให้เกิดเป็นอนุมูลอิสระ (Free radical หรือ R•) ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 แสดงการแตกตัวของตัวริเริ่มปฏิกิริยา AIBN [5]

จากนั้นอนุมูลอิสระจะทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์ของสไตรีนแสดงในรูปที่ 2.4 หรือโมโนเมอร์ของไคไวนิลเบนซีนซึ่งจะทำให้มีอนุมูลอิสระอยู่ที่ปลายสายโซ่สไตรีนหรือไคไวนิลเบนซีนเพื่อทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์อื่นต่อไป



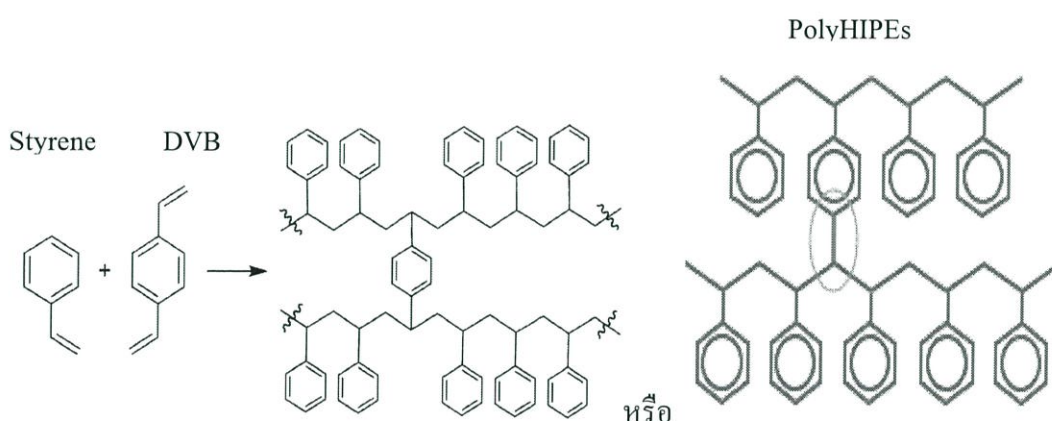
รูปที่ 2.4 แสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างอนุมูลอิสระของตัวริเริ่มปฏิกิริยากับโมโนเมอร์สไตรีน [6]

### 2.2.2.2 ขั้นขยายสายโซ่ (Propagation)

ในขั้นตอนนี้การเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันจะเกิดการขยายสายโซ่ นั่นคือ จะเกิดปฏิกิริยาต่อเนื่องไปเรื่อย ๆ โดยสไตรีนที่มีอนุมูลอิสระหรือไดไวนิลเบนซีนที่มีอนุมูลอิสระ จะเกิดการเชื่อมต่อกับโมโนเมอร์จนเป็นสายโซ่และมีการเชื่อมโยงสายโซ่ขึ้น

### 2.2.2.3 ขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยา (Termination)

เป็นขั้นตอนการหยุดปฏิกิริยา คือ สายโซ่ที่มีอนุมูลอิสระมารวมกัน ทำให้ไม่มีอนุมูลอิสระในสายโซ่อีกต่อไป และได้เป็นพอลิเมอร์ polyHIPEs ที่ต้องการ ซึ่งจะเห็นได้ว่าโครงสร้างพอลิเมอร์ polyHIPEs ที่ได้มีความเป็นโครงร่างตาข่ายที่มีรูพรุนในโครงสร้าง เนื่องจากไดไวนิลเบนซีนเป็นตัวเชื่อมโยงสายโซ่ (Cross linker) ดังแสดงในรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 แสดงการเชื่อมโยงเป็นสายโซ่และโครงร่างของโครงสร้างพอลิเมอร์ polyHIPEs ที่สังเคราะห์จากสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน [7-8]

### 2.2.3 การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน (Emulsion polymerization)

การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชันเป็นกระบวนการของระบบที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (Heterogeneous) มีการเติมสารลดแรงตึงผิว (Surfactant หรือ Emulsifier) ลงไปเพื่อช่วยลดแรงตึงผิวระหว่างน้ำและหยดโมโนเมอร์ และช่วยทำให้ขนาดของอนุภาคของหยดโมโนเมอร์ที่เกิดขึ้นในระบบอิมัลชันมีขนาดเล็กกว่าของระบบแขวนลอยโดยกลไกการเกิดพอลิเมอไรเซชันอาจเกิดได้หลายรูปแบบ เช่น ในกรณีที่โมโนเมอร์ละลายน้ำได้น้อยมาก แต่ละลายได้ดีในไมเซลล์ กลไกการเกิดจะเป็นแบบไมเซลล์ (Micellar nucleation) ส่วนในกรณีที่โมโนเมอร์ละลายได้มากในน้ำกลไกการเกิดจะเป็นแบบเนื้อเดียว (Homogeneous nucleation) และถ้าทำให้หยดโมโนเมอร์มี

ขนาดเล็กลงสามารถกระจายอยู่ได้อย่างเสถียรในน้ำกลไกพอลิเมอร์ไรเซชันอาจเป็นแบบมินิอิมัลชัน (Miniemulsion)

### 2.2.3.1 กลไกการเกิดแบบไมเซลล์ (Micellar nucleation)

ใช้สารลดแรงตึงผิวให้เกิดภาวะอิมัลชัน โดยมีความเข้มข้นมากกว่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ (Critical micelle concentration หรือ CMC) ทำให้เกิดการรวมตัวเป็นไมเซลล์ (Micelle) โครงสร้างโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็นไฮโดรคาร์บอนไม่มีสภาพขั้ว (หาง) และส่วนที่เป็นหมู่คาร์บอกซิเลตซึ่งมีสภาพขั้ว (หัว) ดังนั้นเมื่ออยู่ในน้ำโมเลกุลจะหันส่วนที่ไม่ชอบน้ำเข้าข้างในไมเซลล์ และหันส่วนที่ชอบน้ำออกข้างนอก โมโนเมอร์ที่ใส่ลงไปจะเข้าไปอยู่ภายในไมเซลล์ และบางส่วนของโมโนเมอร์ที่อยู่ในน้ำเมื่อได้รับความร้อนจะแตกตัวเกิดเป็นเรดิคัล เมื่อเรดิคัลเคลื่อนที่เข้าสู่ไมเซลล์ก็จะเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันขึ้นในไมเซลล์ ปฏิกิริยาจะดำเนินต่อไปเรื่อย ๆ จนกว่าเรดิคัลตัวอื่นจะเคลื่อนเข้าไปในไมเซลล์ และทำให้พอลิเมอร์ไรเซชันหยุดลงดังแสดงในรูปที่ 2.6

### 2.2.3.2 กลไกการเกิดแบบเนื้อเดียว (Homogeneous nucleation)

เป็นกลไกที่เกิดในระบบที่ประกอบด้วยโมโนเมอร์ที่ละลายได้มากขึ้นในน้ำ โดยที่ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวน้อยกว่า CMC กลไกนี้อนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นในน้ำจะทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์ที่ละลายน้ำเกิดเป็นอนุมูลอิสระที่มีขนาดใหญ่ ซึ่งจะเข้าทำปฏิกิริยากับโมโนเมอร์ในน้ำ จนกระทั่งไม่สามารถละลายได้อีกต่อไป จึงเกิดการรวมตัวกันเป็นทรงกลมและดึงสารลดแรงตึงผิวในน้ำและจากโมโนเมอร์หุดเล็ก ๆ มาที่ผิวเกิดเป็นอนุภาคพอลิเมอร์ขึ้นต้นคล้ายไมเซลล์ แล้วจึงเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันต่อไป [10]

### 2.2.3.3 กลไกการเกิดแบบมินิอิมัลชัน (Miniemulsion)

เป็นการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันในหยดโมโนเมอร์โดยในกระบวนการนี้จะสามารถเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์ได้ในระดับนาโนเมตร (ในขณะที่กระบวนการแบบแขวนลอย (Suspension polymerization) เตรียมได้ในระดับไมโครเมตร) ซึ่งจะเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวให้กับอนุภาคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ ในการเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์ด้วยกระบวนการนี้จะคล้ายกับแบบแขวนลอยโดยมีจุดที่แตกต่าง คือ จะใช้แรงเฉือนสูงในการผลิตหยดโมโนเมอร์เพื่อให้ได้ขนาดในระดับนาโนเมตรมีการใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุในการป้องกันการรวมตัวของหยดน้ำเนื่องจากในระหว่างการปั่นด้วยแรงเฉือนสูง น้ำบางส่วนสามารถเข้าไปอยู่ในหยดโมโนเมอร์ได้กลายเป็นหยดเล็ก ๆ ในตอนเริ่มต้นก่อนที่จะรวมตัวกันให้เป็นหยดใหญ่เพื่อลดแรงตึงระหว่างผิวของหยดน้ำกับวัฏภาคโมโนเมอร์และไม่เคลื่อนที่ออกมาจากหยดโมโนเมอร์ เนื่องจาก (1) สารลดแรงตึงผิวมีสมบัติที่

สามารถละลายได้ดีในหยดโมโนเมอร์จึงไปดูดซับที่ผิวของหยดน้ำภายในหยดโมโนเมอร์หรืออนุภาคพอลิเมอร์ในระหว่างการสังเคราะห์ และ (2) ภายในหยดโมโนเมอร์มีความหนืดสูงกว่าในการสังเคราะห์ ทำให้หยดน้ำเคลื่อนตัวช้า สุดท้ายเมื่อระเหยน้ำออกจะได้อนุภาคพอลิเมอร์ที่มีช่องว่าง [11]

## 2.3 สารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยแบ่งตามวัสดุ

โดยทั่วไปแล้วการสังเคราะห์ polyHIPEs ประกอบด้วย 2 วัสดุ คือ วัสดุของน้ำ และวัสดุของสารอินทรีย์ โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์ polyHIPEs จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบอิมัลชันที่เป็นระบบน้ำในน้ำมัน โดยเริ่มแรกจะทำการปั่นกวนวัสดุสารอินทรีย์เป็นเวลาประมาณ 5 นาที ซึ่งในวัสดุสารอินทรีย์ประกอบไปด้วยสไตรีน (Styrene) และไดไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene หรือ DVB) เป็นโมโนเมอร์ มีซอร์บิแทนโมโนลิเอท (Span80) เป็นสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) ที่เป็นตัวช่วยทำให้ทั้งสองวัสดุสามารถกระจายตัวอยู่ร่วมกันในรูปแบบของอิมัลชันได้ และมีเอโซบิสไอโซบิวทิโรไนไตรด์ (Azo-bis-isobutyronitrile หรือ AIBN) ที่ทำหน้าที่เป็นตัวริเริ่มการเกิดปฏิกิริยา (Initiator) จากนั้นค่อย ๆ เติมวัสดุน้ำที่มีแคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ ) เป็นสารช่วยเพิ่มความคงตัว (Stabilizer) ลงไปขณะปั่นกวน ซึ่งในขั้นตอนนี้จะค่อย ๆ เกิดสารอิมัลชัน HIPEs ที่มีลักษณะสีขาวขุ่นเกิดขึ้น โดยวัสดุของน้ำจะกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ อยู่ในวัสดุสารอินทรีย์ หลังจากนั้นนำสารอิมัลชัน HIPEs ที่ได้ไปทำการอบที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส เมื่อได้ polyHIPEs ที่เป็นของแข็งแล้วจะนำไปทำการกำจัดเศษวัสดุเหลือค้างภายในรูพรุนออกด้วยเทคนิคช็อกเลตต์ คือ สกัดด้วยเมทานอลแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้ polyHIPEs ที่สมบูรณ์

### 2.3.1 วัสดุสารอินทรีย์

#### 2.3.1.1 โมโนเมอร์

โดยส่วนใหญ่ในการสังเคราะห์ polyHIPEs จะนิยมใช้สไตรีนและไดไวนิลเบนซีนเป็นโมโนเมอร์ เนื่องจากสไตรีนมีโครงสร้างที่สามารถเกิดเรโซแนนซ์ได้ และไดไวนิลเบนซีนมีโครงสร้างที่คล้ายสไตรีนเมื่อเกิดพอลิเมอไรเซชันจะมีความเป็นระเบียบ

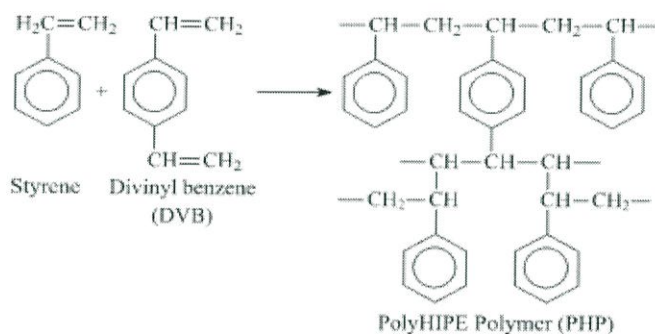
##### 2.3.1.1.1 สไตรีน

สไตรีนมีลักษณะเป็นของเหลวใสและขุ่นเหนียว เป็นสารไวไฟ จะทำปฏิกิริยาอย่างรุนแรงกับสารพวกออกซิไดซิง (Oxidizing Agent) และกรดเข้มข้น นิยมใช้ในการผลิตยาง

สังเคราะห์พลาสติก และฉนวนที่เป็น โฟม[12] โดยโมโนเมอร์สไตรีนมีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาได้ง่าย เพราะมีหมู่แทนที่เป็นวงแหวนเบนซีน (Benzene ring) ที่สามารถเกิดโครงสร้างเรโซแนนซ์ (Resonance structure) ได้และส่งผลให้เป็นสารที่ว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา โดยโครงสร้างวงแหวนเบนซีนนี้ สามารถเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ทั้งแบบผ่านอนุมูลอิสระ (Free radical polymerization) ผ่านไอออนบวก (Cationic polymerization) และผ่านไอออนลบ (Anionic polymerization)

### 2.3.1.1.2 ไดไวนิลเบนซีน

ไดไวนิลเบนซีน (DVB) มีลักษณะเป็นของเหลวใส นิยมใช้เป็นตัวเชื่อมโยงสายโซ่ DVB มีโครงสร้างที่คล้ายสไตรีนเมื่อเกิดพอลิเมอไรเซชันจะมีความเป็นระเบียบและสามารถเป็นตัวเชื่อมโยงระหว่างสายโซ่ทำให้สามารถเกิดเป็นช่องว่างได้ รูปที่ 2.6 แสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสไตรีนและ DVB



รูปที่ 2.6 แสดงการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสไตรีนและ DVB [13]

### 2.3.1.2 ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ เอโซบิสไอโซบิวทิโรไนไตรล์ (Azo-bis-isobutyronitrile หรือ AIBN)

AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยความร้อนหรือแสง อุณหภูมิที่ใช้ในการแตกตัวโดยปกติอยู่ที่ 60 องศาเซลเซียส ซึ่งในการสังเคราะห์ polyHIPEs นี้ ในขั้นตอนเตรียมสารอิมัลชัน HIPEs จะต้องยังไม่เกิดพอลิเมอไรเซชัน เนื่องจากหากเกิดพอลิเมอไรเซชันขณะปั่นกวนจะทำให้วัฏภาคภายในกระจายตัวได้ยาก และไม่ทั่วถึง ทำให้สารที่ได้จะไม่เป็นอิมัลชัน

#### 2.3.1.2.1 ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยความร้อน [14]

ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยความร้อนมักจะเป็นสารประกอบประเภทเปอร์ออกไซด์ เช่น เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide) ไดอะเซทิลเปอร์ออกไซด์ (Diacetyl peroxide) ไดทีบิวทิลเปอร์ออกไซด์ (Di-t-butylperoxide) ซึ่งสารประกอบเปอร์ออกไซด์เหล่านี้จะ

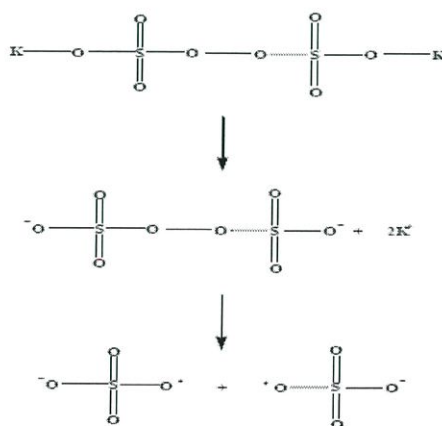
เกิดการแตกตัวที่ตำแหน่งพันธะระหว่างออกซิเจนกับออกซิเจน นอกจากนั้นยังมีสารประกอบพวกเอโซ เช่น เอโซบิสไอโซบิวริโลไนไตรล์ (Azo-bis-isobutyronitrile หรือ AIBN) ซึ่งจะเกิดการแตกตัวที่พันธะระหว่างคาร์บอนกับไนโตรเจนให้อนุมูลอิสระ ดังแสดงในรูปที่ 2.3 โดยตัวเริ่มปฏิกิริยาแต่ละชนิดจะมีช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแตกตัวที่แตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 2.1

**ตารางที่ 2.1** แสดงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาของตัวเริ่มปฏิกิริยาชนิดต่าง ๆ ที่แตกตัวโดยความร้อน [15]

ชื่อ	อุณหภูมิที่แตกตัว (C)
Dibenzoyl peroxide	40 – 90
Di-t-butylperoxide	80 - 150
Azo-bis-isobutyronitrile(AIBN)	20 - 100
Hydrogen peroxide	30 – 80
Cumenehydroperoxide	50 - 100

### 2.3.1.2.2 ตัวเริ่มปฏิกิริยาที่แตกตัวโดยผ่านปฏิกิริยารีดอกซ์ [16]

ตัวอย่างของตัวเริ่มปฏิกิริยาประเภทนี้ ได้แก่ สารประกอบเปอร์ออกโซไดซัลเฟต เช่น โพแทสเซียมเปอร์ออกโซไดซัลเฟต หรือโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $K_2S_2O_8$ ) ซึ่งสามารถแตกตัวได้เองที่อุณหภูมิต่ำ (30 องศาเซลเซียส) โดยไม่ต้องใช้ร่วมกับตัวรีดิวซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.7



**รูปที่ 2.7** แสดงปฏิกิริยารีดอกซ์ของสารโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต [16]

### 2.3.1.3 สารลดแรงตึงผิว คือ ซอร์บิแทนโมโนทีเอท (Span80)

เนื่องจาก Span80 มีค่า HLB เท่ากับ 4.3 ซึ่งเป็นค่าที่เหมาะสมต่อการเกิดอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน ดังที่แสดงในตารางที่ 2.2 โดยอิมัลชัน HIPEs ที่เกิดขึ้นอาจไม่คงตัวหรือไม่มีเสถียรภาพ ทำให้เกิดการแยกตัวของส่วนน้ำและน้ำมัน หรือสารอินทรีย์ ซึ่งการแยกตัวนี้สามารถป้องกันได้โดยใช้ตัวทำอิมัลชัน (Emulsifier หรือ Emulsifying agent) หรือสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นตัวช่วยป้องกันไม่ให้ส่วนที่กระจายตัวกลับมารวมกันทำให้สามารถกระจายตัวและคงตัวอยู่ได้ สารลดแรงตึงผิวประกอบด้วยส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) และส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) โดยส่วนที่ไม่ชอบน้ำอาจจะเป็นสายไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว หรือไม่อิ่มตัว เช่น วงแหวนชนิดเฮเทอโรไซคลิก (Heterocyclic) หรือ อะโรมาติก (Aromatic) ในขณะที่ส่วนที่ชอบน้ำอาจมีประจุบวก ประจุลบ หรือไม่มีประจุโดยทั่วไปสามารถจัดแบ่งชนิดของสารลดแรงตึงผิวได้ตามโครงสร้างของส่วนที่ชอบน้ำ [17]

#### 2.3.1.3.1 สารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุลบ (Anionic surfactant)

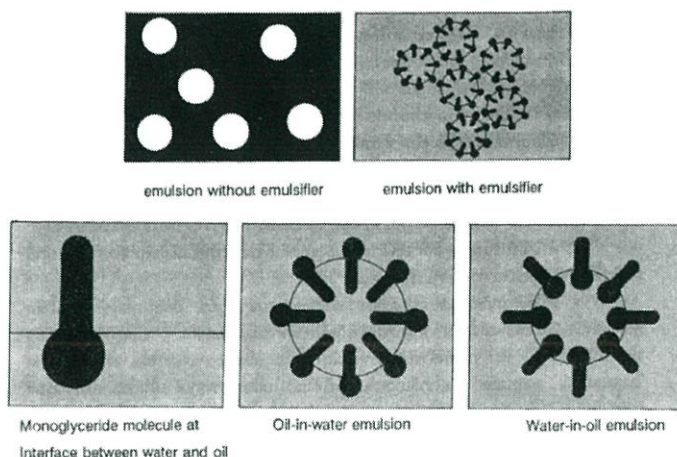
ตัวอย่างที่นิยมใช้ คือ โซเดียมลอริลซัลเฟต (Sodium lauryl sulphate หรือ SLS) ซึ่งเมื่อละลายในน้ำแล้วจะให้สารละลายที่ขุ่น นิยมใช้ในการล้างแผลก่อนการผ่าตัด มีฤทธิ์ในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียชนิดกรัมลบได้ดี และยังนิยมใช้เป็นส่วนผสมในแชมพูอีกด้วย

#### 2.3.1.3.2 สารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุบวก (Cationic surfactant)

สารลดแรงตึงผิวในกลุ่มควอเทอร์นารีแอมโมเนียม (Quaternary ammonium) และไพริดีเนียม (Pyridinium) เป็นที่นิยมใช้ในทางเภสัชกรรม เนื่องจากมีฤทธิ์ในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียได้กว้าง ใช้ในการล้างแผล และอุปกรณ์ทางการแพทย์ ตัวอย่างสารในกลุ่มนี้ เช่น เซตริไมด์ (Cetrimide)

#### 2.3.1.3.3 สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ (Non ionic surfactant)

เป็นที่นิยมใช้ในทางเภสัชกรรม เนื่องจากมีความเป็นพิษน้อยและเข้ากับตัวยาได้หลายชนิด เช่น กลุ่มของซอร์บิแทนเอสเทอร์ (Sorbitan esters) เป็นเอสเทอร์ระหว่างซอร์บิทอล (Sorbitol) และแอนไฮไดรด์ (Anhydrides) ของกรดโอเลอิก (Oleic acid) ที่ไม่สามารถละลายได้ในน้ำ นิยมใช้เป็นสารก่ออิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมันและสารทำให้เปียก หรือมีชื่อทางการค้าที่เรียกว่าซอร์บิแทน (Span)



รูปที่ 2.8 แสดงการจัดเรียงตัวของตัวทำอิมัลชัน หรือ สารลดแรงตึงผิว [17]

การจะประเมินว่าสารลดแรงตึงผิวนั้นเหมาะสมกับการใช้งานหรือไม่ ส่วนใหญ่จะประเมินจากค่าเอชแอลบี (Hydrophil-lipophile balance หรือ HLB) ซึ่งเป็นค่ามาตรฐานที่แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างหมู่ที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) และหมู่ที่ชอบน้ำมัน (Lipophilic) ของตัวทำอิมัลชัน ค่า HLB ใช้ในการหาตัวทำอิมัลชันที่เหมาะสม ซึ่งมีการกำหนดค่าอยู่ในช่วง 1 ถึง 20 สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่ำ (3-6) เป็นสาร Hydrophobic (ไม่ชอบน้ำ) ละลายได้ในน้ำมันและช่วยรักษาความคงตัวของอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB สูง (8-18) เป็นสาร Hydrophilic (ชอบน้ำ) ละลายได้ในน้ำ ช่วยรักษาความคงตัวของอิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำและมีการจัดเรียงตัวแบบไมเซลล์ในน้ำ ดังที่แสดงในตาราง 2.2 ซึ่งสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้คือ ซอร์บิแทน โมโนลิเอทหรือ Span80 ซึ่งมีค่าแรงตึงผิวเท่ากับ 4.3

ตารางที่ 2.2 ค่า HLB ที่สัมพันธ์กับการนำไปใช้เลือกตัวทำอิมัลชัน [17]

HLB range Application	
3 – 6	W/O-emulsifiers
7 – 9	Humectants
8 – 18	O/W-emulsifiers
15 – 18	Turbidity stabilization

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

### 2.3.2 วัสดุของน้ำ

#### 2.3.2.1 น้ำปราศจากไอออน

ใช้น้ำปราศจากไอออน (De-ionized water) เป็นของเหลวที่กระจายตัวในวัสดุภายนอกที่เป็นน้ำมัน โดยน้ำสามารถระเหยออกกลายเป็นช่องว่างหรือรูพรุนในวัสดุได้เมื่อให้ความร้อน การใช้น้ำเป็นวัสดุภายในนั้น เนื่องจากน้ำมีจุดเดือดที่ 100 องศาเซลเซียส ซึ่งมากกว่าอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของ polyHIPEs (ประมาณ 80 องศาเซลเซียส) ทำให้ไม่ส่งผลกระทบต่อเกิดพอลิเมอไรเซชันของพอลิเมอร์ที่ได้ หากใช้สารอื่นที่มีจุดเดือดต่ำกว่านี้อาจจะทำให้เกิดการแน่นตัวของพอลิเมอร์แทนที่ส่งผลให้ไม่ได้ช่องว่างหรือรูพรุน แต่หากใช้สารที่มีจุดเดือดสูงกว่านี้อาจจะทำให้พอลิเมอร์เสียดสภาพเมื่อทำการให้ความร้อนในขั้นตอนการอบแห้ง อีกทั้งน้ำยังมีข้อดีที่เป็นสารที่ไม่เป็นอันตราย

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

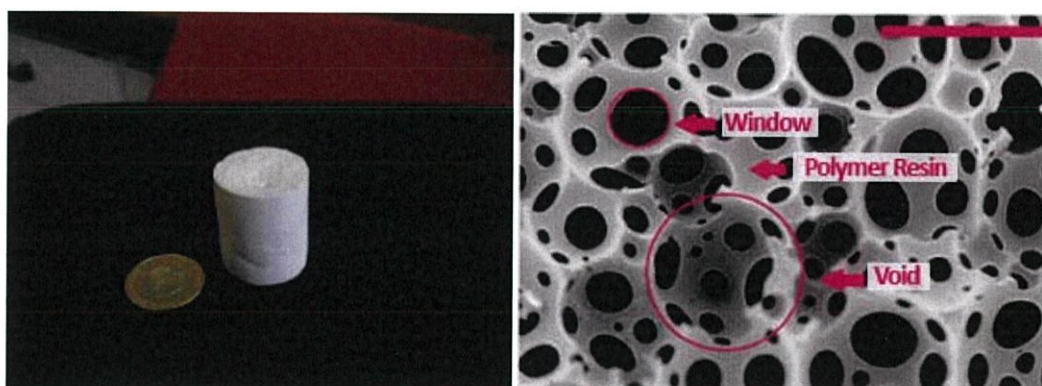
นิยมใช้แคลเซียมคลอไรด์เป็นสารเพิ่มความคงตัว เนื่องจากมีความสามารถละลายน้ำได้ดีจากงานวิจัยของ Aronson และ Petko [18] พบว่าการเติมสารอิเล็กโทรไลต์ (Electrolytes) ในวัสดุของน้ำช่วยให้อิมัลชันแบบน้ำในน้ำมันของ HIPEs มีความคงตัว เนื่องจากเกลือจะลดความสามารถในการละลายของวัสดุนี้ ลดการหลอมรวมกันของหยดอนุภาคเล็ก ๆ แล้วเกิดเป็นอนุภาคที่ขนาดใหญ่ขึ้นจากการรวมเป็นกลุ่มก้อน (Coalescence) และลดการโตของอนุภาค (Oswald ripening) ซึ่งเกิดจากความสามารถในการละลายของหยดอนุภาคขนาดใหญ่และเล็กมีความแตกต่างกัน ทำให้เกิดการแพร่ของของเหลวชั้นภายในผ่านของเหลวชั้นภายนอก เกิดการเติบโตของอนุภาคขนาดใหญ่มากขึ้นและอนุภาคขนาดเล็กหายไป ทำให้การเกิดอิมัลชันไม่คงตัว

ซึ่งการรวมตัวของหยดวฏภาคน้ำสามารถป้องกันได้โดยการเติมอิเล็กโทรไลต์ เช่น แคลเซียมคลอไรด์ ( $\text{CaCl}_2$ ) หรือ โซเดียมคลอไรด์ ( $\text{NaCl}$ )

## 2.4 ลักษณะทางกายภาพของ polyHIPEs

### 2.4.1 ลักษณะโครงสร้างภายนอก

PolyHIPEs เป็นวัสดุพอลิเมอร์ที่มีรูพรุนสูง ซึ่งขนาดรูพรุนมีตั้งแต่ระดับไมโครเมตรจนถึงนาโนเมตร โดยที่บางช่องว่างไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ทำให้วัสดุมีน้ำหนักเบา และมีความเปราะ ลักษณะภายนอกมองเห็นเป็นของแข็งสีขาว ที่ผิวมีความเป็นขอล็กเมื่อสัมผัส



รูปที่ 2.9 แสดงลักษณะก้อนของวัสดุ polyHIPEs และลักษณะโครงสร้างภายในของวัสดุ polyHIPEs [19-20]

### 2.4.2 ปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะโครงสร้างของรูพรุน (Cellular structure) ของ polyHIPEs

ภายในโครงสร้าง polyHIPEs จะมีทั้งรูพรุนแบบเปิดและรูพรุนแบบปิด โดยรูพรุนแบบปิดเกิดจากการที่โมโนเมอร์ล้อมรอบหยดวฏภาคภายใน เมื่อเกิดการพอลิเมอไรเซชัน ทำให้วฏภาคภายในถูกขังอยู่ในพอลิเมอร์ ซึ่งวัสดุในลักษณะนี้จะมีความหนาแน่นสูงมากกว่าวัสดุแบบเซลล์เปิดที่ถูกสร้างให้มีความสามารถในการซึมผ่านสูงและมีความหนาแน่นต่ำ เนื่องจากวฏภาคภายในแพร่ออกมาจากช่องว่างภายในพอลิเมอร์ได้ ซึ่งความหนาแน่นของวัสดุนั้นขึ้นอยู่กับปริมาณของวฏภาคภายในของอิมัลชัน เมื่อพิจารณาตัวแปรที่ควบคุมลักษณะรูพรุนของ polyHIPEs ที่เตรียมได้จากสารตั้งต้นโมโนเมอร์ระหว่าง Styrene และ DVB พบว่าโครงสร้างของรูพรุนจะขึ้นอยู่กับอัตราส่วนระหว่างวฏภาคของน้ำกับวฏภาคสารอินทรีย์ และปริมาณของสารลดแรงตึงผิวในวฏภาคของสารอินทรีย์ รวมถึงอุณหภูมิที่ทำให้วฏภาคภายในระเหยกลายเป็นช่องว่าง

### 2.4.3 ปัจจัยที่มีผลต่อขนาดของช่องว่างและการเชื่อมโยงภายใน (Void and interconnect size)

มีหลายตัวแปรที่ส่งผลกระทบต่อขนาดโดยเฉลี่ยของช่องว่างและการเชื่อมโยงภายในรูพรุนของ polyHIPEs จากการศึกษาดังกล่าวถึงอิทธิพลของแรง เนื่องจากประจุในวัฏภาคของน้ำ พบว่า เมื่อความเข้มข้นของ  $\text{CaCl}_2$  ที่ใช้เป็นสารเพิ่มความคงตัวเพิ่มขึ้น ทำให้ทั้งขนาดและการเชื่อมต่อกันของรูพรุนเพิ่มขึ้น สำหรับการศึกษาดังกล่าวถึงอิทธิพลของเกลือที่มีต่อขนาดของรูพรุนและการเชื่อมโยงภายใน พบว่าการเพิ่มปริมาณของ  $\text{CaCl}_2$  ที่ใส่ลงไปในวัฏภาคน้ำทำให้ขนาดและการเชื่อมโยงภายในของรูพรุนของ polyHIPEs เพิ่มขึ้น โดยมีความสัมพันธ์กับเสถียรภาพของอิมัลชัน ซึ่งถ้าความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มขึ้นหรือมีส่วนที่ไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้นในวัฏภาคสารอินทรีย์ และมีความเป็นขั้วเพิ่มขึ้นในส่วนที่เป็นวัฏภาคของน้ำจะทำให้อิมัลชันมีเสถียรภาพเพิ่มมากขึ้น

### 2.4.4 ปัจจัยที่มีผลต่อพื้นที่ผิว

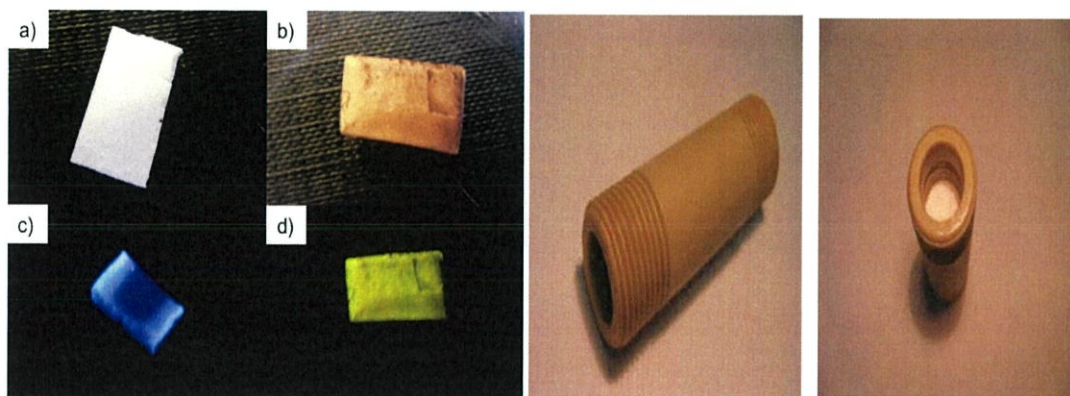
PolyHIPEs เป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง เนื่องจากขนาดของรูพรุนเป็นขนาดระดับไมโครเมตร ซึ่งเกิดจากการแทนที่โมโนเมอร์บางส่วนในวัฏภาคสารอินทรีย์ด้วยสารละลายที่ไม่ชอบน้ำทำให้พื้นที่ผิวของ polyHIPEs เพิ่มขึ้น ในวัสดุที่มีความเป็นรูพรุน มีช่องว่างขนาดใหญ่ และมีรูพรุนขนาดเล็กอยู่ในช่องว่าง ซึ่งเกิดจากการแยกกันของ 2 วัฏภาคของพอลิเมอร์ในขณะที่เกิดการเชื่อมโยง คือ วัฏภาคสารอินทรีย์และวัฏภาคของน้ำ การเพิ่มสารเติมแต่งจะเข้าไปขัดขวางการเชื่อมต่อของสายโซ่ ส่งผลทำให้การเชื่อมต่อเป็นเนื้อเดียวกันเกิดได้ยากขึ้น ทำให้ปริมาณรูพรุนและพื้นที่ผิวในบริเวณจำเพาะมีค่าที่มากขึ้น

## 2.5 การนำ polyHIPEs ไปใช้งาน

เนื่องจาก polyHIPEs มีโครงสร้างที่มีรูพรุนสูง และมีองศาการเชื่อมโยงสูง โดยมีรูพรุนขนาดไมโครเมตรจนถึงนาโนเมตร จึงเป็นวัสดุที่สามารถนำไปใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น ด้านการกรอง การแยก โครมาโตกราฟี การดูดซับและการแลกเปลี่ยนไอออน ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และงานทางด้านวิศวกรรมเนื้อเยื่อ ดังนั้นจึงมีความพยายามที่จะศึกษาและพัฒนาสมบัติต่าง ๆ ของ polyHIPEs ให้ดีขึ้นและหลากหลายมากยิ่งขึ้นเพื่อนำไปใช้งานในรูปแบบต่าง ๆ ได้ สำหรับการนำไปใช้งานนั้น ได้มีผู้ศึกษาการนำ polyHIPEs ไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ มากมาย ดังแสดงในรูปที่ 2.10

มีผู้ศึกษาความสามารถในการใช้งานของ polyHIPEs เป็นจำนวนมากโดยเฉพาะการสังเคราะห์โดยใช้สไตรีน และ DVB เป็นสารตั้งต้น ดังเช่น Gregory และคณะ [21] ได้ทำการ

สังเคราะห์ polyHIPEs แล้วนำไปทดสอบการกรอง ซึ่งการกรองนี้สามารถกรองพอลิสไตรีนได้ร้อยละ 95 จากสไตรีนขนาดอนุภาค 1 - 5 ไมโครเมตร ที่เข้าสู่ตัวกรองออกจากสารละลายได้ อีกงานวิจัยของ Bhumgara [22] ได้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุที่จะนำไปใช้เป็นวัฏภาคคงที่ (Stationary phase) สำหรับงานด้านโครมาโตกราฟี (High-performance liquid chromatography หรือ HPLC) โดยใช้ Styrene และ DVB ในการเตรียม polyHIPEs โดยจะบรรจุ polyHIPEs ลงในคอลัมน์ของเครื่อง HPLC และอีกคณะวิจัยคือ Williams และ Wroblewski [23] ได้แนะนำให้ใช้ Styrene และ DVB ในการสังเคราะห์ polyHIPEs เพื่อนำไปเป็นวัสดุในการดักจับอนุภาคหรือฝุ่นในอากาศ ใช้งานด้านการดูดซับ หรือ แลกเปลี่ยนไอออนใช้งานด้านการกรอง หรือ การแยกสาร



รูปที่ 2.10 แสดงการนำ polyHIPEs ไปใช้ในงานด้านต่าง ๆ [24-25]

## 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs

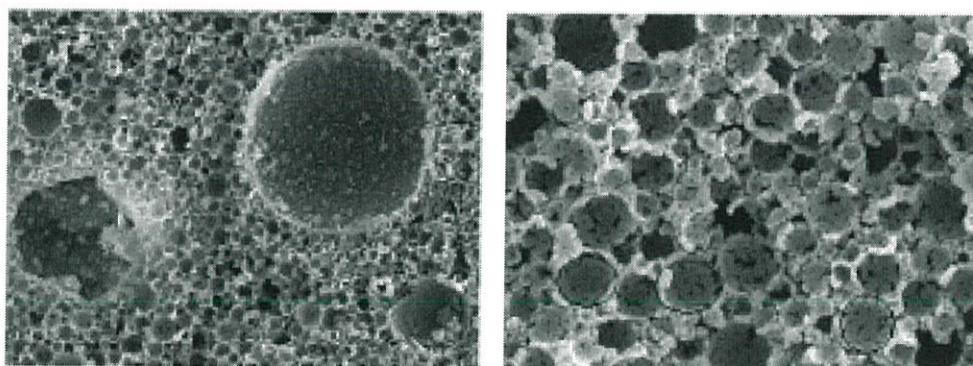
การสังเคราะห์ polyHIPEs กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก ดังนั้นจึงมีผู้ศึกษาและทำการเตรียม polyHIPEs ด้วยวิธีต่าง ๆ มากมาย

### 2.6.1 การสังเคราะห์ polyHIPEs

Peter Krajnc และคณะ [26] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยใช้การสังเคราะห์แบบอิมัลชัน และทำการศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงปริมาตรของส่วนที่เป็นน้ำว่าจะส่งผลต่อสมบัติของ polyHIPEs อย่างไร โดยสารโมโนเมอร์ตั้งต้นที่ใช้การทดลองครั้งนี้คือ ไกลซิไดลเมทาคริเลต (Glycidyl methacrylate หรือ GMA) และ เอทิลีนไกลคอล ไดเมทาคริเลต (Ethylene glycol dimethacrylate หรือ EGDMA) ซึ่งก่อนจะทำการสังเคราะห์จะนำสาร 2 ชนิดนี้มาล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อกำจัดตัวยับยั้งออกก่อน จากนั้นใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium persulfate) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา แคลเซียมคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต (Calcium chloride hexahydrate หรือ  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) เป็นสารเพิ่มความคงตัว ไดเอทิลลาไมด์ (Diethylamine) และ Synperonic PEL

121 เป็นสารลดแรงตึงผิว การสังเคราะห์ polyHIPEs ทำได้โดยผสมสารในส่วนที่เป็นวัฏภาคสารอินทรีย์ คือ Glycidylmethacrylate (GMA) Ethylene glycol dimethacrylate (EGDMA) และ Synperonic PEL 121 แล้วทำการปั่นกวนโดยใช้ความเร็วรอบเป็น 350 รอบต่อนาที จากนั้นค่อย ๆ เติมส่วนที่เป็นน้ำที่ประกอบด้วยโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium persulfate หรือ  $K_2S_2O_8$  ร้อยละ 2 โดยโมลของโมโนเมอร์และ  $CaCl_2 \cdot 2H_2O$  ร้อยละ 2 โดยปริมาตร ละลายในน้ำปราศจากไอออน แล้วนำสารที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นทำให้ polyHIPEs ที่ได้มีความบริสุทธิ์มากขึ้น โดยการนำมาสกัดด้วยเทคนิคซ็อกเลทต์ โดยการสกัดด้วยน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และสกัดต่อด้วยเอทานอล (Ethanol) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส

จากการศึกษาพบว่า polyHIPEs ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีนี้มีรูพรุนที่สูง และสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานต่าง ๆ ได้ โดยในตารางที่ 2.3 แสดงการเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาตรส่วนที่เป็นน้ำ ซึ่งพบว่าการใช้ส่วนที่เป็นน้ำ 90 มิลลิลิตร ทำให้โพนมีปริมาตรรูพรุนสูงถึงร้อยละ 90 และมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยเป็น 501 นาโนเมตร ซึ่งมีลักษณะทางกายภาพของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้แสดงดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs มีปริมาตรรูพรุนเป็น 90% [26]

ตารางที่ 2.3 แสดงการเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาตรส่วนที่เป็นน้ำ [26]

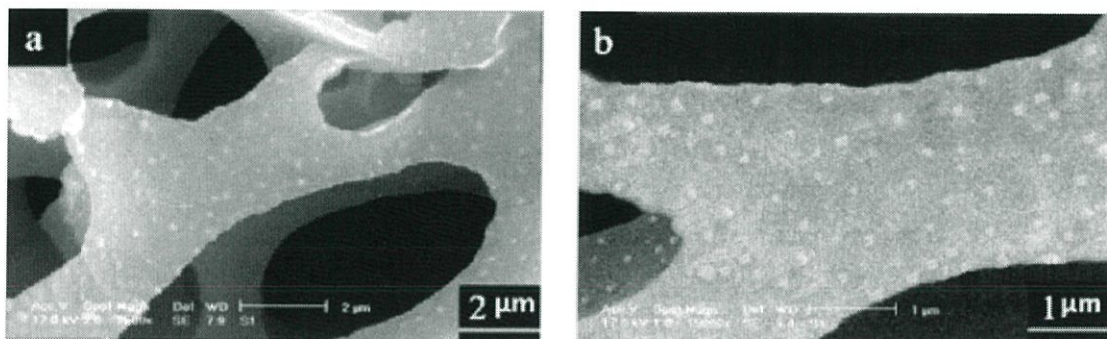
Sample	Volume of aqueous phase (ml)	Porosity (%)	Average pore size (nm)
1	60	57.0	104
2	75	75.6	229
3	80	83.9	278
4	90	90.2	501
5	75	76.1	42

### 2.6.2 การปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs

ในปัจจุบันการศึกษาเกี่ยวกับการประยุกต์ใช้ polyHIPEs กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากวิธีการสังเคราะห์ทำได้ง่าย มีราคาถูก วัสดุที่ได้มีน้ำหนักเบา และสามารถนำไปปรับใช้กับการใช้งานต่าง ๆ ได้หลากหลาย แต่ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้นั้นยังมีความแข็งแรงไม่เพียงพอแก่การนำไปใช้งาน ดังนั้นจึงได้มีการศึกษาเกี่ยวกับการปรับปรุงสมบัติเชิงกลเพื่อปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs ซึ่งจะมีการเติมสารเติมแต่งเพื่อปรับปรุงสมบัติ โดยผลที่ได้จะขึ้นอยู่กับชนิดของสารเติมแต่งที่เติมลงไป ทั้งสมบัติเชิงกล ลักษณะทางกายภาพ รวมไปถึงขนาดและรูปร่าง และที่สำคัญก็คือ ความแข็งแรงที่ได้จากสารเติมแต่งที่ใส่ลงไป ซึ่งความแข็งแรงของระบบที่ได้นั้นขึ้นอยู่กับการทำปฏิกิริยาของพอลิเมอร์กับสารเสริมแรงเพื่อให้ปริมาณวัสดุภาคอินทรีย์เพิ่มขึ้น โดยทั่วไปสารเสริมแรงที่ใช้จะมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 - 100 นาโนเมตร ซึ่งชนิดและโครงสร้างโมเลกุลของสารเสริมแรงจะมีผลต่อการเชื่อมต่อกับผิวพอลิเมอร์ซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางกลของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้

S.Sadeghi และ M.R.Moghbeli [27] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยใช้แร่ดินอินทรีย์ (Organoclay) เป็นสารเติมแต่งเพิ่มความแข็งแรง และเคลือบ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโน (Silver nanoparticles หรือ SNPs) เพื่อเพิ่มสมบัติในการป้องกันแบคทีเรีย โดยการทดลองทำได้โดยการใส่สารตั้งต้นโมโนเมอร์ คือ สไตรีน และไดไวนิลเบนซีน โดยใช้อะคริโลไนไตรด์ (Acrylonitrile) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา และ Span80 เป็นสารลดแรงตึงผิว ปั่นกวนด้วยความเร็ว 400 รอบต่อนาที แล้วค่อยเติมส่วนที่เป็นวัสดุภาคของน้ำลงไปซึ่งประกอบด้วย  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ที่ละลายในน้ำปราศจากไอออน จากนั้นเติมแร่ดินอินทรีย์ลงไปแล้วทำการปั่นกวนเป็น

เวลา 24 ชั่วโมง ต่อด้วยการผ่านคลื่นความถี่สูง โดยใช้เทคนิคการผ่านคลื่นความถี่สูง (Ultrasonic) เป็นเวลา 10 นาที เพื่อให้อนุภาคกระจายตัวได้ดียิ่งขึ้น แล้วนำสารที่ได้ใส่ในภาชนะที่ปิดสนิท นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 ชั่วโมง จากนั้นนำออกมาอบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำไปสกัดด้วยเทคนิคซ็อกท์เลทท์ โดยใช้ น้ำ และเมทานอล เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเคลือบด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโน โดยใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinylalcohol หรือ PVA) เป็นสารช่วยการยึดติดซึ่ง polyHIPEs ที่ได้จะลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.12 แสดงลักษณะ polyHIPEs ที่ใช้แร่ดินอินทรีย์ (Organoclay) เป็นสารเสริมแรง และเคลือบด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโน [27]

จากการศึกษาพบว่า การเติมแร่ดินอินทรีย์ทำให้วัสดุมีความแข็งแรงมากขึ้น คือ มีค่าความแข็งแรงดึงเพิ่มขึ้นร้อยละ 133 ในสูตรที่ใส่แร่ดินอินทรีย์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และเพิ่มขึ้นร้อยละ 271 ในสูตรที่ใส่แร่ดินอินทรีย์ร้อยละ 3 โดยน้ำหนัก และการใช้แร่ดินอินทรีย์ทำให้การเคลือบด้วยอนุภาคซิลเวอร์นาโนได้ผลดียิ่งขึ้น คือ มีการเกาะติดของอนุภาคซิลเวอร์นาโนกระจายอยู่อย่างทั่วถึงมากขึ้น ทำให้ได้วัสดุผสม polyHIPEs และซิลเวอร์นาโนที่มีประสิทธิภาพในการนำไปใช้งานเพิ่มมากขึ้น

R.J. Wakeman Z.G. Bhungara และ G. Akay [28] ได้ทำงานวิจัยเพื่อปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs สำหรับการดูดซับและแลกเปลี่ยนไอออน โดยสังเคราะห์ polyHIPEs ด้วยวิธีพอลิเมอไรเซชันและทำปฏิกิริยาแทนที่ด้วยหมู่ซัลฟิวริก (Sulphonation) เพื่อปรับปรุงสมบัติการดูดซับและแลกเปลี่ยนไอออนของ polyHIPEs โดยใช้หมู่ซัลโฟเนตไอออน ( $-\text{SO}_3\text{H}^+$ ) เป็นแคตไอออน ซึ่ง  $-\text{SO}_3\text{H}^+$  จะถูกแทนที่โดยการแลกเปลี่ยนไอออน จากนั้นศึกษาจำนวนหมู่แทนที่และองค์การเกิดการเชื่อมโยงในพอลิเมอร์ ในการสังเคราะห์ใช้โมโนเมอร์สไตรีนร้อยละ 59 โดยปริมาตร ไคไวนิลเบนซีนร้อยละ 26 โดยปริมาตร และสารลดแรงตึงผิว Span80 ร้อยละ 15 โดยปริมาตรของวัฏภาคสารอินทรีย์ ในอัตราส่วนน้ำต่อสารอินทรีย์ 80 ต่อ 20 โดยปริมาตร จากนั้นทำการแทนที่ด้วยหมู่ซัลฟิวริกหลังจากการแทนที่ polyHIPEs จะมีสภาพเป็นกรดเนื่องจาก  $-\text{SO}_3\text{H}^+$  จะ

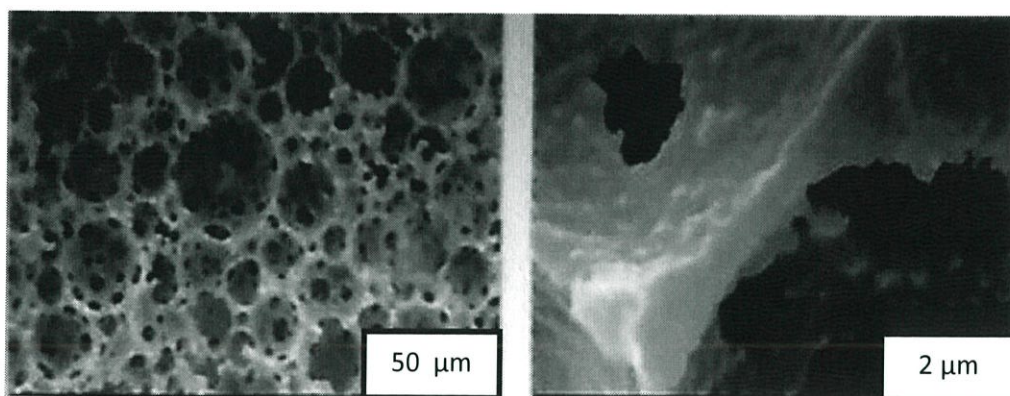
เข้าต่อกับโครงสร้างวงเบนซีน จากผลการวิจัยพบว่าร้อยละของสสารแทนที่จะสัมพันธ์กับความสามารถในการดูดซับ และเมื่อมีองศาการแทนที่ของหมู่ซัลฟิวริกเพิ่มขึ้น polyHIPEs มีแนวโน้มที่จะมีความสามารถในการดูดซับได้ดีขึ้น

### 2.6.2.1 สารเติมแต่งที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs

#### 2.6.2.1.1 ผงถ่านกัมมันต์ (Carbon black หรือ activated carbon)

ผงถ่านกัมมันต์ เป็นธาตุคาร์บอนบริสุทธิ์ในโครงสร้างแบบอสัณฐาน (Amorphous) ซึ่งมีการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอะตอมแตกต่างจากรูปแบบอื่น ๆ เช่น เพชร หรือ กราไฟต์ (Graphite) คุณสมบัติหลักของผงถ่านกัมมันต์ คือ มีรูพรุนสูงและมีคุณสมบัติในการดูดซับสารประกอบอินทรีย์ต่าง ๆ ที่อยู่ในของเหลว หรือก๊าซได้ในปริมาณสูง

Angelika Menner และคณะ [29] ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs ในลักษณะที่คล้ายกันกับงานวิจัยของ Krajnc และคณะ [26] ดังที่ทำการรายงานไว้แล้ว แต่ได้ทำการศึกษาการใช้ผงถ่านกัมมันต์ (Carbon black) เป็นสารเติมแต่งเพื่อเพิ่มความแข็งแรง และใช้สารตั้งต้น คือ Styrene และ Divinylbenzene (DVB) ใช้ Azo-bis-isobutyronitril (AIBN) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ใช้  $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  เป็นสารเพิ่มความคงตัว และ Hypermer 1070 เป็นสารลดแรงตึงผิว โดยการทดลองทำในลักษณะที่คล้ายกัน คือ นำสารตั้งต้นที่เป็นวัฏภาคสารอินทรีย์มาผสมและปั่นกวนด้วยความเร็วสูง ซึ่งในที่นี้ใช้ 1000 รอบต่อนาที และมีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ในขณะทำการปั่นกวน จากนั้นเติม AIBN Hypermer 1070 และส่วนที่เป็นน้ำซึ่งประกอบด้วยสารละลาย  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  เข้มข้น 0.034 โมลต่อลิตร โดยในการทดลองนี้จะทำการศึกษาผลของการเติมผงถ่านคาร์บอนและผลของอัตราส่วนของสารตั้งต้นในวัฏภาคสารอินทรีย์ต่อสมบัติของ polyHIPEs ที่ได้เมื่อผสมเสร็จแล้วใส่ในหลอดฟลาคอน (Flacon tube) แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาสกัดด้วยเทคนิคการช็อกเลตต์ โดยใช้ น้ำกลั่นตามด้วยเมทานอล และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ด้วยตู้อบสุญญากาศ โดย polyHIPEs ที่ได้จะมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.13

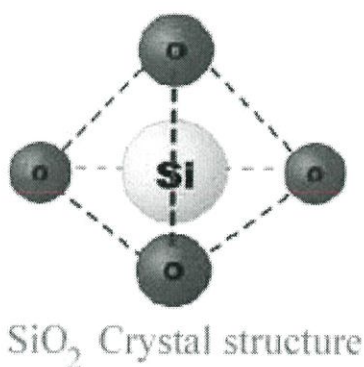


รูปที่ 2.13 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่มีผงถ่านกัมมันต์เป็นสารเติมแต่ง [26]

จากการศึกษาพบว่าการใช้ผงถ่านกัมมันต์เป็นสารเติมแต่งนั้นทำให้ polyHIPEs มีสมบัติในด้านความแข็งแรงและมีความเป็นรูพรุนเพิ่มขึ้น โดยพบว่าการเติมถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักสามารถเพิ่มความแข็งแรงยืดหยุ่นมอดูลัส (Elastic modulus) ได้มากที่สุดถึง 26 MPa และมีความเป็นรูพรุนเพิ่มขึ้นได้มากถึงร้อยละ 90 แต่ยังมีข้อเสียในเรื่องของสีที่เปลี่ยนแปลงไปตามสีของถ่านกัมมันต์ที่เติมลงไป

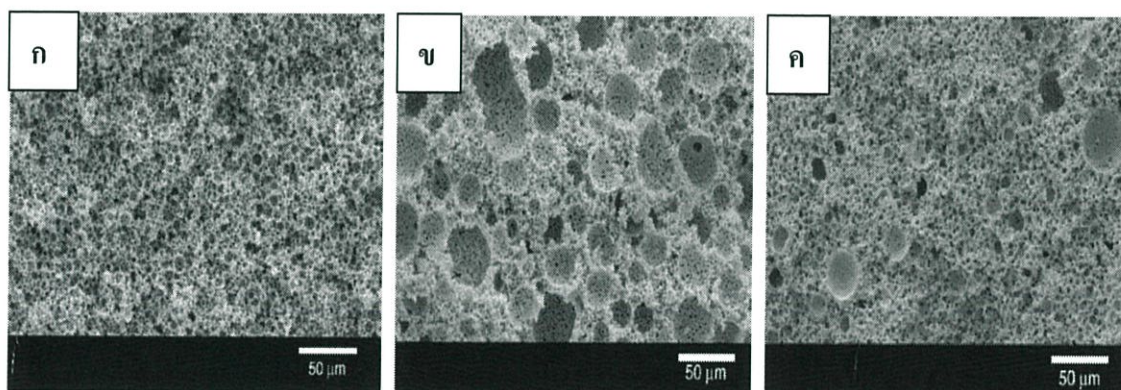
#### 2.6.2.1.2 ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ )

ซิลิกา หรือซิลิกอนไดออกไซด์ (Silicon dioxide) คือ สารประกอบระหว่าง ออกซิเจนและซิลิกอนรวมตัวกันเป็นสูตรทางเคมี คือ  $\text{SiO}_2$  และมีสูตรโครงสร้างเป็นแบบ เตตระฮีดรอล ดังแสดงในรูปที่ 2.14 ซิลิกามักพบได้ทั่วไปในธรรมชาติอาจในรูปของทรายหรือ ควอตซ์ ซิลิกาเป็นสารประกอบที่มีจำนวนมากโดยทั่วไปบนเปลือกโลก ในการใช้ซิลิกาเป็นสารเติม แต่งนั้นจะต้องเติมสารคู่ควบ (Coupling Agent) เพื่อเพิ่มอันตรกิริยาระหว่างพอลิเมอร์กับซิลิกาให้ ยึดเหนี่ยวกันได้ดียิ่งขึ้น ซึ่งซิลิกามีข้อดี คือ ใช้เป็นสารเพิ่มความแข็งแรง เพิ่มความเหนียวให้กับ วัสดุผสม และมีเสถียรภาพทางเคมีที่ดี จึงเหมาะแก่การนำมาใช้เป็นสารเติมแต่งกับวัสดุ polyHIPEs เพื่อปรับปรุงสมบัติด้านความแข็งแรง



รูปที่ 2.14 แสดงโครงสร้างแบบเตตระฮีดรอลของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) [30]

Kristina Haibach และคณะ [31] ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชันเข้มข้น (Concentrated emulsion) ซึ่งมีเป้าหมายที่จะได้พอลิเมอร์ที่มีรูพรุนสูง ความหนาแน่นต่ำ และมีความแข็งแรงสูง โดยในการทดลองได้ใช้สารตั้งต้น คือ สไตรีน และไดไวนิลเบนซีน ใช้เมทาคริลอิกซีโพรพิลไดรเมทอกซีไซเรน (MPS) เป็นสารคู่ควบไซเลน (Coupling agent) ใช้ Azo-bis-isobutyronitrile (AIBN) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ใช้  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  เป็นสารเพิ่มความคงตัว Hypermer 1070 เป็นสารลดแรงตึงผิว และใช้  $\text{SiO}_2$  ขนาด 200 - 300 นาโนเมตร เป็นสารเติมแต่ง โดยทำการปั่นกวนที่ความเร็วคงที่ 400 รอบต่อนาที โดยค่อย ๆ เติม  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ที่ละลายในน้ำปราศจากไอออนลงไปอย่างช้า ๆ จนหมด และปั่นต่อโดยเพิ่มความเร็วเป็น 1000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที นำสารที่ได้ใส่หลอดฟลาคอน อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารที่ได้ไปทำให้บริสุทธิ์โดยการสกัดด้วยเทคนิคซ็อกซ์เลทต์ด้วยน้ำและเมทานอลตามลำดับ และอบให้แห้งด้วยตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จะได้ polyHIPEs ดังแสดงในรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs (ก) วัสดุภาคสารอินทรีย์ร้อยละ 16 โดยปริมาตรและไม่มี  $\text{SiO}_2$  (ข) วัสดุภาคสารอินทรีย์ร้อยละ 16 โดยปริมาตรและใส่  $\text{SiO}_2$  ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก (ค) วัสดุภาคสารอินทรีย์ร้อยละ 40 โดยปริมาตรและไม่มี  $\text{SiO}_2$  [31]

จากผลการศึกษาพบว่า การเพิ่มอัตราส่วนของวัสดุภาคสารอินทรีย์จากร้อยละ 16 เป็นร้อยละ 40 โดยปริมาตร ทำให้ความหนาแน่นของ polyHIPEs เพิ่มขึ้น และการเติมสารเสริมแรง  $\text{SiO}_2$  ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ทำให้พอลิเมอร์ที่ได้มีค่าความแข็งแรงเพิ่มขึ้นมาก โดยพบว่าค่าความแข็งแรงดั้งเดิมจะเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 100 คือ เพิ่มจาก 3 MPa เป็น 6 MPa ในสูตรที่มีวัสดุภาคสารอินทรีย์เป็นร้อยละ 16 โดยปริมาตร และเมื่อเพิ่มวัสดุภาคสารอินทรีย์เป็นร้อยละ 40 โดยปริมาตร ความแข็งแรงยิ่งยุดเพิ่มเป็นร้อยละ 280 คือ เพิ่มจาก 25 MPa เป็น 95 MPa

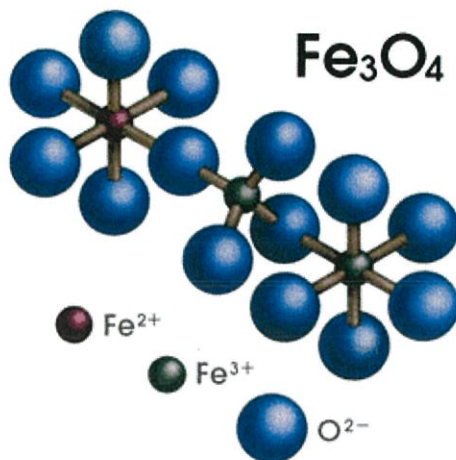
Vivian O. และคณะวิจัย [32] ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยการเติมซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) เป็นสารเติมแต่งเพื่อเพิ่มสมบัติการซึมผ่านได้ (Permeation) และเพิ่มความแข็งแรง โดยใช้วิธีการสังเคราะห์แบบ Pickering HIPEs (Particle-stabilized HIPE) โดยเตรียมจาก Styrene และ

Divinylbenzene (DVB) ในอัตราส่วน 50 ต่อ 50 โดยปริมาตร ในส่วนของวิทยาศาสตร์อินทรีย์ ใช้ Azo-bis-isobutyronitrile (AIBN) ร้อยละ 1 โดยโมลของโมโนเมอร์ เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา และอนุภาคของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) ที่ใช้เป็นสารเติมแต่งจะถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกและมีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร ใช้  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  จำนวน 0.27 โมล เป็นสารคงตัวในวิทยาศาสตร์ของน้ำ ปั่นกวนเป็นเวลา 2 นาที และเติม Hypermer 2296 ร้อยละ 5 โดยปริมาตร เพื่อทำให้เกิดความคงตัวเป็น Pickering emulsion แล้วปั่นกวนอีก 30 วินาที จึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากผลการวิจัย polyHIPEs ที่ได้จากการสังเคราะห์แบบ Pickering HIPEs พบว่าโครงสร้างมีรูพรุนขนาดไมโครเมตร (Microporous) มีความแข็งแรง เนื่องจากการเสริมแรงของซิลิกา มีร้อยละของรูพรุนเพิ่มขึ้น และสามารถเพิ่มการซึมผ่านของอนุภาคได้ จากผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าสามารถนำวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปใช้เป็นตัวป้องกันการซึมผ่านของบ่อน้ำมัน หรือตัวกลางแยกกรองทางเคมีและทางชีวภาพได้

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

ปัจจุบันอนุภาคแม่เหล็กนาโน (Magnetic nanoparticles) กำลังได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากอนุภาคแม่เหล็กกลุ่มนี้มีสมบัติด้านแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic properties) และสมบัติด้านเคมีที่ดี ดังนั้น จึงมีการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ เช่น ด้านการแพทย์โดยมีการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโน มาเป็นสารนำวิถีควบคุมการนำส่งยา (Drug delivery) การบำบัดรักษามะเร็งด้วยความร้อน (Magnetic hyperthermia) และช่วยเพิ่มความชัดในการถ่ายภาพแม่เหล็กเรโซแนนซ์ (Magnetic resonance imaging หรือ MRI) [33-34] ในงานทางด้านวงการอิเล็กทรอนิกส์ มีการนำอนุภาคเหล็กนาโนมาใช้เป็นตัวกลางในการบันทึกข้อมูลในอุปกรณ์บันทึกข้อมูลเชิงแม่เหล็ก (Magnetic recording media) เช่น เทปบันทึกภาพและเสียง ดิสเก็ตต์บันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์ เป็นต้น ทางด้านสิ่งแวดล้อม มีการนำเอาอนุภาคแม่เหล็กนาโนมาผลิตเป็นวัสดุดูดซับโลหะหนัก (Cation adsorption) และใช้เป็นตัวติดตามศึกษาการชะล้างของดิน (Magnetic tracer) ซึ่งการนำอนุภาคแม่เหล็กนาโนไปประยุกต์ใช้ต้องคำนึงถึงสมบัติเฉพาะของอนุภาคเป็นหลัก เนื่องจากสมบัติของอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ใช้จะแตกต่างกันขึ้นอยู่กับลักษณะงาน เช่น งานด้านการแพทย์ หรืองานด้านสิ่งแวดล้อม ส่วนใหญ่ใช้อนุภาคนาโนซึ่งอยู่ในรูปอนุภาคเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์ หรือแมกนีไมต์ ขนาดอนุภาค 5 – 25 นาโนเมตร และมีสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวดชนิดพาราแมกเนติก (Super Paramagnetic) และไม่มีอำนาจแม่เหล็กตกค้าง โดยขนาดของอนุภาคแม่เหล็กนาโนมีผลต่อการนำไปผลิตเป็นวัสดุผสม และการมีสมบัติแม่เหล็กถาวรชนิดโดเมนเดี่ยว (Stable single domain) ทำให้ง่ายต่อการติดตามและแยกกลับออกมาหลังการใช้งาน

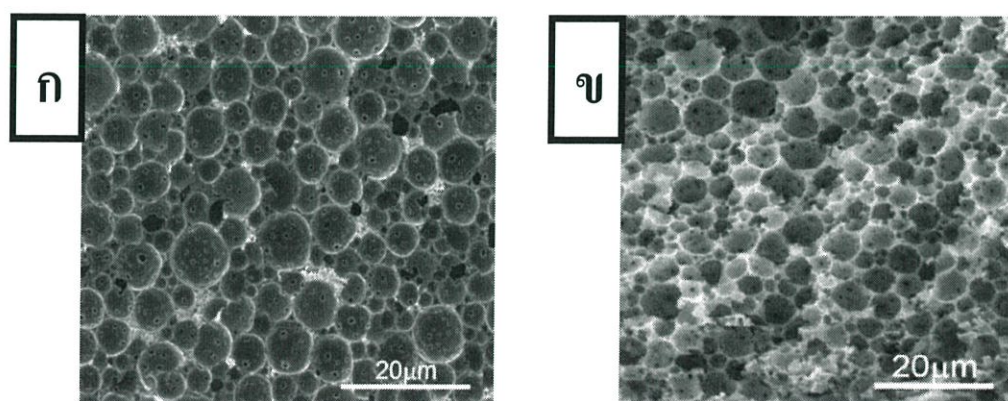
แมกนีไทต์ (Magnetite) เป็นแร่แม่เหล็กมีสูตรเคมีเป็น  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  หรือบางครั้งเรียกว่า เหล็กออกไซด์มีลักษณะเป็นก้อนสีน้ำตาลเข้มถึงสีดำ ถ้านำไปเข้าเครื่องบดเพื่อบดให้ละเอียดจะมีเนื้อสีดำ มันวาว มีคุณสมบัติเป็นแม่เหล็ก ดังนั้นเรียกว่า แร่แม่เหล็ก จากรูปที่ 2.16 แสดง โครงสร้างของเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) ที่เกิดขึ้นจากการรวมตัวกันของ  $\text{FeO}$  และ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ซึ่งสามารถเขียนเป็นปฏิกิริยาได้ดังนี้ คือ



รูปที่ 2.16 แสดง โครงสร้างของเหล็กออกไซด์แมกนีไทต์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) [35]

จากการศึกษาเพื่อการปรับปรุงสมบัติของ polyHIPEs เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในด้านสิ่งแวดล้อม โดย Ioannis A. และคณะ [36] ได้ทำการศึกษาการกำจัดอาร์เซนิก (Arsenic) จากน้ำที่มีการปนเปื้อน โดยการใช้วัสดุ polyHIPEs ที่เคลือบด้วยเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโน โดยการเตรียม polyHIPEs ทำในลักษณะคล้ายกับงานวิจัยของ Kristina Haibach และคณะ [37] แต่ได้ทำการนำ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้มาเคลือบด้วยไฮดรอกไซด์ (Iron hydroxides) เนื่องจาก polyHIPEs มีพื้นที่ผิวมากจึงทำให้ไฮดรอกไซด์สามารถเกาะที่ผิวของวัสดุ polyHIPEs ได้มาก และนำ polyHIPEs ไปบรรจุในคอลัมน์ และทำการกำจัดอาร์เซนิกออกจากน้ำ โดยการผ่านน้ำที่มีอาร์เซนิกปนเปื้อนอยู่ไปในคอลัมน์ ซึ่งจากการศึกษาพบว่า polyHIPEs สามารถดูดซับอาร์เซนิกได้บ้าง แต่ยังคงดูดซับได้ไม่ดีพอที่จะนำไปใช้งานได้จริง เนื่องจากมีปัจจัยหลายอย่าง ทั้งค่าความเป็นกรดต่าง ชนิดของอาร์เซนิก และความเข้มข้นของอาร์เซนิก ที่ส่งผลต่อการดูดซับของอาร์เซนิกบนพื้นผิวของ polyHIPEs ที่ถูกเคลือบด้วยเหล็กออกไซด์

จากงานวิจัยของ Sebastijan และคณะ [38] ได้ทำการศึกษาการเตรียมวัสดุผสมระหว่าง polyHIPEs กับอนุภาคแม่เหล็กนาโนแบบแมกนีไทต์ และแบบแมกนีไมต์ ที่มีอนุภาคนาโนเหล็กออกไซด์จะเข้าไปแทรกในวัฏภาคต่อเนื่องของ polyHIPEs เพื่อศึกษาลักษณะ polyHIPEs ที่ได้และทดสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็ก และผลกระทบจากความร้อน (Heating effect) ในการเตรียมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนจะใช้สารผสมระหว่าง ไอรอน(II)ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต (Iron(II)sulphateheptahydrate หรือ  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) และ ไอรอน(III)ซัลเฟตไฮเดรต (Iron(III) sulphatehydrate หรือ  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) แล้วทำการเคลือบอนุภาคแม่เหล็กนาโนด้วยกรดโอเลอิก (Oleic acid) จากผลการทดลองพบว่า วัสดุผสม polyHIPEs หรือเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิกมีการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีกว่า จากนั้นได้ทำการทดลองโดยการเตรียม polyHIPEs ทั้งหมด 3 ตัวอย่าง โดยในตัวอย่างที่ 1 จะทำการเตรียม polyHIPEs ปกติที่ไม่มีการเติมอนุภาคแม่เหล็กนาโน ตัวอย่างที่ 2 จะเตรียม polyHIPEs ที่มีการเติมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก และตัวอย่างที่ 3 จะเตรียม polyHIPEs ที่เติมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ไม่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก ซึ่งทั้ง 3 ตัวอย่าง ใช้วัฏภาคน้ำและวัฏภาคสารอินทรีย์ที่เหมือนกันและใส่ในปริมาณที่เท่ากัน โดยสารตั้งต้นโมโนเมอร์ที่ใช้ คือ สไตรีนและไดไวนิลเบนซีน มี Span80 เป็นสารลดแรงตึงผิว และใช้  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาในวัฏภาคของน้ำ โดยการเตรียม polyHIPEs ทั้ง 3 แบบ ทำได้โดยการผสมวัฏภาคสารอินทรีย์และค่อย ๆ หยดวัฏภาคของน้ำลงไปแล้วทำการปั่นกวน เมื่อเติมวัฏภาคของน้ำหมดแล้ว จะนำสารที่ได้ไปทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน โดยนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำไปสกัดโดยใช้เทคนิคซ็อกเลทต์ด้วยเอทานอลและน้ำปราศจากไอออน โดย polyHIPEs ที่สังเคราะห์จะมีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 แสดงภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ที่ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโน [38]

- (ก) แสดงภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก  
 (ข) แสดงภาพถ่าย SEM ของ polyHIPEs ผสมอนุภาคแม่เหล็กนาโนที่ไม่มีการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก

จากภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 2.17 จะเห็นได้ว่าขนาดของรูพรุนของ polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่มีการเคลือบและไม่มีเคลือบด้วยกรดโอเลอิกไม่แตกต่างกันมากนัก โดยพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้จะมีขนาดรูพรุนเล็กกว่าเมื่อเทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโน และมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีกว่าเมื่อทดสอบด้วยเทคนิคการสลายตัวด้วยความร้อน (Thermogravimetric Analysis) และจากการทดสอบความเป็นแม่เหล็กพบว่า วัสดุ polyHIPEs ผสมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนแสดงสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวดเมื่อใส่ไปในปริมาณที่มากกว่าร้อยละ 30 โดยนำหน้าของวิทยาสารอินทรีย์

## 2.7 ทฤษฎีการดูดซับ

การดูดซับ (Adsorption) หมายถึง การที่โมเลกุลของสารถูกดึงเข้ามาติดผิวของสารดูดซับ หรือการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารที่พื้นผิวของสารดูดซับ (Adsorbate) ที่สัมผัสโดยตรงกับสารดูดซับ (Adsorbent) โดยสารที่มีพลังงานอิสระที่ผิวต่ำจะถูกดูดซับได้ แต่สารที่มีพลังงานอิสระที่ผิวสูงจะไม่ถูกดูดซับ พลังงานอิสระที่ผิวของสารดูดซับจะมีความสัมพันธ์กับแรงดึงผิวและพื้นที่ผิว ดังสมการ (2.1) เมื่อความตึงผิว (Surface tension) หรือพื้นที่ผิว (Surface area) เปลี่ยนไปจะเป็นผลทำให้เกิดการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของพลังงานอิสระที่ผิว ( $\Delta G_{\text{surface}}$ )

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

เมื่อ	$\Delta G_{\text{surface}} =$	พลังงานอิสระที่ผิว
	$\gamma =$	ความตึงผิว
	$A =$	พื้นที่ผิว

ปริมาณสารดูดซับขึ้นอยู่กับอุณหภูมิสัมบูรณ์ ความดันและพลังงานศักย์ของอันตรกิริยา (Interaction potential energy) ระหว่างสารดูดซับ ซึ่งอาจเป็นของแข็ง ของเหลวหรือก๊าซ กับสารดูดซับซึ่งอาจเป็นของเหลวหรือของแข็ง ดังนั้นเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงความดันหรือความเข้มข้นและการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิจะทำให้ปริมาณการดูดซับเปลี่ยนแปลง

การดูดซับบนผิวของแข็ง แบ่งออกได้ตามแรงที่ดูดซับระหว่างพื้นผิวโมเลกุลเป็น 2 ชนิด คือ การดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption หรือ Physisorption) แรงที่ใช้ดูดซับเป็นแรง แวนเดอวาลส์ (Van der Waals) เนื่องจากแรงดึงดูดระหว่างสารที่อยู่ในของเหลวกับสารดูดซับมีมากกว่าแรงดึงดูดระหว่างสารในของเหลวกับของเหลว ทำให้สารที่อยู่ในของเหลวเข้าติดอยู่ที่สารดูดซับแทน ตัวอย่างเช่น การดูดซับของถ่านกัมมันต์ ซึ่งภายในโครงสร้างของพื้นที่ผิวมีรูพรุนมาก ทำให้มีการดูดซับบนพื้นที่ผิวของสารดูดซับสูงขึ้น ดังนั้นรูพรุนของสารดูดซับจึงมีความสำคัญ ส่วนการดูดซับทางเคมี (Chemical adsorption หรือ Chemisorption) แรงที่ใช้ดูดซับเป็นพันธะ

โคเวเลนต์ มักเกิดขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิวิกฤตของสารที่ถูกดูดซับ โดยมีค่าพลังงานสูงมาก ในการเกิดพันธะและการดูดซับทางเคมีเป็นการดูดซับที่แท้จริง

ไอโซเทอมของการดูดซับ (Adsorption isotherm) เป็นความสัมพันธ์ของปริมาณสารที่ถูกดูดซับที่พื้นผิวกับความดันของก๊าซหรือความเข้มข้นของสารละลายที่อุณหภูมิคงที่ สำหรับการดูดซับตัวถูกละลายบนผิวแข็งจะเป็นความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณการดูดซับกับความเข้มข้นของสารละลายที่ภาวะสมดุลที่อุณหภูมิใด ๆ

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินการวิจัย

การสังเคราะห์ polyHIPEs ประกอบไปด้วยขั้นตอนดังนี้ คือ ขั้นตอนการเตรียมอุปกรณ์และสารเคมี และขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุซึ่งประกอบไปด้วย ขั้นตอนการสกัดด้วยขี้ผึ้ง การเกิดปฏิกิริยาของโมโนเมอร์ การสังเคราะห์วัสดุ และการเติมตัวเติมแต่ง (Additives) ลงในเนื้อวัสดุ

#### 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- |                            |                              |
|----------------------------|------------------------------|
| 3.1.1 ปีกเกอร์             | 3.1.9 หลอดฉีดยา              |
| 3.1.2 กระจกบดผงสาร         | 3.1.10 ชุดปั่นกวน            |
| 3.1.3 ขวดปรับปริมาตร       | 3.1.11 ชุดให้ความร้อน        |
| 3.1.4 ขวดกั้นกลม           | 3.1.12 ชุดช็อกเลทต์          |
| 3.1.5 ขวดสามคอ             | 3.1.13 เครื่องชั่งดิจิทัล    |
| 3.1.6 บิวเรต               | 3.1.14 ตู้อบ                 |
| 3.1.7 กระจกนาฬิกา          | 3.1.15 แผ่นอะลูมิเนียมฟลอยด์ |
| 3.1.8 ซ้อนตักสารอลูมิเนียม | 3.1.16 กระดาษลิทมัส          |

3.1.17 เครื่องเทอร์โมกราวิเมทรี (Thermogravimetry หรือ TGA) รุ่น Pyris 1 TGA บริษัท Perkin Elmer Co., Ltd.

3.1.18 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น EVO® HD บริษัท Carl Zeiss

3.1.19 เครื่องทดสอบปริมาณพื้นที่ผิวโดยวิธีของ Brunauer Emmett Teller (BET) รุ่น Autosorb-1 บริษัท Autosorb

3.1.20 เครื่องทดสอบความเป็นแม่เหล็ก (Vibrating sample magnetometer) ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

3.1.21 เครื่องอะตอมมิก แอปซอร์ปชัน สเปกโตรมิเตอร์ (Atomic absorption spectroscopy) รุ่น AAS-200 บริษัท Perkin Elmer

3.1.22 เครื่องทดสอบสมบัติทางกล (Universal testing machine) รุ่น LR30K บริษัท Lloyd instrument

## 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 ไดไวนิลเบนซีน (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>, DVB) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.4 ซอร์บิแทนโมโนลิเอท (C<sub>24</sub>H<sub>44</sub>O<sub>6</sub>, Span80) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.5 เอโซบิสไอโซบิวทิลโรไนไตรล์ (C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>4</sub>, AIBN) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Sigma-Aldrich
- 3.2.6 แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Riedel-deHaen
- 3.2.7 โซเดียมซัลเฟตแอนไฮไดรต (Anhydrous Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Carlo Erba ReagantiSpA
- 3.2.8 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Labachemie
- 3.2.9 เมทานอล (CH<sub>3</sub>OH) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- 3.2.10 คลอโรฟอร์ม (CHCl<sub>3</sub>) บริษัท Carlo Erba ReagantiSpA
- 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) บริษัท Aldrich chemical
- 3.2.12 เหล็กออกไซด์ (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ขนาดอนุภาคน้อยกว่า 50 นาโนเมตร บริษัท Sigma-Aldrich
- 3.2.13 ผงถ่านกัมมันต์ (Activated carbon) บริสุทธิ์ 99.5% ขนาดอนุภาค 10 นาโนเมตร บริษัท Riedel-deHaen
- 3.2.14 ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO<sub>2</sub>) ขนาดอนุภาค 10-20 นาโนเมตร บริสุทธิ์ 99.5% บริษัท Aldrich chemical
- 3.2.15 ไอรอน (III) ซัลเฟตโนเนไฮเดรต (Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Labachemie

## 3.3 กระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs

ในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยใช้สไตรีน (Styrene) เป็นโมโนเมอร์และไดไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene) เป็นสารเชื่อมโยง (Crosslink agent) ซึ่งการทำให้ตัววัสดุมีรูพรุนสูงนั้นจะทำให้อยู่ในรูปของอิมัลชัน (Emulsion) ประกอบไปด้วย 2 วัฏภาคหลักคือ วัฏภาคที่เป็นสารอินทรีย์ (Organic phase) และวัฏภาคที่เป็นน้ำ (Aqueous phase) โดยมีซอร์บิแทนโมโนลิเอท (Span80) ที่เป็นสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นตัวช่วยทำให้ทั้งสองวัฏภาคสามารถกระจายตัวอยู่ร่วมกันในรูปแบบของอิมัลชันได้ โดยที่เอโซบิสไอโซบิวทิลโรไนไตรล์ (Azo-bis-isobutyronitrile หรือ AIBN) ทำหน้าที่เป็นเป็นตัวริเริ่มการเกิดปฏิกิริยา (Initiator) และแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต

(CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O) เป็นสารช่วยเพิ่มความคงตัว (Stabilizer) ของน้ำ ทำให้วัฏภาคน้ำกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ อย่างสม่ำเสมอในสารอิมัลชัน

### 3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมโมโนเมอร์

เนื่องจากสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์มีการเติมสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยา (Inhibitor) กลุ่มสารประกอบฟีนอล เพื่อให้สามารถเก็บรักษาสภาพให้สามารถใช้งานได้ยาวนานขึ้น เช่น 2,4,6-trimethyl phenol และสารชนิดอื่น เช่น เบนโซควิโนน (p-benzoquinone) ดังนั้นก่อนการนำมาทำการใช้งานจึงต้องทำการกำจัดสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาออกก่อน โดยการสกัดออกด้วยสารละลายเบสแก่ คือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร เพื่อให้สารทั้งสองมีความพร้อมในการเกิดการเชื่อมโยงสายโซ่พอลิเมอร์

3.3.1.1 การเตรียมโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร 100 มิลลิลิตร

1. ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์หนัก 10.00 กรัมด้วยเครื่องชั่งละเอียดแบบทศนิยม 4 ตำแหน่ง
2. นำโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ได้ใส่ในบีกเกอร์ เติมน้ำปราศจากไอออนลงไปจนจนสารละลายเข้าเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วจึงเทสารละลายที่ได้ผ่านกรวยกรองลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
3. ล้างบีกเกอร์จากข้อ 2 ด้วยน้ำปราศจากไอออนเล็กน้อย แล้วเทลงในขวดปรับปริมาตร (ทำซ้ำ 2 รอบ) ปรับปริมาตรด้วยที่หยดสาร (Dropper) จนสารละลายถึงขีดบอกริมาตร ปิดจุกและกลับขวดขึ้นลงจนสารผสมเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.1.2 การเตรียมสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน (การสกัด Inhibitor)

1. ตวงสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนใส่ในกรวยแยกจำนวน 25 มิลลิลิตร
2. เติมน้ำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ร้อยละ 10.00 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ที่เตรียมได้ลงไปลงในกรวยแยกอย่างละ 25.00 มิลลิลิตร แล้วเขย่าให้สารละลายผสมกัน
3. ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น สำหรับสไตรีนชั้นบนจะมีสไตรีนสีเหลืองอ่อนและชั้นล่างเป็นสีใสของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีตัวยับยั้งปฏิกิริยา ส่วนไดไวนิลเบนซีนชั้นบนจะมีสีเหลือง

เข้มข้น และชั้นล่างเป็นสีแดงของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีตัวยับยั้งปฏิกิริยา เมื่อสารแยกชั้นสมบูรณ์ทำการไขสารที่อยู่ชั้นล่างทิ้ง แล้วทำขั้นตอนนี้ซ้ำสองครั้ง

4. เติมน้ำปราศจากไอออนลงในกรวยแยกอย่างละ 25.00 มิลลิลิตร เขย่าให้สารละลายผสมกันแล้วตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น ขั้นตอนนี้ทำเพื่อกำจัดโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เหลือออกแล้วเปิดสารที่อยู่ชั้นล่างทิ้ง ทำขั้นตอนนี้นั้นกว่าสารละลายที่ได้จะมีค่า pH เป็นกลาง

5. ทำการกำจัดน้ำส่วนเกินที่เหลืออยู่ในสารละลายโดยใช้โซเดียมซัลเฟตแอนไฮไดรต์ (Anhydrous  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )

6. เทสารละลายโมโนเมอร์ที่ได้ใส่ไว้ในบีกเกอร์และใช้ในทันที

### 3.3.2 การเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก

เนื่องจากโมโนเมอร์ที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็นสารอินทรีย์ที่ไม่มีขั้ว แต่สารเติมแต่งที่เติมเพื่อเพิ่มสมบัติต่าง ๆ แก่ตัววัสดุนั้นเป็นสารประเภทมีขั้ว ซึ่งไม่สามารถละลายอยู่ร่วมกันในเนื้อวัสดุได้ ดังนั้นจึงจำเป็นต้องเคลือบผิวสารเติมแต่งให้ความเป็นขั้วหายไปด้วยกรดโอเลอิก โดยขั้นตอนการเคลือบกรดโอเลอิกมีดังต่อไปนี้

1. ชั่งสารที่ต้องการเคลือบ ( $\text{SiO}_2$  หรือ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) จำนวน 1.0000 กรัม ใส่ลงในบีกเกอร์

2. เติมหคลอโรฟอร์ม (Chloroform) ลงไป 5.00 มิลลิลิตร และเติมกรดโอเลอิก 5.00 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (การปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กอาจไม่ส่งผลดีต่อการเตรียม  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  เนื่องจากผงเหล็กจะติดอยู่ที่แท่งแม่เหล็กปั่นกวนจะทำให้สารไม่ถูกเคลือบทั้งหมด อาจใช้เครื่องเขย่าสารแทน)

3. เติมน้ำ 30.00 มิลลิลิตร เพื่อช่วยในการตกตะกอนของสาร

4. ทำการปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน (หากสารตกตะกอนได้เอง คือมองเห็นเป็นตะกอนอยู่ด้านล่างสามารถข้ามขั้นตอนนี้ได้)

5. เทสารละลายทิ้ง เก็บตะกอนไว้ ล้างกรดโอเลอิกที่เกินมาด้วยคลอโรฟอร์ม 5.00 มิลลิลิตร ร่วมกับการโซนิเกตเป็นเวลา 10 นาที

6. เติมน้ำ 30.00 มิลลิลิตร เพื่อให้เกิดการตกตะกอนอีกครั้งหนึ่ง

7. ทำซ้ำข้อ 5-6 อีกสองครั้ง เพื่อกำจัดกรดโอเลอิกส่วนที่เกินมา

8. นำสารที่ผ่านการเคลือบแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

9. ทำการบดเพื่อลดอนุภาคของสารลงก่อนการนำไปใช้งาน

แผนผังการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก ดังแสดงในรูปที่ 3.2

### 3.3.3 การเตรียมอิมัลชัน HIPEs

1. ตวงสไตรีน ไคโวนิลเบนซีน และ Span80 ตามอัตราส่วนดังแสดงในตารางที่ 3.1 จากนั้นนำสารทั้งหมดใส่ลงไปในขวดก้นกลม 3 คอ และเติม AIBN จำนวนร้อยละ 3 โดยโมลของโมโนเมอร์ตามลงไป
  2. ปั่นกวนด้วยความเร็ว 500 รอบต่อนาที (rpm) เป็นเวลา 5 นาที
  3. นำสารละลาย 0.034 M  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ที่เตรียมโดยน้ำปราศจากไอออน เติมลงในขวดก้นกลมที่มีวัฏภาคสารอินทรีย์อยู่ผ่านบิวเรตด้วยอัตราเร็ว 5.00 มิลลิลิตรต่อนาที โดยการเติมปริมาณน้ำ ทำตามอัตราส่วนของวัฏภาคสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคน้ำ ตามที่ได้คำนวณไว้ ดังแสดงในตารางที่ 3.1
  4. เมื่อทำการเติมส่วนที่เป็นน้ำหมดแล้ว ให้ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 60 นาที
  5. จะได้สารอิมัลชันที่มีสีขาวขุ่น ลักษณะคล้ายน้ำสลัด
- แผนผังแสดงการสังเคราะห์ polyHIPEs ดังแสดงในรูปที่ 3.3

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs

Organic phase (20%vol)						Aqueous phase (80%vol)		Initiator	
Styrene		DVB		Span 80		0.34 M $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$		AIBN	
%vol	ml	%vol	ml	%vol	ml	%vol	ml	%mol	ml
50	15.00	30	9.00	20	6.00	80	120.00	3	1.12

สำหรับการเพิ่มสมบัติทางกลและสมบัติแม่เหล็กของ polyHIPEs จะทำโดยการเติมผงถ่านกัมมันต์  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ลงไปในขั้นตอนการเตรียมของผสมอินทรีย์ โดยอัตราส่วนและปริมาณสารต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ได้แสดงไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณสารเติมแต่งที่ช่วยเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPES

ตัวอย่าง	สารเติมแต่ง (%wt)		
	Activated carbon ( 10 nm)	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

หมายเหตุ การคิดร้อยละ โดยน้ำหนักคิดจากน้ำหนัก โมโนเมอร์ของสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน

### 3.3.4 การเตรียม polyHIPES

1. ถ่ายสารอิมัลชันที่ผ่านการปั่นกวนมาแล้วใส่บีกเกอร์ขนาด 50.00 มิลลิลิตร เติมสารละลาย 0.034 M CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O ลงไปด้านบนของสารในบีกเกอร์ จากนั้นนำแผ่นอะลูมิเนียมฟลอยด์มาปิดปากบีกเกอร์ให้สนิท

2. นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 80° C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน

3. นำสารที่ขึ้นรูปได้ที่มีลักษณะเป็นของแข็งน้ำหนักเบาออกจากบีกเกอร์ ไปทำการอบแห้งต่อที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดน้ำที่อยู่ภายในโครงสร้างวัสดุ polyHIPEs ออกให้หมด

4. ทำการกำจัดเศษวัสดุหรือสารที่ตกค้างอยู่ในรูพรุนภายในโครงสร้าง โดยการสกัดแบบซ็อกซ์เลทต์ (Soxhlet) ด้วยเมทานอล (Methanol) เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

5. นำวัสดุที่ได้ไปทำให้แห้ง โดยการอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

แผนผังการเตรียมวัสดุ polyHIPEs ดังแสดงในรูปที่ 3.4

### 3.3.5 ขั้นตอนการซ็อกซ์เลทต์ (Soxhlet)

1. นำ polyHIPEs ใส่ลงไปในถุงลวดตาข่ายสำหรับการซ็อกซ์เลทต์

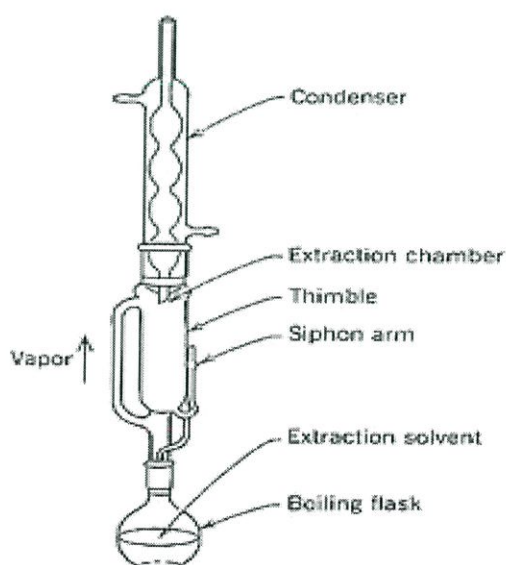
2. เติมเมทานอล ลงไปในขวดก้นกลม

3. ต่อขวดก้นกลมเข้ากับชุดซ็อกซ์เลทต์และคอนเดนเซอร์เข้าด้วยกัน พร้อมทั้งทำการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60°C ด้วยเตาให้ความร้อนแบบหลุมด้านล่างของขวดก้นกลมดังรูปที่ 3.1

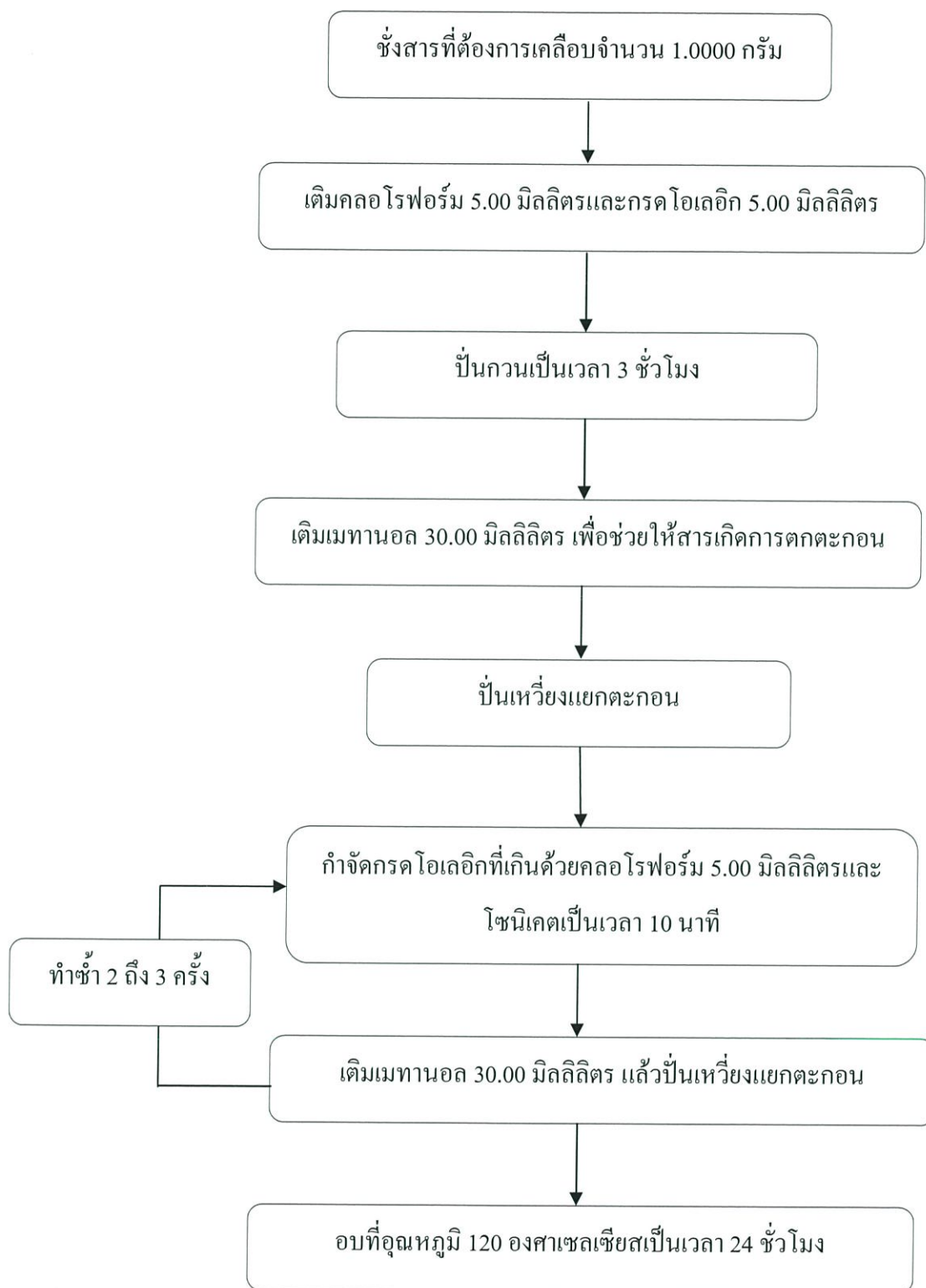
4. เปิดน้ำผ่านคอนเดนเซอร์ให้มีการไหลผ่านของน้ำอย่างเหมาะสม สักเกตจากการระเหยของเมทานอล

5. ทำการซ็อกซ์เลทต์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

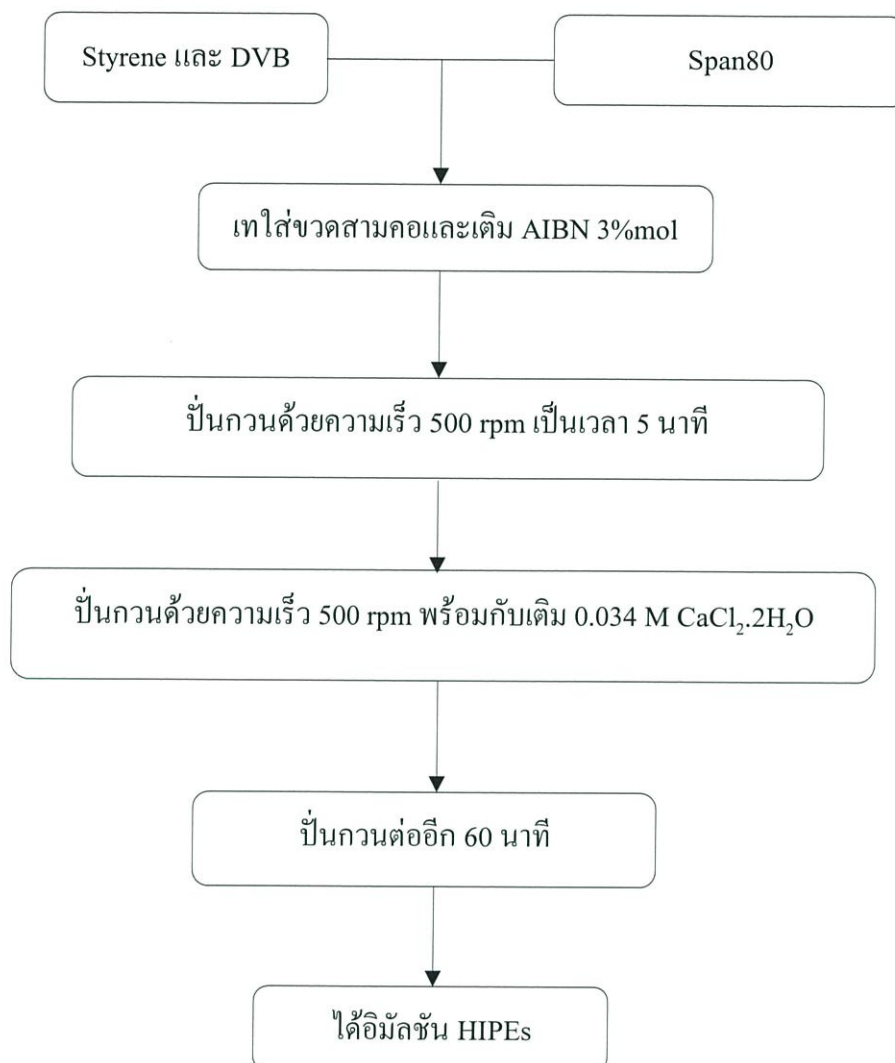
แผนผังแสดงการตั้งชุดซ็อกซ์เลทต์ ดังแสดงในรูปที่ 3.1



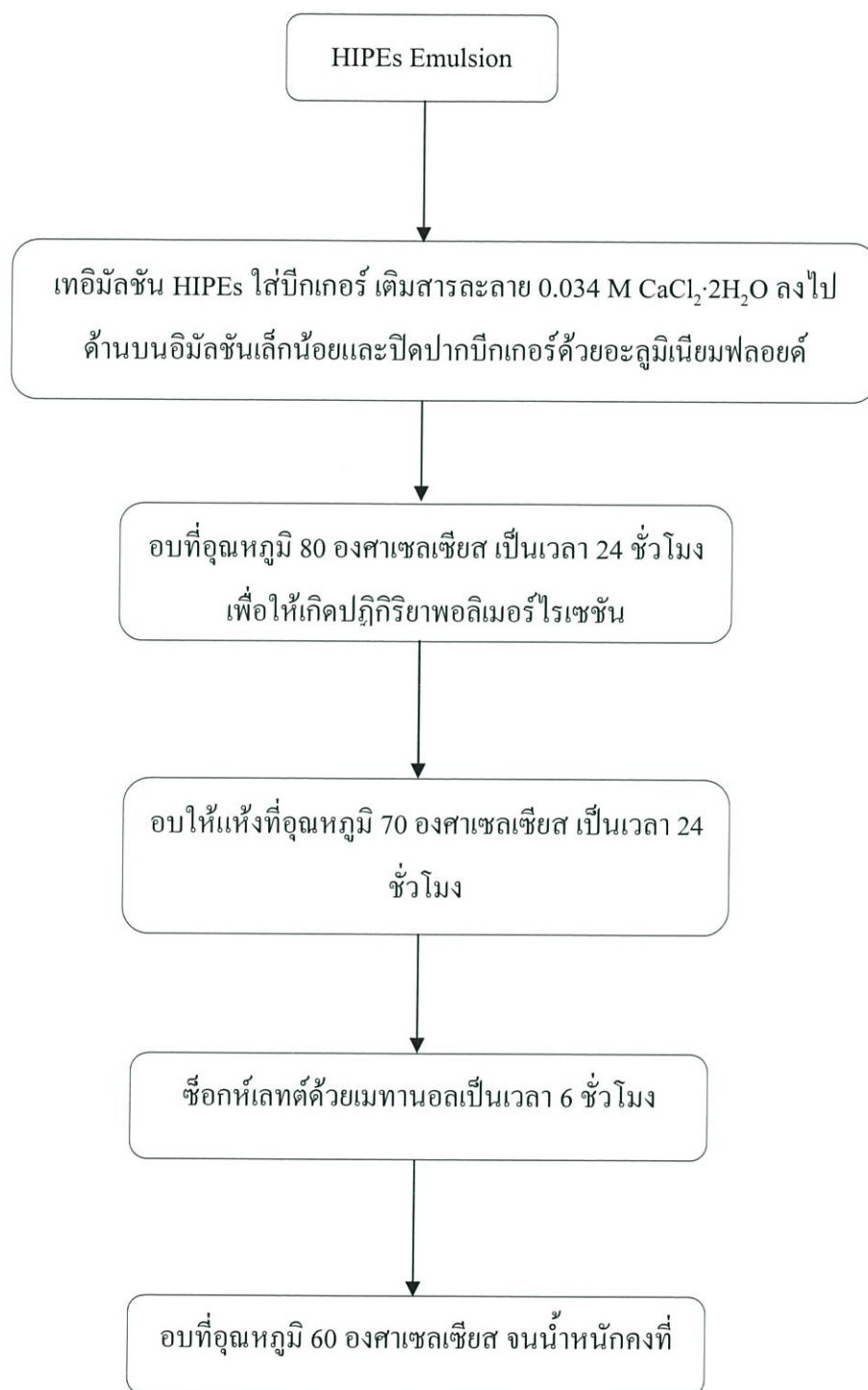
รูปที่ 3.1 แสดงภาพจำลองแบบการต่อชุดอุปกรณ์สำหรับการ Soxhlet [40]



รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก



รูปที่ 3.3 แผนผังแสดงกระบวนการสังเคราะห์อิมัลชัน HIPEs โดยใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา



รูปที่ 3.4 แผนผังแสดงกระบวนการสังเคราะห์ polyHIPEs

### 3.3.6 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างทางสัณฐานวิทยาของวัสดุแม่เหล็ก สมบัติทางความร้อน และสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs

เมื่อทำการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs แล้วจะนำวัสดุไปทดสอบด้านต่าง ๆ ดังนี้คือ สมบัติทางกายภาพ โครงสร้างสัณฐานวิทยา สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อนและสมบัติแม่เหล็ก

#### 3.3.6.1 การวัดค่าความหนาแน่นแบบง่ายของวัสดุ

การหาค่าความหนาแน่นของวัสดุในงานวิจัยนี้สามารถหาได้จากน้ำหนักและปริมาตรที่แน่นอนของวัสดุ โดยปริมาตรที่แน่นอนของวัสดุสามารถหาได้โดยการทำให้วัสดุมีลักษณะเป็นรูปลูกบาศก์ แล้วจึงใช้เวอร์เนียร์คาลิปเปอร์ (Vernier calipers) วัดความยาวในแต่ละด้านแล้วใช้สมการ กว้าง x ยาว x สูง เพื่อหาปริมาตรของวัสดุ โดยความหนาแน่นของวัสดุได้จากสมการที่ 3.1

$$D = M / V \quad \text{[สมการที่ 3.1]}$$

เมื่อ  $D$  = ความหนาแน่นของวัสดุหรือของชิ้นงาน (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)

$M$  = มวลของวัสดุที่มาจากกรชั่งน้ำหนักที่แน่นอน (เซนติเมตร)

$V$  = ปริมาตรของชิ้นงาน (ลูกบาศก์เซนติเมตร)

#### 3.3.6.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

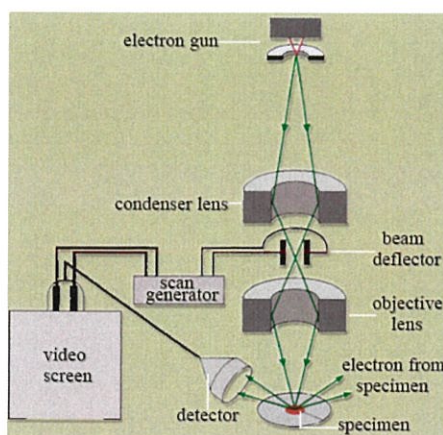
นำ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปทำการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยหลักการทำงานของเครื่อง SEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา เมื่อลำอิเล็กตรอนถูกส่องกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้น โดยอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะย้อนกลับไปตีตัวรับ

สัญญาณแปลงออกมาเป็นภาพบนเครื่องมือ โดยลักษณะของภาพจะขึ้นกับความสูงต่ำของพื้นผิวที่ทำให้จำนวนอิเล็กตรอนทุติยภูมิย้อนกลับมาที่ตัวรับสัญญาณได้มากน้อยแตกต่างกันหากพื้นที่สูงอิเล็กตรอนย้อนกลับมาได้มากภาพในบริเวณนั้นก็จะสว่าง [41]

แต่ในวัสดุ polyHIPEs ซึ่งไม่สามารถนำไฟฟ้าได้ทำให้อิเล็กตรอนไม่สามารถทะลุผ่านชิ้นงาน ส่งผลทำให้อิเล็กตรอนจะรวมตัวกันอยู่ที่พื้นผิวของชิ้นงานภาพที่ได้จะเป็นสีขาวทั้งหมด ปัญหานี้สามารถแก้ไขได้โดยการเคลือบผิวชิ้นงานด้วยตัวนำไฟฟ้า เช่น อนุภาคทองคำ ซึ่งทำให้วัสดุสามารถนำไฟฟ้าได้ เมื่ออิเล็กตรอนจากเครื่องส่องกราดลงไปบนพื้นผิววัสดุ อิเล็กตรอนวงนอกของวัสดุจะสามารถหลุดออกมาได้เป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิทำให้เกิดภาพขึ้น



รูปที่ 3.5 แสดงภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) [42]



รูปที่ 3.6 แสดงระบบการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [43]

### 3.3.6.3 การตรวจสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเครื่อง Thermogravimetric Analysis (TGA)

TGA เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุ เมื่อได้รับความร้อน โดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับหรือระเหยของน้ำ การตกผลึก (Crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนแปลงเฟส การสลายของวัสดุ (Decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันหรือปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometry) ในวิธีวิเคราะห์สาร ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่อุปกรณ์ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในที่ใช้ในการทดสอบอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือแก๊สที่มีความไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงมาจากการระเหย ย่อยสลายหรือการเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ [44]

โครงการนี้ได้ใช้สถานะในการทดสอบคือ ทำการทดลองในสถานะบรรยากาศไนโตรเจน โดยที่อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิคือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีและสิ้นสุดการเผาไหม้ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.7 แสดงภาพเครื่อง Thermogravimetric Analysis [45]

### 3.3.6.4 การตรวจสอบปริมาณพื้นที่ผิวโดยวิธีของ Brunauer Emmett Teller (BET)

ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและค่าพื้นที่ผิวทั้งหมดของวัสดุ สามารถหาได้จากการดูดซับที่พื้นผิววัสดุด้วยแก๊สไนโตรเจน ซึ่งหลักการที่นำมาใช้ คือ Brunauer Emmett Teller ซึ่งสามารถหาได้จากความสัมพันธ์ระหว่างความดันและน้ำหนักของสารที่ถูกดูดซับไว้บริเวณพื้นผิววัสดุ โดยแก๊สที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์คือแก๊สไนโตรเจน โดยก่อนทำการทดลองจะต้องทำให้วัสดุแห้งสนิทเพื่อกำจัดความชื้นและไล่แก๊สที่มีจุดเดือดสูงกว่าแก๊สไนโตรเจนออก เมื่อแก๊สถูกนำเข้าสู่ระบบพื้นผิวของวัสดุที่ทำการวัดจะดูดซับแก๊สไว้ที่พื้นผิว ซึ่งหากไม่ทำการไล่แก๊สชนิดอื่นออกจะส่งผลทำให้พื้นที่ผิวทั้งหมดไม่ได้ถูกแทนที่ด้วยแก๊สไนโตรเจนที่ไล่เข้าไป โดยการวัดค่าจะพิจารณาจากปริมาณแก๊สไนโตรเจนที่หายไปตอนไล่แก๊สเข้าสู่ระบบหรืออาจวัดจากปริมาณแก๊สที่คายออกมาหลังจากการไล่แก๊สออกด้วยการให้ความร้อนแก่ตัวอย่าง โดยปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่พื้นผิวจะสามารถบอกปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะและพื้นที่ผิวทั้งหมดได้

โครงการพิเศษนี้ใช้สภาวะในการทดสอบ คือ ใช้แก๊สไนโตรเจนในการทดสอบ สำหรับการดูดซับและอุณหภูมิที่ใช้สำหรับการไล่แก๊สออกที่ 95 องศาเซลเซียส

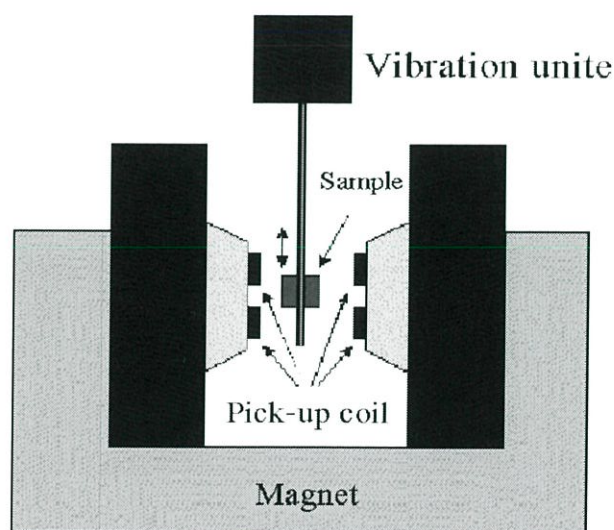


รูปที่ 3.8 แสดงภาพเครื่อง Brunauer Emmett Teller [46]

### 3.3.6.5 การตรวจสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่อง Vibrating sample magnetometer (VSM)

การวัดสมบัติการเป็นแม่เหล็กสามารถทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค VSM ในการตรวจสอบความเป็นแม่เหล็กของสารตัวอย่าง โดยเทคนิคนี้สารตัวอย่างที่บรรจุในแท่งใส่สารตัวอย่างรูปทรงกระบอก จากนั้นนำไปวางในบริเวณที่มีสนามแม่เหล็กส่งผ่านตลอดเวลา ดังแสดงในรูปที่ 3.9 โดยสนามแม่เหล็กนี้ถูกสร้างขึ้นและควบคุมโดยแท่งแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnet) ที่อยู่ด้านข้าง เมื่อสารตัวอย่างอยู่ในสนามแม่เหล็กจะถูกทำให้เกิดสภาพแม่เหล็กหรือเรียกว่าถูกแมกนีไทซ์ (Magnetized) โดยสารตัวอย่างที่ถูกแมกนีไทซ์จะสร้างฟลักซ์แม่เหล็กตัดผ่าน (ตามกฎของฟาราเดย์) โดยความต่างศักย์ที่ได้นี้จะถูกนำมาใช้ในการค้นหาและวัดค่าโมเมนต์แม่เหล็ก (Magnetic moment) ผลจากการวัดด้วยเทคนิคนี้จะแสดงในรูปความสัมพันธ์ระหว่างค่าโมเมนต์กับสนามแม่เหล็กที่ให้เข้าไป หากวัสดุมีสมบัติการเป็นแม่เหล็กระหว่างทำการวิเคราะห์วัสดุจะเกิดการสั่นหรือการเคลื่อนที่ทำให้ได้ค่าโมเมนต์แม่เหล็กเกิดขึ้น การรายงานผลจะแสดงในค่าแมกนีไทซ์แม่เหล็กของวัสดุโดยคิดจากน้ำหนักของวัสดุที่ทำการวิเคราะห์หารด้วยค่าแม่เหล็กที่วัดได้

สถานะที่ใช้ในการทดสอบ คือ ทำการทดสอบในช่วงความเข้มของสนามแม่เหล็ก -5000 ถึง 5000 Oersteds (Oe) ที่อุณหภูมิห้อง

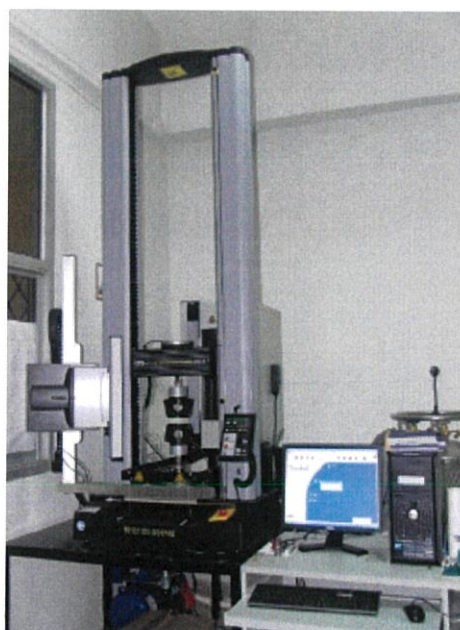


รูปที่ 3.9 แสดงโครงสร้างหลักของ VSM [47]

### 3.3.6.6 การตรวจสอบสมบัติทางกลด้วยเครื่อง Universal testing machine (UTM)

เครื่อง Universal testing machine เป็นเครื่องทดสอบวัสดุเอนกประสงค์ โดยสามารถให้แรงกระทำต่อชิ้นงาน ทั้งแรงดึง แรงอัด และแรงคด โดยในงานวิจัยนี้จะทำการทดสอบความแข็งแรงของวัสดุซึ่งจะทำได้โดยการใช้เครื่องมือทำการคั้นหัวกดลงบนชิ้นงานวัสดุด้วยแรงกดที่คงที่ (Compression force) ศึกษาความสามารถในการทนต่อแรงกดของวัสดุเครื่องมือจะทำการพลอตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเค้น (Stress) และระยะการกด (Compression) ของวัสดุ ทำให้เราทราบความสามารถของวัสดุในการรับแรงกดอัดจนถึงจุดที่วัสดุมีการเสียรูป (Deformation)

โรงงานพิเศษนี้การเตรียมตัวอย่างสำหรับการทดสอบมีลักษณะทรงกระบอกเส้นผ่านศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตรและมีความสูง 10 มิลลิเมตร ทำการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้โหลดเซลล์ (Load cell) ขนาด 5 กิโลนิวตัน (kgN) อัตราเร็วในการกด 1 มิลลิเมตรต่อนาทีและหยุดการกดชิ้นงานเมื่อทำการกดลงไปแล้ว 5 มิลลิเมตร



รูปที่ 3.10 แสดงเครื่อง Universal Testing Machine (UTM) [48]

### 3.3.6.7 การทดสอบการดูดซับด้วยเครื่องอะตอมมิก แอบซอร์พชัน สเปกโตรสโกปี (Atom absorption spectroscopy, AAS)

เป็นเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุที่อยู่ในตัวอย่างทดสอบ โดยอาศัยค่าจากการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นระดับหนึ่งซึ่งขึ้นกับชนิดของธาตุ โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AAS จำเป็นต้องให้สารที่ต้องการวิเคราะห์เปลี่ยนเป็นอะตอมอิสระ จากนั้นอะตอมอิสระจะดูดกลืนพลังงาน หากอะตอมมากปริมาณการดูดกลืนก็จะมาก ทำให้สามารถวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ได้ โดยการวิเคราะห์ต้องทำการเทียบจากกราฟมาตรฐาน (Calibration curve) ที่ทราบค่าความเข้มข้นที่แน่นอน เมื่อวัดค่าการดูดกลืนแสงจากสารตัวอย่างจะสามารถทราบความเข้มข้นของสารตัวอย่างได้จากการเทียบกราฟมาตรฐาน

สถานะที่ใช้ในการวิเคราะห์ของโครงการพิเศษนี้ ใช้สารละลายเหล็กซัลเฟต เริ่มต้นที่ความเข้มข้น 3 ppm และใช้สารละลายมาตรฐานเหล็กที่ความเข้มข้น 0.10 0.50 1.00 2.00 และ 3.00 ppm สำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน



รูปที่ 3.11 แสดงเครื่อง Atomic absorption spectrometer (AAS) [49]

### 3.3.6.8 การทดสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก

ในโครงการพิเศษนี้ได้นำวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้มาทำการทดสอบการดูดซับโลหะหนัก ในที่นี้คือ สารละลายเหล็กซัลเฟต โดยมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

การเตรียมสารละลายมาตรฐานและสร้างกราฟมาตรฐาน

1. เตรียมสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 10 ppm โดยทำการปิเปตสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 1000 ppm มา 1.00 มิลลิลิตรลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตรปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

2. เตรียมสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 0.00 0.50 1.00 2.00 และ 3.00 ppm จากสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 10 ppm ทำการปิเปตสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 10 ppm มา 0.25 5.00 10.00 และ 15.00 มิลลิลิตรตามลำดับ ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 10 ml

3. นำสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 0.00 0.50 1.00 2.00 และ 3.00 ppm มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง AAS

4. ทำการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและค่าความเข้มข้น เพื่อใช้ในการเทียบสำหรับการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

การเตรียมสารตัวอย่างและการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

1. เตรียมชิ้นวัสดุผสม polyHIPEs จำนวน 0.25 กรัม โดยตัดให้มีรูปร่างเป็นทรงสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร หลาย ๆ ก้อน

2. เตรียมสารละลายเหล็กซัลเฟต ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) เข้มข้น 3.00 ppm ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 50 มิลลิลิตร

3. ใส่วัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมไว้ ลงในหลอดทดลองขนาด 25 มิลลิลิตร

4. เทสารละลายเหล็กที่เตรียมไว้ลงไปแล้วแช่ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

6. เมื่อครบกำหนด กรองเอาสารละลายออก จากนั้นไปวัดปริมาณความเข้มข้นเหล็กที่เหลือด้วยเครื่อง AAS

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยละเอียดอภิปรายผล

ในบทนี้ได้นำเสนอผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs โดยจะทำการศึกษาผลของการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา และเหล็กออกไซด์ในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน จากนั้นนำวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปทำการศึกษสมบัติทางกายภาพ ฐานานวิทยา สมบัติเชิงกล สมบัติความเป็นแม่เหล็ก และสมบัติการเป็นตัวดูดซับโลหะหนักตามลำดับ

#### 4.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต

โครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs จะใช้การสังเคราะห์ระบบอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (Water-in-oil) โดยใช้วัฏภาคสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคของน้ำ ในอัตราส่วนร้อยละ 20:80 โดยปริมาตร โดยมีการใช้สไตรีนและไดไวนิลเบนซีนเป็นโมโนเมอร์ ใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา ใช้ Span80 เป็นสารลดแรงตึงผิว และใช้ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา และเหล็กออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง ปริมาณสารและอัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์ แสดงในตารางที่ 3.1 และ 3.2 จากนั้นนำวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยการสังเกต ผลที่ได้จึงแสดงในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.1

เมื่อพิจารณาวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง พบว่าวัสดุที่ได้มีลักษณะเป็นก้อนสีขาว มีความเป็นขรุขระ และค่อนข้างแข็งแรง เมื่อพิจารณาวัสดุ polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ในตัวอย่าง 1%C พบว่าเมื่อทำการเติมผงถ่านกัมมันต์ลงไปจะทำให้ได้วัสดุที่มีลักษณะเป็นก้อนสีเทา เนื่องจากผงถ่านกัมมันต์ที่มีสีดำ มีความเป็นขรุขระน้อยลง มีความแข็งแรงแต่เปราะ เมื่อเปรียบเทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง ส่วนวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาในตัวอย่าง 1%Si พบว่าทำให้ได้วัสดุที่มีลักษณะเป็นก้อนสีขาวนวลเหมือน polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง แต่แตกร่วนง่ายและมีความเป็นขรุขระมากกว่า ซึ่งการแตกร่วนนี้น่าจะเกิดมาจากกรดโอเลอิกที่ใช้เคลือบเพื่อปรับปรุงพื้นผิวซิลิกา เพื่อให้ซิลิกาสามารถอยู่ในวัฏภาคสารอินทรีย์ได้ โดยกรดโอเลอิกอาจจะไปทำปฏิกิริยากับสไตรีนหรือไดไวนิลเบนซีนทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างโมโนเมอร์ เพื่อเกิดเป็น polyHIPEs ไม่สมบูรณ์ และเมื่อพิจารณาวัสดุ polyHIPEs ที่เติมเหล็กออกไซด์ในตัวอย่าง 5%Fe พบว่า ทำให้ได้ก้อนวัสดุที่มีสีน้ำตาลอ่อน เนื่องจากการเติมเหล็กออกไซด์ มีความเป็นขรุขระ และมีความแข็งแรงมากกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง

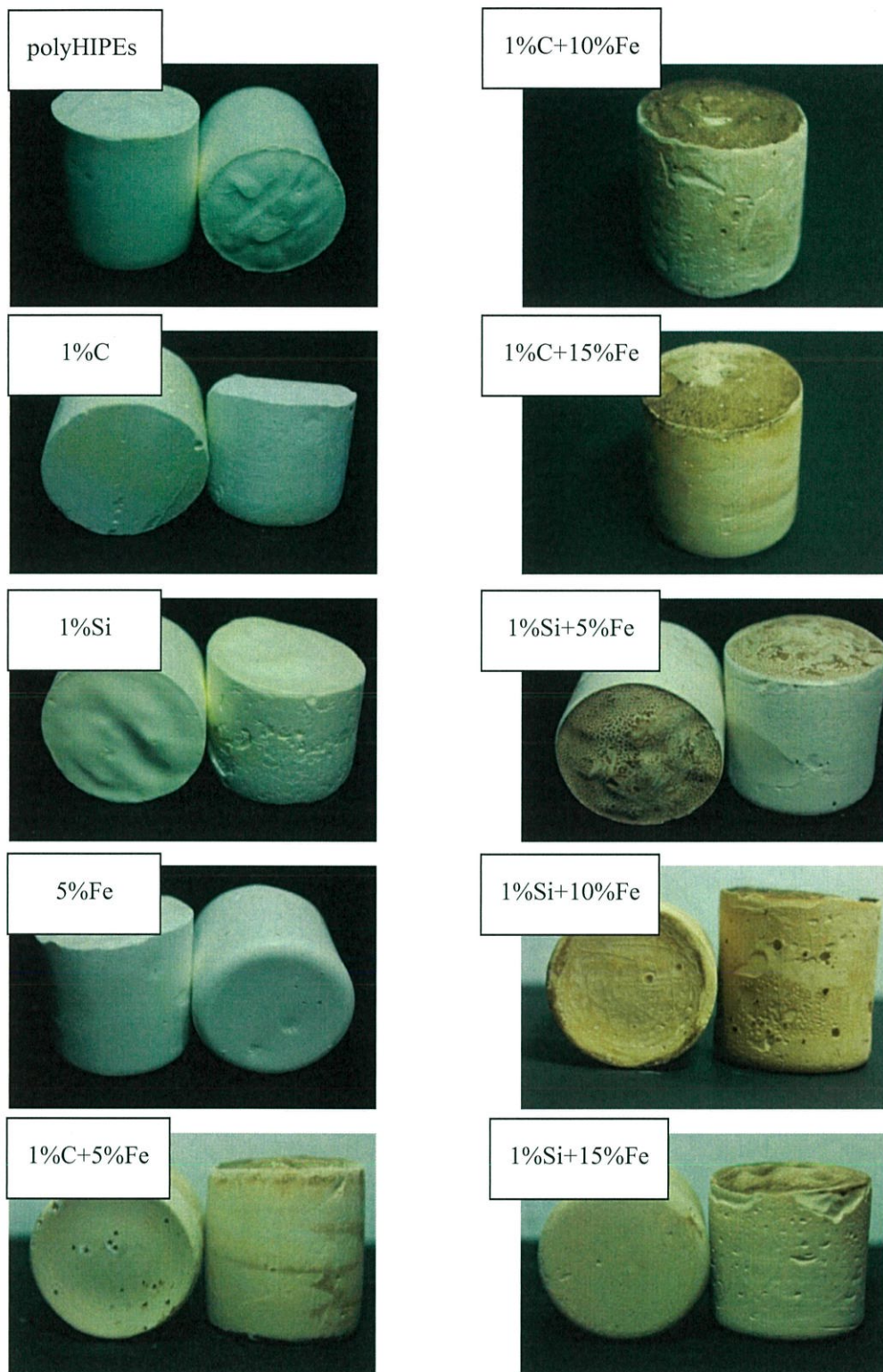
เมื่อพิจารณาลักษณะของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิดลงไป โดยเริ่มจากตัวอย่าง 1%C+5%Fe ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ พบว่าได้ก้อนวัสดุที่มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็กน้อย มีความแข็งแรง เมื่อตัดด้วยคัตเตอร์จะตัดได้ง่าย ไม่มีความเปราะ และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ในตัวอย่าง 1%C+10%Fe และ 1%C+15%Fe พบว่าทำให้วัสดุมีสีน้ำตาลเข้มขึ้นตามลำดับ และมีความเป็นขอล็กเพิ่มขึ้น มีความแข็งแรง แต่เปราะเพิ่มขึ้น ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ในตัวอย่าง 1%Si+5%Fe ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ พบว่าได้ก้อนวัสดุมีสีน้ำตาลแต่อ่อนกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ แต่จะมีความเป็นขอล็กมาก มีความแข็งแรง แต่แตกร่วนง่ายเมื่อตัดด้วยคัตเตอร์ และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ในตัวอย่าง 1%Si+10%Fe และ 1%Si+15%Fe พบว่าทำให้วัสดุมีสีน้ำตาลเข้มขึ้นตามลำดับ แต่สมบัติด้านความแข็งแรงไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์มากขึ้น

โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมปริมาณเหล็กออกไซด์สูงสุดที่ 15%wt เนื่องจากเมื่อเติมเหล็กออกไซด์ในปริมาณที่มากกว่านี้จะทำให้เหล็กออกไซด์ลอยขึ้นมาอยู่บริเวณด้านบนของก้อนวัสดุผสม polyHIPEs ในปริมาณที่มาก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเนื้อด้านในของวัสดุผสม polyHIPEs ไม่สามารถรับปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เติมเพิ่มเข้าไปได้อีก ซึ่งไม่เกิดประโยชน์ต่อด้านสมบัติความเป็นแม่เหล็กตามที่ผู้วิจัยต้องการ

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ ในวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน

ตัวอย่าง	%wt			ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้
	Activated carbon	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	
polyHIPEs	-	-	-	มีสีขาว มีความเป็นขอล็ค ค่อนข้างแข็งแรง
1%C	1	-	-	มีสีเทา มีความเป็นขอล็คน้อยมาก แข็งแรง แต่เปราะ
1%Si	-	1	-	มีสีขาว มีความเป็นขอล็คมากแข็งแรง แต่แตกร่วนง่าย
5%Fe	-	-	5	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็คน้อยค่อนข้างแข็งแรง
1%C+5%Fe	1	-	5	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็คน้อย ค่อนข้างแข็งแรง
1%C+10%Fe	1	-	10	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็ค ค่อนข้างแข็งแรง
1%C+15%Fe	1	-	15	มีสีน้ำตาล มีความเป็นขอล็ค แข็งแรงแต่เปราะ
1%Si+5%Fe	-	1	5	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็ค ค่อนข้างแตกร่วนได้ง่าย
1%Si+10%Fe	-	1	10	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอล็ค ค่อนข้างแตกร่วนได้ง่าย
1%Si+15%Fe	-	1	15	มีสีน้ำตาล มีความเป็นขอล็ค ค่อนข้างแตกร่วนได้ง่าย

หมายเหตุ ความเป็นขอล็ค ทดสอบโดยการใช้มือสัมผัสแล้วมีลักษณะของผงสีขาวติดขึ้นมาที่มือ



รูปที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้

## 4.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA)

จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีสารเติมสารเติมแต่ง คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา และเหล็กออกไซด์ ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) เพื่อวิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารจากอุณหภูมิที่วัสดุเกิดการสลายตัวที่สัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักสาร โดยผลการวิเคราะห์จะแสดงช่วงอุณหภูมิในการสลายตัวและร้อยละของน้ำหนักที่หายไป ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.2 ถึง 4.4

**ตารางที่ 4.2** แสดงอุณหภูมิการสลายตัวและร้อยละน้ำหนักที่หายไปของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs จากเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) (Td คือ อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัว)

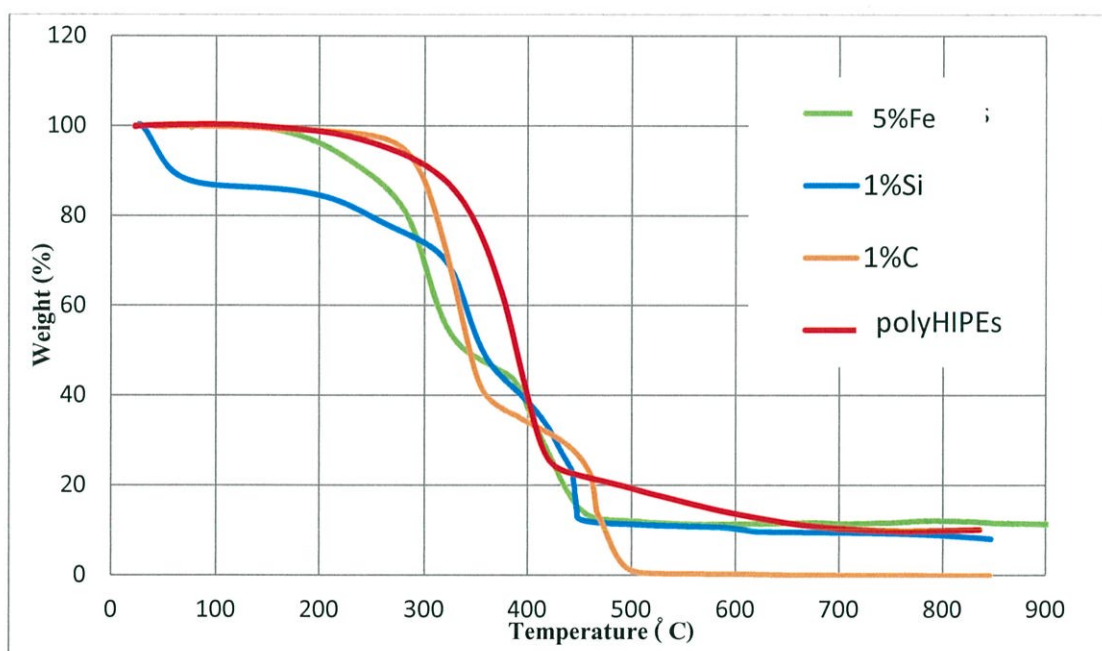
ตัวอย่าง	Td <sub>1</sub>		Td <sub>2</sub>		Td <sub>3</sub>		% Residual at 850° C
	(°C)	% wt	(°C)	% wt	(°C)	% wt	
polyHIPEs	200 - 400	96.00	-	-	-	-	4.00
1%C	200 - 400	38.00	400 - 500	62.00	-	-	0
1%Si	50 - 100	13.00	200 - 350	45.00	350 - 450	32.00	10.00
5%Fe	180 - 380	50.00	400 - 450	38.00	-	-	12.00
1%C+5%Fe	150 - 420	90.75	-	-	-	-	9.25
1%C+10%Fe	200 - 500	83.00	-	-	-	-	17.00
1%C+15%Fe	200 - 530	75.50	-	-	-	-	24.50
1%Si+5%Fe	200 - 400	60.00	400 - 500	27.5	-	-	12.50
1%Si+10%Fe	60 - 150	15.00	150 - 250	35.50	250 - 400	37.50	12.00
1%Si+15%Fe	200 - 400	65.00	420 - 550	26.00	-	-	9.00

เมื่อทำการศึกษาด้วยเทคนิค TGA แล้วพบว่าวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง มีช่วงอุณหภูมิในการสลายตัวเพียงช่วงเดียวอยู่ที่ช่วงอุณหภูมิ 200 – 400 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนของเนื้อสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน [50] ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์เป็นสารเติมแต่ง (ตัวอย่าง 1%C) จะมีช่วงอุณหภูมิการสลายตัวที่ใกล้เคียงกันกับวัสดุ polyHIPEs เนื่องจากผงถ่านกัมมันต์สลายตัวในช่วงเดียวกันกับสารประกอบไฮโดรคาร์บอน คือ ช่วงประมาณ 200 – 400 องศาเซลเซียส และช่วง 400 – 500 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของเถ้าคาร์บอนที่ถูกเผาไหม้ [51] และวัสดุ polyHIPEs ที่มีสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ (ตัวอย่าง 1%Si และ 5%Fe) จะมีช่วงการสลายตัว 3 ช่วง โดยช่วงแรกที่อุณหภูมิ 100 – 180 องศาเซลเซียส จะเป็นการสลายตัวของความชื้นในตัวอย่าง ช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ 200 – 400 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ polyHIPEs และช่วงที่ 3 ที่อุณหภูมิ 350 – 500 องศาเซลเซียส คาดว่าเป็นการสลายตัวของกรดโอเลอิกที่ยังสลายตัวไม่หมด [52] ซึ่งต่อเนื่องมาตั้งแต่ช่วงอุณหภูมิช่วงที่ 2 ในรูปที่ 4.2 แสดงกราฟ TGA ที่แสดงถึงช่วงการสลายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียว

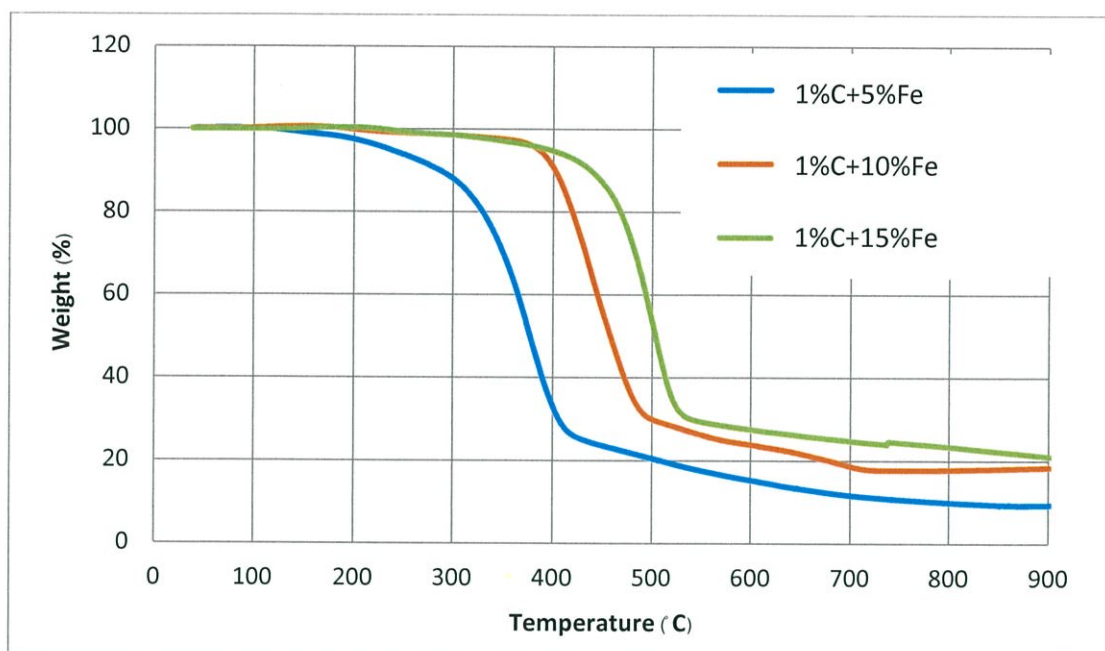
สำหรับวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์กับเหล็กออกไซด์ มีช่วงอุณหภูมิการสลายตัวที่มีแนวโน้มคล้ายกันกับวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์เพียงอย่างเดียว โดยมีอุณหภูมิการสลายตัวอยู่ในช่วง 200 – 500 องศาเซลเซียส และเมื่อได้คือน้ำหนักที่สลายตัวไปจะเห็นได้ว่า น้ำหนักที่เหลือของวัสดุที่ไม่เกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส คือ น้ำหนักของเหล็กออกไซด์ที่มีอยู่ในวัสดุผสม polyHIPEs เนื่องจากเหล็กออกไซด์มีอุณหภูมิในการสลายตัวสูงถึง 1536 องศาเซลเซียส [53] ในตัวอย่าง 1%C+5%Fe มีร้อยละน้ำหนักที่เหลืออยู่ 9.25 %wt โดยพบว่ามีร้อยละน้ำหนักที่เหลืออยู่เพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของเหล็กออกไซด์ที่ใส่ลงไป ในวัสดุผสม ซึ่งในตัวอย่าง 1%C+10%Fe มีร้อยละน้ำหนักที่เหลือเท่ากับ 17.00 %wt และตัวอย่าง 1%C+15%Fe มีร้อยละน้ำหนักที่เหลืออยู่เท่ากับ 24.50 %wt แสดงให้เห็นว่าปริมาณเหล็กออกไซด์สามารถเข้าไปอยู่ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ได้เพิ่มมากขึ้นเมื่อเติมเหล็กออกไซด์ลงไปปริมาณที่เพิ่มมากขึ้น

ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งซิลิกากับเหล็กออกไซด์ พบว่ามีช่วงอุณหภูมิการสลายตัวที่คล้ายกับวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาเพียงอย่างเดียว คือ มีช่วงอุณหภูมิสลายตัว 3 ช่วงอุณหภูมิ โดยช่วงแรกที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส จะเป็นการสลายตัวของความชื้นในตัวอย่าง ช่วงที่สองอุณหภูมิ 200 – 400 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ polyHIPEs และช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิ 400 – 550 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของกรดโอเลอิกที่สลายตัวมาอย่างต่อเนื่อง เมื่อคิดร้อยละน้ำหนักที่สลายตัวไปจะเห็นได้ว่าน้ำหนักที่เหลือที่ไม่เกิดการสลายตัว คือ ซิลิกา (อุณหภูมิการสลายตัวของซิลิกาอยู่ที่ 1414 องศาเซลเซียส [54]) และ

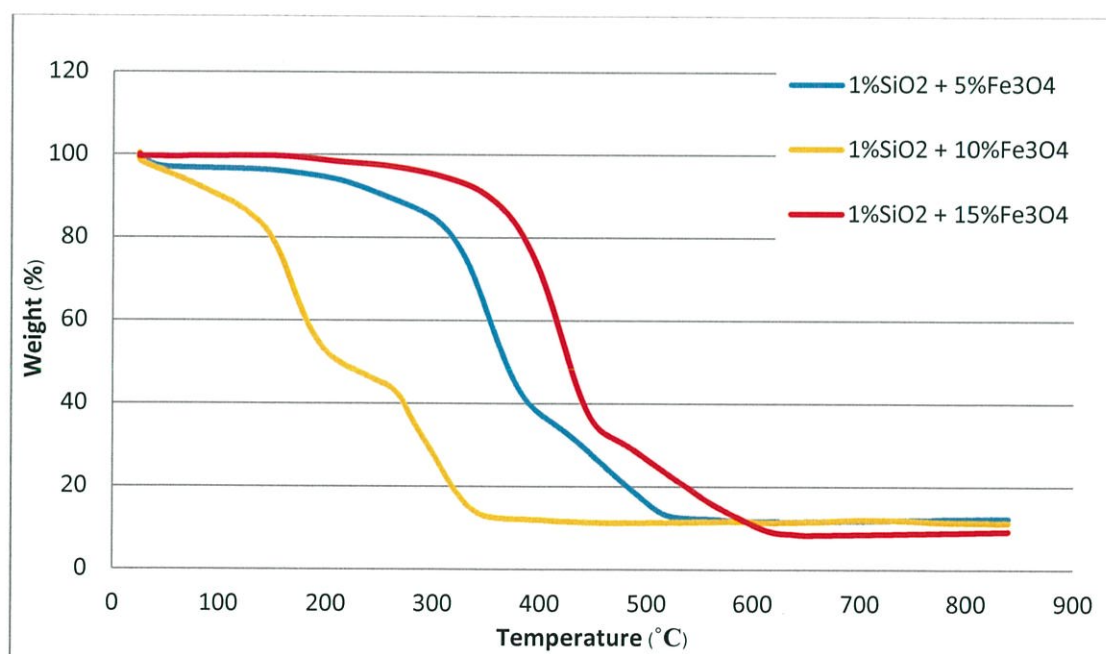
เหล็กออกไซด์ ซึ่งปะปนกันอยู่ไม่สามารถบอกได้ว่ามีปริมาณของสารแต่ละชนิดเป็นเท่าใด โดยเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ลงไปในวัสดุผสม polyHIPEs พบว่าตัวอย่าง 1%Si+5%Fe 1%Si+10%Fe และ 1%Si+15%Fe มีน้ำหนักสารที่เหล็กกลับไม่ได้เพิ่มขึ้นเหมือนวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์กับเหล็กออกไซด์ โดยมีค่าลดลงเป็นร้อยละ 12.50 12.00 และ 9.00 ตามลำดับ ซึ่งเป็นไปได้ว่าน่าจะมีสาเหตุมาจากความสามารถในการเติมสารเติมแต่งที่อิมตัวภายในโครงสร้างของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีซิงก์อยู่ในโครงสร้างทำให้โครงสร้างของวัสดุ polyHIPEs เปลี่ยนไปส่งผลให้เหล็กออกไซด์สามารถเข้าไปในโครงสร้างของวัสดุ polyHIPEs ได้ในปริมาณที่น้อย นอกจากนี้อาจเป็นผลมาจากการที่ทั้งซิงก์และเหล็กออกไซด์มีการเคลือบกรดโอเลอิกส่งผลให้ปริมาณกรดโอเลอิกก่อนการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันเพิ่มมากขึ้น ซึ่งโครงสร้างของกรดโอเลอิกมีความเกาะเกาะอาจจะกีดกันให้สารเติมแต่งทั้งสองเข้าไปอยู่ในเนื้อของ polyHIPEs ได้ยากขึ้น



รูปที่ 4.2 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียว



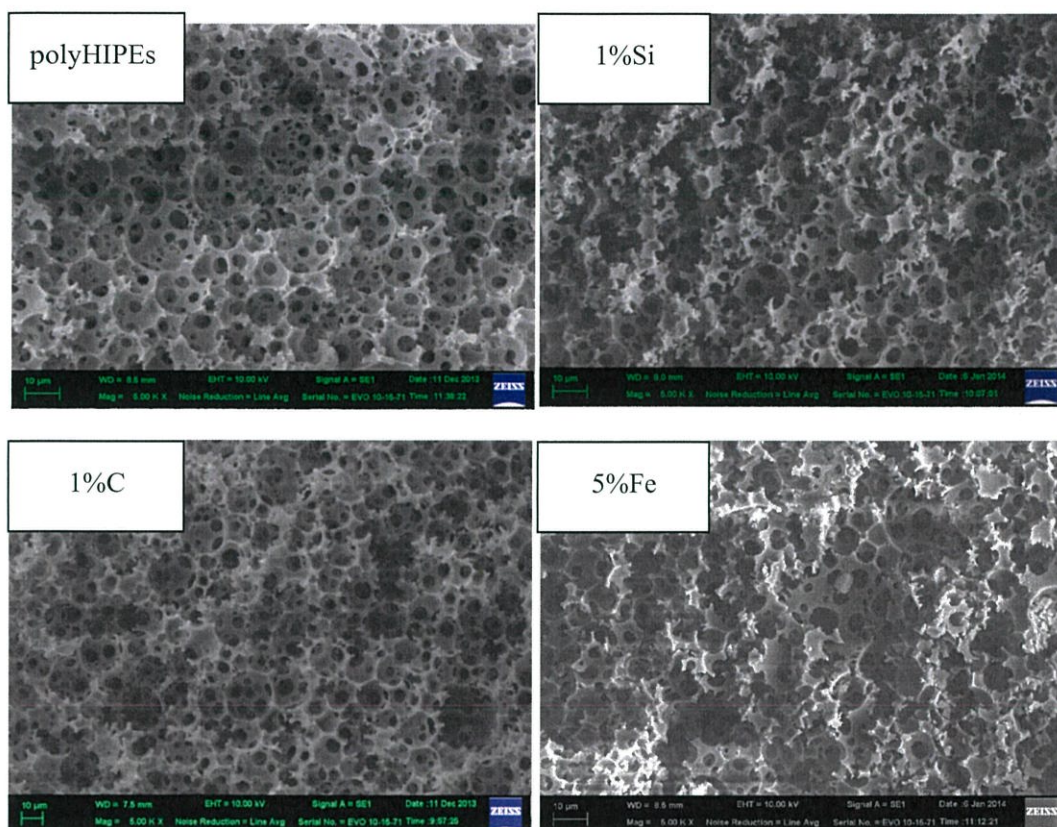
รูปที่ 4.3 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.4 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์

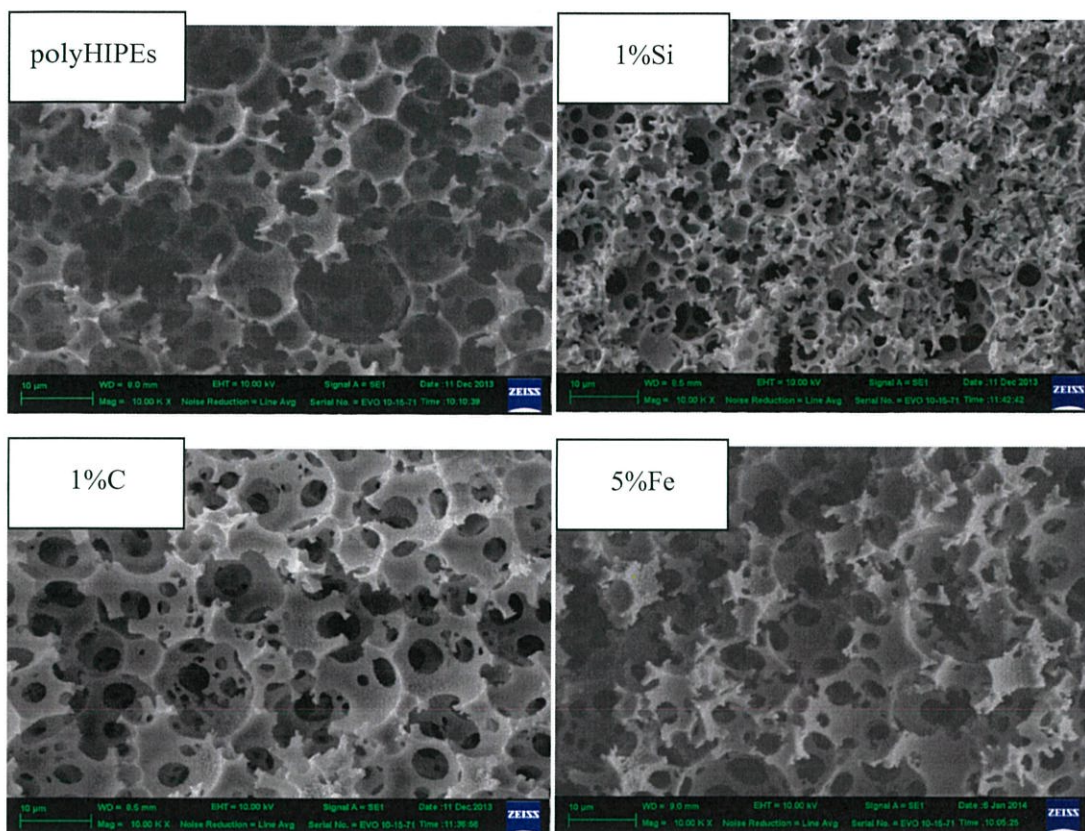
### 4.3 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)

จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs โดยเทคนิค SEM เมื่อพิจารณาภาพ SEM ของวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งที่กำลังขยาย 5000 เท่า และ 10000 เท่า ดังแสดงในรูปที่ 4.5 และ 4.6 พบว่าลักษณะโครงสร้างรูพรุนภายในวัสดุเป็นรูพรุนเปิดแบบต่อเนื่องที่มีรูพรุนหลากหลายขนาด และมีความซับซ้อน จะเห็นได้ว่าในโครงสร้างของ polyHIPEs มีรูพรุนขนาดเล็กซ่อนอยู่ภายในรูพรุนขนาดใหญ่ที่มีลักษณะเป็นของหอยควัภาคน้ำภายใน และมีการเชื่อมต่อกันของกึ่งก้านพอลิเมอร์ โดยเป็นการเชื่อมกันของกึ่งก้านพอลิเมอร์ภายในที่ซับซ้อน เมื่อพิจารณาวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียวลงไปโดยเริ่มจากตัวอย่าง 1%C พบว่ามีลักษณะของรูพรุนที่มีการเปลี่ยนแปลงไป คือ รูพรุนที่ได้มีขนาดที่เล็กลง มีการกระจายตัวของขนาดรูพรุนค่อนข้างสม่ำเสมอ และเป็นรูพรุนที่ต่อเนื่อง ทำให้มีความซับซ้อนของรูพรุนน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง เมื่อเติมซิลิกาลงไปในตัวอย่าง 1%Si พบว่าวัสดุที่ได้จะมีรูพรุนที่มีความซับซ้อนทางโครงสร้างมากขึ้น มีทั้งรูพรุนเปิดและรูพรุนปิดที่ซับซ้อนในวัฏภาคภายใน ทำให้มีปริมาณวัฏภาคที่เป็นเนื้อสารเพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ยังพบกึ่งก้านพอลิเมอร์ที่มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเล็ก ๆ และมีการแตกหักของกึ่งก้าน สำหรับการเติมเหล็กออกไซด์ในตัวอย่าง 5%Fe พบว่าวัสดุ polyHIPEs ที่ได้มีลักษณะคล้ายคลึงกับตัวอย่างที่เติมซิลิกาลงไป คือ มีรูพรุนที่ซับซ้อน มีปริมาณเนื้อสารมาก และมีกึ่งก้านที่มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเล็ก ๆ แต่มีขนาดรูพรุนเฉลี่ยที่ใหญ่กว่าตัวอย่าง 1%Si

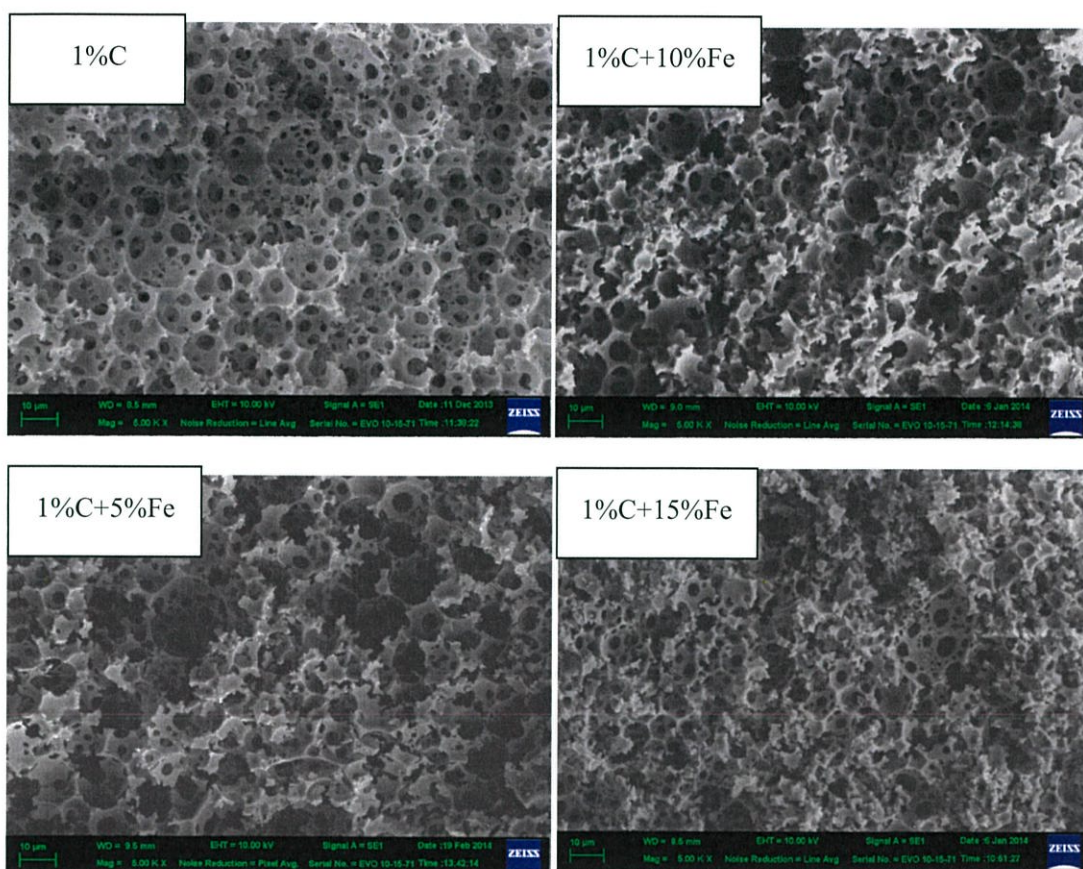


รูปที่ 4.5 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่กำลังขยายขนาด 5000 เท่า

การที่กึ่งก้านพอลิเมอร์มีลักษณะจับตัวเป็นกลุ่มก้อนเล็ก ๆ ในตัวอย่างที่มีการเติม 1%Si และ 5%Fe น่าจะเป็นผลมาจากการที่มีกรดโอเลอิกที่ใช้เคลือบปรับปรุงพื้นผิวอนุภาคอินทรีย์ คือ ซิลิกาและเหล็กออกไซด์อยู่ในโครงสร้าง ซึ่งกรดโอเลอิก ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$ ) เป็นกรดไขมันที่อิ่มตัว และมีโครงสร้างเป็นไฮโดรคาร์บอนที่มีสายโซ่ยาวมาก ทำให้สายโซ่ที่ยาวของกรดโอเลอิกสามารถที่จะไปขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนได้ ทำให้การเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของโมโนเมอร์เพื่อเกิดเป็นพอลิเมอร์ไม่สมบูรณ์ ทำให้วัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้มีลักษณะที่เปราะ แตกหักง่ายเมื่อมีกรดโอเลอิกในโครงสร้างเป็นปริมาณมาก

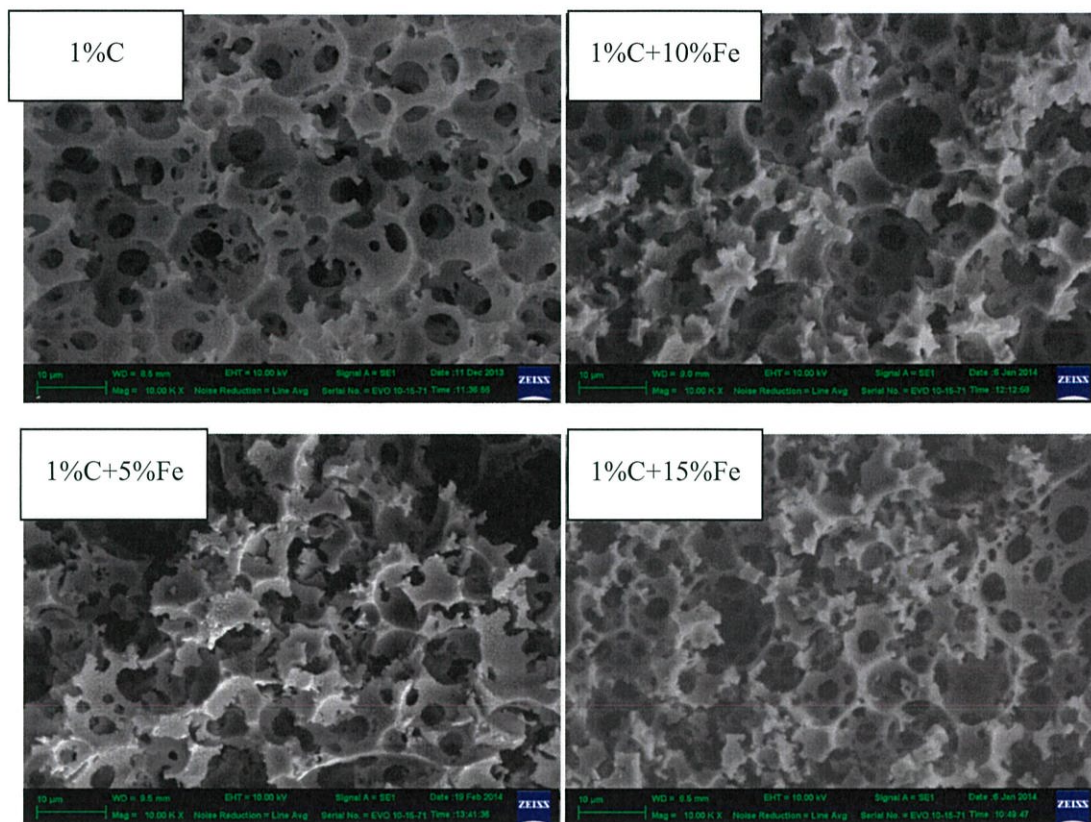


รูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่กำลังขยายขนาด 10000 เท่า

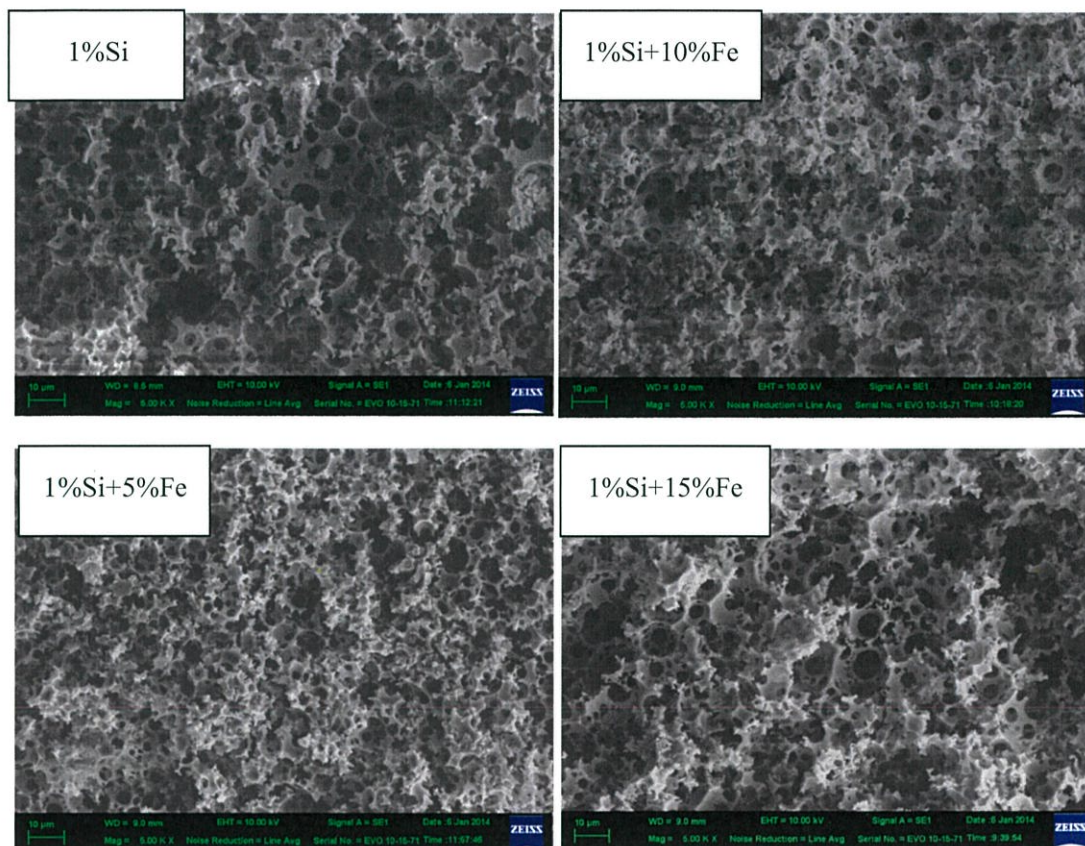


รูปที่ 4.7 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่กำลังขยายขนาด 5000 เท่า

รูปที่ 4.7 แสดงภาพ SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิด โดยวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ ในตัวอย่าง 1%C+5%Fe จะพบว่ามีความหนาแน่นของรูพรุนที่หลากหลายกว่าตัวอย่าง 1%C ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์เพียงอย่างเดียว โดยรวมมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยที่ใหญ่กว่า และมีขนาดกึ่งก้านพอลิเมอร์ใหญ่กว่า ทำให้มีปริมาณเนื้อสารเพิ่มมากขึ้น และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ดังเช่นตัวอย่าง 1%C+10%Fe และ 1%C+15%Fe พบว่าวัสดุที่ได้มีความซับซ้อนของขนาดรูพรุนเพิ่มมากขึ้น และปริมาณเนื้อสารก็มีมากขึ้นตามแนวโน้มของการเติมเหล็กออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น ส่วนลักษณะกึ่งก้านพอลิเมอร์นั้น สามารถดูได้จากรูปที่ 4.8 จะเห็นได้ชัดเจนขึ้นว่ากึ่งก้านพอลิเมอร์มีการจับเป็นกลุ่มก้อนเล็ก ๆ และแตกหักมากขึ้นเมื่อมีการเติมเหล็กออกไซด์ในปริมาณที่มากขึ้น

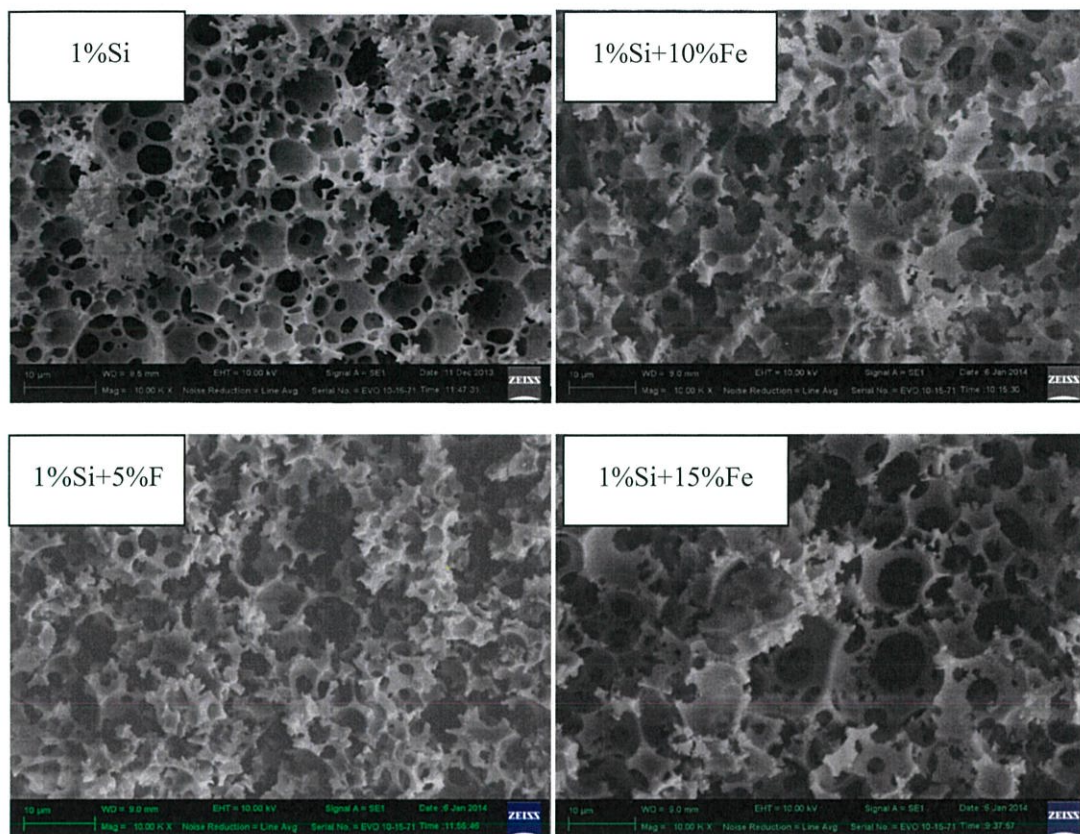


รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่กำลังขยายขนาด 10000 เท่า



รูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่กำลังขยายขนาด 5000 เท่า

รูปที่ 4.9 แสดงภาพ SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ โดยในตัวอย่าง 1%Si+5%Fe จะพบว่าวัสดุที่ได้มีขนาดรูพรุนที่หลากหลายและซับซ้อน มีการแตกหักของกึ่งก้านพอลิเมอร์ และมีปริมาณเนื้อสารเพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่าง 1%Si ที่เติมซิลิกาเพียงอย่างเดียว จากภาพ SEM ในรูปที่ 4.10 ที่มีกำลังขยายมากขึ้นจะเห็นได้อย่างชัดเจนว่าขนาดรูพรุนจะมีแนวโน้มที่ลดลง และกึ่งก้านภายในเนื้อวัสดุจะมีขนาดที่ใหญ่ขึ้นเมื่อมีการเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ที่มากขึ้น ดังเช่นในตัวอย่าง 1%Si+10%Fe และ 1%Si+15%Fe



รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่กำลังขยายขนาด 5000 เท่า

#### 4.4 การศึกษาปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer – Emmet – Teller (BET)

ผลการศึกษาปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer – Emmet – Teller (BET) ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs แสดงไว้ในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.11 และ 4.12

ตารางที่ 4.3 แสดงผลของปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิว และขนาดรูพรุนเฉลี่ยของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้จากเทคนิค BET

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

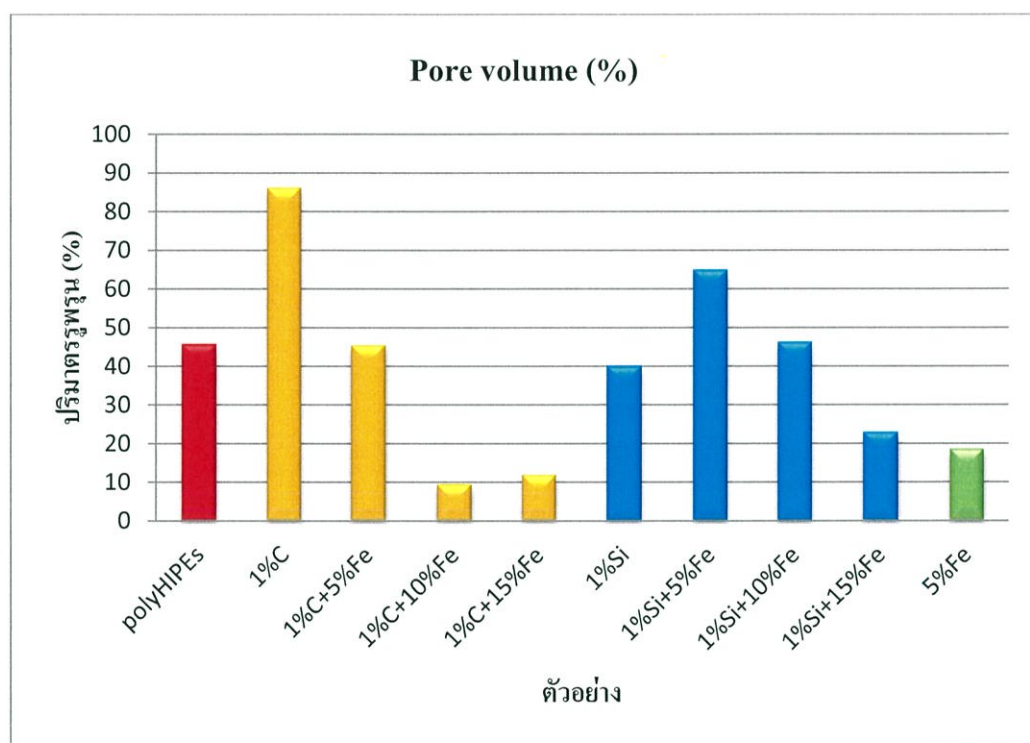
จากผลที่ได้พบว่าปริมาตรรูพรุนของวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งมีค่าร้อยละ 45.72 โดยปริมาตร มีพื้นที่ผิว 420.20 ตารางเมตรต่อกรัม และมีขนาดรูพรุนเฉลี่ย 30.38 อังสตรอม ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Angelika Menner [29] พบว่าวัสดุ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้โดยโครงการพิเศษนี้ มีค่าปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวที่น้อยกว่างานวิจัยข้างต้นที่มีปริมาตรรูพรุนถึงร้อยละ 90 โดยปริมาตร และมีพื้นที่ผิว 844 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งค่าที่แตกต่างกัน

นี้เป็นผลมาจากร้อยละอัตราส่วนของวัฏภาคสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคน้ำที่ใช้สังเคราะห์ โดยในงานวิจัยของ Angelika Menner ใช้อัตราส่วนวัฏภาคอินทรีย์ร้อยละ 40 โดยปริมาตร ซึ่งมีอัตราส่วนสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนในวัฏภาคสารอินทรีย์ร้อยละ 40 ต่อ 40 โดยปริมาตร ส่วนในโครงการพิเศษนี้ใช้วัฏภาคสารอินทรีย์ร้อยละ 20 โดยปริมาตร ใช้อัตราส่วนสไตรีนต่อไดไวนิลเบนซีนในวัฏภาคสารอินทรีย์ร้อยละ 50 ต่อ 20 โดยปริมาตร ซึ่งคาดว่า การมีปริมาณไดไวนิลเบนซีนที่มากเป็นการเพิ่มกึ่งก้านในโครงสร้างให้มากขึ้น ปริมาตรรูพรุนจึงเพิ่มมากขึ้นตาม เมื่อพิจารณาวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีกรดเติมสารเติมแต่งเปรียบเทียบกับตัวอย่าง 1%C จะเห็นได้ว่าวัสดุมีปริมาตรรูพรุนสูงขึ้นประมาณสองเท่าตัว คือ ร้อยละ 86.17 โดยปริมาตร ซึ่งสอดคล้องกับรูปภาพ SEM รูปที่ 4.5 ที่แสดงลักษณะโครงสร้างภายในวัสดุ polyHIPEs ที่มีปริมาตรรูพรุนเปิดที่มาก มีขนาดรูพรุนที่เล็กกว่า (19.09 อังสตรอม) และกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอทั่วทุกบริเวณ อีกทั้งยังมีกึ่งก้านเชื่อมโยงที่มีขนาดเล็ก ทำให้ปริมาตรรูพรุนของตัวอย่าง 1%C มีค่าที่สูงขึ้น ส่งผลให้ปริมาณพื้นที่ผิวก็เพิ่มขึ้นตามด้วย (707.90 m<sup>2</sup>/g) ซึ่งปริมาตรรูพรุนของตัวอย่าง 1%C มีค่าใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Angelika Menner [29] ที่ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ซึ่งได้ค่าปริมาตรรูพรุนร้อยละ 90 โดยปริมาตร ส่วนตัวอย่าง 1%Si มีปริมาตรรูพรุนที่น้อยลงกว่า polyHIPEs ที่ไม่มีกรดเติมสารเติมแต่ง คือ ร้อยละ 39.97 โดยปริมาตร ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 4.7 ซึ่งจะเห็นได้ว่าภายในโครงสร้างของตัวอย่าง 1%Si มีรูพรุนที่มีความซับซ้อน กึ่งก้านแตกหัก มีปริมาณเนื้อสารเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวจึงลดน้อยลง และเมื่อเติมสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์ 5%Fe พบว่าปริมาตรรูพรุนมีน้อยมาก คือ ร้อยละ 18.47 โดยปริมาตร และมีพื้นที่ผิว (164.60 m<sup>2</sup>/g) ที่ลดน้อยลงด้วย

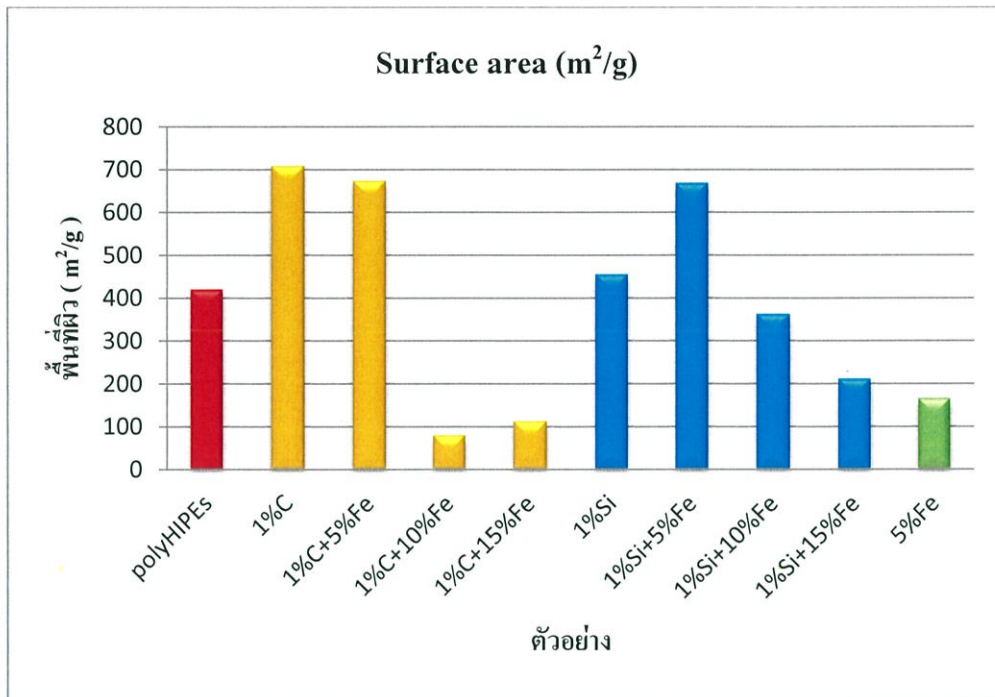
ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งสองชนิด พบว่าเมื่อเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ 1%C+5%Fe จะเห็นได้ว่าปริมาตรรูพรุนมีค่าใกล้เคียงกับวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีเติมสารเติมแต่ง คือ ร้อยละ 45.42 โดยปริมาตร แต่มีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้นเป็น 673.90 ตารางเมตรต่อกรัม โดยขนาดรูพรุนเฉลี่ยมีขนาดเล็กลง คือ 21 อังสตรอม และเมื่อยิ่งเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์เข้าไปในตัวอย่าง 1%C+10%Fe และ 1%C+15%Fe พบว่ายิ่งทำให้วัสดุมีปริมาตรรูพรุนลดลง ส่งผลให้พื้นที่ผิวลดน้อยลงตามไปด้วย ซึ่งการลดลงของปริมาตรรูพรุนเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์น่าจะเป็นผลมาจากการเติมสารเติมแต่งที่เป็นอนุภาคสารอนินทรีย์ที่ถูกปรับปรุงพื้นผิวด้วยกรดโอเลอิกซึ่งเป็นน้ำมัน เมื่ออยู่ในรูปของอิมัลชัน ทำให้น้ำมีความสามารถคงตัวเป็นหยดอยู่ได้น้อยลง ส่งผลให้เมื่อเกิดพอลิเมอร์เซชันแล้วจะได้โครงสร้างเนื้อสารที่แน่นตัวขึ้น ปริมาตรรูพรุนจึงลดน้อยลงตาม และเมื่อยิ่งเพิ่มปริมาณสารเติมแต่งปริมาณกรดโอเลอิกก็เพิ่มขึ้นตาม ทำให้ปริมาตรรูพรุนยิ่งลดลงตามไปด้วย ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกากับเหล็กออกไซด์ 1%Si+5%Fe พบว่ามีปริมาตรรูพรุนเพิ่มขึ้นจากวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีสารเติมแต่งเป็นร้อยละ 64.94 โดยปริมาตร และตัวอย่าง 1%Si มีพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้นเป็น 667.90 ตารางเมตรต่อกรัม

และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ลงไปในตัวอย่าง 1%Si+10%Fe และ 1%Si+15%Fe ทำให้วัสดุผสม polyHIPEs มีปริมาตรรูพรุนที่ลดลง ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับภาพ SEM รูปที่ 4.9 เห็นถึงปริมาณเนื้อสารที่เพิ่มมากขึ้น เนื่องจากกึ่งก้านของพอลิเมอร์มีขนาดใหญ่ขึ้น

เมื่อเปรียบเทียบวัสดุ polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งเพียงอย่างเดียว พบว่าเมื่อเติมผงถ่านกัมมันต์ (ตัวอย่าง 1%C) จะมีปริมาตรรูพรุน และพื้นที่ผิวที่มากกว่าการเติมสารเติมแต่งซิลิกา (ตัวอย่าง 1%Si) หรือเหล็กออกไซด์ (ตัวอย่าง 5%Fe) แต่เมื่อเปรียบเทียบวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิด พบว่าโดยรวมแล้ววัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์จะมีปริมาตรรูพรุน และพื้นที่ผิวที่น้อยกว่าที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.11 แสดงแผนภูมิแท่งเปรียบเทียบปริมาตรรูพรุนของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs



รูปที่ 4.12 แสดงแผนภูมิแท่งเปรียบเทียบพื้นที่ผิวของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs

#### 4.5 การศึกษาความหนาแน่น ด้วยวิธีหาความหนาแน่นอย่างง่าย และวิธีแทนที่ด้วยน้ำ

จากการศึกษาหาความหนาแน่นด้วยวิธีอย่างง่ายและวิธีแทนที่ด้วยน้ำของวัสดุ polyHIPEs ได้ผลของค่าความหนาแน่น ดังแสดงในตารางที่ 4.4

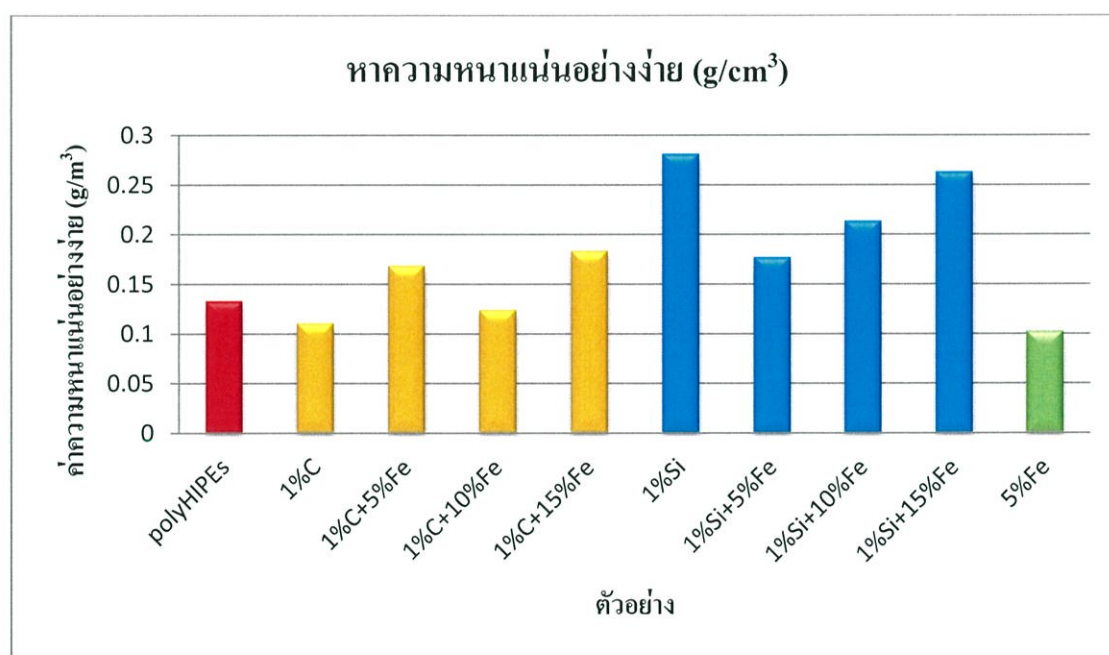
**ตารางที่ 4.4** แสดงค่าความหนาแน่นของวัสดุ polyHIPEs ที่หาจากวิธีหาความหนาแน่นอย่างง่าย และวิธีแทนที่ด้วยน้ำ

ตัวอย่าง	หาความหนาแน่นอย่างง่าย ( $\text{g/cm}^3$ )	แทนที่ด้วยน้ำ ( $\text{g/cm}^3$ )
polyHIPEs	0.1330	0.0124
1%C	0.1105	0.0081
1%Si	0.2809	0.0075
5%Fe	0.1021	0.0115
1%C+5%Fe	0.1686	0.0145
1%C+10%Fe	0.1240	0.0153
1%C+15%Fe	0.1835	0.0163
1%Si+5%Fe	0.1770	0.0092
1%Si+10%Fe	0.2135	0.0135
1%Si+15%Fe	0.2629	0.0172

**หมายเหตุ** ค่าความหนาแน่นที่ได้รายงานอาจมีความคลาดเคลื่อนไป เนื่องจากการวัดขนาดชิ้นงาน โดยได้ทำการสุ่มวัดด้านละสามจุดเพื่อแทนขนาดที่แท้จริง ทำให้ปริมาตรที่ได้อาจมีความคลาดเคลื่อน

จากการวิเคราะห์พบว่า ตัวอย่าง 1%C มีค่าความหนาแน่นน้อยกว่าวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง ซึ่งผลของค่าความหนาแน่นที่ได้สอดคล้องกับปริมาตรรูพรุนที่ได้จากผล BET (ตารางที่ 4.3) โดยจะเห็นได้ว่าวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ (ตัวอย่าง 1%C) มีปริมาตรรูพรุนที่สูง คือ 86.17% เมื่อเทียบกับวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีสารเติมแต่ง (45.75%) นั่นก็หมายความว่าเนื้อสารภายในของวัสดุมีน้อย ทำให้วัสดุมีน้ำหนักเบา เมื่อนำน้ำหนักคิดต่อ

ปริมาตรแล้วทำให้ได้ความหนาแน่นที่มีค่าน้อย ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ และเหล็กออกไซด์เป็นสารเติมแต่งมีค่าความหนาแน่นที่มากกว่าวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่เติมสารเติมแต่ง และมีแนวโน้มค่าความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิค SEM และ BET ดังแสดงในรูปที่ 4.7 และตารางที่ 4.3 ตามลำดับ ที่แสดงให้เห็นว่าเมื่อทำการเติมเหล็กออกไซด์ในปริมาณที่มากทำให้วัสดุมีปริมาตรรูพรุนน้อยและมีปริมาณเนื้อสารเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ความหนาแน่นจึงเพิ่มมากขึ้นตามไปด้วย นอกจากนี้ค่าความหนาแน่นมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นเมื่อวัสดุผสม polyHIPEs มีปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เพิ่มมากขึ้น ซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากมีปริมาณเหล็กออกไซด์ที่มีความหนาแน่นสูงอยู่ภายในส่วนผสมที่มากขึ้น และเมื่อพิจารณาวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกา (ความหนาแน่น  $2.3 \text{ g/cm}^3$  [55]) กับเหล็กออกไซด์ พบว่ามีแนวโน้มความหนาแน่นที่เพิ่มขึ้นตามปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เพิ่มเข้าไปด้วย เช่นเดียวกัน โดยค่าความหนาแน่นที่เพิ่มมากขึ้นเป็นผลมาจากปริมาตรรูพรุนที่น้อยลง ปริมาณเนื้อสารที่เพิ่มขึ้น และน้ำหนักของสารเติมแต่งที่มีปริมาณเพิ่มมากขึ้น



รูปที่ 4.13 แสดงแผนภูมิแท่งเปรียบเทียบความหนาแน่นของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs จากวิธีการหาความหนาแน่นอย่างง่าย

#### 4.6 การศึกษาสมบัติทางกลด้วยการทดสอบความแข็งแรงกด (Compression testing)

จากการทดสอบสมบัติทางกลในการรับแรงกดอัดของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา และเหล็กออกไซด์ โดยมีปริมาณที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 4.5 แสดงค่า Young's modulus และความเค้น ณ จุดรับแรงสูงสุด

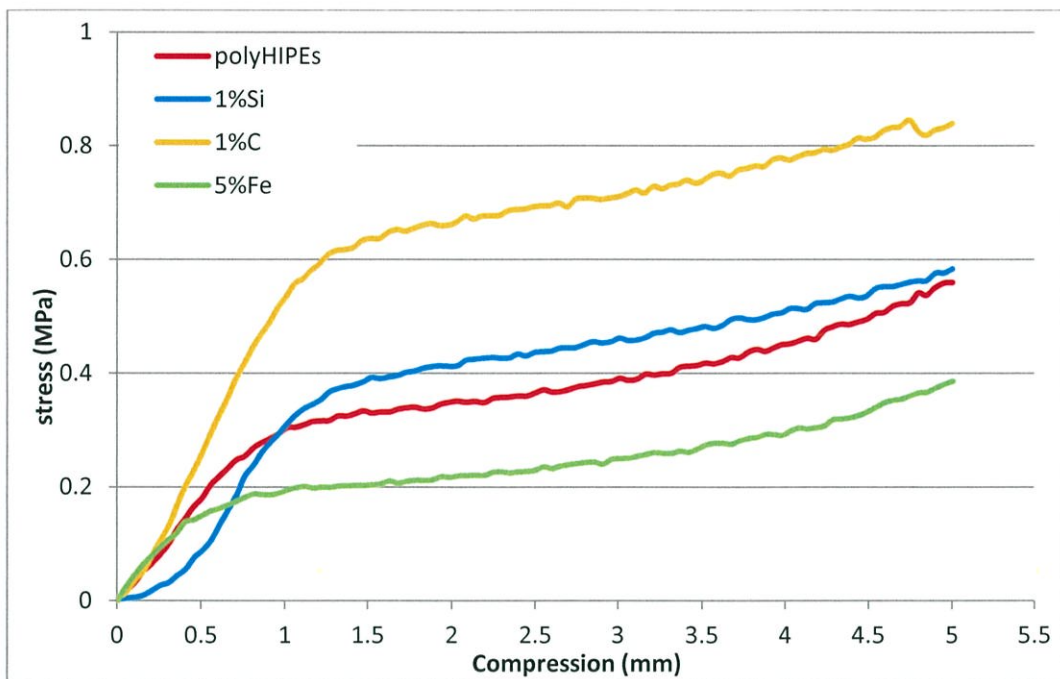
ตัวอย่าง	Young's modulus $\pm$ SD (MPa)	Stress at maximum load $\pm$ SD (MPa)
polyHIPEs	4.2482 $\pm$ 0.0592	0.5811 $\pm$ 0.0738
1%C	6.7195 $\pm$ 0.8898	0.8572 $\pm$ 0.1769
1%Si	5.8213 $\pm$ 0.0358	0.7725 $\pm$ 0.1157
5%Fe	5.5553 $\pm$ 0.9930	0.7744 $\pm$ 0.3127
1%C+5%Fe	6.8527 $\pm$ 0.8462	0.8343 $\pm$ 0.0748
1%C+10%Fe	6.1851 $\pm$ 0.9563	1.0268 $\pm$ 0.3486
1%C+15%Fe	7.8132 $\pm$ 0.8666	0.8320 $\pm$ 0.0274
1%Si+5%Fe	3.3515 $\pm$ 0.3595	0.5936 $\pm$ 0.1561
1%Si+10%Fe	4.4972 $\pm$ 0.3020	0.5624 $\pm$ 0.0246
1%Si+15%Fe	2.1650 $\pm$ 0.1764	0.3499 $\pm$ 0.0874

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าความเค้น ณ จุดที่รับแรงสูงสุด (Stress at maximum load) และค่า Young's modulus ของสภาพยืดหยุ่น (Young's modulus) และรูปที่ 4.14 4.15 และ 4.16 แสดงกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นต่อระยะกดของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs จากผลที่ได้พบว่าเมื่อมีการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียวในตัวอย่าง 1%C 1%Si และ 5%Fe จะทำให้สมบัติเชิงกลของวัสดุผสม polyHIPEs ดีขึ้น คือ มีค่า Young's modulus 6.7195  $\pm$  0.8898 MPa 5.8213  $\pm$  0.0358 MPa และ 5.5553  $\pm$  0.9930 MPa ตามลำดับ ซึ่งมีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ polyHIPEs

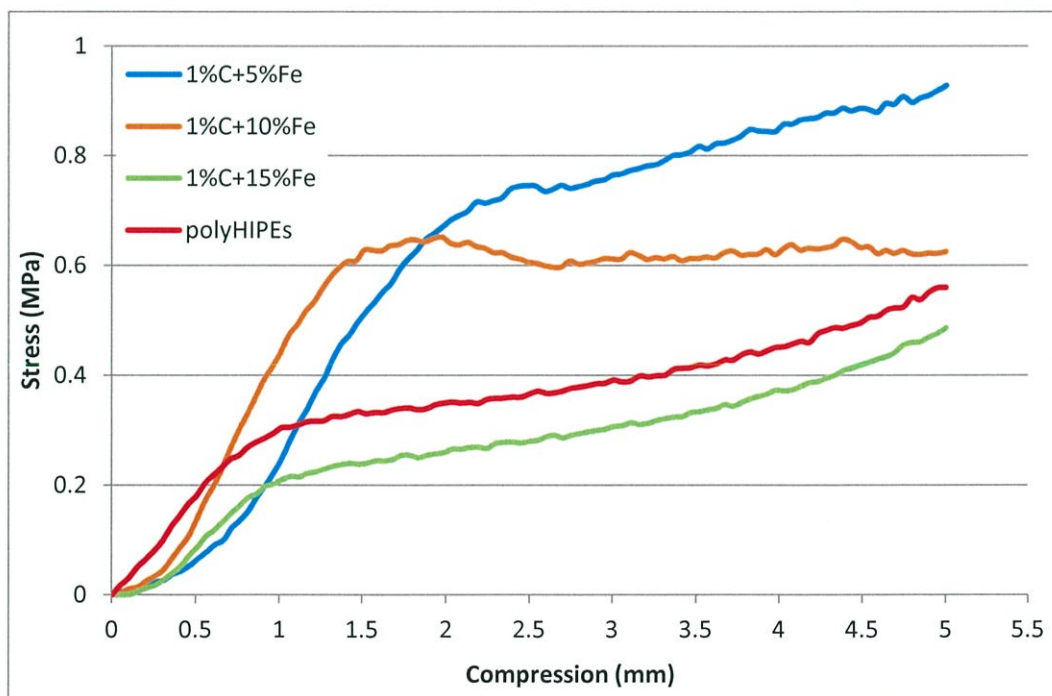
ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง ( $4.2482 \pm 0.0592$  MPa) การเพิ่มขึ้นของค่ายังมอดูลัสของสภาพการยืดหยุ่น น่าจะมีสาเหตุมาจากการเติมสารเติมแต่งเข้าไปในวัฏภาคของสารอินทรีย์ จะทำให้วัสดุมีตัวช่วยยับยั้งหรือชะลอการส่งผ่านของแรงเมื่อมีแรงกดมากระทำ ซึ่งทำให้วัสดุมีความสามารถในการรับแรงมากขึ้น ทำให้ค่ายังมอดูลัสของสภาพยืดหยุ่นของวัสดุผสม polyHIPEs สูงกว่าวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่เติมสารเติมแต่ง ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับผลของโครงการานพิเศษนี้กับงานวิจัยของ Angelika Menner [29] ที่สังเคราะห์ polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เมื่อนำไปทดสอบความแข็งแรงกดได้ค่ายังมอดูลัส คือ  $8 \pm 2$  MPa ซึ่งพบว่าได้ค่ายังมอดูลัสที่ได้จากโครงการานพิเศษนี้มีค่าน้อยกว่า ซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากการใช้สัดส่วนของโมโนเมอร์ที่แตกต่างกัน ส่งผลต่อปริมาณเนื้อสารภายในมีค่าต่างกัน โดยในงานวิจัยของ Angelika Menner [29] ใช้วัฏภาคสารอินทรีย์ที่มากกว่า คือ ร้อยละ 40 โดยปริมาตร ทำให้สามารถเกิดพอลิเมอร์เชชันได้มาก โครงสร้างภายในมีกิ่งก้านเชื่อมโยงมาก ทำให้ค่ายังมอดูลัสยืดหยุ่นที่ได้มีค่ามากกว่า

ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ในตัวอย่าง 1%C+5%Fe พบว่ามีค่ายังมอดูลัสของสภาพยืดหยุ่นที่สูงขึ้นเป็น  $6.8527 \pm 0.8462$  MPa เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง และนอกจากนั้นจะเห็นได้ว่าเมื่อยิ่งเพิ่มปริมาณสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์ที่ใส่ลงไป ก็ยิ่งทำให้วัสดุมีค่ายังมอดูลัสยืดหยุ่นเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากการเพิ่มปริมาณอนุภาคสารอินทรีย์เข้าไปกระจายตัวในวัฏภาคสารอินทรีย์ทำให้วัสดุมีตัวช่วยกระจายแรง เมื่อได้รับแรงกระทำเพิ่มมากขึ้นซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลจากภาพ SEM และผล BET แสดงในรูปที่ 4.8 และตารางที่ 4.2 ตามลำดับพบว่าโครงสร้างภายในของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์กับเหล็กออกไซด์ (ตัวอย่าง 1%C+5%Fe 1%C+10%Fe และ 1%C+15%Fe) มีขนาดของกิ่งเชื่อมโยงที่ค่อนข้างใหญ่ ซึ่งทำให้สามารถทำให้รับแรงกดอัดได้ดีขึ้น แต่สำหรับวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งซิลิกากับเหล็กออกไซด์จะให้ค่ายังมอดูลัสของสภาพยืดหยุ่นที่ต่ำลง ซึ่งเป็นผลมาจากสารเติมแต่งทั้งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ที่มีการปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคด้วยกรดโอเลอิก ส่งผลให้กิ่งเชื่อมโยงภายในเนื้อวัสดุมีการแตกหักและมีขนาดของกิ่งก้านที่มาก (ภาพ SEM รูปที่ 4.10) ทำให้การเชื่อมโยงของกิ่งก้านภายในโครงสร้างที่ไม่สมบูรณ์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าปริมาณของกรดโอเลอิกที่ใช้ปรับปรุงพื้นผิวอนุภาคของสารเติมแต่งมีอิทธิพลต่อโครงสร้างและลักษณะทางกายภาพของวัสดุ polyHIPEs

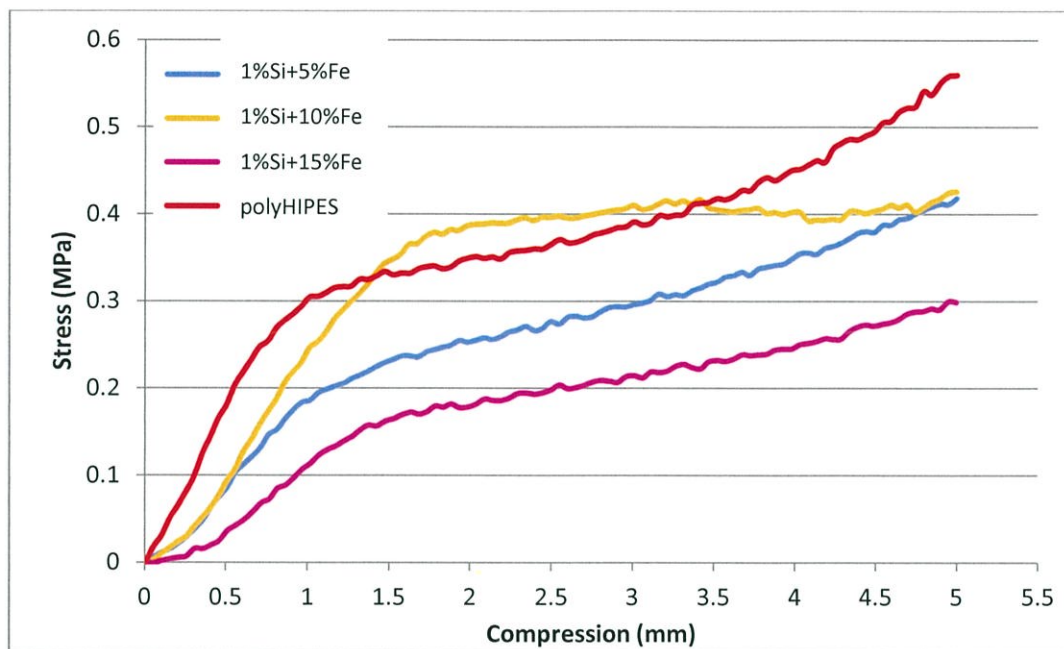
จากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียว คือ ผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา และเหล็กออกไซด์ และการเติมสารเติมแต่งสองชนิด คือ ผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ สามารถปรับปรุงสมบัติทางกลของวัสดุผสม polyHIPEs ได้ แต่การเติมสารเติมแต่งซิลิกากับเหล็กออกไซด์จะทำให้สมบัติทางกลของวัสดุผสม polyHIPEs มีแนวโน้มที่แย่ลง



รูปที่ 4.14 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นต่อระยะการกดของวัสดุ polyHIPEs



รูปที่ 4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นต่อระยะการกดของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นต่อระยะการกดของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์

#### 4.7 ศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กโดยใช้เทคนิคการสั่นของวัสดุในสนามแม่เหล็ก Vibrating sample magnetometer (VSM)

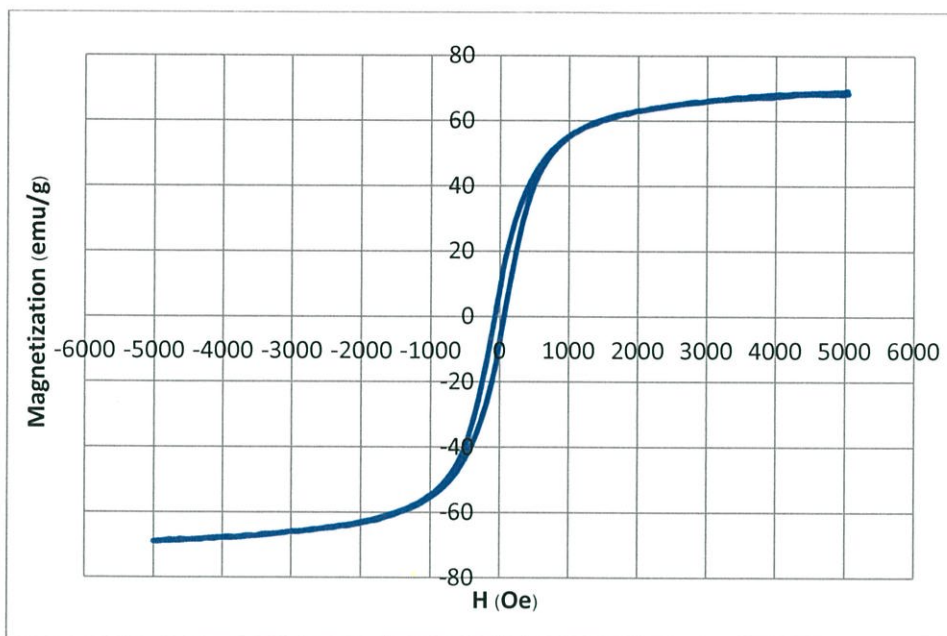
ตารางที่ 4.6 และรูปที่ 4.18 -4.22 แสดงผลการศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กของเหล็กออกไซด์และวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้ทำการทดสอบโดยใช้เทคนิค Vibrating sample magnetometer (VSM) เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบเส้นโค้งฮิสเตอร์เรซิสของแม่เหล็ก (Hysteresis loop) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกนีไทซ์เซชันกับค่าความแรงของสนามแม่เหล็ก และค่าแมกนีไทซ์เซชันสูงสุดที่เกิดขึ้นเมื่อวัสดุอยู่ภายใต้สนามแม่เหล็กและค่าความแรงของสนามแม่เหล็กที่ใช้ในการเปลี่ยนทิศทางแมกนีไทซ์เซชัน

**ตารางที่ 4.6** แสดงค่าแมกนีไทซ์เซชันสูงสุดที่อิ่มตัว ค่าแมกนีไทซ์เซชันคงค้าง และค่าความแรงของสนามแม่เหล็ก ณ จุดอิ่มตัว

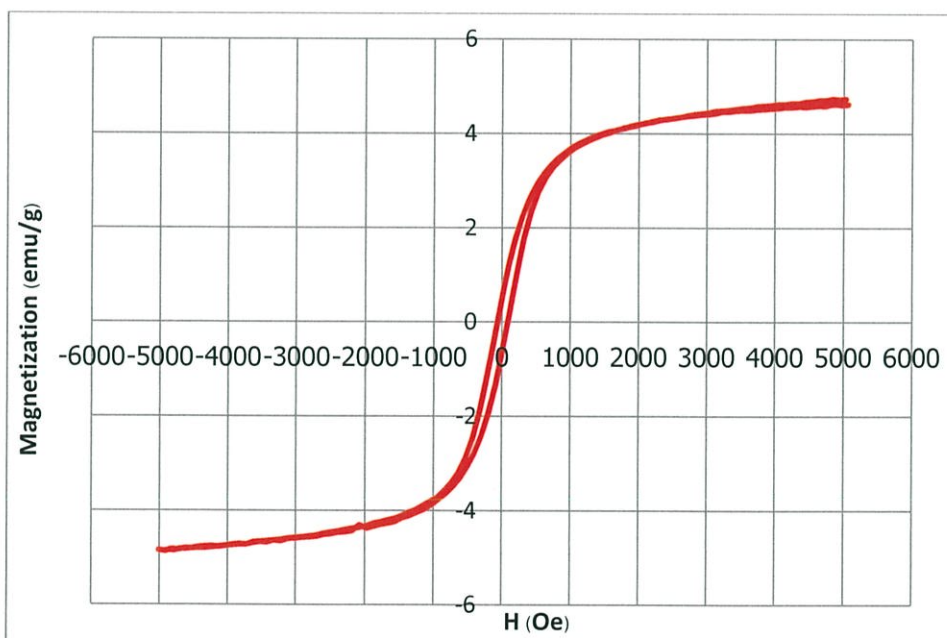
ตัวอย่าง	Saturated Magnetization (emu/g)		Remanent magnetization (emu/g)		Field at saturated (H) (Oe)	
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	68.23	-69.01	8.00	-8.50	790	-890
5%Fe	4.62	-4.87	0.50	-0.55	1170	-2360
1%C+5%Fe	3.97	-3.84	0.75	-0.80	4440	-3780
1%C+10%Fe	11.06	-10.85	2.20	-2.00	2460	-3680
1%C+15%Fe	11.89	-11.82	1.65	-1.70	4280	-4820
1%Si+5%Fe	3.58	-3.57	0.45	-0.50	1920	-1780
1%Si+10%Fe	9.94	-9.93	1.80	-1.80	3140	-2500
1%Si+15%Fe	12.87	-12.88	2.25	-2.30	3460	-3020

จากการศึกษาตารางที่ 4.5 พบว่าค่าแมกนีไทซ์เซชันของเหล็กออกไซด์ (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) บริสุทธิ์ที่วัดได้มีค่า 68.32 emu/g และมี Hysteresis loop ที่แสดงสมบัติแม่เหล็กแบบ Ferromagnetic ซึ่งค่าที่

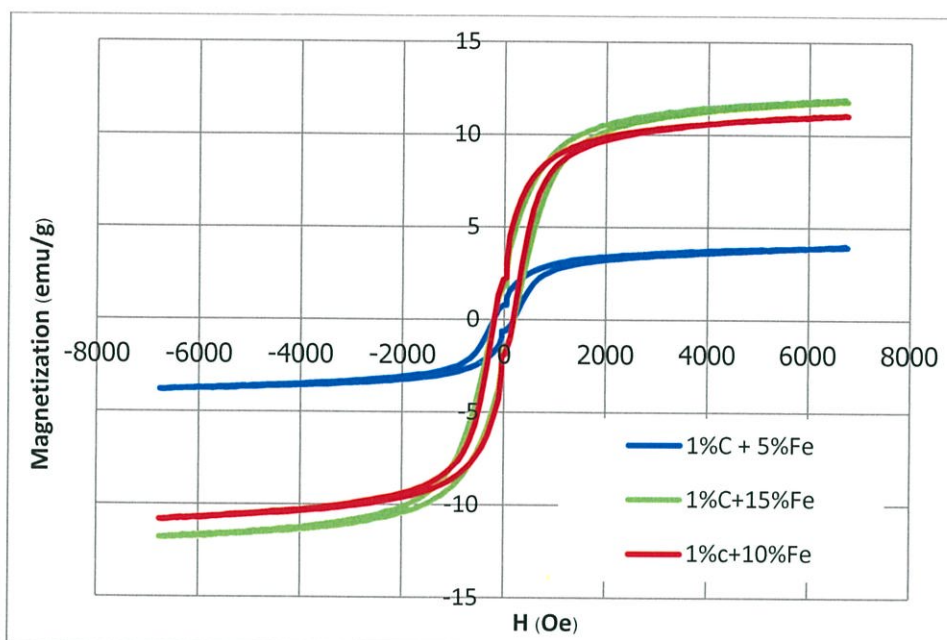
ได้มีค่ามากกว่าที่รายงานในงานวิจัยของ Sebastijan [56] ที่ได้ทำการวัดผงเหล็กออกไซด์บริสุทธิ์ได้ค่าแมกนีไทต์เซชันเท่ากับ 60 emu/g และได้ Hysteresis loop ที่แสดงสมบัติแม่เหล็กแบบซูเปอร์พาราแมกเนติก (Superparamagnetic) สำหรับวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง พบว่าค่าแมกนีไทต์เซชันมีค่าอยู่ในช่วง 3.97–11.89 emu/g โดยมีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.20 ซึ่งเห็นได้ว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์ มี Hysteresis loop ที่แสดงสมบัติเป็นวัสดุ Ferromagnetic ชนิดอ่อน (Soft magnetic material) [57] เพราะมีพื้นที่ภายในลูปน้อย ซึ่งแสดงถึงพลังงานที่ใช้ในการเปลี่ยนแปลงทิศทางของแมกนีไทต์เซชันที่น้อยด้วย และเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบ Hysteresis loop ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์ ดังแสดงในรูปที่ 4.22 พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์จะทำให้ค่าแมกนีไทต์เซชันของวัสดุเพิ่มขึ้น และมีสมบัติเป็นวัสดุ Ferromagnetic ชนิดอ่อนเช่นเดียวกับวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์เป็นสารเติมแต่ง ซึ่งเป็นไปได้ว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์เข้าไปในวัฏภาคสารอินทรีย์จะทำให้ปริมาณรูพรุนลดน้อยลง แต่มีเนื้อสารที่เป็นวัฏภาคสารอินทรีย์ที่มีเหล็กออกไซด์เพิ่มมากขึ้น ความเป็นแม่เหล็กจึงเพิ่มมากขึ้นด้วย โดยตัวอย่างที่มีค่าแมกนีไทต์เซชันสูงที่สุด คือ ตัวอย่าง 1%Si+15%Fe ที่ได้ค่าแมกนีไทต์เซชันสูงสุดเท่ากับ 12.87 emu/g เมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Emine Hilal Mert [58] ที่ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์และปรับปรุงพื้นผิวด้วยกรดฮิวมิก ซึ่งเมื่อเติมเหล็กออกไซด์ลงไปร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก พบว่าได้ค่าแมกนีไทต์เซชันสูงสุดที่ 4.07 emu/g และอีกงานวิจัยของ Sebastijan [56] ก็ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งเหล็กออกไซด์ลงไปร้อยละ 22 โดยน้ำหนัก ได้ค่าแมกนีไทต์เซชันสูงสุดเท่ากับ 13 emu/g รูปที่ 4.21 แสดงภาพถ่ายเมื่อใช้แม่เหล็กถาวรมาเหนี่ยวนำดูดขึ้น polyHIPEs ตัวอย่าง 1%C + 15%Fe



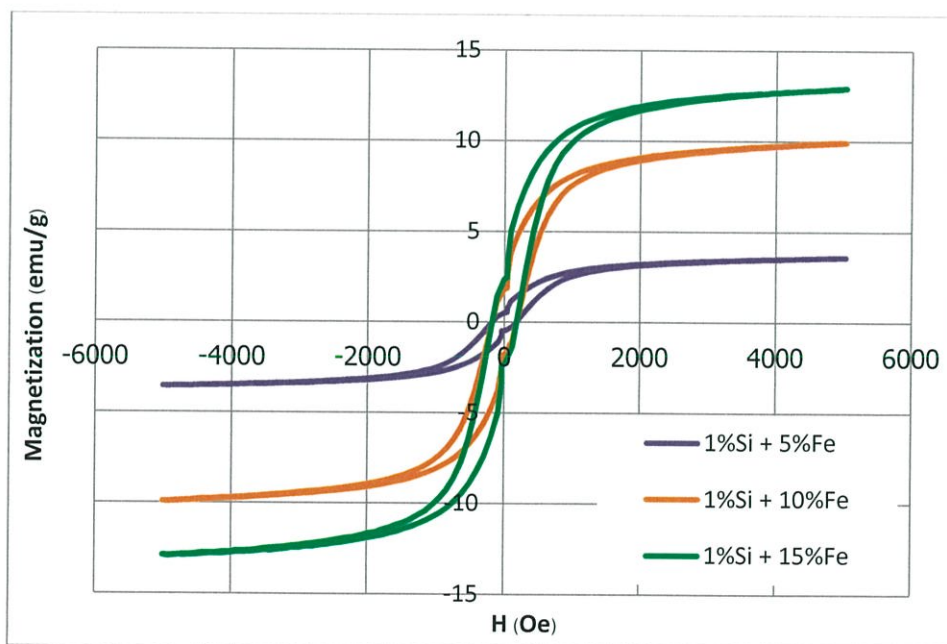
รูปที่ 4.17 แสดงกราฟ Hysteresis loop ของผงเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )



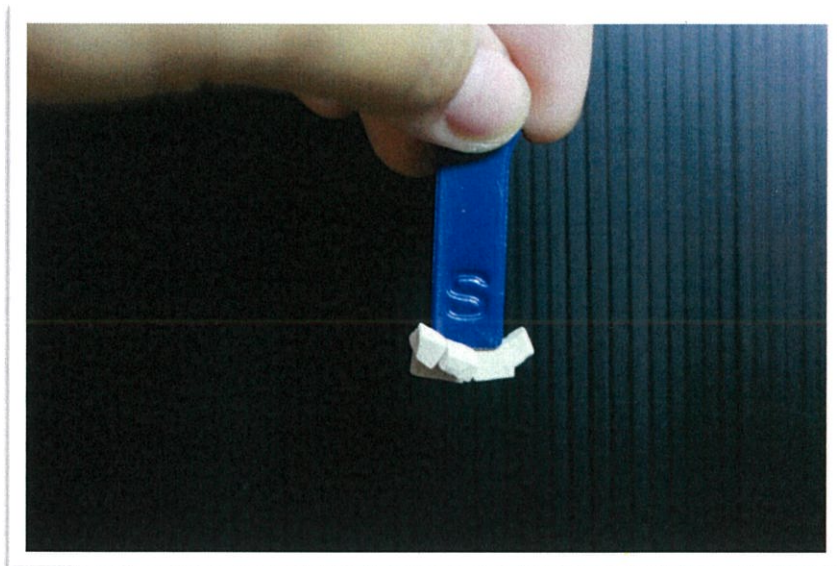
รูปที่ 4.18 แสดงกราฟ Hysteresis loop ของวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.19 แสดงกราฟ Hysteresis loop ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์และเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.20 แสดงกราฟ Hysteresis loop ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์



รูปที่ 4.21 แสดงภาพการทดสอบการเหนียวน้ำวัสดุด้วยแม่เหล็กถาวรของตัวอย่าง 1%C+15%Fe

#### 4.8 การศึกษาการดูดซับโลหะหนักด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (Atomic absorption spectrometer, AAS)

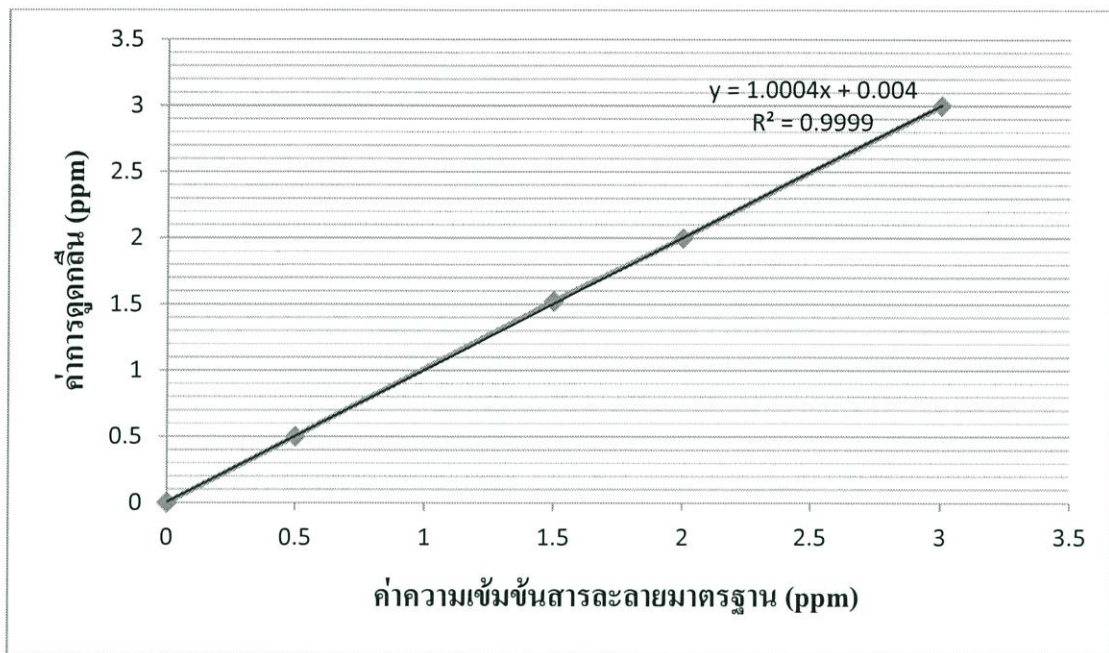
การเตรียมสารละลายสำหรับการทำกราฟมาตรฐานสามารถเตรียมได้จากสารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 1000 ppm โดยเตรียมสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.00 0.50 1.00 2.00 และ 3.00 ppm จากนั้นจึงสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนที่ได้จากเครื่อง AAS เมื่อนำวัสดุผสม polyHIPEs ตัวอย่าง 1%C+15%Fe และ 1%Si+15%Fe ที่มีสมบัติแม่เหล็กสูงสุดมาทำการศึกษาสมบัติการดูดซับ โดยการแช่ในสารละลายเหล็กซัลเฟต ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) เข้มข้น 3 ppm ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปวัดหาความเข้มข้นของเหล็กที่เหลือนในสารละลายด้วยเครื่อง AAS พบว่าตัวอย่าง 1%C+15%Fe สามารถดูดซับเหล็กได้ 2.93 ppm หรือคิดเป็นร้อยละ 97.67 และตัวอย่าง 1%Si+15%Fe สามารถดูดซับเหล็กได้ 2.95 ppm คิดเป็นร้อยละ 98.33 แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสม polyHIPEs สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการดูดซับโลหะหนักได้จากการเติมเหล็กออกไซด์เพื่อเพิ่มสมบัติแม่เหล็ก

ตารางที่ 4.7 แสดงความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานและค่าการดูดกลืน

ความเข้มข้นสารละลายมาตรฐาน เหล็กซัลเฟต (ppm)	ความเข้มข้นสารละลายโลหะเหล็กจาก การดูดกลืน (ppm)
0.00	0.00
0.50	0.50
1.50	1.52
2.00	2.00
3.00	3.00

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความเข้มข้นการดูดกลืนของสารละลายโลหะเหล็กก่อนและหลังการดูดซับด้วย polyHIPEs ตัวอย่าง 1%C+15%Fe และ 1%Si+15%Fe

ตัวอย่าง	ความเข้มข้นเริ่มต้น (ppm)	ความเข้มข้นหลัง การดูดซับ (ppm)	ร้อยละการดูดซับของโลหะ เหล็ก (%ppm)
1%C+15%Fe	3.00	0.07	97.67
1%Si+15%Fe	3.00	0.05	98.33



รูปที่ 4.22 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายโลหะหนัก

## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ด้วยวิธีอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (Water-in-oil) ที่มีวัฏภาคสารอินทรีย์ (20% โดยปริมาตร) ประกอบไปด้วย มอนอเมอร์ คือ สไตรีนและไดไวนิลเบนซีน มีตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ AIBN และใช้ Span80 เป็นสารลดแรงตึงผิว แล้วใช้น้ำที่มีแคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวช่วยเพิ่มความคงตัวของวัฏภาคของน้ำ (80% โดยปริมาตร) วิธีการสังเคราะห์ทำโดยการหยดวัฏภาคของน้ำลงในวัฏภาคสารอินทรีย์พร้อมกับทำการปั่นกวนด้วยความเร็วสูงเพื่อให้เกิดเป็นอิมัลชัน HIPEs จากนั้นนำอิมัลชัน HIPEs ที่ได้ไปเข้าสู่อบ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันได้เป็น polyHIPEs ขึ้น เมื่อนำวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งมาทดสอบทางกายภาพพบว่า วัสดุที่ได้มีสีขาว มีความเป็นขอล็คค่อนข้างมีความแข็งแรง มีปริมาตรรูพรุนร้อยละ 45.72 โดยน้ำหนัก

จากนั้นทำการปรับปรุงสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติความเป็นแม่เหล็ก ด้วยการเติมสารเติมแต่งผงถ่านกัมมันต์ ซิลิกา และเหล็กออกไซด์ พบว่าตัวอย่างวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก (1%C) มีสมบัติทางกายภาพที่ดีขึ้น มีความแข็งแรงแต่เปราะ มีความเป็นขอล็คน้อย และมีปริมาตรรูพรุนเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 86.17 โดยน้ำหนัก เมื่อเติมซิลิการ้อยละ 1 โดยน้ำหนัก (1%Si) ทำให้วัสดุมีความเป็นขอล็คเพิ่มมากขึ้น แตกง่าย มีปริมาตรรูพรุนใกล้เคียงกับที่ตัวอย่างที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง และเมื่อเติมเหล็กออกไซด์ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (5% Fe) พบว่าวัสดุมีลักษณะคล้ายคลึงกับแบบไม่เติมสารเติมแต่ง มีเพียงสีที่เปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลอ่อนตามสีของเหล็กออกไซด์แต่มีปริมาตรรูพรุนที่น้อยกว่า เมื่อนำวัสดุ polyHIPE ที่เติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียวไปทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่า polyHIPEs ที่เติมผงถ่านกัมมันต์ร้อยละ 1 หรือซิลิการ้อยละ 1 หรือเหล็กออกไซด์ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (1%C 1%Si และ 5%Fe) มีสมบัติเชิงกลของวัสดุดีขึ้น คือ มีค่า Young's Modulus และสามารถรับแรงกดอัดได้ดีมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับที่ไม่เติมสารเติมแต่ง ( $4.2482 \pm 0.0592$  MPa) โดยมีค่า Young's Modulus เท่ากับ  $6.7195 \pm 0.8898$  MPa  $5.8213 \pm 0.0358$  MPa และ  $5.5553 \pm 0.9930$  MPa ตามลำดับ

เมื่อพิจารณาวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งสองชนิดโดยเริ่มจากตัวอย่าง 1%C+5%Fe พบว่าวัสดุมีลักษณะทางกายภาพที่ดีขึ้น คือ มีความเป็นขอล็คน้อย มีความแข็งแรง มี

ปริมาตรรูพรุนใกล้เคียงกับวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง แต่เมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์เป็น 1%C+10%Fe และ 1%C+15%Fe พบว่าวัสดุมีปริมาตรรูพรุนลดน้อยลง ซึ่งเป็นผลมาจากมีปริมาณเนื้อสารเพิ่มมากขึ้น เมื่อทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าค่า Young's Modulus ของวัสดุผสม polyHIPEs มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์เข้าไป โดยในตัวอย่าง 1%C+15%Fe มีค่า Young's Modulus สูงที่สุด คือ  $7.8132 \pm 0.8666$  MPa และเมื่อนำมาทดสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็ก พบว่าตัวอย่าง 1%C+15%Fe มีค่าแม่เหล็กเหนี่ยวนำสูงสุด คือ 11.89 emu/g ซึ่งสอดคล้องกับภาพ SEM และปริมาตรรูพรุนที่ได้จากเทคนิค BET ที่แสดงให้เห็นว่าวัสดุมีปริมาตรรูพรุนน้อยและมีปริมาณเนื้อสารมาก ส่งผลทำให้มีปริมาณเหล็กในเนื้อสารมากกว่า 1%C+5%Fe และ 1%C+10%Fe จึงมีค่าแม่เหล็กเหนี่ยวนำสูงกว่า

เมื่อพิจารณาวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกา 1%Si+5%Fe พบว่าลักษณะทางกายภาพดีขึ้น คือ มีความแข็งแรง มีความเป็นขรุขระน้อยลง และมีปริมาตรรูพรุนเป็นร้อยละ 64.94 โดยน้ำหนัก เมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์เป็น 1%Si+10%Fe และ 1%Si+15%Fe พบว่าวัสดุมีปริมาตรรูพรุนลดลง มีปริมาณเนื้อสารเพิ่มมากขึ้น เมื่อนำมาทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ มีความสามารถในการรับแรงกดอัดได้น้อยกว่า polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง อาจเป็นผลเนื่องมาจากอนุภาคสารอินทรีย์ทั้งสองถูกปรับปรุงผิวด้วยกรดโอเลอิก แล้วทำให้การเกิดพอลิเมอร์ เกร็ดไม่สมบูรณ์ กิ่งก้านพอลิเมอร์มีการแตกหัก ส่งผลให้การรับแรงจึงไม่ดีเท่า และเมื่อนำไปทดสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์เข้าไป ทำให้วัสดุมีค่าแม่เหล็กเหนี่ยวนำที่เพิ่มขึ้นในช่วง 3.58-12.87 emu/g ซึ่งสอดคล้องกับภาพ SEM และปริมาตรรูพรุนจากเทคนิค BET ที่แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์เข้าไปทำให้ปริมาตรรูพรุนลดน้อยลง ปริมาณเนื้อสารก็เพิ่มมากขึ้นและปริมาณเหล็กที่อยู่ในเนื้อสารก็จะเพิ่มมากขึ้นด้วย ส่งผลให้แนวโน้มค่าแม่เหล็กเหนี่ยวนำเพิ่มขึ้นตามไปด้วย โดยตัวอย่าง 1%Si+15%Fe ให้ค่าแม่เหล็กเหนี่ยวนำสูงสุด คือ 12.87 emu/g

เมื่อนำวัสดุผสม 1%C+15%Fe และ 1%Si+15%Fe ไปทดสอบการดูดซับโลหะหนักโดยทำการทดสอบดูดซับเหล็กในสารละลายเหล็กซัลเฟต ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) ผลที่ได้ คือ ตัวอย่างทั้งสองสามารถทำการดูดซับโลหะหนักในสารละลายได้ร้อยละ 97.67 และ 98.33 ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมเหล็กออกไซด์สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานด้านการดูดซับโลหะหนักในสารละลายได้

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 การปรับเปลี่ยนโมโนเมอร์ตั้งต้น จากสไตรีนให้เป็นโมโนเมอร์ที่มีโครงสร้างกะกะมากขึ้น อาจทำให้การเชื่อมต่อกิ่งก้านพอลิเมอร์เกิดขึ้นได้ยาก ส่งผลให้วัสดุ polyHIPEs จะมีปริมาณรูพรุนที่เพิ่มขึ้น

5.2.2 กรดโอเลอิกที่ใช้ในการปรับพื้นผิวของสารเติมแต่ง ส่งผลต่อการขึ้นรูปของวัสดุ polyHIPEs เนื่องจากโครงสร้างมีสายโซ่ที่ยาว ทำให้ขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน การเปลี่ยนสารที่ใช้ปรับพื้นผิวให้มีสายโซ่ที่สั้นลงจะสามารถทำให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันที่สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

5.2.3 การเปลี่ยนชนิดของสารเติมแต่ง โดยเลือกจากสมบัติที่ต้องการเพิ่มเข้าไป เช่น เพิ่มสมบัติการเป็นตัวเร่งทางแสง ด้วยการเติมสารเติมแต่งซิลเวอร์ออกไซด์ เป็นต้น

5.2.4 เปลี่ยนวิธีการเติมสารเติมแต่ง โดยอาจจะทำการเคลือบสารเติมแต่งลงบนพื้นผิวของวัสดุ polyHIPEs

5.2.5 ทำการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ด้วยวิธีการอื่น เพื่อให้ได้ลักษณะวัสดุ polyHIPEs แบบต่าง ๆ ที่เหมาะสมและง่ายแก่การนำไปใช้งาน เช่น สังเคราะห์ออกมาเป็นรูปแบบเม็ด เป็นต้น

5.2.6 ศึกษาปริมาณสารเติมแต่งที่เติมลงไปในวัสดุ polyHIPEs ว่ามีปริมาณตามจริงอยู่ร้อยละเท่าใด

5.2.7 การศึกษาสมบัติแม่เหล็กควรสุ่มตัวอย่างจากหลากหลายบริเวณ เพื่อที่จะทราบถึงการกระจายตัวของสารเติมแต่ง  $Fe_3O_4$  ที่ได้เติมลงไป

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Retrieved August 8, 2013 from <http://www.maproud.com/article/emulsion.html>
- [2] อภิญญา เจริญกุล, “ไขมันและน้ำมัน”, “การแปรรูปอาหารเบื้องต้น”. สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีการอาหาร, คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยหอการค้าไทย
- [3] Retrieved August 18, 2013 from <http://www.nsb.wikidot.com/c-9-5-5-4>
- [4] Retrieved September 27, 2013 from <http://www.fp7-hip.eu/technical-summary-1>
- [5] Retrieved August 23, 2013 from <http://www.chemie.fuberlin.de/chemistry/kunststoffe/polyradi.html>
- [6] Retrieved August 18, 2013 from <http://www.chemistry2.csudh.edu/rpendarvis/Polymer.html>
- [7] Retrieved August 23, 2013 from [http://www.commons.wikimedia.org/wiki/File:Poly\(styrene-co-divinylbenzene\).png](http://www.commons.wikimedia.org/wiki/File:Poly(styrene-co-divinylbenzene).png)
- [8] Retrieved August 23, 2013 from [http://www.dardel.info/IX/resin\\_structure.html](http://www.dardel.info/IX/resin_structure.html)
- [9] Retrieved August 23, 2013 from [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)
- [10] ประมวล ดั่งบริบูรณ์รัตน์, “พอลิเมอร์คอลลอยด์”. พิมพ์ครั้งที่ 1, 2545.
- [11] ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์, “การเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์ที่มีช่องว่าง”. วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี ปีที่ 14 ฉบับที่ 2 เมษายน – มิถุนายน 2555.
- [12] ชวิศร กรัณย์เมธากุล, “การปรับแต่งผิวหน้าของไททาเนียมไดออกไซด์เพื่อปรับปรุงประสิทธิภาพในกระบวนการเรืองปฏิกิริยาด้วยแสง”. 2549.
- [13] G. Akay, “Syngas cleaning with nano-structured micro-porous ion exchange polymers in biomass gasification using a novel downdraft gasifier”, J. Energy Chemistry. 22(2013) 426–435.
- [14] Retrieved September 27, 2013 from <http://www.seem.kmutt.ac.th/research/pentec/download/Chapter%20Free%20radical%20po%20lymerization.pdf>

- [15] S. Laurent, D. Forge, M. Port, A. Roch, C. Robic, L.V. Elst and R.N. Muller, “Magnetic iron oxide nanoparticle: synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterization, and biological applications”. *Chem. Rev.* 108 (2008) 2064-2110.
- [16] Retrieved September 27, 2013 from <http://www.seem.kmutt.ac.th/research/pentec/download/Chapter%202%20Free%20radical%20po%20lymerization.pdf>
- [17] อมร ไชยสัตย์, “บทบาทของสารลดแรงตึงผิวในการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน”. *วิทยาศาสตร์ ม.บูรพา. J.* 18 (2013) 240-248.
- [18] P. Aronson and F. Petko, “Highly concentrated water in oil emulsions: Influence of electrolyte on their properties and stability”. *J. Colloid Interface Sci.* 159(1993)134-149.
- [19] Retrieved September 27, 2013 from <http://www.fp7-hip.eu/technical-summary->
- [20] Retrieved September 27, 2013 from [http://www.ictm.tugraz.at/files/attachments/6848/235818\\_polyHIPE\\_Beads.pdf](http://www.ictm.tugraz.at/files/attachments/6848/235818_polyHIPE_Beads.pdf)
- [21] C. and R. James, “Emulsion-derived (PolyHIPE) foams for structural materials applications”. Doctoral thesis, Durham University. 2004.
- [22] Z. Bhumgara, “PolyHIPEs Foam Material As Filtration Media”. *Polymeric Foam Filter Media.* University of Exeter. 1995.
- [23] S. Laurent, D. Forge, M. Port, A. Roch, C. Robic, L. V. Elst, R. N. Muller, “Magnetic iron oxide nanoparticle: synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterization, and biological applications”. *Chem. Rev.* 108 (2008) 2064-2110.
- [24] Retrieved September 27, 2013 from [http://www.ictm.tugraz.at/files/attachments/6848/235818\\_polyHIPE\\_Beads.pdf](http://www.ictm.tugraz.at/files/attachments/6848/235818_polyHIPE_Beads.pdf)
- [25] L. Kircher and P. Theato, “Reactive thiol-ene emulsion-templated porous polymers incorporating pentafluorophenyl acrylate”. (2013) 1755–1761.
- [26] P. Krajnc and N. Leber, “Preparation and characterisation of poly(high internal phase emulsion) methacrylate monoliths and their application as separation media”. *J. Chromatography* (1065), 69–73.

- [27] S.Sadeghi and M.R.Moghbeli, "Synthesis and dispersion of colloidal silver nanoparticles on microcellular polyHIPE support", *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 42–51.
- [28] R.J. Wakeman , Z.G. Bhungara and G. Akay, "Ion exchange module from polyhipe foam precursor". Volume 70, 133–141.
- [29] A. Menner, R. Powell and A. Bismarck, "A new route to carbon black filled polyHIPEs". The royal society of chemistry.
- [30] Retrieved October 10, 2013 from <http://www.allgardsc.com/Technology.html>
- [31] K. Haibacha, A. Mennera, R. Powellb and A. Bismarcka, "Ailoring mechanical properties of highly porous polymer foams: Silica particle reinforced polymer foams via emulsion templating". *Polymer*, Volume 47, Issue 13, 4513–4519.
- [32] O. Vivian. Ikem, A. Menner and S. Tommy, "Highly permeable macroporous polymers synthesized from pickering medium and high internal phase emulsion templates" *advance material*.
- [33] A.H. Lu, E.L. Salabas and F. Schuth, "Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application". *Angew. Chem. Int. Ed.* 46 (2007) 1222-1244.
- [34] O. Veiseh, J. W. Gunn and M. Q. Zhang. "Design and fabrication of magnetic nanoparticles for targeted drug delivery and imaging". *Adv Drug Delivery Rev.* 62 (2010) 284-304.
- [35] Retrieved October 19, 2013 from [http://www.tdk.co.jp/techmag/ferrite/grain\\_3/flame3.html](http://www.tdk.co.jp/techmag/ferrite/grain_3/flame3.html)
- [36] Ioannis A, Katsoyiannis and Anastasios I. Zouboulis, "Removal of arsenic from contaminated water sources by sorption onto iron-oxide-coated polymeric materials", *Water Research*, Volume 36, 5141–5155.
- [37] K. Haibach, A. Mennera, R. Powellb and A. Bismarcka, "Tough reinforced open porous polymer foams via concentrated emulsion templating", *Polymer*, Volume 47, 7628–7635.
- [38] G. Ferka, M. Drogenika and P. Krajnc, "Nanocomposite polyHIPEs with magnetic nanoparticles: Preparation and heating effect". *Reactive and Functional Polymers*, Volume 72, 955–961.

- [39] Vivian O. Ikem, Angelika and Alexander Bismarck, "High porosity macroporous polymers synthesized from titania particle stabilized medium and high internal phase emulsion". Langmuir article.
- [40] Retrieved October 1, 2013 from <http://www.buymarijuanaseeds.com/community/threads/the-soxhlet-extractor.90267>
- [41] Retrieved September 27, 2013 from <http://www.nano.kmitl.ac.th/index.php/tool/218-scanning-eletron-microscopysem-.html>
- [42] Retrieved September 27, 2013 from [http://www.nanocenter.umd.edu/new\\_facilities/NispLab.php](http://www.nanocenter.umd.edu/new_facilities/NispLab.php)
- [43] Retrieved September 27, 2013 from <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>
- [44] Retrieved September 27, 2013 from [http://www.nanotec.or.th/th/?page\\_id=569](http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=569)
- [45] Retrieved September 29, 2013 from <http://www.materials.co.uk/tga.htm>
- [46] Retrieved September 27, 2013 from [http://www.r-expo.jp/mar2011/exhiSearch/BJ/en/search\\_detail.php?id=328](http://www.r-expo.jp/mar2011/exhiSearch/BJ/en/search_detail.php?id=328)
- [47] Retrieved September 27, 2013 from <http://www.el.utwente.nl/tdm/istg/research/vsm/>
- [48] Retrieved September 27, 2013 from [http://www.en.wikipedia.org/wiki/Universal\\_testing\\_machine](http://www.en.wikipedia.org/wiki/Universal_testing_machine)
- [49] ชวิสร ทรัพย์เมธากุล, "การปรับแต่งผิวหน้าของไททานเนียมไดออกไซด์เพื่อปรับปรุงประสิทธิภาพในกระบวนการเรืองปฏิกิริยาด้วยแสง". 2549.
- [50] Retrieved September 27, 2013 from [http://www.newkast.or.jp/english/Photocatalyst\\_Group.html](http://www.newkast.or.jp/english/Photocatalyst_Group.html)

## ภาคผนวก

### ภาคผนวก ก การคำนวณและการเตรียมสารเคมี

#### สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สไตรีน (C <sub>8</sub> H <sub>8</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 104.15 g/mol
ไดไวนิลเบนซีน (C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 130.18 g/mol
เอโซบิสไอโซบิวทิลโรไนไตรล์ (C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> N <sub>4</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 164.21 g/mol
กรดโอเลอิก (C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>6</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 346.47 g/mol
ซอร์บิแทนโมโนลิเอท (C <sub>24</sub> H <sub>44</sub> O <sub>6</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 428.60 g/mol
โซเดียมซัลเฟต (Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 142.01 g/mol
เมทานอล (CH <sub>3</sub> OH)	ความบริสุทธิ์ 99.9%	มวลโมเลกุล 32.04 g/mol
แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O)	ความบริสุทธิ์ 99.9%	ความเข้มข้น 0.037 mol/dm <sup>3</sup> มวลโมเลกุล 147.02 g/mol
โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> )	ความบริสุทธิ์ 99.9%	ความเข้มข้น 5%mol มวลโมเลกุล 270.32 g/mol
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	ความบริสุทธิ์ 99.9%	ความเข้มข้น 10% w/v มวลโมเลกุล 40.00 g/mol

#### วิธีการคำนวณ

##### การเตรียม NaOH เข้มข้น 10% w/v ปริมาตร 100 มิลลิลิตร

ในสารละลาย 100 มิลลิลิตร จะมี NaOH อยู่ 10 กรัม  
 น้ำหนัก NaOH ที่ต้องชั่ง = 10.0000 กรัม

##### การเตรียม 0.034 M CaCl<sub>2</sub>

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 1 โมล มีมวลโมเลกุล 147.02 กรัม

CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 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 เท่ากับ 4.9987 กรัม

### การเตรียม AIBN เข้มข้น 2%mol ของ monomer

ยกตัวอย่าง เช่น ใช้ปริมาณ Styrene/DVB เป็น 16/16 มิลลิลิตร

จากความหนาแน่นของ Styrene = 0.906 g/cm<sup>3</sup> เตรียมที่ 16.00 มิลลิลิตร

จากสูตร ; 
$$D = \frac{M}{V}$$

เมื่อ D คือ ความหนาแน่นของสาร (หน่วยเป็น กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร)

M คือ มวลรวมของสาร (หน่วยเป็น กิโลกรัม)

V คือ ปริมาตรรวมของวัตถุ (หน่วยเป็น ลูกบาศก์เมตร)

แทนค่า ; 
$$0.906 = \frac{M}{V}$$

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

จากความหนาแน่นของ DVB = 0.914 g/cm<sup>3</sup> เตรียมที่ 16.00 มิลลิลิตร

แทนค่า ; 
$$0.914 = \frac{M}{16}$$

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

มวลโมเลกุลของ Styrene = 104.15 g/mol

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

เมื่อ mol คือ จำนวน โมลของสาร (หน่วยเป็น โมล)

g คือ มวลของสาร (หน่วยเป็นกรัม)

MW คือ มวลโมเลกุลของสาร (หน่วยเป็นกรัมต่อโมล)

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

$$\text{mol} = 0.1391 \text{ โมล}$$

มวลโมเลกุลของ DVB = 130.18 g/mol

$$\text{mol} = \frac{14.624}{140/18}$$

$$\text{mol} = 0.1123 \text{ โมล}$$

$$\begin{aligned}
 \text{จำนวนโมลของโมโนเมอร์} &= \text{จำนวนโมล Styrene} + \text{จำนวนโมลของ DVB} \\
 \text{จำนวนโมลของโมโนเมอร์} &= 0.0391 \text{ โมล} + 0.1123 \text{ โมล} \\
 &= 0.2514 \text{ โมล} \\
 2\% \text{mol ของโมโนเมอร์} &= 0.02 \times \text{จำนวนโมลของโมโนเมอร์} \\
 \text{แทนค่า; } 2\% \text{mol ของโมโนเมอร์} &= 0.02 \times 0.2514 \\
 &= 5.028 \times 10^{-3} \text{ โมล}
 \end{aligned}$$

มวลโมเลกุลของ AIBN เท่ากับ 164.21 g/โมล

$$\begin{aligned}
 \text{จากสูตร ;} \quad \text{mol} &= \frac{\text{g}}{\text{MW}} \\
 \text{จะได้} \quad \text{g} &= \text{mol} \times \text{MW} \\
 \text{g} &= 5.028 \times 10^{-3} \times 164.21 \\
 &= 0.8256 \text{ กรัม}
 \end{aligned}$$

ดังนั้น น้ำหนักของ AIBN ที่ต้องชั่ง เท่ากับ 0.8256 กรัม

จากความหนาแน่นของ AIBN = 0.858 g/cm<sup>3</sup>

$$\begin{aligned}
 D &= \frac{M}{V} \\
 0.858 &= \frac{0.8256}{V} \\
 V &= 0.96 \text{ มิลลิลิตร}
 \end{aligned}$$

ปริมาณ AIBN ที่ต้องตวง = 0.96 มิลลิลิตร

#### การเตรียม SiO<sub>2</sub> 1%wt และ Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Styrene มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 104.15 g/mol มีความหนาแน่นเท่ากับ 0.906 g/cm<sup>3</sup> และ

DVB มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 130.18 g/mol มีความหนาแน่นเท่ากับ 0.914 g/cm<sup>3</sup>

หาน้ำหนักเป็นกรัมของโมโนเมอร์

น้ำหนักของ Styrene

$$\begin{aligned}
 \text{จาก} \quad D &= \frac{M}{V} \\
 0.906 &= \frac{M}{20} \\
 M &= 18.12 \text{ g}
 \end{aligned}$$

น้ำหนักของ DVB

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

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

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

$$\begin{aligned} \text{SiO}_2 \text{ 1\%wt} &= 0.01 \times \text{น้ำหนักของโมโนเมอร์} \\ &= 0.01 \times 29.088 \\ &= 0.2909 \text{ g} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \text{Fe}_3\text{O}_4 \text{ 3\%wt} &= 0.03 \times \text{น้ำหนักของโมโนเมอร์} \\ &= 0.03 \times 29.088 \\ &= 0.8726 \text{ g} \end{aligned}$$

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

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

ปริมาณ  $\text{SiO}_2$

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

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

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

$$\text{ถ้าสารปริมาณ } 0.2909 \text{ g} \text{ มี oleic เคลือบอยู่} \quad 0.0166 \text{ g}$$

$$\text{ดังนั้น ต้องซั่ง SiO}_2 \text{ ทั้งหมดเท่ากับ } 0.2990 + 0.0166 = 0.3075 \text{ g}$$

ปริมาณ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$

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

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

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

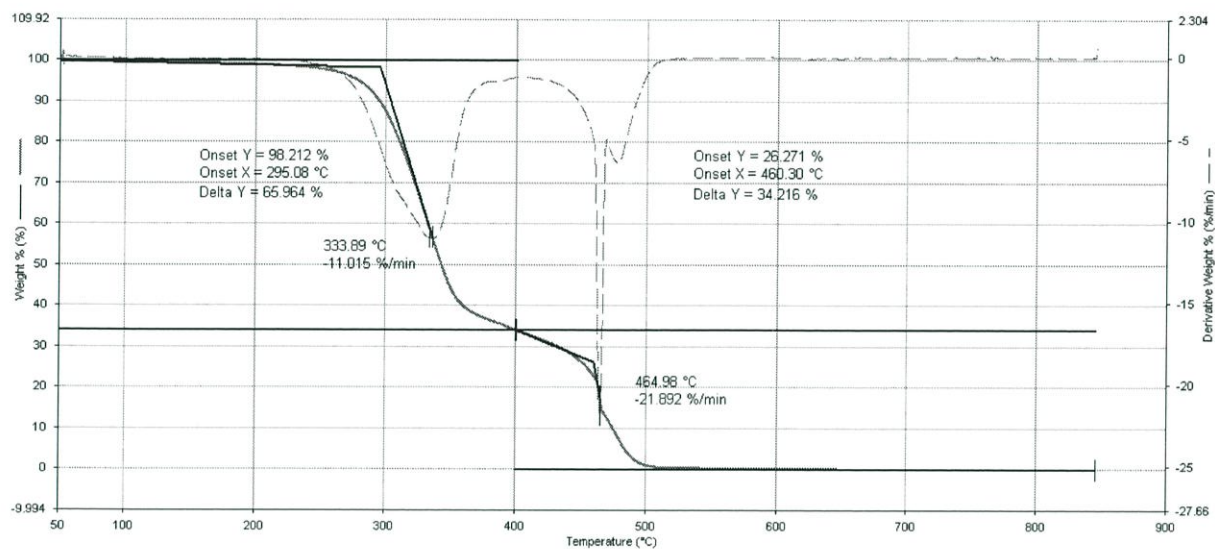
$$\text{ถ้าสารปริมาณ } 0.8726 \text{ g} \text{ มี oleic เคลือบอยู่} \quad 0.0448 \text{ g}$$

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

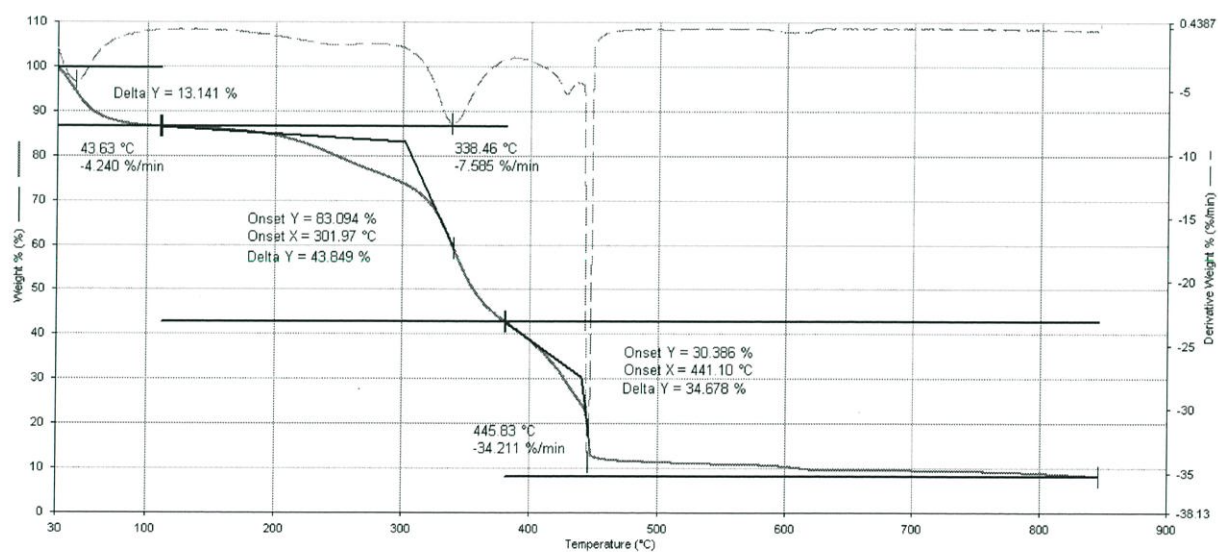
## ภาคผนวก ข

## ผลการศึกษาการสลายตัวทางความร้อน

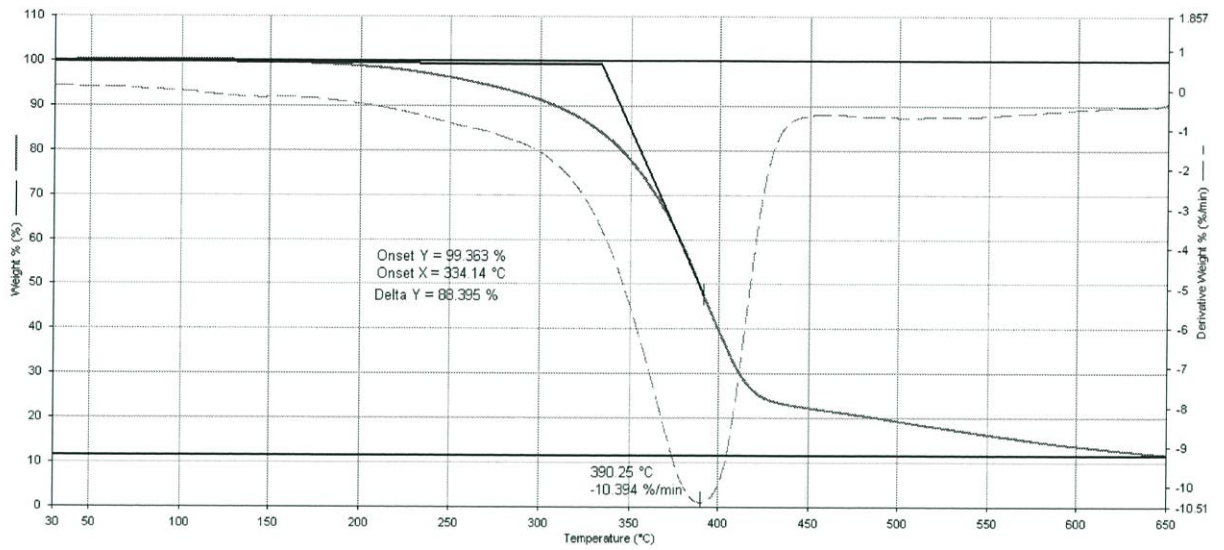
(ก) กราฟ TGA ของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงถ่านคาร์บอน 1 %wt



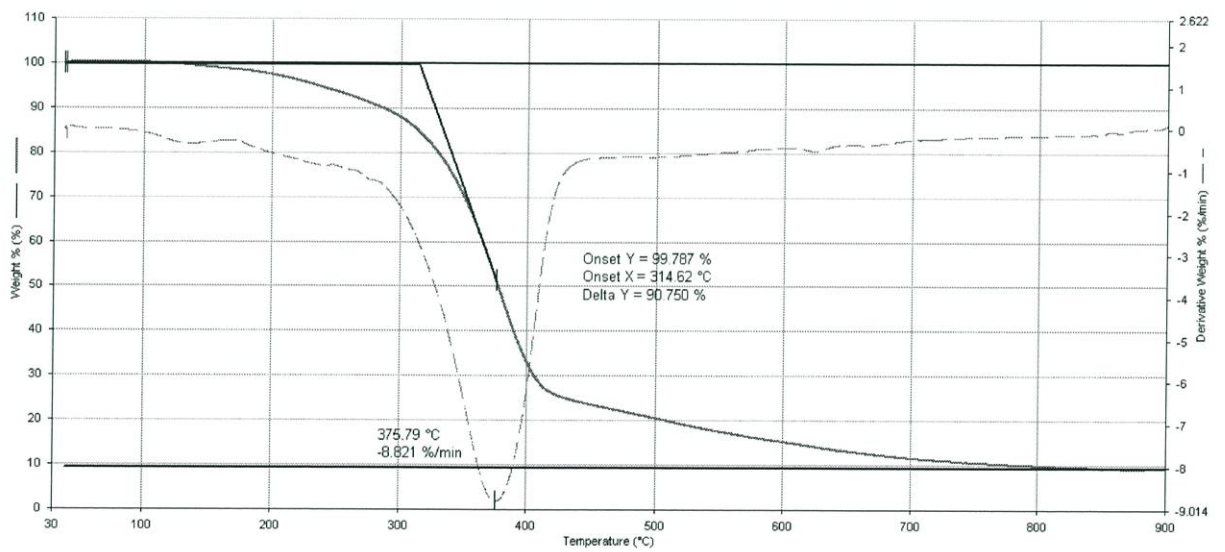
(ข) กราฟ TGA ของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงซิลิกา 1 %wt



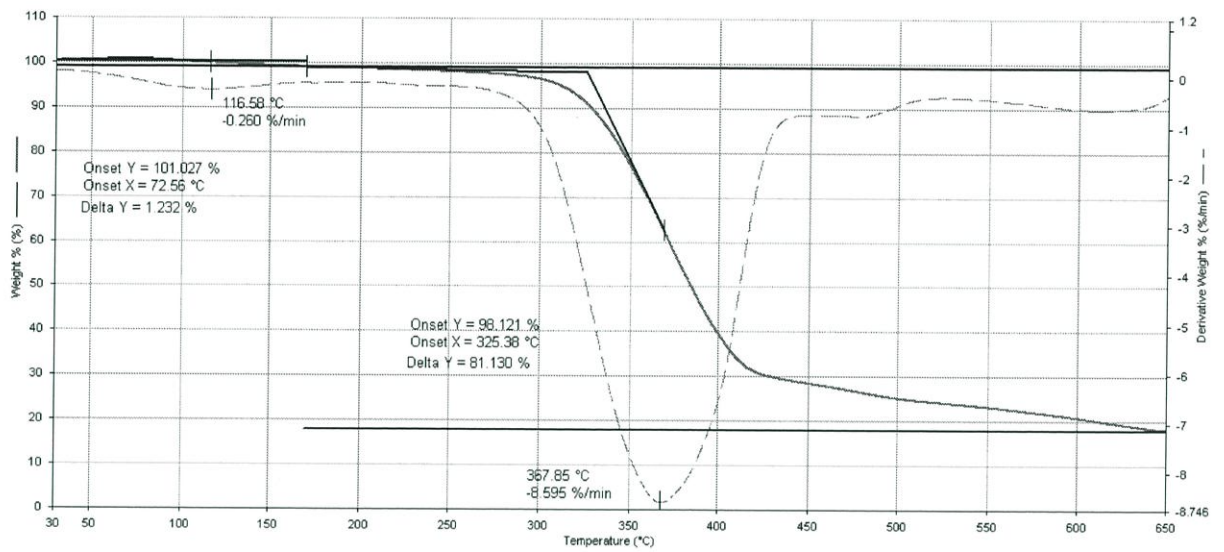
(ค) กราฟ TGA ของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงเหล็กออกไซด์ 5 %wt



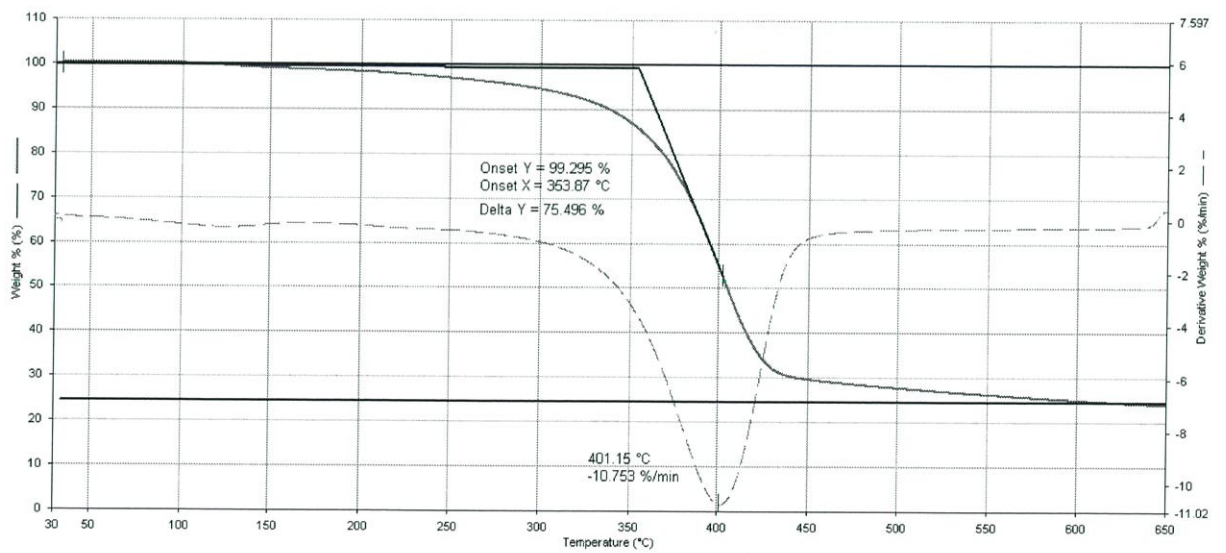
(ง) กราฟ TGA ของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงถ่านคาร์บอน 1 %wt และผงเหล็กออกไซด์ 5 %wt



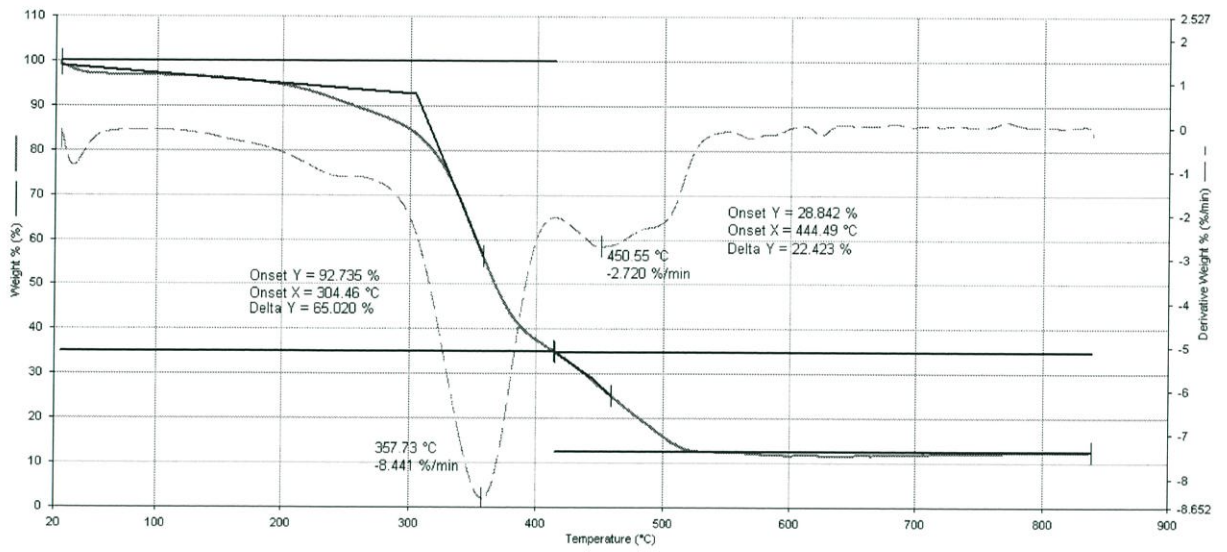
(จ) กราฟ TGA ของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงถ่านคาร์บอน 1 %wt และผงเหล็กออกไซด์ 10 %wt



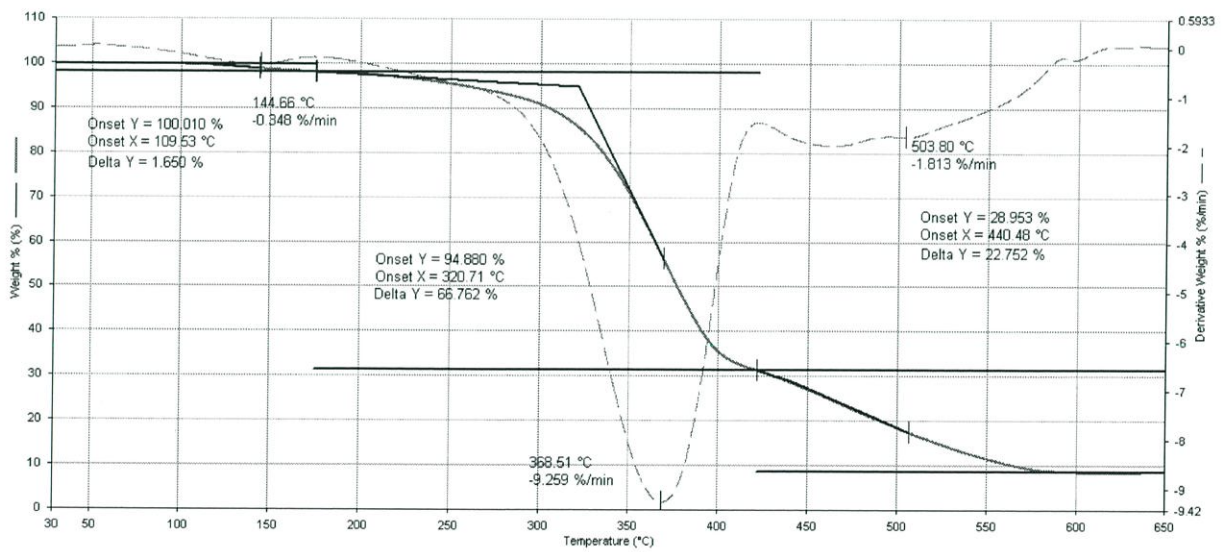
(ฉ) กราฟ TGA ของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงถ่านคาร์บอน 1 %wt และผงเหล็กออกไซด์ 15 %wt



(ข) กราฟ TGA ของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงซิลิกา 1 %wt และผงเหล็กออกไซด์ 5 %wt



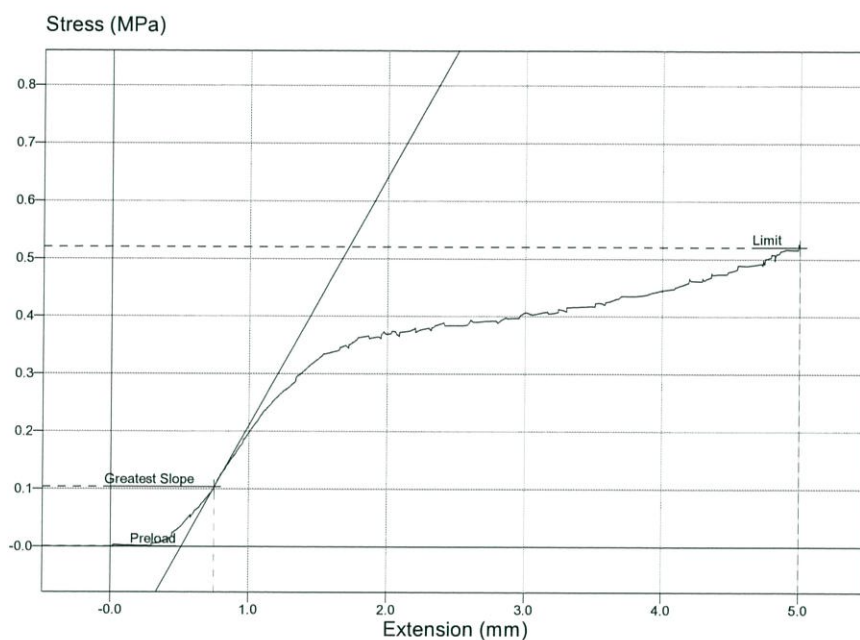
(ค) กราฟ TGA ของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงซิลิกา 1 %wt และผงเหล็กออกไซด์ 15 %wt



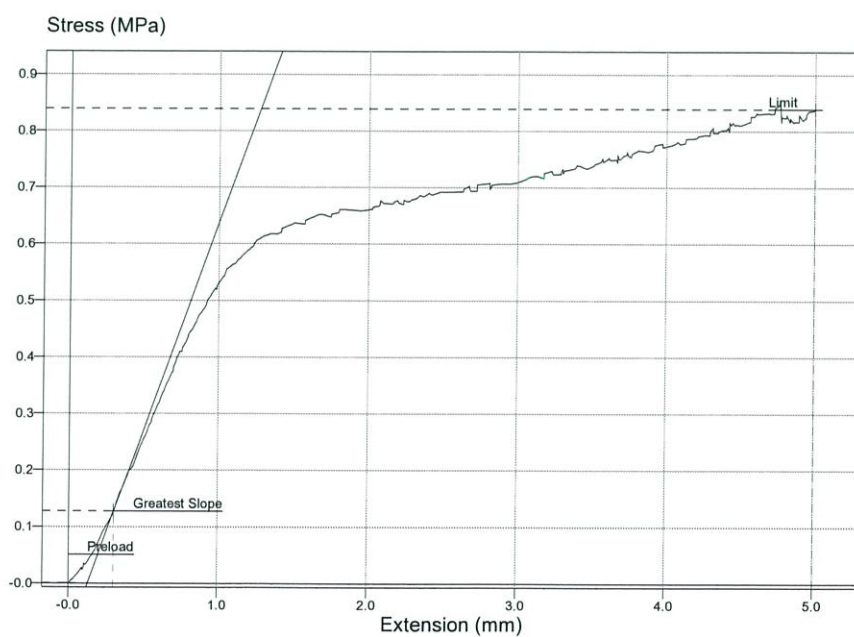
## ภาคผนวก ก

### ผลค่าความแข็งแรงกคอัดของวัสดุ

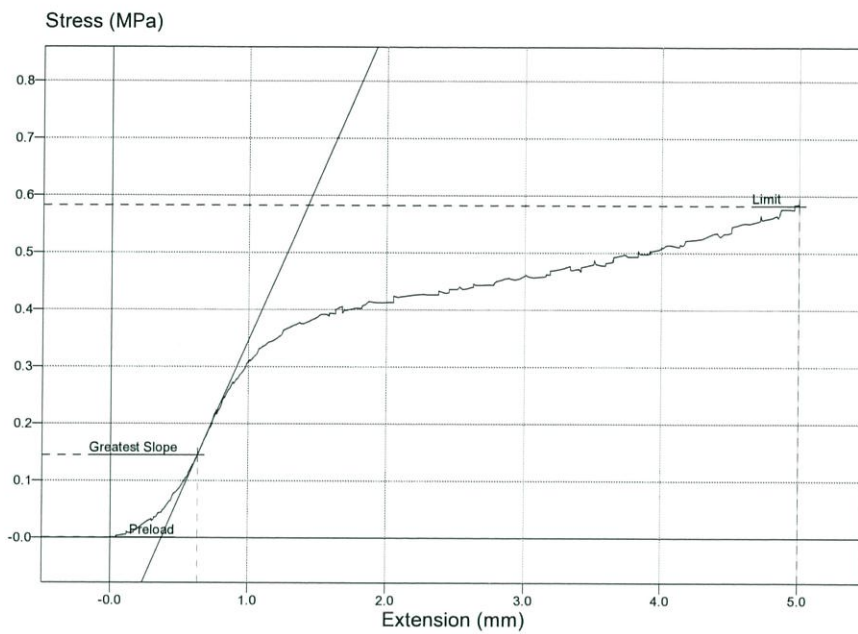
(ก) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดปกติ



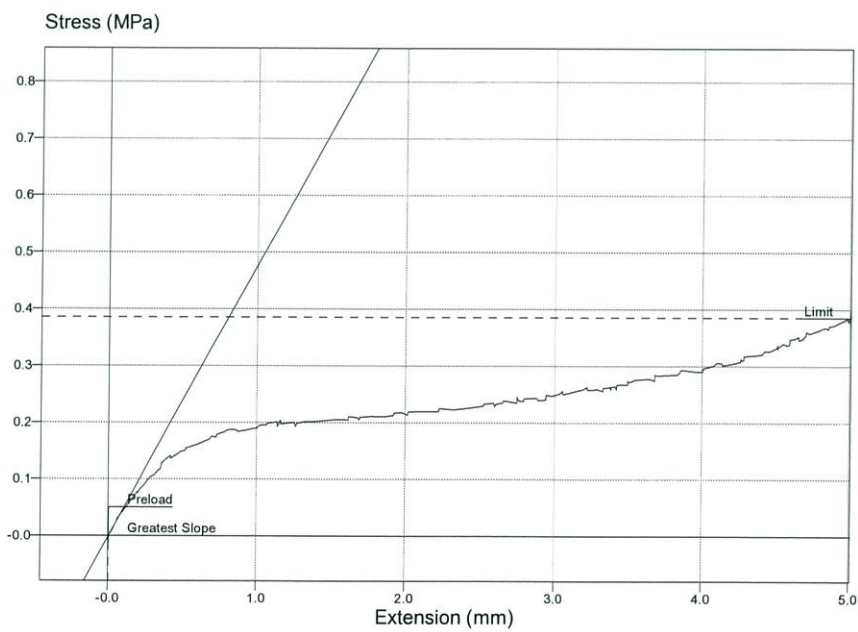
(ข) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงถ่านกัมมันต์ 1 %wt



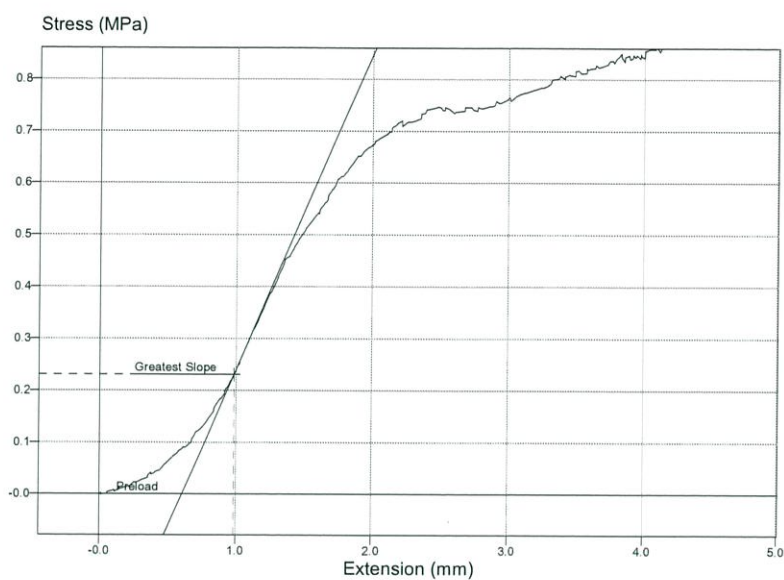
(ค) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงซิลิกา 1 %wt



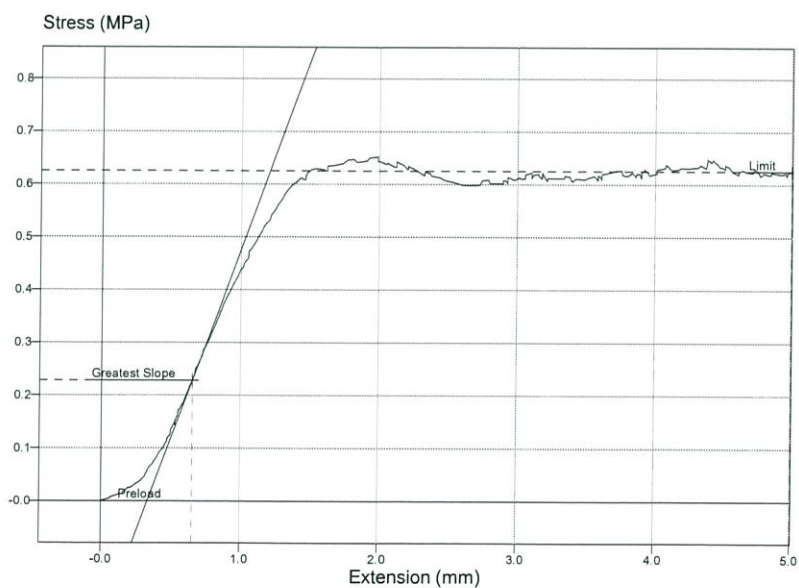
(ง) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงเหล็กออกไซด์ 5 %wt



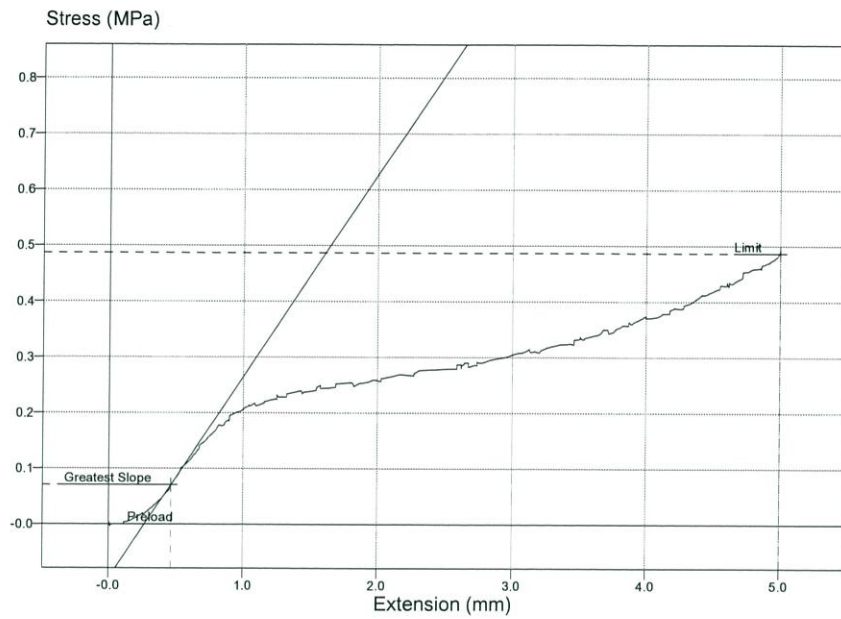
(จ) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงถ่านกัมมันต์ 1 %wt และเหล็ก ออกไซด์ 5 %wt



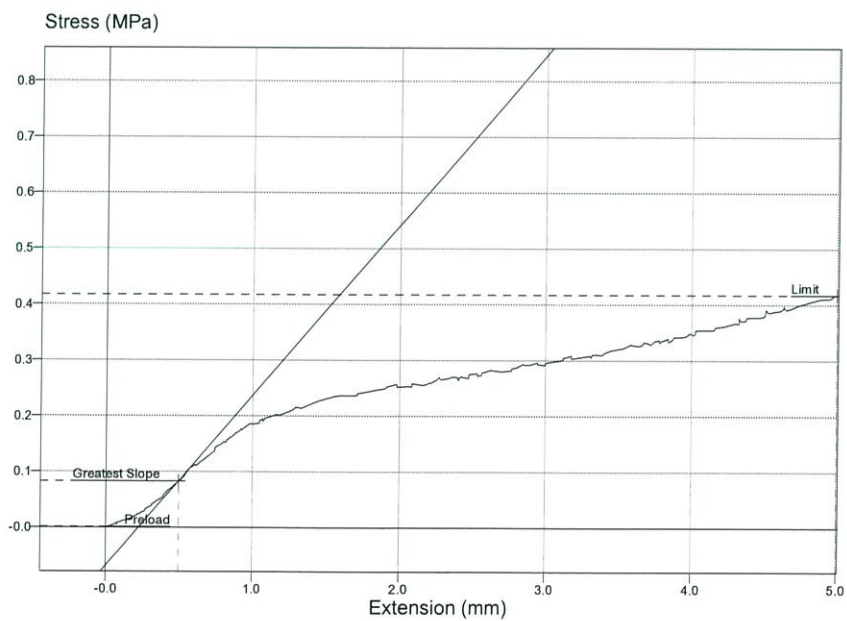
(ฉ) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงถ่านกัมมันต์ 1 %wt และเหล็ก ออกไซด์ 10 %wt



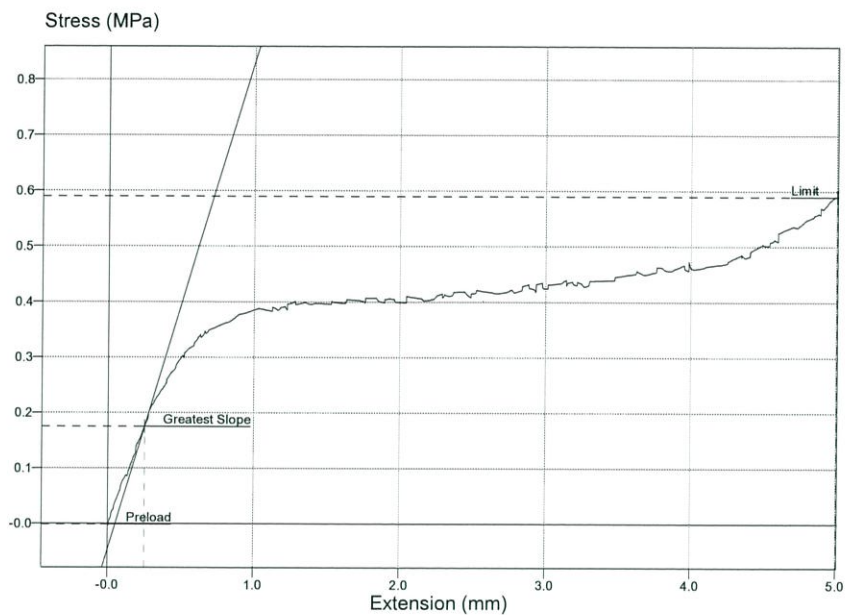
(ซ) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงถ่านกัมมันต์ 1 %wt และเหล็ก ออกไซด์ 15 %wt



(ซ) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงซัลฟิดา 1 %wt และเหล็ก ออกไซด์ 5 %wt



(ฉ) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงซิลิกา 1 %wt และเหล็ก ออกไซด์ 10 %wt



(ญ) กราฟแสดงค่าความแข็งแรงกคของวัสดุ polyHIPEs ชนิดเติมผงซิลิกา 1 %wt และเหล็ก ออกไซด์ 15 %wt

