

การสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวไม่ชอบน้ำทางยิ่งยวด  
SYNTHESIS OF THE FILTER MEDIA WITH A  
SUPERHYDROPHOBIC SURFACE

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ พสุพงษ์  
ภักดิ์ เพ็ชรแถม  
คุณโรวรรณ เต็มพูล

โครงการพัฒนาและผลิตตัวกรองน้ำของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ  
สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม  
คณะวิทยาศาสตร์  
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง  
ปีการศึกษา 2556

การสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

**SYNTHESIS OF THE FILTER MEDIA WITH A  
SUPERHYDROPHOBIC SURFACE**

พัชรา พสุพงศ์

ภรภัค เทียนอุดม

อุไรวรรณ เพิ่มพูล

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2556

**SYNTHESIS OF THE FILTER MEDIA WITH A  
SUPERHYDROPHOBIC SURFACE**

**Miss Patchara Pasupong**

**Miss Pornrapak Tein-udom**

**Miss Uraiwan Permpoon**

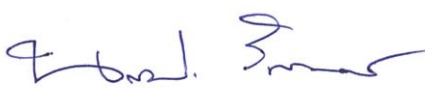
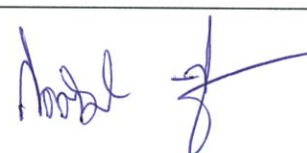

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE  
IN INDUSTRIAL CHEMISTRY  
FACULTY OF SCIENCE  
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG  
ACADEMIC YEAR 2013**

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด  
 Synthesis of the Filter Media with a Superhydrophobic Surface

นักศึกษา นางสาวพัชรา พสุพงศ์ รหัส 53050292  
 นางสาวภรภัค เทียนอุดม รหัส 53050301  
 นางสาวอุไรวรรณ เพิ่มพูล รหัส 53050399

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต  
 สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม  
 ปีการศึกษา 2556  
 อาจารย์ที่ปรึกษา ดร.ปานไพลิน สีหาราช

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้  
 โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมี  
 อุตสาหกรรมประจำปีการศึกษา 2556

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

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด		
นักศึกษา	นางสาวพัชรา	พสุพงศ์	รหัส 53050292
	นางสาวภรภัค	เทียนอุดม	รหัส 53050301
	นางสาวอุไรวรรณ	เพิ่มพูล	รหัส 53050399
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต		
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม		
ปีการศึกษา	2556		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ปานไพลิน สีหาราช		

### บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้เป็นการสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด โดยทำการปรับปรุงพื้นผิวของซิลิกาด้วยสารปรับปรุงพื้นผิว (Coupling agent) คือ สารละลายคลอโรไตรเมทิลไซเลน (Chlorotrimethylsilane; CTMS) และสารละลายออกตะเดคซิลไตรคลอโรไซเลน (Octadecyltrichlorosilane; OTS) แล้วทำให้ตกตะกอนด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) และอบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นทำการเตรียมฟิล์มบางบนพื้นผิวตัวกรองโดยผสมอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงพื้นผิว (Modified SiO<sub>2</sub>) กับโพลีสไตรีน (Polystyrene; PS) ในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran; THF) แล้วทำให้อนุภาคของซิลิกากระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath) จากนั้นทำการเคลือบสารที่ได้บนพื้นผิวของวัสดุด้วยวิธีการหยด แล้วทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง โดยโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาถึงปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำและประสิทธิภาพการกรอง ซึ่งประกอบไปด้วย ขนาดอนุภาคของซิลิกา โดยการใช้อนุภาคซิลิกาที่มีขนาดอนุภาค 140 – 200 นาโนเมตร ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยใช้สารตั้งต้นคือสารละลายเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethylorthosilicate; TEOS) สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH<sub>4</sub>OH) และสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ (Absolute ethanol) และใช้อนุภาคซิลิกาเกรดการค้าที่มีขนาดอนุภาค 12 – 18 นาโนเมตร ชนิดและปริมาณของ Coupling agent อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ Modified SiO<sub>2</sub> ต่อ PS ที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบาง และชนิดของวัสดุตัวกรอง จากการศึกษาพบว่า พื้นผิวของแผ่นกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาเกรดการค้าขนาดอนุภาค 12 – 18 นาโนเมตรที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย Coupling agent เป็น CTMS+OTS ปริมาณ 0.5 มิลลิลิตร และมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub>: โพลีสไตรีนเป็น 2:1 ให้

ค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs) มากที่สุดคือ 156.8 องศา ซึ่งแสดงถึงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Superhydrophobic property) และเมื่อนำสารที่ได้ไปทำการเคลือบลงบนพื้นผิวของผ้าสำลีแล้ว นำไปทดสอบความสามารถการกรองในการแยกเฮกเซนออกจากน้ำ พบว่าสามารถกรองแยกน้ำออกได้มากกว่าร้อยละ 90

คำสำคัญ : ความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด วัสดุตัวกรอง สารปรับปรุงพื้นผิว

<b>Title</b>	Synthesis of the Filter Media with a Superhydrophobic Surface	
<b>Students</b>	Miss Patchara	Pasupong
	Miss Pornrapak	Tein-udom
	Miss Uraiwan	Permpoon
<b>Degree</b>	Bachelor of Science	
<b>Major Program</b>	Industrial Chemistry	
<b>Academic Year</b>	2013	
<b>Advisor</b>	Dr. Panpailin Seeharaj	

### **ABSTRACT**

This project aims to study the synthesis of the filter media with a superhydrophobic surface. Firstly, silica particles were modified their surfaces by coating with coupling agents, chlorotrimethylsilane (CTMS) and octadecyltrichlorosilane (OTS), then dried in oven at 85 °C for 12 hours. The modified SiO<sub>2</sub> was ultrasonically dispersed in the solution of polystyrene (PS) using tetrahydrofuran (THF) as a solvent. The superhydrophobic surfaces were prepared by drop-coating the mixed solution on glass slide and drying at room temperature. The effect of synthesis parameters on the superhydrophobic property and filtrating performance was studied including sizes of silica particles, types and ratio of coupling agents, mass ratios of modified silica : polystyrene, and types of material surfaces. The results showed that the glass surface coated with commercial silica particles with the sizes of 12-18 nm modified by 0.5 ml CTMS+OTS and the mass ratio of modified silica : polystyrene of 2 : 1 had the highest water contact angles (WCAs) of 156.8°. Cotton fabric coated with this superhydrophobic thin film layer showed a good water-hexane separation.

**Keywords :** superhydrophobic, filter surface, coupling agent and modified silica

## กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ดร.ปานไพลิน สีหาราช อาจารย์ที่ปรึกษาโครงงานพิเศษเป็นอย่างสูง ที่ให้คำแนะนำ คำปรึกษา และช่วยเหลือในการทำโครงงานพิเศษนี้ให้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.นราธิป วิทยากร ผศ.ดร.ปยุตมา ศิริพันธ์โนน และ ดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ ที่กรุณาเป็นกรรมการตลอดจนให้คำแนะนำโครงงานพิเศษนี้ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คุณกัญญา มงคลโกชน ที่ให้คำแนะนำและความอนุเคราะห์ใช้เครื่อง Infrared spectrometer (FT-IR)

ขอขอบพระคุณ คุณปราณี บุญวัฒน์ ให้คำแนะนำและความอนุเคราะห์ใช้เครื่อง Ultrasonic และ centrifuge

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณครอบครัวที่ให้การสนับสนุนและเป็นกำลังใจจนโครงงานพิเศษนี้ให้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณเป็นอย่างยิ่งไว้ ณ ที่นี้ด้วย

นางสาวพัชรา พสุพงศ์

นางสาวภรภัค เทียนอุดม

นางสาวอุไรวรรณ เพิ่มพูล

# สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญรูป	VIII
สารบัญตาราง	XII
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	1
1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ	2
1.3 ขอบเขตของโครงการ	2
1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	2
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>	4
2.1 สมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Superhydrophobic)	4
2.1.1 ความเปียก (Wetting) และการวัดมุมสัมผัส (Contact angle)	4
2.1.2 ปรากฏการณ์น้ำกลิ้งบนใบบัว (Lotus effect)	6
2.1.3 การนำวัสดุที่มีผิวไม่ชอบน้ำไปประยุกต์ใช้งาน	8
2.2 การสังเคราะห์วัสดุที่มีพื้นผิวไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด	10
2.2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	10
2.2.1.1 การปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำและการเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนกระดาษกรอง	10
2.2.1.2 การปรับปรุงเชิงโครงสร้างให้วัสดุที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำและการเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนผ้าสำลี	12
2.2.1.3 การศึกษาสารเคลือบระดับนาโนของสารอินทรีย์-อนินทรีย์ที่มีสมบัติโปร่งใสและไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด จากการรวมตัวของอนุภาค-ซิลิกาโดยใช้วิธี โซล-เจลแบบจุ่มเคลือบ (Sol-geldip-coating)	15
2.2.1.4 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของผิวเคลือบพอลิเมอร์นาโน-คอมโพสิต	18

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.2.1.5 ทำการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของอนุภาค SiO <sub>2</sub> ระดับไมโครเมตรและนาโนเมตรร่วมกับโพลีไดเมทิลไซลอกเซน (Polydimethylsiloxane; PDMS)	21
2.2.1.6 การศึกษาความทนต่อการกรองแยกน้ำมันออกจากน้ำของโพลีเอสเตอร์ (Polyester) ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด	23
2.2.1.7 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่ใช้เมทิลไตรเมทอกซีไซเลนเคลือบบนซิลิกาโดยไม่ใช้ตัวช่วยทำปฏิกิริยาเคมีให้มีสมบัติโปร่งใส	28
2.2.1.8 การผลิตสิ่งทอพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (PET) ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดและความชอบน้ำมันอย่างยิ่งยวดสำหรับการแยกน้ำมันและน้ำ	31
2.2.1.9 การศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่มีลักษณะพิเศษในขั้นตอนเดียวใช้เกี่ยวกับการสร้างผิวเคลือบไม้ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด	32
2.2.2 การสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด	35
2.2.2.1 กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel process)	35
2.2.2.2 ซิลิกา	38
2.2.2.3 การปรับปรุงพื้นผิวของซิลิกาให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ	41
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย</b>	43
3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	43
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	44
3.3 วิธีการทดลอง	45
3.3.1 การปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคซิลิกาให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดโดยวิธีโซล-เจล	45
3.3.1.1 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง	45
3.3.1.2 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเองโดยใช้สาร Coupling agent ต่างชนิดกัน	45

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.1.2.1 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent เป็น OTS CTMS หรือ Oleic acid ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์	46
3.3.1.2.2 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent เป็น Oleic acid หรือ CTMS ในสารละลายคลอโรฟอร์ม	46
3.3.1.2.3 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling-agent เป็น CTMS และ OTS หรือ OTS และ CTMS ตามลำดับ	47
3.3.1.2.4 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ จากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง ด้วยวิธีซิลิกา-โซล โดยใช้สาร Coupling agent เป็น OTS และ CTMS ตามลำดับ	48
3.3.2 การเตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดเคลือบบนพื้นผิวของกระดาษกรอง	49
3.3.3 ตัวแปรที่ได้ทำการปรับเปลี่ยนเพื่อศึกษาผลที่มีต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด	56
3.3.4 การทดสอบความสามารถในการแยกน้ำมันออกจากน้ำ	59
3.4 เทคนิคที่ใช้ในการตรวจสอบสมบัติของวัสดุ	61
3.4.1 การวิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำ ด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs)	61
3.4.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscope; FE-SEM)	62
3.4.3 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM)	63
3.4.4 การวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุล ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด-สเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR)	65

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
<b>บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล</b>	68
4.1 การศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา	68
4.1.1 อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง	68
4.1.2 อนุภาคซิลิกาเกรดการค้า	68
4.2 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำ	70
4.2.1 การศึกษาผลของชนิด coupling agent	70
4.2.2 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคซิลิกา	82
4.2.3 การศึกษาผลของปริมาณ Coupling agent	83
4.2.4 การศึกษาผลของอัตราส่วนของซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำต่อ โพลีสไตรีน	86
4.2.5 การศึกษาผลของพื้นผิวตัวรองรับ	88
4.2.6 การศึกษาผลของประสิทธิภาพในการกรอง	92
<b>บทที่ 5 สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ</b>	95
5.1 สรุปผลงานวิจัย	95
5.2 ข้อเสนอแนะ	96
<b>เอกสารอ้างอิง</b>	97

# สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงการเป็ยกและมุมสัมผัสค่าต่างๆ	6
รูปที่ 2.2 แสดงการไม่เกาะติดของน้ำที่ผิวใบบัวและเกิดการกลิ้งของหยดน้ำ	7
รูปที่ 2.3 แสดงพื้นผิวของใบบัวโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	7
รูปที่ 2.4 แสดงปรากฏการณ์การทำความสะอาดพื้นผิวด้วยตนเองโดยหยดน้ำกลิ้งและนำพาอนุภาคสิ่งสกปรกเกาะติดไปด้วย	8
รูปที่ 2.5 แสดงพื้นผิวของก้อนอิฐ	8
รูปที่ 2.6 แสดงหยดน้ำบนเสื้อผ้านาโนที่ไม่เป็ยกแต่จะกลิ้งไปมาเหมือนน้ำกลิ้งบนใบบอน	9
รูปที่ 2.7 แสดงหยดน้ำกลิ้งชะล้างสิ่งสกปรก	9
รูปที่ 2.8 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงพื้นผิวของซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ	11
รูปที่ 2.9 แสดงผลการวิเคราะห์ค่า WCAs ที่ความเข้มข้นของอัตราส่วนระหว่าง $\text{SiO}_2$ : PS โดยน้ำหนักที่ต่างกัน	12
รูปที่ 2.10 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงพื้นผิวของซิงค์ออกไซด์ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ	13
รูปที่ 2.11 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงพื้นผิวของผ้าสำลีภาพลักษณะพื้นผิวของคอตตอน	13
รูปที่ 2.12 แสดงภาพถ่ายของการวิเคราะห์การวัดมุมสัมผัสของน้ำ	14
รูปที่ 2.13 แสดงเสถียรภาพการใช้งาน Wetting-drying-wetting cycles	14
รูปที่ 2.14 แสดงการวิเคราะห์ทางกายภาพ (TEM)	16
รูปที่ 2.15 แสดงค่ามุมสัมผัส (Contact angle) และค่ามุมของการกลิ้ง (Sliding angle) ที่สภาวะแวดล้อมเป็นเวลา 1 เดือน	17
รูปที่ 2.16 แสดงค่ามุมสัมผัส (Contact angle) ต่ออุณหภูมิที่ใช้ในการอบแห้ง	17
รูปที่ 2.17 แสดงภาพถ่ายพื้นผิว	19
รูปที่ 2.18 แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำที่สัมพันธ์กับปริมาณของ $\text{SiO}_2$ เคลือบด้วย PS และ PVC	19
รูปที่ 2.19 แสดงค่ามุมสัมผัสของ HCl บนพื้นผิวของ $\text{SiO}_2$ : PS	20
รูปที่ 2.20 แสดงค่ามุมสัมผัสของ NaOH บนพื้นผิวของ $\text{SiO}_2$ : PS	20
รูปที่ 2.21 แสดงภาพถ่าย SEM และค่ามุมสัมผัสของน้ำของ PDMS : M - $\text{SiO}_2$ ที่อุณหภูมิต่างกัน	22
รูปที่ 2.22 แสดงลักษณะ โพลีเอสเทอร์ที่มีสมบัติความชอบน้ำและชอบน้ำมัน	24

## สารบัญรูป (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 2.23	แสดงสเปกตรัมของโพลีเอสเทอร์ก่อนเคลือบและสเปกตรัมของโพลีเอสเทอร์หลังเคลือบ	25
รูปที่ 2.24	แสดงผลค่า WSA แสดงการหยดและการกลิ้งของหยดน้ำมัน โพลีเอสเทอร์ และแสดงการทดสอบด้วยการใช้มีดทำรอยขีดข่วนที่พื้นผิว	26
รูปที่ 2.25	แสดงผลค่า WSA และลักษณะหยดน้ำเมื่อเวลาผ่านไป	27
รูปที่ 2.26	แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง MTMS และ PMMA	29
รูปที่ 2.27	แสดงลักษณะหยดน้ำ และค่ามุมสัมผัสของน้ำ เมื่อใช้ MTMS และเมื่อใช้ MTMS กับ PMMA	30
รูปที่ 2.28	แสดงลักษณะพื้นผิวที่ขรุขระของซิลิกาที่มีการเชื่อมโยงกันวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM	30
รูปที่ 2.29	แสดงชุดการกรองแยกน้ำมันและน้ำ	31
รูปที่ 2.30	แสดงการทดสอบการกรอง	32
รูปที่ 2.31	แสดงสัณฐานวิทยาด้วย SEM (a-c) อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่เคลือบบนพื้นผิวของไม้ที่มีกำลังขยายต่างกัน	33
รูปที่ 2.32	แสดงสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM	34
รูปที่ 2.33	แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำมันพื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยั่งยืน หลังจากแช่ในสารละลายต่างชนิดกันเป็นเวลา 12 ชั่วโมง	34
รูปที่ 2.34	แสดงกระบวนการโซล-เจล	37
รูปที่ 2.35	แสดงโครงสร้างแบบทรงสี่หน้า (Tetrahedral) ของซิลิกา	39
รูปที่ 2.36	แสดงสูตรทั่วไปของสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิว (Coupling agent)	41
รูปที่ 2.37	แสดงปฏิกิริยาระหว่างสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิวของซิลิกา	42
รูปที่ 3.1	แสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง	50
รูปที่ 3.2	แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent เป็น OTS CTMS หรือ Oleic acid ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์	51

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.3 แสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเองโดยใช้สาร Coupling agent เป็น Oleic acid หรือ CTMS ในสารละลายคลอโรฟอร์ม	52
รูปที่ 3.4 แสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent 2 ชนิดคือ CTMS และ OTS หรือ OTS และ CTMS	53
รูปที่ 3.5 แสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง ด้วยวิธีซิลิกา-โซล โดยใช้สาร Coupling agent 2 ชนิดคือ OTS และ CTMS	54
รูปที่ 3.6 แสดงขั้นตอนกระบวนการเตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำเคลือบบนพื้นผิวของวัสดุ	55
รูปที่ 3.7 แสดงการทดสอบความสามารถในการแยกน้ำมันออกจากน้ำ	60
รูปที่ 3.8 แสดงมุมสัมผัส (contact angle; $\theta$ )	61
รูปที่ 3.9 แสดงเครื่องทดสอบสมบัติความไม่ชอบน้ำ ด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ	62
รูปที่ 3.10 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูง	63
รูปที่ 3.11 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	64
รูปที่ 3.12 แสดงการสั่นแบบพื้นฐานของหมู่เมทิลีน	66
รูปที่ 3.13 Michelson Interferometer ใน FT-IR สเปกโตรมิเตอร์	67
รูปที่ 4.1 แสดงผลสัญญาณวิทยาจากเทคนิค FE-SEM ของอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง	69
รูปที่ 4.2 แสดงผลสัญญาณวิทยาจากเทคนิค FE-SEM ของอนุภาคซิลิกาเกรดการค้า	69
รูปที่ 4.3 แสดงผลสัญญาณวิทยาจากเทคนิค TEM ของอนุภาคซิลิกาเกรดการค้า	70
รูปที่ 4.4 แสดงผลรูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ ตามสภาวะที่กำหนดในตารางที่ 4.1	72
รูปที่ 4.5 แสดงผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมด้วยเครื่อง FT-IR	73
รูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัญญาณวิทยา ด้วยเทคนิค TEM ของอนุภาคซิลิกาเกรดการค้าที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ	80

## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.7 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิค FE-SEM ของอนุภาคซิลิกาเกรดการค้าที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ	81
รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ	81
รูปที่ 4.9 แสดงผลรูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ	83
รูปที่ 4.10 แสดงผลรูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ ตามสภาวะที่กำหนดที่กำหนดในตารางที่ 4.3	85
รูปที่ 4.11 แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่ใช้ปริมาณของ Coupling agent ที่แตกต่างกัน	86
รูปที่ 4.12 แสดงผลรูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	87
รูปที่ 4.13 แสดงชั้นฟิล์มบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	87
รูปที่ 4.14 แสดงพื้นผิวของวัสดุตัวรองรับชนิดต่าง ๆ ก่อนเคลือบ และหลังเคลือบ	88
รูปที่ 4.15 แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวตัวรองรับชนิดต่าง ๆ	92
รูปที่ 4.16 แสดงการตรวจสอบว่ามีน้ำปนอยู่ในเฮกเซนหลังจากการกรองแยกหรือไม่ โดยการเติม แอนไฮดริส คอปเปอร์(II) ซัลเฟต	94

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 แสดงอัตราส่วนของ SiO <sub>2</sub> PS และ เมอร์แคปโทโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน	18
ตารางที่ 2.2 แสดงอัตราส่วนของ SiO <sub>2</sub> PVC และ เมอร์แคปโทโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน	18
ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนของ Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	49
ตารางที่ 3.2 แสดงชนิดของ Coupling agent และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์	56
ตารางที่ 3.3 แสดงขนาดอนุภาคซิลิกา และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์	57
ตารางที่ 3.4 แสดงปริมาณ Coupling agent ที่แตกต่างกัน และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์	57
ตารางที่ 3.5 แสดงการเปรียบเทียบอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน ที่แตกต่างกัน และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์	58
ตารางที่ 3.6 แสดงชนิดของวัสดุที่เป็นพื้นผิว และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์	58
ตารางที่ 4.1 แสดงผลค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาค ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้ Coupling agent ต่างชนิดกัน	71
ตารางที่ 4.2 แสดงผลค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกา ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ	82
ตารางที่ 4.3 แสดงผลค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกา ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้ปริมาณของ Coupling agent ที่แตกต่างกัน	84
ตารางที่ 4.4 แสดงผลค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกา ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้อัตราส่วนระหว่าง Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีนที่แตกต่างกัน	86
ตารางที่ 4.5 แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำของพื้นผิวดั้วรองรับก่อนเคลือบ และหลังเคลือบ	91
ตารางที่ 4.6 แสดงผลของการกรองเมื่อทำการปรับเปลี่ยนวัสดุตัวกรองที่มีลักษณะพื้น ผิวแตกต่างกัน	93

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ปัจจุบันปัญหามลพิษทางน้ำมีสาเหตุสำคัญมาจากสิ่งเจือปนที่อยู่ในน้ำ ทั้งในรูปของแข็งแขวนลอยและในรูปสารละลาย โดยสิ่งเจือปนที่อยู่ในน้ำจะมีลักษณะที่แตกต่างกันออกไปตามแหล่งกำเนิดมลพิษ ได้แก่ โรงงานอุตสาหกรรม การเกษตร อาคารบ้านเรือนและชุมชน น้ำทิ้งจากอาคารบ้านเรือนและชุมชนจะปล่อยลงสู่รางระบายน้ำสาธารณะ ซึ่งน้ำทิ้งเหล่านี้มักจะมีคราบไขมันที่มาจากการทำอาหารปนเปื้อนในน้ำ ด้วยเหตุนี้โครงการพิเศษนี้จึงให้ความสนใจที่จะศึกษาและพัฒนาวัสดุตัวกรองที่สามารถแยกน้ำมันออกจากน้ำได้ เพื่อให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในภาคครัวเรือนและอุตสาหกรรมต่อไป โดยได้ทำการศึกษาการเคลือบซิลิกาที่ปรับปรุงพื้นผิวของวัสดุตัวกรองเพื่อปรับปรุงให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Superhydrophobicity) และมีความชอบน้ำมัน (Oleophilicity) ซึ่งจะทำให้วัสดุตัวกรองนี้สามารถนำไปใช้ในการแยกน้ำมันออกจากน้ำได้ โดยวิธีการเตรียมพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำนิยมใช้สารปรับปรุงพื้นผิว (Coupling agent) ที่เป็นสารประกอบจำพวกซิลิโคน (Silane) ซึ่งจะมีส่วนหางที่หันออกด้านนอกเป็นสายโซ่ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีสมบัติความไม่มีขั้ว จึงสามารถเพิ่มความไม่ชอบน้ำของพื้นผิววัสดุได้ นอกจากนั้นความไม่ชอบน้ำยังสัมพันธ์กับความขรุขระบนพื้นผิวของวัสดุด้วย โดยหากพื้นผิวขรุขระจะทำให้ค่ามุมสัมผัสของน้ำมีค่ามาก ซึ่งจะแสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่เพิ่มขึ้น โดยพบว่าส่วนมากจะใช้ซิลิกาเป็นวัสดุที่ใช้ในการเพิ่มความขรุขระให้กับพื้นผิว เนื่องจากซิลิกาสามารถทำปฏิกิริยาได้ดีที่สุดกับสาร Coupling agent ประเภทซิลิโคน ดังนั้นโครงการพิเศษนี้จึงได้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำ โดยการเคลือบชั้นฟิล์มบางของซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำลงบนพื้นผิวของวัสดุตัวกรอง เพื่อให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้สำหรับการกรองแยกน้ำมันออกจากน้ำได้

โดยโครงการพิเศษนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำ โดยใช้นุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเองจากเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethylorthosilicate; TEOS) และใช้นุภาคซิลิกาเกรดการค้าขนาด 12 – 18 นาโนเมตรแล้วทำการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยสาร Coupling agent ที่ต่างชนิดกันคือออกตะเดซิลไตรคลอโรซิลิโคน (Octadecyltrichlorosilane; OTS) กรดโอเลอิก (Oleic acid) และ คลอโรไตรเมทิลซิลิโคน (Chlorotrimethylsilane; CTMS) ซึ่งมีหางเป็น

สายโซ่ไฮโดรคาร์บอนที่ยาวและไม่มีขั้ว จากนั้นนำไปผสมกับโพลีสไตรีน (Polystyrene; PS) แล้วเคลือบลงไปบนพื้นผิวของกระจกและวัสดุตัวกรองชนิดต่างๆ

## 1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

- 1.2.1 เพื่อศึกษาและทำการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ
- 1.2.2 เพื่อศึกษาและทำการเคลือบฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำลงบนพื้นผิวของวัสดุ
- 1.2.3 เพื่อศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำ ซึ่งประกอบด้วยชนิดของ Coupling agent ขนาดอนุภาคของซิลิกา ปริมาณ Coupling agent อัตราส่วน โดยน้ำหนักของ  $\text{SiO}_2$  ต่อ PS ที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบาง และชนิดของวัสดุที่ใช้เป็นพื้นผิวดำกรอง
- 1.2.4 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการกรองของวัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

## 1.3 ขอบเขตของโครงการ

- 1.3.1 ทำการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ
- 1.3.2 ทำการเตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ โดยการเคลือบบนพื้นผิวของวัสดุ
- 1.3.3 ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำ ซึ่งประกอบด้วยชนิดของ Coupling agent ขนาดอนุภาคของซิลิกา ปริมาณ Coupling agent อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $\text{SiO}_2$  ต่อ PS ที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบาง และชนิดของวัสดุที่ใช้เป็นพื้นผิวดำกรอง
- 1.3.4 ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการกรองของวัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

## 1.4 ขั้นตอนของการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

- 1.4.1 ศึกษาค้นหาข้อมูลและทบทวนเอกสารทางวิชาการที่เกี่ยวข้อง
- 1.4.2 จัดเตรียมวัสดุ อุปกรณ์และสารเคมี
- 1.4.3 สังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ
- 1.4.4 เตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำเคลือบบนพื้นผิวของวัสดุ
- 1.4.5 ตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำ ด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs)

- 1.4.6 ตรวจสอบสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)
- 1.4.6 ตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope; TEM)
- 1.4.7 ตรวจสอบและวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุล ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR)
- 1.4.8 ทดสอบความสามารถการกรองของวัสดุตัวกรองที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดในการแยกน้ำมันออกจากน้ำ โดยโครงการพิเศษนี้ได้ใช้เฮกเซนในการทดสอบ

## 1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.5.1 สามารถเข้าใจถึงหลักการและวิธีการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาด้วยวิธีโซล-เจล
- 1.5.2 สามารถสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ
- 1.5.3 สามารถเข้าใจถึงหลักการและการเตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ เคลือบบนพื้นผิวของวัสดุ
- 1.5.4 สามารถนำวัสดุตัวกรองที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำไปประยุกต์ใช้ในการแยกน้ำมันออกจากน้ำ

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและหลักการ

#### 2.1 สมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Superhydrophobic property)

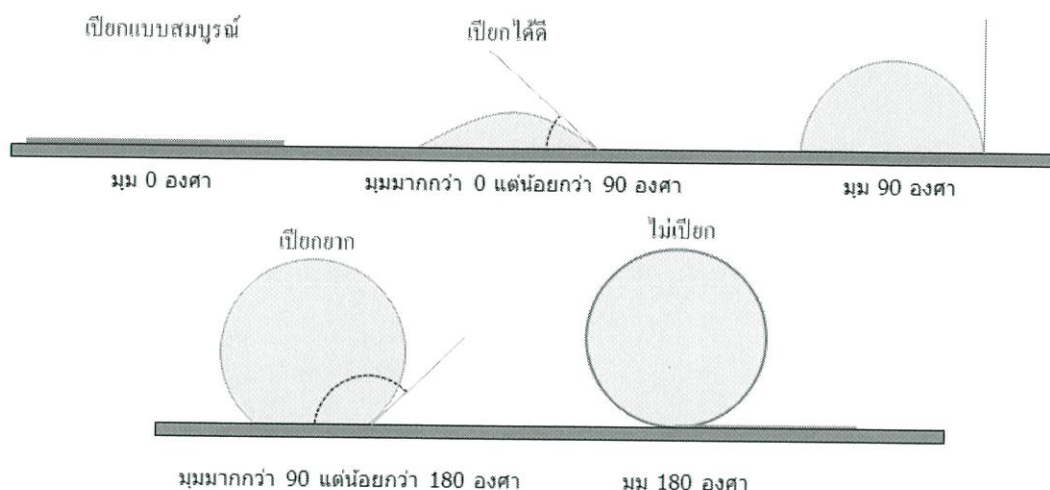
สมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Superhydrophobic property) คือสมบัติของพื้นผิวที่มีลักษณะไม่ดูดน้ำ ไม่มีความเปียก และมีค่ามุมสัมผัสระหว่างพื้นผิวมากกว่า 150 องศาขึ้นไป สมบัติความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic property) คือสมบัติของพื้นผิวที่มีลักษณะไม่ดูดน้ำหรือดูดน้ำเล็กน้อย เปียกยาก และมีค่ามุมสัมผัสตั้งแต่ 90 องศาถึง 150 องศา สมบัติความชอบน้ำ (Hydrophilic property) คือสมบัติของพื้นผิวที่มีลักษณะดูดน้ำ เปียกได้ดี และมีค่ามุมสัมผัสน้อยกว่า 30 องศา และสมบัติความชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Superhydrophilic property) คือสมบัติของพื้นผิวที่มีลักษณะดูดน้ำได้ดี เปียกอย่างสมบูรณ์ และมีค่ามุมสัมผัสน้อยกว่า 10 องศา [1] เนื่องจากน้ำเป็นสารประกอบมีขั้ว ดังนั้นจึงสามารถจำแนกสมบัติความชอบน้ำและสมบัติความไม่ชอบน้ำได้จากค่ามุมสัมผัสและสมบัติความมีขั้วหรือไม่มีขั้วของสาร เมื่อนำสารประกอบที่มีสมบัติมีขั้วไปเคลือบพื้นผิวของวัสดุก็จะทำให้พื้นผิวของวัสดุนั้นมีสมบัติชอบน้ำด้วย แต่ถ้านำสารประกอบที่มีสมบัติไม่มีขั้วไปเคลือบพื้นผิวของวัสดุก็จะทำให้พื้นผิวของวัสดุนั้นมีสมบัติไม่ชอบน้ำเช่นกัน

##### 2.1.1 ความเปียก (Wetting) และการวัดค่ามุมสัมผัส (Contact angle measurement)

ความเปียกหรือสภาวะเปียก คือความสามารถของของเหลวในการรักษาผิวสัมผัสกับพื้นผิวของแข็ง ซึ่งเกิดจากการปฏิสัมพันธ์ระหว่างโมเลกุลของของเหลวและของแข็ง โดยระดับของความเปียกจะขึ้นกับความสมดุลระหว่างแรงโคฮีชัน (Cohesion force) และแรงแอดฮีชัน (Adhesion force) [2] โดยแรงโคฮีชัน คือแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลชนิดเดียวกัน และแรงแอดฮีชัน คือแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลที่ต่างชนิดกัน [3] ซึ่งแรงโคฮีชันภายในของเหลวเองจะทำให้ของเหลวเกาะกันเป็นทรงกลมและไม่สัมผัสกับพื้นผิวของของแข็ง ส่วนแรงแอดฮีชันระหว่างของเหลวกับของแข็ง จะทำให้ของเหลวกระจายตัวไปทั่วพื้นผิว ดังนั้นจะเกิดความเปียกเมื่อแรงแอดฮีชันมากกว่าแรงโคฮีชัน และจะเกิดความไม่เปียกเมื่อแรงโคฮีชันมากกว่าแรงแอดฮีชัน

การวัดค่ามุมสัมผัสเป็นการพิจารณาความเปียกของของเหลวบนพื้นผิวของแข็ง ซึ่งสามารถวัดเป็นปริมาณที่เรียกว่า มุมสัมผัส (Contact angle) ที่เป็นมุมระหว่างหยดของของเหลวเทียบกับพื้นผิวของของแข็ง ณ จุดที่ผิวทั้งสองสัมผัสกัน โดยได้แบ่งลักษณะค่ามุมสัมผัสของความเปียกของของเหลวบนพื้นผิวของแข็ง[4] ได้ดังนี้

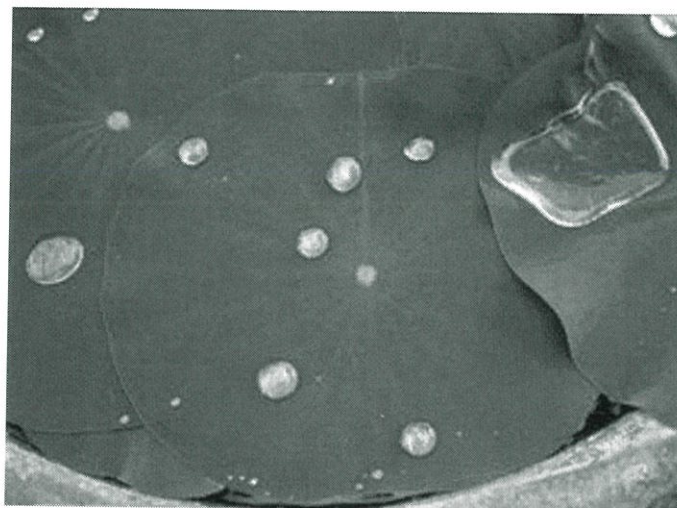
1. มุมสัมผัสมีค่าเท่ากับ 0 องศา คือเกิดความเปียกอย่างสมบูรณ์ ซึ่งเกิดขึ้นในกรณีที่แรงแอดฮีชันมีค่ามากกว่าแรงโคฮีชันมาก ๆ ดังนั้นเมื่อของเหลวถูกหยดลงบนพื้นผิวของของแข็ง ของเหลวจะเกิดการกระจายตัวไปตามพื้นผิวของของแข็งจนกลายเป็นชั้นของของเหลวบางคลุมพื้นผิวของของแข็งเป็นบริเวณกว้างที่สุด
2. มุมสัมผัสมีค่าระหว่าง 0 ถึง 90 องศา คือเกิดการเปียกได้ดี ซึ่งเกิดขึ้นในกรณีที่แรงแอดฮีชันมีค่ามากกว่าแรงโคฮีชัน ดังนั้นเมื่อของเหลวถูกหยดลงบนพื้นผิวของแข็ง ของเหลวจะเกิดการกระจายตัวไปตามพื้นผิวของของแข็งได้เป็นบริเวณกว้าง แต่ก็ยังคงเกาะกันเป็นหยดนูนขึ้นเล็กน้อยจากพื้นผิวของของแข็ง
3. มุมสัมผัสมีค่าระหว่าง 90 แต่ไม่ถึง 180 องศา คือเกิดการเปียกยาก ซึ่งเกิดขึ้นในกรณีที่แรงโคฮีชันมีค่ามากกว่าแรงแอดฮีชัน ดังนั้นเมื่อของเหลวถูกหยดลงบนพื้นผิวของแข็ง ของเหลวจะไม่เกิดการกระจายตัว แต่จะรวมกันเป็นหยดรูปทรงค่อนข้างกลม จะมีบริเวณเล็ก ๆ ที่ฐานของหยดที่ของเหลวยังคงแตะกับพื้นผิวของของแข็ง
4. มุมสัมผัสมีค่าเท่ากับ 180 องศา คือพื้นผิวไม่เปียก ซึ่งเกิดขึ้นในกรณีที่แรงโคฮีชันมีค่ามากกว่าแรงแอดฮีชันมาก ๆ ดังนั้นเมื่อของเหลวถูกหยดลงบนพื้นผิวของแข็ง ของเหลวจะรวมกันเป็นหยดทรงกลม บริเวณที่ของเหลวแตะกับพื้นผิวของแข็งจะอยู่ที่ฐานของทรงกลม ซึ่งเล็กมากจนแทบจะเป็นจุด เมื่อเป็นแบบนี้ ของเหลวสามารถลื่นไปมาบนพื้นผิวได้อย่างอิสระเหมือนลูกบอลกลิ้งบนพื้นเรียบ ดังแสดงรูปที่ 2.1 ซึ่งแสดงการเปียกและมุมสัมผัสค่าต่าง ๆ



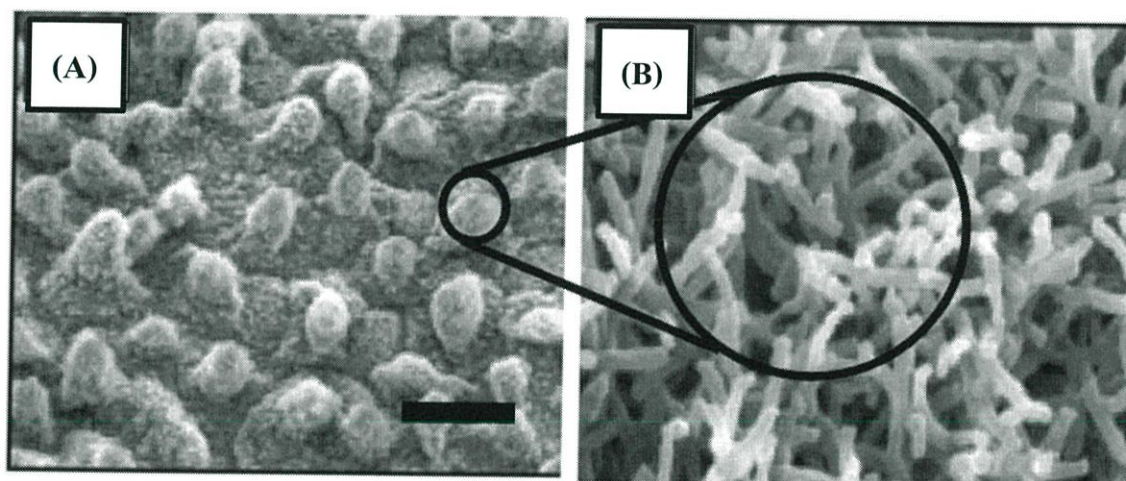
รูปที่ 2.1 แสดงการเปียกและมุมสัมผัสค่าต่างๆ [5]

### 2.1.2 ปรากฏการณ์น้ำกลิ้งบนใบบัว (Lotus effect)

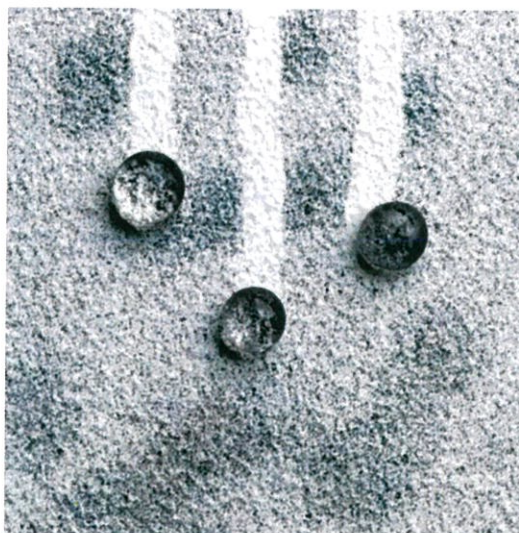
นักพฤกษศาสตร์ได้มีการศึกษาโครงสร้างใบพืชหลากหลายชนิดที่มีลักษณะพื้นผิวที่ลื่นมันเหมือนขี้ผึ้ง (Wax) โดยเฉพาะใบบัว ทำให้เกิดการไม่เกาะติดของน้ำที่ผิวใบและเกิดการกลิ้งของหยดน้ำไปตามใบ ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ซึ่งเรียกปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นว่า น้ำกลิ้งบนใบบัว (Lotus effect) จากนั้นได้ทำการศึกษาพื้นผิวของใบบัวโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) พบว่าที่พื้นผิวของใบบัวประกอบไปด้วยแท่งเล็กๆ (Micropapillar) ที่มีความขรุขระเป็นจำนวนมาก[6] โดยแท่งเล็กๆ เหล่านี้ประกอบไปด้วยโครงสร้างที่แตกกิ่งก้านแบบละเอียดระดับนาโนเมตร ซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 125 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ทำให้พื้นผิวมีลักษณะที่สังเกตด้วยตาเปล่าเป็นมันวาวเหมือนขี้ผึ้ง ซึ่งพื้นผิวของใบบัวนี้มีมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angle) มีค่ามากกว่า 150 องศา ซึ่งทำให้เกิดลักษณะที่เรียกว่าความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด และเนื่องจากน้ำสามารถกลิ้งบนใบบัวได้ ในระหว่างที่น้ำกลิ้งนี้ น้ำแต่ละหยดจะชำระล้างคราบสิ่งสกปรกออกไปด้วย เราเรียกพื้นผิวลักษณะนี้ว่า พื้นผิวที่ทำความสะอาดได้ด้วยตัวเอง (Self-cleaning surface) ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ต่อมาจึงมีความพยายามในการสังเคราะห์พื้นผิวเพื่อให้เกิดปรากฏการณ์น้ำกลิ้งบนใบบัวได้ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานที่หลากหลาย เช่น การประยุกต์ใช้ในการทำผลิตภัณฑ์ฉลาด (Smart materials) ที่พื้นผิวสามารถทำความสะอาดตัวเองได้ ปัจจุบันผลิตภัณฑ์ที่พื้นผิวสามารถทำความสะอาดตัวเองได้เป็นตัวเลือกที่ดีสำหรับการทำความสะอาดที่มียากและค่าใช้จ่ายสูง เช่น ตึกสูง ป้ายบอกทางตามถนน ผนังอาคาร หรือใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอ เช่น เครื่องนุ่งห่มเบากระดุม เป็นต้น



รูปที่ 2.2 แสดงการไม่เกาะติดของน้ำที่ผิวใบบัวและเกิดการกลิ้งของหยดน้ำ [7]



รูปที่ 2.3 แสดงพื้นผิวของใบบัวโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ขีดบาร์ในรูป (A) แสดงขนาด 20 ไมโครเมตรกำลังขยายต่ำ (B) ภาพถ่าย SEM กำลังขยายสูงบริเวณปุ่ม [8]



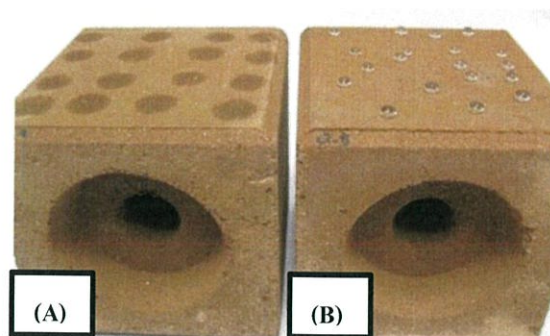
รูปที่ 2.4 แสดงปรากฏการณ์การทำความสะอาดพื้นผิวด้วยตนเองโดยหยดน้ำกลิ้งและนำพาอนุภาคสิ่งสกปรกเกาะติดไปด้วย [9]

### 2.1.3 การนำวัสดุที่มีผิวไม่ชอบน้ำไปประยุกต์ใช้งาน

วัสดุที่มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านต่างๆ ดังนี้

- อิฐกันตะไคร่น้ำ

อิฐกันตะไคร่น้ำเป็นตัวอย่างนวัตกรรมหนึ่งของการเลียนแบบพื้นผิวที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งวด โดยการสังเคราะห์น้ำยาเคลือบเคมีที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งวดแล้วนำไปเคลือบบนพื้นผิวของก้อนอิฐ ดังแสดงในรูปที่ 2.5 ซึ่งน้ำยาเคลือบที่สังเคราะห์มีองค์ประกอบหลัก 2 ส่วนคือ ส่วนของสารประเภทซิลอกเซน (Siloxane) และส่วนของอนุภาคนาโนของสารบางชนิด เช่น ซิงค์ออกไซด์ หรือซิลิกา อิฐที่ผ่านการเคลือบด้วยน้ำยาจะทำให้มีอายุการใช้งานที่ยาวนานขึ้น สามารถป้องกันตะไคร่น้ำและสิ่งสกปรกได้ด้วยตนเอง [10]



รูปที่ 2.5 แสดงพื้นผิวของก้อนอิฐ (A) พื้นผิวไม่ได้เคลือบน้ำยาเคมี (B) ที่พื้นผิวเคลือบน้ำยาเคมี [11]

- เสื้อผ้านาโนประเภทกันน้ำ

เสื้อผ้านาโน ประเภทกันน้ำเป็นการประยุกต์พื้นผิวของเสื้อผ้าให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด โดยการเคลือบสารที่เรียกว่า เทฟลอน ซึ่งมีสมบัติไม่ชอบน้ำให้มีโครงสร้างตาข่ายพรุนขนาดนาโนเมตรลงไปบนพื้นผิวของเสื้อผ้า ทำให้เมื่อหยดน้ำซึ่งมีขนาดใหญ่ไม่สามารถเคลื่อนที่ผ่านรูพรุนของเทฟลอนได้ น้ำจึงไม่ทำให้ผ้านาโนเปียก แต่จะกลิ้งไปมาเหมือนน้ำกลิ้งบนใบบอนดังแสดงในรูปที่ 2.6 [12]



รูปที่ 2.6 แสดงหยดน้ำบนเสื้อผ้านาโนที่ไม่เปียกแต่จะกลิ้งไปมาเหมือนน้ำกลิ้งบนใบบอน [13]

- กระจกทำความสะอาดตัวเองได้

กระจกทำความสะอาดตัวเองได้เป็นการประยุกต์พื้นผิวของกระจกให้เป็นพื้นผิวที่ทำความสะอาดได้ด้วยตัวเอง (Self-cleaning surface) โดยการเคลือบฟิล์มบางของซิลิกาที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติให้มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Modified silica) ไว้บริเวณที่ผิวหน้าของกระจกและทำให้ผิวของกระจกนั้นมีสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดด้วย ดังนั้นเมื่อน้ำตกลงมาที่ผิวของกระจกก็จะรวมกันเป็นหยดและทำหน้าที่กลิ้งชะล้างสกปรกที่ติดบนผิวกระจกให้กลิ้งออกไปพร้อมกับหยดน้ำได้ [4] ดังแสดงในรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 แสดงหยดน้ำกลิ้งชะล้างสิ่งสกปรก [14]

- กระดาษนาโนกันน้ำ

กระดาษนาโนกันน้ำเป็นการประยุกต์พื้นผิวของกระดาษ โดยการนำอนุภาคนาโนของสารจำพวกพอลิเมอร์ เคลือบบนพื้นผิวของกระดาษ และนำไปอบให้ความร้อนในอุณหภูมิที่เหมาะสมจะได้เป็นกระดาษที่มีพื้นผิวสมบัติคล้ายกับใบบัว เมื่อนำไปผลิตสินค้าจะช่วยเพิ่มมูลค่าของสินค้าได้ [15]

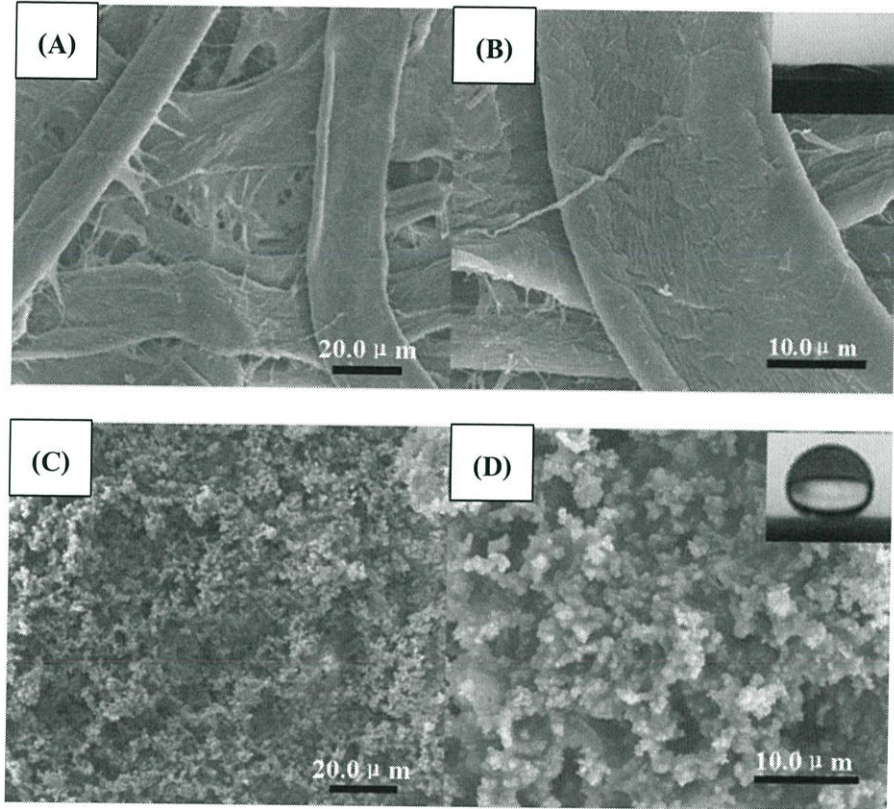
## 2.2 การสังเคราะห์วัสดุที่มีพื้นผิวไม่ชอบน้ำอย่างยั่งยืน

### 2.2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.2.1.1 การปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำและการเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนกระดาษกรอง

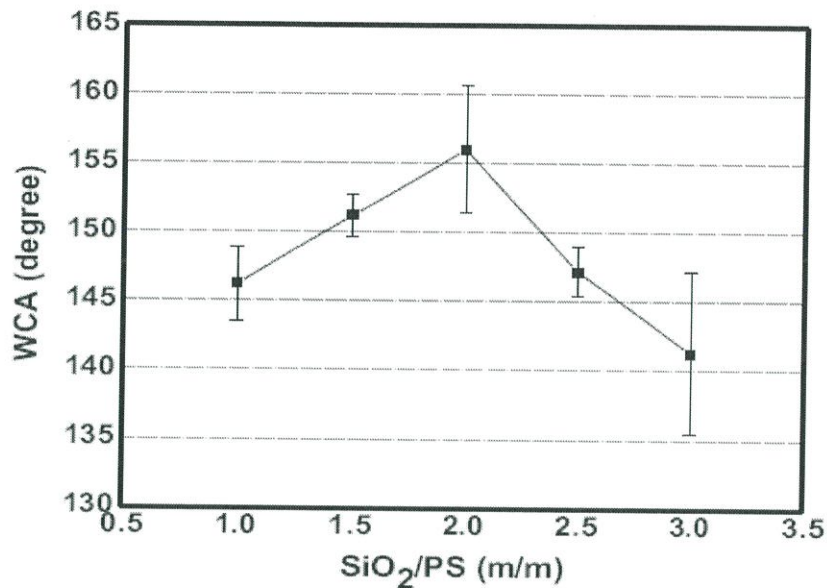
งานวิจัยของ Ming Zhang และคณะ [16] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำและการเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนกระดาษกรอง ด้วยวิธีโซล-เจล โดยใช้สารตั้งต้นเป็นเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) และเอทานอลบริสุทธิ์ (Absolute ethanol) โดยการปั่นกวนสารผสมทั้งหมดด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง จากนั้นทำการเติม OTS ซึ่งเป็นสาร Coupling agent ปริมาณ 0.3 มิลลิลิตรลงในสารละลาย แล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กอีก 12 ชั่วโมง แล้วทำให้ซิลิกาตกตะกอนด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงในเอทานอลบริสุทธิ์ ซ้ำ 3 ครั้ง ทำให้แห้งโดยอบสูญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้ซิลิกาปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ

การเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนกระดาษกรอง โดยใช้โพลีสไตรีน (PS) ปริมาณ 0.1 กรัม ละลายในเตตระไฮโดรฟูแรน (THF) ปริมาณ 5 มิลลิลิตรและใส่ซิลิกาที่ปรับปรุงพื้นผิว (Modified silica) ปริมาณ 0.1 กรัม ทำให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในสารละลาย THF และเคลือบสารละลายบนกระดาษกรองด้วยการหยดให้ทั่วกระดาษกรอง และทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยพบว่าพื้นผิวของกระดาษกรองที่ถูกเคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ มีความขรุขระมากกว่าพื้นผิวของกระดาษกรองที่ยังไม่ได้เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติที่ไม่ชอบน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงพื้นผิวของซิติกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำภาพลักษณะพื้นผิวของกระดาษกรอง (A) กำลังขยายต่ำ (B) กำลังขยายสูงภาพลักษณะพื้นผิวของกระดาษกรองที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (C) กำลังขยายต่ำ (A) กำลังขยายสูงโดยภาพ (B) และ (D) แสดงการหยดน้ำบนพื้นผิวที่มุมบนขวาของภาพ [16]

จากนั้นนำไปตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำ ด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำที่ความเข้มข้นของอัตราส่วนระหว่าง  $\text{SiO}_2$ :PS ที่ต่างกัน โดยพบว่าความไม่ชอบน้ำจะขึ้นกับอัตราส่วนโดยน้ำหนักของ  $\text{SiO}_2$ :PS เมื่ออัตราส่วนของ  $\text{SiO}_2$ :PS เพิ่มขึ้นค่ามุมสัมผัสของน้ำเพิ่มขึ้น โดยมีค่าสูงสุดคือ 156 องศา ที่อัตราส่วน 2:1 และเมื่ออัตราส่วนของ  $\text{SiO}_2$ :PS เพิ่มขึ้นอีกทำให้ค่ามุมสัมผัสของน้ำลดลง ดังแสดงในรูปที่ 2.9



**รูปที่ 2.9** แสดงผลการวิเคราะห์ค่า WCAs ที่ความเข้มข้นของอัตราส่วนระหว่าง SiO<sub>2</sub>:PS โดยน้ำหนักที่ต่างกัน [16]

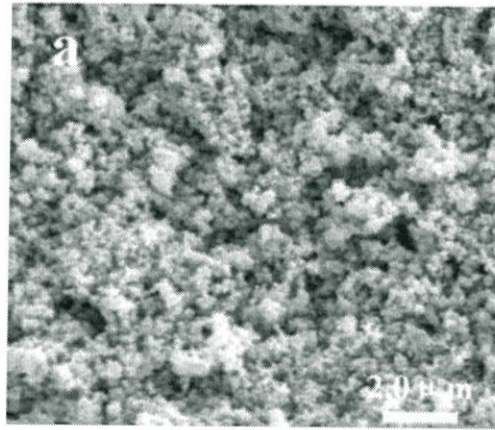
#### 2.2.1.2 การปรับปรุงซิงค์ออกไซด์ให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำและการเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนผ้าสำลี

งานวิจัยของ Ming Zhang และคณะ [17] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิและความดันสูง (Hydrothermal) และการเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนผ้าสำลี (Cotton) โดยใช้สารตั้งต้นเป็นโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 0.04 โมลาร์ และซิงค์ไนเตรต ((Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O)) 0.004 โมลาร์ เติมน้ำกลั่นปริมาณ 120 มิลลิลิตร นำไปปั่นกวนที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทำให้บริสุทธิ์ด้วยน้ำและเอทานอล แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้ซิงค์ออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร

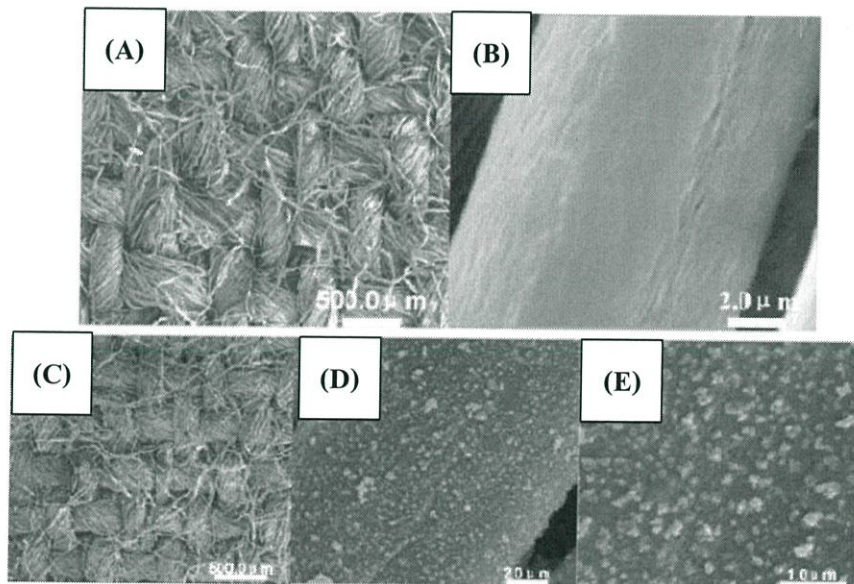
จากนั้นทำการปรับปรุงสมบัติของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธี Hydrothermal โดยนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ไปทำให้กระจายตัวในเอทานอลปริมาณ 10 มิลลิลิตร กับกรดสเดอริก 0.06 กรัม ที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และล้างด้วยเอทานอลบริสุทธิ์ และทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนผ้าสำลี โดยใช้โพลีสไตรีน (PS) ปริมาณ 0.1 กรัม ละลายใน THF ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ใส่ซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ปริมาณ 0.1 กรัมทำให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิคในสารละลาย THF และเคลือบสารละลายบนผ้าสำลีด้วยการหยดให้ทั่ว แล้วอบ

ให้แห้งที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที นำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM โดยพบว่าพื้นผิวของซิงค์ออกไซด์ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำมีความขรุขระมาก ดังแสดงในรูปที่ 2.10 และลักษณะพื้นผิวของผ้าสำลีที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด มีความขรุขระมากกว่าพื้นผิวของผ้าสำลีที่ยังไม่ได้ปรับปรุงพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 2.11

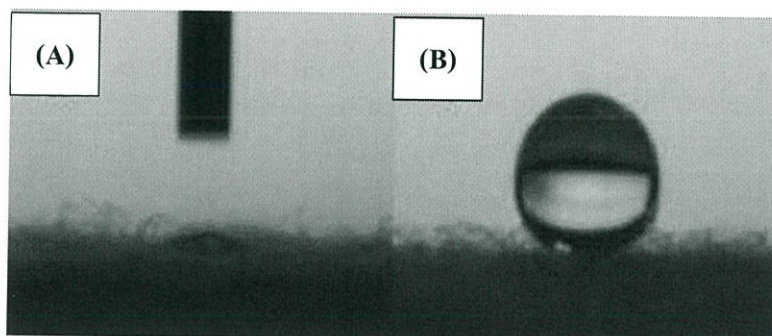


รูปที่ 2.10 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงพื้นผิวของซิงค์ออกไซด์ที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ [17]



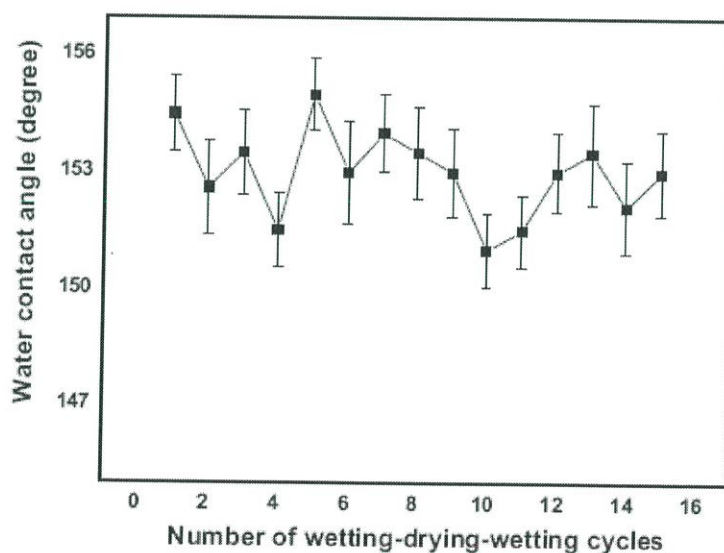
รูปที่ 2.11 แสดงภาพถ่าย SEM แสดงพื้นผิวของผ้าสำลีภาพลักษณะพื้นผิวของคอตตอน (A) กำล้างขยายต่ำ (B) กำล้างขยายสูง ภาพลักษณะพื้นผิวของคอตตอนที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (C) กำล้างขยายต่ำ (D) กำล้างขยายปานกลางและ (E) กำล้างขยายสูง [17]

จากนั้นนำไปตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำ ด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ โดยพบว่าค่ามุมสัมผัสของน้ำอยู่ในช่วง 153-155 องศา ดังแสดงในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 แสดงภาพถ่ายของการวิเคราะห์การวัดมุมสัมผัสของน้ำ (A) พื้นผิวของผ้าสำลี และ (B) พื้นผิวของผ้าสำลีที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ [17]

สำหรับการศึกษาเสถียรภาพการใช้งานทำโดยการวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำหลังจากการนำไปใช้กรองแยกน้ำมันหรือเฮกเซนกับน้ำก่อน รอให้ผ้าสำลีแห้งแล้วนำไปวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ (Wetting-drying-wetting cycles) แล้วทำซ้ำ 15 ครั้ง พบว่าค่ามุมสัมผัสของน้ำมีการเปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อยหลังจากนำไปใช้งานโดยมีค่าอยู่ระหว่าง 155-151 องศา ดังแสดงในรูปที่ 2.13



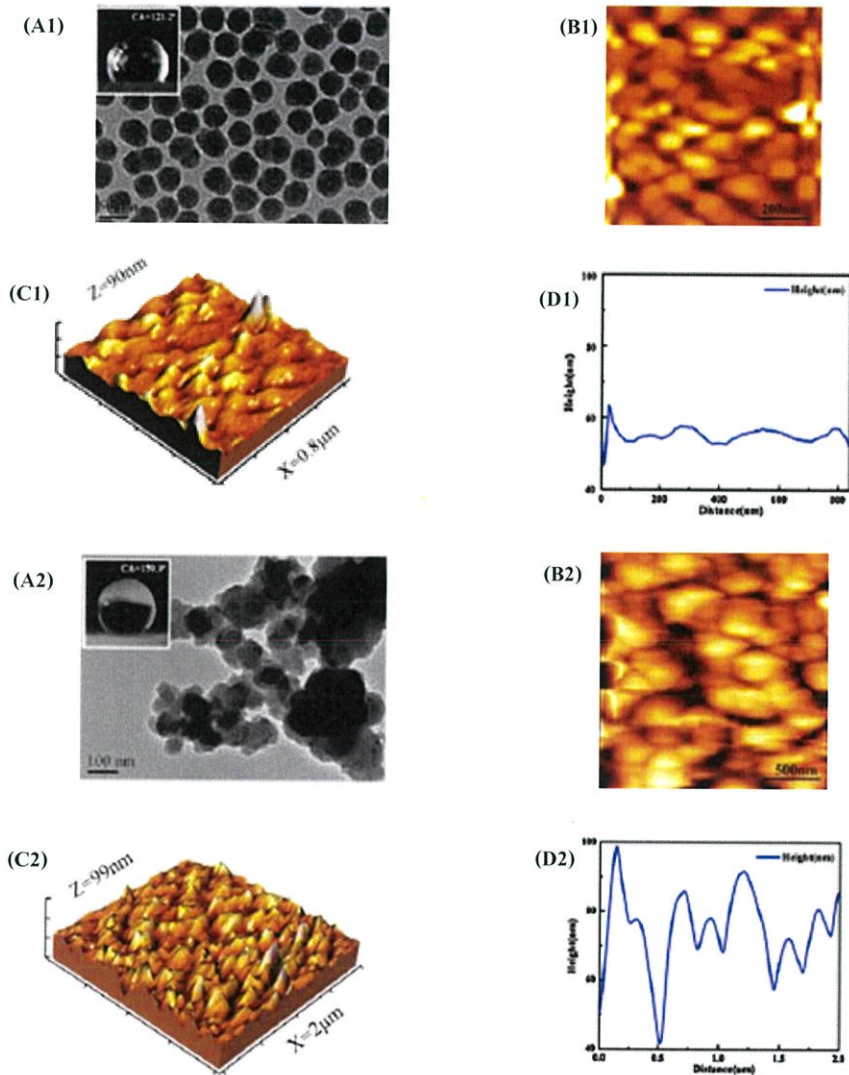
รูปที่ 2.13 แสดงเสถียรภาพการใช้งาน Wetting-drying-wetting cycles [17]

2.2.1.3 การศึกษาสารเคลือบระดับนาโนของสารอินทรีย์-อนินทรีย์ที่มีสมบัติโปร่งใสและไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด จากการรวมตัวของอนุภาคซิลิกาในระดับนาโนเมตร

งานวิจัยของ Jinbin Lin และคณะ [18] ได้ทำการศึกษาสารเคลือบระดับนาโนของสารอินทรีย์-อนินทรีย์ที่มีสมบัติโปร่งใสและไม่ชอบน้ำสูง จากการรวมตัวของอนุภาคซิลิกาในระดับนาโนเมตร โดยใช้วิธีโซล-เจลแบบจุ่มเคลือบ (Sol-gel dip-coating) ซึ่งเตรียมจากผสม TEOS,  $\text{NH}_4\text{OH}$  และเอทานอลบริสุทธิ์ ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วทำการปั่นกวนอีก 3-4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อกำจัดแอมโมเนียม จะได้ซิลิกาโซล (Silicasol) ที่เสถียร แล้วเติมไตรอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน (3-Aminopropyltriethoxysilane; APTEOS) ความเข้มข้นแตกต่างกัน คือร้อยละ 0.1 0.3 0.5 0.7 และ 1.0 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ได้สารละลายผสมและปรับ pH เท่ากับ 3 ด้วยกรดอีเทนไดอิก (Ethanedioic acid) แล้วปั่นกวนต่อที่อุณหภูมิ 20-60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15-60 นาที ทำให้เย็นตัวอย่างรวดเร็ว เกิดเป็น โซลของ APTEOS (AP-sol)

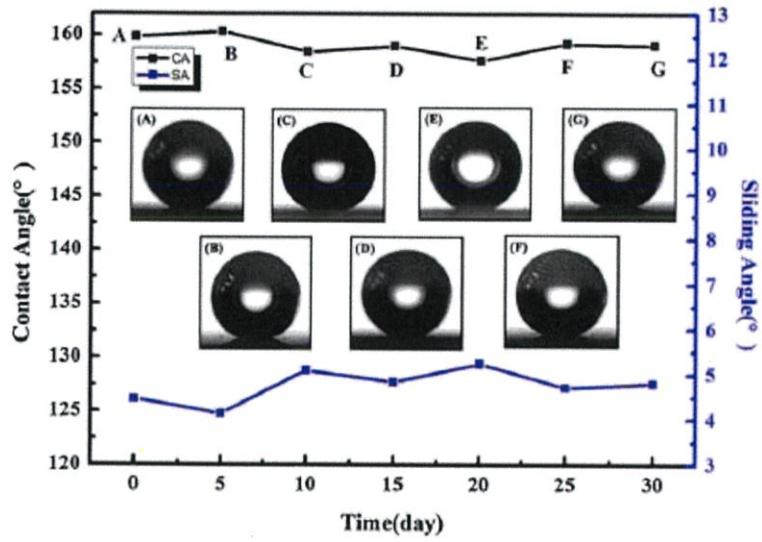
นำกระจกใสที่ทำความสะอาดด้วยกรดซัลฟิวริกในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ( $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$ ) จุ่มใน AP-sol เป็นเวลา 5 นาที แล้วนำออกด้วยความเร็ว 4 เซนติเมตร/นาที นำไปทำการอบอ่อน (Annealing) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นเตรียมสารละลายเซดทิลไตรเมทอกซีไซเลน (Cetyltrimethoxysilane; CTMS) ร้อยละ 0.02 โดยปริมาตรและน้ำ 3 เท่าในเอทานอลบริสุทธิ์ แล้วนำกระจกเคลือบที่เตรียมไว้จุ่มลงในสารละลาย ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมงและอบแห้งที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน

นำมาวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscope; AFM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope; TEM) โดยพบว่า Silica sol nanocoating มีลักษณะพื้นผิวที่ขรุขระแต่น้อยกว่าพื้นผิวของ AP-sol ดังแสดงในรูปที่ 2.14

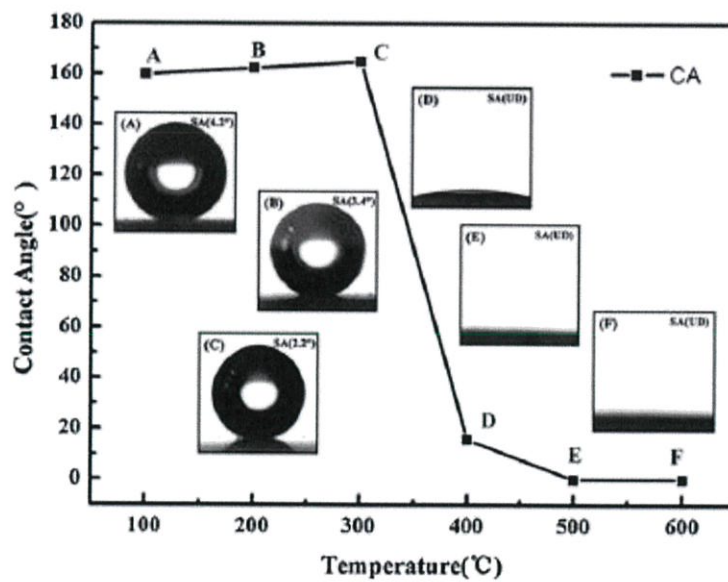


รูปที่ 2.14 แสดงการวิเคราะห์ทางกายภาพโดยภาพ (A) และ (B) เป็นภาพถ่ายจาก TEM และ ภาพ (C) และ (D) เป็นการวิเคราะห์จาก AFM โดยภาพ (A1) (B1) (C1) และ (D1) เป็นลักษณะพื้นผิวของ Silica sol nanocoating และภาพ (A2) (B2) (C2) และ (D2) เป็นลักษณะพื้นผิวของ AP-sol [18]

จากนั้นได้นำมาวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำและทดสอบความทนทานของสารเคลือบต่อสภาพแวดล้อมเป็นเวลา 1 เดือน ดังแสดงในรูปที่ 2.15 จากผลที่ได้ทำให้สรุปได้ว่าสามารถใช้วิธีโซล-เจล แบบจุ่มเคลือบ ในการเตรียมสารเคลือบที่มีสมบัติโปร่งใสและไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งวด นอกจากนั้นยังทนต่อสภาวะแวดล้อมในระยะเวลา 1 เดือน แต่เมื่อนำวัสดุที่ได้ไปทำการอบแห้งที่อุณหภูมิสูงกว่า 500 องศาเซลเซียส วัสดุจะมีสมบัติเปลี่ยนจากพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำ (Superhydrophobic) ที่มีมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับพื้นผิวมากกว่า 160 องศา เป็นพื้นผิวที่ชอบน้ำ (Superhydrophilic) ที่มีมุมสัมผัสเท่ากับ 0 องศา ดังแสดงในรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.15 แสดงค่ามุมสัมผัส (Contact angle) และค่ามุมของการกลิ้ง (Sliding angle) ที่สภาวะแวดล้อมเป็นเวลา 1 เดือน [18]



รูปที่ 2.16 แสดงค่ามุมสัมผัส (Contact angle) ต่ออุณหภูมิที่ใช้ในการอบแห้ง [18]

#### 2.2.1.4 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของผิวเคลือบพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต

งานวิจัยของ Hengzhen Chen และคณะ [19] ได้ทำการศึกษาสารเคลือบระดับนาโนของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิเมอร์กับซิลิกา โดยศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์กับซิลิกา ชนิดของพอลิเมอร์ที่ศึกษา คือ โพลีสไตรีน (PS) และ โพลีไวนิลคลอไรด์ (PVC) โดยนำซิลิกาขนาด 20 นาโนเมตรมาปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยคลอโรไตรเมทิลไซเลน (Chlorotrimethylsilane; TMCS) โดยผสมซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำกับ PS หรือ PVC แล้วละลายในสารละลาย THF ปริมาตร 12 มิลลิลิตร ด้วยเครื่องอัลตราโซนิกแล้วเติมเมอร์แคปโทโพรพิลไตรเมทอกซีไซเลน (Mercaptopropyltrimethoxy silane) ตามอัตราส่วนในตารางที่ 2.1 และ 2.2 แล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการเคลือบบนกระจกด้วยวิธีสปิน (Spin-coating) ด้วยอัตราความเร็ว 2,000 รอบ/นาที เป็นเวลา 30 นาที ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 2 นาที เพื่อให้ THF ละเหยออก

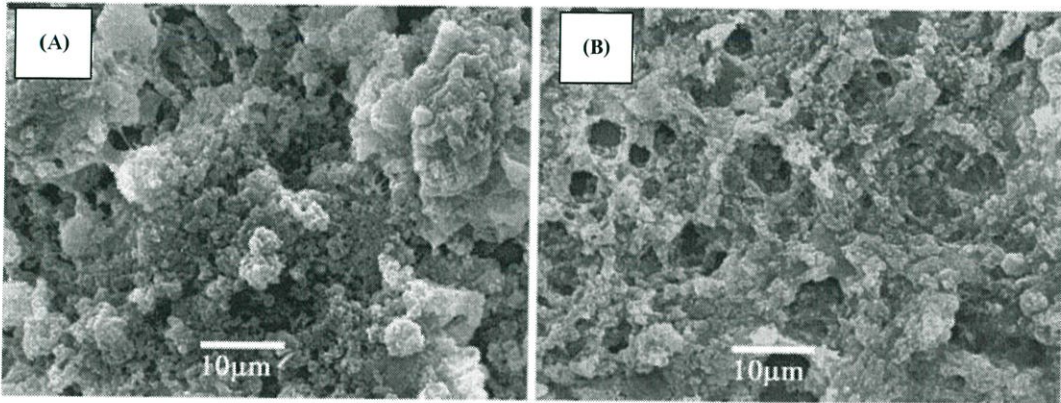
ตารางที่ 2.1 แสดงอัตราส่วนของ SiO<sub>2</sub> PS และ Mercaptopropyltrimethoxy silane [19]

PS (wt%)	SiO <sub>2</sub> (wt%)	Mercaptopropyltrimethoxy silane (wt%)
50.0	18.7	31.3
47.1	23.5	29.4
44.4	27.8	27.8
42.1	31.6	26.3
40.0	35.0	25.0
38.1	38.1	23.8

ตารางที่ 2.2 แสดงอัตราส่วนของ SiO<sub>2</sub> PVC และ Mercaptopropyltrimethoxy silane [19]

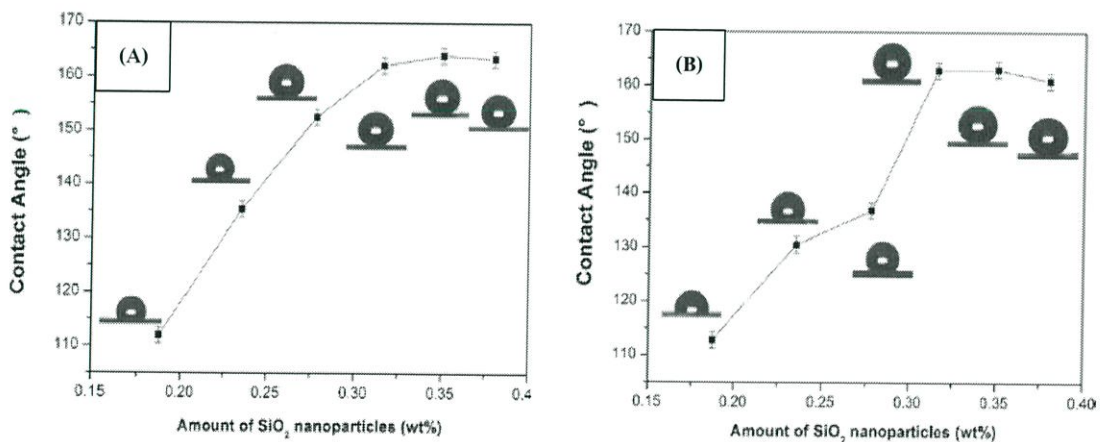
PVC (wt%)	SiO <sub>2</sub> (wt%)	Mercaptopropyltrimethoxy silane (wt%)
50.0	18.7	31.3
47.1	23.5	29.4
44.4	27.8	27.8
42.1	31.6	26.3
40.0	35.0	25.0
38.1	38.1	23.8

จากนั้นนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM พบว่า  $\text{SiO}_2$ :PS และ  $\text{SiO}_2$ :PVC มีพื้นผิวที่ขรุขระด้วยอนุภาคระดับนาโนของพอลิเมอร์คอมโพสิตระหว่างพอลิเมอร์กับซิลิกา ดังแสดงในรูปที่ 2.17



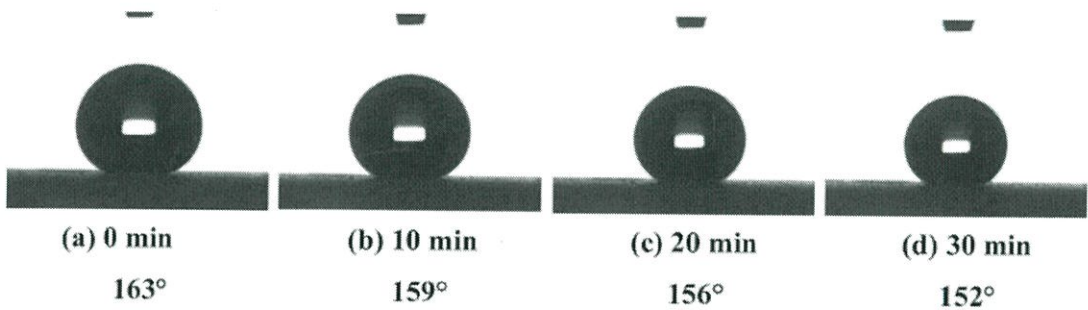
รูปที่ 2.17 แสดงภาพถ่ายพื้นผิว (A)  $\text{SiO}_2$ :PS และ (B)  $\text{SiO}_2$ :PVC โดยอัตราส่วนของ  $\text{SiO}_2$  เป็นร้อยละ 35 โดยน้ำหนักทั้ง (A) และ (B) [19]

จากการศึกษาวิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำพบว่าเมื่อใช้พอลิเมอร์เป็น PS และ PVC โดยเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของซิลิกา ค่ามุมสัมผัสของน้ำเพิ่มขึ้น มีค่ามากกว่า 160 องศา เมื่ออัตราส่วนของซิลิกาเป็นร้อยละ 31.6 โดยน้ำหนัก โดยเมื่อใช้ PS ค่ามุมสัมผัสจะเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ และจะเริ่มคงที่เมื่ออัตราส่วนของซิลิกาเพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.18

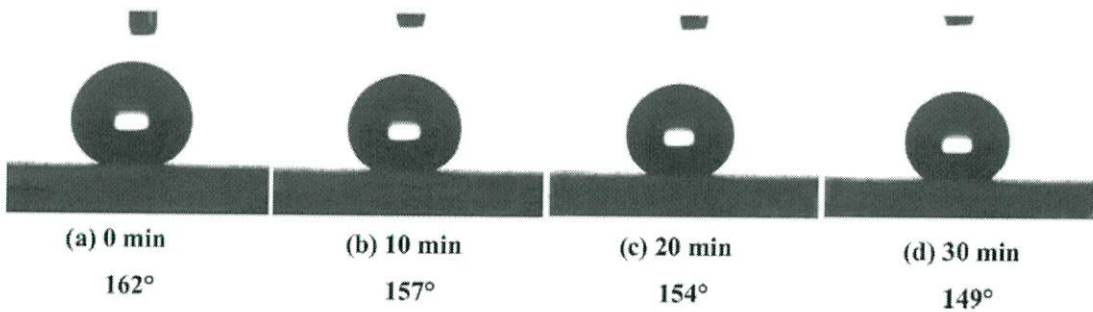


รูปที่ 2.18 แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำที่สัมพันธ์กับปริมาณของ  $\text{SiO}_2$  เคลือบด้วย (A) PS และ (B) PVC [19]

เมื่อนำพื้นผิวของอนุภาคระดับนาโนของ  $\text{SiO}_2$  ที่เคลือบด้วย PS นำมาทดสอบความทนต่อกรดและเบสโดยใช้กรดไฮโดรคลอริก (HCl) ที่มี pH เป็น 1 และโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่มี pH เป็น 14 พบว่าพื้นผิวสามารถทนต่อความเป็นกรดได้ดีกว่าเบส โดยเมื่อเวลาผ่านไปค่ามุมสัมผัสของกรดมีค่ามากกว่าค่ามุมสัมผัสของเบสดังแสดงในรูปที่ 2.19 และ 2.20



รูปที่ 2.19 แสดงค่ามุมสัมผัสของ HCl บนพื้นผิวของ  $\text{SiO}_2$ : PS [19]



รูปที่ 2.20 แสดงค่ามุมสัมผัสของ NaOH บนพื้นผิวของ  $\text{SiO}_2$ : PS [19]

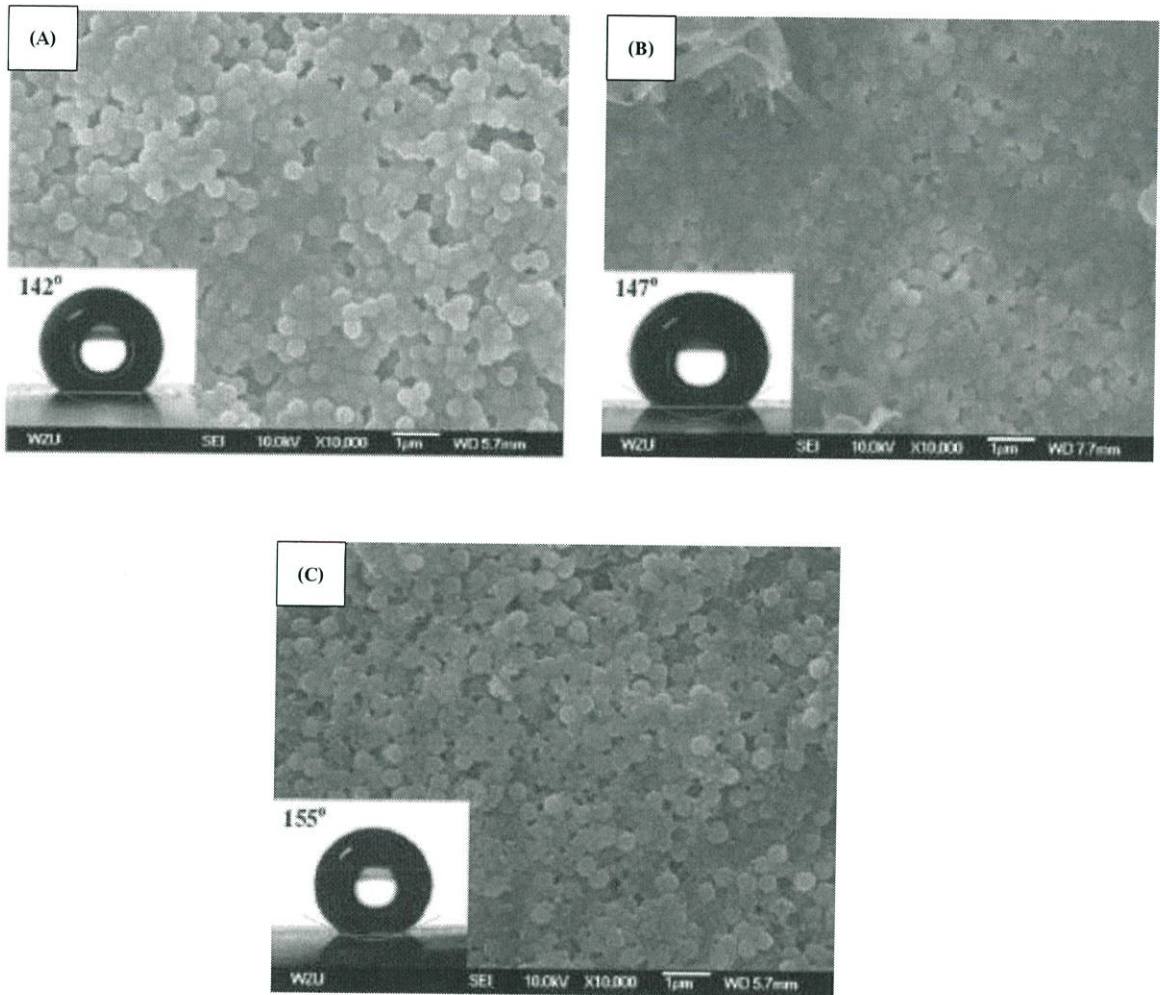
2.2.1.5 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของอนุภาค  $\text{SiO}_2$  ระดับไมโครเมตรและนาโนเมตร ร่วมกับโพลีไดเมทิลไซลอกเซน (Polydimethylsiloxane; PDMS)

งานวิจัยของ Qingping Ke และคณะ [20] ได้ทำการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำของอนุภาค  $\text{SiO}_2$  ระดับไมโครเมตรและนาโนเมตรร่วมกับโพลีไดเมทิลไซลอกเซน (Polydimethylsiloxane; PDMS) โดยใช้สารตั้งต้นเป็น TEOS ปริมาตร 3.8 มิลลิลิตร  $\text{NH}_4\text{OH}$  ปริมาตร 5.7 มิลลิลิตรและเอทานอลบริสุทธิ์ ปริมาตร 144 มิลลิลิตร ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก 24 ชั่วโมง ทำให้ซิลิกาตกตะกอนด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงในเอทานอลบริสุทธิ์ และทำให้แห้งเติม  $\text{SiO}_2$  ปริมาณ 0.3 กรัม ลงในสารละลาย Octadecyltrichlorosilane benzene เข้มข้นร้อยละ 0.6 โดยปริมาตรปริมาณ 50 มิลลิลิตรทำให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้องทำให้บริสุทธิ์โดยการหมุนเหวี่ยงในเบนซีนแล้วนำไปเก็บที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

การเตรียม PDMS ที่ยึดหยุ่น ทำได้โดยนำสารที่เกิดการเชื่อมโยงของสายโซ่พอลิเมอร์ (Curing agent) ผสมกับ PDMS ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำในอัตราส่วน 1:10 โดยน้ำหนัก เทไปบนพื้นผิวซิลิกอนแล้วทำการกำจัดแก๊ส (Degasing) เป็นเวลา 1 ชั่วโมงและเก็บที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วตัดให้มีขนาด  $0.5 \times 0.5$  เซนติเมตร

นำ  $\text{SiO}_2$  ที่ปรับปรุงพื้นผิว (Modified- $\text{SiO}_2$ : M- $\text{SiO}_2$ ) ขนาด 100 นาโนเมตร ปริมาณ 8 มิลลิกรัม และขนาด 500 นาโนเมตร ปริมาณ 100 มิลลิกรัม ใส่ในเอทานอล ปริมาตร 40 มิลลิลิตร หยด M- $\text{SiO}_2$  ขนาด 100 นาโนเมตร เคลือบบนกระจก แล้วหยด M- $\text{SiO}_2$  ขนาด 500 นาโนเมตร เป็นชั้นที่สอง จากนั้นหยดชั้นที่สามที่เตรียมจาก PDMS ปริมาณ 80 มิลลิกรัมในเฮกเซน ปริมาตร 40 มิลลิลิตร ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60-140 องศาเซลเซียส

จากนั้นนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และการทดสอบสมบัติความไม่ชอบน้ำ ด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ โดยพบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจาก 60-140 องศาเซลเซียส ลักษณะพื้นผิวของ PDMS : M- $\text{SiO}_2$  จะมีความขรุขระมากขึ้นและค่ามุมสัมผัสของน้ำเพิ่มขึ้น เนื่องจาก PDMS เกิดการเชื่อมโยงกับ M- $\text{SiO}_2$  ได้มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 แสดงภาพถ่าย SEM และค่ามุมสัมผัสของน้ำของ PDMS:M-SiO<sub>2</sub> ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน (A) 60 °C (B) 100 °C และ (C) 140 °C [20]

### 2.2.1.6 การศึกษาความทนต่อการกรองแยกน้ำมันออกจากน้ำของโพลีเอสเตอร์ (Polyester) ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

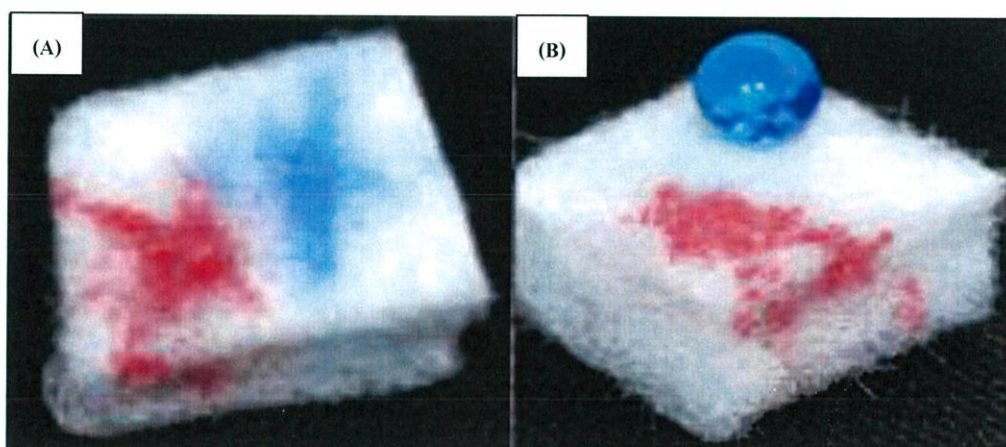
งานวิจัยของ Lei Wu และคณะ [21] ได้ทำการศึกษาความทนต่อการกรองแยกน้ำมันออกจากน้ำของเส้นใยโพลีเอสเตอร์ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด ใช้การจุ่มเคลือบในสารละลายผสมที่มีอนุภาคนาโนนาโนเมตร เตรียมขึ้นโดยใช้ TEOS และเฮกซะเดคซิลไตรเอทอกซ์ไซเลน (n-Hexadecyltriethoxysilane; HDTES) ที่เกิดโพลีเมอร์ไรเซชัน (Polymerization) ต่อกันได้เป็นสารละลายผสมขนาดนาโนเมตร วัสดุเส้นใยโพลีเอสเตอร์ที่เคลือบด้วยสารละลายผสมขนาดนาโนเมตรแล้วจะมีสมบัติเชิงกลที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดและชอบน้ำมันอย่างยิ่งยวด และมีเสถียรภาพทางเคมีที่ดี โดยที่จะมีความสามารถในการแยกน้ำมันออกจากน้ำสูง โดยเฉพาะดูดซับน้ำมันจำพวกน้ำมันเบนซิน น้ำมันดีเซล และน้ำมันดิบ จากการทดสอบจุ่มในน้ำมันเป็นเวลา 90 วัน และทำให้น้ำมันเกิดการดูดซับและคายซับ จำนวน 10 รอบ (Cycles of absorption-desorption) พบว่าวัสดุเส้นใยโพลีเอสเตอร์ยังมีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด และมีความสามารถในการแยกน้ำมันออกจากน้ำได้ดี

การสังเคราะห์เส้นใยโพลีเอสเตอร์ที่มีความทนต่อการกรองแยกน้ำมันออกจากน้ำได้โดยใช้ TEOS ปริมาณ 1.40 มิลลิโมล และ HDTES ปริมาณ 1.40 มิลลิโมล ผสมลงในสารละลาย Ammonia saturated ethanol ปริมาณ 5 มิลลิลิตร ของสารละลาย Anhydrous ethanol ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส นำสารละลายไปทำอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที แล้วฉีดน้ำปราศจากไอออนปริมาณ 1.44 มิลลิลิตร ลงในสารละลายอย่างรวดเร็วขณะทำอัลตราโซนิกอยู่ จากนั้นควบคุมอุณหภูมิไว้ที่ 70 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วนำสารผสมขนาดนาโนเมตรล้างด้วยเอทานอลปริมาณ 20 มิลลิลิตร ซ้ำ 3 ครั้ง และทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส

การเตรียมวัสดุเส้นใยโพลีเอสเตอร์ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด ทำได้โดยตัดวัสดุโพลีเอสเตอร์ขนาด  $1 \times 1 \times 0.5$  เซนติเมตร หรือ  $3 \times 3 \times 0.1$  เซนติเมตร ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน และเอทานอลหลาย ๆ รอบ แล้วทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการเตรียมสารละลายเคลือบโดยการเติมสารละลายผสมขนาดนาโนเมตรของ HD-polymer/HD-silica ปริมาณ 40 มิลลิกรัม ในสารละลายโทลูอีน (Toluene) ที่มีสารละลายกรดแอสติกอยู่ 0.2 มิลลิลิตร เป็นปริมาณ 4 มิลลิลิตร นำวัสดุโพลีเอสเตอร์จุ่มเคลือบในสารละลายผสมขนาดนาโนเมตร แล้วทำการอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 50 นาที

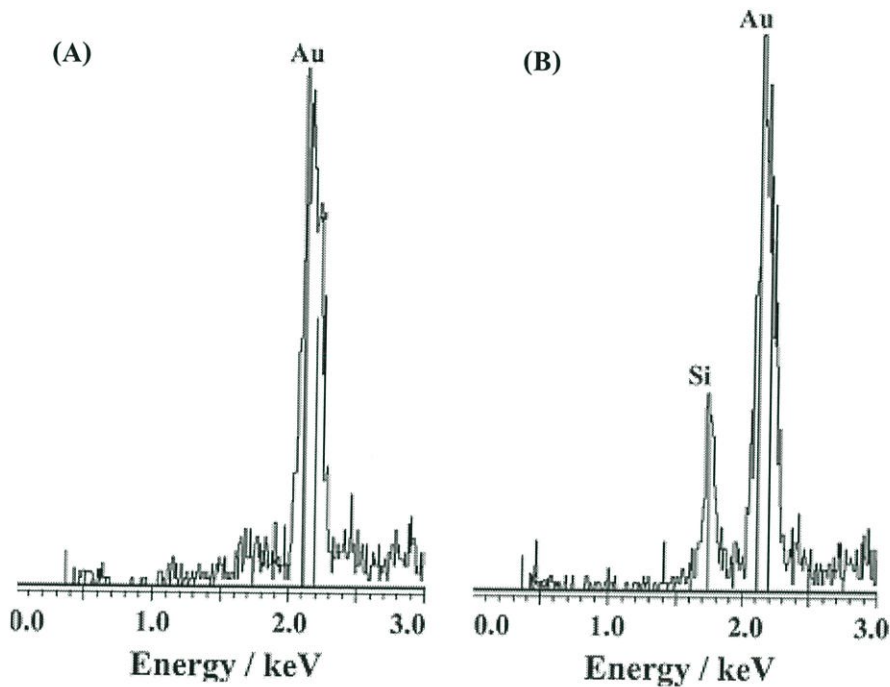
ในการศึกษาการแยกน้ำมันออกจากน้ำ ทำได้โดยทำการผสมน้ำมันเบนซินที่มีสีแดงปริมาณ 20 มิลลิลิตร และน้ำที่มีสีน้ำเงินของสารละลายเมทาซีนบลูปริมาณ 50 มิลลิลิตร เทลงผ่านวัสดุตัวกรองอย่างช้า ๆ แต่เนื่องจากน้ำมันเบนซินจะระเหยเร็วและถูกดูดซับที่วัสดุตัวกรองจึงทำให้ยากต่อการวัด

นำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค TEM และ SEM พบว่าทั้ง HD-polymer และ HD-silica มีขนาดอนุภาค 350 นาโนเมตร วัสดุโพลีเอสเตอร์ก่อนการจุ่มเคลือบสารละลายผสมขนาดนาโนเมตรจะมีเส้นใยที่เรียบ มีความชอบน้ำและน้ำมัน หลังจากการจุ่มเคลือบและอบ พบว่าเส้นใยโพลีเอสเตอร์มีพื้นผิวที่ขรุขระมากขึ้น และมีสมบัติเปลี่ยนจากความชอบน้ำและความชอบน้ำมันเป็น ความไม่ชอบน้ำและชอบน้ำมัน ดังแสดงในรูปที่ 2.22



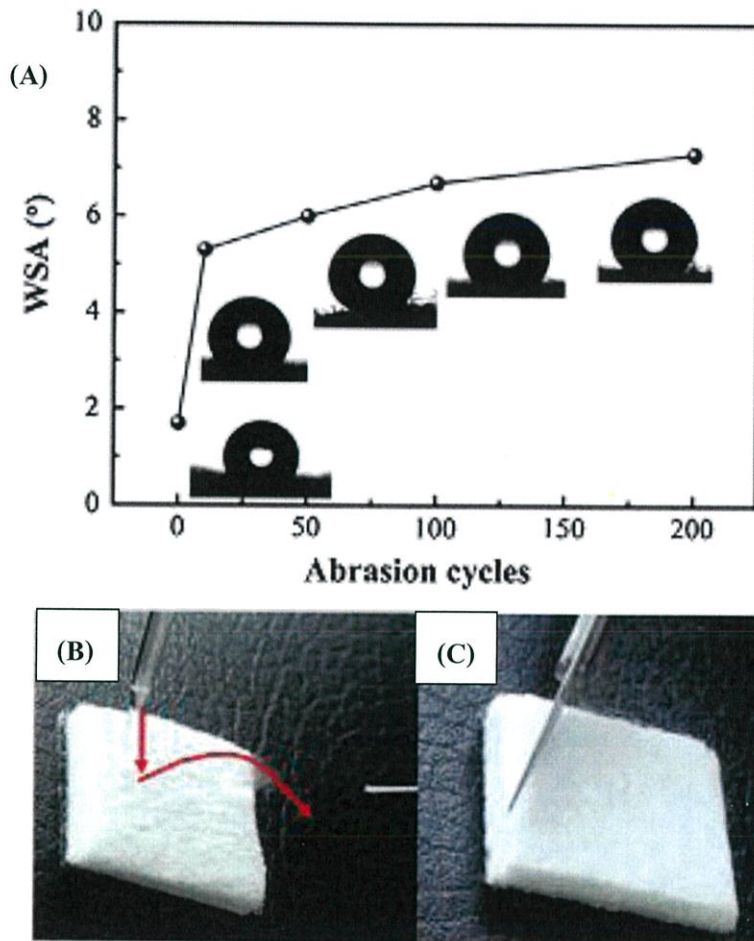
รูปที่ 2.22 แสดงลักษณะโพลีเอสเตอร์ (A) ที่มีสมบัติความชอบน้ำและชอบน้ำมัน และ (B) ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำและชอบน้ำมัน [21]

จากการตรวจสอบธาตุองค์ประกอบของเส้นใยโพลีเอสเตอร์ที่เคลือบด้วยสารละลายผสมขนาดนาโนเมตร จากเทคนิค EDX พบพีคสเปกตรัมของซิลิกอน (Si) เป็นการยืนยันว่าเส้นใยโพลีเอสเตอร์ถูกเคลือบด้วยสารละลายผสมขนาดนาโนเมตรจริง หลังจากการเคลือบเพื่อปรับปรุงผิวให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 2.23



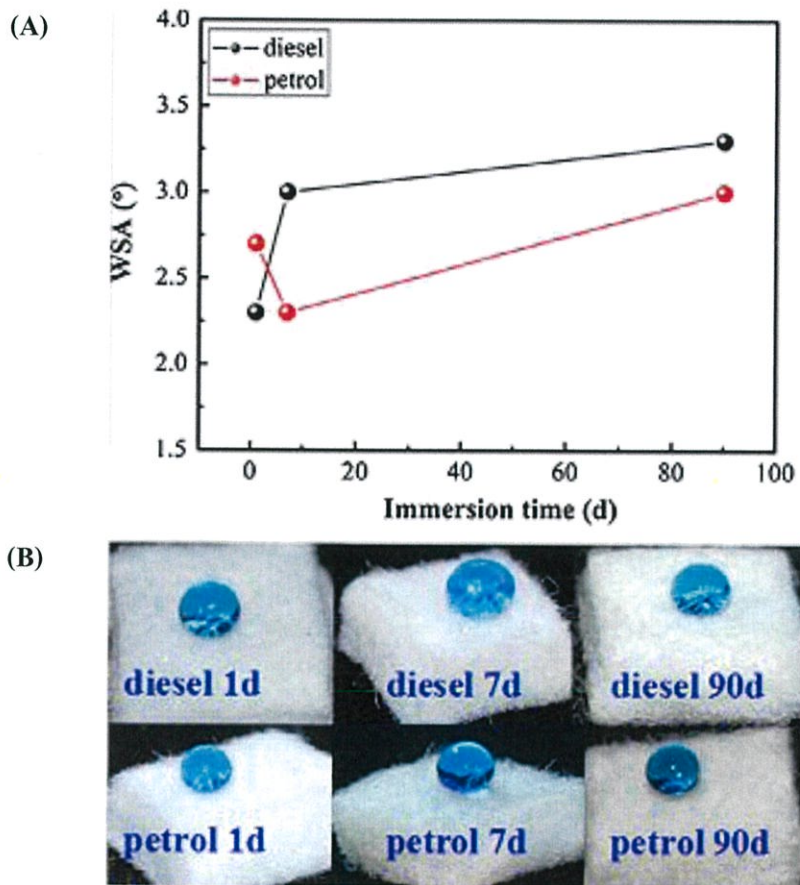
รูปที่ 2.23 แสดงสเปกตรัมของโพลีเอสเตอร์ (A) ก่อนเคลือบ และ (B) หลังเคลือบ [21]

การทดสอบเสถียรภาพเชิงกลและเสถียรภาพในน้ำมัน พบว่าหลังจากการขัดด้วยกระดาษทรายจำนวน 200 ครั้ง ทำการหยดน้ำบริเวณรอยขัด แล้ววัดสมบัติเชิงกลด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัสพบว่าการกลิ้งของน้ำ (Water sliding angle; WSA) เพิ่มมากกว่า 2 องศา แต่ต่ำกว่า 8 องศา และยังพบว่าหยดน้ำกลิ้งออกจากวัสดุโพลีเอสเตอร์ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ เมื่อทำการทดสอบด้วยการใช้มีดตำรอยขีดข่วนที่พื้นผิว พบว่าค่า WSA ไม่มีการเปลี่ยนแปลง และไม่มีผลกระทบจากความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด และชอบน้ำมันอย่างยิ่งยวด ดังแสดงในรูปที่ 2.24



รูปที่ 2.24 แสดง (A) ผลค่า WSA (B) การหยด และการกลิ้งของหยดน้ำบน โพลีเอสเตอร์ และ (C) การทดสอบด้วยการใช้มีดทำรอยขีดข่วนที่พื้นผิว [21]

จากการทดสอบเสถียรภาพของสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด จากการแยกน้ำมันดีเซล และน้ำมันเบนซิน พบว่าค่า WSA อยู่ในช่วง 2.0-3.5 องศา เมื่อเก็บไว้หลังจากการกรองแยกน้ำมันออกจากน้ำเป็นเวลา 90 วัน หยดน้ำยังคงมีรูปร่างกลมและกลิ้งออกจากวัสดุโพลีเอสเตอร์ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 2.25



รูปที่ 2.25 แสดง (A) ผลค่า WSA และ (B) ลักษณะหยดน้ำเมื่อเวลาผ่านไป [21]

2.2.1.7 การศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่ใช้เมทิลไตรเมทอกซ์ไซเลนเคลือบบนพื้นผิวของซิลิกา

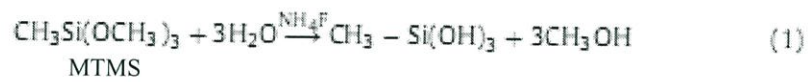
งานวิจัยของ Mahendra S. kavale และคณะ [22] ทำการศึกษาสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่ใช้เมทิลไตรเมทอกซ์ไซเลนเคลือบบนพื้นผิวของซิลิกา โดยทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยวิธีโซล-เจล และเพิ่มสมบัติความไม่ชอบน้ำและความโปร่งใส โดยใช้เมทิลไตรเมทอกซ์ไซเลน (Methyltrimethoxysilane; MTMS) เคลือบบนซิลิกา และใช้โพลีเมทิลเมทาอะครีเลต (Polymethylmethacrylate; PMMA) แทนตัวช่วยปรับปรุงพื้นผิว โดยใช้ PMMA ร้อยละ 1-8 กรัมโดยน้ำหนัก ละลายในสารละลายโทลูอีน 100 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส โซลที่เคลือบจะเตรียมในอัตราส่วนโมลาร์ของ MTMS : CH<sub>3</sub>OH : H<sub>2</sub>O เป็น 1 : 5.63 : 1.58 แล้วทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของ PMMA ในช่วงร้อยละ 1-8 โดยน้ำหนักและใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นแอมโมเนียมฟลูออไรด์ (Ammonium fluoride; NH<sub>4</sub>F) เคลือบบนกระจก แล้วนำกระจกไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อระเหยตัวทำละลาย กลไกการเกิดปฏิกิริยา ดังแสดงในรูปที่ 2.26

ปฏิกิริยาโพลีเมอร์ไรเซชันระหว่างของ MTMS และ PMMA แสดงในสมการที่ 4 ดังแสดงในรูปที่ 2.26 หมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซี (-OH) ถูกแทนที่ด้วยหมู่ฟังก์ชันเมทิล (-CH<sub>3</sub>) ของ PMMA ให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด เป็นการเชื่อมโยงโครงสร้างระดับนาโนของซิลิกา และมีการปลดปล่อยโมเลกุลของคาร์บอนไดออกไซด์ และไฮโดรเจน

เมื่อนำพื้นผิวที่ได้มาหาค่ามุมสัมผัสของน้ำพบว่า เมื่อใช้ MTMS อย่างเดียวโดยไม่มี PMMA จะมีค่ามุมสัมผัสของน้ำเท่ากับ 116 ± 1 องศา แต่เมื่อใช้ MTMS ร่วมกับ PMMA ร้อยละ 7 โดยน้ำหนัก จะมีค่ามุมสัมผัสของน้ำสูงถึง 171 ± 1 องศา ดังแสดงในรูปที่ 2.27

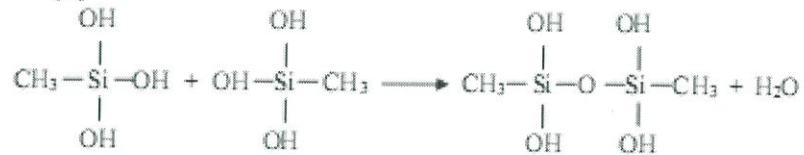
เมื่อนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค TEM พบว่าในการใช้ PMMA อัตราส่วนร้อยละ 7 โดยน้ำหนัก ในสารละลาย MTMS ที่เคลือบซิลิกา พบว่ามีการเชื่อมโยงของโครงสร้างระดับนาโนเมตร ต่ำกว่า 50 นาโนเมตร และมีพื้นผิวที่ขรุขระ ทำให้เพิ่มสมบัติความไม่ชอบน้ำ และการรวมตัวของซิลิกาที่มีการเชื่อมโยงของโครงสร้างระดับนาโน จะมีขนาดประมาณ 200 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.28

## Hydrolysis



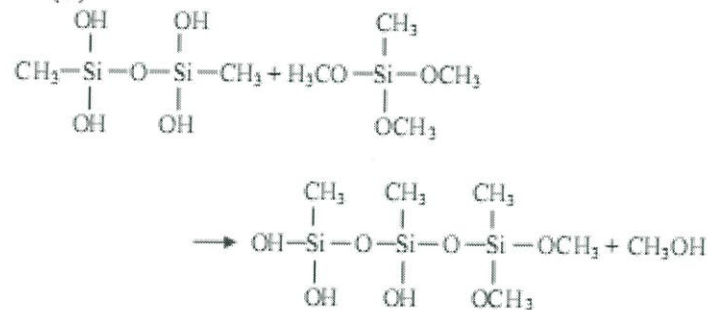
## Water Condensation

(2)



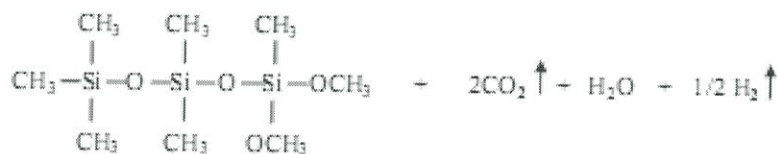
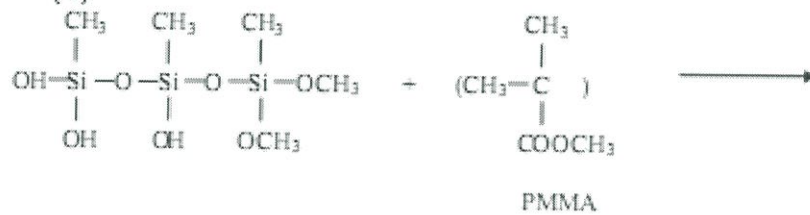
## Alcohol Condensation

(3)

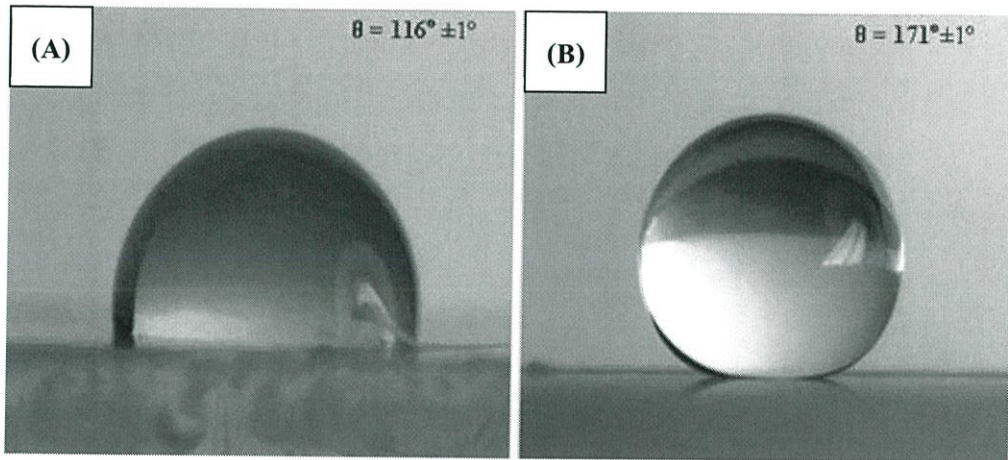


## Polymerization

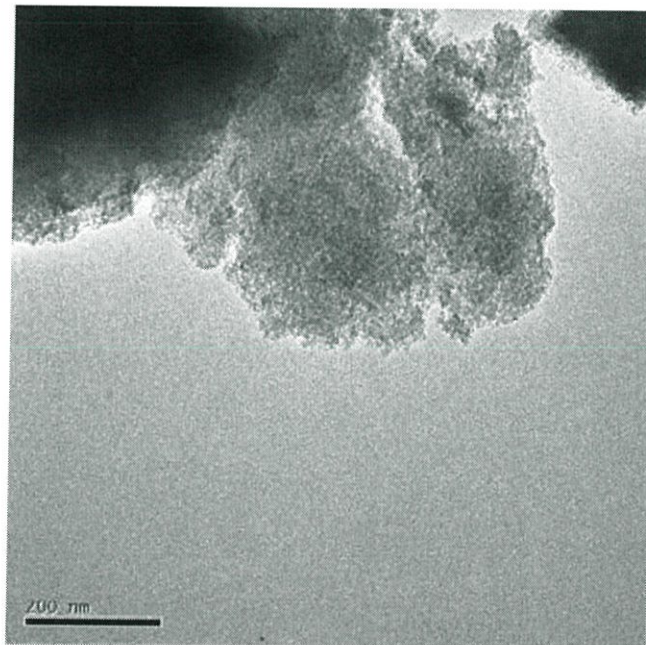
(4)



รูปที่ 2.26 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง MTMS และ PMMA [22]



รูปที่ 2.27 แสดงลักษณะหยดน้ำ และค่ามุมสัมผัสของน้ำ (A) เมื่อใช้ MTMS อย่างเดียว และ (B) เมื่อใช้ MTMS กับ PMMA [22]



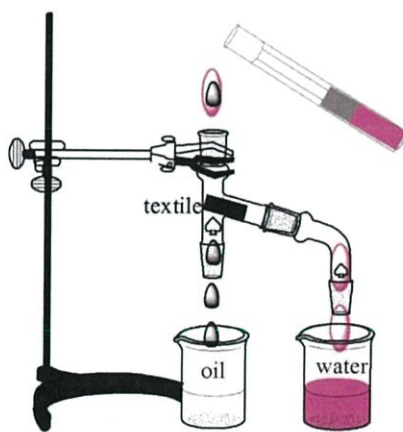
รูปที่ 2.28 แสดงลักษณะพื้นผิวที่ขรุขระของซิลิกาที่มีการเชื่อมโยงกันที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM [22]

2.2.1.8 การผลิตสิ่งทอพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (PET) ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดและความชอบน้ำมันอย่างยิ่งยวดสำหรับการแยกน้ำมันและน้ำ

งานวิจัยของ Chao-Hua Xue และคณะ [23] ได้ทำการศึกษาการผลิตสิ่งทอโพลีเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Polyethylene Terephthalate; PET) ที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดและความชอบน้ำมันอย่างยิ่งยวดสำหรับการแยกน้ำมันและน้ำ ด้วยวิธีโซล-เจล โดยใช้สารตั้งต้นเป็นเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) และสารละลายเมทานอล (Methanol) ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ 16 ชั่วโมง เติมสาร 1,1,1,3,3,3-hexamethyl disilazane (HMDS) ลงไปแล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส 16 ชั่วโมง

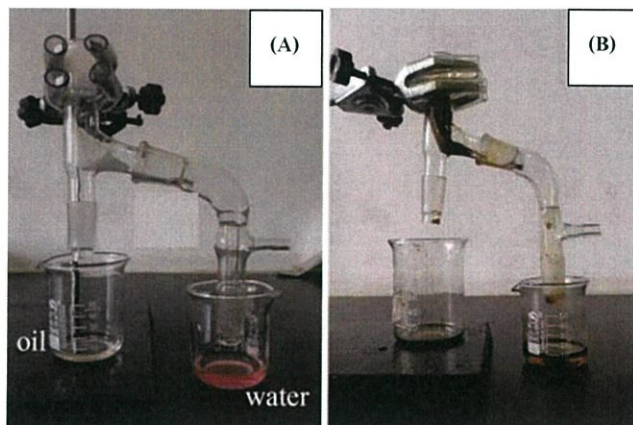
การเตรียมเส้นใย PET ทำได้โดยการล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน แล้วนำไปแช่ใน โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) แล้วทำให้สารละลายร้อนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 40 นาที ล้างเส้นใย PET ให้มี pH เท่ากับ 7 แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส

การเคลือบเส้นใย PET ด้วย Silica-sol โดยนำเส้นใย PET ไปแช่ใน Silica-sol เป็นเวลาหลายนาที ทำซ้ำ 2 ครั้ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำมาวิเคราะห์การทดสอบการกรอง โดยออกแบบการกรองแยกน้ำมันและน้ำ ดังแสดงในรูปที่ 2.29



รูปที่ 2.29 แสดงชุดการกรองแยกน้ำมันและน้ำ [23]

การทดสอบการกรองแยกน้ำมันและน้ำทำโดยการผสมเบนซินและน้ำที่มีสีขม แล้วเทของผสมลงชุดอุปกรณ์ พบว่าสิ่งทอจากเส้นใย PET ที่มีการปรับปรุงสมบัติ สามารถกรองแยกเบนซินออกจากน้ำได้อย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 2.30 (A) จากนั้นทำการเปลี่ยนจากเบนซินเป็นน้ำมันดิบและนำมาผสมกับน้ำ แล้วทำการกรอง พบว่าสิ่งทอ PET สามารถกรองแยกน้ำมันดิบออกจากน้ำได้ แต่จะใช้เวลาในการกรองช้ากว่าเบนซิน เพราะน้ำมันดิบมีความหนืดมากกว่าเบนซิน ดังแสดงในรูปที่ 2.30 (B)



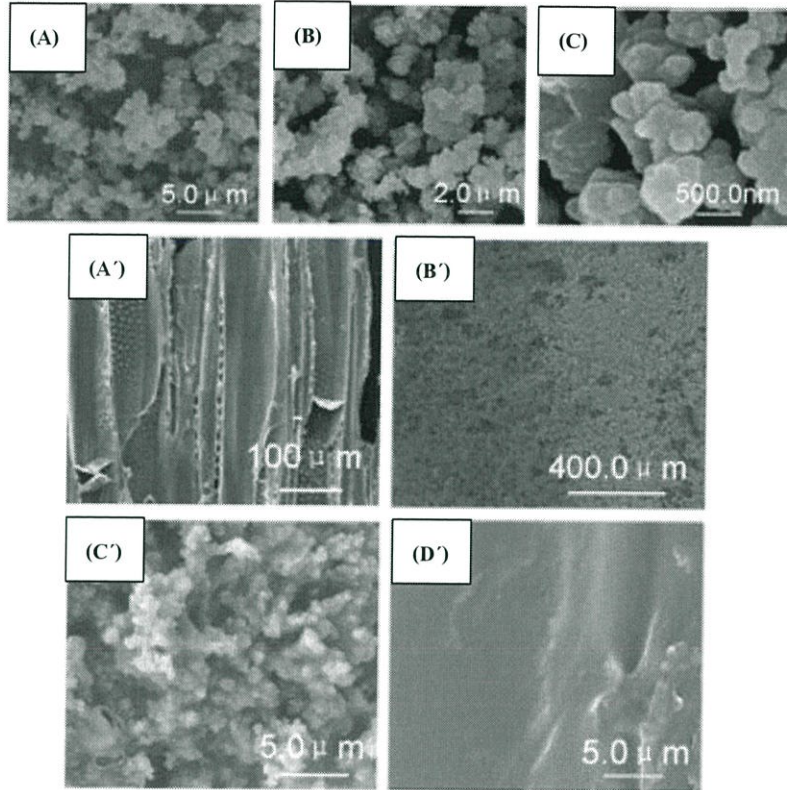
**รูปที่ 2.30** แสดงการทดสอบการกรอง (A) เบนซินและน้ำที่มีสีข้อมหลังการกรอง (B) น้ำมันดิบและน้ำหลังการกรอง [23]

2.2.1.9 การศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาเคลือบบนผิวไม้เพื่อให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดในขั้นตอนเดียว

งานวิจัยของ Chengyn Wang และคณะ [24] ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาเคลือบบนผิวไม้เพื่อให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดในขั้นตอนเดียว โดยการสังเคราะห์ใช้สารตั้งต้นเป็นเตตระเอทิลออลโทซิลิเกต (TEOS) ปริมาณ 10 มิลลิลิตร แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ปริมาณ 10 มิลลิลิตร แล้วทำการเติม OTS ซึ่งเป็นสาร Coupling agent ปริมาณ 0.6 มิลลิลิตร ลงในเอทานอลบริสุทธิ์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง ทำให้แห้งโดยอบในสูญญากาศที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อระเหยตัวทำละลายออก

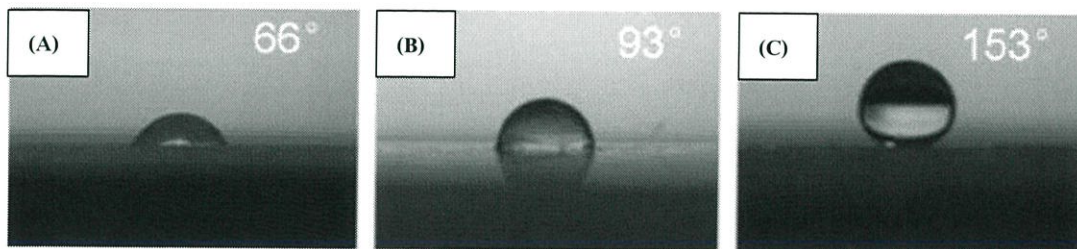
การเตรียมฟิล์มบางเคลือบบนพื้นผิวไม้ ทำโดยใช้โพลีสไตรีน (PS) ปริมาณ 0.2 กรัม ละลายในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน (THF) ปริมาณ 10 มิลลิลิตรและใส่ซิลิกาที่ปรับปรุงพื้นผิว (Modified silica) ปริมาณ 0.4 กรัม ทำให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกในสารละลาย THF และเคลือบสารละลายบนพื้นผิวไม้ด้วยการหยดให้ทั่ว (ปริมาณ 1 มิลลิลิตรต่อพื้นที่ตารางเซนติเมตร) และอบให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

นำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยพบว่าอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด มีขนาดประมาณ 200 นาโนเมตร เกิดการเกาะรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนมีขนาดตั้งแต่ 0.5 – 5 ไมโครเมตร และพื้นผิวมีลักษณะขรุขระ ดังแสดงในรูปที่ 2.31



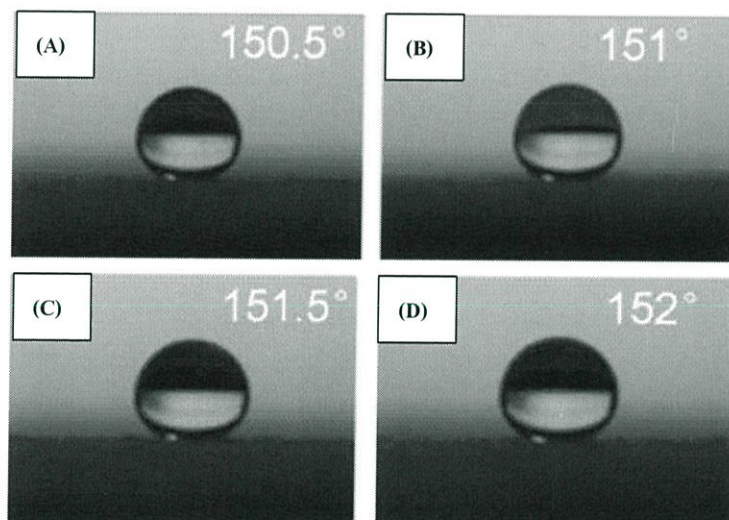
รูปที่ 2.31 แสดงสัณฐานวิทยาด้วยเครื่อง SEM (A-C) อนุภาคเซลลูโลสที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่เคลือบบนพื้นผิวของไม้ที่มีกำลังขยายต่างกัน (A') พื้นผิวไม้ (B') พื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยอนุภาคเซลลูโลสที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำในสารละลายโพลีเอทิลีนก้ำกำลังขยายต่ำ (C') กำลังขยายสูง และ (D') พื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยโพลีเอทิลีนอย่างเดียว [24]

เมื่อทำการวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ โดยกำหนดปริมาณหยดน้ำเป็น 5 ไมโครลิตร พบว่า พื้นผิวไม้ที่ยังไม่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำมีค่ามุมสัมผัสของน้ำเท่ากับ 66 องศา พื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยโพลีเอทิลีน อย่างเดียวมีค่ามุมสัมผัสของน้ำเท่ากับ 93 องศาและพื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยอนุภาคเซลลูโลสที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำในสารละลายโพลีเอทิลีนมีค่ามุมสัมผัสของน้ำเท่ากับ 153 องศา ดังแสดงในรูปที่ 2.32



รูปที่ 2.32 แสดงหลักฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM (A) พื้นผิวไม้ (B) พื้นผิวไม้เคลือบด้วยโพลีสไตรีนอย่างเดียวย และ (C) พื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำในสารละลายโพลีสไตรีน [24]

ค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดในสารละลายโพลีสไตรีน หลังจากแช่ในสารละลายต่างชนิดกันเป็นเวลา 12 ชั่วโมง พบว่าพื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่แช่ในน้ำ แช่ในสารละลายเอทานอล แช่ในสารละลายโทลูอีน และแช่ในสารละลายเฮกเซน มีค่ามุมสัมผัสของน้ำเท่ากับ 150.5 151 151.5 และ 152 องศา ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 2.33



รูปที่ 2.33 แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวไม้ที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด หลังจากแช่ในสารละลายต่างชนิดกันเป็นเวลา 12 ชั่วโมง (A) ในน้ำ (B) ในสารละลายเอทานอล (C) ในสารละลายโทลูอีน และ (D) ในสารละลายเฮกเซน [24]

## 2.2.2 การสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการปรับปรุงสมบัติของซิลิกาให้มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด โดยการใส่สาร Coupling agent เป็น Octadecyltrichlorosilane (OTS) และ Chlorotrimethylsilane (CTMS) ด้วยวิธี โซล-เจล แล้วทำการเคลือบฟิล์มบางบนกระจกโดยการผสมกับ PS ในโครงการพิเศษนี้ได้เลือกใช้อุณหภูมิของซิลิกาเนื่องจากซิลิกามีพื้นผิวที่ทำอันตรกิริยากับสาร Coupling agent ได้ดี โดยผิวของซิลิกาจะประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (Silanol : Si-OH) ทำให้มีความว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมี และใช้ Coupling agent เป็น OTS และ CTMS เป็นสารประกอบไฮโดรเจน ที่สามารถปรับปรุงพื้นผิวของซิลิกาให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำมากขึ้น เนื่องจากสารประกอบจำพวกไฮโดรเจน มีส่วนทางที่หันออกด้านนอกเป็นสายโซ่ของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีสมบัติความไม่มีขั้ว จึงสามารถเพิ่มความไม่ชอบน้ำของพื้นผิววัสดุได้ โดยได้ทำการศึกษาผลของปัจจัยต่าง ๆ ดังนี้ คือ ชนิดของ Coupling agent ขนาดอนุภาคของซิลิกา โดยใช้ซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นเอง และซิลิกาที่ได้จากการการค้าปริมาณ Coupling agent ที่ใช้โดยใช้ปริมาตร คือ 0.2 0.3 0.4 0.5 0.6 0.8 และ 1.0 มิลลิลิตรอัตราส่วน  $\text{SiO}_2$ :PS โดยน้ำหนัก โดยใช้อัตราส่วนคือ 1:1 2:1 2.5:1 และ 3:1 และชนิดของวัสดุที่ใช้เป็นพื้นผิว

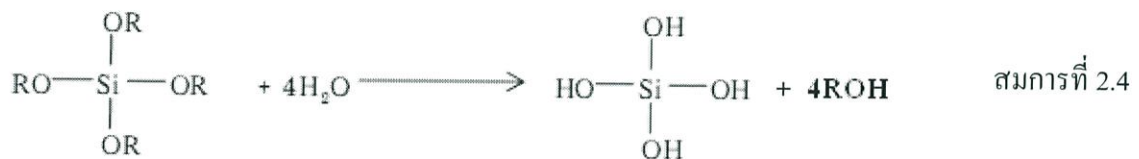
### 2.2.2.1 กระบวนการ โซล-เจล (Sol-gel process)

กระบวนการ โซล-เจล เป็นกระบวนการสังเคราะห์วัสดุที่มีประโยชน์หลายอย่างที่ใช้ในการผลิตเซรามิกและแก้ว โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง เป็นกระบวนการที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์วัสดุขนาดนาโนเมตร โดยทั่วไปกระบวนการ โซล-เจล เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า โซล (Sol) ส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมโครเมตร เป็นของแข็งที่เรียกว่า เจล (Gel) โดยการนำสารละลายตั้งต้น (Precursors) ต่างๆ มาทำปฏิกิริยากัน โดยสารประกอบที่เกิดขึ้นจะอยู่ในลักษณะของโซล เมื่อโซลเกาะกันเป็นร่างแหอย่างไม่เป็นระเบียบจะทำให้เกิดเป็นเจล ในกระบวนการผลิตเมื่อนำสารละลายที่อยู่ในสภาวะที่เป็น โซลและเจล ไปเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งหรือเผาที่อุณหภูมิต่ำจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น เส้นใย (Fiber) แอโรเจล (Aerogel) ซีโรเจล (Xerogel) อนุภาคผง (Powder) และการเคลือบฟิล์ม (Coating film) สำหรับใช้เป็นวัสดุคืบสำหรับอุตสาหกรรมอื่น ๆ ต่อไป

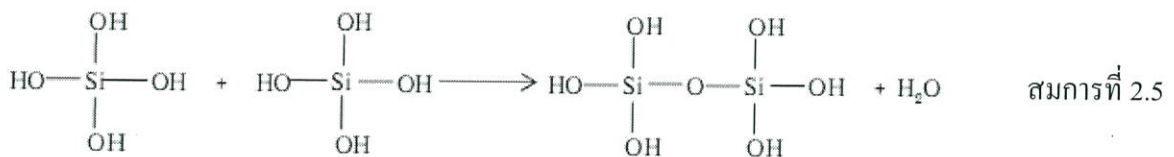
ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการ โซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ปฏิกิริยาการควบแน่นด้วยน้ำ (Water condensation) และปฏิกิริยาการควบแน่นด้วยแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) ดังแสดงในสมการที่ 2.1 2.2 และ 2.3 ตามลำดับ [25]



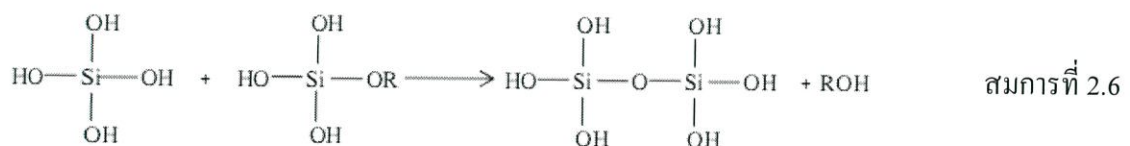
เมื่อ M แทนโลหะ (Metal) ได้แก่ ซิลิกอน (Si) เซอร์โคเนียม (Zr) ไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) ดีบุก (Sn) ซีเรียม (Ce) OR แทนหมู่แอลคอกซิล (Alkoxy group) และ OH แทนหมู่ไฮดรอกซิล ขั้นตอนแรกของการทำโซล-เจล คือการผสมสารตั้งต้นกับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้เป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น เมทอลแอลคอกไซด์ (Metal Alkoxy) เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมสูงเนื่องจากทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี เช่น เตตระเมททอกซีไซเลน (Tetramethoxysilane; TMOS) เตตระเอททอกซีไซเลน (Tetraethoxysilane; TEOS) ส่วนแอลคอกไซด์ (Alkoxy) ชนิดอื่น เช่น อลูมินेट (Aluminate) ไททาเนต (Titanate) และโบเรต (Borate) มีใช้กันแพร่หลายโดยมักจะใช้ร่วมกับ TEOS เช่น  $\text{Si}(\text{OR})_4$  ซึ่ง R คือ  $\text{CH}_3$  (TMOS),  $\text{C}_2\text{H}_5$  (TEOS) หรือ  $\text{C}_3\text{H}_7$  จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ดังสมการที่ 2.4 [25]



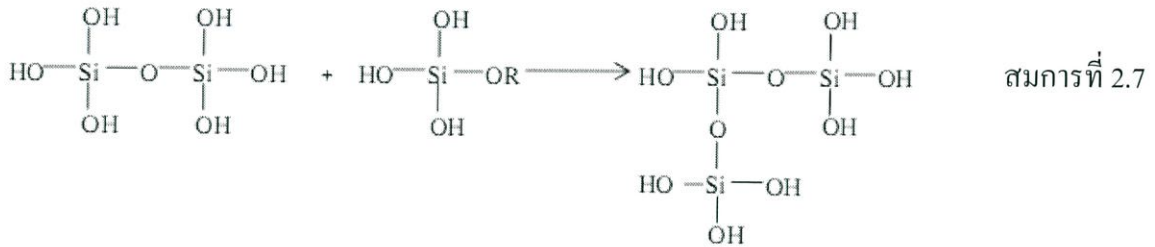
และในขณะเดียวกันก็เกิดปฏิกิริยา Water condensation ดังสมการที่ 2.5 [25]



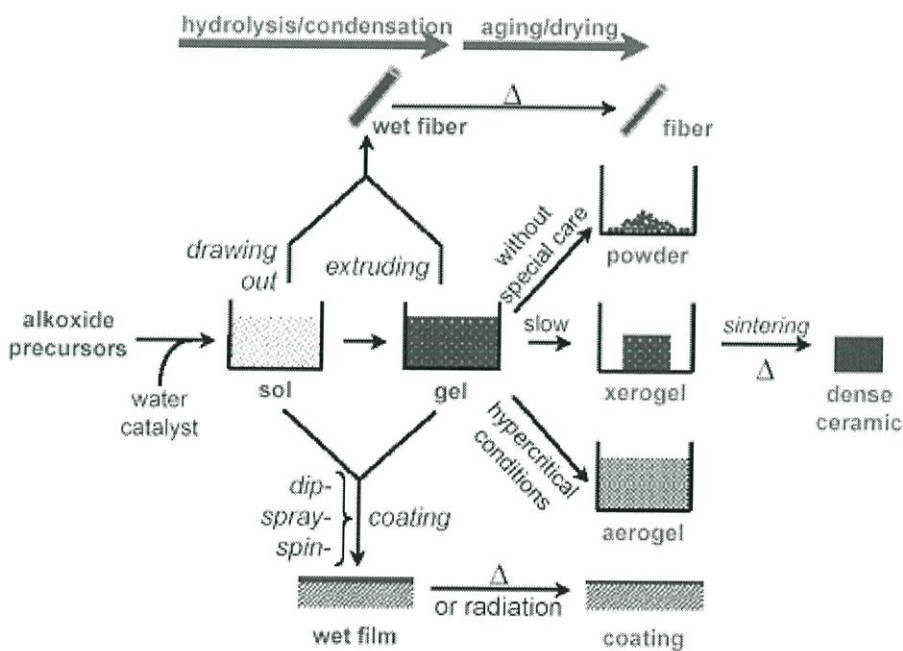
หรือปฏิกิริยา Alcohol condensation ดังสมการที่ 2.6 [25]



สารประกอบที่เกิดขึ้นจะเกิดปฏิกิริยา Condensation ต่อไปจนกลายเป็นร่างแหของซิลิกา (Silica network) อยู่ในสถานะที่เรียกว่าเจล จึงเรียกปฏิกิริยาดังกล่าวว่าพอลิคอนเดนเซชัน (Polycondensation) ดังแสดงในสมการที่ 2.7 [25]



ในกระบวนการผลิตทั้งจากสถานะที่เป็น โซลและเจล เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆดังที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น ซึ่งกระบวนการ โซล-เจล ดังแสดงในรูปที่ 2.34



รูปที่ 2.34 แสดงกระบวนการ โซล-เจล [25]

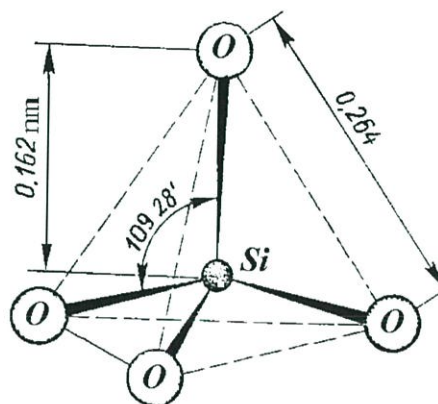
การนำกระบวนการ โซล-เจล มาใช้ประโยชน์สามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น ผงละเอียด ฟิล์มบาง เส้นใย และวัสดุก้อน ซึ่งเป็นสารตั้งต้นสำหรับการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆต่อไป เช่น แก้วซิลิกา สารเคลือบป้องกันการสึกกร่อน การสะท้อนแสง และการเกาะติดผิวของน้ำ เป็นต้น กระบวนการ โซล-เจล เป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการผลิตสารหรือวัสดุที่มีสมบัติเฉพาะตัวและต้องการความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากการเตรียมสารหรือวัสดุในระดับโมเลกุลทำให้สามารถกำหนดสมบัติต่างๆ ที่ต้องการได้ง่าย นับเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเคมี เทคโนโลยีพลังงาน อุตสาหกรรมรถยนต์ และอุตสาหกรรมเซรามิก เป็นต้น การนำกระบวนการ โซล-เจลมาใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรม ยังต้องศึกษาในรายละเอียดเกี่ยวกับสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมและลักษณะหรือสมบัติของสารหรือวัสดุที่ต้องการ ซึ่งมีความแตกต่างกันในแต่ละผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตามแนวโน้มการนำกระบวนการ โซล-เจล มาใช้ในเชิงพาณิชย์มีความเป็นไปได้สูง เนื่องจากเป็นกระบวนการที่สามารถทำได้ที่อุณหภูมิห้อง และสามารถทำได้ตั้งแต่ระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรม [25]

#### 2.2.2.2 ซิลิกา

ซิลิกา หรือ ซิลิกอนไดออกไซด์ (Silicon dioxide;  $\text{SiO}_2$ ) เป็นสารประกอบที่เกิดจากการรวมตัวกันระหว่างซิลิกอน (Silicon; Si) และ ออกซิเจน (Oxygen; O) มีลักษณะเป็นผลึกของแข็งสีขาว ไม่มีกลิ่น ไม่มีรส ไม่ละลายน้ำหรือละลายได้เล็กน้อย ซิลิกาเกิดขึ้นในหลายลักษณะ เช่น ในลักษณะของควอตซ์ (Quartz) ซิลิกามีสมบัติเป็นกรด และสามารถทำปฏิกิริยากับเบสเข้มข้น นอกจากนี้ยังมีซิลิกาอีกรูปแบบหนึ่ง คือ ซิลิกาในรูปคอลลอยด์ (Colloidal silica) แร่ซิลิกากับซิลิกาในรูปคอลลอยด์นั้น มีความเหมือนกันที่สูตรทางเคมีเท่านั้น ส่วนลักษณะทางโครงสร้างของซิลิกาทั้งสองลักษณะนั้นจะแตกต่างกันโดยสิ้นเชิง [26]

ลักษณะโครงสร้างพื้นฐานของซิลิกามีการจัดเรียงตัวแบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) บิดเกาะกันด้วยพันธะโคเวเลนต์กับออกซิเจนด้านข้าง 4 อะตอม อย่างแข็งแรง ดังแสดงในรูปที่ 2.35 ทำให้ซิลิกามีสมบัติที่มีจุดหลอมเหลวสูงถึง 1,700 องศาเซลเซียส จุดเดือด 2,230 องศาเซลเซียส ซิลิกามีทั้งที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ และจากการสังเคราะห์ นอกจากนี้ยังสามารถปรากฏอยู่ใน 2 รูปแบบ โดยรูปแบบแรก เป็นรูปผลึกมีขนาดแตกต่างกันไปตั้งแต่หินเขี้ยวหนุমান ไปจนถึงขนาดเล็ก เช่น ทราย ส่วนอีกแบบหนึ่งคือ ซิลิกาที่เกิดจากสิ่งมีชีวิต ซึ่งเป็น ซิลิกาออสันฐาน เช่น ซิลิกาที่มีในสาหร่ายเปลือกแข็ง สมบัติที่แตกต่างกันของซิลิกาที่มีลักษณะผลึก และซิลิกาที่มีลักษณะเป็นอสันฐาน มีหลายประการ เช่น ความหนาแน่น ความแข็ง ความพรุน และความว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมี ความแตกต่างดังกล่าวมี

สาเหตุเนื่องจากซิลิกาทั้งสองรูปแบบมีลักษณะ โครงสร้างและพื้นที่ผิวจำเพาะที่แตกต่างกัน กล่าวคือ ซิลิกาอสัณฐานที่เกิดจากสิ่งมีชีวิตมีขนาดอนุภาคเล็กกว่าซิลิกาในรูปผลึกมาก และมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่า ถูกนำไปใช้เป็นสารดูดความชื้น สารดูดซับ สารเพิ่มความแข็งแรง สารเติมแต่ง และองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา



รูปที่ 2.35 แสดงโครงสร้างแบบทรงสี่หน้า (Tetrahedral) ของซิลิกา [27]

ลักษณะทางเคมีพื้นผิวของซิลิกาเป็นตัวบ่งชี้ระดับของอันตรกิริยาของซิลิกากับสารอื่น โดยทั่วไปบนพื้นผิวของซิลิกาจะประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (Silanol; Si-OH) ปกคลุมอยู่อย่างหนาแน่น (4-5 หมู่ต่อ 100 ตารางอังสตรอม) ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของซิลิกาจะเกาะอยู่ในหลายลักษณะ หมู่ไฮดรอกซิลจะทำให้พื้นผิวของซิลิกามีความเป็นกรดและมีความว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมี เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น หมู่ไฮดรอกซิลสามารถทำปฏิกิริยากับสารเคมีต่างๆ เช่น สารคู่ควบไฮดรอกซิล น้ำ หรือ ไกลคอล เป็นต้น

การประยุกต์ใช้ซิลิกา ปัจจุบันซิลิกามีบทบาทสำคัญทั้งในอุตสาหกรรม และการศึกษาวิจัยเป็นอย่างมาก โดยมีการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมหลายแขนง ตัวอย่างเช่น

- การใช้ในอุตสาหกรรมยาง ซิลิกาสามารถใช้เป็นสารเสริมแรงที่มีความสำคัญในอุตสาหกรรมยาง เพราะการเติมสารตัวเติมลงไปนี้จะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลต่าง ๆ ของยางให้ดีขึ้น โดยเฉพาะค่าความแข็ง (Hardness) โมดูลัส (Modulus) ความทนทานต่อแรงดึง (Tensile strength) ความทนทานต่อการฉีกขาด (Tear strength) และความต้านทานต่อการขัดถู (Abrasion resistance) เป็นต้น โดยซิลิกาที่นิยมใช้มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 10-40 นาโนเมตร ซิลิกาจะไม่อยู่โดดเดี่ยวในรูปของอนุภาคปฐมภูมิ (Primary structure) แต่จะจับกลุ่มรวมกันเป็นก้อนที่เรียกว่า แอกรีเกต

(Aggregate) โครงสร้างนี้ไม่สามารถถูกทำลายได้ในระหว่าง การกวนผสม ดังนั้นในปัจจุบันซิลิกาที่นิยมใช้เป็นสารตัวเติมในยางคือ ซิลิกาในรูปคอลลอยด์ หรือ ปริซิพิเตตซิลิกา (Precipitate silica) ซึ่งสามารถแบ่งได้หลายเกรด ซิลิกาแต่ละเกรดจะแตกต่างกันตามขนาดของอนุภาคปฐมภูมิ (Primary particle size) หรือพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) โดยทั่วไปซิลิกาอนุภาคปฐมภูมินขนาดเล็กหรือพื้นที่ผิวจำเพาะสูงจะช่วยเสริมแรงได้ดีกว่าอนุภาคขนาดใหญ่

- การใช้ในอุตสาหกรรมซีเมนต์ การใช้ประโยชน์จากซิลิกาที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร เพื่อใช้เป็นส่วนผสมเพิ่มเติม (Additive) เพื่อให้คอนกรีตที่ยังไม่แข็งตัวมีความสามารถในการไหลเทดีขึ้น มีการซึมผ่านน้ำของคอนกรีตน้อยลง และยังเพิ่มกำลังอัดประลัยให้กับคอนกรีตอีกด้วย อนุภาคซิลิกาในระดับนาโนมีการกระจายตัวดีขึ้นในส่วนผสมเพิ่มความหนืดของของเหลวในระหว่างที่เป็นมอร์ตาร์สดได้

- การใช้ในอุตสาหกรรมยา ซิลิกาสามารถใช้เป็นสารช่วยเพิ่มแรงตึงผิว และช่วยในการกระจายตัวของยาชนิดที่เป็นของเหลวได้

- การใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ซิลิกาสามารถใช้เป็นตัวดูดซับความชื้น ช่วยยืดอายุการถนอมอาหาร ใช้กรองน้ำดื่ม

- การใช้ในอุตสาหกรรมสี สามารถใช้เป็นตัวควบคุมการไหลของสี

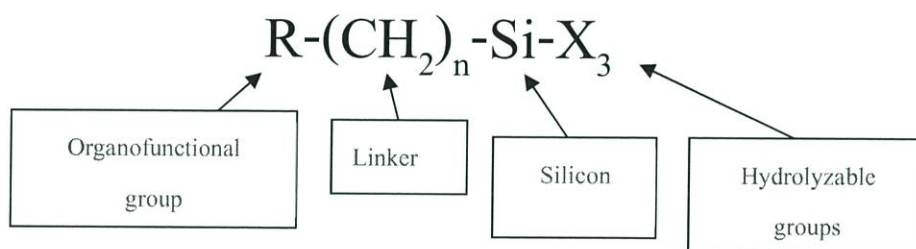
- การใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง สามารถใช้เป็นตัวช่วยดูดซับน้ำได้ นอกจากนี้ยังสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้หลายอย่าง เช่น ในอุตสาหกรรมเซรามิก อุตสาหกรรมแก้ว และสามารถนำไปประยุกต์ในเชิงสิ่งแวดล้อมได้ โดยนำไปใช้เป็นตัวดูดซับ สารเคมีอันตราย เช่น สารโลหะหนัก กำจัดน้ำเสีย เป็นต้น [28]

ผลกระทบของซิลิกาที่มีต่อสุขภาพการหายใจเอาอากาศที่มีฝุ่นผงซิลิกานาโนขนาดเล็กเข้าไปจำนวนมากสามารถนำไปสู่การเป็น โรคปอด รวมถึงการเกิดแผลในเนื้อเยื่อปอดซึ่งเป็นสาเหตุของอาการหายใจติดขัดการหายใจเอาอากาศที่มีฝุ่นผงซิลิกาจำนวนมากเข้าไปในเวลาสั้น ๆ อาจเป็นสาเหตุของโรคปอดจากฝุ่นซิลิกาชนิดเฉียบพลันซึ่งจะมีอาการเรื้อรังและเสียชีวิตในเวลาไม่กี่เดือนจากวันที่ปรากฏอาการ หากไม่มีการป้องกันอันตรายจากการหายใจเอาฝุ่นซิลิกาเข้าไปในร่างกายเป็นอย่างดี อาจป่วยและเสียชีวิตได้ในเวลาไม่ถึงสิบปี อีกอาการหนึ่งของการป่วยจากการหายใจฝุ่นผงซิลิกาเป็นเวลานานจะเป็นสาเหตุให้เกิดพังผืดในเนื้อเยื่อของปอด ทำให้ปอดทำงานได้ไม่เต็มที่ผู้ป่วยจะมีอาการเหมือนหายใจได้ไม่เต็มที่และมักพบว่าไม่สามารถเดินแม้ในระยะสั้น ๆ หรือไม่สามารถขึ้นบันไดได้ อาการนี้จะดำเนินต่อไปและจะไม่มีวันกลับไปอยู่ในสภาพปกติเหมือนเดิมได้ แม้จะไม่ได้สัมผัสกับฝุ่นซิลิกาอีกเลยก็ตามผู้ป่วยมัก

กลายเป็นคนหมดสมรรถภาพที่จนกว่าจะสิ้นอายุซึ่งมักจะเสียชีวิตก่อนวัยอันควรด้วยอาการหัวใจล้มเหลว [29]

### 2.2.2.3 การปรับปรุงพื้นผิวของซิลิกาให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ

สารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิว (Coupling agent) คือ สารที่มีความสามารถสร้างพันธะที่แข็งแรงระหว่างวัสดุอินทรีย์และอนินทรีย์ โดยเมื่อมีการสร้างพันธะของวัสดุที่แตกต่างกัน ต้องมีวัสดุชนิดหนึ่งที่เป็นตัวให้ยึดเกาะที่พื้นผิวมีสมบัติคล้ายทราย เช่น ซิลิเกต อะลูมินา บอเรต เป็นต้น สูตรทั่วไปของสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิว ดังแสดงในรูปที่ 2.36 โดยจะมี R เป็นหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์ (Organofunctional group) และเป็นสารอินทรีย์ที่ไม่ถูกไฮโดรไลซ์ (Nonhydrolyzable) และ X เป็นหมู่ที่สามารถถูกไฮโดรไลซ์ได้ (Hydrolyzable) ที่สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ง่ายเช่น แอลคอกซี (Alkoxy) แอลคิลอกซี (Acyloxy) ฮาโลเจน (Halogen) หรือเอมีน (Amine)



รูปที่ 2.36 แสดงสูตรทั่วไปของสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิว (Coupling agent)

เมื่อเติมสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิวลงไปหมู่แอลคอกซีจะเข้าทำปฏิกิริยากับพื้นผิวของซิลิกา และหมู่ที่เป็นสารอินทรีย์ซึ่งอยู่ปลายอีกด้านหนึ่งจะช่วยทำให้พื้นผิวของซิลิกามีสมบัติไม่ชอบน้ำ [30]

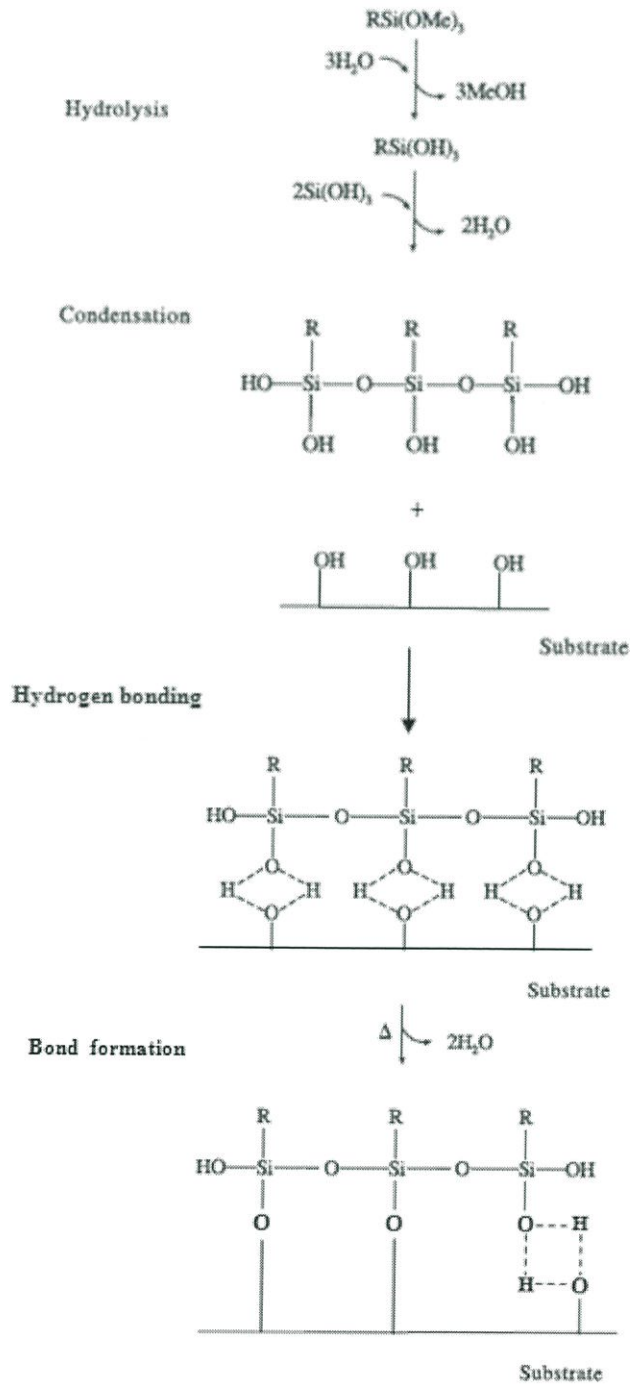
#### 2.2.2.3.1 ปฏิกิริยาระหว่างสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิวของซิลิกา

ปฏิกิริยาระหว่างสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิวของซิลิกาเกิดขึ้นดังแสดงในรูปที่ 2.37 ดังนี้ คือ ขั้นตอนที่ 1 เป็นขั้นของการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารที่ปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิว (Coupling agent) โดยขั้นนี้จะมีแอลกอฮอล์และน้ำเป็นผลิตภัณฑ์

ขั้นตอนที่ 2 เป็นขั้นของการเกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชันของสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิว จะเกิดเป็นพอลิเมอร์สายสั้นๆ

ขั้นตอนที่ 3 หมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซีของสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิวกับหมู่ไฮดรอกซีของซิลิกา โดยจะเกิดพันธะไฮโดรเจนร่วมกัน

ขั้นตอนที่ 4 เมื่อให้ความร้อนจะทำให้น้ำหลุดออกไปและสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิวเกาะกับพื้นผิวซิลิกา [1]



รูปที่ 2.37 แสดงปฏิกิริยาระหว่างสารปรับปรุงสมบัติบนพื้นผิวของซิลิกา [1]

## บทที่ 3

### วิธีดำเนินโครงการ

ในหัวข้อนี้จะกล่าวถึงการเตรียมอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติ การสังเคราะห์ฟิล์มบางที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำเคลือบบนพื้นผิวของวัสดุและรายละเอียดเกี่ยวกับอุปกรณ์ สารเคมี และกระบวนการในการเตรียม

#### 3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1	บีกเกอร์	3.1.12	คีมคีบ
3.1.2	ปิเปต	3.1.13	หลอดหยด
3.1.3	กระดาษกรอง	2.1.14	อะลูมิเนียมฟอยล์
3.1.4	กระบอกดวง	3.1.15	ลูกยาง
3.1.5	แท่งแก้วคนสาร	3.1.16	หลอดเซนติฟิวส์
3.1.6	แท่งแม่เหล็ก	3.1.17	เครื่องปั่นกวนและเตาให้ความร้อน
3.1.7	กระจกนาฬิกา	3.1.18	เครื่องซังดิจิตอล 4 ตำแหน่ง
3.1.8	ช้อนตักสาร	3.1.19	เครื่องหมุนเหวี่ยง
3.1.9	กระบอกลูกกลิ้ง	3.1.20	ตู้อบ
3.1.10	จานเพาะเชื้อ	3.1.21	เครื่องอัลตราโซนิก
3.1.11	กรวยกรอง		

- 3.1.21 เครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water Contact Angles; WCAs) รุ่น OCA20 บริษัท DATAPHYSIC
- 3.1.22 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูง (Field emission scanning electron microscope; FE-SEM) รุ่น JSM 5200 บริษัท Philips
- 3.1.23 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope; TEM) รุ่น JEOL JSM-2100 บริษัท Philips
- 3.1.24 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared Spectrometer ; FT-IR) รุ่น 8900 บริษัท Perkin Elmer

### 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethylorthosilicate; TEOS;  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) ความบริสุทธิ์ 99.0% บริษัท ALDRICH CHEMISTRY
- 3.2.2 เอทานอล (Absolute ethanol;  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) ความบริสุทธิ์ 99.9% บริษัท CARLO ERBA REAGENTS GROUP
- 3.2.3 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium;  $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ความบริสุทธิ์ 30.0% บริษัท CARLO ERBA REAGENTS GROUP
- 3.2.4 โพลีสไตรีน (Polystyrene; PS;  $(\text{C}_8\text{H}_8)_n$ ) น้ำหนักโมเลกุล 100,000 กรัม/โมล บริษัท พลาสเวลด์ อินเตอร์เทรค
- 3.2.5 ออกตะเดซิลไตรคลอโรซิลีน (Octadecyltrichlorosilane ; OTS;  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{SiCl}_3$ ) ความบริสุทธิ์  $\geq 90\%$  บริษัท ALDRICH CHEMISTRY
- 3.2.6 เตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran; THF;  $(\text{CH}_2)_4\text{O}$ ) ความบริสุทธิ์ 99.5% บริษัท CARLO ERBA REAGENTS GROUP
- 3.2.7 เฮกเซน (Hexane;  $\text{C}_6\text{H}_{14}$ ) ความบริสุทธิ์ 98.5% บริษัท CARLO ERBA REAGENTS GROUP
- 3.2.8 ซิลิกาเกรดการค้ำอนุภาคขนาด 10 - 20 นาโนเมตร (Silica;  $\text{SiO}_2$ ) ความบริสุทธิ์ 99.5% บริษัท ALDRICH CHEMISTRY
- 3.2.9 คลอโรไตรเมทิลซิลีน (Chlorotrimethylsilane;  $\text{C}_3\text{H}_9\text{ClSi}$ ; CTMS) ความบริสุทธิ์ 98% บริษัท ACROS ORGANICS
- 3.2.10 คอปเปอร์(II) ซัลเฟต แอนไฮดรัส (Copper (II) Sulphate anhydrous;  $\text{CuSO}_4$ ) ความบริสุทธิ์ 98% บริษัท CARLO ERBA REAGENTS GROUP

3.2.11 คลอโรฟอร์ม (Chloroform;  $\text{CHCl}_3$ ) ความบริสุทธิ์ 99 % บริษัท CARLO ERBA REAGENTS GROUP

3.2.12 กรดโอลิก (Oleic acid;  $\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$ ) ความบริสุทธิ์ 90 % บริษัท ALDRICH CHEMISTRY

### 3.3 วิธีการทดลอง

ในโครงการพิเศษนี้ได้นำอนุภาคซิลิกาที่ได้จากการเตรียมขึ้นเอง และอนุภาคซิลิกาเกรดการค้ามาทำการปรับปรุงพื้นผิวให้มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดด้วยสารละลาย Coupling agent ได้เป็นอนุภาคซิลิกาที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Modified  $\text{SiO}_2$ ) จากนั้นเตรียมเป็นฟิล์มบาง โดยการผสมกับโพลีสไตรีนในสารละลาย THF แล้วทำการเคลือบบนวัสดุให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

#### 3.3.1 การปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคซิลิกาให้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดโดยวิธีโซล-เจล

##### 3.3.1.1 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง

1. ผสมสารละลายเตทระเอทิลอโทซิลิเกต (TEOS) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร และ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ ปริมาณ 50.00 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ที่อุณหภูมิห้อง
2. ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายทำปฏิกิริยากันอย่างสมบูรณ์
3. นำสารละลายที่ได้ใส่หลอดเซนติฟิวส์ โดยให้สารละลายมีปริมาตร 3 ส่วน 4 ของหลอดเซนติฟิวส์
5. นำไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนติฟิวส์ เพื่อปั่นแยกตะกอน แล้วล้างตะกอนด้วยเอทานอลบริสุทธิ์ปริมาณ 10.00 มิลลิลิตร ซ้ำ 3 ครั้ง
6. นำตะกอนที่ได้มาทำให้แห้ง โดยการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้อนุภาคซิลิกา แผนภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาค ซิลิกาที่เตรียมขึ้นเองดังแสดงในรูปที่ 3.2

3.3.1.2 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent ต่างชนิดกัน

3.3.1.2.1 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent เป็น OTS CTMS หรือ Oleic acid ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์

1. ผสมสารละลายเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร และ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ ปริมาณ 50.00 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ที่อุณหภูมิห้อง
2. ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายทำปฏิกิริยากันอย่างสมบูรณ์
3. เติม OTS CTMS หรือ Oleic acid ตามลำดับปริมาณ 0.30 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย แล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 6 ชั่วโมง
4. นำสารละลายที่ได้ใส่หลอดเซนติฟิวส์ โดยให้สารละลายมีปริมาตร 3 ส่วน 4 ของหลอดเซนติฟิวส์
5. นำไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนติฟิวส์ เพื่อปั่นแยกตะกอน แล้วล้างตะกอนด้วยเอทานอลบริสุทธิ์ ปริมาณ 10.00 มิลลิลิตร ซ้ำ 3 ครั้ง
6. นำตะกอนที่ได้มาทำให้แห้ง โดยการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent เป็น OTS CTMS หรือ Oleic acid ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ แสดงในรูปที่ 3.3

3.3.1.2.2 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent เป็น Oleic acid หรือ CTMS ในสารละลายคลอโรฟอร์ม

1. ชั่งอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง ปริมาณ 0.4000 กรัม ลงในบีกเกอร์ แล้วทำการเติมสารละลายคลอโรฟอร์ม ( $\text{CHCl}_3$ ) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิห้อง
3. เติม Oleic acid หรือ CTMS ปริมาณ 0.20 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย แล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 6 ชั่วโมง
4. เติมสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ปริมาณ 50.00 มิลลิลิตร เพื่อให้สารละลายเกิดการตกตะกอนได้

5. นำสารละลายที่ได้ใส่หลอดเซนติฟิวส์ โดยให้สารละลายมีปริมาตร 3 ส่วน 4 ของหลอดเซนติฟิวส์
6. นำไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนติฟิวส์ เพื่อปั่นแยกตะกอน
7. นำตะกอนที่ได้มาทำให้แห้ง โดยการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด แผนภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent เป็น Oleic acid หรือ CTMS ในสารละลายคลอโรฟอร์มดังแสดงในรูปที่ 3.4

3.3.1.2.3 การสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent 2 ชนิดคือ CTMS และ OTS หรือ OTS และ CTMS ตามลำดับ

1. ชั่งอนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดในของสาร Coupling agent เป็น CTMS ในข้อ 3.3.1.2.2 หรือ สาร Coupling agent เป็น OTS ในข้อ 3.3.1.2.1 ปริมาณ 0.2000 กรัม ลงในบีกเกอร์ แล้วทำการเติมสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ปริมาณ 50.00 มิลลิลิตรที่อุณหภูมิห้อง
2. เติม OTS หรือ CTMS ปริมาณ 0.10 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย แล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
3. นำสารละลายที่ได้ใส่หลอดเซนติฟิวส์ โดยให้สารละลายมีปริมาตร 3 ส่วน 4 ของหลอดเซนติฟิวส์
4. นำไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนติฟิวส์ เพื่อปั่นแยกตะกอน
5. นำตะกอนที่ได้มาทำให้แห้ง โดยการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด แผนภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent 2 ชนิดคือ CTMS และ OTS หรือ OTS และ CTMS ตามลำดับดังแสดงในรูปที่ 3.5

3.3.1.2.4 การสังเคราะห์ห่ออนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง ด้วยวิธีซิลิกา-โซล โดยใช้สาร Coupling agent 2 ชนิดคือ OTS และ CTMS ตามลำดับ

1. ผสมสารละลายเตตระเอทิลอโทซิลิเกต (TEOS) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร และ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ ปริมาณ 50.00 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ที่อุณหภูมิห้อง
2. ปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายทำปฏิกิริยากันอย่างสมบูรณ์
3. เติม OTS ปริมาณ 0.30 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย แล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 6 ชั่วโมง
4. เติม CTMS ปริมาณ 0.30 มิลลิลิตร ลงในสารละลาย แล้วปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
5. นำสารละลายที่ได้ใส่หลอดเซนติฟิวส์ โดยให้สารละลายมีปริมาตร 3 ส่วน 4 ของหลอดเซนติฟิวส์
6. นำไปหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องเซนติฟิวส์ เพื่อปั่นแยกตะกอน แล้วล้างตะกอนด้วยเอทานอลบริสุทธิ์ปริมาณ 10 มิลลิลิตร ซ้ำ 3 ครั้ง
7. นำตะกอนที่ได้มาทำให้แห้ง โดยการอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด แผนภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์ห่ออนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง ด้วยวิธีซิลิกา-โซล โดยใช้สาร Coupling agent 2 ชนิดคือ OTS และ CTMS ตามลำดับดังแสดงในรูปที่ 3.6

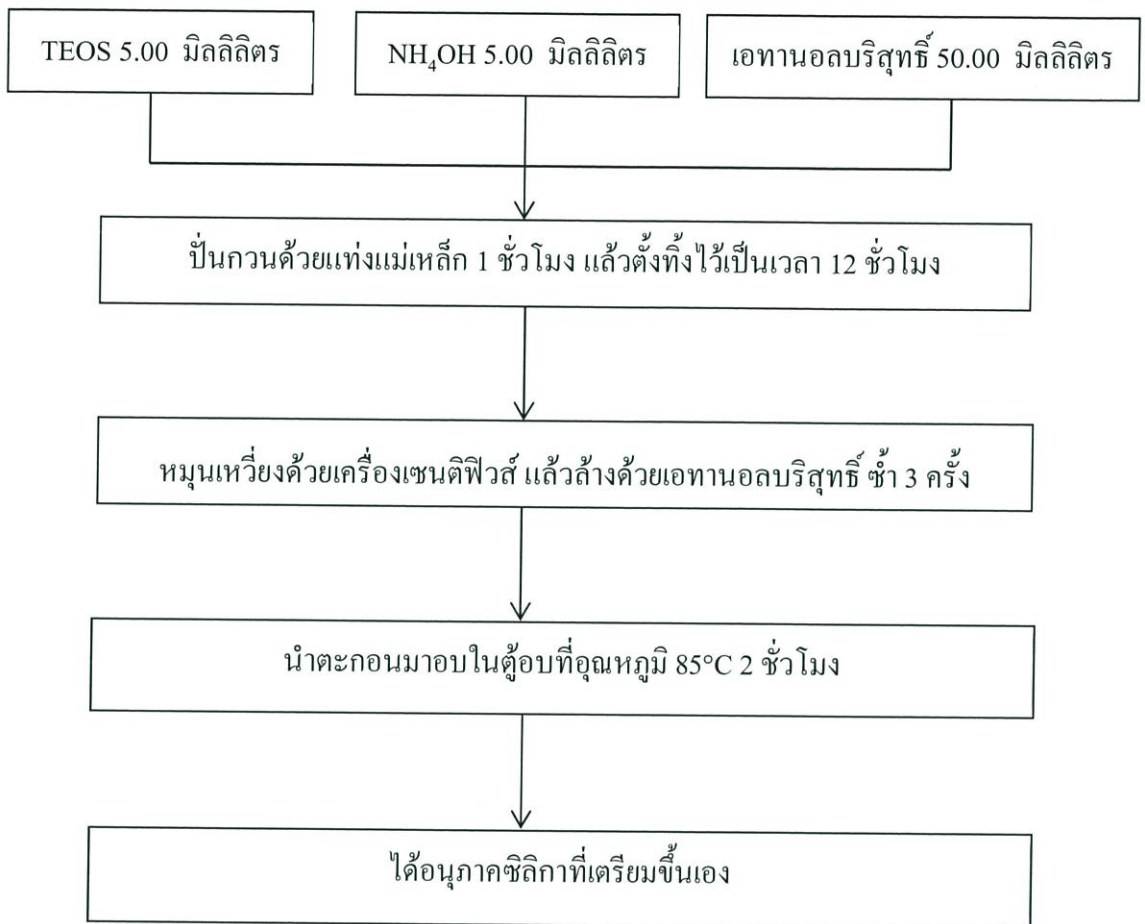
หมายเหตุ : ในงานวิจัยนี้มีการใช้ซิลิกาเกรดการค้าที่มีขนาดอนุภาค 12-18 นาโนเมตร แทนซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง

### 3.3.2 การเตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดเคลือบบนพื้นผิวของกระจก

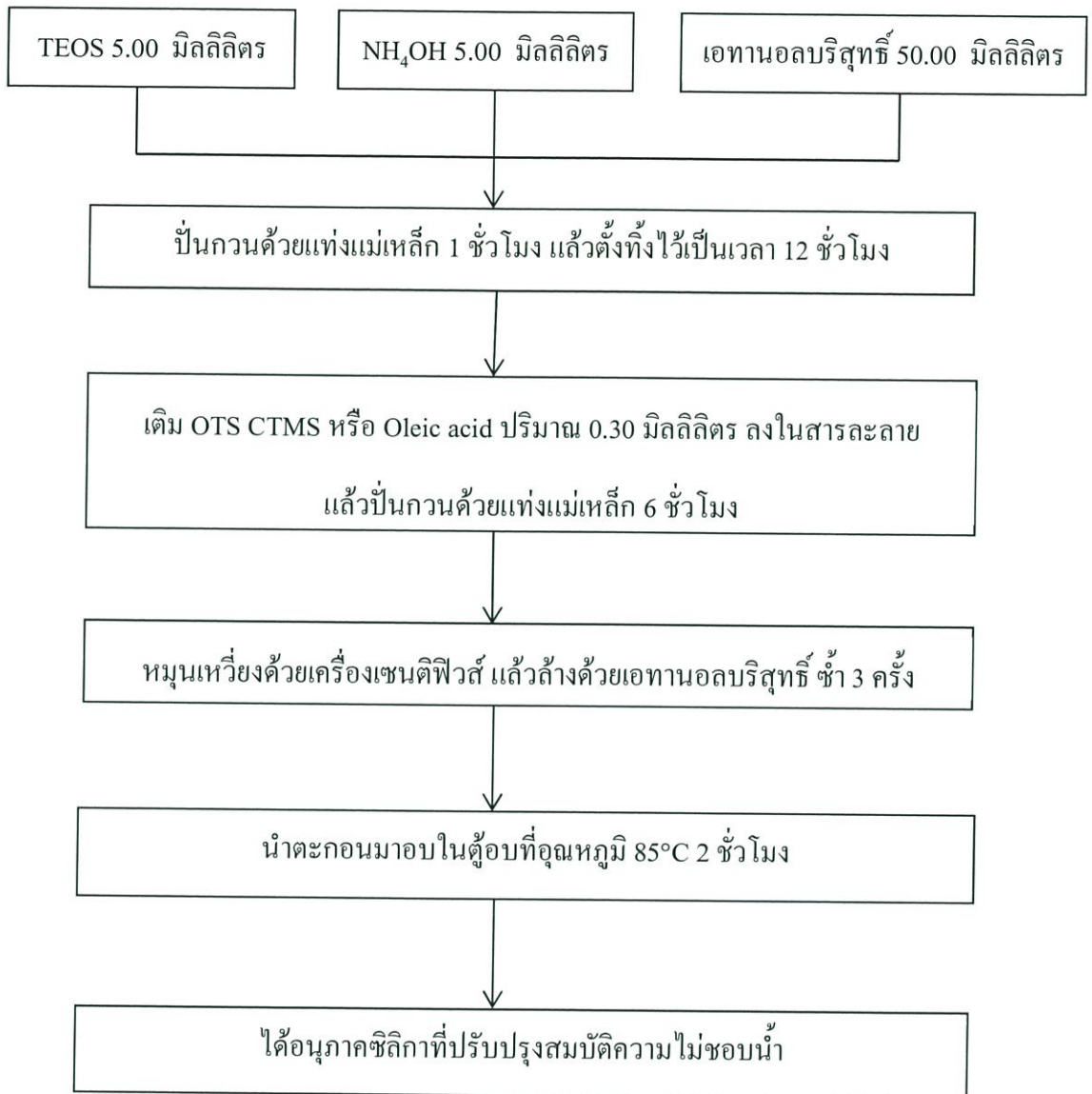
1. ชั่งโพลีสไตรีนตามอัตราส่วนต่างๆ ที่แสดงในตารางที่ 3.1 แล้วละลายใน THF ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร
2. ใส่ซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ (Modified SiO<sub>2</sub>) จากข้อ 3.3.1.2 ตามอัตราส่วนต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1
3. ทำให้อุณหภูมิของซิลิกากระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
4. นำสารละลายที่ผสมไว้มาหยดลงบนพื้นผิวของกระจก ให้ทั่วกระจก
5. ทำให้ชั้นฟิล์มบางแห้งที่อุณหภูมิห้อง
6. นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างและสมบัติต่าง ๆ ด้วยเครื่อง WCA, FT-IR, FE-SEM และ TEM แผนภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการเตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำเคลือบบนพื้นผิวของกระจกดังแสดงในรูปที่ 3.7

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วน โดยน้ำหนักของ Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน

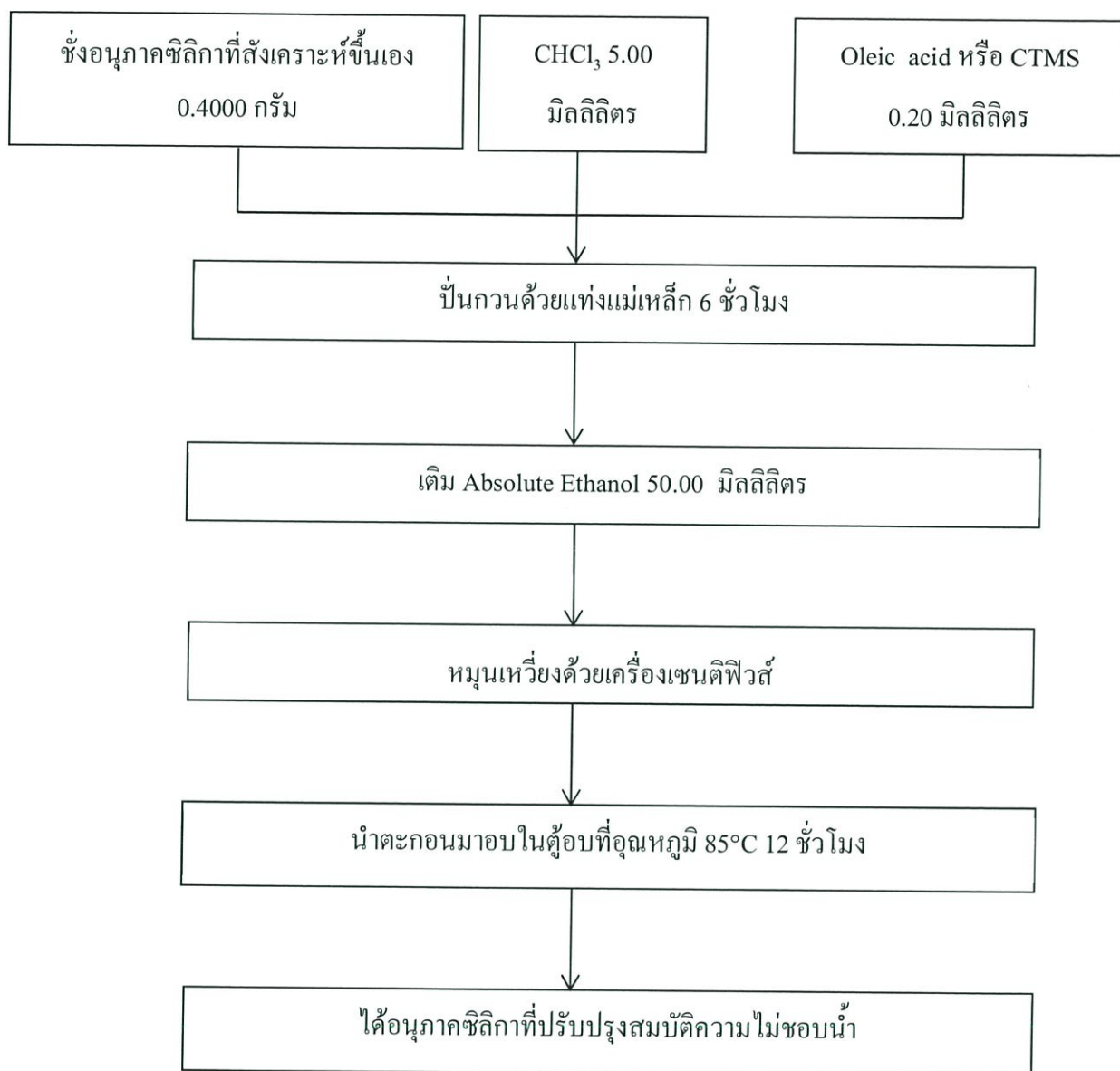
อัตราส่วน (โดยน้ำหนัก) Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	น้ำหนักรวม (กรัม)	
	Modified SiO <sub>2</sub>	PS
1 : 2	0.1000	0.2000
1 : 1	0.1000	0.1000
2 : 1	0.2000	0.1000
2.5 : 1	0.2500	0.1000



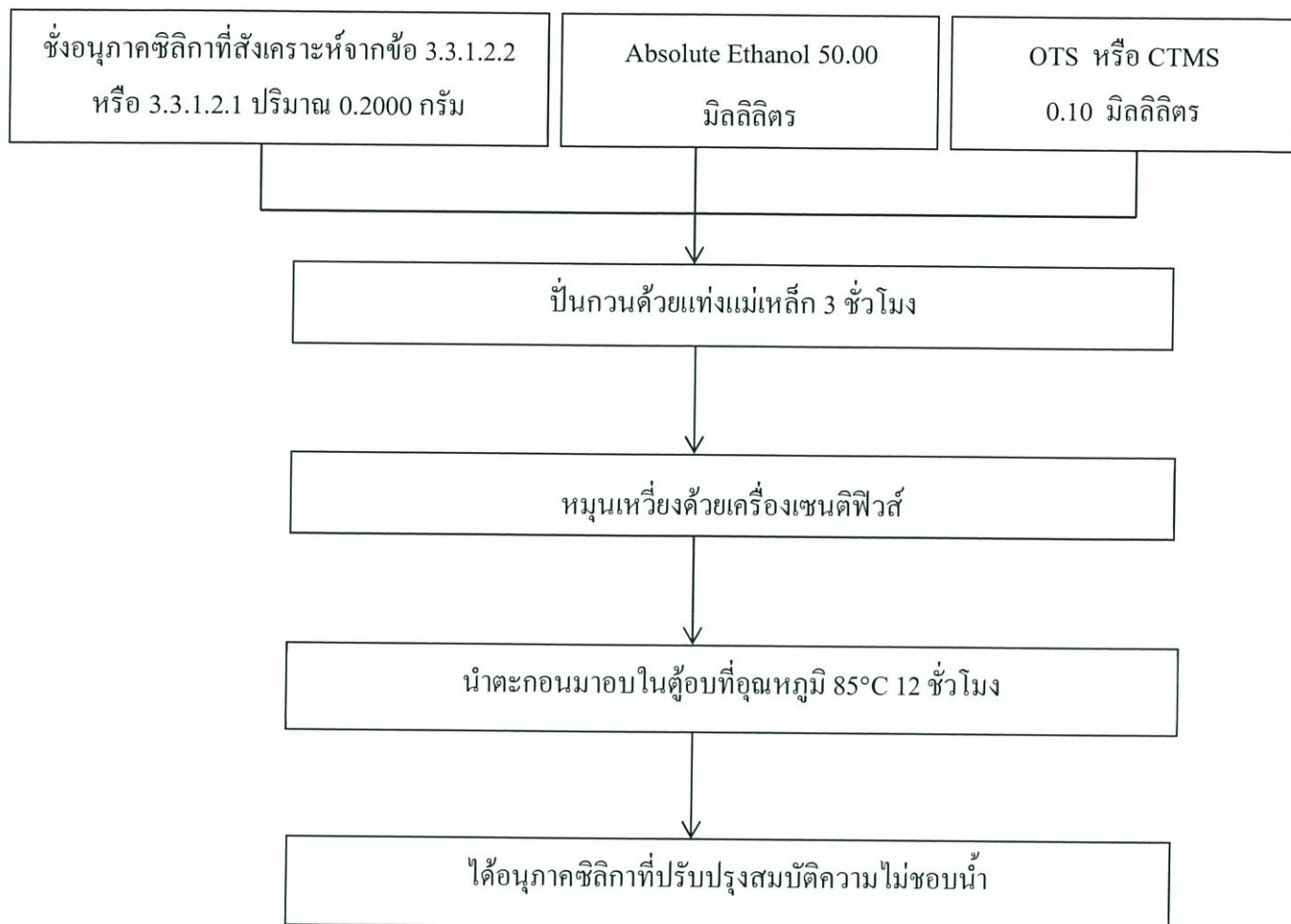
รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง



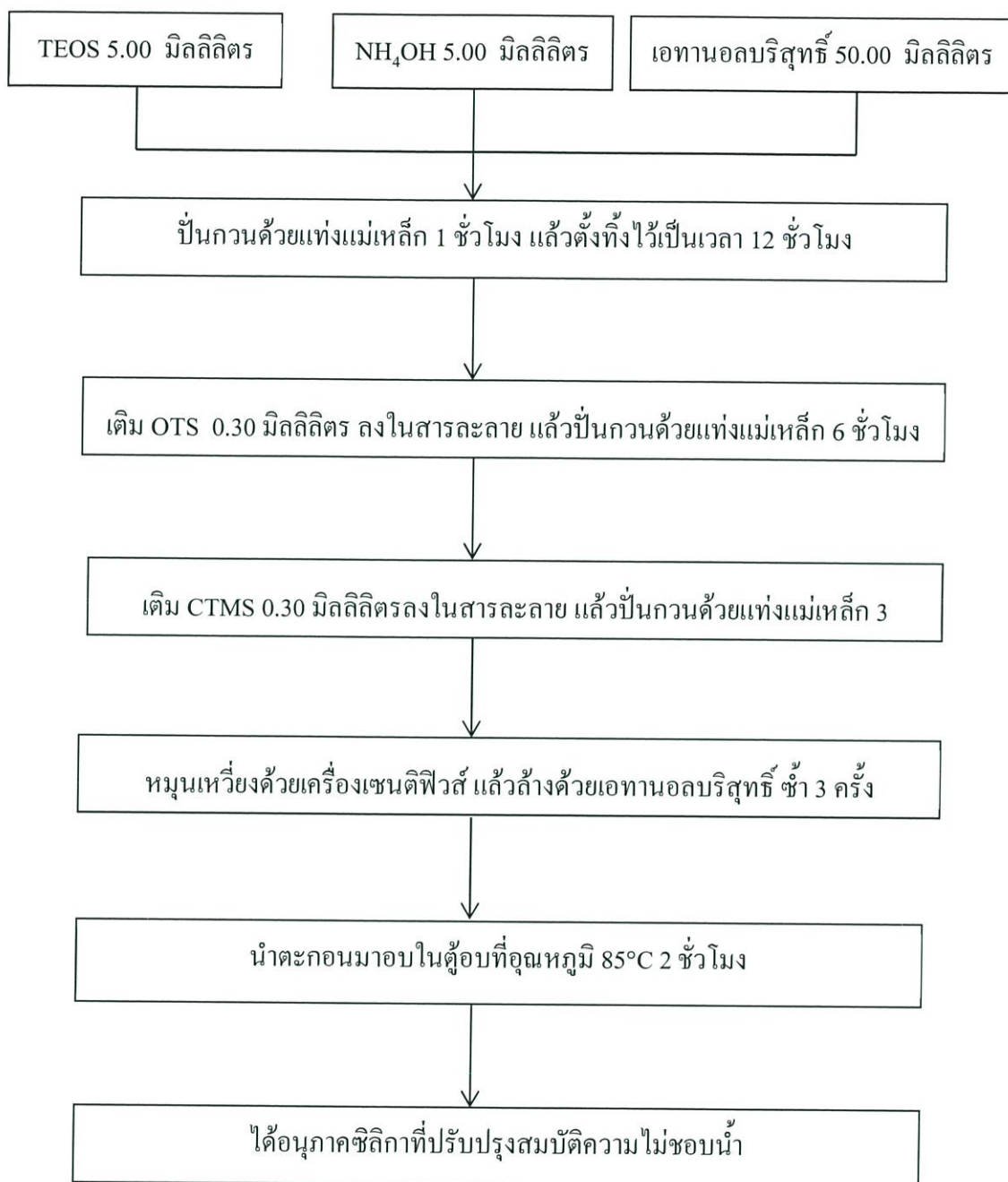
รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent เป็น OTS CTMS หรือ Oleic acid ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์



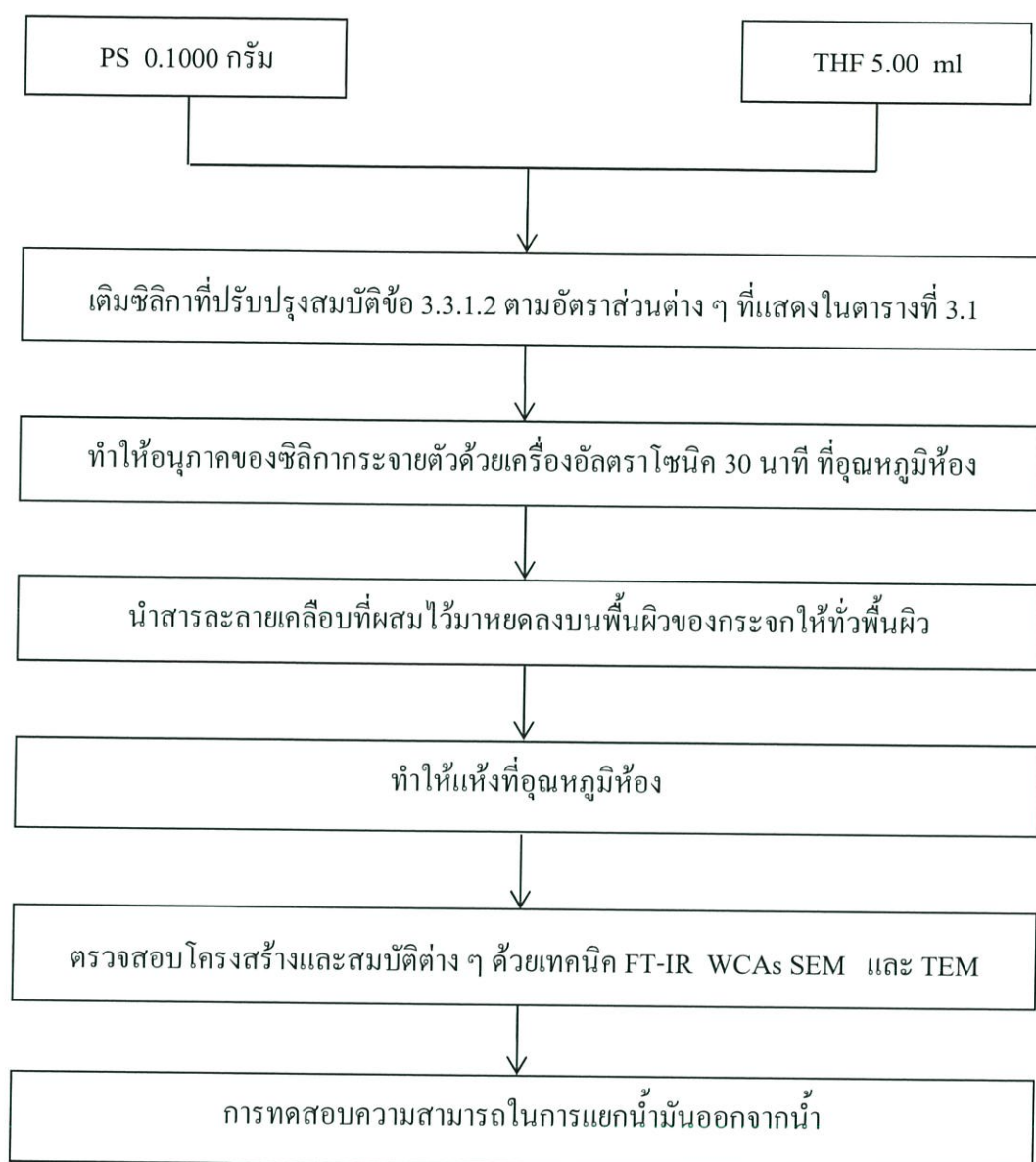
รูปที่ 3.3 แสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเองโดยใช้สาร Coupling agent เป็น Oleic acid หรือ CTMS ในสารละลายคลอโรฟอร์ม



**รูปที่ 3.4** แสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง โดยใช้สาร Coupling agent 2 ชนิดคือ CTMS และ OTS หรือ OTS และ CTMS



**รูปที่ 3.5** แสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำจากซิลิกาที่เตรียมขึ้นเอง ด้วยวิธีซิลิกา-โซล โดยใช้สาร Coupling agent 2 ชนิดคือ OTS และ CTMS ตามลำดับ



**รูปที่ 3.6** แสดงขั้นตอนกระบวนการเตรียมฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำเคลือบบนพื้นผิวของวัสดุ

### 3.3.3 ตัวแปรที่ได้ทำการปรับเปลี่ยนเพื่อศึกษาผลที่มีต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด

#### 1. ชนิดของ Coupling agent

ตารางที่ 3.2 แสดงชนิดของ coupling agent และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์

ขนาดอนุภาคซิลิกา (nm)	Coupling agent		ปริมาณ (ml)	อัตราส่วนโดย น้ำหนักของ Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	พื้นผิว
	ชนิด	ในสารละลาย			
สังเคราะห์ขึ้นเอง 140 – 200	OTS	เอทานอลบริสุทธิ์	0.30	2 : 1	กระจก
	CTMS				
	Oleic acid				
	Oleic acid	คลอโรฟอร์ม			
	CTMS				
	CTMS+OTS	เอทานอลบริสุทธิ์			
	OTS+CTMS				
	OTS Silica โขล				

2. ขนาดอนุภาคของซิลิกา โดยใช้ซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์ขึ้นเอง และซิลิกาที่ได้จากเกรดการค้า

ตารางที่ 3.3 แสดงขนาดอนุภาคซิลิกา และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์

ขนาดอนุภาคซิลิกา (nm)	Coupling agent		อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	พื้นผิว
	ชนิด	ปริมาตร (ml)		
สังเคราะห์ขึ้นเอง 140 – 200	เลือกสภาวะที่ดีที่สุด ที่สุดจากตาราง 3.2 (CTMS+OTS)	0.30	2 : 1	กระจก
เกรดการค้า 12 - 18				

3. ปริมาณ Coupling agent โดยใช้ 0.20 0.30 0.40 0.50 0.60 0.80 และ 1.00 มิลลิลิตร

ตารางที่ 3.4 แสดงปริมาณ Coupling agent ที่แตกต่างกัน และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์

ขนาดอนุภาคซิลิกา (nm)	Coupling agent		อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	พื้นผิว
	ชนิด	ปริมาตร (ml)		
เลือกสภาวะที่ดีที่สุด จากตาราง 3.3 (12 – 18)	เลือกสภาวะที่ ดีที่สุดจาก ตาราง 3.2 (CTMS+OTS)	0.20	2 : 1	กระจก
		0.30		
		0.40		
		0.50		
		0.60		
		0.80		
		1.00		

4. อัตราส่วน Modified SiO<sub>2</sub>:PS โดยน้ำหนัก โดยใช้อัตราส่วนคือ 1:1 2:1 2.5:1 และ 3:1

ตารางที่ 3.5 แสดงการเปรียบเทียบอัตราส่วน โดยน้ำหนักของ Modified SiO<sub>2</sub>: โพลีสไตรีน ที่แตกต่างกัน และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์

ขนาดอนุภาค ซิลิกา (nm)	Coupling agent		อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	พื้นผิว
	ชนิด	ปริมาตร (ml)		
เลือกสภาวะ ที่ดีที่สุดจาก ตาราง 3.3 (12 – 18)	เลือกสภาวะที่ดี ที่สุดจากตาราง 3.2 (CTMS+OTS)	เลือกสภาวะที่ดี ที่สุดจากตาราง 3.4 (0.50)	1 : 1	กระจก
			2 : 1	
			2.5 : 1	
			3 : 1	

5. ชนิดของวัสดุที่ใช้เป็นพื้นผิว

ตารางที่ 3.6 แสดงชนิดของวัสดุที่ใช้เป็นพื้นผิว และสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์

ขนาดอนุภาคซิลิกา (nm)	Coupling agent		อัตราส่วนโดยน้ำหนักของ Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	พื้นผิว
	ชนิด	ปริมาตร (ml)		
เลือกสภาวะที่ดีที่สุด จากตาราง 3.3 (12 – 18)	เลือกสภาวะที่ดี ที่สุดจากตาราง 3.2 (CTMS+OTS)	เลือก สภาวะที่ ดีที่สุด จาก ตาราง 3.4 (0.50)	เลือกสภาวะที่ดีที่สุดจาก ตาราง 3.5 (2:1)	กระดาษกรอง
				ผ้าขาวบาง
				ผ้าสำลี
				ผ้าชามัวร์
				ฟองน้ำ
				ไม้อัด
				แผ่นอลูมิเนียม
				แผ่นทองแดง
กระจก				

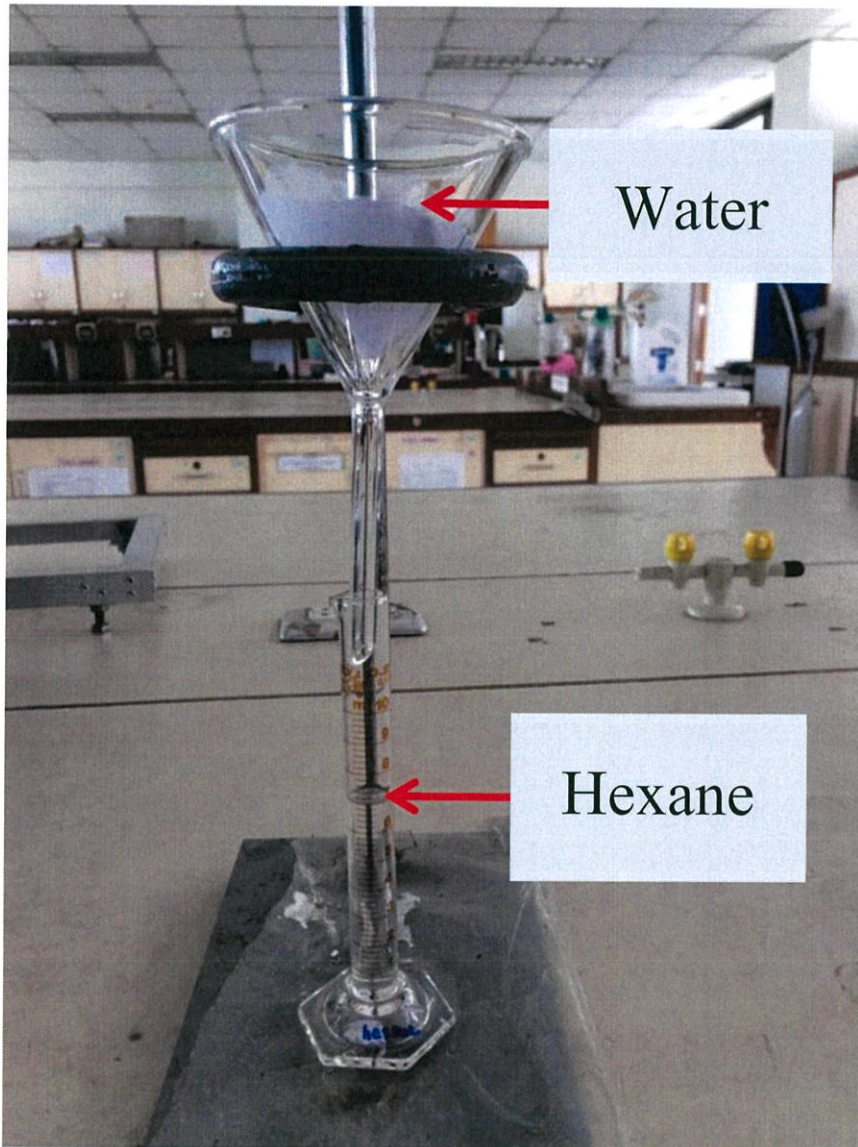
หมายเหตุ : กระจกกรองเบอร์ 2	มีรูพรุนขนาด	8	ไมโครเมตร
กระจกกรองเบอร์ 4	มีรูพรุนขนาด	20-25	ไมโครเมตร
กระจกกรองเบอร์ 5	มีรูพรุนขนาด	2.5	ไมโครเมตร
กระจกกรองเบอร์ 602H	มีรูพรุนขนาดน้อยกว่า	2	ไมโครเมตร

### 3.3.4 การทดสอบความสามารถการกรองในการแยกน้ำมันออกจากน้ำ

การทดสอบความสามารถในการแยกน้ำมันออกจากน้ำจะแสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Superhydrophobicity) และ ความชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (Superoleophilicity) ไปพร้อม ๆ กัน รูปภาพแสดงวิธีการทดสอบการกรอง แสดงในรูปที่ 3.7 ซึ่งจะแสดงถึงประสิทธิภาพการใช้งานในของวัสดุตัวกรองที่เตรียมได้ วิธีการทดสอบทำได้ดังนี้

1. ทำการผสมเฮกเซน ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร และน้ำกลั่นปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร
2. เทสารผสมลงไปยังกระจกกรองที่เคลือบสารปรับปรุงพื้นผิวที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด
3. เฮกเซนในสารผสมจะซึมไหลผ่านกระจกกรองลงสู่กระบอกลง ส่วนน้ำจะเหลืออยู่ที่ด้านบนของกระจกกรอง
4. ค่อย ๆ เทน้ำที่อยู่บนกระจกกรองลงสู่กระบอกลง
5. ทำการวัดปริมาตรของสารที่แยกได้จากการกรอง
6. ทำการทดสอบหาปริมาณน้ำที่ผสมปนอยู่ในเฮกเซนหลังจากการกรองแยก โดยการใช้แอนไฮดรัส คอปเปอร์(II) ซัลเฟต (Anhydrous Copper(II) Sulphate) เฮกเซนหลังการแยกถ้ามีน้ำอยู่ จะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีฟ้าของไฮเดรตคอปเปอร์(II) ซัลเฟต

หมายเหตุ : จากการทดลองพบว่า มีปริมาณของเฮกเซนหายไปบางส่วน ซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากการระเหยของเฮกเซนในอากาศและเฮกเซนบางส่วนอาจถูกดูดติดกับกระจกกรอง



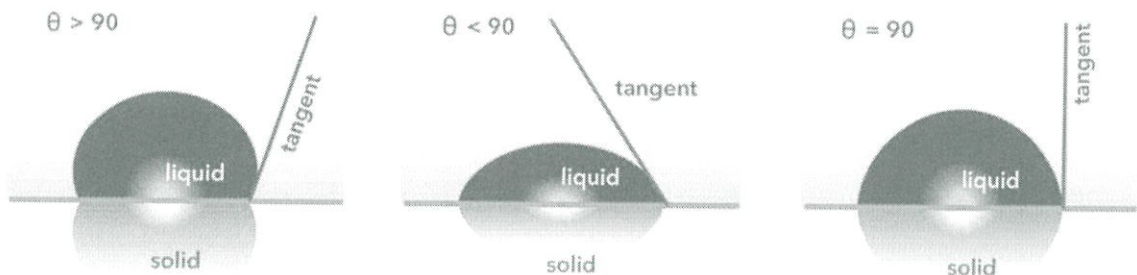
รูปที่ 3.7 แสดงการทดสอบความสามารถในการแยกน้ำมันออกจากน้ำ

### 3.4 การตรวจสอบสมบัติของวัสดุ

#### 3.4.1 วิเคราะห์สมบัติความไม่ชอบน้ำ ด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs)

การวัดมุมสัมผัสของน้ำ (Water contact angles; WCAs) จะเกิดจากแรงเกาะติดระหว่างโมเลกุลระหว่างของเหลวและของแข็ง (Adhesion force) ซึ่งจะทำให้ของเหลวกระจายตัวไปทั่วพื้นผิว ส่วนแรงยึดติดระหว่างโมเลกุลภายในของเหลวชนิดเดียวกัน (Cohesion force) ซึ่งแรงนี้สามารถรับแรงเค้นดึงได้เล็กน้อย (Tensile stress) จะทำให้ของเหลวเกาะกันเป็นทรงกลมและไม่สัมผัสกับพื้นผิวของของแข็ง

มุมสัมผัสเป็นมุมระหว่างระนาบของปฏิสัมพันธ์ของของเหลว-ก๊าซกับระนาบของปฏิสัมพันธ์ของเหลว-ของแข็ง มุมสัมผัสนี้เป็นผลมาจากสมดุลระหว่างแรง Adhesion กับแรง Cohesion ซึ่งจะบอกแนวโน้มที่หยดของเหลวจะกระจายตัวในพื้นที่ผิวเรียบของของแข็ง โดยมุมสัมผัสจะแปรผกผันกับความสามารถในการกระจายตัวของของเหลว มุมสัมผัสที่น้อยกว่า 90 องศา โดยทั่วไปจะหมายถึงภาวะการเปียกของพื้นผิวอยู่ในระดับดีมาก และของเหลวจะกระจายออกไปเป็นบริเวณกว้าง มุมสัมผัสที่มากกว่า 90 องศา โดยทั่วไปจะหมายถึง ภาวะการเปียกของพื้นผิวอยู่ในระดับไม่ดี และของเหลวจะสัมผัสกับพื้นผิวของเหลวเพียงเล็กน้อยและจะก่อตัวเป็นทรงหยดน้ำค้าง ดังแสดงในรูปที่ 3.8

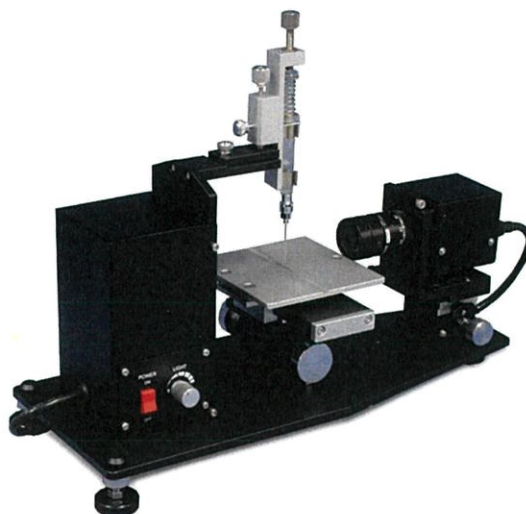


รูปที่ 3.8 แสดงมุมสัมผัส (Contact angle,  $\theta$ ) [31]

#### การวัดค่ามุมสัมผัส

การทดสอบมุมสัมผัสจะใช้วิธีที่เรียกว่าเซสซิลดรอป (Sessile drop) วิธีนี้หยดของเหลวจะถูกหยดออกจากหลอดฉีดยาขนาดเล็กลงบนพื้นผิวของวัสดุที่ต้องการทดสอบ โดยการนำพื้นผิวขึ้นไปสัมผัสกับหยดที่แขวนอยู่ที่ปลายเข็มฉีดยาเพื่อให้ได้ของเหลวเพียงหยดเดียวที่สัมผัสกับผิววัสดุ จากนั้นแสงจะถูกส่องผ่านด้านหน้าของเหลวและภาพของหยดของเหลวจะตกลงบนฉากรับภาพซึ่งอยู่ด้านหลังหยดของเหลว มุมสัมผัสจะถูกวัดโดยใช้แกนวัดมุม (Protractor) ที่ติดอยู่กับฉากรับภาพ ในโครงการงาน

พิเศษนี้สภาวะที่ใช้ในการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง และกำหนดปริมาตรน้ำที่ใช้หยดเป็น 0.5 ไมโครลิตร เครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำที่ใช้มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 แสดงเครื่องทดสอบสมบัติความไม่ชอบน้ำ ด้วยการวัดมุมสัมผัสของน้ำ [32]

### 3.4.2 การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscope; FE-SEM)

Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) เป็นเครื่องมือที่มีประโยชน์ในการศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กระดับจุลภาคและเป็นอุปกรณ์ที่ใช้กันอย่างแพร่หลาย ทั้งในการวิจัยและการผลิตภาคอุตสาหกรรม FE-SEM เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงถึงระดับ 1,000,000 เท่า ทำให้สามารถศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กระดับไมโครหรือนาโนได้ FE-SEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy dispersive X-Ray spectrometer; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษาชนิดปริมาณและการกระจายขององค์ประกอบธาตุของวัสดุที่ศึกษาได้อีกทั้ง FE-SEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์หรือหัววัดอื่นๆเพื่อใช้ศึกษาวิเคราะห์ตามวัตถุประสงค์ที่ต่างกันออกไป เช่นเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์การเรียงตัวของผลึก โดยใช้สัญญาณจากการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Electron backscatter diffraction; EBSD) นอกจากนี้ FE-SEM ยังสามารถประยุกต์โดยเชื่อมต่อกับชุดอุปกรณ์ควบคุมลำอิเล็กตรอนเพื่อใช้เขียนลวดลายขนาดเล็กลงบนชิ้นงาน (Electron beam lithography) จะเห็นได้ว่า FE-SEM เป็นเครื่องมือที่มีความจำเป็นต่อการศึกษา วิจัยด้วยกำลังขยาย

ที่สูงและสามารถประยุกต์ใช้งานได้หลากหลายและครอบคลุมการศึกษาวิจัยในระดับจุลภาค [33] กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูงที่ใช้มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยายสูง [34]

#### หลักการทำงาน

ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้ถูกบันทึก แปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไป [35]

#### 3.4.3 การวิเคราะห์พื้นฐานวิทยา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope; TEM)

Transmission electron microscopy (TEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษาตัวอย่างชนิดบาง ซึ่งเตรียมขึ้นโดยวิธีพิเศษเพื่อให้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนผ่านทะลุได้ การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้จะทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างนั่นเอง เครื่อง TEM เหมาะสำหรับ

ศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ ผนังเซลล์ เป็นต้น ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่น ๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก (กำลังขยายสูงสุดประมาณ 0.1 นาโน-เมตร) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่ใช้มีลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน [36]

#### หลักการทำงาน

ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านตัวอย่างที่จะศึกษา (Specimen) ซึ่งตัวอย่างที่จะศึกษาจะต้องมีลักษณะที่แบนและบางมาก (บ่อยครั้งที่พบว่าอยู่ในช่วงระหว่าง 1 - 100 นาโนเมตร) จากนั้นจะเกิดการกระเจิงอนุภาคขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างไป และอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างนี้ก็จะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุด จากนั้นจะได้รับการขยายด้วยเลนส์ทอดภาพไปสู่จอรับ (Projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากเรืองแสง สุดท้ายจะเกิดการสร้างภาพขึ้นมาได้ [35]

### 3.4.4 การวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุล ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR)

อินฟราเรดให้ข้อมูลที่รวดเร็วและมีประสิทธิภาพในการหาหมู่ฟังก์ชันในโมเลกุลของสารประกอบอินทรีย์ย่านอินฟราเรดในสเปกตรัมของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าที่ให้ประโยชน์มากที่สุดต่อนักเคมีอินทรีย์คือย่านความถี่ระหว่าง  $4,000\text{--}650\text{ cm}^{-1}$  ( $\text{cm}^{-1}$  เป็นหน่วยของจำนวนคลื่นต่อวินาทีหรือเรียกว่าเลขคลื่น) และความยาวคลื่นระหว่าง  $2.5\text{--}15$  ไมโครเมตร ( $1\text{ ไมโครเมตร } (\mu\text{m}) = 10^{-6}\text{ เมตร}$ ) ความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นและเลขคลื่น ดังสมการที่ 3.1

$$\text{ความยาวคลื่น } (\mu\text{m}) = \frac{10,000}{\text{เลขคลื่น } (\text{cm}^{-1})} \quad \text{สมการที่ 3.1}$$

อินฟราเรดสเปกตรัมเป็นการพลอตระหว่างความถี่หรือ ความยาวคลื่นและ Transmittance (T) Transmittance เป็นอัตราส่วนระหว่างความเข้มของรังสีที่ผ่านสารตัวอย่าง (Transmitted radiation; I) และความเข้มของรังสีที่ตกกระทบสารตัวอย่าง

สมการที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีที่ผ่านสารตัวอย่างและความเข้มของรังสีที่ตกกระทบสารตัวอย่างดังสมการที่ 3.2

$$\text{Transmittance} = \frac{I}{I_0} \quad \text{สมการที่ 3.2}$$

$I$  = ความเข้มของรังสีที่ผ่านตัวกลาง

$I_0$  = ความเข้มของรังสีที่ตกกระทบตัวกลาง

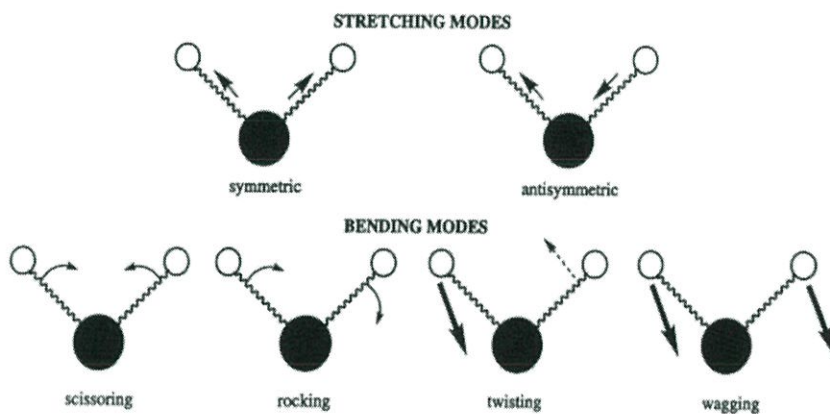
% Transmittance = 100 T

การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดตรงกับพลังงานในช่วง  $2\text{--}10$  กิโลแคลอรีต่อ โมลพลังงานของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในย่านนี้ก่อให้เกิดการสั่นแบบยืด (Stretching) และแบบงอ (Bending) ของพันธะในโมเลกุลของสารการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเป็นขบวนการควันไทส์ (Quantized) กล่าวคือสารจะดูดกลืนรังสีอินฟราเรดนั้นความถี่ของรังสีที่ถูกดูดกลืนจะต้องตรงกับความถี่ของการสั่นของพันธะนั้น

นอกจากนี้การสั่นของพันธะทุกประเภทในโมเลกุลมิได้ให้พีคใน IR สเปกตรัมเสมอไป การสั่นของพันธะที่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงไดโพลโมเมนต์ (Dipole moment) เท่านั้นที่จะมีพีคปรากฏใน IR สเปกตรัมตัวอย่างเช่นการสั่นของพันธะ  $\text{C}=\text{C}$  ใน  $\text{RCH}=\text{CHR}$  ไม่มีพีคใน IR สเปกตรัมส่วนการสั่นของ  $\text{C}=\text{O}$  ในสารประกอบคาร์บอนิลเกิดพีคที่มีความเข้มสูงใน IR สเปกตรัม

โดยทั่วไปแถบที่เกิดใน IR สเปกตรัมเกิดจากการสั่นแบบพื้นฐานได้แก่การยืดและการงอซึ่งมีแถบที่มีความเข้มต่ำเกิดที่ความถี่ 2 เท่า 3 เท่าหรือ 4 เท่าของความถี่แบบพื้นฐานแถบเหล่านี้เรียกว่า โอเวอร์โทน (Overtone) ซึ่งเกิดเมื่อความถี่พื้นฐานมีความเข้มสูง

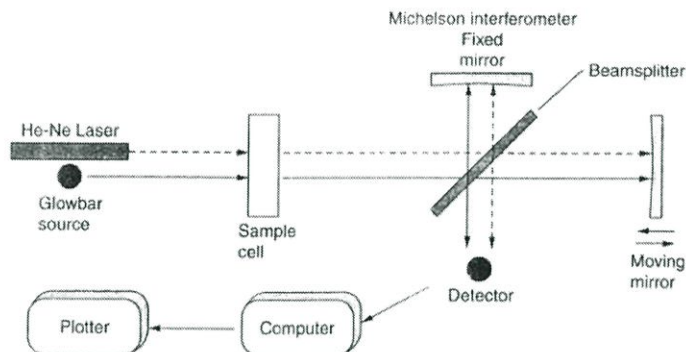
บางครั้งอาจมีแถบเกิดที่ความถี่ที่เป็นผลบวกหรือผลต่างของความถี่แบบพื้นฐานแถบเหล่านี้เรียกว่า คอมบิเนชันแบนด์ (Combination bands) ถ้า Overtone หรือ Combination bands เกิดใกล้กับแถบพื้นฐานผลก็คือทำให้ความเข้มของแถบพื้นฐานลดลงแต่ไปเพิ่มความเข้มของ Overtone และ Combination bands ปรากฏการณ์นี้คือเกิดเฟอร์มีรีโซแนนซ์ (Fermi resonance) และพีกทั้งคู่บางครั้งเรียกว่า เฟอร์มีดับเบิลท (Fermi doublet) ดังแสดงในรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 แสดงการสั่นแบบพื้นฐานของหมู่เมทิลีน [39]

### FTIR สเปกโตรมิเตอร์

FTIR สเปกโตรมิเตอร์เป็นไมเคิลสันอินเตอร์เฟอริมิเตอร์ (Michelson interferometer) ดังแสดงในรูปที่ 3.13 ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์รังสี IR จากแหล่งกำเนิดผ่านสารตัวอย่างและต่อไปยังอุปกรณ์แยกลำรังสี (Beam splitter) ซึ่งจะแยกลำรังสีที่ผ่านสารตัวอย่างแล้วกึ่งหนึ่งไปยังกระจกที่หมุนได้ (Moving mirror) และสะท้อนลำรังสีอีกกึ่งหนึ่งไปยังกระจกที่ยึดกับที่ทั้งลำรังสีที่สะท้อนและที่ผ่านสารตัวอย่าง (Transmitted beam) จะถูกสะท้อนกลับไป Beam splitter



รูปที่ 3.13 Michelson interferometer ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์ [39]

### การเตรียมสารตัวอย่าง

การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อบันทึกสเปกตรัมขึ้นกับว่าสถานะทางกายภาพของสารตัวอย่างวิธีการเตรียมสารตัวอย่างที่เป็นของแข็งดังนี้ ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการเตรียมตัวอย่างโดยการเตรียมเป็นแผ่นโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr disc) เนื่องจากโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) เป็นสารเจือยยอมให้คลื่นรังสีอินฟราเรดผ่านได้และมีช่วงอินฟราเรดที่ไม่อยู่ในช่วงที่ต้องการใช้งาน โดยผสมในอัตราส่วนของสารตัวอย่างต่อ KBr เป็นหนึ่งต่อร้อยแล้วนำสารผสมที่ได้ เข้าเครื่องอัด (Minipress) จนได้แผ่นกลมแบนใสคล้ายแก้ว นำแผ่น KBr disc ใส่ที่ยึดพิเศษแล้ววางบนถ้ำรังสี IR และหลังการวัดควรเก็บในเคซิเคเตอร์และสามารถนำมาวัดสเปกตรัมซ้ำได้อีก [37]

## บทที่ 4

### ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในบทนี้กล่าวถึงผลการทดลองจากการเตรียมอนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงคุณสมบัติความไม่ชอบน้ำและการเตรียมวัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด ซึ่งจะแสดงผลต่าง ๆ ดังนี้คือ ผลการศึกษาความไม่ชอบน้ำด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ (WCAs) ผลของการศึกษาสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (FE-SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ศึกษาลักษณะพื้นผิวโดยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ผลการศึกษาการตรวจสอบเอกลักษณ์โดยฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) ผลของประสิทธิภาพการกรอง พร้อมทั้งอภิปรายผลการทดสอบที่ได้ตามลำดับ

#### 4.1 การศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกา

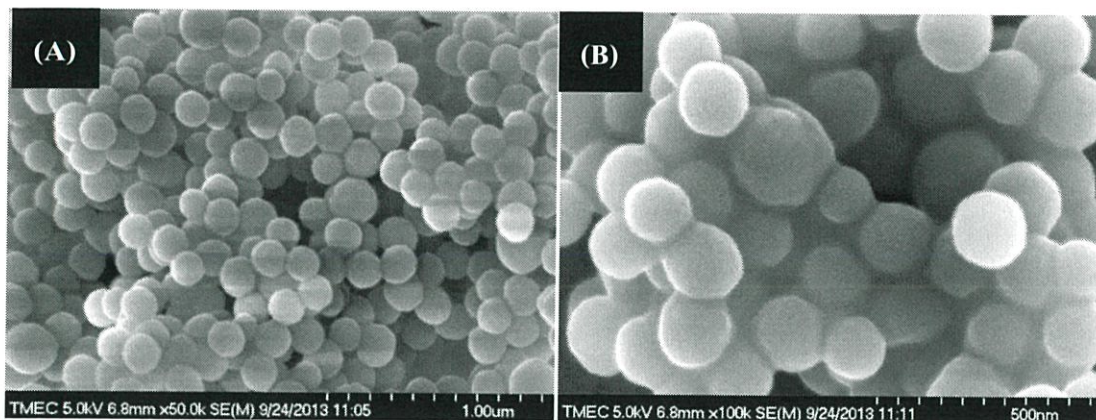
ในโครงการนี้ได้ใช้อนุภาคซิลิกา 2 ชนิดมาปรับปรุงคุณสมบัติให้มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดโดยมีอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเองจากสารละลายตั้งต้น TEOS และ  $\text{NH}_4\text{OH}$  ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ และอนุภาคซิลิกาเกรดการค้าจากบริษัท ALDRICH CHEMISTRY

##### 4.1.1 อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง

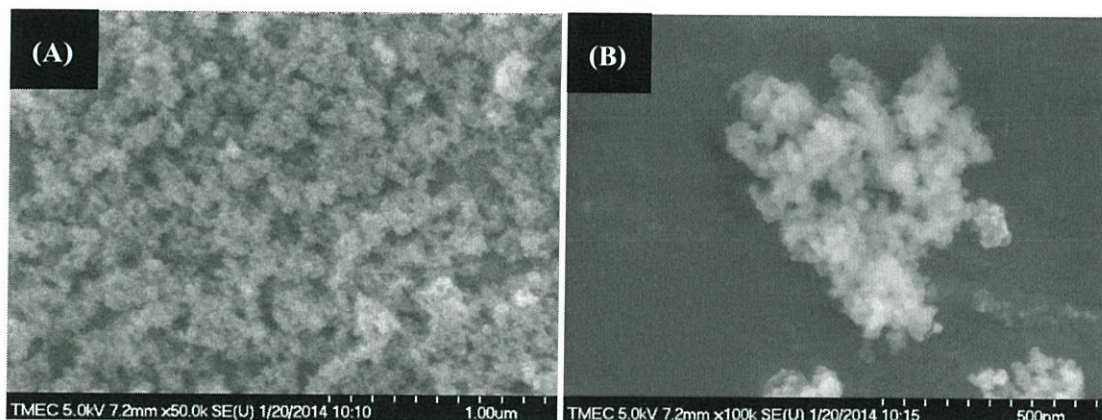
เมื่อนำไปศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (FE-SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.1 พบว่าอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเองมีลักษณะเป็นทรงกลมที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 140 -200 นาโนเมตร

##### 4.1.2 อนุภาคซิลิกาเกรดการค้า

เมื่อนำอนุภาคซิลิกาเกรดการค้าไปศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (FE-SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 ผลที่ได้พบว่าอนุภาคซิลิกาเกรดการค้ามีขนาดเล็กมาก และเกาะรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ซึ่งเทคนิค FE-SEM ไม่สามารถสังเกตลักษณะที่ชัดเจนได้

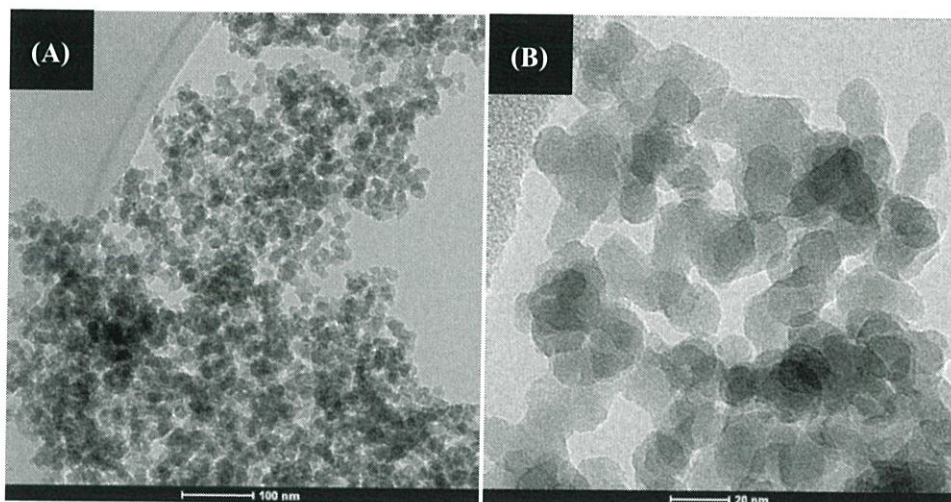


รูปที่ 4.1 แสดงผลสัณฐานวิทยาจากเทคนิค FE-SEM ของอนุภาคชิตินาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง (A) กำลังขยาย 5000 เท่า และ (B) กำลังขยาย 10000 เท่า



รูปที่ 4.2 แสดงผลสัณฐานวิทยาจากเทคนิค FE-SEM ของอนุภาคชิตินาเกรดการค้ำ (A) กำลังขยาย 5000 เท่า และ (B) กำลังขยาย 10000 เท่า

จากนั้นจึงได้นำอนุภาคชิตินาเกรดการค้ำไปศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.3 จากภาพถ่าย TEM พบว่าอนุภาคชิตินาเกรดการค้ำมีลักษณะค่อนข้างเป็นทรงกลมที่มีความเป็นเหลี่ยมเล็กน้อย และมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 12 - 18 นาโนเมตร



รูปที่ 4.3 แสดงผลสัณฐานวิทยาจากเทคนิค TEM ของอนุภาคซิลิกาเกรดการค้า (A) กำลังขยายต่ำ และ (B) กำลังขยายสูง

## 4.2 การศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำ

### 4.2.1 การศึกษาผลของชนิด Coupling agent

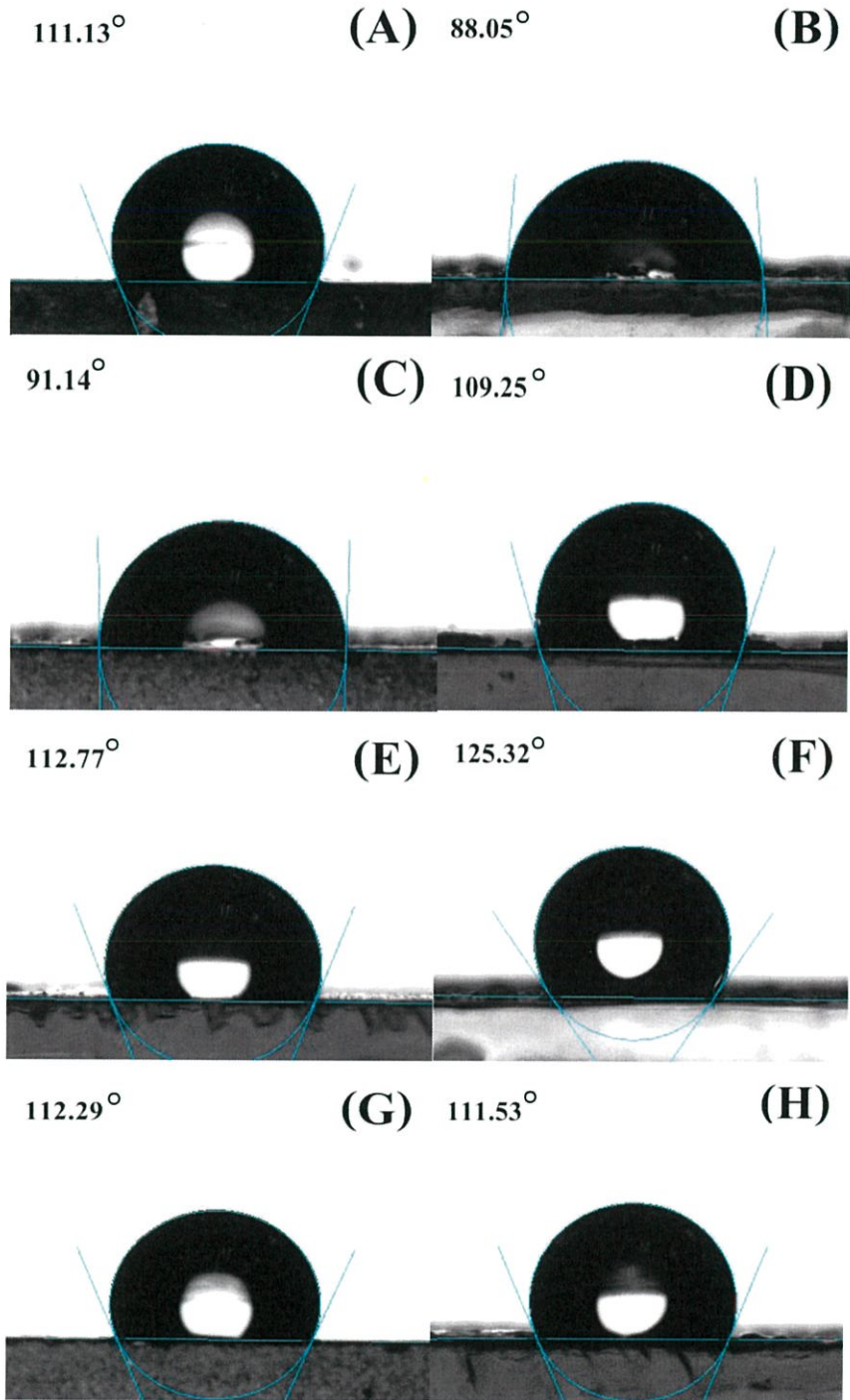
ผลของชนิดของ Coupling agent ที่มีต่อการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ บอกได้จากการวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิววัสดุที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเอง ที่ทำการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ โดยโครงการพิเศษนี้ในการศึกษาขั้นต้นได้ใช้แผ่นกระจกเป็นวัสดุรองรับ (Substrate) เพื่อควบคุมลักษณะพื้นผิวของวัสดุรองรับให้เป็นลักษณะเดียวกันในทุกสภาวะการทดสอบ โดยสภาวะในการเตรียมและชนิดของ Coupling agent ที่ทำการศึกษาได้แสดงในตารางที่ 3.2 และเมื่อนำพื้นผิวที่ทำการเคลือบไปวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ จะได้ค่ามุมสัมผัสของน้ำดังแสดงในตารางที่ 4.1

จากการวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ พบว่าค่ามุมสัมผัสของน้ำที่วัดได้จากทุกสภาวะมีค่าอยู่ในช่วง  $88.05 \pm 6.73$  ถึง  $125.32 \pm 5.37$  องศา โดยสภาวะที่มีค่ามุมสัมผัสของน้ำสูงที่สุดคือสภาวะ F ที่ใช้สาร Coupling agent เป็นสารละลาย CTMS ต่อกับสารละลาย OTS ซึ่งมีค่าเท่ากับ  $125.32 \pm 5.37$  องศา โดยภาพแสดงการวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ ซึ่งวัดจากมุมของหยดน้ำที่สัมผัสบนพื้นผิวของกระจก ที่ถูกเคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ แสดงไว้ในรูปที่ 4.4

ตารางที่ 4.1 แสดงผลค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้ Coupling agent ต่างชนิดกัน

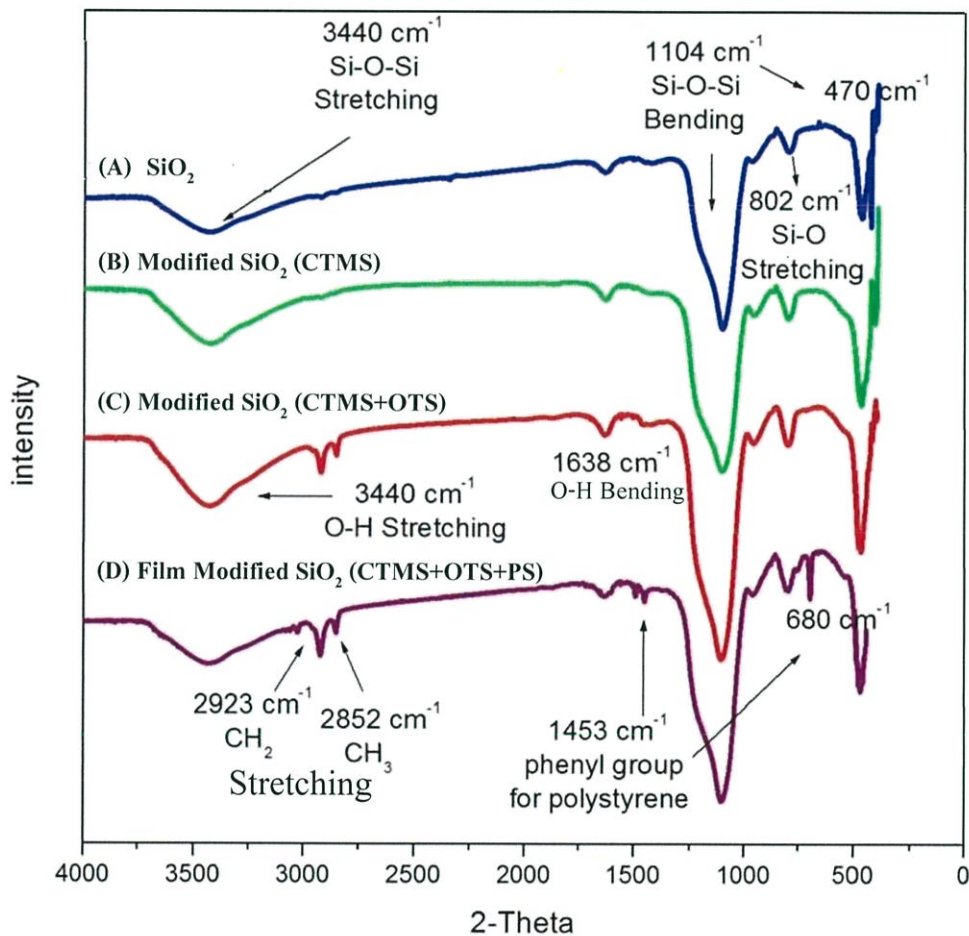
สภาวะ	ชนิดของ Coupling agent	ค่ามุมสัมผัสของน้ำเฉลี่ย $\pm$ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (องศา)
A	OTS ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์	111.13 $\pm$ 0.53
B	CTMS ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์	88.05 $\pm$ 6.73
C	Oleic acid ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์	91.14 $\pm$ 3.06
D	Oleic acid ในสารละลายคลอโรฟอร์ม	109.25 $\pm$ 2.52
E	CTMS ในสารละลายคลอโรฟอร์ม	112.77 $\pm$ 5.11
<b>F</b>	<b>CTMS + OTS ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์</b>	<b>125.32 <math>\pm</math> 5.37</b>
G	OTS + CTMS ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์	112.29 $\pm$ 0.56
H	Silica Sol OTS + CTMS ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์	111.53 $\pm$ 2.33

หมายเหตุ : ค่ามุมสัมผัสของน้ำของโพลีสไตรีน เท่ากับ 94 องศา และกระจก เท่ากับ 70 องศา



รูปที่ 4.4 แสดงผลรูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ ตามสภาวะที่กำหนดในตารางที่ 4.1

จากการวัดค่ามุมสัมพัทธ์ของน้ำทำให้ทราบว่าชนิด Coupling agent ที่แสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำสูงที่สุดคือ CTMS + OTS จากนั้นได้ทำการตรวจเอกลักษณ์ของอนุภาคซิลิกา (โดยการใช้อนุภาคซิลิกาเกรดการค้าบริสุทธิ์) อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยใช้สาร Coupling agent เป็น CTMS และ CTMS + OTS และฟิล์มซิลิกาที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำที่เตรียมขึ้นจากการนำอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำมาผสมกับโพลีสไตรีนในสารละลาย THF แล้วทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectrometer; FT-IR) ซึ่งผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.5



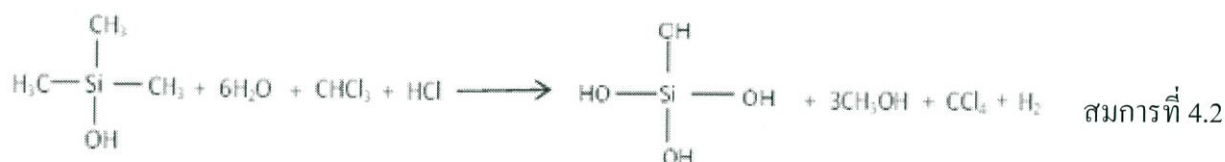
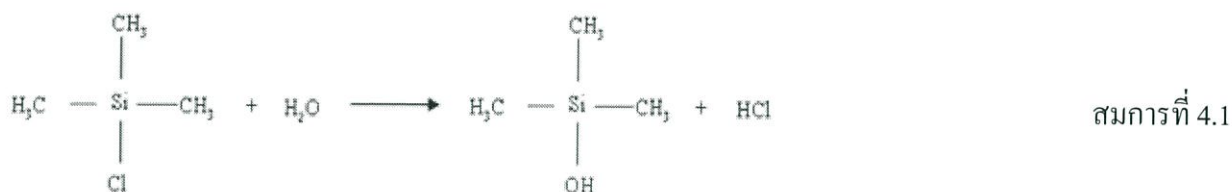
รูปที่ 4.5 แสดงผลการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมด้วยเครื่อง FT-IR (A) อนุภาคซิลิกาบริสุทธิ์ (B) อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่ใช้ Coupling agent เป็น CTMS (C) อนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่ใช้ Coupling agent เป็น CTMS และ OTS และ (D) ฟิล์มที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำที่ใช้ Coupling agent เป็น CTMS และ OTS และทำการขึ้นรูปโดยผสมกับโพลีสไตรีน

จากรูปที่ 4.5 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR พบว่าที่อินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคซิลิกาบริสุทธิ์ ( $\text{SiO}_2$ ) แสดงช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของพันธะ Si-O-Si แบบยืด-หด (Stretching) อยู่ในช่วงเลขคลื่น 1427 – 1440  $\text{cm}^{-1}$  และการสั่นแบบงอ (Bending) ที่เลขคลื่น 1106  $\text{cm}^{-1}$  และ 471  $\text{cm}^{-1}$  และช่วงการดูดกลืนแสงของพันธะ Si-O แบบยืด-หด อยู่ในช่วงเลขคลื่น 797 – 802  $\text{cm}^{-1}$  สำหรับอนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ใช้ Coupling agent เป็น CTMS ( $\text{C}_3\text{H}_9\text{ClSi}$ ) พบช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของพันธะ  $\text{CH}_2$  แบบยืด-หด อยู่ในช่วงเลขคลื่น 2923 – 2928  $\text{cm}^{-1}$  และช่วงการดูดกลืนแสงของพันธะ  $\text{CH}_3$  แบบยืด – หด อยู่ในช่วงเลขคลื่น 2847 – 2854  $\text{cm}^{-1}$  ส่วนอนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ใช้ Coupling agent เป็น CTMS และ OTS ( $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{17}\text{SiCl}_3$ ) พบช่วงการดูดกลืนแสงของพันธะ  $\text{CH}_2$  แบบยืด-หด อยู่ในช่วงเลขคลื่น 2923 – 2928  $\text{cm}^{-1}$  และช่วงการดูดกลืนแสงของพันธะ  $\text{CH}_3$  แบบยืด – หด อยู่ในช่วงเลขคลื่น 2847 – 2854  $\text{cm}^{-1}$  ที่มีความเข้มของพีกมากขึ้นแสดงให้เห็นว่าการเติม CTMS และ OTS ลงในซิลิกา ทำให้เกิดการเชื่อมต่อบริเวณระหว่างซิลิกากับ CTMS และ OTS ที่ไปเพิ่มหมู่  $\text{CH}_3$  และ  $\text{CH}_2$  ซึ่งไม่มีขั้ว ทำให้ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำของอนุภาคซิลิกาได้ สำหรับอินฟราเรดสเปกตรัมของฟิล์มที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำที่ทำการขึ้นรูปโดยการนำอนุภาคซิลิกาที่เคลือบด้วย CTMS และ OTS ไปผสมกับโพลีสไตรีน พบช่วงการดูดกลืนแสงที่ตรงกับการสั่นของหมู่ฟังก์ชันฟีนอลของโพลีสไตรีนในช่วงเลขคลื่น 1453  $\text{cm}^{-1}$  และ 698  $\text{cm}^{-1}$  แสดงให้เห็นถึงหมู่ฟังก์ชันที่เพิ่มขึ้นมาเมื่อทำการเติมโพลีสไตรีนลงไปเพื่อใช้ในการขึ้นรูปฟิล์ม [16] [18]

ซึ่งจากผลที่ได้จากเทคนิค FT-IR ทำให้สามารถแสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสระหว่างสารละลาย CTMS กับ OTS บนพื้นผิวของอนุภาคซิลิกา ได้ตามขั้นตอนดังนี้

**ขั้นตอนที่ 1** การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ของสารละลาย CTMS ดังแสดงในสมการที่ 4.1 โดยเริ่มจากเกิดการแตกตัวของน้ำ ได้เป็นไฮดรอกไซด์ ( $\text{OH}^-$ ) และโปรตอน ( $\text{H}^+$ ) จากนั้น  $\text{OH}^-$  จะเข้าแทนที่หมู่ฟังก์ชันคลอไรด์ (Cl) ในสารละลาย CTMS และได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดไฮโดรคลอริก (HCl) จากนั้นเมื่อทำการเติมคลอโรฟอร์ม ( $\text{CHCl}_3$ ) ลงไปจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสอย่างต่อเนื่องโดยหมู่  $\text{OH}^-$  จะเข้าแทนที่หมู่ฟังก์ชันของเมทิล ( $\text{CH}_3$ ) ใน CTMS เกิดขึ้นเป็น  $\text{HO-Si}$  ได้ผลิตภัณฑ์เป็นเมทานอล ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ) และกรดไฮโดรคลอริกที่เป็นผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ CTMS ทำปฏิกิริยากับคลอโรฟอร์ม ได้ผลิตภัณฑ์เป็นคาร์บอนเตตระคลอไรด์ ( $\text{CCl}_4$ ) และแก๊สไฮโดรเจน ( $\text{H}_2$ ) ดังแสดงในสมการที่ 4.2

### ขั้นตอนที่ 1 การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ของสารละลาย CTMS



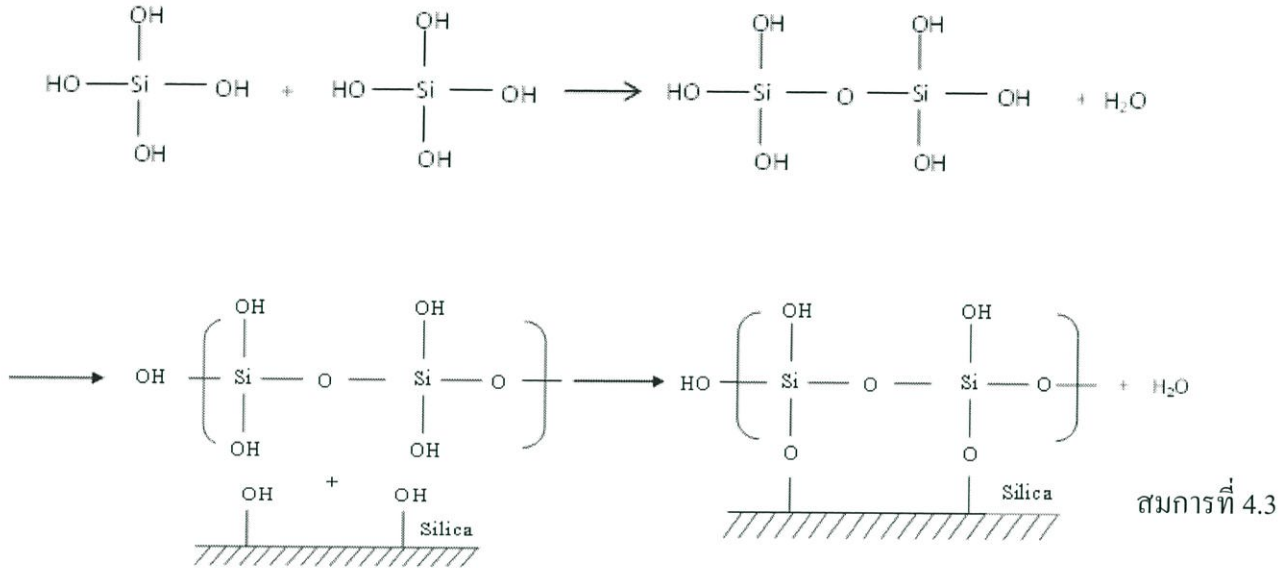
### ขั้นตอนที่ 2 การเกิดปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation) ซึ่งเป็นไปได้ 2 กรณี ดังนี้

2.1 CTMS ถูกไฮโดรไลซ์ ที่เกิดปฏิกิริยาควบแน่นต่อกันเองแล้วเกิดการเชื่อมโยงเป็นโครงร่างตาข่ายไปเรื่อย ๆ และได้น้ำเป็นผลิตภัณฑ์ จากนั้นเกิดปฏิกิริยาควบแน่นระหว่างหมู่ OH ของสารละลายกับหมู่ OH (Si-OH) บนพื้นผิวของอนุภาคซิลิกา ทำให้เกิดการยึดติดกันเองของ CTMS และ อนุภาคซิลิกา ได้น้ำเป็นผลิตภัณฑ์ ดังแสดงในสมการที่ 4.3

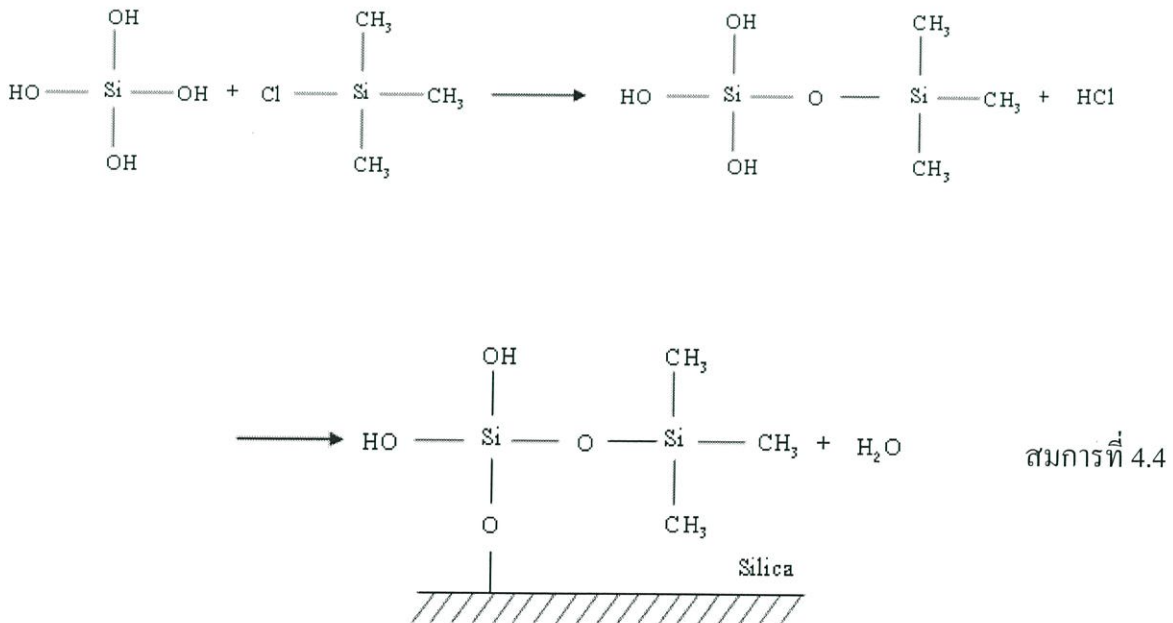
2.2 CTMS ที่ถูกไฮโดรไลซ์เกิดปฏิกิริยาควบแน่นกับ CTMS ที่เป็นสารตั้งต้น ที่ยังเหลือในสารละลาย โดยหมู่ฟังก์ชัน OH ของ สารละลาย CTMS ถูกไฮโดรไลซ์แล้ว ทำปฏิกิริยากับหมู่ฟังก์ชัน Cl ใน CTMS ที่ยังไม่ถูกไฮโดรไลซ์ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดไฮโดรคลอริก จากนั้นหมู่ฟังก์ชัน OH ของ CTMS เกิดปฏิกิริยาควบแน่น กับพื้นผิวของอนุภาคซิลิกาที่มีหมู่ฟังก์ชันเป็น Si-OH และได้น้ำเป็นผลิตภัณฑ์ ดังแสดงในสมการที่ 4.4

ขั้นตอนที่ 2 การเกิดปฏิกิริยาควบแน่น (Condensation) ซึ่งเป็นไปได้ 2 กรณี ดังนี้

2.1 สารละลาย CTMS ที่เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ทำปฏิกิริยาต่อกันเอง

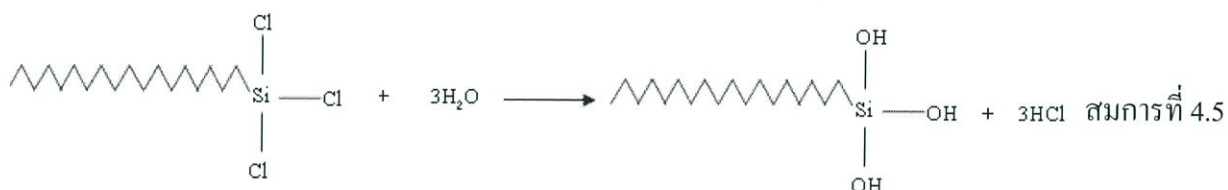


2.2 สารละลาย CTMS ที่ถูกไฮโดรไลซ์ ทำปฏิกิริยาควบแน่นกับ สารละลาย CTMS ที่เป็นสารตั้งต้น



**ขั้นตอนที่ 3** การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารละลาย OTS โดยเริ่มจากการแตกตัวของน้ำได้เป็นหมู่ฟังก์ชัน  $\text{OH}^-$  และ  $\text{H}^+$  จากนั้น  $\text{OH}^-$  จะเข้าแทนที่หมู่ฟังก์ชัน  $\text{Cl}$  ของสารละลาย OTS และได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดไฮโดรคลอริก ดังแสดงในสมการที่ 4.5

**ขั้นตอนที่ 3** การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารละลาย OTS



**ขั้นตอนที่ 4** การเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอร์ไรเซชัน (Polymerization) ของ CTMS กับ OTS บนพื้นผิวของซิลิกาซึ่งเป็นไปได้ 2 กรณี ดังนี้

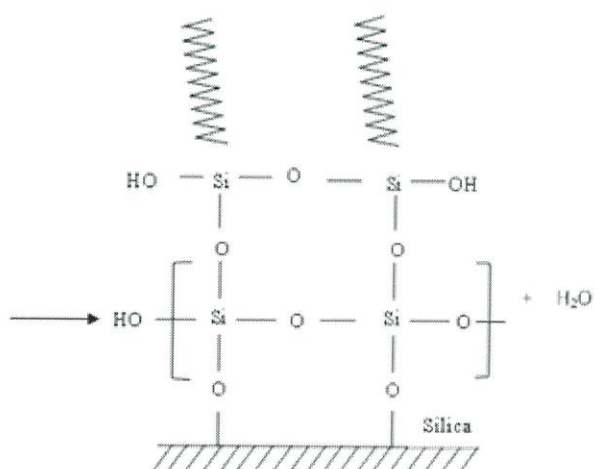
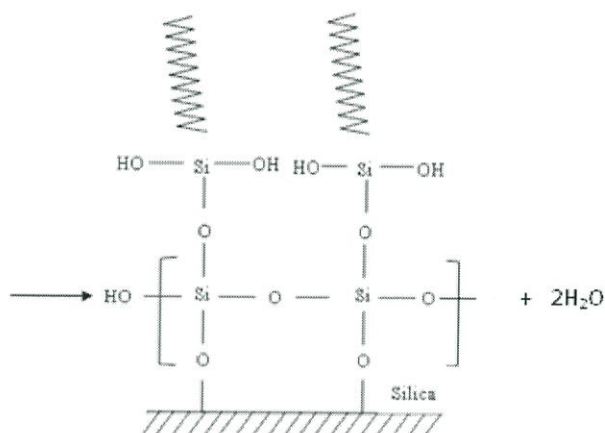
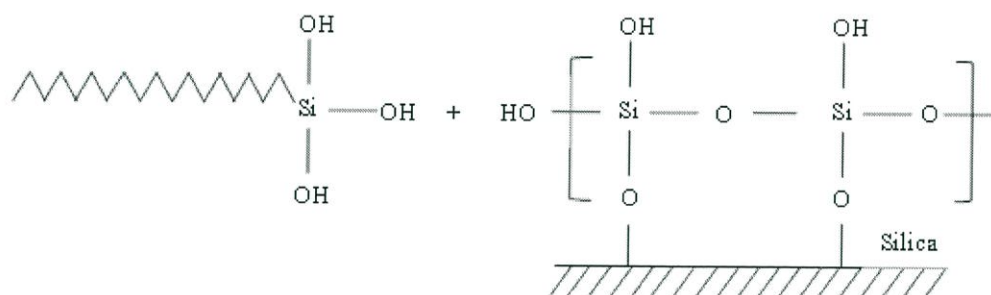
4.1 สารละลาย OTS ทำปฏิกิริยากับ CTMS ที่ถูกไฮโดรไลซ์ที่ทำการปฏิกิริยาต่อกันเอง (จากกรณี ที่ 2.1) ทำให้เกิดปฏิกิริยาควบนแน่น ระหว่างหมู่ฟังก์ชัน  $\text{OH}$  ของ สารละลาย OTS กับสารละลาย CTMS ทำให้เกิดการเชื่อมต่อสายโซ่และหันทางที่ยาวที่ไม่ชอบน้ำของ OTS ออกด้านนอก ดังแสดงในสมการที่ 4.6

4.2 สารละลาย OTS ทำปฏิกิริยากับ CTMS ที่ถูกไฮโดรไลซ์กับ CTMS ที่เป็นสารตั้งต้น (จากกรณีที่ 2.2) ทำให้เกิดปฏิกิริยาควบนแน่นระหว่างหมู่ฟังก์ชัน  $\text{OH}$  ของสารละลาย OTS กับ CTMS ทำให้เกิดการเชื่อมต่อของสายโซ่และหันทางที่ยาวที่ไม่ชอบน้ำของ OTS ออกด้านนอก นอกจากนั้นในกรณีนี้ยังมีหมู่  $\text{CH}_3$  ของ CTMS ที่ยังไม่ถูกไฮโดรไลซ์เหลืออยู่ ทำให้ในกรณีนี้พื้นผิวของซิลิกาจะประกอบด้วยทางที่สั้นและยาวของหมู่ที่ไม่ชอบน้ำสลับกันไป ดังแสดงในสมการที่ 4.7

หมายเหตุ : หมู่  $\text{OH}$  ของ CTMS และ OTS ที่ถูกไฮโดรไลซ์แล้ว อาจเกิดปฏิกิริยาควบนแน่นต่อกันเอง หรืออาจเกิดปฏิกิริยาควบนแน่นระหว่างกันก็ได้

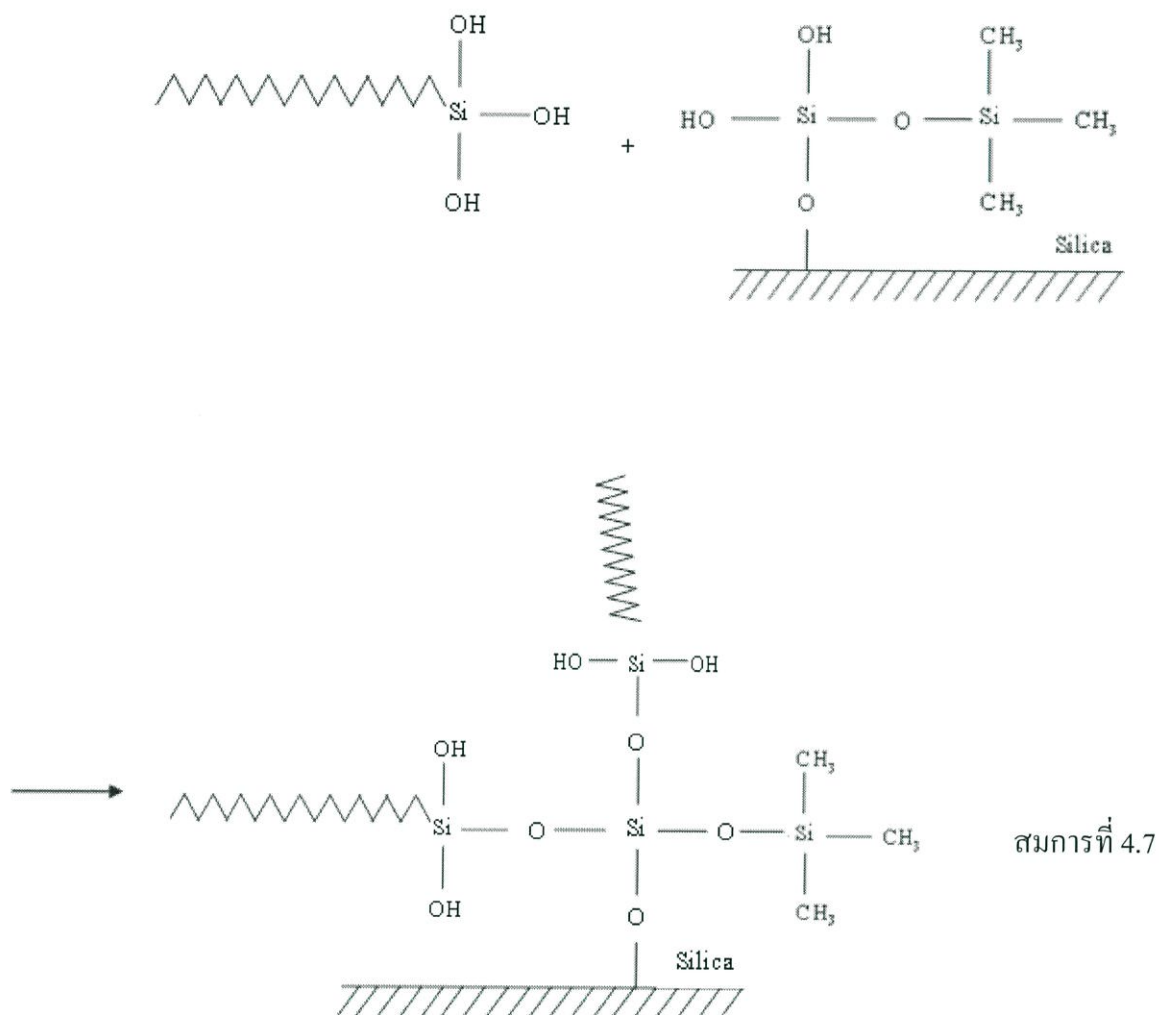
**ขั้นตอนที่ 4** การเกิดปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชัน (Polymerization) ของ CTMS กับ OTS บนพื้นผิวของซิลิกาซึ่งเป็นไปได้ 2 กรณี ดังนี้

4.1 สารละลาย OTS ทำปฏิกิริยากับสารละลาย CTMS ที่ถูกไฮโดรไลซ์ ( จากกรณีที่ 2.1)



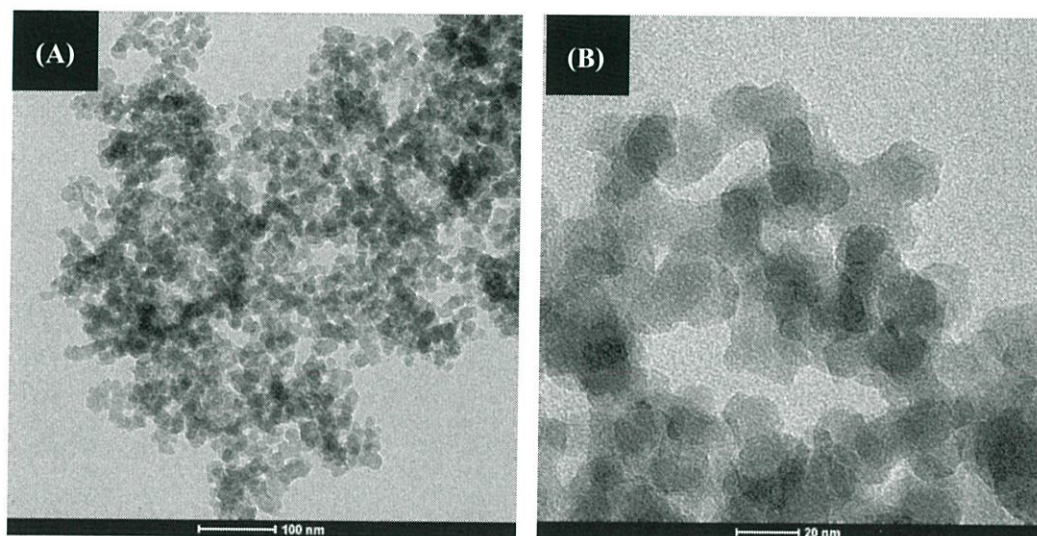
สมการที่ 4.6

4.2 สารละลาย OTS ทำปฏิกิริยากับสาร CTMS ที่ถูกไฮโดรไลซ์ และบางส่วนที่ยังไม่ถูกไฮโดรไลซ์ (จากกรณีที่ 2.2)



ซึ่งจากกลไกการเกิดปฏิกิริยาทั้ง 4 ขั้นตอนจะเห็นได้ว่า เมื่ออนุภาคซิลิกาที่ถูกปรับปรุงด้วย CTMS และ OTS จะทำให้พื้นผิวของอนุภาคซิลิกาประกอบไปด้วยหมู่ที่ไม่ชอบน้ำที่เป็นสายโซ่ที่สั้นและยาวสลับกันไป จึงส่งผลให้แสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำสูง โดยมีค่ามุมสัมผัสของน้ำสูงถึง  $125.32 \pm 5.37$  องศา

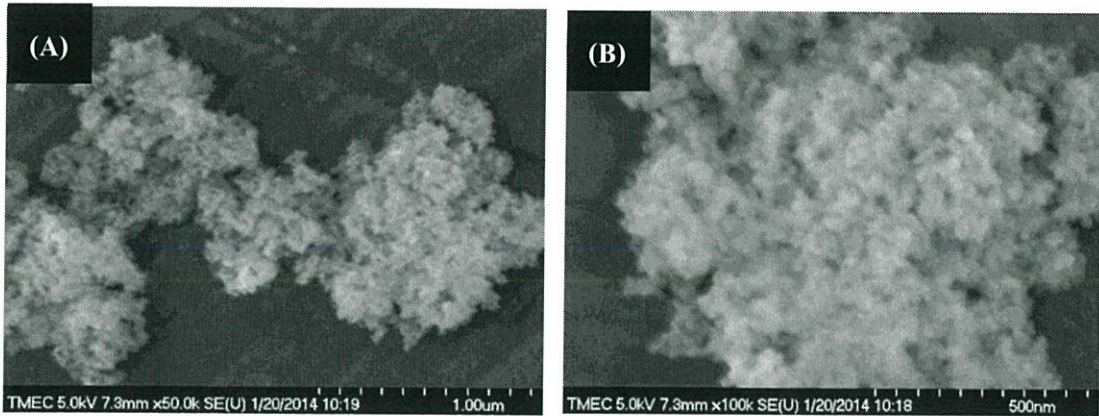
รูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิค TEM พบว่าอนุภาคซิลิกาเกรดการค้าที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วย CTMS และ OTS เกิดการเชื่อมติดกันระหว่างอนุภาคมากขึ้น และมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ขึ้นอยู่ในช่วง 17 – 21 นาโนเมตร



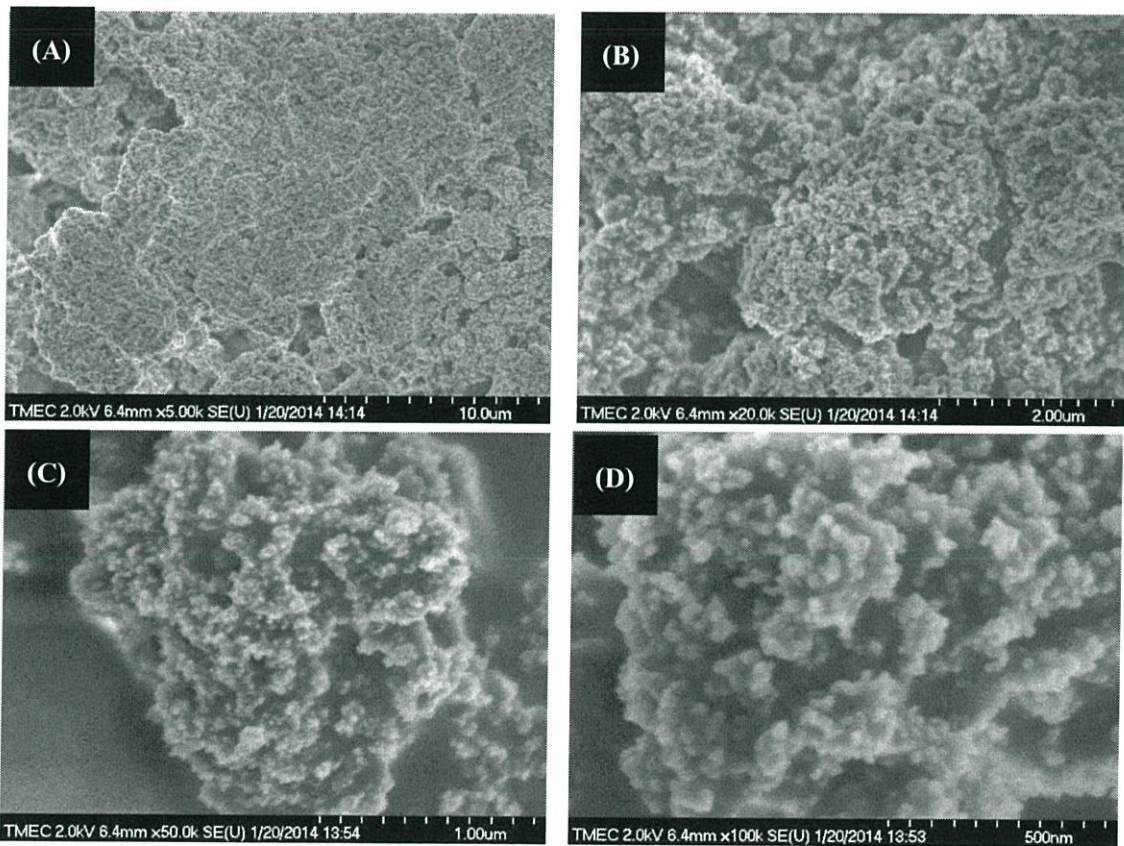
รูปที่ 4.6 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิค TEM ของอนุภาคซิลิกาเกรดการค้าที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ (A) กำลังขยายต่ำ และ (B) กำลังขยายสูง

รูปที่ 4.7 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าอนุภาคซิลิกาเกรดการค้าที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำด้วย CTMS และ OTS อนุภาคซิลิกามีการเกาะกลุ่มกันมากขึ้น เพิ่มความขรุขระให้พื้นผิว ส่งผลให้แสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำเพิ่มมากขึ้น

รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ มีลักษณะพื้นผิวขรุขระคล้ายปะการัง อนุภาคซิลิกาถูกเชื่อมติดกันด้วยโพลีไตรีน



รูปที่ 4.7 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิค FE-SEM ของอนุภาคชิติกาเกรดการค้าที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ (A) กำลังขยาย 5000 เท่า และ (B) กำลังขยาย 10000 เท่า



รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่ายลักษณะสัณฐานวิทยา ด้วยเทคนิค FE-SEM ของฟิล์มบางที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ (A) กำลังขยาย 500 เท่า และ (B) กำลังขยาย 2000 เท่า (C) กำลังขยาย 5000 เท่า และ (D) กำลังขยาย 10000 เท

#### 4.2.2 การศึกษาผลของขนาดอนุภาคซิลิกา

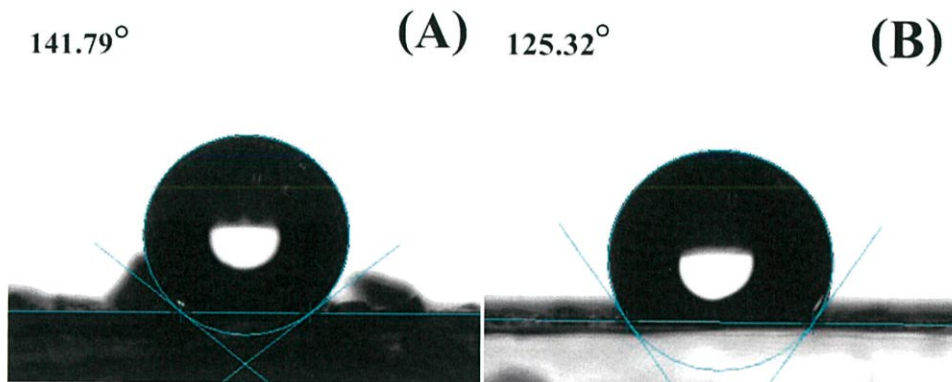
ในโครงการพิเศษนี้ได้การศึกษาผลของขนาดอนุภาคซิลิกาที่มีต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยได้ทำการเปรียบเทียบผลจากการใช้อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเองที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 140 – 200 นาโนเมตร และอนุภาคเกรดการค้าที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 12 - 18 นาโนเมตร โดยสถานะที่ใช้ทดลองแสดงในตารางที่ 3.3 และผลที่ได้จากการวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ แสดงในตารางที่ 4.2

**ตารางที่ 4.2** แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ

อนุภาคซิลิกา	ขนาดอนุภาค (นาโนเมตร)	ค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำ ± ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (องศา)
ซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้น	140 - 200	125.32 ± 5.37
ซิลิกาเกรดการค้า	12 - 18	141.79 ± 0.41

รูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ ที่เตรียมขึ้นจากอนุภาคซิลิกาที่มีอนุภาคเป็น 140 -200 นาโนเมตร และ 12 - 18 นาโนเมตร แสดงไว้ในรูปที่ 4.9

จากผลที่ได้พบว่าพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาเกรดการค้าขนาดอนุภาค 12 - 18 นาโนเมตร มีค่ามุมสัมผัสของน้ำเฉลี่ยเท่ากับ  $141.79 \pm 0.41$  องศา และพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นมีขนาดอนุภาค 140 - 200 นาโนเมตร มีค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำเฉลี่ยเท่ากับ  $125.32 \pm 5.37$  องศา จะเห็นได้ว่าการใช้อนุภาคซิลิกาที่มีขนาดเล็กกว่าส่งผลให้พื้นผิวที่ได้มีสมบัติความไม่ชอบน้ำที่เพิ่มมากขึ้น ซึ่งผลที่ได้น่าจะมีสาเหตุมาจากการที่ขนาดอนุภาคซิลิกาที่เล็กกว่าจะมีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยา และสามารถเกิดพันธะกับสาร Coupling agent ได้ มากกว่าซิลิกาที่มีอนุภาคขนาดใหญ่ นอกจากนี้การใช้อนุภาคซิลิกาที่มีขนาดเล็กยังสามารถเกาะรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนได้ดี ส่งผลให้เพิ่มความขรุขระให้กับพื้นผิว ทำให้สมบัติความไม่ชอบน้ำเพิ่มมากขึ้น [18]



รูปที่ 4.9 แสดงผลรูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ (A) อนุภาคซิลิกาเกรดการค้ามีขนาดอนุภาค 12 - 18 นาโนเมตร และ (B) อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นขนาดอนุภาค 140 - 200 นาโนเมตร

#### 4.2.3 การศึกษาผลของปริมาณ Coupling agent

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการเปรียบเทียบการใช้ปริมาณ Coupling agent (CTMS + OTS) ที่แตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 3.4 และค่ามุมสัมผัสของน้ำที่ได้ เมื่อทำการปรับเปลี่ยนปริมาณ Coupling agent แสดงไว้ในตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.10

รูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ โดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำเมื่อใช้ปริมาณ Coupling agent ที่แตกต่างกัน แสดงไว้ในรูปที่ 4.10

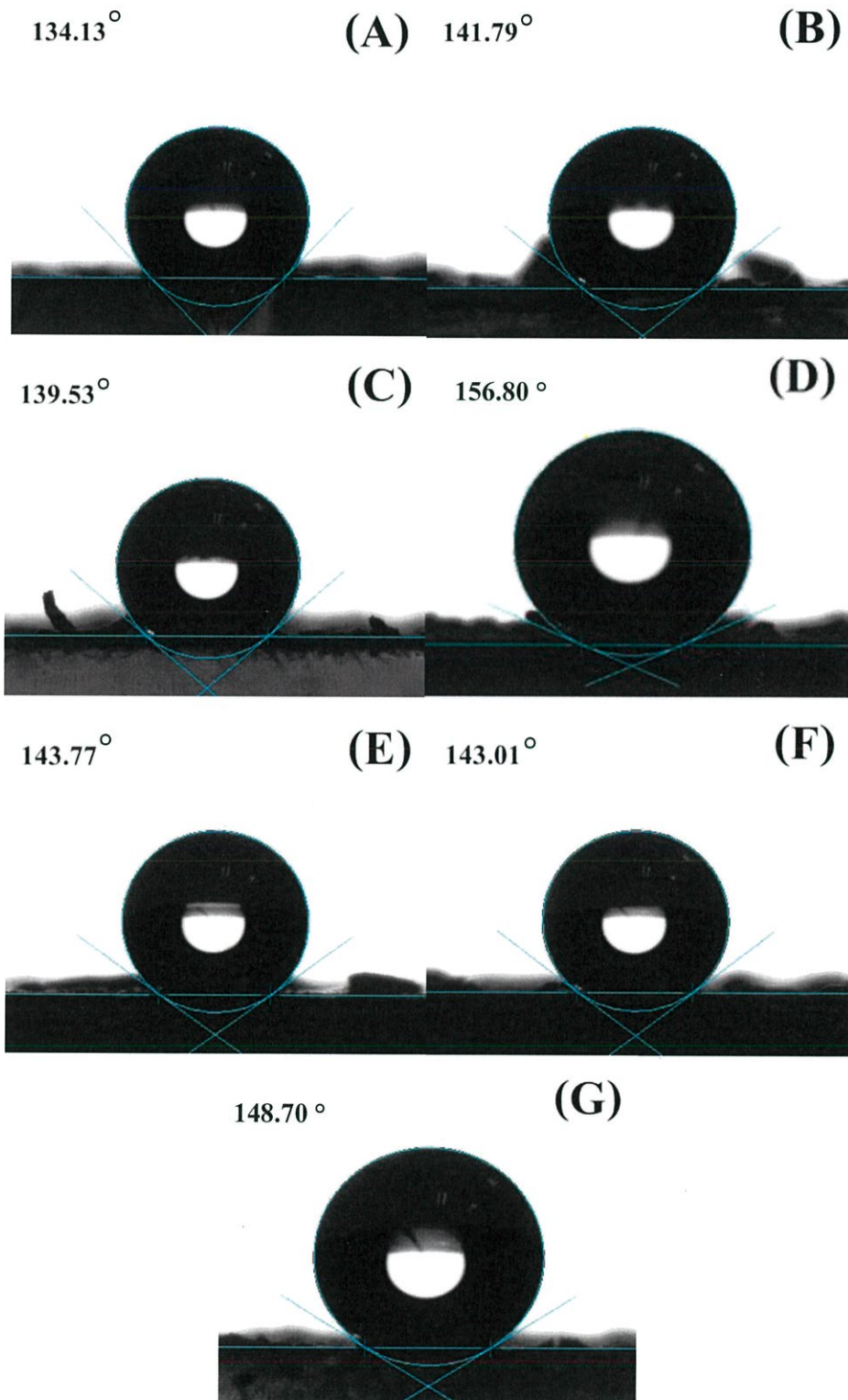
จากรูปที่ 4.11 แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้ปริมาณของ Coupling agent ที่แตกต่างกัน จะพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ Coupling agent จะส่งผลให้ค่ามุมสัมผัสของน้ำจะเพิ่มขึ้น โดยมีค่ามุมสัมผัสของน้ำสูงสุด เมื่อปริมาณ Coupling agent คือ CTMS และ OTS ที่ใช้เป็น 0.50 มิลลิลิตร ผลที่ได้เนื่องจากปริมาณของ Coupling agent ที่ใช้มีความเหมาะสมในการเข้าทำปฏิกิริยาและเกิดพันธะกับพื้นผิวของซิลิกาได้ดีที่สุด โดยเมื่อเพิ่มปริมาณ Coupling agent มากขึ้น พบว่าค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวลดลง ซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากการที่ปริมาณ Coupling agent ที่ใช้มากเกินไป ทำให้มี Coupling agent ที่ไม่เกิดพันธะกับอนุภาคซิลิกา

เหลือในระบบ เกิดการปกคลุมพื้นผิวของอนุภาคซิลิกา ส่งผลทำให้พื้นผิวของอนุภาคซิลิกาที่มีความ  
ขรุขระน้อยลง ค่า WCAs จึงลดลง

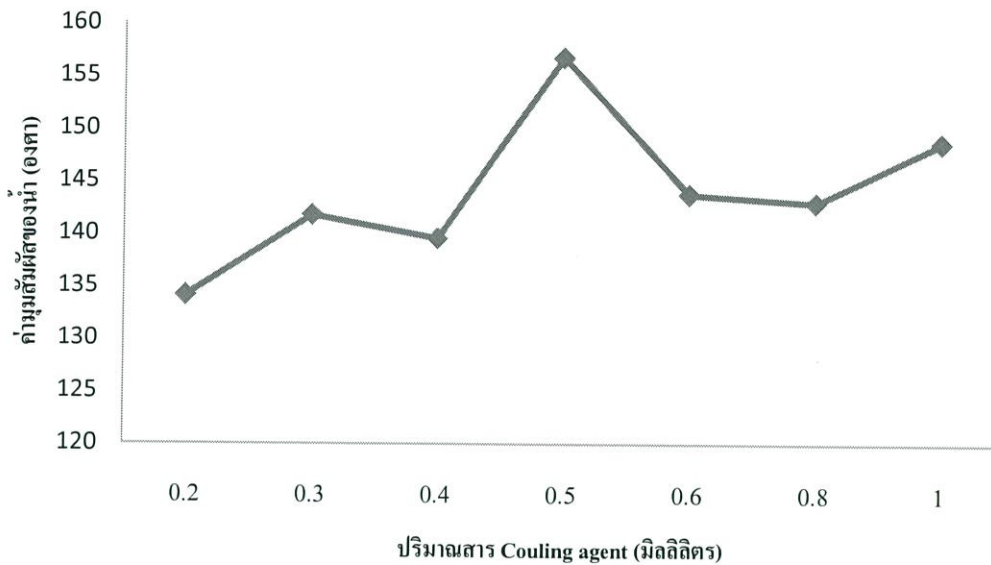
**ตารางที่ 4.3** แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติ  
ความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้ปริมาณของ Coupling agent ที่แตกต่างกัน

สถานะ	ปริมาณของ Coupling agent (มิลลิลิตร)	ค่าเฉลี่ยมุมสัมผัสของน้ำ $\pm$ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (องศา)
A	0.20	134.13 $\pm$ 1.86
B	0.30	141.79 $\pm$ 0.41
C	0.40	139.53 $\pm$ 1.70
<b>D</b>	<b>0.50</b>	<b>156.80 <math>\pm</math> 0</b>
E	0.60	143.77 $\pm$ 2.75
F	0.80	143.01 $\pm$ 2.53
G	1.00	148.70 $\pm$ 2.19

หมายเหตุ : ค่าเฉลี่ยมุมสัมผัสของน้ำที่แสดงในตารางเฉลี่ยจากการวัด 5 ตำแหน่ง และเมื่อใช้ปริมาณ  
ของ Coupling agent เป็น 0.50 มิลลิลิตร ที่มีค่า 156.8  $\pm$  0 เป็นค่าที่ได้จากการวัดเพียงครั้งเดียว เนื่องจาก  
พื้นผิวกระจกมีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด ทำให้หยดน้ำไม่เกาะบนพื้นผิวของกระจก โดยเมื่อหยดน้ำ  
ลงบนพื้นผิวหยดน้ำจะกลิ้งออกทันที ทำให้การวัดค่า WCAs ทำได้ยาก



รูปที่ 4.10 แสดงผลรูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำโดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ ตามสถานะที่กำหนดในตารางที่ 4.3



**รูปที่ 4.11** แสดงค่ามอดุลสัมพัทธ์ของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้ปริมาณของ Coupling agent ที่แตกต่างกัน

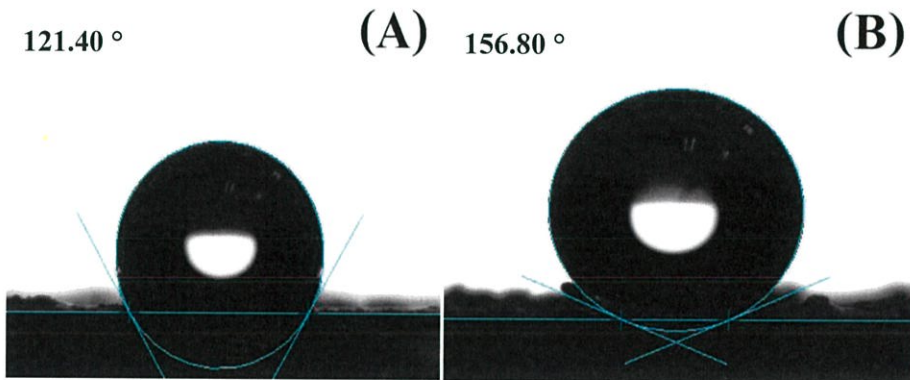
#### 4.2.4 การศึกษาผลของอัตราส่วนของซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำต่อโพลีสไตรีน

ในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาผลของอัตราส่วน โดยน้ำหนักของซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ (Modified SiO<sub>2</sub>) ต่อโพลีสไตรีน ที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบาง ตามสภาวะที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.5 โดยผลที่ได้เมื่อนำไปวัดค่ามอดุลสัมพัทธ์ของน้ำแสดงไว้ในตารางที่ 4.4

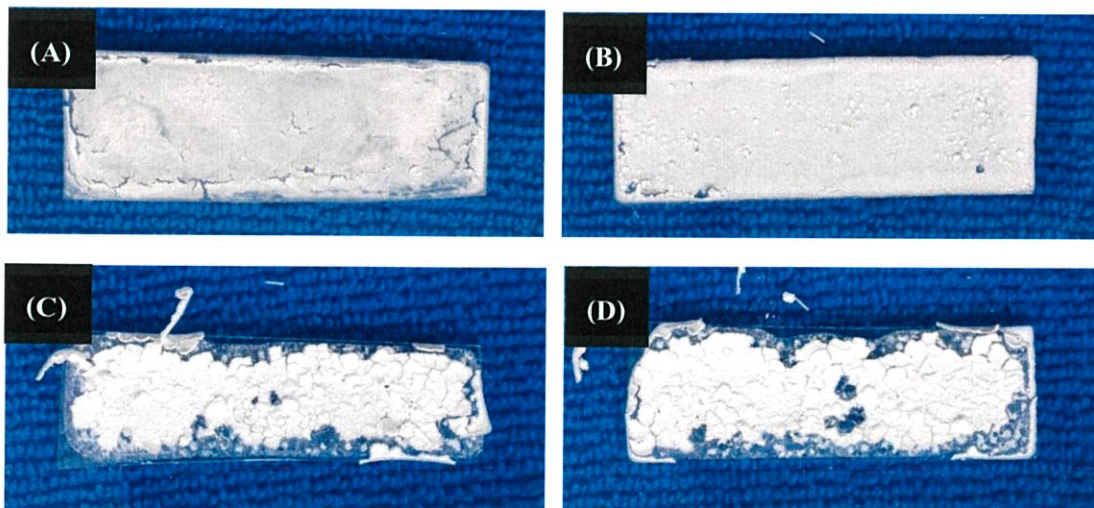
**ตารางที่ 4.4** แสดงค่ามอดุลสัมพัทธ์ของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้อัตราส่วนระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน ที่แตกต่างกัน

อัตราส่วนระหว่าง Modified SiO <sub>2</sub> : โพลีสไตรีน	ค่าการวัดมอดุลสัมพัทธ์ของน้ำ ± ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน (องศา)	หมายเหตุ
1:1	121.40 ± 1.64	-
2:1	156.80 ± 0	-
2.5:1	-	ชั้นฟิล์มแตก ขึ้นรูปไม่ได้
3:1	-	ชั้นฟิล์มแตก ขึ้นรูปไม่ได้

รูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ โดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน ในการเตรียมชั้นฟิล์มบาง เป็น 1:1 และ 2:1 ดังแสดงในรูปที่ 4.12 และในรูปที่ 4.13 แสดงชั้นฟิล์มบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน เป็น 1:1 2:1 2.5:1 และ 3:1



รูปที่ 4.12 แสดงผลรูปหยดน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ โดยเครื่องวัดมุมสัมผัสของน้ำ โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน เป็น (A) 1 : 1 และ (B) 2 : 1



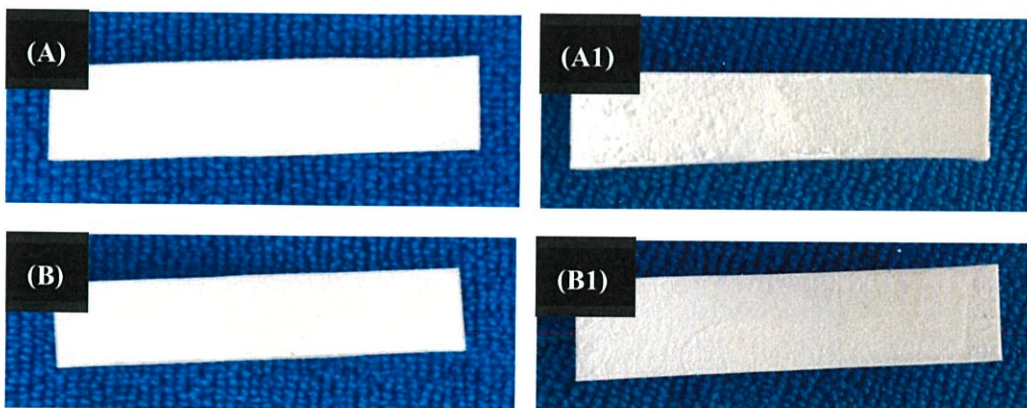
รูปที่ 4.13 แสดงชั้นฟิล์มบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน (A) 1 : 1 (B) 2 : 1 (C) 2.5 : 1 และ (D) 3 : 1

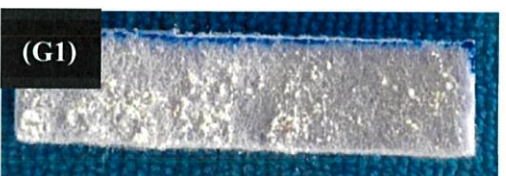
จากผลการวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ที่ใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน ในการเตรียมชั้นฟิล์มบางเป็น 1 : 1 2 : 1 2.5 : 1 และ 3 : 1 พบว่าพื้นผิวกระจกที่เคลือบด้วยซิลิกาที่ใช้อัตราส่วนระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน เป็น 1 : 1 และ 2 : 1 มีค่าการวัดมุมสัมผัสของน้ำเฉลี่ยเท่ากับ  $121.4 \pm 1.64$  และ  $156.8 \pm 0$  องศา ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มปริมาณซิลิกามากขึ้นสมบัติความไม่ชอบน้ำของพื้นผิวเพิ่มมากขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มปริมาณซิลิกาให้มากขึ้น เป็นอัตราส่วน 2.5 : 1 และ 3 : 1 พบว่าฟิล์มบางที่เตรียมขึ้นมีลักษณะพื้นผิวที่แตก ไม่สามารถขึ้นรูปแผ่นฟิล์มได้ จึงไม่สามารถนำไปวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำได้ ซึ่งการที่ไม่สามารถขึ้นรูปเป็นชั้นฟิล์มได้เกิดขึ้น มีสาเหตุเนื่องจากปริมาณสัดส่วนซิลิกาที่ใช้มีมากเกินไป ทำให้มีปริมาณโพลีสไตรีนไม่เพียงพอในการเคลือบให้อนุภาคซิลิกาชิดติดกับกระจก

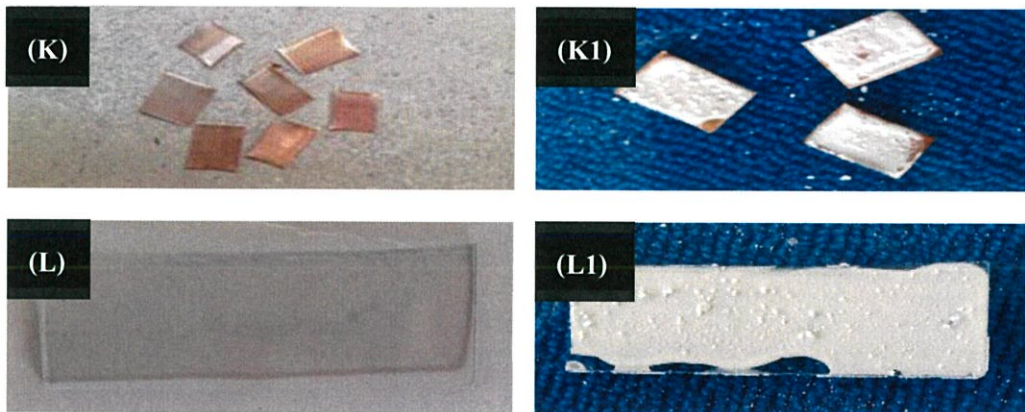
จากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน ที่ใช้ในการเตรียมชั้นฟิล์มบางเป็น 2 : 1 ให้ค่ามุมสัมผัสของน้ำที่มากที่สุด เนื่องจากปริมาณของซิลิกามีความเหมาะสมกับปริมาณของโพลีสไตรีน

#### 4.2.5 การศึกษาผลของพื้นผิวดำรงรับ

เมื่อนำอนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ มาขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางบนพื้นผิวของวัสดุรองรับชนิดต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.14 แล้วนำพื้นผิวที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำไปทดสอบค่ามุมสัมผัสของน้ำ ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.5







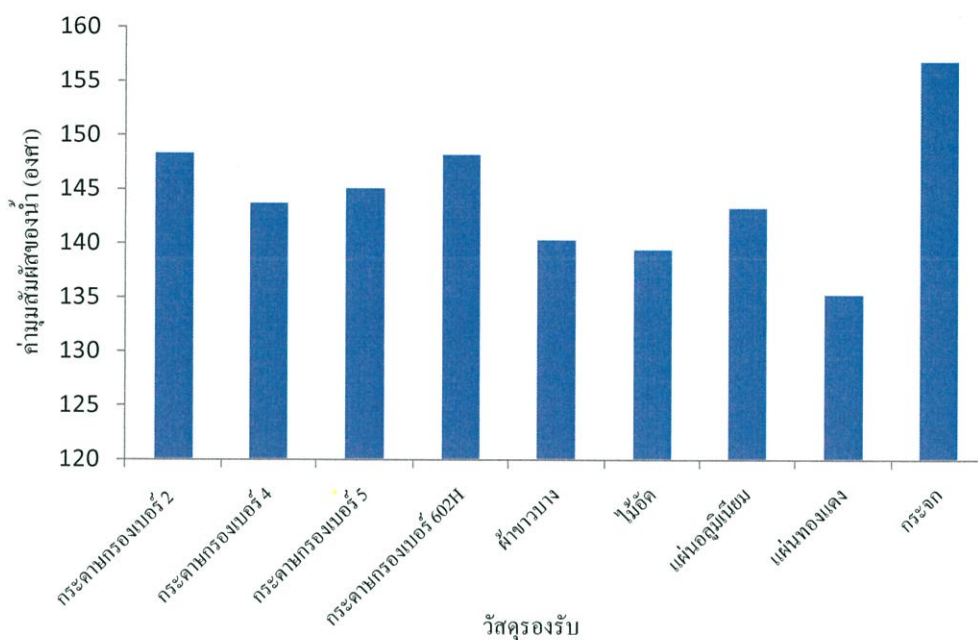
รูปที่ 4.14 แสดงพื้นผิวของวัสดุรองรับชนิดต่าง ๆ ก่อนเคลือบ (A) กระจกกรองเบอร์ 2 (B) กระจกกรองเบอร์ 4 (C) กระจกกรองเบอร์ 5 (D) กระจกกรองเบอร์ 602H (E) ผ้าขาวบาง (F) ผ้าสำลี (G) ผ้าซาเม็วร์ (H) ฟองน้ำ (I) ไม้อัด (J) แผ่นอลูมิเนียม (K) แผ่นทองแดง และ (L) กระจก หลังเคลือบ (A1) กระจกกรองเบอร์ 2 (B1) กระจกกรองเบอร์ 4 (C1) กระจกกรองเบอร์ 5 (D1) กระจกกรองเบอร์ 602H (E1) ผ้าขาวบาง (F1) ผ้าสำลี (G1) ผ้าซาเม็วร์ (H1) ฟองน้ำ (I1) ไม้อัด (J1) แผ่นอลูมิเนียม (K1) แผ่นทองแดง และ (L1) กระจก

ตารางที่ 4.5 แสดงค่ามุมสัมผัสของน้ำของพื้นผิวตัวรองรับก่อนเคลือบ และหลังเคลือบ

วัสดุรองรับ	ค่าเฉลี่ยมุมสัมผัสของน้ำเฉลี่ย $\pm$ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน	
	ก่อนเคลือบ	หลังเคลือบ
กระดาษกรองเบอร์ 2	-	148.3 $\pm$ 1.36
กระดาษกรองเบอร์ 4	-	143.69 $\pm$ 0.07
กระดาษกรองเบอร์ 5	-	145.06 $\pm$ 2.94
กระดาษกรองเบอร์ 602H	-	148.16 $\pm$ 4.61
ผ้าขาวบาง	-	140.28 $\pm$ 1.68
ไม้อัด	72.71 $\pm$ 0	139.39 $\pm$ 2.73
แผ่นอลูมิเนียม	82.51 $\pm$ 0	143.21 $\pm$ 1.30
แผ่นทองแดง	104.45 $\pm$ 0	135.22 $\pm$ 6.95
<b>กระจก</b>	70.00 $\pm$ 0	<b>156.80 <math>\pm</math> 0</b>
ผ้าสำลี	-	-
ผ้าชามัวร์	-	-
ฟองน้ำ	-	-

หมายเหตุ : (-) หมายถึง ไม่สามารถวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำได้ และค่ามุมสัมผัสของน้ำของตัวรองรับก่อนเคลือบได้ทำการวัดเพียงครั้งเดียว ส่วนวัสดุตัวรองรับหลังเคลือบที่เป็น ผ้าสำลี ผ้าชามัวร์ และฟองน้ำ ไม่สามารถวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำได้ เนื่องจากไม่สามารถหาระนาบของพื้นผิวได้

เมื่อนำค่าที่ได้จากตารางที่ 4.5 มาพลอตกราฟ ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.15 จะพบว่าค่ามุมสัมผัสของน้ำบนกระจกมีค่าสูงที่สุดอย่างชัดเจน ซึ่งเป็นไปได้ว่าชั้นฟิล์มบางที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำสามารถเคลือบและยึดเกาะบนพื้นผิวของกระจกได้ดีที่สุด เนื่องจากกระจกมีพื้นผิวที่เรียบ และมีโครงสร้างภายใน เป็น  $\text{SiO}_2$  สามารถทำปฏิกิริยาได้ง่ายกับอนุภาคซิลิกาที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ



รูปที่ 4.15 แสดงค่าน้ำที่ดูดซับของน้ำบนพื้นผิวตัวรองรับชนิดต่าง ๆ

#### 4.2.6 การศึกษาผลของประสิทธิภาพในการกรอง

การทดสอบความสามารถในการกรองแยกน้ำมันออกจากน้ำ ทำได้โดยการผสมเฮกเซน ปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร และน้ำกลั่นปริมาตร 10.00 มิลลิลิตร แล้วเทผ่านวัสดุตัวกรองต่างชนิดกัน จากนั้นทำการวัดปริมาณเฮกเซนที่กรองได้ และปริมาณน้ำที่เหลืออยู่บนวัสดุตัวกรอง ผลที่ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.6 ผลที่ได้จากการทดสอบหาปริมาณน้ำที่ผสมปนอยู่ในเฮกเซนหลังจากการกรองแยก โดยการใช้ แอนไฮไดรรัส คอปเปอร์(II) ซัลเฟต (Anhydrous Copper(II) Sulphate ) โดยถ้าเฮกเซนหลังการกรองแยกมีน้ำปนอยู่จะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีฟ้าของไฮเดรต คอปเปอร์(II) ซัลเฟต (Hydrated Copper(II) Sulphate ) แสดงไว้ในรูปที่ 4.16

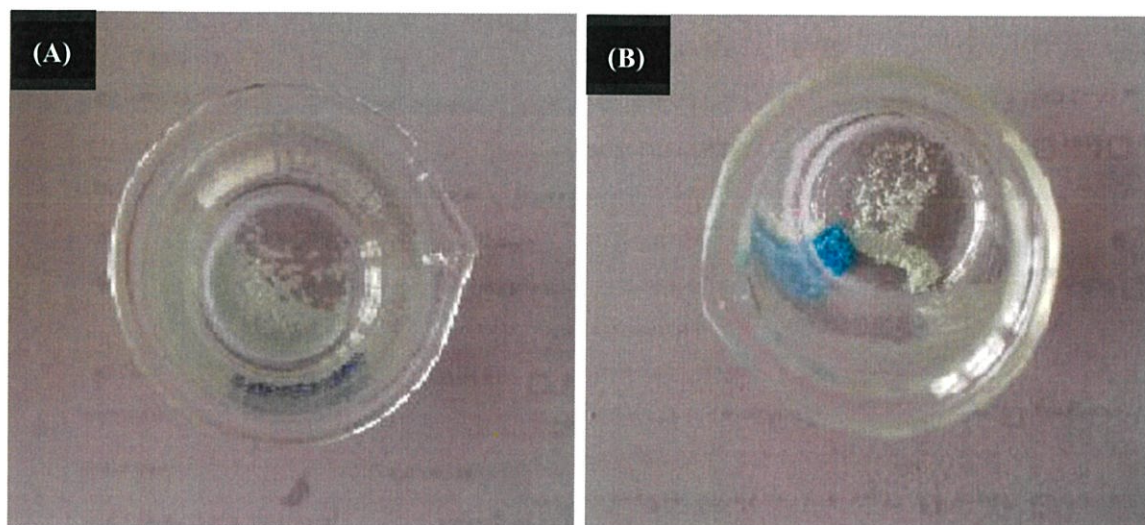
ตารางที่ 4.6 แสดงผลของการกรองเมื่อทำการปรับเปลี่ยนวัสดุตัวกรองที่มีลักษณะพื้นผิวแตกต่างกัน

Substrate	ปริมาณเฮกเซน (ml)	ปริมาณน้ำ (ml)	ร้อยละของปริมาณน้ำ หลังการกรอง
กระดาษกรองเบอร์ 2	6.20	9.40	94
กระดาษกรองเบอร์ 4	6.00	9.70	97
กระดาษกรองเบอร์ 5	4.40	9.60	96
กระดาษกรองเบอร์ 602H	5.20	9.60	96
ผ้าขาวบาง	8.80	9.20	92
ผ้าสำลี	5.70	9.90	99
ผ้าขามัวร์	-	-	-

หมายเหตุ : กระดาษกรองเบอร์ 2 มีรูพรุนขนาด 8 ไมโครเมตร  
 กระดาษกรองเบอร์ 4 มีรูพรุนขนาด 20-25 ไมโครเมตร  
 กระดาษกรองเบอร์ 5 มีรูพรุนขนาด 2.5 ไมโครเมตร  
 กระดาษกรองเบอร์ 602H มีรูพรุนขนาดน้อยกว่า 2 ไมโครเมตร

หมายเหตุ : เลือกใช้ปริมาณน้ำเป็นตัวกำหนดประสิทธิภาพในการกรอง เนื่องจากเฮกเซนระเหยได้ง่าย และบางส่วนถูกดูดซับไว้ที่ผิวของวัสดุตัวกรอง

จากผลของปริมาณสารที่กรองแยกได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.6 พบว่าวัสดุตัวกรองที่ทำขึ้นจากตัวกรองรับที่เป็นผ้าสำลีมีประสิทธิภาพการกรองที่ดีที่สุด โดยดูได้จากปริมาณน้ำที่ไม่ไหลผ่านตัวกรองที่วัดได้มีปริมาณสูงที่สุดคือ 9.90 มิลลิลิตร และได้ปริมาณเฮกเซนเท่ากับ 5.70 มิลลิลิตร โดยปริมาณเฮกเซนที่หายไปน่าจะมีสาเหตุมาจากการที่เฮกเซนระเหยได้ง่ายและบางส่วนถูกดูดซับไว้ที่ผิวของวัสดุตัวกรอง และเมื่อนำเฮกเซนที่ถูกกรองแยกออกจากน้ำแล้วมาตรวจสอบว่ามีน้ำปนอยู่หรือไม่โดยการเติม แอนไฮดริส คอปเปอร์(II) ซัลเฟต ลงไป พบว่าไม่มีน้ำผสมอยู่ในเฮกเซนที่ได้จากการกรอง เนื่องจาก แอนไฮดริส คอปเปอร์(II) ซัลเฟต ไม่มีการเปลี่ยนสีจากสีขาวเป็นสีฟ้า ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.16 แสดงให้เห็นว่าวัสดุตัวกรองที่มีการเคลือบฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่เตรียมขึ้น จากซิลิกาด้วย CTMS และ OTS สามารถนำมาใช้ในการกรองแยกเฮกเซนออกจากน้ำได้



รูปที่ 4.16 แสดงการตรวจสอบว่ามีน้ำปนอยู่ในเฮกเซนหลังจากการกรองแยกหรือไม่ โดยการเติมแอนไฮดรัส คอปเปอร์(II) ซัลเฟต ลงไป (A) ไม่มีน้ำปนอยู่ในเฮกเซน และ (B) มีน้ำปนอยู่ในเฮกเซน

## บทที่ 5

# สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

### 5.1 สรุปผลงานวิจัย

โครงการพิเศษนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุตัวกรองที่มีพื้นผิวที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด โดยทำการปรับปรุงพื้นผิวของซิลิกาด้วยสารปรับปรุงพื้นผิว (Coupling agent) คือ สารละลายคลอโรไตรเมทิลไซเลน (Chlorotrimethylsilane; CTMS) และสารละลายออกตะเดซิลไตรคลอโรไซเลน (Octadecyltrichlorosilane; OTS) แล้วทำให้ตกตะกอนด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) และอบที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นทำการเตรียมฟิล์มบางบนพื้นผิวตัวกรองโดยผสมอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงพื้นผิว (Modified SiO<sub>2</sub>) กับโพลีสไตรีน (Polystyrene; PS) ในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran; THF) แล้วทำให้อนุภาคของซิลิกากระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath) จากนั้นทำการเคลือบสารที่ได้บนพื้นผิวของวัสดุด้วยวิธีการหยด แล้วทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง โดยได้ทำการศึกษาปัจจัยในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด ซึ่งประกอบไปด้วย ชนิดของ Coupling agent ขนาดอนุภาคของซิลิกา ปริมาณ Coupling agent อัตราส่วน โดยน้ำหนักของ Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน ที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบาง และชนิดของวัสดุที่ใช้เป็นตัวรองรับ จากผลที่ได้สามารถสรุปได้ว่า สภาวะในการสังเคราะห์ที่แสดงสมบัติความไม่ชอบน้ำที่ดีที่สุด คือ การใช้ชนิดของ Coupling agent คือ CTMS + OTS ที่นำมาปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำบนอนุภาคซิลิกาเกรดการค้าขนาดอนุภาค 12 – 18 นาโนเมตร ปริมาณ 0.50 มิลลิลิตร และอัตราส่วน โดยน้ำหนักของ Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน เป็น 2 : 1 โดยเมื่อนำสารที่เตรียมเคลือบเป็นชั้นฟิล์มบางลงบนกระจกจะมีค่ามุมสัมผัสของน้ำสูงที่สุดคือ  $156.80 \pm 0$  องศา โดยผลที่ได้น่าจะมีสาเหตุมาจากการใช้สาร Coupling agent เป็น CTMS+OTS ทำให้เกิดการเชื่อมโยงสายโซ่หางไฮโดรคาร์บอนของ CTMS และหางสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนที่ยาวของ OTS ซึ่งมีความไม่มีขั้ว ทำให้พื้นผิวของอนุภาคซิลิกาถูกปรับปรุงผิวด้วยสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำที่ยาวและสั้นเรียงตัวสลับกันไป ทำให้พื้นผิวมีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด นอกจากนั้นการใช้ขนาดอนุภาคซิลิกาที่เล็กส่งผลให้มีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาที่มาก อีกทั้งยังเกาะกลุ่มรวมตัวกันเป็นก้อน ๆ ได้ดี ทำให้เพิ่มความขรุขระให้กับพื้นผิวได้มาก โดยปริมาณ Coupling agent ที่ใช้ 0.50 มิลลิลิตร เป็นปริมาณที่พอดีในการเข้าทำปฏิกิริยากับพื้นผิวของซิลิกาได้ดีที่สุด และอัตราส่วน โดยน้ำหนักของ Modified SiO<sub>2</sub> : โพลีสไตรีน เป็น 2 : 1 ซึ่ง

เป็นปริมาณที่เหมาะสมที่สามารถขึ้นรูปชั้นฟิล์มบางได้ และทำให้พื้นผิวของซิลิกาที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด จากนั้นได้ทำการทดสอบประสิทธิภาพการกรอง โดยการเคลือบชั้นฟิล์มบางที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดลงบนตัวกรองรับชนิดต่าง ๆ พบว่าวัสดุตัวกรองที่ทำจากตัวกรองรับที่เป็นผ้าสำลีมีประสิทธิภาพการที่ดีที่สุด โดยดูได้จากปริมาณน้ำที่วัดได้มีค่าสูงที่สุดคือ 9.90 มิลลิลิตร และเมื่อทำการตรวจสอบว่ามีน้ำปนอยู่ในเฮกเซนหลังจากการกรองแยกหรือไม่โดยการเติม แอนไฮดรัส คอปเปอร์(II) ซัลเฟต ลงไป พบว่าไม่มีน้ำปนอยู่ในเฮกเซน แสดงให้เห็นว่าวัสดุตัวกรองที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการกรองแยกเฮกเซนออกจากน้ำได้

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

(1) ทำการศึกษาเพิ่มเติมวิธีการเคลือบในการเตรียมชั้นฟิล์มบางบนพื้นผิวดักรองรับ โดยวิธีอื่น เช่น วิธีเคลือบแบบหมุน (Spin coating) เพื่อควบคุมความหนาของชั้นฟิล์ม และปรับปรุงลักษณะพื้นผิวของชั้นฟิล์ม เนื่องจากในงานวิจัยนี้ใช้วิธีการเคลือบในการเตรียมชั้นฟิล์มบางบนพื้นผิวดักรองรับ โดยวิธีการเคลือบแบบหยด ซึ่งส่งผลให้อนุภาคซิลิกาเกาะรวมตัวกันเป็นก้อนบนพื้นผิวของวัสดุตัวกรองทำให้พื้นผิวไม่เรียบสม่ำเสมอ ยากต่อการวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ

(2) ควรออกแบบและปรับปรุงระบบการกรองให้เป็นระบบปิด เพื่อให้ผลการศึกษาในเรื่องของประสิทธิภาพการกรองที่ได้มีความถูกต้องมากยิ่งขึ้น เนื่องจากสารละลายเฮกเซนระเหยง่าย จะทำให้ผลการทดสอบประสิทธิภาพการกรองคลาดเคลื่อนไป

(3) ทำการศึกษาเพิ่มเติมในเรื่องของชนิดสารพอลิเมอร์ที่ใช้ในการเตรียมชั้นฟิล์มบางชนิดอื่น ๆ เช่น โพลีไวนิลคลอไรด์ (PVC) หรือ โพลีเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) เพื่อปรับปรุงสมบัติการยึดเกาะระหว่างพื้นผิวของวัสดุรองรับกับอนุภาคซิลิกาที่ปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำให้เพิ่มมากขึ้น

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Retrieved September 3, 2006, from <http://www.gelest.com/goods/pdf/Hydrophobicity.pdf>
- [2] Retrieved September 3, 2013, from <http://www.th.wikipedia.org/wiki/%E0%B8%A0%E0>
- [3] Retrieved September 3, 2013, from <http://www.Einstein.sc.mahidol.ac.th>
- [4] Retrieved September 3, 2013, from <http://www.rsu.ac.th/science/physics/kan/fluid/web%5>
- [5] Retrieved August 18, 2013, from <http://www.vcharkarn.com/varticle/43544>
- [6] Retrieved September 3, 2013, from <http://www.sci.buu.ac.th/research/downloads/journal>
- [7] Retrieved September 3, 2013, from [http://www.myfirstbrain.com/student\\_view.aspx](http://www.myfirstbrain.com/student_view.aspx)
- [8] Retrieved August 18, 2013, from <http://www.sci.buu.ac.th/research/downloads/journal/2554-1/2554-1-14.pdf>
- [9] Retrieved September 3, 2013, from <http://varritv.wordpress.com/2010/07/15/%E0%B8%A>
- [10] Retrieved August 18, 2013, from [http://www.mtec.or.th/index.php?option=com\\_content&tas](http://www.mtec.or.th/index.php?option=com_content&tas)
- [11] Retrieved August 18, 2013, from <http://www.manager.co.th/Science/viewnews.aspx?NewsID>
- [12] Retrieved September 5, 2013, from <http://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc>
- [13] Retrieved August 18, 2013, from <http://www.nanotec.or.th/th/?p=2829>
- [14] Retrieved September 5, 2013, from <http://vcharkarn.com/varticle/43544>
- [15] Retrieved September 5, 2013, from <http://www.vcharkarn.com/vblog/66512>
- [16] Ming Zhang, Chengyu Wang , Shuliang Wang and Jian Li. **“Fabrication of coral-like superhydrophobic coating on filter paper for water–oil separation”**. Applied Surface Science (2012) 764-769.
- [17] Ming Zhang, Chengyu Wang , Shuliang Wang and Jian Li. **“Fabrication of superhydrophobic cotton textiles for water–oil separation based on drop-coating route”**. Carbohydrate Polymers (2013) 59-64.
- [18] Jinbin Lin, Hongling Chen, Ting Fei and Jinlong Zhang. **“Highly transparent superhydrophobic organic–inorganic nanocoating from the aggregation of silica nanoparticles”**. Colloids and Surfaces A (2013) 51-62.

- [19] Hengzhen Chen, Xia Zhang, Pingyu Zhang and Zhijun Zhang. **“Facile approach in fabricating superhydrophobic SiO<sub>2</sub>/polymer nanocomposite Coating”**. Applied Surface Science (2012) 628-632.
- [20] Qingping Ke, Wenqian Fu, Huile Jin, Lei Zhang, Tiandi Tang and Jingfeng Zhang. **“Fabrication of mechanically robust superhydrophobic surfaces based on silica micro-nanoparticles and polydimethylsiloxane”**. Surface and Coatings Technology (2011)4910-4914 .
- [21] Lei Wu, Junping Zhang , Bucheng Li and Aiqin Wang. **“Mechanical- and oil-durable superhydrophobic polyester materials for selective oil absorption and oil/water separation”**. Journal of Colloid and Interface Science(2014)112-117.
- [22] Mahendra S. Kavalea, D.B. Mahadik, V.G. Parale, P.B. Wagh and Satish C. Gupta, A. Venkateswara Rao, Harish C. Barshilia . **“Optically transparent, superhydrophobic methyltrimethoxysilane based silica coatings without silylating reagent”**. Applied Surface Science(2011) 158– 162.
- [23] Chao-Hua Xue, Peng-Ting Ji , Ping Zhang, Ya-Ru Li and Shun-Tian Jia. **“Fabrication of superhydrophobic and superoleophilic textiles for oil–water separation”**. Applied Surface Science(2013) 464– 471.
- [24] Chengyu Wang, Ming Zhang, Yang Xu, Shuliang Wang, Feng Liu, Miaolian Ma, Deli Zang and Zhengxin Gao. **“One-step synthesis of unique silica particles for the fabrication of bionic and stably superhydrophobic coatings on wood surface”**. Advanced Powder Technology(2013).
- [25] Retrieved September 5, 2013, from <http://www.dpim.go.th/articles/article?catid=125>
- [26] Retrieved September 5, 2013, from <http://www.rubbercenter.org/informationcenter/file>
- [27] Retrieved September 6, 2013, from <http://www.asdn.net/asdn/chemistry/silicates.shtml>
- [28] Retrieved September 5, 2013, from <http://www.neutron.rmutphysics.com/physics-glossary/index.php>
- [29] Retrieved September 5, 2013, from <http://www.shethai.com/home/?name=academic&file>
- [30] Retrieved September 6, 2013, from <http://archive.lib.cmu.ac.th/full/T/2554/mat20254ds>
- [31] Retrieved September 6, 2013, from <http://www.attension.com/applications/measurements>

- [32] Retrieved September 6, 2013, from <https://sites.google.com/site/betterscienceinstrumentcoltd>
- [33] Retrieved September 6, 2013, from <http://www.thep-center.org/src2/files/eq/fesem.pdf>
- [34] Retrieved September 6, 2013, from <http://mcff.mtu.edu/acmal/electron-microscopy/hitachi-s-4700-fe-sem/>
- [35] Retrieved September 7, 2013, from <http://www.atom.rmutphysics.com/charud/scibook>
- [36] Retrieved September 7, 2013, from [http://www.news-medical.net/Transmission-Electron-Microscopes \(TEM\)](http://www.news-medical.net/Transmission-Electron-Microscopes-(TEM))
- [37] Retrieved September 8, 2013, Available from <http://e-book.ram.edu/ebook/c/CM328/CM328-10.pdf>

**ภาคผนวก**

## ภาคผนวก ก

### การคำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์

#### 1. สารเคมีที่

- 1.1 เตทตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethylorthosilicate; TEOS;  $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ) ความบริสุทธิ์ 99.0%
- 1.2 เอทานอล (Absoluteethanol;  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) ความบริสุทธิ์ 99.9%
- 1.3 แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide;  $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ความบริสุทธิ์ 30.0%

#### 2. การเตรียมสารละลายตั้งต้น

ผสมสารละลายเตทตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร และ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) ปริมาณ 5.00 มิลลิลิตร ในสารละลายเอทานอลบริสุทธิ์ปริมาณ 50.00 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ที่อุณหภูมิห้องจะได้ซิลิกาบริสุทธิ์ปริมาณ 0.7000 กรัม

#### 3. การปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำของซิลิกา

ใช้สาร Coupling agent ปริมาณ 0.30 มิลลิลิตร ต่อซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ปริมาณ 0.7000 กรัม ปัจจุบันในการศึกษาชนิด และปริมาณของสาร Coupling agent ดังนี้

ตัวอย่างการคำนวณ

- ใช้สาร Coupling agent เป็น CTMS+ OTS ปริมาณ 0.30 มิลลิลิตร
- ซิลิกาบริสุทธิ์ปริมาณ 0.7000 กรัม ใช้สารละลาย CTMS ปริมาณ 0.30 มิลลิลิตร ดังนั้นซิลิกาบริสุทธิ์ปริมาณ 0.4000 กรัม ใช้สารละลาย CTMS ปริมาณ 0.20 มิลลิลิตร

$$\frac{0.4000 \times 0.30}{0.7000} = 0.1714 \approx 0.20 \text{ มิลลิลิตร}$$

จะได้ซิลิกาที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสาร Coupling agent เป็น CTMS

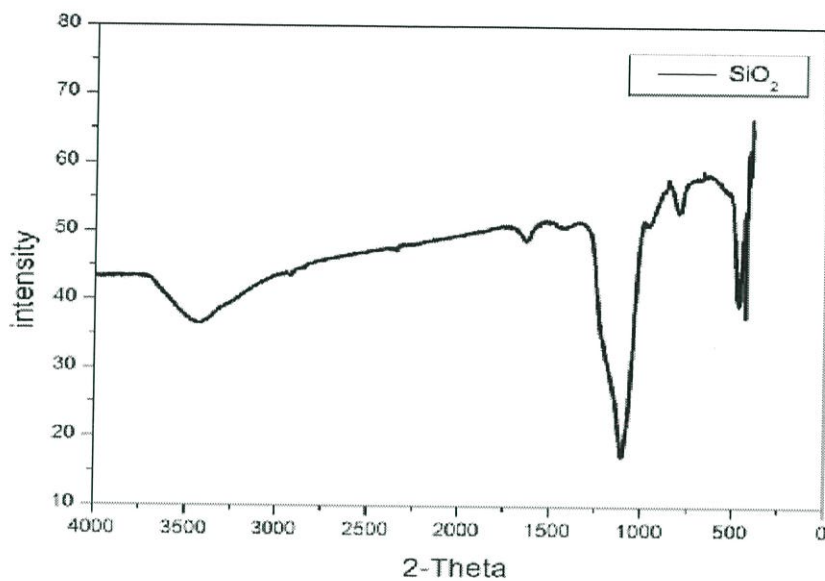
- ซังซิลิกาที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสาร Coupling agent เป็น CTMS ปริมาณ 0.2000 กรัม ดังนั้นใช้ OTS ปริมาณ

$$\frac{0.2000 \times 0.30}{0.7000} = 0.0857 \approx 0.10 \text{ มิลลิลิตร}$$

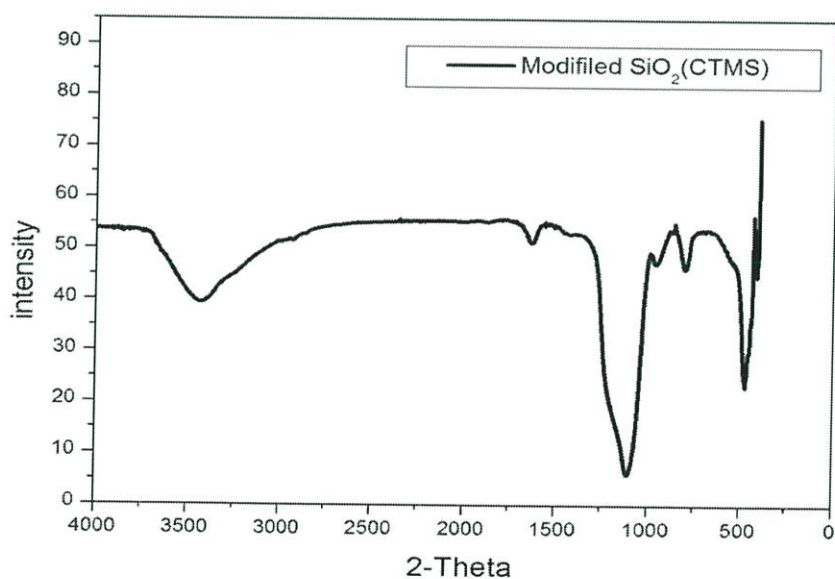
จะได้ซิลิกาที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วยสาร Coupling agent เป็น CTMS + OTS ปริมาณ 0.30 มิลลิลิตร

## ภาคผนวก ข

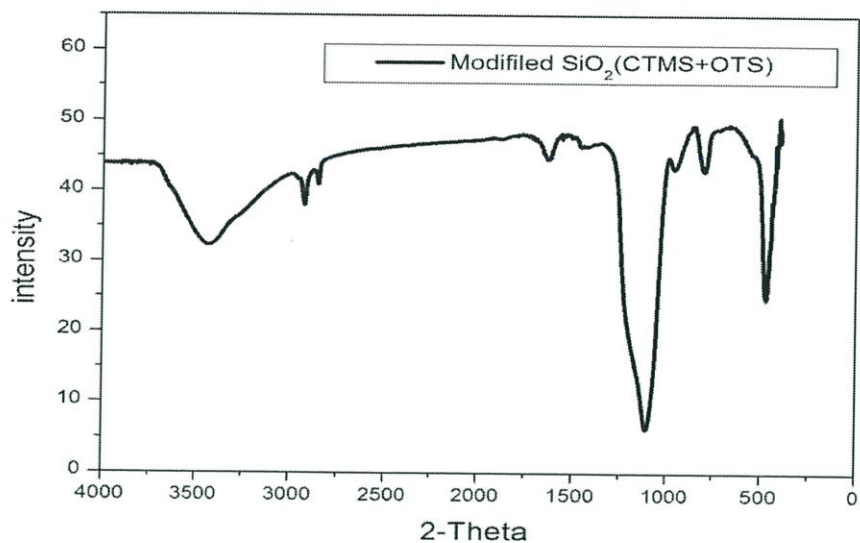
## ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR



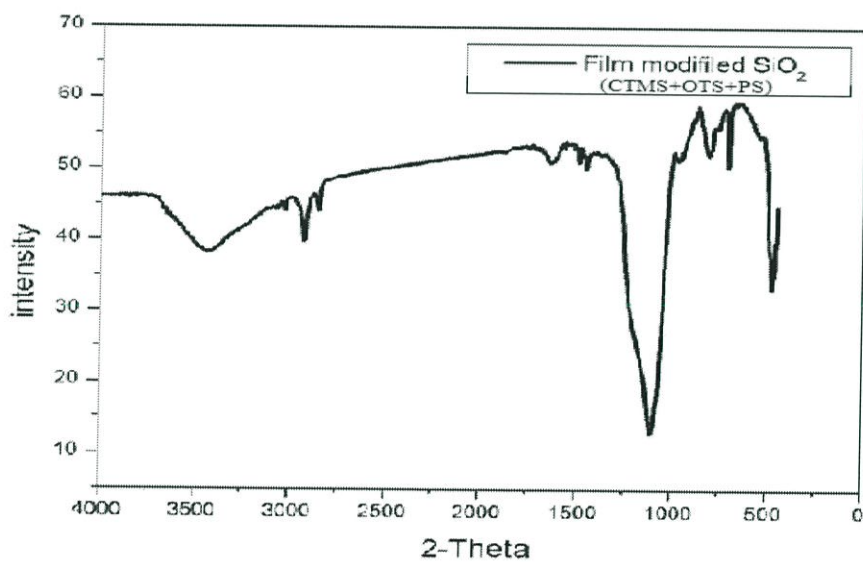
รูปแสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของอนุภาคซิลิกาบริสุทธิ์เกรดการค้า



รูปแสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของอนุภาคซิลิกาบริสุทธิ์เกรดการค้าที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ใช้ Coupling agent เป็น CTMS



รูปแสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของอนุภาคซิลิกาบริสุทธิ์เกรดการค้าที่มีการปรับปรุงสมบัติความไม่ชอบน้ำ ใช้ Coupling agent เป็น CTMS และ OTS



รูปแสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ของอนุภาคซิลิกาบริสุทธิ์เกรดการค้าเป็นฟิล์มที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำที่ใช้ Coupling agent เป็น CTMS และ OTS