

## กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจาก  
ศูนย์ประสานงานนักเรียนทุนรัฐบาลทางด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี  
กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี  
และสำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ  
และคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปานไพลิน สีหาราช

หัวหน้าโครงการ

ปี พ.ศ. ที่ได้รับทุน 2555

## บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติของวัสดุผสมโพลีเมอร์รูพรุนสูง (poly high internal phase emulsions; polyHIPEs composites) โดยการเติมสารเติมแต่งสองชนิด คือ ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) และเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) อนุภาคขนาดนาโนเมตร (nanoparticles) โดยได้ทำการเตรียมวัสดุผสม polyHIPEs ด้วยวิธีอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (water-in-oil) ที่มีวัฏภาคสารอินทรีย์เป็น 20 vol% และวัฏภาคน้ำเป็น 80 vol% และทำการปรับปรุงสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล สมบัติแม่เหล็กและสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุ ด้วยการเติมสารเติมแต่ง คือ ซิลิกา (1 wt%) และเหล็กออกไซด์ (5 10 และ 15 wt%) จากผลที่ได้พบว่าวัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์มีแนวโน้มที่มีสมบัติเชิงกลที่ลดลง คือ มีค่ามอดูลัสของสภาพยืดหยุ่น (elastic modulus) และค่าความแข็งแรงกดอัด (crush strength) ที่ลดลง แต่มีสมบัติแม่เหล็กและสมบัติการดูดซับโลหะหนักที่เพิ่มสูงขึ้นเมื่อมีปริมาณเหล็กออกไซด์ในองค์ประกอบที่เพิ่มมากขึ้น โดยวัสดุผสม 1% $\text{SiO}_2$ -15% $\text{Fe}_3\text{O}_4$  มีค่าความเป็นแม่เหล็กสูงสุด (magnetization) ที่ 12.9 emu/g และมีค่าการดูดซับ (% adsorption) เหล็ก ( $\text{Fe}^{3+}$ ) ในสารละลายไอออน(III) ซัลเฟต ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ ) เป็นร้อยละ 98.3 ที่สมดุล ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการดูดซับโลหะหนักได้

**คำสำคัญ:** วัสดุโพลีเมอร์ชนิดรูพรุนสูง วัสดุผสม อนุภาคขนาดนาโนเมตร

## Abstract

This study investigated the synthesis and modification of the properties of poly high internal phase emulsions (polyHIPEs) by incorporating co-additives into the polymer matrix i.e. silica ( $\text{SiO}_2$ ) nanoparticles (1 wt%) to improve physical and mechanical properties and iron oxide ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) nanoparticles (5, 10 and 15 wt%) to induce magnetic and heavy ion adsorption properties. PolyHIPEs composites were prepared in water in oil (w/o) emulsion system using the ratio of organic phase to aqueous phase of 20 to 80 vol%. The physical and mechanical properties of the polyHIPEs composites were found to decrease with  $\text{SiO}_2$  and  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  addition while the magnetic and adsorption properties increased with increasing  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  contents. The composites with 1 wt%  $\text{SiO}_2$  and 15 wt%  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  exhibited the highest saturated magnetization at 12.9 emu/g and they could be used for adsorption of iron ions ( $\text{Fe}^{3+}$ ) in iron(III) sulfate solution with 98.3 % adsorption at equilibrium.

**Keywords:** PolyHIPEs, high internal phase emulsions, composites, nanoparticles.

## สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	1
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	2
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	3
สารบัญ	4
สารบัญรูป	6
สารบัญตาราง	7
1. บทนำ	8
2. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	9
3. การทบทวนวรรณกรรม	9
4. การออกแบบการวิจัย	14
5. ขอบเขตการวิจัย	14
6. ระเบียบวิธีการวิจัย	15
6.1 วิธีการทดลอง	16
6.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	16
6.1.2 สารเคมี	17
6.1.3 การเตรียมโมโนเมอร์	18
6.1.4 การเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก	18
6.1.5 การเตรียมอิมัลชัน HIPEs	19
6.1.6 การเตรียม polyHIPEs	21
6.1.7 การตรวจสอบสมบัติ	21
7. ผลการทดลอง	22
7.1 การสังเคราะห์ polyHIPEs	22
7.1.1 การศึกษาอัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs	22
7.2 การสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs	27

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
7.2.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต	27
7.2.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อน	30
7.2.3 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาค	31
7.2.4 การศึกษาปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิว	32
7.2.5 การศึกษาสมบัติทางกล	34
7.2.6 การศึกษาสมบัติแม่เหล็ก	36
7.2.7 การศึกษาสมบัติการดูดซับโลหะหนัก	38
8. สรุปผลการทดลอง	40
บรรณานุกรม	41
ภาคผนวก ก ประวัติ	44
ภาคผนวก ข ผลงาน	47

## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1. ภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสมโพลีเมอร์พอรูพรุนสูงและซิลิกา (10 wt%)	10
รูปที่ 2. แสดงค่าความเป็นแม่เหล็กของวัสดุ (a) เมื่อทำการจ่ายสนามแม่เหล็กที่ค่าต่าง ๆ โดยวัดที่อุณหภูมิคงที่ที่ 300 K (b) เมื่อวัดที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยการจ่ายสนามแม่เหล็กคงที่ที่ 50 Oe	11
รูปที่ 3. ภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมจากเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร (a) ที่มีการปรับปรุงผิวด้วยกรดโอเลอิกและ (b) ไม่มีการปรับปรุงผิว	12
รูปที่ 4. แสดงภาพถ่ายเปรียบเทียบสมบัติการดูดติดแม่เหล็กของ (a) วัสดุ polyHIPEs และ (b) วัสดุผสม polyHIPEs และเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร	12
รูปที่ 5. แสดงภาพถ่ายของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้	22
รูปที่ 6. แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs ที่อัตราส่วนโดยปริมาตร (%vol) ของ Styrene/DVB/Span20/Span80 (vol%) และสารริเริ่ม คือ AIBN	23
รูปที่ 7. แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs ที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของ Styrene/DVB/Span20/Span80 (%vol) และสารริเริ่ม คือ $K_2(SO_4)_2$	24
รูปที่ 8. แสดงลักษณะทางกายภาพของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs	25
รูปที่ 9. แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ในอัตราส่วนต่าง ๆ	28
รูปที่ 10. กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้น (stress) และความเครียด (strain) ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์	31
รูปที่ 11. แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นแม่เหล็กที่ถูกเหนี่ยวนำภายใต้สนามแม่ของเหล็กออกไซด์ (รูปเล็ก) และวัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์ในปริมาณต่าง ๆ	32
รูปที่ 12. แสดงภาพการทดสอบการเหนี่ยวนำวัสดุด้วยแม่เหล็กถาวรของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม 1%SiO <sub>2</sub> -15%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	33
รูปที่ 13. แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานเหล็ก	34

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1. แสดงอัตราส่วนสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs	18
ตารางที่ 2. แสดงปริมาณสารเติมแต่งที่ช่วยเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPEs	18
ตารางที่ 3. แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของ polyHIPEs	21
ตารางที่ 4. แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน	26
ตารางที่ 5. แสดงอุณหภูมิการสลายตัวเนื่องจากความร้อนและร้อยละน้ำหนักที่หายไปของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs จากเทคนิค TGA	26
ตารางที่ 6. แสดงผลของพื้นที่ผิว (specific surface area) ปริมาตรรูพรุน (pore volume) และขนาดรูพรุนเฉลี่ยของวัสดุ (pore size) ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้จากเทคนิค BET	29
ตารางที่ 7. แสดงค่า Young's modulus ของสภาพยืดหยุ่น (elastic modulus) และความแข็งแรงกดอัด (crush strength) ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs	30
ตารางที่ 8. แสดงค่าความเป็นแม่เหล็กสูงสุดที่อิ่มตัว (saturated magnetization) ค่าความเป็นแม่เหล็กคงค้าง (remanent magnetization) และค่าความแรงของสนามแม่เหล็ก ณ จุดอิ่มตัว (field at saturated)	32
ตารางที่ 9. แสดงค่าร้อยละการดูดซับของวัสดุผสม polyHIPEs ที่องค์ประกอบต่าง ๆ	34

## 1. บทนำ

ในปัจจุบันวัสดุพอลิเมอร์โฟมชนิดรูพรุนสูง (poly high internal phase emulsions; polyHIPEs) ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากสำหรับการนำไปพัฒนาเป็นวัสดุที่ใช้ในงานทางด้านต่าง ๆ เช่น การกรอง (filtration) และการทำให้น้ำบริสุทธิ์ (water purification) [1] โครมาโทกราฟี (chromatography) [2] วิศวกรรมเนื้อเยื่อ (tissue engineering) [3-5] โดยใช้เป็นกระดูกเทียมสำหรับการเติบโตของเนื้อเยื่อ และเทคโนโลยีการตรวจจับก๊าซ (Sensor technology) [6] โดยใช้เป็นตัวรองรับ (substrates) สารตรวจจับ (sensing materials) หรือตัวเร่งปฏิกิริยา (catalysts) โดยเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุชนิดอื่น ๆ แล้ววัสดุ polyHIPEs มีข้อดี คือ เป็นวัสดุที่มีรูพรุนสูงทำให้มีความหนาแน่นต่ำมีน้ำหนักเบา และมีการเชื่อมโยงภายในของวัสดุที่เป็นเนื้อพอลิเมอร์สูง [7] นอกจากนี้การสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ยังสามารถทำได้โดยการใช้กระบวนการที่ง่าย ไม่ซับซ้อน และมีต้นทุนในการผลิตต่ำ อีกทั้งยังสามารถทำให้มีรูปร่างต่าง ๆ ได้โดยการขึ้นรูปในแม่แบบหรือการตัดแต่งให้ที่มีรูปร่างตามที่ต้องการได้ จากประโยชน์ที่หลากหลายเหล่านี้ทำให้วัสดุ polyHIPEs สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานทางด้านต่าง ๆ ได้เป็นอย่างดี อย่างไรก็ตามเนื่องจากปัญหาในเรื่องสมบัติเชิงกล (mechanical properties) เช่น ความเปราะ (brittleness) และความร่วน (chalkiness) [6] ของวัสดุ polyHIPEs ส่งผลทำให้การนำวัสดุ polyHIPEs ไปใช้งานในทางอุตสาหกรรมยังไม่แพร่หลายนัก ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและทางกลของวัสดุ polyHIPEs โดยการเติมสารเติมแต่ง (additives) ซิลิกาอนุภาคขนาดนาโนเมตร (silicon dioxide; silica;  $\text{SiO}_2$ ; nanoparticles) เพื่อเป็นตัวช่วยในการเสริมความแข็งแรง (reinforcement) อีกทั้งยังต้องการเพิ่มสมบัติแม่เหล็กและสมบัติการดูดซับโลหะหนักให้กับวัสดุ polyHIPEs โดยการเติมเหล็กออกไซด์ที่มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร (iron oxide;  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ; nanoparticles) ในปริมาณต่าง ๆ เพื่อให้เกิดเป็นวัสดุผสมระหว่าง polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์ โดยมุ่งหวังให้ได้เป็นวัสดุโฟมพอลิเมอร์ที่มีความแข็งแรง มีสมบัติแม่เหล็กและมีสมบัติการดูดซับ เพื่อให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวกรอง (filter) หรือ ตัวดูดซับ (adsorbent) สำหรับการดักจับโลหะหนักในสารละลายเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมต่อไป

## 2. วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อศึกษาและพัฒนาองค์ความรู้ในกระบวนการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกา และเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร
2. เพื่อให้สามารถนำองค์ความรู้ที่ได้ไปใช้ในการผลิตวัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่มีการปรับปรุงสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล สมบัติแม่เหล็กและสมบัติการดูดซับ เพื่อให้สามารถนำไปต่อยอดเพื่อประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมได้
3. เพื่อนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการ รวมทั้งการนำเสนอผลงานแก่นักวิชาการทั้งในและต่างประเทศ ซึ่งจะเป็นการเผยแพร่ความรู้ที่ได้จากการวิจัยเพื่อให้เป็นประโยชน์ต่อการพัฒนาวัสดุโดยรวม

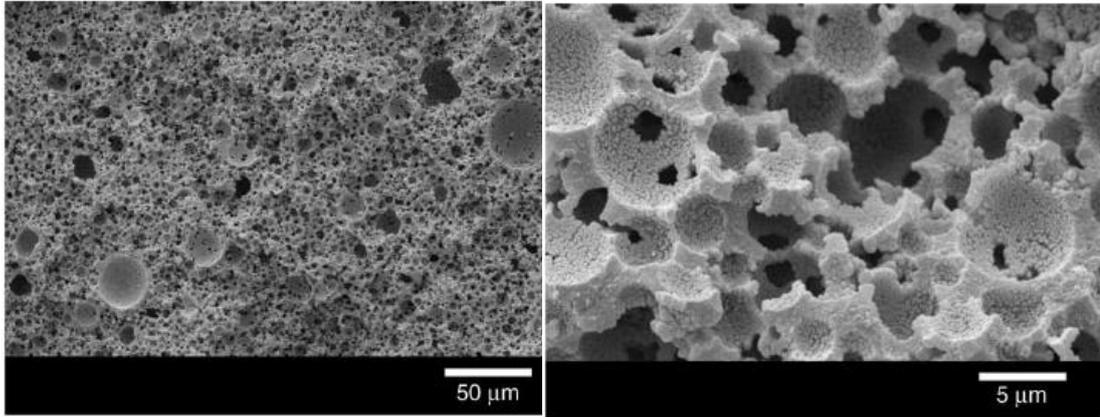
## 3. การทบทวนวรรณกรรม

การสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ทำได้โดยการใช้กระบวนการแม่แบบอิมัลชัน (emulsion templating) ซึ่งเป็นวิธีที่สามารถควบคุมโครงสร้างและสมบัติทางกายภาพของวัสดุโพลีเมอร์ให้เป็นไปตามที่ต้องการได้เป็นอย่างดี [8] โดยการสังเคราะห์จะเริ่มจากการเตรียมอิมัลชันที่มีวัฏภาคภายในสูง (high internal phase emulsion; HIPEs) จากสารตั้งต้นพื้นฐาน อันประกอบไปด้วย โมโนเมอร์ (monomer) สารลดแรงตึงผิว (surfactant) สารริเริ่มการเกิดปฏิกิริยา (initiator) และ สารอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) ที่ทำให้หยดวัฏภาคน้ำเกิดการคงรูป (stabilizer) โดยการเกิดอิมัลชันอาจจะเกิดได้ทั้งในระบบที่เป็นน้ำในน้ำมัน (water-in-oil; W/O) หรือน้ำมันในน้ำ (oil-in-water; O/W) [9] โดยเมื่อได้สารแม่แบบอิมัลชันแล้วจะทำให้เกิดปฏิกิริยาการต่อสายโซ่พอลิเมอร์ (polymerization) เพื่อให้เกิดเป็นวัสดุโพลีเมอร์ที่เป็นของแข็ง จากนั้นนำโพลีเมอร์ที่ได้มาทำการสกัดแบบซ็อกเล็ท (soxhlet extraction) ด้วยตัวทำละลายเพื่อกำจัดสารมลทินและสารตั้งต้นบางส่วนที่อาจจะตกค้างอยู่ เพื่อให้ได้เป็นวัสดุโพลีเมอร์ที่มีรูพรุนสูงขึ้น โดยทั่วไปวัสดุโพลีเมอร์ที่จัดว่าเป็นวัสดุ polyHIPEs ต้องมีวัฏภาคภายใน (ส่วนที่เป็นรูพรุนหรือช่องว่าง) มากกว่าร้อยละ 74 โดยปริมาตรขึ้นไป (>74 vol.%) [7] ซึ่งจะเทียบเท่ากับปริมาตรที่มากที่สุดที่เป็นไปได้ที่ทรงกลมขนาดเล็กจะถูกบรรจุในที่ว่างหนึ่ง ๆ โดยที่ยังสามารถรักษารูปร่างให้เป็นทรงกลมที่สมบูรณ์แบบได้ วัสดุ

polyHIPEs นั้นสามารถเตรียมขึ้นได้จากสารตั้งต้น โมโนเมอร์ได้หลายชนิด เช่น อคิโคโนไตรด์ (acrylonitrile) [10] พอฟิลีนฟอร์มมาเรทไดเมธาคริเลท (propylene fumarate dimethacrylate) [3] แต่โมโนเมอร์ที่นิยมใช้กันมากที่สุด คือ สไตรีน (styrene) และสารเชื่อมโยง (crosslink agent) คือ ไดไวนิลเบนซีน (divinylbenzene; DVB) [7] เนื่องจากเป็นสารตั้งต้นที่สามารถใช้เตรียมโพลิเมอร์ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีและราคาไม่สูงนัก ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะทำการสังเคราะห์ส่วนที่เป็นเนื้อโพลิเมอร์ (polymer matrix) จากแม่แบบของระบบอิมัลชันโดยการใช้สไตรีนและไดไวนิลเบนซีนเป็นโมโนเมอร์ ใช้ซอร์บิแทนโมโนโดเดคาโนเอท (Span 20) และซอร์บิแทนโมโนโอเลอเอท (Span 80) เป็นสารลดแรงตึงผิว ใช้เอโซบิสไอโซบิวทิลโรไนไตรล์ (azobis-isobutyronitrile; AIBN) หรือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (potassium persulfate;  $K_2(SO_4)_2$ ) เป็นสารริเริ่มการเกิดปฏิกิริยา และใช้แคลเซียมคลอไรด์ (calcium chloride;  $CaCl_2$ ) เป็นสารทำยหดตัวภาคน้ำเกิดการคงรูป

การปรับปรุงสมบัติของวัสดุ polyHIPEs ให้มีความหลากหลายเพื่อให้สามารถนำไปใช้งานทางด้านต่าง ๆ นั้น สามารถทำได้โดยการปรับเปลี่ยนชนิดหรืออัตราส่วนของสารตั้งต้น [11, 12] การควบคุมกลไกการเกิดปฏิกิริยาการต่อสายโซ่โพลิเมอร์ (polymerization reaction) การปรับเปลี่ยนเวลาในการสกัดแบบซ็อกเล็ท [13] หรือการเติมสารเติมแต่งชนิดต่าง ๆ เพื่อทำให้เกิดเป็นวัสดุผสม polyHIPEs (polyHIPEs composites หรือ hybrid polyHIPEs) ที่มีสมบัติและการนำไปใช้งานที่หลากหลายขึ้น เช่น การเติมซิลิกา [6, 11] ซีเมนต์ [3-5] ถ่านคาร์บอน (carbon black) [14] หรือดินมอนโมลิโลไนต์ (montmorillonite clay) [15] เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกล การเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ( $TiO_2$ ) เพื่อเพิ่มสมบัติการเป็นตัวเร่งทางแสง (photocatalysis) [16] การเคลือบโลหะเงินอนุภาคขนาดนาโนเมตร (silver nanoparticles) เพื่อเพิ่มสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรีย (anti-bacteria) [15] และการเติมเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร ( $Fe_3O_4$  nanoparticles) เพื่อเพิ่มสมบัติแม่เหล็ก [17, 18] โดยในปัจจุบันวัสดุเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่มีสมบัติแม่เหล็กยิ่งยวด (superparamagnetic nanoferrite) ได้ถูกนำไปใช้งานทางด้านต่าง ๆ อย่างกว้างขวาง [19, 20] เช่น การขนถ่ายยาในสิ่งมีชีวิต (drug delivery) การแยกด้วยแม่เหล็ก (magnetic separation) และการใช้เป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ โดยในส่วนของ การนำวัสดุผสม polyHIPEs-เหล็กออกไซด์ไปประยุกต์ใช้งานนั้น Katsoyiannis และคณะ [1] ได้รายงานว่า การเคลือบเหล็กออกไซด์บนพื้นผิวของวัสดุ polyHIPEs สามารถใช้เป็นตัวดูดซับในการกำจัดอาร์เซนิก (As; สารหนู)

นอกจากสารละลายได้ ซึ่งทำให้วัสดุผสมที่เตรียมขึ้นนี้สามารถนำไปใช้ในกระบวนการปรับปรุงคุณภาพน้ำได้

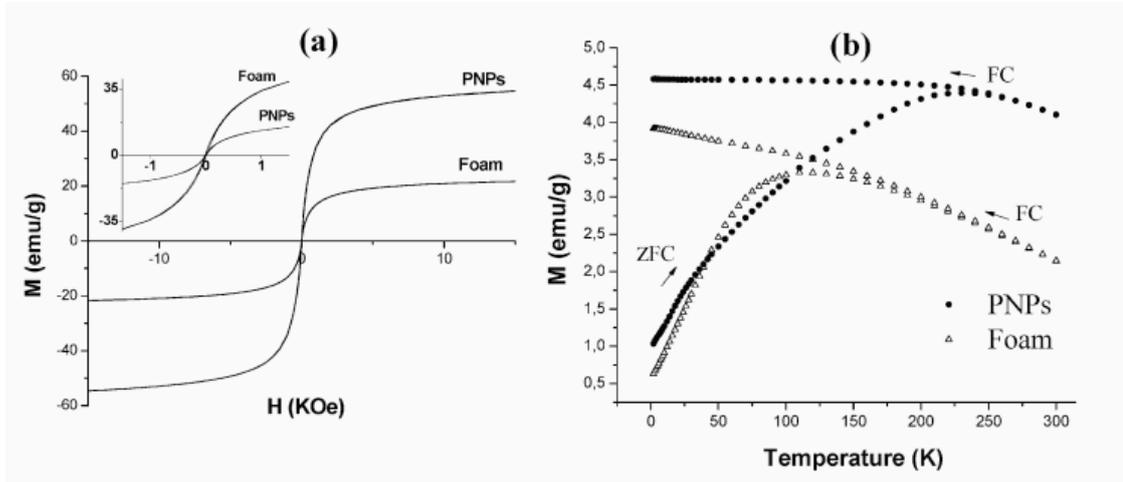


รูปที่ 1. ภาพถ่าย SEM (ที่กำลังขยายต่างกัน) ของวัสดุผสมโพลีเมอร์รูพรุนสูงและซิลิกา (10 wt%) [6]

ในส่วนของการปรับปรุงสมบัติทางกลของวัสดุ polyHIPEs ด้วยซิลิกา Haibach และคณะ[6] ได้รายงานว่า การเติมซิลิการ้อยละ 10 โดยน้ำหนัก (10 wt%) สามารถปรับปรุงสมบัติทางกลของ polyHIPEs ได้เป็นอย่างดี โดยพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs-10wt%ซิลิกา มีค่าความแข็งแรงดึง (Young's modulus) เพิ่มขึ้นเป็น  $95 \pm 5$  MPa ( $5 \pm 5$  MPa สำหรับ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมซิลิกา) และความแข็งแรงบดอัด (crush strength)  $4.30 \pm 0.23$  (MPa) ( $0.26 \pm 0.03$  MPa สำหรับ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมซิลิกา) โดยรูปที่ 1. เป็นภาพถ่าย SEM ที่แสดงถึงสัณฐานวิทยาของวัสดุผสม polyHIPEs-10 wt%ซิลิกา

สำหรับการเพิ่มสมบัติแม่เหล็กของวัสดุ polyHIPEs นั้น Vilchez และคณะ [16] ได้ศึกษาการเติมเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนเมตรที่มีการปรับปรุงผิวด้วยกรดโอเลอิก (oleic acid) ที่ปริมาณต่าง ๆ พบว่าได้วัสดุผสมโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีรูพรุนแบบปิดและมีวัฏภาคภายในมากถึง 90 vol% โดยวัสดุผสม polyHIPEs และ 5 wt% เหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรที่มีการปรับปรุงผิวด้วยกรดโอเลอิกและมีวัฏภาคภายใน 85 vol.% จากนั้นได้ทำการศึกษาสมบัติแม่เหล็กของวัสดุ โดยผลที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 2. โดยพบว่าวงฮิสเทอริซิส (hysteresis loop) ของวัสดุผสม

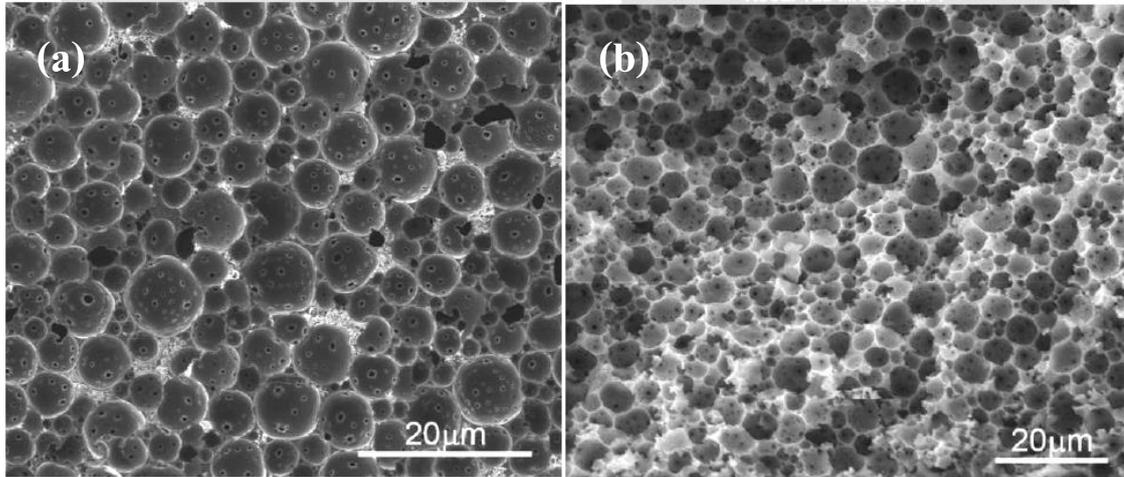
polyHIPEs และ 5 wt% เหล็กออกไซด์ แสดงสมบัติแบบแม่เหล็กยิ่งยวด (superparamagnetic) และมีค่าโมเมนต์แม่เหล็กสูง (magnetic moment)



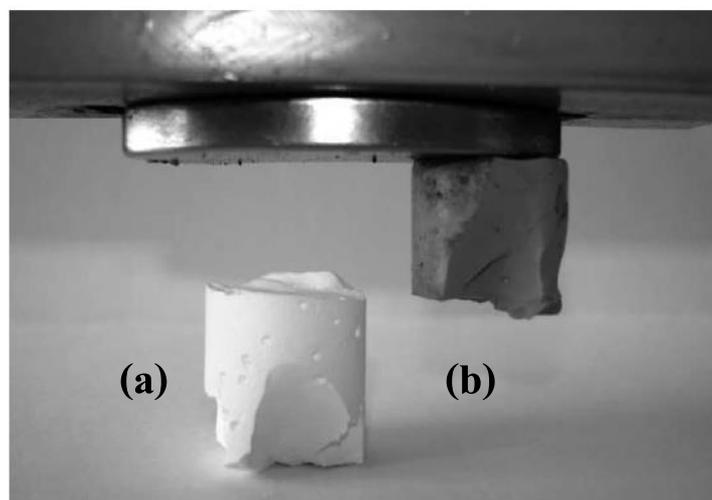
**รูปที่ 2.** ค่าความเป็นแม่เหล็กของวัสดุ (a) เมื่อทำการจ่ายสนามแม่เหล็กที่ค่าต่าง ๆ โดยวัดที่อุณหภูมิคงที่ที่ 300 K (b) เมื่อวัดที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยการจ่ายสนามแม่เหล็กคงที่ที่ 50 Oe (โดย Form คือวัสดุ polyHIPEs และ PNP คือวัสดุผสม polyHIPEs (รูปทรงปิด) และ 5 wt% เหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนเมตรที่มีวัฏภาคภายใน 85 vol.%) [16]

จากนั้น Kovacic และคณะ [17] ได้รายงานการปรับปรุงโครงสร้างของวัสดุผสม polyHIPEs และเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรให้ได้เป็นโครงสร้างที่มีรูพรุนแบบเปิด (ภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสมแสดงไว้ในรูปที่ 3) โดยการเตรียมจากเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรที่มีการปรับปรุงผิวด้วยกรดโอเลอิกและไม่มีการปรับปรุงผิวด้วยกรดโอเลอิก โดยพบว่าวัสดุผสม polyHIPEs และเหล็กออกไซด์ทั้งสองแบบมีค่าแม่เหล็กอิ่มตัว (saturation magnetization) ที่ใกล้เคียงกันที่ 13 emu/g โดยรูปที่ 4 แสดงภาพถ่ายเปรียบเทียบสมบัติการดูดติดแม่เหล็กของ (a) วัสดุ polyHIPEs และ (b) วัสดุผสม polyHIPEs และเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตร สำหรับการประยุกต์ใช้งานของวัสดุแม่เหล็กผสม polyHIPEs และเหล็กออกไซด์ Mert และคณะ [21] ได้รายงานว่าวัสดุผสมระหว่าง polyHIPEs และเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรที่มีการปรับปรุงผิวด้วยกรดฮิวมิก

(humic acid) สามารถดูดซับปรอทในสารละลายได้สูงถึง 20.44 mmol/g (ที่สารละลายมีค่า pH เท่ากับ 4)



**รูปที่ 3.** ภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสม polyHIPE ที่เตรียมจากเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร (a) ที่มีการปรับปรุงผิวด้วยกรดโอเลอิกและ (b) ไม่มีการปรับปรุงผิว [17]



**รูปที่ 4.** ภาพถ่ายเปรียบเทียบสมบัติการดูดติดแม่เหล็กของ (a) วัสดุ polyHIPEs และ (b) วัสดุผสม polyHIPEs และเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร [17]

จากการทบทวนทางวรรณกรรมพบว่ายังไม่ได้มีรายงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ และการปรับปรุงสมบัติของวัสดุผสมระหว่าง polyHIPEs กับสารเติมแต่งสองชนิด คือ ซิลิกาและ

เหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรมาก่อน ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะศึกษาการสังเคราะห์และศึกษาสมบัติของวัสดุผสมชนิดใหม่ที่เกิดจากการรวมตัวกันของ polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร โดยมุ่งหวังที่จะได้วัสดุผสมโพรพอลิเมอร์ที่มีการปรับปรุงสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับ เพื่อให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านต่าง ๆ เช่น การใช้เป็นตัวกรองสำหรับทำน้ำให้บริสุทธิ์ หรือใช้เป็นตัวดูดซับสำหรับการดักจับโลหะหนักได้ต่อไป

#### 4. การออกแบบการวิจัย

1. ทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร โดยการปรับเปลี่ยนปัจจัยในการสังเคราะห์ ซึ่งประกอบไปด้วย ชนิดและอัตราส่วนของสารตั้งต้น และปริมาณของสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร
2. ทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับโลหะหนักในสารละลายของวัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้
3. ทำการวิเคราะห์ผลที่ได้เพื่อหาสภาวะในการสังเคราะห์ที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการเตรียมวัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตรที่มีสมบัติที่ดีที่สุด

#### 5. ขอบเขตการวิจัย

1. ศึกษาวิธีการสังเคราะห์และทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร
2. ศึกษาปัจจัยในการสังเคราะห์ซึ่งประกอบด้วย ชนิดและอัตราส่วนสารตั้งต้น และปริมาณของสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคขนาดนาโนเมตร ที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุผสม polyHIPEs
3. ศึกษาสมบัติทางกล สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้

4. วิเคราะห์ถึงอิทธิพลของโครงสร้างจุลภาคและการเติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางกล สมบัติแม่เหล็กและสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุผสม polyHIPEs

## 6. ระเบียบวิธีการวิจัย

1. การศึกษา ค้นคว้า และรวบรวมข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย
2. การจัดซื้อวัสดุและอุปกรณ์
3. ทำการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs โดยการปรับเปลี่ยนชนิดและอัตราส่วนของสารตั้งต้น เพื่อหาสภาวะพื้นฐานที่เหมาะสมที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs
4. ทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนโดยการใส่ซิลิกา (1 wt%) และเหล็กออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโน (5 10 และ 15 wt%)
5. ทำการศึกษาและการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุผสมที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิคต่าง ๆ ดังต่อไปนี้
  - 5.1 การตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต
  - 5.2 การตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างและการสลายตัวทางความร้อนโดยใช้เทคนิค thermal gravimetric analysis (TGA)
  - 5.3 การตรวจสอบปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวโดยใช้เทคนิคการดูดซับไนโตรเจน ( $N_2$  adsorption/desorption) โดยวิธีของ Brunauer-Emmett-Teller (BET)
  - 5.4 การตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาคโดยใช้เทคนิค scanning electron microscopy (SEM)
6. ทำการศึกษาและตรวจสอบสมบัติทางกลด้วยเครื่อง universal testing machine (UTM)
7. ทำการศึกษาและตรวจสอบสมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่อง vibrating sample magnetometer (VSM)
8. ทำการศึกษาสมบัติการดูดซับโลหะหนักในสารละลายของด้วยเทคนิค atomic absorption spectroscopy (AAS)
9. ทำการวิเคราะห์ผลการวิจัย อภิปรายผลการวิจัย สรุปผลการวิจัย และแสดงข้อเสนอแนะ

10. ทำการนำความรู้ที่ได้จากงานวิจัยไปเผยแพร่ให้แก่ภาคเอกชนที่สนใจ และการนำเสนอผลงานการวิจัยแก่นักวิชาการทั้งภายในและต่างประเทศ พร้อมกับการนำผลการวิจัยที่ได้ไปตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ

## 6.1 วิธีการทดลอง

### 6.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- |   |                         |
|---|-------------------------|
| - ปีกเกอร์  | - หลอดฉีดยา             |
| - กระจกตวงสาร   | - ชุดปั่นกวน            |
| - ขวดปรับปริมาตร  | - ชุดให้ความร้อน        |
| - ขวดกั้นกลม  | - ชุดช็อกเลทด์          |
| - ขวดสามคอ  | - เครื่องชั่งดิจิทัล    |
| - บิวเรต  | - ตู้อบ                 |
| - กระจกนาฬิกา   | - แผ่นอะลูมิเนียมฟลอยด์ |
| - ซ้อนตักสารอลูมิเนียม  | - กระดาษลิตมัส          |
| - เครื่องเทอร์โมกราวิเมทรี (thermogravimetry; TGA) รุ่น Pyris 1 TGA บริษัท Perkin Elmer Co., Ltd. |                         |

- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning Electron Microscope; SEM) รุ่น EVO® HD บริษัท Carl Zeiss

- เครื่องทดสอบปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวโดยวิธีของ Brunauer-Emmett-Teller (BET) รุ่น Autosorb-1 บริษัท Autosorb

- เครื่องทดสอบสมบัติแม่เหล็ก (vibrating sample magnetometer) ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

- เครื่องอะตอมมิค แอบซอร์ปชัน สเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectroscopy) รุ่น AAS-200 บริษัท Perkin Elmer

- เครื่องทดสอบสมบัติทางกล (universal testing machine) รุ่น LR30K บริษัท Lloyd instrument

### 6.1.2 สารเคมี

- น้ำปราศจากไอออน (De-ionized water)
- สไตรีน (C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- ไดไวนิลเบนซีน (C<sub>10</sub>H<sub>10</sub>; DVB) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- ซอร์บิแทนโมโนโดเดคาโนเอท (C<sub>18</sub>H<sub>34</sub>O<sub>6</sub>; Span20) บริสุทธิ์ 99.9 % บริษัท Merck
- ซอร์บิแทนโมโนลิเอท (C<sub>24</sub>H<sub>44</sub>O<sub>6</sub>; Span80) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรล์ (C<sub>8</sub>H<sub>12</sub>N<sub>4</sub>; AIBN) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Sigma-Aldrich
- โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>) บริสุทธิ์ 97.0 % บริษัท Ajax Finechem
- แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (CaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Riedel-deHaen
- โซเดียมซัลเฟตแอนไฮเดรต (anhydrous Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Carlo Erba

#### Reagent

- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Labachemie
- เมทานอล (CH<sub>3</sub>OH) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Merck
- คลอโรฟอร์ม (CHCl<sub>3</sub>) บริษัท Carlo Erba ReagentiSpA
- กรดโอเลอิก (CH<sub>3</sub>(CH<sub>2</sub>)<sub>7</sub>CH=CH(CH<sub>2</sub>)<sub>7</sub>COOH) บริษัทAldrich chemical
- เหล็กออกไซด์ (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ขนาดอนุภาคน้อยกว่า 50 นาโนเมตร บริสุทธิ์ 99.5% บริษัท

#### Sigma-Aldrich

- ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO<sub>2</sub>) ขนาดอนุภาค 10-20 นาโนเมตร บริสุทธิ์ 99.5% บริษัท

#### Aldrich chemical

- ไอออน(III) ซัลเฟตโนนไฮเดรต (Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O) บริสุทธิ์ 99.9% บริษัท Labachemie

ในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ในระบบอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมันโดยใช้ สไตรีน (styrene) เป็นโมโนเมอร์และไดไวนิลเบนซีน (divinylbenzene; DVB) เป็นสารเชื่อมโยง ซึ่งในอิมัลชันจะประกอบไปด้วย 2 วัฏภาคหลัก คือ วัฏภาคที่เป็นสารอินทรีย์ (organic phase) และ วัฏภาคที่เป็นน้ำ (aqueous phase) โดยมีซอร์บิแทนโมโนโดเดคาโนเอท (Span 20) และซอร์บิแทนโมโนลิเอท (Span80) เป็นสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ที่เป็นตัวช่วยทำให้ทั้งสองวัฏภาคสามารถกระจายตัวอยู่ร่วมกันในรูปแบบของอิมัลชันได้ ใช้เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรล์ (azo-bis-isobutyronitrile; AIBN) หรือ โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>) เป็นเป็นตัวริเริ่มการเกิดปฏิกิริยา

(initiator) และใช้แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) เป็นสารช่วยเพิ่มความคงตัว (stabilizer) ของน้ำ เพื่อทำให้วุ้นภาคน้ำสามารถกระจายตัวเป็นหยดเล็ก ๆ อย่างสม่ำเสมอในอิมัลชันได้

### 6.1.3 การเตรียมโมโนเมอร์

เนื่องจากสไตรีนและไดไวนิลเบนซีนที่นำมาใช้ในการสังเคราะห์มีการเติมสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยา (inhibitor) ในกลุ่มสารประกอบฟีนอล เช่น 2,4,6-trimethyl phenol และสารชนิดอื่น เช่น เบนโซควิโนน (p-benzoquinone) ดังนั้นก่อนการนำมาทำการใช้งานจึงต้องทำการกำจัดสารยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาออกก่อน โดยการสกัดออกด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร (10 wt%/v) เพื่อให้สารทั้งสองสามารถเกิดปฏิกิริยาการเชื่อมโยงสายโซ่พอลิเมอร์ได้

### 6.1.4 การเคลือบสารเติมแต่งด้วยกรดโอเลอิก

เนื่องจากโมโนเมอร์ที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็นสารอินทรีย์ที่ไม่มีขั้ว ส่วนสารเติมแต่งที่เติมลงไปเพื่อปรับปรุงสมบัติของวัสดุ polyHIPEs คือ ซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ ) และเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) นั้นเป็นสารประเภทมีขั้ว ซึ่งไม่สามารถกระจายตัวอยู่ร่วมกันได้ดีในวัฏภาคสารอินทรีย์ที่เป็นเนื้อวัสดุได้ ดังนั้นจึงต้องทำการเคลือบผิวสารเติมแต่งด้วยสารคู่ควบ (coupling agent) ที่ไม่มีขั้ว คือ กรดโอเลอิก (oleic acid) โดยขั้นตอนการเคลือบกรดโอเลอิกมีดังต่อไปนี้

1. ชั่งสารที่ต้องการเคลือบ ( $\text{SiO}_2$  หรือ  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) จำนวน 1 กรัม ใส่ลงในปิกเกอร์
2. เติมคลอโรฟอร์ม (chloroform) ลงไป 5 มิลลิลิตรและเติมกรดโอเลอิก 5 มิลลิลิตร ทำการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
3. เติมเมทานอล 30 มิลลิลิตร เพื่อช่วยในการตกตะกอนของสาร
4. ทำการปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน แล้วล้างตะกอนที่มีกรดโอเลอิกที่เกินมาด้วยคลอโรฟอร์ม 5 มิลลิลิตร ร่วมกับการโซนิเคตเป็นเวลา 10 นาที
5. เติมเมทานอล (methanol) 30 มิลลิลิตร เพื่อให้เกิดการตกตะกอนอีกครั้งหนึ่ง
6. ทำซ้ำข้อ 5-6 อีกสองครั้งเพื่อกำจัดกรดโอเลอิกส่วนที่เกินมา
7. นำสารที่ผ่านการเคลือบแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
8. ทำการอบเพื่อลดอุณหภูมิของสารลงก่อนการนำไปใช้งาน

### 6.1.5 การเตรียมอิมัลชัน HIPEs

#### 6.1.5.1 การเตรียมโดยใช้เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรด์ (AIBN) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา

1. เตรียมวัสดุภาคสารอินทรีย์โดยการตวงสไตรีน ไดไวนิลเบนซีน Span20 และ Span80 ตามอัตราส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 1 แล้วเติม 3 mol% AIBN จากนั้นนำสารทั้งหมดใส่ลงไปในขวดก้นกลม 3 คอ

2. ปั่นกวนด้วยความเร็ว 500 รอบต่อนาที (rpm) เป็นเวลา 5 นาที

3. เตรียมวัสดุภาคที่เป็นน้ำโดยการละลาย 0.034 M  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ในน้ำปราศจากไอออน 160 มิลลิลิตร แล้วค่อย ๆ เติมลงในขวดก้นกลมที่มีของผสมอินทรีย์ที่ปั่นกวนอยู่ด้วยอัตราเร็ว 5 มิลลิลิตรต่อนาที

4. เมื่อทำการเติมส่วนที่เป็นน้ำหมดแล้ว ให้ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที จะได้สารอิมัลชัน HIPEs ที่มีสีขาวขุ่นลักษณะคล้ายน้ำสลัด

#### 6.1.5.2 การเตรียมโดยใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ( $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$ ) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา

1. เตรียมวัสดุภาคสารอินทรีย์โดยการตวงสไตรีน ไดไวนิลเบนซีน Span20 และ Span80 ตามอัตราส่วนต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 1 ใส่ลงในขวดสามคอ

2. ปั่นกวนด้วยความเร็ว 500 rpm เป็นเวลา 5 นาที

3. เตรียมวัสดุภาคที่เป็นน้ำโดยการเติม 3 %mol  $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$  ลงในสารละลาย 0.034 M  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ที่ละลายในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 160 มิลลิลิตร แล้วค่อย ๆ เติมลงในขวดก้นกลมที่มีของผสมอินทรีย์ที่ปั่นกวนอยู่ด้วยอัตราเร็ว 5 มิลลิลิตรต่อนาที

4. เมื่อทำการเติมส่วนที่เป็นสารละลายหมดแล้ว ให้ทำการปั่นกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที จะได้สารอิมัลชันที่มีสีขาวขุ่นลักษณะคล้ายน้ำสลัด

ตารางที่ 1 แสดงอัตราส่วนสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs

สถานะ	วิฏภาคสารอินทรีย์ (vol%)	องค์ประกอบของวิฏภาคสารอินทรีย์ St/DVB/Span20/Span80 (vol%)	วิฏภาคน้ำ (vol%)	CaCl <sub>2</sub> ·2H <sub>2</sub> O (mol/dm <sup>3</sup> )	Initiator	
					AIBN (mol%)	K <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> (mol%)
1	20	40/40/10/10	80	0.034	3	-
2	20	40/40/0/20	80	0.034	3	-
3	20	30/50/0/20	80	0.034	3	-
4	20	50/30/0/20	80	0.034	3	-
5	20	40/40/10/10	80	0.034	-	3
6	20	40/40/0/20	80	0.034	-	3
7	20	30/50/0/20	80	0.034	-	3
8	20	50/30/0/20	80	0.034	-	3

สำหรับการเพิ่มสมบัติทางกลและสมบัติแม่เหล็กของ polyHIPEs จะทำโดยการเติมซิลิกา (SiO<sub>2</sub>) และ เหล็กออกไซด์ (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) ลงไปในขั้นตอนการเตรียมของผสมอินทรีย์ โดยอัตราส่วนและปริมาณสารต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์ได้แสดงไว้ในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 แสดงปริมาณสารเติมแต่งที่ช่วยเพิ่มสมบัติของวัสดุ polyHIPEs

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

หมายเหตุ การคิดร้อยละโดยน้ำหนัก (wt%) ของสารเติมแต่งได้คิดจากน้ำหนักโมโนเมอร์ของสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน

### 6.1.6 การเตรียม polyHIPEs

1. ถ่ายสารอิมัลชัน HIPEs ที่ผ่านการปั่นกวนมาแล้วใส่บีกเกอร์ขนาด 50 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลาย  $0.034 \text{ M CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ลงไปจนท่วม จากนั้นนำแผ่นอะลูมิเนียมฟลอยด์มาปิดปากบีกเกอร์ให้สนิท

2. นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ  $80^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน

3. นำสารที่ขึ้นรูปได้ออกจากบีกเกอร์ นำไปทำการอบแห้งต่อที่อุณหภูมิ  $80^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อกำจัดน้ำที่อยู่ภายในโครงสร้างวัสดุ polyHIPEs ออกให้หมด

4. ทำการกำจัดเศษวัสดุหรือสารที่ตกค้างอยู่ในรูพรุนภายในโครงสร้าง โดยการสกัดแบบซ็อกซ์เลทท์ (soxhlet) ด้วยเมทานอลที่อุณหภูมิ  $60^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 6 ชั่วโมง

5. นำวัสดุที่ได้ไปทำให้แห้ง โดยการอบในเตาอบที่อุณหภูมิ  $70^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

### 6.1.7 การตรวจสอบสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อน สมบัติทางกล สมบัติแม่เหล็ก และสมบัติการดูดซับโลหะหนัก

เมื่อทำการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs แล้ว จะนำวัสดุที่ได้ไปทดสอบสมบัติทางด้านต่าง ๆ ดังนี้ คือ สมบัติทางความร้อนด้วยเครื่อง thermogravimetric Analysis (TGA) สมบัติทางกายภาพโดยการตรวจสอบปริมาณพื้นที่ผิวและรูพรุนโดยวิธีการดูด/คายซับไนโตรเจน ( $\text{N}_2$  adsorption) ของ Brunauer-Emmett-Teller (BET) โครงสร้างสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) สมบัติเชิงกลด้วยเครื่อง universal testing machine (UTM) สมบัติทางแม่เหล็กด้วยการใช้เทคนิคการสั่นของวัสดุในสนามแม่เหล็ก vibrating sample magnetometer (VSM) และสมบัติการดูดซับโลหะหนักในสารละลายด้วยเทคนิค atomic absorption spectroscopy (AAS) โดยทำการทดสอบการดูดซับโลหะเหล็ก Fe(III) ที่เตรียมจากสารละลายไอออน(III) ซัลเฟต ( $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ )

## 7. ผลการทดลอง

### 7.1 การสังเคราะห์ polyHIPEs

ในการสังเคราะห์ polyHIPEs ได้ศึกษาการสังเคราะห์ที่สภาวะต่าง ๆ ตามที่แสดงไว้ในตารางที่ 3.1 เพื่อศึกษาอัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs โดยได้ทำการปรับเปลี่ยนปริมาณของสไตรีน (styrene) และไดไวนิลเบนซีน (DVB) ในช่วง 30–50 vol% และ span20/span80 ในช่วง 0-20 vol% และนำสภาวะที่ได้ผลดีที่สุดมาเพิ่มสมบัติความแข็งแรงโดยการเติมสารเติมแต่ง  $\text{SiO}_2$  และเพิ่มสมบัติแม่เหล็กโดยการเติม  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  อนุภาคขนาดนาโนเมตร

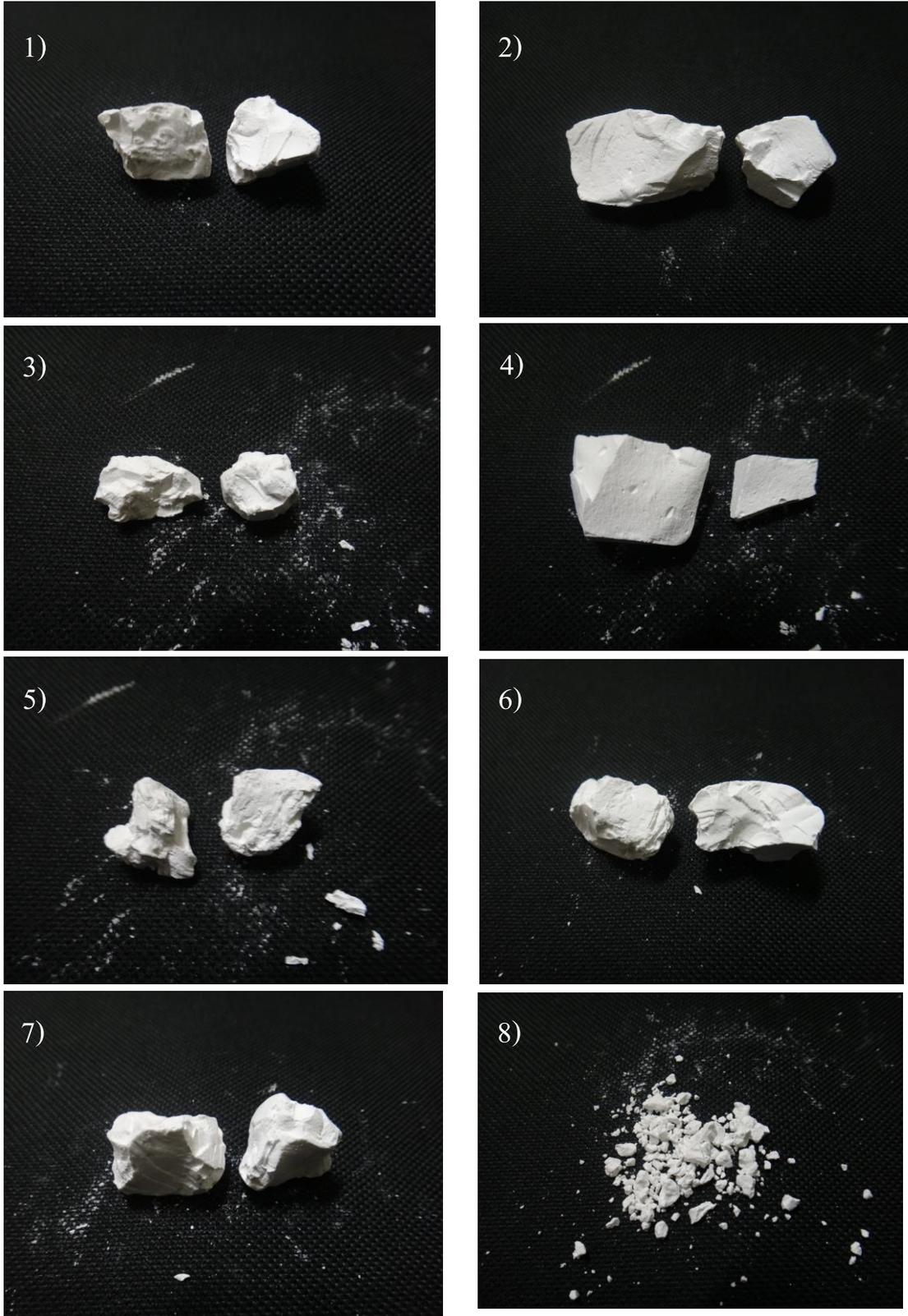
#### 7.1.1 ศึกษาอัตราส่วนของสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ polyHIPEs

ได้ทำการสังเคราะห์ polyHIPEs ที่สภาวะของวัฏภาคสารอินทรีย์ต่อวัฏภาคของน้ำเป็น 20 : 80 โดยในวัฏภาคของสารอินทรีย์จะแบ่งเป็น 2 สภาวะ คือ สภาวะที่ใช้ AIBN (สภาวะที่ 1 2 3 และ 4 ดังแสดงไว้ในตารางที่ 3.1) กับสภาวะที่ใช้  $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$  (สภาวะที่ 5 6 7 และ 8) ในส่วนของโมโนเมอร์มีการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของ styrene : DVB เป็น 40 : 40 vol% (ตัวอย่างที่ 1 2 5 และ 6) 30 : 50 vol% (สภาวะที่ 3 และ 8) 50 : 30 vol% (สภาวะที่ 4 และ 7) และมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของ Span 20 : Span 80 เป็น 10 : 10 vol% (สภาวะที่ 1 และ 5) และ 0 : 20 vol% (สภาวะที่ 2 3 4 6 7 และ 8) แล้วนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยการสังเกต ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 5 และในตารางที่ 3 แล้วทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 6 และ 7 เมื่อพิจารณาวัดดูที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สภาวะที่มีการใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาเป็น AIBN พบว่า polyHIPEs ที่ได้จะมีสมบัติทางกายภาพที่ดีกว่าในสภาวะที่ใช้  $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา โดยเมื่อเปรียบเทียบสภาวะที่มีองค์ประกอบของวัฏภาคสารอินทรีย์เท่ากัน พบว่าสภาวะที่ใช้  $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะได้ polyHIPEs ที่เปราะ แตกง่าย และเมื่อแตกแล้วจะร่วนเป็นเศษเล็ก ๆ และมีความเป็นขอลค์ มากกว่าสภาวะที่ใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา (โดยความเป็นขอลค์ ทดสอบโดยการใช้มือสัมผัสแล้วพบว่ามีผงสีขาวติดขึ้นมาที่มือ) อย่างเช่นในสภาวะที่ 5 และ 8 จะเกิดการแตกร่วนจนเป็นเศษเล็ก ๆ ดังแสดงในรูปที่ 5 ซึ่งการที่ polyHIPEs ที่เตรียมได้จากการใช้ตัวริเริ่มเป็น  $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$  มีความคงตัวน้อยกว่าที่เตรียมได้จากการใช้ AIBN น่าจะมีสาเหตุมาจาก  $\text{K}_2(\text{SO}_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่สามารถละลายได้

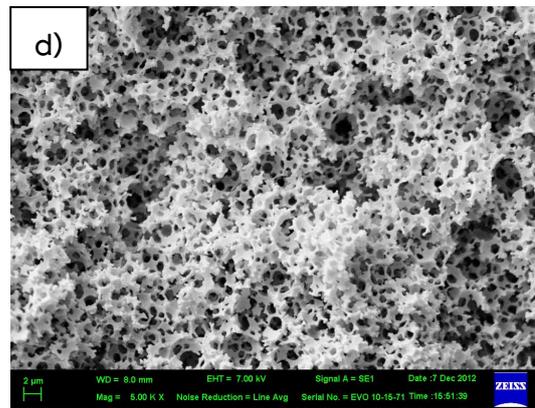
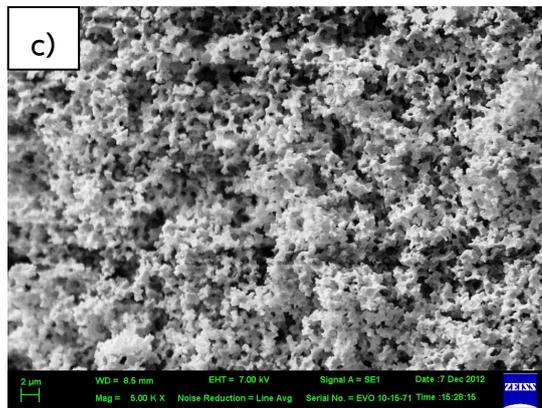
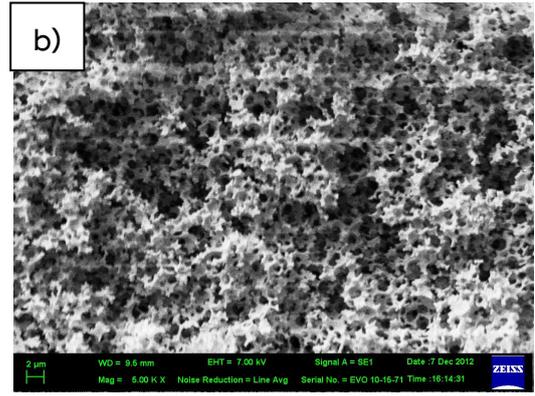
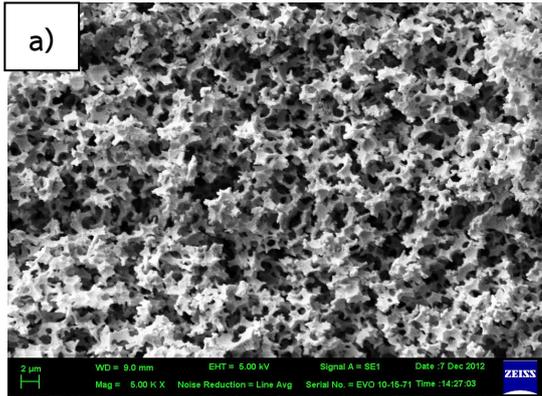
ในวัฏภาคของน้ำ ดังนั้นปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิเมอร์โดยใช้  $K_2(SO_4)_2$  เป็นตัวริเริ่มจึงมีโอกาสูงที่ตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะไม่เข้าไปทำปฏิกิริยาในวัฏภาคของหยดโมโนเมอร์ ในขณะที่ AIBN เป็นตัวริเริ่มซึ่งสามารถละลายได้ในวัฏภาคของสารอินทรีย์ จึงทำให้การเกิดปฏิกิริยาในของหยดโมโนเมอร์เกิดขึ้นได้ดีจึงได้วัสดุที่มีความแข็งแรงมากกว่า เมื่อพิจารณาในสภาวะที่มีการใช้สภาวะที่เหมือนกันแต่เปลี่ยนสัดส่วนของสารลดแรงตึงผิว (สภาวะที่ 1 และ 2) พบว่า สภาวะที่มีการใช้ Span 80 เพียงอย่างเดียวได้วัสดุที่มีความแข็งแรงมากกว่าและมีความเป็นขอลค์น้อยกว่าสภาวะที่มีการผสมระหว่าง Span 80 และ Span 20 ในอัตราส่วน 1:1 เนื่องจากค่าสัดส่วนระหว่างส่วนที่ชอบน้ำกับส่วนที่ชอบน้ำมัน (hydrophile-lipophile balance; HLB) ของ Span 80 = 4.3 ซึ่งอยู่ในช่วงที่เหมาะสมในการเกิดอิมัลชันในระบบน้ำในน้ำมันซึ่งเป็นระบบที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ ค่า HLB ระหว่าง 2 – 6 [22] แต่เมื่อทำการผสม Span 80 และ Span 20 ทำให้ได้ค่า HLB เท่ากับ 6.45 ซึ่งการมีค่า HLB เพิ่มขึ้น แสดงถึงการมีส่วนที่ชอบน้ำมากขึ้น จึงทำให้สารลดแรงตึงผิวกระจายตัวในน้ำได้ดีขึ้น ดังนั้นการจับตัวของไมเซลล์กับหยดโมโนเมอร์จึงน้อยลง ส่งผลทำให้หยดโมโนเมอร์มีความคงตัวน้อยลงเลยมีโอกาที่จะเกิดการรวมตัวกันมากขึ้น จึงทำให้ได้ polyHIPEs ที่มีความแข็งแรงต่ำและมีความเป็นขอลค์สูง เมื่อพิจารณาสภาวะที่มีการเปลี่ยนสัดส่วนของโมโนเมอร์กับสารเชื่อมโยง (สภาวะที่ 2 3 และ 4) จะเห็นได้ว่าในสภาวะที่ใช้ AIBN เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาและใช้สไตรีนในอัตราส่วนที่มากกว่า DVB จะมีสมบัติที่ดีกว่า ทั้งนี้เนื่องจากสไตรีนเป็นโมโนเมอร์หลักในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ส่วน DVB มีหน้าที่ในการเชื่อมโยงสายโซ่ ดังนั้นเมื่อมีสไตรีนในปริมาณที่มากจึงทำให้ได้พอลิเมอร์ที่มีสายโซ่โมเลกุลยาวและมีกิ่งก้านน้อย จึงทำให้เนื้อพอลิเมอร์ที่ได้มีความแข็งแรงและเป็นขอลค์ต่ำ ซึ่งจากผลที่ได้พบว่าสภาวะที่ใช้ในการเตรียมวัสดุ polyHIPEs ที่ได้สมบัติที่ดีที่สุด คือ การใช้สภาวะที่ 4 ที่ใช้ Styrene/DVB/Span20/Span80 ในอัตราส่วน 50/30/0/20 vol% และใช้สารริเริ่มปฏิกิริยาเป็น AIBN จึงได้นำสภาวะนี้ไปใช้ในศึกษาเพื่อเตรียมวัสดุผสม polyHIPES ต่อไป

ตารางที่ 3 แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละอัตราส่วน

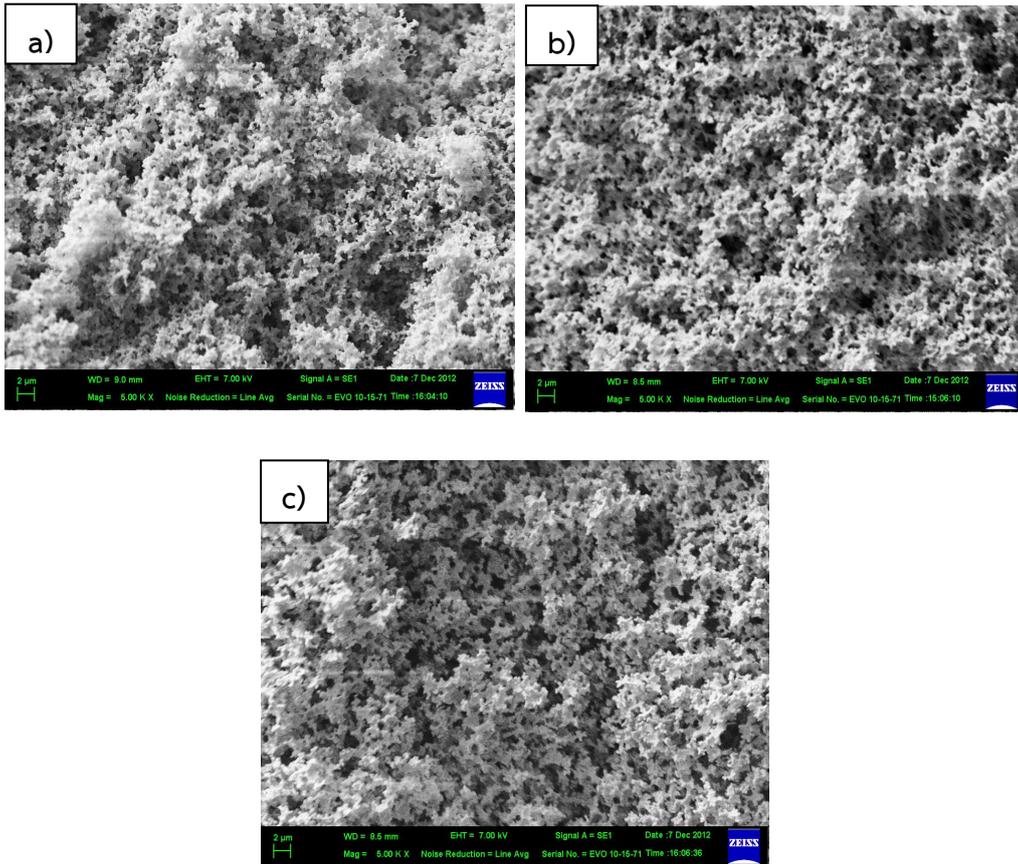
สภาวะ	องค์ประกอบของ วัสดุศาสตร์อินทรีย์ Styrene/DVB/ Span20/Span80 (vol%)	Initiator		ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้
		AIBN (mol%)	K <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> (mol%)	
1	40/40/10/10	3	-	เปราะแตกง่าย ไม่แข็งแรง เป็นขอลค์เล็กน้อย
2	40/40/0/20	3	-	เปราะแตกง่าย ไม่แข็งแรง ค่อนข้างเป็นขอลค์
3	30/50/0/20	3	-	แตกง่ายมาก ค่อนข้างเป็นขอลค์
4	50/30/0/20	3	-	ค่อนข้างแข็งแรง ไม่แตกง่าย เป็นขอลค์น้อย
5	40/40/10/10	-	3	แตกง่ายมาก ร่วน เป็นขอลค์มาก
6	40/40/0/20	-	3	เปราะแตกง่าย ไม่แข็งแรง เป็นขอลค์มาก
7	30/50/0/20	-	3	แตกง่ายมาก ไม่แข็งแรง ค่อนข้างเป็นขอลค์
8	50/30/0/20	-	3	แตกง่ายมาก ร่วน เป็นขอลค์มาก



รูปที่ 5. แสดงภาพถ่ายของ polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ในสถานะที่ 1 – 8 ตามอัตราส่วนที่แสดงในตารางที่ 3



รูปที่ 6. แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs ที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของ Styrene/DVB/Span20/Span80 (vol%) และสารริเริ่ม คือ AIBN ตามอัตราส่วนที่แสดงในตารางที่ 3 a) สภาวะที่ 1 40/40/10/10 b) สภาวะที่ 2 40/40/0/20 c) สภาวะที่ 3 30/50/0/20 และ d) สภาวะที่ 4 50/30/0/20



รูปที่ 7. แสดงภาพถ่าย SEM แสดงสัณฐานวิทยาของ polyHIPEs ที่อัตราส่วนโดยปริมาตรของ Styrene/DVB/Span20/Span80 (%vol) และสารริเริ่ม คือ  $K_2(SO_4)_2$  ตามอัตราส่วนที่แสดงในตารางที่ 3 a) สภาวะที่ 5 40/40/10/10 b) สภาวะที่ 7 30/50/0/20 และ c) สภาวะที่ 8 50/30/0/20

## 7.2 การสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs

### 7.2.1 การศึกษาลักษณะทางกายภาพด้วยวิธีการสังเกต

ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs โดยใช้ซิลิกาและเหล็กออกไซด์เป็นสารเติมแต่งตามปริมาณสารและอัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2 จากนั้นนำวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยการสังเกต ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4 และรูปที่ 8 เมื่อพิจารณาวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง พบว่าวัสดุที่ได้มี

ลักษณะเป็นก้อนสีขาว มีความเป็นขอลค์ และค่อนข้างแข็งแรง ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกา 1%SiO<sub>2</sub> พบว่าได้วัสดุที่มีลักษณะเป็นก้อนสีขาวนวลเหมือน polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง แต่มีความแข็งแรงและความเป็นขอลค์น้อยกว่า เมื่อพิจารณาลักษณะของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิดลงไป โดยเริ่มจากตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> พบว่าได้ก้อนวัสดุมีสีน้ำตาลอ่อน ที่มีความเป็นขอลค์น้อยแต่มีความเปราะ และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ในตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> พบว่าทำให้วัสดุมีสีน้ำตาลเข้มขึ้นตามลำดับ แต่สมบัติด้านความแข็งแรงไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์มากขึ้น โดยในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมปริมาณเหล็กออกไซด์สูงสุดที่ 15 wt% เนื่องจากเมื่อเติมเหล็กออกไซด์ในปริมาณที่มากกว่า 15 wt% จะทำให้มีเหล็กออกไซด์ลอยขึ้นมาอยู่บริเวณด้านบนของก้อนวัสดุผสม polyHIPEs ในปริมาณที่มากซึ่งแสดงให้เห็นว่าเนื้อด้านใน (matrix) ของวัสดุผสม polyHIPEs ไม่สามารถรับปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เติมเพิ่มเข้าไปในปริมาณที่มากกว่านี้ได้อีก

a) polyHIPEs



b) 1%SiO<sub>2</sub>



c) 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



d) 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



e) 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>



รูปที่ 8 แสดงลักษณะทางกายภาพของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่สังเคราะห์ได้  
a) polyHIPEs b) 1%SiO<sub>2</sub> c) 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> d) 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ e) 1%SiO<sub>2</sub>-  
15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

**ตารางที่ 4** แสดงลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้ของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน

ตัวอย่าง	wt%		ลักษณะทางกายภาพที่สังเกตได้
	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	
polyHIPEs	-	-	มีสีขาว มีความเป็นขอลค์ ค่อนข้างแข็งแรง
1%SiO <sub>2</sub>	1	-	มีสีขาว มีความเป็นขอลค์น้อย แข็งแรง
1%SiO <sub>2</sub> -5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1	5	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอลค์น้อย แต่เปราะ
1%SiO <sub>2</sub> -10%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1	10	มีสีน้ำตาลอ่อน มีความเป็นขอลค์น้อย แต่เปราะ
1%SiO <sub>2</sub> -15%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	1	15	มีสีน้ำตาล มีความเป็นขอลค์น้อย แต่เปราะ

### 7.2.2 การศึกษาสมบัติทางความร้อน

ได้ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่ง คือ ซิลิกาและเหล็กออกไซด์ด้วยเทคนิค thermogravimetric analysis (TGA) เพื่อวิเคราะห์หาค่าประกอบของสารจากอุณหภูมิที่วัสดุเกิดการสลายตัวที่สัมพันธ์กับการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักสาร โดยผลการวิเคราะห์ที่แสดงช่วงอุณหภูมิในการสลายตัวเนื่องจากความร้อนและร้อยละของน้ำหนักที่หายไปได้แสดงไว้ในตารางที่ 5

**ตารางที่ 5** แสดงอุณหภูมิการสลายตัวเนื่องจากความร้อนและร้อยละน้ำหนักที่หายไปของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs จากเทคนิค TGA (T<sub>d</sub> คือ อุณหภูมิที่เกิดการสลายตัว)

ตัวอย่าง	Td <sub>1</sub>		Td <sub>2</sub>		Td <sub>3</sub>		% Residual at 850 °C
	(°C)	% wt	(°C)	% wt	(°C)	% wt	
polyHIPEs	200-400	96	-	-	-	-	4.0
1%SiO <sub>2</sub>	50-100	13.0	200-350	45.0	350-450	32.0	10.0
1%SiO <sub>2</sub> -5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	200-400	60.0	400-500	27.5	-	-	12.5
1%SiO <sub>2</sub> -10%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	60-150	15.0	150-250	35.5	250-400	37.5	12.0
1%SiO <sub>2</sub> -15%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	200-400	65.0	420-550	26.0	-	-	9.0

เมื่อทำการศึกษาด้วยเทคนิค TGA แล้วพบว่าวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง มีช่วงอุณหภูมิในการสลายตัวเนื่องจากความร้อนเพียงช่วงเดียวอยู่ที่ช่วงอุณหภูมิ 200–400 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ที่เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนของเนื้อสไตรีนและไดไวนิลเบนซีน [17] ส่วนวัสดุ polyHIPEs ที่มีสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียว คือ ซิลิกา (ตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub>) จะมีช่วงการสลายตัว 3 ช่วง โดยช่วงแรกที่อุณหภูมิ 50–100 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของความชื้นในตัวอย่าง ช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิ 200–350 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ polyHIPEs และช่วงที่ 3 ที่อุณหภูมิ 350–450 องศาเซลเซียส คาดว่าเป็นการสลายตัวของกรดโอเลอิก [17] ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิดมีช่วงอุณหภูมิการสลายตัวช่วงแรกที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส จะเป็นการสลายตัวของความชื้นในตัวอย่าง ช่วงที่สองอุณหภูมิ 200–400 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ polyHIPEs และช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิ 400–550 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวของกรดโอเลอิก ซึ่งคล้ายคลึงกับพฤติกรรมการสลายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub> เมื่อคิดร้อยละน้ำหนักของสารที่เหลือที่ไม่เกิดการสลายตัวที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นบ่งบอกถึงปริมาณของสารเติมแต่งคือ ซิลิกาและเหล็กออกไซด์ (อุณหภูมิการสลายตัวของซิลิกาอยู่ที่ 1600 องศาเซลเซียส และเหล็กออกไซด์อยู่ที่ 1540 องศาเซลเซียส [23]) พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ลงในวัสดุผสม polyHIPEs ตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีค่าน้ำหนักสารที่เหลือที่ไม่เกิดการสลายตัวที่ใกล้เคียงกันโดยคิดเป็นร้อยละ 12.5 12.0 และ 9.0 ตามลำดับ ซึ่งค่าที่ได้ไม่สัมพันธ์กับปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เติมลงไป โดยผลที่ได้น่าจะมีสาเหตุมาจากการที่วัสดุผสมแต่ละตัวมีปริมาณของสารควบคู่ คือ กรดโอเลอิกที่ใช้ในการเคลือบอนุภาคสารเติมแต่งอยู่ในองค์ประกอบในปริมาณที่ไม่เท่ากัน

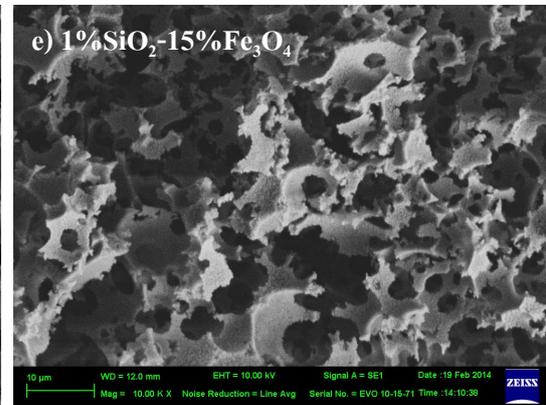
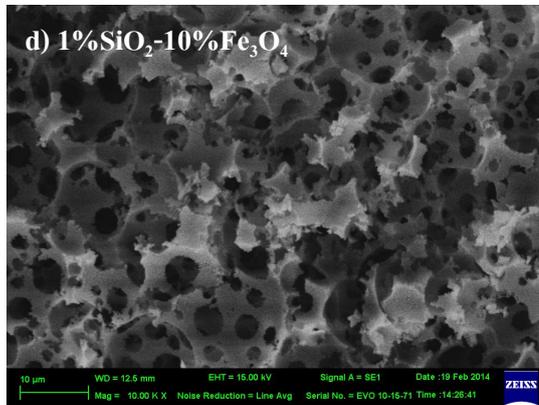
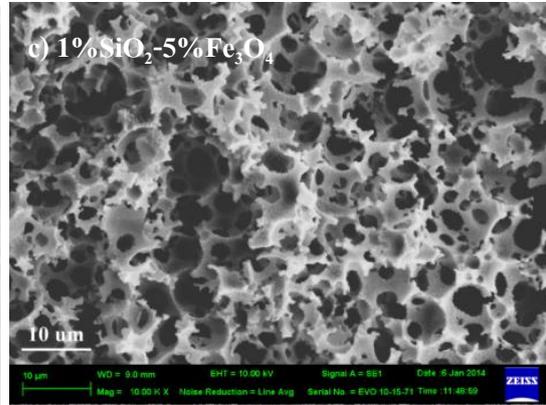
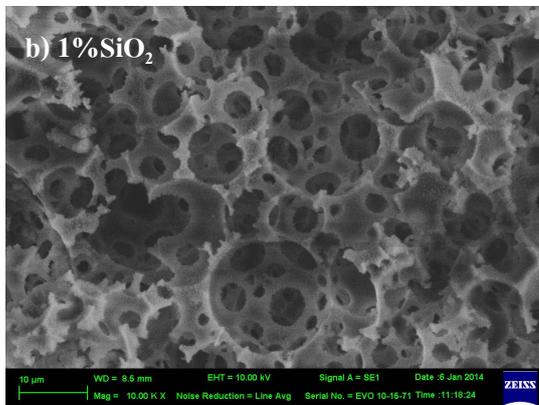
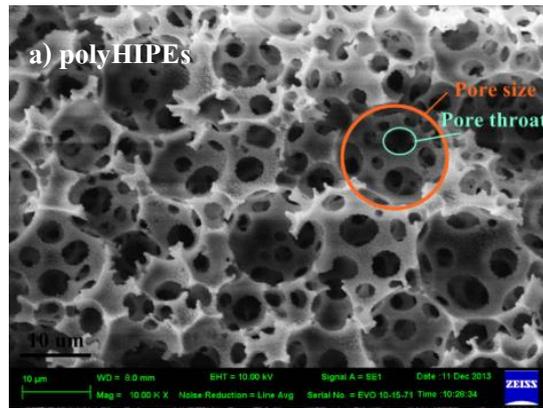
### 7.2.3 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาและโครงสร้างจุลภาค

จากการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs โดยเทคนิค scanning electron microscope (SEM) เมื่อพิจารณาภาพ SEM ของวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง ดังแสดงในรูปที่ 9 พบว่าลักษณะโครงสร้างรูพรุนภายในวัสดุเป็นรูพรุนเปิดแบบต่อเนื่องที่มีรูพรุนหลากหลายขนาด และมีความซับซ้อน จะเห็นได้ว่าในโครงสร้างของ

polyHIPEs มีรูพรุนขนาดเล็กซ้อนอยู่ภายในรูพรุนขนาดใหญ่ที่มีลักษณะเป็นของหยาบผิวภาคน้ำภายใน และมีการเชื่อมต่อกันของกึ่งก้านพอลิเมอร์โดยเป็นการเชื่อมกันของกึ่งก้านพอลิเมอร์ภายในที่ซับซ้อน เมื่อพิจารณาวัสดุ polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียวลงไปโดยเริ่มจากตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub> พบว่าวัสดุที่ได้จะมีรูพรุนขนาดเล็กที่มีความซับซ้อนทางโครงสร้างมากขึ้น รูปที่ 10 แสดงภาพ SEM ของวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์ โดยในตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> จะพบว่าวัสดุที่ได้มีขนาดรูพรุนที่หลากหลายและซับซ้อน มีการแตกหักของกึ่งก้านพอลิเมอร์ และมีปริมาณเนื้อสารเพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub> ที่เติมซิลิกาเพียงอย่างเดียว โดยจะเห็นได้ว่าเมื่อทำการเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ที่มากขึ้น ดังเช่นในตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> จะส่งผลให้ได้วัสดุผสมที่มีโครงสร้างภายในที่มีขนาดของรูพรุนที่มีแนวโน้มที่ลดลง และมีกึ่งก้านภายในเนื้อวัสดุที่มีขนาดที่ใหญ่และมีการแตกหักที่มากขึ้น

#### 7.2.4 การศึกษาปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิว

ผลการศึกษาปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer–Emmet–Teller (BET) ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs แสดงไว้ในตารางที่ 6 จากผลที่ได้พบว่าปริมาตรรูพรุนของวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งมีค่าร้อยละ 46 โดยปริมาตร มีพื้นที่ผิว 420 ตารางเมตรต่อกรัมและมีขนาดรูพรุนเฉลี่ย 30 อังสตรอม ส่วนตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub> มีปริมาตรรูพรุนที่น้อยลงแต่มีพื้นที่ผิวที่มากกว่ากว่า polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมซิลิกา กับเหล็กออกไซด์ 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> พบว่ามีปริมาตรรูพรุนเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 65 โดยปริมาตร และมีพื้นที่ผิวเพิ่มขึ้นเป็น 668 ตารางเมตรต่อกรัมและมีขนาดรูพรุนเฉลี่ย 24 อังสตรอม ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับภาพถ่าย SEM ในรูปที่ 9 ซึ่งจะเห็นได้ว่าภายในโครงสร้างของตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีรูพรุนที่มีความซับซ้อนและมีขนาดรูพรุนที่เล็กกว่าเนื่องจากมีอนุภาคของสารเติมแต่งช่วยล้อมรอบผิวภาคน้ำทำให้ไม่เกิดการรวมตัวกันแต่สามารถกระจายตัวในวัฏภาคสารอินทรีย์ได้ดี (pickering HIPEs) จึงส่งผลให้เมื่อเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแล้วได้เป็นวัสดุผสมที่มีรูพรุนขนาดเล็กและมีพื้นที่ผิวที่มากกว่า และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ลงไปในตัวอย่าง 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ทำให้ได้วัสดุผสม polyHIPEs ที่มีปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวที่ลดลง



รูปที่ 9 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกา และเหล็กออกไซด์ในอัตราส่วนต่าง ๆ a) polyHIPEs b) 1%SiO<sub>2</sub> c) 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> d) 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ e) 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับภาพ SEM รูปที่ 9 ที่แสดงให้เห็นถึงวัสดุผสมที่มีโครงสร้างที่ไม่สมบูรณ์เมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งผลที่เกิดขึ้นเนื่องจากการมีปริมาณสารเติมแต่งที่มากเกินไปจึงเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคสารเติมแต่งที่รอยต่อระหว่างวัฏภาคน้ำและวัฏภาคสารอินทรีย์ (water/oil interface) ส่งผลทำให้หยดวัฏภาคในอิมัลชันไม่เสถียรจึงเกิดการแตกตัวหรือรวมตัวกันเป็นหยดวัฏภาคขนาดใหญ่ ดังนั้นเมื่อเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแล้วจึงทำให้ได้วัสดุผสมที่มีโครงสร้างที่มีการรวมตัวกันเป็นก้อนและเกิดการแตกหัก

**ตารางที่ 6** แสดงผลของพื้นที่ผิว (specific surface area) ปริมาตรรูพรุน (pore volume) และขนาดรูพรุนเฉลี่ยของวัสดุ (pore size) ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้จากเทคนิค BET

ตัวอย่าง	Surface area (m <sup>2</sup> /g)	Pore volume (%)	Pore size (°A)
PolyHIPEs	420	46	30
1%SiO <sub>2</sub>	455	40	27
1%SiO <sub>2</sub> -5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	668	65	24
1%SiO <sub>2</sub> -10%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	362	46	24
1%SiO <sub>2</sub> -15%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	210	23	19

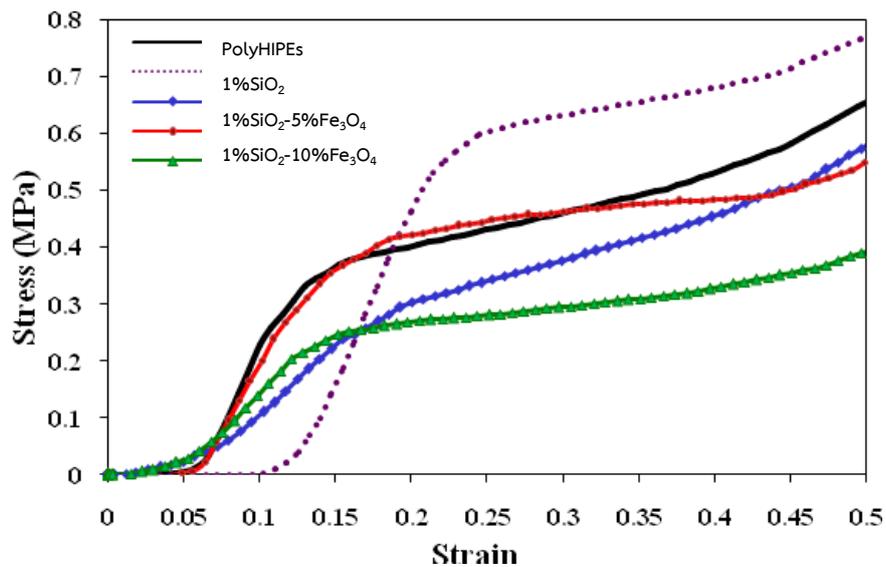
### 7.2.5 การศึกษาสมบัติทางกล

ตารางที่ 7 แสดงค่ามอดูลัสของสภาพยืดหยุ่น (Young's หรือ elastic modulus) และค่าความแข็งแรงกดอัด (crash strength) ส่วนรูปที่ 10 แสดงกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นต่อระยะกดของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้จากการทดสอบความแข็งแรงกด (compression test) จากผลที่ได้พบว่าเมื่อมีการเติมสารเติมแต่งเพียงชนิดเดียว คือ 1%SiO<sub>2</sub> จะทำให้สมบัติเชิงกลของวัสดุผสม polyHIPEs ดีขึ้น เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุ polyHIPEs ที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง โดยการเพิ่มขึ้นของค่ามอดูลัสของสภาพการยืดหยุ่นและค่าความแข็งแรงกดอัดเป็นผล

มาจากการเติมสารเสริมความแข็งแรง คือ ซิลิกาเข้าไปในวัฏภาคของสารอินทรีย์ ทำให้วัสดุผสมมีตัวช่วยยับยั้งหรือชะลอการส่งผ่านของแรงเมื่อมีแรงกดมากกระทำ จึงสามารถต้านทานการเสียรูปเมื่อรับแรงกดอัดได้มากขึ้น ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิด คือ ซิลิกา กับ เหล็กออกไซด์ นั้นมีค่ามอดูลัสของสภาพยืดหยุ่นและค่าความแข็งแรงกดอัดที่ต่ำลง ซึ่งในกรณีของวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> การมีสมบัติเชิงกลที่ต่ำลงเป็นผลมาจากการที่วัสดุมีโครงสร้างที่มีปริมาตรรูพรุนภายในที่สูงจึงส่งผลให้มีความเปราะ (ตารางที่ 6) ส่วนกรณีของวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> นั้นเป็นผลจากการมีสารเติมแต่งในปริมาณที่มากเกินไป ส่งผลทำให้ได้วัสดุผสมที่โครงสร้างที่ไม่สมบูรณ์ที่เกิดการเกาะกลุ่มกันและเกิดการแตกหัก (รูปที่ 9) จึงส่งผลให้มีสมบัติเชิงกลที่ต่ำลง

**ตารางที่ 7** แสดงค่ามอดูลัสของสภาพยืดหยุ่น (elastic modulus) และความแข็งแรงกดอัด (crush strength) ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs

ตัวอย่าง	Elastic modulus $\pm$ SD (MPa)	Crush strength $\pm$ SD (MPa)
PolyHIPEs	4.25 $\pm$ 0.06	0.34 $\pm$ 0.03
1%SiO <sub>2</sub>	5.82 $\pm$ 0.04	0.50 $\pm$ 0.07
1%SiO <sub>2</sub> -5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	3.50 $\pm$ 0.36	0.25 $\pm$ 0.03
1%SiO <sub>2</sub> -10%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	4.50 $\pm$ 0.30	0.29 $\pm$ 0.02
1%SiO <sub>2</sub> -15%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	2.27 $\pm$ 0.18	0.16 $\pm$ 0.03



รูปที่ 10. กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเค้น (stress) และความเครียด (strain) ของ polyHIPEs และวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมสารเติมแต่งซิลิกาและเหล็กออกไซด์

#### 7.2.6 การศึกษาสมบัติแม่เหล็ก

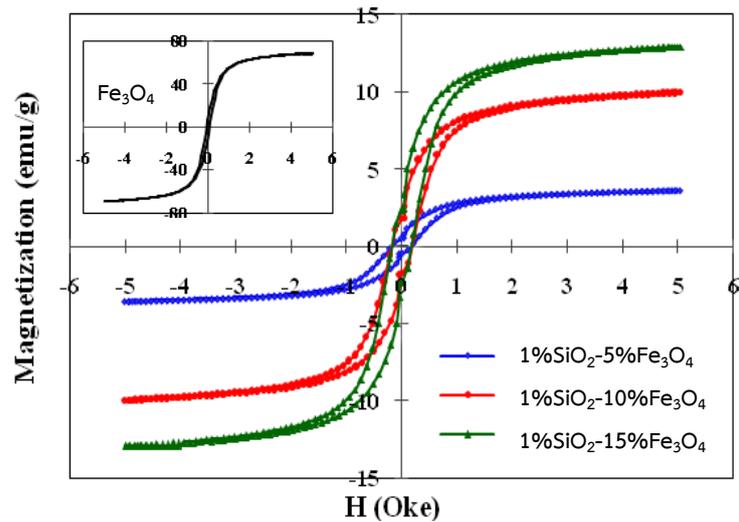
ตารางที่ 8 และรูปที่ 11 แสดงผลการศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กของเหล็กออกไซด์และวัสดุผสม polyHIPEs ที่ได้ทำการทดสอบโดยใช้เทคนิค vibrating sample magnetometer (VSM) ตารางที่ 8 แสดงค่าความเป็นแม่เหล็กสูงสุดที่อิ่มตัว (saturated magnetization) ค่าความเป็นแม่เหล็กคงค้าง (remanent magnetization) ที่เกิดขึ้นเมื่อวัสดุอยู่ภายใต้สนามแม่เหล็ก และค่าความแรงของสนามแม่เหล็ก ณ จุดอิ่มตัว (field at saturated) ส่วนรูปที่ 11 แสดงเส้นโค้งวงฮิสเตอร์เรซิส (hysteresis loop) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นแม่เหล็ก (magnetization) กับค่าความแรงของสนามแม่เหล็ก (magnetic field)

จากการผลที่ได้ในรูปที่ 11 พบว่าเส้นโค้งวงฮิสวงฮิสเตอร์เรซิสของเหล็กออกไซด์และวัสดุผสม polyHIPEs มีลักษณะที่แคบและมีค่าความเป็นแม่เหล็กคงค้าง ซึ่งแสดงถึงพฤติกรรมสมบัติแม่เหล็กแบบโดเมนเดี่ยวที่ไม่แท้จริง (pseudo-single domain behavior) ที่เข้าใกล้สมบัติแบบแม่เหล็กยิ่งยวด (superparamagnetic) [18] โดยจากตารางที่ 8 พบว่าค่าความเป็นแม่เหล็กของเหล็กออกไซด์ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) บริสุทธิ์ที่วัดได้มีค่า 68.2 emu/g ซึ่งค่าที่วัดได้มีค่าใกล้เคียงกับที่รายงานในงานวิจัยที่ผ่านมา [18] ที่ได้ทำการวัดผงเหล็กออกไซด์บริสุทธิ์ได้ค่าแมกนีไทด์เซชันในช่วง 56-74

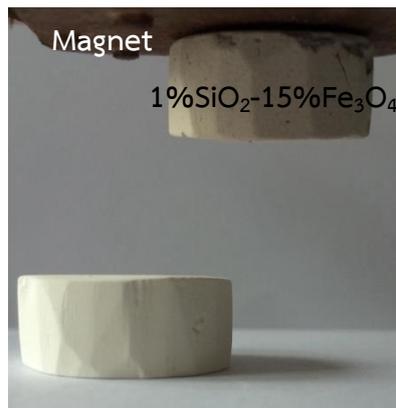
emu/g ส่วนวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมซิลิกาและเหล็กออกไซด์นั้นมีความเป็นแม่เหล็กอยู่ในช่วง 3.6–12.9 emu/g โดยพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์จะทำให้ค่าความเป็นแม่เหล็กของวัสดุผสมเพิ่มขึ้น โดยจะมีค่าสูงสุดที่ 12.9 emu/g ในวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ซึ่งค่าที่ได้ใกล้เคียงกับที่ได้งานวิจัยของ Kovacic [17] ที่รายงานค่าความเป็นแม่เหล็กสูงสุดของวัสดุผสม polyHIPEs และเหล็กออกไซด์ในองค์ประกอบร้อยละ 22 โดยน้ำหนัก เท่ากับ 13 emu/g รูปที่ 12 แสดงภาพถ่ายแสดงการเปรียบระหว่างวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> เมื่อถูกเหนี่ยวนำด้วยแม่เหล็กถาวร ซึ่งพบว่าวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> แสดงสมบัติแม่เหล็กโดยการสามารถดูดติดกับแม่เหล็กถาวรได้

**ตารางที่ 8** แสดงค่าความเป็นแม่เหล็กสูงสุดที่อิ่มตัว (saturated magnetization) ค่าความเป็นแม่เหล็กคงค้าง (remanent magnetization) และค่าความแรงของสนามแม่เหล็ก ณ จุดอิ่มตัว (field at saturated)

ตัวอย่าง	Saturated magnetization		Remanent magnetization		Field at saturated (H)	
	(emu/g)		(emu/g)		(Oe)	
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	68.2	-69.0	8.0	-8.5	790	-890
1%SiO <sub>2</sub> -5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	3.6	-3.6	0.5	-0.5	1920	-1780
1%SiO <sub>2</sub> -10%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	9.9	-9.9	1.8	-1.8	3140	-2500
1%SiO <sub>2</sub> -15%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	12.9	-12.9	2.3	-2.3	3460	-3020



รูปที่ 11 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเป็นแม่เหล็กที่ถูกเหนี่ยวนำภายใต้สนามแม่ของเหล็กออกไซด์ (รูปเล็ก) และวัสดุผสม polyHIPEs กับซีลิกาและเหล็กออกไซด์ในปริมาณต่าง ๆ

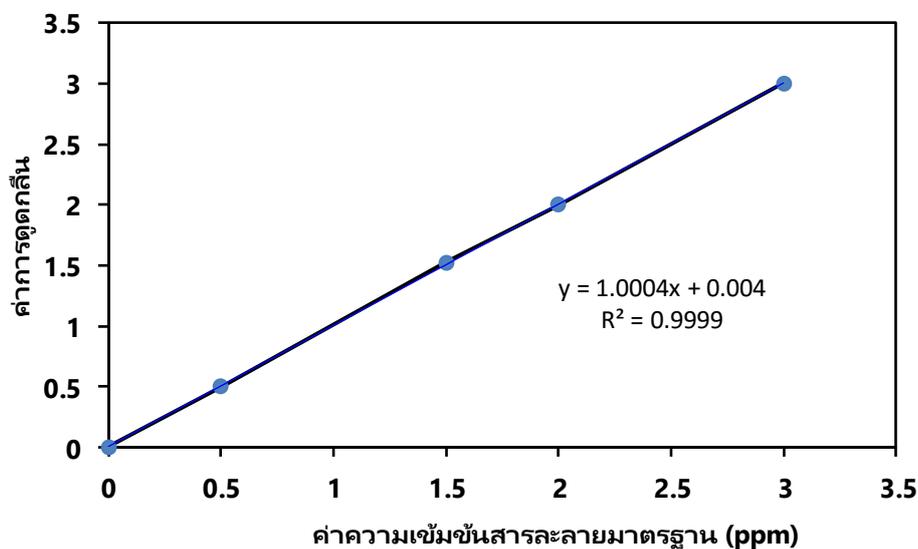


รูปที่ 12 แสดงภาพการทดสอบการเหนี่ยวนำวัสดุด้วยแม่เหล็กถาวรของวัสดุ polyHIPEs และวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

### 7.2.7 การศึกษาสมบัติการดูดซับโลหะหนัก

ในการทดลองนี้ได้เริ่มจากการเตรียมสารละลายสำหรับการสร้างกราฟมาตรฐาน โดยเตรียมได้จากสารละลายมาตรฐานเหล็กเข้มข้น 1000 ppm ให้มีความเข้มข้น 0.00 0.50 1.00 2.00 และ 3.00 ppm จากนั้นจึงสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างความเข้มข้นและค่าการดูดกลืนแสงที่ได้วิเคราะห์จากเครื่องอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรมิเตอร์ (atomic absorption spectrometer, AAS) ผล

ที่ได้แสดงในรูปที่ 13 จากนั้นทำการศึกษาสมบัติการดูดซับโลหะหนักโดยการนำวัสดุผสม polyHIPEs 1%SiO<sub>2</sub>-5%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> 1%SiO<sub>2</sub>-10%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> และ 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ไปแช่ในสารละลายเหล็ก(III) ซัลเฟต (Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O) เข้มข้น 3 ppm ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปวัดหาความเข้มข้นของเหล็กที่เหลือในสารละลายด้วยเครื่อง AAS แล้วทำการคำนวณหาค่าร้อยละการดูดซับ (% adsorption) ผลที่ได้แสดงในตารางที่ 9 พบว่าวัสดุผสมมีสมบัติในการดูดซับโลหะหนักเพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณเหล็กออกไซด์ในองค์ประกอบที่เพิ่มมากขึ้นจากร้อยละ 1 ถึง 3 โดยมีค่าร้อยละการดูดซับสูงสุดที่ 98.3 ในวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> จากผลในรูปที่ 9 ตารางที่ 6 และ 8 ที่พบว่าการมีปริมาณเหล็กออกไซด์ในองค์ประกอบของวัสดุผสมที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลต่อโครงสร้างของรูพรุนภายในทำให้วัสดุผสมมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่ลดลง และมีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวยิ่งยวดที่สูงขึ้น ซึ่งจากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าปัจจัยหลักที่มีผลต่อสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุผสมคือสมบัติความเป็นแม่เหล็ก จากผลการศึกษาการดูดซับโลหะหนักแสดงให้เห็นว่าวัสดุผสม polyHIPEs ที่เตรียมขึ้นจากงานวิจัยนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการดูดซับโลหะหนักได้



รูปที่ 13 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานเหล็ก

ตารางที่ 9 แสดงค่าร้อยละการดูดซับของวัสดุผสม polyHIPEs ที่องค์ประกอบต่าง ๆ

ตัวอย่าง	Adsorption (%)
1%SiO <sub>2</sub> -5%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	57.9
1%SiO <sub>2</sub> -10%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	63.6
1%SiO <sub>2</sub> -15%Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	98.3

## 8. สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุ polyHIPEs ด้วยวิธีอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (water-in-oil) ที่มีวัฏภาคสารอินทรีย์ (20 vol%) ประกอบไปด้วย โมโนเมอร์ คือ สไตรีน (styrene) และไดไวนิลเบนซีน (DVB) มีตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรด์ (AIBN) และโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (K<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>) และใช้ Span80 และ Span20 เป็นสารลดแรงตึงผิว แล้วใช้สารละลายแคลเซียมคลอไรด์เป็นตัวช่วยเพิ่มความคงตัวของวัฏภาคของน้ำ (80 vol%) โดยวัสดุ polyHIPEs ที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วน styrene/DVB/Span20/Span80 เป็น 50/30/0/20 vol% และใช้สารริเริ่มปฏิกิริยาเป็น AIBN มีลักษณะทางกายภาพที่ดีที่สุด คือ มีความเป็นขอลค์ค่น้อย และมีโครงสร้างที่มีรูพรุนเปิดภายในแบบต่อเนื่อง โดยมีปริมาตรรูพรุนร้อยละ 46 และมีพื้นที่ผิว 420 m<sup>2</sup>/g จากนั้นได้ทำการปรับปรุงสมบัติเชิงกล และสมบัติความเป็นแม่เหล็กของวัสดุ ด้วยการเติมสารเติมแต่ง คือ ซิลิกา(1 wt% SiO<sub>2</sub>) และเหล็กออกไซด์ (5 10 และ 15 wt% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) อนุภาคนาโนเมตร พบว่าตัวอย่างวัสดุผสม polyHIPEs ที่เติมซิลิกาอนุภาคนาโนเมตร ปริมาณร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก (1%SiO<sub>2</sub>) มีปริมาตรรูพรุนที่ลดลงเป็นร้อยละ 40 และมีพื้นที่ผิวที่เพิ่มขึ้นเป็น 455 m<sup>2</sup>/g และมีและสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น คือ ความเป็นขอลค์คลดลง และมีค่ามอดูลัสของสภาพยืดหยุ่นและค่าความแข็งแรงกอดัดที่สูงขึ้น แสดงให้เห็นว่าซิลิกาสามารถใช้เป็นสารเติมแต่ง เพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุผสม polyHIPEs ได้ ส่วนตัวอย่างที่มีการเติมสารเติมแต่งสองชนิด คือ ซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรนั้น มีแนวโน้มทำให้ได้วัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ลดลง

ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับลักษณะสัญญาณวิทยาและโครงสร้างภายในที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อวัสดุผสมมีปริมาณสารเติมแต่งในองค์ประกอบที่เพิ่มสูงขึ้น

จากการศึกษาสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสม polyHIPEs พบว่าเหล็กออกไซด์และวัสดุผสม polyHIPEs แสดงพฤติกรรมสมบัติแม่เหล็กแบบโดเมนเดี่ยวที่ไม่แท้จริง (pseudo-single domain behavior) และเมื่อเพิ่มปริมาณเหล็กออกไซด์ในองค์ประกอบที่มากขึ้นจะส่งผลทำให้วัสดุผสมมีค่าความเป็นแม่เหล็กเพิ่มขึ้น โดยวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีค่าความเป็นแม่เหล็กสูงสุดที่ 12.9 emu/g และจากการศึกษาสมบัติการดูดซับโลหะหนักพบว่าวัสดุผสมมีสมบัติในการดูดซับโลหะหนักเพิ่มขึ้นเมื่อมีปริมาณเหล็กออกไซด์ในองค์ประกอบที่เพิ่มมากขึ้น โดยวัสดุผสม 1%SiO<sub>2</sub>-15%Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> มีค่าร้อยละการดูดซับไอออนเหล็ก (Fe<sup>3+</sup>) ในสารละลายไอออน(III) ซัลเฟต (Fe<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·9H<sub>2</sub>O) สูงสุดที่ร้อยละ 98.3 ที่สมดุล แสดงให้เห็นว่าสมบัติการดูดซับโลหะหนักของวัสดุผสมมีความสัมพันธ์กับสมบัติความเป็นแม่เหล็ก ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสม polyHIPEs กับซิลิกาและเหล็กออกไซด์อนุภาคนาโนเมตรสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการดูดซับโลหะหนักได้

## บรรณานุกรม

1. Katsoyiannis, I.A. and A.I. Zouboulis, *Removal of arsenic from contaminated water sources by sorption onto iron-oxide-coated polymeric materials*. Water Research, 2002. 36(20): p. 5141-5155.
2. Pulko, I., et al., *Emulsion templated open porous membranes for protein purification*. Journal of Chromatography A, 2010. 1218(17): p. 2396-2401.
3. Moglia, R.S., et al., *Injectable PolyHIPEs as High-Porosity Bone Grafts*. Biomacromolecules, 2011. 12(10): p. 3621-3628.
4. Shirshova, N., et al., *Polymerised high internal phase emulsion cement hybrids: Macroporous polymer scaffolds for setting cements*. Cement and Concrete Research, 2011. 41(4): p. 443-450.
5. Shirshova, N. and A. Bismarck, *In-situ preparation of polymer scaffolds in retarded cement slurries: An emulsion templating approach for rapid, on-demand strength development*. Cement and Concrete Composites, 2011. 34(3): p. 337-341.

6. Haibach, K., et al., *Tailoring mechanical properties of highly porous polymer foams: Silica particle reinforced polymer foams via emulsion templating*. *Polymer*, 2006. 47(13): p. 4513-4519.
7. Cameron, N.R., *High internal phase emulsion templating as a route to well-defined porous polymers*. *Polymer*, 2005. 46(5): p. 1439-1449.
8. Dawson, R., A.I. Cooper, and D.J. Adams, *Nanoporous organic polymer networks*. *Progress in Polymer Science*, 2012. 37(4): p. 530-563.
9. Barbetta, A. and N.R. Cameron, *Morphology and Surface Area of Emulsion-Derived (PolyHIPE) Solid Foams Prepared with Oil-Phase Soluble Porogenic Solvents: Span 80 as Surfactant*. *Macromolecules*, 2004. 37(9): p. 3188-3201.
10. Cohen, N. and M.S. Silverstein, *Synthesis of emulsion-templated porous polyacrylonitrile and its pyrolysis to porous carbon monoliths*. *Polymer*, 2011. 52(2): p. 282-287.
11. Menner, A., et al., *Tough reinforced open porous polymer foams via concentrated emulsion templating*. *Polymer*, 2006. 47(22): p. 7628-7635.
12. Zhang, S., et al., *Stability of surfactant-free high internal phase emulsions and its tailoring morphology of porous polymers based on the emulsions*. *Polymer*, 2011. 52(21): p. 4881-4890.
13. Pakeyangkoon, P., et al., *Effect of Soxhlet Extraction and Surfactant System on Morphology and Properties of Poly(DVB)PolyHIPE*. *Macromolecular Symposia*, 2008. 264(1): p. 149-156.
14. Hermant, M.C., et al., *The incorporation of single-walled carbon nanotubes into polymerized high internal phase emulsions to create conductive foams with a low percolation threshold*. *Composites Science and Technology*, 2009. 69(5): p. 656-662.
15. Sadeghi, S. and M.R. Moghbeli, *Synthesis and dispersion of colloidal silver nanoparticles on microcellular polyHIPE support*. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 409(0): p. 42-51.
16. Vivian, O.I., M. Angelika, and B. Alexander, *High-Porosity Macroporous Polymers Synthesized from Titania-Particle-Stabilized Medium and High Internal Phase Emulsions*. *Langmuir*, 2010. 26(11): p. 8836-8841.
17. Kovacic, S., et al., *Nanocomposite polyHIPEs with magnetic nanoparticles: Preparation and heating effect*. *Reactive and Functional Polymers*, 2012(0).

18. Vlclchez, A., et al., *Macroporous Polymers Obtained in Highly Concentrated Emulsions Stabilized Solely with Magnetic Nanoparticles*. *Langmuir*, 2012. 27(21): p. 13342-13352.
19. Figuerola, A., et al., *From iron oxide nanoparticles towards advanced iron-based inorganic materials designed for biomedical applications*. *Pharmacological Research*, 2010. 62(2): p. 126-143.
20. Mahmoudi, M., et al., *Superparamagnetic iron oxide nanoparticles (SPIONs): Development, surface modification and applications in chemotherapy*. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 2010. 63(1-2): p. 24-46.
21. Mert, E.H., et al., *Synthesis and characterization of magnetic polyHIPEs with humic acid surface modified magnetic iron oxide nanoparticles*. *Reactive and Functional Polymers*, 2012(0).
22. อมร ไชยสัจย์. *บทบาทของสารลดแรงตึงผิวในการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอิมัลชัน*. *วารสารวิทยาศาสตร์ ม.บูรพา*. 18 (2013) 240-248.
23. David, L. R. *CRC Handbook of Chemistry and Physics (90th ed.)*. Boca Raton. Florida: 2009 CRC press.

## ภาคผนวก ก

### ประวัติคณะวิจัย

#### 1. หัวหน้าโครงการ

ชื่อ ผศ.ดร. ปานไพลิน สีหาราช

ตำแหน่ง อาจารย์

สถานที่ปฏิบัติงาน ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร  
ลาดกระบัง เลขที่ 1 ถนนฉลองกรุง แขวงลาดกระบัง เขตลาดกระบัง กรุงเทพมหานคร 10520

โทรศัพท์ 02-329 8400 ต่อ 650 089-684 3199 โทรสาร 02-329-8428

อีเมล kspanpai@kmitl.ac.th

#### การศึกษา

วิทยาศาสตรบัณฑิต เคมีอุตสาหกรรม สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ/ไทย ปี 2544

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต วัสดุศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ/ไทย ปี 2547

PhD Materials (Engineering) Imperial College London/UK ปี 2553

#### ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ (2553-2558)

1. P. Kim-Lohsoontorn, V. Tiyaongpattana, N. Asarasri, **P. Seeharaj**, N. Laosiripojana. Preparation of CeO<sub>2</sub> nano rod through a sonication-assisted precipitation. International journal of applied ceramic technology. 2014; 11: 645-653.
2. **P. Seeharaj**, B. Boonchom, P. Charoonsuk, P. Kim-Lohsoontorn and N. Vittayakorn. Barium zirconate titanate nanoparticles synthesized by sonochemical method. Ceramics International. 2013; S559-S562.
3. **P. Seeharaj**, S. Wirunchit, P. Charoonsuk, P. Kim-Lohsoontorn and N. Vittayakorn. Spherical nanocrystalline barium zirconate titanate prepared by co-precipitation in highly aqueous basic solution. Ferroelectrics. 2013; 455: 83-89.

4. **P. Seeharaj**, P. Charoonsuk, P. Kim-Lohsoontorn and N. Vittayakorn. BaZr<sub>0.3</sub>Ti<sub>0.7</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles synthesized by glycine-nitrate autocombustion Ferroelectrics. 2013; 456: 55-62.
5. N. Chaiyo, R. Muanghlua, Y. Wongprasert, P. Seeharaj and **N. Vittayakorn**. Combustion Synthesis of Lead-free Piezoelectric Alkali Metal Niobate Family. Ferroelectrics, 453: 26–37 (2013)
6. Chanisa Nawani, A. Rerkratn, **P. Seeharaj** and N. Vittayakorn. Effect of Chemical Treatment on Phase Transition of Lead Zirconate Nanofibers. Ferroelectrics, 450: 49–56 (2013)
7. U. Sukkha, W. Vittayakorn, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, A. Karbkaew, **P. Seeharaj** and N. Vittayakorn. Effect of Pb(Ni<sub>1/2</sub>W<sub>1/2</sub>)O<sub>3</sub> on the Phase Transition Behavior of PbZrO<sub>3</sub> Ceramic. Ferroelectrics, 451: 30–40 (2013)
8. R. Roongtao, R. Baitahe, N. Vittayakorn, **P. Seeharaj** and W. C. Vittayakorn. Structural and Magnetic Properties of Zn Doped CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>. Integrated Ferroelectrics, 148(1): 145-152 (2013)
9. P. Charoonsuk, W. Vittayakorn, N. Atiwongsangthong, **P. Seeharaj** and N. Vittayakorn. Synthesis of Monodispersed Perovskite Barium Zirconate (BaZrO<sub>3</sub>) by the Sonochemical Method. Ferroelectrics, 453(1): 54-61 (2013)
10. S. Vuttivong, S. Niemcharoen, **P. Seeharaj**, W. Vittayakorn and N. Vittayakorn. Sonochemical Synthesis of Spherical BaTiO<sub>3</sub> Nanoparticles. Ferroelectrics, 457(1): 44-52 (2013)
11. C. Nawani, A. Rerkratn, **P. Seeharaj** and N. Vittayakorn. Characterization and Dielectric Properties of Nanocomposite Made of Lead Zirconate Nanofibers and Polyvinylidene Fluoride Improved with Carbon Nanotubes. Integrated Ferroelectrics, 149: 18–24 (2013)

12. P. Kim-Lohsoontorn, **P. Seeharaj**, N. Laosiripojana. Preliminary study of metal-supported solid oxide electrolysis cell exposed to extreme operating conditions. TIChE International Conference 2012. 2012.

13. N. Chaiyo, R. Muanghlua, S. Niemcharoen, B. Boonchom, **P. Seeharaj** and N. Vittayakorn, Non-isothermal kinetics of the thermal decomposition of sodium oxalate  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ . Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 2011; 107(3): 1023-1029.

14. **P. Seeharaj** and A. Atkinson. Diffusion and conductivity of mixed-conducting Ag/CGO composites. Solid State Ionics. 2011; 204-205: 46-52

15. **P. Seeharaj**, A. Berenov, E. Raj, R. Rudkin and A Atkinson, Mixed-conducting LSC/CGO composites for passive oxygen separation membranes. Solid State Ionics, 2011; 192(1): 638-641.

## 2. ผู้ร่วมวิจัย

ชื่อ นายเอกศิษฐ์ ฐาศิริทรัพย์

ตำแหน่ง ผู้ช่วยวิจัย

สถานที่ปฏิบัติงาน ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง เลขที่ 1 ถนนฉลองกรุง แขวงลาดกระบัง เขตลาดกระบัง กรุงเทพมหานคร 10520

โทรศัพท์ 089-496-9664

โทรสาร 02-329-8428

อีเมล [eaktha23@gmail.com](mailto:eaktha23@gmail.com)

### การศึกษา

วิทยาศาสตร์บัณฑิต เคมีอุตสาหกรรม สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง /ไทย ปี 2557

กำลังศึกษาระดับปริญญาโท สาขาเคมี (เคมีอินทรีย์) คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง/ไทย ปัจจุบัน

## ภาคผนวก ข

### ผลงาน

P. Seeharaj, T. Eamsa-ard and E. Thasirisap. *Synthesis and Characterization of PolyHIPEs Composites with Silica and Iron oxide Nanoparticles*. Poster presentation in the 8th International Conference on Materials Science and Technology (MSAT-8), Bangkok, Thailand 15-16 December 2014.

P. Seeharaj, T. Eamsa-ard and E. Thasirisap. *Synthesis and Characterization of PolyHIPEs Composites with Silica and Iron oxide Nanoparticles*. *Key Engineering Materials*, 2015; 569: 505-510.