
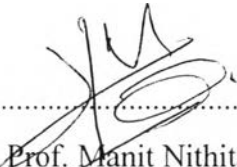



Thesis Title: Highly Porous Material from Poly (Styrene/Ethylene Glycol Dimethacrylate) HIPE for Agriculture Application
By: Mr. Supakorn Jindacharin
Program: Polymer Science
Thesis Advisors: Asst. Prof. Manit Nithitanakul
Asst. Prof. Pomthong Malakul


Accepted by The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfilment of the requirements for the Degree of Master of Science.

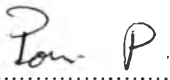

..... College Dean
(Asst. Prof. Pomthong Malakul)

Thesis Committee:


.....
(Asst. Prof. Manit Nithitanakul)


.....
(Asst. Prof. Pomthong Malakul)


.....
(Asst. Prof. Thanyalak Chaisuwan)


.....
(Dr. Pornsri Pakeyangkoon)

ABSTRACT

5472044063: Polymer Science Program
Supakorn Jindacharin: Highly Porous Material from Poly
(Styrene/Ethylene Glycol Dimethacrylate) HIPE for Agriculture
Application.

Thesis Advisors: Asst. Prof. Manit Nithitanakul and Asst. Prof.
Pomthong Malakul, 51 pp.

Keywords: PolyHIPE, Ethylene glycol dimethacrylate (EGDMA), water
adsorption capacity.

Nowadays, lacking of water in soil is the very serious problem in Thailand agriculture. In this study, a novel porous polymer, polyHIPE (high internal phase emulsion) synthesized through the emulsion templating technique, has been created as a soil amendment for agricultural application. The distinguished performances of polyHIPEs are excellent water adsorption capacity, controllable size, manageable rigidity and also interconnected porous microstructure. The water adsorption could be further escalated by changing the type of stabilizer salt or increasing the percentage of aqueous phase to obtain a more spongy material. At oil:aqueous phase ratio of 4:96 of poly(S/DVB)HIPE achieved maximum water adsorption capacity (3000%). Moreover, ethylene glycol dimethacrylate (EGDMA), a more hydrophilic and flexible crosslinking monomer, was applied to further improve the water adsorption ability of the material compared with divinylbenzene (DVB). At 70:30 monomer:comonomer ratio, both systems had very similar pore structure but, poly(S/EGDMA)HIPE presented more water uptake capacity. The pore structure, surface area and mechanical strength of the materials were characterized by SEM, Autosorb-iQ and a Lloyd universal testing machine (Compression).

บทคัดย่อ

นายสุภกร จินดาชริน: การสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุนสูงจากพอลิสไตรีน/เอซิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริลเลทด้วยวิธีอิมัลชันที่มีวัตภาคในสูงเพื่อสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้ในทางการเกษตร (Highly Porous Material from Poly (Styrene/Ethylene Glycol Dimethacrylate) HIPE for Agriculture Application.) อ. ที่ปรึกษา: ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. มานิตย์ นิธิธนากุล และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ปมทอง มาลากุล 51 หน้า

ปัจจุบันสถานการณ์ภัยแล้งถือได้ว่าเป็นปัญหาที่มีความสำคัญมากอย่างหนึ่งในประเทศไทย งานวิจัยนี้สามารถช่วยแก้ปัญหาขาดแคลนน้ำในการทำเกษตรกรรมได้โดยใช้พอลิฮิพ (polyHIPE) ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่มีลักษณะรูพรุนสูง สังเคราะห์ด้วยวิธีอิมัลชันที่มีวัตภาคในสูงสามารถนำมาใช้ผสมในดินเพื่อช่วยอุ้มน้ำในแปลงเพาะปลูกหรือแม้แต่ใช้ปลูกต้นไม้ในอาคารบ้านเรือน เพื่อลดความถี่ในการรดน้ำต้นไม้และช่วยแก้ไขปัญหาก็เกิดฝนไม่ตกต้องตามฤดูกาล คุณลักษณะพิเศษของพอลิฮิพ ได้แก่ การดูดซับน้ำได้ดี สามารถควบคุมการสังเคราะห์ขนาดของรูพรุนและความแข็งแรงได้ง่าย อีกทั้งยังเป็นวัสดุที่มีรูพรุนเชื่อมต่อกันหมด สำหรับความสามารถในการดูดซับน้ำนั้นสามารถเพิ่มประสิทธิภาพได้โดยการเลือกใช้ชนิดของเกลือหรือการเพิ่มอัตราส่วนของวัตภาคในให้สูงยิ่งขึ้นเพื่อทำให้วัสดุมีลักษณะคล้ายฟองน้ำ จากการทดลองพบว่าที่อัตราส่วน 96:4 ของวัตภาคใน:วัตภาคนอก ของพอลิสไตรีน/ไคโวนิลเบนซีนพอลิฮิพ ให้ค่าการดูดซับน้ำได้สูงที่สุดที่ประมาณ 30 เท่า เมื่อเทียบกับน้ำหนักแห้ง ยิ่งไปกว่านั้นการเปลี่ยนมอนอเมอร์ร่วมเป็นเอซิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริลเลทซึ่งมีความชอบน้ำสูงกว่าและมีความยืดหยุ่นทางโครงสร้างมากกว่าไคโวนิลเบนซีน ยังช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับน้ำได้เช่นกัน การวิเคราะห์โครงสร้างของรูพรุน พื้นที่ผิวและความแข็งแรงของวัสดุ ถูกศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เครื่องวิเคราะห์คุณลักษณะพื้นที่ผิวและเครื่องทดสอบแรงอัด ตามลำดับ

ACKNOWLEDGEMENTS

This thesis would not have been possible without the guidance and the help of several individuals who in one way or another contributed and extended their valuable assistance in the preparation and completion of this study.

First and foremost, my utmost gratitude to Asst. Prof. Manit Nithitanakul, whose sincerity and encouragement I will never forget. Dr. Manit has been my inspiration as I hurdle all the obstacles in the completion this research work.

Asst. Prof. Thanyalak Chaisuwan, whom I can need the advices anytime with sincerity and willingness.

Dr.Pornsri Pakeyangkoon, who indicate me to the right path and always give me the valuable suggestion.

Moreover, I would like to thank Ph.D. Students, PPC staffs, and all of my friends for their kind assistance, good advice, and great support during my research times.

Last but not the least, my family who I receive the love, care and encouragement all the time.

Finally, I am grateful for the scholarship and funding of the thesis work provided by the Petroleum and Petrochemical College; and the Center of Excellence for Petrochemical and Materials Technology, Thailand.

TABLE OF CONTENTS

	PAGE
Title Page	i
Abstract (in English)	iii
Abstract (in Thai)	iv
Acknowledgements	v
Table of Contents	vi
List of Tables	viii
List of Figures	ix
CHAPTER	
I INTRODUCTION	1
II LITERATURE REVIEW	3
2.1 PolyHIPEs	3
2.2 Polystyrene (PS)	5
2.3 Ethylene Glycol Dimethacrylate (EGDMA)	6
2.4 Water Adsorption Capacity of PolyHIPEs	7
2.5 Literature review	7
III EXPERIMENTAL	12
3.1 Materials	12
3.1.1 Polymer material	12
3.1.2 Solvent	12
3.1.3 Others	12
3.2 Equipment	12
3.3 Software	12
3.4 Methodology	13
3.4.1 Preparation of poly(S/DVB)HIPEs	13

CHAPTER	PAGE
3.4.2 Investigation of porous structure of poly(S/DVB)HIPEs by varying synthesizing conditions	13
3.4.3 Testing the water adsorption	13
3.4.4 Preparation of poly(S/EGDMA)HIPEs	14
3.4.5 Synthesis of poly(S/EGDMA)HIPEs with varying monomer composition	14
3.4.6 Comparing water adsorption capacity between poly(S/DVB)HIPEs and poly(S/EGDMA)HIPEs	14
3.5 Characterization of polyHIPEs	14
 IV RESULTS AND DISCUSSION	 15
4.1 Characterization of poly(S/DVB)HIPEs	15
4.1.1 Effect of type of salt	15
4.1.2 Effect of oil:aqueous phase ratio by volume	17
4.1.3 Effect of degree of crosslinking monomer of poly(S/DVB)HIPEs	21
4.2 Characterization of poly(S/EGDMA)HIPEs	25
4.2.1 Effect of degree of crosslinking monomer of poly(S/EGDMA)HIPEs	25
4.3 Comparison of relative equilibrium water adsorption capacity between poly(S/DVB)HIPEs and poly(S/EGDMA) HIPEs	28
 V CONCLUSIONS AND RECOMMENDATIONS	 29
 REFERENCES	 30
 APPENDIX	 33
Appendix A Raw data of experiment	33
CURRICULUM VITAE	51

LIST OF TABLES

TABLE		PAGE
4.1	Relative equilibrium water adsorption capacities and pore sizes characteristics of the CaCl ₂ - and NaCl-polyHIPeS	16
4.2	Surface areas and pore sizes characteristics of varied oil:aqueous phase ratio poly(S/DVB)HIPeS	18
4.3	Surface areas and pore sizes characteristics of varied S:DVB ratio poly(S/DVB)HIPeS	22
4.4	Surface areas and pore sizes characteristics of varied S:EGDMA ratio poly(S/EGDMA)HIPeS	26

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
2.1	Schematic illustration of typical polyHIPE synthesis.	3
2.2	SEM picture showing typical structure of polyHIPE monolith. Pores and interconnected pores are marked.	4
2.3	Free radical vinyl polymerization reaction of polystyrene.	5
2.4	Structure of Ethylene Glycol Dimethacrylate.	6
4.1	SEM micrographs of poly(S/DVB)HIPES filled with different type of stabilizing salt ; (a,b) CaCl_2 and (c,d) NaCl with two different magnifications $\times 100$ and $\times 400$.	15
4.2	SEM micrographs of poly(S/DVB)HIPES varied with oil:aqueous phase ratio by volume ; (a,b) 10:90 ; (c,d) 8:92 ; (e,f) 6:94 and (g,h) 4:96 polyHIPES with two different magnifications $\times 100$ and $\times 400$.	18
4.3	Water adsorption capacities of poly(S/DVB)HIPES varied with oil:aqueous phase ratio by volume with interval time.	19
4.4	Compressive stress of poly(S/DVB)HIPES varied with oil:aqueous phase ratio by volume.	20
4.5	Young's modulus of poly(S/DVB)HIPES varied with oil:aqueous phase ratio by volume.	20
4.6	SEM micrographs of poly(S/DVB)HIPES varied with S:DVB ratio by volume; (a) 80:20; (b) 70:30; (c) 60:40 and (d) 0:100 poly(S/DVB)HIPES with magnification $\times 400$.	21
4.7	Water adsorption capacities of poly(S/DVB)HIPES varied with S:DVB ratio by volume with interval time.	22
4.8	Compressive stress of poly(S/DVB)HIPES varied S:DVB ratio.	23

LIST OF FIGURES

FIGURE		PAGE
4.9	Young's modulus of poly(S/DVB)HIPEs varied S:DVB ratio.	24
4.10	SEM micrographs of poly(S/EGDMA)HIPEs varied with S:EGDMA ratio by volume; (a) 80:20; (b) 70:30 and (c) 60:40 poly(S/EGDMA)HIPEs with magnification $\times 400$.	25
4.11	Water adsorption capacities of poly(S/EGDMA)HIPEs varied with S:EGDMA ratio by volume with interval time.	26
4.12	Compressive stress of poly(S/EGDMA)HIPEs varied S:EGDMA ratio.	27
4.13	Young's modulus of poly(S/EGDMA)HIPEs varied S:EGDMA ratio.	27
4.14	Relative equilibrium water adsorption capacity of poly(S/DVB)HIPEs and poly(S/EGDMA)HIPEs.	28