

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 อุปกรณ์

1. ขวดกั้นกลม 4 คอ ขนาด 500 มิลลิลิตร
2. ชุดคอนเดนเซอร์แบบได้เกลียว
3. มอเตอร์สำหรับกวนพร้อมใบพัด : Ika-Ruhrwerke RW20, Staufen, Germany
4. อ่างอ่างไอน้ำแบบมีหน่วยควบคุมความร้อน : WBU 45 memmert, Schwabach, W-Germany
5. เตาอบ : Hotpack, U.S.A
6. เครื่องชั่งละเอียด (ชั่งได้ละเอียด 0.0001 กรัม) : Mettler AE260, Switzerland
7. เครื่องบด : Philips HR1701, Indonesia
8. ตะแกรงสแตนเลสทรงกระบอก : ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 8.5 เซนติเมตร สูง 5 เซนติเมตร sieve ขนาด 100 mesh
9. ท่อก๊าซไนโตรเจน : บริษัท แพรกซ์แอร์ (ประเทศไทย) จำกัด ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99
10. เครื่องแก้วสำหรับปฏิบัติการเคมี

3.1.2 สารเคมี

1. อะคริลาไมด์ (Acrylamide, AM) จาก บริษัท สยามเรซินแอนด์เคมีคัล จำกัด C_3H_5NO , สถานะของแข็งใส, $M = 71.08 \text{ g/mol}$
2. กรดมาเลอิก (Maleic acid, MA) เกรดเชิงวิเคราะห์ จาก Fluka (Buchs, Switzerland) $C_4H_4O_4$, สถานะของแข็งสีขาว, $M = 116.08 \text{ g/mol}$
3. แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต (Ammonium persulfate, APS) เกรดเชิงวิเคราะห์ จาก Riedel-deHaen $(NH_4)_2S_2O_8$, สถานะของแข็งสีขาว, $M = 228.20 \text{ g/mol}$
4. เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์ (*N,N'*-Methylenebisacrylamide, MBA) เกรดเชิงวิเคราะห์ จาก Fluka (Buchs, Switzerland) $C_7H_{10}N_2O_2$, สถานะของแข็งสีขาว, $M = 154.17 \text{ g/mol}$

5. เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เทตระเมทิลเอทิลีนไดเอมีน (*N,N,N',N'*-tetramethylethylenediamine, TEMED) เกรดเชิงวิเคราะห์ จาก Sigma-Aldrich (St. Louis, U.S.A.) $(\text{CH}_3)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$, สถานะของเหลว, $M = 116.21 \text{ g/mol}$, $D = 0.775 \text{ g/cm}^3$
6. เมทานอล (Methanol) เกรดเชิงพาณิชย์ จาก บริษัท อาศรม จำกัด CH_3OH , สถานะของเหลว, $M = 32.04 \text{ g/mol}$
7. โพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide) เกรดเชิงวิเคราะห์ จาก Fluka (Buchs, Switzerland) KBr , สถานะของแข็ง, $M = 119.01 \text{ g/mol}$
8. โพแทสเซียมคลอไรด์ (Potassium chloride) เกรดเชิงวิเคราะห์ จาก BDH laboratory, England, KCl , สถานะของแข็งสีขาว
9. สีย้อมเบสิกบลู-41 (Basic Blue-41) จาก Dystar Textilfarben, Germany 2-Amino-6-methoxybenzothiazole-2-(*N*-ethylanilino)ethanol, CI 11154

3.1.3 เครื่องมือวิเคราะห์

1. Scanning Electron Microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6400 ประเทศญี่ปุ่น
2. Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น 1760X ประเทศสหรัฐอเมริกา
3. UV/Vis spectrophotometer ยี่ห้อ Jasco รุ่น V-530 ประเทศญี่ปุ่น
4. Potentiostat ยี่ห้อ Auto lab รุ่น PGSTATO ประเทศเนเธอร์แลนด์

3.2 ระเบียบวิธีการวิจัย

1. เตรียมโคพอลิเมอร์อะคริลาไมด์/กรดมาเลอิก และหาค่าตัวแปรต่าง ๆ ที่เหมาะสม ดังนี้
 - 1.1 อัตราส่วนโดยโมลอะคริลาไมด์ ต่อ กรดมาเลอิก 0.010 : 0.090, 0.020 : 0.080, 0.030 : 0.070, 0.040 : 0.060, 0.050 : 0.050, 0.060 : 0.040, 0.070 : 0.030, 0.080 : 0.020, 0.090 : 0.010 (ทั้งอะคริลาไมด์และกรดมาเลอิกเป็นคอมอนอเมอร์)
 - 1.2 อัตราส่วนโดยโมลอะคริลาไมด์ ต่อ กรดมาเลอิก 0.092 : 0.008, 0.093 : 0.007, 0.094 : 0.006, 0.097 : 0.003, 0.98 : 0.02, 0.099 : 0.001 ซึ่งกรดมาเลอิกทำหน้าที่เป็นกรดเติมแต่ง
 - 1.3 ความเข้มข้นของสารเชื่อมขวางในช่วงร้อยละ 0.5 – 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์
 - 1.4 ความเข้มข้นของสารริเริ่มปฏิกิริยาในช่วงร้อยละ 0.5 – 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์
 - 1.5 ความเข้มข้นของสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วมในช่วงร้อยละ 2 - 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์

2. ตรวจสอบหาการให้-รับอิเล็กตรอน ของมอนอเมอร์ทั้งสอง
3. ตรวจสอบค่าการเปลี่ยนแปลงกระแสของมอนอเมอร์ทั้งสองโดยเทคนิค cyclic voltametry
4. ตรวจสอบค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ที่ได้จากการแปรตัวแปรต่าง ๆ ในข้อ 1
5. ศึกษาสัณฐานวิทยาโดย Scanning Electron Microscope และ Fourier Transform Infrared Spectrophotometer
6. ศึกษาจลนพลศาสตร์การดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์โดยกลไกแบบฟิกเกียน
7. ตรวจสอบความสามารถในการดูดซึมน้ำในน้ำกลั่น

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์พอลิเมอร์อะคริลาไมด์/กรดมาเลอิก

3.3.1.1 การหาค่าที่เหมาะสมของตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิเมอร์อะคริลาไมด์/กรดมาเลอิก

สังเคราะห์พอลิเมอร์อะคริลาไมด์/กรดมาเลอิกตามขั้นตอนดังนี้

1. เตรียมสารละลายซึ่งประกอบด้วย อะคริลาไมด์, กรดมาเลอิก, สารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) และสารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร โดยปริมาณของสารต่าง ๆ ที่ใช้แสดงในตาราง 3.1
2. นำสารละลายที่ได้ตามข้อ 1 ใส่ลงในขวดกั้นกลมสีคอขนาด 500 มิลลิลิตรที่ต่อกับคอนเดนเซอร์, มอเตอร์กวนติดใบพัด(ความเร็วรอบ 250 รอบ/นาที) ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนอัตราการไหลไนโตรเจน 45 มิลลิลิตร/นาที ในอ่างอ่างน้ำควบคุมความร้อนที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส กวนสารละลายเป็นเวลา 5 นาที
3. เติมสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เททระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ปรบอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนเป็น 60 มิลลิลิตร/นาทีเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นปรับอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนเป็น 45 มิลลิลิตร/นาทีปล่อยให้ทำปฏิกิริยาต่อไป 20 นาทีจนเกิดเจล
4. นำพอลิเมอร์ที่ได้มาทำการกำจัดน้ำ (dewater) โดยเมทานอล แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วัน แล้วนำไปบด ชั่งน้ำหนักพอลิเมอร์ที่ได้

ตารางที่ 3.1 ปริมาณของสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์

สารเคมี	ปริมาณ
อัตราส่วน อะคริลาไมด์:กรดมาเลอิก (โมล:โมล)	0.10 : 0.90 – 0.099 : 0.001
เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์ (ร้อยละโดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง)	0.5 – 10
แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต (ร้อยละโดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง)	0.5 – 10
เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เทตระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน (ร้อยละโดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง)	2 - 12

3.3.1.2 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา

สังเคราะห์พอลิเมอร์ตามขั้นตอน 3.3.1.1 โดยใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 45 – 60 องศาเซลเซียส กำหนดอัตราส่วนโดยโมล อะคริลาไมด์ : กรดมาเลอิก 0.090 : 0.010, สารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง สารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เทตระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง

3.3.1.3 การหาเวลาที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา

สังเคราะห์พอลิเมอร์ตามขั้นตอน 3.3.1.1 ใช้ระยะเวลาการทำปฏิกิริยาตั้งแต่ 30 – 60 นาที กำหนดอัตราส่วนโดยโมล อะคริลาไมด์ : กรดมาเลอิก 0.090 : 0.010, สารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง สารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เทตระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง

3.3.1.4 การหาอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยา

สังเคราะห์พอลิเมอร์ตามขั้นตอน 3.3.1.1 โดยใช้อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนคงที่ที่ 45 มิลลิลิตร/นาที เปรียบเทียบกับเมื่อใช้อัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนเท่ากับ 45 มิลลิลิตร/นาที (โดยเพิ่มอัตราการไหลเป็น 60 มิลลิลิตร/นาทีเป็นเวลา 5 นาที) กำหนดอัตราส่วนโดยโมล อะคริลาไมด์ :

กรดมาเลอิก 0.090 : 0.010, สารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง สารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เททระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง

3.3.1.5 การหาปริมาณสารริเริ่มปฏิกิริยาที่เหมาะสม

สังเคราะห์พอลิเมอร์ตามขั้นตอน 3.3.1.1 โดยใช้ปริมาณสารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ตั้งแต่ร้อยละ 0.5 – 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และกำหนดอัตราส่วน อะคริลาไมด์ : กรดมาเลอิก 0.090 : 0.010 สารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เททระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง โดยใช้อุณหภูมิ เวลา และอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนที่เหมาะสมจากขั้นตอนที่ 3.3.1.2 – 3.3.1.4

3.3.1.6 การหาปริมาณสารเชื่อมขวางที่เหมาะสม

สังเคราะห์พอลิเมอร์ตามขั้นตอน 3.3.1.1 โดยใช้ปริมาณสารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) ตั้งแต่ร้อยละ 0.5 – 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และกำหนดอัตราส่วน อะคริลาไมด์ : กรดมาเลอิก 0.90:0.10 สารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เททระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง โดยใช้อุณหภูมิ เวลา และอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนที่เหมาะสมจากขั้นตอนที่ 3.3.1.2 – 3.3.1.4

3.3.1.7 การหาปริมาณสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วมที่เหมาะสม

สังเคราะห์พอลิเมอร์ตามขั้นตอน 3.3.1.1 โดยใช้ปริมาณสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เททระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ตั้งแต่ร้อยละ 2 – 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และกำหนดอัตราส่วน อะคริลาไมด์ : กรดมาเลอิก 0.090 : 0.010 สารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และสารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง โดยใช้อุณหภูมิ เวลา และอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนที่เหมาะสมจากขั้นตอนที่ 3.3.1.2 – 3.3.1.4

3.3.1.8 การหาค่าอัตราส่วนของมอนอเมอร์ที่เหมาะสม (อะครีลาไมด์/กรตมา เลอิก)

สังเคราะห์พอลิอะครีลาไมด์/กรตมาเลอิกตามขั้นตอน 3.3.1.1 ใช้อัตราส่วนโดยโมล ของอะครีลาไมด์ : กรตมาเลอิกตั้งแต่ 0.10 : 0.90 จนถึง 0.099 : 0.001 กำหนดสารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง สารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลบิสอะครีลาไมด์) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง สารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เททระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง โดยใช้อุณหภูมิ เวลา และอัตราการไหลของก๊าซไนโตรเจนที่เหมาะสมจากขั้นตอนที่ 3.3.1.2 – 3.3.1.4

3.3.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้

3.3.2.1 การศึกษาลักษณะพื้นผิวของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดย Scanning Electron Microscope

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ตามขั้นตอนที่ 3.3.1 ไปศึกษาลักษณะเฉพาะโดย Scanning Electron Microscope เตรียมตัวอย่างโดยการฉาบทอง ใช้กำลังขยาย 200 และ 2,000 เท่า

3.3.2.2 การระบุหมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้โดย Fourier Transform Infrared Spectrophotometer

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ตามขั้นตอนที่ 3.3.1 มาบดผสมกับผง KBr แห้งจากนั้นนำไปอัดเป็นแผ่น และระบุหมู่ฟังก์ชันโดยเครื่อง Fourier Transform Spectrophotometer (FTIR)

3.3.3 การวัดค่าการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ (Kiatkamjornwong, 2004: 229-240)

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ 0.1 กรัมแช่ในน้ำกลั่น 200 มิลลิลิตรเป็นเวลา 1 วัน จากนั้นนำมากรองน้ำกลั่นออกโดยใช้ตะแกรงสแตนเลสขนาด 100 mesh เป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นไปชั่งน้ำหนัก คำนวณค่าการดูดซึมน้ำได้จากสมการ

$$Q = \frac{B - A}{A} \quad (3.1)$$

โดย Q คือ ค่าการดูดซึมน้ำ (Water absorbency), กรัม/กรัมน้ำหนักพอลิเมอร์แห้ง

- A คือ น้ำหนักของพอลิเมอร์แห้ง, กรัม
 B คือ น้ำหนักของพอลิเมอร์ที่บวมตัว, กรัม

3.3.4 การวัดค่าการดูดซับสีของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้

3.3.4.1 การทำกราฟมาตรฐาน (Calibration Curve)

- เตรียมสารละลายสีของเบสิกบลู 41 ในน้ำกลั่นความเข้มข้นต่าง ๆ โดยนำผงสีของเบสิกบลู 41 จำนวน 5 มิลลิกรัมละลายในน้ำกลั่น 1 ลิตรเพื่อเตรียมเป็นสารละลายสีของเบสิกบลู 41 ในน้ำกลั่นความเข้มข้น 5 มิลลิกรัม/ลิตร จากนั้นนำผงสีของเบสิกบลู 41 จำนวน 10, 15, 20, 30 และ 40 มิลลิกรัมละลายในน้ำกลั่น 1 ลิตรเพื่อเตรียมเป็นสารละลายสีของเบสิกบลู 41 ในน้ำกลั่นความเข้มข้น 10, 15, 20, 30 และ 40 มิลลิกรัม/ลิตรตามลำดับ
- นำสารละลายสีของเบสิกบลู 41 ความเข้มข้นต่าง ๆ มาหาค่าการดูดกลืนแสง โดยเครื่อง UV/Vis spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 606 นาโนเมตร
- นำค่าการดูดกลืนแสงที่ได้จากสารละลายสีของเบสิกบลู 41 ความเข้มข้นต่าง ๆ มาสร้างกราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสีของเบสิกบลู 41 ในน้ำกลั่นกับค่าการดูดกลืนแสง เพื่อใช้ในการคำนวณหาความเข้มข้นของสีของเบสิกบลู 41 ในน้ำกลั่นโดยอาศัยค่าการดูดกลืนแสง (กราฟและตัวอย่างการคำนวณแสดงในภาคผนวก ข)

3.3.4.2 การวัดค่าการดูดซับสีของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้

ซึ่งพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ 0.1 กรัม นำไปแช่ในสารละลายสีของเบสิกบลู 41 ในน้ำกลั่นความเข้มข้น 20 มิลลิกรัม/ลิตร เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นกรองเอาสารละลายสีของเบสิกบลู 41 โดยใช้ตะแกรง 100 mesh เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วสารละลายสีของเบสิกบลู 41 ที่เหลือจากการดูดซับไปวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่อง UV/Vis spectrophotometer จากนั้นนำไปคำนวณหาความเข้มข้นของสารละลายสีของเบสิกบลู 41 และปริมาณความเข้มข้นของสีของพอลิเมอร์ดูดซับตามภาคผนวก ข พอลิเมอร์ที่ใช้ในการวัดการดูดซับสีของพอลิเมอร์มีอัตราส่วน อะครีลาไมด์ : กรดมาเลอิกดังนี้ 0.092 : 0.008, 0.093 : 0.007, 0.094 : 0.006, 0.095 : 0.005, 0.096 : 0.004, 0.097 : 0.003, 0.098 : 0.002 และ 0.099 : 0.001

3.3.5 การศึกษาจลนพลศาสตร์การดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้

3.3.5.1 การสังเคราะห์พอลิเมอร์รูปทรงกระบอก

เตรียมสารละลายซึ่งประกอบด้วย อัตราส่วนโดยโมล อะคริลาไมด์ : กรดมาเลอิก 0.090 : 0.010 สารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง สารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ร้อยละ 1 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง และสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เทตระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสอง ละลายในน้ำกลั่น 20 มิลลิลิตร นำสารละลายที่ได้สังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีรูปร่างทรงกระบอกเพื่อใช้ในการศึกษาจลนพลศาสตร์การดูดซึมน้ำโดยอาศัยใส่ในหลอดพลาสติกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร (Karadag และคณะ, 2002, 2133 – 2141) ทำปฏิกิริยาในอ่างอังไอน้ำควบคุมความร้อนที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที นำพอลิเมอร์ที่ได้มาตัดเป็นส่วนยาวประมาณ 1 เซนติเมตรและนำไปกำจัดน้ำ (dewater) โดยเมทานอล นำไปอบข้ามคืนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จากนั้นสังเคราะห์พอลิเมอร์รูปทรงกระบอกตามขั้นตอนเดิมโดยเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมล อะคริลาไมด์ : กรดมาเลอิก 0.092 : 0.008, 0.93 : 0.07, 0.094 : 0.006, 0.095 : 0.005, 0.096 : 0.004, 0.097 : 0.003, 0.098 : 0.002 และ 0.099 : 0.001 ตามลำดับ

3.3.5.2 การศึกษาจลนพลศาสตร์ของพอลิเมอร์รูปทรงกระบอกที่สังเคราะห์ได้

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ตามขั้นตอนที่ 3.3.5.1 มา 1 แท่ง ชั่งน้ำหนัก แขน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตรเป็นเวลา 1, 2, 3, 4, 5, 6 และ 24 ชั่วโมงตามลำดับ จากนั้นนำมากรองบนตะแกรง 100 mesh 2 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนัก แล้วคำนวณหาค่าการดูดซึมน้ำตามสมการที่ 3.1 ทำการหาค่าเลขชี้กำลังการบวมตัว (Swelling Exponent, n) ตามสมการ

$$F = \frac{B - A}{A} = Kt^n \quad (3.2)$$

โดย F คือ อัตราการแพร่ต่อพื้นที่

K คือ ค่าคงตัว

t คือ เวลา (ชั่วโมง)

n คือ ค่าเลขชี้กำลังการบวมตัว (swelling exponent)

A คือ น้ำหนักของพอลิเมอร์แห้ง (กรัม)

B คือ น้ำหนักของพอลิเมอร์ที่บวมตัว (กรัม)

3.3.6 การศึกษาการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของมอนอเมอร์ทั้งสอง, สารเชื่อมขวางและสารริเริ่มปฏิกิริยาและกลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันโดยเทคนิค Cyclic Voltammetry

3.3.6.1 การศึกษาการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ของมอนอเมอร์ทั้งสอง สารเชื่อมขวางและสารริเริ่มปฏิกิริยาโดยเทคนิค Cyclic Voltammetry

1. เตรียมอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ใช้ในเทคนิค Cyclic Voltammetry ได้แก่ ขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) คือ Ag/AgCl (KCl sat.), ขั้วเคาน์เตอร์ (Counter Electrode) คือ Pt, ขั้วทำงาน (Working Electrode) คือ Glassy Carbon และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ช่วย คือ สารละลายโพแทสเซียม คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.1 M นำขั้วทั้งสามใส่ในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร ที่วางบนเครื่องกวนและให้ความร้อน (Magnetic stirrer) ดังรูปที่ 3.1

2. ต่อขั้วทั้งสามกับเครื่อง Potentiostat โดยตั้ง Scan rate = 50 มิลลิโวลต์/วินาที ค่าศักย์ไฟฟ้าในช่วง $-2.5 - 2.5$ โวลต์ ดังรูปที่ 3.2

3. นำอะครีลาไมด์ปริมาณ 6.539 กรัม (ปริมาณเดียวกับที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิอะครีลาไมด์/กรดมาเลอิก อัตราส่วนโดยโมล 0.092 : 0.008) ละลายในสารละลายโพแทสเซียม คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาณ 100 มิลลิลิตร

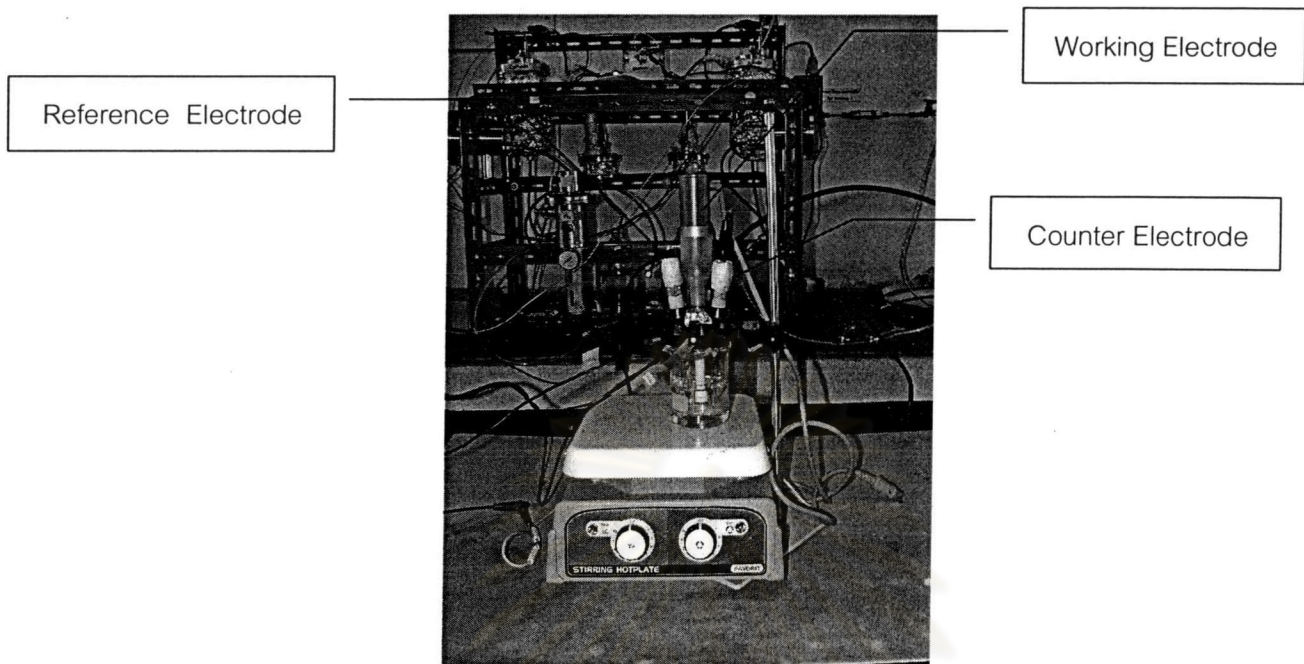
4. นำสารละลายที่ได้ในข้อ 3 ใส่ในบีกเกอร์ที่ต่อกับเครื่อง Potentiostat

5. บันทึก Voltammogram ของสารละลาย

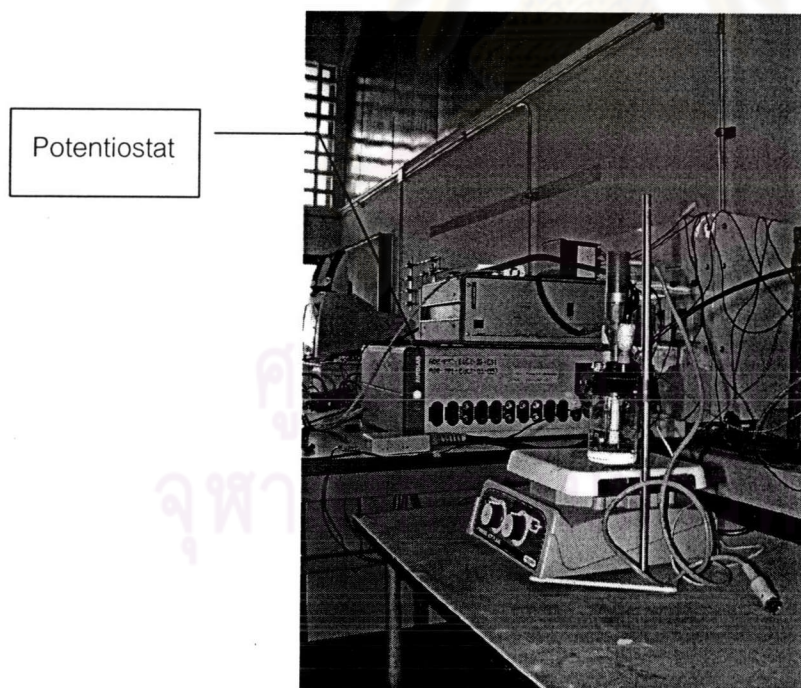
6. ทำเช่นเดียวกับอะครีลาไมด์ เตรียมสารละลายของกรดมาเลอิกโดยนำกรดมาเลอิกปริมาณ 0.929 กรัม (ปริมาณเดียวกับที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิอะครีลาไมด์/กรดมาเลอิกอัตราส่วนโดยโมล 0.092 : 0.008) ละลายในสารละลายโพแทสเซียม คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาณ 100 มิลลิลิตร

7. ทำตามขั้นตอนในข้อ 4 – 6

8. เตรียมสารละลายของสารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะครีลาไมด์) และสารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) เช่นเดียวกับอะครีลาไมด์และกรดมาเลอิก โดยใช้ปริมาณของสารเชื่อมขวางและสารริเริ่มปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนักมอนอเมอร์ทั้งสอง และทำตามขั้นตอนที่ 4 – 6



รูปที่ 3.1 การต่อขั้วอ้างอิง ขั้วทำงานและขั้วเคาน์เตอร์



รูปที่ 3.2 การต่อขั้วอ้างอิง ขั้วทำงานและขั้วเคาน์เตอร์กับเครื่อง Potentiostat

3.3.6.2 การศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันโดยเทคนิค Cyclic Voltammetry

1. เตรียมอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ใช้ในเทคนิค Cyclic Voltammetry ได้แก่ ขั้วอ้างอิง (Reference Electrode) คือ Ag/AgCl (KCl sat.), ขั้วเคาน์เตอร์ (Counter Electrode) คือ Pt, ขั้วทำงาน (Working Electrode) คือ Glassy Carbon และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ช่วย คือ สารละลายโพแทสเซียม คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.1 M นำขั้วทั้งสามใส่ในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร ที่วางบนเครื่องกวนและให้ความร้อน (Magnetic stirrer) ดังรูปที่ 3.1 โดยให้อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส

2. ต่อขั้วทั้งสามกับเครื่อง Potentiostat โดยตั้ง Scan rate = 50 มิลลิโวลต์/วินาที ค่าศักย์ไฟฟ้าในช่วง $-2.5 - 2.5$ โวลต์ ดังรูปที่ 3.2

3. นำอะคริลาไมด์ปริมาณ 6.539 กรัม (ปริมาณเดียวกับที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิอะคริลาไมด์/กรดมาเลอิกอัตราส่วนโดยโมล 0.092 : 0.008) ละลายในสารละลายโพแทสเซียม คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาณ 40 มิลลิลิตร

4. นำสารละลายที่ได้ในข้อ 3 ใส่ในบีกเกอร์ที่ต่อกับเครื่อง Potentiostat

5. บันทึก Voltammogram ของสารละลาย

6. เตรียมสารละลายของกรดมาเลอิกโดยนำกรดมาเลอิกปริมาณ 0.929 กรัม (ปริมาณเดียวกับที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิอะคริลาไมด์/กรดมาเลอิกอัตราส่วนโดยโมล 0.092 : 0.008) ละลายในสารละลายโพแทสเซียม คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาณ 20 มิลลิลิตรเติมลงในสารละลายอะคริลาไมด์ตามข้อ 3 กวนจนสารละลายเข้ากัน บันทึก Voltammogram ของสารละลาย

7. เตรียมสารละลายของสารเชื่อมขวาง (เอ็น,เอ็น'-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์) โดยใช้ปริมาณของสารเชื่อมขวางร้อยละ 1 โดยน้ำหนักมอนอเมอร์ทั้งสอง ละลายในสารละลายโพแทสเซียม คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาณ 20 มิลลิลิตรเติมลงในสารละลายอะคริลาไมด์และกรดมาเลอิก กวนจนสารละลายเข้ากัน บันทึก Voltammogram ของสารละลาย

8. เตรียมสารริเริ่มปฏิกิริยา (แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) โดยใช้ปริมาณของสารริเริ่มปฏิกิริยาร้อยละ 1 โดยน้ำหนักมอนอเมอร์ทั้งสอง ละลายในสารละลายโพแทสเซียม คลอไรด์ ความเข้มข้น 0.1 M ปริมาณ 20 มิลลิลิตร เติมลงในสารละลายอะคริลาไมด์, กรดมาเลอิกและสารเชื่อมขวาง กวนจนสารละลายเข้ากัน บันทึก Voltammogram ของสารละลาย

9. เติมสารริเริ่มปฏิกิริยาร่วม (เอ็น,เอ็น,เอ็น',เอ็น'-เททระเมทิลเอทิลีนไดแอมีน) ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ทั้งสองลงในสารละลาย กวนจนสารละลายเข้ากัน บันทึก Voltammogram ของสารละลายทุก 2 นาที จนกระทั่งสารละลายกลายเป็นเจล