

## บทที่ 3

### อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

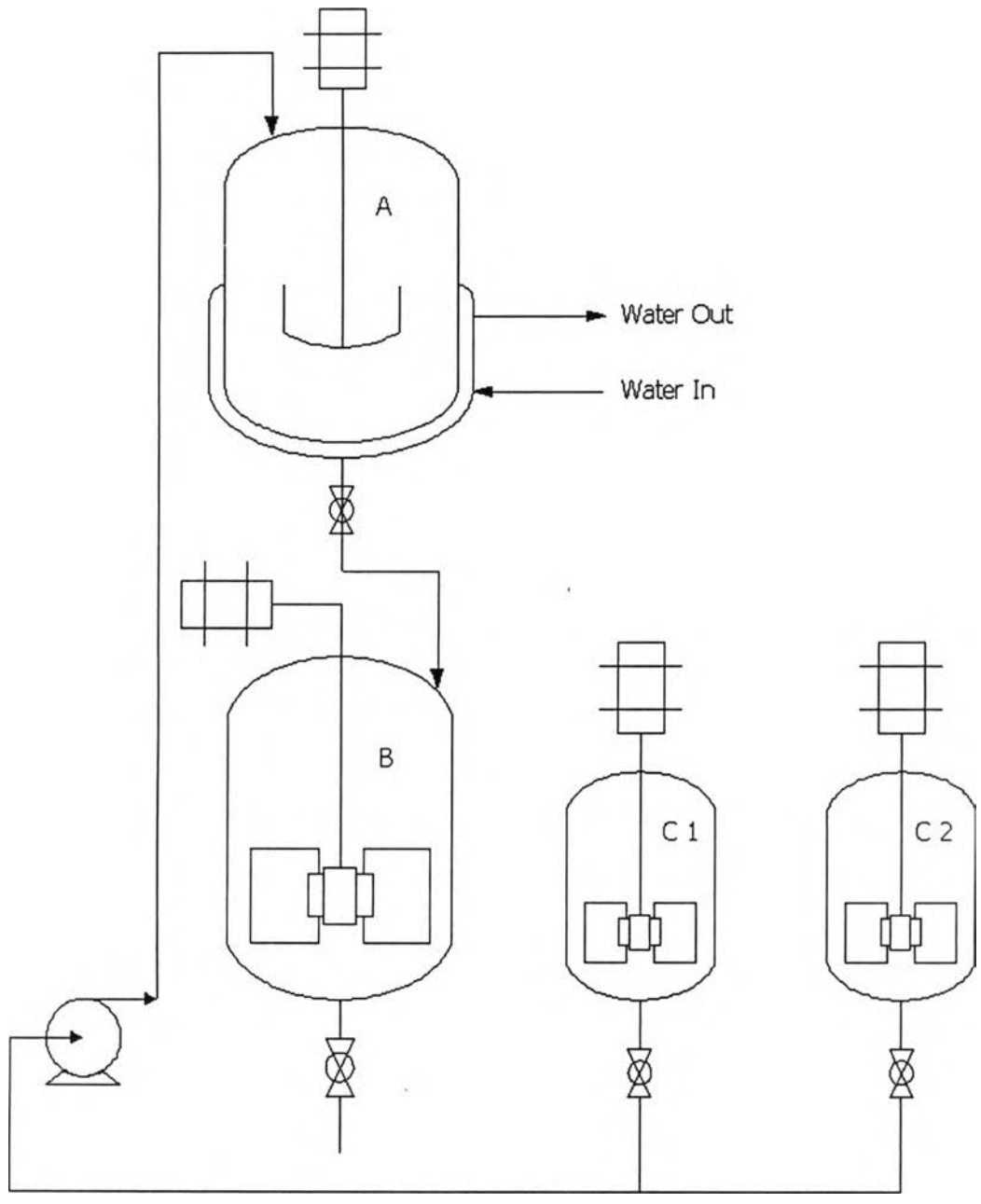
#### อุปกรณ์การทดลอง

การสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำจากแป้งมันสำปะหลังในระดับขยายส่วนมีอุปกรณ์ดังต่อไปนี้

1. เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมเจลแป้ง
2. เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์เซชัน
3. เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมน้ำแป้ง
4. ชุดควบคุมการทำงานของมอเตอร์และวาล์วของท่อไอน้ำ
5. ท่อแก๊สไนโตรเจน
6. เครื่องตัดพอลิเมอร์
7. ตู้อบ
8. เครื่องบดพอลิเมอร์

ชุดเครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสามารถประกอบเป็นชุดเครื่องมือในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำ ดังรูปที่

3.1



รูปที่ 3.1 แผนผังเครื่องมือการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำในระดับขยายส่วน

- A เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมเจลแบ่ง
- B เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์เซชัน
- C1 และ C2 เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมน้ำแบ่ง

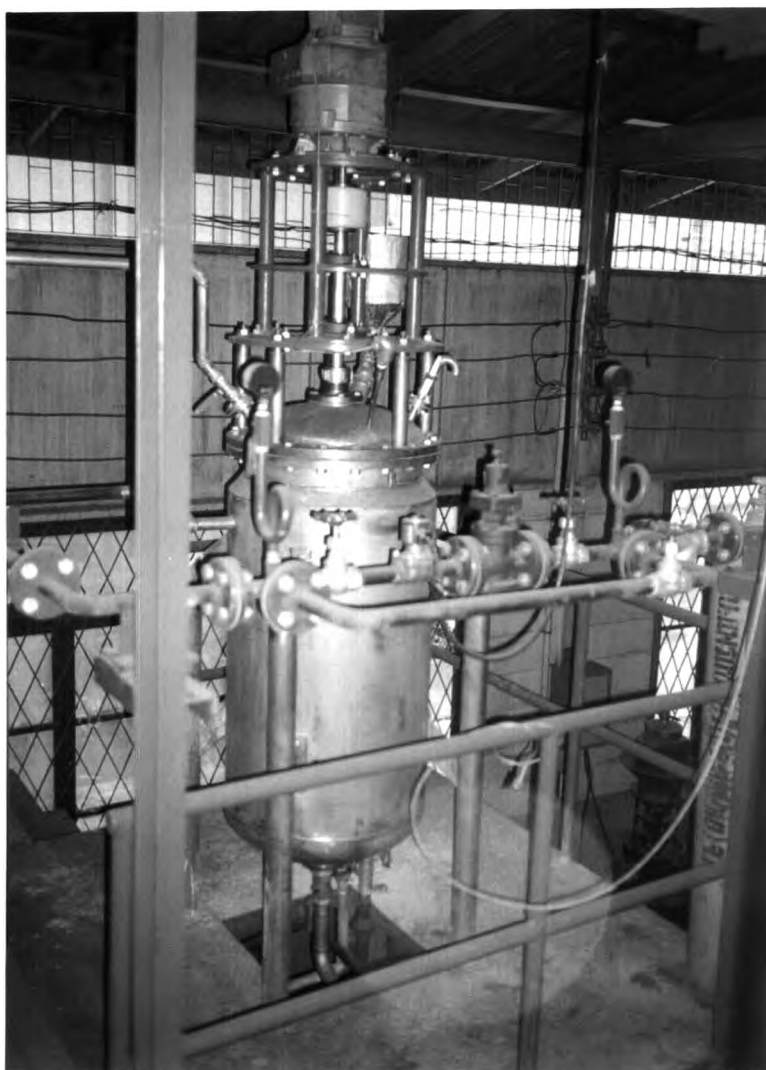
เครื่องมือการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำในระดับขยายส่วน มีลักษณะดังรูปที่ 3.2

1. เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมเจลแบ่ง

เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสร้างจากเหล็กกล้าไร้สนิม 304 (Stainless steel 304) ถังกวนมีลักษณะเป็นทรงกระบอกมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 55 เซนติเมตร สูง 110 เซนติเมตร ความจุประมาณ 190 ลิตร ด้านล่างของถังกวนเป็นรูปโค้งงอและต่อท่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 เซนติเมตร เพื่อให้เจลแบ่งที่ได้ไหลไปยังเครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ เซชัน มีวาล์วที่ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิมเป็นตัวควบคุมอัตราการไหลของเจลแบ่ง ด้านข้างของถังกวนมีแจกเก็ทหุ้มเพื่อควบคุมอุณหภูมิ โดยใช้ไอน้ำในการเพิ่มอุณหภูมิและลดอุณหภูมิด้วยน้ำเย็น ใบพัดกวนทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม 304 มีลักษณะเป็นรูปเกือกม้า ความเร็วรอบของมอเตอร์เป็น 70 รอบต่อนาที (รูปที่ 3.3)



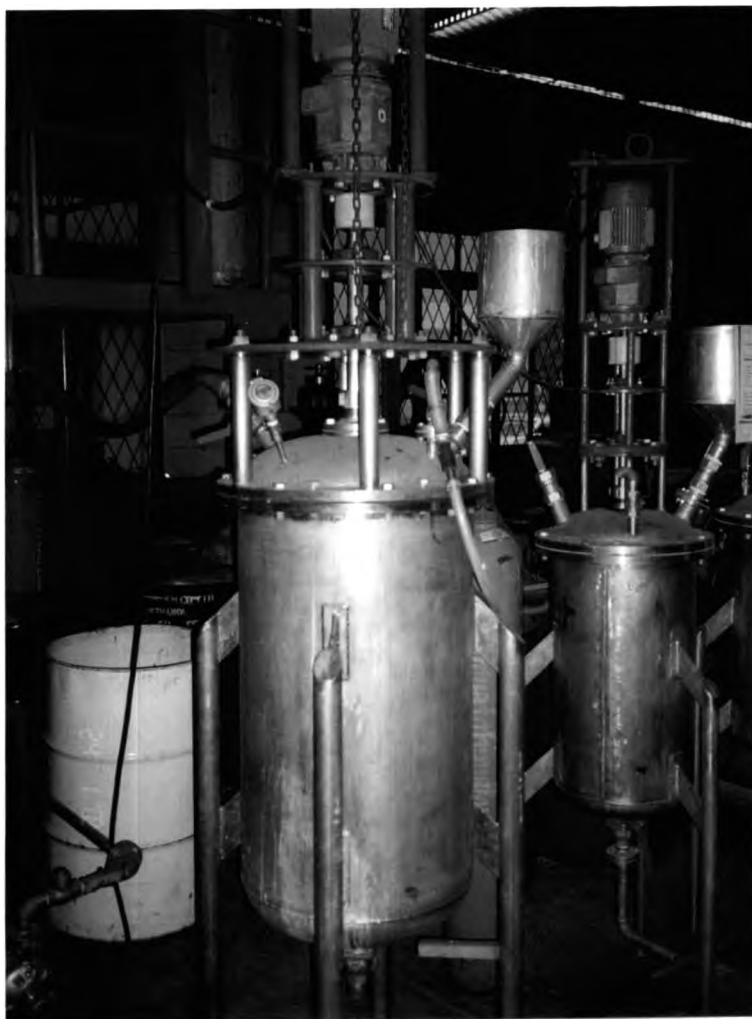
รูปที่ 3.2 เครื่องมือการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำในระดับขยายส่วน



รูปที่ 3.3 เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมเจลแป้ง

## 2. เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไอเซชัน

เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไอเซชัน สร้างจากเหล็กกล้าไร้สนิม 304 มีลักษณะเป็นทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 55 เซนติเมตร สูง 110 เซนติเมตร ความจุประมาณ 190 ลิตร ด้านล่างของถังกวนเป็นรูปโค้งงอ และมีท่อนำสารออกซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 5 เซนติเมตร โดยมีวาล์วเป็นตัวควบคุม ภายในตัวถังกวนมีใบพัดทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม 304 เป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า 4 ใบทำมุมตั้งฉากกัน ขนาดกว้าง 16.5 เซนติเมตร ยาว 20 เซนติเมตร หนา 0.5 เซนติเมตร ความเร็วรอบกวนของมอเตอร์เท่ากับ 60 รอบต่อนาที มีลักษณะดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์ไอโซซัน

### 3. เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมน้ำแป้ง

เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมน้ำแป้งมี 2 เครื่อง สร้างจากเหล็กกล้าไร้สนิม 304 เป็นทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 38 เซนติเมตร สูง 82 เซนติเมตร ความจุประมาณ 90 ลิตร ด้านล่างถังกวนเป็นรูปโค้งงูนูน และมีท่อส่งน้ำแป้งเพื่อปั๊มส่งต่อไปยังเครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมเจลแป้ง ภายในถังกวนมีใบพัดทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม 304 เป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า 4 ใบทำมุมตั้งฉากกัน ขนาดกว้าง 11 เซนติเมตร ยาว 20 เซนติเมตร หนา 0.5 เซนติเมตร ความเร็วรอบกวนของมอเตอร์เท่ากับ 40 รอบต่อนาที มีลักษณะดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่องปฏิกรณ์ถังกวนสำหรับเตรียมน้ำแข็ง

4. ชุดควบคุมการทำงานของมอเตอร์และวาล์วของท่อไอน้ำ ดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 ชุดควบคุมการทำงานของมอเตอร์และวาล์วของท่อไอน้ำ

5. ท่อแก๊สไนโตรเจน (บริษัท แพริกซ์แอร์ (ประเทศไทย) จำกัด ) เป็นแก๊สไนโตรเจนบริสุทธิ์ 98 %
6. เครื่องตัดพอลิเมอร์

เครื่องตัดพอลิเมอร์แบบ Screw Feeder ลากล่องและ Screw ทำจากเหล็กหล่อ ใบดีดและแผ่นคัดขนาดทำจากเหล็กกรรมดา มอเตอร์ที่ใช้มีขนาด 1 แรงม้าต่อกับสายพานเพื่อหมุน Screw มีลักษณะดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 เครื่องตัดพอลิเมอร์

7. ตู้อบ สำหรับอบพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้
8. เครื่องบด (บริษัท Pyramide) รุ่น SMB-001 กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ ความต่างศักย์ 220 โวลต์
9. เครื่องชั่งน้ำหนัก
10. อุปกรณ์และเครื่องแก้วต่าง ๆ เช่น บีกเกอร์ กระจกบดวง เป็นต้น
11. อุปกรณ์ที่ใช้ในการวัดค่าการดูดซึมน้ำ
  - 11.1 บีกเกอร์ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร
  - 11.2 ตะแกรงทำจากอะลูมิเนียมเป็นทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 8.5 เซนติเมตร สูง 5 เซนติเมตร ด้านล่างซึ่ง sieve ขนาด 100 mesh
12. เครื่องสกัดแบบไหลซึมผ่าน (Soxhlet Extraction Apparatus) ประกอบด้วยขวดก้นกลมขนาด 500 มิลลิลิตร, เต้าที่ควบคุมอุณหภูมิได้ (Heating Mantle), Soxhlet Apparatus, Thimble, คอนเดนเซอร์และเครื่องทำความเย็น (Cooling)

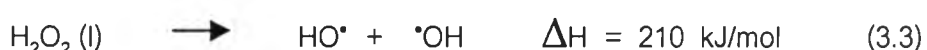
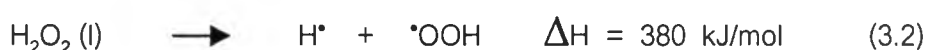
### สารตั้งต้นและสารเคมีที่ใช้

1. แป้งมันสำปะหลัง ได้จากบริษัทไทยวา จำกัด มีความชื้น 13 % , เถ้า 0.15 % และค่าความเป็นกรด-เบส 4.50 –7.00
2. กรดอะคริลิก เกรดเชิงพาณิชย์ (Commercial Grade) บริษัท วีไอวีอินเตอร์คอม จำกัด ลักษณะเป็นของเหลวใสไม่มีสี น้ำหนักโมเลกุล 72.06 จุดหลอมเหลว 13.5 องศาเซลเซียส จุดเดือด 141 องศาเซลเซียส ความร้อนของการกลายเป็นไอ 435 จูลต่อกรัม ความร้อนในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน 76.99 กิโลจูลต่อโมล ความหนาแน่นที่ 25 องศาเซลเซียสเท่ากับ 1.045 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร กรดอะคริลิกสามารถเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันได้ง่ายโดยความร้อน แสงและเปอร์ออกไซด์ ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของกรดอะคริลิกเป็นปฏิกิริยาที่รุนแรงและคายความร้อนสูง
3. อะคริลาไมด์ เกรดเชิงพาณิชย์ ได้จากบริษัท ไทยมิทซุสเปเชียลตีเคมีคอล จำกัด
4. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (ความเข้มข้น 30 % โดยปริมาตร) เกรดเชิงวิเคราะห์ (Analytical Grade) ห้างหุ้นส่วนจำกัด เอ.ซี.เอส. ซีนอน ความหนาแน่นที่อุณหภูมิ 0<sup>o</sup>ซ. มีค่า 1.441 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (1,441 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร) ความร้อนแฝงของการกลายเป็นไอที่อุณหภูมิ 25<sup>o</sup>ซ. เท่ากับ 1,519 กิโลจูลต่อกิโลกรัมเคลวิน การสลายตัวของ H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> เกิดขึ้นดังสมการที่ 3.1<sup>20</sup> ความร้อนที่เกิดจากการสลายตัวเท่ากับ 98.3 กิโลจูลต่อโมล (23.47 กิโลแคลอรีต่อโมล) เป็นปฏิกิริยาที่คายความร้อนสูง



ปฏิกิริยานี้เกิดขึ้นที่ถ้ามีตัวเร่งปฏิกิริยาในสารละลายเพียงเล็กน้อย แต่ถ้าไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา ปฏิกิริยานี้ก็เกิดในวัฏภาคแก๊สที่อุณหภูมิสูงเท่านั้น การสลายตัวของ H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> จากตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดได้ทั้งระบบเอกพันธ์โดยไอออน (โดยเฉพาะโลหะหนัก) และระบบวิวิธพันธุ์โดยออกไซด์และไฮดรอกไซด์

การกวนหรือการสัมผัสกับพื้นผิวที่หยาบขรุขระหรือสารอื่น ๆ จำนวนมากที่เร่งให้เกิดการสลายตัวให้เร็วขึ้น การสลายตัวเป็นกระบวนการที่อัตราเร็วเพิ่มขึ้นประมาณ 2.2 เท่าสำหรับการเพิ่มอุณหภูมิขึ้น 10<sup>o</sup>ซ. ช่วงอุณหภูมิระหว่าง 20-100<sup>o</sup>ซ.<sup>21</sup> ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถเกิดเป็นฟรีแรดิคัลโดยปฏิกิริยาการแตกตัวแบบโฮโมไลติกของพันธะ O-H หรือพันธะ O-O ดังสมการที่ 3.2 และ 3.3 ตามลำดับ





สมการที่ 3.3 มีโอกาสเกิดมากที่สุดในการสลายตัวในวัฏภาคไอที่ไม่มีตัวเร่งปฏิกิริยา และปฏิกิริยานี้ถูกริเริ่มด้วยแสง ในปฏิกิริยาที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเฉพาะในสารละลายธรรมชาติของสารตั้งต้นพบว่า ปฏิกิริยานี้สำคัญมากที่สุด ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรงและออกซิไดซ์ได้ด้วยสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์จำนวนมาก

5. แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต เกรดสำหรับห้องปฏิบัติการ (Lab Grade) ห้างหุ้นส่วนจำกัด เอ.ซี.เอส.ซี.อินออน

6. กรดแอสคอร์บิก แอลฟอร์ม เกรดสำหรับห้องปฏิบัติการ ได้จากบริษัท วีไอวีนเตอร์เคม จำกัด ลักษณะเป็นผลึกของแข็ง สีขาว มีรสเปรี้ยวแหลม ไม่มีกลิ่น น้ำหนักโมเลกุล 176.13 การสลายตัวของกรดแอสคอร์บิกเกิดขึ้นในสารละลายน้ำ ซึ่งขึ้นกับปัจจัยต่างๆ เช่น ค่าความเป็นกรด-เบส อุณหภูมิ ออกซิเจน เป็นต้น กรดแอสคอร์บิกมีความไวในสารละลายเบสมากกว่ากรด มีเสถียรภาพสูงที่ความเป็นกรด-เบส 4-6 กรดแอสคอร์บิกไวต่อความร้อนและภาวะที่มีออกซิเจน<sup>22</sup>

7. เอ็น, เอ็น-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์ เกรดสำหรับห้องปฏิบัติการ ห้างหุ้นส่วนจำกัด เอ.ซี.เอส.ซี.อินออน

8. แคลเซียมออกไซด์ เกรดเชิงพาณิชย์ บริษัท ยูทีเอ เทรดิง จำกัด

9. โซเดียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต เกรดเชิงพาณิชย์ บริษัท ไทยเพียวไชน์ จำกัด

10. โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เกรดเชิงพาณิชย์ บริษัท ยูทีเอ เทรดิง จำกัด

11. โซเดียมไฮดรอกไซด์ เกรดเชิงพาณิชย์ บริษัท ไทยเพียวไชน์ จำกัด

12. เมทานอล เกรดเชิงพาณิชย์ บริษัท วีไอวีนเตอร์เคม จำกัด

### ระเบียบการวิจัย

1. การศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำในระดับขยายส่วน

1.1 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำจากแป้งมันสำปะหลังและกรดอะคริลิก ตัวแปรที่ศึกษา คือ

1.1.1 ความเข้มข้นของเอ็น,เอ็น-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์

1.1.2 คือ 0.30, 0.35, 0.38, 0.40, 0.42, 0.45 และ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์

1.2 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำจากแป้งมันสำปะหลัง, กรดอะคริลิกและอะคริลาไมด์ ตัวแปรที่ศึกษา คือ

1.2.1 อัตราส่วนโดยโมลของอะคริลาไมด์ต่อกรดอะคริลิก

คือ 20:80, 40:60, 50:50, 60:40 และ 20:80

1.2.2 ปริมาณของแป้งมันสำปะหลังคือ 0, 0.5, 1 และ 2 กิโลกรัม

2. การหาค่าการดูดน้ำ ( Water absorbency )

3. การทดสอบลักษณะของกราฟต์โคพอลิเมอร์ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์

3.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกราด ( Scanning Electron Microscope , SEM )

### รายละเอียดการทดลอง

1. การทดลองการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำจากแป้งมันสำปะหลังและกรดอะคริลิก

1.1 การเจลาติไนซ์แป้งมันสำปะหลัง

กระจายแป้งมันสำปะหลัง 6 กิโลกรัม ในน้ำกลั่น 60 ลิตร เติมน้ำในเครื่องปฏิกรณ์ถึงกวน ให้ความร้อนโดยใช้ไอน้ำที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน แล้วจึงลดอุณหภูมิเจลาที่ที่ได้เป็น 30 องศาเซลเซียส

1.2 การทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์เซชัน

นำเจลาที่ที่ได้เติมแคลเซียมออกไซด์ 100 กรัม, กรดแอสคอร์บิก 40 กรัม, สารเชื่อมขวาง N,N'-methylenebisacrylamide (N-MBA) และของผสม 30% ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 400 ลูกบาศก์เซนติเมตรและกรดอะคริลิก 8 ลิตรในเครื่องปฏิกรณ์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนเป็นเวลา 30 นาทีได้ผลิตภัณฑ์ที่เรียกว่า Starch-g-Poly(acrylic acid)

1.3 การสะพอนิไฟ Starch-g-Poly ( acrylic acid )

นำ Starch-g-Poly(acrylic acid) มาเติม 50% โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นเวลา 1 ชั่วโมงทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ผลิตภัณฑ์ที่ได้เรียกว่า Saponified Starch-g-Poly(acrylic acid) หรือ Hydrolyzed Starch-g-Poly(acrylic acid)

1.4 การตกตะกอน

นำ Saponified Starch-g-Poly(acrylic acid) ที่ได้เติมเมทานอลในปริมาณมากเกินพอและเปลี่ยนเมทานอลจนผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นของแข็ง นำมาตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ แล้วจึงกรอง อบที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำมาบดและชั่งน้ำหนัก

2. การทดลองการสังเคราะห์พอลิเมอร์ดูดซึมน้ำจากแป้งมันสำปะหลัง, กรดอะคริลิกและอะคริลาไมด์

2.1 การเจลาติไนซ์แป้งมันสำปะหลัง

กระจายแป้งมันสำปะหลัง 6 กิโลกรัม ในน้ำกลั่น 60 ลิตร เติมน้ำในเครื่องปฏิกรณ์ถึงกวน ให้ความร้อนโดยใช้ไอน้ำที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน แล้วจึงลดอุณหภูมิเจลาที่ที่ได้เป็น 30 องศาเซลเซียส

## 2.2 การทำปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์เซชัน

นำเจลแบ่งที่ได้เติมกรดอะคริลิก (นิวทรัลไลซ์ 40% ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์) 3.3 ลิตร, อะคริลาไมด์ 855 กรัม, แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต 33.5 กรัมและ เอ็น,เอ็น-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์ 38.8 กรัม แล้วกวนเป็นเวลา 5 นาทีจึงเติมโซเดียมไฮดรเจนคาร์บอเนต 1.2 กิโลกรัม, สารละลาย LF<sup>®</sup>127 (ความเข้มข้น 2 %) 1.8 ลิตรและเอ็น,เอ็น,เอ็น,เอ็น-เทตระเมทิลเอทิลีนไดเอมีน 90 มิลลิลิตร ตามลำดับ กวนต่อจนครบ 30 นาที ผลิตภัณฑ์ที่เรียกว่า Starch-g-Poly[(acrylic acid)-co-acrylamide]

## 2.3 การตกตะกอน

นำ Starch-g-Poly[(acrylic acid)-co-acrylamide] ที่ได้เติมเมทานอลในปริมาณมากเกินพอและเปลี่ยนเมทานอลจนผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นของแข็ง นำมาตัดเป็นชิ้นเล็ก ๆ แล้วจึงกรอง อบที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำมาบดและชั่งน้ำหนัก

## 3. การหาค่าการดูดซึมน้ำ

$$\text{ค่าการดูดซึมน้ำ} = \frac{\text{น้ำหนักพอลิเมอร์ที่ดูดซึมน้ำ} - \text{น้ำหนักพอลิเมอร์แห้ง}}{\text{น้ำหนักพอลิเมอร์แห้ง}} \quad (3.4)$$

## 4. การทดสอบเอกลักษณ์ของกราฟต์โคพอลิเมอร์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบกราด ( SEM )

นำแป้งมันสำปะหลัง Saponified Starch-g-Poly (acrylic acid) และ Starch-g-Poly [(acrylic acid)-co-acrylamide] วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope เตรียมตัวอย่างโดยการฉาบทอง