

รายงานการวิจัย

การสังเคราะห์และคุณลักษณะของ PNIPAM (poly-N-isopropylacrylamide)

Synthesis and Characterization of PNIPAM (poly-N-isopropylacrylamide)



5 สิงหาคม 2550

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจาก

เงินรายได้มหาวิทยาลัย ประเภททุนไม่กำหนดทิศทางประจำปี 2550

ก

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการเตรียมพอลิเมอร์ชนิดที่ไวต่ออุณหภูมิจากโมโนเมอร์ของ N-isopropylacrylamide (NIPAAm) พร้อมทั้งสังเคราะห์โคพอลิเมอร์กับ Polyethylene Glycol (PEG) และ Polyvinyl Alcohol (PVA) จากการทดลองพบว่าพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้เป็นพอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ นอกจากนี้ยังพบว่า มีเพียงเม็ดบีดที่สังเคราะห์จาก PNIPAAm-PVA สามารถดูดสารละลายได้ที่อุณหภูมิ 20 °C และคายสารละลายได้ที่อุณหภูมิ 40 °C สำหรับสารละลายเอทานอลและน้ำตาล

คำสำคัญ : พอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ, NIPAAm

๑๑.๕ ส.ค. ๒๕๕๒



Abstract

This research was prepared the thermosensitive polymer from N-isopropylacrylamide (NIPAAm) monomer and synthesized with copolymer from three polymer, polyethylene glycol (PEG) and polyvinyl alcohol (PVA). The synthesized polymers were show the properties of the thermosensitive polymer. Only The bead of PNIPAAm-PVA was shown the adsorption of the solution at 20 °C and shown the desorption of the solution at 40 °C in both of the ethanol and sugar solution

Keyword: Thermosensitive polymer, NIPAAm



กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี เนื่องจากการสนับสนุนและการร่วมมือเป็นอย่างดีจากบุคคลและเจ้าหน้าที่ภายในภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มศว. องค์กรผู้ตลอดจนขอขอบคุณ นิสิตช่วยงานวิจัยและผู้ช่วยวิจัยที่ได้ทุ่มเททั้งร่างกายและแรงใจในการทำงานวิจัยนี้จนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

ขอขอบมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่ได้ให้การสนับสนุนเงินทุนวิจัยตลอดจนเจ้าหน้าที่ฝ่ายวิจัยของมหาวิทยาลัยที่ได้ให้ความอนุเคราะห์และให้คำแนะนำในการจัดทำงานวิจัยนี้เป็นอย่างดี

ผศ. ดร. สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว



สารบัญ

เรื่อง	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป ...	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
ภูมิหลัง	1
ความมุ่งหมายของการวิจัย	1
ความสำคัญของการวิจัย	1
ขอบเขตของการวิจัย	2
แผนการดำเนินงาน	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 โครงสร้างพอลิเมอร์ชนิดไวต์ออดนุหภูมิ	3
2.2 คุณสมบัติของพื้นผิว	4
2.3 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดไวต์ออดนุหภูมิ	4
2.4 คุณสมบัติของไมโครเจล	6
2.5 การบวมตัวของเจล	7
2.6 การกระตุ้นที่พื้นผิว	8
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	9
บทที่ 3 วิธีดำเนินการศึกษาค้นคว้า	11
3.1 อุปกรณ์	11
3.2 สารเคมี	11
3.3 วิธีการทดลอง	11
3.3.1 วิธีการสังเคราะห์ PNIPAAm	11
3.3.2 การสังเคราะห์โคพอลิเมอร์ชนิดไวต์ออดนุหภูมิ	12
3.3.3 การเตรียมเม็ดบีดแอลจีเนท	13
3.4 วิธีการวิเคราะห์	14
3.4.1 การวัดออดนุหภูมิ LCST	14

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
3.4.2 การวัดการบวมตัวของเม็ดบีด	14
3.4.3 การทดสอบการดูดน้ำจากสารละลายน้ำตาลและเอทานอล	15
บทที่ 4 ผลการทดลอง และ อภิปรายผล	16
4.1 การสังเคราะห์ PNIPAAm	16
4.2 การบวมของเม็ดบีด	18
4.3 ผลการดูดน้ำในสารละลายน้ำตาล	21
4.4 ผลการดูดน้ำในสารละลายเอทานอล	22
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	24
5.1 สรุปผลการทดลอง	24
5.2 ข้อเสนอแนะ	24
เอกสารอ้างอิง	25
ประวัติผู้วิจัย	26



สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิวิกฤต	4
3.1	สภาวะในการสังเคราะห์ PNIPAAm	12
3.2	สภาวะในการเตรียมเม็ดบีดชนิดต่างๆ	14



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิวิกฤต	3
2.2 ภาพของอนุภาค PNIPAAm ที่ถูกกำจัดน้ำออกแล้ว	5
2.3 ผลของความเข้มข้นของพอลิเมอร์ต่อค่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ PNIPAAm	6
2.4 การเปลี่ยนแปลงของ PNIPAAm และ Methylenabisacrylamide	6
2.5 ผลของอุณหภูมิ ณ จุดเริ่มขึ้นกับ VPTT ของ PNIPAAm ไมโครเจล	7
2.6 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค PNIPAAm	7
2.7 ผลของปริมาณ BA ต่อการบวมตัว PNIPAAm ไมโครเจล	8
2.8 ผลของแรงตึงผิวที่เกิดจากการก่อตัวของไมโครเจลกับเวลา	9
3.1 ชุดสังเคราะห์ PNIPAAm	12
3.2 การเตรียมเม็ดบีด	13
4.1 การเปลี่ยนแปลงความใสของสารละลาย PNIPAAm ที่อุณหภูมิต่างๆ	16
4.2 ผลของอุณหภูมิต่อเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงของสารละลายพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ เมื่อตัวทำละลายเป็นน้ำ	17
4.3 ผลของอุณหภูมิต่อเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงของสารละลายพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ เมื่อตัวทำละลายเป็นสารละลายเอทานอล (ก) 15 และ (ข) 30 เปอร์เซ็นต์โดย	19
4.4 โครงสร้างของ PNIPAAm	20
4.5 พอลิเมอร์ PNIPAAm/20 เมื่อแช่ในน้ำที่อุณหภูมิ (ก) 20 และ (ข) 40 องศาเซลเซียส	20
4.6 เปอร์เซ็นต์การบวมของเม็ดบีดของพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิในการเตรียมเป็น 20 และ 40 องศาเซลเซียส	21
4.7 ผลของความเข้มข้นของสารละลายน้ำตาลเริ่มต้นที่ (ก) 20 (-),(ข) 50 (....)และ (ค) 80 (-.-) เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ในขณะที่เม็ดบีดหดตัวที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส (■) และเม็ดบีดบวมตัวที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (▲)	22

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.8	ผลของความเข้มข้นของสารละลายแทนอลเริ่มต้นที่ (ก) 20 (-),(ข) 50 (....) และ (ค) 80 (-.-) เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ในขณะที่เม็ดบีดหดตัวที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส (■) และเม็ดบีดบวมตัวที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (▲)	23



บทที่ 1

บทนำ

ภูมิหลัง

ปัจจุบันน้ำมันเชื้อเพลิงมีราคาแพงและเป็นสิ่งที่ประเทศไทยไม่สามารถผลิตขึ้นเองได้ ซึ่งทำให้ประเทศชาติจำเป็นต้องนำเข้าน้ำมันจากประเทศตะวันออกกลาง และรัฐบาลไม่สามารถควบคุมราคาน้ำมันได้ และการเปลี่ยนแปลงราคาน้ำมันมีผลต่อการเจริญเติบโตของประเทศ ดังนั้นเพื่อเป็นการลดการนำเข้าน้ำมัน ทางภาครัฐและเอกชนจึงรณรงค์ให้ประชาชนหันมาใช้น้ำมันกาซโซฮอล์แทนน้ำมันเบนซิน 95

การผลิตเอทานอลในประเทศได้ใช้กระบวนการหมัก ซึ่งกระบวนการหมักให้ความเข้มข้นของเอทานอลเท่ากับ 15-20% โดยปริมาตร ดังนั้นจำเป็นต้องเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลจาก 15-20% เป็น 99.5 % ด้วยกระบวนการกลั่น ดังนั้นทางคณะผู้วิจัยจึงได้นำข้อดีของพอลิเมอร์ชนิดไวต์ต่ออุณหภูมิและมีคุณสมบัติในการดูดน้ำ มาใช้เพื่อเป็นการลดกระบวนการกลั่นและยังเป็นการลดพลังงานที่ใช้ ทำให้สามารถลดต้นทุนในการผลิตเอทานอล 99.5% ลงได้ เนื่องจากช่วงที่ใช้พลังงานในการกลั่นมากที่สุดเป็นช่วงเพิ่มความเข้มข้นจาก 15-20% เป็น 95% สำหรับพอลิเมอร์ที่ใช้ในการวิจัยคือ poly(N-isopropylacrylamide, PNIPAM) โครงการนี้จะใช้โมโนเมอร์ของสารกลุ่ม N-isopropylacrylamide มาทำการสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่ไวต์ต่ออุณหภูมิเพื่อใช้ในการศึกษาการดูดน้ำออกจากสารละลายที่มีน้ำ น้ำตาลและเอทิลแอลกอฮอล์เป็นองค์ประกอบ เพื่อศึกษาสมบัติการดูดน้ำของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้น ซึ่งอาจเป็นทางเลือกใหม่สำหรับอุตสาหกรรมการผลิตเอทานอลในประเทศไทยที่จะช่วยให้เกษตรกรมีความเป็นอยู่ที่ดีขึ้นและการพัฒนาเศรษฐกิจที่ยั่งยืน

ความมุ่งหมายของการวิจัย

1. เพื่อศึกษากระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดไวต์ต่ออุณหภูมิ
2. เพื่อศึกษาคุณสมบัติของพอลิเมอร์ชนิดไวต์ต่ออุณหภูมิที่สังเคราะห์ได้จากห้องปฏิบัติการ

ความสำคัญของการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการนำความสามารถการดูดน้ำของพอลิเมอร์ชนิดไวต์ต่ออุณหภูมิมาประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมการผลิตเอทานอล และจากการศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่

เกี่ยวข้อง พบว่าการศึกษาส่วนใหญ่พูดถึงกระบวนการเตรียมพอลิเมอร์ PNIPAAm และไม่มีงานวิจัยใดที่เกี่ยวข้องกับการประยุกต์ใช้พอลิเมอร์ชนิดนี้ในด้านสมบัติการดูดน้ำและคายน้ำของสารละลายที่มีน้ำ น้ำตาลและเอทิลแอลกอฮอล์เป็นองค์ประกอบ ดังนั้นในการศึกษาครั้งนี้จึงได้ศึกษาการเตรียม พอลิเมอร์ PNIPAAm เพื่อใช้เป็นขั้นตอนในการดูดน้ำออกจากน้ำหมัก ซึ่งมีความเข้มข้นของเอทานอลประมาณ 10-15% ซึ่งที่เหลือคือน้ำประมาณ 85-90% ซึ่งจำเป็นต้องใช้พลังงานในปริมาณที่สูงมากในการกลั่นแยกน้ำออกจากน้ำหมัก

ขอบเขตของการวิจัย

1. ทำการสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิจากโมโนเมอร์ของ N-isopropyl acrylamide (NIPAAm)
2. ทำการศึกษาคุณสมบัติของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นต่อค่าการละลายที่อุณหภูมิต่างๆ ความสามารถในการดูดน้ำจากสารละลายที่มีน้ำ เอทานอลและน้ำตาล เป็นองค์ประกอบ

แผนการดำเนินงาน

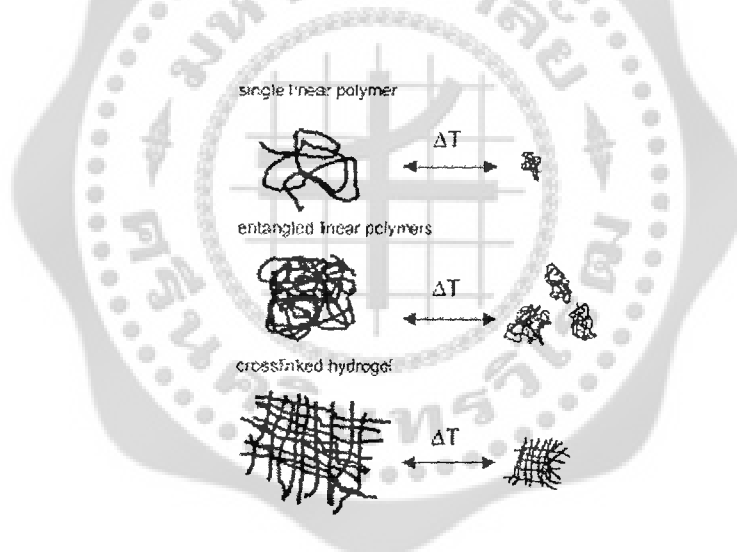
กิจกรรม	เดือน						
	1-2	3-4	5-6	7-8	9-10	11-12	
1. เขียนข้อเสนองานวิจัย	Δ						
2. สืบหาเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	Δ						
3. สังเคราะห์พอลิเมอร์		Δ	Δ	Δ			
4. ทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้น				Δ	Δ		
5. วิเคราะห์ข้อมูล				Δ	Δ		
6. เขียน paper เพื่อส่งตีพิมพ์วารสาร							Δ
7. เขียนรายงานฉบับสมบูรณ์							Δ

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โครงสร้างพอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ

พอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ เป็นพอลิเมอร์ที่มีการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติการละลายได้ตามอุณหภูมิ พอลิเมอร์ชนิดนี้สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิด คือ พอลิเมอร์ที่สามารถละลายได้ที่อุณหภูมิต่ำ (lower critical solubility temperature, LCST) และ พอลิเมอร์ที่สามารถละลายได้ที่อุณหภูมิสูง (upper critical solubility temperature, UCST) การที่พอลิเมอร์สามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่อุณหภูมิต่ำ เนื่องมาจากการที่สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการกระจายตัวได้ดีในสารละลาย ทำให้เกิดการแขวนลอยในสารละลาย ดังที่แสดงในรูปที่ 2.1 ในขณะที่เมื่ออุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิวิกฤต โครงสร้างสายโซ่ของพอลิเมอร์เกิดการหดตัว และจับกลุ่มกันเป็นกลุ่มก้อน ทำให้ความสามารถในการแขวนลอยลดลง ทำให้พอลิเมอร์เกิดการตกตะกอน



รูปที่ 2.1 การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิวิกฤต [Jeong et al.]

พอลิเมอร์ชนิดที่ตกตะกอนเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นในสารละลายที่เป็นน้ำได้ ซึ่งจัดเป็นชนิด LCST สำหรับพอลิเมอร์ชนิดนี้ได้แก่ *N*-Isopropylacrylamide (NiPAAM) ดังได้แสดงในตารางที่ 1 โดยได้มีงานวิจัยที่ประยุกต์ใช้คุณสมบัตินี้ในงาน การขนส่งยา (drug delivery) วิศวกรรมเนื้อเยื่อ (tissue engineering) การแยกเอนไซม์หรือโปรตีน เป็นต้น

ตารางที่ 2.1 สมบัติของพอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิสูง (LCST) [Jeong et al.]

ชนิดพอลิเมอร์	อุณหภูมิวิกฤต (LCST, °C)
Poly(<i>N</i> -isopropylacrylamide), PNIPAM	32
Poly(vinyl methyl ether), PVME	40
Poly(ethylene glycol), PEG	120
Poly(propylene glycol), PPG	50
Poly(methacrylic acid), PMAA	75
Poly(vinyl alcohol), PVA	125
Poly(vinyl methyl oxazolidone), PVMO	65
Poly(vinyl pyrrolidone), PVP	160
Poly(silamine)	37
Hydroxypropylcellulose, HPC	80
Methylcellulose, MC	55
Polyphosphazene derivatives	33–100
Poly(<i>N</i> -vinylcaprolactam)	30
Poly(siloxyethylene glycol)	10–60

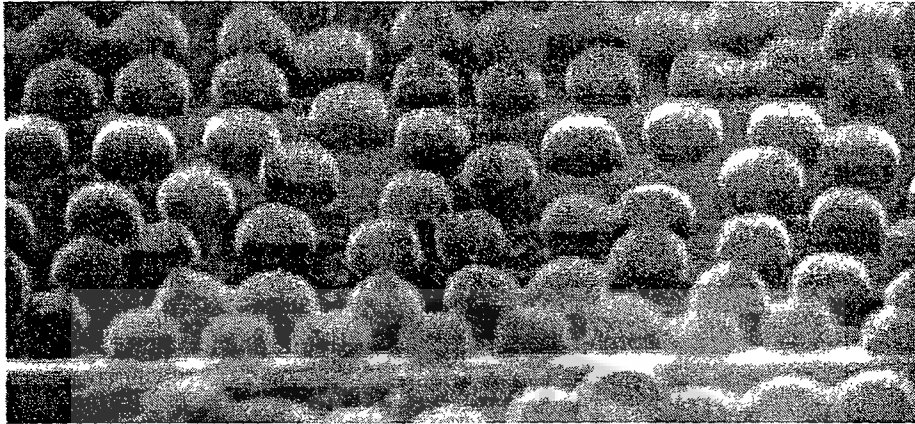
2.2 คุณสมบัติของพื้นผิว

ไฮโดรเจลจะมีโครงสร้างของผิวหน้าที่ซับซ้อนเพราะมีสายโซ่เชื่อมต่อกันในโครงข่าย สำหรับไฮโดรเจลในน้ำ จะมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของพื้นผิวทั้งหมด สายโซ่ที่แตกกิ่งจะเคลื่อนที่ในชั้นของเจล คุณสมบัติของผิวหน้าไฮโดรเจลจะเปลี่ยนไปเมื่อชนิดของตัวทำละลายเปลี่ยนไป เนื่องจากสายโซ่ที่ผิวหน้าจะต้องปรับตัวในสภาพแวดล้อมของตัวทำละลายต่างกันออกไป

2.3 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ

การสังเคราะห์พอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิมักทำให้อยู่ในรูปเจลที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมขนาดเล็ก หรือเรียกว่าไมโครเจล การเกิดพอลิเมอร์ของไมโครเจล ดังรูปที่ 2.2 วิธีการทำให้ไมโครเจลบริสุทธิ์สามารถทำได้โดยใช้วิธีการปั่นเหวี่ยง ซึ่งสามารถทำได้ที่อุณหภูมิห้อง ไมโครเจลสามารถเกิดการกระจายตัวได้อีกหลังจากการปั่นแยก การเตรียม PNIPAAm ที่เป็นไมโครเจล

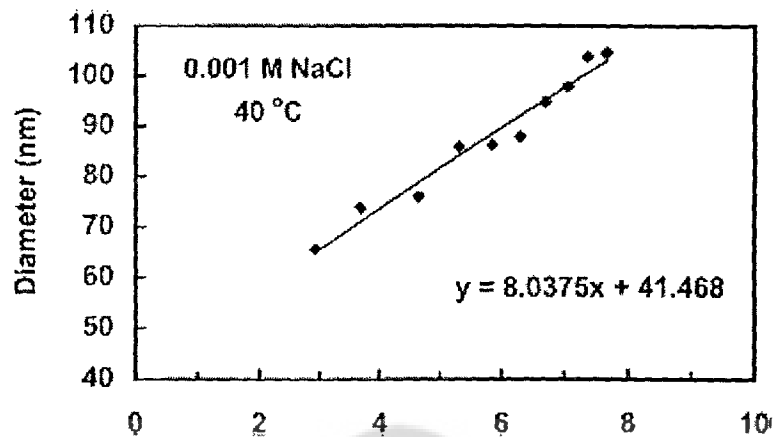
ทำได้โดยใช้ Methylene-bis acrylamide (BA) เป็นตัวเชื่อม แต่มีข้อควรระวังในการเตรียมไมโครเจล สำหรับโมโนเมอร์ที่สกรปรก อาจทำให้ไมโครเจลไม่เสถียร การเตรียมในรูปไมโครเจลมีข้อดีคือ ได้เจลที่มีรูพรุนขนาดใหญ่และมีความไวต่ออุณหภูมิ



รูปที่ 2.2 ภาพของอนุภาค PNIPAAm ที่ถูกกำจัดน้ำออกแล้ว [Pelton (2000)]

การสังเคราะห์ไมโครเจลของ PNIPAAm จำเป็นต้องมีโคโมโนเมอร์ เช่น BA เพื่อที่ป้องกันการละลายของ PNIPAAm ออกมาในน้ำที่อุณหภูมิต่ำ หรือ N-acryloylglycine, Acrylic acid, 2-aminoethylmethacrylate hydrochloride

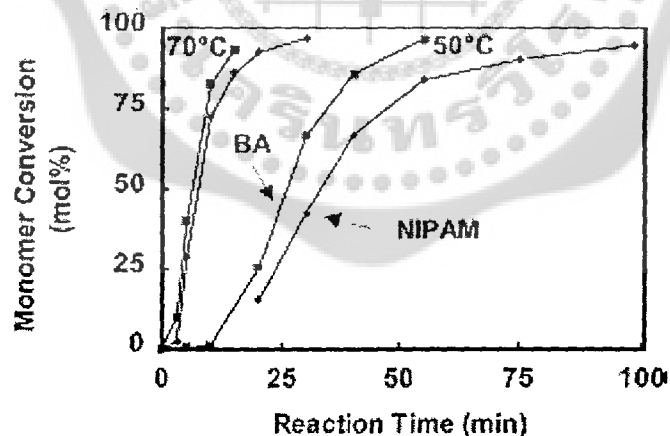
การให้ความร้อนกับสารละลายโดยตรงของ PNIPAAm ที่ LCST ทำให้เกิดอนุภาคของ PNIPAAm เกิดการกระจายตัว ดังรูปที่ 2.3 แสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาค PNIPAAm ซึ่งเพิ่มขึ้นตามรากที่ 2 ของความเข้มข้นของพอลิเมอร์ ซึ่งทั้งหมดมีความสัมพันธ์เชิงเส้นที่แสดงความเข้มข้นของอนุภาคที่เกิดขึ้นโดยไม่ขึ้นกับความเข้มข้นของ PNIPAAm และอนุภาคจะถูกทำให้เสถียรโดยไฟฟ้าสถิตย์ เพื่อต่อต้านการลอยตัว ค่าการกระจายตัวของการเคลื่อนที่อยู่ในช่วง $-1 \times 10^8 \text{ m}^2/\text{v}_s$ ถึง $-4 \times 10^8 \text{ m}^2/\text{v}_s$ ซึ่งเหมือนกับอนุภาคประจุบวก จากสารละลายที่แยกชั้นกันของโคพอลิเมอร์ ของ PNIPAAm



รูปที่ 2.3 ผลของความเข้มข้นของพอลิเมอร์ต่อขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ PNIPAAm

2.4 คุณสมบัติของไมโครเจล

การเตรียมไมโครเจลในการเกิดพอลิเมอร์แบบกะ ดังรูปที่ 2.4 ซึ่งได้แสดงการใช้ PNIPAAm และตัวเชื่อม Methylene-bis-acrylamide (BA) ซึ่งเป็นฟังก์ชันกับเวลาและอุณหภูมิ Methylene-bis-acrylamide (BA) ถูกใช้อย่างรวดเร็วเร็วกว่า NIPAAm มีความเป็นไปได้ที่จะมีส่วนของตัวเชื่อมโครงข่ายของแต่ละอนุภาคเพราะว่า BA มีส่วนที่ชอบน้ำมากกว่า PNIPAAm



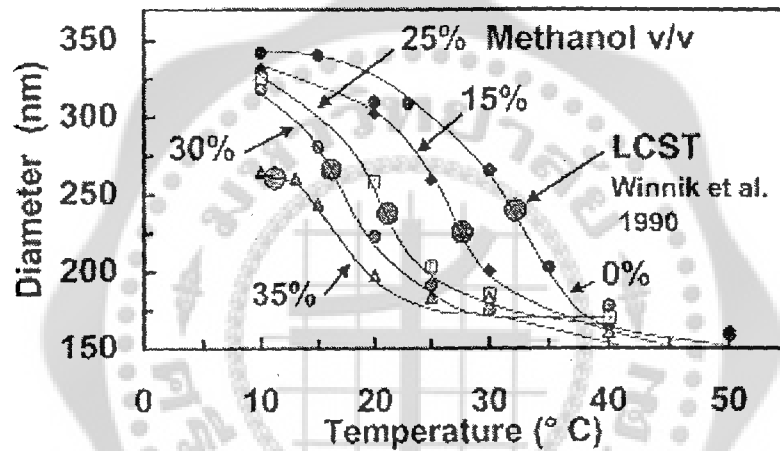
รูปที่ 2.4 การเปลี่ยนแปลงของ PNIPAAm และ Methylenebisacrylamide

การประยุกต์ใช้ PNIPAAm ไมโครเจล โดยนำไมโครเจลที่เป็นเนื้อเดียวไปผ่านหลอดฟลูออเรสเซนซ์ และวัดค่าความเข้มของการส่งผ่านความยาวคลื่นที่สูงสุดซึ่งเป็นฟังก์ชันของ

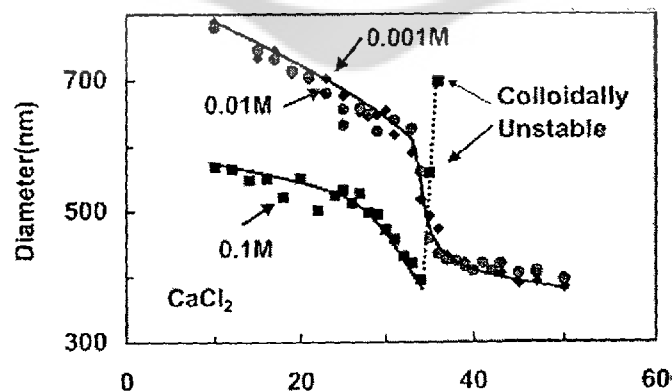
อุณหภูมิอย่างมากในช่วง 30-35 °C และหลอดดังกล่าวทำให้เจลหดตัวจากการเปรียบเทียบความร้อนจากฟลูออเรสเซนซ์โดยใช้ Nitromethane ใน ไอโซโครเจล กับ PNIPAAm เส้นตรงที่ 40 °C สามารถแสดงในรูปของการกระจายตัวของอนุภาค

2.5 การบวมตัวของเจล

การตอบสนองต่ออุณหภูมิโดยการบวมตัวนับเป็นสมบัติเฉพาะตัวของ PNIPAAm การบวมไมโครเจลใช้เวลาน้อยกว่า 1 นาทีไมโครเจลของ PNIPAAm แสดงพฤติกรรมแบบ “cononsolvency” การเติมเมทานอลทำให้จุดขุ่นต่ำลง เนื่องจากเกิดการดูดซับเมทานอลสายโซ่พอลิเมอร์ ทำให้ความสามารถในการละลายน้ำลดลง

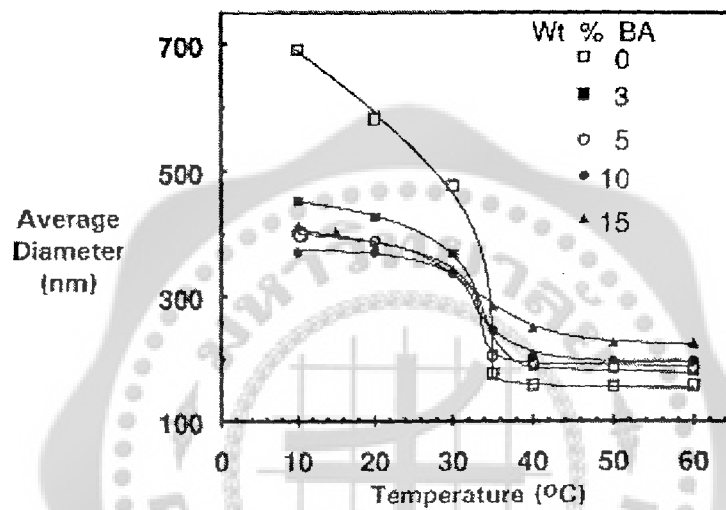


รูปที่ 2.5 ผลของอุณหภูมิ ณ จุดเริ่มขุ่นกับ VPTT ของ PNIPAAm ไมโครเจล



รูปที่ 2.6 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาค PNIPAAm

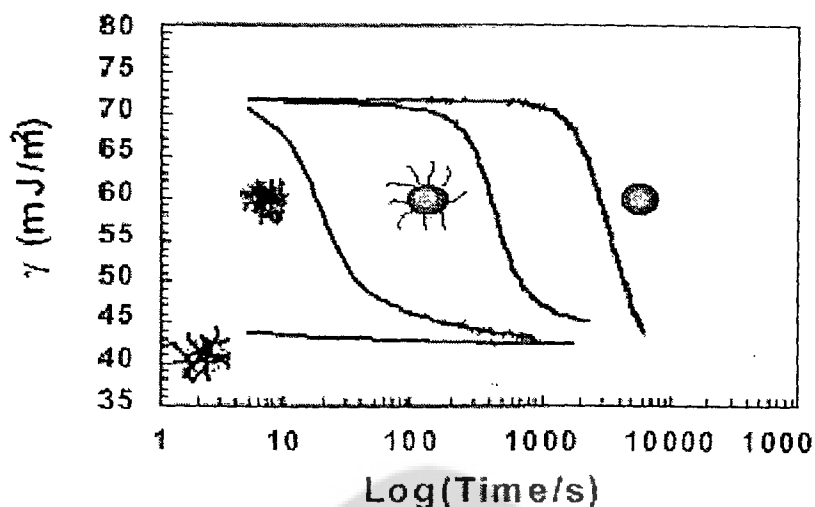
เจลสามารถรวมตัวได้จำกัด โดยโครงข่ายที่มี BA โดยแสดงเส้นโค้งของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางต่ออุณหภูมิของอนุภาคของไมโครเจลที่เปลี่ยนตามปริมาตร BA อัตราการบวมที่ลดลงเมื่อปริมาณ BA เพิ่มขึ้น โดยรูปที่ 2.7 แสดงความแตกต่างของเส้นผ่านศูนย์กลางที่อุณหภูมิสูง โดยที่ไม่ส่งผลต่อ BA ในปริมาณน้ำที่มีอุณหภูมิมาก VPTT แต่ส่งผลต่อการรวมตัวของอนุภาคระหว่างการสังเกตการณ์ Latex



รูปที่ 2.7 ผลของปริมาณ BA ต่อการบวมตัว PNIPAAm ไมโครเจล

2.6 การกระตุ้นที่พื้นผิว

ไมโครเจล PNIPAAm ในน้ำจะแยกชั้นกันระหว่างอนุภาคคอลลอยด์และพอลิเมอร์ที่ละลายน้ำได้ดังแสดงในรูปที่ 2.8 ซึ่งจากรูปที่ 2.8 แสดงแรงดึงดูดผิวไมโครเจลของ PNIPAAm กับเวลา รูปร่างของไมโครเจลขึ้นกับปริมาณการ Cross-link และชนิดของปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิเมอร์(แบบกะหรือกึ่งกะ)



รูปที่ 2.8 ผลของแรงตึงผิวที่เกิดจากการก่อตัวของไมโครเจลกับเวลา

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Makino et al. (2001) ศึกษาเกี่ยวกับไฮโดรเจลชนิดไวต่ออุณหภูมิ และคุณสมบัติต่างๆ โดยใช้ poly (N-isopropylacrylamide) , PNIPAAm พบว่า PNIPAAm จะขยายตัวในน้ำได้ดีที่อุณหภูมิต่ำกว่า 32 °C และ PNIPAAm จะหดตัวและจับตัวกันเป็นก้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 32 °

Zhang et al. (2004) ศึกษาความไวต่ออุณหภูมิและค่า pH ของ comb-type graft และ semi-IPN ซึ่งเตรียมจากแอลจิเนทและ poly (N-Isopropylacrylamide) โดย comb-type graft เกิดจากการเชื่อมโครงข่ายของอลจิเนท และ PNIPAAm การพองตัวและหดตัวของ comb-type graft สามารถเกิดภายในเวลา 10 นาที semi-IPN เกิดจากการรวมตัวระหว่างหมู่ carboxy ของแอลจิเนทกับหมู่เอมีนของ PNIPAAm-NH₂ การบวมตัวและการหดตัวเกิดช้ากว่า comb-type graft

Neradovic et al. (2004) ได้ศึกษาเกี่ยวกับผลกระทบและตัวแปรต่อการจับตัวของโคพอลิเมอร์ของ Polyethylene glycol และ PEG กับ PNIPAAm สามารถเกิดการรวมตัวกันในน้ำที่มีขนาดอนุภาคเป็นนาโน ที่อุณหภูมิที่สูงกว่าจุดเริ่มขึ้น ของส่วนที่ไวต่ออุณหภูมิ PNIPAAm-b-PEG ที่มีมวลโมเลกุล 2000 จะไม่เหมาะสมสำหรับการเกิดอนุภาคนาโนของพอลิเมอร์ ซึ่งสามารถศึกษาได้จากลักษณะการกระเจิงแสง โคพอลิเมอร์ของ PEG ที่มีมวลโมเลกุล 5000-10000 สามารถเกิดเป็นอนุภาคขนาดเล็กที่เสถียรได้เป็นสารละลาย ณ อุณหภูมิสูงกว่าของส่วน

ที่ไวต่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น เมื่อสารละลายของโคพอลิเมอร์ถูกให้ความร้อนอย่างช้าๆจะทำให้ อนุภาคเกิดการรวมตัว เมื่อนำสารละลายของโคพอลิเมอร์ที่มีอุณหภูมิต่ำกว่าจุดเริ่มขุ่น เติมลง ไปจะทำให้เกิดอนุภาคนาโนพอลิเมอร์ขนาดเล็กลง

Zhag and Zhuo (2002) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์โคพอลิเมอร์ของ PNIPAAm และ MMA ซึ่งไฮโดรเจลเตรียมโดยใช้วิธีการแยกเฟสของสารละลายผสมระหว่าง น้ำกลั่น และกรดน้ำส้ม เข้มข้น ซึ่งไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้นั้นจะตอบสนองอย่างรวดเร็วต่ออุณหภูมิ โดยจะเกิดการ บวมตัวของโครงร่างในโคพอลิเมอร์ ในงานวิจัยนี้ลักษณะของ P(NIPAAm-co-MMA)ไฮโดร เจลจะถูกศึกษาที่ปริมาณ MMA (ส่วนที่ไม่ชอบน้ำ) ต่างๆกัน จากการทดลองพบว่าปริมาณ MA เพิ่มขึ้น ไฮโดรเจลก็จะตอบสนองต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิได้เร็วขึ้น



บทที่ 3

วิธีดำเนินการศึกษาค้นคว้า

3.1 อุปกรณ์

1. ตัวควบแน่น
2. ขวดก้นกลม 4 ทาง
3. เทอร์โมมิเตอร์
4. เครื่องทำความร้อนและกวน
5. หลอดหยด
6. กรวยแยก

3.2 สารเคมี

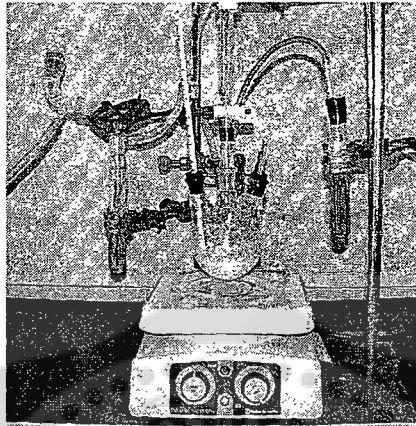
1. แก๊สไนโตรเจนความบริสุทธิ์ 99.995%
2. N-isopropylacrylamide (NIPAAm) ความบริสุทธิ์ 97%, Sigma Aldrich, Inc USA
3. Ceric ammonium nitrate (CAN), Merck Co.Ltd. Germany
4. Polyethylene glycol (PEG , Mw 6000 and 4000) Asia pacific chemicals co.Ltd. Australia
5. Polyvinyl alcohol (PVA), Kuraray co.Ltd Japan
6. Sodium alginate, Rodia Co.,Ltd Franch
7. acetic acid,
8. น้ำมัน เครื่องรถยนต์ บริษัท ปตท. Challenger 4T

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 วิธีการสังเคราะห์ PNIPAAm

ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.1 เติมน้ำละลาย 25 มิลลิตร ของ 2 เปอร์เซนต์ กรดอะซิติก ลงในขวดก้นกลมแบบสี่คอ พร้อมกับกวนที่ความเร็วรอบต่ำ ฟันแก๊สไนโตรเจนเป็นเวลา 15 นาที เพื่อกำจัดก๊าซออกซิเจนภายในระบบ เติมน้ำละลาย Ceric ammonium nitrate (CAN) ที่เตรียมโดยชั่ง CAN 0.219 กรัม ละลายใน 5 มิลลิตร ของ 2 เปอร์เซนต์ กรดอะซิติก ลงไปในขวดก้นกลม หลังจากนั้นเติมน้ำละลาย NIPAAm โดยเตรียมจากการชั่ง NIPAAm จำนวน 2 กรัม ละลายใน 25 มิลลิตร ของ 2 เปอร์เซนต์ กรดอะซิติก การเติมน้ำละลาย NIPAAm ทำอย่างช้าๆ ลงไปในชุดสังเคราะห์ เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยควบคุมให้

อุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง นำสารละลายที่ได้ไปตกตะกอนในโทลูอีน ซึ่งจะได้ตะกอนของพอลิเมอร์ หลังจากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 2500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที ล้างด้วยโทลูอีนอีกครั้ง นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นำพอลิเมอร์ที่ได้ไปวัดสมบัติต่อไป



รูปที่ 3.1 ชุดสังเคราะห์ PNIPAAm

การสังเคราะห์ PNIPAAm ที่อัตราส่วนระหว่าง monomer (NIPAAm) กับ initiator (CAN) โดยทำการเปลี่ยนปริมาณของ CAN ที่เติมลงไปในการสังเคราะห์พอลิเมอร์เป็น 5 ml, 2.5 ml, 1 ml โดยเราเรียกพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์นี้ว่า PNIPAAm, PNIPAAm-2.5, PNIPAAm-1 ตามลำดับ ซึ่งสรุปอัตราส่วนที่ใช้ในการสังเคราะห์ในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สภาวะในการสังเคราะห์ PNIPAAm

รหัสพอลิเมอร์	สารเคมีที่ใช้
PNIPAAm	NIPAAm 2 กรัม, CAN 5 ml, 2% Acetic acid 45 ml
PNIPAAm-2.5	NIPAAm 2 กรัม, CAN 2.5 ml, 2% Acetic acid 45 ml
PNIPAAm-1	NIPAAm 2 กรัม, CAN 1 ml, 2% Acetic acid 45 ml

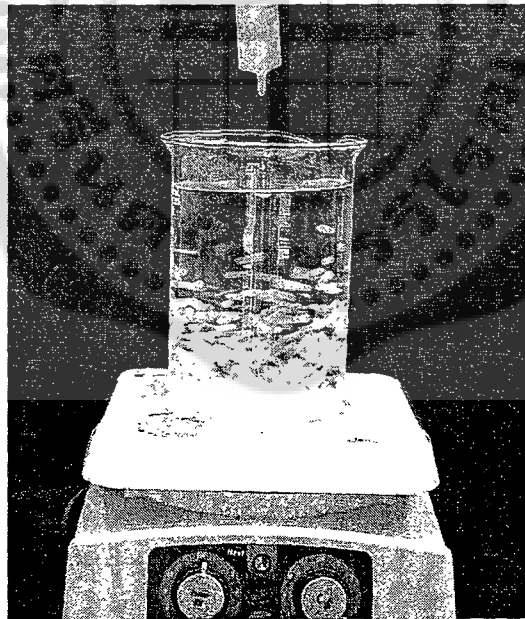
3.3.2 การสังเคราะห์โคพอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ

โคพอลิเมอร์ที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ PEG6000 PEG4000 และ PVA สำหรับหัวของโคพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นใช้เป็น PNIPAAm-PEG6000, PNIPAAm-PEG4000 และ NIPAAm-PVA ตามลำดับ การสังเคราะห์โคพอลิเมอร์นี้ทำเช่นเดียวกับการสังเคราะห์ PNIPAAm แต่แทนที่จะใช้สารละลายของ NIPAAm เพียงชนิดเดียวให้ใช้สารละลายผสมระหว่าง NIPAAm และ PEG-6000, PEG-4000 หรือ PVA โดยใช้ พอลิเมอร์ จำนวน 6 กรัม โดยละลาย

ในสารละลายกรดอะซิติก 50 มิลลิลิตร ผสมกับ NIPAAm จำนวน 2 กรัม แล้วค่อยๆ หยด CAN จำนวน 5 ml สังเคราะห์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.3.3 การเตรียมเม็ดบีดแอลจิเนท

การเตรียมเม็ดบีดแอลจิเนท เพื่อทำการทดสอบความสามารถในการดูดน้ำจากสารละลายน้ำตาลและสารละลายแอลกอฮอล์ เม็ดบีด PNIPAAm/20 เตรียมได้โดยนำ 0.5 กรัม แอลจิเนท กับ 2 กรัม ของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นมาละลายน้ำในจำนวน 50 มิลลิลิตร ทำการลดอุณหภูมิของสารละลายเป็น 20 องศาเซลเซียส นำสารละลายนี้ไปหยดลงในสารละลาย CaCl_2 ที่ความเข้มข้น 0.15 M ซึ่งมีอุณหภูมิเป็น 20 องศาเซลเซียสเช่นกัน โดยหยดสารละลายด้วยหลอดฉีดยา ซึ่งจะเกิดเป็นเม็ดบีดขึ้น ปล่อยให้เม็ดบีดนี้ในสารละลาย CaCl_2 เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.2 ขณะที่ PNIPAAm-PEG4000, PNIPAAm-PEG6000 และ PNIPAAm-PVA เตรียมเช่นเดียวกับเม็ดบีด PNIPAAm ดังแสดงในตาราง 3.2 นอกจากนี้ได้ทำการเตรียมเม็ดบีดที่ 40 องศาเซลเซียส เพื่อศึกษาผลการทดสอบความสามารถในการดูดน้ำจากสารละลายน้ำตาลและสารละลายแอลกอฮอล์ เช่นกัน โดยเปลี่ยนอุณหภูมิในระหว่างการเตรียมจาก 20 องศาเซลเซียสเป็น 40 องศาเซลเซียส โดยรหัสเป็น PNIPAAm/20 แปลว่า ใช้พอลิเมอร์เป็น PNIPAAm กับแอลจิเนท และสังเคราะห์ที่ 20 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.2 การเตรียมเม็ดบีด

ตารางที่ 3.2 สภาวะในการเตรียมเม็ดบีดชนิดต่างๆ

รหัสเม็ดบีด	สารเคมีที่ใช้
PNIPAAm/20	PNIPAAm 2 กรัม, แอลจีเนต 0.5 กรัม, น้ำ 50 ml, เตรียมที่ 20 °C
PNIPAAm-1/20	PNIPAAm-1 2 กรัม, แอลจีเนต 0.5 กรัม, น้ำ 50 ml, เตรียมที่ 20 °C
PNIPAAm-2.5/20	PNIPAAm-2.5 2 กรัม, แอลจีเนต 0.5 กรัม, น้ำ 50 ml, เตรียมที่ 20 °C
PNIPAAm-PEG4000/20	PNIPAAm-PEG4000 2 กรัม, แอลจีเนต 0.5 กรัม, น้ำ 50 ml, เตรียมที่ 20 °C
PNIPAAm-PEG6000/20	PNIPAAm-PEG6000 2 กรัม, แอลจีเนต 0.5 กรัม, น้ำ 50 ml, เตรียมที่ 20 °C
PNIPAAm-PVA/20	PNIPAAm-PEG4000 2 กรัม, แอลจีเนต 0.5 กรัม, น้ำ 50 ml, เตรียมที่ 20 °C
PNIPAAm-PVA/40	PNIPAAm-PEG4000 2 กรัม, แอลจีเนต 0.5 กรัม, น้ำ 50 ml, เตรียมที่ 40 °C

3.4 วิธีการวิเคราะห์

3.4.1 การวัดอุณหภูมิ LCST

การวัดหาอุณหภูมิ LCST สามารถทำได้โดยใช้เครื่อง UV Spectrophotometer ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร ทำโดยชั่งตัวอย่างพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ 0.2 กรัม ละลายในน้ำ 40 มิลลิลิตร ทำให้สารละลายเป็นลงจนมีอุณหภูมิของสารละลายเป็น 15 องศาเซลเซียส นำไปวัดค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่าน หลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิของสารละลายทีละ 5 องศาเซลเซียส แล้วทำการวัดเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านซ้ำ ทำการสังเกตจนกระทั่งสารละลายขุ่น จึงหยุดการทดลองหาอุณหภูมิ LCST

3.4.2 การวัดการบวมตัวของเม็ดบีด

นำเม็ดบีดที่เตรียมไปแช่ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที บันทึกภาพโดยใช้กล้องดิจิทัลในการบันทึกภาพ หลังจากนั้นนำเม็ดบีดไปแช่ในน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที บันทึกภาพอีกครั้ง นำไปหาความสามารถในการบวมโดยใช้สมการ

3.1

$$\%Swelling = \frac{V_{20C} - V_{40C}}{V_{40C}} \times 100 \quad (3-1)$$

3.4.3 การทดสอบการดูดน้ำจากสารละลายน้ำตาลและเอทานอล

นำเม็บบิตที่เตรียมได้นำไปแช่ในสารละลายน้ำตาลหรือเอทานอลที่ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักต่อน้ำหนัก, 50 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักต่อน้ำหนัก และ 80 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักต่อน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของสารละลายน้ำตาลหรือเอทานอลวัดโดยใช้เครื่องวัดดัชนีหักเห (Refractor meter) โดยวัดค่าดัชนีหักเหของสารละลายก่อนและหลังการเติมเม็บบิต หลังจากนั้นนำเม็บบิตออกแล้วบ่มที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เพื่อให้เม็บบิตเกิดการหดตัวและคายน้ำออกมา แล้ววัดค่าดัชนีหักเหอีกครั้ง

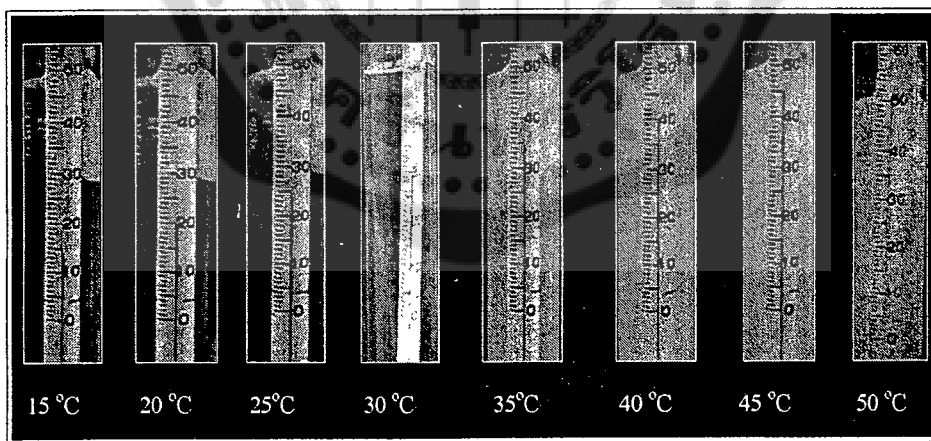


บทที่ 4

ผลการทดลอง และ อภิปรายผล

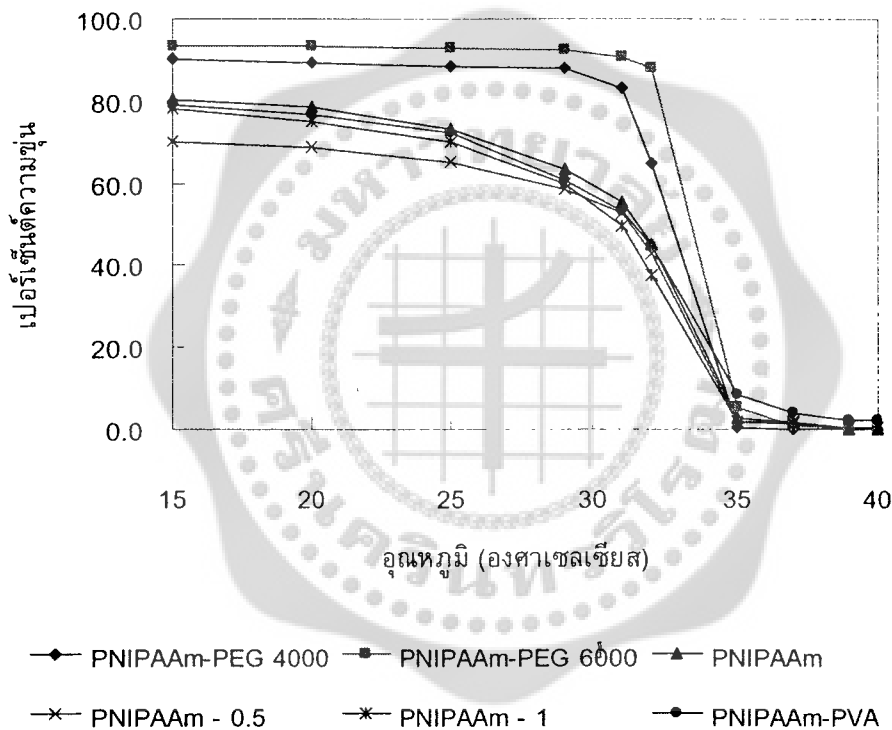
4.1 การสังเคราะห์ PNIPAAm

จากการศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิด้วยการใช้ Ceric ammonium nitrate เป็นสารก่อเรดิคอล และใช้ N-isopropylacrylamide (NIPAAm) เป็นโมโนเมอร์ ซึ่งทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิห้อง จากการทดลองพบว่า PNIPAAm สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิห้อง นอกจากนี้ยังพบว่าพอลิเมอร์ที่เตรียมได้เป็นพอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ ดังแสดงในรูปที่ 4.1 จากรูปที่ 4.1 พบว่า เมื่อนำพอลิเมอร์ PNIPAAm จำนวน 0.2 กรัม มาละลายในน้ำ 40 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส พบว่า พอลิเมอร์สามารถละลายน้ำได้หมด และเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิทีละ 5 องศาเซลเซียส จาก 15 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส พบว่า สารละลายมีความขุ่น ซึ่งแสดงถึงการที่พอลิเมอร์ไม่ละลายน้ำ เกิดการหดรัดตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ และมีลักษณะเป็นกลุ่ม ซึ่งแสดงว่าพอลิเมอร์ PNIPAAm ที่เตรียมได้เป็นพอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ การที่พอลิเมอร์สามารถละลายได้ที่อุณหภูมิต่ำ เนื่องจากพอลิเมอร์จะเกิดการยืดยาวเป็นเส้น ทำให้สามารถละลายน้ำได้ดี



รูปที่ 4.1 การเปลี่ยนแปลงความใสของสารละลาย PNIPAAm ที่อุณหภูมิต่างๆ

ในการหาอุณหภูมิ LCST ของพอลิเมอร์สามารถทำได้โดยการวัดค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงด้วยเครื่อง UV Spectrophotometer รุ่น 6405 UV/Vis. ที่ความยาวคลื่น 600 นาโนเมตร โดยอุณหภูมิ LCST เป็นอุณหภูมิสุดท้ายที่สารละลายขุ่นทั้งหมด ซึ่งก็คือ ค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านไม่มีการเปลี่ยนแปลง ซึ่งผลการทดลองแสดงในรูปที่ 4.2 จากรูปที่ 4.2 พบว่า ค่าอุณหภูมิ LCST ของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นของ PNIPAAm, PNIPAAm-1 และ PNIPAAm-2.5 ให้ค่าอุณหภูมิ LCST เท่ากัน คือเท่ากับ 35 องศาเซลเซียส ซึ่งหมายความว่า การใช้ปริมาณสารก่อเรดิเคิลที่ความเข้มข้นเป็น 1 กรัม หรือ 2.5 กรัม ไม่มีผลต่อค่าอุณหภูมิ LCST นอกจากนี้ยังพบว่า เมื่อใช้โคพอลิเมอร์เป็น PEG4000, PEG6000 และ PVA พบว่า ไม่ได้ทำให้ค่าอุณหภูมิ LCST เปลี่ยนแปลงไป



รูปที่ 4.2 ผลของอุณหภูมิต่อเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงของสารละลายพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์เมื่อตัวทำละลายเป็นน้ำ

รูปที่ 4.3 แสดงถึงผลของอุณหภูมิต่อเปอร์เซ็นต์ของสารละลายพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์เมื่อตัวทำละลายเป็นสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้น 15 และ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจากการทดลองพบว่า เมื่อความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายมีค่าเพิ่มขึ้นจะทำให้จุดอุณหภูมิ LCST มีค่าต่ำลงหรืออุณหภูมิที่พอลิเมอร์สามารถละลายได้มีค่าต่ำลง โดยจากการทดลองพบว่า PNIPAAm พบว่า ในสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้นเป็น 0, 15 และ 30

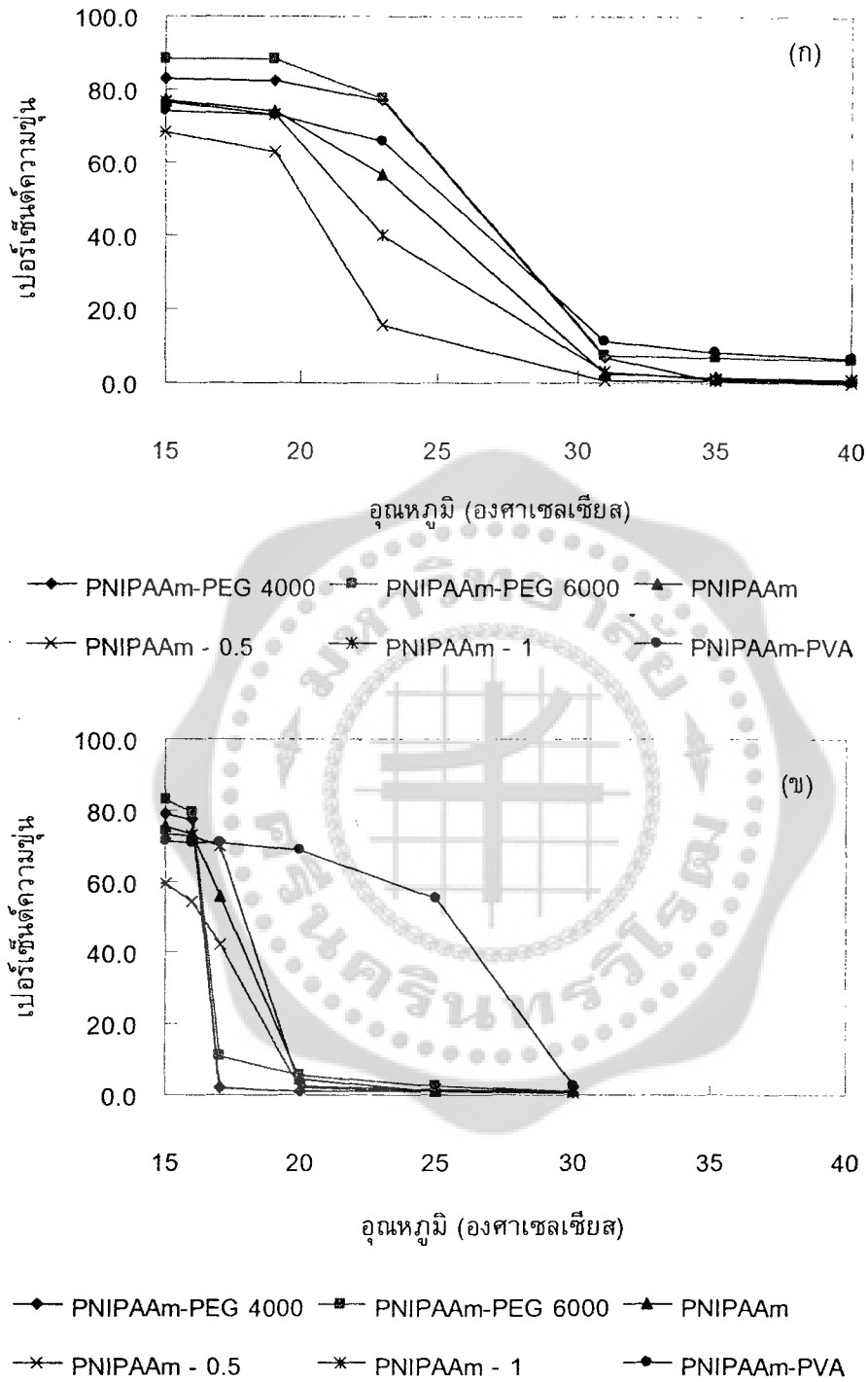
เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่า จุดอุณหภูมิ LCST มีค่าเท่ากับ 35, 32 และ 20 องศาเซลเซียส ตามลำดับ การที่จุดอุณหภูมิ LCST มีค่าลดลง เนื่องจาก โครงสร้างโมเลกุลของ PNIPAAm ประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชัน $-CO-NH-$ ซึ่งเป็นโครงสร้างที่มีความเป็นขั้ว ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ดังนั้น เมื่อใช้ตัวทำละลายที่เป็นน้ำจะเกิดการสร้างพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ $-CO-NH-$ กับหมู่ $-OH$ ของน้ำได้ง่าย นอกจากนี้โมเลกุลของน้ำมีขนาดเล็ก ในขณะที่โมเลกุลของเอทานอลก็สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนได้เช่นกัน แต่โมเลกุลของเอทานอลมีขนาดใหญ่กว่าน้ำ ทำให้ไม่สามารถเข้าไปสร้างพันธะไฮโดรเจนได้ ดังนั้นเมื่อความเข้มข้นของเอทานอลสูง จะทำให้ความสามารถในการละลายของ PNIPAAm ลดลง จึงเป็นสาเหตุให้จุดอุณหภูมิ LCST มีค่าลดลง

นอกจากนี้ยังพบว่า ในกรณีที่เป็พอลิเมอร์ของ PNIPAAm-PEG4000 และ PNIPAAm-PEG6000 พบว่า จุดอุณหภูมิ LCST มีค่าไม่แตกต่างกับ PNIPAAm แต่ในกรณีของ PNIPAAm-PVA พบว่า การเปลี่ยนแปลงของเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงมีช่วงการเปลี่ยนแปลงกว้างกว่าของ PNIPAAm และ PNIPAAm-PEG4000 ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงแคบกว่า ทั้งนี้เนื่องจาก PVA สามารถเกิดพันธะไฮโดรเจนกับน้ำได้ดีกว่า จึงทำให้ยังสามารถละลายน้ำได้ที่อุณหภูมิ LCST ได้สูงกว่า

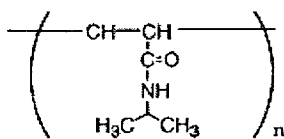
4.2 การบวมของเม็ดบีด

ในการศึกษาการบวมของเม็ดบีดที่เกิดจากการผสมพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้กับแอลกอฮอล์ ที่หยดลงในสารละลาย $CaCl_2$ พบว่า เม็ดบีดสามารถเตรียมได้ด้วยวิธีนี้ ดังแสดงในรูปที่ 4.5 เม็ดพอลิเมอร์ตามที่แสดงในรูปที่ 4.5 จากรูปที่ 4.5 พบว่า เม็ดบีดที่เตรียมได้มีรูปร่างค่อนข้างเป็นทรงกลม และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 4.17 มิลลิเมตร ซึ่งเม็ดบีดเมื่ออยู่ในน้ำที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส มีลักษณะเป็นทรงกลมใส (รูป 4.5 ก) และเมื่อนำเม็ดบีดไปลิเมอร์เมื่อแช่ในน้ำที่มีอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส พบว่า เม็ดบีดมีลักษณะสีขาวขุ่น (รูป 4.5 ข) ทั้งนี้เกิดจากการหดตัวของ PNIPAAm ภายในเม็ดบีด ทำให้น้ำที่อยู่ภายในเม็ดบีดถูกขับออกมา

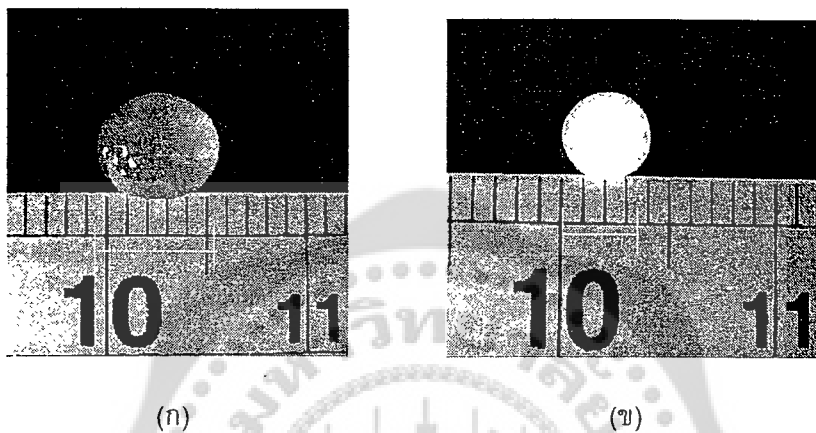
ในรูปที่ 4.6 แสดงเปอร์เซ็นต์การบวมของเม็ดบีดของพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ที่เตรียมเม็ดบีดที่อุณหภูมิ 20 และ 40 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.6 พบว่า ผลของอุณหภูมิในการเตรียมเม็ดบีดมีผลต่อเปอร์เซ็นต์การบวมทุกชนิดของพอลิเมอร์ จากการทดลองพบว่า การเตรียมเม็ดบีดที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ให้เปอร์เซ็นต์การบวมมากกว่าการเตรียมเม็ดบีดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ทั้งนี้เนื่องจาก ในการเตรียมเม็ดบีดที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส สายโซ่ของ PNIPAAm เป็นเส้นตรงและสามารถแทรกตัวไปได้ทุกส่วนกับแอลกอฮอล์ ในขณะที่ ในการเตรียมเม็ดบีดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส สายโซ่ของ PNIPAAm เป็นขดเป็นก้อนกลม ทำให้ไม่สามารถแทรกตัวไปได้ทุกส่วนกับแอลกอฮอล์ จึงส่งผลต่อการบวมของเม็ดบีดที่เตรียมขึ้น



รูปที่ 4.3 ผลของอุณหภูมิต่อเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงของสารละลายพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์เมื่อตัวทำละลายเป็นสารละลายเอทานอล (ก) 15 และ (ข) 30 เปอร์เซ็นต์โดย

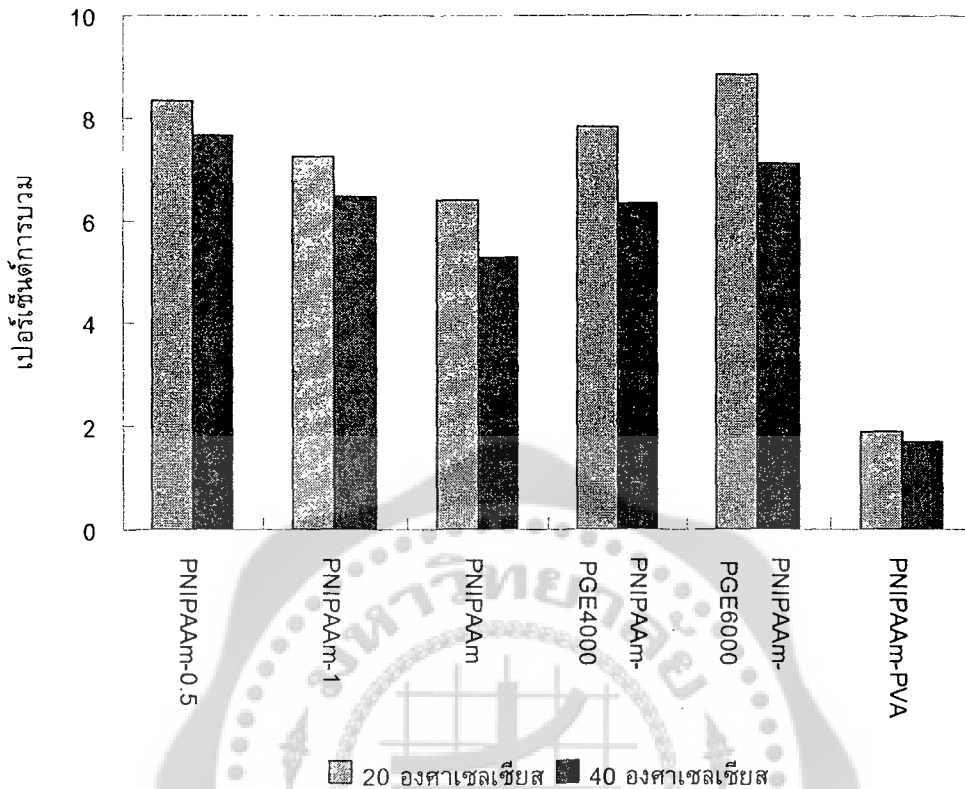


รูปที่ 4.4 โครงสร้างของ PNIPAAm (Makino et al., 2001)



รูปที่ 4.5 พอลิเมอร์ PNIPAAm/20 เมื่อแช่ในน้ำที่อุณหภูมิ (ก) 20 และ (ข) 40 องศาเซลเซียส

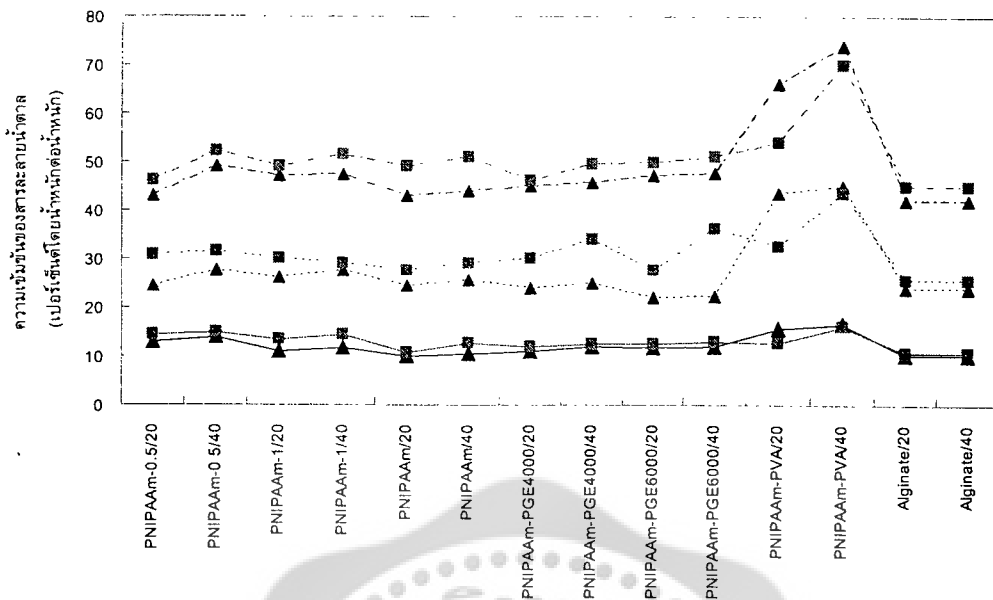
นอกจากนี้ยังพบว่า กรณีที่ใช้สารก่อเรดิคอล (CAN) ในปริมาณต่างกัน เปอร์เซ็นต์การบวมก็แตกต่างกัน ซึ่งจากการทดลองพบว่าเมื่อใช้ CAN ในปริมาณต่ำจะทำให้ได้ ค่าเปอร์เซ็นต์การบวมตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการใช้ CAN ที่ความเข้มข้นต่ำ ทำได้สายโซ่ของ PNIPAAm ที่มีโซ่โมเลกุลยาวขึ้น ทำให้ความสามารถในการหดตัวหรือบวมตัวสูงขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าในกรณีที่ใช้ PNIPAAm- PEG6000 พบว่าให้เปอร์เซ็นต์การบวมมากที่สุดซึ่งมีค่าเท่ากับ 9.15 เปอร์เซ็นต์ ในกรณีที่เตรียมเมดเบ็ดที่ 20 °C



รูปที่ 4.6 เปอร์เซนต์การบวมของเม็ดบีดของพอลิเมอร์ชนิดต่างๆ ที่อุณหภูมิในการเตรียมเป็น 20 และ 40 ionic strength

4.3 ผลการดูดน้ำในสารละลายน้ำตาล

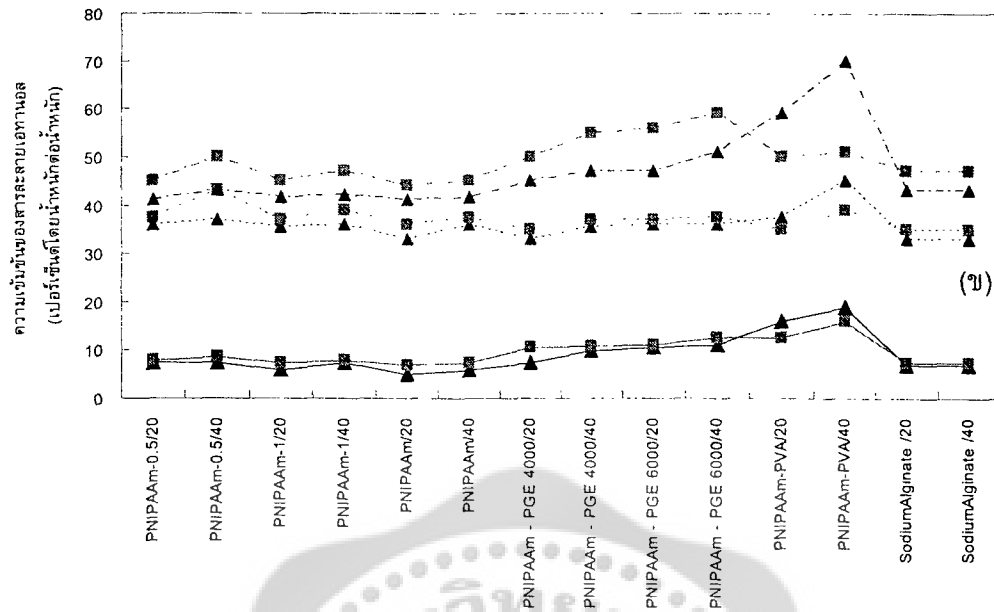
รูปที่ 4.7 แสดงผลของความเข้มข้นของสารละลายน้ำตาลที่ความเข้มข้นเริ่มต้นต่างๆ แล้ว วัดค่าดัชนีหักเหของสารละลาย ที่เมื่อแช่เม็ดบีดที่อุณหภูมิ 20 ionic strength เป็นเวลา 10 นาที แล้วแยกเม็ดบีดที่ได้ไปแช่ที่อุณหภูมิ 40 ionic strength เป็นเวลา 10 นาที เพื่อให้เม็ดบีดหดตัว ซึ่งจะขับสารละลายออกมา แล้ววัดค่าดัชนีหักเหของสารละลายที่ปล่อยออกมา ซึ่งจากรูป 4.7 พบว่า มีเพียง PNIPAAm-PVA เท่านั้นที่ความเข้มข้นของน้ำตาลในสารละลายมีค่าที่วัดเมื่อเม็ดบีดบวมตัวมีค่ามากกว่าเมื่อเม็ดบีดหดตัว ซึ่งแสดงให้เห็นว่า พอลิเมอร์ชนิดนี้สามารถดูดน้ำออกจากสารละลายน้ำตาลได้ ในขณะที่พอลิเมอร์สังเคราะห์ที่เตรียมได้ชนิดอื่น พบว่าความเข้มข้นของสารละลายน้ำตาล เมื่อเม็ดบีดหดตัวและบวมตัวมีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์เหล่านี้ไม่สามารถดูดน้ำได้ นอกจากนี้ยังพบว่า ความเข้มข้นของน้ำตาลที่ได้ส่วนใหญ่มีค่าใกล้เคียงกับค่าดัชนีหักเหเริ่มต้นของสารละลายน้ำตาล ยกเว้นในกรณีของ PNIPAAm-PVA เท่านั้น



รูปที่ 4.7 ผลของความเข้มข้นของสารละลายน้ำตาลเริ่มต้นที่ (ก) 20 (-), (ข) 50 (....) และ (ค) 80 (-.-) เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ในขณะที่เม็ดบีดหัดตัวที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส (■) และเม็ดบีดบวมตัวที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (▲)

4.4 ผลการดูดน้ำในสารละลายเอทานอล

รูปที่ 4.8 แสดงผลของความเข้มข้นของสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้นเริ่มต้นต่างๆ เมื่อแช่เม็ดบีดของพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นในสารละลายเอทานอลที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้ววัดค่าดัชนีหักเหของสารละลายหลังการดูดซับ จากนั้นนำเม็ดบีดที่ได้หลังการดูดซับ มาอบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที เพื่อให้เกิดการคายน้ำออกมา แล้ววัดค่าดัชนีหักเหของสารละลายที่ปล่อยออกมา ซึ่งจากรูป 4.8 พบว่าให้ผลเช่นเดียวกับสารละลายน้ำตาลคือมีเพียง PNIPAAm-PVA เท่านั้นที่ความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายที่วัดเมื่อเม็ดบีดที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสมีค่ามากกว่าที่วัดได้เมื่อเม็ดบีดที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังพบว่า ความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายที่มีค่าสูงๆ จะมีความเข้มข้นไม่ต่างกันมากนัก ทั้งนี้อาจเนื่องจากการเกิดการหดตัว เนื่องจากจุดอุณหภูมิ LSCT ของพอลิเมอร์มีค่าลดลงเมื่อความเข้มข้นของเอทานอลมีค่าเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.8 ผลของความเข้มข้นของสารละลายเอทานอลเริ่มต้นที่ (ก) 20 (-),(ข) 50 (....)และ (ค) 80 (-.-) เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ในขณะที่เมดปีดหัตถ์ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส (■) และเมดปีดบวมตัวที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส (▲)

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการวิจัยพบว่า PNIPAAm ที่สังเคราะห์ได้เป็นพอลิเมอร์ชนิดไวต่ออุณหภูมิ โดยมีจุดอุณหภูมิ LSCT เท่ากับ 40 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังพบว่า การใช้สารก่อเรติคูลที่ความเข้มข้นต่ำจะทำให้พอลิเมอร์มีสมบัติการพองตัวที่ดี เมื่อนำไปสังเคราะห์เม็ดบีด นอกจากนี้ยังพบว่า เม็ดบีดพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์จาก PNIPAAm, PNIPAAm-PEG และ PNIPAAm-PVA มีเพียง PNIPAAm-PVA เท่านั้นที่แสดงความสามารถในการดูดน้ำได้ทั้งในสารละลายน้ำตาลและสารละลายเอทานอล

5.2 ข้อเสนอแนะ

ควรศึกษาการเตรียมโคพอลิเมอร์ระหว่าง PNIPAAm – PVA เนื่องจากเป็นโคพอลิเมอร์เพียงชนิดเดียวที่แสดงคุณสมบัติการดูดน้ำ

เอกสารอ้างอิง

1. Byeongmoon Jeong, Sung Wan Kim, You Han Bae (2002) Thermosensitive sol-gel reversible hydrogels, *Advanced Drug Delivery Reviews* 54, 37–51
2. D. Neradovic, O. Soga, C.F. Van Nostrum, W.E. Hennink, (2004) The effect of the processing and formulation parameters on the size of nanoparticles based on blockcopolymers of poly(ethylene glycol) and poly(N-isopropylacrylamide) with and without hydrolytically sensitive groups, *Biomaterials* 25, 2409–2418
3. K. Makino, Y. Fujita, K. Takao, S. Kobayashi, H. Ohshima (2001) Preparation and properties of thermosensitive hydrogel microcapsules, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 21, 259–263
4. Xian-Zheng Zhang, Ren-Xi Zhuo (2002) Synthesis and properties of thermosensitive (poly *N*-isopropylacrylamide-co-methyl methacrylate) hydrogel with rapid response, *Materials Letters* 52, 5–9
5. Robert Pelton (2000) Temperature-sensitive aqueous microgels, *Advances in Colloid and Interface Science*, 85, 1-33
6. Xian-Zheng Zhang, Da-Qing Wu, Chih-Chang Chu (2004) Synthesis, characterization and controlled drug release of thermosensitive IPN-PNIPAAm hydrogels, *Biomaterials* 25, 3793–3805

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ – สกุล (ภาษาไทย) นาย สิทธินันท์ ท่อแก้ว

(ภาษาอังกฤษ) Mr Sittinun Tawkaew

รหัสประจำตัวนักวิจัยแห่งชาติ (ถ้ามี)

ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ระดับ 8

หน่วยงานที่อยู่ติดต่อได้สะดวกพร้อมโทรศัพท์ โทรสาร และ E-mail

ผศ. ดร. สิทธินันท์ ท่อแก้ว ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทร
วิโรฒ ถนน รังสิต-นครนายก อำเภอ องครักษ์ จังหวัด นครนายก 26120 โทรศัพท์ 037-322-
608 โทรสาร 037-322-608 e-mail: sittinun@swu.ac.th

ประวัติการศึกษา

ปริญญาตรี สาขาวิชา วท.บ. (เคมี) สถาบัน มหาวิทยาลัยขอนแก่น

ปี ที่สำเร็จ 2535

ปริญญาโท สาขาวิชา วศ.ม. (วิศวกรรมเคมี) สถาบัน จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปี ที่สำเร็จ 2539

หัวข้อวิทยานิพนธ์ที่ทำ A High Alumina Ceramic Filter for Bioseparation

ปริญญาเอก สาขาวิชา PhD (Applied Chemistry) Tohoku University, Sendai Japan

ปี ที่สำเร็จ 2545

หัวข้อวิทยานิพนธ์ที่ทำ Preparation of Semiconductor/Layered Compound

Nanocomposites and Their Photocatalytic Activity for Water Pollution Control

8

สาขาวิชาที่มีความชำนาญพิเศษ

Photocatalytic Reaction, Hydrothermal Synthesis, Kinetic Modeling, Ceramic membrane,
Solid-Liquid Separation, Ethanol Fermentation

ผลงานการตีพิมพ์บทความวิจัยในวารสารต่างประเทศ

1. Tawkaew S., Sooknoi T., Jaroenworuluck A., Panyathanmaporn T., Supothina S.
**A Textile Waste Water Treatment System Using Photocatalytic Reactor and
Catalyst Recycle Unit**, Eco-Materials Processing and Design VIII, ISEPD-8,

Proceeding of The international symposium on eco-materials processing and design 2007 (ISEPD 2007), 10-13 Jan 2007, Kitakyushu, JAPAN, 5-8

2. Jitlada Thackthay, Sitthisuntorn Supothina, Sittinun Tawkaew, **Preparation of titanium dioxide-silicon oxide photocatalyst by dispersion of TiO_2 powder in silica gel**, Journal of Microscopy society of THAILAND, 21, 331-332
3. Anon Chuachuensuk, Sitthisuntorn Supothina, Sittinun Tawkaew, **Morphological Change and Photoactivity of $\text{H}_2\text{Ti}_4\text{O}_9$ Layer Compound under Hydrothermal Treatment**, Journal of Microscopy society of THAILAND, 21, 266-270
4. Thackthay J., Supothina S., Tawkaew S. **Preparation and Characterization of Immobilized Titanium Dioxide on Glass Powder**, Journal of Solid mechanics and Material Engineering, accepted paper April 2007

ผลงานการตีพิมพ์บทความวิจัยในวารสารในประเทศ

1. สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว, การเตรียมซีโอไลต์และโซดาไลต์จากดินขาว, วารสารพระจอมเกล้าลาดกระบัง ปีที่ 1 ฉบับที่ 3 เดือน ธันวาคม พ.ศ. 2547, 56-60
2. ดวงมณี เรืองสุข, วิวิริยะ มะเดชะ, สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว, การตกตะกอนอนุภาคอะลูมินาในชุดตกตะกอน, วารสารวิชาการวิศวกรรม พลังงานและสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ฉบับที่ 1 พฤษภาคม 2548 ถึง ตุลาคม พ.ศ. 2548, 73-78
3. สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว, อภิวัฒน์ พิทักษ์วงศ์, ศักดิ์ศิริ วงษ์ตั้ง, การเตรียมซีโอไลต์เอนตัวรองรับดินขาว, วารสารวิชาการวิศวกรรม พลังงานและสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ฉบับที่ 2 พฤศจิกายน 2548 ถึง เมษายน พ.ศ. 2549, 52-58
4. ชัญชัย อนันตปัญญสุทธิ, กานติส สุดสาคร, เพ็ญจิตร ศรีนพคุณ และ สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว, การสลายสีย้อมชิบาร์ครอนเรดในเครื่องปฏิกรณ์แบบใช้แสงที่มีไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา, วิศวกรรมสาร มก. ฉบับที่ 56, 19 สิงหาคม – พฤศจิกายน 2548 หน้า 54-63
5. สมิตรา นาคเครือ, สินศุภา จุ้ยจุลเจิม, สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว, การเตรียมตัวกรองเซรามิกจากดินดำและดินขาว, วารสารวิศวกรรมและเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยรังสิต (RSU JET) ฉบับที่ 3 ปีที่ 9/2549
6. ปิยพงษ์ พรหมสาลี, มนัสชัย เพชรเมือง, จรัญ จัตรมานพ, สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว, การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่มีแกนกลางเป็นแม่เหล็ก, วิศวกรรมสาร มก. ฉบับที่ 61, เมษายน – กรกฎาคม 2550
7. ผ่องศรี ศิวราชักดิ์, สิทธิพันธ์ ท่อแก้ว, การศึกษาการหมักแบบต่อเนื่องสำหรับการผลิตเอทานอลจากกากน้ำตาล, วารสารวิจัยและฝึกอบรม มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล ฉบับที่ 1, 10(1), 1-12