

4. ผลการทดลองและอภิปราย

4.1 การสังเคราะห์โคพอลิเมอร์ : poly(GMA-co-MMA)

ใช้เทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอย: 85°C, 8 ชั่วโมง และศึกษาอิทธิพลของตัวแปรที่มีผลต่อขนาด ความเป็นรูพรุน และพื้นที่ผิวของเม็ดโคพอลิเมอร์ ตัวแปรที่ศึกษาได้แก่

- อัตราส่วนระหว่างคู่มอนอเมอร์ (GMA : methyl methacrylate, MMA)
- ชนิด และปริมาณสารเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุล (divinyl benzene, DVB)
- ปริมาณสารสร้างรูพรุน (1-dodecanol, cyclohexanol, MEK)
- อัตราเร็วในการปั่นกวนระบบพอลิเมอไรเซชันแบบอิมัลชัน

ร้อยละผลิตภัณฑ์ของเม็ดโคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้แสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบของสารเคมีที่ใช้เตรียม poly(GMA-co-methyl methacrylate) และ %yield

Reaction	GMA (% mol)	MMA (% mol)	DVB (% mol)	Porogen		Speed (rpm)	Yield (%)
				type	% v/v		
1	38	37	25	-	-	170	78
2	38	37	25	-	-	200	83
3	38	37	25	-	-	240	81
4	38	37	25	-	-	270	81
5	38	37	25	-	-	300	79
6	25	25	50	-	-	200	76
7	13	12	75	-	-	200	76
8	38	37	25	1-dodecanol	100	200	82
9	38	37	25	1-dodecanol	50	200	82
10	38	37	25	1-dodecanol	30	200	79
11	38	37	25	1-dodecanol	15	200	78
12	38	37	25	cyclohexanol	100	200	79
13	38	37	25	cyclohexanol	50	200	79
14	38	37	25	cyclohexanol	30	200	78
15	38	37	25	cyclohexanol	15	200	79
16	38	37	25	1-dodecanol	100	240	81
17	38	37	25	1-dodecanol	100	270	81
18	38	37	25	1-dodecanol	100	300	80
19	38	37	25	1-dodecanol	120	200	81
20	38	37	25	1-dodecanol	150	200	82
21	25	25	50	1-dodecanol	100	200	81

Reaction	GMA (% mol)	MMA (% mol)	DVB (% mol)	Porogen		Speed (rpm)	Yield (%)
				type	% v/v		
22	13	12	75	1-dodecanol	100	200	80
23	25	25	50	1-dodecanol	150	300	78
24	13	12	75	1-dodecanol	150	300	79
25	38	37	25	1-dodecanol	170	300	78
26	38	37	25	cyclohexanol	150	300	80
27	38	37	25	MEK	150	300	74
28	38	37	25	MEK	100	200	72
29	38	37	25	MEK	50	200	76
30	38	37	25	MEK	30	200	76
31	38	37	25	MEK	15	200	74
32	100	-	-	-	-	300	77
33	-	100	-	-	-	300	78

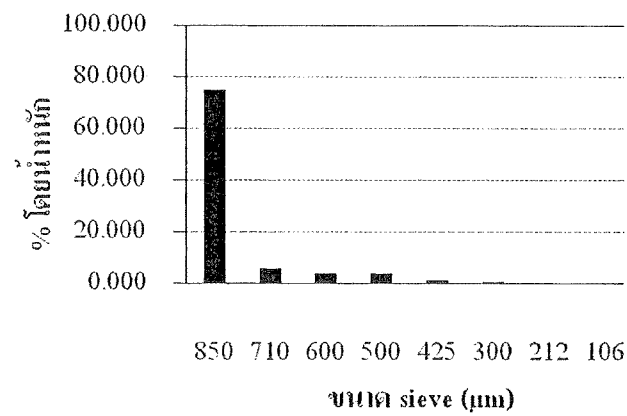
4.2 การวิเคราะห์สมบัติของโคพอลิเมอร์

4.2.1) อิทธิพลของความเร็วในการปั่นกวระบบพอลิเมอร์ไอเซนซ์ที่มีต่อขนาดของเม็ดโคพอลิเมอร์

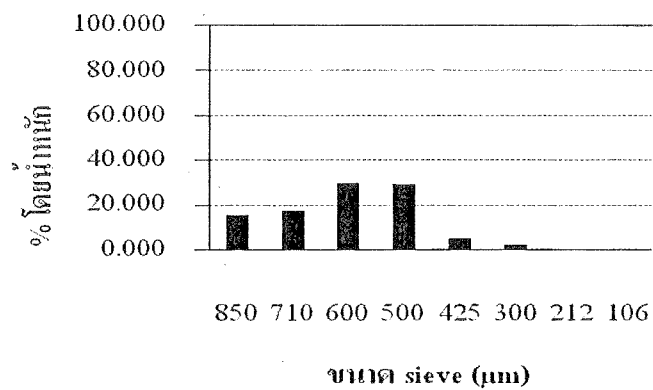
พบว่าความเร็วรอบในการปั่นกวมีผลต่อขนาดและการกระจายขนาดของเม็ดโคพอลิเมอร์ ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4.2 และรูปที่ 4.1 ในระบบพอลิเมอร์ไอเซนซ์แบบแขวนลอยขนาดของเม็ดพอลิเมอร์จะใกล้เคียงกับขนาดของหยดมอนอเมอร์ที่แขวนลอยในตัวกลางของระบบ ดังนั้นเมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการปั่นกวระบบพอลิเมอร์ไอเซนซ์ทำให้หยดมอนอเมอร์มีขนาดเล็กลง เม็ดพอลิเมอร์ที่ได้จึงมีขนาดเล็กลงด้วย

ตารางที่ 4.2 ขนาดและการกระจายขนาดเม็ดโคพอลิเมอร์ที่เตรียมจากความเร็วในการปั่นกวต่าง ๆ

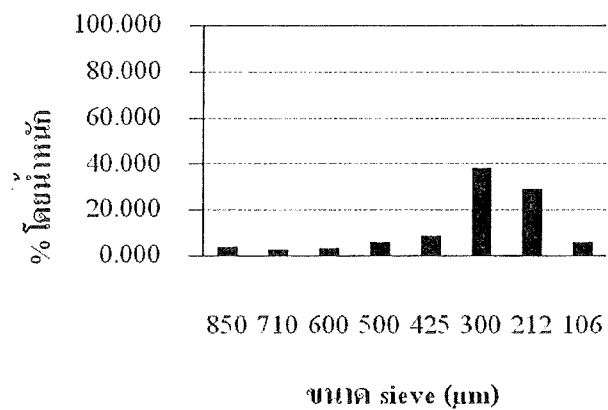
ขนาดของ sieve (μm)	% โดยน้ำหนักที่ความเร็วรอบต่าง ๆ		
	170 rpm	200 rpm	240 rpm
850	82.32	15.41	3.88
710	6.50	17.65	3.14
600	4.55	29.90	3.45
500	4.42	29.59	6.32
425	1.19	5.17	9.07
300	0.89	2.17	38.62
212	0.13	0.11	29.55
106	0.00	0.00	5.97



ก)



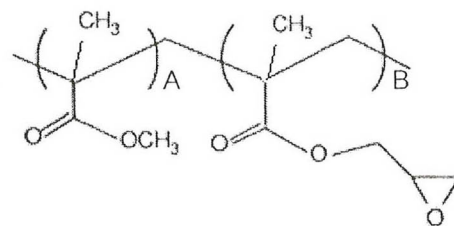
ข)



ค)

รูปที่ 4.1 อิทธิพลของความเร็วยรอบในการปั่นกวนระบบพอลิเมอร์ไรเซชันที่มีต่อการกระจายตัวของขนาดของเม็ดโคพอลิเมอร์ ก) 170 rpm ข) 200 rpm ค) 240 rpm

4.2.2) โครงสร้างเคมีของโคพอลิเมอร์

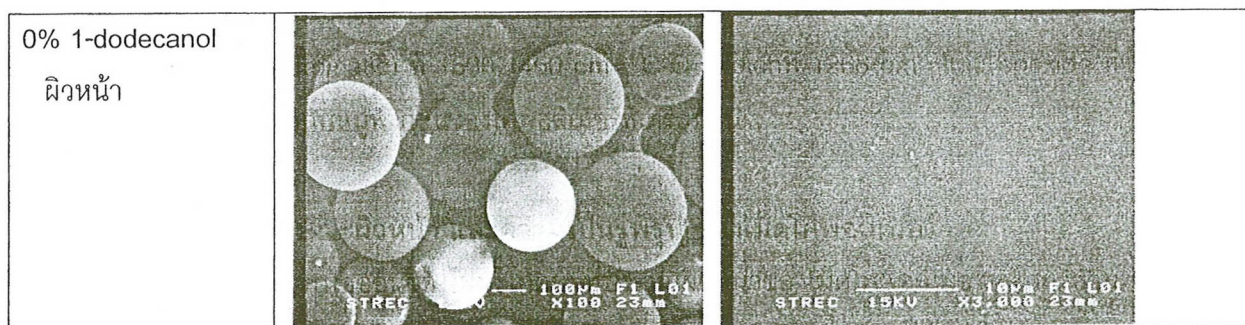


รูปที่ 4.2 FT-IR spectrum ของ poly(GMA-co-MMA) ที่สังเคราะห์ได้

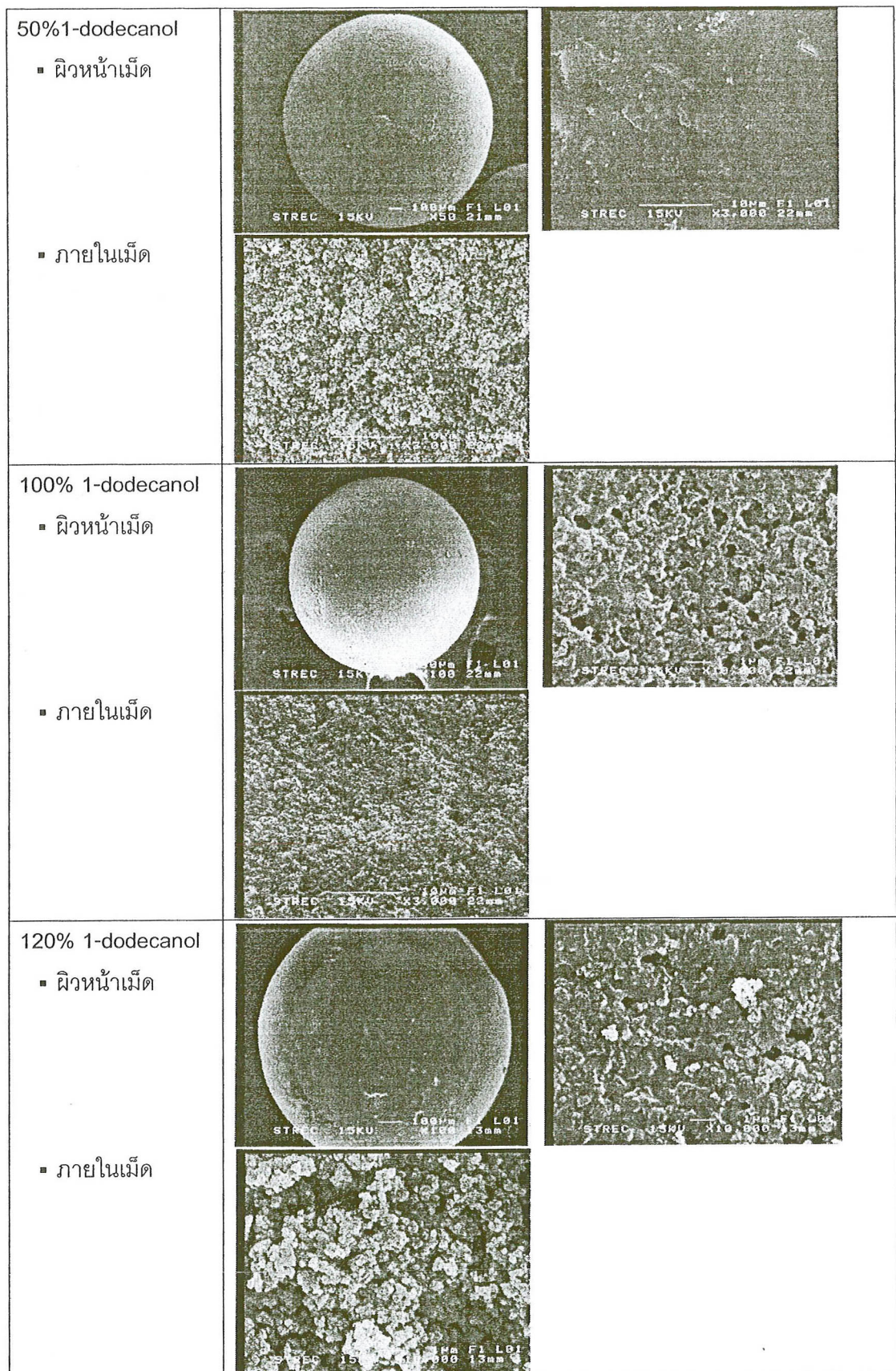
ผลจาก FT-IR spectrum ของเม็ดโคพอลิเมอร์ (รูปที่ 4.2) พบพีก -OH ที่ 3447 cm^{-1} , C=O ที่ 1732 cm^{-1} , C=C (aromatic) ที่ $1600\text{-}1450\text{ cm}^{-1}$, C-O stretch ที่ 1268 cm^{-1} และ epoxide ที่ 900 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับหมู่ฟังก์ชันของโคพอลิเมอร์ที่เตรียมขึ้น

4.2.3) การวิเคราะห์ลักษณะผิวหน้า และความเป็นรูพรุน ของเม็ดโคพอลิเมอร์

เนื่องจากการดูดซับไอออนของโลหะเกิดขึ้นที่บริเวณผิวหน้าของเม็ดโคพอลิเมอร์ จึงพยายามเพิ่มพื้นที่ผิวของเม็ดโคพอลิเมอร์โดยใช้สารสร้างรูพรุนต่างชนิดในปริมาณต่างกัน ได้แก่ โดเดคานอล, ไซโคลเฮกซานอล และเมทิล เอทิล คีโตน จากนั้นนำเม็ดโคพอลิเมอร์ไปวิเคราะห์ลักษณะผิวหน้าด้วย SEM ได้ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.3-4.4 พบว่าการใช้ 120 %v/v โดเดคานอลสเปแทนเป็นสารสร้างรูพรุนทำให้เม็ดโคพอลิเมอร์มีรูพรุนมากที่สุด



รูปที่ 4.3 ภาพถ่าย SEM ของ poly(GMA-co-MMA) : GMA 38 %, MMA 37 %, DVB 25 %

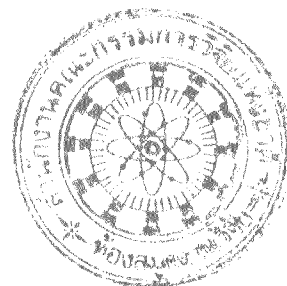
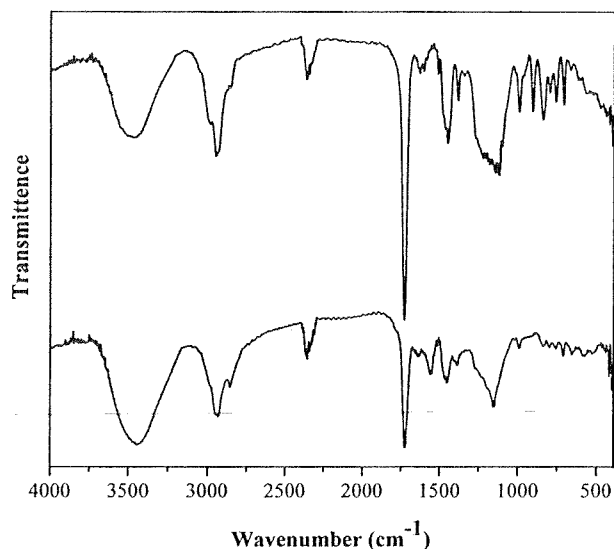
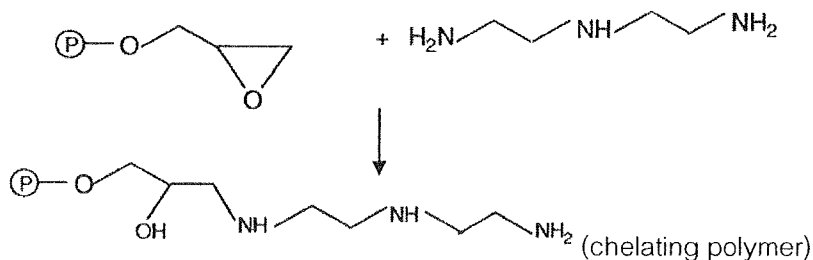


รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย SEM ของเม็ดโคพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์โดยใช้ 1-dodecanol เป็นสารสร้างรูพรุน

4.2.4) การดัดแปลงโครงสร้างเคมีของหมู่ epoxy ในโคพอลิเมอร์

เพื่อให้ได้คีเลตติงพอลิเมอร์โดยเกิดปฏิกิริยาดังนี้

เขียนแทนด้วยสายโซ่โมเลกุลของ GMA โคพอลิเมอร์เมื่อนำไปทำปฏิกิริยากับไดเอซิลีนไตรเอมีน

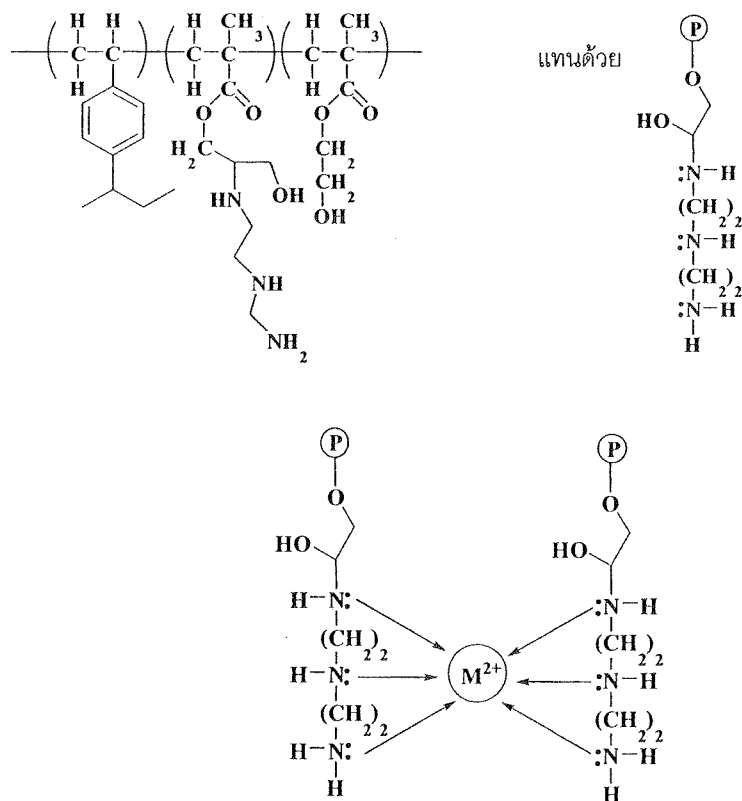


รูปที่ 4.5 FT-IR สเปกตรัมของ (ก) เม็ดพอลิเมอร์ (ข) คีเลตติงเรซิน

ก่อนการดัดแปลงโครงสร้างเคมีของเม็ดโคพอลิเมอร์ พบพีก -OH ที่ 3447 cm^{-1} , C=O ที่ 1732 cm^{-1} , C=C (aromatic) ที่ $1600\text{-}1450 \text{ cm}^{-1}$, C-O stretch ที่ 1268 cm^{-1} และ epoxide ที่ 900 cm^{-1} เมื่อนำเม็ดพอลิเมอร์มาดัดแปลงโครงสร้างเคมีให้เป็นคีเลตติงเรซินด้วยไดเอซิลีนไตรเอมีน โดยหมู่เอมีนเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่อีพอกซีของไกลซิดิล เมทาไครเลต และนำมาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FT-IR ได้ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าหลังการดัดแปลงโครงสร้างหมู่อีพอกซีที่ 909 และ 843 cm^{-1} หายไปและมีหมู่ N-H และ C-N เกิดขึ้นที่ 1563 และ 1152 cm^{-1} ตามลำดับ

4.2.5) วิเคราะห์ประสิทธิภาพการดูดซับโลหะหนัก

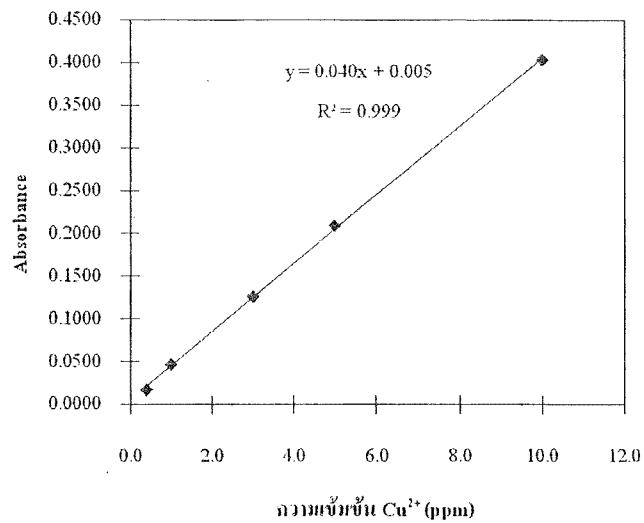
นำเม็ดโคพอลิเมอร์ที่ผ่านการดัดแปลงโครงสร้างให้เป็น chelating polymer ไปศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับ Cu^{2+} ไอออน โดยกลไกของการดูดซับเกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6-กลไกการดูดซับไอออนโลหะหนักของเม็ด chelating โคพอลิเมอร์

1) การสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve)

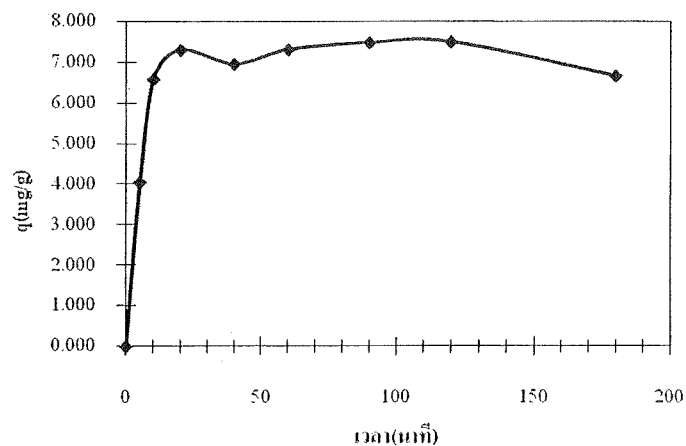
เตรียมสารละลายมาตรฐาน $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ ความเข้มข้น 0.4, 1, 3, 5 และ 10 ppm นำสารละลายไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FAAS โดยใช้ 0.3 %v/v HNO_3 เป็นสารละลาย blank บันทึกค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารละลาย ได้ผลดังรูปที่ 4.7



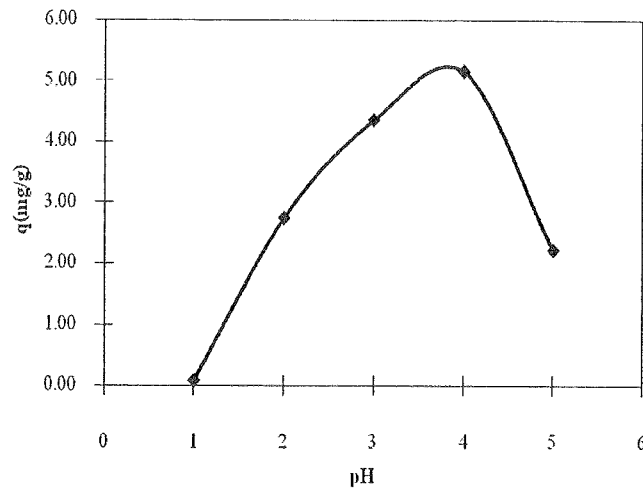
รูปที่ 4.7 กราฟมาตรฐานของสารละลาย Cu^{2+} ไอออน

2) สภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับ Cu^{2+}

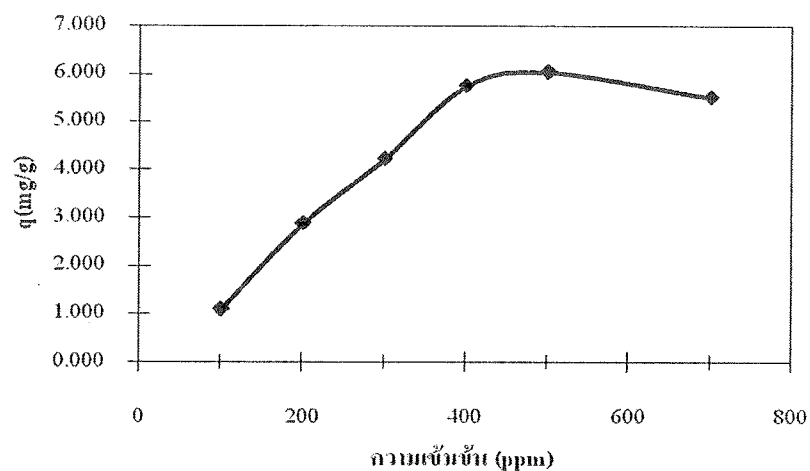
การหาสภาวะที่เหมาะสมในการดูดซับ Cu^{2+} เพื่อศึกษาอิทธิพลของเวลา, pH และความเข้มข้น ดังแสดงในรูปที่ 4.8-4.10 ได้สภาวะที่เหมาะสมคือ เวลา 60 นาที, pH 4 และความเข้มข้นของสารละลาย Cu^{2+} 500 ppm



รูปที่ 4.8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลา กับประสิทธิภาพการดูดซับ Cu^{2+}



รูปที่ 4.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง pH ของสารละลายและประสิทธิภาพการดูดซับ Cu^{2+}



รูปที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายและประสิทธิภาพการดูดซับ Cu^{2+}

3) อิทธิพลของสารสร้างรูพรุนที่มีต่อประสิทธิภาพการดูดซับ

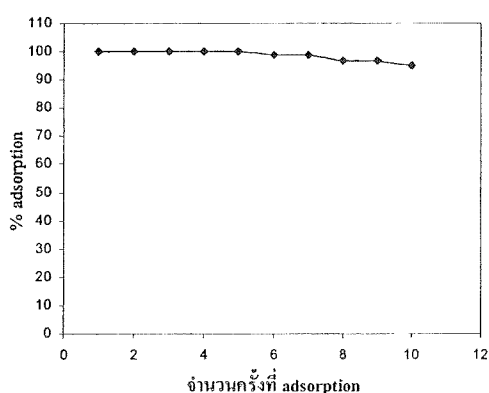
เมื่อได้สภาวะที่เหมาะสมซึ่งทำให้ประสิทธิภาพการดูดซับ Cu^{2+} ไอออนของเมดโคพอลิเมอร์สูงสุด นำสภาวะที่ได้มาศึกษาอิทธิพลของสารสร้างรูพรุนที่มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับ Cu^{2+} ไอออน ของเมดโคพอลิเมอร์ ดังในตารางที่ 4.3 พบว่าเมดโคพอลิเมอร์ที่ใช้ 50 %v/v เฮปแทน เป็นสารสร้างรูพรุนมี ประสิทธิภาพการดูดซับ Cu^{2+} ไอออนสูงสุดเท่ากับ 21.11 mg/g

ตารางที่ 4.3 อิทธิพลของสารสร้างรูพรุนที่มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับ Cu^{2+} ของเม็ดโคพอลิเมอร์

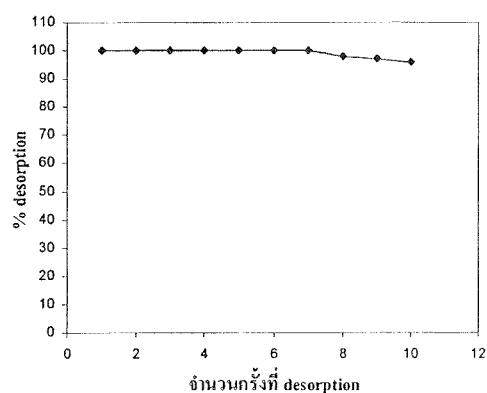
ปริมาณสารสร้างรูพรุน (%v/v)	adsorption (mg/g)	
	ก่อนดัดแปลงโครงสร้าง	หลังดัดแปลงโครงสร้าง
0%	0.89	12.50
25 % dodecanol	1.00	14.11
50 % dodecanol	2.67	19.06
25 % toluene	0.94	12.61
50 % toluene	1.06	15.78
25 % heptane	1.11	16.06
50 % heptane	2.78	21.11

4) การนำเม็ดโคพอลิเมอร์กลับมาใช้ซ้ำ

ศึกษาการนำเม็ด chelating poly(GMA-co-MMA) กลับมาใช้ซ้ำ โดยนำโคพอลิเมอร์ที่ผ่านการดูดซับ Cu^{2+} ไอออนมาขจัดไอออนออกด้วยสารละลายกรดไนตริก วิเคราะห์ปริมาณ(%) ไอออนที่ถูกขจัดออก และนำกลับไปใช้ดูดซับ-ขจัดไอออน ทำซ้ำรวมทั้งหมด 10 ครั้ง ได้ผลแสดงดังรูปที่ 4.11 พบว่าสามารถนำโคพอลิเมอร์มาใช้งานซ้ำหลายครั้งโดยประสิทธิภาพการดูดซับ และการขจัดออกของ Cu(II) ไอออนเปลี่ยนแปลงน้อยมาก



น) %adsorption capacity



ข) % desorption capacity

รูปที่ 4.11 ประสิทธิภาพการดูดซับ-ขจัด Cu(II) ไอออนของ chelating poly(GMA-co-MMA)