3. วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

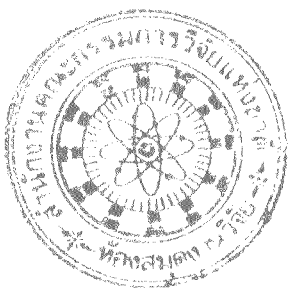
3.1.1 เครื่องมือ

1. Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR); FT-IR PERKIN ELMER system 2000
2. Scanning Electron Microscope (SEM); LEO 1450 VP
3. Flame Atomic Absorption Spectroscope (FAAS); 3300 PERKIN ELMER

3.1.2 อุปกรณ์

1. ชุดอุปกรณ์สำหรับพอลิเมอไรเซชัน (reactor) ขนาด 500 mL ประกอบด้วย เครื่องกวน (mechanic stirrer) คอนเดนเซอร์ เทอร์โมมิเตอร์ และใบพัดเหล็ก 4 แฉก
2. ตะแกรงสำหรับแยกขนาดเม็ดโคพอลิเมอร์(test sieve) mesh number 20, 25, 30, 35, 40, 50, 70 และ 140

3.1.3 สารเคมี



1. ไกลซิดิล เมทาไครเลท (glycidyl methacrylate, GMA), Merck
2. เมทิล เมทาไครเลท (methyl methacrylate, MMA), Merck
3. ไดไวนิล เบนซีน (divinyl benzene, DVB), Merck
4. เบนโซอิล เปอร์ออกไซด์ (benzoyl peroxide, BPO), Merck
5. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol), Ajax Finechem
6. โซเดียมคลอไรด์ (sodium chloride), J.T. Baker
7. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH), RANKEM
8. 1-โดเดคานอล (1-dodecanol), Merck
9. เฮปเทน (heptane), Fisher Scientific
10. เมทิล เอทิล คีโทน (methyl ethyl ketone, MEK), Merck
11. ไดเอธิลลีนไตรเอมีน (diethylene triamine), Merck
12. คอปเปอร์ไนเตรท (copper nitrate), Ajax Finechem

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย
วันที่ 20 มิ.ย. 2555
เลขทะเบียน 244046
เลขเรียกหนังสือ

3.2 การทดลอง

3.2.1 การสังเคราะห์ poly(GMA-*co*-MMA)

1) เตรียมเม็ดโคพอลิเมอร์โดยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอย

ในงานวิจัยได้สังเคราะห์เม็ดโคพอลิเมอร์ และศึกษาปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อลักษณะทางกายภาพและทางเคมีของโคพอลิเมอร์ ได้แก่ ความหนาแน่นของการเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุล, อัตราส่วนระหว่างคู่มอนอเมอร์, ชนิดและปริมาณสารสร้างรูพรุน (porogen) และความเร็วรอบในการปั่นกวนระหว่างพอลิเมอไรเซชัน โดยขั้นตอนการสังเคราะห์มีดังนี้

- ตั้งชุดอุปกรณ์พอลิเมอไรเซชัน ที่ประกอบด้วยอ่างน้ำร้อน, ภาชนะสำหรับเกิดปฏิกิริยา, ใบพัดกวน, ท่อนำแก๊สไนโตรเจน และคอนเดนเซอร์ จากนั้นเติมสารละลายชั้นน้ำ (aqueous phase) ซึ่งมีส่วนผสมดังตารางที่ 3.1 และปรับความเร็วรอบของใบพัดดังตารางที่ 3.2
- เตรียมสารละลายชั้นสารอินทรีย์ (organic phase) ในกรวยแยกประกอบด้วย glycidyl methacrylate (GMA), methyl methacrylate (MMA), divinyl benzene (DVB) และ benzoyl peroxide (BPO) ดังปริมาณที่ระบุในตารางที่ 3.1 และ 3.2
- ควบคุมอุณหภูมิของปฏิกิริยาที่ 85 °C ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปเป็นเวลา 7 ชั่วโมง
- กรองเม็ดพอลิเมอร์ ล้างด้วยน้ำและเมทานอล ตามลำดับ อบที่อุณหภูมิ 55 °C
- ชั่งน้ำหนักและคำนวณหา % yield

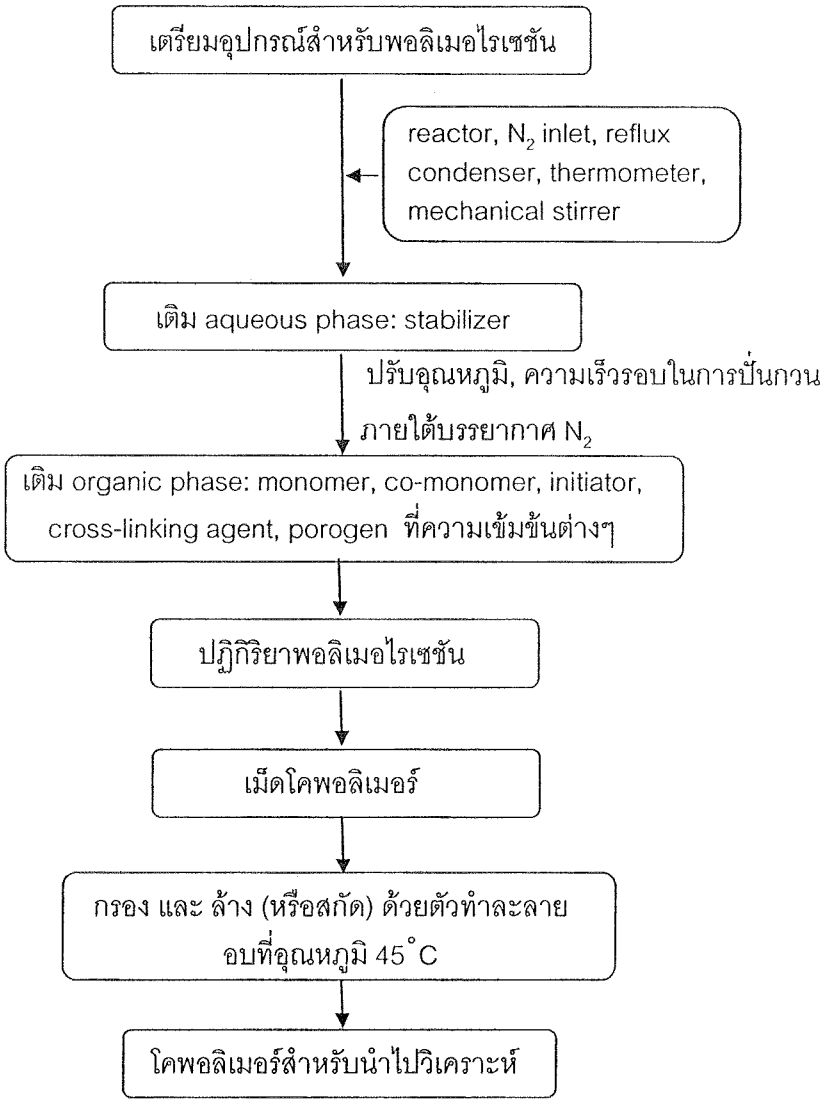
2) ศึกษาอิทธิพลของตัวแปรต่าง ๆ ที่มีผลต่อขนาด การกระจายของขนาด ความเป็นรูพรุน และพื้นที่ผิวของเม็ดโคพอลิเมอร์ ได้แก่

- อัตราส่วนระหว่าง glycidyl methacrylate และ co-monomer ที่ใช้ในปฏิกิริยา
- ปริมาณสารเชื่อมโยงระหว่างโมเลกุล
- ปริมาณ และชนิดของสารสร้างรูพรุน
- อัตราเร็วในการปั่นกวน

3) ดัดแปลงโครงสร้างเคมีของหมู่ epoxy ในโคพอลิเมอร์เพื่อให้ได้คีเลตติงพอลิเมอร์ (chelating polymer) ที่สามารถเกิดแรงยึดเหนี่ยว (interaction) กับไอออนของโลหะหนัก

3.2.2 วิเคราะห์สมบัติของโคพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ โดยวิธีการต่าง ๆ ดังนี้

- วิเคราะห์ขนาด การกระจายของขนาดของเม็ดโคพอลิเมอร์
- วิเคราะห์ลักษณะผิวหน้า ความเป็นรูพรุน และพื้นที่ผิวของเม็ดโคพอลิเมอร์
- วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี: FT-IR spectroscopy



แผนภาพที่ 3.1 การสังเคราะห์เม็ดโคพอลิเมอร์ โดยเทคนิคพอลิเมอไรเซชันแบบแขวนลอย

3.2.3 วิเคราะห์การดูดซับ (adsorption) โลหะหนักของเม็ดโคพอลิเมอร์

โดย Atomic absorption spectrophotometer และ UV-vis spectroscopy

1) ประสิทธิภาพของการดูดซับ

- อัตราการดูดซับ (adsorption rate)
- ปริมาณการดูดซับ (adsorption capacity)
- การเลือกจับโลหะเฉพาะชนิด (selectivity of adsorption)

2) วิเคราะห์ประสิทธิภาพการขจัด (desorption) โลหะหนักจากเม็ดโคพอลิเมอร์ และประสิทธิภาพการนำเม็ดโคพอลิเมอร์กลับมาใช้ซ้ำ