

การสังเคราะห์พอลิไดอะเซตทิลีนด้วยเทคนิคไมโครเวฟ เพื่อประยุกต์ใช้ในการตรวจวัดสารลดแรงตึงผิวในสิ่งแวดล้อม

SYNTHESIS OF POLYDIACETYLENE BY MICROWAVE-ASSISTED FOR SURFACTANT DETECTION APPLICATION IN THE ENVIRONMENT

ชนิตา ขันนทอง* และธนัฐพร ศรีนพคุณ

Chanita Khanantong* and Thanutpon Srinopkun

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์สารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนด้วยเทคนิคไมโครเวฟ เพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้ในการตรวจวัดสารลดแรงตึงผิวที่ปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อม โดยการศึกษาทำการเตรียมสารพอลิไดอะเซตทิลีนในระบบตัวทำละลายผสมร่วมกับเทคนิคไมโครเวฟ ภายใต้สภาวะที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ขนาดกำลังไฟ 1000 วัตต์ เป็นเวลา 5, 15, 30 และ 60 นาที จากผลการศึกษา พบว่า สามารถเตรียมสารละลายที่มีความเข้มข้นสูง มีลักษณะรูปร่างสีน้ำตาลที่ชัดเจน และที่สำคัญคือใช้เวลาในการสังเคราะห์ได้อย่างรวดเร็วเพียง 5 นาที พอลิไดอะเซตทิลีนที่ได้ ยังคงมีลักษณะโครงสร้างผลึกและอันตรกิริยาภายในโมเลกุลมีความสอดคล้องกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีการกำจัดตัวทำละลายแบบปกติ การสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟนี้เป็นการลดขั้นตอนในการสังเคราะห์ ที่ยุ่งยากซับซ้อนและเพิ่มความปลอดภัยจากการที่ไม่ต้องอาศัยขั้นตอนการระเหยของสารเคมีในระหว่าง กระบวนการสังเคราะห์ได้อีกด้วย นอกจากนี้ยังได้ศึกษาพฤติกรรมการเปลี่ยนสีต่อสารลดแรงตึงผิวชนิด ที่มีประจุบวก (CTAB) พบว่า เมื่อเติม CTAB ลงไปในระบบจะเกิดการเปลี่ยนสีจากสีน้ำเงินเป็นสีเหลืองที่ สังเกตได้อย่างชัดเจนที่ปริมาณความเข้มข้น 0.22, 0.45, 0.67 และ 1.12 มิลลิกรัมต่อลิตร สำหรับเวลา ในการสังเคราะห์ 5, 15, 30 และ 60 นาที ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าเมื่อใช้เวลาในการสังเคราะห์ด้วยเทคนิค ไมโครเวฟลดลงจะส่งผลให้พอลิไดอะเซตทิลีนเกิดการเปลี่ยนสีได้เร็วขึ้น จากผลการศึกษาข้างต้น สามารถนำมาเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้สำหรับการตรวจวัดสารลดแรงตึงผิวเบื้องต้นได้

คำสำคัญ: พอลิไดอะเซตทิลีน สารลดแรงตึงผิว เทคนิคไมโครเวฟ

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครสวรรค์ อำเภอเมือง จังหวัดนครสวรรค์ 60000

Faculty of Science and Technology, Nakhon Sawan Rajabhat University, Muang District, Nakhon Sawan Province 60000

*corresponding author e-mail: chanita.k@nsru.ac.th

Received: 5 April 2024; Revised: 29 August 2024; Accepted: 20 September 2024

DOI: <https://doi.org/10.14456/lsej.2024.22>

Abstract

This research focuses on the synthesis of polydiacetylene (PDA) solutions using microwave-assisted method for detecting surfactant contamination in the environment. The PDA was prepared through the solution-mixing method (SMM) combined with microwave synthesis at 80°C, using 1000 watts of power for varying durations of 5, 15, 30, and 60 minutes. It was observed that a high-concentration solution with clear morphology was achieved within just 5 minutes of microwave exposure. The exposure time significantly impacted the crystalline structure and molecular interactions, as analyzed by XRD and FT-IR, in alignment with the thin-film hydration method (TFHM). The microwave-assisted SMM simplified the synthesis process and enhanced safety by eliminating the need for volatile chemical evaporation during fabrication. Additionally, the study examined the colorimetric response of PDA to the cationic surfactant CTAB. The concentration of CTAB that induced a clear color change from blue to yellow was 0.22, 0.45, 0.67, and 1.12 mg/L for synthesis times of 5, 15, 30, and 60 minutes, respectively. The results indicate that shorter synthesis times lead to faster color transitions. This study provides valuable insights into the application of microwave-assisted PDA synthesis for monitoring surfactant contamination in the environment.

Keywords: polydiacetylene, surfactants, microwave-assisted synthesis

บทนำ

พอลิไดอะเซตทิลีน (Polydiacetylene, PDA) เป็นสารในกลุ่มคอนจูเกตพอลิเมอร์ที่ประกอบขึ้นจากการจัดเรียงตัวของไดอะเซตทิลีนโมโนเมอร์ (DA) ผ่านการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแล้วทำให้ได้โครงสร้างของโมเลกุลมีพันธะคู่สลับกับพันธะสามต่อเนื่องกันไป สารพอลิไดอะเซตทิลีนมีคุณสมบัติที่น่าสนใจอย่างหนึ่งคือสามารถเปลี่ยนสีได้เมื่อระบบถูกรบกวนด้วยตัวกระตุ้นจากภายนอก เช่น การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ (Charoenthai et al., 2011; Wu et al., 2021) การเติมสารเคมีต่าง ๆ เช่น กรด เบส สารละลายอินทรีย์ (Tjandra et al., 2022; Beliktay et al., 2023; Fu & Hou, 2023) จากสมบัติดังกล่าวนี้จึงได้รับความสนใจที่จะนำไปประยุกต์ใช้อย่างกว้างขวางในการตรวจวัดที่แสดงผลได้ด้วยการเปลี่ยนสี (Qian & Stadler, 2019; Weston et al., 2020; Nguyen et al., 2019)

การสังเคราะห์ PDA ในปัจจุบันได้มีการศึกษาวิธีในการเตรียมที่หลากหลาย เช่น การสังเคราะห์ด้วยวิธีกำจัดตัวทำละลายอินทรีย์ Thin-Film Hydration Method (TFHM) ซึ่งเป็นวิธีที่ประกอบด้วยหลายขั้นตอนและต้องอาศัยกระบวนการกระตุ้นการกระจายตัวของฟิล์ม DA ในตัวทำละลายใหม่จึงทำให้

ในบางครั้งเกิดการสูญเสียปริมาณเนื้อสารในระหว่างขั้นตอนการทำและอาจเกิดการปนเปื้อนของสาร รวมถึงยังเป็นวิธีที่ใช้เวลามาก (Pattanatornchai et al., 2013) จากข้อด้อยดังกล่าวได้มีการศึกษา พัฒนาสู่วิธีการเตรียมในระบบตัวทำละลายผสม Solution Injection Method (SIM) (Chanakul et al., 2021) โดยการนำตัวทำละลายมาผสมกันและใช้การกวนสารละลายอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเป็นวิธีที่ช่วยลดขั้นตอนและระยะเวลาจากเดิมเมื่อเปรียบเทียบกับวิธี TFHM แต่ทั้งนี้ในแต่ละวิธีการสังเคราะห์ ที่ต่างกันก็จะส่งผลต่อสมบัติของ PDA ที่สังเคราะห์ได้มีความแตกต่างกัน (Chanakul et al., 2021)

สำหรับเทคนิคไมโครเวฟเป็นเทคนิคที่มีการนำมาประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์สารต่าง ๆ อย่างแพร่หลายนอกเหนือจากนำมาเป็นเครื่องมือในการย่อยสารตัวอย่างทางสิ่งแวดล้อมเพื่อเตรียมเข้าสู่ กระบวนการวิเคราะห์ต่าง ๆ เช่น การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนของโลหะออกไซด์ (Al-Gaashani et al., 2011; Brahma et al., 2017) หรือการสังเคราะห์สารอินทรีย์ต่าง ๆ (Geetanjali & Savan, 2021; De La Hoz et al., 2016) คุณสมบัติที่สำคัญของการใช้เทคนิคไมโครเวฟสำหรับงานการสังเคราะห์นั้นคือ เป็นการช่วยลดเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์เนื่องจากให้อัตราการทำความร้อนที่สูงจากการที่มีการถ่ายโอนพลังงานความร้อนอย่างรวดเร็วผ่านการแผ่รังสีสุโมเลกุลของสารในระบบแล้วเกิด การสั่นสะเทือนจึงเกิดพลังงานความร้อนในระดับโมเลกุลในระบบมากกว่าการพาความร้อนแบบทั่วไป ที่ต้องใช้เวลานานรวมถึงเกิดการสูญเสียพลังงานความร้อนที่ต้องการในระหว่างกระบวนการได้ ทั้งนี้ลักษณะของโมเลกุลสารที่ทำหน้าที่เป็นตัวกลางในระบบจะพิจารณาเกี่ยวกับคุณสมบัติความมีขั้ว ประกอบด้วยซึ่งจะเป็นส่วนที่มีผลต่อการใช้เทคนิคไมโครเวฟในการสังเคราะห์สาร (Gaba & Dhingra, 2011; Das & Banik, 2021) นอกจากนี้วิธีการใช้เทคนิคไมโครเวฟยังช่วยเพิ่มผลผลิตจากการที่สามารถทำ การสังเคราะห์พร้อมกันได้ปริมาณมากภายในเวลาอันรวดเร็ว อีกทั้งเป็นการลดโอกาสการเกิดการ ปนเปื้อนของสารผลิตภัณฑ์และลดอันตรายจากการสัมผัสสารเคมีได้เนื่องจากทำในระบบปิด ช่วยลดการใช้พลังงานและปริมาณรีเอเจนต์อีกด้วย สำหรับเทคนิคไมโครเวฟในการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนนั้น มีจุดเด่นอีกประการคือสามารถส่งผลให้ขนาดอนุภาคนุ่มสม่ำเสมอและมีการตกผลึกในระดับที่สูงขึ้น ซึ่งเป็นผลจากภายในระบบได้รับพลังงานอย่างทั่วถึงและสม่ำเสมอ จากจุดเด่นต่าง ๆ ของเทคนิค ไมโครเวฟนี้ จึงเป็นอีกเทคนิคหนึ่งที่มีความสนใจในการนำมาประยุกต์ใช้สำหรับการสังเคราะห์สารได้

สารลดแรงตึงผิวจัดเป็นสารอินทรีย์ที่มีการนำมาใช้ในวงการอุตสาหกรรมต่าง ๆ มากมาย ไม่ว่าจะเป็นอุตสาหกรรมการผลิตผลิตภัณฑ์ทำความสะอาด เวชภัณฑ์ สิ่งทอ เป็นต้น แต่ทั้งนี้ถ้าระบบ อุตสาหกรรมบริหารจัดการควบคุมไม่ได้มาตรฐานก็อาจจะมีการปนเปื้อนของกลุ่มสารลดแรงตึงผิวสู่ สิ่งแวดล้อมซึ่งจะมีผลกระทบต่อภาวะสมดุลในแหล่งน้ำเนื่องจากแบคทีเรียหรือจุลินทรีย์ที่จะย่อยสลาย สารลดแรงตึงผิวได้หมดตามกระบวนการทางธรรมชาติก็จะใช้เวลามากขึ้น นอกจากนี้สารลดแรงตึงผิว ก็มีบทบาทที่สำคัญในการแก้ปัญหาสิ่งแวดล้อม เช่น ในกระบวนการบำบัดน้ำเสีย ในการกำจัดคราบ น้ำมันและสิ่งสกปรก ในการกำจัดสารแขวนลอยหรือคอลลอยด์ในน้ำ โดยทั่วไปแล้วสารลดแรงตึงผิว

ส่วนใหญ่จะสามารถย่อยสลายได้โดยธรรมชาติทั้งนี้ขึ้นอยู่กับโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิว รวมทั้งปริมาณของสารลดแรงตึงผิวที่เหลืออยู่จากการใช้ โดยน้ำที่ถูกบำบัดโดยใช้สารลดแรงตึงผิว ต้องไม่มีสารลดแรงตึงผิวตกค้างในปริมาณที่มากกว่า 0.5 mg/L จึงจะสามารถนำมาใช้บริโภคได้ (Kawamura, 2000) เพื่อเป็นแนวทางในการป้องกันสิ่งแวดล้อมทางน้ำเสื่อมสภาพและการปนเปื้อนของ สารลดแรงตึงผิวในน้ำดื่ม ถ้ามีกระบวนการในการตรวจวิเคราะห์เบื้องต้นที่ไม่ต้องใช้เวลาที่มากก็อาจจะ ช่วยในการป้องกันการเกิดการเสื่อมโทรมของแหล่งน้ำจากการปนเปื้อนของสารลดแรงตึงผิวได้

ดังนั้นในงานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์สารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนเพื่อเป็นแนวทางในการ ประยุกต์ใช้ในการตรวจวัดสารลดแรงตึงผิวชนิด Cetyltrimethyl ammonium bromide (CTAB) ที่ปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อม สำหรับสารลดแรงตึงผิว CTAB นี้ตามลักษณะโครงสร้างเป็นสารลดแรงตึงผิว ประจุบวกจึงสามารถเกิดอันตรกิริยาด้วยแรงทางไฟฟ้าเนื่องจากประจุกับบริเวณส่วนหัวที่เป็นหมู่ฟังก์ชัน ชนิดคาร์บอกซิลเลทของพอลิไดอะเซตทิลีนได้และเมื่อเกิดอันตรกิริยาต่อกันอาจส่งผลทำให้โครงสร้าง เกิดการเปลี่ยนแปลงไปจากเดิมจึงทำให้สารเกิดการเปลี่ยนสีได้เมื่อมีปริมาณความเข้มข้นของ CTAB ที่เพียงพอ ทั้งนี้สารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนนั้นทำการเตรียมสารในระบบตัวทำละลายผสมและ สังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟซึ่งกระบวนการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟเป็นการให้ความร้อน โดยตรงกับสารในระบบปิด ปรากฏการณ์นี้ส่งผลให้เกิดความร้อนสูงทำให้สังเคราะห์ได้สารละลายที่มีความเข้มข้นสูง รูปร่างที่ชัดเจน เป็นการลดเวลาในการสังเคราะห์เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการเตรียมแบบ การกำจัดตัวทำละลายซึ่งเทคนิควิธีการเตรียมนี้สำหรับในงานการสังเคราะห์สารกลุ่มพอลิไดอะเซตทิลีน นั้นค่อนข้างจะมีการรายงานผลึกษาที่น้อยและที่พบจะเป็นการศึกษาในเชิงการสังเคราะห์เป็นวัสดุเชิงประกอบ (Khanantong et al., 2024) แต่สำหรับการศึกษาการสังเคราะห์พอลิไดอะเซตทิลีนบริสุทธิ์ด้วยเทคนิค ไมโครเวฟสำหรับการนำไปตรวจวัดนั้นยังไม่พบการรายงานผลการศึกษา จึงทำให้เกิดความสนใจที่จะ ศึกษาการสังเคราะห์ด้วยวิธีดังกล่าวเพื่อเป็นแนวทางในการพัฒนาสารตรวจวัดทางสิ่งแวดล้อมด้วยการเปลี่ยนสี

วิธีดำเนินการวิจัย

1. การเตรียมสารละลายพอลิไดอะเซตทิลีน

1.1 การเตรียมสารในระบบตัวทำละลายผสมและสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟ (MW)

ทำการเตรียมสารละลายพอลิไดอะเซตทิลีน โดยนำ 10,12-pentacosadiynoic acid (PCDA) monomer 0.038 กรัม ละลายในเอทานอลที่ความบริสุทธิ์ 95% ปริมาตร 5 มิลลิลิตร นำสารละลายไปกระตุ้นให้เกิดการละลายด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 นาที แล้วกรองด้วยแผ่น กรองในลอนที่มีขนาดของรูพรุน 0.45 ไมโครเมตร ผสมสารละลายไดอะเซตทิลีนมอนอเมอร์ในตัวทำละลาย เอทานอลปริมาตร 250 ไมโครลิตรกับน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 9.8 มิลลิลิตร ทำการสังเคราะห์ด้วย เครื่องไมโครเวฟไคเจสชั่น (ETHOS EASY SR-12) ที่อุณหภูมิ 80°C ขนาดกำลังไฟ 1000 W เป็นเวลา

5, 15, 30 และ 60 นาที เมื่อสังเคราะห์ด้วยเครื่องไมโครเวฟเรียบร้อยแล้ว เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 4°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายดังกล่าวมาทำการฉายแสงยูวี (ความยาวคลื่น 254 nm กำลังไฟ 10 W) เป็นเวลา 5 นาที จะทำให้สารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนที่มีสีน้ำเงินเข้ม (Khanantong et al., 2024)

1.2 การเตรียมสารด้วยวิธีการกำจัดตัวทำละลาย (TFHM)

ทำการเตรียมสารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนในรูปสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.5 mM โดยนำโมโนเมอร์มาละลายในคลอโรฟอร์มแล้วกรองด้วยแผ่นกรองในลอนที่มีขนาดของรูพรุน 0.45 ไมโครเมตร จากนั้นทำการกำจัดคลอโรฟอร์มโดยการระเหยด้วยความร้อน เป็นเวลา 2 ชั่วโมงจะเกิดเป็นฟิล์มบางที่ภาชนะแล้วเติมน้ำปราศจากไอออนลงไป นำไปกระตุ้นให้เกิดการละลายได้ด้วยเครื่องสั่นเหนือเสียงที่ควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 75-85°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้สารที่มีลักษณะสีขาวขุ่น แล้วเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 4°C เป็นเวลา 1 คืน จากนั้นนำสารละลายดังกล่าวมาทำการฉายแสงยูวี (ความยาวคลื่น 254 nm กำลังไฟ 10 W) เป็นเวลา 5 นาที จะได้สารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนที่มีสีน้ำเงิน (Charoenthai et al., 2011) จากนั้นทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงเริ่มต้นด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Visible spectrophotometer: UV-Vis) รุ่น Evolution 201, Thermo Fisher Scientific)

2. การศึกษาลักษณะพื้นฐานของสารพอลิไดอะเซตทิลีน

2.1 หยดสารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนปริมาตร 40 ไมโครลิตร ลงที่แผ่นอลูมิเนียมฟลอยด์ที่สะอาดขนาด 1x1 ตารางเซนติเมตร ทำการระเหยให้แห้งสนิทและนำส่งวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) รุ่น JSM 7800F, JEOL โดยมีความต่างศักย์เท่ากับ 5 kV และกำลังขยาย 10,000 เท่า

2.2 หยดสารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนปริมาตร 10 มิลลิลิตร ลงบนกระจกสไลด์ใสที่สะอาดทำการระเหยให้แห้งสนิทและนำส่งวิเคราะห์อันตรกิริยาของสารด้วยเทคนิคฟูริเยร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier-transformed Infrared Spectrometry; FT-IR) รุ่น Thermo Scientific Nicolet 6700 และทำการวัดในระบบ ATR mode

2.3 เตรียมสารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนปริมาตร 30 มิลลิลิตร จากนั้นนำไประเหยให้แห้งและนำส่งวิเคราะห์โครงสร้างความเป็นผลึกด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometry; XRD) รุ่น Bruker AXS Model D8 Discover X-ray Diffractometer)

3. การตรวจวัดสารลดแรงตึงผิว

ทำการปรับค่าการดูดกลืนแสงเริ่มต้นของสารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนให้มีค่าเท่ากับ 0.5 จากนั้นทำการเติมสารละลาย Cetyltrimethyl Ammonium Bromide (CTAB) ความเข้มข้น 0.001 โมลต่อลิตร ครั้งละ 20 ไมโครลิตร เขย่าเป็นเวลา 2 นาที จากนั้นทำการวัดค่าการดูดกลืนแสง เติมสารละลาย CTAB จนกระทั่งสารเกิดการเปลี่ยนสีของสาร ทำการคำนวณค่าการตอบสนองการเปลี่ยนสีของพอลิไดอะเซตทิลีนที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ดังสมการ

$$\%CR = \left(\frac{PB_0 - PB}{PB_0} \right) \times 100 \quad \text{และ} \quad PB = \left(\frac{Absorbance_{blue}}{Absorbance_{red} + Absorbance_{blue}} \right)$$

โดยที่ %CR คือ ร้อยละการตอบสนองด้วยการเปลี่ยนสี

PB_0 คือ ระบบของพอลิไดอะเซตทิลีนที่ยังไม่ถูกรบกวน

PB คือ ระบบของพอลิไดอะเซตทิลีนที่ถูกรบกวน

ผลการวิจัย

1. การเตรียมสารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนด้วยเทคนิคไมโครเวฟ

จากการสังเคราะห์สารพอลิไดอะเซตทิลีนด้วยเทคนิคไมโครเวฟ หลังการฉายแสงในสภาวะปกติได้สารละลายสีน้ำเงินเข้ม เมื่อทำการตรวจวัดสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโตรสโกปีพบว่า สเปกตรัมมีค่าการดูดกลืนสูงสุดที่ความยาวคลื่น 630 nm และมีไหล่พิคที่ 585 nm ซึ่งมีค่าการดูดกลืนแสงที่ระดับพลังงานสูงกว่าในระบบการสังเคราะห์ด้วยวิธีกำจัดตัวทำละลายที่มีการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ความยาวคลื่น 650 nm และมีไหล่พิคที่ 600 nm นอกจากนี้ยังพบว่าสารที่ทำการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟมีค่าการดูดกลืนแสงมากกว่าการเตรียมด้วยวิธีกำจัดตัวทำละลายอย่างชัดเจนดังแสดงในภาพที่ 1 (Figure 1)

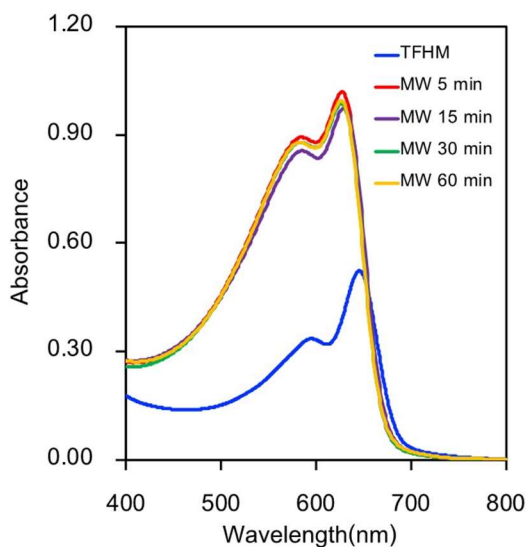


Figure 1 Absorption spectra of PDA assemblies prepared by thin-film hydration method and microwave-assisted technique at various microwave exposure time.

2. การศึกษาลักษณะสัณฐานของสารพอลิไโดอะเซตทิลิน

ลักษณะสัณฐานของสารพอลิไโดอะเซตทิลิน แสดงดังภาพที่ 2A (Figure 2A) เป็นการสังเคราะห์ด้วยวิธีการกำจัดตัวทำละลายพบว่าสารมีลักษณะเป็นอนุภาคขนาดเล็กที่เกาะกลุ่มกัน เมื่อทำการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟพบว่าสารมีลักษณะสัณฐานเป็นอนุภาคขนาดเล็กที่เกาะกลุ่มกันที่ชัดเจนมากขึ้นเมื่อเวลาในการสังเคราะห์ 5 นาที ภาพที่ 2B (Figure 2B) และเมื่อเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์เป็น 15, 30 และ 60 นาที พบว่าสารมีลักษณะเป็นทรงกลม

เมื่อทำการศึกษาโครงสร้างผลึกของสารพอลิไโดอะเซตทิลินที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟที่เวลาในการสังเคราะห์ 5 นาที ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แสดงดังภาพที่ 3 (Figure 3) พบว่า ในระบบพอลิไโดอะเซตทิลินนี้มีรูปร่างแบบ multilayer ที่เกิดจากการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบของไโดอะเซตทิลินมอนอเมอร์ในแต่ละชั้น โดยจากผลการศึกษาวิเคราะห์มีค่า $2^\circ = 1.94^\circ$ (001), 5.29° (003) และ 8.71° (005) และเมื่อทำการคำนวณค่า d-spacing จากพีคการเลี้ยวเบนตำแหน่งระนาบ 001 มีค่าเท่ากับ 4.8 nm ซึ่งผลการศึกษามีความสอดคล้องกับการศึกษา งานวิจัยที่มีสังเคราะห์พอลิไโดอะเซตทิลินด้วยวิธีที่แตกต่างกัน (Ge et al., 2022; Traiphol et al., 2017)

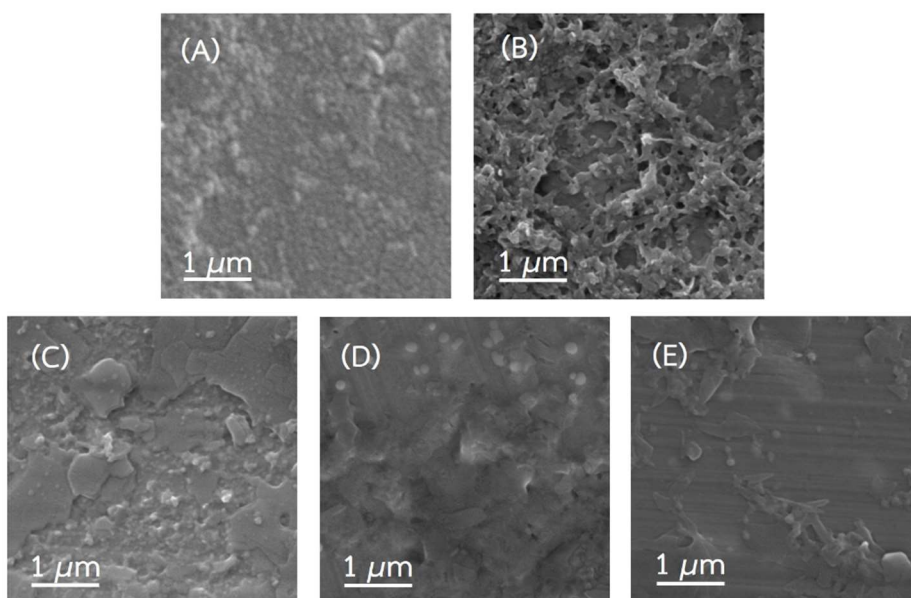


Figure 2 SEM images of PDA assemblies prepared by thin-film hydration method (A) and microwave-assisted technique with microwave exposure time. (B) 5, (C) 15, (D) 30 and (E) 60 minutes

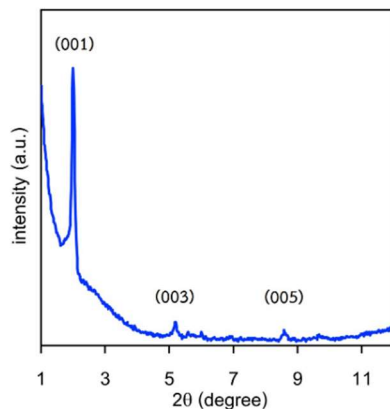


Figure 3 XRD patterns of PDA assemblies prepared by microwave-assisted technique with microwave exposure time at 5 minutes.

การศึกษาอันตรกิริยาของสารพอลิไโดอะเซตทีลินที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี ดังแสดงในภาพที่ 4 (Figure 4) พบพีก $V_s(CH_2)$, $V_{as}(CH_2)$ และ $V_{as}(CH_3)$ ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2847, 2918 และ 2954 cm^{-1} ตามลำดับ และพบพีก การสั่น (stretching vibration) ของ hydrogen-bonded carbonyl ($-COOH$) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1690 cm^{-1}

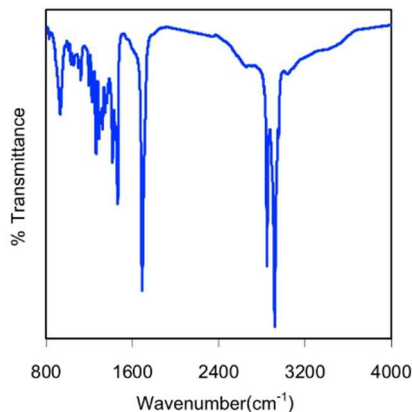


Figure 4 FT-IR spectra of PDA assemblies prepared by microwave-assisted technique with microwave exposure time at 5 minutes.

3. การตรวจวัดสารลดแรงตึงผิว

เมื่อทำการทดสอบการเปลี่ยนสีของสารพอลิไโดอะเซตทีลินเมื่อเติมสารละลาย CTAB ลงในระบบพบว่า ค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดจะลดลงและเกิดการเลื่อนของสเปกตรากการดูดกลืนแสงสูงสุดไปที่บริเวณพลังงานสูงขึ้น (blue shift) เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ CTAB ถึงจุดหนึ่งพบว่าเกิดการเปลี่ยนแปลง

รูปร่างของฟิโคโนมที่ชัดเจนรวมทั้งเกิดการเปลี่ยนสีของสารละลาย สารละลายพอลิไดอะเซตทิลินที่เตรียมด้วยวิธีการกำจัดตัวทำละลายเมื่อเติมสารละลาย CTAB พบการเปลี่ยนสีสารละลายจากสีน้ำเงินเป็นแดง ที่ความเข้มข้นของ CTAB เท่ากับ 1.33 mg/L มีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดในเฟสสีแดงอยู่ที่ 520 nm ดังแสดงในภาพที่ 5A (Figure 5A) แต่สำหรับสารพอลิไดอะเซตทิลินที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟ นั้นพบการเปลี่ยนสีของสารที่แตกต่างไปนั่นคือการเปลี่ยนสีจากสีน้ำเงินเป็นสีเหลืองเมื่อทำการเติม CTAB โดยมีค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดในเฟสสีเหลืองอยู่ที่ 500 nm ดังแสดงในภาพที่ 5B-E (Figure 5B-E) และแสดงภาพถ่ายสีของสารละลายเมื่อเติม CTAB ดังภาพที่ 5F-G (Figure 5F-G) เมื่อทำการพล็อตกราฟ %CR กับความเข้มข้นของ CTAB ภาพที่ 6 (Figure 6) พิจารณาค่าการเปลี่ยนสีที่ %CR เท่ากับ 50 พบว่าเมื่อเวลาในการสังเคราะห์สารเพิ่มมากขึ้นสารสามารถตอบสนองต่อการเปลี่ยนสีต่อ CTAB ที่ความเข้มข้นสูงขึ้น ซึ่งพบการเปลี่ยนสีต่อ CTAB ที่ความเข้มข้น 0.22, 0.45, 0.67 และ 1.12 mg/L สำหรับเวลาในการสังเคราะห์ 5, 15, 30 และ 60 นาที ตามลำดับ

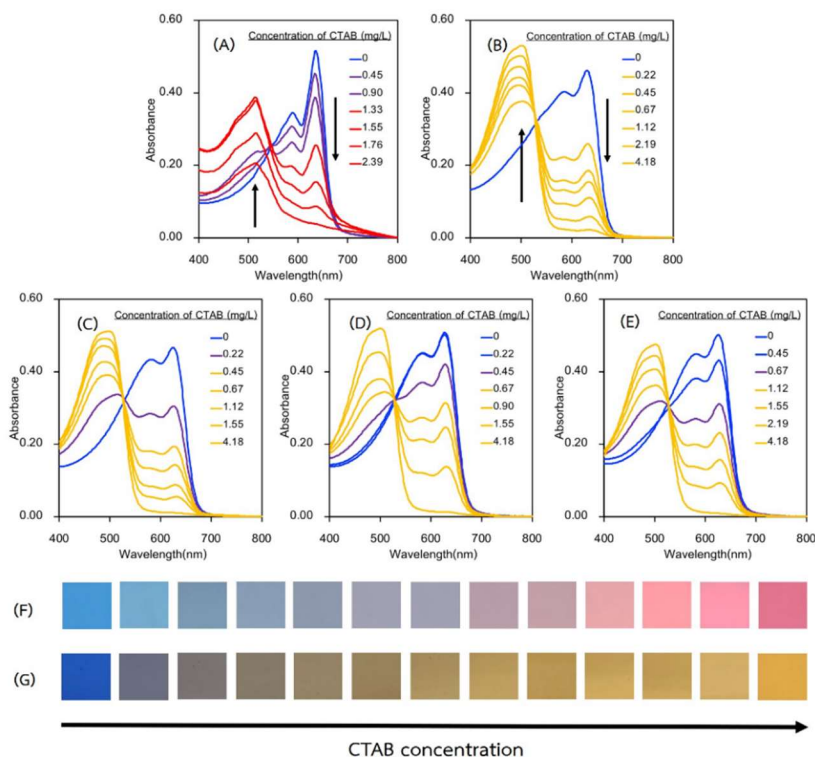


Figure 5 Absorption spectra of PDA assemblies prepared by thin-film hydration method (A) and microwave-assisted technique with microwave exposure time. (B) 5, (C) 15, (D) 30 and (E) 60 minute measured upon increasing concentration of CTAB. Color photographs of (F) thin-film hydration method and (G) microwave-assisted technique taken upon increase CTAB concentration

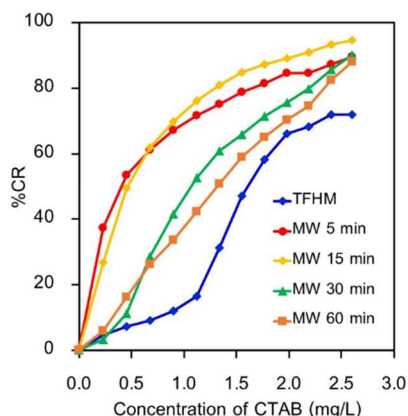


Figure 6 The plot of %CR versus concentration of CTAB of PDA assemblies prepared by microwave-assisted technique at various microwave exposure time.

อภิปรายผล

จากการศึกษาการเตรียมสารในระบบตัวทำละลายผสมและสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟพบว่า สามารถสังเคราะห์สารได้ในปริมาณที่มากกว่าเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีกำจัดตัวทำละลายอย่างชัดเจนในทุกช่วงเวลาในการสังเคราะห์และพบการเลื่อนของตำแหน่งสเปกตรัมไปที่ระดับพลังงานสูงกว่า เนื่องจากเทคนิคไมโครเวฟเป็นการให้พลังงานแก่ตัวอย่างในช่วงคลื่นไมโครเวฟซึ่งเป็นพลังงานที่ทำให้โมเลกุลของน้ำที่ทำหน้าที่เป็นตัวทำละลายซึ่งเป็นสารมีขั้วเกิดการสั่นโดยตรง จึงส่งผลให้โมเลกุลสามารถเกิดการขยับตัวออกจากกระนาบระหว่างการสังเคราะห์จึงเป็นผลให้ความยาวคอนจูเกตภายในโมเลกุลพอลิโดอะเซตทิลีนลดลง (Saymung et al., 2021) นอกจากนี้อาจเป็นผลเนื่องมาจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีตัวทำละลายผสมจะมีปริมาณของเอทานอลส่วนหนึ่งอยู่ในระบบจากการที่ไม่ได้มีการระเหยตัวทำละลายออกโดยโมเลกุลเอทานอลจัดว่ามีความเป็นขั้วโดยทั้งโมเลกุลน้ำและเอทานอลนั้นมีการอธิบายของค่าคงที่ไดโพลเล็กทริกต่อสมบัติทางไฟฟ้าที่พบว่าไม่สามารถทำหน้าที่เป็นตัวนำไฟฟ้าได้แต่ถ้าพิจารณาสมบัติการสูญเสียไดโพลเล็กทริกนั้นในระบบสารละลายผสมของน้ำและเอทานอลจึงทำให้สามารถกระจายพลังงานไฟฟ้าได้รับการกระตุ้นจากคลื่นไมโครเวฟในระหว่างการสังเคราะห์ทำให้โมเลกุลเกิดการสั่นและมีพลังงานความร้อนเกิดขึ้นที่อาจมีผลต่อการขัดขวางการจัดเรียงตัวของโมเลกุลพอลิโดอะเซตทิลีนในบางส่วน จึงทำให้ได้ความยาวคอนจูเกตในโมเลกุลสั้นลงได้ (Chanakul et al., 2021; Saymung et al., 2021; Khanantong et al., 2024) ซึ่งสอดคล้องกับผล SEM ที่แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟส่งผลให้รูปร่างมีขนาดเล็กจับตัวเป็นกลุ่มก้อนชัดเจน และจากการศึกษาโครงสร้างผลึกพบว่าค่า 2° เกิดขึ้นในตำแหน่งเดียวกันกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีกำจัดตัวทำละลาย แต่มีค่า d-spacing เท่ากับ 4.8 nm ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับวิธีการกำจัดตัวทำละลายที่มีค่า d-spacing เท่ากับ 4.5 nm (khanantong et al., 2018) นอกจากนี้ในส่วนของการศึกษา

อันตรกิริยาพบว่ามีการเกิดขึ้นที่ตำแหน่งเดียวกันกับการเตรียมด้วยวิธีการกำจัดตัวทำละลายเช่นกัน (Pankaew et al., 2021) ดังนั้นจากผลการทดลองดังกล่าวบ่งบอกว่าการสังเคราะห์สารด้วยเทคนิคไมโครเวฟได้สารพอลิไดอะเซตทีลินที่มีลักษณะโครงสร้างภายในสอดคล้องกันกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีการกำจัดตัวทำละลาย แต่วิธีไมโครเวฟสามารถสังเคราะห์ได้ในเวลาที่รวดเร็วกว่า โดยเวลาที่สั้นที่สุดที่ทำการสังเคราะห์ได้คือ 5 นาที ในขณะที่วิธีการกำจัดตัวทำละลายใช้เวลาในการสังเคราะห์รวมทั้งสิ้นถึง 3 ชั่วโมง ซึ่งเป็นวิธีที่ยุ่ยากมีขั้นตอนซับซ้อนหลายขั้นตอนและมีอันตรายจากการระเหยของสารเคมีที่มากกว่า แต่ทั้งนี้จะต้องมีการควบคุมสถานะของระบบการทำงานของเครื่องย่อยคลื่นไมโครเวฟ โดยสำหรับในระบบการสังเคราะห์นี้จะทำภายใต้การควบคุมอุณหภูมิ 80°C กำลัง 1000 W เนื่องจากต้องพิจารณาสมบัติจุดหลอมเหลวของไดอะเซตทีลินมอนอเมอร์ร่วมด้วยอีกทั้งควรจะต้องพิจารณาความบริสุทธิ์ของตัวทำละลายด้วยเนื่องจากถ้ามีการปนเปื้อนในระบบเกิดขึ้นก็จะส่งผลต่อความบริสุทธิ์ของพอลิไดอะเซตทีลินที่จะเตรียมขึ้นมา

การทดสอบการเปลี่ยนสีของสารพอลิไดอะเซตทีลินเมื่อเติมสารละลาย CTAB พบว่า การเติมสารลดแรงตึงผิวประจุบวกจะไปทำลายพันธะไฮโดรเจนที่หมู่คาบอกลิลิกบริเวณส่วนหัวของสารพอลิไดอะเซตทีลิน เมื่อพันธะไฮโดรเจนถูกทำลายจึงให้ side chain ของโมเลกุลพอลิไดอะเซตทีลินสามารถเกิดการบิดตัวออกจากระนาบจึงทำให้ความยาวของคอนจูเกตเปลี่ยนแปลงไปและส่งผลให้สารเกิดการเปลี่ยนสี (Lee et al., 2021; Yao et al., 2004) โดยวิธีการกำจัดตัวทำละลายพบการเปลี่ยนสีจากน้ำเงินเป็นแดงที่ความยาวคลื่นสูงสุด 520 nm สำหรับวิธีสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟ พบว่าเกิดการเปลี่ยนสีจากสีน้ำเงินเป็นสีเหลืองที่มีค่าดูดกลืนแสงสูงสุดอยู่ที่ความยาวคลื่น 500 nm ซึ่งการเลื่อนของตำแหน่งสเปกตรัมในการเปลี่ยนสีไปที่ระดับพลังงานสูงกว่าและเกิดการเปลี่ยนสีที่แตกต่างกันนี้อาจเป็นผลมาจากการที่มีโมเลกุลของเอทานอลผสมอยู่ในระบบดังที่ได้อธิบายไปแล้วในข้างต้น โดยปริมาณความเข้มข้นของ CTAB ที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนสีในระบบของไมโครเวฟพบว่ามีค่าความเข้มข้นต่ำกว่าในวิธีการกำจัดตัวทำละลาย ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในส่วนค่าการดูดกลืนแสงเริ่มต้นที่พบว่าความยาวคอนจูเกตภายในโมเลกุลพอลิไดอะเซตทีลินสั้นลงเมื่อทำการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟ จึงส่งผลให้เมื่อเติม CTAB ลงในระบบสามารถเกิดการเปลี่ยนสีได้เร็วกว่า โดยค่าความเข้มข้นที่ต่ำที่สุดที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนสีคือ 0.22 mg/L สำหรับเวลาในการสังเคราะห์ 5 นาที โดยการตรวจวัดได้ในปริมาณความเข้มข้นต่ำนี้มีความน่าสนใจที่จะสามารถนำไปเป็นแนวทางสำหรับการประยุกต์ใช้ในการตรวจสอบสารลดแรงตึงผิวในธรรมชาติเนื่องจากการกำหนดค่ามาตรฐานในน้ำสะอาดจะต้องไม่มีสารลดแรงตึงผิวตกค้างในปริมาณที่มากกว่า 0.5 mg/L จึงจะสามารถนำน้ำจากแหล่งนั้นๆมาใช้ในการบริโภคได้ (Kawamura, 2000) ดังนั้นจึงมีความน่าสนใจที่จะประยุกต์ใช้สารพอลิไดอะเซตทีลินเป็นแนวทางในการตรวจวัดเบื้องต้นที่ทำได้ง่ายเนื่องจากสามารถพบการเปลี่ยนสีที่ชัดเจนจากสีน้ำเงินเป็นสีเหลืองที่สังเกตได้ด้วยตาเปล่า ทั้งนี้จากการที่สารกลุ่ม

พอลิไดอะเซตทิลีนสามารถแสดงการเปลี่ยนสีได้อย่างชัดเจนจากการที่ระบบถูกเติมสารตัวกระตุ้นต่าง ๆ อาทิเช่น สารกรดเบส ตัวทำละลายอินทรีย์ โลหะในรูปไอออน เป็นต้น โดยต้องขึ้นอยู่กับลักษณะของ ชนิดหมู่ฟังก์ชันที่โครงสร้างส่วนหัวของไดอะเซตทิลีนมอนอเมอร์ที่สามารถทำการสังเคราะห์และ ออกแบบให้มีหมู่ฟังก์ชันที่หลากหลายและมีความจำเพาะต่อสารตรวจวัดที่ต้องการจึงเป็นการเพิ่ม ความสามารถในการทำหน้าที่เป็นตัวตรวจวัดของสารกลุ่มนี้ได้ เช่น การตรวจวัดทางชีวภาพ การตรวจวัดสารเคมี การตรวจวัดสำหรับการควบคุมคุณภาพผลิตภัณฑ์อาหาร เป็นต้น (Hussain et al., 2022; Tjandra et al., 2022) สำหรับการนำไปประยุกต์ใช้ในระดับอุตสาหกรรมยังคงพบข้อจำกัดใน ด้านวิธีการสังเคราะห์สารและความเสถียรภาพของรูปแบบในการนำไปประยุกต์ใช้ ซึ่งยังคงต้องการการ ศึกษาวิจัยอีกมากเกี่ยวกับการหาวิธีในการสังเคราะห์ที่เหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้เกี่ยวกับ อุตสาหกรรมที่เน้นการผลิตในระดับที่ใหญ่ขึ้น

สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์สารละลายพอลิไดอะเซตทิลีนโดยทำการเตรียมสารในระบบ ตัวทำละลายผสมและสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟ ซึ่งสามารถลดเวลาในการสังเคราะห์ลงเหลือเพียง 5 นาที ได้สารละลายที่มีความเข้มข้นสูง โดยยังคงมีโครงสร้างผลึกและอันตรกิริยาภายในโมเลกุล เหมือนกันกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีการกำจัดตัวทำละลายแบบปกติ นอกจากนี้ยังสามารถทำ การตรวจวัดสารลดแรงตึงผิวได้ในปริมาณต่ำ สามารถเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้ในการตรวจวัด สารลดแรงตึงผิวที่ปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมเบื้องต้นได้ ซึ่งวิธีการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไมโครเวฟนี้ เป็นวิธีที่รวดเร็ว ปลอดภัยจากสารเคมีที่ระเหยสู่สิ่งแวดล้อมระหว่างกระบวนการสังเคราะห์อีกด้วย

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณสาขาวิชาเคมี ภาควิชาวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัย ราชภัฏนครสวรรค์ ที่ให้ความอนุเคราะห์เครื่องมือและสถานที่ในงานวิจัย

เอกสารอ้างอิง

- Al-Gaashani R, Radiman S, Tabet N, Daud AR. Effect of microwave power on the morphology and optical property of zinc oxide nano-structures prepared via a microwave-assisted aqueous solution method. *Materials Chemistry and Physics* 2011;125(3):846-852.
- Beliktay G, Shaikh T, Koca E, Cingil HE. Effect of UV irradiation time and headgroup interactions on the reversible colorimetric pH response of polydiacetylene assemblies. *ACS Omega* 2023;8(40): 37213-37224.

- Brahma S, Liu CP, Shivashankar SA. Microwave irradiation assisted, one pot synthesis of simple and complex metal oxide nanoparticles: a general approach. *Journal of Physics D: Applied Physics* 2017;50(40):40LT03.
- Chanakul A, Saymung R, Seetha S, Traiphol R, Traiphol N. Solution-mixing method for large-scale production of reversible thermochromic and acid/base-colorimetric sensors. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 2021;615:126241.
- Charoenthai N, Pattanatornchai T, Wacharasindhu S, Sukwattanasinitt M, Traiphol R. Roles of head group architecture and side chain length on colorimetric response of polydiacetylene vesicles to temperature, ethanol and pH. *Colloid and interface Science* 2011;360(2):565-573.
- Das A, Banik BK. Foundational principles of microwave chemistry. In: Elsevier eBooks.; 2021:3-26.
- De La Hoz A, Díaz-Ortiz Á, Prieto P. Microwave-Assisted Green Organic Synthesis. In: The Royal Society of Chemistry eBooks; 2016:1-33.
- Fu L, Hou C. A polydiacetylene-based smart cellulose aerogel functionalized by ZnO/MoS₂ heterojunction for simultaneous visual detection and photocatalytic degradation of gaseous VOCs. *Separation and Purification Technology* 2023;314:123512.
- Gaba M, Dhingra N. Microwave chemistry: general features and applications. *Indian Journal of Pharmaceutical Education and Research* 2011; 45(2):175-183.
- Geetanjali, Savan R. Microwave-assisted organic synthesis in water. *Current Microwave Chemistry* 2021;8(2):117-127.
- Ge M, He Z, Song Z. Polydiacetylene/organic magadiite nanocomposite film with stable reversible structure and reversible thermochromism. *Journal of Polymer Research* 2022;29(9):382.
- Hussain S, Deb R, Suklabaidya S, Bhattacharjee D, Hussain SA. Polydiacetylene a unique material to design biosensors. *Materials Today: Proceedings* 2022;65:2765-2772.
- Kawamura S. Integrated design and operation of water treatment facilities. 2nd Edition, John Wiley & Sons: Inc. New York; 2000.
- Khanantong C, Charoenthai N, Phuangkaew T, Kielar F, Traiphol N, Traiphol R. Phase transition, structure and color-transition behaviors of monocarboxylic diacetylene and polydiacetylene assemblies: The opposite effects of alkyl chain length. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 2018;553:337-348.
- Khanantong C, Srinopkun T, Boonmak T, Siriboon J. One-pot microwave-assisted approach of polydiacetylene/zinc oxide nanocomposite for reversible thermochromic. *Journal of Metals, Materials and Minerals* 2024;34(2):1922.
- Lee KM, Moon J, Jeon H, Chen X, Kim HJ, Kim S, Kim SJ. al el. Diverse colorimetric changes of polydiacetylenes with cationic surfactants and their mechanistic studies. *Journal of Materials Chemistry* 2011;21(43):17160.
- Nguyen LH, Naficy S, McConchie R, Dehghani F, Chandrawati R. Polydiacetylene-based sensors to detect food spoilage at low temperatures. *Journal of Materials Chemistry C* 2019;7(7):1919-1926.

- Pankaew A, Traiphol N, Traiphol R. Tuning the sensitivity of polydiacetylene-based colorimetric sensors to UV light and cationic surfactant by co-assembling with various polymers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 2021;608:125626.
- Pattanatornchai T, Charoenthai N, Wacharasindhu S, Sukwattanasinitt M, Traiphol R. Control over the color transition behavior of polydiacetylene vesicles using different alcohols. *Journal of Colloid and Interface Science* 2013;391:45-53.
- Qian X, Städler B. Recent developments in Polydiacetylene-Based sensors. *Chemistry of Materials* 2019;31(4):1196-1222.
- Saymung R, Traiphol N, Traiphol R. Promoting self-assembly and synthesis of color-responsive polydiacetylenes using mixed water-organic solvents: Effects of solvent composition, structure, and incubation temperature. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 2021;626:127046.
- Traiphol N, Chanakul A, Kamphan A, Traiphol R. Role of Zn^{2+} ion on the formation of reversible thermochromic polydiacetylene/zinc oxide nanocomposites. *Thin Solid Films*. 2017; 622:122-129.
- Tjandra AD, Pham AH, Chandrawati R. Polydiacetylene-Based sensors to detect volatile organic compounds. *Chemistry of Materials* 2022;34(7):2853-2876.
- Weston M, Tjandra AD, Chandrawati R. Tuning chromatic response, sensitivity, and specificity of polydiacetylene-based sensors. *Polymer Chemistry* 2020;11(2):166-183.
- Wu D, Zhang R, Lin G. Molecular-level design of excellent reversible thermochromic polydiacetylene materials with the simultaneous enhancement of multiple performances. *Materials Chemistry Frontiers* 2021;5(18):7041-7050.
- Yao S, Li J, Jiang L. Effect of amphiphilic molecules upon chromatic transitions of polydiacetylene vesicles in aqueous solutions. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 2004;39(3):113-118.