สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

ห้องสมุดคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

การสังเคราะห์ วิเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของคีเลตติ้งไบโอพอลิเมอร์

นางสาวมณฑา ไก่หิรัญ

นางสาวสุมาศ เสนาอัมพรชัย

เลขหมู่ 0537

เลขทะเบียน

วัน.เดือน.ปี

61255764X

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต

ภาควิชา เคมี

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2537

SYNTHESIS ANALYSIS AND CHARACTERISATION OF CHELATING BIOPOLYMER

MISS MONTHA KAIHIRUN

MISS SUMAT SENA-AMPORNCHAI

A Special Project Submitted in Partial Fulfillment of the
Requirement for the Degree of Bachelor of Science
Department of Chemistry
Faculty of Science
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
1994

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การสังเคราะห์ วิเคราะห์ และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของคีเลตติ้งไบโอพอลิเมอร์
โดย	นางสาวมณฑา ไก่หิรัญ
	นาวสาวสุมาศ เสนาอัมพรชัย
ภาควิชา	เคมี
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.อนุชา เอื้อเพิ่มเกียรติ
	ผศ.ดร.ศักดา ไตรศักดิ์
	อ.ปัทมา ลีฬหาวงศ์

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้นับโครงงานฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต

____________________ หัวหน้าภาควิชาเคมี

(ผศ.ดร.เผชิญชัย ไชยสิทธิ์)

คณะกรรมการโครงงานพิเศษ

____________________ ประธานกรรมการ

(ผศ.ดร.ธีรวัฒน์ มงคลอัศวรัตน์)

____________________ กรรมการ

(ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ)

____________________ กรรมการ

(ดร.อนุชา เอื้อเพิ่มเกียรติ)

____________________ กรรมการ

(ผศ.ดร.ศักดา ไตรศักดิ์)

ป. ลีฬหาวงศ์

________________________ กรรมการ

(อ.ปัทมา ลีฬหาวงศ์)

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การสังเคราะห์ วิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของคีเลตติ้งไบโอพอลิเมอร์
โดย	นางสาวมณฑา ไก่หิรัญ นางสาวสุมาศ เสนาอัมพรชัย
ภาควิชา	เคมี
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.อนุชา เอื้อเพิ่มเกียรติ ผศ.ดร.ศักดา ไตรศักดิ์ อ.ปัทมา ลีฬหาวงศ์

บทคัดย่อ

โครงงานพิเศษนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์คีเลตติ้งพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีแป้งเป็นสายโซ่หลักและไทโอไกลโคเลทที่มีความสามารถในการจับไอออนโลหะเป็นลิแกนด์ การสังเคราะห์แบ่งเป็น 3 ขั้นตอนตามลำดับดังนี้ ขั้นตอนที่หนึ่งเป็นการไฮโดรไลส์แป้งโดยใช้กรด ขั้นตอนที่สองสังเคราะห์พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วมที่มีความสามารถในการดูดซึมน้ำโดยกระบวนการโฟมพอลิเมอร์ไรเซชัน และขั้นสุดท้ายทำการปรับปรุงทางเคมีด้วยกรดไทโอไกลโคลิกโดยมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วมที่สังเคราะห์ได้นำมา วิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะโดยวิธีการทางสเปคโตรสโคปีได้แก่ รามานสเปคโตรสโคปี และอินฟราเรดสเปคโตรสโคปี จากสเปคตรัมจะพบแถบ (peak)สำคัญได้แก่ S-H stretching ที่เลขคลื่น 2550-2600 cm^{-1} C=O stretching ของเอสเทอร์ที่เลขคลื่น 1735 cm^{-1} และ C-O ที่เลขคลื่น 1100-1300 cm^{-1}

จากการศึกษาความสามารถในการคีเลตของสารที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ พบว่าสามารถจับตะกั่วไอออน (Pb^{2+}) ในสภาวะที่เป็นกรด

Special Project Title	Synthesis Analysis and Characterisation of Chelating Biopolymer	
Name	Miss montha	Kaihirun
	Miss Sumat	Sena-ampornchai
Special Project Advisor	Dr.Anucha	Euapermkiait
	Asst.Prof.Dr.Sakda	Trisak
	Ms.Puttama	Leelahawong
Department	Chemistry	
Acedumic Year	1994	

Abstract

This special project is to synthesize chelating biopolymer using starch as a backbone and thioglycolate as ligand pendanted on the backbone. The project was devided into 3 parts. Firstly, starch was hydrolyzed using acid catalyst. The second part,concerned synthesize graft copolymer of hydrolyzed starch with comonomers using foam polymerisation process. The final part, was introduce thioglycolate group on the CH_2-OH group of the starch backbone to using esterification and trans esterification reactions.

Chemical structure of thioglycolate ligand on graft copolymer was investigated spectroscopically. The vibrational frequencies of S-H stretching was found at the wavenumber 2550-2600 cm^{-1}, C=O stretching of ester at 1735 cm^{-1} and COOR at 1100-1300 cm^{-1},respectively, using infrared spectrophotometer coupled with raman spectrometer.

Chelating ability of the synthesized copolymers was studied by using Atomic Absorbsion spectrophotometer. It was found that thioglycolate ligand can chetate only lead ion (Pb^{2+}) in acid condition.

กิติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ ดร.อนุชา เอื้อเพิ่มเกียรติ ที่กรุณาให้คำปรึกษาและช่วยเหลือในการดำเนินงานโครงงานพิเศษนี้มาตลอด ผศ.ดร. ธีรวัฒน์ มงคลอัศวรัตน์ ผศ.ดร.สุนิตย์ สุขสำราญ ผศ.ดร.ศักดา ไตรศักดิ์ และอาจารย์ปัทมา ลีฬหาวงศ์ คณะกรรมการตรวจสอบโครงงานพิเศษที่ช่วยแก้ไขข้อผิดพลาดเพื่อให้รายงานฉบับนี้ถูกต้องยิ่งขึ้น คณาจารย์ในภาคเคมีทุกท่านที่ได้ให้คำ-ปรึกษาระหว่างดำเนินงานโครงงานพิเศษ

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติและพี่สุรีพร ตรีพัฒนาสุวรรณ เจ้าหน้าที่ภาควิชาพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ที่ให้ความช่วยเหลือในการดำเนินโครงงานพิเศษนี้

สุดท้ายขอกราบขอบคุณพระคุณบิดามารดา รุ่นพี่ รุ่นน้อง เจ้าหน้าที่ภาคเคมีทุกท่านและเพื่อน ๆ ที่คอยให้ความช่วยเหลือให้กำลังใจและสนับสนุนในทุก ๆ ด้าน

นอกเหนือจากบุคคลที่กล่าวมาแล้วยังมีบุคคลที่คอยให้ความช่วยเหลือจนโครงงานพิเศษนี้สำเร็จลงได้ ทางคณะผู้จัดทำขอขอบคุณไว้ ณ. โอกาสนี้ด้วย

นางสาวมณฑา ไก่หิรัญ
นางสาวสุมาศ เสนาอัมพรชัย

สารบัญ

สารบัญรูป

สารบัญรูป(ต่อ)

สารบัญรูป(ต่อ)

สารบัญรูป(ต่อ)

หน้า

สารบัญรูป(ต่อ)

สารบัญรูป(ต่อ)

สารบัญตาราง

สารบัญตาราง(ต่อ)

สารบัญตาราง(ต่อ)

สารบัญตาราง(ต่อ)

หน้า

คำย่อที่ใช้ในโครงงานพิเศษ

[AM]	:	ความเข้มข้นของอะคริลาไมด์ (acrylamide) หน่วย โมลต่อลิตร
[AA]	:	ความเข้มข้นของกรดอะคริลิก (acrylic acid) หน่วย โมลต่อลิตร
[Vac]	:	ความเข้มข้นของไวนิลอะซิเตท (vinyl acetate) หน่วย โมลต่อลิตร
[AA]:[AM]	:	อัตราส่วนโดยโมลของกรดอะคริลิกต่ออะคริลาไมด์
[VAc]:[AA]	:	อัตราส่วนโดยโมลของไวนิลอะซิเตทต่อกรดอะคริลิก
g [AA]:[AM]	:	พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม (กรดอะคริลิกและอะคริลาไมด์)
g [VAc]:[AA]	:	พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม (ไวนิลอะซิเตทและกรดอะคริลิก)
Na.EDTA	:	เกลือไดโซเดียมของกรดเอทิลลีนไดเอมีนเตทตระอะซิติก.2โมเลกุลของน้ำ (ethylenediaminetetraacetic disodium salt dihydrate)
aq.Na.EDTA	:	สารละลายเกลือไดโซเดียมของกรดเอทิลลีนไดเอมีนเตทตระอะซิติก. โมเลกุลของน้ำ ในตัวทำละลายน้ำที่มีความเข้มข้น 5.6% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร
AMPS	:	กรด 2-อะคริลามิโด-2-เมทิล-1-โพรเพนซัลโซนิก (2-acrylamido-2-methyl-1-propane sulfonic acid)
ก.	:	กรัม
มล.	:	มิลลิลิตร
^{o}ซ	:	องศาเซลเซียส
%	:	เปอร์เซ็นต์
K(p)	:	ค่าคงที่ของขั้นเจริญเติบโต
Kt	:	ค่าคงที่ของขั้นสิ้นสุดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน
R(p)	:	อัตราการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (โมล/ลิตร-วินาที)
Xn	:	องศาของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (degree of polymerisation)
r	:	ความยาวสายโซ่ทางจลศาสตร์
CMC	:	คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส (carboxymetyl cellulose)

บทที่ 1

บทนำ

ปัญหามลภาวะเป็นปัญหาที่กระทบต่อสิ่งแวดล้อมและความเป็นอยู่ในชีวิตประจำวัน ที่นับวันจะทวีความรุนแรงขึ้นเรื่อยๆ เช่น ปัญหามลภาวะทางอากาศ มลภาวะทางน้ำ มลภาวะทางเสียง เป็นต้น จึงจำเป็นต้องได้รับการแก้ไขอย่างเร่งด่วน

มลภาวะทางน้ำที่เกิดจากการปนเปื้อนของโลหะหนักที่เริ่มเป็นปัญหาส่งผลกระทบโดยตรงต่อมนุษย์ โดยปนเปื้อนมากับน้ำที่ผลิตเพื่อการอุปโภคบริโภค สาเหตุส่วนใหญ่เกิดจากผู้ประกอบการผลิตขาดขั้นตอนในการกำจัดโลหะหนักในน้ำทิ้ง หรือระบบบำบัดน้ำเสียขาดประสิทธิภาพ การกำจัดโลหะหนักนี้สามารถกระทำได้หลายวิธี เช่น การตกตะกอน การแลกเปลี่ยนไอออนและวิธีที่การนำคีเลตติ้งพอลิเมอร์มาจับไอออนของโลหะหนัก

การสังเคราะห์คีเลตติ้งพอลิเมอร์เพื่อจับไอออนของโลหะหนัก เริ่มต้นพัฒนามาจากนักวิทยาศาสตร์ชาวอังกฤษ Adam และ Holm [1] ที่ได้สังเคราะห์หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะในการจับไอออนโลหะบนโครงร่างพอลิเมอร์หรือที่เรียกว่า ลิแกนด์ จากนั้นมีการพัฒนาการสังเคราะห์ลิแกนด์ชนิดใหม่หลายชนิดบนโครงร่างของพอลิเมอร์ และจากการศึกษาพบว่าคี-เลตติ้งลิแกนด์ที่มีหมู่ซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบมีความสามารถในการจับไอออนโลหะหนัก เช่น ตะกั่ว ปรอท ได้ดีกว่าการที่มีหมู่ออกซิเจนและหมู่ไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ [2]

การสังเคราะห์ลิแกนด์ที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบได้แก่ ไทโอไกลโคเลต (Thaioglycolate) เป็นคีเลตติ้งลิแกนด์ ได้มีการศึกษาและพัฒนามาจาก Moyer และ Fritz [3] ซึ่งได้ สังเคราะห์เฮกซิลไทโอไกลโคเลตเรซินบนโครงร่างของพอลิสไตรลีนไดไวนิลเบนซีนโคพอลิเมอร์ [XAD-4] ซึ่งสามารถในการจับไอออนโลหะ Ag(I) Hg (II) Bi(III) และAu(III) ในสภาวะกรดได้ Phillips และ Fritz [4] ได้สังเคราะห์ไทโอไกลโคอิลออกซิลเมทิล (thioglycoyloxymethyl) บนโครงร่างของ XAD-4 ซึ่งมีความสามารถในการจับไอออนโลหะที่ความเป็นกรด pH3.5และการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลทลิแกนด์โดยวิธีของ Linและคณะ[5] โดยทำการสังเคราะห์เฮกซิลไทโอไกลโคเลตคีเลตติ้งพอลิเมอร์ แต่ได้เปลี่ยนชนิดสายโซ่หลัก

เป็นพอลิอะไคโลไนไตล์ จากนั้นทำการเปลี่ยนหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะโดยการปรับปรุงทางเคมีจนได้หมู่คีเลตติ้งลิแกนด์ตามต้องการ

อย่างไรก็ตามจากที่สังเคราะห์ผ่านมาพบว่าใช้โครงสร้างหลักเป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ส่งผลให้เรซินที่ใช้ก่อให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อมเนื่องจากใช้เวลาในการย่อยสลายตามธรรมชาติยาวนาน ดังนั้นการนำพอลิเมอร์ธรรมชาติมาเป็นสายโซ่หลักแทน เช่น แป้ง ไคติน เซลลูโลส เป็นต้น ซึ่งอาจช่วยแก้ปัญหาดังกล่าวได้

สำหรับโครงงานพิเศษนี้ได้เล็งเห็นถึงปัญหาดังกล่าวจึงได้ทดลองนำแป้งมาใช้เป็นสายโซ่หลัก เนื่องจากมีราคาถูกและหาได้ง่าย โดยจะนำมาสังเคราะห์พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อกับมอนอเมอร์ที่ชอบน้ำ เพื่อเพิ่มสมบัติการดูดซับน้ำให้กับคีเลตติ้งพอลิเมอร์ ทั้งนี้เนื่องจากโลหะไอออนส่วนใหญ่ละลายอยู่ในน้ำ จากนั้นจึงทำการปรับปรุงโครงสร้างทางเคมีเพื่อให้มีหมู่ไทโอไกลโคเลตคีเลติ้งลิแกนด์ที่สามารถจับโลหะไอออนได้บนสายโซ่ของพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อ

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

ส่วนที่ 1

คีเลตติ้งพอลิเมอร์

Chelating Polymer

2.1 สารประกอบคีเลต(Chelate Compounds)

สารประกอบเชิงซ้อนของไอออนโลหะกับมัลติเดนเทตลิแกนด์ (multidentate ligand) หรือพอลิเดนเทตลิแกนด์ (polydentate ligand) ได้สารประกอบที่เป็นวง กระบวนการเกิดเป็นวงนี้เรียกว่า "คีเลตชั่น"(chelation) สารที่ได้เรียกว่า "สารประกอบคีเลต"เช่น$[Cu(NH_2CH_2CH_2NH_2)_2]^{2-}SO_4^{2-}$หรืออาจเรียกมัลติเดนเทตลิแกนด์ว่า "ตัวคีเลต" (chelate) ดังแสดงตัวอย่างในตารางที่ 2.1

ปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดคีเลชั่น

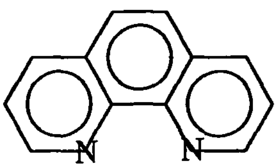
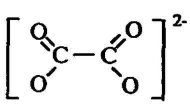
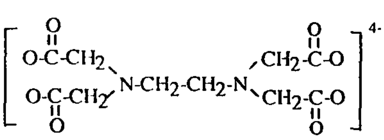
การเกิดคีเลชั่น สารประกอบเชิงซ้อนต้องเกิดเป็นวง (ring formation) โมเลกุลของลิแกนด์ต้องมีอะตอมที่ให้อิเล็กตรอนอย่างน้อย 2 อะตอม

อะตอมเหล่านี้มักเป็น ออกซิเจน กำมะถัน หรือไนโตรเจน ทำให้เกิดเฮทเทอโรไซคลิก (heterocycclic ring) ซึ่งมีพันธะโควาเลนต์อย่างน้อย 1 พันธะ

ค่าโควาเลนซี (covalency) มักเป็นเครื่องจำกัดทำให้มีเพียงโลหะจำพวกอัลคาไลน์เอิร์ธและทรานซิชันเท่านั้นที่เกิดคีเลชันได้ วงที่ความเสถียรที่ประกอบด้วยอะตอม 5 และ 7 ในกรณีที่ไอออนโลหะมีค่าเวเลนซีมากกว่า 1 (multivalency) อาจเกิดวงมากกว่า 1 วงคีเลตแบบไม่อิ่มตัวจะเสถียรเพราะเกิดเรโซแนนซ์

ค่าความเป็นกรดด่าง (pH) ของอะตอมกลางต้องมีค่าสูงพอที่โลหะสามารถจะแข่งกับโปรตอนในการจับกับอะตอมของลิแกนด์ แต่มีค่าความเป็นกรดด่างสูงอาจทำให้โปตอนของลิ-แกนด์หลุดออกได้ ทำให้เกิดโลหะไฮดรอกไซด์ที่ไม่ละลายน้ำ ซึ่งลดความเข้มข้นของไอออนโลหะที่จะเกิดชิ้น

ตารางที่ 2.1 แสดงตัวอย่างมัลติเดนเทตลิแกนด์

ชื่อและสูตร	ตัวย่อ	อะตอมที่ได้อิเลคตรอน
เอทิลีนไดเอมีน $NH_2CH_2CH_2NH_2$	en	2
1,10-ฟีแนนโทรลีน 	O-phen	2
ออกซาเลตไอออน 	$C_2O_4^{2-}$	2
ไกลซินไอออน $NH_2CH_2CO_2^-$	gly $^-$	2
เอทิลีนไดเอมีนเตตระอะซิเตรท 	$EDTA^{4-}$	6

ตัวอย่างสารเชิงซ้อนที่มีความสำคัญต่อสิ่งมีชีวิต เช่น ฮีโมโกลบิน คลอโรฟิล และวิตามินบี12

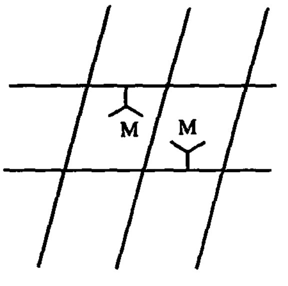
2.2 คีเลตติ้งพอลิเมอร์

คีเลตติ้งพอลิเมอร์ (chelating polymer) [4]คือ พอลิเมอร์ที่มีหมู่ว่องไวคีเลตติ้งลิแกนด์ (chelating ligand) หรือมัลติเดนเทตลิแกนด์ (multidentate ligand) เชื่อมต่อกับโครงสร้างของพอลิเมอร์ด้วยพันธะโควาเลนต์

2.2.1 ลักษณะการจับของลิแกนด์บนโครงสร้างของพอลิเมอร์

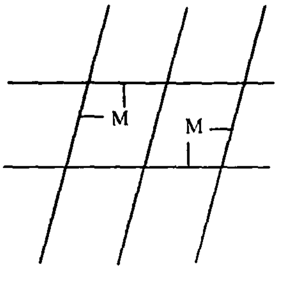
ลักษณะการจับไอออนโลหะของลิแกนด์บนโครงสร้างของพอลิเมอร์มีอยู่หลายรูปแบบ ได้แก่

1) พอลิเมอร์โครงร่างตาข่ายที่มีลิแกนด์ชนิดหลายหมู่ว่องไว (multifunction ligand) อยู่บนโครงสร้างตำแหน่งเดียว แสดงในรูปที่ 2.1



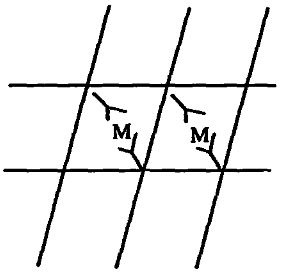
รูปที่2.1แสดงลักษณะของลิแกนด์ที่มีหลายหมู่ว่องไวบนโครงร่างตาข่ายตำแหน่งเดียว

2) พอลิเมอร์โครงร่างตาข่ายที่ลิแกนด์ชนิดหมู่ว่องไวเดียว (monofunction ligand) อยู่บนโครงสร้างในการเกิดคีเลตกับไอออนโลหะใช้ลิแกนด์ใกล้เคียงในการจับไอออน แสดงในรูปที่ 2.2



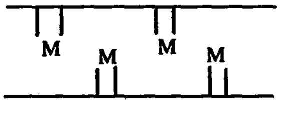
รูปที่ 2.2 แสดงลักษณะของลิแกนด์ที่มีหมู่ว่องไวชนิดเดียวกันบนโครงร่างตาข่ายหลายตำแหน่ง

3) พอลิเมอร์โครงร่างตาข่าย ที่มีลิแกนด์น้ำหนักโมเลกุลต่ำชนิดหลายหมู่ว่องไวถูกดูดซับไว้ในโครงสร้าง (chelating adsorbant) แสดงในรูปที่ 2.3



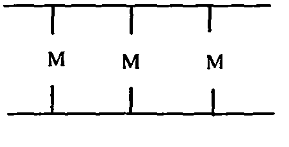
รูปที่2.3 แสดงลักษณะลิแกนด์ที่มีหมู่ว่องไวดูดซับไว้ในโครงร่างตาข่ายหลายตำแหน่ง

4) พอลิเมอร์แบบเชิงเส้น ที่มีลักษณะการจับไอออนโลหะของลิแกนด์เกิดขึ้นภายในสายโซ่เดียวกัน (intramolecular chelating) แสดงในรูปที่ 2.4



รูปที่2.4 แสดงลักษณะการจับไอออนโลหะภายในสายโซ่

5) พอลิเมอร์แบบเชิงเส้น ที่มีลักษณะการจับไอออนของลิแกนด์เกิดขึ้นระหว่างสายโซ่ (intermolecular chelating) แสดงในรูปที่ 2.5



รูปที่2.5 แสดงลักษณะการจับไอออนโลหะระหว่างสายโซ่

6) พอลิเมอร์ที่มีโลหะแทรกอยู่ในสายโซ่พอลิเมอร์ (mettalopolymer) ลิแกนด์ชนิดมอนอเมอ-ริก(monomeric) หรือโอลิโกเมอริก (oligomeric) เชื่อมกับไอออนโลหะในรูปของสะพานไอออน (metal - ion bridging form) แสดงในรูปที่ 2.6

รูปที่2.6 แสดงลักษณะการจับไอออนโลหะในลักษณะสะพานเชื่อมโยง

2.3 ชนิดของลิแกนด์

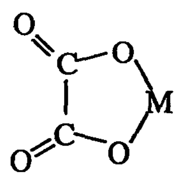
คีเลตติ้งลิแกนด์[5] มีหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะในการเกิดพันธะกับไอออนของโลหะในสารละลายได้อย่างมีประสิทธิภาพ เกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนได้หลายชนิดเช่น สารประกอบเชิงซ้อนชนิดประจุบวก ประจุลบ และไม่มีประจุ เป็นต้น (สารประกอบเชิงซ้อนประจุลบมีการศึกษาน้อยมาก) คีเลตติ้งเอเจนต์ (chelating agent) มีอยู่มากมายหลายชนิด แต่โดยทั่วไปแล้วหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่เกิดพันธะกับไอออนโลหะจะประกอบด้วยอะตอมของธาตุที่ไม่ใช่โลหะ (nonmettalic element) หมู่ VI_A และ V_A (N,O,S) ตัวอย่างของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในคีเลตติ้งพอลิเมอร์ที่พบมากได้แก่ ออกซิเจน ไนโตรเจนและซัลเฟอร์

2.3.1 รูปแบบของคีเลตติ้งลิแกนด์ที่เกิดพันธะกับไอออน

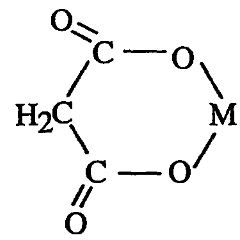
1) หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่ประกอบด้วยออกซิเจน

หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบที่ใช้ในการจับโลหะมีอยู่มากมาย ซึ่งหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะเหล่านี้สามารถจับไอออนโลหะได้ โดยการสูญเสียไฮโดรเจนออกไปและเกิดพันธะกับไอออนโลหะแทน หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะจะมีส่วนที่ว่องไวที่ใช้จับกับโลหะ 2 ส่วน (bidentate) ลักษณะการจับจะอยู่ในรูปของวง 4 ,5 หรือ 6 เหลี่ยมตามโครงสร้างของสารประกอบ แต่จะพบอยู่ในรูปวงสี่เหลี่ยมน้อยเนื่องจากไม่เสถียรตัวอย่างหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบได้แก่

1.1) *ไอออนไดคาร์บอกซิเลท (dicarboxylate ion)* เป็นหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่มีหมู่คาร์บอกซิเลท 2หมู่ ทำให้สามารถเกิดพันธะกับไอออนโลหะได้ 2 ตำแหน่ง(bidentate) การจับไอออนโลหะของไดคาร์บอกซิเลท จะอยู่ในรูปวง 5 หรือ 6 เหลี่ยม ขึ้นอยู่กับชนิดไดคาร์บอกซิเลท เช่นไอออนออกซิเลท(oxalate ion)จะเกิดสารเชิงซ้อนในรูปวง 5 เหลี่ยมดังรูปที่ 2.7 และอยู่ในรูปซอง 6 เหลี่ยม เมื่อเกิดสารเชิงซ้อนกับไอออนมาโลเนต (malonate ion) ดังรูปที่ 2.8

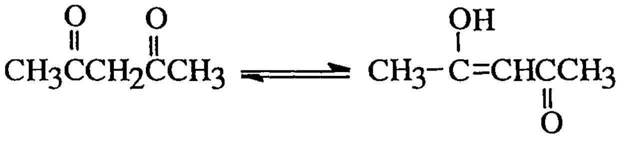


รูปที่2.7 แสดงการจับไอออนโลหะของออกซิเลท

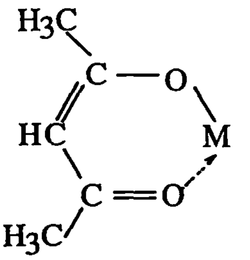


รูปที่ 2.8 แสดงการจับไอออนโลหะของมาโลเนต

1.2) *เบต้าไดคีโตน (β-diketone)* เป็นหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่มีหมู่คีโตน 2 หมู่และสามารถเปลี่ยนรูปไปอยู่ในรูปอีนอลได้ (ketone - enol tautomerism) ดังสมการ

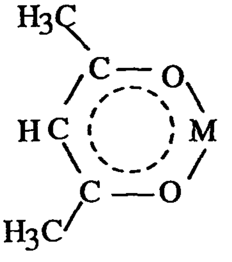


ในการเกิดพันธะกับโลหะ หมู่ไดคีโตนจะอยู่ในรูปอีนอลและไฮโดรเจนที่เกาะกับออกซิเจนหลุดออกและเกิดพันธะกับไอออนโลหะแทน สารเชิงซ้อนจะอยู่ในรูปหกเหลี่ยม ดังรูปที่ 2.9

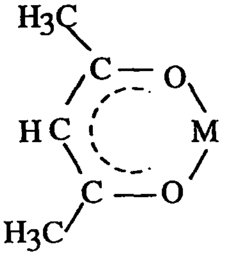


รูปที่ 2.9 แสดงการจับไอออนโลหะของไดคีโตน

เสถียรภาพของสารเชิงซ้อนขึ้นอยู่กับความสามารถในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนผ่านดี-ออร์บิ-ทอล(d-orbital)ของโลหะ ถ้าอิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ผ่านดี-ออร์บิทอลของโลหะได้ดีเท่ากับเคลื่อนที่ผ่าน ดี-อิเล็กตรอน (d-electron) สารเชิงซ้อนจะเสถียร ดังแสดงในรูปที่ 2.10 แต่ถ้าดีออร์บิ-ทอลของโลหะสามารถเคลื่อนที่ได้น้อยกว่าไพ-ออร์บิทอล(TT-orbital)จะทำให้สารเชิงซ้อนไม่เสถียร ดังแสดงในรูปที่2.11



รูปที่2.10 แสดงความเสถียรในการจับไอออนโลหะของไดคีโตนที่แข็งแรง



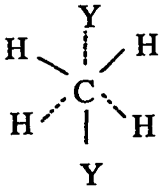
รูปที่2.11 แสดงความเสถียรในการจับไอออนโลหะของไดคีโตนทีอ่อน

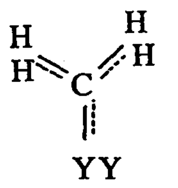
1.3)อัลฟา-กรดไฮดรอกซีคาร์บอกซีลิก(α-hydroxy carboxylic acid) เป็นสารที่ประกอบด้วย 2 หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะคือ หมู่ไฮดรอกซีและหมู่คาร์บอกซีเลต สารเชิงซ้อนเกิดได้โดยหมู่ทั้งสองนี้ปล่อยโปรตอนออกมาและเกิดพันธะร่วมกับไอออนโลหะแทน ซึ่งสารที่มีหมู่แสดงคุณสมบัติเฉพาะทั้ง 2 หมู่นี้เกิดสารเชิงซ้อนที่มีความเสถียรมากกว่าสารเชิงซ้อนคาร์บอกซิเลทโซ่ตรงกับไอออนของโลหะ

1.4)*ออร์โธไดฟีนอล(O-diphenol)* เป็นสารที่ประกอบด้วยหมู่ไฮดรกซี 2 หมู่บนวงเบนซีนในตำแหน่งที่ติดกับโลหะ สารเชิงซ้อนเกิดได้โดยหมู่ไฮดรอกซีจะปลดปล่อยโปรตอนออกเกิดเป็นประจุลบที่อะตอมของออกซิเจนทั้งสองอะตอมบนวงเบนซีน

2) หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่ประกอบด้วยไนโตรเจน

2.1)เอทิลินไดเอมีน เป็นสารที่มีหมู่ไนโตรเจนที่ใช้ในการจับโลหะที่สำคัญ มีโครงสร้างเป็นสายโซ่ตรงในรูปของ YCH_2CH_2Y เมื่อ Y คือหมู่เอมีน มีการจัดเรียงตัว 2 แบบคือแบบทรานส์และแบบซีส ดังรูปที่2.12 และรูปที่ 2.13ตามลำดับ ซึ่งการจัดเรียงตัวแบบทรานส์จะมีความเสถียรกว่าการจัดตัวแบบซีส

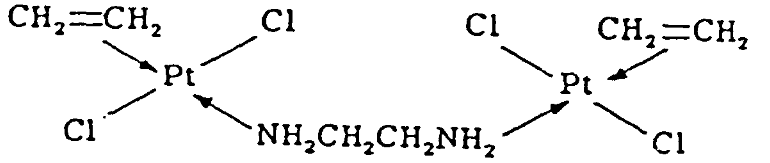




รูปที่2.12 แสดงการจัดเรียงตัวของเอทิลีนไดเอมีนแบบทรานส์

รูปที่2.13 แสดงการจัดเรียงตัวของเอทิลีนไดเอมีนแบบซีส

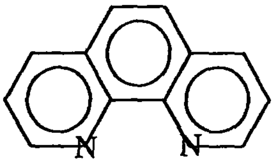
ในการจับโลหะของเอทิลีนไดเอมีนจะอยู่ในรูปของสปีนสูง (high spin) ถ้าโลหะหนักมีการจัดเรียงตัวแบบ d4 d5 d6 d7 และ d8 แต่บางกรณีอยู่ในรูปของสปีนต่ำสูง(low spin) เมื่อพิจารณาจากโครงสร้างของเอทีลีนไดเอมีนแล้ว พบว่ามีหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะสองหมู่ดังนั้นการจับโลหะหนักจึงอาจเกิดการเชื่อมโยงต่อกันไปเรื่อย ๆดังรูปที่ 2.14

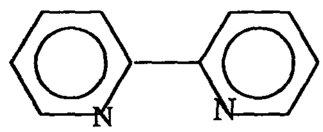


รูปที่ 2.14 แสดงการจับไอออนโลหะของเอทีลีนไดเอมีน

ความสามารถในการจับโลหะที่มีประจุสองบวกของเอทิลีนไดเอมีนมีลำดับความสามารถดังนี้ $Mn < Fe < Co < Ni < Cu > Zn$

2.2)สารจำพวกอะโรมาติกเอทเทอโรไซคริก(Aromatic Heterocyclic Bases) 1,10ฟีแนนโทรลีน และ 2,2ไพพีรีลิค แสดงโครงสร้างดังรูปที่2.15 และรูปที่2.16ตามลำดับ สามารถจับโลหะหนักได้เนื่องจากมีการจัดเรียงตัวของอิเลคตรอนในโมเลกุลแบบ Sp^2 ซึ่งมีอิเลคตรอนคู่โดดเดี่ยว 1 คู่ ทำให้อิเล็คตรอนได้ นอกจากนี้ลิแกนด์ประเภทนี้ยังสามารถรับอิเลคตรอนได้เนื่องจากอิเลคตรอนสามารถเคลื่อนที่ไปบนไพออร์บิทอลของวงอะโรมาติกได้

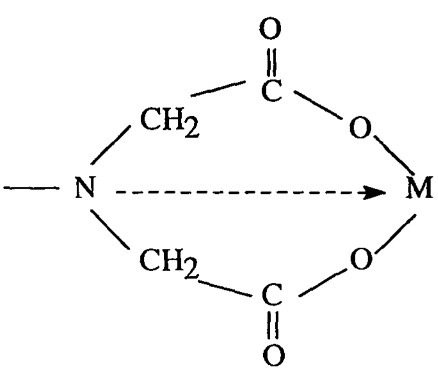




รูปที่2.15 แสดงโครงสร้างของฟีแนนโทรลีน รูปที่2.16 แสดงโครงสร้างของไพพีรีลิค

3) หมู่ฟังก์ชันที่ประกอบด้วยไนโตรเจน-ออกซิเจน

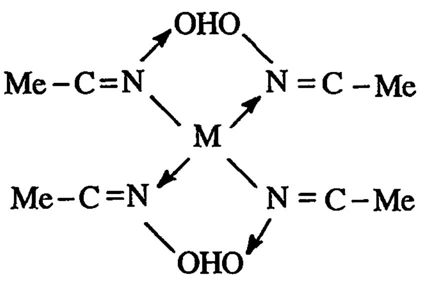
ไนโตรเจนเมื่อสร้างพันธะกับออกซิเจนสามารถจับไอออนโลหะหนักได้หลายชนิด ตัวอย่างเช่น กรดอะมิโนคาร์บอกซิลิก โดยการสร้างพันธะโควาเลนต์กับไอออนโลหะ เช่น อิมมิโนไดอะซิติกเอซิค (iminodiacetic acid) มีการจับโลหะโดยใช้หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะสองหมู่ ดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 แสดงการจับไอออนโลหะของอิมมิโนไดอะซิติกแอซิค

4) หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่ประกอบด้วยไนโตรเจน-ไนโตรเจน

สารประกอบที่มีหมู่ไนโตรเจนสามารถจับโลหะหนักได้หลายชนิด ตัวอย่างเช่นไดเมทิลไกลออกซีม (dimethyl glyoxime) สามารถจับโลหะโดยใช้ไนโตรเจนอะตอม ดังแสดงในรูปที่2.18



รูปที่2.18 แสดงการจับไอออนโลหะของไดเมทิลไกลออกซีม

5) หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่ประกอบด้วยซัลเฟอร์

- *หมู่ซัลเฟอร์ 2 หมู่*

ซัลเฟอร์เมื่อจับกับโลหะจะสามารถแบ่งลักษณะการจับได้ 2 ชนิด

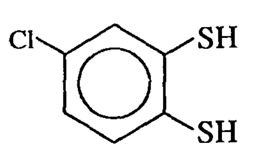
ก.เกิดพันธะโควาเลนต์กับโลหะโดยอนุพันธ์ของซัลเฟอร์ เช่น เมอร์แคปไทด์ (Mercaptide) หรือ แซนแทรต (Xanthate)

ข.เกิดพันธะร่วมของซัลเฟอร์ เช่น ไทโออีเธอร์ (Thioether)

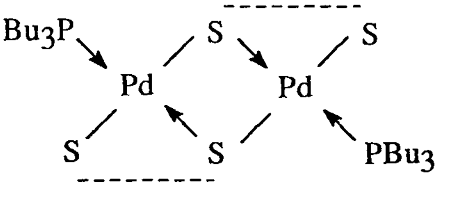
ในการเกิดพันธะของซัลเฟอร์กับโลหะจะมี 2 พันธะ และพันธะจะมีลักษณะเป็นตัววี ไทโออีเธอร์จะจับกับโลหะได้ไม่แข็งแรงนักยกเว้นโลหะ Pd Pt และ Hg

เมอร์แคปไทด์หรือไทออล เมื่อจับโลหะจะกำจัดโปรตอนออกแล้วจึงก่อพันธะกับโลหะ จะได้พันธะที่แข็งแรงมากโดยเฉพาะโลหะพวก Pd Pt Cd และ Hg

ลักษณะการจับโลหะของไดไทออลจะมีลักษณะการเชื่อมโยงต่อกันไปเรื่อยๆเช่น 4-chloro benzene -1,2-ditthiol ดังแสดงในรูปที่ 2.19 - 2.20

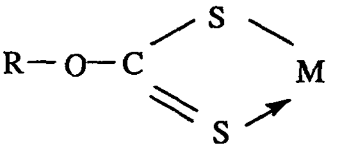


รูปที่ 2.19 แสดงโครงสร้างของ 4-chlorobenzene-1,2-dithiol



รูปที่ 2.20 แสดงการจับไอออนพาลาเดียมของ 4-chlorobenzene-1,2-dithiol

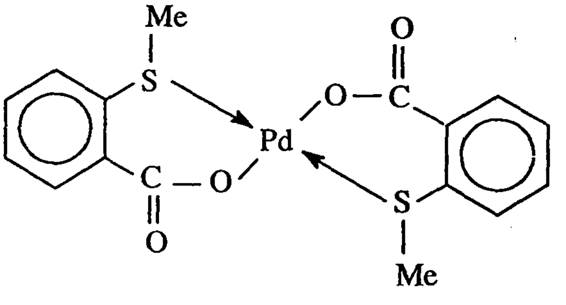
ลักษณะการจับโลหะของพวกแซนแทรตจะเกิดเป็นวงสี่เหลี่ยมกับโลหะดังรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 แสดงการจับไอออนโลหะของแซนแทรต

6) หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่ประกอบด้วยซัลเฟอร์และออกซิเจน

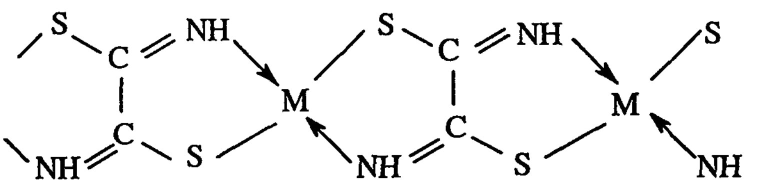
ลิแกนด์ที่มีหมู่ซัลเฟอร์และออกซิเจนเป็นหมู่จับโลหะนั้น อยู่ในจำพวกไทโอไกลเลท (SCH_2 -CO_2^-), S-alkylthioglycolate (RS-$CH_2CO_2^-$) การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของไอออนโลหะมีรูปร่างเป็นสะพานเชื่อมโยงโดยมีซัลเฟอร์เป็นตัวเชื่อมและมีการจับไอออนโลหะเป็นวงมีความเข็งแรงมากกว่าการจับแบบสายโซ่ตรง ตัวอย่างเช่น การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของ Pd กับ o-methylmercaptobenzoioc acid ดังรูปที่ 2.22



รูปที่ 2.22 แสดงการจับไอออนโลหะของ o-methylmercaptobenzoioc acid

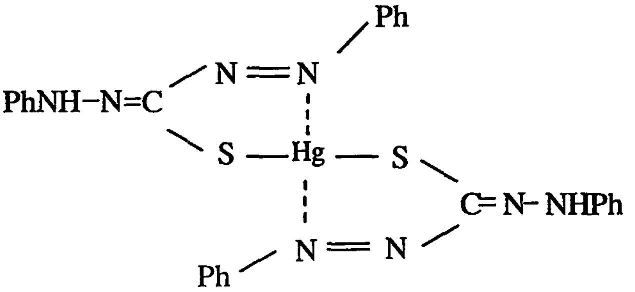
7) หมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่ประกอบด้วยซัลเฟอร์และไนโตรเจน

การเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของลิแกนด์หมู่ซัลเฟอร์และไนโตรเจน อยู่ในรูปสะพานเชื่อม-โยงเช่นเดียวกับซัลเฟอร์และออกซิเจน เช่น การจับตัวของไดไทออล ออกซิไมด์ (dithiol oximide) กับ Ni และ Cu ดังรูปที่ 2.23



รูปที่ 2.23 แสดงลักษณะการจับไอออนโลหะของ dithiol oximide

ในการใช้หมู่ไนโตรเจนและซัลเฟอร์จับโลหะปรอท พบว่าพันธะของซัลเฟอร์กับโลหะจะแข็งแรงกว่าพันธะของไนโตรเจนกับโลหะดังรูปที่ 2.24 เนื่องจากระยะระหว่างพันธะของไนโตรเจนและไอออนของปรอทยาวกว่าปกติทำให้เกิดการเสียรูปร่างของเตตระฮีดรอล แต่ในกรณีของทองแดงพบว่าสารประกอบเสถียรเมื่อโครงสร้างเป็นทรงเหลี่ยมสี่หน้ากับไนโตรเจนและซัลเฟอร์

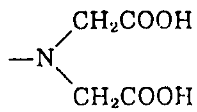
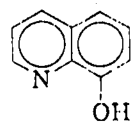
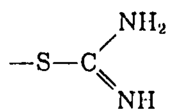
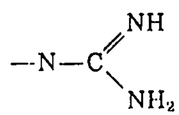
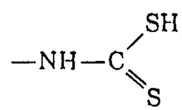
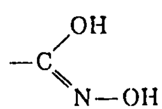
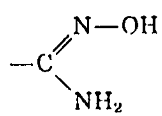


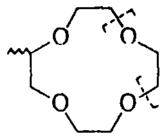
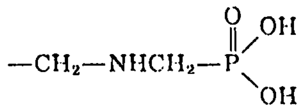
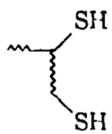
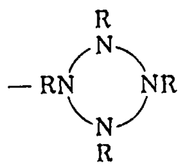
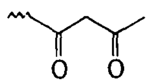
รูปที่2.24 แสดงการจับไอออนปรอทของหมู่ไนโตรเจนและซัลเฟอร์

2.3.2 ความเฉพาะเจาะจงของคีเลตติ้งลิแกนด์

คีเลตติ้งลิแกนด์บนโครงร่างของพอลิเมอร์ความสามารถในการจับโลหะ จะแตกต่างจากคีเลต-ติ้งลิแกนด์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำที่เป็นสารอินทรีย์ทั่วไป ดังนั้นในการเกิดคีเลตกับไอออนของโลหะต้องมีสภาวะที่เหมาะสม เช่น ความเป็นกรดด่าง ประจุของไอออนโลหะ องศาความเชื่อมโยงพฤติกรรมในตัวทำละลาย ทำให้คีเลตติ้งลิแกนด์มีความเฉพาะเจาะจงในการเกิดคีเลตกับโลหะแต่ละชนิดดังแสดงตัวอย่างความเฉพาะเจาะจงในการจับไอออนของโลหะของคีเลตติ้งลิแกนด์แต่ละชนิดแสดงในตารางที่ 2.2 และแสดงความเฉพาะเจาะจงของไอออนโลหะชนิดต่าง ๆ กับคีเลตติ้งลิแกนด์ในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.2 แสดงตัวอย่างความเฉพาะเจาะจงของในการจับไอออนโลหะของคีเลตติ้งลิแกนด์แต่ละชนิด

Ligand	Active structure	Target metals	Polymer backbones	Comments
iminodiacetic acid derivatives		most multivalent metals	mainly polystyrene	very important commercial resins, but relatively nonselective[a]
8-hydroxyquinoline		Cu, Ni, Zn, Co	mainly condensation	many experimental polymers have been produced[b]
polyamines	$NH_2(CH_2CH_2NH)_xCH_2CH_2NH_2$	Cu, Ni, Zn, Co complex metal anions	polystyrene, poly(acrylic acid)s, polyethyleneimine	commercial and experimental resins with many structural variations[c]
thiourea		Au, Hg, and platinum metals	polystyrene	commercial resins have high selectivity and capacity in acidic solutions[d]
guanidine		platinum metals	polystyrene	commercial resins have high selectivity and capacity in acidic solutions[e]
dithiocarbamate		Hg, Cd, Zn, Pb	polyethyleneimine	commercially available resins[f]
hydroxamic acid		Fe, U, V	polyacrylates	mainly experimental resins, high selectivity[g,h]
amidoximes		Cu, Au, U	polyacrylonitrile	some very stable complexes formed[h,i]

crown ethers		alkali metals	mainly polystyrene	variety of experimental resins[j]
amino phosphoric		Pb, Cu, Zn	polystyrene	commercially available resins[k]
mercapto groups		Pb, Hg	polystyrene and polycondensation resins	mainly experimental resins; condensation polymers; many structural variations[l,m]
cyclic polyamines, eg, porphorins		Fe, Co, Mg	polyaddition and polycondensation resins	some very stable complexes formed[n,o]
1,3-dicarbonyl compounds		Cu, U, Fe, Cr	polystyrene poly(vinyl alcohol) polyacrylates	many experimental polymers[p]

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

ตารางที่ 2.3 แสดงความเฉพาะเจาะจงของในการจับไอออนโลหะชนิดต่าง ๆ ของคีเลตติ้งลิแกนด์

Ions	Chelating group
alkali metal	crown ethers
aluminum	8-hydroxyquinoline
arsenic	fluorone
beryllium	diallyl phosphate
bismuth	pyrogallol, thioglycolate
boron	*N*-methylglucamine (C)[a]
calcium	diallyl phosphate, iminodiacetic acid (C)[a]
cesium	resorcinol–formaldehyde
chromium	β-diketone, casein–formaldehyde
cobalt	8-hydroxyquinoline, iminodiacetic acid (C)[a]
copper	8-hydroxyquinoline, iminodiacetic acid (C)[a] aminomethylpyridine (C)[a], aminomethylphenol
germanium	pyrogallol–formaldehyde, fluorone
gold	polyisothiouronium, polypyrrolidine
iron	hydroxamic acids, oxamines, aminomethylphenol
lead	pyrogallol (C)[a], thioglycolate, dithiocarbamate (C)[a]
magnesium	alginic acid, phenyldiaminoacetic acid
mercury	thiol (C)[a], polyisothiouronium (C)[a], dithiocarbamate (C)[a]
molybdenum	diphenylphosphonate–aldehyde
nickel	iminodiacetic acid (C)[a], thiol (C)[a], 8-hydroxyquinoline
palladium	aminophenol and nitro groups, guanidine, polyisothiouronium (C)[a]
platinum	polyisothiouronium (C)[a], guanidine
potassium	dipicrylamine
ruthenium	bipyridyl
silver	aminocarboxylic, polyisothiouronium (C)[a]
strontium	diallyl phosphate, resorcinol–formaldehyde
sulfate	polyamines (C)[a]
thorium	arsonic acid
titanium	chromatropic acid
tungsten	8-hydroxyquinoline
uranium	amidoximes, imidoximes, phosphoric acid, polyhydroxamic acids
vanadium	polyhydroxamic acids
zinc	anthranilic acid, phosphoric acid
zirconium	phosphoric acid, (1,8-naphthylenedioxy)diacetic acid

[a] (C) indicates commercially available resins.

ลิแกนด์8-ไฮดรอกซีคิวโนน(8-Hydroxyquinone) เป็นลิแกนด์ที่ใช้ในการจับไอออนโลหะเกิดปฏิกิริยา ได้หลายแบบเนื่องจากมีโครงสร้างของหมู่อะโรมาติกที่มีขนาดใหญ่เกะกะ(bulky aromatic)

ลิแกนด์กรดอิมมิโนไดอะซิติก(Iminodiacetic acid) เป็นลิแกนด์ที่มีอยู่ในโครงสร้างของพอลิเมอร์ หลายชนิด มีความสามารถในการจับไอออนของโลหะได้หลายชนิดแต่มีความเฉพาะเจาะจงน้อย

ลิแกนด์กรดไฮดรอกซามิก(hydroxamic acid)และออกซามีน(oxamines)สามารถเกิดคีเลตกับไอออน ของเหล็กได้ดี แต่ยังมีใช้กันน้อย

ลิแกนด์ที่มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบพบว่าเกิดคีเลตกับโลหะหนักพวกปรอทและตะกั่วได้ดี

2.3.3 คีเลตติ้งพอลิเมอร์เชิงพาณิชย์

ในเชิงพาณิชย์บริษัทต่างๆได้ผลิตคีเลตติ้งพอลิเมอร์มากมายหลายชนิดมีหมู่ว่องไวแตกต่างกันและมีการขายดังแสดงในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 แสดงคีเลตติ้งพอลิเมอร์เชิงพาณิชย์

Active structure	Manufacturer	Trade names	Special metal selectivity
iminodiacetic acid[b]	Duolite International	Duolite ES-466	
	Dow Chemical	Dowex A-1	
	Mitsubishi	Diaion CR-10	
	Rohm & Haas	Amberlite IRC-718	
	Unitica	Unicellex UR-10	
	Bio-Rad	Chelex 100	
	Veb Chemie Kombriat Bitterfeld, GDR	Wofatit CM-50	
	Bayer	Lewatit TP-207	
isothiouronium[c]	Ayalon	Srafion NMRR	Au, Pt metals at low pH
	Sybron-Chemical Division	Ionac SR-3	
amino phosphoric[d]	Duolite International	Duolite ES-467	Pb, Cu, Zn
	Sumitomo	Sumichelate MC-90	Ca, Mg
carbamate	Nippon Soda	Nisso ALM-525	Hg, Cd, Zn, Pb, Cu
pyridine types[e]	Sumitomo	Sumichelate CR-2	Mo, Au
	Dow Chemical	Dowex XF-4195	Cu, Ni, Fe
		Dowex XF-4196	
polyamine	Mitsubishi	Diaion CR-40	Cu
		Diaion CR-20	
thiol[f]	Akzochemie	IMAC-TMR	Hg
	Duolite International	Duolite ES-465	
phosphoric acid[b]	Duolite International	Duolite C-63	
		Duolite C-65	
amidoxime	Duolite International	Duolite ES-346	U

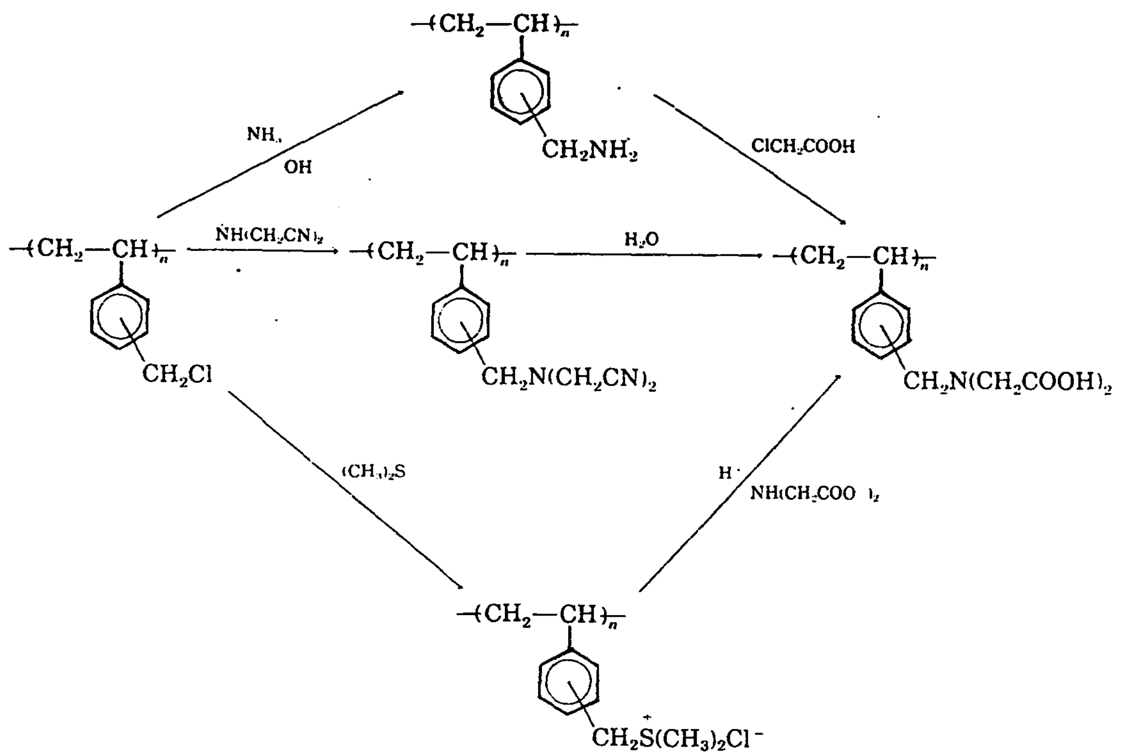
2.4วิธีการเตรียมคีเลตติ้งพอลิเมอร์

คีเลตติ้งพอลิเมอร์ที่ใช้มีอยู่หลายแบบ เช่น เส้นใย เนื้อเยื่อ(membranes) เรซิน หรือแผ่นฟิล์ม ซึ่งสามารถเตรียมได้จากวิธีต่างๆ ดังนี้

1) การเปลี่ยนหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะของไวนิลพอลิเมอร์โครงร่างตาข่าย (Conversion of Crosslinked Vinyl Polymer)

การปรับปรุงไวนิลพอลิเมอร์โครงร่างตาข่ายโดยวิธีการทางเคมีเพื่อให้เกิดคีเลตติ้งลิแกนด์ในการจับไอออนของโลหะ โดยปกติจะใช้กับพอลิเมอร์ที่มีหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะที่สามารถปรับปรุงได้ง่าย เช่น พอลิอะคริโรไนไตร์ล(polyacrylonitrile) พอลิอะคริเลต(polyacrylate) โดยทำการเชื่อมโยงใช้สารเชื่องโยง เช่น ไดไวนิลเบนซีน จากนั้นทำการปรับปรุงหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะด้วยปฏิกิริยาทางเคมี เช่น ซัลโฟเนชั่น เฮโลจิเนชั่น ไนเตรชั่น เพื่อให้ได้คีเลตติ้งลิแกนด์ตามต้องการ

ตัวอย่างการปรับปรุงโดยวิธีคือ การปรับปรุงหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะของพอลิคลอโรเมททิลสไตรีน poly(chloromethylstyrene) ให้มีกรดอิมมิโนไดอะซิติกเป็นลิแกนด์ โดยการทำปฏิกิริยากับนิวคลีโอฟิลิกของสารประกอบที่มี S และ N เป็นองค์ประกอบดังแสดงในรูปที่2.25 อิมมิโนไดอะซิติกคีเลตติ้งพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ในแต่ละวิธีมีคุณสมบัติที่แตกต่างกันไป

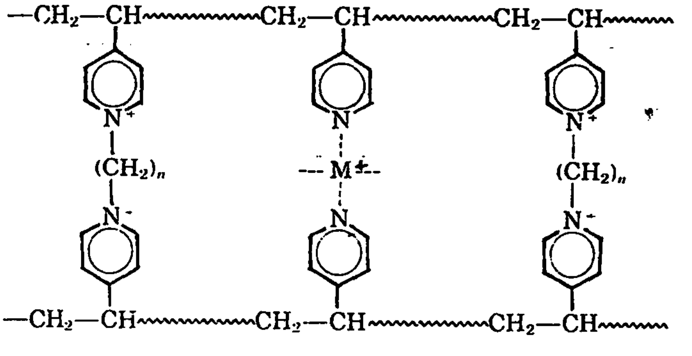


รูปที่2.25 แสดงการปรับปรุงหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะของพอลิ(คลอโรเมททิล สไตรีน)

ข้อดีของการปรับปรุงวิธีนี้คือ สายโซ่หลักมีโครงสร้างที่เสถียร แต่มีข้อเสียคือการควบคุมปฏิกิริยาเกิดยากและมีขั้นตอนในการสังเคราะห์หลายขั้น นอกจากนี้คีเลตติ้งพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ไม่มีความเฉพาะเจาะจงในการเลือกจับไอออน

2) การเปลี่ยนหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะของพอลิเมอร์เชิงเส้นและการทำการเชื่อมโยง (Conversion and Crosslinking of Linear Vinyl Polymer)

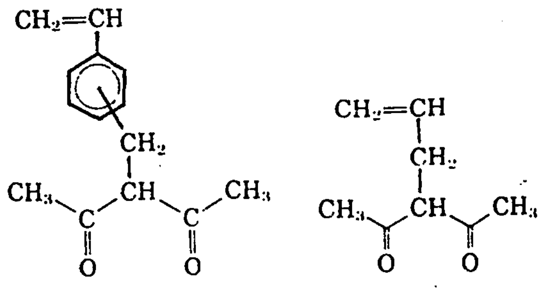
การปรับปรุงหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะของพอลิเมอร์เชิงเส้นให้เกิดเป็นคีเลตติ้งลิแกนด์ก่อน จากนั้นจึงทำการเชื่อมโยง วิธีการปรับปรุงนี้สามารถเกิดได้ง่ายเพราะสารที่ใช้ปรับปรุงละลายอยู่ในมอนอเมอร์ได้ดีแตกต่างจากที่ต้องนำมาละลายในพอลิเมอร์ โครงสร้างคีเลตติ้งพอลิเมอร์ที่ได้มีหมู่ทำหน้าที่เฉพาะหมู่เดียว และมีโครงสร้างที่แน่นอนโดยทำการเชื่อมโยง เนื่องจากมีความเกะกะของการจัดเรียงตัว(conformation) จึงมีความเฉพาะเจาะจงในการจับไอออนของโลหะ ตัวอย่างของพอลิเมอร์ที่เตรียมโดยวิธีนี้คือ พอลิไวนิลไพริดีน (Polyvinylpyridene)ทำการเชื่อมโยงด้วยไดอัลคิลเฮไลด์ที่มีความว่องไว การจับไอออนของโลหะของลิแกนด์นี้ ดังรูปที่2.26



รูปที่ 2.26 แสดงโครงสร้างและลักษณะการจับไอออนของโลหะของพอลิไวนิลไพริดีนโครงร่างตข่าย

3) พอลิเมอไรเซชั่นของไวนิลมอนอเมอร์ที่มีหมู่คีเลตติ้ง (Polymerisation of Vinyl Monomers Containing Chelating Group)

วิธีการเตรียมโดยใช้มอนอเมอร์ที่มีคีเลตติ้งลิแกนด์อยู่ทำการพอลิเมอไรเซชั่นให้เกิดเป็นคีเลตติ้งพอลิเมอร์ มอนอเมอร์กลุ่มนี้อาจมีหมู่คีเลตในโครงสร้างหรือทำการสังเคราะห์ขึ้นมา ตัวอย่างมอนอเมอร์ที่มีคีเลตติ้งลิแกนด์ เช่น β-ไดคีโตน (*B*-diketone) ดังแสดงในรูปที่ 2.27

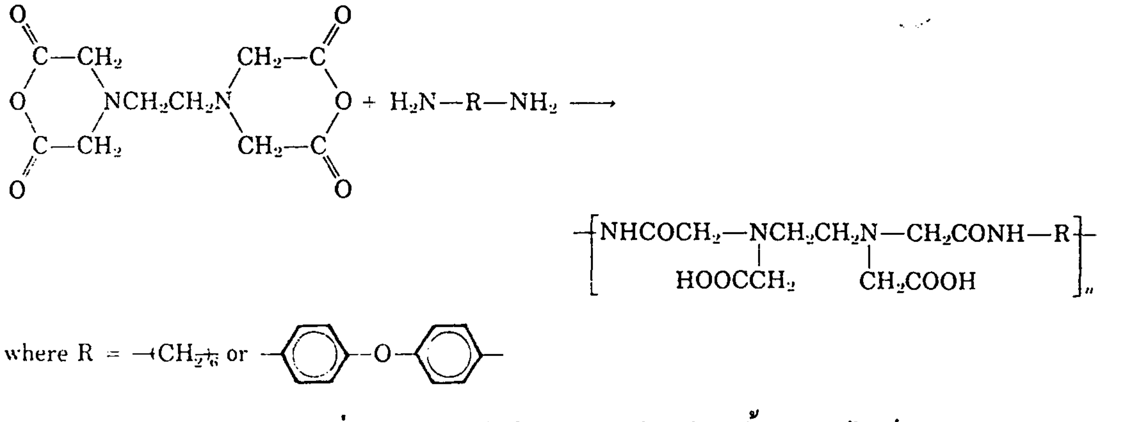


รูปที่ 2.27 แสดงโครงสร้างของมอนอเมอร์ที่มีหมู่เบต้า-ไดคีโตน

วิธีการสังเคราะห์มีจุประสงค์เพื่อหลีกเลี่ยงการทำปฏิกิริยาบนสายโซ่พอลิเมอร์ แต่มีปัญหาเนื่องจากหมู่คีเลตที่ใช้เป็นลิแกนด์ ถ้ามีความเป็นขั้วมากไปยับยั้งการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่น ดังนั้นการแก้ปัญหานี้จึงสามารถทำได้โดยการเติมมอนอเมอร์ร่วมที่ไม่มีขั้วลงไปเพื่อทำโคพอลิเมอไร-เซชั่นกับคีเลตติ้งมอนอเมอร์

4) พอลิเมอร์แบบควบแน่นที่มอนอเมอร์มีคีเลตติ้งลิแกนด์เป็นองค์ประกอบ (Condensation Polymers Incorporating Chelating Monomer)

การเตรียมคีเลตติ้งโดยผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น ซึ่งมอนอเมอร์นั้นมีคีเลตติ้งลิแกนด์อยู่ วิธีการนี้เป็นวิธีที่ง่ายและนิยมมากเนื่องจากสามารถเปลี่ยนแปลงหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะของมอนอเมอร์ได้ง่าย แต่ผลิตภัณฑ์ที่ได้มักขาดเสถียรภาพทางเคมีเพราะเป็นการเชื่อมต่อของหมู่ที่มีขั้วด้วยกันในสายโซ่หลัก ตัวอย่างของพอลิเมอร์ที่เตรียมได้โดยวิธีนี้เช่น พอลิเอสเทอร์ พอลิ-เอไมด์ ตัวอย่างการปรับปรุงวิธีนี้คือการเตรียมพอลิเอไมด์ดังแสดงในรูปที่ 2.28



รูปที่2.28 แสดงปฏิกิริยาการเตรียมคีเลตติ้งพอลิเอไมด์

5) การปรับปรุงพอลิเมอร์แบบควบแน่น (Conversion of condensation Polymers)

การนำพอลิเมอร์แบบควบแน่นมาทำการปรับปรุงเป็นคีเลตติ้งพอลิเมอร์ เช่นฟีนอลฟอร์มาลดีไฮด์พอลิเมอร์ (phenyl-formadehyde polymer) ปฏิกิริยาที่ใช้จะเป็นการปรับปรุงคุณสมบัติทางเคมีเพิ่มเสถียรภาพให้กับพอลิเมอร์

6) การปรับปรุงทางเคมีของพอลิเมอร์ธรรมชาติ (Chemical Modification of Natural Polymers)

พอลิเมอร์ธรรมชาติสามารถนำมาปรับปรุงทางเคมีเพื่อเตรียมเป็นคีเลตติ้งพอลิเมอร์ พอลิเมอร์ธรรมชาติที่ใช้เช่น ไคติน ไคโตรแซน ลิกนิน เซลลูโลส และแป้ง สำหรับไคตินและไคโตรแซนสามารถนำมาใช้ในการจับโลหะได้เลยเนื่องจากโครงสร้างของไคตินมีไนโตรเจน(N) ซึ่งเป็นอะตอมที่ให้อิเล็กตรอน (donor atom) อยู่สามารถเกิดคีเลตกับโลหะได้ สำหรับเซลลูโลสและแป้งในโครงสร้างมีหมู่ไฮดรอกซี hydroxy (-OH)อยู่ จึงนำมาทำปฏิกิริยาการปรับปรุงทางเคมีให้เป็นคีเลตติ้งพอลิเมอร์ ข้อดีของการใช้พอลิเมอร์ธรรมชาติคือ มีราคาถูกกว่าพอลิเมอร์สังเคราะห์ และสามารถย่อยสลายได้ในธรรมชาติ [8]

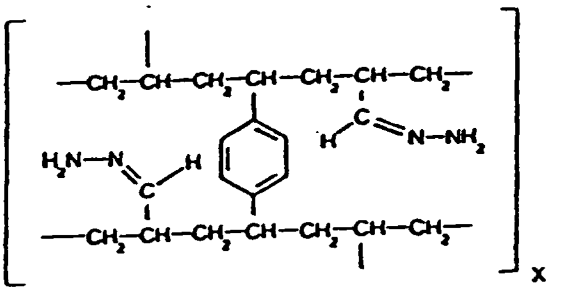
2.5 สายโซ่หลักของคีเลตติ้งพอลิเมอร์

สายโซ่หลักของคีเลตติ้งพอลิเมอร์ แบ่งตามลักษณะได้ 2 ประเภท ดังนี้

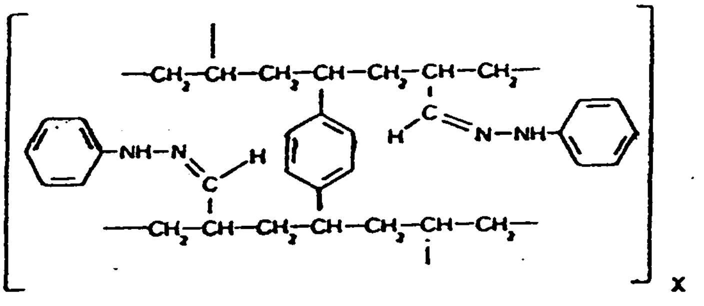
2.5.1พอลิเมอร์สังเคราะห์

การสังเคราะห์คีเลตติ้งพอลิเมอร์โดยมีสายโซ่หลักเป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์มีอยู่หลายชนิด เช่น พอลิสไตรลีน พอลิอะไครเลต เป็นต้น จากนั้นทำปฏิกิริยาการปรับปรุงทางเคมีเพื่อให้เกิดคีเลตติ้งลิแกนด์ต่างๆ มีความสามารถในการจับไอออนโลหะได้ดีและมีความเฉพาะเจาะจงสูง การมีความเฉพาะเจาะจงสูงจะทำให้มีนำไอออนโลหะกลับมาใช้ใหม่ได้มากขึ้น ตัวอย่างการนำพอลิเมอร์สังเคราะห์เป็นสายโซ่หลักในพอลิเมอร์ได้แก่

Bao Hen Zhang และคณะ[9] ทำการสังเคราะห์พอลิอะคริลิกแอนไฮไดร์-ไฮดราโซน[poly(acrylicandehyde-hydrazone)]P-HZ ดังรูป 2.29ก. และพอลิอะโครีน-ฟีนิลไฮดราโซน[poly(acrolein-phenylhydrazone)]P-PHZ ดังรูป 2.29ข. โดยเตรียมจากพอลิอะโครีน-สไตรีนที่มีโครงร่างตาข่ายด้วยวิธีโคพอลิเมอไรเซชั่นแบบแขวนลอยใช้เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์เป็นตัวริเริ่ม จากนั้นทำปฏิกิริยาการปรับปรุงทางเคมีด้วยไฮดราซีน-ไฮเดรต และฟีนิลไฮดราซีนจะได้ผลิตภัณฑ์ P-HZ และ P-PHZ ตามลำดับ

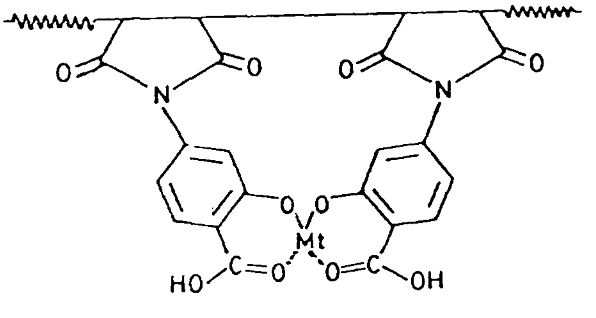


รูปที่ 2.29ก. แสดงโครงสร้างของP-HZ

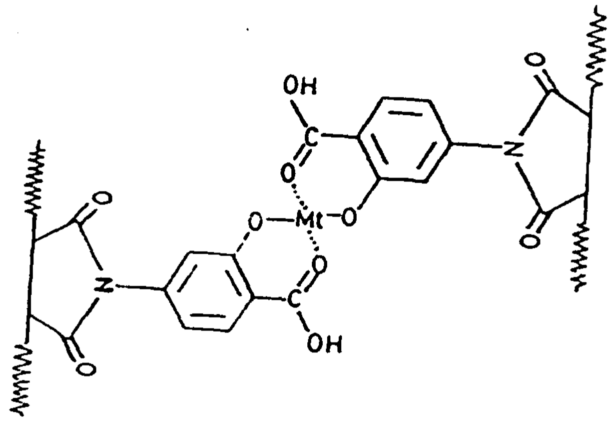


รูปที่2.29ข.แสดงโครงสร้างของ P- PHZ

Patel และคณะ [10] ได้ทำการสังเคราะห์พอลิ N-คาร์บอกซี-3-ไฮดรอกซีฟีนิล เมลิอิไมด์ [poly (N-(4-carboxy - 3 - hydroxyphenyl) maleimide)]โดยวิธีการพอลิเมอไรเซชั่นแบบแขวนลอยของมอนอเมอร์สี่-คาร์บอกซี-สาม-ไฮดรอกซีฟีนิลมาลิอิไมด์[poly(N-(4-carboxy-3-hydroxyphenyl) maleimide)] CHPM เป็นมอนอเมอร์มีความสามารถในการจับไอออนของโลหะ Ni^{2+},Cu^{2+},Zn^{2+},Co^{2+} และUO_2^{2+}ซึ่งการเกิดคีเลตกับไอออนของโลหะอยู่ในลักษณะภายในสายโซ่เดียวกัน ดังรูปที่ 2.30 ก. หรือระหว่างสายโซ่ดังรูปที่ 2.30 ข.



รูปที่2.30ก. แสดงการจับไอออนของโลหะ แบบภายในสายโซ่เดียวกัน



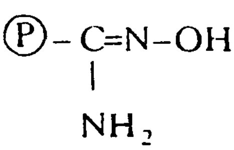
รูปที่ 2.30 ข.   แสดงการจับไอออนของโลหะแบบระหว่างสายโซ่

Weiping และคณะ [11] ทำการสังเคราะห์เส้นใยที่มีหมู่อะมิโดออกซีม (amidoxime group) มีพอลิเมอร์โครงสร้างหลักคือพอลิอะคริโลไนไตรล์ แบ่งลักษณะการเตรียมของเส้นใยเป็น 2ชนิดคือ

1)ทำปฏิกิริยาอะมิโดออกซิเมชันโดยใช้ไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์และโซเดียมคาร์บอเนต ที่อุณหภูมิคงที่

2)มีการเตรียมเส้นใยก่อนด้วยการกราฟพอลิอะคริโลไนไตรล์บนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์แล้วจึงทำปฏิกิริยาเช่นเดียวกับเส้นใยแบบที่ 1

คีเลตติ้งพอลิเมอร์ที่เตรียมได้มีความเฉพาะเจาะจงและความสามารถจับไอออนทอง Au^{3+}



รูปที่ 2.31 แสดงลิแกนด์ของอะมิโดออกซีมบนโครงสร้างของพอลิเมอร์

2.5.2 พอลิเมอร์ธรรมชาติ

การนำพอลิเมอร์ธรรมชาติเป็นสารโซ่หลักของคีเลตติ้งพอลิเมอร์เพื่อลดปัญหามลภาวะที่เกิดจากการย่อยสลายยากของพอลิเมอร์สังเคราะห์   พอลิเมอร์ธรรมชาติที่นิยมนำมาเตรียมคีเลตติ้งพอลิเมอร์มีอยู่ด้วยกันหลายชนิดได้แก่

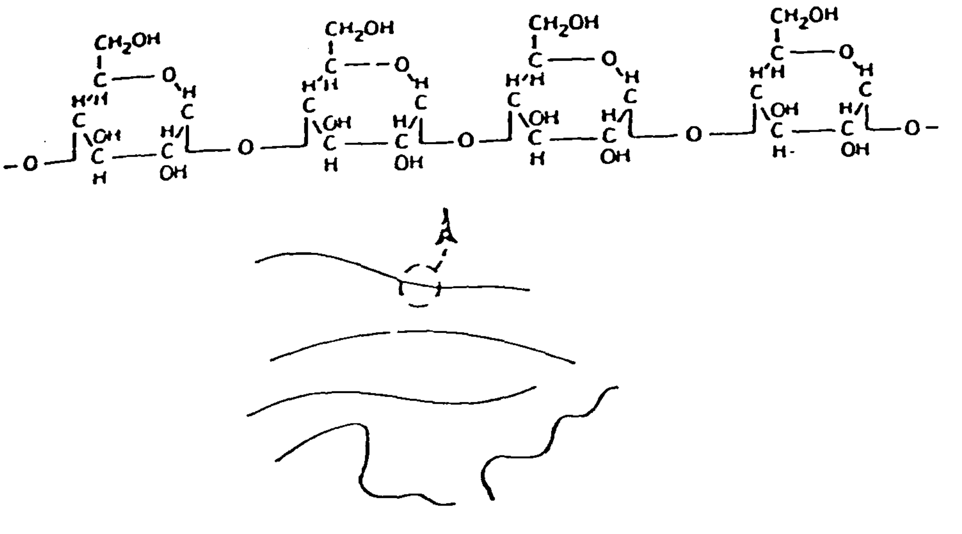
2.5.2.1 แป้ง (Starch)

แป้งเป็นสารอาหารประเภทคาร์โบไฮเดรตที่มีอยู่ในพืชทุกชนิด รูปร่างและขนาดของแป้งขึ้นกับชนิดของพืชที่นำมาทำการผลิต เช่น แป้งข้าวโพดมีรูปร่างหลายเหลี่ยมหรือจะพบในลักษณะทรงกลม แป้งมันสำปะหลังมีรูปร่างทรงกลมท้ายตัด เป็นต้น

โครงสร้างทางเคมีของแป้งประกอบด้วยพอลิเมอร์ 2 ชนิดคืออะไมโลส และอะไมโลเพกติน

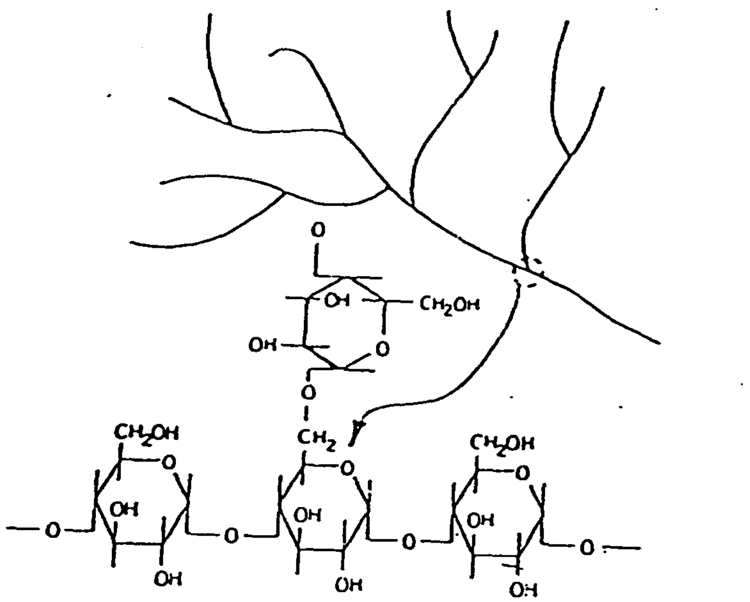
1)อะไมโลส (amilose) เป็นพอลิเมอร์เชิงเส้น โดยที่หน่วยแอนไฮโดรกลูโคส(anhydroglucose unit) เชื่อมต่อกันด้วยพันธะอัลฟา-ดี(1-4)กลูโคซิดิก [α-D (1-4) glucosidicbone] ขนาดของโมเลกุลขึ้นอยู่กับหน่วยแอนไฮโดรกลูโคส โดยทั่วไปอยู่ในช่วง 200-2000 หน่วย

เนื่องจากแป้งมีหน่วยที่ซ้ำแบบเชิงเส้นจึงมีความสามารถในการเคลื่อนที่ของโมเลกุลการมีหมู่ไฮดรอกซีจำนวนมากทำให้สายโซ่ของอะไมโลสมีแนวโน้มที่จะเรียงตัวในแนวขนาน และใกล้พอที่จะเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลได้ มีผลทำให้คุณสมบัติการชอบน้ำของแป้งและการละลายลดลง โครงสร้างของอะไมโลสแสดงดังรูป 2.32



รูปที่ 2.32 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของอะไมโลส

2) อะไมโลเพกติน (amylopectin) เป็นพอลิเมอร์สาขาประกอบด้วยหน่วยแอนไฮโดรกลูโคส (anhydroglucose unit) เชื่อมต่อกันด้วยพันธะอัลฟา-ดี(1-4)กลูโคซิดิก [α-D (1-4) glucosidic bond) และเกิดสาขาที่ตำแหน่งที่ 6 ในแต่ละสาขาประกอบด้วยหน่วยแอนไฮโดรกลูโคสประมาณ 20-30 หน่วย จากการที่โมเลกุลอะไมโลเพกตินมีขนาดใหญ่กว่าโมเลกุลอะไมโลสและความเป็นสาขาทำให้ความสามารถในการเคลื่อนที่ของโมเลกุลแป้งลดลงและขัดขวางการเกิดพันธะไฮโดรเจน ดังแสดงโครงสร้างในรูปที่ 2.33



รูปที่ 2.33 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของอะไมโลเพกติน

ปรากฏการณ์การเกิดเจล

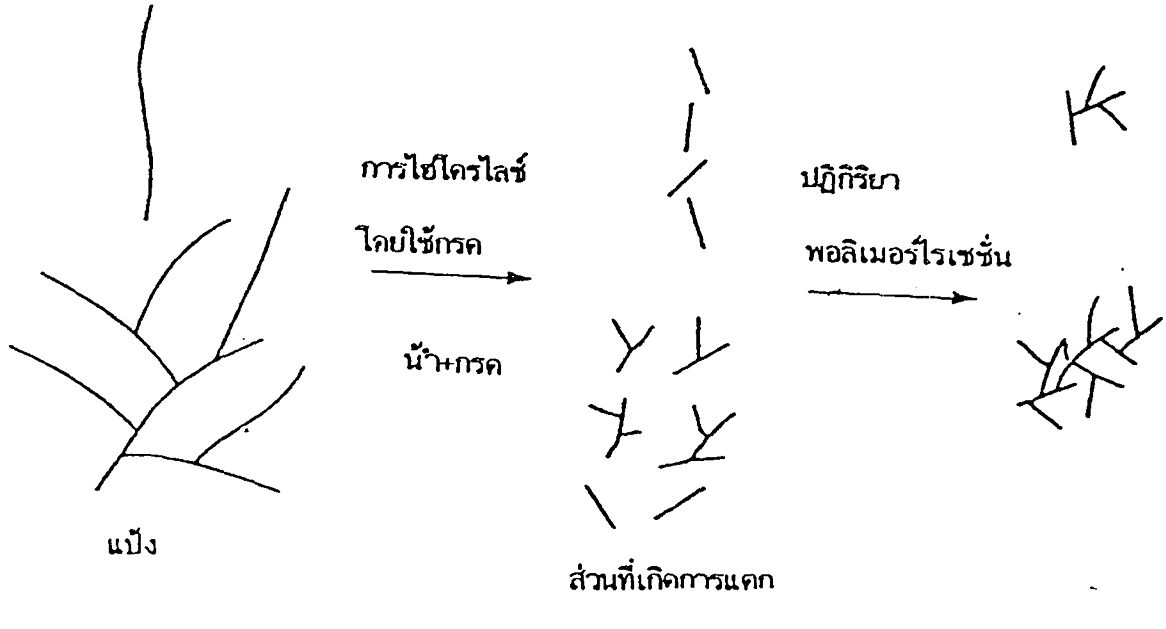
เมื่อเม็ดแป้งที่อยู่ในน้ำได้รับความร้อนที่สูงกว่าอุณหภูมิการเกิดเจล มีผลทำพันธะไฮโดรเจนอ่อนลงโมเลกุลของน้ำจึงสามารถแทรกในส่วนที่เป็นเชิงเส้นของอะไมโลเพกตินได้ ส่งผลให้โมเลกุลของแป้งก่อรูปเป็นเกลียวทำให้แป้งสามารถดูดน้ำและบวมตัวได้หลายเท่า ในระหว่างการก่อรูปเป็นเกลียวมีแนวโน้มที่สารแขวลอยแป้งจะเริ่มใสขึ้น และความหนืดเพิ่มขึ้นเรื่อยๆจนกระทั่งถึงจุดที่แป้งดูดน้ำได้มากที่สุด จุดนี้คือจุดที่เกิด "ปรากฏการณ์การเกิดเจล" ถ้าให้ความร้อนต่อไปเม็ดแป้งจะแตกออก ความหนืดจะลดลง ในกรณีของแป้งที่ได้มาจากธัญพืชเช่น ข้าวโพด ในการที่จะเกิดเจลเม็ดแป้งจะต้องมีความเข้มข้นเพียงพอ อุณหภูมิที่ทำให้แป้งสูญเสียคุณสมบัติไบรีฟริงเจนท์98%จะเรียกว่า "จุดสุดท้ายของการเกิดเจล" (gelationization end point)

การปรับปรุงคุณสมบัติของแป้งโดยใช้กรด

การปรับปรุงคุณสมบัติของแป้งโดยใช้กรดสามารถทำการไฮโดรไลซ์เม็ดแป้งด้วยกรดที่อุณหภูมิต่ำกว่าการเกิดเจล ปฏิกิริยาไฮโดรไลซ์สามารถควบคุมได้จากค่าความหนืดในระหว่างปฏิกิริยา การหยุดปฏิกิริยาสามารถทำได้โดยการทำให้สารละลายเป็นกลางเมื่อถึงค่าความหนืดที่ต้องการอัตราของปฏิกิริยาไฮโดรไลซ์จะขึ้นอยู่กับ ความเข้มข้นของกรด อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในปฏิกิริยา

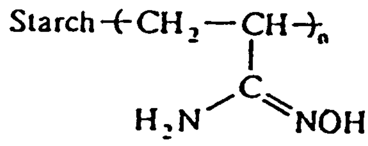
แป้งไฮโดรไลซ์ที่ได้จะยังมีโครงสร้างเป็นไบรีฟริงเจนท์ สัญนิฐานว่ากรดจะเข้าทำปฏิกิริยากับเม็ดแป้งในบริเวณอสันฐานอย่างรวดเร็วโดยสามารถเกิดปฏิกิริยาได้มากกว่าส่วนที่เป็นผลึก ทำให้ในช่วงต้นอะไมโลเพกตินในเม็ดแป้งถูกย่อยสลายอย่างรวดเร็วและมากกว่าอะไมโลส

นอกจากนี้แป้งไฮโดรไลซ์จะมีหมู่รีดิวซ์ที่สายโซ่เพิ่มขึ้น เนื่องจากการเพิ่มจำนวนโมเลกุลสายโซ่สั้น การวัดจำนวนของหมู่รีดิวซ์สามารถวัดได้โดยเลขอัลคาไลน์ (alkali number)



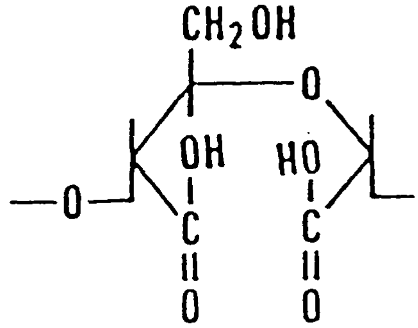
รูปที่2.34 แสดงลักษณะการไฮโดรไลซ์แป้ง

จากสมบัติโดยทั่วไปของแป้งได้มีการศึกษาการนำแป้งมาเป็นสายโซ่หลักของคีเลตติ้งพอลิเมอร์ เช่น Zhang และคณะ [17] ทำการสังเคราะห์อะมิโดออกซีมโดยใช้แป้งเป็นโครงสร้างหลักเพื่อใช้การกำจัดโลหะ โดยนำแป้งมาทำปฏิกิริยากราฟท์โคพอลิเมอไรเซชันกับอะคริโลไนไตร์ลแล้วปรับปรุงหมู่ไซยาไนด์ที่ได้โดยทำปฏิกิริยากับไฮดรอกซิลามีน ซึ่งได้พอลิเมอร์ที่มีอะมิโดออกซีมเป็นลิแกนด์ดังรูป 2.35 ลิแกนด์นี้มีความสามารถในการจับ Cu^{2+},Hg^{2+},Pb^{2+} และ Zn^{2+}



รูปที่ 2.35 แสดงโครงสร้างของอะมิโดออกซิมที่ทำการปรับปรุงจากแป้ง

Eldib [18] สังเคราะห์แป้งคาร์บอกซีเลตเพื่อใช้เป็นสารลดความกระด้างในผงซักฟอกโดยทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน คือใช้กรดเปอร์ไอโอดิก(periodic acid) เพื่อเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซีของแป้งที่ตำแหน่ง 2 และ3 ให้เป็นแป้งไดอัลดีไฮด์ จากนั้นใช้กรดคลอรัส(chlorous acid) เพื่อออกซิไดส์หมู่ไดอัลดีไฮด์ให้เป็นหมู่ไดคาร์บอกซีลิก ดังรูปที่ 2.36 แป้งไดคาร์บอกซิลิกมีความสามารถในการจับโลหะ เช่น แคลเซียมไอออน (Ca^{2+})



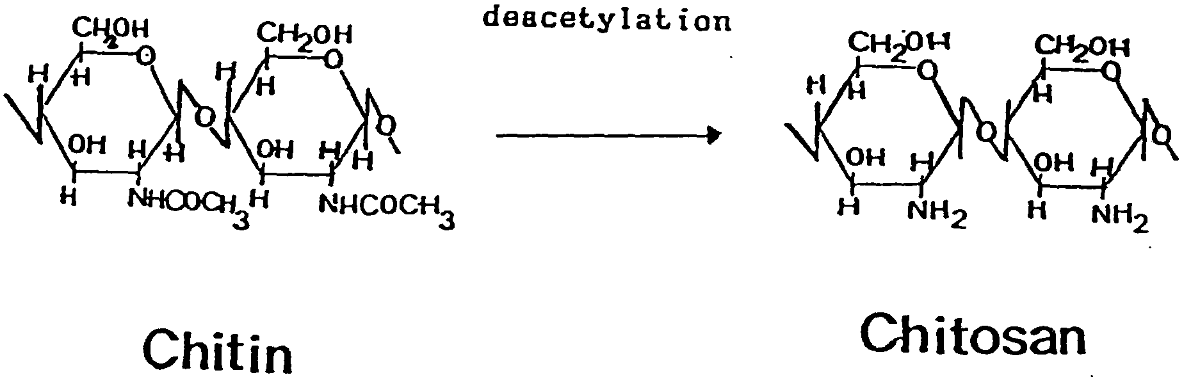
รูปที่2.36 แสดงโครงสร้างของแป้งที่มีกรดไดคาร์บอกซีลิก

2.5.2.2 อนุพันธ์ของไคตินและไคโตแซน (chitin derivative and chitosan)

ไคตินเป็นพอลิเมอร์ดูดซับน้ำชนิดหนึ่งที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ไคตินเป็นสารที่ให้ความแข็งแรงแก่เปลือกสัตว์ เป็นองค์ประกอบของชิ้นส่วนขากรรไกรและกระดูกสันหลังของสัตว์จำพวกไส้เดือนบางชนิด และยังพบไคตินในผนังเซลล์ของเชื้อราและสาหร่ายบางชนิดด้วย ไคตินที่ได้จากแหล่งต่างกันจะมีความแตกต่างกันของลักษณะโมเลกุลเช่น ความยาวของสายโซ่โมเลกุล รูปแบบของผลึก และจำนวนหมู่อะเซติลที่เกาะกับโซ่แตกต่างกัน

ในปี พ.ศ.2402 นักเคมีชื่อรูเกตได้พบว่าเมื่อนำไคตินมาต้มกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เข้มข้นมากๆจะได้เป็นสารที่คล้ายกัน แต่มีประโยชน์มากกว่าที่เรียกว่า ไคโตแซน โดยหมู่อะเซติกบางส่วนเกิดปฏิกิริยาแล้วเปลี่ยนสายโซ่โมเลกุลเกิดเป็นหมู่เอมีน ($-NH_2$) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิหรือความเข้มข้นของ

โซเดียมไฮดรอกไซด์หมู่อะเซติลจะเกิดปฏิกิริยามากขึ้น ด้วยวิธีที่ทำให้สามารถผลิตโมเลกุลไคโตแซนที่มีคุณสมบัติและการให้ประโยชน์แตกต่างกัน



รูปที่ 2.37 แสดงอนุพันธ์ของไคตินและไคโตแซน

ความสามารถในการใช้งานของไคโตแซนจะขึ้นอยู่กับหมู่เอมีน เมื่อสารนี้ละลายในกรด หมู่นี้จะจับโปรตอนกลายเป็นหมู่ ($-NH_3^+$) ซึ่งทำให้ไคโตแซนมีประจุไฟฟ้าและมีคุณสมบัติเป็นกรด หมู่ ($-NH_3^+$) เป็นโมเลกุลที่มีประสิทธิภาพในการแยกอนุภาคที่มีประจุลบซึ่งแขวนลอยอยู่ในน้ำ โดยจับกับโมเลกุลเหล่านี้ทำให้สารแขวนลอยไม่เสถียร และตกตะกอนออกมาเป็นของแข็งไม่ละลายน้ำ

มีการนำไคตินและไคโตแซนมาใช้ประโยชน์ในการบำบัดน้ำเสียจากอุตสาหกรรม เนื่องจากไคตินและไคโตแซนเป็นตัวลิแกนด์ที่ดี สามารถเกาะกับอะตอมโลหะในสารละลายได้หลายชนิดโดยเฉพาะโลหะหนักเช่น ปรอท ตะกั่ว ยูเรเนียม เป็นต้น

Qin [20] ศึกษาคุณสมบัติของเส้นใยไคโตแซนในการจับไอออนของโลหะได้แก่ Cu^{2+},Co^{2+}, Hg^{2+},Pb^{2+} และZn^{2+}เมื่อเส้นใยไคโตแซนเกิดคีเลตชั่นกับไอออนโลหะจะผลให้แรงดึงณ.จุดขาดมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณไอออนโลหะในเส้นใยไคโตแซนเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังศึกษาผลกระทบขององศาการเกิดอะซิทิลเลชั่น กับความสามารถในการจับไอออนโลหะของเส้นใยไคโตแซน

2.5.2.3เซลลูโลส (Cellolose)

เซลลูโลสเป็นสารประกอบประเภทพอลิแซคคาไรด์ที่พบได้ใน เนื้อไม้ เปลือกไม้ หรือลักษณะเป็นเส้นใย จากส่วนต่างๆของพืช เช่น เมล็ดพืช ลำต้น ใบพืช

โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสจะมีหน่วยที่ซ้ำกันคือ ดี-กลูโคส$(C_6H_{10}O_5)_n$ ส่วนใหญ่เป็นสายโซ่ตรง โดยมีการเชื่อมต่อกันด้วยพันธะ 1-4 α และมีจำนวนหน่วยที่ซ้ำกัน 100-200 หน่วย เมื่อเป็นเส้นใยสั้น หรือ 1000-2000 หน่วยเมื่อเป็นเส้นใยยาว

Fischor และคณะ[21] สังเคราะห์เซลลูโลสแลกเปลี่ยนไอออนให้มีคีเลตติ้งลิแกนด์แบบ anchor ซึ่งทำการสังเคราะห์ให้มีหมู่ tailor made anchor ซึ่งประกอบด้วยกรดมาโลนิกหรืออนุพันธ์ และหมู่อัลเคน ในอัตราส่วนต่อโมล 3:2 แล้วทำการปรับปรุงทางเคมีให้มีหมู่ที่ทำหน้าที่เฉพาะในการจับไอออนโลหะดังนี้ หมู่คาร์บอกซี(carboxy group) หมู่อะมิโดออกซีม - กรดไฮดรอกซามิก (amidoxime-hydroxamic acid groups) หมู่อะมิดราโซน -ไฮดราซีน(amidrazone-hydrazide groups) คีเลตติ้ง anchor group ที่สังเคราะห์ได้จะมีความสามารถในการแยก UO_2(II) ในน้ำทะเล

ประโยชน์ของคีเลตติ้งพอลิเมอร์ [2]

1.เรซินจับโลหะมีค่าจากทะเล เช่นในประเทศ ญี่ปุ่น รัสเซีย สหราชอณาจักรใช้คีเลตติ้ง เรซินในการดูดแร่ยูเรเนียมจากทะเล

2.สารหล่อลื่นของแข็ง เช่น Molybdenum (II) carboxylates,phosphinate

3. การใช้ในการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน เช่น พอลิเมอร์ที่มีหมู่ ferrocene

4. สารกึ่งตัวนำ เช่น phthalocyanine และ bis-chelate types

5. ตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น fluorosulfonic acid resin

6. เรซินแลกเปลี่ยนไอออนในเครื่องกรองน้ำ

ส่วนที่2
การสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีสมบัติดูดซึมน้ำ
(Process for producting hightly water absorptive polymer)

การสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีสมบัติดูดซึมน้ำ สามารถทำได้โดยนำพอลิเมอร์สายโซ่หลักมาทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่นแบบต่อกับมอนอเมอร์ที่มีสมบัติเฉพาะ ซึ่งพอลิเมอร์ที่มีสมบัติดูดซึมน้ำจะมีโครงสร้างหลักดังนี้

2.6โครงสร้างหลักของพอลิเมอร์ที่มีสมบัติดูดซึมน้ำ

2.6.1 **พอลิเมอร์สายโซ่หลัก(backbone polymer)[25]** นิยมใช้พอลิเมอร์ที่มีหมู่ไฮดรอกซีอยู่จำนวนมาก เช่นแป้ง เซลลูโลส เดร็กทริน เป็นต้น หรือใช้พอลิเมอร์ที่ชอบน้ำตัวอื่นแทนพอลิไฮดรอกซีพอลิเมอร์ เช่น ลิกนิน พอลิเอทิลีนออกไซด์ พอลิเอทิลีนอิมไมด์ เป็นต้น แต่มีการใช้น้อย

การสังเคราะห์จะนิยมใช้พอลิเมอร์สายโซ่หลักที่มีหมู่ไฮดรอกซีประมาณ3-70%โดยน้ำหนักและปริมาณของพอลิเมอร์พอลิโฮดรอกซีที่ในในการทำปฏิกิริยาประมาณ 30-60%

2.6.2 มอนอเมอร์(monomer) [26] ควรใช้ไวนิลมอนอเมอร์ที่มีหมู่แทนที่ที่มีสมบัติชอบน้ำ เช่น 1^0 อะมิโน (-NH2) ,หมู่ 2^0 อะมิโน (-NHR) , หมู่ 3^0 อะมิโน (-N-) ,หมู่เอไมด์ ตัวอย่างของมอนอเมอร์ที่ใช้เช่น (เมท)อะคริเลต ((meth) acrylate) 2-ไวนิลไพริดีน (2-vinylpyridine) 4-ไวนิล-ไพริดีน (4-vinylpyridine) กรดอะคริลิก เป็นต้น ปริมาณของหมู่ไวนิลมอนอเมอร์ที่ใช้โดยทั่วไป 20 โมล%

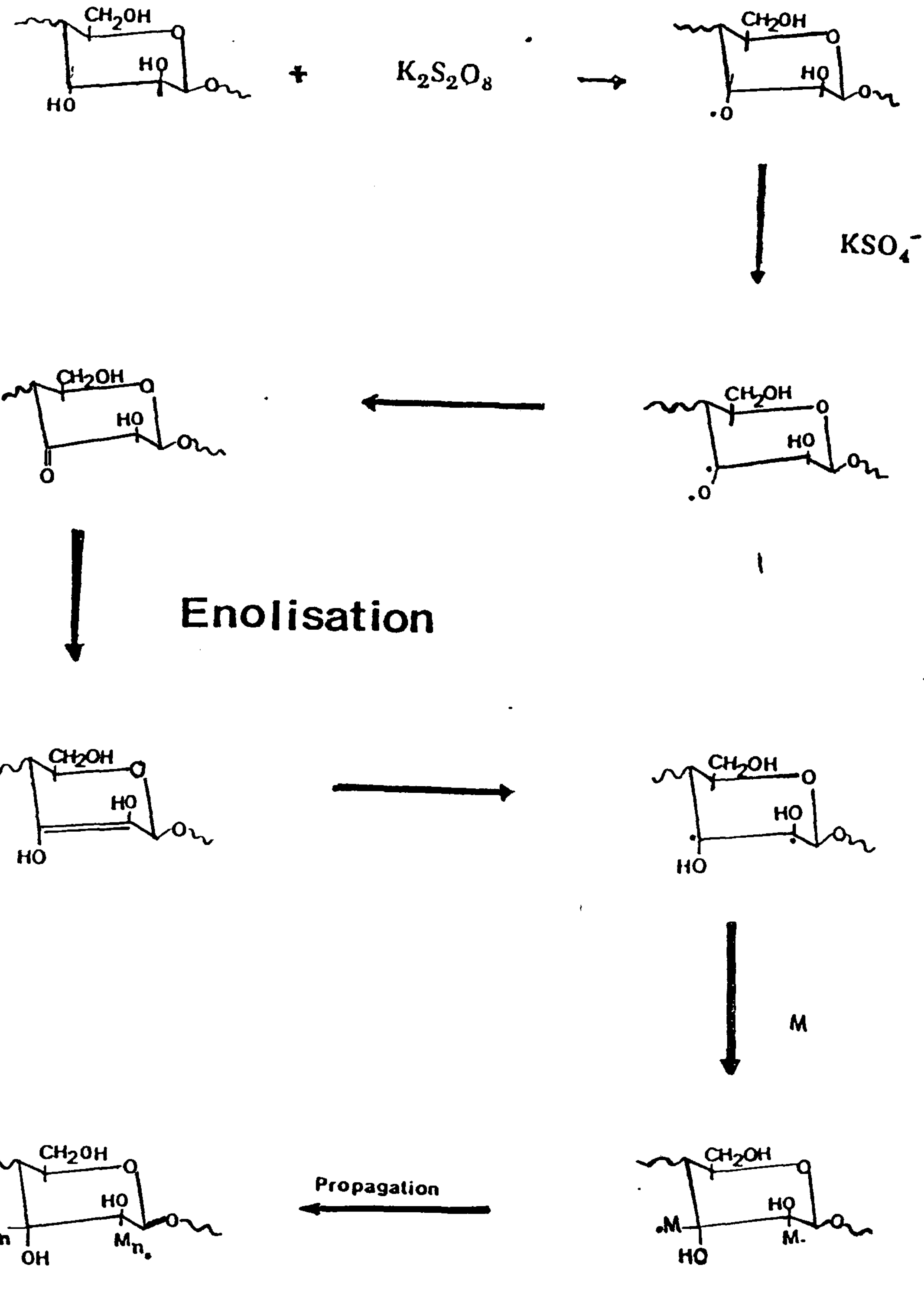
2.7 การเกิดพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อ

สามารถสรุปวิธีการเกิดพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อได้ดังนี้

2.7.1 การกระตุ้นทางกายภาพ เช่น การใช้รังสีแกมมาเหนี่ยวนำ กลไกการเกิดปฏิกิริยาเกิดผ่านอนุมูลอิสระ ปฏิกิริยาเริ่มต้นจะเกิดเป็นไอออนจากการสลายพันธะคาร์บอน-คาร์บอน จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาที่พันธะระหว่างคาร์บอนกับไฮโดรเจนของโมเลกุลของสายโซ่หลัก มอนอเมอร์หรือตัวทำละลาย ซึ่งไอออนเหล่านี้จะเปลี่ยนเป็นอนุมูลอิสระอย่างรวดเร็ว

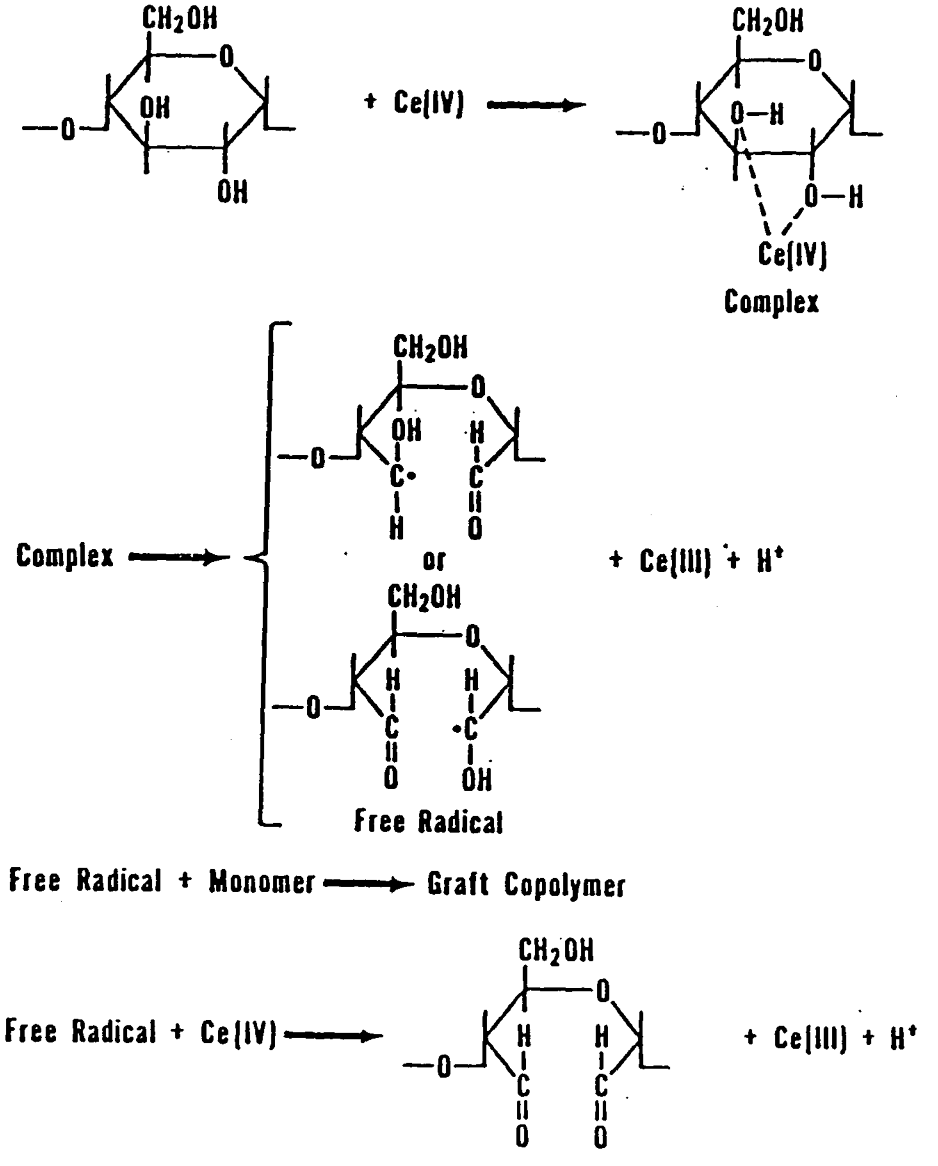
Rayes และคณะ [27] ได้ใช้เทคนิคการกระตุ้นทางกายภาพเพื่อเตรียมพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับอะคริลาไมด์ โดยการเติมแป้งที่ผ่านการฉายรังสีลงไปในสารละลายอะคริลาไมด์ ตัวทำละลายที่ใช้อาจเป็นน้ำ หรือน้ำผสมกับตัวทำละลายอินทรีย์ พบว่าเมื่อใช้น้ำกับแอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายจะได้พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อที่มีความถี่ของการต่อมากแต่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ

2.7.2 การกระตุ้นทางเคมี เป็นการทำให้เกิดอนุมูลอิสระบนสายโซ่หลัก โดยใช้ตัวริเริ่มเป็นสารประกอบประเภทเอโซ หรือเปอร์ออกไซด์ เป็นต้น สารประกอบเหล่านี้มีพันธะที่แตกออกจากกันได้ตัวริเริ่มอนุมูลอิสระ กลไกการกระตุ้นให้เกิดอนุมูลอิสระบนแป้งโดยใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตมีกลไกการกระตุ้นดังรูป 2.34



รูปที่2.38 แสดงกลไกการกระตุ้นให้เกิดอนุมูลอิสระบนแป้งโดยใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต [28]

กลไกการกระตุ้นให้เกิดกราฟโคพอลิเมอร์โดยใช้ซีริกไอออนเป็นตัวริเริ่มดังรูป 2.35



รูปที่ 2.39 แสดงกลไกการเกิดกราฟโคพอลิเมอร์โดยใช้ซีริกไอออนเป็นตัวริเริ่ม [29]

Takahashi และคณะ [30] ได้ทำการศึกษาการพอลิเมอร์ไรเซชั่นของอะคริลาไมด์ใน CMC พบว่าการใช้ซีริกเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา มีการเปลี่ยนแปลงไปของมอนอเมอร์ (monomer content) น้อยกว่าใช้แอมโมเนียเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวริเริ่ม แต่มอนอเมอร์เกิดการพอลิเมอไรเซชั่นกันเองมากกว่ากราฟท์ลง บนเซลลูโลส

Mc cormilk และคณะ [30] ได้เตรียมพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของเดร็กแทรนกับอะคริลาไมด์โดยใช้ซีริกเป็นตัวริเริ่ม พบว่ากราฟโคพอลิเมอร์ของอะคริลาไมด์กับไดอะซิโตนอะคริลาไมด์จะดีกว่าการใช้อะคริลาไมด์เพียงตัวเดียว

2.8 เทคนิคการสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีสมบัติดูดซึมน้ำ

2.8.1 ขบวนการพอลิเมอไรเซชั่นแบบสารละลาย(solution Polymerisation) [32]

ระบบพอลิเมอไรเซชั่ยแบบสารละลายโดยทั่วไปมีมอนอเมอร์เดี่ยวหรือมอนอเมอร์ผสมเป็นตัวริเริ่มละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมพอละเมอร์ที่ได้อาจละลายในตัวทำละลายหรือตกตะกอนออกมาจากสารละลายก็ได้

เนื่องจากมีตัวทำละลายซึ่งทำหน้าที่ถ่ายเทความร้อนอยู่ด้วย พอลิเมอไรเซ่ชั่นแบบนี้จึงไม่มีปัญหาเรื่องการควบคุมอุณหภูมิ แต่ก็มีข้อเสียคืออาจมีปัญหาการขจัดตัวทำละลายและสารอื่น ๆ

Itoh และ Takeshi [31] ศึกษาขบวนการพอลิเมอไรเซชั่นแบบสารละลายโดยใช้น้ำเป็นตัวละลายในระบบมีองค์ประกอบ 2 ส่วนคือของผสมก.และของผสม ข.ส่วนผสมก.ประกอบด้วย

1. กรดอะคริลิกที่ถูกทำให้เป็นกลางเพียงบางส่วน
2. เมทิลีน (บีส)อะคริลาไมด์(methylene (bis) acrylamide)ใช้เป็นสารเชื่อมโยง
3. ไวนิลมอนอเมอร์ในการทดลองใช้อะคริลาไมด์
4. สารลดแรงตึงผิว (surfactant) ในการทดลองใช้พอลิเอทิลีนไกลคอล
5. ตัวริเริ่มแบบอนุมูลอิสระ ในการทดลองใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

ของผสม ข. ใช้กรดแอสคลอบิกเป็นreducing agent ละลายอยู่ในของผสม ก. ที่ไม่มีตัวริเริ่ม

ขบวนการพอลิเมอไรเซชั่นจะเกิดขึ้นโดยผสมของผสม ก. และของผสม ข. เข้าด้วยกันที่อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาไม่เกิน 50 ^{0}ซ เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงอนุมูลอิสระจะไม่เสถียรและไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้

2.8.2 ขบวนการพอลิเมอไรเซชั่นแบบอิมัลชั่น (Emulsion polymerisation)[32]

องค์ประกอบหลักในการพอลิเมอไรเซชั่นแบบอิมัลชั่นได้แก่คู่มอนอเมอร์ที่ไม่ละลายน้ำหรือละลายน้ำได้น้อยมาก ตัวกลางซึ่งได้แก่น้ำ อิมัลซิไฟเออร์ (emulsifier) ทำหน้าที่ลดความตึงของผิวน้ำเพื่อให้เกิดภาวะอิมัลชั่น ตัวริเริ่มที่สามารถละลายน้ำได้ และตัวย้ายสายโซ่ซึ่งใช้สารจำพวกเมอร์-

แคปแทน(mercaptan,RSH) การพอลิเมอไรเซชั่นแบบอิมัลชั่นสามารถควมคุมอุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายและได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงในเวลารวดเร็ว แต่มีข้อเสียคือกำจัดอิมัลซิไฟเออร์และสารปนเปื้อนอื่น ๆได้ยากและได้พอลิเมอร์ที่มีความบริสุทธิ์ต่ำ

Kenneth G.Phillips และคณะ[33] ได้ทำการศึกษาและสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีสมบัติดูดซึมน้ำโดยการพอลิเมอไรเซชั่นแบบอิมัลชันของแอมโมเนียมอะคริเลตซึ่งพบว่าการเกิดพอลิเมอไรเซชั่นภายในตัวกลางได้แอมโมเนียพอลิอะคริเลต(ammonium polyacrylate) อยู่แยกออกมาที่ส่วนบนของระบบ

2.8.3 ขบวนการพอลิเมอไรเซชั่นแบบแขวนลอย(Suspension Polymerisation) [34]

เทคนิคพอลิเมอไรเซชั่นแบบนี้จะกระจายมอนอเมอร์เป็นหยดเล็กๆในตัวกลางที่มอนอเมอร์ไม่ละลายซึ่งโดยทั่วไปเป็นน้ำ การกระจายมอนอเมอร์เป็นหยดเล็กๆจะใช้วิธีการกวนอย่างรวดเร็วร่วมกับการใช้ตัวเพิ่มเสถียรภาพ(stabilizer) ซึ่งจะทำหน้าที่ป้องกันไม่ให้หยดมอนอเมอร์ที่กำลังพอลิ-เมอไรซ์อยู่เกิดการจับตัวกันเป็นหยดใหญ่ ตัวริเริ่มที่ใช้เป็นสารที่สามารถละลายมอนอเมอร์ได้พอลิ-เมอร์ที่มีความบริสุทธิ์สูงเมื่อเทียบกับการพอลิเมอไรเซชั่นแบบอิมัลชั่น แต่จะมีปัญหาในการควบคุมอัตราและขนาดของเม็ดพอลิเมอร์ที่ได้ซึ่งขึ้นกับความถี่ของการเขย่าหรือกวน

Shimada Hidetoshi [34] ศึกษาการพอลิเมอไรเซชั่นแบบแขวนลอยของโซเดียมอะคริเลต ใช้โพแทสเซี่ยมเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวริเริ่ม แขวนลอยอยู่ในสารละลายของเฮกเซนกับซอบิแทนโมโนส-เตรียเลต (sorbitanmonosterate) โดยใช้เมทิลลีน (บีส) อะคริลาไมด์เป็นสารเชื่อมโยง อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาประมาณ 60 ^{o}ซ ใช้เวลา 6ชม. ได้พอลิเมอร์ที่สามารถดูดซึมน้ำได้ 430 กรัม/กรัม

ส่วนที่3

พอลิเมอไรเซชันแบบโฟม

(Foamed Polymerisation)

Zhang และผู้ร่วมงาน [25] ได้สังเคราะห์พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อโดยใช้เทคนิคแบบใหม่เรียกว่า ขบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบโฟม (Foamed Polymerisation Process) วิธีการสังเคราะห์นี้อาจใช้เตรียมพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างชนิดเดียวก็ได้ สารตั้งต้นที่ใช้ในกระบวนการพอลิเมอไรเซชั่นแบบโฟมได้แก่ มอนอเมอร์ ตัวย้ายสายโซ่ สารเชื่อมโยง ตัวริเริ่มปฏิกิริยา ตัวทำละลายและระบบสำหรับขบวนการพอลิเมอไรเซชัน

2.9 สารตั้งต้นที่ใช้ในกระบวนการพอลิเมอไรเซชั่นแบบโฟม

2.9.1มอนอเมอร์ อาจใช้มอนอเมอร์ชนิดเดียวกันหรือมอนอเมอร์ร่วมผสมก็ได้ โดยทั่วไปสามารถแบ่งมอนอเมอร์ได้เป็น2ชนิด ตามลักษณะโครงสร้างของมอนอเมอร์คือนอนไอออนิกมอนอเมอร์ (non-ionic monomer) และไอออนิกมอนอเมอร์ (ionic monomer)

ก.นอนไอออนิกมอนอเมอร์คือมอนอเมอร์ที่ไม่มีพันธะในโมเลกุลที่แตกตัวออกได้ง่าย ตัวอย่างของมอนอเมอร์ในกลุ่มนี้ เช่นอะคริลาไมด์(Acrylamide) เมทาอะคริลาไมด์(Methaacrylamide) ไวนิลไพโรลิดีน(Vinyl pyrollidone) และไฮดรอกซีอัลคิล(เมท)อะคริเลต[Hydroxyalkyl (meth) acrylates]

ข.ไอออนิกมอนอเมอร์คือมอนอเมอร์ที่มีพันธะในโมเลกุลที่แตกตัวได้ง่ายสามารถแบ่งมอนอเมอร์ในกลุ่มนี้ออกเป็น 2 ประเภท คือ

1 แอนไอออนิกมอนอเมอร์ (anionic monomer) เช่น กรดครอโตนิก (Crotonic acid) กรดอิทาคอนิก (Itaconic acid) กรดมาลินิก (Malenic acid) กรดอะคริลิก (Acrylic acid) AMPS แอลิวซัลโฟเนต (Allyl sulphonate) และไวนิลซัลโฟเนต (Vinyl sulphonate)

2 แคตไอออนิกมอนอเมอร์ (cationic monomer) เช่น ไดอัลคิลไดเมทิลอลูมิเนียมคลอไรด์ (diallydimethylaluminium chloride) ไดอัลคิลอะมิโนอัลคิล (เมท) อะคริเลต [dialkylaminoalkyl (math) acrylates] ไดอัลคิลอะมิโนอัลคิล (เมท) อะคริลาไมด์[dialkylaminoalkyl (meth) acrylamides]

สำหรับมอนอเมอร์ร่วมผสมนั้นโดยทั่วไปนิยมผสมระหว่างนอนไอออนิกกับแคตไอออนิก หรือนอนไอออนิกกับแอนไอออนิก โดยใช้ปริมาณนอนไอออนิกมอนอเมอร์ในช่วง 25-85% โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์

กลไกการเกิดอนุมูลอิสระที่มอนอเมอร์ผสมสามารถอธิบายได้ดังนี้

จากการศึกษาของ Hunkeler [35] เกี่ยวกับกลไกการเกิดปฏิกิริยาและจลนศาสตร์ของเปอร์ซัลเฟตในการริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมไรเซชันของอะคริลาไมด์ โดยจะนำกลไกการเข้าทำปฏิกิริยาของเปอร์ซัลเฟตนี้มาเป็นส่วนประกอบในการอธิบาย สามารถแบ่งขั้นตอนออกเป็น 4ขั้นตอนดังนี้

1.การแตกตัวออกของตัวริเริ่ม (initiator dissociation)

$$S_2O_4^{2\cdot} \text{------>} 2SO_4^{-\cdot}$$

2.ปฏิกิริยาริเริ่ม (initiation reaction)

$$SO_4^{-\cdot} + M \xrightarrow{Ki} SO_4M(R)$$

เนื่องจากในระบบมีน้ำเป็นตัวทำละลายอยู่ด้วย ดังนั้นซัลเฟตไอออนอนุมูลอิสระ (SO_4^-) สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับน้ำได้ไฮดรอกซีอนุมูลอิสระ (hydroxy radical) ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์ได้ดังสมการ

$$SO_4^{-\cdot} + H_2O \xrightarrow{KH} HSO_4^- + \cdot OH$$

$$\cdot OH + M \xrightarrow{Ki2} HOM\ (R)$$

3.ปฏิกิริยาการเจริญเติบโต (Propagation reaction)

$$R + M_n \xrightarrow{K_p} RM_n\cdot$$

4.ปฏิกิริยาขั้นสิ้นสุด (Termination)

4.1 แบบรวมตัว (combination)

$$RM_n\cdot + RM_n\cdot \xrightarrow{Ktc} R_2M_{2n}R$$

4.2Disporprotination reaction

$$RM_n\cdot + M_n\cdot \xrightarrow{Ktd} M_n + RM_n$$

4.3 แบบย้ายสายโซ่อนุมูลอิสระ (transfer to monomer)

-ย้ายสายโซ่อนุมูลอิสระไปที่มอนอเมอร์ (transfer to monomer)

$$RM_n\cdot + M \text{------>} RM_n + M\cdot$$

-ย้ายสายโซ่อนุมูลอิสระไปที่ตัวทำละลาย (transfer to sovent)

$$RM_n\cdot + S \text{------>} RM_n + S\cdot$$

-ย้ายสายโซ่อนุมูลอิสระไปที่พอลิเมอร์ (transfer to polymer)

$$RM_n\cdot + P \text{------>} RM_n + P\cdot$$

-ย้ายสายโซ่อนุมูลอิสระไปที่ตัวย้ายสายโซ่ (transfer to chain transfer)

$$RM_n\cdot + Cs \text{------>} RM_n + Cs\cdot$$

-ย้ายสายโซ่อนุมูลอิสระไปที่ตัวริเริ่ม (Transfer to initiator)

$$RM_{n.} + I \text{ - - - - ->} RM_n + I\cdot$$

2.9.2 พอลิเมอร์สายโซ่หลัก(Backbone Polymer) นิยมใช้พอลิเมอร์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่จำนวนมาก (polyhydroxy polymer) เช่น แป้ง เซลลูโลส เดรกทริน คาร์บอกซีเมลทิลเซลลูโลส หรือพอลิเมอร์สังเคราะห์ที่มีหมู่ที่มีคุณสมบัติชอบน้ำเช่น พอลิเอลทิลลีนออกไซด์ พอลิโพพิลีนออกไซด์ และพอลิอะมิโน เช่น พอลิเอลทิลลีนอิมมีน

2.9.3 ตัวย้ายสายโซ่ (chain transfer agent) นำมาใช้เพื่อควบคุมน้ำหนักโมเลกุลของพอลิ-เมอร์ ร่วมแบบต่อและเพื่อควบคุมให้มีกิ่งก้านสาขาน้อย ตัวย้ายสายโซ่จะใช้ในปริมาณน้อยโดยปกติมักต่ำกว่า 10% โดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วม ตัวย้ายสายโซ่ที่ใช้ได้แก่ โพพิลีนไกลคอล ในโตร-โลทรีส โพพิโอนาไมด์(nitro-tris-propionamide) อาจเติมตัวย้ายสายโซ่ลงไปในขั้นตอนการผสมมอ-นอเมอร์ร่วม หรือในระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชั่นก็ได้

2.9.4 สารเชื่อมโยง(Crosslinking agent) เป็นสารที่ทำให้เกิดการเชื่อมโยงระหว่างสายโซ่หลักของพอลิเมอร์ มีผลทำให้สมบัติเชิงกลและทางกายภาพดีขึ้น ในกรณีของการใช้พอลิเมอร์ที่มีสมบัติดูดซึมน้ำเพื่อช่วยให้พอลิเมอร์คงสภาพเป็นเจลได้นานขึ้น[26] สารเชื่อมโยงที่ใช้กันนั้นจะต้องมีหมู่ไว-นิลอย่างน้อยสองหมู่ในโมเลกุล ตัวอย่างของสารเชื่อมโยงเช่น เมทิลลีน (บีส) อะคริลาไมด์ (Methylene (bis) acrylamide) โพลีโพพิลีนไกลคอลได (เมท) อะคริเลต(Polypropylene glycol di (meth) acrylate) ปริมาณสารเชื่อมโยงที่ใช้อยู่ในช่วง 100-1,000 ppm

2.9.5 ตัวริเริ่มปฏิกิริยา(Initiator) การใช้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาต้องคำนึงถึงชนิดของมอนอเมอร์ร่วม ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่เหมาะสมเมื่อแตกพันธะในโมเลกุลแล้วได้โมเลกุลอนุมูลอิสระที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา ตัวริเริ่มปฏิกิริยาอาจเป็นแบบที่พันธะแตกออกเนื่องจากความร้อน (thermal-induced initiator) หรือเป็นตัวริเริ่มแบบรีดอกซ์ (redox initiator) เช่นไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เปอร์ซัลเฟต (เช่น แอมโมเนียมเปอร์ซัลเฟต) ไฮโดรเปอร์ออกไซด์ (เทริท บิวทิลไฮโดรเปอร์ออกไซด์) จากการศึกษาพบว่ามักไม่ใช้ตัวริเริ่มชนิดเดียวแต่จะใช้ร่วมกับสารประกอบอื่นเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้น

2.9.6 ตัวทำละลาย(Solvent) ขึ้นกับชนิดของตัวริเริ่ม มอนอเมอร์ พอลิเมอร์สายโซ่หลักที่ใช้ โดยทั่วไปใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย

2.10 ระบบสำหรับขบวนการพอลิเมอไรเซชัน

โดยทั่วไปจำเป็นต้องทำปฏิกิริยาภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจนหรือก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งไม่มีผลต่อการเร่งหรือยับยั้งปฏิกิริยา Geraldและผู้ร่วมงาน[36]ได้สังเคราะห์พอลิอะคริลาไมด์ภายในบรรยากาศก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์โดยใช้มอนอเมอร์ที่มีความเข้มข้นต่ำประมาณ7-12% สำหรับขบวนการพอลิเมอไรเซชั่นแบบโฟมปฏิกิริยาเกิดขึ้นภายใต้บรรยากาศก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่ถูกสังเคราะห์ให้เกิดขึ้นในระบบ ซึ่งสามารถทำได้โดยใช้สารประกอบเกลือคาร์บอเนตทำปฏิกิริยากับกรดโปรโตนิก (protonic acid) สารประกอบเกลือที่สามารถนำมาใช้ได้เช่น โซเดียมคาร์บอเนต โพแทสเซียมคาร์บอเนต ซีเซียมคาร์บอเนต กรดโปรโตนิกที่ใช้อาจเป็นมอนอเมอร์ที่ประพฤติตัวเป็นกรด เช่น กรดอะคริลิก เนื่องจากในระบบของขบวนการพอลิเมอร์ไรเซชั่นแบบโฟมจะเกิดฟองก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ มีผลทำให้ส่วนผสมในหม้อปฏิกิริยามีปริมาตรเพิ่มมากขึ้น หม้อปฏิกิริยาที่ใช้จึงควรมีปริมาตรมากกว่าปริมาตรของสารตั้งต้นทั้งหมดในระบบประมาณ1.5-2 เท่า

2.11 ลักษณะของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่นแบบโฟม

ลักษณะของปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่นแบบโฟม Zhang และผู้ร่วมงาน [25 ได้ทำการคิดค้นขึ้นสามารถอธิบายได้เป็นขั้นตอนดังนี้

1)ทำให้แป้งเป็นเจลก่อนทำให้เกิดอนุมูลอิสระบนโมเลกุลของแป้ง

2)เจลของแป้งเกิดการแตกตัวออกจากกัน เนื่องจากฟองก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยากันระหว่างสารประกอบเกลือคาร์บอเนตกับกรด ตัวริเริ่มแบบรีดอกซ์แตกตัวได้อนุมูลอิสระเนื่องจากปฏิกิริยาการคายความร้อนของสาร จากนั้นปฏิกิริยาริเริ่ม (initiation reaction) เกิดขึ้นที่หยดเจลเล็กๆ ของโมเลกุล แป้งที่แยกออกจากกันเนื่องจากฟองก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ โดยที่หยดเจลของแป้งนี้จะมีมอนอเมอร์ที่มีความเข้มข้นสูงอยู่ กลไกการเกิดอนุมูลอิสระบนโมเลกุลของแป้งอาจเป็นไปได้ 2 ขบวนการคือ

ก.เกิดปฏิกิริยากันระหว่างโมเลกุลของตัวริเริ่มแบบรีดอกซ์กับโมเลกุลของแป้ง โดยตัวริเริ่มส่งผ่านอิเลกตรอนเดี่ยวไปยังโมเลกุลของแป้ง โดยขบวนการนี้จะได้พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อเป็นเส้นตรง (linear grafted copolymer)

ข.เกิดการส่งผ่านอนุมูลอิสระ(Chain transfer) ไปยังสายโซ่โมเลกุลของสายโซ่หลักเนื่องจากอุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยาสูง อาจทำให้ตัวริเริ่มทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่นได้เช่นเดียวกัน ทำให้พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อเกิดการเชื่อมโยงได้พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อที่มีโซ่สาขา(branched chain) หรือได้พอลิเมอร์ของมอนอเมอร์ร่วม

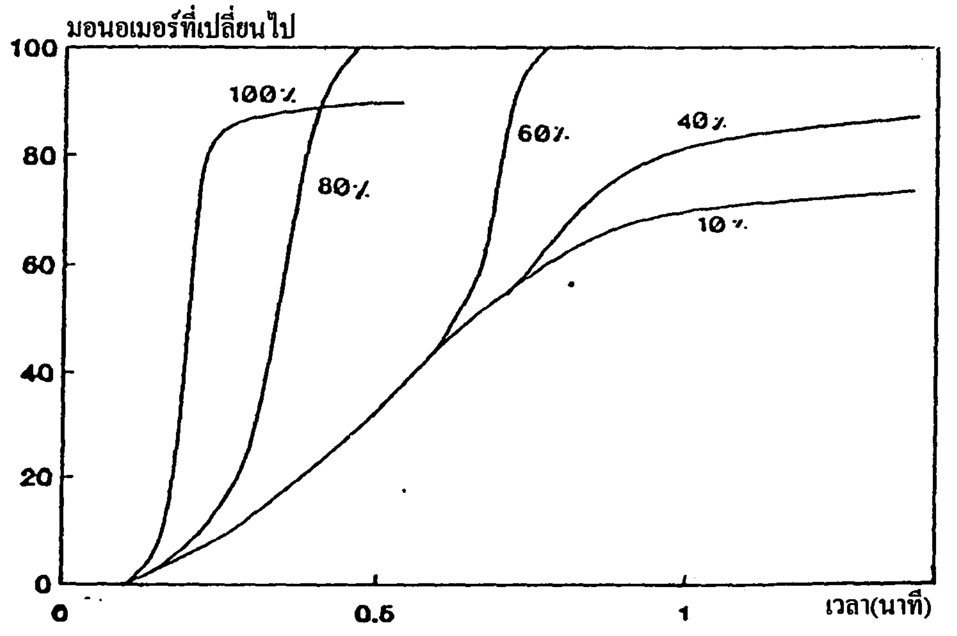
3)เมื่อเริ่มเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน ความร้อนของปฏิกิริยาจะถูกปลดปล่อยผ่านทางฟองก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ ซึ่งอุณหภูมิช่วงนี้จะคงที่ในขั้นเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่นแต่จะเพิ่มตามระยะเวลาที่ทำปฏิกิริยา

4)เมื่อปฏิกิริยาดำเนินก้าวหน้าต่อไปทำให้ความหนืดของระบบเพิ่มขึ้น การระบายความร้อนของปฏิกิริยาเป็นไปได้ยาก เป็นผลให้อุณหภูมิของปฏิกิริยาสูงขึ้นทันทีและปฏิกิริยาจะเกิดขึ้นเร็วมาก นั่นคือมอนอเมอร์ทำปฏิกิริยาหมดอย่างรวดเร็ว หรือเรียกว่าเกิดปฏิกิริยาความเร่งด้วยตนเอง (auto-acceleration)

2.12 ปฏิกิริยาความเร่งด้วยตนเอง(Auto-acceleration)

โดยปกติเมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้น อัตราการเกิดพอลิเมอไรเซชันลดลง เนื่องจากความเข้มของมอนอเมอร์และตัวริเริ่มลดลง แต่มีปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่นของไวนิลมอนอเมอร์หลายชนิดที่อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเรียกว่า

"เกิดปฏิกิริยาความเร่งด้วยตนเอง" หรือบางครั้งอาจเรียกว่าปรากฏการณ์ "ทรอมร์ดอร์ฟ"(Trommsdoff effect) หรือปรากฏการณ์ "นอริช์-สมิทธ์"(Norris-Smith effect) ดังแสดงรูปที่ 2.36



รูปที่ 2.40 แสดงการเกิดปฏิกิริยาความเร่งของการพอลิเมอไรเซชั่นเมทิลเมทาอะครเลตในตัวทำละลายเบนซินที่อุณหภูมิ 50 0ซ โดยใช้เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์เป็นตัวริเริ่ม[29]

จากการศึกษาของ Zhang และผู้ร่วมงาน ได้อธิบายว่าเนื่องจากแป้งเป็นเจลก่อนการเกิดอนุมูลอิสระบนโมเลกุลของแป้ง ซึ่งมีผลทำให้ระบบมีความหนืดสูงในตอนเริ่มต้นปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่น ดังนั้นการเกิดปฏิกิริยาความเร่งด้วยตนเองมีขึ้นตั้งแต่ขั้นนี้ จากการที่สายโซ่พอลิเมอร์ที่กำลังเติบโตถูกแยกออกจากกันโดยฟองก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์มีผลทำให้เวลาชีวิตและความเข้มข้นของสายโซ่อนุมูลอิสระที่กำลังเจริญเติบโตเพิ่มขึ้น ทำให้มีผลตามมา 2 ประการคือ

1)อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น (R(p)=K(p)[M][R-M])

2)องศาของการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น เนื่องจากอัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น(R(t)) และโอกาสที่สายโซ่อนุมูลอิสระจะรวมตัวกันเข้าสู่ขั้นสิ้นสุด(termination) เป็นไปได้ยาก (V=R(p)/R(t)) ทำให้ความยาวสายโซ่จลนศาสตร์เพิ่มขึ้น (Xn=V) มีผลทำให้องศาของการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชั่นเพิ่มขึ้น เนื่องจากปฏิกิริยาความเร่งด้วยตนเองพอลิเมอร์ที่ได้จึงมีน้ำหนักโมเลกุลสูง

ข้อดีและข้อเสียของเทคนิคโฟมพอลิเมอไรเซชัน ดังแสดงในตารางที่ 2.5

ตารางที่2.5 สรุปข้อดีและข้อเสียของการพอลิเมอไรเซชั่นแบบโฟม

ข้อดี	ข้อเสีย
ก.เวลาในการเกิดปฏิกิริยาเร็วส่วนใหญ่ใช้เวลาไม่เกิน30นาที ข.ขั้นตอนการสังเคราะห์มีขั้นเดียว ค.พอลิเมอร์ที่ได้หลังจากสิ้นสุดปฏิกิริยามีองค์ประกอบน้ำน้อย ง.ใช้ความเข้มข้นของมอนอเมอร์สูง ทำให้ได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง จ.ปริมาณมอนอเมอร์ที่เปลี่ยนไปมีค่าสูงเกือบ 100% ฉ.ไม่จำเป็นต้องทำปฏิกิริยาภายใต้บรรยากาศก๊าซเฉื่อย เนื่องจากเกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ภายในระบบ ช.เหมาะกับระบบปฏิกิริยาที่มีความหนืดสูงเนื่องจากก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะช่วยลดความหนืดของระบบ ทำให้ง่ายต่อการกวนสาร ซ.พอลิเมอร์ที่ได้หลังจากอบแห้งมีลักษณะเป็นรูพรุนสามารถทำเป็นผงได้ง่าย	ก.ควบคุมปฏิกิริยาได้ยาก เนื่องจากเมื่อปฏิกิริยาเข้าสู่ความเร่งด้วยตัวเองแล้วอุณหภูมิจะสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว และความหนืดจะสูงมาก ทำให้ปั่นกวนสารได้ยาก เพื่อแก้ปัญหานี้ใบพัดและหม้อปฏิกิริยาจะต้องออกแบบให้เป็นพิเศษ

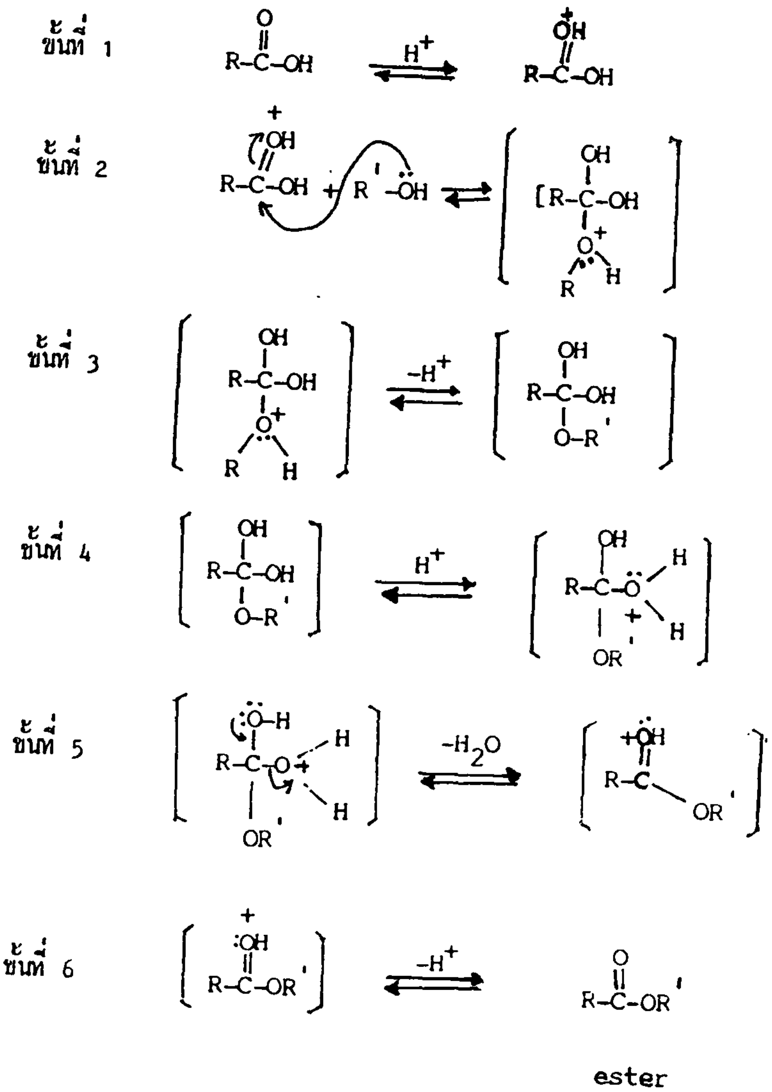
ส่วนที่ 4

ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่น

Esterification Rection

การทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่น(esterification) [39] ของสารธรรมชาติที่ยังคงมีหมู่อัลกอฮอล์ (-OH) ในระบบเฮเทอโรจีนัส (heterogeneous) เป็นการปรับปรุงคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพ โดยทำปฏิกิริยากับกรดอินทรีย์หรืออนุพันธ์ของกรดอินทรีย์ เช่นเซลลูโลสนิยมใช้กรดคาร์บอกซิลิก-แอนไฮไดร์และกรดเกลือคลอไรด์ (acid chloride)

ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่นจะต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดหรือเบส กลไกการเกิดปฏิกิริยาที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นดังต่อไปนี้ [37]



ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เช่นการทำเอสเทอริฟิเคชั่นบางส่วน(partial esterification)ของเซลลูโลสใช้ $HClO_4$,H_3PO_4,H_2SO_4 หรือโลหะอัลคาไลน์อะซิเตรท และเกลือโลหะอัลคาไลน์ของกรดอินทรีย์อ่อน

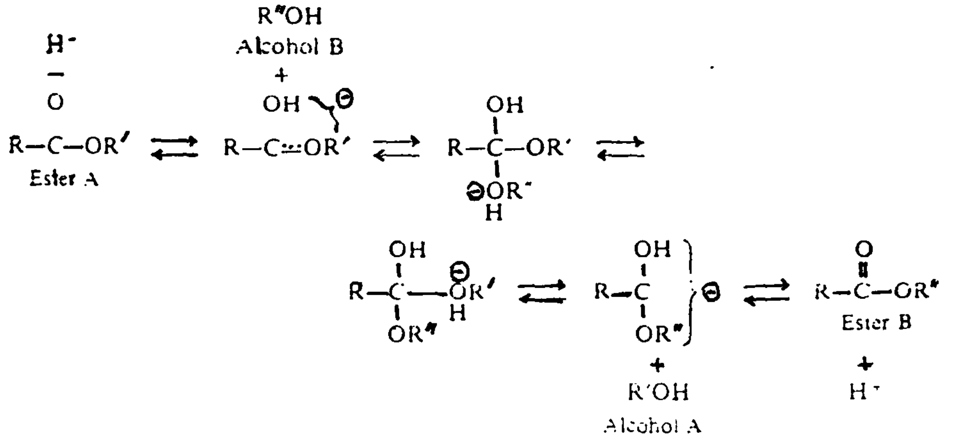
ตัวอย่างปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่นเช่นElizabeth M.Moyersและคณะ[3] ได้สังเคราะห์เฮกซิลไทโอไกโคเลต (Hexylthioglycolate) โดยใช้โซเดียมเบนโซเอตที่มีอยู่ในโครงร่างตาข่ายในโมเลกุลทำปฏิกิริยากับเฮกซะไดออลโดยใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70^{0}ซ จากนั้นกรองผลิตภัณฑ์นำไปอบแห้งแล้วนำมาทำปฏิกิริยากับกรดไทโอไกโคลิกโดยใช้กรดเป็นตัวเร่งที่อุณหภูมิ 70 ^{0}ซ ก็จะได้เฮกซิลไทโอไกโคเลตซึ่งมีคุณสมบัติในการเกิดคีเลตกับโลหะ

Richard J.Phillipsและคณะ [4] ได้ทำการสังเคราะห์ไทโอไกโคเลตคีเลตติ้งโดยเตรียมจากเบน-ซิลแอลกอฮอล์ที่มีอยู่ในโครงร่างตาข่ายในโมเลกุลทำปฏิกิริยากับกรดไทโอไกโคลิกโดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

พบว่าสามารถเกิดการแลกเปลี่ยนแอลกอฮอล์แทนที่หมู่แอลกอฮอล์จากเอสเทอร์ได้ ซึ่งปฏิ-กิริยานี้เรียกว่า"ทรานเอสเทอริฟิเคชั่น"(trans esterification)

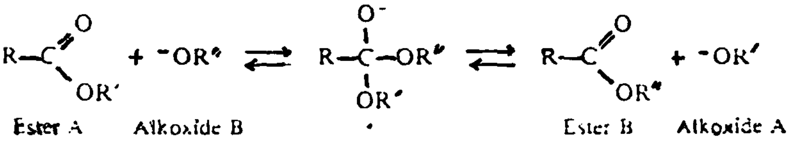
$$RCOOR' + R''OH \overset{H^+,OR''^-}{\rightleftharpoons} RCOOR'' + R'OH$$

ทรานเอสเทอริฟิเคชั่นสามารถใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดเช่น H2SO4 หรือHCl มีกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังนี้ [38]



ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเบสโดยทั่วไปใช้อัลคอกไซด์ไอออน มีกลไกการเกิดปฏิกิริยาดังนี้

For base-catalyzed transesterification:



ตัวอย่างปฏิกิริยาทรานเอสเทอริฟิเคชั่น เช่นเอสเทอร์ของมอนอเวเลนต์หรือพอลิเวเลนต์ของฟีนอลหรือกรดเมอร์แคปโตคาร์บอกซิเลตกับมอนอหรือพอลิคาร์บอกซิเลตเกิดทรานเอสเทอร์กับเซลลูโลส

องศาในการเข้าแทนที่ของปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่นในเซลลูโลสที่เวลาต่างกันทำให้เกิดเอสเทอร์ของเซลลูโลสผสมคือมีความแตกต่างของมวลโมเลกุลมาก ในการเกิดเอสเทอริฟิเคชั่นของเซลลูโลสจะมีเปอร์เซ็นต์มากน้อยขึ้นกับความว่องไวของเซลลูโลส ถ้ามีการจัดเรียงตัว (orientation) ในโมเลกุลน้อยจะเกิดปฏิกิริยาได้มากซึ่งเปอร์เซ็นต์การเกิดเอสเทอริฟิเคชั่นของเซลลูโลสธรรมชาติจะน้อยกว่าการสังเคราะห์เซลลูโลส

บทที่3
การทดลอง

3.1สารเคมีและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1สารเคมี

สารเคมี	เกรด	ผู้ผลิต(บริษัท)
แป้งมันสำปะหลัง	การค้า	หจก.เจริญกิจ
อะคริลาไมด์	การค้า	สยามฟายน์เฆมี (มิตซุย) จำกัด
กรดอะคริลิก	การค้า	สยามฟายน์เฆมี (มิตซุย) จำกัด
ไวนิลอะซิเตรทมอนอเมอร์	การค้า	สยามฟายน์เฆมี (มิตซุย) จำกัด
โพพิลีนไกลคอล	วิเคราะห์	Fluka chemical
โซเดียมคาร์บอเนต	วิเคราะห์	Fluka chemical
โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต	วิเคราะห์	Fluka chemical
Na.EDTA	วิเคราะห์	Fluka chemical
โซเดียมไฮดรอกไซด์	วิเคราะห์	Fluka chemical
กรดไทโอไกลโคลิก	วิเคราะห์	Fluka chemical
เมทิลลีน(บีส)อะคริลาไมด์	วิเคราะห์	Fluka chemical
กรดซัลฟูริก	วิเคราะห์	Merck
กรดไนตริก	วิเคราะห์	Merck
กรดไฮโดรคลอริก	วิเคราะห์	Merck
สารละลายมาตรฐานเลตไนเตรท	วิเคราะห์	Merck
เมทานอล	การค้า	-
อะซิโตน	การค้า	-
น้ำกลั่น	การค้า	องค์การแบตเตอรี

3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1) เครื่องปั่นกวนเชิงกล (mechamical stirrer) บริษัท เบคไทย จำกัด รุ่น RW 20 D2M
2) ใบพัดกวนรูป anchor แบบใบพัดแก้ว
3) ในพัดเหล็กสามชั้น
4) แท่งแม่เหล็ก (magnetic bar)
5) หม้อปฏิกิริยาแบบ4คอ (4-necked reaction vessel) ขนาด2000 มล. บริษัทSchott
6) ขวดสามคอ ขนาด 500 มล.
7) อ่างน้ำ (water bath) พร้อมเครื่องควบคุมอุณหภูมิ บริษัท Buchi จำกัด รุ่น Buchi 461
8) แผ่นให้ความร้อน (hot plate) บริษัท เบคไทย จำกัด รุ่น IKAMAB
9) เทอร์โมมิเตอร์ 0-100 °ซ
10) ชุดสกัด
11) เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 4ตำแหน่ง บริษัท Sartorius จำกัด รุ่น IC210S
12) เครื่องชั่งละเอียดทศนิยม 1ตำแหน่ง บริษัท Sartorius จำกัด รุ่น IC210S
13) เครื่องกรองสูญญากาศ บริษัท TykyoriKakikai จำกัด รุ่น A-3S
14) เครื่องบดละเอียด บริษัทGmbH&Co.KG จำกัด รุ่น Retsch Type RMO
15) เครื่องอินฟราเรดสเปกโตโฟโตมิเตอร์ บริษัท Shimadzu รุ่น JUSCO 810
16) เครื่องรามานด์สเปกโตโฟโตมิเตอร์ บริษัท Perkin Ekmer จำกัด รุ่น 2000FT-RAMAN
17) เครื่องอะตอมมิกแอบซอบชันโฟโตมิเตอร์ บริษัท Shimadzu รุ่น AA-680/CV-3
18) เครื่องแก้วต่างๆที่มีความจำเป็นในห้องปฏิบัติการ เช่น บีกเกอร์ ขวดรูปชมพู่ กรวยแก้ว ขวดวัดปริมาตร ปิเปต เป็นต้น

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 การเตรียมแป้งไฮโดรไลซ์จากแป้งมันสำปะหลัง

ใส่แป้งมันสำปะหลังจำนวน 100 ก. ลงในหม้อปฏิกิริยาที่มีเครื่องปั่นกวนเชิงกลประกอบอยู่พร้อมที่จะใช้งาน เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกในน้ำ 1 นอร์มอล จำนวน 100 มล.ลงในหม้อปฏิกิริยา แล้วปั่นกวนสารที่อยู่ในหม้อปฏิกิริยาความเร็ว 800 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 60 ºซ เป็นเวลา 3 ชม. หลังจากนั้นใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำที่มีความเข้มข้น 50 %น้ำหนักต่อน้ำหนัก ทำการปรับสภาพความเป็นกรดด่าง (pH) ของสารในหม้อปฏิกิริยาให้เป็นกลาง จากนั้นนำสารมากรองและล้างด้วยเมทานอล ทำการอบสารที่ได้ที่อุณหภูมิ 40 ºซ นาน 4 ชม. แล้วนำสารที่อบแห้งไปบดด้วยเครื่องบดแล้วบรรจุในขวดแก้วเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง

3.2.2 การเตรียมสารละลาย Na.EDTA 5.6%

ชั่งน้ำหนัก Na.EDTA จำนวน 5.6ก.ด้วยเครื่องชั่งละเอียดทศนิยม4ตำแหน่งในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. กวนสารให้เข้ากันและให้ความร้อนแก่สารในขณะที่กวนตลอดเวลาจนส่วนที่เป็นของแข็งละลายหมด แล้วทำสารละลายเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นเทสารละลายลงในขวดวัดปริมาตรเที่ยงตรงขนาด 100 มล. เติมน้ำกลั่นลงไปจนสารละลายมีปริมาตร 100 มล.

3.2.3 การเตรียมกรดไนตริก 1 โมลาร์

ชั่งน้ำหนักกรดไนตริกเข้มข้น 15.6 มล. เทลงในขวดวัดปริมาตรเที่ยงตรงขนาด 250 มล. แล้วเติมน้ำกลั่นลงไปจนมีปริมาตร 250 มล.

3.2.4 การสกัดสิ่งเจือปนในโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต

ชั่งโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจำนวน 10 ก.ลงในบีกเกอร์ขนาด 100 มล. เทสารละลายเมทานอลจำนวน 50 มล. กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 10 นาที นำไปกรองด้วยเครื่องกรองสูญญากาศ นำโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 40 ºซ นาน 48 ชม. แล้วนำไปเก็บในขวดสีชาซึ่งเก็บในเดซิเคเตอร์จนกว่าจะนำไปใช้ในการทดลองต่อไป

3.2.5การเตรียมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลาร์ในสารละลายกรดไนตริกความเข้มข้น 1 โมลาร์

ชั่งโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตจำนวน 2.7 ก.ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มล. เทสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1 โมลาร์จำนวน 100 มล. กวนให้เข้ากันจนส่วนที่เป็นของแข็งละลายหมด นำสารละลายที่ได้เก็บในขวดสีชาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 15 °ซ จนกว่าจะนำไปใช้ในการทดลองต่อไป

3.2.6วิธีการสังเคราะห์พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วมโดยกระบวนการโฟมพอลิเมอร์ไรเซชั่น

ดำเนินการเป็นขั้นตอนดังนี้

ขั้นตอนที่1 เติมน้ำกลั่นลงในหม้อปฏิกิริยา 80 มล. ให้ความร้อนจนอุณหภูมิถึง 80 °ซ เติมแป้งไฮโดรไลซ์ แล้วกวนโดยใช้เครื่องกวนเชิงกลด้วยความเร็วปานกลาง (800 รอบต่อนาที) จนกระทั่งแป้งเป็นเจลแล้วเติมผงโซเดียมคาร์บอเนตลงในหม้อปฏิกิริยาพร้อมกันนี้ยังคงใช้เครื่องกวนกวนอย่างต่อเนื่องจนกระทั่งโซเดียมคาร์บอเนตละลายหมด จึงทำการลดอุณหภูมิระบบจนถึงอุณหภูมิห้อง

ขั้นตอนที่2 เติมอะคริลาไมด์ เติม aq.NaEDTA จำนวน 5 มล. และโพพิลีนไกลคอลจำนวน 2 มล.ลงในหม้อปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้องตามลำดับ ในขณะที่เติมสารให้กวนสารตลอดเวลา เมื่อเติมสารดังกล่าวเรียบร้อยแล้วให้กวนต่อไปอีก 15 นาที

ขั้นตอนที่3 เติมกรดอะคริลิกลงในหม้อปฏิกิริยาทั้งนี้ให้กวนสารตลอดเวลาด้วยความเร็วสูง (1500รอบต่อนาที) เติมสารดังกล่าวเรียบร้อยแล้วให้กวนต่อไปอีกประมาณ 10-15 นาที

ขั้นตอนที่4 เพิ่มอุณหภูมิของระบบให้ได้ 40 °ซ แล้วเติมสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลาร์จำนวน 5 มล. เมื่อใส่สารดังกล่าวเรียบร้อยแล้ว สารละลายจะมีความหนืดเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ จนกระทั่งทำการกวนต่อไปไม่ได้ รอจนกระทั่งเกิดปฏิกิริยาเร่งด้วยตัวเองเสร็จสมบูรณ์แล้วจึงทำการเปิดฝาหม้อปฏิกิริยา

ขั้นตอนที่5 นำพอลิเมอร์ที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่4 มาตัดเป็นชิ้นเล็กๆอบที่อุณหภูมิ 60 °ซ เป็นเวลา 1 วัน นำมาบดให้ละเอียดโดยเครื่องบดละเอียด เก็บพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ในเดซิเคเตอร์เพื่อป้องกันความชื้น

3.2.7การสังเคราะห์พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม ([AA]:[AM] ในอัตราส่วนโดยโมล 0.4:0.6 และใช้สารเชื่อมโยงMBA) โดยกระบวนการโฟมพอลิเมอไรเซชัน

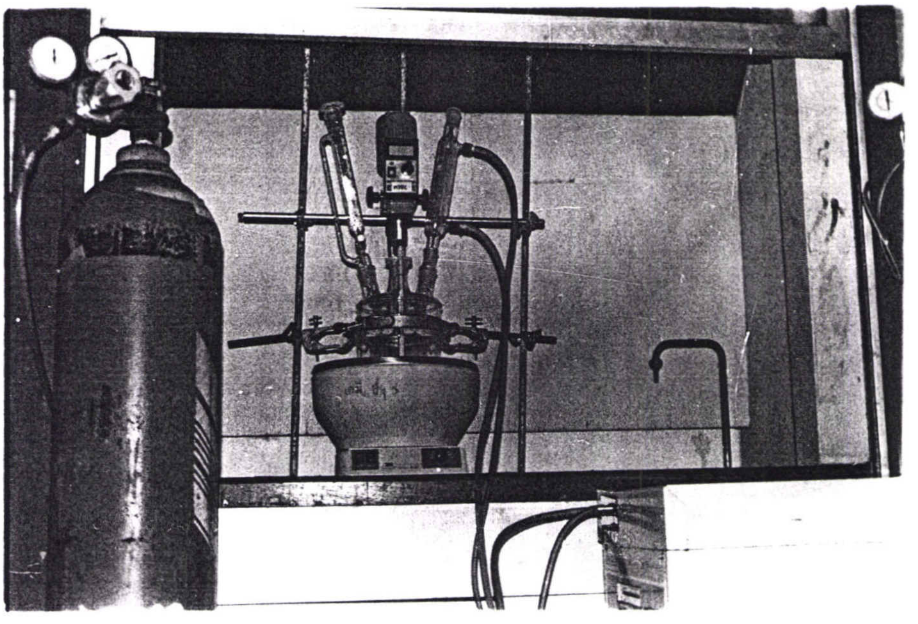
ชั่งแป้งไฮโดรไลซ์หนัก 7.1 ก. สารละลายNa.EDTA 5 มล. น้ำกลั่น 80 มล. โพรพิลีนไกลคอล 0.2 มล. สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลาร์ (ในสารละลายกรดไนตริก 1 นอร์มอล) จำนวน5 มล. กรดอะคริลิก 28.84 ก. โซเดียมคาร์บอเนต 21.20 ก. อะคริลาไมด์ 42.64 ก. อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 40 °ซ และปริมาณสารเชื่อมโยงที่ใช้เป็นดังนี้

การทดลองที่	น้ำหนักMBAเทียบกับสายโซ่หลัก+โคพอลิเมอร์	ปริมาณMBA (กรัม)
1	0	0
2	0.0050	0.0043

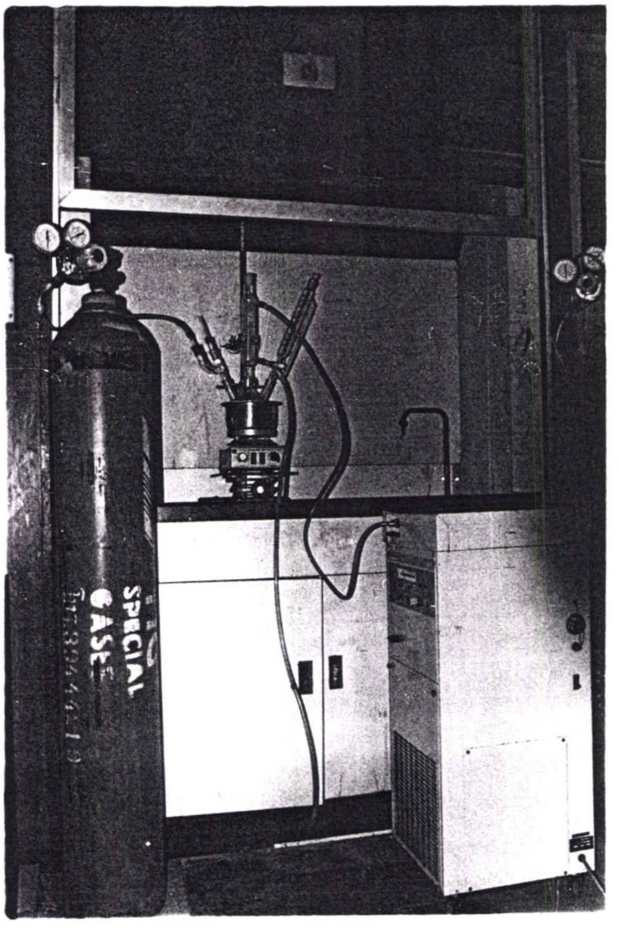
3.2.8การศึกษาการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] โดยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่นกรดไทโอไกลโคลิก

แบบสารละลาย ชั่ง g[AA]:[AM] หนัก 2.6 ก. ใส่ลงในหม้อปฏิกิริยาเติมน้ำกลั่น 520 มล.จากนั้นทำการปั่นกวนเชิงกลด้วยใบพัดแก้วด้วยความเร็ว 500รอบ/นาที ที่อุณหภูมิห้องจนสารละลายเป็นเจล จากนั้นเติมกรดไทโอไกลโคลิก 30 ก. และกรดซัลฟุริกเข้มข้น 1มล. โดยทำการทดลองภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจนปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลา 10 ชม และ 30 ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยอะซิโตนกลั่นแล้วทำการกรองแบบลดความดันและนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 °ซ เป็นเวลา 7 ชม. แล้วนำมาบดให้ละเอียดเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

แบบแขวนลอย ชั่ง g[AA]:[AM] หนัก 2.6 ก. ใส่ลงในขวดสามคอเติมกรดไทโอไกลโคลิก 30 ก. และกรดซัลฟุริกเข้มข้น 1มล. จากนั้นทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก ทำการทดลองภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจนปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลา 10 ชม และ 30 ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยอะซิโตนกลั่นแล้วทำการกรองแบบลดความดันและนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 °ซ เป็นเวลา 7 ชม. แล้วนำมาบดให้ละเอียดเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์



รูปที่ 3.1 แสดงการจัดอุปกรณ์การทำปฏิกิริยาแบบสารละลาย



รูปที่ 3.2 แสดงการจัดอุปกรณ์การทำปฏิกิริยาแบบแขวนลอย

การทดลองที่	ปริมาณMBA (กรัม)	ลักษณะการสังเคราะห์	เวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา (ชม.)
3	0	แบบสารละลาย	10
4	0	แบบสารละลาย	30
5	0.0043	แบบสารละลาย	10
6	0.0043	แบบสารละลาย	30
7	0	แบบแขวนลอย	10
8	0	แบบแขวนลอย	30
9	0.0043	แบบแขวนลอย	10
10	0.0043	แบบแขวนลอย	30

3.2.9การศึกษาการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์กับแป้ง โดยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่นกับกรดไทโอไกลโคลิก

ชั่งแป้งการค้าหนัก 5 ก. ใส่ลงในขวดสามคอ เติมน้ำกลั่น 100 มล. ทำให้เป็นเจลที่อุณหภูมิ 80 °ซ จากนั้นทำการลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิห้อง เติมกรดไทโอไกลโคลิก 30 มล. และกรดซัลฟุริกเข้มข้น 2 มล. ปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลา 10 ชม., 24 ชม. และ 36 ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนโดยใช้เมทานอลกลั่นกรองแบบลดความดัน จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 °ซ เป็นเวลา 7 ชม.

การทดลองที่	เวลาการทำปฏิกิริยา(ชม.)
11	10
12	24
13	30

3.2.7การสังเคราะห์พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม ([AA]:[AM] ในอัตราส่วนโดยโมล 0.4:0.6 และใช้สารเชื่อมโยงMBA) โดยกระบวนการโฟมพอลิเมอไรเซชัน

ชั่งแป้งไฮโดรไลส์หนัก 7.1 ก. สารละลายNa.EDTA 5 มล. น้ำกลั่น 80 มล. โพรพิลีนไกลคอล 0.2 มล. สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลาร์ (ในสารละลายกรดไนตริก 1 นอร์-มอล) จำนวน5 มล. กรดอะคริลิก 28.84 ก. โซเดียมคาร์บอเนต 21.20 ก. อะคริลาไมด์ 42.64 ก. อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 40 ºซ และปริมาณสารเชื่อมโยงที่ใช้เป็นดังนี้

การทดลองที่	น้ำหนักMBAเทียบกับสายโซ่หลัก+โคพอลิเมอร์	ปริมาณMBA (กรัม)
1	0	0
2	0.0050	0.0043

3.2.8การศึกษาการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] โดยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชั่นกรดไทโอไกลโคลิก

แบบสารละลาย จัดอุปกรณ์การทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.1 ชั่ง g[AA]:[AM] หนัก 2.6 ก. ใส่ลงในหม้อปฏิกิริยาเติมน้ำกลั่น 520 มล.จากนั้นทำการปั่นกวนเชิงกลด้วยใบพัดแก้วด้วยความเร็ว 500รอบ/นาที ที่อุณหภูมิห้องจนสารละลายเป็นเจล จากนั้นเติมกรดไทโอไกลโคลิก 30 ก. และกรดซัลฟุริกเข้มข้น 1มล. โดยทำการทดลองภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจนปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 ºซ เป็นเวลา 10 ชม และ 30 ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยอะซิโตนกลั่นแล้วทำการกรองแบบลดความดัน และนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 ºซ เป็นเวลา 7 ชม. แล้วนำมาบดให้ละเอียดเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

แบบแขวนลอย จัดอุปกรณ์การทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.2 ชั่ง g[AA]:[AM] หนัก 2.6 ก. ใส่ลงในขวดสามคอเติมกรดไทโอไกลโคลิก 30 ก. และกรดซัลฟุริกเข้มข้น 1มล. จากนั้นทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก ทำการทดลองภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจนปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 ºซ เป็นเวลา 10 ชม และ 30 ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยอะซิ-โตนกลั่นแล้วทำการกรองแบบลดความดัน และนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 ºซ เป็นเวลา 7 ชม. แล้วนำมาบดให้ละเอียดเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

การทดลองที่	ลักษณะการปั่นกวน	เวลาในการทำปฏิกิริยา (ชม.)
14	เครื่องปั่นกวนเชิงกล	36
15	แท่งแม่เหล็ก	36

3.2.12การสังเคราะห์พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม ([AA]:[VAc]) โดยกระบวนการโฟมพอลิเมอร์ไรเซชัน เพื่อศึกษาอัตราส่วนของ ([AA]:[VAc]) ต่อเวลาในการเกิดปฏิกิริยา

ชั่งแป้งไฮโดรไลซ์หนัก 7.1 ก. สารละลายNa.EDTA 5 มล. น้ำกลั่น 80 มล. โพรพิลีนไกลคอล 0.2 มล. สารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต 0.1 โมลาร์ (ในสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1นอร์มอล)5 มล. โซเดียมคาร์บอเนต สำหรับกรดอะคริลิกและไวนิลอะซิเตรทเปลี่ยนแปลงในแต่ละการทดลองแสดงดังตาราง

การทดลองที่	VAc		AA		Na2CO3		VAc:AA
	โมล	กรัม	โมล	กรัม	โมล	กรัม	
16	0.2	17.2	0.8	57.6	0.4	42.4	0.2:0.8
17	0.3	25.8	0.7	50.4	0.35	37.1	0.3:0.7
18	0.4	34.4	0.6	43.2	0.3	31.8	0.4:0.8

3.2.13การศึกษาการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[VAc]:[AA]ในอัตราส่วนโมล0.2:0.8 โดยผ่านปฏิกิริยาทรานเอสเทอริฟิเคชัน

ชั่ง g [VAc]:[AA] หนัก 15 ก. ใส่ลงในขวดสามคอ เติมเมทานอล 30 ก. กรดไฮโดรคลอริก 2.7 ก. ทำการปั่นกวนโดยใช้เครื่องปั่นกวนด้วยเครื่องปั่นกวนเชิงกลทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 60 ^{o}ซ เป็นเวลา 1 ชม. และ 2 ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยเมทา-นอลและล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 40 เปอร์เซ็น ล้างด้วยเมทานอลกรองแบบลดความดัน นำสารไปอบที่อุณหภูมิ 50 ^{0}ซ เป็นเวลา 7 ชม.

3.2.14การศึกษาการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[VAc]:[AA] โดยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน

แบบสารละลาย ชั่ง g[VAc]:[AA] หนัก 5 ก. ใส่ลงในหม้อปฏิกิริยาเติมน้ำกลั่น 1000 มล. ทำการปั่นกวนเชิงกลด้วยใบพัดแก้วด้วยความเร็ว 500รอบ/นาที ที่อุณหภูมิห้องจนสารละลายเป็นเจล เติม1,5เพนเทนไดออล 80 มล. เติมกรดซัลฟุริกเข้มข้น 2 มล. ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลา 10 ชม. และ 24 ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยเมทานอลกลั่นแล้วทำการกรองแบบลดความดัน อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 °ซ

นำสารที่ได้มาจำนวน 4 ก. ใส่ลงในขวดสามคอเติมน้ำกลั่น 300 มล.ทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก ที่อุณหภูมิห้องจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เติมกรดไทโอไกลโคลิก 40 ก. และกรดซัลฟุริกเข้มข้น 2 มล. โดยทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลา 36 ชม เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยเมทานอลกลั่น แล้วทำการกรองแบบลดความดัน อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 °ซ เป็นเวลา 7 ชม. นำมาบดให้ละเอียดและเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

แบบแขวนลอย ชั่ง g[VAc]:[AA]หนัก 5 ก. ใส่ลงในขวดสามคอเติม1,5เพนเทนไดออล 80 มล. กรดซัลฟุริกเข้มข้น 2 มล. จากนั้นทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลา 36 ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยเมทานอลกลั่น แล้วทำการ กรองแบบลดความดันและอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 °ซ

นำสารที่ได้มาจำนวน 4 ก.ใส่ลงในขวดสามคอเติมน้ำกลั่น 300 มล.ทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก ที่อุณหภูมิห้องจนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เติมกรดไทโอไกลโคลิก 40 ก. และกรดซัลฟุริกเข้มข้น 2 มล. โดยทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 °ซ เป็นเวลา 36 ชม เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยเมทานอลกลั่น ทำการกรองแบบลดความดัน อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 °ซ เป็นเวลา 7 ชม. นำมาบดให้ละเอียดและเก็บไว้ในเดซิเคเตอร์

3.2.15การศึกษาการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[VAc]:[AA]ในอัตราส่วนโมล0.2:0.8 โดยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก

นำสารที่ได้จาก 3.2.12 มาจำนวน 4 ก. ใส่ลงในขวดสามคอเติมน้ำกลั่น 300 ก. ทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 70 °ซ จนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เติมกรดไทโอไกลโคลิก 60 ก. กรดซัลฟุริกเข้มข้น 2 ก. ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 10 ชม. ,24 ชม. และ 30

ชม. เมื่อสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการตกตะกอนด้วยเมทานอลและกรองแบบลดความดัน นำสารไปอบที่อุณหภูมิ 50 °ซ เป็นเวลา 7 ชม.

การทดลองที่	ลักษณะการปั่นกวนเมื่อทำทรานเอสเทอริฟิเคชัน	เวลาทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอริฟิเคชัน (ชม.)	เวลาในการทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน (ชม)
19	เครื่องปั่นกวนเชิงกล	1	10
20			24
21			30
22	เครื่องปั่นกวนเชิงกล	2	10
23			24
24			30
25	แท่งแม่เหล็ก	1	10
26			24
27			30
28	แท่งแม่เหล็ก	2	10
29			24
30			30

3.2.16การทดสอบคุณลักษณะของพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม

ก)การหาค่าการดูดซึมน้ำ (Water Absorbency)

นำพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม ([AA]:[AM] และ [VAc]:[AA]) ที่สังเคราะห์ได้หนัก 0.1 ก. โดยชั่งเครื่องชั่งอย่างละเอียดทศนิยม 4 ตำแหน่ง เทลงในบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำกลั่นปริมาตร 200 มล. กวนให้เข้ากันอย่างดีตั้งทิ้งไว้ 1 ชม.ที่อุณหภูมิห้อง ทำการกรองแยกส่วนที่เป็นน้ำออกด้วยผ้ากรองขนาด 200 Mesh นำน้ำกรองได้ไปหาปริมาตรโดยใช้กระบอกตวงทำให้ทราบปริมาตรน้ำที่เหลือจากการดูดซึมน้ำของพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม คำนวนหาค่าการดูดซึมน้ำ จากสูตร

ค่าการดูดซึมน้ำ (มล./ก.) = (A-B)/C

เมื่อ A คือปริมาตรน้ำเริ่มต้น (มล.)

B คือปริมาตรน้ำที่เหลือจากการดูดน้ำ (มล.)

C คือน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม (กรัม)

ข)การหาปริมาณมอนอเมอร์ที่เปลี่ยนไป (monomer conversion)

ชั่งพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม 1 ก. ชั่งพอลิเมอร์ร่วมอย่างละเอียดด้วยเครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง เทลงในบีกเกอร์ที่บรรจุเมทานอลปริมาตร 50 มล. บนเครื่องปั่นแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นเวลา 3 ชม. กรองแยกส่วนที่เป็นเมทานอลด้วยกระดาษกรอง นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 °ซ จนกว่าเมทานอลจะระเหยออกจากพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม ชั่งน้ำหนักของกากที่อบจนน้ำหนักไม่มีการเปลี่ยนแปลง คำนวณหาปริมาณมอนอเมอร์ที่เปลี่ยนแปลงไปโดยใช้สูตร

เปอร์เซ็นต์มอนอเมอร์ที่เปลี่ยนไป = [(A-B)/A] *100

เมื่อ A คือน้ำหนักมอนอเมอร์ผสมก่อนทำปฏิกิริยา (ก.)

B คือน้ำหนักมอนอเมอร์ผสมที่เหลือจากการทำปฏิกิริยา (ก.)

ค)การหาปริมาณกราฟท์โคพอลิเมอร์

ชั่งพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วม 1 ก. ชั่งน้ำหนักอย่างละเอียดด้วยเครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง ใส่ลงในทิมเบอร์(thimber) เติมเมทานอลลงไป 250 มล. ลงในขวดคอเดียว ทำการสกัดเป็นเวลา 12 ชม. อบที่อุณหภูมิ 60°ซ จนกว่าเมทานอลจะระเหยออกจากพอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้ง ชั่งน้ำหนักของกากที่อบจนน้ำหนักไม่มีการเปลี่ยนแปลง คำนวนหาเปอร์เซ็นต์กราฟท์โคพอลิเมอร์โดยใช้สูตร

เปอร์เซ็นต์กราฟท์โคพอลิเมอร์ = [A/B] * 100

เมื่อ A คือน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วมหลังทำปฏิกิริยา

B คือน้ำหนักของพอลิเมอร์ร่วมก่อนทำปฏิกิริยา

3.2.17การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะโดยเทคนิคสเปกโตรสโคปี

ก) รามานสเปกโตรสโคปี

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาทำการอัดใส่ในภาชนะบรรจุสารของแข็ง (solid cell) ไปวิเคราะห์หาโครงสร้างด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปี

ข) อินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

นำพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มาทำการอัดแบบ KBr disc นำไปวิเคราะห์หาโครงสร้างด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

3.2.18การทดสอบการดูดซับตะกั่วไอออนของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์ด้วยเครื่องอะตอมมิกแอบซอบชัน

เตรียมสารละลายมาตรฐานเลดไนเตรท

นำสารละลายมาตรฐานเลดไนเตรทความเข้มข้น 1000 ppm มาเจือจางด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง ให้มีความเข้มข้น 5 ,10 ,15 ,20 ,25 ppm

การเตรียมสารละลายแบงค์ (blank solution)

นำสารละลายมาตรฐานเลดไนเตรทความเข้มข้น 25 ppmจำนวน 25 มล. เติม กรดซัลฟุริก 1 นอร์มอล จำนวน 1 มล.

การทดสอบการดูดซับตะกั่วไอออน (Pb^{2+})

นำไทโอไกลโคเลตติแกนด์บนโครงร่างของg [VAc]:[AA]จากการทดลองที่26 มา 0.1 ก. ใส่สารละลายมาตรฐานตะกั่ว 25 ppm จำนวน 25 มล. และกรดซัลฟุริก 1 นอร์มอล จำนวน 1มล. ทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชม. ทำการกรองสารแบบลดความดัน วัดปริมาตรที่เหลือและนำสารละลายที่ได้ไปวัดความเข้มข้นของตะกั่วไอออนด้วยเครื่องอะตอม-มิกแอบซอบชันสเปตโตรโฟโตมิเตอร์

บทที่ 4
ผลการทดลองและวิจารณ์

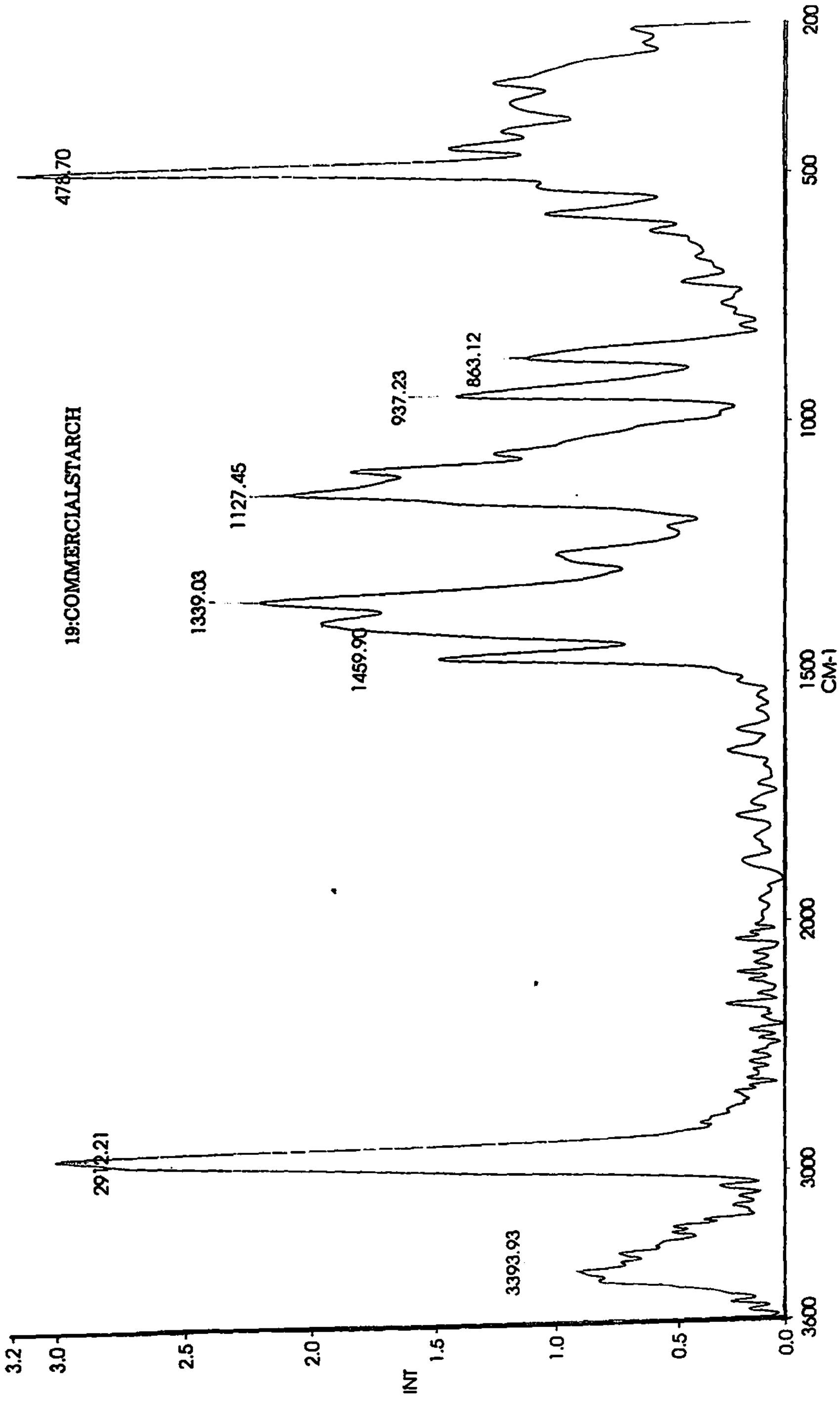
โครงงานพิเศษนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของพอเมอร์ธรรมชาติ โดยมีผลการทดลองดังนี้

1. การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของแป้งการค้า แป้งละลายน้ำและแป้งไฮโดรไลซ์โดยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

1.1 รามานสเปกตรัมของแป้งการค้าที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการไฮโดรไลซ์แป้ง แสดงในรูปที่ 4.1 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของแป้งการค้า

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3393.93	0.90	O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2912.21	3.05	C-H stretching	
1459.90	1.50	CH_2 deformation	
1339.03	2.20	O-H deformation	
1127.45	2.10	C-O stretching	

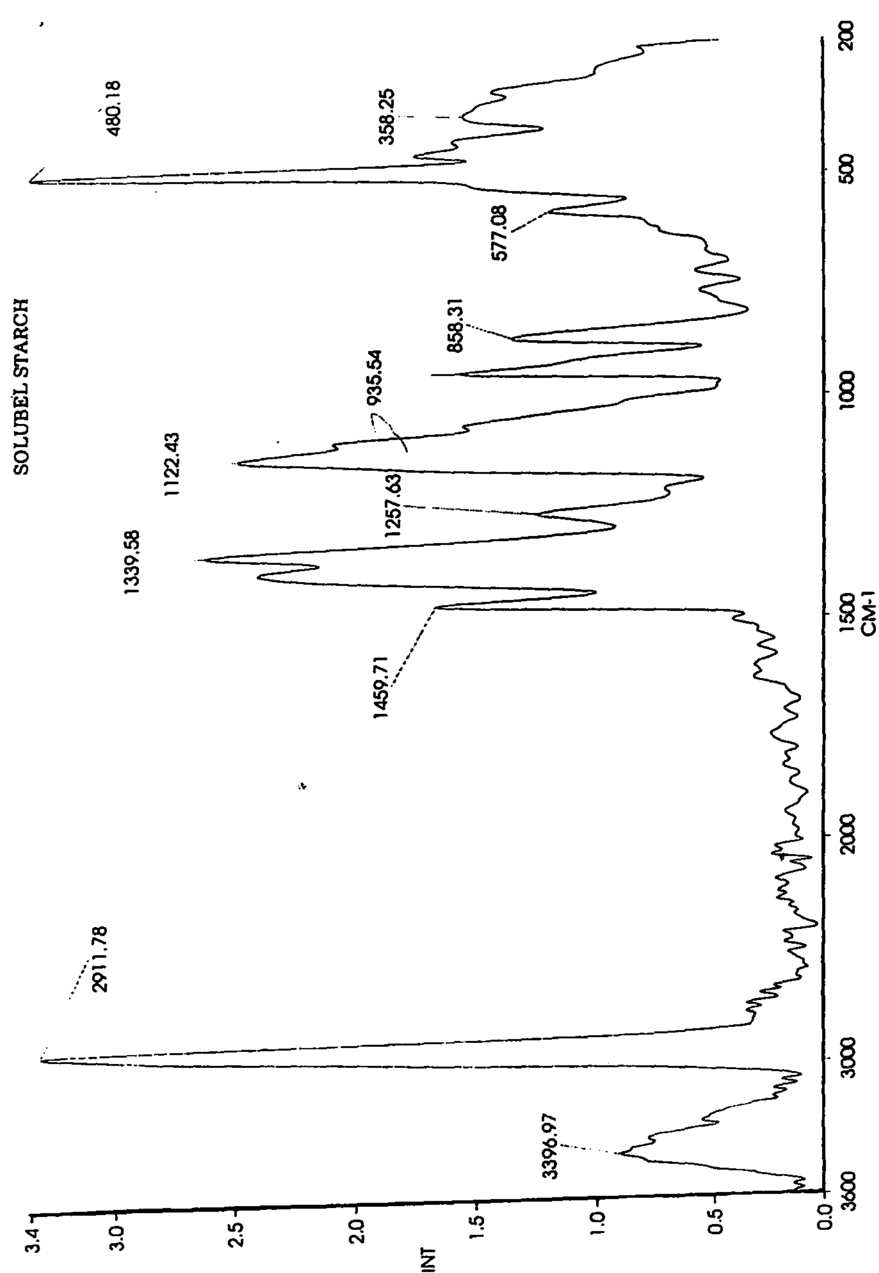


รูปที่ 4.1 แสดงรามานสเปกตรัมของแป้งการค้า
(จำนวนสแกน 20 ครั้ง)

1.2 รามานสเปกตรัมของแป้งละลายน้ำเพื่อใช้เปรียบเทียบกับแป้งไฮโดไลซ์ที่สังเคราะห์ได้ แสดงในรูปที่ 4.2 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของแป้งละลายน้ำ

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3396.97	0.90	O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2911.78	3.30	C-H stretching	
1459.71	1.60	CH_2 deformation	
1339.03	2.60	O-H deformation	
1127.43	2.50	C-O stretching	



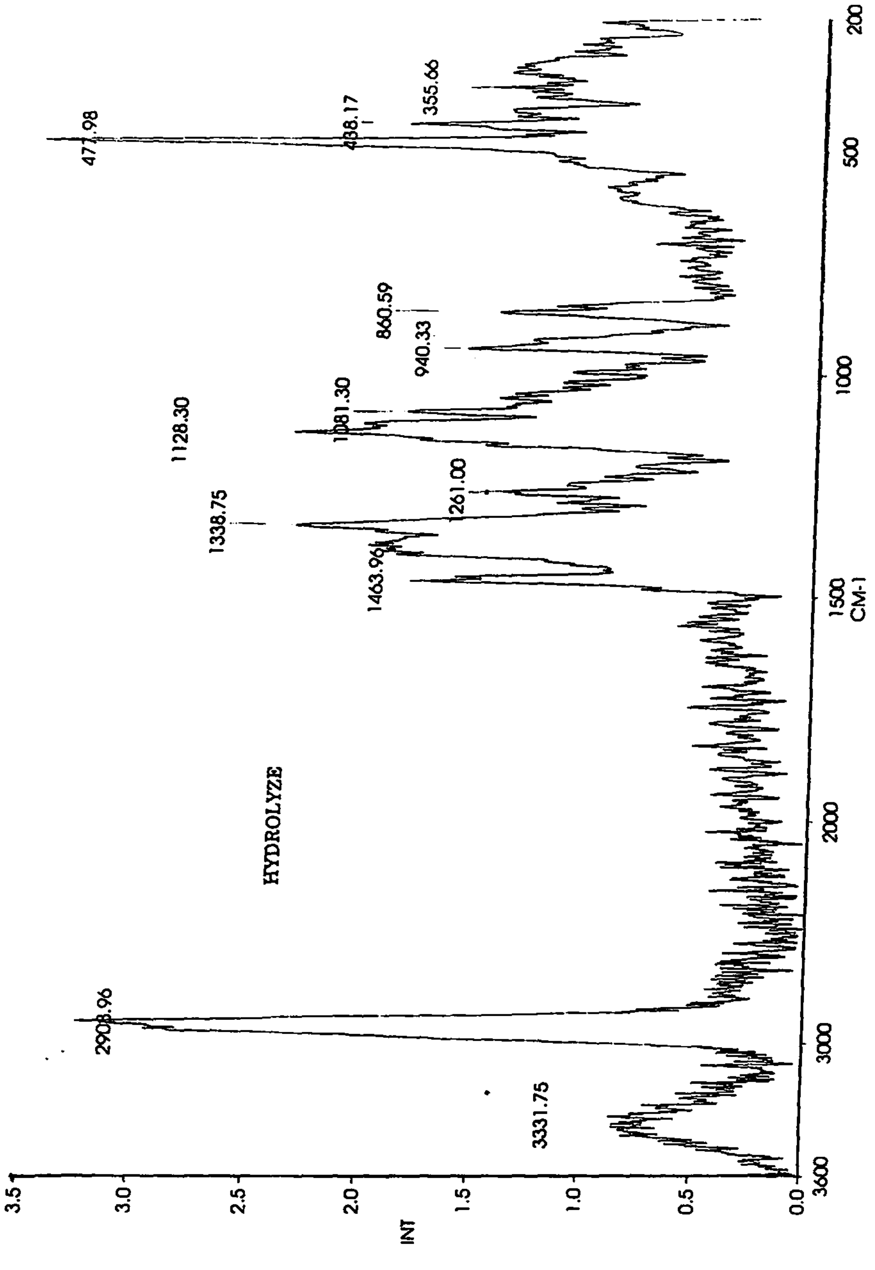
รูปที่ 4.2 แสดงรามานสเปกตรัมของแป้งละลายน้ำ
(จำนวนสแกน 20 ครั้ง)

1.3 รามานสเปกตรัมของแป้งไฮโดรไลซ์ที่สังเคราะห์ได้ แสดงในรูปที่ 4.3 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของแป้งไฮโดรไลซ์

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3331.75	0.80	O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2908.96	3.25	C-H stretching	
1463.96	1.70	CH_2 deformation	
1338.75	2.40	O-H deformation	
1128.30	2.40	C-O stretching	

จากรามานสเปกตรัมของแป้งการค้า แป้งละลายน้ำ และแป้งไฮโดรไลซ์ที่สังเคราะห์ได้ สามารถวิเคราะห์ได้ว่า ตำแหน่งของแถบเกิดขึ้นอยู่ในตำแหน่งที่ใกล้เคียงกัน ซึ่งแป้งการค้าและแป้งไฮโดรไลซจะมีข้อแตกต่างกันที่ความเข้มของแถบที่ตำแหน่งของ O-H และ C-O คือแป้งการค้ามีความเข้มน้อยกว่า เนื่องจากแป้งไฮโดรไลซ์มีการตัดทอนโลเมกุลลงทำให้มีจำนวนสายโซ่สั้นเพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบแป้งไฮโดรไลซ์กับแป้งละลายน้ำพบว่าความเข้มของแถบที่ตำแหน่ง O-H และ C-O มีความเข้มใกล้เคียงกัน



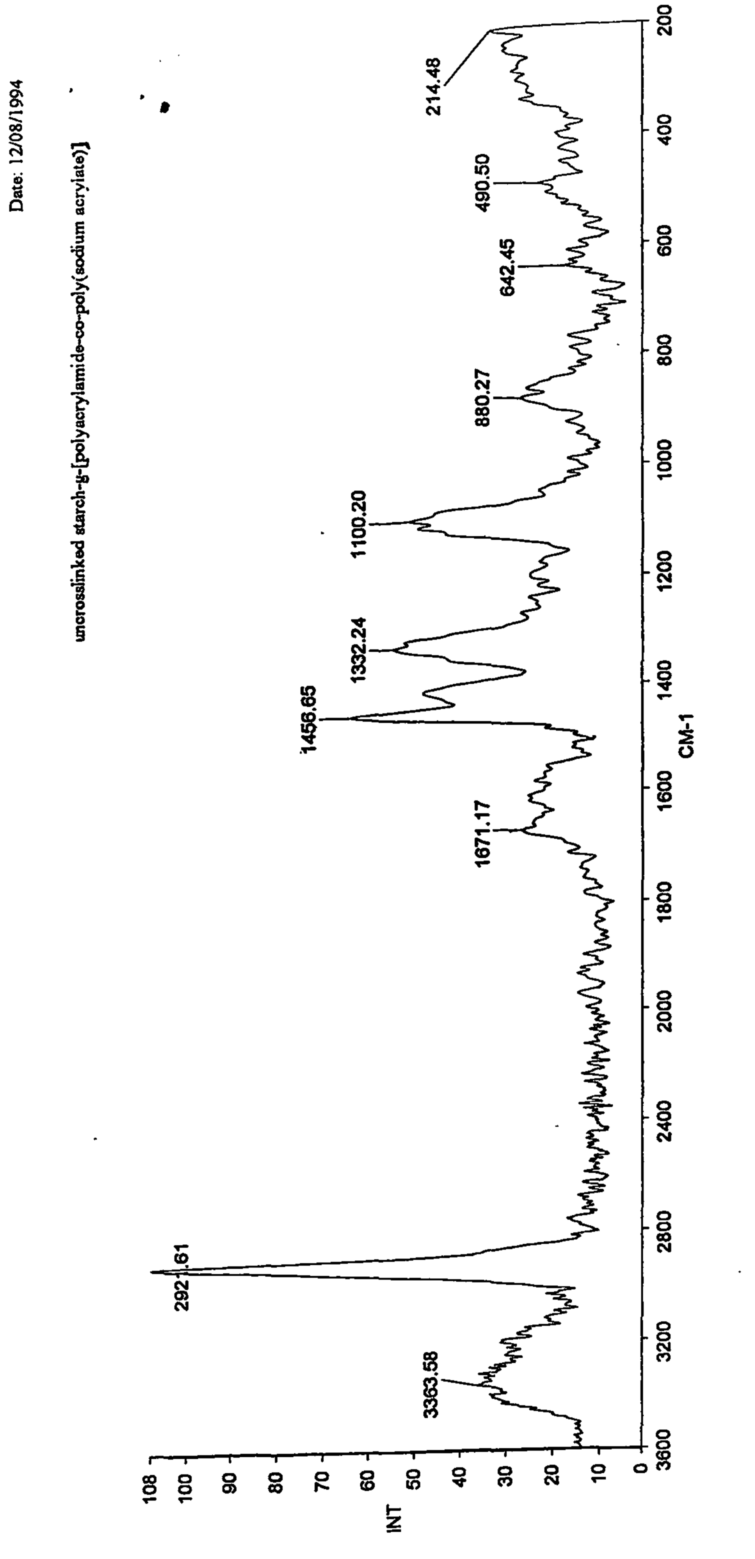
รูปที่ 4.3 แสดงรามานสเปกตรัมของแป้งไฮโดรไลซ์ที่สังเคราะห์ได้ (จำนวนสแกน 20 ครั้ง)

2. การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของg[AA]:[AM] ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการโฟมพอลิเมอร์ไรเซชัน โดยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีและอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

2.1 รามานสเปกตรัมของg[AA]:[AM] ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์ แสดงในรูปที่ 4.4 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของ g [AA]:[AM] ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3363.58	37	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2921.61	108	C-H stretching	
1671.17	25	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
1456.65	61	CH_2 deformation	
1332.24	52	O-H deformation	
1100.20	50	C-O stretching	

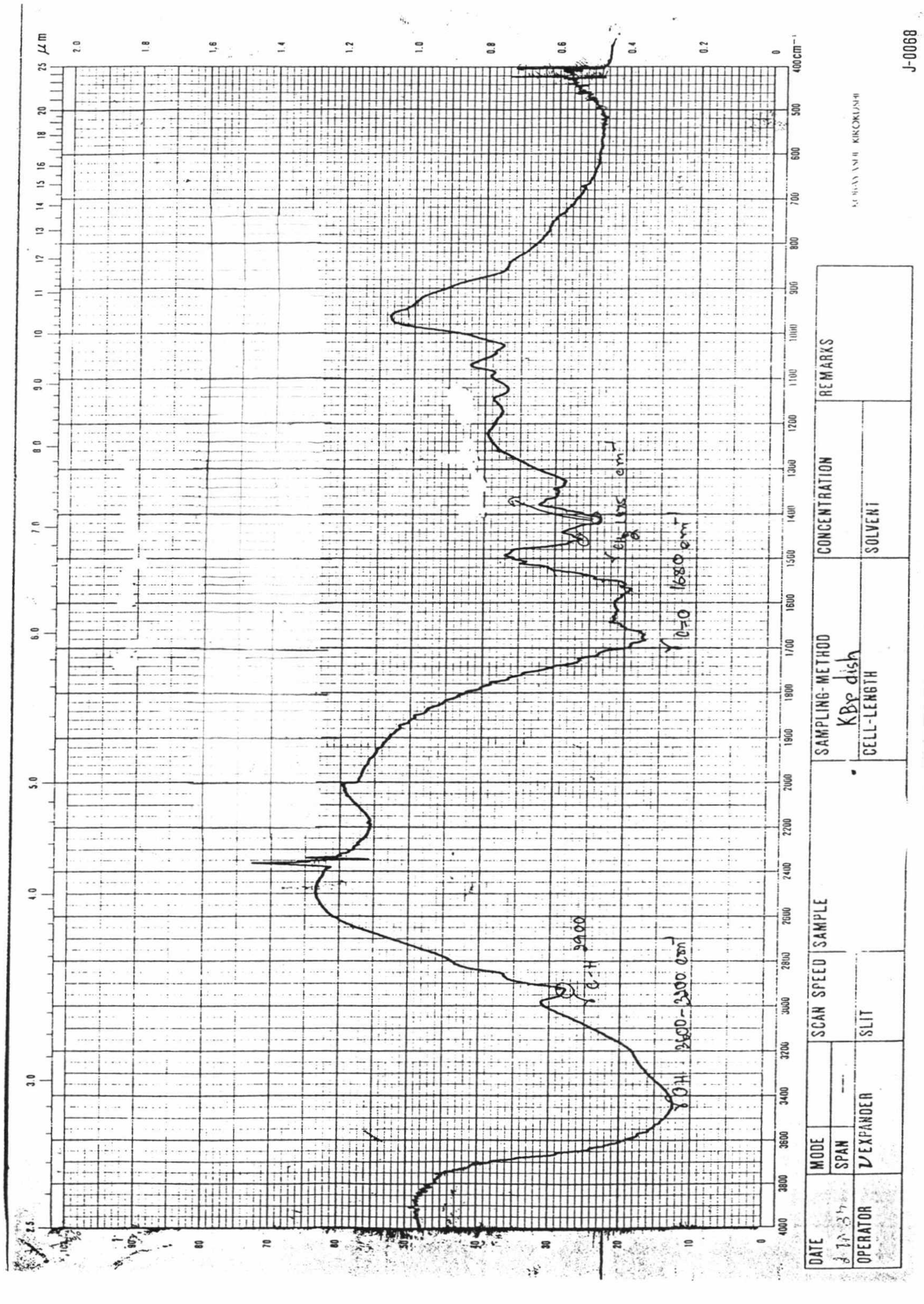


รูปที่ 4.4 แสดงรามานสเปกตรัมของ g [AA]:[AM]
(จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

2.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของg [AA]:[AM] ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์ แสดงในรูปที่ 4.5 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.5

ตารางที่ 4.5 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัม ของg [AA]:[AM] ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3410	13	N-H stretching O-H stretching	แถบกว้าง
-			
2940	27	C-H stretching	
1680	17	C=O stretching	
1415	24	CH_2 deformation	

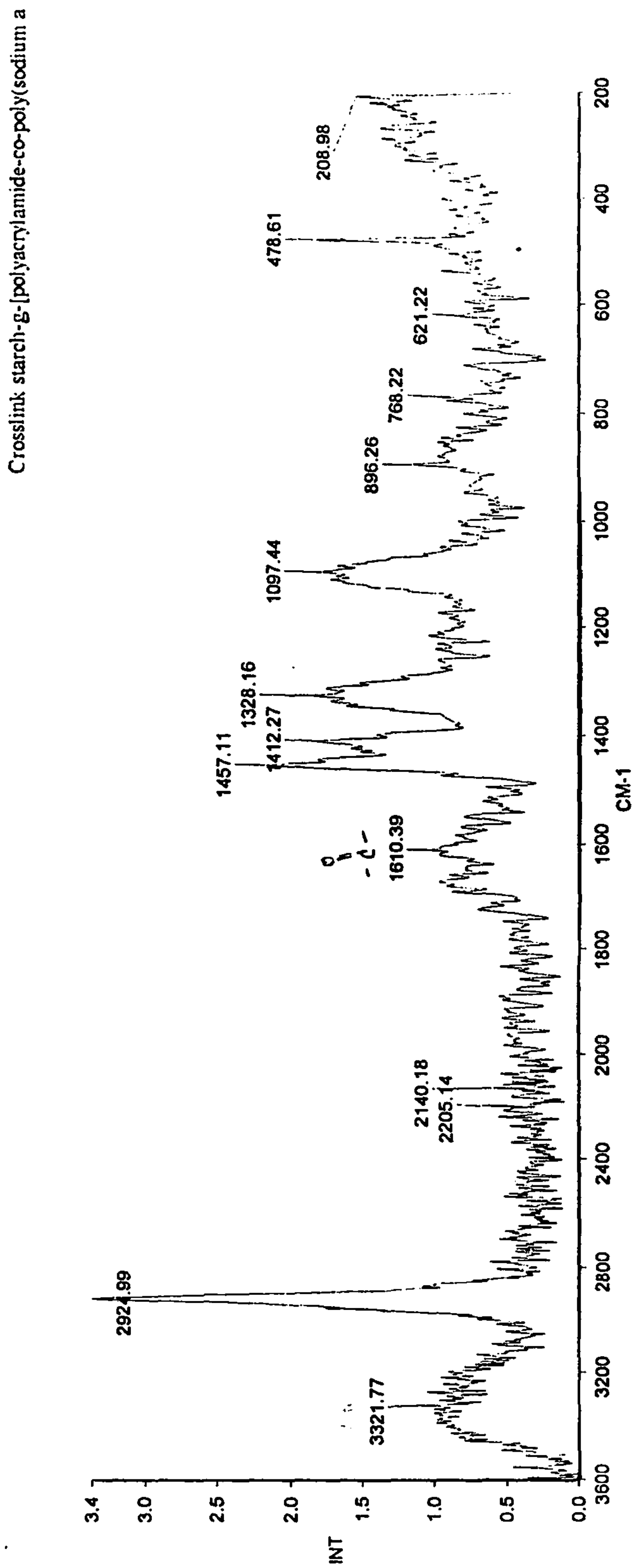


รูปที่ 4.5 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของ g [AA]:[AM] (แบบ **KBr disc**)

2.3 รามานสเปกตรัมของ g[AA]:[AM] ที่มีสารเชื่อมโยง MBAที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์แสดงในรูปที่ 4.6 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของ g [AA]:[AM] ที่มีสารเชื่อมโยงด้วย MBA ที่เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3321.77	1.0	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2924.99	3.3	C-H stretching	
1610.39	1.0	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
1457.11	2.1	CH_2 deformation	
1328.16	18	O-H deformation	
1097.44	2.9	C-O stretching	



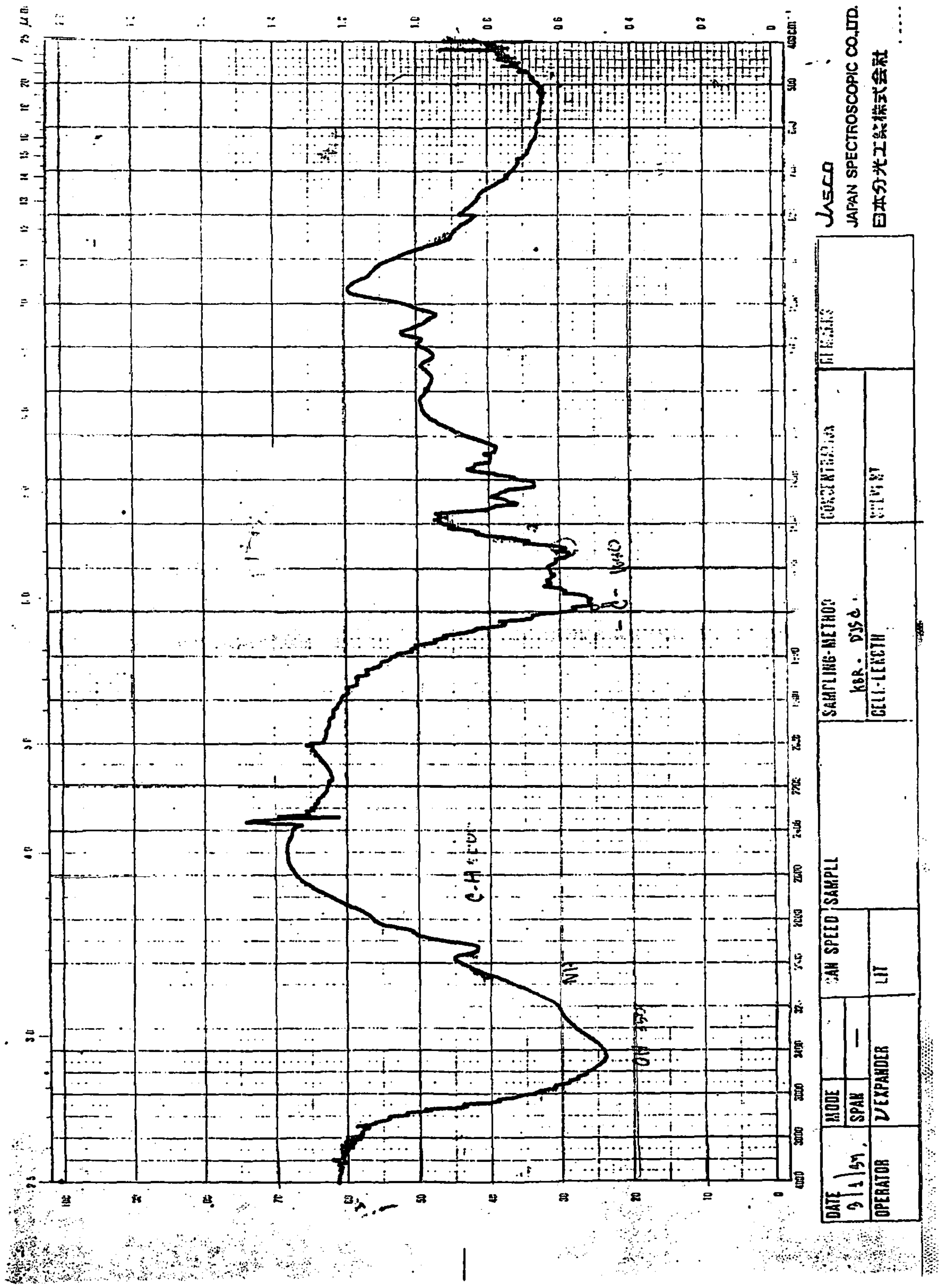
รูปที่ 4.6 แสดงรามานสเปกตรัมของ g [AA]:[AM]ที่มีสารเชื่อมโยง MBA (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

2.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของ g[AA]:[AM] ที่มีสารเชื่อมโยงMBA ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์ แสดงในรูปที่ 4.7 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของg [AA]:[AM] ที่มีสารเชื่อมโยงMBA ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3405	24	N-H stretching O-H stretching	แถบกว้าง
2950	42	C-H stretching	
1680	25	C=O stretching	
1450	35	CH_2 deformation	

จากรามานสเปกตรัมและอินฟราเรดสเปกตรัมของ g [AA]:[AM] ที่มีสารเชื่อมโยงและไม่มีสารเชื่อมโยงจะวิเคราะห์ได้ว่าบนโครงร่างของแป้งมีพอลิอะคริลาไมด์และพอลิโซเดียมอะคริเลต เนื่องจากพบแถบของ N-H ซึ่งเป็นแถบของพอลิอะคริลาไมด์ และแถบ C=O ซึ่งเป็นแถบของพอลิอะคริลาไมด์และพอลิโซเดียมอะคริเลต



รูปที่ 4.7 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของ g [AA]:[AM] ที่มีสารเชื่อมโยง MBA

(แบบ KBr disc)

2.5 การหาค่าการดูดซึมน้ำของ g [AA]:[AM] ที่มีสารเชื่อมโยงและไม่มีสารเชื่อมโยง

ปริมาณ MBA (กรัม)	ครั้งที่	น้ำหนักพอลิเมอร์ (กรัม)	ปริมาตรน้ำก่อนการทดลอง (กรัม)	ปริมาตรน้ำหลังการทดลอง (กรัม)	ค่าการดูดซึมน้ำ (มล./ก.)
0	1	0.1074	200	95	978
	2	0.1171	200	88	952
	เฉลี่ย				965
0.0043	1	0.1048	200	153	448
	2	0.1085	200	163	341
	เฉลี่ย				395

จากค่าการดูดซึมน้ำของg [AA]:[AM] ที่มีสารเชื่อมโยงและไม่มีสารเชื่อมโยงพบว่า เมื่อมีสารเชื่อมโยงทำให้พอลิเมอร์มีความสามารถในการดูดซึมน้ำได้น้อย และมีความสามารถในการคงตัวเป็นเจลสูงกว่าแบบไม่มีสารเชื่อมโยง

2.6 การหาค่าการเปลี่ยนไปของมอนอเมอร์

ปริมาณ MBA (กรัม)	ครั้งที่	ปริมาณพอลิเมอร์ก่อนการทดลอง (กรัม)	ปริมาณพอลิเมอร์หลังการทดลอง (กรัม)	ปริมาณมอนอเมอร์ที่เปลี่ยนไป (%)
0	1	1.0340	1.0121	97.88
	2	1.0529	1.0333	98.14
	เฉลี่ย			98.01
0.0043	1	1.0527	1.0036	95.34
	2	1.0863	1.0451	96.28
	เฉลี่ย			95.81

จากการหาปริมาณมอนอเมอร์ที่เปลี่ยนไปมีค่าสูงมาก เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาความเร่งด้วยตนเองโอกาสที่สายโซ่อนุมูลอิสระในขั้นเจริญเติบโต (propagation) พบกันยากเนื่องจากความหนืดของปฏิกิริยามีค่าสูงมอนอเมอร์จึงทำปฏิกิริยาได้จนเกือบหมด พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วมที่เตรียมได้จึงมีมอนอเมอร์หลงเหลืออยู่น้อยมาก

2.7 การหาเปอร์เซ็นต์การเกิดกราฟท์

ปริมาณ MBA (กรัม)	ครั้งที่	น้ำหนักพอลิเมอร์ก่อนทำปฏิกิริยา (กรัม)	น้ำหนักพอลิเมอร์หลังทำปฏิกิริยา (กรัม)	เปอร์เซ็นต์การเกิดกราฟท์ (%)
0	1	1.1296	1.0652	93.13
	2	1.1495	1.1243	96.42
	เฉลี่ย			94.47
0.0043	1	1.0549	0.9688	91.84
	2	1.0922	1.0122	92.67
	เฉลี่ย			92.26

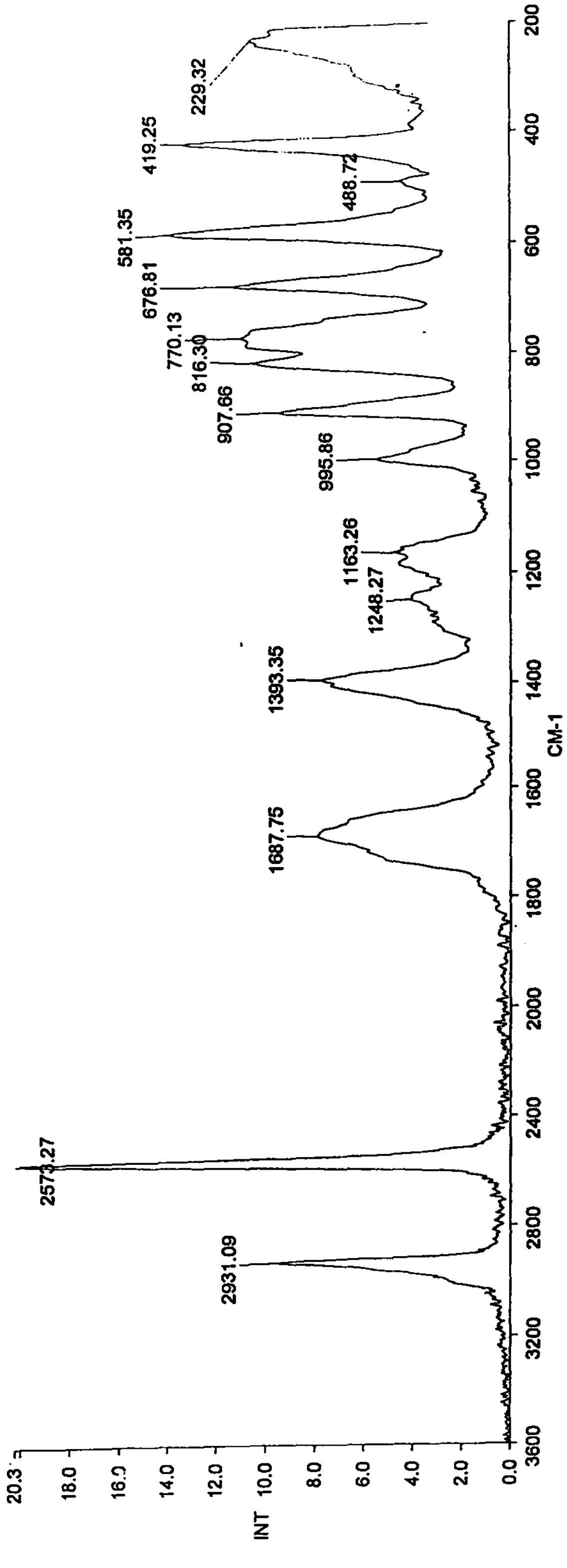
จากการหาเปอร์เซ็นต์การเกิดกราฟท์โคพอลิเมอร์จะพบว่าการสังเคราะห์กราฟท์โดยวิธีโฟมพอลิเมอไรเซชั่นมีการกราฟท์พอลิอะคริลาไมด์และพอลิโซเดียมอะคริเลตเข้าไปในสายโซ่หลักของแป้ง

3. การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของกรดไทโอไกลโคลิก ใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับ g [AA]:[AM] ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการโฟมพอลิเมอร์ไรเซชันโดยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีและอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

3.1 รามานสเปกตรัมของกรดไทโอไกลโคลิก แสดงในรูปที่ 4.8 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของกรดไทโอไกลโคลิก

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2931.09	8.5	C-H stretching	
2573.27	20.3	S-H stretching	ความเข้มสูง
1687.75	8.0	C=O stretching	
1393.35	8.0	CH_2 deformation	
1163.26	4.0	C-O stretching	



รูปที่ 4.8 แสดงรามานสเปกตรัมของกรดไทโอไกลโคลิก
(จำนวนสแกน 20 ครั้ง)

3.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของกรดไทโอไกลโคลิก แสดงในรูปที่ 4.9 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.9

ตารางที่ 4.9 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟราเรดสเปกตรัมของกรดไทโอไกลโคลิก

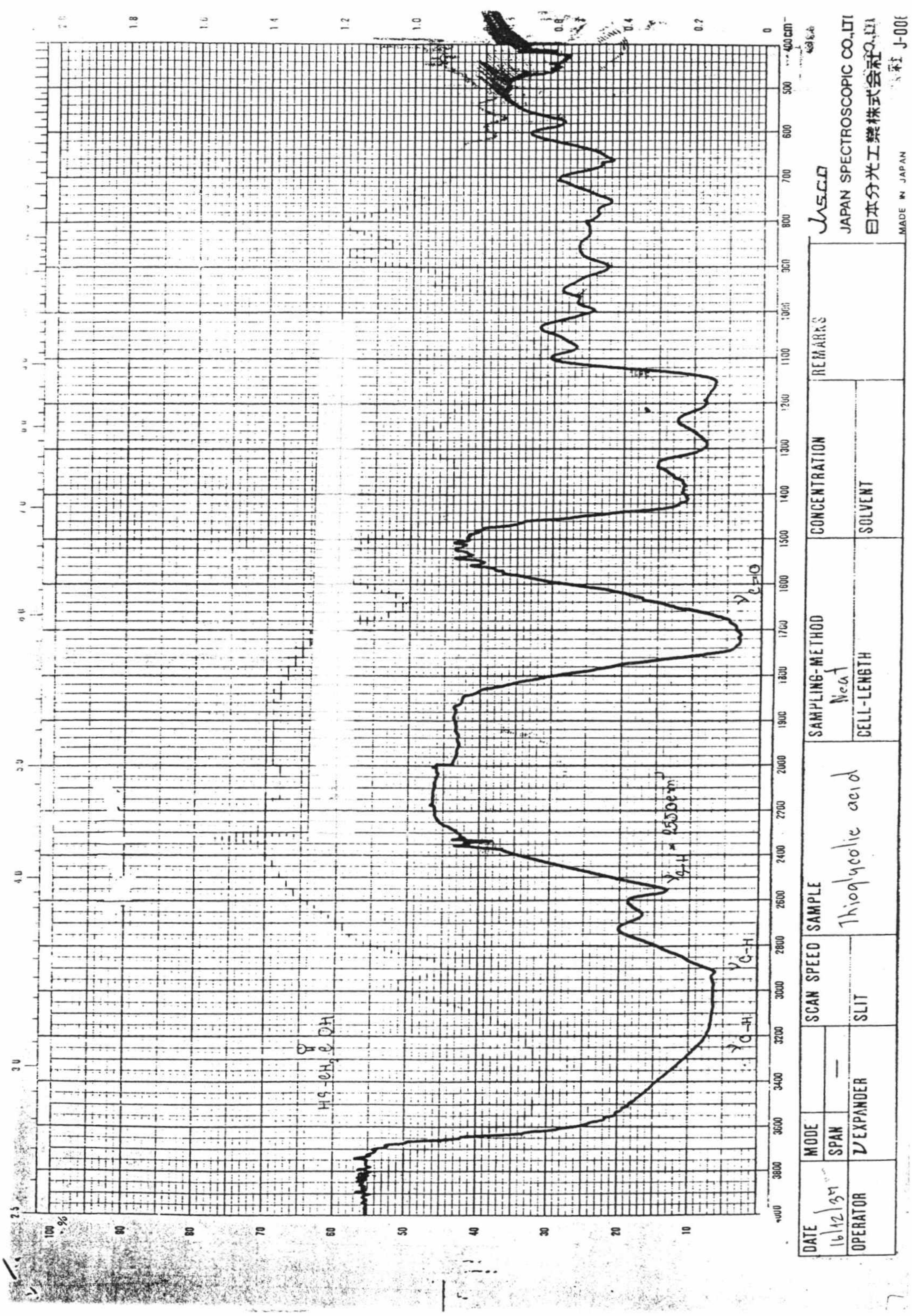
ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3600-3200	6	O-H stretching	ความเข้มมาก
2900	6	C-H stretching	ความเข้มต่ำ
2550	13	S-H stretching	ความเข้มสูง
1710	3	C=O stretching	
1400	11	CH_2 deformation	
1140	7	C-O stretching	

จากรามานสเปกตรัมและอินฟราเรดสเปกตรัมของกรดไทโอไกลโคลิกจะพบแถบที่ตำแหน่งของ S-H , C=O และ O-H ซึ่งสูตรโครงสร้างของกรดไทโอไกลโคลิกเป็นดังนี้

$$HS - CH_2 - COOH$$

จากอินฟราเรดสเปกตรัมของกรดไทโอไกลโคลิกจะพบการดูดกลืนของการยืด S-H ในย่าน 2550-2600 cm^{-1} ความเข้มของยอดนี้ต่ำ แต่เนื่องจากมีหมู่อื่นขึ้นในย่านนี้น้อยมาก จึงเป็นประโยชน์ในการตรวจหาหมู่ S-H

สำหรับในรามานสเปกตรัมนั้น ยอดของ S-H จะมีความเข้มสูงมากและเด่นชัด ดังนั้นในการวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของไทโอไกลโคเลตควรจะใช้เทคนิครามานสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ แต่ในรามานสเปคตรัมนั้นก็มีจุดด้อยตรงที่ยอดของ O-H และยอดของ N-H ขึ้นที่ตำแหน่งใกล้เคียงกันและมีความเข้มต่ำ



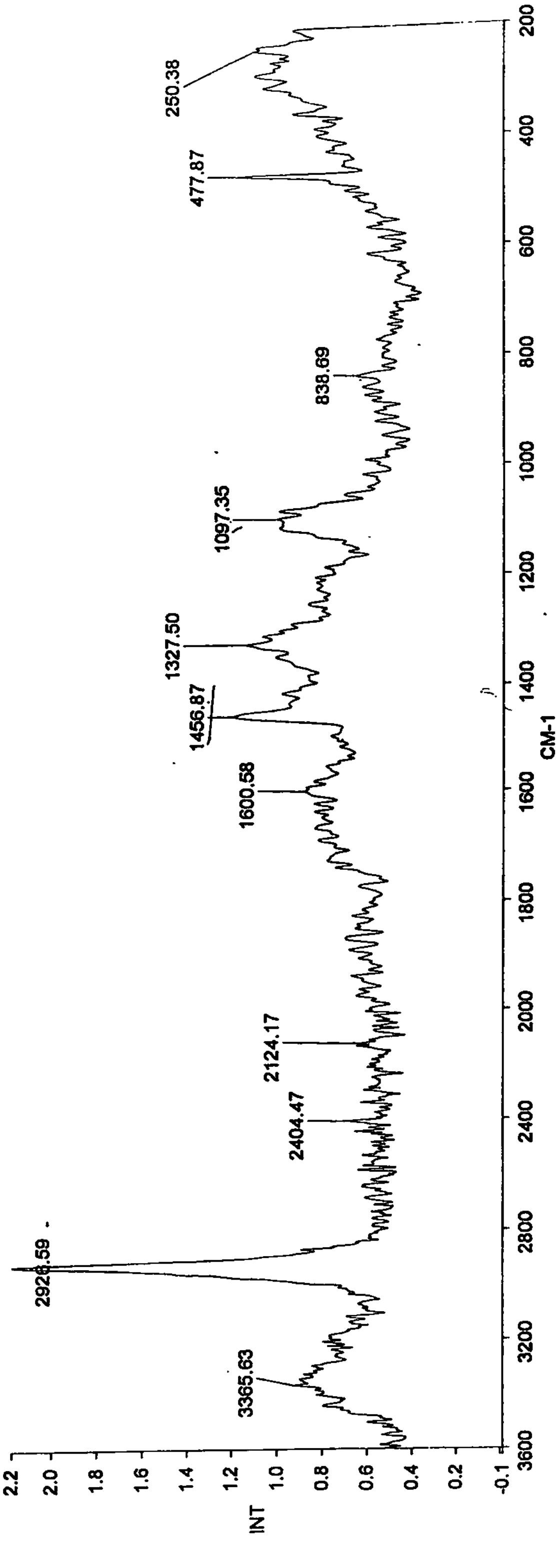
รูปที่ 4.9 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของกรดไทโอไกลโคลิก (แบบ neat)

4. การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เทคนิครามานสเปกโตรสโคปีและอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

4.1 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] ของการทดลองที่3 แสดงในรูปที่ 4.10 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 3

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3365.63	0.9	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2926.59	2.2	C-H stretching	
1600.58	0.9	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
1456.00	1.2	CH_2 deformation	
1327.00	1.1	O-H deformation	
1097.30	1.0	C-O stretching	

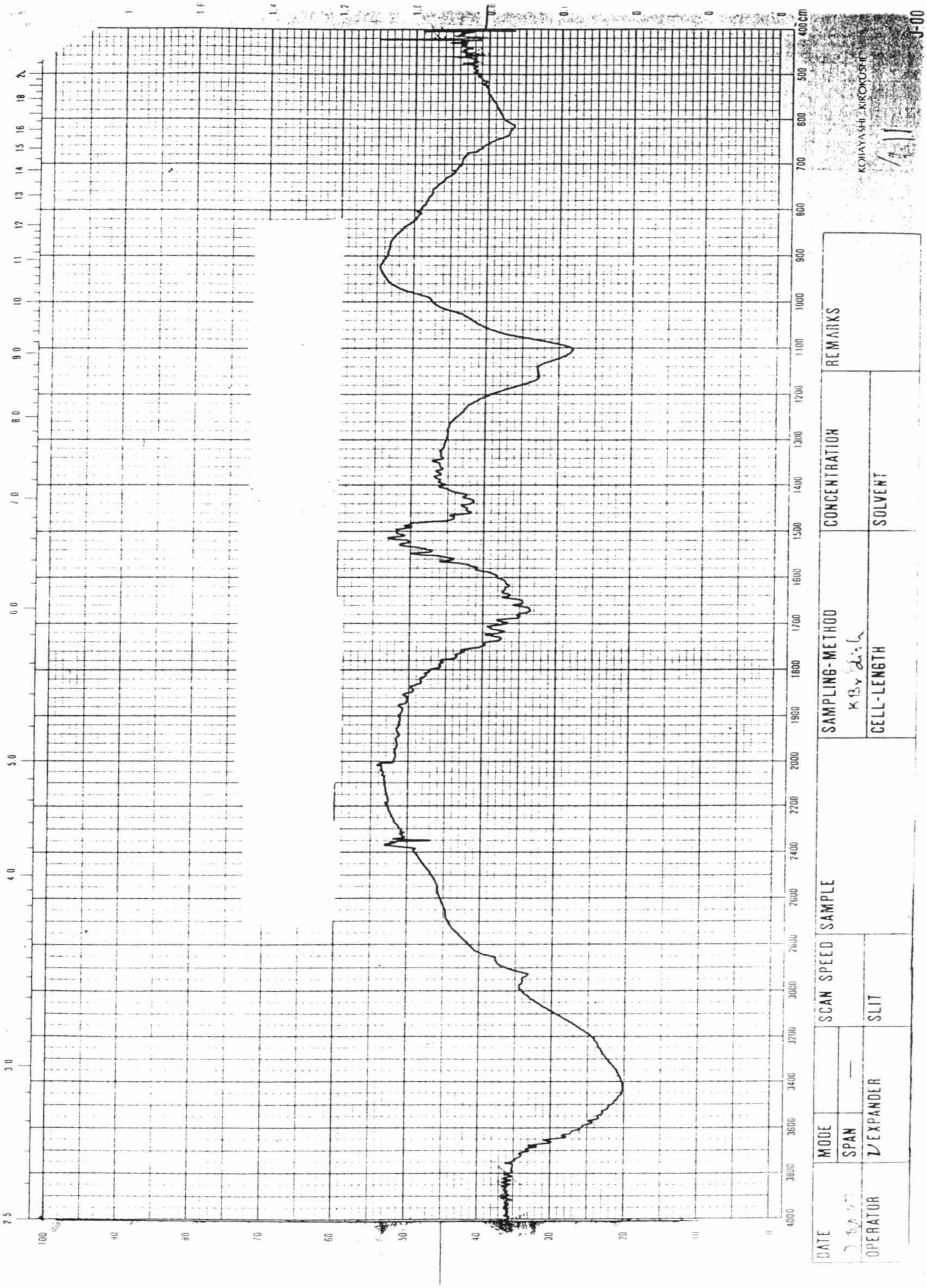


รูปที่ 4.10 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 3 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

4.2 อินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] ของการทดลองที่3 แสดงในรูปที่ 4.11 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.11

ตารางที่ 4.11 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 3

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3405	22	N-H stretching O-H stretching	แถบกว้าง
2950	33	C-H stretching	
1670	33	C=O stretching	แถบไม่เด่นชัด
1450	41	CH_2 deformation	
1100	28	C-O stretching	

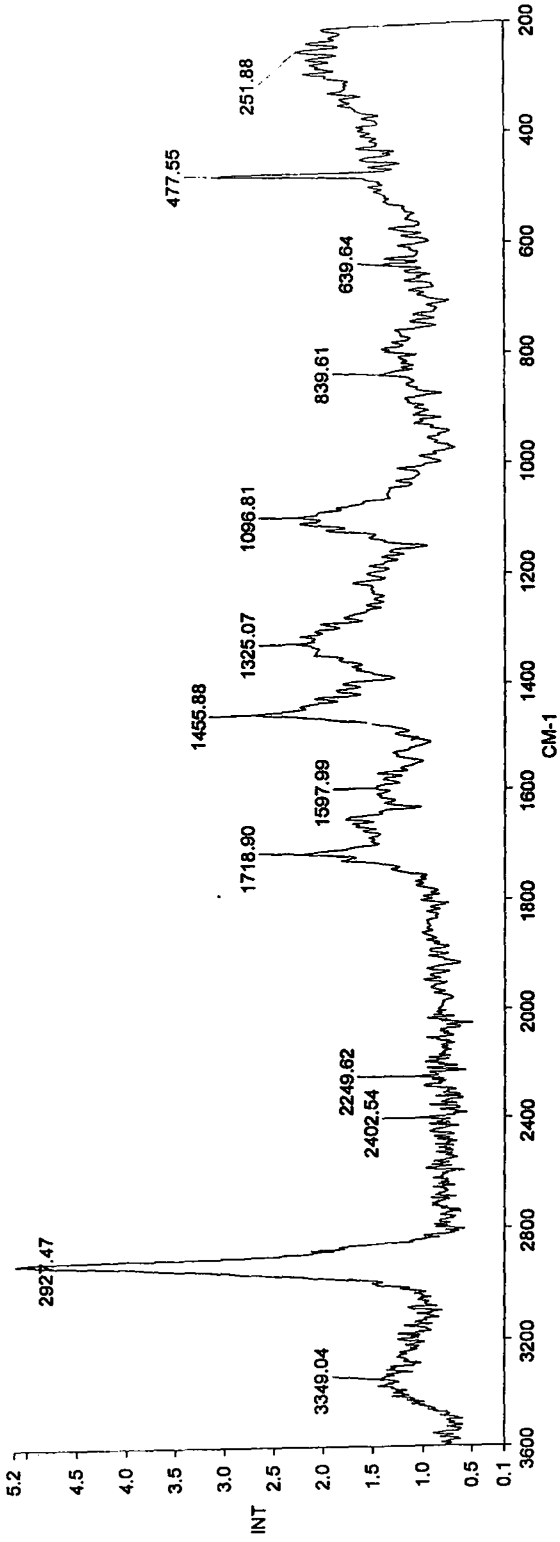


รูปที่ 4.11 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 3 (แบบ **KBr disc**)

4.3 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่4 แสดงในรูปที่ 4.12 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.12

ตารางที่ 4.12 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัม ของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 4

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3349.04	1.4	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2927.47	5.2	C-H stretching	
1718.90	2.3	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
1455.88	2.7	CH_2 deformation	
1325.07	2.1	O-H deformation	
1096.81	2.1	C-O stretching	

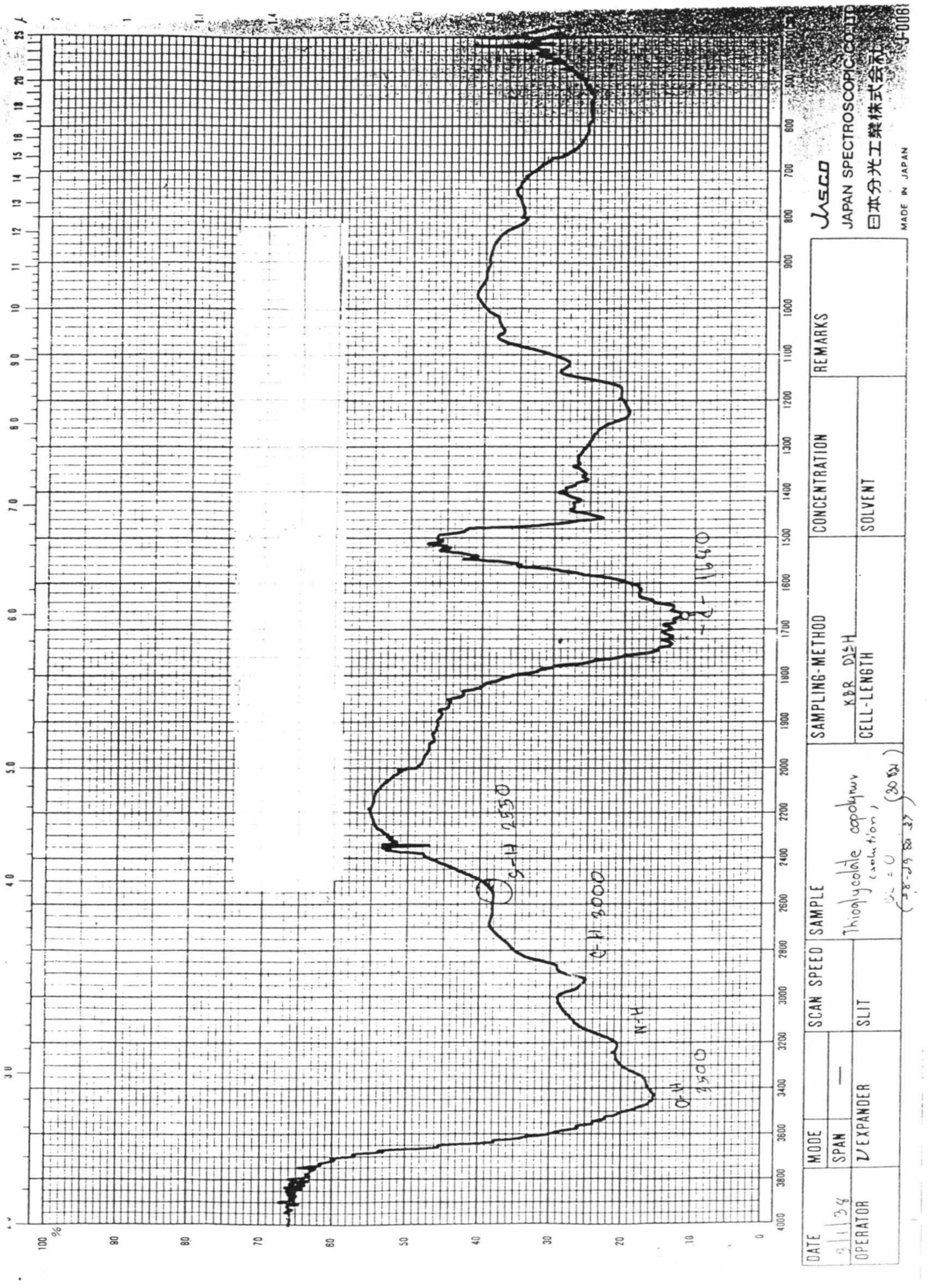


รูปที่ 4.12 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 4 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

4.4 อินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] ของการทดลองที่4 แสดงในรูปที่ 4.13 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.13

ตารางที่ 4.13 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 4

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3450	15	N-H stretching O-H stretching	แถบกว้าง
2940	20	C-H stretching	
2500	38	S-H stretching	ไหล่แถบ
1680	12	C=O stretching	แถบกว้าง
1450	23	CH_2 deformation	
1220	20	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

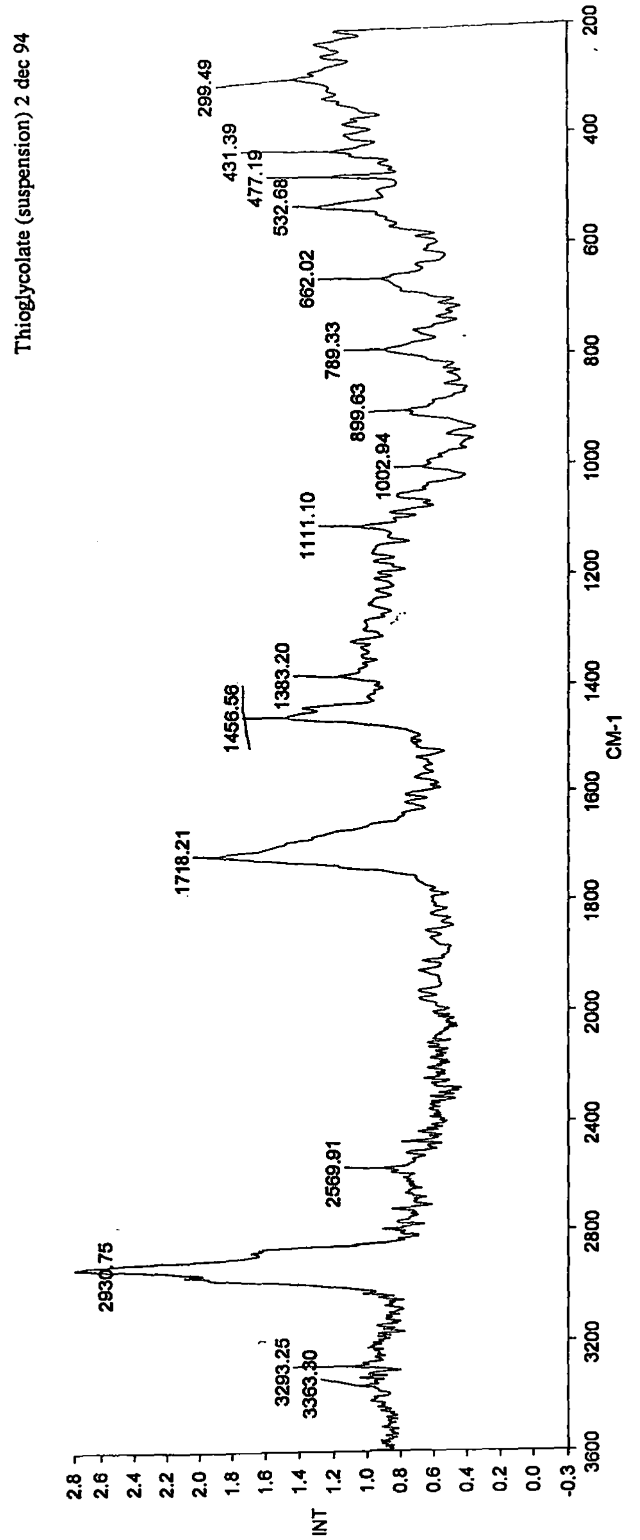


รูปที่ 4.13 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 4 (แบบ KBr disc)

4.5 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] ของการทดลองที่5 แสดงในรูปที่ 4.14 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.14

ตารางที่ 4.14 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัม ของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 5

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3363.30	1.0	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2930.75	2.8	C-H stretching	
2569.91	0.9	S-H stretching	ไหล่แถบ
11718.21	1.8	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
1456.56	1.4	CH_2 deformation	
1111.10	1.0	O-H deformation O-H deformation (coupled)	

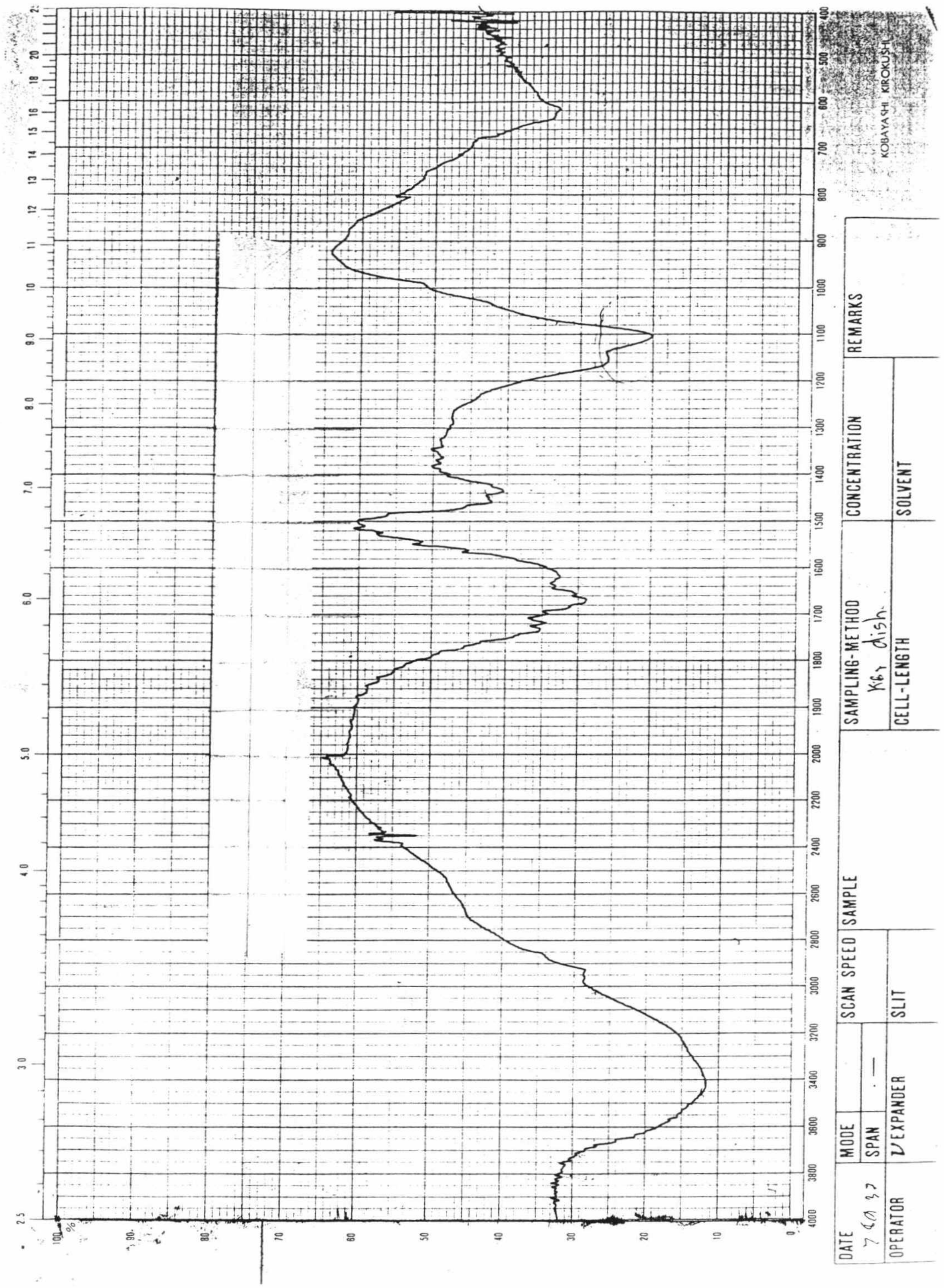


รูปที่ 4.14 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 5 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

4.6 อินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] ของการทดลองที่5 แสดงในรูปที่ 4.15 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.15

ตารางที่ 4.15 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 5

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3400	11	N-H stretching O-H stretching	แถบกว้าง
2925	28	C-H stretching	
2550	45	S-H stretching	ไหล่แถบ
1670	28	C=O stretching	แถบกว้าง
1440	40	CH_2 deformation	
1100	20	C-O stretching O-H deformation (coupled)	แถบชัดเจน

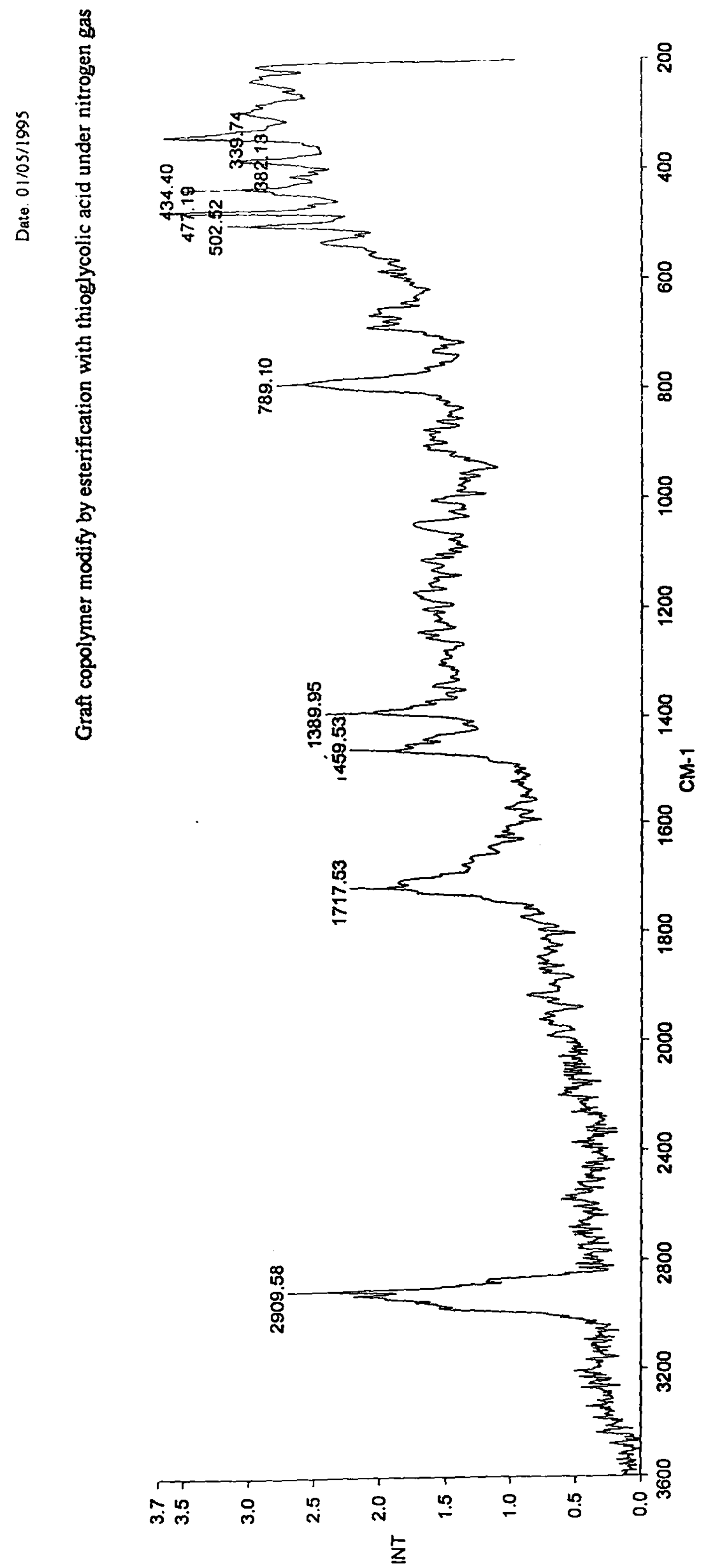


รูปที่ 4.15 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 5 (แบบ KBr disc)

4.7 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] ของการทดลองที่6 แสดงในรูปที่ 4.16 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.16

ตารางที่ 4.16 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 6

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2909.58	2.5	C-H stretching	
1717.53	2.0	C=O stretching	
1459.53	1.9	CH_2 deformation	
1389.55	2.1	CH_2CO deformation	
789	2.7	CH_2 deformation (out of plane)	

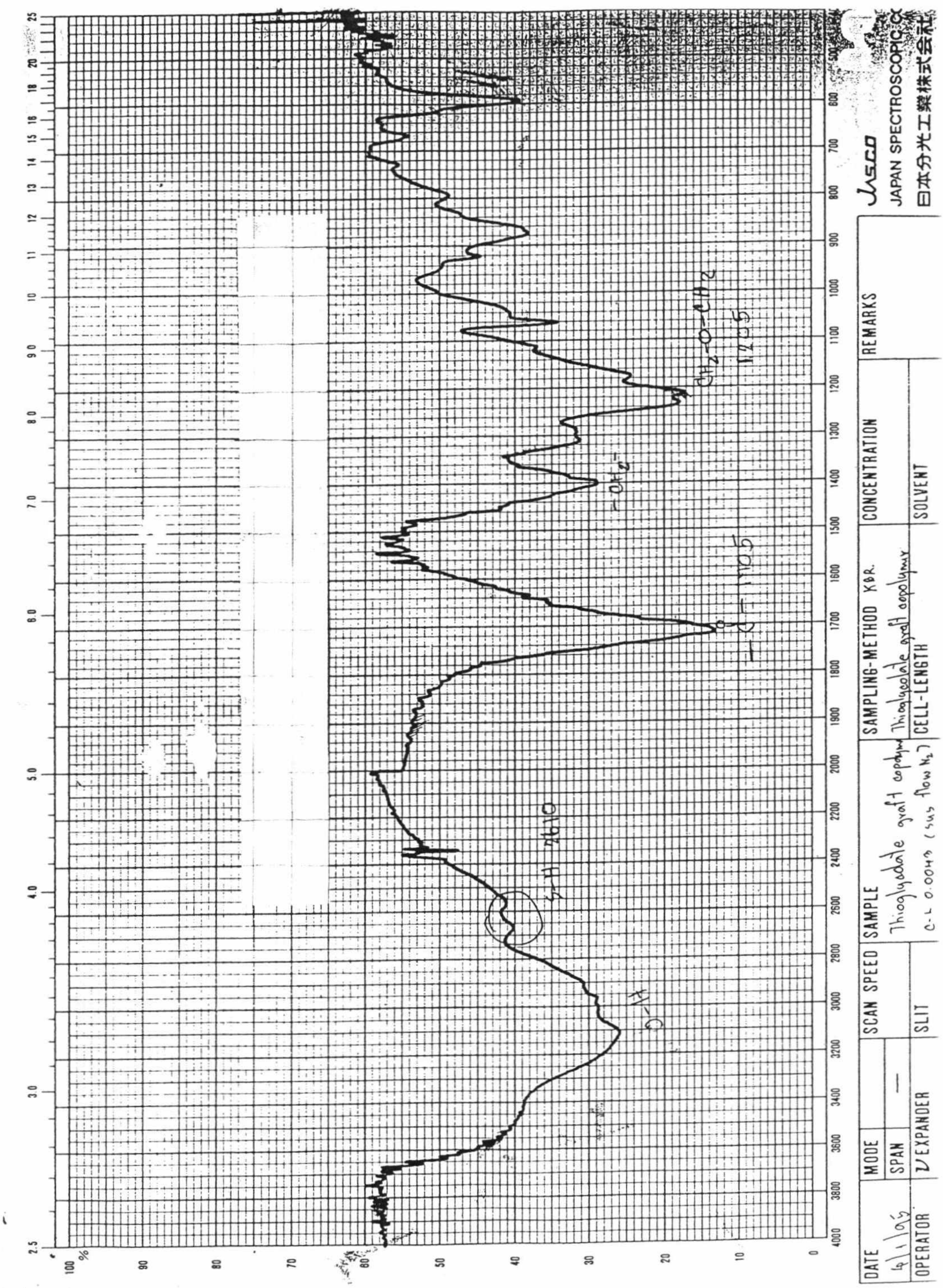


รูปที่ 4.16 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 6 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

4.8 อินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] ของการทดลองที่6 แสดงในรูปที่ 4.17 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.17

ตารางที่ 4.17 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 6

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3400-3000	25	N-H stretching O-H stretching	แถบกว้าง
2650	40	S-H stretching	เกิดเป็นรอยหยัก
1705	8	C=O stretching	แถบชัดเจน
1400	29	CH_2 deformation	
Prin	17	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

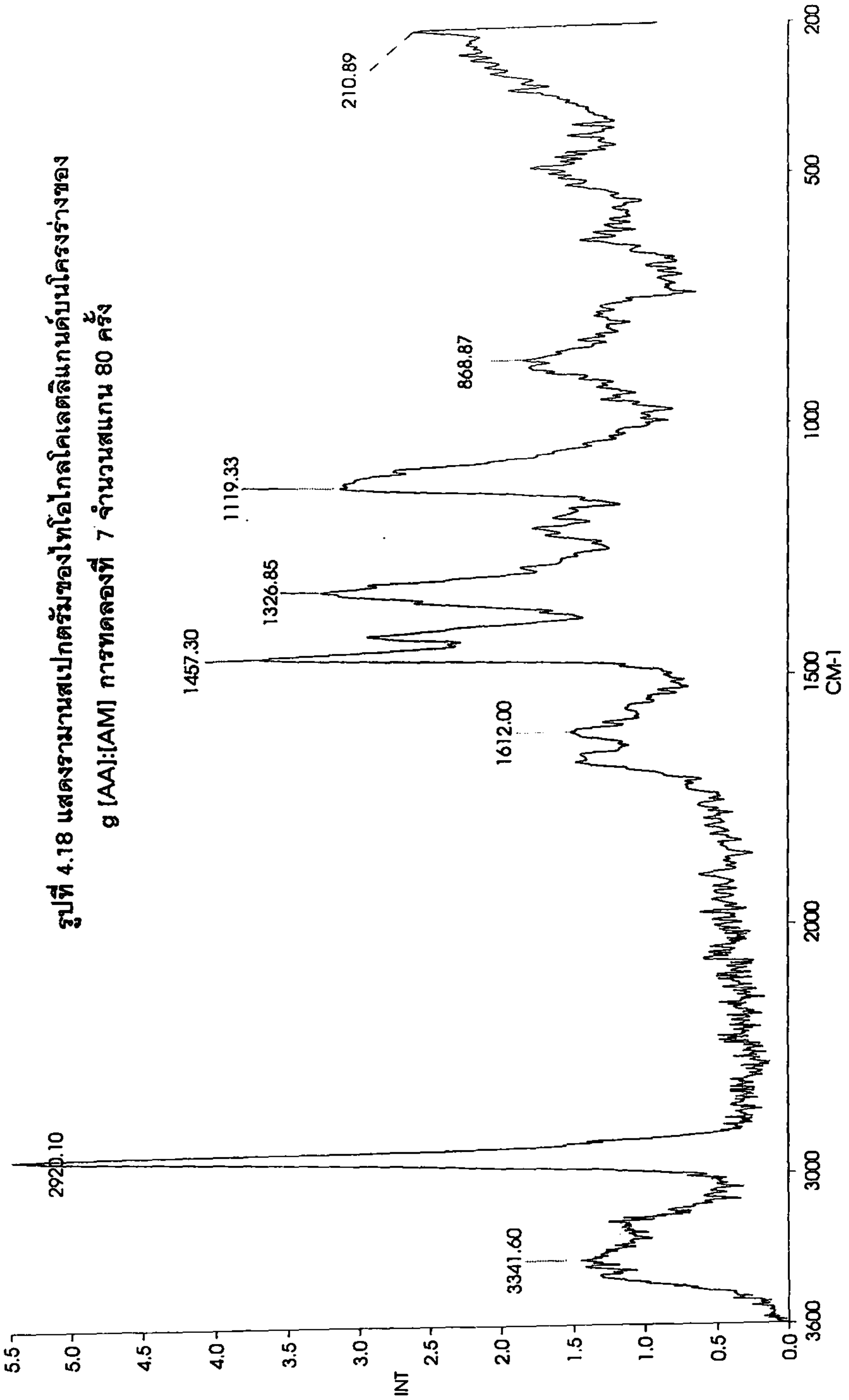


รูปที่ 4.17 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 6 (แบบ KBr disc)

4.9 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่7 แสดงในรูปที่ 4.18 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.18

ตารางที่ 4.18 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 7

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3341.60	1.5	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2920.10	5.5	C-H stretching	
1612.00	1.5	C=O stretching	ของเอไมด์และเกลือคาร์บอกซิเลท
1457.30	3.6	CH_2 deformation	
1326.85	3.2	O-H deformation O-H deformation (coupled)	
1119.33	3.1	C-O stretching	

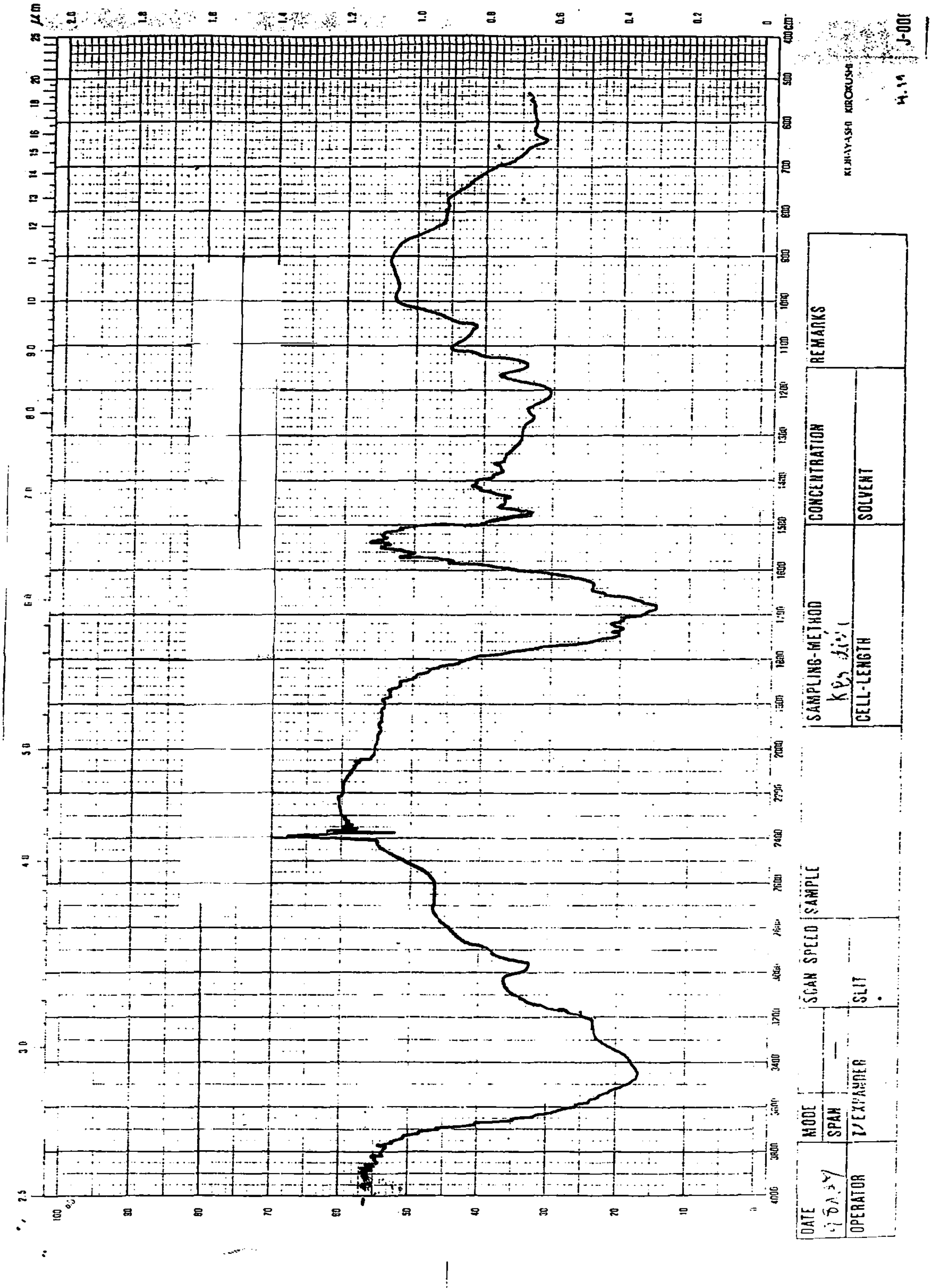


รูปที่ 4.18 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ
g [AA]:[AM] การทดลองที่ 7 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

4.10 อินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของg[AA]:[AM]ของการทดลองที่7 แสดงในรูปที่ 4.19 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.19

ตารางที่ 4.19 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 7

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3410	16	N-H stretching O-H stretching	แถบกว้าง
2950	32	C-H stretching	
2600	36	S-H stretching	ไหล่แถบ
1680	15	C=O stretching	แถบกว้าง
1470	33	CH_2 deformation	
1200	30	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

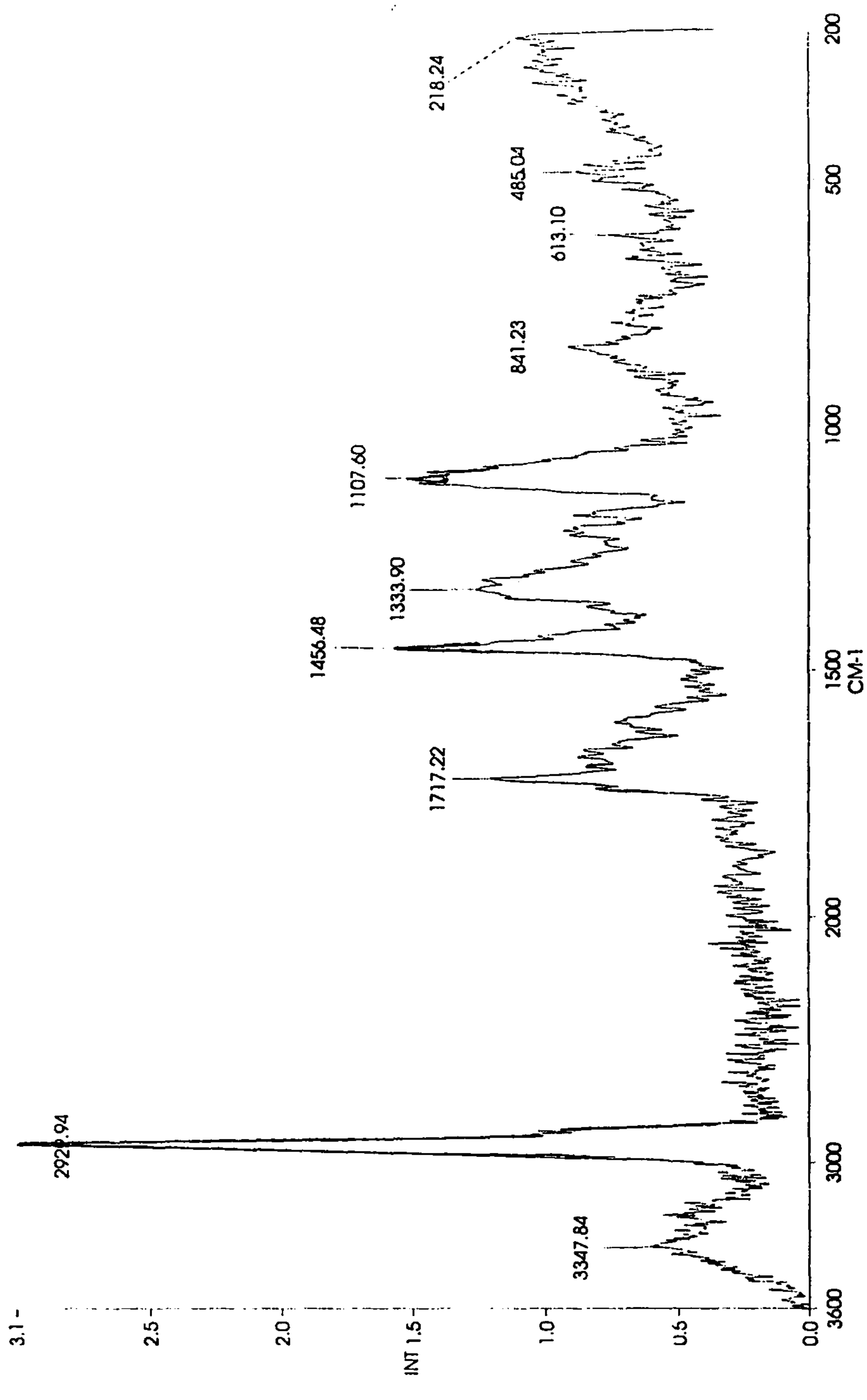


รูปที่ 4.19 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 7 (แบบ **KBr disc**)

4.11 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่8 แสดงในรูปที่ 4.20 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.20

ตารางที่ 4.20 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 8

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3347.84	0.6	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2929.94	3.1	C-H stretching	
1717.22	1.3	C=O stretching	ของกรดคาร์บอกซิลิก
1456.48	1.6	CH_2 deformation	
1333.90	1.2	O-H deformation O-H deformation (coupled)	
1107.06	1.5	C-O stretching	

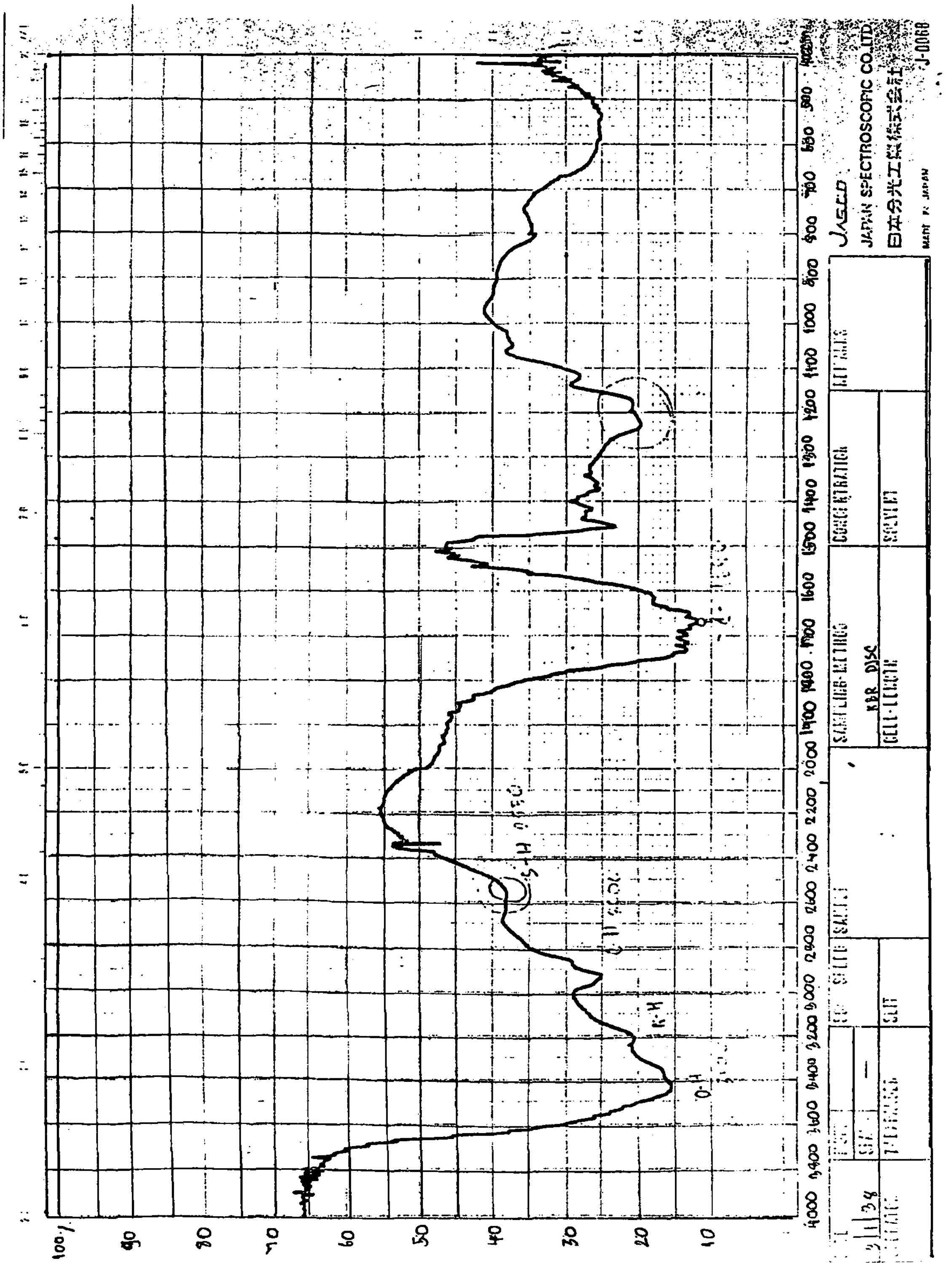


รูปที่ 4.20 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 8 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

4.12 อินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของg[AA]:[AM]ของการทดลองที่8 แสดงในรูปที่ 4.21 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.21

ตารางที่ 4.21 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 8

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3450	15	O-H stretching	แถบกว้าง
3200	20	N-H stretching	
2925	25	C-H stretching	
2550	38	S-H stretching	ไหล่แถบ
1680	12	C=O stretching	
1455	23	CH_2 deformation	
1220	20	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

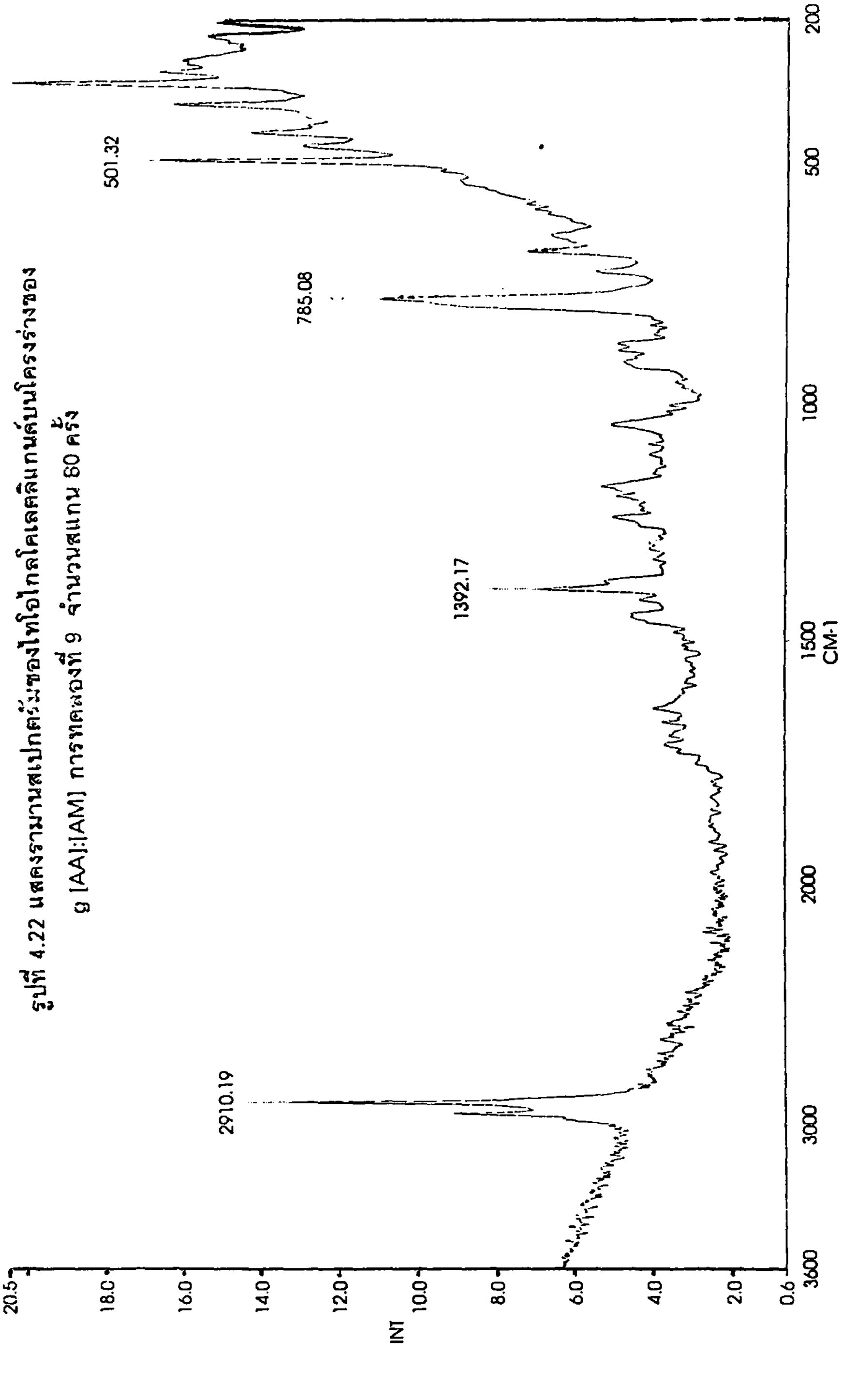


รูปที่ 4.21 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 8 (แบบ KBr disc)

4.13 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่9 แสดงในรูปที่ 4.22 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.22

ตารางที่ 4.22 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 9

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2910.19	1.3	C-H stretching	แถบกว้าง
1392.17	7	C-O stretching O-H deformation (coupled)	
785	11	CH_2 deformation (out of plane)	

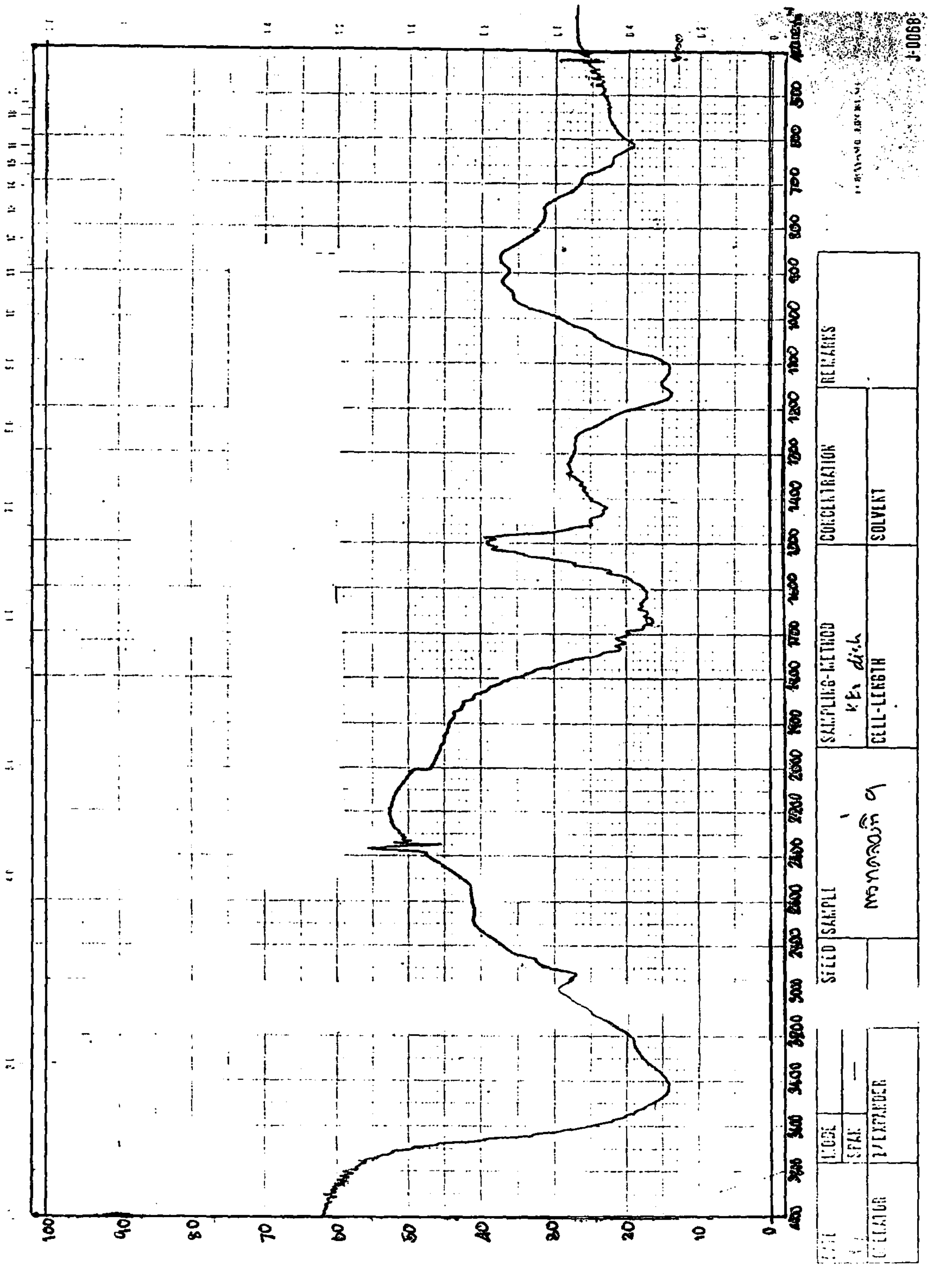


รูปที่ 4.22 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ
g [AA]:[AM] การทดลองที่ 9 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

4.14 อินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่9 แสดงในรูปที่ 4.23 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.23

ตารางที่ 4.23 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในอินฟาเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 9

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	การผ่านของแสง (%)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
	3500-3200	N-H stretching O-H stretching	แถบกว้าง
	2925	C-H stretching	
	2550	S-H stretching	ไหล่แถบ
	1670	C=O stretching	
	1460	CH_2 deformation	
	1180	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

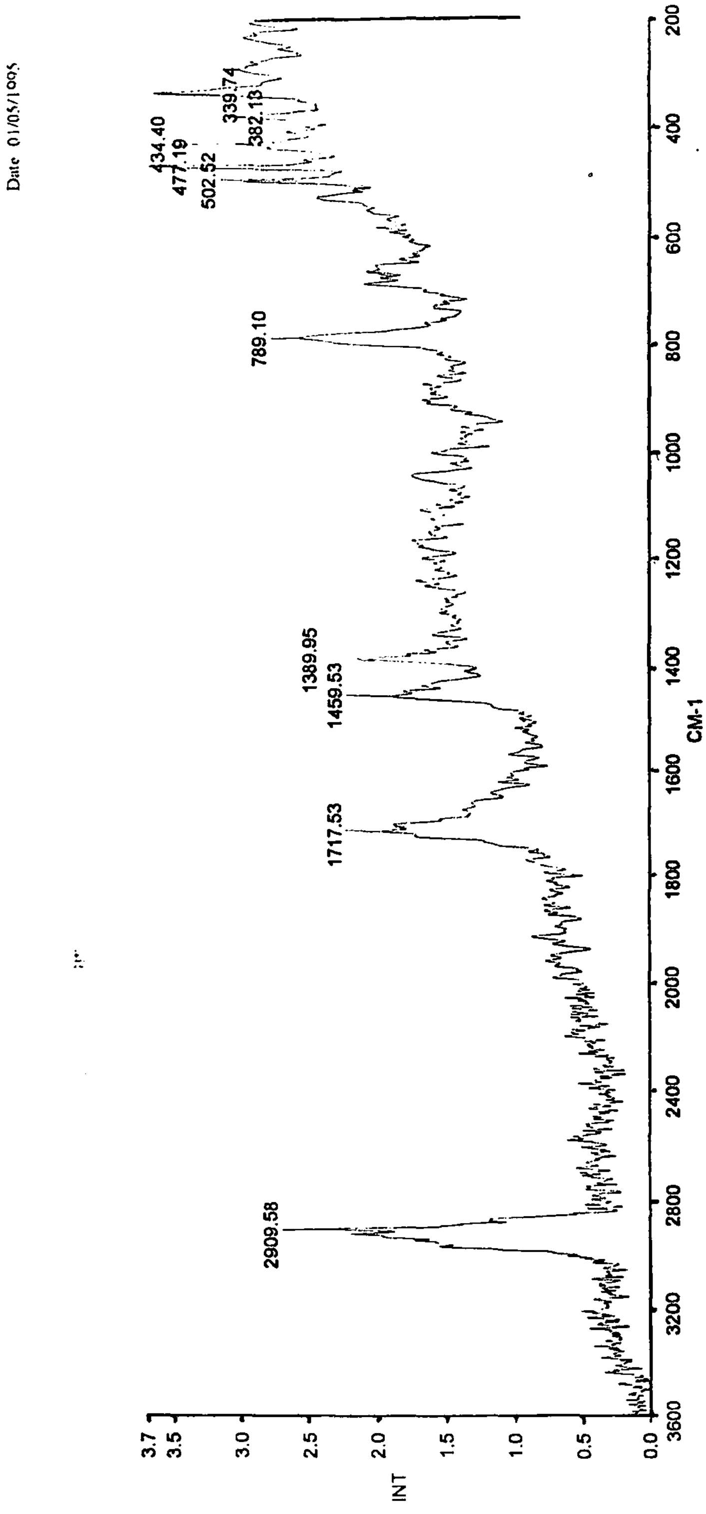


รูปที่ 4.23 แสดงอินฟราเรดสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 9 (แบบ KBr disc)

4.15 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่10 แสดงในรูปที่ 4.24 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.24

ตารางที่ 4.24 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัม ของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ของการทดลองที่ 10

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2909.58	2.4	C-H stretching	
1717.53	2.0	C=O stretching	
1459.53	2.0	CH_2 deformation	
1389.95	1.8	C-O stretching O-H deformation (coupled)	
789.10	2.5	CH_2 deformation (out of plane)	



รูปที่ 4.24 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] การทดลองที่ 10 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

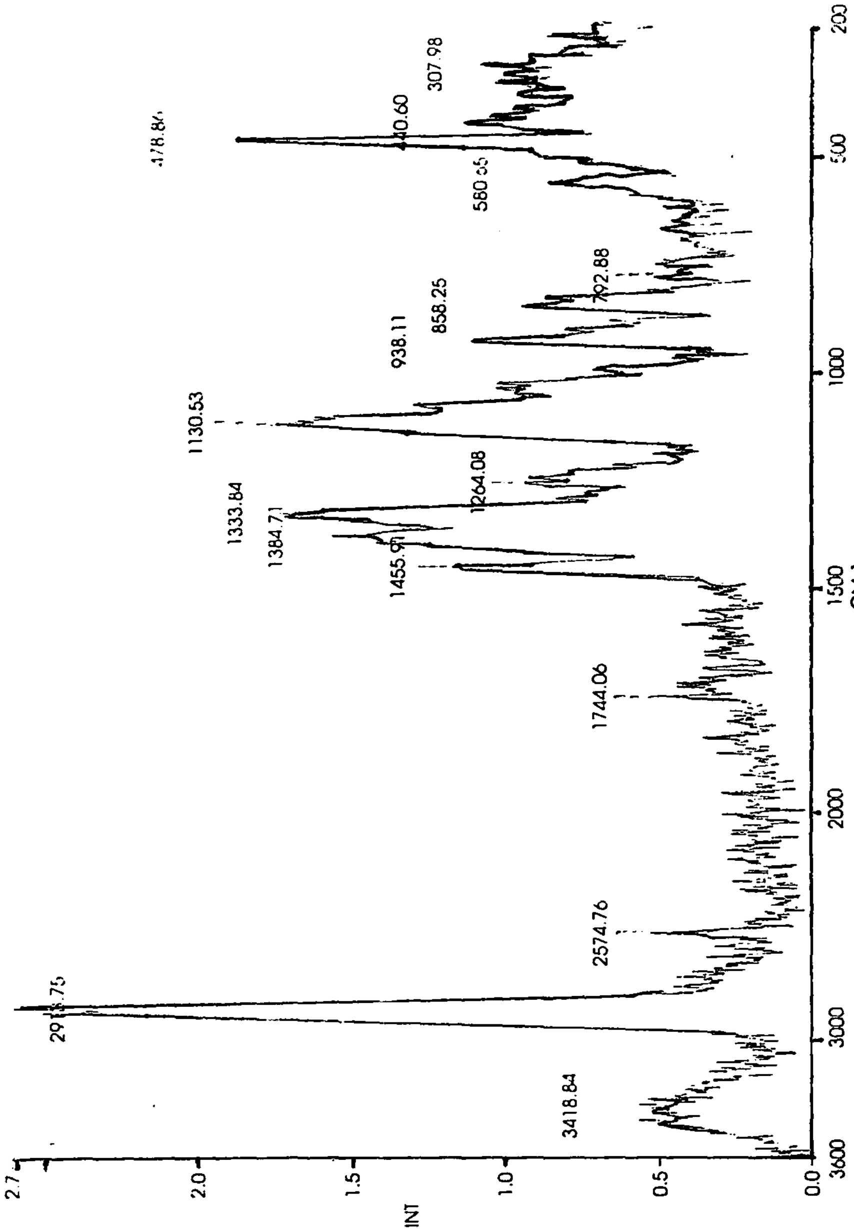
จากรามานสเปกตรัมและอินฟราเรดสเปกตรัมของการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[AM] พบว่าไม่ปรากฏแถบของหมู่ S-H ที่ตำแหน่งประมาณ 2550-2600 cm^{-1} ส่วนอินฟราเรดสเปกตรัมจะพบว่าเกิดลักษณะเป็นไหล่ขึ้นเล็กน้อย อาจเนื่องมาจากว่าการเข้าทำปฏิกิริยาของกรดไทโอไกลโคลิกกับหมู่ไฮดรอกซีในโมเลกุลของแป้งอาจจะถูกขัดขวางจากหมู่อะคริลาไมด์และหมู่อะคริเลต และมีหมู่ไฮดรอกซีที่มีความว่องไวเหลืออยู่น้อยเพราะหมู่ไฮดรอกซีที่มีความว่องไวในโมเลกุลของแป้งได้ทำปฏิกิริยากราฟโคพอลิเมอไรเซชันกับ [AA]:[AM] ดังนั้นจึงได้ทำการปรับปรุงทางเคมีเพื่อเพิ่มหมู่ไฮดรอกซีในโครงร่างกราฟโคพอลิเมอร์

5.การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงสร้างของแป้ง

5.1 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนแป้งของการทดลองที่ 11 เพื่อใช้ในการศึกษาการการเกิดปฏิกิริยาของหมู่ไฮดรอกซีในโมเลกุลของแป้งกับกรดไทโอไกลโคลิค แสดงดังรูปที่ 4.26 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.26

ตารางที่4.26 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนแป้งของการทดลองที่ 11

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3418.84	0.6	O-H stretching	
2913.75	2.7	C-H stretching	
2574.76	0.5	S-H stretching	
1744.06	0.5	C=O stretching	
1455.91	0.5	CH_2 deformation	
1333.84	1.7	O-H deformation	
1130.53	1.7	C-O stretching	

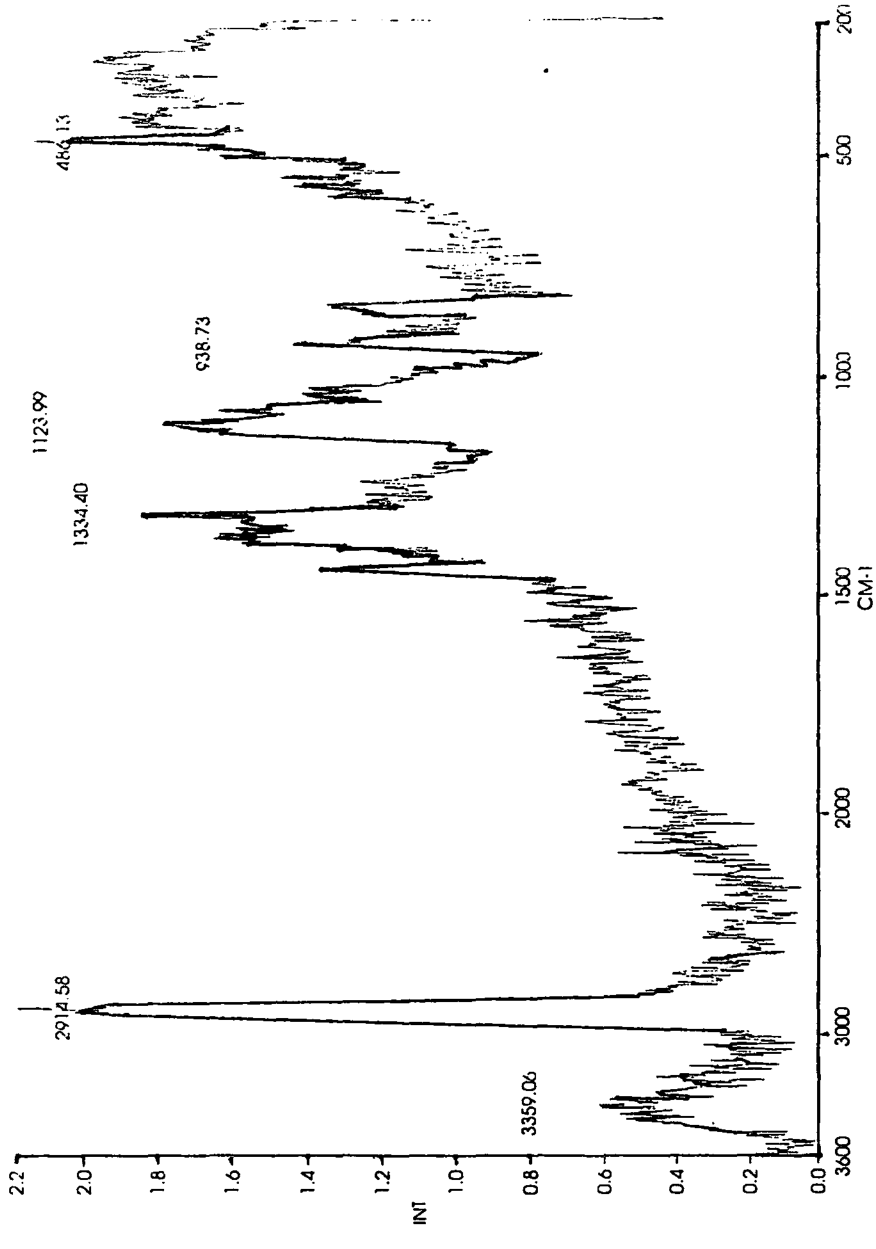


รูปที่ 4.26 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ
แป้ง การทดลองที่ 11 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

5.2 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนแป้งของการทดลองที่ 12 เพื่อใช้ในการศึกษาการการเกิดปฏิกิริยาของหมู่ไฮดรอกซีในโมเลกุลของแป้งกับกรดไทโอไกลโคลิค แสดงดังรูปที่ 4.27 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.27

ตารางที่4.27 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนแป้งของการทดลองที่ 12

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3359.06	0.6	O-H stretching	
2914.58	2.2	C-H stretching	
1334.40	1.8	O-H deformation	
1123.99	1.7	C-O stretching	



รูปที่ 4.27 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ
แป้ง การทดลองที่ 12 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

รามานสเปกตรัมของแป้งการค้าที่ทำปฏิกิริยากับกรดไทโอไกลโคลิก พบว่ากรดไทโอไกลโคลิกสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซีได้ ทราบได้จากการเกิดแถบของหมู่ไทออลในการทดลองที่ 11 เวลาในการทำปฏิกิริยา 10 ชม. ส่วน 24ชม. ไม่พบแถบของหมู่ไทออลเนื่องมาจากอาจเกิดการแตกตัวของพันธะไทออล และที่30ชม.ไม่สามารถทำการตกตะกอนสารได้เนื่องจากสายโซ่ของแป้งถูกตัดให้สั้นลงทำให้โมเลกุลขนาดเล็กมากจึงผ่านกระดาษกรองได้

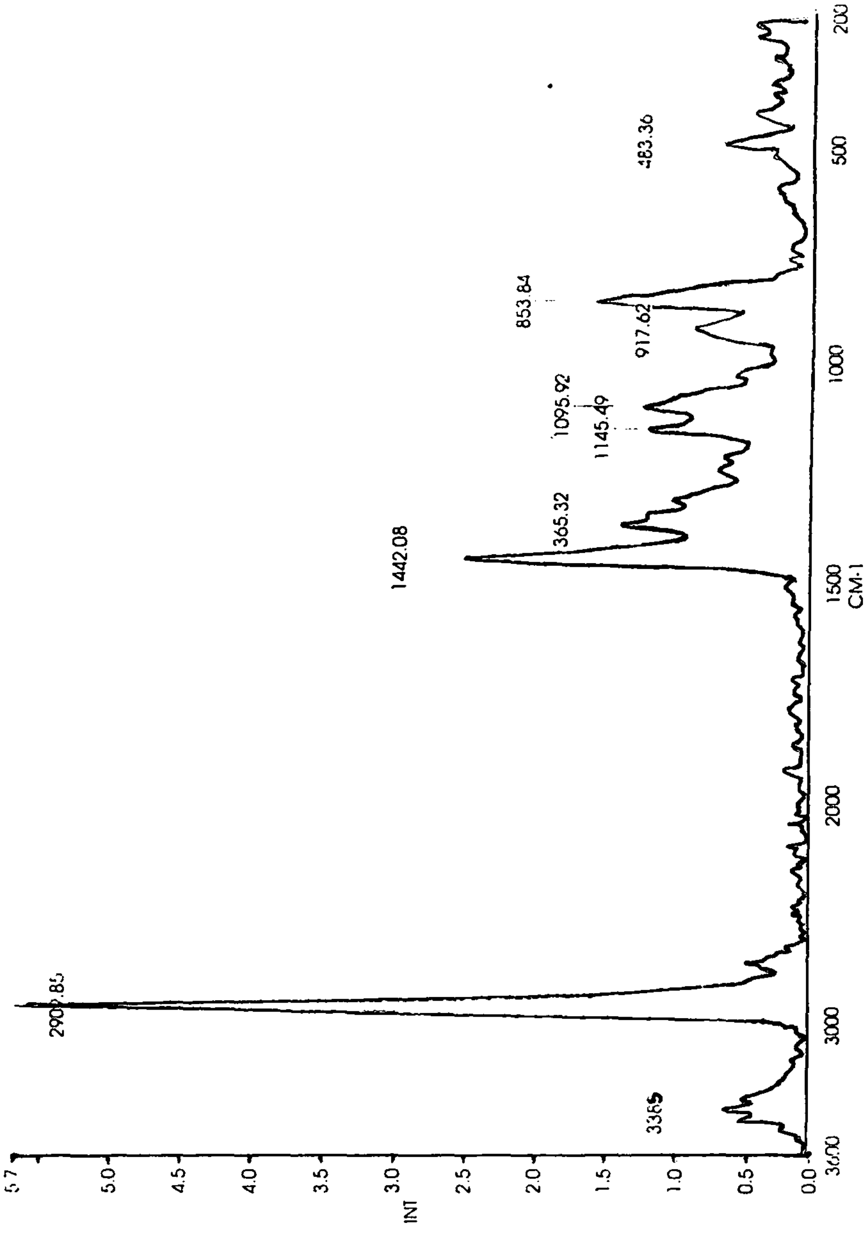
6.การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างพอลิไวนิลอัลกอฮอล์

การสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างพอลิไวนิลอัลกอฮอล์เพื่อศึกษาการทำปฏิกิริยาของกรดไทโอไกลโคลิกกับหมู่ไฮดรอกซีในโมเลกุลของพอลิไวนิลอัลกอฮอล์ โดยทำการสังเคราะห์และตรวจสอบหมู่ที่มีคุณลักษณะเฉพาะโดยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

6.1รามานสเปกตรัมของพอลิไวนิลอัลกอฮอล์ของการทดลองที่14 แสดงดังรูปที่ 4.28 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.28

ตารางที่4.28 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างพอลิไวนิลอัลกอฮอล์

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3385.10	0.6	O-H stretching	
2909.85	5.7	C-H stretching	
1442.08	2.5	O-H deformation	
1095.92	1.3	C-O stretching	
853.84	1.6	O-H deformation (out of plane)	

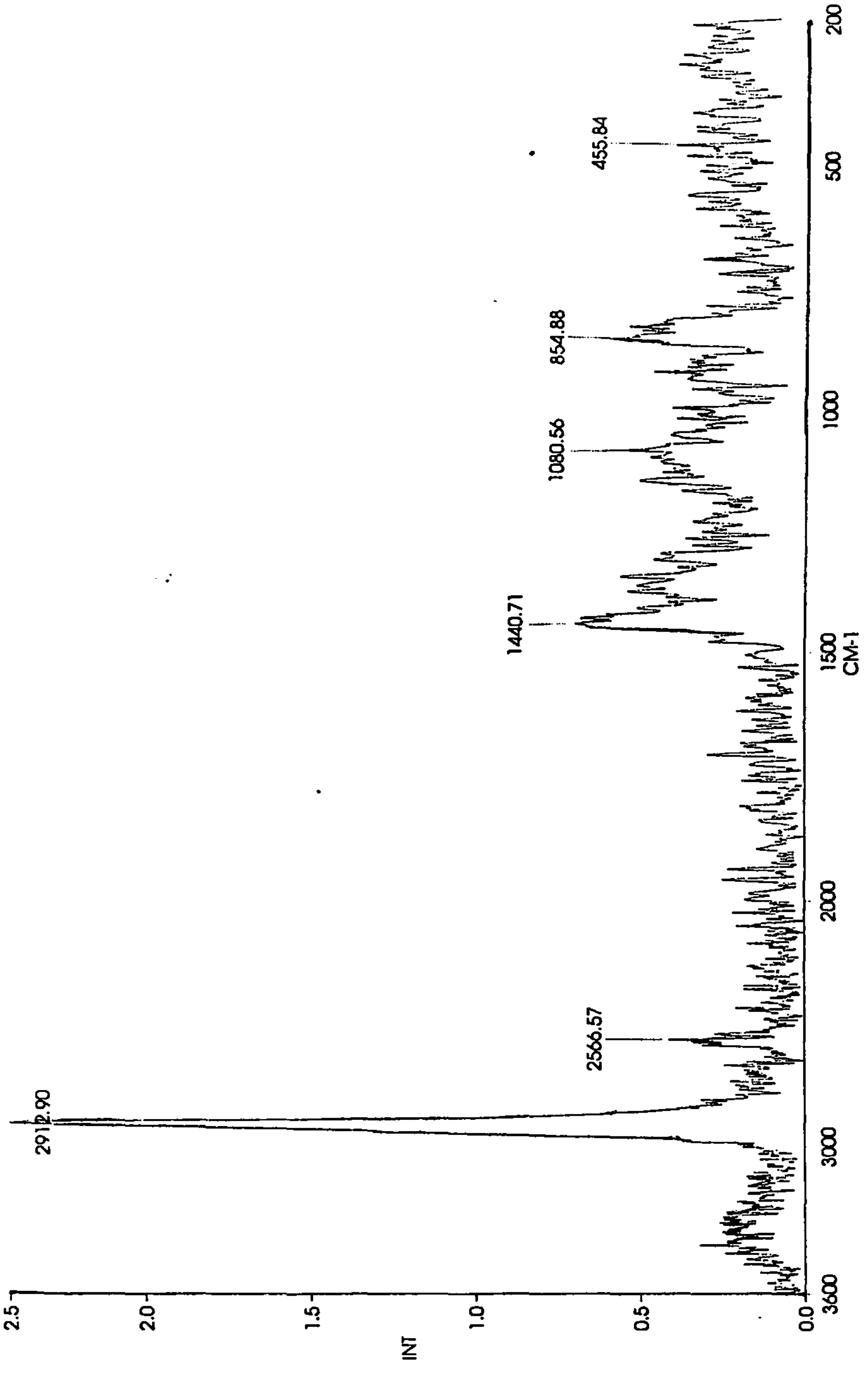


รูปที่ 4.28 แสดงรามานสเปกตรัมของไวนิล อัลกอฮอล์
(จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

6.2รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างพอลิไวนิลอัลกอฮอล์ของการทดลองที่14 แสดงดังรูปที่ 4.29 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.29

ตารางที่4.29 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างพอลิไวนิลอัลกอฮอล์ของการทดลองที่ 14

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3300.00	0.25	O-H stretching	
2912.90	2.5	C-H stretching	
2566.57	0.4	S-H stretching	
1440.71	0.7	CH_2 deformation	
1080.56	0.7	O-H deformation	
854.88	0.7	O-H deformation (out of plane)	

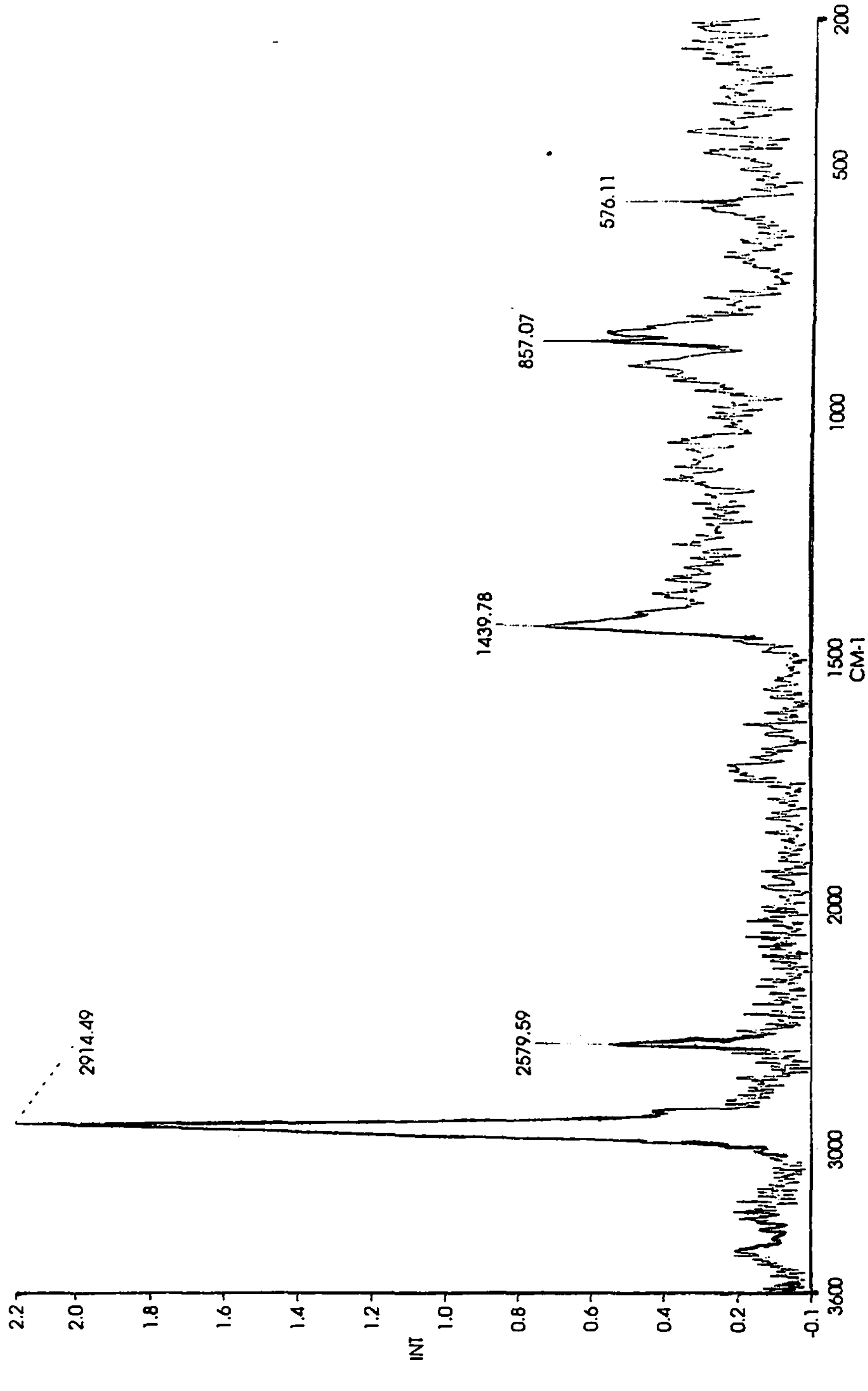


รูปที่ 4.29 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของไวนิล อัลกอฮอล์ จากการทดลองที่ 14 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

6.3รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างพอลิไวนิลอัลกอฮอล์ของการทดลองที่15 แสดงดังรูปที่ 4.30 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.30

ตารางที่4.30 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างพอลิไวนิลอัลกอฮอล์ของการทดลองที่ 15

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3300.00	0.2	O-H stretching	
2914.49	2.2	C-H stretching	
2579.59	0.5	S-H stretching	
1439.78	0.8	CH_2 deformation	
857.07	0.7	O-H deformation (out of plane)	



รูปที่ 4.30 แสดงรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของไวนิล อัลกอฮอล์ จากการทดลองที่ 13 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

จากการเปรียบเทียบรามานสเปคตรัมของพอลิไวนิลอัลกอฮอล์กับไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างพอลิไวนิลอัลกอฮอล์ของ การทดลองที่ 14,15 การทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกแบบสารละลายทำการปั่นกวนเชิงกลและการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กตามลำดับ พบว่า เกิดแถบของหมู่ไทออลที่ 2550-2600 cm^{-1} แสดงว่ากรดไทโอไกลโคลิกสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซีของพอลิไวนิลอัลกอฮอล์ได้แต่ไม่พบพีกของ C=O stretching เนื่องมาจากการเกิดไทโอไกลโคเลทลิแกนด์มีปริมาณน้อยและในรามานสเปคโตสโคปีนั้นแถบC=O stretching นั้นมีความเข้มต่ำ จากผลการทดลองดังกล่าวทำให้สรุปได้ว่า หมู่ไฮ-ดรอกซีในสายโซ่โมเลกุลของพอลิไวนิลอัลกอฮอล์สามารถเปลี่ยนเป็นไทโอไกลโคเลทลิแกนด์ได้

จากการทำการทดลองที่ 3-10 พบว่า กรดไทโอไกลโคลิกไม่สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซีของแป้งเนื่องมาจากโครงร่างของแป้งมีความเสถียรทำให้หมู่ไฮดรอกซีในโมเลกุลของแป้งทำปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอนิลของกรดไทโอไกลโคลิกได้ยาก แต่การสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของพอลิไวนิลอัลกอฮอล์พบว่าหมู่ไฮดรอกซีในโมเลกุลของพอลิไวนิลอัลกอ-ฮอล์สามารถเข้าทำปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอนิลของกรดไทโอไกลโคลิกได้ และทำให้มีหมู่ไทออลในโครงสร้าง ดังนั้นจึงเปลี่ยนวิธีการสังเคราะห์ใหม่คือทำการปรับปรุงโครงร่างของแป้งให้มีหมู่ไฮ-ดรอกซีเพิ่มขึ้นโดยนำแป้งไฮโดรไลซ์ทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบโฟมมอนอเมอร์ร่วม[VAc]:[AA] และทำการสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันสองขั้นตอนโดยขั้นแรกจะให้ทำปฏิกิริยากับพวกไดออลซึ่งหมู่ไฮดรอกซีด้านหนึ่งจะเกิดปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอกซิเลทของพอลิ-โซเดียมอะคริเลทใน g[AA]:[AM] และอีกหมู่จะไปทำปฏิกิริยากับกรดไทโอไกลโคลิค

7. การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของ g [VAc]:[AA] ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการโฟมพอลิเมอไรเซชัน โดยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

7.1 การศึกษาอัตราส่วนของ g [VAc]:[AA] ที่มีผลต่อเวลาในการทำปฏิกิริยา

การทดลองที่	[VAc]:[AA]	เวลาในการทำปฏิกิริยา
16	0.2:0.8	10 นาที
17	0.3:0.7	7 ชม.
18	0.4:0.6	14 ชม.

อัตราส่วนของ [VAc]:[AA] ที่ 0.2:0.8 จะพบว่ามีเวลาในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสมคือ เวลาในการทำปฏิกิริยาโฟมพอลิเมอไรเซชันที่เหมาะสมไม่เกิน 30 นาที และเมื่อเพิ่ม [VAc] พบว่า เวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น แต่ถ้าลด [VAc]ลงไปอีกจะทำให้เวลาในการทำปฏิกิริยาเกิดได้เร็วขึ้น แต่จะทำให้มีปริมาณหมู่ไฮดรอกซีที่กราฟท์ลงในโครงร่างของแป้งมีปริมาณน้อยลง ดังนั้นในการทดลองต่อไปจึงนำ g [VAc]:[AA] ในอัตราส่วน 0.2:0.8 ไปทำปฏิกิริยาต่อ

7.2 การหาค่าการดูดซึมน้ำของ g [VAc]:[AA]

ครั้งที่	น้ำหนักพอลิเมอร์ (กรัม)	ปริมาตรน้ำก่อนการทดลอง (กรัม)	ปริมาตรน้ำหลังการทดลอง (กรัม)	ค่าการดูดซึมน้ำ (มล./ก.)
1	0.1308	200	55.5	1105
2	0.1466	200	40.0	1091
เฉลี่ย				1098

7.3 การหาค่าการเปลี่ยนไปของมอนอเมอร์

ครั้งที่	ปริมาณพอลิเมอร์ก่อนการทดลอง (กรัม)	ปริมาตรพอลิเมอร์หลังการทดลอง (กรัม)	ปริมาณมอนอเมอร์ที่เปลี่ยนไป (%)
1	1.1094	0.1957	98.60
2	1.0087	0.0161	98.42
เฉลี่ย			98.51

จากการหาปริมาณมอนอเมอร์ที่เปลี่ยนไปมีค่าสูงมาก เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นปฏิกิริยาความเร่งด้วยตนเอง โอกาสที่สายโซ่อนุมูลอิสระในขั้นเจริญเติบโต (propagation) พบกันยาก เนื่องจากความหนืดของปฏิกิริยามีค่าสูงมอนอเมอร์จึงทำปฏิกิริยาได้จนเกือบหมด พอลิเมอร์ร่วมแบบต่อของแป้งกับมอนอเมอร์ร่วมที่เตรียมได้จึงมีมอนอเมอร์หลงเหลืออยู่น้อยมาก

7.4 การหาเปอร์เซ็นต์การเกิดกราฟท์

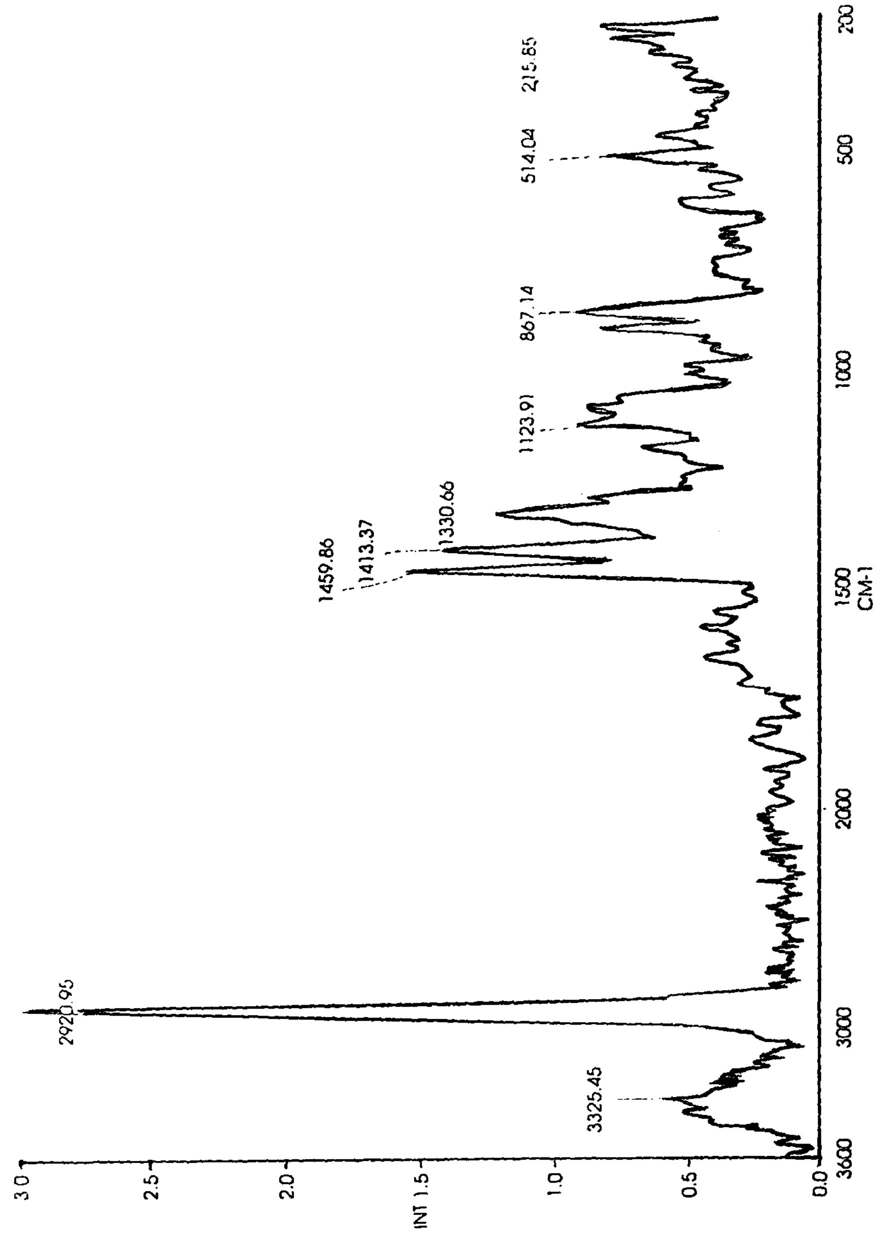
ครั้งที่	น้ำหนักพอลิเมอร์ก่อนทำปฏิกิริยา (กรัม)	น้ำหนักพอลิเมอร์หลังทำปฏิกิริยา (กรัม)	เปอร์เซ็นต์การเกิดกราฟท์ (%)
1	1.0160	0.9862	97.02
2	1.0866	1.0453	96.22
เฉลี่ย			96.62

จากการหาเปอร์เซ็นต์การเกิดกราฟท์โคพอลิเมอร์จะพบว่าการสังเคราะห์กราฟท์โดยวิธีโฟมพอลิเมอไรเซชันมีการกราฟท์พอลิไวนิลอะซิเตรทและพอลิโซเดียมอะคริเลตเข้าไปในสายโซ่หลักของแป้ง

7.5 รามานสเปกตรัมของ g [VAc]:[AA] แสดงดังรูปที่ 4.31 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดัง แสดงในตารางที่ 4.31

ตารางที่4.31 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัม ของ g [VAc]:[AA] .

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3325.45	0.6	O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2920.95	3.1	C-H stretching	
1459.86	1.6	CH_2 deformation	
1330.66	1.2	O-H deformation	
1223.91	0.9	C-O stretching O-H deformation (coupled)	



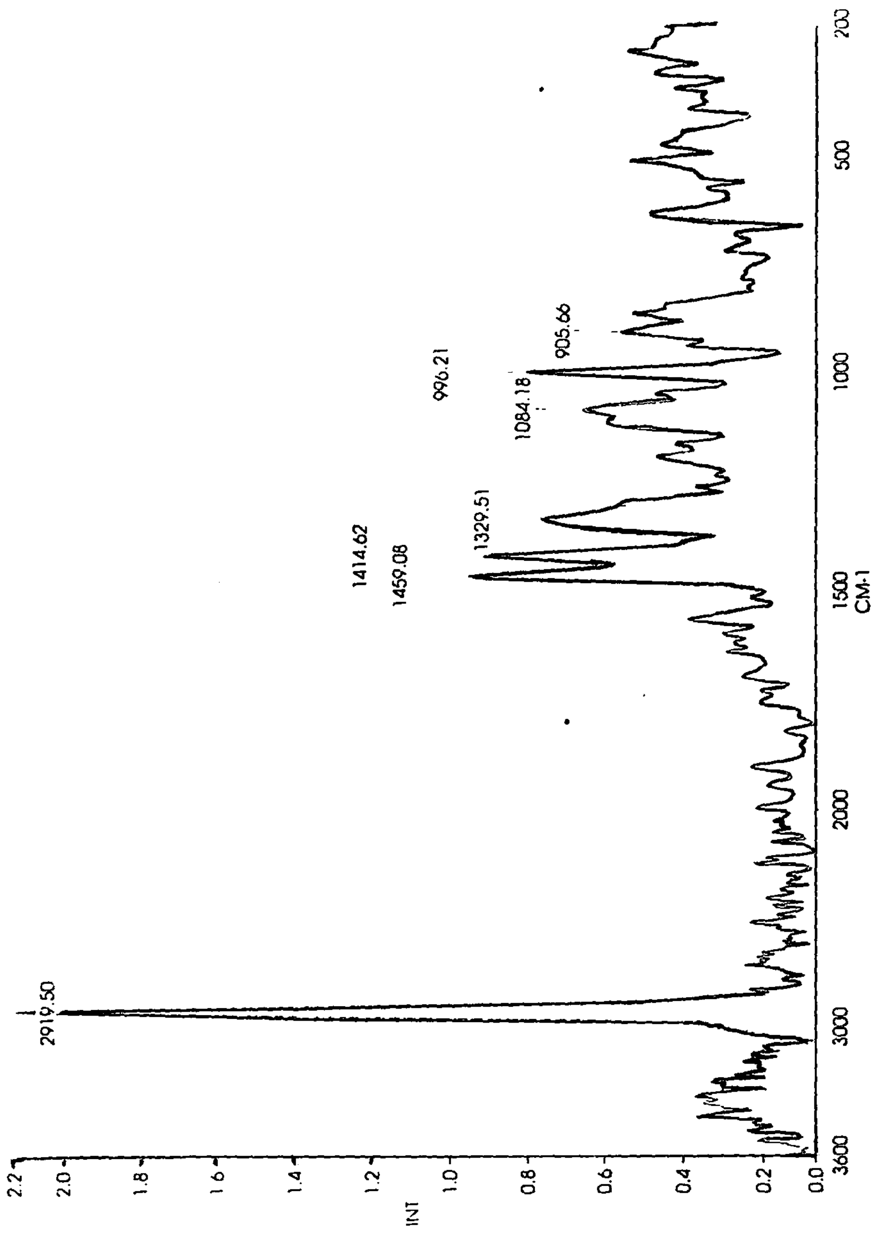
รูปที่ 4.31 แสดงรามานสเปกตรัมของ g [VAc]:[AA]
(จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

8. รามานสเปกตรัมของ g [VAc]:[AA] ทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอริฟิเคชันกับเมทานอลใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

8.1 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของg[VAc]:[AA]โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 1 ชม. แสดงดังรูปที่ 4.32 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.32

ตารางที่4.32 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของg[VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา1 ชม.

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3300.00	0.4	O-H stretching	ความเข้มต่ำ
2919.50	2.2	C-H stretching	
1459.08	1.0	CH_2 deformation	
1329.51	0.8	O-H deformation	
1084.18	0.7	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

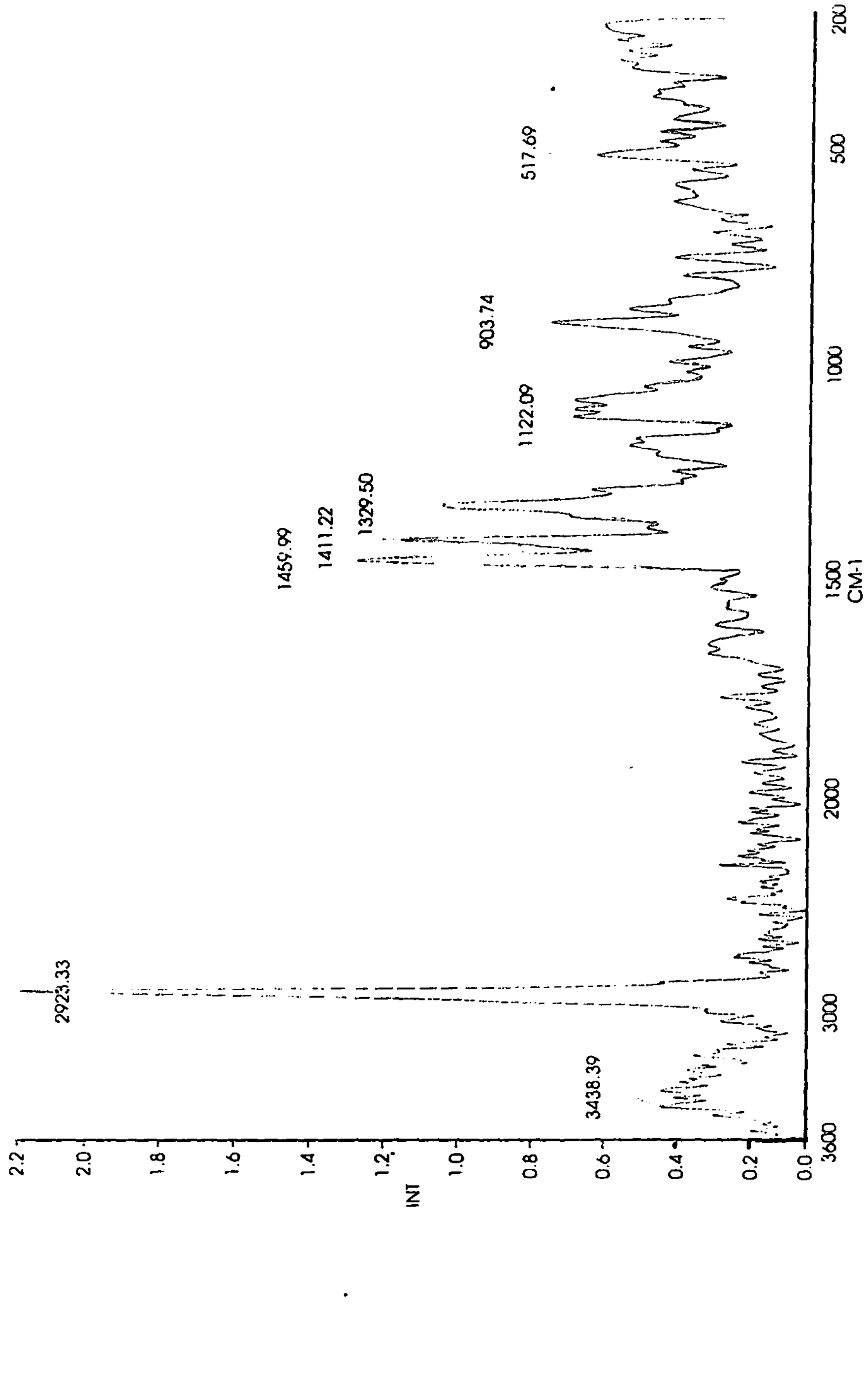


รูปที่ 4.32 แสดงรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของg [VAc]:[AA]
(โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 1 ชม. จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

8.2 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม.แสดงดังรูปที่ 4.33 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.33

ตารางที่4.33 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัม ทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม.

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3317.48	0.6	O-H stretching	ความเข้มต่ำ
2919.09	2.7	C-H stretching	
1461.59	1.6	CH_2 deformation	
1326.32	1.3	O-H deformation	
1092.88	1.0	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

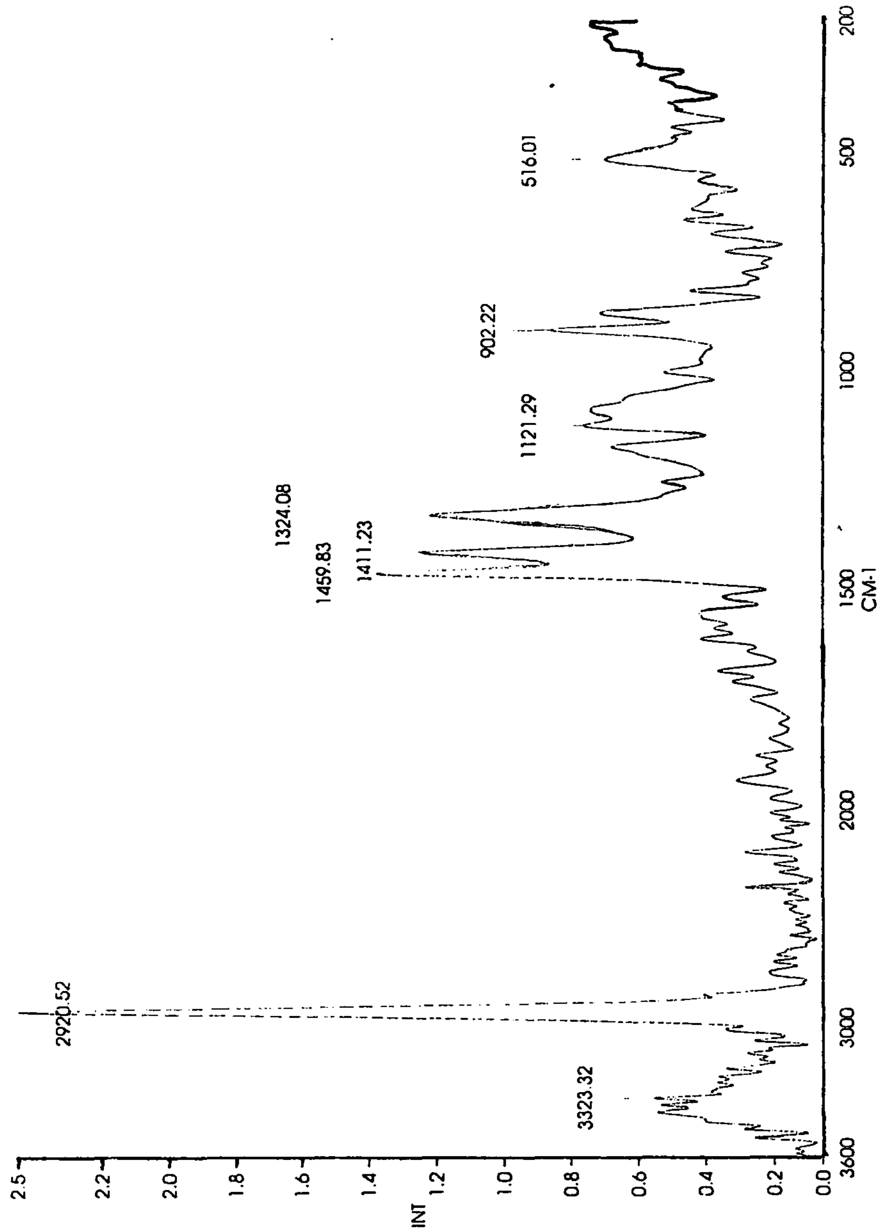


รูปที่ 4.33 แสดงรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของg [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม. (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

8.3 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของg[VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชม. แสดงดังรูปที่ 4.34 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.34

ตารางที่4.34 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 1 ชม.

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3323.32	0.6	O-H stretching	ความเข้มต่ำ
2920.52	2.5	C-H stretching	
1459.83	1.4	CH_2 deformation	
1324.08	1.2	O-H deformation	
1121.29	0.8	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

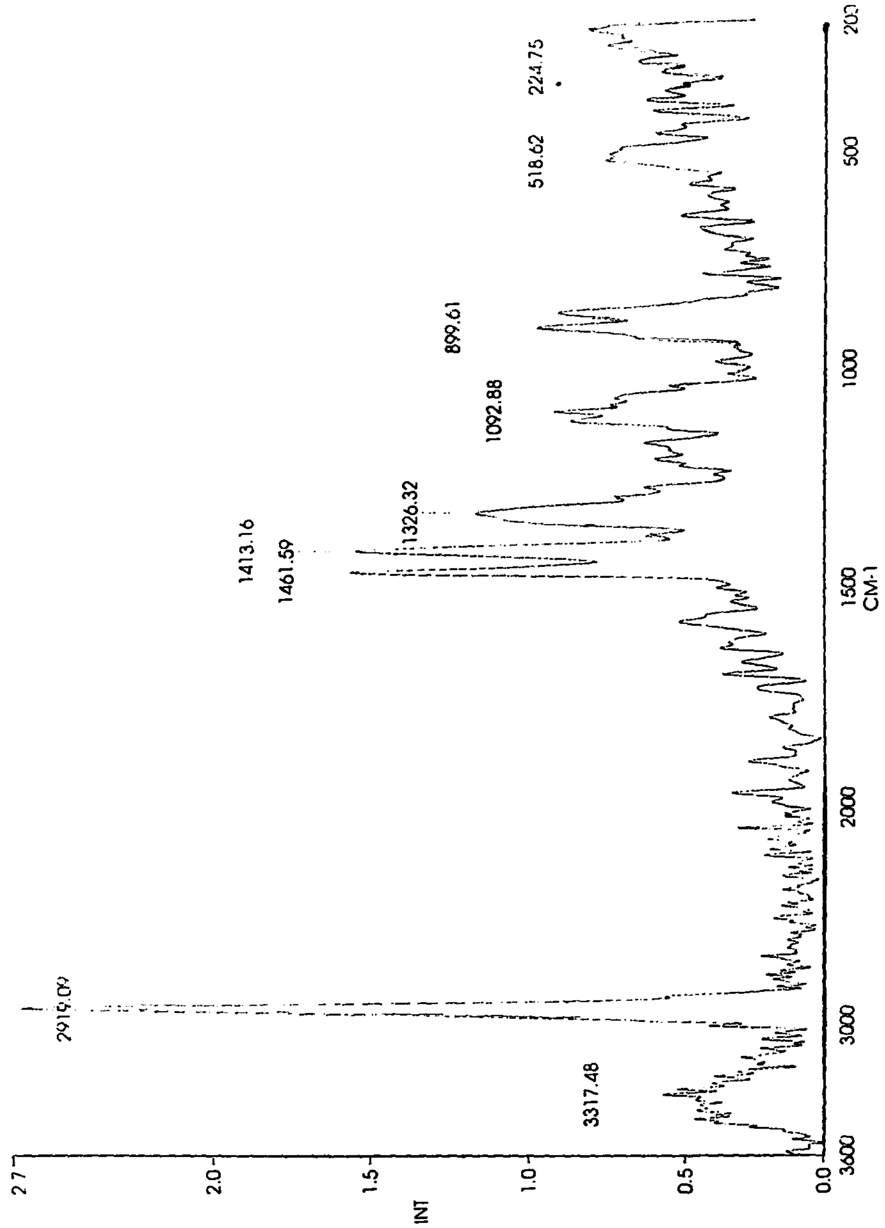


รูปที่ 4.34 แสดงรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของg [VAc]:[AA]
โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 1 ชม.
(จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

8.4 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 2 ชม.แสดงดังรูปที่ 4.35 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.35

ตารางที่4.35 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 2 ชม.

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3317.48	0.6	O-H stretching	ความเข้มต่ำ
2919.09	2.7	C-H stretching	
1461.59	1.6	CH_2 deformation	
1326.32	1.2	O-H deformation	
1092.32	1.0	C-O stretching O-H deformation (coupled)	



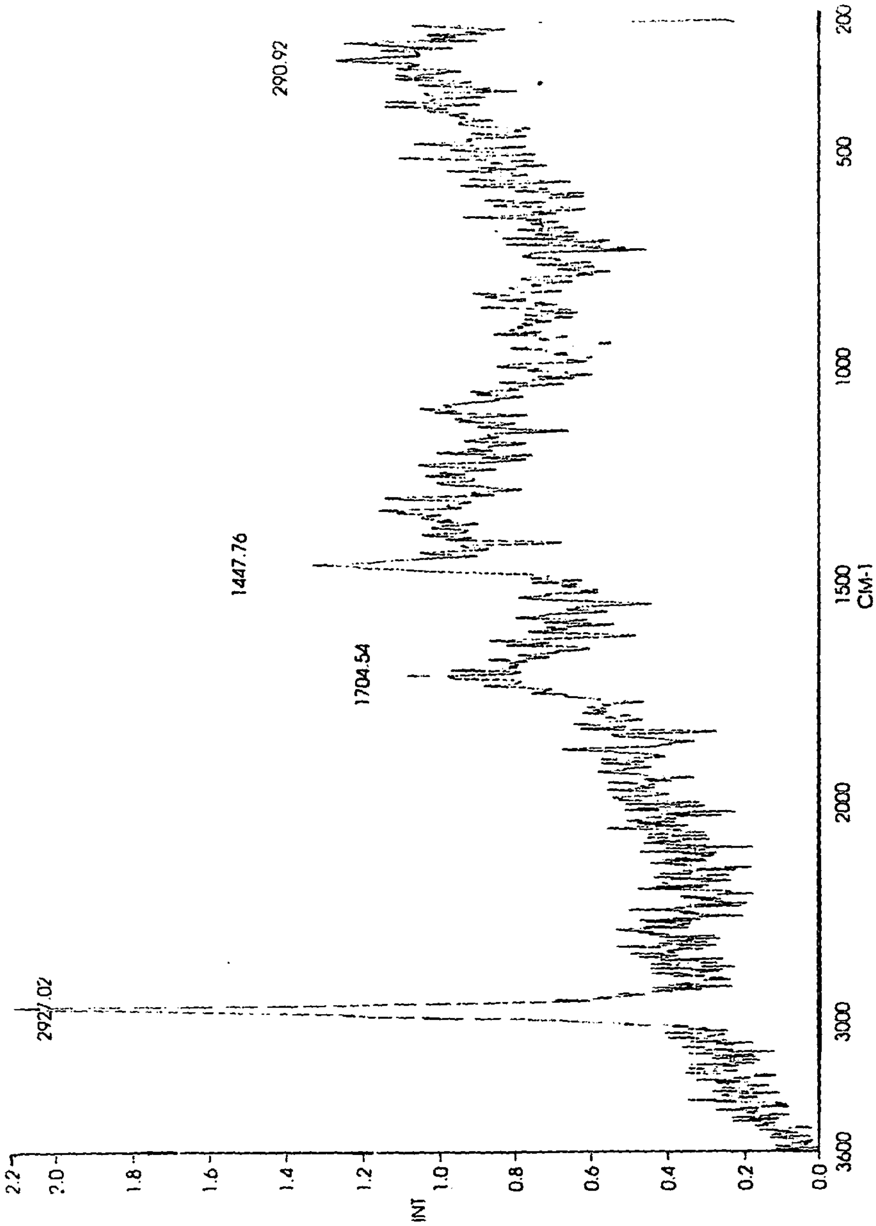
รูปที่ 4.35 แสดงรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของg [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวน โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 2 ชม. (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9. รามานสเปกตรัมของ g [VAc]:[AA] ทำปฏิกิริยาทรานเอสเทอริฟิเคชันกับเมทานอลใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็น ตัวเร่งปฏิกิริยา

9.1 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 1 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 10 ชม. การทดลองที่ 19 แสดงดังรูปที่ 4.36 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.36

ตารางที่4.36 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 1 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 10 ชม. การทดลองที่ 19

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2927.02	2.2	C-H stretching	
1704.54	1.0	C=O stretching	
1447.76	1.4	CH_2 deformation	

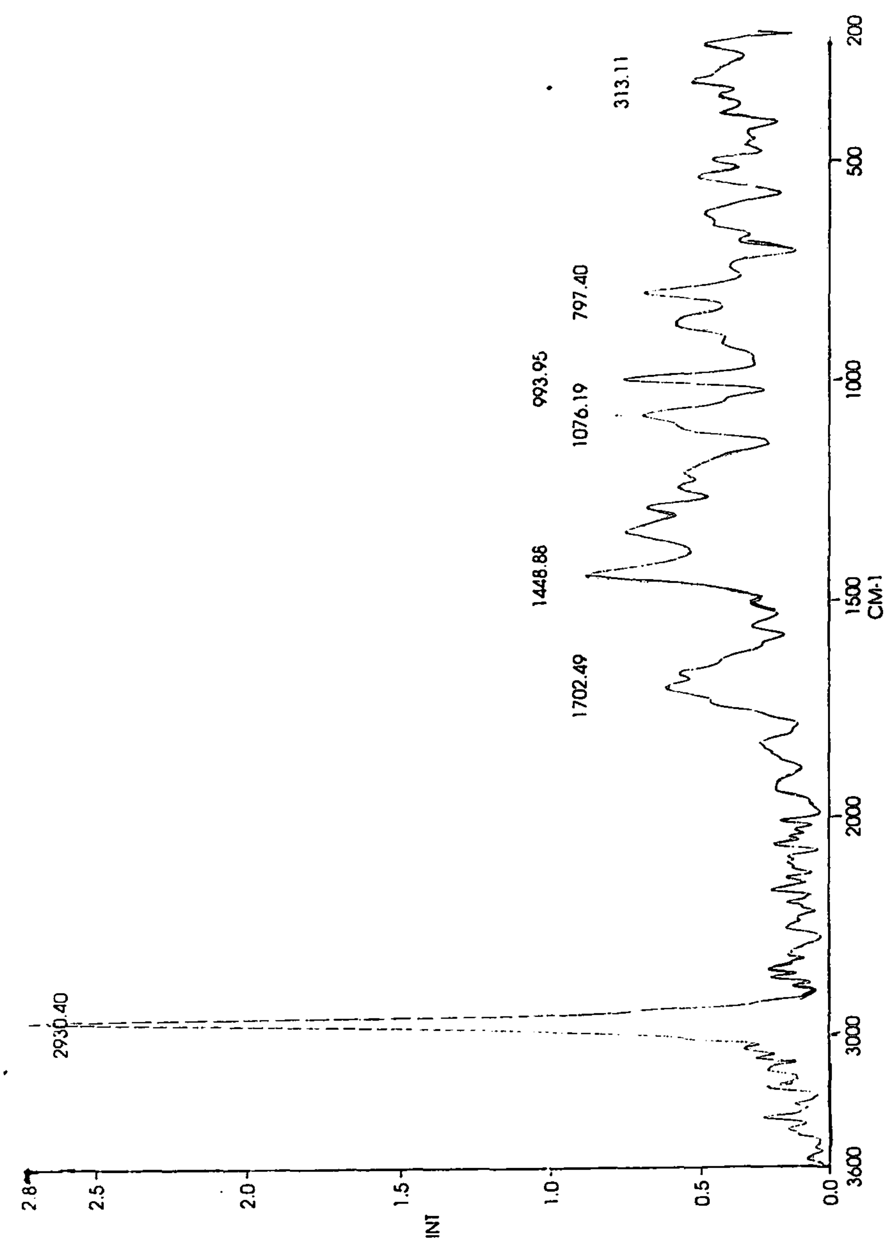


รูปที่ 4.36 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ
g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 19 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.2 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 1 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 24 ชม. การทดลองที่ 20 แสดงดังรูปที่ 4.37 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.37

ตารางที่4.37 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 1 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 24 ชม. การทดลองที่ 20

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2930.40	2.8	C-H stretching	
1702.49	0.7	C=O stretching	
1448.88	0.9	CH_2 deformation	
1076.11	0.6	O-H deformation C-O stretching (coupled)	

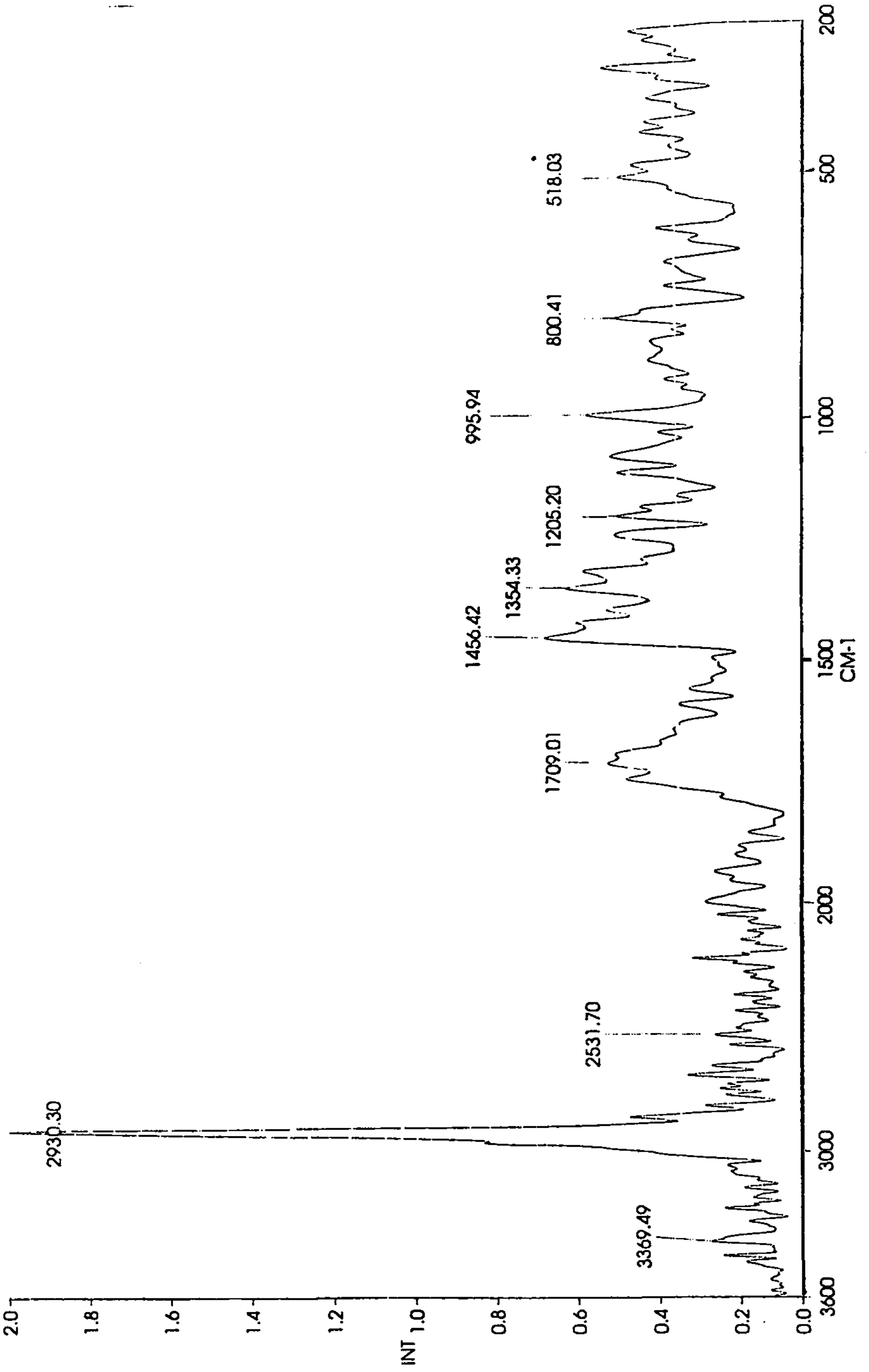


รูปที่ 4.37 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 20 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.3 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 1 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 36 ชม. การทดลองที่ 21 แสดงดังรูปที่ 4.38 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.38

ตารางที่4.38 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 1 ชม.และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 36 ชม. การทดลองที่ 21

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3369.49	0.3	O-H stretching	ความเข้มต่ำ
2930.30	2.0	C-H stretching	
2531.70	0.2	S-H stretching	
1709.01	0.5	C=O stretching	
1456.42	0.5	CH_2 deformation	
1205.20	0.5	C-O stretching O-H deformation (coupled)	

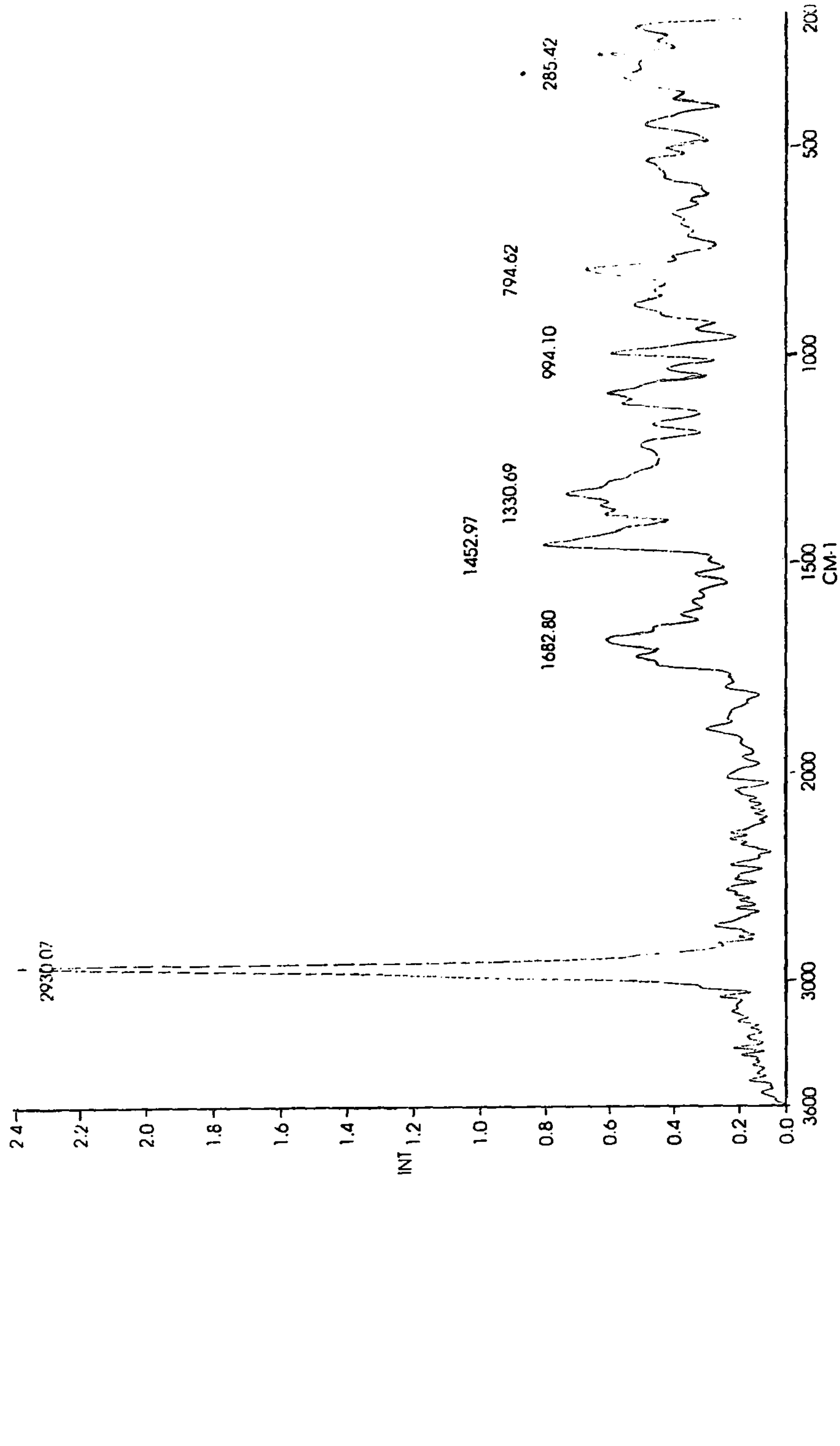


รูปที่ 4.38 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 21 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.4 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม.และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 10 ชม. การทดลองที่ 22 แสดงดังรูปที่ 4.39 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.39

ตารางที่4.39 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 10 ชม. การทดลองที่ 22

ตำแหน่งแถบ (cm-^{1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ REMOTEÉft Word ภาษ	หมายเหตุ
2930.07	2.4	C-H stretching	
1682.80	0.6	C=O stretching	
1452.97	0.8	CH_2 deformation	
1330.69	0.7	C-O stretching O-H deformation	
	0.5	CanceÎrJ	

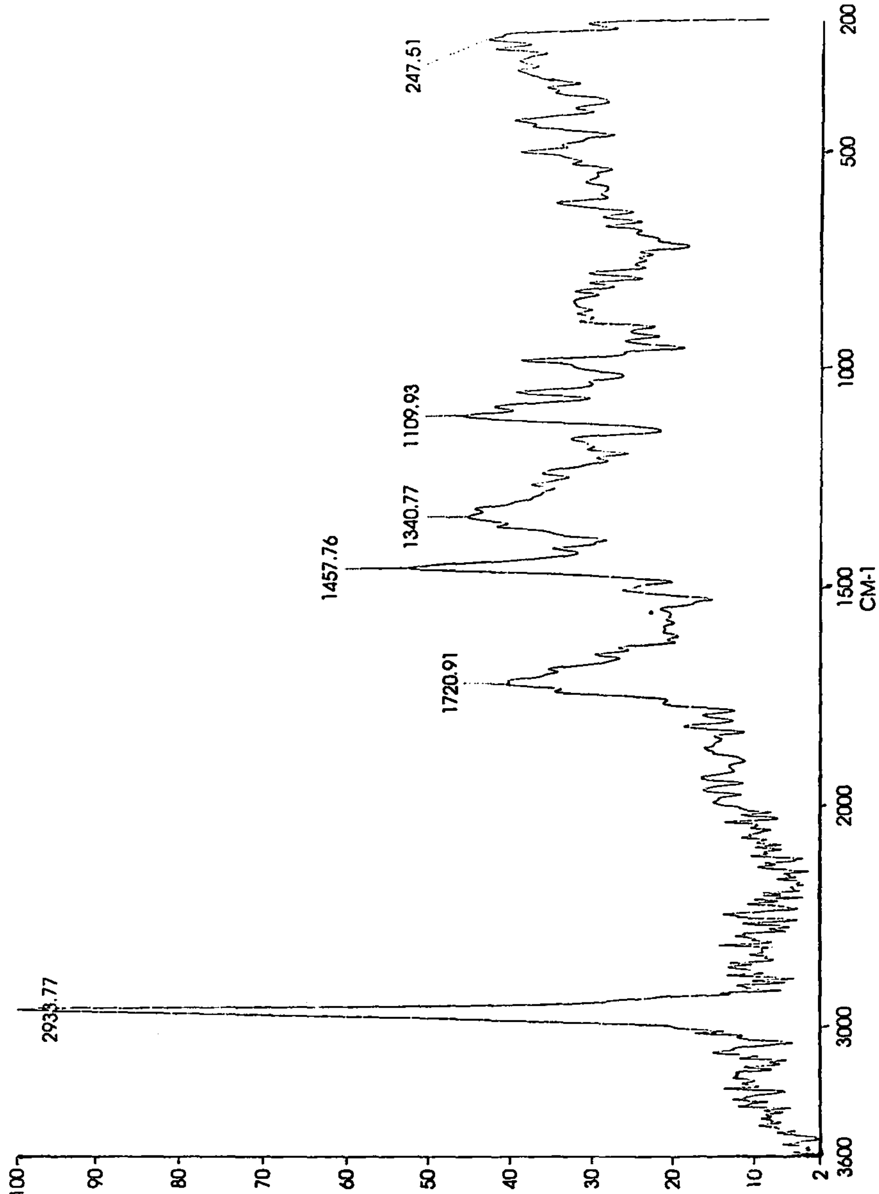


รูปที่ 4.39 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 22 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.5 • รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม.และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 24 ชม. การทดลองที่ 23 แสดงดังรูปที่ 4.40 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.40

ตารางที่4.40 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม.และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 24 ชม. การทดลองที่ 23

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity %)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2933.77	100	C-H stretching	
1720.91	42	C=O stretching	
1457.76	53	CH_2 deformation	
1340.77	47	O-H deformation	
1109.93	47	C-O stretching	

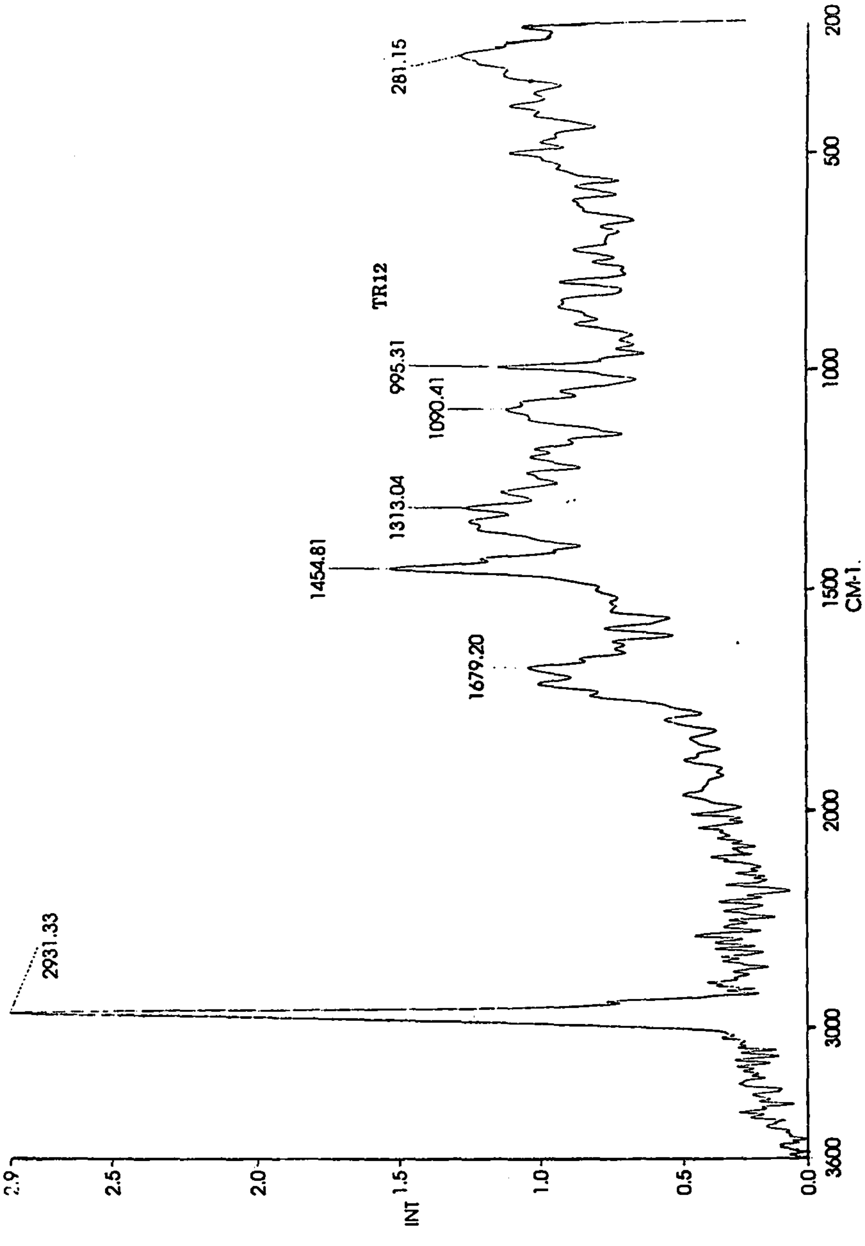


รูปที่ 4.40 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 23 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.6 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม.และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 36 ชม. การทดลองที่ 24 แสดงดังรูปที่ 4.41 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.41

ตารางที่4.41 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนเชิงกล เป็นเวลา 2 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 36 ชม. การทดลองที่ 24

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2931.33	2.9	C-H stretching	
1679.20	1.0	C=O stretching	
1454.81	1.5	CH_2 deformation	
1313.04	1.2	O-H deformation	
1090.41	1.0	C-O stretching	

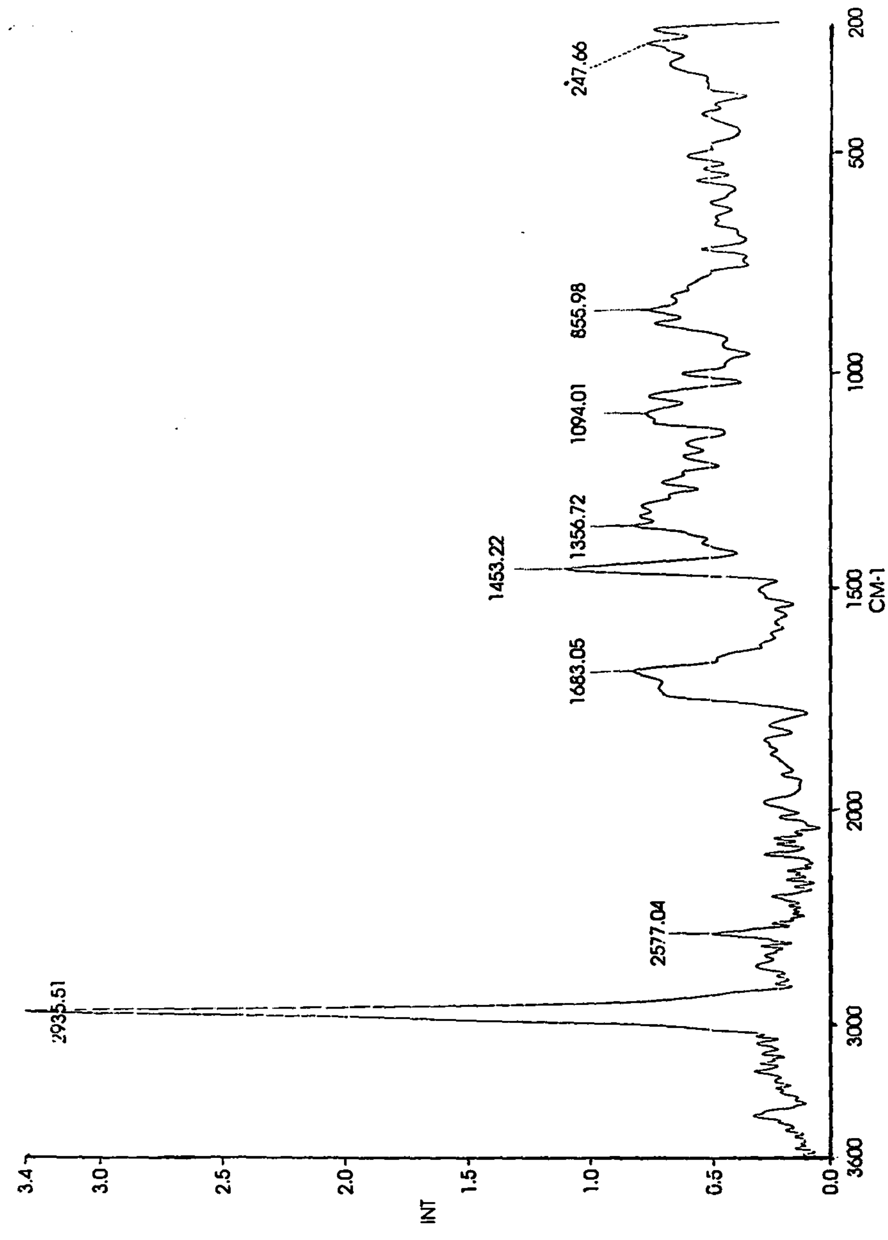


รูปที่ 4.41 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 24 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.7 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 1 ชม.ทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา 10 ชม. การทดลองที่ 25 แสดงดังรูปที่ 4.42 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.42

ตารางที่4.42 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 1 ชม.และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา10 ชม. การทดลองที่ 24

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2935.51	3.4	C-H stretching	
2577.04	0.5	S-H stretching	
1683.05	0.8	C=O stretching	
1453.22	1.1	CH_2 deformation	
1356.72	0.8	O-H deformation	
1090.01	0.7	C-O stretching	

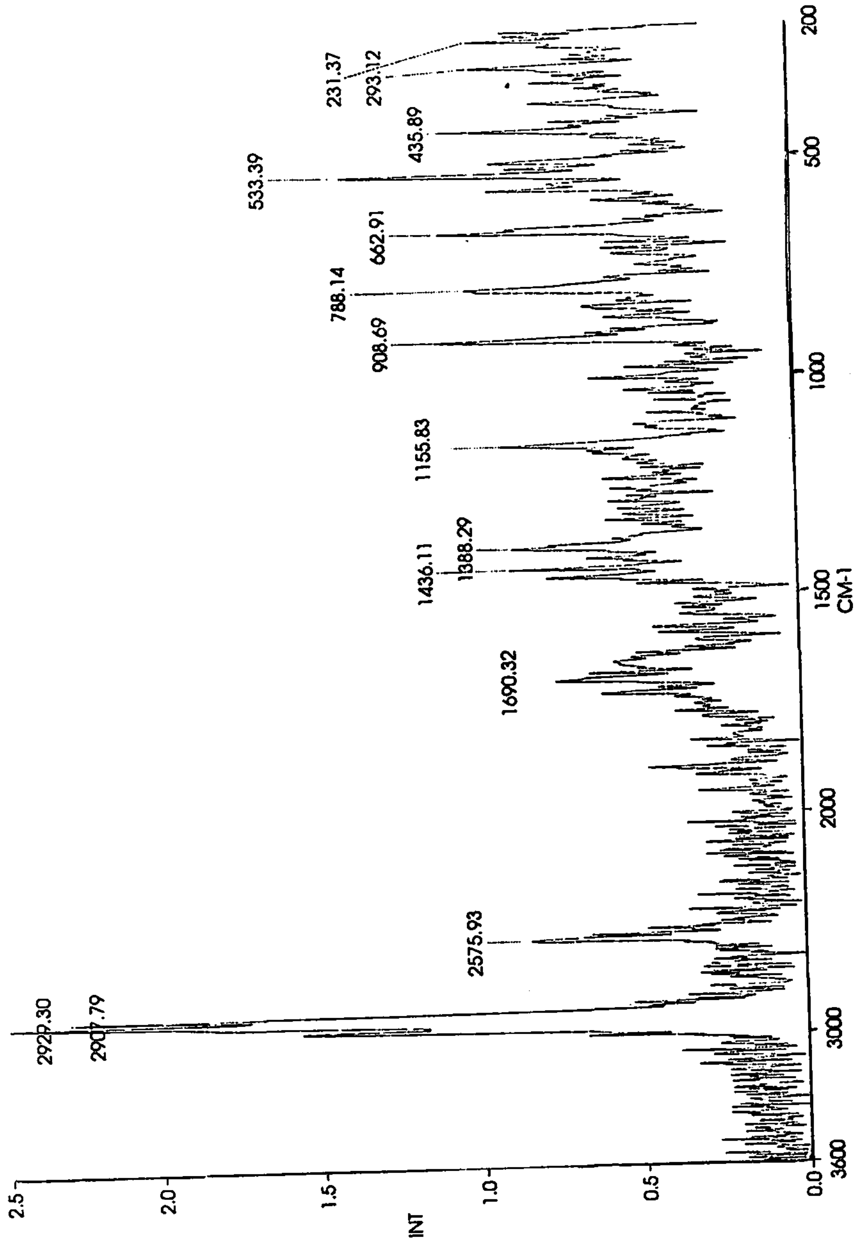


รูปที่ 4.42 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 25 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.8 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 1 ชม.ทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 24 ชม. การทดลองที่ 26 แสดงดังรูปที่ 4.43 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.43

ตารางที่4.43 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัม ทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 1 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา24 ชม. การทดลองที่ 24

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2929.30	2.5	C-H stretching	
2575.93	0.8	S-H stretching	
1690.32	0.7	C=O stretching	
1436.11	0.9	CH_2 deformation	
1388.29	0.9	O-H deformation	
1155.83	0.9	C-O stretching	

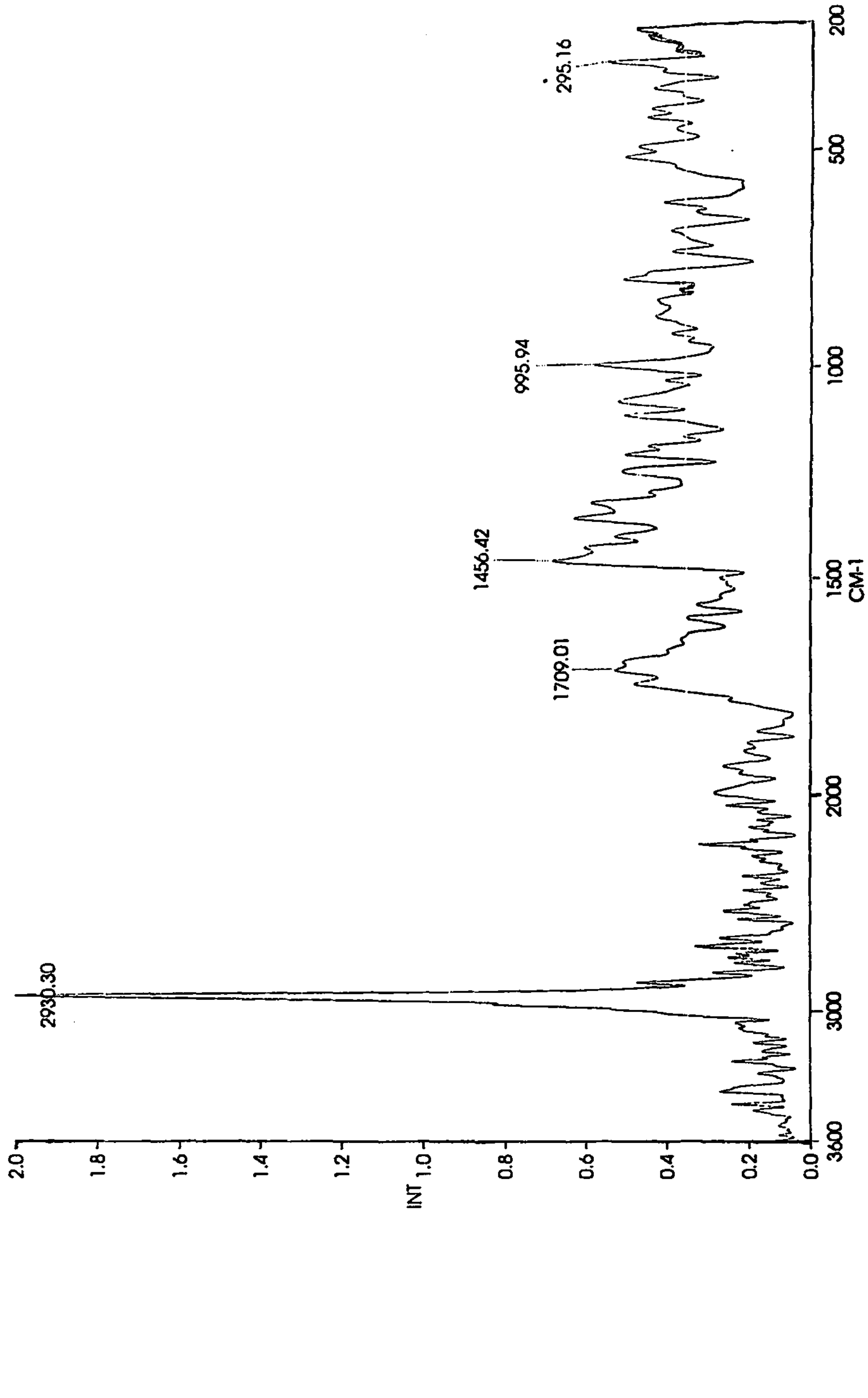


รูปที่ 4.43 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 26 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.9 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 1 ชม.ทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 36 ชม. การทดลองที่ 27 แสดงดังรูปที่ 4.44 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.44

ตารางที่4.44 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 1 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา36 ชม. การทดลองที่ 27

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2930.30	2.0	C-H stretching	
1709.01	0.5	C=O stretching	
1456.42	0.6	CH_2 deformation	

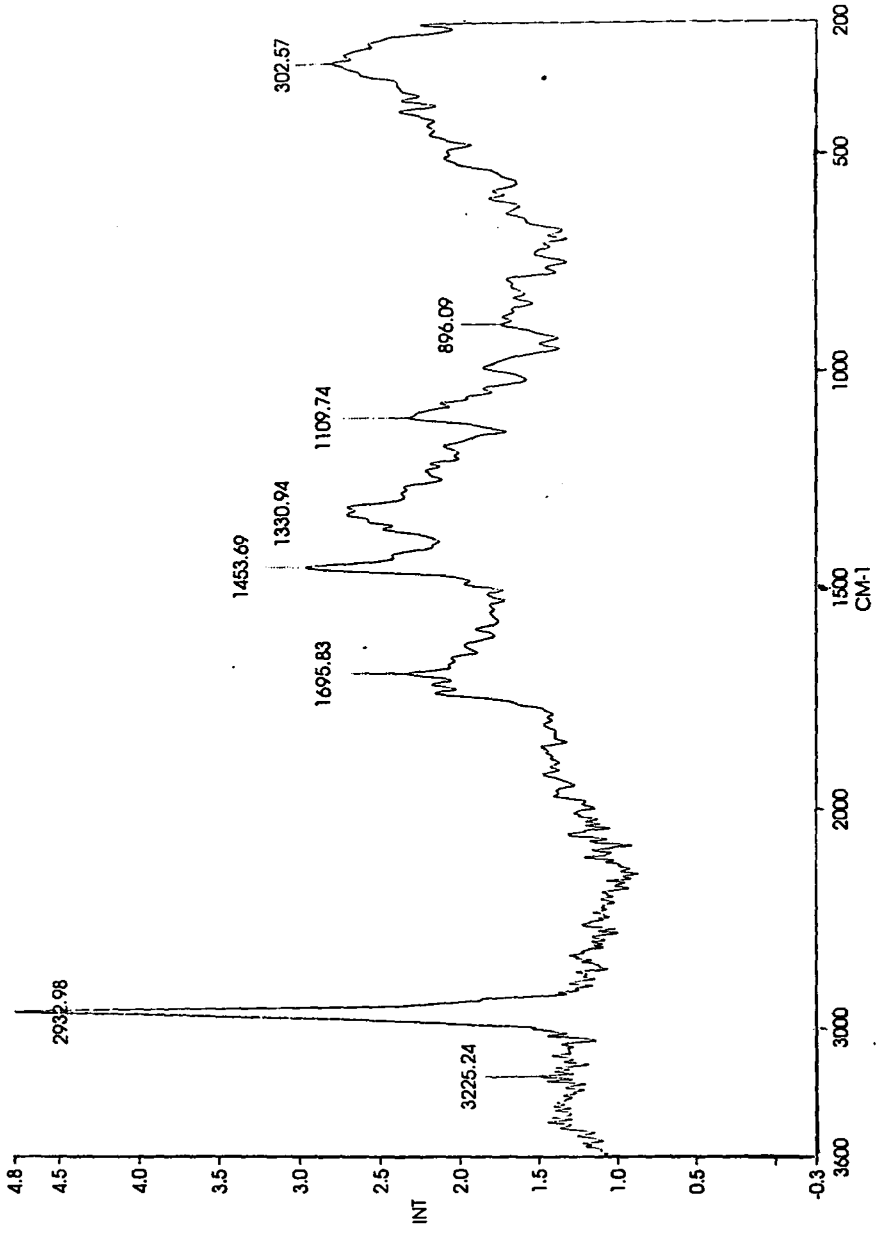


รูปที่ 4.44 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 27 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.10 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 2 ชม.ทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา 10 ชม. การทดลองที่ 28 แสดงดังรูปที่ 4.45 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.45

ตารางที่4.45 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 2 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา10 ชม. การทดลองที่ 28

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2930.07	2.4	C-H stretching	
1682.80	0.6	C=O stretching	
1452.97	0.8	CH_2 deformation	
1330.69	0.7	O-H deformation	

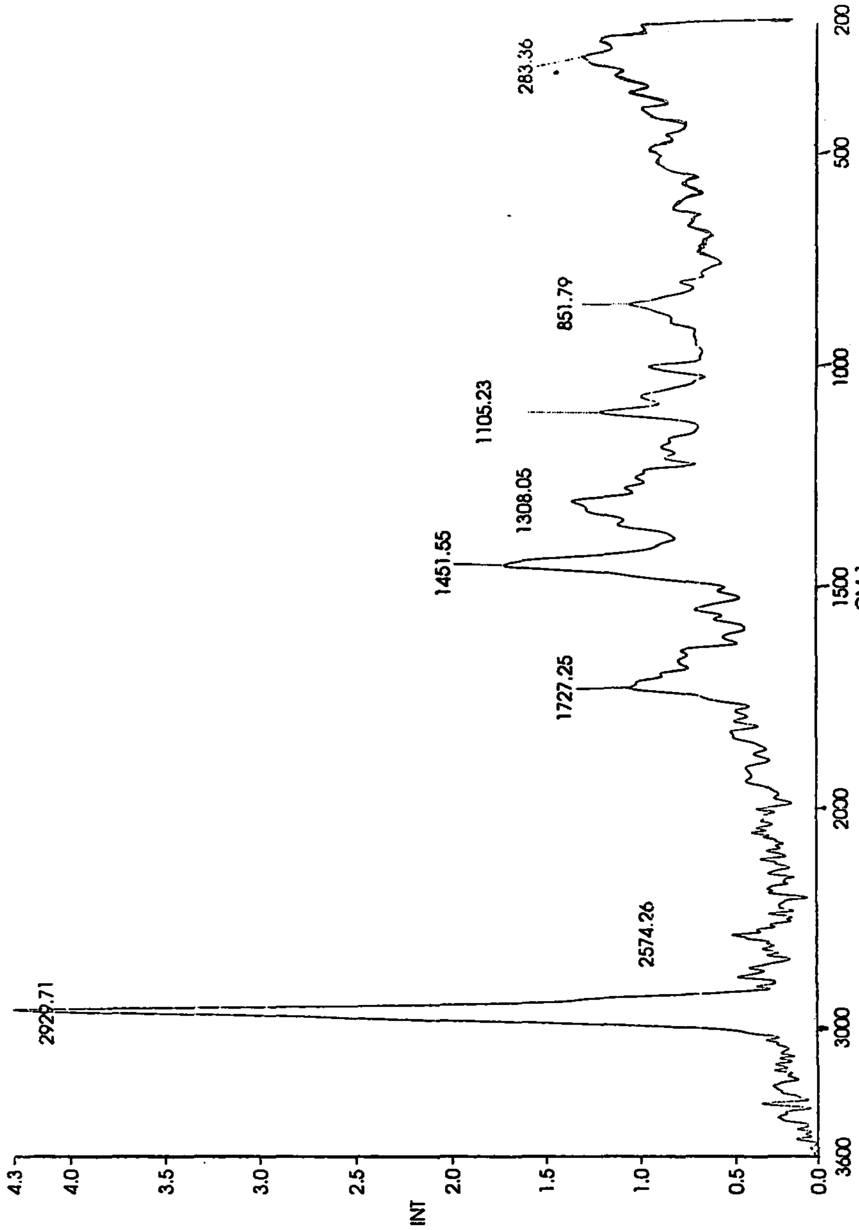


รูปที่ 4.45 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 28 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.11 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 2 ชม.ทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นเวลา 24 ชม. การทดลองที่ 29 แสดงดังรูปที่ 4.46 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.46

ตารางที่4.46 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 2 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา24 ชม. การทดลองที่ 29

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2929.71	4.3	C-H stretching	
1727.25	1.0	C=O stretching	
1451.55	1.7	CH_2 deformation	
1308.05	1.3	O-H deformation	
1105.23	1.1	C-O stretching	

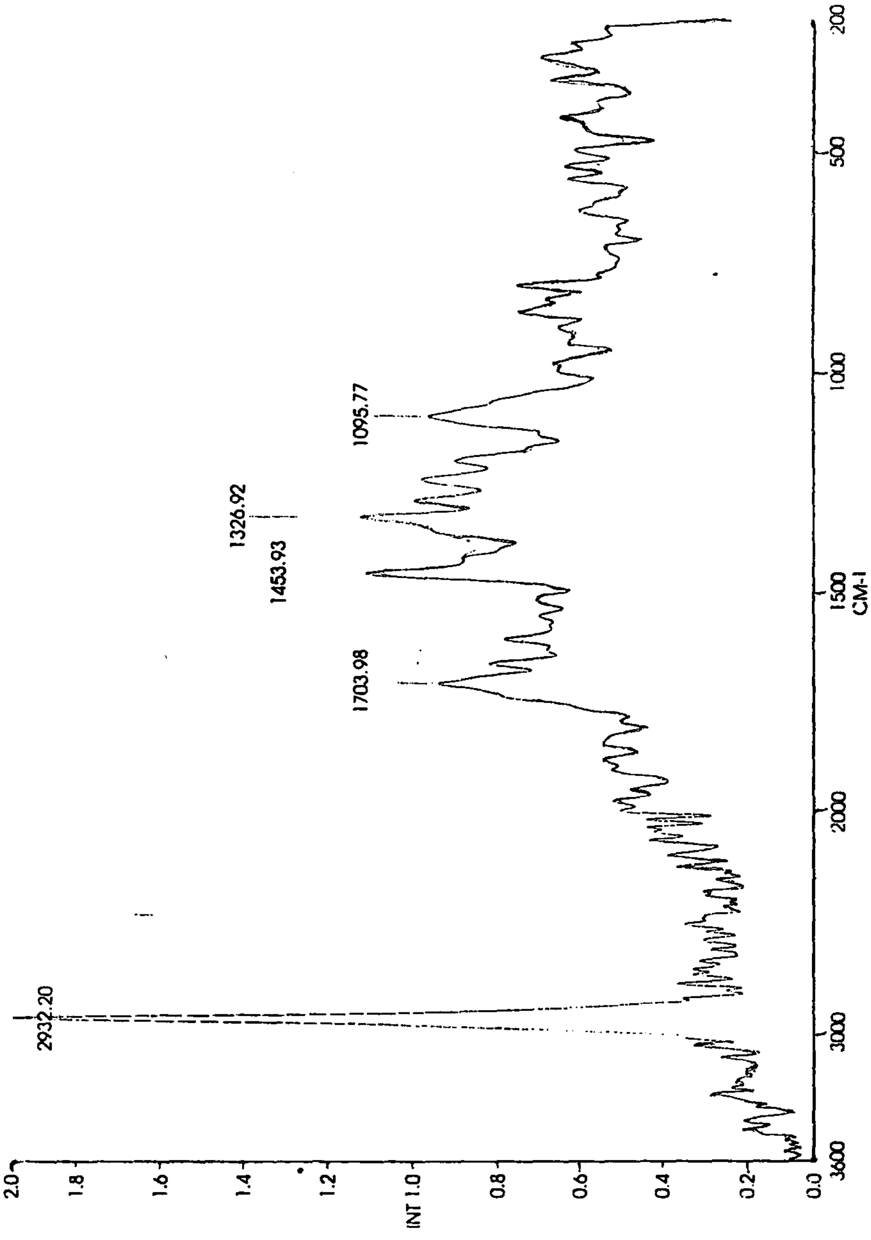


รูปที่ 4.46 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 29 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

9.12 รามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็ก เป็นเวลา 2 ชม.ทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา 36 ชม. การทดลองที่ 30 แสดงดังรูปที่ 4.47 พบตำแหน่งและความเข้มแถบดังแสดงในตารางที่ 4.47

ตารางที่4.47 แสดงตำแหน่งและความเข้มข้นและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมทรานเอสเทอริฟิเคชันของ g [VAc]:[AA] โดยทำการปั่นกวนโดยใช้แท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 2 ชม. และทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิกใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นเวลา36 ชม. การทดลองที่ 30

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
2931.33	2.9	C-H stretching	
1679.20	1.0	C=O stretching	
1454.81	1.5	CH_2 deformation	
1313.04	1.2	O-H deformation	
1090.41	1.1	C-O stretching	



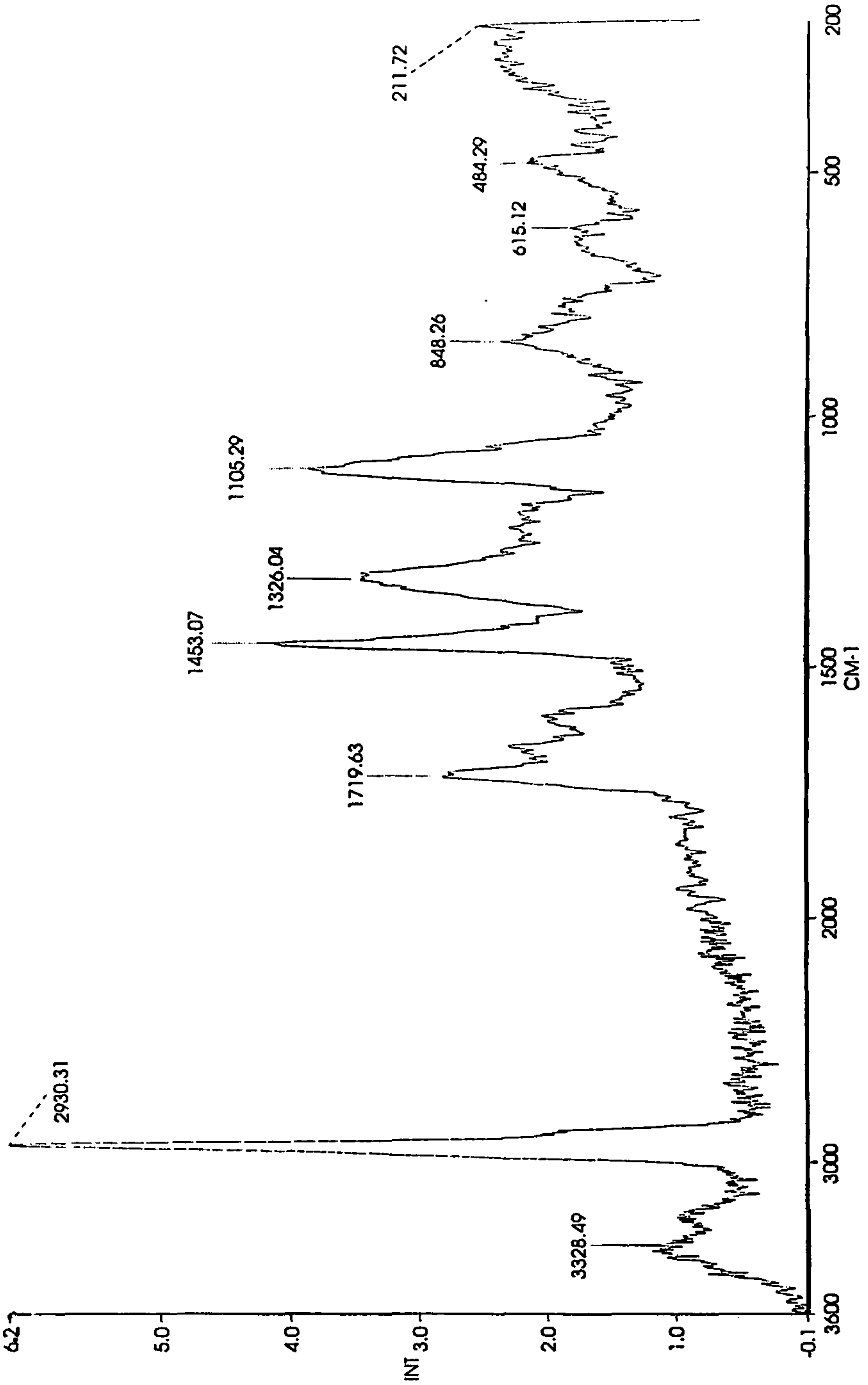
รูปที่ 4.47 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] การทดลองที่ 30 (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

10. การวิเคราะห์และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] ที่สังเคราะห์ได้โดยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันสองขั้นตอน โดยใช้เทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

10.1 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของg [AA]:[AM] โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันขั้นแรกกับ 1,5 เพนเทนไดออล แบบสารละลาย เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 ชม แสดงในรูปที่ 4.48 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.48

ตารางที่ 4.48 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันขั้นแรกกับ 1,5 เพนเทนไดออล แบบสารละลาย เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 ชม .

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity %)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3328.49	1.1	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2930.31	6.2	C-H stretching	
1719.63	2.8	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
14536.07	4.2	CH_2 deformation	
1323.04	3.2	O-H deformation	
1105.29	3.6	C-O stretching	

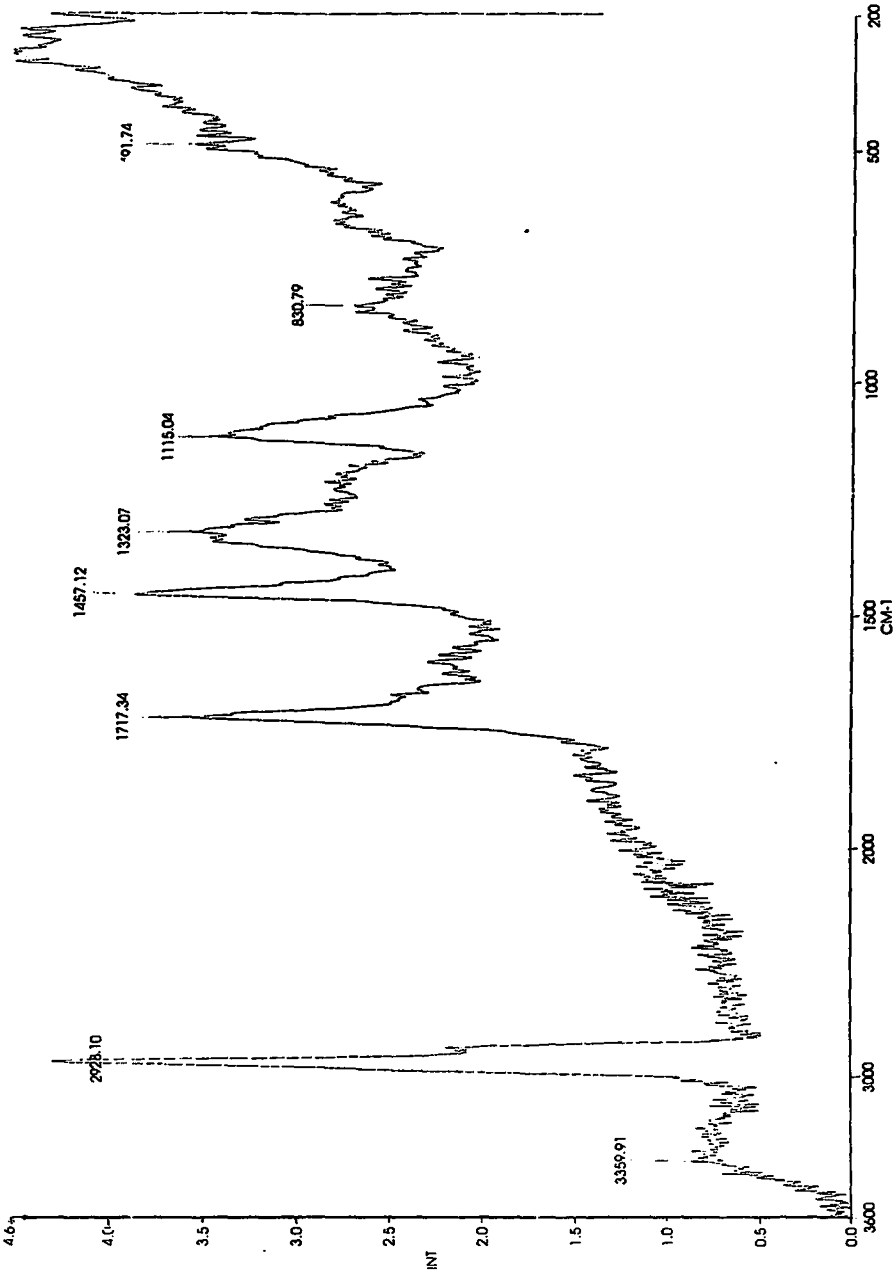


รูปที่ 4.48 แสดงรามานสเปกตรัมของของg [VAc]:[AA] ทำปฏิกิริยากับ 1,5 เพนเทน
ไดออล แบบสารละลาย (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

10.2 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของg [AA]:[AM] โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันขั้นสองกับกรดไทโอไกลโคลิกแบบสารละลาย เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 ชม แสดงในรูปที่ 4.49 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.49

ตารางที่ 4.49 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันขั้นสองกับกรดไทโอไกลโคลิก แบบสารละลาย เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 ชม .

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3359.91	0.8	N-H stretching O-H stretching	CancelrJet 4
2928.10	4.3	C-H stretching	
1717.34	3.5	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
1457.12	3.7	CH_2OKeformation	
1323.07	3.5	O-H deformation	
1115.04	3.4	C-O stretching	

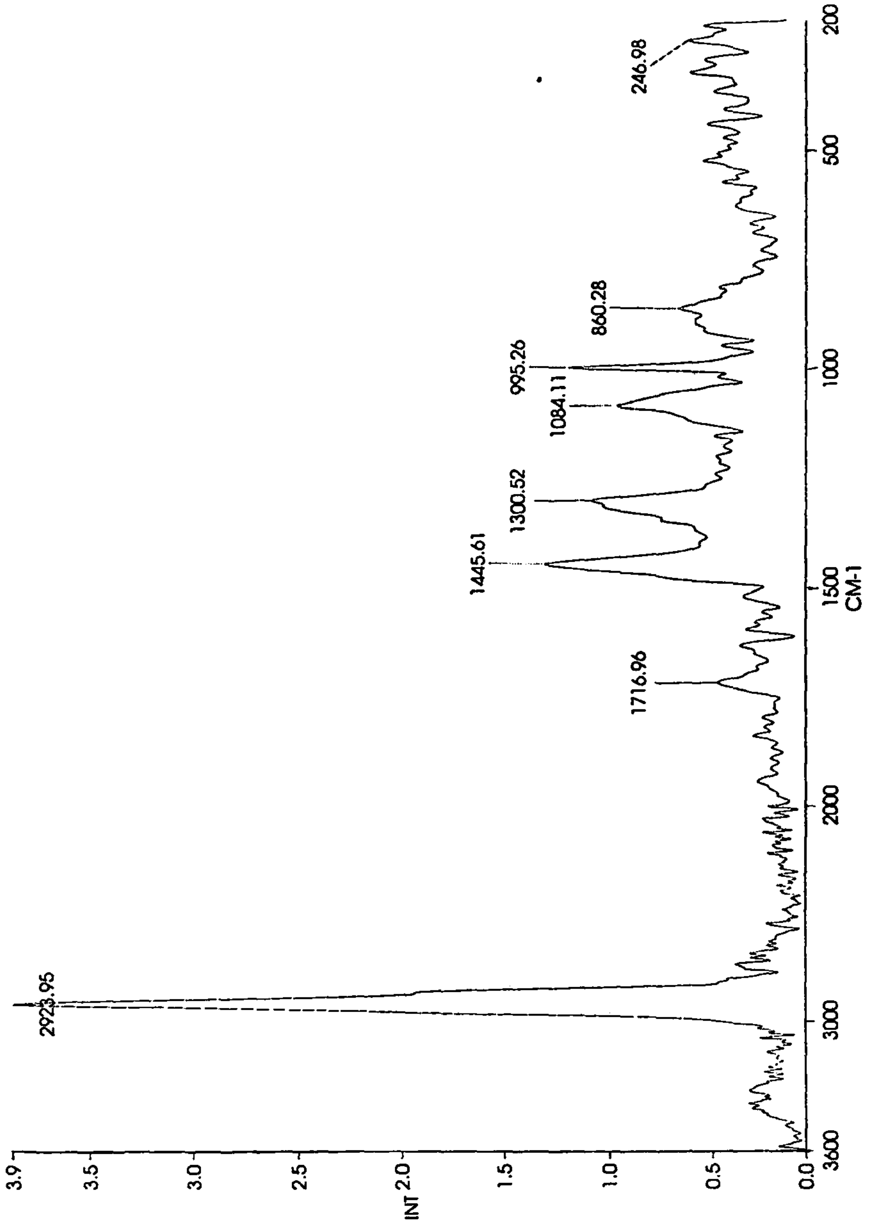


รูปที่ 4.49 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] โดยทำปฏิกิริยาผ่าน 1,5 เพนเทนไดออล แบบสารละลาย (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

10.3 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของg [AA]:[AM] โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันขั้นแรกกับ 1,5 เพนเทนไดออล แบบแขวนลอย เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 ชม แสดงในรูปที่ 4.50 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.50

ตารางที่ 4.50 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันขั้นแรกกับ 1,5 เพนเทนไดออล แบบแขวนลอย เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 ชม .

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity %)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3342.16	1.1	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2921.94	4.1	C-H stretching	
1605.74	1.0	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
1457.15	2.7	CH_2 deformation	
1325.60	2.4	O-H deformation	
1100.90	2.3	C-O stretching	

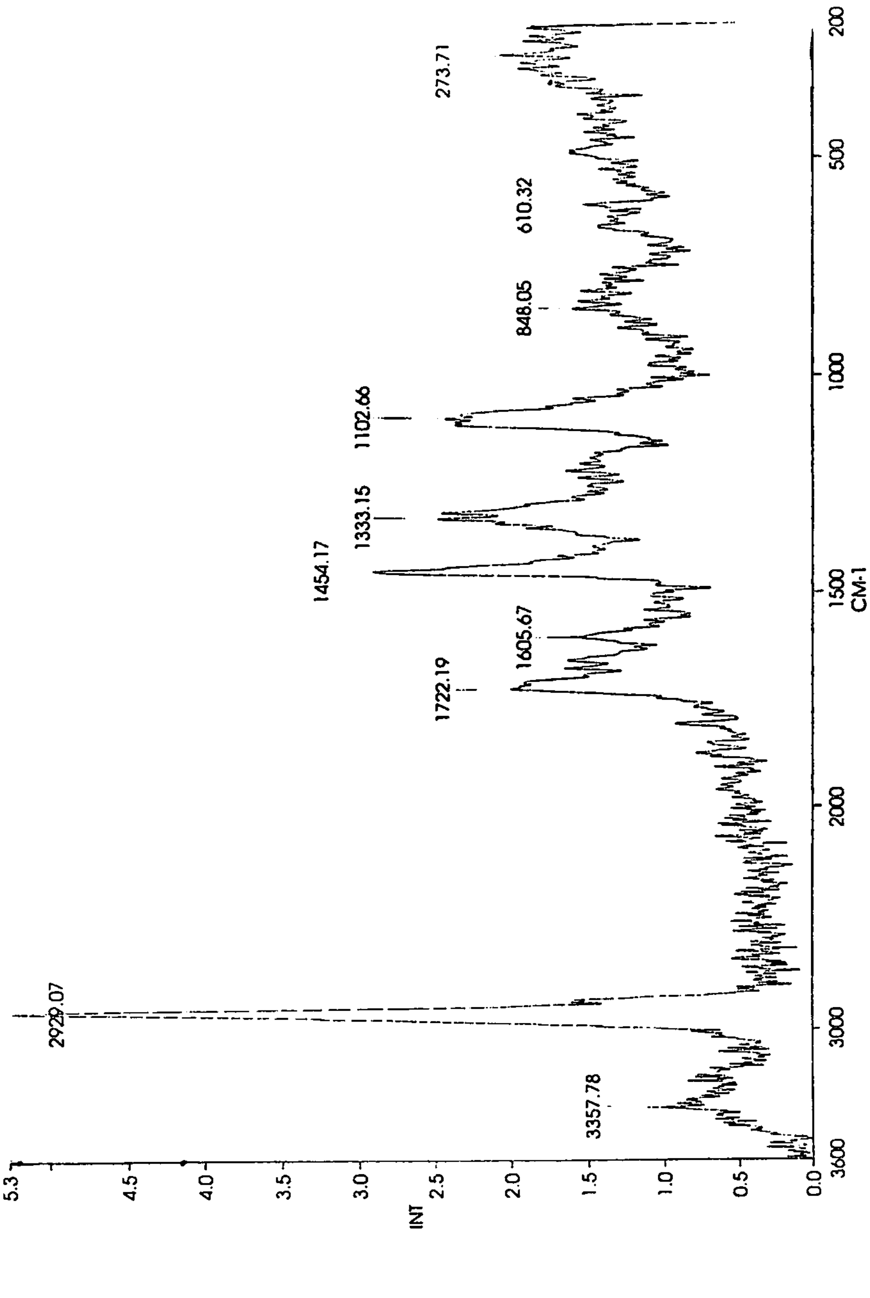


รูปที่ 4.50 แสดงรามานสเปกตรัมของของg [VAc]:[AA] ทำปฏิกิริยากับ 1,5 เพนเทน ไดออล แบบแขวนลอย (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

10.4 รามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของg [AA]:[AM] โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันขั้นสองกับกรดไทโอไกลโคลิกแบบแขวนลอย เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 ชม แสดงในรูปที่ 4.51 พบตำแหน่งและความเข้มของแถบดังแสดงในตารางที่ 4.51

ตารางที่ 4.51 แสดงตำแหน่งและความเข้มและลักษณะเฉพาะของแถบที่พบในรามานสเปกตรัมของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [AA]:[AM] โดยทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันขั้นสองกับกรดไทโอไกลโคลิก แบบแขวนลอย เวลาในการทำปฏิกิริยา 36 ชม .

ตำแหน่งแถบ (cm^{-1})	ความเข้มของแถบ (intensity)	ลักษณะเฉพาะของแถบ (peak characteristic)	หมายเหตุ
3357.78	1.0	N-H stretching O-H stretching	มีความเข้มต่ำ
2929.07	5.3	C-H stretching	
1722.19	1.9	C=O stretching	มีความเข้มต่ำ
1457.17	2.9	CH_2 deformation	
1333.15	2.5	O-H deformation	
1102.66	2.5	C-O stretching	



รูปที่ 4.51 แสดงรามานสเปกตรัมของของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g [VAc]:[AA] โดยทำปฏิกิริยาผ่าน 1,5 เพนเทนไดออล แบบแขวนลอย (จำนวนสแกน 80 ครั้ง)

11 การทดสอบหาค่าการดูดซับตะกั่วไอออน ($Pb(II^{+})$) ของไทโอไกลโคเลตที่สังเคราะห์ได้โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

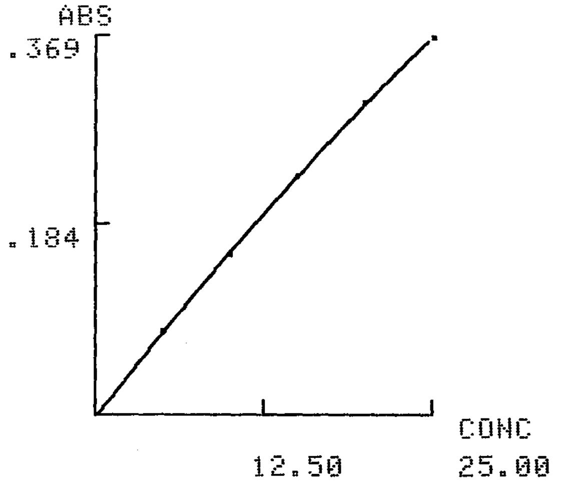
นำไทโอไกลโคเลตที่สังเคราะห์ได้จากการทดลองที่26มาทำการหาค่าการดูดซับตะกั่วไอ-ออน ($Pb(II^{+})$) ในสภาวะที่เป็นกรดและกลางโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอ็บซอร์พชันสเปกโตรโฟโต-มิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 217 นาโนเมตร

11.1การเตรียมกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่วไอออน($Pb(II^{+})$)

นำสารละลายมาตรฐานตะกั่วไอออนเข้มข้น 5,10,15,20 และ 25 ppm นำมาวัดค่าการดูดกลืนคลื่นแสดง สร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าความเข้มข้นกับค่าการดูดกลืนคลื่นแสงดังรูป

```
BB-FINISHED

 [ CONC CAL. METHOD ] ? ;NORMAL
STD         S1      S2      S3      S4      S5      S6
CONC        -       -       -       -       -       -
----------------------------------------------------------
            5       10      15      20      25      -

      SPL#        ABS        CONC        BG        CV

      BLANK       .000                   .004

    STD1          .084       5.000       .002

    STD2          .157       10.00       .000

    STD3          .233       15.00       .003

    STD4          .304       20.00       .007

    STD5          .369       25.00       .012
```

รูปที่ 4.52 แสดงค่าการดูดกลืนคลื่นแสงของสารละลายมาตรฐานตะกั่วไอออน



C=M A^2+N A
M= 2.397E+01
N= 5.873E+01
S= 1.006E-04

รูปที่4.53 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานตะกั่วไอออน

11.2 การศึกษาสภาวะการดูดซับตะกั่วไอออนของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์

11.2.1 การดูดซับตะกั่วไอออนของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์ในสภาวะที่เป็นกลาง

ตารางที่ 4.52 แสดงความเข้มข้นของสารละลายตะกั่วไอออนก่อนและหลังการดูดซับตะกั่วไอออน ในสภาวะที่เป็นกลาง

ครั้งที่	ความเข้มข้นตะกั่วไอออนก่อนการดูดซับ(ppm)	ความเข้มข้นตะกั่วไอออนก่อนการดูดซับ(ppm)	เปอร์เซ็นการดูดซับ (%)
1	25	24.85	0.6
2	25	24.5	2
		เฉลี่ย	1.3

11.2.2 การดูดซับตะกั่วไอออนของไทโอไกลโคเลตลิแกนด์ในสภาวะที่เป็นกรด

ตารางที่ 4.53 แสดงความเข้มข้นของสารละลายตะกั่วไอออนก่อนและหลังการดูดซับตะกั่วไอออนในสภาวะที่เป็นกรด

ครั้งที่	ความเข้มข้นตะกั่วไอออนก่อนการดูดซับ(ppm)	ความเข้มข้นตะกั่วไอออนก่อนการดูดซับ(ppm)	เปอร์เซ็นการดูดซับ (%)
1	25	12.47	50.12
2	25	12.95	48.20
		เฉลี่ย	49

จากผลการทดลองพบว่าไทโอไกลโคเลตลิแกนด์ที่สังเคราะห์ได้มีความสามารถในการดูดซับตะกั่วไอออนได้ในสภาวะที่เป็นกรด

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

การสังเคราะห์ไทโอไกลโคลิกลิแกนด์บนโครงร่างของพอลิเมอร์ธรรมชาติ ใช้สายโซ่หลักคือแป้ง โดยนำมาทำกราฟโคพอลิเมอร์กับมอนอเมอร์ร่วม ([AA]:[AM] ในอัตราส่วนโดยโมล 0.6:0.4) ด้วยวิธีโฟมพอลิเมอไรเซชัน จากนั้นนำ g[AA]:[AM] ที่สังเคราะห์ได้มาทำปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก โดยใช้กรดซัลฟุริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 70 ^{0}ซ เป็นเวลา 10 ชม. 24ชม. และ30 ชม. แล้วตรวจสอบหาหมู่ที่มีคุณลักษณะเฉพาะโดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตสโคปีพบไหล่แถบที่เลขคลื่น 2550 ซม.$^{-1}$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ S-H stretching แต่เมื่อทดสอบโดยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีไม่พบแถบที่เลขคลื่น 2550 ซม.$^{-1}$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ S-H stretching จึงสรุปได้ว่าการเข้าทำปฏิกิริยาของหมู่คาร์บอนิลของกรดไทโอไกลโคลิกกับหมู่ไฮดรอกซีของ g[AA]:[AM] ได้ค่อนข้างยากและต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยานาน เนื่องจาก สายโซ่ของ g[AA]:[AM] มีหมู่คาร์บอกซิเลตของพอลิโซเดียมอะคริเลตและหมู่เอไมด์ของพอลิอะคริลาไมด์เกะกะทำให้การเข้าทำปฏิกิริยาได้ยาก และเนื่องหมู่ไฮดรอกซีที่ว่องไวในโมเลกุลของแป้งเหลืออยู่จำนวนน้อยจึงทำการปรับปรุงการทดลองใหม่โดยจะทำการเพิ่มหมู่ไฮดรอกซี 2 วิธีคือ

1.โดยการเพิ่มหมู่ไฮดรอกซีให้กับ g[AA]:[AM] โดยทำเอสเทอริฟิเคชัน 2 ขั้นตอน คือขั้นตอนที่ 1 ทำปฏิกิริยากับ 1,5-เพนเทนไดออลเพื่อเปลี่ยนหมู่คาร์บอกซิเลตเป็นหมู่เพนทิลออลอะคริเลต (pentylol acrylate) ขั้นตอนที่ 2 นำมาทำปฏิกิริยากับไทโอไกลโคลิก-ปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก โดยใช้กรดซัลฟุริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 70 ^{0}ซ จากนั้นนำมาตรวจสอบหาหมู่ที่มีคุณลักษณะเฉพาะโดยใช้เทคนิครามาน-สเปกโตรสโคปีไม่พบแถบที่เลขคลื่น 2550 ซม.$^{-1}$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ S-H stretching ทั้งนี้เนื่องมาจากเพนทิลออลอะคริเลตเป็นสายโซ่ที่ยาวทำให้เกิดความเกะกะทำให้โอกาสของหมู่ไฮดรอกซีเข้าทำปฏิกิริยากับกรดไทโอไกลโคลิกได้ยาก และหมู่ไฮดรอกซีของ1,5-เพนเทน-ไดออลเข้าทำปฏิกิริยาทั้งสองข้างทำให้เกิดการเชื่อมโยง และหมู่ไฮดรอกซีที่เหลืออยู่ขาดความว่องไวในการทำปฏิกิริยา

2.เปลี่ยนมอนอเมอร์ร่วมของกราฟท์โคพอลิเมอร์เป็น[AA]:[VAc] (โดยใช้อัตราส่วนโดยโมล 0.8:0.2) จากนั้นทำการเปลี่ยนหมู่อะซิทิลของ g[AA]:[VAc] ให้เป็นหมู่ไฮดรอกซีโดยปฏิกิริยาทรานเอสเทอริฟิเคชันนำมาทำปฏิกิริยากับไทโอไกลโคลิกปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันกับกรดไทโอไกลโคลิก โดยใช้กรดซัลฟูริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70 ^{0}ซ พบว่าสามารถสังเคราะห์ให้เกิดไทโอไกลโคเลตลิแกนด์โดยนำมาตรวจสอบหาหมู่ที่มีคุณลักษณะเฉพาะโดยใช้เทคนิครามานสเปกโตรสโคปีพบแถบที่เลขคลื่น 2575 ซม.$^{-1}$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ S-H stretching ที่เลขคลื่น 1690 ซม.$^{-1}$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ C=O stretching ที่เลขคลื่น 1150 ซม.$^{-1}$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของหมู่ C-O stretching

จากการนำไทโอไกลโคเลตลิแกนด์บนโครงร่างของ g[AA]:[VAc] ที่สังเคราะห์ได้มาทำการวิเคราะห์หาความสามารถในการดูดซับตะกั่วไอออน พบว่าสามารถดูดซับตะกั่วไอออนได้ในสภาวะที่เป็นกรด

ข้อเสนอแนะ

1.ควรศึกษาวิธีการสังเคราะห์ไทโอไกลโคเลตติลิแกนด์ใหม่โดยเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น กรดพารา-โทลูอีนซัลฟูริก (p-toluenesulfunic acid)

2.ควรดำเนินการวิจัยต่อไปในแง่ของการใช้งานในอุตสาหกรรม โดยคำนึงถึงต้นทุนการผลิตและแก้ไขข้อบกพร่องที่จะเกิดขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณการผลิต เพื่อพัฒนาสู่การดำเนินการทางธุรกิจต่อไป

3.ศึกษาสภาวะของการดูดซับไอออนโลหะของไทโอไกลโคลิกลิแกนด์ เช่น ความเป็นกรดด่าง(pH) อุณหภูมิ อัตราการดูดซับ

4.ควรศึกษาความสามารในการดูดซับไอออนโลหะชนิดต่างๆ เช่น Hg(II) Bi(II) Ag (II)

5.ควรศึกษาหาการนำโลหะที่ถูกดูดซับกลับมาใช้ใหม่

บรรณานุกรม

1. Calmon, C. J. Am.Water work. Assoc. , 73 , 1981 , 652-656
2. Encyclopedia of science and Technology , McGraw - Hill Inc. , (3) , 1971 , p 363-381
3. Moyers, E.M. and Fritz, J.S., " Separation of Metal Ions Using a Hexylthioglycolate Resin " Anal. chem. ,48 , 1976 , 1117-1120
4. Phillips, R.J. and Fritz, J.S., " Chromatography of Metal Ions with a thioglycolate chelating Resin " Anal. chem. , 50 , 1978 , 1504-1511
5. Liu, C. and Sun, P., " Preparation and analytical Application af a new Chelating Ion Exchang Resin Containing Thioglycalic acid " , J. Chiness Chem. Soc. , 28 , 1981 , 75-81
6. Mellor, D.P. and DneYer, F. P. Chelating Agent and Metal Chelates. , Academic Press , New York , 1964 , 95- 141
7. Hodgkin, J.H. Chem. Ind. 3 , 1979 , 153-156
8. Martel, A. E. Pure Appl. Chem. 44, 1975 , 81-113
9. Zhang, B. W. ; Zhang , Y. ; Grate, M. and Kettrup, A. Reactive Polymer 22, 1994 , 115-125
10. Patel, D. K.; Patel, C. G. and Parmar, J. S. Aie angewandte Makromolekulare chemie. , 210, 1993
11. Weiping, L. ; Ruowen, F. ; Yun, L. and Hanmin, Z. Reactive Polymers , 22 , 1994 , 1-8
12. Syamal, A. and Singh, M. M. Reactive Polymers , 21 , 1993
13. Gowa, C. O. and Hudson, M. J. Hydrometallurgy , 49 , 1977 , 418-423
14. Moyers, E. M. and Fritz, J. S. Anal. chem. , 49 , 1977 , 418-423

15. Colella, M. B. ; Siggia, S. and Barnes, R. M. Anal. chem. , 52 , 1980 , 967-972

16. Astheimer, L. ; Schenk, H. J. ; Witte, E. G. and Schwochau, K. Separation science and Technology. , 18(4) , 1983 , 307-339

17. Zhang, B.W. ; Fischer, K. ; Bienick, D. and Kettrup, A. Reactive Polymer. 20 , 1993 , 207-216

18. Eldib, I. A. U.S. pat 3,629,121 1971

19. Khalil, M. I. and Cairo, S. F. D. Starch/ Starke , 46 , 1994 , 17-22

20. Qin, Y. J. Appl Polym Sci , 49 , 1993 , 727-731

21. Fischer, H. J. and Lieser Aie angewandte Makromolekulare chemie. , 208 , 1993 , 138-150

22. RayFord, W. E. ; Wing, R. E. and Doane, W. M. J. Appl Polym Sci , 24 , 1979 , 105-113

23. Marchant, W. N. Environ. Sci. Techn. , 8(12) , 1974 , 993-996

24. Swanson, C. L. ; Wing, R. E. ; Doane, W. M. and Russell, C. R. Environ. Sci. Techn. , 7(7) , 1973 , 614-619

25. Zhang, L. " Polymerization Processes and Products " E.P. Pat 0,356,242 A2 Aug. 24 , 1989

26. Kascohin, K. " Processes for Producting highly water absorptive Polymer " E.P. Pat 0,280,541 A2 Feb. 25 , 1988

27. Reyes, Z. and Russell, C. R. E.P. Pat 3,518,176 May 13 , 1979

28. กมล วัจนละญาณ และสามารถ กนกพิทยานนท์"โคพอลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติดูดซับน้ำ: การศึกษาวิธีการสังเคราะห์โคพอลิเมอร์แบบใหม่ในระดับห้องทดลอง " วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

29. George, F. F. and William, M. D. " Grafter starchs " US. Department of Agriculture

30. Zhang, L. " Graft copolymers " E.P. Pat 0,356,241 A2 Aug. 24, 1989

31. Mitsubichi Petrochemical Comp, Ltd. " Processes for Producting highly absorptive Polymer " E.P. Pat 0,280,541 Aug.31 , 1989

32. ดร. ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์ เคมีพอลิเมอร์พื้นฐาน หน้า 198-200

33. Philips, G. K. U.S. Pat 4,212,784 1979

34. Hidetoshi, S. " Production of Polyacrylic acid Metallic Salt " J.P. Pat 02,153,905 1990

35. Hunkeler, D. " Mechamism and Kinetic of the Persulfate Initiated Polymerisation of Acrylamide " Macromolacules , 24(1991) : 2163

36. Feng, X. ; Guo, X. and Qui, K. " Studied on the Initiation Mechanism of Persulfate / Aliphatic Seconadary Amine in Vinyl Polymerisation " Poly. Bull. 19(1987) : 19

37. ดร. ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์ เคมีอินทรีย์พื้นฐาน หน้า 256

38. Morrison and Boyd <u>Organic Chenistry.</u> , 3 rd ed. , 682