พุธิตา เกศศรีพงษ์ศา : การกราฟท์พอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ลงบนฟิล์มรูพรุนของไนลอนด้วยเทคนิคการสังเคราะห์โดยใช้ไมโครเวฟช่วยสำหรับการใช้งานทางด้านการเปิดปิดของเกทที่ตอบสนองต่อความร้อน (GRAFTING OF POLY(*N*-ISOPROPYLACRYL-AMIDE) (PNIPAM) ONTO NYLON POROUS FILM VIA MICROWAVE-ASSISTED POLYMERIZATION FOR THERMO-RESPONSIVE GATING APPLICATION) อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ตติยา ตรงสถิตกุล, 100 หน้า

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อกราฟท์พอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ลงบนไนลอนเมมเบรนโดยการใช้อาร์กอนพลาสม่าสร้างอนุมูลอิสระบนพื้นผิวและใช้ไมโครเวฟช่วยในการให้ความร้อนเพื่อกระตุ้นให้เกิดการกราฟท์ งานวิจัยนี้ประกอบด้วยการศึกษาตัวแปรในขั้นตอนของการใช้ไมโครเวฟเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการกราฟท์ จากนั้นศึกษาผลของปริมาณการกราฟท์และโครงสร้างที่แตกต่างกันของพอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติในการตอบสนองต่อความร้อนของเมมเบรน รวมไปถึงประสิทธิภาพในการเป็นเกทเปิด-ปิดสำหรับการซึมผ่านของน้ำ ในการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ มีตัวแปรที่สำคัญได้แก่ กำลังไฟและเวลาในการฉายรังสีของไมโครเวฟโดยศึกษาในช่วง 100 ถึง 800 วัตต์ และระยะเวลา 5 ถึง 15 นาที ตามลำดับ ในการหาปริมาณการกราฟท์จากการชั่งน้ำหนักพบว่า การกราฟท์จะเกิดขึ้นเมื่ออุณหภูมิมากกว่า 85 องศาเซลเซียสและปริมาณการกราฟท์จะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้นซึ่งเป็นผลมาจากกำลังไฟและเวลาในการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามจากการศึกษาลักษณะโครงสร้างในระดับไมโครเมตรของเมมเบรนที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบการเสียสภาพของเมมเบรนเมื่อผ่านการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟภายใต้กำลังไฟ 800 วัตต์เป็นเวลา 15 นาที เนื่องมาจากความร้อนที่สูงเกินอุณหภูมิที่เมมเบรน สามารถใช้งานได้ ดังนั้นเพื่อป้องกันการเสียสภาพของเมมเบรน การกราฟท์ด้วยไมโครเวฟที่กำลังไฟ 800 วัตต์ และเวลา 10 นาที จึงถูกเลือกเป็นสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการกราฟท์ครั้งนี้

ในการศึกษาผลของปริมาณและโครงสร้างของพอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ที่ถูกกราฟท์บนเมมเบรน โดยใช้สารละลายของมอนอเมอร์ที่มีการเติมและไม่เติมตัวเชื่อมขวาง มีความเข้มข้นของเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์มอนอเมอร์จาก 2 3 5 7 ถึง 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าปริมาณมอนอเมอร์ที่เพิ่มขึ้นส่งผลต่อปริมาณการกราฟท์ที่เพิ่มขึ้น พอลิเมอร์ที่ถูกกราฟท์ส่วนใหญ่จะอยู่บนพื้นผิวนอกและทางเข้าของรูพรุนบนเมมเบรน โดยมีความหนามากขึ้นและสังเกตได้ชัดเจนยิ่งขึ้นเมื่อปริมาณการกราฟท์เพิ่มสูงขึ้น ส่วนในการเติมสารเชื่อมขวางนั้นจะทำให้โครงสร้างของสายโซ่พอลิเมอร์ที่ถูกกราฟท์มีลักษณะเป็นร่างแหเชื่อมโยงกัน สำหรับประสิทธิภาพในการทำ

หน้าที่เป็นเกทปิดเปิดควบคุมการผ่านเข้าออกของน้ำจะถูกทดสอบจากการวัดฟลักซ์ของน้ำที่ซึมผ่านเมมเบรนโดยทดสอบทั้งการไหลแบบขนานและแบบตั้งฉากกับเมมเบรน เมื่ออุณหภูมิของน้ำมีการเปลี่ยนแปลงอยู่ในช่วง 25 ถึง 45 องศาเซลเซียส เมื่อปริมาณการกราฟท์เพิ่มขึ้น ฟลักซ์ของน้ำที่วัดได้จะมีค่าลดลงเนื่องมาจากพอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ถูกกราฟท์ลงบนพื้นผิวทางเข้าและภายในของรูพรุน ทำให้ขนาดของรูพรุนเล็กลง น้ำจึงซึมผ่านได้น้อยลง อย่างไรก็ตามเมื่อปริมาณการกราฟท์สูงมากเกินไป พอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ที่ถูกกราฟท์จะไม่สามารถทำหน้าที่เป็นเกทเปิดปิดได้ เนื่องจากพอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ไปอุดตันทางเข้าของรูพรุนบนเมมเบรน ในการศึกษาผลของโครงสร้างของพอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ 2 แบบได้แก่ โครงสร้างแบบเส้นกับโครงสร้างแบบร่างแห จากการเปรียบเทียบที่ปริมาณการกราฟท์เท่ากันพบว่าโครงสร้างแบบเส้นมีสมบัติในการเป็นเกทควบคุมการเปิดปิดได้ดีกว่า ในช่วงอุณหภูมิการละลายวิกฤตของพอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์ที่ 32 องศาเซลเซียส เนื่องจากปลายสายโซ่พอลิเมอร์พอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์มีอิสระสามารถตอบสนองต่อการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิได้อย่างรวดเร็ว ในขณะที่โครงสร้างแบบร่างแหตอบสนองต่ออุณภูมิของน้ำได้ช้าและน้อยมาก นอกจากนี้ในการทดสอบประสิทธิภาพในการใช้ซ้ำได้ โดยนำเมมเบรนของโครงสร้างพอลิเมอร์ทั้งสองแบบที่มีสัมประสิทธิ์ในการทำหน้าที่เป็นเกทเปิดปิดสูงสุด ไปทำการทดสอบการไหลผ่านของน้ำที่อุณหภูมิ 25 และ 40 องศาเซลเซียส วนซ้ำ 10 รอบพบว่าพอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์เกทแบบเส้นสามารถนำไปใช้ซ้ำได้ ถึงแม้ในจำนวนรอบที่มากขึ้น จะทำให้ฟลักซ์ลดลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับโครงสร้างแบบร่างแหที่มีฟลักซ์ลดลงอย่างมากจนมีค่าเข้าใกล้ศูนย์ในจำนวนรอบที่น้อยซึ่งสามารถสังเกตเห็นได้ชัดเจนจากการทดสอบด้วยการไหลของน้ำแบบขนาน

ในการนำเมมเบรนฉลาดนี้ไปประยุกต์ใช้งานสำหรับการแยกน้ำและน้ำมันในระบบอิมัลชั่น จากการศึกษาพบว่าเมมเบรนมีความสามารถในการแยกอิมัลชันของน้ำมันในน้ำได้อย่างดีเยี่ยม เมื่อเปรียบเทียบผลของโครงสร้างพอลิเอนไอโซโพรพิลอะคริเอไมด์เกทกับปริมาณการกราฟท์พบว่า ปริมาณการกราฟท์เป็นปัจจัยหลักที่มีอิทธิพลต่อกระบวนการแยก โดยการเพิ่มขึ้นของปริมาณการกราฟท์จะส่งผลให้ประสิทธิภาพในการแยกดีขึ้น โดยสามารถแยก 5 เปอร์เซ็นต์ของน้ำมันมะกอกในน้ำได้ประสิทธิภาพสูงถึง 99.66 เปอร์เซ็นต์ ด้วยเหตุนี้ เมมเบรนฉลาดที่ได้จากการศึกษาครั้งนี้จึงเป็นตัวเลือกหนึ่งที่มีประสิทธิภาพในการใช้แยกน้ำและน้ำมันออกจากกันได้ อีกทั้งกระบวนการสังเคราะห์เมมเบรนดังกล่าวที่ได้จากงานวิจัยนี้ยังถือเป็นวิธีการแบบใหม่ที่ลดการใช้สารเคมีอันตราย รวดเร็ว ประหยัดพลังงานและเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์

สาขาวิชา วิศวกรรมพอลิเมอร์ ลายมือชื่อนักศึกษา พุธิตา เกตุสุวงษ์ดี

ปีการศึกษา 2562 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา T. Trongpatkul

PUTITA KATESRIPONGSA : GRAFTING OF POLY(*N*-ISOPROPYLACRYLAMIDE) (PNIPAM) ONTO NYLON POROUS FILM VIA MICROWAVE-ASSISTED POLYMERIZATION FOR THERMO-RESPONSIVE GATING APPLICATION. THESIS ADVISOR : ASST. PROF. TATIYA TRONGSATITKUL, Ph.D., 100 PP.

POLY(*N*-ISOPROPYLACRYLAMIDE)/THERMO-RESPONSIVE POLYMER MICROWAVE-ASSISTED POLYMERIZATION/OIL-WATER SEPARATION POROUS NYLON-6 (N6) MEMBRANE

The purpose of this work was to graft PNIPAm onto Nylon membrane using plasma peroxide technique coupled with microwave-assisted polymerization method. Effect of key parameters including microwave output power and irradiation time on grafting performance were investigated. For grafting optimization, the output power and time of microwave irradiation were varied from 100-800 watts and 5-15 minutes, respectively. The effective grafting yield was achieved when the grafting temperature up to 85°C. Microstructures of the PNIPAm grafted Nylon membrane from Scanning electron microscope (SEM) revealed the membrane fracture after microwave irradiation under 800 watts for 15 minutes. This was attributed to over heat to above the service temperature of the Nylon membrane (135°C). Therefore, the microwave irradiation under 800 watts for 10 minutes was the optimum condition for this grafting technique. Effect of grafted PNIPAm structure and grafting yield on thermo-responsive gating characteristics were investigated. Using the optimum condition for microwave irradiation, monomer concentration was varied from 2, 3, 5, 7, to 10 wt% with and without crosslinker. When NIPAm content increasing, the grafting yield increased in

both PNIPAm structures. The grafted PNIPAm chains located mainly on the top surface and the pore entrance of the membrane. The PNIPAm chains also grafted on the inner pore surface when grafting yield increasing. The thermo-responsive gating performance was achieved from the water permeation experiment. The water flux control ability of temperature response in the range of 25-45°C was measured under 100 kPa of operating pressure in cross-flow and direct flow. When the grafting yield increasing, the water flux decreased because of smaller pore sizes. At the same grafting yield, the linear PNIPAm gate effectively opened and closed across the lower critical solution temperature (LCST) of PNIPAm (32°C). The linear PNIPAm chains with free ends could respond quickly to the feedwater temperature. While the crosslinked PNIPAm network structure was compact and slowly responded to the temperature. In addition, the repeatability linear and crosslinked PNIPAm grafted membranes were investigated. Both in cross flow and direct flow, the linear PNIPAm gate was the stable and repeatable thermo-responsive open-close switch performance. Compared to the crosslinked PNIPAm structure, water flux was nearly zero in fast within a small number of the run in the cross-flow mode.

In the application of this smart membrane, the efficiency of oil-water separation was investigated. The linear grafted membrane was able to separate the oil in water emulsions with high efficiency of 99.7%. Therefore, this smart membrane was a good choice for oil-in-water emulsion separation. In addition, the novel grafting technique was also considered green and rapid synthesis which brought a new possibility to fabricate more smart membranes for other applications.

School of Polymer Engineering — Student's Signature พิชชา แก้วศรีพงษ์ชัย

Academic Year 2019 — Advisor's Signature T. Trongpatikul