

วิธีการสังเคราะห์ไฮโดรเจลจากไคโตซานโพลีเอทิลีนไกลคอลอย่างง่ายโดยการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ

A Facile Synthesis of Chitosan-Based Hydrogel Using Microwave-Assisted Irradiation

ยศเนศ ทศนภักดิ์ (Yosthanase Tassanapukdee)* ดร.เกรียงศักดิ์ ส่งศรีโรจน์ (Dr.Kriangsak Songsrirote)**

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เสนอวิธีการสังเคราะห์ไฮโดรเจลจาก Chitosan/Polyvinyl alcohol/ Polyvinylpyrrolidone (CS/PVA/PVP) โดยใช้คลื่นไมโครเวฟเป็นแหล่งพลังงานกระตุ้นให้เกิดเป็นโครงสร้างสามมิติขึ้น เพื่อประยุกต์ใช้ในการดูดซับไอออนของโลหะหนัก โดยอัตราส่วนของ CS:PVA:PVP ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ คือ 0.3:0.6:0.3 กรัม ตามลำดับ โดยใช้เอพิคลอโรไฮดรินเป็นสารเชื่อมขวางภายใต้การให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ เป็นเวลา 3 นาที พบว่าประสิทธิภาพในการบวมน้ำ (Swelling degree) และสัดส่วนความเป็นเจล (Gel fraction) ของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ขึ้นมีค่าเท่ากับ 1627.4% และ 22.96% ตามลำดับ แสดงให้เห็นถึงความสามารถในการดูดซับสารละลายที่ดีของวัสดุ ซึ่งเป็นการเพิ่มโอกาสที่ไอออนของโลหะหนักจะถูกดูดซับและเกิดอันตรกิริยากับหมู่ฟังก์ชันในโครงสร้างของไฮโดรเจลด้วย นอกจากนี้ผู้วิจัยได้ศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ไฮโดรเจล เพื่อใช้ในการทำนายโครงสร้างของไฮโดรเจล และการเกิดอันตรกิริยาระหว่างไฮโดรเจลกับไอออนของโลหะหนักอีกด้วย โดยไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ขึ้นนี้มีคุณสมบัติที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สามารถย่อยสลายได้ง่ายตามธรรมชาติ และการใช้คลื่นไมโครเวฟสามารถช่วยลดระยะเวลาและพลังงานในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลได้อย่างมาก

ABSTRACT

This work presents the method for Chitosan/ Polyvinyl alcohol/ Polyvinylpyrrolidone (CS/PVA/PVP) hydrogel synthesis using microwave-assisted irradiation to initiate and accelerate three dimensional structure formation. The optimum ratio of CS:PVA:PVP was 0.3:0.6:0.3 g, respectively. Epichlorohydrin was used as cross-linking agent under 600 W of microwave irradiation for 3 minutes. Gel swelling degree and gel fraction of the synthesized hydrogel were 1627.4% and 22.96%, respectively. High swelling degree represents high solution adsorption efficiency which results in more opportunity between heavy metal ions and functional groups on the surface of hydrogel structure to interact effectively. In addition, reaction mechanism of the hydrogel formation was studied to elucidate its functional groups and interaction with heavy metal ions. The obtained hydrogel showed the properties of environmental friendly and biodegradable material. Moreover, the application of microwave-assisted irradiation offered short reaction time and low energy consumption for hydrogel synthesis.

คำสำคัญ: ไฮโดรเจล ไคโตซาน ไมโครเวฟ

Keywords: Hydrogel, Chitosan, Microwave

* นิสิต หลักสูตรการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

** ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

บทนำ

ไคโตซาน (Chitosan ; CS) เป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติน่าสนใจในการนำไปประยุกต์ใช้ประโยชน์ที่หลากหลาย เช่น สารนำส่งยา แผ่นปิดแผล (Liu et al., 2018) และคอนแทคเลนส์ (Xin-Yuan, Tian-Wei , 2004) รวมถึงการสังเคราะห์เป็นไฮโดรเจล ซึ่งเป็นโครงสร้างร่างแหสามมิติที่ประกอบด้วยพอลิเมอร์ที่ชอบน้ำ (hydrophilic) ทำให้สามารถดูดซับน้ำได้ปริมาณมาก ทั้งนี้เนื่องจากไคโตซานประกอบด้วยอนุพันธ์ของไคตินที่มีหมู่ฟังก์ชันจำพวกไฮดรอกซิลและอะมิโนจำนวนมากบนสายโซ่หลักของโครงสร้างที่สามารถเกิดการคีเลตกับไอออนโลหะหนักได้ดี (H.P.S et al., 2016) โดยไคตินเป็นองค์ประกอบหลักของเปลือกกุ้ง กุ้ง และกระดองปู ส่งผลให้ไคโตซานในประเทศไทยมีราคาถูก เนื่องจากประเทศไทยมีการผลิต และการส่งออกอาหารทะเลรายใหญ่ของโลก (สำนักงานส่งเสริมวิสาหกิจขนาดกลางและขนาดย่อม, 2551) จึงทำให้ประเทศไทยมีเปลือกของสัตว์เหล่านี้ซึ่งเป็นแหล่งของไคตินจำนวนมาก อย่างไรก็ตาม ถึงแม้ว่าไคโตซานจะมีข้อดีในแง่ของหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดการคีเลตกับไอออนโลหะหนักได้ จากการศึกษาพบว่าประสิทธิภาพในการดูดซับไอออนโลหะหนักด้วยไฮโดรเจลของไคโตซานนั้นมีค่าที่ต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับไฮโดรเจลชนิดอื่นๆ (Li et al., 2015)

กระบวนการสำหรับการสังเคราะห์ไฮโดรเจลสามารถทำได้หลายวิธี (Gulrez et al., 2011) โดยการสังเคราะห์ไฮโดรเจลจากการกระตุ้นด้วยคลื่นไมโครเวฟเป็นวิธีที่น่าสนใจ เนื่องจากมีข้อดีหลายอย่าง เช่น จากงานวิจัยของ (Baia et al., 2018) พบว่าสามารถเพิ่มประสิทธิภาพและลดเวลาในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลได้ เช่นเดียวกับงานวิจัยของ (Cook et al., 2012) ซึ่งสามารถสังเคราะห์ไฮโดรเจลโดยการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟที่สามารถบวมน้ำได้ดี นอกจากนี้ไมโครเวฟยังเป็นแหล่งพลังงานสะอาดที่มีราคาไม่แพง การทำงานไม่ซับซ้อนและมีความปลอดภัยสูง ทำให้สามารถเข้าถึงการใช้งานได้ง่าย

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ในการพัฒนาวัสดุไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ง่าย เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและมีคุณสมบัติในการดูดซับสารละลายได้ปริมาณมาก โดยใช้สารตั้งต้นเป็นไคโตซานร่วมกับ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl Alcohol ; PVA) และพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (Polyvinyl Pyrrolidone ; PVP) แล้วกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันด้วยการให้ความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟ

วัตถุประสงค์การวิจัย

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษากระบวนการใช้ไมโครเวฟในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลจากไคโตซาน PVA และ PVP รวมถึงศึกษาคูสมบัติทางกายภาพ และเอกลักษณ์ของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล

วิธีการวิจัย

1. การศึกษาสถานะในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลจากพอลิเมอร์ CS PVA และ PVP

ละลายไคโตซานด้วยสารละลายกรดซิตริกและทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาเติม PVP PVA และสารเชื่อมขวางแล้วคนให้เข้ากัน ก่อนนำสารละลายที่ได้ไปให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำแผ่นฟิล์มที่เกิดขึ้นไปแช่ในสารละลาย 0.15 M NaHCO₃ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อปรับ pH ของไฮโดรเจลให้เป็นกลาง จากนั้นจึงนำเจลที่ได้ไปปรับ pH จนเป็นกลางด้วยน้ำกลั่น แล้วนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นทำการศึกษาคูสมบัติการบวมได้ของเจลและสัดส่วนความเป็นเจล เพื่อเลือกสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ต่อไป

โดยปัจจัยต่าง ๆ ที่ทำการศึกษาในการสังเคราะห์ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ที่ส่งผลต่อคุณสมบัติการบวมได้ของเจลและสัดส่วนความเป็นเจล ดังแสดงในตาราง 1

ตารางที่ 1 ปัจจัยและช่วงการศึกษาในการทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล โดยการใช้คลื่นไมโครเวฟ

ปัจจัยที่ศึกษา	ช่วงการศึกษา
ชนิดของสารเชื่อมขวาง (Crosslinking agent)	อีพิกลอรไฮดริน และ ไตรโซเดียมซีเตรท
อัตราส่วนที่เหมาะสมของ PVP และ PVA	0.15:0.75 และ 30.0:60.0 45.0:45.0 60.0:30.0 (กรัม/กรัม) 15.0:75.0
อัตราส่วนที่เหมาะสมของโคโตซานและกรดซิตริก	0.10:1.80 80.1:30.0 40.2:10.0 และ 4.2:30.00 (กรัม/กรัม)
กำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟในการให้ความร้อน	500 600 และ 700 วัตต์
ระยะเวลาในการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ	3 5 7 และ 10 นาที

2. การทดลองเพื่อศึกษาคุณสมบัติและเอกลักษณ์ของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล

2.1 การศึกษาคุณสมบัติของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล

2.1.1 การตรวจสอบคุณสมบัติความเป็นเจล (Gel fraction)

ความเป็นเจลเป็นค่าที่บอกถึงความสมบูรณ์ของการเกิดเป็นเจล สามารถหาค่าได้ โดย การชั่งน้ำหนักแห้งของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ก่อนและหลังการทำให้บวมน้ำอ้อมตัวเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังสมการ ดังนี้ (Gulrez et al., 2011)

$$\text{ความเป็นเจล} = \frac{\text{น้ำหนักของไฮโดรเจลแห้งหลังการบวมน้ำ}}{\text{น้ำหนักไฮโดรเจลแห้งก่อนการบวมน้ำ}} \times 100$$

2.1.2 การตรวจสอบคุณสมบัติการบวมได้ของไฮโดรเจล (Swelling degree)

การบวมได้ของไฮโดรเจลบอกถึงความสามารถของไฮโดรเจลในการดูดซับน้ำ สามารถหาค่าได้โดย การชั่งน้ำหนักแห้งของไฮโดรเจล (ที่ผ่านกระบวนการชะล้างสารที่ไม่เกิดปฏิกิริยาเป็นโครงสร้างของไฮโดรเจลออก) แล้วหาผลต่างน้ำหนักเมื่อทำให้ไฮโดรเจลนั้นเกิดการบวมน้ำอ้อมตัว ตามสมการดังนี้ (Gulrez et al., 2011)

$$\text{การบวมได้ของไฮโดรเจล} = \frac{\text{น้ำหนักของไฮโดรเจลบวมน้ำอ้อมตัว} - \text{น้ำหนักไฮโดรเจลแห้ง}}{\text{น้ำหนักไฮโดรเจลแห้ง}} \times 100$$

2.2 การศึกษาเอกลักษณ์ของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล

2.2.1 การศึกษาโครงสร้างของไฮโดรเจลด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy

ในงานวิจัยนี้เทคนิคที่ใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของไฮโดรเจลคือ Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) โดยเลือกใช้ transmittance และ attenuated reflection mode ซึ่งช่วง wave numbers ที่เลือกใช้ในการตรวจวัดคือ 500 ถึง 4000 cm^{-1}

2.2.2 การศึกษารูพรุนของไฮโดรเจลด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope

ใช้ scanning electron microscope (SEM) เพื่อศึกษาสัณฐานภาพตัดขวางของไฮโดรเจลที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น โดยก่อนนำไปตรวจวัดไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ขึ้นจะถูกทำให้แห้งภายใต้สภาวะสุญญากาศ

ผลการวิจัย

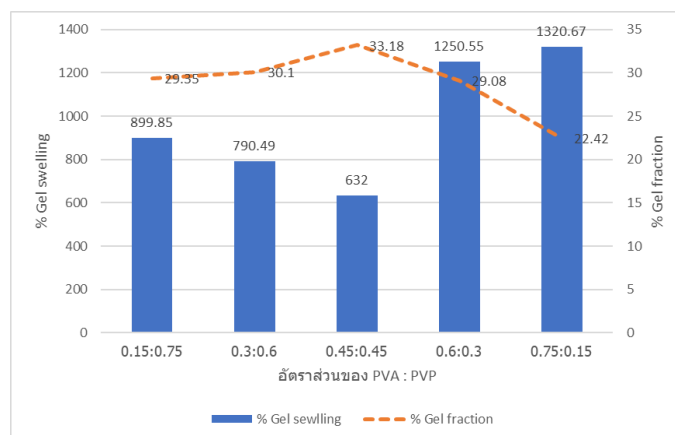
1 การทดลองการสังเคราะห์ไฮโดรเจลจากพอลิเมอร์ CS PVA และ PVP โดยการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วยเร่งปฏิกิริยา

1.1 ผลของชนิดของสารเชื่อมขวาง (Crosslinking agent) ต่อคุณสมบัติของไฮโดรเจล

จากการทดลองสังเคราะห์ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ได้ทำการศึกษาชนิดของสารเชื่อมขวาง 2 ชนิด ได้แก่อีพิกลอโรไฮดรินและไตรโซเดียมซิเตรท ซึ่งพบว่าผลิตภัณฑ์จากการใช้ไตรโซเดียมซิเตรทเป็นสารเชื่อมขวางไม่สามารถขึ้นรูปเป็นไฮโดรเจลได้ เนื่องจากสารละลายไตรโซเดียมซิเตรทซึ่งมีฤทธิ์เป็นเบสส่งผลให้ความสามารถในการละลายของไคโตซานลดลง ซึ่งไคโตซานจะสามารถละลายได้ดีในสภาวะที่เป็นกรด ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกใช้อีพิกลอโรไฮดรินเป็นสารเชื่อมขวางในการสังเคราะห์ไฮโดรเจล เพราะไม่มีผลต่อการละลายของไคโตซานและยังขึ้นรูปเป็นไฮโดรเจลได้ดี

1.2 ผลของอัตราส่วนระหว่าง PVP และ PVA ต่อคุณสมบัติของไฮโดรเจล

จากผลการทดลองดังแสดงในภาพประกอบ 1 พบว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนของ PVA:PVP เท่ากับ 0.75 : 0.15 มีค่าร้อยละการบวมน้ำที่สูงที่สุด (1320.67%) แต่มีลักษณะทางกายภาพที่อ่อนและฉีกขาดง่าย ดังนั้นจึงไม่เหมาะสมต่อการนำมาใช้งาน ส่วนอัตราส่วน 0.15:0.75 0.3:0.6 และ 0.45:0.45 ถึงแม้จะมีค่าความเป็นเจลที่สูง แต่การที่ค่าการบวมน้ำมีค่าน้อยจึงอาจส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพในการดูดซับไอออนของโลหะหนักได้ ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกอัตราส่วน 0.6:0.3 เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล เนื่องจากมีค่าการบวมน้ำและค่าความเป็นเจลที่สูง รวมถึงลักษณะทางกายภาพของเจลที่สังเคราะห์ได้ เหมาะสมต่อการนำไปใช้งานได้จริง

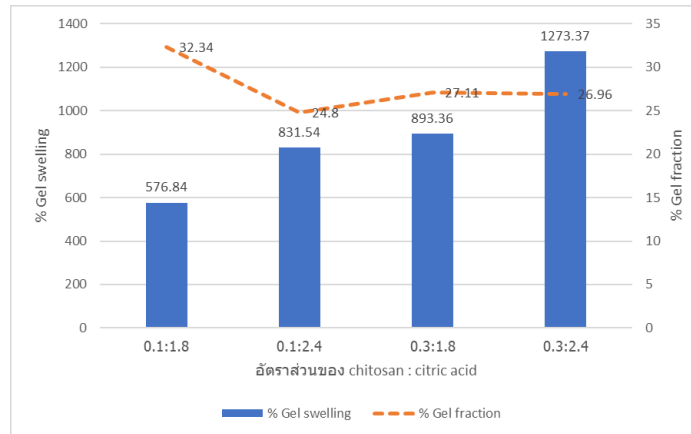


ภาพที่ 1 แสดงค่าร้อยละการบวมได้ของเจลและร้อยละความเป็นเจลของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ที่อัตราส่วนของ PVA : PVP แตกต่างกัน เมื่อใช้ไคโตซาน 0.3 กรัม

1.3 ผลของอัตราส่วนระหว่างไคโตซานและกรดซิตริกต่อคุณสมบัติของไฮโดรเจล

จากผลการทดลองดังแสดงในภาพประกอบ 2 พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของไคโตซานจะทำให้ค่าการบวมได้ของเจลและค่าความเป็นเจลเพิ่มขึ้น แต่การเพิ่มสัดส่วนของกรดซิตริกเมื่อกำหนดให้สัดส่วนของไคโตซานคงที่จะส่งผลทำให้ค่าความเป็นเจลลดลง ซึ่งไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนของ ไคโตซาน:กรดซิตริก เท่ากับ 0.30 : 2.40 มีค่าร้อยละการบวมน้ำที่สูงที่สุด (1273.37%) แต่มีลักษณะทางกายภาพที่อ่อนและฉีกขาดง่าย ดังนั้นจึงไม่

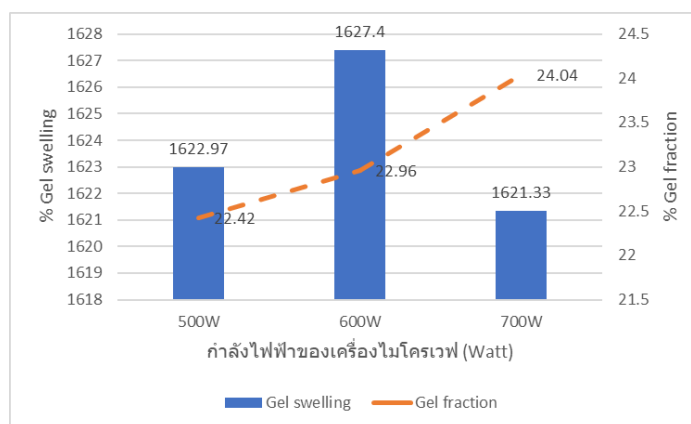
เหมาะสมต่อการนำมาใช้งาน ส่วนอัตราส่วน 0.10:1.80 ถึงแม้จะมีค่าความเป็นเจลที่สูง แต่การที่ค่าการบวมน้ำมีค่าน้อย อาจส่งผลต่อประสิทธิภาพในการดูดซับไอออนของโลหะหนักได้ ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกอัตราส่วน 0.30:1.80 เป็นอัตราส่วนที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล เนื่องจากมีค่าการบวมน้ำและค่าความเป็นเจลที่สูง รวมถึงลักษณะทางกายภาพของเจลที่สังเคราะห์ได้ เหมาะสมต่อการนำไปใช้งานได้จริง



ภาพที่ 2 แสดงค่าร้อยละการบวมได้ของเจลและร้อยละความเป็นเจลของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ที่อัตราส่วนของ chitosan : citric acid แตกต่างกัน เมื่อใช้อัตราส่วน PVA:PVP เป็น 0.6:0.3 กรัม

1.4 ผลของกำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟในการให้ความร้อนต่อคุณสมบัติของไฮโดรเจล

จากผลการทดลองดังแสดงในภาพประกอบ 3 พบว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนของ CS:PVA:PVP เท่ากับ 0.30:0.60:0.30 กรัม มีค่าการบวมได้และค่าความเป็นเจลที่สูงที่สุดอยู่ที่ 1627.40% และ 24.04% ตามลำดับ แต่การที่ค่าการบวมได้มีค่าน้อยอาจส่งผลต่อประสิทธิภาพในการดูดซับไอออนของโลหะหนักได้ ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกกำลังไฟฟ้าที่ 600W เป็นกำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล เนื่องจากมีค่าการบวมน้ำและค่าความเป็นเจลที่สูง รวมถึงลักษณะทางกายภาพของเจลที่สังเคราะห์ได้ เหมาะสมต่อการนำไปใช้งานได้จริง



ภาพที่ 3 แสดงค่าร้อยละการบวมได้ของเจลและร้อยละความเป็นเจลของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วย กำลังไฟฟ้าของเครื่องไมโครเวฟที่แตกต่างกัน

1.5 ผลของระยะเวลาในการให้ความร้อนด้วยเครื่องไมโครเวฟต่อคุณสมบัติของไฮโดรเจล

การทดลองนี้พบว่าระยะเวลาในการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟส่งผลต่อลักษณะทางกายภาพและค่าการบวมได้กับค่าความเป็นเจลของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล โดยเมื่อใช้กำลังไฟฟ้าที่ 600 วัตต์ ในการให้ความร้อนเป็นเวลามากกว่า 5 นาทีขึ้นไป ไฮโดรเจลจะเกิดการไหม้ ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกใช้ระยะเวลาในการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟเป็นเวลา 3 นาที เป็นเวลาที่เหมาะสม ในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลเนื่องจากให้ค่าการบวมได้ของเจลที่สูงกว่าเมื่อใช้เวลา 5 นาที โดยที่ให้ค่าความเป็นเจลที่ใกล้เคียงกัน ดังตาราง 2

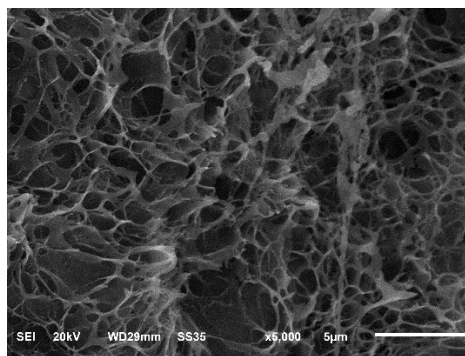
ตารางที่ 2 แสดงค่าร้อยละการบวมได้และค่าร้อยละความเป็นเจล ของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล เมื่อใช้ระยะเวลาในการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟเพื่อการสังเคราะห์แตกต่างกัน

ชุดการทดลอง	เวลา (นาที)	ร้อยละการบวมได้ของเจล	ร้อยละความเป็นเจล	หมายเหตุ
1	3	1160.00	31.75	
2	5	921.82	34.38	
3	7	-	-	ไฮโดรเจลไหม้
4	10	-	-	ไฮโดรเจลไหม้

2. การทดลองเพื่อศึกษาเอกลักษณ์ของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล

2.1 การศึกษารูพรุนของไฮโดรเจลด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope

การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไฮโดรเจลโดยใช้เทคนิค SEM ในการตรวจสอบความเป็นรูพรุนภายในโครงสร้างของไฮโดรเจล ซึ่งมีความสำคัญในการบอกลักษณะประสิทธิภาพในการดูดซับของเหลวเข้าสู่ไฮโดรเจลได้ และจากภาพประกอบ 4 แสดงให้เห็นลักษณะของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ที่เป็นโครงร่างตาข่ายประกอบด้วยรูพรุนจำนวนมาก ซึ่งมีขนาดเฉลี่ยระหว่าง 1-3 μm ทำให้สามารถดูดซับของเหลวได้ปริมาณมาก ซึ่งเป็นการเพิ่มโอกาสในการที่ไอออนของโลหะจะถูกดูดซับเข้าไปและเกิดอันตรกิริยากับหมู่ฟังก์ชันภายในโครงสร้างของไฮโดรเจล (Teow et al., 2018) เช่น หมู่ไฮดรอกซิล และหมู่เอมีน เป็นต้น

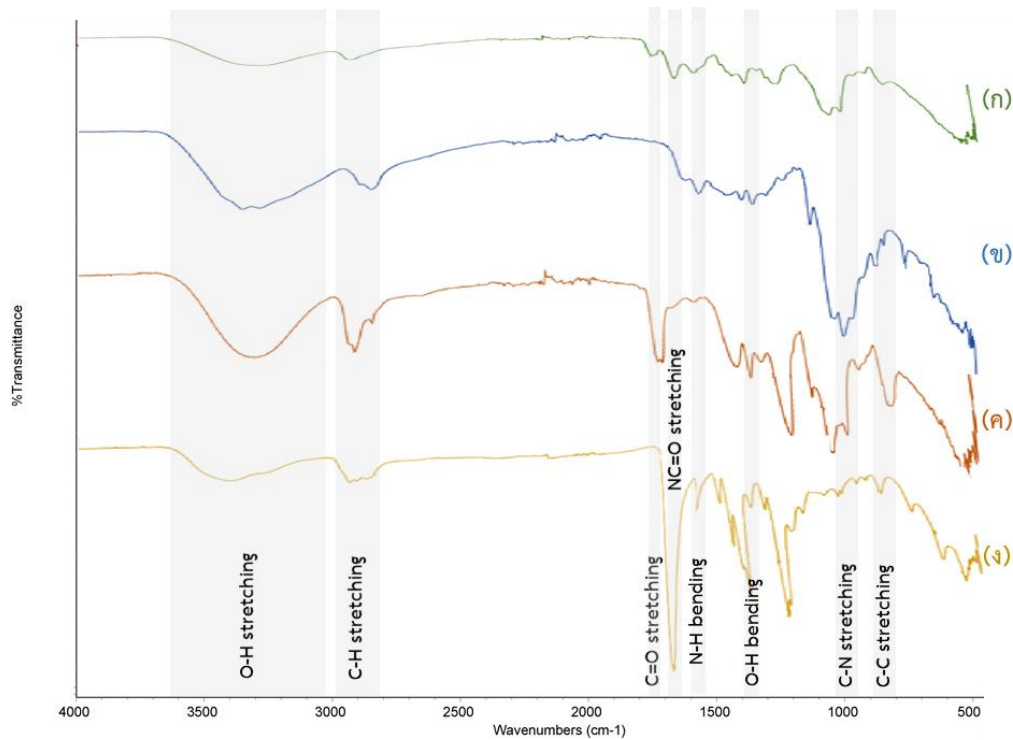


ภาพที่ 4 ภาพถ่าย SEM แสดงภาพตัดขวางของไฮโดรเจลที่ผ่านการแช่น้ำปราศจากไอออน

2.2 การศึกษาโครงสร้างของไฮโดรเจลด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy

จากการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์โครงสร้างทางเคมีของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้โดยการใช้ FTIR โหมด ATR เพื่อระบุหมู่ฟังก์ชันที่พบภายในโครงสร้างของวัสดุ พบว่าได้สเปกตรัมของไฮโดรเจลมีลักษณะดังแสดงใน

ภาพประกอบ 5(ก) ซึ่งแตกต่างจากสเปกตรัมของพอลิเมอร์ทั้งสามชนิด ได้แก่ ไคโตซาน PVA และ PVP ดังภาพประกอบ 5(ข-ง) ตามลำดับ



ภาพที่ 5 ATR-FTIR สเปกตรัมของ (ก) CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล (ข) ไคโตซาน (ค) PVA (ง) PVP

ตารางที่ 3 สัญญาณ FTIR ของไคโตซาน PVA PVP และ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล

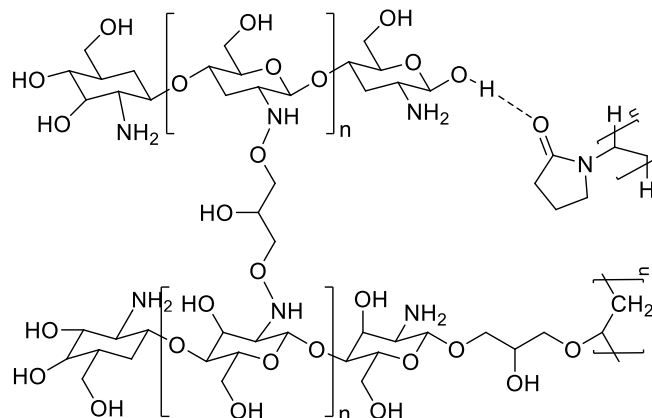
เลขคลื่น (cm ⁻¹)				
CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล	ไคโตซาน	PVA	PVP	ผลการวิเคราะห์
3278.90	3359.75	3293.13	3428.60	O-H stretching
-	3284.00	-	-	N-H stretching
2942.00	2917.90	2917.4	2950.55	C-H stretching
2913.00	2876.80	2850.40	-	C-H stretching
1732.10	-	1714.45	-	C=O stretching
1654.39	-	-	1651.53	NC=O stretching
1571.40	1589.40	-	-	N-H bending
1419.60	1420.30	1424.10	1422.09	CH ₂ scissoring
-	1323.70	1321.40	-	O-H bending
-	-	1088.37	-	C-O stretching
1070.63	1065.20	-	1071.40	C-N stretching
1022.3	1027.74	-	1017.90	C-N stretching
834.82	891.30	841.52	843.75	C-C stretching

จากตาราง 3 ซึ่งแสดงตำแหน่งสัญญาณเลขคลื่นในการสั่นของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ พบว่า CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ปรากฏสัญญาณที่ตำแหน่งร่วมกับพอลิเมอร์ตั้งต้นทั้งสามชนิดที่เลขคลื่นในช่วง 2378.90 - 3428.60 cm^{-1} 2850.40 - 2942.00 cm^{-1} 1419 - 1424.10 cm^{-1} และ 834.82 - 891.30 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการสั่นของ หมู่ฟังก์ชัน O-H stretching C-H stretching CH_2 scissoring และ C-C stretching ตามลำดับ

ทั้งนี้สัญญาณที่ระบุข่าวสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่ได้เกิดปฏิกิริยาแล้วเป็นส่วนหนึ่งใน โครงสร้างของไฮโดรเจลคือสัญญาณที่ปรากฏ ณ ตำแหน่งเฉพาะของพอลิเมอร์เริ่มต้นแต่ละชนิด ดังนี้ C=O stretching ที่ ตำแหน่ง 1714.45 cm^{-1} ซึ่งพบได้เฉพาะใน PVA โดยเกิดจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ไม่สมบูรณ์ของพอลิไวน์ลแอซิเตท (poly vinyl acetate) (Mansur et al., 2008) และ C-O stretching ก็มาปรากฏอยู่ในสัญญาณของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจลที่ตำแหน่ง 1732.10 cm^{-1} เช่นเดียวกับสัญญาณของ NC=O stretching ที่พบได้แค่นี PVP ที่ตำแหน่ง 1651.53 cm^{-1} ก็มาปรากฏในสัญญาณของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจลด้วย ที่ตำแหน่ง 1654.39 cm^{-1} นอกจากนี้ในสเปกตรัมของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ยังปรากฏสัญญาณที่ 1571.40 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งที่ระบุถึงหมู่ฟังก์ชันเอมีน โดยมีความสำคัญ ในการเกิดคีเลตกับไอออนของโลหะหนัก นั่นคือ N-H bending ที่ได้มาจากไคโตซาน ที่ตำแหน่ง 1589.40 cm^{-1}

2.3 กลไกการเกิดไฮโดรเจล

จากการศึกษาโครงสร้างของไฮโดรเจลด้วยเทคนิค FTIR Spectroscopy และเปรียบเทียบกับสัญญาณของสารตั้งต้น พบว่าไม่ปรากฏสัญญาณ ณ ตำแหน่ง N-H stretching ของไฮโดรเจล แต่ปรากฏสัญญาณที่ ชัดเจนในโครงสร้างของไคโตซานตั้งต้น นั่นอาจเกิดจากหมู่ฟังก์ชันเอมีนของไคโตซานถูกใช้ในการเชื่อมขวางระหว่างสาย พอลิเมอร์ของไคโตซานเอง ซึ่งจะสอดคล้องกับงานวิจัยของ (Yong et al., 2015) ที่อธิบายกลไกการเกิดไคโตซานไฮโดร เจลที่สภาวะกรดโดยใช้ไอพิคโลโรไฮดรินเป็นสารเชื่อมขวาง นอกจากนี้หมู่เอมีนและหมู่ไฮดรอกซิลของไคโตซานอาจเกิด การเชื่อมขวางกับหมู่ไฮดรอกซิลของ PVA ได้เช่นเดียวกัน ดังภาพประกอบ 6 ส่วนโมเลกุลของ PVP นั้นคาดว่าไม่ได้ เกิดปฏิกิริยาในการสร้างพันธะโคเวเลนต์กับไคโตซาน PVA หรือ ECH เนื่องจาก PVP เป็นสารที่เสถียรและพบสัญญาณ ของ NC=O stretching ที่ชัดเจนในโครงสร้างของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ซึ่งเป็นการยืนยันว่าไม่มีการสลายพันธะใน โครงสร้างของ PVP ดังนั้นผู้วิจัยเชื่อว่า PVP ยึดเหนี่ยวกับโครงสร้างของ CS/PVA ด้วยพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ไฮดรอก ซิลของ PVA และไคโตซานกับหมู่คาร์บอนิลของ PVP ดังภาพประกอบ 6 ซึ่งสอดคล้องกับรายงานวิจัยของ (Thomas et al., 2003)



ภาพที่ 6 กลไกการเกิดโครงสร้างตาข่ายสามมิติของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล

อภิปรายและสรุปผลการวิจัย

ผลการวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์โคโตซานไฮโดรเจลอย่างง่ายโดยการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ และการศึกษาเอกลักษณ์ของ CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ได้สรุปผลการทดลองไว้ดังนี้

1. สภาพที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลชนิด CS/PVA/PVP คือใช้อัตราส่วนของ CS:PVA:PVP เป็น 0.30:0.60:0.30 กรัม และให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600W เป็นเวลา 3 นาที โดยมีฟิโคลโรไฮดรินเป็นสารเชื่อมขวาง ซึ่งวิธีการสังเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นนี้สามารถทำได้ง่าย ใช้ระยะเวลาสั้น และได้วัสดุไฮโดรเจลที่สามารถดูดซับน้ำได้ปริมาณมาก มีแนวโน้มในการพัฒนาต่อยอดเป็นวัสดุสำหรับดูดซับไอออนโลหะหนักที่มีประสิทธิภาพต่อไปได้

2. ผลการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค FTIR พบว่า ไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ปรากฏสัญญาณหมู่ฟังก์ชันในตำแหน่งเดียวกันกับสัญญาณของสารตั้งต้นในหลายตำแหน่ง นั่นแสดงถึงประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาของสารตั้งต้นเกิดเป็น CS/PVA/PVP ไฮโดรเจล ด้วยวิธีการสังเคราะห์ที่พัฒนาขึ้น

3. โครงสร้างร่างแห 3 มิติของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ เกิดจากปฏิกิริยาการเชื่อมขวางระหว่างหมู่เอมีนและไฮดรอกซิลของโคโตซานกับหมู่ไฮดรอกซิลของ PVA และเกิดเกิดแรงยึดเหนี่ยวแบบพันธะไฮโดรเจนกับโมเลกุลของ PVP

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยต้องขอขอบพระคุณคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่ได้สนับสนุนงบประมาณในการทำวิจัยจาก “ทุนงบประมาณเงินรายได้ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประจำปี 2561 เลขที่ 240/2561” และสถาบันส่งเสริมการสอนวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สสวท.) ที่ได้มอบ “ทุนโครงการส่งเสริมการผลิตครูที่มีความสามารถพิเศษทางวิทยาศาสตร์และคณิตศาสตร์ (สควค.)” เพื่อเป็นทุนการศึกษาของผู้วิจัย รวมทั้งขอขอบคุณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ที่ได้เอื้อเฟื้อห้องปฏิบัติการ อุปกรณ์และเครื่องมือในการทำวิจัย

เอกสารอ้างอิง

สำนักงานส่งเสริมวิสาหกิจขนาดกลางและขนาดย่อม. รายงานการศึกษาเครือข่ายวิสาหกิจ เครือข่ายวิสาหกิจอาหารทะเลแปรรูปจังหวัดสมุทรปราการ ชลบุรี ระยอง จันทบุรี [ม.ป.ท.: ม.ป.พ.]; 2551.

Baiya C, Nannuan L, Tassanapukdee Y, Chailapakul O, Songsrirote K. The Synthesis of Carboxymethyl Cellulose-Based Hydrogel from Sugarcane Bagasse Using Microwave-Assisted Irradiation for Selective Adsorption of Copper(II) Ions. *Environmental Progress & Sustainable Energy* 2019; 1(38): 157-165.

Cook JP, Goodall GW, Khutoryanskaya OV, Khutoryanskiy VV. Microwave-Assisted Hydrogel Synthesis: A New Method for Crosslinking Polymers in Aqueous Solutions. *Macromolecular Rapid Communications* 2012; 4(33): 332-336.

Gulrez S, Al-Assaf S, Phillips G. Hydrogels: Methods of Preparation, Characterisation and Applications in Molecular and Environmental Bioengineering. *Intechopen* 2011; 5-6.

- H.P.S AK, Saurabh CK, A.S A, Nurul Fazita M.R., Syakir M.I., Davoudpour Y, Rafatullah M, Abdullah C.K., M. Haafiz M. K. , Dungani R. A review on chitosan- cellulose blends and nanocellulose reinforced chitosan biocomposites: Properties and their applications. *Carbohydrate Polymers* 2016; (150): 216-226.
- Liu H, Wang C, Qin Y, Wang Zh, Yang F, Li Zu, Wang J. A functional chitosan-based hydrogel as a wound dressing and drug delivery system in the treatment of wound healing. *RSC Advances* (2018); (8): 7533-7549.
- Li L, Wang Z, Ma P, Bai H, Dong W, Chen M. Preparation of polyvinyl alcohol/ chitosan hydrogel compounded with graphene oxide to enhance the adsorption properties for Cu(II) in aqueous solution. *J. Polym. Res.* 2015; 8(22): 1-10.
- Mansur H, Sadahira C, Souza A, Mansur A. FTIR spectroscopy characterization of poly (vinyl alcohol) hydrogel with different hydrolysis degree and chemically crosslinked with glutaraldehyde *Materials Science and Engineering: C* 2008; (28): 539-548.
- Teow Y.H., Kam L.M., Mohammad A W. Synthesis of cellulose hydrogel for copper (II) ions adsorption. *Journal of Environmental Chemical Engineering* (2018); 4(6): 4588–4597
- Thomas J, Lowman A, Marcolongo M. Novel associated hydrogels for nucleus pulposus replacement. *Journal of Biomedical Materials Research Part A* 2003; 4(67A): 1329-1337.
- Yong SK, Shrivastava M, Srivastava P, Kunhikrishnan A, Bolan N. Environmental Applications of Chitosan and Its Derivatives. *Reviews of environmental contamination and toxicology* 2015; (233): 1-43.
- Xin-Yuan S, Tian-Wei T. New Contact Lens Based on Chitosan/Gelatin Composites. *Journal of Bioactive and Compatible Polymers* 2004; (19): 467-479.