

บทที่ 3

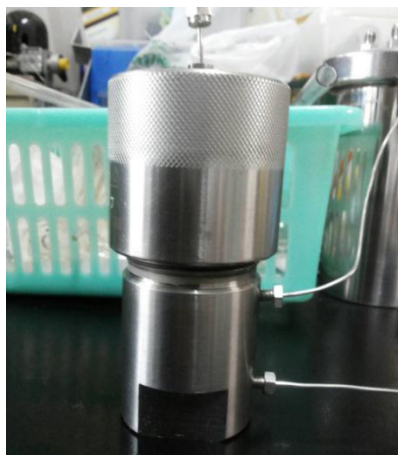
วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีในการทดลอง

1. ผงกำมะถัน (Sulphur Powder , 99.5%, น้ำหนักโมเลกุล 32 g.mol^{-1} , อุณหภูมิหลอมเหลว 118°C , Analytical Grade, หจก.เอ็มแอนด์พี อิมแป็กซ์)
2. พาราฟินแว็กซ์ (Octacosane, น้ำหนักโมเลกุล $394.76 \text{ g.mol}^{-1}$, อุณหภูมิหลอมเหลว $59-65^\circ\text{C}$, Analytical Grade, บริษัท Sigma Aldrich)
3. เอทิลีนไกลคอล (Ethylene Glycol, 99.5% Purity, Analytical Grade จาก QRëC)
4. คาร์บอนไดออกไซด์ (99.5%, Minimum Purity Grade, บริษัท United Gas)
5. น้ำกลั่น

3.2 เครื่องมืออุปกรณ์ใช้ในการทดลอง

1. ปั๊มอัดแรงดัน (รุ่น Syringe Pump Isco Model 260D)
2. เครื่องกำเนิดความร้อน (Heater)
3. เครื่องกวน (Stirrer)
4. อ่างน้ำมันซิลิโคนให้ความร้อน (Silicone Oil Bath)
5. เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple)
6. เครื่องชั่งที่มีความแม่นยำ $\pm 0.00001 \text{ g}$ (Mettler Toledo รุ่น XS 320011)
7. หัวฉีด (Nozzle) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.58 mm
8. ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2 Cylinder)
9. ภาชนะทนความดันสูง ปริมาตร 15 cm^3 (Taiatsu Techno)
10. ตู้ดูดควัน (Hood)
11. ภาชนะเก็บอนุภาค
12. แท่งแม่เหล็กสำหรับการปั่นกวน (Magnetic Bar)
13. โถดูดความชื้นชนิดแก้ว (Dissicator)



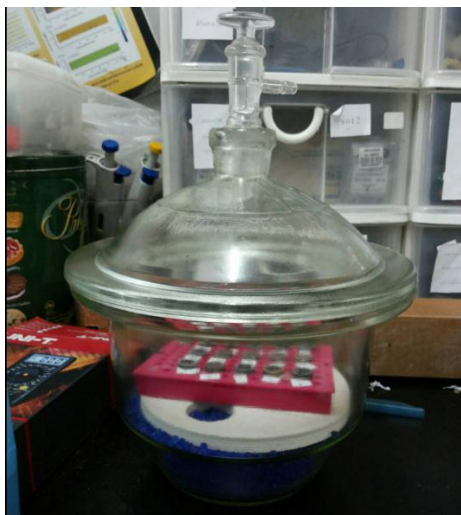
รูปที่ 3.1 ภาพขณะทนความดันสูง ปริมาตร 15 cm³



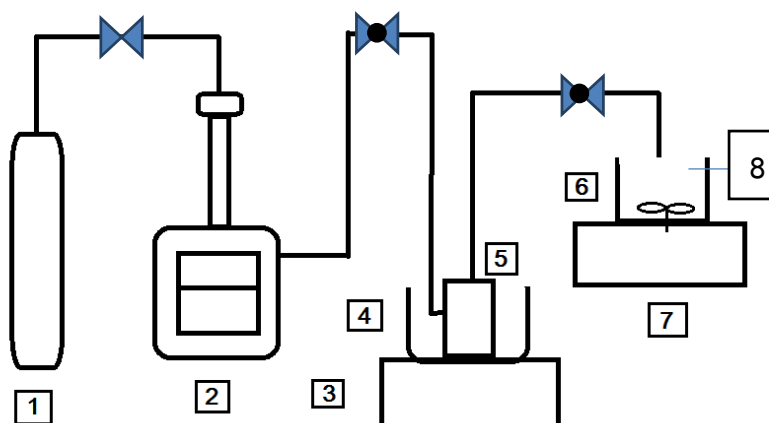
รูปที่ 3.2 วาล์วควบคุมความดันเพื่ออัดแก๊ส CO₂



รูปที่ 3.3 ปั๊มอัดแรงดัน (รุ่น Syringe Pump Isco Model 260D)



รูปที่ 3.4 โถวัดความตึงผิว



1. ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ 2. ป้อนอัดแรงดัน 3. เครื่องกำเนิดความร้อน 4. อ่างน้ำมันซิลิโคน
5. ภาชนะทนความดันสูง 6. ภาชนะดักเก็บอนุภาค 7. เครื่องปั๊ม 8. หัวฉีดลดความดัน

รูปที่ 3.5 แผนภาพโครงสร้างจำลองกระบวนการ RESS-Microencapsulation

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของกัมมันต์หลังผ่านเทคนิค RESS

1. บรรจุกัมมันต์ปริมาณ 0.15 g ใส่ลงในภาชนะทนความดันสูง
2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.5
3. อัดแก๊ส CO_2 เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูงที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar และให้ความร้อนด้วยอ่างน้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 90°C เป็นเวลา 120 min

4. ฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่างกำมะถันและ scCO_2 ลงไปในสารละลายเอทิลีนไกลคอล (15 v/v%)

3.3.2 การศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังผ่านเทคนิค RESS

1. บรรจุพาราฟินแว็กซ์ปริมาณ 0.25 g ใส่ลงในภาชนะทนความดันสูง
2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.5
3. อัดแก๊ส CO_2 เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูงที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar และให้ความร้อนผ่านเครื่องให้ความร้อนโดยใช้น้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 90°C เป็นเวลา 120 min

4. ฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่างพาราฟินแว็กซ์และ scCO_2 ลงไปในสารละลายเอทิลีนไกลคอล (15 v/v%)

3.3.3 การศึกษาผลของสภาวะอิมพัลส์ของการละลายต่อการเตรียม SP-M

1. บรรจุพาราฟินแว็กซ์ 0.25 กับ 0.010 g และกำมะถันปริมาณ 0.15 กับ 0.007 g หรือสัดส่วนโดยน้ำหนักเริ่มต้นของกำมะถัน 40 w/w% ใส่ลงในภาชนะทนความดันสูง
2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.5
3. อัดแก๊ส CO_2 เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูงที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar และให้ความร้อนผ่านเครื่องให้ความร้อนโดยใช้น้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 90°C เป็นเวลา 120 min

4. ฉีดพ่นสารละลายผสมและ scCO_2 ลงไปในสารละลายเอทิลีนไกลคอล (15 v/v%)

3.3.4 การศึกษาผลของระยะเวลาเข้าสู่สมดุลการละลายต่อการเตรียม SP-M

1. บรรจุพาราฟินแว็กซ์ 0.25 และกำมะถันปริมาณ 0.15 หรือสัดส่วนโดยน้ำหนักเริ่มต้นของกำมะถัน 40 w/w% ใส่ลงในภาชนะทนความดันสูง
2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.5
3. อัดแก๊ส CO_2 เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูงที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar และให้ความร้อนผ่านเครื่องให้ความร้อนโดยใช้น้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 90°C เป็นเวลา 20, 40, 60, 90 และ 120 min

4. ฉีดพ่นสารละลายผสมลงไปในสารละลายเอทิลีนไกลคอล (15 v/v%)

3.3.5 การศึกษาผลของความดันก่อนการขยายตัวต่อการเตรียม SP-M

1. บรรจุพาราฟินแว็กซ์ 0.25 และกำมะถันปริมาณ 0.15 หรือสัดส่วนโดยน้ำหนักเริ่มต้นของกำมะถัน 40 w/w% ใส่ลงในภาชนะทนความดันสูง
2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.5
- 3.อัดแก๊ส CO_2 เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูงที่ความดันก่อนการขยายตัว 140, 160 และ 180 bar และให้ความร้อนผ่านเครื่องให้ความร้อนโดยใช้น้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 120 min
4. ฉีดพ่นสารละลายผสมลงไปในการละลายเอทิลีนไกลคอล (15 v/v%)

3.3.6 การศึกษาผลของสัดส่วนเริ่มต้นระหว่างกำมะถันและพาราฟินแว็กซ์ต่อการเตรียม SP-M

1. บรรจุพาราฟินแว็กซ์และกำมะถันที่สัดส่วนโดยน้ำหนักเริ่มต้นของกำมะถัน 30, 40, 50 และ 60 w/w% ใส่ลงในภาชนะทนความดันสูง
2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.5
- 3.อัดแก๊ส CO_2 เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูงที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar และให้ความร้อนผ่านเครื่องให้ความร้อนโดยใช้น้ำมันซิลิโคนที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 120 min
4. ฉีดพ่นสารละลายผสมและ scCO_2 ลงไปในการละลายเอทิลีนไกลคอล (15 v/v%)

3.4 การวิเคราะห์ข้อมูล

1. แยกอนุภาคของสารที่ได้ออกจากน้ำด้วยด้วยการทำแห้งแบบสุญญากาศด้วยโถดูดความชื้นชนิดแก้ว
2. ศึกษาขนาดและลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคที่ผลิตได้ด้วยเทคนิค SEM และโปรแกรม Image-J
3. ศึกษาสัดส่วนองค์ประกอบของกำมะถันบนพื้นผิวอนุภาคไมโครเอนแคปซูเลชันได้ด้วยเทคนิค EDX