กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยเรื่อง การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลที่หุ้มวัสดุเก็บความร้อนสำหรับผ้าที่ปรับสภาพความร้อนได้ สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี ทีมผู้วิจัยขอขอบคุณ สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ที่ให้ทุนสนับสนุนการวิจัย (รหัสโครงการ 129574) และคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่สนับสนุนปัจจัยต่างๆในการดำเนินงานวิจัย

ขอบคุณ นางสาวกุลธิดา บุษราคัม นางสาวจันทิมา ประดิษฐ์ นางสาวศศิวิมล งามจรัสและนางสาวปาลียา เพียรโคกกรวด ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ช่วยในการดำเนินงานและรวบรวมข้อมูลงานวิจัยส่วนหนึ่ง นอกจากนี้ ขอขอบคุณ ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหะการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) ในการวิเคราะห์ตัวอย่างที่เตรียมได้

ท้ายที่สุด ขอขอบคุณที่ปรึกษาโครงการ และผู้สนับสนุนงานวิจัยทุกท่านที่ให้คำแนะนำจนทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ผู้วิจัย

สิงหาคม 2555

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ ได้ศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลที่หุ้มออกตะเดคเคนเป็นวัสดุเก็บความร้อนโดยวิธีพิกเกอร์ริงอิมัลชัน โดยในขั้นตอนแรกได้ทำการเตรียมอนุภาคพอลิ(สไตรีน-เมทาคริลิกแอซิด) ขนาดระดับนาโนเมตรด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบอิมัลชันโดยไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว อนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม มีขนาดอนุภาคประมาณ 200 นาโนเมตร โดยมีประจุลบที่ผิวอนุภาคที่มาจากหมู่ซัลเฟตของโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตซึ่งเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาและหมู่คาร์บอกซิลของเมทาคริลิกแอซิด โดยมีค่าความเป็นประจุที่ผิว -43 มิลลิโวลต์ จากนั้นทำการศึกษาการเตรียมหยดออกตะเดคเคนด้วยวิธีพิกเกอร์ริงอิมัลชัน โดยนำอนุภาคพอลิ(สไตรีน-เมทาคริลิกแอซิด) ผสมกับออกตะเดคเคนที่อัตราส่วนต่างๆ พบว่า สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมหยดออกตะเดคเคน คือ อัตราส่วนออกตะเดคเคนต่ออนุภาคพอลิ(สไตรีน-เมทาคริลิกแอซิด) เป็น 1:1 และพีเอชที่เหมาะสมเท่ากับ 7 เมื่อศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงและแบบส่องกราดพบว่า ได้หยดออกตะเดคเคนที่ถูกหุ้มด้วยอนุภาคพอลิเมอร์เป็นทรงกลมมีผิวขรุขระ มีการจัดเรียงตัวของอนุภาคแบบชิด เมื่อนำไปทดสอบการสลายตัวด้วยความร้อนพบว่ามีการสลายตัว 3 ช่วง โดยช่วงแรกเป็นของน้ำที่เป็นตัวกลางในระบบ ช่วงที่สองเป็นการสลายตัวของออกตะเดคเคนที่ถูกหุ้มอยู่ภายใน มีอุณหภูมิเริ่มต้นของการสลายตัวประมาณ 120 องศาเซลเซียส และช่วงสุดท้ายเป็นการสลายตัวของอนุภาคพอลิ- (สไตรีนเมทาคริลิกแอซิด) มีอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวประมาณ 400 องศาเซลเซียส จากการทดสอบสมบัติทางความร้อนพบว่า ค่าปริมาณความร้อนในการหลอมเหลวและแข็งตัวของออกตะเดคเคนมีค่าประมาณ 200-220 J/g-OD ซึ่งมีค่าเข้าใกล้ของออกตะเดคเคนที่ไม่ถูกหุ้ม (ประมาณ 240 J/g) มากกว่าหยดออกตะเดคเคนที่หุ้มด้วยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (130-187 J/g-OD) ในขณะที่มีอุณหภูมิในการหลอมเหลวและแข็งตัวใกล้เคียงกัน ดังนั้นการเตรียมหยดออกตะเดคเคนด้วยวิธีพิกเกอร์ริงอิมัลชัน จึงสามารถปรับปรุงสมบัติทางความร้อนของออกตะเดคเคนให้มีค่าใกล้เคียงกับออกตะเดคเคนที่ไม่ถูกหุ้มได้

คำสำคัญ พอลิเมอร์แคปซูล วัสดุเก็บความร้อน ออกตะเดคเคน พิกเกอร์ริงอิมัลชัน ผ้าที่ปรับสภาพความร้อนได้

ABSTRACT

In this research, the preparation of polymer capsule encapsulated octadecane (OD) as heat storage material by pickering emulsion was studied. Firstly, poly(styrene-co-methacrylic acid) (P(S-MAA)) nanoparticles was prepared by emulsifier-free emulsion polymerization. The prepared particles were spherical having diameter about 200 nm and negative charge about -43 millivolts at the surface derived from sulfate group of initiator and carboxyl group of methacrylic acid. After that, the preparation of OD droplet by pickering emulsion was studied by mixing of P(S-MAA) and OD at various weight ratio of OD:P(S-MAA). The optimum condition was OD:P(S-MAA) at 1:1 and pH at 7. The prepared droplets were observed with optical microscope and scanning electron microscope (SEM) showing the closed packed rough-spherical OD droplet covered with the polymer particles. The thermal degradation measurement showed 3 steps weight loss consisting of water as medium in the first step. The second step was the degradation of OD at about 120 $^{\circ}$C and the final is the degradation of P(S-MAA) at about 400 $^{\circ}$C. The heats of melting and solidification of OD were about 200-220 J/g-OD. They were closer to unencapsulated OD (about 240 J/g) than OD droplet stabilized with polyvinyl alcohol (137-187 J/g-OD) whereas the melting and solidification temperatures were similar. Therefore, the preparation of OD droplet by pickering emulsion can improve thermal properties of OD closing to the unencapsulated ones.

Keywords: Polymer capsule, Heat storage material, Octadecane, Pickering emulsion, Thermal adaptable clothes

คำนำ

โครงการวิจัยเรื่อง การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลที่หุ้มวัสดุเก็บความร้อนสำหรับผ้าที่ปรับสภาพความร้อนได้ (รหัสโครงการ 129574) เป็นการพัฒนาต่อยอดงานวิจัยเดิมของทีมผู้วิจัย เพื่อเพิ่มองค์ความรู้และพัฒนาเทคโนโลยีในการผลิต เพื่อการต่อยอดไปสู่เชิงพาณิชย์ในอนาคต ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อนวิธีใหม่ที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวแบบดั้งเดิม โดยใช้อนุภาคพอลิเมอร์ขนาดระดับนาโนเมตรเป็นสารลดแรงตึงผิวแทน เพื่อลดปริมาณพอลิเมอร์น้ำหนักโมเลกุลต่ำที่ระหว่างเฟสของเปลือกและแกนแคปซูล เพิ่มประสิทธิภาพในการแยกเฟส เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของวัสดุเก็บความร้อนในพอลิเมอร์แคปซูลให้มีสมบัติเข้าใกล้วัสดุเก็บความร้อนบริสุทธิ์ที่ไม่มีการห่อหุ้มมากขึ้น เรียกว่า การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลแบบพิกเกอร์ริงอิมัลชัน ซึ่งจะทำให้พอลิเมอร์แคปซูลที่ได้มีสมบัติการถ่ายเทความร้อนสูง และสามารถประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอ รวมทั้งอุตสาหกรรมอื่นๆได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ทีมผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่า งานวิจัยนี้จะมีประโยชน์ทั้งทางการศึกษา การวิจัย และอุตสาหกรรม โดยให้ข้อมูลและแนวทางในการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อนที่มีประสิทธิภาพในการพัฒนาผลิตภัณฑ์สิ่งทอ

ผู้วิจัย

สิงหาคม 2555

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
Abstract	ค
คำนำ	ง
สารบัญ	จ
สารบัญรูป	ช
สารบัญตาราง	ญ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญของที่มาและปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	
2.1ชนิดและสมบัติของวัสดุเก็บความร้อน	
2.1.1 ชนิดและสมบัติของวัสดุเก็บความร้อน	5
2.1.2 การประยุกต์ใช้งาน	6
2.2 เทคนิคในการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูล	7
2.2.1 การเตรียมแคปซูลโดยใช้กลไกการแยกวัฏภาคภายใน	7
2.2.2 การพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างผิวที่รอยต่อ	12
2.3 สมบัติทางความร้อนของวัสดุเก็บความร้อนแฝงในพอลิเมอร์แคปซูล	14
2.4 พิกเกอร์ริง อิมัลชัน	16
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์	
3.1.1 สารเคมี	18
3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	18
3.2 การเตรียมมอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์	19
3.3 การสังเคราะห์อนุภาคของสไตรีน-เมทาคริลิกแอซิด โคพอลิเมอร์ ด้วยกระบวนการการสังเคราะห์แบบอิมัลชันที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว	20
3.4 การเตรียมสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ความเข้มข้น 2.5% w/v	21

เรื่อง	**หน้า**
3.5 การเตรียมออกตะเดคเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์	21
3.6 การเตรียมออกตะเดคเคนแคปซูลโดยวิธีพิกเกอร์ริง อิมัลชัน	23
บทที่ 4 ผลการดำเนินงานวิจัย	
4.1 การสังเคราะห์อนุภาคของสไตรีน-เมทาคริลิกแอซิด โคพอลิเมอร์ ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบอิมัลชันโดยไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว	24
4.2 การเตรียมออกตะเดคเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์	25
4.3 การเตรียมออกตะเดคเคนแคปซูลโดยวิธีพิกเกอร์ริง อิมัลชัน	30
บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย	38
เอกสารอ้างอิง	40
ภาคผนวก	

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
1.1 การเกิดการลดลงของประสิทธิภาพในการเก็บและถ่ายเทความร้อน และการเกิดการเย็นตัวยิ่งยวดของแคปซูลของพอลิไดไวนิลเบนซีนที่หุ้มเฮกซะเดคเคน	2
2.1 การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลของพอลิไดไวนิลเบนซินที่หุ้มออกตะเดกเคน โดยการสังเคราะห์แบบแขวนลอย	8
2.2 Optical micrograph ของพอลิไดไวนิลเบนซีนแคปซูลที่หุ้มออกตะเดกเคน โดยการสังเคราะห์แบบแขวนลอย	8
2.3 Optical micrograph ของพอลิไดไวนิลเบนซีนแคปซูลที่หุ้มเฮกซะเดกเคน ที่เตรียมหยดมอนอเมอร์ด้วยชิระซุ พอรัส กลาส เมมเบรน แล้วสังเคราะห์แบบแขวนลอย	9
2.4 รูป TEM ของพอลิสไตรีนที่หุ้มออกตะเดกเคนซึ่งเตรียมโดยการสังเคราะห์ แบบมินิอิมัลชัน	10
2.5 รูป SEM ของพอลิเมทิลเมทาคริเลตที่หุ้มออกตะโคเซน ซึ่งเตรียมโดยการสังเคราะห์ แบบอิมัลชัน	10
2.6 กลไกการเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคอิมัลชัน	11
2.7 กลไกการเตรียมแคปซูลของเมลามีน-ฟอร์มาลดีไฮด์ที่หุ้มออกตะเดกเคน ด้วยการสังเคราะห์แบบอินซิทู	13
2.8 กลไกการเตรียมแคปซูลของพอลิยูเรียที่หุ้มออกตะเดกเคนด้วยการสังเคราะห์ แบบควบแน่นที่รอยต่อ	13
2.9 ค่าความร้อนแฝงในการเปลี่ยนสถานะของเฮกซะเดกเคนที่อยู่ในโคพอลิเมอร์แคปซูล ของไดไวนิลเบนซีน-อะคริเลต ชนิดของอะคริเลตมอนอเมอร์: □ เมธิลอะคริเลต □ เอธิลอะคริเลต และ □ บิวทิลอะคริเลต 14	
2.10 ภาพตัดขวางของอนุภาคพอลิเมอร์แคปซูลของพอลิไดไวนิลเบนซีน (a) และ พอลิไดไวนิลเบนซีน-บิวทิลอะคริเลต (b) ที่หุ้มเฮกซะเดกเคน	15
2.11 กลไกที่เป็นไปได้ของการพอลิเมอไรเซชันแบบพิกเกอร์ริง อิมัลชัน	17
3.1 การเตรียมสไตรีนให้บริสุทธิ์	19
3.2 อุปกรณ์การสังเคราะห์อนุภาค P(S-MAA) โดยกระบวนการสังเคราะห์แบบอิมัลชัน	20
3.3 การเตรียมออกตะเดคเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์	22

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่ **หน้า**

4.1 TEM micrograph ของอนุภาค P(S-MAA) ที่เตรียมโดย Emulsifier-free Emulsion Polymerization ที่สภาวะ: 200 rpm, 80 °C, 24 hr. , 30.60 %wt Styrene , 0.93%wt MAA, 0.07 %wt KPS 24

4.2 TGA Thermogram ของอนุภาค P(S-MAA) ที่วัดด้วยอัตราการสแกน 5°C /min ช่วงอุณหภูมิ 30-550 °C 25

4.3 Optical micrograph ของออกตะเดคเคนแคปซูลที่เตรียมโดยใช้สารละลาย PVA ความเข้มข้นต่างๆ a) 0.5% wt b) 1% wt และ c) 2.5 % wt ที่สภาวะ อัตราการปั่น 10,000 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที 26

4.4 TGA Therrmogram ของออกตะเดคเคน (a) และแคปซูล OD/PVA (2.5 % wt.) (b) ใช้อัตราการสแกน 5 °C / min ช่วงอุณหภูมิ 30-550 °C 27

4.5 DSC Thermogram ของออกตะเดคเคนที่หุ้มด้วยพอลิไดไวนิลเบนซีนแคปซูล (——) และออกตะเดคเคนที่ไม่ถูกหุ้ม (– – –) อัตราการสแกนที่ 5 °C/min 28

4.6 DSC Thermogram ของ OD/PVA ที่ความเข้มข้นต่างๆของ PVA (a) 0.50 % wt (b) 1 %wt และ (c) 2.50 % wt ใช้อัตราการสแกน 5 °C / min ช่วงอุณหภูมิ 0-40 °C 29

4.7 Optical micrograph ของออกตะเดคเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยสไตรีน-เมทาคริลิกแอซิด โคพอลิเมอร์ ที่อัตราส่วนของ OD : P(S-MAA) เป็น a) 1:0.5 b) 1 : 1 และ c) 1 : 2 ซึ่งเตรียมโดยใช้อัตราการปั่น 10,000 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที 30

4.8 TGA Thermogram ของ (a) OD , (b) P(S-MAA) และ (c) OD/P(S-MAA) อัตราการสแกน 5 °C / min ช่วงอุณหภูมิ 30-550 °C 31

4.9 Optical micrograph ของออกตะเดคเคนแคปซูลที่เตรียมโดยใช้อนุภาค P(S-MAA) อัตราส่วน OD:P(S- MAA) 1:0.25 ที่ pH ต่างๆ a) pH 3 b) pH 7 และ c) pH 10 โดยใช้อัตราการปั่น 10,000 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที 33

4.10 Optical micrograph ของออกตะเดคเคนแคปซูลที่เตรียม โดยใช้อนุภาค P(S-MAA) อัตราส่วน OD : P(S-MAA) 1:0.5 ที่ pH ต่างๆ a) pH 3 b) pH 7 และ c) pH 10 โดยใช้อัตราการปั่น 10,000 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที 33

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่ **หน้า**

4.11 Optical micrograph ของออกตะเคคเคนแคปซูลที่เตรียมโดยใช้อนุภาค P(S-MAA) อัตราส่วน OD : P(S- MAA) 1:1 ที่ pH ต่างๆ a) pH 3 b) pH 7 และ c) pH 10 โดยใช้อัตราการปั่น 10,000 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที 34

4.12 SEM micrograph ของออกตะเคคเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยสไตรีน-เมทาคริลิกแอซิด โคพอลิเมอร์อัตราส่วน 1:1 pH 7 อัตราการปั่นใช้ 10,000 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที 35

4.13 Optical micrograph ของออกตะเคคเคนแคปซูลที่เตรียมโดยใช้ P(S-MAA) อัตราส่วน OD:P(S-MAA) 1:1 ที่ pH 7 อัตราการปั่น a) 5,000 รอบต่อนาที และ b) 10,000 รอบต่อนาที 3ถ

4.14 SEM micrograph ของออกตะเคคเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยอนุภาค P(S-MAA) อัตราส่วน OD : P(S-MAA) 1:1 ที่ pH 7 อัตราการปั่น a) 5,000 รอบต่อนาที และ b) 10,000 รอบต่อนาที 36

4.15 ออกตะเคคเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยอนุภาค P(S-MAA) อัตราส่วน 1:1อัตราการปั่น 5,000 รอบต่อนาทีที่ pH 7 a) Optical micrograph b) SEM micrograph 36

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3.1 สภาวะในการสังเคราะห์อนุภาค P(S-MAA)	21
3.2 สภาวะในการเตรียมออกตะเดคเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์	22
3.3 สภาวะในการเตรียมออกตะเดคเคนแคปซูลโดยวิธีพิกเกอร์ริง อิมัลชัน	23
4.1 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนของออกตะเดคเคนที่หุ้มด้วย พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ความเข้มข้นต่างๆ	29
4.2 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนของออกตะเดคเคนที่หุ้มด้วยอนุภาค P(S-MAA)	32
4.3 ผลการทดสอบสมบัติทางความร้อนของออกตะเดคเคนที่หุ้มด้วยอนุภาค P(S-MAA)	37