

**บทที่ 3**  
**วิธีการดำเนินงานวิจัย**

**3.1 สารเคมีและอุปกรณ์**

**3.1.1 สารเคมี**

| สารเคมี                                                                  | เกรด              | ยี่ห้อ        |
|--------------------------------------------------------------------------|-------------------|---------------|
| 1. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA)                           | -                 | Aldrich       |
| 2. ออกตะเดเคน (Octadecene)                                               | 99%               | Merck         |
| 3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide; NaOH)                            | Analar Normal/PUR | Bdh           |
| 4. โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต<br>(Potassium Persulfate; KPS)                  | Laboratory        | Unicab        |
| 5. เมทาคริลิกแอซิด (Methacrylic Acid; MAA)                               | -                 | Merck         |
| 6. สไตรีน (Styrene; S)                                                   | 99%               | Sigma-Alorich |
| 7. อะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide; Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) | -                 | Fluka         |

**3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์**

| เครื่องมือและอุปกรณ์                         | รุ่น                     | ยี่ห้อ       |
|----------------------------------------------|--------------------------|--------------|
| 1. ใบพัดกวนสาร                               | RW 20 Digital            | IKA          |
| 2. เครื่องกวนแม่เหล็กแบบใช้ความร้อน          | C-MAG HS7                | IKA          |
| 3. เครื่องทำน้ำหล่อเย็น Cooling              | -                        | Boss Tech    |
| 4. เครื่องกวนด้วยคลื่นความถี่ Ultrasonic     | Digitals                 | Elma         |
| 5. เครื่อง Differential Scanning Calorimetry | DSC 4000                 | Perkin Elmer |
| 6. เครื่อง Thermogravimetric Analysis        | TGA 4000                 | Perkin Elmer |
| 7. เครื่อง Vacumm Oven                       | DZF-6051 Model           | -            |
| 8. เครื่อง Homginizer                        | T25 Digital Ultra-Turrax | IKA          |

### 3.2 การเตรียมนอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์

การเตรียมนอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์เป็นการกำจัดตัวยับยั้งปฏิกิริยา (Inhibitor) ที่มีการเติมลงในนอนอเมอร์ เพื่อช่วยในการรักษาสภาพของนอนอเมอร์ในระหว่างการขนส่งและการเก็บรักษา ก่อนที่จะนำนอนอเมอร์ไปใช้ในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์ จะต้องทำการกำจัดตัวยับยั้งปฏิกิริยาออกก่อน เพื่อที่จะสามารถนำไปใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ต่อไปได้

**การเตรียมสไตรีนให้บริสุทธิ์ ทำได้ดังนี้**

เตรียมชุดอุปกรณ์การแยกสารโดยใช้คอลัมน์ โดยทำการแพ็คคอลัมน์และใส่ใยแก้วลงไป ในคอลัมน์ จากนั้นเติมอะลูมิเนียมออกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นเฟสคงที่ (Stationary Phase) ลงไปประมาณ 10 เซนติเมตร หลังจากแพ็คคอลัมน์เสร็จแล้ว ใส่ใยแก้วประมาณ 2 เซนติเมตรลงไปอีกชั้น จากนั้นทำการเติมสไตรีนผ่านลงไป ในคอลัมน์ ตัวยับยั้งปฏิกิริยาจะถูกจับไว้ที่เฟสคงที่ ส่วนสไตรีนที่บริสุทธิ์จะค่อยๆ ไหลผ่านคอลัมน์ออกมา เก็บสไตรีนที่ได้ไว้ที่อุณหภูมิประมาณ 4-5 องศาเซลเซียส

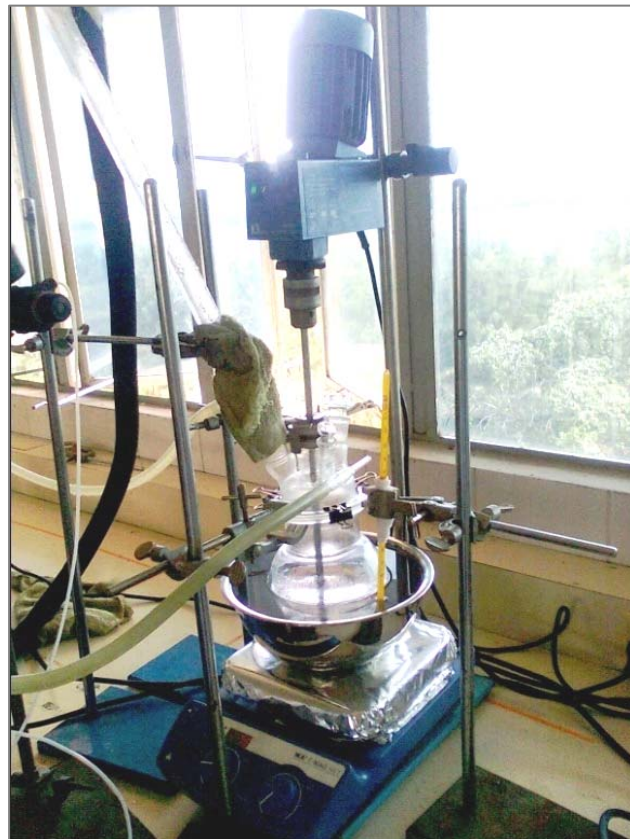


รูปที่ 3.1 การเตรียมสไตรีนให้บริสุทธิ์

### 3.3 การสังเคราะห์อนุภาคของสไตรีน-เมทาคริลิกแอซิด โคพอลิเมอร์ (P(S-MAA)) ด้วยกระบวนการการสังเคราะห์แบบอิมัลชันที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว (Emulsifier-free Emulsion Polymerization)

การสังเคราะห์อนุภาค P(S-MAA) ระดับนาโนเมตรด้วยกระบวนการการสังเคราะห์แบบอิมัลชันเพื่อใช้เป็นสารป้องกันการรวมตัวในระบบพิกเกอร์ริงอิมัลชันทำได้โดย

ซังสไตรีนและเมทาคริลิกแอซิดตามตารางที่ 3.1 เติลงในชุดสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีน้ำที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ภายใต้สถานะของแก๊สไนโตรเจน จากนั้นเติมโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตที่ละลายในน้ำซึ่งเป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยาลงไปในชุดสังเคราะห์พอลิเมอร์ และทำการสังเคราะห์เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วทำการกรองอนุภาค P(S-MAA) ด้วยผ้าขาวบางและเก็บใส่ขวดไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อนำไปวิเคราะห์และทดสอบต่อไป



รูปที่ 3.2 อุปกรณ์การสังเคราะห์อนุภาค P(S-MAA) โดยกระบวนการสังเคราะห์แบบอิมัลชัน



ชั่งออกตะเคกเคนหนัก 5 กรัม ผสมกับสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ตามตารางที่ 3.2 แล้วนำไปปั่นด้วยเครื่อง Homoginizer จากนั้นเก็บพอลิเมอร์ที่ได้ใส่ขวดไว้ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อนำไปวิเคราะห์และทดสอบต่อไป



รูปที่ 3.3 การเตรียมออกตะเคกเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

ตารางที่ 3.2 สภาวะในการเตรียมออกตะเคกเคนแคปซูลที่หุ้มด้วยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

| สารเคมีที่ใช้ | ความเข้มข้นของ PVA (%wt ของมอนอเมอร์) |   |     |
|---------------|---------------------------------------|---|-----|
|               | 0.5                                   | 1 | 2.5 |
| OD (g)        | 5                                     | 5 | 5   |
| PVA (g)       | 0.5                                   | 1 | 2.5 |

หมายเหตุ : อัตราเร็วในการปั่น 10,000 รอบ/นาที เวลา 10 นาที

### 3.6 การเตรียมออกตะเคเคนแคลปซูลโดยวิธีฟีกเกอร์ริง อิมัลชัน

การเตรียมออกตะเคเคนแคลปซูลโดยวิธีฟีกเกอร์ริง อิมัลชัน ทำได้โดยการเติมออกตะเคเคนผสมกับอนุภาค P(S-MAA) (ที่ควบคุมพีเอช) ในอัตราส่วนที่เหมาะสม จากนั้นปั่นผสมด้วยเครื่อง Homoginizer ฟีกเกอร์ริง อิมัลชันที่ได้จะนำไปตรวจสอบขนาดและสมบัติทางความร้อนต่อไป ซึ่งสามารถเตรียมได้ดังนี้

นำ P(S-MAA) ผสมออกตะเคเคนตามอัตราส่วนต่าง ๆ ตามตารางที่ 3.3 เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 M เพื่อปรับค่า pH ของอิมัลชันของ P(S-MAA) ปั่นด้วยเครื่อง Homoginizer ที่อัตราการปั่น 10,000 รอบ/นาที เป็นเวลา 10 นาที ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งและเปลี่ยนอัตราการปั่นเครื่อง Homoginizer จาก 10,000 รอบ/นาที เป็น 5,000 รอบ/นาที นำฟีกเกอร์ริง อิมัลชันที่ได้เก็บใส่ขวดไว้ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อที่จะนำไปวิเคราะห์และทดสอบต่อไป

ตารางที่ 3.3 สภาวะในการเตรียมออกตะเคเคนแคลปซูลโดยวิธีฟีกเกอร์ริง อิมัลชัน

| สารเคมีที่ใช้ | OD : P(S-MAA) |       |     |
|---------------|---------------|-------|-----|
|               | 1:0.25        | 1:0.5 | 1:1 |
| OD (g)        | 5             | 5     | 5   |
| P(S-MAA) (g)  | 1.25          | 2.5   | 5   |

หมายเหตุ สภาวะที่ใช้ในการทดลอง: อัตราเร็วในการปั่น 5,000 รอบ/นาที

และ 10,000 รอบ/นาที เวลา 10 นาที

ไม่ปรับ pH, pH 7 และ pH 10

