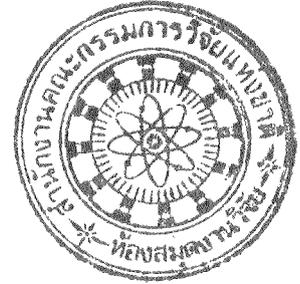


### บทที่ 3

#### การดำเนินงานวิจัย



### 3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

#### 3.1.1 สารเคมี

สารเคมี	เกรด	ยี่ห้อ
1. ไดไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene ; DVB)	Technical grade 80%	Aldrich
2. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol ; PVA)	Technical grade 80%	Aldrich
3. ออกตะเดเคน (Octadecane ; OD)	Analytical grade 99%	Merck
4. เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide ; BPO)	Technical grade 80%	Merck
5. ยางธรรมชาติ (Natural rubber ; NR)	Commercial grade	Thai rubber latex
6. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide ; NaOH 1 M)	Analytical grade	BDH
7. แคลเซียมคลอไรด์ (Calcium chloride ; CaCl <sub>2</sub> )	Analytical grade	Univar
8. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide ; H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 30% v/v)	Analytical grade	Univar
9. โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium persulfate ; K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 5% w/v)	Analytical grade	Univar
10. เมทานอล (Methanol)	Analytical grade	BDH
11. โทลูอีน (Toluene)	Analytical grade	RCI Labscan
12. เทตระไฮโดรฟูราน (Tetrahydrofuran ; THF)	Analytical grade	QReC™

### 3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์	รุ่น	ยี่ห้อ
1. ชุคใบพัดปั่น	RW 20 digital	IKA
2. เครื่องกวนแม่เหล็กแบบใช้ความร้อน	C-MAG HS7	IKA
3. เครื่องทำน้ำหล่อเย็น (Cooling bath)	-	Boss tech
4. เครื่องกวนด้วยคลื่นความถี่ (Ultrasonic sonicator)	Digital	Elma
5. เครื่อง Gel Permeation Chromatography (GPC)	Water 2414	Water
6. เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC)	DSC 4000	Perkin Elmer
7. เครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA)	TGA 4000	Perkin Elmer
8. ตู้อบสูญญากาศ (Vacumn Oven)	DZE-6051 model	DZE

## 3.2 การทดลอง

### 3.2.1 การเตรียมมอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์

การเตรียมมอนอเมอร์ให้บริสุทธิ์นั้น เป็นการกำจัดตัวยับยั้งปฏิกิริยา (Inhibitor) ที่มีการเติมลงในมอนอเมอร์ เพื่อช่วยในการรักษาสภาพของมอนอเมอร์ในระหว่างการขนส่งและการเก็บรักษา ก่อนการนำมอนอเมอร์ไปใช้ในกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์จะต้องทำการกำจัดออกก่อน เพื่อที่จะสามารถนำไปใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ได้ ซึ่งการเตรียมไดไวนิลเบนซีนให้บริสุทธิ์จะประกอบไปด้วย 2 ขั้นตอน ดังนี้

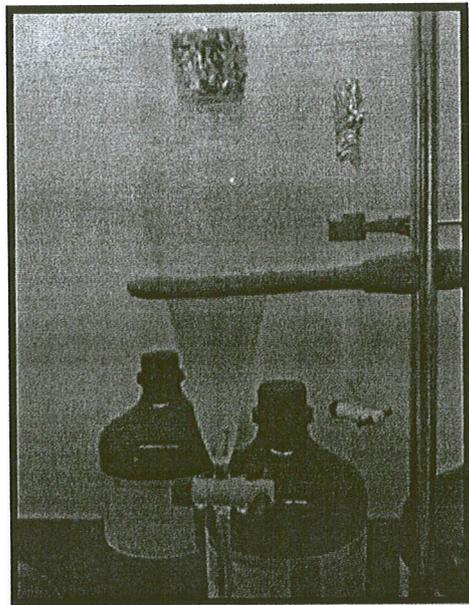
การสกัดไดไวนิลเบนซีนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

เตรียมชุดอุปกรณ์การสกัดสาร โดยการใส่กรวยแยก ตวงสาร DVB:NaOH 1 M ในอัตราส่วนปริมาตรที่ 100:100 (มิลลิลิตร) ใส่ในกรวยแยก เขย่ากรวยแยกแล้วตั้งทิ้งไว้ให้สารเกิดการแยกชั้น เมื่อสารมีการแยกชั้นที่สมบูรณ์จึงไขชั้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ทิ้ง (ชั้นล่าง) สกัด

สารซ้ำอีก 2 ครั้ง โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 M ครั้งละ 100 มิลลิลิตร นำสารละลายในชั้นของไดไวนิลเบนซีนที่ได้จากการสกัด (ชั้นบน) ไปทำการล้างด้วยน้ำในชั้นตอนต่อไป

### การล้างไดไวนิลเบนซีนด้วยน้ำ

ตวง  $H_2O:DVB$  โดยใช้อัตราส่วนปริมาตรที่ 50:50 (มิลลิลิตร) สกัดโดยใช้กรวยแยกและตั้งทิ้งไว้ให้สารเกิดการแยกชั้น เมื่อแยกชั้นได้สมบูรณ์จึงไขชั้นน้ำทิ้ง (ชั้นล่าง) สกัดซ้ำด้วย  $H_2O$  ครั้งละ 50 มิลลิลิตร อีก 2 รอบ นำชั้นของไดไวนิลเบนซีนที่สกัดได้ (ชั้นบน) เติมด้วย  $CaCl_2$  เพื่อทำการกำจัดน้ำส่วนที่ยังเหลืออยู่ออกจากไดไวนิลเบนซีน นำไดไวนิลเบนซีนที่ได้เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 0-5 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.1 การเตรียมไดไวนิลเบนซีนให้บริสุทธิ์

### 3.2.2 การเตรียมสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol solution) ความเข้มข้น

1% w/v

การเตรียมสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ สามารถเตรียมจากการนำพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ละลายในน้ำ แต่เนื่องจากพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ละลายน้ำได้ยากจึงต้องมีการปั่นกวนสารเพื่อที่จะให้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ละลายได้ดียิ่งขึ้น สารละลายที่ได้นี้จะใช้เป็นสาร Stabilizer เพื่อป้องกันการรวมตัวกันของหยดมอนอเมอร์

วิธีการเตรียมสารละลายทำได้ดังนี้ ชั่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์หนัก 5 กรัม ละลายในน้ำกลั่นปริมาตร 500 มิลลิลิตร จากนั้นกวนสารโดยใช้เครื่องกวนแม่เหล็ก แล้วจึงนำสารละลายที่ได้ไปเก็บใส่ขวด โดยเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง

### 3.2.3 การลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ

การเตรียมยางธรรมชาติที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่างๆในงานวิจัยนี้ ใช้วิธีการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติโดยปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation reaction) ร่วมกับการเขย่าโดยใช้คลื่นความถี่ (Sonication) ซึ่งจะช่วยให้สายโซ่ของยางธรรมชาติแตกออก และมีขนาดสั้นลง ทำให้น้ำหนักโมเลกุลลดลง ซึ่งมีวิธีการดังนี้ ชั่งน้ำยางพารา 20 กรัมผสมกับตัวออกซิไดซ์ดังตารางที่ 3.1 แล้วทำการกวนด้วยเครื่องคลื่นความถี่ (Sonication) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ตกตะกอนยางธรรมชาติที่ได้ด้วยเมธานอล จากนั้นละลายด้วยโทลูอีนแล้วตกตะกอนซ้ำอีกครั้ง นำไปอบให้แห้งในตู้อบสุญญากาศ แล้วจึงนำยางธรรมชาติไปสังเคราะห์ต่อไป

ตารางที่ 3.1 ปริมาตรตัวออกซิไดซ์ที่ใช้ในการลดน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ

ชนิดของตัวออกซิไดซ์	ปริมาตร (มิลลิลิตร)
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30% w/w)	20
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30% w/w)	40
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> (5% w/v)	20
K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> (5% w/v)	40

### 3.2.4 การสังเคราะห์อนุภาคพอลิไควนิลเบนซีน

การสังเคราะห์อนุภาคพอลิไควนิลเบนซีน ใช้กระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย ซึ่งการสังเคราะห์อนุภาคพอลิไควนิลเบนซีนนี้จะประกอบด้วย มอนอเมอร์ ตัวริเริ่ม ปฏิกิริยาชนิดละลายในสารอินทรีย์ (Oil soluble initiator) สารป้องกันการรวมตัวของหยดมอนอเมอร์ และน้ำ เพื่อใช้เป็นตัวเปรียบเทียบกับพอลิไควนิลเบนซีนแคปซูลที่หุ้มออกตะเดเคนเป็นวัสดุเก็บความร้อน ซึ่งมีวิธีการดังนี้

ซึ่ง DVB และ BPO ตามตารางที่ 3.2 ละลายให้เป็นสารเนื้อเดียวกัน เทลงไปในสารละลาย PVA ปริมาตร 150 มิลลิลิตร จากนั้นปั่นด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ (Homoginizer) อัตราการปั่น 5,000 รอบต่อนาที (rpm) เวลา 5 นาที เพื่อเตรียมหยดมอนอเมอร์ จากนั้น นำสารละลายที่ได้เทลงในชุดสังเคราะห์พอลิเมอร์ ที่ให้อุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะของแก๊สไนโตรเจน และใช้เวลาในการสังเคราะห์ 8 ชั่วโมง เมื่อครบ 8 ชั่วโมงแล้ว ทำการกรองพอลิไดไวนิลเบนซีนที่ได้ และเก็บใส่ขวดไว้ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อนำไปวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่อไป

ตารางที่ 3.2 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคพอลิไดไวนิลเบนซีน

สารเคมี	ปริมาณที่ใช้ (g)
DVB	15.0
BPO (8% wt)	1.2
PVA	1.5
H <sub>2</sub> O	150.0

หมายเหตุ สภาวะที่ใช้ในการทดลอง : อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส  
เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 8 ชั่วโมง  
อัตราเร็วในการปั่น 5,000 รอบต่อนาที เวลา 5 นาที

### 3.2.5 การสังเคราะห์พอลิไดไวนิลเบนซีน/ยางธรรมชาติแคปซูลที่หุ้มออกตะเดกเคนเป็นวัสดุเก็บความร้อน

การสังเคราะห์พอลิไดไวนิลเบนซีน/ยางธรรมชาติแคปซูลที่หุ้มออกตะเดกเคนเป็นวัสดุเก็บความร้อนนั้น ใช้การสังเคราะห์แบบแขวนลอย ซึ่งในการสังเคราะห์จะประกอบด้วย มอนอเมอร์ ยางธรรมชาติ วัสดุเก็บความร้อน ตัวริเริ่มปฏิกิริยา สารป้องกันการรวมตัวของหยดมอนอเมอร์ และน้ำ โดยในงานวิจัยนี้ จะทำการหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพอลิไดไวนิลเบนซีน/ยางธรรมชาติแคปซูล โดยจะทำการศึกษาปัจจัยที่เกี่ยวข้อง คือ

- น้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ
- ปริมาณยางธรรมชาติ

กระบวนการสังเคราะห์มีรายละเอียดดังนี้

ซัง DVB NR OD BPO ตามตารางที่ 3.3 จากนั้นผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน เทลงไปในสารละลาย PVA ปริมาตร 150 มิลลิลิตร จากนั้นปั่นด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ เพื่อเตรียมหยดมอนอเมอร์ แล้วนำสารละลายที่ได้เทลงในชุดสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะที่มีแก๊สไนโตรเจน โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 8 ชั่วโมง เมื่อครบ 8 ชั่วโมงจึงทำการเก็บพอลิเมอร์แคปซูลที่ได้ไว้ที่อุณหภูมิห้อง เพื่อนำไปวิเคราะห์และทดสอบต่อไป

โดยในโครงการงานนี้จะทำการศึกษา ผลของปริมาณและน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติที่มีต่อการเกิดพอลิเมอร์แคปซูล

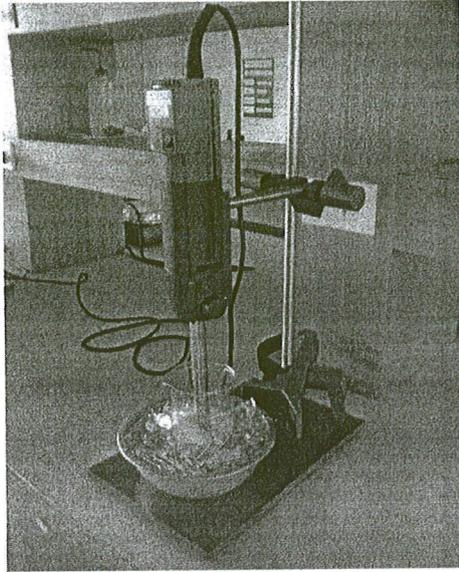
ตารางที่ 3.3 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์พอลิไดไวนิลเบนซีน/ยางธรรมชาติแคปซูลที่หุ้มออกตะเดเคนเป็นวัสดุเก็บความร้อน ที่เปอร์เซ็นต์ต่างๆของยางธรรมชาติ

%NR สารเคมี	0	0.5	1	2.5	5
DVB (g)	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
NR (mg)	-	37.5	75.0	187.5	375.0
OD (g)	7.5	7.5	7.5	7.5	7.5
BPO (g)	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
PVA (g)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
H <sub>2</sub> O (ml)	150.0	150.0	150.0	150.0	150.0

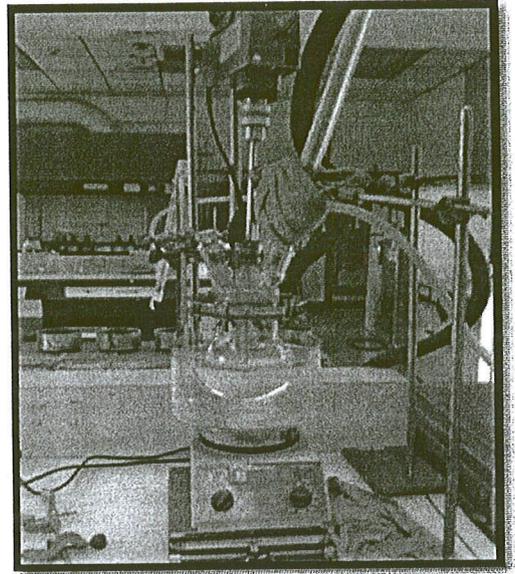
หมายเหตุ

- a) NR = Natural rubber, DVB = Divinyl benzene  
OD = Octadecane, BPO = Benzoyl peroxide  
PVA = Polyvinyl Alcohol

- b) NR มีน้ำหนักโมเลกุล (g/mol): 308,130 , 162,519

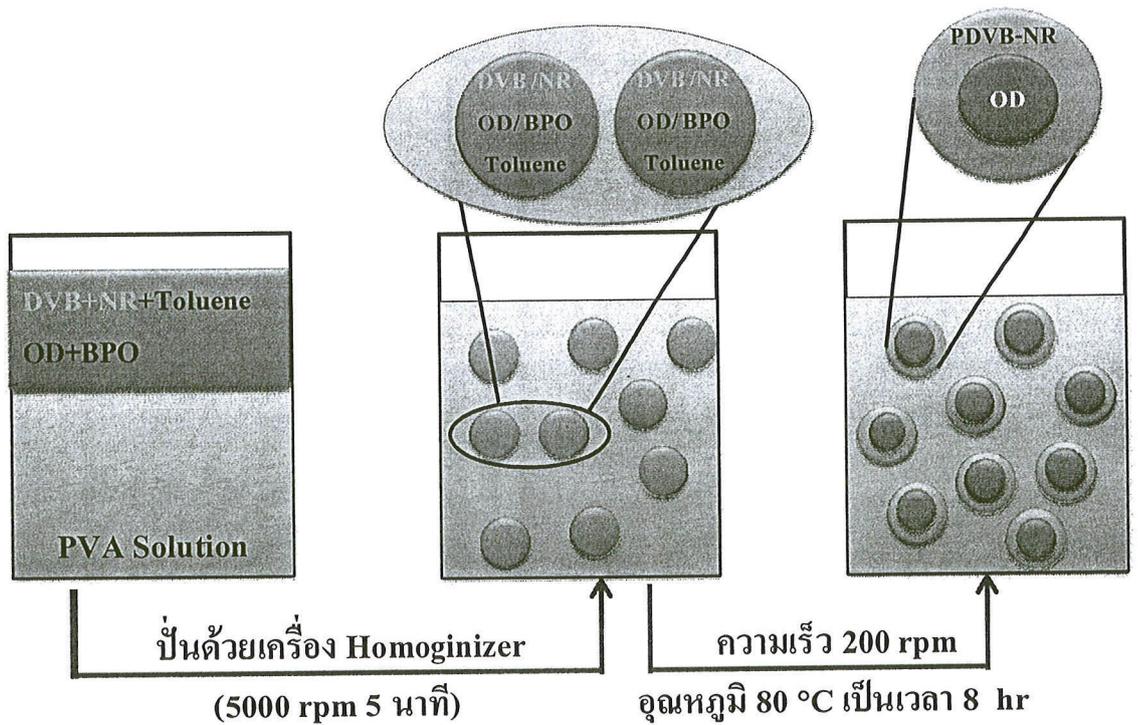


ก. กระบวนการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์



ข. กระบวนการสังเคราะห์พอลิไดไวนิลเบนซีนแคปซูลที่หุ้มออกตะเดกเคนเป็นวัสดุเก็บความร้อน

รูปที่ 3.2 การสังเคราะห์พอลิไดไวนิลเบนซีน/ยางธรรมชาติแคปซูลที่หุ้มออกตะเดกเคนเป็นวัสดุเก็บความร้อน



รูปที่ 3.3 แผนภาพการสังเคราะห์พอลิไดไวนิลเบนซีน/ยางธรรมชาติแคปซูลที่หุ้มออกตะเดกเคนเป็นวัสดุเก็บความร้อนโดยการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย

### 3.2.6 การหาลักษณะเฉพาะและทดสอบสมบัติของอนุภาคพอลิเมอร์และพอลิเมอร์แคปซูล

#### 3.2.6.1 การหา% Conversion

เป็นการหาเปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนไปเป็นพอลิเมอร์ในการสังเคราะห์ ซึ่งทำได้โดยชั่งด้วยออลูมิเนียมและบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน หยดพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ลงในถ้วยออลูมิเนียมประมาณ 2 กรัม และบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำถ้วยออลูมิเนียมมาชั่ง บันทึกน้ำหนัก แล้วนำมาอบต่อจนน้ำหนักคงที่ แล้วคำนวณเพื่อหา % Conversion

สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\% \text{ Conversion} = \left[ \frac{\text{น้ำหนักหลังอบ} \times \text{น้ำหนักรวมของสารผสม - OD - BPO - PVA}}{\text{น้ำหนักก่อนอบ}} \right] \times 100$$

$$\frac{\text{น้ำหนัก DVB}}{\text{น้ำหนัก DVB}}$$

#### 3.2.6.2 การตรวจดูรูปร่างของพอลิเมอร์แคปซูล

เป็นการศึกษารูปร่างและลักษณะลักษณะของแคปซูลที่เตรียมได้ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงซึ่งทำได้ดังนี้ หยดพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ลงบนสไลด์ 1-2 หยด แล้วหยดน้ำกลั่นลงไปเล็กน้อย จากนั้นนำแผ่นสไลด์ไปตรวจสอบด้วยกล้อง Optical microscope โดยตั้งกำลังขยายของเลนส์ใกล้ตาที่ 10x และเลนส์ใกล้วัตถุที่ 40x แล้วตรวจดูรูปร่าง

#### 3.2.6.3 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

ในโครงการนี้ ได้ทำการทดสอบสมบัติทางความร้อนของออกตะเดคเคนที่ถูกหุ้มอยู่ในพอลิไคไวนิลเบนซีน/ยางธรรมชาติแคปซูลเปรียบเทียบกับออกตะเดคเคนที่ไม่ถูกหุ้ม ดังนี้

การหาค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะและค่าความร้อนในการเปลี่ยนสถานะ

อุณหภูมิและปริมาณความร้อนในการเปลี่ยนสถานะสามารถหาได้ โดยใช้เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) (DSC 4000, Perkin Elmer, USA) โดยใช้สภาวะดังต่อไปนี้

ช่วงอุณหภูมิในการทดสอบ 0 -40 °C

อัตราเร็วในการสแกน 5 °C / min

ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

ปริมาณความร้อนในการเปลี่ยนสถานะสามารถคำนวณหาได้จากสมการ

$$J/g-OD = (A/B) \times 100$$

เมื่อ

A =  $H_c$  or  $H_m$  ของออกตะเดกเคนที่ถูกหุ้ม (J/g-sample)

B = %OD ในแคลซูลที่ได้จาก TGA เทอร์โมแกรม

**การสลายตัวเนื่องจากความร้อน**

อุณหภูมิในการสลายตัวของออกตะเดกเคนและองค์ประกอบของพอลิเมอร์แคลซูลสามารถหาได้โดยใช้เครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) (TGA 4000, Perkin Elmer, USA)

โดยใช้สภาวะดังต่อไปนี้ ช่วงอุณหภูมิในการทดสอบ 50-550 °C

อัตราเร็วในการให้ความร้อน 20 °C/min

ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

### 3.2.6.4 การตรวจหาน้ำหนักโมเลกุลของยางธรรมชาติ

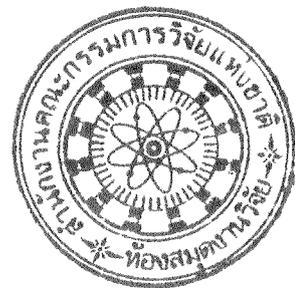
การตรวจหาน้ำหนักโมเลกุลยางธรรมชาติสามารถตรวจหาได้โดยใช้เครื่อง Gel Permeation Chromatograph (GPC) โดยใช้สภาวะดังนี้

Column : Thermostatted Column Compartment TCC-100

Mobile phase : Tetrahydrofuran (THF)

Flow rate : 1.00 ml/min

Temperature : 40°C



### 3.2.7 การเคลือบผ้าด้วยพอลิเมอร์แคลซูล

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเคลือบผ้าฝ้าย (Cotton 100%) ด้วย PDVB/OD/NR แคลซูลที่เตรียมได้โดยกระบวนการ Pad-Dry-Cure และใช้อะคริลิก อิมัลชัน (Acrylic emulsion) เป็นสารตัวเชื่อม (Binder) โดยมีขั้นตอนดังนี้

ทำการผสม PDVB/OD/NR แคลซูลกับสารตัวเชื่อมที่อัตราส่วนต่างๆดังตารางที่ 3.4 จากนั้นนำผ้าฝ้ายที่ขนาด กว้าง 2.5 cm ยาว 6 cm จำนวน 5 ชิ้น ซึ่งชั่งน้ำหนักแล้วจุ่มลงในสารผสมทิ้งไว้ประมาณ 1 นาที แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 5 นาที เพื่อระเหยน้ำ ออบต่อที่อุณหภูมิ

130 °C เป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้เกิดโครงร่างแหเป็นการยึดแคปซูลให้ติดกับผ้า จะได้ผ้าที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์แคปซูล นำมาชั่งน้ำหนักหลังเคลือบ และนำไปทดสอบสมบัติต่อไป

ทำการตรวจสอบลักษณะของผ้าที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์แคปซูล โดยใช้กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด แล้วทำการหาเปอร์เซ็นต์การเคลือบติดของพอลิเมอร์แคปซูลในผ้าดังสมการ

**การหาเปอร์เซ็นต์การเคลือบ (%Add on)**

$$\% \text{ การเคลือบติด (\%Add on)} = \frac{\text{น้ำหนักผ้าหลังเคลือบ} - \text{น้ำหนักผ้าก่อนเคลือบ}}{\text{น้ำหนักผ้าหลังเคลือบ}}$$

**ตารางที่ 3.4** สภาวะในการเคลือบผ้าด้วยพอลิเมอร์แคปซูล

	แคปซูล : สารตัวเชื่อม				
	1:5	1:1	2:1	5:1	10:1
แคปซูล (g)	0.05	0.25	0.50	1.25	2.50
สารตัวเชื่อม (g)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25