

รายงานวิจัย

การเตรียมพอลิเมอร์เอนแคปซูลชันที่มีสมบัติหน่วงเหนี่ยวการติดไฟ

จากวัสดุทางการเกษตร

**Preparation of Flame Retardant Polymer Encapsulation
from Agricultural**

นางสาวบุญศรี กู้สุขธรรม

โครงการวิจัยทุนสนับสนุนของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ

งบประมาณแผ่นดิน ปี พ.ศ. 2556

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ

รายงานวิจัย

การเตรียมพอลิเมอร์เอนแคปซูเลชันที่มีสมบัติหน่วงเหนี่ยวการติดไฟ
จากวัสดุทางการเกษตร

**Preparation of Flame Retardant Polymer Encapsulation
from Agricultural**

คณะผู้วิจัย

สังกัด

นางสาวบุญศรี คู่สุขธรรม สาขาวิชาวิศวกรรมเคมีสิ่งทอ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล
กรุงเทพ

โครงการวิจัยทุนสนับสนุนของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ
งบประมาณแผ่นดิน ปี พ.ศ. 2556
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพที่ให้ทุนสนับสนุนการวิจัย
งบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ 2556



บทคัดย่อ

แคลเซียมซัลเฟตที่เอนเคปซูลด้วยเม็ดลูกปัดแอลจินेटถูกศึกษา วัตถุประสงค์เพื่อเตรียมเม็ดลูกปัดที่มีสมบัติด้านทานการติดไฟของแอลจินेटที่เอนเคปซูลแคลเซียมซัลเฟต เม็ดลูกปัดถูกเตรียมโดยการผสมแคลเซียมซัลเฟตที่ถูกปรับปรุงด้วยไวทิลไครเอทอกซีไซเลนลงในสารละลายแอลจินेट จากนั้นแอลจินेटที่มีแคลเซียมซัลเฟตกระจายตัวอยู่ถูกหยดลงในสารละลายของแคลเซียมคลอไรด์

ผลจากการศึกษาพบว่า ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเม็ดลูกปัดขึ้นอยู่กับปริมาณของแคลเซียมซัลเฟตในสารละลายแอลจินेट นอกจากนี้รูปร่างของเจลแอลจินेटถูกควบคุมโดยความหนืดของสารละลายแอลจินेट ลักษณะวิทยาและสมบัติของเม็ดลูกปัดเอนเคปซูลถูกตรวจสอบ ผลจากการศึกษาพบว่าอนุภาคของแคลเซียมซัลเฟตกระจายตัวได้ดีในเมทริกซ์ของแอลจินेट สมบัติทางความร้อนของเม็ดลูกปัดแอลจินेटที่เอนเคปซูลแคลเซียมซัลเฟตเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณของแคลเซียมซัลเฟตเพิ่มขึ้น



ABSTRACT

The calcium silicate encapsulated with alginate bead was studied. The objective was to prepare flame retardance bead of alginate encapsulating calcium silicate. The beads were prepared by a mixing of modified calcium silicate with vinyltriethoxysilane in the alginate solution. And then the alginate/calcium silicate dispersion was dropped into the calcium chloride solution.

The result showed that the mean particle size of obtained beads depended on the content of modified calcium silicate in alginate solution. In addition, the shape of alginate gel was controlled by the viscosity of alginate solution. The morphologies and property of the encapsulated beads were investigated. The result showed that the calcium silicate particles were well dispersed within the matrix of alginate. The thermal stability of alginate beads encapsulating calcium silicate increased with increasing the content of calcium silicate.



สารบัญเรื่อง

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	
บทคัดย่อ (ภาษาไทย)	
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ)	
สารบัญเรื่อง	
สารบัญตาราง	
สารบัญภาพประกอบ	
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 แอลจินेट	3
2.1.1 กระบวนการผลิตแอลจินेट	3
2.1.2 โครงสร้างทางเคมีของกรดแอลจินิก	3
2.1.3 สมบัติของแอลจินेट	5
2.1.4 ประโยชน์ของแอลจินेट	5
2.2 การศึกษาวิจัยเกี่ยวกับแอลจินेट	6
2.3 แคลเซียมซิลิเกต	7
2.4 ความสัมพันธ์ระหว่างแคลเซียมซิลิเกตกับปูนซีเมนต์	8
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	10
3.1 สารเคมี	10
3.2 การศึกษาการปรับปรุงแคลเซียมซิลิเกต	10
3.3 การตรวจสอบสมบัติของแคลเซียมซิลิเกต	11
3.3.1 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมี โดยใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตร- โฟโตมิเตอร์	11
3.3.2 การตรวจสอบสมบัติการเปียกน้ำ	11
3.3.3 การวัดการกระจายขนาดอนุภาคของแคลเซียมซิลิเกต	11

	หน้า
3.4 การเตรียมเม็ดลูกปิดพอลิเมอร์ของแอลจินร่วมกับแคลเซียมซลิเกต	11
3.5 การตรวจสอบสมบัติของเม็ดลูกปิดพอลิเมอร์	12
3.5.1 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมี	12
3.5.2 การวัดการกระจายขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปิดพอลิเมอร์	12
3.5.3 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	12
3.5.4 การตรวจสอบสมบัติความคงทนต่อความร้อน	12
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	13
4.1 การปรับปรุงแคลเซียมซลิเกตด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน	13
4.2 การเตรียมเม็ดลูกปิดแอลจิน	18
4.3 การเตรียมเม็ดลูกปิดแอลจินคเอนเคปซูลแคลเซียมซลิเกต	23
4.4 การตรวจสอบเม็ดลูกปิดแอลจินด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี	27
4.5 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเม็ดลูกปิดแอลจิน	28
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและการอภิปรายผล	29
เอกสารอ้างอิง	33
ภาคผนวก ก	35
ภาคผนวก ข	38
ประวัติผู้วิจัย	40

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	ปริมาณการใช้แอลจินेटในอุตสาหกรรมต่าง ๆ	5
2.2	ส่วนประกอบที่สำคัญของแคลเซียมซิลิเกต	7
2.3	ออกไซด์ชนิดต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์	8
2.4	สารประกอบที่สำคัญของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์	8
3.1	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	10
4.1	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแคลเซียมซิลิเกต	16
4.2	ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเม็ดลูกปัดแอลจินेटและเม็ดลูกปัดแอลจินेट เอนเคปซูเลตแคลเซียมซิลิเกต	24
4.3	ร้อยละของปริมาณสารที่เหลืออยู่ภายหลังจากได้รับความร้อนของเม็ด ลูกปัดแอลจินेटและเม็ดลูกปัดแอลจินेटเอนเคปซูเลตแคลเซียมซิลิเกต	30



สรบัญภาพประกอบ

ภาพประกอบที่		หน้า
2.1	โครงสร้างของกรดเมนนูโรนิกและกลูโรนิก	3
2.2	พอลิเมอร์ของกรดกลูโรนิกแบบจับล๊อค	4
2.3	พอลิเมอร์ของกรดเมนนูโรนิกแบบเอนบล๊อค	4
2.4	การทำปฏิกิริยาระหว่างแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับโซลิดิเมอร์ของ จับล๊อคในแอลจินต	5
4.1	สมบัติการเปียกน้ำของแคลเซียมซัลไฟด์และแคลเซียมซัลไฟด์ ที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน	13
4.2	อินฟราเรดสเปกตรัมของแคลเซียมซัลไฟด์และแคลเซียมซัลไฟด์ ที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน	15
4.3	การกระจายตัวของอนุภาคแคลเซียมซัลไฟด์และแคลเซียมซัลไฟด์ ที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน	16
4.4	ลักษณะอนุภาคของแคลเซียมซัลไฟด์ก่อนและหลังการปรับปรุง ด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน	17
4.5	การทำปฏิกิริยาระหว่างแคลเซียมไฮดรอกไซด์กับโซเดียมแอลจินต	18
4.6	ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายโซเดียม- แอลจินตและความหนืด	19
4.7	ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเมื่อหยดสารละลายโซเดียม- แอลจินตที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ลงในสารละลายโซเดียมคลอไรด์	20
4.8	การกระจายขนาดของเม็ดลูกปัดแอลจินตในสถานะแห้งที่เตรียม จากสารละลายโซเดียมแอลจินตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 6 (น้ำหนัก/ปริมาตร)	21
4.9	ลักษณะพื้นผิวของเม็ดลูกปัดแอลจินตในสถานะแห้ง	22
4.10	ลักษณะภาคตัดขวางของเม็ดลูกปัดแอลจินตในสถานะแห้ง	22
4.11	การกระจายขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปัดแอลจินตในสถานะแห้ง และเม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูเลตแคลเซียมซัลไฟด์ในปริมาณ ต่าง ๆ	24
4.12	ลักษณะพื้นผิวของเม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูเลตแคลเซียม- ซัลไฟด์โดยผสมแคลเซียมซัลไฟด์ในปริมาณร้อยละ 10 (โดยน้ำหนัก ของแอลจินต)	25

		หน้า
4.13	ลักษณะพื้นผิวของเม็ดลูกปัดแอลจินเตอเนคเปซุเลตเคลือบ- ซีลิกेटโดยผสมเคลือบซีลิกेटในปริมาณร้อยละ 30 (โดยน้ำหนัก ของแอลจินเต)	26
4.14	ลักษณะภาคตัดขวางของเม็ดลูกปัดแอลจินเตอเนคเปซุเลต เคลือบซีลิกेटโดยผสมเคลือบซีลิกेटในปริมาณร้อยละ 30 (โดยน้ำหนักของแอลจินเต)	26
4.15	อินฟราเรดสเปกตรัมชนิดต่าง ๆ	27
4.16	เทอร์โมแกรมของเม็ดลูกปัดแอลจินเต (ก) และเม็ดลูกปัดแอลจินเต อเนคเปซุเลตเคลือบซีลิกेट (ข-ง)	29
4.17	อัตราการสลายตัวของเม็ดลูกปัดแอลจินเต (ก) และเม็ดลูกปัด แอลจินเตอเนคเปซุเลตเคลือบซีลิกेट (ข-ง)	29



1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

แอลจินต เป็นพอลิแซ็กคาไรด์ที่มีลักษณะเป็นเส้นตรง ซึ่งสกัดได้จากสาหร่ายทะเลสีน้ำตาล แอลจินตเป็นวัสดุชีวภาพ ที่ย่อยสลายได้โดยธรรมชาติ นิยมใช้ในอุตสาหกรรมสิ่งทอ อาหาร และอุตสาหกรรมเคมี ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารทำข้น (thickening agent) และสารที่ทำให้เกิดเจล (gelling agent)

แอลจินต มีการศึกษาเพื่อนำมาใช้เป็นวัสดุปิดแผล (Wang et al. 2010: 910-919) ใช้ร่วมกับไคโทซานเพื่อบำบัดน้ำเสีย (Qin et al. 2007: 3581-3587) นอกจากนี้มีการนำมาใช้ใน ระบบนำส่งยา (Dai et al. 2008: 493-500; Wu et al. 2010: 32-43) โดยเตรียมให้อยู่ในรูปเอนแคปซูล (encapsulation) ของยาชนิดต่าง ๆ (Tan et al. 2009: 866-877) กองจ้ และคณะ (Kong et al. 2009: 807-812) ศึกษาการเตรียมเส้นใยแคลเซียมแอลจินต และพบว่าเส้นใยชนิดนี้มีสมบัติ ด้านทาน การติดไฟ และดูดซับไฟได้ยาก

แคลเซียมซัลเฟต เป็นวัสดุที่ใช้ในวิศวกรรมโยธา เกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างแคลเซียมออกไซด์และซัลฟิวร่า น้ำได้ดี และเป็นฉนวนความร้อน มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีอนุภาคขนาดเล็ก ฟูงกระจายได้ง่าย ทำให้เกิดปัญหาแก่ระบบทางเดินหายใจในระหว่างการใช้งาน

โครงการนี้จะผลิตเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ (bead) ของแอลจินต โดยมีลักษณะเป็นเอนแคปซูลของแอลจินตที่มีแคลเซียมซัลเฟตอยู่ในเม็ดของแอลจินต เพื่อใช้เป็นวัสดุห่อหุ้มเส้นใย การติดไฟ เพิ่มความคงทนต่อความร้อนให้กับวัสดุชนิดอื่น ๆ เช่น พลาสติก คอนกรีต ซึ่งจะช่วยลดความเสี่ยงของวัสดุชนิดอื่น ๆ จากการเกิดเพลิงไหม้ได้ โดยจากการศึกษาขั้นเบื้องต้นในห้องปฏิบัติการพบว่าสามารถเตรียมเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ของแอลจินตที่มีแคลเซียมซัลเฟตบรรจุอยู่ภายในได้ ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้สูง ที่จะผลิตพอลิเมอร์เอนแคปซูลชนิดนี้ได้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

เพื่อเตรียมพอลิเมอร์เอนแคปซูลจากแคลเซียมซัลเฟตและโซเดียมแอลจินตที่มีสมบัติห่อหุ้มเส้นใยการติดไฟ

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

โครงการวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์เอนแคปซูลจากแคลเซียมซัลเฟตและ โซเดียม-แอลจินตที่มีสมบัติห่อหุ้มเส้นใยการติดไฟ โดยมีขอบเขตของการวิจัย ดังนี้

ศึกษาการเตรียมเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์จากโซเดียมแอลจินตร่วมกับแคลเซียมซัลเฟต

1. ศึกษาการปรับปรุงแคลเซียมซัลเฟตด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน

2. การตรวจสอบสมบัติของแคลเซียมซิติเกตและแคลเซียมซิติเกตที่ผ่านการปรับปรุง โดยตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

2.1 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมี

2.2 การตรวจสอบสมบัติการเปียกน้ำ

2.3 การวัดการกระจายขนาดอนุภาคของแคลเซียมซิติเกต

2.4 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2.5 การเตรียมเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ของแอลจินะร่วมกับแคลเซียมซิติเกต

2.6 การตรวจสอบสมบัติของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ โดยตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

2.6.1 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมี

2.6.2 การวัดการกระจายขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์

2.6.3 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน-

แบบส่องกราด

2.6.4 การตรวจสอบสมบัติความคงทนต่อ ความร้อน

2.7 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณแคลเซียมซิติเกตต่อสมบัติของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ผลจากการวิจัยนี้สามารถนำเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ไปใช้เพื่อเป็นวัสดุด้านทานการติดไฟ ซึ่งอาจนำไปใช้งานในด้านอื่น ๆ เช่น งานวิศวกรรมโยธา ผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ด้านทานการติดไฟ

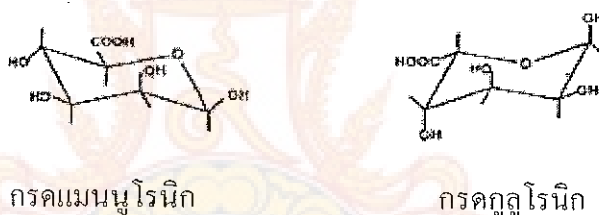
2.1 แอลจิเนต

2.1.1 กระบวนการผลิตแอลจิเนต (Roberts. 1995: 3)

สาหร่ายทะเลเป็นทรัพยากรธรรมชาติทางทะเลที่สำคัญ เพราะเป็นแหล่งผลิตและเริ่มต้นของระบบนิเวศในน้ำ ใช้เป็นอาหารของมนุษย์และสัตว์ แอลจิน (algin) หรือ แอลจิเนตเป็นสิ่งที่สกัดได้จากสาหร่ายทะเลสีน้ำตาล

2.1.2 โครงสร้างทางเคมีของกรดแอลจินิก (McHugh. 1987: 51-96)

แอลจิเนตเป็นเกลือของกรดแอลจินิก ประกอบด้วยกรดแมนนูโรนิก (manuronic acid) และกรดกลูโรนิก (guluronic acid) โครงสร้างทางเคมีแสดงดังในภาพประกอบที่ 2.1

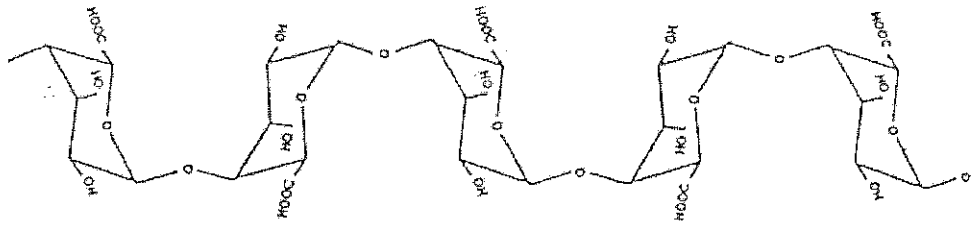


ภาพประกอบที่ 2.1 โครงสร้างของกรดแมนนูโรนิกและกรดกลูโรนิก

พอลิเมอร์ของกรดแอลจินิกเกิดโดยการเชื่อมต่อของมอนอเมอร์ที่คาร์บอนอะตอมตำแหน่งที่ 1 และตำแหน่งที่ 4 โดยโซ่พอลิเมอร์ ที่สร้างขึ้นมี 3 ชนิด คือ

1. จีบล็อก (G blocks) ซึ่งประกอบด้วยกรดกลูโรนิกเพียงอย่างเดียวสายโซ่พอลิเมอร์

มีลักษณะคดไปมาแบบฟันเลื่อยดังแสดงในภาพประกอบที่ 2.2



ภาพประกอบที่ 2.2 พอลิเมอร์ของกรดกลูโครินิกแบบจิบลิค

2. เอ็มบล็อก (M blocks) ซึ่งประกอบด้วยกรดแมนนูโรนิกเพียงตัวเดียวสายโซ่พอลิเมอร์ เป็นแบบเส้นตรงดังแสดงในภาพประกอบที่ 2.3

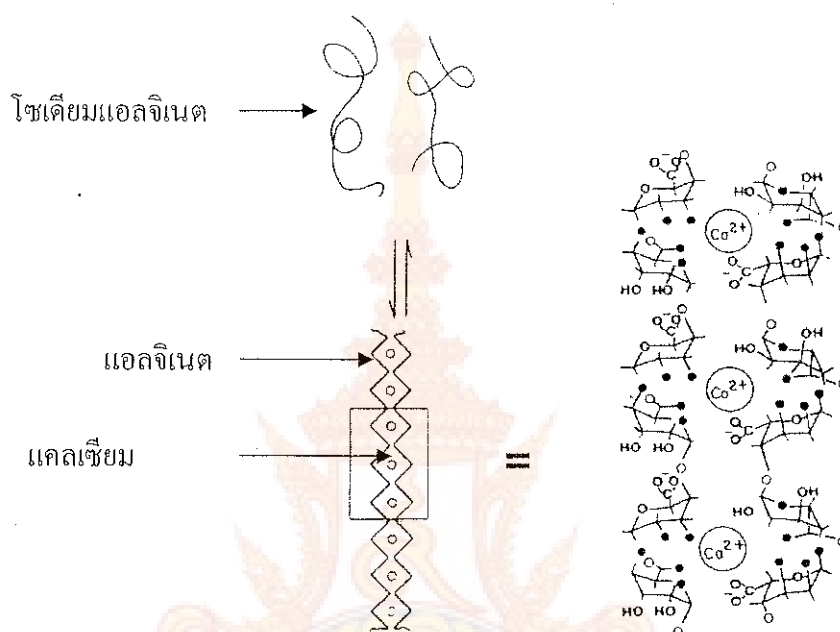


ภาพประกอบที่ 2.3 พอลิเมอร์ของกรดแมนนูโรนิกแบบเอ็มบล็อก

3. เอ็มจิบลิค (M G blocks) ซึ่งประกอบด้วยกรดแมนนูโรนิกและกรดกลูโครินิก อัตราส่วนของกรดแมนนูโรนิกและกรดกลูโครินิก (M/G ratio) ในแอลจิเนตมีผลต่อสมบัติของแอลจิเนต สำหรับที่มีอัตราส่วนของกรดแมนนูโรนิกและกรดกลูโครินิกต่ำ จะทำให้แอลจิเนตมีคุณภาพดี เกิดเจลที่มีความแข็งแรงสูง

2.1.3 สมบัติของแอลจินेट (Salomone. 1996: 151)

โซเดียมแอลจินेटละลายน้ำได้ สารละลายมีความหนืดสูง แกลีคอลเชื่อมของแอลจินेटไม่ละลายน้ำ เนื่องจากเกิดการทำปฏิกิริยาระหว่างแกลีคอลไฮดรอกซิลกับสายโซ่พอลิเมอร์ของจีบลีค ดังแสดงในภาพประกอบที่ 3.4 ในแอลจินेटช่องว่างระหว่างโซ่ของจีบลีคจะเกิดการจับกับแกลีคอลไฮดรอกซิล ความแข็งแรงของเจล ขึ้นอยู่กับปริมาณของจีบลีคในแอลจินेटและความเข้มข้นของแกลีคอลไฮดรอกซิล



ภาพประกอบที่ 2.4 การทำปฏิกิริยาระหว่างแกลีคอลไฮดรอกซิลกับโซ่พอลิเมอร์ของจีบลีคในแอลจินेट

2.1.4 ประโยชน์ของแอลจินेट (McHugh. 1987: 51-96)

แอลจินेटสามารถใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ปริมาณการใช้แอลจินेटในอุตสาหกรรมต่าง ๆ

ชนิดของอุตสาหกรรม	ร้อยละของปริมาณการใช้แอลจินेट
อุตสาหกรรมสิ่งทอ	50
อุตสาหกรรมอาหาร	30
อุตสาหกรรมกระดาษ	5

ตารางที่ 2.1 (ต่อ) ปริมาณการใช้แอลจินตในอุตสาหกรรมต่าง ๆ

ชนิดของอุตสาหกรรม	ร้อยละของปริมาณการใช้แอลจินต
อุตสาหกรรมอาหารกระป๋อง	5
เภสัชกรรม	5
อื่น ๆ	5

อุตสาหกรรมสิ่งทอมีการใช้แอลจินตเป็นสารลงแป้งในเส้นด้าย เพื่อให้เส้นด้ายแข็งแรง ป้องกันการขาดของเส้นด้ายในระหว่างการทอ ใช้ในงานพิมพ์โดยทำหน้าที่เป็นสารทำขึ้น การใช้แอลจินตในอุตสาหกรรมอาหารใช้เป็นสารทำขึ้น สารทำให้เกิดอิมัลชัน (emulsifying agent) และสารทำให้เกิดความเสถียร (stabilizing agent)

การใช้แอลจินตร่วมกับถ่านกัมมันต์ (activated carbon) มีการศึกษาโดยนำถ่านกัมมันต์ ความเข้มข้นร้อยละ 1 ผสมกับสารละลายโซเดียมแอลจินตความเข้มข้นร้อยละ 2 และนำมาหยดลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ความเข้มข้น 0.05 โมล/ลิตร (Annadurai. 2002: 191-198) ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีถ่านกัมมันต์กระจายตัวอยู่ในเม็ดยาของแอลจินต

2.2 การศึกษาวิจัยเกี่ยวกับแอลจินต

การเตรียมอนุภาคของแอลจินต เตรียมโดยละลายแอลจินตในน้ำกลั่นจำนวน 100 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 22 °C ทำให้เย็น และหยดสารละลายแอลจินตลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ ที่มีความเข้มข้น 0.2 โมล/ลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 45 นาที อนุภาคที่ได้มีขนาด 2.69 ± 0.09 ไมครอน (La'zaro et al. 2003: 2118-2126)

โจโทห์ เมทสึชิม่า และคิคุชิ (Gotoh, Matsushima and Kikuchi. 2004: 57-64) เตรียมเม็ดถูกปิดพอลิเมอร์โดยพ่นสารละลายแอลจินตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2 (โดยน้ำหนัก/น้ำหนัก) ลงในท่อที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.8 มิลลิเมตร และผ่านลงไปนสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ที่มีความเข้มข้น 150 มิลลิโมล/ลิตร ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง พร้อมทั้งกวนอย่างสม่ำเสมอ หลังจากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำกลั่นโดยอนุภาคที่เตรียมได้มีขนาด 504 ± 96 ไมครอน และมีความหนาแน่น 1.051 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร

เม็ดถูกปิดแอลจินตถูกเตรียมโดยเตรียมสารละลายแอลจินตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2 (โดยน้ำหนัก/น้ำหนัก) โดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย จากนั้นหยดสารละลายแอลจินตลงใน

สารละลายแคลเซียมคลอไรด์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 (โดยน้ำหนัก/น้ำหนัก) และคนเป็นเวลา 30 นาที โดยใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรระหว่างสารละลายแอลจินेटและสารละลายแคลเซียมคลอไรด์เท่ากับ 1: 50 ส่วนเม็ดลูกปัดแอลจินेटที่มีสารชนิดอื่นอยู่ภายในเม็ดเตรียมโดยละลายแอลจินेट ในกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นร้อยละ 30 (โดยน้ำหนัก/น้ำหนัก) และเตรียมเป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2 จากนั้นผสมไคทิน คาโอลิน หรือเบนโทไนด์ ลงในสารละลายของแอลจินेटโดยให้มีความเข้มข้นร้อยละ 0.5 (โดยน้ำหนัก/น้ำหนัก) เม็ดลูกปัดแอลจินेटชนิดต่าง ๆ มีขนาด 4.33-4.49 มิลลิเมตร

2.3 แคลเซียมซิลิเกต (Windholz. 1976: 215)

แคลเซียมซิลิเกตมีหลายรูปแบบ รูปทั่วไปที่สำคัญของแคลเซียมซิลิเกต ได้แก่ CaSiO_3 , Ca_2SiO_4 และ Ca_3SiO_5 โดยทั่วไปแคลเซียมซิลิเกตจะเกิดในรูปไฮเดรต ซึ่งประกอบด้วยน้ำในปริมาณมากในผลึกของแคลเซียมซิลิเกต

ลักษณะที่สำคัญของแคลเซียมซิลิเกต คือ เป็นผงของแข็งสีขาว หรือสีครีม แคลเซียมซิลิเกต มีส่วนประกอบที่สำคัญดังแสดงในตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 ส่วนประกอบที่สำคัญของแคลเซียมซิลิเกต

ส่วนประกอบของแคลเซียมซิลิเกต	สูตรเคมี	ปริมาณ (ร้อยละ)
แคลเซียมออกไซด์	CaO	19
ซิลิกอนออกไซด์	SiO_2	67
น้ำ	H_2O	6-8

แคลเซียมซิลิเกตมีความหนาแน่น 2.10 มีสมบัติในการดูดน้ำได้ 1-2.5 เท่า โดยน้ำหนักของแคลเซียมซิลิเกต มีพื้นที่ผิว 95-175 ตารางเมตร/กรัม มีขนาดอนุภาค 0.02-0.07 ไมครอน ไม่ละลายน้ำ มีค่าความเป็นกรด-เบสเมื่ออยู่ในน้ำประมาณ 8-10 มีลักษณะเป็นเจลเมื่ออยู่ในกรด

การใช้งาน แคลเซียมซิลิเกต เป็นส่วนประกอบในการผลิตแก้ว ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ ใช้เป็นวัสดุเสริมแรงในอีลาสโตเมอร์และพลาสติก เป็นวัสดุดูดซับของเหลว แก๊ส และไอ เป็นสารช่วยในการแขวนลอย ใช้ในงานโครมาโตกราฟี และในโครงสร้างถนน

2.4 ความสัมพันธ์ระหว่างแคลเซียมซิลิเกตกับปูนซีเมนต์ (พงศ์พันธ์ วรสุทโรสถ และ วรพงศ์ วรสุทโรสถ. 2546: 90)

ปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์ ประกอบด้วยออกไซด์ที่สำคัญ 2 กลุ่ม คือ

1. ออกไซด์หลัก ได้แก่ CaO SiO_2 Al_2O_3 Fe_2O_3 ซึ่งรวมกันมีปริมาณประมาณร้อยละ 90 ของน้ำหนักซีเมนต์

2. ออกไซด์รอง ได้แก่ MgO Na_2O TiO_2 P_2O_5 และอื่นๆ ปริมาณออกไซด์ต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์แสดงดังในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ออกไซด์ชนิดต่างๆ ที่เป็นองค์ประกอบในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

ชนิดของออกไซด์	ปริมาณ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
ออกไซด์หลัก	
CaO	60-67
SiO_2	17-25
Al_2O_3	3-8
Fe_2O_3	0.5-6.0
ออกไซด์รอง	
MgO	0.1-5.5
Na_2O ร่วมกับ K_2O	0.5-1.3
TiO_2	0.1-0.4
P_2O_5	0.1-0.2
SO_3	1-3

ออกไซด์หลักจะรวมตัวในระหว่างการเกิดปูนเม็ด (clinker) เกิดเป็นสารประกอบที่สำคัญ 4 อย่าง ดังแสดงในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 สารประกอบที่สำคัญของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

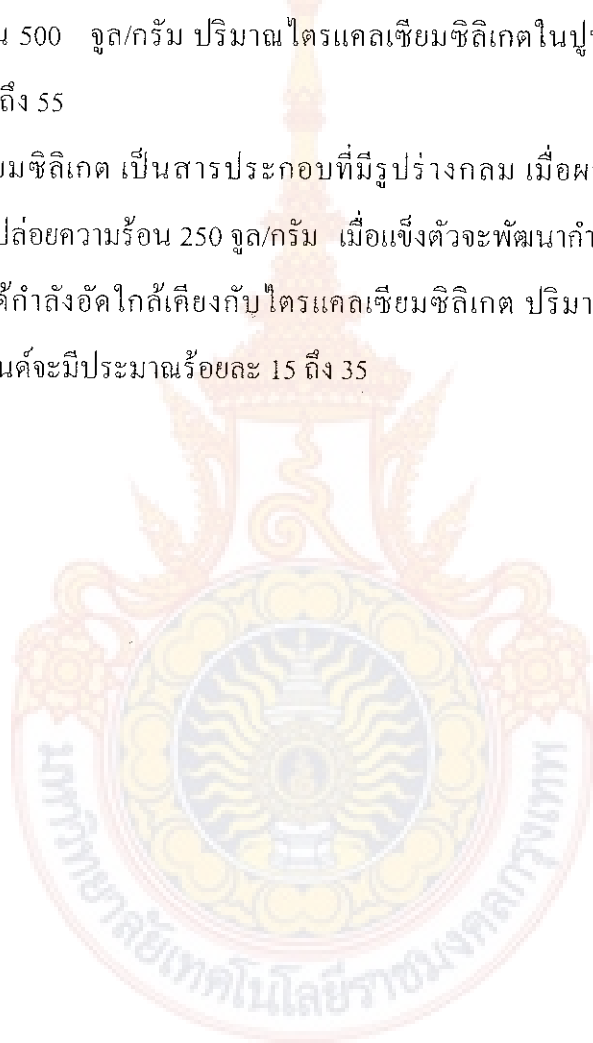
ชื่อสารประกอบ	ส่วนประกอบทางเคมี
ไตรแคลเซียมซิลิเกต	$3 \text{ CaO} \cdot \text{SiO}_2$
ไดแคลเซียมซิลิเกต	$2 \text{ CaO} \cdot \text{SiO}_2$
ไตรแคลเซียมอลูมิเนต	$3 \text{ CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$

ตารางที่ 2.4 (ต่อ) สารประกอบที่สำคัญของปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์

ชื่อสารประกอบ	ส่วนประกอบทางเคมี
เตตระแคลเซียมอลูมิโนเฟอร์ไรท์	$4 \text{ CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$

ไตรแคลเซียมซิลิเกต เป็นสารประกอบที่มีรูปร่างเป็นผลึกหกเหลี่ยม มีสีเทาเข้ม สมบัติของไตรแคลเซียมซิลิเกตเหมือนกับสมบัติของปอร์ตแลนด์ซีเมนต์ เมื่อผสมกับน้ำจะแข็งตัวภายใน 2-3 ชั่วโมง และจะมีกำลังอัดเพิ่มขึ้นอย่างมากในช่วงสัปดาห์แรก การเกิดปฏิกิริยากับน้ำจะก่อให้เกิดความร้อน 500 จูล/กรัม ปริมาณไตรแคลเซียมซิลิเกตในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์จะมีประมาณร้อยละ 35 ถึง 55

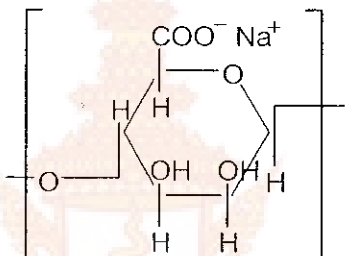
ไดแคลเซียมซิลิเกต เป็นสารประกอบที่มีรูปร่างกลม เมื่อผสมกับน้ำจะเกิดปฏิกิริยาไฮเดรชัน โดยปล่อยความร้อน 250 จูล/กรัม เมื่อแข็งตัวจะพัฒนากำลังอัดอย่างช้าๆ แต่ในระยะเวลายาวจะได้กำลังอัดใกล้เคียงกับไตรแคลเซียมซิลิเกต ปริมาณไดแคลเซียมซิลิเกตในปูนซีเมนต์ปอร์ตแลนด์จะมีประมาณร้อยละ 15 ถึง 35



3.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองมี ดังนี้

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	สูตรเคมี	บริษัทผู้ผลิต
แคลเซียมคลอไรด์	CaCl_2	Fluka
แคลเซียมซิลิเกต	CaSiO_2	Fluka
ไวนิล ไตรเอทอกซีไซเลน	$\text{CH}_2=\text{CH}-(\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_3)_3$	Fluka
แอลจินेट		Fluka

3.2 การศึกษาการปรับปรุงแคลเซียมซิลิเกต

แคลเซียมซิลิเกตมีสมบัติชอบน้ำ และจมตัวลงในน้ำ ดังนั้น จึงต้องปรับปรุงผิวของแคลเซียมซิลิเกตเพื่อให้แคลเซียมซิลิเกตแขวนลอยและกระจายตัวอยู่ในสารละลายโซเดียม-แอลจินेटได้ ซึ่งมีวิธีการทดลอง ดังนี้

1. เตรียมสารละลายไวนิล ไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1-3 (ปริมาตร/ปริมาตร) โดยใช้ไดเอทิลอีเทอร์เป็นตัวทำละลาย
2. เติมแคลเซียมซิลิเกตลงไปในสารละลายไวนิล ไตรเอทอกซีไซเลน โดยใช้อัตราส่วน แคลเซียมซิลิเกต: สารละลายไวนิล ไตรเอทอกซีไซเลน เท่ากับ 1: 2 (น้ำหนัก/ปริมาตร)
3. ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นกรองซิลิกาฟุ้งออกจากสารละลายล้างด้วยเอซีโตนจำนวน 3 ครั้ง และอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.3 การตรวจสอบสมบัติของแคลเซียมซิลิเกต

ตรวจสอบสมบัติของแคลเซียมซิลิเกตและแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุง โดยตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

3.3.1 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมี โดยใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

แคลเซียมซิลิเกตและแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนถูกนำมาตรวจสอบโดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Perkin-Elmer FT-IR Spectrometer System 2000) ในช่วง 4000-370 เซนติเมตร⁻¹ โดยผสมกับโพแทสเซียมโบรมาด์

3.3.2 การตรวจสอบสมบัติการเปียกน้ำ

ซึ่งแคลเซียมซิลิเกตและแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนจำนวน 2 กรัม จากนั้นโปรยลงบนน้ำกลั่นปริมาตร 25 มิลลิลิตร และสังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น

3.3.3 การวัดการกระจายขนาดอนุภาคของแคลเซียมซิลิเกต

แคลเซียมซิลิเกตและแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนถูกนำมาตรวจสอบการกระจายของขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวัดการกระจายขนาดอนุภาค (Laser Particle Size Distribution Mastersizer S long bed Version 2.19, Malvern Instrument Ltd., England)

3.3.4 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

แคลเซียมซิลิเกตและแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนถูกเคลือบด้วยทองใน JEOL JEC-1200 Fine Coater และถูกนำมาตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM-5410 LV Scanning Electron Microscope)

3.4 การเตรียมเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ของแอลจินเตร่วมกับแคลเซียมซิลิเกต

1. เตรียมสารละลายโซเดียมแอลจินเตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2-6 โดยละลายโซเดียมแอลจินเตในน้ำอุ่นที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 นาที
2. เตรียมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ที่มีความเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร
3. เตรียมเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์โดยนำสารละลายโซเดียมแอลจินเตและแคลเซียมซิลิเกตเติมลงในบิวเรต แล้วหยดสารละลายโซเดียมแอลจินเตลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ที่มีความเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร และตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที

4. เมื่อสารละลายแอลจินตรวมตัวกันเป็นเม็ด นำมากรองเพื่อแยกเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ออกจากของเหลว แล้วนำไปล้างด้วยน้ำกลั่นจำนวน 3 ครั้ง และอบให้แห้ง
5. ศึกษาอิทธิพลของปริมาณของซิลิกาฟุ่มต่อสมบัติของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์

3.5 การตรวจสอบสมบัติของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์

ตรวจสอบสมบัติของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ โดยตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

3.5.1 การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมี

เม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ถูกนำมาตรวจสอบโดยใช้เทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Perkin-Elmer FT-IR Spectrometer System 2000) ในช่วง 4000-370 เซนติเมตร⁻¹ โดยผสมกับโพแทสเซียมโบรมาไนด์

3.5.2 การวัดการกระจายขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์

วัดการกระจายขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ด้วยตะแกรงร่อน Laboratory Test Sieve (Endecotts Ltd. London England)

3.5.3 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ถูกเคลือบด้วยทองใน JEOL JEC-1200 Fine Coater และถูกนำมาตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM-5410 LV Scanning Electron Microscope)

3.5.4 การตรวจสอบสมบัติความคงทนต่อความร้อน

เม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ถูกนำมาวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อนด้วยเทคนิคการวิเคราะห์น้ำหนักโดยความร้อน (thermogravimetric analysis) ด้วยเครื่อง Netzsch Simultaneous Thermal Analyzer STA 409 Jupiter ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์กับอุณหภูมิ โดยนำตัวอย่างมาวิเคราะห์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิห้อง ถึง 800°C ซึ่งมีอัตราการเพิ่มขึ้นของความร้อนเท่ากับ 20°C/นาาที ข้อมูลจากการวิเคราะห์จะบอกถึงความคงทนต่อความร้อนของตัวอย่างที่วิเคราะห์

4.1 การปรับปรุงแคลเซียมซลิเกตด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน

แคลเซียมซลิเกต มีลักษณะเป็นผง สีขาว ฟุ้งกระจายได้ง่าย มีสมบัติชอบน้ำ ดูดน้ำและ ความชื้นได้ดี และเกาะรวมกันเป็นกลุ่มได้ง่าย ทำให้อนุภาคของแคลเซียมซลิเกตมีขนาดใหญ่ จากสมบัติดังกล่าว เมื่อนำแคลเซียมซลิเกตผสมลงในสารละลายโซเดียมแอจิเนต แคลเซียม-ซลิเกตจะจมตัวลงอยู่ในสารละลายโซเดียมแอจิเนต การเตรียมเม็ดลูกปัดแอลจิเนตเอนเคปซูเลต แคลเซียมซลิเกต จะทำให้แคลเซียมซลิเกตไม่กระจายตัวอยู่ในเม็ดลูกปัดของแอลจิเนต ดังนั้น จึงศึกษาการปรับปรุงแคลเซียมซลิเกตด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน จากการตรวจสอบสมบัติ การเปียกน้ำของแคลเซียมซลิเกต และแคลเซียมซลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซี-ไซเลน ผลการศึกษาแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.1

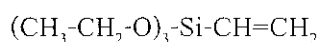


ภาพประกอบที่ 4.1 สมบัติการเปียกน้ำของแคลเซียมซลิเกตและแคลเซียมซลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน

ก. แคลเซียมซลิเกต

ข. แคลเซียมซลิเกตปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่ความเข้มข้นร้อยละ 5

ผลจากการศึกษาพบว่า แคลเซียมซิติเกิดที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลนมีสมบัติไม่ชอบน้ำ ซึ่งแตกต่างจากแคลเซียมซิติเกิดก่อนการปรับปรุงที่มีสมบัติชอบน้ำ ไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลน เป็นสารประกอบประเภทไฮเลน มีโครงสร้างทางเคมี ดังนี้



ไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลน ประกอบด้วยหมู่แอลคอกไซด์ (alkoxide) หรือ หมู่ R-O- จำนวน 3 หมู่ เชื่อมต่อกับอะตอมของซิลิกอน (Si) หมู่แอลคอกไซด์ในไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลนถูกไฮโดรไลซิสได้ง่ายเมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำ ทำให้เกิดไฮเลนอล (Si-OH) หมู่ไฮเลนอลจะเกิดการควบแน่นซึ่งกันและกัน หรือเกิดการควบแน่นกับเอทอกซีไฮเลน ทำให้เกิดพันธะไฮลอคเซน (Si-O-Si) นอกจากนี้หมู่ไฮเลนอลสามารถทำปฏิกิริยากับโลหะในสารอนินทรีย์เกิดพันธะออกเซน (Si-O-โลหะ) แคลเซียมซิติเกิดเป็นสารอนินทรีย์ซึ่งมีซิลิกอนเป็นองค์ประกอบ ดังนั้นไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลนจึงเกิดพันธะออกเซนกับซิลิกอนในแคลเซียมซิติเกิดได้ การปรับปรุงพื้นผิวแคลเซียมซิติเกิดด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลน จึงทำให้เกิดพันธะโคเวเลนต์ระหว่างแคลเซียมซิติเกิดกับไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลน

การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสและการควบแน่นของไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลนแสดงได้ดังนี้

ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิส

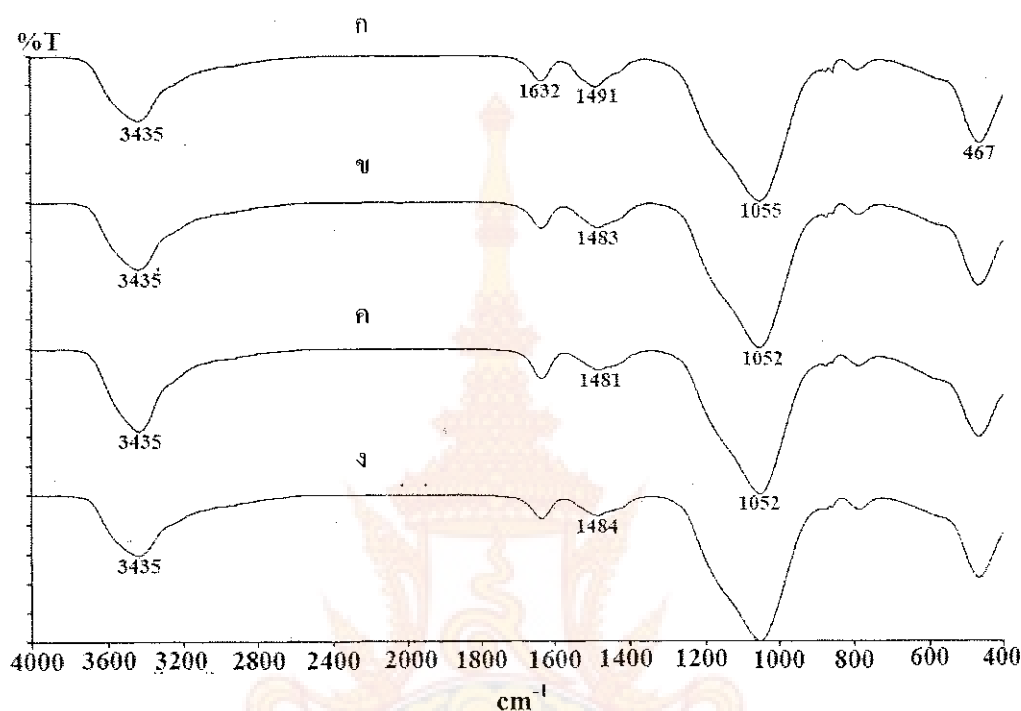


ปฏิกิริยาควบแน่น



แคลเซียมซิติเกิดถูกปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1-3 (ปริมาตร/ปริมาตร) จากการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของแคลเซียมซิติเกิดโดยใช้เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ผลการศึกษาแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.2 แคลเซียมซิติเกิดที่ไม่ผ่านการปรับปรุงปรากฏสเปกตรัมของการดูดกลืนแสงของหมู่ -OH ที่บริเวณ 3435 เซนติเมตร⁻¹ ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันของ Si-OH ในแคลเซียมซิติเกิด ปรากฏสเปกตรัมของหมู่ Si-O ที่บริเวณ 1055 เซนติเมตร⁻¹ ปรากฏสเปกตรัมของซิติเกิดที่บริเวณ 467 เซนติเมตร⁻¹ (Yu et al. 1999: 742-748) การปรับปรุงแคลเซียมซิติเกิดด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไฮเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1-3 (ปริมาตร/

ปริมาตร) ผลการศึกษาพบว่า ความเข้มของการดูดกลืนแสงของหมู่ -OH เพิ่มขึ้น ซึ่งเกิดจากหมู่ไฮดรอกซิลในไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่ทำปฏิกิริยากับแคลเซียมซilikเกต แต่การปรับปรุงแคลเซียมซilikเกตด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 5 (ปริมาตร/ปริมาตร) ความเข้มของการดูดกลืนแสงของหมู่ -OH ที่บริเวณ 3435 เซนติเมตร⁻¹ กลับลดลง ซึ่งอาจเกิดจากการควบแน่นซึ่งกันและกันของหมู่ -Si-OH ในไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่ถูกไฮโดรไลส์



ภาพประกอบที่ 4.2 อินฟราเรดสเปกตรัมของแคลเซียมซilikเกตและแคลเซียมซilikเกตที่ผ่าน

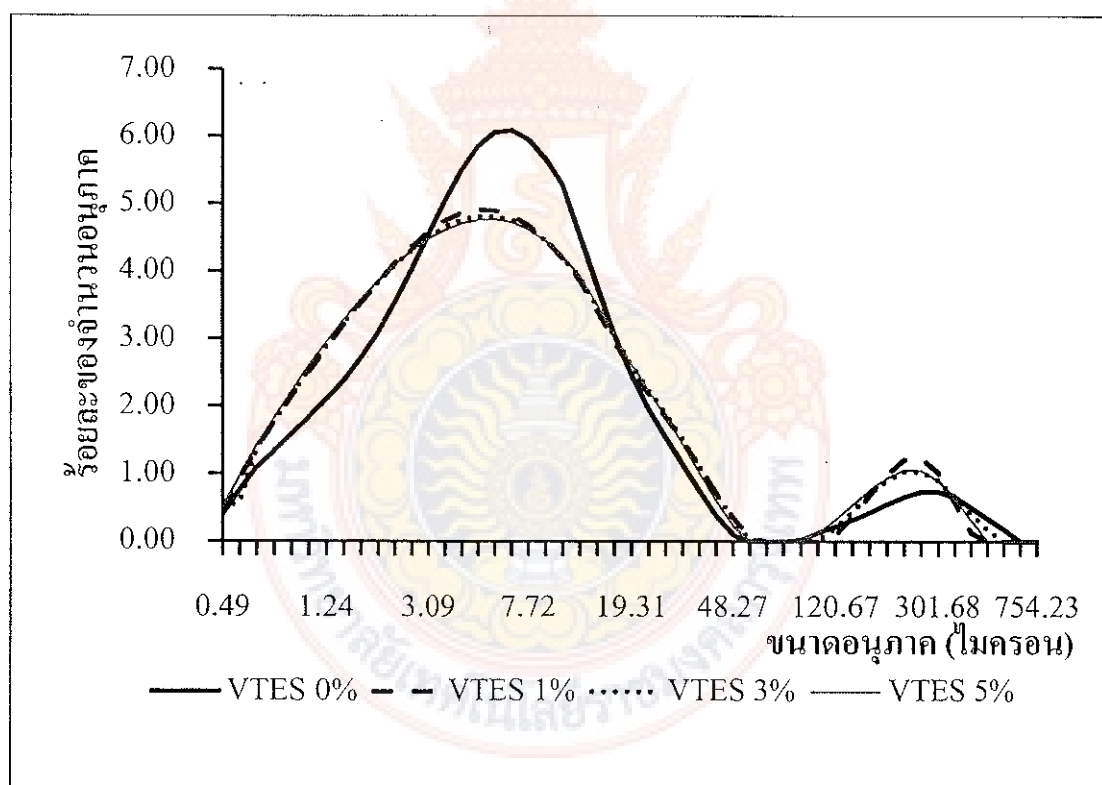
การปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน

- ก. แคลเซียมซilikเกต
- ข. แคลเซียมซilikเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 (ปริมาตร/ปริมาตร)
- ค. แคลเซียมซilikเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 (ปริมาตร/ปริมาตร)
- ง. แคลเซียมซilikเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 5 (ปริมาตร/ปริมาตร)

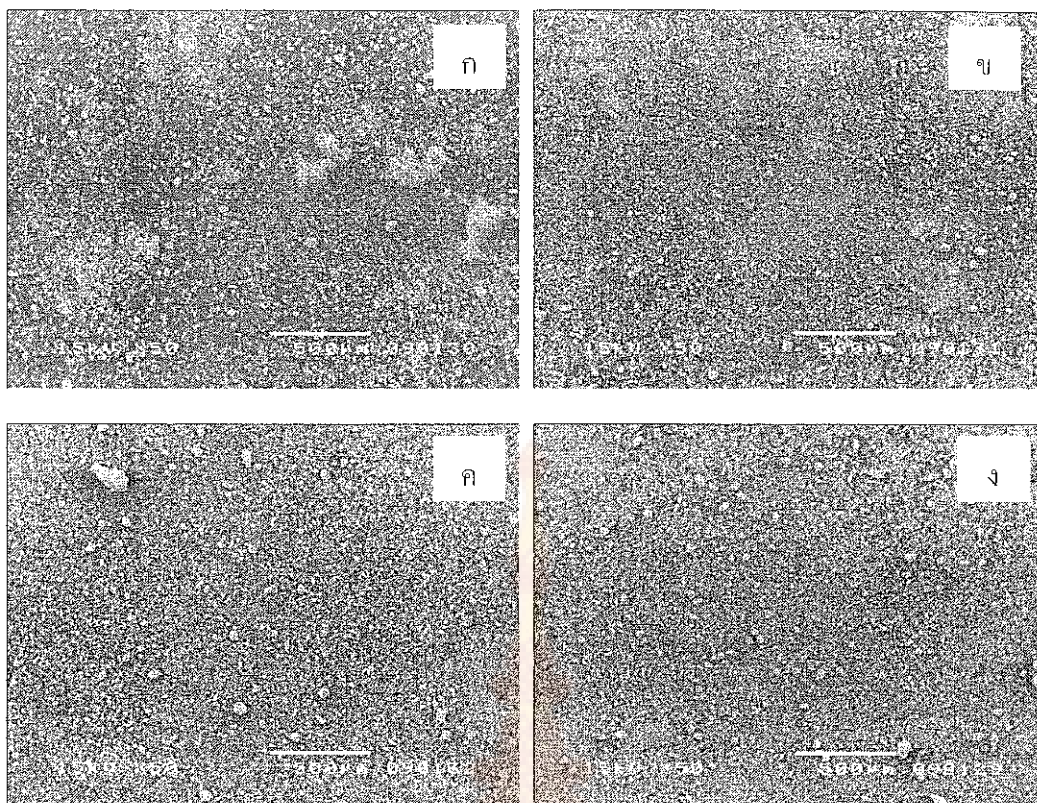
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย และการกระจายขนาดอนุภาคของแคลเซียมซิลิเกต และการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงลักษณะของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการศึกษาแสดงดังในตารางที่ 4.1 และภาพประกอบที่ 4.3-4.4

ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของแคลเซียมซิลิเกต

ความเข้มข้นของไวไนลไตรเอทอกซีไซเลน (ปริมาตร/ปริมาตร)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมครอน)
0	3.72
1	3.29
3	3.29
5	3.24



ภาพประกอบที่ 4.3 การกระจายตัวของอนุภาคแคลเซียมซิลิเกตและแคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวไนลไตรเอทอกซีไซเลน



ภาพประกอบที่ 4.4 ลักษณะอนุภาคของแคลเซียมซิลิเกตก่อนและหลังการปรับปรุงด้วย

ไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน

ก. แคลเซียมซิลิเกต

ข. แคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 (ปริมาตร/ปริมาตร)

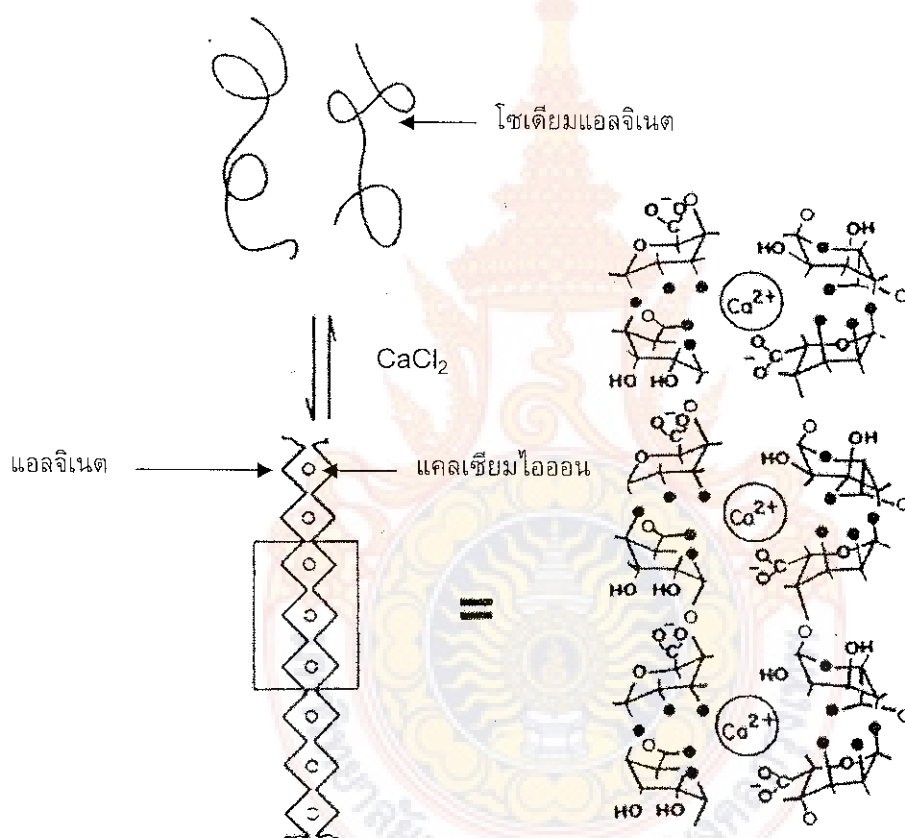
ค. แคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 (ปริมาตร/ปริมาตร)

ง. แคลเซียมซิลิเกตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 5 (ปริมาตร/ปริมาตร)

ผลจากการศึกษาพบว่า การปรับปรุงแคลเซียมซิลิเกตด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน ทำให้อนุภาคของแคลเซียมซิลิเกตมีการกระจายตัวออกจากกันตัวดีขึ้น การเกาะรวมตัวกันของอนุภาคแคลเซียมซิลิเกตมีแนวโน้มลดลง ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยของแคลเซียมซิลิเกตที่ปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนมีขนาดลดลง เนื่องจากแคลเซียมซิลิเกตมีสมบัติไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้น ดังนั้น การศึกษาในขั้นต่อไปจึงปรับปรุงแคลเซียมซิลิเกตด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนที่มีความเข้มข้นร้อยละ 5 (ปริมาตร/ปริมาตร)

4.2 การเตรียมเม็ดลูกปัดแอลจิเนต

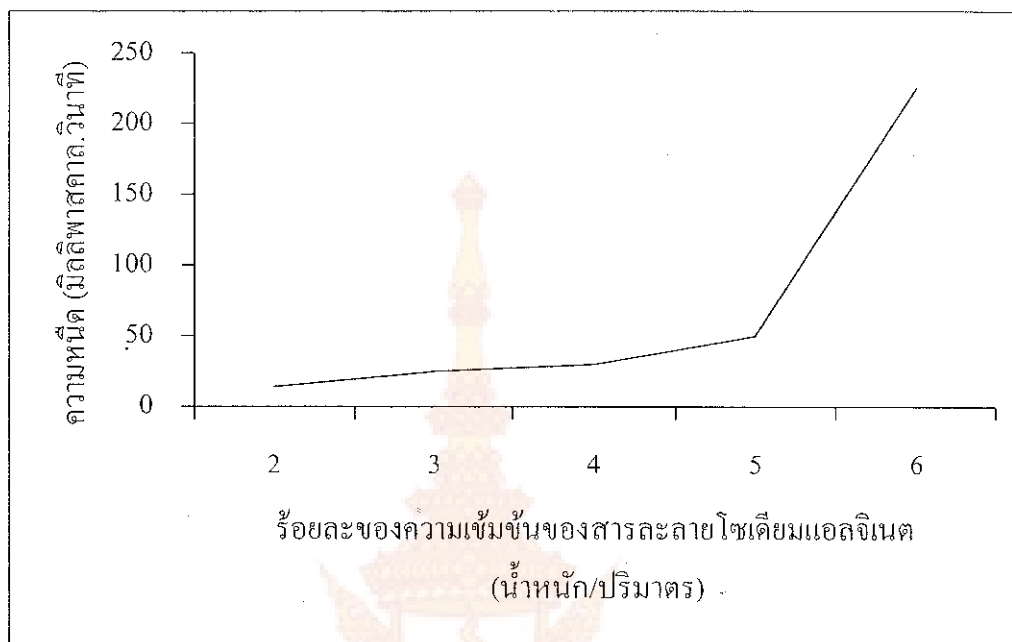
การเตรียมเม็ดลูกปัดแอลจิเนต เตรียมโดยนำสารละลายโซเดียมแอลจิเนตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2-6 (น้ำหนัก/ปริมาตร) หยดลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ที่มีความเข้มข้น 0.3 โมล/ลิตร และทิ้งตั้งไว้เป็นเวลา 60 นาที สารละลายโซเดียมแอลจิเนตจะปรากฏเป็นเม็ดเจลทันทีที่ทำปฏิกิริยากับสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ เนื่องจากเกิดการทำปฏิกิริยาระหว่างแคลเซียมไอออนกับโซพอลิเมอร์ของโซเดียมแอลจิเนตดังแสดงในภาพประกอบที่ 4.5



ภาพประกอบที่ 4.5 การทำปฏิกิริยาระหว่างแคลเซียมไอออนกับ โซเดียมแอลจิเนต

(Salomone. 1996: 151)

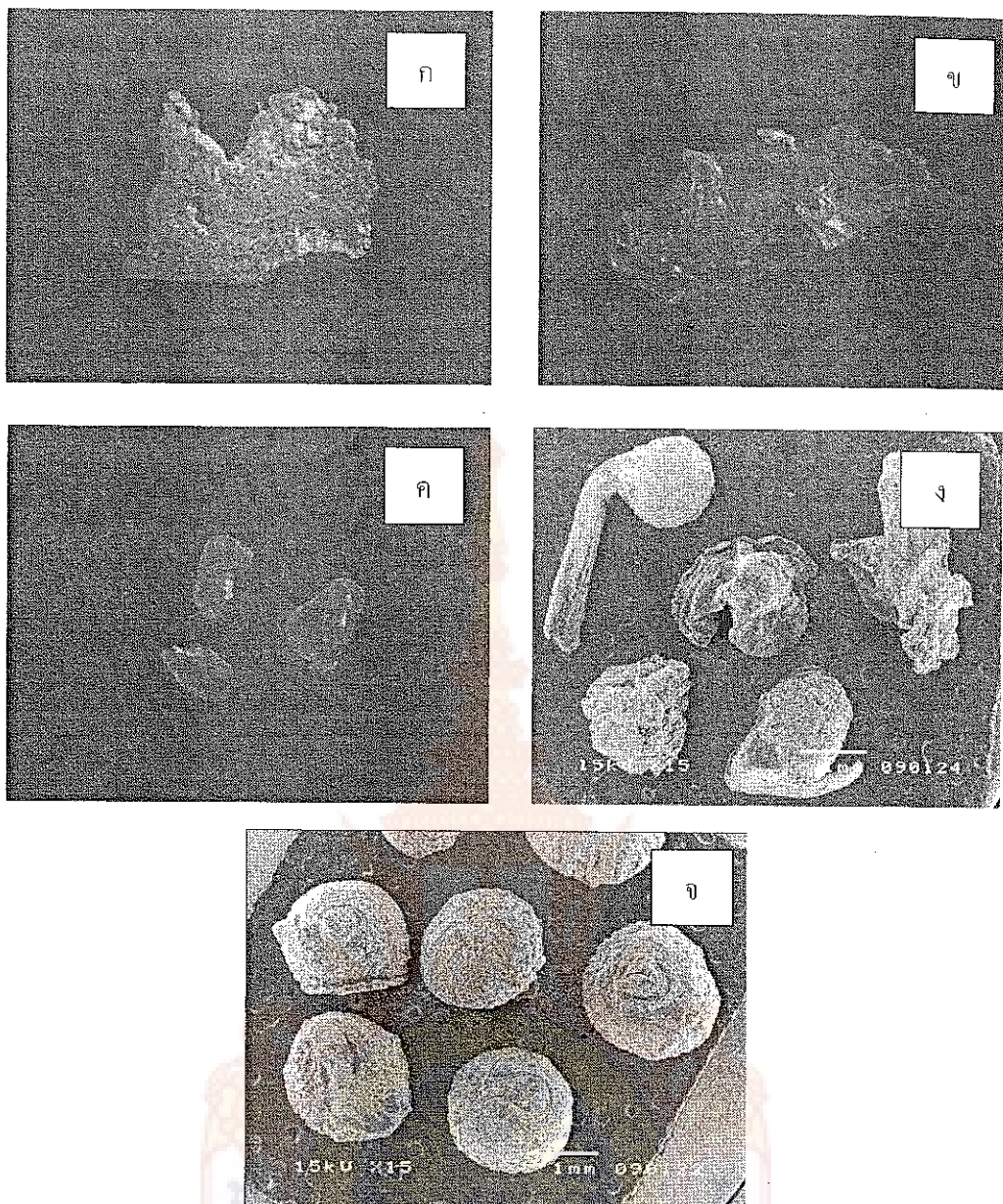
ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมแอลจิเนต ความหนืด และลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น เมื่อหยดสารละลายโซเดียมแอลจิเนตลงในสารละลายโซเดียม-กลูโคสแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.6



ภาพประกอบที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมแอลจิเนตและความหนืด

ผลจากการศึกษาพบว่า เมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมแอลจิเนตเพิ่มขึ้น ค่าความหนืดของสารละลายโซเดียมแอลจิเนตมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากปริมาณของโซเดียมแอลจิเนตในสารละลายมีมากขึ้น โซลพอลิเมอร์ของโซเดียมแอลจิเนตในสารละลายจึงเกิดการพันกัน (entanglement) เพิ่มขึ้น ทำให้ความหนืดของสารละลายเพิ่มขึ้น (Gupta and Kothari, 1997: 40)

ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมแอลจิเนตกับลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้น เมื่อหยดสารละลายโซเดียมแอลจิเนตลงในสารละลายแคลเซียมกลูโคสแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.7

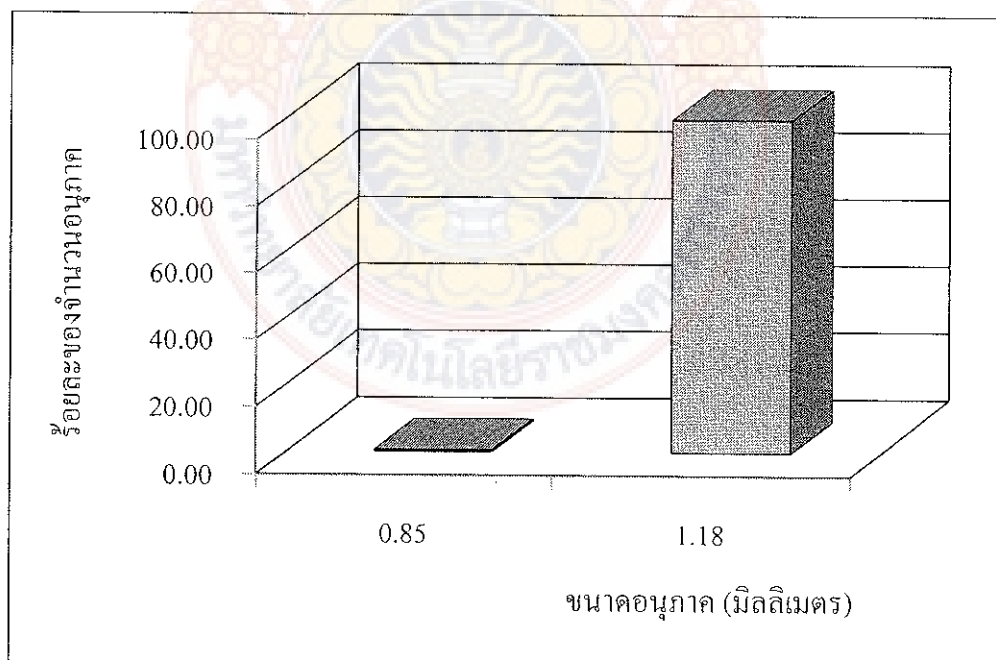


ภาพประกอบที่ 4.7 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเมื่อหยดสารละลายโซเดียมแอลจิเนตที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์

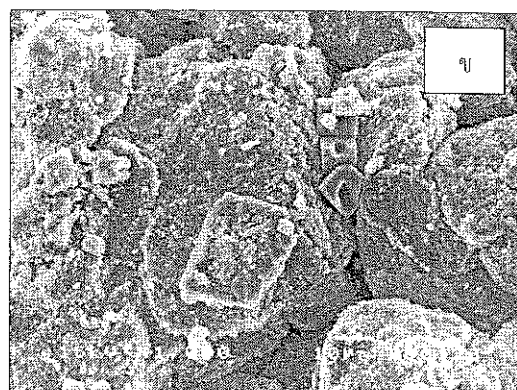
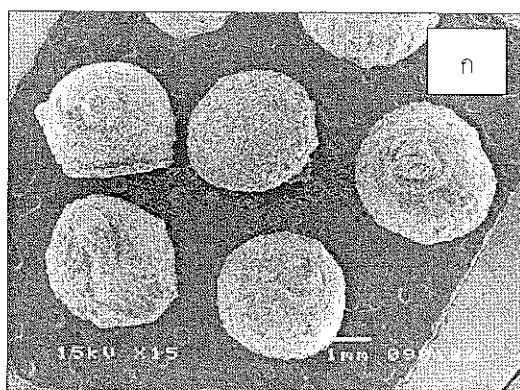
- ก. ความเข้มข้นร้อยละ 2 (น้ำหนัก/ปริมาตร) (ภาพจากกล้องจุลทรรศน์ กำลังขยาย 8x)
- ข. ความเข้มข้นร้อยละ 3 (น้ำหนัก/ปริมาตร) (ภาพจากกล้องจุลทรรศน์ กำลังขยาย 8x)
- ค. ความเข้มข้นร้อยละ 4 (น้ำหนัก/ปริมาตร) (ภาพจากกล้องจุลทรรศน์ กำลังขยาย 8x)
- ง. ความเข้มข้นร้อยละ 5 (น้ำหนัก/ปริมาตร) (ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กำลังขยาย 15x)
- จ. ความเข้มข้นร้อยละ 6 (น้ำหนัก/ปริมาตร) (ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กำลังขยาย 15x)

ผลจากการศึกษาพบว่า เมื่อใช้สารละลายโซเดียมแอลจิเนตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 2-4 (น้ำหนัก/ปริมาตร) ผลึกภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะเป็นแผ่น ไม่เป็นเม็ดเจล เนื่องจากสารละลายโซเดียมแอลจิเนตมีความเข้มข้นต่ำ ปริมาณหมู่คาร์บอกซิลที่จะทำปฏิกิริยากับสารละลายแคลเซียมคลอไรด์จึงไม่มากพอที่จะทำให้สารละลายโซเดียมแอลจิเนตรวมตัวเป็นเม็ดเจลได้ (Liu et al. 2003: 848-852) เมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมแอลจิเนตเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 5 (น้ำหนัก/ปริมาตร) ผลึกภัณฑ์ที่ได้เริ่มมีลักษณะเป็นทรงกลม และเมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมแอลจิเนตเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 6 (น้ำหนัก/ปริมาตร) ผลึกภัณฑ์ที่ได้จะปรากฏเป็นเม็ดเจลที่มีรูปร่างค่อนข้างกลม เนื่องจากสารละลายโซเดียมแอลจิเนตมีปริมาณหมู่คาร์บอกซิลเด่มากเพียงพอที่จะทำปฏิกิริยากับแคลเซียมไอออนของสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ได้ ดังนั้น ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมแอลจิเนต จึงมีผลต่อลักษณะของเจลที่เกิดขึ้นเมื่อทำปฏิกิริยากับสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ และการศึกษาในขั้นต่อไปจึงเลือกใช้สารละลายโซเดียมแอลจิเนตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 6 (น้ำหนัก/ปริมาตร) ในการเตรียมเม็ดลูกปัดพอลิเมอร์ของแอลจิเนต

เม็ดลูกปัดแอลจิเนตในสถานะเปียกมีสีเหลืองอ่อน ยืดหยุ่น มีรูปร่างกลม เมื่อคู่ด้วยตาเปล่าจะมีผิวเรียบ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 5.5 มิลลิเมตร เมื่ออบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 60 นาที เม็ดลูกปัดแอลจิเนตมีขนาดเล็กลง การกระจายขนาดของเม็ดลูกปัดแอลจิเนตในสถานะแห้ง และลักษณะของเม็ดลูกปัดแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.8-4.10



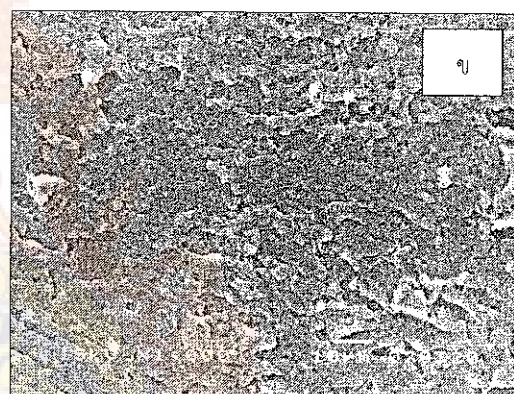
ภาพประกอบที่ 4.8 การกระจายขนาดของเม็ดลูกปัดแอลจิเนตในสถานะแห้งที่เตรียมจากสารละลายโซเดียมแอลจิเนตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 6 (น้ำหนัก/ปริมาตร)



ภาพประกอบที่ 4.9 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดลูกปัดแอลจินเตในสภาวะแห้ง

ก. กำลังขยาย 15x

ข. กำลังขยาย 1,000x



ภาพประกอบที่ 4.10 ลักษณะภาคตัดขวางของเม็ดลูกปัดแอลจินเตในสภาวะแห้ง

ก. ตัดเม็ดลูกปัดแอลจินเตในสภาวะเปียกและทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง
(กำลังขยาย 1,000x)

ข. ตัดเม็ดลูกปัดแอลจินเตในสภาวะที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 80°C
(กำลังขยาย 1,000x)

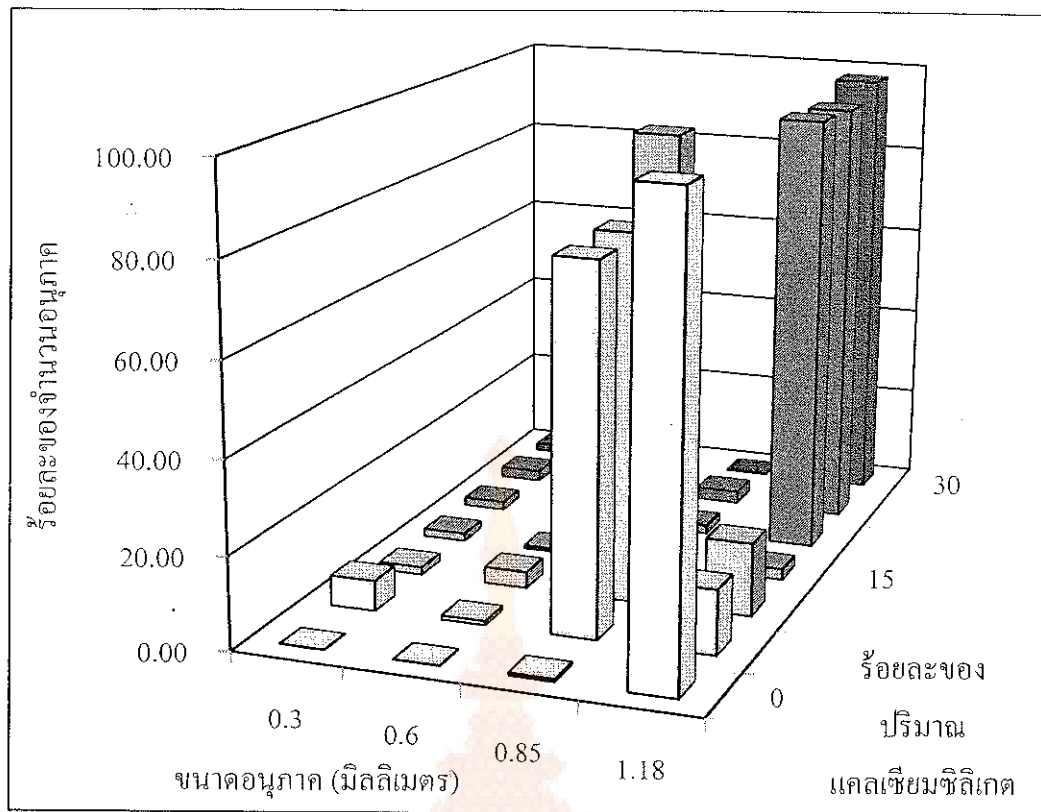
ผลจากการศึกษาพบว่า เม็ดลูกปัดแอลจินเตในสภาวะแห้งมีการกระจายขนาดอนุภาคระหว่าง 0.3-1.18 มิลลิเมตร โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 1.18 มิลลิเมตร ผิวของเม็ดลูกปัดมีลักษณะไม่เรียบ ลักษณะภาคตัดขวางของเม็ดลูกปัดแอลจินเตที่ตัดในสภาวะเปียก มีลักษณะคล้ายกับมีอนุภาคขนาดเล็กเรียงซ้อนกัน (ภาพประกอบที่ 4.10 (ก)) ซึ่งอาจเกิดขึ้นในระหว่างการเชื่อม

ขวางสารละลายแอลจินตในขั้นตอนการเชื่อมขวางด้วยสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ แต่เมื่อดูกับแอลจินตที่ตัดในสถานะที่ผ่านการอบที่อุณหภูมิ 80°C จะมีพื้นผิวเรียบกว่า ซึ่งเกิดจากการเกาะตัวกันแน่นของแอลจินตในระหว่างการอบ และพอลิเมอร์เกิดการยุบตัวลง

4.3 การเตรียมเม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูเลตแคลเซียมซัลเฟต

เม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูเลตแคลเซียมซัลเฟต เตรียมโดยผสมสารละลายโซเดียมแอลจินต และแคลเซียมซัลเฟตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวนิลไตรเอทอกซีไซเลนเข้าด้วยกัน โดยผสมแคลเซียมซัลเฟตในปริมาณต่าง ๆ ลงไปในสารละลายโซเดียมแอลจินต แคลเซียมซัลเฟตจะแขวนลอยอยู่ในสารละลายโซเดียมแอลจินต จากนั้นหยดลงไปในการละลายแคลเซียมคลอไรด์ ขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปัดแอลจินต และเม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูเลตแคลเซียมซัลเฟตแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.11 และตารางที่ 4.2





ภาพประกอบที่ 4.11 การกระจายขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปัดแอลจินตในสถานะแห้ง และเม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูเลตแคลเซียมซัลเฟตในปริมาณต่าง ๆ

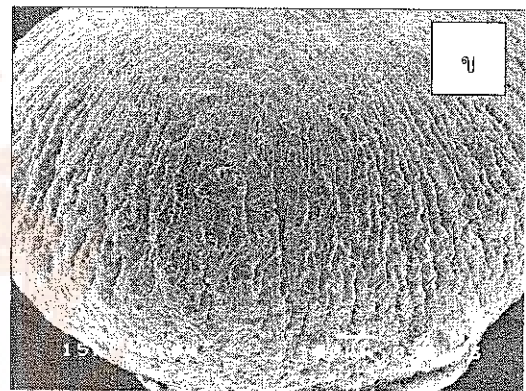
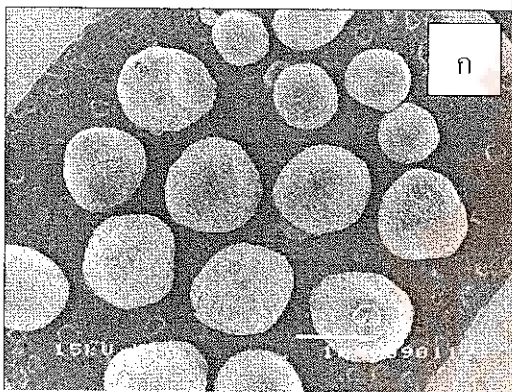
ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของเม็ดลูกปัดแอลจินตและเม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูเลต แคลเซียมซัลเฟต

ร้อยละของปริมาณแคลเซียมซัลเฟต (โดยน้ำหนักของแอลจินต)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมครอน)
0	1.18
5	0.86
10	0.88
15	0.85
20	1.16
25	1.15
30	1.16

ผลจากการศึกษาพบว่า เม็ดลูกปัดแอลจิเนตเอนเคปซูเลตเคลือบซีลีเกต มีการกระจายขนาดอนุภาคระหว่าง 0.3-1.18 มิลลิเมตร โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.85-1.16 มิลลิเมตร

การผสมแคลเซียมซีลีเกตในปริมาณร้อยละ 5-15 (โดยน้ำหนักของแอลจิเนต) ทำให้อนุภาคของเม็ดลูกปัดแอลจิเนตเอนเคปซูเลตเคลือบซีลีเกตมีขนาดเล็กลง เมื่อเทียบกับเม็ดลูกปัดแอลจิเนต ทั้งนี้เนื่องจากแคลเซียมซีลีเกตทำปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอกซิลของแอลจิเนต แต่เมื่อผสมแคลเซียมซีลีเกตในปริมาณร้อยละ 20-30 (โดยน้ำหนักของแอลจิเนต) อนุภาคของเม็ดลูกปัดแอลจิเนตเอนเคปซูเลตเคลือบซีลีเกตจะมีขนาดเพิ่มขึ้น เนื่องจากปริมาณแคลเซียมซีลีเกตที่เติมลงไปจะทำให้ปริมาณพื้นที่ผิวในเม็ดลูกปัดเพิ่มขึ้น เม็ดลูกปัดจึงมีขนาดเพิ่มขึ้น

จากการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของเม็ดลูกปัดแอลจิเนตเอนเคปซูเลตเคลือบซีลีเกตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการศึกษาแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.12-4.14

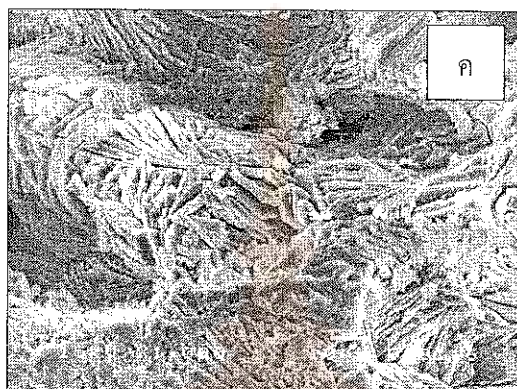
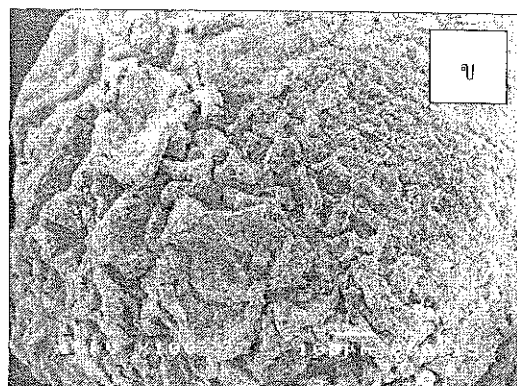
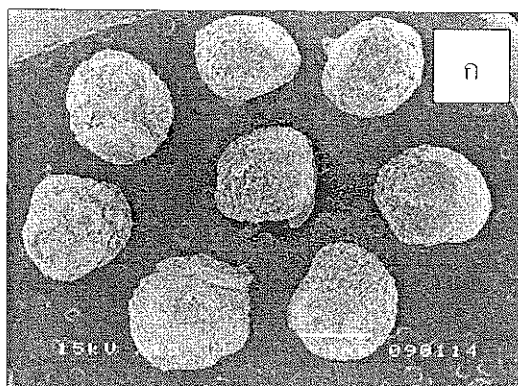


ภาพประกอบที่ 4.12 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดลูกปัดแอลจิเนตเอนเคปซูเลตเคลือบซีลีเกต โดยผสมแคลเซียมซีลีเกตในปริมาณร้อยละ 10 (โดยน้ำหนักของแอลจิเนต)

ก. กำลังขยาย 10x

ข. กำลังขยาย 100x

ค. กำลังขยาย 1,000x



ภาพประกอบที่ 4.13 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูลเคลือบเคลือบเซมิซิติเกต โดยผสมเคลือบเซมิซิติเกตในปริมาณร้อยละ 30 (โดยน้ำหนักของแอลจินต)

- ก. กำลังขยาย 10x
- ข. กำลังขยาย 100x
- ค. กำลังขยาย 1,000x

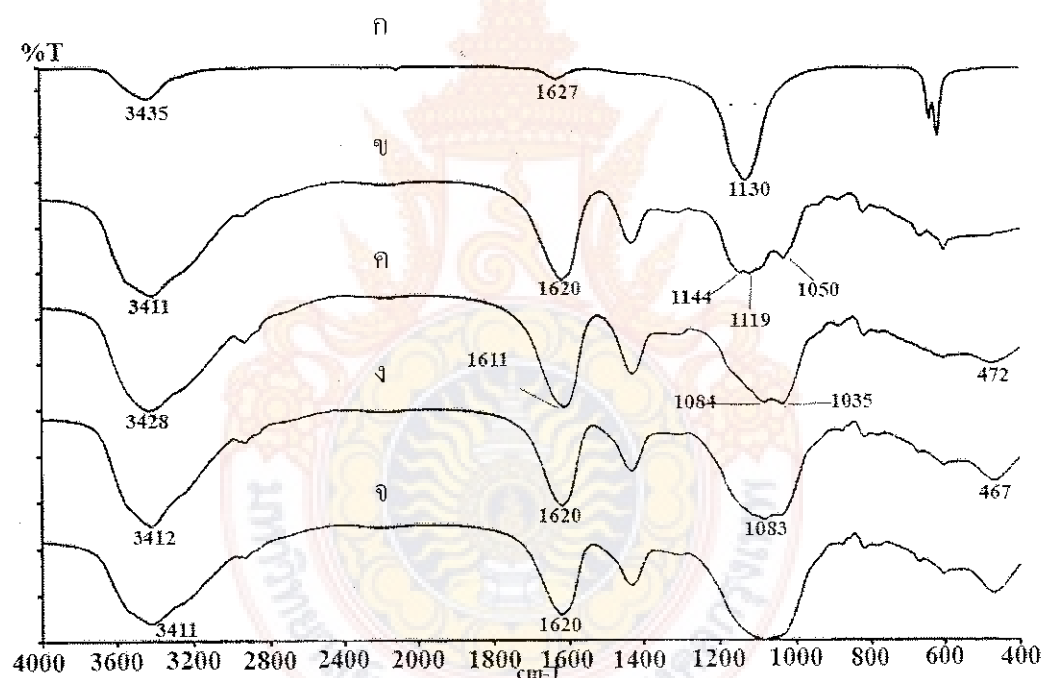


ภาพประกอบที่ 4.14 ลักษณะภาคตัดขวางของเม็ดลูกปัดแอลจินตเอนเคปซูลเคลือบเคลือบเซมิซิติเกต โดยผสมเคลือบเซมิซิติเกตในปริมาณร้อยละ 30 (โดยน้ำหนักของแอลจินต) (กำลังขยาย 1,000x)

ผลจากการศึกษาพบว่า พื้นผิวของเม็ดลูกปัดแอลจินเตอเนเคปซูลเลตเคลือบซีลีเกต (ภาพประกอบที่ 4.13) มีลักษณะขรุขระมากกว่าเม็ดลูกปัดแอลจินเต (ภาพประกอบที่ 4.9) และปรากฏผลึกรูปเข็มของแคลเซียมซีลีเกต ในทำนองเดียวกันลักษณะภาคตัดขวางของเม็ดลูกปัดแอลจินเตอเนเคปซูลเลตเคลือบซีลีเกต ปรากฏผลึกรูปเข็มของแคลเซียมซีลีเกตอยู่ภายใน ซึ่งแตกต่างจากภาคตัดขวางของเม็ดลูกปัดแอลจินเตที่ไม่ได้ผสมแคลเซียมซีลีเกต

4.4 การตรวจสอบเม็ดลูกปัดแอลจินตด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

เม็ดลูกปัดแอลจินเต และเม็ดลูกปัดแอลจินเตอเนเคปซูลเลตเคลือบซีลีเกต ถูกนำมาตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ ผลการศึกษาแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.15



ภาพประกอบที่ 4.15 อินฟราเรดสเปกตรัมชนิดต่าง ๆ

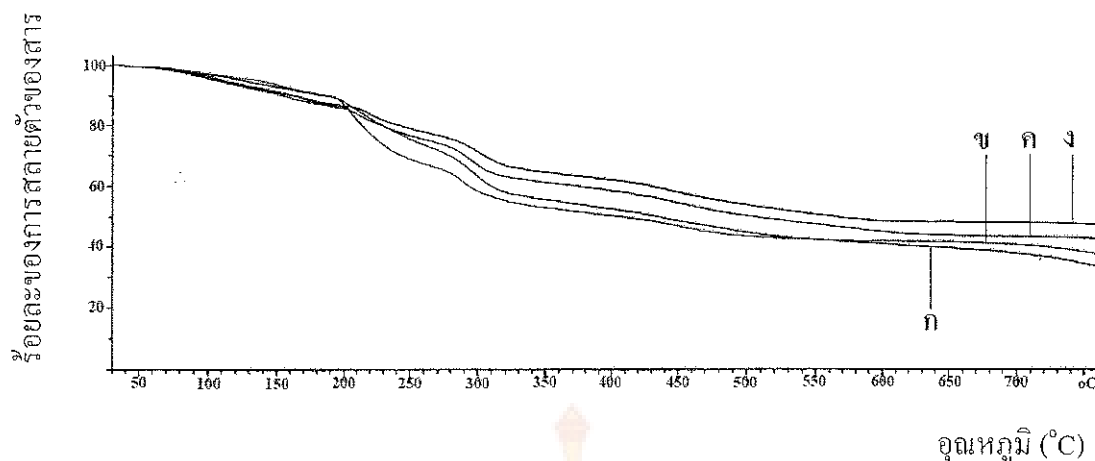
- ก. โซเดียมแอลจินเตเริ่มต้น
- ข. เม็ดลูกปัดแอลจินเต
- ค.-จ. เม็ดลูกปัดแอลจินเตอเนเคปซูลเลตเคลือบซีลีเกต
- ค. ผสมแคลเซียมซีลีเกตปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนักของแอลจินเต
- ง. ผสมแคลเซียมซีลีเกตปริมาณร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของแอลจินเต
- จ. ผสมแคลเซียมซีลีเกตปริมาณร้อยละ 30 โดยน้ำหนักของแอลจินเต

ผลจากการศึกษาพบว่า โซเดียมแอลจิเนต (ภาพประกอบที่ 4.15 (ก)) ปรากฏสเปกตรัมของ -COO^- ที่บริเวณ 1627 เซนติเมตร⁻¹ ปรากฏสเปกตรัมของ C-O-C ที่บริเวณ 1030 เซนติเมตร⁻¹ ปรากฏสเปกตรัมของหมู่ -OH ที่บริเวณ 3436 เซนติเมตร⁻¹ (Kim, Yoon and Kim. 2004: 3705-3709) การเชื่อมขวางแอลจิเนตด้วยแคลเซียมคลอไรด์ ทำให้สเปกตรัมของหมู่ -CO- เปลี่ยนแปลงจาก 1627 เซนติเมตร⁻¹ ในโซเดียมแอลจิเนต เป็น 1620 เซนติเมตร⁻¹ ในแอลจิเนตที่เชื่อมขวางด้วยแคลเซียมคลอไรด์ ซึ่งแสดงว่าเกิดพันธะไอออน (ionic bond) ระหว่างแคลเซียมไอออน และหมู่คาร์บอกซิลของโซเดียมแอลจิเนต (Satori, Finch and Ralph. 1997: 51) นอกจากนี้สเปกตรัมที่บริเวณ 1130 เซนติเมตร⁻¹ มีความเข้มลดลง ซึ่งแสดงว่าเกิดพันธะโคเวเลนต์ระหว่างแคลเซียมและออกซิเจน (Satori, Finch and Ralph. 1997: 51)

การผสมแคลเซียมซัลเฟตลงในแอลจิเนต (ภาพประกอบที่ 4.15 (ค-จ)) ทำให้ปรากฏสเปกตรัมของหมู่ Si-O ที่บริเวณ 1050 เซนติเมตร⁻¹ ปรากฏสเปกตรัมของซัลเฟตที่บริเวณ 440-450 เซนติเมตร⁻¹ (Yu et al. 1999: 742-748) และเมื่อปริมาณของแคลเซียมซัลเฟตเพิ่มขึ้น ความเข้มของสเปกตรัมที่บริเวณ 1050 เซนติเมตร⁻¹ และ 440-450 เซนติเมตร⁻¹ มีค่าเพิ่มขึ้น แต่ความเข้มของสเปกตรัมของหมู่ -OH ที่บริเวณ 3436 เซนติเมตร⁻¹ กลับมีค่าลดลง ซึ่งแสดงว่าหมู่ข้างเคียง (side group) บนพื้นผิวของแคลเซียมซัลเฟต และไอออนเวเลนซ์สอง (divalent ion) บางส่วนของแคลเซียมซัลเฟตทำปฏิกิริยากับหมู่คาร์บอกซิลของแอลจิเนตก่อนที่การเชื่อมขวางของโซเดียมแอลจิเนตด้วยแคลเซียมคลอไรด์จะเกิดขึ้น (Satit Puttipipatkachorn, Thaned Pongianyakul and Aroonsri Priprem. 2005: 51-62)

4.5 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเม็ดลูกปัดแอลจิเนต

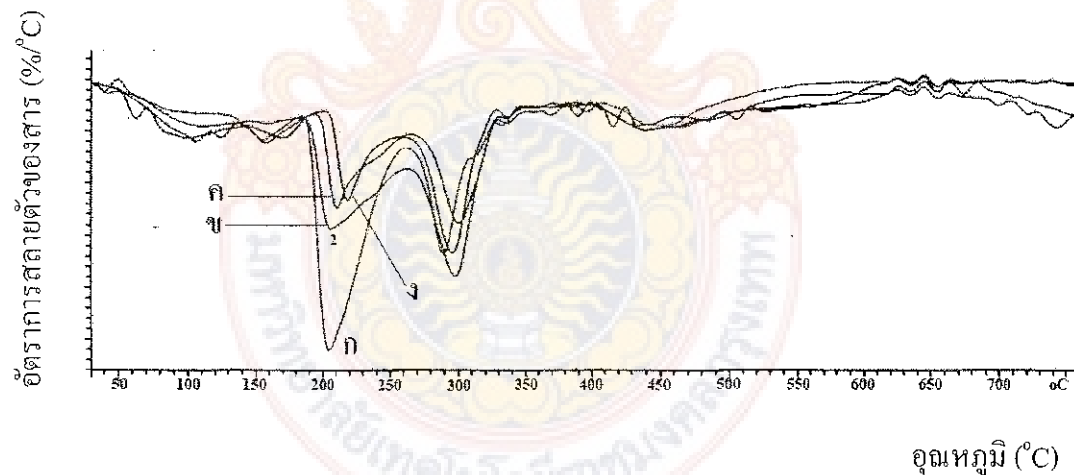
เม็ดลูกปัดแอลจิเนต และเม็ดลูกปัดแอลจิเนตเอนเคปซูเลตแคลเซียมซัลเฟต ถูกนำมาตรวจสอบสมบัติทางความร้อนที่อุณหภูมิห้อง ถึง 800°C ผลการศึกษาแสดงดังในภาพประกอบที่ 4.16-4.17



ภาพประกอบที่ 4.16 เทอร์โมแกรมของเม็ดลูกปัดแอลจินेट (ก) และเม็ดลูกปัดแอลจินेट

เอนแคปซูเลตเคลือบเชื่อมซิติเกต (ข-ง)

- ก. ไม่ผสมแคลเซียมซิติเกต
- ข. ผสมแคลเซียมซิติเกตปริมาณร้อยละ 10 (โดยน้ำหนักของแอลจินेट)
- ค. ผสมแคลเซียมซิติเกตปริมาณร้อยละ 20 (โดยน้ำหนักของแอลจินेट)
- ง. ผสมแคลเซียมซิติเกตปริมาณร้อยละ 30 (โดยน้ำหนักของแอลจินेट)



ภาพประกอบที่ 4.17 อัตราการสลายตัวของเม็ดลูกปัดแอลจินेट (ก) และเม็ดลูกปัดแอลจินेट-

เอนแคปซูเลตเคลือบเชื่อมซิติเกต (ข-ง)

- ก. ไม่ผสมแคลเซียมซิติเกต
- ข. ผสมแคลเซียมซิติเกตปริมาณร้อยละ 10 (โดยน้ำหนักของแอลจินेट)
- ค. ผสมแคลเซียมซิติเกตปริมาณร้อยละ 20 (โดยน้ำหนักของแอลจินेट)
- ง. ผสมแคลเซียมซิติเกตปริมาณร้อยละ 30 (โดยน้ำหนักของแอลจินेट)

ผลจากการศึกษาพบว่า แอลจินेट (ภาพประกอบที่ 4.16 (ก)) เมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 100-120°C จะเกิดการระเหยของน้ำออกไปจากแอลจินेट และเสื่อมสภาพ (degradation) ไปเป็น แคลเซียมคาร์บอเนตเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 150°C จากนั้นเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 220-280°C น้ำหนักที่หายไปจากการได้รับความร้อนเกิดจากการแตกของโซ่พอลิเมอร์ของ แอลจินेटไปเป็นสารมัธยันตร์ (intermediate) ที่มีความเสถียร และมีการสูญเสียหมู่ไฮดรอกซิล ออกไปจากแอลจินेटในรูปของน้ำ เมื่อได้รับความร้อนต่อไปที่อุณหภูมิสูง ๆ จะเกิดปฏิกิริยา ดีคาร์บอกซิเลชัน (decarboxylation) ให้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ออกมา ที่อุณหภูมิ 700°C จะเกิด แคลเซียมออกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (Kong et al. 2009: 807-812) การเกิดแคลเซียมคาร์บอเนตที่อุณหภูมิต่ำ (อุณหภูมิ 150°C) เป็นปัจจัยสำคัญที่ทำให้แคลเซียมแอลจินेटมีสมบัติ ด้านทานการติดไฟ โดยแคลเซียมคาร์บอเนตที่เกิดขึ้นจะสลายตัวให้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และ แคลเซียมออกไซด์ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะเจือจางแก๊สที่ลุกติดไฟได้ในการลุกติดไฟของ วัสดุอื่น จึงทำให้การเผาไหม้ของวัสดุอื่นลดลง ดังนั้นแคลเซียมแอลจินेटจึงมีสมบัติด้านทาน การติดไฟ

การผสมแคลเซียมซัลเฟตลงในแอลจินेट (ภาพประกอบที่ 4.16 (ข-ง)) ลักษณะเทอร์โม-แกรม ที่เกิดขึ้นจะคล้ายคลึงกับเทอร์โมแกรมของแอลจินेट (ภาพประกอบที่ 4.16 (ก)) แต่ร้อยละ ของปริมาณสารที่เหลืออยู่ (residue) ภายหลังจากการได้รับความร้อนแตกต่างกันดังแสดงในตาราง ที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ร้อยละของปริมาณสารที่เหลืออยู่ภายหลังจากได้รับความร้อนของเม็ดลูกบิดแอลจินेट และเม็ดลูกบิดแอลจินेटเอนเคปซูลเตแคลเซียมซัลเฟต

ร้อยละของปริมาณแคลเซียมซัลเฟต (โดยน้ำหนักของแอลจินेट)	ร้อยละของปริมาณสารที่เหลืออยู่ ภายหลังจากได้รับความร้อน
0	33.60
10	37.65
20	42.80
30	56.57

ผลจากการศึกษาพบว่า การผสมแคลเซียมซัลเฟตลงในแอลจินेट ทำให้มีปริมาณสาร ที่เหลืออยู่จากการเผาไหม้เพิ่มขึ้น ซึ่งอาจเกิดขึ้นเนื่องจากสารที่เกิดการไหม้เกรียม (char) ของ

แคลเซียมซัลไฟด์ นอกจากนี้ปริมาณสารที่เหลืออยู่ภายหลังจากการได้รับความร้อนมีปริมาณเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณแคลเซียมซัลไฟด์เพิ่มขึ้น โดยทั่วไปกลไกการต้านทานการติดไฟของแคลเซียมซัลไฟด์คือ เมื่อแคลเซียมซัลไฟด์ได้รับความร้อน การเกิดการเสื่อมสภาพของแคลเซียมซัลไฟด์จะให้น้ำ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และแคลเซียมออกไซด์ น้ำและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะช่วยเจือจาง แก๊สที่เกิดการเผาไหม้ได้ในขณะที่วัสดุอื่นเกิดการลุกติดไฟ นอกจากนี้จะช่วยลดปริมาณออกซิเจน ที่จะช่วยให้ไฟติดในระหว่างการลุกไหม้ รวมทั้งแคลเซียมออกไซด์จะปกคลุมอยู่บนผิวของวัสดุอื่นที่กำลังเกิดการเผาไหม้ ทำให้การส่งผ่านความร้อนและออกซิเจนไปยังวัสดุที่กำลังเกิดการเผาไหม้ ลดลง การติดไฟของวัสดุอื่นจึงลดลง การผสมแคลเซียมซัลไฟด์ลงไปในแอลจินเต จะทำให้สาร ที่เกิดการไหม้เกรียมเพิ่มขึ้น จึงช่วยทำให้แอลจินเตมีความทนต่อความร้อนเพิ่มขึ้น ดังนั้น การผสมแคลเซียมซัลไฟด์ร่วมกับแอลจินเต จึงทำให้เกิดสถานะเสริมซึ่งกันและกัน (synergistic effect) ต่อสมบัติการต้านทานการติดไฟ หรือความทนต่อความร้อน



สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

1. การปรับปรุงแคลเซียมซัลเฟตด้วยไวทิลไตรเอทอกซีไซเลน ทำให้แคลเซียมซัลเฟตมีสมบัติไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้น
2. แคลเซียมซัลเฟตที่ผ่านการปรับปรุงด้วยไวทิลไตรเอทอกซีไซเลน มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กลง และอนุภาคมีการกระจายตัวออกจากกันมากขึ้น เมื่อความเข้มข้นของไวทิลไตรเอทอกซีไซเลนเพิ่มขึ้น
3. ความหนืดของสารละลายโซเดียมแอลจิเนตมีผลต่อลักษณะของแอลจิเนตเจล โดยสารละลายโซเดียมแอลจิเนตที่มีความเข้มข้นร้อยละ 6 (น้ำหนัก/ปริมาตร) เหมาะสมที่จะเตรียมเป็นเม็ดยูทูปของแอลจิเนต
4. ในการเตรียมเม็ดยูทูปแอลจิเนตเอนเคปซูเลตแคลเซียมซัลเฟต ขนาดอนุภาคของเม็ดยูทูปเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของแคลเซียมซัลเฟตในเม็ดยูทูปแอลจิเนตเพิ่มขึ้น
5. เม็ดยูทูปแอลจิเนตเอนเคปซูเลตแคลเซียมซัลเฟต มีสมบัติคงทนต่อความร้อนเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของแคลเซียมซัลเฟตเพิ่มขึ้น

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาการเตรียมเม็ดยูทูปแอลจิเนตโดยใช้สารอนินทรีย์ชนิดอื่น ๆ เช่น แคลเซียมคาร์บอเนต อะลูมิเนียมไฮดรอกไซด์ ผสมลงในสารละลายโซเดียมแอลจิเนต
2. ศึกษาวิธีการเตรียมเม็ดยูทูปแอลจิเนตที่มีอนุภาคเล็กลง
3. ศึกษาการเตรียมเม็ดยูทูปแอลจิเนตเอนเคปซูเลตสารอนินทรีย์ในลักษณะของเม็ดยูทูปโฟม ซึ่งมีฟองอากาศอยู่ภายในเมทริกซ์ของแอลจิเนต

เอกสารอ้างอิง

พงศ์พันธ์ วรสุนทรโรสถ และวรพงศ์ วรสุนทรโรสถ. วัสดุก่อสร้าง. กรุงเทพฯ: ซีเอ็ดดูเคชั่น, 2546.

Annadurai, G., Juarg Ruey-Shin, J. and Lee Duu-Jong "Factorial Design Analysis for Adsorption of Dye on Activated Carbon Beads Incorporated with Calcium Alginates" **Advances in Environmental Research**. 6, 2 (2002): 191-198.

Dai, Y.N., Li, P., Zhang, J.P., Wang, A.Q. and Wei, Q. "Swelling Characteristics and Drug Delivery Properties of Nifedipine-loaded pH Sensitive AlginateChitosan Hydrogel Beads" **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**. 86 B, 2 (August, 2008): 493-500.

Gotoh. T., Matsushima, K. and Kikuchi, Ken-Ichi. "Preparation of Alginate-Chitosan Hybrid Gel Beads and Adsorption of Divalent Metal Ions" **Chemosphere**. 55,(2004): 135-140.

Gupta, V.B. and Kothari, V.K. **Manufactured Fibre Technology**. London: Chapman & Hall, 1997.

Kim, J.K., Yoon, S.G., and Kim, S.I. "Synthesis and Characteristics of Interpenetrating Polymer Network Hydrogels Composed of Alginate and Poly(diallyldimethylammonium chloride)" **Journal of Applied Polymer Science**. 91, 6 (2004): 3705-3709.

Kong, Q.S., Wang, B.B., Ji, Q., Xia, Y.Z., Guo, Z.X. and Yu, J. "Thermal Degradation and Flame Retardancy of Calcium Silicate Alginate Fibres" **Chinese Journal of Polymer Science**. 27, 6 (June, 2009): 807-812.

La'zaro Nu'rai et. el. "Heavy Metal Biosorption by Gellan Gum Gel Beads" **Water Research**. 37, 5 (2003): 2118-2126.

Liu, X.D., Bao, D.C., Xue, W.M., Xiong, Y., Yu, W.T., Yu, X.J., Ma, X.J. and Yuan, Q. "Preparation of Uniform Calcium Alginate Gel Beads by Membrane Emulsification Coupled with Internal Gelation" **Journal of Applied Polymer Science**. 87, 3 (2003): 848-852.

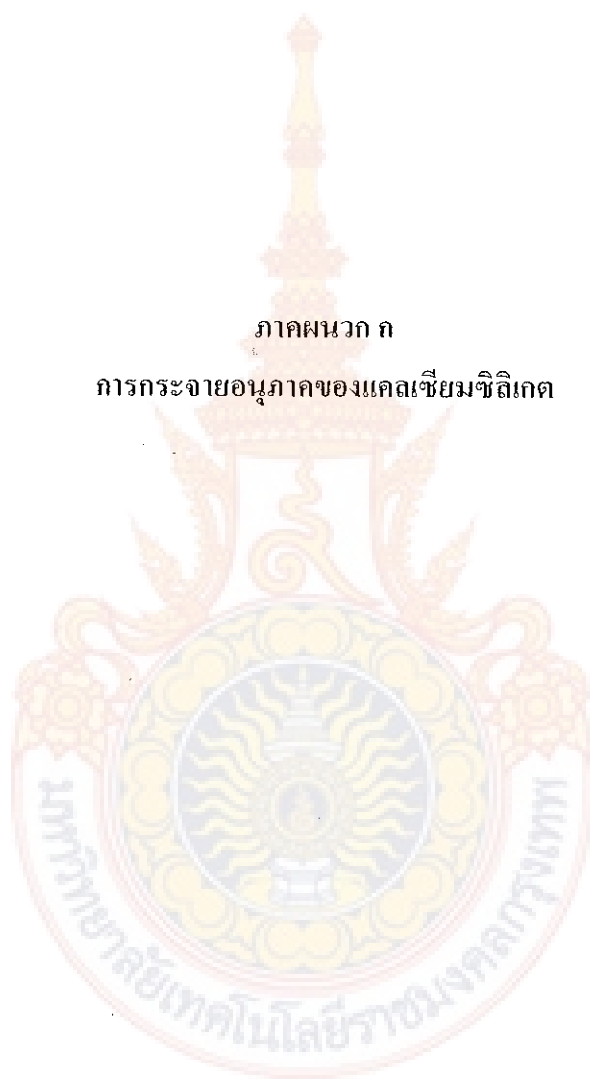
McHugh, D.J. **Production and Utilization of Product from Commercial Seaweeds**. Rome: Food and Agriculture Organization of United State Nations, 1987.

Qin, Y., Cai, L., Feng, D., Shi, B., Liu, J., Zhang, W. and Shen, Y. "Combined Use of Chitosan and Alginate in the Treatment of Wastewater" **Journal of Applied Polymer Science**. 104, 6 (June, 2007): 3581-3587.

- Robert, J.H. **The Development of Sodium Alginate as a Textile Print Thickener**. London: Kelo International, 1995.
- Salomone, J.C. **Polymeric Materials Encyclopedia**. Volume 1. Boca Ration: CRC Press, 1996.
- Sartori, C., Finch, D.S. and Ralph, H. "Determination of the Cation Content of Alginate Thin Films by FTIR Spectroscopy" **Polymer**. 38, 43 (1997): 51.
- Satit Puttipipatkachorn, Thaned Pongianyakul and Aroonsri Priprem. "Molecular Interaction in Alginate Beads Reinforced with Sodium Starch Glycalate or Magnesium Aluminium Silicate, and their Physical Characteristics" 293, -- (2005): 51-62.
- Tan, C.S., Jejurikar, A., Rai, B., Bostrom, T., Lawrie, G. and Grondahl, L. "Encapsulation of a Glycosaminoglycan in Hydroxyapatite/Alginate Capsules" **Journal of Biomedical Materials Research Part A**. 91A, 3 (December, 2009): 866-877.
- Wang, J.Z., Huang, X.B., Xiao, J., Yu, W.T., Wang, W., Xie, W.Y., Zhang, Y. and Ma, X.Y. "Hydro-Spinning: A novel technology for making alginate/chitosan fibrous scaffold" **Journal of Biomedical Materials Research Part A**. 93A, 3 (June, 2010): 910-919.
- Windholz, M., ed. **The Merck Index: An encyclopedia of chemicals and drugs**. 9 th ed. New Jersey: Rahway, 1976.
- Wu, C., Zhu, Y., Chang, J., Zhang, Y. and Xiao, Y. "Bioactive Inorganic-Materials/Alginate Composite Microspheres with Controllable Drug-Delivery Ability" **Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials**. 94B, 1 (July, 2010): 32-43.
- Yu, P. et al. "Structure of Calcium Silicate Hydrate (C-S-H): Near-, Mid-, and Far-Infrared Spectroscopy" **Journal of the American Ceramic Society**. 82, 3 (1999): 742-748.

ภาคผนวก ก

การกระจายอนุภาคของแคลเซียมซัลเฟต



ตารางที่ 1 การกระจายอนุภาคของแคลเซียมซัลเฟต

ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	ร้อยละของจำนวนอนุภาค			
	ชนิดของแคลเซียมซัลเฟต			
	แคลเซียมซัลเฟต	แคลเซียมซัลเฟต- VTES 1%*	แคลเซียมซัลเฟต- VTES 3%*	แคลเซียมซัลเฟต- VTES 5%*
0.49	0.39	0.47	0.47	0.49
0.58	0.76	0.93	0.58	0.96
0.67	1.09	1.37	1.37	1.42
0.78	1.34	1.76	1.77	1.83
0.91	1.59	2.14	2.16	2.22
1.06	1.84	2.50	2.53	2.60
1.24	2.10	2.86	2.89	2.95
1.44	2.38	3.20	3.22	3.28
1.68	2.71	3.52	3.54	3.58
1.95	3.09	3.82	3.82	3.85
2.28	3.53	4.11	4.08	4.09
2.65	4.02	4.36	4.31	4.30
3.09	4.53	4.58	4.50	4.48
3.60	5.04	4.75	4.65	4.61
4.19	5.50	4.86	4.76	4.71
4.88	5.85	4.91	4.81	4.76
5.69	6.06	4.90	4.81	4.77
6.63	6.09	4.83	4.76	4.73
7.72	5.95	4.68	4.64	4.62
9.00	5.66	4.46	4.45	4.45
10.48	5.28	4.18	4.20	4.21
12.21	4.54	3.86	3.91	3.93
14.22	3.78	3.41	3.47	3.50
16.57	3.06	2.95	3.03	3.05
19.31	2.46	2.54	2.62	2.62
22.49	1.96	2.18	2.24	2.23

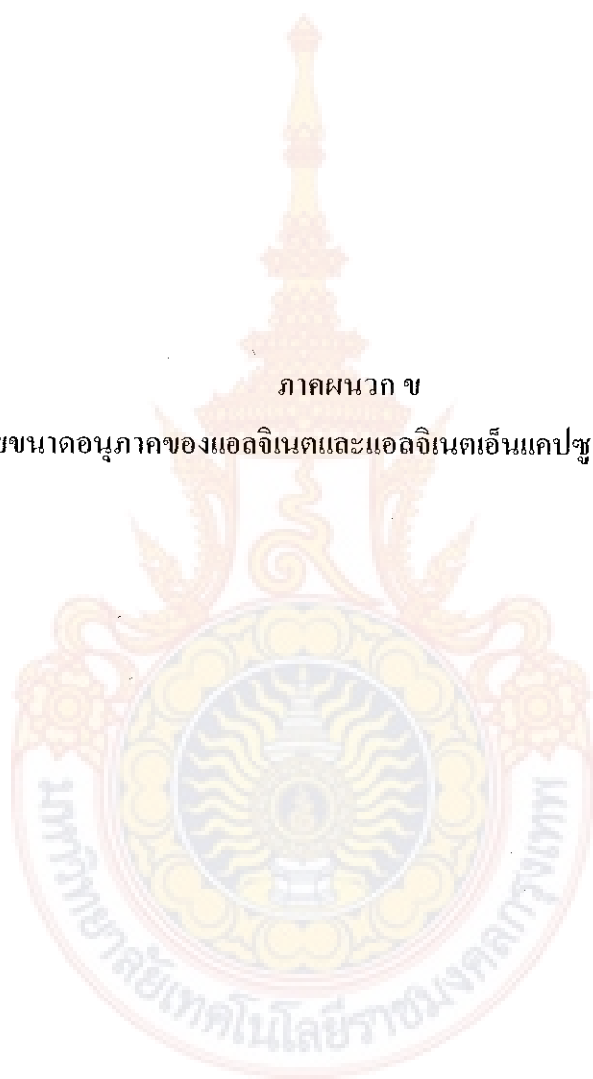
ตารางที่ 1 (ต่อ) การกระจายอนุภาคของแคลเซียมซัลเฟต

ขนาดอนุภาค (ไมครอน)	ร้อยละของจำนวนอนุภาค			
	ชนิดของแคลเซียมซัลเฟต			
	แคลเซียมซัลเฟต	แคลเซียมซัลเฟต- VTES 1%*	แคลเซียมซัลเฟต- VTES 3%*	แคลเซียมซัลเฟต- VTES 5%*
26.20	1.54	1.84	1.89	1.84
30.53	1.14	1.49	1.52	1.44
35.56	0.75	1.11	1.12	1.01
41.43	0.38	0.72	0.72	0.60
48.27	0.10	0.35	0.33	0.23
56.23	0.00	0.06	0.03	0.00
65.51	0.00	0.00	0.00	0.00
76.32	0.00	0.00	0.00	0.00
88.91	0.03	0.00	0.00	0.00
103.58	0.13	0.00	0.00	0.13
120.67	0.22	0.09	0.20	0.32
140.58	0.32	0.36	0.44	0.54
163.77	0.43	0.68	0.69	0.76
190.80	0.55	0.99	0.90	0.94
222.28	0.66	1.21	1.03	1.06
258.95	0.74	1.24	1.03	1.05
301.68	0.74	1.02	0.90	0.90
351.46	0.66	0.57	0.66	0.64
409.45	0.50	0.13	0.41	0.31
477.01	0.34	0.00	0.17	0.00
555.71	0.18	0.00	0.00	0.00
647.41	0.00	0.00	0.00	0.00
754.23	0.00	0.00	0.00	0.00

* VTES = ไวนิลไตรเอทอกซีไซเลน

ภาคผนวก ข

การกระจายขนาดอนุภาคของแอลจินตและแอลจินตอินแคปซูลเคลเคลเชื่อมซิติเกต



ตารางที่ 1 การกระจายขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปัดแอลจินต

ขนาดอนุภาค (มิลลิเมตร)	ร้อยละของจำนวนอนุภาค (โดยน้ำหนัก)
0.30	0.00
0.60	0.00
0.85	0.59
1.18	99.41

ตารางที่ 2 การกระจายขนาดอนุภาคของเม็ดลูกปัดแอลจินตเอ็นแคปซูลเคลือบเคลือบเชื่อมซัลไฟด์

ขนาดอนุภาค (มิลลิเมตร)	ร้อยละของจำนวนอนุภาค (โดยน้ำหนัก)						
	ร้อยละของปริมาณเคลือบเชื่อมซัลไฟด์ที่เติมลงในสารละลายโซเดียมแอลจินต (โดยน้ำหนักของแอลจินต)						
	0	5	10	15	20	25	30
0.30	0.00	6.54	1.63	1.69	1.82	2.34	1.55
0.60	0.00	0.87	3.49	0.68	0.45	0.33	0.47
0.85	0.59	78.65	79.09	95.27	1.82	2.67	0.15
1.18	99.41	13.94	15.81	2.36	95.91	94.66	97.83



ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ-นามสกุล	นางสาวบุญศรี คู่สุขธรรม
วัน เดือน ปี เกิด	20 กรกฎาคม พ.ศ. 2507
สถานที่เกิด	กรุงเทพมหานคร
ประวัติการศึกษา	
ปริญญาตรี	มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ปทุมวัน (2525-2528) การศึกษามหาบัณฑิต (วิทยาศาสตร์-เคมี)
ปริญญาโท	มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ประสานมิตร (2528-2531) การศึกษามหาบัณฑิต (เคมี)
ปริญญาโท	มหาวิทยาลัยมหิดล (2536-2539) วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์)
ปริญญาเอก	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (2544-2547) วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)
ประวัติการทำงาน	
	2532-ปัจจุบัน มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลกรุงเทพ สาขาวิชาวิศวกรรมเคมีสิ่งทอ คณะอุตสาหกรรมสิ่งทอ