



โครงการ  
การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ สมบัติของพอลิยูรีเทนโฟมที่มีกลิ่นเมนทอลยาวนาน  
Properties of Polyurethane Foam with Prolonged Menthol  
Fragrance

ชื่อนิสิต นายธีรณัฐ รุทธิวารี

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2558

ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สมบัติของพอลิยูรีเทนโฟมที่มีกลิ่นเมนทอลยาวนาน  
Properties of Polyurethane Foam with Prolonged Menthol Fragrance



โดย  
นายธีรณัฐ รุทธิวารี

รายงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2558

คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เรื่อง สมบัติของพอลิยูรีเทนโฟมที่มีกลิ่นเหม็นทอลอยาวนาน

โดย นายธีรณัฐ รุทธิวารี

ได้รับอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา

ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบโครงการ

.....  ..... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วรินทร์ ชวศิริ)

.....  ..... อาจารย์ที่ปรึกษา

(รองศาสตราจารย์ ดร.ศุภคร วณิชเวชรุ่งเรือง)

.....  ..... กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ธรรมบุญ หนูจักร)

รายงานฉบับนี้ได้รับความเห็นชอบและอนุมัติโดยหัวหน้าภาควิชาเคมี

.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร.วุฒิชัย พาราสุข)

หัวหน้าภาควิชาเคมี

วันที่ ..... เดือน ..... พ.ศ. ....

คุณภาพของการเขียนเล่มรายงานเล่มนี้อยู่ในระดับ  ดีมาก  ดี  พอใช้

ชื่อโครงการ                      สมบัติของพอลิยูรีเทนโฟมที่มีกลิ่นเมนทอลยาวนาน  
ชื่อนิสิตในโครงการ            นายธีรณัฐ รุทธิวารี            เลขประจำตัว 5533098923  
ชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา            รศ.ดร.ศุภศร วณิชเวชารุ่งเรือง  
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2558

### บทคัดย่อ

ในที่นี้ นำเมนทอลมาใช้ในพอลิยูรีเทนโฟมเพื่อให้โฟมมีกลิ่นหอม เพื่อให้โฟมมีกลิ่นหอมที่ยาวนาน จึงทำการกักเก็บเมนทอลด้วย 2 วิธี คือใช้ hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) เตรียมเป็นวัสดุกักเก็บเมนทอล และใช้คาร์บอนผสมกับเมนทอลเพื่อทำการดูดซับเมนทอลไว้ในพอลิยูรีเทนโฟม พบว่าวัสดุกักเก็บกลิ่นเมนทอล HPMC สามารถช่วยชะลอการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอลได้ดี ในขณะที่การเติมคาร์บอนช่วยชะลอการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอลน้อยมาก เมื่อนำโฟมที่สังเคราะห์ได้มาทดสอบสมบัติทางกายภาพที่อาจเปลี่ยนแปลงไปจากการเติมกลิ่นเมนทอล พบว่าโฟมที่มีการเติมวัสดุกักเก็บเมนทอล HPMC และคาร์บอนมี glass transition temperature ( $T_g$ ) และมอดูลัสลดลงเพิ่มขึ้น ในขณะที่การเติมเมนทอลอิสระไม่มีผลต่อคุณสมบัติทางกายภาพของโฟม

คำสำคัญ: พอลิยูรีเทนโฟมชนิดยืดหยุ่น, น้ำหอม, ความคุมการปลดปล่อย, ระบบกักเก็บ



Title Properties of Polyurethane Foam with Prolonged Menthol  
Fragrance

Student name Mr. Teeranut Rutwaree ID 5533098923

Advisor name Assoc. Prof. Dr. Supason Wanichwecharungruang

Department of Chemistry, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Academic year  
2015

### Abstract

Menthol fragrance was added to the polyurethane foam to give it a good smell. To make the menthol smell last longer, two methods were used: the use of hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) to encapsulate menthol and the use of carbon to adsorb menthol. The results indicate that menthol-loaded HPMC polymer can prolong the release of menthol fragrance from the obtained foam whereas carbon cannot significantly prolong the release of menthol from the foam. Effects of the added fragrance materials on the physical properties of the foam were evaluated. The results showed that the addition of menthol-loaded HPMC and menthol mixed with carbon increased the glass transition temperature ( $T_g$ ) and storage modulus of the obtained foams. Adding free menthol to the foam produces did not affect physical properties of the foams.

Keywords: Flexible polyurethane foam, Fragrance, Controlled release, Encapsulation

## กิตติกรรมประกาศ

การศึกษาสมบัติของพอลิยูรีเทนโฟมที่มีกลิ่นเมนทอลยาวนาน โดยผู้วิจัยได้จัดทำรายงานฉบับนี้ เพื่อประโยชน์แก่ผู้สนใจ รายงานฉบับนี้จะสำเร็จลุล่วงไม่ได้ หากขาดความอนุเคราะห์และสนับสนุนอย่างสูงจากบุคคลหลายท่าน ทำให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วงดังต่อไปนี้

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ศุภศร วณิชเวชารุ่งเรือง อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัยนี้เป็นอย่างสูง ที่ได้กรุณาให้ความรู้ คำแนะนำตั้งแต่เริ่มค้นคว้าหาข้อมูล การทดลอง รวมถึงวิธีการแก้ปัญหาที่เกิดขึ้น ซึ่งโครงการนี้จะเกิดขึ้นและสำเร็จไม่ได้หากไม่มีท่าน

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วรินทร์ ขวศิริ และรองศาสตราจารย์ ดร.ธรรมบุญ หนูจักร ที่ให้ความกรุณาสละเวลาอันมีค่าให้เกียรติมาเป็นประธานและกรรมการสอบโครงการนี้

ขอขอบคุณบริษัท TCC. THINK CO., LTD. ที่ได้ให้สารตั้งต้นในการสังเคราะห์โฟมเพื่อใช้ในการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณภาคีวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ให้ความรู้ต่างๆ อันมีประโยชน์แก่ผู้วิจัยตลอด 4 ปี ซึ่งทำให้สามารถนำความรู้เหล่านั้นมาใช้กับงานวิจัยครั้งนี้

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณครอบครัวของผู้วิจัยเป็นอย่างสูงที่ได้ให้คำแนะนำ คำปรึกษา ความรัก ความเข้าใจ และเป็นกำลังใจที่สำคัญแก่ผู้วิจัยเสมอมา ทำให้ผู้วิจัยสามารถผ่านพ้นอุปสรรคต่างๆ มาได้จนเสร็จสิ้นงานวิจัย

ภาคีวิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญ

|   |      |
|---|------|
| .....   | หน้า |
| บทคัดย่อ.....   | ค    |
| Abstract.....   | ง    |
| กิตติกรรมประกาศ.....  | จ    |
| บทที่ 1 บทนำ.....   | 1    |
| 1.1 พอลิยูรีเทนโฟม.....   | 1    |
| 1.2 เมนทอลและการกักเก็บกลิ่น.....   | 2    |
| 1.3 Headspace solid-phase microextraction–gas chromatography–mass Spectrometry (HS-SPME-GC-MS).....                       | 3    |
| 1.4 สมบัติเชิงกลพลวัต Dynamic Mechanical Analysis (DMA) และ สมบัติการต้านทานแรงอัดของ วัสดุ (compressive properties)..... | 4    |
| 1.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....  | 4    |
| 1.6 วัสดุประสงค์และขอบเขตของการวิจัย.....   | 7    |
| บทที่ 2 การทดลอง.....   | 8    |
| 2.1 สารเคมีและอุปกรณ์.....  | 8    |
| 2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....   | 8    |
| 2.3 การสังเคราะห์ระบบกักเก็บเมนทอลใน hydroxylpropyl methylcellulose.....  | 8    |
| 2.4 การสังเคราะห์โฟมกักเก็บกลิ่นเมนทอล.....   | 9    |
| 2.5 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของโฟม.....  | 9    |
| 2.5.1 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัต (dynamic mechanical analysis).....  | 9    |
| 2.5.2 Compressive properties.....   | 10   |
| 2.6 การศึกษาอัตราการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอล.....  | 10   |
| 2.6.1 Headspace-SPME.....   | 10   |
| 2.6.2 GC-MS.....  | 10   |
| บทที่ 3 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง.....   | 11   |
| 3.1 การกักเก็บเมนทอลใน hydroxylpropyl methylcellulose.....  | 11   |

|  |    |
|--|----|
| 3.2 การสังเคราะห์โพลิเมอร์จากแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์.....                 | 14 |
| 3.3 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของโพลิเมอร์.....                           | 16 |
| 3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัต (dynamic mechanical analysis)..... | 16 |
| 3.3.2 Compressive properties.....                                      | 18 |
| 3.4 การศึกษาอัตราการปลดปล่อยคาร์บอนมอนอกไซด์.....                      | 19 |
| บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง.....  | 22 |
| เอกสารอ้างอิง.....   | 23 |
| ภาคผนวก.....   | 26 |
| ภาคผนวก ก.....   | 27 |
| ภาคผนวก ข.....   | 29 |
| ภาคผนวก ค.....   | 32 |
| ประวัติผู้วิจัย.....   | 33 |

ภาควิชาเคมี  
 คณะวิทยาศาสตร์  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



สารบัญตารางประกอบ

ตารางที่..... หน้า

2.1 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม ..... 9

3.1 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม ..... 14



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สารบัญรูปประกอบ

|   |      |
|---|------|
| รูปที่ .....  | หน้า |
| 1.1 แผนภาพของการสกัดแบบเฮกสเปซ .....  | 3    |
| 1.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการปลดปล่อย nimodipine กับเวลา.....  | 4    |
| 1.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำหอมที่เหลืออยู่กับเวลา .....  | 5    |
| 1.4 แบบจำลองไอโซเทอมการดูดซับของ (a) pyridine, (b) indole, (c) quinolone<br>บน BCs ที่ 298 K.....   | 6    |
| 1.5 ผลของปริมาณ CIP ต่อความสามารถในการดูดซับ .....  | 7    |
| 3.1 แผนผังขั้นตอนการกักเก็บเมนทอล: ก่อนเติมเมนทอลที่ละลายในเอทานอล (a)<br>หลังเติมเมนทอลที่ละลายในเอทานอล (b) และหลังเติม guar gum และ xanthan gum (c)..... | 11   |
| 3.2 ภาพ SEM ของวัสดุกักเก็บเมนทอลที่ 500x.....  | 12   |
| 3.3 ATR-FTIR สเปกตรัมของ เมนทอล (a), HPMC, xanthan gum และ guar gum (b)<br>และวัสดุกักเก็บเมนทอล (c) สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม.....                     | 13   |
| 3.4 ลักษณะทางกายภาพของโฟม Control (a) และ 2.5% Carbon (b).....  | 14   |
| 3.5 ภาพ SEM ที่ 50x ของโฟมสูตร Control (a), 2% Menthol (b), 1% Menthol + 1% Polymer<br>(c), 2.5% Carbon (d) และ 2.5% Carbon + 2% Menthol (e).....           | 15   |
| 3.6 ผลของการทดสอบสมบัติทางความร้อนเชิงกลพลวัต Storage modulus (E')<br>ของโฟม (a) และ $\tan\delta$ ของโฟม (b).....   | 17   |
| 3.7 ผลของการทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต Storage modulus (E') ของโฟม.....   | 18   |
| 3.8 GC-MS โครมาโทแกรมของโฟมสูตร 2%Menthol ของสัญญาณที่ 14.16 นาที.....  | 19   |
| 3.9 แมสสเปกตรัมของโฟมสูตร 2%Menthol ของสัญญาณที่ 14.16 นาที .....   | 20   |
| 3.10 ภาพแสดงการแตกตัวของเมนทอล .....  | 20   |
| 3.11 อัตราการปลดปล่อยเมนทอลจากโฟม ที่อุณหภูมิห้อง (a) และที่อุณหภูมิ 60°C (b).....  | 21   |
| ก1 ATR-FTIR สเปกตรัมของเมนทอล .....   | 27   |
| ก2 ATR-FTIR สเปกตรัมของ HPMC, xanthan gum และ guar gum.....   | 27   |
| ก3 ATR-FTIR สเปกตรัมของวัสดุกักเก็บเมนทอล.....  | 28   |
| ข1 <sup>1</sup> H NMR สเปกตรัมของพอลิเมอร์.....   | 30   |

|  |    |
|--|----|
| ข2 $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของวัสดุักเก็บเมนทอล ..... | 30 |
| ข3 $^1\text{H}$ NMR สเปกตรัมของเมนทอล.....             | 31 |
| ค1 Stress-Stain curve ของโฟม .....                     | 32 |



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญแผนภาพประกอบ

แผนภาพที่..... หน้า

1.1 Gelling reaction ..... 1

1.2 Blowing reaction..... 1

1.3 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานเนตกับพอลิออลโดยมีเทอเทียรีแอมีน เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ..... 2



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



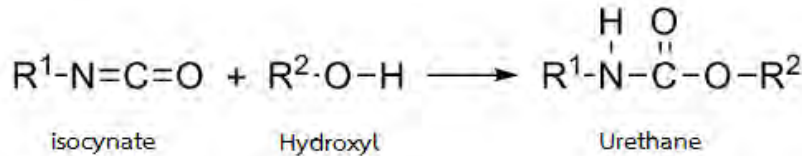
# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 พอลิยูรีเทนโฟม

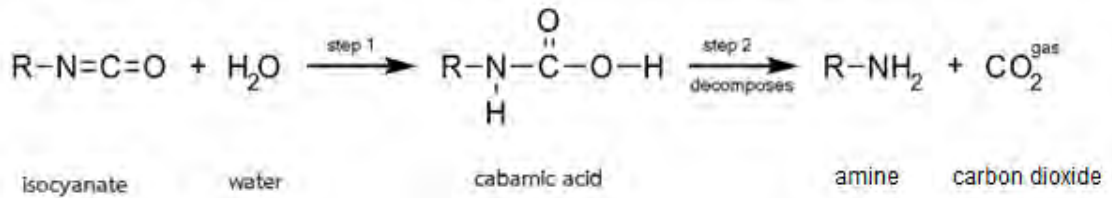
พอลิยูรีเทนโฟมแบ่งเป็น 2 ชนิด คือพอลิยูรีเทนโฟมชนิดแข็งและพอลิยูรีเทนโฟมชนิดยืดหยุ่น โดยในงานวิจัยนี้จะสนใจในพอลิยูรีเทนโฟมชนิดยืดหยุ่นซึ่งมีการใช้อย่างแพร่หลาย เช่น เฟอร์นิเจอร์ เบาะรองนั่ง ที่นอน เป็นต้น พอลิยูรีเทนโฟมผลิตจากการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) ของสารตั้งต้น 2 ชนิด คือ ไอโซไซยาเนต (isocyanate) และ พอลิโออล (polyol) ปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันที่เกิดขึ้นในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม มีขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาหลักดังต่อไปนี้

ปฏิกิริยาที่ 1 Gelling reaction เป็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยาเนตกับพอลิโออลได้ผลิตภัณฑ์ คือ หมูยูรีเทนในพอลิยูรีเทนโฟม



แผนภาพที่ 1.1 Gelling reaction

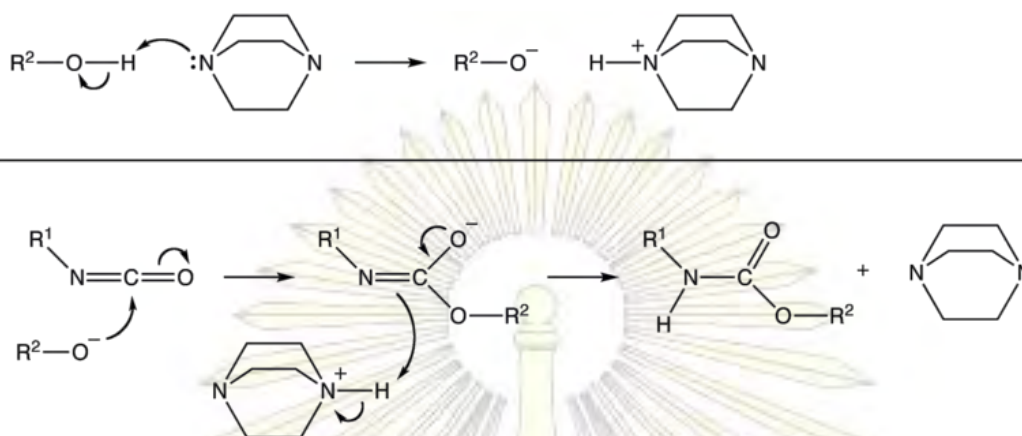
ปฏิกิริยาที่ 2 Blowing reaction เป็นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยาเนตกับน้ำ ได้ผลิตภัณฑ์ คือ แอมีนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารช่วยฟู



แผนภาพที่ 1.2 Blowing reaction

ในปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของพอลิยูรีเทนโฟมมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาหลายชนิด ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดหนึ่งที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม คือ เทอเทียรีแอมีน (tertiary amine) เช่น diazabicyclo[2.2.2]octane (DABCO) มีสมบัติช่วยทำให้โฟมขึ้นรูปได้เร็ว แต่มีกลิ่นเหม็น [1] กลิ่นไม่พึงประสงค์นี้รบกวนผู้ใช้งานและทำให้เกิดความรำคาญ [2] ดังนั้นจึงมีความสำคัญที่จะพัฒนาวิธีการกำจัดกลิ่นที่ไม่พึงประสงค์ออกจากผลิตภัณฑ์จากพอลิยูรีเทนโฟม

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



แผนภาพที่ 1.3 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างไอโซไซยานอนต์กับพอลิโออลโดยมีเทอเทียร์เอมีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

## 1.2 เมนทอลและการกักเก็บกลิ่น

เมนทอลเป็นสารประกอบในกลุ่มมอนอเทอร์ปีนซึ่งสกัดได้จากน้ำมันสะระแหน่ซึ่งได้มาจากพืช *Mentha piperita* [3] มีกลิ่นหอมเย็น ระเหยได้ที่อุณหภูมิห้อง สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลายอย่างทั้งในทางเภสัชวิทยา เครื่องสำอางค์ และอาหาร เช่น ใช้เป็นสารปรุงรสและเป็นกลิ่นในขนม [4,5]

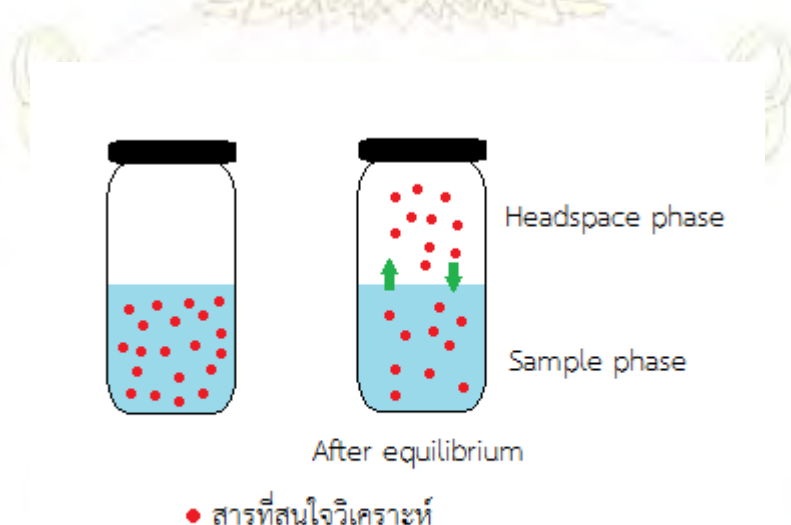
การใช้กลิ่นเมนทอลกลบกลิ่นที่ไม่พึงประสงค์ในพอลิยูรีเทนโพนมีความน่าสนใจ อย่างไรก็ตามเมนทอลระเหยเร็ว ทำให้กลิ่นอยู่ได้ไม่นานซึ่งสามารถแก้ไขได้โดยใช้ระบบกักเก็บ (encapsulation) เป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสำหรับการป้องกันสารจากสภาพแวดล้อม, การระเหยของสาร, การปนเปื้อน และยังสามารถควบคุมการปลดปล่อยได้รูปแบบที่พบมากที่สุดของการควบคุมการปลดปล่อยในหลายอุตสาหกรรมคือการกักเก็บสารด้วยวัสดุกักเก็บเพื่อป้องกันไม่ให้สารระเหย และป้องกันจากสภาพแวดล้อมต่างๆ เช่น double emulsion system [6], cyclodextrin host [7], protein microsphere containers [8], miniemulsion polymerization [9], multi-arm star block copolymer [10], in situ polymerization [11] และ various carbohydrates [12,13,14] หรืออีกวิธีคือการใช้วัสดุดูดซับ เช่น แร่ดิน (clay) [15], คาร์บอน (carbon) [16,17], แร่มอนต์มอริลโลไนท์ (montmorillonite) [18] ในการควบคุมการปลดปล่อย ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะทำกลิ่นเมนทอลอยู่ในโพนได้ยาวนานขึ้นด้วย 2 วิธี

วิธีแรก ใช้พอลิเมอร์ในการกักเก็บน้ำหอม โดยในงานวิจัยนี้สนใจที่จะใช้ hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) เป็นพอลิเมอร์ที่ใช้ในการกักเก็บเมนทอล เนื่องจากในการทำวัสดุสำหรับกักเก็บกลิ่นเพื่อนำไปใช้ในของใช้ในชีวิตประจำวัน นั้นต้องคำนึงถึงความปลอดภัยต่อสิ่งแวดล้อมด้วย ด้วยเหตุนี้ทางผู้วิจัยจึงเลือก HPMC เนื่องจากมีความเป็น biocompatible และยังสามารถทำการกักเก็บน้ำหอมได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยไม่ต้องใช้สารทำให้เกิดการเชื่อมโยง (crosslinking agent) [19]

วิธีที่สอง ใช้คาร์บอนจากไม้ไผ่ (bamboo charcoal) ซึ่งในปัจจุบันได้รับความนิยมอย่างมากในการใช้เป็นตัวดูดซับ โดยมีความสามารถในการดูดซับสูงต่อสารอินทรีย์ ที่อยู่ในสารละลาย โดยอาศัย hydrophobicity interaction เป็นแรงหลักที่ทำให้เกิดการดูดซับ และยังมีแรงอื่นๆเช่น electrostatic interaction, พันธะไฮโดรเจน และ  $\pi$ - $\pi$  electron-donor-acceptor (EDA) [16] ในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะใช้คาร์บอนจากไม้ไผ่เป็นตัวดูดซับเมมทอล

### 1.3 Headspace solid-phase microextraction–gas chromatography–mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS)

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการวัดปริมาณกลิ่นเมมทอลด้วยเทคนิค Headspace solid-phase microextraction–gas chromatography–mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS) เพื่อหาอัตราการปลดปล่อยกลิ่น [20] ในเทคนิคมีการให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างที่สนใจวิเคราะห์กลิ่นในภาชนะปิดจนสารให้กลิ่นในสารตัวอย่างเข้าสู่ภาวะสมดุล (รูปที่ 1.1) ระหว่างเฟสสองเฟสคือ เฟสของตัวอย่างและเฟสของบริเวณเฮดสเปซ (ที่ว่างในภาชนะเหนือสารตัวอย่าง) โดยสารให้กลิ่นที่วิเคราะห์จะอยู่ในลักษณะของแก๊สในเฟสเฮดสเปซและของเหลวหรือของแข็งในเฟสของตัวอย่าง จากนั้นจึงทำการดูดไอสาร (ที่อยู่ในเฟสของแก๊สด้านบนสารตัวอย่าง) นำไปทำ microextraction ด้วย ตัว microextraction column ที่เหมาะสม เมื่อชะสารออกจาก microextraction column ก็จะได้สารที่ต้องการวิเคราะห์ที่เข้มข้นขึ้นสามารถนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี โดยใช้แมสสเปกโตรเมทรีเป็นดีเทกเตอร์ เทคนิคนี้ เป็นเทคนิคที่ใช้แยกและวิเคราะห์สารอินทรีย์ที่ระเหยง่าย สามารถประยุกต์ใช้วิเคราะห์สารที่สนใจที่อยู่ในตัวอย่างที่เป็นของแข็งหรือของเหลวได้



รูปที่ 1.1 แผนภาพของการสกัดแบบเฮดสเปซ



#### 1.4 สมบัติเชิงกลพลวัต Dynamic Mechanical Analysis (DMA) และ สมบัติการต้านทานแรงอัดของวัสดุ (compressive properties)

เนื่องจากในงานวิจัยนี้ได้มีการเติมกลีเซอรีนในพอลิยูรีเทนโฟม เพราะฉะนั้นจึงมีความสำคัญที่จะต้องตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของโฟมก่อนและหลังการเติมกลีเซอรีน ในที่นี้ทำการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของโฟมด้วย 2 วิธี คือการใช้เทคนิค Dynamic Mechanical Analysis (DMA) [21] และเทคนิคการทดสอบความต้านทานแรงอัดของวัสดุ (compressive properties)

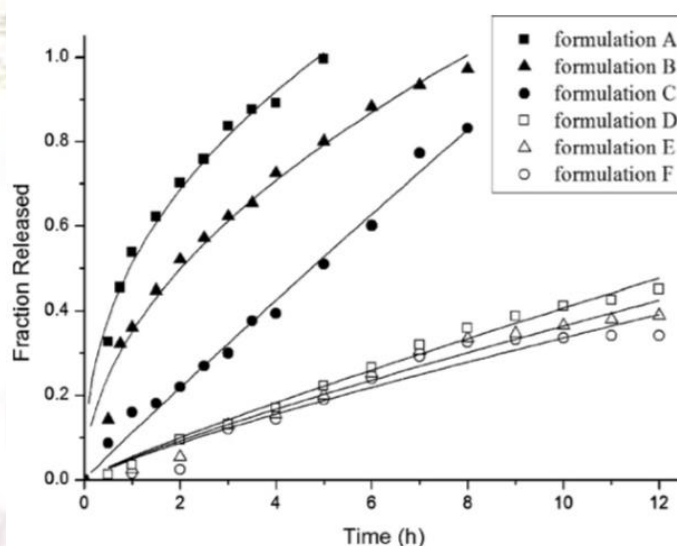
เทคนิค Dynamic Mechanical Analysis เป็นหนึ่งในเทคนิคที่นิยมใช้ในการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนและสมบัติวิสโคอีลาสติกของวัสดุที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิ เวลา ความถี่ ความเค้น ตัวอย่างข้อมูลที่วิเคราะห์ได้จากเทคนิคนี้คือ ค่าโมดูลัส (storage and loss modulus) และค่าอุณหภูมิสถานะคล้ายแก้ว ( $T_g$ )

การทดสอบความต้านทานแรงอัดของวัสดุ (compressive properties) [22] เป็นการทดสอบที่ทำให้เข้าใจความสัมพันธ์ระหว่างความเค้นกับความเครียด (Stress – Strain curve) ของวัสดุที่ศึกษา ซึ่งจะแสดงความสามารถในการรับแรงกดของวัสดุ

#### 1.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า

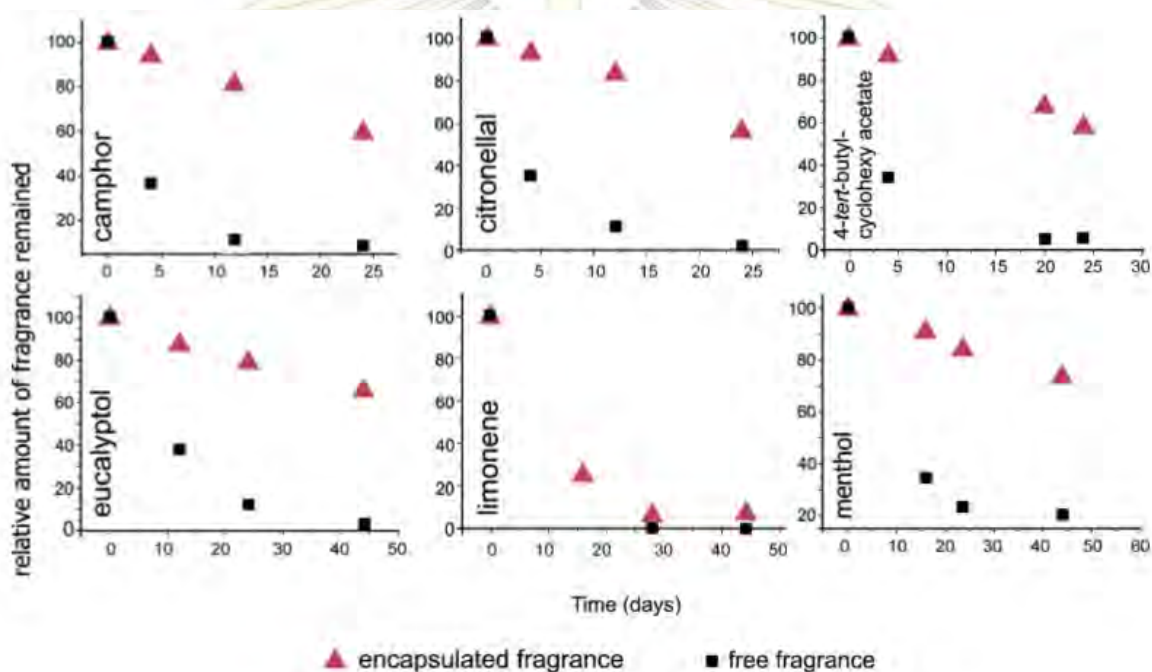
ในปี 2008 Yi และคณะ [23] ได้ศึกษาเกี่ยวกับ nimodipine ซึ่งเป็นยาที่ไม่ละลายน้ำด้วย self-emulsifying formulation (SEF) และ hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) ที่มีความหนืดสูง โดยใช้เทคนิค spray dry และพบว่าสามารถใช้ SEF และ HPMC ในการควบคุมการปลดปล่อยยาได้



รูปที่ 1.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างการปลดปล่อย nimodipine กับเวลา [23]

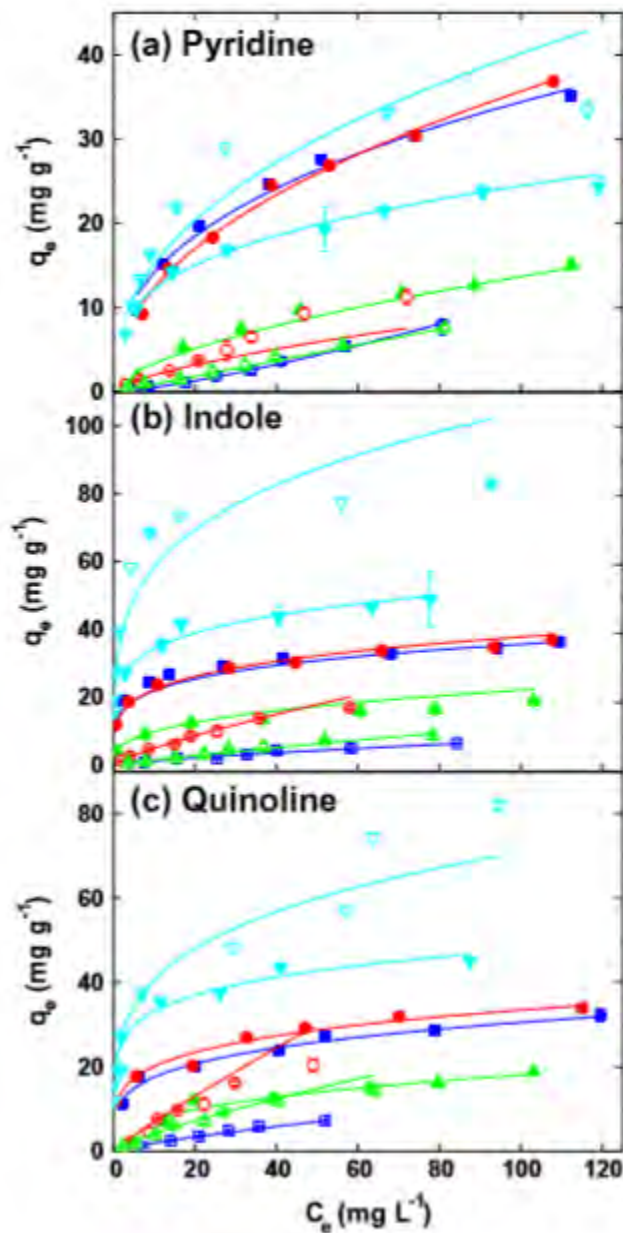


ในปี 2010 Sansukcharearnporn และคณะ [18] ได้สังเคราะห์อนุภาคขนาดนาโนเพื่อกักเก็บกลิ่นด้วยพอลิเมอร์ผสม ethylcellulose (EC), hydroxypropyl methylcellulose (HPMC) และ poly(vinyl alcohol) (PV(OH)) และพบว่าอนุภาคสามารถกักเก็บกลิ่นและสามารถยืดระยะเวลาการปล่อยกลิ่นของน้ำหอมได้ 5 ชนิดจากทั้งหมด 6 ชนิด โดยสารให้กลิ่นที่ถูกกักเก็บได้ดีคือ camphor, citronellal, encalyptol, menthol และ 4-*tert*-butylcyclohexyl โดยมี %EE $\geq$ 80% และ %loading เท่ากับ  $41 \pm 4.3\%$ ,  $40 \pm 4.9\%$ ,  $44 \pm 3.2\%$ ,  $42 \pm 4.4\%$  และ  $42 \pm 4.7\%$  ตามลำดับ



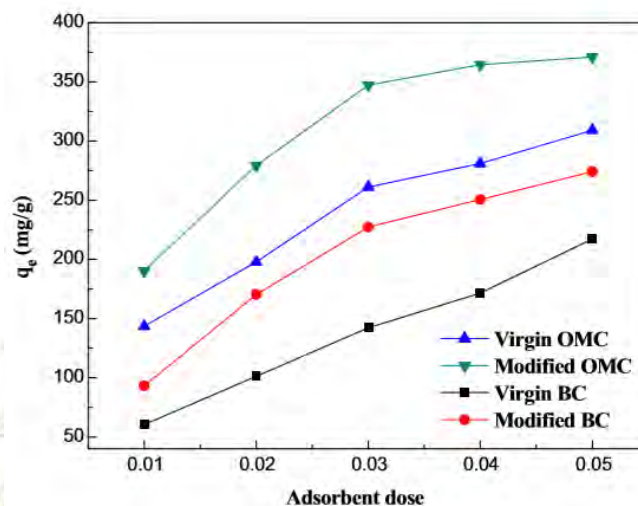
รูปที่ 1.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณน้ำหอมที่เหลืออยู่กับเวลา [18]

ในปี 2012 Liao และคณะ [16] ได้ศึกษาเกี่ยวกับ bamboo charcoal (BC) และทำการดัดแปลงโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของ BC เพื่อศึกษาการดูดซับของ BC ต่อ nitrogen-heterocyclic compounds (NHCs) จำนวน 3 ชนิด ได้แก่ pyridine, indole และ quinolone พบว่าโครงสร้างของ BC ประกอบด้วยแผ่นแกรไฟต์และมีหมู่ฟังก์ชันต่างๆอยู่ที่ผิว คือ C-C, C-O, C=O, COO<sup>-</sup>,  $\pi$ - $\pi^*$  และ C=N และพบว่า BC มีความสามารถในการดูดซับ NHCs ได้ดี โดยลำดับของปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับของ BC ต่อ NHCs คือ surface area, hydrophobic interaction, electrostatic interaction และ  $\pi$ - $\pi$  EDA interaction



รูปที่ 1.4 แบบจำลองไอโซเทอมการดูดซับของ (a) pyridine, (b) indole, (c) quinolone บน BCs ที่ 298 K [16]

ในปี 2015 Peng และคณะ [17] ได้ทำการสังเคราะห์ modified ordered mesoporous carbon CMK-3 (OMC) และ bamboo-based carbon (BC) และศึกษาการดูดซับ ciprofloxacin (CIP) โดย OMC และ BC พบว่าทั้ง OMC และ BC มีความสามารถในการดูดซับ CIP ได้ดี โดยแรงไฮโดรโฟบิก (hydrophobic interaction) เป็นสาเหตุหลักที่ทำให้เกิดการดูดซับ



รูปที่ 1.5 ผลของปริมาณ CIP ต่อความสามารถในการดูดซับ [17]

จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาได้มีการนำคาร์บอนและ HPMC มาใช้ในการกักเก็บสาร ในวิจัยนี้จึงสนใจที่จะนำคาร์บอน และ HPMC มาใช้ในการกักเก็บกลิ่นเมนทอล

#### 1.6 วัตถุประสงค์และขอบเขตของการวิจัย

1. เพื่อแก้ปัญหากลิ่นที่ไม่พึงประสงค์ของพอลิยูรีเทนโฟมด้วยกลิ่นเมนทอลในรูปแบบที่อยู่ได้ยาวนาน
2. เพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพของพอลิยูรีเทนโฟมก่อนและหลังการเติมกลิ่นเมนทอลในรูปแบบที่อยู่ได้ยาวนาน

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 2 การทดลอง

### 2.1 สารเคมีและอุปกรณ์

ISOCYANATE NDI DALTOFLEX JZ80009, SUPRASEC 2412X ได้รับจากบริษัท AM CHEM-PLAS Thailand, menthol จากบริษัท Honghuat Thailand, hydroxypropyl methylcellulose (HPMC, viscosity of 2 wt.% in H<sub>2</sub>O 15,000cps) จากบริษัท Sigma-Aldrich Germany, guar gum จากร้านเคมีภัณฑ์ ประเทศไทย และ xanthan gum จากบริษัท BRENNTAG Thailand

### 2.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ชั่งสารโดยใช้เครื่องชั่งดิจิตอล ยี่ห้อ Mettler Toledo (Switzerland) เครื่องกวนความเร็วสูง (mechanical stirrer) ยี่ห้อ HSIANGTAI รุ่น DC-2E (Thailand), ATR-FTIR สเปกตรัมบันทึกด้วยเครื่อง แอทเทนนูเอทเทคโททอลรีเฟรกชันฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด (ATR-FTIR) ยี่ห้อ Thermo Scientific™ รุ่น Nicolet 6700 (USA), <sup>1</sup>H NMR สเปกตรัมบันทึกด้วยเครื่อง nuclear magnetic resonance spectrometer 400 MHz ยี่ห้อ Varian รุ่น Mercury +400 (Varian Company, USA) ใช้น้ำ (D<sub>2</sub>O) เป็นตัวทำละลาย, รูป SEM บันทึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนไมโครสโคป (SEM) ยี่ห้อ JOEL รุ่น JSM-7610 (Japan) โครมาโตแกรมบันทึกด้วยเครื่องแก๊สโครมาโทกราฟี-แมสสเปกโตรมิเตอร์ (GC-MS) ยี่ห้อ Agilent Technology (USA), สมบัติเชิงกลพลวัต (dynamic mechanical properties) วัดด้วยเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (UBM Rheogel E4000 Japan) และ Compressive properties ทดสอบด้วยเครื่อง digital force gauge ยี่ห้อ Shimpo รุ่น fqp-0.2 Japan

### 2.3 การสังเคราะห์ระบบกักเก็บเมนทอลใน hydroxylpropyl methylcellulose

ละลาย HPMC 5 g ในน้ำ 250 mL เติมนเมนทอล 25 g ที่ละลายในเอทานอล 75 mL ต่อมาเติม xanthan gum 1.25 g และ guar gum 1.25 g แล้วคนจนเป็นเนื้อเดียวกัน อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำเมนทอลที่กักเก็บใน HPMC ที่ได้มาตรวจสอบด้วยเทคนิค ATR-FTIR และ <sup>1</sup>H NMR



หา entrapment efficiency percentage (% EE) และ loading percentage โดยใช้  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัม โดยคำนวณจากสมการต่อไปนี้

$$\text{Entrapment efficiency percentage (\% EE)} = \frac{\text{ปริมาณเมนทอลที่ถูกกักเก็บ}}{\text{ปริมาณเมนทอลที่ใช้}} \times 100$$

$$\text{Loading percentage} = \frac{\text{ปริมาณเมนทอลที่ถูกกักเก็บ}}{\text{ปริมาณเมนทอลที่ถูกกักเก็บ} + \text{น้ำหนักพอลิเมอร์}} \times 100$$

## 2.4 การสังเคราะห์โฟมกักเก็บกลิ่นเมนทอล

ผสมพอลิออล 130 g และสารเติมแต่ง (เมนทอล, วัสดุที่กักเก็บเมนทอล, คาร์บอน) ให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องกวนความเร็วสูง เติมไอโซไซยานเนต 70 g แล้วผสมกันด้วยเครื่องกวนความเร็วสูงจนโฟมเริ่มฟูแล้วเทใส่แม่พิมพ์ รอกันโฟมหยุดฟูจึงนำโฟมออกมา นำโฟมที่ได้มาศึกษาด้วย SEM

### ตารางที่ 2.1 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม

| สูตร                                 | คาร์บอน (g) | เมนทอล (g) | วัสดุที่กักเก็บเมนทอล (g) |
|--------------------------------------|-------------|------------|---------------------------|
| Control                              | 0           | 0          | 0                         |
| 2%Menthol                            | 0           | 4          | 0                         |
| 1%Menthol + 1%Menthol-loaded polymer | 0           | 2          | 2                         |
| 2.5%Carbon                           | 5           | 0          | 0                         |
| 2.5%Carbon + 2%Menthol               | 5           | 4          | 0                         |

## 2.5 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของโฟม [21,22]

### 2.5.1 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัต (dynamic mechanical analysis)

ทำการตัดโฟมให้เป็นขนาด  $2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$  นำไปทดสอบใน compression mode ด้วย 2 เทคนิค โดยทำ 1 ซ้ำสำหรับแต่ละตัวอย่าง

#### *Temperature sweep*

วัด storage modulus ( $E'$ ) และ  $\tan\delta$  ที่ความถี่ 1 Hz ในช่วงอุณหภูมิจาก  $-40 \text{ }^\circ\text{C}$  ถึง  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  ด้วยอัตราเร็ว  $2 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$

### Frequency sweep

วัด storage modulus ( $E'$ ) และ  $\tan\delta$  ที่อุณหภูมิ 25, 40, 60 และ 80 °C ในช่วงความถี่จาก 0.1-100 Hz

### 2.5.2 Compressive properties

วัดความต้านทานแรงอัดของขึ้นโฟม ด้วยเครื่อง digital force gauge เพื่อหา Stress – Strain curve วิเคราะห์โดยตัดตัวอย่างขนาด  $2 \times 2 \times 2 \text{ cm}^3$  ในการวัดทำการกดด้วยอัตราเร็ว 50 mm/min จนถึง 50% ของความหนาเริ่มต้น โดยทำ 3 ซ้ำสำหรับแต่ละตัวอย่าง

## 2.6 การศึกษาอัตราการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอล [20]

วิเคราะห์หา ร้อยละสัมพันธของเมนทอล (Relative percentage of menthol) ที่เหลืออยู่ เทียบกับเมื่อเวลาเริ่มต้น ด้วยเทคนิค headspace–solid phase microextraction–gas chromatography–mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS)

### 2.6.1 Headspace-SPME

ใช้ manual fiber holder จากบริษัท Agilent Technologies และ polydimethylsiloxane/divinylbenzene (PDMS/DVB, 65  $\mu\text{m}$ ) จากบริษัท Agilent Technologies เป็นตัวสกัดกลิ่น การทดลองทำโดย นำโฟม 1g บรรจุใน 20 mL headspace vial ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 0, 3, 10, 20 วัน และที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 0, 3, 10, 20 วัน ก่อนวิเคราะห์ทำการสกัดเมนทอล โดยใช้ PDMS/DVB (65  $\mu\text{m}$ ) เป็นเวลา 25 นาที ที่อุณหภูมิ 80°C และทำการปล่อยสารที่สกัดลงใน GC อินเจกชันที่อุณหภูมิ 250°C เป็นเวลา 5 นาที

### 2.6.2 GC-MS

อุณหภูมิของอินเจกชัน 250 °C ใช้ฮีเลียมเป็นแก๊สพาด้วยอัตราการไหล 0.8 mL/min โหมด temperature program อุณหภูมิเตาอบเริ่มต้นที่ 50 °C เป็นเวลา 6 นาที จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 250 °C ด้วยอัตราเร็ว 10 °C/min คงอุณหภูมิไว้ 4 นาที โดยทำ 2 ซ้ำสำหรับแต่ละตัวอย่าง

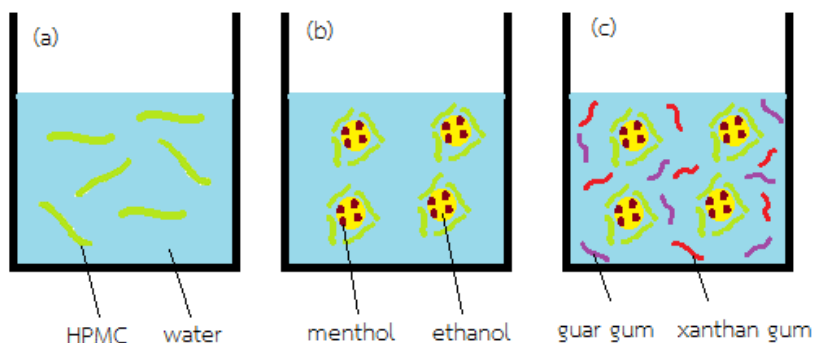
### บทที่ 3

#### ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ทำการกักเก็บเมนทอลใน hydroxylpropyl methylcellulose (HPMC) เพื่อใช้ในพอลิยูริเทนโฟมเพื่อให้มีกลิ่นหอมยาวนาน

#### 3.1 การกักเก็บเมนทอลใน hydroxylpropyl methylcellulose

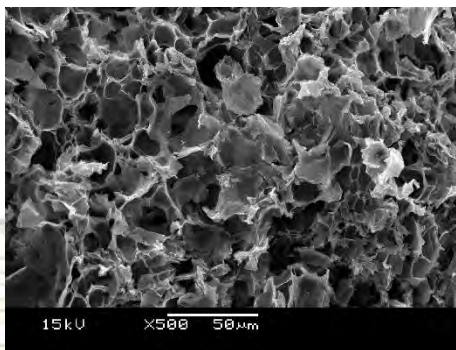
เมื่อทำการเติมเมนทอลที่ละลายในเอทานอลลงในสารละลาย HPMC ในน้ำ จากนั้นเติม guar gum และ xanthan gum ลงไป จะได้สารแขวนลอยเป็นของเหลวสีขาวขุ่น โดยสารแขวนลอยที่ได้มีความเสถียรไม่ตกตะกอน คาดว่าน่าจะมีเกิดอิมัลชันของเมนทอลในน้ำโดยมีพอลิเมอร์เป็นตัวสร้างการเชื่อมต่อระหว่างเฟสที่มีขั้วน้อยของเมนทอลและน้ำที่มีขั้วสูง (รูปที่ 3.1) จากนั้นนำสารแขวนลอยที่ได้ไปอบที่ 60 °C เป็นเวลา 1 วัน จะได้เมนทอลที่ฝังอยู่ในแมทริกซ์ของพอลิเมอร์



รูป 3.1 แผนผังขั้นตอนการกักเก็บเมนทอล: ก่อนเติมเมนทอลที่ละลายในเอทานอล (a) หลังเติมเมนทอลที่ละลายในเอทานอล (b) และหลังเติม guar gum และ xanthan gum (c)

entrapment efficiency (%EE) ของกระบวนการและ loading capacity (%loading) ของระบบที่สร้างขึ้น สามารถคำนวณจากปริมาณของเมนทอลที่อยู่ในสารที่สังเคราะห์ได้ โดยพบว่า เมื่อใช้เมนทอลเริ่มต้นที่ 500% ของน้ำหนักพอลิเมอร์ทั้งหมด จะได้ค่า %EE และ %loading เป็น 12.32% และ 41.05% ตามลำดับ (ภาคผนวก ข) สาเหตุที่ entrapment และ loading efficiency มีค่าน้อยมีสาเหตุมาจากขั้นตอนการอบสารให้แห้ง โดยที่ต้องอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำให้เมนทอลระเหยออกไป





รูป 3.2 ภาพ SEM ของวัสดุกักเก็บเมทอลที่ 500x

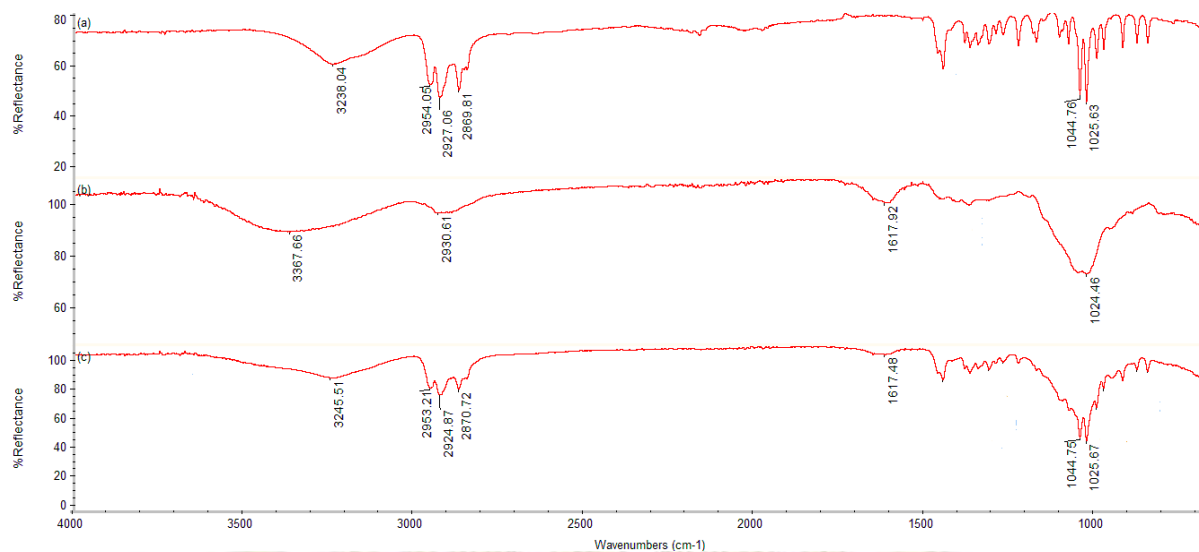
เชื่อว่าการกักเก็บเมทอลในวัสดุ HPMC น่าจะมาจากการที่เมทอลเข้าไปอยู่ในโพรงของแมทริกซ์พอลิเมอร์ ตามรูปที่ 3.2 ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ที่โพรงดังกล่าวจะสามารถหน่วงการระเหิดออกไปของเมทอลได้

สเปกตรัม ATR-FTIR ของเมทอล (รูป 3.3 (a)) แสดงสัญญาณที่  $3238\text{ cm}^{-1}$  เป็นสัญญาณของ OH stretching สัญญาณที่  $2869$ ,  $2927$  และ  $2954\text{ cm}^{-1}$  เป็นสัญญาณ C-H stretching ของหมู่เมทิล ( $-\text{CH}_3$ )  $1025$  และ  $1044\text{ cm}^{-1}$  เป็นสัญญาณของ C-OH stretching

สเปกตรัม ATR-FTIR ของ HPMC, xanthan gum และ guar gum (รูป 3.3 (b)) แสดงสัญญาณที่  $3367\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งเป็นสัญญาณของ OH stretching สัญญาณที่  $2930\text{ cm}^{-1}$  แสดงให้เห็นถึง C-H stretching. สัญญาณที่  $1617\text{ cm}^{-1}$  เป็นสัญญาณของ O-H ของโมเลกุลน้ำ และพบสัญญาณของ C-O-C stretching ที่ตำแหน่ง  $1024\text{ cm}^{-1}$

สเปกตรัม ATR-FTIR ของวัสดุกักเก็บเมทอล (รูป 3.3 (c)) แสดงสัญญาณของเมทอล (รูป 3.3 (a)) HPMC, xanthan gum และ guar gum (รูป 3.3 (b)) ร่วมกัน แสดงให้เห็นว่าสามารถกักเก็บเมทอลในแมทริกซ์ของวัสดุพอลิเมอร์เหล่านี้ได้





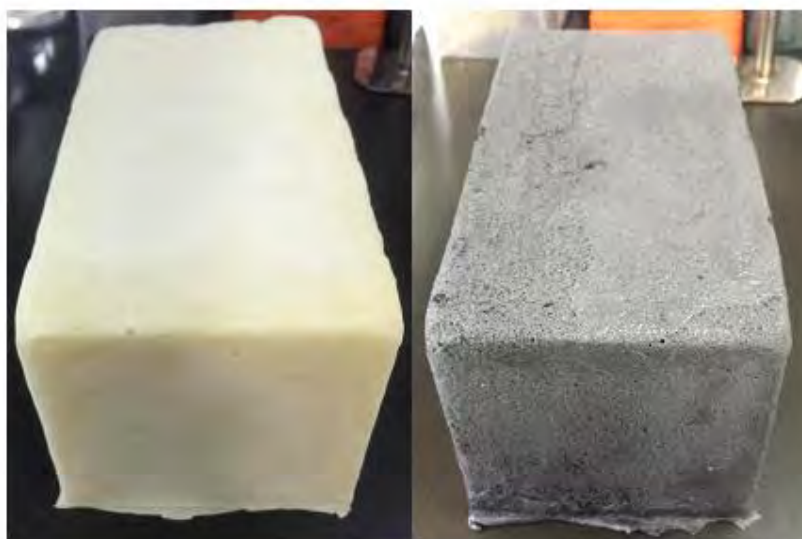
รูปที่ 3.3 ATR-FTIR สเปกตรัมของ เมนทอล (a), HPMC, xanthan gum และ guar gum (b) และ  
วัสดุที่เก็บเมนทอล (c)

### 3.2 การสังเคราะห์โฟมกักเก็บกลิ่นเมนทอล

เพื่อให้กลิ่นเมนทอลหอมยาวนานยิ่งขึ้น จึงใช้ 2 วิธีคือ ใช้ HPMC ในการกักเก็บเมนทอลเพื่อให้เมนทอลถูกกักเก็บในเนื้อพอลิเมอร์ทำให้เมนทอลระเหิดได้ช้าลง และอีกวิธีคือใช้คาร์บอนมาเป็นตัวดูดซับเมนทอลโดยใช้แรง hydrophobicity interaction ระหว่างคาร์บอนและเมนทอล โฟมที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะนิ่ม และยืดหยุ่นโฟมที่ไม่ใส่คาร์บอนจะมีสีขาว และโฟมที่มีการใส่คาร์บอนจะมีสีดำ (รูปที่ 3.4)

ตารางที่ 3.1 สูตรในการเตรียมพอลิยูรีเทนโฟม

| สูตร                                   | คาร์บอน (g) | เมนทอล (g) | วัสดุักเก็บเมนทอล (g) |
|--|-------------|------------|-----------------------|
| Control                                | 0           | 0          | 0                     |
| 2% Menthol                             | 0           | 4          | 0                     |
| 1% Menthol + 1% Menthol-loaded polymer | 0           | 2          | 2                     |
| 2.5% Carbon                            | 5           | 0          | 0                     |
| 2.5% Carbon + 2% Menthol               | 5           | 4          | 0                     |

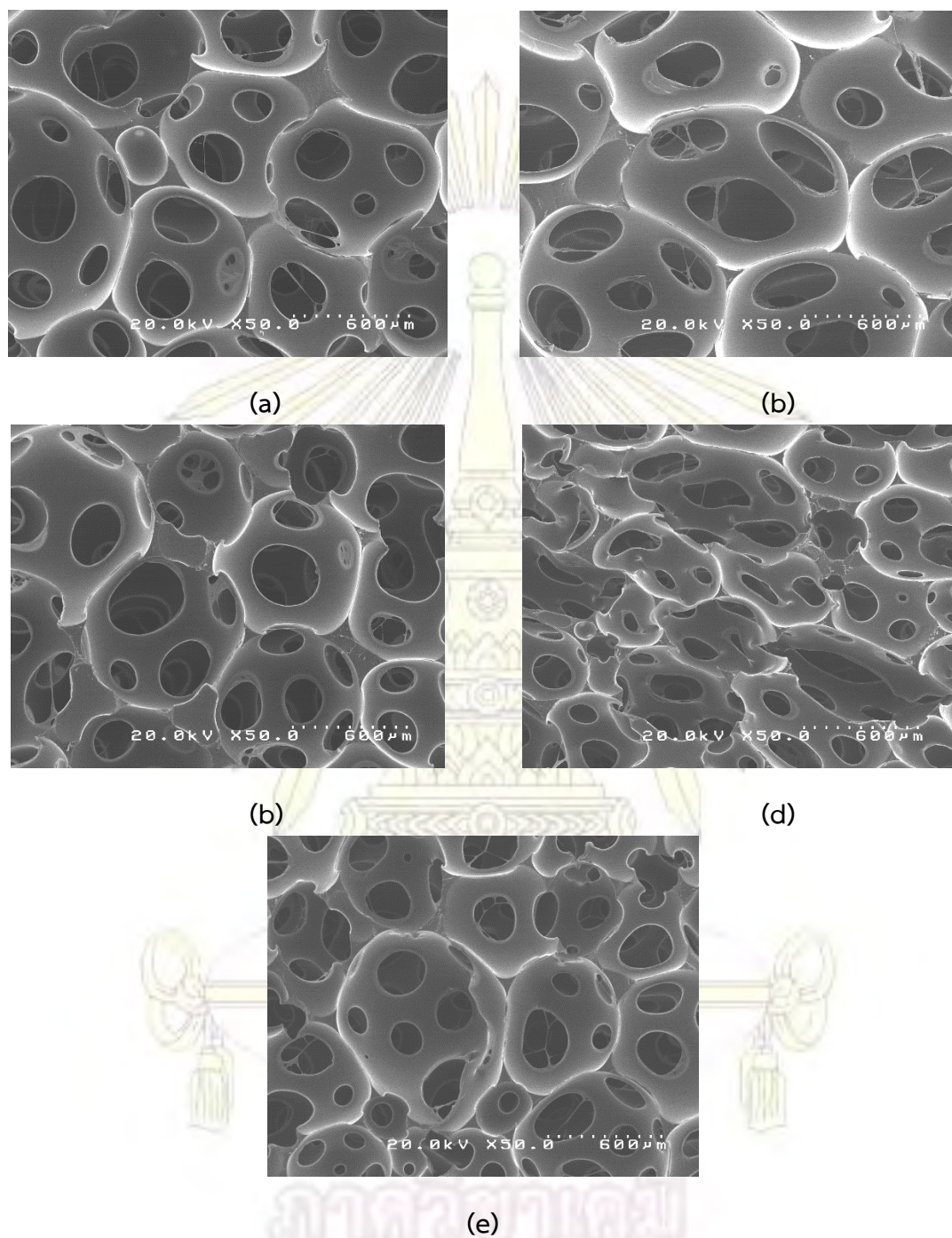


(a)

(b)

รูป 3.4 ลักษณะทางกายภาพของโฟม Control (a) และ 2.5% Carbon (b)

ภาพ SEM แสดงโฟมที่สังเคราะห์ได้ (รูป 3.5) จะเห็นได้ว่าโฟมที่สังเคราะห์ขึ้นมามีลักษณะเป็นรูเปิด โดยแต่ละสูตรมีลักษณะที่คล้ายๆกัน แสดงว่าการเติมคาร์บอน เมนทอล หรือวัสดุักเก็บเมนทอล ไม่มีผลต่อลักษณะทางการภาพของโฟม พบว่ารูเปิดของโฟมมีขนาดอยู่ที่ประมาณ 600-1,000  $\mu\text{m}$



รูปที่ 3.5 ภาพ SEM ที่ 50x ของโฟมสูตร Control (a), 2% Menthol (b), 1% Menthol + 1% Polymer (c), 2.5% Carbon (d) และ 2.5% Carbon + 2% Menthol (e)



### 3.3 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของโฟม

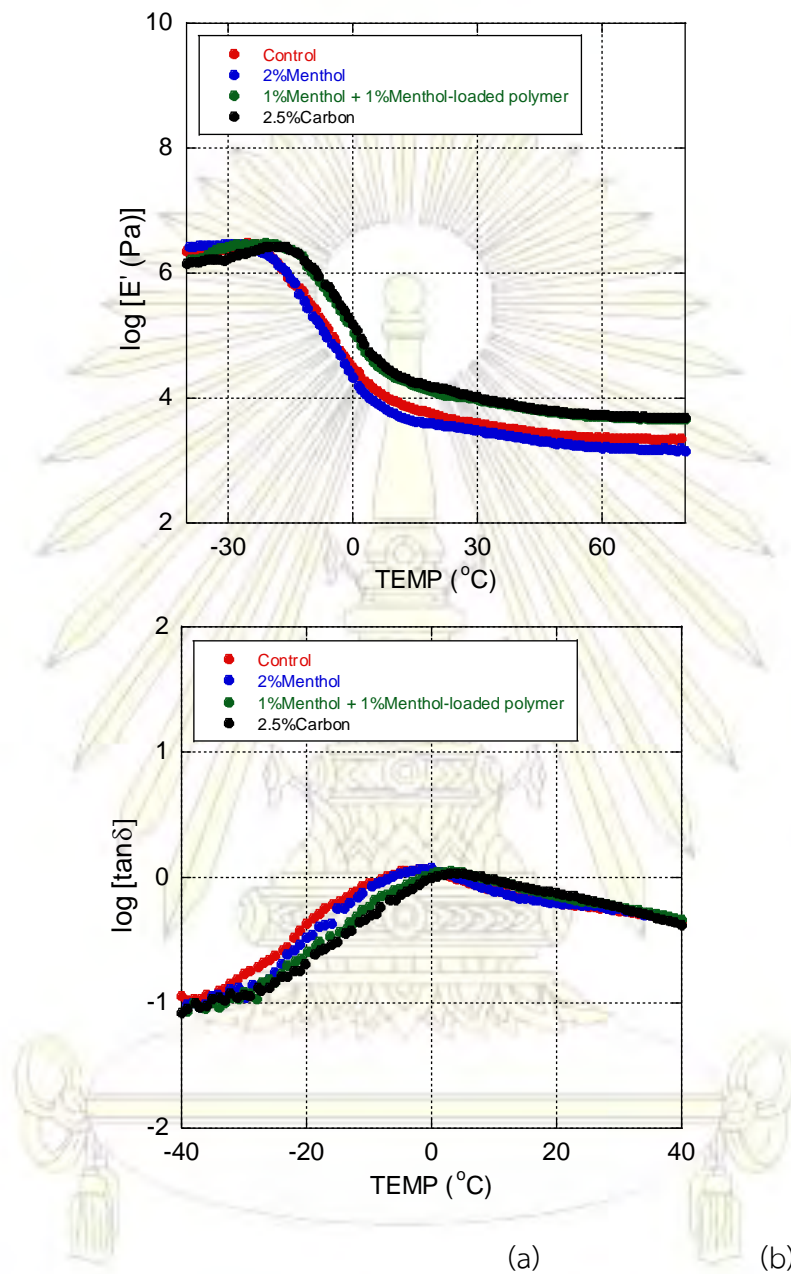
#### 3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพลวัต (dynamic mechanical analysis)

##### *Temperature sweep*

เมื่อนำโฟมตัวอย่างไปทดสอบสมบัติทางความร้อนเชิงกลพลวัต (รูปที่ 3.6) พบว่า โฟมที่มีการเติมวัสดุที่กักเก็บเมทิลแบบพอลิเมอร์หรือคาร์บอนลงไป ให้ค่า มอดูลัสสะสม (Storage modulus) ของโฟมเพิ่มขึ้น ในขณะที่เดียวกันอุณหภูมิสถานะคล้ายแก้วของวัสดุ (Glass transition temperature หรือ  $T_g$ ) ก็จะมีค่ามากขึ้นด้วย แสดงให้เห็นว่าทั้งวัสดุที่กักเก็บเมทิลแบบพอลิเมอร์และคาร์บอนให้สมบัติของสารตัวเติมที่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพสมบัติเชิงกลของโฟมได้ ในขณะที่เมื่อทำการเติมเมทิลอิสระลงไป ค่ามอดูลัสสะสมและ  $T_g$  ของโฟมจะเปลี่ยนแปลงน้อยมาก แสดงให้เห็นว่าการเติมเมทิลอิสระไม่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของโฟมแต่อย่างใด

การเพิ่มขึ้นของ  $T_g$  ของโฟมที่มีการเติมวัสดุที่กักเก็บเมทิลแบบพอลิเมอร์หรือคาร์บอนลงไป แสดงว่าโฟมที่ได้ทนความร้อนได้ดีขึ้น กล่าวคือ โครงข่ายพอลิเมอร์โฟมจะไม่ไหลได้ง่าย เพราะอุณหภูมิที่จะทำให้โครงข่ายพอลิเมอร์ของโฟมไหลมีค่าสูงขึ้น ในขณะที่การเพิ่มขึ้นของ storage modulus ของโฟมที่มีการเติมวัสดุที่กักเก็บเมทิลแบบพอลิเมอร์หรือคาร์บอนลงไป เมื่อเทียบกับโฟมที่ไม่ได้เติม หมายความว่า การเติมวัสดุที่กักเก็บเมทิลแบบพอลิเมอร์หรือคาร์บอนลงไปทำให้ได้โฟมที่มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น กล่าวคือ ต้องใช้แรงเพิ่มขึ้นในการกดโฟมให้ยุบ

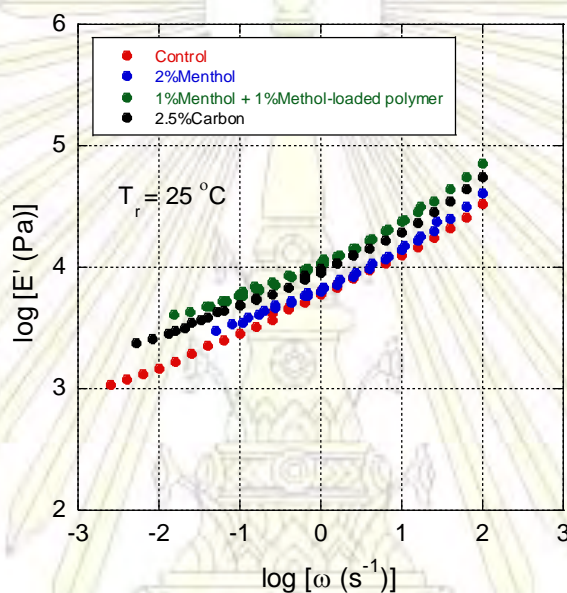




รูปที่ 3.6 ผลของการทดสอบสมบัติทางความร้อนเชิงกลพลวัต Storage modulus ( $E'$ ) ของโพลีเมอร์ (a) และ  $\tan \delta$  ของโพลีเมอร์ (b)

### Frequency sweep

จากสมบัติเชิงกลพลวัตของโพลิเมอร์ที่นำไปทดสอบ (รูปที่ 3.7) พบว่าเมื่อเติมวัสดุที่กักเก็บเมททอลหรือคาร์บอนจะส่งผลให้ค่ามอดูลัสสะสมของโพลิเมอร์เพิ่มขึ้น ในขณะที่การเติมเมททอลไม่มีผลต่อมอดูลัสของโพลิเมอร์ ดังนั้นจึงยืนยันได้ว่าการเติมวัสดุที่กักเก็บเมททอลแบบพอลิเมอร์ หรือคาร์บอนลงในโพลิเมอร์จะเพิ่มสมบัติเชิงกลของโพลิเมอร์ ในขณะที่การเติมเมททอลไม่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของโพลิเมอร์แต่อย่างใด



รูปที่ 3.7 ผลของการทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต Storage modulus ( $E'$ ) ของโพลิเมอร์

### 3.3.2 Compressive properties

การหา compressive properties ของโพลิเมอร์ด้วยเครื่อง digital force gauge โดยบันทึกแรงที่ 50% ของความหนาเริ่มต้น ได้ค่า compressive properties ของโพลิเมอร์สูตร control, 2% Menthol, 1% Menthol + 1% Menthol-loaded polymer และ 2.5% carbon ดังแสดงในตาราง 3.2

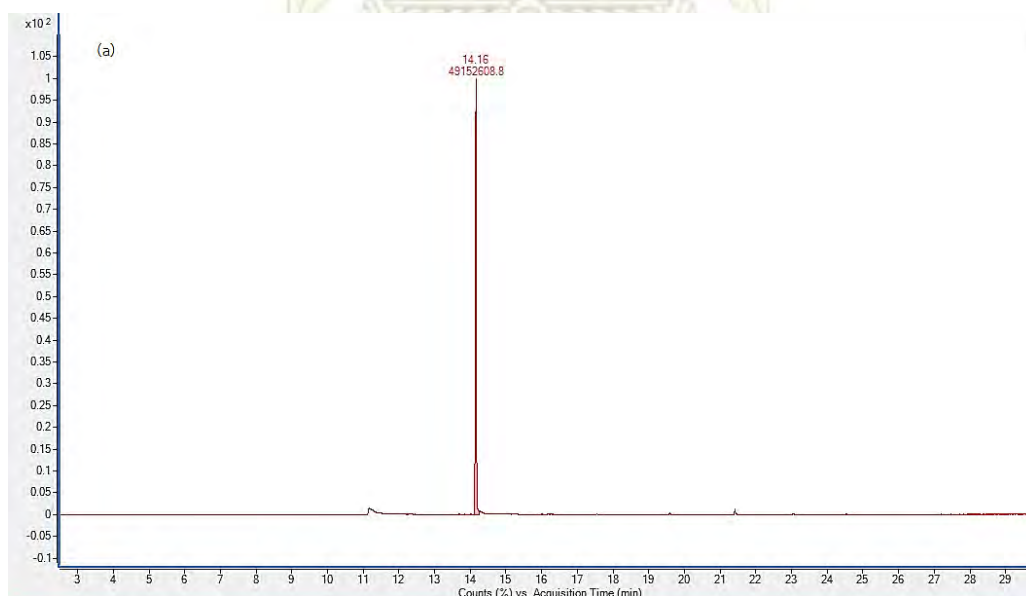
ตาราง 3.2 Compressive properties ของโพลิเมอร์

| สูตร                                   | Stress (kPa)     |
|--|------------------|
| Control                                | $31.80 \pm 0.44$ |
| 2% Menthol                             | $30.90 \pm 0.15$ |
| 1% Menthol + 1% Menthol-loaded polymer | $43.02 \pm 0.70$ |
| 2.5% Carbon                            | $67.90 \pm 0.25$ |

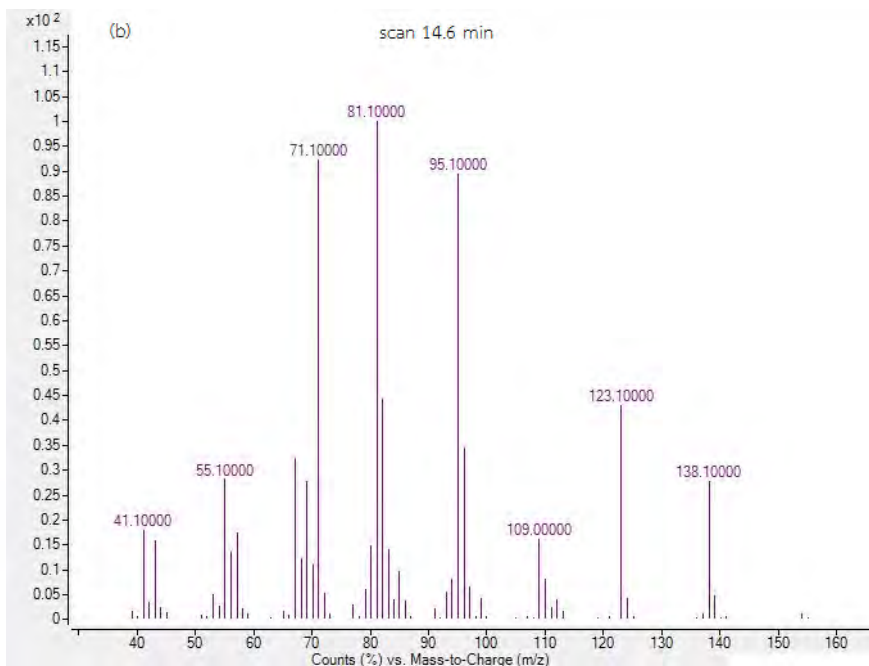
Compressive properties แสดงให้เห็นถึงความนุ่มของโฟมเมื่อถูกกด เปรียบเทียบระหว่าง Control, 2% Menthol, 1% Menthol + 1% Menthol-loaded polymer และ 2.5% Carbon พบว่า โฟมสูตร 1% Menthol + 1% Menthol-loaded polymer และ 2.5% Carbon มีค่า stress ที่สูงขึ้นกว่า control ในขณะที่สูตร control และ 2% Menthol มีค่า stress เท่าๆกัน ซึ่งสอดคล้องกับผลของสมบัติทางกลเชิงไดนามิกที่วัสดุก็กเก็บเมนทอลแบบพอลิเมอร์ และคาร์บอนประพุดตัวเป็นสารตัวเติมที่ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพสมบัติเชิงกล ในขณะที่การเติมเมนทอลไม่มีผลต่อความแข็งของโฟม

### 3.4 การศึกษาอัตราการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอล

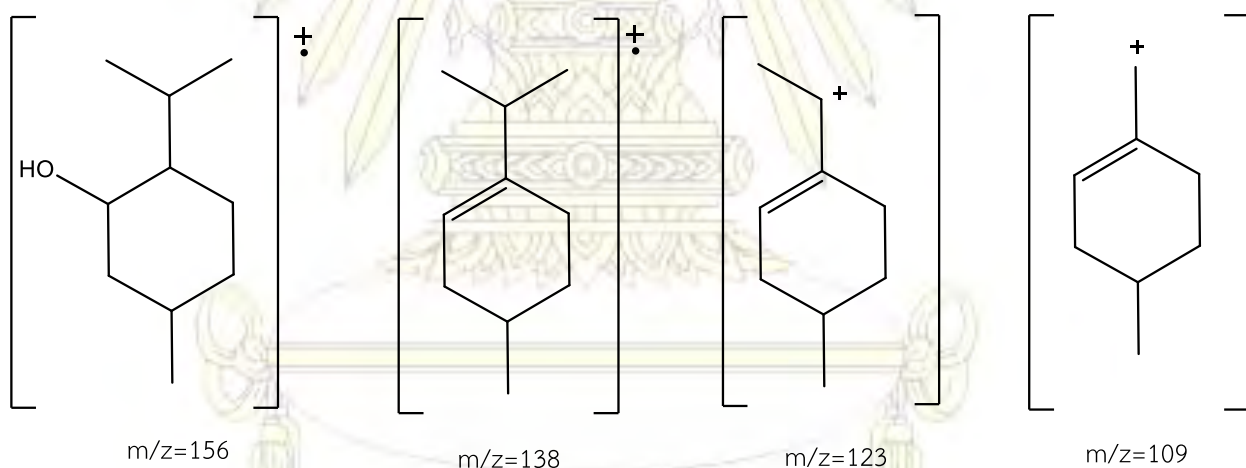
ทำการตรวจสอบการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอลโดยใช้เทคนิค headspace–solid phase microextraction–gas chromatography–mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS) โดยทำการทดลองที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิ 60 °C จากโครมาโทแกรม (รูปที่ 3.8) และแมสสเปกตรัม (รูปที่ 3.9) ของโฟมสูตร 2% Menthol พบสัญญาณที่เวลา 14.16 นาที ซึ่งเป็นสัญญาณของเมนทอล ( $C_{10}H_{20}O$ ) และสามารถยืนยันได้จากแมสสเปกตรัม โดยสัญญาณของ molecular ion ( $M^+$ )  $m/z=156$  จะมีสัญญาณต่ำมากแต่จะปรากฏสัญญาณที่  $m/z=138$  ( $M-18$ ) ซึ่งเกิดจากการแตกตัวของโมเลกุลน้ำ และสัญญาณที่  $m/z=123$  ( $M-33$ ) เกิดจากการแตกตัวของโมเลกุลน้ำและหมู่เมทิล และสัญญาณที่  $m/z=109$  เกิดจากการแตกตัวของโมเลกุลน้ำและ  $-CH_2CH_3$  (รูปที่ 3.10)



รูปที่ 3.8 GC-MS โครมาโทแกรมของโฟมสูตร 2%Menthol ของสัญญาณที่ 14.16 นาที



รูปที่ 3.9 แมสสเปกตรัมของโคมสูตร 2%Menthol ของสัญญาณที่ 14.16 นาที

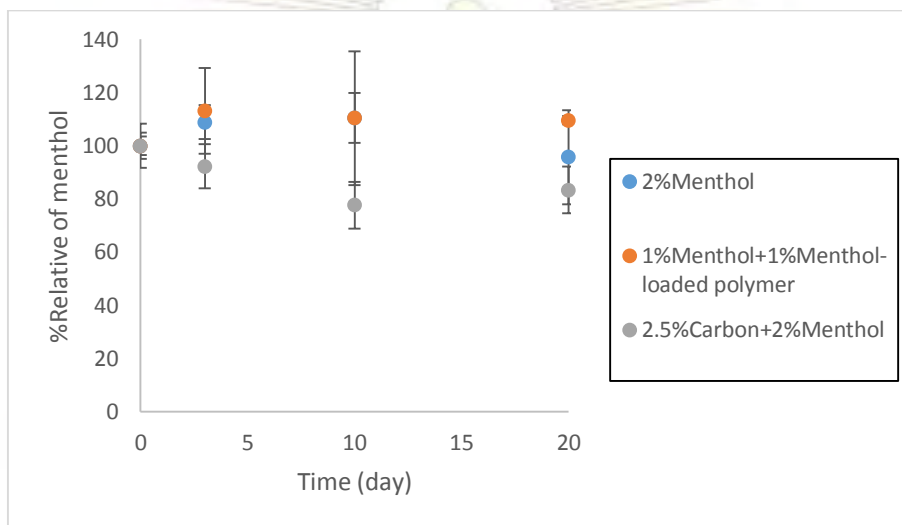


รูปที่ 3.10 ภาพแสดงการแตกตัวของเมนทอล

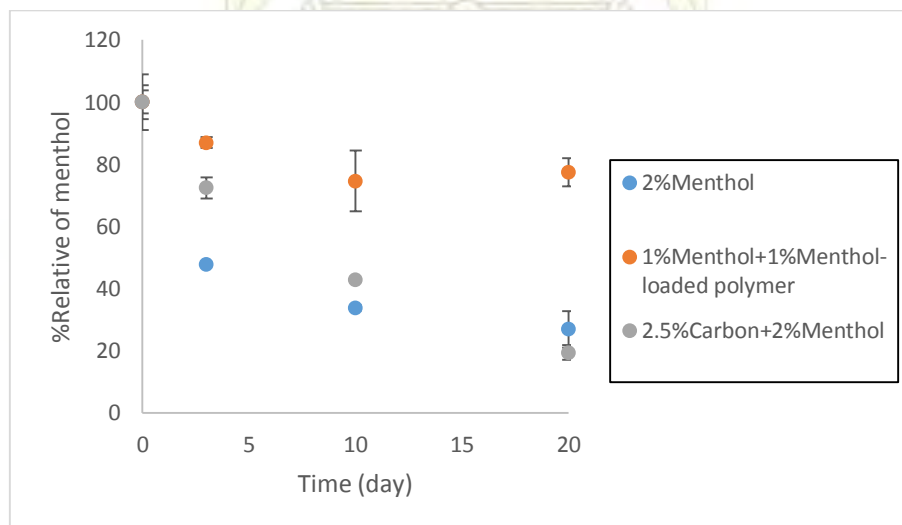
ผลของการศึกษาอัตราการปลดปล่อยเมนทอลจากโคมที่อุณหภูมิห้อง (รูป 3.11a) พบว่าโคมทั้ง 3 สูตร (2% Menthol, 1% Menthol+1% Menthol-loaded polymer และ 2.5% Carbon+2% Menthol) มีอัตราการปลดปล่อยที่ไม่ต่างกันมาก ซึ่งมีเหตุผลมาจากระยะเวลาที่ศึกษาไม่นานพอที่จะทำให้เห็นความแตกต่างของอัตราการปลดปล่อยกลั่นในแต่ละสูตร และเนื่องจากเนื้อโคมนั้นสามารถกักเก็บวัสดุเมนทอลได้ดีทำให้แม้ว่าจะไม่กักเก็บวัสดุด้วย HPMC หรือ คาร์บอนกลั่นเมนทอลจึงยังไม่หมดไปในช่วงเวลาจำกัดที่ตรวจสอบ



อย่างไรก็ตาม ผลของการศึกษาอัตราการปลดปล่อยเมนทอลจากโพลิเมอร์ที่อุณหภูมิ  $60^{\circ}\text{C}$  (รูป 3.11b) แสดงได้ชัดว่าวัสดุที่กักเก็บกลิ่นเมนทอลจากพอลิเมอร์สามารถชะลอการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอลได้ดี ในขณะที่การเติมคาร์บอนมีส่วนในการช่วยชะลอการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอลน้อยมากและมีอัตราเร็วในการปลดปล่อยกลิ่นใกล้เคียงกับการใส่เมนทอลเพียงอย่างเดียว จึงสรุปได้ว่าการใส่คาร์บอนไม่ได้ช่วยทำให้กลิ่นเมนทอลในโพลิเมอร์หอมได้ยาวนานขึ้น



(a)



(b)

รูป 3.11 อัตราการปลดปล่อยเมนทอลจากโพลิเมอร์ ที่อุณหภูมิห้อง (a) และที่อุณหภูมิ  $60^{\circ}\text{C}$  (b)

## บทที่ 4

### สรุปผลการทดลอง

ในการศึกษาที่ประสบความสำเร็จในการใช้คาร์บอนและ HPMC ผสมกับ guar gum และ xanthan gum เพื่อทำการกักเก็บเมนทอล เพื่อใช้เป็นสารเติมแต่งในพอลิยูรีเทนโฟมเพื่อให้โฟมมีกลิ่นหอมยาวนาน แก้ปัญหากลิ่นเหม็นของโฟม โดยวัสดุกักเก็บเมนทอลที่สังเคราะห์ได้มี % EE และ % loading เป็น 22.41% และ 42.76% ตามลำดับ จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัตของโฟม พบว่าการเติมคาร์บอนและวัสดุกักเก็บเมนทอลมีผลทำให้  $t_g$  และมอดุลัสสะสมของโฟมมีค่าเพิ่มขึ้น ในขณะที่การเติมเมนทอลไม่ส่งผลต่อค่า  $t_g$  และมอดุลัสสะสมของโฟม ผลการทดสอบความต้านทานแรงอัดของโฟมให้ผลสอดคล้องกับการทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต

จากการศึกษาอัตราการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอลของโฟม 3 สูตร 2% Menthol, 1% Menthol + 1% Methol-loaded polymer และ 2.5% Carbon+2% Menthol ที่อุณหภูมิห้องพบว่าอัตราการปลดปล่อยเมนทอลของโฟมแต่ละสูตรไม่ต่างกันมาก ในขณะที่การศึกษาที่อุณหภูมิ 60 °C วัสดุกักเก็บกลิ่นเมนทอลสามารถช่วยชะลอการปลดปล่อยกลิ่นเมนทอลได้ดี ในขณะที่การเติมคาร์บอนไม่ได้ช่วยทำให้กลิ่นเมนทอลหอมได้ยาวนานขึ้น

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## เอกสารอ้างอิง

1. Fridrihsone-Girone, A.; Stirna, U.; Misane, M.; Lazdina, B.; Deme, L. Spray-Applied 100% Volatile Organic Compounds Free Two Component Coatings Based On Rapeseed Oil Polyols. *AIP CONF PROC.* **2016**, *94*, 90-97.
2. Huang, Y. T.; Tsuang, W. Health Effects Associated with Faulty Application of Spray Polyurethane Foam in Residential Homes. *ENVIRON RES.* **2014**, *134*, 295-300.
3. S, K.; W, M. Preparative Separation of Menthol and Pulegone from Peppermint Oil (Mentha Piperita L.) by High-Performance Counter-Current Chromatography. *PHYTOCHEM LETT.* **2014**, *10*, 94-98.
4. Turcheniuk, V.; Raks, V.; Issa, R.; Copper, I. R.; Cragg, P. J.; Jijie, R.; Dumitrascu, N.; Mikhalovska, L. I.; Barras, A.; Zaitsev, V.; Boukherroub, R.; Szunerits, S. Antimicrobial Activity of Menthol Modified Nanodiamond Particles. *DIAM RELAT MATER.* **2015**, *57*, 2-8.
5. Kamatou, G. P. P.; Vermaak, I.; Viljoen, A. M.; Lawrence, B. M. Menthol: A Simple Monoterpene with Remarkable Biological Properties. *PHYTOCHEMISTRY.* **2013**, *96*, 15-25.
6. Bergnstahl, b.; Edris, A. Encapsulation of orange oil in a spray dried double emulsion. *NAHRUNG.* **2001**, *45*, 113-137.
7. Wang, C. X.; Chen, SH. L. Fragrance-Release Property of  $\beta$ -Cyclodextrin Inclusion Compounds and Their Application in Aromatherapy. *J IND TEXT.* **2005**, *34*, 157-166.
8. Tzhayik, O.; Cavaco-Paulo, A.; Gedanken, A. Fragrance Release Profile from Sonochemically Prepared Protein Microsphere Containers. *ULTRASON SONOCHEM.* **2012**, *19*, 858-863.
9. Feuser, P. E.; Fernandes, A. C.; Nele, M.; Viegas, A. C.; Ricci-junior, E.; Tedesco, A. C.; Sayer, C.; Araujo, P. H. H. Simultaneous Encapsulation of Magnetic Nanoparticles and Zinc Phthalocyanine in Poly(methyl methacrylate) Nanoparticles by Miniemulsion Polymerization and *in vitro* Studies. *COLLOID SURFACE B.* **2015**, *135*, 357-364.
10. Ternat, C.; Kreutzer, G.; Plummer, C. J. G.; Nguyen T. Q.; Herrmann, Andreas.; Ouali, L.; Sommer, H.; Fieber, W.; Velazco, M. I.; Klok, H.; Manson, J. E. Amphiphilic Multi-Arm Star-Block Copolymers for Encapsulation of Fragrance Molecules. *MACROMOL CHEM PHYSIC.* **2007**, *208*, 131-145.

11. Lee, H. Y.; Lee, S. J.; Cheong, I. W.; Kim, J. H. Microencapsulation of Fragrant Oil via in Situ Polymerization: Effects of pH and Melamine-Formaldehyde Molar Ratio. *J MICROENCAPSUL*. **2002**, *19*, 559-569.
12. Tree-udom, T.; Wanichwecharungruang, S.; Seemork, J.; Arayachukeat, S. Fragrant Chitosan Nanospheres: Controlled Release Systems with Physical and Chemical Barriers. *CARBOHYD POLYM*, **2011**, *86*, 1602-1609.
13. Hambleton, A.; Fabra, M.; Debeaufort, F.; Dury-Brum, C.; Voilley, A. Interface and Aroma Barrier Properties of Iota-Carrageenan Emulsion-Based Films Used for Encapsulation of Active Food Compound. *J FOOD ENG*. **2009**, *93*, 80-88.
14. Paula, H. C. B.; Sombra, F. M.; Cavalcante, R. D. F.; Abreu, F. O. M. S.; Paula, R. C. M. D. Preparation and Characterization of Chitosan/Cashew Gum Beads Loaded with *Lippoa sidoides* Essential Oil. *MATER SCI ENG C*, **2011**, *31*, 173-178.
15. Nguemtchouin, M. M. G.; Ngassoum M. B.; Ngamo, L. S. T.; Mapongmetsem, P. M.; Sieliechi, J.; Malaisse, F.; Lognay, G. C.; Haubruge, E.; Hance, T. Adsorption of Essential Oil Components of *Xylopi aethiopica* (Annonaceae) by Kaolin from Wak, Adamawa Province (Cameroon). *APPL CLAY SCI*, **2009**, *44*, 1-6.
16. Liao, P.; Yuan, S.; Zhang, W.; Tong, M.; Wang, K. Mechanistic Aspects of Nitrogen-Heterocyclic Compound Adsorption on Bamboo Charcoal. *J COLLOID INTERF SCI*, **2012**, *382*, 74-81.
17. Peng, X.; Hu, F.; Lam, F. L.; Wang, Y.; Liu, Z.; Dai, H. Adsorption Behavior and Mechanisms of Ciprofloxacin from Aqueous Solution by Ordered Mesoporous Carbon and Bamboo-Based Carbon. *J COLLOID INTERF SCI*, **2015**, *460*, 349-360.
18. Kinninmonth, M. A.; Liauw, C. M.; Verran, J.; Taylor, R.; Jone, V. E.; Shaw, D.; Webb, M. Investigation into the Suitability of Layered Silicates as Assorption Media for Essential Oils Using FTIR and GC-MS. *APPL CLAY SCI*, **2013**, *83-84*, 415-425.
19. Sansukcharearnpon, A.; Wanichwecharungruang, S.; Leepipatpaiboon, N.; Kerdchareon, T.; Arayachukeat, S. High Loading Fragrance Encapsulation Based on a Polymer-Blend: Preparation and Release Behavior. *INT J PHARM*. **2010**, *391*, 267-273.



20. Schulz, K.; Bertau, M.; Schlenz, K.; Malt, S.; Dreßler, J.; Lachenmeier D. W. Headspace Solid-Phase Microextraction–Gas Chromatography–Mass Spectrometry Determination of the Characteristic Flavourings Menthone, Isomenthone, Neomenthol and Menthol in Serum Samples with and Without Enzymatic Cleavage to Validate Post-Offence Alcohol Drinking Claims. *ANAL CHIM ACTA*. **2009**, *646*, 128-140.
21. Bernardi, J.; Cineli, P.; Anguillesi, I.; Coltelli, M.; Lazzeri, A. Flexible Polyurethane Foams Green Production Employing Lignin or Oxypropylated Lignin. *EUR POLYM J*. **2015**, *64*, 147-156.
22. Kakroodi, A. R.; Khazabi, M.; Maynard, K.; Sain, M.; Kwon, O. Soy-Based Polyurethane Spray Foam Insulations for Light Weight Wall Panels and Their Performances Under Monotonic and Static Cyclic Shear Forces. *IND CROP PROD*. **2015**, *74*, 1-8.
23. Yi, T.; Wan, J.; Xu, H.; Yang, W. Controlled Poorly Soluble Drug Release from Solid Self-Microemulsifying Formulations with High Viscosity Hydroxypropylmethylcellulose. *EUR J PHARM SCI*. **2008**, *34*, 274-280.



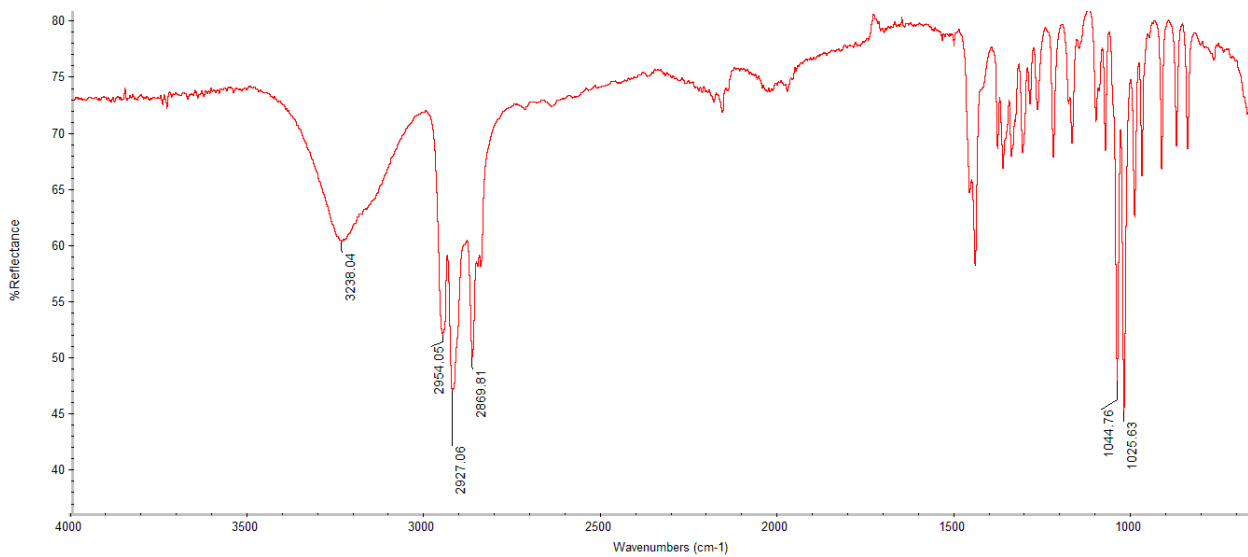
ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



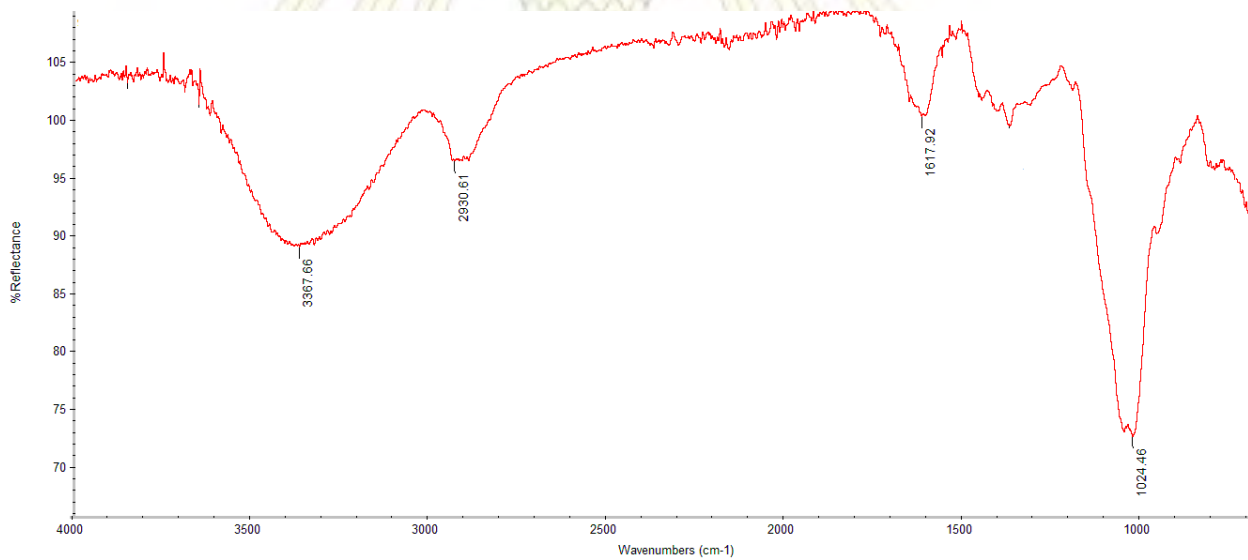
ภาคผนวก

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

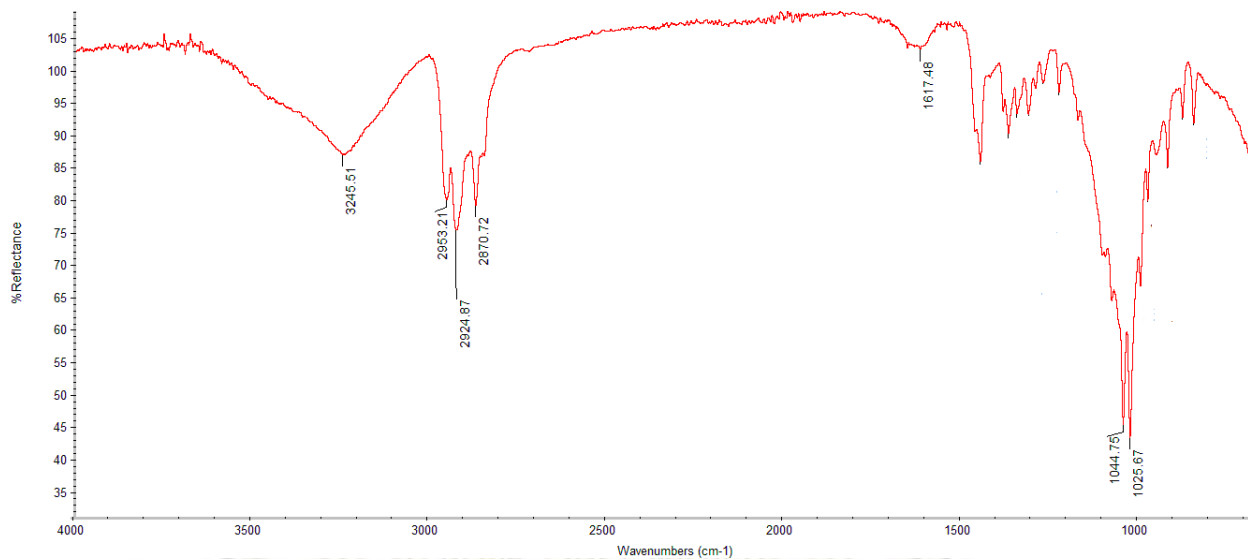


รูปที่ ก1 ATR-FTIR สเปกตรัมของเมนทอล



รูปที่ ก2 ATR-FTIR สเปกตรัมของ HPMC, xanthan gum และ guar gum

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ ก3 ATR-FTIR สเปกตรัมของวัสดุกักเก็บเมทอล





### ภาคผนวก ข

การคำนวณ %entrapment efficiency และ loading ของเมนทอลที่กักเก็บใน hydroxylpropyl methylcellulose

การหาสัดส่วนของเมนทอลต่อพอลิเมอร์ ในวัสดุเก็บเมนทอลที่เตรียมได้ทำโดยเทียบพื้นที่ใต้พีคใน  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัม โดยใช้พีคที่ 1 ppm ของเมทิลโปรตอนจำนวน 3 โปรตอนของ HPMC กับพีคที่ 0.7 และ 0.8 ppm ของเมทิลโปรตอนจำนวน 9 โปรตอนของเมนทอล

มวลของหนึ่งโมลของหน่วยมอนอเมอร์ของเซลลูโลสเท่ากับ 202.04 g

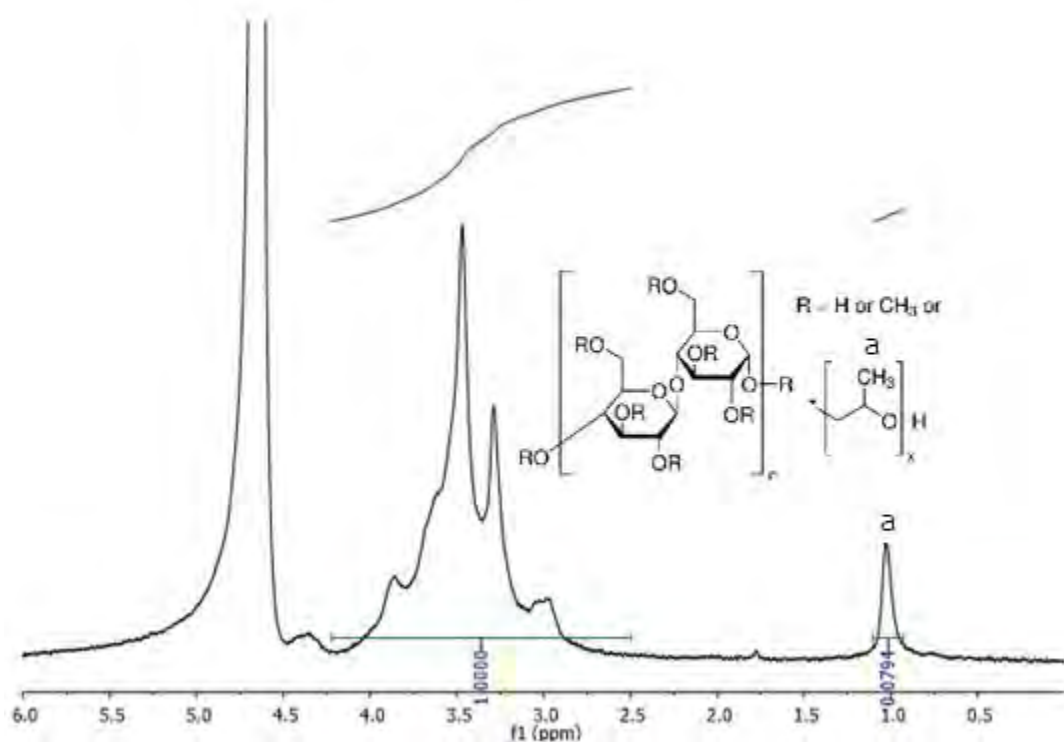
$^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของพอลิเมอร์ที่ไม่ใส่เมนทอล แสดงพีคที่บริเวณ 1ppm (สัญญาณของเมทิลโปรตอนจำนวน 3 โปรตอนของ HPMC) เป็นพื้นที่ใต้กราฟเท่ากับ 0.0794 และแสดงพีคที่บริเวณ 0.7 และ 0.8 ppm (เมทิลโปรตอนจำนวน 9 โปรตอนของเมนทอล) เป็นพื้นที่ใต้พีคเท่ากับ 0.1896 ดังนั้น สัดส่วนของโมลของเมนทอล ต่อโมลของมอนอเมอร์ของ HPMC จึงเท่ากับ 0.7962 หรือเท่ากับสัดส่วนโดยน้ำหนักของเมนทอลต่อ HPMC เป็น 0.6158

อย่างไรก็ตามมีการใส่พอลิเมอร์อื่นลงไปด้วย คือใส่ guar gum และ xanthan gum ลงไปที่ปริมาณ 25% ของ HPMC ดังนั้นสัดส่วนของเมนทอลต่อ พอลิเมอร์รวม โดยมวลคือ 0.4105 นั่นคือ loading content ของเมนทอลในวัสดุพอลิเมอร์ที่เตรียมได้นั้นเอง

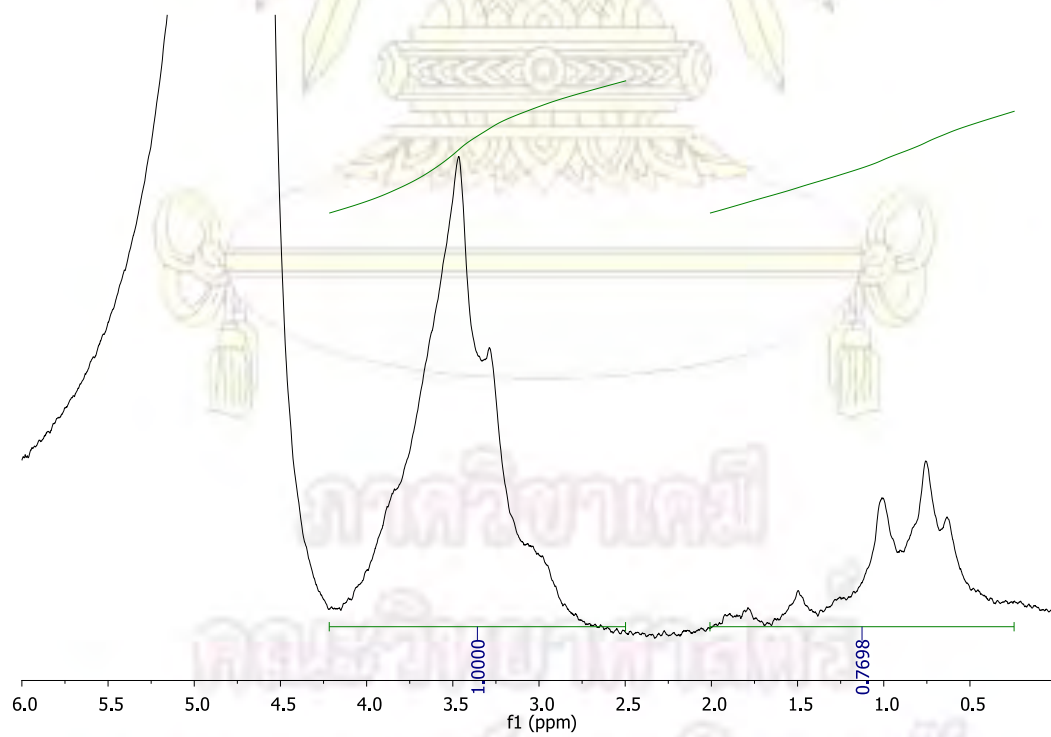
ในขณะที่ encapsulation efficiency ในการเก็บเมนทอลของทั้งกระบวนการอยู่ที่

$[\% \text{menthol relative to polymers as obtained above} / \% \text{menthol relative to polymers originally used}] \times 100$  เท่ากับ 12.32%

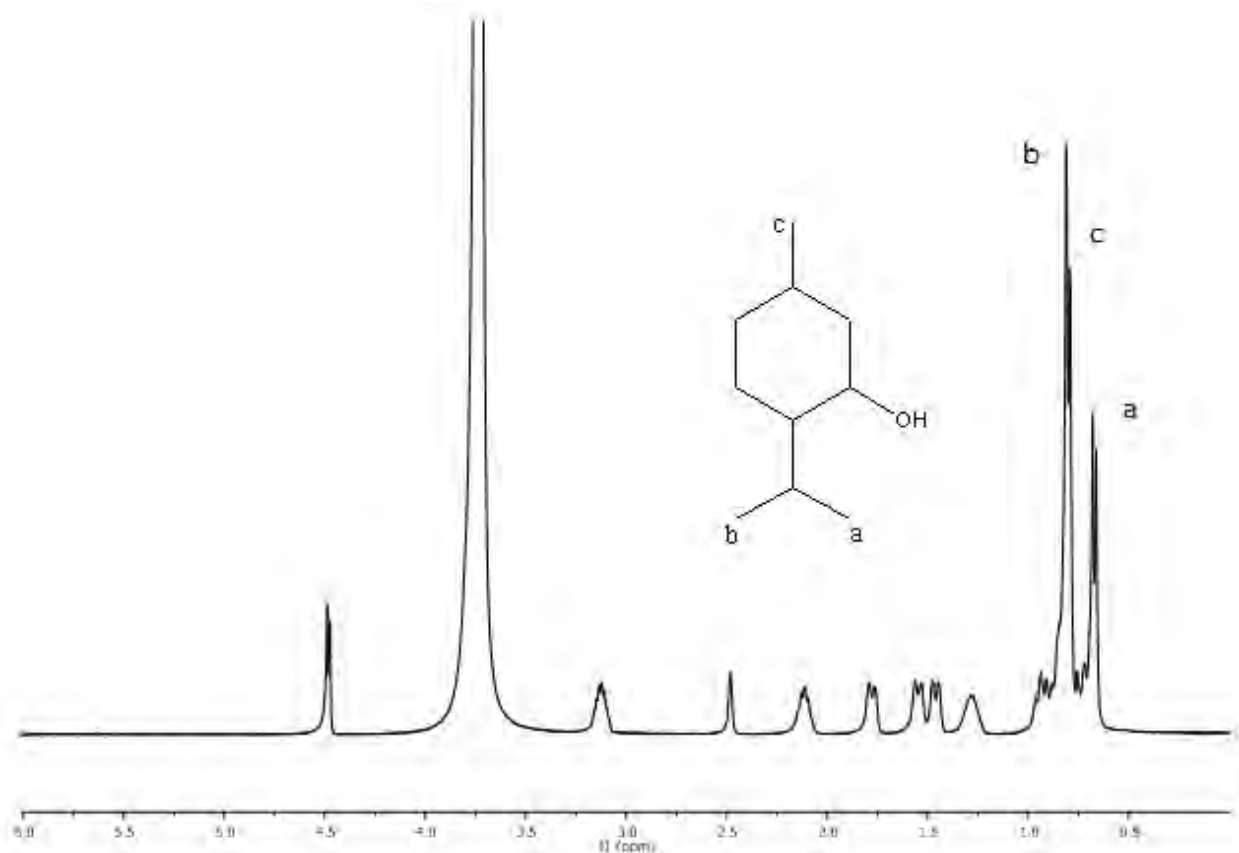
ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ ข1  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของพอลิเมอร์



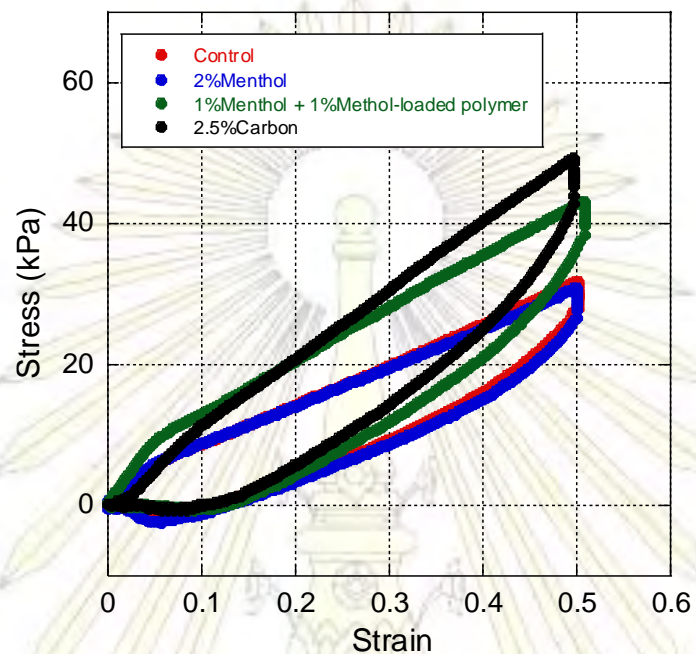
รูปที่ ข2  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของวัสดุที่เก็บเมณฑล



รูปที่ ข3  $^1\text{H}$  NMR สเปกตรัมของเมนทอล

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ค



รูปที่ ข1 Stress-Strain curve ของโฟม

ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



### ประวัติผู้วิจัย

นายธีรณัฐ รุทธิวารีย์ เกิดเมื่อวันที่ 2 เดือนมกราคม พ.ศ. 2537 ที่จังหวัดระยอง สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายจากโรงเรียนระยองวิทยาคม จังหวัดระยอง เมื่อปีการศึกษา 2554 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2555 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 157/10 หมู่ที่ 2 ตำบล บ้านเพ อำเภอเมือง จังหวัดระยอง รหัสไปรษณีย์ 21160 อีเมล teeranut.rut@gmail.com



ภาควิชาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย