

นวัตกรรมสเปรย์เคลือบผิววัสดุด้วยโลหะออกไซด์
สำหรับสะท้อนความร้อน

INNOVATIVE MATERIAL-COATING SPARY WITH METAL OXIDE
FOR HEAT REFLECTION

จิตติพัฒน์ ออมสินสมบูรณ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ปีการศึกษา 2564

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

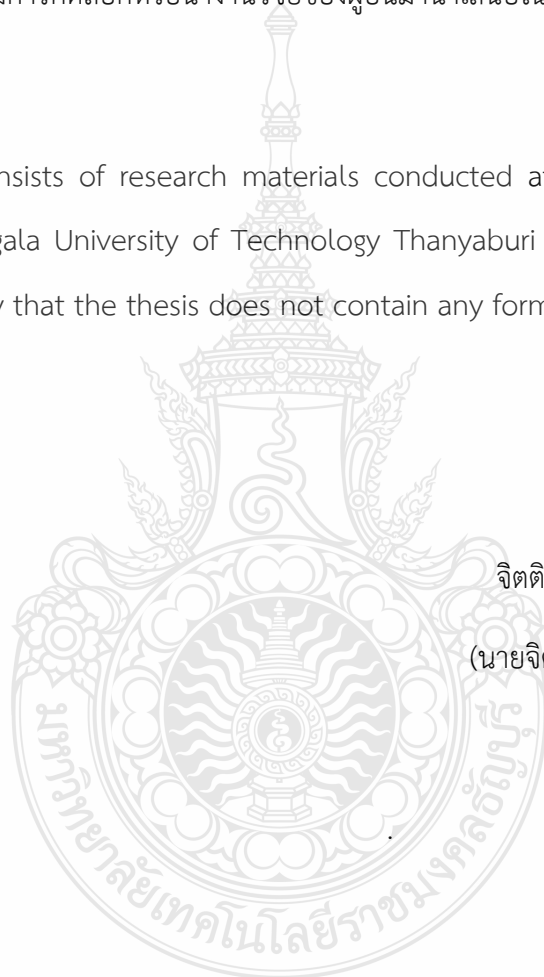
นวัตกรรมสเปรย์เคลือบผิววัสดุด้วยโลหะออกไซด์
สำหรับสะท้อนความร้อน

จิตติพัฒน์ ออมสินสมบูรณ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์
คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ปีการศึกษา 2564
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นงานวิจัยที่เกิดจากการค้นคว้าและวิจัย ขณะที่ข้าพเจ้าศึกษาอยู่ในคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ดังนั้นงานวิจัยในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ถือเป็นลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี และข้อความต่าง ๆ ในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอรับรองว่าไม่มีการคัดลอกหรือนำงานวิจัยของผู้อื่นมานำเสนอในชื่อข้าพเจ้า

This thesis consists of research materials conducted at Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi and hence the copyright owner. I hereby certify that the thesis does not contain any forms of plagiarism.



จิตติพัฒน์ ออมสินสมบูรณ์
(นายจิตติพัฒน์ ออมสินสมบูรณ์)

COPYRIGHT © 2021

ลิขสิทธิ์ พ.ศ. 2564

FACULTY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

RAJAMANGALA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY THANYABURI

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

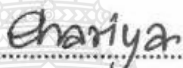
นวัตกรรมสเปรย์เคลือบผิววัสดุด้วยโลหะออกไซด์
สำหรับสะท้อนความร้อน


จิตติพัฒน์ ออมสินสมบูรณ์


วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเคมีประยุกต์
คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ปีการศึกษา 2564
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

หัวข้อวิทยานิพนธ์	นวัตกรรมสเปรย์เคลือบผิววัสดุด้วยโลหะออกไซด์สำหรับสะท้อนความร้อน
	Innovative Material-Coating Spray with Metal Oxides for Heat Reflection
ชื่อ - นามสกุล	นายจิตติพัฒน์ ออมสินสมบูรณ์
สาขาวิชา	เคมีประยุกต์
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก	รองศาสตราจารย์ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์, Ph.D.
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	อาจารย์ชุมพล บุชบก, Ph.D.
ปีการศึกษา	2564

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

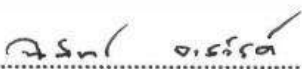

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์จรรยา แก้วเสนาหา, Ph.D.)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ฉัตรชัย พลเขียว, D.Eng.)


..... กรรมการ
(อาจารย์ชุมพล บุชบก, Ph.D.)


..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์, Ph.D.)

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี อนุมัติวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต


..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์นิพัทธ์ จงสวัสดิ์, ปร.ด.)

วันที่ 28 เดือน มิถุนายน พ.ศ. 2564

หัวข้อวิทยานิพนธ์	นวัตกรรมสเปรย์เคลือบผิววัสดุด้วยโลหะออกไซด์สำหรับสะท้อนความร้อน
ชื่อ - นามสกุล	นายจิตติพัฒน์ ออมสินสมบุญ
สาขาวิชา	เคมีประยุกต์
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก	รองศาสตราจารย์ปริญญาภรณ์ ไชยสัตย์, Ph.D.
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	อาจารย์ชุมพล บุชบก, Ph.D.
ปีการศึกษา	2564

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม ซึ่งเป็นวัสดุสะท้อนรังสีอินฟราเรดชนิดใหม่ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยโดยกลไกโยกย้ายไอโอดีน (เอ็มเอส ไอทีพี) สำหรับสะท้อนความร้อน

ขั้นแรกทำการสังเคราะห์อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็งของอะลูมิเนียมออกไซด์กับเหล็กออกไซด์ ทำการเคลือบอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่เตรียมได้ด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วน 1 ต่อ 1 ทำให้อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมมีความไม่ชอบน้ำและกระจายตัวในวัฏภาคอินทรีย์ได้ดี ขั้นที่สองอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกจะถูกกักเก็บในเปลือกพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (พีเอ็มเอ็มเอ-บีเอ-ดีวีบี) ที่เตรียมโดย เอ็มเอส ไอทีพี ใช้ปริมาณสูงสุดของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกเป็น 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าการใช้เอ็มเอ็มเอต่อบีเอต่อดีวีบีที่อัตราส่วน 40 ต่อ 40 ต่อ 20 ทำให้ได้ไมโครแคปซูลทรงกลมที่มีความเสถียรทางคอลลอยด์สูงและมีประสิทธิภาพการกักเก็บสูง (93 เปอร์เซ็นต์) ขั้นสุดท้าย สารแขวนลอยของไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ถูกใช้เป็นสเปรย์และสามารถเคลือบลงบนวัสดุรองรับด้วยตัวเองได้ง่ายโดยปราศจากการใช้สารตัวเชื่อมภายนอก เนื่องจากมีส่วนของพีบีเอที่มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วต่ำเป็นองค์ประกอบในเปลือกพอลิเมอร์ พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ได้มีเปอร์เซ็นต์การเคลือบติดสูง (90 เปอร์เซ็นต์) มีการสะท้อนรังสีอินฟราเรดที่ใกล้เคียงกับของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมตั้งต้นนอกจากนี้ ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิในทอมของผลต่างอุณหภูมิของกระจก (15-16 องศาเซลเซียส) และเมทัลชีท (12-13 องศาเซลเซียส) ที่ถูกเคลือบด้วยพีเอ็มเอ็มเอ-บีเอ-ดีวีบี/อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม มีค่าสูงกว่าของกระจกและเมทัลชีทเปล่า (3-4 องศาเซลเซียส) อย่างมาก

ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าสามารถเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่มีประสิทธิภาพการกักเก็บสูงพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ได้สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดควบคุมอุณหภูมิและมีคุณสมบัติในการเคลือบลงบนวัสดุรองรับต่าง ๆ ด้วยตัวเองได้ดีมาก ซึ่งน่าจะเป็นตัวเลือกใหม่ที่ดีสำหรับงานด้านทำความเย็น

คำสำคัญ: การสะท้อนความร้อน อนุภาคไอรอนอะลูมิเนียม กระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยโดยกลไกโยกย้ายไอโอดีน พอลิเมอร์ไมโครแคปซูล รังสีอินฟราเรด

Thesis Title Innovative Material-Coating Spray with Metal Oxides for Heat Reflection
Name - Surname Mr. Jittipat Omsinsombon
Program Applied Chemistry
Thesis Advisor Associate Professor Preeyaporn Chaiyasat, Ph.D.
Thesis Co-Advisor Mr. Chumphol Busabok, Ph.D.
Academic Year 2021

ABSTRACT

The research aims to prepare polymer microcapsules encapsulated iron aluminate (FeAl_2O_4) microparticles as new infrared (IR)-reflective materials by microsuspension iodine transfer polymerization (*ms* ITP) for heat reflection.

Firstly, FeAl_2O_4 microparticles were synthesized by a solid-state reaction of aluminum oxide with iron oxide. Then, the prepared FeAl_2O_4 microparticles were coated with oleic acid (*o*- FeAl_2O_4) at a ratio of 1:1. This made the microparticles to be hydrophobic and well dispersed in the organic phase. Secondly, the coated *o*- FeAl_2O_4 particles were encapsulated in the poly(methyl methacrylate-butyl acrylate-divinyl benzene) (P(MMA-BA-DVB)) shell prepared by *ms* ITP. A maximum 30 wt% of *o*- FeAl_2O_4 particles was used. It was found that using MMA: BA: DVB at a ratio of 40: 40: 20 resulted in high colloidal stable spherical microcapsules and high encapsulation efficiency (93%). Finally, the obtained microcapsule suspension was used as a spray and easily self-coated onto the substrate without an external binder because of incorporating a low T_g PBA component in the polymer shell. The obtained polymer microcapsules showed a high percentage add-on (90%) with good IR reflection, close to that of the pristine FeAl_2O_4 particles. Moreover, the temperature control efficiency in terms of ΔT of P(MMA-BA-DVB)/*o*- FeAl_2O_4 -coated glass (15-16 °C) and metal sheets (12-13 °C) was much higher than that of the bare glass and metal sheets (3-4 °C).

Therefore, it could be concluded that the polymer microcapsules can be prepared to encapsulate *o*- FeAl_2O_4 with a high encapsulation efficiency. Also, the microcapsule obtained exhibited excellent IR reflection, temperature control, and self-coating property on various substrates. Thus, they could be a good novel candidate for cooling applications.

Keywords: heat reflection, iron aluminate particles, microsuspension iodine transfer polymerization, polymer microcapsules, infrared rays

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้ลุล่วงไปได้ด้วยความเมตตากรุณาอย่างสูงมากจาก รองศาสตราจารย์ ดร. ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์ ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก ดร. ชุมพล บุษบก ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. จริญญา แก้วเสนาหา ประธานคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และรองศาสตราจารย์ ดร. ฉัตรชัย พลเชื้อว กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำปรึกษาและคำแนะนำในการทำวิจัยตลอดจนให้ความช่วยเหลือและแนะนำข้อบกพร่องต่าง ๆ เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ ซึ่งทางผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์ รองศาสตราจารย์ ดร. ออมร ไชยสัตย์ และ ดร. ชุมพล บุษบก ที่ได้ให้คำแนะนำข้อคิดเห็นต่าง ๆ ที่เป็นประโยชน์ต่อการทำวิทยานิพนธ์ตลอดระยะเวลาในการศึกษา โครงการสร้างภาคีในการผลิตบัณฑิตระดับปริญญาโท-เอก ระหว่างสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.) กับสถาบันการศึกษาที่สนับสนุนมอบทุนการศึกษา และขอขอบพระคุณห้องปฏิบัติการพอลิเมอร์คอลลอยด์ ภาควิชาเคมี และคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรีที่ให้ความอนุเคราะห์ช่วยเหลือเรื่องสารเคมี เครื่องมือและอุปกรณ์ต่าง ๆ

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณบิดา มารดา และทุก ๆ ท่านที่เกี่ยวข้อง ที่ให้กำลังใจตลอดจนส่งเสริมการศึกษาด้วยดีเสมอมา ขอขอบพระคุณคณาจารย์ทุก ๆ ท่านที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ คำปรึกษาชี้แนะแนวทางการทำงานวิจัย ในการดำเนินงานวิจัยตลอดมา ขอกราบขอบพระคุณทุกท่านเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

จิตติพัฒน์ ออมสินสมบูรณ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	(3)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	(4)
กิตติกรรมประกาศ.....	(5)
สารบัญ.....	(6)
สารบัญตาราง.....	(10)
สารบัญภาพ.....	(12)
บทที่ 1 บทนำ.....	23
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	23
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	24
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	24
1.4 กรอบแนวความคิดในการวิจัย.....	25
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	26
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	27
2.1 ริงส์อินฟราเรด.....	27
2.2 ไอออนอะลูมิเนียม.....	29
2.3 ไมโครเอนแคปซูเลชัน.....	29
2.4 เทคนิคการเอนแคปซูเลชัน.....	30
2.5 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยกลไกโยกย้ายไอโอดีน.....	38
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	40

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	43
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์.....	43
3.1.1 สารเคมี.....	43
3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	44
3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	46
3.3 การทดลอง.....	47
3.3.1 การเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม.....	47
3.3.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม.....	51
3.3.3 การทดสอบสมบัติและลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล.....	54
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล.....	60
4.1 การเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม.....	60
4.1.1 การศึกษาขนาดและรูปร่างของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม.....	60
4.1.2 การศึกษาโครงสร้างผลึก.....	62
4.1.3 การศึกษาประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรด.....	64
4.1.4 การศึกษาการปรับสภาพพื้นผิวของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม.....	65
4.1.5 การศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมสูงสุดที่สามารถ กระจายตัวอยู่ในชั้นมอนอเมอร์.....	67

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2 การศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอออน อะลูมิเนียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย โดยใช้กลไกอนุพลีอิสระแบบโยกย้ายไอโอดีน.....	70
4.2.1 ผลของอัตราการป้อนเตรียมพอลิเมอร์.....	71
4.2.2 ผลของอัตราส่วนของมอนอเมอร์.....	72
4.2.3 ผลของชนิดและปริมาณของมอนอเมอร์เชื่อมร่างแห.....	79
4.3 การเตรียมวัสดุต้นแบบในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยพอลิเมอร์ ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียม.....	97
4.3.1 การเตรียมกระจกในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วย พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียม.....	97
4.3.2 การเตรียมเมทิลซีทในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วย พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียม.....	103
4.4 การทดสอบประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดและการควบคุม อุณหภูมิของวัสดุต้นแบบ.....	106
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	113
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	113
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	114
บรรณานุกรม.....	115

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก.....	126
ภาคผนวก ก การเผยแพร่ผลงาน.....	127
ประวัติผู้เขียน.....	157



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1	สภาวะการเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม.....48
ตารางที่ 3.2	การศึกษาพาร์ทิชันนิง (Partitioning) ของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วนต่าง ๆ.....49
ตารางที่ 3.3	สภาวะในการศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมในชั้นน้ำมัน.....50
ตารางที่ 3.4	สภาวะในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่อัตราการปั่นต่าง ๆ ^๑53
ตารางที่ 3.5	สภาวะในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยด้วยกลไกโยกย้ายไอโอดีน.....54
ตารางที่ 4.1	เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนจากมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์เปอร์เซ็นต์และขนาดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระที่เกิดขึ้นในชั้นน้ำภาคต่อเนื่องของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ.....74
ตารางที่ 4.2	เปอร์เซ็นต์การบรรจุและประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมภายในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต.....77
ตารางที่ 4.3	เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนจากมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์และขนาดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระที่เกิดขึ้นในชั้นน้ำภาคต่อเนื่องของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ.....82
ตารางที่ 4.4	เปอร์เซ็นต์การบรรจุและประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมภายในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน.....87

สารบัญตาราง (ต่อ)

	หน้า
ตารางที่ 4.5	เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนจากมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์และ ขนาดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระที่เกิดขึ้นในชั้นวฏภาคต่อเนื่อง ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ.....91
ตารางที่ 4.6	เปอร์เซ็นต์การบรรจุและประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคไมโคร ไฮรอนอะลูมิเนียมในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต.....95
ตารางที่ 4.7	พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮรอนอะลูมิเนียมชนิดต่าง ๆ ในการเตรียมวัสดุต้นแบบในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยการเคลือบ ลงบนกระจกและเมทัลลิก.....97
ตารางที่ 4.8	เปอร์เซ็นต์การเคลือบติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ที่เคลือบอยู่บนกระจก.....98
ตารางที่ 4.9	เปอร์เซ็นต์การเคลือบติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ที่เคลือบอยู่บนเมทัลลิก.....103
ตารางที่ 4.10	ผลต่างอุณหภูมิของกระจกและเมทัลลิกที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮรอนอะลูมิเนียมที่มีปริมาณ สารเชื่อมร่างแหต่างกัน.....112

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1	ปรากฏการณ์ส่งผ่านความร้อนของรังสีอินฟราเรดที่ตกกระทบวัตถุ.....27
ภาพที่ 2.2	ช่วงความยาวคลื่นของรังสีชนิดต่าง ๆ.....28
ภาพที่ 2.3	ลักษณะของไอรอนอะลูมิเนต (Iron aluminate; $FeAl_2O_4$).....29
ภาพที่ 2.4	ลักษณะของไมโครแคปซูลแบบ Microsphere (a) Uni-nuclear microcapsule (b) และ Multinuclear microsphere (c).....30
ภาพที่ 2.5	การเอนแคปซูลชันด้วยเทคนิคพ่นแห้ง31
ภาพที่ 2.6	เทคนิคการเอนแคปซูลชันแบบการระเหยตัวทำละลาย โดยวิธีการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบดั้งเดิม.....32
ภาพที่ 2.7	เทคนิคการเอนแคปซูลชันแบบการระเหยตัวทำละลาย โดยวิธีการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบกลับวัฏภาค.....33
ภาพที่ 2.8	เทคนิคการเอนแคปซูลชันด้วยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบง่าย.....34
ภาพที่ 2.9	เทคนิคการเอนแคปซูลชันโดยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบเชิงซ้อน.....35
ภาพที่ 2.10	การสังเคราะห์พอลิस्टไตรีน/ซิลิกาเจล ด้วยกระบวนการ สังเคราะห์แบบอินซิทู.....36
ภาพที่ 2.11	การเอนแคปซูลชันด้วยเทคนิคการสังเคราะห์แบบแขวนลอย.....38
ภาพที่ 2.12	กลไกการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบโยกย้ายไอโอดีน.....39
ภาพที่ 3.1	แผนภาพการเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนต.....47
ภาพที่ 3.2	แผนภาพการเคลือบอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนตด้วยกรดโอเลอิก.....49

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 3.3	แผนภาพการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บ อนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์ แบบแขวนลอยด้วยกลไกอนุพลีอิสระแบบโยกย้ายไอโอดีน.....	52
ภาพที่ 4.1	ของแข็งหลังจากผ่านการอบ (a) และ อนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียมหลังการเผา (b).....	60
ภาพที่ 4.2	DLS ฮิสโทแกรมแสดงขนาดอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียม ที่เวลาบดต่าง ๆ (นาที่): 20 (a); 40 (b) และ 60 (c).....	61
ภาพที่ 4.3	SEM micrographs ของอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียม ที่เวลาบดต่าง ๆ (นาที่): 20 (a); 40 (b) และ 60 (c).....	62
ภาพที่ 4.4	XRD patterns อนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียมที่เตรียมได้ (a) และอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียมมาตรฐาน (b).....	63
ภาพที่ 4.5	กราฟแสดงประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาค ไมโครไอออนอะลูมิเนียมที่ขนาดเฉลี่ยต่าง ๆ (ไมโครเมตร); 8 (a); 7 (b) และ 4 (c).....	64
ภาพที่ 4.6	โครงสร้างทางเคมีของกรดโอเลอิก.....	66
ภาพที่ 4.7	กลไกการเคลือบผิวอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียมด้วยกรดโอเลอิก.....	66
ภาพที่ 4.8	แผนภาพการปรับสภาพผิวอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียม โดยการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก.....	67

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.9	สารผสมของมอนอเมอร์และน้ำในการศึกษาพาร์ทิชันนึ่งของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมขนาดเฉลี่ย (ไมโครเมตร): 8 (a-d) 7 (a'-d') และ 4 (a''-d'') ที่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมต่อกรดโอเลอิก: 1: 0 (a, a', a''); 1: 1 (b, b', b''); 1: 2 (c, c', c'') และ 1: 4 (d, d', d'').....	68
ภาพที่ 4.10	สารผสมของมอนอเมอร์และน้ำในการศึกษาพาร์ทิชันนึ่งของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่ปริมาณต่าง ๆ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) : 30 (a และ a'); 35 (b และ b'); 40 (c และ c') และ 45 (d และ d').....	69
ภาพที่ 4.11	ฟลูออโรกราฟของอนุภาคอินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม (a) อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วน 1:1 (b) และกรดโอเลอิก (c).....	70
ภาพที่ 4.12	Optical micrographs ของหยดมอนอเมอร์ (a - e) และพอลิเมทิลเมทาคริเลตไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม (a' - e') ที่อัตราการปั่นเตรียมหยด (รอบต่อนาที): 5,000 (a และ a'); 2,500 (b และ b'); 1,000 (c และ c'); 500 (d และ d') และ 250 (e และ e').....	72
ภาพที่ 4.13	สารแขวนลอยของพอลิเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลตไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมก่อน (a - c) และหลัง (a' - c') การปั่นเหวี่ยงที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 50: 50 (a และ a'); 70: 30 (b และ b') และ 90: 10 (c และ c').....	73

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.14	Optical micrographs ของหยดมอนอเมอร์ (a - c) และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม (a' - c') ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 50: 50 (a และ a'); 70: 30 (b และ b') และ 90: 10 (c และ c').....	75
ภาพที่ 4.15	SEM micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 50: 50 (a); 70: 30 (b) และ 90: 10 (c).....	76
ภาพที่ 4.16	TGA เทอร์โมแกรมของกรดโอเลอิก (แดงเลือดหมู) พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ไมโครแคปซูล (น้ำเงิน) และ อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม (เขียว).....	77
ภาพที่ 4.17	DSC เทอร์โมแกรมของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 50: 50 (a); 70: 30 (b) และ 90: 10 (c).....	78
ภาพที่ 4.18	สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต -ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ก่อนการปั่นเหวี่ยงที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลต ต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	80

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.19	สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซิมิเนต หลังการปั่นเหวี่ยงที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลต ต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	81
ภาพที่ 4.20	Optical micrographs ของหยดมอนอเมอร์ ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	83
ภาพที่ 4.21	Optical micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซิมิเนตที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	84
ภาพที่ 4.22	SEM micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซิมิเนต (a – d) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	85

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.23	TGA เทอร์โมแกรมของกรดโอเลอิก (แดงเลือดหมู) พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (น้ำเงิน) และอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेट (เขียว).....87
ภาพที่ 4.24	DSC เทอร์โมแกรมของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต- บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटอัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....88
ภาพที่ 4.25	สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต- บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटก่อนการปั่นเหวี่ยงที่ อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อ เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30; (b) 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....89
ภาพที่ 4.26	สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต- บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีนไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटหลังการปั่นเหวี่ยงที่ อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อ เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....90

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.27	Optical micrographs ของหยดมอนอเมอร์ (a - d) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	92
ภาพที่ 4.28	Optical micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินัต (a - d) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	93
ภาพที่ 4.29	SEM micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินัต ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	94

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.30	DSC เทอร์โมแกรมของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b) และ 30: 30: 40 (c).....	96
ภาพที่ 4.31	Optical micrographs ของกระจกที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	99
ภาพที่ 4.32	SEM micrographs ของกระจกที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....	100
ภาพที่ 4.33	Optical micrographs ของกระจกที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b) และ 30: 30: 40 (c).....	101

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

- ภาพที่ 4.34 SEM micrographs ของกระจกที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซีลูมินาที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b) และ 30: 30: 40 (c).....102
- ภาพที่ 4.35 SEM micrographs ของเมทัลซีทที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซีลูมินาที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d).....104
- ภาพที่ 4.36 SEM micrographs ของเมทัลซีทที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซีลูมินาที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b) และ 30: 30: 40 (c).....105

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.37	ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม (a) พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโคร แคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิล เมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (b); 35: 35: 30 (c); 30: 30: 40 (d) และ 25: 25: 50 (e); อนุภาคพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (f) และกระจก (g).....	107
ภาพที่ 4.38	ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม (a) พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของ เมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (b); 35: 35: 30 (c) และ 30: 30: 40 (d); อนุภาคพอลิ(เมทิลเมทา คริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดมทาคริเลต) (e) และกระจก (f).....	108
ภาพที่ 4.39	ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของกระจกเปล่า (แดง) กระจกที่เคลือบ ด้วยอนุภาคพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (เขียว) อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม (ม่วง) และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต- บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอน อะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต ต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (น้ำเงิน); 35: 35: 30 (ส้ม); 30: 30: 40 (ฟ้าอ่อน) และ 25: 25: 50 (แดงเลือดหมู).....	109

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

ภาพที่ 4.40	ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของกระจกเปล่า (แดง) กระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไตเมทาคริเลต) (เขียว) อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินต (ม่วง) และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไตเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินต ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไตเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (น้ำเงิน); 35: 35: 30 (ส้ม) และ 30: 30: 40 (ฟ้าอ่อน).....	110
ภาพที่ 4.41	ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของเมทัลชีทเปล่า (แดง) เมทัลชีทที่เคลือบด้วยอนุภาคพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (เขียว) อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินต (ม่วง) และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินต ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (น้ำเงิน); 35: 35: 30 (ส้ม); 30: 30: 40 (ฟ้าอ่อน) และ 25: 25: 50 (แดงเลือดหมู)	111
ภาพที่ 4.42	ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของเมทัลชีทเปล่า (แดง) เมทัลชีทที่เคลือบด้วยอนุภาคพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไตเมทาคริเลต) (เขียว) อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินต (ม่วง) และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไตเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินต ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไตเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (น้ำเงิน); 35: 35: 30 (ส้ม) และ 30: 30: 40 (ฟ้าอ่อน).....	112

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและปัญหา

เนื่องจากประเทศไทยเป็นประเทศที่อยู่ในภูมิภาคเขตร้อน จำเป็นต้องใช้พลังงานจำนวนมากในการควบคุมอุณหภูมิหรือลดความร้อนในอาคารที่พักอาศัยโดยใช้เครื่องปรับอากาศ ซึ่งเป็นปัญหาหลักของประเทศเนื่องจากทำให้ปริมาณการใช้พลังงานไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นมาก โดยทั่วไปพลังงานแสงอาทิตย์ที่ส่องมาบนโลกจะประกอบด้วย รังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet) ร้อยละ 7 แสงที่มองเห็นด้วยตาเปล่า (Visible) ร้อยละ 39 และรังสีอินฟราเรด (Infrared) ซึ่งเป็นความร้อน ร้อยละ 53 [1] โดยรังสีอินฟราเรดเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้ความร้อนบนโลกเพิ่มขึ้น ซึ่งรังสีดังกล่าวส่วนหนึ่งจะถูกดูดกลืนด้วยวัสดุบนผิวโลกกลายเป็นความร้อนสะสมและอีกส่วนหนึ่งจะถูกสะท้อนขึ้นไปยังชั้นบรรยากาศนอกโลก ในกรณีรังสีส่วนที่ถูกดูดกลืนไว้ในวัสดุบนโลกนั้น เมื่อสภาพอากาศรอบ ๆ วัสดุที่ดูดกลืนรังสีอินฟราเรดมีอุณหภูมิลดลง ความร้อนที่สะสมอยู่ภายในวัสดุเหล่านั้นจะถูกปล่อยออกมาทำให้โลกร้อนขึ้น เช่น วัสดุต่าง ๆ ในอาคาร และผนังอาคาร จะดูดซับความร้อนและปล่อยออกมาภายในอาคาร [2] ในกรณีของผนังที่เป็นกระจกใสและแสงผ่านได้ รังสีอินฟราเรดจะสามารถส่องผ่านทางกระจก ทำให้อุณหภูมิภายในสูงขึ้นเป็นผลทำให้เครื่องปรับอากาศต้องทำงานหนักมากขึ้น

โดยทั่วไปวิธีหนึ่งที่นิยมใช้ในการลดความร้อนในอาคาร คือ การใช้ผนังวัสดุสะท้อนรังสีอินฟราเรดเติมในสีทาอาคารภายนอก เพื่อให้สะท้อนรังสีอินฟราเรดออกจากอาคาร ทำให้อุณหภูมิภายในอาคารไม่ร้อนเกินไปส่งผลให้ลดการทำงานของเครื่องปรับอากาศซึ่งจะสามารถประหยัดพลังงานได้ โดยสมบัติของวัสดุที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ดีประกอบด้วย ขนาดของอนุภาคต้องเป็นครึ่งหนึ่งของรังสีอินฟราเรด ในขณะที่ขนาดของผลึกต้องมีขนาดเล็ก และมีค่าดัชนีการหักเหสูง ซึ่งได้แก่ โลหะออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบสปินเนล (Spinel) และโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ (Rutile) เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ [1] หรือเฮอซีไนท์ (Hercynite; FeAl_2O_4) ซึ่งสามารถเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างเหล็กออกไซด์และอะลูมินา [3, 4] การที่เติมอนุภาคโลหะออกไซด์ลงในสีทาอาคารภายนอกจะช่วยให้อาคารมีความเย็นมากขึ้น เนื่องจากมีสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ดี อย่างไรก็ตาม โลหะออกไซด์เหล่านี้เป็นสารอนินทรีย์และมีขนาดเล็ก (ประมาณ 400 นาโนเมตร) ทำให้มีความเสถียรทางคอลลอยด์ค่อนข้างต่ำเมื่อกระจายตัวในตัวกลางที่เป็นสารอินทรีย์ เช่น สีทาบ้าน จะเกิดการเกาะตัวกันได้ง่ายทำให้มีขนาดใหญ่มากเกินไป

จนอาจทำให้ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดลดลง รวมทั้งหลุดออกจากสีที่ทาลงบนอาคารได้ง่าย นอกจากนี้ หากใช้ผสมกับสีชนิดที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ อนุภาคโลหะออกไซด์โดยเฉพาะที่มีอะลูมิเนียมเป็นองค์ประกอบ จะถูกกัดกร่อนได้ง่าย และทนทานต่อสภาวะกรดและเบสได้ต่ำ [5, 6] วิธีแก้ปัญหอย่างหนึ่ง คือ การหุ้มหรือเคลือบอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยพอลิเมอร์ เพื่อเพิ่มความเสถียรของอนุภาคและป้องกันการเกิดปฏิกิริยากับสภาวะแวดล้อม นอกจากนี้ใช้ผสมลงในสีทาภายนอกแล้วโลหะออกไซด์ยังสามารถผสมลงในแผ่นพอลิเมอร์เพื่อใช้เป็นผนังสะท้อนรังสีอินฟราเรด [7-9] แต่การเตรียมก่อนนำมาใช้งานยังค่อนข้างยุ่งยากเพราะมีหลายปัจจัยที่ต้องปรับปรุงและป้องกันไม่ให้อประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดลดลง เช่น การแยกวัสดุภาคภายในระหว่างโลหะออกไซด์กับแผ่นพลาสติกเกิดเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ของโลหะออกไซด์

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จะทำการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ไว้ภายใน จากนั้น นำไปเตรียมให้อยู่ในรูปของสเปรย์พ่นเคลือบเพื่อสะดวกและใช้งานได้หลากหลาย เช่น ผ้า กระดาษ พลาสติก ฟันลงบนภาชนะต่าง ๆ ผนังโรงเรือนการเกษตร และผนังอาคาร เป็นต้น ซึ่งพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่กักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์นี้จะต้องมีความเสถียรทางคอลลอยด์สูงทุกช่วงพีเอช ทำให้สามารถเก็บสเปรย์ไว้ได้เป็นเวลานาน ขนาดของแคปซูลไม่ใหญ่เกินไป เพื่อสะดวกในการฉีดพ่นเป็นสเปรย์ เปลือกพอลิเมอร์จะใช้พอลิเมอร์กลุ่มอะครีเลตที่มีสมบัติการเกิดฟิล์มและเคลือบติดได้ดี และเป็นพอลิเมอร์โครงสร้างที่มีความแข็งแรง ทนทานต่อสภาวะทั้งกรดและเบส

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์สำหรับสะท้อนรังสีอินฟราเรด

1.2.2 เพื่อศึกษาการเตรียมสเปรย์ของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่สามารถเคลือบลงบนวัสดุต้นแบบ เช่น กระดาษ และเมทัลชีท และทดสอบประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรด

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมอนุภาคโลหะออกไซด์ (ไฮรอนอะลูมินเนต)

1.3.2 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮรอนอะลูมินเนต

1.3.3 ศึกษาการเตรียมสเปรย์ของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลสำหรับการเคลือบลงบนวัสดุต้นแบบ

1.4 กรอบแนวความคิดของงานวิจัย

ในปัจจุบันนี้ปัญหาความร้อนอันเกิดจากพลังงานแสงอาทิตย์เป็นหนึ่งในปัญหาสำคัญในการดำรงชีวิต เนื่องจากทำให้อุณหภูมิสูงขึ้นทั้งในอาคารที่พักอาศัย รถยนต์ และอื่น ๆ [2] ทำให้มีการใช้พลังงานไฟฟ้าจำนวนมากสำหรับเครื่องปรับอากาศ [10] จึงได้มีการพัฒนาวัสดุชนิดต่าง ๆ เพื่อแก้ปัญหาดังกล่าว วัสดุชนิดหนึ่งที่มีความสนใจ คือ วัสดุที่สามารถสะท้อนรังสีที่ทำให้เกิดความร้อน [11, 12] โดยเฉพาะรังสีอินฟราเรดซึ่งเป็นรังสีความร้อน โดยวัสดุที่ใช้จะต้องมีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและราคาไม่แพง ในปัจจุบันมีวัสดุหลายชนิดที่ใช้ในการสะท้อนทั้งรังสีอินฟราเรดและอัลตราไวโอเล็ต เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ [13] แลนทานัม-สทรอนเทียม-คอปเปอร์ ซิลิเกต [14] กลุ่มสารประกอบของซิงค์ออกไซด์ [15] สารประกอบของบิสมัทวานาเดต [16] สารประกอบกลุ่มอะลูมิเนียม [17, 18] และอื่น ๆ ซึ่งมีคุณสมบัติที่สามารถสะท้อนรังสีได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยสารกลุ่มอะลูมิเนียม เช่น ไอรอนอะลูมิเนียม เป็นกลุ่มที่ได้รับความนิยม เนื่องจากมีสมบัติการสะท้อนรังสีที่ดีและราคาถูก อย่างไรก็ตาม โดยทั่วไปสารประกอบกลุ่มนี้จะผุกร่อนได้ง่ายเมื่ออยู่ในสภาวะที่เป็นกรดหรือเบส เมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำเกิดเป็นอะลูมิเนียมออกไซด์ รวมทั้งเกิดสารประกอบของโลหะอื่น ๆ ซึ่งทำให้ประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีลดลงได้ [5] ปัจจุบันสารประกอบของอะลูมิเนียมที่มีความทนทานต่อกรดและเบสสูงและมีประสิทธิภาพสูงในการสะท้อนรังสีอินฟราเรด คือ เฮอซีไนท์ [3, 4] ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบสปิเนล และแบบรูไทล์ ซึ่งเป็นวัสดุที่กำลังได้รับความนิยมในการใช้เป็นวัสดุสะท้อนรังสีอินฟราเรด

อย่างไรก็ตาม โดยปกติการใช้งานโดยตรงของโลหะออกไซด์ในรูปอนุภาคค่อนข้างยากเนื่องจากอนุภาคจะรวมตัวกันได้ง่าย ไม่มีความเสถียรทางคอลลอยด์ ดังนั้น จึงจำเป็นต้องมีการปรับปรุงผิวของโลหะออกไซด์ให้มีหมู่ฟังก์ชันที่เหมาะสมที่สามารถช่วยให้อนุภาคโลหะออกไซด์กระจายตัวได้ดีในวัสดุผสมเป้าหมาย [7-9] การหุ้มด้วยพอลิเมอร์ก็เป็นอีกวิธีหนึ่งที่ได้รับการยอมรับ [6, 7, 17] ซึ่งจะช่วยให้วัสดุมีความเสถียรสูง จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา พบว่า ในกรณีของการกักเก็บวัสดุสะท้อนรังสีด้วยพอลิเมอร์ยังมีการศึกษากันไม่มากนัก อาจเนื่องจากยังมีเป้าหมายในการใช้งานไม่หลากหลาย ในกรณีการพ่นเคลือบวัสดุสะท้อนรังสีลงบนภาชนะเป้าหมาย การเตรียมให้อยู่ในรูปสเปรย์จะสามารถใช้งานได้ง่าย โดยการกักเก็บวัสดุสะท้อนรังสีไว้ภายในพอลิเมอร์แคปซูลที่กระจายตัวในน้ำ น่าจะเป็นวิธีที่เหมาะสม จากการศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มสารสำคัญต่าง ๆ พบว่า เทคนิคการสังเคราะห์แบบแขวนลอยด้วยกลไกโยกย้ายไอโอดีน (Microsuspension iodine transfer polymerization ; *ms* ITP) [9, 19-27] เป็นเทคนิคหนึ่งที่มีประสิทธิภาพสูงในการเตรียมแคปซูลที่สามารถกักเก็บสารไว้ภายในได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยจะใช้มอนอเมอร์ผสมที่ประกอบด้วย เมทิลเมทาคริเลต (Methyl methacrylate ; MMA) เป็นมอนอเมอร์หลัก

เนื่องจากสามารถเกิดแคปซูลได้ดี ผสมกับบิวทิลอะคริเลต (Butyl acrylate ; BA) ซึ่งเมื่อเกิดเป็นพอลิบิวทิลอะคริเลตจะเป็นพอลิเมอร์ที่มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature ; Tg) ต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง [28] จึงเป็นพอลิเมอร์ที่มีความนุ่มเหนียว (Sticky polymer) สามารถเกิดฟิล์มที่เคลือบติดลงบนวัสดุรองรับได้ดี และผสมกับมอนอเมอร์เชื่อมร่างแห (Crosslinked monomer) เพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้แก่พอลิเมอร์แคปซูล [28-31] ในการเตรียมแคปซูลจะผสมมอนอเมอร์ทั้งสามชนิดกับตัวริเริ่มปฏิกิริยาให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้น ผสมอนุภาคโลหะออกไซด์ลงไปทำให้กระจายตัวเป็นชั้นสารอินทรีย์ (Organic phase) หรือวัฏภาคกระจาย (Dispersed phase) แล้วผสมชั้นสารอินทรีย์ลงในชั้นน้ำหรือวัฏภาคต่อเนื่อง (Continuous phase) ที่เป็นสารละลายของสารลดแรงตึงผิว ปั่นเตรียมหดยดมอนอเมอร์ แล้วทำการสังเคราะห์ที่สภาวะที่เหมาะสม สุดท้าย จะได้พอลิเมอร์แคปซูลกระจายตัวในชั้นน้ำ ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นสเปรย์พ่นเคลือบได้โดยตรง โดยจะต้องทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสม เพื่อให้สามารถเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีความเสถียรทางคอลลอยด์ที่ดี มีประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรด และสามารถพ่นเคลือบติดลงบนวัสดุรองรับได้อย่างคงทน

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1 ได้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์สำหรับสะท้อนรังสีอินฟราเรดที่มีประสิทธิภาพ

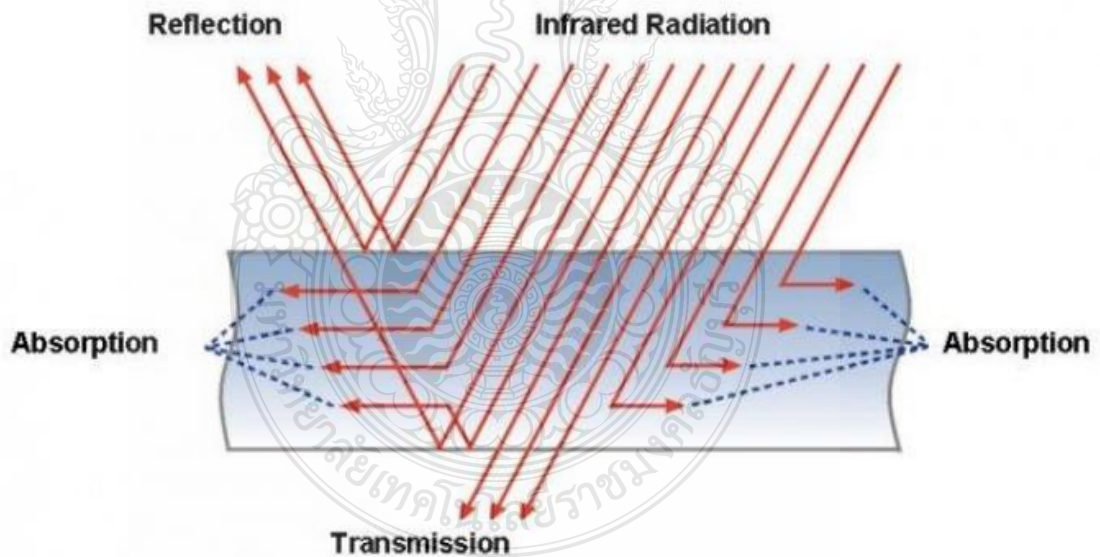
1.5.2 ได้สเปรย์ต้นแบบที่สามารถเคลือบลงบนวัสดุรองรับ และสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้อย่างมีประสิทธิภาพ

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 รังสีอินฟราเรด

รังสีอินฟราเรดหรือรังสีความร้อนเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 0.76 - 1,000 ไมโครเมตร หรือในช่วงความถี่ 1,011 - 1,014 เฮิรตซ์ (Hz) หรืออยู่ในช่วงระหว่างแสงสีแดงกับคลื่นวิทยุ เช่นเดียวกับกับคลื่นไมโครเวฟ โดยคุณสมบัติเด่นเฉพาะตัวของรังสีอินฟราเรด คือ ไม่เป็ยงเบนในสนามแม่เหล็กไฟฟ้า และหากมีความถี่สูงชันพลังงานก็จะเพิ่มสูงชันด้วย ซึ่งอยู่ในช่วงของแสงที่สายตามองไม่เห็นแต่สามารถรับรู้ถึงความร้อนที่เกิดขึ้นได้ โดยรังสีอินฟราเรดมีคุณสมบัติทางกายภาพเช่นเดียวกับคลื่นแสงที่ตามองเห็นได้ทุกประการ เช่น การหักเห การสะท้อน การดูดซับ หรือการส่องผ่านตัวกลาง [2] แสดงดังภาพที่ 2.1



ภาพที่ 2.1 ปฏิกิริยาการส่งผ่านความร้อนของรังสีอินฟราเรดที่ตกกระทบวัตถุ [2]

ช่วงของรังสีอินฟราเรด

รังสีอินฟราเรดแบ่งออกเป็น 3 ช่วง [1] ดังภาพที่ 2.2 คือ

1) รังสีอินฟราเรดย่านใกล้ (Near Infrared หรือ NIR)

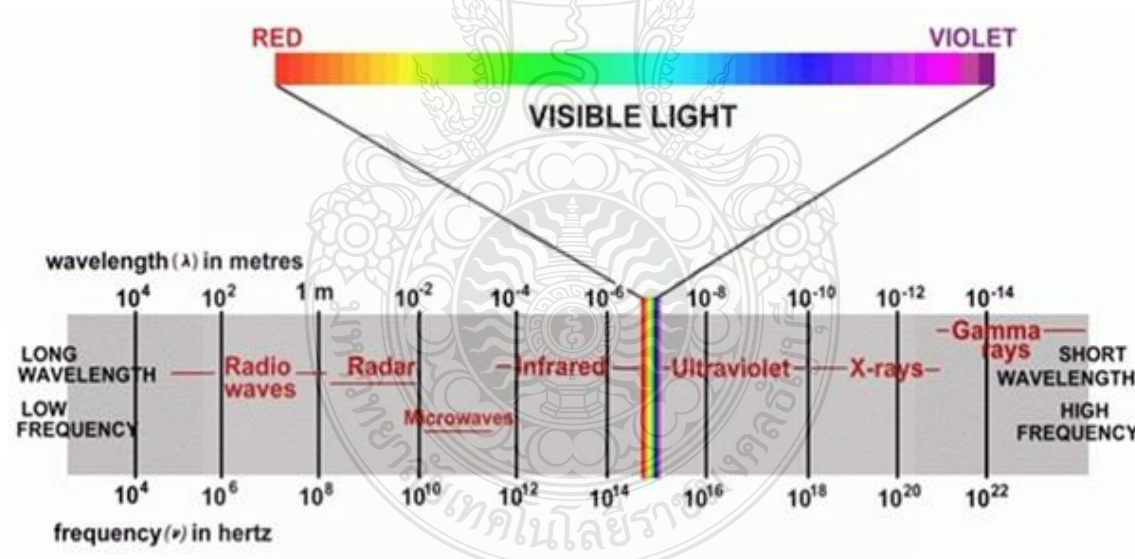
มีความยาวคลื่นในช่วง 0.75 - 3 ไมโครเมตร สามารถใช้งานในช่วง 500 - 2,200 องศาเซลเซียส ให้กำลังความร้อนต่อพื้นที่สูง สามารถให้ความร้อนได้สูง ความร้อนผ่านเข้าไปในเนื้อวัสดุได้ลึก และรวดเร็ว

2) รังสีอินฟราเรดย่านกลาง (Middle Infrared หรือ mid-IR)

มีความยาวคลื่นในช่วง 3 - 25 ไมโครเมตร สามารถให้อุณหภูมิใช้งานในช่วง 500 - 950 องศาเซลเซียส สามารถให้ความร้อนได้ปานกลาง และผ่านเข้าไปในเนื้อวัสดุได้ลึกปานกลาง

3) รังสีอินฟราเรดย่านไกล (Far Infrared หรือ FIR)

มีความยาวคลื่นในช่วง 25 - 100 ไมโครเมตร สามารถให้อุณหภูมิใช้งานในช่วง 300 - 700 องศาเซลเซียส ให้ความร้อนต่อหน่วยพื้นที่ได้ต่ำ ความร้อนผ่านเข้าไปในเนื้อวัสดุได้ไม่ลึก เหมาะสำหรับใช้งานประเภทที่ต้องการความร้อนต่ำ และจำกัดบริเวณพื้นผิว



ภาพที่ 2.2 ช่วงความยาวคลื่นของรังสีชนิดต่าง ๆ [1]

2.2 ไอรอนอะลูมินेट

ไอรอนอะลูมินेट มีคุณสมบัติทั่วไป คือ มีสูตรโมเลกุล FeAl_2O_4 น้ำหนักโมเลกุล 173.81 กรัมต่อโมล สีน้ำตาลเข้ม ดังภาพที่ 2.3 เป็นของแข็ง จุดหลอมเหลวประมาณ 1,780 องศาเซลเซียส ประกอบด้วยเหล็ก 1 อะตอม อะลูมิเนียม 2 อะตอม และออกซิเจน 4 อะตอม มีค่าความถ่วงจำเพาะประมาณ 3.95 ค่าดัชนีการหักเหสูง มีโครงสร้างผลึกแบบสปิเนล ทำให้มีคุณสมบัติในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ดี สามารถเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างเหล็กออกไซด์และอะลูมินา [3, 4] ดังสมการที่ 2.1



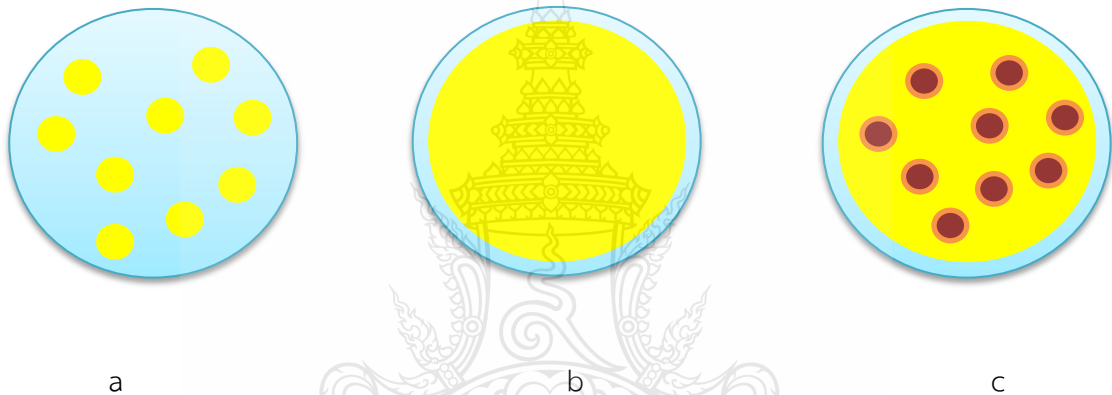
ภาพที่ 2.3 ลักษณะของไอรอนอะลูมินेट (iron aluminate; FeAl_2O_4)

2.3 ไมโครเอนแคปซูลชัน (Microencapsulation)

ไมโครเอนแคปซูลชันเป็นกระบวนการนำสารสำคัญที่เรียกว่า สารแกนกลาง เช่น วิตามิน ยารักษาโรค สารต้านอนุมูลอิสระ โลหะออกไซด์ เป็นต้น มาห่อหุ้มด้วยสารห่อหุ้ม ไมโครเอนแคปซูลชันมีข้อดีหลายประการ เช่น การห่อหุ้มสารที่มีความไวต่อสิ่งแวดล้อม คือ สารที่ถูกออกซิไดซ์ได้ง่าย ไวต่อแสง อุณหภูมิและความเป็นกรดต่าง เป็นต้น จะทำให้สารดังกล่าวมีความคงตัวดีขึ้นและเก็บรักษาได้ยาวนาน กระบวนการดังกล่าวยังช่วยป้องกันสารที่ระเหยง่าย ช่วยลดการทำปฏิกิริยาของสารผสม สะดวกต่อการนำไปใช้งาน รวมทั้งสามารถควบคุมการปลดปล่อยสารไปสู่บริเวณที่ต้องการในเวลาที่เหมาะสมได้ ดังนั้นเทคนิคนี้จึงถูกประยุกต์ใช้ทั้งด้านเกษตรกรรม สิ่งทอ อาหาร และการแพทย์

โครงสร้างของไมโครแคปซูล ประกอบด้วย 2 ส่วนหลัก คือ สารที่ถูกห่อหุ้มและสารที่ใช้ห่อหุ้ม สารที่ถูกห่อหุ้มมักเป็นของเหลวหรือของแข็ง เรียกว่า แกนกลาง (Core หรือ Internal phase) ส่วนสารที่ห่อหุ้มมักมีผนังบาง ๆ เรียกว่า สารห่อหุ้ม (Shell หรือ Coating material) ทำให้เกิดการจับตัวเป็นไมโครแคปซูลซึ่งมีขนาดตั้งแต่ 1 จนถึง 1,000 ไมโครเมตร

ไมโครแคปซูลมีหลายประเภท ขึ้นอยู่กับลักษณะของสารแกนกลาง สารห่อหุ้มที่ใช้ และวิธีการผลิต โดยทั่วไปมักจำแนกประเภทของไมโครแคปซูลตามลักษณะของสารแกนกลาง เป็น 3 ประเภท ดังภาพที่ 2.4



ภาพที่ 2.4 ลักษณะของไมโครแคปซูลแบบ Microsphere (a) Uni-nuclear microcapsule (b) และ Multinuclear microcapsule (c)

2.4 เทคนิคการเอนแคปซูเลชัน

ในปัจจุบันการเอนแคปซูเลชันหรือการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลมีหลายเทคนิค แบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม คือ เทคนิคการเอนแคปซูเลชันทางกายภาพ (Physical method) และเทคนิคการเอนแคปซูเลชันทางเคมี (Chemical method) ซึ่งการเลือกเทคนิคในการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลขึ้นอยู่กับการใช้งานและสารแกนกลางที่จะห่อหุ้ม โดยมีรายละเอียด ดังนี้

2.4.1 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันทางกายภาพ

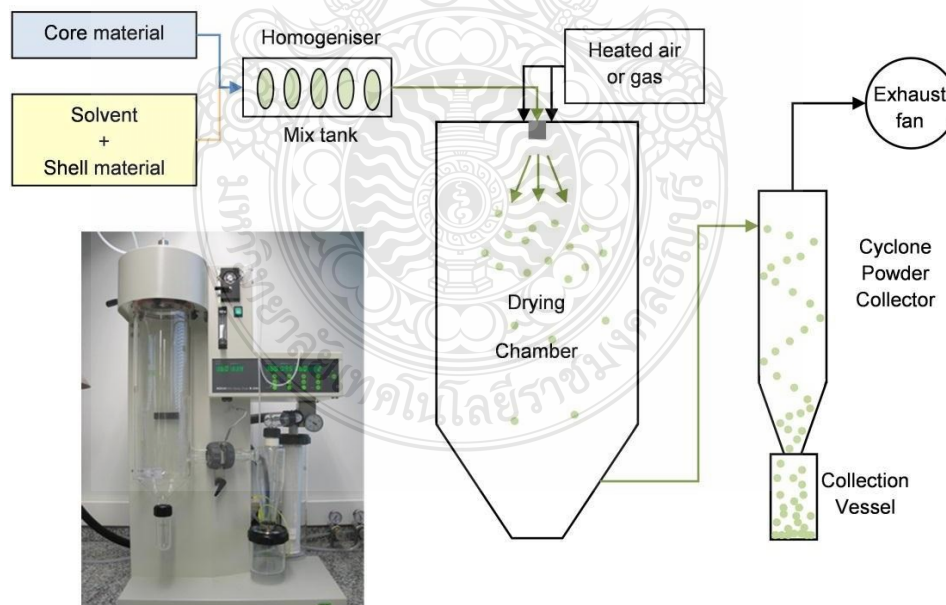
เป็นเทคนิคที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม ในการเกิดเป็นแคปซูลจะไม่มีการเกิดปฏิกิริยาเคมี ซึ่งมีอยู่ด้วยกันหลายเทคนิค เช่น

2.4.1.1 เทคนิคการพ่นเย็น (Spray cooling/chilling)

การเตรียมอนุภาคแคปซูลโดยใช้เทคนิคนี้ จะทำโดยการนำพอลิเมอร์และสารแกนกลางมาละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้น นำไปพ่นในระบบความดันต่ำโดยจะใช้ความเย็นในการทำให้เปลือกพอลิเมอร์เกิดการแข็งตัว ทำให้สามารถกักเก็บสารแกนกลางไว้ได้ โดยเทคนิคนี้จะไม่ทำให้สารแกนกลางสูญเสียในระหว่างการพ่นเย็น [32-34] จึงเหมาะกับสารที่ละลายตัวง่าย หรือเสื่อมสภาพเนื่องจากความร้อนได้ง่าย

2.4.1.2 เทคนิคการพ่นแห้ง (Spray drying)

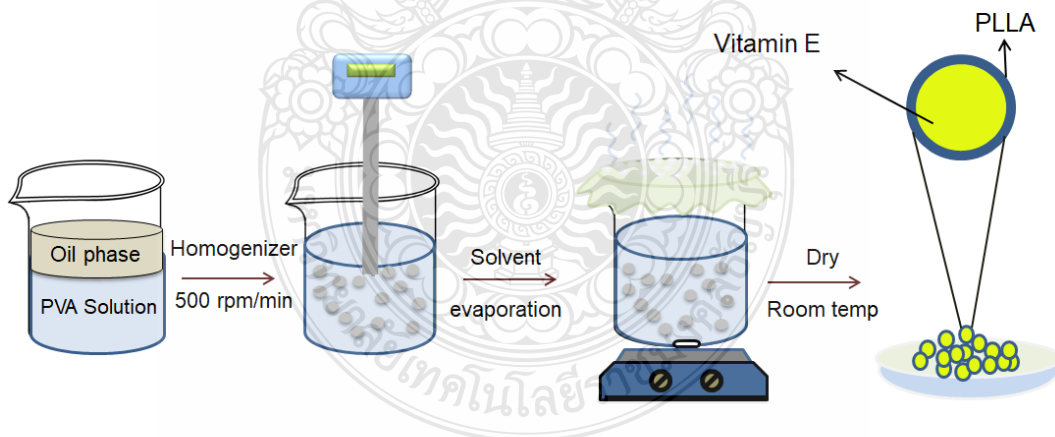
เป็นเทคนิคที่นิยมนำมาใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมประเภทการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มสารให้กลิ่นหรือรส ซึ่งเป็นเทคนิคที่มีต้นทุนต่ำ เครื่องมือหาง่าย ถ้าเทียบกับเทคนิคอื่นที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม เป็นเทคนิคที่ใช้ความร้อนในการทำให้เกิดพอลิเมอร์แคปซูล โดยทำการเตรียมหดยดสารอินทรีย์ที่มีสารที่เป็นเปลือกผสมกับสารแกนกลางและตัวทำละลายด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์จะได้อิมัลชัน และนำไปพ่นที่ความดันต่ำ อุณหภูมิประมาณ 100 - 160 องศาเซลเซียส ทำให้น้ำและตัวทำละลายระเหยออกไปก็จะได้พอลิเมอร์แคปซูล ดังภาพที่ 2.5 เทคนิคนี้มีข้อเสีย คือ จะมีการสูญเสียสารแกนกลางไปบางส่วน ถ้าสารแกนกลางเป็นพวกที่สามารถระเหยได้เร็วหรือไม่ทนอุณหภูมิ [35-37]



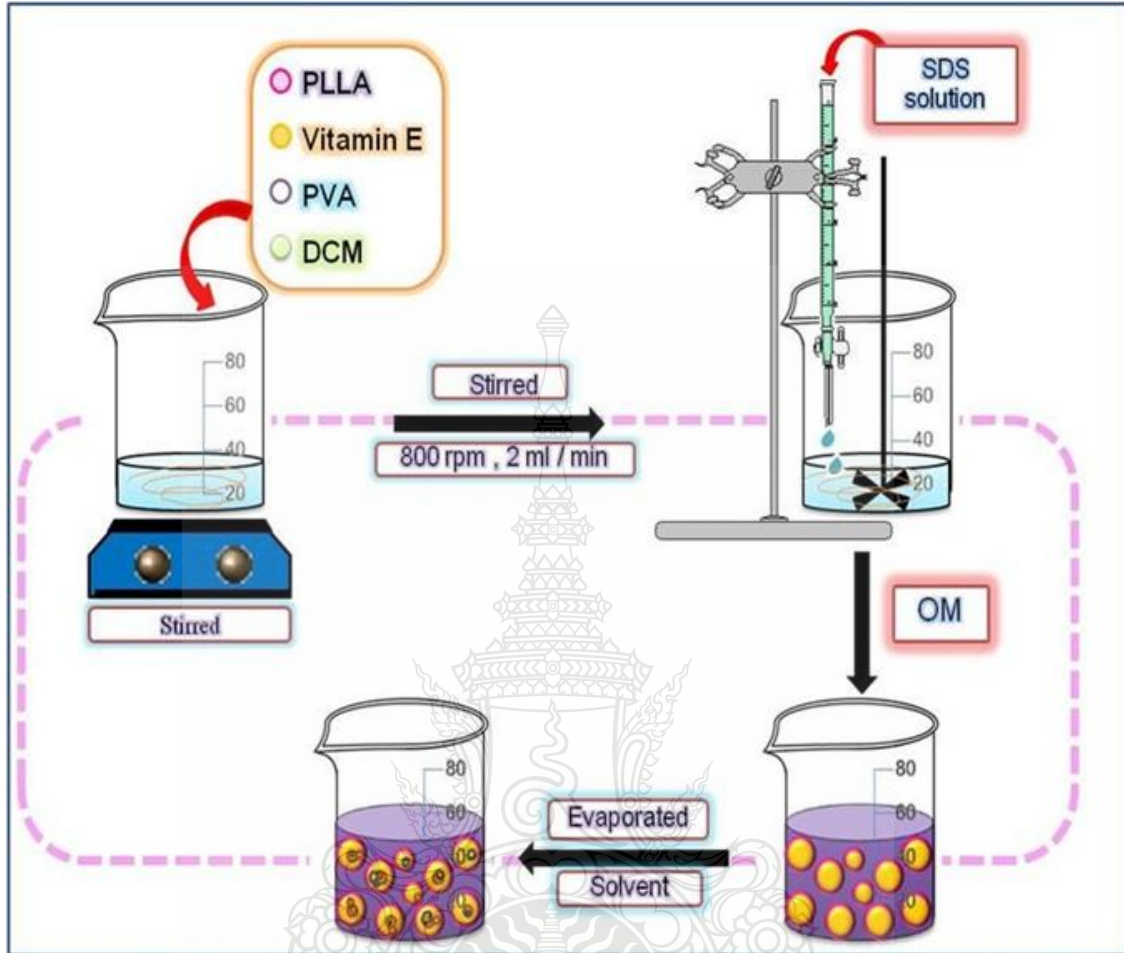
ภาพที่ 2.5 การเอนแคปซูลเลชันด้วยเทคนิคพ่นแห้ง [36]

2.4.1.3 เทคนิคการระเหยตัวทำละลาย

เทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่ง่าย สะดวก มีการใช้เครื่องมือที่ราคาไม่สูงมากนักเหมาะแก่การนำไปประยุกต์ใช้งานในโรงงานอุตสาหกรรมขนาดเล็ก เช่น การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวิตามินอีด้วยเทคนิคการระเหยตัวทำละลาย โดยใช้เทคนิคการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบดั้งเดิม ดังภาพที่ 2.6 โดยนำพอลิแอลแลคติกแอซิดและวิตามินอีละลายให้เป็นเนื้อเดียวกันในตัวทำละลายที่เหมาะสมแล้วนำไปผสมกับสารละลายของสารลดแรงตึงผิว นำไปปั่นด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ จะได้อิมัลชันของหยดสารละลายอินทรีย์ที่ประกอบด้วย พอลิแอลแลคติกแอซิด วิตามินอี และตัวทำละลายที่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้น นำไประเหยตัวทำละลายออกจะได้พอลิเมอร์แคปซูลโดยที่มีพอลิแอลแลคติกแอซิดเป็นเปลือกหุ้มวิตามินอี เนื่องจากพอลิแอลแลคติกแอซิดมีความชอบน้ำมากกว่าวิตามินอี จึงเคลื่อนที่ออกมาด้านนอกกลายเป็นเปลือก เทคนิคการระเหยตัวทำละลายนี้ จะต้องเลือกพอลิเมอร์ที่มีความชอบน้ำมากกว่าสารแกนกลางจึงจะเกิดการหุ้มได้ดี พอลิเมอร์แคปซูลที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคนี้จะมีขนาดอยู่ที่ระดับไมโครเมตรและมีการกระจายตัวที่กว้าง หากต้องการให้ขนาดของพอลิเมอร์แคปซูลมีขนาดอนุภาคที่เล็กลงและมีการกระจายตัวที่แคบสามารถใช้เทคนิคการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบอื่น ๆ เช่น แบบกลับวัฏภาคควบคู่กับเทคนิคการระเหยตัวทำละลาย ดังภาพที่ 2.7



ภาพที่ 2.6 เทคนิคการเอนแคปซูลเชิงแบบการระเหยตัวทำละลาย โดยวิธีการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบดั้งเดิม [38]



ภาพที่ 2.7 เทคนิคการเอนแคปซูลแบบการระเหยตัวทำละลาย โดยวิธีการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบกลับวัฏภาค [38]

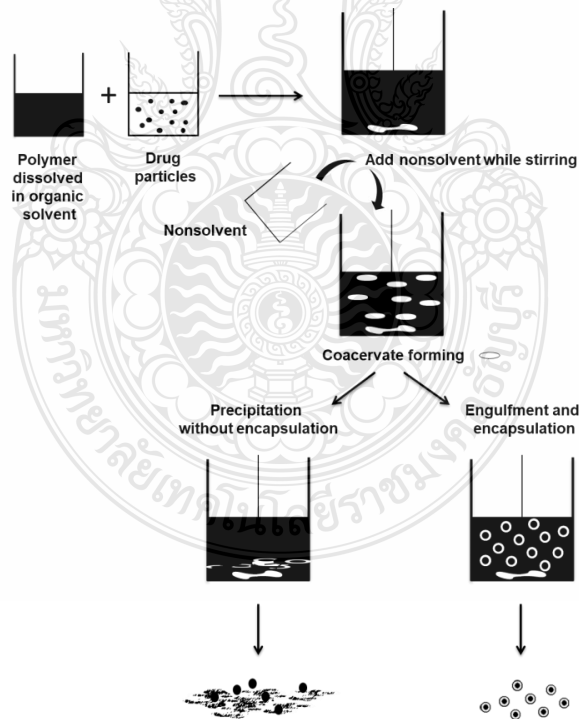
จากภาพที่ 2.7 เป็นการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวิตามินอีด้วยเทคนิคการระเหยตัวทำละลาย โดยใช้เทคนิคการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบกลับวัฏภาค โดยนำพอลิแอลแลคติกแอซิด วิตามินอี และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ละลายเป็นเนื้อเดียวกันในตัวทำละลายที่เหมาะสม จากนั้นนำไปปั่นด้วยใบพัดที่ความเร็ว 800 รอบต่อนาที ในขณะที่ปั่นให้ค่อย ๆ หยดสารละลายของสารลดแรงตึงผิวอีกชนิดลงในสารละลายอินทรีย์ด้วยอัตราเร็วที่คงที่และเหมาะสม เมื่อเวลาผ่านไปจะเกิดการกลับวัฏภาคเกิดหยดสารละลายพอลิเมอร์ จากนั้น นำไประเหยตัวทำละลายจะได้พอลิเมอร์แคปซูล

2.4.2 เทคนิคการเอนแคปซูลชั้นทางเคมี

เทคนิคที่นิยมใช้ คือ การตกตะกอนด้วยสารเคมี (Coacervation) [39] การระเหยตัวทำละลาย (Solvent evaporation) [40-42] การพอลิเมอไรเซชันที่รอยต่อระหว่างผิว (Interfacial polymerization) [43-45] และการสังเคราะห์หมอนอเมอร์โดยใช้กลไกการแยกวัฏภาคภายใน (Internal phase separation) [46, 47]

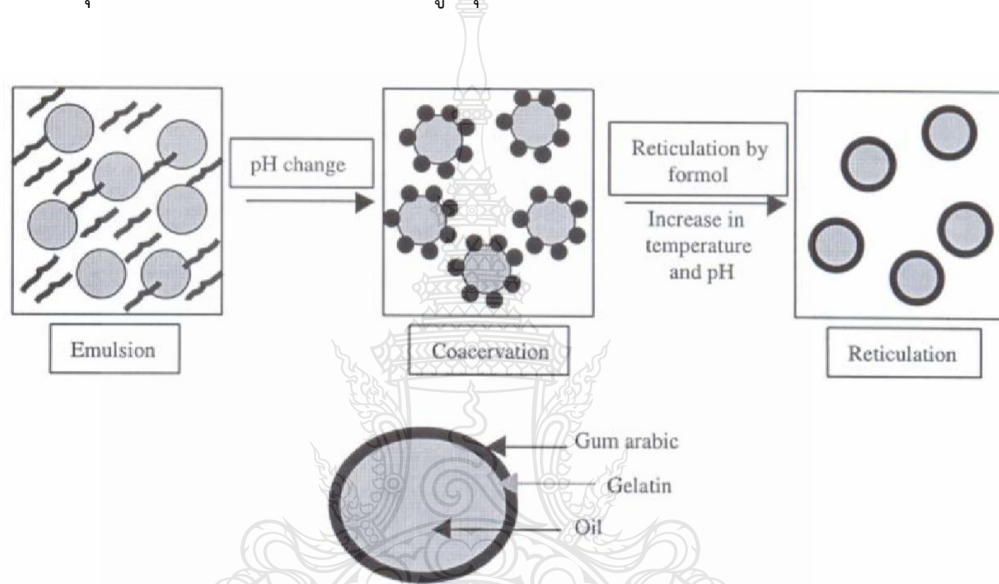
2.4.2.1 การตกตะกอนด้วยสารเคมี

เป็นเทคนิคแรกที่ใช้ในการเอนแคปซูลชั้น พอลิเมอร์และสารที่จะห่อหุ้มต้องสามารถเข้ากันได้และไม่ละลายในวัฏภาคต่อเนื่อง โดยการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลด้วยเทคนิคนี้ สามารถแบ่งออกเป็น 2 วิธี คือ การตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบง่าย (Simple coacervation) [48, 49] และการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบเชิงซ้อน (Complex coacervation) [39, 50] ซึ่งจะมีขั้นตอนในการเกิดเป็นพอลิเมอร์แคปซูลอยู่ 3 ขั้นตอน คือ 1) ขั้นตอนการเตรียมหยดสารอินทรีย์ 2) การเกิดเปลือกและ 3) การแยกพอลิเมอร์แคปซูลออกจากสารละลาย ดังภาพที่ 2.8



ภาพที่ 2.8 เทคนิคการเอนแคปซูลชั้นด้วยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบง่าย [51]

จากภาพที่ 2.8 สามารถอธิบายการเกิดพอลิเมอร์แคปซูลโดยเทคนิคการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบง่ายได้ โดยเริ่มต้นนำพอลิเมอร์ละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมได้เป็นสารละลายอินทรีย์ จากนั้น นำสารที่ต้องการหุ้ม เช่น ยา กระจายตัวอยู่ในสารลดแรงตึงผิวเป็นอนุภาคของยาแล้วเทลงในสารละลายอินทรีย์ จากนั้น เติมตัวทำละลายที่ไม่ละลายพอลิเมอร์ ทำให้ค่าการละลายของพอลิเมอร์ลดลง จะเกิดตะกอนของพอลิเมอร์มาหุ้มยา โดยจะมีส่วนที่หุ้มยาได้เกิดเป็นพอลิเมอร์แคปซูล และส่วนที่ไม่ได้หุ้มยา จากนั้น ก็ทำการแยกแคปซูลหุ้มยาออกจากสารละลายตัวกลาง

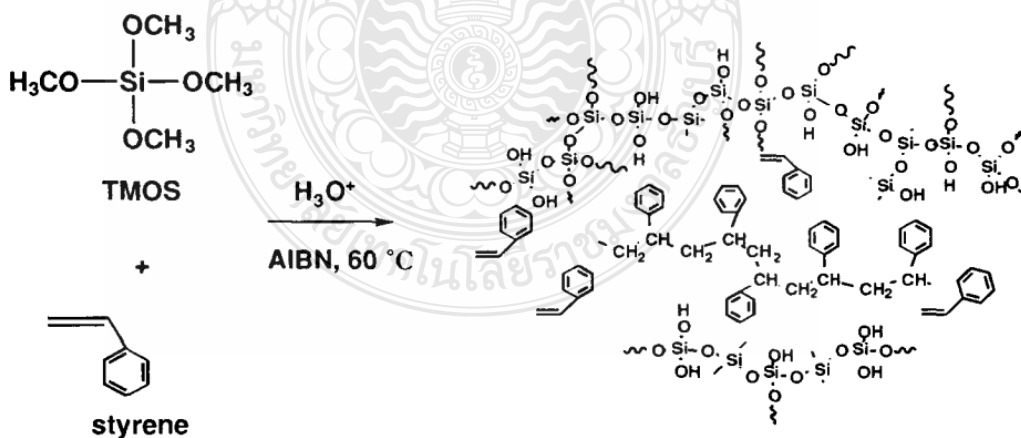


ภาพที่ 2.9 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันโดยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบเชิงซ้อน [52]

สำหรับการเอนแคปซูเลชันโดยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบเชิงซ้อน สามารถอธิบายการเกิดพอลิเมอร์แคปซูลได้ โดยเริ่มต้นจากน้ำเจลาตินและน้ำมันละลายเป็นเนื้อเดียวกันโดยมีกัมอะราบิกทำหน้าที่เป็นสารลดแรงตึง แล้วนำไปปั่นจะได้อิมัลชัน โดยที่พีเอช 6 สารละลายจะผสมเป็นเนื้อเดียวกันแต่เมื่อพีเอชเกิดการเปลี่ยนแปลงให้น้อยกว่า 6 (ประมาณ 4.5) จะเกิดการจับตัวเป็นเปลือกแคปซูลโดยมีสารลดแรงตึงผิวมาล้อมรอบน้ำมัน เนื่องจากพีเอชลดลง เจลาตินจะมีประจุเป็นบวก ส่วนกัมอะราบิก มีประจุเป็นลบจึงทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างประจุ จากนั้น ทำการเพิ่มอุณหภูมิหรือพีเอช จะทำให้เปลือกเกิดการเปลี่ยนแปลงและจัดเรียงตัวหุ้มสารแกนกลาง ดังภาพที่ 2.9 วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่าย แต่จะได้พอลิเมอร์แคปซูลในจำนวนที่น้อยเพราะว่ากลไกในการเกิดพอลิเมอร์แคปซูลค่อนข้างยุ่งยาก คือ จะเกิดที่พื้นผิวเท่านั้น

2.4.2.2 เทคนิคการพอลิเมอไรเซชันที่รอยต่อระหว่างผิว

การพอลิเมอไรเซชันที่รอยต่อระหว่างผิวประกอบด้วย 2 เทคนิค คือ การสังเคราะห์แบบอินซิตู (In situ polymerization) [53-55] และแบบควบแน่น (Condensation polymerization) [56-58] โดยการสังเคราะห์แบบควบแน่นมีหลักการเกิดพอลิเมอร์แคปซูล คือ จะต้องมิมอนอเมอร์ชนิดที่ไม่ชอบน้ำและสารที่ต้องการหุ้มละลายเป็นเนื้อเดียวกันในวัฏภาคของสารอินทรีย์แล้วนำไปกระจายตัวในสารละลายของสารลดแรงตึงผิว นำไปปั่นจะได้หยดของสารละลายอินทรีย์ที่กระจายตัวอยู่ในน้ำ จากนั้น เติมมอนอเมอร์อีกชนิดหนึ่งที่ชอบน้ำที่ละลายกับตัวริเริ่มปฏิกิริยา ลงไปในระบบก็จะเกิดการพอลิเมอไรเซชันที่รอยต่อระหว่างพื้นผิวของมอนอเมอร์ที่ละลายในน้ำกับที่ละลายในสารอินทรีย์เท่านั้น ส่วนใหญ่ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ใช้จะเป็นพวกรีดอกซ์ (Redox initiator) คือ มีการให้และการรับอิเล็กตรอน ส่วนการสังเคราะห์แบบอินซิตูจะมีหลักการเกิดพอลิเมอร์แคปซูลแบ่งเป็น 2 ส่วน คือ มอนอเมอร์ และสารที่ต้องการกักเก็บ เริ่มต้นนำสารที่ต้องการกักเก็บไปกระจายตัวในสารละลายลดแรงตึงผิวและสารริเริ่มปฏิกิริยาเพื่อให้ผิวของสารที่ต้องการกักเก็บมีสารริเริ่มปฏิกิริยา แล้วนำมากระจายตัวในสารละลายมอนอเมอร์ จากนั้น ทำให้สารริเริ่มปฏิกิริยาแตกตัวที่ผิวของสารที่ต้องการกักเก็บด้วยความร้อนหรือปฏิกิริยาทางเคมี มอนอเมอร์จะเริ่มมาต่อสายโซ่บนผิวของสารที่ต้องการกักเก็บได้พอลิเมอร์แคปซูล ดังภาพที่ 2.10 แต่เทคนิคนี้ทำให้ได้พอลิเมอร์แคปซูลในจำนวนที่น้อยเนื่องจากเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระ (Free polymer particle) ในน้ำแข่งขันกับการเกิดบนผิวของสารที่ต้องการกักเก็บ

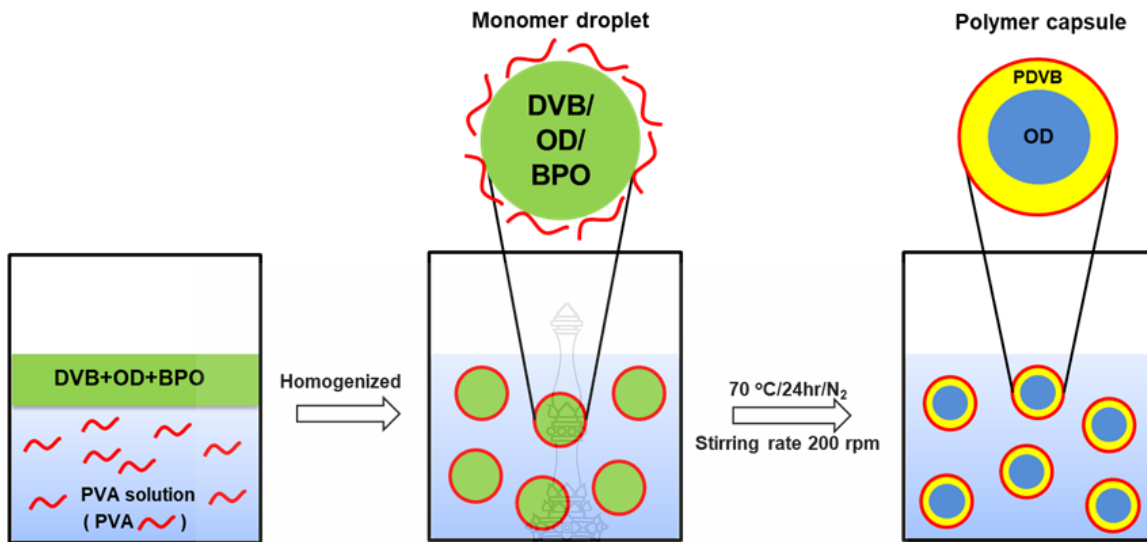


ภาพที่ 2.10 การสังเคราะห์พอลิสไตรีน/ซิลิกาเจล ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบอินซิตู [53]

2.4.2.3 การสังเคราะห์มอนอเมอร์โดยใช้กลไกการแยกวัฏภาคภายใน

เป็นการสังเคราะห์พอลิเมอร์แคปซูลในระบบกระจายโดยที่มีน้ำเป็นตัวกลางซึ่งถือว่าเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและนิยมใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม เทคนิคที่นิยมใช้เตรียมพอลิเมอร์แคปซูล คือ การสังเคราะห์แบบแขวนลอย (Suspension polymerization) และแบบอิมัลชัน (Miniemulsion polymerization) ซึ่งมีกลไกการสังเคราะห์เกิดขึ้นภายในหยดมอนอเมอร์ (Monomer droplet) เหมือนกัน พอลิเมอร์แคปซูลที่เตรียมได้จะมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตรและนาโนเมตร ตามลำดับ โดยในงานวิจัยนี้จะทำการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล จึงเลือกใช้กระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย

การสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยกระบวนการแบบแขวนลอย เป็นกระบวนการหนึ่ง ที่นิยมในทางอุตสาหกรรม ในระบบประกอบไปด้วย 2 วัฏภาค คือ วัฏภาคอินทรีย์และวัฏภาคต่อเนื่อง เริ่มต้นโดยผสมมอนอเมอร์ ตัวริเริ่มปฏิกิริยา และสารที่ต้องการหุ้มให้เป็นเนื้อเดียวกัน (วัฏภาคอินทรีย์) นำไปกระจายตัวในสารละลายของสารลดแรงตึงผิวในน้ำ (วัฏภาคต่อเนื่อง) เพื่อเพิ่มความเสถียรสำหรับการแขวนลอย แล้วทำการปั่นเตรียมหยดด้วยอัตราแรงเฉือนสูง จะเกิดการแตกตัวของมอนอเมอร์ออกเป็นหยดแขวนลอยอยู่ในตัวกลาง โดยทั่วไปแล้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของหยดมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นจะอยู่ในช่วงประมาณ 10 - 1,000 ไมโครเมตร ขึ้นอยู่กับความเร็วในการปั่นเตรียมหยด จากนั้นทำการสังเคราะห์ จะได้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ซึ่งเกิดโดยกลไกการแยกวัฏภาคภายใน โดยเมื่อมอนอเมอร์เปลี่ยนไปเป็นพอลิเมอร์ ความเข้ากันได้ของสารที่ต้องการหุ้มกับพอลิเมอร์จะค่อย ๆ ลดลงจนสายโซ่พอลิเมอร์ยาวถึงความยาววิกฤต (Critical chain length) ทำให้พอลิเมอร์ (ที่มีความชอบน้ำมากกว่า) เคลื่อนที่ออกมาด้านนอก กลายเป็นเปลือก ดังภาพที่ 2.11 ในการเตรียมด้วยเทคนิคนี้จะต้องคำนึงถึงค่าแรงตึงระหว่างผิว (Interfacial tension) ของมอนอเมอร์กับน้ำ ซึ่งแรงตึงระหว่างผิวของมอนอเมอร์กับน้ำควรมีค่าน้อยกว่าแรงตึงระหว่างผิวของสารที่ต้องการหุ้มกับน้ำ

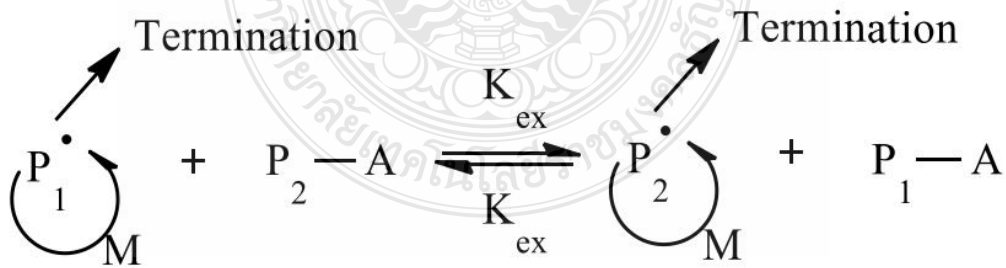


ภาพที่ 2.11 การเอนแคปซูลเลชันด้วยเทคนิคการสังเคราะห์แบบแขวนลอย [46]

2.5 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยกลไกโยกย้ายไอโอดีน (Iodine transfer polymerization)

การสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยกลไกอนุมูลอิสระแบบดั้งเดิม (Conventional free radical polymerization) เป็นกลไกที่ได้รับความนิยมในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ เนื่องจากสามารถใช้ได้กับมอนอเมอร์จำนวนมาก และทนทานต่อสภาวะในการสังเคราะห์ อย่างไรก็ตาม การสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยกลไกดังกล่าวมีข้อจำกัด เช่น ไม่สามารถควบคุมน้ำหนักโมเลกุลและการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลได้ ทำให้ได้พอลิเมอร์ที่มีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลที่กว้าง และไม่สามารถใช้สังเคราะห์พอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างซับซ้อน เช่น บล็อกโคพอลิเมอร์ (Block copolymer) ได้ ในช่วงหลายปีที่ผ่านมาจึงได้มีการพัฒนาการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบอนุมูลอิสระซึ่งสามารถควบคุมการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight distribution; $MWD (M_w/M_n)$) ได้ คือ การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบคอนโทรล/ลิฟวิง แรดิคอล (Controlled/living radical polymerization; CLRP) ซึ่งประกอบไปด้วย 2 เทอมที่สำคัญ คือ การมีชีวิต (Livingness) หมายถึง จำนวนสัดส่วนของสายโซ่พอลิเมอร์ที่สามารถต่อสายโซ่พอลิเมอร์ไปได้เรื่อย ๆ เมื่อมีมอนอเมอร์เหลืออยู่ในระบบต่อสายโซ่พอลิเมอร์ทั้งหมด และการควบคุม (Control) หมายถึง น้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยโดยจำนวน (Number average molecular weight; M_n) ของพอลิเมอร์ จะเพิ่มขึ้นเป็นเส้นตรง และการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลจะลดลงตามการเพิ่มขึ้นของ

เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์ (Percent Conversion) ซึ่งจะแตกต่างกับกลไกแบบดั้งเดิมที่น้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตั้งแต่ช่วงแรก และเกิดการสิ้นสุดของปฏิกิริยาได้ง่ายจึงทำให้การควบคุมน้ำหนักโมเลกุลทำได้ยาก (มีความยาวของสายโซ่แตกต่างกันมาก) ดังนั้น จึงมีการนำเทคนิคการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบคอนโทรล/ลิฟวิ่ง แรดิคอล มาประยุกต์ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลในกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย โดยเฉพาะเทคนิคโยกย้ายไอโอดีน (Iodine transfer polymerization; ITP) ซึ่งมีกลไกแสดงดังภาพที่ 2.12 ซึ่งสามารถควบคุมการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลให้มีการกระจายตัวที่แคบได้ดี โดยใช้สารประกอบไอโอดีนเป็นสารโยกย้ายสายโซ่ (Chain transfer agent) เช่น ไอโอดิฟอร์ม (Iodoform) ซึ่งเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและราคาถูก โดยมีหลักการทำงาน คือ สารโยกย้ายสายโซ่จะแตกตัวเป็นไอโอดีนแรดิคอล ซึ่งมีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นสารโยกย้ายสายโซ่ โดยจะเคลื่อนที่ระหว่างสองสายโซ่ที่มีแรดิคอล (โพลิเมอร์แรดิคอล) ทำให้สายโซ่ที่เกิดขึ้นในหดยมอนอเมอร์จะมีโอกาสน้อยมากที่จะเคลื่อนที่ (Exit) ออกจากหดยมอนอเมอร์เพื่อมาเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันในน้ำ เนื่องจากแรดิคอลจะมีเวลาน้อยมากที่จะอยู่ในรูปอิสระ ($K_{deact} \gg K_{act}$) โดยจะถูกสารโยกย้ายสายโซ่จับไว้ การเกิดอนุภาคใหม่ (Secondary particle) ในวิภูภาคต่อเนื่องจึงลดลงในขณะที่ความแข็งแรงของเปลือกพอลิเมอร์แคปซูลจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากทุกสายโซ่พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์โดยกลไกโยกย้ายไอโอดีน จะมีความยาวใกล้เคียงกัน การจัดเรียงตัวของสายโซ่จึงมีความเป็นระเบียบสูงซึ่งแตกต่างจากการสังเคราะห์โดยทั่วไปที่ความยาวสายโซ่แตกต่างกันเมื่อเรียงตัวเกิดเป็นเปลือกพอลิเมอร์จะมีช่องว่างอยู่ภายในทำให้มีความแข็งแรงน้อย



ภาพที่ 2.12 กลไกการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบโยกย้ายไอโอดีน

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื่องจากประเทศไทยเป็นประเทศที่อยู่ในเขตภูมิภาคเขตร้อน จำเป็นต้องใช้พลังงานจำนวนมากในการลดความร้อนในอาคารที่พักอาศัยด้วยการใช้เครื่องปรับอากาศซึ่งเป็นปัญหาหลักของประเทศ เนื่องจากปริมาณการใช้พลังงานไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นมาก โดยรังสีอินฟราเรดเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้ความร้อนเพิ่มขึ้นบนโลก ซึ่งรังสีดังกล่าวส่วนหนึ่งจะถูกดูดกลืนด้วยวัสดุบนผิวโลกกลายเป็นความร้อนสะสมและอีกส่วนหนึ่งจะถูกสะท้อนขึ้นไปยังชั้นบรรยากาศนอกโลก ในกรณีส่วนที่ดูดกลืนไว้ในวัสดุบนโลกนั้น เมื่อสภาพอากาศรอบ ๆ วัสดุที่ดูดกลืนรังสีอินฟราเรดมีอุณหภูมิลดลง ความร้อนที่สะสมในวัสดุเหล่านั้นจะถูกปล่อยออกมาทำให้โลกร้อนขึ้น ในกรณีของผนังที่เป็นกระจกใสและแสงผ่านได้ รังสีอินฟราเรดสามารถส่องผ่านทางกระจก ทำให้อุณหภูมิภายในสูงขึ้น จึงมีการศึกษาการเตรียมอนุภาคโลหะออกไซด์ชนิดต่าง ๆ เพื่อสะท้อนรังสีอินฟราเรดในรูปแบบต่าง ๆ

Jaechol Yun และ Yangdo Kim [59] ได้ศึกษาการเตรียมอนุภาคนาโนไอรอนอะลูมิเนียมเตต (FeAl₂O₄) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบสปิเนล โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการสเปรย์ไพโรไลซิส อนุภาคกลางไอรอนอะลูมิเนียมเตต ถูกสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ที่อัตรา 40 ลิตรต่อนาที ในบรรยากาศ 5% H₂/Ar ต่อจากนั้น สังเคราะห์อนุภาคนาโนไอรอนอะลูมิเนียมเตตจากอนุภาคกลางไอรอนอะลูมิเนียมเตตโดยใช้กระบวนการบดแบบเปียก หลังจากบดเป็นเวลา 60 นาที นำไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พบว่าอนุภาคไอรอนอะลูมิเนียมเตตมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 50 นาโนเมตร

Yu Zhang และคณะ [60] ได้ทำการศึกษาการใช้สไตรีน-บิวทิลอะครีเลตกักเก็บโคบอลต์อะลูมิเนียมเตต (CoAl₂O₄) และใช้สารควบคุมประจุ (CCA) ทำการศึกษาหมู่ฟังก์ชันของสารที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น โดยฟลูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) และศึกษาคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส (Thermogravimetric analysis; TGA) ผลการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และศึกษาขนาดอนุภาค พบว่าอนุภาคคอมโพสิตนั้นมีความสม่ำเสมอ ขนาดอนุภาคเล็กและกระจายของขนาดอนุภาคต่ำ จากนั้น ศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลโดยที่ความเร็วในการปั่น 400 รอบต่อนาที ปริมาณของ PVA CoAl₂O₄ และ CCA เท่ากับ 1.0, 1.5 และ 0.05 กรัม ตามลำดับ อนุภาคที่เกิดขึ้นและค่าการกระจายของอนุภาคเมตส์ ค่าสีฟ้า (b*) และความอึมตัวของสี (C*) ของอนุภาคคอมโพสิตเพิ่มขึ้นตามปริมาณโคบอลต์อะลูมิเนียมเตต เมื่อปริมาณของโคบอลต์อะลูมิเนียมเตตเป็น 1.5 กรัม ได้ประสิทธิภาพของสีที่ดีที่สุด นอกจากนี้ ตัวอย่างคอมโพสิตที่ผ่านการเผา (ที่ 1,000 องศาเซลเซียส) นั้นดีกว่าตัวอย่างก่อนการเผา และคล้ายกับโคบอลต์อะลูมิเนียมเตตก่อนการหุ้ม

Hsien-Tang Chiu และคณะ [61] ได้ทำการศึกษาการเตรียมอนุภาคนาโนแขวนลอยของเม็ดสีอินทรีย์ โดยวิธีการบดเม็ดสีที่แตกต่างกัน เพื่อศึกษาวิธีที่เหมาะสมในการบดเม็ดสี ศึกษาลักษณะอนุภาคเม็ดสี (ขนาดอนุภาค ความเร็วการตกตะกอน และความเสถียร) โดยเทคนิคการปั่นแยกวิเคราะห์ โดยอนุภาคนาโนแขวนลอยของเม็ดสีอินทรีย์ที่เตรียมได้ เมื่อนำไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy; SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM) พบว่า เกิดการรวมตัวของขนาดอนุภาคสูงและการกระจายตัวของอนุภาคเม็ดสีต่ำที่เวลาการบดเม็ดสีต่ำ หลังจากนั้น นำอนุภาคนาโนแขวนลอยของเม็ดสีอินทรีย์ไปใช้ในการผลิตตัวกรองแสงสีน้ำเงินบนจอ LCD พบว่า ประสิทธิภาพการกรองแสงสีน้ำเงินสูงถึง 85.46 เปอร์เซ็นต์

Ekin Karakaya และคณะ [62] ได้ทำการศึกษาพอลิเมอร์แบบกึ่งกลางที่มีเม็ดสีทึบแสงชนิดใหม่โดยสังเคราะห์ผ่านกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอยของอิมัลชันแบบ "น้ำในน้ำมันในน้ำ" โดยใช้เมทิลเมทาคริเลตและเอทิลีนไกลคอลไดเมทาคริเลต โดยศึกษาผลกระทบของสารลดแรงตึงผิวในลักษณะของสัดส่วนระหว่างส่วนที่ชอบน้ำกับส่วนที่ชอบน้ำมัน (Hydrophilic-lipophilic balance; HBL) ต่อความเสถียรของอิมัลชันน้ำในน้ำมัน และศึกษาขนาดหยดน้ำ โดยเปรียบเทียบระหว่างสารลดแรงตึงผิว Span 80 และ Tween 80 ที่ค่า HLB เท่ากับ 8 โดยที่อัตราส่วนมอนอเมอร์ต่อสารลดแรงตึงผิวต่อ น้ำ ที่ 75.59 ต่อ 9.4 ต่อ 15.1 พบว่ามีการกระจายตัวของขนาดที่ต้องการ โดยศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวและโครงสร้างกลางของเม็ดสีพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และตรวจสอบสี $L^* a^* b$ และความเงาของเม็ดสีพอลิเมอร์ พบว่า มีค่าความทึบแสงมากถึง 97.3 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตรของแข็ง 50 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรในเรซิน นอกจากนี้ เม็ดสีมีค่าความมันวาวต่ำและสามารถทำฟิล์มเคลือบได้

อย่างไรก็ตาม จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา ยังไม่พบการศึกษาประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेट ซึ่งเป็นอนุภาคโลหะออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบสปิเนล และมีค่าดัชนีการหักเหสูง ซึ่งน่าจะมีประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดที่ดี ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นการพัฒนาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटสำหรับสะท้อนรังสีอินฟราเรด โดยจะใช้เทคนิคการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอยด้วยกลไกโยกย้ายไอโอดีนในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล โดยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ได้จะมีความเสถียรสูง กระจายตัวในน้ำได้ดี และสามารถนำไปใช้เป็นสเปรย์เคลือบลงบนผิววัสดุหรือภาชนะได้โดยตรง หากประสบผลสำเร็จไม่เพียงแต่จะสะดวกต่อการเคลือบ แต่ยังรวมถึงสามารถเคลือบกับภาชนะได้หลากหลาย ทั้งผ้า แก้ว และพลาสติก ได้อย่างทนทาน ซึ่งจะเพิ่มประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดในวัสดุหรือภาชนะต่าง ๆ เหล่านี้ได้



บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

สารเคมี	เกรด	ยี่ห้อ
1. ไอรอน (III) ออกไซด์ (Iron (III) oxide; Fe_2O_3)	Technical grade	Sigma-Aldrich
2. อะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminum oxide; Al_2O_3)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich
3. กรดโอเลอิก (Oleic acid; OA)	Technical grade 90%	Sigma-Aldrich
4. โทลูอีน (Toluene)	Analytical reagent	RCI Labscan
5. เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide; BPO)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich
6. เมทิลเมทาคริเลต (Methyl methacrylate; MMA)	Purity 99%	Sigma-Aldrich
7. บิวทิลอะคริเลต (Butyl acrylate; BA)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich
8. ไดไวนิลเบนซีน (Divinylbenzene; DVB)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich
9. เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (Ethylene glycol dimethacrylate; EGDMA)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich
10. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen gas; N_2)	Purity 99.99%	Praxair

สารเคมี	เกรด	ยี่ห้อ
11. ไฮโดรควิโนน (Hydroquinone)	Reagent Plus 99%	Sigma-Aldrich
12. ไอโอดิฟอร์ม (Iodoform; CHI ₃)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich

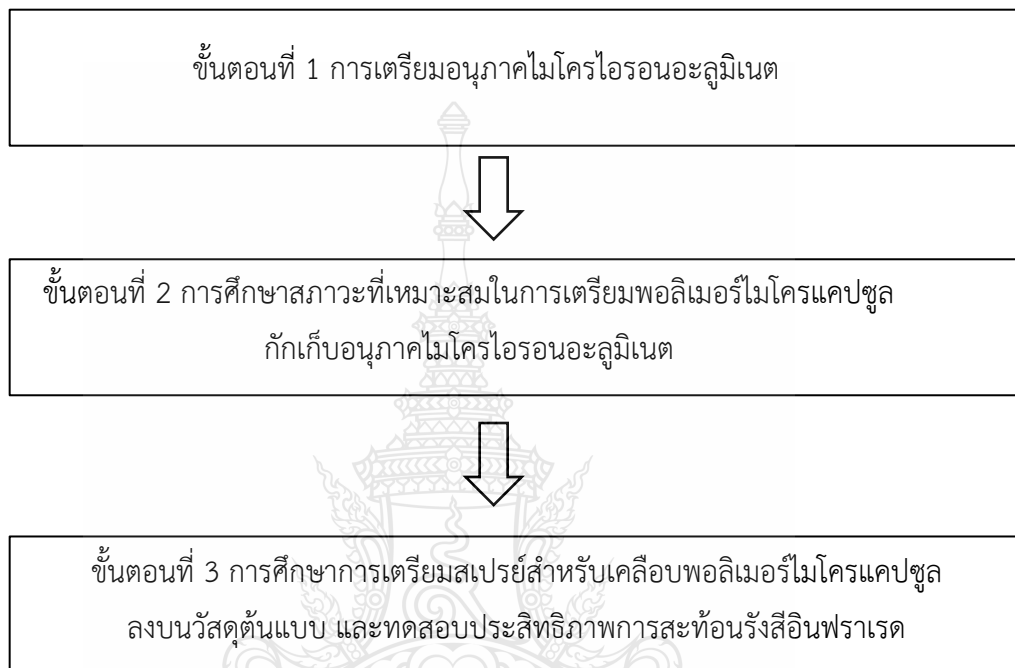
3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

เครื่องมือและอุปกรณ์	รุ่น	ยี่ห้อ
1. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Analytical Balance)	SI-234	DENVER INSRUMENT
2. เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)	Speinette centrifuge	IEC
3. เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)	Delsa™ Nano C	Beckman Coulter
4. เตาเผาความร้อนสูง (Furnace)	Muffle Furnace	GALLENKAMP
5. เครื่องคลื่นความถี่สูง (Ultrasonicator)	VCX 130 PB	Vibra-cell
6. เครื่องกวนแม่เหล็กแบบใช้ความร้อน (Hot plate stirrer)	C-MAG HS7	IKA
7. เครื่องผสมสาร (Vortex mixer)	VORTEX GENIE 2	Scientific Industries
8. ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter; DSC)	DSC 4000	Perkin Elmer

เครื่องมือและอุปกรณ์	รุ่น	ยี่ห้อ
9. เเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer; TGA)	TGA 4000	Perkin Elmer
10. กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical Microscope; OM)	SK-100EB & SK-100ET	Seek
11. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	JSM 6510	JEOL
12. โฮโมจีไนเซอร์ (Homogenizer)	T 25 digital UL TRA TURR	IKA
13. ตู้อบลมร้อน (Hot air oven)	UNB 400	Memmert
14. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปคโตรมิเตอร์ (FT-IR Spectrophotometer)	NICOLET iS5	Thermo
15. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-Ray Diffractometer; XRD)	SmartLab	Rigaku
16. เครื่องบดแบบตั้งโต๊ะ (Ring Mill)	Bench Top Ring Mill	ROCKLABS
17. เครื่องบอลมิลล์ (ball mill)	-	-

3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

การดำเนินงานวิจัยแบ่งเป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้

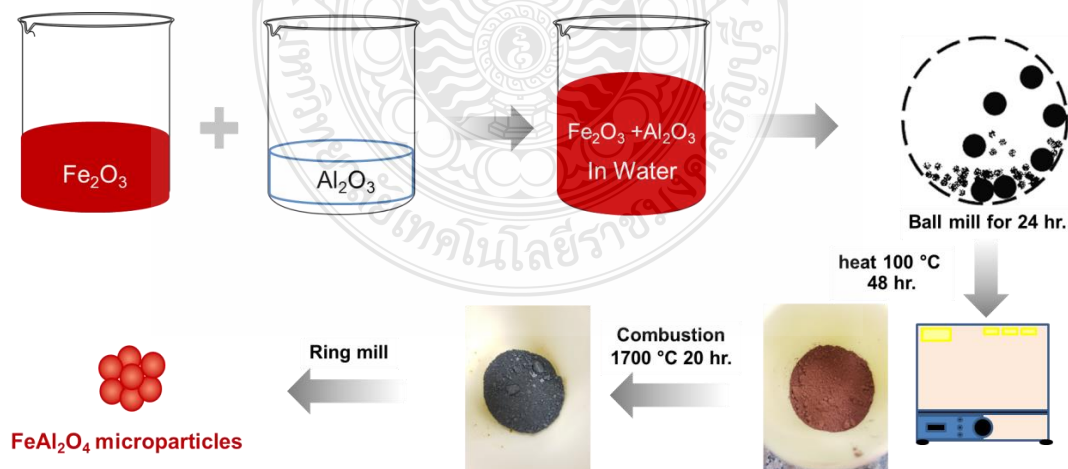


3.3 การทดลอง

3.3.1 การเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेट

ในขั้นตอนแรกเป็นการเตรียมผงโลหะออกไซด์ไอรอนอะลูมินेट ด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) [63] โดยการละลายอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminum oxide; Al_2O_3) ที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 500 นาโนเมตร ผสมกับเหล็กออกไซด์ (Iron oxide; Fe_2O_3) ที่มีขนาดอนุภาค 300 นาโนเมตร ในน้ำ โดยมีอัตราส่วนโมลของอะลูมิเนียมออกไซด์ และเหล็กออกไซด์ เท่ากับ 2 ต่อ 1 ดังสถานะในตารางที่ 3.1 โดยใช้การผสมแบบเปียกใน ball mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้น อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง แล้วนำไปเผา (Combustion) ที่อุณหภูมิ 1,700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง นำผงที่ได้จากการเผาไปบดด้วย ring mill ให้มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 400-3,000 นาโนเมตร จะได้ลักษณะผงสีน้ำตาลของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेट (การเตรียมแสดงดังภาพที่ 3.1)

จากนั้น ทำการศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของอนุภาคที่เตรียมได้ เช่น ตรวจวัดขนาดของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer) ตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) และการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของสารประกอบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) เป็นต้น



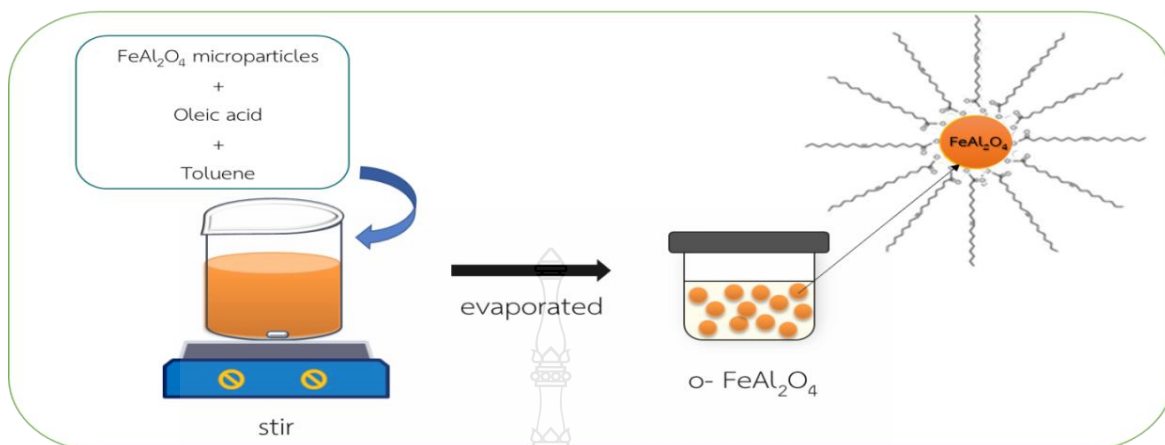
ภาพที่ 3.1 แผนภาพการเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेट

ตารางที่ 3.1 สภาวะการเตรียมอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม

Chemicals		
Fe ₂ O ₃	g (mol)	43.92 (0.28)
Al ₂ O ₄	g (mol)	56.08 (0.55)
Water	ml	200.00

เนื่องจากการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลหุ้มอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์แบบแขวนลอย โดยจำเป็นต้องกระจายอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมในมอนอเมอร์ แต่เนื่องจากอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเป็นสารอนินทรีย์จึงยากที่จะกระจายตัวอยู่ในสารละลายอินทรีย์ได้ จึงจำเป็นที่จะต้องปรับสภาพพื้นผิวของอนุภาคโดยการเคลือบอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีค่า Hydrophilic-lipophilic balance (HLB) ต่ำกว่า 6 เช่น กรดลิโนเลอิก (Linoleic acid) และกรดโอเลอิก (Oleic acid; OA) เป็นต้น เพื่อเพิ่มความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobicity) ก่อนจะนำไปใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล โดยมีรายละเอียดขั้นตอนการทดลอง ดังนี้

ในขั้นตอนนี้จะทำการศึกษาการเคลือบอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่ำ ๆ ซึ่งในการทดลองนี้ได้เลือกใช้กรดโอเลอิก โดยนำมาละลายในโทลูอีน จากนั้นนำอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่เตรียมได้มาเติมลงในสารละลายกรดโอเลอิก โดยจะทำการศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ขนาดอนุภาคต่าง ๆ ต่อกรดโอเลอิกทั้งหมด 3 อัตราส่วน คือ 1 ต่อ 1, 1 ต่อ 2 และ 1 ต่อ 4 นำมาผสมให้เข้ากันโดยใช้เครื่องปั่นกวน หลังจากนั้น นำสารละลายที่ได้ไประเหยโทลูอีนออกจนหมด จะได้เป็นอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิก (การเตรียมแสดงดังภาพที่ 3.2) จากนั้น จะศึกษาพาร์ทิชันนิง (Partitioning) ของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่อัตราส่วนต่าง ๆ เพื่อศึกษาปริมาณกรดโอเลอิกที่เหมาะสมที่สามารถเคลือบอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมให้มีความไม่ชอบน้ำเพียงพอ ดังตารางที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 แผนภาพการเคลือบอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์เหล็กด้วยกรดโอเลอิก

ตารางที่ 3.2 การศึกษาพาร์ทิชันนิง (Partitioning) ของอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์เหล็กที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วนต่าง ๆ

Chemicals		FeAl ₂ O ₄ : Oleic acid			
		1: 0	1: 1	1: 2	1: 4
MMA	g	0.25	0.25	0.25	0.25
FeAl ₂ O ₄ ^a	g	0.25	0.25	0.25	0.25
Oleic acid	g	0.00	0.25	0.50	1.00
Toluene	g	0.25	0.25	0.25	0.25
H ₂ O	g	4.50	4.50	4.50	4.50

^a ขนาดอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์เหล็ก (ไมโครเมตร): 8 7 และ 4

จากนั้น ทำการศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเนตสูงสุดที่กระจายตัวในชั้นน้ำมันได้ โดยขั้นตอนนี้จะทำการศึกษาพาร์ทิชันนิ่งของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเนตในระหว่างชั้นน้ำมันกับชั้นน้ำก่อนที่จะทำการสังเคราะห์ โดยนำอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเนตที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่ได้จากการทดลองข้างต้น โดยเลือกสภาวะที่ขนาดอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเนต 4 ไมโครเมตร และอัตราส่วนอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเนตต่อกรดโอเลอิกเป็น 1 ต่อ 1 และ 1 ต่อ 2 มาศึกษา โดยนำมาผสมกับชั้นน้ำมัน แล้วเติมลงในชั้นน้ำ ทำการปั่นเป็นเวลา 5 นาที แล้วทิ้งไว้ให้เกิดการแยกชั้น โดยจะทำการศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเนต ที่สามารถกระจายตัวอยู่ในชั้นน้ำมันได้มากที่สุดที่ปริมาณ 30 - 45 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 สภาวะในการศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเนตในชั้นน้ำมัน

Chemicals		o-FeAl ₂ O ₄ (%wt)			
		30	35	40	45
MMA	g	0.25	0.25	0.25	0.25
o-FeAl ₂ O ₄ ^a	g	0.08	0.09	0.10	0.11
Toluene	g	0.25	0.25	0.25	0.25
H ₂ O	g	4.43	4.43	4.43	4.43

^aFeAl₂O₄: Oleic acid = 1: 1 และ 1: 2

3.3.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินต

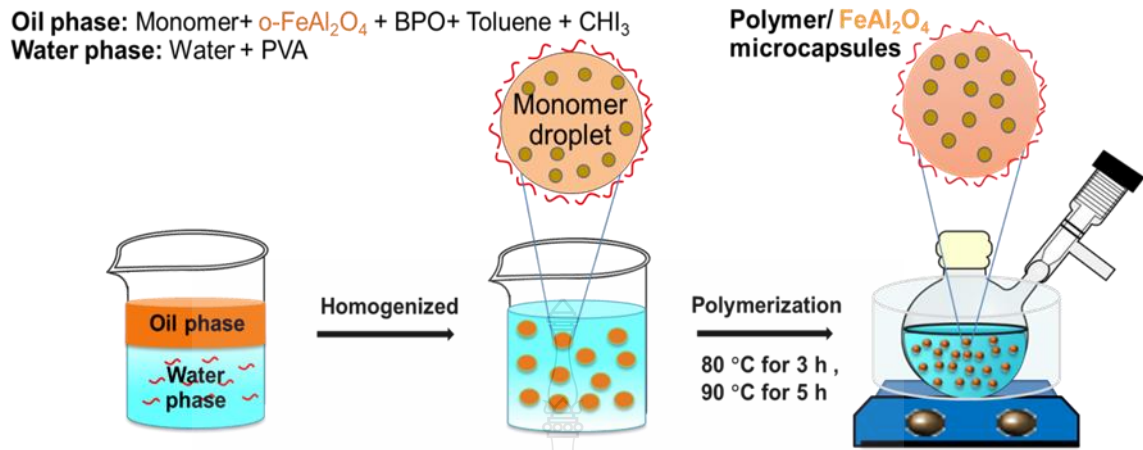
3.3.2.1 การเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์

ในเบื้องต้นได้ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย เริ่มต้นโดยการผสมมอนอเมอร์ สารโกลกัยออยล์ไอโอดีน (ไอโอดิฟอร์ม) และตัวริเริ่มปฏิกิริยาเบนโซิลเปอร์ออกไซด์ให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้น ผสมลงในชั้นน้ำที่มีพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารลดแรงตึงผิวละลายอยู่ที่ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แล้วทำการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ด้วยแรงเฉือนสูงในอัตราการบิน 5,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที จะได้สารแขวนลอยของหยดมอนอเมอร์ เทสารแขวนลอยของหยดมอนอเมอร์ที่ได้ลงในขวดก้นกลมแล้วทำให้อยู่ในระบบสุญญากาศโดยการเป่าแก๊สไนโตรเจนสลับกับการดูดด้วยปั๊มประมาณ 5 ครั้ง จากนั้น ทำการสังเคราะห์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสใน 3 ชั่วโมงแรก และเพิ่มอุณหภูมิเป็น 90 องศาเซลเซียส จนครบ 8 ชั่วโมง เมื่อครบเวลา ให้หยุดสารละลายไฮโดรควิโนน 3 หยด แล้วเขย่าเพื่อหยุดปฏิกิริยา จากนั้น เก็บอนุภาคที่เตรียมได้ไว้ที่อุณหภูมิห้อง ก่อนนำไปศึกษาสมบัติต่าง ๆ ต่อไป

3.3.2.2 การสังเคราะห์พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินต

เมื่อได้อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินตที่กระจายตัวอยู่ในชั้นน้ำมันได้ดีแล้วจะนำมาใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินตด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยด้วยกลไกโกลกัยออยล์ไอโอดีน โดยใช้สภาวะเบื้องต้นจากขั้นตอน 3.3.2.1

โดยเริ่มต้นจะทำการผสมมอนอเมอร์ ไอโอดิฟอร์ม และเบนโซิลเปอร์ออกไซด์ให้เป็นเนื้อเดียวกันแล้วเติมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินตที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกกระจายตัวในโทลูอีนลงไป นำไปอัลตราโซนิก ที่ 30 เปอร์เซ็นต์ แอมพลิจูด เป็นเวลา 2 นาที เพื่อให้อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินตกระจายตัวได้ดีในชั้นน้ำมัน จากนั้น เทผสมลงในชั้นน้ำที่มีพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นำไปปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ และนำไปสังเคราะห์เช่นเดียวกับขั้นตอนการเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์ (3.3.2.1) จะได้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินตกระจายตัวอยู่ภายใน ดังภาพที่ 3.3 โดยในขั้นตอนนี้จะทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ดังนี้



ภาพที่ 3.3 แผนภาพการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยด้วยกลไกอนุภาคลิสาระแบบโยกย้ายไอโอดีน

1) อัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์

เนื่องจากอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่เตรียมได้มีขนาดค่อนข้างใหญ่ การที่จะหุ้มอนุภาคดังกล่าวได้ดี จะต้องมีความหนาของหยดมอนอเมอร์ที่เหมาะสม ดังนั้น ในขั้นตอนนี้จะศึกษาผลของอัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ต่อขนาดของหยดมอนอเมอร์และอนุภาคพอลิเมอร์ที่ได้ เพื่อให้สามารถหุ้มและกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटได้มากที่สุด โดยศึกษาผลของอัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ที่อัตราการปั่น 5,000 2,500 1,000 500 และ 250 รอบต่อนาที โดยมีสภาวะดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 สภาวะในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินิตที่อัตราการปั่นต่าง ๆ ^a

Chemicals		
MMA	g	5.00
FeAl ₂ O ₄	g	1.50
BPO	g	0.40
CHI ₃	g	0.06
Toluene	g	2.50
PVA	g	0.45
Water	g	45.00

^a อัตราการปั่น 5,000 2,500 1,000 500 และ 250 รอบต่อนาที

2) อัตราส่วนของมอนอเมอร์

ในขั้นตอนนี้จะศึกษาอัตราส่วนของมอนอเมอร์สองชนิด คือ เมทิลเมทาคริเลต และบิวทิลอะคริเลต ที่มีผลต่อรูปร่าง ลักษณะสัณฐานวิทยา และความสามารถในการเคลือบติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล โดยจะศึกษาอัตราส่วนระหว่างเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต ที่อัตราส่วน 50: 50, 70: 30 และ 90: 10 เปรี่เซ็นต์โดยน้ำหนัก ดังสภาวะในตารางที่ 3.5

3) ชนิดและปริมาณของมอนอเมอร์เชื่อมร่างแห

เพื่อเพิ่มความแข็งแรงแก่เปลือกแคปซูล จึงจะเติมมอนอเมอร์เชื่อมร่างแหลงไป โดยจะทำการศึกษาการใช้มอนอเมอร์เชื่อมร่างแหสองชนิด คือ ไดไวนิลเบนซีน (DVB) และเอทิลีนไกลคอล ไดเมทาคริเลต (EGDMA) ที่อัตราส่วนเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อมอนอเมอร์เชื่อมร่างแหที่ 40: 40: 20, 35: 35: 30, 30: 30: 40 และ 25: 25: 50 เปรี่เซ็นต์โดยน้ำหนัก ดังสภาวะในตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สภาวะในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยด้วยกลไกโยกย้ายไอโอดีน

Chemicals		Sample							
		1	2	3	4	5	6	7	
Oil	MMA	g	2.50	3.50	4.50	2.00	1.75	1.50	1.25
	BA	g	2.50	1.50	0.50	2.00	1.75	1.50	1.25
	FeAl ₂ O ₄	g	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50
	Toluene	g	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50
	Crosslinked comonomer ^a	g	-	-	-	1.00	1.50	2.00	2.50
	BPO	g	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
	CHI ₃	g	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06	0.06
Water	PVA	g	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45
	Water	g	45.00	45.00	45.00	45.00	45.00	45.00	45.00

^a ไตไวนิลเบนซีน (DVB) และ เอทีลิน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (EGDMA)

3.3.3 การทดสอบสมบัติและลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล

3.3.3.1 การทดสอบสมบัติของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม

ก่อนที่จะนำอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมไปใช้ในการเตรียมไมโครแคปซูลจะทำการทดสอบสมบัติเบื้องต้น ดังนี้

- 1) ขนาดของอนุภาค โดยการนำอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมไปกระจายตัวในน้ำ และทดสอบด้วยเครื่องวัดขนาดของอนุภาค
- 2) ลักษณะสัณฐานวิทยา โดยการนำอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)
- 3) โครงสร้างผลึกของสารประกอบ โดยการนำอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

4) การสะท้อนรังสีอินฟราเรด โดยการนำอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ (Fiber optic spectrometer; AVANTES Avalight-DHS; Detector AvaSpec-2048L) ตามมาตรฐาน ASTM E903

3.3.3.2 การทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม

1) การหาเปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนไปเป็นพอลิเมอร์ (% Conversion) ด้วยเทคนิคการชั่งน้ำหนัก

ทำการชั่งสารแขวนลอยของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมหลังสังเคราะห์ประมาณ 1.50 กรัม (บันทึกน้ำหนักที่แน่นอน) แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักและอบต่อน้ำหนักคงที่ จากนั้น บันทึกน้ำหนักหลังอบ สุดท้ายชั่งน้ำหนักก่อนอบและหลังอบมาคำนวณหาปริมาณของพอลิเมอร์ที่เกิดขึ้นโดยใช้สมการ ดังนี้

$$\% \text{ Conversion} = \frac{W_t - (W_{\text{CHI}_3} + W_{\text{PVA}} + W_{\text{FeAl}_2\text{O}_4} + W_{\text{BPO}} + W_{\text{OA}})}{W_m} \times 100$$

เมื่อ	W_t	คือ น้ำหนักพอลิเมอร์สุทธิ (ก่อนอบ - หลังอบ)
	W_{CHI_3}	คือ น้ำหนักไอโอดีนฟอร์ม
	W_{PVA}	คือ น้ำหนักพอลิไวนิลแอลกอฮอล์
	$W_{\text{FeAl}_2\text{O}_4}$	คือ น้ำหนักอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม
	W_{BPO}	คือ น้ำหนักตัวริเริ่มปฏิกิริยา
	W_{OA}	คือ น้ำหนักกรดโอเลอิก
	W_m	คือ น้ำหนักมอนอเมอร์

2) การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา

นำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ไปศึกษารูปร่างและลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical microscope; OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) โดยการเตรียมตัวอย่างของกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง จะทำได้โดยการหยดสารแขวนลอยของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลทั้งก่อนและหลังการสังเคราะห์ 1 หยดลงบนแผ่นสไลด์ จากนั้น ปิดด้วยกระจกปิดสไลด์และนำไปตรวจวัดด้วยกำลังขยายที่เหมาะสม ในกรณีของการเตรียมตัวอย่างของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ทำได้โดยการนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ไปทำให้แห้ง และนำเข้าสู่อบสุญญากาศเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำผงที่ได้ไปโรยลงบนแผ่นคาร์บอนเทปที่ติดอยู่บนแท่นวางตัวอย่าง (Stub) และทำการเคลือบพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยทองคำ จากนั้น นำไปตรวจวัดด้วยกำลังขยายที่เหมาะสม

3) การศึกษาเปอร์เซ็นต์การบรรจุและเปอร์เซ็นต์การกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล

ทำการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์การบรรจุของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล (% Loading experiment; %L_{expt}) โดยการนำผงพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลประมาณ 1.0 กรัม ไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ชั่งน้ำหนักและบันทึกน้ำหนักที่แน่นอน (W_{cap}) จากนั้น นำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที เพื่อกำจัดพอลิเมอร์ออก นำมาชั่งน้ำหนักและบันทึกน้ำหนักที่แน่นอนของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม (W_{FeAl2O4}) จากนั้น นำน้ำหนักที่เหลือหลังการเผาไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การบรรจุ เปรียบเทียบกับเปอร์เซ็นต์การบรรจุทางทฤษฎี (% Loading theory; %L_{th}) ซึ่งสามารถคำนวณได้จากสมการ ดังนี้

$$\%L_{\text{expt}} = \frac{W_{\text{FeAl2O4}}}{W_{\text{cap}}} \times 100$$

$$\%L_{th} = \frac{W_{FeAl2O4}}{W_{FeAl2O4} + \left(\frac{W_m \times (\%conversion - \%free\ polymer\ particle)}{100} \right)} \times 100$$

เมื่อ $W_{FeAl2O4}$ คือ น้ำหนักของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม
 W_m คือ น้ำหนักมอนอเมอร์จากสภาวะการทดลอง

ส่วนประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล คำนวณได้ดังสมการ

$$\%E = \frac{\%L_{expt}}{\%L_{th}} \times 100$$

4) การหาปริมาณและขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในวัฏภาคต่อเนื่อง นำสารแขวนลอยที่ได้หลังจากการสังเคราะห์ไปทำการปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge) ที่อัตราเร็ว 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที สารแขวนลอยจะเกิดการแยกชั้นระหว่างพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกับอนุภาคพอลิเมอร์อิสระ นำชั้นบนที่มีอนุภาคพอลิเมอร์อิสระไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ชั่งน้ำหนักและอบต่อจนน้ำหนักคงที่ จากนั้น คำนวณหาปริมาณอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในวัฏภาคต่อเนื่อง (%Free polymer particle; %F_p) ได้ดังสมการ

$$\%F_p = \frac{W_{Fp}}{\left(\frac{W_m \times \%conversion}{100} \right)} \times 100$$

เมื่อ W_{Fp} คือ น้ำหนักอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในวัฏภาคต่อเนื่องที่เหลือหลังการอบ
 W_m คือ น้ำหนักมอนอเมอร์จากสภาวะการทดลอง

และทำการวัดขนาดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค

5) อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล
ทำการวิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว ซึ่งจะมีผลต่อ
ประสิทธิภาพในการเคลือบติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริ
มิเตอร์ (Differential scanning calorimeter; DSC) โดยมีสภาวะดังนี้

อุณหภูมิการวิเคราะห์ -60 ถึง 90 องศาเซลเซียส
อัตราการสแกน 10 องศาเซลเซียส/นาที
บรรยากาศ แก๊สไนโตรเจน

6) ประสิทธิภาพการเคลือบติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล
เมื่อได้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลก็เก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินตแล้ว จะ
ศึกษาการเคลือบลงบนวัสดุต้นแบบ โดยมีขั้นตอนดังนี้

นำสารแขวนลอยของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้มาใช้เคลือบลงบนวัสดุ
ต้นแบบ คือ กระจก (Glass) และแผ่นโลหะ (Metal sheet) ขนาด 6.25 ตารางเซนติเมตร โดยใช้พอลิ
เมอร์ไมโครแคปซูลน้ำหนัก 0.05 กรัม ด้วยการเตรียมเป็นสเปรย์ฉีดพ่นลงบนวัสดุ ทำให้แห้งเพื่อให้พอลิ
เมอร์ไมโครแคปซูลยึดติดกับวัสดุ จากนั้นนำวัสดุต้นแบบที่ถูกเคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลไปตรวจดู
ลักษณะการเคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง
ทำการศึกษาสมบัติของวัสดุต้นแบบหลังการเคลือบ คือ เปอร์เซ็นต์การเคลือบติด (% Add on) ด้วยการ
ชั่งน้ำหนัก ดังสมการ

$$\% \text{ Add on} = \left(\frac{A}{B} \right) \times 100$$

เมื่อ A คือ น้ำหนักพอลิเมอร์แคปซูลที่เคลือบบนวัสดุต้นแบบ (g)
B คือ น้ำหนักวัสดุต้นแบบหลังเคลือบ (g)

7) การศึกษาประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดในวัสดุต้นแบบ

เมื่อได้กระจกและเมทัลชีทที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมแล้ว ในขั้นตอนสุดท้ายจะศึกษาการการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของกระจกและเมทัลชีทก่อนและหลังการเคลือบ ด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ (Fiber optic spectrometer; AVANTES Avalight-DHS; Detector AvaSpec-2048L) ตามมาตรฐาน ASTM E903 และศึกษาการสะท้อนความร้อน โดยการนำอนุภาคไอรอนอะลูมิเนียมวางบนแผ่นกระจก แล้วติดเทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) มาวางให้ห่างจากโคมไฟ (200 W) ประมาณ 5 เซนติเมตร โดยใช้ก้อนอิฐมาวางเป็นฐานทั้งสองข้างและให้ก้อนอิฐมีระยะห่างกันประมาณ 5 เซนติเมตร จากนั้น เริ่มทำการบันทึกข้อมูลโดยใช้เครื่อง Data Logger เป็นเวลาทั้งหมด 7 ชั่วโมง พร้อมกันทั้งหมด 5 แผ่น แล้วบันทึกผล

วิธีการเก็บรวบรวมข้อมูล

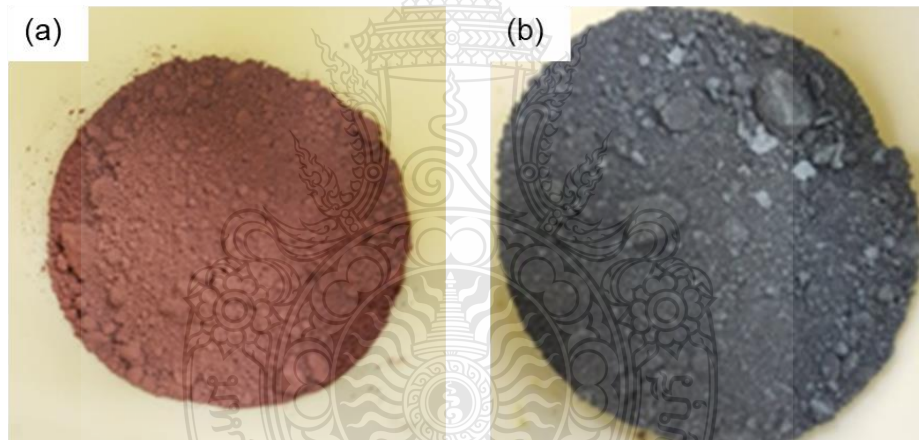
ทำการตรวจสอบความแตกต่างของอุณหภูมิ โดยใช้ Data Logger ในการบันทึกผลการทดลอง ซึ่งเครื่องมือนี้สามารถแปลงกระแสไฟฟ้าให้เป็นอุณหภูมิที่มีหน่วยเป็นองศาเซลเซียสได้ แล้วบันทึกข้อมูลดังกล่าวเก็บไว้ โดยในการวัดจะต้องเชื่อมต่อ Data Logger เข้ากับเทอร์โมคัปเปิล ซึ่งเทอร์โมคัปเปิลนั้นติดตั้งอยู่ที่แผ่นตัวอย่างที่ต้องการจะตรวจสอบ ทำให้ได้ข้อมูลตัวเลขเป็นหน่วยองศาเซลเซียส และนำข้อมูลที่ได้มาพล็อตกราฟเพื่อดูความแตกต่างของอุณหภูมิระหว่างผิวด้านบนและผิวด้านล่างโดยใช้โปรแกรม Microsoft Excel

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

4.1 การเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेट

ในขั้นตอนแรกจะทำการสังเคราะห์อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็ง [63] โดยใช้อะลูมิเนียมออกไซด์ และเหล็กออกไซด์ ที่อัตราส่วนโมล 2 ต่อ 1 เป็นสารตั้งต้น โดยจะนำสารทั้งสองตัวมาผสมแบบเปียก แล้วนำมาอบจะได้ของแข็งลักษณะสีแดง (ภาพที่ 4.1 (a)) จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง เกิดเป็นของแข็งลักษณะสีเทา (ภาพที่ 4.1(b)) ทำการศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่เตรียมได้ ดังนี้

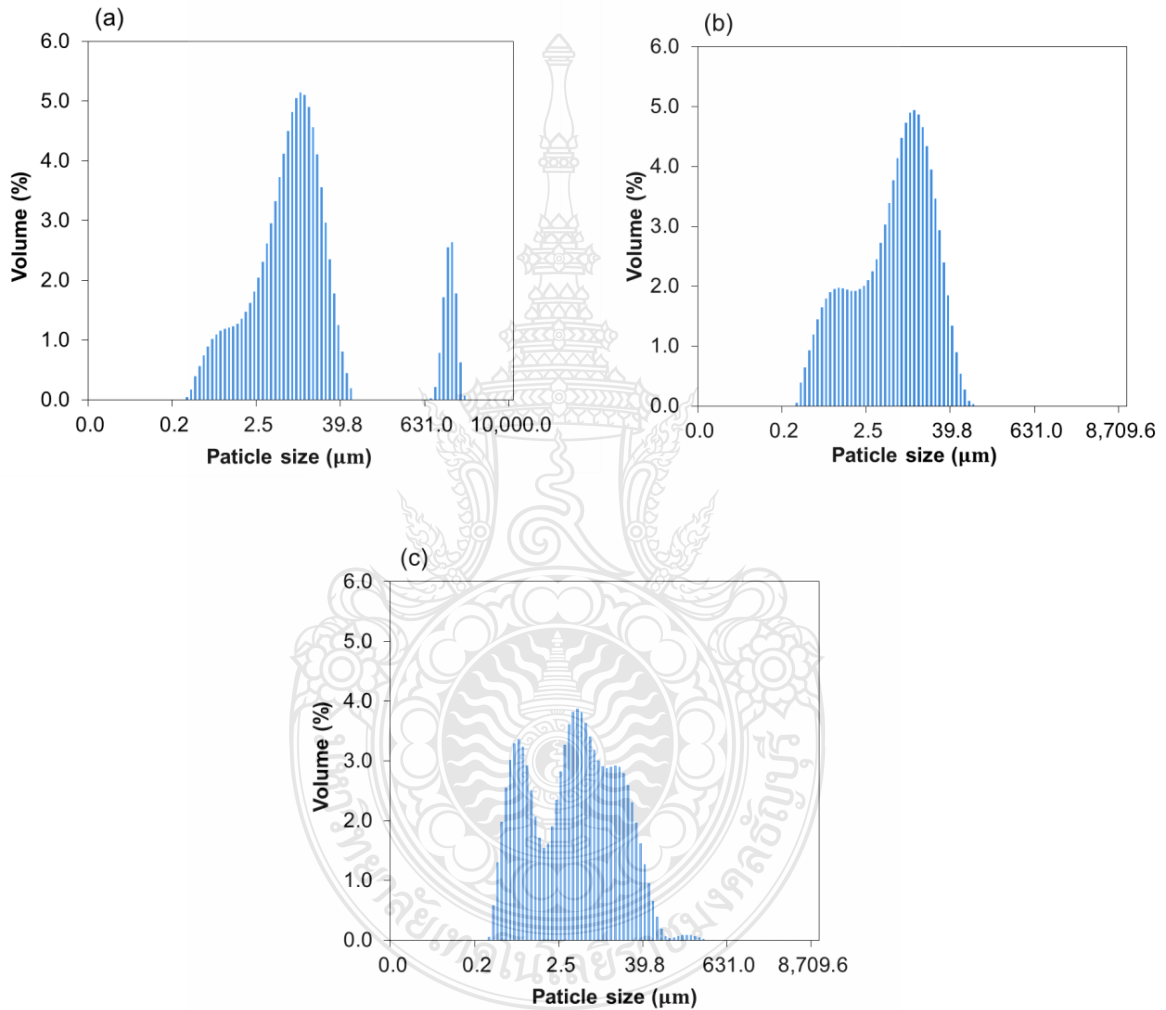


ภาพที่ 4.1 ของแข็งหลังจากผ่านการอบ (a) และอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटหลังการเผา (b)

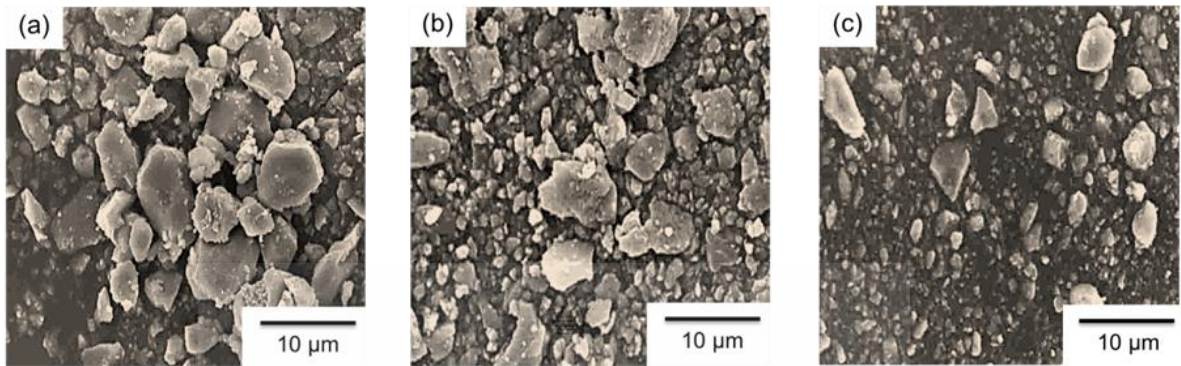
4.1.1 การศึกษาขนาดและรูปร่างของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेट

เนื่องจากอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่ได้หลังจากการเผา มีลักษณะจับตัวกันเป็นก้อน อีกทั้งขนาดอนุภาคจะส่งผลต่อประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรด โดยขนาดของอนุภาคต้องเป็นครึ่งหนึ่งของความยาวคลื่นของรังสีอินฟราเรด ในขณะที่ขนาดของผลึกต้องมีขนาดเล็ก และมีค่าดัชนีการหักเหสูง [3, 4] จึงได้ศึกษาผลของการอบที่เวลาต่าง ๆ ซึ่งพบว่า เมื่อเวลาอบเพิ่มขึ้นอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटจะมีขนาดอนุภาคที่เล็กลง โดยที่เวลาอบ 20, 40 และ 60 นาที อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटมี

ขนาดในระดับไมโครเมตร ที่ประมาณ 8, 7 และ 4 ไมโครเมตร ตามลำดับ โดยมีการกระจายตัวของขนาดค่อนข้างกว้างเป็นสองช่วง แสดงดังภาพที่ 4.2 และเมื่อนำมาศึกษาขนาดและลักษณะรูปร่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่มีขนาดใกล้เคียงกับที่วัดได้จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค แสดงดังภาพที่ 4.3



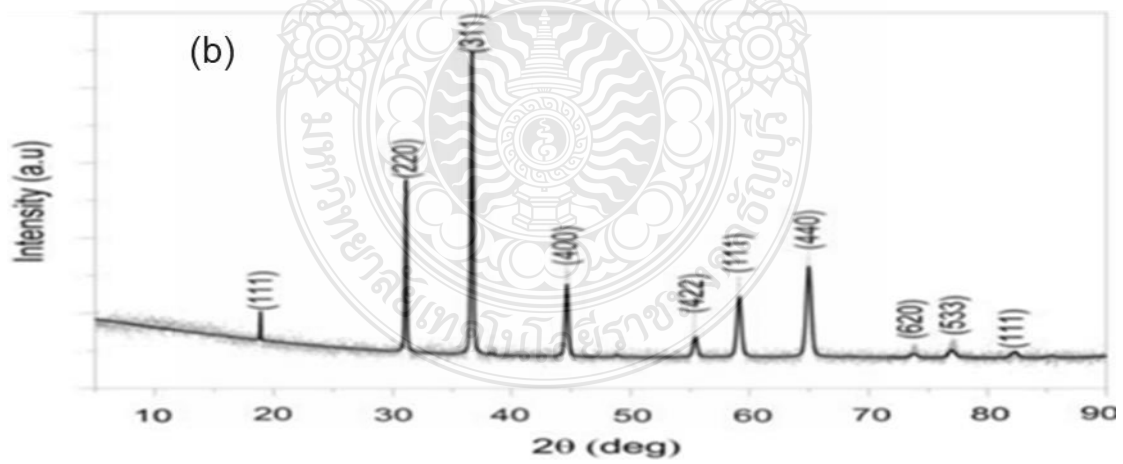
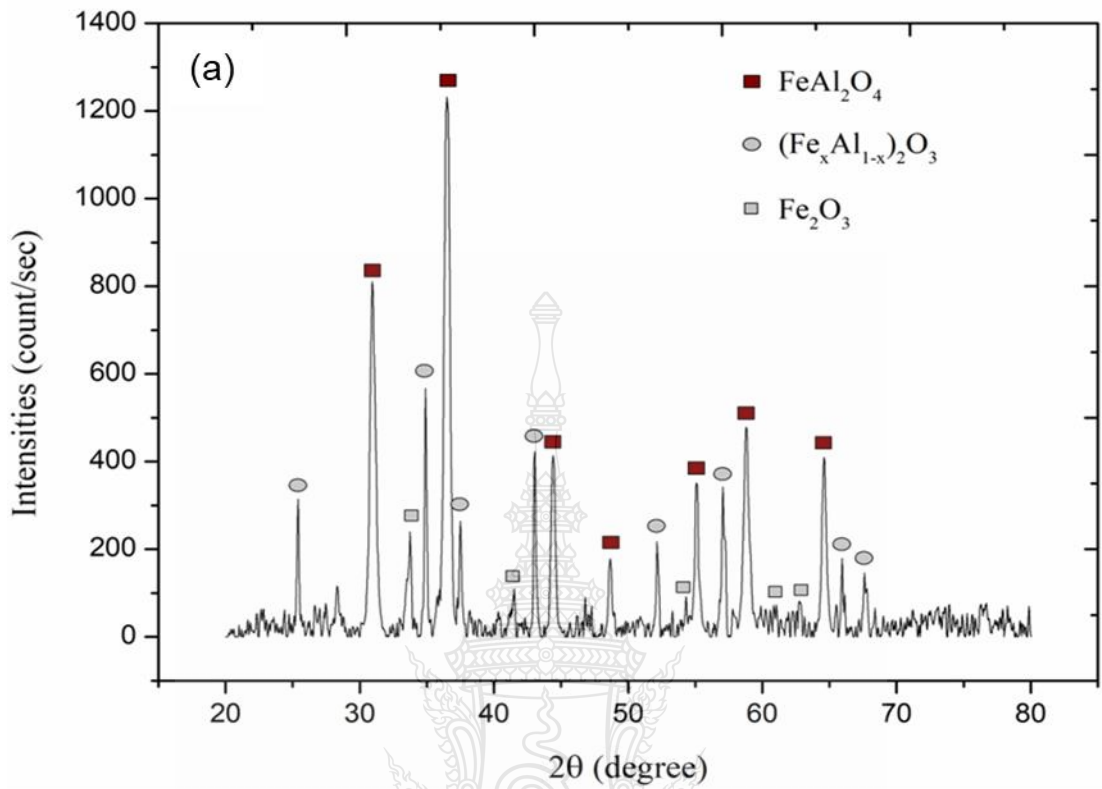
ภาพที่ 4.2 DLS ฮิสโตแกรมแสดงขนาดอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่เวลาบดต่าง ๆ (นาที): 20 (a); 40 (b) และ 60 (c)



ภาพที่ 4.3 SEM micrographs ของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่เวลาบดต่าง ๆ (นาที): 20 (a); 40 (b) และ 60 (c)

4.1.2 การศึกษาโครงสร้างผลึก

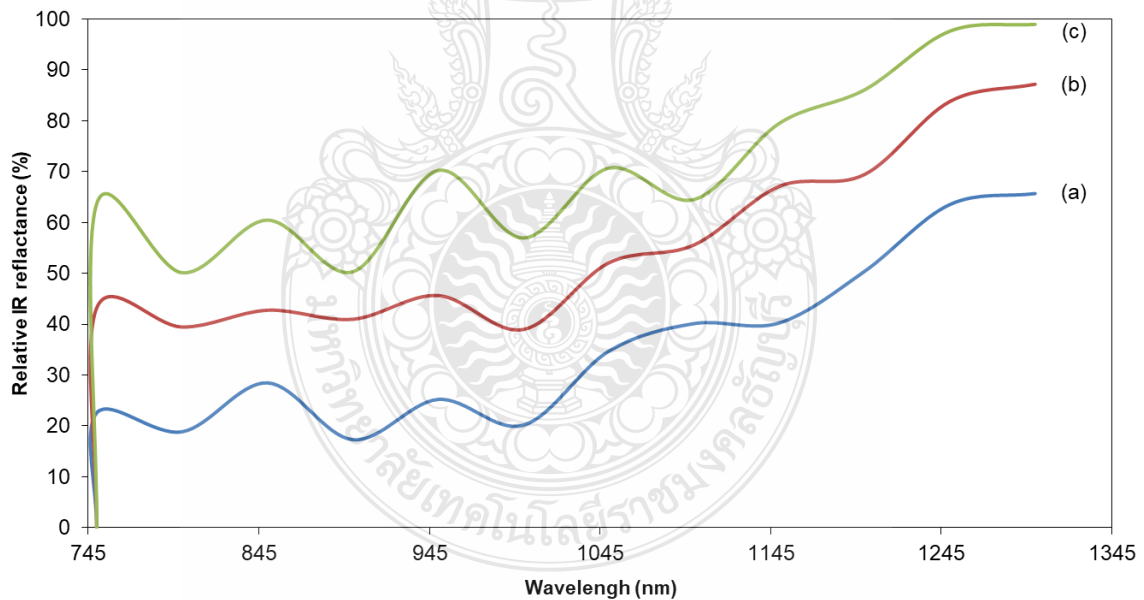
เมื่อนำอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่เตรียมด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็งมาศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยอาศัยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อลำรังสีตกกระทบอนุภาค พบว่า มีระนาบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏที่มุมต่าง ๆ ดังนี้ 30.25° (220), 36.39° (311), 44.97° (400), 48.25° (400), 56.26° (422), 59.24° (111) และ 65.47° (440) ดังภาพที่ 4.4 ซึ่งสอดคล้องกับระบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานการตรวจวัดโดยองค์กร (Joint Committee on Power Diffraction Standard, JCPDS) หมายเลข 00-034-0192 [64] ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบสปิเนล จัดเป็นเฮอซีไนท์ (Hercynite; FeAl_2O_4) ซึ่งมีคุณสมบัติในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ดี [2]



ภาพที่ 4.4 XRD patterns อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินิตที่เตรียมได้ (a) และอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินิตมาตรฐาน (b)

4.1.3 การศึกษาประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรด

เนื่องจากอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่เตรียมได้มีขนาดเฉลี่ย 3 ขนาด คือ 8, 7 และ 4 ไมโครเมตร ตามลำดับ จึงทำการศึกษาประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคทั้งสามในช่วงความยาวคลื่น 750 - 1,300 นาโนเมตร ดังภาพที่ 4.5 จากการทดลอง พบว่า ที่ความยาวคลื่น 750 ถึง 1300 นาโนเมตร อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมทั้ง 3 ขนาด สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ โดยที่อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมขนาดเฉลี่ย 4 ไมโครเมตร มีประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดสูงที่สุดถึง 99.97 เปอร์เซ็นต์ โดยเมื่อขนาดอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมมีขนาดใหญ่ขึ้นจะทำให้ประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดลดลง แต่อย่างไรก็ตาม รังสีอินฟราเรดมีความยาวคลื่นหลายช่วงความยาวคลื่น [1] ซึ่งต้องใช้ขนาดอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่แตกต่างกัน ดังนั้น ในขั้นตอนนี้จะนำอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมทั้งสามขนาดไปศึกษาการปรับสภาพพื้นผิวของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมในขั้นต่อไป



ภาพที่ 4.5 กราฟแสดงประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่ขนาดเฉลี่ยต่าง ๆ (ไมโครเมตร): 8 (a); 7 (b) และ 4 (c)

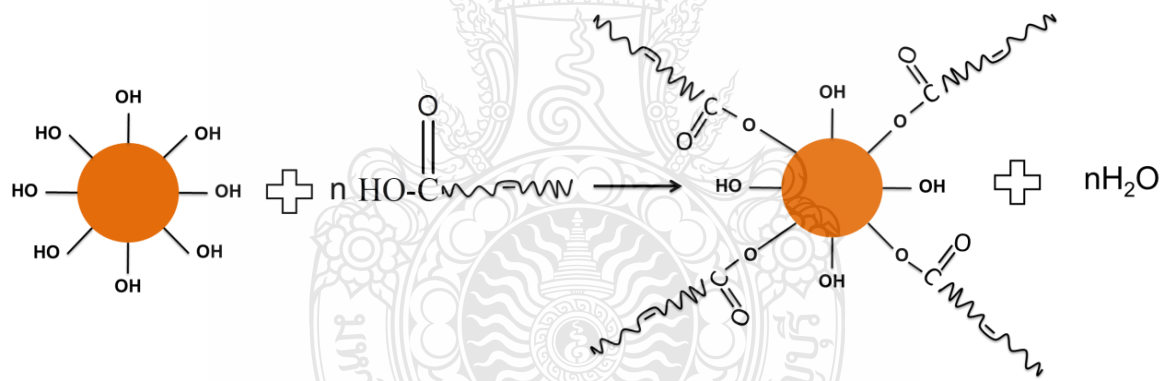
4.1.4 การศึกษาการปรับสภาพพื้นผิวของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม

ในการที่จะกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมไว้ภายในแคปซูลที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยที่มีกลไกการเกิดอนุภาคเริ่มต้น (Particle formation) ในหยดมอนอเมอร์ที่กระจายตัวอยู่ในน้ำ อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมจะต้องกระจายตัวได้ดีในหยดของมอนอเมอร์และไม่เกิดการแยกชั้นออกมาในระหว่างการสังเคราะห์ซึ่งใช้เวลาค่อนข้างนาน แต่เนื่องจากอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเป็นสารอนินทรีย์และค่อนข้างมีขี้ ดังนั้น ก่อนกระบวนการสังเคราะห์จำเป็นต้องปรับสภาพพื้นผิวของอนุภาคเพื่อเพิ่มความไม่ขี้ โดยการเคลือบอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมด้วยสารที่ไม่ขี้ที่ผิว ในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้กรดโอเลอิกซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวที่มีค่าสมดุลระหว่างส่วนที่ชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ เรียกว่า ค่าเอชแอลบี (Hydrophilic-lipophilic balance; HLB) เท่ากับ 1 และนิยมใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวในระบบอิมัลชันน้ำในน้ำมัน รวมทั้งนิยมใช้เคลือบผิวโลหะออกไซด์เพื่อเพิ่มความไม่ขี้ให้กับพื้นผิว เนื่องจากกรดโอเลอิกมีหมู่คาร์บอกซิล (ภาพที่ 4.6) ดังนั้นอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมจะถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกผ่านพันธะโคเวเลนต์และพันธะไฮโดรเจน โดยในชั้นแรกจะเกิดแบบพันธะโคเวเลนต์ก่อน และหากมีกรดโอเลอิกมากพอจะเกิดพันธะไฮโดรเจนในชั้นที่สอง ดังภาพที่ 4.7 [65, 66] ทำให้อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกเคลื่อนที่ไปอยู่ในชั้นของโพลีอีน แผนภาพการปรับสภาพผิวอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมแสดงดังภาพที่ 4.8 โดยจะทำการศึกษาอัตราส่วนระหว่างอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมทั้ง 3 ขนาด ดังภาพที่ 4.9 (8 (a, b, c และ d), 7 (a', b', c' และ d') และ 4 (a'', b'', c'' และ d'')) ไมโครเมตร) ต่อกรดโอเลอิกที่อัตราส่วน 1: 0, 1: 1, 1: 2 และ 1: 4 ตามลำดับ เมื่อทำการศึกษาพาร์ทิชันในสารผสมมอนอเมอร์และน้ำของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วนต่าง ๆ พบว่า ในกรณีที่ไม่ใช้กรดโอเลอิก (ภาพที่ 4.9 (a, a' และ a'')) อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมจะแยกชั้นตกตะกอนลงไปในชั้นน้ำ เนื่องจากผิวของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมมีความขี้ (มีหมู่ไฮดรอกซิล) ไม่สามารถกระจายตัวในชั้นของมอนอเมอร์ได้ แต่ในกรณีที่อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิก พบว่า อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกเพิ่มขึ้นสามารถกระจายตัวในชั้นมอนอเมอร์ได้ดีขึ้น แต่อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่มีขนาดเฉลี่ย 8 และ 7 ไมโครเมตร (ภาพที่ 4.9 (b, c และ d) และ (b', c' และ d')) จะต้องใช้ปริมาณของกรดโอเลอิกค่อนข้างมากจึงจะทำให้อนุภาคกระจายตัวในชั้นมอนอเมอร์ได้ทั้งหมด ในขณะที่อนุภาคขนาดเฉลี่ย 4 ไมโครเมตร (ภาพที่ 4.9 (b'', c'' และ d'')) ที่อัตราส่วน 1: 1 และ 1: 2 ก็มีปริมาณของกรดโอเลอิกเพียงพอที่อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมจะกระจายตัวในชั้นมอนอเมอร์ได้ทั้งหมด ดังนั้น ในเบื้องต้นจึงจะเลือกใช้อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ขนาดเฉลี่ย 4 ไมโครเมตร และอัตราส่วนอนุภาค

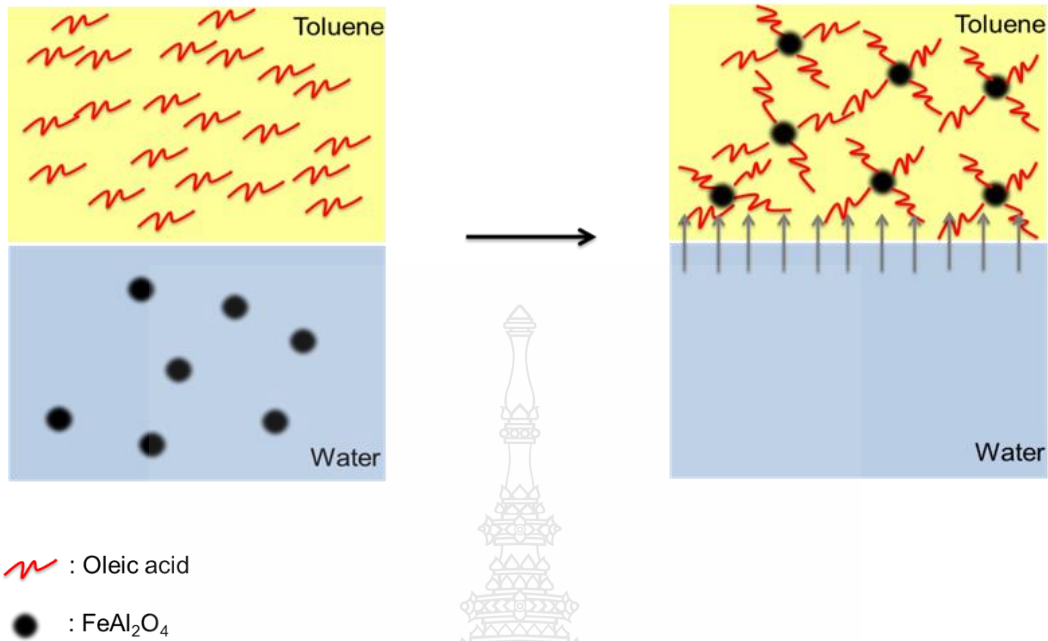
ไมโครโอรอนอะลูมิเนตต่อกรดโอเลอิกที่ 1: 1 และ 1: 2 ไปทำการศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนตสูงสุดที่สามารถกระจายตัวอยู่ในชั้นมอนอเมอร์ได้



ภาพที่ 4.6 โครงสร้างทางเคมีของกรดโอเลอิก



ภาพที่ 4.7 กลไกการเคลือบผิวอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนตด้วยกรดโอเลอิก

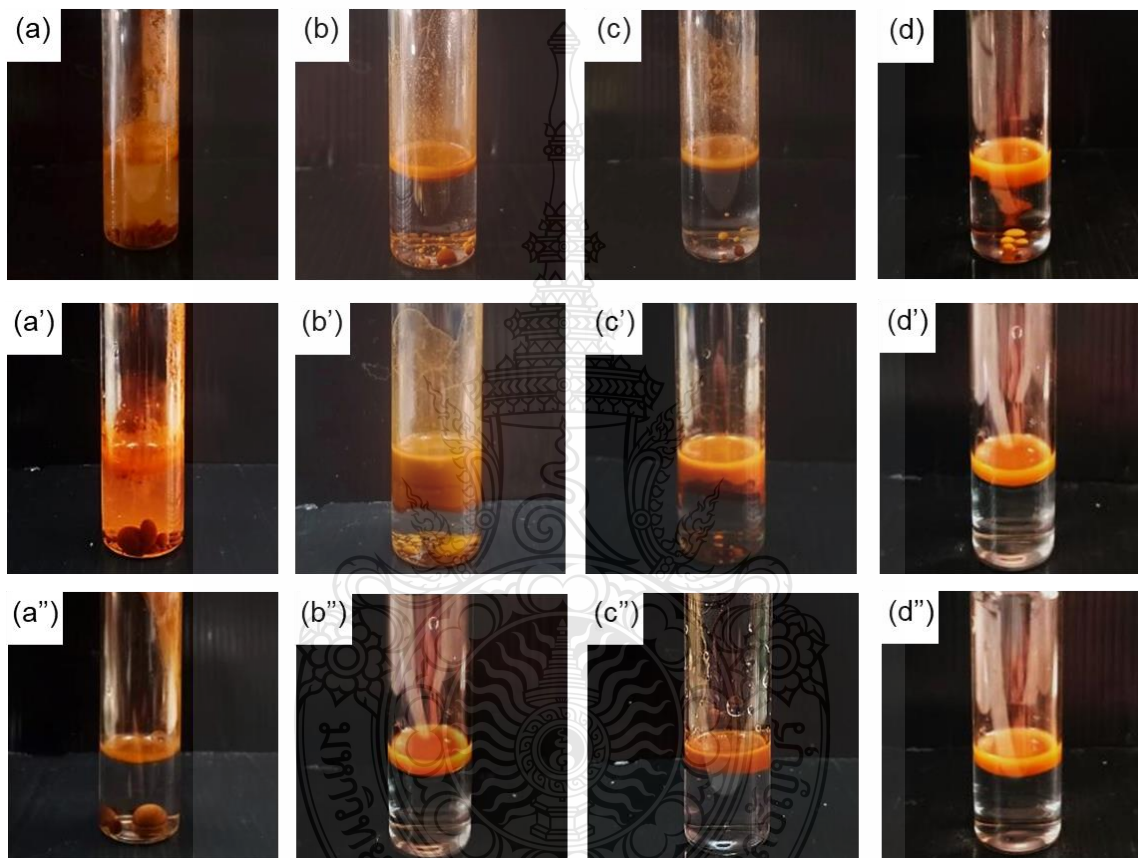


ภาพที่ 4.8 แผนภาพการปรับสภาพผิวอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटโดยการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก

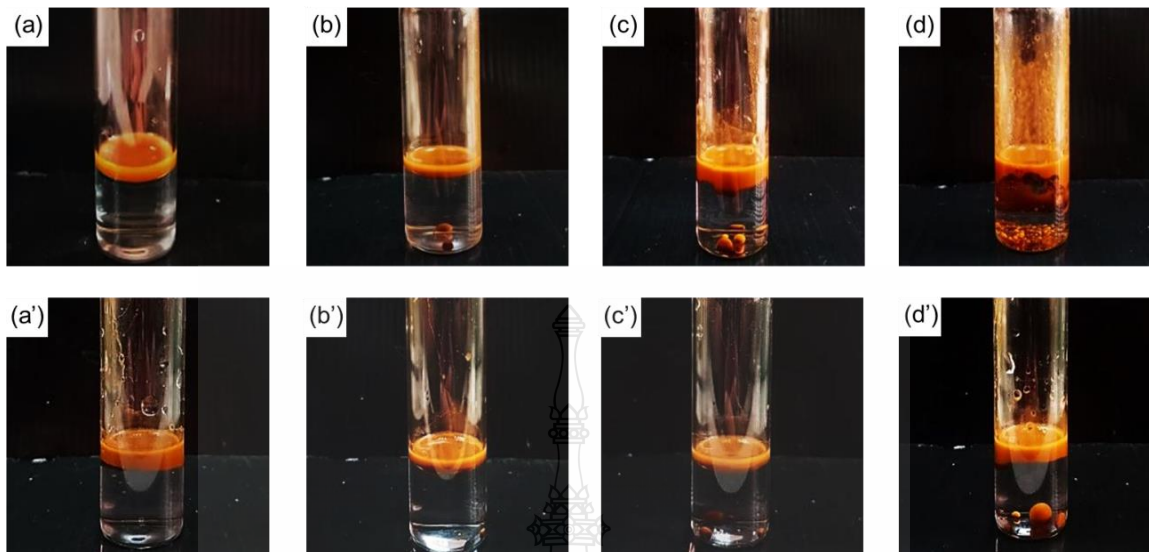
4.1.5 การศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटสูงสุดที่สามารถกระจายตัวอยู่ในชั้นมอโนเมอร์

ก่อนนำอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกไปทำการสังเคราะห์พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटต้องกระจายตัวได้ดีในหยดของมอโนเมอร์ จึงทำการศึกษาปริมาณของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटสูงสุดที่สามารถกระจายตัวอยู่ในชั้นมอโนเมอร์ได้ ซึ่งจะทำให้ได้ประสิทธิภาพการหุ้ม (Encapsulation efficiency) ที่สูงสุด โดยทำการศึกษาอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่ปริมาณ 30, 35, 40 และ 45 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งพบว่า เมื่อใช้อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วนอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटต่อกรดโอเลอิกที่อัตราส่วน 1: 1 สามารถกระจายตัวในชั้นมอโนเมอร์ได้สูงสุดที่ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ภาพที่ 4.10 (a)) แต่เมื่อเพิ่มปริมาณอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกมากกว่านี้จะมีบางส่วนเกิดการตกตะกอนในชั้นน้ำ ในขณะที่อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินेटที่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วน 1: 2 สามารถกระจายตัวในชั้นมอโนเมอร์ได้สูงสุดที่

35 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ภาพที่ 4.10 (b)) แต่อย่างไรก็ตาม ในสภาวะที่ใช้ปริมาณของกรดโอเลอิกค่อนข้างมากจะมีผลต่อลักษณะของแคปซูลที่เตรียมได้ ดังนั้น จึงเลือกอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินेटที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วน 1: 1 และปริมาณ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เป็นสภาวะที่เหมาะสมต่อไป

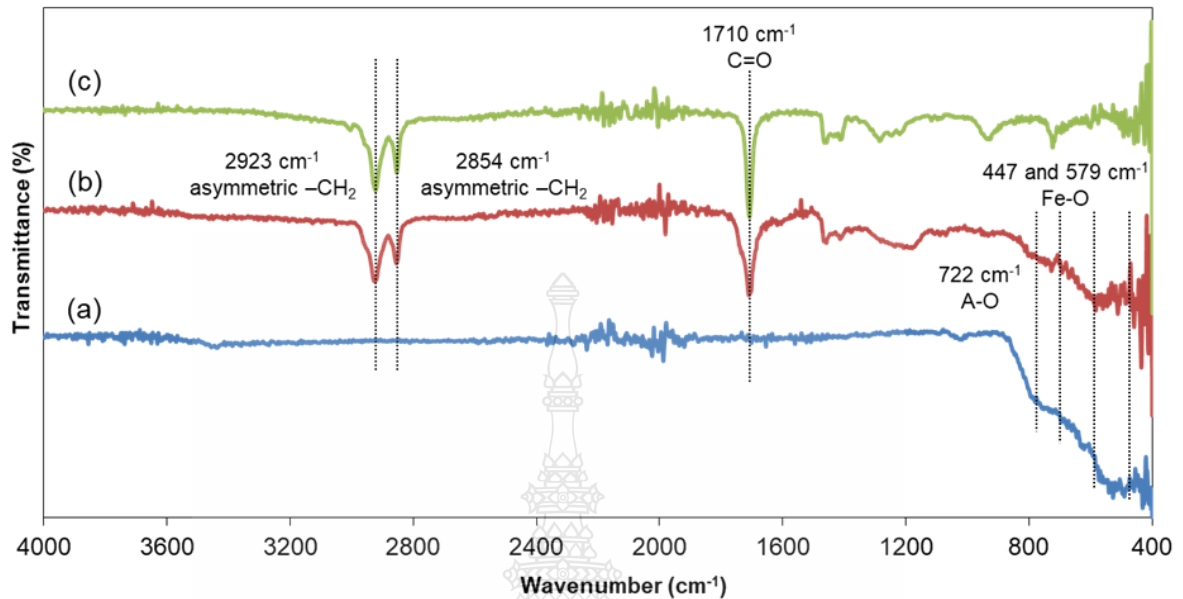


ภาพที่ 4.9 สารผสมของมอนอเมอร์และน้ำในการศึกษาพหุติชั้นหนึ่งของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินेट ขนาดเฉลี่ย (ไมโครเมตร): 8 (a - d) 7 (a' - d') และ 4 (a'' - d'') ที่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินेटต่อกรดโอเลอิก: 1: 0 (a, a', a''); 1: 1 (b, b', b''); 1: 2 (c, c', c'') และ 1: 4 (d, d', d'')



ภาพที่ 4.10 สารผสมของมอนอเมอร์และน้ำในการศึกษาพาริตีชั้นหนึ่งของอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่ปริมาณต่าง ๆ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 30 (a และ a'); 35 (b และ b'); 40 (c และ c') และ 45 (d และ d')

เมื่อทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟลูออเรสเซนซ์ฟอรัมอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี เปรียบเทียบระหว่างอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมที่ตั้งต้น อนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วน 1: 1 และกรดโอเลอิก พบว่า อนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมที่ทำการเคลือบด้วยกรดโอเลอิก (ภาพที่ 4.11 (b)) นอกจากจะมีพีคที่ความยาวคลื่น 722, 579 และ 447 เซนติเมตร⁻¹ ของหมู่ Al-O และ Fe-O ตามลำดับ [66, 67] เช่นเดียวกับสเปกตรัมของอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมที่ตั้งต้น (ภาพที่ 4.11 (a)) แล้ว ยังพบพีคที่ความยาวคลื่น 2,923 และ 2,854 ซึ่งเป็นของหมู่ -CH₂ ซึ่งเป็นการสั่นแบบสมมาตรและอสมมาตร และความยาวคลื่น 1,710 ของหมู่คาร์บอนิล (Carbonyl group; C=O) ซึ่งเป็นพีคหลักบนสายโซ่ของกรดโอเลอิก (ภาพที่ 4.11 (c)) จึงสามารถยืนยันได้ว่าสามารถเคลือบอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์อะลูมิเนียมด้วยกรดโอเลอิกได้สำเร็จ



ภาพที่ 4.11 ฟลูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินา (a) อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินาที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่อัตราส่วน 1: 1 (b) และ กรดโอเลอิก (c)

4.2 การศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินาด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย โดยใช้กลไกอนุมูลอิสระแบบโยกย้ายไอโอดีน

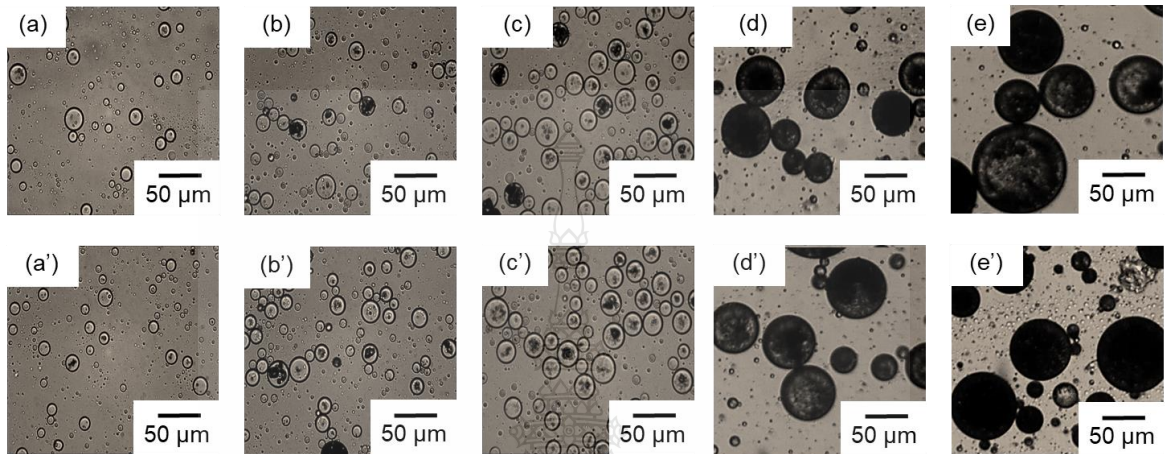
ในงานวิจัยนี้ ได้ศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินาด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยโดยใช้กลไกอนุมูลอิสระแบบโยกย้ายไอโอดีน โดยใช้มอนอเมอร์หลัก 2 ชนิด คือ เมทิลเมทาคริเลต และบิวทิลอะคริเลต มาทำการสังเคราะห์เป็นเปลือกพอลิเมอร์กักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินาที่ทำการปรับสภาพพื้นผิวแล้ว โดยที่อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินาที่ถูกหุ้มจะยังคงคุณสมบัติในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้เคียงกับอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินาตั้งต้นก่อนการกักเก็บ และสามารถเคลือบลงบนวัสดุรองรับได้โดยตรง ในการจะเตรียมแคปซูลจะใช้อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินา 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ ซึ่งเป็นสภาวะที่เหมาะสมจากการศึกษาในขั้นตอนที่ผ่านมา ตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ที่ความเข้มข้น 8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของมอนอเมอร์ และสารลดแรงตึงผิว คือ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ทำการสังเคราะห์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง โดยสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และทำการสังเคราะห์ต่อที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส อีก 5 ชั่วโมง ซึ่งการเกิดพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจะเกิดผ่านกลไกการแยกวัฏภาคภายในของสายโซ่พอลิเมอร์ที่เกิดขึ้น หรือเรียกว่า กลไก Self-assembly of phase separated polymer (SaPSeP) [68-70] โดยมีหลักการ คือ เริ่มต้นภายในหยดมอนอเมอร์จะประกอบด้วยมอนอเมอร์ ตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน และมีอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมกระจายตัวอยู่ในหยดของมอนอเมอร์ เมื่อให้ความร้อนตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะแตกตัวเป็นแรดิคัล จากนั้นมอนอเมอร์จะเข้าทำปฏิกิริยาและต่อสายโซ่ไปจนสายโซ่พอลิเมอร์ไม่สามารถละลายเป็นเนื้อเดียวกับสารละลายภายในหยดมอนอเมอร์ได้อีก จึงเกิดการแยกวัฏภาค โดยสายโซ่พอลิเมอร์ซึ่งมีค่าแรงดึงดูดกับน้ำน้อยกว่าจะเคลื่อนที่ออกไปจัดเรียงตัวเป็นเปลือกหุ้มอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมไว้ภายใน ซึ่งกลไกนี้สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บสารต่าง ๆ ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เช่น การเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บวัสดุเก็บความร้อน [20, 23, 26, 27, 69, 70] การเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บสารหอม [71-74] และการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ [9, 60, 75-78] เป็นต้น ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงได้นำเทคนิคดังกล่าวมาใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม โดยได้ทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการเกิดแคปซูล ดังนี้

4.2.1 ผลของอัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์

เนื่องจากอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่เตรียมได้มีขนาดค่อนข้างใหญ่ การที่จะหุ้มอนุภาคดังกล่าวได้ดี จะต้องมีความหนาของหยดมอนอเมอร์ที่เหมาะสม ดังนั้น ในขั้นตอนนี้จึงได้ศึกษาผลของอัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ต่อขนาดของหยดมอนอเมอร์และอนุภาคพอลิเมอร์ที่ได้ เพื่อให้สามารถหุ้มและกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมได้มากที่สุด โดยศึกษาผลของอัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ ที่อัตราการปั่น 5,000 2,500 1,000 500 และ 250 รอบต่อนาที พบว่าที่อัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ 5,000 2,500 1,000 และ 500 รอบต่อนาที สามารถหุ้มอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมได้เพียงเล็กน้อย โดยสังเกตได้จากการกระจายตัวของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมสีดำปริมาณน้อยในหยดมอนอเมอร์และพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล แตกต่างจากที่อัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ที่ 250 รอบต่อนาที ซึ่งมีขนาดของหยดมอนอเมอร์และพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ใหญ่มากขึ้น จึงสามารถหุ้มอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมได้มากที่สุดทำให้สังเกตเห็นอนุภาคสีดำจำนวนมากกระจายตัวในหยดมอนอเมอร์และ

พอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ดังภาพที่ 4.12 จึงเลือกอัตราการปั่นเตรียมหยดมอนอเมอร์ที่ 250 รอบต่อนาที เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการศึกษาต่อไป

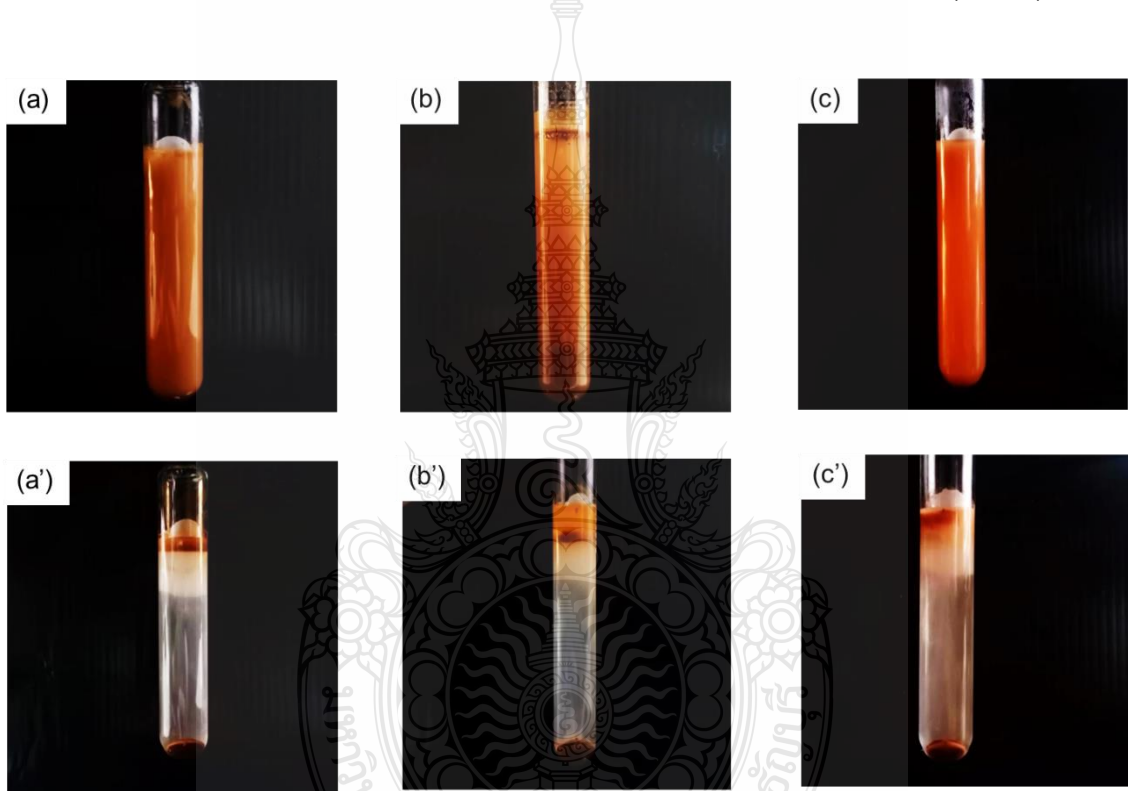


ภาพที่ 4.12 Optical micrographs ของหยดมอนอเมอร์ (a - e) และพอลิเมทิลเมทาคริเลตไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม (a' - e') ที่อัตราการปั่นเตรียมหยด (รอบต่อนาที): 5,000 (a และ a'); 2,500 (b และ b'); 1,000 (c และ c'); 500 (d และ d') และ 250 (e และ e')

4.2.2 ผลของอัตราส่วนของมอนอเมอร์

ในการศึกษาอัตราส่วนของมอนอเมอร์ที่เหมาะสมสองชนิด คือ เมทิลเมทาคริเลต และ บิวทิลอะคริเลต ที่มีผลต่อรูปร่าง ลักษณะสัญญาณวิทยา ประสิทธิภาพในการกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม และความสามารถในการเคลือบติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลบนวัสดุรองรับ ได้ทำการศึกษาอัตราส่วนระหว่างเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตที่ 90: 10, 70: 30 และ 50: 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากผลการทดลองพบว่า สารแขวนลอยของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้งสามอัตราส่วนมีลักษณะเป็นสีน้ำตาลเข้ม ดังภาพที่ 4.13 (a - c) ซึ่งเกิดจากสีของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม เมื่อนำสารแขวนลอยที่ได้ไปปั่นเหวี่ยงด้วยอัตราเร็ว 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที จะเกิดการแยกชั้นโดยที่พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจะตกลงด้านล่างมีลักษณะเป็นครีมสีน้ำตาล เนื่องจากความหนาแน่นของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลและอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมมีค่าสูงกว่าน้ำทำให้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูล

ตกตะกอนอยู่ด้านล่าง ส่วนด้านบนสุด คือ อนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมิเนียมที่ถูกเคลือบด้วยกรดโอเลอิกที่ไม่ถูกหุ้มในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล เนื่องจากความหนาแน่นรวมของกรดโอเลอิกและอนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมิเนียมมีค่าต่ำกว่าน้ำ ทำให้อนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมิเนียมที่เคลือบด้วยกรดโอเลอิกลอยอยู่ด้านบน เมื่อพิจารณาชั้นน้ำที่ตรงกลาง พบว่า ค่อนข้างใสแสดงว่าเกิดพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำน้อย ซึ่งจากการวิเคราะห์ด้วยการชั่งน้ำหนักปริมาณอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำมีค่าประมาณ 1 ถึง 6 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ดังตารางที่ 4.1 สอดคล้องกับลักษณะทางกายภาพของชั้นน้ำที่ค่อนข้างใส ดังภาพที่ 4.13 (a' - c')



ภาพที่ 4.13 สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมิเนียมก่อน (a - c) และหลัง (a' - c') การปั่นเหวี่ยง ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 50: 50 (a และ a'); 70: 30 (b และ b') และ 90: 10 (c และ c')

เนื่องจากการใช้กลไกการสังเคราะห์อนุมูลอิสระแบบโยกย้ายไอโอดีนนั้นจะมีไอโอดีนเป็นสารควบคุมสายโซ่ คือ ไอโอดีนฟอร์มจะแตกตัวเป็นไอโอดีนแรดิคัล ซึ่งมีความว่องไวในการ

เกิดปฏิกิริยา ซึ่งจะเกิดการเคลื่อนที่ระหว่างสายโซ่ที่มีแรดิคัลหรือโอลิโกเมอร์แรดิคัล ทำให้สายโซ่โอลิโกเมอร์มีความไม่ชอบน้ำมากขึ้นจึงลดการเคลื่อนที่ออกมาในชั้นน้ำ (Radical exit) จึงสามารถควบคุมการเกิดพอลิเมอร์เชนซ์ให้เกิดภายในหยดได้ดี ซึ่งจะลดโอกาสในการเกิดอนุภาคอิสระในชั้นน้ำลงได้อย่างมีประสิทธิภาพ [25] ทำให้มอนอเมอร์ที่ใช้ในระบบส่วนมากมาเกิดเป็นพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจึงได้ผลผลิตในปริมาณที่สูง และได้เปลือกพอลิเมอร์ที่มีความหนาตามอัตราส่วนที่ต้องการ

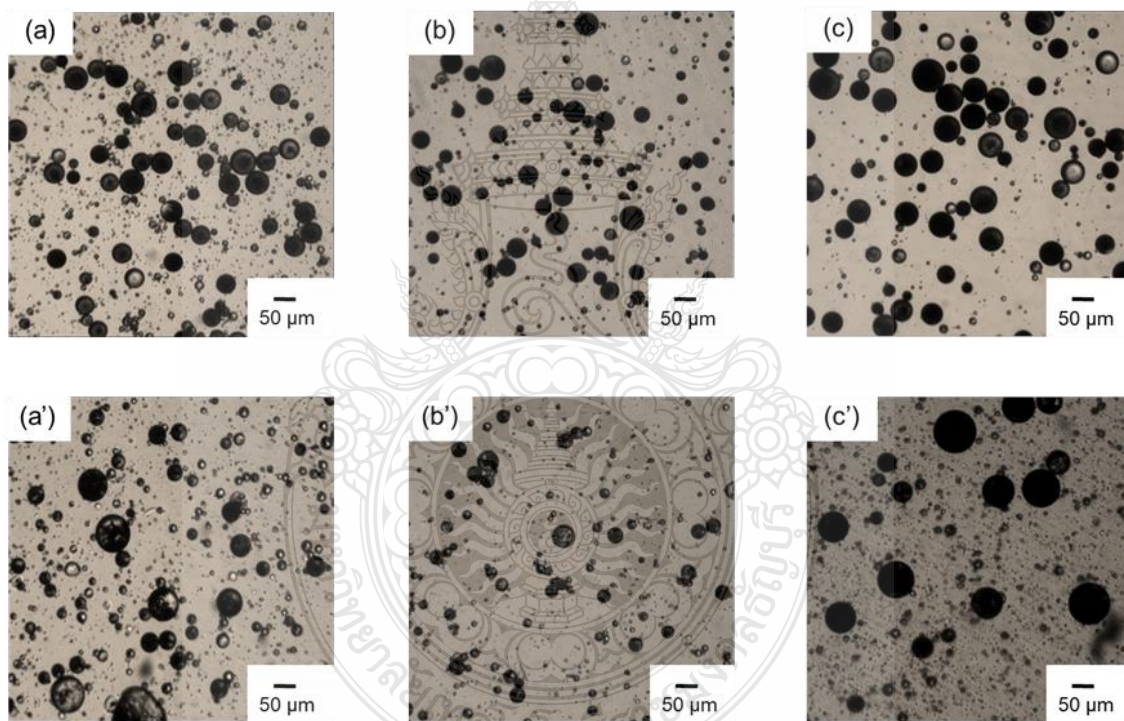
ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนจากมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์และขนาดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระที่เกิดในชั้นน้ำภาคต่อเนื่องของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ

MMA: BA	Conversion (%) (±SD*)	Free polymer particle			
		(%w/w) relative to total monomer	d_v (nm)	d_n (nm)	d_v/d_n
50: 50	75.41 (±0.84)	1.18 (±0.20)	218.30 (±15.20)	215.40 (±14.50)	1.03
70: 30	68.64 (±0.87)	3.81 (±0.15)	220.60 (±44.00)	199.50 (±35.10)	1.11
90: 10	64.32 (±1.02)	5.81 (±0.18)	195.00 (±40.50)	176.70 (±29.70)	1.10

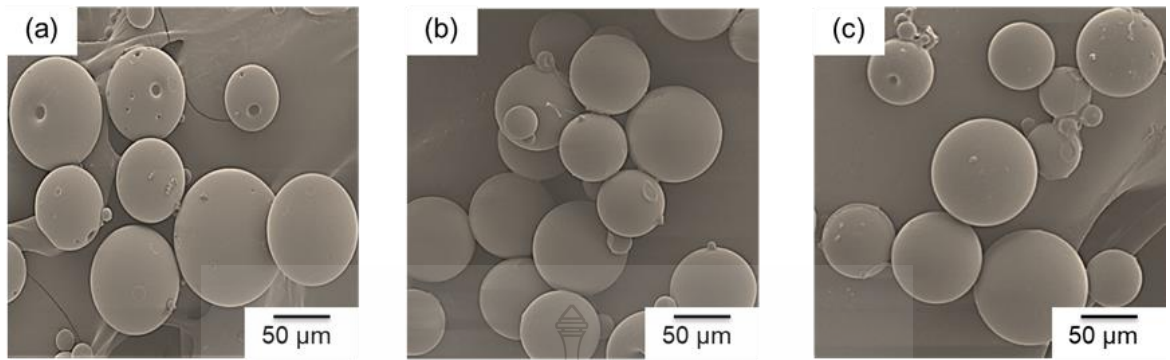
*N = 3

เมื่อตรวจสอบลักษณะของหยดมอนอเมอร์และพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง พบว่า ก่อนการสังเคราะห์หยดของมอนอเมอร์มีลักษณะเป็นทรงกลม มีการกระจายตัวของหยดค่อนข้างกว้างและมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร ดังภาพที่ 4.14 (a - c) ซึ่งเป็นลักษณะทั่วไปของการเตรียมหยดมอนอเมอร์โดยการปั่นด้วยโฮโมจีไนเซอร์ นอกจากนี้ หยดมอนอเมอร์จะมีลักษณะทึบแสง สีดำ เนื่องจากมีอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมกระจายตัวอยู่ภายใน เมื่อผ่านกระบวนการสังเคราะห์

พบว่า พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลยังคงมีลักษณะเป็นทรงกลม มีการกระจายตัวของหยดค่อนข้างกว้าง มีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร และยังคงมีลักษณะทึบแสงเนื่องจากมีอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ถูกกักเก็บอยู่ภายในในทุกอัตราส่วน ดังภาพที่ 4.14 (a' - c') แสดงให้เห็นว่าอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ปรับสภาพผิวแล้วสามารถกระจายตัวได้ดีในหยดมอนอเมอร์และไม่เกิดการแยกชั้นออกระหว่างการสังเคราะห์ เมื่อนำแคปซูลที่ได้ไปศึกษาลักษณะพื้นผิวภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ทุกอัตราส่วนมีลักษณะเป็นทรงกลม ผิวของแคปซูลมีลักษณะเรียบ ไม่มีอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมเกาะที่ผิว ดังภาพที่ 4.15 (a - c) ซึ่งสอดคล้องกับการตรวจสอบลักษณะพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงที่ได้กล่าวมาแล้ว ในข้างต้น

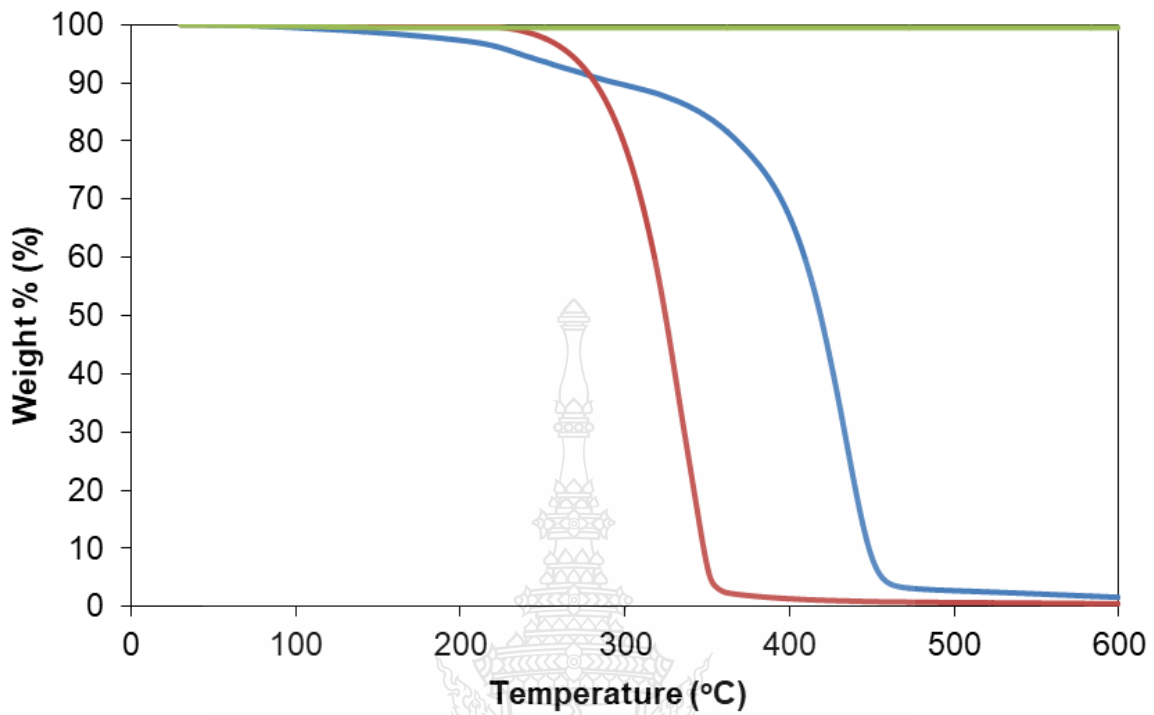


ภาพที่ 4.14 Optical micrographs ของหยดมอนอเมอร์ (a - c) และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม (a' - c') ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 50: 50 (a และ a'); 70: 30 (b และ b') และ 90: 10 (c และ c')



ภาพที่ 4.15 SEM micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 50: 50 (a); 70: 30 (b) และ 90: 10 (c)

เนื่องจากจะทำการหาปริมาณของอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ที่ถูกกักเก็บในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยการเผาเพื่อให้เปลือกแคปซูลสลายตัว ดังนั้น จึงจำเป็นต้องทราบอุณหภูมิในการสลายตัวของเปลือกพอลิเมอร์และกรดโอเลอิก โดยใช้เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส ซึ่งพบว่า กรดโอเลอิกสลายตัวที่อุณหภูมิ 220 ถึง 340 องศาเซลเซียส และอนุภาคพอลิเมอร์ที่ไม่กักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์สลายตัวที่อุณหภูมิ 200 ถึง 440 องศาเซลเซียส ในขณะที่อนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ไม่สลายตัวในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว ดังภาพที่ 4.16 ดังนั้น จึงสามารถศึกษาประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ด้วยเทคนิคการชั่งน้ำหนัก โดยนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่อัตราส่วนต่าง ๆ ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ออก ให้เหลืออยู่เพียงอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ เมื่อพิจารณาร้อยละการบรรจุอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ภายในเปลือกพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล พบว่า พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ มีเปอร์เซ็นต์การบรรจุอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ที่สูง โดยเปอร์เซ็นต์การบรรจุการทดลองอยู่ประมาณ 27 ถึง 29 ใกล้เคียงกับทฤษฎี (ประมาณ 29 ถึง 34) ส่งผลให้ประสิทธิภาพการกักเก็บค่อนข้างสูงประมาณ 84 ถึง 93 เปอร์เซ็นต์ ดังตารางที่ 4.2

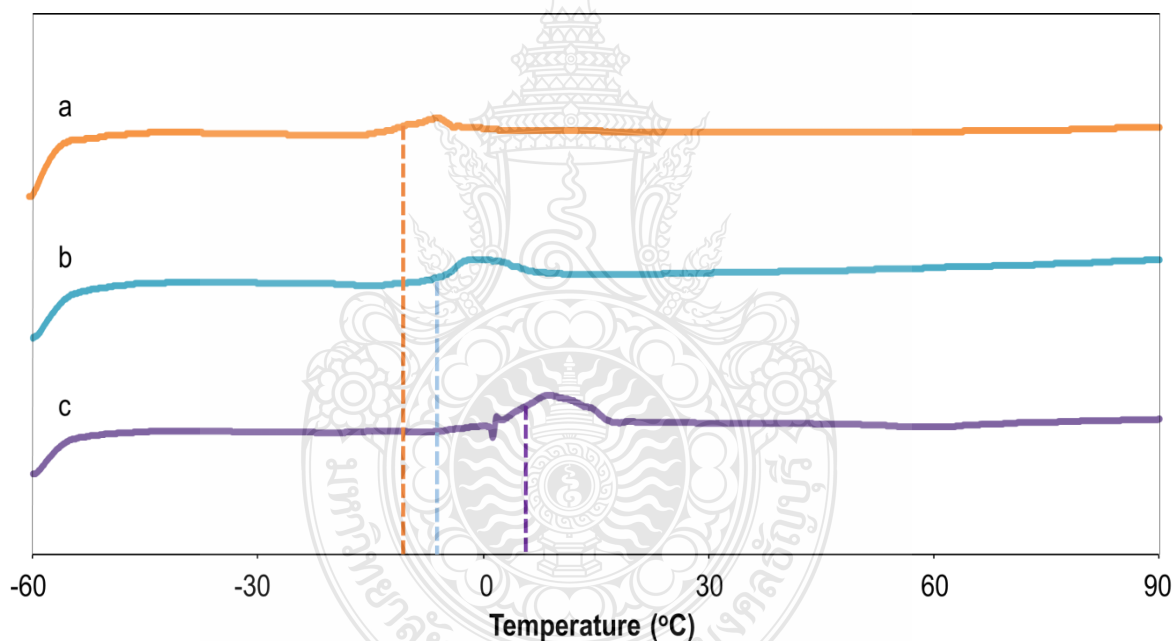


ภาพที่ 4.16 TGA เทอร์โมแกรมของกรดโอเลอิก (แดงเลือดหมู) อนุภาคพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) (น้ำเงิน) และอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินต (เขียว)

ตารางที่ 4.2 เปอร์เซ็นต์การบรรจุและประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินตภายในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต

MMA: BA	%Loading (%w/w)		%Encapsulation (%w/w)
	Experiment	Calculation	
50: 50	27	29	93
70: 30	27	32	84
90: 10	29	34	88

เมื่อทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้งสามสถานะโดยการวัดค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว ซึ่งจะมีผลต่อสมบัติการเกิดฟิล์มของพอลิเมอร์ เนื่องจากในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลมีพอลิไบิวทิลอะคริเลตเป็นองค์ประกอบซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วต่ำ จึงเกิดฟิล์มได้ง่ายและนิยมใช้เป็นองค์ประกอบในสารเคลือบต่าง ๆ โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคดีพีเพอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี พบว่า มีค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว -13.5, -10.7 และ 10.9 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วน 50: 50, 70: 30 และ 90: 10 ตามลำดับ (ภาพที่ 4.17) โดยค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วลดลงตามปริมาณของบิวทิลอะคริเลตที่เพิ่มขึ้น โดยที่อัตราส่วน 50: 50 สามารถเตรียมแคปซูลทรงกลมที่มีประสิทธิภาพการกักเก็บสูง และมีค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วต่ำที่สุด จึงเลือกสถานะดังกล่าวเป็นสถานะที่เหมาะสมในการทดลองต่อไป



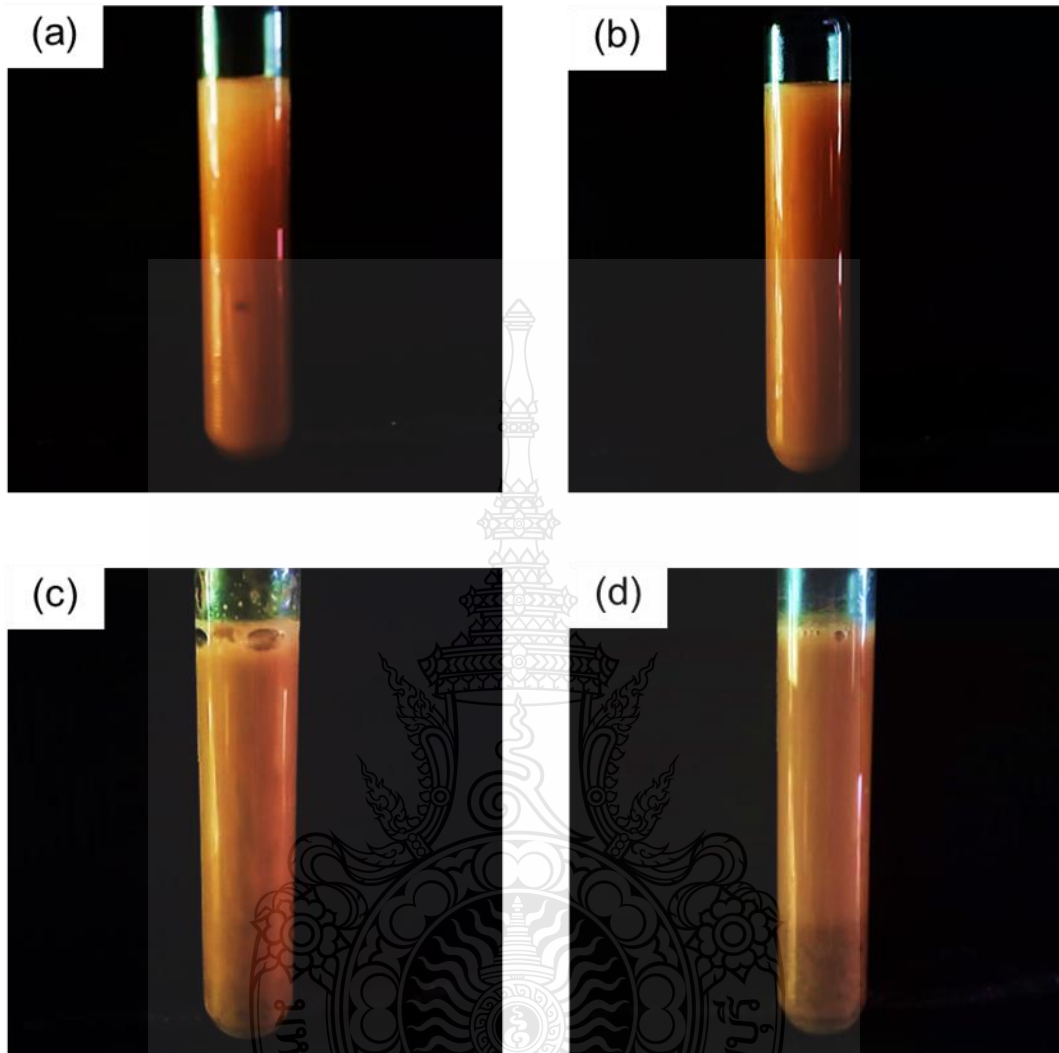
ภาพที่ 4.17 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาค ไมโครไฮดรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 50: 50 (a); 70: 30 (b) และ 90: 10 (c)

4.2.3 ผลของชนิดและปริมาณของมอนอเมอร์เชื่อมร่างแห

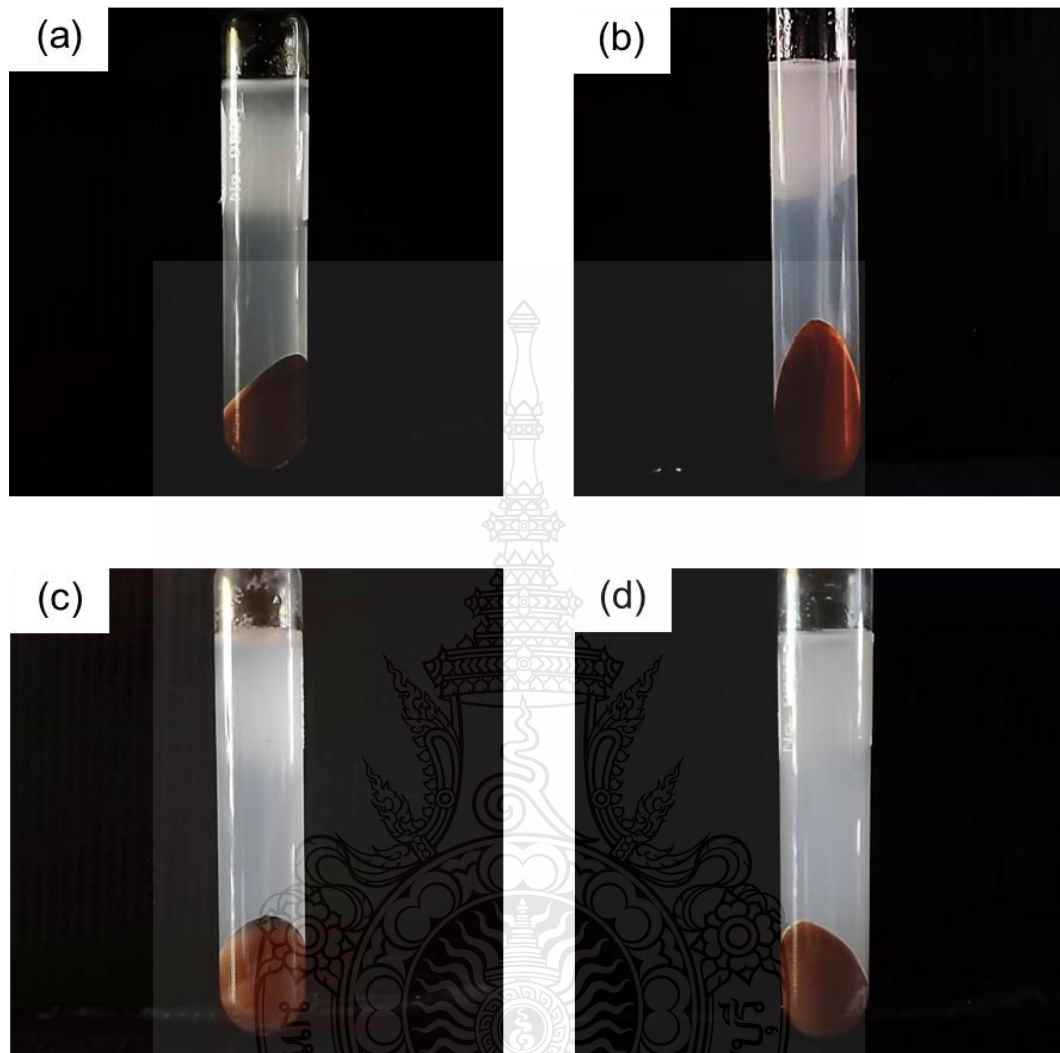
ในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล นอกจากจะใช้เมทิลเมทาคริเลตและบิวทิลอะคริเลตเป็นมอนอเมอร์หลักแล้ว ได้ทำการศึกษาชนิดและปริมาณของมอนอเมอร์เชื่อมร่างแห เพื่อเพิ่มความแข็งแรงแก่พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วย โดยจะทำการศึกษาการใช้มอนอเมอร์เชื่อมร่างแหสองชนิดคือ ไดไวนิลเบนซีน และเอทิลีน ไกลคอล ไตเมทาคริเลต เนื่องจากเป็นมอนอเมอร์เชื่อมร่างแหที่นิยมใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์โครงร่างแหในอุตสาหกรรมต่าง ๆ และนิยมใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูล โดยทำการศึกษาที่อัตราส่วนเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อมอนอเมอร์เชื่อมร่างแหที่ 40: 40: 20, 35: 35: 30, 30: 30: 40 และ 25: 25: 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

4.2.3.1 ผลของปริมาณไดไวนิลเบนซีน

จากการศึกษาอัตราส่วนเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีนที่ 40: 40: 20, 35: 35: 30, 30: 30: 40 และ 25: 25: 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่า สารแขวนลอยของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้งสี่สภาวะมีลักษณะเป็นสีน้ำตาล ดังภาพที่ 4.18 (a - d) เมื่อนำสารแขวนลอยที่ได้ไปปั่นเหวี่ยงด้วยความเร็ว 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที จะเกิดการแยกชั้นโดยที่พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจะตกลงด้านล่าง เนื่องจากความหนาแน่นรวมของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลและอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมมีค่าสูงกว่าน้ำ เมื่อพิจารณาชั้นน้ำด้านบน พบว่า ค่อนข้างใส แสดงว่าเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำปริมาณน้อยในทุกอัตราส่วน ซึ่งจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการชั่งน้ำหนัก ปริมาณอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำซึ่งมีขนาดในระดับนาโนเมตร มีค่าประมาณ 2 ถึง 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สอดคล้องกับลักษณะทางกายภาพของชั้นน้ำที่ค่อนข้างใส ดังภาพที่ 4.19 (a - d) และตารางที่ 4.3



ภาพที่ 4.18 สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมินาเนตก่อนการปั่นเหวี่ยงที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)



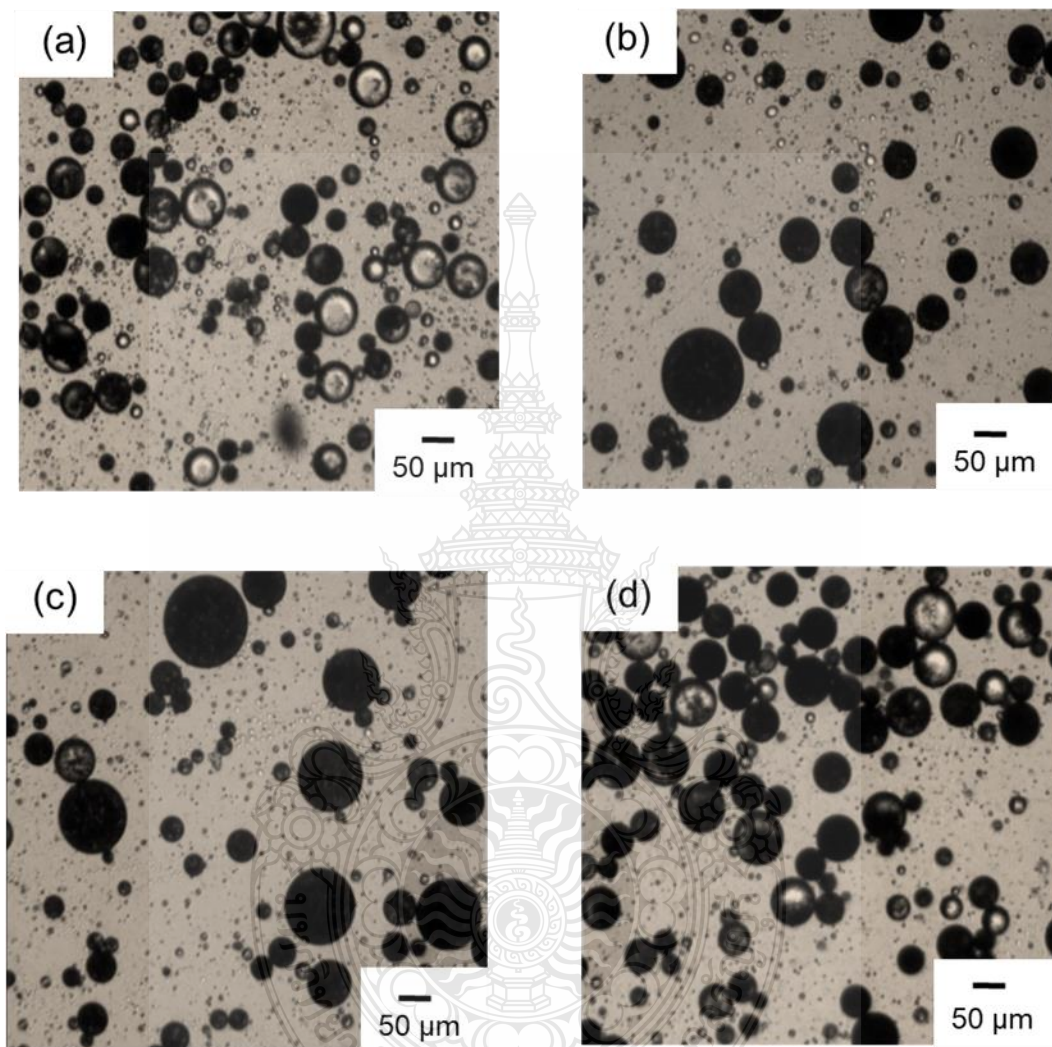
ภาพที่ 4.19 สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูล กักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมินेटหลังการปั่นเหวี่ยงที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)

ตารางที่ 4.3 เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนจากมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์และขนาดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระที่เกิดขึ้นในชั้นวฏภาคต่อเนื่องของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ

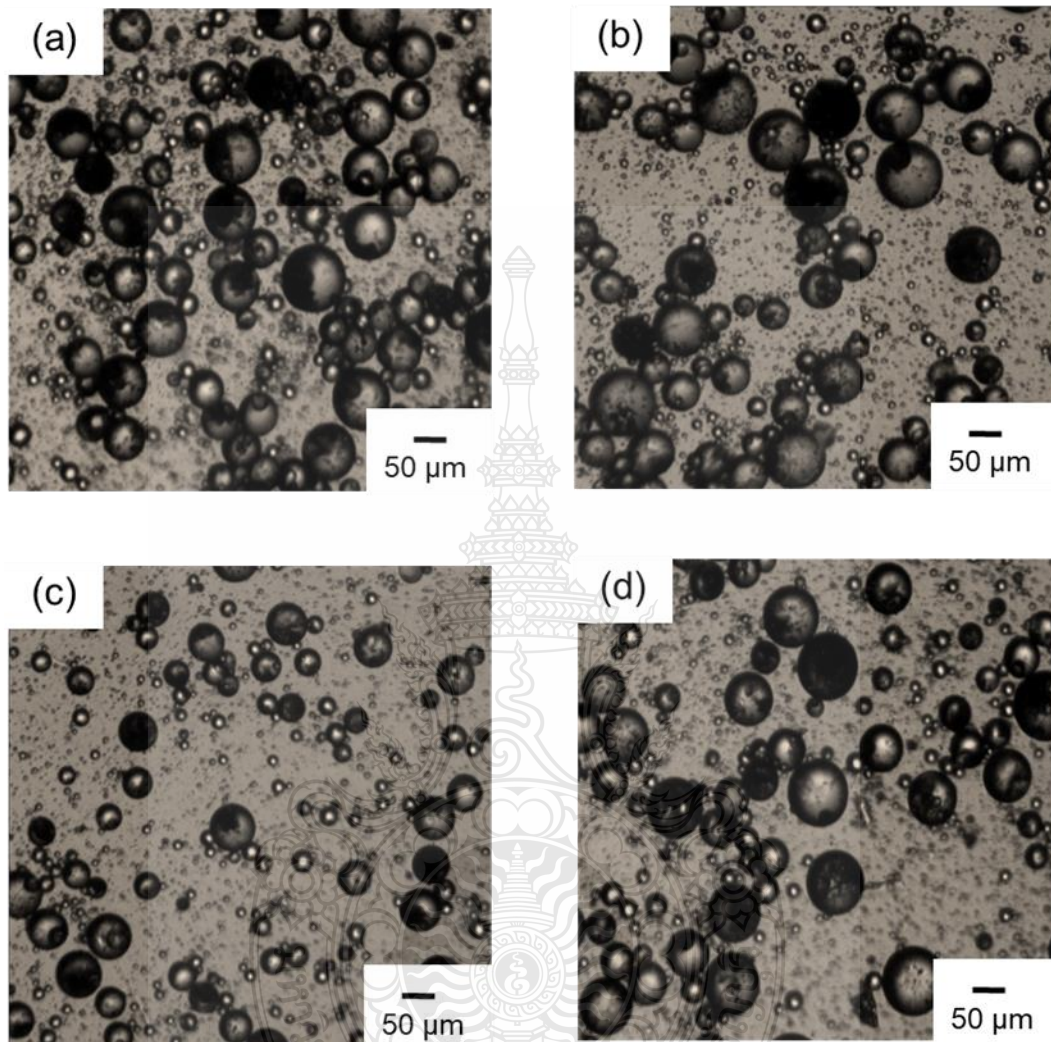
MMA: BA: DVB	Conversion (%) (±SD*)	Free polymer particle			
		(%w/w) relative to total monomer	d_v (nm)	d_n (nm)	d_v/d_n
40: 40: 20	83.80(±0.26)	1.99(±0.29)	162.20(±94.50)	128.80(±36.70)	1.26
35: 35: 30	75.58(±0.27)	4.57(±0.17)	169.90(±79.90)	133.80(±36.60)	1.27
30: 30: 40	69.69(±0.13)	6.78(±0.18)	189.50(±75.10)	154.80(±32.10)	1.22
25: 25: 50	67.83(±0.23)	10.33(±0.26)	192.10(±38.90)	160.20(±42.60)	1.20

*N = 3

เมื่อตรวจสอบลักษณะของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง พบว่า ก่อนการสังเคราะห์หยดของมอนอเมอร์มีลักษณะเป็นทรงกลม มีการกระจายตัวของหยดค่อนข้างกว้างและมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร หยดมอนอเมอร์มีลักษณะสีดำ ทึบ เนื่องจากการกระจายตัวของอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียม ดังภาพที่ 4.20 (a - d) เมื่อผ่านกระบวนการสังเคราะห์ พบว่าพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลยังคงมีลักษณะเป็นทรงกลม มีการกระจายตัวของหยดค่อนข้างกว้าง มีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร และมีลักษณะสีดำทึบแสงในทุกอัตราส่วน ดังภาพที่ 4.21 (a - d) แสดงให้เห็นว่ามีอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียมตกกักเก็บอยู่ภายใน ในปริมาณที่สูง



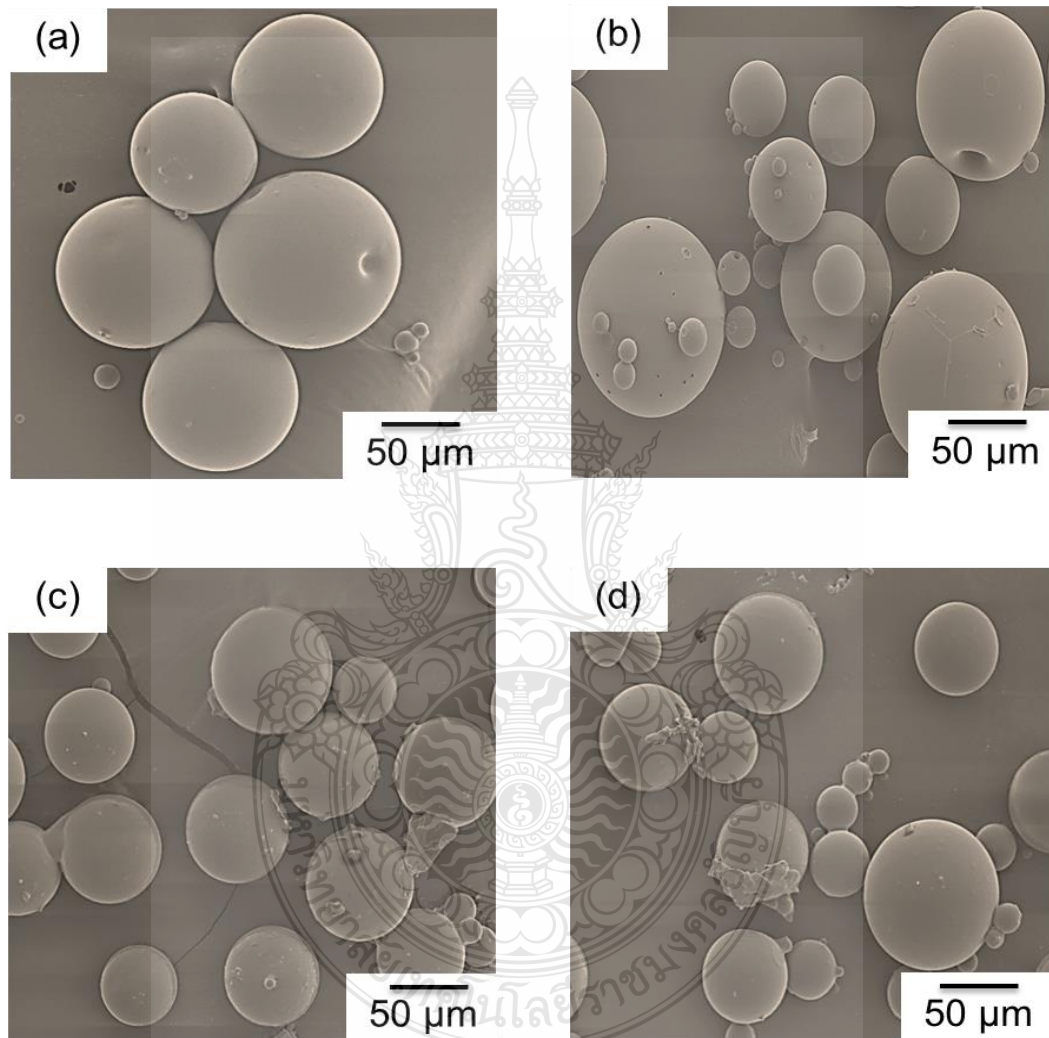
ภาพที่ 4.20 Optical micrographs ของหยดมอนอเมอร์ ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)



ภาพที่ 4.21 Optical micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมิเนียมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)

เมื่อนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเปลือกพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ทุกอัตราส่วนมี

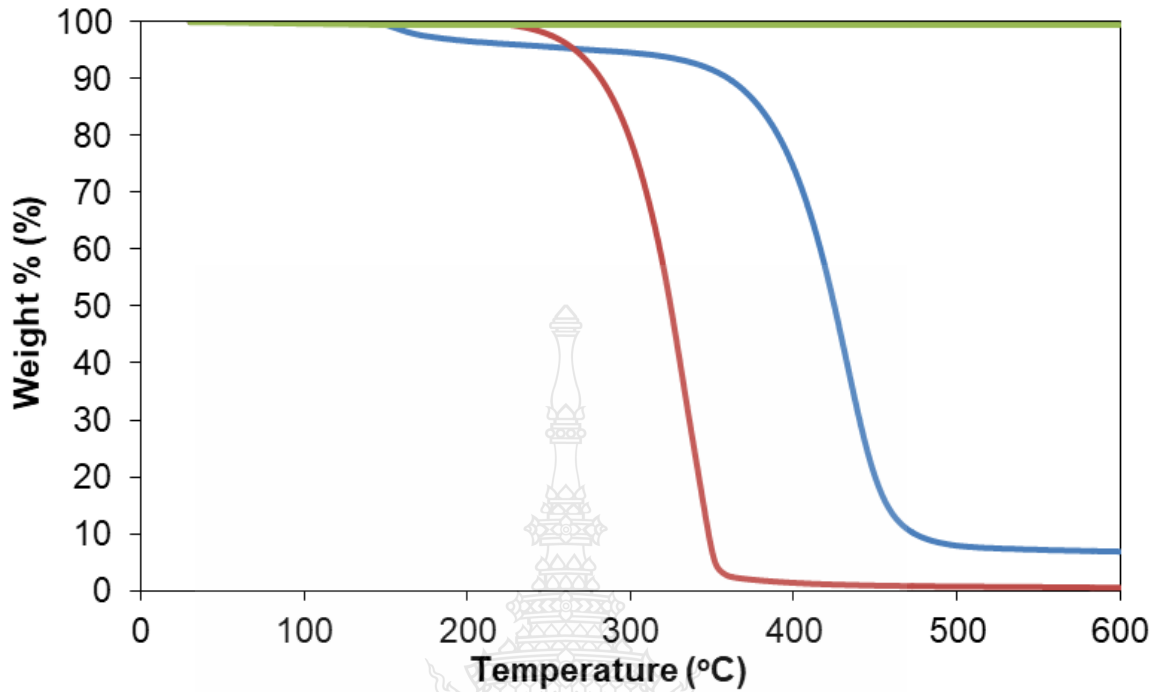
ลักษณะเป็นทรงกลม มีพื้นผิวเรียบ และไม่มีอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมเตมาเกาะที่ผิวดังภาพที่ 4.22 (a - d) ซึ่งสอดคล้องกับการตรวจสอบลักษณะพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง ดังที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น



ภาพที่ 4.22 SEM micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมเต ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อดีไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)

จากการทดสอบการสลายตัวด้วยความร้อนของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลโดยใช้เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส พบว่า การใช้ไดไวนิลเบนซีนเป็นพอลิเมอร์เชื่อมร่างแห มีอุณหภูมิการสลายตัวที่อุณหภูมิประมาณ 320 ถึง 500 องศาเซลเซียส ดังภาพที่ 4.23 ในขณะที่อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมไม่มีการสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในการศึกษาปริมาณการบรรจุอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมด้วยเทคนิคการชั่งน้ำหนัก โดยหลังจากการเผาพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ 600 องศาเซลเซียส เปลือกพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจะสลายตัวเหลือเพียงอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ถูกกักเก็บอยู่ภายใน ซึ่งพบว่าพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้มีเปอร์เซ็นต์การบรรจุอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมจากการทดลองอยู่ประมาณ 25 ถึง 27 ใกล้เคียงกับทฤษฎี (ประมาณ 27 ถึง 34) ส่งผลให้ประสิทธิภาพการกักเก็บค่อนข้างสูงประมาณ 76 ถึง 93 เปอร์เซ็นต์ ดังตารางที่ 4.4 จากผลการทดลองพบว่า เมื่อปริมาณไดไวนิลเบนซีนเพิ่มขึ้นประสิทธิภาพการกักเก็บจะลดลง ซึ่งน่าจะเนื่องจากการเพิ่มขึ้นของไดไวนิลเบนซีนจะทำให้ความไม่ชอบน้ำในหยดมอนอเมอร์เพิ่มขึ้น อาจทำให้ความสามารถในการกระจายตัวและคงอยู่ของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมในหยดมอนอเมอร์ลดลง สอดคล้องกับผลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่พบอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมบางส่วนภายนอกพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ดังภาพที่ 4.22 c และ d

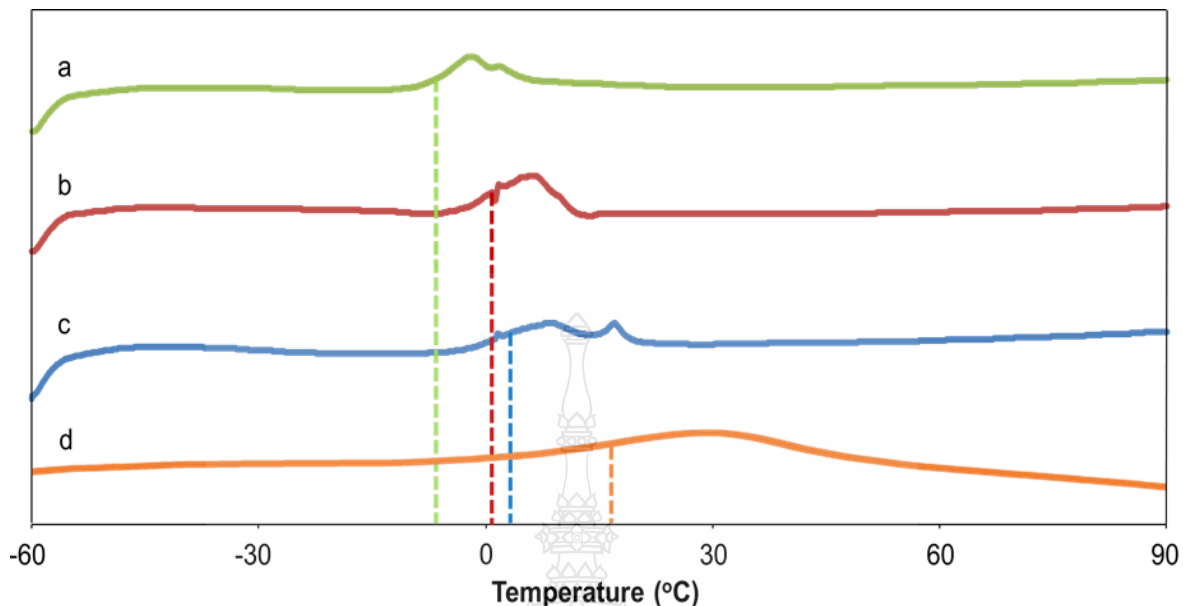
จากผลการทดลอง พบว่าการใช้ไดไวนิลเบนซีนเป็นสารเชื่อมร่างแหสามารถเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่มีลักษณะเป็นทรงกลม มีความแข็งแรง และมีประสิทธิภาพการกักเก็บที่ค่อนข้างสูงทุกสภาวะ โดยก่อนการศึกษาการเคลือบวัสดุต้นแบบได้ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้งสี่สภาวะโดยการวัดค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว ซึ่งจะมีผลต่อสมบัติการเกิดฟิล์มของพอลิเมอร์ โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคดีพีเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี พบว่า เมื่อปริมาณของไดไวนิลเบนซีนเพิ่มขึ้น ค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วจะเพิ่มขึ้น โดยมีค่า -10.0, 1.1, 7.5 และ 16.2 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วน 40: 40: 20, 35: 35: 30, 30: 30: 40 และ 25: 25: 50 ตามลำดับ (ภาพที่ 4.24) อย่างไรก็ตาม พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลทั้งสี่สภาวะยังคงมีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง จึงจะนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้งสี่สภาวะไปศึกษาการเตรียมวัสดุต้นแบบในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยการเคลือบลงบนกระจกและเมทัลซีทต่อไป



ภาพที่ 4.23 TGA เทอร์โมแกรมของกรดโอเลอิก (แดงเลือดหมู) พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (น้ำเงิน) และอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินต (เขียว)

ตารางที่ 4.4 เปอร์เซ็นต์การบรรจุและประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินตภายในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน

MMA: BA: DVB	%Loading (%w/w)		%Encapsulation (%w/w)
	Experiment	Calculation	
40: 40: 20	25	27	93
35: 35: 30	27	30	90
30: 30: 40	27	32	84
25: 25: 50	26	34	76

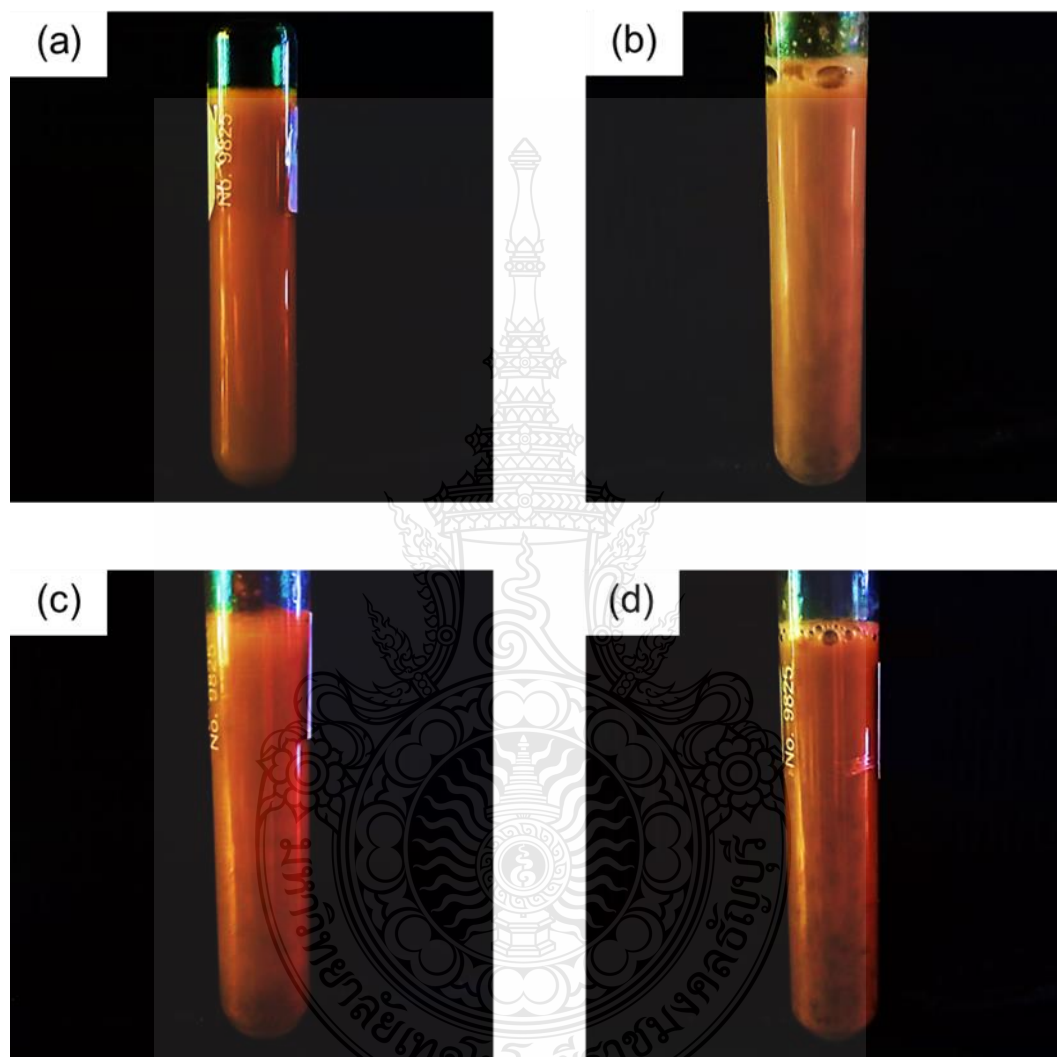


ภาพที่ 4.24 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมต่ออัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลอะคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)

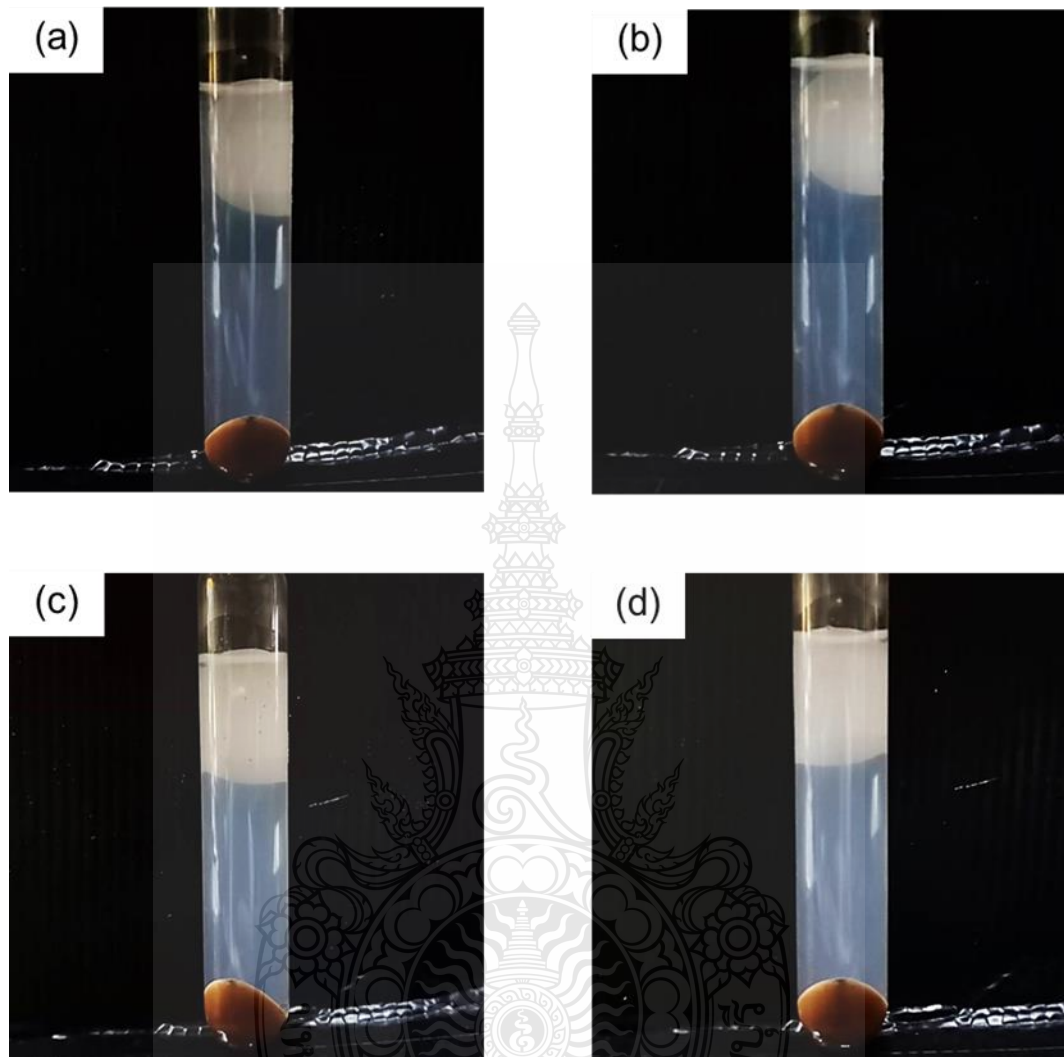
4.2.3.2 ผลของปริมาณเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต

นอกจากไดไวนิลเบนซีนแล้ว ได้ศึกษาการใช้เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลตเป็นมอนอเมอร์เชื่อมร่างแหด้วย โดยทำการศึกษาอัตราส่วนเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีนไกลคอล ไดเมทาคริเลตที่ 40: 40: 20, 35: 35: 30, 30: 30: 40 และ 25: 25: 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากผลการทดลอง พบว่า สารแขวนลอยของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้งสี่สภาวะมีลักษณะเป็นสีน้ำตาล แสดงดังภาพที่ 4.25 (a - d) เมื่อนำสารแขวนลอยที่ได้ไปปั่นเหวี่ยงด้วยความเร็ว 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที จะเกิดการแยกชั้นโดยที่พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจะตกตะกอนลงด้านล่างมีลักษณะเป็นครีมสีน้ำตาล เนื่องจากความหนาแน่นรวมของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลและอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมมีค่าสูงกว่าน้ำ เมื่อพิจารณาชั้นน้ำด้านบน พบว่า ค่อนข้างใส แสดงว่าเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระ ซึ่งมีขนาดในระดับนาโนเมตรในชั้นน้ำน้อยในทุกอัตราส่วน ซึ่งจากการวิเคราะห์ด้วยการชั่งน้ำหนักปริมาณ

อนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำมีค่าประมาณ 4 ถึง 11 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สอดคล้องกับลักษณะทางกายภาพของชั้นน้ำที่ค่อนข้างใส ดังภาพที่ 4.26 (a - d) และตารางที่ 4.5



ภาพที่ 4.25 สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินตก่อนการปั่นเหวี่ยงที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30; (b) 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)



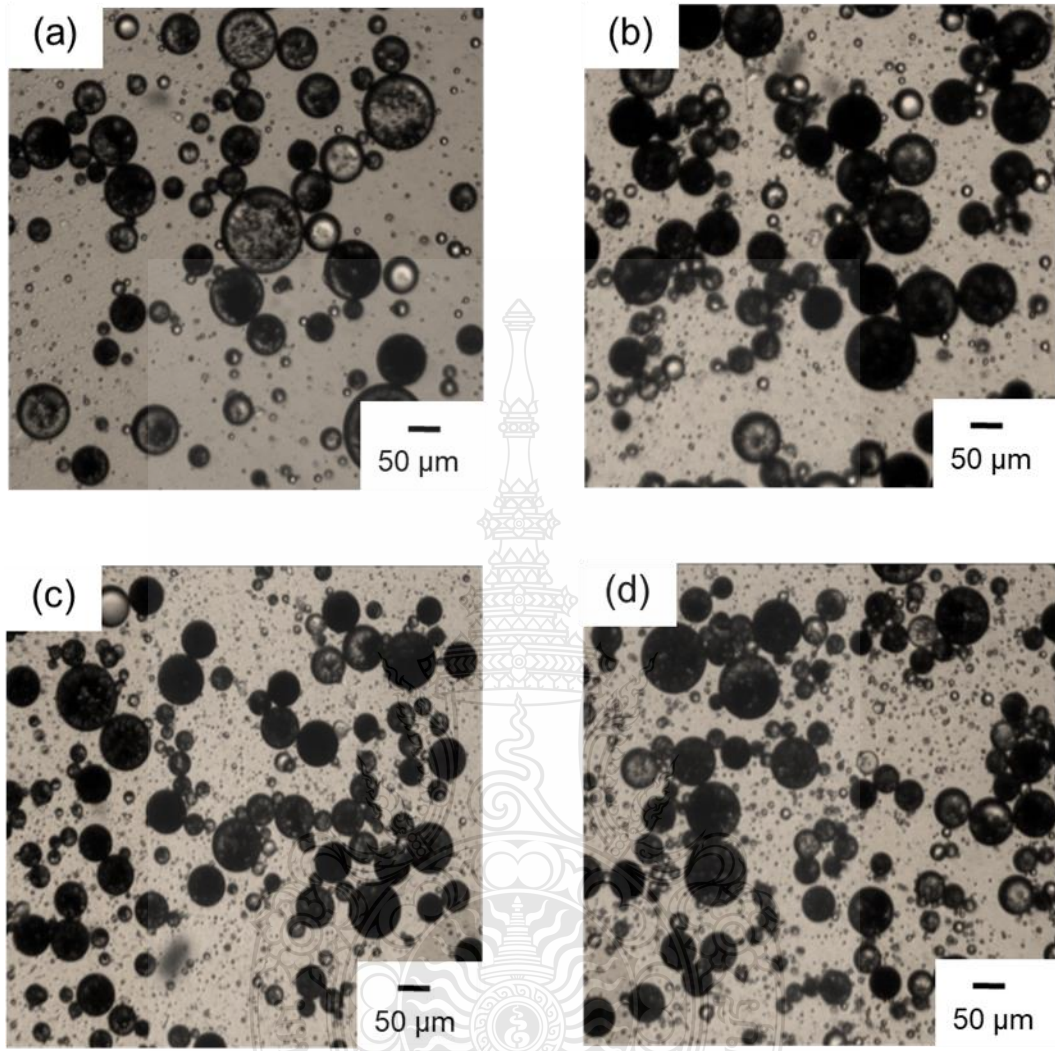
ภาพที่ 4.26 สารแขวนลอยของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมิเนียมเตหลังจากปั่นเหวี่ยงที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)

ตารางที่ 4.5 เปอร์เซ็นต์การเปลี่ยนจากมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์และขนาดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระที่เกิดขึ้นในชั้นวิภาคต่อเนื่องของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดมทาคริเลต) ที่อัตราส่วนต่าง ๆ

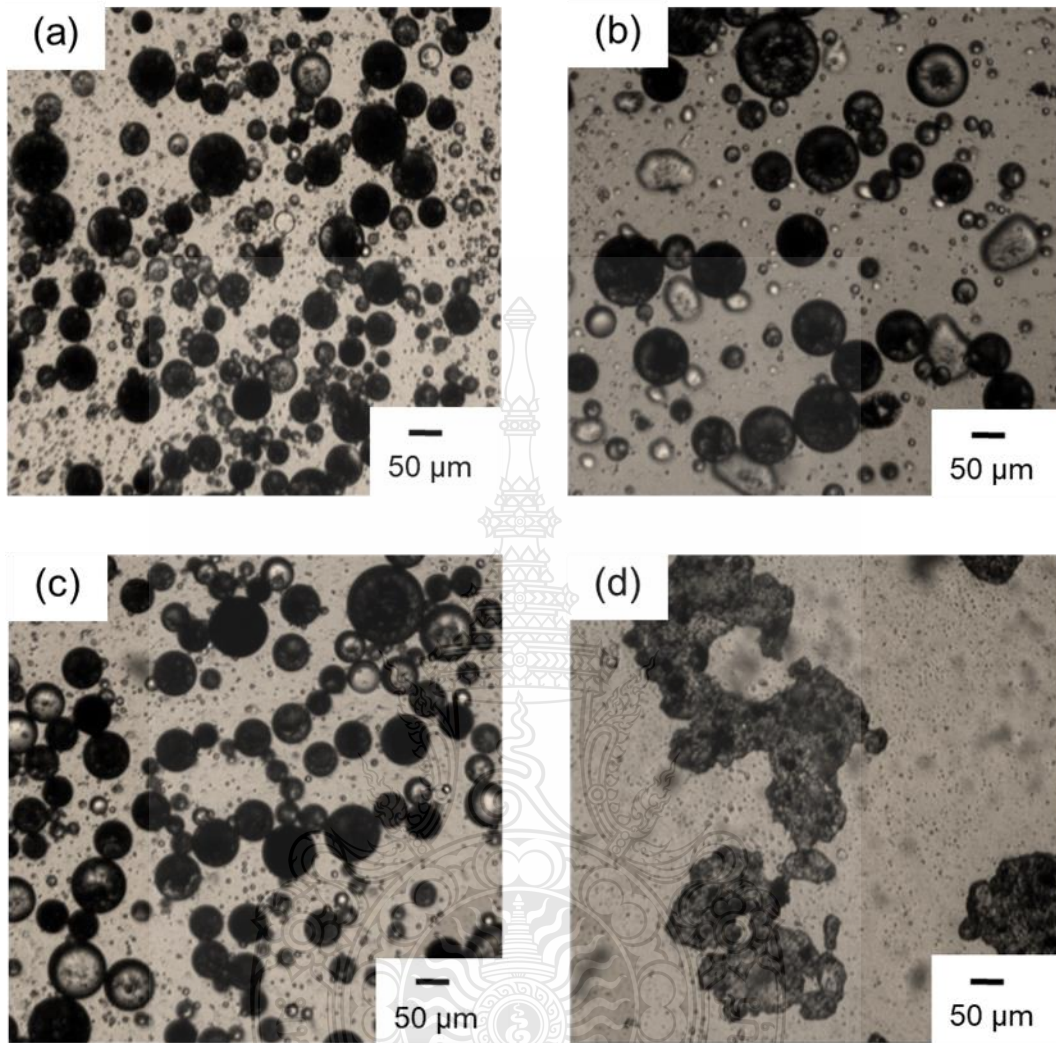
MMA: BA: EGDMA	Conversion (%) (±SD*)	Free polymer particle			
		(%w/w) relative to total monomer	d_v (nm)	d_n (nm)	d_v/d_n
40: 40: 20	77.17(±0.08)	4.23(±0.15)	151.10(±67.80)	124.30(±34.00)	1.22
35: 35: 30	70.11(±0.08)	5.65(±0.14)	234.70(±101.70)	174.70(±47.10)	1.34
30: 30: 40	65.26(±0.09)	8.12(±0.36)	229.50(±112.90)	168.30(±49.10)	1.36
25: 25: 50	63.28(±1.03)	11.24(±0.28)	254.20(±138.20)	174.60(±49.30)	1.46

*N = 3

เมื่อตรวจสอบลักษณะของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง พบว่า ก่อนการสังเคราะห์หยดของมอนอเมอร์มีลักษณะเป็นทรงกลม มีการกระจายตัวของหยดค่อนข้างกว้างและมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร ดังภาพที่ 4.27 (a - d) หลังจากการสังเคราะห์ พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลยังคงมีลักษณะเป็นทรงกลม มีการกระจายตัวของหยดค่อนข้างกว้าง มีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร และมีลักษณะทึบแสงในทุกอัตราส่วน ดังภาพที่ 4.28 (a - c) แสดงให้เห็นว่ามีอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่ถูกกักเก็บอยู่ภายใน แต่ในสภาวะที่มีเอทิลีน ไกลคอล ไดมทาคริเลตเพิ่มขึ้น ที่อัตราส่วน 25: 25: 50 พบว่า หลังการสังเคราะห์พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ได้ไม่เสถียร เกิดการจับตัวกันเป็นก้อน ดังภาพที่ 4.28 (d)



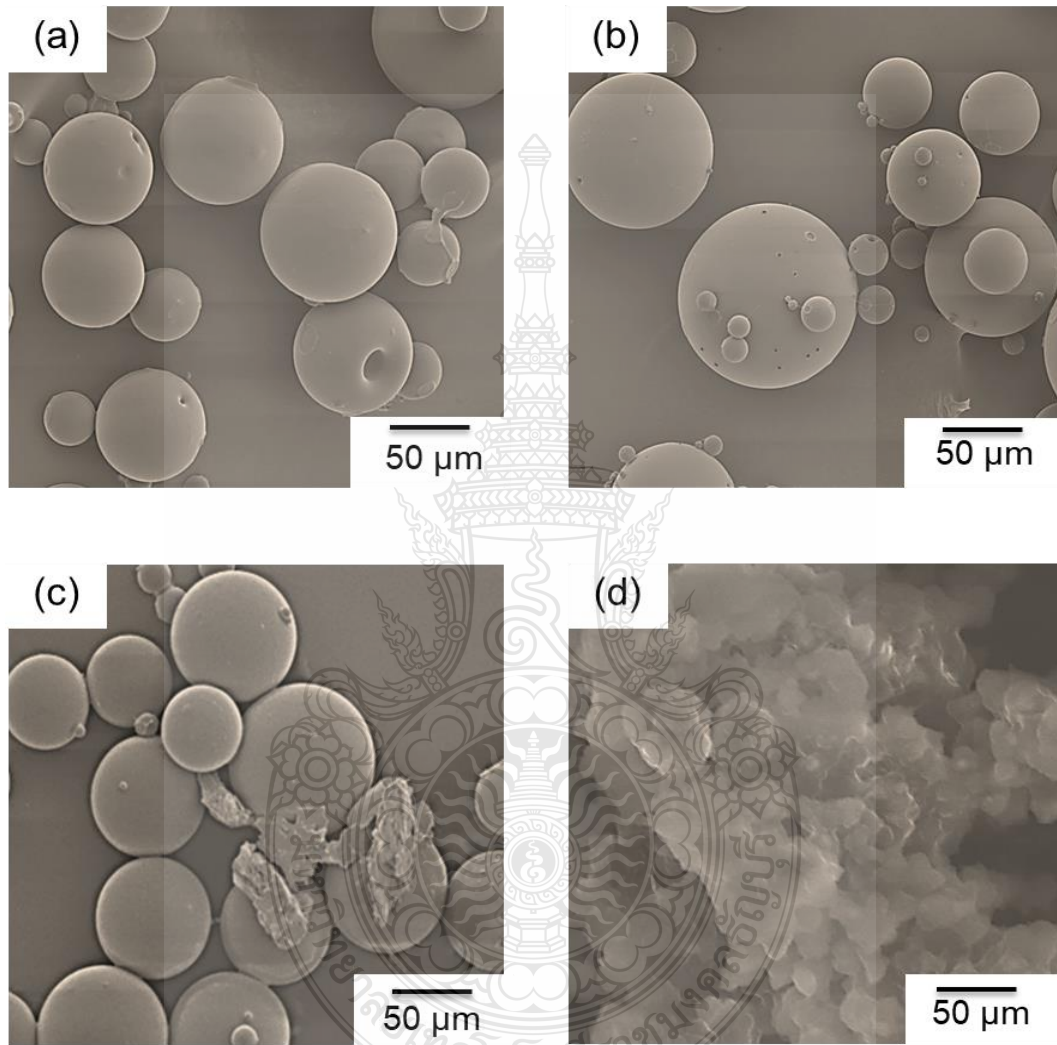
ภาพที่ 4.27 Optical micrographs ของหยดมอนอเมอร์ ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อ บิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)



ภาพที่ 4.28 Optical micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมินา ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)

เมื่อนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ที่อัตราส่วน 40: 40: 20, 35: 35: 30 และ 30: 30: 40 แคปซูลมีลักษณะเป็นทรงกลม พื้นผิวเรียบ และมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร ดังภาพที่ 4.29 (a - c) ต่าง

จากที่อัตราส่วน 25: 25: 50 ที่เกิดการจับตัวกันเป็นก้อน ดังภาพที่ 4.29 (d) ซึ่งสอดคล้องกับการตรวจสอบลักษณะพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น



ภาพที่ 4.29 SEM micrographs ของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซีอะลูมินา ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)

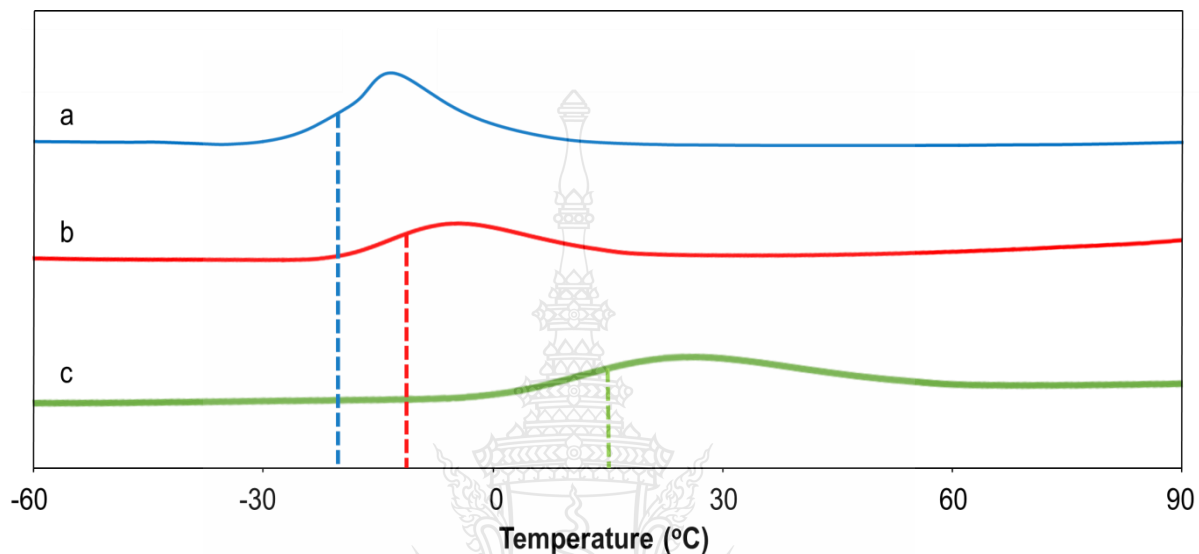
จากการหาปริมาณของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ถูกกักเก็บในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยการเผาและชั่งน้ำหนัก พบว่า พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้มีเปอร์เซ็นต์การบรรจุอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมจากการทดลองอยู่ประมาณ 26 ถึง 28 ใกล้เคียงกับทฤษฎีประมาณ 29 ถึง 37 ส่งผลให้ประสิทธิภาพการกักเก็บค่อนข้างสูงประมาณ 73 ถึง 90 เปอร์เซ็นต์ ดังตารางที่ 4.6 โดยประสิทธิภาพการกักเก็บลดลงเมื่อปริมาณของเอทิลีน ไกลคอล ไดมัทาคริเลตเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับผลจากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของพอลิเมอร์เชื่อมร่างแหเอทิลีน ไกลคอล ไดมัทาคริเลต น่าจะมีอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมบางส่วนหลุดออกมาในระหว่างการสังเคราะห์ และเกิดการจับตัวกันเป็นก้อน

ตารางที่ 4.6 เปอร์เซ็นต์การบรรจุและประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมภายในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดมัทาคริเลต

MMA: BA: EGDMA	%Loading (%w/w)		%Encapsulation (%w/w)
	Experiment	Calculation	
40: 40: 20	26	29	90
35: 35: 30	28	32	88
30: 30: 40	28	34	82
25: 25: 50	27	37	73

จากผลการทดลองข้างต้น พบว่า การใช้เอทิลีน ไกลคอล ไดมัทาคริเลตเป็นสารเชื่อมร่างแหที่ปริมาณ 20 30 และ 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สามารถเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลทรงกลม มีความแข็งแรง มีความเสถียรทางคอลลอยด์ได้ และมีประสิทธิภาพการกักเก็บค่อนข้างสูง โดยก่อนการศึกษาการเคลือบวัสดุต้นแบบ ได้ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้งสามสถานะโดยการวัดค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วด้วยเทคนิคดีพีเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี พบว่า เมื่อปริมาณของเอทิลีน ไกลคอล ไดมัทาคริเลตเพิ่มขึ้น ค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วจะเพิ่มขึ้น โดยมีค่า -19.7, -11.5 และ 18.2 องศาเซลเซียส ที่อัตราส่วน 40: 40: 20, 35: 35: 30 และ 30: 30: 40 ตามลำดับ (ภาพที่ 4.30) อย่างไรก็ตาม พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลทั้งสาม

สภาวะยังคงมีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง จึงจะนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลทั้งสามสภาวะไปศึกษาการเตรียมวัสดุต้นแบบในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยการเคลือบลงบนกระจกและเมทัลชีทต่อไป



ภาพที่ 4.30 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมิเนียมอัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b) และ 30: 30: 40 (c)

4.3 การเตรียมวัสดุต้นแบบในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม

จากการศึกษาการเคลือบพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูล และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่อัตราส่วนต่าง ๆ ดังตารางที่ 4.7 บนวัสดุต้นแบบด้วยการใช้สเปรย์พ่น และทำการตรวจสอบลักษณะการเกาะติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และศึกษาเปอร์เซ็นต์การเคลือบติด ได้ผลการทดลองดังนี้

ตารางที่ 4.7 พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมชนิดต่าง ๆ ในการเตรียมวัสดุต้นแบบในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยการเคลือบลงบนกระจกและเมทัลชีท

Chemicals	40: 40: 20	35: 35: 30	30: 30: 40	25: 25: 50
MMA: BA: DVB	+	+	+	+
MMA: BA: EGDMA	+	+	+	-

- * + คือ ศึกษาการเคลือบพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมบนวัสดุต้นแบบ
 - คือ ไม่ศึกษาการเคลือบพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมบนวัสดุต้นแบบ

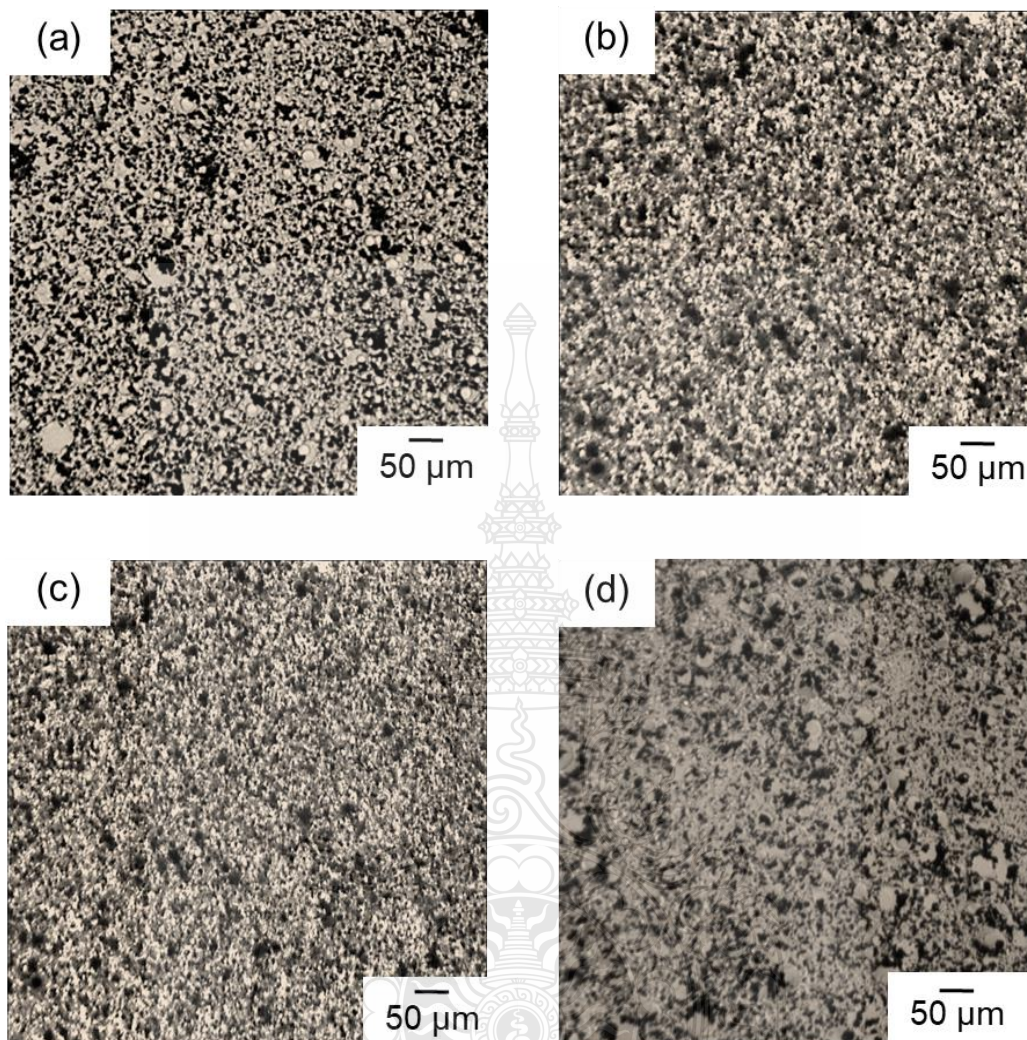
4.3.1 การเตรียมกระจกสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม

จากการศึกษาการเคลือบพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมบนกระจกด้วยการใช้สเปรย์พ่นเคลือบ โดยใช้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้ง 7 สภาวะ ดังตารางที่ 4.7 เมื่อทำการตรวจสอบลักษณะการเกาะติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง พบว่า แคปซูลที่ใช้ไดไวนิลเบนซีน (ภาพที่ 4.31) และใช้เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (ภาพที่ 4.33) เป็นสารเชื่อมร่างแห มีการกระจายตัวของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลอยู่บนกระจกในทุกสภาวะ เมื่อนำกระจกที่ผ่านการเคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลไปศึกษาลักษณะการเกาะติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะเห็นการกระจายตัวของพอลิเมอร์

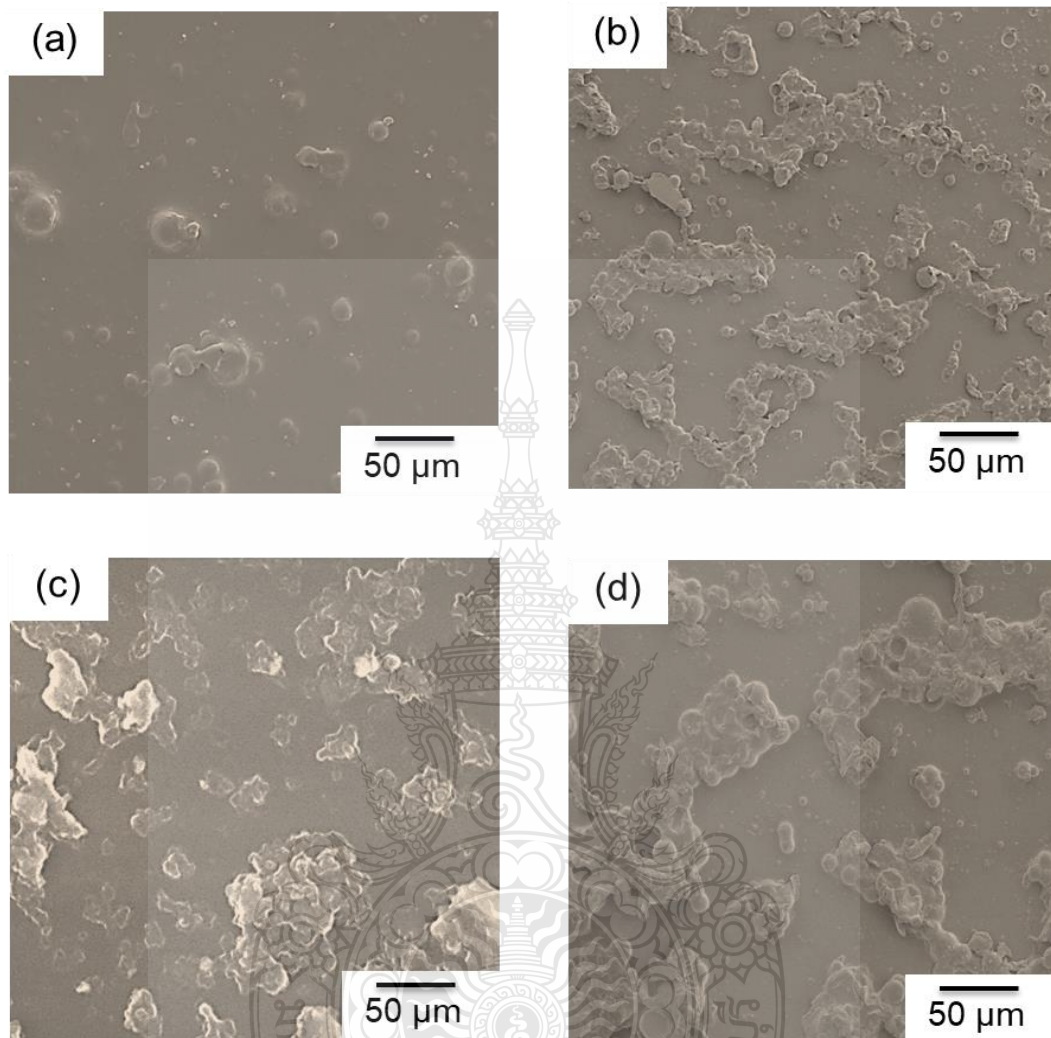
ไมโครแคปซูลที่ชัดเจนมากขึ้น ดังภาพที่ 4.32 และ 4.34 ซึ่งสอดคล้องกับผลจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง เมื่อนำไปศึกษาการเคลือบติด พบว่า พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีปริมาณของสารเชื่อมร่างแห 20 เปอร์เซ็นต์ มีเปอร์เซ็นต์การเคลือบติดสูงสุด และลดลงตามเปอร์เซ็นต์ของสารเชื่อมร่างแหที่เพิ่มขึ้น ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากเมื่อเพิ่มปริมาณสารเชื่อมร่างแห ค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลมีค่าเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์การเคลือบติดลดลง ดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 เปอร์เซ็นต์การเคลือบติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เคลือบบนกระจก

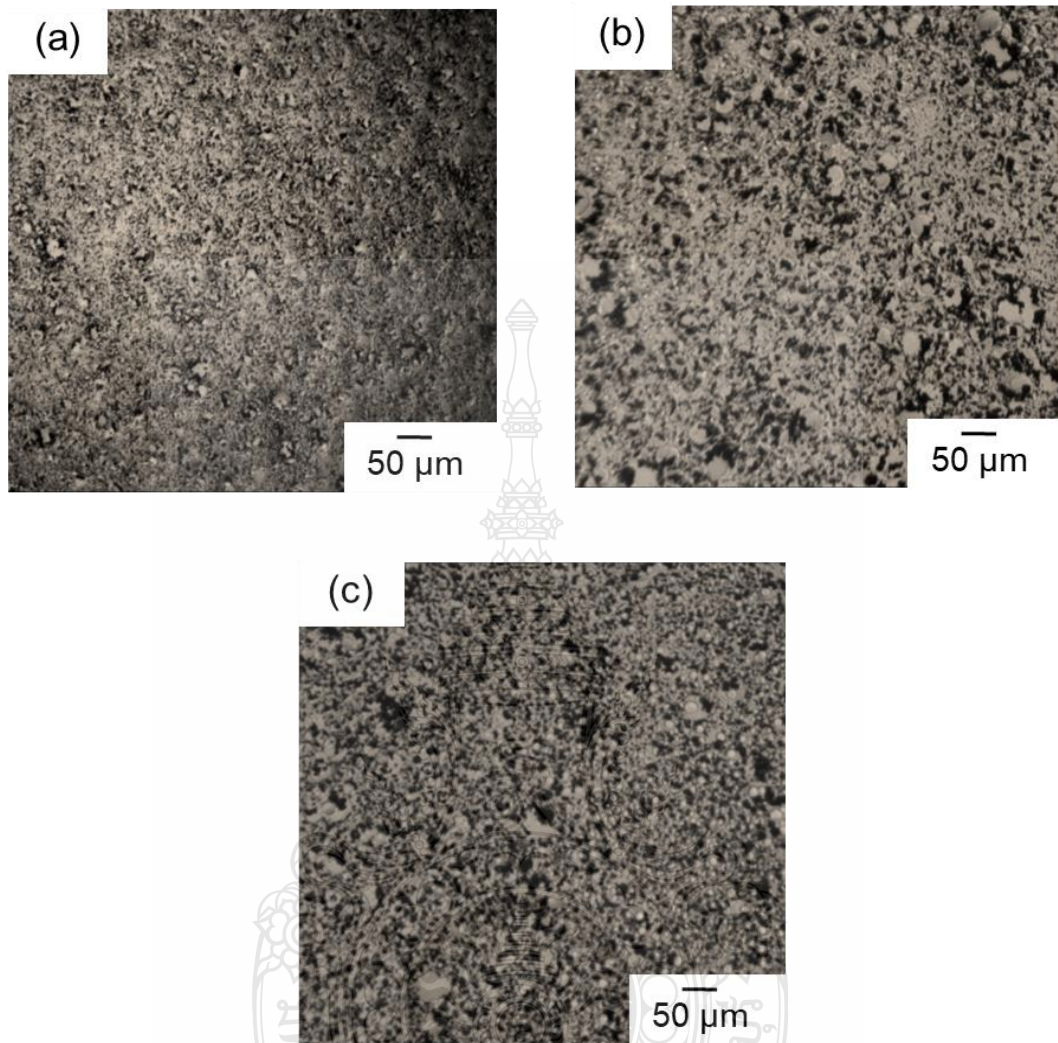
	MMA: BA: crosslinked monomer	%Add on
P(MMA-BA-DVB)/o-FeAl ₂ O ₄	40: 40: 20	90
	35: 35: 30	80
	30: 30: 40	62
	25: 25: 50	42
P(MMA-BA-EGDMA)/o-FeAl ₂ O ₄	40: 40: 20	88
	35: 35: 30	78
	30: 30: 40	61



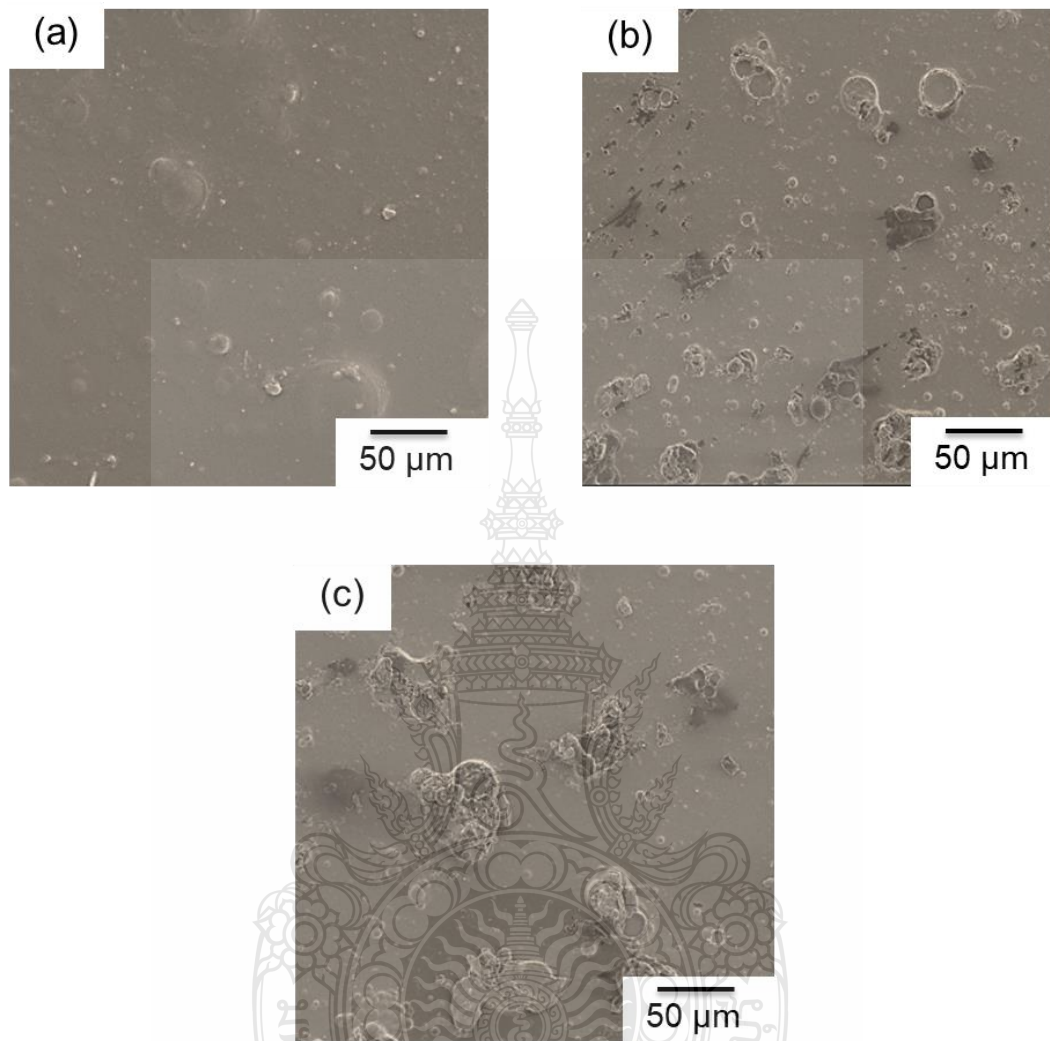
ภาพที่ 4.31 Optical micrographs ของกระจกที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซิอีทิลอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)



ภาพที่ 4.32 SEM micrographs ของกระจกที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกึ่งเก็บอนุภาคไมโครไอออนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)



ภาพที่ 4.33 Optical micrographs ของกระจกที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ลูมินา ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b) และ 30: 30: 40 (c)



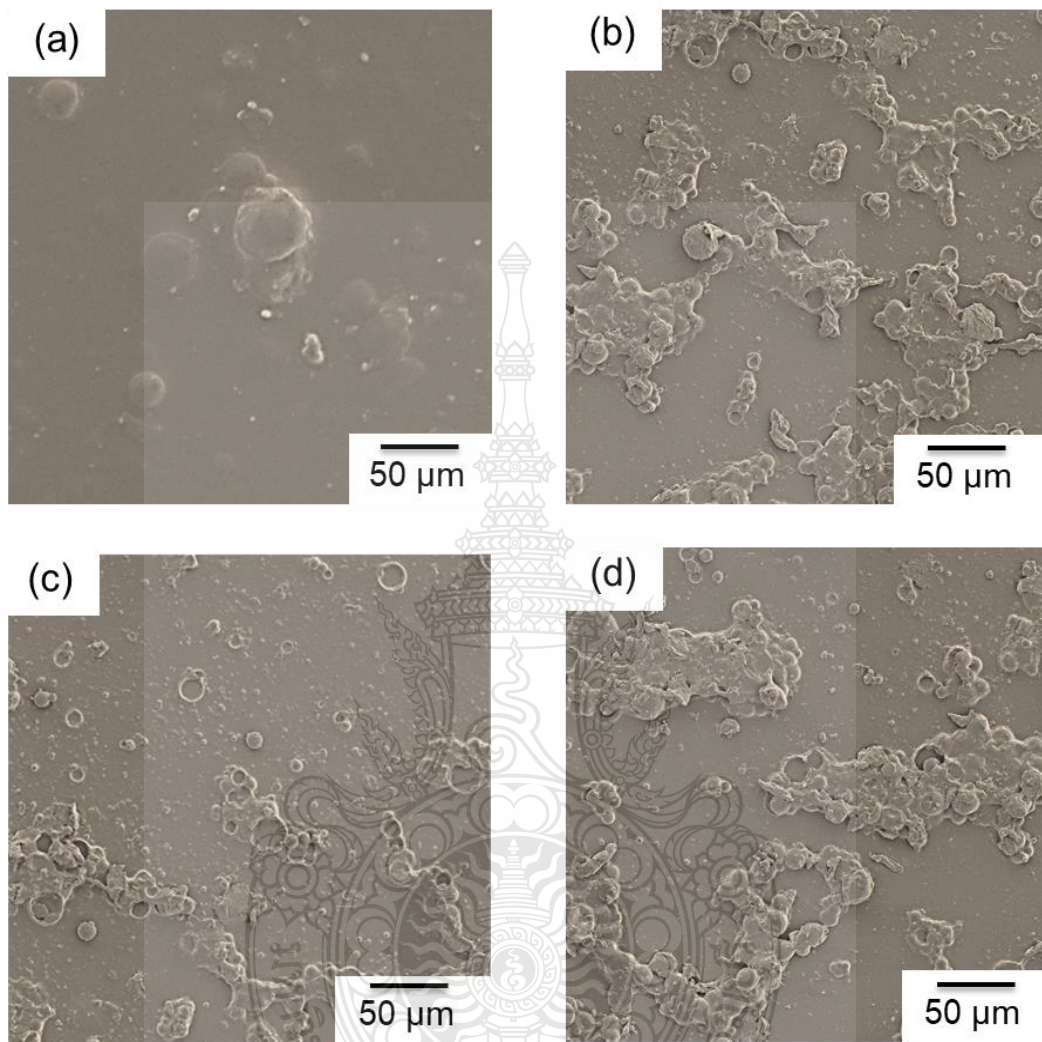
ภาพที่ 4.34 SEM micrographs ของกระจกที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีนไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์อะลูมินา ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b) และ 30: 30: 40 (c)

4.3.2 การเตรียมเมทัลซีทสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินต

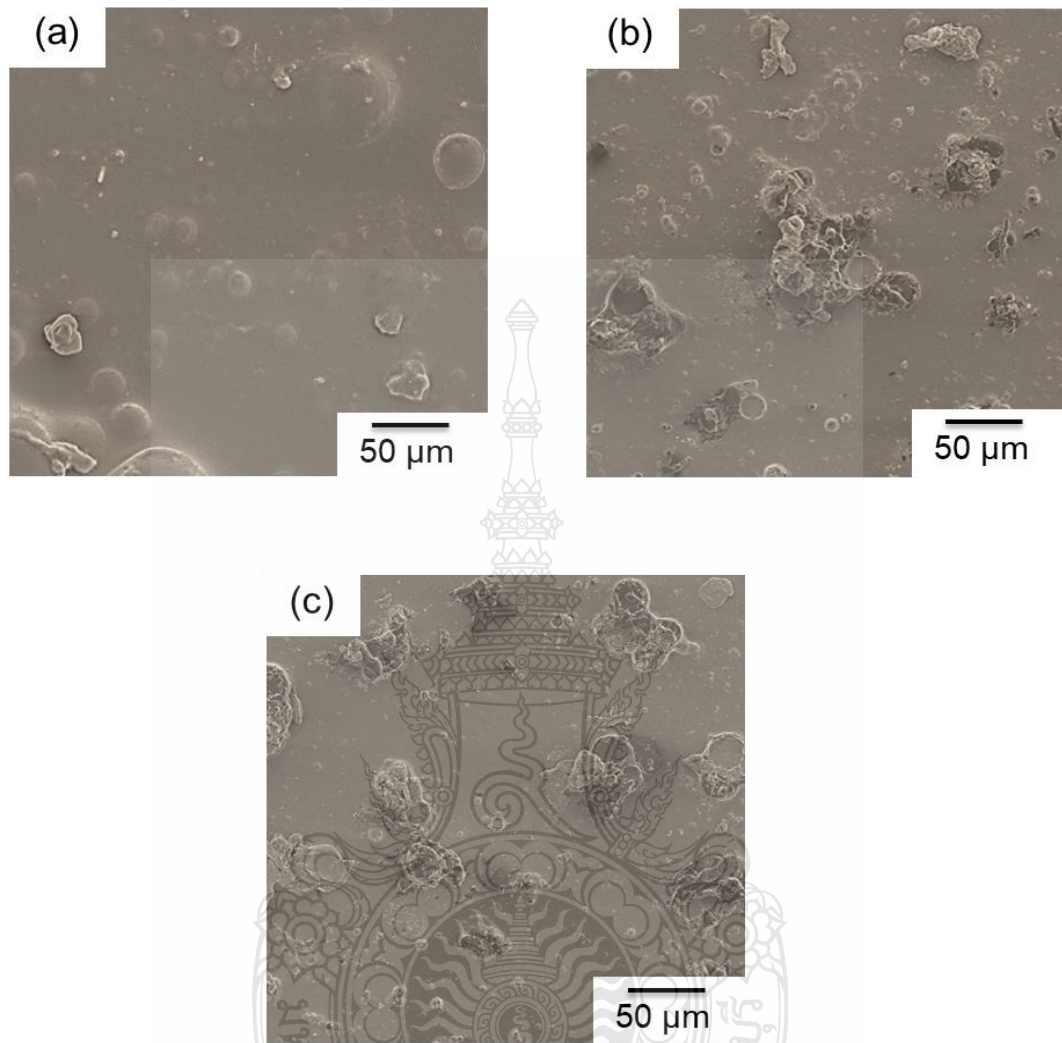
จากการศึกษาการเคลือบพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมินตบนเมทัลซีทด้วยการใช้สเปรย์พ่นเคลือบ โดยใช้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ทั้ง 7 สภาวะดังตารางที่ 4.7 โดยการตรวจสอบลักษณะการเกาะติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะเห็นว่าการกระจายตัวของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ชัดเจน ดังภาพที่ 4.35 และ 4.36 และเมื่อนำไปศึกษาการเคลือบติด พบว่า พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีปริมาณของสารเชื่อมร่างแห 20 เปอร์เซ็นต์ มีเปอร์เซ็นต์การเคลือบติดสูงที่สุด และลดลงตามเปอร์เซ็นต์ของสารเชื่อมร่างแหที่เพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากเมื่อเพิ่มสารเชื่อมร่างแห ค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลเพิ่มขึ้น ส่งผลให้เปอร์เซ็นต์การเคลือบติดลดลง ดังตารางที่ 4.9 เช่นเดียวกับการใช้ไดไวนิลเบนซีนเป็นมอนอเมอร์เชื่อมร่างแห

ตารางที่ 4.9 เปอร์เซ็นต์การเคลือบติดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลบนเมทัลซีท

	MMA: BA: crosslinked monomer	%Add on
P(MMA-BA-DVB)/o-FeAl ₂ O ₄	40: 40: 20	89
	35: 35: 30	81
	30: 30: 40	63
	25: 25: 50	44
P(MMA-BA-EGDMA)/o-FeAl ₂ O ₄	40: 40: 20	88
	35: 35: 30	78
	30: 30: 40	59



ภาพที่ 4.35 SEM micrographs ของเมทิลซีทีที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซิดอลูมินา ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b); 30: 30: 40 (c) และ 25: 25: 50 (d)



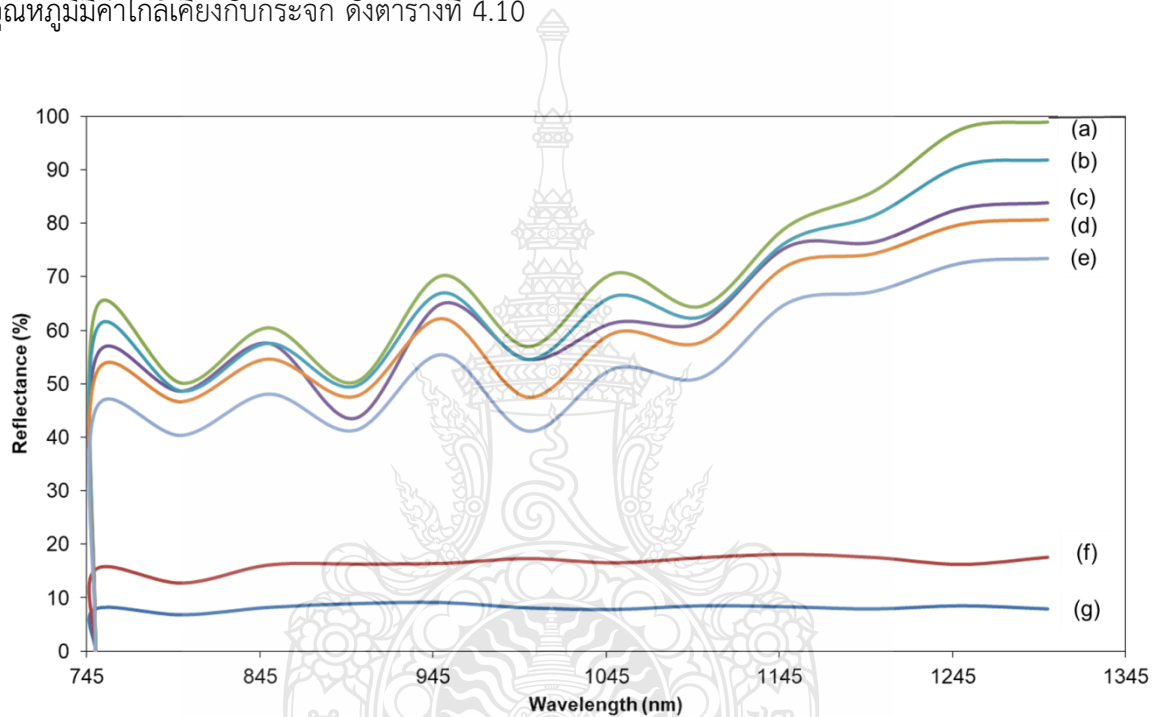
ภาพที่ 4.36 SEM micrographs ของเมทลชีทที่เคลือบด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกไซด์ลูมินิต ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (a); 35: 35: 30 (b) และ 30: 30: 40 (c)

4.4 การทดสอบประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดและการควบคุมอุณหภูมิของวัสดุต้นแบบ

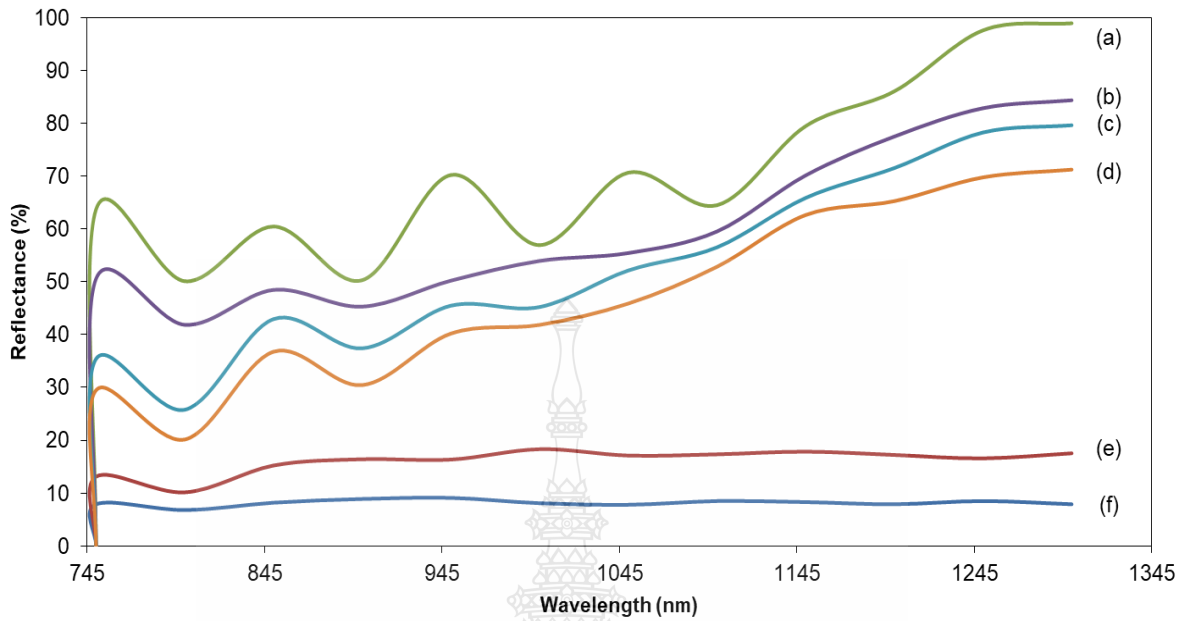
ในขั้นตอนสุดท้ายได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดหรือรังสีความร้อนของวัสดุต้นแบบที่เตรียมได้ คือ กระจกและเมทัลชีทที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่สภาวะต่าง ๆ เปรียบเทียบกับอนุภาคพอลิเมอร์และอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมตั้งต้น โดยเริ่มจากนำวัสดุต้นแบบที่ได้จากการเคลือบในหัวข้อ 4.3 มาวัดประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยเครื่อง Fiber optic spectrometer (AVANTES Avalight-DHS; Detector AvaSpec-2048L) ตามมาตรฐาน ASTM E903 ในช่วงความยาวคลื่น 750 - 1,300 นาโนเมตร พบว่าประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมตั้งต้นมีค่าสูงที่สุดและค่อย ๆ เพิ่มขึ้นจาก 60 - 100 เปอร์เซ็นต์ เมื่อความยาวคลื่นเพิ่มขึ้น ในขณะที่อนุภาคพอลิเมอร์ที่ไม่มีอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม และกระจกสามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้เพียงเล็กน้อยและคงที่ที่ประมาณ 16 และ 8 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ตลอดช่วงความยาวคลื่น ในกรณีของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดจะลดลงเล็กน้อย โดยเมื่อปริมาณของสารเชื่อมร่างแหเพิ่มขึ้นประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดจะลดลงซึ่งน่าจะเกิดจากการที่มีความหนาแน่นของโครงร่างแหมากขึ้นจึงเกิดการบดบังประสิทธิภาพในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่ถูกกักเก็บอยู่ภายในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ดังภาพที่ 4.37 และ 4.38 อย่างไรก็ตาม ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ใช้เมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน อัตราส่วน 40: 40: 20 มีค่าสูงที่สุด และใกล้เคียงกับของอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมตั้งต้น

จากนั้น ได้ทำการศึกษาประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิ โดยการวัดอุณหภูมิด้านบนและด้านล่างของกระจกเปล่าและกระจกที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ติดเทอร์โมคัปเปิล เมื่อให้ความร้อนด้วยโคมไฟและทำการบันทึกข้อมูลโดยใช้เครื่อง Data Logger เป็นเวลาทั้งหมด 7 ชั่วโมง พร้อมกันทั้งหมด 5 แผ่น แล้วบันทึกผล ได้ผลการทดลองดังภาพที่ 4.39 และ 4.40 พบว่า ประสิทธิภาพในการควบคุมอุณหภูมิของกระจกในเทอมของผลต่างของอุณหภูมิมีค่าประมาณ 3 องศาเซลเซียส แต่เมื่อเคลือบกระจกด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมผลต่างของอุณหภูมิของกระจกที่เคลือบเพิ่มขึ้นอย่างมากสอดคล้องกับประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดดังกล่าวมาข้างต้น โดยกระจกที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ใช้เมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน อัตราส่วน 40: 40: 20 มีค่าผลต่างของอุณหภูมิสูงที่สุด (15-16 องศาเซลเซียส) สูงกว่ากระจกเปล่า

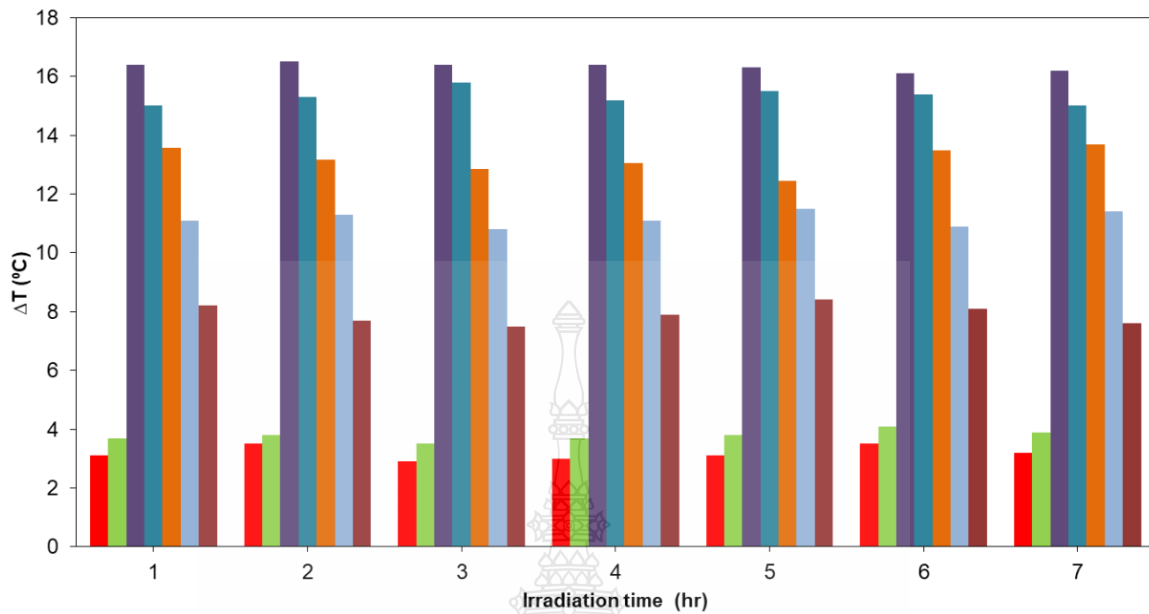
ประมาณ 5 เท่า นอกจากนี้ ยังพบว่ากระจกที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีไดไวนิลเบนซีน สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ดีกว่าพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลตได้ประมาณ 2 ถึง 3 องศาเซลเซียส ดังตารางที่ 4.10 ในกรณีประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของเมทัลชีทเปล่าและ เมทัลชีทที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีไดไวนิลเบนซีนและเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต เป็นสารเชื่อมร่างแห แสดงดังภาพที่ 4.41 และ 4.42 ตามลำดับ พบว่า ประสิทธิภาพในการควบคุม อุณหภูมิมีค่าใกล้เคียงกับกระจก ดังตารางที่ 4.10



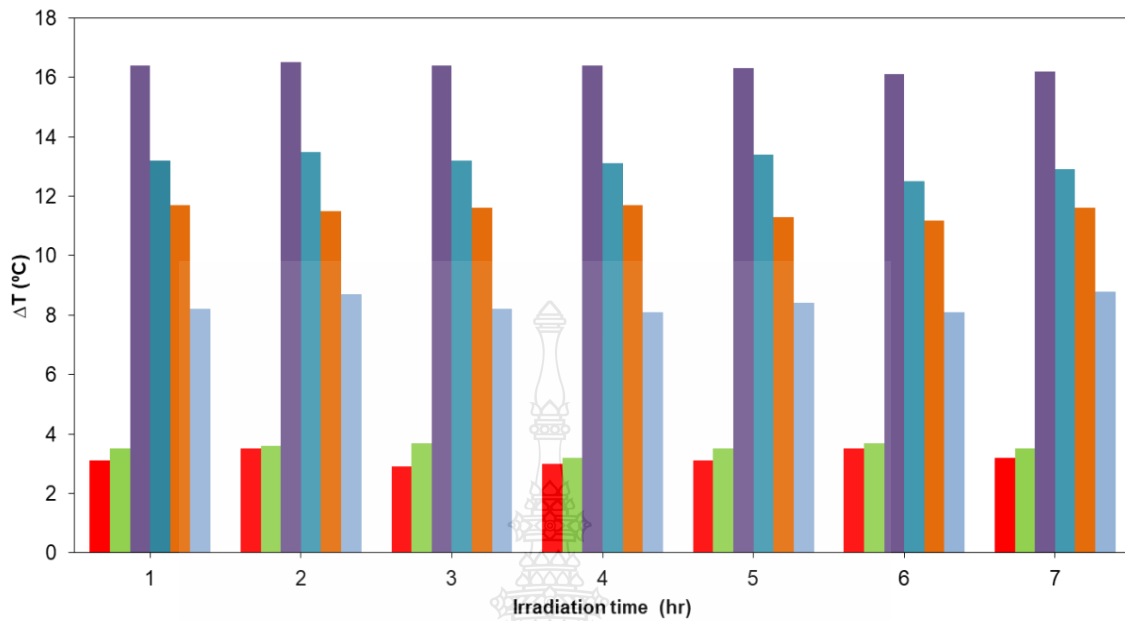
ภาพที่ 4.37 ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม (a) พอลิ(เมทิล เมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมที่ อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (b); 35: 35: 30 (c); 30: 30: 40 (d) และ 25: 25: 50 (e); อนุภาคพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต- บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (f) และกระจก (g)



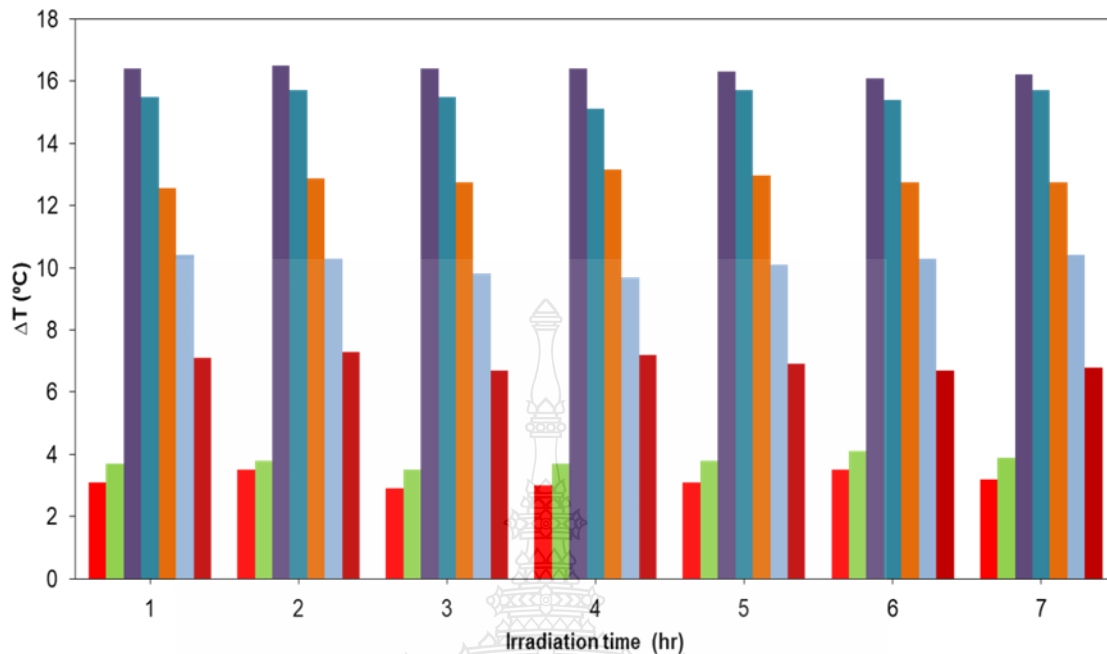
ภาพที่ 4.38 ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม (a) พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (b); 35: 35: 30 (c) และ 30: 30: 40 (d); อนุภาคพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) (e) และกระจก (f)



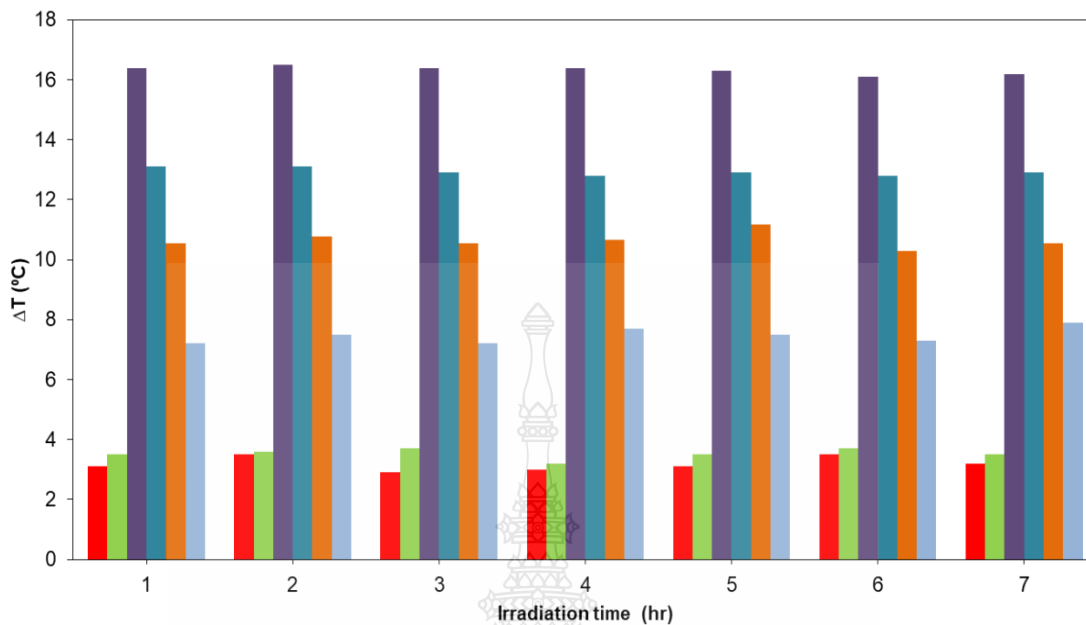
ภาพที่ 4.39 ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของกระจกเปล่า (แดง) กระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคพอลิ (เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (เขียว) อนุภาคไมโครไฮดรอกซีอะลูมิน (ม่วง) และ พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอกซี อะลูมิน ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดย น้ำหนัก): 40: 40: 20 (น้ำเงิน); 35: 35: 30 (ส้ม); 30: 30: 40 (ฟ้าอ่อน) และ 25: 25: 50 (แดงเลือดหมู)



ภาพที่ 4.40 ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของกระจกเปล่า (แดง) กระจกที่เคลือบด้วยอนุภาคพอลิ (เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) (เขียว) อนุภาคไมโครไฮรอน อะลูมิเนียม (ม่วง) และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโคร แคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต ต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (น้ำเงิน); 35: 35: 30 (ส้ม) และ 30: 30: 40 (ฟ้าอ่อน)



ภาพที่ 4.41 ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของเมทัลชีทเปล่า (แดง) เมทัลชีทที่เคลือบด้วยอนุภาคพอลิ (เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) (เขียว) อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม (ม่วง) และ พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอน อะลูมิเนียม ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน (เปอร์เซ็นต์โดย น้ำหนัก): 40: 40: 20 (น้ำเงิน); 35: 35: 30 (ส้ม); 30: 30: 40 (ฟ้าอ่อน) และ 25: 25: 50 (แดงเลือดหมู)



ภาพที่ 4.42 ประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของเมทัลซีทเปล่า (แดง) เมทัลซีทที่เคลือบด้วยอนุภาคพอลิ (เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) (เขียว) อนุภาคไมโครไฮดรอน อะลูมินา (ม่วง) และพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต) ไมโคร แคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไฮดรอนอะลูมินา ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลต ต่อเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก): 40: 40: 20 (น้ำเงิน); 35: 35: 30 (ส้ม) และ 30: 30: 40 (ฟ้าอ่อน)

ตารางที่ 4.10 ผลต่างอุณหภูมิของกระจกและเมทัลซีทที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาค ไมโครไฮดรอนอะลูมินาที่มีปริมาณสารเชื่อมร่างแหต่างกัน

		ΔT (°C)			
		40: 40: 20	35: 35: 30	30: 30: 40	25: 25: 50
P(MMA-BA-DVB)/	กระจก	15.50	13.20	11.20	7.90
α -FeAl ₂ O ₄	เมทัลซีท	15.30	12.80	10.10	7.00
P(MMA-BA-EGDMA)/	กระจก	13.10	11.50	8.40	-
α -FeAl ₂ O ₄	เมทัลซีท	12.90	10.60	7.00	-

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอยโดยใช้กลไกโยกย้ายไอโอดีนสำหรับสะท้อนรังสีอินฟราเรด โดยใช้เมทิลเมทาคริเลตและบิวทิลอะคริเลตเป็นมอนอเมอร์หลัก

จากการทดลอง ในขั้นตอนแรกได้ทำการเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็งของอะลูมิเนียมออกไซด์ กับเหล็กออกไซด์ โดยได้ศึกษาเวลาในการบดอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่เหมาะสม พบว่า ทุกสถานะสามารถเตรียมอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมได้ โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 8 7 และ 4 ไมโครเมตร ตามลำดับ จากนั้น นำอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่เตรียมได้มาเคลือบด้วยกรดโอเลอิกเพื่อเพิ่มความไม่ชอบน้ำ จากการศึกษารายละเอียดของกรดโอเลอิกที่เหมาะสม พบว่า ที่อัตราส่วนกรดโอเลอิกต่ออนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียม 1: 1 ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 4 ไมโครเมตร อนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมสามารถกระจายตัวในวัฏภาคอินทรีย์ได้ดีที่สุด โดยมีปริมาณสูงสุดที่ 30 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อนำอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมที่ได้มาทำการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยโดยใช้กลไกโยกย้ายไอโอดีน พบว่า พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นทรงกลม พื้นผิวเรียบ มีอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมกระจายอยู่ภายใน ประสิทธิภาพการกักเก็บสูง และเกิดพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำต่ำ เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจึงได้ทำการศึกษาการใช้มอนอเมอร์เชื่อมร่างแหสองชนิด คือ ไดไวนิลเบนซีนและเอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต ที่อัตราส่วนต่าง ๆ พบว่า ทุกอัตราส่วนของโคพอลิเมอร์ สามารถเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลได้และมีประสิทธิภาพที่ดีทั้งในแง่ของประสิทธิภาพการกักเก็บที่สูงและการเกิดพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำที่ต่ำ ซึ่งพบว่า ที่อัตราส่วนของเมทิลเมทาคริเลตต่อบิวทิลอะคริเลตต่อไดไวนิลเบนซีน ที่ 40: 40: 20 สามารถเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีประสิทธิภาพการกักเก็บสูงถึง 93 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เกิดพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำต่ำ (1.99 ± 0.29) มีเปอร์เซ็นต์การเคลือบติดบนวัสดุรองรับสูงประมาณ 90 เปอร์เซ็นต์ โดยไม่ต้องใช้สารตัวเชื่อม มีประสิทธิภาพในการสะท้อนสะท้อนรังสีอินฟราเรดสูงที่สุดและใกล้เคียงกับอนุภาคไมโครไอรอนอะลูมิเนียมตั้งต้น นอกจากนี้ ประสิทธิภาพในการควบคุมอุณหภูมิในเทอมของผลต่างของอุณหภูมิ (องศาเซลเซียส) ของกระจกและเมทัลชีทที่ถูกเคลือบด้วย

พอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน)/อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ที่อัตราส่วน 40: 40: 20 มีค่าสูงที่สุดโดยมีประสิทธิภาพในการควบคุมอุณหภูมิประมาณ 15 ถึง 16 และ 12 ถึง 13 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ซึ่งสูงกว่ากระจกและเมทัลซีทเปล่าที่ไม่เคลือบพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลอย่างมาก และใกล้เคียงกับการใช้อนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมตั้งต้น

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้ได้ประสบความสำเร็จในการเตรียมพอลิ(เมทิลเมทาคริเลต-บิวทิลอะคริเลต-ไดไวนิลเบนซีน) ไมโครแคปซูลกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยโดยใช้กลไกโยกย้ายไอออนที่มีประสิทธิภาพในการกักเก็บอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมสูงและเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำต่ำ สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรด ควบคุมอุณหภูมิ และมีคุณสมบัติในการเคลือบลงบนวัสดุรองรับต่าง ๆ ได้ดีโดยไม่ต้องใช้สารตัวเชื่อม จึงเหมาะสมสำหรับใช้เป็นสารเคลือบในการลดความร้อนภายในอาคารได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในขั้นตอนการเตรียมอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียม ด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) ควรศึกษาปัจจัยอื่น ๆ เพิ่มเติม เพื่อพัฒนาอนุภาคไมโครโอรอนอะลูมิเนียมให้มีคุณสมบัติในการสะท้อนรังสีอินฟราเรด เพื่อให้เหมาะสมกับการประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม
2. ควรนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่ได้พัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์เคลือบลงบนกระจกหรือหลังคาเมทัลซีท ที่สามารถสะท้อนความร้อนได้

บรรณานุกรม

- [1] P. Jeevanandam, R. S. Mulukutla, M. Phillips, S. Chaudhuri, L. E. Erickson, and K. J. Klabunde, "Near Infrared Reflectance Properties of Metal Oxide Nanoparticles," *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 111, no. 5, pp. 1912-1918, 2007/02/01 2007.
- [2] M. Baneshi, S. Maruyama, H. Nakai, and A. Komiya, "A new approach to optimizing pigmented coatings considering both thermal and aesthetic effects," *Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer*, vol. 110, no. 3, pp. 192-204, 2009/02/01/ 2009.
- [3] D. P. Dutta and G. Sharma, "Synthesis and magnetic behavior of spinel FeAl₂O₄ nanoparticles," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 176, no. 2, pp. 177-180, 2011/02/15/ 2011.
- [4] J. Fukushima, Y. Hayashi, and H. Takizawa, "Structure and magnetic properties of FeAl₂O₄ synthesized by microwave magnetic field irradiation," *Journal of Asian Ceramic Societies*, vol. 1, no. 1, pp. 41-45, 2013/03/01/ 2013.
- [5] P. M. Karlsson, A. Baeza, A. E. C. Palmqvist, and K. Holmberg, "Surfactant inhibition of aluminium pigments for waterborne printing inks," *Corrosion Science*, vol. 50, no. 8, pp. 2282-2287, 2008/08/01/ 2008.
- [6] B. Tawiah, C. Narh, M. Li, L. Zhang, and S. Fu, "Polymer-Encapsulated Colorful Al Pigments with High NIR and UV Reflectance and Their Application in Textiles," *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 54, no. 47, pp. 11858-11865, 2015/12/02 2015.
- [7] S. Soumya, V. N. Sheemol, P. Amba, A. P. Mohamed, and S. Ananthakumar, "Sn and Ag doped ZnO quantum dots with PMMA by in situ polymerization for UV/IR protective, photochromic multifunctional hybrid coatings," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 174, pp. 554-565, 2018/01/01/ 2018.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [8] B. Xiang, X. Yin, and J. Zhang, "A novel cool material: ASA (acrylonitrile-styrene-acrylate) matrix composites with solar reflective inorganic particles," *Composites Science and Technology*, vol. 145, pp. 149-156, 2017/06/16/ 2017.
- [9] B. Xiang and J. Zhang, "Effects of content and surface hydrophobic modification of BaTiO₃ on the cooling properties of ASA (acrylonitrile-styrene-acrylate copolymer)," *Applied Surface Science*, vol. 427, pp. 654-661, 2018/01/01/ 2018.
- [10] R. Qi, L. Lu, and H. Yang, "Investigation on air-conditioning load profile and energy consumption of desiccant cooling system for commercial buildings in Hong Kong," *Energy and Buildings*, vol. 49, pp. 509-518, 2012/06/01/ 2012.
- [11] M. H. Chung, J. C. Park, and M. J. Ko, "Effect of the solar radiative properties of existing building roof materials on the energy use in humid continental climates," *Energy and Buildings*, vol. 102, pp. 172-180, 2015/09/01/ 2015.
- [12] M. Santamouris, A. Synnefa, and T. Karlessi, "Using advanced cool materials in the urban built environment to mitigate heat islands and improve thermal comfort conditions," *Solar Energy*, vol. 85, no. 12, pp. 3085-3102, 2011/12/01/ 2011.
- [13] R. Levinson, P. Berdahl, and H. Akbari, "Solar spectral optical properties of pigments—Part II: survey of common colorants," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 89, no. 4, pp. 351-389, 2005/12/15/ 2005.
- [14] S. Jose and M. L. Reddy, "Lanthanum–strontium copper silicates as intense blue inorganic pigments with high near-infrared reflectance," *Dyes and Pigments*, vol. 98, no. 3, pp. 540-546, 2013/09/01/ 2013.
- [15] S. Jose, A. Jayaprakash, S. Laha, S. Natarajan, K. G. Nishanth, and M. L. P. Reddy, "YIn_{0.9}Mn_{0.1}O₃–ZnO nano-pigment exhibiting intense blue color with impressive solar reflectance," *Dyes and Pigments*, vol. 124, pp. 120-129, 2016/01/01/ 2016.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [16] S. Sameera, P. P. Rao, S. Divya, A. K. V. Raj, and T. R. A. Thara, "High IR reflecting BiVO₄-CaMoO₄ based yellow pigments for cool roof applications," *Energy and Buildings*, vol. 154, pp. 491-498, 2017/11/01/ 2017.
- [17] P. M. Karlsson, N. B. Esbjörnsson, and K. Holmberg, "Admicellar polymerization of methyl methacrylate on aluminum pigments," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 337, no. 2, pp. 364-368, 2009/09/15/ 2009.
- [18] H. Zhu, X. Qu, Y. Hu, H. Xie, and Z. Chen, "Corrosion inhibition of flaky aluminium powders prepared through sol-gel process," *Corrosion Science*, vol. 53, no. 1, pp. 481-486, 2011/01/01/ 2011.
- [19] D. Supatimusro, S. Promdsorn, S. Thipsit, W. Boontung, P. Chaiyasat, and A. Chaiyasat, "Poly(divinylbenzene) Microencapsulated Octadecane for Use as a Heat Storage Material: Influences of Microcapsule Size and Monomer/Octadecane Ratio," *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 51, no. 11, pp. 1167-1172, 2012/07/15 2012.
- [20] P. Chaiyasat, M. Z. Islam, and A. Chaiyasat, "Preparation of poly(divinylbenzene) microencapsulated octadecane by microsuspension polymerization: oil droplets generated by phase inversion emulsification," *RSC Advances*, 10.1039/C3RA40802G vol. 3, no. 26, pp. 10202-10207, 2013.
- [21] S. Promdsorn, S. Moommungmee, P. Chaiyasat, and A. Chaiyasat, "Preparation and Characterization of Natural Rubber/Poly [Styrene-co-2-(Methacryloyloxy) Ethyl Trimethylammonium Chloride] Nanocomposites by Heterocoagulation," *Energy Procedia*, vol. 34, pp. 647-655, 2013/01/01/ 2013.
- [22] P. Chaiyasat, S. Noppalit, M. Okubo, and A. Chaiyasat, "Do encapsulated heat storage materials really retain their original thermal properties?," *Physical Chemistry Chemical Physics*, 10.1039/C4CP03458A vol. 17, no. 2, pp. 1053-1059, 2015.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [23] S. Namwong, S. Noppalit, M. Okubo, S. Moonmungmee, P. Chaiyasat, and A. Chaiyasat, "Latent Heat Enhancement of Paraffin Wax in Poly(divinylbenzene-co-methyl methacrylate) Microcapsule," *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 54, no. 8, pp. 779-785, 2015/06/01 2015.
- [24] P. Chaiyasat, S. Namwong, M. Okubo, and A. Chaiyasat, "Synthesis of micrometer-sized poly(methyl methacrylate) particles by microsuspension iodine transfer polymerization (ms ITP)," *RSC Advances*, 10.1039/C6RA19288B vol. 6, no. 97, pp. 95062-95066, 2016.
- [25] P. Chaiyasat, S. Noppalit, M. Okubo, and A. Chaiyasat, "Innovative synthesis of high performance poly(methyl methacrylate) microcapsules with encapsulated heat storage material by microsuspension iodine transfer polymerization (ms ITP)," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 157, pp. 996-1003, 2016/12/01/ 2016.
- [26] S. Namwong, M. Z. Islam, S. Noppalit, P. Tangboriboonrat, P. Chaiyasat, and A. Chaiyasat, "Encapsulation of octadecane in poly(divinylbenzene-co-methyl methacrylate) using phase inversion emulsification for droplet generation," *Journal of Macromolecular Science, Part A*, vol. 53, no. 1, pp. 11-17, 2016/01/02 2016.
- [27] S. Jantang and P. Chaiyasat, "High Performance Poly(methyl methacrylate-acrylic acid-divinylbenzene) Microcapsule Encapsulated Heat Storage Material for Thermoregulating Textiles," *Fibers and Polymers*, vol. 19, no. 10, pp. 2039-2048, 2018/10/01 2018.
- [28] P. Radhakrishnan Nair, C. P. Reghunadhan Nair, and D. J. Francis, "Polyurethanes with polybutyl acrylate grafts via macromonomer technique: Thermal and mechanical properties," *European Polymer Journal*, vol. 33, no. 1, pp. 89-95, 1997/01/01/ 1997.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [29] J. Jang and H. Ha, "Fabrication of Carbon Nanocapsules Using PMMA/PDVB Core/Shell Nanoparticles," *Chemistry of Materials*, vol. 15, no. 11, pp. 2109-2111, 2003/06/01 2003.
- [30] Z. Liuxue, L. Peng, and S. Zhixing, "A low temperature preparation and photocatalytical activities of PDVB@TiO₂ hybrid microspheres," *Journal of Materials Science*, vol. 41, no. 21, pp. 7218-7224, 2006/11/01 2006.
- [31] D. Y. Fozdar, X. Wu, C. W. Patrick, and S. Chen, "Micro-well texture printed into PEG hydrogels using the FILM nanomanufacturing process affects the behavior of preadipocytes," *Biomedical Microdevices*, vol. 10, no. 6, pp. 839-849, 2008/12/01 2008.
- [32] J. D. Oxley, "5 - Spray cooling and spray chilling for food ingredient and nutraceutical encapsulation," in *Encapsulation Technologies and Delivery Systems for Food Ingredients and Nutraceuticals*, N. Garti and D. J. McClements, Eds.: Woodhead Publishing, 2012, pp. 110-130.
- [33] Y. Hou, X. Liu, J. Liu, M. Li, and L. Pu, "Experimental study on phase change spray cooling," *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 46, pp. 84-88, 2013/04/01/ 2013.
- [34] Z.-f. Zhou, B. Chen, R. Wang, F.-L. Bai, and G.-x. Wang, "Coupling effect of hypobaric pressure and spray distance on heat transfer dynamics of R134a pulsed flashing spray cooling," *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 70, pp. 96-104, 2016/01/01/ 2016.
- [35] J. R. R. de Souza *et al.*, "Spray-drying encapsulation of mangiferin using natural polymers," *Food Hydrocolloids*, vol. 33, no. 1, pp. 10-18, 2013/08/01/ 2013.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [36] M. C. Fontana, T. L. Durli, A. R. Pohlmann, S. S. Guterres, and R. C. R. Beck, "Polymeric controlled release inhalable powder produced by vibrational spray-drying: One-step preparation and in vitro lung deposition," *Powder Technology*, vol. 258, pp. 49-59, 2014/05/01/ 2014.
- [37] M. X. Quintanilla-Carvajal *et al.*, "Effects of microfluidisation process on the amounts and distribution of encapsulated and non-encapsulated α -tocopherol microcapsules obtained by spray drying," *Food Research International*, vol. 63, pp. 2-8, 2014/09/01/ 2014.
- [38] P. Chaiyasat, A. Chaiyasat, P. Teeka, S. Noppalit, and U. Srinorachun, "Preparation of Poly(L-Lactic Acid) Microencapsulated Vitamin E," *Energy Procedia*, vol. 34, pp. 656-663, 2013/01/01/ 2013.
- [39] X.-Y. Qv, Z.-P. Zeng, and J.-G. Jiang, "Preparation of lutein microencapsulation by complex coacervation method and its physicochemical properties and stability," *Food Hydrocolloids*, vol. 25, no. 6, pp. 1596-1603, 2011/08/01/ 2011.
- [40] R. Bodmeier and J. W. McGinity, "The Preparation and Evaluation of Drug-Containing Poly(dl-lactide) Microspheres Formed by the Solvent Evaporation Method," *Pharmaceutical Research*, vol. 4, no. 6, pp. 465-471, 1987/12/01 1987.
- [41] R. Bodmeier and J. W. McGinity, "Solvent selection in the preparation of poly(dl-lactide) microspheres prepared by the solvent evaporation method," *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 43, no. 1, pp. 179-186, 1988/04/01/ 1988.
- [42] G. Spenlehauer, M. Vert, J. P. Benoit, and A. Boddaert, "In vitro and In vivo degradation of poly(D,L lactide/glycolide) type microspheres made by solvent evaporation method," *Biomaterials*, vol. 10, no. 8, pp. 557-563, 1989/10/01/ 1989.
- [43] V. Freger, "Nanoscale Heterogeneity of Polyamide Membranes Formed by Interfacial Polymerization," *Langmuir*, vol. 19, no. 11, pp. 4791-4797, 2003/05/01 2003.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [44] S. Xing, H. Zheng, and G. Zhao, "Preparation of polyaniline nanofibers via a novel interfacial polymerization method," *Synthetic Metals*, vol. 158, no. 1, pp. 59-63, 2008/01/01/ 2008.
- [45] C.-B. Wu *et al.*, "Preparation of Mannitol@Silica core-shell capsules via an interfacial polymerization process from water-in-oil emulsion," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 457, pp. 487-494, 2014/09/05/ 2014.
- [46] P. Chaiyasat, A. Chaiyasat, W. Boontung, S. Promdsorn, and S. Thipsit, "Preparation and characterization of poly (divinylbenzene) microcapsules containing octadecane," *Materials Sciences and Application*, vol. 2, no. 08, pp. 1007-1013, 2011.
- [47] M. Ochi, J. Ida, T. Matsuyama, and H. Yamamoto, "Preparation of hydrogel capsules with thermoresponsive interpenetrating polymer network using concentric two-fluid nozzles," *Advanced Powder Technology*, vol. 25, no. 2, pp. 604-608, 2014/03/01/ 2014.
- [48] M. C. Mauguet, J. Legrand, L. Brujes, G. Carnelle, C. Larre, and Y. Popineau, "Gliadin matrices for microencapsulation processes by simple coacervation method," *Journal of Microencapsulation*, vol. 19, no. 3, pp. 377-384, 2002/01/01 2002.
- [49] J. Lazko, Y. Popineau, and J. Legrand, "Soy glycinin microcapsules by simple coacervation method," *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, vol. 37, no. 1, pp. 1-8, 2004/08/15/ 2004.
- [50] X. Jun-xia, Y. Hai-yan, and Y. Jian, "Microencapsulation of sweet orange oil by complex coacervation with soybean protein isolate/gum Arabic," *Food Chemistry*, vol. 125, no. 4, pp. 1267-1272, 2011/04/15/ 2011.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [51] P. Persico, "Additivation of polyamide fibers by means of micro-and nano-particles containing jojoba oil," PhD Thesis, Università degli Studi di Napoli Federico II, Naples, 2005 ..., 2005.
- [52] P. B. O'Donnell and J. W. McGinity, "Preparation of microspheres by the solvent evaporation technique," *Advanced Drug Delivery Reviews*, vol. 28, no. 1, pp. 25-42, 1997/10/13/ 1997.
- [53] R. Tamaki, K. Naka, and Y. Chujo, "Synthesis of polystyrene/silica gel polymer hybrids by in-situ polymerization method," *Polymer Bulletin*, vol. 39, no. 3, pp. 303-310, 1997/09/01 1997.
- [54] C. Bian, Y. Yu, and G. Xue, "Synthesis of conducting polyaniline/TiO₂ composite nanofibres by one-step in situ polymerization method," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 104, no. 1, pp. 21-26, 2007/04/05 2007.
- [55] Y. Wang, Y. Wang, E. Hosono, K. Wang, and H. Zhou, "The Design of a LiFePO₄/Carbon Nanocomposite With a Core-Shell Structure and Its Synthesis by an In Situ Polymerization Restriction Method," *Angewandte Chemie International Edition*, vol. 47, no. 39, pp. 7461-7465, 2008/09/15 2008.
- [56] P. J. Flory, "Fundamental Principles of Condensation Polymerization," *Chemical Reviews*, vol. 39, no. 1, pp. 137-197, 1946/08/01 1946.
- [57] M. Ajioka, K. Enomoto, K. Suzuki, and A. Yamaguchi, "Basic Properties of Polylactic Acid Produced by the Direct Condensation Polymerization of Lactic Acid," *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, vol. 68, no. 8, pp. 2125-2131, 1995/08/01 1995.
- [58] T. Yokozawa and A. Yokoyama, "Chain-Growth Condensation Polymerization for the Synthesis of Well-Defined Condensation Polymers and π -Conjugated Polymers," *Chemical Reviews*, vol. 109, no. 11, pp. 5595-5619, 2009/11/11 2009.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [59] J. Yun, Y. Kim, D. Park, and J.-Y. Yun, "Preparation of iron aluminate (FeAl_2O_4) nanoparticles from FeAl_2O_4 hollow particles fabricated by using a spray pyrolysis process," *Journal of the Korean Physical Society*, vol. 66, no. 10, pp. 1503-1507, 2015/05/01 2015.
- [60] Y. Zhang, M. Ye, A. Han, C. Ding, J. Yang, and K. Zhang, "Preparation and characterization of encapsulated CoAl_2O_4 pigment and charge control agent for ceramic toner via suspension polymerization," *Ceramics International*, vol. 44, no. 16, pp. 20322-20329, 2018/11/01/ 2018.
- [61] H.-T. Chiu, T.-Y. Chiang, Y.-C. Huang, C.-Y. Chang, and M.-T. Kuo, "Preparation, Particle Characterizations and Application of Nano-Pigment Suspension," *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol. 49, no. 15, pp. 1552-1562, 2010/11/22 2010.
- [62] E. Karakaya, B. Mavis, and G. Gündüz, "Synthesis of opaque and colored hollow polymer pigments," *Polymer Engineering & Science*, vol. 57, no. 9, pp. 913-920, 2017/09/01 2017.
- [63] C. Busabok, W. Khongwong, P. Somwongsa, P. Ngermchuklin, A. Saensing, and S. Kanchanasutha, "Preparation of Near-Infrared (NIR) Reflective Pigment by Solid State Reaction between Fe_2O_3 and Al_2O_3 ," *Key Engineering Materials*, vol. 766, pp. 127-132, 2018.
- [64] S. J. Jastrzębska I. , Stoch P. , Błachowski A. , Ruebenbauer K. , Prorok R. , Śnieżek E., "Crystal structure and Mössbauer study of FeAl_2O_4 ," *Nukleonika*, vol. 60, 2015.
- [65] M. Kus, F. Ozel, N. M. Varal, and M. Ersoz, "Luminescence enhancement of OLED performance by doping colloidal magnetic Fe_3O_4 nanoparticles," *Progress In Electromagnetics Research*, vol. 134, pp. 509-524, 2013.

บรรณานุกรม (ต่อ)

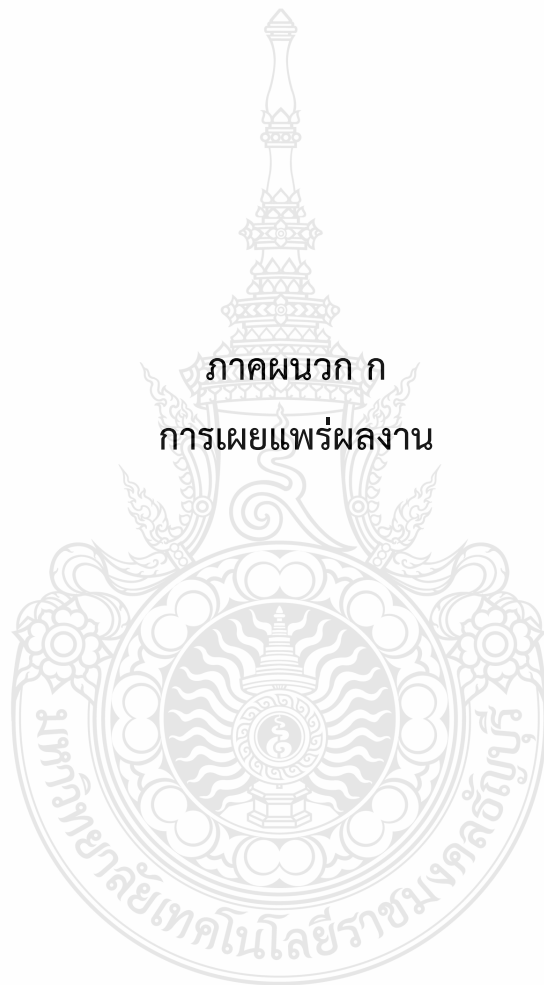
- [66] F. Yu, Y. Wang, L. Zhang, and G. Zhu, "Role of oleic acid ionic–molecular complexes in the flotation of spodumene," *Minerals Engineering*, vol. 71, pp. 7-12, 2015/02/01/ 2015.
- [67] J. J. Nájera and A. B. Horn, "Infrared spectroscopic study of the effect of oleic acid on the deliquescence behaviour of ammonium sulfate aerosol particles," *Physical Chemistry Chemical Physics*, 10.1039/B812182F vol. 11, no. 3, pp. 483-494, 2009.
- [68] M. Okubo, Y. Konishi, and H. Minami, "Production of hollow polymer particles by suspension polymerization," *Colloid and Polymer Science*, vol. 276, no. 7, pp. 638-642, 1998/08/01 1998.
- [69] P. Chaiyasat, Y. Ogino, T. Suzuki, and M. Okubo, "Influence of water domain formed in hexadecane core inside cross-linked capsule particle on thermal properties for heat storage application," *Colloid and Polymer Science*, vol. 286, no. 6, pp. 753-759, 2008/06/01 2008.
- [70] P. Chaiyasat, T. Suzuki, H. Minami, and M. Okubo, "Thermal properties of hexadecane encapsulated in poly(divinylbenzene) particles," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 112, no. 6, pp. 3257-3266, 2009/06/15 2009.
- [71] S. Zhang and T. Ye, "Preparation of Natural Composite Microcapsules Containing Orchid Black Currant Fragrance and its Sustained-Release Properties on Hair Bundle," *Journal of Polymers and the Environment*, 2021/05/26 2021.
- [72] X. Ouyang *et al.*, "Preparation and properties of poly(MMA-co-TMPTA)/fragrance microcapsules," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 614, p. 126103, 2021/04/05/ 2021.
- [73] C. Mertgenç, H. Enginar, and H. Yılmaz, "Microencapsulation of Fragrance with Polyurethane—Urea and Application on Different Fabrics," *Iranian Journal of Science and Technology, Transactions A: Science*, 2021/05/15 2021.

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [74] P. Teeka, A. Chaiyasat, and P. Chaiyasat, "Preparation of Poly (methyl methacrylate) Microcapsule with Encapsulated Jasmine Oil," *Energy Procedia*, vol. 56, pp. 181-186, 2014/01/01/ 2014.
- [75] P. Mente, T. N. Phaahlamohlaka, V. Mashindi, and N. J. Coville, "Polystyrene-b-poly(acrylic acid) nanospheres for the synthesis of size-controlled cobalt nanoparticles encapsulated inside hollow carbon spheres," *Journal of Materials Science*, vol. 56, no. 3, pp. 2113-2128, 2021/01/01 2021.
- [76] A. Thomas *et al.*, "Facile Synthesis of Fluorescent Polymer Encapsulated Metal (PoeM) Nanoparticles for Imaging and Therapeutic Applications," *ACS Applied Polymer Materials*, vol. 2, no. 3, pp. 1388-1397, 2020/03/13 2020.
- [77] C. Gao, F. Lyu, and Y. Yin, "Encapsulated Metal Nanoparticles for Catalysis," *Chemical Reviews*, vol. 121, no. 2, pp. 834-881, 2021/01/27 2021.
- [78] B. Gao, M. A. Haghghatbin, and H. Cui, "Polymer-Encapsulated Cobalt/Gold Bimetallic Nanoclusters as Stimuli-Responsive Chemiluminescent Nanoprobes for Reactive Oxygen Species," *Analytical Chemistry*, vol. 92, no. 15, pp. 10677-10685, 2020/08/04 2020.



ภาคผนวก



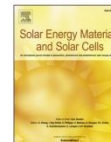
ภาคผนวก ก

การเผยแพร่ผลงาน



Contents lists available at ScienceDirect

Solar Energy Materials and Solar Cells

journal homepage: www.elsevier.com/locate/solmat

A novel iron aluminate composite polymer particle for high-efficiency self-coating solar heat reflection

Jittipat Omsinsombon^a, Amorn Chaiyasat^{a,b}, Chumphol Busabok^c, Preeyaporn Chaiyasat^{a,b,*}

^a Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Pathum Thani, 12110, Thailand

^b Advanced Materials Design and Development (AMDD) Research Unit, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Pathum Thani, 12110, Thailand

^c Expert Centre of Innovative Materials, Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR), Khlong Luang, Pathum Thani, 12120, Thailand

ARTICLE INFO

Keywords:

Solar heat reflection
Iron aluminate particles
Microsuspension iodine transfer
Polymerization
Polymer composite particles
Infrared rays

ABSTRACT

Although various metal oxide particles have been used as infrared (IR)-reflective materials, the development of cost-effective new materials has still been a challenge for highly efficient IR reflection. In this work, a spinel iron aluminate (FeAl_2O_4) particle was first proposed as a new candidate IR-reflective material in the form of composite polymer particles prepared by suspension polymerization. High colloidal stable and spherical poly (methyl methacrylate-butyl acrylate-divinyl benzene) (P (MMA-BA-DVB)) particles containing oleic coated- FeAl_2O_4 particles (P (MMA-BA-DVB)/o- FeAl_2O_4) with high encapsulation efficiency were obtained. Because of the low T_g PBA component in the polymer particles, the prepared composite polymer particles were easily self-coated onto the substrate without an external binder. The obtained P (MMA-BA-DVB)/o- FeAl_2O_4 particles at a 40:40:20 ratio of MMA: BA: DVB showed the highest IR reflection, close to that of the pristine FeAl_2O_4 particles. Moreover, the temperature control efficiency in terms of ΔT of P (MMA-BA-DVB)/o- FeAl_2O_4 -coated glass (15–16 °C) and metal sheets (12–13 °C) was much higher than that of the bare glass and metal sheets (3–4 °C). These results indicate that the prepared composite polymer particles represent excellent IR reflection, temperature control, and self-coating property on various substrates. They would be a good novel candidate for cooling applications.

1. Introduction

Solar energy is the cleanest and most abundant alternative energy resource [1,2]. However, intense irradiation of sunlight directly results in very high ambient temperature, causing discomfort. As a result, a lot of energy is needed to control the temperature of or cool down buildings and vehicles. This is the main problem, as it increases the amount of energy consumption. The solar energy that shines on the Earth consists of 7% ultraviolet rays, 39% visible light, and 53% near-infrared (NIR) rays [3]. The NIR region can be divided into short-wave NIR (700–1100 nm) and long-wave NIR (1200–2500 nm) [4,5]. These IR rays are the leading cause of the increase in global heat [6] when the Earth's surface material absorbs this radiation, resulting in heat accumulation. When the IR-absorbing materials' temperature has decreased, the heat accumulated within those materials is released, causing global warming.

Besides cooling equipment, one of the most popular methods of reducing heat in a building is to use IR-reflective pigments [7,8]. For

excellent IR reflection, the pigment's particle size must be at least half the wavelength of the IR ($d = \lambda/2$) according to Fresnel's rule [9–11], while the crystal size must be small. Their refractive index and electronic structure also influence their reflective performance [12]. The inorganic class of IR reflective pigments is mainly metal oxides. They are increasingly used for roof and building coatings because of their high heat stabilities and chemically inert [13]. Although they have been attractively developed, many of these pigments mainly contain toxic heavy metal elements such as Cr, Co, Cd, and Pb [14,15]. Therefore, there has been a strong attempt to prepare excellent IR-reflective pigments that are less hazardous, more durable, and could serve as superior alternatives for traditional toxic and heavy metal-based pigments. High refractive index metal oxides such as titanium dioxide (TiO_2) [16], lanthanum-strontium-copper silicate [17], zinc oxide composites [18], bismuth vanadate composites [19], and aluminum group compounds [20] are widely used. Among others, spinel-type oxides with the general formula AB_2O_4 are an important group of compounds with high IR

* Corresponding author. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Pathum Thani, 12110, Thailand.

E-mail address: p_chaiyasat@mail.rmUTT.ac.th (P. Chaiyasat).

<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2021.111248>

Received 12 April 2021; Received in revised form 15 June 2021; Accepted 16 June 2021

0927-0248/© 2021 Published by Elsevier B.V.

reflectance performance [21]. However, very few studies have reported on spinel brown pigments. Although pigments based on rare earth compounds have been recently studied [22–24], the rare earth compounds used for synthesizing pigments are relatively expensive and therefore not economically available. Thus, the development of cost-effective new materials has still been a challenge for highly efficient IR reflection. Although a spinel iron aluminate (FeAl_2O_4) has been extensively used in magnetic applications [25–27], less attention has been paid to the area of cool pigments. Brown pigment FeAl_2O_4 particles were first developed as a new candidate for NIR reflection [28]. However, there is still no report on their IR reflective ability and utilization. Therefore, aiming to be possibly applied for cooling purposes, the IR reflective and temperature control performance of the prepared FeAl_2O_4 particles needs to be carefully studied.

In general, IR-reflective material powders are directly added to exterior paint to reflect IR from a building or employed in the manufacturing of a cool roof [8,29]. However, when mixed with water-based paints, such metal oxide particles, especially those containing aluminum, are easily corroded and present low colloidal stability [30,31]. Particle coagulation easily occurs, which increases particle size, reducing their surface area and reflection efficacy. Therefore, it is imperative to modify the metal oxide surface to have an appropriate functional group to enable the metal oxide particles to disperse well in the target matrix [32–34]. Polymer material is a possible solution that has been gaining popularity [20,35,36], making the particles highly stable. The distribution or encapsulation of metal oxide in polymer particles would successfully enhance the colloidal stability, prevent an environmental reaction, and enrich metal oxide particles' distribution in various matrices.

Various techniques are used to prepare metal oxide-containing composite polymer particles or polymer microcapsules. Among them, microsuspension iodine transfer polymerization (ms ITP) is an excellent alternative means [35–41]. It is a highly efficient technique for preparing polymer particles and capsules that are able to store substances efficiently. Using ms ITP, secondary or free polymer particles' formation in an aqueous medium via emulsion polymerization competed with a main suspension polymerization is effectively suppressed. The existence of iodine increases the oligomeric radicals' hydrophobicity, which reduces the exit of radicals to an aqueous medium during polymerization. As a result, polymer particles or capsules with high shell strength and encapsulation efficiency are produced. Particles of polymethyl methacrylate (PMMA) and its copolymer were successfully prepared by ms ITP. They were also used to encapsulate various core substances such as RT27 [37,39], octadecane [41], methyl anthranilate [38], and bismuth vanadate particles [35,36] for a variety of applications. Because the polymerization occurs in monomer droplets where the core substance is previously dispersed, high encapsulation efficiency is achieved. Based on this technique, the distribution of FeAl_2O_4 particles in the polymer particles would smoothly proceed to form FeAl_2O_4 -composite polymer particles. Polybutyl acrylate (PBA) is a low glass transition temperature (T_g) polymer [42,43]. It is a soft and sticky polymer that easily forms a film that coats well on the supporting material. Thus, incorporation of PBA in the polymer shell of composite particles could create an effective, durable self-coating on substrates without utilizing an external binder.

Therefore, in this work, polymer composite particles containing IR-reflective pigments are prepared by ms ITP. The spinel FeAl_2O_4 particle is selected as a new type of pigment for IR reflection. The influences of FeAl_2O_4 particle size, stirring rate, MMA: BA ratio, and amount of crosslinked comonomers are investigated. Compared with the original FeAl_2O_4 particles, IR reflection and temperature control efficiencies, including the coating performance of FeAl_2O_4 -containing composite polymer particles, are systematically determined.

2. Experiment

2.1. Materials

Iron (III) oxide (Fe_2O_3 ; Technical grade, Sigma-Aldrich), aluminium oxide (Al_2O_3 ; Analytical reagent, Sigma-Aldrich), oleic acid (OA; Technical grade 90%, Sigma-Aldrich), toluene (99.5% purity, RCI Labscan), hydroquinone (Reagent plus, 99% purity, Sigma-Aldrich), and iodoform (CHI_3 ; Analytical reagent, 99% purity, Sigma-Aldrich) were used as received. Methyl methacrylate (MMA; 99% purity, Sigma-Aldrich) and butyl acrylate (BA; 99% purity, LOBA Chem) monomers were purified by passing through a column packed with basic aluminum oxide to remove the contained inhibitors before use. Divinylbenzene (DVB; 80% purity, Sigma-Aldrich) as a crosslinked comonomer was purified by passing through a column packed with basic aluminum oxide to remove the polymerization inhibitors before use. Benzoyl peroxide (BPO; 72–77%, Merck) initiator was purified by recrystallization in methanol. Polyvinyl alcohol (PVA; 89–90% hydrolyzed, average molecular weight 30,000–70,000, Sigma-Aldrich) was used as a surfactant. Deionized water was used throughout the study.

2.2. Preparation of iron aluminate microparticles

FeAl_2O_4 microparticles were prepared by solid-state reaction [28] as follows. First, a mixture of 2 mol of aluminum oxide powder (Al_2O_3) and 1 mol of iron (III) oxide (Fe_2O_3) was dissolved in deionized water and mixed in a ball mill for 24 h. After that, the water was evaporated at 100 °C before the dried powder was calcined at 1700 °C for 20 h. The powder was ground with a ring mill at 20 and 60 min to form FeAl_2O_4 microparticles with different particle sizes.

2.3. Surface modification of iron aluminate microparticles

Before composite particle preparation, surface modification of FeAl_2O_4 microparticles was conducted to increase their hydrophobicity. An OA, low hydrophilic-lipophilic balance (HLB) surfactant, was used to coat on the microparticle surface to form o- FeAl_2O_4 . The FeAl_2O_4 microparticle was dispersed in toluene, dissolving the OA. After that, the dispersion was transferred to a beaker and stirred at 200 rpm overnight before toluene evaporation. The appropriate FeAl_2O_4 microparticles: OA ratio was investigated at 1:0, 1:1, 1:2, and 1:4, as shown in Table 1.

2.4. Partitioning study of iron aluminate microparticles

The partitioning of the obtained o- FeAl_2O_4 in the monomer phase was studied using various o- FeAl_2O_4 amounts under the conditions shown in Table 2. The obtained o- FeAl_2O_4 particles were dispersed at different ratios in the monomer layer, mixing with water. The mixture was stirred for 30 min at 80 °C and left until a layer of monomer and water was formed.

2.5. Preparation of composite polymer particles

The composite polymer particles containing o- FeAl_2O_4 microparticles were prepared by ms ITP. First, precise amounts of MMA and BA

Table 1
Reagent amounts for the surface modification of FeAl_2O_4 microparticles using various OA contents.

Chemicals	FeAl_2O_4 : OA			
	1:0	1:1	1:2	1:4
$\text{FeAl}_2\text{O}_4^a$ (g)	10.0	10.0	10.0	10.0
OA (g)	0	10.0	20.0	40.0
Toluene (g)	20.0	20.0	20.0	20.0

^a 8.00 and 4.00 μm

Table 2
Reagent amounts for the partitioning study of o-FeAl₂O₄ microparticles in monomer phase.

Chemicals		o-FeAl ₂ O ₄ (%wt)			
		30	35	40	45
MMA	g	0.250	0.250	0.250	0.250
o-FeAl ₂ O ₄ ^a	g	0.075	0.088	0.100	0.113
Toluene	g	0.250	0.250	0.250	0.250
H ₂ O	g	4.425	4.425	4.425	4.425

^a FeAl₂O₄: OA at 1: 1.

(with and without crosslinked monomers) were homogeneously mixed with BPO and CHI₃ as an oil phase before dispersing the o-FeAl₂O₄ microparticles. Subsequently, the dispersion oil phase was poured into a PVA aqueous solution (1 wt%). The monomer droplets containing o-FeAl₂O₄ microparticles dispersed in an aqueous phase as an O/W suspension were produced by applying mechanical stirring for 5 min. The obtained suspension was successively transferred to a round-bottom flask, sealed with a silicone rubber septum, and purged with a vacuum/N₂ cycle five times. The suspension was finally polymerized at 80 °C for 3 h, followed by 90 °C for 5 h. The influences of the stirring rate, the MMA: BA ratio, and the amount of crosslinked monomers were investigated under the conditions listed in Table 3.

2.6. Infrared ray reflection and temperature control efficiency

The IR reflection efficiency of the prepared composite polymer particles was determined as follows. The P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles were directly coated on glass slides and metal sheets as prototype substrate materials without a binder. The 5% solid content of P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles was directly coated on the prototype substrate material. It was then left for water evaporation to form a self-coating film attached to the substrate. The IR reflection efficiency of P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite films was measured by Fiber Optic Spectrometer (AVANTES Avalight-DHS; Detector AvaSpec-2048L; UV/Vis/NIR range from 200 to 2500 nm) compared with original FeAl₂O₄ microparticles. The IR reflectance can be obtained from the following equation [11,30,32,44,45].

$$R_{\lambda_0-\lambda_1} = \frac{\int_{\lambda_0}^{\lambda_1} S_{\lambda} \cdot r_{\lambda} \cdot d\lambda}{\int_{\lambda_0}^{\lambda_1} S_{\lambda} \cdot d\lambda} \quad (1)$$

where $R_{\lambda_0-\lambda_1}$ is defined as the irradiance-weighted average reflectance between wavelength λ_0 and λ_1 of its measured spectral reflectance r_{λ} at the wavelength λ .

S_{λ} is solar spectral irradiance.

The prototype substrates coated with o-FeAl₂O₄ composite polymer particles were thermocouples attached both above and below the substrates for temperature control measurement. The coated substrate was placed at a distance of 5 cm from the lamp (DAHCHI; INCANDESCENT

LAMP; 200W). The data recording for a total of 7 h of light irradiation with 5 sheets was started using the Data Logger connected to the thermocouples. The measured electricity both above and below the substrates recorded by the Data Logger was converted to temperature in degrees Celsius. The temperature differences were then calculated and plotted versus irradiation time.

2.7. Characterization

The particle size and morphology of FeAl₂O₄ microparticles were determined using a laser diffraction particle size analyzer (Hydro 2000S, MALVERN, England) and scanning electron microscope (SEM, Prisma E, Thermo Scientific, United States), respectively. The crystallinity of the FeAl₂O₄ microparticle powder was measured by X-ray diffraction (XRD, Rigaku, SmartLab, Japan). The chemical structure of the o-FeAl₂O₄ was investigated using a Fourier transform infrared spectrophotometer (FT-IR, NicoletTM iSTM 5, Thermo Fisher Scientific, United States) in a wavenumber range of 400–4000 cm⁻¹. The dried o-FeAl₂O₄ particles were washed three times with ethanol to remove the free OA from the o-FeAl₂O₄ surface before FT-IR measurement. The polymer composite particles were observed with an optical microscope (OM, SK-100EB & SK-100 ET, Seek Inter, Thailand) and SEM to investigate their inner structure and surface morphology, respectively. For SEM observation, the dried polymer composite particles were placed on a nickel SEM stub and coated with Au. Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS-SEM, Prisma E, Thermo Scientific, United States) in conjunction with SEM was used to analyze the incorporation and distribution of FeAl₂O₄ particles. Percent monomer conversion and existing FeAl₂O₄ contents or experimental loading (L_E) in composite polymer particles were measured by gravimetry. Suspension samples (ca 1.5 g) taken from the reactor were transferred directly into an aluminum cup and exactly weighed. A few drops of hydroquinone solution (1 wt%) were added in suspension before the evaporation of free liquid in an oven at 80 °C. The sample was dried until a constant weight of the dried polymer was obtained. Monomer conversion was obtained by comparing the weight of dried polymer with that of the original monomer. The glass transition temperatures (T_g) of polymer particles at various monomer ratios were measured with a differential scanning calorimeter (DSC, DSC 4000, PerkinElmer, USA) using a scanning rate of 10 °C/min under N₂ atmosphere. The film formation and distribution of composite polymer particles on glass substrate were observed with an OM and SEM. The contact angle measurement (DM-CE2, KYOWA, Japan) was also used to confirm the formation of the polymer film. The glass plate was placed into the contact angle goniometer platform until it matched the needle before rotating in a water droplet-sized ca. 0.2 μm. The platform was placed into water droplets before contact angle analysis.

Table 3
Reagent amounts for the preparation of polymer composite particles containing o-FeAl₂O₄ microparticles by ms ITP.

Chemicals		Run							
		1 ^a	2	3	4	5	6	7	8
MMA	g	5.00	4.50	3.50	2.50	2.00	1.75	1.50	1.25
BA	g	–	0.50	1.50	2.50	2.00	1.75	1.50	1.25
DVB	g	–	–	–	–	1.00	1.50	2.00	2.50
o-FeAl ₂ O ₄	g	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50	1.50
Toluene	g	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50	2.50
BPO	g	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40	0.40
CHI ₃	g	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07	0.07
PVA	g	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45	0.45
Water	g	45.00	45.00	45.00	45.00	45.00	45.00	45.00	45.00

^a 250, 500, 1,000, 2500 and 5000 rpm

3. Results and discussion

3.1. Preparation of FeAl_2O_4 microparticles

The FeAl_2O_4 microparticles were prepared via a solid-state reaction. The brown powder of precursor FeAl_2O_4 was produced as shown in Fig. S1a. After water evaporation and calcination, the FeAl_2O_4 powder (Fig. S1b) was obtained. Regarding the XRD patterns of the prepared FeAl_2O_4 (Fig. 1), the mixture of Fe_2O_3 (JCPDS Card number 00-084-0311), the new phases $(\text{Fe}_x\text{Al}_{1-x})_2\text{O}_3$ [28] and FeAl_2O_4 (JCPDS Card number 00-034-0192) was founded, indicating the incomplete solid state reaction. However, the majority of FeAl_2O_4 phase was observed, evidencing the formation of a spinel FeAl_2O_4 structure possessing a good heat reflective property. The solar reflection efficiency relies on the refractive index of materials. The materials with a higher refractive index usually have higher reflectance [3,46–48]. The reflection, transmission, and absorption can occur when a beam of light falls on a powdered sample. The transmitted light is negligible if the sample is optically thick enough. Generally, there are two types of reflection, specular and diffuse reflections. Specular reflection is significant for highly absorbing samples and optically smooth surfaces. Diffuse reflection occurs when the incident radiation penetrates the sample and reflects by the particles' grain boundaries. Diffusion reflection depends on the particle size. When the particle size decreases, the number of reflections at the grain boundaries increases. As a result, the depth of incident light penetration decreases, leading to a decrease in absorption and an increase in reflection. Then, a decrease in the absorbed portion and an increase in the reflected portion of light occurs [13].

After grinding the obtained FeAl_2O_4 in the ring mill, micrometer-sized FeAl_2O_4 particles were observed, as shown in SEM micrographs (Figs. S2a and b). The average FeAl_2O_4 particle sizes of 8 and 4 μm for 20- and 60-min grinding, respectively, were measured by laser diffraction particle size analyzers by dispersing particles in water (1 wt%) to provide good dispersion during the measurement. However, broad bimodal particle size distribution curves were detected (Fig. 2a and b), especially in the case of 20-min grinding, representing two main particle sizes. Because the particle size plays an important role in solar reflection, the relationship between particle size and solar wavelength is the

most important selection criterion for particle size [11]. As previously mentioned, the particle size of materials having excellent IR ray reflection that must be at least half ($d = \lambda/2$) of the IR rays (NIR ~ 750–2500 nm) according to Fresnel's rule [9–11]. A particle size of at least 350–550 nm is essential to reflect 700–1100 nm short-wave NIR. Similarly, a size distribution of about 550–1250 nm is required for reflecting 1100–2500 nm light [11]. An appropriate particle size would present highly efficient IR reflection. The weight fraction of smaller particles (~0.24–2.88 μm) in the case of 60-min grinding (Fig. 2a) was twice (42.0%) that in the case of 20-min grinding (21.5%) (Fig. 2b). Thus, it was expected that the particles ground for 60 min would present higher IR reflection efficacy. To confirm this assumption, the IR reflection performance was determined for both particle sizes. The results demonstrate that the obtained FeAl_2O_4 particles exhibited good IR reflection ability. As shown in Fig. 3, along with both short- and long-wave NIR, the IR reflection efficacy of the smaller-sized particles was much higher than that of the larger ones, as expected. The irradiance-weighted average reflectance value calculated by Equation (1) of the smaller-sized was 70.76% which was twice higher than that of the larger ones (35.61%). However, both FeAl_2O_4 particles will be used for further study.

To apply particles as IR-reflective materials, encapsulation of the prepared FeAl_2O_4 particles in the polymer particles would be more beneficial for their mixing in various matrixes or coating on many kinds of substrates than direct usage. Therefore, the preparation of composite polymer particles containing FeAl_2O_4 particles is further studied.

3.2. Surface modification and partitioning study

In microemulsion polymerization, to incorporate FeAl_2O_4 particles into the polymer particles, the FeAl_2O_4 particles must disperse nicely in the polymerization oil phase or monomer droplets. Because of the hydrophilic nature of metal oxide particles, the excellent dispersion and existence of such particles in the monomer phase are comparatively low. Thus, improving their hydrophobicity by surface modification with a low HLB surfactant is a simple alternative method. OA with an HLB value of about 1 is generally used as an emulsifier in an inverse (W/O) emulsion system [49] or surface coating of metal oxides [50–53] to

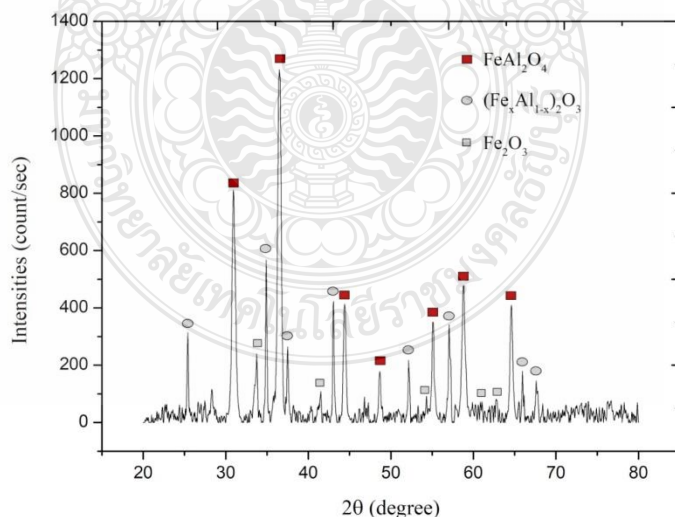


Fig. 1. X-ray diffraction (XRD) pattern of the prepared FeAl_2O_4 particles.

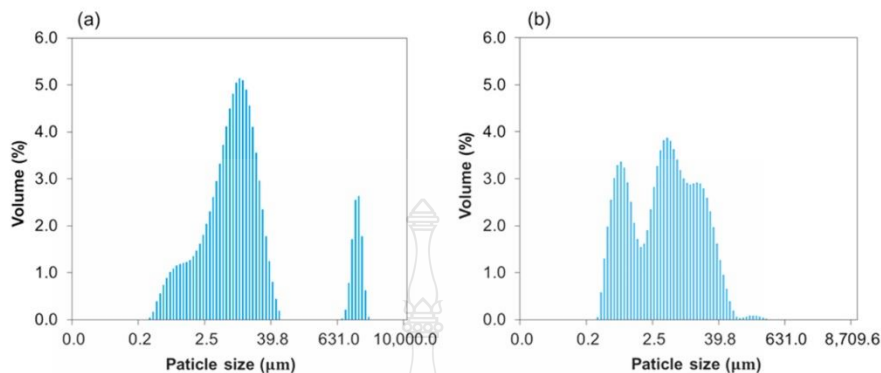


Fig. 2. Laser diffraction particle size histograms of FeAl₂O₄ microparticles ground in ring mill at various times (min): 20 (a) and 60 (b).

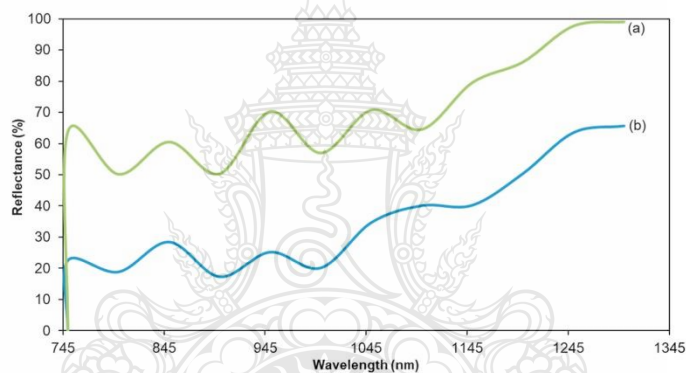


Fig. 3. Infrared reflection efficiency of FeAl₂O₄ microparticles ground in ring mill at various times (min): 60 (a) and 20 (b).

improve hydrophobicity. Therefore, in this work, OA is used to coat on FeAl₂O₄ particles directly. The FTIR spectra of o-FeAl₂O₄ particles compared with pristine FeAl₂O₄ particles and OA are shown in Fig. 4 (a–c). Two prominent peaks of OA were observed at 2854 and 2923 cm⁻¹, corresponding to the symmetric and asymmetric –CH₂ stretching, respectively, whereas the carbonyl peak of the carboxylic group was observed at 1710 cm⁻¹ [54,55]. All of them were observed in the spectrum of o-FeAl₂O₄, whereas characteristic peaks of FeAl₂O₄ at 447 and 579 cm⁻¹ related to Fe–O, and 722 cm⁻¹ related to the Al–O bond, were still found [56]. These indicated that the FeAl₂O₄ particles were successfully coated with OA.

The partitioning study of both the pristine FeAl₂O₄ and o-FeAl₂O₄ particles in the monomer phase was carried out to confirm the surface modification performance. The concentration of FeAl₂O₄ related to the monomer phase was fixed at 30 wt%. The FeAl₂O₄ particles modified with OA at various ratios were dispersed in the monomer layer mixed with the water. When stirred and set aside to create a layer, the distribution of the o-FeAl₂O₄ particles in the monomer layer increased with OA content, as seen in Fig. 5. In larger FeAl₂O₄ particles (average ~8 μm), a relatively large amount of OA is required for the particle coating to enhance the dispersion in the monomer layer. Without OA (Fig. 5a), most pristine FeAl₂O₄ particles precipitated in the bottom of the water phase. When OA content was increased from the FeAl₂O₄: OA ratio of 1:

1 to 1: 4 (Fig. 5b–d), most of the particles floated to the upper monomer layer. However, some of them were still observed in the water phase. This indicated that the coating of the particles with OA successfully improves the hydrophobicity of the larger size of FeAl₂O₄. Still, it was not enough to drive all FeAl₂O₄ particle partitions to the monomer layer. For the smaller size (~4 μm), using a smaller amount of OA is enough to improve the hydrophobicity of the surface (Fig. 5b'–d'). Like the larger particles, some of the pristine FeAl₂O₄ particles (Fig. 5a') dispersed in the monomer phase were found. After surface modification, the distribution of FeAl₂O₄ particles was improved, even at low OA content at a ratio of 1: 1 (Fig. 5b'). Therefore, an o-FeAl₂O₄ particle at an average 4 μm coating with OA at 1: 1 was selected for further study.

Before composite particle preparation, the maximum quantity of o-FeAl₂O₄ particles that could be thoroughly dispersed in the monomer layer was determined to obtain the highest percent loading. The FeAl₂O₄ concentrations related to the monomer phase from 30 to 45 wt% were optimized. When a more significant amount of o-FeAl₂O₄ particles was used, some were separated in the water phase (Fig. S3 b–d). By contrast, at 30 wt% of FeAl₂O₄, all of the particles were distributed in the monomer layer (Fig. S3a). Therefore, the maximum loading at 30 wt% was selected for composite particle preparation.

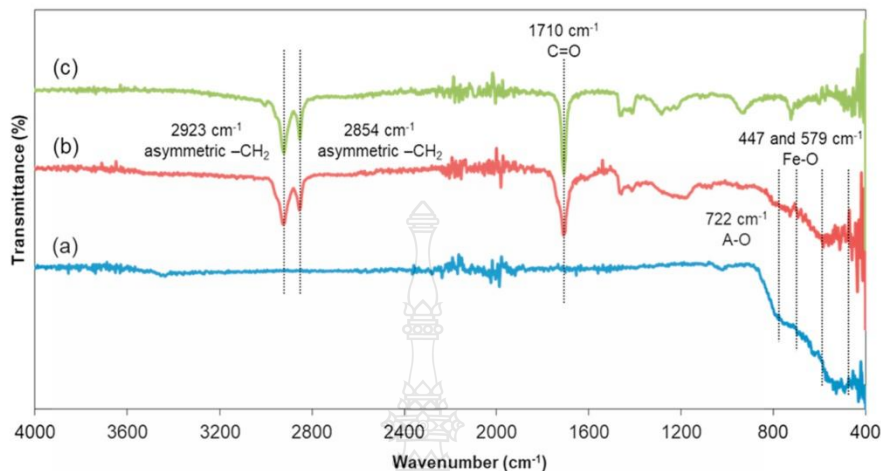


Fig. 4. FT-IR spectra of FeAl_2O_4 (a), $o\text{-FeAl}_2\text{O}_4$ particle (b), and oleic acid (c).

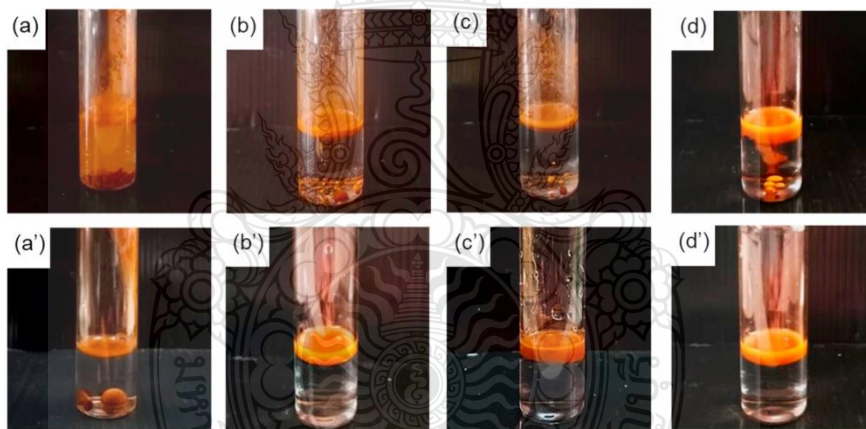


Fig. 5. Binary phase photos of partitioning study of $o\text{-FeAl}_2\text{O}_4$ microparticles with average size $\sim 8 \mu\text{m}$ (a-d) and $\sim 4 \mu\text{m}$ (a'-d') at various FeAl_2O_4 : OA ratios (%w/w): 1:0 (a and a'), 1:1 (b and b'), 1:2 (c and c') and 1:4 (d and d').

3.3. Preparation of composite polymer particles

In previous microsuspension polymerization studies [57–60], many submicrometer-sized free polymer particles were formed as a by-product in an aqueous medium in competition with microcapsules or microparticles when hydrophilic monomers such as MMA and MA were used. This phenomenon is based on the initiator/oligomeric radicals exiting from the polymerizing particles in the early stage of polymerization. As a result, new or free polymer particles were formed in the aqueous phase via emulsion polymerization. Although the chain transfer CHI_3 added in ms ITP could depress this phenomenon, it seems to work well only with the moderate hydrophilic monomer. The performance of CHI_3 was reduced with more hydrophilic monomers [40]. To overcome this drawback, a low polymerization temperature at 80°C was used for the first 3 h to minimize the generation of the radicals in the early stage of

the polymerization [41]. When the internal viscosity of the polymerizing particle increases with the conversion, the oligomeric radical will have difficulty exiting from the polymerizing particles. The temperature was then increased to 90°C to shorten the polymerization time.

In this study, various parameters were investigated to produce high-performance FeAl_2O_4 -composite polymer particles for solar heat reflection.

3.3.1. Effect of stirring rate

Based on microsuspension polymerization, the monomer droplet size must be large enough to envelop the particles dispersed therein. Accordingly, the appropriate stirring rate influencing the monomer droplet size was investigated. At a high rate (5000 rpm), tiny droplets and PMMA particles were formed with low $o\text{-FeAl}_2\text{O}_4$ particle content, as a few black contrasts were seen in both monomer droplets (Fig. 6a)

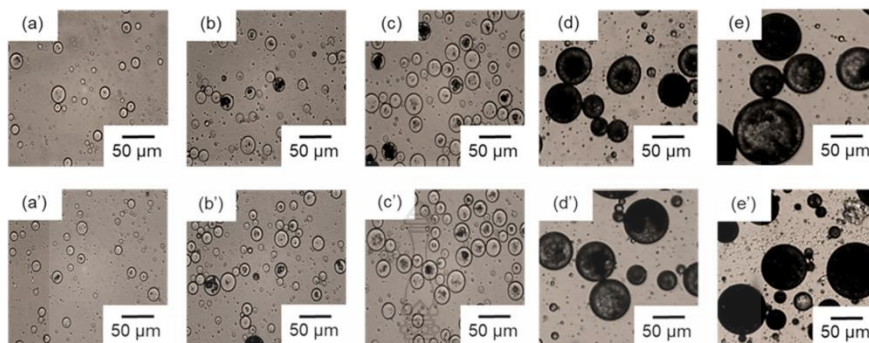


Fig. 6. Optical micrographs of PMMA/o-FeAl₂O₄ composite particles before (a–e) and after (a'–e') polymerization at various stirring rates (rpm): 5000 (a, a'); 2500 (b, b'); 1000 (c, c'); 500 (d, d') and 250 (e, e').

and composite particles (Fig. 6a'). This may be due to the monomer droplet size (~5–30 μm) similar to that of o-FeAl₂O₄ particles (Fig. 2a), which is insufficient to envelop such particles. The droplet and PMMA particle sizes increased from ~10 to 70 μm with a decrease in the stirring rate from 5000–250 rpm, respectively (Fig. 6b–e and b'–e'), whereas the incorporation of o-FeAl₂O₄ particles increased. In the case of 250 rpm (Fig. 6e and e'), large monomer droplets and polymer particles were formed. As a result, a solid dark region due to contained o-FeAl₂O₄ particles was clearly observed. After the synthesis, a large amount of o-FeAl₂O₄ particles were still encapsulated in the PMMA particles. Therefore, the stirring rate of 250 rpm was suitable for the preparation of composite polymer particles.

3.3.2. Effect of MMA: BA ratio

Because of its low T_g , PBA is a sticky polymer that easily forms polymer film at room temperature [61–63]. Therefore, in this work, BA is used as a comonomer to produce copolymer particles exhibiting self-coating performance. The influence of MMA: BA ratio on the encapsulation efficiency of o-FeAl₂O₄ particles in the P (MMA-BA)/o-FeAl₂O₄ composite particles without any coagulation were obtained. Brown milky suspensions (Fig. S4a–c) were observed at various MMA: BA ratios. After centrifugation at 3000 rpm, all composite polymer particles were precipitated, whereas quite transparent supernatants were obtained (Fig. S4a–c). Aqueous supernatants containing a few free polymer particles (~1–5 wt%) with a size of about 200 nm were found.

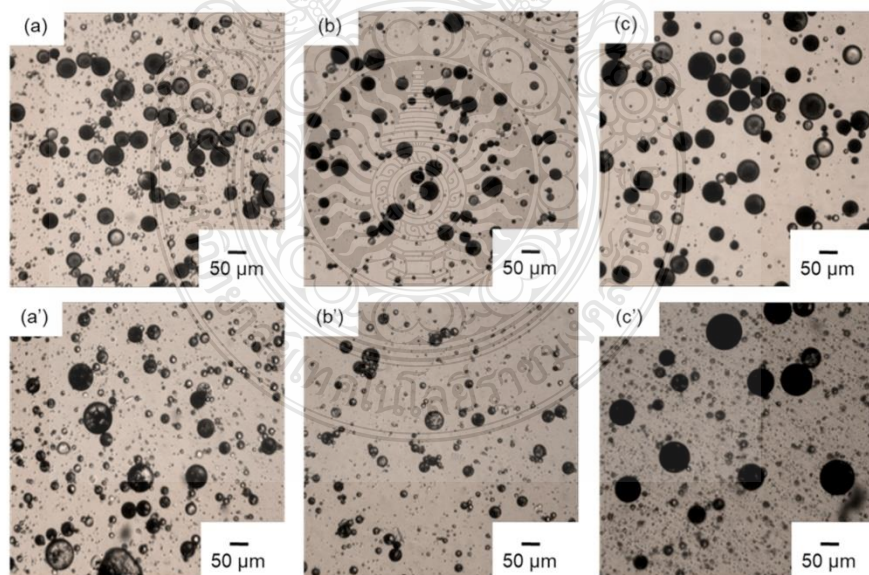


Fig. 7. Optical micrographs of P (MMA-BA)/o-FeAl₂O₄ particles before (a–c) and after (a'–c') polymerization using various ratios of MMA: BA (%w/w): 50: 50 (a, a'); 70: 30 (b, b') and 90: 10 (c, c').

This is because of the good performance of CHI_3 to trap the oligomeric radicals, preventing the radical exit from the polymerizing particles [35–41].

The results agreed with the OM observation of monomer droplets and composite polymer particles at various MMA: BA ratios (50: 50, 70: 30, and 90: 10 wt%), as shown in Fig. 7. In all cases, well-distributed monomer droplets (Fig. 7a–c) and polymer composite particles (Fig. 7a'–c') were spherical, with a size range of about 20–60 μm . It is well known that the monomer droplets and polymer particles generated by mechanical high shear rate have broad particle size distribution [58, 59,64]. However, the monomer droplets and polymer particles did not differ in shape and size at all MMA: BA ratios. Dark monomer droplets and composite polymer particles were clearly seen, representing numerous $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ particles. This corresponded well with high %EE (93%, 84%, and 88% for MMA: BA of 50: 50, 70: 30, and 90: 10, respectively) in all cases. The results implied that BA in the polymer component did not affect particle formation and encapsulation efficiency. However, the T_g of the copolymer increased with the reduction of BA content, as shown in Fig. S5. T_g values of P (MMA-BA) were -13.5, 9.7, and 15.9 $^\circ\text{C}$ for MMA: BA ratios of 50: 50, 70: 30, and 90: 10, respectively. Then, considering the film formation and self-coating properties, the highest BA at MMA: BA of 50: 50, yielding the lowest T_g value, was chosen for composite polymer preparation.

3.3.3. Effect of crosslinked monomer

To improve the strength of polymer particles, DVB was incorporated as a crosslinked comonomer in the composite polymer particles. As seen in Figs. S6 and Fig. 8, the presenting DVB did not affect the encapsulation of $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$. Well-distributed spherical P (MMA-BA-DVB)/ $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ composite particles with smooth outer surfaces (Fig. 8) were formed at all ratios. Moreover, %EE values were still high at 76–93%. However, after self-coating of these particles on the glass substrate, percentage add-on of the composite particles reduced with increased DVB content (92, 90, 80, 62, and 42% for MMA: BA: DVB [%w/w] of 50:

50: 0, 40: 40: 20, 35: 35: 30, 30: 30: 40, and 25: 25: 50, respectively). This is probably because the increase in DVB and reduction in BA decreased the film-forming performance of composite polymer particles. However, T_g values (Fig. S5) of P (MMA-BA-DVB) for MMA: BA: DVB ratios of 40: 40: 20, 35: 35: 30 and 30: 30: 40, respectively, were still low enough (-10.0, 1.1 and 7.5 $^\circ\text{C}$) to achieve a high percentage add-on. Therefore, the P (MMA-BA-DVB)/ $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ composite particles using MMA: BA: DVB ratios of 40: 40: 20, 35: 35: 30 and 30: 30: 40 were used for the IR reflection and temperature control efficiency testing compare with a ratio of 50: 50: 0 (P (MMA-BA)/ $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$) and P (MMA-BA-DVB) (MMA: BA: DVB of 40: 40: 20) particles.

The incorporation of FeAl_2O_4 particles in the P (MMA-BA-DVB) particles was confirmed by EDS analysis. Fig. 9 corresponded to EDS maps of the P (MMA-BA-DVB)/ $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ particles. A detailed analysis of these maps obviously displays the incorporation of Fe (yellow spots) (Fig. 9b) and Al (red spots) (Fig. 9c) that can be distributed throughout the P (MMA-BA-DVB) particles.

3.4. Infrared ray reflection and temperature control efficiency

3.4.1. Preparation of FeAl_2O_4 -composite particles coated prototype

The P (MMA-BA-DVB)/ $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ composite particles were directly coated onto glass and metal sheet substrates without any external binder. After water evaporation, the composite polymer films were smoothly formed, where the $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ particles were distributed throughout the film (Fig. S7a–d). This indicated that P (MMA-BA-DVB)/ $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ composite particles showed high colloidal stability and exhibited good dispersion in the medium during the coating process. The contact angle of the glass substrate coated with composite polymer particles (105°) was increased from that of bare glass (62°), corresponding with the formation of the polymer film (Fig. S8). The percentage add-ons of the P (MMA-BA-DVB)/ $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ composite polymer particles on the substrates were 92, 90, 80, 62 and 42% for MMA: BA: DVB ratios of 50: 50: 0, 40: 40: 20, 35: 35: 30 and 30: 30: 40 %w/w,

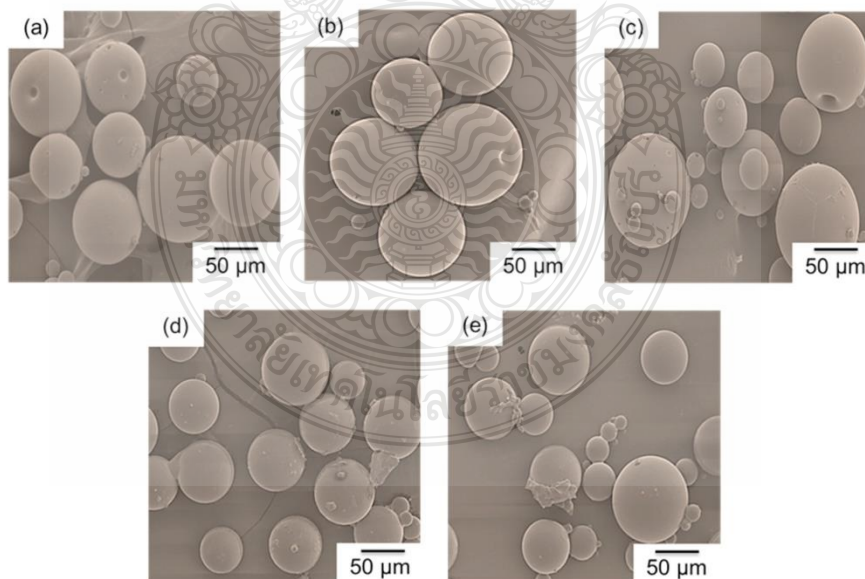


Fig. 8. SEM micrographs of P (MMA-BA-DVB)/ $\text{o-FeAl}_2\text{O}_4$ composite particles (a–e) at various ratios of MMA: BA: DVB (%w/w): 50: 50: 0 (a); 40:40:20 (b); 35:35:30 (c); 30:30:40 (d) and 25:25:50 (e).

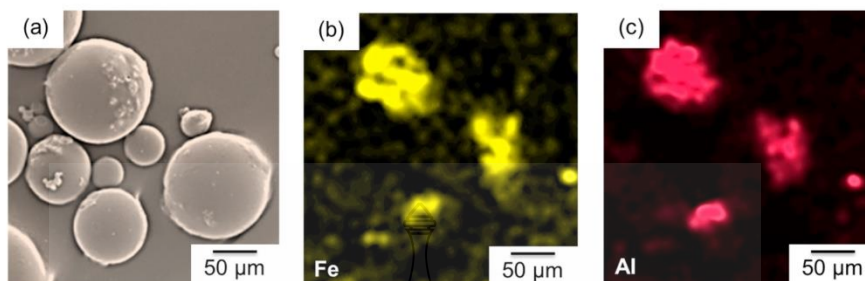


Fig. 9. EDS analysis of P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles (a) and mapping (b and c) using MMA: BA: DVB (%w/w) at 40:40:20.

respectively. It reduced with the increase of crosslinked comonomer and decrease of BA content, as previously mentioned. Because of the excellent film-forming property of PBA, the reduction of BA content in polymer particles would reduce the self-coating performance of the composite polymer particles on the substrate, as found. The incorporation of the o-FeAl₂O₄ particles did not influence the coating performance of composite particles as a similar % add-on (92%) of P (MMA-BA-DVB) (for MMA: BA: DVB of 40: 40: 20) was obtained.

3.4.2. Infrared ray reflection

For cool materials, solar reflectance is of great importance, as it provides a theoretical evaluation of the cooling efficiency [11]. In this work, the IR reflection efficacy of the prepared P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles was studied compared with that of pristine FeAl₂O₄ particles and P (MMA-BA-DVB) particles. A 6.25 cm² glass substrate was coated with composite polymer particles containing 0.05 g of FeAl₂O₄ equal to pristine FeAl₂O₄ particles. The bare glass showed a constant low IR reflection (Fig. 10a). When the glass was coated with P (MMA-BA-DVB) particles without FeAl₂O₄, low IR reflection performance was a bit improved and constantly maintained at about 20% along the NIR region (Fig. 10b). However, the IR reflectance was gradually increased up to approximately 60–70% in the short-wave NIR region for all pristine FeAl₂O₄ and composite polymer particles (Fig. 10). It

was continuously increased up to 100% in the long-wave NIR region in the case of pristine FeAl₂O₄ (Fig. 10c). A slightly lower IR reflectance was observed in the case of composite polymer particles (Fig. 10d–g). These results indicate that the polymer matrix partially affects the IR reflection performance of the distributed FeAl₂O₄ particles. However, the reflectance efficiency was still high (>75%) and up to 90% in the case of P (MMA-BA-DVB) particles using MMA: BA: DVB at 40: 40: 20.

In order to compare the IR reflectance quantitatively, the irradiance-weighted average reflectance values in a range of 750–1300 nm of all

Table 4

The irradiance-weighted average reflectance values.

Sample	R _(750–1300 nm) (%)
Glass	8.16
FeAl ₂ O ₄	70.76
P (MMA-BA-DVB)	16.47
Composite-50: 50: 0	63.81
Composite-40: 40: 20	67.22
Composite-35: 35: 30	61.21
Composite-30: 30: 40	54.50

Composite: P(MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ particle at various ratios of MMA: BA: DVB.

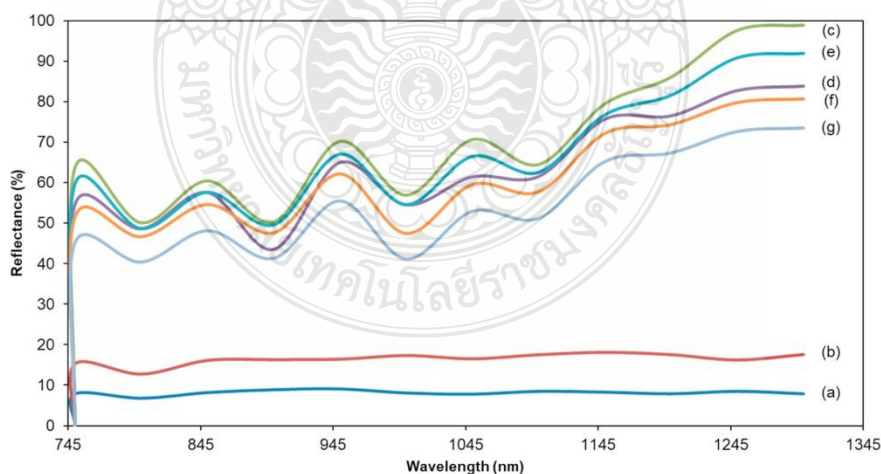


Fig. 10. Infrared reflection efficiency of bare glass (a), P (MMA-BA-DVB) (b), FeAl₂O₄ microparticles (c) and P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles at various ratios of MMA: BA: DVB (%w/w): 50: 50: 0 (d), 40: 40: 20 (e), 35: 35: 30 (f) and 30:30:40 (g).

samples were calculated according to Equation (1) and the results are displayed in Table 4. Indeed, bare glass has the lowest value of 8.16%. By the coating of P (MMA-BA-DVB) particles, the IR reflectance was improved up to 16.47%. The reflectance values were significantly increased with P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles indicating the reflection efficiency of the existing FeAl₂O₄ particles as shown in Table 4. In addition, it is noted that the values were reduced with the increase of DVB content. This may be because of the denser PDVB network structure in the composite polymer particles, which partially shielded the reflection of the IR rays of incorporated FeAl₂O₄ particles. However, the irradiance-weighted average reflectance value of P (MMA-BA-DVB) particles using MMA: BA: DVB at 40: 40: 20 was the highest (67.22%) closed to that of the pristine FeAl₂O₄ (70.76%).

Although the content of FeAl₂O₄ in all composite particles (based on 30 % loading) was equal to the pristine FeAl₂O₄ particles, a large number of polymer matrixes (two times of encapsulated FeAl₂O₄) coverage FeAl₂O₄ particles core. The absorption ability of incident rays in the NIR region in place of reflecting was enhanced [30]. Moreover, because FeAl₂O₄ particles were encapsulated in a confined space, some coagulation might occur. Thus, the size of encapsulated FeAl₂O₄ particles may be larger than the pristine FeAl₂O₄ particles, which reduced the reflective performance [9–11,13]. These are why the reflectance efficiencies of all composite particles were lower than the pristine FeAl₂O₄ particles.

3.4.3. Temperature control efficiency

Because solar reflectance is an indirect and theoretical method, temperature tests were used to evaluate the actual cooling effect [11]. In this work, the temperature test was conducted to directly assess the temperature control efficiency of the prepared composite particles. The temperature control was reported in terms of temperature difference (ΔT) between the upper substrate surface, which was directly irradiated with a lamp, and the lower one. The results for glass coated with various P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles and P (MMA-BA-DVB) particles are shown in Fig. 11. The ΔT values of the bare glass were relatively constant at about 3 °C. This is mainly due to the high transmittance of the glass, through which the light passes easily. Only a small amount of light was absorbed by the glass, which slightly reduced the lower substrate temperature. The ΔT values of the glass coated with P

(MMA-BA-DVB) particles were a bit increased to about 4 °C throughout the measurement. The results indicated that a small amount of light was absorbed by the coated polymer particles. In contrast, large ΔT values were found with the glass coated with P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles at all ratios. The ΔT was similar for MMA: BA: DVB ratios of 50: 50: 0 and 40: 40: 20 wt% and maintained at about 14–15 °C and 15–16 °C, respectively. They slightly decreased with the increase of DVB content to 12–14 °C and 11–12 °C for MMA: BA: DVB ratios of 35: 35: 30 and 30: 30: 40 wt%, respectively. However, large ΔT about 4–5 times higher than those of the bare glass were obtained even with increasing time. This remarkable difference is attributed to the existence of P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles that effectively prevent IR rays from passing through as the schematic diagram shown in Fig. 12. As a result, the lower substrate temperature was drastically reduced from that of the upper one. High solar reflectance usually leads to high cooling efficiency. As found, the cooling efficiency is consistent with the aforementioned IR reflectance values displayed in Fig. 10. The reflectance efficiency of composite particles using MMA: BA: DVB at 30: 30: 40 was slightly lower than that with the 35: 35: 30 and 40: 40: 20 ratios because of the shielding effect of the denser PDVB network structure in the composite polymer particles. The temperature control efficiencies of bare and composite particle-coated metal sheets show a similar trend to that of the glass substrate, as shown in Fig. 13. The results indicated that the prepared P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles exhibited highly efficient IR reflection and temperature control and can thus be applied as a novel type of IR-reflective material in cooling applications.

4. Conclusions

Spinel FeAl₂O₄ particles as a new IR-reflective pigment were successfully prepared in the form of composite polymer particles that would be more beneficial for mixing in various matrixes or coating on many kinds of substrates than direct usage. A series of studies were carried out to prepare high colloidal stable and spherical composite polymer particles. The maximum percent loading of o-FeAl₂O₄ was 30 wt%, where the encapsulation efficiencies were high in all cases (>80%). The prepared composite polymer particles easily self-coated onto the substrate

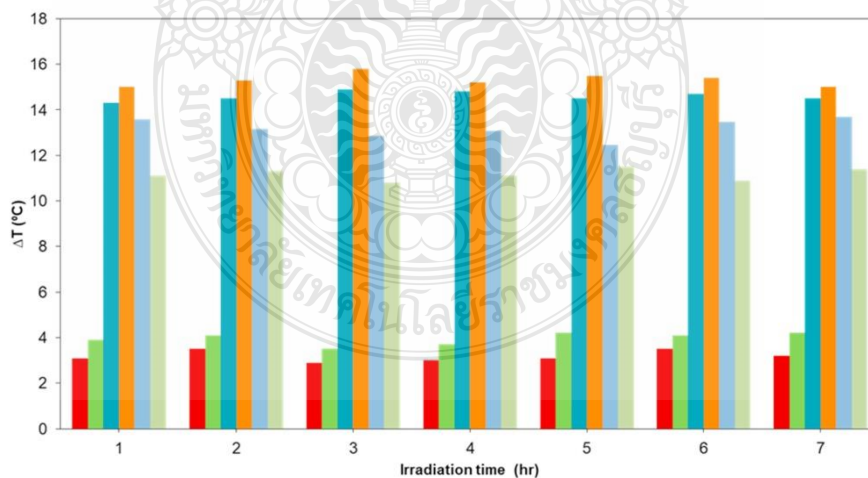


Fig. 11. Temperature control efficiency of bare glass (red) and coated glass with P (MMA-BA-DVB) (green) and P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ particles at various ratios of MMA: BA: DVB (%w/w): 50: 50: 0 (blue), 40: 40: 20 (orange), 35: 35: 30 (pale blue) and 30: 30: 40 (pale green). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the Web version of this article.)

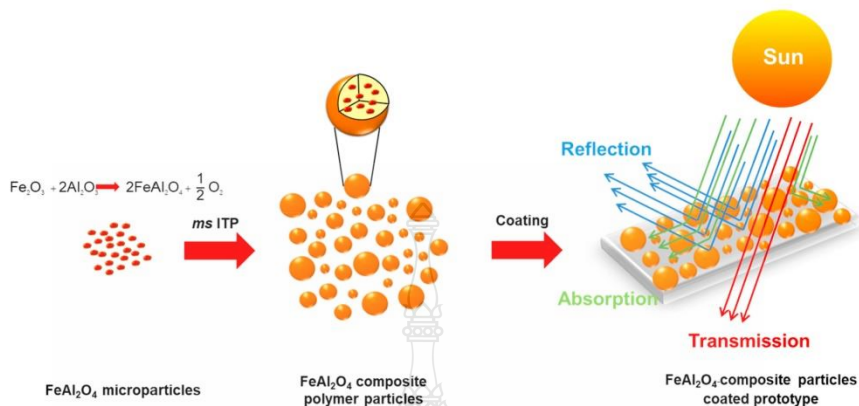


Fig. 12. The schematic diagram of IR reflection and temperature control of the P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles.

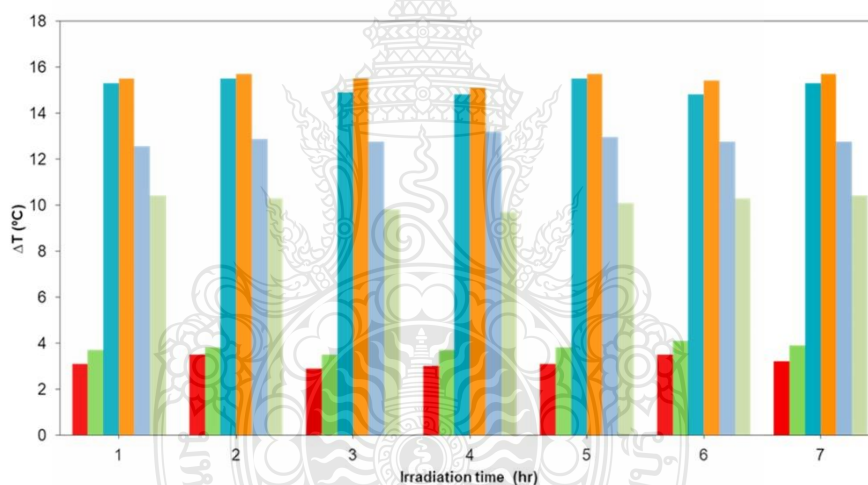


Fig. 13. Temperature control efficiency of bare metal sheets (red) and coated metal sheets with P (MMA-BA-DVB) (green) and P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ particles at various ratios of MMA: BA: DVB (%w/w): 50: 50: 0 (blue), 40: 40: 20 (orange), 35: 35: 30 (pale blue) and 30: 30: 40 (pale green). (For interpretation of the references to colour in this figure legend, the reader is referred to the Web version of this article.)

without an external binder because of PBA presence. The percentage add-on decreased with an increase of DVB but a reduction of BA. Although the FeAl₂O₄ particles were encapsulated in the polymer matrix, the IR reflection performance of the distributed FeAl₂O₄ particles was still high, close to those of the pristine particles. Relating to IR reflection efficiency, the temperature control efficiencies of both glass and metal sheets substrates coated with P (MMA-BA-DVB)/o-FeAl₂O₄ composite particles were much higher than those of the bare substrates. Therefore, based on their self-coating performance, high IR reflection, and temperature control ability, the obtained composite polymer particles would be a novel suitable alternative IR-reflecting material for cooling applications.

CRedit authorship contribution statement

Jittipat Omsinsombon: Visualization, Investigation, Writing – original draft. **Amorn Chaiyasat:** Conceptualization, Methodology, Writing – review & editing. **Chumphol Busabok:** Conceptualization, Writing – review & editing. **Preeyaporn Chaiyasat:** Conceptualization, Methodology, Writing – original draft, Writing – review & editing, Validation.

Declaration of competing interest

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

Acknowledgments

This work was partially supported by Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR), THAILAND "Partnership Program in Production of Graduates in Master's degree and Doctoral Degree between Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR), THAILAND and Educational Institutions" (given to J. O, P. C. and C. B.). The authors also thank RMUTT central lab, Institute of research and development, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, for facility support.

Appendix A. Supplementary data

Supplementary data to this article can be found online at <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2021.111248>.

References


- [1] K.H. Solangi, M.R. Islam, R. Saidur, N.A. Rahim, H. Fayaz, A review on global solar energy policy, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 15 (2011) 2149–2163.
- [2] M. Thiruganasambandam, S. Iniyar, R. Goic, A review of solar thermal technologies, *Renew. Sustain. Energy Rev.* 14 (2010) 312–322.
- [3] P. Jeevanandam, R.S. Mulukutla, M. Phillips, S. Chaudhuri, L.E. Erickson, K. J. Klabunde, Near infrared reflectance properties of metal oxide nanoparticles, *J. Phys. Chem. C* 111 (2007) 1912–1918.
- [4] E. Coser, V.F. Moritz, A. Krenzinger, C.A. Ferreira, Development of paints with infrared radiation reflective properties, *Polímeros* 25 (2015) 305–310.
- [5] H.Q. Yang, B.Y. Kuang, A.M. Mouazen, Prediction of soil TN and TC at a farm-scale using VIS-NIR spectroscopy, *Adv. Mater. Res.* 225–226 (2011) 1258–1261.
- [6] H. Huang, M. Ng, Y. Wu, L. Kong, Solvothermal synthesis of Sb:SnO₂ nanoparticles and IR shielding coating for smart window, *Mater. Des.* 88 (2015) 384–389.
- [7] M.H. Chung, J.C. Park, M.J. Ko, Effect of the solar radiative properties of existing building roof materials on the energy use in humid continental climates, *Energy Build.* 102 (2015) 172–180.
- [8] M. Santamouris, A. Synnefa, T. Karlessi, Using advanced cool materials in the urban built environment to mitigate heat islands and improve thermal comfort conditions, *Sol. Energy* 85 (2011) 3085–3102.
- [9] S. Soumya, A.P. Mohamed, L. Paul, K. Mohan, S. Ananthakumar, Near IR reflectance characteristics of PMMA/ZnO nanocomposites for solar thermal control interface films, *Sol. Energy Mater. Sol. Cell.* 125 (2014) 102–112.
- [10] A. Wong, W.A. Daoud, H.-h. Liang, Y.S. Szeto, Application of rutile and anatase onto cotton fabric and their effect on the NIR reflection/surface temperature of the fabric, *Sol. Energy Mater. Sol. Cell.* 134 (2015) 425–437.
- [11] B. Xiang, J. Zhang, A new member of solar heat-reflective pigments: BaTiO₃ and its effect on the cooling properties of ASA (acrylonitrile-styrene-acrylate copolymer), *Sol. Energy Mater. Sol. Cell.* 180 (2018) 67–75.
- [12] A.E. Smith, M.C. Comstock, M.A. Subramanian, Spectral properties of the UV absorbing and near-IR reflecting blue pigment, VIn-xMnxO₃, *Dyes Pigments* 133 (2016) 214–221.
- [13] V. Fang, J.Y. Kennedy, J. Futter, J. Manning, G.S. Staff, A Review of Near Infrared Reflectance Properties of Metal Oxide Nanostructures, *GNS Science*, 2013.
- [14] D. Schildhammer, G. Fuhrmann, L. Petschnig, H. Schottenberger, H. Huppertz, Synthesis and optical properties of new highly NIR reflective inorganic pigments RE₆Mo₂O₁₅ (RE = Tb, Dy, Ho, Er), *Dyes Pigments* 140 (2017) 22–28.
- [15] R. Levinson, P. Berdahl, H. Akbari, Solar spectral optical properties of pigments—Part II: survey of common colorants, *Sol. Energy Mater. Sol. Cell.* 89 (2005) 351–389.
- [16] S. Dong, J.Y. Quek, A.M. Van Herk, S. Jana, Polymer-encapsulated TiO₂ for the improvement of NIR reflectance and total solar reflectance of cool coatings, *Ind. Eng. Chem. Res.* 59 (2020) 17901–17910.
- [17] S. Jose, M.L. Reddy, Lanthanum-strontium copper silicates as intense blue inorganic pigments with high near-infrared reflectance, *Dyes Pigments* 98 (2013) 540–546.
- [18] S. Jose, A. Jayaprakash, S. Laha, S. Natarajan, R.G. Nishanth, M.L.P. Reddy, YIn_{0.9}Mn_{0.1}O₃-ZnO nano-pigment exhibiting intense blue color with impressive solar reflectance, *Dyes Pigments* 124 (2016) 120–129.
- [19] S. Sameera, P.P. Rao, S. Divya, A.K.V. Raj, T.R.A. Thara, High IR reflecting BiVO₄-CaMoO₄ based yellow pigments for cool roof applications, *Energy Build.* 154 (2017) 491–498.
- [20] P.M. Karlsson, N.B. Esbjörnsson, K. Holmberg, Admicellar polymerization of methyl methacrylate on aluminum pigments, *J. Colloid Interface Sci.* 337 (2009) 364–368.
- [21] C.M. Álvarez-Docio, J.J. Reinoso, A. del Campo, J.F. Fernández, 2D particles forming a nanostructured shell: a step forward cool NIR reflectivity for CoAl₂O₄ pigments, *Dyes Pigments* 137 (2017) 1–11.
- [22] T. Masui, H. Tategaki, S. Furukawa, N. Imanaka, Synthesis and characterization of new environmentally-friendly pigments based on cerium phosphate, *J. Ceram. Soc. Jpn.* 112 (2004) 646–649.
- [23] K.J. Sreeram, R. Srinivasan, J. Meena Devi, B. Unni Nair, T. Ramasami, Cerium molybdenum oxides for environmentally benign pigments, *Dyes Pigments* 75 (2007) 687–692.
- [24] K.J. Sreeram, C.P. Aby, B.U. Nair, T. Ramasami, Colored cool colorants based on rare earth metal ions, *Sol. Energy Mater. Sol. Cell.* 92 (2008) 1462–1467.
- [25] D.P. Dutta, G. Sharma, Synthesis and magnetic behavior of spinel FeAl₂O₄ nanoparticles, *Mater. Sci. Eng., B* 176 (2011) 177–180.
- [26] J.M. Silva, J.F.D.F. Araújo, E. Brocchi, I.G. Solórzano, Micro analytical and magnetic characterization of aluminum-iron spinel (FeAl₂O₄) synthesized by combustion reaction, *Ceram. Int.* 46 (2020) 19052–19061.
- [27] F. Mukhtar, S. Riaz, A. Awan, F. Rubab, Z.N. Kayani, S. Naseem, Structural and magnetization crossover in electrodeposited FeAl₂O₄ – effect of in situ oxidation, *RSC Adv.* 9 (2019) 38183–38194.
- [28] C. Busabok, W. Khongwong, P. Somwongsa, P. Ngerchukhin, A. Saensing, S. Kanchanasutha, Preparation of near-infrared (NIR) reflective pigment by solid state reaction between Fe₂O₃ and Al₂O₃, *Key Eng. Mater.* 766 (2018) 127–132.
- [29] S. Lu, Y. Chen, S. Liu, X. Kong, Experimental research on a novel energy efficiency roof coupled with PCM and cool materials, *Energy Build.* 127 (2016) 159–169.
- [30] B. Tawiah, C. Narh, M. Li, L. Zhang, S. Fu, Polymer-encapsulated colorful Al pigments with high NIR and UV reflectance and their application in textiles, *Ind. Eng. Chem. Res.* 54 (2015) 11858–11865.
- [31] P.M. Karlsson, A. Baeza, A.E.C. Palmqvist, K. Holmberg, Surfactant inhibition of aluminium pigments for waterborne printing inks, *Corrosion Sci.* 50 (2008) 2282–2287.
- [32] B. Xiang, J. Zhang, Effects of content and surface hydrophobic modification of BaTiO₃ on the cooling properties of ASA (acrylonitrile-styrene-acrylate copolymer), *Appl. Surf. Sci.* 427 (2018) 654–661.
- [33] S. Soumya, V.N. Sheemol, P. Amba, A.P. Mohamed, S. Ananthakumar, Sn and Ag doped ZnO quantum dots with PMMA by in situ polymerization for UV/IR protective, photochromic multifunctional hybrid coatings, *Sol. Energy Mater. Sol. Cell.* 174 (2018) 554–565.
- [34] B. Xiang, X. Yin, J. Zhang, A novel cool material: ASA (acrylonitrile-styrene-acrylate) matrix composites with solar reflective inorganic particles, *Compos. Sci. Technol.* 145 (2017) 149–156.
- [35] N. Srisawang, A. Chaiyasat, P. Ngerchukhin, P. Chaiyasat, Novel reusable pH-responsive photocatalyst polymeric microcapsules for dye treatment, *Int. J. Energy Res.* 45 (2021) 7535–7548.
- [36] C. Klubchom, P. Chaiyasat, A. Chaiyasat, Composite polymer particles containing bismuth vanadate particles for self-cleaning fabrics, *J. Ind. Textil.* (2020).
- [37] P. Sangjui, A. Chaiyasat, Poly(L-Lactic acid)-based microcapsule containing phase-change material: influence of polymer shell on particle morphology, *Fibers Polym.* 21 (2020) 935–943.
- [38] J. Panstuvan, A. Chaiyasat, Innovative and high performance synthesis of microcapsules containing methyl anthranilate by micro-suspension iodine transfer polymerization, *Polym. Int.* 66 (2017) 1921–1927.
- [39] P. Chaiyasat, S. Noppalit, M. Okubo, A. Chaiyasat, Innovative synthesis of high performance poly(methyl methacrylate) microcapsules with encapsulated heat storage material by micro-suspension iodine transfer polymerization (ms ITP), *Sol. Energy Mater. Sol. Cell.* 157 (2016) 996–1003.
- [40] P. Chaiyasat, S. Nuanwong, M. Okubo, A. Chaiyasat, Synthesis of micrometer-sized poly(methyl methacrylate) particles by micro-suspension iodine transfer polymerization (ms ITP), *RSC Adv.* 6 (2016) 95062–95066.
- [41] S. Jantang, P. Chaiyasat, High performance poly(methyl methacrylate-acrylic acid-divinylbenzene) microcapsule encapsulated heat storage, *Material for Thermoregulating Textiles, Fibers and Polymers* 19 (2018) 2039–2048.
- [42] P.R. Nair, C.P.R. Nair, D.J. Francis, Polyurethanes with polybutyl acrylate grafts via macromonomer technique: thermal and mechanical properties, *Eur. Polym. J.* 33 (1997) 89–95.
- [43] K. Avstjuk, Y. Stetsyshyn, J. Raczkowska, O. Lishchynskiy, P. Dabczynski, A. Kostuba, H. Ohar, Y. Shymborska, S. Nastysyn, A. Budkowski, Temperature-controlled orientation of proteins on temperature-responsive grafted polymer brushes: poly(butyl methacrylate) vs poly(butyl acrylate): morphology, wetting, and protein-adsorption, *Biomacromolecules* 20 (2019) 2185–2197.
- [44] R. Levinson, H. Akbari, P. Berdahl, Measuring solar reflectance—Part I: defining a metric that accurately predicts solar heat gain, *Sol. Energy* 84 (2010) 1717–1744.
- [45] S. Pal, V. Contaldi, A. Laccitulli, F. Marzo, Self-Cleaning Mineral Paint for Application in Architectural Heritage, *Coatings*, 6, 2016, p. 48.
- [46] Z. Wang, J. Liu, F. Wang, X. Yu, A facial one-pot route synthesis and characterization of Y-stabilized Sb₂O₃ solar reflective thermal insulating coatings, *Mater. Chem. Phys.* 130 (2011) 466–470.
- [47] B. Kaur, N. Quazi, I. Ivanov, S.N. Bhattacharya, Near-infrared reflective properties of perylene derivatives, *Dyes Pigments* 92 (2012) 1108–1113.
- [48] Y. Masita, Y. Diamant, S.T. Aruna, A. Zaban, TiO₂ nanocrystalline pigmented polyethylene foils for radiative cooling Applications: synthesis and characterization, *Langmuir* 17 (2001) 7118–7123.
- [49] N. Oba, H. Sugimura, Y. Umehara, M. Yoshida, T. Kimura, T. Yamaguchi, Evaluation of an oleic acid water-in-oil-in-water-type multiple emulsion as potential drug carrier via the enteral route, *Lipids* 27 (1992) 701–705.
- [50] J. Sachchayaphum, P. Phapuangkul, P. Chaiyasat, A. Chaiyasat, High encapsulation efficiency of magnetite nanoparticles in hydrophobic polymer microcapsules using micro-suspension conventional radical polymerization, *Orient. J. Chem.* 35 (2019) 516–522.
- [51] P. Velusamy, S. Chia-Hung, A. Shritama, G.V. Kumar, V. Jeyanthi, K. Pandian, Synthesis of oleic acid coated iron oxide nanoparticles and its role in anti-biofilm activity against clinical isolates of bacterial pathogens, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 59 (2016) 450–456.
- [52] R. Gupta, K. Pancholi, R. De Sa, D. Murray, D. Huo, G. Droubi, M. White, J. Njuguna, Effect of oleic acid coating of iron oxide nanoparticles on properties of

- magnetic polyamide-6 nanocomposite, JOM (J. Occup. Med.) 71 (2019) 3119–3128.
- [53] R.M. Patil, P.B. Shete, N.D. Thorat, S.V. Otari, K.C. Barick, A. Prasad, R. S. Ningthoujam, B.M. Tiwale, S.H. Pawar, Non-aqueous to aqueous phase transfer of oleic acid coated iron oxide nanoparticles for hyperthermia application, RSC Adv. 4 (2014) 4515–4522.
- [54] K. Yang, H. Peng, Y. Wen, N. Li, Re-examination of characteristic FTIR spectrum of secondary layer in bilayer oleic acid-coated Fe₃O₄ nanoparticles, Appl. Surf. Sci. 256 (2010) 3093–3097.
- [55] J.J. Nájera, A.B. Horn, Infrared spectroscopic study of the effect of oleic acid on the deliquescence behaviour of ammonium sulfate aerosol particles, Phys. Chem. Chem. Phys. 11 (2009) 483–494.
- [56] A. Ghorbani-Choghamarani, M. Mohammadi, L. Shiri, Z. Taherinia, Synthesis and characterization of spinel FeAl₂O₄ (hercynite) magnetic nanoparticles and their application in multicomponent reactions, Res. Chem. Intermed. 45 (2019) 5705–5723.
- [57] A. Chaiyasat, S. Namwong, B. Uapipatanakul, W. Sajomsang, P. Chaiyasat, Innovative bifunctional microcapsule for heat storage and antibacterial properties, International Journal of GEOMATE 14 (2018) 91–98.
- [58] P. Chaiyasat, S. Noppalit, M. Okubo, A. Chaiyasat, Do encapsulated heat storage materials really retain their original thermal properties? Phys. Chem. Chem. Phys. 17 (2015) 1053–1059.
- [59] D. Supatimuro, S. Promdsorn, S. Thipsit, W. Boontung, P. Chaiyasat, A. Chaiyasat, Poly(divinylbenzene) microencapsulated octadecane for use as a heat storage material: influences of microcapsule size and monomer/octadecane ratio, Polym. Plast. Technol. Eng. 51 (2012) 1167–1172.
- [60] A. Chaiyasat, C. Waree, K. Songkhamrod, P. Sirithip, V. Voranuch, P. Chaiyasat, Preparation of polydivinylbenzene/natural rubber capsule encapsulating octadecane: influence of natural rubber molecular weight and content, Express Polym. Lett. 6 (2012) 70–77.
- [61] Y.-X. Liu, E.-Q. Chen, Polymer crystallization of ultrathin films on solid substrates, Coord. Chem. Rev. 254 (2010) 1011–1037.
- [62] P.A. Steward, J. Hearn, M.C. Wilkinson, An overview of polymer latex film formation and properties, Adv. Colloid Interface Sci. 86 (2000) 195–267.
- [63] R.S. Tigli, V. Evren, Synthesis and characterization of pure poly(acrylate) latexes, Prog. Org. Coating 52 (2005) 144–150.
- [64] K. Rattanasaikeaw, A. Chaiyasat, P. Chaiyasat, Secondary particle formation in suspension polymerization using a particulate surfactant, Polymer-Plastics Technology and Materials 59 (2020) 1801–1811.



จดอนุสิทธิบัตร IP number : 2003003278

แบบ สป/สค/อสน/001-ก
หน้า 1 ของจำนวน 2 หน้า

 คำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> การประดิษฐ์ <input type="checkbox"/> การออกแบบผลิตภัณฑ์ <input checked="" type="checkbox"/> อนุสิทธิบัตร ข้าพเจ้าผู้ลงลายมือชื่อในคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้ ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ตามพระราชบัญญัติสิทธิบัตร พ.ศ. 2522 แก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติสิทธิบัตร (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2535 และ พระราชบัญญัติสิทธิบัตร (ฉบับที่ 3) พ.ศ. 2542	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th colspan="2" style="text-align: center;">สำหรับเจ้าหน้าที่</th> </tr> <tr> <td style="width: 50%;">วันรับคำขอ - 4 ส.ค. 2563</td> <td style="width: 50%;">เลขที่คำขอ</td> </tr> <tr> <td>วันยื่นคำขอ - 4 ส.ค. 2563</td> <td style="text-align: center; font-size: 1.2em;">2003003278</td> </tr> </table> <p>สัญลักษณ์จำแนกการประดิษฐ์ระหว่างประเทศ</p> <p>ใช้กับแบบผลิตภัณฑ์ประเภทผลิตภัณฑ์</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%;">วันประกาศโฆษณา</td> <td style="width: 50%;">เลขที่ประกาศโฆษณา</td> </tr> <tr> <td>วันออกสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร</td> <td>เลขที่สิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร</td> </tr> </table> <p style="text-align: center;">ลายมือชื่อเจ้าหน้าที่</p>	สำหรับเจ้าหน้าที่		วันรับคำขอ - 4 ส.ค. 2563	เลขที่คำขอ	วันยื่นคำขอ - 4 ส.ค. 2563	2003003278	วันประกาศโฆษณา	เลขที่ประกาศโฆษณา	วันออกสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร	เลขที่สิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร
สำหรับเจ้าหน้าที่											
วันรับคำขอ - 4 ส.ค. 2563	เลขที่คำขอ										
วันยื่นคำขอ - 4 ส.ค. 2563	2003003278										
วันประกาศโฆษณา	เลขที่ประกาศโฆษณา										
วันออกสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร	เลขที่สิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร										
1. ชื่อที่แสดงถึงการประดิษฐ์/การออกแบบผลิตภัณฑ์ สูตรและกรรมวิธีการผลิตพลีเมอร์ในรูปลูกกับอนุภาคโลหะออกไซด์เพื่อรับสีอินฟราเรดด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย											
2. คำขอรับสิทธิบัตรการออกแบบผลิตภัณฑ์นี้เป็นคำขอสำหรับแบบผลิตภัณฑ์อย่างเดียวกันและเป็นคำขอลำดับที่ ในจำนวน คำขอ ที่ยื่นในคราวเดียวกัน											
3. ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> บุคคลธรรมดา <input type="checkbox"/> นิติบุคคล <input checked="" type="checkbox"/> หน่วยงานรัฐ <input type="checkbox"/> มูลนิธิ <input type="checkbox"/> ชุมชน ชื่อ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี ที่อยู่ 39 หมู่ 1 ถนนวิจิตร-นครนายก ตำบล/แขวง คลองหก อำเภอ/เขต ภาษีเจริญ จังหวัด ปทุมธานี รหัสไปรษณีย์ 12110 ประเทศ ไทย อีเมล mayuree_jomutt.ac.th <input type="checkbox"/> เลขประจำตัวประชาชน <input type="checkbox"/> เลขทะเบียนนิติบุคคล <input checked="" type="checkbox"/> เลขประจำตัวผู้เสียภาษีอากร 0 9 9 4 0 0 0 1 5 3 1 8 0 <input checked="" type="checkbox"/> เพิ่มเติม (ตั้งแบบ) ในกรณีที่มีการทำ สำเนา/ขอสงวนสิทธิ์ <input checked="" type="checkbox"/> อีเมลผู้ขอ <input type="checkbox"/> อีเมลตัวแทน	3.1 สัญชาติ ไทย 3.2 โทรศัพท์ 0 2549 4493 3.3 โทรสาร 0 2549 4680										
4. สิทธิในการขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร <input checked="" type="checkbox"/> ผู้ประดิษฐ์/ผู้ออกแบบ <input type="checkbox"/> ผู้รับโอน <input type="checkbox"/> ผู้ขอรับสิทธิโดยเหตุอื่น											
5. ตัวแทน (ถ้ามี) ชื่อ ที่อยู่ ตำบล/แขวง อำเภอ/เขต จังหวัด รหัสไปรษณีย์ ประเทศ อีเมล เลขประจำตัวประชาชน <input type="checkbox"/> เพิ่มเติม (ตั้งแบบ)	5.1 ตัวแทนเลขที่ 5.2 โทรศัพท์ 5.3 โทรสาร										
6. ผู้ประดิษฐ์/ผู้ออกแบบผลิตภัณฑ์ <input type="checkbox"/> ชื่อและที่อยู่เดียวกับผู้ขอ ชื่อ นางปริยารัตน์ ไชยสัตย์ ที่อยู่ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี เลขที่ 39 หมู่ 1 ถนนวิจิตร-นครนายก ตำบล/แขวง คลองหก อำเภอ/เขต ภาษีเจริญ จังหวัด ปทุมธานี รหัสไปรษณีย์ 12110 ประเทศ ไทย อีเมล p_chayasat@gmail.com.th เลขประจำตัวประชาชน 3 8 2 0 5 0 0 0 5 9 4 9 4 <input checked="" type="checkbox"/> เพิ่มเติม (ตั้งแบบ)											
7. คำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้แยกจากหรือเกี่ยวข้องกับคำขอเดิม ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ขอให้ถือว่าได้ยื่นคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้ ในวันเดียวกับคำขอรับสิทธิบัตร เลขที่ วันยื่น เพราะคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้แยกจากหรือเกี่ยวข้องกับคำขอเดิมเพราะ <input type="checkbox"/> คำขอเดิมมีการประดิษฐ์หลายอย่าง <input type="checkbox"/> ถูกคัดค้านเนื่องจากผู้ขอไม่มีสิทธิ <input type="checkbox"/> ขอเปลี่ยนแปลงประเภทของสิทธิ											
หมายเหตุ ในการฉีกใบจะระบุรายละเอียดได้ครบถ้วน ให้จัดทำเป็นเอกสารแนบท้ายแบบพิมพ์นี้โดยระบุหมายเลขกำกับชื่อและตัวข้อชี้แจงรายละเอียดเพิ่มเติมดังกล่าวด้วย											
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <th colspan="4" style="text-align: center;">สำหรับเจ้าหน้าที่</th> </tr> <tr> <td style="width: 25%;"> จำนวนประเภทสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> กลุ่มสิทธิบัตร สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (วิศวกรรม) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ไฟฟ้า) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ศิลปะ) </td> <td style="width: 25%;"> <input type="checkbox"/> กลุ่มเคมี สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เคมีเทคนิค) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ชีวเคมี) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เทคโนโลยีชีวภาพ) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เภสัชภัณฑ์) </td> <td style="width: 25%;"> สิทธิบัตรการออกแบบ <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 1) <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 2) <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 3) </td> <td style="width: 25%;"> อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> อนุสิทธิบัตร (วิศวกรรม) <input type="checkbox"/> อนุสิทธิบัตร (เคมี) </td> </tr> </table>		สำหรับเจ้าหน้าที่				จำนวนประเภทสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> กลุ่มสิทธิบัตร สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (วิศวกรรม) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ไฟฟ้า) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ศิลปะ)	<input type="checkbox"/> กลุ่มเคมี สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เคมีเทคนิค) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ชีวเคมี) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เทคโนโลยีชีวภาพ) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เภสัชภัณฑ์)	สิทธิบัตรการออกแบบ <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 1) <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 2) <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 3)	อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> อนุสิทธิบัตร (วิศวกรรม) <input type="checkbox"/> อนุสิทธิบัตร (เคมี)		
สำหรับเจ้าหน้าที่											
จำนวนประเภทสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> กลุ่มสิทธิบัตร สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (วิศวกรรม) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ไฟฟ้า) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ศิลปะ)	<input type="checkbox"/> กลุ่มเคมี สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เคมีเทคนิค) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (ชีวเคมี) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เทคโนโลยีชีวภาพ) สิทธิบัตรการประดิษฐ์ (เภสัชภัณฑ์)	สิทธิบัตรการออกแบบ <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 1) <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 2) <input type="checkbox"/> สิทธิบัตรการออกแบบ (ออกแบบผลิตภัณฑ์ 3)	อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> อนุสิทธิบัตร (วิศวกรรม) <input type="checkbox"/> อนุสิทธิบัตร (เคมี)								

8. การยื่นคำขออนุญาตออกนอกราชอาณาจักร <input type="checkbox"/> PCT <input type="checkbox"/> เพิ่มเติม (ดังแนบ)				
วันยื่นคำขอ	เลขที่คำขอ	ประเทศ	สัญลักษณ์จำแนกการประดิษฐ์ระหว่างประเทศ	สถานะคำขอ
8.1				
8.2				
8.3				
8.4 <input type="checkbox"/> ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรขอสิทธิให้ถือว่าได้ยื่นคำขอนี้ในวันที่ได้ยื่นคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรในต่างประเทศเป็นครั้งแรกโดย <input type="checkbox"/> ได้ยื่นเอกสารหลักฐานพร้อมคำขอนี้ <input type="checkbox"/> ขอยื่นเอกสารหลักฐานหลังจากวันยื่นคำขอนี้				
9. การแสดงการประดิษฐ์หรือการออกแบบผลิตภัณฑ์ของผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรได้แสดงการประดิษฐ์ที่หน่วยงานของรัฐเป็นผู้จัด วันแสดง _____ วันเปิดงานแสดง _____ ผู้จัด _____				
10. การประดิษฐ์เกี่ยวกับจุลชีพ				
10.1 เลขทะเบียนฝากเก็บ		10.2 วันที่ฝากเก็บ	10.3 สถาบันฝากเก็บ/ประเทศ	
11. ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ขอยื่นเอกสารภาษาต่างประเทศก่อนในวันยื่นคำขอนี้ และจะจัดยื่นคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้ที่จัดทำเป็นภาษาไทยภายใน 90 วัน นับจากวันยื่นคำขอนี้ โดยขอยื่นเป็นภาษา <input type="checkbox"/> อังกฤษ <input type="checkbox"/> ฝรั่งเศส <input type="checkbox"/> เยอรมัน <input type="checkbox"/> ญี่ปุ่น <input type="checkbox"/> อื่นๆ _____				
12. ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ขอให้ปรับค่าภาคหลวงค่าขอรับสิทธิบัตร หรือรับจดทะเบียน และประกาศโฆษณาอนุสิทธิบัตรนี้ หลังจากวันที่ <input type="checkbox"/> ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรขอให้ใช้รูปเขียนหมายเลข _____ ในการประกาศโฆษณา				
13. คำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้ประกอบด้วย			14. เอกสารประกอบคำขอ	
ก. แบบพิมพ์คำขอ	3	หน้า	<input checked="" type="checkbox"/> เอกสารแสดงสิทธิในการขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร	
ข. รายละเอียดการประดิษฐ์ หรือคำพรรณนาแบบผลิตภัณฑ์	5	หน้า	<input type="checkbox"/> หนังสือรับรองการแสดงการประดิษฐ์/การออกแบบผลิตภัณฑ์	
ค. ข้ออธิบายสิทธิ	3	หน้า	<input type="checkbox"/> หนังสือมอบอำนาจ	
ง. รูปเขียน	1	รูป	<input type="checkbox"/> เอกสารรายละเอียดเกี่ยวกับจุลชีพ	
จ. ภาพแสดงแบบผลิตภัณฑ์ <input type="checkbox"/> รูปเขียน <input type="checkbox"/> ภาพถ่าย	รูป	หน้า	<input type="checkbox"/> เอกสารการขอรับวันยื่นคำขอในต่างประเทศเป็นวันยื่นคำขอในประเทศไทย	
ฉ. บทสรุปการประดิษฐ์	1	หน้า	<input type="checkbox"/> เอกสารขอเปลี่ยนแปลงประเภทของสิทธิ	
			<input checked="" type="checkbox"/> เอกสารอื่นๆ	
15. ข้าพเจ้าขอรับรองว่า <input checked="" type="checkbox"/> การประดิษฐ์นี้ไม่เคยยื่นขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรมาก่อน <input type="checkbox"/> การประดิษฐ์นี้ได้พัฒนาปรับปรุงมาจาก _____				
16. ลายมือชื่อ <input checked="" type="checkbox"/> ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร <input type="checkbox"/> ตัวแทน (นายสมหมาย มิวสอาด) (นางจุติมา เข็มโชติสวัสดิ์)				

หมายเหตุ บุคคลใดยื่นขอรับสิทธิบัตรการประดิษฐ์หรือการออกแบบผลิตภัณฑ์ หรืออนุสิทธิบัตร โดยการแสดงข้อความอันเป็นเท็จแก่พนักงานเจ้าหน้าที่ เพื่อให้ได้ไปซึ่งสิทธิบัตรหรืออนุสิทธิบัตร ต้องระวางโทษจำคุกไม่เกินหกเดือน หรือปรับไม่เกินห้าพันบาท หรือทั้งจำทั้งปรับ

ใบต่อแนบท้ายแบบ สป/สพ/อสป/001-ก

<p>3. ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร (ต่อ) 2) สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย เลขที่ 35 หมู่ 3 เทศโนธานี ถนนเลียบคลองห้า อำเภอลองหลวง จังหวัดปทุมธานี 12120 ประเทศไทย เลขที่ประจำตัวผู้เสียภาษีอากร 0994000165617 อีเมล pongsaton@tistr.or.th</p>
<p>6. ผู้ประดิษฐ์/ผู้ออกแบบผลิตภัณฑ์ (ต่อ) 2) ชื่อผู้ประดิษฐ์ นายอมร ไชยสัตย์ เลขที่ 39 หมู่ 1 ถนนรังสิต-นครนายก (คลองหก) ตำบลคลองหก อำเภอธัญบุรี จังหวัดปทุมธานี 12110 ประเทศไทย อีเมล a_chaiyasat@mail.rmutt.ac.th เลขบัตรประจำตัวประชาชน 3340400316180</p>
<p>3) ชื่อผู้ประดิษฐ์ นายจิตติพัฒน์ ออมสินสมบริบูรณ์ เลขที่ 39 หมู่ 1 ถนนรังสิต-นครนายก (คลองหก) ตำบลคลองหก อำเภอธัญบุรี จังหวัดปทุมธานี 12110 ประเทศไทย อีเมล jittipat_o@mail.rmutt.ac.th เลขบัตรประจำตัวประชาชน 2860400025387</p>
<p>2) ชื่อผู้ประดิษฐ์ นายชุมพล บุชบก เลขที่ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย เลขที่ 35 หมู่ 3 เทศโนธานี ถนนเลียบคลองห้า ตำบลคลองห้า อำเภอธัญบุรี จังหวัดปทุมธานี 12110 ประเทศไทย อีเมล chumphol@tistr.or.th เลขบัตรประจำตัวประชาชน 3420900476100</p>

รายละเอียดการประดิษฐ์

ชื่อที่แสดงถึงการประดิษฐ์

สูตรและกรรมวิธีการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์สะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย

5 สาขาวิทยาการที่เกี่ยวข้องกับการประดิษฐ์

สาขาเคมีพอลิเมอร์ที่เกี่ยวข้องกับสูตรและกรรมวิธีการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์สะท้อนรังสีอินฟราเรดด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย

ภูมิหลังของศิลปะหรือวิทยาการที่เกี่ยวข้อง

- เนื่องจากประเทศไทยเป็นประเทศที่อยู่ในภูมิภาคเขตร้อน จำเป็นต้องใช้พลังงานจำนวนมากในการควบคุมอุณหภูมิหรือลดความร้อนในอาคารที่พักอาศัยโดยใช้เครื่องปรับอากาศ ซึ่งเป็นปัญหาหลักของประเทศเนื่องจากทำให้ปริมาณการใช้พลังงานไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้นมาก โดยทั่วไปพลังงานแสงอาทิตย์ที่ส่องมาบนโลกจะประกอบด้วย รังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet) ร้อยละ 7 แสงที่มองเห็นด้วยตาเปล่า (Visible) ร้อยละ 39 และรังสีอินฟราเรด (Infrared) ซึ่งเป็นรังสีความร้อน ร้อยละ 53 โดยรังสีอินฟราเรดเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้ความร้อนบนโลกเพิ่มขึ้น ซึ่งรังสีดังกล่าวส่วนหนึ่งจะถูกดูดกลืนด้วยวัสดุบนผิวโลกกลายเป็นความร้อนสะสมและอีกส่วนหนึ่งจะถูกสะท้อนขึ้นไปยังชั้นบรรยากาศนอกโลก โมเลกุลของรังสีส่วนที่ถูกดูดกลืนไว้ในวัสดุบนโลกนั้น เมื่อสภาพอากาศรอบ ๆ วัสดุที่ดูดกลืนรังสีอินฟราเรดมีอุณหภูมิลดลง ความร้อนที่สะสมอยู่ภายในวัสดุเหล่านั้นจะถูกปลดปล่อยออกมาทำให้โลกร้อนขึ้น เช่น วัสดุต่าง ๆ ในอาคาร และผนังอาคาร จะดูดซับความร้อนและปล่อยออกมาภายในอาคาร โดยเฉพาะโมเลกุลของผนังที่เป็นกระจกใสและแสงผ่านได้ รังสีอินฟราเรดจะสามารถส่องผ่านทางกระจก ทำให้อุณหภูมิภายในสูงขึ้นเป็นผลทำให้เครื่องปรับอากาศต้องทำงานหนักมากขึ้น

- 20 ขึ้น
- โดยทั่วไปวิธีหนึ่งที่นิยมใช้ในการลดความร้อนในอาคาร คือ การใช้ผนังวัสดุสะท้อนรังสีอินฟราเรดเติมในสีทาอาคารภายนอก เพื่อให้สะท้อนรังสีอินฟราเรดออกจากอาคาร ทำให้อุณหภูมิภายในอาคารไม่ร้อนเกินไปส่งผลให้ลดการทำงานของเครื่องปรับอากาศซึ่งจะสามารถประหยัดพลังงานลงได้ โดยสมบัติของวัสดุที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ดีประกอบด้วย ขนาดของอนุภาคต้องเป็นครึ่งหนึ่งของความยาวคลื่นรังสีอินฟราเรด ในขณะที่ขนาดของผลึกต้องมีขนาดเล็ก และมีค่าดัชนีการหักเหสูง ซึ่งได้แก่ โลหะออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบสปินเนล (Spinel) และโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ (Rutile) เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ และไฮดรอกซีลูมิเนียมหรือเฮอซินไท์ (Hercynite; $FeAl_2O_4$) ซึ่งสามารถเตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาระหว่างเหล็กออกไซด์และอะลูมินา การที่เติมอนุภาคโลหะออกไซด์ลงในสีทาอาคารภายนอกจะช่วยให้อาคารมีความเย็น

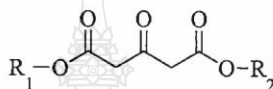
มากขึ้น เนื่องจากสมบัติการสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ดี อย่างไรก็ตาม โลหะออกไซด์เหล่านี้เป็นสารอนินทรีย์ และมีขนาดเล็กมาก ทำให้มีความเสถียรทางคอลลอยด์ค่อนข้างต่ำเมื่อกระจายตัวในตัวกลางที่เป็นสารอินทรีย์ เช่น สีทาบ้าน จะเกิดการเกาะตัวกันได้ง่ายทำให้มีขนาดใหญ่มากเกินไป จนอาจทำให้ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดลดลง รวมทั้งหลุดออกจากสีที่ทาลงบนอาคารได้ง่าย นอกจากนี้ หากใช้ผสมกับสีชนิดที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ อนุภาคโลหะออกไซด์โดยเฉพาะที่มีอะลูมิเนียมเป็นองค์ประกอบ จะถูกกัดกร่อนได้ง่ายและทนทานต่อสภาวะกรดและเบสได้ต่ำ วิธีการหนึ่งที่สามารถแก้ปัญหาดังกล่าว คือ การหุ้มหรือเคลือบอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยพอลิเมอร์ เพื่อเพิ่มความเสถียรของอนุภาคและป้องกันการเกิดปฏิกิริยากับสภาวะแวดล้อม ซึ่งนอกจากจะใช้ผสมลงในสีทาภายนอกแล้วยังสามารถผสมอนุภาคโลหะออกไซด์ลงในแผ่นพอลิเมอร์เพื่อใช้เป็นผนังสะท้อนรังสีอินฟราเรด แต่การเตรียมก่อนนำมาใช้งานยังค่อนข้างยุ่งยากเพราะมีหลายปัจจัยที่ต้องปรับปรุงและป้องกันไม่ให้ประสิทธิภาพการสะท้อนรังสีอินฟราเรดลดลง เช่น การแยกวัฏภาคภายในระหว่างโลหะออกไซด์กับแผ่น พลาสติกเกิดเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ของโลหะออกไซด์

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จะทำการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ไว้ภายใน จากนั้นนำไปเตรียมให้อยู่ในรูปของสเปรย์พ่นเคลือบเพื่อให้สามารถใช้งานได้สะดวกและหลากหลาย เช่น การเคลือบลงบนผ้า กระดาษ พลาสติก พ่นลงบนภาชนะต่าง ๆ ผนังโรงเรือนการเกษตร และผนังอาคาร เป็นต้น ซึ่งพอลิเมอร์แคปซูลที่กักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์นี้จะต้องมีความเสถียรทางคอลลอยด์สูงทุกช่วงพีเอช ทำให้สามารถเก็บสเปรย์ไว้ได้เป็นเวลานาน ขนาดของแคปซูลไม่ใหญ่เกินไป เพื่อสะดวกในการฉีดพ่นเป็นสเปรย์ เปลือกพอลิเมอร์จะใช้พอลิเมอร์กลุ่มอะครีเลต (Acrylate polymer) ที่มีลักษณะใส ซึ่งแสงผ่านได้ง่าย และมีความแข็งแรง ทนทานต่อสภาวะทั้งกรดและเบส ในขณะที่สามารถเกิดฟิล์มเคลือบบนผนังที่ถูกฉีดพ่นได้ง่ายและคงทน

จากการสืบค้นสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร วารสาร งานวิจัย และสิ่งประดิษฐ์เดิมที่เผยแพร่อยู่แล้ว หรือการประดิษฐ์ที่มีความใกล้เคียงยังไม่พบการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์สำหรับสะท้อนรังสีอินฟราเรด โดยพบว่า มีการนำวัสดุสะท้อนรังสีอินฟราเรดมาใช้งานในรูปแบบต่าง ๆ ดังเช่น อนุสิทธิบัตรไทยเลขที่ 9724 (2558) ได้ให้รายละเอียดเกี่ยวกับกรรมวิธีการสังเคราะห์ผงวานาเดียมไดออกไซด์ที่สามารถเปลี่ยนสีได้เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง ที่ประกอบด้วย การสังเคราะห์โดยผสมแอมโมเนียมเมตาวานาเดต (Ammonium metavanadate; NH_4VO_3) กับตัวทำละลาย คือ น้ำหรือเอทานอล ให้ความร้อนพร้อมกับกวน 5 ได้สารละลายแอมโมเนียมเมตาวานาเดต และเติมออกซาลิกแอซิดไดไฮเดรต (Oxalic acid dihydrate) ให้ความร้อนพร้อมกับกวนสารละลายอย่างต่อเนื่อง ได้สารละลายแอมโมเนียมออกซาลेट อบให้แห้งด้วยไมโครเวฟจะได้ผงแอมโมเนียมออกซาลेट (Ammonium oxalate) จากนั้นบดย่อยขนาด และนำไปเผาที่ช่วง

อุณหภูมิ 400-700 องศาเซลเซียสภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน จะได้ผงวานาเดียมออกไซด์ และได้ทำการเจือ
โมลิตินัม 12 เปอร์เซ็นต์ ผสมผงวานาเดียมออกไซด์ลงไปในสีทาอาคาร พบว่าให้ประสิทธิภาพในการสะท้อน
ความร้อนโดยช่วยลดอุณหภูมิภายในลงได้ 1.6 องศาเซลเซียส

- อนุสิทธิบัตรไทยเลขที่ 160023 (2560) ได้กล่าวถึง การประดิษฐ์วัสดุโทธาเนียม-โมก้าคอมพอสิต
5 หรือโมก้าที่ถูกเคลือบด้วยโทธาเนียมไดออกไซด์และอนุพันธ์ไตรคาร์บอนิล ที่ประกอบด้วย อนุภาคโมก้าและ
ชั้นของโทธาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบอยู่บนพื้นผิวของอนุภาคโมก้าดังกล่าว ที่มีลักษณะเฉพาะ คือ
ชั้นโทธาเนียมไดออกไซด์ดังกล่าวถูกตัดแปรพื้นผิวด้วยอนุพันธ์ของไตรคาร์บอนิลที่มีสูตรโครงสร้างดังนี้



- โดยที่ R1 R2 คือ หมู่แทนที่ที่เป็นอิสระจากกัน ที่เลือกได้จาก ไฮโดรเจน หมู่อัลคิลที่มีคาร์บอน 1-18
10 อะตอม และหมู่อะโรมาติกที่เป็นอนุพันธ์ของเบนซีนที่มีจำนวนคาร์บอน 6-20 อะตอม โมก้าที่ถูกเคลือบด้วย
โทธาเนียมไดออกไซด์และอนุพันธ์ของสารประกอบไตรคาร์บอนิลตามการประดิษฐ์นี้ มีสมบัติในการดูดกลืน
รังสีอัลตราไวโอเล็ตในช่วงความยาวคลื่น 200-400 นาโนเมตร และสะท้อนรังสีอินฟราเรดแบบใกล้
ในช่วงความยาวคลื่น 1400 - 2200 นาโนเมตร ได้อย่างมีประสิทธิภาพ สามารถกระจายตัวได้ดีและมีความ
เสถียรในพอลิเมอร์เมตริกซ์สูง

- 15 วารสารผลงานวิชาการ เลขที่ ISSN 2286-7708 (2561) ได้ให้รายละเอียดการประดิษฐ์เกี่ยวกับการ
สังเคราะห์สีผงเซรามิกสีน้ำเงินด้วยปฏิกิริยาของเซรามิกจากความร้อน (Solid state reaction) จากโคบอลต์
อลูมินेट (Cobalt aluminate) ที่เจือด้วยแมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium oxide; MgO) เพื่อเกิดเป็น
สารประกอบอินทรีย์เชิงซ้อน (Complex inorganic compound pigment, CICP) $Co_{1-x}Mg_xAl_2O_4$ ที่ให้สี
น้ำเงินและมีความสามารถในการสะท้อนรังสีช่วงอินฟราเรดใกล้ (Near infrared) ผงสีที่สังเคราะห์ได้สามารถ
20 ใช้ประกอบเป็นผลิตภัณฑ์สีทาอาคารเพื่อสะท้อนรังสีอาทิตย์ และลดปริมาณความร้อนที่สะสมบนแผ่นหลังคา
ส่งผลต่อการประหยัดพลังงานของระบบปรับอากาศ และช่วยเพิ่มสภาพสบายเชิงอุณหภูมิภาพ (Thermal
comfort) ภายในอาคาร การสังเคราะห์ผงสีทำโดยการบดผสม โคบอลต์ออกไซด์ (Cobalt oxide; CoO)
แมกนีเซียมออกไซด์ และอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium oxide; Al_2O_3) ที่สัดส่วนต่าง ๆ เพื่อเกิดปฏิกิริยา
เป็นสารประกอบอินทรีย์ $Co_{1-x}Mg_xAl_2O_4$ โดยมีการแปรค่า x ระหว่าง 0 ถึง 1 และเผาที่อุณหภูมิ 1,200
25 1,300 และ 1,400 องศาเซลเซียส แล้วนำมาล้าง อบ และบด จนได้เป็นผงสีเซรามิกสีน้ำ เมื่อทำการวิเคราะห์
ค่าการสะท้อนรังสีอาทิตย์ พบว่าผงสีเซรามิกสีน้ำเงินที่มีสูตรสารประกอบ $Co_{1-x}Mg_xAl_2O_4$ มีความสามารถในการ
การสะท้อนรังสีอาทิตย์ช่วงอินฟราเรดใกล้ได้ดี โดยค่าการสะท้อนมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อ x มีค่าเพิ่มขึ้น ซึ่งจากชุด

ตัวอย่างทั้งหมดพบว่า $\text{Co}_{0.2}\text{Mg}_{0.8}\text{Al}_2\text{O}_4$ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส จะได้ผงสีน้ำเงินที่มีค่าการสะท้อนรังสีอินฟราเรดใกล้สูงสุด เท่ากับ 66.8%

- 5 จากประสบการณ์วิจัยของผู้ประดิษฐ์ พบว่า การนำอนุภาคโลหะออกไซด์มาห่อหุ้มด้วยเปลือกพอลิเมอร์หรือกักเก็บในพอลิเมอร์แคปซูลเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการใช้งานนั้นเป็นวิธีที่มีความเป็นไปได้สูง โดยการปรับสภาพผิวของอนุภาคโลหะออกไซด์ให้มีความไม่ชอบน้ำ ทำให้สามารถนำมาทำการหุ้มโดยเทคนิคการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอยด้วยกลไกการแยกวัฏภาคภายใน (Internal phase separation) ได้ ซึ่งเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพการกักเก็บสูง

ลักษณะและความมุ่งหมายของการประดิษฐ์

- 10 สูตรการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอยประกอบด้วย มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง มอนอเมอร์ชนิดที่สอง ตัวริเริ่มปฏิกิริยา อนุภาคโลหะออกไซด์ สารปรับสภาพพื้นผิว สารลดแรงตึงผิว และน้ำกลั่น โดยมีวิธีการเตรียม เริ่มจากผสมมอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง มอนอเมอร์ชนิดที่สอง ตัวริเริ่มปฏิกิริยา อนุภาคโลหะออกไซด์ และสารปรับสภาพพื้นผิวให้เป็นเนื้อเดียวกันเป็นชั้นน้ำมัน จากนั้นเทผสมลงในสารละลายของสารลดแรงตึงผิว ปั่นผสมด้วยเครื่องกวนสาร จากนั้น ทำการ
- 15 สังเคราะห์จะได้พอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ไว้ภายใน

ความมุ่งหมายของการประดิษฐ์นี้ เพื่อพัฒนาสูตรและกรรมวิธีการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลที่สามารถกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ไว้ภายในได้อย่างมีประสิทธิภาพ ได้แคปซูลที่สามารถเคลือบลงบนพลาสติกหรือกระจกและสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ เพื่อสร้างมูลค่าเพิ่มให้กับผลิตภัณฑ์ และเพิ่มโอกาสในการแข่งขันทางการตลาดได้มากขึ้น

- 20 การใช้งานผลิตภัณฑ์ สามารถนำพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ ทั้งในรูปแบบฟิล์มและอนุภาคแขวนลอยในน้ำไปใช้ได้โดยตรง เนื่องจากอนุภาคโลหะออกไซด์ถูกกักเก็บไว้ภายในพอลิเมอร์แคปซูล เมื่อถูกเคลือบลงบนพลาสติกหรือกระจก จะเกิดการสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้

การเปิดเผยการประดิษฐ์โดยสมบูรณ์

- 25 สูตรการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย มีองค์ประกอบดังนี้

- มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง เท่ากับ 0.50-2.50 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด

	- มอนอเมอร์ชนิดที่สอง	เท่ากับ 0.50-2.50	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
	- ตัวริเริ่มปฏิกิริยา	เท่ากับ 0.08-0.40	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
	- อนุภาคโลหะออกไซด์	เท่ากับ 0.30-1.50	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
	- สารปรับสภาพพื้นผิว	เท่ากับ 0.30-1.50	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
5	- สารลดแรงตึงผิว	เท่ากับ 0.50-1.00	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
	- ปรับด้วยน้ำกลั่นให้มีน้ำหนักครบ	เท่ากับ 100.00	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด

สูตรการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ
แขวนลอย ที่มีส่วนประกอบที่เหมาะสมที่สุด ประกอบด้วย

	- มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง	เท่ากับ 1.40	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
10	- มอนอเมอร์ชนิดที่สอง	เท่ากับ 0.60	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
	- ตัวริเริ่มปฏิกิริยา	เท่ากับ 0.16	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
	- อนุภาคโลหะออกไซด์	เท่ากับ 0.60	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
	- สารปรับสภาพพื้นผิว	เท่ากับ 0.60	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
	- สารลดแรงตึงผิว	เท่ากับ 1.00	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
15	- ปรับด้วยน้ำกลั่นให้มีน้ำหนักครบ	เท่ากับ 100.00	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด

ทั้งนี้ มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง สามารถเลือกได้จาก เมทิลเมทาคริเลต (Methyl methacrylate; MMA)
เอทิลเมทาคริเลต (Ethyl methacrylate; EMA) หรือไกลซิديلเมทาคริเลต (Glycidyl methacrylate; GMA)
อย่างใดอย่างหนึ่ง ที่ซึ่ง มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง ที่เหมาะสมที่สุด คือ เมทิลเมทาคริเลต (Methyl
20 methacrylate; MMA)

มอนอเมอร์ชนิดที่สอง สามารถเลือกได้จาก บิวทิล อะคริเลต (Butyl acrylate; BA) เอทิล อะคริเลต
(Ethyl acrylate; EA) หรือ เมทิล อะคริเลต (Methyl acrylate; MA) ที่ซึ่งมอนอเมอร์ชนิดที่สอง ที่เหมาะสม
ที่สุด คือ บิวทิล อะคริเลต (Butyl acrylate; BA)

ตัวริเริ่มปฏิกิริยา สามารถเลือกได้จาก เบนโซอิล เปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide; BPO) หรือ
25 เอโซบิสไอโซบิวทิลโรไนไตรล์ (Azobisisobutyronitrile; AIBN) อย่างใดอย่างหนึ่ง ที่ซึ่ง ตัวริเริ่มปฏิกิริยา ที่
เหมาะสมที่สุด คือ เบนโซอิล เปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide; BPO)

อนุภาคโลหะออกไซด์ที่ใช้ คือ ไอรอนอะลูมินาต (Iron aluminate; $FeAl_2O_4$)

สารปรับสภาพพื้นผิว สามารถเลือกได้จาก กรดโอเลอิก (Oleic acid; OA) กรดลิโนเลอิก (Linoleic acid; LA) หรือ 3-(ไตรเมทอกซีไซลิล)โพรพิล เมทาคริเลต (3-(Trimethoxysilyl)propyl methacrylate; MPS) ที่ซึ่ง สารปรับสภาพพื้นผิว ที่เหมาะสมที่สุด กรดโอเลอิก (Oleic acid; OA)

- 5 สารลดแรงตึงผิว สามารถเลือกได้จาก พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA) พอลิซอร์เบท 80 (Polysorbate 80; Tween 80) หรือ พอลิสไตรีน-โค-มาเลอิก แอซิด (Poly(styrene-co-maleic acid); PSMA) อย่างใดอย่างหนึ่ง ที่ซึ่ง สารลดแรงตึงผิว ที่เหมาะสมที่สุด คือ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA)

- กรรมวิธีผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ
10 แขนงลอย มีขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มอนุภาคไอรอนอะลูมิเนียม เริ่มจากผสมมอนอเมอร์ชนิดที่
หนึ่ง มอนอเมอร์ชนิดที่สอง และตัวเริ่มปฏิกิริยา ให้ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วผสมกับอนุภาคไอรอน
อะลูมิเนียม และสารปรับสภาพพื้นผิว เป็นชั้นสารอินทรีย์ (Oil phase) จากนั้น เทลงในสารละลายสารลดแรง
ตึงผิว เตรียมหยดสารอินทรีย์โดยใช้อัตราเร็วในการปั่นที่ 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที จะได้สาร
15 แขนงลอยของหยดสารอินทรีย์หรือหยดมอนอเมอร์ (Monomer droplet) จากนั้น เทสารแขวนลอยของหยด
มอนอเมอร์ลงในขวดกันกลม แล้วปิดด้วยจุกยางซิลิโคน (Silicone rubber septum) ทำให้อยู่ในระบบของ
แก๊สไนโตรเจนโดยการปั๊มดูดสลักับเป่าแก๊สไนโตรเจน 5-7 รอบ แล้วเริ่มทำการสังเคราะห์โดยนำไปใส่ลง
ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส และทำการสังเคราะห์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้น ปรับอุณหภูมิ
เป็น 90 องศาเซลเซียส และทำการสังเคราะห์ต่อเป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะได้สารแขวนลอยของพอลิเมอร์ไมโคร
20 แคปซูลกักเก็บอนุภาคไอรอนอะลูมิเนียมไว้ภายใน โดยพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคไอรอนอะลูมิเนียมที่ได้จะ
มีลักษณะเป็นทรงกลม ผิวเรียบ ขนาดประมาณ 40-80 ไมโครเมตร ดังรูปที่ 1 การใช้งานสำหรับเคลือบลงบน
พลาสติกหรือกระจกด้วยพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคไอรอนอะลูมิเนียมโดยใช้วิธีการเคลือบปกติ คือ ใช้
สเปรย์พ่นเคลือบ ซึ่งสามารถเคลือบกระจกหรือพลาสติกได้ดี และมีสมบัติในการสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ดี

คำอธิบายรูปเขียนโดยย่อ

- รูปที่ 1 สารแขวนลอยของแคปซูล (ก) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical micrograph;
25 OM) ของพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ (ข) และภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง
(Optical micrograph; OM) ของฟิล์มพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ (ค)

วิธีการในการประดิษฐ์ที่ดีที่สุด

ดังได้กล่าวไว้แล้วในหัวข้อการเปิดเผยการประดิษฐ์โดยสมบูรณ์

ข้อก๊อถลทถ

1. สุตรการผลลทพอลลเมอรแคปซูลกักเกบอนุภาคลหะออกซลดด้วยกระบวนการส่งเคราะหพอลลเมอรแบบแขวนลอย มอองค้ประกอบดงน้

	-	มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง	เท่ากับ	0.50-2.50		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
5		มอนอเมอร์ชนิดที่สอง	เท่ากับ	0.50-2.50		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		ตัวริเริ่มปฏิกิริยา	เท่ากับ	0.08-0.40		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		อนุภาคลหะออกซลด	เท่ากับ	0.30-1.50		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		สารปรับสภาพพื้นผิว	เท่ากับ	0.30-1.50		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		สารลดแรงตึงผิว	เท่ากับ	0.50-1.00		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
10		ปรับด้วยน้ำกลั่นให้มีน้ำหนักครบ	เท่ากับ	100.00		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
2. สุตรการผลลทพอลลเมอรแคปซูลกักเกบอนุภาคลหะออกซลดด้วยกระบวนการส่งเคราะหพอลลเมอรแบบแขวนลอย ที่มีส่วนประกอบที่เหมาะสมที่สุด ประกอบด้วย

	-	มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง	เท่ากับ	1.40		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
15		มอนอเมอร์ชนิดที่สอง	เท่ากับ	0.60		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		ตัวริเริ่มปฏิกิริยา	เท่ากับ	0.16		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		อนุภาคลหะออกซลด	เท่ากับ	0.60		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		สารปรับสภาพพื้นผิว	เท่ากับ	0.60		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		สารลดแรงตึงผิว	เท่ากับ	1.00		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
		ปรับด้วยน้ำกลั่นให้มีน้ำหนักครบ	เท่ากับ	100		เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารทั้งหมด
- 20 3. สุตรการผลลทพอลลเมอรแคปซูลกักเกบอนุภาคลหะออกซลดด้วยกระบวนการส่งเคราะหพอลลเมอรแบบแขวนลอย ตามข้อก๊อถลทถ 1 หรือ 2 ที่ซ้ มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง สามารถเลือกได้จาก เมทลเมทาครลเลท (Methyl methacrylate; MMA) เอทลเมทาครลเลท (Ethyl methacrylate; EMA) หรือกลลซลดลเมทาครลเลท (Glycidyl methacrylate; GMA) อย่างใดอย่างหนึ่ง ที่ซ้ มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง ที่เหมาะสมที่สุด คอ เมทลเมทาครลเลท (Methyl methacrylate; MMA)
- 25 4. สุตรการผลลทพอลลเมอรแคปซูลกักเกบอนุภาคลหะออกซลดด้วยกระบวนการส่งเคราะหพอลลเมอรแบบแขวนลอย ตามข้อก๊อถลทถ 1-3 ข้อใดข้อหนึ่ง ที่ซ้ มอนอเมอร์ชนิดที่สอง สามารถเลือกได้จาก บิวทล อะครลเลท (Butyl acrylate; BA) เอทล อะครลเลท (Ethyl acrylate; EA) หรือ เมทล อะครลเลท (Methyl acrylate; MA) ที่ซ้ มอนอเมอร์ชนิดที่สอง ที่เหมาะสมที่สุด คอ บิวทล อะครลเลท (Butyl acrylate; BA)
- 30 5. สุตรการผลลทพอลลเมอรแคปซูลกักเกบอนุภาคลหะออกซลดด้วยกระบวนการส่งเคราะหพอลลเมอรแบบแขวนลอย ตามข้อก๊อถลทถ 1-4 ข้อใดข้อหนึ่ง ที่ซ้ ตัวริเริ่มปฏิกิริยา สามารถเลือกได้จาก เบนโซลล เพลอร์

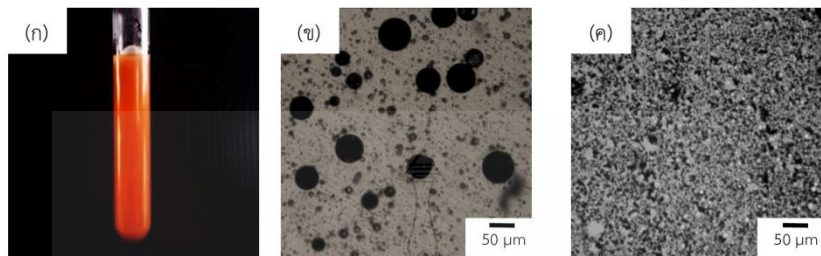
ออกไซด์ (Benzoyl peroxide; BPO) หรือ เอโซบิสไอโซบิวทีโรไนไตรล์ (Azobisisobutyronitrile) อยางใด อยางหนึ่ง ที่ซึ่ง ตัวริเริ่มปฏิกิริยา ที่เหมาะสมที่สุด คือ เบนโซอิล เพอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide; BPO)

6. สูตรการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ
แขวนลอย ตามข้อถ้อยสิทธิ 1-5 ข้อใดข้อหนึ่ง ที่ซึ่ง อนุภาคโลหะออกไซด์ที่ใช้ คือ ไอรอนอะลูมินาต (Iron
5 aluminate; $FeAl_2O_4$)
7. สูตรการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ
แขวนลอย ตามข้อถ้อยสิทธิ 1-6 ข้อใดข้อหนึ่ง ที่ซึ่งสารปรับสภาพพื้นผิว สามารถเลือกได้จาก กรดโอเลอิก
(Oleic acid; OA) กรดลินอเลอิก (Linoleic acid; LA) หรือ 3-(ไตรเมทอกซีซิลิล)โพรพิล เมทาคริเลต
(3-(Trimethoxysilyl)propyl methacrylate) ที่ซึ่ง สารปรับสภาพพื้นผิว ที่เหมาะสมที่สุด คือ กรดโอเลอิก
10 (Oleic acid; OA)
8. สูตรการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ
แขวนลอย ตามข้อถ้อยสิทธิ 1-7 ข้อใดข้อหนึ่ง ที่ซึ่ง สารลดแรงตึงผิว สามารถเลือกได้จาก พอลิไวนิล
แอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA) พอลิซอร์เบท 80 (Polysorbate 80; Tween 80) หรือ พอลิสไตรีน-
โค-มาเลอิก แอซิด (Poly(styrene-co-maleic acid); PSMA) อยางใดอยางหนึ่ง ที่ซึ่ง สารลดแรงตึงผิว ที่
15 เหมาะสมที่สุด คือ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA)
9. กรรมวิธีผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ
แขวนลอย มีขั้นตอน การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มไอรอนอะลูมินาตด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ
แขวนลอย เริ่มจากผสมมอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง มอนอเมอร์ชนิดที่สอง และตัวริเริ่มปฏิกิริยา ให้ละลายเป็นเนื้อ
เดียวกัน แล้วผสมกับอนุภาคไอรอนอะลูมินาต และสารปรับสภาพพื้นผิว เป็นชั้นสารอินทรีย์ (Oil phase)
20 จากนั้น เทลงในสารละลายสารลดแรงตึงผิว เตรียมหยดสารอินทรีย์หรือหยดมอนอเมอร์โดยใช้อัตราเร็วในการ
ปั่นที่ 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที จะได้สารแขวนลอยของหยดมอนอเมอร์ (Monomer droplet)
จากนั้น เทสารแขวนลอยของหยดมอนอเมอร์ลงในขวดกันกลม แล้วปิดด้วยจุกยางซิลิโคน (Silicone rubber
septum) ทำให้อยู่ในระบบของแก๊สไนโตรเจนโดยการใช้ปั๊มดูดสลับกับเป่าแก๊สไนโตรเจน 5-7 รอบ แล้ว
เริ่มทำการสังเคราะห์โดยนำไปใส่ลงในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 80 องศาเซลเซียส และทำการสังเคราะห์เป็น
25 เวลา 3 ชั่วโมง จากนั้น ปรับอุณหภูมิเป็น 90 องศาเซลเซียส และทำการสังเคราะห์ต่อเป็นเวลา 5 ชั่วโมง
10. กรรมวิธีผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ
แขวนลอย ตามข้อถ้อยสิทธิ 1-9 ข้อใดข้อหนึ่ง ที่ซึ่ง จะได้สารแขวนลอยของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บ
อนุภาคโลหะออกไซด์ไว้ภายใน โดยพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นทรง
กลม ผิวเรียบ มีขนาด 40-80 ไมโครเมตร

บทสรุปการประดิษฐ์

- 5 สูตรการผลิตพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอยประกอบด้วย มอนอเมอร์ชนิดที่หนึ่ง มอนอเมอร์ชนิดที่สอง ตัวริเริ่มปฏิกิริยา อนุภาคโลหะออกไซด์ สารปรับสภาพพื้นผิว สารลดแรงตึงผิว และน้ำกลั่น โดยพอลิเมอร์แคปซูลสามารถเตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย ซึ่งจะได้แคปซูลที่มีลักษณะเป็นทรงกลม ผิวเรียบ โดยมีอนุภาคโลหะออกไซด์กระจายอยู่ภายในอนุภาคพอลิเมอร์ ทำให้สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้ โดยการเติมสารปรับสภาพพื้นผิวจะเพิ่มประสิทธิภาพการกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ภายในแคปซูลได้มากขึ้น และเมื่อนำพลาสติกหรือกระจกที่เคลือบด้วยพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ไปศึกษาการสะท้อนรังสีอินฟราเรด พบว่าสามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดได้อย่างมีประสิทธิภาพ





รูปที่ 1 สารแขวนลอยของแคลเซียม (ก) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical micrograph; OM) ของพอลิเมอร์แคลเซียมที่เก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ (ข) และภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical micrograph; OM) ของฟิล์มพอลิเมอร์แคลเซียมที่เก็บอนุภาคโลหะออกไซด์ (ค)



นำเสนองานในรูปแบบโปสเตอร์ ในงาน THE INTERNATIONAL POLYMER CONFERENCE OF THAILAND (PCT-11) ในวันที่ 1 และ 2 กรกฎาคม 2564 ในรูปแบบออนไลน์



The banner for the PCT-11 conference features a central graphic of a glowing blue polymer sphere with a green molecular structure overlay. The text is arranged as follows:

- Top Left:** **PCT-11** in large white font.
- Top Center:** **ONLINE CONFERENCE** in white, with *Organized by Polymer Society of Thailand* below it.
- Top Right:** **July 1st - 2nd, 2021** in white.
- Middle Left:** **THE INTERNATIONAL POLYMER CONFERENCE OF THAILAND** in white, with the subtitle *Annual meeting in polymer science and technology for academic research and industrial development* below it.
- Middle Right:** The logo of the **POLYMER SOCIETY OF THAILAND**, which is a blue triangle containing a white structure.
- Bottom Left (Sponsors):**
 - Platinum:** **GCC** logo.
 - Bronze:** Logos for **TIL NRCT** and **5G**.
- Bottom Center:** **Polymers for Bio-Circular-Green Economy and Sustainability** in white text.
- Bottom Right (Sponsors):**
 - Gold:** **SCG** logo.
 - Bronze:** **S.M. CHEMICAL** logo.
 - Bronze:** **HORIBA Scientific** logo.

Iron aluminate composite polymer particles for heat reflection

Jittipat Omsinsombon¹, Chumphol Busabok², Amorn Chaiyasat^{1,3}, Preeyaporn Chaiyasat^{1,3}

¹Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Klong 6, Thanyaburi, Pathumthani 12110, Thailand

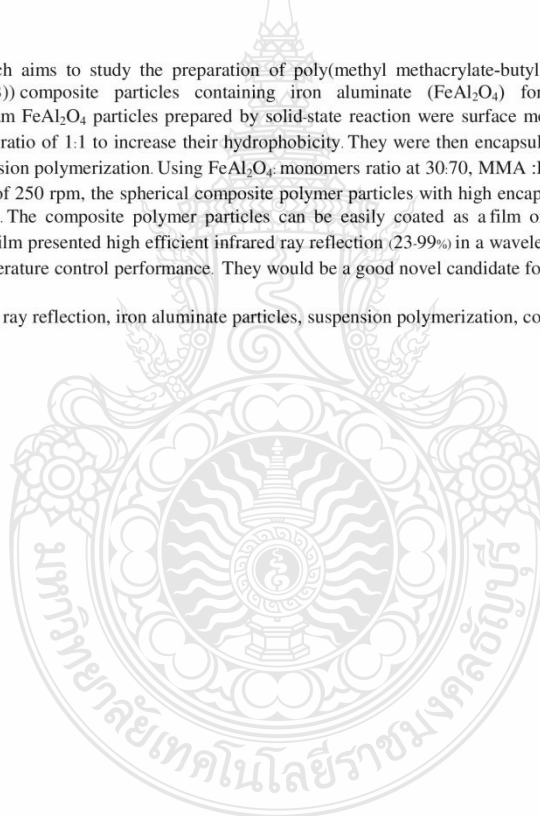
²Expert Centre of Innovative Materials, Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR), Khlong Luang, Pathum Thani, 12120, Thailand

³Advanced Materials Design and Development Research Unit, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Klong 6, Thanyaburi, Pathumthani 12110, Thailand
Phone +66 25493536, * E-mail: p_chaiyasat@mail.rmutt.ac.th

Abstract

This research aims to study the preparation of poly(methyl methacrylate-butyl acrylate-divinyl benzene (P(MMA-BA-DVB)) composite particles containing iron aluminate (FeAl_2O_4) for infrared ray reflection. Approximately 4 μm FeAl_2O_4 particles prepared by solid-state reaction were surface modified with oleic acid at a FeAl_2O_4 :oleic acid ratio of 1:1 to increase their hydrophobicity. They were then encapsulated in P(MMA-BA-DVB) particles by suspension polymerization. Using FeAl_2O_4 : monomers ratio at 30:70, MMA :BA :DVB at 40:40:20 wt%, and a stirring rate of 250 rpm, the spherical composite polymer particles with high encapsulation efficiency at about 97 % were obtained. The composite polymer particles can be easily coated as a film on prototype substrates. The obtained polymer film presented high efficient infrared ray reflection (23-99%) in a wavelength range of 750-1300 nm and excellent temperature control performance. They would be a good novel candidate for cooling applications.

Keyword: infrared ray reflection, iron aluminate particles, suspension polymerization, composite polymer particles



Innovative iron aluminate hybrid polymer particles for heat reflection

Jittipat Omsinsombon^a, Chumphol Busabok^b, Amorn Chaiyasat^{a,c}, Preeyaporn Chaiyasat^{a,c}

^aDepartment of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Klong 6, Thanyaburi, Pathumthani 12110, Thailand

^bExpert Centre of Innovative Materials, Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR), Khlong Luang, Pathum Thani, 12120 Thailand

^cAdvanced Materials Design and Development Research Unit, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Klong 6, Thanyaburi, Pathumthani 12110, Thailand

E-mail: p_chaiyasat@mail.rmutt.ac.th

Abstract

This research aims to study the preparation of hybrid polymer particles containing iron aluminate (FeAl_2O_4) particles for heat reflection. Approximately $4 \mu\text{m}$ spherical FeAl_2O_4 particles prepared by solid-state reaction were surface modified with oleic acid at a FeAl_2O_4 :oleic acid ratio of 1:1 to increase their hydrophobicity. They were then encapsulated in poly(methyl methacrylate-co-butyl acrylate) (P(MMA-co-BA)) particles by suspension polymerization. Using FeAl_2O_4 : monomer ratio at 30: 70 (wt%) and a stirring rate of 250 rpm was the optimum condition. The spherical hybrid polymer particles with high encapsulation efficiency at about 97% were obtained. The polymer hybrid particles can be easily coated as a film on prototype substrates. The obtained polymer film presented high efficient infrared ray reflection (50-99%) in a wavelength range of 750-1300 nm.

Keyword: heat reflection, iron aluminate microparticles, suspension polymerization, hybrid polymer particles

Experimental

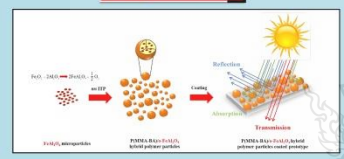


Fig. 1 The schematic diagram of IR reflection of the hybrid polymer particles

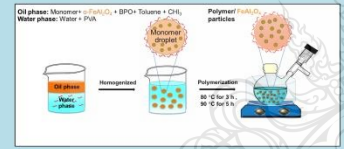


Fig. 2 Schematic diagram for the preparation of iron aluminate hybrid polymer particles by ms ITP

Table 1 Reagent amount for the preparation of P(MMA-BA)/ FeAl_2O_4 hybrid polymer particles by ms ITP of (MMA-BA)/ FeAl_2O_4 droplets at various monomer ratios

Phase	Chemicals	MMA: BA (%w/w)		
		50: 50	70: 30	90: 10
Oil	MMA	2.50	3.50	4.50
	BA	2.50	1.50	0.50
	CH_2	0.07	0.07	0.07
	BPO	0.40	0.40	0.40
	Toluene	2.50	2.50	2.50
	FeAl_2O_4	1.50	1.50	1.50
	Water	PVA	0.45	0.45
Water	Water	45.00	45.00	45.00

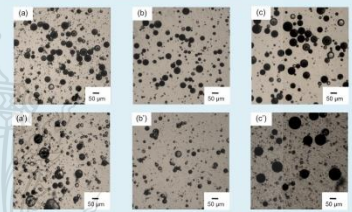


Fig. 4 Optical micrographs of P(MMA-BA)/ FeAl_2O_4 hybrid polymer particles before (a-c) and after (a'-c') polymerization using various ratios of MMA: BA (%w/w): 50: 50 (a, a'); 70: 30 (b, b') and 90: 10 (c, c')

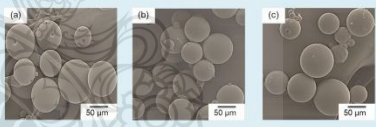


Fig. 5 SEM micrographs of P(MMA-BA)/ FeAl_2O_4 hybrid polymer particles (a-c) at various ratios of MMA: BA (%w/w): 50: 50 (a); 70: 30 (b) and 90: 10 (c)

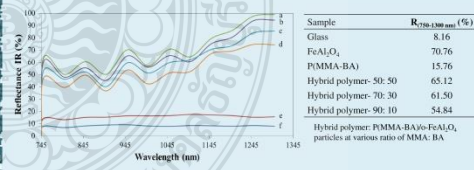


Fig. 6 Infrared reflection efficiency of FeAl_2O_4 particles (a) and P(MMA-BA)/ FeAl_2O_4 hybrid polymer particles at various ratios of MMA: BA (%w/w): 50: 50 (b); 70: 30 (c); 90: 10 (d) and P(MMA-BA) particles (e) and glass (f)

Results and discussion

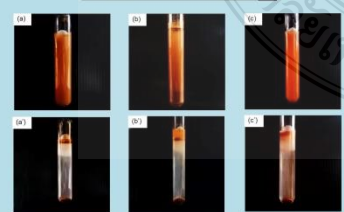


Fig. 3 Suspension photos before (a-c) and after (a'-c') centrifugation of P(MMA-BA)/ FeAl_2O_4 hybrid polymer particles prepared by ms ITP at various ratios of MMA: BA (%w/w): 50: 50 (a, a'); 70: 30 (b, b') and 90: 10 (c, c')

References

1. Jeevanandam, R. S. Muluksala, M. Phillips, S. Chandhuri, L. E. Erickson, and K. J. Klabunde, "Near Infrared Reflectance Properties of Metal Oxide Nanoparticles," *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 111, no. 5, pp. 1912-1918, 2007/02/01 2007.

2. Busabok, W. Khongwong, P. Somwongsa, P. Ngerchukin, A. Saensing, and S. Kanchanasutha, "Preparation of Near-Infrared (NIR) Reflective Pigment by Solid State Reaction between Fe_2O_3 and Al_2O_3 ," *Key Engineering Materials*, vol. 766, pp. 127-132, 2018.

3. Chaiyasat, S. Namwong, M. Okubo, and A. Chaiyasat, "Synthesis of micrometer-sized poly(methyl methacrylate) particles by microemulsion iodine transfer polymerization (ms ITP)," *KSC Advances*, 10.1039/C6RA19288B vol. 6, no. 97, pp. 95062-95066, 2016.

Conclusions

- Spinel FeAl_2O_4 particles as a new IR-reflective pigment were successfully prepared in the form of hybrid polymer particles that would be more beneficial for mixing in various matrices or coating on many kinds of substrates than direct usage.
- High colloidal stable and spherical composite polymer particles were prepared with the maximum percent loading of o- FeAl_2O_4 at 30 wt%, where the encapsulation efficiencies was high closed to 100%.
- The prepared hybrid polymer particles easily self-coated onto the substrate without an external binder because of PBA presence.
- The IR reflection efficiency of substrates coated with P(MMA-BA)/ FeAl_2O_4 hybrid polymer particles were much higher than those of the bare substrates.
- Therefore, based on their self-coating performance, high IR reflection, the obtained hybrid polymer particles would be a novel suitable alternative IR-reflecting material for cooling applications.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายจิตติพัฒน์ ออมสินสมบูรณ์
วัน เดือน ปีเกิด	17 ธันวาคม 2539
ที่อยู่	200/42 หมู่ที่ 7 ตำบลละแม อำเภอละแม จังหวัดชุมพร 86170
การศึกษา	ปริญญาตรี คณะวิทยาศาสตร์และวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วิทยาเขตเฉลิมพระเกียรติ จังหวัดสกลนคร
เบอร์โทรศัพท์	062-7819090
อีเมล	jittipat_o@mail.rmutt.ac.th

