

ไมโครแคปซูลฐานชีวภาพสำหรับเก็บความร้อน

BIO-BASED HEAT STORAGE MICROCAPSULES



ชนกัณฑ์ เขียวอินทร์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีประยุกต์

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ปีการศึกษา 2566

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ไมโครแคปซูลฐานชีวภาพสำหรับเก็บความร้อน

ชนกันต์ เขียวอินทร์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีประยุกต์
คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ปีการศึกษา 2566
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ไมโครแคปซูลฐานชีวภาพสำหรับเก็บความร้อน Bio-based Microcapsules for Heat Storage
ชื่อ - นามสกุล	นายชนกันต์ เชี่ยวอินทร์
สาขาวิชา	เคมีประยุกต์
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์, Ph.D.
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	อาจารย์ปิยาลักษณ์ เงินชุกกลิ่น, Ph.D.
ปีการศึกษา	2566

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์จันทิกา ชูโชติรส, Ph.D.)

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

..... กรรมการ
(อาจารย์ปิยาลักษณ์ เงินชุกกลิ่น, Ph.D.)

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

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี อนุมัติวิทยานิพนธ์
ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

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

วันที่ 12 เดือน กรกฎาคม พ.ศ. 2566

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ไมโครแคปซูลฐานชีวภาพสำหรับเก็บความร้อน
ชื่อ - นามสกุล	นายชนกันต์ เชี่ยวอินทร์
สาขาวิชา	เคมีประยุกต์
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์, Ph.D.
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	อาจารย์ปิยาลักษณ์ เงินชุกลิน, Ph.D.
ปีการศึกษา	2566

บทคัดย่อ

เนื่องจากปัญหาด้านสิ่งแวดล้อม ทำให้การใช้วัสดุฐานชีวภาพซึ่งเป็นทรัพยากรหมุนเวียนได้รับความนิยมสนใจอย่างมากในการประยุกต์ใช้ในด้านต่าง ๆ อย่างกว้างขวาง ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลฐานเซลลูโลสที่เก็บกักความร้อนซึ่งเป็นวัสดุเก็บความร้อนชีวภาพ

ทำการเตรียมเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-เมทาคริลเลทพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยโดยกลไกโยกย้ายสายโซ่ไอโอไดนเพื่อกักเก็บกักความร้อน ศึกษาอิทธิพลของชนิดและปริมาณของเมทาคริลเลทพอลิเมอร์ที่มีต่อสัณฐานวิทยา ประสิทธิภาพการกักเก็บ และสมบัติทางความร้อนของไมโครแคปซูล พบว่าการใช้เมทาคริลเลทมอนอเมอร์ทำให้ได้ไมโครแคปซูลทรงกลมที่มีความเสถียรทางคอลลอยด์ พื้นผิวเรียบ และสัณฐานวิทยาแบบแกน-เปลือก มีร้อยละการกักเก็บสูงมากกว่าร้อยละ 70 ที่ทุกอัตราส่วนโดยน้ำหนักของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทาคริลเลท ค่าความร้อนแฝงของการเปลี่ยนสถานะของกรดคาร์บอริกที่ถูกกักเก็บต่ำกว่าของกรดคาร์บอริกตั้งต้นเล็กน้อยและไม่เกิดการเย็นตัวยิ่งยวด สามารถเตรียมไมโครแคปซูลทรงกลมที่มีร้อยละการกักเก็บสูงเมื่อเพิ่มปริมาณกรดคาร์บอริกได้ถึงร้อยละ 60 หลังจากการทดสอบวัฏจักรความร้อนจำนวน 100 รอบ ไมโครแคปซูลยังคงตัวและมีสมบัติทางความร้อนที่คงที่

สรุปได้ว่า สามารถเตรียมเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทาคริลเลทไมโครแคปซูลกักเก็บกักความร้อนด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย ไมโครแคปซูลฐานชีวภาพที่ได้น่าจะสามารถประยุกต์ใช้กับงานด้านการเก็บกักความร้อนและควบคุมอุณหภูมิได้ดี

คำสำคัญ: เซลลูโลส กรดคาร์บอริก วัสดุเก็บความร้อน การสังเคราะห์แบบแขวนลอยด้วยกลไกโยกย้ายไอโอไดนการเย็นตัวยิ่งยวด

Thesis Title	Bio-based Microcapsules for Heat Storage
Name – Surname	Mr. Chanakan Kheaw-in
Program	Applied Chemistry
Thesis Advisor	Associate Professor Preeyaporn Chaiyasat, Ph.D.
Thesis Co-Advisor	Miss Piyalak Ngernchuklin, Ph.D.
Academic Year	2023

ABSTRACT

Because of environmental concerns, the utilization of bio-based, renewable resource materials has attracted great attention for a wide range of applications. In this research, cellulose-based microcapsules containing capric acid (CA) which is a bio-heat storage material were prepared.

Cellulose acetate butyrate (CAB)-*grafted*-methacrylate polymer microcapsules were produced by micro-suspension iodine transfer polymerization to encapsulate CA. The influences of methacrylate polymer type and amount on microcapsule morphology, encapsulation efficiency (EE) and thermal properties were investigated. It was found that using methyl methacrylate (MMA) monomer, the colloidal stable spherical-microcapsules with smooth surfaces and core-shell morphology were produced. High percentages of EE, > 70%, were obtained at all CAB: MMA weight ratios. The latent heats of the encapsulated CA were a slightly lower than those of the original ones with no supercooling. The spherical microcapsules with a high %EE were produced with an increase of CA up to 60 wt%. After 100 thermal cycles, microcapsules remained stable with thermal stability.

It can be concluded that CAB-*grafted*-PMMA microcapsules encapsulating CA were successfully produced by micro-suspension polymerization. The obtained bio-based microcapsules could be well applied for heat storage and temperature control applications.

Keywords: cellulose, capric acid, heat storage materials, micro-suspension iodine transfer polymerization, supercooling

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยการแนะนำและเมตตากรุณาจาก รศ.ดร.ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ดร.ปิยาลักษณ์ เงินชุกกลิ่น อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ผศ.ดร.จันทิกา ชูโชติรส ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และ รศ.ดร.ฉัตรชัย พลเชื้อว กรรมการสอบ ที่กรุณาให้คำแนะนำและคำปรึกษาตลอดจนให้ความช่วยเหลือแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ เพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ ซึ่งผู้วิจัยจึงขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร. ปรียาภรณ์ ไชยสัตย์ รศ.ดร.อมร ไชยสัตย์ และ ดร.ปิยาลักษณ์ เงินชุกกลิ่น ที่ให้คำปรึกษาตลอดระยะเวลาในการศึกษา ห้องปฏิบัติการพอลิเมอร์คอลลอยด์ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรีและสถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.) ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการทำวิจัยในครั้งนี้ ที่ช่วยเหลือเรื่องอุปกรณ์สารเคมี เครื่องมือวิเคราะห์ ในการทดลอง ทำให้สำเร็จไปได้ด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่าน และสมาชิกของห้องปฏิบัติการพอลิเมอร์คอลลอยด์ ที่ให้คำปรึกษาและชี้แนะแนวทางในการทำวิจัยจนประสบผลสำเร็จตามที่ได้หวังไว้

ชนกันต์ เชียวอินทร์

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	(2)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	(3)
กิตติกรรมประกาศ.....	(4)
สารบัญ.....	(5)
สารบัญตาราง.....	(6)
สารบัญภาพ.....	(9)
บทที่ 1 บทนำ.....	(12)
1.1 ที่มาและปัญหา.....	(12)
1.2 วัตถุประสงค์.....	(14)
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	(14)
1.4 กรอบแนวความคิดของงานวิจัย.....	(15)
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	(17)
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	(18)
2.1 วัสดุเก็บความร้อน.....	(18)
2.1.1 กลุ่มสารอินทรีย์.....	(19)
2.1.2 กลุ่มสารอนินทรีย์.....	(19)
2.2 พอลิเมอร์ชีวภาพ.....	(20)
2.3 เทคนิคการเอนแคปซูเลชัน.....	(22)
2.3.1 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันทางกายภาพ.....	(22)
2.3.2 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันทางเคมี.....	(25)
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	(29)
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	(32)
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์.....	(32)
3.1.1 สารเคมี.....	(32)
3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	(33)
3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	(34)

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.3 การทดลอง.....	(35)
3.3.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซลล์โลสอะซิเตทบิวทิเรทไมโครแคปซูล หุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย.....	(35)
3.3.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล.....	(39)
3.3.3 การศึกษาประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของไมโครแคปซูล.....	(44)
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล.....	(46)
4.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซลล์โลสอะซิเตทบิวทิเรทไมโครแคปซูลหุ้มกรด คาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย.....	(46)
..... (46)	
4.1.1 ชนิดและปริมาณตัวทำละลาย.....	(46)
4.1.2 อัตราส่วนของเซลล์โลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อมอนอเมอร์.....	(47)
4.1.3 อัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก.....	(66)
4.2 การศึกษาประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของไมโครแคปซูล.....	(71)
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	(73)
บรรณานุกรม.....	(75)
ภาคผนวก.....	(84)

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1	การจำแนกชนิดของพอลิเมอร์ชีวภาพ.....	(20)
ตารางที่ 3.1	สภาวะในการทดสอบการละลายของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท โดยใช้ตัวทำละลายทั้ง 3 ชนิด ที่อัตราส่วนต่าง ๆ.....	(37)
ตารางที่ 3.2	สภาวะในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บกรดคาพริก ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อมอนอเมอร์ทั้ง 3 ชนิด.....	(38)
ตารางที่ 3.3	สภาวะในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บกรดคาพริก ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก.....	(39)
ตารางที่ 4.1	เปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์อนุภาคพอลิเมอร์อิสระ และขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิไกลูติลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ <i>ms</i> ITP.....	(55)
ตารางที่ 4.2	เปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์อนุภาคพอลิเมอร์อิสระ และขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ <i>ms</i> ITP.....	(56)
ตารางที่ 4.3	เปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์อนุภาคพอลิเมอร์อิสระ และขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ <i>ms</i> ITP.....	(57)
ตารางที่ 4.4	ร้อยละการบรรจุและการกักเก็บของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิไกลูติลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ <i>ms</i> ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อไกลูติลเมทาคริเลท.....	(60)
ตารางที่ 4.5	ร้อยละการบรรจุและการกักเก็บของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ <i>ms</i> ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อเมทิลเมทาคริเลท.....	(60)
ตารางที่ 4.6	ร้อยละการบรรจุและการกักเก็บของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ <i>ms</i> ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อบิวทิลเมทาคริเลท.....	(61)

สารบัญตาราง (ต่อ)

หน้า

- ตารางที่ 4.7 สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิไกลซีดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ..... (63)
- ตารางที่ 4.8 สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ..... (64)
- ตารางที่ 4.9 สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ..... (65)
- ตารางที่ 4.10 เปอร์เซ็นต์ที่มอดนอเมอร์เปลี่ยนไปเป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์อนุภาคพอลิเมอร์อิสระ และขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทหุ้มกรดคาพริก ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP..... (67)
- ตารางที่ 4.11 ร้อยละการบรรจุและการกักเก็บของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเมทิลเมทาคริเลทต่อกรดคาพริก..... (69)
- ตารางที่ 4.12 สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกและเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP..... (70)

สารบัญภาพ

หน้า

ภาพที่ 2.1	วัฏจักรการเปลี่ยนวัฏภาคของวัสดุเก็บความร้อน.....	(18)
ภาพที่ 2.2	ลักษณะการจัดเรียงตัวของโมเลกุลกลูโคสในเซลล์โลส.....	(21)
ภาพที่ 2.3	การเอนแคปซูเลชันด้วยเทคนิคพ่นแห้ง.....	(23)
ภาพที่ 2.4	เทคนิคการเอนแคปซูเลชันแบบการระเหยตัวทำละลาย โดยวิธีการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบดั้งเดิม.....	(24)
ภาพที่ 2.5	เทคนิคการเอนแคปซูเลชันแบบการระเหยตัวทำละลาย โดยวิธีการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบกลับวัฏภาค.....	(24)
ภาพที่ 2.6	เทคนิคการเอนแคปซูเลชันด้วยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบง่าย.....	(26)
ภาพที่ 2.7	เทคนิคการเอนแคปซูเลชันโดยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบเชิงซ้อน.....	(27)
ภาพที่ 2.8	การเอนแคปซูเลชันด้วยเทคนิคการสังเคราะห์แบบแขวนลอย.....	(29)
ภาพที่ 3.1	แผนภาพการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยด้วยกลไกอนุมูลอิสระแบบโยกย้ายไอโอดีน.....	(36)
ภาพที่ 3.2	วัสดุคอมโพสิตระหว่างยิปซัม/ไมโครแคปซูลพีซีเอ็ม.....	(44)
ภาพที่ 3.3	ภาพกล้องจุลทรรศน์ที่ประกอบจากแผ่นยิปซัมคอมโพสิตไมโครแคปซูลพีซีเอ็ม.....	(45)
ภาพที่ 4.1	การทดสอบความสามารถในการละลายของเซลล์โลสอะซิเตทบิวทิเรทโดยใช้ตัวทำละลายที่อัตราส่วนต่างๆ.....	(47)
ภาพที่ 4.2	สารแขวนลอยก่อน (a-g) และหลัง (a'-g') การปั่นเหวี่ยงของเซลล์โลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิไกลซิดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ ms ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลล์โลสอะซิเตทต่อไกลซิดิลเมทาคริเลท.....	(48)
ภาพที่ 4.3	สารแขวนลอยก่อน (a-g) และหลัง (a'-g') การปั่นเหวี่ยงของเซลล์โลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ ms ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลล์โลสอะซิเตทต่อเมทิลเมทาคริเลท.....	(49)
ภาพที่ 4.4	สารแขวนลอยก่อน (a-g) และหลัง (a'-g') การปั่นเหวี่ยงของเซลล์โลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ ms ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลล์โลสอะซิเตทต่อบิวทิลเมทาคริเลท.....	(50)

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

- ภาพที่ 4.5 Optical micrograph ของหยดมอนอเมอร์ (a-g) และเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก (a'-g') ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทิลเมทาคริเลท... (51)
- ภาพที่ 4.6 Optical micrograph ของหยดมอนอเมอร์ (a-g) และเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิไกลซิดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก (a'-g') ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อไกลซิดิลเมทาคริเลท..... (51)
- ภาพที่ 4.7 Optical micrograph ของหยดมอนอเมอร์ (a-g) และเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก (a'-g') ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อบิวทิลเมทาคริเลท..... (52)
- ภาพที่ 4.8 SEM micrograph ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทิลเมทาคริเลท..... (53)
- ภาพที่ 4.9 SEM micrograph ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิไกลซิดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อไกลซิดิลเมทาคริเลท.. (53)
- ภาพที่ 4.10 SEM micrograph ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อบิวทิลเมทาคริเลท..... (54)
- ภาพที่ 4.11 TGA thermogram ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิไกลซิดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อไกลซิดิลเมทาคริเลท..... (58)
- ภาพที่ 4.12 TGA thermogram ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทิลเมทาคริเลท..... (59)
- ภาพที่ 4.13 TGA thermogram ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อบิวทิลเมทาคริเลท..... (59)

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

- ภาพที่ 4.14 DSC thermogram ของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิไกลิดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ..... (62)
- ภาพที่ 4.15 DSC thermogram ของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ..... (62)
- ภาพที่ 4.16 DSC thermogram ของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ..... (63)
- ภาพที่ 4.17 อิมัลชันก่อน (a-c) และหลัง (a'-c') การปั่นเหวี่ยงของอนุภาคเซลลูลอสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทหุ้มกรดคาพริก ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก..... (66)
- ภาพที่ 4.18 Optical micrograph ของหยดมอนอเมอร์ (a-c) และเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก (a'-c') ที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก (67)
- ภาพที่ 4.19 TGA thermogram ของเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก..... (68)
- ภาพที่ 4.20 DSC thermogram ของเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP... (69)
- ภาพที่ 4.21 DSC thermogram ที่จำนวนรอบต่าง ๆ ของกรดคาพริกในเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูล ที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก 40: 60..... (71)
- ภาพที่ 4.22 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิภายในกล่องแผ่นยิปซัมคอมโพสิตที่ผสมไมโครแคปซูลที่ปริมาณต่าง ๆ ในระยะเวลา 24 ชั่วโมง..... (72)

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและปัญหา

ในปัจจุบัน ปัญหาโลกร้อนเป็นประเด็นสำคัญที่ทั่วโลกให้ความสนใจและหาทางแก้ปัญหาในรูปแบบต่าง ๆ เนื่องจากมีผลกระทบโดยตรงต่อการดำเนินชีวิตของสิ่งมีชีวิตต่าง ๆ บนโลกอย่างมาก สาเหตุสำคัญที่ทำให้โลกร้อนน่าจะเกิดขึ้นจากการปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์สู่ชั้นบรรยากาศ เนื่องจากการผลิตพลังงานที่มาจากเชื้อเพลิงปิโตรเลียมหรือถ่านหิน (Fossil Fuel) เช่น การใช้พลังงานน้ำมันสำหรับรถยนต์ และปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ออกมา การใช้เครื่องปรับอากาศเพื่อให้ความเย็นในอาคารต้องใช้พลังงานไฟฟ้าเป็นตัวขับเคลื่อน และพลังงานไฟฟ้าส่วนใหญ่มาก็ได้มาจากการเผาไหม้น้ำมันปิโตรเลียมและถ่านหิน ซึ่งปล่อยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ออกมาสู่ชั้นบรรยากาศ เป็นต้น เนื่องจากประเทศไทยอยู่ในภูมิภาคที่มีอากาศร้อนทั้งปีและมีอุณหภูมิเฉลี่ยทั้งปีสูงกว่า 30 องศาเซลเซียส และในปัจจุบันสภาพอากาศในประเทศไทยมีอุณหภูมิสูงขึ้นกว่าในอดีต โดยเฉพาะช่วงฤดูร้อนที่มีระยะเวลายาวนานและร้อนมากขึ้น ทำให้มีความต้องการใช้เครื่องปรับอากาศเพิ่มขึ้น โดยมีรายงานว่า ในปี 2560 มีปริมาณยอดขายเครื่องปรับอากาศเพิ่มขึ้นเป็น 1.8 ล้านเครื่อง จาก 6 แสนเครื่องในปี 2549[1] ซึ่งส่งผลต่อความต้องการพลังงานไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นอย่างมาก ในปัจจุบันจึงมีความพยายามในการลดการใช้พลังงานในอาคารหรือการออกแบบอาคารอนุรักษ์พลังงานเพื่อช่วยแก้ปัญหาที่กล่าวมา แนวทางหนึ่งที่ได้รับสนใจ คือ การกักเก็บพลังงานความร้อนแฝง (Latent heat thermal energy storage) โดยใช้วัสดุกักเก็บความร้อน (Heat Storage Materials) เพื่อช่วยควบคุมอุณหภูมิภายในอาคาร ซึ่งเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพเทคนิคหนึ่ง[2]

วัสดุเก็บความร้อน หรือวัสดุเปลี่ยนวัฏภาค (Phase Change Materials; PCMs) ได้รับความนิยมนำมาใช้ในด้านต่าง ๆ เช่น กักเก็บพลังงานแสงอาทิตย์ (Solar energy storage)[3] ระบบป้องกันความร้อน (Thermal protection system) และการควบคุมสภาพอากาศในอาคาร (Intelligent air-

conditioned building) หากนำวัสดุเก็บความร้อนมาผสมในวัสดุก่อสร้างอาคาร เช่น อิฐ สีทาอาคาร และกระดาษติดผนัง (Wall paper) จะช่วยลดพลังงานความร้อนในช่วงที่มีอุณหภูมิสูง อย่างเช่นในช่วงกลางวัน ทำให้อาคารได้รับพลังงานความร้อนน้อยลง จึงมีความต้องการใช้พลังงานในการทำความเย็นจากเครื่องปรับอากาศลดลง ซึ่งจะมีการคายพลังงานความร้อนออกมาในช่วงเวลากลางคืนที่สิ่งแวดล้อมมีอุณหภูมิลดลง ส่งผลให้มีความอบอุ่นภายในอาคารมากขึ้น จึงประหยัดพลังงานในการปรับอากาศ วัสดุเก็บความร้อนมีอยู่ด้วยกันหลายชนิด วัสดุเก็บความร้อนกลุ่มหนึ่งมีความนิยมเป็นอย่างมาก คือ วัสดุเก็บความร้อนกลุ่มสารอินทรีย์ประเภทกรดไขมัน (Fatty acid) ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคระหว่างของแข็งกับของเหลว เป็นสารชีวภาพที่ได้จากน้ำมันและไขมันธรรมชาติ มีการเปลี่ยนแปลงปริมาตรระหว่างการเปลี่ยนวัฏภาคน้อย[4] ไม่เป็นพิษ มีช่วงอุณหภูมิในการเปลี่ยนวัฏภาคที่เหมาะสม มีค่าปริมาณความร้อนแฝง (Latent heats) สูง หลอมเหลวได้ดี เกิดการเย็นตัวยิ่งยวด (Supercooling) ต่ำ ความดันไอต่ำ และมีความเสถียรทางความร้อนและเคมีที่ดี[5] แต่อย่างไรก็ตาม ปัญหาของการใช้งานวัสดุเก็บความร้อนโดยตรง คือ การรั่วไหลระหว่างเปลี่ยนวัฏภาค ซึ่งจะทำให้วัสดุเก็บความร้อนเกิดการสูญเสียสูญเสียประสิทธิภาพในการกักเก็บพลังงาน และอาจเกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อม[6] ดังนั้น การนำมาประยุกต์ใช้ในงานอาคารหรืองานอื่น ๆ เช่น สิ่งทอ และการเกษตร จำเป็นต้องหุ้มหรือกักเก็บ (Encapsulation) ให้อยู่ในรูปของแคปซูล (Capsule) เพื่อยืดอายุการใช้งาน ควบคุมปริมาตรระหว่างเกิดการเปลี่ยนวัฏภาค รวมทั้งเพิ่มพื้นที่ผิวเพื่อให้การถ่ายเทความร้อนมีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น[7-11] โดยเทคนิคที่ได้รับความนิยมมากในการเตรียมไมโครแคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อน ได้แก่ การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย (Suspension polymerization) เนื่องจากวัสดุเก็บความร้อนมีประสิทธิภาพในการหุ้มได้ในปริมาณที่สูง[12-23]

พอลิเมอร์ส่วนมากที่นิยมนำมาใช้ในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ผลิตมาจากสารตั้งต้นที่ได้จากปิโตรเคมี (Petrochemical polymer) ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่ใช้แล้วหมดไป โดยพอลิเมอร์เหล่านี้จะมีความความคงทนและสลายตัวได้ยาก บางชนิดอาจใช้เวลาในการสลายตัวหลายสิบปี ดังนั้น การใช้พอลิเมอร์เหล่านี้เป็นอย่างมากจึงทำให้เกิดการตกค้างในสิ่งแวดล้อม ซึ่งเป็นที่ทราบกันดีว่าพอลิเมอร์เป็นสารอินทรีย์ที่ส่วนใหญ่มีความเป็นพิษ เพื่อลดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม ในปัจจุบันรัฐบาลและหน่วยงานต่าง ๆ จึงส่งเสริมการใช้พอลิเมอร์ชีวภาพ (Biopolymer) สำหรับทำเป็นผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ เช่น บรรจุภัณฑ์ เครื่องสำอาง และวัสดุทางการแพทย์ ดังนั้น ผู้วิจัยจึงมีแนวคิดในการพัฒนาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจาก พอ

ลิเมอร์ชีวภาพที่สามารถย่อยสลายในธรรมชาติได้เอง (Biodegradable polymers) สำหรับหุ้มวัสดุเก็บความร้อนเพื่อมาแทนที่พอลิเมอร์ดั้งเดิม ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นมิตร และไม่ก่อให้เกิดการตกค้างในสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเซลลูโลส (Cellulose) เป็นพอลิเมอร์ชีวภาพที่มีปริมาณมากในธรรมชาติ ได้รับความสนใจใช้ในด้านต่าง ๆ เช่น อาหาร ยา และเครื่องสำอาง ทั้งที่อยู่ในรูปของเซลลูโลสหรืออนุพันธ์ต่าง ๆ ดังนั้น หากนำเซลลูโลสมาใช้เป็นเปลือกไมโครแคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อนกลุ่มกรดไขมันเป็นแกนภายใน จะทำให้ได้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บความร้อนที่เตรียมจากสารชีวภาพ (Bio-based heat storage microcapsules) ซึ่งจะมีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม หากประสบผลสำเร็จในการพัฒนาการเตรียมแคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อนตามที่เสนอ จะได้พอลิเมอร์แคปซูลชีวภาพหุ้มวัสดุเก็บความร้อนที่มีศักยภาพสูงในการนำไปใช้งานจริง ซึ่งจะเป็นนวัตกรรมที่เป็นประโยชน์อย่างยิ่งในด้านต่าง ๆ เช่น วัสดุก่อสร้าง สิ่งทอ และพลังงาน เป็นต้น

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลฐานเซลลูโลสหุ้มกรดไขมันด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย
- 1.2.2 เพื่อศึกษาสมบัติของไมโครแคปซูลที่เตรียมได้
- 1.2.3 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของไมโครแคปซูลที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลฐานเซลลูโลสหุ้มกรดไขมัน
- 1.3.2 ศึกษาคุณสมบัติของไมโครแคปซูลที่เตรียมได้
- 1.3.3 ศึกษาประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของไมโครแคปซูลที่เตรียมได้

1.4 กรอบแนวความคิดของงานวิจัย

พอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อนเป็นแคปซูลชนิดหนึ่งที่มีการศึกษาค้นคว้าและนำมาใช้ประโยชน์ด้านทางอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย เช่น อุตสาหกรรมทางด้านพลังงาน[24] อุตสาหกรรมก่อสร้าง[25] และอุตสาหกรรมสิ่งทอ[26] ข้อดีของการหุ้มวัสดุเก็บความร้อนนั้น คือ การถ่ายเทความร้อนจะถูกเพิ่มเพิ่มพื้นที่เป็นอย่างมาก วัสดุเก็บความร้อนจะถูกควบคุมการเปลี่ยนแปลงปริมาตรเมื่อเกิดการเปลี่ยนวัฏภาค และป้องกันอิทธิพลของสิ่งแวดล้อมภายนอกต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติหรือเสื่อมสภาพของวัสดุ การเลือกใช้วัสดุเก็บความร้อนนั้นจะขึ้นอยู่กับปริมาณความจุความร้อน และอุณหภูมิที่เกี่ยวข้องกับการใช้งาน[27, 28] วัสดุเก็บความร้อนจึงทำให้ได้รับความสนใจในการนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ กรดไขมันเป็นวัสดุเก็บความร้อนกลุ่มหนึ่งที่ถูกนำมาใช้ เนื่องจากเป็นสารชีวภาพ ไม่มีพิษ เกิดการเย็นตัวยิ่งยวดต่ำ และมีช่วงอุณหภูมิในการเปลี่ยนวัฏภาคค่อนข้างกว้าง จึงสามารถเลือกใช้งานได้ตามความเหมาะสม โดยการนำมาใช้งานจะเตรียมในรูปของพอลิเมอร์คอมโพสิท (Polymer composite) กับพอลิเมอร์ชนิดต่าง ๆ หรือเตรียมในรูปพอลิเมอร์แคปซูลเพื่อป้องกันการรั่วไหลของวัสดุเก็บความร้อนระหว่างการใช้งาน แต่ส่วนมากจะใช้พอลิเมอร์จากปิโตรเคมีเป็นเปลือก เช่น พอลิเมทิลเมทาคริเลท (Polymethyl methacrylate) แคปซูลหุ้มสารผสมของกรดไมริสติก-กรดพาล์มมิก (Myristic acid-Palmitic acid) [5] และพอลิสไตรีน (Polystyrene) ไมโครแคปซูลหุ้มสารผสมของกรดพาล์มมิก-กรดคาปริค (Capric acid) [29] เป็นต้น

ส่วนมากการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อน นิยมเตรียมในวัฏภาคต่อเนื่องของระบบกระจาย (Continuous phase) คือ น้ำ โดยใช้กระบวนการต่าง ๆ ได้แก่ การเตรียมแคปซูลของพอลิ(สไตรีน-โค-เมทิลเมทา คริเลท) หุ้มพาราฟิน[30] การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มออกตะเดกเคน [30, 31] และการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มเฮกซะเดกเคน[32, 33] โดยการสังเคราะห์แบบแขวนลอย การเตรียมแคปซูลของพอลิสไตรีนหุ้มออกตะเดกเคน[34] และการสังเคราะห์พอลิเมทิลเมทาคริเลทหุ้มโตะเดคานอล[35] ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยและมินิอิมัลชัน (Miniemulsion polymerization) โดยการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยและมินิอิมัลชันเป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมมาก เนื่องจากกลไกการเกิดอนุภาคเป็นแบบหยด (Droplet nucleation) สารที่ต้องการหุ้มจะละลายเป็นเนื้อเดียวกับมอนอเมอร์ตั้งแต่เริ่มต้น เมื่อเกิดพอลิเมอร์ไร

เซชันภายในหยดจะสามารถหุ้มหรือกักเก็บสารที่ต้องการไว้ภายในได้ดี ทำให้มีประสิทธิภาพในการหุ้ม (Encapsulation efficiency) สูง อย่างไรก็ตาม พอลิเมอร์ที่ใช้เป็นเปลือกแคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อนส่วนมากจะเป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ที่มาจากปิโตรเคมีซึ่งเป็นทรัพยากรที่ใช้แล้วหมดไป และอาจก่อให้เกิดปัญหาสิ่งแวดล้อมในอนาคต ในปัจจุบันจึงมีความสนใจในการนำพอลิเมอร์ชีวภาพมาใช้ทดแทนในด้านต่าง ๆ เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพชนิดหนึ่งที่มีมากในธรรมชาติ ไม่มีความเป็นพิษ จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า มีการนำเซลลูโลสและอนุพันธ์ของเซลลูโลสมาใช้ในเตรียมการให้เป็นวัสดุคอมพอสิตกับวัสดุเก็บความร้อน เช่น คอมพอสิตของเซลลูโลส/กราฟท์พอลิเอทิลีนไกลคอลโคพอลิเมอร์ (Cellulose/graft PEG copolymers)[36, 37] คอมพอสิตของพอลิเอทิลีนไกลคอลกับเซลลูโลส (PEG/cellulose composite)[38] คอมพอสิตของกรดคาพริก-กรดไมริสติก-กรดสเตียริกกับเซลลูโลส (Capric-myristic-stearic acid/ flexible cellulose composite)[39] และเซลลูโลสคอมพอสิตที่มีกรดไมริสติกเป็นวัสดุเก็บความร้อนที่ใช้เมทิลเซลลูโลสและไฮดรอกซีเอทิลเซลลูโลสเป็นเมทริกซ์ (Cellulose-based-composite containing myristic acid)[4] เป็นต้น แต่ยังพบการศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มกรดไขมันด้วยเซลลูโลสหรืออนุพันธ์ของเซลลูโลสในปริมาณที่น้อย โดยการกักเก็บวัสดุเก็บความร้อนอยู่ในรูปของพอลิเมอร์แคปซูลโดยเฉพาะแคปซูลที่มีสัณฐานวิทยาแบบแกน-เปลือก (Core-shell) จะสามารถป้องกันการรั่วไหลของวัสดุเก็บความร้อนในระหว่างการใช้งานได้ดีกว่า การเตรียมในรูปของคอมพอสิต จึงลดการสูญเสียวัสดุเก็บความร้อนในระหว่างการใช้งาน นอกจากนี้ การเตรียมในรูปแคปซูลขนาดเล็กทั้งไมโครและนาโนเมตร จะเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวของวัสดุอย่างมาก ทำให้เพิ่มประสิทธิภาพในการคายและดูดความร้อนได้ดี

โดยในงานวิจัยนี้จึงมีการมุ่งเน้นพัฒนาพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลจากพอลิเมอร์ชีวภาพกลุ่มเซลลูโลสสำหรับหุ้มวัสดุเก็บความร้อนกลุ่มกรดไขมันด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย โดยเลือกใช้กรดคาพริก เป็นวัสดุเก็บความร้อน เนื่องจากมีอุณหภูมิในการเปลี่ยนสถานะประมาณ 30-31 องศาเซลเซียส ใกล้เคียงกับอุณหภูมิในประเทศ และเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท (Cellulose acetate butyrate; CAB) เป็นเปลือก เพื่อให้ได้ไมโครแคปซูลจากสารชีวภาพที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม และมีความคงสภาพในการควบคุมอุณหภูมิในอาคารเพื่อการประหยัดพลังงาน

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1 ได้ไมโครแคปซูลจากพอลิเมอร์ชีวภาพสำหรับหุ้มกรดไขมันด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย

1.5.2 ได้ต้นแบบพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่สามารถกักเก็บความร้อนอย่างมีประสิทธิภาพ

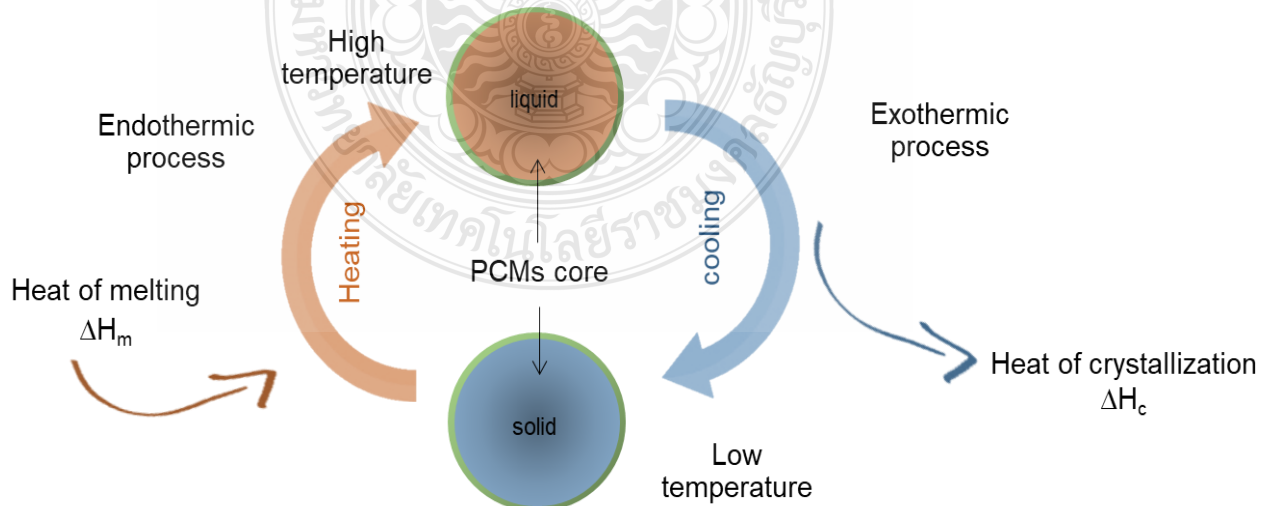


บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 วัสดุเก็บความร้อน

วัสดุเก็บความร้อน หรือวัสดุเปลี่ยนวิวัฒนาการได้ เมื่ออุณหภูมิในสิ่งแวดล้อมมีค่าสูงกว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนวิวัฒนาการ (Transition temperature) ของวัสดุเก็บความร้อนจะทำให้เกิดการดูดความร้อน (Endothermic process) และก่อให้เกิดการเปลี่ยนวิวัฒนาการจากของแข็งเป็นของเหลว และเมื่ออุณหภูมิจึงสิ่งแวดล้อมต่ำกว่าอุณหภูมิการเปลี่ยนวิวัฒนาการของวัสดุเก็บความร้อนจะทำให้เกิดการคายความร้อนออกมา (Exothermic process) และก่อให้เกิดการเปลี่ยนวิวัฒนาการจากของเหลวเป็นของแข็ง [42] เกิดเป็นวัฏจักรดังภาพที่ 2.1 โดยวัสดุเก็บความร้อนที่ดีต้องมีความเสถียรต่อสารเคมี ไม่เป็นพิษ ราคาต่ำ มีค่าค่อนข้างสูงสำหรับความจุความร้อน (Heat capacity) มีค่าที่สูงในการนำความร้อน (Thermal conductivity) เกิดการเย็นตัวยิ่งยวดต่ำ และหลอมเหลวในช่วงอุณหภูมิการใช้งาน วัสดุเก็บความร้อนเมื่อนำไปใช้งานจะพิจารณาจากช่วงอุณหภูมิการเปลี่ยนวิวัฒนาการที่ใกล้เคียงและเหมาะสมกับการใช้งานของอุณหภูมิ



ภาพที่ 2.1 วัฏจักรการเปลี่ยนวิวัฒนาการของวัสดุเก็บความร้อน

โดยทั่วไป สามารถแบ่งประเภทของวัสดุเก็บความร้อนออกเป็นสองกลุ่มใหญ่ ๆ ได้แก่

2.1.1 กลุ่มสารอนินทรีย์ (Inorganic compounds)

วัสดุเก็บความร้อนของกลุ่มสารอนินทรีย์ที่ถูกนำมาใช้ส่วนใหญ่ คือ เกลือไฮเดรต (Hydrate salt) ได้แก่ แคลเซียมคลอไรด์ และเกลือโซเดียมซัลเฟต วัสดุเก็บความร้อนประเภทนี้มีการเก็บความร้อนที่มีประสิทธิภาพ แต่ยังมีข้อเสีย ซึ่งในระหว่างการใช้งานจะเกิดการจับตัวกันเป็นผลึก ส่งผลให้การเก็บพลังงานมีประสิทธิภาพลดลง นอกจากนี้ยังเกิดการเย็นตัวยิ่งยวด และมีราคาสูง

2.1.2 กลุ่มสารอินทรีย์ (Organic compounds)

วัสดุเก็บความร้อนในกลุ่มสารอินทรีย์สามารถจำแนกออกเป็น 2 ประเภท คือ กลุ่มที่ไม่ใช่พาราฟิน (Non-paraffin) ได้แก่ กรดไขมัน และพอลิเอทิลีนไกลคอล และอีกกลุ่มหนึ่ง ได้แก่ พาราฟิน (Paraffin) ซึ่งเป็นวัสดุเก็บความร้อนพวกอัลเคน (Alkane) ที่ยึดกันด้วยพันธะเดี่ยวของสายโซ่คาร์บอน เช่น ออกตะเดเคน เฮกซะเดเคน และเททระเดเคน

วัสดุเก็บความร้อนกลุ่มหนึ่งที่มีความนิยม คือ วัสดุเก็บความร้อนกลุ่มสารอินทรีย์ประเภทกรดไขมัน เช่น กรดคาพริก กรดพาล์มิก กรดไมริสติก และกรดลอริก ซึ่งเป็นสารชีวภาพที่ได้จากน้ำมันและไขมันธรรมชาติ มีการเปลี่ยนแปลงปริมาตรระหว่างการเปลี่ยนวัฏภาคน้อย ไม่มีความเป็นพิษ มีช่วงการเปลี่ยนวัฏภาคที่กว้าง มีค่าปริมาณความร้อนสูง หลอมเหลวได้ดี เกิดการเย็นตัวยิ่งยวดต่ำ และมีความเสถียรทางเคมีและความร้อนที่ดี

แต่อย่างไรก็ตาม ปัญหาสำคัญของวัสดุเก็บความร้อนที่นำมาใช้งานโดยตรง คือ การรั่วไหลระหว่างการเปลี่ยนวัฏภาค ซึ่งจะทำให้สูญเสียวัสดุเก็บความร้อน สูญเสียประสิทธิภาพในการกักเก็บพลังงาน และอาจเกิดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้น จึงจำเป็นต้องหุ้มหรือกักเก็บให้อยู่ในรูปของแคปซูลเพื่อยืดอายุการใช้งาน ควบคุมปริมาตรระหว่างเกิดการเปลี่ยนวัฏภาค รวมทั้งเพิ่มพื้นที่ผิว เพื่อให้การถ่ายเทความร้อนมีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น

2.2 พอลิเมอร์ชีวภาพ

พอลิเมอร์ชีวภาพ คือ พอลิเมอร์ที่ได้จากธรรมชาติหรือสิ่งมีชีวิต[40] โดยทั่วไปพอลิเมอร์ชีวภาพเป็นวัสดุที่มีอย่างยั่งยืนและเป็นวัสดุที่สร้างขึ้นใหม่ได้ (Renewable resources)[41] มีแหล่งกำเนิดจากหลายอย่าง เช่น จากจุลินทรีย์ (Microbial system) สกัดจากพืช (Extracted from plant) หรือจากการสังเคราะห์จากทางระบบชีวภาพ (Synthesized from biological system)[42-44] พอลิเมอร์ของชนิดนี้มีข้อดีคือ ส่วนใหญ่สามารถย่อยสลายเองได้ตามในธรรมชาติ และยังมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatible) จึงนิยมเอามาประยุกต์ใช้งานในการแพทย์ สารเติมแต่งและอาหาร เครื่องสำอางและผลิตภัณฑ์บำรุงผิว เสื้อผ้า และวัสดุอุดซัป[42, 43] ซึ่งพอลิเมอร์ที่กล่าวมาแบ่งออกเป็น 4 กลุ่มใหญ่ ๆ คือ พอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) โปรตีน (Protein) พอลิเอสเทอร์ (Polyester) และพอลิเมอร์ชนิดพิเศษ (Specialty polymer)[43] ดังตารางที่ 2.1

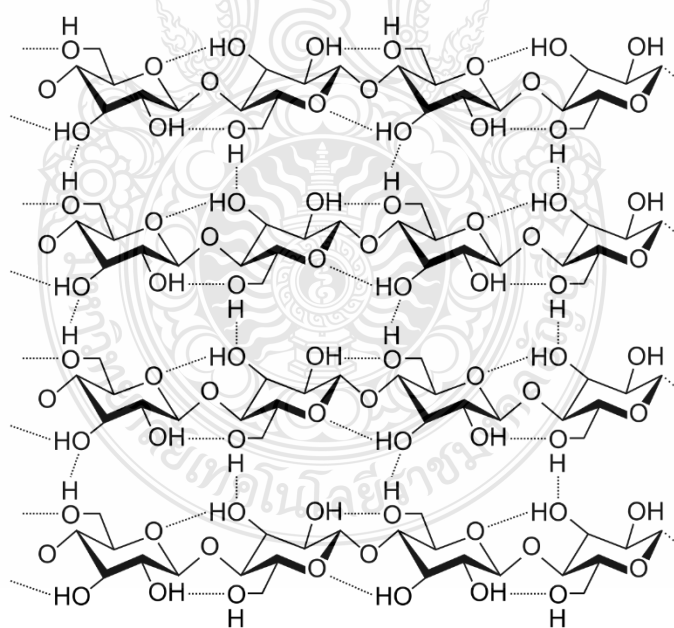
พอลิแซ็กคาไรด์ เป็นพอลิเมอร์ชีวภาพที่พบทั้งในพืชและสัตว์ ซึ่งส่วนประกอบหลักจะมีคาร์โบไฮเดรตเป็นองค์ประกอบ พอลิแซ็กคาไรด์จะมีร้อยละ 75 ของพอลิเมอร์ชีวภาพทั้งหมด[37, 41] ตัวอย่างพอลิแซ็กคาไรด์ที่พบในพืช ได้แก่ แป้ง จะประกอบไปด้วยอะไมโลสและอะไมโลเพกติน เซลลูโลสมีปริมาณถึงร้อยละ 45 ของพอลิแซ็กคาไรด์ทั้งหมด ค้นหาได้ในแหล่งธรรมชาติทั่วไปในโลก ลิกนิน โปรตีน ต่าง ๆ สำหรับ นก (สกัดจากสาหร่ายสีน้ำตาล) คาราจีแนน (สกัดจากสาหร่ายแดง) ส่วนพอลิแซ็กคาไรด์ที่พบในสัตว์ ได้แก่ ไคโตซาน และไคติน ซึ่งทั้งสองเป็นพอลิแซ็กคาไรด์ที่มีปริมาณมากรองจากเซลลูโลส และพอลิแซ็กคาไรด์ที่พบเจอได้ในราและแบคทีเรีย ได้แก่ พลูกลาน แซนแทนกัม และเด็กแทรน[37, 44] เป็นต้น

ตารางที่ 2.1 การจำแนกของชนิดพอลิเมอร์ชีวภาพ[44]

ประเภท	ตัวอย่างพอลิเมอร์ชีวภาพ
พอลิแซ็กคาไรด์	- พืชและสาหร่าย แป้ง (อะไมโลส อะไมโลเพกติน) เซลลูโลส เพกติน นก สาหร่าย คาราจีแนน - สัตว์ พูลาแลน ไฮยาลูรอนิกแอซิด เอวซีแนน

	- แบคทีเรีย ไคติน ไคโตซาน แชนแทน ลีแวน พอลิกลาแลคโตซาไมด์ เด็กแพรน
โปรตีน	ถั่วเหลือง เซอี้น คาเซอี้น ไหม อีลาสติน พอลิอะมิโนแอซิด เจลาติน/คอลลาเจน พอลิไลซีน
พอลิเอสเทอร์	พอลิไฮดรอกซีลออกซาโนเอต พอลิมาลิกแอซิด พอลิแลคติกแอซิด
พอลิเมอร์ชนิดพิเศษ	เซลลูล์ส ลิกนิน ยางธรรมชาติ

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพที่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ ประกอบไปด้วยคาร์โบไฮเดรต (Carbohydrate) ประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ ชนิดโฮโมพอลิแซ็กคาไรด์ (Homopoly saccharide) ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง สำหรับโครงสร้างของเซลลูโลสประกอบด้วยโมเลกุลของกลูโคส (Glucose) ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) เป็นหมู่หลัก มาเรียงต่อกันด้วยพันธะไกลโคซิดิก (Glycosidic bond) มีการจัดเรียงตัวกันที่เป็นระเบียบ ดังภาพที่ 2.2



ภาพที่ 2.2 ลักษณะการจัดเรียงตัวของโมเลกุลกลูโคสในเซลลูโลส

2.3 เทคนิคการเอนแคปซูเลชัน

การเอนแคปซูเลชัน หมายถึง การห่อหุ้มสารที่ต้องการเป็นแกนไว้ภายใน โดยมีเปลือกห่อหุ้มอยู่ภายนอก เทคนิคการเอนแคปซูเลชันมีหลายวิธี เช่น

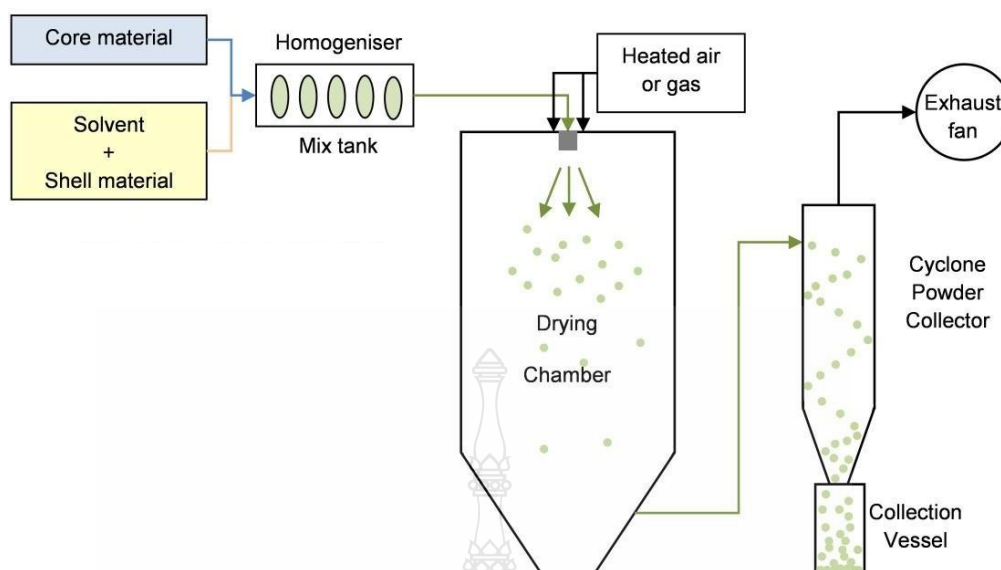
2.3.1 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันทางกายภาพ (Physical encapsulation)

2.3.1.1 เทคนิคการพ่นเย็น (Spray cooling/ chilling)

การเตรียมอนุภาคแคปซูลโดยใช้เทคนิคการพ่นเย็น จะทำโดยการนำสารแกนกลางและพอลิเมอร์มาละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปพ่นในระบบความดันต่ำโดยจะใช้ความเย็นในการทำให้เปลือกพอลิเมอร์เกิดการแข็งตัว ทำให้สามารถกักเก็บสารแกนกลางไว้ได้ โดยเทคนิคนี้จะไม่ทำให้สารแกนกลางสูญเสียหรือเสียหายในระหว่างการพ่นเย็น[45-47] เหมาะกับสารที่ไม่มีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง

2.3.1.2 เทคนิคการพ่นแห้ง (Spray drying)

เป็นเทคนิคที่นิยมนำมาใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมประเภทการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มสารให้รสหรือกลิ่น ซึ่งเป็นเทคนิคที่ใช้ต้นทุนต่ำ เครื่องมือหาง่าย ถ้าเทียบกับเทคนิคอื่นที่ใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม เป็นเทคนิคที่นำความร้อนมาทำให้เกิดพอลิเมอร์แคปซูล โดยทำการเตรียมหดยาสารอินทรีย์ที่มีสารแกนกลางผสมกับสารที่เป็นเปลือกและตัวทำละลายด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์จะได้อิมัลชัน และนำไปพ่นที่ความดันต่ำ อุณหภูมิประมาณ 100-160 องศาเซลเซียส ทำให้น้ำและตัวทำละลายระเหยออกไป จะทำให้ได้พอลิเมอร์แคปซูล ดังภาพที่ 2.3 เทคนิคนี้จะมีการสูญเสียสารแกนกลางไปบางส่วน ถ้าสารแกนกลางเป็นพวกที่สามารถระเหยได้เร็วหรือไม่ทนอุณหภูมิซึ่งเป็นข้อเสียอย่างหนึ่ง [48-50]

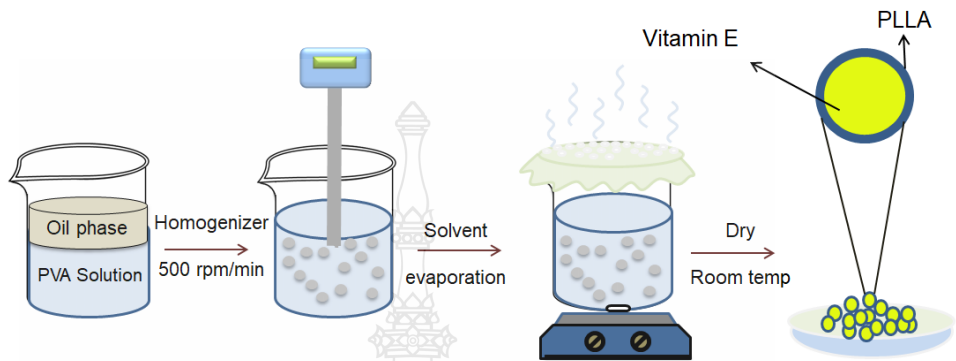


ภาพที่ 2.3 การเอนแคปซูเลชันด้วยเทคนิคพ่นแห้ง

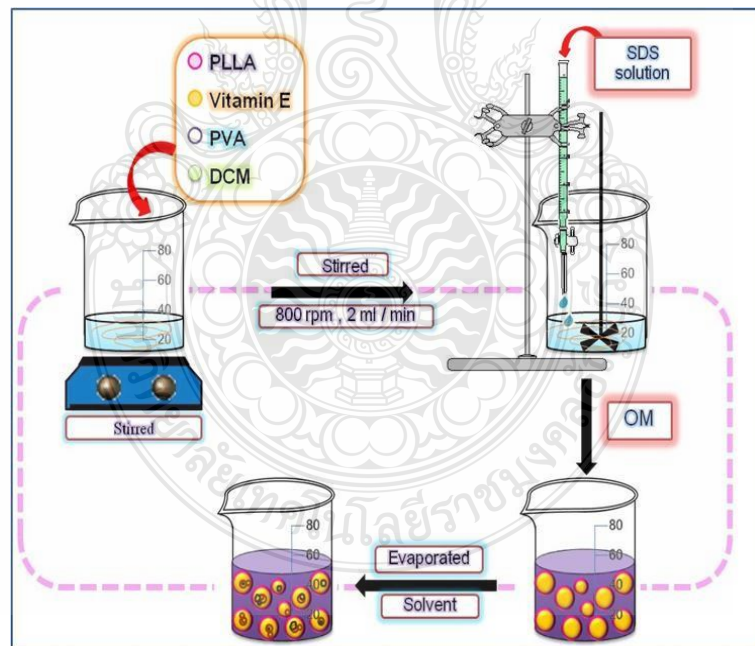
2.3.1.3 เทคนิคการระเหยตัวทำละลาย

เทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่สะดวก ง่าย มีการใช้เครื่องมือที่ราคาไม่สูงมากนัก เหมาะแก่การนำไปประยุกต์ใช้งานในโรงงานอุตสาหกรรมระดับเล็ก เช่น การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวิตามินอีด้วยเทคนิคการระเหยตัวทำละลาย โดยใช้เทคนิคการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบดั้งเดิม ดังภาพที่ 2.4 โดยนำพอลิแอลแลคติกแอซิดและวิตามินอีละลายให้เป็นเนื้อเดียวกันในตัวทำละลายที่เหมาะสมแล้วนำไปผสมกับสารละลายของสารลดแรงตึงผิว นำไปปั่นด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ จะได้อิมัลชันของหยดสารละลายอินทรีย์ที่ประกอบด้วย พอลิแอลแลคติกแอซิด วิตามินอีและตัวทำละลายที่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้น นำไปปั่นระเหยตัวทำละลายออกจะได้พอลิเมอร์แคปซูลโดยที่มีพอลิแอลแลคติกแอซิดเป็นเปลือกหุ้มวิตามินอี เนื่องจากพอลิแอลแลคติกแอซิดมีความชอบน้ำมากกว่าวิตามินอี จึงเคลื่อนที่ออกมาด้านนอกกลายเป็นเปลือก เทคนิคการระเหยตัวทำละลายนี้ จะต้องเลือกพอลิเมอร์ที่มีความชอบน้ำมากกว่าสารแกนกลางจึงจะเกิดการหุ้มได้ดี พอลิเมอร์แคปซูลที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคนี้จะมีการกระจายตัวที่กว้างมีและขนาดอยู่ที่ระดับไมโครเมตร หากต้องการให้ขนาดของพอลิเมอร์แคปซูลมีการกระจายตัวที่แคบและมีขนาดอนุภาคที่เล็กลงสามารถใช้เทคนิคการเตรียมหยด

สารอินทรีย์แบบอื่น ๆ เช่น การเตรียมหยดแบบกลับวัฏภาคควบคู่กับเทคนิคการระเหยตัวทำละลาย ดัง
ภาพที่ 2.5



ภาพที่ 2.4 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันแบบการระเหยตัวทำละลาย โดยวิธีการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบดั้งเดิม[51]



ภาพที่ 2.5 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันแบบการระเหยตัวทำละลาย โดยวิธีการเตรียมหยดสารอินทรีย์แบบกลับวัฏภาค [61]

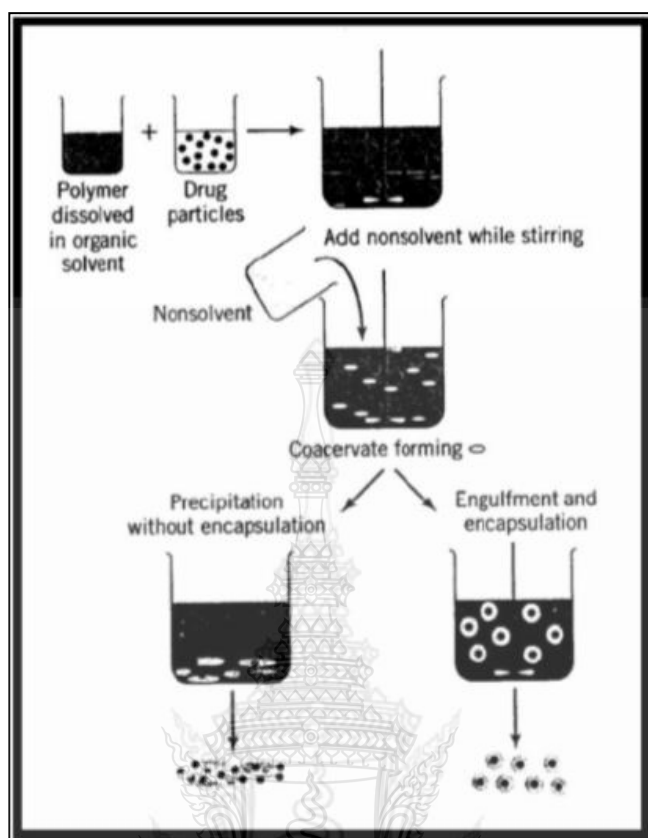
จากภาพที่ 2.5 เป็นการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวิตามินอีด้วยเทคนิคการระเหยตัวทำละลาย โดยใช้เทคนิคแบบกลับวัฏภาคมาเตรียมหยดสารอินทรีย์ โดยนำพอลิแอลแลคติกแอซิด พอลิไวนิลแอลกอฮอล์และวิตามินอี ละลายเป็นเนื้อเดียวกันในตัวทำละลายที่เหมาะสม แล้วนำไปปั่นด้วยใบพัดที่ความเร็ว 800 รอบต่อนาที ในขณะที่ปั่นให้หยดสารละลายของสารลดแรงตึงผิวอีกชนิดลงในสารละลายอินทรีย์ด้วยอัตราเร็วที่คงที่ เมื่อเวลาผ่านไปจะเกิดการกลับวัฏภาคเกิดหยดสารละลายพอลิเมอร์ นำไประเหยตัวทำละลาย และหลังจากนั้นจะได้พอลิเมอร์แคปซูล

2.3.2 เทคนิคการเอนแคปซูลเชิงเคมี (Chemical encapsulation)

เทคนิคที่นิยมนำมาใช้ คือ การสังเคราะห์มอนอเมอร์โดยใช้กลไกการแยกวัฏภาคภายใน (Internal phase separation) การตกตะกอนด้วยสารเคมี (Coacervation) และการพอลิเมอไรเซชันที่รอยต่อระหว่างผิวหน้าของสองส่วน (Interfacial polymerization) [17, 52, 53]

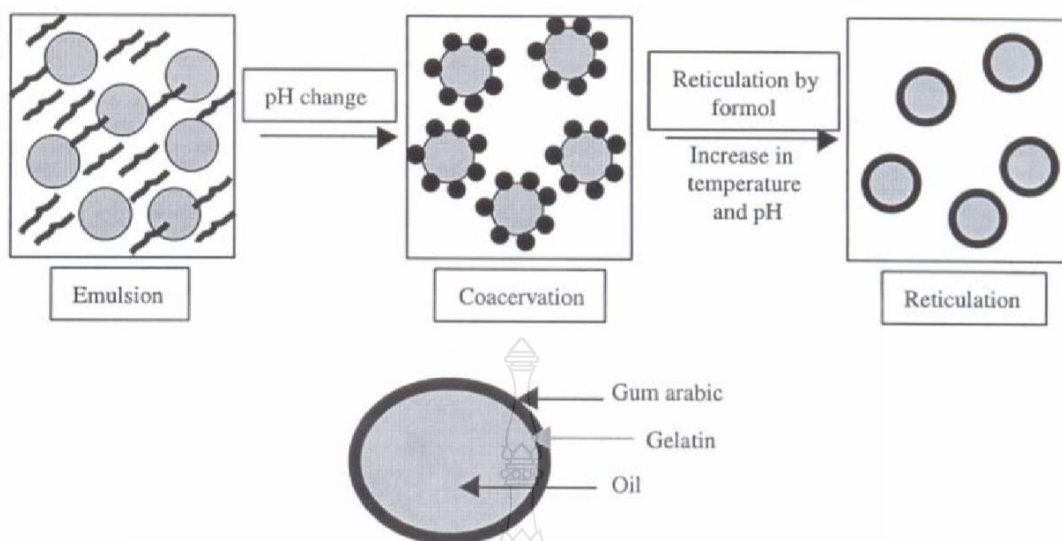
2.3.2.1 การตกตะกอนด้วยสารเคมี

เป็นเทคนิคแรกที่ใช้ในการเอนแคปซูลเชิงเคมี โดยพอลิเมอร์และสารที่จะห่อหุ้มต้องไม่ละลายในวัฏภาคต่อเนื่องและสามารถเข้ากันได้ โดยการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลด้วยเทคนิคนี้จำแนกออกเป็น 2 วิธี ได้แก่ การตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบง่าย (Simple coacervation) และการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบเชิงซ้อน (Complex coacervation) ซึ่งจะมีขั้นตอนในการเกิดเป็นพอลิเมอร์แคปซูลอยู่ 3 ขั้นตอน ได้แก่ 1) ขั้นตอนการเตรียมหยดสารอินทรีย์ 2) การเกิดเปลือก และ 3) การแยกพอลิเมอร์แคปซูลออกจากสารละลาย ดังภาพที่ 2.6



ภาพที่ 2.6 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันด้วยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบง่าย[54]

จากภาพที่ 2.6 การเกิดพอลิเมอร์แคปซูลโดยเทคนิคการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบง่าย เริ่มต้นจากการนำพอลิเมอร์มาละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมได้เป็นสารละลายอินทรีย์ จากนั้น นำสารที่ต้องการหุ้ม เช่น ยา ไปกระจายตัวอยู่ในสารลดแรงตึงผิวเป็นหยดของยา แล้วเทลงในสารละลายอินทรีย์ และหยดตัวทำละลายที่ไม่ละลายพอลิเมอร์ ทำให้ค่าการละลายของพอลิเมอร์ลดลง พอลิเมอร์มาหุ้มที่หยดของยาซึ่งเกิดจากการตกตะกอน โดยจะมีส่วนที่ไม่ได้หุ้มยาและส่วนที่หุ้มยาได้เกิดเป็นพอลิเมอร์แคปซูล จากนั้น ก็ทำการแยกแคปซูลหุ้มยาออกจากสารละลายตัวกลาง



ภาพที่ 2.7 เทคนิคการเอนแคปซูเลชันโดยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบเชิงซ้อน[55]

สำหรับการเอนแคปซูเลชันโดยการตกตะกอนด้วยสารเคมีแบบเชิงซ้อน เริ่มต้นจากการนำน้ำมันและเจลาตินละลายเป็นเนื้อเดียวกันโดยมีกัมอะราบิกเป็นสารลดแรงตึง แล้วนำไปปั่นจะได้อิมัลชัน โดยสารละลายจะผสมเป็นเนื้อเดียวกันที่พีเอช 6 แต่เมื่อพีเอชเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นประมาณ 4.5 หรือให้น้อยกว่า 6 จะเกิดการจับเรียงตัวกันเป็นเปลือกแคปซูล โดยมีสารลดแรงตึงผิวมาล้อมรอบน้ำมัน เนื่องจากพีเอชมีการลดลง กัมอะราบิก มีประจุเป็นลบ ส่วนเจลาตินจะมีประจุเป็นบวกจึงทำให้เกิดแรงดึงดูดระหว่างประจุ และทำการเพิ่มพีเอชหรืออุณหภูมิจะทำให้เปลือกเกิดการเปลี่ยนแปลงและหุ้มสารแกนกลางโดยการจับเรียงตัวกัน ดังภาพที่ 2.7 วิธีนี้เป็นวิธีที่สะดวก แต่จะได้พอลิเมอร์แคปซูลเพียงจำนวนหนึ่งเพราะว่ากลไกในการเกิดพอลิเมอร์แคปซูลค่อนข้างซับซ้อน คือ จะเกิดที่พื้นผิวเท่านั้น

2.3.2.2 เทคนิคการพอลิเมอร์ไรเซชันที่รอยต่อระหว่างผิว

การพอลิเมอร์ไรเซชันที่รอยต่อระหว่างผิวประกอบด้วย 2 เทคนิค ได้แก่ การสังเคราะห์แบบควบแน่น (Condensation polymerization) และแบบอินซิทู (In situ polymerization) โดยการสังเคราะห์แบบอินซิทูจะมีหลักการเกิดพอลิเมอร์แคปซูลแบ่งเป็น 2 ส่วน ได้แก่ สารที่ต้องการกักเก็บและมอนอเมอร์ โดยเริ่มต้นนำสารที่ต้องการกักเก็บไปกระจายตัวในสารเริ่มปฏิกิริยาเพื่อให้ผิวของสารที่ต้องการกักเก็บมีสารเริ่มปฏิกิริยาและสารละลายลดแรงตึงผิวแล้วนำมา

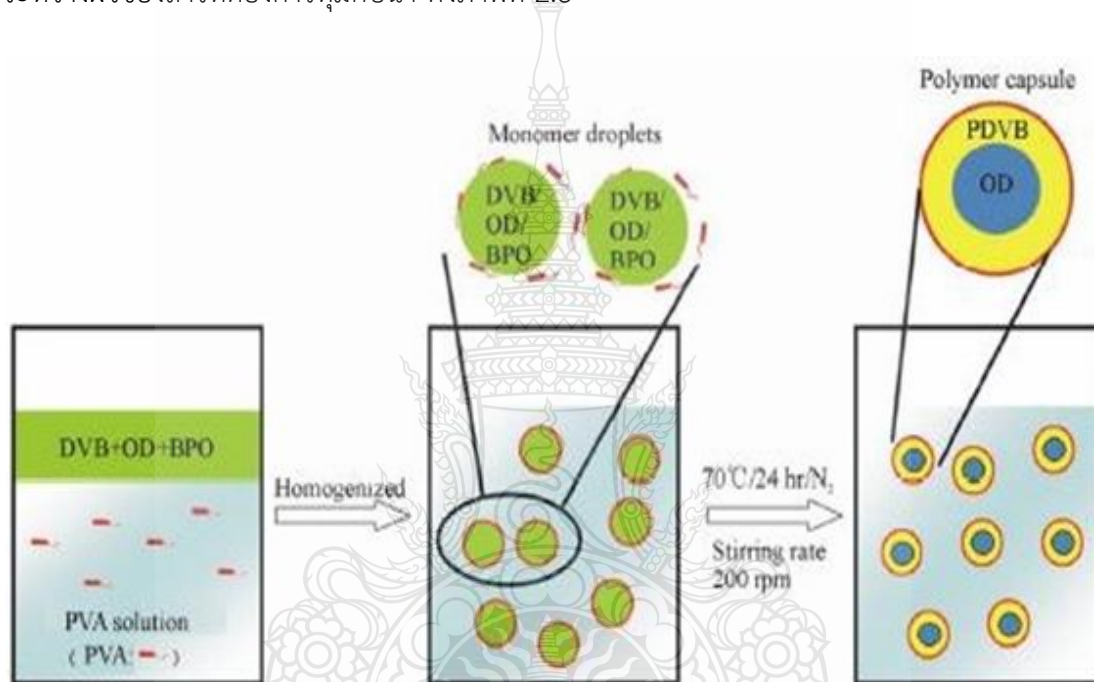
กระจายตัวในสารละลายมอนอเมอร์ แล้วทำให้สารเริ่มปฏิกิริยาแตกตัวที่ผิวของสารที่ต้องการกักเก็บ ด้วยปฏิกิริยาทางเคมีหรือความร้อน มอนอเมอร์จะเริ่มมาต่อสายโซ่บนระหว่างผิวของสารที่ต้องการกักเก็บได้ จะได้พอลิเมอร์แคปซูล แต่เทคนิคนี้จะเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระ (Free polymer particle) ในน้ำแข่งขันกับการเกิดบนผิวของสารที่ต้องการกักเก็บ จึงทำให้พอลิเมอร์แคปซูลได้ในจำนวนที่น้อย ส่วนการสังเคราะห์แบบควบแน่น มีกลไกการเกิดพอลิเมอร์แคปซูล คือ จะต้องมีการกักเก็บมอนอเมอร์ชนิดที่ไม่ชอบน้ำละลายเป็นเนื้อเดียวกันในวัฏภาคของสารละลายอินทรีย์ แล้วนำไปเติมในสารละลายของสารลดแรงตึงผิวเพื่อให้เกิดการกระจายตัว นำไปปั่นจะได้หยดที่กระจายตัวอยู่ในน้ำของสารละลายอินทรีย์ แล้วจึงเติมมอนอเมอร์ที่ชอบน้ำอีกชนิดหนึ่งกับตัวริเริ่มปฏิกิริยาที่ละลายกันแล้วลงไป ในระบบก็จะเกิดการพอลิเมอไรเซชันที่รอยต่อระหว่างผิวของมอนอเมอร์ที่ละลายในน้ำกับมอนอเมอร์ที่ละลายในสารละลายอินทรีย์ จะใช้พาวกรีดอกซ์ (Redox initiator) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา คือ มีการรับและการให้อิเล็กตรอน

2.3.2.3 การสังเคราะห์มอนอเมอร์โดยอาศัยกลไกการแยกวัฏภาคภายใน

เป็นการสังเคราะห์พอลิเมอร์แคปซูลในระบบกระจายที่มีน้ำเป็นตัวกลางซึ่งถือว่ายานิยมใช้ในโรงงานอุตสาหกรรมและไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลมีเทคนิคที่นิยมใช้ คือ การสังเคราะห์แบบแขวนลอย และแบบอิมัลชัน ซึ่งมีกลไกการสังเคราะห์เกิดขึ้นภายในมอนอเมอร์ที่เป็นหยดเหมือนกัน พอลิเมอร์แคปซูลที่เตรียมได้จะมีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรและไมโครเมตร ตามลำดับ โดยในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล จึงเลือกใช้กระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย

การสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยกระบวนการแบบแขวนลอย ซึ่งในทางอุตสาหกรรมเป็นกระบวนการหนึ่งที่ยานิยม และในระบบประกอบไปด้วย 2 วัฏภาค คือ วัฏภาคอินทรีย์ (Organic phase) และวัฏภาคต่อเนื่อง เริ่มต้นโดยผสมตัวริเริ่มปฏิกิริยา สารที่ต้องการกักเก็บ และมอนอเมอร์ให้เป็นเนื้อเดียวกัน เรียกว่า วัฏภาคอินทรีย์ แล้วนำไปกระจายตัวในสารลดแรงตึงผิว เรียกว่า วัฏภาคต่อเนื่อง แล้วทำการปั่นเตรียมหยดด้วยแรงเฉือนสูงจะทำให้เกิดการแตกตัวของมอนอเมอร์ออกเป็นหยดแขวนลอยอยู่ในตัวกลาง โดยทั่วไปแล้วขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของหยดมอนอเมอร์ที่เกิดขึ้นจะอยู่ในช่วงประมาณ 10-1000 ไมโครเมตร ขึ้นอยู่กับอัตราเร็วในการปั่นเตรียมหยด แล้วทำการสังเคราะห์จะ

ได้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ซึ่งเกิดโดยกลไกการแยกวัฏภาคภายใน โดยมอนอเมอร์เปลี่ยนไปเป็นพอลิเมอร์ ความเข้ากันได้ของสารที่ต้องการหุ้มกับพอลิเมอร์จะลดลงเรื่อย ๆ จนสายโซ่พอลิเมอร์ยาวถึงความยาววิกฤต (Critical chain length) ส่งผลให้พอลิเมอร์ (ที่มีความชอบน้ำมากกว่า) เคลื่อนที่ออกมา กลายเป็นเปลือกด้านนอก การเตรียมด้วยเทคนิคนี้จะต้องคำนึงถึงค่าแรงตึงระหว่างผิว (Interfacial tension) ของทั้งน้ำและมอนอเมอร์ ซึ่งแรงตึงระหว่างผิวของน้ำกับมอนอเมอร์ควรมีค่าต่ำกว่าแรงตึงระหว่างผิวของสารที่ต้องการหุ้มกับน้ำ ดังภาพที่ 2.8



ภาพที่ 2.8 การเอนแคปซูเลชันด้วยเทคนิคการสังเคราะห์แบบแขวนลอย[56]

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลนิยมเตรียมในระบบกระจายที่มีน้ำเป็นวัฏภาคต่อเนื่อง เช่น การเตรียมแคปซูลหุ้มพาราฟินโดยใช้พอลิเมอร์ชีวภาพด้วยเทคนิคโคอะเซอเวทิง[57] การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มออกตะเดเคนโดยมีเมลามีน-ฟอร์มมาดีไฮด์เป็นเปลือกในระดับไมโครและนาโนเมตร[58] และพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มเทระเดเคนด้วยยูเรีย-ฟอร์มมาดีไฮด์ ด้วยการสังเคราะห์แบบอินซิทู[59] การเตรียมแคปซูลหุ้มเฮบตะเดเคนด้วยพอลิเมทิลเมทาคริเลทโดย

กระบวนการสังเคราะห์แบบอิมัลชัน[60] และการเตรียมแคปซูลของพอลิสไตรีนหุ้มออกตะเดเคนและโตนอกตะเดเคนด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบมินิอิมัลชัน[61, 62] นอกจากนั้น กระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยยังได้รับความนิยมในการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อน เช่น การเตรียมแคปซูลของพอลิสไตรีนและพอลิสไตรีนโคเมทิลเมทาคริเลทหุ้มพาราฟิน[63, 64] การเตรียมแคปซูลของพอลิไดไวนิลเบนซีนหุ้มออกตะเดเคนแบบกลับเฟส[20] การเตรียมแคปซูลหุ้มออกตะเดเคนด้วยพอลิ(เมทิลเมทาคริเลท-อะคริเลท)[65] ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย โดยอาศัยเทคนิคการจัดเรียงตัวของพอลิเมอร์ที่แยกตัว (Self-assembling of phase separation polymer; SapSep)[66] ซึ่งพบว่าอนุภาคของพอลิเมอร์แคปซูลที่ได้อยู่ในระดับไมโครเมตร มีการกระจายตัวของอนุภาคที่กว้าง การเตรียมแคปซูลหุ้มเฮกซะเดเคนด้วยพอลิ(ไดไวนิลเบนซีน-อะคริเลท) โดยใช้ชิระชิพอร์ส กลาส เมมเบรน (Shirasu porous glass membrane)[13] ด้วยการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอย พบว่าค่าปริมาณความร้อนของเฮกซะเดเคนที่ถูกหุ้มอยู่ภายในมีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อปริมาณของอะคริเลทมอนอเมอร์เพิ่มมากขึ้นและมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่แคบ เป็นต้น

อย่างไรก็ตาม การเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อนนั้นยังมีข้อด้อย คือ มีค่าความร้อนของการเปลี่ยนสถานะของการหลอมเหลวและการเกิดผลึกต่ำ ซึ่งอาจจะมาจากการที่มีสายโซ่พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำส่วนหนึ่งปนอยู่ระหว่างเปลือกพอลิเมอร์และวัสดุเก็บความร้อน ทำให้แยกวัฏภาคระหว่างพอลิเมอร์และวัสดุเก็บความร้อนไม่สมบูรณ์[67] กลไกการสังเคราะห์อนุภาคลิขระแบบควบคุม (Controlled/living radical polymerization; CLRP) เป็นเทคนิคการสังเคราะห์พอลิเมอร์ที่สามารถควบคุมการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลแต่ละสายโซ่พอลิเมอร์ให้มีขนาดใกล้เคียงกันได้ มีคุณสมบัติที่ดีขึ้นในการนำไปประยุกต์ใช้งานด้านต่าง ๆ หากนำมาประยุกต์ใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อน น่าจะส่งผลให้ค่าความร้อนของการเปลี่ยนสถานะเพิ่มมากขึ้น โดย CLRP นั้นมีหลายกลไกซึ่งจำแนกตามชนิดของตัวควบคุมน้ำหนักโมเลกุล เช่น (Nitroxide-mediated radical polymerization; NMP)[68] (Atom transfer radical polymerization; ATRP)[69] (Reversible addition-fragmentation chain transfer; RAFT)[70] (Organotellurium-mediated polymerization; TERP)[71] จากการศึกษาวิจัยที่ผ่านมา ได้มีการนำเทคนิค CLRP มาประยุกต์ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคพอลิเมอร์แบบกระจายที่มีน้ำเป็นวัฏภาคต่อเนื่อง เช่น การนำกลไก NMP มาเตรียมอนุภาค พอลิสไตรีนในกระบวนการสังเคราะห์แบบมินิอิมัลชัน[68] การเตรียมบล็อก

โคพอลิเมอร์ของพอลิสไตรีนและบิวทิลเมทาคริเลทในกระบวนการสังเคราะห์แบบอิมัลชัน โดยใช้กลไก ATRP[69] การนำกลไก TERP มาเตรียมอนุภาคพอลิเมทิลเมทาคริเลทในกระบวนการสังเคราะห์อิมัลชันที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว[71] และการเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์ที่มีช่องว่างด้วยกลไก RAFT แต่ยังไม่พบว่าการใช้กลไก NMP นั้นมีการใช้อุณหภูมิสูง กลไก ATRP และ TERP มีการใช้โลหะหนักที่มีความเป็นพิษจึงไม่เหมาะในการเตรียมในอุตสาหกรรม อีกกลไกหนึ่งของ CLRP ที่ได้รับความนิยมคือ กลไกการโยกย้ายสายโซ่ไอโอดีน (Iodine-transfer polymerization; ITP)[72] ซึ่งเป็นเทคนิคที่มีการใช้สารประกอบไอโอดีนในการควบคุมน้ำหนักโมเลกุล ซึ่งเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและราคาถูก เช่น การเตรียมพอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลที่หุ้มวัสดุเก็บความร้อนด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย[73] การใช้พอลิเมอร์ชีวภาพมาทำหน้าที่เป็นเปลือกของแคปซูลสามารถช่วยทำให้ลดมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม เนื่องจากสามารถสลายตัวได้เองตามธรรมชาติ ซึ่งให้ผลิตภัณฑ์เป็น น้ำ แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และชีวมวล โดยมีการนำพอลิเมอร์ชีวภาพมาประยุกต์ใช้ในด้านอุตสาหกรรม เช่น พอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ทางธรรมชาติที่หุ้มวัสดุเก็บความร้อนสำหรับการกักเก็บความร้อน[74]

โดยงานวิจัยที่ผ่านมา ยังไม่มีการนำพอลิเมอร์ชีวภาพมาใช้ในการเตรียมพอลิเมอร์เพื่อประยุกต์ให้ได้ไมโครแคปซูลหุ้มวัสดุเก็บความร้อนผ่านการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบแขวนลอยด้วยกลไก ITP ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะทำการศึกษาการเตรียมไมโครแคปซูลชีวภาพสำหรับหุ้มกรดไขมันที่ทำหน้าที่เป็นวัสดุเก็บความร้อน โดยใช้กลไก ITP ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

สารเคมี	เกรด	ยี่ห้อ
1. เซลลูโลส อะซิเตท บิวทิเรท (Cellulose acetate butyrate; CAB, mol. wt 12,000)	Technical grade	Sigma-Aldrich
2. เอทิล อะซิเตท (Ethyl acetate)	Analytical reagent	RCI Labscan
3. เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl peroxide; BPO)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich
4. เมทิลเมทาคริเลต (Methyl methacrylate; MMA)	Purify 99%	Sigma-Aldrich
5. ไกลซิديلเมทาคริเลต (Glycidyl methacrylate; GMA)	Purify 99%	Sigma-Aldrich
6. บิวทิลเมทาคริเลต (Butyl methacrylate; BMA)	Purify 99%	Acros organic
7. กรดคาพริก (Capric acid; CA)	Purity 99%	TCI
8. แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen gas; N ₂)	Purify 99.99%	Praxair
9. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich

สารเคมี	เกรด	ยี่ห้อ
10. ไฮโดรควิโนน (Hydroquinone)	Reagent Plus 99%	Sigma-Aldrich
11. ไอโอดิฟอร์ม (Iodoform; CHI_3)	Analytical reagent	Sigma-Aldrich

3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

เครื่องมือและอุปกรณ์	รุ่น	ยี่ห้อ
1. เครื่องชั่งตวงวัด 4 ตำแหน่ง (Analytical Balance)	SI-234	Denver Instrument
2. เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)	Speinette centrifuge	IEC
3. เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)	Delsa TM Nano C	Beckman Coulter
4. เครื่องกวนแม่เหล็กแบบใช้ความร้อน (Hot plate stirrer)	C-MAG HS7	IKA
5. ตู้อบสุญญากาศ (Vacuum oven)	DZF-6051	DZF
6. ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter; DSC)	DSC 4000	Perkin Elmer
7. เทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer; TGA)	TGA 4000	Perkin Elmer

เครื่องมือและอุปกรณ์	รุ่น	ยี่ห้อ
8. กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical Microscope; OM)	SK-100EB & SK-100ET	Seek
9. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	JSM 6510	JEOL
10. ตู้อบลมร้อน (Hot air oven)	UNB 400	Memmert
11. เครื่องฟลูอิดเรย์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR Spectrophotometer)	NICOLET iS5	Thermo
12. โฮโมจีไนเซอร์ (Homogenizer)	T 25 digital UL TRA-TURR	IKA

3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

การดำเนินงานวิจัยแบ่งเป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้

การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซลล์โลสอะซิเตทบิวทิเรไมโครแคปซูลหุ้ม

กรดคาพริกด้วยการสั่นและการสังเคราะห์แบบแขวนลอย



การทดสอบสมบัติของไมโครแคปซูลที่เตรียมได้

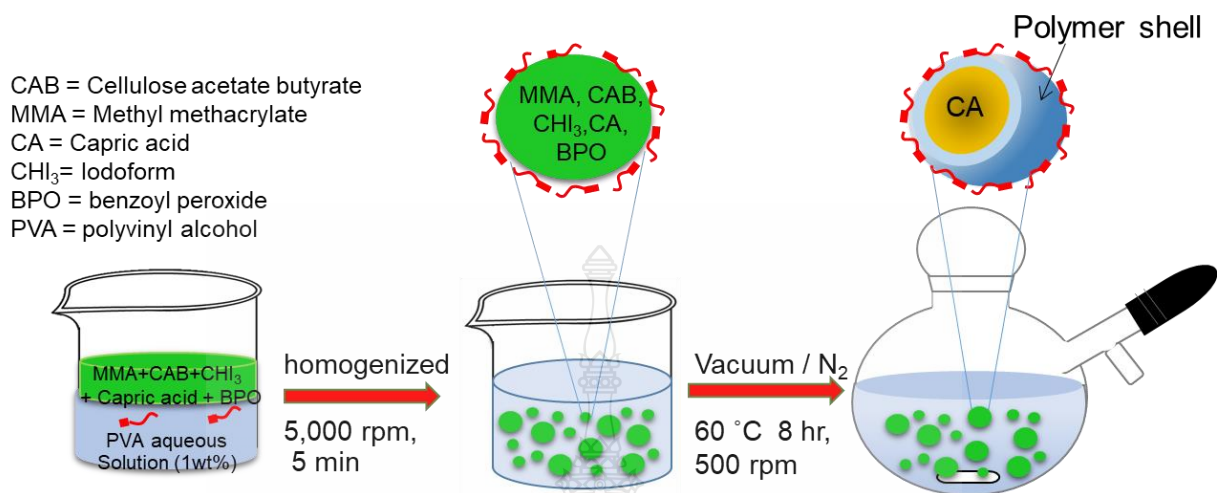


การศึกษาประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของไมโครแคปซูลที่เตรียมได้

3.3 การทดลอง

3.3.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาฟริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย

ในงานวิจัยนี้ เริ่มต้นจะทำการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลในระบบน้ำมันในน้ำ (Oil in water) ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายชั้นอินทรีย์ที่ประกอบไปด้วย เซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท เมทิลเมทาคริเลท (หรือไกลซีดิลเมทาคริเลท หรือบิวทิลเมทาคริเลท) เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ ไอโอโดฟอร์ม และกรดคาฟริก ละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมให้ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วผสมลงในสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ทำหน้าที่เป็นสารลดแรงตึงผิว ปั่นเตรียมหยดสารละลายอินทรีย์ด้วยโฮโมจีไนเซอร์ เป็นเวลา 5 นาที ที่อัตราเร็วในการปั่น 5,000 รอบต่อนาที จะได้สารแขวนลอยที่มีหยดสารละลายอินทรีย์กระจายตัวอยู่ในชั้นน้ำ เติสารแขวนลอยที่ได้ลงไปยังขวดสังเคราะห์ แล้วใช้ไนโตรเจนก๊าซเพื่อทำให้อยู่ในระบบสุญญากาศ ก่อนทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็วในการปั่น 500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อครบเวลาให้เติมสารละลายไฮโดรควิโนน 3 หยด แล้วเขย่าเพื่อหยุดปฏิกิริยา จะได้เซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลท (Cellulose acetate butyrate-graft-polymethylmethacrylate; CAB-g-PMMA) ไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาฟริก ดังภาพที่ 3.1 โดยในขั้นตอนนี้จะทำการศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ดังนี้



ภาพที่ 3.1 แผนภาพการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอยด้วยกลไกอนุมูลอิสระแบบโยกย้ายไอโอดีน

3.3.1.1 ชนิดและปริมาณตัวทำละลาย

ในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย ชั้นสารอินทรีย์จะต้องละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้น จึงต้องเลือกชนิดและปริมาณของตัวทำละลายที่เหมาะสมที่สามารถละลายเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทได้อย่างสมบูรณ์และใช้ในปริมาณน้อย โดยได้ทำการทดสอบตัวทำละลาย 3 ชนิด คือ เอทิลอะซิเตท คลอโรฟอร์ม และแกมมา-บิวทิโรแลคโตน ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อตัวทำละลายเป็น 1 ต่อ 4 1 ต่อ 5 และ 1 ต่อ 6 โดยน้ำหนัก ดังสถานะในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สภาวะในการทดสอบการละลายของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท โดยใช้ตัวทำละลายทั้ง 3 ชนิด ที่อัตราส่วนต่าง ๆ

Chemicals	Solvent: CAB (w/ w)		
	4:1	5:1	6:1
CAB	1	1	1
Solvent*	4	5	6

*; Ethyl acetate, Chloroform และ γ -Butyrolactone

3.3.1.2 อัตราส่วนของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อมอนอเมอร์

ในขั้นตอนนี้จะทำการศึกษาอัตราส่วนของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อมอนอเมอร์ทั้ง 3 ชนิด ได้แก่ ไกลซิโดลเมทาคริเลท เมทิลเมทาคริเลท และบิวทิลเมทาคริเลท ที่มีผลต่อลักษณะทางสัณฐานวิทยาและรูปร่างของไมโครแคปซูล และประสิทธิภาพการกักเก็บกรดคาพริก โดยจะศึกษาอัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อมอนอเมอร์ที่อัตราส่วน 100: 0 75: 25 67: 33 50: 50 33: 67 25: 75 และ 0: 100 ร้อยละโดยน้ำหนัก ดังสภาวะในตารางที่ 3.2

3.3.1.3 อัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก

ในส่วนนี้จะทำการศึกษาอัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก ที่มีผลต่อลักษณะทางสัณฐานวิทยา รูปร่าง ร้อยละการบรรจุ (%Loading) และประสิทธิภาพการกักเก็บกรดคาพริก โดยจะศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก ที่อัตราส่วน 50: 50 60: 40 และ 70: 30 ร้อยละโดยน้ำหนัก ดังสภาวะในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.2 สภาวะในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บกรดคาพริก ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของ เซลลูโลสอะซิเตทปิวิเทอไรต์ต่อมอนอเมอร์ทั้ง 3 ชนิด

Chemicals		CAB: Monomer (%w/ w)						
		100: 0	75: 25	67: 33	50: 50	33: 67	25: 75	0: 100
Oil	CAB	g 1.2500	0.9375	0.8375	0.6250	0.4125	0.3125	-
	Monomer	g -	0.3125	0.4125	0.6250	0.8375	0.9375	1.2500
	CA	g 1.2500	1.2500	1.2500	1.2500	1.2500	1.2500	1.2500
	Ethyl acetate	g 6.2500	4.6875	4.1875	3.1250	2.0625	1.5625	-
	BPO	g -	0.0250	0.0330	0.0500	0.0670	0.0750	0.1000
	CHI ₃	g -	0.0041	0.0054	0.0081	0.0109	0.0122	0.0163
Aqueous	PVA solution(1%wt)	g 22.500	22.500	22.500	22.500	22.500	22.500	22.500

ตารางที่ 3.3 สภาวะในการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บกรดคาพริก ที่อัตราส่วนต่าง ๆ ของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก

Chemicals			Polymer: Capric acid (%w/w)		
			50: 50	40: 60	30: 70
Oil	CAB	g	0.8375	0.6700	0.5025
	Monomer	g	0.4125	0.3300	0.2475
	CA	g	1.2500	1.5000	1.750
	EA	g	4.1875	3.3500	2.5125
	BPO	g	0.0330	0.0264	0.0198
	CHCl ₃	g	0.0054	0.0043	0.0032
Aqueous	PVA solution(1%wt)	g	22.5000	22.5000	22.5000

3.3.2 การศึกษาลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล

3.3.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล

นำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ไปศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟลูอริเยร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยทำการเตรียมตัวอย่างให้แห้ง และนำเข้าตู้อบ

สุญญากาศเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำผงที่ได้ไปโรยบนแท่นวางตัวอย่าง จากนั้น ทำการตรวจวัดในช่วงเลขคลื่น (Wavenumber) $400\text{--}4,000\text{ cm}^{-1}$

3.3.2.2 การศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาและรูปร่างของแคปซูล

นำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง โดยการเตรียมตัวอย่างของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบใช้แสง จะทำได้โดยการหยดสารแขวนลอยของหยดสารอินทรีย์ก่อนการสังเคราะห์และพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลหลังการสังเคราะห์ 1-2 หยดลงบนแผ่นสไลด์ แล้วปิดด้วยกระจกปิดสไลด์และนำไปตรวจวัดโดยใช้กำลังขยายที่เหมาะสม ในกรณีของการเตรียมตัวอย่างของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ทำได้โดยการนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่เตรียมได้ไปทำให้แห้งนำเข้าตู้อบสุญญากาศเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำผงที่ได้ไปโรยลงบนแผ่นเทปคาร์บอนที่ติดอยู่บนแท่นวางตัวอย่าง (Stub) และทำการเคลือบแคปซูลด้วยทองคำ และนำไปตรวจวัดด้วยกำลังขยายที่เหมาะสม

3.3.2.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อน และความเสถียรทางความร้อนของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล

ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลท และร้อยละการเปลี่ยนของมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์ ด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter; DSC) และเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer; TGA) ดังนี้

1) การศึกษาอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะและค่าความร้อนในการเปลี่ยนสถานะของกรดคาพริก

ค่าความร้อนและอุณหภูมิในการเปลี่ยนสถานะสามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง DSC โดยใช้สภาวะดังนี้

อุณหภูมิในการทดสอบอยู่ในช่วง $-20\text{--}50$ องศาเซลเซียส

อัตราเร็วในการสแกน 10 องศาเซลเซียส/นาที

ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

การคำนวณค่าความร้อนในการหลอมเหลว (ΔH_m) และการเกิดผลึก (ΔH_c) ของกรดคาพริกในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลใช้สมการดังนี้

$$A = (B/C) \times 100 \quad \dots\dots 3.1$$

เมื่อ A คือ ค่า ΔH_m หรือ ΔH_c ของกรดคาพริกในหน่วยจูลต่อกรัมของกรดคาพริกในพอลิเมอร์แคปซูล (J/g-CA)

B คือ ค่า ΔH_m หรือ ΔH_c ของกรดคาพริกในหน่วยจูลต่อกรัมของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC (J/g-ตัวอย่าง)

C คือ เปอร์เซ็นต์ของกรดคาพริกในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA

2) การศึกษาองค์ประกอบและอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล

ศึกษาองค์ประกอบและอุณหภูมิในการสลายตัวของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล โดยเทคนิค TGA โดยใช้สภาวะดังนี้

อุณหภูมิในการทดสอบอยู่ในช่วง 50-600 องศาเซลเซียส

อัตราเร็วในการสแกน 10 องศาเซลเซียส/นาที

ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

จากนั้นคำนวณร้อยละการบรรจุทางทฤษฎี (%loading theory) ของกรดคาพริกที่ถูกหุ้มภายในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลโดยใช้สมการดังนี้

ร้อยละการบรรจุกรดคาพริกโดยน้ำหนัก

$$= \frac{\text{Weight}_{CA}}{\text{Weight}_{CA} + (\text{Weight}_{\text{Monomer}} + \text{Weight}_{CAB}) \left(\frac{\% \text{Conversion} - \% \text{Free polymer particle}}{100} \right)} \times 100 \quad \dots 3.2$$

เมื่อ $\text{Weight}_{CA, MMA, CAB}$ คือ น้ำหนักของกรดคาพริก มอนอเมอร์ และเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทจากสภาวะการทดลอง ตามลำดับ

3) การศึกษาการร้อยละการกักเก็บ

จากการคำนวณการร้อยละการกักเก็บทางทฤษฎี (%Encapsulation theory) ของกรดคาพริกที่ถูกหุ้มภายในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลโดยใช้สมการดังนี้

$$\text{ร้อยละการกักเก็บกรดคาพริก} = \frac{\text{ร้อยละการบรรจุกรดคาพริกทางทฤษฎี}}{\text{ร้อยละการบรรจุกรดคาพริกจากสภาวะการทดลอง}} \times 100 \quad \dots 3.3$$

4) การศึกษาความเสถียรทางความร้อนของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล

ทำการทดสอบการเกิดวัฏจักรดูดและคายความร้อนจำนวน 100 รอบ ในช่วงอุณหภูมิ -10-50 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราเร็วในการสแกน 10 องศาเซลเซียส/นาที ภายใต้บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

3.3.2.4 ร้อยละการเปลี่ยนของมอนอเมอร์เป็นพอลิเมอร์

การทำเปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์ ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาไลซิส โดยการคำนวณดังสมการ

$$\frac{W_{CA}}{W_{CA+CAB}} = \frac{A\%}{100 - B\%} \quad \dots 3.4$$

$$\frac{x}{W_{CA} + W_{CAB} + x} = \frac{B}{100} \quad \dots\dots 3.5$$

$$\frac{x}{W_{CA}} \times 100 \quad \dots\dots 3.6$$

เมื่อได้ค่า B จากสมการที่ 3.4 จากนั้น นำค่าแทนลงในสมการที่ 3.5 จะได้ค่า x จากนั้น นำค่า x แทนลงในสมการที่ 3.6 จะได้เปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนเป็นพอลิเมอร์

เมื่อ A คือ ร้อยละการบรรจุของกรดคาพริกจากสภาวะการทดลอง

B คือ ร้อยละการเกิดพอลิเมอร์ระหว่างมอนอเมอร์กับเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรต

W_{CA} คือ น้ำหนักกรดคาพริกจากสภาวะการทดลอง

W_{CAB} คือ น้ำหนักเซลลูโลสจากสภาวะการทดลอง

3.3.2.5 การหาขนาดขนาดและปริมาณของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในวัฏภาคต่อเนื่อง

หลังจากที่ได้สารแขวนลอยจากการสังเคราะห์ โดยนำไปทำการปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) เป็นเวลา 15 นาที ที่อัตราเร็ว 3,000 รอบต่อนาที สารแขวนลอยจะเกิดการแยกชั้นระหว่างพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกับอนุภาคพอลิเมอร์อิสระ นำชั้นที่มีอนุภาคพอลิเมอร์อิสระไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักและอบต่อจนน้ำหนักคงที่ จากนั้นคำนวณหาปริมาณอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในวัฏภาคต่อเนื่อง (%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

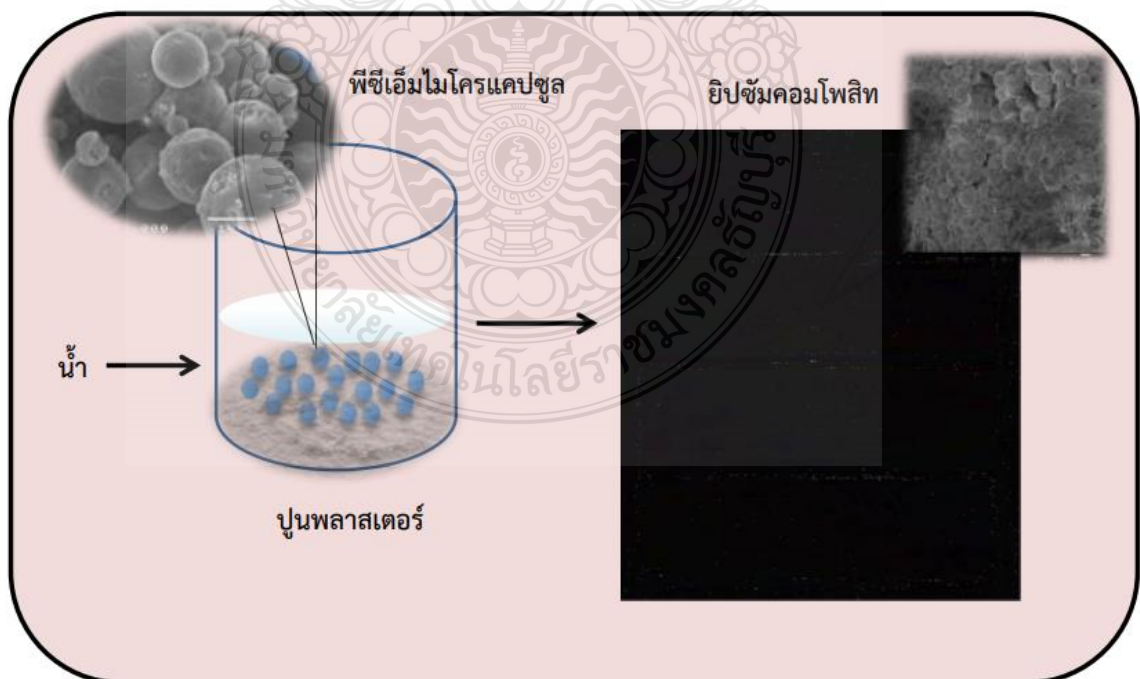
W_m คือ น้ำหนักมอนอเมอร์จากสภาวะการทดลอง

3.3.3 การศึกษาประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของไมโครแคปซูล

3.3.3.1 วิธีการเตรียมคอมโพสิตระหว่างวัสดุยิปซัม/ไมโครแคปซูลพีซีเอ็ม (PCM)

การเตรียมวัสดุคอมโพสิต โดยใช้ยิปซัมทางการค้าผสมกับไมโครแคปซูล โดยมี การเติมไมโครแคปซูล 2 ชนิด คือ ไมโครแคปซูลทางการค้าที่มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะจากของแข็ง เป็นของเหลวที่ 30 องศาเซลเซียส (พีซีเอ็มทางการค้า) และไมโครแคปซูลที่สังเคราะห์ขึ้นจากการ ทดลองที่มีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะประมาณ 30 องศาเซลเซียส (พีซีเอ็มแคปซูล) โดยมีวิธีการเตรียม วัสดุคอมโพสิตระหว่างยิปซัม/ไมโครแคปซูลพีซีเอ็ม ดังนี้

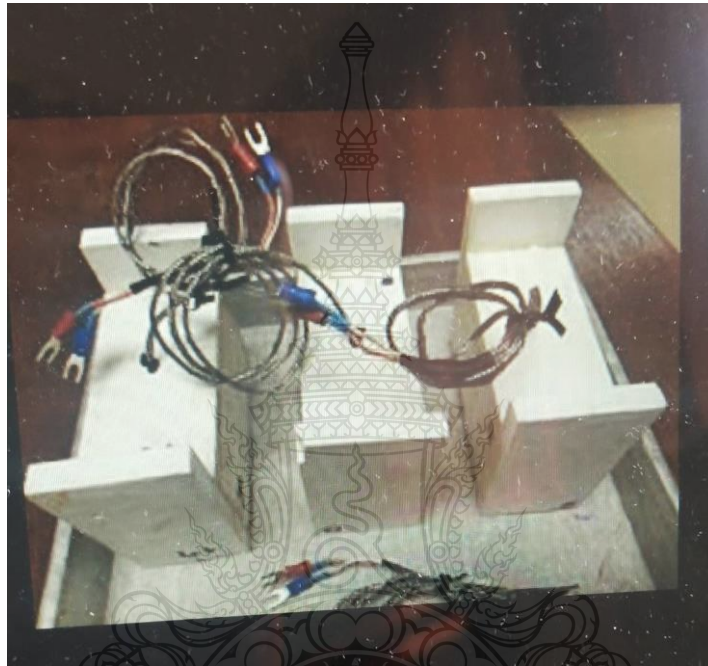
- นำยิปซัมผสมกับไมโครแคปซูลพีซีเอ็ม (พีซีเอ็มทางการค้าหรือพีซีเอ็มแคปซูล) โดยใช้ปริมาณไมโครแคปซูล 0, 5 และ 10 % โดยน้ำหนักแห้งของยิปซัม
- กวนผสมแบบแห้งให้ยิปซัมและไมโครแคปซูลเข้ากัน
- นำสารผสมดังกล่าวผสมลงในน้ำ โดยให้อัตราส่วน น้ำต่อยิปซัม 1:1
- เทส่วนผสมลงในแบบพิมพ์ขนาด 5*10 ตร.ซม.หนา 1 ซม.
- รอให้แข็งตัวและแกะออกจากแบบพิมพ์ผึ่งลมและตากแห้ง
- ได้แผ่นคอมโพสิตดังภาพที่ 3.2 เพื่อใช้ทดสอบการควบคุมอุณหภูมิต่อไป



ภาพที่ 3.2 วัสดุคอมโพสิตระหว่างยิปซัม/ไมโครแคปซูลพีซีเอ็ม

3.3.3.2 การทดสอบสมบัติทางความร้อนของแผ่นยิปซัมคอมโพสิต

ทำการทดสอบประสิทธิภาพในการควบคุมอุณหภูมิของแผ่นยิปซัมคอมโพสิต โดยนำแผ่นยิปซัมคอมโพสิต มาประกอบเข้าด้วยกันเป็นกล่องลูกบาศก์ ดังภาพที่ 3.3 ติดเทอร์โมคอปเปิ้ลด้านในและด้านนอก นำกล่องลูกบาศก์วางไว้ด้านนอกอาคาร ทำการบันทึกอุณหภูมิเปรียบเทียบภายในห้องและอุณหภูมิภายนอกห้องทดลองเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ด้วยเครื่อง data logger



ภาพที่ 3.3 ภาพกล่องลูกบาศก์ที่ประกอบจากแผ่นยิปซัมคอมโพสิตไมโครแคปซูลพีซีเอ็ม

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

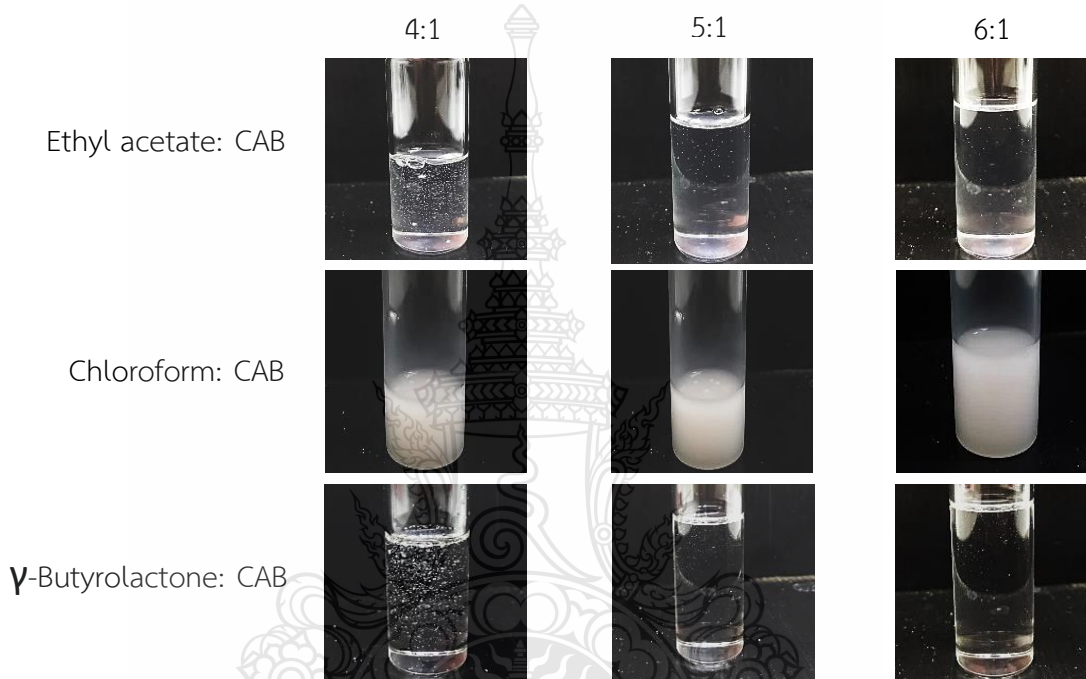
4.1 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย

ในการศึกษาครั้งนี้ได้ศึกษาทำการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลในระบบน้ำมันในน้ำ (Oil in water) ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย โดยใช้เซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทโคพอลิเมอร์กับเมทาคริเลทมอนอเมอร์เป็นเปลือกพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บกรดคาพริก โดยในการสังเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย ในขั้นต้นจะเตรียมชั้นสารละลายอินทรีย์ที่ประกอบไปด้วยมอนอเมอร์ (และพอลิเมอร์) ละลายกับตัวริเริ่มปฏิกิริยาและสารที่ต้องการหุ้มในตัวทำละลายที่เหมาะสมให้ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วเทลงผสมกับชั้นน้ำที่มีสารลดแรงตึงผิวละลายอยู่ เมื่อทำการปั่นเตรียมหยดจะได้สารแขวนลอยที่มีหยดสารละลายอินทรีย์กระจายตัวอยู่ในชั้นน้ำ โดยมีโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวรอบล้อมหยดเพื่อป้องกันการรวมตัวของหยดสารอินทรีย์ โดยทั่วไปขนาดของหยดสารอินทรีย์จะขึ้นกับอัตราเร็วในการปั่น เมื่อทำการให้ความร้อนที่อุณหภูมิที่เหมาะสมจะเกิดการสังเคราะห์พอลิเมอร์ โดยตัวริเริ่มปฏิกิริยาจะแตกตัวเป็นอนุมูลอิสระและจะทำปฏิกิริยากับมอนอเมอร์และเกิดการต่อสายโซ่ กระทั่งสายโซ่พอลิเมอร์ยาวถึงค่าความยาววิกฤต สายโซ่พอลิเมอร์จะไม่สามารถละลายเข้ากันกับชั้นสารอินทรีย์ภายในหยดได้อีก จะเกิดการแยกวัฏภาค และเคลื่อนที่ไปยังด้านนอกของหยดสารอินทรีย์และจัดเรียงตัวเป็นเปลือกแคปซูลเกิดเป็นสัณฐานวิทยาแบบแกน-เปลือก (Core-Shell) ซึ่งการเกิดสัณฐานวิทยาแบบแกน-เปลือกนี้ ขึ้นกับปัจจัยหลายอย่าง เช่น ความหนืดภายในหยด ค่าแรงตึงระหว่างผิวของพอลิเมอร์และน้ำ และเวลาในการเริ่มเกิดการแยกวัฏภาค โดยในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อการเกิดพอลิเมอร์แคปซูลและประสิทธิภาพของแคปซูล ดังนี้

4.1.1 ชนิดและปริมาณตัวทำละลาย

เนื่องจากในการศึกษานี้ใช้เซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทเป็นองค์ประกอบในชั้นสารอินทรีย์ซึ่งจะต้องทำการละลายอย่างสมบูรณ์กับองค์ประกอบอื่น ดังนั้น จึงต้องศึกษาชนิดและปริมาณของตัวทำละลายที่เหมาะสม โดยเลือกใช้ตัวทำละลาย 3 ชนิด คือ เอทิลอะซิเตท คลอโรฟอร์ม และ แกมมา-บิวทิโรแลคโตน ที่อัตราส่วนต่าง ๆ เมื่อเปรียบเทียบลักษณะและความสามารถในการละลาย สังเกตเห็นว่าเอทิลอะซิเตทและแกมมา-บิวทิโรแลคโตนสามารถละลายเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทได้อย่างสมบูรณ์ มีลักษณะเป็นของเหลว ไม่มีสี ซึ่งแตกต่างจากคลอโรฟอร์มที่ละลายเซลลูโลสอะซิเตท

บิวทิเรทได้ไม่สมบูรณ์ มีลักษณะเป็นของเหลว สีขาวขุ่น ดังภาพที่ 4.1 ถึงแม้ว่าทั้งเอทิลอะซิเตทและแกมมา-บิวไทโรแลคโตน มีความสามารถในการละลายเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทได้ใกล้เคียงกัน แต่เนื่องจากเอทิลอะซิเตทมีความเป็นพิษน้อยกว่า และถือเป็นตัวทำละลายที่ไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม จึงเลือกใช้เอทิลอะซิเตทที่อัตราส่วนระหว่างตัวทำละลายต่อเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท 5 ต่อ 1 โดยน้ำหนัก เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการนำไปเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลกักเก็บกรดคาฟริก ที่อัตราส่วนต่างๆ ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อมอนอเมอร์ต่อไป



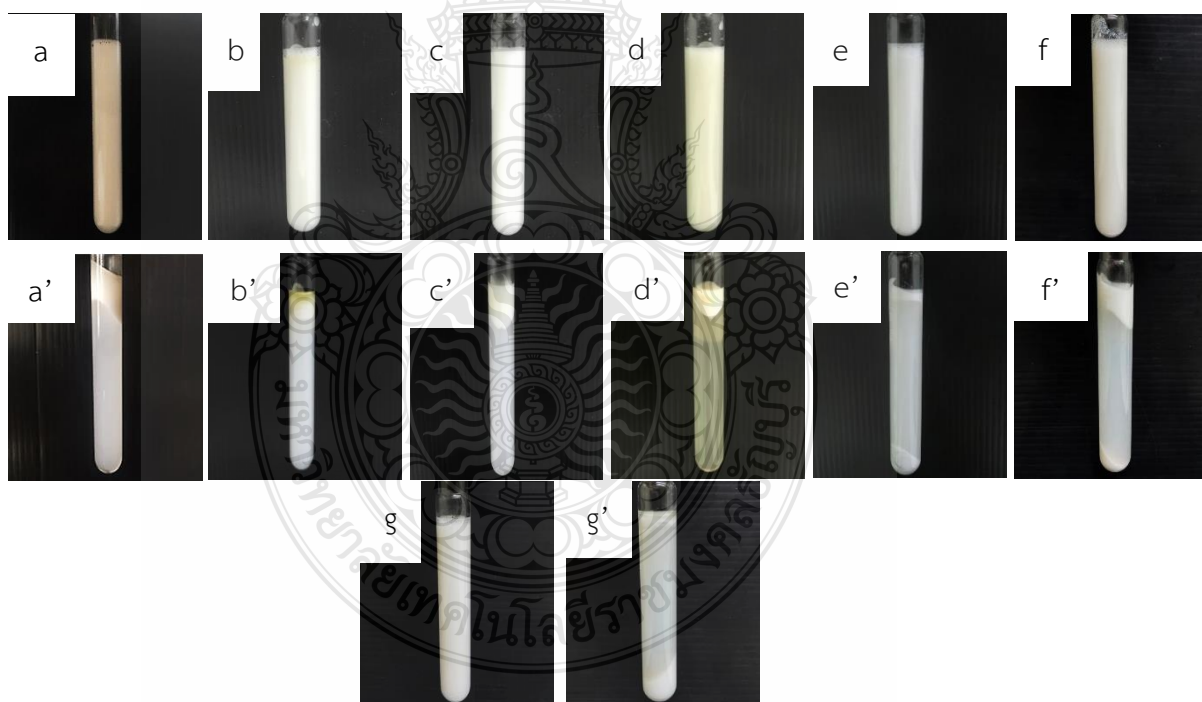
ภาพที่ 4.1 การทดสอบความสามารถในการละลายของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทโดยใช้ตัวทำละลายที่อัตราส่วนต่างๆ

4.1.2 อัตราส่วนของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อมอนอเมอร์

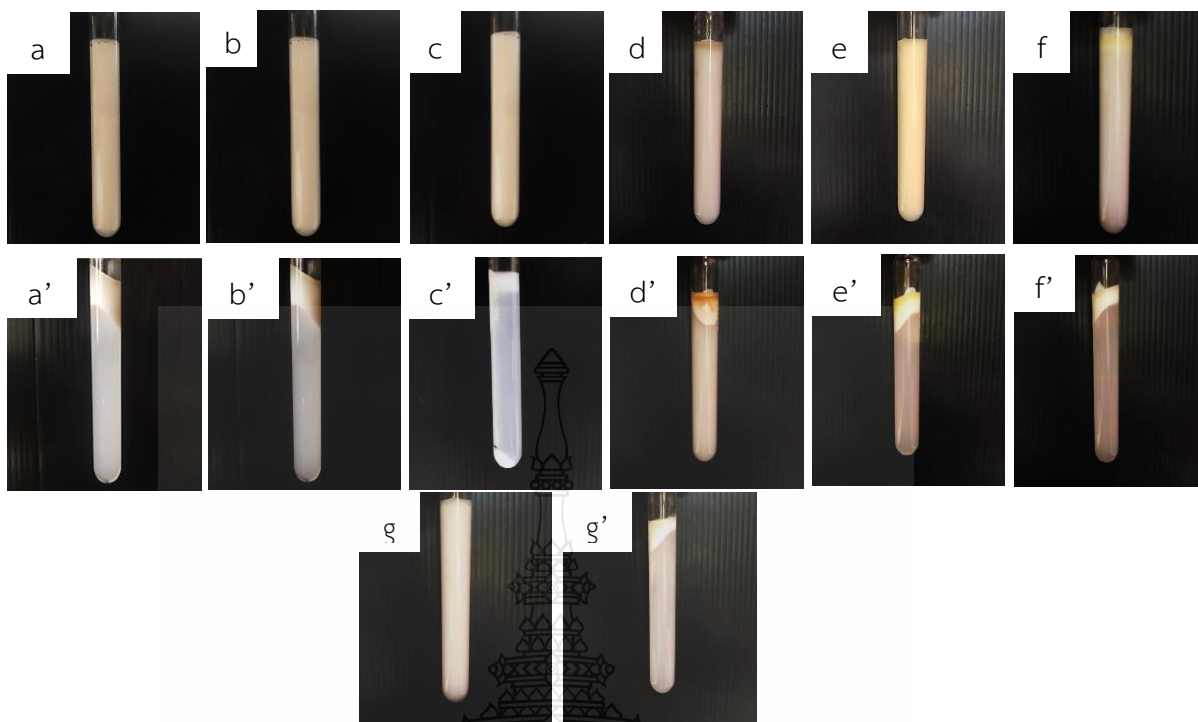
การเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลชีวภาพ ได้เลือกใช้เซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทเป็นเปลือกพอลิเมอร์แคปซูล โดยทำการโคพอลิเมอไรซ์กับเมทาคริเลทมอนอเมอร์เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของเปลือกแคปซูล ลดปริมาณการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ และเพิ่มการแยกวัฏภาคของเปลือกแคปซูลกับกรดคาฟริกที่ต้องการหุ้มไว้ภายใน มอนอเมอร์ที่เลือกใช้เป็นกลุ่มเมทาคริเลทซึ่งเป็นเกิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatible polymer) และไม่เป็นพิษ และถูกใช้กันอย่างแพร่หลายในการเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์และพอลิเมอร์แคปซูลจำนวน 3 ชนิด คือ เมทิลเมทาคริเลท ไกลซิดิลเมทา

ริเลท และบิวทิลเมทาคริเลท ซึ่งมีค่าการละลายน้ำ (Water solubility) แตกต่างกัน คือ 5, 1.5 และ 0.3 กรัม ต่อ 100 มิลลิลิตร สำหรับไกลซิดิลเมทาคริเลท เมทิลเมทาคริเลท และบิวทิลเมทาคริเลท ตามลำดับ โดยทำการศึกษาผลของอัตราส่วนของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิลเรพท์มอโนเมอร์ที่มีต่อสัดส่วนวิทยาของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ประสิทธิภาพการกักเก็บ และสมบัติทางความร้อนของกรดคาพริก

จากการศึกษาลักษณะของสารแขวนลอยที่เกิดขึ้นพบว่าที่ทุกอัตราส่วนเกิดเป็นสารแขวนลอยสีขุ่นขาวเหมือนนํ้านม ดังภาพที่ 4.2(a-g) 4.3(a-g) และ 4.4(a-g) ตามลำดับ หลังจากการปั่นเหวี่ยงด้วยอัตราเร็ว 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที จะเกิดการแยกชั้นของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล ในขณะที่ชั้นน้ำจะมีสีขาวขุ่น เนื่องจากการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระขนาดระดับนาโนเมตรในชั้นน้ำผ่านกลไกการสังเคราะห์แบบอิมัลชันแข่งขันกับการเกิดพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลในหยดสารอินทรีย์ ซึ่งพบได้ทั่วไปในการเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลของมอนอเมอร์ที่มีความชอบน้ำด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย ดังภาพที่ 4.2(a'-g') 4.3(a'-g') และ 4.4(a'-g')

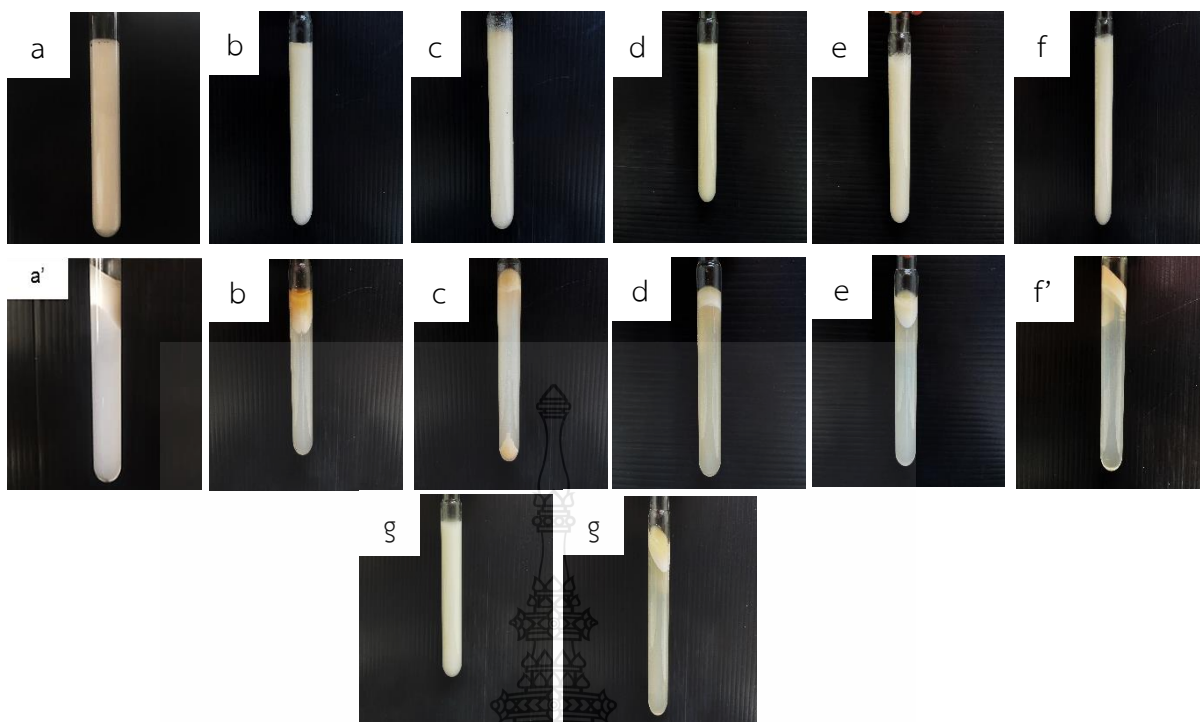


ภาพที่ 4.2 สารแขวนลอยก่อน (a-g) และหลัง (a'-g') การปั่นเหวี่ยงของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิไกลซิดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อไกลซิดิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (a และ a'); 75: 25 (b และ b'); 67: 33 (c และ c'); 50: 50 (d และ d'); 33: 67 (e และ e'); 25: 75 (f และ f') และ 0: 100 (g และ g')



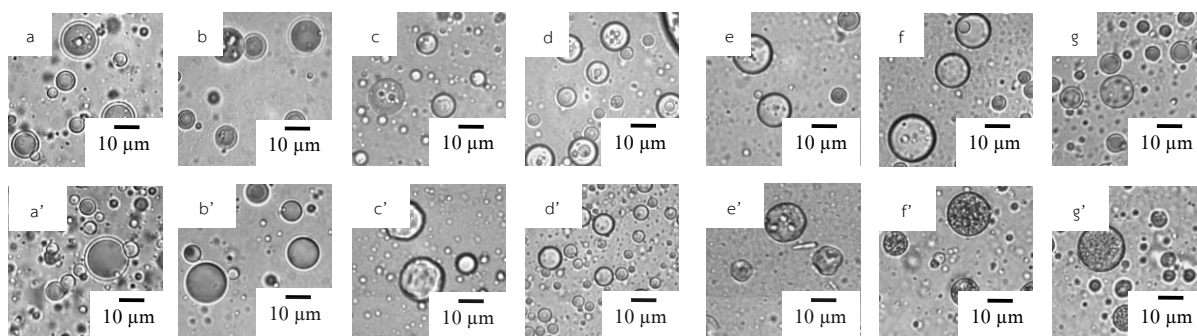
ภาพที่ 4.3 สารแขวนลอยก่อน (a-g) และหลัง (a'-g') การป็นเหวี่ยงของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาฟริก ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อเมทิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (a และ a'); 75: 25 (b และ b'); 67: 33 (c และ c'); 50: 50 (d และ d'); 33: 67 (e และ e'); 25: 75 (f และ f') และ 0: 100 (g และ g')

เมื่อทำการวิเคราะห์ปริมาณอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำพบว่า การใช้ไกลซีดิลเมทาคริเลทจะเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำอยู่ในช่วง 9-45% (ตารางที่ 4.1) สูงกว่าการใช้เมทิลเมทาคริเลทที่มีค่าประมาณ 4-12% (ตารางที่ 4.2) และบิวทิลเมทาคริเลทในช่วง 1-11% (ตารางที่ 4.3) สอดคล้องกับค่าการละลายน้ำของมอนอเมอร์ทั้งสามชนิด ซึ่งไกลซีดิลเมทาคริเลทมีค่าการละลายน้ำสูงที่สุดจึงเคลื่อนที่ออกมาเกิดการพอลิเมอร์ไรเซชันในชั้นน้ำได้มากกว่ามอนอเมอร์เมทิลเมทาคริเลทและบิวทิลเมทาคริเลท ปัญหาของการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำปริมาณมากจะทำให้เกิดเป็นเปลือกพอลิเมอร์แคปซูลน้อยลง ได้เปลือกที่บางและอาจจะไม่แข็งแรง นอกจากนั้น อนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำที่เกิดขึ้นจะทำให้เกิดการจับตัวกันเป็นก้อนของอนุภาคและแคปซูลได้

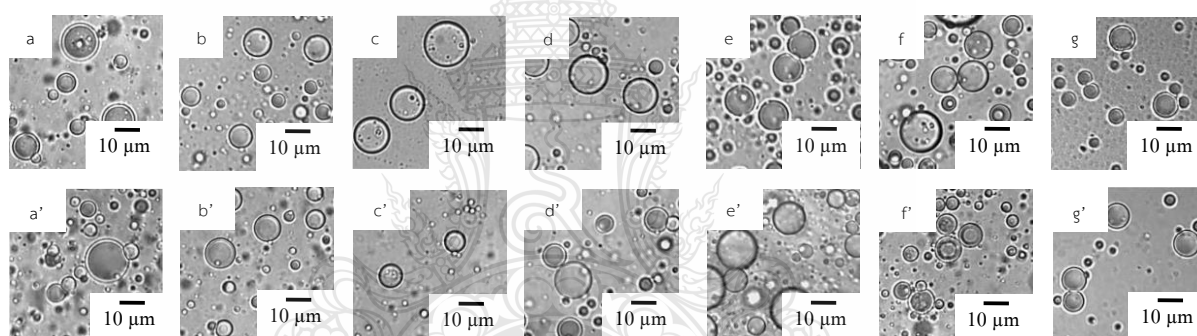


ภาพที่ 4.4 สารแขวนลอยก่อน (a-g) และหลัง (a'-g') การปั่นเหวี่ยงของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิ บิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่ อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อบิวทิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (a และ a'); 75: 25 (b และ b'); 67: 33 (c และ c'); 50: 50 (d และ d'); 33: 67 (e และ e'); 25: 75 (f และ f') และ 0: 100 (g และ g')

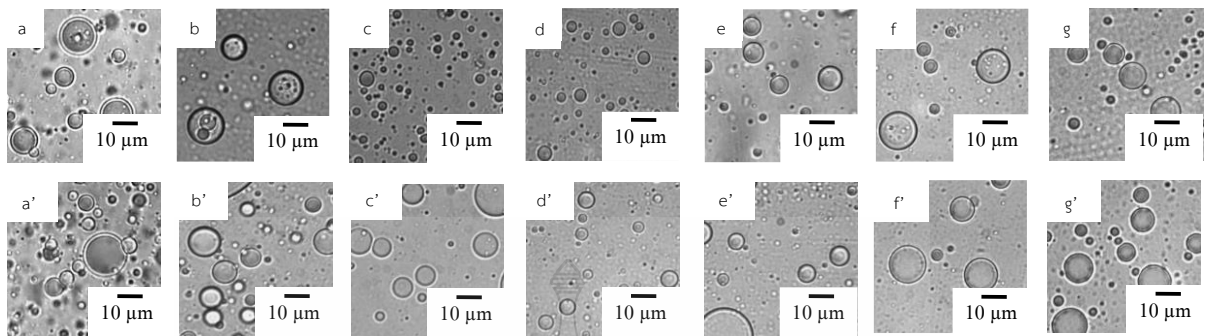
เมื่อเปรียบเทียบรูปร่างลักษณะของพอลิเมอร์แคปซูลที่เตรียมได้ พบว่าพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้จากมอนอเมอร์ทั้ง 3 ชนิด มีรูปร่างลักษณะเป็นทรงกลม ขนาดระดับไมโครเมตร มีการกระจายตัวที่กว้างของขนาดอนุภาค และขนาดใกล้เคียงกันทั้งก่อนและหลังการสังเคราะห์ ดังภาพที่ 4.5-4.7



ภาพที่ 4.5 Optical micrograph ของหยดมอนอเมอร์ (a-g) และเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเอทิลีนเททาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก (a'-g') ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (a, a'); 75: 25 (b, b'); 67: 33 (c, c'); 50: 50 (d, d'); 33: 67 (e, e'); 25: 75 (f, f') และ 0: 100 (g, g')



ภาพที่ 4.6 Optical micrograph ของหยดมอนอเมอร์ (a-g) และเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิไกลซิดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก (a'-g') ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อไกลซิดิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (a, a'); 75: 25 (b, b'); 67: 33 (c, c'); 50: 50 (d, d'); 33: 67 (e, e'); 25: 75 (f, f') และ 0: 100 (g, g')

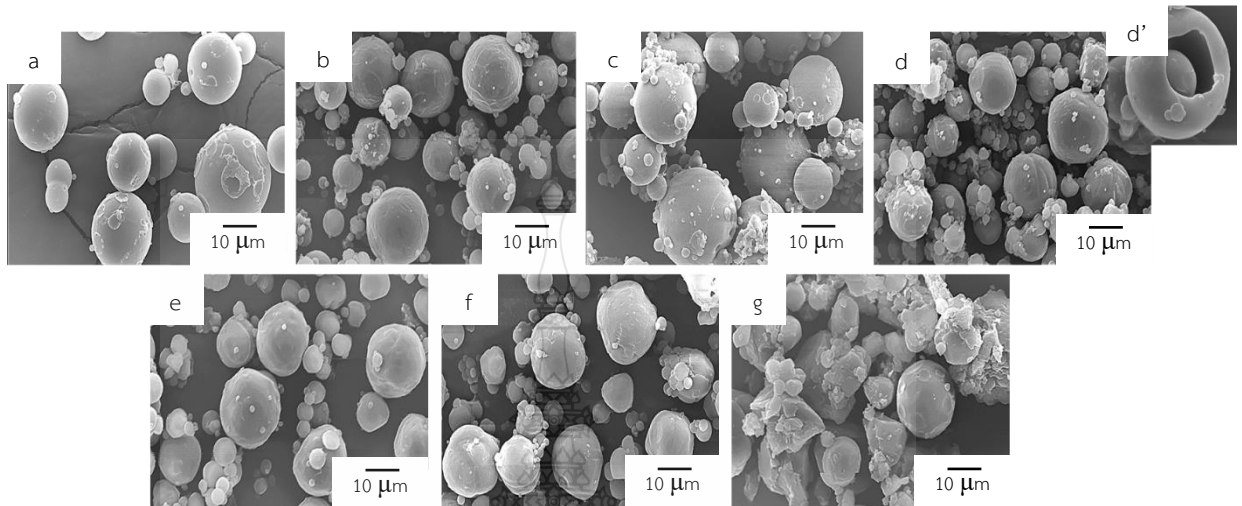


ภาพที่ 4.7 Optical micrograph ของหยดมอนอเมอร์ (a-g) และเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก (a'-g') ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อบิวทิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (a, a'); 75: 25 (b, b'); 67: 33 (c, c'); 50: 50 (d, d'); 33: 67 (e, e'); 25: 75 (f, f') และ 0: 100 (g, g')

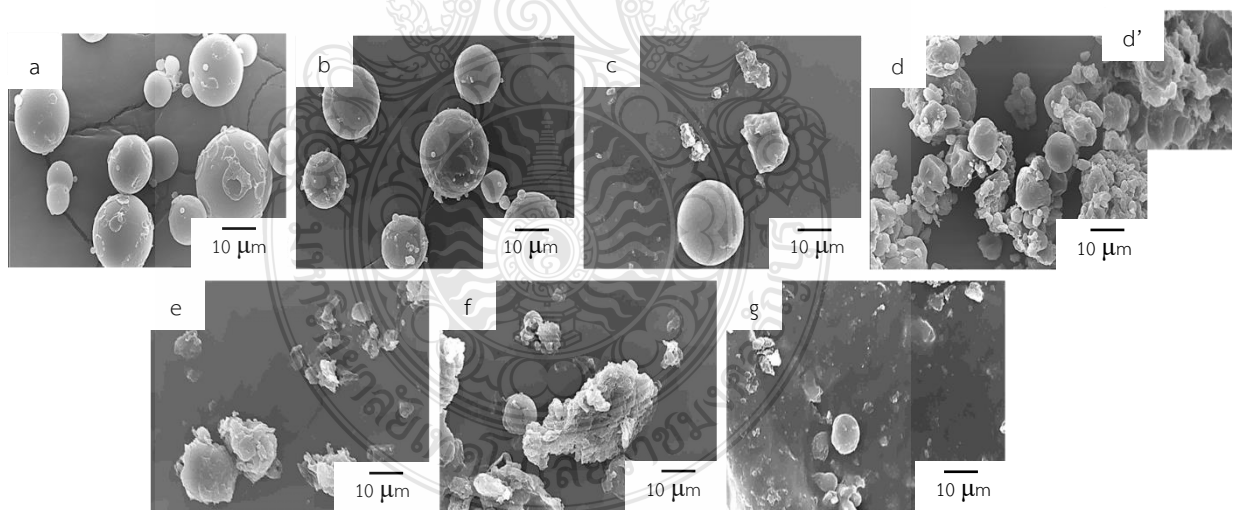
นำพอลิเมอร์แคปซูลที่เตรียมได้ไปตรวจสอบทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่า กรณิของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูล แคปซูลที่ได้เป็นทรงกลม พื้นผิวเรียบ ขนาดระดับไมโครเมตร และไม่จับตัวกันเป็นก้อน มีการกระจายตัวที่ดี ดังภาพที่ 4.8 ในกรณีของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิโกลซิดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูล เมื่อใช้ปริมาณของโกลซิดิลเมทาคริเลทต่ำ จะได้แคปซูลที่ได้เป็นทรงกลม พื้นผิวเรียบ ขนาดระดับไมโครเมตร และไม่จับตัวกันเป็นก้อน มีการกระจายตัวที่ดี แต่เมื่อเพิ่มปริมาณโกลซิดิลเมทาคริเลท แคปซูลที่ได้จะเริ่มจับตัวกันมากขึ้น ดังภาพที่ 4.9 ซึ่งน่าจะเนื่องจากมีอนุภาคพอลิเมอร์อิสระเกิดขึ้นในน้ำจำนวนมากสอดคล้องกับปริมาณอนุภาคพอลิเมอร์อิสระที่วิเคราะห์ได้ข้างต้น เมื่อใช้บิวทิลเมทาคริเลท ที่ปริมาณต่ำๆ ลักษณะแคปซูลที่ได้จะเป็นขนาดระดับไมโครเมตร พื้นผิวเรียบทรงกลม และมีการกระจายตัวที่ดี แต่เมื่อเพิ่มปริมาณบิวทิลเมทาคริเลทมากขึ้น จะเกิดการจับตัวเป็นก้อน ดังภาพที่ 4.10 เนื่องจากพอลิบิวทิลอะคริเลทมีอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วต่ำทำให้เกิดการจับตัวกัน

เมื่อนำแคปซูลมาบด พบว่ากรณีที่ใช้เมทิลเมทาคริเลท แคปซูลที่ได้มีสัณฐานวิทยาแบบแกน-เปลือก (ภาพที่ 4.8 d') ซึ่งเป็นลักษณะแคปซูลที่มีคุณสมบัติกักเก็บวัสดุเก็บความร้อนไว้ภายในได้ดี ไม่เกิดการรั่วไหลออกมาระหว่างการใช้งาน ในขณะที่การใช้โกลซิดิลเมทาคริเลทและบิวทิลอะคริเลทไม่เกิดสัณฐานวิทยาดังกล่าว (ภาพที่ 4.9 d' และ 4.10 d') ซึ่งน่าจะเนื่องจากเมทิลเมทาคริเลทมี

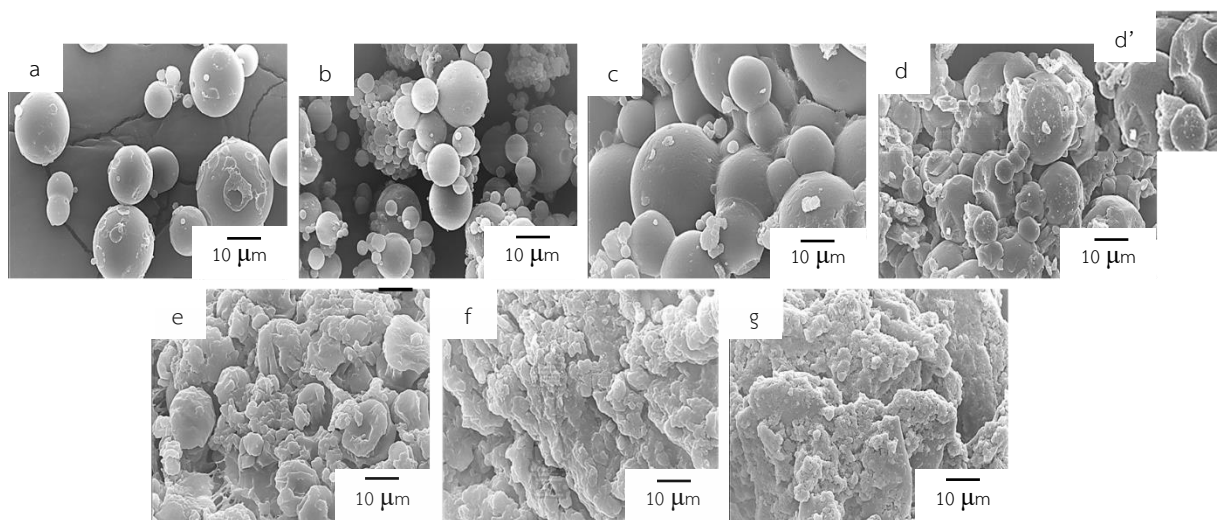
ค่าพารามิเตอร์การละลายใกล้เคียงกับน้ำมากกว่ากรดคาฟริก จึงเคลื่อนที่ออกมาด้านนอกเกิดเป็น
แคปซูลแบบแกน-เปลือก



ภาพที่ 4.8 SEM micrograph ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโคร
แคปซูลหุ้มกรดคาฟริก ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก):
100: 0 (a); 75: 25 (b); 67: 33 (c); 50: 50 (d); 33: 67 (e); 25: 75 (f) และ 0: 100 (g)



ภาพที่ 4.9 SEM micrograph ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิไกลิซิลเมทาคริเลทไมโคร
แคปซูลหุ้มกรดคาฟริก ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อไกลิซิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดย
น้ำหนัก): 100: 0 (a); 75: 25 (b); 67: 33 (c); 50: 50 (d); 33: 67 (e); 25: 75 (f) และ 0: 100 (g)



ภาพที่ 4.10 SEM micrograph ของเซลลูโลสอะซิเตท-ไคโตซาน-กราฟท์-พอลิไวนิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก ที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทไคโตซานต่อไวนิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (a); 75: 25 (b); 67: 33 (c); 50: 50 (d); 33: 67 (e); 25: 75 (f) และ 0: 100 (g)

จากการศึกษาผลของเปอร์เซ็นต์ของมอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์พบว่าโดยส่วนใหญ่มีเปอร์เซ็นต์ของมอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์ประมาณ 100 เปอร์เซ็นต์ ดังตารางที่ 4.1, 4.2 และ 4.3 ยกเว้นสภาวะที่ใช้มอนอเมอร์ไกลซิไดลเมทาคริเลทที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทต่อไกลซิไดลเมทาคริเลท 0: 100 มีเปอร์เซ็นต์ของมอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์ 77 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งน่าจะเนื่องจากเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำสูงจึงอาจเกิดการจับตัวกันเป็นก้อน ทำให้การวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคการชั่งน้ำหนักมีความคลาดเคลื่อน ส่วนสภาวะที่ใช้มอนอเมอร์ไวนิลเมทาคริเลทที่อัตราส่วนเซลลูโลสอะซิเตทต่อไวนิลเมทาคริเลท 25: 75 และ 0: 100 มีเปอร์เซ็นต์ของมอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์ 79 และ 19 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งน่าจะเนื่องจากอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของพอลิไวนิลเมทาคริเลทมีค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วต่ำจึงอาจเกิดการจับตัวกันเป็นก้อน ทำให้การวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ของมอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคการชั่งน้ำหนักเกิดความคลาดเคลื่อนเช่นเดียวกัน

ตารางที่ 4.1 เปอร์เซนต์ของมอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซนต์อนุภาคพอลิเมอร์อิสระ และขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิไกลซิديلเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP

(CAB: GMA) (%w/w)	%Conversion	Size of free particles			
		%F _p (±SD) (%w/w)	d _v (nm)	d _n (nm)	d _v /d _n
100: 0	-	-	473 (±182.80)	362 (±96.00)	1.30
75: 25	100	9 (±5.07)	404 (±137.50)	321 (±80.30)	0.10
67: 33	100	11 (±1.26)	439 (±250.60)	304 (±86.00)	0.31
50: 50	100	14 (±0.44)	253 (±67.20)	330 (±125.10)	0.15
33: 67	100	35 (±0.83)	285 (±78.20)	385 (±164.00)	0.24
25: 75	100	19 (±0.21)	250 (±116.60)	183 (±50.00)	0.23
0: 100	77	45 (±23.22)	205 (±57.90)	296 (±171.50)	0.31

ตารางที่ 4.2 เปอร์เซนต์ของมอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซนต์อนุภาคพอลิเมอร์อิสระ และขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของเซลล์โลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP

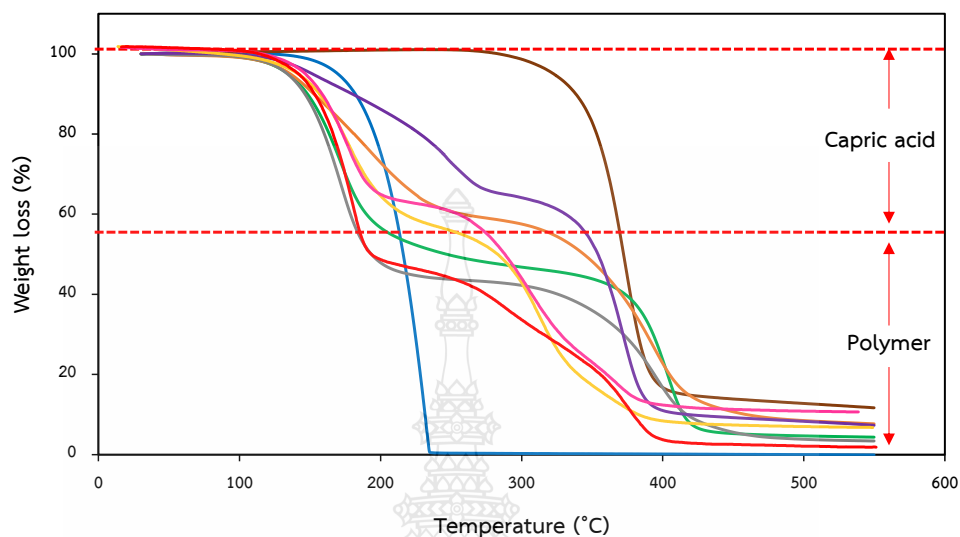
		Size of free particles			
(CAB: MMA) (%w/w)	%Conversion				
		%F _p (±SD) (%w/w)	d _v (nm)	d _n (nm)	d _v /d _n
100: 0	-	-	473 (±182.80)	362 (±96.00)	1.30
75: 25	100	6 (±0.34)	377 (±246.20)	255 (±71.40)	1.48
67: 33	100	4 (±0.63)	275 (±160.73)	190 (±52.96)	1.44
50: 50	100	7 (±1.50)	301 (±142.93)	217 (±60.80)	1.38
33: 67	100	12 (±0.37)	250 (±154.30)	170 (±48.00)	1.47
25: 75	100	6 (±0.93)	231 (±69.40)	338 (±171.70)	0.68
0: 100	100	3 (±0.44)	255 (±100.6)	165 (±45.8)	1.54

ตารางที่ 4.3 เปอร์เซนต์ของมอนอเมอร์เปลี่ยนกลายเป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซนต์อุณหภูมิพอลิเมอร์อิสระ และขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP

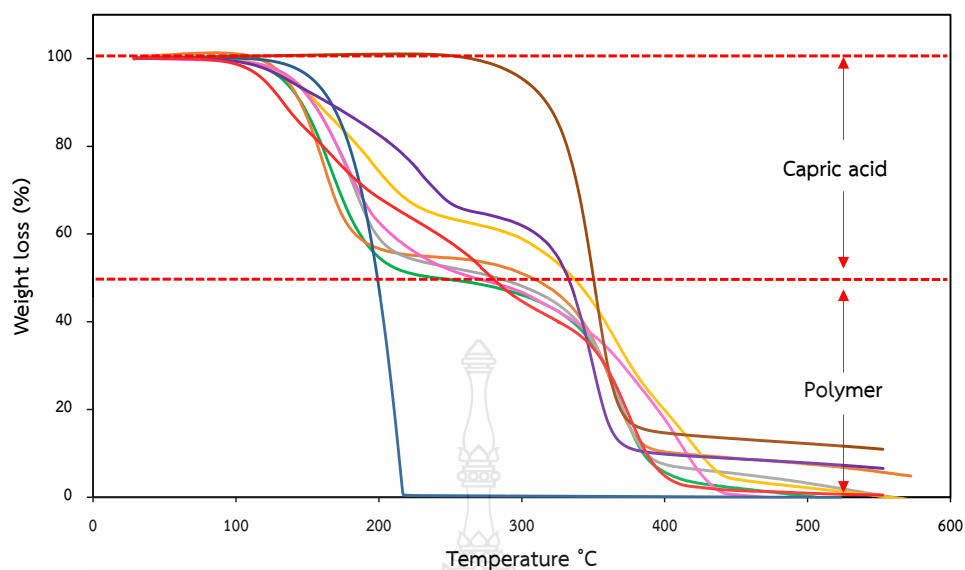
(CAB: BMA) (%w/w)	%Conversion	Size of free particles			
		%F _p (±SD) (%w/w)	d _v (nm)	d _n (nm)	d _v /d _n
100: 0	-	-	473 (±182.80)	362 (±96.00)	1.30
75: 25	100	1 (±0.25)	215 (±59.00)	297 (±146.00)	0.26
67: 33	100	6 (±0.05)	237 (±60.20)	306 (±135.70)	0.272
50: 50	100	3 (±0.33)	203 (±57.10)	280 (±135.70)	0.233
33: 67	100	2 (±0.27)	144 (±41.60)	210 (±116.90)	0.263
25: 75	79	5 (±0.59)	202 (±54.70)	274 (±127.00)	0.258
0: 100	19	11 (±9.95)	312 (±125.80)	238 (±62.30)	0.209

เมื่อนำเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิลเมทาคริเลทพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP โดยใช้มอนอเมอร์ทั้ง 3 ชนิด มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA จะเห็นว่าการสลายตัว 2 ขั้น คือ ขั้นแรก เป็นการสลายตัวของกรดคาพริกที่อุณหภูมิ 180-250 องศาเซลเซียส และขั้นที่สอง เป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ตั้งแต่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส สอดคล้องกับการสลายตัวของกรดคาพริกและเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิลเมทาคริเลทตั้งต้น ดังภาพที่ 4.11, 4.12 และ 4.13 ซึ่งเป็นการยืนยันว่าสามารถเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก จาก TGA เทอร์โมแกรมสามารถวิเคราะห์ปริมาณของกรดคาพริกที่ถูกกักเก็บในไมโครแคปซูลหรือร้อยละการบรรจุได้ ตามตารางที่ 4.4, 4.5 และ 4.6 โดยมีค่าอยู่ในช่วง 34-56, 32-46 และ 34-84 % สำหรับการใส่ไกลซิดิลเมทาคริเลท เมทิลเมทาคริเลท และบิวทิลเมทาคริเลท ตามลำดับ และมีร้อยละการกักเก็บ อยู่

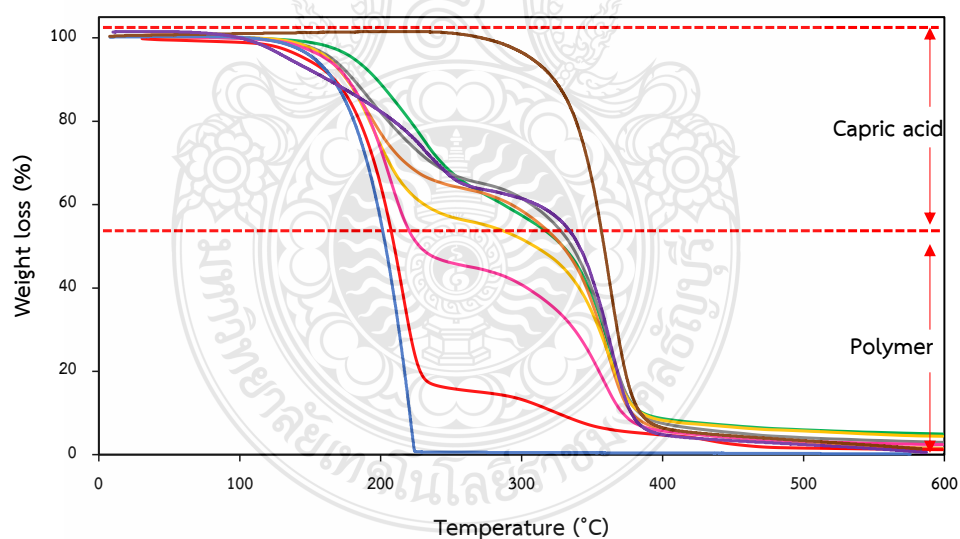
ในช่วง 68-98, 68-90 และ 68-95 % สำหรับการใส่ไกลซีดิลเมทาคริเลท เมทิลเมทาคริเลท และบิวทิลเมทาคริเลท ตามลำดับ



ภาพที่ 4.11 TGA thermogram ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิลเรท-กราฟท์-พอลิไกลซีดิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาปริคที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิลเรทต่อไกลซีดิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (—); 75: 25 (—); 67: 33 (—); 50: 50 (—); 33: 67 (—); 25: 75 (—); 0: 100 (—); CA (—) และ CAB (—)



ภาพที่ 4.12 TGA thermogram ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (—); 75: 25 (—); 67: 33 (—); 50: 50 (—); 33: 67 (—); 25: 75 (—); 0: 100 (—); CA (—) และ CAB (—)



ภาพที่ 4.13 TGA thermogram ของเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อบิวทิลเมทาคริเลท (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 100: 0 (—); 75: 25 (—); 67: 33 (—); 50: 50 (—); 33: 67 (—); 25: 75 (—); 0: 100 (—); CA (—) และ CAB (—)

ตารางที่ 4.4 ร้อยละการบรรจุและการกักเก็บของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิซิติลเมทาคริเลทไม่
โครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่
อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อโกลซิติลเมทาคริเลท

(CAB: GMA) (%w/w)	%Loading		%Encapsulation
	Experiment	Calculation	
100: 0	34	50	68
75: 25	50	52	96
67: 33	40	53	75
50: 50	55	56	98
33: 67	46	60	76
25: 75	41	55	75
0: 100	56	65	86

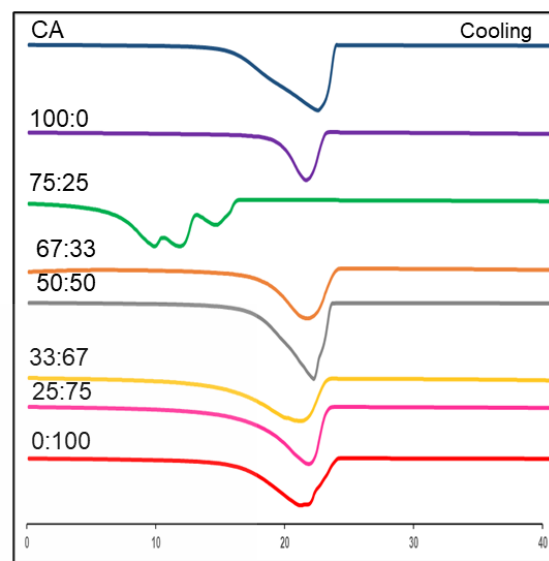
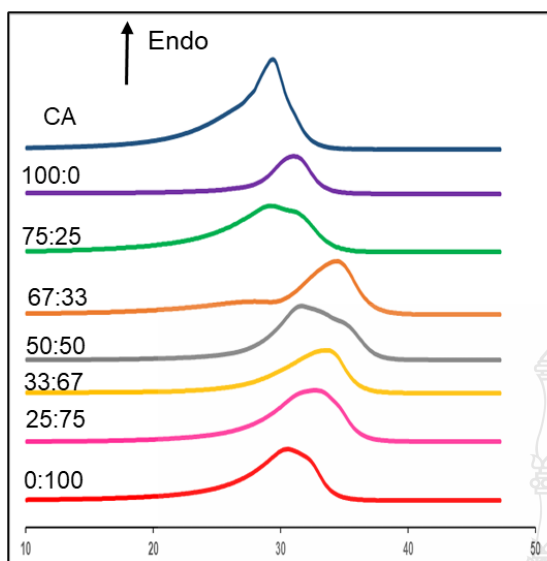
ตารางที่ 4.5 ร้อยละการบรรจุและการกักเก็บของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไม่
โครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่
อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อเมทิลเมทาคริเลท

(CAB: MMA) (%w/w)	%Loading		%Encapsulation
	Experiment	Calculation	
100: 0	34	50	68
75: 25	46	52	88
67: 33	46	51	90
50: 50	45	52	87
33: 67	32	53	60
25: 75	45	52	87
0: 100	37	50	74

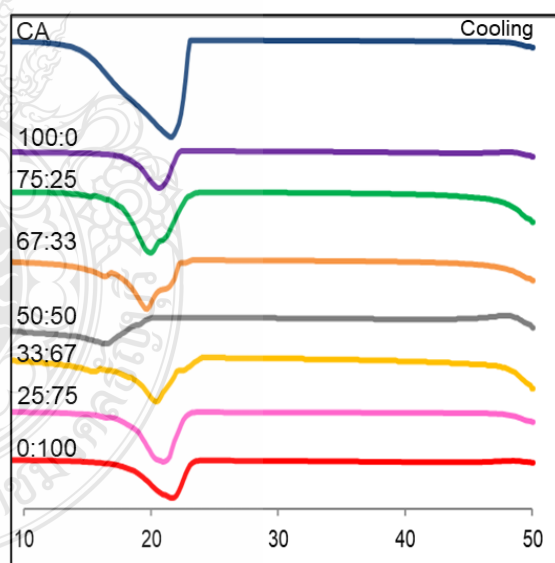
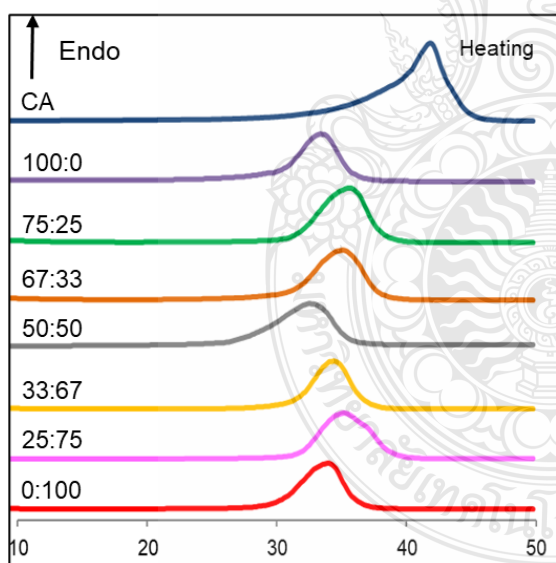
ตารางที่ 4.6 ร้อยละการบรรจุและการกักเก็บของเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสอะซิเตทต่อบิวทิลเมทาคริเลท

(CAB: BMA) (%w/w)	%Loading		%Encapsulation
	Experiment	Calculation	
100: 0	34	50	68
75: 25	37	50	74
67: 33	36	51	71
50: 50	35	50	70
33: 67	44	50	88
25: 75	54	57	95
0: 100	84	93	90

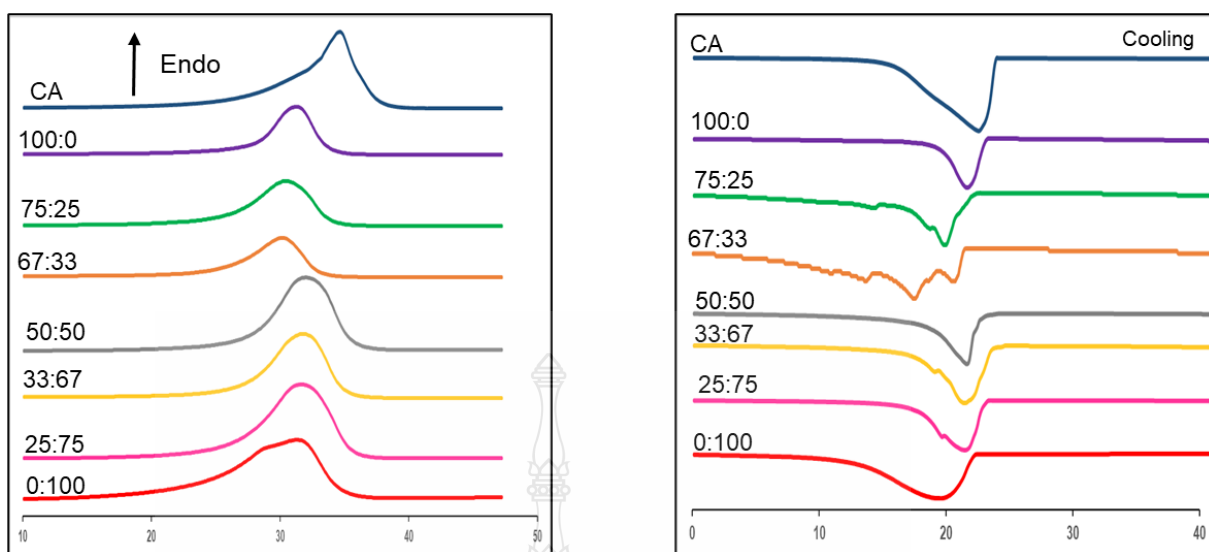
จากนั้น ทำการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกที่ถูกกักเก็บในไมโครแคปซูลด้วยเทคนิค DSC พบว่า กรดคาพริกบริสุทธิ์ตั้งต้นมีค่าความร้อนแฝงในการดูดความร้อน 181 จูลต่อกรัม และอุณหภูมิเริ่มต้นในการดูดความร้อนที่ 29 องศาเซลเซียส ส่วนค่าความร้อนแฝงในการคายความร้อน คือ 180 จูลต่อกรัม และอุณหภูมิเริ่มต้นในการคายความร้อนที่ 26 องศาเซลเซียส แต่เมื่อเตรียมให้อยู่ในรูปของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลพบว่าค่าความร้อนแฝงในการดูดและคายความร้อนของไมโครแคปซูลที่ใช้ โกลซีดีลเมทาคริเลท เมทิลเมทาคริเลท และบิวทิลเมทาคริเลทลดลงจากค่าของกรดคาพริกบริสุทธิ์ตั้งต้น โดยมีค่าความร้อนแฝงในการดูดความร้อนประมาณ 86-219, 86-145 และ 86-193 จูลต่อกรัม ตามลำดับ และค่าความร้อนแฝงในการคายความร้อนประมาณ 71-195, 71-131 และ 71-197 จูลต่อกรัม ตามลำดับ ดังตารางที่ 4.7, 4.8 และ 4.9 ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่พบได้ทั่วไปในการกักเก็บวัสดุเปลี่ยนสถานะในพอลิเมอร์แคปซูล อย่างไรก็ตาม จากผลการทดลองพบว่าอุณหภูมิเริ่มต้นในการดูดและคายความร้อนใกล้เคียงกับของกรดคาพริก บริสุทธิ์ตั้งต้น แล้วยังไม่เกิดการเย็นตัวยิ่งยวด ดังภาพที่ 4.14, 4.15 และ 4.16 ซึ่งเป็นข้อดีของวัสดุเปลี่ยนสถานะกลุ่มกรดไขมัน ต่างจากการกักเก็บวัสดุเปลี่ยนสถานะกลุ่มพาราฟินที่เกิดการเย็นตัวยิ่งยวดอย่างมาก [17, 20, 22, 75]



ภาพที่ 4.14 DSC thermogram ของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูโลสอะซิเตทบิวทีเรท-กราฟท์-พอลิไกลซิดิลเมทาคริเลทไม่โครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ



ภาพที่ 4.15 DSC thermogram ของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูโลสอะซิเตทบิวทีเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไม่โครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ



ภาพที่ 4.16 DSC thermogram ของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ

ตารางที่ 4.7 สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูลอสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิไกลิซิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ

CAB: GMA (%w/w)	Thermal properties			
	ΔH_m^* (J/g-CA)	ΔH_c^* (J/g-CA)	T_m (°C) peak	T_c (°C) peak
Pure CA	181 (± 2.99)	180 (± 2.13)	29 (± 0.12)	26 (± 0.31)
100: 0	86 (± 1.33)	71 (± 0.91)	28 (± 0.06)	23 (± 0.04)
75: 25	109 (± 2.52)	96 (± 1.54)	24 (± 0.02)	14 (± 0.35)
67: 33	121 (± 0.68)	77 (± 0.42)	28 (± 0.02)	24 (± 0.12)
50: 50	180 (± 1.42)	177 (± 1.43)	28 (± 0.14)	16 (± 0.64)
33: 67	134 (± 1.48)	120 (± 2.62)	27 (± 0.16)	23 (± 0.07)
25: 75	219 (± 1.06)	195 (± 1.46)	27 (± 0.01)	24 (± 0.20)
0: 100	192 (± 1.39)	192 (± 0.11)	25 (± 0.15)	24 (± 0.15)

ตารางที่ 4.8 สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลล์โลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ

CAB: MMA (%w/w)	Thermal properties			
	ΔH_m^* (J/g-CA)	ΔH_c^* (J/g-CA)	T_m (°C) peak	T_c (°C) peak
Pure CA	181 (± 2.99)	180 (± 2.13)	29 (± 0.12)	26 (± 0.31)
100: 0	86 (± 1.33)	71 (± 0.91)	28 (± 0.06)	23 (± 0.04)
75: 25	105 (± 2.98)	102 (± 2.11)	29 (± 0.03)	23 (± 2.62)
67: 33	145 (± 3.24)	131 (± 2.88)	29 (± 0.12)	23 (± 0.38)
50: 50	106 (± 7.76)	103 (± 9.43)	25 (± 0.41)	20 (± 0.18)
33: 67	102 (± 2.62)	99 (± 2.60)	29 (± 0.11)	23 (± 1.25)
25: 75	113 (± 5.23)	105 (± 5.38)	29 (± 0.26)	24 (± 0.28)
0: 100	95 (± 25.89)	92 (± 30.35)	28 (± 0.21)	24 (± 0.58)

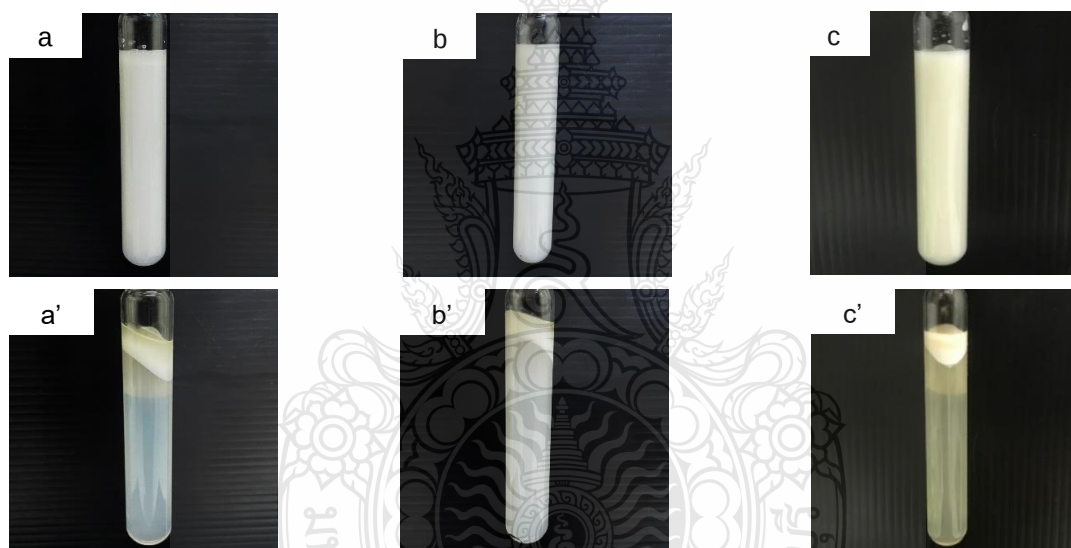
ตารางที่ 4.9 สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกตั้งต้นและกรดคาพริกในเซลลูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิบิวทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่อัตราส่วนต่าง ๆ

CAB: BMA		Thermal properties		
(%w/w)	ΔH_m^* (J/g-CA)	ΔH_c^* (J/g-CA)	T_m (°C) peak	T_c (°C) peak
Pure CA	181 (± 2.99)	180 (± 2.13)	29 (± 0.12)	26 (± 0.31)
100: 0	86 (± 1.33)	71 (± 0.91)	28 (± 0.06)	23 (± 0.04)
75: 25	105 (± 0.61)	78 (± 0.44)	26 (± 0.08)	22 (± 0.11)
67: 33	148 (± 0.57)	126 (± 0.68)	26 (± 0.02)	21 (± 0.25)
50: 50	171 (± 2.59)	155 (± 3.19)	28 (± 0.05)	23 (± 0.72)
33: 67	184 (± 0.43)	170 (± 0.33)	27 (± 0.05)	24 (± 0.45)
25: 75	193 (± 1.17)	197 (± 1.75)	26 (± 0.07)	23 (± 0.71)
0: 100	88 (± 0.07)	90 (± 0.71)	24 (± 0.11)	22 (± 0.15)

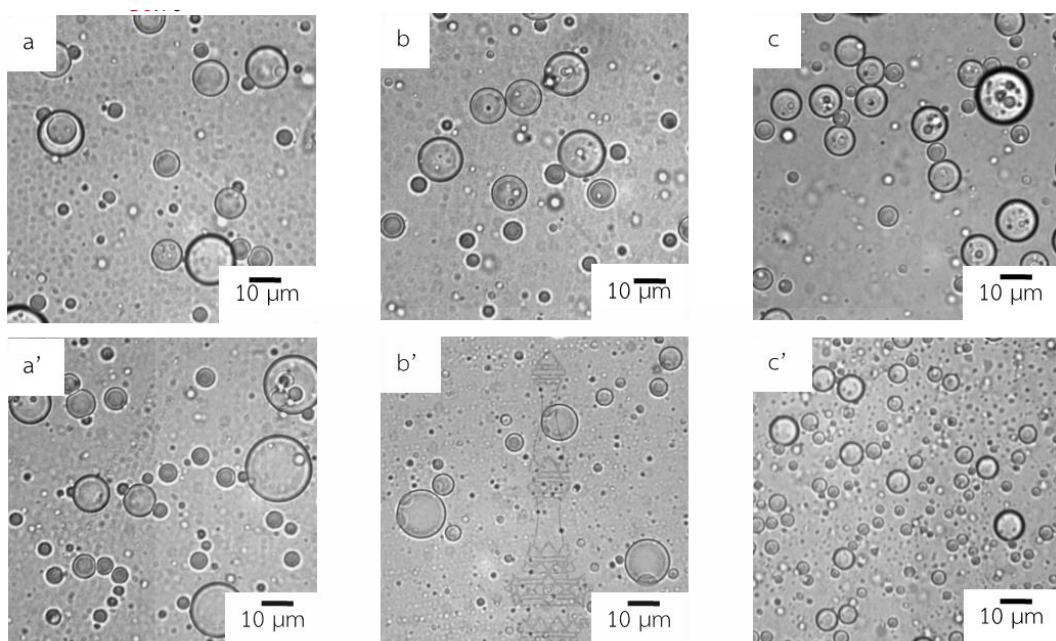
จากผลการศึกษาการเตรียมเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมอร์หุ้มกรดคาพริกไมโครแคปซูลที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP โดยใช้มอนอเมอร์ทั้ง 3 ชนิด สังเกตเห็นว่าการใช้พอลิเมทิลเมทาคริเลททำให้ได้พอลิเมอร์แคปซูลทรงกลมแบบแกน-เปลือก ที่มีความเสถียร ไม่เกิดการจับตัวกันเป็นก้อน ไม่เกิดการเย็นตัวยิ่งยวด ถึงแม้ว่าจะมีค่าความร้อนแฝงในการเปลี่ยนสถานะลดลงจากกรดคาพริกตั้งต้นเล็กน้อย จึงน่าจะเหมาะสมกับการนำไปประยุกต์ใช้ในการควบคุมอุณหภูมิผลิตภัณฑ์ โดยเลือกสภาวะที่ใช้เซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทิลเมทาคริเลทอัตราส่วน 67: 33 ไปใช้ในการทดลองขั้นต่อไป

4.1.3 อัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก

เมื่อได้ปริมาณและชนิดของมอนอเมอร์ที่เหมาะสมแล้ว ในขั้นตอนนี้ได้ทำการศึกษาอัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริกที่เหมาะสมที่สามารถกักเก็บกรดคาพริกได้มากที่สุด ในขณะที่ยังคงได้แคปซูลที่มีความเสถียรและแข็งแรง โดยทำการศึกษาพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริกที่ 3 อัตราส่วน คือ 50: 50 40: 60 และ 30: 70 จากการศึกษาลักษณะของอิมัลชันที่เกิดขึ้นหลังจากการปั่นเหวี่ยงด้วยอัตราเร็ว 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 20 นาที อนุภาคระดับไมโครเมตรจะเกิดการตกตะกอนแยกชั้นอยู่ด้านบน ส่วนชั้นน้ำมีลักษณะขุ่นเล็กน้อย ดังภาพที่ 4.17 โดยมีการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำค่อนข้างต่ำ ประมาณ 4-6% (ตารางที่ 4.10) และจากการศึกษาลักษณะสัณฐานทางวิทยาพบว่าไมโครแคปซูลที่เตรียมได้มีความเสถียรทางคอลลอยด์ ไม่จับตัวกัน มีลักษณะเป็นทรงกลม ดังภาพที่ 4.18



ภาพที่ 4.17 อิมัลชันก่อน (a-c) และหลัง (a'-c') การปั่นเหวี่ยงของอนุภาคเซลล์ูโลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทหุ้มกรดคาพริก ที่เตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก 30: 70 (a และ a'); 40: 60 (b และ b') และ 50: 50 (c และ c')

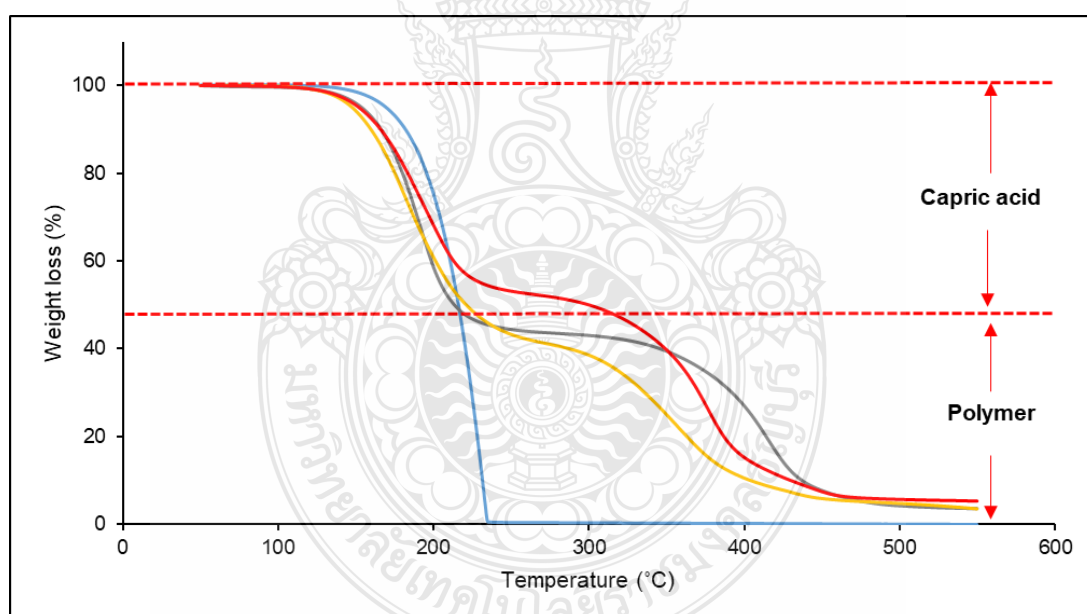


ภาพที่ 4.18 Optical micrograph ของหยดมอนอเมอร์ (a-c) และเซลลูลอสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริก (a'-c') ที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก 30:70 (a และ a'); 40:60 (b และ b') และ 50:50 (c และ c')

ตารางที่ 4.10 เปอร์เซ็นต์ที่มอนอเมอร์เปลี่ยนไปเป็นพอลิเมอร์ เปอร์เซ็นต์อนุภาคพอลิเมอร์อิสระ และ ขนาดของอนุภาคพอลิเมอร์อิสระของเซลลูลอสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลท หุ้มกรดคาพริก ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP

(Polymer: CA) (%w/w)	%Conversion	Size of free particles			
		%F _p (±SD) (%w/w)	d _v (nm)	d _n (nm)	d _v /d _n
30: 70	100	4 (±0.72)	282 (±110.30)	216 (±57.10)	1.30
40: 60	100	6 (±0.86)	318 (±141.00)	237 (±63.40)	1.34
50: 50	100	4 (±0.44)	253 (±67.20)	330 (±125.10)	0.15

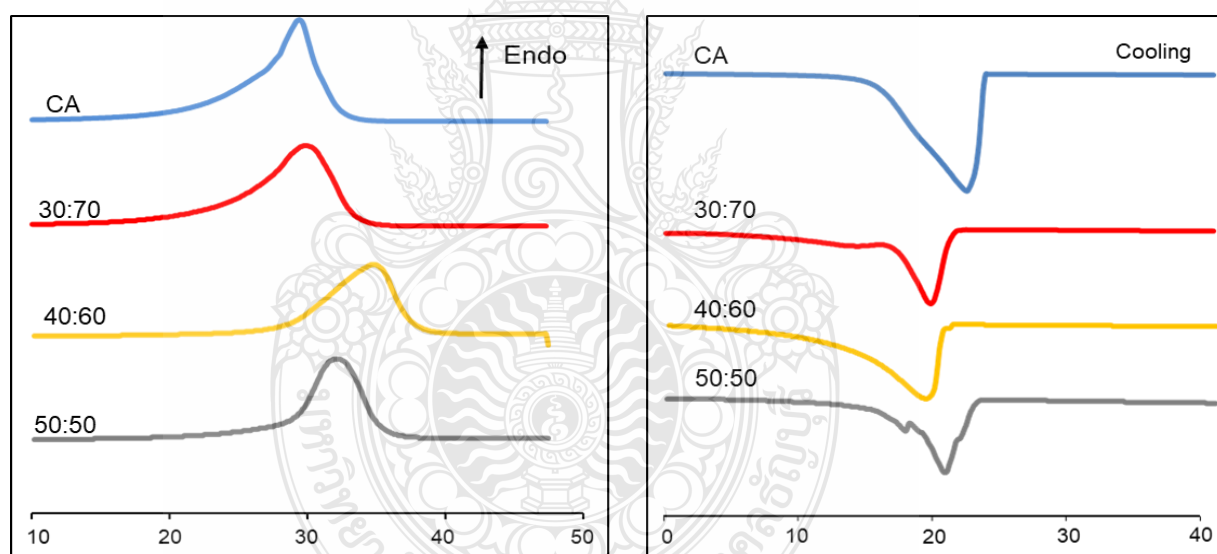
เมื่อนำเซลล์ูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทหุ้มกรดคาพริกไมโครแคปซูล ทั้ง 3 สภาวะ มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA จะเห็นว่าการสลายตัว 2 ชั้น คือ ชั้นแรกเป็นการสลายตัวของกรดคาพริกที่อุณหภูมิ 180-250 องศาเซลเซียส และชั้นที่สองเป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ตั้งแต่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ดังภาพที่ 4.19 ซึ่งพบว่ามีร้อยละการกักเก็บอยู่ในช่วง 67-98% ดังตารางที่ 4.11 โดยที่อัตราส่วน 30: 70 มีร้อยละการกักเก็บต่ำที่สุด เนื่องจากน่าจะมีปริมาณพอลิเมอร์น้อย ไม่พอเพียงต่อการหุ้มกรดคาพริกไว้ภายในแคปซูล เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC เพื่อศึกษาค่าความร้อนแฝงของกรดคาพริกที่กักเก็บอยู่ในไมโครแคปซูล ดังภาพที่ 4.20 จะเห็นว่าไม่เกิดการเย็นตัวยิ่งยวด และมีค่าความร้อนแฝงต่ำกว่าค่าความร้อนแฝงของกรดคาพริกตั้งต้น ดังตารางที่ 4.12 โดยสภาวะที่อัตราส่วน 40: 60 เป็นสภาวะที่สามารถเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลที่มีเปอร์เซ็นต์การบรรจุสูงที่สุด มีค่าความร้อนแฝงค่อนข้างสูง และมีความเสถียรทางคอลลอยด์ จึงเป็นสภาวะที่เหมาะสมในการทดสอบขั้นต่อไป



ภาพที่ 4.19 TGA thermogram ของเซลล์ูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms ITP* ที่อัตราส่วนพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก (ร้อยละโดยน้ำหนัก): 30:70 (—); 40:60 (—); 50:50 (—) และ CA (—)

ตารางที่ 4.11 ร้อยละการบรรจุและการกักเก็บของเซลล์โลสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP ที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเมทิลเมทาคริเลทต่อกรดคาพริก

(Polymer:CA) (%w/w)	%Loading		%Encapsulation
	Experiment	Calculation	
30:70	47	70	67
40:60	59	61	97
50:50	55	56	98

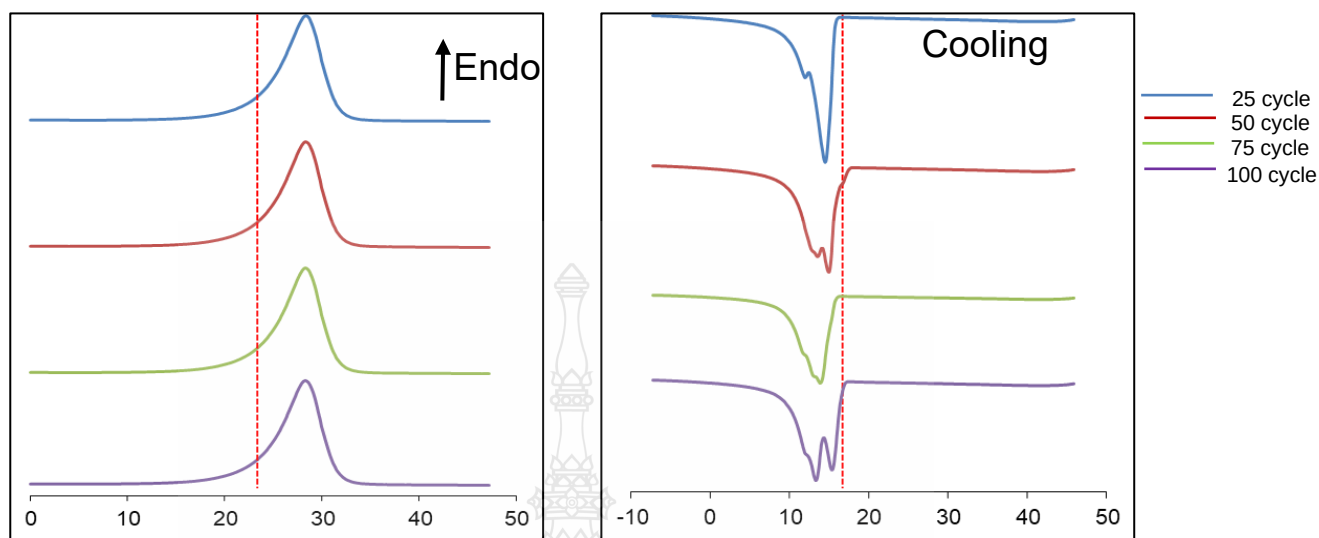


ภาพที่ 4.20 DSC thermogram ของเซลล์โลสอะซิเตทบิวทีเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP

ตารางที่ 4.12 สมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกและเซลลูลอสอะซิเตท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทหุ้มกรดคาพริกด้วยกระบวนการสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบ *ms* ITP

Polymer: CA		Thermal properties		
(%w/w)	ΔH_m^* (J/g-CA)	ΔH_c^* (J/g-CA)	T_m (°C) peak	T_c (°C) peak
Pure CA	181 (± 2.99)	180 (± 2.13)	29 (± 0.12)	26 (± 0.31)
30:70	140 (± 3.98)	127 (± 4.17)	28 (± 0.04)	24 (± 0.63)
40:60	146 (± 2.32)	141 (± 1.16)	27 (± 0.08)	22 (± 0.52)
50:50	145 (± 3.24)	131 (± 2.88)	29 (± 0.12)	23 (± 0.38)

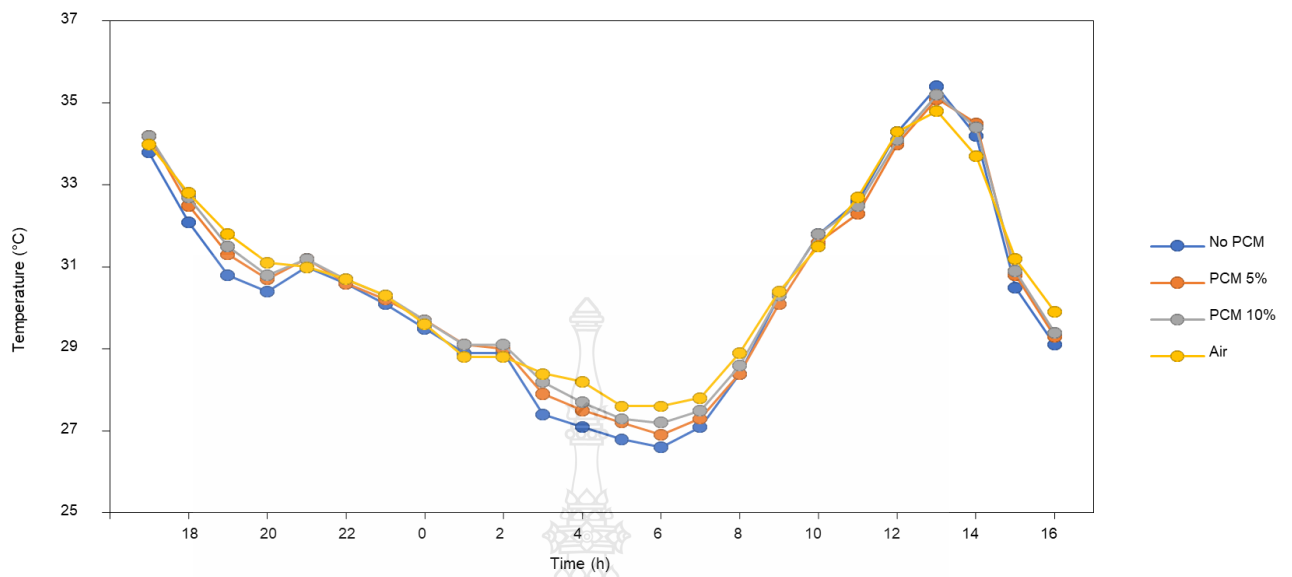
ในการนำพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลไปใช้ในการควบคุมอุณหภูมิในผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ พอลิเมอร์ต้องมีความทนทานและแข็งแรงต่อการดูด-คายความร้อน การศึกษาความเสถียรทางความร้อนของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลโดยการทดสอบการวัฏจักรการดูด-คายความร้อน จำนวน 100 รอบ ด้วยเทคนิค DSC ในช่วงอุณหภูมิ -10 ถึง 50 องศาเซลเซียส พบว่าสมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกที่ถูกกักเก็บอยู่ภายในแคปซูลมีค่าคงที่ ซึ่งบ่งบอกว่าเปลือกของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลนั้นมีความแข็งแรง สามารถใช้งานได้หลายรอบ ดังภาพที่ 4.21



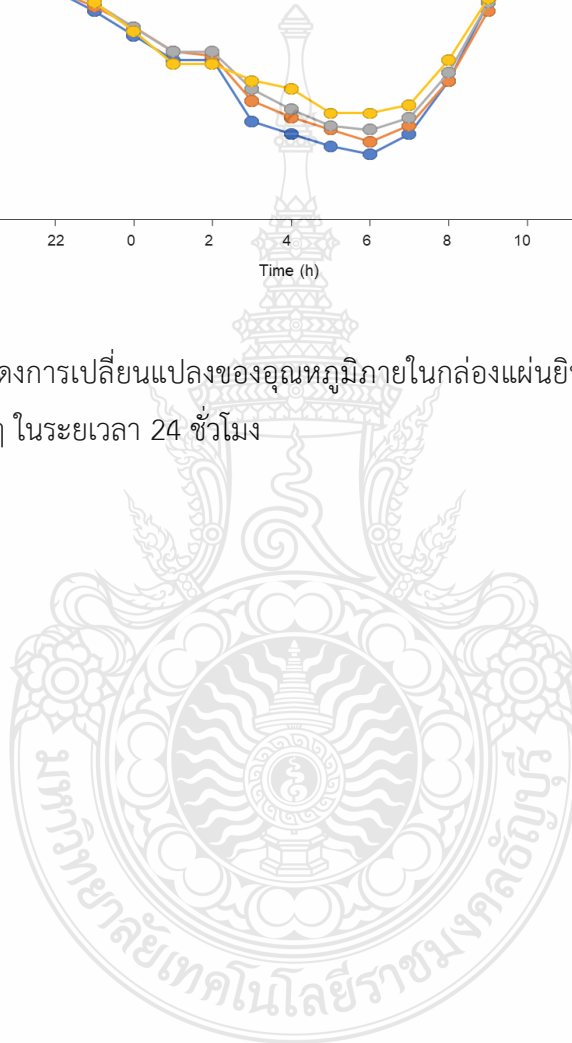
ภาพที่ 4.21 DSC thermogram ที่จำนวนรอบต่าง ๆ ของกรดคาพริกในเซลล์โลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูล ที่อัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก 40: 60

4.2 การศึกษาประสิทธิภาพการควบคุมอุณหภูมิของไมโครแคปซูล

จากการทดสอบประสิทธิภาพในการควบคุมอุณหภูมิของแผ่นยับยั้งคอมโพสิตที่ผสมไมโครแคปซูลที่ปริมาณต่าง ๆ เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง โดยเริ่มทำการบันทึกข้อมูลอุณหภูมิเมื่อเวลา 17.00 น. พบว่ายังไม่สามารถควบคุมการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิได้ และไม่พบความแตกต่างของสภาวะที่ใช้ปริมาณไมโครแคปซูลต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ อาจจะเนื่องจากปริมาณไมโครแคปซูลที่ใช้ยังไม่เพียงพอ ซึ่งจะได้นำข้อมูลดังกล่าวนี้ไปพัฒนาในงานต่อไป



ภาพที่ 4.22 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิภายในกล่องแผ่นยิปซัมคอมโพสิตที่ผสมไมโครแคปซูลที่ปริมาณต่าง ๆ ในระยะเวลา 24 ชั่วโมง



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลชีวภาพกักเก็บวัสดุเก็บความร้อนด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบแขวนลอย โดยใช้เซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทเป็นองค์ประกอบหลักร่วมกับเมทาคริเลตพอลิเมอร์ของเป็นเปลือกแคปซูลหุ้มกรดคาพริก

โดยทำการศึกษาตัวทำละลายสำหรับชนิดและอัตราส่วนต่อเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท พบว่าการใช้เอทิลอะซิเตทที่อัตราส่วน 5: 1 สามารถละลายเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทได้อย่างสมบูรณ์ และมีความเป็นพิษน้อยกว่าตัวทำละลายอื่น ๆ ในขั้นตอนการศึกษาการเตรียมไมโครแคปซูลจะใช้เมทาคริเลทมอนอเมอร์ 3 ชนิด ที่มีค่าการละลายน้ำและพารามิเตอร์การละลายที่ต่างกัน คือ ไกลซิไดลเมทาคริเลท เมทิลเมทาคริเลท และบิวทิลเมทาคริเลท ที่อัตราส่วนต่าง ๆ หลังจากทำการเตรียมเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-เมทาคริเลตพอลิเมอร์หุ้มกรดคาพริกไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการสังเคราะห์แบบ *ms* ITP แล้ว พบว่าการใช้ไกลซิไดลเมทาคริเลทและเมทิลเมทาคริเลทจะมีเปอร์เซ็นต์การเกิดอนุภาคพอลิเมอร์อิสระในชั้นน้ำมากกว่าบิวทิลเมทาคริเลท เนื่องจากไกลซิไดลเมทาคริเลทและเมทิลเมทาคริเลทมีค่าการละลายน้ำสูงจึงเคลื่อนที่ออกมาเกิดการพอลิเมอร์ไรเซชันในชั้นน้ำมากกว่าบิวทิลเมทาคริเลท และเมื่อเปรียบเทียบรูปร่างลักษณะของพอลิเมอร์ที่เตรียมได้ พบว่าพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลหุ้มกรดคาพริกที่เตรียมได้จากมอนอเมอร์ทั้ง 3 ชนิด มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่กว้าง มีลักษณะเป็นทรงกลม โดยในกรณีที่ใช้ไกลซิไดลเมทาคริเลทและบิวทิลเมทาคริเลทที่ปริมาณสูง ๆ พอลิเมอร์แคปซูลจะเกิดการจับตัวกันเป็นก้อน ไม่เกิดสัณฐานวิทยาแบบแกน-เปลือก ต่างจากการใช้เมทิลเมทาคริเลทที่ได้พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลแบบแกน-เปลือก และมีความเสถียรทางคอลลอยด์สูงที่ทุกอัตราส่วน เมื่อนำเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมอร์ไมโครแคปซูลมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA จะเห็นว่าการสลายตัว 2 ชั้น ชั้นแรกเป็นการสลายตัวของกรดคาพริกที่อุณหภูมิ 180-250 องศาเซลเซียส และชั้นที่สองเป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์ตั้งแต่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส สามารถยืนยันว่าเตรียมพอลิเมอร์แคปซูลกักเก็บกรดคาพริกได้ และเมื่อทำการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC เพื่อศึกษาค่าความ

ร้อนแฝงของกรดคาพริกในพอลิเมอร์ไมโครแคปซูล จะเห็นว่าค่าความร้อนแฝงลดลงจากค่าตั้งต้นของกรดคาพริกก่อนการหุ้ม (ความร้อนแฝงในการดูดความร้อน คือ 181 จูลต่อกรัม และอุณหภูมิเริ่มต้นในการดูดความร้อน คือ 29 องศาเซลเซียส ค่าความร้อนแฝงในการคายความร้อน คือ 180 จูลต่อกรัม และอุณหภูมิเริ่มต้นในการคายความร้อน คือ 26 องศาเซลเซียส) โดยไม่เกิดการเย็นตัวยิ่งยวด

เมื่อพิจารณาจากลักษณะของแคปซูล สมบัติทางความร้อน และสัณฐานวิทยา เห็นว่าเซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรท-กราฟท์-พอลิเมทิลเมทาคริเลทไมโครแคปซูลที่อัตราส่วน เซลลูโลสอะซิเตทบิวทิเรทต่อเมทิลเมทาคริเลท 67: 33 เป็นสภาวะที่เหมาะสม จึงนำมาศึกษาอัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริกในขั้นตอนต่อไป โดยศึกษาที่อัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริกคือ 30: 70 40: 60 และ 50: 50 โดยน้ำหนัก จากการทดลองพบว่าที่อัตราส่วนของพอลิเมอร์ต่อกรดคาพริก 40: 60 มีร้อยละการกักเก็บและการบรรจุสูงที่สุด และมีค่าความร้อนแฝงสูงใกล้เคียงกับกรดคาพริกตั้งต้น จึงได้นำมาศึกษาความเสถียรทางความร้อนของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลโดยการทดสอบการวัฏจักรการดูด-คายความร้อน จำนวน 100 รอบ ด้วยเทคนิค DSC ในช่วงอุณหภูมิ -10 ถึง 50 องศาเซลเซียส พบว่าสมบัติทางความร้อนของกรดคาพริกที่ถูกกักเก็บอยู่ภายในแคปซูลมีค่าคงที่ ซึ่งบ่งบอกว่าเปลือกของพอลิเมอร์ไมโครแคปซูลนั้นมีความแข็งแรง สามารถใช้งานได้หลายรอบ

บรรณานุกรม

- [1] <https://www.tcijthai.com/news/2018/5/scoop/7963>.
- [2] Y. Li, M. Wu, R. Liu, and Y. Huang, "Cellulose-based solid–solid phase change materials synthesized in ionic liquid," *Solar energy materials and solar cells*, vol. 93, no. 8, pp. 1321-1328, 2009.
- [3] A. Kürklü, "Energy storage applications in greenhouses by means of phase change materials (PCMs): a review," *Renewable energy*, vol. 13, no. 1, pp. 89-103, 1998.
- [4] S. Wang, Y. Li, J. Hu, H. Tokura, and Q. Song, "Effect of phase-change material on energy consumption of intelligent thermal-protective clothing," *Polymer Testing*, vol. 25, no. 5, pp. 580-587, 2006.
- [5] A. M. Khudhair and M. M. Farid, "A review on energy conservation in building applications with thermal storage by latent heat using phase change materials," *Energy conversion and management*, vol. 45, no. 2, pp. 263-275, 2004.
- [6] Y. Konuklu, F. Erzin, H. B. Akar, and A. M. Turan, "Cellulose-based myristic acid composites for thermal energy storage applications," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 193, pp. 85-91, 2019.
- [7] Y. Shin, D. I. Yoo, and K. Son, "Development of thermoregulating textile materials with microencapsulated phase change materials (PCM). II. Preparation and application of PCM microcapsules," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 96, no. 6, pp. 2005-2010, 2005.
- [8] P. Sánchez, M. V. Sánchez-Fernandez, A. Romero, J. F. Rodríguez, and L. Sánchez-Silva, "Development of thermo-regulating textiles using paraffin wax microcapsules," *Thermochimica Acta*, vol. 498, no. 1-2, pp. 16-21, 2010.
- [9] N. Azizi, N. Ladhari, and M. Majdoub, "Elaboration and characterization of polyurethane-based microcapsules: application in textile," *Asian J. Text*, vol. 1, no. 3, pp. 130-137, 2011.

- [10] L. Sánchez-Silva, J. F. Rodríguez, A. Romero, and P. Sánchez, "Preparation of coated thermo-regulating textiles using Rubitherm-RT31 microcapsules," *Journal of applied polymer science*, vol. 124, no. 6, pp. 4809-4818, 2012.
- [11] A. Sarı, A. Bicer, C. Alkan, and A. N. Özcan, "Thermal energy storage characteristics of myristic acid-palmitic eutectic mixtures encapsulated in PMMA shell," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 193, pp. 1-6, 2019.
- [12] Y. Ogino, T. Suzuki, and M. Okubo, "Preparation of poly (divinylbenzene) particles with encapsulated hexadecane for heat storage application," *Kobunshi Ronbunshu*, vol. 64, no. 3, 2007.
- [13] P. Chaiyasat, Y. Ogino, T. Suzuki, H. Minami, and M. Okubo, "Preparation of divinylbenzene copolymer particles with encapsulated hexadecane for heat storage application," *Colloid and Polymer Science*, vol. 286, no. 2, pp. 217-223, 2008.
- [14] 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.
- [15] 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.
- [16] A. R. Shirin-Abadi, A. R. Mahdavian, and S. Khoee, "New approach for the elucidation of PCM nanocapsules through miniemulsion polymerization with an acrylic shell," *Macromolecules*, vol. 44, no. 18, pp. 7405-7414, 2011.
- [17] P. Chaiyasat, A. Chaiyasat, W. Boontung, S. Promdsorn, and S. Thipsit, "Preparation and characterization of poly (divinylbenzene) microcapsules containing octadecane," *Materials Sciences and Applications*, vol. 2, no. 08, p. 1007, 2011.
- [18] A. Chaiyasat, C. Waree, K. Songkhamrod, P. Sirithip, V. Voranuch, and P. Chaiyasat, "Preparation of polydivinylbenzene/natural rubber capsule

- encapsulating octadecane: Influence of natural rubber molecular weight and content," *Express Polymer Letters*, vol. 6, no. 1, 2012.
- [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.
- [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*, vol. 3, no. 26, pp. 10202-10207, 2013.
- [21] P. Chaiyasat, S. Noppalit, M. Okubo, and A. Chaiyasat, "Do encapsulated heat storage materials really retain their original thermal properties?," *Physical Chemistry Chemical Physics*, vol. 17, no. 2, pp. 1053-1059, 2015.
- [22] 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.
- [23] G. Nelson, "Application of microencapsulation in textiles," *International journal of pharmaceutics*, vol. 242, no. 1-2, pp. 55-62, 2002.
- [24] D. K. Barnes, F. Galgani, R. C. Thompson, and M. Barlaz, "Accumulation and fragmentation of plastic debris in global environments," *Philosophical transactions of the royal society B: biological sciences*, vol. 364, no. 1526, pp. 1985-1998, 2009.
- [25] H. K. Imhof, N. P. Ivleva, J. Schmid, R. Niessner, and C. Laforsch, "Contamination of beach sediments of a subalpine lake with microplastic particles," *Current biology*, vol. 23, no. 19, pp. R867-R868, 2013.
- [26] C. M. Free, O. P. Jensen, S. A. Mason, M. Eriksen, N. J. Williamson, and B. Boldgiv, "High-levels of microplastic pollution in a large, remote, mountain lake," *Marine pollution bulletin*, vol. 85, no. 1, pp. 156-163, 2014.

- [27] M. Eriksen *et al.*, "Microplastic pollution in the surface waters of the Laurentian Great Lakes," *Marine pollution bulletin*, vol. 77, no. 1-2, pp. 177-182, 2013.
- [28] L. Van Cauwenberghe, A. Vanreusel, J. Mees, and C. R. Janssen, "Microplastic pollution in deep-sea sediments," *Environmental pollution*, vol. 182, pp. 495-499, 2013.
- [29] M. C. Rivera, A. C. Pinheiro, A. I. Bourbon, M. A. Cerqueira, and A. A. Vicente, "Hollow chitosan/alginate nanocapsules for bioactive compound delivery," *International journal of biological macromolecules*, vol. 79, pp. 95-102, 2015.
- [30] P. Lertsutthiwong, P. Rojsitthisak, and U. Nimmannit, "Preparation of turmeric oil-loaded chitosan-alginate biopolymeric nanocapsules," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 29, no. 3, pp. 856-860, 2009.
- [31] J. Lamarra, L. Giannuzzi, S. Rivero, and A. Pinotti, "Assembly of chitosan support matrix with gallic acid-functionalized nanoparticles," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 79, pp. 848-859, 2017.
- [32] R. Badulescu, V. Vivod, D. Jausovec, and B. Voncina, "Treatment of cotton fabrics with ethyl cellulose microcapsules," in *Medical and Healthcare Textiles*: Elsevier, 2010, pp. 226-235.
- [33] J. Li, S. Y. Kim, X. Chen, and H. J. Park, "Calcium-alginate beads loaded with gallic acid: Preparation and characterization," *LWT-Food Science and Technology*, vol. 68, pp. 667-673, 2016.
- [34] J. Beare-Rogers, A. Dieffenbacher, and J. Holm, "Lexicon of lipid nutrition (IUPAC Technical Report)," *Pure and Applied Chemistry*, vol. 73, no. 4, pp. 685-744, 2001.
- [35] B. M. Kyer, S. J. Bonefas, E. V. Baker, and C. R. Morneau, "Low Temperature Electrolysis of Mixed Metal Oxides," 2017.
- [36] H. Koga, T. Kitaoka, and A. Isogai, "immobilized enzyme as a green microstructured catalyst," *Journal of Materials Chemistry*, vol. 22, no. 23, pp. 11591-11597, 2012.

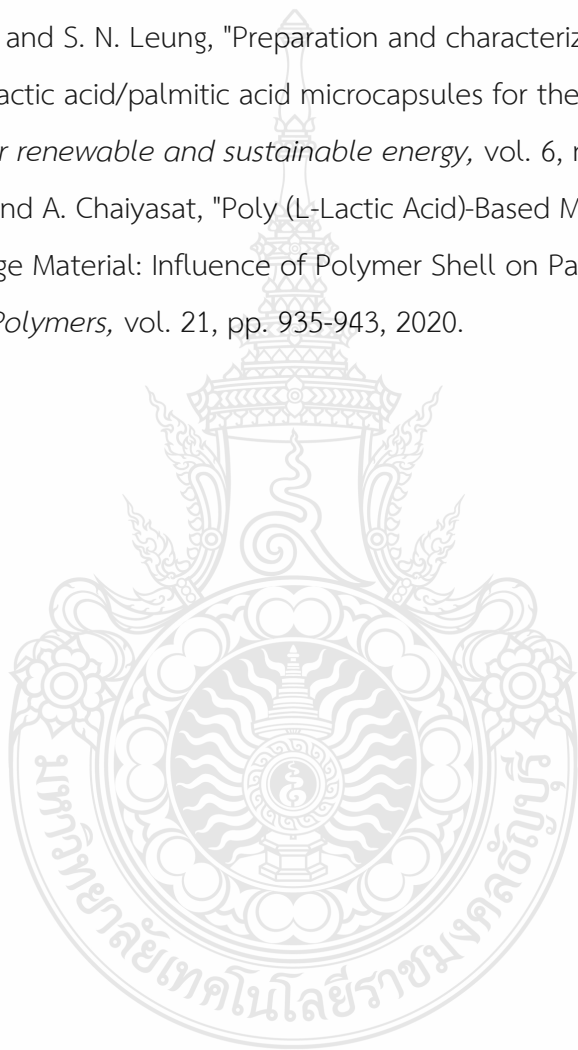
- [37] H. Koga, T. Kitaoka, and A. Isogai, "In situ modification of cellulose paper with amino groups for catalytic applications," *Journal of Materials Chemistry*, vol. 21, no. 25, pp. 9356-9361, 2011.
- [38] A. M. Borreguero, M. Carmona, M. L. Sanchez, J. L. Valverde, and J. F. Rodriguez, "Improvement of the thermal behaviour of gypsum blocks by the incorporation of microcapsules containing PCMS obtained by suspension polymerization with an optimal core/coating mass ratio," *Applied Thermal Engineering*, vol. 30, no. 10, pp. 1164-1169, 2010.
- [39] W. Wang, X. Yang, Y. Fang, J. Ding, and J. Yan, "Preparation and thermal properties of polyethylene glycol/expanded graphite blends for energy storage," *Applied Energy*, vol. 86, no. 9, pp. 1479-1483, 2009.
- [40] P. Zhang, Z. Ma, and R. Wang, "An overview of phase change material slurries: MPCs and CHS," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 14, no. 2, pp. 598-614, 2010.
- [41] A. Hebeish, M. El-Rafie, F. Abdel-Mohdy, E. Abdel-Halim, and H. E. Emam, "Carboxymethyl cellulose for green synthesis and stabilization of silver nanoparticles," *Carbohydrate Polymers*, vol. 82, no. 3, pp. 933-941, 2010.
- [42] H. Koga, T. Kitaoka, and A. Isogai, "Chemically-modified cellulose paper as a microstructured catalytic reactor," *Molecules*, vol. 20, no. 1, pp. 1495-1508, 2015.
- [43] E. Duhoranimana *et al.*, "Thermodynamic characterization of Gelatin–Sodium carboxymethyl cellulose complex coacervation encapsulating Conjugated Linoleic Acid (CLA)," *Food hydrocolloids*, vol. 80, pp. 149-159, 2018.
- [44] E. Abdel-Halim, H. H. Alanazi, and S. S. Al-Deyab, "Utilization of hydroxypropyl carboxymethyl cellulose in synthesis of silver nanoparticles," *International journal of biological macromolecules*, vol. 75, pp. 467-473, 2015.
- [45] 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.

- [46] 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.
- [47] M. Abdelmouleh, S. Boufi, A. ben Salah, M. N. Belgacem, and A. Gandini, "Interaction of silane coupling agents with cellulose," *Langmuir*, vol. 18, no. 8, pp. 3203-3208, 2002.
- [48] 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.
- [49] 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.
- [50] M. C. Fontana, T. L. Durlí, 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.
- [51] 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.
- [52] 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.
- [53] 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.
- [54] 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.

- [55] 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.
- [56] Y. Zhang, M. Ye, A. Han, C. Ding, J. Yang, and K. Zhang, "Preparation and characterization of encapsulated CoAl₂O₄ pigment and charge control agent for ceramic toner via suspension polymerization," *Ceramics International*, vol. 44, no. 16, pp. 20322-20329, 2018.
- [57] E. Onder, N. Sarier, and E. Cimen, "Encapsulation of phase change materials by complex coacervation to improve thermal performances of woven fabrics," *Thermochimica Acta*, vol. 467, no. 1-2, pp. 63-72, 2008.
- [58] H. Zhang and X. Wang, "Fabrication and performances of microencapsulated phase change materials based on n-octadecane core and resorcinol-modified melamine-formaldehyde shell," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 332, no. 2-3, pp. 129-138, 2009.
- [59] G. Fang, H. Li, F. Yang, X. Liu, and S. Wu, "Preparation and characterization of nano-encapsulated n-tetradecane as phase change material for thermal energy storage," *Chemical Engineering Journal*, vol. 153, no. 1-3, pp. 217-221, 2009.
- [60] A. Sari, C. Alkan, and A. Karaipekli, "Preparation, characterization and thermal properties of PMMA/n-heptadecane microcapsules as novel solid-liquid microPCM for thermal energy storage," *Applied Energy*, vol. 87, no. 5, pp. 1529-1534, 2010.
- [61] Z.-H. Chen, F. Yu, X.-R. Zeng, and Z.-G. Zhang, "Preparation, characterization and thermal properties of nanocapsules containing phase change material n-dodecanol by miniemulsion polymerization with polymerizable emulsifier," *Applied Energy*, vol. 91, no. 1, pp. 7-12, 2012.
- [62] H. J. Kwon, I. W. Cheong, and J. H. Kim, "Preparation of n-octadecane nanocapsules by using interfacial redox initiation in miniemulsion polymerization," *Macromolecular research*, vol. 18, no. 9, pp. 923-926, 2010.
- [63] L. Sánchez-Silva, J. F. Rodríguez, A. Romero, A. M. Borreguero, M. Carmona, and P. Sánchez, "Microencapsulation of PCMs with a styrene-methyl methacrylate

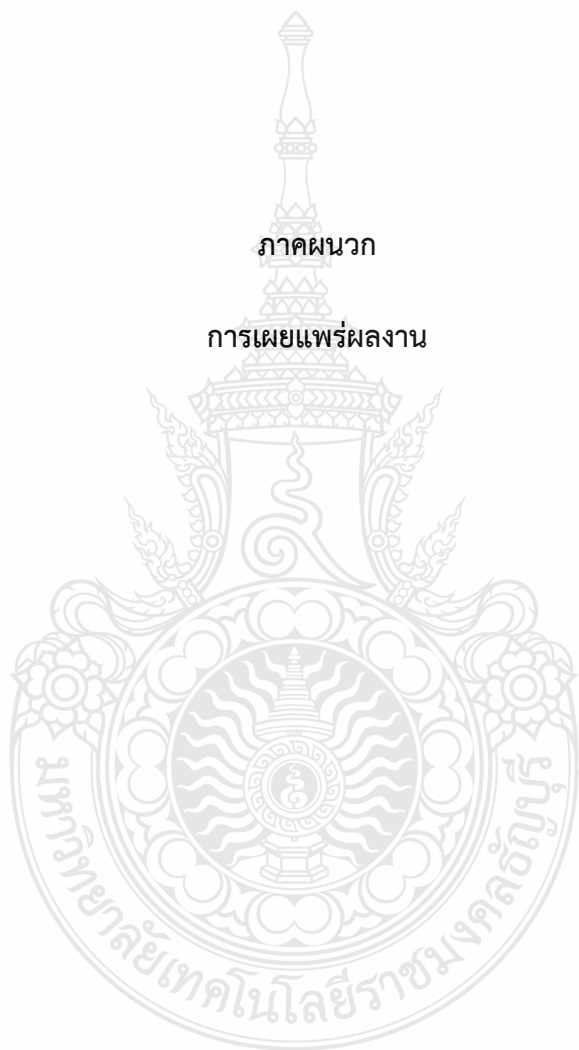
- copolymer shell by suspension-like polymerisation," *Chemical Engineering Journal*, vol. 157, no. 1, pp. 216-222, 2010.
- [64] L. Sánchez, P. Sánchez, A. de Lucas, M. Carmona, and J. F. Rodríguez, "Microencapsulation of PCMs with a polystyrene shell," *Colloid and Polymer Science*, vol. 285, no. 12, pp. 1377-1385, 2007.
- [65] X. Qiu, W. Li, G. Song, X. Chu, and G. Tang, "Fabrication and characterization of microencapsulated n-octadecane with different crosslinked methylmethacrylate-based polymer shells," *Solar Energy Materials and Solar Cells*, vol. 98, pp. 283-293, 2012.
- [66] 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.
- [67] A. Yafei, J. Yong, S. Jing, and W. Deqing, "Microencapsulation of n-hexadecane as phase change material by suspension polymerization," *e-Polymers*, vol. 7, no. 1, 2007.
- [68] M. F. Cunningham, "Recent progress in nitroxide-mediated polymerizations in miniemulsion," *Comptes Rendus Chimie*, vol. 6, no. 11-12, pp. 1351-1374, 2003.
- [69] K. Ohno, K. Fujimoto, Y. Tsujii, and T. Fukuda, "Synthesis of a well-defined anthracene-labelled polystyrene by atomtransfer radical polymerization," *Polymer*, vol. 40, no. 3, pp. 759-763, 1999.
- [70] N. Yeole and D. Hundiware, "Effect of hydrophilic macro-RAFT agent in surfactant-free emulsion polymerization," *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 392, no. 1, pp. 329-334, 2011.
- [71] Y. Kitayama, A. Chaiyasat, H. Minami, and M. Okubo, "Emulsifier-free, organotellurium-mediated living radical emulsion polymerization of styrene: polymerization loci," *Macromolecules*, vol. 43, no. 18, pp. 7465-7471, 2010.
- [72] Y. Kitayama, M. Yorizane, H. Minami, and M. Okubo, "Iodine Transfer Polymerization (ITP with CHI₃) and Reversible Chain Transfer Catalyzed Polymerization (RTCP with Nitrogen Catalyst) of Methyl Methacrylate in Aqueous

- Microsuspension Systems: Comparison with Bulk System," *Macromolecules*, vol. 45, no. 5, pp. 2286-2291, 2012.
- [73] 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.
- [74] M. Fashandi and S. N. Leung, "Preparation and characterization of 100% bio-based polylactic acid/palmitic acid microcapsules for thermal energy storage," *Materials for renewable and sustainable energy*, vol. 6, no. 3, pp. 1-10, 2017.
- [75] P. Sangjun and A. Chaiyasat, "Poly (L-Lactic Acid)-Based Microcapsule Containing Phase-Change Material: Influence of Polymer Shell on Particle Morphology," *Fibers and Polymers*, vol. 21, pp. 935-943, 2020.



ภาคผนวก

การเผยแพร่ผลงาน



Preparation of bio-based heat storage microcapsules of cellulose acetate butyrate/ polymethylmethacrylate composite by micro-suspension polymerization

Chanakan Kheaw-In^a, Kanlapangha Rattanasaikeaw^a, Piyaluk Ngerchuklin^b, Amorn Chaiyasat^{a,c}, and Preeyaporn Chaiyasat^{a,c}

^aDepartment of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Thanyaburi, Pathum Thani, Thailand; ^bExpert Centre of Innovative Materials, Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR), Khlong Luang, Pathum Thani, Thailand; ^cAdvanced Materials Design and Development Research Unit (AMDD), Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Thanyaburi, Pathum Thani, Thailand

ABSTRACT

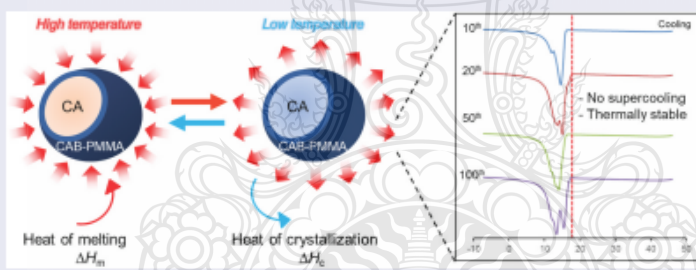
Because of environmental concerns, the utilization of bio-based, renewable resource materials has attracted great attention for a wide range of applications. In this research, green cellulose-based microcapsules containing capric acid (CA) as a bio-heat storage material were prepared. Cellulose acetate butyrate (CAB)/methacrylate polymer composite particles were produced by micro-suspension iodine transfer polymerization to encapsulate CA. The influences of methacrylate polymer type and amount on microcapsule morphology, encapsulation efficiency (EE) and thermal properties were investigated. Using methyl methacrylate (MMA) monomer, the colloidal stable spherical microcapsules with smooth surfaces and core-shell morphology were obtained. Although high percentages of EE, $\geq 70\%$, were obtained at all CAB:MMA weight ratios, the latent heats of the encapsulated CA were lower than those of the original ones which may be due to the incomplete phase separation of the CAB/PMMA shell and CA core. The increase of CA content up to 60% provided stable spherical microcapsules with a maximum loading of 59% and 97% EE. After thermal cycling for 100 cycles, stable microcapsules still remained with stable thermal properties. The obtained bio-based microcapsules would be well applied for heat storage and temperature control applications.

ARTICLE HISTORY

Received 13 August 2023
Revised 13 September 2023
Accepted 15 September 2023

KEYWORDS

Cellulose acetate butyrate;
heat storage materials;
microcapsule; suspension
polymerization



1. Introduction

Recently, heat storage or phase change materials have attracted great attention for a wide range of applications. Incorporating heat storage materials in various products absorbs heat when the environmental temperature is higher than the heat storage materials' transition temperature. In contrast, the absorbed heat is released when the environmental temperature is lower than the

transition temperature. There are two main groups of heat storage materials, organic and inorganic compounds. Fatty acids, organic compounds, are one of the most popular heat storage materials because of their outstanding properties.^[1,2] It is a nontoxic, biological substance from renewable vegetable and animal sources. This assures a continuing non-pollutant source of supply.^[3] There are many attractive characteristics, e.g.,

CONTACT Preeyaporn Chaiyasat p_chaiyasat@mail.mut.ac.th Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Klong 6, Thanyaburi, Pathum Thani 12110, Thailand
© 2023 Taylor & Francis

small volume changes during phase transition, an appropriate transition temperature range for the thermal cycle, a high amount of latent heat, good chemical and thermal stabilities, and low supercooling, which is an important advantage over many other heat storage materials.^[1,3] However, the problem with the direct use of heat storage materials is the difficulty in handling and leakage during phase change when they are in their liquid form leading to the loss of such materials and efficiency in energy storage.^[4] Therefore, in the applications, it is necessary to encapsulate them in the form of capsules or composite particles to prolong their shelf-life, control the volume change during phase transition, prevent reactivity toward the environment and increase the heat transfer area.^[5,6] The encapsulation also makes heat storage materials handling more convenient for end users.^[7]

Microencapsulation is of great interest for many applications. Among numerous microencapsulation methods, micro-suspension polymerization using an internal phase separation mechanism is a highly efficient, well-known technique to encapsulate various substances in polymer particles.^[6,8–13] The microcapsules are produced in a dispersed phase using water as a medium which is an environmentally friendly system. Due to the droplet nucleation mechanism, the desired-encapsulated substance is necessary well dissolved or dispersed in an oil phase containing monomer(s). When polymerization is started inside a droplet, the formed polymer chains can well encapsulate or retain the desired substance. As a result, high encapsulation efficiency (EE) microcapsules were smoothly formed with high colloidal stability. The preparations of polydivinylbenzene and its copolymers encapsulated paraffin waxes as octadecane,^[14] and Rubitherm 27^[15] by conventional micro-suspension polymerization were carried out. Spherical microcapsules with a dimple were produced due to the shrinkage of the encapsulated paraffin waxes when the temperature was reduced from the polymerization to room temperature. Although the microcapsules present high EE, the lower latent heat of the encapsulated paraffin waxes was observed due to the incomplete phase separation between the wax core and polymer shell.^[6,15] It was reported that using a hydrophilic polymer shell accelerated the internal phase separation, which provided a high latent heat of the encapsulated paraffin waxes.^[16] However, in such cases, free polymer particles are often formed in an aqueous medium, completing the formation of polymer microcapsules in monomer droplets and decreasing the microcapsule shell strength. To solve this problem, micro-suspension iodine transfer polymerization (*msITP*) using iodoform as a control agent is applied. Iodoform capping at the end of oligomeric chains

remarkably suppressed the exit of oligomeric radicals to an aqueous medium, reducing free polymer particle formation.^[17] Furthermore, the spherical microcapsules with high shell strength were obtained. Because of its high performance for microcapsule fabrication, as mentioned above, the *msITP* would be effectively used to encapsulate fatty acid.

However, most of the polymers used in the encapsulation of heat storage materials are synthetic polymers derived from petrochemicals, which currently cause environmental problems. There is great interest in using biopolymers as an environmentally friendly material with biodegradability and biocompatibility.^[7, 13, 18–20] Cellulose is the most abundant biological polymer in nature and has been used in various fields, such as food, medicine, and cosmetics. It is a promising candidate as a shell material for microcapsules. However, highly crystalline cellulose has poor solubility, which limits its applicability.^[21] Then, various cellulose derivatives are produced. Cellulose acetate butyrate (CAB) is a cellulose ester prepared via the simultaneous esterification of cellulose with acetyl and butyryl groups.^[22] It presents advanced characteristics such as high solubility, biodegradability, good film-forming ability, good compatibility, and high glass-transition temperature. Due to such outstanding properties, it has attracted more attention for microcapsule preparation and has been regarded as one of the most widely used cellulose esters for microcapsule shell materials.^[23–25] However, it was mainly used to produce the microcapsules by solvent evaporation technique using a large number of organic solvents. In such a technique, the molecular weight of the polymer also influences the microcapsule morphology and EE of the core substance.^[26] CAB/emamectin benzoate microcapsules were prepared with an oil-in-water (O/W) solvent evaporation method using chloroform as a solvent for slow-release control. Although %EE was high at about 90%, low % loading (about 20%) was obtained.^[27] The eugenol-loaded microspheres using different cellulose derivatives, such as ethyl cellulose, cellulose acetate, cellulose acetate phthalate, and CAB were produced by a solvent evaporation method targeted for textile applications. However, low EE values between 19% and 35% were obtained for different cellulose derivatives.^[28] Because of using large amounts of organic solvents and low %EE and loading, synthesizing polymer to form microcapsules is a more appropriate technique to overcome those drawbacks. Then, *msITP* fabricating microcapsules in both O/W and water in oil systems is one of the powerful techniques, giving high %EE and loading. The polymerization mainly takes place in the oil droplets as named droplet nucleation mechanism, where the encapsulated substance exists, resulting in high EE.

Therefore, to prepare a novel eco-friendly heat storage microcapsule with a high %EE and loading, an eco-friendly technique as the *mslTP* is used to fabricate CAB-based microcapsules encapsulating fatty acid. Capric acid (CA) or decanoic acid, a fatty acid with a transition temperature of about 30–32°C is selected as a bio-heat storage material. CAB composited with various methacrylate polymers, MMA, GMA and BMA, is prepared as the strong shell to obtain environmentally friendly, stable microcapsules. It is expected that the incorporation of methacrylate polymers may accelerate the internal phase separation of polymer shell forming a core-shell morphology which increases the EE of the microcapsules. The effects of CAB:monomers and polymers:CA weight ratios on the morphology, EE and thermal properties are investigated.

2. Experiment

2.1. Materials

Methyl methacrylate (MMA; purity 99%, Sigma-Aldrich), glycidyl methacrylate (GMA; purity 99%, Sigma-Aldrich) and butyl methacrylate (BMA; purity 99%, Sigma-Aldrich) monomers were purified by passing through the column packed with basic aluminum oxide to remove the contained polymerization inhibitors before use. Cellulose acetate butyrate (CAB; Mw 12,000; technical grade, Sigma-Aldrich), capric acid (CA; purity 99%, TCI), iodoform (CHI_3 ; analytical reagent, purity 99%, Sigma-Aldrich) and ethyl acetate (Analytical reagent, RCI Labscan) were used as received. 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 CAB/methacrylate polymer composite microcapsules

The CAB/methacrylate polymer composite microcapsules encapsulating CA were prepared by micro-suspension polymerization. The homogeneous oil phase was first prepared by dissolving CAB in ethyl acetate as an appropriate solvent at a ratio of CAB:ethyl acetate at 1:6 by weight. It was then homogeneously mixed with a monomer, BPO, CA and CHI_3 . The obtained oil phase was then mixed with the PVA aqueous solution before homogenizing at 5,000 rpm for 5 minutes. The suspension of oil droplets dispersed in the aqueous phase was smoothly formed. After that, the produced suspension

was subsequently transferred to the round bottom flask, sealed with a rubber septum and purged with N_2 gas. The polymerization was carried out in an oil bath at 60°C, with mild mechanical stirring to form CAB/methacrylate polymer composite microcapsules encapsulating CA. Various parameters were investigated to produce the microcapsules as follows.

2.2.1. Type and amount of monomer

To prepare CAB/methacrylate polymer composite microcapsules by micro-suspension polymerization, various methacrylate monomers, such as GMA, MMA and BMA were used. The influence of CAB to monomer ratio and monomer type on the microcapsule characteristics and EE were studied as the conditions listed in Table 1.

2.2.2. Polymer to CA ratio

The effect of the polymer:CA ratio on microcapsule morphology, %loading and EE was investigated at various ratios as shown in Table 2.

2.3. Characterization

The percentages of monomer conversion (%conversion) and free polymer particles in an aqueous medium were measured by gravimetry. The inner structure, shape and surface morphology of the produced polymer composite microcapsules were observed with an optical microscope (OM; SK-100EB & SK-100 ET, Seek Inter Co. Ltd., Thailand) and a scanning electron microscope (SEM; Prisma E, Thermo Scientific, USA), respectively. The dried polymer composite microcapsules were placed on a nickel SEM stub and coated with Au for SEM observation. The chemical structures of the CAB/methacrylate polymer composite microcapsules were investigated by Fourier transform infrared spectrophotometer (FT-IR; Nicolet™ iSTM 5, Thermo Fisher Scientific Inc., USA) in a wavenumber range of 400–4000 cm^{-1} . Before FT-IR measurement, the dried polymer composite microcapsules were washed three times with ethanol to remove the unencapsulated CA from the microcapsule surface. The microcapsule component and %loading of the encapsulated CA were determined by the thermogravimetric analyzer (TGA, TGA 4000, Perkin Elmer, USA) in a temperature range of 30–600°C with a heating rate of 10°C/min under an N_2 atmosphere. It was used to calculate %EE as in Equation.⁽¹⁾

$$\%EE = \frac{\%Loading_{exp}}{\%Loading_{th}} \times 100 \quad (1)$$

Where $\%Loading_{exp}$ is the CA content obtained from the TGA thermogram and

Table 1. Reagent amounts for preparing CAB/methacrylate polymer composite microcapsules encapsulated CA at various ratios of CAB:monomer.

Chemicals			CAB:Monomer (%w/w)					
			100:0	75:25	67:33	50:50	33:67	25:75
Oil	CAB	g	1.25	0.94	0.84	0.63	0.41	0.31
	Monomer ^a	g ^a	-	0.31	0.41	0.63	0.84	0.94
	CA ^b	g ^b	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25
	Ethyl acetate	g	6.25	4.69	4.18	3.13	2.07	1.57
	BPO	g	-	0.025	0.033	0.050	0.067	0.075
	CHI ₃	g	-	0.004	0.005	0.008	0.011	0.012
Aqueous	PVA solution (1%wt)	g	22.50	22.50	22.50	22.50	22.50	22.50

^aGlycidyl methacrylate, methyl methacrylate and butyl methacrylate^bPolymer:CA = 50:50%w/w**Table 2.** Reagent amounts for preparing CAB/PMMA composite microcapsules encapsulated CA at various polymer:CA ratios.

Chemicals			CAB-PMMA:CA (%w)		
			30:70	40:60	50:50
Oil	CAB	g	0.375	0.500	0.625
	MMA ^a	g	0.375	0.500	0.625
	CA	g	1.750	1.500	1.250
	Ethyl acetate	g	1.875	2.500	3.125
	BPO	g	0.030	0.040	0.050
	CHI ₃	g	0.005	0.070	0.080
Aqueous	PVA solution(1%wt)	g	22.50	22.50	22.50

^aCAB:MMA = 67:33%w/w

$$\% \text{Loading}_{\text{th}} = \frac{\text{WeightCA}}{\text{WeightCA} + (\text{WeightMMA} + \text{WeightCAB}) \left(\frac{\% \text{Conversion} - \% \text{Free polymer particle}}{100} \right)} \times 100$$

The latent heats in terms of ΔH_m and ΔH_c and the transition temperatures of the encapsulated CA were measured by the differential scanning calorimeter (DSC, DSC 4000, Perkin Elmer, USA) compared with the original CA. The measurement was done in a temperature range of -10 – 50°C with a scanning rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$ under a N_2 atmosphere.

2.4. Thermal cycling stability testing

The thermal cycling stability of the CAB/methacrylate polymer composite microcapsules encapsulated CA was tested by DSC. The thermal cycling for 100 heating/cooling cycles was continuously done in a temperature range of -10 – 50°C with a scanning rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$ under an N_2 atmosphere.

3. Results and discussion

In this work, *msITP* is used for the preparation of CAB-based microcapsules. Various hydrophilic methacrylate monomers, MMA, GMA and BMA, are introduced to

accelerate the formation of core-shell CAB/methacrylate polymer composite microcapsules encapsulated CA for heat storage applications. To fabricate highly colloidal stable, spherical microcapsules with high EE, various parameters are optimized as follows.

3.1. Type and amount of monomer

To fabricate the spherical CAB-based polymer composite microcapsule encapsulating CA by *msITP*, various methacrylate monomers with different water solubility and solubility parameters were used at various weight ratios. The smallest amount of green solvent as ethyl acetate is used to entirely dissolve CAB prior to mixing with the other components. The polymerization smoothly proceeded to provide high monomer conversion close to 100% for all conditions. The stable milky suspensions were well formed without coagulation as Figure 1 shows. After centrifugation, most of the microcapsules floated to the top layer due to their lower total

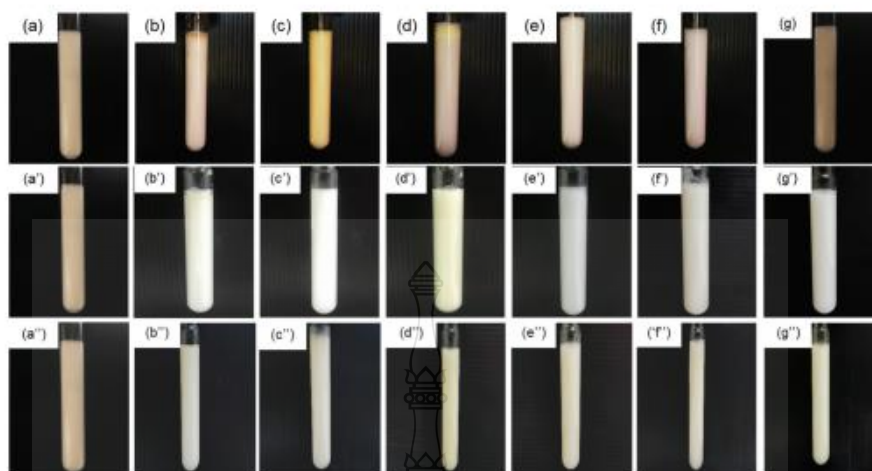


Figure 1. Photos of suspension of CAB/methacrylate polymer composite microcapsules encapsulated CA prepared by *mslTP* using MMA (a-g), GMA (a'-g') and BMA (a''-g'') as methacrylate monomer at various ratios of CAB:monomer (%w/w): 100:0 (a-a''); 75:5 (b-b''); 67:33 (c-c''); 50:50 (d-d''); 33:67 (e-e''); 25:75 (f-f'') and 0:100 (g-g'').

densities than that of water. The microcapsule yields were 81–96, 88–97, and 89–99% for GMA, MMA, and BMA, respectively. However, turbid aqueous phases were observed because of the formation of free polymer particles in an aqueous medium in the range of 4–19, 3–12, and 1–11% for GMA, MMA, and BMA, respectively. The percentages of free polymer particles decreased with the decrease of monomer's water solubility as 1.5, 1.5, and 0.3 g/100 ml for GMA, MMA, and BMA,^[29–31] respectively. Using *mslTP*, the formation of free polymer particles was depressed from that of the

conventional microsuspension polymerization^[17] even at large content of GMA and MMA, moderate water solubility monomers, similar to our previous work.^[17,32]

The formation of large free polymer particles may lead to a decrease in shell thickness and strength. SEM is used to determine the influence of monomer type and ratio on microcapsule morphology. Spherical CAB/PMMA composite microcapsules with smooth outer surfaces were produced at all ratios except at 100% MMA as Figure 2(a–g) shows. Using GMA, the spherical CAB/PGMA composite microcapsules were formed at

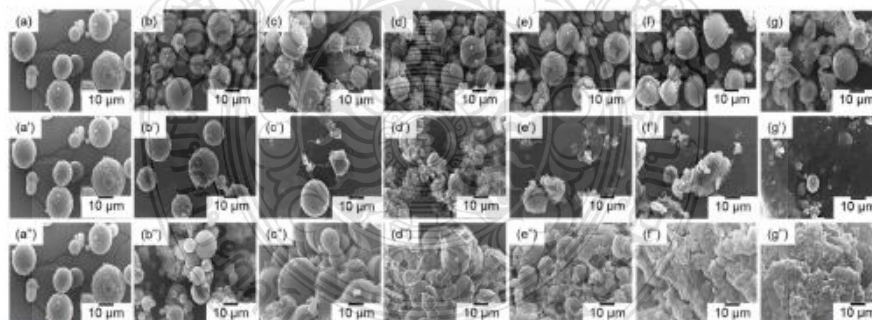


Figure 2. SEM micrographs of CAB/methacrylate polymer composite microcapsules encapsulated CA prepared by *mslTP* using MMA (a-g), GMA (a'-g') and BMA (a''-g'') as methacrylate monomer at various ratios of CAB:monomer (%w/w): 100:0 (a-a''); 75:25 (b-b''); 67:33 (c-c''); 50:50 (d-d''); 33:67 (e-e''); 25:75 (f-f'') and 0:100 (g-g'').

low content of GMA. However, they were rough and tend to aggregate at high GMA content (Figure 2(d-g)) related to a large number of free polymer particles formed in an aqueous medium. Similarly, the spherical CAB/PBMA composite microcapsules were fabricated only at low content of BMA. When BMA content was up, the nonspherical microcapsules were formed with coagulation as shown in Figure 2 (d'-f'') which may be due to low glass transition temperature (T_g) ($\sim 20^\circ\text{C}$) of PBMA even though low-free PBMA particles were formed in these conditions.

The magnification of SEM micrographs in Figure 3 exhibited the microcapsule morphology using different methacrylate monomers. Because the solubility parameters of PMMA ($23.1 \text{ MPa}^{1/2}$)^[33] are close to that of CAB ($23.6 \text{ MPa}^{1/2}$)^[34] they are smoothly miscible. Moreover, because the solubility parameters of both PMMA and CAB are higher than that of CA (20.9

$\text{MPa}^{1/2}$)^[35] they prefer to move to the interface of oil droplet/water and form polymer shell resulting in a core-shell morphology, while the lower PBMA ($17.8 \text{ MPa}^{1/2}$)^[33] and PGMA ($19.6 \text{ MPa}^{1/2}$)^[36] were not. Then, the core-shell spherical CAB/PMMA composite microcapsules encapsulated CA were produced. The main characteristic peaks of C=O stretching of ester at $1,732 \text{ cm}^{-1}$ and C=O stretching of carboxylic acid at $1,712 \text{ cm}^{-1}$ were observed in the FT-IR spectra of CAB/PMMA composite microcapsules (Figure 4c) corresponding with those in the FT-IR spectra of PMMA (Figure 4b) and CA (Figure 4a), respectively. This indicated the containing of CA in the CAB/PMMA composite particles.

TGA thermograms (Figure 5) show two steps of thermal degradation due to weight loss of the encapsulated CA and CAB/PMMA shell, respectively, compared with the original CA and CAB. These results confirmed the

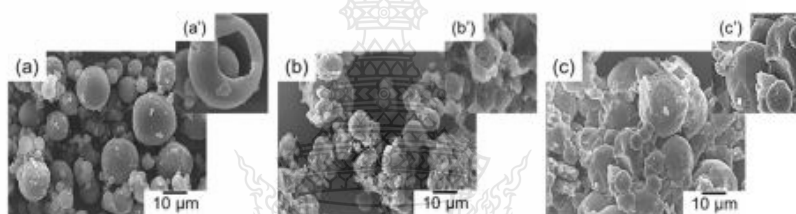


Figure 3. SEM micrographs and their magnifications of ground CAB/methacrylate polymer composite microcapsules encapsulated CA using MMA (a), GMA (b) and BMA (c) as methacrylate monomer at a ratio of CAB:monomer (%w/w) 50:50.

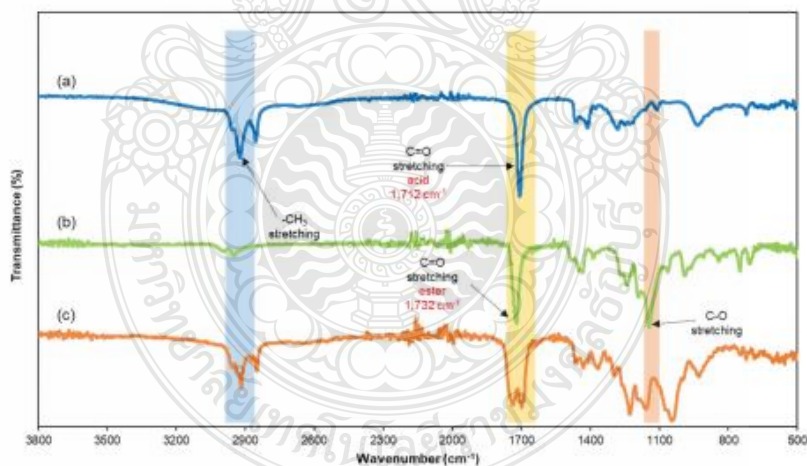


Figure 4. FT-IR spectra of CA (a), PMMA (b) and CAB/PMMA composite microcapsules encapsulated CA at a ratio of CAB:MMA (%w/w) 67:33 (c).

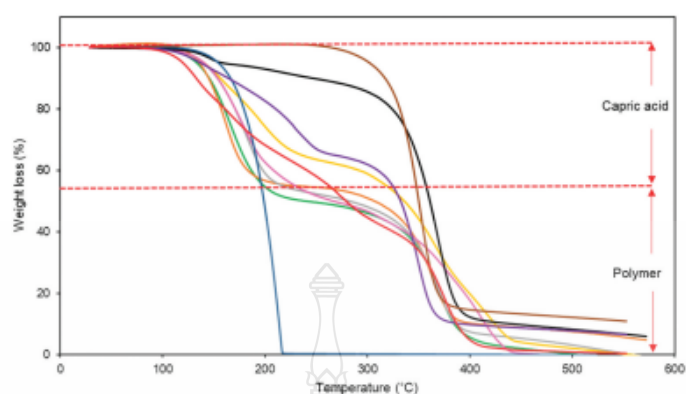


Figure 5. TGA thermograms of CA (—), CAB (—) and CAB/PMMA composite microcapsules encapsulated CA at various ratios of CAB/MMA (%w/w): 100:0 (—); 75:25 (—); 67:33 (—); 50:50 (—); 33:67 (—); 25:75 (—) and 0:100 (—).

successful encapsulation of CA in CAB/PMMA composite particles. The loading contents of the encapsulated CA directly determined from TGA thermograms were about 35–46% with high %EE values of ca. $\geq 70\%$ as shown in Table 3. Because spherical CAB/PMMA composite microcapsules provided a core-shell morphology with low % free polymer particles, high %loading and %EE at all weight ratios, they were selected for further study.

Thermal properties of the encapsulated CA were determined by DSC compared with the original CA as shown in Figure 6. The crystallization temperatures (T_c) of the encapsulated CA were similar to that of the original ones. This means that there is no super-cooling even in the confined space which is different from the microcapsules of paraffin waxes.^[6,14–17] This is a superior property of fatty acid beyond paraffin wax. Although the core-shell CAB/PMMA microcapsules were formed, the latent heats, ΔH_m and ΔH_c , determined by DSC were reduced from those of the

original CA as Table 3 shows. In our previous works,^[14–16] using MMA as a quite hydrophilic comonomer enhanced phase separation of the polymer microcapsule shell and paraffin wax core. Then, high latent heat values were obtained. Because the solubility parameter of octadecane (OD) is $16.4 \text{ MPa}^{1/2}$ ^[37] which is lower than that of PMMA ≥ 5 , PMMA and OD are unlikely miscible, leading to the enhancement of phase separation. The complete phase separated OD core similarly performed as the original ones resulting in equal latent heats. In contrast, they are likely to be miscible because of the similar solubility parameters of PMMA and CA (23.1 and $20.9 \text{ MPa}^{1/2}$, respectively). Therefore, the melting and crystallization behaviors of the encapsulated CA located at the polymer microcapsule inner interface are restricted, reducing the CA's latent heat from the original ones. Then, incorporating PMMA in the CAB matrix could not increase the encapsulated CA's latent heat.

Table 3. Encapsulation efficiencies and latent heats of the encapsulated CA in CAB/PMMA composite microcapsules using various ratios of CAB/MMA.

CAB:MMA (% w/w)	%EE	Latent heats (J/g-CA)	
		ΔH_m^*	ΔH_c^*
CA	—	168.2 (± 2.99)	172.4 (± 2.13)
100:0	70	86.7 (± 1.33)	71.6 (± 0.91)
75:25	88	104.8 (± 2.98)	102.3 (± 2.11)
67:33	90	144.9 (± 3.24)	131.2 (± 2.88)
50:50	87	105.7 (± 7.76)	102.9 (± 9.43)
33:67	75	102.4 (± 2.62)	99.3 (± 2.60)
25:75	87	112.8 (± 5.23)	105.2 (± 5.38)
0:100	75	95.2 (± 25.89)	92.4 (± 30.35)

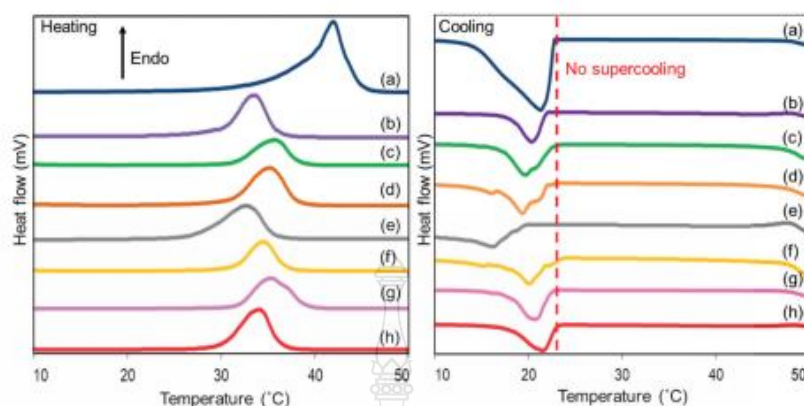


Figure 6. DSC thermograms of original CA (a) and the encapsulated CA in CAB/PMMA composite microcapsules at various ratios of CAB:MMA (%w/w): 100:0 (b); 75:25 (c); 67:33 (d); 50:50 (e); 33:67 (f); 25:75 (g) and 0:100 (h).

3.2. Ratio of polymer to capric acid

To increase the %loading of CA in the microcapsules where the shape and %EE are maintained, the ratio of polymer:CA is varied. Using CAB:MMA at a ratio of 67:33, the milky suspensions were smoothly formed (Figure 7) with high % monomer conversions for all polymer:CA ratios. However, the nonspherical shape microcapsules were produced with an increase of CA content up to 70 wt% as observed by SEM in Figure 8. When the CA ratio was risen from 50:50 to 40:60, the %

loading was increased from 55 to 59. However, it was reduced to 47% for the polymer:CA of 30:70 due to insufficient amount of polymer to totally encapsulate CA. It accorded with the decrease of %EE from 98, 97, and 67 for 50:50, 40:60 and 30:70, respectively. Although the %loading and EE were changed the latent heats are still maintained as Table 4 shows. Because of the formation of colloidal stable spherical composite microcapsules with the highest %loading, CAB/PMMA composite microcapsules using polymer:CA of 40:60 are selected for further study.

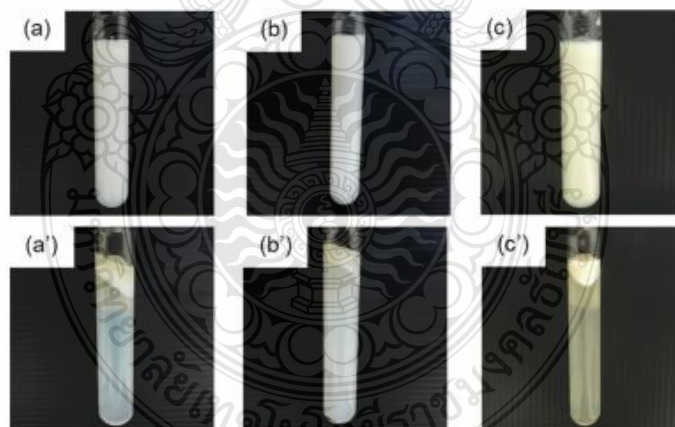


Figure 7. Photos of suspension of CAB/PMMA composite microcapsules prepared by msITP before (a-c) and after (a'-c') centrifugation at various ratios of polymer:capric acid (%w/w): 30:70 (a, a'); 40:60 (b, b') and 50:50 (c, c').

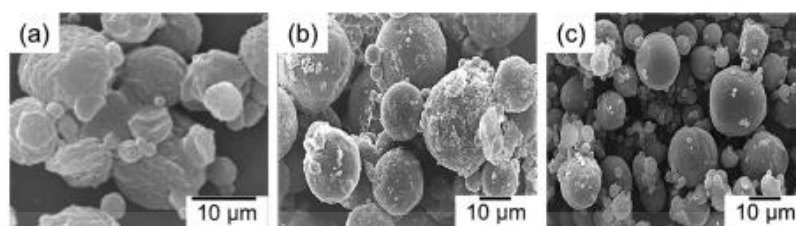


Figure 8. SEM micrographs of CAB/PMMA composite microcapsules prepared by *msITP* before (a-c) and after (a'-c') centrifugation at various ratios of polymer:capric acid (%w/w): 30:70 (a, a'); 40:60 (b, b') and 50:50 (c, c').

Table 4. Encapsulation efficiencies and latent heats of the encapsulated CA in CAB/PMMA composite microcapsules using various ratios of CAB:MMA.

Polymer: CA (%w/w)	Thermal properties			
	ΔH_m^* (J/g-CA)	ΔH_c^* (J/g-CA)	T_m (°C) peak	T_c (°C) peak
Pure CA	180.6 ($\pm$ 2.99)	180.2 ($\pm$ 2.13)	29.3 ($\pm$ 0.12)	26.2 ($\pm$ 0.31)
30:70	140.4 ($\pm$ 3.98)	127.2 ($\pm$ 4.17)	28.2 ($\pm$ 0.04)	24.1 ($\pm$ 0.63)
40:60	145.8 ($\pm$ 2.32)	141.4 ($\pm$ 1.16)	26.8 ($\pm$ 0.08)	21.6 ($\pm$ 0.52)
50:50	144.9 ($\pm$ 3.24)	131.2 ($\pm$ 2.88)	29.2 ($\pm$ 0.12)	23.4 ($\pm$ 0.38)

3.3. Thermal cycling stability testing

Heat storage or phase change materials perform a number of cycles of heat absorption and release with the temperature change. Therefore, their stability in thermal cycling is important for their applications. When the CAB/PMMA composite microcapsules at a CAB: MMA

ratio of 67:33 and polymer:CA of 40:60 were tested for 100 heating/cooling cycles, similar DSC thermograms with the constant latent heats and transition temperatures are observed as Figure 9 shows. Then, the fabricated microcapsules presented high thermal stability which would be suitable for heat storage and temperature control applications.

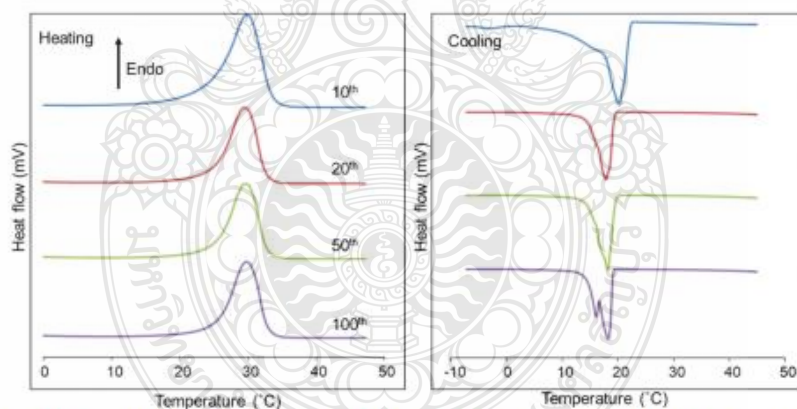


Figure 9. DSC thermograms of the encapsulated CA in CAB/PMMA composite microcapsules at a CAB:MMA ratio of 67:33 and polymer: CA of 40:60.

4. Conclusions

The bio-based CAB/polymer composite heat storage microcapsules were successfully produced by an eco-friendly *ms* ITP technique using a green solvent of ethyl acetate. Among various methacrylate monomers, using MMA produced stable spherical core-shell CAB/PMMA composite microcapsules with high EE $\geq 70\%$ and low-free polymer particles. However, the latent heats of the encapsulated CA were reduced to those of the original values which may be due to the incomplete phase separation of the CAB/PMMA polymer shell and CA core. This is the general phenomenon found in the encapsulation of PCMs. When the polymer:CA ratio was up to 40:60 the stable spherical composite microcapsules with the highest %loading of 59 were obtained. The thermal cycling stability test revealed that the prepared CAB/PMMA composite microcapsule was thermally stable for 100 heating/cooling cycles. Therefore, it would be served as a heat storage microcapsule for heat storage and temperature control applications.

Acknowledgments

This research was supported by The Science, Research and Innovation Promotion Funding (TSRI) (Grant No. FRB650070/0168). This research block grant was managed under the Rajamangala University of Technology Thanyaburi (FR65E0602A.2). It was partially supported by the Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR), THAILAND. It is also partly supported by Reinventing University Project (RMUTT) 2022, Office of the Ministry of Higher Education, Science, Research and Innovation, Thailand Science Research and Innovation. The authors also thank RMUTT Central Lab, Institute of Research and Development, Rajamangala University of Technology Thanyaburi for facility support.

Disclosure statement

No potential conflict of interest was reported by the authors.

Funding

The work was supported by the The Science, Research and Innovation Promotion Funding (TSRI) (Grant No. FRB650070/0168). This research block grant was managed under the Rajamangala University of Technology Thanyaburi (FR65E0602A.2).

Notes on contributors

Chanakan Kheaw-in received her bachelor's degree (2019) in chemistry from the Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, at Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT), Thailand. He is currently

a master student in the program of Applied Chemistry in the same department. His research interest focuses on the micro-encapsulation using bio-based polymer.

Kanlapangha Rattanasaikeaw received her bachelor's degree (2017) in the field of chemistry and master's degree (2020) in the field of applied chemistry from the Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, at Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT), Thailand. She is currently a research assistant at Polymer Colloids Lab, Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, at Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT), Thailand. Her research interest focuses on microencapsulation and Pickering emulsion for various applications.

Piyalak Ngerchuklin received the B.Sc. and M.Sc. degree in the field of Ceramic Technology, Material Science Department from Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand, in 1998 and 2000, respectively. She worked as a senior researcher in the Expert Centre of Innovative Materials (InnoMat) of Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR) under Ministry of Science and Technology, Thailand. Currently, Piyalak's research interests include structure-processing-property relations in advanced ceramic materials (piezoelectric electrostrictive materials and their applications in actuator and sensor technology), and in advanced polymer materials.

Amorn Chaiyasat is an Associate professor at the Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, at Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT), Thailand. He received a B.Sc. Chemistry degree (1996) from Mahasarakham University, Thailand, and M.Sc. Chemistry (2000) degree from Chiang Mai University, Thailand. He completed his Ph.D. program (2008) in the field of Materials Chemistry and Engineering from Kobe University, Japan. He spent a short time enhancing his knowledge of biopolymer research as a JSPS Postdoctoral Fellow, AIST Tsukuba, Tsukuba, JAPAN, in 2009, and a Visiting Scientist, McGill University, Montreal, CANADA, in 2012. His research focused on the conventional and reversible-deactivation radical polymerization in aqueous dispersed systems, preparation of polymer particle/capsule, and hybrid polymer particles.

Preeyaporn Chaiyasat received B.Sc. (1997) and M.Sc. (2001) degrees in the field of Chemistry, Chemistry Department from Chiang Mai University, Chiang Mai, Thailand. She completed her Ph.D. program (2008) in the field of Materials Chemistry and Engineering from Kobe University, Japan. She worked as an Associate Professor in the Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Thailand. Currently, Preeyaporn research interests include polymerization in the aqueous dispersed system, micro- and nano-encapsulation, and biopolymer preparation for various applications.

References

- [1] Yuan, Y.; Zhang, N.; Tao, W.; Cao, X.; He, Y. Fatty Acids as Phase Change Materials: A Review. *Ren. Sustain. Energy Rev.* 2014, 29, 482–498. DOI: 10.1016/j.rser.2013.08.107.

- [2] Ghani, S. A. A.; Jamari, S. S.; Abidin, S. Z. Waste Materials as the Potential Phase Change Material Substitute in Thermal Energy Storage System: A Review. *Chem. Eng. Commun.* 2021, 208(5), 687–707. DOI: 10.1080/00986445.2020.1715960.
- [3] Okogeri, O.; Stathopoulos, V. N. What About Greener Phase Change Materials? A Review on Biobased Phase Change Materials for Thermal Energy Storage Applications. *Int. J. Thermofluids.* 2021, 10, 100081. DOI: 10.1016/j.ijft.2021.100081.
- [4] Cárdenas-Ramírez, C.; Jaramillo, F.; Gómez, M. Systematic Review of Encapsulation and Shape-Stabilization of Phase Change Materials. *J. Energy Storage.* 2020, 30, 101495. DOI: 10.1016/j.est.2020.101495.
- [5] Peng, G.; Dou, G.; Hu, Y.; Sun, Y.; Chen, Z. Phase Change Material (PCM) Microcapsules for Thermal Energy Storage. *Adv. Polym. Technol.* 2020, 2020 (2020), 1–20. DOI: 10.1155/2020/9490873.
- [6] Pholsrimuang, P.; Ngerchuklin, P.; Chaiyasat, P. Preparation of High Performance Copolymer Microcapsule Encapsulated Heat Storage Material without Supercooling. *Polym. Plast. Technol. Eng.* 2019, 58(17), 1863–1874. DOI: 10.1080/25740881.2019.1576202.
- [7] Watanabe, T.; Sakai, Y.; Sugimori, N.; Ikeda, T.; Monzen, M.; Ono, T. Microfluidic Production of Monodisperse Biopolymer Microcapsules for Latent Heat Storage. *ACS Mat. Au.* 2022, 2(3), 250–259. DOI: 10.1021/acsmaterialsau.1c00068.
- [8] Srisawang, N.; Ngerchuklin, P.; Chaiyasat, A.; Chaiyasat, P. Polymer Microcapsules Encapsulating Photocatalyst Nanoparticles for Dye Treatment in Wastewater. *J. Appl. Res. Sci. & Tech (JARST).* 2020, 19, 1–16. DOI: 10.14456/rj-rmтт.2020.13.
- [9] Rattanasakaw, K.; Chaiyasat, A.; Three-Prom, J.; Chaiyasat, P. Preparation of Polymer Microcapsules Encapsulated Fragrance by Pickering Emulsion Technique. *J. Appl. Res. Sci. & Tech (JARST).* 2020, 19, 51–63. DOI: 10.14456/rj-rmтт.2020.5.
- [10] Srisawang, N.; Chaiyasat, A.; Ngerchuklin, P.; Chaiyasat, P. Novel Reusable PH-Responsive Photocatalyst Polymeric Microcapsules for Dye Treatment. *Int. J. Energy Res.* 2021, 45(5), 7535–7548. DOI: 10.1002/er.6335.
- [11] Klubchom, C.; Chaiyasat, P.; Chaiyasat, A. Composite Polymer Particles Containing Bismuth Vanadate Particles for Self-Cleaning Fabrics. *J. Ind. Text.* 2020, 51(1 suppl), 1476S–1498S. DOI: 10.1177/1528083720960752.
- [12] Omsinsombon, J.; Chaiyasat, A.; Busabok, C.; Chaiyasat, P. A Novel Iron Aluminate Composite Polymer Particle for High-Efficiency Self-Coating Solar Heat Reflection. *Solar Energy Mater. Solar Cells.* 2021, 230, 111248. DOI: 10.1016/j.solmat.2021.111248.
- [13] Chaiyasat, P.; Tangsongcharoen, W.; Punyamoonwongsa, P.; Chaiyasat, A. Preparation of cellulose-graft-polymethacrylic acid nanocapsule encapsulating gallic acid for cosmetic application. *J. Appl. Res. Sci. & Tech (JARST).* 2018, 17, 23–40. DOI: 10.14456/rj-rmтт.2018.3.
- [14] Namwong, S.; Islam, M. Z.; Noppalit, S.; Tangboriboonrat, P.; Chaiyasat, P.; Chaiyasat, A. Encapsulation of Octadecane in Poly(divinylbenzene-Co-Methyl Methacrylate) Using Phase Inversion Emulsification for Droplet Generation. *J. Macromol. Sci. A.* 2016, 53(1), 11–17. DOI: 10.1080/10601325.2016.1110452.
- [15] Namwong, S.; Noppalit, S.; Okubo, M.; Moonmungee, S.; Chaiyasat, P.; Chaiyasat, A. Latent Heat Enhancement of Paraffin Wax in Poly(divinylbenzene-Co-Methyl Methacrylate) Microcapsule. *Polym.-Plast. Technol. Eng.* 2015, 54(8), 779–785. DOI: 10.1080/03602559.2014.974282.
- [16] Chaiyasat, P.; Noppalit, S.; Okubo, M.; Chaiyasat, A. Do Encapsulated Heat Storage Materials Really Retain Their Original Thermal Properties? *Phys. Chem. Chem. Phys.* 2015, 17(2), 1053–1059. DOI: 10.1039/C4CP03458A.
- [17] Chaiyasat, P.; Noppalit, S.; Okubo, M.; Chaiyasat, A. Innovative Synthesis of High Performance Poly(methyl Methacrylate) Microcapsules with Encapsulated Heat Storage Material by Microsuspension Iodine Transfer Polymerization (Ms ITP). *Solar Energy Mater. Solar Cells.* 2016, 157, 996–1003. DOI: 10.1016/j.solmat.2016.07.028.
- [18] Tangsongcharoen, W.; Punyamoonwongsa, P.; Chaiyasat, P. High Performance Biocompatible Cellulose-Based Microcapsules Encapsulating Gallic Acid Prepared by Inverse Microsuspension Polymerization. *Polym. Int.* 2019, 68(4), 714–723. DOI: 10.1002/pi.5757.
- [19] Sannino, A.; Demitri, C.; Madaghiele, M. Biodegradable Cellulose-Based Hydrogels: Design and Applications. *Materials.* 2009, 2(2), 353–373. DOI: 10.3390/ma2020353.
- [20] Rebelo, R.; Fernandes, M.; Figueiro, R. Biopolymers in Medical Implants: A Brief Review. *Procedia Eng.* 2017, 200, 236–243. DOI: 10.1016/j.proeng.2017.07.034.
- [21] Jonoobi, M.; Oladi, R.; Davoudpour, Y.; Oksman, K.; Dufresne, A.; Hamzeh, Y.; Davoodi, R. Different Preparation Methods and Properties of Nanostructured Cellulose from Various Natural Resources and Residues: A Review. *Cellulose.* 2015, 22 (2), 935–969. DOI: 10.1007/s10570-015-0551-0.
- [22] Dewangan, A. K.; Perumal, Y.; Pavurala, N.; Chopra, K.; Mazumder, S. Preparation, Characterization and Anti-Inflammatory Effects of Curcumin Loaded Carboxymethyl Cellulose Acetate Butyrate Nanoparticles on Adjuvant Induced Arthritis in Rats. *J. Drug Delivery Sci. Technol.* 2017, 41, 269–279. DOI: 10.1016/j.jddst.2017.07.022.
- [23] Mahmood Raouf, R.; Abdul Wahab, Z.; Azowa Ibrahim, N.; Abidin Talib, Z.; Chieng, B. W. Transparent Blend of Poly(methylmethacrylate)/Cellulose Acetate Butyrate for the Protection from Ultraviolet. *Polymers.* 2016, 8(4), 128. DOI: 10.3390/polym8040128.
- [24] Arca, H. C.; Mosquera-Giraldo, L. I.; Bi, V.; Xu, D.; Taylor, L. S.; Edgar, K. J. Pharmaceutical Applications of Cellulose Ethers and Cellulose Ether Esters. *Biomacromolecules.* 2018, 19(7), 2351–2376. DOI: 10.1021/acs.biomac.8b00517.
- [25] Porcu, E. P.; Salis, A.; Rassi, G.; Maestri, M.; Galafassi, J.; Bruni, G.; Giunchedi, P.; Gavini, E. Engineered Polymeric Microspheres Obtained by Multi-Step Method as Potential Systems for Transarterial

- Embolization and Intraoperative Imaging of HCC: Preliminary Evaluation. *Eur. J. Pharm. Biopharm.* 2017, 117, 160–167. DOI: 10.1016/j.ejpb.2017.04.010.
- [26] Chaiyasat, P.; Pholsrimuang, P.; Boontung, W.; Chaiyasat, A. Influence of Poly(l-Lactic Acid) Molecular Weight on the Encapsulation Efficiency of Urea in Microcapsule Using a Simple Solvent Evaporation Technique. *Polym.-Plast. Technol. Eng.* 2016, 55(11), 1131–1136. DOI: 10.1080/03602559.2015.1132447.
- [27] Huang, A.; Li, X.; Liang, X.; Zhang, Y.; Hu, H.; Yin, Y.; Huang, Z. Solid-Phase Synthesis of Cellulose Acetate Butyrate as Microsphere Wall Materials for Sustained Release of Emamectin Benzoate. *Polymers*. 2018, 10(12), 1381. DOI: 10.3390/polym10121381.
- [28] Simões, M. G.; Coimbra, P.; Carreira, A. S.; Figueiredo, M. M.; Gil, M. H.; Simões, P. N. Eugenol-Loaded Microspheres Incorporated into Textile Substrates. *Cellulose*. 2020, 27(7), 4109–4121. DOI: 10.1007/s10570-020-03010-2.
- [29] Hatton, F. L.; Derry, M. J.; Armes, S. P. Rational Synthesis of Epoxy-Functional Spheres, Worms and Vesicles by RAFT Aqueous Emulsion Polymerisation of Glycidyl Methacrylate. *Polym. Chem.* 2020, 12(39), 6343–6355. DOI: 10.1039/D0PY01097A.
- [30] Lau, W. Emulsion Polymerization of Hydrophobia Monomers. *Macromol. Symp.* 2002, 182(1), 283–289. DOI: 10.1002/1521-3900(200206)182:1<283::AID-MASY283>3.0.CO;2-H.
- [31] Ghazaly, H. M.; Daniels, E. S.; Dimonie, V. L.; Klein, A.; El-Aasser, M. S. Miniemulsion Copolymerization Of n-Butyl Methacrylate with Crosslinking Monomers. *J. Appl. Polym. Sci.* 2001, 81(7), 1721–1730. DOI: 10.1002/app.1604.
- [32] Chaiyasat, P.; Namwong, S.; Okubo, M.; Chaiyasat, A. Synthesis of Micrometer-Sized Poly(methyl Methacrylate) Particles by Microsuspension Iodine Transfer Polymerization (Ms ITP). *Rsc. Adv.* 2016, 6(97), 95062–95066. DOI: 10.1039/C6RA19288B.
- [33] Uragami, T.; Yamada, H.; Miyata, T. Removal of Dilute Volatile Organic Compounds in Water Through Graft Copolymer Membranes Consisting of Poly(alkylmethacrylate) and Poly(dimethylsiloxane) by Pervaporation and Their Membrane Morphology. *J. Membr. Sci.* 2001, 187(1–2), 255–269. DOI: 10.1016/S0376-7388(01)00355-6.
- [34] Ramanaiah, S.; Rani, P. R.; Sreekanth, T. V. M.; Reddy, K. S. Determination of Hansen Solubility Parameters for the Solid Surface of Cellulose Acetate Butyrate by Inverse Gas Chromatography. *J. Macromol. Sci. Part B*. 2011, 50(3), 551–562. DOI: 10.1080/00222341003784527.
- [35] Bernardo, G.; Vesely, D. Solubility of Carboxylic Acids in a Matrix of Uncross-Linked Polystyrene. *Eur. Polym. J.* 2007, 43(12), 4983–4994. DOI: 10.1016/j.eurpolymj.2007.09.007.
- [36] Yeshchenko, O.; Malynych, S.; Polomarev, S.; Galabura, Y.; Chumanov, G.; Luzinov, I. Towards Sensor Applications of a Polymer/Ag Nanoparticle Nanocomposite Film. *Rsc. Adv.* 2019, 9(15), 8498–8506. DOI: 10.1039/C9RA00498J.
- [37] Mullen, K.; Carron, K. Adsorption of Chlorinated Ethylenes at 1-Octadecanethiol-Modified Silver Surfaces. *Anal. Chem.* 1994, 66(4), 478–483. DOI: 10.1021/ac00076a010.





Preparation of cellulose-based heat storage microcapsules

Chanakan Kheaw-in¹, Piyakul Ngerchuklin², 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 (AMDD), Faculty of Science and Technology, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Klong 6, Thanyaburi, Pathumthani 12110, Thailand

*E-mail: p_chaiyasat@mail.mutt.ac.th

Abstract

In this research, cellulose-based microcapsules containing capric acid (CA) as heat storage materials were prepared. Cellulose acetate butyrate grafted with polymethyl methacrylate (CAB-g-PMMA) particles encapsulating CA were prepared by micro-suspension iodine transfer polymerization (msITP). The influence of CAB/MMA weight ratio on microcapsule morphology and encapsulation efficiency was studied. The colloidal stable spherical microcapsules with smooth surfaces were obtained. Using CAB/MMA at 67:33 (w/w%) presented high encapsulation of CA with the good thermal property. The melting and crystallization temperatures of the encapsulated CA were similar to those of the original CA (~32 °C). Moreover, the latent heats, both heats of melting and crystallization, of the encapsulated CA were close to those of the original CA (172 J/g). The obtained bio-based microcapsules would be well applied in heat storage applications.

Experimentals

Edlyl acetate/CAB

Chloroform/CAB

γ -Butyrolactone/CAB

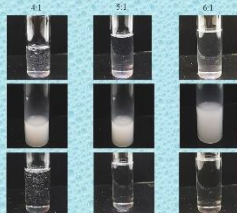


Fig. 1 Solubility testing of CAB using various solvents at ratios (%w/w): 4:1, 5:1 and 6:1

Table 1. Reagent amounts for solubility testing of CAB

Chemicals	Solvent:CAB (%w/w)		
	4:1	5:1	6:1
Solvent*	4	5	6
CAB	1	1	1

* Edlyl acetate, Chloroform and γ -Butyrolactone

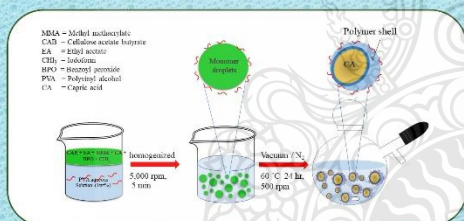


Fig. 2 Schematic diagram for the preparation of CAB-g-PMMA/CA microcapsules by msITP

Table 2. Reagent amounts for the preparation of CAB-g-PMMA/CA microcapsules by msITP at various ratios CAB/MMA

Chemicals		CAB : MMA (%w/w)							
			100:0	75:25	67:33	50:50	33:67	25:75	0:100
Oil	CAB	g	1.25	0.94	0.83	0.63	0.42	0.31	
	MMA	g		0.31	0.42	0.63	0.83	0.94	1.25
	CA	g	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25	1.25	
	EA	g	6.25	4.69	4.17	3.13	2.08	1.57	
	BPO	g		0.03	0.03	0.05	0.07	0.08	0.10
	CH ₂ I ₂	g		0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Aqueous	PVA solution (1%wt)	g	22.50	22.50	22.50	22.50	22.50	22.50	22.50

* Polymer : CA – 50:50 %w/w

Results and discussion

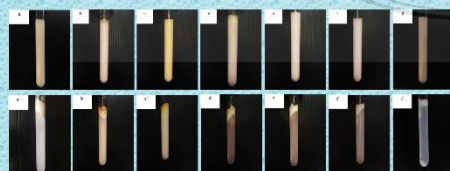


Fig. 3 Photos of suspension of CAB-g-PMMA/CA prepared by msITP before (a-g) and after (a'-g') centrifugation at various ratios of CAB/MMA (%w/w): 100:0 (a, a'); 75:25 (b, b'); 67:33 (c, c'); 50:50 (d, d'); 33:67 (e, e'); 25:75 (f, f') and 0:100 (g, g')

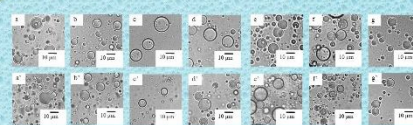


Fig. 4 Optical micrographs of CAB-g-PMMA/CA microcapsules prepared by msITP before (a-g) and after (a'-g') polymerization at various ratios of CAB/MMA (%w/w): 100:0 (a, a'); 75:25 (b, b'); 67:33 (c, c'); 50:50 (d, d'); 33:67 (e, e'); 25:75 (f, f') and 0:100 (g, g')



Fig. 5 SEM micrographs of CAB-g-PMMA/CA microcapsules using various ratios of CAB/MMA (%w/w): 100:0 (a); 75:25 (b); 67:33 (c); 50:50 (d); 33:67 (e); 25:75 (f) and 0:100 (g)

Table 3. %Loading and %Encapsulation of CAB-g-PMMA/CA microcapsules obtained by msITP at various ratios of CAB/MMA

(CAB/MMA) (%w/w)	%Loading		%Encapsulation
	Experiment ^a	Calculation ^b	
100:0	34	100	34
75:25	46	52	88
67:33	46	51	90
50:50	45	52	87
33:67	32	53	60
25:75	45	52	87
0:100	37	50	74

^aTGA

^bCalculation using the following equation: %Loading =

Weight_{CA} / (Weight_{CA} + Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Weight_{CA} = (Weight_{CA} - Weight_{CA}) / (Weight_{CA} - Weight_{CA}) × 100

Conclusion

CAB-g-PMMA/CA microcapsules were successfully prepared by msITP. The colloidal stable spherical microcapsules with smooth surfaces were obtained. Using CAB/MMA at 67:33 (w/w%) presented high encapsulation of CA with the good thermal property. The melting and crystallization temperatures of the encapsulated CA were similar to those of the original CA.

References

1. Jantana S., et al. *Fibers Polymer* 2018, 19, 2039-2048
2. Sangun P., et al. (2020). *Fibers and Polymers*. 2020, 21, 935-943.



-[PCT-11]-_n

CERTIFICATE OF ATTENDANCE

THIS IS TO CERTIFY THAT

CHANAKAN KHEAW-IN

HAS PRESENTED THE PAPER (POSTER) TITLED

"PREPARATION OF CELLULOSE-BASED HEAT STORAGE MICROCAPSULES"

THE INTERNATIONAL POLYMER CONFERENCE OF THAILAND (PCT-11)

(VIRTUAL CONFERENCE)

JULY 1-2, 2021

Pranee Phinyochep

ASSOC.PROF.PRANEE PHINYOCHEEP

Chairperson

T. Amornsakchai

ASSOC.PROF.TAWEECHAI AMORNSAKCHAI

Scientific Committee Chair



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ชนกันต์ เขียวอินทร์
วัน เดือน ปีเกิด	24 มกราคม 2540
ที่อยู่	55/13 หมู่ 4 ตำบลเตาปูน อำเภอแก่งคอย จังหวัดสระบุรี 18110
การศึกษา	ปริญญาตรี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี สาขาวิชาเคมีประยุกต์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
เบอร์โทรศัพท์	082-677-2369
อีเมล	sursur.sp@gmail.com

