

รายงานความก้าวหน้าของโครงการวิจัย

เรื่อง

การเตรียมไมโครแคปซูลบรรจุสารดูดซับก๊าซเอทรีลีน

(Preparation of microcapsule containing ethylene absorbent)

ภายใต้โครงการส่งเสริมการทำงานวิจัยเชิงลึกในสาขาที่มีศักยภาพสูง

กลุ่มวิจัยวัสดุขั้นสูง

จัดทำโดย

อ.ดร.สรินทร์ ลิ้มปนาทและคณะ

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เสนอกองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

ปีงบประมาณ 2553

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายงานความก้าวหน้าของโครงการวิจัย

ภายใต้โครงการส่งเสริมการทำงานวิจัยเชิงลึกในสาขาที่มีศักยภาพสูง (กลุ่มวิจัยวัสดุขั้นสูง)

ประจำปีงบประมาณ 2553

1. ชื่อโครงการ

- 1.1 (ภาษาไทย) การเตรียมไมโครแคปซูลบรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีน
- 1.2 (ภาษาอังกฤษ) (Preparation of microcapsule containing ethylene absorbent)

2. ทีมวิจัย

2.1 ชื่อหัวหน้าโครงการ และสังกัด

อ.ดร.สรินทร์ ลีมปานาท (Dr.Sarintorn Limpanart)

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โทร. 022184240

E mail : sarintorn.c@chula.ac.th

2.2 ชื่อนักวิจัยร่วม และสังกัด

2.2.1 อ.ดร.กฤษณา ศิริเลิศมุกุล (Dr.Krisana Siralertmukul)

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โทร. 022184218

E mail : krisana.l@chula.ac.th

2.2.2 อ.ดร.ปราณี เลิศสุทธีวงศ์ (Dr.Pranee Lertsutthiwong)

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โทร. 02218421

E mail : pranee.l@chula.ac.th

2.2.3 นายศรีไฉล ขุนทน (Mr. Srichalai Khonthon)

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โทร. 022184246

E mail : srichalai@hotmail.com,

3. **กุญแจคำ(Keywords)**ที่เกี่ยวข้อง : microcapsule, ethylene absorbent, prolong shelf life, scavenger

กิตติกรรมประกาศ

(Acknowledgement)

โครงการนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยการสนับสนุนจากหลายฝ่าย หลายหน่วยงาน ตั้งแต่การสนับสนุนทุนการวิจัยโดยจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ผ่านทางส่วนส่งเสริมและพัฒนาวิจัย สำนักงานวิชาการ คณะกรรมการบริหารจัดการกลุ่มวิจัย ประธานคณบดีของกลุ่มวิจัยวัสดุขั้นสูงให้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากโครงการส่งเสริมการทำงานวิจัยเชิงลึกในสาขาที่มีศักยภาพสูง(CU-CLUSTER-FUND; กลุ่มวิจัยวัสดุขั้นสูง) ประจำปีงบประมาณ 2553 ในการศึกษาวิจัยครั้งนี้

ทางโครงการใคร่ขอขอบคุณ สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ ที่ให้การสนับสนุนทั้งทางด้านบุคลากร เครื่องมือ อุปกรณ์การวิจัย ตลอดจนสถานที่ในการวิจัย รวมถึงการประสานงานต่างๆ รวมถึงศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการให้บริการวิเคราะห์ทดสอบต่างๆ ด้วยดีเสมอมา

นอกจากนี้ ทางโครงการใคร่ขอบคุณคณะทำงานกลุ่มวิจัยวัสดุขั้นสูงที่อำนวยความสะดวกให้ขั้นตอนการประเมินผลงานวิจัยสามารถลุล่วงไปได้ด้วยดี

สุดท้ายนี้ทางโครงการขอขอบคุณบุคลากรในทุกหน่วยงานที่กล่าวถึง ตลอดจนผู้ร่วมวิจัยและผู้ช่วยวิจัยทุกท่านที่ให้การสนับสนุน ให้ความร่วมมือและทุ่มเทการทำงานด้วยดีเสมอมา

คณะผู้วิจัย

บทคัดย่อ

การศึกษาในครั้งนี้ เป็นการเตรียมไมโครแคปซูลบรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีน 2 รูปแบบ คือ (1) รูปแบบ multi core ด้วยเทคนิคต่างๆ ได้แก่ ไอออนโทโรพิกเจลเลชัน อิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน และอัลตราซันติก และ (2) รูปแบบ multi wall ด้วยเทคนิคไอออนโทโรพิกเจลเลชัน โดยใช้ไคโตซานและอัลจิเนตเป็นพอลิเมอร์ในการสร้างแคปซูลทั้ง 2 รูปแบบ และใช้ span 80 เป็นสารลดแรงตึงผิวสำหรับวิธีอิมัลชัน สารดูดซับก๊าซเอทิลีนที่ใช้ในการศึกษา ได้แก่ ดินเบนโทไนต์และผงซิลิกา จากผลการทดลองพบว่าความเข้มข้นและชนิดของสารดูดซับก๊าซเอทิลีน ชนิดของพอลิเมอร์ เทคนิคการเตรียมไมโครแคปซูลมีผลต่อสมบัติของไมโครแคปซูลทั้งในรูปของ ขนาด เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะ โครงสร้างผลึก และสมบัติทางความร้อน เมื่อทดสอบการชะลอการเน่าเสียของกล้วย พบว่าไมโครแคปซูลชนิด multi-core และ multi-wall ที่บรรจุ bentonite ให้ผลดีกว่าชุดควบคุมที่ไม่มีการใส่สารดูดซับก๊าซเอทิลีน

Abstract

In this study, microcapsules were prepared into 2 categories: (1) multi-core micorocapsules which were prepared by various techniques, i.e. ionotropic gelation, w/o emulsification and ultrasonification, and (2) multi-wall micorocapsules which were prepared by ionotropic gelation. Chitosan and alginate were used as capsule polymers, span 80 was used as an emulsifier, and bentonite and fume silica were used as ethylene adsorbents. The results indicated that concentration and type of ethylene adsorbents, type of polymers, preparation techniques affected the properties of microcapsules in terms of size, pore diameter, surface area, crystal structure and thermal properties. According to spoilage testing, both multi-core and multi-wall microcapsules containing bentonite could slow down spoilage of banana better than control (without any ethylene adsorbent).

สารบัญเรื่อง
(Table of Contents)

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	II
บทคัดย่อ	III
Abstract	III
สารบัญเรื่อง	IV
สารบัญตาราง	V
สารบัญภาพ	VI
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 การดำเนินการวิจัย	18
บทที่ 3 การอภิปรายผลการวิจัย	24
บทที่ 4 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	49
บรรณานุกรม	50

สารบัญตาราง

(List of Tables)

ตารางที่	หน้า
1.1 แผนการดำเนินงานวิจัย ปีที่ 1	4
1.2 ขนาดและความสามารถในการบรรจุสารสำคัญจากวิธีการเตรียมไมโครแคปซูลต่างๆ	7
1.3 อัตราการหายใจของผลไม้บางชนิด	14
2.1 สภาวะและปริมาณสารในการเตรียมไมโครแคปซูล	21
3.1 ปริมาณ yield ที่ได้ของไมโครแคปซูล ชนิด multi core อัลจีเนตบรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีน	26
3.2 ปริมาณ yield ที่ได้ของแคปซูลชนิด multi wall บรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีน	29
3.3 ขนาดและลักษณะของไมโครแคปซูลโคโคซานบรรจุดิน	33
3.4 แสดงผลของสภาวะในการใช้คลื่น ultrasonic ต่อขนาดและค่า Zeta potentials ของอนุภาคโคโคซาน	36
3.5 พื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดและปริมาตรรูพรุนของไมโครแคปซูล	43
3.6 ประสิทธิภาพในการรักษาน้ำหนักผลไม้	46
3.7 การเปลี่ยนแปลงลักษณะของกล้วยในถุงซิปล	47
3.8 การเปลี่ยนแปลงลักษณะของกล้วยในโถแก้วสุญญากาศ	48

สารบัญภาพ

(List of Illustration)

รูปที่	หน้า
1.1 ส่วนประกอบของไมโครแคปซูล	5
1.2 ไมโครแคปซูลประเภทต่างๆ	6
1.3 หลักการเกิดอิมัลชัน	8
1.4 กระบวนการเตรียมอิมัลชัน	9
1.5 กลไกการเกิด complex coacervation	10
1.6 โครงสร้างทางเคมีของไคโตซาน	11
1.7 โครงสร้างทางเคมีของอัลจิเนต	12
2.1 แสดงการเตรียมบีตไคโตซานด้วยเทคนิค ionotropic gelation	20
3.1 ภาพ SEM ของแคปซูลไคโตซานจากเปลือกกุ้งบรรจุดินเบนโทไนด์ที่ความเข้มข้น ก) 1%, ข) 4%, ค) 5%, ง) 6% และ จ) 10% w/w ของปริมาณไคโตซาน	25
3.2 ภาพ SEM ของแคปซูลไคโตซานจากแกนปลาหมึกบรรจุดินเบนโทไนด์ที่ความเข้มข้น ก) 1%, ข) 4%, ค) 5%, ง) 6% และ จ) 10% w/w ของปริมาณไคโตซาน	25
3.3 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนตบรรจุซิลิกาในปริมาณต่างๆ	27
3.4 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนตบรรจุดินเบนโทไนด์ในปริมาณต่างๆ	27
3.5 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนตบรรจุดินเบนโทไนด์ในปริมาณต่างๆ เมื่อส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	28
3.6 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนตบรรจุซิลิกาในปริมาณต่างๆ เมื่อส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	28
3.7 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนต-ไคโตซานบรรจุดินเบนโทไนด์ในปริมาณต่างๆ	30
3.8 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนต-ไคโตซานบรรจุดินเบนโทไนด์ในปริมาณต่างๆ เมื่อถ่ายด้วย กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด	30

3.9	ลักษณะของแคปซูลอัลจินต-ไคโตซานบรรจุซิลิกาในปริมาณต่างๆ	31
3.10	ลักษณะของแคปซูลอัลจินต-ไคโตซานบรรจุซิลิกาในปริมาณต่างๆ เมื่อถ่ายด้วย กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด	31
3.11	แสดงลักษณะทางกายภาพของสารละลายไคโตซานหลังการเตรียมโดยเทคนิคอิมัลชัน ก) หลังการเตรียมที่ 1 ชั่วโมง ข) หลังการตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง	32
3.12	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 50 เท่าของสเฟียร์โิตซาน ก่อนการบรรจุ bentonite ก่อนการแยกและทำแห้ง	33
3.13	ภาพถ่ายของแคปซูลไคโตซานที่บรรจุดินเบนโทไนต์ในปริมาณต่างๆ จาก กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยาย 50 เท่า ก. 0.1, ข. 0.5, ค.1.0, ง. 3.0, จ. 5.0 และ ฉ. 6.0 (ร้อยละโดยน้ำหนักดินต่อปริมาตรสารละลายไคโตซาน)	34
3.14	ภาพถ่าย TEM แสดงลักษณะของอนุภาคไคโตซานเมื่อใช้คลื่นอัลตราโซนิก ความถี่ต่างกัน ก. 25%, ข. 50%, ค. 75%, ง. 85% และ จ. ไม่ใช้คลื่นอัลตราโซนิก	37
3.15	FTIR สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core บรรจุดิน	38
3.16	FTIR สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi wall บรรจุดิน	39
3.17	FTIR สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core และ multi wall บรรจุดิน 4%	40
3.18	XRD สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core บรรจุดิน 1 2 และ 4%	41
3.19	XRD สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi wall บรรจุดิน 1 2 และ 4%	41
3.20	XRD สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core บรรจุซิลิกา 1 2 และ 4%	42
3.21	การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อนของไมโครแคปซูล ชนิด multi core และ multi wall บรรจุดิน 4%	44
3.22	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่หายไปของกั้วต่อเวลา	46

บทที่ 1

บทนำ

1. ความสำคัญและที่มา

ประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม มีผลิตผลทางการเกษตรปริมาณมาก นอกเหนือจากการผลิตเพื่อบริโภคในประเทศแล้ว ยังมีการผลิตเพื่อการส่งออก สามารถนำเงินตราเข้าประเทศปีละนับหมื่นล้านบาท ตลอดระยะเวลาที่ผ่านมาได้มีการพัฒนาเทคโนโลยีการเกษตรให้ได้ผลผลิตต่อไร่สูงขึ้นตามนโยบายของรัฐที่ต้องการส่งเสริม "ครัวไทยสู่ครัวโลก" ส่งผลให้สินค้าการเกษตรโดยเฉพาะผักและผลไม้ได้รับความสนใจจากประเทศผู้บริโภคอื่นๆ ในโลกอย่างมาก โดยตลาดส่งออกที่สำคัญได้แก่ ฮองกง จีน ไต้หวัน อินโดนีเซีย ญี่ปุ่น และกลุ่มประเทศตะวันออกกลาง เป็นต้น จะเห็นได้จากปริมาณการส่งออกสินค้ากลุ่มนี้มีแนวโน้มสูงขึ้นอย่างต่อเนื่องโดยเฉพาะลำไย กล้วยและมะม่วง แต่ปัญหาหลักของเกษตรกรคือเมื่อถึงฤดูกาลเก็บเกี่ยวผลิตผลปริมาณมากเกิดการเน่าเสียเร็วในระหว่างการขนส่ง ดังนั้นจึงต้องอาศัยเทคโนโลยีต่างๆ มาช่วยในการชะลอการเน่าเสียพืชผลทางการเกษตร

ปัจจุบันเทคโนโลยีในการผลิตและบรรจุสินค้าผัก ผลไม้สด เพื่อชะลอการเน่าเสียกระทำได้หลายเทคนิค เช่น

1. การใช้สารเคมีช่วยคงคุณภาพหรือช่วยชะลอการสุก โดยหลักการง่ายๆ คือให้สารเคมีไปยับยั้งหรือรบกวนการทำงานของฮอร์โมนเอทิลีนที่เป็นตัวกระตุ้นให้เกิดกระบวนการสุกในพืช เช่น การใช้ MCP (methylcyclopropene) ในกลุ่มไม้ผลและไม้ดอก เป็นต้น
2. การควบคุมปริมาณความชื้นและค่า water activity ในผักและผลไม้โดยการควบคุมสภาวะอุณหภูมิ ความชื้น ระหว่างขนส่งเพื่อช่วยยืดอายุการเก็บรักษา
3. การฉายรังสีลงบนผัก ผลไม้ที่เพิ่งเก็บเกี่ยวใหม่ๆ เพื่อลดจำนวนแบคทีเรีย (*Escherichia coli*) ที่ทำให้เน่าเสีย แต่ยังมีผลข้างเคียงที่ตามมาคือ ผักและผลไม้หลายชนิดทนรังสีได้ต่ำทำให้เกิดตำหนิที่ผิวได้ง่าย

4. การใช้พอลิเมอร์รักษาสภาพระหว่างขนส่ง โดยการใช้พอลิเมอร์เจลที่อุ้มน้ำได้ดี แข็งแรง และบรรจุไปพร้อมกับบรรจุภัณฑ์ที่ปิดสนิทสามารถรักษาสภาพความสดได้ถึงปลายทาง โดยถึงแม้ น้ำแข็งละลายเป็นน้ำก็ไม่ไหลเปียกผัก ผลไม้ เพราะถูกดูดซับโดยพอลิเมอร์ สินค้าจึงเย็นได้นานถึงปลายทาง

อย่างไรก็ตาม ปัญหาการส่งออกผลไม้ นับวันก็ยิ่งทวีความรุนแรงมากขึ้น โดยเฉพาะเรื่องคุณภาพสินค้า การผลิตและการควบคุมคุณภาพ พร้อมทั้งการสร้างเชื่อมั่นให้เป็นที่ยอมรับของประเทศผู้ซื้อเป็นสิ่งสำคัญ เพื่อสร้างความได้เปรียบทางการค้าและเป็นการผลักดันการส่งออกผลไม้ไทยให้ขยายตัวมากกว่าที่เป็นอยู่ ซึ่งจะสร้างรายได้เข้าประเทศอย่างเป็นกอบเป็นกำและยั่งยืนในระยะยาว ดังนั้นการวิจัยเพื่อพัฒนาเทคโนโลยีด้านการเกษตร เพื่อช่วยลดความเสียหายที่เกิดกับผลผลิต และช่วยยืดอายุผลผลิตให้สามารถเก็บรักษาได้นานขึ้น มีคุณภาพได้มาตรฐานที่นำไปสู่ Food Safety จึงเป็นงานวิจัยที่จะช่วยเพิ่มศักยภาพการแข่งขันเพื่อส่งเสริมการส่งออกสินค้าเกษตรได้ทางหนึ่ง ข้อดีและจุดเด่นในงานวิจัยนี้คือการพัฒนาเทคนิคในการเตรียมไมโครแคปซูลพอลิเมอร์ขนาดเล็กด้วยเทคนิคอิมัลชัน เพื่อบรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีนที่เป็นตัวเร่งการสุกของผลไม้ ซึ่งจะช่วยในการชะลอการสุกของผลไม้ โดยการเลือกใช้สารดูดซับที่มีราคาถูก คือ ดินเบนโทไนต์ ที่มีแหล่งวัตถุดิบในประเทศที่หาได้ง่ายและมีจำนวนมาก และที่สำคัญคือปลอดภัยต่อผู้บริโภคแม้จะมีการตกค้างหลังการใช้ เนื่องจากเคลย์ไม่ใช้สารเคมีอันตราย ได้จากธรรมชาติ มีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม และกำจัดออกได้ง่ายโดยการล้างน้ำ ไม่ก่อปัญหาตกค้างในสภาวะแวดล้อม งานวิจัยนี้เป็นการพัฒนาเทคโนโลยีในการเตรียมไมโครแคปซูลที่บรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีนผสมผสานกับนาโนเทคโนโลยีในการผสมและขึ้นรูปฟิล์มพอลิเมอร์เคลย์นาโนคอมพอสิต เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่สามารถนำไปใช้เป็นบรรจุภัณฑ์ได้ด้วย ซึ่งจะช่วยลดขั้นตอนและเพิ่มประสิทธิภาพในการเก็บรักษาผลไม้ให้กับเกษตรกร

2. วัตถุประสงค์

- 2.1 เพื่อศึกษาเทคโนโลยีการนำไมโครแคปซูลมาใช้ในการดูดซับก๊าซเอทิลีนที่ทำให้ผลไม้เน่าเสียหลังการเก็บเกี่ยว
- 2.2 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการชะลอการสุกตัวของผลไม้

3. ขอบเขตการวิจัย

เตรียมไมโครแคปซูลจากพอลิเมอร์ธรรมชาติ (ได้แก่ ไคโตซาน อัลจิเนต) ที่บรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีน และศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับก๊าซเอทิลีน

4. ระเบียบวิธีวิจัย

ก๊าซเอทิลีนและความชื้นเป็นสาเหตุสำคัญในการทำให้ผลผลิตทางการเกษตรเน่าเสียอย่างรวดเร็ว ดังนั้น การชะลอการเน่าเสียหรือการยืดอายุผลไม้หลังการเก็บเกี่ยวในงานวิจัยนี้จะใช้เทคโนโลยีการผลิตไมโครแคปซูลบรรจุสารที่สามารถดูดซับก๊าซเอทิลีนที่มีราคาถูก ได้แก่ ดินเบนโทไนต์และผงซิลิกา ในการควบคุมปริมาณก๊าซเอทิลีนไม่ให้มากพอที่จะเร่งการสุกของผลไม้ได้

การเตรียมไมโครแคปซูลจะใช้เทคนิคอิมัลชัน โดยอาศัยแรงตึงผิวของวัสดุต่างวิฤภาคกัน มาผ่านกระบวนการทางกล ทำให้ได้อนุภาคขนาดเล็กกระจายอยู่ใน media เกิดเป็นอิมัลชัน ซึ่งสามารถควบคุมขนาดของอนุภาคได้ตามชนิดของสารลดแรงตึงผิวและแรงเฉือนที่ให้ ซึ่งในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาผลของปริมาณสารดูดซับที่บรรจุในไมโครแคปซูลต่อขนาดอนุภาคและประสิทธิภาพในการดูดซับก๊าซเอทิลีน

5. วิธีดำเนินการวิจัย

- 1) ศึกษาผลของปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ชนิดและปริมาณของสารตัวดูดซับ (silica fume และ bentonite clay) ชนิดและปริมาณสารลดแรงตึงผิว สภาวะในการเตรียมอิมัลชัน เป็นต้น ในการเตรียมไมโครแคปซูลไคโตซานหรืออัลจิเนต ด้วยเทคนิค ionotropic gelation, emulsion และ ultrasonification
- 2) การตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติเชิงเคมี ขนาดและการกระจายขนาดไมโครแคปซูลที่เตรียมได้
- 3) ศึกษาสัณฐานภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)
- 4) ศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีโดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy)
- 5) ศึกษาโครงสร้างเชิงผลึกของด้วยเทคนิคการกระเจิงรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction spectroscopy)
- 6) ศึกษาความเสถียรของไมโครแคปซูลด้วยโดยเทคนิคทางความร้อน (Thermal gravimetry)
- 7) การศึกษาประสิทธิภาพการกักเก็บสารดูดซับ (Entrapment Efficiency, EE) ของไมโครแคปซูล

6. แผนการดำเนินงานตลอดโครงการและผลที่จะได้ระเบียบวิธีวิจัย

แผนการดำเนินงานจะสอดคล้องกับหัวข้อที่กล่าวถึงระเบียบวิธีวิจัยและขอบเขตการวิจัยดังตารางที่ 1.1

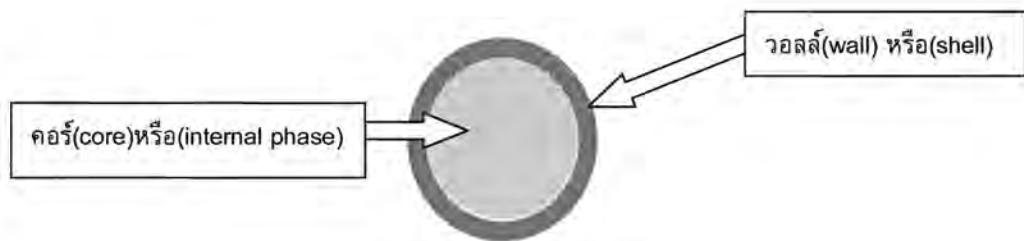
ตารางที่ 1.1 แผนการดำเนินงานวิจัย ปีที่ 1

แผนการดำเนินงาน	เดือนที่												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
1. เตรียมไมโครแคปซูลโคโคซาน ขนาดเล็กด้วยเทคนิค ionotropic gelation, emulsion และ ultrasonification	←————→												
2. ศึกษาผลของชนิดและปริมาณของ สารตัวดูดซับ	←————→												
3. ศึกษาผลของคลื่น ultrasonic สภาวะในการเตรียมแบบอิมัลชัน	←————→												
4. การตรวจสอบและวิเคราะห์ขนาด และการกระจายขนาดของไมโคร แคปซูล				←————→									
5. การตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีและ โครงสร้างผลึกของไมโครแคปซูล				←————→									
6. การศึกษาประสิทธิภาพการกักเก็บ สารดูดซับ (Entrapment Efficiency, EE) ของไมโครแคปซูล								←————→					
7. สรุปผลการทดลองและเขียนรายงาน การวิจัย										←————→			

7. ทฤษฎีและแนวความคิดที่นำมาใช้ในการวิจัย

ไมโครแคปซูล

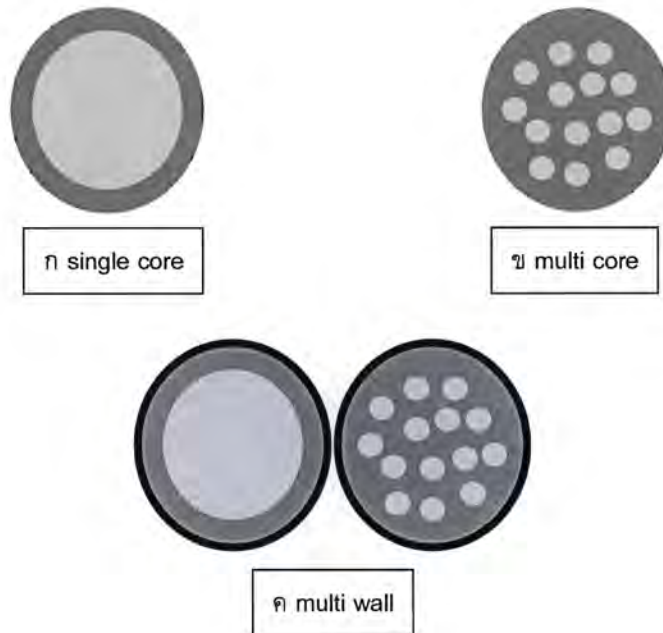
ไมโครแคปซูล หมายถึงอนุภาคของสารที่ประกอบด้วยชั้นเคลือบห่อหุ้มสารที่ต้องการกักเก็บ ซึ่งมีขนาดในระดับ 10 – 2000 ไมครอน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับกระบวนการที่ใช้ในการเตรียมไมโครแคปซูลที่เรียกว่า ไมโครเอนแคปซูลเลชัน (microencapsulation) ส่วนประกอบสำคัญ 2 ส่วนหลักๆ ของไมโครแคปซูล คือ สารสำคัญที่บรรจุอยู่ภายในแคปซูล ซึ่งเรียกว่า คอรั (core) หรือ internal phase และผนังที่ห่อหุ้มซึ่งอยู่รอบนอกสารสำคัญ เรียกว่า วอลล์ (wall) หรือเชลล์ (shell) (รูปที่ 1.1) (เอกลักษณ์ ทวีโรจนกุล, 2009)



รูปที่ 1.1 ส่วนประกอบของไมโครแคปซูล

ไมโครแคปซูลสามารถจำแนกได้เป็น 3 ประเภท ตามลักษณะของห่อหุ้ม ดังนี้

1. แบบหุ้มชั้นเดียว (single core หรือ core-shell-Encapsulation) สารสำคัญทั้งหมดจะถูกห่อหุ้มอยู่ในวอลล์ (รูปที่ 1.2 ก)
2. แบบคอร์กระจายตัวอยู่ในสารที่เป็นวอลล์หรือเชลล์ (multi core หรือ Matrix encapsulation) (รูปที่ 1.2 ข)
3. แบบหุ้มหลายชั้น (multi wall) (รูปที่ 1.2 ค)



รูปที่ 1.2 ไมโครแคปซูลประเภทต่างๆ

(ที่มา : [http://e-book.ram.edu/e-book/f/FY463\(50\)/FY463-4.pdf](http://e-book.ram.edu/e-book/f/FY463(50)/FY463-4.pdf))

กระบวนการเตรียมไมโครแคปซูล

กระบวนการเตรียมไมโครแคปซูลหรือไมโครแคปซูลเอนแคปซูลเลชัน สามารถแบ่งออกเป็น 2 กระบวนการหลักคือ กระบวนการทางเคมี (chemical process) และกระบวนการทางกล (mechanical process) ซึ่งในแต่ละกระบวนการยังสามารถแยกย่อยตามเทคนิคที่ใช้ในการขึ้นรูป โดยขนาดและความสามารถในการบรรจุสารสำคัญหรือสารออกฤทธิ์ของไมโครแคปซูลที่ได้จะแตกต่างกันดังดูได้จากรายละเอียดที่แสดงในตารางที่ 1.2

ตารางที่ 1.2 ขนาดและความสามารถในการบรรจุสารสำคัญจากวิธีการเตรียมไมโครแคปซูลต่างๆ

Technique	Encapsulation Methods	Particle size(μm)	Max load(%)
Chemical	Simple coacervation	20-200	<60
	Complex coacervation	5-200	70-90
	Molecular inclusion	5-50	5-10
Mechanical	Spray-drying	1-50	<40
	Spray chilling	20-200	10-20
	Extrusion	200-2000	6-20
	Fluidised bed	>100	60-90

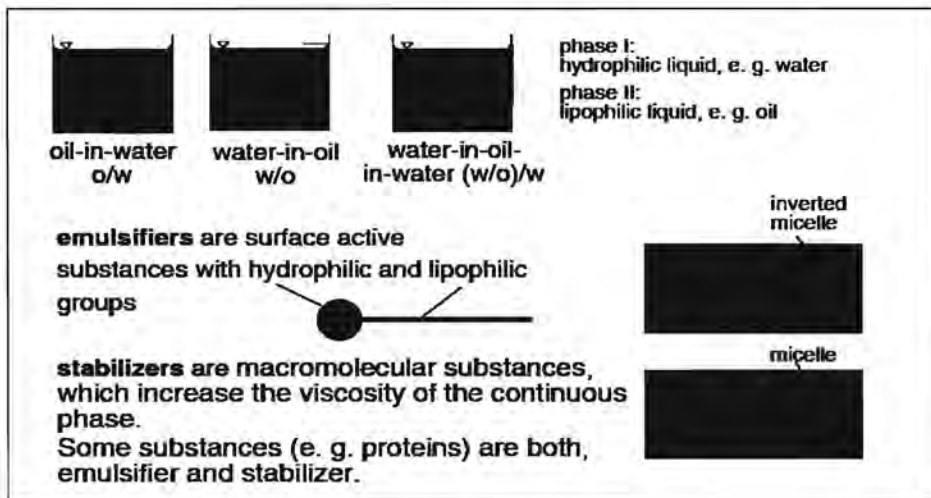
ที่มา : [http://e-book.ram.edu/e-book/f/FY463\(50\)/FY463-4.pdf](http://e-book.ram.edu/e-book/f/FY463(50)/FY463-4.pdf)

การเตรียมไมโครแคปซูลด้วยวิธี coacervation

กระบวนการเตรียมไมโครแคปซูลทางเคมีที่เป็นที่รู้จักแพร่หลายและนิยมใช้กันมากคือวิธี coacervation อาศัยหลักการเกิดคอลลอยด์ของสารสำคัญ (core) และสารเคลือบ (wall) ในสารตัวกลางที่ไม่ทำละลายสารสำคัญหรือสารเคลือบ ขั้นตอนการเกิดไมโครแคปซูล ประกอบด้วย การเกิดหยดของเหลวหรืออนุภาคที่มีขนาดเล็ก จากนั้นอนุภาคจะเกิดการ coacervation และในขั้นตอนสุดท้ายคือการแยกอนุภาคไมโครแคปซูลออกจากสารตัวกลางแล้วทำแห้งด้วยวิธีการต่างๆ

กระบวนการหรือเทคนิคที่ใช้ในการเกิดคอลลอยด์หรืออิมัลชัน (emulsion) แบ่งออกเป็น 3 ประเภท ตามวิภาคของสารสำคัญที่กระจายในสารตัวกลาง ได้แก่

- 1) วิภาคน้ำมันกระจายตัวในน้ำ (oil-in-water หรือ o/w)
- 2) วิภาคน้ำกระจายตัวในน้ำมัน (water-in-oil หรือ w/o) (Schubert et al., 2006) และ
- 3) อิมัลชันที่ซับซ้อนประกอบด้วยวิภาคอย่างน้อย 3 วิภาค ซึ่งเตรียมโดยการทำให้อิมัลชันแบบ 2 วิภาคของ o/w หรือ w/o อิมัลชันกระจายตัวในวิภาคที่ไม่เข้ากัน (รูปที่ 1.3)

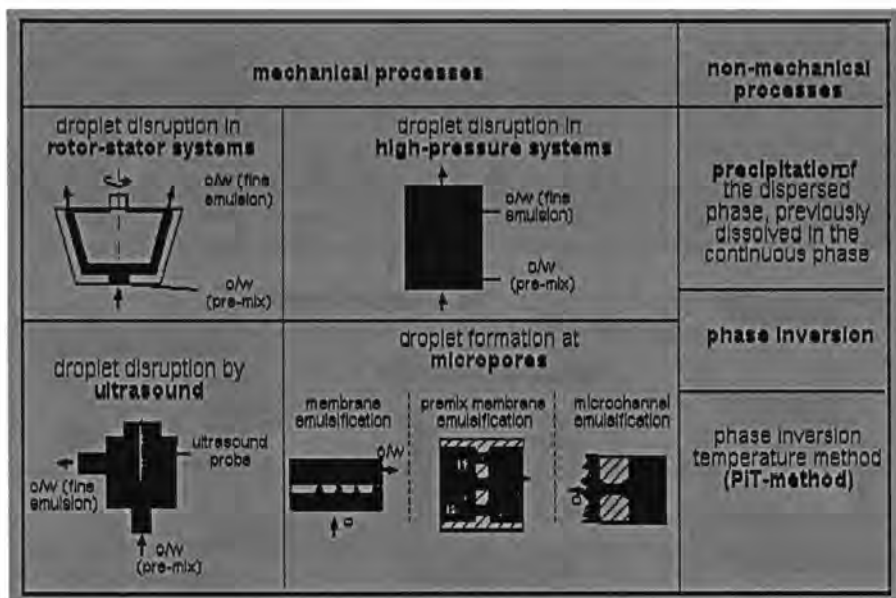


รูปที่ 1.3 หลักการเกิดอิมัลชัน (Schubert et al., 2006)

การผลิตไมโครแคปซูลพอลิเมอร์ด้วยวิธี coacervation โดยทั่วไปมักกระทำไปพร้อมๆ กับกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชัน ซึ่งเทคนิคการพอลิเมอร์ไรเซชันจะให้ขนาดและรูปร่างของอนุภาคไมโครแคปซูลแตกต่างกัน โดยที่เทคนิคการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบอิมัลชันจะได้อนุภาคแคปซูลอยู่ในช่วง 0.03-0.1 ไมโครเมตร (Pich et al., 2005) สำหรับเทคนิคการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบติสเปอร์ชันได้อนุภาคอยู่ในช่วง 0.1-1 ไมโครเมตร (Lee and Senna, 1995) ทั้งนี้ในการเตรียมอิมัลชัน ต้องใช้สารลดแรงตึงผิว (emulsifier) เนื่องจากแรงตึงผิวของวิภาคระหว่างน้ำและน้ำมันจะทำให้เกิดความไม่เสถียรทางเทอร์โมไดนามิก ซึ่งสารลดแรงตึงผิว ที่ใช้จะประกอบด้วยส่วนที่ชอบน้ำและส่วนที่ไม่ชอบน้ำ เพื่อให้วิภาค 2 วิภาคที่เข้ากันไม่ได้ สามารถเข้ากันได้มากขึ้นและมีความเสถียร (Schubert et al., 2006)

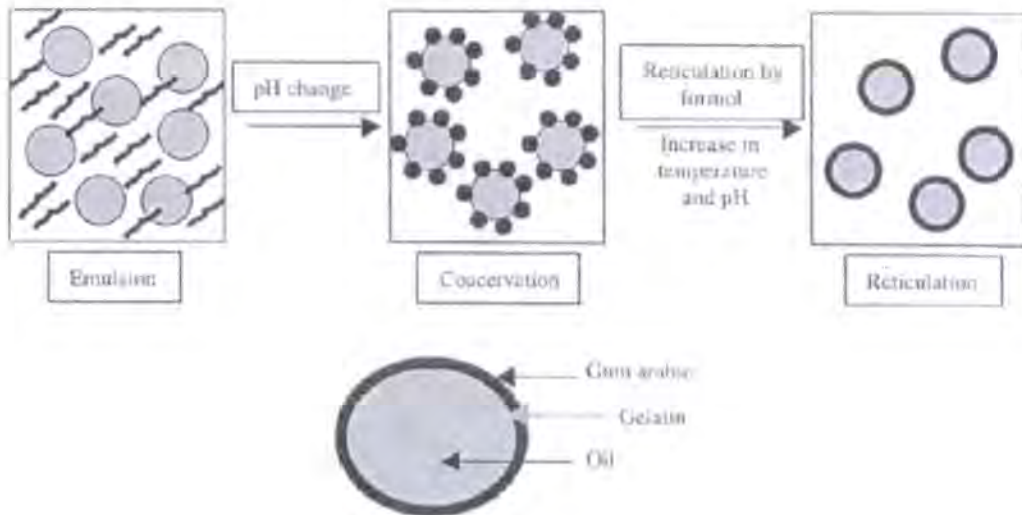
ปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อขนาดของหยดของเหลว(droplet size) และการกระจายของขนาดของหยดของเหลว (size distribution) ในสารอิมัลชันนี้ ได้แก่ ชนิดและปริมาณของสารลดแรงตึงผิว ความหนืดของสารตัวกลางหรือวัฏภาคต่อเนื่อง เทคนิคและกระบวนการเตรียมอิมัลชัน นอกจากนี้ขนาดอนุภาค ความเข้มข้น และปริมาณ ion salt ยังเป็นอีกปัจจัยที่ใช้ในการควบคุมการเกิด coacervation ของไมโครแคปซูล

ขั้นตอนการเตรียมอิมัลชันนี้สามารถกระทำได้ด้วยวิธีทางกล (รูปที่ 1.4) เช่น การใช้คลื่นเสียงความถี่สูง (ultrasound) ซึ่งสามารถเตรียมอิมัลชันขนาดเล็กได้ในระดับการทดลองขนาดเล็ก แต่มีข้อเสียคือเมื่อขยายส่วนในระดับอุตสาหกรรมการควบคุมการกระจายของขนาดอนุภาคจะทำได้ยากขึ้น (Ren et al., 2005) ส่วนกระบวนการใช้เมมเบรนเซรามิกส์ที่มีรูพรุนขนาดเล็กก็นิยมใช้ในการเตรียมอนุภาคพอลิเมอร์ที่มีขนาดระดับไมโครเมตร (Kiatkamjornwong et al., 2000; Omi et al., 2001; Nuisin et al., 2003; Nuisin et al., 2006) โดยจะอาศัยความดันในการขับให้ของเหลวในวัฏภาคหนึ่ง เกิดเป็นหยดของเหลวผ่านเมมเบรนและอาศัยแรงเฉือน ในการทำให้อนุภาคของเหลวที่ออกจากเมมเบรนเกิดการแขวนลอยอยู่ในวัฏภาคต่อเนื่อง



รูปที่ 1.4 กระบวนการเตรียมอิมัลชัน (Schubert et al., 2006)

สำหรับวิธีการเตรียมไมโครแคปซูลแบบ complex coacervation เป็นกระบวนการ coacervation อาศัยอย่างหนึ่งที่มีการเคลือบสารมากกว่า 1 ชนิด และมีกลไกการเกิดการ crosslink เกิดโครงร่างตาข่าย ห่อหุ้มไมโครแคปซูลอีกชั้นหนึ่ง ดังรูปที่ 1.5



รูปที่ 1.5 กลไกการเกิด complex coacervation

ที่มา : Madene et al., 2006

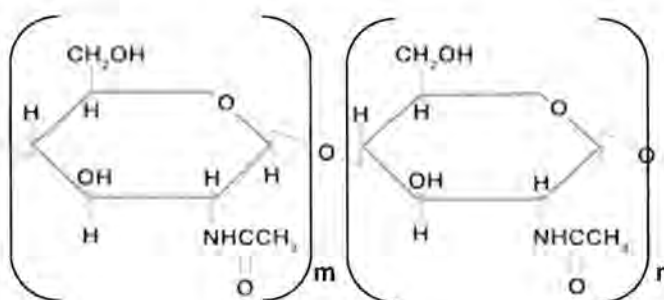
ในการศึกษาครั้งนี้จะเน้นการเตรียมไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการทางเคมีวิธี coacervation เนื่องจากเป็นกระบวนการที่ไม่ต้องอาศัยอุปกรณ์ หรือเครื่องมือที่ยุ่งยาก สามารถกระทำได้ในห้องปฏิบัติการ

จากที่กล่าวมาข้างต้นส่วนประกอบสำคัญในการเตรียมไมโครแคปซูลคือสารที่ใช้เป็นตัวห่อหุ้มหรือที่เรียกว่า wall นั้น โดยทั่วไปจะเป็นสารพอลิเมอร์ ที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมอาหารและยาได้แก่ สารประเภท แป้ง น้ำตาล โปรตีน ไลโปโซม อัลจิเนต อารบิกกัม และไคโตซาน เป็นต้น

ไคโตซาน

ไคโตซาน (Chitosan) สารโพลีเมอร์ชีวภาพที่สกัดจากไคติน ซึ่งเป็นโครงสร้างของเปลือกกุ้ง กระดองปู แกนปลาน้ำจืด และผนังเซลล์ของเห็ด ราบางชนิด ไคติน-ไคโตซานจัดเป็นสารโคโพลิเมอร์ในธรรมชาติ มีปริมาณของไคตินมากเป็นอันดับสองรองจากเซลลูโลส ไคโตซานมีสมบัติพื้นฐานที่เข้ากับ

ธรรมชาติได้ดี ย่อยสลายง่าย ไม่ก่อให้เกิดอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม และมีหมู่อะมิโนที่แสดงสมบัติพิเศษหลายประการที่ต่างจากเซลลูโลส เช่น การละลายได้ในกรดอินทรีย์เจือจาง การจับกับไอออนของโลหะได้ดี และการมีฤทธิ์ทางชีวภาพ ปัจจุบันมีการนำ ไคโตซาน มาประยุกต์ใช้จริงทั้งในภาคอุตสาหกรรม ภาคเกษตรกรรม ทางการแพทย์และเภสัชกรรม เช่น สารตกตะกอนในการบำบัดน้ำทิ้งจากโรงงานอุตสาหกรรม อุตสาหกรรมเส้นใย สิ่งทอ เพื่อป้องกันแบคทีเรียและเชื้อรา



รูปที่ 1.6 โครงสร้างทางเคมีของไคโตซาน

โครงสร้างทางเคมีของไคโตซาน (รูปที่ 1.6) ประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันของ amine group ($-NH_2$) และ hydroxyl group ($-OH$) จำนวนมากทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายกับลิแกนด์หลายชนิด โดยสมบัติที่เป็น hydrophilicity และเกิดปฏิกิริยาได้ดีทั้งกับชีวโมเลกุลประจุลบ ในรูป protonated form และยังมีสมบัติเป็นตัวคีเลต (chelating properties) ได้ดีกับโลหะในกลุ่มธาตุทรานซิชัน (III) นอกจากนี้ไคโตซานสามารถขึ้นรูปในแบบต่าง ๆ ได้ง่าย และสามารถสลายตัวได้ทางธรรมชาติ จึงไม่ก่อปัญหาทางสภาพแวดล้อม จึงเห็นได้ว่าการนำไปใช้งานได้อย่างกว้างขวางในหลายทาง เช่น ในการตกตะกอนโลหะหนักบางชนิด และในการขึ้นรูปเป็นแผ่นเยื่อบางใช้เป็น affinity membrane ในการกรองแยกสารชีว-โมเลกุลในเทคนิคทาง Affinity Column Chromatography, Dialysis และ Ultrafiltration เป็นต้น

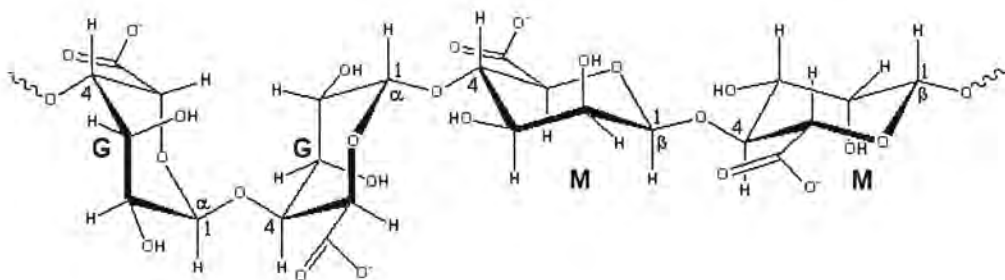
อัลจิเนต

อัลจิเนต (พอลิเมอร์ประจุลบ) พบมากในผนังเซลล์ของสาหร่ายสีน้ำตาล (*Phaeophyceae*, mainly *Laminaria*) ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่มีสายยาว (linear unbranched polymer) ประกอบด้วย β -(1 \rightarrow 4)-linked D-

mannuronic acid (M) and α -(1 \rightarrow 4)-linked L-guluronic acid (G) (รูปที่ 1.7) (<http://www.isbu.ac.uk/water/hyalg.html>) มีสมบัติในการสร้างเจลที่แข็งในสภาวะที่มีแคลเซียมไอออนและเป็นเจลที่เสถียรต่อความร้อน จึงมักใช้เป็นสารเพิ่มความข้น(Thickener) (http://www.fao.org/documents/show_cdr.asp?url_file=/DOCREP/006/Y4765E/y4765e07.html) นอกจากนี้อัลจิเนตที่มีปริมาณ G สูงจะได้เจลที่แข็งและเสถียรต่อความร้อน ในขณะที่อัลจิเนตที่มีค่า M สูง จะได้เจลที่ยืดหยุ่นกว่า (more-elastic gels) อย่างไรก็ตามในสภาวะที่มีแคลเซียมไอออน อัลจิเนตที่มีค่า M สูง จะสร้างเจลที่แข็งกว่า

นอกจากนี้การละลายก็เป็นอีกสมบัติหนึ่งของอัลจิเนตที่ควรทราบ โดยพบว่า การละลายของอัลจิเนตนั้น จะขึ้นอยู่กับค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) โดยอัลจิเนตจะตกตะกอน เมื่อ pH ต่ำกว่า 3.5 หรือในสภาวะที่มีแคลเซียมไอออน จากสมบัติดังกล่าว ทำให้อัลจิเนตมักถูกนำมาใช้เป็น อิมัลซิฟายเออร์ (low viscosity emulsifiers) และสารเพิ่มความข้น

อัลจิเนตสามารถนำมาขึ้นรูปร่วมกับพอลิเมอร์ตัวอื่นๆ อาทิ โคโตซาน ตัวอย่างเช่น การบรรจุสารชีวภาพ ได้แก่ bovine serum albumin (BSA) และ hemoglobin ในอัลจิเนตและหุ้มด้วยโคโตซาน (Huguet, M.L. et al., 1996 a; Huguet, M.L. et al., 1996 b) รวมไปถึงการสร้าง polyelectrolyte complexes กับโคโตซาน นอกจากนี้ยังสามารถขึ้นรูปร่วมกับ poly-L-lysine โดยอยู่ในรูปของ alginate-poly-L-lysine microcapsule (Kumar, M.N.V.R., 2000)



รูปที่ 1.7 โครงสร้างทางเคมีของอัลจิเนต

ปัจจัยที่มีผลต่อการนำเสียของผลไม้หลังการเก็บเกี่ยว

การนำเสียของผลิตผลทางการเกษตรหลังการเก็บ ไม่ว่าจะเป็นผักหรือผลไม้ เกิดจากปัจจัย 2 ประการ คือ 1. ปัจจัยที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงทางเคมีภายในหรือเมตาบอลิซึมของผักผลไม้หลังการเก็บเกี่ยว และ 2. ปัจจัยจากสภาวะแวดล้อม เช่น ความชื้น อุณหภูมิ ปริมาณก๊าซออกซิเจน ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ และก๊าซเอทรีลีน การปนเปื้อนของจุลินทรีย์ เป็นต้น

1) ปัจจัยที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงทางเคมีภายในหรือเมตาบอลิซึมของผักผลไม้หลังการเก็บเกี่ยว

ผักหรือผลไม้ซึ่งเป็นผลิตผลทางการเกษตรนี้แม้ว่าจะทำการเก็บเกี่ยวแล้ว แต่ยังคงมีชีวิตและมีกระบวนการทางชีววิทยาเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง เช่น กระบวนการคายน้ำ และกระบวนการหายใจ ซึ่งทั้งสองกระบวนการการนี้ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีและทางกายภาพของผักผลไม้ตลอดเวลา

การคายน้ำ (Transpiration) หมายถึง ขบวนการที่พืชปลดปล่อยน้ำออกสู่บรรยากาศ ซึ่งปัจจัยที่มีผลต่ออัตราการปลดปล่อยน้ำขึ้นอยู่กับปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ อุณหภูมิ ความดันบรรยากาศ โครงสร้างของพืช และรอยบาดแผลที่เกิดบนผิวของพืช โดยในกรณีที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ต่ำ อุณหภูมิสูง และความดันบรรยากาศต่ำผักผลไม้จะเกิดการสูญเสียน้ำได้สูง และหากมีบาดแผลลึกจะยิ่งส่งผลให้ผักผลไม้เน่าเสื่อมสภาพได้เร็วยิ่งขึ้น

การหายใจ (Respiration) หมายถึง ขบวนการเมตาบอลิซึมของพืชในการเปลี่ยนสารอาหารจำพวก แป้ง น้ำตาล ไขมัน โปรตีน กรดอะมิโน เพื่อให้เกิดพลังงานออกมา ถึงแม้ภายหลังการเก็บเกี่ยวแล้วผักหรือผลไม้เหล่านั้นยังมีขบวนการหายใจเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง กระบวนการหายใจนี้จะต้องอาศัยก๊าซออกซิเจนแล้วปลดปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และก๊าซเอทรีลีนออกมา เราเรียกกระบวนการนี้ว่า กระบวนการหายใจแบบใช้ออกซิเจน (aerobic respiration) อย่างไรก็ตามเมื่ออยู่ในสภาพที่ไม่มีออกซิเจนหรือมีออกซิเจนไม่เพียงพอจะส่งผลให้เกิดขบวนการหายใจแบบไม่ใช้ออกซิเจน (Anaerobic respiration) หรือกระบวนการหมัก (fermentation) ซึ่งกระบวนการหลังนี้จะทำให้เกิดการสร้างแอลกอฮอล์ขึ้นภายในผลิตผล เป็นเหตุให้เซลล์ถูกทำลายและรสชาติผลิตผลเปลี่ยนไป (http://teacher.snru.ac.th/surachat/admin/document/userfiles/SU_2.pdf) ดังนั้นอัตราการหายใจของผลไม้หรือผักที่สูงจะส่งผลให้ผลิตผลนั้นเสื่อมสภาพเร็วและมีการสูญเสีสารอาหารที่เก็บสะสมไว้

ผักผลไม้แต่ละชนิดจะมีอัตราการหายใจที่แตกต่างกันไป โดยในทางการเกษตรได้จัดแบ่งผลไม้ ออกเป็น 2 ประเภทคือ climacteric และ non climacteric ดังแสดงในตารางที่ 1.3 โดยประเภท climacteric หลังการเก็บเกี่ยวเมื่อผลไม้เริ่มสุกจะมีอัตราการหายใจสูงขึ้นจนกระทั่งถึงจุดสูงสุด แล้วค่อยลดลงอย่างช้าๆ ในขณะที่ประเภท non-climacteric อัตราการหายใจจะลดลงตลอดเวลา

ตารางที่ 1.3 อัตราการหายใจของผลไม้บางชนิด

ประเภทผลไม้	ชนิดผลไม้	อุณหภูมิ (°C)	อัตราการหายใจ (ml CO ₂ /kg/hr)	
			ต่ำสุด	สูงสุด
climacteric	แอปเปิ้ล	23	10	35
	อะโวคาโด	20	20	22
	กล้วย	20	15	25
	มะเดื่อ	20	8	8
	มะม่วง	20	16	155
	ท้อ	20	60	40
	สาลี่	20	22	35
	มะเขือเทศ	10	23	20
	Non climacteric	องุ่น	20	
	มะนาว	20		5
	ส้ม	21		13
	สับปะรด	15		21

ที่มา : สายชล เกตุษา, 2528, หน้า 115

นอกจากนี้ ก๊าซเอทิลีนและพลังงานที่ปลดปล่อยออกมาในรูปของความร้อน ยังเป็นปัจจัยเสริมที่มีความสำคัญต่อการเก็บรักษาสภาพผลไม้อีกด้วย ดังนั้นอัตราการหายใจของผลิตผลโดยทั่วไปจะเป็นสัดส่วน โดยตรงกับอัตราการเน่าเสีย

2) ปัจจัยจากสภาวะแวดล้อม

อุณหภูมิ เป็นปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่ออัตราการหายใจของผลไม้โดยตรง เนื่องจากอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงนี้อาจจะกระตุ้นหรือยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ในกระบวนการหายใจของพืช

ออกซิเจน โดยปกติเมื่อออกซิเจนมีความเข้มข้นมากกว่า 21 % จะมีผลต่อการเพิ่มอัตราการหายใจเพียงเล็กน้อย แต่ถ้าความเข้มข้นของออกซิเจนต่ำกว่า 21 % อัตราการหายใจลดลง

คาร์บอนไดออกไซด์ เป็นก๊าซที่มีความสัมพันธ์กับกลไกการหายใจของพืช โดยปกติแล้วคาร์บอนไดออกไซด์ที่ความเข้มข้นมากกว่า 0.03 % จะทำให้อัตราการหายใจของผักและผลไม้ลดลง แต่ในกรณีของผลมะนาวพบว่า คาร์บอนไดออกไซด์ที่มากกว่า 10 % จะช่วยกระตุ้นอัตราการหายใจของผลมะนาวให้เพิ่มขึ้น

สารควบคุมการเจริญเติบโต (growth regulator) สารควบคุมการเจริญเติบโตบางชนิดสามารถกระตุ้นหรือยับยั้งการหายใจ

ก๊าซเอทิลีน เป็นฮอร์โมนธรรมชาติที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางสรีรวิทยาหลายอย่างในพืช เช่น ทำให้เกิดการแก่ (aging) การสุก (ripening) ซึ่งจะมีผลต่อผลไม้หลังการเก็บเกี่ยวในช่วงระยะเวลาที่มีอัตราการหายใจสูงสุด (climacteric peak) โดยจะเกิด climacteric peak เร็วขึ้นในผลไม้ประเภท climacteric สำหรับผลไม้ประเภท non climacteric การหายใจเพิ่มขึ้นทันทีหลังจากที่ได้รับเอทิลีนยังความเข้มข้นมาก อัตราการหายใจจะยิ่งเพิ่มมากขึ้น ก๊าซเอทิลีนสามารถแสดงผลต่อสรีรวิทยาได้ แม้ว่าจะมีปริมาณน้อย 0.1 ส่วนในล้านส่วน (0.1ppm) การได้รับก๊าซเอทิลีนมีแนวโน้มที่จะทำให้อายุการเก็บรักษาผักผลไม้สั้นลง

การยืดอายุในการเก็บรักษาผลิตผลทางการเกษตรหลังการเก็บเกี่ยว

ในการยืดอายุในการเก็บรักษาผลิตผลทางการเกษตรภายหลังการเก็บเกี่ยว ต้องคำนึงถึงปัจจัยที่ทำให้ผลิตผลทางการเกษตรนำเสียดังกล่าวข้างต้น ซึ่งวิธีการเก็บรักษาโดยทั่วไปสามารถกระทำได้ดังนี้

- 1) การเคลือบผิวป้องกันการสูญเสียน้ำ
- 2) การเก็บรักษาในที่อุณหภูมิต่ำเพื่อลดอัตราการเกิดเมตาบอลิซึมในผักผลไม้
- 3) การบรรจุในบรรจุภัณฑ์ที่ป้องกันการกระแทก การเกิดบาดแผลของผลิตผล
- 4) การใช้สารเคมีป้องกันเชื้อรา

- 5) การใช้สารดูดซับก๊าซเอทิลีน
- 6) การใช้สารดูดซับความชื้น
- 7) การควบคุมความชื้นสัมพัทธ์

สารดูดซับก๊าซเอทิลีน

สารดูดซับ (absorbent) หรือตัวดูดซับ (absorber) เป็นวัสดุที่มีสมบัติในการจับยึดอะตอมหรือโมเลกุลของสาร ทั้งที่อยู่ในสถานะของก๊าซ ของเหลว ไขมันของตัวดูดซับ โดยกลไกการดูดซับสามารถแบ่งได้เป็นสองส่วนคือกลไกการดูดซับทางกายภาพและกลไกการดูดซับทางเคมี

กลไกการดูดซับทางกายภาพ (physical adsorption) หมายถึงกลไกที่อาศัยแรงวันเดอร์วาลส์ที่ผิวสารดูดซับและสารที่ถูกดูดซับ ในการจับยึดโมเลกุลของสารไว้ วัสดุดูดซับที่มีความพรุนตัวสูงมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากจะสามารถดูดซับได้มากขึ้น สารดูดซับประเภทนี้มักจะดูดซับแบบไม่เฉพาะเจาะจง เช่น ซิลิกา (silica gel) ถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ดิน (bentonite)

กลไกการดูดซับทางเคมี (chemical adsorption) เป็นกลไกที่อาศัยสมบัติทางเคมีของโมเลกุลสารดูดซับและโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับ เกิดการสร้างพันธะทางเคมีขึ้น เช่น การดูดซับประจุด้วยการเกิดปฏิกิริยาเคมี สารดูดซับเหล่านี้ได้แก่ ซีโอไลต์ (zeolite) เรซิน (polymer resin)

สารดูดซับก๊าซเอทิลีน ที่นิยมนำมาใช้ในการเก็บรักษาผักผลไม้หลังการเก็บเกี่ยว ได้แก่ โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (potassium permanganate; KMnO_4) ถ่านกัมมันต์ เป็นต้น ซึ่งกลไกการทำงานของสารดูดซับเหล่านี้เป็นกลไกการดูดซับทางกายภาพ ความสามารถในการดูดซับแปรผันตามปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวของสารดูดซับเหล่านั้น สำหรับกรณีของสารโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตจะทำการปฏิกิริยาออกซิเดชันกับก๊าซเอทิลีน เปลี่ยนก๊าซเอทิลีนเป็นไกลคอล ในปี 2549 ดร.พิชญญาและคณะได้รายงานผลการศึกษาเบื้องต้นของการผลิตสารดูดซับเอทิลีนโดยใช้ดินสอพองเป็นตัวพาและใช้สารโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตที่ปริมาณความเข้มข้น 3 % โดยน้ำหนัก มีประสิทธิภาพในการดูดซับก๊าซเอทิลีนใกล้เคียงกับสารดูดซับก๊าซเอทิลีนที่มีขายในท้องตลาด สำหรับในการทดลองนี้จะทำการศึกษากำหนดดินเบนโทไนต์ ซึ่งเป็นดินที่ประกอบด้วยแร่มอนต์มอริลโลไนต์เป็นองค์ประกอบหลัก โดยโครงสร้างผลึกจะเป็น

ชนิดแผ่น 2:1 สามารถดูดซับน้ำไปในระหว่างชั้นโครงสร้างเกิดการพองตัวขึ้นหลายเท่า เมื่อมีปริมาณน้ำมาก และได้รับแรงพอโครงสร้างดินสามารถแตกออกเป็นแผ่นซึ่งจะทำให้อนุภาคดินมีขนาดระดับนาโนเมตร มีพื้นที่ผิวมากขึ้น คาดว่าจะให้ผลในการดูดซับก๊าซเอทรีลีนได้ดีและสามารถนำไปผสมในพลาสติกเพื่อขึ้นรูปเป็นฟิล์มสำหรับเก็บรักษาผลิตผลทางการเกษตรได้ ซึ่งมีรายงานวิจัยหลายชิ้นยืนยันว่าดินสามารถเพิ่มความแข็งแรงโดยสูญเสียคุณลักษณะในการมองเห็นน้อย ป้องกันการซึมผ่านของของเหลวและก๊าซได้

8. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ก่อให้เกิดองค์ความรู้ทางด้านวัสดุสมบัติพิเศษในการยืดอายุผลิตผลทางการเกษตรและเทคนิคการขึ้นรูปไมโครแคปซูลบรรจุสารดูดซับ

บทที่ 2

การดำเนินการวิจัย

การศึกษารวบรวมของโครงการมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาปัจจัยต่างๆ เช่น ชนิดของสารพอลิเมอร์ ปริมาณของสารลดแรงตึงผิว ปริมาณสารดูดซับ ที่มีผลต่อการเตรียมไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการทางเคมีจากสารพอลิเมอร์ธรรมชาติ ซึ่งในที่นี้จะทำการเลือกใช้สารพอลิเมอร์ธรรมชาติ 2 ชนิดคือ อัลจิเนตและไคโตซาน เป็น wall ห่อหุ้มสารดูดซับก๊าซเอทรีลีนไว้ภายใน สารดูดซับก๊าซเอทรีลีนในการศึกษาประกอบด้วย ซิลิกา ดิน สารโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ซึ่งสามารถแบ่งขั้นตอนดำเนินการวิจัยออกเป็น 2 ระยะ คือ

1. ศึกษาปัจจัยที่มีต่อการผลิตไมโครแคปซูลบรรจุสารกักเก็บก๊าซเอทรีลีน ได้แก่ ชนิดและปริมาณของสารดูดซับ ปริมาณสารลดแรงตึงผิว สภาวะในการเตรียมอิมัลชัน เทคนิคการเตรียมไมโครแคปซูลด้วยกระบวนการ Ionotropic gelation
2. ตรวจสอบสมบัติของไมโครแคปซูล เช่น ลักษณะอนุภาค ปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวจำเพาะของแคปซูล สมบัติทางความร้อน ปริมาณสารกักเก็บในแคปซูล โครงสร้างทางเคมี ประสิทธิภาพในการกักเก็บก๊าซเอทรีลีน

อุปกรณ์แลครื่องมือวิจัย

- 1) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope ; SEM)
- 2) กล้องจุลทรรศน์ (Optical microscope)
- 3) เครื่อง Fourier Transform Infrared spectrometer (FTIR)
- 4) เครื่อง High Ultrasonic Probe
- 5) เครื่อง Zetasizer รุ่น S
- 6) เครื่อง Master sizer รุ่น S
- 7) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope ; TEM)
- 8) เครื่อง X-ray diffractometer

สารเคมี

1. ผงซิลิกา (fume silica)
2. ดินเบนโทไนต์ (Bentonite)
3. สารลดแรงตึงผิว (surfactant) : span 80
4. โซเดียมอัลจีเนต (Sodium alginate)
5. ไคโตซาน (chitosan) จากเปลือกกุ้งที่ระดับการกำจัดหมู่แอมซีติล 80%
6. ไตรฟอสเฟต
7. แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2)

วิธีการเตรียมไมโครแคปซูล

1. การเตรียมไมโครแคปซูล ชนิด multi core

การเตรียมไมโครแคปซูลชนิด multi core โดยใช้เทคนิค ionotropic gelation ในการศึกษาที่แบ่งออกเป็น 2 การทดลองแยกตามชนิดของพอลิเมอร์ธรรมชาติที่ใช้เป็นคอร์

1.1 การเตรียมไมโครแคปซูลชนิด multi core ของไคโตซาน โดยการนำสารละลายไคโตซานเข้มข้นร้อยละ 3 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ผสมกับดินเบนโทไนต์ที่ใช้เป็นสารดูดซับก๊าซเอทรีลีน ในปริมาณร้อยละ 1, 4, 5, 6, และ 10% โดยน้ำหนักของไคโตซาน และใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10% เป็นสารตกตะกอนแคปซูลไคโตซาน ดังรูปที่ 2.1 ทั้งนี้กำหนดให้ความเร็วรอบในการปั่น ขนาดของเข็มและอัตราการไหลของสารละลายผสมผ่านเข็มเท่ากัน

1.2 การเตรียมไมโครแคปซูลชนิด multi core ของอัลจีเนต ทำการหยดสารละลายอัลจีเนตความเข้มข้น 0.5% ที่มีส่วนผสมของดินเบนโทไนต์หรือซิลิกา ปริมาณร้อยละ 1, 2 และ 4 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร สารละลายอัลจีเนต ลงในสารละลาย 10% CaCl_2 ที่มีปริมาณมากเกินไป และทำการกวนอย่างต่อเนื่องที่ความเร็ว 100 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นทำการล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้งและอบที่ 70 องศาเซลเซียส จนแห้ง ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่ได้เรียกว่า "แคปซูลอัลจีเนตที่บรรจุสารดูดซับก๊าซเอทรีลีน"



รูปที่ 2.1 แสดงการเตรียมเม็ดไคโตซานด้วยเทคนิค ionotropic gelation

2. การเตรียมไมโครแคปซูล ชนิด multi wall

กรณีการเตรียมไมโครแคปซูล ชนิด multi wall ห่อหุ้มด้วยพอลิเมอร์แบบ 2 ชั้นนั้น เป็นการเตรียมไมโครแคปซูลของอัลจินเตตามกระบวนการในข้อ 1.2 แล้วกรองแคปซูลที่ได้ใส่ลงในสารละลายไคโตซานที่มีความเข้มข้น 0.5% แล้วกวนต่อเนื่องนาน 1 ชั่วโมง ทิ้งไว้ 1 คืน ก่อนทำการล้างและอบแห้งที่ 70 องศาเซลเซียส โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้เรียกว่า "แคปซูลอัลจินเต-ไคโตซานที่บรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีน"

3. การเตรียมไมโครแคปซูลด้วยเทคนิคอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water in oil emulsion)

สภาวะในการเตรียมแคปซูลไคโตซานขนาดระดับไมโครเมตรด้วยเทคนิคอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน โดยใช้สารละลายไคโตซาน 2% เป็นวัฏภาคน้ำ เดิมดินเบนโทไนด์ ในปริมาณ 0.1, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, และ 6.0 กรัม ต่อสารละลายไคโตซาน 100 มิลลิลิตร หยดสารผสมไคโตซานลงในตัวทำละลายโทลูอีนซึ่งเป็นวัฏภาคน้ำมัน ที่มี span 80 ผสมอยู่ในปริมาณร้อยละ 0.5 โดยปริมาตร เป็นสารลดแรงตึงผิวหรืออิมัลซิไฟเออร์ (emulsifier) ปั่นผสมด้วยความเร็วรอบ 1000 rpm ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

จากนั้นทำการแยกไมโครแคปซูลออกจากระบบการเตรียมโดยการนำไปปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 3,500 rpm นาน 20 นาที และล้างด้วยเอทานอลและอะซิโตนตามลำดับ แล้วการอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ตารางที่ 2.1 สภาวะและปริมาณสารในการเตรียมไมโครแคปซูล

ตัวแปร	ช่วงที่ทำการศึกษา	ปริมาณ(ml)
ความเข้มข้นโคโตซาน	2.0%	15
ปริมาณดิน	0.1-6 %ของโคโตซาน	
ความเข้มข้นของ span80	0.5% ปริมาตรรวม	0.5
โทลูอีน	84.5%	84.5
ที่ความเร็วรอบ 1000 rpm, อุณหภูมิห้อง, เวลาในการกวนผสม 1 ชั่วโมง		

4. การเตรียมไมโครแคปซูลด้วยเทคนิค Ultrasonification

เทคนิค ultrasonification เป็นเทคนิคที่ใช้คลื่นเสียงความถี่สูง หรือคลื่นอัลตราโซนิค ยิงเม็ดฟองอากาศ ผ่านของเหลว ด้วยความแรง โดยมีจำนวนเม็ดฟองอากาศนับหลายหมื่นเม็ดต่อนาที ช่วยทำให้การกระจายตัวของหยดอนุภาคโคโตซานที่เตรียมขึ้นมีการกระจายขนาดที่สม่ำเสมอและเล็กลงด้วยความแรงของคลื่นอัลตราโซนิคสูงกว่า 10 กิโลวัตต์ ช่วยทำให้อิมัลชันมีความเสถียร เนื่องจากคลื่นกระแทกที่มีแรงดันสูงที่เกิดขึ้นทำให้การผสมที่รอยต่อระหว่างเฟสของของเหลวสองชนิดที่เข้ากันไม่ได้สามารถเข้ากันได้ดียิ่งขึ้น การเตรียมไมโครแคปซูลด้วยเทคนิค ultrasonification ร่วมกับกระบวนการ Ionically crosslinked nanoparticle เป็นเทคนิคที่จะให้อนุภาคไมโครแคปซูลโคโตซานขนาดเล็กต่ำกว่า 1 ไมโครเมตร

ในการทดลองได้ ทำการเติมสารละลายไตรโพลีฟอสเฟต ลงในสารละลายโคโตซานเข้มข้น 0.5% ที่กระจายในสารตัวกลางเอทานอล จากนั้นศึกษาผลของความแรงของคลื่นอัลตราโซนิคและช่วงเวลาที่ใช้ต่อขนาดการกระจายขนาดอนุภาคโคโตซาน โดยกำหนดที่คลื่นอัลตราโซนิคความถี่สูง 0, 25, 50, 75 และ 85% amplitude ที่เวลา 15 และ 30 นาที ตามลำดับ จากนั้นทำการเก็บอนุภาคด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงตะกอนหมุนเหวี่ยงความเร็วรอบสูง (ultracentrifuge) และทำแห้งด้วยกระบวนการ freeze dry ทำการวิเคราะห์ขนาดและลักษณะอนุภาคในสภาพแขวนลอยในสารตัวกลางน้ำกลั่นด้วยเครื่อง Zetasizer และใช้ TEM ตรวจสอบลักษณะอนุภาคของอนุภาคหลังทำแห้งด้วย Freeze dry

วิธีการตรวจสอบสมบัติของไมโครแคปซูล

1. การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมีโดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)

นำไมโครแคปซูลที่ได้จากการเตรียมเทคนิคต่างๆ ปริมาณ 1 มิลลิกรัม มาผ่านการบดด้วยโกร่งผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในปริมาณ 100 มิลลิกรัม แล้วอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกให้เป็นแผ่นกลม บางและใส ก่อนนำไปใส่ในช่องใส่ตัวอย่าง ทำการวัดค่าการส่องผ่านของแสงอินฟราเรด (Transmittance, %T) ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared spectrometer (FTIR) รุ่น Spectrum 400, Perkin Elmer โดยมี resolution เท่ากับ 4 cm^{-1} , ตั้งแต่ช่วงคลื่น $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ จำนวนครั้งในการวัด (numbers of scan) 16 ครั้ง ต่อตัวอย่าง

2. การตรวจสอบสัณฐานภายนอกด้วยเทคนิคสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโกปี (Scanning electron microscopy, SEM)

นำไมโครแคปซูลที่ได้จากการเตรียมเทคนิคต่างๆ ที่ผ่านการอบแห้งแล้วมาโรยลงบนแท่นใส่ตัวอย่าง (stub) แล้วนำไปเคลือบฉาบด้วยทองเพื่อป้องกันการกระเจิงของอิเล็กตรอน ศึกษาสัณฐานภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)

3. การตรวจสอบโครงสร้างเชิงผลึกของด้วยเทคนิคการกระเจิงรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction spectroscopy, XRD)

นำไมโครแคปซูลที่ได้จากการเตรียมเทคนิคต่างๆ ที่ผ่านการอบแห้งแล้ว มาบดให้ละเอียด ร่อนผ่านตะแกรงขนาด 325 เมช อัดผงตัวอย่างลงในที่ใส่ตัวอย่าง และนำไปวัดด้วยเครื่อง X-ray diffractometer ชนิด wide angle ใช้หลอด Cu ผลิตคลื่นรังสีเอกซ์ภายใต้ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ กระแส 30 มิลลิแอมป์ รัศมีความเร็วในการวัด $0.2\text{ }^{\circ}2\theta/\text{step}$

4. การตรวจสอบขนาดอนุภาคและประจุพื้นผิวด้วยเครื่อง Zetasizer

นำไมโครแคปซูลที่ได้จากการเตรียมเทคนิคต่างๆ ที่ผ่านการอบแห้งแล้วมากระจายตัวในน้ำ 100 มิลลิลิตรและทำการวิเคราะห์ทันทีด้วยเครื่อง Laser Particle Size Distribution Analyzer, รุ่น Mastersizer S long bed ver. 219, ยี่ห้อ Malvern Instruments Ltd

5. การศึกษาความเสถียรของไมโครแคปซูลด้วยโดยเทคนิคทางความร้อน (Thermal gravimetric Analysis, TGA)

นำไมโครแคปซูลที่ได้จากการเตรียมเทคนิคต่างๆ ที่ผ่านการอบแห้งแล้ว ประมาณ 10 มิลลิกรัม วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Thermal gravimetric analysis รุ่น TGA/SDTA 851e ยี่ห้อ Mettler Toledo ตั้งแต่อุณหภูมิ 30 ถึง 1000 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

6. การตรวจสอบประสิทธิภาพในการชะลอกการเน่าเสียของผลไม้

6.1 นำกล้วยมาตัดเป็นลูก และทำความสะอาดโดยแช่ในสารละลาย Sodium hypochlorite เข้มข้น 200 ppm นาน 2 นาที จากนั้นแช่ในสารละลาย 0.5% Citric acid อีก 2 นาที ก่อนนำไปฝังให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง เมื่อแห้งแล้วนำมาชั่งน้ำหนักและบรรจุใส่ถุงซิปล็อคที่มีไมโครแคปซูลบรรจุอยู่ในปริมาณ 2 กรัม สังเกตการเปลี่ยนแปลงและบันทึกน้ำหนักในวันที่ 2 6 และ 8 ตามลำดับ

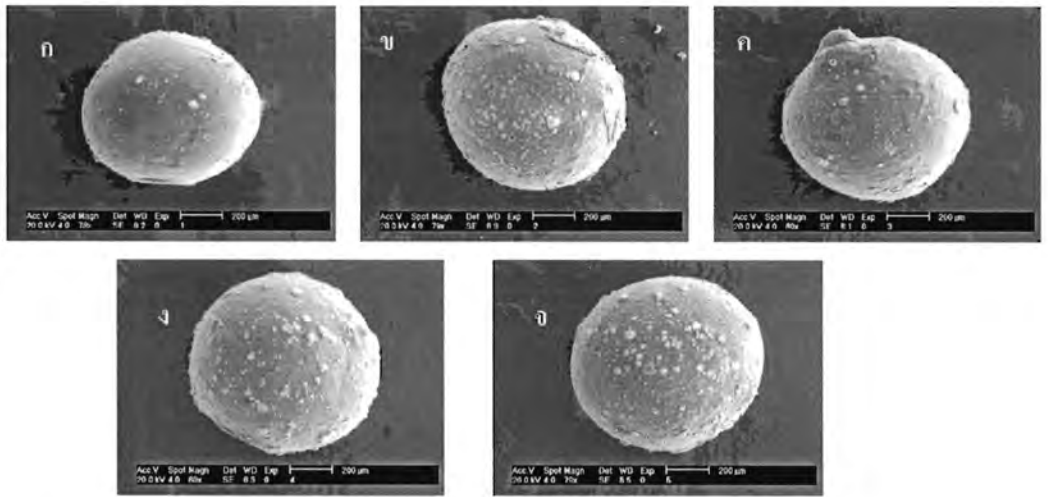
6.2 นำกล้วยที่ทำความสะอาดแล้ว ใส่ลงในโถแก้วบรรจุไมโครแคปซูลปริมาณ 2 กรัม ปิดให้สนิท สังเกตการเปลี่ยนแปลงของกล้วย และใช้เข็มฉีดยาดูดเก็บตัวอย่างก๊าซที่เกิดขึ้นในโถแก้วทุก 2 วัน เพื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของก๊าซเอทิลีนด้วยเครื่อง Gas Chromatography (GC)

บทที่ 3

การอภิปรายผลการวิจัย

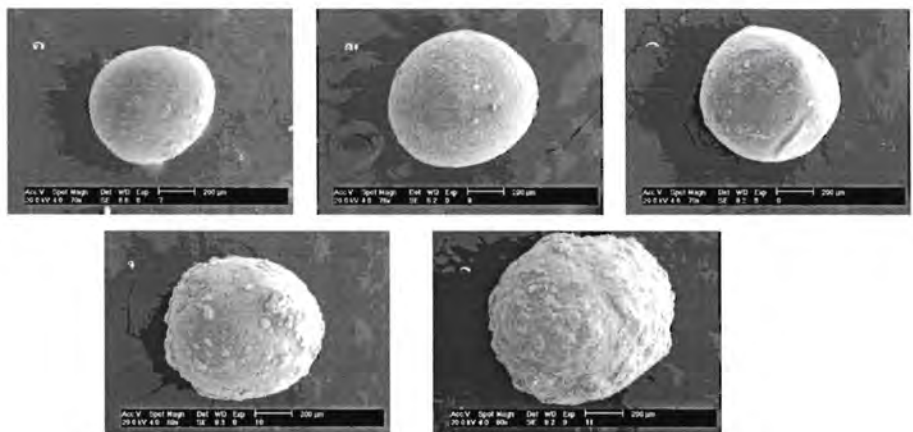
1. การเตรียมไมโครแคปซูล ชนิด multi core ด้วยเทคนิค ionotropic gelation

การเตรียมแคปซูลไคโตซานบรรจุดินเบนโทไนด์ในปริมาณตั้งแต่ 1, 4, 5, 6, และ 10 % พบว่า เมื่อปริมาณดินเบนโทไนด์เพิ่มขึ้นส่งผลให้ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยของแคปซูลไคโตซานมีแนวโน้มโตขึ้นเป็น 820, 866, 915, 936 และ 980 ไมโครเมตร ตามลำดับ จากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงถึงลักษณะภายนอกของแคปซูลไคโตซานที่เตรียมจากเปลือกกุ้ง (รูปที่ 3.1) และแกนปลาหมึก (รูปที่ 3.2) จะมีรูปร่างเป็นทรงกลม ขนาดอนุภาคแคปซูลที่เตรียมด้วยไคโตซานจากแกนปลาหมึกหรือจากเปลือกกุ้งใกล้เคียงกัน เมื่อใช้ปริมาณดินเบนโทไนด์ 1, 4, 5, 6, และ 10% พบว่า ขนาดของบีดไคโตซานโดยเฉลี่ยเพิ่มขึ้น คือ 755, 835, 850, 878, 910, และ 1000 ไมโครเมตรตามลำดับ โดยเมื่อสังเกตจากผิวของแคปซูลในภาพถ่ายจะเห็นได้ว่า ผิวจะมีลักษณะขรุขระมากขึ้น ซึ่งเกิดจากอนุภาคของดินที่กระจายอยู่ในเนื้อของไคโตซานที่เพิ่มขึ้นนั่นเอง



รูปที่ 3.1 ภาพ SEM ของแคปซูลโคโตซานจากเปลือกกุ้งบรรจุดินเบนโทไนต์ที่ความเข้มข้น

ก) 1%, ข) 4%, ค) 5%, ง) 6% และ จ) 10% w/w ของปริมาณโคโตซาน



รูปที่ 3.2 ภาพ SEM ของแคปซูลโคโตซานจากแกนปลาหมึกบรรจุดินเบนโทไนต์ที่ความเข้มข้น

ก) 1%, ข) 4%, ค) 5%, ง) 6% และ จ) 10% w/w ของปริมาณโคโตซาน

สำหรับไมโครแคปซูลที่เตรียมจากโซเดียมอัลจิเนต ได้ศึกษาการบรรจุสารดูดซับ 2 ชนิด คือดินและผงซิลิกา ในปริมาณร้อยละ 1 2 และ 4 โดยนำน้ำหนักต่อปริมาตรของสารละลายอัลจิเนต ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 3.1 พบว่าปริมาณ yield ของแคปซูลอัลจิเนตที่บรรจุดินเบนโทไนต์ มีค่าเฉลี่ยประมาณร้อยละ 70.27 ในขณะที่แคปซูลบรรจุซิลิกาได้ปริมาณ yield เฉลี่ยเพียงร้อยละ 48.30 ซึ่งปรากฏการณ์เป็นผลมาจากข้อจำกัดในขั้นตอนการผลิต เนื่องจากผงซิลิกามีน้ำหนักเบาและขนาดเล็กมาก ทำให้เกิดการฟุ้งกระจายและสูญหายไป

ตารางที่ 3.1 ปริมาณ yield ที่ได้ของไมโครแคปซูล ชนิด multi core อัลจิเนตบรรจุสารดูดซับก๊าซเอทิลีน

ตัวอย่าง	yield (%)	ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	
		จากภาพถ่าย	จาก master sizer
แคปซูลอัลจิเนตบรรจุดินเบนโทไนต์ 1%	76.3	1,415	1,490
แคปซูลอัลจิเนตบรรจุดินเบนโทไนต์ 2%	74.3	1,038	1,387
แคปซูลอัลจิเนตบรรจุดินเบนโทไนต์ 4%	60.2	1,094	1,678
แคปซูลอัลจิเนตบรรจุซิลิกา 1%	52.2	na.	na.
แคปซูลอัลจิเนตบรรจุซิลิกา 2%	34.8	na.	na.
แคปซูลอัลจิเนตบรรจุซิลิกา 4%	57.9	na.	na.

จากตารางที่ 3.1 จะเห็นว่าไม่สามารถระบุขนาดของแคปซูลที่บรรจุซิลิกาได้ เนื่องจากไม่สามารถขึ้นรูปเป็นอนุภาคทรงกลมได้ แต่จะได้อนุภาคเป็นผงละเอียดสีขาว หรือเป็นชิ้นเกาะกลุ่มกัน (รูปที่ 3.3) ในขณะที่แคปซูลอัลจิเนตที่บรรจุดินมีลักษณะรูปร่างกลมเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า (รูปที่ 3.4) ขนาดที่วัดได้จากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์ อยู่ในช่วง 1,038-1,415 ไมโครเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าขนาดจากการวัดด้วยเครื่อง master sizer ที่มีค่าขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 1,387 -1,678 ไมโครเมตร ทั้งนี้เป็นผลจากการที่ไมโครแคปซูลดูดซับน้ำแล้วเกิดการพองตัวขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม จากผลการตรวจสอบสามารถยืนยันได้ว่าปริมาณสารที่บรรจุที่เพิ่มขึ้นไม่มีนัยสำคัญต่อขนาดไมโครแคปซูล



(ก) ปริมาณร้อยละ 1



(ข) ปริมาณร้อยละ 2



(ค) ปริมาณร้อยละ 4

รูปที่ 3.3 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนตบรรจุซิลิกาในปริมาณต่างๆ



(ก) ปริมาณร้อยละ 1



(ข) ปริมาณร้อยละ 2



(ค) ปริมาณร้อยละ 4

รูปที่ 3.4 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนตบรรจุดินเบนโทไนด์ในปริมาณต่างๆ

และเมื่อทำการขยายให้เห็นโครงสร้างของแคปซูลเพิ่มขึ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า พื้นผิวของแคปซูลอัลจิเนตที่บรรจุดินเบนโทไนด์มีลักษณะขรุขระ และเมื่อมีปริมาณดินมากขึ้นจะพบลักษณะก้อนกลมๆ ทั้งบนพื้นผิวและภายในแคปซูล (รูปที่ 3.5) ซึ่งนั่นแสดงให้เห็นถึงการกระจายตัวของดินเบนโทไนด์ในแคปซูล ในขณะที่แคปซูลบรรจุผงซิลิกา มีลักษณะขรุขระและพรุนตัวกว่ารวมถึงอนุภาคซิลิกาที่กระจายอยู่ในแคปซูลมีขนาดใหญ่อย่างเห็นได้ชัด (รูปที่ 3.6)



(ก) ปริมาณร้อยละ 1

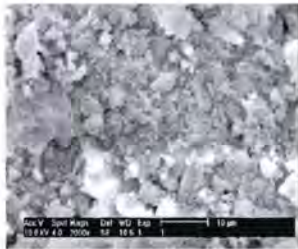


(ข) ปริมาณร้อยละ 2

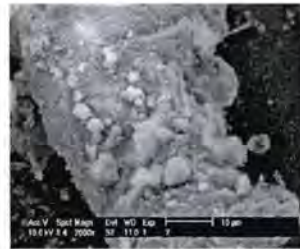


(ค) ปริมาณร้อยละ 4

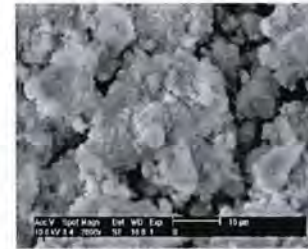
รูปที่ 3.5 ลักษณะของแคปซูลอัลจินเตบรจูดินเบนโทไนต์ในปริมาณต่างๆ เมื่อส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



(ก) ปริมาณร้อยละ 1



(ข) ปริมาณร้อยละ 2



(ค) ปริมาณร้อยละ 4

รูปที่ 3.6 ลักษณะของแคปซูลอัลจินเตบรจูดิลิกาในปริมาณต่างๆ เมื่อส่องด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2. การเตรียมไมโครแคปซูล ชนิด multi wall ด้วยเทคนิค Ionotropic gelation

จากการทดลองนำไมโครแคปซูลชนิด multi core ในการทดลองที่ 1.2 แคลงในสารละลายไคโตซานเข้มข้น 0.5 % เพื่อให้เกิดชั้นของฟิล์มไคโตซานเคลือบทับบนผิวของแคปซูลอัลจินเตบรจูดินเบนโทไนต์ที่มีค่าเฉลี่ยประมาณร้อยละ 77.50 ในขณะที่แคปซูลที่บรจูดิลิกามีปริมาณ yield เฉลี่ยอยู่ที่ร้อยละ 38.37 ซึ่งปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นไปในทิศทางเดียวกับการขึ้นรูปแคปซูลแบบชั้นเดียว ทั้งนี้แสดงให้เห็นว่า การสูญเสีย yield เกิดขึ้นในขั้นตอนการเตรียมๆ ไมโครแคปซูล ชนิด multi core ดังรายละเอียดที่กล่าวมาแล้ว

ข้างต้น และในการนำแคปซูลมาผ่านกระบวนการให้เกิดเป็น multi wall ไม่มีนัยสำคัญต่อปริมาณร้อยละของ yield ที่ได้

ตารางที่ 3.2 ปริมาณ yield ที่ได้ของแคปซูลชนิด multi wall บรรจุสารดูดซับก๊าซเอทรีลีน

ตัวอย่าง	yield (%)	ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	
		จากภาพถ่าย	จากภาพถ่าย
แคปซูลอัลจิเนต-ไคโตซานที่มีดินเบนโทไนด์ 1%	74.6	1,344	1,424
แคปซูลอัลจิเนต-ไคโตซานที่มีดินเบนโทไนด์ 2%	83.0	1,156	1,493
แคปซูลอัลจิเนต-ไคโตซานที่มีดินเบนโทไนด์ 4%	74.9	1,509	1,518
แคปซูลอัลจิเนต-ไคโตซานที่มีซิลิกา 1%	34.2	na.	na.
แคปซูลอัลจิเนต-ไคโตซานที่มีซิลิกา 2%	27.7	na.	na.
แคปซูลอัลจิเนต-ไคโตซานที่มีซิลิกา 4%	53.2	na.	na.

จากตารางที่ 3.2 พบว่า ปริมาณของสารดูดซับที่บรรจุ 1 2 หรือ 4 % ไม่มีนัยสำคัญต่อขนาดอนุภาคของแคปซูล ชนิด multi wall ที่เตรียมได้ โดยมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ $1,336.33 \pm 176.62$ ไมโครเมตร เมื่อวัดจากภาพถ่าย ทั้งนี้ขนาดใกล้เคียงกับไมโครแคปซูล ชนิด multi core และเมื่อทำการตรวจสอบด้วยเครื่อง master sizer อีกครั้งพบว่า อนุภาคมีค่าขนาดเฉลี่ย $1,478.69 \pm 48.86$ ไมโครเมตร ซึ่งมีขนาดใกล้เคียงกับขนาดอนุภาคไมโครแคปซูล ชนิด multi core แสดงว่าชั้นเคลือบไคโตซานบางมาก

เมื่อการสังเกตลักษณะรูปร่างของแคปซูลบรรจุดินเบนโทไนด์ที่เคลือบด้วยไคโตซานอีก 1 ชั้น ด้วยตาเปล่า พบว่าอนุภาคมีรูปร่างค่อนข้างกลม (รูปที่ 3.7) และเมื่อขยายให้เห็นโครงสร้างมากขึ้นด้วยกล้อง

อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะพบฟิล์มบางๆ เคลือบบนผิว และบางส่วนอาจซึมเข้าไปในช่องว่างของแคปซูลอัลจิเนต และเมื่อปริมาณดินเบนโทไนต์มากขึ้น พื้นผิวแคปซูลเรียบและแน่นขึ้น(รูปที่ 3.8) ทั้งนี้อาจเป็นผลจากพื้นผิวของแคปซูลอัลจิเนตที่บรรจุดินเบนโทไนต์มีประจุเป็นลบ และเมื่อเคลือบด้วยโคโตซานที่มีประจุบวกทำให้เกิดพันธะอไอออนิกขึ้น จึงเป็นผลให้ลักษณะพื้นผิวแน่นขึ้น



(ก) ปริมาณร้อยละ 1

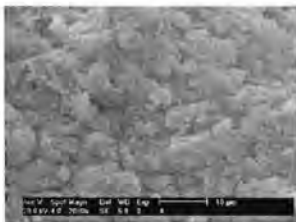


(ข) ปริมาณร้อยละ 2



(ค) ปริมาณร้อยละ 4

รูปที่ 3.7 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนต-โคโตซานบรรจุดินเบนโทไนต์ในปริมาณต่างๆ



(ก) ปริมาณร้อยละ 1



(ข) ปริมาณร้อยละ 2



(ค) ปริมาณร้อยละ 4

รูปที่ 3.8 ลักษณะของแคปซูลอัลจิเนต-โคโตซานบรรจุดินเบนโทไนต์ในปริมาณต่างๆ

เมื่อถ่ายด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สำหรับลักษณะของแคปซูล ชนิด multi wall ของอัลจิเนต-โคโตซานบรรจุซิลิกาในปริมาณร้อยละ 1, 2 และ 4 ไม่แตกต่างจากลักษณะของแคปซูล ชนิด multi core ของอัลจิเนตบรรจุซิลิกามากนัก จากรูปที่ 3.9 จะสังเกตเห็นเป็นก้อนหรือชั้นเกาะกลุ่มกัน และเมื่อตรวจสอบสัณฐานวิทยาจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (รูปที่ 3.10) พบว่าการเกาะกลุ่มค่อนข้างแน่นขึ้นเมื่อเทียบกับแคปซูล ชนิด multi core ของอัลจิเนตบรรจุดินเบนโทไนต์ในรูปที่ 3.6)

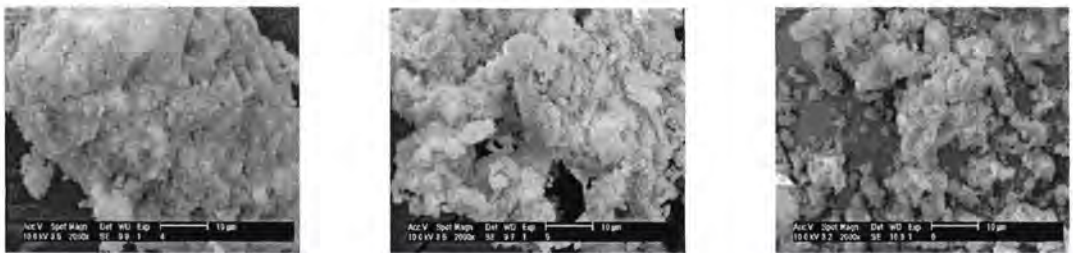


(ก) ปริมาณร้อยละ 1

(ข) ปริมาณร้อยละ 2

(ค) ปริมาณร้อยละ 4

รูปที่ 3.9 ลักษณะของแคปซูลอัลจินต-ไคโตซานบรรจุซิลิกาในปริมาณต่างๆ



(ก) ปริมาณร้อยละ 1

(ข) ปริมาณร้อยละ 2

(ค) ปริมาณร้อยละ 4

รูปที่ 3.10 ลักษณะของแคปซูลอัลจินต-ไคโตซานบรรจุซิลิกาในปริมาณต่างๆ เมื่อถ่ายด้วย

กล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ลักษณะพื้นผิวของแคปซูลที่ผลิตจากพอลิเมอร์ชีวภาพ ชนิด multi wall บรรจุซิลิกา ที่ปรากฏใน รูปที่ 3.9 จะเกาะกันเป็นกลุ่มแน่นขึ้น เมื่อเทียบกับแคปซูลชนิด multi core (รูปที่ 3.6) ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าการใช้ไคโตซานหุ้มแคปซูลอัลจินตรบรรจุซิลิกานั้น ไม่สามารถขึ้นรูปเป็นแคปซูลได้ แต่พอลิเมอร์ดังกล่าวจะทำหน้าที่เป็นสารช่วยในการเกาะติดกันของซิลิกาทำให้ง่ายต่อการนำไปใช้ ทั้งนี้เนื่องจากผง ซิลิกานั้นละเอียดและฟุ้งกระจายในอากาศได้ง่าย

3. การเตรียมไมโครแคปซูลด้วยเทคนิคอิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water in oil emulsion)

ในการทดลองเตรียมแคปซูลโคโตซานที่เติมดินปริมาณ 0.1, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, และ 6.0 กรัม ต่อ สารละลายโคโตซาน 100 มิลลิลิตร พบว่า อิมัลชันของโคโตซานบรรจุลงในตัวทำละลายโทลูอีน มีอนุภาคสีขาวเกิดขึ้นและกระจายตัวเป็นคอลลอยด์สีขาวขุ่น เมื่อตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง คอลลอยด์จะเกิดการแยกชั้น (รูปที่ 3.11)



ก



ข

รูปที่ 3.11 แสดงลักษณะทางกายภาพของสารละลายโคโตซานหลังการเตรียมโดยเทคนิคอิมัลชัน ก) หลังการเตรียมที่ 1 ชั่วโมง ข) หลังการตั้งทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง

เมื่อหยดสารคอลลอยด์ที่เตรียมได้ลงบนกระดาษกรองแล้วดูผ่านกล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 50 เท่า จะเห็นอนุภาคของแคปซูลที่มีลักษณะเป็นทรงกลมหรือเรียกอีกอย่างได้ว่า สเฟียร์ และมีขนาดเล็ก ใหญ่ปะปนกัน (รูปที่ 3.12) จากปริมาณดินที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ขนาดของแคปซูลโคโตซานเล็กลงด้วย

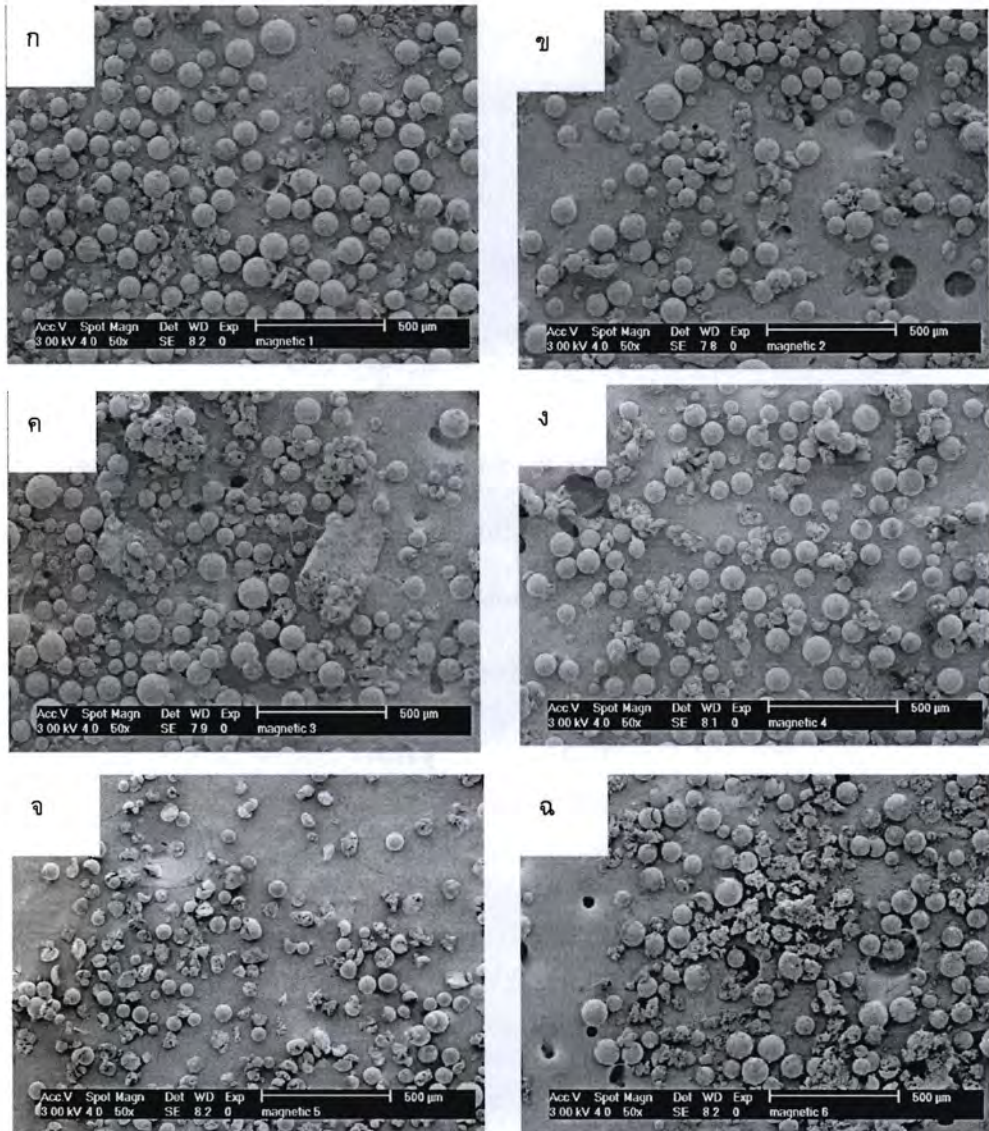


รูปที่ 3.12 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ที่กำลังขยาย 50 เท่าของสเฟียร์โตซานก่อนการบรรจุ bentonite ก่อนการแยกและทำแห้ง

ภายหลังจากการทำแห้งอนุภาคไมโครแคปซูลแล้วนำตัวอย่างไปเคลือบฉาบด้วยทองเพื่อตรวจสอบลักษณะทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ไมโครแคปซูลโคโตซานบรรจุดินในปริมาณร้อยละ 0.1, 0.5 และ 1 โดยน้ำหนักดินต่อปริมาตรสารละลายโคโตซาน จะได้ไมโครแคปซูลมีสัณฐานทรงกลม (รูปที่ 3.13 ก-ค) ไมโครแคปซูลที่ได้มีความเสถียรหรือคงรูปแม้ผ่านการทำแห้งแล้ว แต่เมื่อปริมาณดินเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 3, 5 และ 6 โดยน้ำหนักดินต่อปริมาตรสารละลายโคโตซาน ไมโครแคปซูลจะไม่คงรูป มีการแตกหัก ดังรูปที่ 3.13 ง-ฉ และขนาดของแคปซูลมีแนวโน้มเล็กลงตามปริมาณดินที่เพิ่มขึ้น และมีรูปทรงไม่แน่นอน ดังแสดงใน ตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 ขนาดและลักษณะของไมโครแคปซูลโคโตซานบรรจุดิน

ปริมาณดินเบนโทไนต์	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)	ลักษณะที่ปรากฏ
0.1	83.3	อนุภาคทรงกลมหรือ สเฟียร์
0.5	85.3	อนุภาคทรงกลมหรือ สเฟียร์
1.0	85.1	อนุภาคทรงกลมหรือ สเฟียร์
3.0	82.1	อนุภาคทรงกลมเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน
5.0	57.4	อนุภาคทรงกลม มีการแตกหัก
6.0	n/a	อนุภาคมีรูปทรงไม่แน่นอน



รูปที่ 3.13 ภาพถ่ายของแคปซูลโคโดซานที่บรรจุดินเบนโทไนต์ในปริมาณต่างๆ จากกล่อง
 จุลทรศน์อิเล็กทรอนิกส์แบบสองกราดที่กำลังขยาย 50 เท่า ก. 0.1, ข. 0.5, ค.1.0, ง.
 3.0, จ. 5.0 และ ฉ. 6.0 (ร้อยละโดยน้ำหนักดินต่อปริมาตรสารละลายโคโดซาน)

4. การเตรียมไมโครแคปซูลด้วยเทคนิค Ultrasonification

เทคนิค ultrasonification เป็นเทคนิคที่ใช้คลื่นเสียงความถี่สูง หรือคลื่นอัลตราโซนิค ยิงเม็ด ฟองอากาศ ผ่านของเหลว ด้วยความแรง โดยมีจำนวนเม็ดฟองอากาศนับหลายหมื่นเม็ด/ครั้งต่อนาที ไป ช่วย ทำให้การกระจายตัวของหยดอนุภาคโคโคซานที่เตรียมขึ้นมีการกระจายขนาดที่สม่ำเสมอและเล็กลงด้วย ความแรงของคลื่นอัลตราโซนิคสูงกว่า 10 กิโลวัตต์ ช่วยทำให้มีอัลชันที่มีความเสถียร (เนื่องจากคลื่นกระแทก ที่มีแรงดันสูงที่เกิดขึ้นทำให้การผสมที่รอยต่อระหว่างเฟสของของเหลวสองชนิดที่เข้ากันไม่ได้ให้เข้ากันได้ดี ยิ่งขึ้น)

ในการทดลองได้ทำการเติมสารละลายไตรโพลีฟอสเฟต ลงในสารละลายโคโคซานเข้มข้น 0.5% ที่ กระจายในสารตัวกลางเอทานอล และให้คลื่นอัลตราโซนิคความถี่สูง 0, 25, 50, 75 และ 85% amplitude ที่ เวลา 15 และ 30 นาที จากนั้นทำการแยกอนุภาคไมโครแคปซูลด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงตะกอนหมุนเหวี่ยง ความเร็วรอบสูง (ultracentrifuge) และทำแห้งด้วยกระบวนการ freeze dry เพื่อนำตัวอย่างไปทำการ ตรวจสอบขนาดและลักษณะอนุภาคไมโครแคปซูล

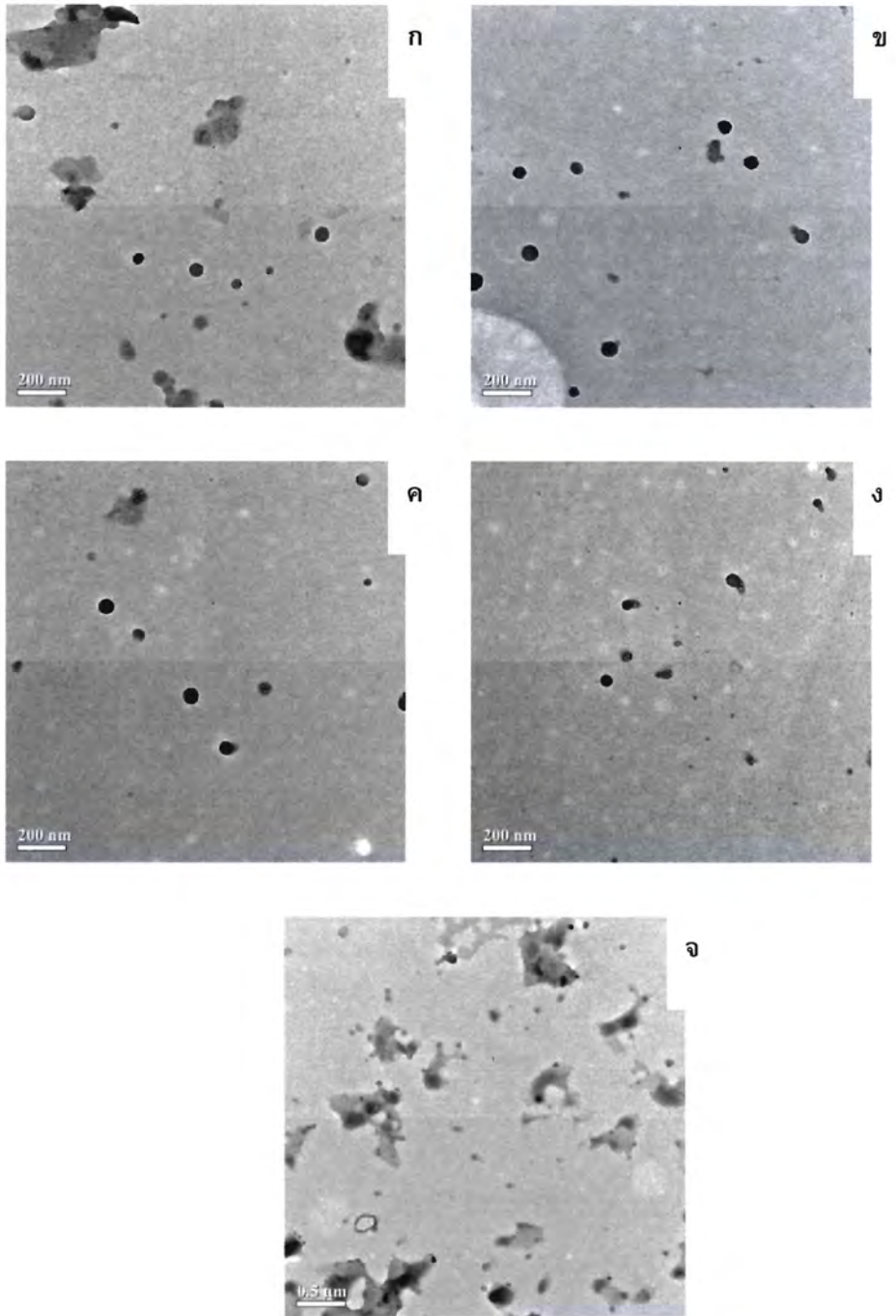
จากการนำตัวอย่างไปเตรียมให้อยู่ในสภาพแขวนลอยในน้ำกลั่น แล้ววัดขนาดด้วยเครื่อง Zetasizer พบว่าอนุภาคไมโครแคปซูลมีขนาดเล็กในระดับต่ำกว่า 1 ไมโครเมตร โดยในการทดลองที่ไม่ใช้คลื่นอัลตราโซ นิคจะได้อนุภาคโคโคซานที่มีขนาดเฉลี่ย 458 นาโนเมตร แต่ยังคงอยู่ในระดับที่ต่ำกว่า 1 ไมครอน และมีช่วงการ กระจายขนาดกว้างเมื่อดูจากค่าเบี่ยงเบนเฉลี่ย เมื่อให้ระดับความแรงของคลื่นความถี่ที่สูงขึ้น ในเวลาที่เท่ากัน ขนาดอนุภาคของไมโครแคปซูลจะเล็กลงแปรผันตามความถี่ของคลื่นอัลตราโซนิค (ตารางที่ 3.4) และที่ ความถี่คงที่เมื่อให้เวลาเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ขนาดอนุภาคไมโครแคปซูลลดลงเช่นกัน แต่เมื่อให้คลื่นความถี่ สูงขึ้นมากกว่า 50 % amplijude การเพิ่มระยะเวลาจาก 15 นาที เป็น 30 นาที มีผลต่อการลดขนาดของไม โครแคปซูลเพียงเล็กน้อย (ต่ำกว่าร้อยละ 10) ดังนั้นอาจกล่าวได้ว่าที่คลื่นความถี่สูงกว่าระดับ 50 % amplijude ไม่มีความจำเป็นในการใช้ระยะเวลาในการให้ความถี่นานกว่า 15 นาที

ผลจากการวัดค่าประจุบนพื้นผิวของไมโครแคปซูล จะได้ค่าประจุบนพื้นผิวเป็นบวก ซึ่งเป็นลักษณะ ธรรมชาติของโครงสร้างโคโคซานที่มีประจุเป็นบวก และเมื่อขนาดเล็กลงค่าประจุไฟฟ้าที่วัดได้จึงลดลงด้วย

ตารางที่ 3.4 แสดงผลของสภาวะในการใช้คลื่น ultrasonic ต่อขนาดและค่า Zeta potentials ของอนุภาค โคลโตซาน

ความแรงของคลื่นอัลตราโซนิก (% amplijude)	เวลา (min)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (nm) *	ค่าประจุไฟฟ้า (mV)
0	0	458±5.54	15.06±1.45
25	15	342±1.5	13.31±1.07
	30	250±0.8	12.40±0.67
50	15	305±2.0	12.85±0.53
	30	300±2.0	13.01±0.30
75	15	218±1.6	10.38±0.67
	30	187±2.4	11.54±1.53
85	15	154±3.2	11.22±0.48
	30	165±1.25	10.10±1.63

เมื่อทำการวิเคราะห์ลักษณะอนุภาคในสภาพแห้งจากภาพถ่ายด้วย TEM (รูปที่ 3.14) พบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมมากกว่าร้อยละ 70 และมีขนาดอนุภาคต่ำกว่า 100 นาโนเมตร ซึ่งแตกต่างจากขนาดเฉลี่ยที่วัดด้วยเครื่อง Zetasizer ทั้งนี้เป็นผลมาจากวิธีการเตรียมตัวอย่าง ดังนั้นขนาดของไมโครแคปซูลที่วัดด้วยเครื่อง Zetasizer เป็นขนาดที่วัดขณะเปียก โคลโตซานมีการดูดซับน้ำแล้วพองตัว แต่เมื่อผ่านกระบวนการทำแห้งอนุภาคมีการหดตัวลงประมาณ 4 เท่า เมื่อเปรียบเทียบกับขนาดของไมโครแคปซูลที่วัดได้จากภาพถ่าย TEM



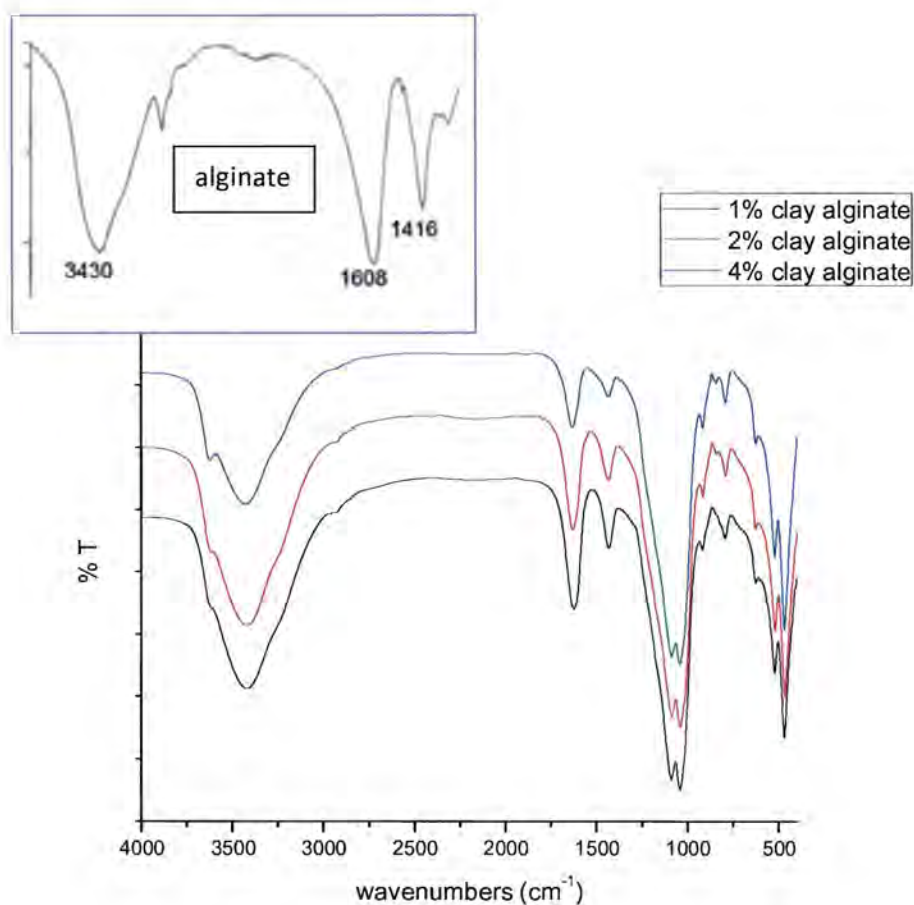
รูปที่ 3.14 ภาพถ่าย TEM แสดงลักษณะของอนุภาคโพลียูรีเทนเมื่อใช้คลีนอัลตราโซนิค

ความถี่ต่างกัน ก. 25%, ข. 50%, ค. 75%, ง. 85% และ จ. ไม่ใช้คลีนอัลตราโซนิค

5. สมบัติของไมโครแคปซูล

โครงสร้างทางเคมี ตรวจสอบด้วยเทคนิค FTIR

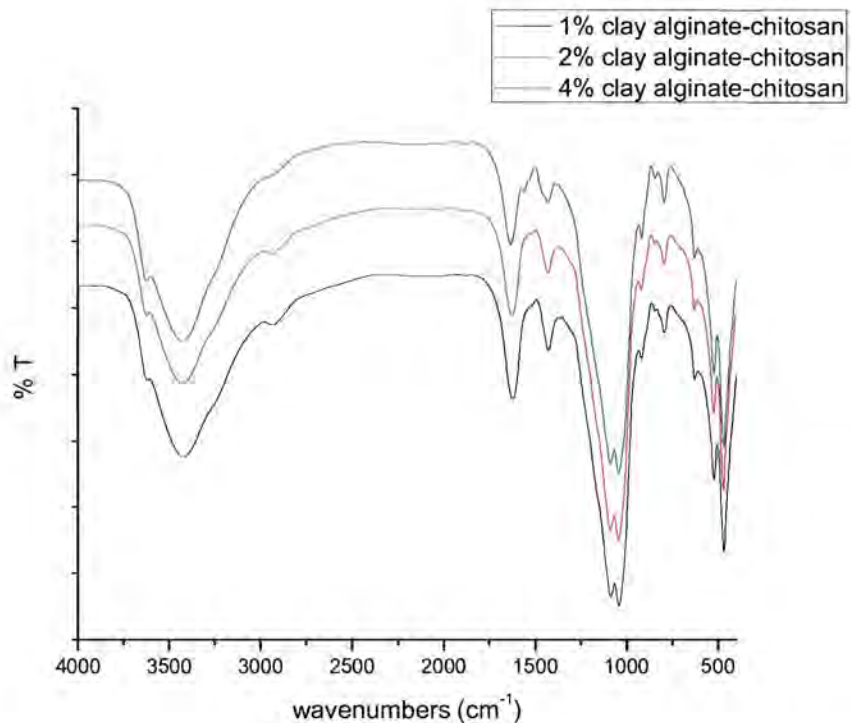
จากการตรวจสอบไมโครแคปซูลที่ผลิตด้วยกรรมวิธีต่างๆ ทั้งชนิด multi core และ multi wall ด้วยเครื่อง FTIR สามารถแสดงเป็นสเปกตรัมได้ดังรูปที่ 3.15 และ 3.16 ตามลำดับ



รูปที่ 3.15 FTIR สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core บรรจุดิน

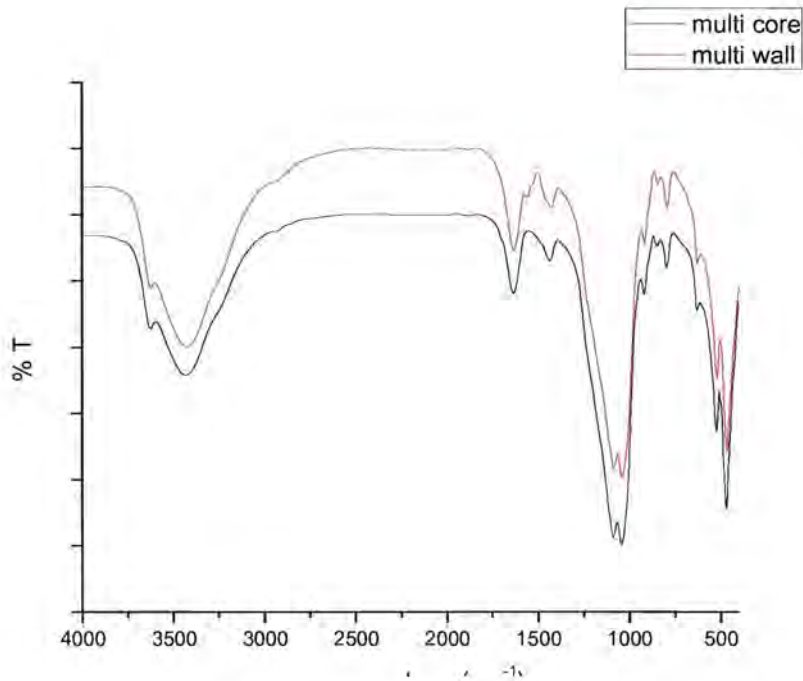
จาก FTIR สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core บรรจุดิน ในรูปที่ 3.15 แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีในไมโครแคปซูล จะเห็นว่า มีพีคของอัลจินเนตปรากฏขึ้นที่ตำแหน่ง 3426 1640 และ 1432 cm^{-1} ใกล้เคียงกับค่าที่ ธเนศ พงศ์จรยากุลได้รายงานไว้ (Pongjanyakul T, et al., 2007) และปรากฏพีคของดินที่

ตำแหน่ง $1100 - 467 \text{ cm}^{-1}$ และที่ 3626 cm^{-1} และเมื่อสังเกตดูจะเห็นว่าความเข้มของพีกเหล่านี้ จะสูงขึ้นตาม ปริมาณดินที่เพิ่มขึ้น โดยเฉพาะที่ตำแหน่ง 3626 cm^{-1}



รูปที่ 3.16 FTIR สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi wall บรรจุดิน

สำหรับไมโครแคปซูลแบบ multi wall ที่หุ้มด้วยไคโตซานอีกชั้นจะสังเกตเห็นพีกที่ตำแหน่ง 1561 cm^{-1} ที่แสดงหมู่ฟังก์ชันของ NH ซึ่งจากรูปที่ 3.16 จะเห็นได้ชัดจากไมโครแคปซูลบรรจุดิน 4 % ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากไมโครแคปซูลบรรจุดิน 4 % มีพื้นที่ผิวมากจึงมีปริมาณไคโตซานที่ถูกดูดซับไว้มากจึงปรากฏพีกได้ชัดเจน ซึ่งในรูปที่ 3.17 ได้นำสเปกตรัมของไมโครแคปซูลชนิด multi core และ multi wall ที่บรรจุดิน 4% มาเปรียบเทียบแสดงผลให้เห็นชัดเจนยิ่งขึ้น

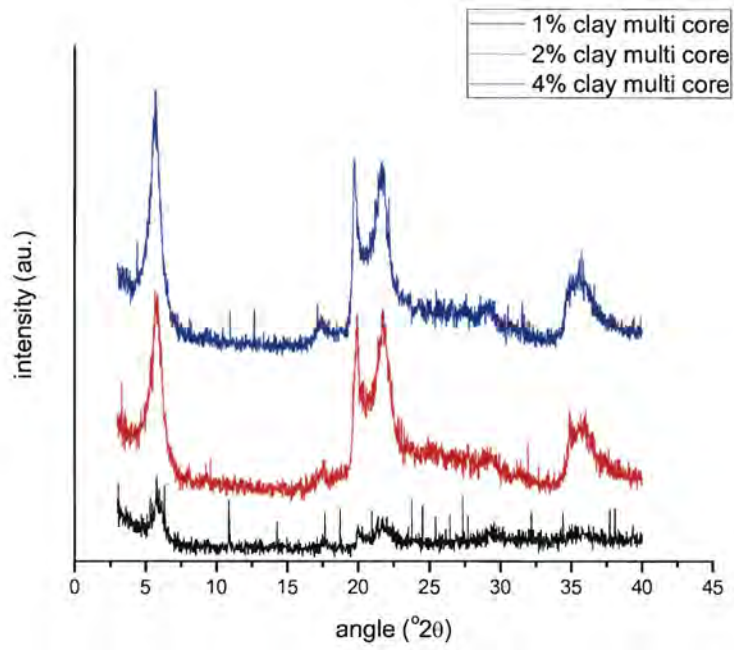


รูปที่ 3.17 FTIR สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core และ multi wall บรรจุดิน 4%

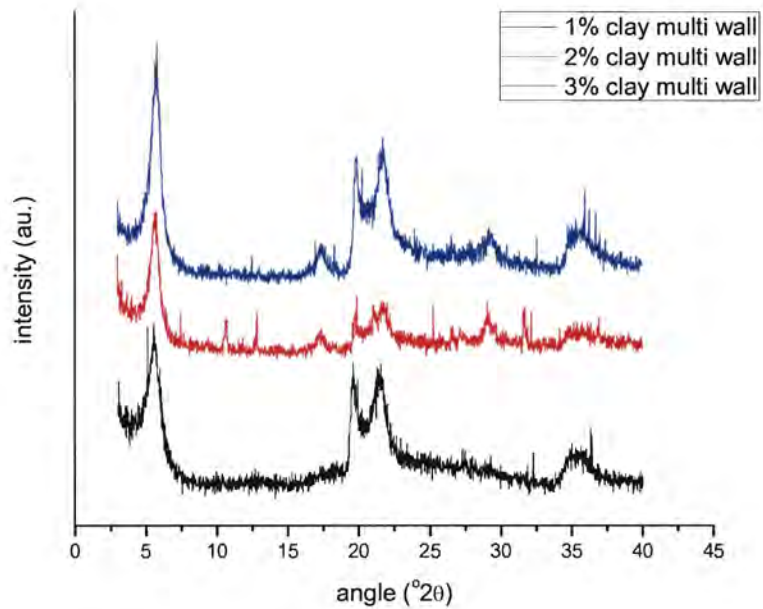
โครงสร้างทางผลึก ตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD

จากการนำไมโครแคปซูลไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ได้ผลดังรูปที่ 3.18 3.19 และ 3.20 โครงสร้างผลึกของดินในไมโครแคปซูล ยังคงสภาพความเป็นผลึกมีการจัดเรียงเป็นระเบียบ ค่าระยะห่างในระนาบที่ 001 เพิ่มขึ้นเล็กน้อยจาก 12.6 เป็น 15.5 อังสตรอม ซึ่งเป็นผลจากการที่โมเลกุลของอัลจินเตดแทรกเข้าไปในชั้นของระนาบดังกล่าว จากรูปที่ 3.18 ปริมาณของดินที่เพิ่มขึ้นทำให้ความเข้มของพีคเพิ่มสูงขึ้นตามลำดับ และเป็นไปในทิศทางเดียวกันกับไมโครแคปซูลชนิด multi wall (รูปที่ 3.19)

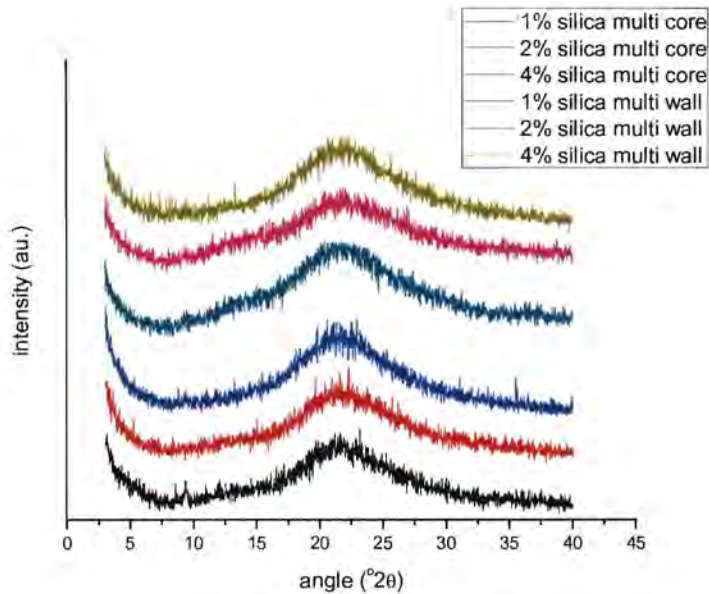
สำหรับไมโครแคปซูลที่บรรจุผงซิลิกาซึ่งเป็นอสัณฐานหรือไม่มีโครงสร้างผลึก ดังนั้นรูปที่ 3.20 จึงเห็นลักษณะของพีคมีฐานค่อนข้างกว้างแสดงถึงความเป็นอสัณฐานของผงซิลิกานั้นเอง



รูปที่ 3.18 XRD สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core บรรจุดิน 1 2 และ 4%



รูปที่ 3.19 XRD สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi wall บรรจุดิน 1 2 และ 4%



รูปที่ 3.20 XRD สเปกตรัมของไมโครแคปซูล ชนิด multi core บรรจุซิลิกา 1 2 และ 4%

พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดรูพรุน

เมื่อนำไมโครแคปซูลทั้งชนิด multi core และ multi wall ไปวัดค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาด และปริมาตรรูพรุน ได้ผลดังแสดงในตารางที่ 3.5 พบว่า ไมโครแคปซูล ชนิด multi core ที่มีปริมาณดินมากขึ้นจะให้พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนและเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุนมากขึ้น และเมื่อเคลือบชั้นที่ 2 ด้วยไคโตซาน เป็นไมโครแคปซูล ชนิด multi wal พื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุนและเส้นผ่าศูนย์กลางของรูพรุนจะลดลง โดยจากตารางที่ 3.5 ไมโครแคปซูล ชนิด multi wall บรรจุดิน 1% มีพื้นที่ผิวจำเพาะ ปริมาตรรูพรุน และเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุน น้อยกว่าไมโครแคปซูล ชนิด multi core ที่บรรจุดินในปริมาณเท่ากัน ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากโมเลกุลของไคโตซานซึ่งมีประจุที่ผิวเป็นบวกไปยึดจับกับผิวของดินซึ่งมีประจุที่ผิวเป็นลบได้มากขึ้น เกิดเป็นฟิล์มปิดรูพรุนของไมโครแคปซูลทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะลดลง อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบในไมโครแคปซูลแต่ละชนิดพบว่า ปริมาณดินที่บรรจุในไมโครแคปซูลเป็นปัจจัยสำคัญในการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตร

ของรูพรุน และที่ปริมาณบรรจุเท่ากับ 4% จะให้ค่าสูงที่สุดและมีศักยภาพในการนำไปใช้เป็นสารดูดซับก๊าซเอทรีลีนได้ดี

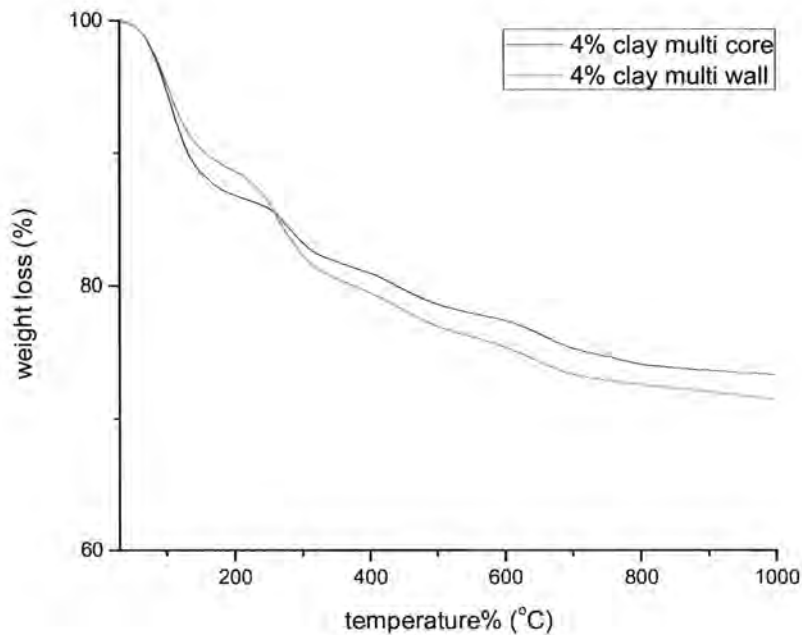
ตารางที่ 3.5 พื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดและปริมาตรรูพรุนของไมโครแคปซูล

ชนิดไมโครแคปซูล	ปริมาณดิน (%)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (m^2/g)	ปริมาตรรูพรุน (ml/g)	เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของรูพรุน (Å)
ไมโครแคปซูล multi core	1	2.19	0.0040	72.61
	2	2.10	0.0040	71.58
	4	3.53	0.0072	82.10
ไมโครแคปซูล multi wall	1	1.50	0.0021	57.33
	2	1.48	0.0022	60.37
	4	11.24	0.0269	95.57

สมบัติทางความร้อนของไมโครแคปซูล

จากการศึกษาการเปลี่ยนแปลงของไมโครแคปซูล ทั้งชนิด multi core และ multi wall ที่บรรจุดิน 4 % เมื่อได้รับความร้อน ด้วยเครื่อง TGA ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1000 องศาเซลเซียส พบว่าไมโครแคปซูลมีการสูญเสียน้ำหนักเป็น 3 ช่วง คือในช่วงอุณหภูมิ 40 – 150 องศาเซลเซียส เป็นการสูญเสียน้ำหรือความชื้นที่ดูดซับอยู่บนไมโครแคปซูล ในช่วงที่ 2 ตั้งแต่ 150 – 300 องศาเซลเซียส มีการสลายตัวของโมเลกุลไคโตซานและอัลจิเนต สำหรับในช่วงสุดท้ายที่อุณหภูมิ 300- 1000 องศาเซลเซียส เป็นขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา carbonization (รูปที่ 3.21)

เมื่อสังเกตในช่วงอุณหภูมิ 40-150 องศาเซลเซียส ไมโครแคปซูลชนิด multi core จะสูญเสียน้ำหนักมากกว่า ชนิด multi wall แสดงว่าปริมาณน้ำที่ถูกดูดซับโดยไมโครแคปซูลชนิด multi core มีมากกว่า ซึ่งสอดคล้องกับผลของพื้นที่ผิวที่มากกว่าดังแสดงในตารางที่ 3.5



รูปที่ 3.21 การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อนของไมโครแคปซูล ชนิด multi core และ multi wall บรรจุดิน 4%

ในช่วงที่สองของกราฟแสดงความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อนนี้ ปริมาณการสูญเสียน้ำหนักของชนิด multi wall สูงกว่าชนิด multi core บ่งชี้ให้เห็นว่าไมโครแคปซูล ชนิด multi wall มีชั้นของโคโตะซานเคลือบติดอยู่ทำให้สัดส่วนของพอลิเมอร์ในไมโครแคปซูลที่เกิดการสลายตัว ในช่วงอุณหภูมิ 150-300 องศาเซลเซียส จึงมากขึ้นตาม

ความสามารถในการชะลอการเน่าเสียของผลไม้

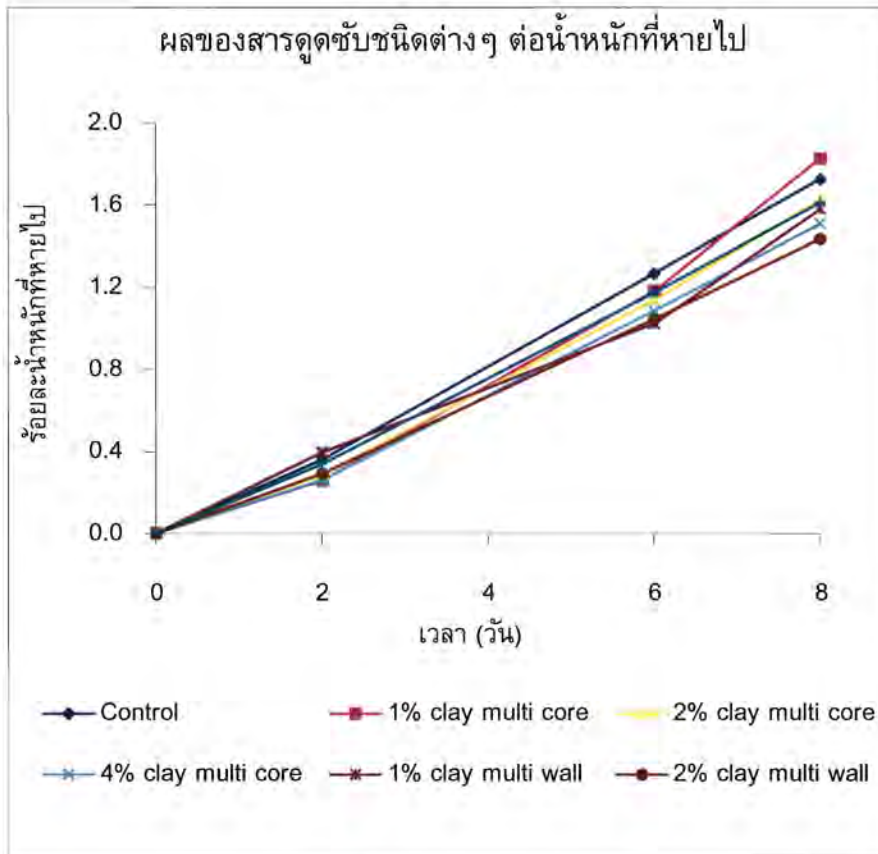
ในการทดลองนำไมโครแคปซูลที่ผลิตขึ้นชนิดต่างๆ ไปดูดซับก๊าซเอทิลีนที่เกิดจากผลกล้วยและสังเกตการเปลี่ยนแปลงของสีและน้ำหนัก พบว่า ไมโครแคปซูลชนิด multi core มีประสิทธิภาพในการรักษาสภาพน้ำหนักของผลไม้ได้ดี โดยไมโครแคปซูลที่บรรจุดิน 4% จะรักษาน้ำหนักผลกล้วยได้ดีที่สุด และดีกว่า

ชนิด multi wall ดังรายละเอียดในตารางที่ 3.6 แต่เมื่อระยะเวลาผ่านไปจนถึงวันที่ 6 ไมโครแคปซูลบรรจุดิน 1% จะเริ่มให้ผลไม่ดี ซึ่งในที่นี้มีค่าน้ำหนักที่สูญเสียไปมากกว่าชุดควบคุม ซึ่งไม่มีการใช้สารดูดซับ อย่างไรก็ตามไมโครแคปซูลบรรจุดิน 2 และ 4 % ยังคงรักษาสภาพน้ำหนักได้ดีกว่าชุดควบคุม สำหรับไมโครแคปซูลชนิด multi wall นั้นปริมาณดินที่บรรจุในไมโครแคปซูลไม่มีนัยสำคัญต่อการรักษาสภาพน้ำหนักผลไม้ และแตกต่างจากชุดควบคุมไม่มากนัก ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการทำ multi wall เป็นการหุ้มสารออกฤทธิ์อีกชั้นหนึ่ง ซึ่งอาจไปขัดขวางประสิทธิภาพของสารออกฤทธิ์ได้

ตารางที่ 3.6 ประสิทธิภาพในการรักษาน้ำหนักผลไม้

ระยะเวลา (วัน)	ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป (%)						
	Control	ไมโครแคปซูล ชนิด multi core			ไมโครแคปซูลชนิด multi wall		
		1% clay	2% clay	4% clay	1% clay	2% clay	4% clay
2	0.36	0.26	0.29	0.26	0.40	0.29	0.34
6	1.27	1.19	1.14	1.09	1.03	1.05	1.18
8	1.73	1.83	1.62	1.51	1.58	1.44	1.61





























เมื่อนำค่าที่ได้จากตารางที่ 3.6 มาสร้างกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่สูญเสียไปต่อระยะเวลา (รูปที่ 3.22) พบว่า ปริมาณน้ำหนักที่หายไปของกล้วยเมื่อใส่ในถุงซีพที่มีไมโครแคปซูลชนิดจะมีค่าต่ำกว่าชุดควบคุมในช่วงระยะเวลา 6 วันแรก แต่เมื่อระยะเวลาผ่านไปถึงวันที่ 8 ไมโครแคปซูลชนิด multi core มีอัตราการสูญเสียน้ำหนักเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว สืบเนื่องจากความชันของกราฟที่เปลี่ยนไป และไมโครแคปซูลทุกตัวยังมีพฤติกรรมคล้ายคลึงกันขณะที่อัตราการสูญเสียน้ำหนักของชุดควบคุมค่อนข้างคงที่



รูปที่ 3.22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักที่หายไปของกล้วยต่อเวลา













จากการสังเกตการเปลี่ยนแปลงของสีและลักษณะของกล้วยเมื่อเวลาผ่านไป สอดคล้องกับปริมาณ น้ำหนักที่สูญหายไป ในตารางที่ 3.7 สีของกล้วยที่ใส่ในถุงที่มีไมโครแคปซูลชนิด multi wall เริ่มเปลี่ยนแปลง ตั้งแต่วันที่ 6 สำหรับกล้วยที่บรรจุในถุงที่มีตัวอย่างไมโครแคปซูลทั้งหมดจะเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อผ่านไป 8 วัน สิ่งที่น่าสังเกตคือบริเวณที่ไม่โครแคปซูลสัมผัสกับผิวกล้วยจะทำให้ผิวของกล้วยเกิดรอยใหม่เป็นจุดสีดำ ซึ่งอาจเป็นผลจากสาเหตุการเกิดออกซิเดชันในไมโครแคปซูล และอาจเป็นสาเหตุให้กล้วยเกิดการเน่าเสียอย่างรวดเร็ว อย่างไรก็ตามควรได้ทำการทดลองเพิ่มเติมอีกครั้ง

ตารางที่ 3.7 การเปลี่ยนแปลงลักษณะของกล้วยในถุงซิปล

ชนิด ไมโครแคปซูล	ปริมาณสาร ดูดซับ (%)	ระยะเวลา (วัน)			
		0	2	6	8
ชุดควบคุม	0				
Multi core	1				
	2				
	4				
Multi wall	1				
	2				
	4				

นอกจากนี้ในการทดลองเพื่อตรวจวัดปริมาณก๊าซเอทิลีนที่ปลดปล่อยออกมาจากผลกล้วย จึงได้ทำการเก็บตัวอย่างก๊าซที่เกิดขึ้นในโถแก้วทุกๆระยะเวลา 2 วัน ไปวิเคราะห์หาปริมาณความเข้มข้นของก๊าซเอทิลีนด้วยเครื่อง gas chromatography ซึ่งขณะนี้อยู่ระหว่างการรอผลการวิเคราะห์ดังกล่าว และจากการสังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้น (ตารางที่ 3.8) จะเห็นว่าผิวของกล้วยไม่เกิดรอยไหม้แต่เปลี่ยนเป็นสีเหลืองเร็วขึ้น

ตารางที่ 3.8 การเปลี่ยนแปลงลักษณะของกล้วยในโถแก้วสุญญากาศ

เวลา(วัน)	ชุดควบคุม	ไมโครแคปซูลชนิด multi core	
		1% ดิน	2% ดิน
0			
2			
6			
8			

บทที่ 4

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

จากผลการวิจัยสามารถสรุปได้ดังนี้

1. เทคนิคในการเตรียมไมโครแคปซูล แบบ emulsion ที่เหมาะสมในการพัฒนาเป็นแคปซูลผสมในฟิล์มยืดอายุผลไม้ เพราะจะให้ไมโครแคปซูลที่มีขนาดเล็กในระดับต่ำกว่า 100 ไมครอน
2. สภาวะการให้คลื่น ultrasonic ที่ระดับความแรง 50% amplitude เป็นระยะเวลา 15 นาที มีผลต่อการลดขนาดอนุภาคไมโครแคปซูลมากที่สุด
3. ไมโครแคปซูลชนิด multi core มีประสิทธิภาพในการยืดระยะเวลาการเน่าเสียของผลไม้ได้ดีกว่า ชนิด multi wall

บรรณานุกรม

- 1.) [http://e-book.ram.edu/e-book/f/FY463\(50\)/FY463-4.pdf](http://e-book.ram.edu/e-book/f/FY463(50)/FY463-4.pdf)
- 2.) <http://www.lsbu.ac.uk/water/hyalg.html>
- 3.) http://www.fao.org/documents/show_cdr.asp?url_file=/DOCREP/006/Y4765E/y4765e07.html
- 4.) http://teacher.snru.ac.th/surachat/admin/document/userfiles/SU_2.pdf
- 5.) วุฒิรัตน์ พัฒนินบูลย์ พรชัย ราชตนะพันธ์ และ พิษญา บุญประสม. การศึกษาเบื้องต้นของการผลิตสารดูดซับเอทิลีน, วารสารวิทยาศาสตร์เกษตร ปีที่ 37 ฉบับที่ 5 (พิเศษ), 2549. หน้า 54-57
- 6.) สายชล เกตุษา. สรีรวิทยาและเทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยวผักและผลไม้. ภาควิชาพืชสวน คณะเกษตรวิทยาเขตกำแพงแสน มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ., 2528. 364 หน้า.
- 7.) เอกลักษณ์ ทวีโรจนกุล "Microencapsulation : เทคโนโลยีชีวแต่แจ้ว" Technology Promotion Magazine., August-September 2009, Vol.36 No.20 pp. 39-42
- 8.) Huguet, M.L. and Dellacherie, E. Calcium alginate beads coated with chitosan: effect of structure encapsulated materials on their release. Process Biochemistry, 1996 a; 31: 745-751.
- 9.) Huguet, M.L., Neufeld, R.J. and Dellacherie, E. Calcium alginate beads coated with polycationic polymers: comparison of chitosan and DEAE-dextran. Process Biochemistr, 1996 b; 31: 347-353.
- 10.) Kumar, M.N.V.R. Nano and microparticles as controlled drug delivery devices. J. Pharmaceut Sci., 2000; 3(2): 234-258.
- 11.) Rolland, A., Mumper, R.J. (2001). "Chitosan Related Compositions and Methods for Delivery of Nucleic Acids and Oligonucleotides into a Cell" in US Patent No: 6184037, Genemedicine, Inc., TX, USA.
- 12.) Lihme, A.O.F., Nielsen, C.S., Hansen, T.C., Upfront. (1999). "Coated Single Particles and Their Use in Fluid Bed Chromatography" US Patent No: 5866006, Upfront Chromatography A/S, Copenhagen, DK.

- 13.) Lopez-Diaz, L., Torres, L., Moro, E. (2002). Transition from Ferromagnetism to Superparamagnetism on the Nanosecond Time Scale. *Physical Review B* 65, 224406-1-10.
- 14.) H. Schubert, R. Engel, and L. Kempa, (2006) Principles of Structured Food Emulsions: Novel formulations and trends. IUFOST World Congress 13th World Congress of Food Science & Technology iufost (2006) DOI: 10.1051/IUFOST:20061343
- 15.) Madene, A., Jacquot, M., Scher, J. and Desobry, S. 2006. "Flavour encapsulation and controlled release -a review." *Journal of Food Science and Technology*, 41, 1-21.
- 16.) Pongjanyakul T, Puttipipatkachorn S. Sodium Alginate–Magnesium Aluminum Silicate Composite Gels: Characterization of Flow Behavior, Microviscosity, and Drug Diffusivity. *AAPS PharmSciTech*. 2007; 8(3):