

การปรับปรุงพื้นผิวพาราฟินแว็กซ์ขนาดไมโครเมตร
โดยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2556

การปรับปรุงพื้นผิวพาราฟินแว็กซ์ขนาดไมโครเมตร
โดยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
ปีการศึกษา 2556

Surface Modification of Micronized Wax
in Supercritical Carbon Dioxide



THE THESIS IS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF
BACHELOR OF ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2013

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญาานิพนธ์เรื่อง การปรับปรุงพื้นผิวพาราฟินแว็กซ์ขนาดไมโครเมตร
โดย โดยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต
นางสาวกรรวิ รัตน์มณี
นายชิตพัทธ์ เนื่อยฉ่ำ
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.สุรัตน์ อารีรัตน์
ปริญญาานิพนธ์ สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญาานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญาานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ผศ.ดร.สุรัตน์ อารีรัตน์)

.....กรรมการ
(ผศ.ดร.เกรียงศักดิ์ ไกรวัฒนวงศ์)

.....กรรมการ
(ดร. ชีรพร สุธีวงศ์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง การปรับปรุงพื้นผิวพาราฟินแว็กซ์ขนาดไมโครเมตร

โดยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

โดย นางสาวรรรวี รัตน์มณี รหัสนักศึกษา 53010029
นายชิตพัทธ์ เฉื่อยฉ่ำ รหัสนักศึกษา 53010366

ปริญญา วิศวกรรมศาสตร์
สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา 2556
อาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร.สุรัตน์ อารีรัตน์

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการออกซิเดชันพาราฟินแว็กซ์กับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ในสภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต ($scCO_2$) เพื่อปรับปรุงพื้นผิว และคุณสมบัติความชอบน้ำของพาราฟินแว็กซ์ได้ทำการปรับปรุงคุณสมบัติความชอบน้ำของพาราฟินแว็กซ์ ตัวแปรที่ศึกษาได้แก่เวลาในการทำปฏิกิริยา 2 4 และ 6 h สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 1:30 1:50 1:85 และ 1:100 อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 45 50 และ 55 °C วิเคราะห์โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิค FT-IR และวัดค่าความเป็นกรด (Acid Value) พบว่าการออกซิเดชันของพาราฟินแว็กซ์ที่ระยะเวลา 2 4 และ 6 h มีหมู่คาร์บอนิลเกิดขึ้น ปริมาณที่เพิ่มขึ้นของหมู่คาร์บอนิลแปรผันตรงกับระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาและเข้าสู่สภาวะสมดุลที่ระยะมากกว่า 4 h การศึกษาสัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์พบว่าที่สัดส่วน 1:30 และ 1:50 ปริมาณหมู่คาร์บอนิลเพิ่มขึ้นใกล้เคียงกัน และค่าความเป็นกรดเท่ากับ 1.037 และ 1.015mg KOH/g เมื่อเพิ่มสัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เป็น 1:85 และ 1:100 พบว่าค่าความเป็นกรดมีค่าลดลง เนื่องจากความเข้มข้นของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในระบบส่งผลต่ออนุมูลอิสระบนสายโซ่โมเลกุลจากปฏิกิริยาออกซิเดชันทำให้สายโซ่กลับมารวมตัวกันอีกครั้ง และการศึกษาผลของอุณหภูมิในการออกซิเดชันพาราฟินแว็กซ์ที่อุณหภูมิ 45 50 และ 55 °C พบว่าปริมาณที่เพิ่มขึ้นของหมู่คาร์บอนิล แปรผันตรงกับอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา โดยมีค่าความเป็นกรดเท่ากับ 0.797 0.981 และ 1.120 mg KOH/g ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Report Title	Surface Modification of Micronized Wax in Supercritical Carbon Dioxide		
By	Miss Kornrawee Rattanamanee	ID.53010029	
	Mr. Chitipat Chuaicham	ID.53010366	
Degree	Bachelor of Engineering		
Program	Chemical Engineering		
Year	2013		
Advisor	Asst.Prof.Dr. Surat	Areerat	

ABSTRACT

The purpose of this report is to modify surface of micronized paraffin wax by hydrogen peroxide in supercritical carbon dioxide (scCO₂) in order to modify surface and hydrophilic of paraffin wax. The variable factors that we studied are reaction times which are 2, 4 and 6 h. and mole fractions between micronized wax and hydrogen peroxide are 1:30 1:50 1:85 1:100 and finally temperatures in reaction are 45, 50 and 55 degree Celsius. The FT-IR results and acid value tests showed that the reaction times for oxidation, i.e., 2, 4 and 6 h, lead to increasing of quantity of carbonyl group, which depend on reaction time and reach to steady state at longer than 4 h. Second, study of fraction between micronized paraffin wax and hydrogen peroxide showed that the quantity of carbonyl group 1:30 and 1:50 are increase alike and acid value numbers are 1.037 and 1.015 mg KOH/g respectively. When increasing fractions to 1:85 and 1:100, acid value number will decrease because concentration of hydrogen peroxide will affect to free radicals in the system leading to agglomeration of chain. Finally, the result which study in temperature at 45, 50 and 55 degree Celsius showed that increasing of quantity of carbonyl group depends on temperature and acid value number is 0.797, 0.981 and 1.12 mg KOH/g respectively.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากคณาจารย์และบุคคลหลายฝ่าย
คณะผู้จัดทำขอขอบพระคุณ

ผศ.ดร.สุรัตน์ อาริรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาานิพนธ์ที่ได้สั่งสอนวิชาความรู้ ให้คำแนะนำ
ในด้านการค้นคว้า เสนอแนะแนวทางในการแก้ปัญหา รวมถึงตรวจและแก้ไขรายงาน
จนปริญญาานิพนธ์เล่มนี้เสร็จสมบูรณ์

คณาจารย์และเจ้าหน้าที่ สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี
พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ประสิทธิ์ประสาทวิชาและคำแนะนำในการทำงานวิจัย

บริษัท เอส.คิว.ไอ.กรุ๊ป จำกัด ที่สนับสนุนสารเคมี รวมถึงคำแนะนำในการทำวิจัยกองทุน
สนับสนุนงานวิจัยระดับปริญญาตรี ที่สนับสนุนเงินวิจัย

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ที่ให้ความอนุเคราะห์ให้ใช้เครื่องมือการตรวจสอบสาร
ในการทำวิจัยในครั้งนี้

อนึ่งยังมีผู้มีพระคุณอีกหลายท่านที่คณะผู้จัดทำไม่ได้กล่าวนาม หากเกิดความผิดพลาด
ประการใดในงานวิจัยนี้คณะผู้จัดทำขออภัยและขออภัยมา ณ ที่นี้

นางสาวกรรวิ รัตน์มณี

นายชิติพัทธ์ ฉะอวยฉ่ำ

คณะผู้จัดทำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญรูป.....	VII
สารบัญตาราง.....	IV
สัญลักษณ์.....	X
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่ได้จากงานวิจัย.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 แกร์กซ์.....	3
2.1.1 ชนิดของแกร์กซ์.....	3
2.1.2 ออกซิไดซ์พาราฟินแกร์กซ์.....	6
2.2 การปรับปรุงพื้นผิว (Surface Modification).....	6
2.2.1 การปรับปรุงพื้นผิวทางกายภาพ.....	6
2.2.2 การปรับปรุงพื้นผิวทางเคมี.....	7
2.3. ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation Reaction)	7
2.3.1 สารออกซิเดชัน.....	8
2.3.2 ปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน.....	8
2.4 ของไหลเหนือวิกฤต	10
2.4.1 การประยุกต์ใช้ของไหลเหนือวิกฤตกับปฏิกิริยาเคมี.....	11
2.4.2 คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต	11
2.4.3 การใช้ประโยชน์ของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	12
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 การทดลอง.....	15
3.1 สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัย	15
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ทำการวิจัย	15
3.3 ขั้นตอนการทดลอง.....	17
3.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการออกซิเดชันของพาราฟินแว็กซ์	17
3.3.2 การศึกษาผลของสัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการ ปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์.....	17
3.3.3 การศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์	18
3.3.4 การทดสอบค่าความเป็นกรด (Acidvalue) ของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์.....	18
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	20
4.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์ ..	20
4.2 การศึกษาผลของสัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการปรับปรุงพื้นผิว ของพาราฟินแว็กซ์	22
4.3 การศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์	23
4.4 ผลการศึกษาทางสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ต่อการปรับปรุงพื้นผิว	25
4.5 ผลการศึกษาความเสถียรภาพการแขวนลอยในน้ำของพาราฟินแว็กซ์ต่อ การปรับปรุงพื้นผิว	26
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	27
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	27
5.1.1 ผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์	27
5.1.2 ผลของสัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการปรับปรุงพื้นผิว ของพาราฟินแว็กซ์.....	27
5.1.3 ผลของอุณหภูมิต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์	27
5.1.4 ผลการศึกษาทางสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ต่อการปรับปรุงพื้นผิว	28
5.2 ข้อเสนอแนะ	28
บรรณานุกรม	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
ภาคผนวก.....	31
ภาคผนวก ก. การคำนวณสัดส่วนโมลของพาราฟินแร็ทซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์.....	32
ภาคผนวก ข. การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR.	37
ภาคผนวก ค. การคำนวณค่าความเป็นกรด.....	42
ภาคผนวก ง. ผลการทดสอบค่าความเป็นกรด.....	43



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 คาร์นูบาร์แว็กซ์(Carnauba Wax)	4
รูปที่ 2.2 พาราฟินแว็กซ์ (Paraffin Wax).....	5
รูปที่ 2.3 การแบ่งชนิดของแว็กซ์	5
รูปที่ 2.4 ออกซิไดซ์พาราฟิน	6
รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน.....	8
รูปที่ 2.6 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของลิติด	9
รูปที่ 2.7 แผนภาพวัฏภาคของคาร์บอนไดออกไซด์	12
รูปที่ 2.8 ปฏิกิริยาการเกิดกรดเปอร์ออกซีคาร์บอนิก	13
รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ความดันสูง	16
รูปที่ 3.2 ป้อนความดันสูง	16
รูปที่ 3.3 แผนภาพอุปกรณ์การทดลอง.....	16
รูปที่ 4.1 ผลของระยะเวลาต่อสเปกตรัมอินฟราเรดของพาราฟินแว็กซ์และออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่ สัดส่วน 1:30 อุณหภูมิ 55 °C 120 bar ภายใต้สภาวะ scCO ₂	21
รูปที่ 4.2 ผลของระยะเวลาต่อค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์และออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่ สัดส่วน 1:30 อุณหภูมิ 55 °C 120 bar ภายใต้สภาวะ scCO ₂	21
รูปที่ 4.3 ผลของความเข้มข้นต่อสเปกตรัมอินฟราเรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่ อุณหภูมิ 55 °C 120 bar ที่เวลา 6 h ภายใต้สภาวะ scCO ₂	22
รูปที่ 4.4 ผลของความเข้มข้นค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่ อุณหภูมิ 55 °C 120 bar ที่เวลา 6 h. ภายใต้สภาวะ scCO ₂	23
รูปที่ 4.5 ผลของอุณหภูมิต่อสเปกตรัมอินฟราเรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่ สัดส่วน 1:30 ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h. ภายใต้สภาวะ scCO ₂	24
รูปที่ 4.6 ผลของอุณหภูมิต่อค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์และออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่สัดส่วน 1:30 ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h. ภายใต้สภาวะscCO ₂	24
รูปที่ 4.7 เปรียบเทียบสัณฐานวิทยาของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ทั้งก่อนและหลังทำปฏิกิริยาที่สภาวะต่างภายใต้ สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	25
รูปที่ 4.8 เปรียบเทียบความเสถียรภาพการแขวนลอยในน้ำของพาราฟินแว็กซ์ทั้งก่อนและ หลังทำปฏิกิริยา	26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

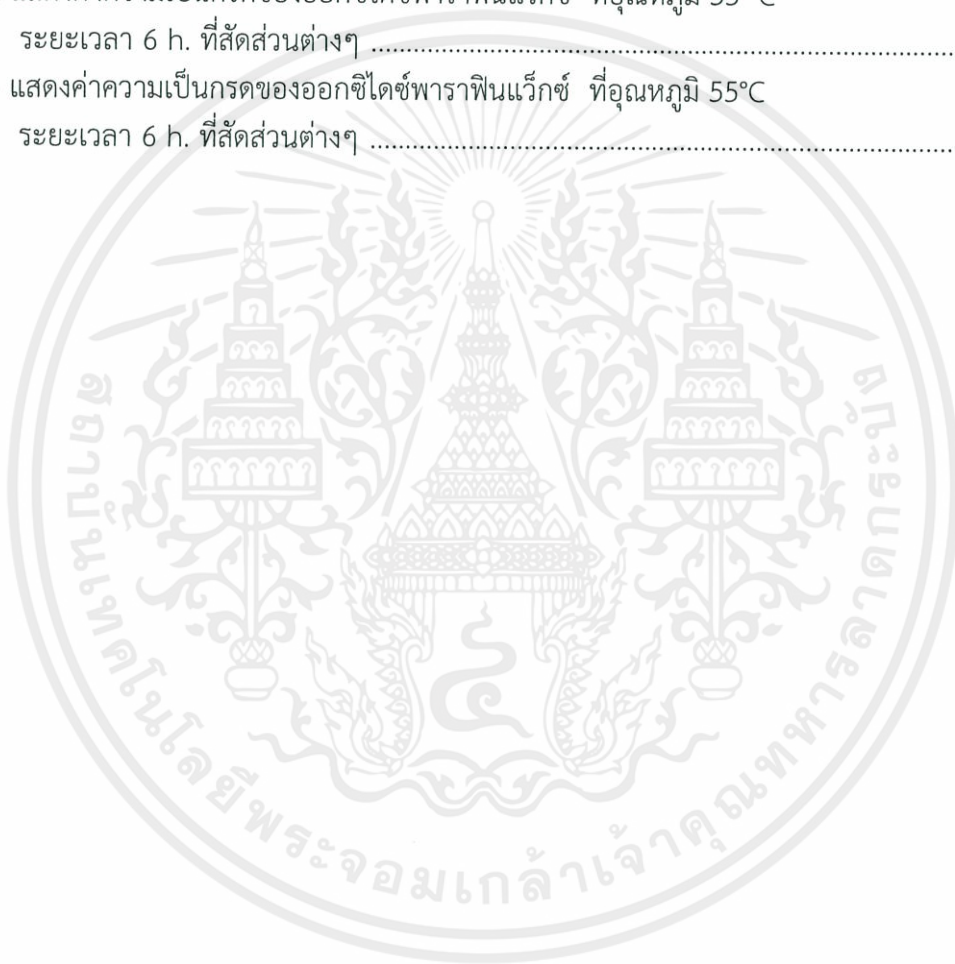
สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ ข.1 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (FT-IR)	37
รูปที่ ข.2 FT-IR สเปกตรัมของพาราฟินแว็กซ์.....	37
รูปที่ ข.3 FT-IR สเปกตรัมของออกซิโดซ์พาราฟินแว็กซ์สัดส่วน 1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 2 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต	38
รูปที่ ข.4 FT-IR สเปกตรัมของออกซิโดซ์พาราฟินแว็กซ์สัดส่วน 1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 4 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	38
รูปที่ ข.5 FT-IR สเปกตรัมของออกซิโดซ์พาราฟินแว็กซ์สัดส่วน 1:30 ที่อุณหภูมิ 50 °C ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	39
รูปที่ ข.6 FT-IR สเปกตรัมของออกซิโดซ์พาราฟินแว็กซ์สัดส่วน 1:30 ที่อุณหภูมิ 45 °C ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	39
รูปที่ ข.7 FT-IR สเปกตรัมของออกซิโดซ์พาราฟินแว็กซ์สัดส่วน 1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	40
รูปที่ ข.8 FT-IR สเปกตรัมของออกซิโดซ์พาราฟินแว็กซ์สัดส่วน 1:50 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	40
รูปที่ ข.9 FT-IR สเปกตรัมของออกซิโดซ์พาราฟินแว็กซ์สัดส่วน 1:85 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	41
รูปที่ ข.10 FT-IR สเปกตรัมของออกซิโดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่สัดส่วน 1:100 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.....	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติวิกฤตของสารบริสุทธิ์ชนิดต่างๆ	10
ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพของ แก๊ส ของไหลเหนือวิกฤต และของเหลว	11
ตารางที่ 3.1 สัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับน้ำหนัก(g)	17
ตารางที่ ง.1 แสดงค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ ที่สัดส่วน 1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C ที่เวลาต่างๆ	43
ตารางที่ ง.2 แสดงค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 6 h. ที่สัดส่วนต่างๆ	43
ตารางที่ ง.3 แสดงค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ ที่อุณหภูมิ 55°C ระยะเวลา 6 h. ที่สัดส่วนต่างๆ	44



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สัญลักษณ์

ตัวอักษร

M	ความเข้มข้น (mol/dm^3 หรือ M)
D	ความหนาแน่น
M.W.	มวลโมเลกุล
mol	จำนวนโมล
V	ปริมาตรของสาร
mol_{Wax}	จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์
$\text{mol}_{\text{H}_2\text{O}_2}$	จำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์
S_{wax}	น้ำหนักพาราฟินแว็กซ์ (g)
mL sample	ปริมาตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรตกับออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ (mL)
mL blank	ปริมาตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรตกับสารละลาย Blank (mL)
N KOH	ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์
S_{sample}	น้ำหนักของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ (g)
OPE	ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของการศึกษา

แว็กซ์[1,2] เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่อยู่ในรูปของแข็งที่อุณหภูมิห้อง มีผลึกเป็นทรงสี่เหลี่ยมหรือหลายเหลี่ยม ที่ได้จากระบวนการกลั่นปิโตรเลียมและกระบวนการสกัดจากธรรมชาติ ซึ่งสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรม เช่น การเคลือบผิว เครื่องสำอาง ผลิตภัณฑ์ยา ผลิตภัณฑ์สารเติมแต่งและอุตสาหกรรมเทียนไข เป็นต้น โดยผลิตภัณฑ์แว็กซ์ที่ได้จากกลุ่มปิโตรเลียมนี้มีราคาถูกและสามารถผลิตได้ในจำนวนมาก เนื่องจากเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้จากโรงกลั่นน้ำมันหล่อลื่น โครงสร้างส่วนใหญ่เป็นกลุ่มของพาราฟินที่มีจำนวนคาร์บอนอะตอมในช่วง C30 – C50 ซึ่งมีสมบัติคล้ายกับกลุ่มสารอินทรีย์ไม่มีขั้ว เมื่อนำไปผลิตเป็นสารเติมแต่งสามารถละลายได้ดีในตัวทำละลายอินทรีย์ไม่มีขั้ว สำหรับแว็กซ์ที่ได้จากวัสดุธรรมชาติเช่น คาร์นูบาร์แว็กซ์ (Carnauba Wax) ซึ่งได้มาจากการต้นปาล์มของ เป็นแว็กซ์ที่ได้จากการสกัดแยกจากสารเคลือบบนใบปาล์มคาร์นูบาร์ โดยพบว่าแว็กซ์ชนิดนี้มีองค์ประกอบหลักเป็นสารกลุ่มของ Aliphatic Ester, Diesters, Carboxylic Acid และกลุ่ม Fatty Acid Alcohols โดยมีจำนวนคาร์บอนในช่วง C26 – C30 ด้วยลักษณะโครงสร้างทางเคมีดังกล่าวทำให้คาร์นูบาร์แว็กซ์มีขั้วและมีสมบัติความชอบน้ำ และมีลักษณะที่อ่อนนุ่มสามารถขัดเคลือบยึดติดบนพื้นผิวโลหะคริลิก หนังสัตว์และโลหะต่างๆได้เป็นอย่างดี จึงนิยมนำมาทำเป็นผลิตภัณฑ์ขัดเงา แต่เนื่องจากกระบวนการสกัดแยกจากใบปาล์มมีหลายขั้นตอนและทำได้ในปริมาณจำกัด เมื่อเปรียบเทียบกับพาราฟินแว็กซ์แล้วทำให้มีราคาสูงกว่า ดังนั้นในกระบวนการผลิตผลิตภัณฑ์ขัดเงาจะเป็นการผสมกันระหว่างแว็กซ์เบสส่วนใหญ่กับคาร์นูบาแว็กซ์เพื่อลดต้นทุนการผลิต

โดยทั่วไปแว็กซ์จะถูกนำไปประยุกต์ใช้งานในหลายด้าน ขึ้นกับลักษณะโครงสร้างของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนเป็นสำคัญ นอกจากนี้แว็กซ์เป็นผลึกของแข็งทำให้มีข้อจำกัดในการใช้งาน โดยเฉพาะเมื่อต้องนำไปผสมเป็นสารเติมแต่งในลักษณะสารแขวนลอยหรือในลักษณะของสารอิมัลชันและในปัจจุบันพบว่าอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของแว็กซ์ (Spherical Fine Parical of Waxes) เป็นอนุภาคที่มีสมบัติพิเศษ เช่น ช่วยเพิ่มความไหลลื่นและลดการเสียดสีแก่ของไหล รวมทั้งมีสมบัติในการรับแรงที่ดี เป็นต้น ด้วยเหตุผลดังกล่าวจึงสามารถนำแว็กซ์อนุภาคทรงกลมไปประยุกต์ในกระบวนการต่างๆเช่น กระบวนการเคลือบผิว กระบวนการพิมพ์แบบกราเวียร์ (Gravure Printing) และใช้เป็นสารถ่ายโอนความร้อนแก่พื้นผิว (Phase Change Material)และการปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ทรงกลมขนาดไมโครเมตรโดยปฏิกิริยาออกซิเดชันให้มีหมู่โครงสร้างที่มีความชอบน้ำมากขึ้น สามารถนำมาประยุกต์ในอุตสาหกรรม และทดแทนการนำเข้าคาร์นูบาแว็กซ์จากต่างประเทศที่มีราคาแพง แต่เนื่องจากพาราฟินแว็กซ์ไม่สามารถแขวนลอยในการทำปฏิกิริยากับสารออกซิไดซ์ได้ เพื่อแก้ปัญหาดังกล่าวจึงทำปฏิกิริยาออกซิเดชันภายใต้สภาวะคาร์บอนไซด์เหนือวิกฤต เพื่อให้เกิดพื้นที่สัมผัสกันระหว่างพาราฟินแว็กซ์และสารออกซิไดซ์ทั้งนี้คาร์บอนไดออกไซด์เป็นสารที่มีจุดวิกฤตต่ำ คือ อุณหภูมิวิกฤต 31.0°C และความดัน 73.8 bar เป็นสารไม่ติดไฟ ราคาถูกก่อให้เกิดมลภาวะน้อยและเป็นการใช้คาร์บอนไดออกไซด์ให้เกิดประโยชน์สูงสุดก่อนปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเพื่อใช้ปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคพาราฟิน แวกซ์ทรงกลมขนาดไมโครเมตร ให้มีสมบัติความชื้นหรือชอบน้ำมากขึ้นทำให้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆและเพื่อเป็นการเตรียมสารแขวนลอยในของอนุภาคแวกซ์ในตัวทำละลายประเภทสุตรน้ำ รวมทั้งเป็นการเพิ่มมูลค่าของพาราฟินแวกซ์

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 เพื่อปรับปรุงสมบัติความความชอบน้ำของพาราฟินแวกซ์
- 1.2.2 เพื่อศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดออกซิเดชันของอนุภาคแวกซ์ภายใต้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

1.3 ขอบเขตการวิจัย

- 1.3.1 ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลต่อการปรับปรุงพื้นผิวของอนุภาคพาราฟินแวกซ์โดยกระบวนการออกซิเดชัน
- 1.3.2 ศึกษาปัจจัยพื้นฐานทางเคมี ที่มีผลต่อการแขวนลอยของแวกซ์ในน้ำ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 สามารถนำผลิตภัณฑ์พลอยได้จากอุตสาหกรรมการกลั่นปิโตรเลียมในประเทศมาใช้ประโยชน์ ช่วยลดการบำบัดกากของเสียจากอุตสาหกรรมได้
- 1.4.2 มีความเข้าใจในกระบวนการออกซิเดชันภายใต้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต
- 1.4.3 สามารถประยุกต์ใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม
- 1.4.4 มีความเข้าใจในสมบัติพื้นฐาน ที่มีผลต่อการแขวนลอยของแวกซ์ในน้ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

2.1 แวกซ์ [1]

สมัยก่อนแวกซ์ถูกนิยามว่าเป็นสารที่ผลิตโดยผึ้ง ได้จากการร่วของน้ำผึ้งจากรัง ชี้ผึ้งเป็นแวกซ์ชนิดแรกที่รู้จักในสมัยนั้น ต่อมาในปี ค.ศ.1848 Justus Liebig ได้ทำการวิเคราะห์ลักษณะของชี้ผึ้งพบว่า เป็นโซ่ตรงประกอบด้วยหมู่กรดไขมัน หมู่เอสเตอร์และแอลกอฮอล์ จากนั้นมีการพบผลิตภัณฑ์จากธรรมชาติที่คล้ายกับแวกซ์ได้จากสัตว์และพืชชนิดอื่นจึงนิยามคำว่าแวกซ์ใหม่โดยใช้โครงสร้างทางเคมี หากสายโซ่นั้นมีจำนวนคาร์บอน 16 - 18 อะตอมและมีหมู่กรดไขมัน จะนิยามว่าเป็นแวกซ์

ต่อมาในศตวรรษที่ 20 จำนวนของผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะคล้ายแวกซ์เพิ่มมากขึ้น แต่ไม่ตรงกับนิยามที่เคยตั้งไว้ข้างต้น ทำให้มีการนิยามแวกซ์ใหม่โดยใช้สมบัติทางกายภาพ แทนการนิยามจากโครงสร้างทางเคมี

แวกซ์ถูกนิยามตามสมบัติทางกายภาพโดย German Society for Fat Sciences (DGF) ว่าเป็นของผสมของสารที่มีไข่มากและมีไข่น้อยซึ่งเป็นไขยาว ซึ่งมีคุณสมบัติดังนี้

1. ที่อุณหภูมิ 20 °C เป็นของแข็งมีลักษณะนิ่มถึงแข็ง
2. มีจุดหลอมเหลว ตั้งแต่ 40 ถึง 140 °C
3. สามารถกลับมาเป็นของแข็งได้หลังจากหลอมเหลว
4. เมื่อถูกละลายพบว่าความหนืดค่อนข้างต่ำ
5. ค่าการละลายขึ้นกับอุณหภูมิ

2.1.1 ชนิดของแวกซ์ [2]

แวกซ์สามารถแบ่งออกเป็นสองประเภทหลักได้แก่แวกซ์ที่ได้จากธรรมชาติและแวกซ์ที่ได้จากการสังเคราะห์

2.1.1.1 แวกซ์ที่ได้จากธรรมชาติสามารถแบ่งออกได้เป็นสองประเภทได้แก่

1. แวกซ์ที่สามารถทดแทนคือแวกซ์ที่สามารถปลูกหรือหามาทดแทนได้เช่น
แวกซ์จากสัตว์และพืช หรือเป็นแวกซ์ที่ได้จากการปรับปรุงทางเคมีเช่น
 - I. แวกซ์จากสัตว์เป็นแวกซ์ที่ได้จากผลิตภัณฑ์ของสัตว์ และจากตัวของสัตว์เช่น
 - II. แวกซ์จากพืช เป็นแวกซ์ที่ได้จากใบ ลำต้น ผนัง ของพืช โดยมีองค์ประกอบหลักคือ หมู่อัลคิลเอสเตอร์เช่นคาร์นูบาร์แวกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในการเรียนการสอนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้ง II. แวกซ์จากพืช เป็นแวกซ์ที่ได้จากใบ ลำต้น ผนัง ของพืช โดยมีองค์ประกอบ

คาร์นูบาร์แว็กซ์ [1]

คาร์นูบาร์แว็กซ์ หรือเรียกว่า ปาล์มแว็กซ์ (Plam Wax) คือแว็กซ์ที่ได้จากการสกัดแยกจากสารเคลือบบนใบต้นปาล์มคาร์นูบาร์ ที่มีอยู่มากในแถบทวีปอเมริกาใต้โดยเฉพาะในประเทศบราซิล โดยพบว่าแว็กซ์ชนิดนี้มีองค์ประกอบหลักเป็นสารกลุ่มของ Aliphatic Ester 40 wt%, Diester 20 wt%, Carboxylic Acid 13 wt% และกลุ่มของ Fatty Acid Alcohols 12 wt% โดยมีจำนวนคาร์บอนอะตอมในช่วง C26 – C30 ด้วยโครงสร้างทางเคมีดังกล่าวส่งผลให้คาร์นูบาร์แว็กซ์มีขี้และมีสมบัติความชอบน้ำ มีลักษณะที่อ่อนนุ่มสามารถขัดเคลือบยึดติดบนพื้นผิวสีอะคริลิก ผนังสัตว์และโลหะต่างๆได้เป็นอย่างดี นิยมนำมาทำเป็นผลิตภัณฑ์แว็กซ์ขัดเงา



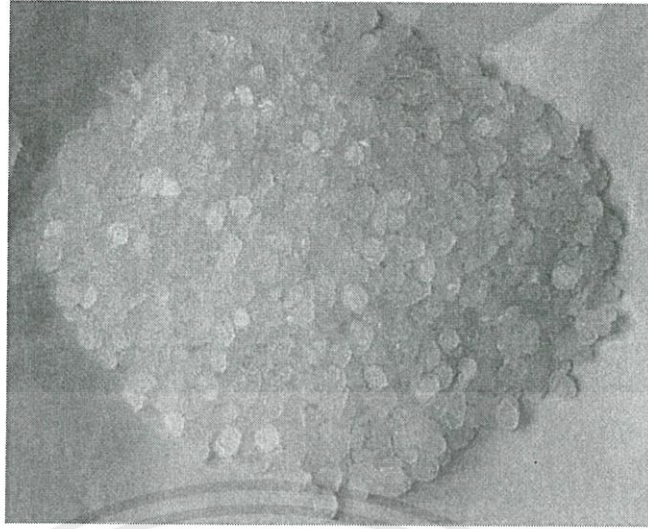
รูปที่ 2.1 คาร์นูบาร์แว็กซ์ [2]

2. แว็กซ์ที่ไม่สามารถทดแทนได้คือแว็กซ์ที่ไม่สามารถปลูกหรือหามาทดแทนได้ เช่น ปีโตรเลียมแว็กซ์ และไขแร่ โดยไขแร่เป็นแว็กซ์ที่ได้จากถ่านหินและการกลั่นน้ำมัน บางครั้งอาจจะเรียกว่า Earth Wax เช่น พาราฟินแว็กซ์ไมโครคริสตัลไลน์แว็กซ์และมอนแตนแว็กซ์

พาราฟินแว็กซ์ [1],[2]

พาราฟินแว็กซ์คือแว็กซ์ที่สกัดหรือแยกได้จากน้ำมันปิโตรเลียม ปริมาณและชนิดของแว็กซ์จะขึ้นกับแหล่งกำเนิดของน้ำมันปิโตรเลียม สมบัติต่างๆของแว็กซ์ขึ้นกับปริมาณของคาร์บอนอะตอมในโมเลกุลของแว็กซ์

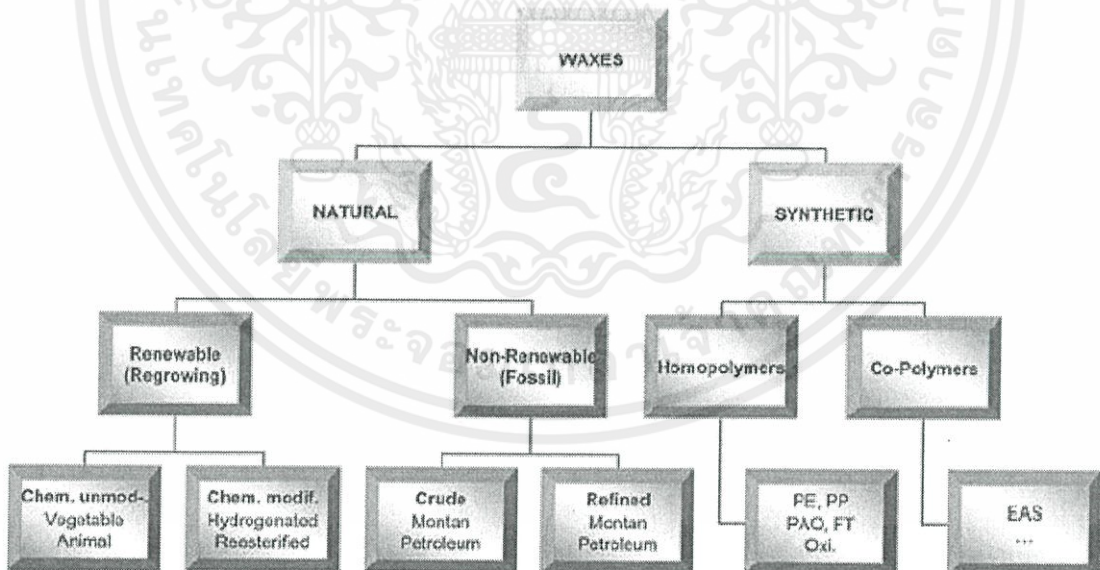
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในงานเพื่อการศึกษายเท่านั้น มิใช่เพื่อใช้ในการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามเผยแพร่ลงบนสื่อออนไลน์ และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2 พาราฟินแว็กซ์ [1]

2.1.1.2 แวกซ์ที่ได้จากการสังเคราะห์สามารถแบ่งได้สองประเภทคือ

1. ประเภทโฮโมพอลิเมอร์คือ พอลิเมอร์ที่มีมอนอเมอร์ชนิดเดียวกัน เช่น โพลีเอทิลีน โพลีโพรพิลีน เป็นต้น
2. ประเภทโคพอลิเมอร์คือ พอลิเมอร์ที่มีมอนอเมอร์หลายชนิดอยู่รวมกัน เช่น EAS



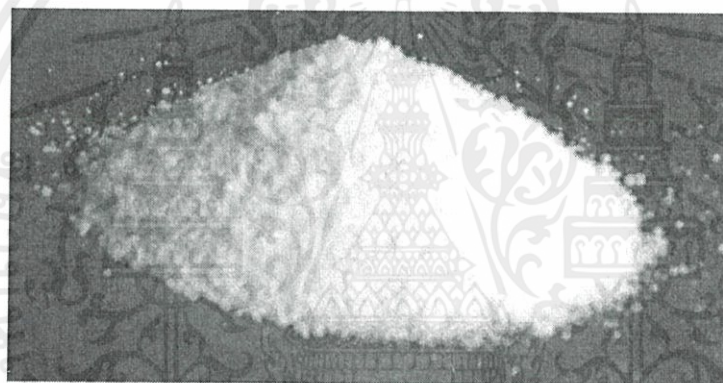
รูปที่ 2.3 การแบ่งชนิดของแว็กซ์ [2]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.2 ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ (Oxidized Paraffin Wax)[3]

ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีค่าความเป็นกรดประมาณ 4 - 16 mg KOH /g เป็นผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาออกซิเดชันของพาราฟินแว็กซ์ทำให้เกิดหมู่คาร์บอนิล และไฮดรอกซิล ช่วยเพิ่มความเข้ากันกับเรซินที่มีขี้ผึ้งได้ดี นอกจากนี้ยังสามารถละลายในอะโรมาติก และมีความสามารถในการหล่อลื่นสูง

ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์นิยมใช้ในกระบวนการเคลือบผิว ช่วยเพิ่มความราบเรียบของพื้นผิวได้ถึง 0.3-0.5% และเพิ่มประสิทธิภาพการถอดแม่แบบ (Demoulding) อีกทั้งช่วยลดเวลาในการทำความสะอาดแม่แบบในกระบวนการผลิตพลาสติก เป็นตัวหล่อลื่นในการผลิตพอลิไวนิลคลอไรด์ (Polyvinylchloride, PVC) และโพลีโอลีฟินส์ (Polyolefin) ช่วยเพิ่มการกระจายตัวของสารหล่อเย็นและทำให้พลาสติกใส นอกจากนี้ยังเป็นสารช่วยให้ผ้านุ่มและป้องกันการเป็นรูในอุตสาหกรรมสิ่งทอ และยังมีใช้แพร่หลายในการเคลือบผิวรถยนต์และเครื่องหนัง



รูปที่ 2.4 ออกซิไดซ์พาราฟิน [3]

2.2 การปรับปรุงพื้นผิว (Surface Modification) [4]

การปรับปรุงพื้นผิว สามารถแบ่งตามผลที่มีต่อพื้นผิวได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่ การปรับปรุงพื้นผิวทางกายภาพและทางเคมี

2.2.1 การปรับปรุงพื้นผิวทางกายภาพ

การปรับปรุงทางกายภาพจะไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีของพื้นผิว แต่จะส่งผลต่อความขรุขระ ขนาดและขอบเกรนของพื้นผิว การปรับปรุงพื้นผิวทางกายภาพที่เก่าแก่ที่สุดคือวิธีการขัดหรือบด เช่นการใช้กระดาษทรายขัดให้พื้นผิวเรียบขึ้น ในปี ค.ศ. 1900 บริษัท 3M จำกัด ได้พัฒนากระดาษทรายชนิดหยาบและชนิดละเอียดขึ้นจนเป็นที่รู้จักอย่างแพร่หลาย นอกจากกระบวนการข้างต้นแล้วการปรับปรุงพื้นผิวทางกายภาพยังสามารถทำได้โดย

กระบวนการทางความร้อนช่วยปรับปรุงขนาดและขอบเกรนของพื้นผิวโดยสามารถนำกระบวนการความร้อนมาประยุกต์ใช้กับวัสดุที่มีอนุภาคขนาดนาโน เช่น เซรามิก โลหะ พอลิเมอร์และสารกึ่งตัวนำเป็นต้น หรือนำมาประยุกต์ใช้กับออกซิเจนหรือน้ำในการปรับปรุงพื้นผิว เช่น การประยุกต์ใช้กระบวนการทางความร้อนของการตกผลึกบนพื้นผิวของ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ โดยใช้แก๊ส Ar/O_2 และ $\text{H}_2/\text{He}/\text{O}_2$ ที่อุณหภูมิ 1,500 °C

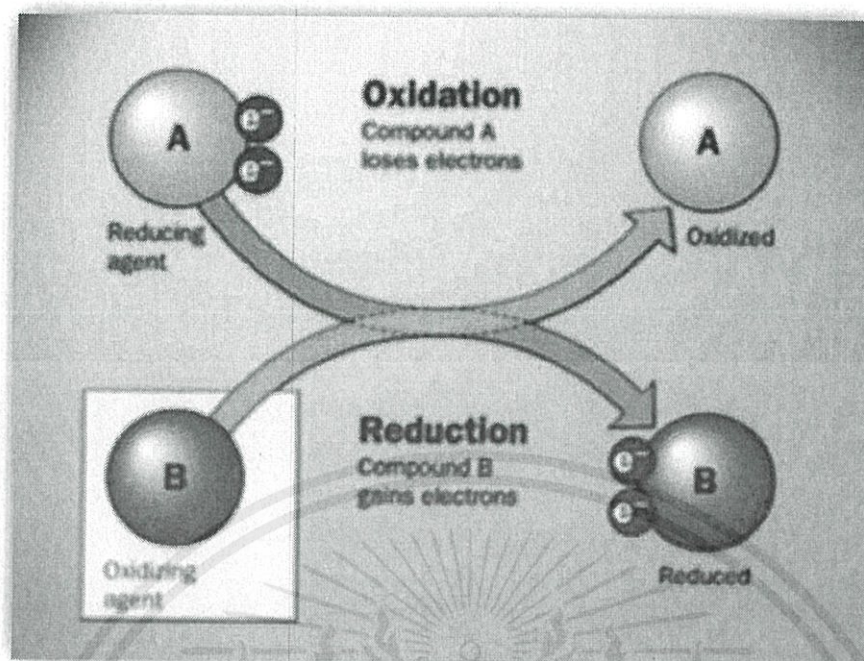
2.2.2 การปรับปรุงพื้นผิวทางเคมี

การปรับปรุงพื้นผิวทางเคมีนั้น เป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมีของพื้นผิว สามารถแบ่งได้เป็น กระบวนการแบบแห้งและแบบเปียกโดยขึ้นกับชนิดของสารความเสถียรของกระบวนการ และการนำไปประยุกต์ใช้ เช่น การปรับปรุงพื้นผิวของพอลิเมอร์โดยกระบวนการปฏิกิริยาเคมีแสง (Photochemical Method) ด้วยรังสียูวีในอากาศ ปฏิกิริยาการเกิดโอโซนบนชั้นบรรยากาศ และ การตัดต่อชั้นพื้นผิว (Grafting Surface Layer) เป็นต้น

- 1) กระบวนการแบบแห้ง เป็นกระบวนการที่ใช้รังสีพลาสมาในการปรับปรุง โดยชนิดของรังสีพลาสมาที่นิยมใช้ได้แก่ อากาศ ออกซิเจน แอมโมเนียและอาร์กอน นอกจากนี้กระบวนการดังกล่าวยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้ร่วมกับกระบวนการ Microfabrication ได้
- 2) กระบวนการแบบเปียกเป็นกระบวนการที่ใช้ร่วมกับเคมีอินทรีย์หรือเคมีอนินทรีย์ในการปรับปรุงพื้นผิว เช่น การปรับปรุงพื้นผิวของ PMMA ที่ประกอบด้วย Methyl Ester โดยทำปฏิกิริยากับ Lithium Aluminum Hydride ในสารละลายพื้นฐาน Ether ได้เป็น Alcohol นอกจากนี้ยังเกิดหมู่ Amino บนพื้นผิวของ PMMA โดยปฏิกิริยา Aminolysis ของหมู่ Ester โดยใช้สารละลาย n-Lithiodiaminopropane ใน Cyclohexane เป็นต้นอีกทั้งสามารถประยุกต์ใช้ได้กับพื้นผิวที่มีคุณสมบัติที่หลากหลาย

2.3. ปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation Reaction) [5]

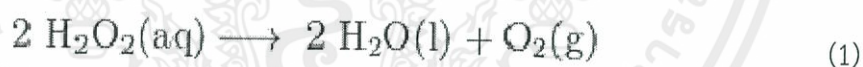
ปฏิกิริยาออกซิเดชัน คือปฏิกิริยาที่โมเลกุลหรืออะตอมมีการสูญเสียอิเล็กตรอนจากวงโคจรให้กับโมเลกุลที่ทำหน้าที่เป็นตัวรับอิเล็กตรอน ปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน (Reduction) จะเกิดคู่กันสารที่ทำหน้าที่เป็นตัวให้อิเล็กตรอนนี้ว่า สารรีดิวซ์ (Reducing Agent) และเรียกสารที่ทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนนี้ว่า สารออกซิไดซ์ (Oxidizing Agent) โดยปฏิกิริยาออกซิเดชัน มักจะเกี่ยวข้องกับออกซิเจน นอกจากนี้ออกซิเดชันยังหมายถึงการสูญเสียไฮโดรเจนอะตอมออกจากโมเลกุลอีกด้วย ปฏิกิริยาออกซิเดชันและอนุมูลอิสระนั้นมีความเกี่ยวข้อง เนื่องจากปฏิกิริยานี้ทำให้เกิดอนุมูลอิสระของสารต่างๆ ได้มากมาย และอนุมูลอิสระดังกล่าวจะทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับสารอื่นๆ เป็นปฏิกิริยารหัสลูกโซ่ต่อไป



รูปที่ 2.5 ปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน [5]

2.3.1 สารออกซิไดซ์

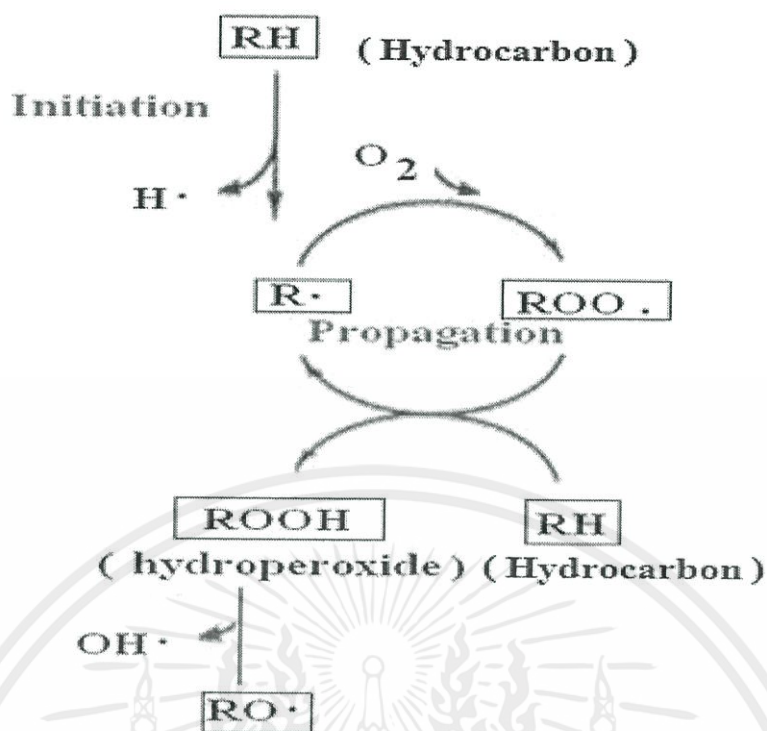
ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ [6],[7] สูตรทางเคมีคือ H_2O_2 เป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีความหนืดมากกว่าน้ำมีรสขม เป็นสารที่ไม่เสถียร อีกทั้งยังเป็นสารออกซิเดชันที่รุนแรง ดังนั้นเมื่อสัมผัสกับแสง ความร้อนหรือน้ำ จะสลายตัวให้ออกซิเจนและน้ำ ดังสมการที่ 1



ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ถูกใช้เป็นสารฟอกสีในอาหาร ทำน้ำยาบ้วนปาก ใช้เป็นเชื้อเพลิงขับเคลื่อนจรวด ใช้ฟอกเส้นผม นอกจากนั้นยังใช้ในอุตสาหกรรมฟอกย้อม ใช้ฟอกเส้นใยแล้ว ยังใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ฟอกงาช้าง และขนนก และเป็นสารแอนติคลอรีน (Anti-Chlorine) ซึ่งใช้ทำลายคลอรีนที่ตกค้างบนเส้นใยหลังผ่านการใช้คลอรีนฟอกขาว

2.3.2 ปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน [8]

ปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนเป็นปฏิกิริยาลูกโซ่ (Chain Reaction) เพราะอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นจะกระตุ้นโมเลกุลของสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่เหลือให้เกิดปฏิกิริยาต่อไป ซึ่งขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังรูปที่ 2.6 งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยามให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของสารประกอบไฮโดรคาร์บอน [5]

1. ขั้นริเริ่ม (Initiation) ขั้นตอนการเริ่มเกิดอนุมูลอิสระเกิดกับสารประกอบไฮโดรคาร์บอน โดยเริ่มต้นที่พันธะระหว่างคาร์บอนกับไฮโดรเจน จะสูญเสียไฮโดรเจนอะตอม ซึ่งเกิดจากการกระตุ้นด้วยแสงรังสี และโลหะ ทำให้เกิดเป็นอนุมูลอิสระ ไฮโดรคาร์บอน ($\text{R}\cdot$) ซึ่งอะตอมอนุมูลอิสระที่เกิดขึ้น เป็นอิเล็กตรอนเดี่ยวซึ่งว่องไวต่อปฏิกิริยา



2. ขั้นแผ่ขยาย (Propagation) เกิดจากออกซิเจนเข้าไปทำปฏิกิริยาที่ตำแหน่งพันธะคู่เกิดเป็นอนุมูลเปอร์ออกไซด์ ($\text{ROO}\cdot$) ซึ่งขั้นตอนนี้เป็นปฏิกิริยาลูกโซ่ เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ทำให้เกิดอนุมูลอิสระมากมาย โดยอนุมูลเปอร์ออกไซด์ทำปฏิกิริยาต่อเนื่องจากสารประกอบไฮโดรคาร์บอนใหม่ได้ไฮโดรเปอร์ออกไซด์ (ROOH)



3. ขั้นสิ้นสุด (Termination) อนุมูลอิสระที่เกิดขึ้นมารวมตัวกันเองเกิดเป็นสารใหม่ (Secondary Product) เช่น แอลดีไฮด์คีโตน แอลกอฮอล์ แอลเคน และกรดอินทรีย์ เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



2.4 ของไหลเหนือวิกฤต [9]

ของไหลเหนือวิกฤต (Supercritical Fluid, SCF) คือ สารประกอบที่มีสถานะเหนืออุณหภูมิวิกฤต (T_c) และความดันวิกฤต (P_c) ตารางที่ 2.1 แสดงสถานะวิกฤตของสารต่างๆ ที่มีการนำมาประยุกต์ใช้ ตัวอย่างเช่น ใช้เป็นตัวทำละลายในกระบวนการสกัดสารอินทรีย์แทนที่ตัวทำละลายอินทรีย์ และถูกนำมาใช้เป็นตัวกลางสำหรับปฏิกิริยาเคมี เช่น ปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ เป็นต้น จะเห็นได้ว่าคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) มีอุณหภูมิวิกฤตสูงกว่าอุณหภูมิห้องเพียงเล็กน้อย และมีความดันวิกฤตต่ำ ทำให้ประหยัดพลังงานในกระบวนการ นอกจากนี้คาร์บอนไดออกไซด์นั้นยังมีสมบัติไม่ติดไฟ และมีราคาที่ถูกถึงแม้ว่าฟลูออโรฟอร์ม (CHF_3) และ ไดฟลูออโรมีเทน (CH_2F_2) จะมีอุณหภูมิวิกฤตและความดันวิกฤตที่ต่ำกว่าแต่สารทั้งสองมีราคาแพงกว่าคาร์บอนไดออกไซด์

ตารางที่ 2.1 สมบัติวิกฤตของสารบริสุทธิ์ชนิดต่างๆ [10]

สารประกอบ	T_c ($^{\circ}C$)	P_c (bar)	ρ_c ($g \cdot ml^{-1}$)
CH_4	-82.5	46.4	0.16
CH_2F_2	78.1	57.8	0.42
NH_3	132.5	112.8	0.24
CO_2	31.1	73.8	0.47
H_2O	374.2	220.5	0.32
C_2H_6	32.4	48.8	0.20

โดยทั่วไปของไหลเหนือวิกฤตนั้นมีสมบัติทางกายภาพอยู่ระหว่างทั้งของเหลวและแก๊สดังตารางที่ 2.2 ซึ่งได้แสดงเปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพของสารบริสุทธิ์ที่สถานะต่างๆ ซึ่งพบว่าค่าความหนาแน่นของของไหลเหนือวิกฤตมีค่าเป็นครึ่งหนึ่งของของเหลวแต่มากกว่าแก๊สถึงสองเท่า แสดงให้เห็นว่าของไหลเหนือวิกฤตนั้นมีความสามารถในการละลายที่ดี เหมาะแก่การนำไปใช้เป็นสารสกัด และมีความหนืดระหว่างของเหลวและแก๊ส และมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ใกล้เคียงกับแก๊สซึ่งทำให้ของไหลเหนือวิกฤตนั้นมีการแพร่ที่ดีเข้าไปในเนื้อของสารต่างๆ โดยสมบัติทั้งสามประการดังกล่าวนี้แปรผันกับความดันและอุณหภูมิซึ่งสามารถปรับเปลี่ยนได้ตามความต้องการที่ใช้งาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 เปรียบเทียบสมบัติทางกายภาพของ แก๊ส ของไหลเหนือวิกฤต และของเหลว [10]

สมบัติทางกายภาพ (หน่วย)	แก๊ส	ของไหลเหนือวิกฤต	ของเหลว
ความหนาแน่น ($\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$)	10^{-3}	0.2	1
ความหนืด ($\text{Pa} \cdot \text{s}$)	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}
สัมประสิทธิ์การแพร่ ($\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)	0.1	10^{-3}	5×10^{-6}

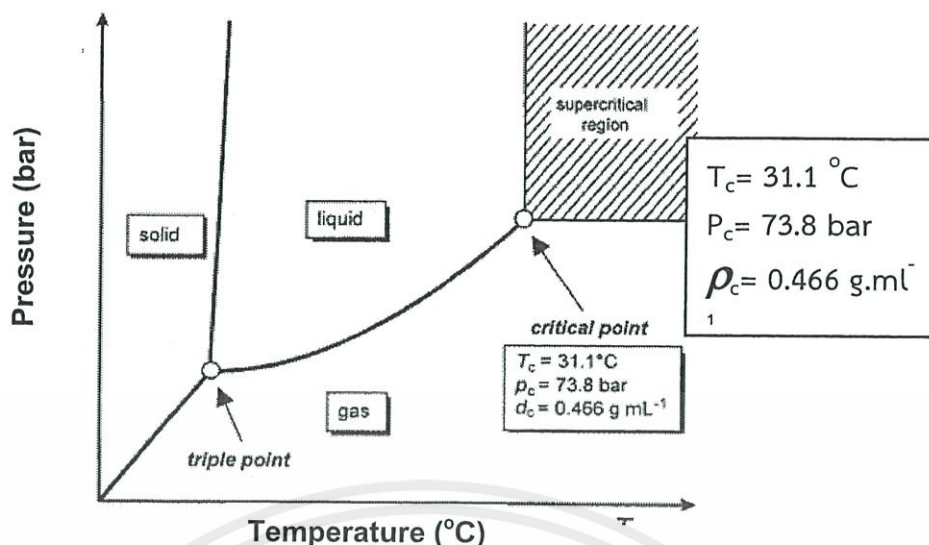
2.4.1 การประยุกต์ใช้ของไหลเหนือวิกฤตกับปฏิกิริยาเคมี

การใช้ประโยชน์จากของไหลเหนือวิกฤตเป็นสื่อในปฏิกิริยาเคมีเริ่มโดยการนำมาทดแทนตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีอันตราย โดยใช้ข้อดีของการประพฤติตัวเป็น Gas-Like และ Liquid-Like ซึ่งสมบัติ Liquid-Like นี้เองจะเป็นจุดแข็งที่ดีโดยบังชี้ถึงสมบัติความหนาแน่นซึ่งจะสอดคล้องกับสมบัตินค่าการละลายของของไหลเหนือวิกฤต และสามารถควบคุมได้โดยการควบคุมความดันของระบบที่สำคัญสามารถแยกสารตั้งต้น ผลิตภัณฑ์และตัวเร่งปฏิกิริยาออกจากของไหลเหนือวิกฤตได้ง่ายของไหลเหนือวิกฤตมีความน่าสนใจสำหรับปฏิกิริยาเคมีเพราะมีสมบัติเฉพาะที่พิเศษ โดยส่วนใหญ่มีคุณสมบัติที่สำคัญ คือ สมบัติทางกายภาพ และสมบัติการถ่ายเทมวล ซึ่งมีอิทธิพลโดยตรงกับปฏิกิริยาทางเคมี คือเป็นตัวกลางระหว่างของเหลวและแก๊ส โดยทั่วไปสารตั้งต้นและของไหลเหนือวิกฤตจะสังเกตเห็นได้เป็นวัฏภาคเดียวกัน ของไหลเหนือวิกฤตแสดงสมบัติของวัฏภาคแก๊ส โดยสามารถละลายเข้ากับแก๊สอื่นได้ดี มีความหนืดที่ต่ำ และมีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่สูง ด้วยเหตุนี้เองจะช่วยเพิ่มอัตราการถ่ายเทความร้อน และค่าความต่างศักย์สำหรับปฏิกิริยาที่เกิดเร็ว ของไหลเหนือวิกฤตเป็นประโยชน์อย่างยิ่งสำหรับปฏิกิริยาเคมีสำหรับปฏิกิริยา Diffusion Control ที่เกี่ยวข้องกับระบบแก๊สอย่างเช่นไฮโดรเจนและออกซิเจน

2.4.2 คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต (scCO_2)

แผนภาพแสดงเฟสไดอะแกรมของคาร์บอนไดออกไซด์บริสุทธิ์ดังรูปที่ 2.7 แสดงสถานะของคาร์บอนไดออกไซด์เป็นฟังก์ชันของความดันและอุณหภูมิ สถานะของแข็ง ของเหลวและก๊าซถูกแยกออกจากกันด้วยเส้นหลอมเหลว (Melting Line) เส้นการระเหิด (Sublimation Line) และเส้นการระเหย (Evaporation Line) ตามลำดับ จุดสมดุลที่มีสามสถานะคือจุดสามร่วม (Triple Point) โดยจุดวิกฤตคือจุดที่มีอุณหภูมิสูงกว่าเส้นระเหยเรียกว่าอุณหภูมิวิกฤต (T_c) เท่ากับ 31.1°C และความดันวิกฤต (P_c) เท่ากับ 73.8 bar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 แผนภาพวัฏภาคของคาร์บอนไดออกไซด์

2.4.3 การใช้ประโยชน์ของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

1) ตัวเร่งปฏิกิริยา

โดยทั่วไปแล้วตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเนื้อเดียว (Homogeneous Catalyst) นั้นจะมีความว่องไวและค่าการเลือกเกิดที่สูง ในทางตรงกันข้ามตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเนื้อเดียวนั้นจะมีความว่องไวที่น้อยกว่า แต่มีข้อดีคือแยกออกจะผลิตภัณฑ์ได้ง่ายและสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ Eckert และ Pollet ได้ศึกษาเทคนิคสำหรับการนำตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเนื้อเดียวโดยประยุกต์ใช้กับคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตด้วยการปรับเปลี่ยนความดันของคาร์บอนไดออกไซด์ในปฏิกิริยา นอกจากนี้ Toghiani และคณะได้ใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นตัวกลางในกระบวนการออกซิเดชันของพันธะคู่น้ำมันและได้ผลิตภัณฑ์เป็นกรดและอีพอกไซด์

2) วัสดุนาโนเทคโนโลยี

คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต (scCO₂) มีการใช้งานเป็นตัวทำละลายสำหรับกระบวนการผลิตวัสดุนาโน (Nanomaterial) อย่างเช่นแอโรเจล (Aerogel) ของ AlO₃, SiO₂, TiO₂ และ ZrO₂ เป็นต้น วัสดุนาโนเหล่านี้โดยทั่วไปจะมีสมบัติที่เด่น เช่น ขนาดของรูพรุน และพื้นที่ผิวที่มากใช้ประโยชน์อย่างเช่น วัสดุทางชีวภาพตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงและเซลล์แสงอาทิตย์ นอกจากนี้ที่น่าสนใจคือ การทำแห้งด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตสำหรับการเตรียมแอโรเจล ซึ่งทำให้ได้พื้นที่ผิวที่สูงและยังคงโครงสร้างนาโนเนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตนั้นมีคุณสมบัติแบบแรงตึงผิวที่ต่ำ

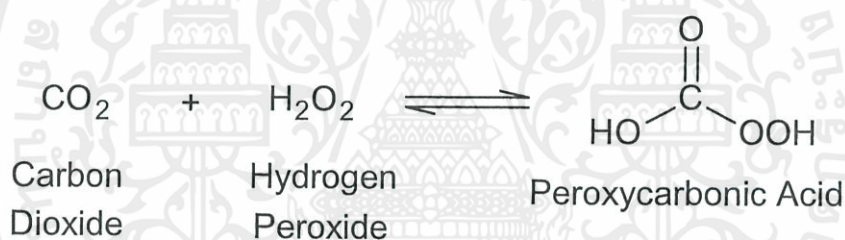
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) ปฏิกริยาการเกิดพอลิเมอร์

De Simone และคณะ (2005) [11] ได้แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตสามารถใช้เป็นตัวกลางในปฏิกริยาการเกิดพอลิเมอร์ทั้งแบบ Free-Radical Cationic และ Step Growth นอกจากนี้พบว่าการก่อเกิดอนุภาคมูลอิสระของ Azobisisobutyronitrile (AIBN) แสดงค่าผลสำเร็จในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตมากกว่าในเบนซีนเนื่องจากผลของความหนืดของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

4) ปฏิกริยาออกซิเดชันในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

การศึกษาปฏิกริยาออกซิเดชันในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตมีการศึกษากันอย่างกว้างขวาง ซึ่งจะทำหน้าที่เป็นตัวกลางของปฏิกริยาทั้งแบบมีตัวเร่งปฏิกริยาและไม่มีปฏิกริยา [12-14] Shane A. N. และคณะ (2002)[15] ได้ทำการศึกษาปฏิกริยาอ็อกซิเดชันของสารประกอบโอเลฟินส์ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ภายใต้สภาวะของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตโดยไม่มีการใช้ตัวเร่งปฏิกริยาและกรดเปอร์ออกไซด์ซึ่งในงานวิจัยนี้เขาได้ใช้คาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นทั้งตัวทำละลายและเป็นสารตั้งต้นของปฏิกริยาอ็อกซิเดชันในเวลาเดียวกัน โดยปฏิกริยาที่เกิดขึ้นนั้นเป็นการทำปฏิกริยากันระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และคาร์บอนไดออกไซด์เกิดเป็นกรดเปอร์ออกซีคาร์บอนิก ดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 ปฏิกริยาการเกิดกรดเปอร์ออกซีคาร์บอนิก [15]

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Shane A. N. และคณะ (2002) [15] ได้ศึกษาปฏิกริยาอ็อกซิเดชันของสารโอเลฟินส์โดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ซึ่งเป็นสารออกซิไดซ์ที่ไม่รุนแรง และยังกระทบกับสิ่งแวดล้อมน้อยเนื่องจากเกิดน้ำและออกซิเจนเป็นผลพลอยได้ ร่วมกับคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่อุณหภูมิ 40°C ความดัน 120 bar ซึ่งคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตทำหน้าที่เป็นทั้งตัวทำละลายและสารตั้งต้นในเวลาเดียวกัน ปฏิกริยาอ็อกซิเดชันเกิดผ่านระบบแบบสองวัฏภาคของสารละลายอินทรีย์และวัฏภาคที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ ผลที่ได้นั้นสามารถให้หมู่ไฮดรอกซิลออกมาปริมาณน้อยเนื่องจากสารตั้งต้นไม่ละลายเข้ากัน ควรมีการเติมตัวทำละลายร่วมจึงจะให้ผลิตภัณฑ์ที่มากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Shaurya P. และคณะ(2009) [16] เสนอการปรับปรุงพื้นผิว สามารถแบ่งประเภทตามผลที่มีต่อพื้นผิว ได้แก่ การปรับปรุงพื้นผิวทางกายภาพจะไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบทางเคมีของพื้นผิว แต่จะส่งผลต่อความขรุขระ ขนาด และขอบเกรนของพื้นผิว สำหรับการปรับปรุงพื้นผิวทางเคมีเป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมีของพื้นผิว โดยในการปรับปรุงนิยมปรับพื้นผิวโดยใช้แสงยูวี และ รังสี พลาสมากับเคมีอินทรีย์หรือเคมีอนินทรีย์

Shifang W., Juan L., Jinping S. ,TianzhiL.(2007)[17]ประสบความสำเร็จในการทำการปรับปรุงหมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวของแผ่นพอลิเทตระฟลูออโรเอทิลีน(Polytetrafluoroethylene, PTFE) โดยใช้สารละลายโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตกับกรดไนตริก เป็นสารออกซิไดซ์ ที่ความดันบรรยากาศ ที่อุณหภูมิต่างๆ ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่าหลังจากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันแล้ว แผ่น PTFEมีหมู่ฟังก์ชันที่เพิ่มเข้ามาคือ หมู่คาร์บอนิล และไฮดรอกซิล ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่มีความชอบน้ำ

Zhang J., Yan Y. และ Gao J.(2007) [21] ได้ทำการทดลองออกซิเดชันโพลีเอทิลีนแวกซ์ โดยมีโพแทสเซียมเปอร์ออกไซด์เป็นตัวเร่ง โดยศึกษาถึงผลของอุณหภูมิ ระยะเวลา ความเร็วของอากาศ และความดันในการทำปฏิกิริยา พบว่าค่าความเป็นกรดแปรผันตรงกับอุณหภูมิ ระยะเวลา และความเร็วของอากาศ โดยสภาวะที่เหมาะสมสำหรับทำปฏิกิริยาคือที่อุณหภูมิ141-148°C ระยะเวลา 3-7 h ความเร็วของอากาศ 4-8 m/s และพบว่าความดันไม่มีผลต่อการทำปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้สำหรับงานวิจัย

- 1) พาราฟินแว็กซ์
- 2) คาร์นูบาแว็กซ์
- 3) ออกซีไดซ์พาราฟินแว็กซ์(OPE)
- 4) ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (30% w/w เกรด AR จาก UNIVAR)
- 5) คาร์บอนไดออกไซด์ (ความบริสุทธิ์ 99.95% จาก United Industrial Gases)
- 6) เอทานอล95%
- 7) โซเดียมไฮดรอกไซด์
- 8) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์
- 9) ไฮโดรคลอริก
- 10) ฟีนอลทาลีน1%(Phenolphthalein)
- 11) น้ำกลั่น

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ทำการวิจัย

- 1) เครื่องปฏิกรณ์แบบกะทนความดันสูง
- 2) ปั๊มความดันสูง (ISCO Syringe Pump Model 260D/USA)
- 3) เครื่องFourier Transform Infrared Spectrometer(FT-IR)
- 4) เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน
- 5) เครื่องชั่งสาร
- 6) ชุดทดสอบความเป็นกรดของแว็กซ์
- 7) เทอร์โมคัปเปิล
- 8) เทอร์โมมิเตอร์
- 9) แท่งแม่เหล็กกวนสาร
- 10) ปีกเกอร์ขนาด 1,000 mL
- 11) แท่งแก้วกวนสาร

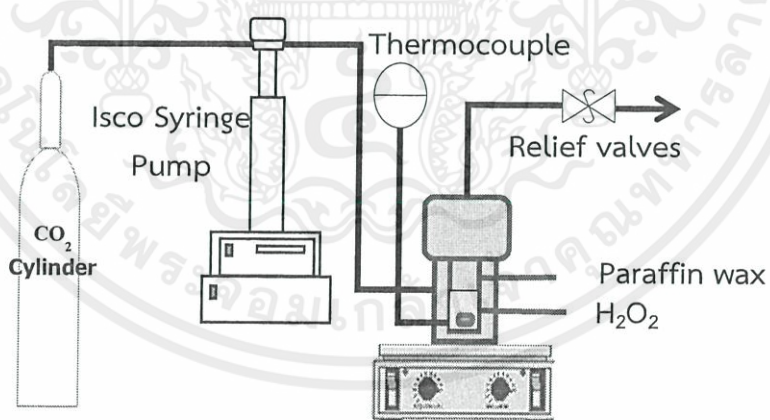
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 เครื่องปฏิกรณ์ความดันสูง



รูปที่ 3.2 บั๊มความดันสูง



รูปที่ 3.3 แผนภาพอุปกรณ์การทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์

- 1) บรรจุไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10mL และพาราฟินแว็กซ์ 1.2739 g ลงในเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูง
- 2) ใส่อากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูงโดยการป้อนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
- 3) ปั่นกวนด้วยเครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน ใช้ความเร็วรอบ 720 rpm ให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 °C
- 4) จากนั้นป้อนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยปั๊มความดันสูงจนมีความดันคงที่ 120 bar ปลดปล่อยให้เกิดทำปฏิกิริยา เป็นเวลา 2 h
- 5) ทำแห้งโดยนำออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ใส่ลงใน Dedicator ซึ่งภายในบรรจุซิลิกาเจลเป็นเวลา 24 h
- 6) ทำการทดลองตั้งแต่ข้อ 1) - 4) โดยเปลี่ยนระยะเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 4 และ 6 h ตามลำดับ
- 7) วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR) และทดสอบค่าความเป็นกรด

3.3.2 การศึกษาผลของสัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์

- 1) บรรจุไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10 mL และพาราฟินแว็กซ์ ลงในเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูง

ตารางที่ 3.1 สัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับน้ำหนักพาราฟินแว็กซ์(g)

สัดส่วนแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์	น้ำหนักพาราฟินแว็กซ์(g)
1:30	1.2739
1.50	0.7644
1.85	0.4490
1:100	0.3822

- 2) ใส่อากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูงโดยการป้อนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
- 3) ปั่นกวนด้วยเครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน ใช้ความเร็วรอบ 720 rpm ให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) จากนั้นบ้อนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยปั๊มความดันสูงจนมีความดันคงที่ 120 bar ปล่อยให้เกิดทำปฏิกิริยา เป็นเวลา 6 h
- 5) ทำแห้งโดยนำออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์ใส่ลงใน Dedicator ซึ่งภายในบรรจุซิลิกาเจล เป็นเวลา 24 h
- 6) วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR) และทดสอบค่าความเป็นกรด

3.3.3 การศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแวกซ์

- 1) บรรจุไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 10mL และพาราฟินแวกซ์ 1.2739 g ลงในเครื่องปฏิกรณ์ ความดันสูง
- 2) ไล่อากาศภายในเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูงโดยการบ้อนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
- 3) ปั่นกวนด้วยเครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน ใช้ความเร็วรอบ 720 rpm ให้ความร้อน ในการทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 45 °C
- 4) จากนั้นบ้อนแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยปั๊มความดันสูงจนมีความดันคงที่ 120 bar ปล่อยให้เกิดทำปฏิกิริยา เป็นเวลา 6 h
- 5) ทำการทดลองตั้งแต่ข้อ 1) - 4) โดยเปลี่ยนอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเป็น 50 และ 55 °C ตามลำดับ
- 5) ทำแห้งโดยนำออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์ใส่ลงใน Dedicator ซึ่งภายในบรรจุซิลิกาเจล เป็นเวลา 24 h
- 6) วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR) และทดสอบค่าความเป็นกรด

3.3.4 การทดสอบค่าความเป็นกรด (Acid value) ของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์

3.3.4.1 การเตรียมสารละลาย

- 1 การเตรียมสารละลายเอทานอลที่มีสภาพกลาง
 - 1) ตวงเอทานอล 95% ปริมาณ 1,000 mL ใส่บีกเกอร์
 - 2) เติมฟีนอลทาลีน 1% จำนวน 1 mL ลงในบีกเกอร์ที่บรรจุเอทานอล
 - 3) จากนั้นเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1 M ลงในบีกเกอร์จนสารละลาย เปลี่ยนเป็นสีชมพู
- 2 การเตรียมสารละลาย Blank
 - 1) เติมเอทานอลที่มีสภาพเป็นกลางจำนวน 50 mL และเติมฟีนอลทาลีน 1% จำนวน 1 mL ในขวดรูปชมพู่
 - 2) นำไปไทเทรตด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.05 N จนสารละลาย เปลี่ยนเป็นสีชมพูนาน 30 s
 - 3) บันทึกปริมาตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4.2 วิธีการทดสอบค่าความเป็นกรด

- 1) ชั่งออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ประมาณ 1 g ใส่ลงในขวดรูปชมพู่
- 2) เติมเอทานอลที่มีสภาพกลางจำนวน 50 mL และเติมฟีนอลทาลีน 1% จำนวน 1 mL ลงในขวดรูปชมพู่ข้างต้น
- 3) ให้ความร้อนด้วยเครื่องกวนสารแบบให้ความร้อนจนออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ละลาย
- 4) นำไปไทเทรตด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.05 N จนสารละลายเปลี่ยนเป็นสีชมพูนาน 30 s
- 5) บันทึกปริมาตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ และเพื่อนำไปคำนวณค่าความเป็นกรด



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

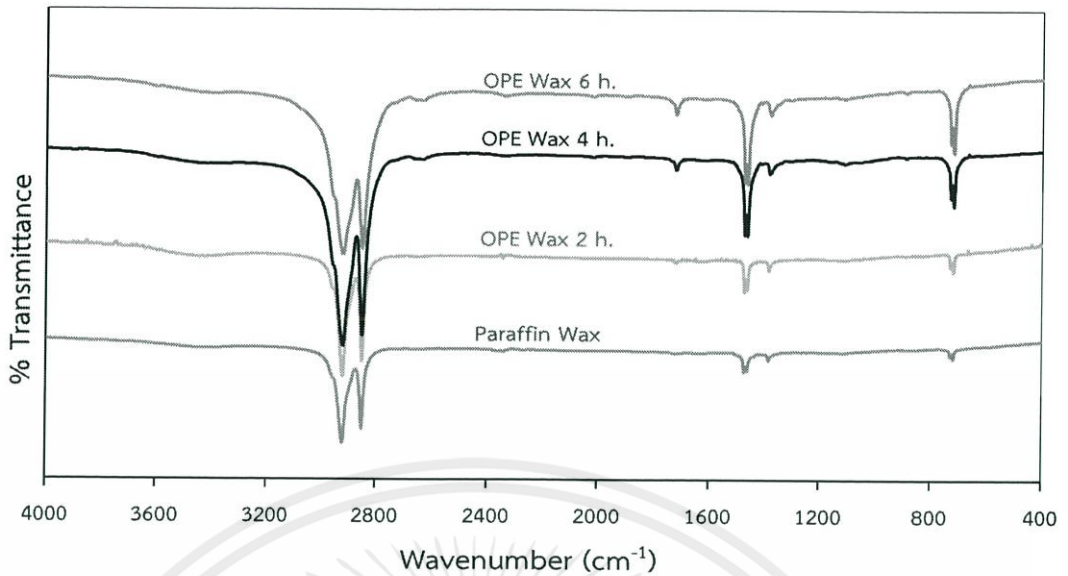
งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์ให้มีความชอบน้ำมากขึ้น ด้วยวิธีการทางเคมี โดยปฏิกิริยาออกซิเดชันกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ และวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของออกไซด์พาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค FT-IR และค่าความเป็นกรดซึ่งหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นมาหลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเป็นข้อมูลสำคัญในการยืนยันสมมติฐานว่าสามารถปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์ให้มีความชอบน้ำมากขึ้นได้จริง

ปฏิกิริยาออกซิเดชัน โดยการให้ความร้อนกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ทำให้แตกตัวเป็นอะตอมออกซิเจนอิสระ และทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับพาราฟินแว็กซ์ภายใต้บรรยากาศของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเพื่อช่วยเพิ่มการสัมผัสกันของพาราฟินแว็กซ์และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ปัจจัยที่ทำการศึกษา คือ เวลาในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน สัดส่วนระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับพาราฟินแว็กซ์ อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน ตัวแปรควบคุม คือ ความดันที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน

4.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์

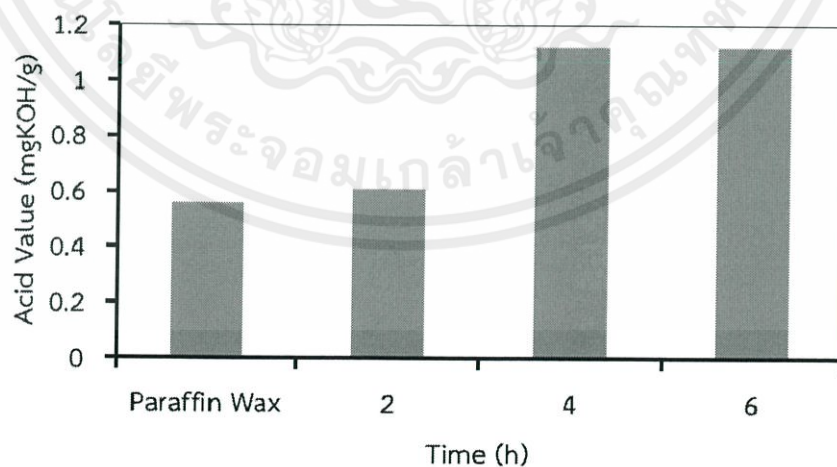
การศึกษาผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์ ทำได้โดยปรับเปลี่ยนเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 2, 4 และ 6 h ตามลำดับ โดยทำปฏิกิริยาที่สัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 1:30 ที่อุณหภูมิ 55°C ความดัน 120 bar ในสถานะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต และนำออกไซด์พาราฟินแว็กซ์ที่ได้มาวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิค FT-IR ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าสเปกตรัมของพาราฟินแว็กซ์ก่อนทำปฏิกิริยาออกซิเดชันไม่ปรากฏสัญญาณของหมู่คาร์บอนิล (C=O) ที่ความยาวคลื่น 1720 cm^{-1} และหลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็นเวลา 2 h ออกไซด์พาราฟินแว็กซ์ปรากฏสัญญาณของหมู่คาร์บอนิลเพิ่มในโครงสร้างของพาราฟินแว็กซ์เล็กน้อย และเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันเป็น 4 และ 6 h พบว่าปรากฏพื้นที่ใต้กราฟเพิ่มขึ้นแต่มีพื้นที่ใต้กราฟที่ใกล้เคียงกัน ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าปฏิกิริยาออกซิเดชันเข้าสู่สภาวะสมดุลที่เวลามากกว่า 4 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.1 ผลของระยะเวลาต่อสเปกตรัมอินฟราเรดของพาราฟินแว็กซ์และออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่ สัดส่วน 1:30 อุณหภูมิ 55 °C และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์ เหนือวิกฤต

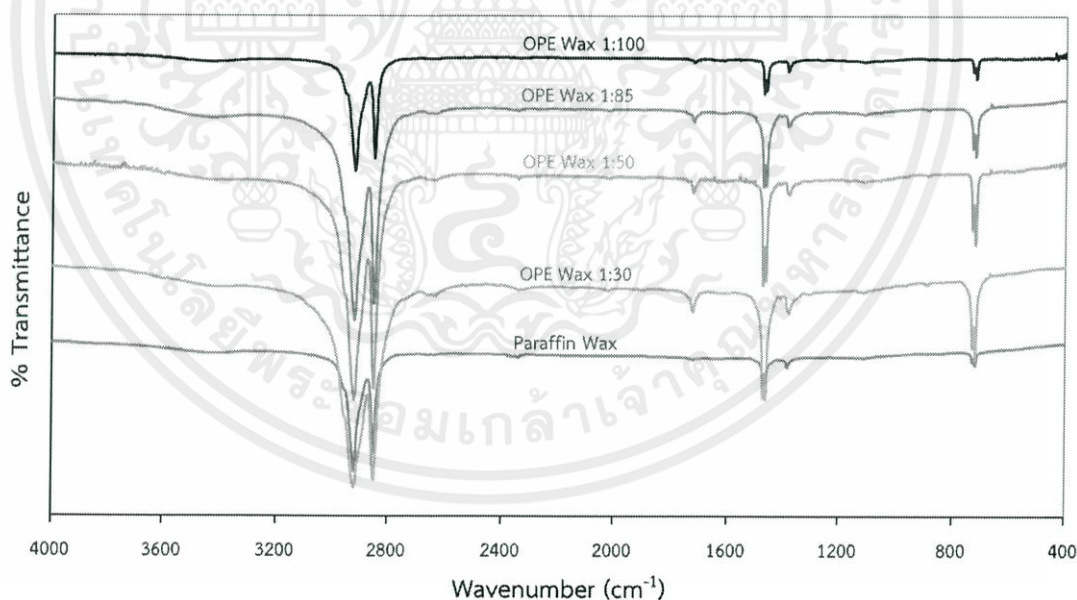
จากการวัดค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์ ได้ค่าดังรูปที่ 4.2 พบว่าค่าความเป็นกรดของ พาราฟินแว็กซ์ก่อนทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน มีค่าเท่ากับ 0.560 mg KOH/g และหลังจากออกซิเดชัน พาราฟินแว็กซ์ที่อุณหภูมิ 55°C ความดัน 120bar สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 1:30 ที่ระยะเวลา 2h. มีค่าความเป็นกรดเพิ่มขึ้นเท่ากับ 0.608mgKOH/g และที่ระยะเวลา 4 และ 6h มีค่าความเป็นกรดเพิ่มขึ้นประมาณ 1.121 mg KOH/g พบว่าค่าความเป็นกรดเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR



รูปที่ 4.2 ผลของระยะเวลาต่อค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์และออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ ที่สัดส่วน 1:30 อุณหภูมิ 55 °C และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะ คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

4.2 การศึกษาผลของสัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์

การศึกษาผลของสัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์โดยปรับเปลี่ยนสัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เป็น 1:30 1:50 1:85 และ 1:100 ตามลำดับโดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 55°C ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h ในสภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต จากนั้นนำออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่าที่สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 1:30 และ 1:50 ปรากฏสัญญาณของหมู่คาร์บอนิลและเมื่อทำปฏิกิริยาที่สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 1:85 และ 1:100 พบว่ามีพื้นที่ใต้กราฟลดลง ผลการทดลองดังกล่าวสอดคล้องกับงานวิจัยของ Srinivas P. และ Mukhopadhyay M.[18] ที่กล่าวว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จะทำให้ระบบมีปริมาณของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มากเกินไปซึ่งเป็นเหตุให้เกิดอนุมูลอิสระบนสายโซ่โมเลกุล[19,20]ทำให้สายโซ่กลับมารวมตัวกันใหม่อีกครั้ง

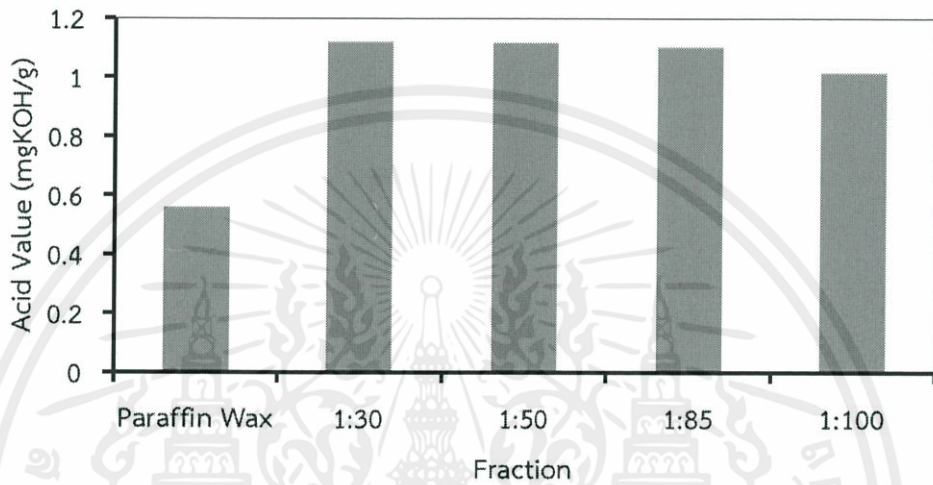


รูปที่ 4.3 ผลของสัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อสเปกตรัมอินฟราเรดของ

ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่อุณหภูมิ 55 °C และความดัน 120 bar ที่เวลา 6 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิใช่เพื่อให้นำไปใช้ประโยชน์ทางการค้า
 ภายใต้อาณัติของกรมส่งเสริมการค้าระหว่างประเทศ กระทรวงพาณิชย์
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเผยแพร่ และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการวัดค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์ ได้ค่าดังรูปที่ 4.4 พบว่าค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์หลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิ 55 °C ความดัน 120 bar เป็นระยะเวลา 6 h ที่สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 1:30, 1:50 มีค่าความเป็นกรดเพิ่มขึ้นเท่ากับ 1.120 และ 1.115 mg KOH/g ตามลำดับ แต่ที่สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 1:85 1:100 มีค่าความเป็นกรดลดลงเท่ากับ 1.037 และ 1.015 mg KOH/g ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ดังข้างต้น

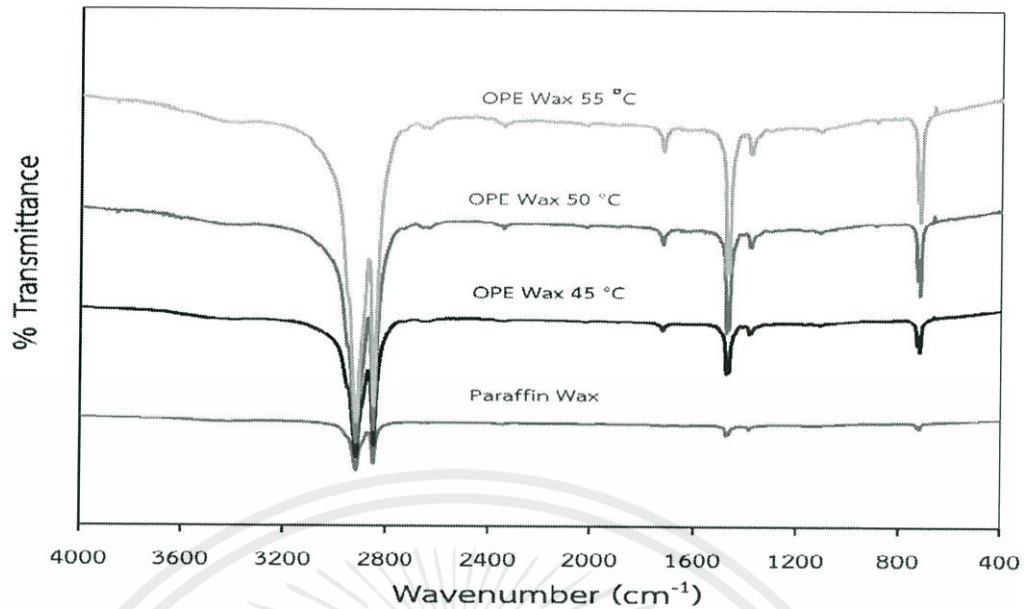


รูปที่ 4.4 ผลของสัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่อุณหภูมิ 55 °C และความดัน 120 bar ที่เวลา 6 h ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

4.3 การศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์

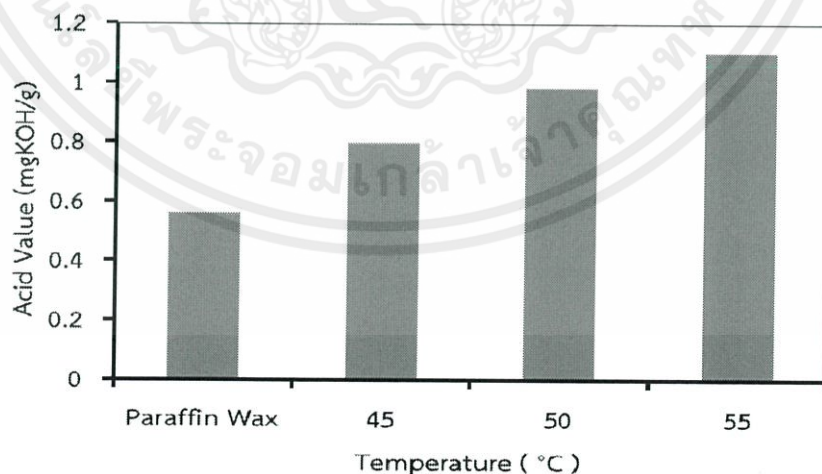
การศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์ โดยปรับเปลี่ยนอุณหภูมิที่ทำปฏิกิริยา เป็น 45, 50 และ 55 °C ที่สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 1:30 ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h ในสภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต จากนั้นนำออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าสัญญาณของหมู่คาร์บอนิลเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาเนื่องจากอุณหภูมิสูงส่งผลทำให้โมเลกุลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เหนี่ยวนำให้เกิดอนุมูลอิสระบนสายโซ่โมเลกุลของพาราฟินแว็กซ์ได้มาก ในขณะที่เดียวกันอัตราการสลายตัวของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่อุณหภูมิ 60-80°C นั้นเป็นไปดังสมการ (1) ซึ่งการสลายตัวดังกล่าวทำให้เกิดโมเลกุลของออกซิเจนเข้าทำปฏิกิริยาได้เพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงทำให้ที่อุณหภูมิ 55 °C ได้ปริมาณหมู่คาร์บอนิลมากที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 ผลของอุณหภูมิต่อสเปกตรัมอินฟราเรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 1:30 ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

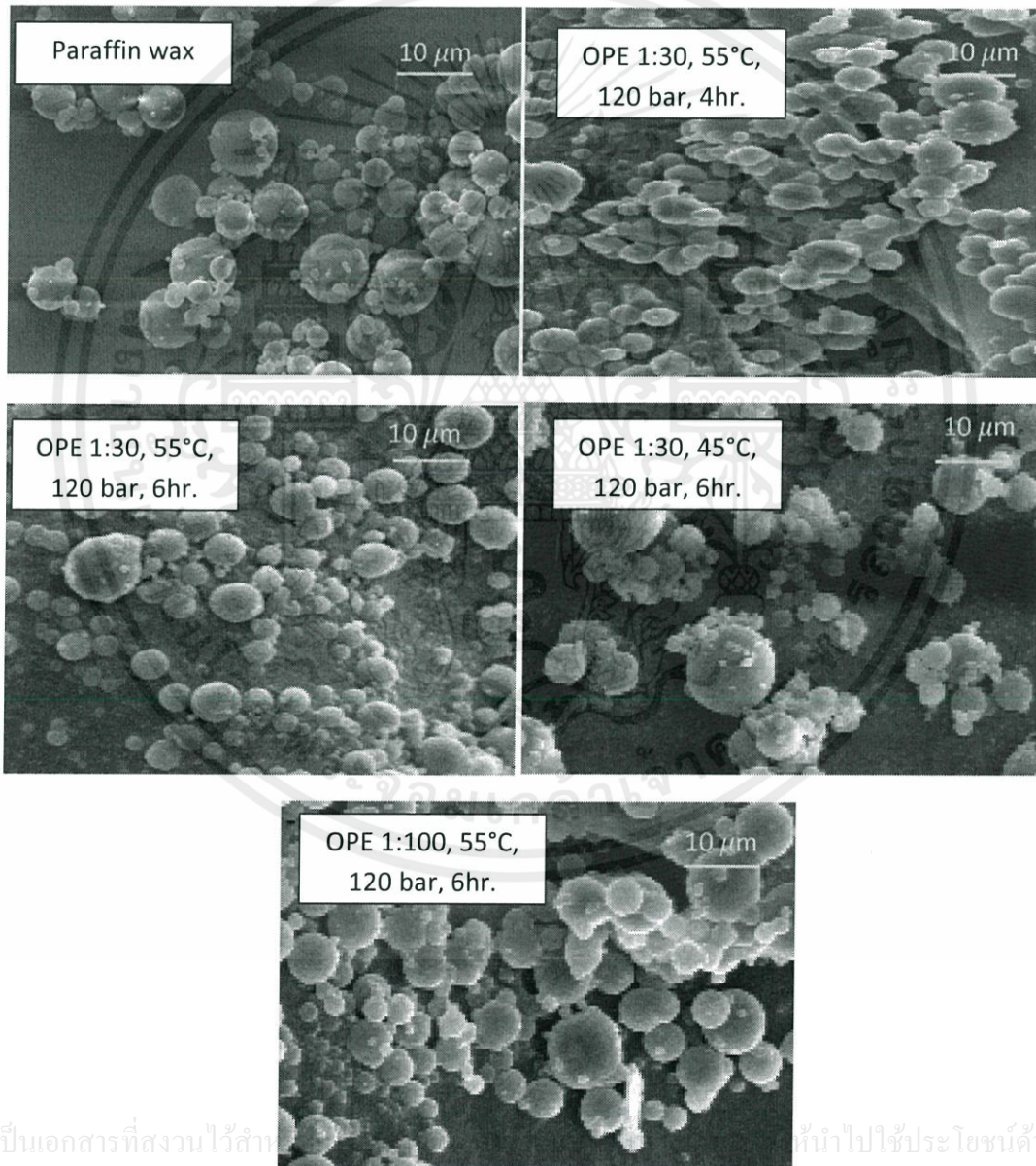
จากการวัดค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์ ได้ค่าดังรูปที่ 4.6 พบว่าค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์หลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชันที่สัดส่วนโมลของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 1:30 ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h และอุณหภูมิ 45, 50 และ 55 °C มีค่าความเป็นกรดเพิ่มขึ้นเท่ากับ 0.797 0.981 และ 1.121 mg KOH/g ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ดังข้างต้น



เอกสารนี้เป็นรูปที่ 4.6 ผลของอุณหภูมิต่อค่าความเป็นกรดของพาราฟินแว็กซ์และออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ในการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น สัดส่วนโมลของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 1:30 และการนำไปใช้ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

4.4 ผลการศึกษาทางสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ต่อการปรับปรุงพื้นผิว

การศึกษาทางสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ทั้งก่อนและหลังทำปฏิกิริยา ด้วยSEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่าพบว่าพาราฟินแว็กซ์ ก่อนทำปฏิกิริยามีรูปร่างทรงกลม ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 10 ไมโครเมตรและเมื่อทำปฏิกิริยาที่สภาวะต่างๆพบว่า ขนาดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงทั้งนี้เนื่องจากอุณหภูมิที่ทำการศึกษ ต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของพาราฟินแว็กซ์ ซึ่งมีจุดหลอมเหลวประมาณ 60°C ดังนั้น ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์จึงสามารถรักษารูปร่างดั้งเดิมได้ สรุปได้ว่า การทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของ พาราฟินแว็กซ์ไม่ส่งผลต่อสัณฐานวิทยาของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับ

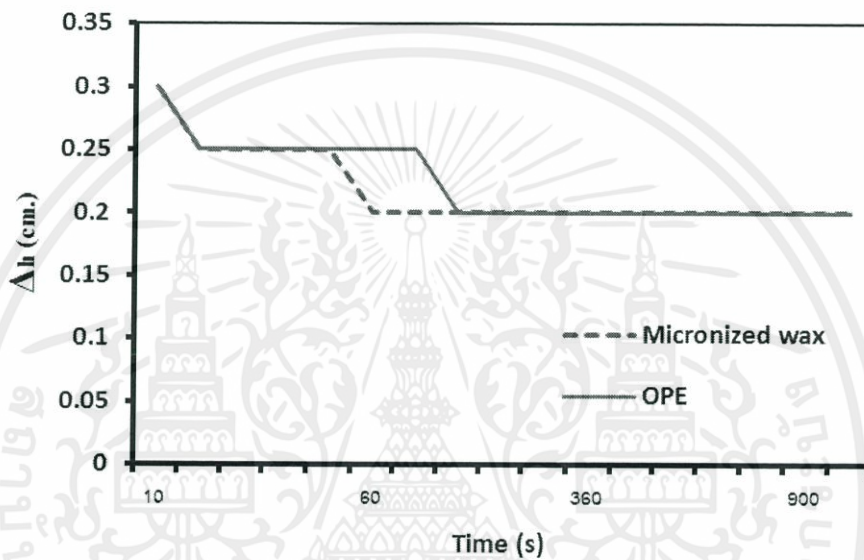
ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆก็ตาม อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงงานของเอกสารทอครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.7 เปรียบเทียบสัณฐานวิทยาของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ทั้งก่อนและหลังทำปฏิกิริยา ที่สภาวะต่างๆภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

4.5 ผลการศึกษาความเสถียรภาพการแขวนลอยในน้ำของพาราฟินแว็กซ์ต่อการปรับปรุงพื้นผิว

การศึกษาเสถียรภาพการแขวนลอยในน้ำของแว็กซ์ โดยการเขย่าแว็กซ์ 0.4 g ในน้ำ 7 ml เป็นเวลา 1 min แล้ววัดความสูงของน้ำที่เปลี่ยนแปลงไปพบว่าพาราฟินแว็กซ์มีค่าความเสถียรภาพในการแขวนลอยในน้ำประมาณ 60 s หลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์มีค่าความเสถียรภาพในการแขวนลอยในน้ำเพิ่มขึ้นเป็น 180 s



รูปที่ 4.8 เปรียบเทียบความเสถียรภาพการแขวนลอยในน้ำของพาราฟินแว็กซ์ทั้งก่อนและหลังทำปฏิกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ผลการศึกษาคณสมบัติทางกายภาพของพาราฟินแว็กซ์ทั้งก่อนและหลังทำปฏิกิริยา สรุปได้ดังนี้

ตอนที่ 1 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR และค่าความเป็นกรด

5.1.1 ผลของระยะเวลาการออกซิเดชันต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์

ผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มเวลาในการทำปฏิกิริยาเป็น 2 4 และ 6 h ที่สัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เท่ากับ 1:30 ที่อุณหภูมิ 55°C ความดัน 120 bar พบว่าเวลา 2 h. ออกซิเดชันพาราฟินแว็กซ์ปรากฏสัญญาณของหมู่คาร์บอนิลเล็กน้อย และเมื่อเพิ่มเวลาเป็น 4 และ 6 h. จะปรากฏพื้นที่ใต้กราฟเพิ่มขึ้น และวัดค่าความเป็นกรดที่เวลา 2 4 และ 6 h ได้เป็น 0.608 1.121 และ 1.121 mg KOH/g ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลข้างต้น จึงสรุปได้ว่าปฏิกิริยาออกซิเดชันเข้าสู่ภาวะสมดุลที่เวลามากกว่า 4 h

5.1.2 ผลของสัดส่วนพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์

ผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็น 1:30 1:50 1:85 และ 1:100 ที่อุณหภูมิ 55°C ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h พบว่าที่สัดส่วน 1:30 และ 1:50 ปรากฏสัญญาณของหมู่คาร์บอนิลและเมื่อเพิ่มสัดส่วนเป็น 1:85 และ 1:100 พบว่ามีพื้นที่ใต้กราฟลดลง และวัดค่าความเป็นกรดที่สัดส่วน เป็น 1:30 1:50 1:85 และ 1:100 เป็น 1.120 1.115 1.037 และ 1.015 mg KOH/g ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลข้างต้น เนื่องมาจากเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จะทำให้ระบบมีปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มากเกินไปซึ่งจะเป็นเหตุให้เกิดอนุมูลอิสระบนสายโซ่โมเลกุล [19,20] จากปฏิกิริยาออกซิเดชัน จึงส่งผลให้สายโซ่กลับมารวมตัวกันได้ใหม่อีกครั้ง

5.1.3 ผลของอุณหภูมิต่อการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์

ผลการทดลองพบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ เป็น 45 50 และ 55 °C ที่สัดส่วนของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เท่ากับ 1:30 ความดัน 120 bar เป็นเวลา 6 h พบว่าสัญญาณของหมู่คาร์บอนิลเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา และวัดค่าความเป็นกรดที่อุณหภูมิ 45 50 และ 55 °C เป็น 0.797 0.981 และ 1.121 mg KOH/g ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลข้างต้น เนื่องจากอุณหภูมิสูงส่งผลทำให้โมเลกุลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เหนี่ยวนำให้เกิดอนุมูลอิสระบนสายโซ่โมเลกุลของพาราฟินแว็กซ์ได้มาก ในขณะที่เดียวกันอัตราการสลายตัวของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่อุณหภูมิ 60 - 80 °C นั้นเป็นไปดังสมการ (1) ซึ่งการสลายตัวดังกล่าวนี้ไม่ทำให้เกิดโมเลกุลของออกซิเจนเข้าทำปฏิกิริยาได้เพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงทำให้ที่อุณหภูมิ 55 °C ได้ปริมาณหมู่คาร์บอนิลมากที่สุด

ตอนที่ 2 ผลการศึกษาทางสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ต่อการปรับปรุงพื้นผิว

5.1.4 ผลการศึกษาทางสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ต่อการปรับปรุงพื้นผิว

การศึกษาทางสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ทั้งก่อนและหลังทำปฏิกิริยาด้วยเครื่อง SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่าพบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ไม่เปลี่ยนแปลงซึ่งอธิบายได้จากอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองต่ำกว่าจุดหลอมเหลวของพาราฟินแว็กซ์

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรศึกษาการทดลองโดยใช้สารลดแรงตึงผิวในการปรุงปรุงพื้นผิว
2. ควรทำศึกษาการทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาในการปรุงปรุงพื้นผิว
3. ควรศึกษาการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันที่อุณหภูมิเหนือจุดหลอมเหลวพร้อมกับกระบวนการลดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรณานุกรม

- [1] Arthur A. Tracton. Coating Technology Handbook. 3rd Ed. North West : Taylor & Francis Group, LLC, INC 2006.
- [2] E. Endlein, K.-H. Peleikis. "Natural wax Properties, Composition and Application". SOFW Journal. Vol 4, 2011. pp 2
- [3] Oxidized Paraffin wax (OPE) .[Online]. Available : <http://shanghai-potomer.en.made-in-china.com/product/lehmSioKZzWY/China-Oxidized-Polyethylene-Wax-OPE-.html>
- [4] Shaurya Prakash, M.B. Karacor, S. Banerjee. (2009). "Surface modification in microsystems and nanosystems" *Surface Science Reports*. 64 : 233-254
- [5] ศาสตราจารย์เกียรติคุณ ดร. นิธิยา รัตนานนท์, ผศ. ดร. พิมพ์เพ็ญ พรเฉลิมพงศ์, "ปฏิกิริยาออกซิเดชัน" [Online] <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/0557/oxidation%20ปฏิกิริยาออกซิเดชัน>
- [6] Hydrogen peroxide .[Online]. Available : <http://www.thefreedictionary.com/hydrogen+peroxide>
- [7] Chemical oxidation. [Online]. Available : http://www.epa.gov/oust/pubs/tum_ch13.pdf
- [9] Tidarat A. 2013. "Preparation of liquid natural rubber using supercritical carbon dioxide to prepare polyol for flexible polyurethane foam" วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี บัณฑิตวิทยาลัย, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [10] Walter, L. 1999. "Reactions in Supercritical Carbon Dioxide (scCO₂)."
Top. Curr. Chem. 206: 107-132.
- [11] Kemmere, M.F. and Meyer, T. 2005. *Supercritical carbon dioxide in polymer reation engineering*. Weinheim : WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [12] Dave, J. A. Paul, J. D. and Stewart, J. T. 2004. *Chemistry in Alternative Reaction Media*. Chichester: John Wiley & Sons.

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนลิขสิทธิ์ของงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น มิได้อนุญาตให้เผยแพร่หรือใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [13] Endalkachew, S.D. Michael, A. G, Julius, E. and Qiuming, Z. 2000. "Selective Oxidation in Supercritical Carbon Dioxide Using Clean Oxidants." *Ind. Eng. Chem. Res.*39 : 4858-4864.
- [14] Sandrine, G.-R. Dani, `e. R. Ir`ene, C. Albert, L. and Raj, P. S. 2003. "Telechelic cis-1,4-Oligoisoprenes through the Selective Oxidolysis of Epoxidized Monomer Units and Polyisoprenic Monomer Units in cis-1,4-Polyisoprenes." *J. Appl. Polym. Sci.*87 : 42-46.
- [15] A. N shane., J. L. James, S. B. Pamela, P. Brandon, C. E. Kris, N. G. Roger, G. David, B. David, R. L. Charles, L. L. Charles, A. E. Georg, F. T. and A.B. Karin.2002. "Olefin Epoxidations Using Supercritical Carbon Dioxide and Hydrogen Peroxide without Added Metallic Catalysts or PeroxyAcids." *Ind. Eng. Chem.* vol.41,pp. 316- 323.
- [16] ShauryaPrakash, M.B. Karacor, S. Banerjee.2009. "Surface modification in microsystem and nanosystem" *Surface science reports*, vol.64,pp 233-254
- [17] *Shifang Wang, Juan Li, JinpingSuo ,Tianzhi Luo.*2010. "Surface modification of porous poly(tetrafluoraethylene) film by a simple chemical oxidation treatment." *Applied Surface Science*, vol 256, pp. 2293-2298
- [18] Srinivas P. and Mukhopadhyay M.1994. "Oxidation of Cyclohexane in Supercritical Carbon Dioxide Medium." *Ind Eng. Chem.Res.*, vol.33, pp. 3118-2124.
- [19] Ravindran T.,Nayar M.R.G. and Francis D.J.1986. "A novel method for the preparation of hydroxyl terminate liquid natural rubber." *MakkromolChem Rapid Comun*, vol.7, pp.159-163
- [20] Phetphaisit, C.W.;Phinyocheep P.2003. "Kinetics and Parameter Affecting Degradation of Purified Natural Rubber." *J.Appl.Polym.Sci*, vol.90, pp. 3546-3555
- [21] Zhang Jianyu and e.d.2000. "Development of oxidized polyethylene waxes." *Petroleum Science and Technology*,pp.1077-1088

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

การคำนวณสัดส่วนพาราฟินแร็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแร็กซ์ให้มีคุณสมบัติความชอบน้ำมากขึ้น ด้วยวิธีการทางเคมี ใช้หลักการของปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ตั้งสมการที่ ก.1 โดยการให้ความร้อนทำให้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์แตกตัวเป็นอะตอมออกซิเจนอิสระภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต (Supercritical Carbon Dioxide) โดยสัดส่วนจำนวนโมลระหว่างพาราฟินแร็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ สามารถคำนวณได้ดังนี้

สมการออกซิเดชันของพาราฟินแร็กซ์



ก.1 คำนวณความเข้มข้นของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

การคำนวณความเข้มข้นของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในหน่วยโมลาร์โดยเตรียมจากสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร กำหนดให้สารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์มีความหนาแน่น 1.1 g/cm³ มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 34.01g/mol สามารถคำนวณได้ดังสมการที่ ก.3

$$M = \frac{10 \times \% \times D}{\text{M.W.}} \quad (\text{ก.3})$$

เมื่อ

M คือ ความเข้มข้น (mol/dm³ หรือ M)

% คือ ความเข้มข้นของไฮโดรเจนโดยปริมาตร

D คือ ความหนาแน่น (g/cm³)

M.W. คือ มวลโมเลกุล (g/mol)

จะได้

$$\begin{aligned} M &= \frac{(10) \times (30) \times (1.1)}{34.01} \\ &= 9.7058 \text{ mol/dm}^3 \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.2 จำนวนจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

การคำนวณจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา สามารถคำนวณได้จากสมการ ก.4 โดยกำหนดให้ปริมาตรของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ใช้เป็น 2 ใน 3 ของปริมาตรเครื่องปฏิกรณ์ เท่ากับ 10 mL

$$\text{mol} = MV \quad (\text{ก.4})$$

เมื่อ

mol คือ จำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (mol)
 M คือ ความเข้มข้นของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (M)
 V คือ ปริมาตรของสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (mL)
 จะได้

$$\begin{aligned} \text{mol} &= 9.7 \frac{\text{mol}}{\text{dm}^3} \times 10 \text{ mL} \times \frac{1 \text{ dm}^3}{1,000 \text{ mL}} \\ &= 0.097 \text{ mol} \end{aligned}$$

ก.3 จำนวนน้ำหนักของพาราฟินแว็กซ์ที่สัดส่วนโมลพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

ในการปรับปรุงพื้นผิวของพาราฟินแว็กซ์ด้วยปฏิกิริยาออกซิดชันกับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 55°C ระยะเวลา 6h. โดยศึกษาผลของความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่สัดส่วนโมลของพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 1:30 1:50 1:85 และ 1:100 ซึ่งสามารถคำนวณจำนวนโมลและน้ำหนักของพาราฟินแว็กซ์ได้ดังนี้ โดยกำหนดให้พาราฟินแว็กซ์มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 394 g/mol

ก.3.1 สัดส่วนโมลระหว่างพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ 1:30

คำนวณจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

จากสมการ

$$\frac{1}{\text{mol}_{\text{Wax}}} = \frac{30}{\text{mol}_{\text{H}_2\text{O}_2}} \quad (\text{ก.5})$$

เมื่อ

mol_{Wax} คือ จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์ (mol)
 $\text{mol}_{\text{H}_2\text{O}_2}$ คือ จำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (mol)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จะได้

$$\frac{1}{\text{mol}_{\text{Wax}}} = \frac{30}{0.097}$$

$$\text{mol}_{\text{Wax}} = 3.2333 \times 10^{-3} \text{ mol}$$

คำนวณน้ำหนักของพาราฟินแว็กซ์

จากสมการ

$$g_{\text{Wax}} = \text{mol}_{\text{Wax}} \times M.W. \quad (\text{ก.6})$$

เมื่อ

g_{Wax}	คือ น้ำหนักพาราฟินแว็กซ์ (g)
mol_{Wax}	คือ จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์ (mol)
M.W.	คือ มวลโมเลกุล (g/mol)

จะได้

$$g_{\text{Wax}} = 3.2333 \times 10^{-3} \times 394$$

$$= 1.2739 \text{ g}$$

ก.3.2 สัดส่วนโมลระหว่างพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ 1:50

คำนวณจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

จากสมการ

$$\frac{1}{\text{mol}_{\text{Wax}}} = \frac{50}{\text{mol}_{\text{H}_2\text{O}_2}} \quad (\text{ก.7})$$

เมื่อ

mol_{Wax}	คือ จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์ (mol)
$\text{mol}_{\text{H}_2\text{O}_2}$	คือ จำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (mol)

จะได้

$$\frac{1}{\text{mol}_{\text{Wax}}} = \frac{50}{0.097}$$

$$\text{mol}_{\text{Wax}} = 0.00194 \text{ mol}$$

คำนวณน้ำหนักของพาราฟินแว็กซ์

จากสมการ

$$g_{\text{Wax}} = \text{mol}_{\text{Wax}} \times M.W. \quad (\text{ก.6})$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ

g_{wax} คือ น้ำหนักพาราฟินแว็กซ์ (g)
 mol_{wax} คือ จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์ (mol)
 M.W. คือ มวลโมเลกุล (g/mol)

จะได้

$$g_{wax} = 0.00194 \times 394 \\ = 0.7644 \text{ g}$$

ก.3.3 สัดส่วนโมลระหว่างพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่1:85

คำนวณจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

จากสมการ

$$\frac{1}{mol_{wax}} = \frac{85}{mol_{H_2O_2}} \quad (ก.8)$$

เมื่อ

mol_{wax} คือ จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์ (mol)
 $mol_{H_2O_2}$ คือ จำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (mol)

จะได้

$$\frac{1}{mol_{wax}} = \frac{85}{0.097} \\ mol_{wax} = 1.1411 \times 10^{-3} \text{ โมล}$$

คำนวณน้ำหนักของพาราฟินแว็กซ์

จากสมการ

$$g_{wax} = mol_{wax} \times M.W. \quad (ก.6)$$

เมื่อ

g_{wax} คือ น้ำหนักพาราฟินแว็กซ์ (g)
 mol_{wax} คือ จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์ (mol)
 M.W. คือ มวลโมเลกุล (g/mol)

จะได้

$$g_{wax} = 1.1411 \times 10^{-3} \times 394 \\ = 0.4490 \text{ g}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ก.3.4 สัดส่วนโมลระหว่างพาราฟินแว็กซ์ต่อไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ 1:100

คำนวณจำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์

จากสมการ

$$\frac{1}{\text{mol}_{\text{Wax}}} = \frac{100}{\text{mol}_{\text{H}_2\text{O}_2}} \quad (\text{ก.9})$$

เมื่อ

mol_{Wax} คือ จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์ (mol)

$\text{mol}_{\text{H}_2\text{O}_2}$ คือ จำนวนโมลของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (mol)

จะได้

$$\begin{aligned} \frac{1}{\text{mol}_{\text{Wax}}} &= \frac{100}{0.097} \\ \text{mol}_{\text{Wax}} &= 9.7 \times 10^{-4} \text{mol} \end{aligned}$$

คำนวณน้ำหนักของพาราฟินแว็กซ์

จากสมการ

$$g_{\text{Wax}} = \text{mol}_{\text{Wax}} \times M.W. \quad (\text{ก.6})$$

เมื่อ

g_{Wax} คือ น้ำหนักพาราฟินแว็กซ์ (g)

mol_{Wax} คือ จำนวนโมลของพาราฟินแว็กซ์ (mol)

M.W. คือ มวลโมเลกุล (g/mol)

จะได้

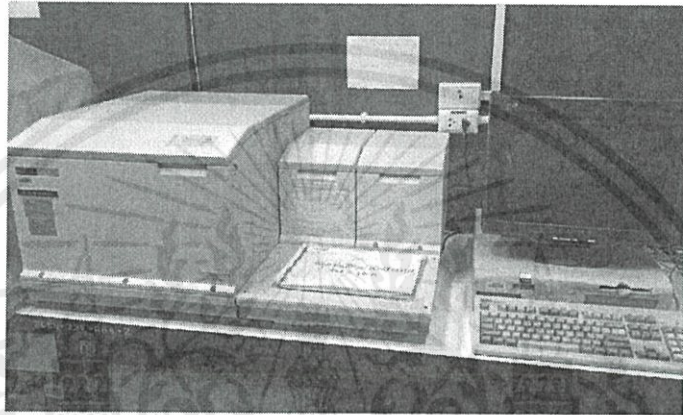
$$\begin{aligned} g_{\text{Wax}} &= 9.7 \times 10^{-4} \times 394 \\ &= 0.3822 \text{ g} \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

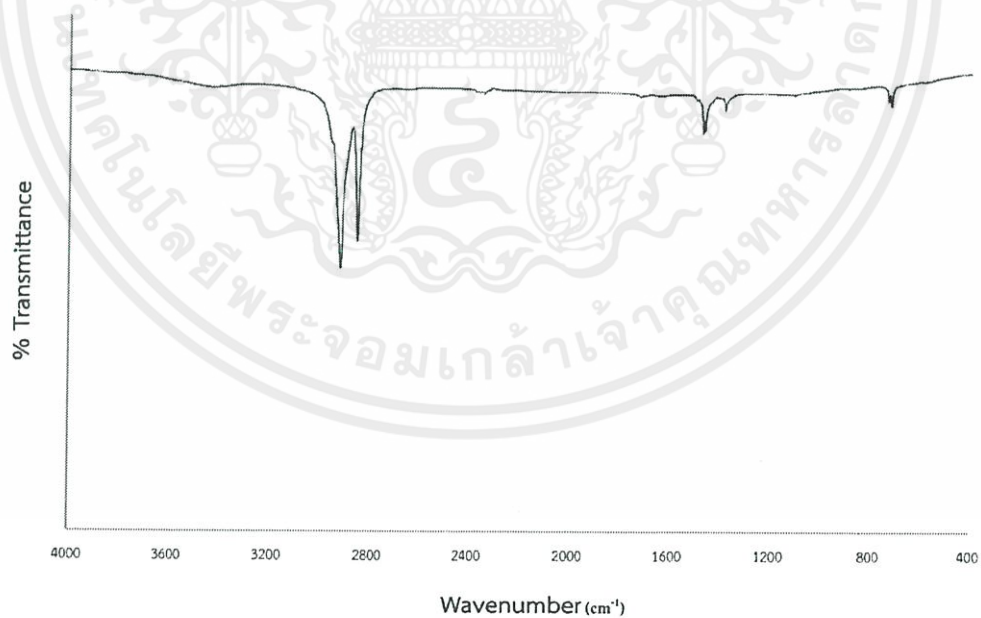
ภาคผนวก ข.

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR

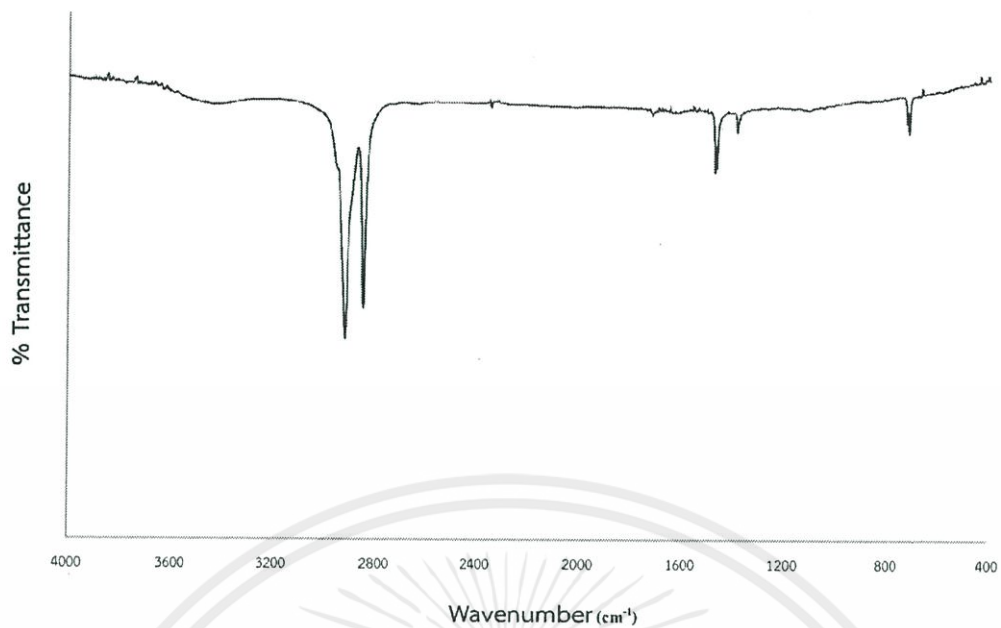
การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยเทคนิค FT-IR ด้วยเทคนิคแผ่นฟิล์มบางป้ายบนแผ่น KBrทดสอบในช่วงความยาวคลื่น $400-4000\text{ cm}^{-1}$ โดโนใช้เครื่อง Perkin Elmer ดังรูปที่ ข.1



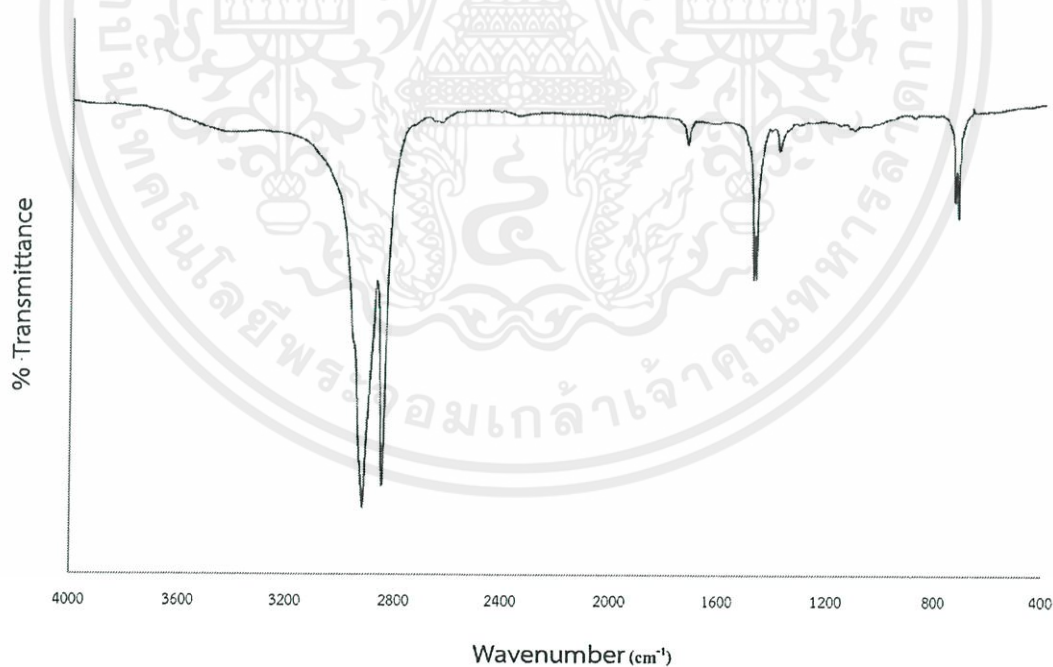
รูปที่ ข.1 เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR)



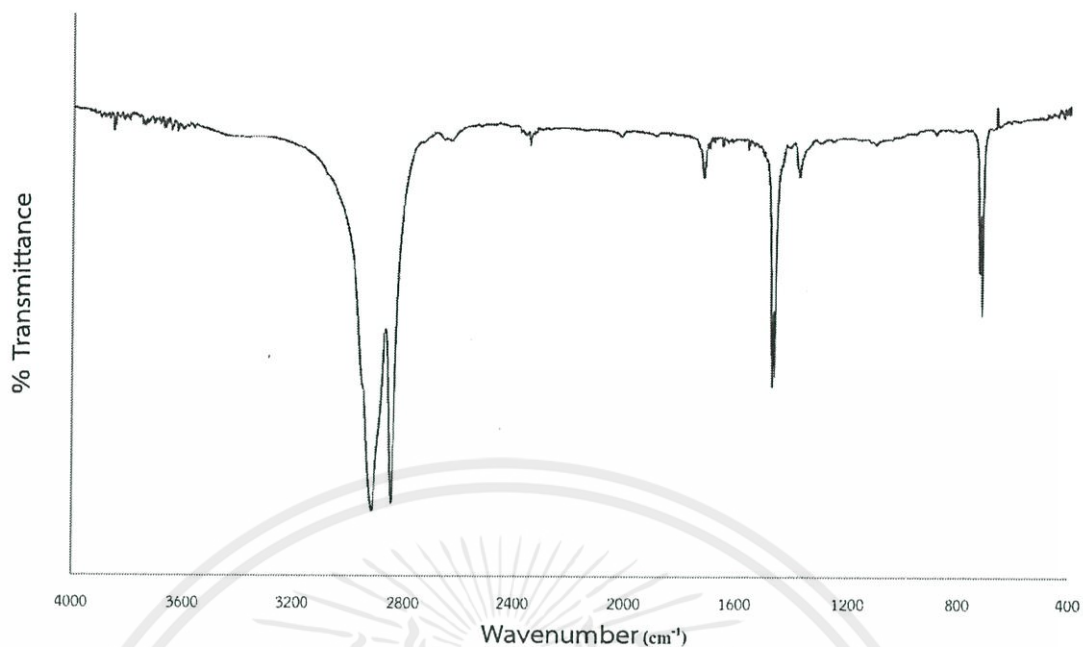
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับรูปที่ ข.2 FT-IR สเปกตรัมของพาราฟินแว็กซ์ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



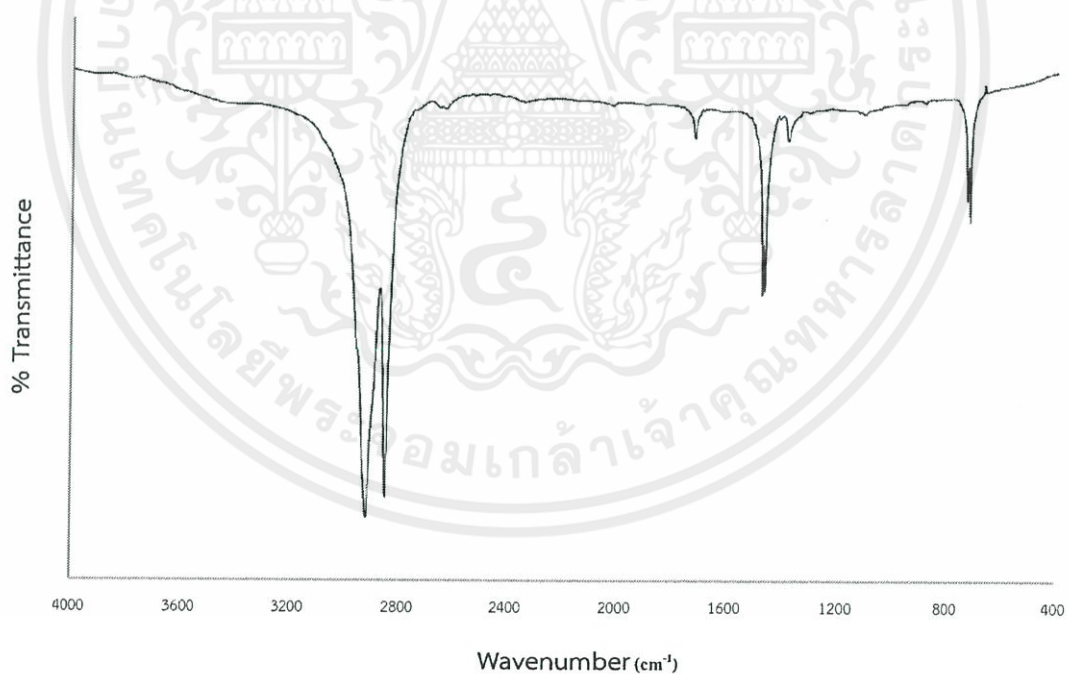
รูปที่ ข.3 FT-IR สเปกตรัมของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์สัดส่วน1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 2h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต



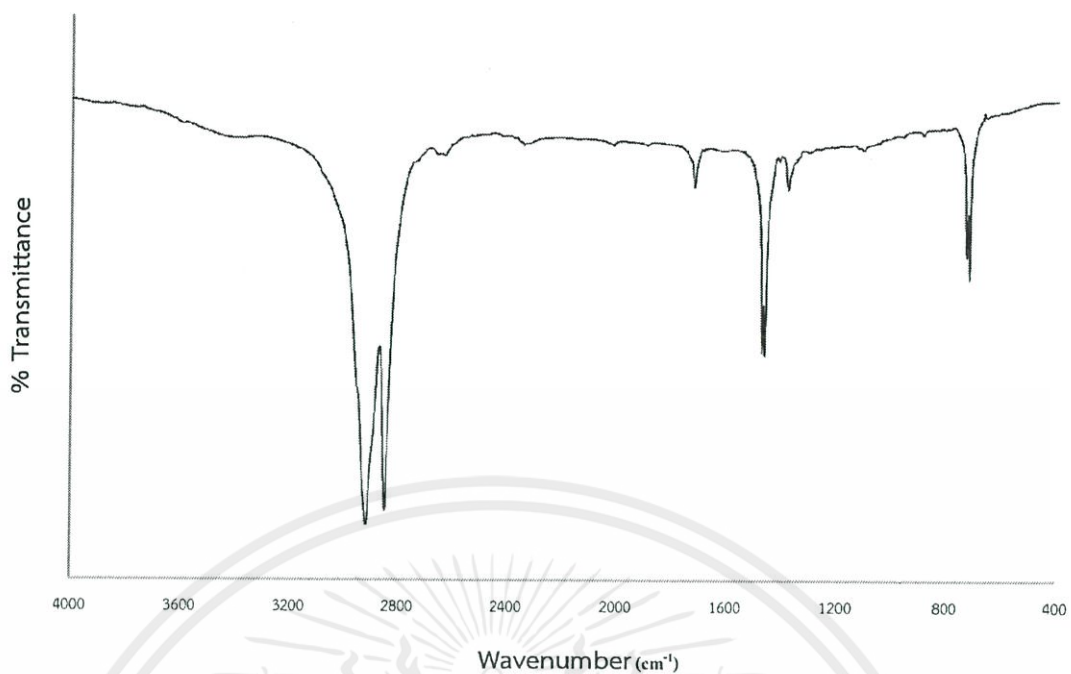
เอกสารนี้เป็นเอกสาร
รูปที่ ข.4 FT-IR สเปกตรัมของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์สัดส่วน1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 4h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตีพิมพ์ลงนิตยสารหรือหนังสือพิมพ์หรือสิ่งพิมพ์ใดๆที่มิได้ขออนุญาตไปใช้



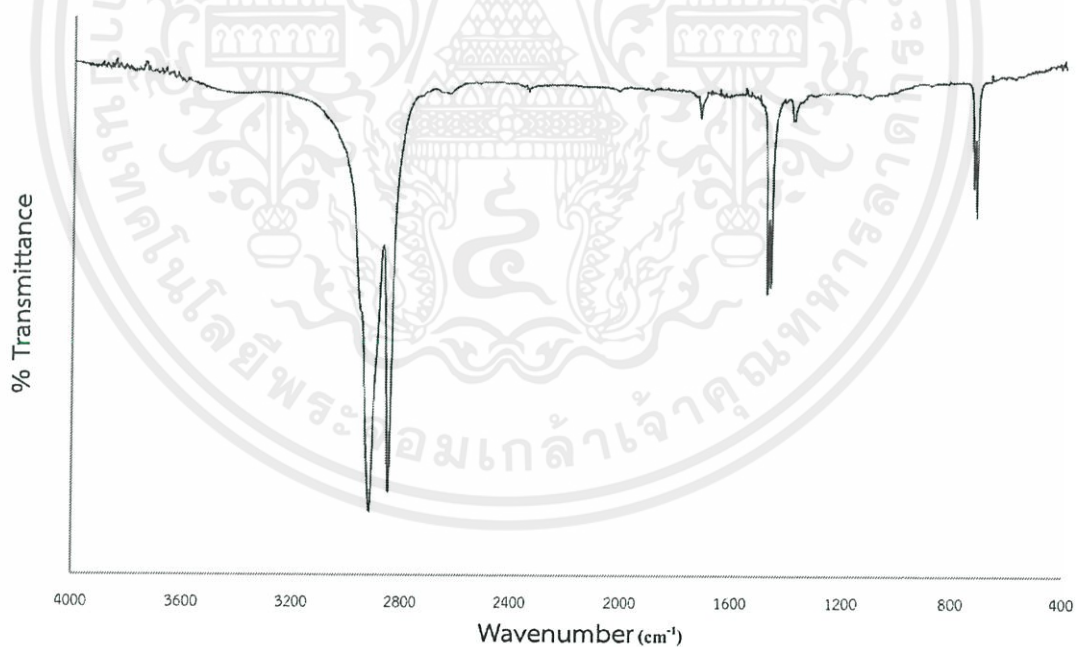
รูปที่ ข.5 FT-IR สเปกตรัมของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์สัดส่วน1:30ที่อุณหภูมิ 50 °C
ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือ
วิกฤต



รูปที่ ข.6 FT-IR สเปกตรัมของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์สัดส่วน1:30ที่อุณหภูมิ 45 °C
ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์
เหนือวิกฤต

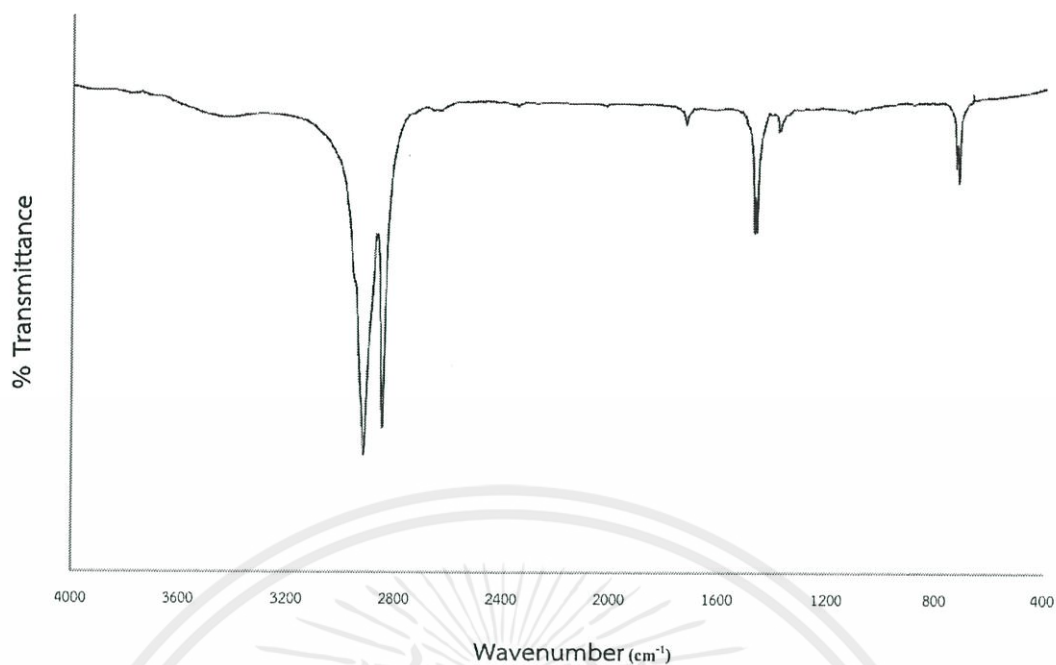


รูปที่ ข.7 FT-IR สเปกตรัมของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์สัดส่วน1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C
ระยะเวลา 6 h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์
เหนือวิกฤต.

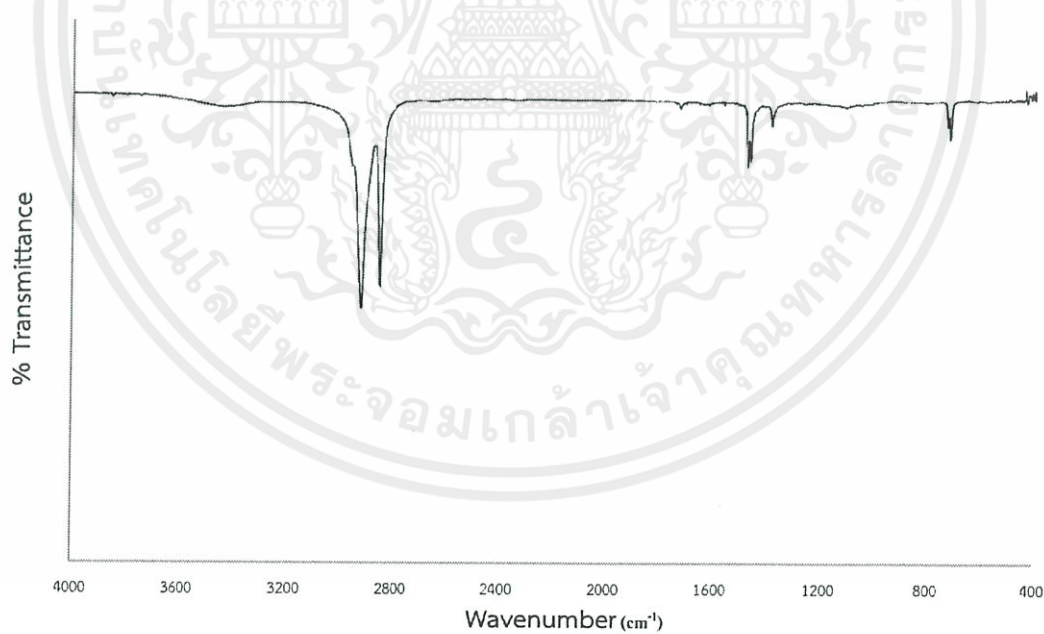


รูปที่ ข.8 FT-IR สเปกตรัมของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์สัดส่วน1:50 ที่อุณหภูมิ 55 °C

ระยะเวลา 6h และความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์
เหนือวิกฤต
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น มิใช่เพื่อใช้ในการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข.9 FT-IR สเปกตรัมของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์สัดส่วน1:85ที่อุณหภูมิ55 °C ระยะเวลา 6 hและความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.



รูปที่ ข.10 FT-IR สเปกตรัมของออกซิไดซ์พาราฟินแวกซ์ที่สัดส่วน1:100 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 6 hและความดัน 120 bar ภายใต้สภาวะ ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะเป็นใครๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้เผยแพร่ข้อมูลใดๆไปยังผู้ปฏิบัติงานหรือเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค.

การคำนวณค่าความเป็นกรด

ค่าความเป็นกรด (Acid Value) คือจำนวนกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ทำปฏิกิริยาเป็นกลางกับกรดไขมัน (Fatty Acid) โดยสามารถคำนวณหาปริมาณกรดไขมันอิสระได้ซึ่งจากการวิจัยนี้คำนวณค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ได้ตั้งสมการที่ ค.1 โดยใช้ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 0.05 N

$$\text{Acid Value} = \frac{(\text{mL sample} - \text{mL blank}) \times N \text{ KOH} \times 56.1}{g \text{ sample}} \quad (\text{ค.1})$$

เมื่อ

mL sample คือ ปริมาตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรตกับออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ (mL)

mL blank คือ ปริมาตรของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไทเทรตกับสารละลาย Blank (mL)

N KOH คือ ความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (N)

S_{sample} คือ น้ำหนักของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ (g)

ค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ที่สัดส่วน 1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 6 h. น้ำหนัก 1.001 g คือ

$$\begin{aligned} \text{Acid Value} &= \frac{(0.7 - 0.3) \times 0.05 \times 56.1}{1.001} \\ &= 1.121 \text{ mg KOH/g} \end{aligned}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ง.

ผลการทดสอบค่าความเป็นกรด

ง.1 การศึกษาผลของระยะเวลาการออกซิเดชันของพาราฟินแว็กซ์

ตารางที่ ง.1 แสดงค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ ที่สัดส่วน 1:30 ที่อุณหภูมิ 55 °C ที่เวลาต่างๆ

ชนิดของแว็กซ์	ระยะเวลา ทำปฏิกิริยา (h)	น้ำหนัก (g)	ปริมาตรของ โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ที่ ใช้ (mL)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)
พาราฟินแว็กซ์	-	1.0015	0.50	0.560
ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์	2	0.4611	0.40	0.608
	4	1.0007	0.70	1.121
	6	1.0010	0.70	1.121

ง.2 การศึกษาผลของความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในการออกซิเดชันของพาราฟินแว็กซ์

ตารางที่ ง.2 แสดงค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ ที่อุณหภูมิ 55 °C ระยะเวลา 6 h ที่สัดส่วนต่างๆ

ชนิดของแว็กซ์	สัดส่วน แว็กซ์ต่อไฮโดรเจน เปอร์ออกไซด์	น้ำหนัก (g)	ปริมาตรของ โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ที่ ใช้ (mL)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)
พาราฟินแว็กซ์	-	1.0015	0.50	0.560
ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์	1:30	1.0010	0.70	1.121
	1:50	0.8805	0.65	1.115
	1:85	0.2033	0.38	1.104
	1:100	0.221	0.38	1.015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้เผยแพร่ลงบนสื่อสังคมออนไลน์ของเอกสารนี้

ง.3 การศึกษาผลของอุณหภูมิในการออกซิเดชันของพาราฟินแว็กซ์

ตารางที่ ง.3 แสดงค่าความเป็นกรดของออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์ ที่อุณหภูมิ 55 °C
ระยะเวลา 6 h ที่สัดส่วนต่างๆ

ชนิดของแว็กซ์	อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนัก (g)	ปริมาตรของ โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ที่ใช้ (mL)	ค่าความเป็นกรด (mg KOH/g)
พาราฟินแว็กซ์	-	1.0015	0.50	0.560
ออกซิไดซ์พาราฟินแว็กซ์	45	0.7745	0.52	0.797
	50	1.0008	0.65	0.981
	55	1.001	0.70	1.121

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้