

การเตรียมอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของแก้วด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต



ปริตยูนิตหนังสือเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2556

การเตรียมอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของแว็กซ์ด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต



ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2556

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Preparation of Micronized Spherical Wax by Supercritical Carbon Dioxide



THE REPORT IS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF
BACHELOR OF ENGINEERING IN CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2013

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง

การเตรียมอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของแวกซ์ด้วย
คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

โดย

นางสาววรรรัตน์ รัตนชัย

อาจารย์ที่ปรึกษา

นางสาววารีพร พิริยะวิวัฒน์วงศ์

ปริญญานิพนธ์

ผศ.ดร.สุรัตน์ อารีรัตน์

สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์


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


.....กรรมการ
(ผศ. รีนฤดี เบญจางคประเสริฐ)


.....กรรมการ
(ดร.ชนวรรณ พิมรัตน์)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| | | |
|-----------------------------|---|---------------|
| หัวข้อวิทยานิพนธ์ | การเตรียมอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของแวกซ์ด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต | |
| นักศึกษา | นางสาววรรรัตน์ รัตนชัย | รหัส 53011409 |
| | นางสาววาริพร พิริยะวิวัฒน์วงศ์ | รหัส 53011467 |
| ปริญญา | วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต | |
| สาขาวิชา | วิศวกรรมเคมี | |
| ปีการศึกษา | 2556 | |
| อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ | ผศ.ดร.สุรัตน์ อารีรัตน์ | |

บทคัดย่อ

ปริญญาานิพนธ์นี้ศึกษาการเตรียมอนุภาคแวกซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมในระดับไมโครเมตรด้วยเทคนิคการขยายตัวอย่างรวดเร็วของสารละลายเหนือวิกฤต (Rapid Expansion of Supercritical Solution, RESS) โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นตัวทำละลาย ฉีดพ่นสารละลายผสมคาร์บอนไดออกไซด์ที่อิ่มตัวด้วยพาราฟินแวกซ์ ไปยังน้ำและสารละลายผสมระหว่างน้ำกับสารลดแรงตึงผิว จากนั้นศึกษาขนาดอนุภาคและลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง Scanning Electron Microscope (SEM) ตัวแปรที่ศึกษาได้แก่ อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว ผลของการเติมสารก่อผลึกโดยการฉีดพ่นน้ำ และผลของการฉีดพ่นลงในสารละลายผสมระหว่างน้ำกับสารลดแรงตึงผิว จากการศึกษาพบว่าสามารถเตรียมอนุภาคพาราฟินแวกซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมขนาด 400-7,000 nm ได้โดยขึ้นกับสภาวะการดำเนินการ การฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 80 °C และ 120 bar สามารถเตรียมอนุภาคพาราฟินแวกซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมติดกันเป็นกลุ่มก้อนขนาด 700-1,000 nm ซึ่งมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเทียบกับการฉีดพ่นไปยังอากาศที่มีขนาด 3-5 µm และมีลักษณะเป็นเกล็ดผลึกหลายเหลี่ยม โดยสามารถอธิบายได้ด้วยตัวเลขเวเบอร์ จากการศึกษาผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวโดยฉีดพ่นไปยังน้ำ พบว่าการเพิ่มอุณหภูมิก่อนการขยายตัว 70-90 °C และความดันก่อนการขยายตัว 120-160 bar ทำให้พาราฟินแวกซ์มีขนาดเล็กลงจาก 1,000 เป็น 400 nm อธิบายได้จากอัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวด การศึกษาผลการเติมสารก่อผลึก โดยใช้ซอพิทอลต่อพาราฟินแวกซ์ 0.3 wt% ฉีดพ่นไปยังน้ำ พบว่าอนุภาคพาราฟินแวกซ์มีขนาดลดลงจาก 1,000 เป็น 400-600 nm และมีการกระจายตัวของขนาดลดลง การศึกษาการฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่างพาราฟินแวกซ์และคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตไปยังสารละลายผสมเอทิลีนไกลคอล (Ethylene Glycol, EG) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารลดแรงตึงผิวและสารรักษาเสถียรภาพการเติบโตของอนุภาคในน้ำความเข้มข้น 5-15 v/v% โดยใช้หัวฉีดที่มีลักษณะเป็นเกลียว และมีการปั่นกวน 150 rpm พบว่าสามารถเตรียมพาราฟินแวกซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมโดยไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อนและมีขนาดลดลงจาก 7 เป็น 1 µm เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ EG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

| | | |
|----------------|--|-------------|
| Thesis Title | Preparation of Micronized Spherical Wax by Supercritical Carbon Dioxide | |
| Student | Worarat Rattanachai | ID.53011409 |
| | Wareephon Piriyawiwatwong | ID.53011467 |
| Degree | Bachelor of Engineering | |
| Program | Chemical Engineering | |
| Year | 2013 | |
| Thesis Advisor | Asst. Prof. Dr. Surat Areerat | |

Abstract

This research studies preparation of microsphere wax by Rapid Expansion of Supercritical Solutions (RESS) method. Supercritical carbon dioxide was used as a solvent. scCO_2 -Paraffin wax homogeneous solution was sprayed into aqueous solution which is mixture of water and surfactant. Morphology and Particle size that were analyzed by using SEM (Scanning Electron Microscope) were used to study experimental variable, pre-expansion pressure and temperature, nucleating agent and surfactant. The experimental results revealed that microsphere wax can be prepared by RESS and particle sizes were found to be 400-7,000 nm depending upon experimental conditions. Comparison between spray to air and water at pre-expansion pressure and temperature which are 120 bar 80 °C respectively showed that the particle sizes sprayed into water have 700-1,000 nm diameter which is smaller than particle sprayed to air 3-5 μm . It could describe by We number. The studies of the pre-expansion pressure and pre-expansion temperature found that increasing of pre-expansion pressure 120-160 bar and temperature 70-90 °C result to decreasing of the particle size from 1,000 to 400 nm. It could describe by supersaturation ratio. Next, the sorbitol additional study as a nucleating agent, 0.3 wt% of sorbitol will be decrease particle sizes from 1,000 to 400-600 nm with the narrow size distribution. In addition, spraying of scCO_2 -Paraffin wax homogeneous solution through spiral nozzle into 150 rpm spinning of 5-15 v/v% mixture of water and ethylene glycol solution as a surfactant and stabilizing of particles growth. It was found that paraffin wax become spherical shape and it can be retarded the agglomeration. The particle size was decreased from 7 to 1 μm when the concentration of ethylene glycol increases.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาานิพนธ์เล่มนี้ประสบความสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีจากความช่วยเหลือของคณาจารย์ และบุคคลหลายฝ่าย ผู้จัดทำใคร่ขอขอบพระคุณทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือดังนี้

ผศ.ดร.สุรัตน์ อาริรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาผู้ซึ่งให้คำปรึกษาและคำแนะนำที่เป็นประโยชน์ รวมถึงความรู้และประสบการณ์ในการดำเนินงาน

คณาจารย์ เจ้าหน้าที่ทุกฝ่ายในสาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ รวมไปถึง เจ้าหน้าที่ศูนย์บริการเครื่องมือ คณะวิทยาศาสตร์และเจ้าหน้าที่วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความรู้และคำแนะนำตลอดการทำ ปริญญาานิพนธ์

บิดามารดาและสมาชิกทุกคนในครอบครัวผู้ซึ่งเป็นกำลังใจ คอยให้การสนับสนุนและให้ความช่วยเหลือทุกประการมาโดยตลอดจนสำเร็จการศึกษา

พี่และเพื่อนทุกคนที่ให้อกำลังใจและคอยช่วยเหลือเกื้อกูลเป็นผลให้ปริญญาานิพนธ์นี้สำเร็จได้ ผู้จัดทำรู้สึกซาบซึ้งใจและขอบคุณเป็นอย่างสูง

สำหรับคุณงามความดีอันใดที่เกิดจากปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้ ผู้ศึกษาขอมอบแต่บิดา มารดา และครูอาจารย์ทุกท่าน ผู้มีพระคุณที่ได้มอบความรู้และคำสั่งสอนแก่ผู้จัดทำจนสามารถประสบความสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

วรัตน์ รัตน์ชัย

วาริพร พิริยะวิวัฒน์วงศ์

สารบัญ

| | หน้า |
|--|----------|
| บทคัดย่อภาษาไทย..... | I |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... | II |
| กิตติกรรมประกาศ..... | III |
| สารบัญ..... | IV |
| สารบัญตาราง..... | VII |
| สารบัญรูป..... | VIII |
| สัญลักษณ์..... | XII |
| | |
| บทที่ 1 บทนำ..... | 1 |
| 1.1 ที่มาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์..... | 1 |
| 1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญานิพนธ์..... | 2 |
| 1.3 ขอบเขตของปริญญานิพนธ์..... | 3 |
| 1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ..... | 3 |
| | |
| บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... | 4 |
| 2.1 พาราฟินแว็กซ์..... | 4 |
| 2.1.1 ไมโครสเฟียร์แว็กซ์..... | 4 |
| 2.2 กระบวนการลดขนาดอนุภาค (Micronization Processes)..... | 5 |
| 2.2.1 Jet Milling..... | 5 |
| 2.2.2 Spray Freezing..... | 6 |
| 2.2.3 Rapid Expansion of Supercritical Solutions..... | 7 |
| 2.3 การเกิดอนุภาคของสารผสม..... | 8 |
| 2.4 สมบัติทั่วไปเกี่ยวกับของไหลเหนือวิกฤต..... | 11 |
| 2.5 คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต..... | 12 |
| 2.6 สารก่อผลึก..... | 13 |
| 2.6.1 ซอร์บิทอล (Sorbitol)..... | 13 |
| 2.7 สารลดแรงตึงผิว..... | 13 |
| 2.7.1 เอทิลีนไกลคอล (Ethylene Glycol, EG)..... | 14 |
| 2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... | 14 |

สารบัญ (ต่อ)

| | หน้า |
|--|-----------|
| บทที่ 3 การทดลอง | 19 |
| 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง..... | 19 |
| 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ | 19 |
| 3.3 การศึกษากระบวนการลดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS | 20 |
| บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล | 25 |
| 4.1 การศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ก่อนกระบวนการลดขนาดกับพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ..... | 25 |
| 4.1.1 อภิปรายผลของการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ผ่านการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ | 27 |
| 4.1.2 อภิปรายผลของการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ผ่านการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์โดยตัวเลขเวเบอร์ | 28 |
| 4.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังตัวกลางน้ำ..... | 30 |
| 4.2.1 ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัว | 30 |
| 4.2.2 ผลของความดันก่อนการขยายตัว | 32 |
| 4.2.3 อภิปรายผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ | 34 |
| 4.3 การศึกษาผลของการเติมสารก่อผลึกต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ..... | 35 |
| 4.4 การศึกษาผลของกระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและเอทิลีนไกลคอลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ | 37 |

สารบัญตาราง

| ตารางที่ | หน้า |
|---|------|
| 2.1 ค่าสภาวะวิกฤตของสารบางประเภท..... | 11 |
| 2.2 ข้อมูลเปรียบเทียบค่าความหนาแน่น ความหนืด และสัมประสิทธิ์การแพร่ สำหรับแก๊ส ของไหลเหนือวิกฤต และของเหลว | 11 |



สารบัญรูป

| รูปที่ | หน้า |
|---|------|
| 2.1 โครงสร้างของพาราฟินแว็กซ์ (Octacosane, C28) | 4 |
| 2.2 FischenTropsch แวกซ์ A28 | 5 |
| 2.3 หลักการเคลื่อนที่ของอนุภาคเพื่อให้เกิดการบดในเครื่องบดแบบ Jet milling | |
| (ก) Opposed Principle | |
| (ข) Impact Principle | |
| (ค) Spiral Principle | 5 |
| 2.4 การลดขนาดอนุภาคด้วยวิธีการแช่แข็งแบบพ่นละออง..... | 6 |
| 2.5 กระบวนการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค RESS และผังเส้นทาง | |
| การดำเนินการของกระบวนการแยกวัฏภาคระหว่างพอลิเมอร์และของไหลเหนือวิกฤต..... | 7 |
| 2.6 ขั้นตอนการเกิดอนุภาคของสารผสม | 9 |
| 2.7 เปรียบเทียบลักษณะการเกิดอนุภาคของสารผสม | 10 |
| 2.8 แผนภูมิวัฏภาคของคาร์บอนไดออกไซด์ | |
| (ก) แสดงจุดอุณหภูมิวิกฤตและความดันวิกฤตที่จุดสิ้นสุดของเส้นสมดุวัฏภาคไอ-ของเหลว | |
| (ข) แสดงความหนาแน่นกับความดันของคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ | 12 |
| 2.9 โครงสร้างของซอร์บิทอล..... | 13 |
| 2.10 โครงสร้างโมเชลล์ของสารลดแรงตึงผิว | 14 |
| 2.11 โครงสร้างของเอทิลีนไกลคอล..... | 14 |
| 2.12 อนุภาค Artemisinin | |
| (ก) ก่อนผ่านกระบวนการลดขนาด | |
| (ข) หลังผ่านกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS | 15 |
| 2.13 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของพาราฟินแว็กซ์ (C105)..... | 15 |
| 2.14 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของ PLA ที่ผ่านการผลิตด้วยเทคนิค RESS | |
| ที่ความดัน 200 bar อุณหภูมิ 40°C หัวฉีดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.2 mm | |
| (ก) การฉีดพ่นไปยังน้ำ | |
| (ข) การฉีดพ่นไปยังสภาวะบรรยากาศ | 16 |
| 2.15 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของพื้นผิวสารผสมระหว่าง BNC และ AKD ที่สัดส่วน | |
| (ก) 100 wt% AKD | |
| (ข) 5 wt% BNC/AKD | 18 |
| 3.1 ภาพขณะทนความดันสูง ปริมาตร 15 cm ³ (Taiatsu Techno)..... | 20 |

สารบัญรูป (ต่อ)

| รูปที่ | หน้า |
|--------|--|
| 3.2 | แผนภาพจำลองกระบวนการผลิตอนุภาคแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS 20 |
| 3.3 | การเปิดวาล์วที่แผงควบคุมความดันเพื่ออัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ไปยังปั๊มอัดแรงดันสูง 21 |
| 3.4 | ปั๊มอัดแรงดันสูง (Syringe Pump Isco Model 260D)..... 21 |
| 3.5 | การเปิดวาล์วที่แผงควบคุมความดันเพื่ออัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ไปยังภาชนะทนความดันสูง 22 |
| 3.6 | ชุดอุปกรณ์สำหรับกระบวนการ RESS 22 |
| 3.7 | โถดูดความชื้นชนิดแก้ว 23 |
| 3.8 | ชุดอุปกรณ์สำหรับการดักเก็บอนุภาค 24 |
| 4.1 | ภาพถ่ายพาราฟินแว็กซ์ (ก) ก่อนการลดขนาด (ข) หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศ (ค) หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ 25 |
| 4.2 | ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของพาราฟินแว็กซ์หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ที่ได้จาก SEM (ก) ฉีดพ่นไปยังอากาศที่กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) ฉีดพ่นไปยังน้ำที่กำลังขยาย 10,000 เท่า (ค) ฉีดพ่นไปยังน้ำที่กำลังขยาย 30,000 เท่า 26 |
| 4.3 | ขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ 27 |
| 4.4 | ความสัมพันธ์ระหว่างตัวกลางของการฉีดพ่นและ Droplet Jet Break Up 28 |
| 4.5 | ความสัมพันธ์ระหว่างตัวเลขเวเบอร์กับขนาดอนุภาคเฉลี่ยของพาราฟินแว็กซ์ 30 |
| 4.6 | ลักษณะสัญญาณวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่ความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 160 bar อุณหภูมิก่อนการขยายตัว (ก) 70 (ข) 80 และ (ค) 90°C 31 |
| 4.7 | ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar 32 |
| 4.8 | ลักษณะสัญญาณวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัวคงที่ 80°C ความดันก่อนการขยายตัว (ก) 120 (ข) 140 และ (ค) 160 bar 33 |

สารบัญรูป (ต่อ)

| รูปที่ | หน้า |
|---|------|
| 4.9 ผลของความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 80°C | 34 |
| 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความดันและอุณหภูมิก่อนการขยายตัวกับอัตราส่วนการละลายยิ่งยวด | 35 |
| 4.11 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 80°C และ 120 bar ตามลำดับ (ก) ไม่เติมสารก่อผลึก (ข) เติมซอร์บิทอลเป็นสารก่อผลึก 0.3 wt% | 36 |
| 4.12 ผลของสารก่อผลึกต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 80 °C และ 120 bar ตามลำดับ..... | 36 |
| 4.13 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของพาราฟินแว็กซ์หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยัง (ก) น้ำ (ข) สารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG สัดส่วน 10 V/V% | 38 |
| 4.14 ผลของความเข้มข้นของ EG ในสารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG ที่ใช้เป็นตัวกลางฉีดพ่นในกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ที่ EG ต่อน้ำสัดส่วน (ก) 5 V/V% (ข) 10 V/V% (ค) 15 V/V% | 39 |
| 4.15 ผลของความเข้มข้นของ EG ต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESAS | 40 |
| ก.1 แบบจำลองกระบวนการเคลือบผิวโดยเทคนิค RESS | 50 |
| ข.1 เครื่องเคลือบทองเพื่อเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM (CRESSINGTON Sputter Coater 108 auto)..... | 56 |
| ข.2 เครื่อง SEM CAI ZEIs รุ่น EVOIMA 10 | 57 |
| ข.3 ภาพถ่ายกำลังขยายสูง SEM ของพาราฟินแว็กซ์หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่กำลังขยาย 10,000 เท่า และ 30,000 เท่า | 57 |
| ค.1 การเปิดภาพด้วยโปรแกรม Image-J | 58 |
| ค.2 การลากเส้นตรงเพื่อตั้งค่าความยาวมาตรฐาน | 59 |

สารบัญญรูป (ต่อ)

| รูปที่ | หน้า |
|---|------|
| ค.3 การเลือกแถบเครื่องมือเพื่อตั้งค่าความยาวมาตรฐาน | 59 |
| ค.4 การตั้งค่าความยาวมาตรฐาน | 60 |
| ค.5 การลากเส้นหาความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค | 61 |
| ค.6 การบันทึกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดได้..... | 61 |



สัญลักษณ์

ตัวอักษร

| | |
|--------------------------|---|
| A_e | พื้นที่หน้าตัดที่ปลายหัวฉีด |
| A_i | พื้นที่หน้าตัดของอนุภาคที่กระจายตัวบนพื้นผิวตกระทอบ |
| c | ความเร็วเสียง |
| C_P | ค่าความจุความร้อนที่ความดันคงที่ |
| C_V | ค่าความจุความร้อนที่ปริมาตรคงที่ |
| D_{Nozzle} | เส้นผ่านศูนย์กลางกลางหัวฉีด |
| D_M | เส้นผ่านศูนย์กลางกลางการกระจายตัวอย่างอิสระ |
| d | เส้นผ่านศูนย์กลางเริ่มต้นของละออง |
| k | อัตราส่วนความจุความร้อนของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ |
| L_M | ระยะพ่นระหว่างปลายหัวฉีดและแผ่นทดสอบ |
| Ma_e | Mach Number ที่ปลายหัวฉีด |
| Ma_i | Mach Number บนพื้นผิวตกระทอบ |
| P | ความดันสัมบูรณ์ |
| P_e | ความดันของไหลที่ปลายหัวฉีด |
| P_o | ความดันของไหลเริ่มต้นในภาชนะทนความดันสูง หรือความดันก่อนการขยายตัว |
| S | อัตราส่วนค่าการละลายที่ภาวะอิ่มตัวยิ่งยวด |
| T | อุณหภูมิสัมบูรณ์ |
| T_e | อุณหภูมิของไหลที่ปลายหัวฉีด |
| T_{pe} | อุณหภูมิก่อนการขยายตัว |
| T_o | อุณหภูมิของไหลเริ่มต้นในภาชนะทนความดันสูง |
| u_e | ความเร็วของไหลที่ปลายหัวฉีด |
| v | ความเร็วของของไหล |
| We | ตัวเลขเวเบอร์ |
| $y_{pe}(T_{pe}, P_{pe})$ | อัตราส่วนโมลของตัวถูกละลายที่สภาวะก่อนการขยายตัว |
| $y^*(T, P)$ | อัตราส่วนโมลของตัวถูกละลายที่สภาวะหลังการขยายตัว |

ตัวอักษรกรีก

| | |
|----------|---|
| ρ | ค่าความหนาแน่นของไหล ความหนาแน่นของตัวกลางที่อนุภาคเคลื่อนที่ผ่าน |
| σ | แรงตึงผิวระหว่างอนุภาคและตัวกลางหรือละอองและตัวกลาง |

ตัวห้อย

| | |
|------|--|
| e | ตำแหน่งปลายหัวฉีด |
| i | ตำแหน่งพื้นผิวตกกระทบ |
| P | ความดันคงที่ |
| V | ปริมาตรคงที่ |
| M | การกระจายตัวของอนุภาคอย่างอิสระ |
| i | ตัวถูกละลาย |
| 0 | เริ่มต้น |
| a | บรรยากาศ |
| pe | ตำแหน่งก่อนการขยายตัวหรือในภาชนะทนความดันสูง |



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปริญญานิพนธ์

อนุภาคเรียวทรงกลมขนาดเล็กหรือไมโครสเฟียร์เรียวเป็นอนุภาคที่มีสมบัติพิเศษ คือ สามารถเพิ่มสมบัติการไหลลื่นแก่ของไหล ลดแรงเสียดทาน แพร่กระจายในตัวทำละลายได้ดีและช่วยเพิ่มสมบัติในการถ่ายเทความร้อนแก่วัสดุผสม อนุภาคดังกล่าวสามารถนำไปประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น การเคลือบผิว (Coating) [1] อุตสาหกรรมการพิมพ์แบบกราเวียร์ (Gravure Printing) [2] วัสดุเปลี่ยนวิถุภาคเพื่อแลกเปลี่ยนความร้อน (Phase Change Material) [3, 4] และอุตสาหกรรมการฉีดโลหะผงขนาดเล็ก (Powder Metal Injection Molding) [5] เป็นต้น ด้วยสมบัติพิเศษนี้อนุภาคเรียวที่มีลักษณะดังกล่าวจึงมีมูลค่าเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเทียบกับเรียวที่ผลิตได้และขายในท้องตลาดทั่วไปที่มีลักษณะเป็นเกร็ดผลึกหลายเหลี่ยม

กระบวนการลดขนาดหรือผลิตอนุภาคขนาดเล็กมีด้วยกันหลายกระบวนการ เช่น การบดละเอียด (Jet Milling) [6] การแช่แข็งแบบพ่นละออง (Spray Freezing) [7] ซึ่งทั้งสองกระบวนการมีผลได้ของการผลิตต่ำ กระบวนการมีความซับซ้อน และยากต่อการควบคุมลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคที่ผลิตได้ ปัจจุบันจึงได้มีการประยุกต์ใช้ของไหลเหนือวิกฤตในการผลิตและลดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคการขยายตัวอย่างรวดเร็วของของไหลเหนือวิกฤต (Rapid Expansion of Supercritical Solution, RESS) [8] โดยเทคนิค RESS มีหลักการเบื้องต้นที่สำคัญ คือ เรียวที่มีความหนาแน่นมากกว่าที่ต้องการลดขนาดจะต้องมีความสามารถละลายขึ้นไปยังวิถุภาคของของไหลเหนือวิกฤตที่มีความหนาแน่นน้อยกว่าเกิดเป็นสารละลายเนื้อเดียว (Homogeneous Phase) ที่สภาวะความดันสูง จากนั้นฉีดพ่นสารละลายเนื้อเดี๋ยวดังกล่าวผ่านท่อขนาดเล็กเพื่อลดความดัน ส่งผลให้ของไหลเหนือวิกฤตขยายตัวอย่างรวดเร็ว และเกิดการแยกวิถุภาคของเรียวออกจากของไหลเหนือวิกฤต การผสมเข้ากันดีและการขยายตัวของของไหลเหนือวิกฤตที่รวดเร็วดังกล่าวนี้ทำให้อนุภาคที่แยกตัวออกจากของไหลเหนือวิกฤตที่ได้มีขนาดเล็ก และมีการกระจายตัวของขนาดต่ำ

คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นของไหลเหนือวิกฤตที่มีจุดวิกฤตต่ำ คือ อุณหภูมิวิกฤตเท่ากับ 31.0°C และความดันวิกฤตเท่ากับ 73.8 bar เป็นสารที่ไม่ติดไฟ ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและมีราคาถูก รวมทั้งสมบัติการเป็นตัวทำละลายที่ดีของสารประเภทสารอินทรีย์และเรียว ด้วยเหตุผลดังกล่าวปัจจุบันจึงนิยมนำคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตมาประยุกต์ใช้ร่วมกับเทคนิค RESS

กระบวนการลดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค RESS ตัวกลางในการฉีดพ่นหรืออุปกรณ์ดักเก็บอนุภาค เป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคที่ผลิตได้ จากงานวิจัยของ Kiyoshi Matsuyama และคณะ [9] ศึกษาผลของตัวกลางในการฉีดพ่น คือ อากาศและน้ำ ต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค PLA (L-Polylactic Acid) พบว่าเมื่อทำการฉีดพ่นสารละลายไปยังอากาศ อนุภาคที่ได้มีลักษณะไม่เป็นทรงกลมเนื่องจากเกิดการรวมตัวกันของอนุภาค (Particle Agglomeration) ส่วนการฉีดพ่นสารละลายไปยังน้ำ อนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม เนื่องจากมีแรงดึงผิวระหว่างอนุภาค PLA และน้ำจะช่วยลดแรงรวมตัวกันหรือแรงเชื่อมระหว่างอนุภาค (Binding Force) รวมทั้งน้ำเป็นตัวกลางที่มีความยืดหยุ่นจึงทำให้ได้อนุภาคไม่เกิดการแตกหัก ดังนั้นปริญญานิพนธ์นี้จึงศึกษากระบวนการลดขนาดอนุภาคของ พาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นตัวทำละลาย ที่ใช้การฉีดพ่นสารละลายไปยังตัวกลางที่เป็นน้ำ เพื่อให้ได้อนุภาคแว็กซ์ทรงกลมขนาดเล็กที่มีมูลค่าสูงและสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ในอุตสาหกรรมหลายประเภท จากนั้นทำการศึกษาขนาดอนุภาคและลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

งานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาและออกแบบกระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของ พาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS สารละลายในกลุ่ม Anti-Solvent เช่น น้ำ และสารละลายผสมระหว่าง สารลดแรงตึงผิวกับน้ำ เป็นตัวกลางในการขยายตัวและดักเก็บอนุภาคที่เตรียมได้จากกระบวนการดังกล่าว เพื่อลดการเกาะระหว่างอนุภาคกับตัวกลางในการดักเก็บ และลดโอกาสในการรวมตัวกันของอนุภาคซึ่งส่งผลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ที่เตรียมได้ ซึ่งวิธีการดังกล่าวเป็นวิธีการที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ลดต้นทุนในกระบวนการผลิต และสามารถเพิ่มมูลค่าของผลิตภัณฑ์แว็กซ์ที่เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้จากอุตสาหกรรมปิโตรเลียมภายในประเทศให้สูงขึ้น

1.2 วัตถุประสงค์ของปริญญานิพนธ์

1. เพื่อศึกษาและออกแบบกระบวนการผลิตอนุภาคแว็กซ์ในระดับไมโครเมตรและมีลักษณะเป็นทรงกลมด้วยเทคนิค RESS
2. เพื่อศึกษาสภาวะและปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของอนุภาคแว็กซ์
3. สามารถผลิตแว็กซ์ที่มีลักษณะทรงกลมในระดับไมโครเมตรได้

1.3 ขอบเขตของปริญญานิพนธ์

1. ศึกษาการผลิตอนุภาคพาราฟินแว็กซ์โดยใช้เทคนิค RESS โดยการใช้หัวฉีดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.58 mm ฉีดพ่นไปยังน้ำ ที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 70, 80 และ 90°C ความดันก่อนการขยายตัว 120, 140 และ 160 bar ปริมาณพาราฟินแว็กซ์ 0.25 g
2. ศึกษาผลของสารก่อผลึกโดยเติมซอร์บิทอล (Sorbitol) ปริมาณ 0.3 wt%
3. ศึกษาผลของสารลดแรงตึงผิวโดยใช้สารละลายผสมระหว่างเอทิลีนไกลคอลและน้ำที่มีความเข้มข้น 5, 10 และ 15 v/v% เป็นตัวกลางในการดักเก็บอนุภาค โดยมีการปั่นกวน 150 rpm และการฉีดพ่นและมีการตัดปลายหัวฉีดให้เป็นเกลียวไปในทิศทางเดียวกับการปั่นกวน
4. ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของอนุภาคแว็กซ์โดยใช้กล้อง Scanning Electron Microscope (SEM)

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับ

1.4.1 การนำไปใช้เชิงพาณิชย์

- 1.) สามารถพัฒนาขั้นตอนและกระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS และเป็นทางเลือกในการเพิ่มมูลค่าของปิโตรเลียมแว็กซ์ภายในประเทศ

1.4.2 การก่อให้เกิดการพัฒนาอย่างยั่งยืน

- 1.) สามารถนำพาราฟินแว็กซ์ที่เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้จากอุตสาหกรรมการกลั่นปิโตรเลียมในประเทศมาใช้ประโยชน์ ช่วยลดของเสียจากอุตสาหกรรมได้
- 2.) สามารถพัฒนาการเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีสมบัติเหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้เป็นสารเติมแต่งหรือสารผสม เพื่อประโยชน์ในการพัฒนามูลค่าเชิงพาณิชย์แก่อุตสาหกรรมต่างๆ เช่น การก่อสร้าง การพิมพ์ และการฉีดโลหะผง เป็นต้น
- 3.) สามารถประยุกต์ใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมในกระบวนการเตรียมอนุภาคแว็กซ์ทรงกลมขนาดเล็กได้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 พาราฟินแว็กซ์ [10]

พาราฟินแว็กซ์เป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากน้ำมันดิบ เป็นสารผสมของไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัวประเภทโซ่ตรงที่กำจัดเอาน้ำมันออกหมดแล้ว ทำให้มีโครงสร้างเป็นผลึก โดยทั่วไปมีสถานะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง มีสูตรโครงสร้างทางเคมี คือ C_nH_{2n+2} สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ในอุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเคลือบผิวและอุตสาหกรรมการพิมพ์ เป็นต้น โครงสร้างของพาราฟินแว็กซ์แสดงได้ดังรูปที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของพาราฟินแว็กซ์จะขึ้นกับจำนวนอะตอมของคาร์บอนภายในโครงสร้างหลักของพาราฟินแว็กซ์



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของพาราฟินแว็กซ์ (Octacosane, C_{28}) [10]

2.1.1 ไมโครสเฟียร์แว็กซ์

ไมโครสเฟียร์แว็กซ์หรืออนุภาคแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมขนาดเล็กเป็นอนุภาคที่ผ่านกระบวนการลดขนาดด้วยกระบวนการต่างๆ ด้วยลักษณะทรงกลมและมีขนาดเล็กทำให้อนุภาคแว็กซ์ดังกล่าวมีการผสมและแพร่กระจายตัวได้ดีในสารอินทรีย์ต่างๆ ปัจจุบันจึงมีการศึกษาวิธีการเตรียมไมโครสเฟียร์แว็กซ์เพื่อประยุกต์ใช้ในหลายอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมแบบกราเวียร์ อุตสาหกรรมการฉีดโลหะผงขนาดเล็ก (Powder Metal Injection Molding, PMIM) และวัสดุเปลี่ยนวิถุภาค (Phase Change Material, PCM) เป็นต้น ด้วยสมบัติพิเศษนี้จึงทำให้มูลค่าพาราฟินแว็กซ์เพิ่มสูงขึ้น จากตัวอย่างภาพถ่ายกำลังขยายสูง ลักษณะสัณฐานวิทยาของไมโครสเฟียร์แว็กซ์ที่ผ่านการออกซิเดชันเพื่อประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมการพิมพ์แสดงได้ดังรูปที่ 2.2



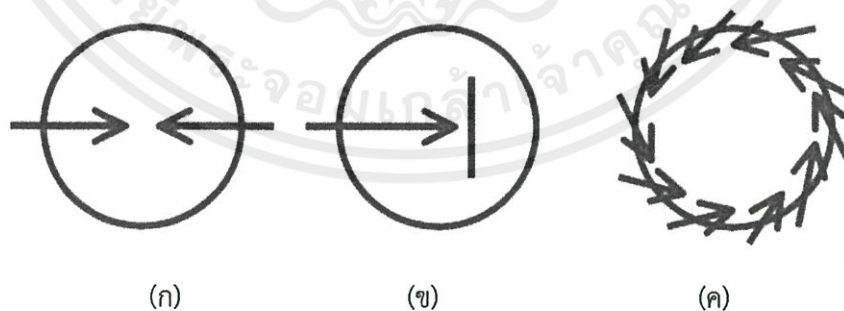
รูปที่ 2.2 Fishen Tropsch แวกซ์ A28 [2]

2.2 กระบวนการลดขนาดอนุภาค (Micronization Processes)

Micronization เป็นกระบวนการลดขนาดอนุภาคหรืออาจใช้เป็นกระบวนการปรับเปลี่ยนลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค โดยกระบวนการลดขนาดอนุภาคมีหลายกระบวนการดังนี้

2.2.1 Jet Milling [6]

กระบวนการลดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคการบดละเอียดแบบ Jet Milling คือ การบดละเอียดโดยไม่ใช้ลูกบดแต่อาศัยการชนกันเองของอนุภาคหรือชนกับผนังเครื่องบดที่มีความแข็งสูง โดยอนุภาคจะถูกอัดเข้าไปยังเครื่องบดด้วยความดันสูงเพื่อให้เกิดการลดขนาด โดยเกิดการชนใน 3 ลักษณะดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 หลักการเคลื่อนที่ของอนุภาคเพื่อทำให้เกิดการบดในเครื่องบดแบบ Jet milling [6]

(ก) Opposed Principle (ข) Impact Principle (ค) Spiral Principle

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เครื่องบดแบบ Jet milling แบ่งตามทิศทางการเคลื่อนที่ของอนุภาคซึ่งมี 3 ลักษณะดังนี้

1. Opposed Jet milling เป็นเครื่องบดที่มีการเร่งอนุภาคภายในท่อหัวฉีดด้วยความเร็วสูง ทำให้อนุภาคพุ่งเข้าชนกับอนุภาคอื่นภายในพื้นที่ขนาดเล็ก

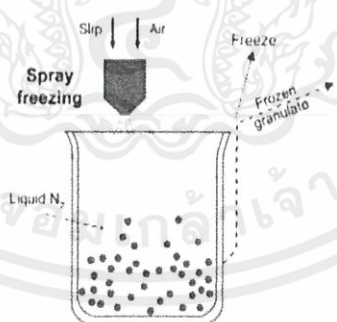
2. Impact Jet milling เป็นเครื่องบดที่อนุภาคถูกเร่งด้วยความเร็วสูงให้ชนกับแผ่นเป้า โดยเครื่องบดนี้จะแตกต่างกันตามตำแหน่งและลักษณะของแผ่นเป้า

3. Spiral Jet milling เป็นเครื่องบดที่อาศัยการอัดอากาศด้วยความเร็วสูงและปล่อยผ่านช่องที่อยู่รอบห้องบดตามแนวเส้นรอบวง

การลดขนาดด้วยวิธีการนี้มีข้อดี คือ อนุภาคจะมีการกระจายตัวในช่วงแคบ ไม่มีการปนเปื้อนระหว่างการบดและบำรุงรักษาง่าย แต่มีข้อเสีย คือ เป็นกระบวนการที่มีความซับซ้อน ขนาดของอนุภาคที่ผลิตได้ขึ้นกับตัวแปรหลายประการและอนุภาคที่ผลิตได้มีลักษณะไม่เป็นทรงกลมเนื่องจากเกิดการแตกหักของอนุภาค

2.2.2 Spray Freezing [7]

Spray Freezing เป็นกระบวนการลดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิคการแช่แข็งแบบพ่นละอองแสดงได้ดัง รูปที่ 2.4 โดยวัตถุดิบที่เป็นของเหลวถูกฉีดผ่านสารทำความเย็น เช่น ไนโตรเจนเหลว เพื่อลดอุณหภูมิลงถึงจุดเยือกแข็งหรือต่ำกว่าจุดเยือกแข็ง ทำให้ละอองของของเหลวตกผลึกเกิดเป็นอนุภาคขนาดเล็กอย่างรวดเร็ว

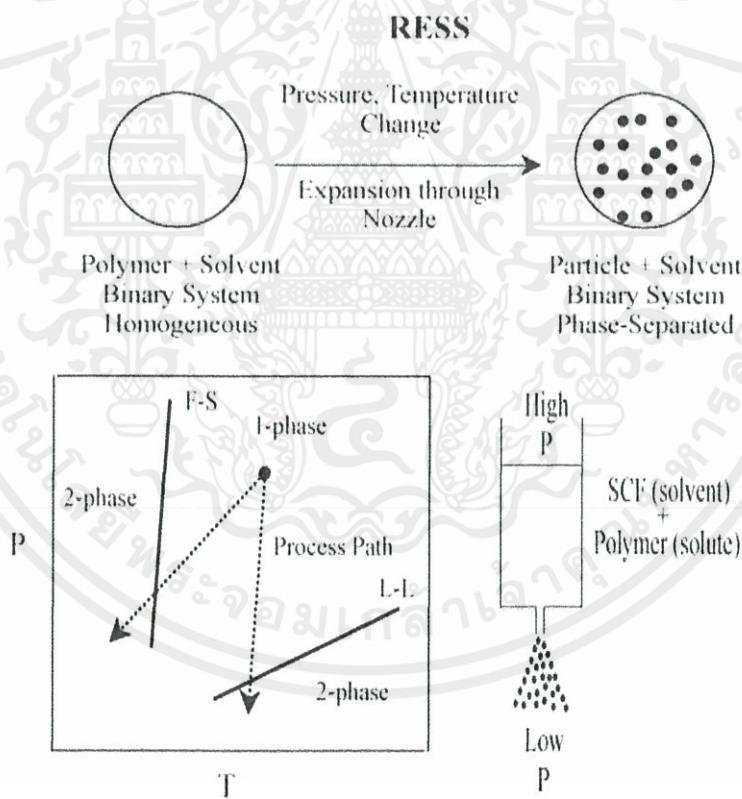


รูปที่ 2.4 การลดขนาดอนุภาคด้วยวิธีการแช่แข็งแบบพ่นละออง [7]

กระบวนการดังกล่าวมีข้อจำกัด คือ ใช้ระยะเวลานานและสิ้นเปลืองสารที่ต้องการทำการลดขนาดเนื่องจากการสูญเสียไปในระหว่างกระบวนการ และอนุภาคที่ผลิตได้มีลักษณะไม่เป็นทรงกลม [5]

2.2.3 Rapid Expansion of Supercritical Solutions [8, 11]

เทคนิคในการลดขนาดอนุภาคกระบวนการนี้นิยมใช้กับพอลิเมอร์ แร่พืชหรือสารใดๆ ที่มีความสามารถในการละลายในของไหลเหนือวิกฤตที่อุณหภูมิและความดันสูง หลังจากนั้นลดความดันหรืออุณหภูมิลงอย่างรวดเร็วในขณะที่ผ่านท่อหรือรูขนาดเล็ก ทำให้ความสามารถในการละลายของสารนั้นลดลงเกิดการแยกวัฏภาคเป็นอนุภาคขนาดเล็ก ตัวอย่างกระบวนการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์ด้วยของไหลเหนือวิกฤตโดยใช้เทคนิค RESS และผังเส้นทางของกระบวนการแยกวัฏภาคระหว่างพอลิเมอร์และของไหลเหนือ วิกฤตแสดงได้ดังรูปที่ 2.5 โดยสารละลายระหว่าง พอลิเมอร์และของไหลเหนือวิกฤตที่มีลักษณะเป็นวัฏภาคเนื้อเดียว (Homogeneous Phase) เกิดการแยกวัฏภาคเมื่อลดอุณหภูมิและความดันผ่านเส้นสมดุลการละลาย (F-S) และ (L-L) เป็น 2 วัฏภาคที่สภาวะอุณหภูมิและความดันต่ำ



รูปที่ 2.5 กระบวนการเกิดอนุภาคพอลิเมอร์ด้วยเทคนิค RESS และผังเส้นทางดำเนินการของกระบวนการแยกวัฏภาคระหว่างพอลิเมอร์และของไหลเหนือวิกฤต [8]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เทคนิค RESS มีกลไกสำคัญ คือ พอลิเมอร์หรือแว็กซ์ที่มีความหนาแน่นมากกว่า (วัฏภาคที่อยู่ด้านล่างของระบบ) จะต้องมีความสามารถในการละลายในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่เป็นตัวทำละลายและเป็นวัฏภาคที่มีความหนาแน่นน้อยกว่า (วัฏภาคที่อยู่ด้านบนของระบบ) เกิดเป็นสารละลายเนื้อเดียวอิ่มตัว (Saturated Homogeneous Solution) หลังจากนั้นฉีดพ่นสารละลายเนื้อเดียวผ่านรูขนาดเล็กหรือท่อฉีดอย่างรวดเร็วและเกิดการแยกวัฏภาคระหว่างคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตและแว็กซ์ โดยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตจะระเหยเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ออกสู่บรรยากาศ ซึ่งการแยกวัฏภาคเกิดจากความสามารถในการละลายของแว็กซ์ในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่ลดลง โดยทั่วไปอนุภาคแว็กซ์ที่ได้จากเทคนิคนี้จะมีขนาดเล็กในระดับไมโครเมตร

นอกจากนี้ยังมีการประยุกต์เทคนิค RESS โดยมีคาร์บอนไดออกไซด์เป็นตัวทำละลาย เช่น การใช้ตัวทำละลายร่วม (Co-Solvent) ในระบบ 3 องค์ประกอบ เพื่อเพิ่มความสามารถในการละลายของสารที่ต้องการลดขนาด หรือการใช้สารก่อผลึก (Nucleating Agent) เพื่อปรับปรุงลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคที่เตรียมได้ หรือการฉีดพ่นสารละลายไปในตัวกลางต่างๆ ได้แก่ อากาศ น้ำ และสารละลายผสมของน้ำและสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เป็นต้น

2.3 การเกิดอนุภาคของสารผสม [12]

การประยุกต์ใช้เทคนิค RESS ในกระบวนการลดขนาดอนุภาค กระบวนการหรือขั้นตอนของการเกิดอนุภาคเป็นสิ่งสำคัญที่ต้องศึกษาเพื่อให้เข้าใจถึงกลไกของการเกิดอนุภาคดังกล่าว ซึ่งขั้นตอนการเกิดอนุภาคจะส่งผลต่อขนาดและลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค และเพื่อประโยชน์ในการกำหนดสภาวะในการดำเนินการให้เหมาะสม

การเกิดอนุภาคของสารผสมโดยทั่วไปมี 4 ขั้นตอนที่สำคัญ ดังรูปที่ 2.6

1. การผสม (Mixing)

การผสมระหว่างสารเกิดอนุภาคและตัวทำละลาย การเกิดอนุภาคด้วยเทคนิค RESS ตัวถูกละลายจะละลายขึ้นไปยังของไหลเหนือวิกฤตที่เป็นวัฏภาคที่มีความหนาแน่นต่ำกว่าเกิดเป็นสารละลายเนื้อเดียวที่มีความดันสูง หรือเกิดภาวะการอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturation)

2. การเกิดนิวเคลียส (Nucleation)

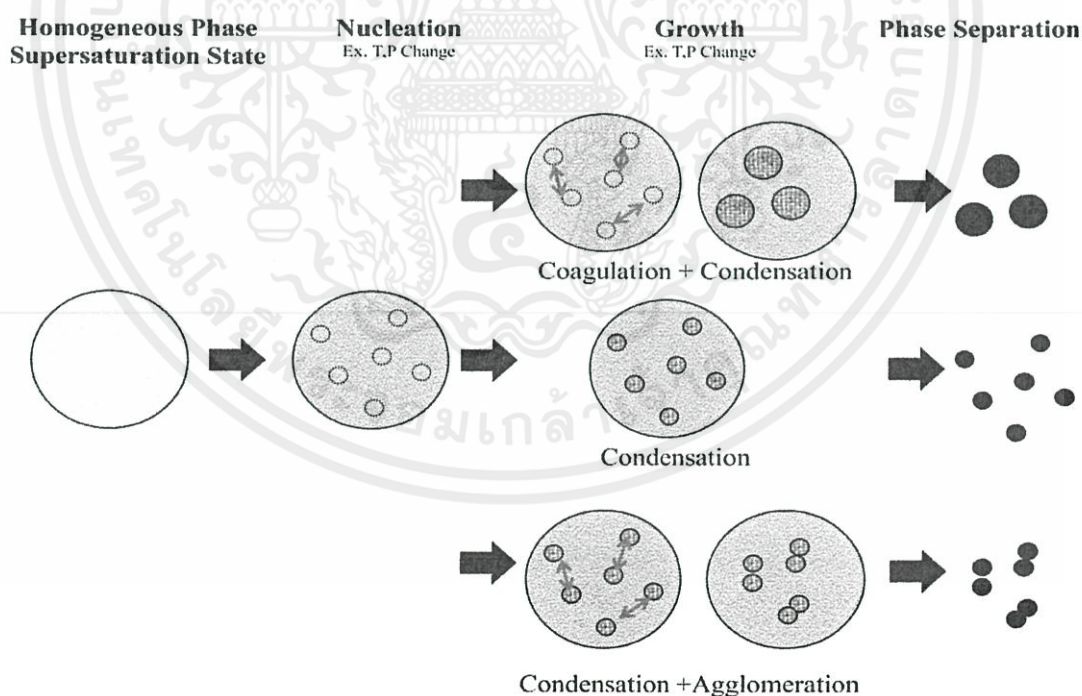
จากสารละลายผสมเนื้อเดียว เมื่อเกิดการรบกวนสมดุลของการละลาย เช่น การปรับเปลี่ยนอุณหภูมิและความดัน ตัวถูกละลายหรือสารเกิดอนุภาคจะเกิดนิวเคลียสหรือการแบ่งพื้นที่ของเนื้อสารในอนุภาคขึ้น

3. การเติบโต (Growth)

เมื่อระบบเกิดการรบกวนอย่างต่อเนื่องและมีแรงขับ (Driving Force) เพียงพอ นิวเคลียสของสารหรืออนุภาคจะเกิดการควบรวมเนื้อสาร (Condensation) ของแต่ละนิวเคลียสและอาจมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อมีอัตราการแพร่ของเนื้อสารเพียงพอ หรืออาจเกิดการรวมตัวกันของนิวเคลียส (Coagulation) ทำให้นิวเคลียสมีขนาดใหญ่ขึ้น จากนั้นนิวเคลียสจะมีความเสถียรตัวหรืออิมตัวจากการแพร่ของเนื้อสาร และเกิดการแยกวัฏภาคระหว่างตัวทำละลายและอนุภาค นอกจากนี้ในบางกรณีอาจเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคหรือนิวเคลียสที่กำลังเสถียรตัว (Agglomeration)

4. การแยกวัฏภาค (Phase Separation)

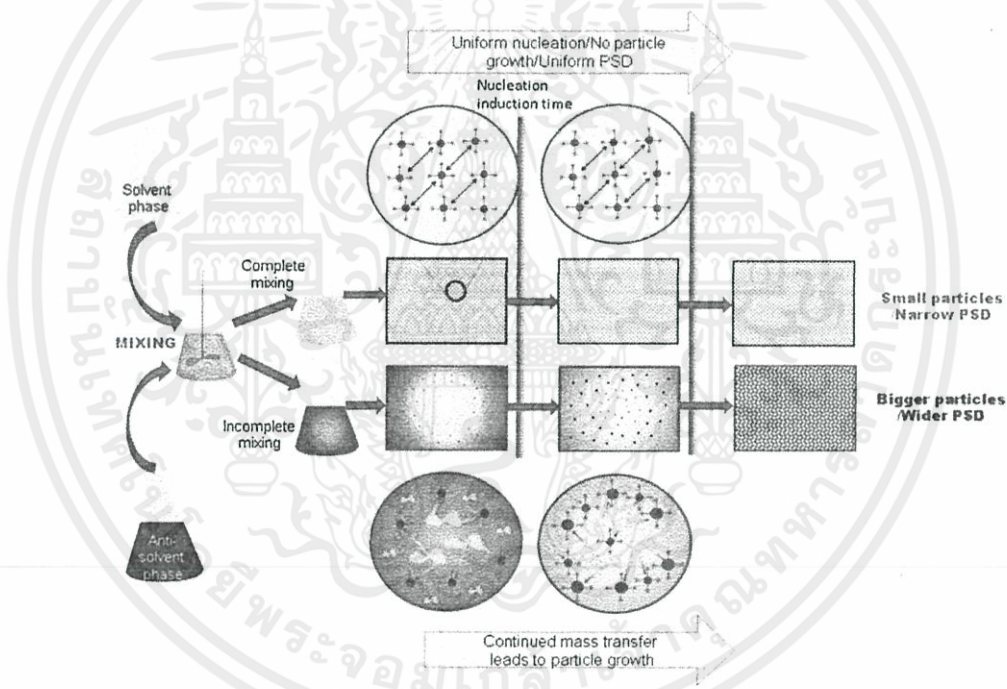
เมื่อนิวเคลียสอิมตัวจากการแพร่ของเนื้อสาร ความสามารถในการละลายของสารเกิดอนุภาคลดลง จากนั้นอนุภาคของสารจะมีความเสถียรตัวและแยกวัฏภาคออกจากตัวทำละลาย โดยเทคนิค RESS ในขั้นตอนนี้ ของไหลเหนือวิกฤตจะแยกวัฏภาคหรือเกิดการขยายตัวอย่างรวดเร็ว โดยทั่วไปของไหลเหนือวิกฤตที่ทำหน้าที่เป็นตัวทำละลายจะระเหยกลายเป็นแก๊สและแยกวัฏภาคอย่างรวดเร็วในขั้นตอนนี้อุณหภูมิที่เตรียมได้จึงมีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคต่ำ



รูปที่ 2.6 ขั้นตอนการเกิดอนุภาคของสารผสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS สามารถลดขนาดของอนุภาคได้ในระดับนาโนเมตรและไมโครเมตร ลักษณะสำคัญของกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS คือ เป็นกระบวนการที่มีการผสมระหว่าง สารที่ต้องการลดขนาดและตัวทำละลายได้ดี หรือเป็นสารเนื้อเดียว เป็นกระบวนการที่เกิดการแยกวัฏภาคอย่างรวดเร็วโดยการไหลภายในท่อขนาดเล็กที่ความดันสูงและเกิดการขยายตัวอย่างรวดเร็วของของไหลเหนือวิกฤต ด้วยเหตุผลดังกล่าวจึงทำให้อนุภาคที่เตรียมได้มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวของขนาดลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการกับกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิคอื่นๆ รูปที่ 2.7 เปรียบเทียบการลดขนาดที่เกิดการผสมเข้ากันดีของสารละลายและมีการแยกวัฏภาคอย่างรวดเร็วและการลดขนาดด้วยการผสมที่เข้ากันไม่ดีและมีการแยกวัฏภาคช้า



รูปที่ 2.7 เปรียบเทียบลักษณะการเกิดอนุภาคของสารผสม [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 สมบัติทั่วไปเกี่ยวกับของไหลเหนือวิกฤต [13]

ของไหลเหนือวิกฤต (Supercritical Fluid) คือ ของไหลที่มีอุณหภูมิและความดันเท่ากับหรือมากกว่าจุดวิกฤต สมบัติของของไหลเหนือวิกฤต เช่น ความหนาแน่น สัมประสิทธิ์การแพร่ สมบัติการละลาย ความหนืด เป็นต้น สามารถปรับเปลี่ยนค่าได้ง่ายด้วยการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิ ความดัน และสัดส่วนของสารในระบบ ดังนั้นจึงนิยมนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมด้านต่างๆ อุณหภูมิและความดันวิกฤตเป็นสมบัติเฉพาะของแต่ละสารแสดงดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 ค่าสภาวะวิกฤตของสารบางประเภท [13]

| สาร | T_c (°C) | P_c (bar) | สาร | T_c (°C) | P_c (bar) |
|------------------|------------|-------------|-------------------|------------|-------------|
| อะซิโตน | 235.0 | 47.0 | เฮกซะฟลูออโรอีเทน | 19.9 | 30.6 |
| แอมโมเนีย | 132.5 | 113 | มีเทน | -82.8 | 46.0 |
| คาร์บอนไดออกไซด์ | 31.0 | 73.8 | เมทานอล | 239.5 | 80.9 |
| ไซโคลเฮกเซน | 280.4 | 40.7 | นอร์มอลเฮกเซน | 234.4 | 30.1 |
| ไดเอทิลอีเทอร์ | 193.6 | 36.4 | โพรเพน | 96.7 | 42.5 |

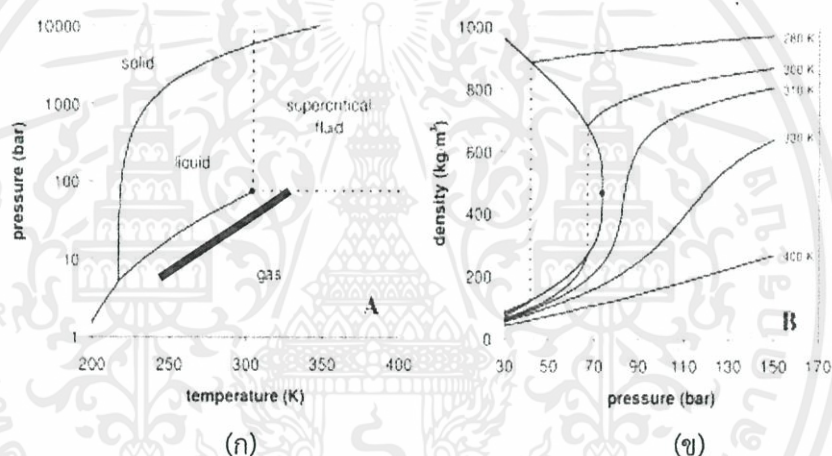
ของไหลเหนือวิกฤตเป็นของไหลที่มีสมบัติระหว่างแก๊สและของเหลวแสดงได้ดังตารางที่ 2.2 แสดงค่าสมบัติเฉพาะตัวบางค่า เช่น ความหนาแน่น ความหนืด และค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ เมื่อเปรียบเทียบกับแก๊สและของเหลว

ตารางที่ 2.2 ข้อมูลเปรียบเทียบค่าความหนาแน่น ความหนืด และสัมประสิทธิ์การแพร่ สำหรับแก๊สของไหลเหนือวิกฤต และของเหลว [13]

| วัฏภาค | ความหนาแน่น (kg/m^3) | ความหนืด ($\mu\text{Pa}\cdot\text{s}$) | สัมประสิทธิ์การแพร่ (mm^2/s) |
|------------------|------------------------------------|---|---|
| แก๊ส | 1 | 10 | 1-10 |
| ของไหลเหนือวิกฤต | 100-1,000 | 50-100 | 0.010-0.100 |
| ของเหลว | 1,000 | 500-1,000 | 0.001 |

2.5 คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต [13]

คาร์บอนไดออกไซด์มีอุณหภูมิและความดันวิกฤตต่ำ คือ 31.0°C และ 73.8 bar ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.8 (ก) แสดงแผนภูมิวิภาคระหว่างความดันและอุณหภูมิ ที่บริเวณเส้นจุดเดือด (เส้นหนา) มีการแยกขอบเขตของแก๊สกับของเหลวอย่างชัดเจนซึ่งจะไปสิ้นสุดลงที่จุดวิกฤต ที่จุดนี้ความหนาแน่นจะอยู่ในสมดุลวิภาคของของเหลวกับไออิ่มตัว รูปที่ 2.8 (ข) แสดงการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของความดันและอุณหภูมิ พบว่าความหนาแน่นของคาร์บอนไดออกไซด์สามารถปรับเปลี่ยนได้โดยการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิและความดันเพียงเล็กน้อย



รูปที่ 2.8 แผนภูมิวิภาคของคาร์บอนไดออกไซด์ (ก) แสดงจุดอุณหภูมิวิกฤตและความดันวิกฤต ที่จุดสิ้นสุดของเส้นสมดุลวิภาคไอ-ของเหลว (ข) แสดงความหนาแน่นกับความดันของคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิต่างๆ [13]

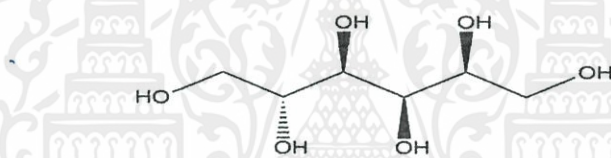
โดยทั่วไปนิยมใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นตัวทำละลายของสารอินทรีย์ เนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตมีลักษณะทางกายภาพและทางเคมีเหมาะสม คือ ไม่ก่อให้เกิดมลพิษ มีความเฉื่อยทางเคมี มีจุดวิกฤตต่ำ ความหนืดต่ำและกำจัดออกจากระบบง่าย

2.6 สารก่อผลึก [14]

สารก่อผลึกส่วนมากใช้ในอุตสาหกรรมพอลิเมอร์และแว็กซ์ เพื่อเพิ่มปริมาณผลึกหรือลดขนาดความยาวของสายโซ่โมเลกุล เพื่อปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ นอกจากนี้การเติมสารก่อผลึกมีผลทำให้อัตราการเกิดนิวเคลียสเร็วขึ้นทำให้อนุภาคที่เตรียมได้จากการเติมสารก่อผลึกมีขนาดเล็กลงและมีการกระจายตัวของขนาดลดลง

2.6.1 ซอร์บิทอล (Sorbitol) [15]

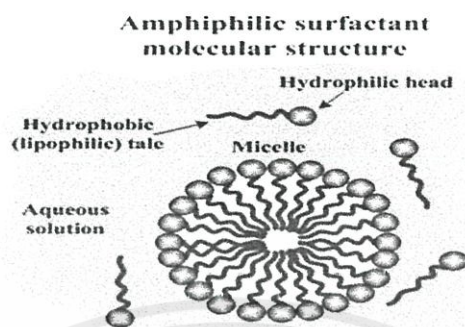
ซอร์บิทอล มีลักษณะเป็นผลึกสีขาว ไม่มีกลิ่น นิยมใช้เป็นสารให้ความหวานแทนน้ำตาล และมีหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) เป็นองค์ประกอบ นอกจากนี้มีการนำมาใช้เป็นสารก่อผลึกในอุตสาหกรรมพอลิเมอร์ ซอร์บิทอลมีสูตรโมเลกุล คือ $C_6H_{14}O_6$ และมีสูตรโครงสร้างดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 โครงสร้างของซอร์บิทอล

2.7 สารลดแรงตึงผิว [16]

สารลดแรงตึงผิวเป็นสารที่ภายในโครงสร้างประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic Group) และส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic Group) ส่วนที่ไม่ชอบน้ำมักเป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน โดยทั่วไปสารลดแรงตึงผิวจะมีโครงสร้างที่สำคัญซึ่งเมื่อเกิดการล้อมรอบสารใดๆ ที่เรียกว่า ไมเซลล์ (Micelle) แล้วส่วนที่ชอบน้ำหรือมีขั้วจะเข้าล้อมจับหรือผสมละลายได้ดีกับส่วนมีขั้ว และส่วนไม่ชอบน้ำหรือส่วนไม่มีขั้วจะเข้าล้อมรอบส่วนที่ไม่มีขั้ว เช่น สารอินทรีย์ต่างๆ และแว็กซ์ เป็นต้น รูปที่ 2.10 แสดงลักษณะของไมเซลล์ของสารลดแรงตึงผิว การประยุกต์ใช้สารลดแรงตึงผิว เช่น ช่วยลดแรงตึงผิวเพื่อให้เกิดการผสมได้ดีขึ้นหรือเพิ่มความสามารถในการเข้าทำปฏิกิริยาของสารในระบบหลายองค์ประกอบ เป็นต้น



รูปที่ 2.10 โครงสร้างไมเซลล์ของสารลดแรงตึงผิว

2.7.1 เอทิลีนไกลคอล (Ethylene Glycol, EG) [17]

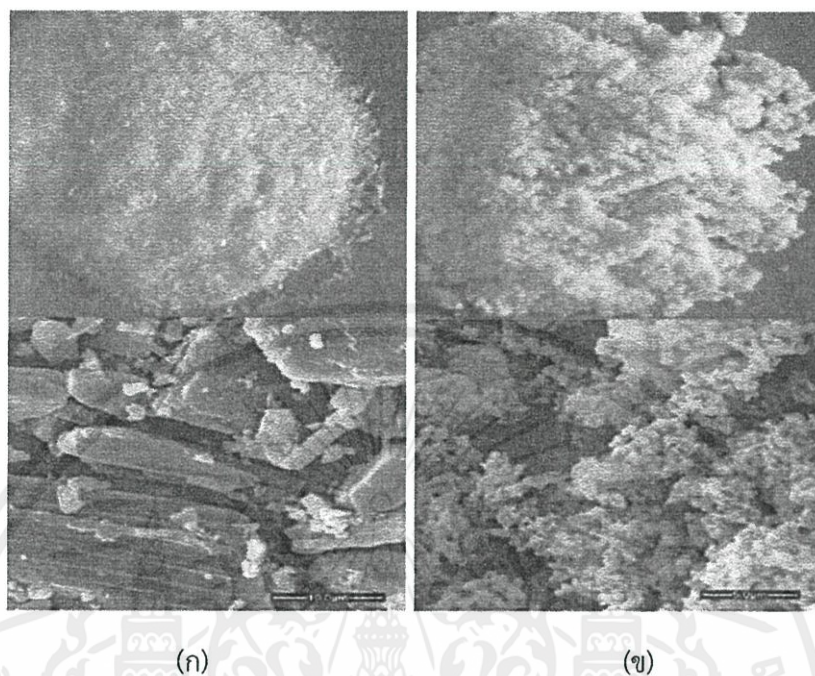
เอทิลีนไกลคอล เป็นสารไฮโดรคาร์บอนที่ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น มีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นองค์ประกอบ สามารถละลายเข้ากับน้ำและช่วยลดแรงตึงผิวของน้ำได้ดี โดยเมื่ออัตราส่วนของเอทิลีนไกลคอลเพิ่มขึ้น แรงตึงผิวจะมีค่าลดลง โครงสร้างของเอทิลีนไกลคอลแสดงได้ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 โครงสร้างของเอทิลีนไกลคอล

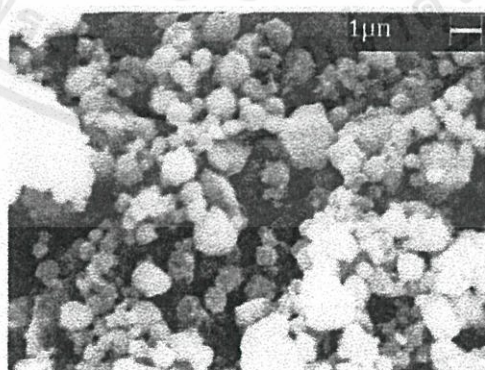
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Huimin Yu และคณะ [18] ศึกษาการลดขนาด Artemisinin ด้วยเทคนิค RESS โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นตัวทำละลาย เพื่อประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมยา ซึ่งส่งผลต่อการเพิ่มการออกฤทธิ์ของยา พบว่าสามารถลดขนาด Artemisinin จากขนาดประมาณ 30-1,200 μm เป็น 550 nm ที่อุณหภูมิและความดันอิ่มตัว 62°C และ 250 bar ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 อนุภาค Artemisinin (ก) ก่อนผ่านกระบวนการลดขนาด (ข) หลังผ่านกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS [18]

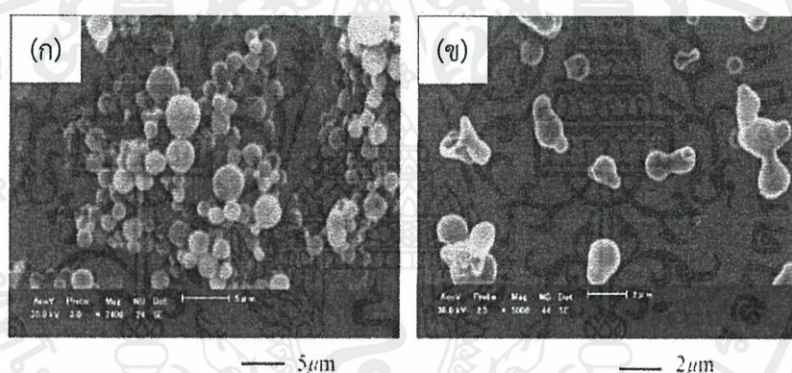
Luis Koen [19] ประสบผลสำเร็จในการใช้เทคนิค RESS ร่วมกับโพรเพนที่สภาวะเหนือวิกฤตในการผลิตอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของพาราฟินแว็กซ์ (C_{105}) เพื่อประยุกต์ใช้ในกระบวนการเคลือบผิวและกระบวนการพิมพ์ โดยสามารถผลิตอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของพาราฟินแว็กซ์ที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยน้อยกว่า $5 \mu\text{m}$ ดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของพาราฟินแว็กซ์ (C_{105}) [19]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Kiyoshi Matsuyama และคณะ [9] ศึกษาการประยุกต์ใช้เทคนิค RESS ในการผลิต PLA (L-Polylactic Acid) ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมโดยการฉีดพ่นผ่านหัวฉีดขนาดเล็กลงไปยังสารละลายของเหลว (Liquid Solution) หรือน้ำ โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์และแอลกอฮอล์เป็นสารทำละลายร่วม โดยผลจากการฉีดพ่นสารละลายผสมลงในน้ำสามารถผลิตอนุภาค PLA ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการฉีดพ่นสารละลายผสมในสภาวะบรรยากาศดังรูปที่ 2.14 ซึ่งพบว่าวิธีการฉีดพ่นไปยังน้ำสามารถผลิต PLA ที่มีลักษณะเป็นทรงกลม (รูปที่ 2.14ก) เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการฉีดพ่นไปยังสภาวะบรรยากาศหรืออากาศ (รูปที่ 2.14ข) ทั้งนี้เป็นผลมาจากการแพร่ของแอลกอฮอล์ซึ่งเป็นตัวทำละลายร่วมในน้ำ และแรงตึงผิวระหว่างอนุภาค PLA กับน้ำส่งผลให้ลดแรงรวมตัวกันหรือแรงเชื่อมระหว่างอนุภาคซึ่งเป็นสาเหตุของการรวมตัวกันของอนุภาคทำให้อนุภาคที่ได้มีลักษณะไม่เป็นทรงกลม ดังนั้นการพ่นสารละลายผสมไปยังน้ำจึงสามารถผลิต PLA ที่มีลักษณะทรงกลมได้



รูปที่ 2.14 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของ PLA ที่ผ่านการผลิตด้วยเทคนิค RESS ที่ความดัน 200 bar อุณหภูมิ 40 °C หัวฉีดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.2 mm (ก) การฉีดไปยังน้ำ (ข) การฉีดพ่นไปยังสภาวะบรรยากาศ [9]

Can Quan และคณะ [20] ศึกษาการประยุกต์ใช้เทคนิค RESS ร่วมกับคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตในการผลิตอนุภาคขนาดเล็กของแวกซ์ คือ อัลคิลคีทีนไดเมอร์ (Alkyl Ketene Dimer, AKD) เพื่อประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมเคลือบผิว พบว่าสามารถผลิตอนุภาค AKD ที่มีขนาดอนุภาค 1-2 μm โดยอนุภาคจะมีขนาดเล็กลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว ซึ่งอธิบายผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวที่ส่งผลต่อขนาดอนุภาค AKD ด้วยเทคนิค RESS จากอัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturation Ratio, S) โดยอัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวดจะมีความสัมพันธ์กับ

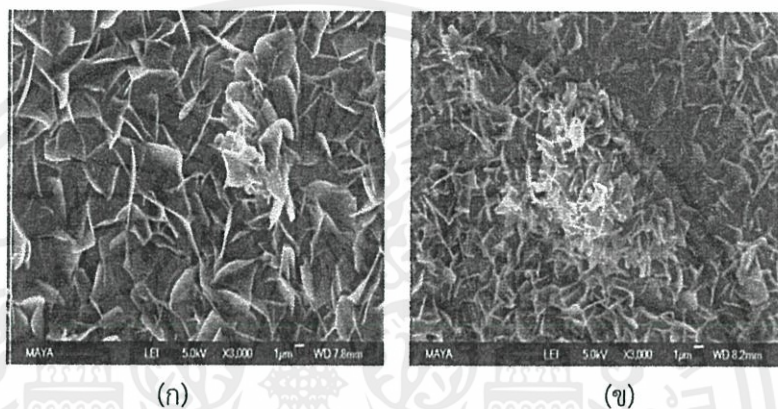
อัตราการเกิดนิวเคลียส (Nucleation Rate) และอัตราการเติบโต (Growth Rate) ซึ่งส่งผลต่อขนาดอนุภาคที่เกิดขึ้น อัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวดเป็นการเปรียบเทียบค่าการละลายหรืออัตราส่วนโมลของตัวถูกละลายในตัวทำละลายที่สภาวะความดันและอุณหภูมิก่อนการขยายตัวเทียบกับที่สภาวะหลังการขยายตัว ค่าอัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวดเปรียบเสมือนแรงขับ (Driving Force) ของการเกิดนิวเคลียสและอนุภาค อัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวดของสารละลายในอุดมคติ (Ideal Solution) แสดงได้ดังสมการที่ (1.1)

$$S = \frac{y_{pe}(T_{pe}, P_{pe})}{y^*(T, P)} \quad (2.1)$$

โดย S คือ อัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (-)
 $y_{pe}(T_{pe}, P_{pe})$ คือ อัตราส่วนโมลของตัวถูกละลายที่สภาวะก่อนการขยายตัว (-)
 $y^*(T, P)$ คือ อัตราส่วนโมลของตัวถูกละลายที่สภาวะหลังการขยายตัว (-)

Sameer V. Dalvi และคณะ [21] ศึกษาการประยุกต์ใช้เทคนิค RESS ในการเตรียมเฟอร์โรไฟเบรต (Ferrofibrate, FNB) โดยการฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่าง FNB และคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตไปยังตัวกลางสารละลายที่เป็นของเหลวผสมระหว่างน้ำและสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เช่น Tween80, Sodium Dodecyl Sulfate (SDS), Pluronic F-68, Hydroxypropyl Methyl Cellulose (HPMC) และ Sodium Alginate (SA) เป็นต้น ผลการศึกษาพบว่า สามารถลดขนาดอนุภาค FNB ได้เมื่อเปรียบเทียบกับกรณีการฉีดพ่นสารละลายผสมลงไปยังตัวกลางน้ำที่ไม่ผสมสารลดแรงตึงผิว โดยอธิบายว่าสารลดแรงตึงผิวมีสมบัติพิเศษ คือ สารลดแรงตึงผิวมีโครงสร้างที่เรียกว่า ไมเซลล์ (Micelle) ที่มีทั้งส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) และส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ด้วยโครงสร้างนี้ สารลดแรงตึงผิวจะเข้าไปล้อมรอบอนุภาค FNB โดยหันส่วนที่มีขั้วเข้าหาน้ำ ในขณะที่ส่วนไม่มีขั้วจะเข้าจับกับ FNB การล้อมรอบอนุภาคในลักษณะนี้จะช่วยลดการรวมตัวกันของนิวเคลียสของอนุภาคในช่วงการเติบโตของอนุภาคหรือในช่วงการขยายตัวของสารละลายผสม อนุภาคจึงมีความเสถียรตัวอย่างรวดเร็ว (Stabilizing) ทำให้ระดับการรวมตัวกันของอนุภาคลดลง อนุภาค FNB ที่เตรียมได้ จึงมีขนาดเล็กลง นอกจากนี้พบว่า การเพิ่มสัดส่วนความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่ผสมร่วมกับน้ำจะช่วยลดขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค FNB ที่เตรียมได้ เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวสามารถแพร่เข้าจับ FNB ได้เร็วขึ้น จึงช่วยให้อนุภาคเสถียรตัวได้เร็วขึ้น อนุภาค FNB จึงมีขนาดเล็กลง

Irene Rodriguez-Meizoso และคณะ [22] ศึกษาผลของการเติมสารที่มีฤทธิ์ทางชีวภาพจากธรรมชาติ (Bioactive Natural Compound, BNC) ในการเตรียมอนุภาคอัลคิลคีทีนไดเมอร์ (Alkyl Ketene Dimer, AKD) ด้วยเทคนิค RESS เพื่อประยุกต์ใช้ในกระบวนการเคลือบผิว โดยใช้สารละลายผสมระหว่างแวกซ์ AKD และ BNC ในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตด้วยเทคนิค RESS พบว่า การเติม BNC จะช่วยลดขนาดอนุภาค AKD ได้ ดังรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของพื้นผิวสารผสมระหว่าง BNC และ AKD ที่สัดส่วน (ก) 100 wt% AKD (ข) 5 wt% BNC/AKD [22]

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

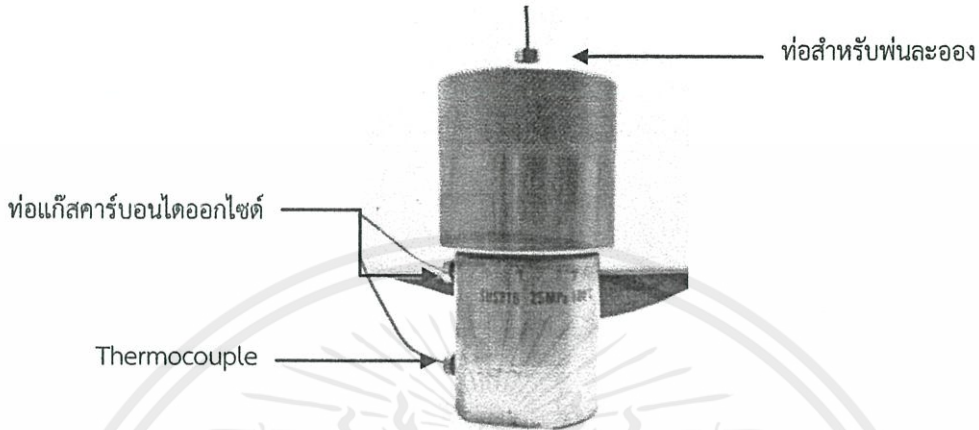
1. พาราฟินแอสแตกซ์ (Octacosane, น้ำหนักโมเลกุล $394.76 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, อุณหภูมิหลอมเหลว $59-65^\circ\text{C}$, Analytical Grade จาก Sigma Aldrich)
2. แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (99.95 % Minimum Purity Grade จากบริษัท United Gas)
3. น้ำกลั่น
4. ซอร์บิทอล
5. สารเอทิลีนไกลคอล (>99 % Purity, Analytical Grade จาก Sigma Aldrich)

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ป้อนอัดแรงดัน (รุ่น Syringe Pump Isco Model 260D)
2. เครื่องกำเนิดความร้อน (Heater)
3. เครื่องกวน (Stirrer)
4. แท่งแม่เหล็กสำหรับปั่นกวนสาร (Magnetic Bar)
5. อ่างน้ำมันซิลิโคนให้ความร้อน (Silicone Oil Bath)
6. เทอร์โมคัพเปิล (Thermocouple)
7. เครื่องชั่งที่มีความแม่นยำ $\pm 0.00001 \text{ g}$ (Mettler Toledo รุ่น XS 320011)
8. หัวฉีด (Nozzle) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.58 mm
9. ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2 Cylinder)
10. ภาชนะทนความดันสูง ปริมาตร 15 cm^3 (Taiatsu Techno)
11. ตู้ดูดไอสารเคมี (Hood)
12. ภาชนะเก็บอนุภาค
13. โถดูดความชื้น (Desiccator)

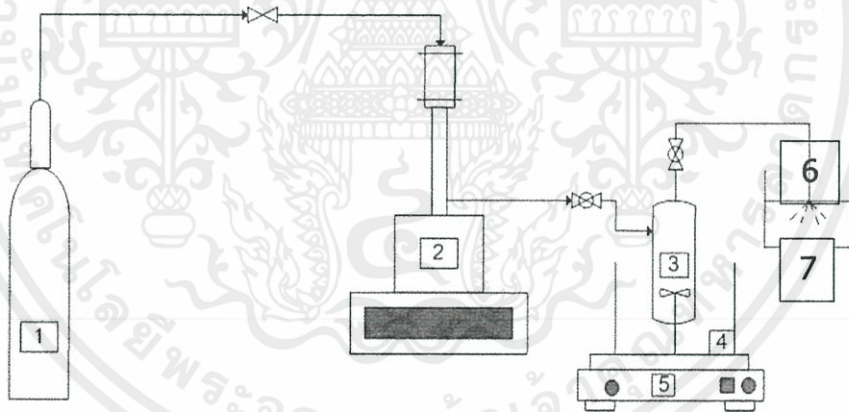
3.3 การศึกษากระบวนการลดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS

1. ชั่งพาราฟินแว็กซ์ปริมาณ 0.25 g ใส่ลงในภาชนะทนความดันสูง และต่อท่อดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ภาชนะทนความดันสูง ปริมาตร 15 cm³ (Taiatsu Techno)

2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.2

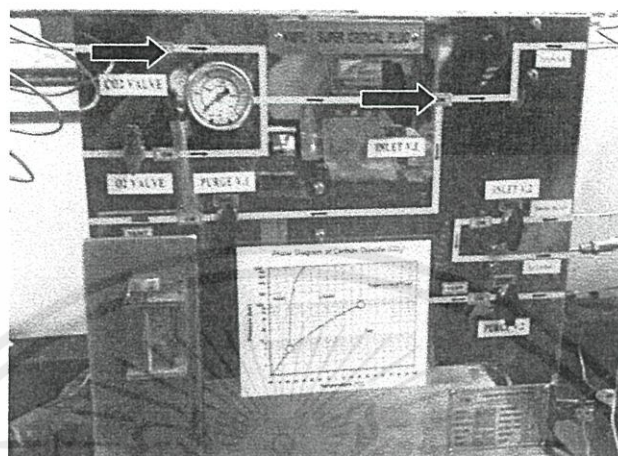


1. ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ 2. ป้อนอัดแรงดัน 3. ภาชนะทนความดันสูง 4. อ่างน้ำมันซิลิโคน
5. เครื่องกำเนิดความร้อน 6. หัวฉีดลดความดัน 7. ภาชนะที่ใช้ในการดักเก็บอนุภาค

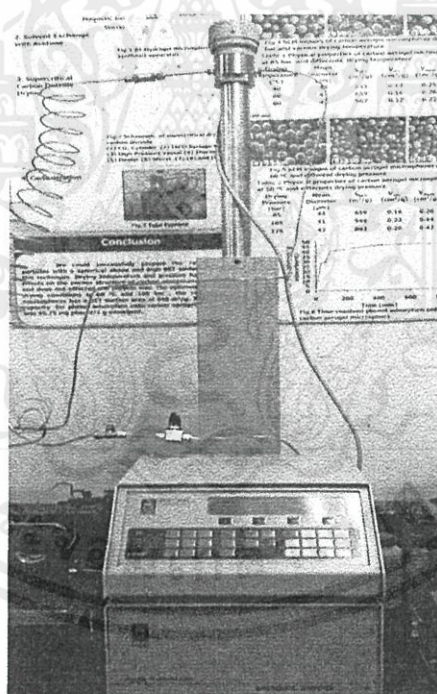
รูปที่ 3.2 แผนภาพจำลองกระบวนการผลิตอนุภาคแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. อัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ผ่านแผงควบคุมโดยการเปิดวาล์วดังรูปที่ 3.3 ผ่านไปยังปั๊มอัดแรงดันสูง (Syringe Pump Isco Model 260D) ดังรูปที่ 3.4 เพื่อให้ได้ความดันก่อนการขยายตัว 120, 140 และ 160 bar ตามลำดับ



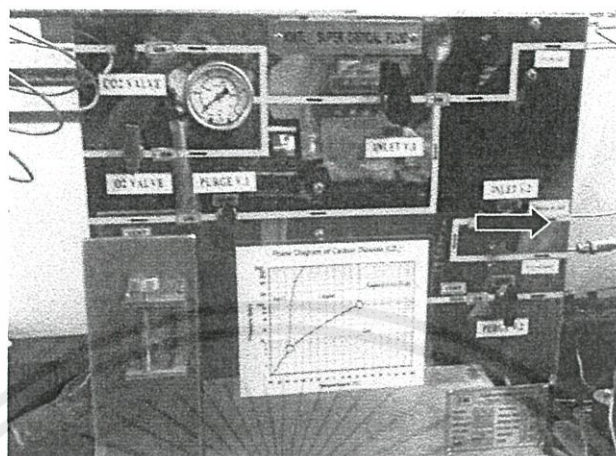
รูปที่ 3.3 การเปิดวาล์วที่แผงควบคุมความดันเพื่ออัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ไปยังปั๊มอัดแรงดันสูง



รูปที่ 3.4 ปั๊มอัดแรงดันสูง (Syringe Pump Isco Model 260D)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

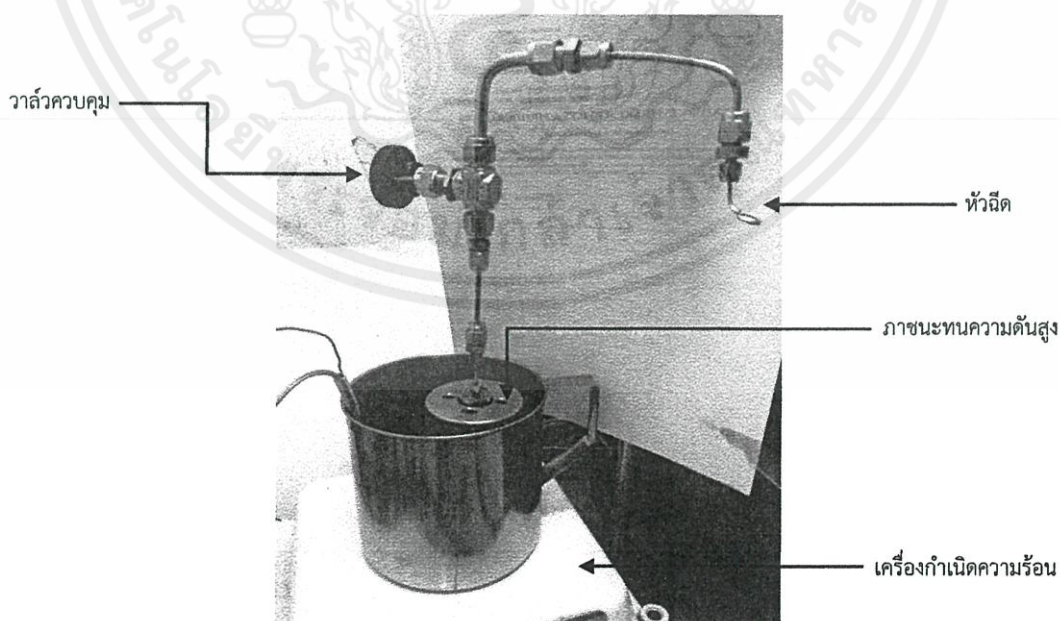
4. หลังจากได้ความดันที่ต้องการ ทำการปิดวาล์วที่เปิดในข้อ 3 และเปิดวาล์วดังรูปที่ 3.5 เพื่ออัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูง



รูปที่ 3.5 การเปิดวาล์วที่แผงควบคุมความดันเพื่ออัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ไปยังภาชนะทนความดันสูง

5. ใส่อากาศออกจากระบบโดยการอัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูง และทำการฉีดพ่นผ่านหัวฉีด 3 ครั้ง

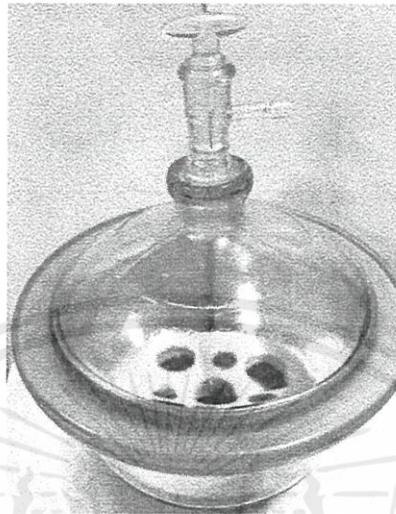
6. ให้ความร้อนที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 70, 80 และ 90°C ตามลำดับ เป็นเวลา 2 h จากนั้นฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่างพาราฟินแร็พซ์กับคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตลงไปยังน้ำ (30°C, 200 ml) โดยอุปกรณ์สำหรับกระบวนการพ่นแสดงดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 ชุดอุปกรณ์สำหรับกระบวนการ RESS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

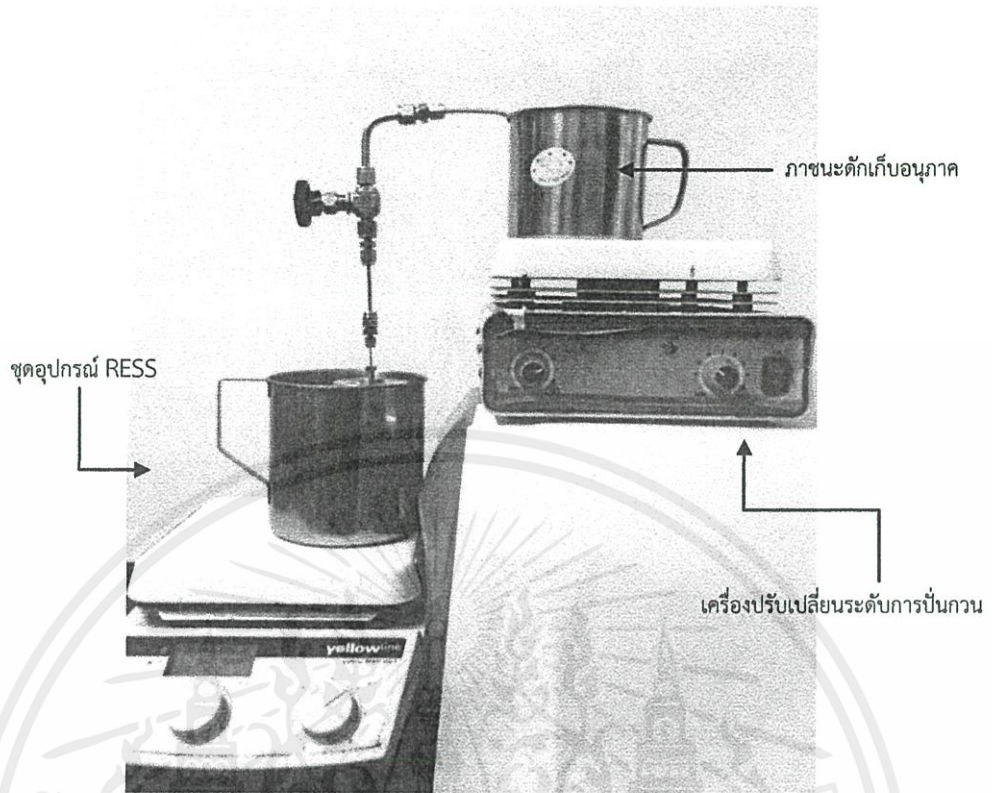
7. แยกอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่ได้ออกจากน้ำด้วยการอบซิลิกาเจลที่สภาวะสุญญากาศใน โถดูดความชื้นดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 โถดูดความชื้นชนิดแก้ว

8. ศึกษาลักษณะสัมมนาวิทยาและขนาดของอนุภาคแว็กซ์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค SEM และ โปรแกรม Image-J (ภาคผนวก ข และ ภาคผนวก ค)

จากนั้นศึกษาผลการเติมสารก่อผลึกต่อพาราฟินแว็กซ์ (ในระบบ 3 องค์ประกอบในภาชนะ ทนความดันสูง) โดยเติมซอร์บิทอล 0.3 wt% และศึกษาผลของสารละลายผสมตัวกลางดักเก็บ อนุภาค (เอทิลีนไกลคอลและน้ำ 5, 10 และ 15 v/v% ปริมาตรรวม 200 ml + การปั่นกวน 150 rpm + การตัดท่อน้ำฉีดเป็นเกลียวตามทิศทางการปั่นกวนดังรูปที่ 3.8 อุณหภูมิสารละลาย 30°C โดย หมุนวาล์ว 1/4 รอบเพื่อฉีดพ่นสารละลาย) ที่ส่งผลต่อขนาดและลักษณะสัมมนาวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ในกระบวนการลดขนาด



รูปที่ 3.8 ชุดอุปกรณ์สำหรับการดักเก็บอนุภาค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

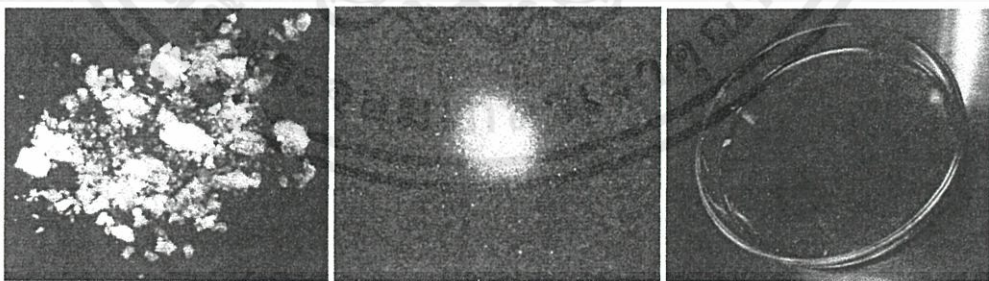
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

ปริญญานิพนธ์นี้ศึกษากระบวนการเตรียมอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะทรงกลมในระดับไมโครเมตรหรือนาโนเมตรด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตโดยเทคนิค RESS ผ่านการฉีดพ่นไปยังน้ำและสารละลายผสมของเหลว จากนั้นวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค SEM ผลการศึกษาสามารถอธิบายได้ออกเป็น 5 ส่วน ดังนี้

4.1 การศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ก่อนกระบวนการลดขนาดกับพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ

การศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ก่อนกระบวนการลดขนาดกับพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศ [23] ที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 85°C ความดันก่อนการขยายตัว 120 bar และการลดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ (30°C) ที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 80°C ความดันก่อนการขยายตัว 120 bar ผลการทดลองแสดงได้ดังรูปที่ 4.1 พบว่าลักษณะพาราฟินแว็กซ์ก่อนกระบวนการลดขนาดมีลักษณะเป็นแผ่นผลึกหลายเหลี่ยมสีขาว มีขนาดประมาณ 0.1-1.0 cm ในขณะที่พาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดมีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว



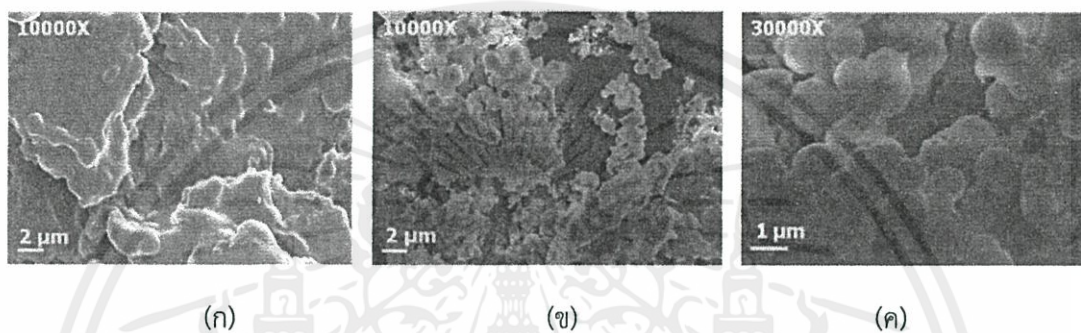
(ก)

(ข)

(ค)

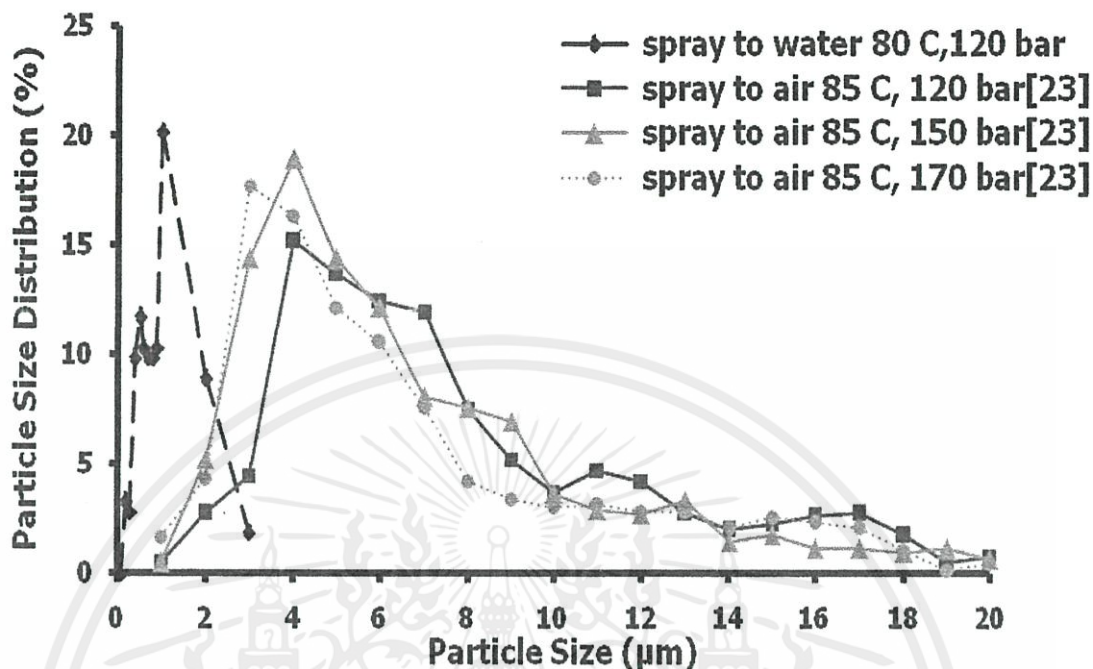
รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายพาราฟินแว็กซ์ (ก) ก่อนการลดขนาด (ข) หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศ [23] (ค) หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

จากนั้นวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์อย่างละเอียดด้วยเทคนิค SEM เพื่อเปรียบเทียบลักษณะสัณฐานวิทยาหลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ระหว่างการฉีดพ่นผ่านอากาศและน้ำ พบว่าการฉีดพ่นไปยังอากาศพาราฟินแว็กซ์มีลักษณะเป็นแผ่นผลึกหลายเหลี่ยมดังรูปที่ 9 (ก) ส่วนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากการฉีดพ่นไปยังน้ำจะสามารถสังเกตเห็นผลึกของพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมขนาดเล็กกระจายปะปนกับพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นแผ่นผลึกหลายเหลี่ยมดังรูปที่ 4.2 (ข) และ 4.2 (ค) ตามลำดับ



รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของพาราฟินแว็กซ์หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ที่ได้จาก SEM (ก) ฉีดพ่นไปยังอากาศ [23] ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า (ข) ฉีดพ่นไปยังน้ำที่กำลังขยาย 10,000 เท่า (ค) ฉีดพ่นไปยังน้ำที่กำลังขยาย 30,000 เท่า

จากนั้นวัดขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ที่ได้ พบว่าอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ที่เตรียมได้จากการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ผ่านการฉีดพ่นไปยังอากาศมีขนาดประมาณ 3,000-5,000 nm ในขณะที่การฉีดพ่นไปยังน้ำให้พาราฟินแว็กซ์ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 700-1,000 nm ดังรูปที่ 4.3 และพบว่า การฉีดพ่นไปยังน้ำมีการกระจายตัวของขนาดลดลง

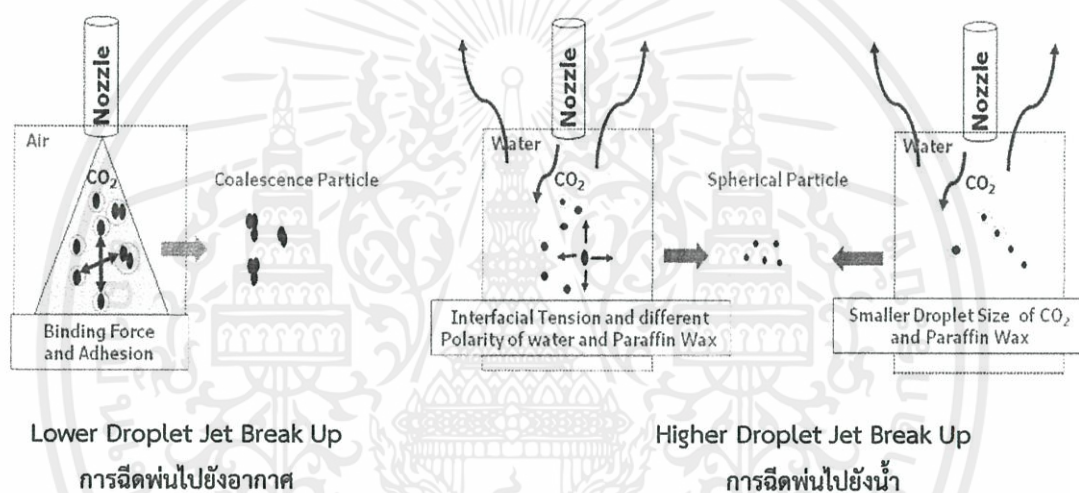


รูปที่ 4.3 ขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ

4.1.1 อภิปรายผลของการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ผ่านการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์

ผลของการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ผ่านการฉีดพ่นผ่านอากาศและน้ำต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์สามารถอธิบายได้ 2 ส่วนดังนี้ ส่วนที่ 1 ผลของความสามารถในการแพร่กระจายของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตในตัวกลางที่เป็นอากาศและน้ำ การฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่างพาราฟินแว็กซ์กับคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตไปยังอากาศที่มีความหนาแน่นต่ำ คาร์บอนไดออกไซด์สามารถละลายและแพร่กระจายตัวอย่างอิสระในอากาศ ทั้งนี้เนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์เป็นตัวทำละลายของพาราฟินแว็กซ์ ส่งผลให้อนุภาคมีโอกาสในการเกิดแรงเชื่อม (Binding Force) หรือแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล (Adhesion Force) อนุภาคเกิดการรวมตัวกัน (Agglomeration) ภายในตัวทำละลายคาร์บอนไดออกไซด์ จึงส่งผลให้อนุภาคที่ได้มีลักษณะไม่เป็นทรงกลมและมีขนาดอนุภาคใหญ่ ในขณะที่การฉีดพ่นผ่านไปยังน้ำคาร์บอนไดออกไซด์จะแพร่และละลายในตัวกลางที่เป็นน้ำได้น้อย น้ำจึงเปรียบเสมือนตัวต้านการละลายของระบบ (Anti-Solvent) พร้อมทั้งสภาพขั้วที่แตกต่างกันของพาราฟินแว็กซ์และน้ำส่งผลให้อนุภาคมีโอกาสในการรวมตัวกันลดลง อนุภาคที่ฉีดไปยังน้ำจึงมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กกว่าการฉีดพ่นผ่านอากาศ ส่วนที่ 2 เป็นผลของความ

หนาแน่นของตัวกลางการฉีดพ่น การฉีดพ่นไปยังน้ำซึ่งเป็นตัวกลางที่มีความหนาแน่นมากกว่าอากาศจะเกิดแรงเฉื่อย (Inertia Force) ด้านการไหลของของไหล ละอองหรือหยด (Droplet Size) ของสารผสมระหว่างพาราฟินแว็กซ์ที่ฉีดพ่นออกมาเกิด Droplet Jet Break Up [9] ได้ดีกว่า ละอองสารผสมระหว่างพาราฟินแว็กซ์และคาร์บอนไดออกไซด์จึงมีขนาดเล็กส่งผลให้อนุภาคเกิดการรวมตัวกันน้อย อนุภาคที่ได้จึงลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับการฉีดพ่นผ่านอากาศดังแสดงในรูปที่ 4.4 นอกจากนี้พบว่าค่าแรงตึงผิวและสภาพขั้วที่แตกต่างกันระหว่างอนุภาคพาราฟินแว็กซ์กับน้ำ อนุภาคพาราฟินแว็กซ์จะมีโอกาสในการแพร่กระจายและรวมตัวลดลง อนุภาคพาราฟินแว็กซ์จึงมีขนาดเล็ก และมีลักษณะเป็นทรงกลม



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างตัวกลางของการฉีดพ่นและ Droplet Jet Break Up

4.1.2 อภิปรายผลของการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ผ่านการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาศาสตร์และขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์โดยตัวเลขเวเบอร์

การลดขนาดด้วยเทคนิค RESS การฉีดพ่นของของไหลผ่านท่อขนาดเล็ก ขนาดของละอองหรือหยดของสารผสมระหว่างพาราฟินแว็กซ์ที่ฉีดพ่นออกมาส่งผลต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาศาสตร์และขนาดของอนุภาคที่ได้ ทั้งนี้เนื่องจากขนาดหยดละอองที่ฉีดพ่นออกมาเป็นขอบเขตในการเกิดหรือการรวมตัวกันของอนุภาค โดยเมื่อขนาดหยดของละอองมีขนาดเล็กส่งผลให้ขนาดอนุภาคที่พ่นออกมามีขนาดเล็กเนื่องจากโอกาสในการเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคมีน้อย

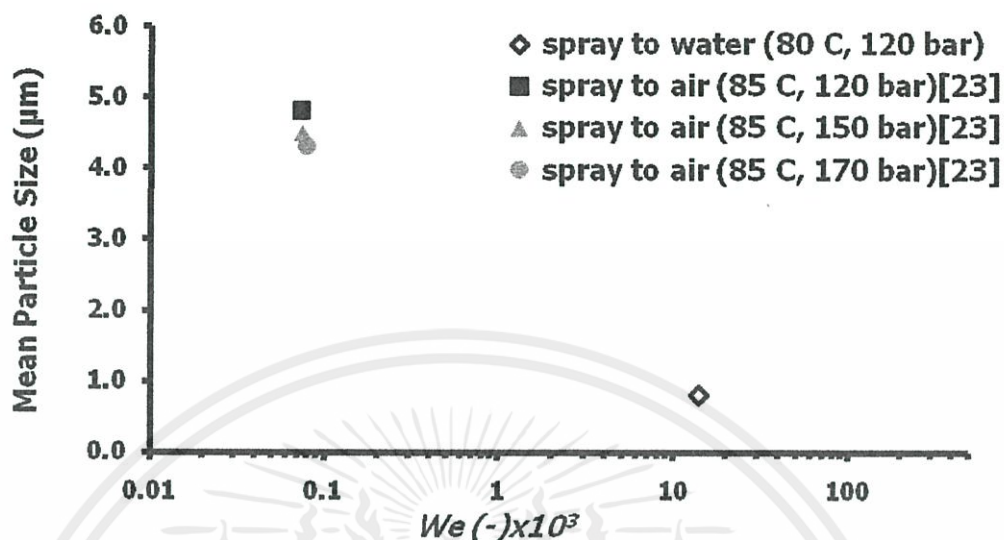
ตัวเลขเวเบอร์ (Weber Number, We) [9, 24] เป็นตัวเลขที่อธิบายระดับของการเกิด Droplet Jet Break Up ของของไหลที่ฉีดผ่านท่อขนาดเล็ก และสามารถอธิบายขนาดของหยดละอองที่พ่นออกมา เมื่อ We มีค่ามากระดับของการเกิด Droplet Jet Break Up จะมีค่าสูง ขนาดของละอองสารผสมจะมีขนาดเล็ก ซึ่งส่งผลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของอนุภาคที่ได้

We เป็นค่าไร้หน่วยที่เป็นสัดส่วนระหว่าง Fluid Inertia/Surface Tension ดังสมการที่ (4.1) ปัจจัยที่ส่งผลต่อ We คือ ความหนาแน่นของตัวกลางของการฉีดพ่น ความเร็วของของไหล ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางท่อฉีด และแรงตึงผิวระหว่างวัฏภาคของตัวถูกละลายหรืออนุภาคพาราฟินแว็กซ์กับน้ำหรืออากาศที่เป็นบริเวณที่เกิดการแยกวัฏภาค

$$We = \frac{\rho v^2 d}{\sigma} \quad (4.1)$$

โดย ρ คือ ความหนาแน่นของตัวกลางในการฉีดพ่น (kg/m^3)
 v คือ ความเร็วของของไหล (m/s)
 d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางเริ่มต้นของละออง (m)
 σ คือ แรงตึงผิวระหว่างอนุภาคและตัวกลางหรือละอองและตัวกลาง (N/m)

ผลการประมาณค่า We พบว่า We ของการฉีดพ่นไปยังน้ำมีค่าเท่ากับ 14,107 ซึ่งมีค่ามากกว่าการฉีดพ่นไปยังอากาศที่มีค่า 73, 75 และ 80 ตามลำดับ เมื่อเพิ่มความดันก่อนการขยายตัวจาก 120, 150 และ 170 bar ตามลำดับ จากนั้นเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า We กับขนาดอนุภาคเฉลี่ยของพาราฟินแว็กซ์ดังรูปที่ 4.5 พบว่าเมื่อค่า We มีค่าเพิ่มสูงขึ้นขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์จะมีขนาดลดลง โดยการพ่นผ่านน้ำมีค่า We มากกว่าการพ่นผ่านอากาศประมาณ 200 เท่า ขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์เล็กกว่าประมาณ 5 เท่า ดังที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น ส่วนการฉีดพ่นผ่านอากาศพบว่าเมื่อความดันก่อนการขยายตัวเพิ่มสูงขึ้น We มีค่าเพิ่มสูงขึ้นเพียงเล็กน้อย ขนาดอนุภาคลดลงเพียงเล็กน้อยเนื่องจากการเพิ่มความดันก่อนการขยายตัวความเร็วของของไหลผสมเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ระดับการเกิด Droplet Jet Break Up เพิ่มสูงขึ้น

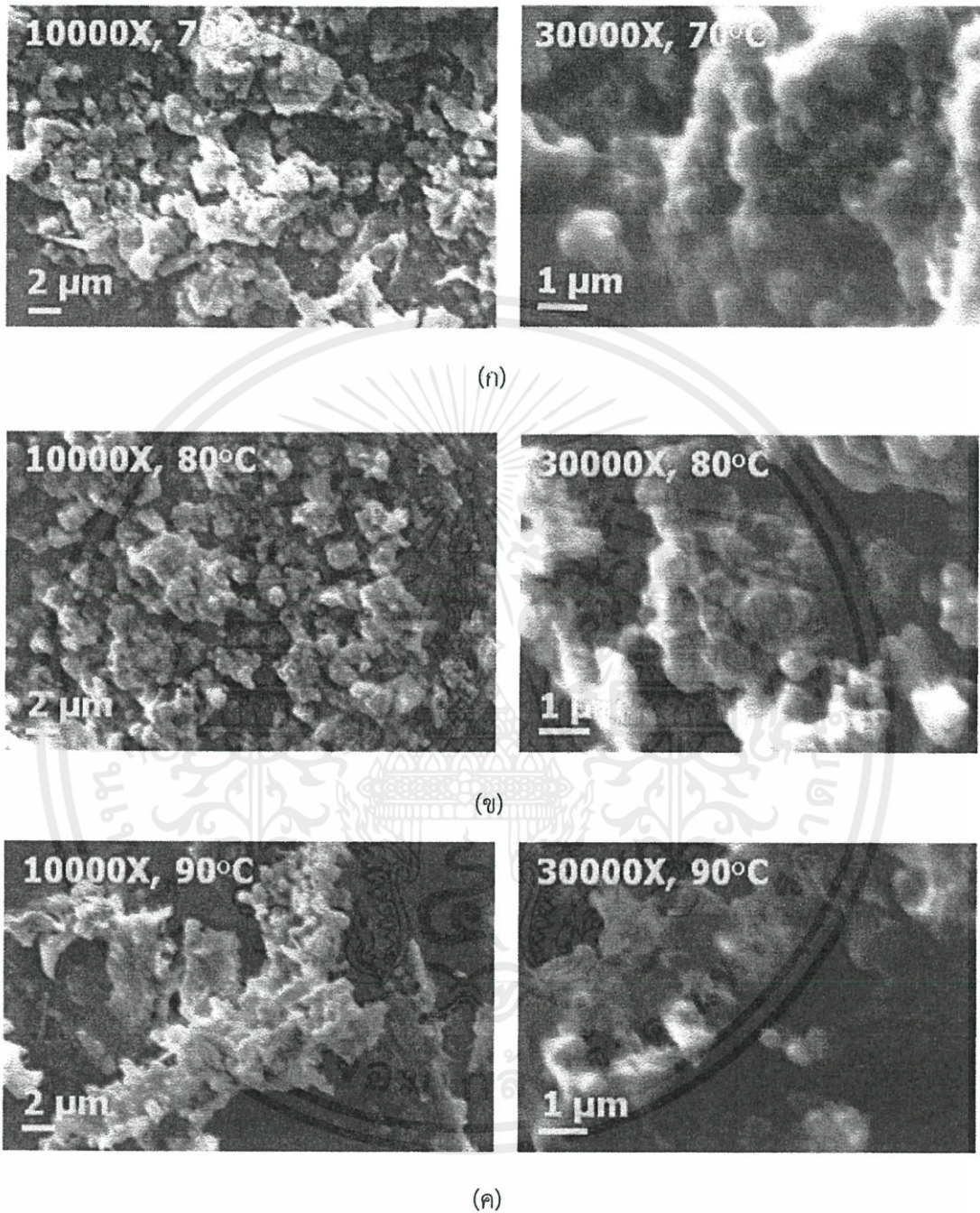


รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างตัวเลขเวเบอร์กับขนาดอนุภาคเฉลี่ยของพาราฟินแว็กซ์

4.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

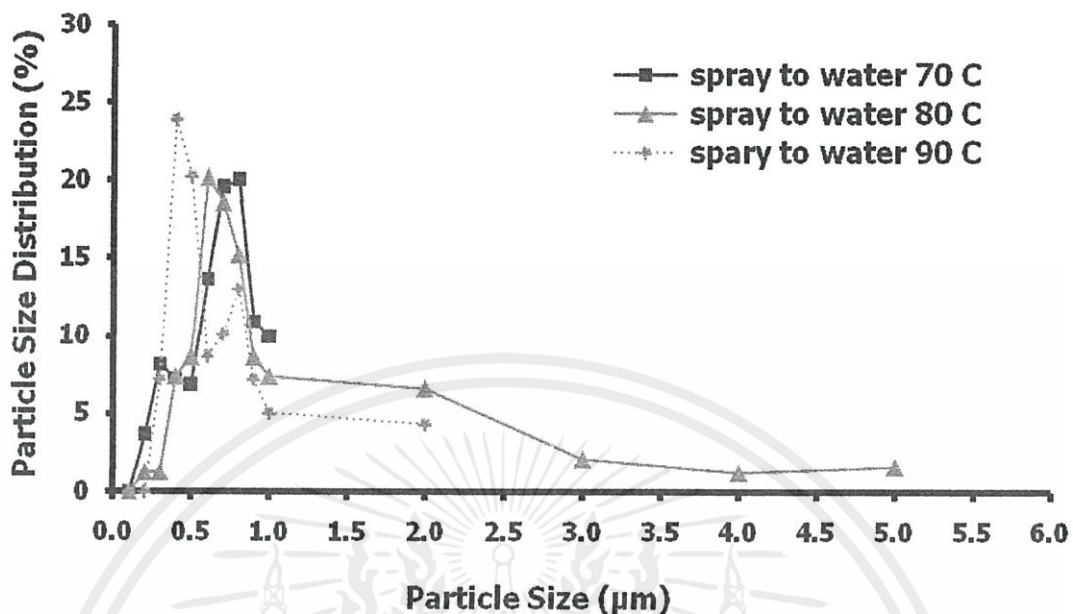
4.2.1 ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัว

ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัวของระบบต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ (30°C) ความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 160 bar อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 70, 80 และ 90°C ตามลำดับ พบว่า พาราฟินแว็กซ์ที่ได้มีลักษณะเกาะกันเป็นทรงกลม เมื่ออุณหภูมิก่อนการขยายตัวเพิ่มสูงขึ้น ขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์จะมีขนาดเล็กลงจาก 800 เป็น 400 nm และมีการกระจายตัวของขนาดลดลงตามลำดับ ดังรูปที่ 4.6 และ 4.7 ตามลำดับ



รูปที่ 4.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังจากผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่ความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 160 bar อุณหภูมิก่อนการขยายตัว (ก) 70 (ข) 80 และ (ค) 90°C

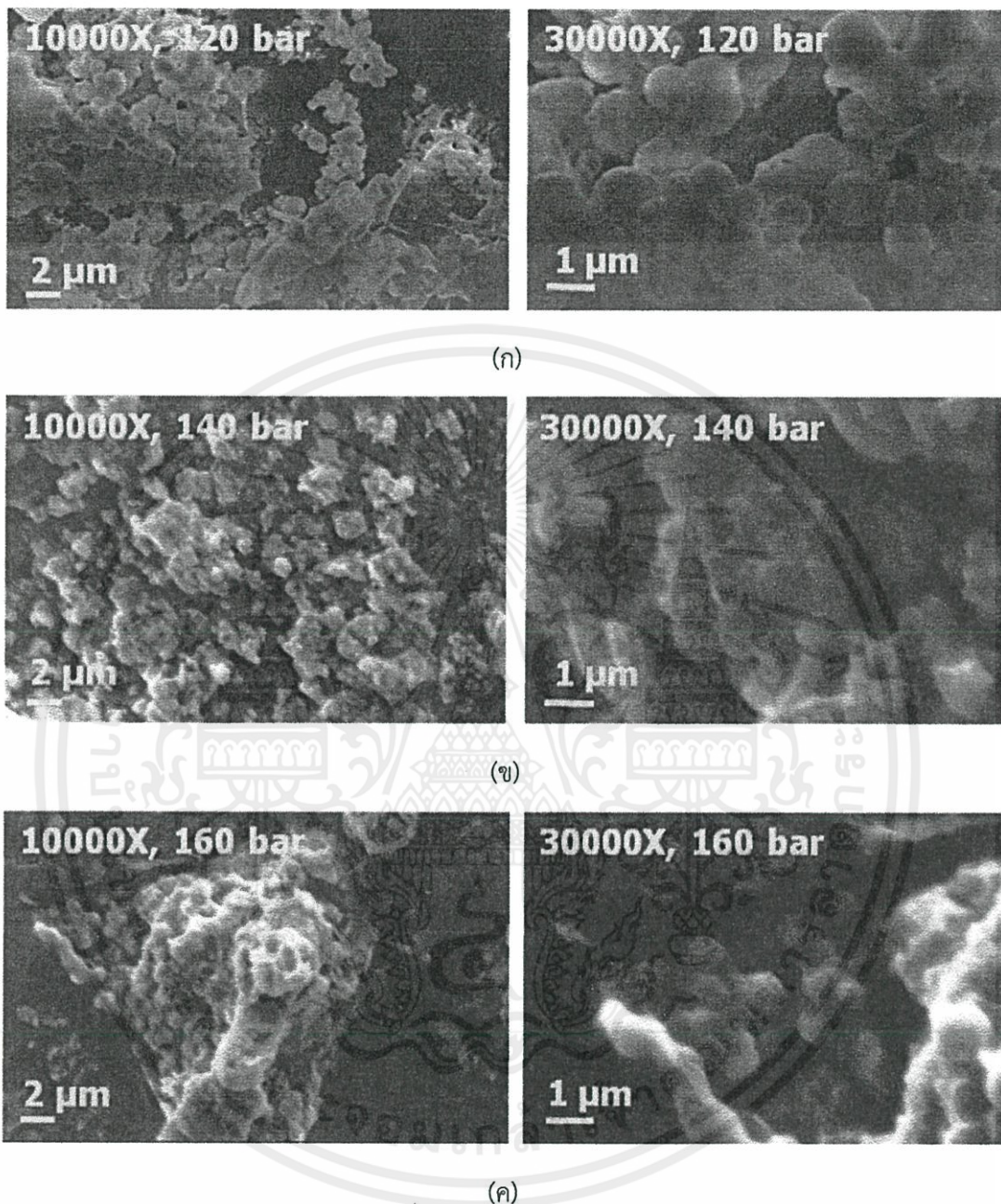
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar

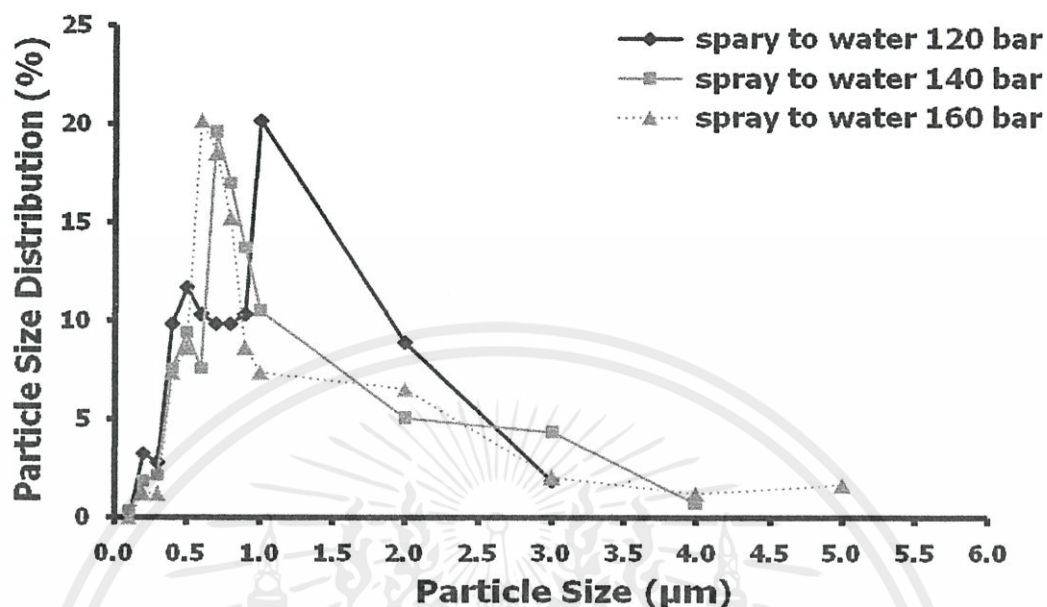
4.2.2 ผลของความดันก่อนการขยายตัว

ผลของความดันก่อนการขยายตัวของระบบต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ (30°C) อุณหภูมิก่อนการขยายตัวคงที่ 80°C ความดันก่อนการขยายตัว 120, 140 และ 160 bar ตามลำดับ แสดงได้ดังรูปที่ 4.8 พบว่า พาราฟินแว็กซ์ที่ได้มีลักษณะเกาะกันเป็นทรงกลมเมื่ออุณหภูมิก่อนการขยายตัวเพิ่มสูงขึ้นขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์จะมีขนาดเล็กลงจาก 1,000 เป็น 600 nm และมีการกระจายตัวของขนาดลดลงตามลำดับ ดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.8 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังจากเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัวคงที่ 80°C ความดันก่อนการขยายตัว (ก) 120 (ข) 140 และ (ค) 160 bar

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9 ผลของความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ ที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 80°C

4.2.3 อภิปรายผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

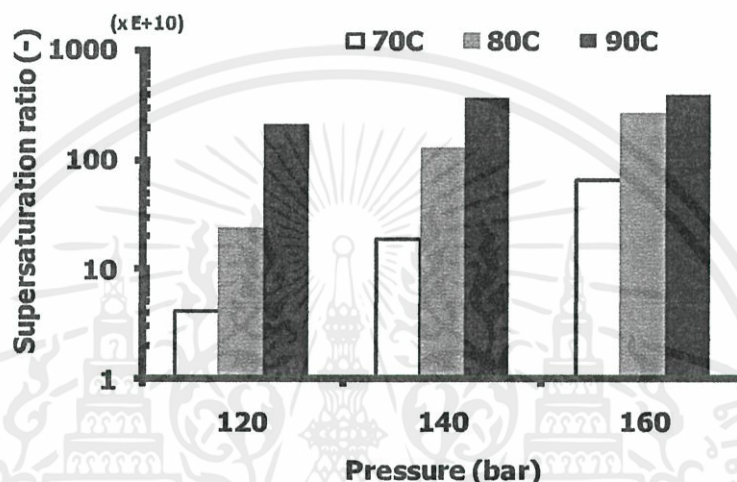
ผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของพาราฟินแว็กซ์หลังจากผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ สามารถอธิบายได้จากค่าตัวแปรอัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturation Ratio, S) [20, 23] ค่าอัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวดเปรียบเสมือนแรงขับเคลื่อน (Driving Force) ของการเกิดนิวเคลียสในการเกิดอนุภาค อัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวดของสารละลายในอุดมคติอธิบายได้จากสมการที่ (4.2) ดังนี้

$$S = \frac{y_{pe}(T_{pe}, P_{pe})}{y^*(T, P)} \quad (4.2)$$

โดย

- S คือ อัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวด
 $y_{pe}(T_{pe}, P_{pe})$ คือ สัดส่วนโมลของตัวถูกละลายที่สภาวะก่อนการขยายตัว
 $y^*(T, P)$ คือ สัดส่วนโมลของตัวถูกละลายที่สภาวะหลังการขยายตัว

จากสมการที่ (4.2) พบว่าเมื่อเพิ่มความดันและอุณหภูมิก่อนการขยายตัว (120-160 bar และ 70-90°C) ของระบบกระตุ้นให้พาราฟินแว็กซ์สามารถละลายในตัวทำละลายคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตได้มากขึ้นจึงส่งผลให้อัตราส่วนการละลายอิมตัวยิ่งยวดมีค่าสูงขึ้น ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวกับอัตราส่วนการละลายอิมตัวยิ่งยวดแสดงได้ดังรูปที่ 4.10 โดยในการศึกษานี้ประมาณค่าการละลายโดยใช้สมการสถานะของ Peng-Robinson [25, 26]



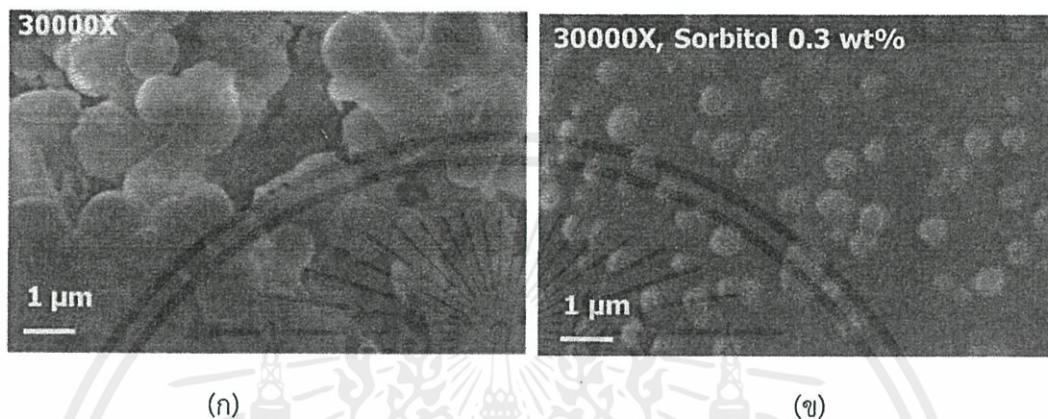
รูปที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความดันและอุณหภูมิก่อนการขยายตัวกับอัตราส่วนการละลายอิมตัวยิ่งยวด

จากรูปที่ 4.10 สรุปได้ว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว ส่งผลให้พาราฟินแว็กซ์มีความสามารถในการละลายในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตมากขึ้น [26] ค่าอัตราส่วนการละลายอิมตัวยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้น ระบบมีแรงขับในการเกิดอนุภาคหรืออัตราในการเกิดนิวเคลียสเร็วขึ้นทำให้อนุภาคพาราฟินแว็กซ์มีขนาดเล็กลง [20]

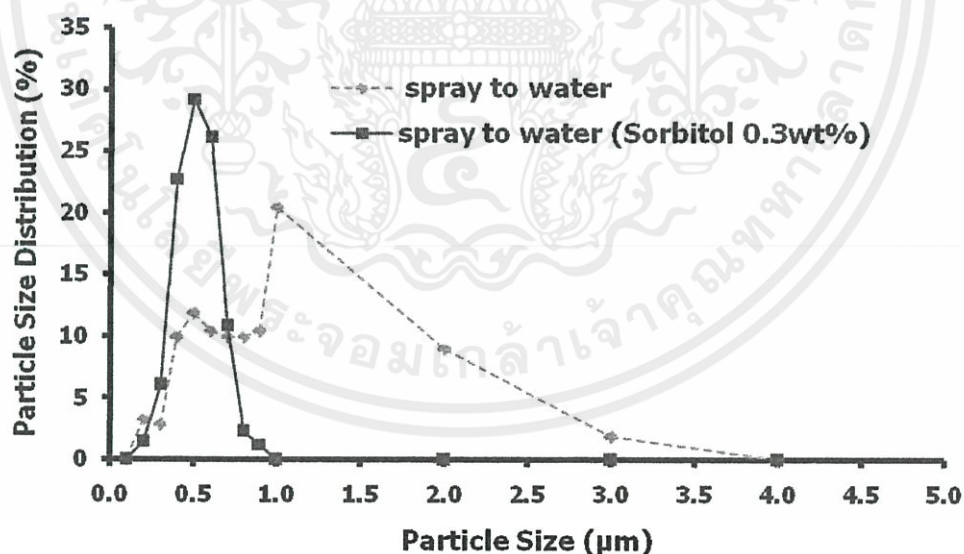
4.3 การศึกษาผลของการเติมสารก่อผลึกต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

ผลของการเติมสารก่อผลึก (Nucleating Agent) ต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ฉีดพ่นไปยังน้ำ (30°C) อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 80°C และ 120 bar ตามลำดับ โดยใช้ซอร์บิทอล (Sorbitol) เป็นสารก่อผลึกปริมาณ 0.3 wt% ผลการศึกษาแสดงได้ดังรูปที่ 4.11 และ 4.12 พบว่าพาราฟินแว็กซ์ที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมและขนาด

เล็กลดลงจากประมาณ 700-1,000 nm เป็น 400-600 nm ตามลำดับ มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคลดลงและไม่เกาะติดกันเป็นกลุ่มก้อนเมื่อเปรียบเทียบกับกรณีไม่เติมสารก่อผลึก โดยการเติมสารก่อผลึกจะไปกระตุ้นให้อัตราการเกิดนิวเคลียสเร็วขึ้น และอนุภาคเสถียรตัวจากการแยกวิวัฒนาการจากคาร์บอนไดออกไซด์เร็วขึ้น อนุภาคพาราฟินแว็กซ์จึงมีขนาดเล็กลงและไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน



รูปที่ 4.11 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 80°C และ 120 bar ตามลำดับ (ก) ไม่เติมสารก่อผลึก (ข) เติมซอร์บิทอลเป็นสารก่อผลึก 0.3 wt%



รูปที่ 4.12 ผลของสารก่อผลึกต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 80°C และ 120 bar ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

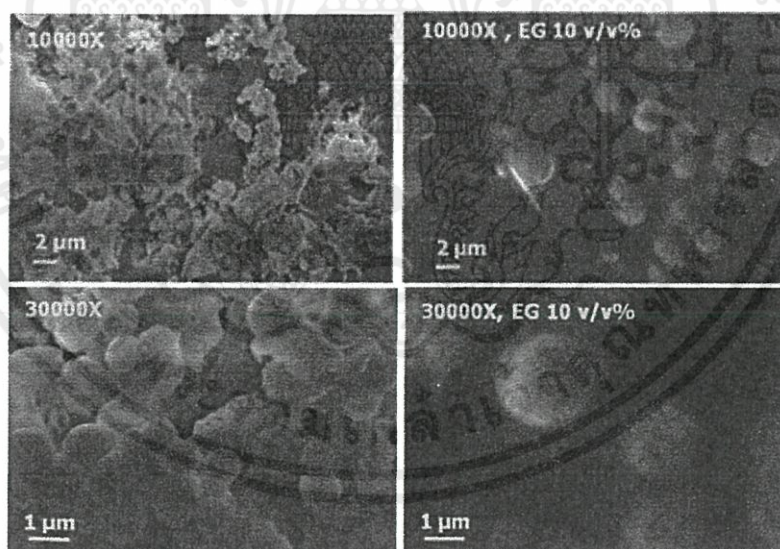
4.4 การศึกษาผลของกระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและเอทิลีนไกลคอลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์

การเตรียมพาราฟินแว็กซ์จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS สามารถเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมได้ แต่อนุภาคดังกล่าวมีลักษณะติดกันเป็นกลุ่มก้อนซึ่งมีผลต่อการนำไปใช้ประโยชน์ต่อยอดในงานวิจัยและทางอุตสาหกรรม จากงานวิจัยของ Markus Weber และคณะ [27] อธิบายการเกิดการเติบโตของ Phenanthrene บริเวณที่ขยายตัวอย่างอิสระ (Free Jet Expansion) ของคาร์บอนไดออกไซด์ โดยอธิบายว่าสารละลายผสมระหว่างคาร์บอนไดออกไซด์และ Phenanthrene ในบริเวณที่ขยายตัวอย่างอิสระเกิดแรงอัดเพิ่มขึ้น (Recompression) เนื่องจากการอัดตัวของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตกับอากาศหรือตัวกลาง และการอัดตัวกันของคาร์บอนไดออกไซด์เองทำให้เกิดการเพิ่มความดันชั่วขณะหรือบริเวณที่เรียกว่า Shock Cell Region บริเวณดังกล่าวจึงมีแรงขับของการเกิดอนุภาคชั่วขณะทำให้เกิดการเติบโตของอนุภาคอีกครั้ง จากงานวิจัยของ Sameer V. Dalvi และคณะ [21] ได้สนับสนุนสมมติฐานการเติบโตของอนุภาคบริเวณที่ขยายตัวอย่างอิสระ โดยอธิบายว่าการเติบโตบริเวณดังกล่าวจะเกิดการควบรวมเนื้อสารของนิวเคลียสที่เกิดอนุภาค (Condensation) การรวมตัวของอนุภาคที่กำลังควบรวมเนื้อสาร (Coagulation) และการรวมตัวกันของอนุภาคที่กำลังเสถียร (Stable) ซึ่งผลของการเติบโตของอนุภาคในบริเวณการขยายตัวอย่างอิสระนั้นจะส่งผลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของอนุภาคที่เตรียมจากเทคนิค RESS

จากปรากฏการณ์ที่กล่าวมา ปริมาณนิพนธ์นี้จึงได้ทำการศึกษากการประยุกต์กระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ฉีดพ่นไปยังสารละลายผสม หรือเทคนิคที่เรียกว่า Rapid Expansion of Supercritical to Aqueous Solution (RESAS) [27] โดยสารละลายผสมดังกล่าวนิยมใช้สารละลายผสมระหว่างสารลดแรงตึงผิวและน้ำ โดยสารลดแรงตึงผิวจะมีสมบัติพิเศษ คือ มีลักษณะการเข้าล้อมรอบอนุภาคหรือสารในลักษณะที่เรียกว่า Micelle [12] โดยล้อมรอบอนุภาคหรือสารที่ไม่มีขั้วด้วยส่วนของสารลดแรงตึงผิวที่ไม่มีขั้วและหันส่วนที่มีขั้วไปยังน้ำ โดยเกิดลักษณะเป็น Suspension เมื่อล้อมรอบสารที่เป็นของแข็ง และเป็น Emulsifier เมื่อล้อมรอบของเหลว ด้วยสมบัติพิเศษของสารลดแรงตึงผิวนี้ จึงมีความสามารถในการทำหน้าที่เป็นสารรักษาเสถียรภาพ (Stabilizer) ของการเกิดอนุภาคโดยจะเข้าไปล้อมรอบอนุภาคในขั้นตอนของการเติบโตอนุภาคทำให้การควบรวมเนื้อสาร (Condensation และ Coagulation) [21] และการรวมตัวกันของอนุภาค (Agglomeration) ซึ่งส่งผลต่อขนาดและลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคที่เตรียมได้ จากงานวิจัยของ Sameer V. Dalvi และคณะ [21] ประยุกต์ใช้เทคนิค RESS ในการเตรียมอนุภาค Fenofibrate (FNB) ฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและ

Tween80 พบว่าการเพิ่มความเข้มข้นของ Tween80 จะสามารถลดขนาดอนุภาค FNB จาก 6 เหลือ 2 μm ซึ่งสอดคล้องกับการลดขนาด Salicylic Acid ของ Michael Türk และคณะ [28] โดยใช้เทคนิค RESAS ฉีดพ่นไปยังสารละลายผสม Tween80 และน้ำ โดยเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ Tween80 อนุภาคของ Salicylic Acid มีขนาดเล็กลง

ปริญญานิพนธ์นี้จึงได้ศึกษากระบวนการลดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESAS ที่ความดันก่อนการขยายตัว 120 bar อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 80°C ฉีดพ่นพาราฟินแว็กซ์ไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG (30°C) สัดส่วนความเข้มข้น EG ต่อน้ำ 10 v/v% ปั่นกวน 150 rpm และใช้หัวฉีดแบบเกลียวเพื่อกระตุ้นผลการปั่นกวน โดยในการทดลองนี้เปิดวาล์วเพื่อฉีดพ่นสาร 1/4 รอบเพื่อลดระดับการกระเด็นของสารละลายผสมขณะฉีดพ่น ผลการศึกษาแสดงได้ดังรูปที่ 4.13 (ข) พบว่าสามารถเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมและไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน ลักษณะดังกล่าวเป็นผลจากสารลดแรงตึงผิวหรือ EG ทำหน้าที่เป็นสารรักษาเสถียรภาพของการเกิดอนุภาคดังที่ได้กล่าวมาแล้ว [28] และแรงตึงผิวของน้ำลดลงเมื่อผสม EG รวมทั้งแรงเฉือนของการปั่นกวนสารละลายผสมดังกล่าวทำให้ลดการรวมตัวกันหรือติดกันเป็นกลุ่มของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์เมื่อเปรียบเทียบกับกรณีฉีดพ่นไปยังน้ำ (รูปที่ 4.13 ก)



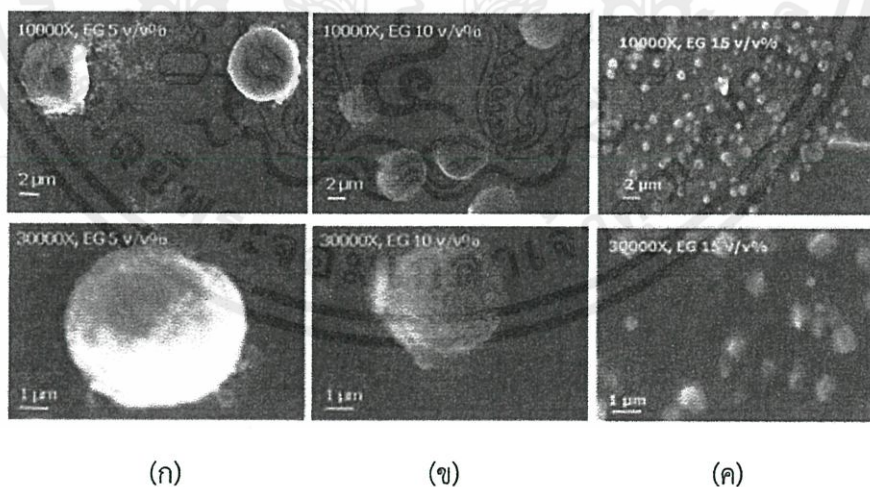
(ก)

(ข)

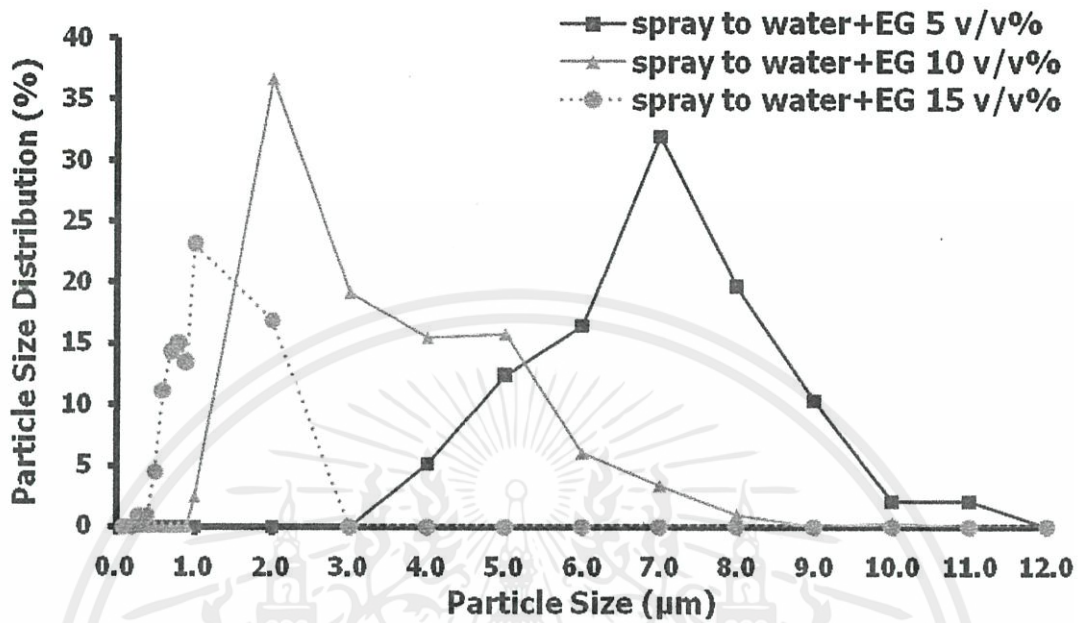
รูปที่ 4.13 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของพาราฟินแว็กซ์หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยัง (ก) น้ำ (ข) สารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG สัดส่วน 10 V/V%

4.5 การศึกษาผลของความเข้มข้นของเอทิลีนไกลคอลในสารละลายผสมที่ใช้เป็นตัวกลาง การฉีดพ่นของกระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ต่อขนาดของ พาราฟินแว็กซ์

การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในสารละลายผสมที่ใช้เป็นตัวกลางการฉีดพ่นของกระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESAS ต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ ที่ความดันก่อนการขยายตัว 120 bar อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 80°C มีการปั่นกวนสารละลายผสมที่ใช้ตัวกลาง 150 rpm ใช้หัวฉีดที่มีลักษณะเป็นเกลียว เปิดวาล์วเพื่อฉีดพ่นสาร 1/4 รอบ ที่สัดส่วนความเข้มข้น EG ต่อ น้ำ 5, 10 และ 15 v/v% (30°C) ผลการศึกษาแสดงได้ดังรูปที่ 4.14 และ 4.15 พบว่าเมื่อความเข้มข้นของ EG เพิ่มสูงขึ้นอนุภาคพาราฟินแว็กซ์มีขนาดเล็กลงจาก 7 เป็น 1 μm ซึ่งเป็นผลมาจาก EG ทำหน้าที่เป็นสารเพื่อรักษาเสถียรภาพ (Stabilizing) [21, 28] ของพาราฟินแว็กซ์ในช่วงเติบโตของอนุภาคเมื่อ EG จะเข้าไปล้อมรอบพาราฟินแว็กซ์ โดยหันส่วนมีขั้วเข้าหาน้ำ ในขณะที่ส่วนไม่มีขั้วจะเข้าจับพาราฟินแว็กซ์ การล้อมรอบอนุภาคในลักษณะนี้จะช่วยลดการรวมตัวกันของนิวเคลียสของอนุภาคในช่วงการเติบโตในช่วงการขยายตัวของสารละลายผสม [27] และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ EG Interfacial Tension ระหว่างพาราฟินแว็กซ์และ EG ลดลง ทำให้ EG แพร่เข้าล้อมรอบพาราฟินแว็กซ์ได้เร็วขึ้น อนุภาคจึงมีความเสถียรตัวอย่างรวดเร็วทำให้ระดับการรวมตัวกันของอนุภาคลดลง อนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่เตรียมได้จึงมีขนาดเล็กลง



รูปที่ 4.14 ผลของความเข้มข้นของ EG ในสารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG ที่ใช้เป็นตัวกลางฉีดพ่นในกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ที่ EG ต่อ น้ำสัดส่วน (ก) 5 V/V% (ข) 10 V/V% (ค) 15 V/V%



รูปที่ 4.15 ผลของความเข้มข้นของ EG ต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESAS

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

การศึกษากระบวนการเตรียมอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะทรงกลมขนาดเล็กด้วยเทคนิค RESS สามารถสรุปผลการทดลองได้เป็น 5 ส่วน ดังนี้

5.1 การศึกษาเปรียบเทียบลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ก่อนกระบวนการลดขนาดกับพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ

เปรียบเทียบการลดขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ (30°C) ที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 80°C และ 120 bar กับการฉีดพ่นไปยังอากาศ ที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 85°C และ 120 bar พบว่าการฉีดพ่นไปยังน้ำสามารถเตรียมอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่มีขนาดเล็กกว่า คือ มีขนาดประมาณ 700-1,000 nm และมีลักษณะเป็นทรงกลมติดกันเป็นกลุ่มก้อน ในขณะที่การฉีดพ่นไปยังอากาศมีขนาดประมาณ 3,000-5,000 nm และมีลักษณะเป็นผลึกหลายเหลี่ยม ซึ่งสามารถอธิบายปรากฏการณ์ดังกล่าวด้วยตัวเลขเวเบอร์

5.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

จากการศึกษาผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ (30°C) อุณหภูมิก่อนการขยายตัว $70-90^{\circ}\text{C}$ ความดันก่อนการขยายตัว 120-160 bar พบว่าการเพิ่มอุณหภูมิและความดันจะส่งผลให้อนุภาคพาราฟินแว็กซ์มีขนาดลดลง จาก 1,000 เป็น 400 nm โดยอธิบายจากค่าอัตราส่วนการละลายอิมพัลส์ยิ่งยวด

5.3 การศึกษาผลของการเติมสารก่อผลึกต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

จากการศึกษาผลของการเติมสารก่อผลึกในระบบ 3 องค์ประกอบ ในกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ พบว่าสามารถลดขนาดของพาราฟินแว็กซ์ได้ โดยลดลงจาก 700-1,000 nm เป็น 400-600 nm มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคลดลง เนื่องจากมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเร็วขึ้น

5.4 การศึกษาผลของกระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและเอทิลีนไกลคอลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์

จากการศึกษากระบวนการลดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESAS โดยการฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG (30°C) ที่มีการปั่นกวนด้วยความเร็ว 150 rpm พบว่าสามารถเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมและไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน เป็นผลจากแรงเฉือนของการปั่นกวนและสารรักษาเสถียรภาพของการเกิดอนุภาคของ EG ในช่วงการเติบโต

5.5 การศึกษาผลของความเข้มข้นของเอทิลีนไกลคอลในสารละลายผสมที่ใช้เป็นตัวกลางการฉีดพ่นของกระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ต่อขนาดของพาราฟินแว็กซ์

จากการศึกษาผลของความเข้มข้นของเอทิลีนไกลคอลในสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการฉีดพ่น พบว่าเมื่อความเข้มข้นของ EG เพิ่มขึ้นอนุภาคที่ได้จะมีขนาดเล็กลง โดยสามารถลดขนาดจาก 7 เป็น 1 μm เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ EG จาก 5 เป็น 15 v/v% ส่งผลให้ EG ซึ่งเป็นสารรักษาเสถียรภาพสามารถเคลื่อนที่ไปยังพาราฟินแว็กซ์ได้เร็วขึ้น

5.6 ข้อเสนอแนะ

1. ในกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESAS โดยการฉีดพ่นไปยังตัวกลางสารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG ควรมีการศึกษาการใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดอื่นเพิ่มเติม เพื่อเพิ่มทางเลือกในการใช้สารละลายผสมในกระบวนการ
2. ศึกษาการเพิ่มสมบัติความมีขี้ของอนุภาคทรงกลมขนาดเล็กของพาราฟินแว็กซ์ โดยการลดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ไปพร้อมๆ กับการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเพื่อกระตุ้นให้โครงสร้างของแว็กซ์มีสมบัติความมีขี้ เพื่อประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมการพิมพ์ และวัสดุแลกเปลี่ยนความร้อน หรือ PCM เป็นต้น



เอกสารอ้างอิง

- [1] A. A. Tracton. **Coatings Technology Handbook**. 3rd ed. North West : Taylor & Francis Group, LLC, Inc. 2006.
- [2] D. Samson, MHS. Gradwell and WJ. McGill, "Oil-dispersed waxes for printing inks. Part I1: Effect of chemical composition and production procedure on particle characteristics and performance in prints." **Surface Coatings International**, vol.6, 1999. pp.280-284.
- [3] A.S. Luyt and I. Krupa, "Phase change materials formed by uv curable epoxy matrix and Fischer-Tropsch paraffin wax." **Energy Conversion and Management**, vol. 50, 2009. pp. 57-61.
- [4] A.S. Luyt and I. Krupa, "Thermal behaviour of low and high molecular weight paraffin waxes used for designing phase change materials." **Thermochimica Acta**. vol.467, 2008. pp. 117-120.
- [5] A. Ruh, K. Klimscha, V. Piottter, K. Plewa, H.J. Ritzhaupt-Kleissl and J. Fleischer, "The development of two-component micro powder injection moulding and sinter joining : Review paper." **Microsyst Technol**, vol. 17, 2011. pp. 1547-1556.
- [6] นพฤทธิ์ โมราสุทธิ์. "การศึกษาการบดละเอียดด้วยเครื่อง Jet Mill." ปริญญานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเหมืองแร่, มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.2545.
- [7] ปณณธร ภัทรสถาพรกุล. "การทำให้เป็นเม็ดด้วยวิธีแช่เยือกแข็ง." วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์ มหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยวและแปรรูป, มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี.2556.
- [8] S. Yeo and E. Kiran, "Formation of Polymer Particles with Supercritical Fluids : A Review." **J. of Supercritical Fluids**, vol. 34, 2005. pp. 287-308.
- [9] K. Matsuyama, Z. Donghui, T. Urabe and K. Michima, "Formation of L-poly (lactic acid) Microspheres by Rapid Expansion of CO2 Saturated Polymer Suspensions." **J. of Supercritical Fluids**, vol. 33, 2005. pp. 275-281.
- [10] Paraffin Wax. 2008. [Online]. Available : <http://www.chemicalplus.com>. Accessed Sep 20, 2013.
- [11] Z. Knez and E. Weidner, "Particles formation and particle design using supercritical fluids." **Current Opinion in Solid State and Materials Science**, vol. 7, 2006. pp. 353-361.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [12] B. Sinha, R. H. Müller and J. P. Möschwitzer, “Bottom-up approaches for preparing drug nanocrystals : Formulations and factors affecting particle size.” **International Journal of Pharmaceutics.**, vol. 453, 2013. pp. 126-141.
International Journal of Pharmaceutics 453 (2013) 126–141
- [13] M. F. Kemmere and T. Meyer, “**Supercritical Carbon Dioxide: In Polymer Reaction Engineering.**” Weinheim : WILEY-VCH Verlag GmbH &KGaA. 2005.
- [14] เอกชัย วิมลมาลา, อีระศักดิ์ หมากผิน “การแจกแจงความเป็นผลึกและการกระจายตัวของเส้นใยในวัสดุผสมระหว่างเส้นใยธรรมชาติและพอลิพรอพิลีนขณะเย็นตัว.” วิทยานิพนธ์ วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ, มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี.2548.
- [15] H. Sahm, H. Loose, B. Rehr and G. Springer, “Production of sorbitol and gluconic acid by *Zymomonas mobilis*.” **Inst. fuer Biotechnologie**, 1995. pp. 2,403-2,410.
- [16] K. Susumu, “**Integrated Design and Operation of Water Treatment Facilities.**” 2nd ed. John Wiley & Sons, Inc., 2000. pp. 37.
- [17] **Ethylene Glycol Product Guide.** [online]. Available: http://www.meglobal.biz/media/product_guides/MEGlobal_MEG.pdf. 2013.
- [18] H. Yu, X. Zhao, Y. Zu, X. Zhang, B. Zu and X. Zhang, “Preparation and Characterization of Micronized Artemisinin via a Rapid Expansion of Supercritical Solutions (RESS) Method.” **International Journal of Molecular Sciences**, vol. 13, 2012. pp. 5060-5073.
- [19] Luis Koen, “**The Micronisation of Synthetic Waxes**” Master thesis of chemical engineering, University of Stellenbosch. 2003.
- [20] C. Quan, O. Werner, L. Wagberg, and C. Turner, “Generation of Superhydrophobic Paper Surfaces by a Rapidly Expanding Supercritical Carbon Dioxide–Alkyl Ketene Dimer Solution.” **J. of Supercritical Fluids**, vol. 49, 2009. pp. 117-124.
- [21] S. V. Dalvi, M. A. Azad and R. Dave, “Precipitation and stabilization of ultrafine particles of Fenofibrate in aqueous suspensions by RESOLV.” **Powder Technology**, vol. 236, 2013 pp. 75–84
- [22] I. Rodriguez-Meizoso, P. Olin, J. Illergard, L. Wagberg, and C. Turner, “Rapid Expansion of Supercritical Solutions from Ternary Mixtures” **10th International Symposium on Supercritical Fluids**. 13-16 May 2012.

- [23] ปรีทัศน์ เหมือนจันทร์, อภิสรา วีระชยาภรณ์, สุชาติ แสนบุราณ และสุรัตน์ อารีรัตน์, “การเตรียมพื้นผิวที่มีสมบัติความไม่ชอบน้ำยิ่งยวดโดยวิธีการ ขยายตัวอย่างรวดเร็วของสารละลายคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต.” *วิศวกรรมลาดกระบัง*, ฉบับที่ 2, มิถุนายน 2556.
- [24] J. L. Dickson, P. A. Psathas, B. Salinas and C. Ortiz-Estrada, “Formation and Growth of Water-in-CO₂ Miniemulsions.” *Langmuir*, vol. 19, 2003. pp. 4895-4904.
- [25] P. Hirunsit, Z. Huang, T. Srinophakun, M. Charoenchaitrakool and S. Kawi, “Particle Formation of Ibuprofen–Supercritical CO₂ System from Rapid Expansion of Supercritical Solutions (RESS) : A Mathematical Model.” *Powder Technology*, vol. 151, 2005. pp. 83-94.
- [26] R. B. Gupta and J. Shim. *Solubility in Supercritical Carbon Dioxide*. 1st ed. New York : Taylor & Francis Group, Inc. 2007.
- [27] M. Weber, L. M. Russell and P. G. Debenedetti, “Mathematical modeling of nucleation and growth of particles formed by the rapid expansion of a supercritical solution under subsonic conditions.” *J. of Supercritical Fluids*, vol. 23, 2002. pp. 65-80.
- [28] M. Turk and R. Lietzow, “Formation and stabilization of submicron particles via rapid expansion processes.” *J. of Supercritical Fluids*, vol. 45, 2008. pp. 346-355.
- [29] S.M. Ghoreishi and Komeili, “Modeling of fluorinated tetraphenylporphyrin nanoparticles size design via rapid expansion of supercritical solution.” *J. of Supercritical Fluids*, vol. 50, 2009. pp. 183-192.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การศึกษาพฤติกรรมการไหลของสารละลายผสม และการประมาณค่าตัวเลขเวเบอร์

ในการฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่างอนุภาคพาราฟินแว็กซ์และคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตด้วยเทคนิค RESS ไปยังน้ำและสารละลายผสมระหว่างน้ำและสารลดแรงตึงผิวเพื่อเตรียมอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ทรงกลมขนาดเล็ก พฤติกรรมการไหลของสารละลายผสมเป็นปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อการกำหนดสภาวะและลักษณะสัมมนาวิทยาของอนุภาคที่เตรียมได้ งบประมาณนิพนธ์นี้จึงทำการศึกษาพฤติกรรมการไหลของสารละลายผสมและการประมาณค่า We เพื่อประกอบการอธิบายกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยตั้งสมมติฐานว่าสารละลายผสมที่ฉีดพ่นออกมาจากท่อหรือหัวฉีดขนาดเล็กประกอบด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นส่วนใหญ่เนื่องจากการละลายพาราฟินแว็กซ์ละลายในคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตมีปริมาณน้อยมาก การไหลของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เป็นการไหลแบบอัดตัวได้และเป็นการไหลแบบไม่สูญเสียความร้อน สมบัติของของไหลที่ผ่านตัวกลางต่างๆ จะขึ้นกับความสามารถในการแพร่กระจายของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตในตัวกลางนั้นๆ มีสมการที่ใช้ในการคำนวณดังต่อไปนี้ [25, 29]

1. การคำนวณความดันที่ปลายหัวฉีดแสดงดังสมการที่ (ก-1)

$$\frac{P_0}{P_e} = \left[1 + \left(\frac{k-1}{2} \right) Ma_e^2 \right]^{\frac{k}{k-1}} \quad (\text{ก-1})$$

- โดย P_e คือ ความดันของไหลที่ปลายหัวฉีด (bar)
 P_0 คือ ความดันของไหลเริ่มต้นในภาชนะทนความดันสูง
 หรือ ความดันก่อนการขยายตัว (bar)
 k คือ อัตราส่วนความจุความร้อนของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (-)
 Ma_e คือ Mach Number ที่ปลายหัวฉีด (-)

เนื่องจากการไหลผ่านท่อขนาดเล็กด้วยความดันสูง สามารถกำหนด Mach Number ที่ปลายหัวฉีดมีค่าเท่ากับ 1

จากความสัมพันธ์แก๊สอุดมคติอัตราส่วนความจุความร้อนของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (k) แสดงดังสมการ (ก-2)

$$k = \frac{C_p}{C_v} \quad (\text{ก-2})$$

โดย C_p คือ ค่าความจุความร้อนที่ความดันคงที่ (kJ/kg.K)

C_v คือ ค่าความจุความร้อนที่ปริมาตรคงที่ (kJ/kg.K)

2. การคำนวณอุณหภูมิที่ปลายหัวฉีดแสดงดังสมการที่ (ก-3)

$$\frac{T_0}{T_e} = \left[1 + \left(\frac{k-1}{2} \right) Ma_e^2 \right]^{\frac{k}{k-1}} \quad (\text{ก-3})$$

โดย T_0 คือ อุณหภูมิของไหลเริ่มต้นในภาชนะทนความดันสูงหรืออุณหภูมิก่อนการขยายตัว (K)

T_e คือ อุณหภูมิของไหลที่ปลายหัวฉีด (K)

k คือ อัตราส่วนความจุความร้อนของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (-)

Ma_e คือ Mach Number ที่ปลายหัวฉีด (-)

3. การคำนวณความเร็วที่ปลายหัวฉีดแสดงดังสมการที่ (ก-4)

$$u_e^2 = \frac{2kP_0}{(k-1)\rho_0} \left[1 - \left(\frac{P_e}{P_0} \right)^{1-(1/k)} \right] \quad (\text{ก-4})$$

- โดย u_e คือ ความเร็วของไหลที่ปลายหัวฉีด (m/s)
 P_e คือ ความดันของไหลที่ปลายหัวฉีด (bar)
 P_0 คือ ความดันของไหลเริ่มต้นในภาชนะทนความดันสูง
 หรือความดันก่อนการขยายตัว (bar)
 k คือ อัตราส่วนความจุความร้อนของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (-)
 ρ_0 คือ ค่าความหนาแน่นของไหลเริ่มต้นในภาชนะทนความดันสูง (kg/m^3)

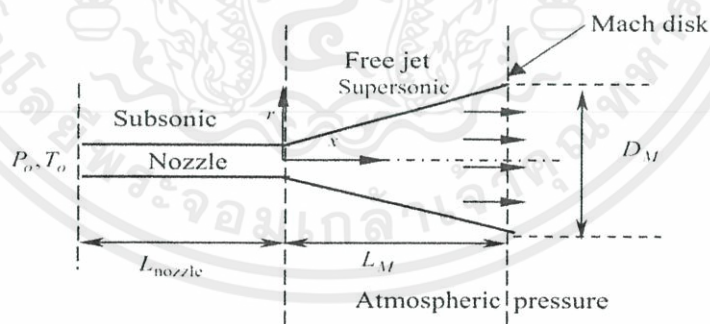
4. การคำนวณความเร็วเสียงแสดงดังสมการที่ (ก-5)

$$c = \sqrt{\frac{kP}{\rho}} \quad (\text{ก-5})$$

- โดย c คือ ความเร็วเสียง (m/s)
 P คือ ความดันของไหล (bar)
 ρ คือ ค่าความหนาแน่นของไหล (kg/m^3)

5. การคำนวณความเร็วตกกระทบ

จากระยะการพ่นและเส้นผ่านศูนย์กลางการกระจายตัวของอนุภาคอย่างอิสระแสดงดังสมการที่ (ก-6) และ (ก-7) [25]



รูปที่ ก.1 แบบจำลองกระบวนการเคลื่อนผิวโดยเทคนิค RESS [25]

$$L_M = 0.67D_{\text{Nozzle}} \sqrt{\frac{P_0}{P_{\text{post-ex}}}} \quad (\text{ก-6})$$

$$D_M = 0.5265L_M \quad (\text{ก-7})$$

โดย L_M คือ ระยะพ่นระหว่างปลายหัวฉีดและแผ่นทดสอบ (cm)

D_{Nozzle} คือ เส้นผ่านศูนย์กลางกลางหัวฉีด (cm)

D_M คือ เส้นผ่านศูนย์กลางการกระจายตัวอย่างอิสระ

P_0 คือ ความดันของไหลเริ่มต้นในภาชนะทนความดันสูง
หรือความดันก่อนการขยายตัว

$P_{\text{post-ex}}$ คือ ความดันในบริเวณพื้นที่ของการพ่นหรือบริเวณเกิดการขยายตัวอย่างอิสระ (bar)

การเปลี่ยนแปลงของ Mach Number ของแก๊สที่พื้นผิวตกกระทบสามารถหาได้จากอัตราส่วนของพื้นที่หน้าตัดของหัวฉีดเทียบกับพื้นที่ตกกระทบของของไหลเหนือวิกฤตแสดงดังสมการที่ (ก-8)

$$Ma_i = \left[k_1 \frac{A_i}{A_e} + (1 - k_1) \right]^{k_2} \quad (\text{ก-8})$$

โดย A_e คือ พื้นที่หน้าตัดที่ปลายหัวฉีด (mm)

A_i คือ พื้นที่หน้าตัดการกระจายตัวของอนุภาคที่พื้นผิวตกกระทบ (mm)

k_1 และ k_2 คือ ฟังก์ชันของอัตราส่วนความจุความร้อนของแก๊ส (-)

$$k_1 = 218.0629 - 243.576k + 71.7925k^2$$

$$k_2 = -0.122450 + 0.281300k$$

$$A_e = \frac{4\pi D^2}{4}$$

และ

$$A_i = \frac{4\pi D_M^2}{4}$$

ความเร็วของคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตที่ออกจากหัวฉีดจะมีความสัมพันธ์กับค่าความเร็วเสียงดังสมการที่ (ก-9)

$$V_i = Ma_i \times c \quad (\text{ก-9})$$

โดย Ma_i คือ Mach Number บนพื้นผิวตกกระทบ (-)
 c คือ ความเร็วเสียง (m/s)
 V_i คือ ความเร็วของไหลที่พื้นผิวตกกระทบ (m/s)

6. การคำนวณ Weber Number แสดงดังสมการที่ (ก-10)

$$We = \frac{\rho v^2 d}{\sigma} \quad (\text{ก-10})$$

โดย We คือ Weber Number (-)
 ρ คือ ความหนาแน่นของตัวกลางที่อนุภาคเคลื่อนที่ผ่าน (kg/m^3)
 v คือ ความเร็วของของไหล (m/s)
 d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางเริ่มต้นของละออง (m)
 σ คือ แรงตึงผิวระหว่างอนุภาคและตัวกลางหรือละอองและตัวกลาง (N/m)

ตัวอย่างการคำนวณ
ข้อมูลเบื้องต้น

- เส้นผ่านศูนย์กลางหัวฉีด (D) = 0.00158 m
 - ที่สภาวะอุณหภูมิ 80°C และความดัน 120 bar (เคลื่อนที่ผ่านตัวกลางที่เป็นน้ำ)
- $C_p = 2.51065 \text{ kJ/kg.K}$ และ $C_v = 0.90490 \text{ kJ/kg.K}$
 $\rho = 317 \text{ kg/m}^3$

แทนค่า C_p และ C_v ในสมการอัตราส่วนความจุความร้อนของแก๊ส

$$k = \frac{2.51065}{0.90490} = 2.7750$$

แทนค่า k, P_0 และ Ma_e ในสมการที่ (ก-1) และ (ก-3) ตามลำดับ

$$\frac{120\text{bar}}{P_e} = \left[1 + \left(\frac{2.7750 - 1}{2} \right) Ma_e^2 \right]^{\frac{2.7750}{2.7750 - 1}}$$

$$P_e = 44.45\text{bar}$$

$$\frac{80^\circ\text{C}}{T_e} = \left[1 + \left(\frac{2.7750 - 1}{2} \right) Ma_e^2 \right]$$

$$T_e = 42.39^\circ\text{C}$$

แทนค่าความดันของไหลที่ปลายหัวฉีดในสมการที่ (ก-4)

$$u_e^2 = \frac{2.7750(120\text{bar})}{(2.7750 - 1)317 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} \left[1 - \left(\frac{44.45}{120\text{bar}} \right) \right]^{1 - (1/2.7750)}$$

$$u_e = 235.91\text{m/s}$$

สมบัติต่างๆ ของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่กระแทกบนผิวน้ำ สมมติให้สมบัติต่างๆ ของของไหลเป็นสมบัติของตัวกลางหรือน้ำ เนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์แพร่กระจายลงในน้ำได้น้อย

- ที่สภาวะอุณหภูมิ $T_e = 42.39^\circ\text{C}$ และความดัน $P_e = 44.45\text{ bar}$ มีค่าดังนี้
 - $C_p = 4.180\text{ kJ/kg.K}$ และ $C_v = 4.110\text{ kJ/kg.K}$
 - $\rho_e = 100.00\text{ kg/m}^3$
 - $\mu_e = 16.83 \times 10^{-6}\text{ Pa.s}$
 - $\sigma = 0.05\text{ N/m}$

แทนค่า C_p และ C_v ในสมการที่ (ก-2)

$$k = \frac{4.180}{4.110} = 1.017$$

แทนค่า k ในสมการที่ (ก-5)

$$c = \sqrt{\frac{1.017(44.45\text{bar})}{100.00 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}}}$$

$$c = 212.63\text{m/s}$$

แทนค่าความดันของไหลที่ปลายหัวฉีด ซึ่งเป็นค่าเฉลี่ยจากการทดลองมีค่าเท่ากับ 52 bar ในสมการที่ (ก-6) และ (ก-7) ตามลำดับ

$$L_M = 0.67(0.00158\text{m})\sqrt{\frac{52\text{bar}}{1\text{bar}}} = 0.0076\text{m}$$

แทนค่าระยะการพ่นในสมการที่ (ก-7)

$$D_M = 0.5625(0.007632) = 0.0043\text{m}$$

แทนค่าเส้นผ่านศูนย์กลางหัวฉีดและเส้นผ่านศูนย์กลางการกระจายตัวของอนุภาคอย่างอิสระเพื่อหาพื้นที่หน้าตัดที่หัวฉีดและพื้นที่หน้าตัดการกระจายตัวของอนุภาคที่พื้นผิวตกกระทบ

$$A_c = \frac{4(3.14)(0.00158)^2}{4} = 7.84 \times 10^{-6} \text{m}^2$$

$$A_f = \frac{4(3.14)(0.0043)^2}{4} = 5.80 \times 10^{-5} \text{m}^2$$

แทนค่า k ของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่สภาวะมาตรฐานซึ่งมีค่าเท่ากับ 1.3 kJ/kg.K เพื่อหาค่า k_1 และ k_2 ดังนี้

$$k_1 = 218.0629 - 243.576(1.3) + 71.7925(1.3)^2 = 22.7429$$

$$k_2 = -0.122450 + 0.28130(1.3) = 0.2432$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แทนค่าในสมการที่ (ก-8)

$$Ma_i = \left[(22.74291) \left(\frac{5.80 \times 10^{-5}}{7.84 \times 10^{-6}} \right) + (1 - (22.74291)) \right]^{0.24324} = 2.8$$

แทนค่า Ma_i และ c ในสมการที่ (ก-9)

$$V_i = 2.8 \times 212.63$$

$$V_i = 595.36 \text{ m/s}$$

แทนค่าความเร็วของไหลที่พื้นผิวตกกระทบ (V_i) และ คุณสมบัติต่างๆ ของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่ปลายหัวฉีดในสมการที่ (ก-10) ความสัมพันธ์ของ Weber Number โดยกำหนดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเริ่มต้นของพาราฟินแว็กซ์มีค่าเท่ากับเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของการทดลอง (d) เท่ากับ $2.0 \mu\text{m}$

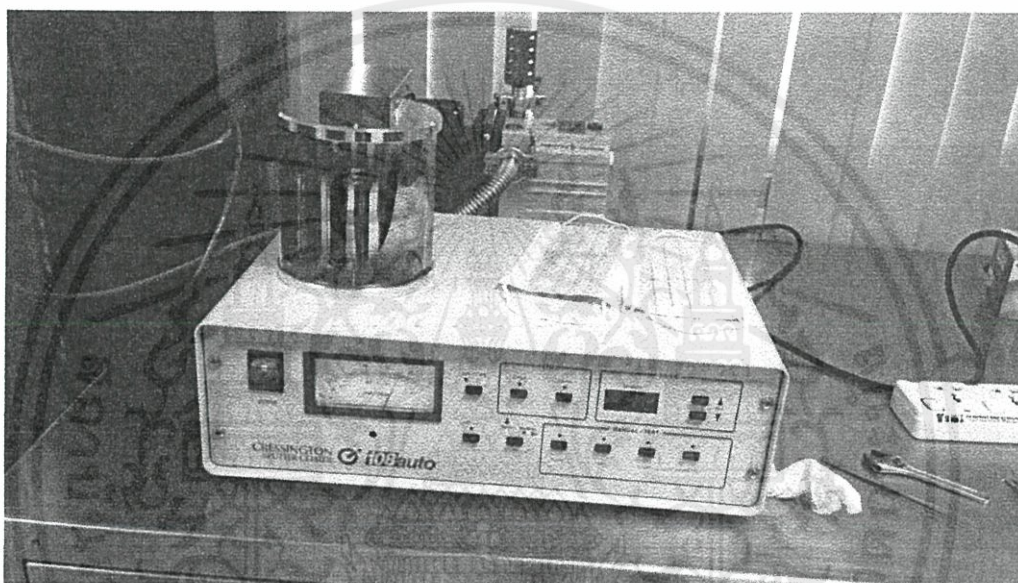
$$We = \frac{(995 \text{ kg/m}^3)(595.36 \text{ m/s})^2(2.0 \times 10^{-6} \text{ m})}{(0.05 \text{ N/m})}$$

$$We = 14.107$$

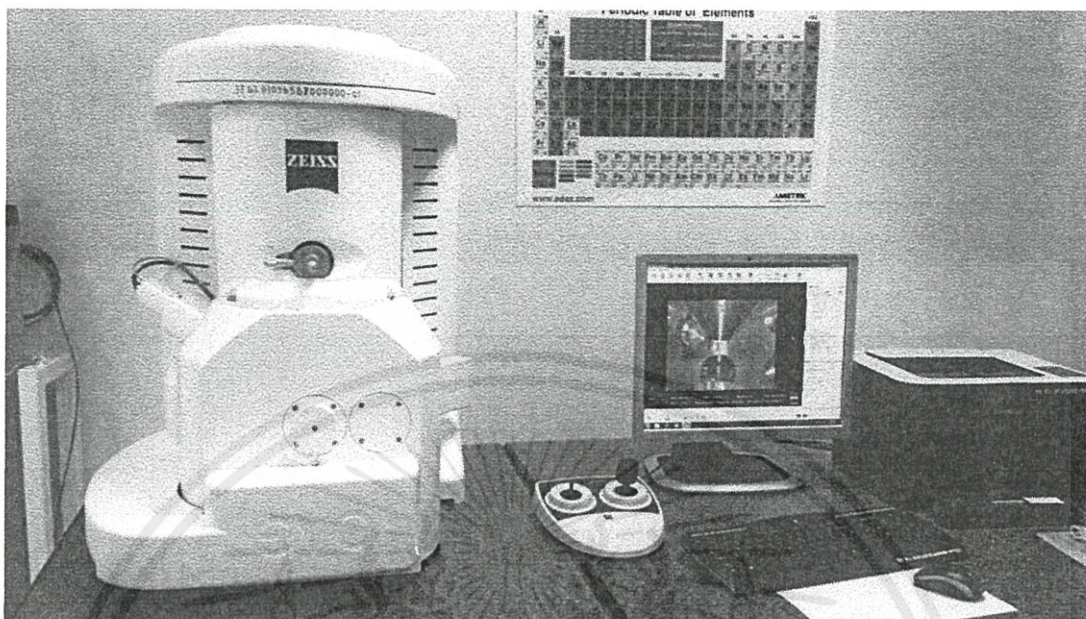
ภาคผนวก ข

การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์

การศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์โดยใช้เครื่อง SEM ร่วมกับเครื่องเคลือบทอง เพื่อเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์ด้วยกล้อง SEM ดังรูปที่ ข-1 และ ข-2 ตามลำดับ

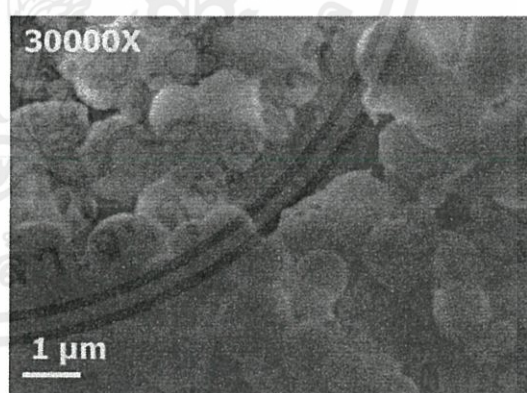
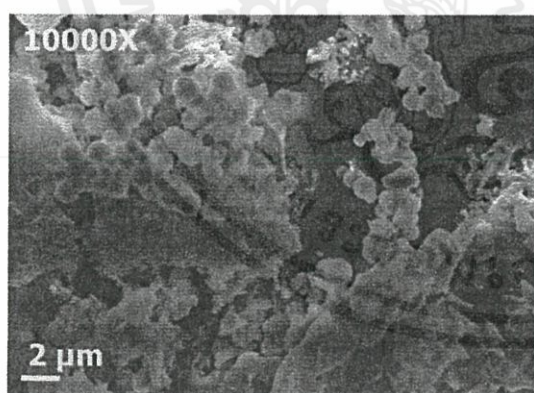


รูปที่ ข.1 เครื่องเคลือบทองเพื่อเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM
(CRESSINGTON Sputter Coater 108 auto)



รูปที่ ข.2 เครื่อง SEM CAI ZEIS รุ่น EVO MA 10

ตัวอย่างภาพถ่ายกำลังขยายสูงของอนุภาคพาราฟินแวกซ์ด้วยกล้อง SEM หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยฉีดพ่นไอน้ำ (30°C) อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 80°C ความดันก่อนการขยายตัว 120 bar



รูปที่ ข.3 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงจากกล้อง SEM ของพาราฟินแวกซ์หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไอน้ำที่กำลังขยาย 10,000 เท่า และ 30,000 เท่า

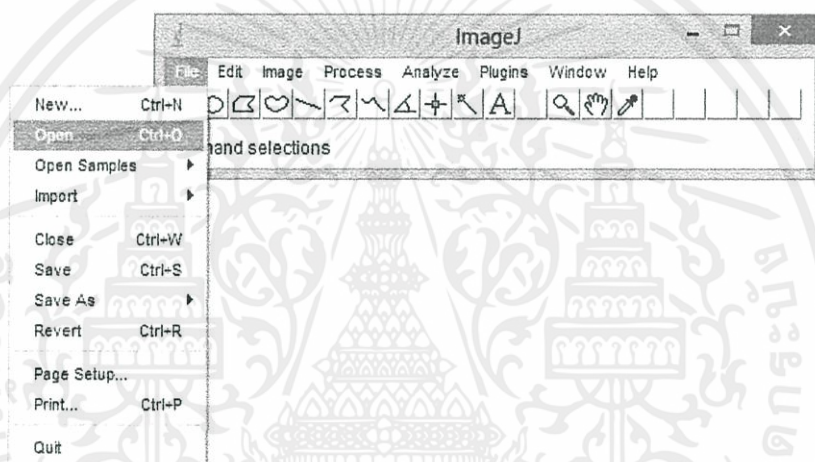
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

การวัดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์

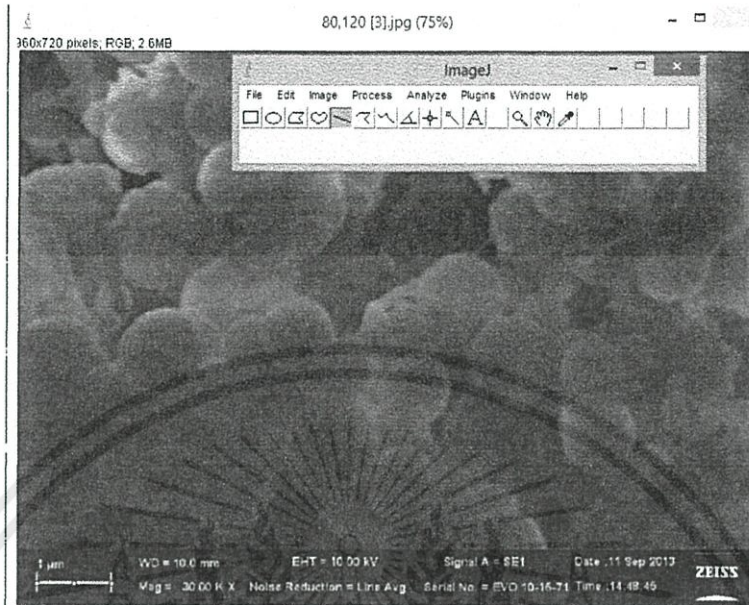
การวัดขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ใช้ Image-J Software Program ในการวัดขนาดของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ ขั้นตอนการวัดอนุภาคมีดังนี้

1. เปิดโปรแกรม Image-J จากนั้นเลือกภาพ SEM ที่ต้องการวัดขนาด โดยเข้าไปที่ File >> Open ดังรูปที่ ค.1



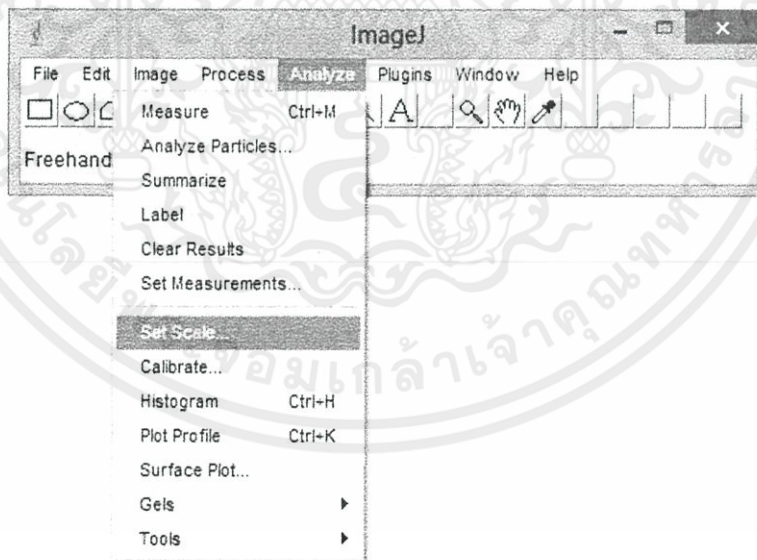
รูปที่ ค.1 การเปิดภาพด้วยโปรแกรม Image-J

2. เลือกเครื่องมือเส้นตรงบนแถบเครื่องมือด้านบนดังรูปที่ ค.2 จากนั้นลากเส้นตรงบริเวณแถบสเกลบนรูปที่เปิดขึ้นมาตามข้อ 1 โดยแถบสเกลนี้จะอยู่บริเวณมุมล่างซ้าย ในการลากนั้นต้องลากให้เป็นเส้นตรงคือมีค่า angle = 0.00 (สังเกตบริเวณแถบเครื่องมือ)



รูปที่ ค.2 การลากเส้นตรงเพื่อกำหนดค่าความยาวมาตรฐาน

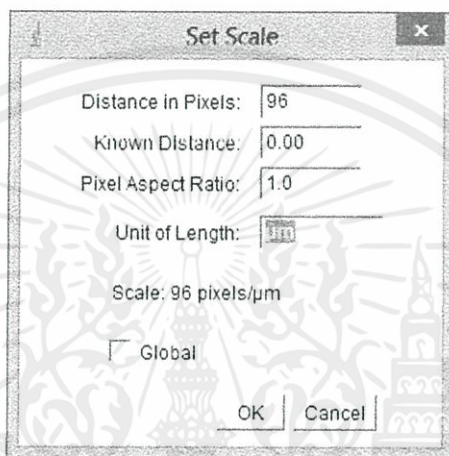
3. ไปที่แถบเครื่องมือและคลิกที่ Analyze >> Set scale ดังรูปที่ ค.3



รูปที่ ค.3 การเลือกแถบเครื่องมือเพื่อกำหนดค่าความยาวมาตรฐาน

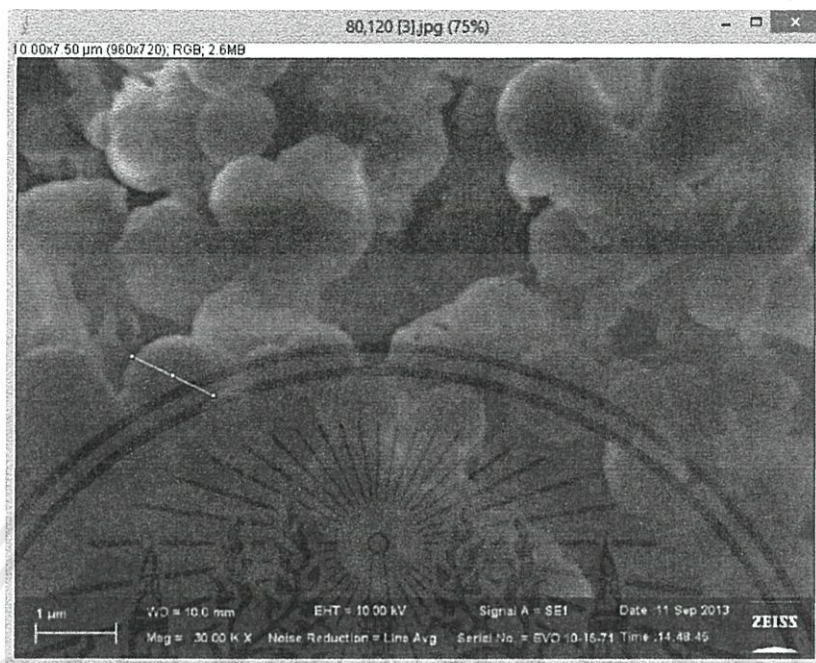
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. จากนั้นจะปรากฏหน้าต่างดังรูปที่ ค.4 เพื่อตั้งค่าความยาวมาตรฐาน โดยจะสังเกตเห็นว่าเส้นตรงที่ลากในข้อ 2 มีความยาว 96.00 หมายถึงค่าความยาวที่โปรแกรมอ่านได้ 96 pixels เท่ากับความยาวในรูป 1 μm ดังนั้นจะกรอกค่าที่ช่อง Know Distance เป็น 1 และช่อง Unit of Length เป็น μm และกด OK



รูปที่ ค.4 การตั้งค่าความยาวมาตรฐาน

5. เลือกแถบเครื่องมือเส้นตรงอีกครั้งและลากเส้นให้มีความยาวเท่ากับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคที่ต้องการวัดดังรูปที่ ค.5



รูปที่ ค.5 การลากเส้นหาความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาค

6. ถัดจากนั้นทำการเก็บค่าข้อมูลที่วัดได้โดยไปที่แถบเครื่องมือและคลิก Analyze >> Measure หรือกดปุ่มลัด Ctrl+M จะปรากฏหน้าต่างดังรูป ค.6

| Results | |
|---------|--------|
| File | Edit |
| | Length |
| 1 | 1.137 |

รูปที่ ค.6 การบันทึกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดได้

7. ทำซ้ำข้อ 5 และข้อ 6 จนครบอนุภาคในรูปนั้นและนำข้อมูลที่ได้ไปสร้างกราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคต่อไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้ สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้