

## บทที่ 3

### การทดลอง

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

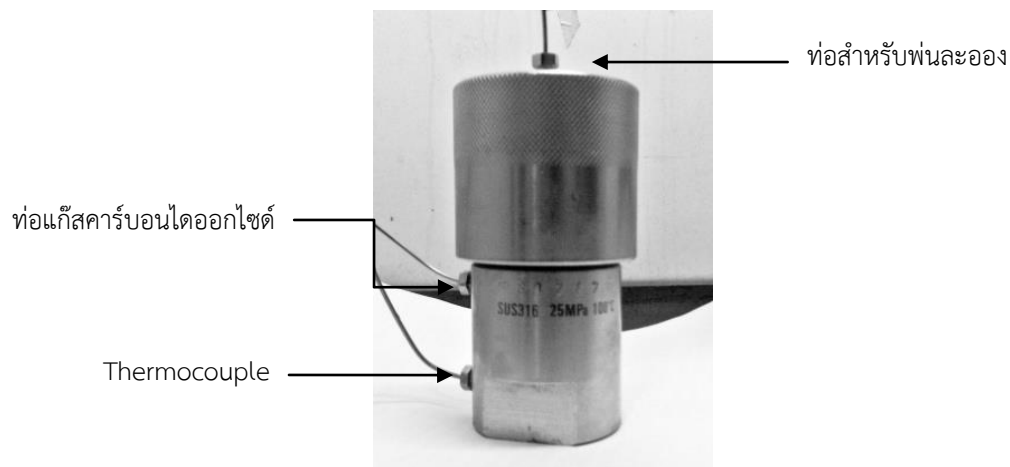
1. พาราฟินแว็กซ์ (Octacosane, น้ำหนักโมเลกุล  $394.76 \text{ g.mol}^{-1}$ , อุณหภูมิหลอมเหลว  $59-65^{\circ}\text{C}$ , Analytical Grade จาก Sigma Aldrich)
2. แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (99.95 % Minimum Purity Grade จากบริษัท United Gas)
3. น้ำกลั่น
4. ซอร์บิทอล
5. สารเอทิลีนไกลคอล ( $\geq 99 \%$  Purity,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

#### 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ปั๊มอัดแรงดัน (รุ่น Syringe Pump Isco Model 260D)
2. เครื่องกำเนิดความร้อน (Heater)
3. เครื่องกวน (Stirrer)
4. แท่งแม่เหล็กสำหรับปั่นกวนสาร (Magnetic Bar)
5. อ่างน้ำมันซิลิโคนให้ความร้อน (Silicone Oil Bath)
6. เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple)
7. เครื่องชั่งที่มีความแม่นยำ  $\pm 0.00001 \text{ g}$  (Mettler Toledo รุ่น XS 320011)
8. หัวฉีด (Nozzle) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 1.58 mm
9. ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ( $\text{CO}_2$  Cylinder)
10. ภาชนะทนความดันสูง ปริมาตร  $15 \text{ cm}^3$  (Taiatsu Techno)
11. ตู้ดูดไอสารเคมี (Hood)
12. ภาชนะเก็บอนุภาค
13. โถดูดความชื้น (Desiccator)

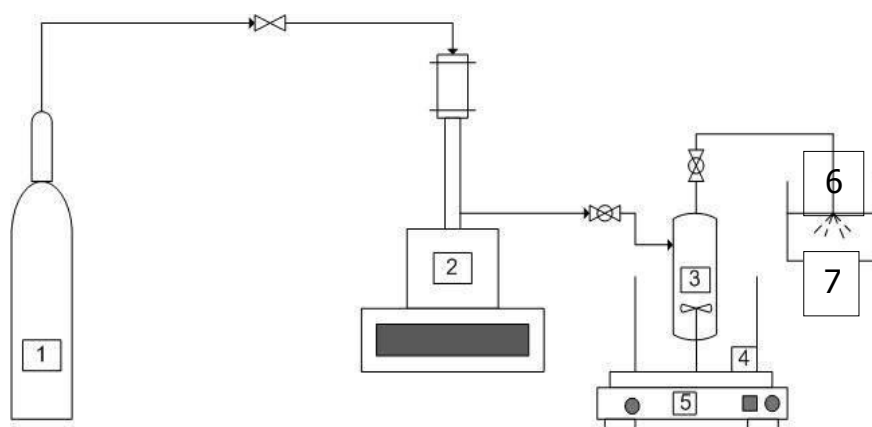
### 3.3 การศึกษากระบวนการลดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS

1. ชั่งพาราฟินแว็กซ์ปริมาณ 0.25 g ใส่ลงในภาชนะทนความดันสูง และต่อท่อดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ภาชนะทนความดันสูง ปริมาตร 15 cm<sup>3</sup> (Taiatsu Techno)

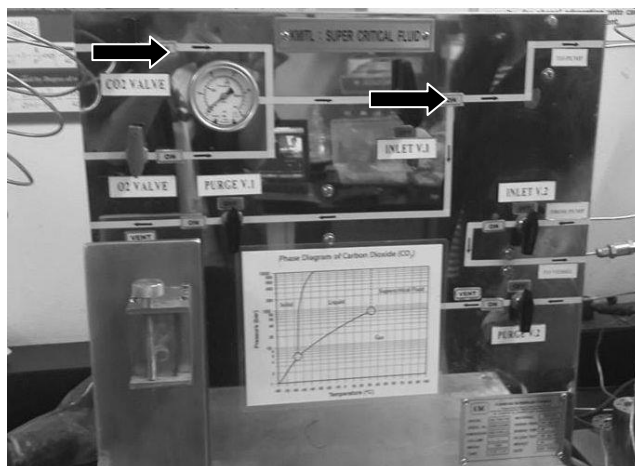
2. ติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.2



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

รูปที่ 3.2 แผนภาพจำลองกระบวนการผลิตอนุภาคแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS

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)

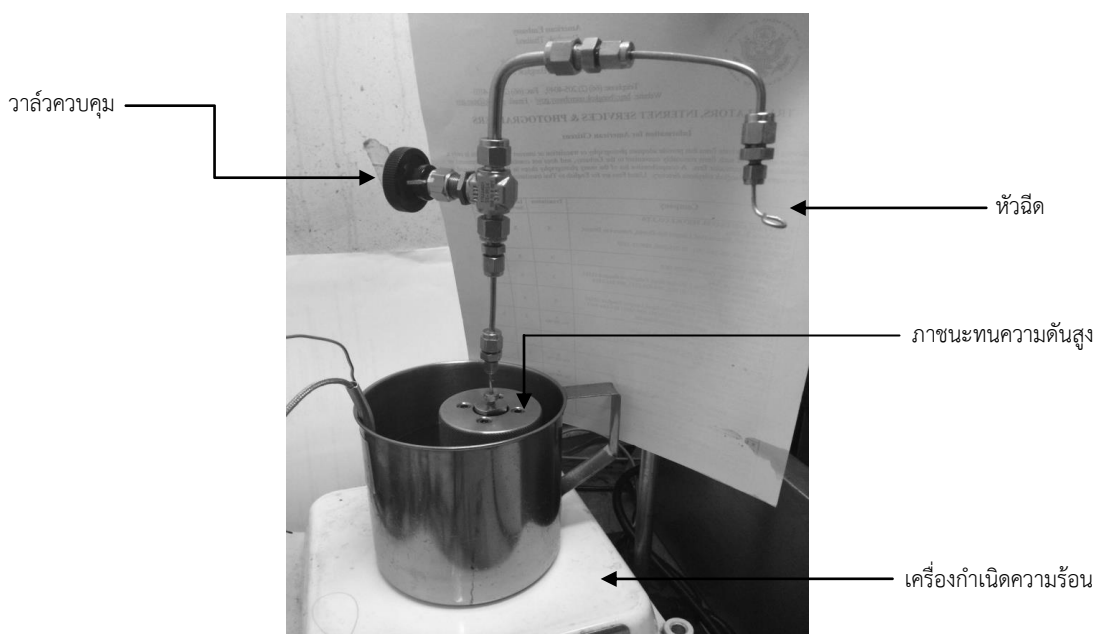
4. หลังจากได้ความดันที่ต้องการ ทำการปิดวาล์วที่เปิดในข้อ 3 และเปิดวาล์วดังรูปที่ 3.5 เพื่ออัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูง



รูปที่ 3.5 การเปิดวาล์วที่แผงควบคุมความดันเพื่ออัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ไปยังภาชนะทนความดันสูง

5. ไล่อากาศออกจากระบบโดยการอัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูง และทำการฉีดผ่านหัวฉีด 3 ครั้ง

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



รูปที่ 3.6 ชุดอุปกรณ์สำหรับกระบวนการ RESS

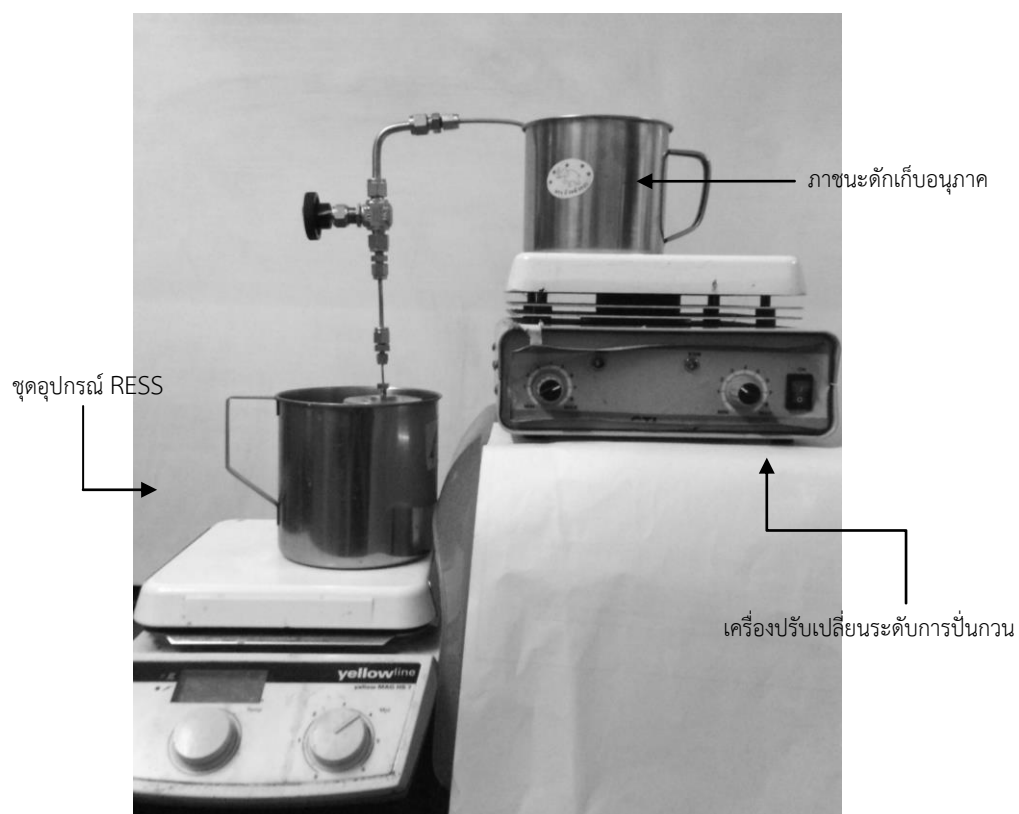
7. แยกอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่ได้ออกจากน้ำด้วยการอบซิลิกาเจลที่สภาวะสุญญากาศในโถดูดความชื้นดังรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.7 โถดูดความชื้นชนิดแก้ว

8. ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของอนุภาคแว็กซ์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค SEM และโปรแกรม Image-J (ภาคผนวก ข และ ภาคผนวก ค)

จากนั้นศึกษาผลการเติมสารก่อผลึกต่อพาราฟินแว็กซ์ (ในระบบ 3 องค์ประกอบในภาชนะทนความดันสูง) โดยเติมซอร์บิทอล 0.3 wt% และศึกษาผลของสารละลายผสมตัวกลางดักเก็บอนุภาค (เอทิลีนไกลคอลและน้ำ 5, 10 และ 15 v/v% ปริมาตรรวม 200 ml + การปั่นกวน 150 rpm + การตัดต่อหัวฉีดเป็นเกลียวตามทิศทางการปั่นกวนดังรูปที่ 3.8 อุณหภูมิสารละลาย 30°C โดยหมุนวาล์ว 1/4 รอบเพื่อฉีดพ่นสารละลาย) ที่ส่งผลต่อขนาดและลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ในกระบวนการลดขนาด



รูปที่ 3.8 ชุดอุปกรณ์สำหรับการดักเก็บอนุภาค