

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

ปริญญาานิพนธ์นี้ศึกษากระบวนการเตรียมอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะทรงกลมในระดับไมโครเมตรหรือนาโนเมตรด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตโดยเทคนิค 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



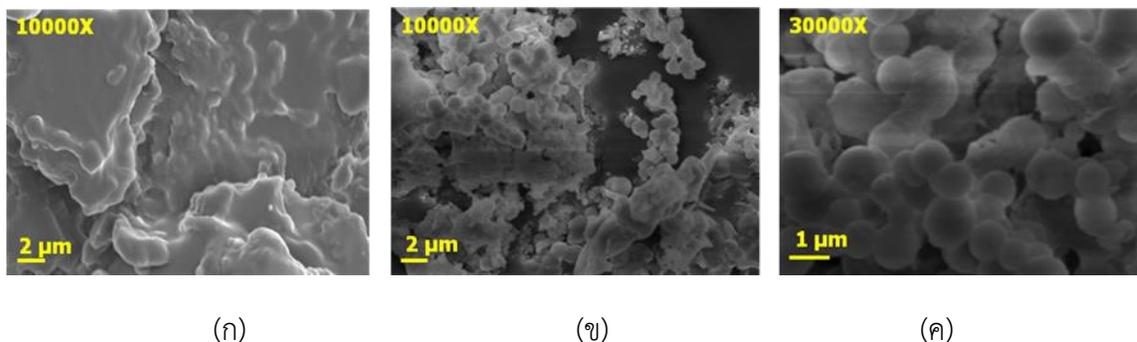
(ก)

(ข)

(ค)

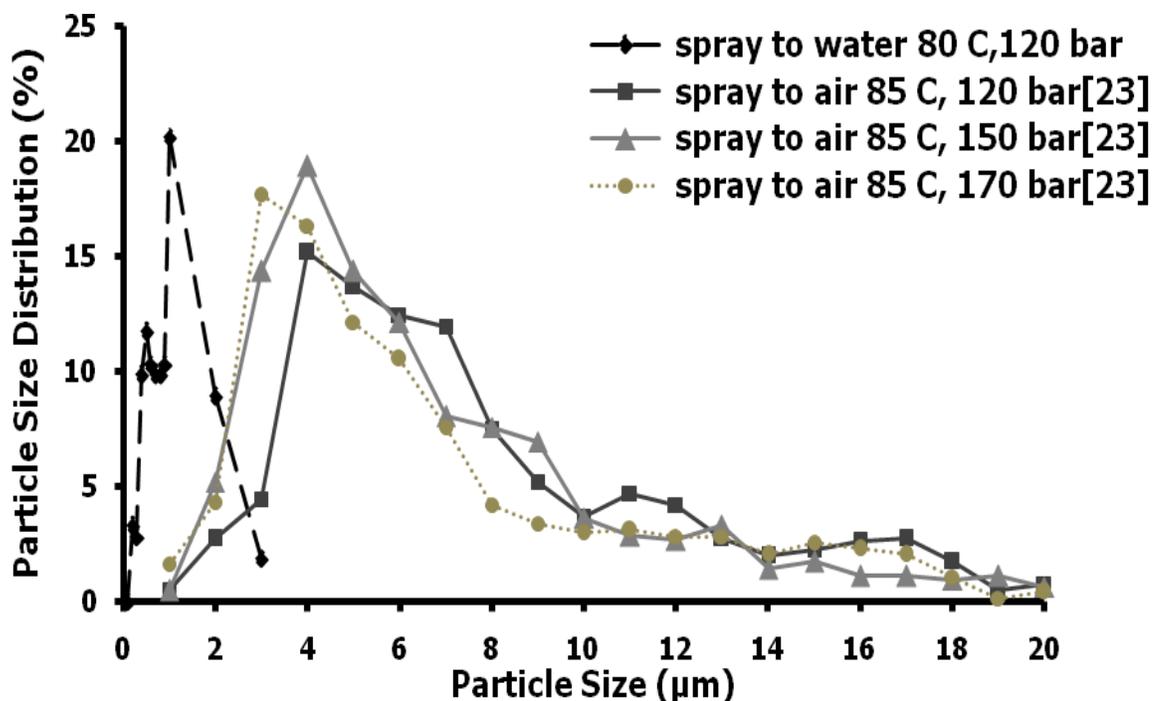
รูปที่ 4.1 ภาพถ่ายพาราฟินแว็กซ์ (ก) ก่อนการลดขนาด (ข) หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศ [23] (ค) หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

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 และพบว่าการฉีดพ่นไปยังน้ำมีการกระจายตัวของขนาดลดลง

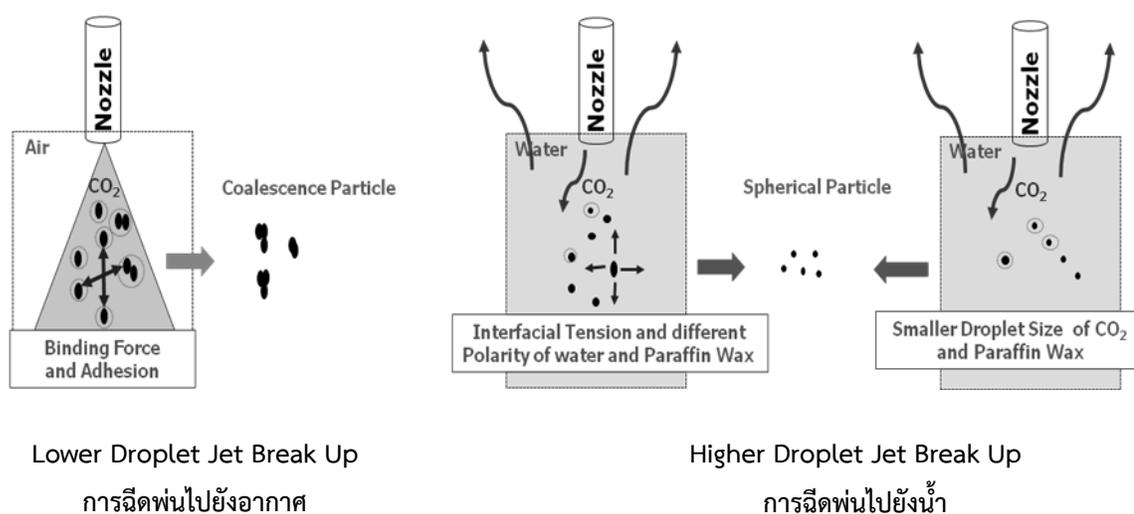


รูปที่ 4.3 ขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ

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 อนุภาคที่ได้จึงลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ การฉีดพ่นผ่านอากาศดังแสดงในรูปที่ 4.4 นอกจากนี้พบว่าค่าแรงตึงผิวและสภาพขั้วที่แตกต่างกันระหว่างอนุภาคพาราฟินแว็กซ์กับน้ำ อนุภาคพาราฟินแว็กซ์จะมีโอกาสในการแพร่กระจายและรวมตัวลดลง อนุภาคพาราฟินแว็กซ์จึงมีขนาดเล็ก และมีลักษณะเป็นทรงกลม



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างตัวกลางของการฉีดพ่นและ Droplet Jet Break Up

4.1.2 อภิปรายผลของการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ผ่านการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์โดยตัวเลขเวเบอร์

การลดขนาดด้วยเทคนิค RESS การฉีดพ่นของของไหลผ่านท่อขนาดเล็ก ขนาดของละอองหรือหยดของสารผสมระหว่างพาราฟินแว็กซ์ที่ฉีดพ่นออกมาส่งผลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของอนุภาคที่ได้ ทั้งนี้เนื่องจากขนาดหยดละอองที่ฉีดพ่นออกมาเป็นขอบเขตในการเกิดหรือการรวมตัวกันของอนุภาค โดยเมื่อขนาดหยดของละอองมีขนาดเล็กส่งผลให้ขนาดอนุภาคที่พ่นออกมามีขนาดเล็กเนื่องจากโอกาสในการเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคมีน้อย

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

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

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

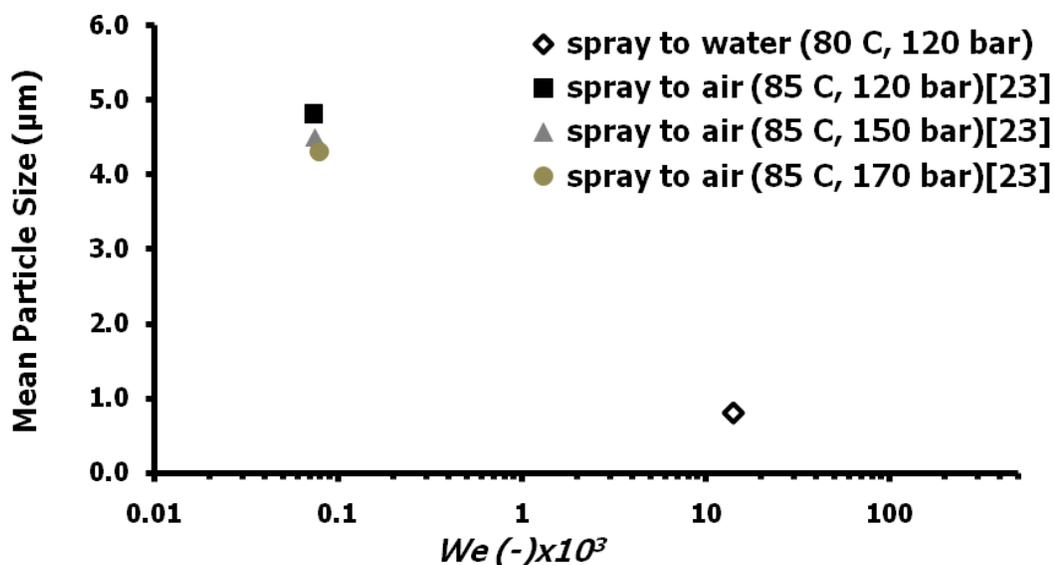
โดย ρ คือ ความหนาแน่นของตัวกลางในการฉีดพ่น (kg/m^3)

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

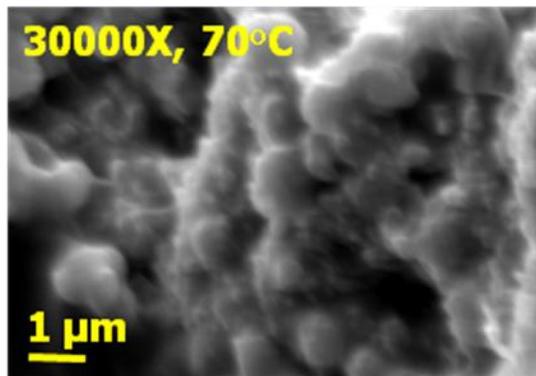
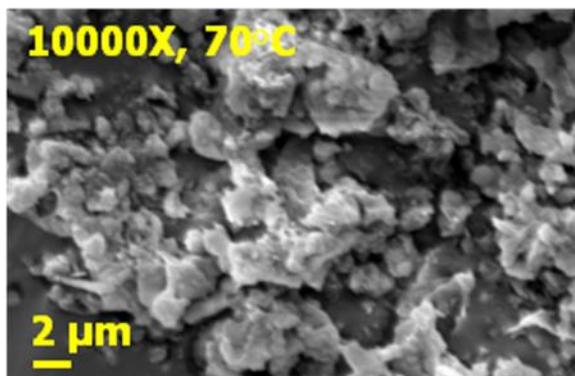


รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างตัวเลขเวเบอร์กับขนาดอนุภาคเฉลี่ยของพาราฟินแว็กซ์

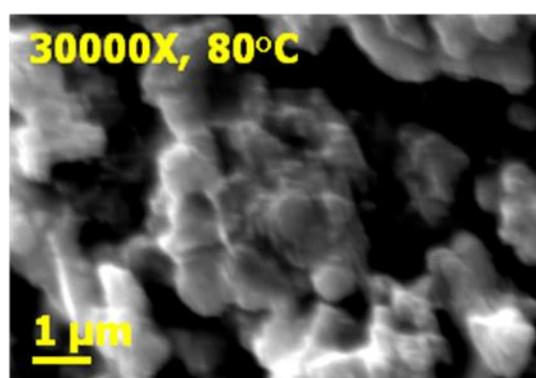
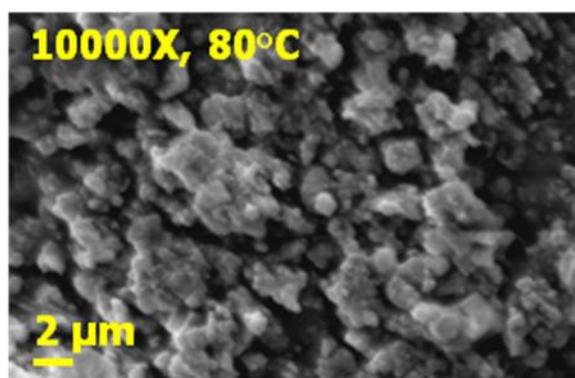
4.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

4.2.1 ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัว

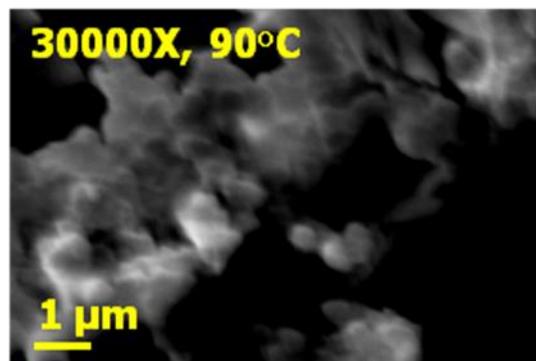
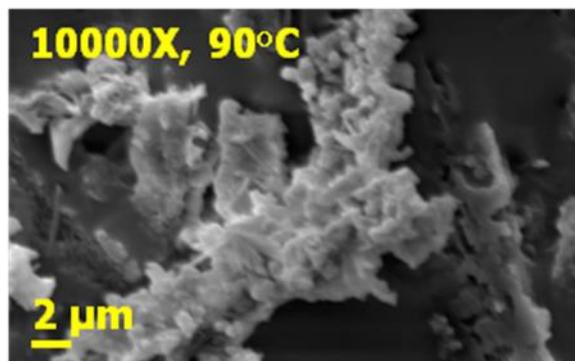
ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัวของระบบต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ (30°C) ความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 160 bar อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 70, 80 และ 90°C ตามลำดับ พบว่า พาราฟินแว็กซ์ที่ได้มีลักษณะเกาะกันเป็นทรงกลม เมื่ออุณหภูมิก่อนการขยายตัวเพิ่มสูงขึ้น ขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์จะมีขนาดเล็กลงจาก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



(ก)

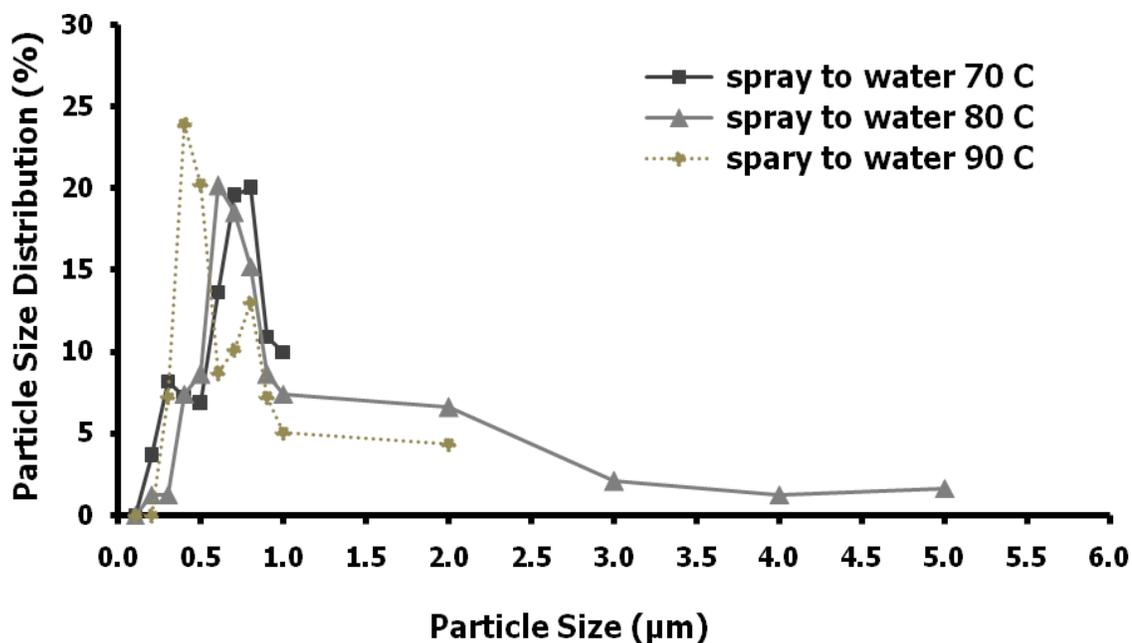


(ข)



(ค)

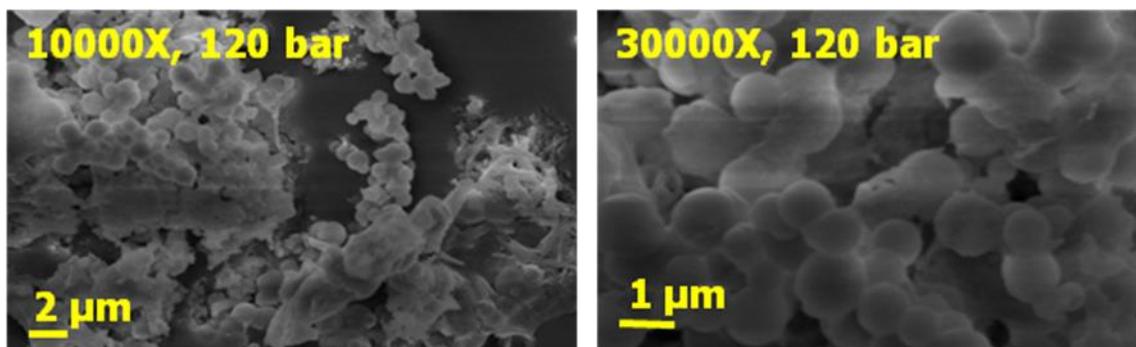
รูปที่ 4.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่ความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 160 bar อุณหภูมิก่อนการขยายตัว (ก) 70 (ข) 80 และ (ค) 90°C



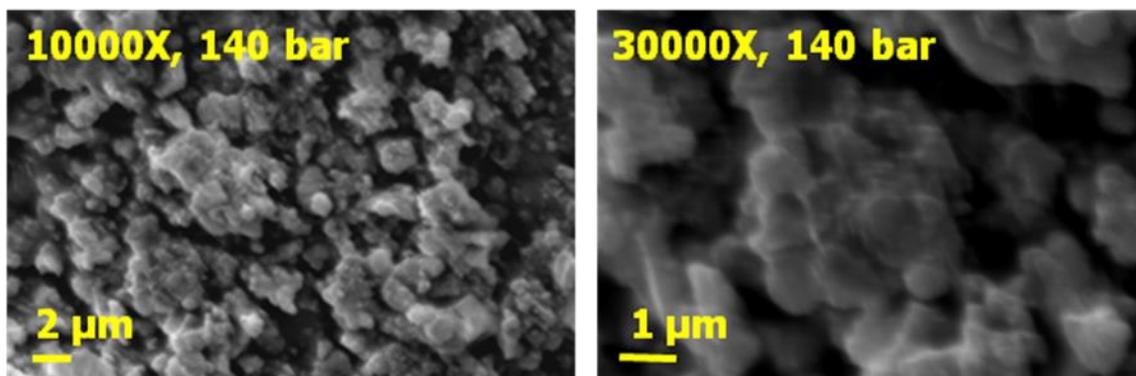
รูปที่ 4.7 ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar

4.2.2 ผลของความดันก่อนการขยายตัว

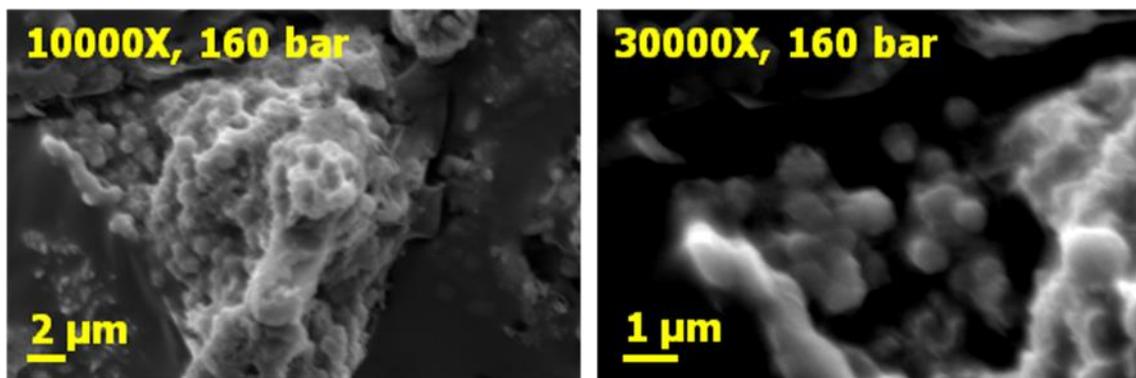
ผลของความดันก่อนการขยายตัวของระบบต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ (30°C) อุณหภูมิก่อนการขยายตัวคงที่ 80°C ความดันก่อนการขยายตัว 120, 140 และ 160 bar ตามลำดับ แสดงได้ดังรูปที่ 4.8 พบว่า พาราฟินแว็กซ์ที่ได้มีลักษณะเกาะกันเป็นทรงกลม เมื่ออุณหภูมิก่อนการขยายตัวเพิ่มสูงขึ้นขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์จะมีขนาดเล็กลงจาก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



(ก)

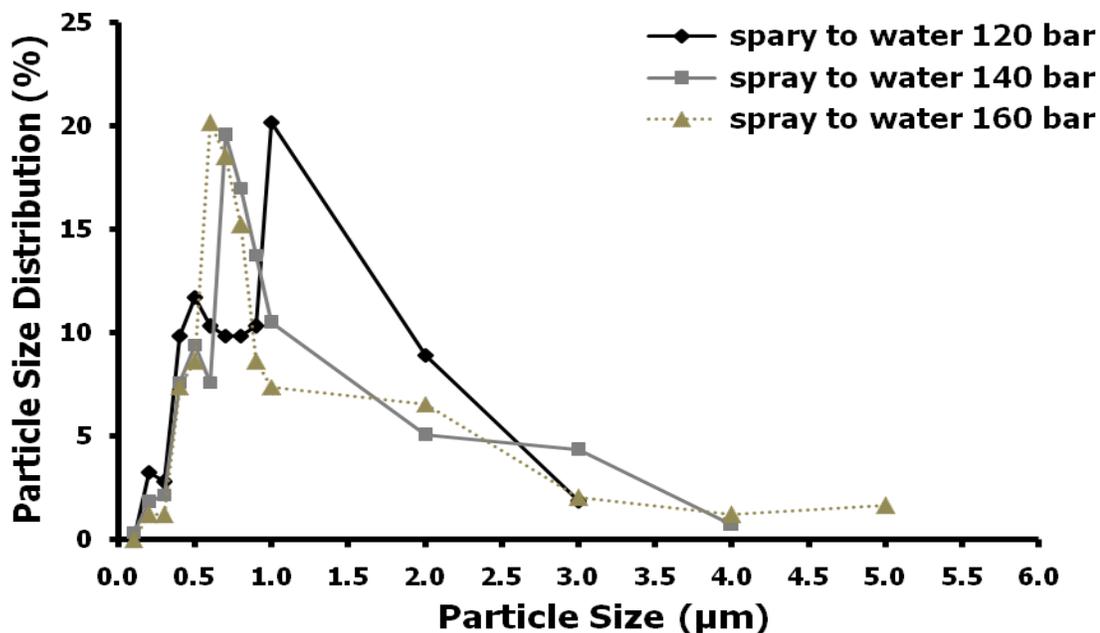


(ข)



(ค)

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



รูปที่ 4.9 ผลของความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ ที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 80°C

4.2.3 อภิปรายผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

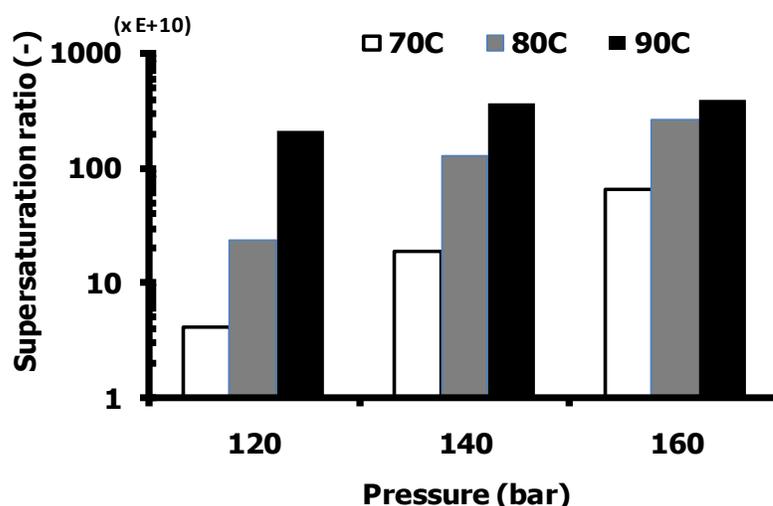
ผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของพาราฟินแว็กซ์หลังจากผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ สามารถอธิบายได้จากค่าตัวแปรอัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวด (Supersaturation Ratio, S) [20, 23] ค่าอัตราส่วนการละลายอิ่มตัวยิ่งยวดเปรียบเสมือนแรงขับเคลื่อน (Driving Force) ของการเกิดนิวเคลียสในการเกิดอนุภาค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



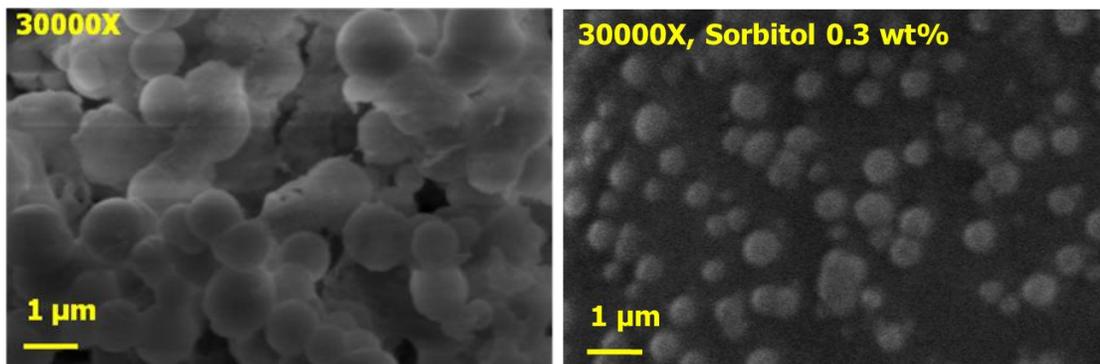
รูปที่ 4.10 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความดันและอุณหภูมิก่อนการขยายตัวกับอัตราส่วนการละลายอิมตัวยิ่งยวด

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

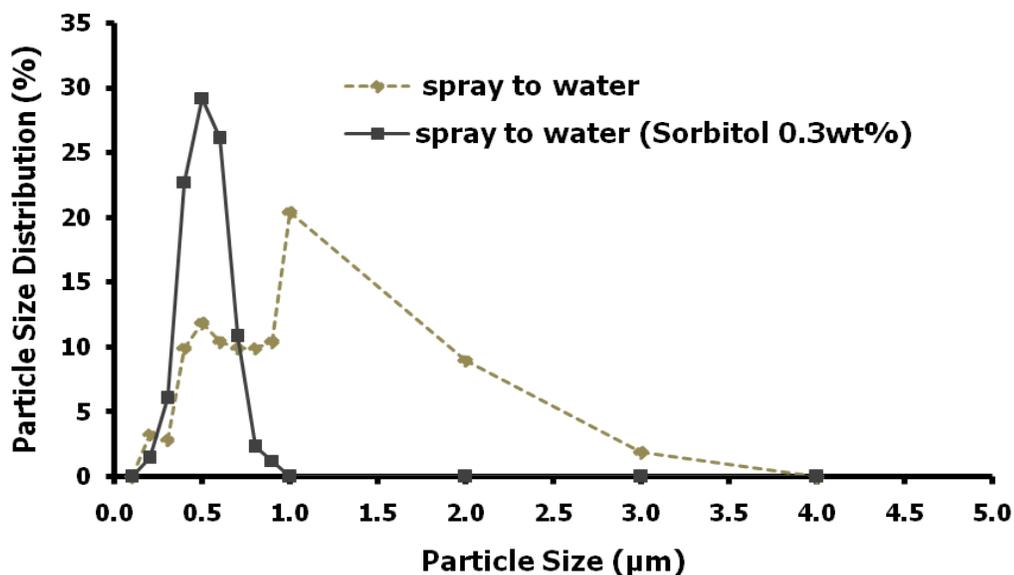
เล็กลดลงจากประมาณ 700-1,000 nm เป็น 400-600 nm ตามลำดับ มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคลดลงและไม่เกาะติดกันเป็นกลุ่มก้อนเมื่อเปรียบเทียบกับกรณีไม่เติมสารก่อผลึก โดยการเติมสารก่อผลึกจะไปกระตุ้นให้อัตราการเกิดนิวเคลียสเร็วขึ้น และอนุภาคเสถียรตัวจากการแยกวัฏภาคจากคาร์บอนไดออกไซด์เร็วขึ้น อนุภาคพาราฟินแว็กซ์จึงมีขนาดเล็กลงและไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน



(ก)

(ข)

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

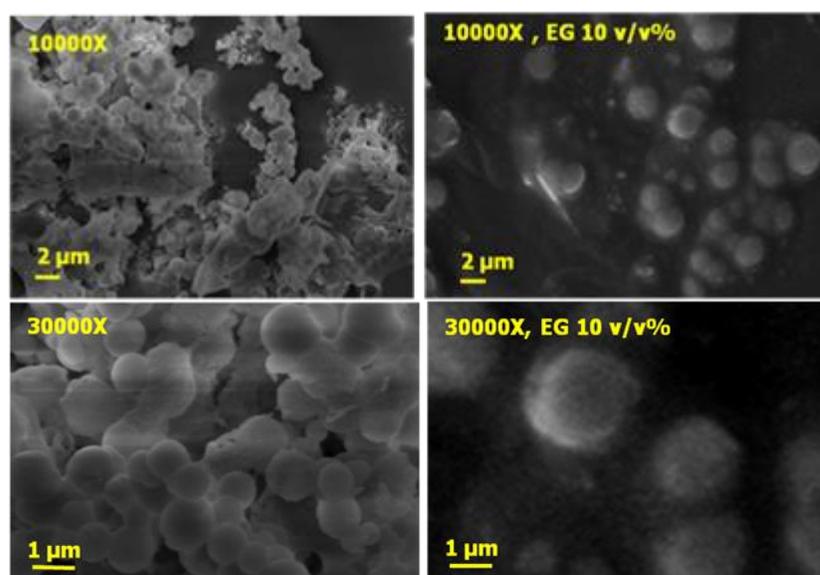
4.4 การศึกษาผลของกระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและเอทิลีนไกลคอลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์

การเตรียมพาราฟินแว็กซ์จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS สามารถเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมได้ แต่อุณหภูมิดังกล่าวมีลักษณะติดกันเป็นกลุ่มก้อนซึ่งมีผลต่อการนำไปใช้ประโยชน์ต่อยอดในงานวิจัยและทางอุตสาหกรรม 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 ปริมาณพาราฟินแว็กซ์ที่ได้ทำการศึกษการประยุกต์กระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค 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

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



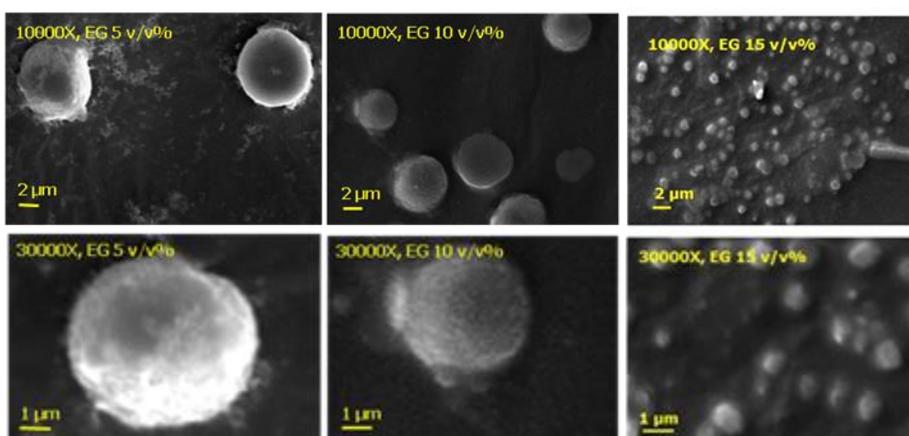
(ก)

(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 แพร่เข้าล้อมรอบพาราฟินแว็กซ์ได้เร็วขึ้นอนุภาคจึงมีความเสถียรตัวอย่างรวดเร็วทำให้ระดับการรวมตัวกันของอนุภาคลดลง อนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่เตรียมได้จึงมีขนาดเล็กลง

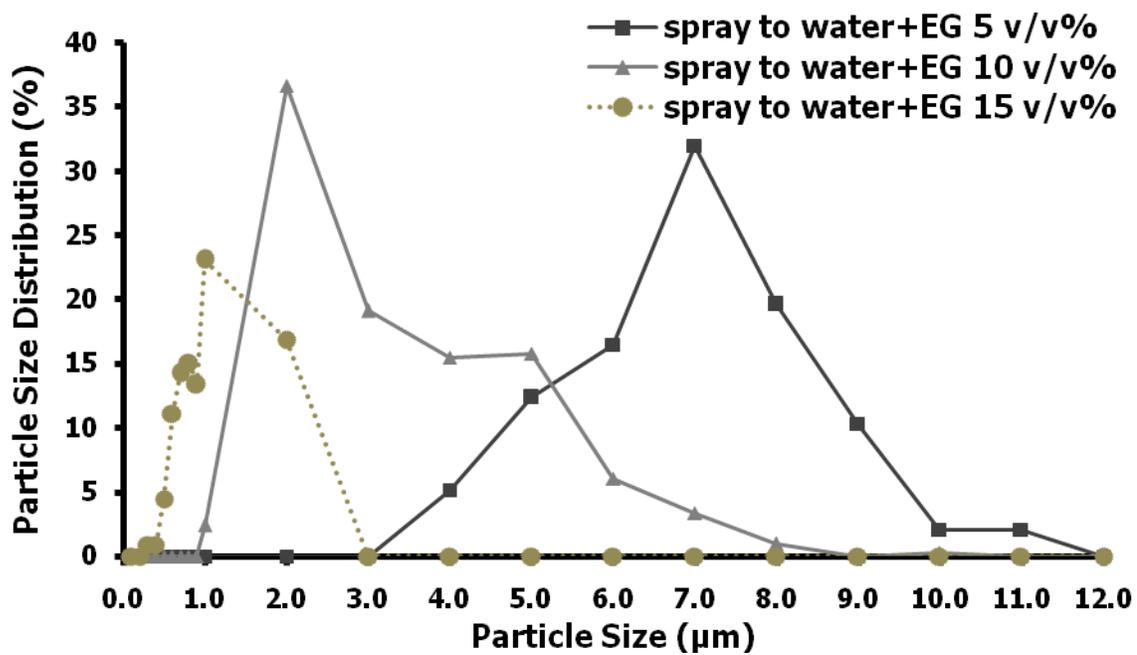


(ก)

(ข)

(ค)

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