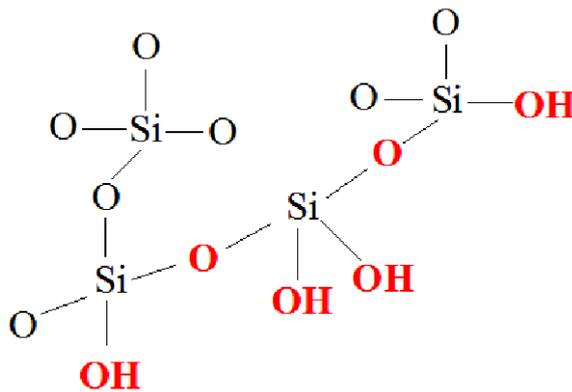


บทที่ 2

แนวคิด ทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ซิลิกา (Silica) (ชนัญญ์ อยู่จ้อย, 2550)

ซิลิกาเป็นวัสดุที่มีเสถียรภาพสูง มีความแข็งแรงทนต่อแรงกระทำทางกายภาพและทนต่อปฏิกิริยาทางเคมีได้ดี ไม่บวมน้ำจึงสามารถใช้กับสารตัวอย่างที่มีส่วนประกอบของน้ำเป็นตัวทำละลายได้ ซิลิกาประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันหลักจำนวน 2 หมู่ ได้แก่ หมู่ไซลอกเซน (siloxane bond) ที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะ Si-O-Si และ หมู่ไซลานอล (silanol group) ที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะ Si-OH ซึ่งเป็นหมู่ที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยามากกว่าพันธะไซลอกเซน เนื่องจากมีสมบัติเป็นกรดอ่อน หมู่ไซลานอลมีอยู่ด้วย 3 ลักษณะ คือ free silanol, geminal silanol และ vicinal silanol ดังภาพที่ 2.1



ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของซิลิกา (Hamza, 2017)

2.1.1 การแบ่งประเภทของซิลิกา

ซิลิกาสามารถแบ่งออกเป็นประเภทต่าง ๆ โดยใช้เกณฑ์ต่างๆ ได้ดังนี้

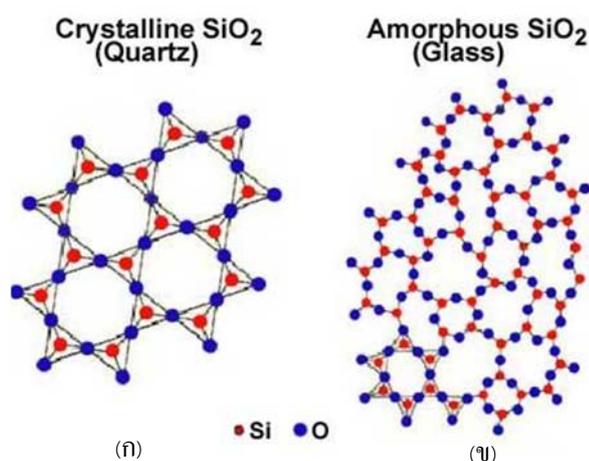
2.1.1.1 การแบ่งประเภทตามขนาดรูพรุน (pore size)

- 1) ไมโครพอร์ซิลิกา (microporous silica) คือ ซิลิกาที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน < 2 nm
- 2) มีโซพอร์ซิลิกา (mesoporous silica) คือ ซิลิกาที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนอยู่ระหว่าง 2-50 nm
- 3) มาโครพอร์ซิลิกา (macroporous silica) คือ ซิลิกาที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน > 50 nm

2.1.1.2 การแบ่งประเภทตามลักษณะโครงสร้างของซิลิกา

1) ซิลิกาแบบอสัณฐาน (amorphous silica) คือ ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างภายในอย่างไม่เป็นระเบียบ ซึ่งเกิดจากการรวมตัวกันระหว่างธาตุซิลิกอนและธาตุออกซิเจนอย่างไม่เป็นระเบียบ โดยซิลิกาอสัณฐานจะมีลักษณะเป็นอนุภาคขนาดเล็ก มีพื้นที่ผิวและปริมาณรูพรุนสูงและมีชื่อในเชิงพาณิชย์แตกต่างกันออกไป เช่น silica gel, precipitated silica, silica fume, pyrogenic silica และ colloidal silica เป็นต้น

2) ซิลิกาแบบโครงสร้างผลึก (crystalline silica) คือ ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างภายในอย่างเป็นระเบียบ

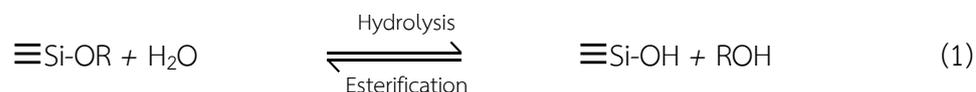


ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของซิลิกา (ก) ซิลิกาโครงสร้างผลึก (ข) ซิลิกาแบบอสัณฐาน
ที่มา: Mbule (2009)

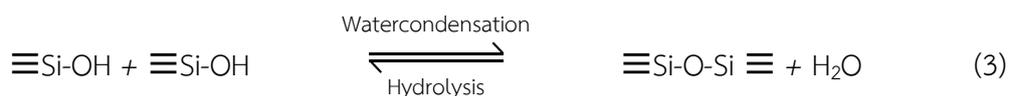
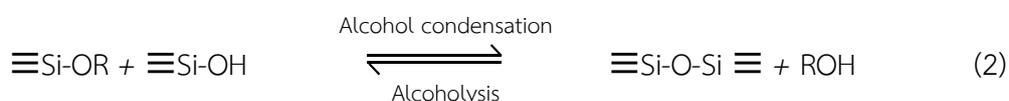
2.1.2 การสังเคราะห์ซิลิกา

การสังเคราะห์ซิลิกานั้นสามารถกระทำได้หลายวิธี อาทิ การสังเคราะห์ซิลิกาในทางอุตสาหกรรมทำโดยนำทรายมาหลอมรวมกับโซเดียมคาร์บอเนต เพื่อให้เกิดเป็นโซเดียมซิลิเกตซึ่งสามารถละลายน้ำได้ จากนั้นนำสารละลายดังกล่าวทำปฏิกิริยากับกรดซิลิฟิวริกเพื่อให้ผงซิลิกา การสังเคราะห์ซิลิกาจากสารตั้งต้นที่เป็นกรดซิลิซิก (silicic acid) โดยผ่านการพอลิเมอไรเซชัน นอกจากนั้นซิลิกายังสามารถเตรียมด้วยวิธีโซล-เจล ซึ่งใช้ภาวะในการสังเคราะห์ที่รุนแรง การควบคุมปัจจัยต่าง ๆ เพื่อให้ได้ซิลิกาที่มีสมบัติตามต้องการ การสังเคราะห์ซิลิกาด้วยวิธีนี้นิยมใช้ซิลิกอนแอลคอกไซด์เป็นสารตั้งต้น เช่น tetramethoxysilane (TMOS) และ tetraethylorthosilicate (TEOS) ใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายที่นิยม ได้แก่ methanol และ ethanol ร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งอาจเป็นกรดหรือเบส โดยมีขั้นตอนของการปฏิกิริยาดังนี้

- 1) ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis reaction) คือ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างน้ำกับซิลิกอนแอลคอกไซด์ เพื่อให้ได้หมู่ไฮดรอกซิลและมีแอลกอฮอล์เป็นผลิตภัณฑ์ร่วม



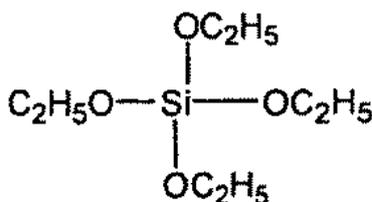
- 2) ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน (condensation reaction) คือ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นต่อเนื่องหลังจากเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยหมู่ไฮดรอกซิลจะทำปฏิกิริยากับซิลิกอนแอลคอกไซด์หรือทำปฏิกิริยากันเองทำให้ได้พันธะซิลอกเซนเกิดขึ้น



ในการสังเคราะห์ซิลิกาตามกระบวนการเกิดปฏิกิริยาข้างต้นนี้ จะได้ไมโครพอร์ซิลิกาที่มีลักษณะแบบบอสันฐาน ต่อมาในปี 1992 Beck และคณะ ได้ค้นพบวิธีการสังเคราะห์มีโซพอร์ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างแบบผลึก โดยการใช้สารลดแรงตึงผิวประเภทแคทไอออนที่มีหมู่ quaternary ammonium ทำหน้าที่เป็นสารต้นแบบ (template) โดยเมโซพอร์ซิลิกาที่เตรียมได้นั้นมีการจัดเรียงโครงสร้างเป็นแถวเรียงกันเป็นรูปทรงหกเหลี่ยม (hexagonal array) มีพื้นที่ผิวสูง (>1000 m²/g) และมีขนาดรูพรุนตั้งแต่ 85 Å-120 Å จากข้อได้เปรียบนี้ จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในหลากหลาย เช่น ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หรือใช้สารดูดซับ เป็นต้น

2.2 สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกา

เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate; TEOS)



ภาพที่ 2.3 โครงสร้างโมเลกุลของเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS)

ที่มา: Furmann (2016)

ตารางที่ 2.1 แสดงคุณสมบัติของเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS)

คุณสมบัติ	ลักษณะ
ลักษณะทั่วไป	ของเหลวใส ไม่มีสี
กลิ่น	กลิ่นเฉพาะตัว
ค่าขีดจำกัดของกลิ่นที่ได้รับ	3.6 ppm
ค่าความเป็นกรดต่าง	ไม่มีข้อมูล
จุดหลอมเหลว/จุดเยือกแข็ง	-77 องศาเซลเซียส
จุดเดือดเริ่มต้นและช่วงของการเดือด	168 องศาเซลเซียส
จุดวาบไฟ	37 องศาเซลเซียสในถ้วยปิด
อัตราการระเหย	ไม่มีข้อมูล
การลุกติดไฟได้ของของแข็งและก๊าซ	ไม่มีข้อมูล
ค่าขีดจำกัดสูงสุดและต่ำสุดของความไวไฟ หรือค่าขีดจำกัดสูงสุดและต่ำสุดของการระเบิด (%, v/v)	ขีดล่าง : 1.3 ขีดบน : 23
ความดันไอ	1 mmHg ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส
ความหนาแน่นไอ (อากาศ = 1)	7.22
ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (น้ำ = 1)	0.93
ความสามารถในการละลายได้ในน้ำ	ละลายอย่างช้า ๆ
ค่าสัมประสิทธิ์การละลายของสารในชั้นของ n-octanol ต่อน้ำ (log kow)	0.04
อุณหภูมิที่ลุกติดไฟได้เอง	ไม่มีข้อมูล
อุณหภูมิของการสลายตัว	ไม่มีข้อมูล

ความหนืด	ไม่มีข้อมูล
ความเสถียรและการเกิดปฏิกิริยา (stability and reactivity)	ทำปฏิกิริยารุนแรงกับกรดน้ำสารออกซิไดซ์
ความเสถียรทางเคมี	เสถียรภายใต้การใช้ในสภาวะปกติอาจสลายตัวเมื่อสัมผัสอากาศชื้นหรือน้ำความเป็นไปได้ในการเกิดปฏิกิริยาอันตราย
สภาวะที่ควรหลีกเลี่ยง	ความร้อนความชื้น
วัสดุที่เข้ากันไม่ได้	สารออกซิไดซ์กรดแก่
ผลิตภัณฑ์จากการสลายตัวที่เป็นอันตราย	คาร์บอนมอนอกไซด์คาร์บอนไดออกไซด์ซิลิคอนออกไซด์ ข้อมูลด้านพิษวิทยา (Toxicological Information)
การหายใจเข้าไป	ทำให้เกิดอาการไอ, แสบคอ, มึนงงและปวดศีรษะ
การสัมผัสทางผิวหนัง	ผิวหนังแห้งและแตก, ผิวหนังแดง
การสัมผัสทางดวงตา	ระคายเคืองดวงตา, ตาแดง
การกลืนกิน	คลื่นไส้อาเจียน
อาการที่ปรากฏ	ไอแสบคอหายใจมีเสียง
ผลกระทบเฉียบพลัน	ระคายเคืองปอดเจ็บในทรวงอกและทำให้ปอดบวม มีผลกระทบต่อระบบประสาทส่วนกลางทำให้สันกระดูกอ่อนเปลี้ยมีนงงหมดสติ
ผลกระทบผลเรื้อรัง	ทำให้ผิวหนังแห้งแตกทำลายตับไตเป็นผลให้ไตโตตับโตและไตวายทำให้จำนวนเม็ดเลือดแดงลดลง เป็นผลให้โลหิตจางค่าประมาณการความเป็นพิษเฉียบพลัน
ความเป็นพิษเฉียบพลันทางปากของหนูทุก	LD50 (Oral, Rat) : 6270 mg/kg

ความเป็นพิษเฉียบพลันทางผิวหนังของ กระต่าย	LD50 (Dermal, Rabbit): 5878 mg/kg
ความเป็นพิษต่อระบบนิเวศน์	ไม่มีข้อมูล
ความคงอยู่นานและความสามารถในการย่อย สลายทางชีวภาพ	ไม่มีข้อมูล
ศักยภาพในการสะสมทางชีวภาพ	ไม่สะสมทางชีวภาพ (log kow : 0.04)
การเคลื่อนย้ายในดิน	ไม่มีข้อมูล
ผลกระทบในทางเสียหายอื่น ๆ	ไม่มีข้อมูล

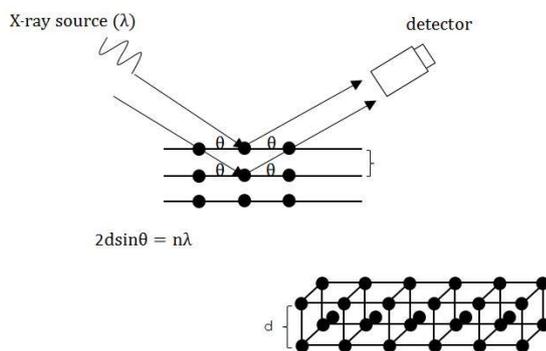
ที่มา: <http://msds.pcd.go.th/searchName>.

2.3 เครื่องมือวิเคราะห์ที่ใช้ในการศึกษาลักษณะของซิลิกา (ชนัญญ์ อยู่จ้อย, 2550)

2.3.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometry, XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เป็นวิธีการวิเคราะห์ที่อาศัยหลักของการยิงรังสี X-ray ไปตกกระทบลงบนชิ้นงานแล้วตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆ โดยมีเครื่องตรวจจับ (detector) เป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากสารประกอบและธาตุต่าง ๆ มีลักษณะโครงสร้างที่แตกต่างกัน ลักษณะการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้นจะมีมุมค่าองศาที่แตกต่างกัน ข้อมูลที่ได้รับสามารถบ่งบอกลักษณะชนิดของสารประกอบที่อยู่ในภายในสารตัวอย่าง อีกทั้งยังสามารถนำมาใช้ในการศึกษาเกี่ยวกับลักษณะโครงสร้างผลึก ปริมาณและขนาดของผลึกของสารประกอบได้อีกด้วยและยังเป็นเทคนิคการวิเคราะห์ที่ไม่ก่อให้เกิดความเสียหายต่อโครงสร้างของสาร

สำหรับการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของโมเลกุลที่มีขนาดตั้งแต่ 10^{-5} ถึง 10^{-7} เมตร ต้องใช้แสงที่มีขนาดความยาวคลื่นที่ใกล้เคียงหรือมีขนาดน้อยกว่าขนาดของอะตอมของสาร โดยปกติแล้วจะใช้แสงที่มีความยาวคลื่นในลักษณะดังกล่าว ได้แก่ รังสีเอ็กซ์ (X-ray) เมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบลงบนอะตอมหรือไอออนภายในโครงสร้างของสาร โดยทำมุมเท่ากับ θ (theta) โดยบางส่วนของรังสีเอ็กซ์เกิดการกระเจิงบนชั้นผิวหน้าของอะตอม อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอ็กซ์จะทะลุผ่านลงไปยังระนาบชั้นที่สอง (2^{nd} plane) ของอะตอม โดยบางส่วนจะเกิดการกระเจิงรังสีและส่วนที่เหลือก็จะผ่านไปยังชั้นถัดไปของอะตอม ดังแสดงในภาพที่ 2.4



ภาพที่ 2.4 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบบอะตอม

ที่มา: ชนัญญ์ อยู่จ้อย, 2550

จากภาพที่ 2.4 แสดงลักษณะลักษณะของรังสีเอ็กซ์ที่ทะลุผ่านเข้าไปในแต่ละระนาบชั้นของอะตอม ซึ่งจะเกิดการเลี้ยวเบนในลักษณะเดียวกัน เมื่ออะตอมในโครงสร้างผลึกมีการจัดเรียงตัวกันอยู่อย่างเป็นระเบียบและมีระยะห่างเท่า ๆ กัน ซึ่งมีลักษณะคล้ายคลึงกับการเลี้ยวเบนผ่านเกรตติง

ข้อมูลจากเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตแกรมจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Bragg angle (2θ) กับความเข้มของรังสีเลี้ยวเบนที่ตรวจวัดได้ (I , intensity) โดยอยู่ในรูปของค่า I หรือ I/I_0 โดยที่ค่า I_0 คือค่าความเข้มรังสีเอ็กซ์ในช่วงกราฟที่มีความเข้มสูงสุด โดยกำหนดให้กราฟที่มีความเข้มสูงสุดมีค่า $I/I_0 = 100\%$ จากค่า 2θ จะสามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบชั้นของอะตอม (d) ในโครงสร้างผลึกจากสมการของ Bragg ได้ ซึ่งระยะห่างระหว่างระนาบชั้นเป็นค่าเฉพาะตัวของสารแต่ละตัว

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (4)$$

เมื่อ	n	=	จำนวนเต็ม
	λ	=	ความยาวคลื่นรังสีเอ็กซ์ (nm)
	d	=	ระยะห่างระหว่างระนาบชั้นของผลึกที่ทำการตรวจสอบ (nm)
	θ	=	มุมเลี้ยวเบนหรือมุมระหว่างรังสีเอ็กซ์กับระนาบของแลตทิซ (lattice plane)

งานวิจัยนี้ได้นำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD มาใช้ในการตรวจสอบโครงสร้างของมีโซพอร์สซิลิกาว่าลักษณะการจัดเรียงโครงสร้างภายในเป็นแบบผลึก (crystalline) หรือเป็นแบบอสัณฐาน (amorphous) โดยทั่วไปมีโซพอร์สซิลิกามักมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน ซึ่งจะไม่ปรากฏลักษณะของพีคในเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตแกรม แต่ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างเป็นแบบผลึกจะปรากฏพีคขึ้นในเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตแกรม โดยเกิดเป็นรูปแบบที่แตกต่างกันที่เป็นลักษณะเฉพาะของโครงสร้างของสารแต่ละชนิด

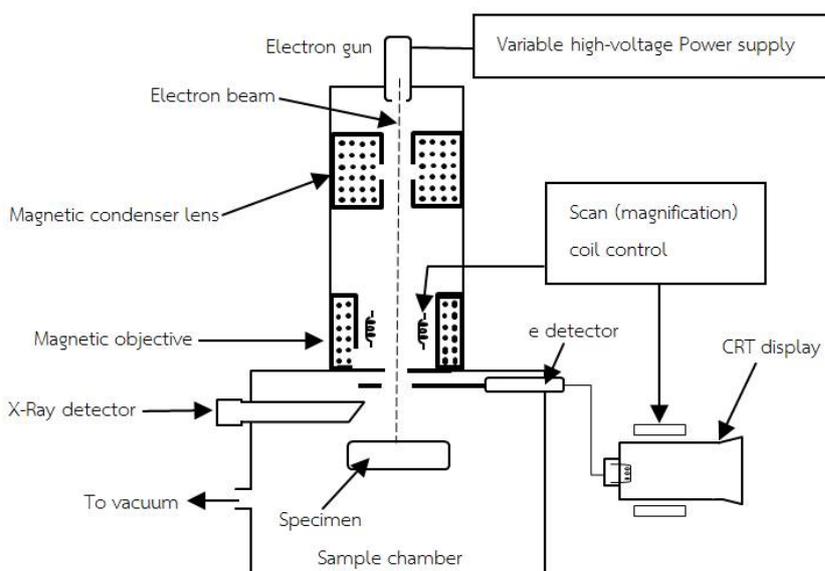
2-theta คือ มุมของการเลี้ยวเบน ขึ้นอยู่กับระยะห่างของชั้นของอนุภาค (b-spacing)

ความเข้ม (Intensity) คือ ค่าความเข้มของพลังงาน ซึ่งขึ้นอยู่กับหลาย ๆ ปัจจัย อาทิ จำนวนระยะที่มีค่า (d-spacing) นั้น ๆ หรือขึ้นอยู่กับ structural factor ก็ขึ้นอยู่กับอะตอม

2.3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนั้นเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของสารตัวอย่าง โดยอาศัยลำอิเล็กตรอนจากต้นกำเนิดส่องผ่านไปที่สารตัวอย่างผ่านเลนส์ที่ทำหน้าที่เป็นตัวขยายภาพ (Magnetic condenser lens) เพื่อให้ได้ภาพของวัตถุที่ชัดเจน อย่างไรก็ตาม กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะไม่เกิดเป็นภาพจริงของสารตัวอย่างในทันที แต่จะได้รับการตรวจรับข้อมูลและแสดงในจอ cathode ray tube (CRT) ลักษณะการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังภาพที่ 2.5

ลำอิเล็กตรอน (Electron beam) จากแหล่งต้นกำเนิดจะถูกเร่งให้เคลื่อนที่มาที่สารตัวอย่างตามคอลัมน์ซึ่งมีลักษณะเป็นสุญญากาศ ลำแสงอิเล็กตรอนจะส่องกราดไปที่สารตัวอย่างอย่างรวดเร็ว ซึ่งบริเวณพื้นที่ผิวของสารตัวอย่างที่ถูกยิงด้วยลำอิเล็กตรอนจะเกิดการปลดปล่อยสัญญาณในรูปแบบต่าง ๆ ขึ้นหลายชนิดในเวลาเดียวกัน เช่น เอ็กซ์เรย์ (X-Ray), อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron, SEM) และกระเจิงกลับของอิเล็กตรอน (back scattered electrons, BSC) เป็นต้น โดยเฉพาะสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิเป็นสัญญาณที่ถูกนำมาใช้ในสร้างภาพมากที่สุด ซึ่งเมื่อสัญญาณนี้ถูกตรวจพบข้อมูลจะถูกส่งต่อไปยังส่วนของหน้าจอแสดงผลภาพ (CRT display) ภาพที่ปรากฏขึ้นจะเป็นลักษณะภาพ 3 มิติและถูกบันทึกไว้โดยกล้องถ่ายภาพ



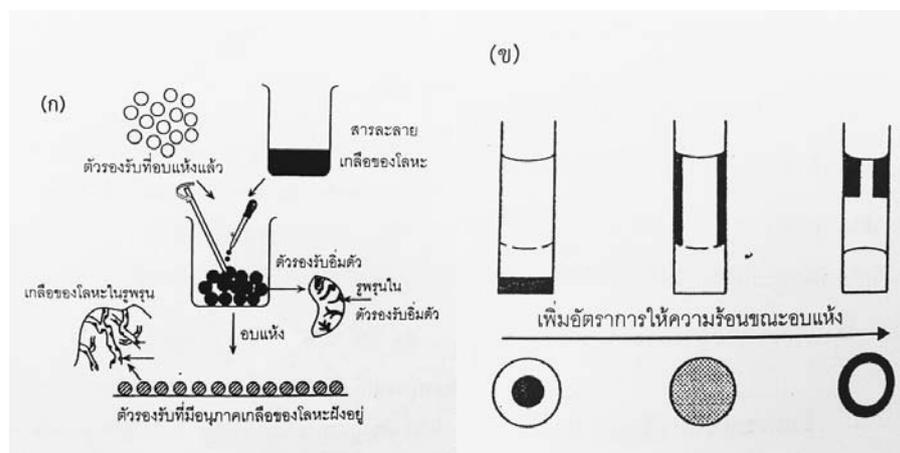
ภาพที่ 2.5 แผนภาพแสดงส่วนประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ที่มา: ชนัญญ์ อยู่จ้อย, 2550

2.3.3 เทคนิคการฝังตัว (impregnation) (นพิตา หิฎชีระนันท์, 2557)

อิมเพรกเนชันหรือการฝังตัว (impregnation) เป็นวิธีการพื้นฐานที่ง่ายและสะดวกที่สุดใน การกระจายวัสดุภาคกัมมันต์บนพื้นผิวของตัวรองรับ เนื่องจากไม่มีขั้นตอนการกรองและการล้าง จึง เป็นวิธีที่นิยมทั้งในระดับห้องปฏิบัติการทั่วไปและอุตสาหกรรม การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีการใช้ โลหะมีตระกูลที่มีราคาแพง โดยสารตั้งต้นโลหะกัมมันต์ต้องละลายได้ดีในน้ำหรือตัวทำละลายอื่นๆ ที่ เหมาะสม เช่น กลีโกลิโกลในเตรต กลีโกลิโกลแอสซิเทต กลีโกลิโกลคลอไรด์ เป็นต้น ปริมาตรและ ความเข้มข้นของสารละลายโลหะส่งผลต่อปริมาณและการกระจายตัวของอนุภาคโลหะที่ติดบนผิว ของตัวรองรับ โดยทั่วไปกำหนดปริมาตรของสารละลายที่ใช้ให้ใกล้เคียงกับปริมาตรรูพรุนของตัว รองรับเพื่อให้โลหะกัมมันต์ทั้งหมดในสารละลายเติมเต็มภายในรูพรุนพอดีเรียกวิธีนี้ว่า อิมเพรกเนชัน แบบเปียกชุ่ม (incipient wetness impregnation) ตัวรองรับที่เหมาะสมสำหรับการพอกพูนด้วยวิธี นี้จึงควรมีพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนสูงและขนาดรูพรุนไม่เล็กจนเกินไป

ภาพที่ 2.6 (ก) แสดงขั้นตอนการพอกพูนโลหะกัมมันต์บนตัวรองรับด้วยวิธีอิมเพรกเนชัน ตัว รองรับต้องผ่านการอบหรือการเผาเพื่อไล่ความชื้นหรือสิ่งสกปรกบนผิวออกก่อน จากนั้นค่อย ๆ หยด สารละลายโลหะลงบนตัวรองรับพร้อมกับการกวนผสมให้สารละลายกระจายอย่างทั่วถึง ทิ้งไว้สักครู่ เพื่อให้ตัวรองรับอิมตัวด้วยสารละลาย ทำการอบแห้งด้วยตู้อบลมร้อนหรือในภาวะสุญญากาศ (ใช้ อุณหภูมิในช่วง 80-150 องศาเซลเซียส) จะเกิดการพอกพูนสารตั้งต้นโลหะบนตัวรองรับ อัตราการอบ (drying rate) ส่งผลต่อการกระจายตัวของโลหะกัมมันต์ภายในรูพรุน (ภาพที่ 2.6 (ข)) ถ้าอัตราการ อบต่ำ การระเหยของน้ำหรือตัวทำละลายจะเกิดขึ้นอย่างช้าๆ บนผิวหน้าของเหลวที่อยู่ภายในรูพรุน (meniscus) ดังนั้น สารตั้งต้นโลหะส่วนใหญ่จะพอกพูนอยู่ในส่วนลึกสุดของรูพรุน ขณะที่อัตราการ อบแห้งที่สูงเกินไป (เกิดขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิสูง) ทำให้ของเหลวภายในรูพรุนเดือดและดันสารตั้งต้น โลหะออกมาด้านนอก ทำให้เกิดการพอกพูนโลหะกัมมันต์บริเวณปากรูพรุนของตัวรองรับ

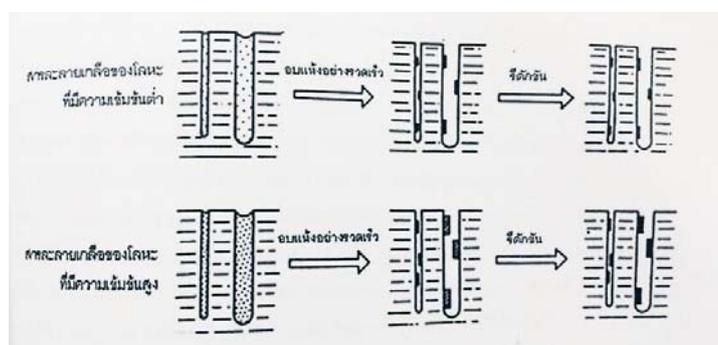


ภาพที่ 2.6 ภาพจำลองแสดง (ก) การพอกพูนโลหะกัมมันต์บนตัวรองรับด้วยวิธีอิมเพกเนชัน และ
(ข) ผลของอัตราอบแห้งต่อการพอกพูนโลหะกัมมันต์รูพรุนของตัวรองรับ
ที่มา: นพิตา หิฎชีระนันท์, 2557

ความเข้มข้นสารละลายโลหะกัมมันต์ที่พอกพูนอยู่ในรูพรุนของตัวรองรับแสดงดังภาพที่ 2.7 เมื่อมีอัตราการระเหยแห้งที่เท่ากันการใช้สารละลายโลหะที่มีความเข้มข้นสูงจะทำให้ได้อนุภาคของโลหะกัมมันต์ที่มีขนาดอนุภาคของโลหะที่มีใหญ่กว่าการใช้สารละลายโลหะที่มีความเข้มข้นต่ำกว่า นอกจากนี้ขนาดรูพรุนที่มีขนาดไม่สม่ำเสมอภายในตัวรองรับส่งผลให้เกิดการกระจายของขนาดอนุภาคของโลหะกัมมันต์ที่มีช่วงกว้าง (high distribution) ดังนั้นการเลือกอัตราอบแห้งและความเข้มข้นของสารละลายโลหะกัมมันต์ที่เหมาะสมในการกระจายอนุภาคของโลหะกัมมันต์ได้อย่างสม่ำเสมอและทั่วถึงตลอดทั้งภายในรูพรุนของตัวรองรับ ข้อพึงระวังอีกประเด็น คือ สารตั้งต้นโลหะบางชนิดเกิดอันตรกิริยากับพื้นผิวของตัวรองรับอย่างแข็งแรง โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ตัวรองรับชนิดอะลูมินา ซิลิกา (เช่น ซีโอไลต์) ทำให้การกระตุ้นโลหะกัมมันต์ด้วยรีดักชัน (reduction) เกิดได้ยาก

ตัวอย่างของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคนี้ได้แก่ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมิเนียม ($\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$) ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับใช้ในปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว (unsaturated hydrocarbon) ได้แก่ สารประกอบจำพวกแอลคีนและแอมเมติกส์ ตลอดจนไขมันหรือน้ำมันและยังเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์แก๊สมีเทน (methanation) จากคาร์บอนมอนอกไซด์ หรือ คาร์บอนไดออกไซด์ การแตกตัวของแอมโมเนีย ดีไฮเดรชันของแอลกอฮอล์ ไฮโดรดีแอลคิเลชันของไอโซแอลเคน (isoalkanehydrodealkylation) และการกำจัดแฮไลด์ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 10% $\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ใช้สารละลายนิกเกิลไนเตรทเฮกซะไฮเดรต (nickel nitrate hexahydrate, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และแกมมา-อะลูมินา (Al_2O_3) ที่มีลักษณะแบบเม็ดหรือลักษณะแบบผงที่ผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิ 400-500 องศาเซลเซียส เป็นเวลานานประมาณ 2-3 ชั่วโมง โดยมีพื้นที่ผิว (surface area) ประมาณ $85 \text{ m}^2/\text{g}$ และ ปริมาตรรูพรุน (pore

volume) $0.45 \text{ cm}^3/\text{g}$ จากนั้นทำการหยุดสารละลายนิกเกิลในเตาที่เตรียมไว้ลงบนอะลูมินาและผสมจนจนกระทั่งอะลูมินาเริ่มเปียกชุ่มพอดี นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิประมาณ 80-100 องศาเซลเซียสข้ามคืนในตู้อบสูญญากาศ ในการนำตัวเร่งปฏิกิริยานี้ไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิไม่เกิน 400 องศาเซลเซียสให้นำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบไปรีดิวซ์ (Reduce) ในบรรยากาศของแก๊สไฮโดรเจนโดยตรงที่อุณหภูมิประมาณ 450 องศาเซลเซียส แต่หากต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงกว่า 500 องศาเซลเซียส ควรนำไปผ่านกระบวนการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และนำไปรีดิวซ์ในบรรยากาศของแก๊สไฮโดรเจนที่ 500 องศาเซลเซียส ซึ่งช่วยเพิ่มความเสถียรทางความร้อนให้กับตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลมากขึ้น แต่ส่งผลให้พื้นที่ผิวและการกระจายตัวของนิกเกิลลดต่ำลง



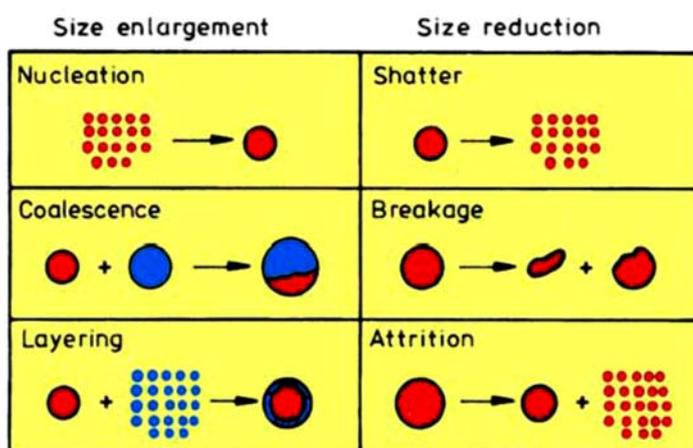
ภาพที่ 2.7 ภาพแสดงอิมเพกชันของโลหะกัมมันต์ในรูปพูนของตัวรองรับโดยใช้สารละลายเกลือของโลหะที่มีความเข้มข้นแตกต่างกัน
ที่มา: นพิตา หิฎฐิระนันท์, 2557

2.4 การแปรสภาพเป็นเม็ดผง (กรรจนา สุวรรณสังข์, 2552)

ในกระบวนการแปรสภาพทางกล (mechanical process) โดยทำให้เกิดเป็นเม็ดผงนั้นจัดอยู่ในลักษณะการแปรรูปเชิงกล โดยผ่านกระบวนการการรวมกลุ่ม (agglomeration) ซึ่งจะเป็นการเพิ่มขนาดของอนุภาคด้วย โดยนำเอาสารหรือวัตถุดิบที่มีลักษณะเป็นของแข็ง (solid) ที่ผ่านกระบวนการลดขนาด (size reduction) เพื่อให้สารหรือวัตถุดิบนั้นมีอนุภาคที่ละเอียดและมีขนาดที่ใกล้เคียงกัน จากนั้นเติมตัวประสานเพื่อทำหน้าที่ในการประสานอนุภาคเข้าด้วยกัน ทำให้เกิดการรวมตัวของอนุภาคและเป็นการเพิ่มขนาดของอนุภาคให้เป็นเม็ดที่มีขนาดใหญ่ขึ้น (large particle) สำหรับการประยุกต์ใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงานและการจัดเก็บ

ในการเพิ่มขนาดของเม็ดผงมีลักษณะของการรวมกลุ่มอยู่ 3 ประเภทตามการเปลี่ยนแปลงของขนาดอนุภาคดังภาพที่ 2.8 คือ

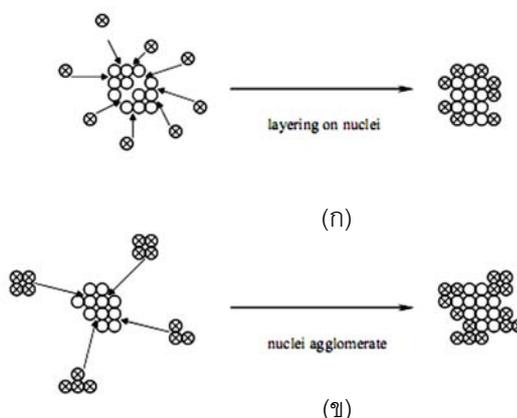
1. nucleation คือ การที่อนุภาคเกิดการรวมตัวกันและเกิดเป็นนิวเคลียสขึ้นและมีการสร้างผลึกที่โตขึ้นจนเกิดเป็นเม็ดขนาดใหญ่
2. coalescence คือ ลักษณะของการเชื่อมต่อของอนุภาคเข้าด้วยกันจนเกิดเป็นอนุภาคใหม่ที่มีขนาดใหญ่ขึ้น
3. layering คือ กระบวนการเคลือบผิวของอนุภาคที่มีลักษณะเป็นชั้น ๆ จนเกิดเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น



ภาพที่ 2.8 กลไกการเกิดเม็ดผงแบบต่างๆ
ที่มา: กรรจนา สุวรรณสังข์, 2552

กระบวนการพ่นแห้ง (spray dry) มีลักษณะกลไกในการเกิดเป็นเม็ดได้ โดยสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ขั้นตอน คือ

1. กระบวนการเกิดนิวเคลียส (nucleation) คือ กระบวนการเปลี่ยนแปลงขั้นแรกโดยเกิดจากการรวมตัวกันของอนุภาคผงที่ขึ้นนิวเคลียส (nuclei) ห่อหุ้มอยู่แบบไม่แน่นอน (random)
2. เกิดการรวมตัวกันของอนุภาคผงเป็นกลุ่มก้อนที่โตขึ้น (growth of granule in spray granulation) ที่มีขึ้นนิวเคลียสที่ห่อหุ้มอยู่ที่มีลักษณะรูปร่างค่อนข้างกลม และหนาแน่นขึ้นเนื่องจากถูกกระทำที่แรงดันเท่ากันโดยมีสารเติมแต่งที่เป็นตัวประสานทำหน้าที่เคลือบผิวและดูดซับ (adsorption) อนุภาคผงเข้าไว้ด้วยกัน นอกจากนี้ยังสามารถดูดซับความร้อนได้ด้วย ซึ่งในส่วนนี้เป็นจุดที่ทำให้สามารถควบคุมความชื้นของเม็ดผงที่หลงเหลืออยู่หลังการพ่นแห้งให้มีความชื้นในปริมาณที่ต่ำได้ดังภาพที่ 2.9



ภาพที่ 2.9 กลไกการเกิดเม็ดผง (granulation) ของกระบวนการพ่นแห้ง (ก) การเกิดนิวคลีไอ (ข) การเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคผงเป็นก้อน
ที่มา: กรรจนา สุวรรณสังข์

2.5 สารตรึงกลิ่น (fixative) (Arctander, 2017)

2.5.1 Fixative

หมายถึง สิ่งที่ช่วยลดหรือชะลอการระเหยของน้ำมันหอมระเหย โดยมีลักษณะทางกายภาพที่แตกต่างกัน พบว่าโครงสร้างของโมเลกุลที่สูงจะสามารถดูดซับกลิ่นหอมได้โดยตรง ตัวอย่างสารที่ทำให้ระเหยช้าในธรรมชาติ คือ กลุ่มกำยาน

2.5.2 Arbitrary

หมายถึง สารที่มีลักษณะเฉพาะของน้ำหอม ทำให้ติดทนนาน เกิดการระเหยไปอย่างช้า ๆ แต่สารชนิดนี้ไม่ได้ส่งต่อการระเหยของสารหอมชนิดอื่นในองค์ประกอบ ตัวอย่างสารตรึงกลิ่น “arbitrary” จากธรรมชาติ คือ โอคมอส (oakmoss)

2.5.3 Exalting fixative

สารเหล่านี้ทำหน้าที่เป็น “ตัวส่งกลิ่น” และมักจะทำหน้าที่เป็นสารผสมร่วมให้มีกลิ่นดีขึ้น ให้กลิ่นติดทนหรือปล่อยไอระเหยของสารหอมชนิดอื่นในองค์ประกอบ exalting fixative อาจจะทำให้มีราคาที่สูงขึ้น “ให้กลิ่นที่ติดทน” ในน้ำหอม สารที่ผสมทำให้การกระจายตัวและการเก็บรักษาของน้ำหอมมีความสมบูรณ์ จางหายไปได้ช้าจากผิวของมนุษย์เพื่อนำไปใช้ได้อีก แม้ว่าผลของสารตรึงกลิ่นเหล่านี้จะพิจารณาจากผลทางกายภาพอย่างเดียว

2.5.4 สิ่งที่เรียกว่า Fixative

สารที่เป็นผลึกไม่มีกลิ่นหรือเกือบจะมีกลิ่นมีลักษณะที่หนืดหรือเป็นของเหลว สารที่มีลักษณะจุดเดือดสูงก็ทำให้องค์ประกอบของน้ำหอมสูงตามไปด้วย จึงมีการเลือกน้ำหอมและเลือกหาวิธีที่จะรักษาเสถียรภาพของกลิ่นให้อยู่ได้นาน ซึ่งสารที่ดึงกลิ่นและมีความสามารถทำให้มีกลิ่นติดทนนานคือ สารตรึงกลิ่น (fixative)

2.6 หัวน้ำหอม น้ำหอม และผลิตภัณฑ์น้ำหอม (Perfume oil, Perfume & Fragrance Preparation) (อรรถกถา มโนสร้อย, 2533)

เครื่องหอม (fragrances) หรือ สิ่งหอม หมายถึง สารต่าง ๆ ที่สามารถระเหยได้ในอุณหภูมิห้องหรือเกิดการระเหยเมื่อโดนความร้อน และปลดปล่อยกลิ่นที่พึงพอใจแก่มนุษย์ ตามประวัติศาสตร์เครื่องหอมเป็นเครื่องสำอางชิ้นแรกที่มีมนุษย์รู้จักและนำมาใช้ มนุษย์รู้จักใช้เครื่องหอมในพิธีทางศาสนาในการบูชาสิ่งศักดิ์สิทธิ์ที่เชื่อถือกันมาแต่โบราณกาล นอกจากนี้นักโบราณคดีได้พบว่าพีระมิดของกษัตริย์อียิปต์ซึ่งมีอายุเป็นพัน ๆ ปีก่อนคริสตกาล เครื่องหอมบางชนิดที่ถือว่าเป็นเครื่องสำอางประทีนผิวฝังรวมอยู่ด้วยในทัศนคติของอียิปต์โบราณเชื่อว่าคนเราตายแล้วจะฟื้นคืนชีวิตกลับมาได้ใหม่เมื่อวิญญาณกลับคืนเข้าสู่ร่าง ดังนั้นการรักษาศพให้อยู่ในสภาพดีโดยทำให้เป็นมัมมี่จึงได้กระทำกันอย่างประณีตและเป็นความลับสุดยอด โดยพระในสมัยนั้นการฝังศพของกษัตริย์หรือกษัตริย์มาเกิดคงจะเกรงว่าจะขาดแคลนสิ่งใช้สอยจึงได้ฝังเอาทรัพย์สมบัติและเครื่องใช้สอยรวมทั้งอาหารและเครื่องหอมต่าง ๆ ไว้ด้วย ดังนั้นจากสิ่งของเครื่องใช้ที่ฝังไว้ได้ใช้เป็นข้อพิสูจน์ให้ทราบว่ามนุษย์เมื่อหลายพันปีก่อนคริสตกาลได้รู้จักการใช้เครื่องหอมกันแล้ว ดังนั้นจึงถือว่า “เครื่องหอม” คือผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางชิ้นแรกของมนุษย์ที่มีการเตรียมขึ้น

2.6.1 ที่มาของเครื่องหอม (Source of Fragrance)

ในการผลิตผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางนั้นมีการใช้เครื่องหอมที่อยู่ในรูปของหัวน้ำหอมที่ได้จากกระบวนการสกัดจากสิ่งหอมตามธรรมชาติ หรือ ผ่านกระบวนการผสมจากสารเคมีสังเคราะห์ (aromatic chemical compounds) หรือ จากการใช้สิ่งหอมตามธรรมชาติผสมเข้ากับสารเคมีสังเคราะห์ โดยผลิตภัณฑ์หัวน้ำหอมที่ได้จากกระบวนการสกัดสิ่งหอมตามธรรมชาติจะมีราคาค่อนข้างสูง เนื่องจากจำเป็นต้องใช้วัตถุดิบเครื่องหอมเป็นจำนวนมากในการเตรียมหัวน้ำหอม อีกทั้งยังได้ปริมาณของหัวน้ำหอมในปริมาณน้อย

2.6.2 สิ่งหอมตามธรรมชาติ

สิ่งหอมที่ได้จากธรรมชาตินั้นสามารถพบได้จากพืชและสัตว์ สำหรับสิ่งหอมที่ได้จากสัตว์ที่สำคัญ ได้แก่ อำพันทะเล (ambergris) บีเวอร์ (castoreum) ชะมด และมัสก์

2.6.3 สิ่งหอมจากสัตว์

“Ambergris” หมายถึง สำนอกของปลาวาฬ หรือสามารถเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า อำพันทอง ซึ่งเป็นสิ่งหอมที่ได้จากปลาวาฬโดยเฉพาะ เกิดจากการที่ปลาวาฬกินปลาหมึกทะเลเข้าไปจำนวนมาก และจอยปากของปลาหมึกเข้าไปที่ม้ามกระเพาะปลาวาฬ ทำให้เกิดการอักเสบของเยื่อกระเพาะ และกระเพาะปลาวาฬจะขับสารออกมาคลุมแผลเพื่อระงับอาการอักเสบนั้น และจับกันเป็นก้อนแข็ง ก้อนอำพันที่ปลาวาฬสำรอกออกมาโดยปกติแล้วมีขนาดเล็ก แต่ก้อนอำพันทองขนาดใหญ่

จะได้รับการชำระแพะของปลาว่าหที่ถูกล่าเท่านั้น อำพันทองที่พบมักมีค่าความถ่วงจำเพาะระหว่าง 0.78 ถึง 0.91 หลอมตัวที่อุณหภูมิ 60 °C สามารถละลายได้ดีในสารประกอบประเภทอีเทอร์ แอลกอฮอล์ และน้ำมัน โดยมีสารที่ให้ความหอม คือ ambrein ร่วมกับ benzoic acid และสารอื่นอีกเล็กน้อย เช่น cholesterol และ fatty oils ระเหยง่ายเมื่อถูกความร้อน ติดไฟ และมีกลิ่นหอมเฉพาะตัวติดทนมาก อำพันทองที่ดีควรมีสีเทาอ่อน มีสารสังเคราะห์ 3 ชนิดที่ให้กลิ่นคล้ายคลึงอำพันทะเล (ambergris) คือ methyl ether ของ mononitrodibromo-butyl-m-cresoldeca-hydro-naphthylaldehyde, 5-6-7-tetrahydro-1-naphthyl acetaldehyde และ 2-4, diisopropyl phenyl-glycidic acid เนื่องจากอำพันทะเลเป็นสิ่งหอมที่ให้กลิ่นติดทนนานมาก ดังนั้นจึงนิยมใช้เป็นสารทำให้กลิ่นติดทน “Castoreum” เป็นสิ่งขับถ่ายออกจากกระเปาะไกล่เคียงอวัยวะสืบพันธุ์ของตัวนาก (*Castor fiber*) ทั้งตัวผู้และตัวเมียพันธุ์แคนาดาหรือพันธุ์รัสเซีย โดยกระเปาะดังกล่าวอยู่ระหว่างทวารหนักและอวัยวะสืบพันธุ์ มีรูปร่างรีและมักอยู่เป็นคู่ เมื่อผ่าออกมาใหม่ ๆ จากถุงที่หุ้มห่ออยู่ภายในจะมีลักษณะเป็นครีมสีขาวแต่เมื่อตากแห้งหรืออังไฟแล้ว สิ่งขับถ่ายนี้จะเปลี่ยนเป็นของเหนียวหรือเรซินสีน้ำตาล ส่วนประกอบของ castoreum คือ ผลึก castorin ร่วมกับ resin benzoic และ volatile oil ซึ่งได้แก่ benzylalcohol, acetophenone, p-ethylphenol l-borneol และ lactone กลิ่นไม่ชวนดมเมื่ออยู่ในสภาพเข้มข้นแต่เมื่อเจือจางมากจะมีกลิ่นหอมโดยมากจะผลิตออกมาจำหน่ายในรูปทิงเจอร์ ในการเตรียมทิงเจอร์ของ castoreum จะเตรียมโดยขูดสิ่งขับถ่ายนี้ออกจากกระเปาะแล้วไปคลุกกับแป้งท้าวขย่มอม หรือ ทราเยบรียูทซ์ขาวสะอาดแล้วจึงนำไปแช่หมักไว้ในแอลกอฮอล์ 90% ปริมาณ 20 เท่าตัว โดยหมักไว้หลาย ๆ วันแล้วกรองจะได้ทิงเจอร์สีน้ำตาลเข้ม การที่มีสีน้ำตาลเข้มจึงทำให้ไม่นิยมใช้ แต่ที่ใช้ส่วนใหญ่จะใช้เป็นตัวทำให้หอมติดทนนาน (fixative) ในน้ำหอมที่มีกลิ่นหนัก ๆ เช่น chypre bouquet

“Civet (Zebeth)” เป็นสิ่งที่เกิดจากการขับถ่ายมาจากกระเปาะของต่อมคู่ที่อยู่ไกล่เคียงกับอวัยวะสืบพันธุ์ของตัวชะมด (*Viverracivetta*) ทั้งตัวผู้และตัวเมียที่เช็ดไว้ตามต้นไม้ เพื่อดึงดูดเพศตรงข้าม บริเวณที่พบตัวชะมดมาก คือ ประเทศอาบิสซิเนีย (Abyssinia) สิ่งขับถ่ายนี้เป็นสิ่งที่ชะมดใช้เป็นสื่อสัมพันธ์ทางเพศ มีทั้งในตัวผู้และตัวเมีย ดังนั้นในการเก็บชะมดจะทำโดยขังตัวชะมดไว้ในกรงแล้วใช้ไม้แบน ๆ หรือแผ่นงา ขูดสิ่งที่ชะมดขับออกมาและเช็ดไว้ตามซี่กรง การเก็บโดยมากจะเก็บทุกวันตอนเช้า ชะมดที่ได้จากตัวผู้จะมีกลิ่นแรงกว่าและได้ราคาดีกว่า บริเวณที่ผลิตชะมดเช็ดมากคือแถบแอฟริกา ส่วนประกอบที่สำคัญของชะมดเช็ดคือโคโคโตนที่เรียกว่า zibetone ซึ่งเป็นสารที่สำคัญที่ใช้เป็นสารตรึงกลิ่นในหัวน้ำหอม

“Musk” เป็นสิ่งขับถ่ายที่ได้จากกระเปาะข้างๆ อวัยวะสืบพันธุ์ของกวางภูเขาตัวผู้ (musk deer, *Moschus moschiferus*) สัตว์ประเภทนี้มีอยู่ตามแถบภูเขาหิมาลัย ทิเบต ประเทศจีน และญวนเหนือ musk ที่มีคุณภาพดีคือ musk ที่ได้จากบริเวณตั้งเกี่ย ประเทศจีน ตอนใต้แถวแคว้น

เสฉวน ประเทศญวนและทิเบตโดยทั่วไปจะเรียกชื่อ มัสค์ (musk) ตามแหล่งที่ได้มา เช่น ญวน มัสค์ เป็นต้น ในสภาพธรรมชาติมัสค์จะมีลักษณะเป็นผงสีคล้ำอยู่ในกระเปาะที่เป็นถุงหนัง โดยผงนี้มีลักษณะเป็นไขมันแข็งมีกลิ่นเฉพาะตัวและมีส่วนประกอบที่สำคัญคือ คอเลสเทอรอล, ไขมัน, แร็กซ์, อัลบูมิน และสารให้กลิ่นซึ่งเป็นสารพวกคีโตน (ketone) ที่เรียกว่า muskone หรือ muscone (3-methylcyclopentadecan-one) โดยมีอยู่ประมาณ 2 % ซึ่งจะมีกลิ่นหอมติดทนนาน จึงใช้เป็นสารตรึงกลิ่นในน้ำหอม

2.6.4 สิ่งหอมจากสารเคมีสังเคราะห์ (Aromatic Chemical Compounds)

ในปัจจุบันการสกัดหัวน้ำหอมจากสิ่งต่าง ๆ ในธรรมชาติเริ่มเป็นสิ่งที่กระทำได้ยาก เนื่องจากความต้องการใช้ในปริมาณที่สูง ร้อยละผลได้ของสารที่ต้องการต่ำและมีราคาสูง จึงได้มีการสังเคราะห์สารหอมและในวิชาทางเภสัชกรรมนำสารหอมเหล่านี้มาปรุงแต่งให้ได้หัวน้ำหอมชนิดต่างๆซึ่งอาจจะเป็นกลิ่นดอกไม้หรือกลิ่นอื่นๆที่แปลกออกไปและในบรรดาสารหอมที่ใช้เป็นส่วนประกอบของหัวน้ำหอมนั้นมีอยู่หลายชนิด โดยแต่ละชนิดจะมีคุณสมบัติและกลิ่นเฉพาะตัวบางชนิดมีกลิ่นหอมชวนดม เช่น phenyl ethyl alcohol หรือ มีกลิ่นพอดมได้ เช่น cumic aldehyde แบบที่มีกลิ่นเหม็นเหมือนหนังสัตว์ เช่น undecylenic alcohol แบบที่มีกลิ่นเหม็นเหมือนอุจจาระชวนอาเจียน เช่น อินโดล (indole) แต่ในกรณีอินโดลเมื่อเจือจางมาก ๆ กลับมีกลิ่นหอมมาก ๆ จะเห็นว่ากลิ่นดอกมะลิมีส่วนผสมของอินโดลอยู่ จะสังเกตได้เมื่อดอกมะลิเน่าจะได้กลิ่นอินโดลชัดเจนขึ้น ทั้งนี้เพราะกลิ่นหอมอื่น ๆ ระเหยหรือสลายตัวไปหมดแล้วเหลือแต่อินโดลเป็นกลิ่นสุดท้าย ดังนั้นในการเตรียมหัวน้ำหอมดอกมะลิโดยใช้สารเคมีจะใช้อินโดลเป็นสารตรึงกลิ่นหรือสารทำให้กลิ่นติดทน แต่ละชนิดจะมีกลิ่นเฉพาะตัว

2.6.5 กลิ่นน้ำหอมกับเวลา

โดยปกติความเข้มข้นของกลิ่นหอมที่สัมผัสได้จากการสูดดมจะเกี่ยวข้องกับความเข้มข้นของน้ำหอมที่ระเหยอยู่ในบรรยากาศก่อนที่จะถูกสูดเข้าสู่จมูกของผู้รับกลิ่น และความเข้มข้นของน้ำหอมที่อยู่ในผลิตภัณฑ์นั้น ๆ นอกจากนี้ระยะเวลาของช่วงเวลาการได้รับกลิ่นหอมจะขึ้นกับอัตราการระเหยของผลิตภัณฑ์น้ำหอมและความเข้มข้นของน้ำหอม ในขณะที่อัตราเร็วของการระเหยของผลิตภัณฑ์น้ำหอมจะขึ้นกับปัจจัยต่าง ๆ คือ อุณหภูมิของบรรยากาศ พื้นที่ผิวในการระเหย การไหลของอากาศ ความเร็วของอากาศที่ผ่านผลิตภัณฑ์น้ำหอม สมบัติของตัวผลิตภัณฑ์ เช่น การระเหยของน้ำหอมออกจากผิวหน้าของน้ำหอมในสารละลายประเภทแอลกอฮอล์ (เช่น colognes, perfumes) ซึ่งจะมีอัตราการระเหยรวดเร็วกว่าน้ำหอมที่ละลายในผลิตภัณฑ์ที่เป็นน้ำมัน หรือ ไขมัน หรือ สารประกอบจำพวก emulsified base (เช่น bath oils, cream sachets) พื้นที่ผิวที่ผลิตภัณฑ์น้ำหอมปกคลุมอยู่ เช่น การระเหยบนผิวของแข็งที่มีผิวมันเรียบจะรวดเร็วกว่าการระเหยบนผิวขน

สัตว์และปัจจัยที่สำคัญ คือ สมบัติและความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์น้ำหอม ได้แก่ จุดเดือด ความดันไอ และอัตราการระเหย เป็นต้น

ความเข้มข้นของน้ำหอมจะมีความสัมพันธ์โดยตรงกับความคงทนของกลิ่นหอม ถ้าน้ำหอม นั้นมีความเข้มข้นมากกว่าค่าความเข้มข้นเทอร์สโพลด์ (threshold) ของน้ำหอมเพียงเล็กน้อย กลิ่นจะ อยู่ไม่ทน แต่ถ้าความเข้มข้นของน้ำหอมนั้นมีค่ามากกว่าค่าเทอร์สโพลด์แล้ว กลิ่นหอมจะมีระยะเวลา คงทนในช่วงเวลาที่นานขึ้น นอกจากนี้ปัจจัยเกี่ยวกับความดันไอของน้ำหอมยังส่งผลต่อความคงทน ของกลิ่นน้ำหอมเช่นกัน ทั้งนี้เนื่องจากว่าถ้าน้ำหอมมีความดันไอต่ำจะระเหยช้าและอยู่ได้นาน ใน ขณะเดียวกันถ้าน้ำหอมมีความดันไอสูงจะระเหยเร็วและกลิ่นจะอยู่ได้ไม่นาน เช่น ในสแปชโคลญ (splash cologne) ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์เตรียมจากการละลายน้ำหอมความเข้มข้นต่ำๆในสารละลาย แอลกอฮอล์และใช้ทาบนผิวหนังจะมีกลิ่นคงทนอยู่เพียง 2-3 นาที ในขณะที่เทียนหอมซึ่งเป็น ผลิตภัณฑ์เตรียมจากน้ำหอมความเข้มข้นสูงที่ผสมอยู่ในรูปของแว็กซ์ที่เกิดการระเหยของน้ำหอมได้ ยาก ทำให้กลิ่นหอมมีความคงทนได้เป็นเดือน ๆ หรือเป็นปี

2.6.6 ลักษณะสมบัติของน้ำหอมในเครื่องสำอางที่ดี

หัวน้ำหอมที่ใช้ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางควรมีสมบัติต่าง ๆ ดังนี้ คือ

- 1) ไม่มีความเป็นพิษต่อผู้ใช้ คือ ทั้งความเป็นพิษที่เกิดจากตัวผลิตภัณฑ์น้ำหอมเองหรือพิษที่เกิดจาก การทำปฏิกิริยาระหว่างผลิตภัณฑ์หัวน้ำหอมกับสารอื่น ๆ หรือทำปฏิกิริยาผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง หรือภาชนะที่ใช้ในการบรรจุผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง
- 2) มีกลิ่นที่เหมาะสมกับผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางชนิดนั้น ๆ ซึ่งสามารถใช้ในปริมาณที่ไม่มากจนเกินการ ระคายเคืองหรือมากจนเกินไปก็ยังสามารถกลบกลิ่นของสารประกอบต่าง ๆ ในผลิตภัณฑ์ เครื่องสำอางได้
- 3) มีความคงทนต่อปฏิกิริยาต่าง ๆ แสง ความร้อนและการเปลี่ยนแปลงอื่น ๆ อัตราการระเหยต่ำ ตลอดจนให้กลิ่นหอมที่คงทนไม่เปลี่ยนแปลงแม้ว่าจะเก็บไว้เป็นระยะเวลานาน
- 4) ไม่ก่อให้เกิดอาการแพ้ต่อผู้ใช้เมื่อใช้ผลิตภัณฑ์เป็นระยะเวลานาน
- 5) สามารถเข้ากันได้และไม่เกิดปฏิกิริยากับสารอื่น ๆ ที่ใช้เป็นส่วนประกอบในการตั้งตำรับผลิตภัณฑ์ เครื่องสำอาง ได้แก่ การเปลี่ยนแปลงสีของผลิตภัณฑ์ การเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนและความชื้นใน อากาศทำให้เกิดการเหม็นหืน และการแยกชั้นของผลิตภัณฑ์ครีม เป็นต้น

6) มีราคาเหมาะสม ซึ่งอาจจะมีราคาที่สูงหรือต่ำ ขึ้นอยู่กับชนิดและที่มาของการผลิตน้ำหอมและการพิจารณาในการใช้ในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทต่าง ๆ เช่น การใช้น้ำหอมสำหรับการทำผลิตภัณฑ์แชมพูหรือสบู่ที่มีราคาขายที่ไม่สูงมากนัก จึงควรพิจารณาใช้น้ำหอมที่มีราคาต่ำลงมาตามความเหมาะสม

7) มีความสามารถในการละลายที่เหมาะสมสำหรับการตั้งตำรับผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางชนิดนั้น ๆ ได้แก่ การเลือกใช้น้ำหอมที่สามารถละลายได้ดีในสารละลายที่เป็นน้ำในการตั้งตำรับผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางประเภทเจล

8) ควรเข้มข้นของสีน้ำหอม ในการใช้น้ำหอมที่มีสีนั้นความพิจารณาถึงการเปลี่ยนแปลงสีของผลิตภัณฑ์ที่อาจเกิดขึ้นและอาจก่อให้เกิดความไม่พึงพอใจกับผู้ใช้ผลิตภัณฑ์ โดยพบว่าน้ำหอมเป็นสิ่งที่สามารถรับรู้ได้จากการประสาทสัมผัสการรับกลิ่นที่อาจได้จากสิ่งที่มีอยู่ตามธรรมชาติหรือจากสารเคมีที่สังเคราะห์ขึ้น ดังนั้นการเลือกใช้น้ำหอมในผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางจึงเป็นสิ่งสำคัญและควรคำนึงถึงการให้และการรับสัมผัสความรู้สึกของกลิ่นหอมที่เกิดขึ้น ในด้านของจิตวิทยา (psychological) และในด้านของความสวยงาม (aesthetic sense) และในด้านการเป็นส่วนผสมของสารเคมีที่ประกอบกันเป็นกลิ่นน้ำหอมที่มีสมบัติทางเคมี สมบัติทางกายภาพและสรีรวิทยาอีกทางหนึ่ง โดยต้องให้ผู้ใช้สามารถรับสัมผัสความรู้สึกทั้งสองด้านที่เข้ากันได้จึงถือได้ว่าเป็นการเลือกน้ำหอมได้อย่างถูกต้อง

การเกิดปฏิกิริยาทางเคมีของน้ำหอม สามารถเกิดปฏิกิริยาทางเคมีต่าง ๆ ได้ดังนี้

- 1) ปฏิกิริยาทางเคมีของน้ำหอมกับสารประกอบในส่วนประกอบต่าง ๆ ของผลิตภัณฑ์
 - 1) ผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนประกอบของสารประเภท oxidizing agents เช่น ผลิตภัณฑ์ย้อมสีผม
 - 2) ผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนประกอบของกรดแก่ เช่น ผลิตภัณฑ์น้ำยาชะล้าง หรือน้ำยาดัดผม
 - 3) ผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนประกอบของด่างแก่ เช่น น้ำยาดัดผม
 - 4) ผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนประกอบของสารประกอบโปรตีน (protein) หรือโพลีเปปไทด์ (polypeptides) เช่น ผลิตภัณฑ์ประเภทแชมพูที่มีส่วนผสมของโปรตีนหรือคลอราเจน ครีม
 - 5) ผลิตภัณฑ์ที่มีส่วนประกอบของสารประกอบ formaldehyde เช่น ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางสำหรับเล็บ

ในกระบวนการตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีของน้ำหอมนั้น สามารถตรวจสอบได้จากการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น ได้แก่ กลิ่น ซึ่งถือเป็นการเปลี่ยนแปลงเชิงคุณภาพของน้ำหอม ความเข้มข้นของน้ำหอม โดยการเปรียบเทียบกลิ่นระหว่างน้ำหอมที่ถูกเก็บไว้เป็นระยะเวลา

หนึ่งกับน้ำหอมที่ถูกเตรียมขึ้นใหม่ โดยการให้แบ่งเป็นเกณฑ์ระดับคะแนน คือ จากระดับคะแนน 0 หมายถึง ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้น จนถึงระดับ 4 หมายถึง เกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างมาก

เกี่ยวกับการทดสอบการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของน้ำหอม เนื่องจากน้ำหอมมีการเปลี่ยนแปลงและใช้เวลานานในการเกิดเปลี่ยนแปลงทางเคมี ดังนั้นจึงมีวิธีในการเร่งการทดสอบปฏิกิริยา คือ accelerated storage test ดำเนินการโดยการเก็บผลิตภัณฑ์น้ำหอมในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 41 – 46 °C เป็นเวลา 1 สัปดาห์ ซึ่งจะให้ผลเหมือนกับการเก็บผลิตภัณฑ์น้ำหอมที่อุณหภูมิ 21 °C เป็นเวลา 1 เดือน หรือการเก็บน้ำหอมไว้ที่ 120 °F เป็นเวลา 1 สัปดาห์จะส่งผลเท่ากับการเก็บน้ำหอมที่อุณหภูมิ 21 °C เป็นระยะเวลา 2 เดือน เป็นต้น

2) ปฏิกิริยาทางเคมีของน้ำหอมกับตัวยาหลัก (active ingredients) ส่วนประกอบของภาชนะบรรจุ เมื่อน้ำหอมเกิดปฏิกิริยาทางเคมีกับตัวยาหลัก หรือส่วนประกอบของภาชนะบรรจุอาจมีผลทำให้เกิดการทำลายหรือเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของน้ำหอมนั้นแล้วทำให้ตัวยาหลักเกิดการสลายตัวเปลี่ยนคุณภาพไป หรือน้ำหอมไปทำลายหรือเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของส่วนประกอบภาชนะบรรจุ

ปฏิกิริยาทางเคมีของอากาศกับน้ำหอมและกับน้ำหอมบางประเภท เช่น aldehyde หรือ unsaturated hydrocarbon อาจเกิดปฏิกิริยาทางเคมีอย่างช้า ๆ กับอากาศ ซึ่งอาจเกิดปฏิกิริยาทางเคมีหรือกายภาพในภาชนะบรรจุ โดยเฉพาะในกรณีที่มีช่องว่างเหนือผลิตภัณฑ์ค่อนข้างมาก เช่น ผลิตภัณฑ์แบ่งฝุ่นจะมีที่ว่างมากกว่าในผลิตภัณฑ์น้ำหอมเช่น ในกรณีภาชนะหรือการบรรจุที่ก๊าซ เช่น ออกซิเจนสามารถซึมผ่านได้เช่น ภาชนะบรรจุประเภทกระดาษ เป็นต้น

ปฏิกิริยาทางกายภาพของน้ำหอม ตามที่ทราบแล้วว่าน้ำหอมเป็นสารผสมของสารเคมีต่าง ๆ ทั้งที่เกิดในธรรมชาติและสังเคราะห์ขึ้น ซึ่งจะมีสมบัติในการเกิดปฏิกิริยาทางกายภาพต่าง ๆ ได้ เช่น การระเหย การละลาย และการกระจายตัวไปในอากาศ (diffusiveness) เป็นต้น

2.6.7 การระเหยของน้ำหอม (อรัญญา มโนสร้อย, 2533)

การระเหยของน้ำหอมจะแตกต่างกันแล้วแต่ประเภทของน้ำหอม โดยปกติการเปลี่ยนแปลงโดยรวดเร็วของส่วนประกอบไอระเหยของน้ำหอมไปในอากาศจะขึ้นกับแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลน้ำหอม แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลน้ำหอมกับผลิตภัณฑ์ และแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลน้ำหอมกับโมเลกุลของตัวทำละลายน้ำหอมนั้น ๆ สำหรับอัตราเร็วของการระเหยของน้ำหอมจะเกี่ยวข้องกับคุณภาพของกลิ่นน้ำหอมและความเข้มข้นของน้ำหอม ได้แก่ อัตราเร็วการระเหยของน้ำหอมจะเกิดขึ้นเร็วในน้ำหอมที่มีความเข้มข้นสูง ส่วนคุณภาพของน้ำหอมนั้นพบว่าองค์ประกอบต่าง ๆ ในหัวน้ำหอมจะมีคุณสมบัติในการระเหยแตกต่างกัน โดยทั่วไปอัตราเร็วการระเหยของน้ำหอมจะ

ขึ้นกับแพคเตอร์ต่าง ๆ เช่น อุณหภูมิและความดัน เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นและความดันลดลงจะทำให้ อัตราเร็วการระเหยของน้ำหอมเพิ่มขึ้น อีกปัจจัยหนึ่ง คือ น้ำหนักโมเลกุล พบว่าเมื่อน้ำหนักโมเลกุลของน้ำหอมลดลง อัตราเร็วการระเหยของน้ำหอมจะเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังขึ้นกับแรงดึงดูดของโมเลกุลรอบ ๆ โมเลกุลน้ำหอมในสภาพของเหลวอีกด้วยซึ่งจะ ขึ้นกับประเภทของผลิตภัณฑ์ที่น้ำหอมนั้นเป็นองค์ประกอบอยู่ อัตราเร็วของการระเหยยังขึ้นกับประเภทและลักษณะของผิวที่น้ำหอมนั้นใช้ทาหรือสถานะในการใช้ผลิตภัณฑ์ หรือการตมน้ำหอมนั้น ตัวอย่างเช่น ในการประเมินตัวอย่างน้ำหอมจะใช้วิธีการตมจากแผ่นกระดาษชุบน้ำหอมแทนการตมน้ำหอมจากขวดน้ำหอมโดยตรง เนื่องจากส่วนประกอบต่าง ๆ ในน้ำหอมจะระเหยได้ดีจากพื้นผิวที่กว้าง ทำให้ประสาทผู้ดมสามารถได้กลิ่นจากทุกส่วนประกอบของส่วนผสมน้ำหอม ซึ่งถ้าตมจากขวดน้ำหอมโดยตรงอาจทำให้ผู้ดมแปรผลผิดพลาดได้เนื่องจากได้เฉพาะกลิ่นนำของส่วนประกอบน้ำหอมที่มีสามารถระเหยออกมาได้ก่อน

การตรวจสอบการระเหยของน้ำหอมมี 2 วิธี (อรัญญา มโนสร้อย, 2533)

1) เก็บผลิตภัณฑ์ที่มีน้ำหอมเป็นองค์ประกอบไว้ที่อุณหภูมิสูง ๆ แล้ววิเคราะห์โดยวิธีโครมาโทกราฟีแบบแก๊ส (gas chromatography) ได้พบว่าน้ำหอมจากกระดาษทิชชูจะระเหยออกมาเป็น 20-30 เท่าเมื่อเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 41-46 องศาเซลเซียส เมื่อเทียบกับอุณหภูมิปกติที่ 21 องศาเซลเซียส นอกจากการทดสอบโดยอุณหภูมิแล้ว ยังมีการทดสอบโดยการเปลี่ยนประเภทผลิตภัณฑ์ การให้มีกระแสดอากาศ และเปลี่ยนคุณสมบัติของน้ำหอมนั้น ๆ

2) โดยการเก็บตัวอย่างไว้ในที่มีการไหลของอากาศหรือในห้องสุญญากาศที่อุณหภูมิปกติพบว่า อัตราการระเหยของน้ำหอมจากกระดาษทิชชูมากถึง 25-40 เท่า เมื่อเทียบกับสถานะปกติในวิธีการจะมีการกรองอากาศก่อนเข้าห้องเก็บตัวอย่างแล้วจึงดึงอากาศออกมาวิเคราะห์โดยใช้เครื่องสุญญากาศอัตราการระเหยสูงสุดของผลิตภัณฑ์จะเป็นผลรวมจากการเพิ่มอุณหภูมิและการเพิ่มกระแสดอากาศหรือเป็นผลรวมของการเพิ่มอุณหภูมิกับการใช้แรงดันสุญญากาศ

เนื่องจากการวิเคราะห์การระเหยของน้ำหอมจะใช้วิธี โครมาโทกราฟีแบบแก๊ส (gas chromatography) ดังนั้น ตัวอย่างที่ใช้จะต้องเตรียมโดยใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมสกัดออกจากผลิตภัณฑ์ที่ได้ผ่านการทดสอบแล้ว หรือโดยการนำตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ได้ผ่านการทดสอบแล้ว วางในภาชนะที่ปิดแล้วจึงสูมตัวอย่างจากอากาศในภาชนะนั้นหลังจากที่เกิดความสมดุลของไอน้ำหอมระหว่างอากาศกับผลิตภัณฑ์

2.7 ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางเกี่ยวกับสิ่งหอม (อรุณญา มโนสร้อย, 2533)

ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางเกี่ยวกับสิ่งหอมสามารถแบ่งออกได้เป็นสองลักษณะคือประเภทของเหลวและประเภทของแข็ง ซึ่งรวมทั้งกึ่งแข็งกึ่งเหลวด้วย สำหรับประเภทของเหลวอาจเรียกกันโดยทั่วไปว่า “น้ำหอม” ซึ่งมีขายตามท้องตลาดมากกว่าประเภทของแข็งหรือกึ่งแข็งกึ่งเหลว

2.7.1 ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางเกี่ยวกับสิ่งหอมประเภทของเหลวหรือน้ำหอม (alcoholic fragrance solutions)

ผลิตภัณฑ์ประเภทนี้ที่มีขายในท้องตลาดจะแบ่งเป็น 4 ลักษณะ คือ ในรูปลักษณะโคโลญน์ โลชั่น น้ำหอม และสเปรย์ โดยโคโลญน์ โลชั่น และน้ำหอมคือสิ่งปรุงที่เป็นชนิดเดียวกันที่ประกอบด้วยหัวน้ำหอม (perfumery compound หรือ concentrate) ที่ละลายอยู่ในแอลกอฮอล์ผสมน้ำหรือ alcoholic solution โดยมีความแตกต่างกันเฉพาะอัตราส่วนของหัวน้ำหอม แอลกอฮอล์ และน้ำทั้งนี้เพื่อเป็นประโยชน์ในทางการค้าและความชอบหรือความพอใจของผู้ใช้ที่มีรสนิยมแตกต่างกัน

โดยทั่วไปผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางในกลุ่มนี้ คือ ของเหลวที่โปร่งแสงมีกลิ่นหอม ประกอบด้วยหัวน้ำหอมละลายในสารละลายแอลกอฮอล์ในปริมาณของแอลกอฮอล์และน้ำที่ต่างกันแต่สำหรับประเทศไทยไม่ว่าหัวน้ำหอมจะมีความเข้มข้นแตกต่างกันอย่างไร จะเรียกรวมกันว่า “น้ำหอม” เหมือนกันหมด

เนื่องจากหัวน้ำหอมเป็นพวกน้ำมันเป็นส่วนใหญ่และสามารถละลายได้ดีในแอลกอฮอล์ แต่ละลายได้น้อยในน้ำ ดังนั้น ถ้าใช้ปริมาณแอลกอฮอล์น้อยเกินไปอาจจะทำให้หัวน้ำหอมขุ่น ขณะเดียวกันถ้าใช้ในปริมาณมากเกินไปจะเป็นการเพิ่มต้นทุนในการผลิต ดังนั้นจึงควรใช้ในปริมาณที่พอดี สำหรับวิธีการหาเปอร์เซ็นต์ของแอลกอฮอล์กับน้ำต่อหัวน้ำหอมชนิดใดชนิดหนึ่ง อาจกระทำได้โดยการละลายหัวน้ำหอมในแอลกอฮอล์และน้ำอย่างละ 50% ก่อน เมื่อผสมแล้วถ้าเกิดการขุ่นขาวให้เติมแอลกอฮอล์ครั้งละน้อย ๆ หรือครั้งละ 5-10 มิลลิลิตร จนความขุ่นของหัวน้ำหอมค่อย ๆ หายไปหรือสามารถแก้ไขโดยหมักทิ้งไว้ชั่วระยะหนึ่งแล้วจึงนำแป้งทัลคัม (Talcum) เติมลงไปประมาณ 2-5 %w/v กรองผ่านกระดาษกรองจะได้สารละลายหัวน้ำหอมใส โดยแป้งทัลคัม (Talcum) จะช่วยดูดซับหัวน้ำหอมที่ไม่ละลายและจะไปอุดรูกระดาษกรองให้มีขนาดรูเล็กลงทำให้หยดน้ำหอมที่ใหญ่เกินไปติดบนกระดาษกรองทำให้กรองได้สารละลายใส

2.7.2 เทคนิคในการเตรียมผลิตภัณฑ์น้ำหอม

การเตรียมน้ำหอมในทางเภสัชกรรมคือการเตรียมของผสมแบบธรรมดา แต่มีกระบวนการและขั้นตอนที่ซับซ้อนกว่าการเตรียมของผสมมาก โดยในขั้นแรกจะต้องทดสอบตำรับในห้องปฏิบัติการเสียก่อน เนื่องจากการละลายของหัวน้ำหอมแต่ละชนิดในสารละลายแอลกอฮอล์ให้ผล

ไม่เหมือนกัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งหัวน้ำหอมประเภทที่มีสารช่วยติดทนหรือที่มีน้ำมันสูงจะละลายได้น้อย ในกรณีน้ำมันหอมระเหยจะละลายได้ง่ายกว่า เนื่องจากน้ำหอมทุกประเภทจะต้องมีลักษณะใส ดังนั้น ถ้ามีปริมาณแอลกอฮอล์อย่างเดียวเป็นตัวทำละลายจะทำให้เกิดต้นทุนการผลิตสูงเกินไปในการทดสอบความเหมาะสมของตำรับจะสามารถกระทำได้โดยขั้นแรกจะเลือกหัวน้ำหอมที่ต้องการเพื่อเตรียมตำรับต่าง ๆ ตามตารางอัตราส่วน ของส่วนประกอบต่าง ๆ ในผลิตภัณฑ์น้ำหอมประเภทต่าง ๆ โดยเตรียมประมาณตำรับละ 500 มิลลิลิตร หลังจากนั้นให้นำหัวน้ำหอมใส่ลงในขวดกรวย (flask) แล้วจึงเติมแอลกอฮอล์ลงไปพร้อมกับเขย่าเบา ๆ จนใสแล้วจึงตวงน้ำเติมลงไปทีละน้อยแล้วเขย่าทุกในแต่ครั้งที่เติมจะเห็นขุ่นตรงส่วนบนของสารผสมนี้ทุกครั้ง ทั้งนี้เนื่องจากส่วนบนของสารผสมมีเปอร์เซ็นต์ของน้ำมากให้ทำเช่นนี้จนเมื่อเขย่าสารผสมทั้งหมดนี้แล้วมีสีขุ่นจางลง จึงหยุดเติมน้ำแล้วหักลပ်ปริมาณน้ำที่ตวงไว้ก็จะทราบว่าต้องใช้น้ำไปจำนวนเท่าใดจึงจะพอดี น้ำที่ใช้ในการเตรียมน้ำหอมควรใช้น้ำกลั่น เนื่องจากเป็นน้ำที่ไม่มีกลิ่นและปราศจากสารที่จะไปทำปฏิกิริยากับหัวน้ำหอม หลังจากนั้นเติมผงทัลคัมลงไปในการละลายน้ำหอม 1-2 %w/v ของทั้งหมด โดยแช่ทิ้งไว้ในตู้เย็นเป็นเวลา 1 คืน จากนั้นจึงนำไปกรองด้วยกระดาษกรองเนื้อละเอียด ถ้าตำรับถูกต้องหลังจากกรองแล้วจะได้สารละลายใสในการกรองผ่านกระดาษกรองในระยะแรก ๆ หากได้สารละลายขุ่นเล็กน้อยควรเอามาผ่านกระบวนการกรองซ้ำ เนื่องจากผงทัลคัมยังไม่ได้อุดรูกระดาษกรองให้เล็กลงทำให้บางส่วนของผงทัลคัมเล็ดลอดออกมาได้ เทคนิคที่สำคัญคือไม่ควรนำน้ำมาผสมกับแอลกอฮอล์ก่อนผสมกับหัวน้ำหอมเป็นอันขาดเพราะอัตราส่วนของแอลกอฮอล์กับน้ำอาจไม่พอเหมาะและอาจแก้ไขไม่ได้ถ้าเกิดขุ่นและตกตะกอน

สำหรับเทคนิคในการเลือกส่วนประกอบในการเตรียมผลิตภัณฑ์น้ำหอมประเภทของเหลวนั้นคือจะต้องเลือกใช้แอลกอฮอล์ที่เป็นแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ร้อยละ 95 ที่สามารถหาซื้อได้โดยถูกต้องตามกฎหมายหรือจากกรมสรรพสามิต บางครั้งแอลกอฮอล์ที่ได้ อาจมีกลิ่นที่ไม่พึงประสงค์ของ fusel oil เจือปนมาทำให้มีกลิ่นของเหล้า 28 ดีกรี จะทำให้ผลิตภัณฑ์น้ำหอมที่เตรียมได้เสียคุณภาพสามารถแก้ไขได้โดยการกลั่นซ้ำด้วย fractional column แต่ต้องรับอนุญาตจากรัฐบาลในการกลั่นก่อน

น้ำที่ใช้ในการเป็นตัวทำให้เจือจางแอลกอฮอล์และเหมาะกับประเภทของโลชั่นโคโลญน์ หรือ น้ำหอมควรเป็นน้ำกลั่นหรือ demineralised ไม่ควรใช้น้ำธรรมดาเช่น น้ำประปาหรือน้ำบาดาล เพราะอาจมีสิ่งเจือปนที่อาจเกิดปฏิกิริยากับหัวน้ำหอมได้ทำให้กลิ่นหอมเปลี่ยนแปลงไป

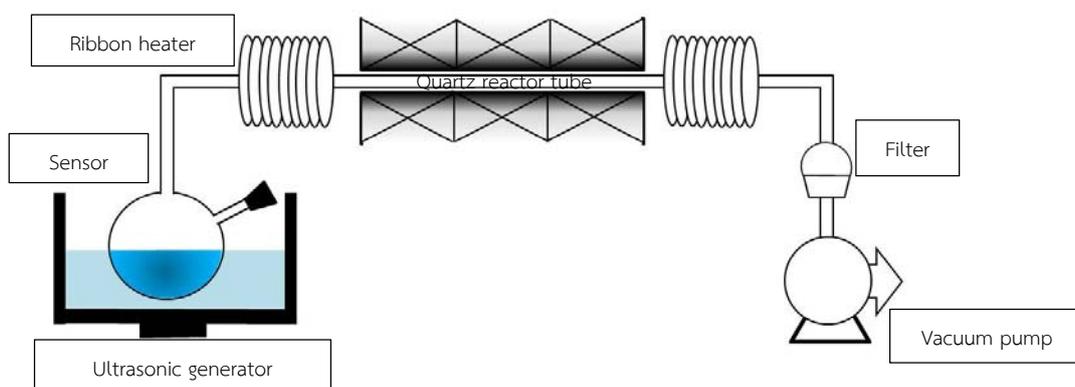
นอกจากนี้เป็นที่น่าสังเกตว่าผลิตภัณฑ์ใดก็ตามที่ใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายหรือใช้ทำเป็นเครื่องตีก็ตามควรมีการหมักทิ้งไว้ในเวลานานพอสมควรซึ่งการหมักนี้บางทีเรียกว่า การบ่มมีกลิ่นที่นุ่มนวลขึ้น โดยมีระยะเวลาของการหมักแตกต่างกันแล้วแต่ประเภทของผลิตภัณฑ์น้ำหอม

ในบางครั้งอาจเร่งเวลาการหมักให้ลดลงโดยการแช่ไว้ในที่เย็นจัดก่อนกรอง การแช่สารละลายน้ำหอมในที่เย็นจัดจะลดเวลาของการหมัก และทำให้ความฉุนของแอลกอฮอล์ลดลงด้วย

สำหรับหัวน้ำหอมที่ใช้ไม่ควรมีสีเข้มจนเกินไปเนื่องจากหัวน้ำหอมบางชนิดมีสีเข้มมากเมื่อเตรียมเป็นโลชั่นหรือโคลอยด์ในกรณีเช่นนี้ควรแก้ไขโดยเติมผงถ่านกัมมันต์ลงไปโลชั่นหรือโคลอยด์ที่เตรียมใหม่ ๆ ประมาณ 1 -2%w/v แล้วหมักทิ้งไว้ หลังจากนั้นจึงกรอง จะทำให้สีลดลงแต่กลิ่นจะไม่เปลี่ยนแปลง แต่การใช้ผงถ่านต้องระวังไม่ให้มีกลิ่นเหม็น ถ้าผงถ่านมีกลิ่นเหม็นอาจทำให้ผลิตภัณฑ์น้ำหอมที่เตรียมมีกลิ่นไม่ดีตามไปด้วยจึงควรอบผงถ่านนำมาเติมไปโลชั่นหรือโคลอยด์

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

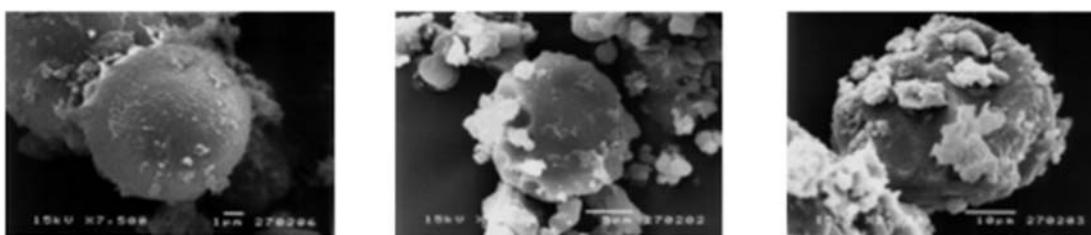
Harinarayan และคณะ (2015) ได้ทำการศึกษาการเตรียมสารประกอบโดยใช้ $MgFe_2O_4$ ทรงกลมนาโนถูกเตรียมโดยใช้เครื่อง USP แสดงในภาพที่ 2.10 โดยระบบ USP ประกอบไปด้วย 1. เครื่องฉีดย้ำ 2.เตาปฏิกรณ์ที่ทำจากควอซ 3.ส่วนที่เก็บผง จะเห็นได้ว่า สาร $MgFe_2O_4$ จะถูกใส่เข้าไปในระบบ อัลตราโซนิกเจนเรเตอร์โดยจะเกิดการสั่นสะเทือนอัลตราโซนิกที่มีความถี่ 1.6 MHz จากนั้นสารผ่านหัวโพรบทำให้เกิดหมอกบนสารละลาย แล้วสารผ่าน ribbon heater จากนั้นเกิดการเผาตรง Quartz reactor tube หรือเตาปฏิกรณ์ที่ทำจากควอซ แล้วแก๊สก็จะพาดผ่านภาชนะเก็บไว้ที่ Filter เกิดเป็นของแข็ง



ภาพที่ 2.10 กระบวนการสังเคราะห์ $MgFe_2O_4$ ด้วยเครื่องอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส

โดยได้ศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกาอัตราส่วนโดยโมลซิลิกาที่สังเคราะห์ได้คือ $TEOS : H_2O : CTAB : C_2H_5OH = 1 : 140 : 0.18 : 13.00$ โดยศึกษาพื้นฐานของซิลิกาโดยใช้เทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) สันฐานวิทยาของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้โดยเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) มีลักษณะเป็นทรงกลมส่วนที่สังเคราะห์จากซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงและซิลิกาเจล 60

มีความเป็นทรงกลมอย่างไรก็ตามขนาดของอนุภาคของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้อยู่ในช่วงระหว่าง 10 ถึง 45 ไมโครเมตรในการสังเคราะห์แต่ละครั้งใช้อัตราส่วนของการสังเคราะห์ที่ให้ซิลิกาจำนวน 0.025 โมล โดยมีรายละเอียดของวิธีการสังเคราะห์ ดังนี้ เติมนสารละลาย NaOH 0.1M น้ำหนัก 63 กรัม ลงในขวดแก้วสำหรับสังเคราะห์ที่บรรจุ CTAB 1.64 กรัมผสมเป็นเวลา 1 ชั่วโมงที่อุณหภูมิเดียวกันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และ TEOS 5.21 กรัม ลงในขวดดังกล่าว จากนั้น ให้ทำการคนที่อุณหภูมิเดียวกันเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 23 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ จากนั้นกรองซิลิกาที่ได้ด้วยกระดาษกรอง (ยี่ห้อ whatman เบอร์ 42) แล้วล้างออกด้วยน้ำ deionized และกรดไนตริก 0.001 M จนสารละลายที่ได้จากการกรองมีสมบัติเป็นกลาง นำซิลิกาที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ในการใช้สารตั้งต้นซิลิกาชนิดอื่นให้เปลี่ยน TEOS เป็นซิลิกา ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงและซิลิกาเจล 60 แทนส่วนอัตราส่วนอย่างอื่นคงเดิม



(ก)

(ข)

(ค)

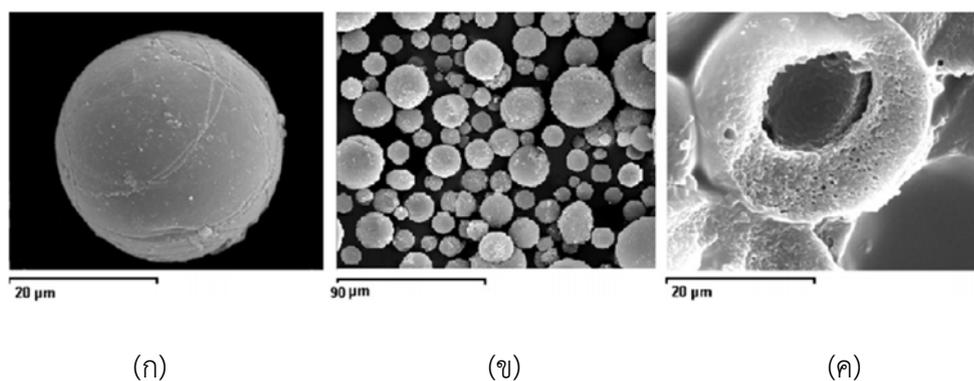
รูปที่ 2.11 สัณฐานวิทยาของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ : (ก) TEOS, (ข) ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง , (ค) ซิลิกาเจล 60

Pena และคณะ (2012) ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการเตรียม polysulfone ในลักษณะของไมโครแคปซูลเกี่ยวกับการปล่อยกลิ่นน้ำหอม ซึ่งในการทดสอบปัจจุบัน PSf/vanillin microcapsules ได้ถูกเตรียมโดยเทคนิคขั้นตอนการตกตะกอนแบบย้อนกลับ(phase inversion precipitation) และวิเคราะห์ลักษณะโดยการสแกนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) การตรวจสอบด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทมิเตอร์ (XRD) และการวิเคราะห์ thermogravimetric (TGA) การปล่อย vanillin ได้ถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่อง High Performance Liquid Chromatography (HPLC) 45% ของการห่อหุ้ม vanillin จากน้ำหอมทั้งหมดใส่ลงไปในสารละลาย polymer treatment ที่จะเพิ่มจำนวนของ vanillin ในแคปซูลยังได้ถูกนำเสนอเกี่ยวกับการปล่อยน้ำหอม ซึ่งพบว่า vanillin ถูกปล่อยได้เร็วกว่าในน้ำกระด้างเมื่อเทียบกับน้ำบริสุทธิ์ โดยทั้ง 2 กรณี vanillin ถูกปล่อยอย่างต่อเนื่องมากกว่า 144 ชั่วโมง

encapsulation หมายถึง กระบวนการของสารที่ถูกเคลือบ หรือ ห่อหุ้มซึ่งเป็นวิทยาศาสตร์ที่ก้าวหน้าที่ใช้ในปัจจุบัน และมีการนำเอามาประยุกต์ใช้ในผลิตภัณฑ์ทางอุตสาหกรรม เช่น การควบคุมการเคลื่อนย้ายสารจำพวกโลหะ กรด ยา หรือน้ำหอม ส่วนใหญ่การ encapsulation นำมาใช้เพื่อยืดอายุและเก็บรักษาของตัวยาจะเห็นได้ว่า ในปัจจุบันผู้บริโภคต้องการผลิตภัณฑ์น้ำหอมที่คงทนและ ดิตนนาน น้ำหอมในปัจจุบันอาจจะให้กลิ่นที่ไม่คงทน จึงได้นำวิธี encapsulation มาใช้เพื่อให้ น้ำหอมมีกลิ่นที่คงทน และสามารถเก็บกลิ่นได้ในระยะเวลาอันยาวนาน มีการนำเอาเทคโนโลยีการห่อหุ้มหรือเคลือบน้ำหอมมาใช้เพื่อรักษากลิ่นให้ยาวนาน มีการตรวจสอบก่อนหน้านี้ โดยนำเอาน้ำหอมมาห่อหุ้ม หรือเคลือบ ผลที่ได้คือ น้ำหอมสามารถติดทนนานแม้จะล้างออกด้วยน้ำถึง 5 ครั้ง การปลดปล่อยกลิ่นหอมนี้นำมาใช้ในน้ำยาปรับผ้านุ่มที่มีกลิ่นหอมในรูปแบบของแคปซูลขนาดเล็ก

ในการตรวจสอบ PSf/vanillin ไมโครแคปซูลที่มีส่วนผสมของวานิลลีนเป็นน้ำหอม เพื่อทดสอบประสิทธิภาพการห่อหุ้มและความคงทนของกลิ่น หลังจากไมโครแคปซูลของวานิลลีนถูกนำมากระจายด้วยสารละลายพอลิเมอร์ แล้วทดสอบด้วยวิธีเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ (XRD)

ในการเตรียมไมโครแคปซูลนั้นทำโดยการนำสารละลาย polysulfone 15 %w/w และ 10 %w/w ของ vanillin ใน DMF หลังจากผสมสารแล้วนำไปกวนที่ 500 รอบ/นาที ตลอด 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไมโครแคปซูล PSf/vanillin มาแยกออกด้วยสารละลาย polymeric จะเกิดฟองบนหยดน้ำเล็ก ๆ ในน้ำ 200 มิลลิลิตร มีการแข็งตัว เกิดหยดของไมโครที่มีการตกตะกอน เพราะมีการเปลี่ยนแปลงของน้ำ และDMF จึงเกิดการกักเก็บแคปซูล vanillin

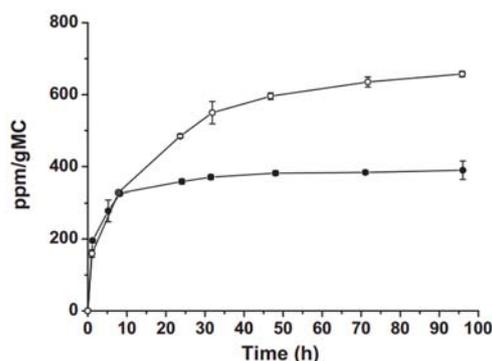


ภาพที่ 2.12 แสดงไมโครกราฟจาก SEM ของไมโครแคปซูล PSf/vanillin คือ (ก) ลักษณะภายนอกของไมโครแคปซูล PSf/vanillin, (ข) ลักษณะภายนอกของกลุ่มไมโครแคปซูล PSf/vanillin, (ค) ลักษณะรูพรุนของไมโครแคปซูล PSf/vanillin

ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแคปซูล PSf/vanillin วิเคราะห์ด้วย SEM ดังภาพที่ 2.12 แสดงไมโครกราฟจาก SEM ของไมโครแคปซูล PSf/vanillin ซึ่งไมโครกราฟจาก SEM ของไมโคร

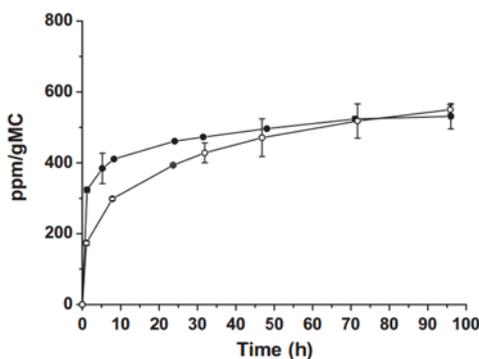
แคปซูล PSf/vanillin ทำให้เห็นอนุภาคมีการกระจายตัวมาก มีเส้นผ่าศูนย์กลางอนุภาคเฉลี่ย 17.8 เมตรและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ 8.5 เมตร นอกจากนี้ภาพตัดขวางแสดงให้เห็นพื้นที่ว่างซึ่งบอกปริมาณสำหรับการห่อหุ้มน้ำหอม นอกจากนี้จากภาพตัดขวางกำหนดความหนาของเปลือก ซึ่งคาดว่าประมาณ 30 % ของขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางแคปซูลสอดคล้องกับความหนาของเปลือกพอลิเมอร์และให้ความเสถียรทางกายภาพที่ดีของแคปซูล การแยกลักษณะรูพรุนด้วยก๊าซ N_2 เพื่อวิเคราะห์การดูดซับ-การคายของไมโครแคปซูล PSf/vanillin ได้พื้นที่ผิวคือ $20.6 \text{ m}^2/\text{g}$ และปริมาณรูพรุนรวมคือ $0.077 \text{ cm}^3/\text{g}$ ความกว้างรูโดยเฉลี่ยอยู่ที่ระหว่าง 1.4 และ 14 นาโนเมตร เพราะฉะนั้นไมโครแคปซูล PSf/vanillin มีรูพรุนทั้งชนิดไมโครพอร์สและเมโสพอร์ส

ภาพที่ 2.13 และ 2.14 แสดงการเปรียบเทียบระหว่างผลที่ได้จากการปลดปล่อยของน้ำทั้ง 2 ชนิดที่ต่างกัน



ภาพที่ 2.13 แสดงการปลดปล่อย Vanillin จากไมโครแคปซูล PSf/vanillin : (○) ใช้น้ำกระด้างเป็นตัวกลางการปลดปล่อย ; (●) ใช้น้ำ milliQ เป็นตัวกลางการปลดปล่อย

จากภาพแสดงให้เห็นถึงการปลดปล่อยของ vanillin จากไมโครแคปซูล PSf/vanillin ใน milliQ และ ในอ่างน้ำลงจุดในกราฟของ ppm ของ vanillin (การปลดปล่อย) ต่อกรัมของไมโครแคปซูลเมื่อเทียบกับเวลา ดังแสดงในรูป ซึ่งเส้นโค้งทั้งสองเส้นมีอัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาเคมีที่เหมือนกัน จะสังเกตได้ว่าทั้งสองกรณี vanillin ถูกปล่อยออกมาอย่างรวดเร็วในช่วง 10 ชั่วโมงแรกของการทดลอง หลังจากนั้น 10-30 ชั่วโมง ถึงแม้ vanillin ยังได้รับการปลดปล่อยจากไมโครแคปซูล อัตราการปลดปล่อยจะช้ามากและในที่สุดจะถึงเส้นราบ ในทั้งสองกรณี ไมโครแคปซูล PSf/vanillin ปล่อยน้ำหอมออกมาอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 96 ชั่วโมง มีลักษณะการปล่อยที่คล้ายกันนอกจากนี้ยังตั้งข้อสังเกตในการตรวจสอบก่อนหน้าด้วยไมโครแคปซูล PSf/vanillin



ภาพที่ 2.14 แสดงการปลดปล่อย DMF จากไมโครแคปซูล PSf : (○) ใช้น้ำกระด้างเป็นตัวกลางการปลดปล่อย ; (●) ใช้น้ำ milliQ เป็นตัวกลางการปลดปล่อย

ตามที่ได้กล่าวมา ในการตรวจสอบการปลดปล่อยก่อนหน้าของ DMF ซึ่งตรวจพบอยู่ในไมโครแคปซูล PSf/vanillin แต่ในไมโครแคปซูล PSf/vanillin ไม่ได้เป็นข้อยกเว้น ยังตรวจพบ DMF ภาพที่ 2.13 แสดงการเปรียบเทียบของ DMF ที่ปล่อยออกมาทั้งในน้ำกระด้างและในน้ำ milliQ ดังแสดงในภาพที่ 2.13 ในการทดลองทั้งสองเส้นโค้งแสดงให้เห็นถึงอัตราเร็วการเกิดปฏิกิริยาเคมีที่เหมือนกัน เช่นในกรณีของ vanillinDMF ได้รับการปลดปล่อยอย่างรวดเร็วในช่วงชั่วโมงแรกและหลังจากนั้นกราฟก็จะสูงขึ้น อย่างไรก็ตามพบว่าปริมาณสุดท้ายของ DMF ที่ปล่อยออกมาค่อนข้างคล้ายกันทั้งสองกรณี ไม่มีความแตกต่างกันระหว่าง DMF ที่ปล่อยออกมาในตัวกลางทั้งสอง ดังนั้นน้ำจากธรรมชาติเท่านั้นที่จะมีผลต่อการปล่อยตัวของ vanillin แต่การปรากฏตัวของ DMF เข้าไปในไมโครแคปซูล PSf/vanillin และผลที่เกิดการปลดปล่อยของมันเป็นข้อเสียที่รุนแรงเนื่องจากมีส่วนประกอบที่อันตรายและเป็นพิษ การห่อหุ้ม DMF จะแข็งแรงอย่างจำกัด โดยใช้ไมโครแคปซูล PSf/vanillin ในผลิตภัณฑ์ที่คนใช้ ถ้ามันจะไม่ถูกเอาออกจากด้านในของไมโครแคปซูล PSf/vanillin ดังนั้น DMF ที่ถูกห่อหุ้มได้รับการทดสอบ

2.9 กรอบแนวคิดในการวิจัย

ซิลิกาที่มีสมบัติทางเคมีที่มีความเสถียรที่อุณหภูมิปกติและไม่ทำปฏิกิริยาต่อสารเคมีอื่น ๆ ทนต่อแรงกระทำทางกายภาพ มีความคงตัวไม่บวมน้ำจึงสามารถใช้กับผสมกับสารตัวอย่างที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายได้ดี และสมบัติการดูด-คาย ของรูพรุนของซิลิกาทำหน้าที่เป็นตัวดูดซับน้ำหอมทดแทนการใช้สารตรึงกลิ่น (fixative) ชนิดอื่นที่มีราคาสูง ซึ่งสามารถนำมาพัฒนาตำรับครีมน้ำหอม (cream perfume) ได้ ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิส (USP) ที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคลักษณะทรงกลมขนาดเล็กมาใช้ในการเตรียมซิลิกา เนื่องจากมีขั้นตอนในการดำเนินการที่น้อย อีกทั้งยังเป็นกระบวนการที่สามารถสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้อย่างต่อเนื่อง (continuous process) ใน

การเตรียมซิลิกาจะใช้สารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate, TEOS) เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโน (silica nanoparticle)