บทที่ 4

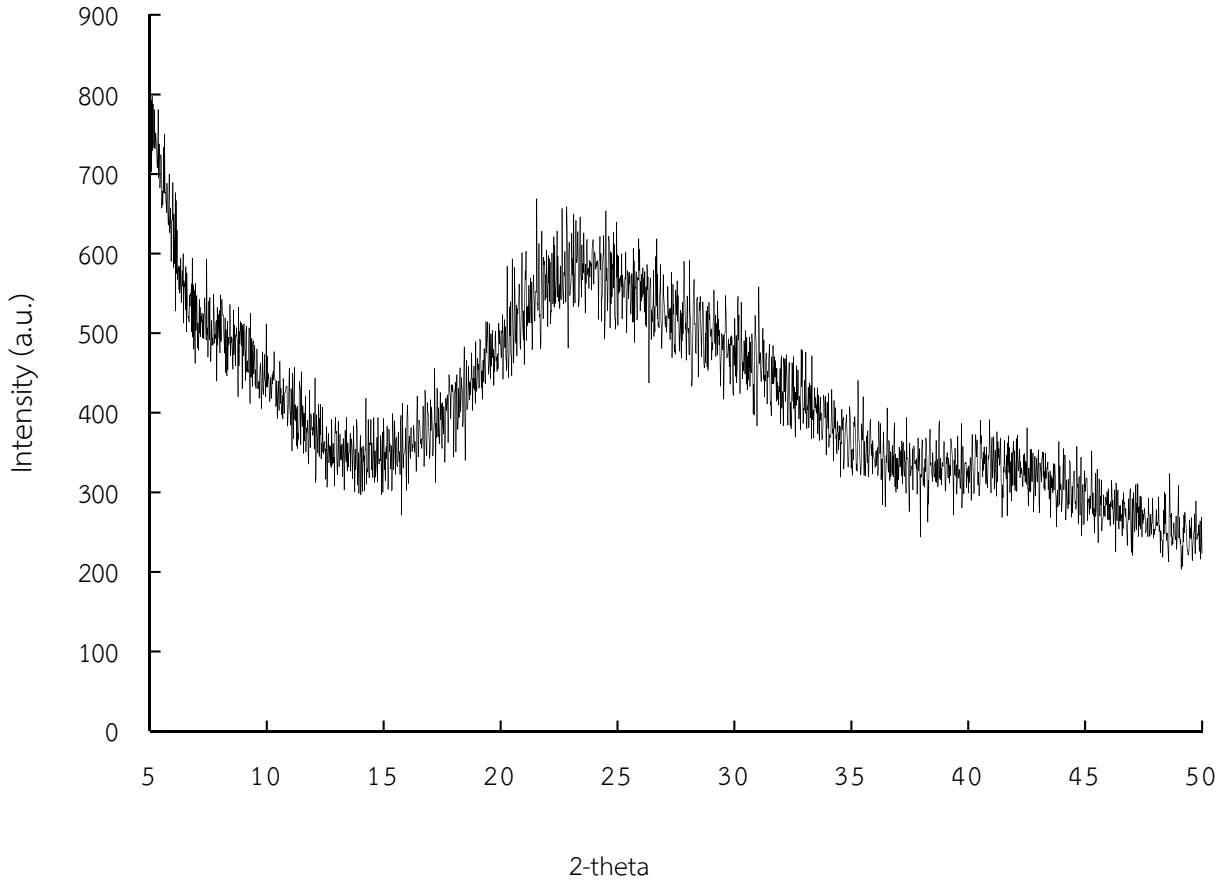
ผลการวิจัย

4.1 การสังเคราะห์ซิลิกา

เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) ถูกใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส(USP) โดยการทำให้เกิดหมอกของสารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตด้วยคลื่นความถี่อัลตราโซนิกผ่านเข้าสู่ท่อปฏิกรณ์ (reactor tube) เพื่อเข้าสู่กระบวนการเผา (pyrolysis) ที่อุณหภูมิ 200 300 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส โดยระบบอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิสประกอบไปด้วย (1) เครื่องอัลตราโซนิกเจเนเรเตอร์ ทำหน้าที่เป็นเครื่องให้กำเนิดความถี่ (2) เตาเผาอุณหภูมิสูง (3) ท่อปฏิกรณ์ (reactor tube) ชนิด bolosilicate (4) ขวดรูปชมพู่สำหรับเก็บซิลิกาที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น สารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตจะถูกใส่เข้าไปในระบบ ultrasonic generator โดยจะเกิดการสั่นสะเทือนอัลตราโซนิกจากนั้นหมอกของสารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตจะผ่านเข้าสู่กระบวนการเผา โดยมีปั๊มสุญญากาศทำหน้าที่ในการดึงสารละลายมาเก็บที่ขวดรูปชมพู่ เกิดเป็นอนุภาคซิลิกาที่มีลักษณะเป็นของแข็งขนาดเล็ก โดยในขั้นตอนกระบวนการเผานั้นประกอบไปด้วยขั้นตอนต่าง ๆ คือ การระเหยของน้ำจากหยดสารละลายทำให้เกิดการอิ่มตัวยิ่งยวด ส่งผลให้เกิดการตกผลึกบริเวณผิวนอกของหยดสารละลายจนได้อนุภาคที่มีลักษณะกลม (Harinarayan Das และคณะ, 2015)

ภาพที่ 4.1 ชุดเครื่องมือทดลองการสังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโนด้วยเทคนิคตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส (USP)

4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของซิลิกาด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)



ภาพที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์โครงสร้างของซิลิกาด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

จากการทดสอบด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) อธิบายได้ว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส ลักษณะของกราฟที่ได้เป็นกราฟฐานกว้าง ไม่มีพีคปรากฏขึ้นในเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตแกรมแสดงถึงลักษณะโครงสร้างของซิลิกาที่ได้มีการจัดเรียงตัวแบบไม่เป็นระเบียบหรือแบบอสัณฐาน (amorphous)

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ 200 300 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส

อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ (องศาเซลเซียส)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (นาโนเมตร)	ผลการทดลอง
200	-	หมอกของสารละลาย TEOS ที่ผ่านเข้าขวดกรวยทั้ง 3 ขวด เกิดการแยกชั้นลอยบนผิวน้ำเนื่องจากการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์
300	347	เกิดการเผาไหม้สมบูรณ์
400	203	เกิดการเผาไหม้สมบูรณ์
500	106	เกิดการเผาไหม้สมบูรณ์
600	-	เกิดจุดวาบไฟ ไม่สามารถสังเคราะห์ได้

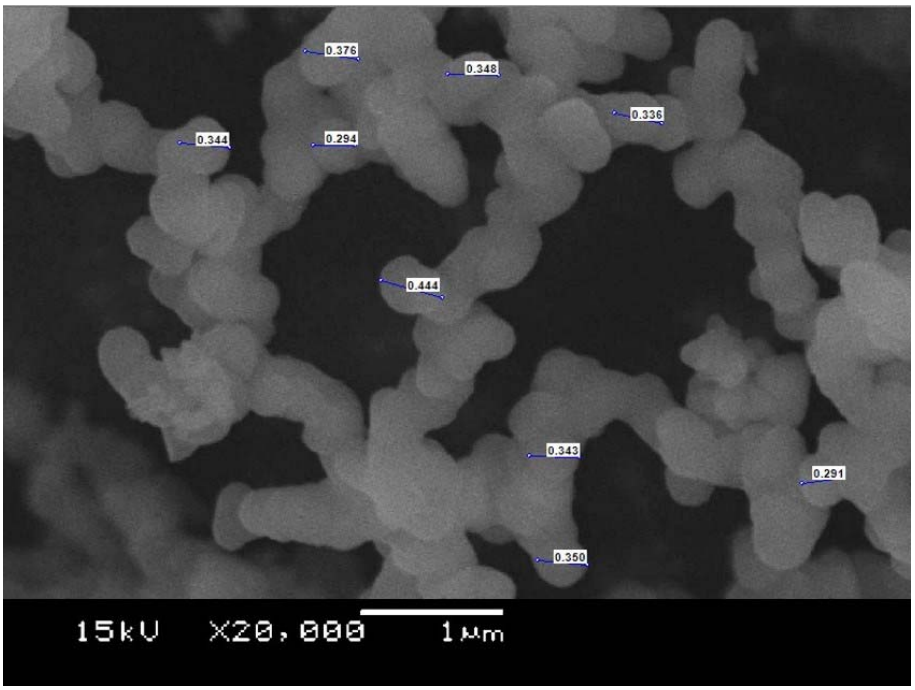
จากตารางที่ 4.1 พบว่า อุณหภูมิสังเคราะห์ที่ 200 องศาเซลเซียส เกิดการเผาไหม้ของหมอกสารละลาย TEOS ที่ไม่สมบูรณ์ทำให้หมอกของสารละลายTEOS ที่ไม่ผ่านการเผาไหม้ตกอยู่ในflask และเกิดการแยกชั้นระหว่างน้ำและสารละลาย TEOS เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่ต่ำเกินไปไม่สามารถเผาสารละลาย TEOS ให้สลายตัวเป็นซิลิกาได้เนื่องจากจุดเดือดและจุดหลอมเหลวของสารละลาย TEOS (168 องศาเซลเซียส) ซึ่งใกล้เคียงกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์ (200 องศาเซลเซียส) ทำให้เกิดการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ ในขณะที่ช่วงอุณหภูมิในการสังเคราะห์ระหว่าง 300 ถึง 500 องศาเซลเซียส เกิดการเผาไหม้อย่างสมบูรณ์ได้เป็นอนุภาคซิลิกาสีขาวขุ่นเกิดภายในท่อปฏิกรณ์ ในขณะที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 600 องศาเซลเซียสไม่สามารถดำเนินการสังเคราะห์ได้ เนื่องจากเกิดการจุดติดไฟด้วยตัวเอง (auto ignition)

ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อนุภาคที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 347 นาโนเมตรและมีลักษณะผงสีขาวทรงกลมขนาดเล็ก

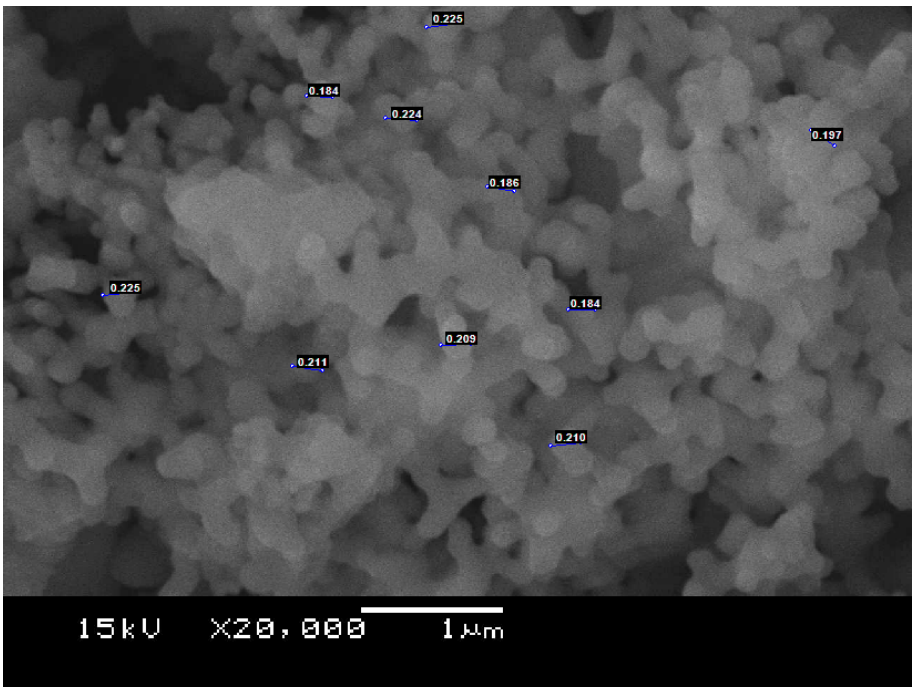
ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส อนุภาคที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 203 นาโนเมตรและมีลักษณะผงละเอียดสีขาวทรงกลมเล็กมากกว่าที่ 300 องศาเซลเซียส

ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อนุภาคที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 106 นาโนเมตรและมีลักษณะผงละเอียดสีขาวทรงกลมขนาดเล็กมากที่สุด

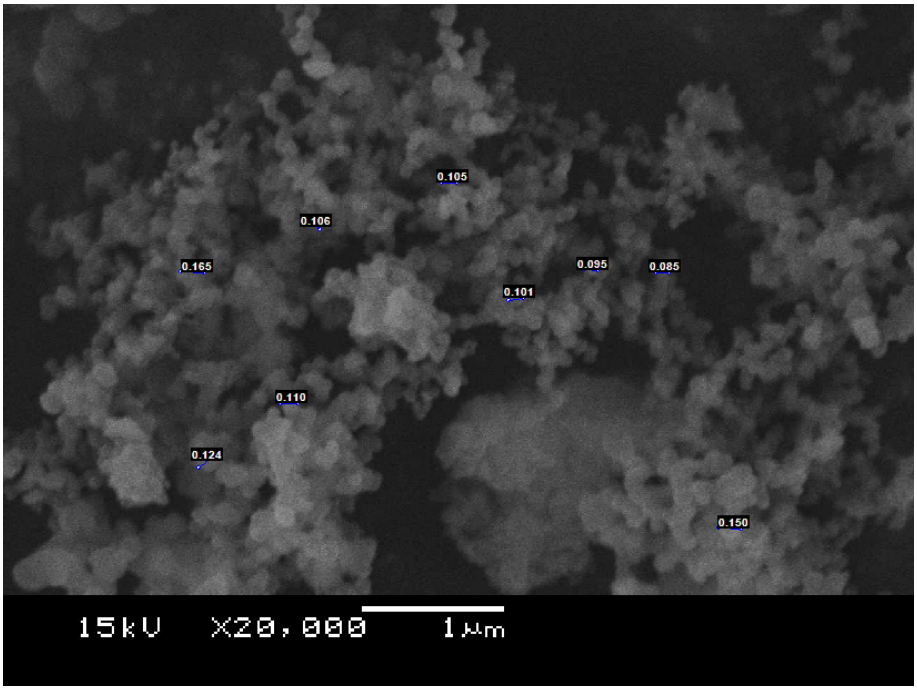
4.3 การวิเคราะห์ลักษณะภายนอกของซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



ภาพที่ 4.3 แสดงผล SEM กำลังขยาย 20000 เท่า จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4.4 แสดงผล SEM กำลังขยาย 20000 เท่า จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4.5 แสดงผล SEM กำลังขยาย 20000 เท่า จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

จากภาพที่ 4.4 พบว่า อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดเซ็กที่สุด เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงจะส่งผลทำให้นิวคลีไอ (nuclei) ที่มีขนาดเล็กเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก ทำให้เกิดการกระจายตัวของการรวมตัวของนิวคลีไอได้ดีซึ่งส่งผลต่อการก่ออนุภาคที่มีขนาดเล็ก

4.4 การวิเคราะห์การดูดซับด้วยเทคนิค Incipient wetness

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการดูดซับของซิลิกาด้วยเทคนิคแบบ Incipient wetness

อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ (องศาเซลเซียส)	**ปริมาตรน้ำที่ดูดซับต่อซิลิกา 1 กรัม (มิลลิลิตร)**
300	0.5833
400	1.3292
500	2.0547

จากผลการทดลองในตารางที่ 4.2 พบว่า เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นทำให้ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าซิลิกาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำซึ่งส่งผลทำให้ซิลิกามีพื้นที่ผิวมากและมีความสามารถในการดูดซับได้ดี

4.5 การตั้งตำรับตำรับครีมน้ำหอม

ตารางที่ 4.3 ผลการตั้งตำรับครีมน้ำหอมที่มีซิลิกาและไม่มีซิลิกา (cream perfume)

Part	**Trade Name**	**INCI Name**	**Function**	**% w/w**	
				มีซิลิกา	**ไม่มีซิลิกา**
A	Water	DI water	Solvent	43.60	44.60
	Propylene glycol	Propylene glycol	Humectant	2.50	2.50
	Carbopol Ultrez21	Acrylates C10-C30 Alkyl Acrylate Crosspolymer	Thickener	1.00	1.00
B	Beeswax	Beewax	Bodying agent	20.00	20.00
	IPP	Isopropyl palmitate	Emollient	2.50	2.50

	Olive oil	Sodium olivate and potassium olivate	Emollient	1.50	1.50
	BHT	Butylatedhydroxytoluene	Antioxidant	0.50	0.50
	Petrolatum	Petrolatum	Emollient	25	25
C	Perfume (Jennifer SH-9347)	Perfume	Fragrance	1.70	1.70
D	silica	Silica	Fixative	1.00	-
E	TEA	Triethanolamine	*Neutralize*	0.50	0.50
F	Uniphen P-23	Phenoxyethanol, Methylparaben, Ethylparaben, Butylparaben, Propylparaben	Preservative	0.50	0.50
Total				100.00	100.00

4.5.1 ผลการทดสอบคุณสมบัติทางเคมี

ตารางที่ 4.4 แสดงผลการทดสอบตำรับครีมน้ำหอมทางเคมี

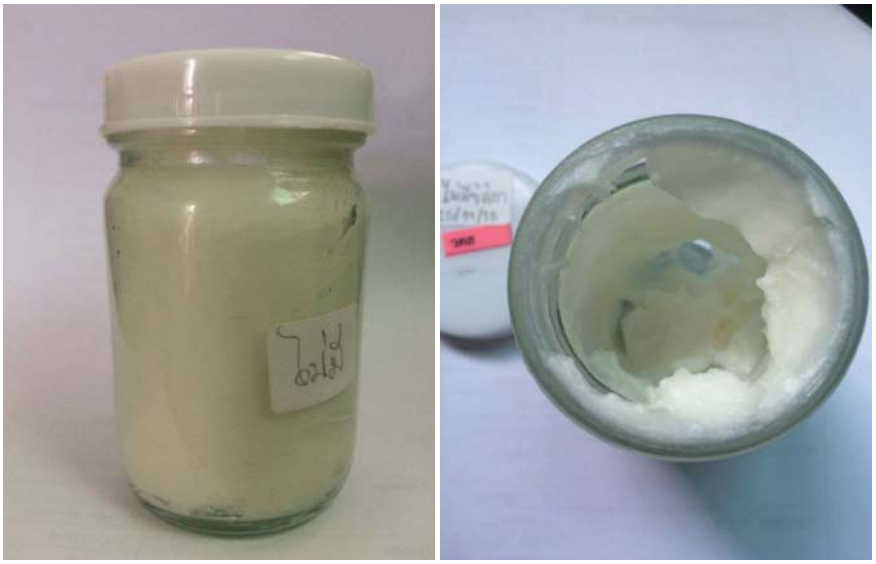
การทดสอบทางเคมี	**ตำรับครีมน้ำหอมที่ไม่มีซิลิกา**	**ตำรับครีมน้ำหอมที่มีซิลิกา**
ทดสอบความเป็นกรด ด่าง (pH)	7.04	7.04

จากตารางจะเห็นว่าค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ที่ได้เท่ากับ 7.04 ซึ่งถือว่ามีค่าใกล้เคียงกับค่า pH ของผิด (ค่า pH ของผิว 6) ดังนั่นตำรับครีมน้ำหอมจึงเป็นตำรับที่มีประสิทธิภาพและสามารถใช้ได้กับทุกสภาพผิว

4.5.2 ผลการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ

4.5.2.1 ตำรับครีมน้ำหอมที่ไม่มีซิลิกา

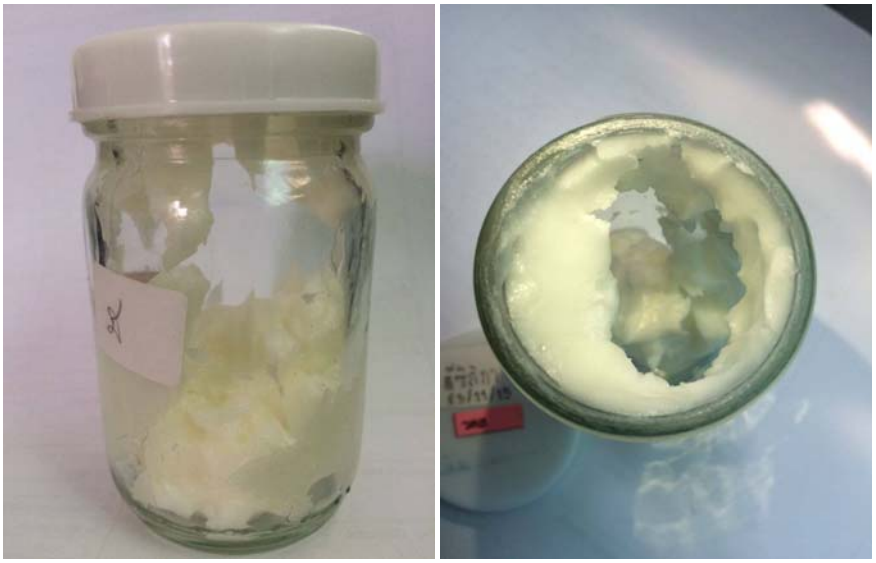
ลักษณะภายนอกตำรับที่ได้มีสีขาวขุ่นทึบแสง เนื้อครีมข้น ลักษณะเนื้อสัมผัสเกลี่ยได้ปากลาง มีความเหนียวเกลี่ยได้ปานกลาง ไม่เกิดคราบบนผิวหนัง มีกลิ่นหอมและกลิ่นไม่ติดคงทนหลังทาทิ้งไว้บนผิวหนังเป็นเวลา 5 ชั่วโมงกลิ่นจางลงอย่างชัดเจน เมื่อตั้งทิ้งไว้ตำรับไม่เกิดการแยกชั้นและไม่เกิดการตกตะกอน (ภาพที่ 4.6)



ภาพที่ 4.6 แสดงผลิตภัณฑ์ตำรับครีมน้ำหอมที่ไม่มีซิลิกา

4.5.2.2 ผลการตำรับครีมน้ำหอมที่มีซิลิกา

ผลของลักษณะภายนอกของตำรับที่ได้มีสีขาวขุ่นทึบแสง เนื้อครีมข้น ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้สามารถเข้ากันได้ดีกับตำรับ ลักษณะเนื้อสัมผัสเกลี่ยได้ปานกลาง ไม่เกิดคราบบนผิวหนัง มีกลิ่นหอมละมุนและกลิ่นติดคงทนหลังทาบนผิวหนังเป็นเวลา 5 ชั่วโมงกลิ่นจางลงเล็กน้อยแต่ยังคงมีกลิ่นติดอยู่ เมื่อตั้งทิ้งไว้ตำรับไม่เกิดการแยกชั้นและไม่เกิดการตกตะกอน (ภาพที่ 4.7)



ภาพที่ 4.7 แสดงผลิตภัณฑ์ตำรับครีมน้ำหอมที่มีซิลิกา