



รายงานการวิจัย
เรื่อง
การสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมขนาดนาโนด้วยวิธีอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส
สำหรับการพัฒนาตำรับครีมน้ำหอม
Synthesis of Silica Nano Sphere Particle by Ultrasonic Spray
Pyrolysis Technique for Cream Formulation Development

ดร.วิทวัส รัตนถาวร
รศ.ดร.ทัศนีย์ พาณิชย์กุล
ณัฐพร บุษวด
ประดับฟ้า นาคนก

มหาวิทยาลัยสวन्दุสิต

2561

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสวन्दุสิต



รายงานการวิจัย

เรื่อง

การสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมขนาดนาโนด้วยวิธีอัลตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส
สำหรับการพัฒนาตำรับครีมน้ำหอม

Synthesis of Silica Nano Sphere Particle by Ultrasonic Spray
Pyrolysis Technique for Cream Formulation Development

ดร.วิทวัส รัตนถาวร

รศ.ดร.ทัศนีย์ พาณิชย์กุล

ณัฐพร บุษวด

ระดับฟ้า นาคนก

(คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสวนดุสิต)

มหาวิทยาลัยสวนดุสิต

2561

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสวนดุสิต

(งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนจากงบประมาณแผ่นดินด้านการวิจัย ปีงบประมาณ 2560)

หัวข้อวิจัย	การสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมขนาดนาโนด้วยวิธีอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโลโรซิส สำหรับการพัฒนาตำรับครีมน้ำหอม
ผู้ดำเนินการวิจัย	วิวัฒน์ รัตนถาวร ประดับฟ้า นาคคนก ทัศนีย์ พาณิชย์กุล ณัฐพร บุษิวาด
หน่วยงาน	มหาวิทยาลัยสวนดุสิต
ปี พ.ศ.	2561

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการสังเคราะห์ซิลิกาขนาดนาโนสำหรับใช้เป็นวัตถุดิบในตำรับครีมน้ำหอมด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโลโรซิส (USP) โดยใช้เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) เป็นสารตั้งต้นและตรวจสอบสัณฐานของตัวอย่างซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ตรวจสอบการจัดเรียงโครงสร้างด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) วิเคราะห์ความสามารถในการดูดซับของซิลิกาด้วยวิธีการทำให้เปียกชุ่ม (Incipient wetness) จากผลการทดลองพบว่า การสังเคราะห์ซิลิกาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสให้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กที่สุดอยู่ที่ 106 นาโนเมตร โดยพบว่าขนาดอนุภาคจะมีขนาดเล็กลงจาก 347 นาโนเมตรเป็น 106 นาโนเมตรเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจากอุณหภูมิ 300 ถึง 500 องศาเซลเซียส ผลจากการตั้งตำรับครีมน้ำหอมโดยใช้ซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้นเพื่อทำหน้าที่แทนสารตรึงกลิ่น (fixative) ในตำรับ โดยทดสอบทดลองบนผิวแล้วทิ้งไว้เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่า ตำรับครีมน้ำหอมที่ใส่ซิลิกา ทำให้กลิ่นคงทนมากกว่าตำรับที่ไม่มีซิลิกาผสมอยู่

คำสำคัญ: อัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโลโรซิส/ ซิลิกา/ ครีมน้ำหอม

Research Title	Synthesis of Silica Nano Sphere particle by Ultrasonic Spray Pyrolysis Technique for Cream Perfume Formulation Development
Researchers	Wittawat Ratanathavorn Pradupfah Narknok Tasanee Panichakul Nattaporn BooHuad
Organization	Suan Dusit University
Year	2018

This research focused on silica nanoparticle synthesis by ultrasonic spray pyrolysis (USP) technique using tetraethyl orthosilicate (TEOS) as a precursor. The synthesized silica nanoparticle was used as a fixative material for cream perfume formulation. The morphology and structure of synthesized silica nanoparticle were examined by Scanning Electron Microscope (SEM) technique and X-ray Diffraction technique (XRD), respectively. Adsorption ability of synthesized silica nanoparticle was also analyzed by incipient wetness impregnation technique. The results showed that the synthesis temperature of 500 °C provided the smallest size of silica nanoparticle, about 106 nm. The particle size tends to decrease from 347 nm to 106 nm when the synthesis temperature increased from 300 °C to 500 °C. Comparing two types of cream perfume, with and without silica, by applying cream perfume on human skin for 5 hours, it was found that odor of cream perfume with silica was last longer than cream perfume without silica.

Keywords: Ultrasonic spray pyrolysis, Silica, Cream perfume

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณสถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยสวนดุสิต ที่ให้ทุนอุดหนุนการวิจัย ประจำปีงบประมาณ 2560 ขอขอบคุณ รศ.ดร.ประเสริฐ เรียบร้อยเจริญ หัวหน้าภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการอนุเคราะห์การใช้เครื่องมือและห้องปฏิบัติการ และหลักสูตรวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสวนดุสิต เป็นอย่างสูงที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่ ขอกราบขอบพระคุณทุกท่านมา ณ โอกาสนี้

ขอขอบคุณคณะกรรมการที่ให้คำแนะนำในการดำเนินงานวิจัยให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ผู้ประสานงานภารกิจประสานงานวิจัยโครงการที่ดูแลคณะผู้วิจัยและอำนวยความสะดวกในทุกเรื่อง

คณะผู้วิจัย

2561

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ช
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 แนวคิด ทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับซิลิกา	4
2.2 สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกา	6
2.3 เทคนิคที่ใช้ในการศึกษาคุณลักษณะของซิลิกา	9
2.4 หลักพื้นฐานของการทำให้เป็นเม็ดผง	14
2.5 ความหมายของสารตรึงกลิ่น	16
2.6 หัวน้ำหอม น้ำหอม และผลิตภัณฑ์น้ำหอม	17
2.7 ผลิตภัณฑ์เครื่องสำอางเกี่ยวกับสิ่งหอม	24
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	26
2.9 กรอบแนวคิดในการวิจัย	30
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	
3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ	32
3.2 สารเคมี	33
3.3 วิธีการวิจัย	33

	หน้า
บทที่ 4 ผลการวิจัย	
4.1 การสังเคราะห์ซิลิกา	36
4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของซิลิกาด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน	37
4.3 การวิเคราะห์ลักษณะภายนอกของซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	39
4.4 การวิเคราะห์การดูดซับด้วยเทคนิค Incipient wetness	41
4.5 การตั้งตำรับครีมน้ำหอม	41
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผลและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง	45
5.2 ข้อเสนอแนะ	46
บรรณานุกรม	
บรรณานุกรมภาษาไทย	47
บรรณานุกรมภาษาต่างประเทศ	47
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก	50
ภาคผนวก ข	61
ประวัติคณะผู้วิจัย	64

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	แสดงคุณสมบัติของเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS)	7
3.1	ครีมน้ำหอมที่มีซิลิกา (cream perfume)	34
4.1	ผลการสังเคราะห์และขนาดของอนุภาคซิลิกาที่อุณหภูมิ 200 300 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส	38
4.2	ผลการดูดซับของซิลิกาด้วยเทคนิคการจุ่มชุบแบบ Incipient wetness	41
4.3	การตั้งตำรับครีมน้ำหอมที่มีซิลิกาและไม่มีซิลิกา (cream perfume)	41
4.4	ผลการทดสอบตำรับครีมน้ำหอมทางเคมี	42

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	แสดงลักษณะโครงสร้างของซิลิกา	4
2.2	โครงสร้างของซิลิกา (ก) ซิลิกาโครงสร้างผลึกและ (ข) ซิลิกาแบบอสัณฐาน	5
2.3	โครงสร้างโมเลกุลของเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS)	6
2.4	การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบอะตอม	10
2.5	แผนภาพแสดงส่วนประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	11
2.6	ภาพจำลองแสดง (ก) การพอกพูนโลหะกัมมันต์บนตัวรองรับด้วย วิธีอิมเพรกเนชัน และ (ข) ผลของอัตราอบแห้งต่อการพอกพูนโลหะ กัมมันต์รูปพูนของตัวรองรับ	13
2.7	ภาพแสดงอิมเพรกเนชันของโลหะกัมมันต์ในรูปพูนของตัว รองรับโดยใช้สารละลายเกลือของโลหะที่มีความเข้มข้นแตกต่างกัน	14
2.8	กลไกการเกิดเม็ดผงแบบต่าง ๆ	15
2.9	กลไกการเกิดเม็ดผงในกระบวนการพ่นแห้ง (ก) การเกิดนิวคลีไอ (ข) การเกิดการรวมตัวกันของอนุภาคผงเป็นก้อน	16
2.10	แสดงให้เห็นถึงกระบวนการสังเคราะห์ $MgFe_2O_4$ ด้วยเครื่องอัลตรา โซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิส	26
2.11	สัณฐานวิทยาของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้: (ก) TEOS (ข) ซิลิกาที่ผ่าน การเผาที่อุณหภูมิสูง (ค) ซิลิกาเจล 60	27
2.12	สัณฐานวิทยาของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้: (ก) TEOS (ข) ซิลิกาที่ผ่าน การเผาที่ อุณหภูมิสูง (ค) ซิลิกาเจล 60	28
2.13	แสดงการปลดปล่อย Vanillin จากไมโครแคปซูล PSf/vanillin	29
2.14	แสดงการปลดปล่อย DMF จากไมโครแคปซูล PSf	30
4.1	ชุดเครื่องมือทดลองการสังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโนด้วยเทคนิค อัลตราโซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิส (USP)	36
4.2	แสดงผลการวิเคราะห์โครงสร้างของซิลิกาด้วยเครื่องเอกซเรย์ ดิฟแฟรกชัน (XRD)	37
4.3	แสดงผล SEM กำลังขยาย 20000 เท่า จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	39

ภาพที่		หน้า
4.4	แสดงผล SEM กำลังขยาย 20000 เท่า จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส	40
4.5	แสดงผล SEM กำลังขยาย 20000 เท่า จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	40
4.6	แสดงผลผลิตภัณฑ์คาร์บอนที่น้ำหอมที่ไม่มีซิลิกา	43
4.7	แสดงผลผลิตภัณฑ์คาร์บอนที่น้ำหอมที่มีซิลิกา	44
ก – 1	เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกา	51
ก – 2	โดยเครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump)	51
ก – 3	เตาเผาปฏิกรณ์ควอทซ์ (quartz reactor tube)	52
ก – 4	สังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโนด้วยเทคนิคตราโซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิส (USP)	52
ก – 5	เครื่องอัลตราโซนิกเจนเนอเรเตอร์ (ultrasonic generator) ให้กำเนิดความถี่ซึ่งจะส่งแรงสั่นสะเทือนบนผิวของสารละลายทำให้เกิดหมอกของสารละลาย	53
ก – 6	โดยเครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) จะดูดสารที่ได้เก็บเข้าสู่เครื่องกรอง	53
ก – 7	ซิลิกาที่เป็นของแข็งเกาะติดท่อปฏิกรณ์	54
ก – 8	ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	54
ก – 9	ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส	55
ก – 10	ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	55
ก – 11	ซิลิกาที่ได้การสังเคราะห์และเตรียมไปส่อง SEM	56
ก – 12	การนำซิลิกาไปติดบน stub โดยพยายามติดให้อนุภาคเรียงตัวในลักษณะชั้นเดียวไม่เกาะกลุ่มกันเพื่อการฉาบผิวทำได้ทั่วถึงและไม่เกิดปัญหาการ Charge up	56
ก – 13	chamber	57
ก – 14	sputter coater สำหรับเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ SEM เคลือบผิวด้วยทองคำ	57

ภาพที่		หน้า
ก - 15	ลำอิลีกรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวซิลิกา	58
ก - 16	สัญญาณจากอิลีกรอนทุติยภูมิจะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิลีกรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอ	58
ก - 17	ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส 1 กรัม ต่อ น้ำ 0.8211 มิลลิลิตร	59
ก - 18	ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 1 กรัม ต่อ น้ำ 0.5833 มิลลิลิตร	59
ก - 19	ซิลิกาการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส 1 กรัม ต่อ น้ำ 2.0547 มิลลิลิตร	60
ข - 1	นำซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์มาตั้งตำรับผลิตภัณฑ์ครีมน้ำหอม	62
ข - 2	ตำรับครีมน้ำหอมสองสูตร สูตรไม่มีซิลิกา กับ สูตรมีซิลิกา	62
ข - 3	วัดค่า pH ในตำรับ	63

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันนี้ได้มีการนำเอานาโนเทคโนโลยีมาใช้ในการพัฒนาตัวรับทางเครื่องสำอางอย่างแพร่หลาย โดยอนุภาคระดับนาโนจะมีลักษณะเฉพาะในด้านคุณสมบัติทางกายภาพและทางเคมี (physical & chemical properties) โดยวัสดุนาโนอาจจะแขวนลอยอยู่ในก๊าซ ที่เรียกว่าละอองนาโน (nanoaerosol) หรือแขวนลอยในของเหลว ที่เรียกว่า นาโนคอลลอยด์ (nanocolloid) หรือ นาโนไฮโดรซอล (nanohydrosol) หรือฝังอยู่ในแหล่งอื่น ๆ ที่เรียกว่า นาโนคอมโพสิต (nanocomposite) อนุภาคนาโนซิลิกาเป็นสารที่มีความเฉื่อยจึงมักนำมาใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่องสำอางโดยเฉพาะในยาสีฟัน สารขัดฟันหรือใช้เป็นสกริปในการชำระล้างต่าง ๆ ซิลิกามีคุณสมบัติทางเคมีที่มีความเสถียรที่อุณหภูมิปกติและไม่ทำปฏิกิริยาต่อสารเคมีอื่น ๆ ทนต่อแรงกระทำทางกายภาพ คงตัวไม่บวมน้ำจึงสามารถใช้กับผสมกับสารตัวอย่างที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายได้ดี ซิลิกาสามารถแบ่งออกเป็นประเภทต่าง ๆ ได้โดยขึ้นกับเกณฑ์ที่ใช้แบ่ง ได้แก่ การแบ่งตามขนาดรูพรุน (pore size) การแบ่งตามลักษณะโครงสร้างของซิลิกา คือ ซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) เป็นซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างไม่เป็นระเบียบและซิลิกาโครงสร้างผลึก (crystalline silica) คือซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบแน่นอน ซิลิกายังสามารถนำมาพัฒนาตัวรับครีมน้ำหอม (cream perfume) โดยอาศัยคุณสมบัติการดูด-คาย ของรูพรุนของซิลิกากำหนดให้เป็นตัวดูดซับน้ำหอมทดแทนการใช้สารตรึงกลิ่น (fixative) ชนิดอื่นที่มีราคาสูง โดยทั่วไปผลิตภัณฑ์น้ำหอมคือสารละลายหอมระเหยที่ได้จากการผสมระหว่างน้ำมันกับแอลกอฮอล์ โดยสามารถสกัดมาจากสัตว์ ดอกไม้ในธรรมชาติหรือกลิ่นที่สังเคราะห์ขึ้นมา ใช้ทาหรือพ่นตามเสื้อผ้าและร่างกาย น้ำหอมถูกทำให้มีสรรพคุณในการให้กลิ่นหอมและสามารถติดทนอยู่นานเมื่อใช้เพียงการฉีดพ่นครั้งเดียวแต่คุณสมบัติของน้ำหอมที่โดดเด่นคือความหอมที่ติดทนนาน ไม่ก่อให้เกิดการระคายเคืองไม่ก่อให้เกิดการแพ้แม้ใช้ไปในระยะเวลาอันยาวนาน และต้องมีความคงทนต่อ แสง ความร้อน ปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือการเปลี่ยนแปลงอื่น ๆ ไม่ระเหยง่ายจนเกินไป ตลอดจนให้กลิ่นคงทน ส่วนผลิตภัณฑ์ครีมน้ำหอมที่มีคุณสมบัติที่โดดเด่น คือ มีสารที่ช่วยบำรุงผิว ให้นุ่มชุ่มชื้นและปกป้องผิว สรรพคุณที่นำมาตั้งตัวรับจะเป็นแบบน้ำหอมแข็ง (solid perfume) คือ น้ำหอมที่อยู่ในรูปของแข็ง คล้ายน้ำหอมในรูปบาล์มมีคุณสมบัติ คือ ไม่หอมมากแต่จะหอมติดทนนาน ซึ่งจะใช้ซิลิกาเป็นตัวกักเก็บกลิ่น (fixative) ของน้ำหอมให้ติดทนนานในตัวรับ งานวิจัยนี้ได้นำเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิส (USP) ที่เป็นเทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคลักษณะทรงกลมขนาดเล็กมาใช้ในการเตรียมซิลิกาซึ่งได้รับความ

สนใจเป็นอย่างมากในปัจจุบัน เนื่องจากมีขั้นตอนในการดำเนินการที่น้อย อีกทั้งยังเป็นกระบวนการที่สามารถสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ต้องการได้อย่างต่อเนื่อง (continuous process) ในการเตรียมซิลิกาจะใช้สารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate, TEOS) เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโน (silica nanoparticle) ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิส (USP) โดยนำสารละลาย TEOS ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ด้วยน้ำมาทำให้เกิดหมอกของสารละลาย โดยการสั่นสะเทือนบนผิวของสารละลายด้วยเครื่องให้กำเนิดความถี่ (ultrasonic generator) สารละลายจะ TEOS ผ่านเข้าสู่กระบวนการให้ความร้อนโดยมีเครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) ทำหน้าที่ดูดหมอกของสารละลาย TEOS เข้าสู่กระบวนการเผา (pyrolysis) ภายในเตาเผาปฏิกรณ์ควอทซ์ (quartz reactor tube) ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน โดยเครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) จะดูดสารที่ได้เก็บเข้าสู่เครื่องกรอง (filter) ผลที่ได้ คือ ซิลิกาที่เป็นของแข็งลักษณะกลมอนุภาคนาโน งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการสังเคราะห์ซิลิกาโดยใช้เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโนด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิส (USP) โดยดำเนินการศึกษาที่อุณหภูมิต่าง ๆ เพื่อนำมาใช้ทดแทนสารตรึงกลิ่น (fixative) ที่มีราคาสูง โดยทำหน้าที่เป็นตัวกักเก็บกลิ่นหอมและจะปล่อยกลิ่นหอมออกมาอย่างช้า ๆ ซึ่งสามารถนำมาใช้ในการพัฒนาตำรับครีมน้ำหอมได้ (cream perfume)

1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมขนาดนาโน (nanoparticle) โดยใช้เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) เป็นสารตั้งต้นโดยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิส (USP)

1.2.2 เพื่อพัฒนาการตั้งตำรับครีมน้ำหอม (cream perfume) โดยใช้ซิลิกาในขนาดอนุภาคนาโน (nanoparticle) ทำหน้าที่แทน fixative ในตำรับ

1.3. ขอบเขตการวิจัย

1.3.1 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมขนาดนาโนโดยใช้เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตเป็นสารตั้งต้นด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิส

1.3.2 พัฒนาคำรับครีมน้ำหอม (cream perfume) โดยใช้ซิลิกาในขนาดอนุภาคนาโนเป็นตัวกักเก็บกลิ่นน้ำหอมในตำรับ

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้ซิลิกาทรงกลมขนาดนาโนที่เตรียมได้จากเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิส (USP)

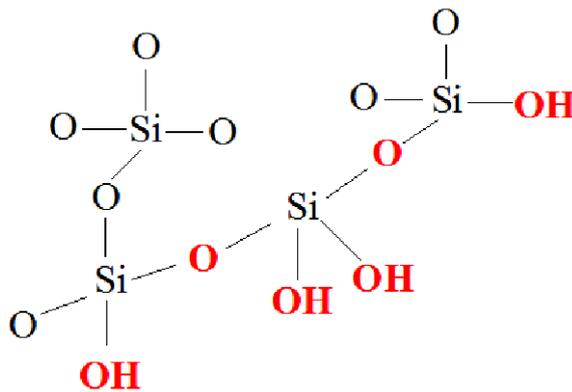
1.4.2 ได้ครีมน้ำหอมที่มีซิลิกาทรงกลมขนาดนาโนทำหน้าที่แทนสารตรึงกลิ่น (fixative) ที่มี
ราคาแพง

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

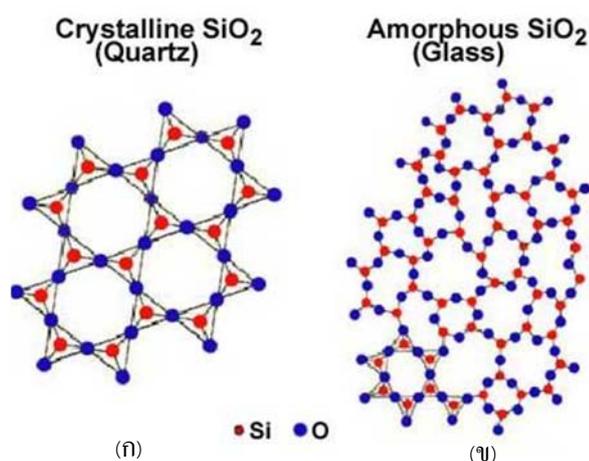
2.1.1.1 การแบ่งประเภทตามขนาดรูพรุน (pore size)

- 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

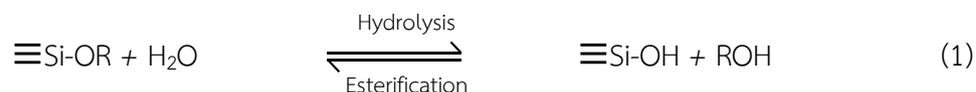


ภาพที่ 2.2 โครงสร้างของซิลิกา (ก) ซิลิกาโครงสร้างผลึก (ข) ซิลิกาแบบอสัณฐาน
ที่มา: Mbule (2009)

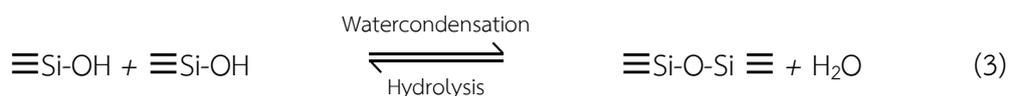
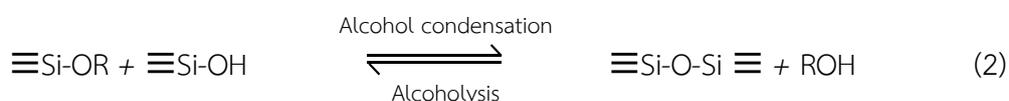
2.1.2 การสังเคราะห์ซิลิกา

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



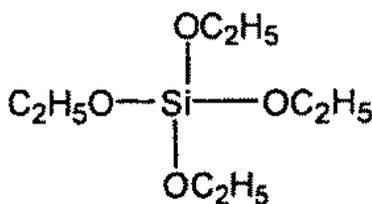
- 2) ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน (condensation reaction) คือ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นต่อเนื่องหลังจากเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส โดยหมู่ไฮดรอกซิลจะทำปฏิกิริยากับซิลิกอนแอลคอกไซด์หรือทำปฏิกิริยากันเองทำให้ได้พันธะซิลอกเซนเกิดขึ้น



ในการสังเคราะห์ซิลิกาตามกระบวนการเกิดปฏิกิริยาข้างต้นนี้ จะได้ไมโครพอร์ซิลิกาที่มีลักษณะแบบบอสันฐาน ต่อมาในปี 1992 Beck และคณะ ได้ค้นพบวิธีการสังเคราะห์ไมโซพอร์ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างแบบผลึก โดยการใช้สารลดแรงตึงผิวประเภทแคทไอออนที่มีหมู่ quaternary ammonium ทำหน้าที่เป็นสารต้นแบบ (template) โดยไมโซพอร์ซิลิกาที่เตรียมได้นั้นมีการจัดเรียงโครงสร้างเป็นแถวเรียงกันเป็นรูปทรงหกเหลี่ยม (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

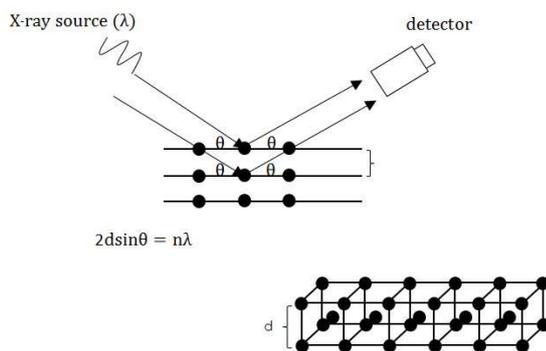
ที่มา: <http://msds.pcd.go.th/searchName>.

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

ข้อมูลจากเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตแกรมจะแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง 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 ซึ่งจะไม่ปรากฏลักษณะของพีคในเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตแกรม แต่ซิลิกาที่มีการจัดเรียงโครงสร้างเป็นแบบผลึกจะปรากฏพีคขึ้นในเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตแกรม โดยเกิดเป็นรูปแบบที่แตกต่างกันที่เป็นลักษณะเฉพาะของโครงสร้างของสารแต่ละชนิด

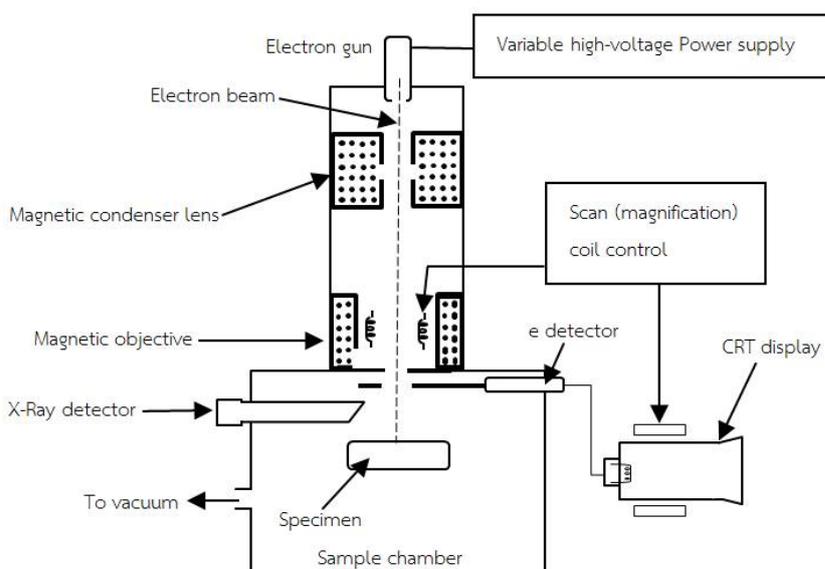
2-theta คือ มุมของการเลี้ยวเบน ขึ้นอยู่กับระยะห่างของชั้นของอนุภาค (b-spacing)

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



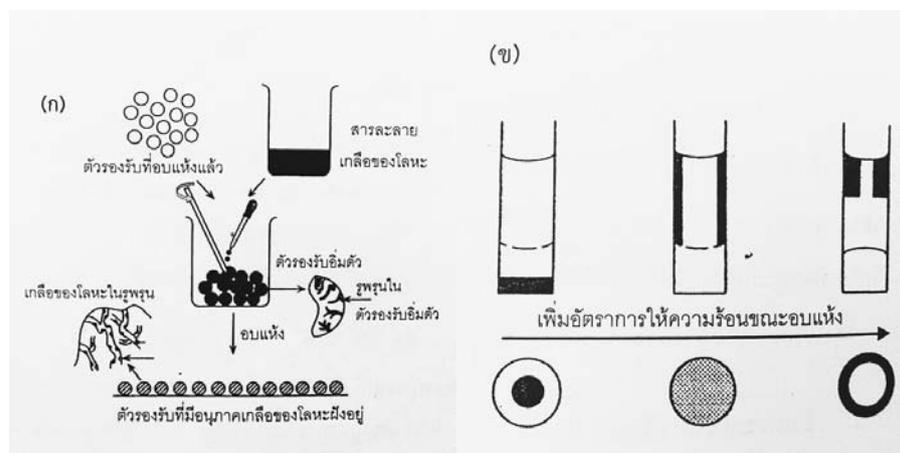
ภาพที่ 2.5 แผนภาพแสดงส่วนประกอบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ที่มา: ชนัญญ์ อยู่จ้อย, 2550

2.3.3 เทคนิคการฝังตัว (impregnation) (นพิตา วิทยชีระนันท์, 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

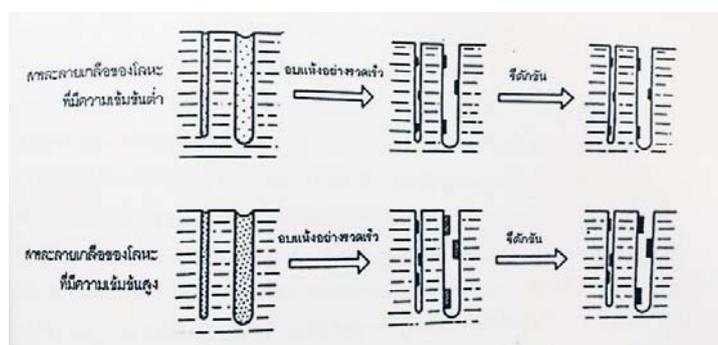


ภาพที่ 2.6 ภาพจำลองแสดง (ก) การพอกพูนโลหะกัมมันต์บนตัวรองรับด้วยวิธีอิมเพกเนชัน และ
(ข) ผลของอัตราอบแห้งต่อการพอกพูนโลหะกัมมันต์รูพรุนของตัวรองรับ
ที่มา: นพิตา วิทยชีระนันท์, 2557

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

ตัวอย่างของการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคนี้ได้แก่ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยานิกเกิลบนอะลูมิเนียม (Ni/Al₂O₃) ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับใช้ในปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันของไฮโดรคาร์บอนไม่อิ่มตัว (unsaturated hydrocarbon) ได้แก่ สารประกอบจำพวกแอลคีนและแอลคีนส์ ตลอดจนไขมันหรือน้ำมันและยังเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการสังเคราะห์แก๊สมีเทน (methanation) จากคาร์บอนมอนอกไซด์ หรือ คาร์บอนไดออกไซด์ การแตกตัวของแอมโมเนีย ดีไฮเดรชันของแอลกอฮอล์ ไฮโดรดีแอลคิลเลชันของไอโซแอลเคน (isoalkanehydrodealkylation) และการกำจัดแฮไลด์ การเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา 10% Ni/Al₂O₃ ใช้สารละลายนิกเกิลไนเตรทเฮกซะไฮเดรต (nickel nitrate hexahydrate, Ni(NO₃)₂·6H₂O) และแกมมา-อะลูมินา (Al₂O₃) ที่มีลักษณะแบบเม็ดหรือลักษณะแบบผงที่ผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิ 400-500 องศาเซลเซียส เป็นเวลานานประมาณ 2-3 ชั่วโมง โดยมีพื้นที่ผิว (surface area) ประมาณ 85 m²/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



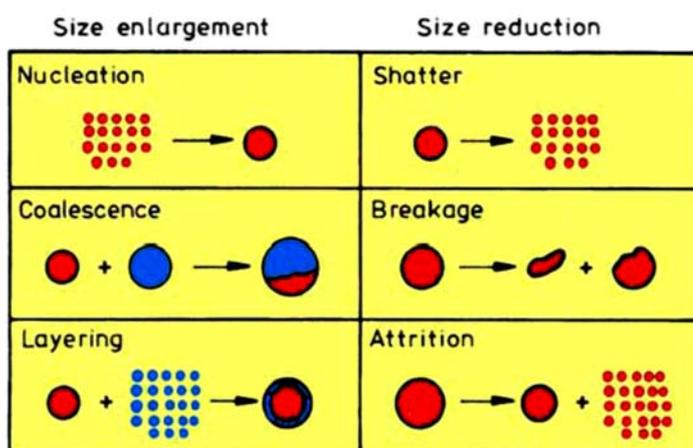
ภาพที่ 2.7 ภาพแสดงอิมเพกชันของโลหะกัมมันต์ในรูปพูนของตัวรองรับโดยใช้สารละลายเกลือของโลหะที่มีความเข้มข้นแตกต่างกัน
ที่มา: นพิตา หิฎฐิระนันท์, 2557

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

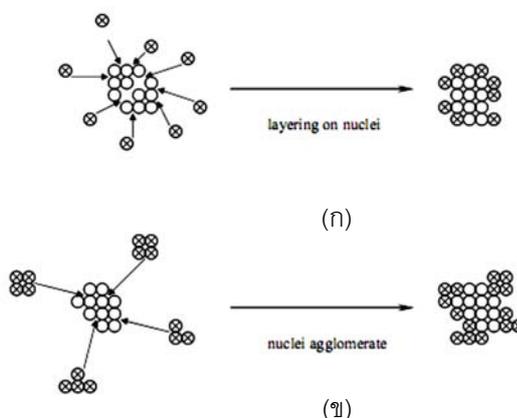
1. nucleation คือ การที่อนุภาคเกิดการรวมตัวกันและเกิดเป็นนิวเคลียสขึ้นและมีการสร้างผลึกที่โตขึ้นจนเกิดเป็นเม็ดขนาดใหญ่
2. coalescence คือ ลักษณะของการเชื่อมต่อของอนุภาคเข้าด้วยกันจนเกิดเป็นอนุภาคใหม่ที่มีขนาดใหญ่ขึ้น
3. layering คือ กระบวนการเคลือบผิวของอนุภาคที่มีลักษณะเป็นชั้น ๆ จนเกิดเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น



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 ดังนั้นการรักษาศพให้อยู่ในสภาพดีโดยทำให้เป็นมัมมี่จึงได้กระทำกันไว้อย่างประณีตและเป็นความลับสุดยอด 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” หมายถึงความถึง สำนอกของปลาวาฬ หรือสามารถเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า อำพันทอง ซึ่งเป็นสิ่งหอมที่ได้จากปลาวาฬโดยเฉพาะ เกิดจากการที่ปลาวาฬกินปลาหมึกทะเลเข้าไปจำนวนมาก และจอยปากของปลาหมึกเข้าไปที่ม้ามกระเพาะปลาวาฬ ทำให้เกิดการอักเสบของเยื่อบุกระเพาะ 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” เป็นสิ่งขับถ่ายออกจากกระเปาะไกล้เคียงอวัยวะสืบพันธุ์ของตัวนาก (*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 จะเตรียมโดยขูดสิ่งขับถ่ายนี้ออกจากกระเปาะแล้วไปคลุกกับแป้งท้าวายม่อม หรือ ทรายบริสุทธิ์ขาวสะอาดแล้วจึงนำไปแช่หมักไว้ในแอลกอฮอล์ 90% ปริมาณ 20 เท่าตัว โดยหมักไว้หลาย ๆ วันแล้วกรองจะได้ทิงเจอร์สีน้ำตาลเข้ม การที่มีสีน้ำตาลเข้มจึงทำให้ไม่นิยมใช้ แต่ที่ใช้ส่วนใหญ่จะใช้เป็นตัวทำให้หอมติดทนนาน (fixative) ในน้ำหอมที่มีกลิ่นหนัก ๆ เช่น chypre bouquet

“Civet (Zebeth)” เป็นสิ่งที่เกิดจากการขับถ่ายมาจากกระเปาะของต่อมคู่ที่อยู่ไกล้เคียงกับอวัยวะสืบพันธุ์ของตัวชะมด (*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 ทั้งนี้เนื่องจากว่าถ้าน้ำหอมมีความดันไอลำบากจะระเหยช้าและอยู่ได้นาน 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 ยังมีการทดสอบโดยการเปลี่ยนประเภทผลิตภัณฑ์การให้มีกระแสะอากาศ และเปลี่ยนคุณสมบัติของน้ำหอมนั้น ๆ

2) โดยการเก็บตัวอย่างไว้ในที่มีการไหลของอากาศหรือในห้องสุญญากาศที่อุณหภูมิปกติพบว่า อัตราการระเหยของน้ำหอมจากกระดาษทิชชูมากถึง 25-40 เท่า เมื่อเทียบกับสถานะปกติในวิธีการจะมีการกรองอากาศก่อนเข้าห้องเก็บตัวอย่างแล้วจึงดึงอากาศออกมาวิเคราะห์โดยใช้เครื่องสุญญากาศอัตราการระเหยสูงสุดของผลิตภัณฑ์จะเป็นผลรวมจากการเพิ่มอุณหภูมิและการเพิ่มกระแสะอากาศหรือเป็นผลรวมของการเพิ่มอุณหภูมิกับการใช้แรงดันสุญญากาศ

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 จนใสแล้วจึงตวงน้ำเติมลงไปทีละน้อยแล้วเขย่าทุกในแต่ครั้งที่เติมจะเห็นชั้นตรงส่วนบนของสารผสมนี้ทุกครั้ง ทั้งนี้เนื่องจากส่วนบนของสารผสมมีเปอร์เซ็นต์ของน้ำมากให้ทำเช่นนี้จนเมื่อเขย่าสารผสมทั้งหมดนี้แล้วมีสีขุ่นจางลง จึงหยุดเติมน้ำแล้วหักลบปริมาณน้ำที่ตวงไว้ก็จะทราบว่าต้องใช้น้ำไปจำนวนเท่าใดจึงจะพอดี น้ำที่ใช้ในการเตรียมน้ำหอมควรใช้น้ำกลั่น เนื่องจากเป็นน้ำที่ไม่มีกลิ่นและปราศจากสารที่จะไปทำปฏิกิริยากับหัวน้ำหอม หลังจากนั้นเติมผงทัลคัมลงไปในการละลายน้ำหอม 1-2 %w/v ของทั้งหมด โดยแช่ทิ้งไว้ในตู้เย็นเป็นเวลา 1 คืน จากนั้นจึงนำไปกรองด้วยกระดาษกรองเนื้อละเอียด ถ้าตำรับถูกต้องหลังจากกรองแล้วจะได้สารละลายใสในการกรองผ่านกระดาษกรองในระยะแรก ๆ หากได้สารละลายขุ่นเล็กน้อยควรเอามาผ่านกระบวนการกรองซ้ำ เนื่องจากผงทัลคัมยังไม่ได้อุดรูกระดาษกรองให้เล็กลงทำให้บางส่วนของผงทัลคัมเล็ดลอดออกมาได้ เทคนิคที่สำคัญคือไม่ควรนำน้ำมาผสมกับแอลกอฮอล์ก่อนผสมกับหัวน้ำหอมเป็นอันตรายเพราะอัตราส่วนของแอลกอฮอล์กับน้ำอาจไม่พอเหมาะและอาจแก้ไขไม่ได้ถ้าเกิดขุ่นและตกตะกอน

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

น้ำที่ใช้ในการเป็นตัวทำให้เจือจางแอลกอฮอล์และเหมาะกับประเภทของโลชั่นโคโลญน์ หรือ น้ำหอมควรเป็นน้ำกลั่นหรือ demineralised ไม่ควรใช้น้ำธรรมดาเช่น น้ำประปาหรือน้ำบาดาล เพราะอาจมีสิ่งเจือปนที่อาจเกิดปฏิกิริยากับหัวน้ำหอมได้ทำให้กลิ่นหอมเปลี่ยนแปลงไป

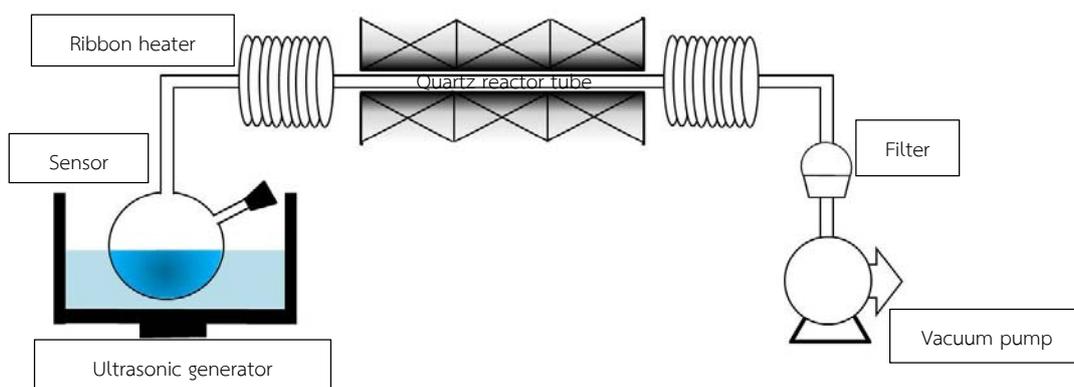
นอกจากนี้เป็นที่น่าสังเกตว่าผลิตภัณฑ์ใดก็ตามที่ใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลายหรือใช้ทำเป็นเครื่องตีก็ตามควรมีการหมักทิ้งไว้ในเวลานานพอสมควรซึ่งการหมักนี้บางทีเรียกว่า การบ่มมีกลิ่นที่นุ่มนวลขึ้น โดยมีระยะเวลาของการหมักแตกต่างกันแล้วแต่ประเภทของผลิตภัณฑ์น้ำหอม

ในบางครั้งอาจเร่งเวลาการหมักให้ลดลงโดยการแช่ไว้ในที่เย็นจัดก่อนกรอง การแช่สารละลายน้ำหอมในที่เย็นจัดจะลดเวลาของการหมัก และทำให้ความฉุนของแอลกอฮอล์ลดลงด้วย

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

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

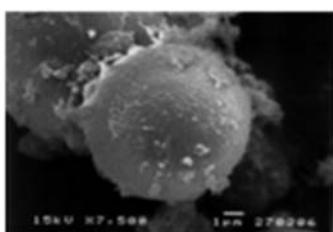
Harinarayan และคณะ (2015) ได้ทำการศึกษาการเตรียมสารประกอบโดยใช้ $MgFe_2O_4$ ทรงกลมนาโนถูกเตรียมโดยใช้เครื่อง USP แสดงในภาพที่ 2.10 โดยระบบ USP ประกอบไปด้วย 1. เครื่องฉีดย้ำ 2.เตาปฏิกรณ์ที่ทำจากควอซ 3.ส่วนที่เก็บผง จะเห็นได้ว่า สาร $MgFe_2O_4$ จะถูกใส่เข้าไปในระบบ อัลตราโซนิกเจนเนอเรเตอร์โดยจะเกิดการสั่นสะเทือนอัลตราโซนิกที่มีความถี่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



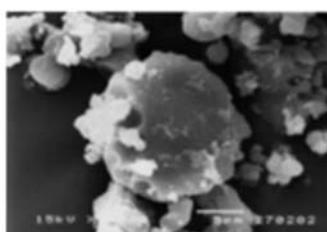
ภาพที่ 2.10 กระบวนการสังเคราะห์ $MgFe_2O_4$ ด้วยเครื่องอัลตราโซนิกสเปร์รี่ไพโรไลซิส

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

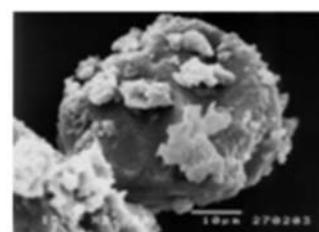
มีความเป็นทรงกลมอย่างไรก็ตามขนาดของอนุภาคของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้อยู่ในช่วงระหว่าง 10 ถึง 45 ไมโครเมตรในการสังเคราะห์แต่ละครั้งใช้อัตราส่วนของการสังเคราะห์ที่ให้ซิลิกาจำนวน 0.025 โมล โดยมีรายละเอียดของวิธีการสังเคราะห์ ดังนี้ เติมนสารละลาย NaOH 0.1M น้ำหนัก 63 กรัม ลงในขวดแก้วสำหรับสังเคราะห์ที่บรรจุ 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)

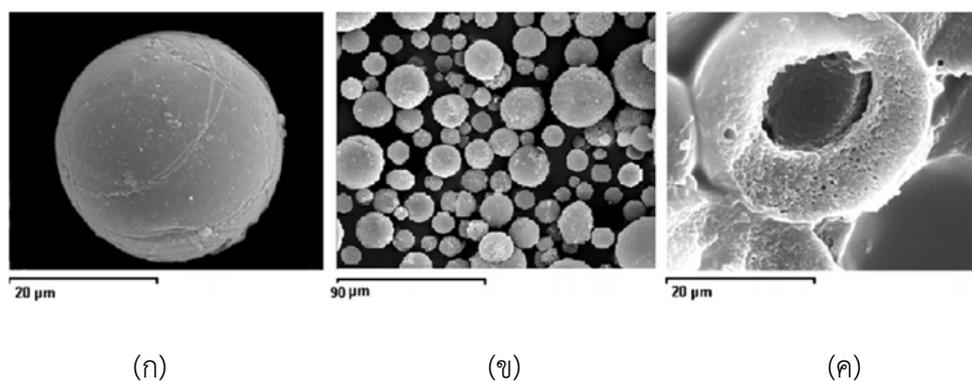
รูปที่ 2.11 สัณฐานวิทยาของซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ : (ก) TEOS, (ข) ซิลิกาที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง , (ค) ซิลิกาเจล 60

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

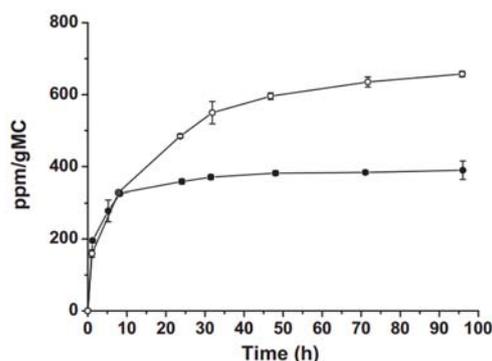


ภาพที่ 2.12 แสดงไมโครกราฟจาก SEM ของไมโครแคปซูล PSf/vanillin คือ (ก) ลักษณะภายนอกของไมโครแคปซูล PSf/vanillin, (ข) ลักษณะภายนอกของกลุ่มไมโครแคปซูล PSf/vanillin, (ค) ลักษณะรูพรุนของไมโครแคปซูล PSf/vanillin

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

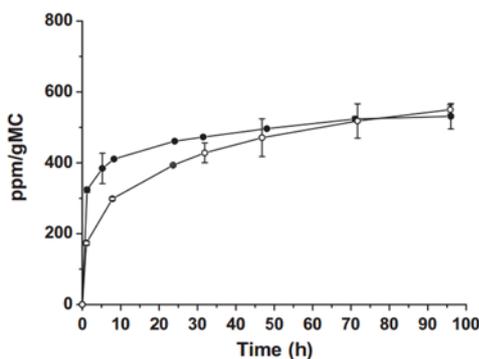
แคปซูล PSf/vanillin ทำให้เห็นอนุภาคมีการกระจายตัวมาก มีเส้นผ่าศูนย์กลางอนุภาคเฉลี่ย 17.8 เมตรและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่ 8.5 เมตร นอกจากนี้ภาพตัดขวางแสดงให้เห็นพื้นที่ว่างซึ่งบอกปริมาณสำหรับการห่อหุ้มน้ำหอม นอกจากนี้จากภาพตัดขวางกำหนดความหนาของเปลือก ซึ่งคาดว่าประมาณ 30 % ของขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางแคปซูลสอดคล้องกับความหนาของเปลือกพอลิเมอร์และให้ความเสถียรทางกายภาพที่ดีของแคปซูล 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)

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือ

3.1.1 วัสดุอุปกรณ์

3.1.1.1 ปีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 50 100 และ 250 มิลลิลิตร

3.1.1.2 ขวดกรวย (Flask) ขนาด 500 และ 1000 มิลลิลิตร

3.1.1.3 เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)

3.1.1.4 แท่งแก้วสำหรับคนสาร (Stirring rod)

3.1.1.5 ช้อนตักสาร (Spoon)

3.1.1.6 ไม้พาย (Spatula)

3.1.1.7 กระบอกลูกทวง (Cylinder)

3.1.1.8 กระดาษกรอง (Filter paper)

3.1.1.9 สายยางซิลิโคน (Silicone Tube)

3.1.1.10 ท่อปฏิกิริยา (Reactor Tube) ชนิด bolosilicate

3.1.2 เครื่องมือ

3.1.2.1 เครื่องอัลตราโซนิกเจนเนเรเตอร์ (Ultrasonic Generator)

3.1.2.2 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Analytical Balance)

3.1.2.3 เตาเผาความร้อนสูง (Furnace)

3.1.2.4 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

3.1.2.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.1.2.6 เครื่องปั๊มสุญญากาศ (Vacuum Pump)

3.1.2.7 เครื่องวัดความเป็นกรดต่าง (pH meter)

3.2 สารเคมี

3.2.1 Tetraethyl orthosilicate (TEOS) ได้จาก บริษัท ซิกม่า-อัลดริช(ประเทศไทย)

3.2.2 Propylene glycol

3.2.3 Acrylates C10-C30 Alkyl Acrylate Crosspolymer (Carbopol Ultrez21)

3.2.4 Beeswax

3.2.5 Petrolatum

3.2.6 Isopropyl palmitate

3.2.7 Olive oil

3.2.8 Butylatedhydroxytoluene (BHT)

3.2.9 Perfume (Jennifer SH-9347)

3.3.10 Phenoxyethanol, Methylparaben, Ethylparaben, Butylparaben, Propylparaben, Isobutylparaben (Uniphen P-23)

3.3 วิธีการวิจัย

3.3.1 ศึกษาค้นคว้าข้อมูล

3.3.1.1 ค้นคว้าข้อมูล และจัดประชุมระหว่างอาจารย์และผู้ทำวิจัย เพื่อวางแผนการดำเนินงาน

3.3.2 การสังเคราะห์ซิลิกาจาก TEOS ด้วยเครื่อง Ultrasonic Spray Pyrolysis

3.3.2.1 นำเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกา ด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิส (USP) มาทำให้เกิดหมอกของสารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) โดยการสั่นสะเทือนบนผิวของสารละลายด้วยเครื่องกำเนิดความถี่ (ultrasonic generator) ผ่านเข้าสู่กระบวนการให้ความร้อน และมีเครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) ทำหน้าที่ดูดหมอกเข้าสู่กระบวนการเผา (pyrolysis) ภายในท่อปฏิกรณ์ (reactor) ชนิด bolosilicate ความยาว 80 เซนติเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง

ขนาด 26 มิลลิเมตร ที่อุณหภูมิ 200 300 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส โดยเครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) จะดูดสารที่ได้เก็บเข้าสู่ขวดกรวย (flask)

3.3.2.2 นำซิลิกาที่ได้มาตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

3.3.2.3 นำซิลิกาที่ได้มาตรวจสอบลักษณะภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.3.2.4 นำซิลิกาที่ได้มาวิเคราะห์ปริมาตรรูพรุนด้วยเทคนิคการดูดซับไนโตรเจน (Nitrogen sorption) ทดสอบสมบัติการดูด-คายซับน้ำมันหอมระเหยด้วยเทคนิค TGA และ HPLC

3.3.2.5 นำซิลิกาที่ได้ตามคุณสมบัติที่ต้องการ มาตั้งตำรับครีมน้ำหอม

3.3.3 การตั้งตำรับครีมน้ำหอม

ตารางที่ 3.1 ครีมน้ำหอม (cream perfume)

Part	INCI Name	Function	%W/W	
			มีซิลิกา	ไม่มีซิลิกา
A	DI water	Aqua	43.60	44.60
	Propylene glycol	Humectant	2.50	2.50
	Acrylates C10-C30 Alkyl Acrylate Crosspolymer	Thickener	1.00	1.00
B	Cera alba	Bodying agent	20.00	20.00
	Isopropyl palmitate	Emollient	2.50	2.50
	Olive oil	Emollient	1.50	1.50
	Butylatedhydroxytoluene	Antioxidant	0.50	0.50
	Petrolatum	Emollient	25	25
C	Perfume	Fragrance	1.70	1.70
D	Silica	Fixative	1.00	-

E	Triethanolamine	<i>Neutralize</i>	0.50	0.50
F	Phenoxyethanol, Methylparaben, Ethylparaben, Butylparaben, Propylparaben (Uniphen P- 23)	Preservative	0.50	0.50
รวม			100.00	100.00

- วิธีทำ** Part A ชั่งสารใน Part A นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 60-65 องศาเซลเซียส
 Part B ชั่งสารใน Part B นำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 70-75 องศาเซลเซียส จน
 หลอมละลายรวมกันจากนั้นนำ Part A เทลงไปใน Part B ช้า ๆ แล้วกวนไปเรื่อย ๆ
 จนเป็นเนื้อเดียวกัน
 Part C นำ Part C มาหยดใส่ Part D ให้พอดีกับปริมาตรการดูดซับของ silica รอดอุณหภูมิ
 ของ Part A และ Part B ลดลงจนได้ประมาณ 45-50 องศาเซลเซียส แล้วเติม Part
 C ลงไปแล้วผสมให้เข้ากัน
 (ตำรับที่ไม่มีซิลิกา เติม Part C ลงไปแล้วกวนจนเข้ากันดี)
 Part E ค่อยเติม Part E ลงตำรับแล้วกวนจนเข้ากันดี
 Part F ค่อยเติม Part F ลงตำรับแล้วกวนจนเข้ากันดี

3.3.4 การทดสอบทางเคมี

- 3.3.4.1 นำไปทดสอบที่อุณหภูมิห้อง (32 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 1 เดือน
 3.3.4.2 นำไปวัดค่าความเป็นกรด-ด่างด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH
 meter)
 3.3.4.3 นำไปทดสอบกลิ่นน้ำหอมในตำรับ

บทที่ 4

ผลการวิจัย

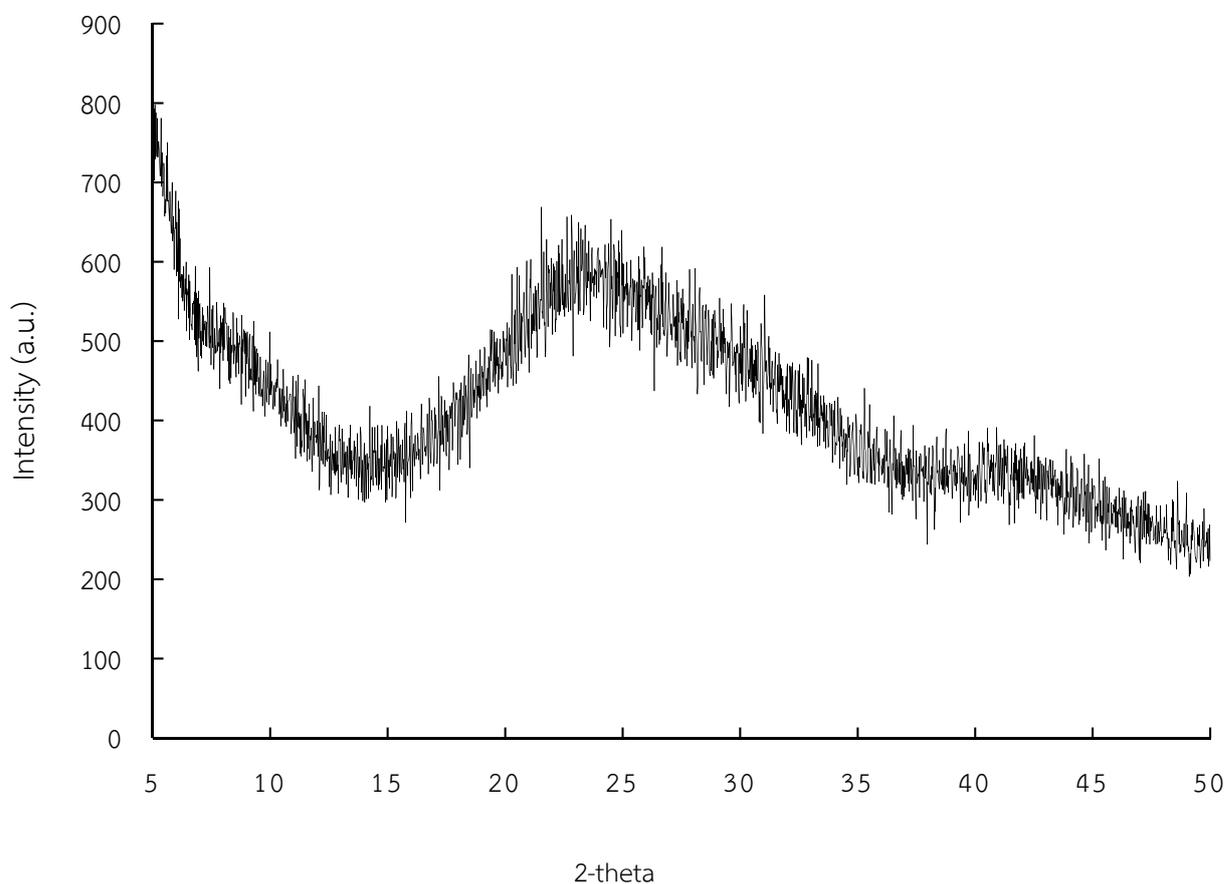
4.1 การสังเคราะห์ซิลิกา

เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) ถูกใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไพโรไลซิส(USP) โดยการทำให้เกิดหมอกของสารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต ด้วยคลื่นความถี่อัลตราโซนิกผ่านเข้าสู่ท่อปฏิกิริยา (reactor tube) เพื่อเข้าสู่กระบวนการเผา (pyrolysis) ที่อุณหภูมิ 200 300 400 500 และ 600 องศาเซลเซียส โดยระบบอัลตราโซนิกสเปร์ย์ไพโรไลซิสประกอบไปด้วย (1) เครื่องอัลตราโซนิกเจนเรเตอร์ ทำหน้าที่เป็นเครื่องให้กำเนิดความถี่ (2) เตาเผาอุณหภูมิสูง (3) ท่อปฏิกิริยา (reactor tube) ชนิด bolosilicate (4) ขวดรูปชมพู่สำหรับเก็บซิลิกาที่ถูกสังเคราะห์ขึ้น สารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตจะถูกใส่เข้าไปในระบบ ultrasonic generator โดยจะเกิดการสั่นสะเทือนอัลตราโซนิกจากนั้นหมอกของสารละลายเตตระเอทิลออร์โธซิลิเกตจะผ่านเข้าสู่กระบวนการเผา โดยมีปั๊มสุญญากาศทำหน้าที่ในการดึงสารละลายมาเก็บที่ขวดรูปชมพู่ เกิดเป็นอนุภาคซิลิกาที่มีลักษณะเป็นของแข็งขนาดเล็ก โดยในขั้นตอนกระบวนการเผานั้น ประกอบไปด้วยขั้นตอนต่าง ๆ คือ การระเหยของน้ำจากหยดสารละลายทำให้เกิดการอ้อมตัวยังยวด ส่งผลให้เกิดการตกผลึกบริเวณผิววนอกของหยดสารละลายจนได้อนุภาคที่มีลักษณะกลม (Harinarayan Das และคณะ, 2015)



ภาพที่ 4.1 ชุดเครื่องมือทดลองการสังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโนด้วยเทคนิคตราโซนิกสเปร์ย์ไพโรไลซิส (USP)

4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของซิลิกาด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)



ภาพที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์โครงสร้างของซิลิกาด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

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

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไฟโรไลซิส 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

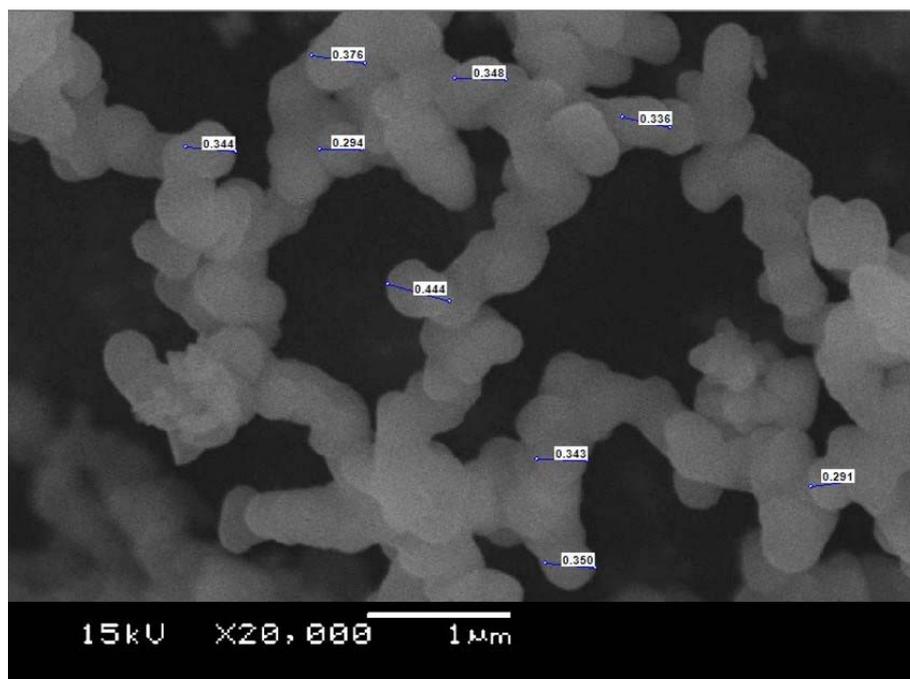
จากตารางที่ 4.1 พบว่า อุณหภูมิสังเคราะห์ที่ 200 องศาเซลเซียส เกิดการเผาไหม้ของหมอกสารละลาย TEOS ที่ไม่สมบูรณ์ทำให้หมอกของสารละลาย TEOS ที่ไม่ผ่านการเผาไหม้ตกอยู่ใน flask และเกิดการแยกชั้นระหว่างน้ำและสารละลาย TEOS เนื่องจากเป็นอุณหภูมิที่ต่ำเกินไปไม่สามารถเผาสารละลาย TEOS ให้สลายตัวเป็นซิลิกาได้เนื่องจากจุดเดือดและจุดหลอมเหลวของสารละลาย TEOS (168 องศาเซลเซียส) ซึ่งใกล้เคียงกับอุณหภูมิที่ใช้สังเคราะห์ (200 องศาเซลเซียส) ทำให้เกิดการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ ในขณะที่ช่วงอุณหภูมิในการสังเคราะห์ระหว่าง 300 ถึง 500 องศาเซลเซียส เกิดการเผาไหม้อย่างสมบูรณ์ได้เป็นอนุภาคซิลิกาสีขาวขุ่นเกิดภายในท่อปฏิกิริยา ในขณะที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 600 องศาเซลเซียสไม่สามารถดำเนินการสังเคราะห์ได้ เนื่องจากเกิดการจุดติดไฟด้วยตัวเอง (auto ignition)

ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อนุภาคที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 347 นาโนเมตรและมีลักษณะผงสีขาวทรงกลมขนาดเล็ก

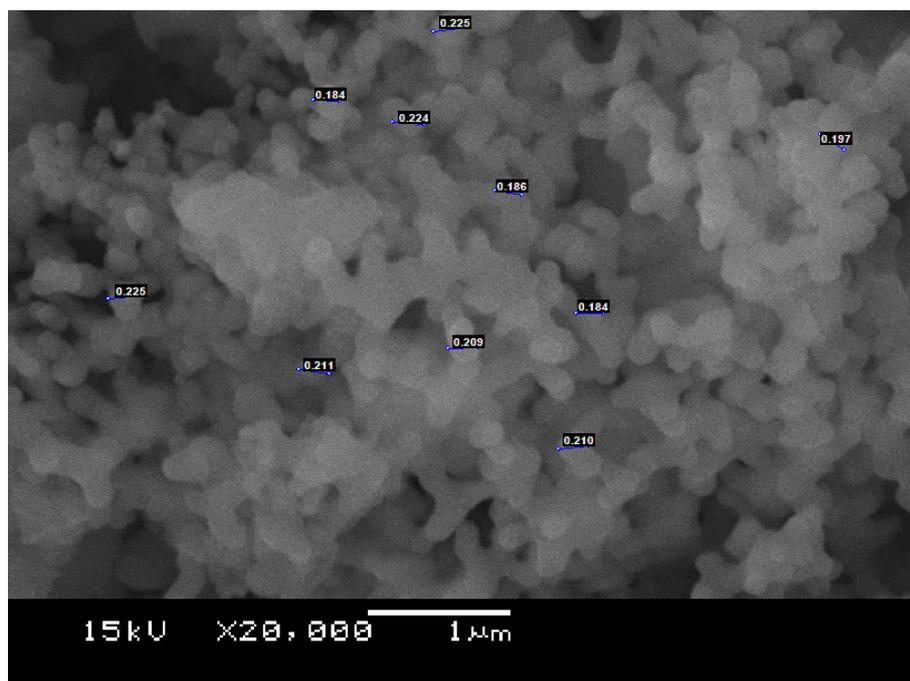
ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส อนุภาคที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 203 นาโนเมตรและมีลักษณะผงละเอียดสีขาวทรงกลมเล็กมากกว่าที่ 300 องศาเซลเซียส

ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อนุภาคที่ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 106 นาโนเมตรและมีลักษณะผงละเอียดสีขาวทรงกลมขนาดเล็กมากที่สุด

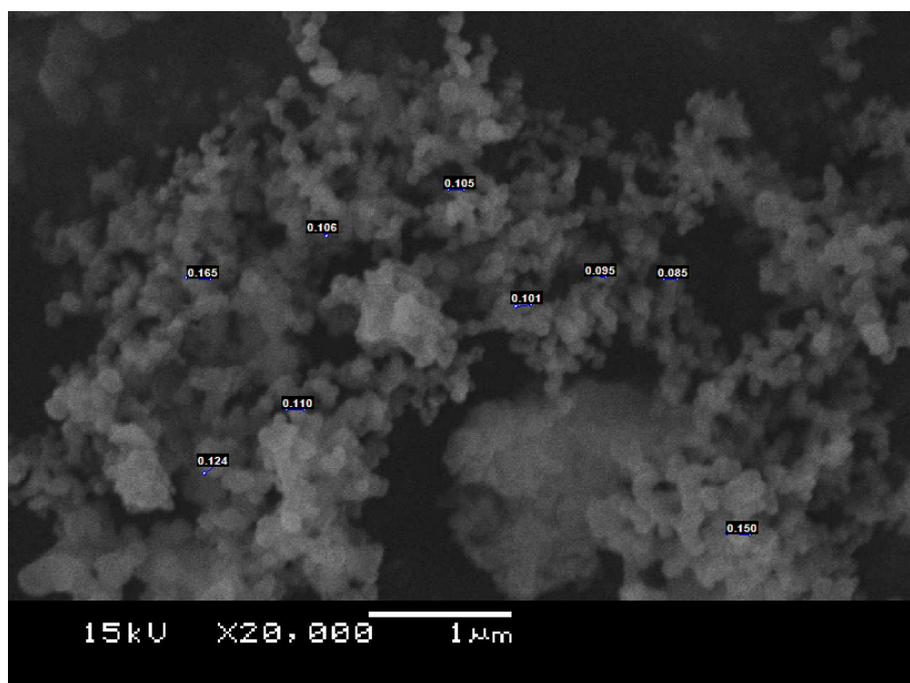
4.3 การวิเคราะห์ลักษณะภายนอกของซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)



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 อนุภาคซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จะมีขนาดเฉลี่ยที่สุด เนื่องจากที่อุณหภูมิสูงจะส่งผลทำให้นิวคลีโอ (nuclei) ที่มีขนาดเล็กเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก ทำให้เกิดการกระจายตัวของอนุภาครวมตัวของนิวคลีโอได้ดีซึ่งส่งผลต่อการก่ออนุภาคที่มีขนาดเล็ก

4.4 การวิเคราะห์การดูดซับด้วยเทคนิค Incipient wetness

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการดูดซับของซิลิกาด้วยเทคนิคแบบ Incipient wetness

อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ (องศาเซลเซียส)	ปริมาณน้ำที่ดูดซับต่อซิลิกา 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	<i>Neutralize</i>	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 ต่าง (pH)	7.04	7.04

จากตารางจะเห็นว่าค่าความเป็นกรด-ต่าง (pH) ที่ได้เท่ากับ 7.04 ซึ่งถือว่ามีค่าใกล้เคียงกับค่า pH ของผิวด (ค่า pH ของผิว 6) ดังนั้นตำรับครีมน้ำหอมจึงเป็นตำรับที่มีประสิทธิภาพและสามารถใช้ได้กับทุกสภาพผิว

4.5.2 ผลการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพ

4.5.2.1 ตำรับครีมน้ำหอมที่ไม่มีซิลิกา

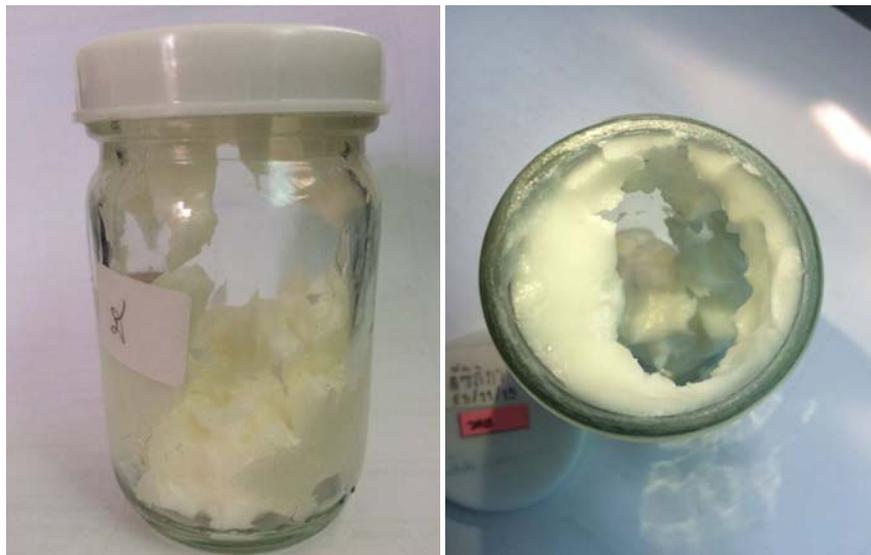
ลักษณะภายนอกตำรับที่ได้มีสีขาวขุ่นทึบแสง เนื้อครีมข้น ลักษณะเนื้อสัมผัสเกลี่ยได้ปานกลาง มีความเหนียวเกลี่ยได้ปานกลาง ไม่เกิดคราบบนผิวหนัง มีกลิ่นหอมและกลิ่นไม่ติดคงทนหลังทาทิ้งไว้บนผิวหนังเป็นเวลา 5 ชั่วโมงกลิ่นจางลงอย่างชัดเจน เมื่อตั้งทิ้งไว้ตำรับไม่เกิดการแยกชั้นและไม่เกิดการตกตะกอน (ภาพที่ 4.6)



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

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยครั้งนี้ได้ทำการสังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโนโดยใช้เทคนิคอัลตราโซนิคสเปร์รี่ไพโรไลซิส จากนั้นนำซิลิกามาวิเคราะห์ขนาดและสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) แล้วนำมาตรวจสอบโครงสร้างโดยใช้เทคนิคเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometry) เพื่อตรวจสอบว่าซิลิกาเป็นแบบผลึก (crystalline) หรือเป็นแบบอสัณฐาน (amorphous) โดยทั่วไปถ้าซิลิกามีโครงสร้างแบบอสัณฐานจะไม่ปรากฏพีคใด ๆ ในเอ็กซ์เรย์ดีฟแฟรกโตแกรมหลังจากนั้นวิเคราะห์การดูดซับแบบ Incipient wetness เพื่อหาปริมาณรูพรุนของซิลิกาและพัฒนาเป็นตำรับครีมน้ำหอม

ผลจากการวิเคราะห์ขนาดของซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เฉลี่ยขนาดที่ได้ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสเท่ากับ 347 นาโนเมตร ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเท่ากับ 203 นาโนเมตร และที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเท่ากับ 116 นาโนเมตร ตามลำดับ สรุปได้ว่า ซิลิกาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ให้ขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุด

ผลจากการตรวจสอบโครงสร้างของซิลิกาด้วยเทคนิคเบี่ยงเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) สรุปได้จากกราฟที่ได้ไม่มีพีคปรากฏ แสดงถึงลักษณะโครงสร้างของซิลิกาที่ได้มีการจัดเรียงตัวในระยะยาวไม่เป็นระเบียบมีผลึกที่ต่ำได้ซิลิกาที่มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน

ผลการหาปริมาณรูพรุนของซิลิกาโดยการวิเคราะห์การดูดซับแบบวิธี Incipient wetness ปริมาณการดูดซับที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสเท่ากับ 0.5833 มิลลิลิตรต่อซิลิกา 1 กรัมที่ อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเท่ากับ 1.3292 มิลลิลิตรต่อซิลิกา 1 กรัมและที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเท่ากับ 2.0547 มิลลิลิตรต่อซิลิกา 1 กรัมตามลำดับ สรุปได้ว่า ซิลิกาที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ได้ปริมาณรูพรุนมากที่สุด สามารถดูดซับได้ดีที่สุด

จากผลการวิเคราะห์ทั้งหมดจึงสามารถสรุปได้ว่าการสังเคราะห์ซิลิกาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นซิลิกาที่มีคุณสมบัติที่ดีที่สุดและสามารถนำมาพัฒนาเป็นตำรับครีมน้ำหอมได้

สรุปผลการทดสอบคุณสมบัติทางเคมีของตำรับครีมน้ำหอม พบว่า ในตำรับครีมน้ำหอมที่ไม่มีซิลิกาและมีซิลิกาเหมาะสมกับสภาพผิวค่าโดยมีค่า pH เท่ากับ 7.04 ทั้ง 2 ตำรับ

สรุปผลการทดสอบคุณสมบัติทางกายภาพของตำรับครีมน้ำหอม โดยนำตำรับครีมน้ำหอมที่ไม่มีซิลิกาและตำรับครีมน้ำหอมที่มีซิลิกามาทำการเปรียบเทียบกัน พบว่า ลักษณะภายนอกมีสีขาวขุ่น ทึบแสง เนื้อครีมข้น ซิลิกาที่อยู่ในตำรับสามารถเข้ากันได้ดีกับสารในตำรับและไม่เกิดการแยกชั้น กลิ่นของตำรับที่มีซิลิกาความละมุนกว่า การทดสอบเนื้อสัมผัสจะซึมลงสู่ผิวได้ยาก เคลี่ยได้ปานกลาง เมื่อทาทิ้งไว้เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่า ในตำรับที่มีซิลิกาให้กลิ่นที่ติดทนนานกว่า จึงสรุปได้ว่าตำรับครีมน้ำหอมที่มีซิลิกาสามารถลดการระเหยของกลิ่นได้ช้าลง เพิ่มความคงทนของกลิ่นในตำรับได้นานขึ้น

5.2 ข้อเสนอแนะ

ปริมาณที่ได้รับจากการสังเคราะห์ซิลิกาโดยเทคนิคอัลตราโซนิคสเปรย์ไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส เนื่องจากซิลิกาบางส่วนติดอยู่ในท่อปฏิกรณ์ ทำให้ไม่สามารถระบุปริมาณซิลิกาที่ถูกต้องได้ สามารถนำไปพัฒนาตำรับเครื่องสำอางชนิดอื่น ๆ โดยการใช้คุณสมบัติที่ดีของซิลิกา ในการยืดอายุของสารทางเครื่องสำอางอื่น ๆ ได้

บรรณานุกรม

บรรณานุกรมภาษาไทย

- กรรจนา สุวรรณสังข์. (2552). *การเตรียมเม็ดคิตเทรียสเดปี้ไลซ์เซอร์โคเนียโดยเทคนิคพ่นแห้ง = Preparation of Yttria-stabilized zirconia granules by a spray drying technique*. [วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต]. เชียงใหม่: มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- ข้อมูลจากศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์. (2001). *เตตระเอธิลอร์โธซิลิเกต*. สืบค้นจาก <http://msds.pcd.go.th/searchName.asp?VID=561>
- ชนัญญ์ อยู่จ้อย. (2550). *สมบัติในการดูดซับโลหะของซิลิกาที่มีสารต้นแบบเป็นสารลดแรงตึงผิวแคตไอออน*. [วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต]. กรุงเทพมหานคร: จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- นพิตา ทิณชี่ระนนท์. (2557). *เทคโนโลยีตัวเร่งปฏิกิริยา*. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร. โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. (หน้า 233-235).
- ปิ่นฉัตร ภัทรสถาพรกุล. (2548). *การทำให้เป็นเม็ดด้วยวิธีแช่เยือกแข็ง*. บทความวิชาการ, วารสารสมาคมเครื่องทำความเย็นไทย. ฉบับวันที่ 16 กันยายน 2548. (หน้า 15-18).
- อรัญญา มโนสร้อย. (2533). *เครื่องสำอางเล่มที่ 1*. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร. โรงพิมพ์โอ.เอส.พรินต์ติ้งเฮาส์. (หน้า 158-223).

บรรณานุกรมภาษาต่างประเทศ

- Arctander, S. (2017). *Perfume and flavor materials of natural origin*. Lulu. com.
- Bartholomew, C. H., and Farrauto, R. J. (2011). *Fundamentals of industrial catalytic processes*. John Wiley & Sons.
- Benton, A. F., and White, T. A. (1930). ADSORPTION OF HYDROGEN BY NICKEL AT LOW TEMPERATURES1. *Journal of the American Chemical Society*, 52(6), 2325-2336.
- Bond, G.C. (1987). *Heterogeneous Catalysis: Principles and Applications*, Oxford University Press, Oxford.

- Das, H., Sakamoto, N., Aono, H., Shinozaki, K., Suzuki, H., and Wakiya, N. (2015). Investigations of superparamagnetism in magnesium ferrite nano-sphere synthesized by ultrasonic spray pyrolysis technique for hyperthermia application. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 392, 91-100.
- Furmann, G., Nelles, Ga., Roseli, Sylvia., Knorr, N., Paris, A., Kaufman, M., and Bauer, G. (2016). *J.P. Patent No. 2016-222913*. Tokyo: Japan Patent Office.
- Hamza, T. A., Sherif, A. H., and Abdalla, E. A. (2017). A novel approach to reinforce provisional material using silica gel powder. *Stomatological Disease Science*, 1,3-7
- Jokanovic, V., and Nedic, Z. (2010). Nano-designing of Mg doped phosphate tungsten bronzes and SiO₂ composite obtained by ultrasonic spray pyrolysis method. *Ultrasonics sonochemistry*, 17(1), 228-233.
- Mbule, P. S. (2009). *Sol-gel synthesis of and luminescent properties of Pr³⁺ in different host matrices* (Doctoral dissertation, University of the Free State).
- Pena, B., Panisello, C., Aresté, G., Garcia-Valls, R., and Gumí, T. (2012). Preparation and characterization of polysulfone microcapsules for perfume release. *Chemical Engineering Journal*, 179, 394-403.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก
ภาพการทดลองและอุปกรณ์ที่ใช้

ภาคผนวก ข
ตำรับครีมน้ำหอม

ภาคผนวก ก



ภาพที่ ก - 1 เตตระเอทิลออร์โธซิลิเกต (TEOS) เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกา



ภาพที่ ก - 2 เครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump)



ภาพที่ ก - 3 เต้าเผาปฏิกรณ์ควอทซ์ (quartz reactor tube)



ภาพที่ ก - 4 สังเคราะห์ซิลิกาอนุภาคนาโนด้วยเทคนิคตราโซนิกสเปรย์ไพโรไลซิส (USP)



ภาพที่ ก - 5 เครื่องอัลตราโซนิกเจนเนอเรเตอร์ (ultrasonic generator) ให้กำเนิดความถี่ซึ่งจะส่งแรงสั่นสะเทือนบนผิวของสารละลายทำให้เกิดหมอกของสารละลาย



ภาพที่ ก - 6 เครื่องปั๊มสุญญากาศ (vacuum pump) จะดูดสารที่ได้เก็บเข้าสู่เครื่องกรอง (filter)



ภาพที่ ก - 7 ซิลิกาที่เป็นของแข็งเกาะติดท่อปฏิกรณ์



ภาพที่ ก - 8 ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส



ภาพที่ ก - 9 ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส



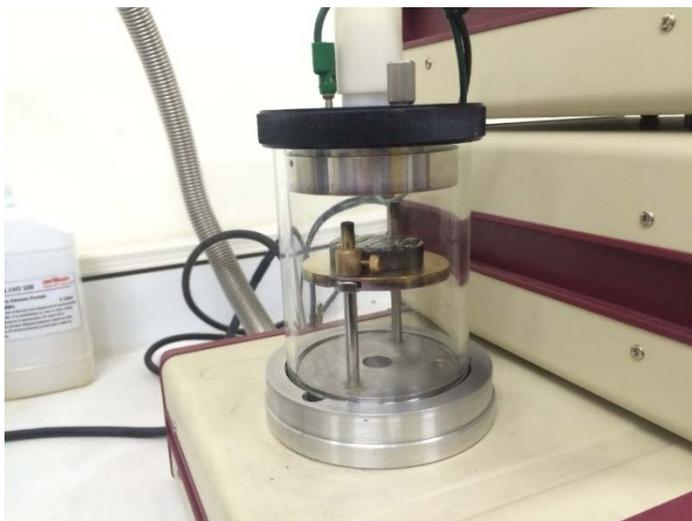
ภาพที่ ก - 10 ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส



ภาพที่ ก - 11 ซิลิกาที่ได้รับการสังเคราะห์และเตรียมไปทดสอบ Scanning Electron Microscope (SEM)



ภาพที่ ก - 12 การนำซิลิกาไปติดบน stub โดยพยายามติดให้อนุภาคเรียงตัวในลักษณะชั้นเดียว ไม่เกาะกลุ่มกัน เพื่อการฉายผิว ทำได้ทั่วถึง และไม่เกิดปัญหาการ Charge up



ภาพที่ ก - 13 chamber



ภาพที่ ก - 14 Sputter coater สำหรับเตรียมตัวอย่างเพื่อทดสอบ SEM เคลือบผิวด้วยทองคำ



ภาพที่ ก - 15 ลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวซิลิกา



ภาพที่ ก - 16 สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอ และสามารถบันทึกภาพจากจอในการศึกษา

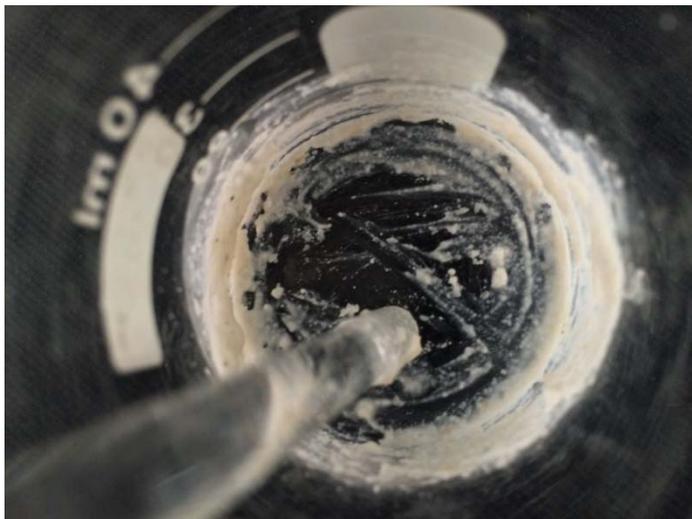
การวิเคราะห์การดูดซับด้วยเทคนิคการจุ่มซุบแบบ Incipient wetness



ภาพที่ ก - 17 ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส 1 กรัม ต่อ น้ำ 0.8211 มิลลิลิตร



ภาพที่ ก - 18 ซิลิกาที่การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 1 กรัม ต่อ น้ำ 0.5833 มิลลิลิตร



ภาพที่ ก - 19 ซิลิกาการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส 1 กรัม ต่อ น้ำ 2.0547 มิลลิลิตร

ภาคผนวก ข
ตำรับครีมน้ำหอม

ภาคผนวก ข



ภาพที่ ข -1 นำซิลิกาที่ได้จากการสังเคราะห์มาตั้งตำรับผลิตภัณฑ์ครีมน้ำหอม



ภาพที่ ข - 2 ตำรับครีมน้ำหอมสองสูตร สูตรไม่มีซิลิกา กับ สูตรมีซิลิกา



ภาพที่ ข - 3 วัดค่า pH ในตำรับ

ประวัติคณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการวิจัย

นายวิทวัส รัตนถาวร

ตำแหน่งปัจจุบัน

อาจารย์ประจำหลักสูตรวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยสวนดุสิต

ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	ปริญญา	สาขาวิชา	ชื่อสถาบันฯ	ประเทศ
2557	เอก	Ph.D.	เคมีเทคนิค	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย
2549	ตรี	B.Sc.	เคมีวิศวกรรม	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย
2553	โท	M.Sc.	เคมีเทคนิค	จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	ไทย

สาขาวิชาที่มีความชำนาญพิเศษ

Fuel cell, DAQ, Catalytic activity, Material science

ผู้ร่วมวิจัย

1. ชื่อ-สกุล

รศ.ดร.ทัศนีย์ พาณิชย์กุล

ตำแหน่งปัจจุบัน

รองอาจารย์ประจำหลักสูตรวิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยสวนดุสิต

ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	ปริญญา	สาขาวิชา	ชื่อสถาบันฯ	ประเทศ
2550	เอก	Ph.D	เวชศาสตร์เขตร้อน	มหาวิทยาลัยมหิดล	ไทย
2532	โท	M.Sc.	จุลชีววิทยา	มหาวิทยาลัยมหิดล	ไทย
2528	ตรี	B.Sc.	เทคนิคการแพทย์	มหาวิทยาลัยมหิดล	ไทย

สาขาวิชาที่มีความชำนาญพิเศษ

Stem cells, Immune, Cytotoxic activity

2. ชื่อ-สกุล

ณัฐพร บุษิวัด

ตำแหน่งปัจจุบัน

อาจารย์ประจำหลักสูตรวิทยาศาสตรเครื่องสำอาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสวนดุสิต

ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	ปริญญา	สาขาวิชา	ชื่อสถาบันฯ	ประเทศ
2550	โท	M.Sc.	วิทยาศาสตร์เครื่องสำอาง	มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง	ไทย
2545	ตรี	B.Sc.	วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม	มหาวิทยาลัยศิลปากร	ไทย

สาขาวิชาที่มีความชำนาญพิเศษ

- Cosmetic formulation

3. ชื่อ-สกุล

จรัสฟ้า โหมตสุวรรณ

ตำแหน่งปัจจุบัน

อาจารย์ประจำหลักสูตรวิทยาศาสตรเครื่องสำอาง คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

มหาวิทยาลัยสวนดุสิต

ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	ปริญญา	สาขาวิชา	ชื่อสถาบันฯ	ประเทศ
2549	โท	M.Sc.	วิทยาศาสตร์ เครื่องสำอาง	มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง	ไทย
2545	ตรี	B.Sc.	เคมี	มหาวิทยาลัย มหาสารคาม	ไทย

สาขาวิชาที่มีความชำนาญพิเศษ

- Cosmetic formulation