

การเตรียมไมโครสเฟียร์แว็กซ์ด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต

Preparation of Microsphere Wax

by Supercritical Carbon Dioxide

วาริพร พิริยะวิวัฒน์วงศ์ วรรัตน์ รัตนชัย สุรัตน์ อารีรัตน์

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมไมโครสเฟียร์แว็กซ์ด้วยเทคนิคการขยายตัวอย่างรวดเร็วของสารละลายเหนือวิกฤต (Rapid Expansion of Supercritical Solution, RESS) โดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤตเป็นตัวทำละลาย นิดพ่นสารละลายเหนือเดือระหว่างคาร์บอนไดออกไซด์และพาราฟินแว็กซ์ไปยังสารกลุ่ม Anti-Solvent จากนั้นศึกษาขนาดและลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscope (SEM) พบว่าสามารถเตรียมอนุภาคแว็กซ์ทรงกลมขนาด 400-7,000 nm ขึ้นกับสภาวะการดำเนินการ พบว่าอนุภาคที่ได้จากการฉีดพ่นไปยังน้ำมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กกว่าอนุภาคที่ได้จากการฉีดพ่นไปยังอากาศ เนื่องจากการฉีดพ่นไปยังน้ำจะช่วยป้องกันการเติบโตและการรวมตัวกันของอนุภาค โดยสามารถอธิบายได้ด้วยตัวเลขเวเบอร์ การเพิ่มอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 70-90°C และ 120-160 bar ส่งผลให้อนุภาคนาผลลดลงจาก 1,000 เป็น 400 nm อธิบายได้จากอัตราส่วนการละลายอิมตัวยังยวด การเติมซอร์บิทอล 0.3 wt% เป็นสารก่อผลึกพบว่าอนุภาคมีขนาดลดลงจาก 1,000 เป็น 400-600 nm และมีการกระจายตัวของขนาดลดลง นอกจากนี้การฉีดพ่นสารละลายเหนือเดือระหว่างคาร์บอนไดออกไซด์และพาราฟินแว็กซ์ผ่านหัวฉีดแบบเกลียวไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและเอทิลีนไกลคอล (Ethylene Glycol, EG) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารลดแรงตึงผิวและสารรักษาเสถียรภาพการเติบโตของอนุภาคที่ความเข้มข้น 5-15 v/v% การปั่นกวน 150 rpm พบว่าสามารถเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมโดยไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน ขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ลดลงจาก 7 เป็น 1 μm เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ EG

คำสำคัญ : การขยายตัวอย่างรวดเร็วของสารละลายเหนือวิกฤต ไมโครสเฟียร์แว็กซ์ การรวมตัวกันของอนุภาค

Abstract

This research studies preparation of microsphere wax by Rapid Expansion of Supercritical Solutions (RESS) method. Supercritical carbon dioxide was used as a solvent. scCO_2 -paraffin wax homogeneous solution was sprayed into anti-solvent. Particle size and morphology of particle were analyzed by SEM. Microsphere wax with particle sizes of 400-7,000 nm could be prepared which depending upon experimental conditions. The obtained particles by spray into water were shown spherical shape and smaller than those produced by spray into air. Spraying into water impedes particle's growth and agglomeration. It could be described by *We* number. Increasing of pre-expansion temperature 70-90°C and pre-expansion pressure 120-160 bar resulted to the particle size reduction from 1,000 to 400 nm. It could be described by supersaturation ratio. Adding 0.3 wt% of sorbitol as a nucleating agent the particle sizes decrease from 1,000 to 400-600 nm with the narrow size distribution. In addition, scCO_2 -Paraffin wax homogeneous solution was sprayed through spiral nozzle into 150 rpm spinning of 5-15 v/v% mixture of water and ethylene glycol solution as a surfactant and stabilizing of particles growth. It was found that paraffin wax become spherical shape and particle agglomeration can be retarded. The particle size was decreased from 7 to 1 μm when the concentration of ethylene glycol increased.

Keywords: The Rapid Expansion of Supercritical Solutions, Microsphere Wax, Particle Agglomeration

1. บทนำ

ไมโครสเฟียร์แว็กซ์ [1] เป็นอนุภาคที่มีสมบัติพิเศษ คือ สามารถเพิ่มสมบัติการไหลลื่นแก่ของไหล ลดแรงเสียดทาน แพร่กระจายในตัวทำละลายได้ดีในของไหล สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น การเคลือบผิว อุตสาหกรรมการพิมพ์แบบกราเวียร์ วัสดุเปลี่ยนวัฏภาคเพื่อแลกเปลี่ยนความร้อน และอุตสาหกรรมการฉีดโลหะพ่นขนาดเล็ก เป็นต้น ด้วยสมบัติพิเศษนี้ อนุภาคแว็กซ์ที่มีลักษณะดังกล่าวจึงมีมูลค่าเพิ่มสูงขึ้นเมื่อเทียบกับแว็กซ์ที่ผลิตได้และขายในท้องตลาดทั่วไป

ปัจจุบันมีการประยุกต์ใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหนือวิกฤต (Supercritical Carbon Dioxide, scCO_2) ด้วยเทคนิค RESS [2] ในการลดขนาดอนุภาค เนื่องจากคาร์บอนไดออกไซด์เป็นสารที่มีราคาถูก และมีจุดวิกฤตต่ำ คือ 31.0°C และ 73.8 bar โดยมีหลักการเบื้องต้นที่สำคัญ คือ แว็กซ์หรือสารที่ต้องการลดขนาดจะต้องมีความสามารถละลายใน scCO_2 เกิดเป็นสารละลายเนื้อเดียวที่สภาวะความดันสูง จากนั้นฉีดพ่นสารละลายดังกล่าวผ่านท่อขนาดเล็กเพื่อลดความดันและมีการขยายตัวอย่างรวดเร็ว เกิดการแยกวัฏภาคของแว็กซ์ออกจาก scCO_2 การผสมเข้ากันดีและการขยายตัวของ scCO_2 ที่รวดเร็วดังกล่าวนี้นำให้อนุภาคที่แยกตัวออกจาก scCO_2 ที่ได้มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวของขนาดแคบ

Kiyoshi Matsuyama และคณะ [3] ศึกษาผลของตัวกลางในการฉีดพ่น คือ อากาศและน้ำ ต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาค PLA (l-Polylactic Acid) พบว่าเมื่อฉีดพ่นสารละลายไปยังอากาศอนุภาคที่ได้มีลักษณะไม่เป็นทรงกลม เนื่องจากเกิดการรวมตัวกันของอนุภาค ส่วนการฉีดพ่นสารละลายไปยังน้ำสามารถเตรียมอนุภาค PLA ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมได้ Sameer V. Dalvi และคณะ [4] ศึกษาการประยุกต์ใช้เทคนิค RESS ในการเตรียมเฟอโรไฟเบรต (Ferrofibrate, FNB) ฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่าง FNB และ scCO_2 ไปยังสารละลายที่เป็นของเหลวผสมระหว่างน้ำและ Tween80 ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิว พบว่าสามารถลดขนาดอนุภาค FNB เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ Tween80

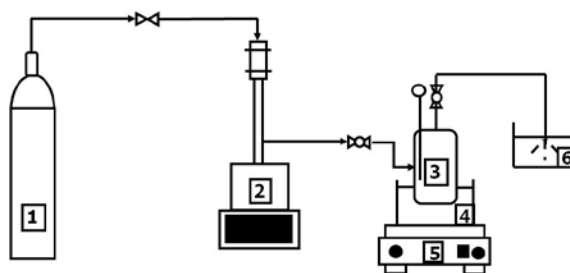
งานวิจัยนี้จึงได้ศึกษาและออกแบบกระบวนการเตรียมไมโครสเฟียร์แว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยใช้ scCO_2 เป็นตัวทำละลายโดยการฉีดพ่นไปยังสารละลายในกลุ่ม Anti-Solvent เช่น น้ำ และสารละลายผสมระหว่างสารลดแรงตึงผิวกับน้ำ เป็นตัวกลางในการดักเก็บ จากนั้นศึกษาขนาดและลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคด้วยเทคนิค SEM ทั้งนี้เพื่อเป็นทางเลือกในกระบวนการลดขนาดอนุภาค และเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐศาสตร์แก่พาราฟินแว็กซ์

2. การทดลอง

2.1 วัสดุและสารเคมี

พาราฟินแว็กซ์ ($\text{C}_{28}\text{H}_{58}$) จุดหลอมเหลว $59-65^\circ\text{C}$ จาก Sigma-Aldrich (Analytical Standard Grade) แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ 99.95 % (Purity grade) จากบริษัท United Gas ซอร์บิทอล และสารเอทิลีนไกลคอล (Ethylene Glycol, EG) ($\geq 99\%$ Purity, Analytical Grade จาก Sigma Aldrich)

2.2 กระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS



1. ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ 2. บีบอัดแรงดัน (รุ่น Syringe Pump Isco Model 260D) 3. ภาชนะทนแรงดันสูง (Taiatsu Techno) 4. อ่างน้ำมันซิลิโคน 5. เครื่องปั่นกวและให้ความร้อน 6. ภาชนะดักเก็บอนุภาค

รูปที่ 1 จำลองกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS

ชั่งพาราฟินแว็กซ์ปริมาณ 0.25 g บรรจุลงในภาชนะทนความดันสูง โดยติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 1 อัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าสู่ภาชนะทนความดันสูงที่ความดันก่อนการขยายตัว 120-160 bar ควบคุมอุณหภูมิก่อนการขยายตัว $70-90^\circ\text{C}$ ด้วยการให้ความร้อนจากเครื่องทำความร้อนผ่านอ่างน้ำมันซิลิโคน เป็นเวลา 2 h จากนั้นฉีดพ่นสารละลายผสมระหว่างพาราฟินแว็กซ์และ scCO_2 ผ่านหัวฉีดขนาด 1/16" ไปยังน้ำ (30°C , 200 ml) ด้วยอัตราการไหล 1.0-1.5 ml/s นอกจากนี้ศึกษาผลการเติมสารก่อผลึกโดยเติมซอร์บิทอล 0.3 wt% (ระบบ 3 องค์ประกอบในภาชนะทนความดันสูง) และศึกษาผลของสารละลายผสมเป็นตัวกลางดักเก็บอนุภาค (EG และน้ำ 5-15 v/v%, 30°C , 200 ml)

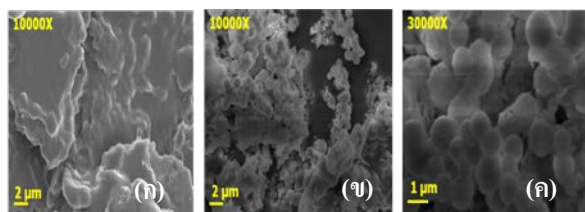
2.3 การวิเคราะห์ผล

วิเคราะห์พื้นฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และวัดขนาดอนุภาคด้วยโปรแกรม Image-J โดยวัดอนุภาคอย่างน้อยจำนวน 100 อนุภาค

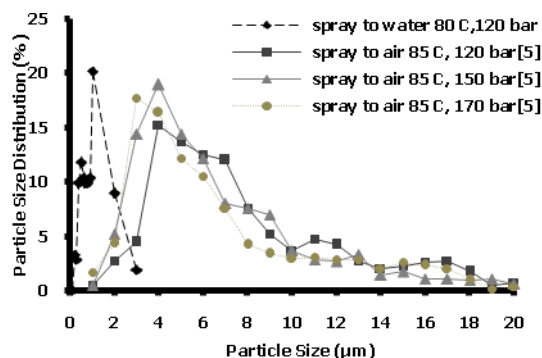
3. ผลการทดลองและการอภิปราย

3.1 การศึกษาเปรียบเทียบลักษณะพื้นฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ

ลักษณะพื้นฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์จากการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศ [5] อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 85°C และ 120 bar เปรียบเทียบกับการฉีดพ่นไปยังน้ำที่สภาวะก่อนการขยายตัว 80°C และ 120 bar ผลการทดลองแสดงได้ดังรูปที่ 2 พบว่าการฉีดพ่นไปยังอากาศพาราฟินแว็กซ์มีลักษณะเป็นแผ่นผลึกหลายเหลี่ยมดังรูปที่ 2 (ก) ขนาด 3,000-5,000 nm ส่วนจากการฉีดพ่นไปยังน้ำสามารถเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมดังรูปที่ 2 (ข) และ (ค) ขนาด 700-1,000 nm และมีการกระจายตัวของขนาดลดลงดังรูปที่ 3



รูปที่ 2 ภาพถ่ายกำลังขยายสูงของพาราฟินแว็กซ์หลังการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ที่ได้จาก (ก) ฉีดพ่นไปยังอากาศ [5] (ข) และ (ค) ฉีดพ่นไปยังน้ำ



รูปที่ 3 ขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์หลังกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ

■ อภิปรายผลการศึกษาเปรียบเทียบลักษณะพื้นฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังอากาศและน้ำ

ผลของการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นผ่านอากาศและน้ำต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาและขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์สามารถอธิบายได้ 2 ส่วน

ดังนี้ ส่วนที่ 1 ผลของความสามารถในการแพร่กระจายของ scCO_2 ในตัวกลางของการฉีดพ่น การฉีดพ่นไปยังอากาศที่มีความหนาแน่นต่ำ CO_2 สามารถละลายและแพร่กระจายตัวได้อย่างอิสระ ทั้งนี้เนื่องจาก CO_2 เป็นตัวทำละลายของพาราฟินแว็กซ์ ส่งผลให้ระหว่างการผลิตอนุภาคมีโอกาสในการเกิดแรงเชื่อม (Binding Force) ของอนุภาคเกิดการรวมตัวกันภายใน CO_2 จึงทำให้อนุภาคที่ได้มีลักษณะไม่เป็นทรงกลมและมีขนาดอนุภาคใหญ่ ในขณะที่การฉีดพ่นผ่านไปยังน้ำ CO_2 จะแพร่และละลายในตัวกลางที่เป็นน้ำได้น้อย เนื่องจากน้ำทำหน้าที่เป็น Anti-Solvent ส่งผลให้อนุภาคมีโอกาสในการรวมตัวกันลดลง อนุภาคจึงมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กกว่าการฉีดพ่นผ่านอากาศ ส่วนที่ 2 เป็นผลของความหนาแน่นของตัวกลางการฉีดพ่น การฉีดพ่นไปยังน้ำซึ่งเป็นตัวกลางที่มีความหนาแน่นมากกว่าอากาศจะเกิดแรงเฉื่อย (Inertia Force) ด้านการไหลของของไหล ละอองของสารผสมที่ฉีดพ่นออกมาเกิด Droplet Jet Break Up [3] มากกว่า ละอองจึงมีขนาดเล็ก ส่งผลให้อนุภาคมีโอกาสเกิดการรวมตัวกันภายในละอองน้อย อนุภาคจึงมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดเล็กกว่าการฉีดพ่นผ่านอากาศ

ตัวเลขเวเบอร์ (Weber Number, We) [3] เป็นค่าที่อธิบายระดับของการเกิด Droplet Jet Break Up ของของไหล เมื่อ We มีค่ามาก ระดับการเกิด Droplet Jet Break Up สูง ขนาดของละอองสารผสมจะมีขนาดเล็ก We เป็นสัดส่วนระหว่าง Fluid Inertia/Surface Tension ดังสมการที่ (1)

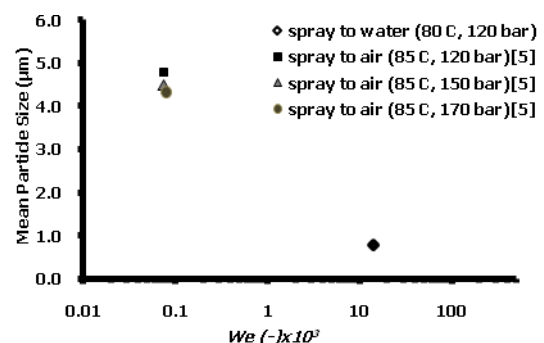
$$We = \frac{\rho v^2 d}{\sigma} \quad (1)$$

ρ คือ ความหนาแน่นของตัวกลางในการฉีดพ่น (kg/m^3)

v คือ ความเร็วของของไหล (m/s)

d คือ เส้นผ่านศูนย์กลางเริ่มต้นของละออง (m)

σ คือ แรงตึงผิวระหว่างอนุภาคและตัวกลางหรือละอองและตัวกลาง (N/m)

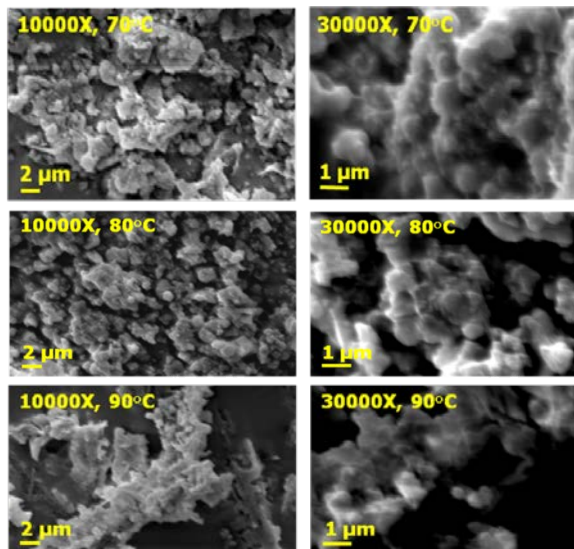


รูปที่ 4 ความสัมพันธ์ระหว่างตัวเลขเวเบอร์กับขนาดอนุภาคเฉลี่ยของพาราฟินแว็กซ์

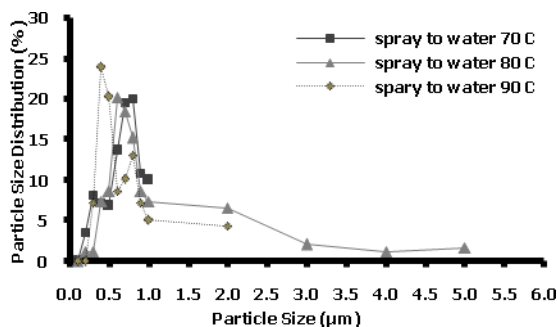
จากรูปที่ 4 การพุ่งไปยังน้ำมีค่า We มากกว่าอากาศประมาณ 200 เท่า และขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์เล็กกว่าประมาณ 5 เท่า เนื่องจากเกิด Droplet Jet Break up ได้ดีกว่า

3.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัวของระบบต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ ความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 160 bar อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 70, 80 และ 90°C พบว่าพาราฟินแว็กซ์ที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมติดกันเป็นกลุ่มก้อน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิก่อนการขยายตัว ขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์มีขนาดเล็กลงจาก 800 เป็น 400 nm ดังรูปที่ 5 และ 6 ตามลำดับ

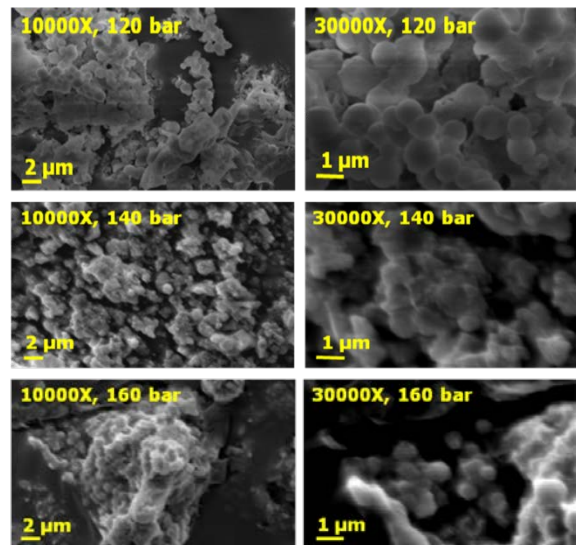


รูปที่ 5 ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัวต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่ความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 160 bar

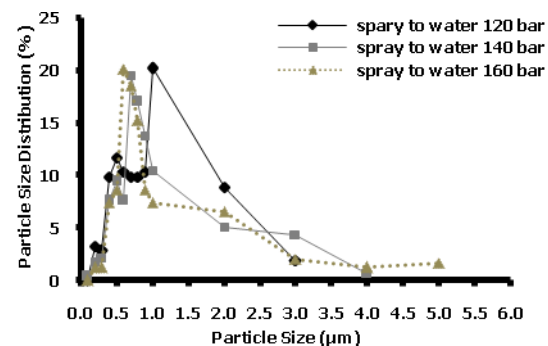


รูปที่ 6 ผลของอุณหภูมิก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่ความดันก่อนการขยายตัว 160 bar

ผลของความดันก่อนการขยายตัวของระบบต่อขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ อุณหภูมิก่อนการขยายตัวคงที่ 80°C ความดันก่อนการขยายตัว 120, 140 และ 160 bar ตามลำดับ แสดงได้ดังรูปที่ 7 พบว่าพาราฟินแว็กซ์ที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน เมื่อเพิ่มความดันก่อนการขยายตัวขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์จะมีขนาดเล็กลงจาก 1,000 เป็น 600 nm และมีการกระจายตัวของขนาดลดลงตามลำดับ ดังรูปที่ 8



รูปที่ 7 ผลของความดันก่อนการขยายตัวต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัวคงที่ 80°C



รูปที่ 8 ผลของความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิก่อนการขยายตัว 80°C

■ อภิปรายผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

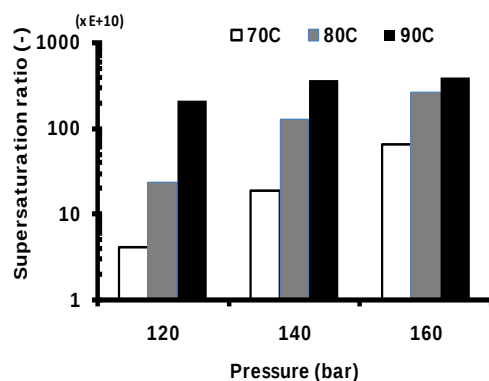
ผลของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวต่อขนาดของพาราฟินแว็กซ์หลังผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไป

ยังน้ำ สามารถอธิบายได้จากค่าอัตราส่วนการละลายอิ่มตัว ยิ่งขาด (Supersaturation Ratio, S) [5, 6] ค่า S เปรียบเสมือน แรงขับ (Driving Force) ของการเกิดนิวเคลียสในการเกิดอนุภาค ค่า S สารละลายในอุดมคติแสดงได้ดังสมการที่ (2)

$$S = \frac{y_{pe}(T_{pe}, P_{pe})}{y^*(T, P)} \quad (2)$$

$y_{pe}(T_{pe}, P_{pe})$ คือ สัดส่วนโมลของตัวถูกละลายที่สภาวะก่อนการขยายตัว (-)

$y^*(T, P)$ คือ สัดส่วนโมลของตัวถูกละลายที่สภาวะหลังการขยายตัว (-)

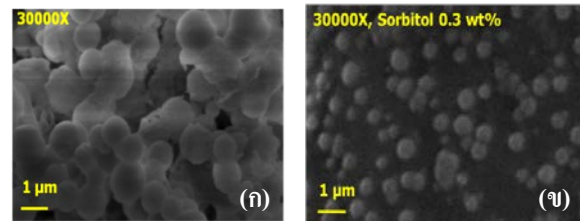


รูปที่ 9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความดันและอุณหภูมิ ก่อนการขยายตัวกับอัตราส่วนการละลายยิ่งขาด

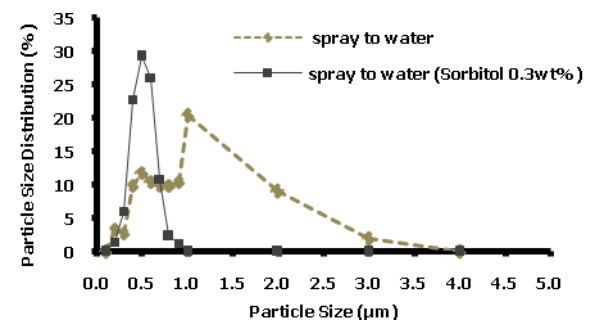
จากรูปที่ 9 สรุปได้ว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิและความดัน ก่อนการขยายตัว ส่งผลให้พาราฟินแว็กซ์มีความสามารถในการละลายใน scCO_2 มากขึ้น [5] ค่า S เพิ่มสูงขึ้น ระบบมีแรงขับในการเกิดอนุภาคหรืออัตราในการเกิดนิวเคลียสเร็วขึ้นทำให้อนุภาคพาราฟินแว็กซ์มีขนาดเล็กลง [6]

3.3 การศึกษาผลของการเติมสารก่อผลึกต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของพาราฟินแว็กซ์ที่ได้จากกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำ

ผลของการเติมสารก่อผลึกต่อลักษณะสัณฐานวิทยาและขนาดของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ฉีดพ่นไปยังน้ำ อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวคงที่ 80°C และ 120 bar โดยใช้ซอร์บิทอลเป็นสารก่อผลึกประมาณ 0.3 wt% ผลการศึกษาแสดงได้ดังรูปที่ 10 และ 11 พบว่าพาราฟินแว็กซ์ที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมและขนาดเล็กลดลงจาก 700-1,000 nm เป็น 400-600 nm มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคลดลง โดยการเติมสารก่อผลึกจะไปกระตุ้นให้อัตราการเกิดนิวเคลียสเร็วขึ้น [7] พาราฟินแว็กซ์จึงมีขนาดเล็กลง



รูปที่ 10 ลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์หลังผ่านเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 80°C และ 120 bar (ก) ไม่เติมสารก่อผลึก (ข) เติมซอร์บิทอลเป็นสารก่อผลึก 0.3 wt%



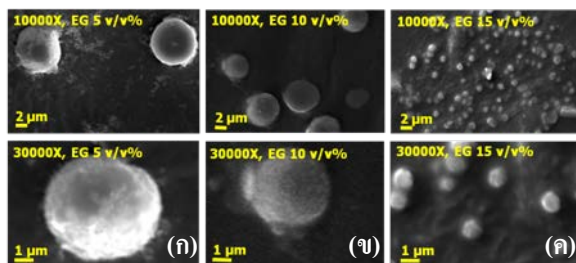
รูปที่ 11 ผลของสารก่อผลึกต่อขนาดอนุภาคของพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังน้ำที่อุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 80°C และ 120 bar

3.4 การศึกษาผลของกระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและเอทิลีนไกลคอลต่อลักษณะสัณฐานวิทยาของพาราฟินแว็กซ์

ผลการศึกษาการลดขนาดอนุภาคพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS ที่ความดันและอุณหภูมิก่อนการขยายตัว 120 bar 80°C ฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG สัดส่วน EG ต่อ น้ำ 5, 10 และ 15 v/v% ปั่นกวน 150 rpm โดยใช้หัวฉีดแบบเกลียว เป็ดควาล์วเพื่อฉีดพ่นสาร 1/4 รอบ เพื่อป้องกันการกระเด็นของสารขณะฉีดพ่น ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 12 พบว่าสามารถเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมและไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน ซึ่งเป็นผลจากสารลดแรงตึงผิวหรือ EG ทำหน้าที่เป็นสารรักษาเสถียรภาพ โดยสารลดแรงตึงผิวจะมีสมบัติพิเศษ คือ การเข้าล้อมรอบสารใดๆ ในลักษณะที่เรียกว่า Micelle [8] จึงมีความสามารถในการทำหน้าที่เป็นสารรักษาเสถียรภาพ (Stabilizer) [4] ของการเกิดอนุภาคโดยจะเข้าไปล้อมรอบพาราฟินแว็กซ์ในขั้นตอนของการเติบโต [4] และการรวมตัว

กันของอนุภาคส่งผลให้ขนาดอนุภาคเล็กลงและไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน รวมทั้งแรงเฉือนของการปั่นกวนในสารละลายผสมดังกล่าวทำให้ลดการรวมตัวกันหรือติดกันเป็นกลุ่มของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์

นอกจากนี้พบว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ EG จาก 5-15 v/v% อนุภาคพาราฟินแว็กซ์มีขนาดเล็กลงจาก 7 เป็น 1 μm ซึ่งเป็นผลมาจากเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ EG ส่งผลให้ Interfacial Tension ระหว่างพาราฟินแว็กซ์และ EG ลดลง ทำให้ EG แพร่เข้าล้อมรอบพาราฟินแว็กซ์ได้เร็วขึ้น อนุภาคจึงมีความเสถียรตัวอย่างรวดเร็วทำให้ระดับการรวมตัวกันของอนุภาคลดลง อนุภาคพาราฟินแว็กซ์จึงมีขนาดเล็กลง



รูปที่ 12 ผลของความเข้มข้นของ EG ในสารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG ที่ใช้เป็นตัวกลางฉีดพ่นในกระบวนการลดขนาดด้วยเทคนิค RESS ที่ EG ต่อน้ำสัดส่วน (ก) 5 v/v% (ข) 10 v/v% และ (ค) 15 v/v%

4. สรุปผลการทดลอง

กระบวนการลดขนาดพาราฟินแว็กซ์ด้วยเทคนิค RESS โดยการฉีดพ่นไปยังสารละลายกลุ่ม Anti-Solvent สามารถเตรียมไมโครสเฟียร์แว็กซ์ที่มีขนาด 400-7,000 nm ในช่วงของอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัว 70-90°C และ 120-160 bar จากการศึกษาพบว่าปัจจัยที่มีผลต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาและการลดลงของขนาดของอนุภาคพาราฟินแว็กซ์มี 4 ปัจจัยที่สำคัญ คือ (1) ผลของความหนาแน่นหรือสมบัติความเป็น Anti-Solvent ของตัวกลางการฉีดพ่นโดยอธิบายจาก We (2) การเพิ่มอัตราส่วนการละลายอิมัลชันด้วยตัวกลางโดยการเพิ่มอุณหภูมิและความดันก่อนการขยายตัวของระบบ (3) การกระตุ้นอัตราเร็วของการเกิดนิวเคลียสโดยใช้ซอร์บิทอลเป็นสารก่อผลึก และ (4) การเพิ่มความเข้มข้นของสัดส่วน EG ที่ทำหน้าที่เป็นสารลดแรงตึงผิวและสารรักษาเสถียรภาพ

จากการศึกษาสามารถเตรียมพาราฟินแว็กซ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกลมหรือไมโครสเฟียร์แว็กซ์ที่มีลักษณะไม่ติดกันเป็นกลุ่มก้อน ด้วยการฉีดพ่นไปยังสารละลายผสมระหว่างน้ำและ EG โดยใช้หัวฉีดแบบเกลียวและเพิ่มการปั่นกวน ซึ่งลักษณะของอนุภาควัดแล้วนี้มีมูลค่าสูงเหมาะสมต่อการนำไปใช้งานวิจัยและอุตสาหกรรมต่างๆ

5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุน โครงการวิจัยงบประมาณเงินรายได้ จากคณะวิศวกรรมศาสตร์ สจล. ปี พ.ศ. 2557

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] A.S. Luyt and I. Krupa, "Thermal behaviour of low and high molecular weight paraffin waxes used for designing phase change materials." *Thermochimica Acta*, vol.467, pp. 117-120. Nov., 2008.
- [2] S.D. Yeo and E. Kiran, "Formation of polymer particles with supercritical fluids: A review." *J. of Supercritical Fluids*, vol.34, pp.287-308, Oct., 2004.
- [3] K. Matsuyama, Z. Donghui, T. Urabe and K. Michima, "Formation of L-poly (lactic acid) Microspheres by Rapid Expansion of CO₂ Saturated Polymer Suspensions." *J. of Supercritical Fluids*, vol. 33, pp. 275-281. Sep., 2008.
- [4] S. V. Dalvi, M. A. Azad and R. Dave, "Precipitation and stabilization of ultrafine particles of Fernofibrate in aqueous suspensions by RESOLV." *Powder Technology*, vol. 236, pp. 75-84, May, 2012
- [5] P. Muanchan, A. Veerachayaporn, S.Sanburan, and S. Areerat, "Superhydrophobic Surface Preparation by Rapid Expansion Supercritical Carbon Dioxide Solution Method." *Ladkrabang Engineering Journal*, vol. 2, pp. 67-73, Jun., 2013
- [6] R. B. Gupta and J. Shim. *Solubility in Supercritical Carbon Dioxide*. 1st ed. New York : Taylor & Francis Group, Inc. 2007.
- [7] Y. Jin, A. Hiltner and E. Baer, "Effect of a Sorbitol Nucleating Agent on Fractionated Crystallization of Polypropylene Droplets." *J. of Polymer Science*. vol. 45, pp. 1,788-1,797, Mar.,2007.
- [8] B. Sinha, R. H. Müller and J. P. Möschwitzer, "Bottom-up approaches for preparing drug nanocrystals : Formulations and factors affecting particle size." *International Journal of Pharmaceutics*, vol. 453, pp. 126-141, Jan.,2013.