

การพัฒนาอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งที่ผลิตจากเซลลูล์สแวกซ์เพื่อประยุกต์ใช้ในการเคลือบผิว



นางสาวปทิตตา ตั้งจิตรศิริรัตน์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)

are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2558

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

DEVELOPMENT OF SOLID LIPID NANOPARTICLES FROM SHELLAC WAX
FOR COATING APPLICATION

Miss Patita Tangitsirirat



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering Program in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic Year 2015

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การพัฒนาอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งที่ผลิตจากเซลแล็ก แวกซ์เพื่อประยุกต์ใช้ในการเคลือบผิว
โดย	นางสาวปติตตา ตั้งจิตรศิริรัตน์
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.โสธรา กนกพานนท์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ดร.อุรชา รักษ์ตานนท์ชัย

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วน
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.บัณฑิต เอื้ออาภรณ์)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริพร ดำรงค์ศักดิ์กุล)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.โสธรา กนกพานนท์)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ดร.อุรชา รักษ์ตานนท์ชัย)

.....กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิรักษ์ สุทธิธารวัช)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย แพชมัด)

ปัทิตตา ตั้งจิตร์ศิริรัตน์ : การพัฒนาอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งที่ผลิตจากเซลแล็กแวกซ์เพื่อประยุกต์ใช้
ในการเคลือบผิว (DEVELOPMENT OF SOLID LIPID NANOPARTICLES FROM SHELLAC WAX
FOR COATING APPLICATION) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร.ไตรดา กนกพานนท์, อ.ที่ปรึกษา
วิทยานิพนธ์ร่วม: ดร.อรุชา รักษตานนท์ชัย, 211 หน้า.

เซลแล็กแวกซ์เป็นผลพลอยได้จากกระบวนการผลิตเซลแล็กภายในประเทศที่ยังไม่มีการพัฒนาเป็น
ผลิตภัณฑ์ งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาลักษณะสมบัติและเพิ่มมูลค่าเซลแล็กแวกซ์ด้วยการพัฒนาเป็นอนุภาค
ไขมันแข็งขนาดนาโนเพื่อใช้ในการเคลือบผิวบรรจุภัณฑ์ เซลแล็กแวกซ์จากโรงงานถูกทำความสะอาดด้วยการต้มล้าง
ในสารละลายต่างและสะเทินด้วยกรดเพื่อกำจัดสิ่งเจือปน แวกซ์ที่ผ่านการทำความสะอาดมีปริมาณเถ้าร้อยละ 0.05
โดยน้ำหนัก ค่าความเป็นกรด 4.9 มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/กรัมแวกซ์ การทำความสะอาดแวกซ์สามารถ
กำจัดสิ่งเจือปนได้ แต่ทำให้กรดไขมันอิสระของแวกซ์ถูกสะaponนิฟายไปบางส่วน การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน
ของเซลแล็กแวกซ์ด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) พบองค์ประกอบของกลุ่มที่มีจุด
หลอมเหลวเท่ากับ 68.4 และ 82.6 องศาเซลเซียส การกระเจิงรังสีเอกซ์ (XRD) แสดงโครงสร้างผลึกแบบออร์ธอร์
อมบิก ผลของอัตราส่วนเซลแล็กแวกซ์: สารลดแรงตึงผิว: น้ำ และค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวศึกษาจาก
แผนภาพวิกฤต 3 องค์ประกอบของอิมัลชันที่เตรียมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจีไนเซอร์
ความดันสูง อัตราส่วน 10: 4: 86 เตรียมโดยใช้ค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวเท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 เป็น
อัตราส่วนที่ทำให้เกิดอิมัลชันที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็ก (500 ถึง 600 นาโนเมตร) โดยใช้สารลดแรงตึงผิวน้อยที่สุด
ได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 601.4 ± 28.8 , 497.6 ± 14.5 และ 558.5 ± 5.8 นาโนเมตร ตามลำดับ อนุภาคไขมัน
แข็งมีจุดหลอมเหลวและความเป็นผลึกน้อยกว่าแวกซ์วัตถุดิบ โดยมีค่าน้อยลงเมื่อค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวมาก
ขึ้น การศึกษาความคงตัวของอิมัลชันสูตร 10: 4: 86 พบว่า อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0
มีความคงตัวมากที่สุดเมื่อเทียบกับ HLB 12.9 และ 17.8 โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 659.9 ± 13.9 นาโนเมตร
เมื่อถูกเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 8 สัปดาห์ และมีการแยกชั้นเป็นครีมน้อยที่สุดเมื่อถูกเก็บรักษาที่อุณหภูมิ
4.0 องศาเซลเซียส อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) และอุณหภูมิ 45.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 สัปดาห์
การเคลือบกระดาษเยเซลลูโลส 70 แกรมด้วยอนุภาคนาโนไขมันแข็งที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวทุก HLB สามารถ
ลดค่าการซึมผ่านไอน้ำและปริมาณความชื้นของกระดาษได้อย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ กระดาษเคลือบอิมัลชันของ
เซลแล็กแวกซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0 น้ำหนักเคลือบ 12.4 กรัม/ตารางเมตร มีค่าการซึม
ผ่านไอน้ำต่ำที่สุด โดยมีค่าการซึมผ่านไอน้ำเท่ากับ 118.6 ± 2.2 g-mm/(m²-day-kPa) และมีปริมาณความชื้นต่ำ
ที่สุดเท่ากับ 1.54 ± 0.21 wt% และ 2.61 ± 0.80 wt% เมื่อเก็บรักษาที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 75 และ 90
ตามลำดับ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง อย่างไรก็ตาม การเคลือบกระดาษด้วยอนุภาคนาโนไขมันแข็งในปริมาณดังกล่าวไม่มี
ผลต่อความสามารถในการแพร่ผ่านกระดาษของแก๊สออกซิเจน

ภาควิชา วิศวกรรมเคมี

ลายมือชื่อ นิสิต

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

ปีการศึกษา 2558

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5570272721 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEYWORDS: SHELLAC WAX, SOLID LIPID NANOPARTICLES, TERNARY PHASE DIAGRAM, COATING

PATITA TANGJITSIRIRAT: DEVELOPMENT OF SOLID LIPID NANOPARTICLES FROM SHELLAC WAX FOR COATING APPLICATION. ADVISOR: ASST. PROF.SORADA KANOKPANONT, Ph.D., CO-ADVISOR: URACHA RUKTANONCHAI, Ph.D., 211 pp.

Shellac wax (SW) is a by-product of domestic shellac manufacturing processes which has not been used on commercial scale in Thailand. This research aimed to study its characteristics and to develop solid lipid nanoparticles (SLNs) for packaging coatings. The wax was cleaned in a boiling alkali solution and was neutralized with an acid solution to remove dirt and chemical residuals. The cleaned wax had an ash content of 0.05 wt% and an acid value of 4.9 mg KOH/g wax. The cleaning process can remove contaminants but the free fatty acids in wax were partly saponified. Differential scanning calorimetry (DSC) showed that the SW consisted of two groups of component with the melting point at 68.4 °C and 82.6 °C. X-ray diffraction (XRD) indicated the orthorhombic crystal structure of the wax. The effect of wax: surfactant: water ratios and surfactant's hydrophile-lipophile balance (HLB) were studied by constructing ternary phase diagrams of wax emulsions. The emulsions were prepared using high speed homogenizer and high pressure homogenizer. Emulsion ratio of 10: 4: 86 with HLBs of 12.9, 15.0 and 17.8 had small average particle sizes (500-600 nm) at the lowest contents of surfactant. They had the average particle sizes of 601.4 ± 28.8 , 497.6 ± 14.5 and 558.5 ± 5.8 nm, respectively. The Solid lipid nanoparticle (SLNs) had lower melting point and low crystallinity than that of the raw material. The melting point and crystallinity of SLNs decreased with increasing HLB value. The SLNs prepared at the HLB of 15.0 was the most stable compared to those prepared at the HLB of 12.9 and 17.8. It had average particle sizes at 659.9 ± 13.9 nm after storing at $27.0 \pm 2.0^\circ\text{C}$ for 8 weeks and also had lowest creaming content after being kept at 4°C , room temperature and 45°C . Coating of the SLNs on 70 gram cellulose paper could significantly reduce the water vapor permeability and the moisture contents. The SLNs prepared with HLB of 15.0 coating on paper (at 12.4 g/m^2) had the lowest water vapor permeability of $118.6 \pm 2.2 \text{ g}\cdot\text{mm}/(\text{m}^2\cdot\text{day}\cdot\text{kPa})$. The coated paper had the lowest moisture content of $1.54 \pm 0.21\text{wt}\%$ and $2.61 \pm 0.80\text{wt}\%$ after storing at relative humidity of 75% RH and 90% RH for 24h., respectively. However, coating papers with the SLNs at those conditions did not affect their oxygen permeability.

Department: Chemical Engineering

Student's Signature

Field of Study: Chemical Engineering

Advisor's Signature

Academic Year: 2015

Co-Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี โดยได้รับความช่วยเหลือและสนับสนุนจากบุคคลหลายท่าน ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.โศรดา กนกพานนท์ อาจารย์ที่ปรึกษา ที่ได้ให้โอกาสผู้วิจัยศึกษางานวิจัยนี้ รวมถึงสละเวลาอันมีค่าในการแนะนำสั่งสอนและให้คำปรึกษาเกี่ยวกับงานวิจัย ขอขอบพระคุณ ดร.อุรษา รัชชตานนท์ชัย อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่แนะนำความรู้ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย และได้กรุณาเอื้อเฟื้อสถานที่และอุปกรณ์การทดลองที่ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริพร ดำรงค์ศักดิ์กุล ประธาน, ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิรักษ์ สุทธิธรรมากร กรรมการ และ รองศาสตราจารย์ ดร.ธวัชชัย แพชมัด กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย ที่ได้ให้คำแนะนำในการสอบโครงร่างวิทยานิพนธ์ที่ผ่านมา และได้สละเวลาอันมีค่ามาร่วมสอบวิทยานิพนธ์นี้

ขอขอบคุณ คุณศรัณญา พันปี และคุณจักรวาล ยศถาวรกุล สำหรับคำแนะนำและให้ความรู้ด้านการใช้เครื่องมือที่ศูนย์นาโนเทคโนโลยีและขอขอบคุณพี่ เพื่อนและน้อง ๆ โดยเฉพาะคุณรุ่งนภา แยมเดช และคุณหนึ่งฤทัย ใจฉวะ สำหรับการแนะนำความรู้ และความช่วยเหลือต่าง ๆ ซึ่งทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบคุณสถานที่ทำการวิจัยได้แก่ ห้องปฏิบัติการณวิศวกรรมชีวภาพ ห้องปฏิบัติการชีววัสดุสำหรับการแพทย์ ห้องปฏิบัติการณวิศวกรรมชีวภาพ ศูนย์ความเป็นเลิศทางเทคโนโลยีอนาคต ห้องปฏิบัติการเครื่องกลไฟฟ้าจุลภาคและนาโนเทคโนโลยี ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และห้องปฏิบัติการระบบนำส่ง ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ สำหรับการให้โอกาสและสนับสนุนในการศึกษา รวมทั้งให้กำลังใจและเป็นแรงผลักดันให้ผู้วิจัยสามารถผ่านพ้นอุปสรรคต่าง ๆ มาได้ด้วยดี รวมถึงน้องสาวและทุกคนในครอบครัวที่เป็นกำลังใจแก่ผู้วิจัยตลอดมา

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	11
สารบัญรูปภาพ.....	14
บทที่ 1 บทนำ	21
1.1 ที่มาของงานวิจัย	21
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	22
1.3 ขอบเขตงานวิจัย	23
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	24
2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับแวกซ์.....	24
2.2 เซลล์แก๊วแวกซ์	34
2.3 สารลดแรงตึงผิว (surface active agent) และค่า Hydrophile-Lipophile Balance (HLB)	48
2.4 อิมัลชัน (Emulsion).....	53
2.5 อิมัลชันแบบอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง (Solid Lipid Nanoparticles, SLNs)	62
2.6 การเคลือบผิววัสดุ (Coating).....	75
2.7 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย.....	87
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	92
3.1 วัสดุและสารเคมี.....	92
3.2 อุปกรณ์.....	92
3.3 แผนผังการดำเนินงาน	94

3.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	95
3.4.1 การทำความสะอาดเซลล์แก้วที่ได้รับจากโรงงาน.....	95
3.4.2 การศึกษาลักษณะทางกายภาพและทางความร้อนของเซลล์แก้ว.....	96
3.4.3 การศึกษาลักษณะทางเคมี ทางความร้อน และโครงสร้างผลึกของเซลล์แก้ว	97
3.4.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเซลล์แก้ว.....	99
3.4.5 การศึกษาโครงสร้างผลึกของเซลล์แก้ว.....	99
3.4.6 การศึกษาการใช้สารลดแรงตึงผิวและอัตราส่วนที่เหมาะสมต่อการเกิดเป็นอิมัลชัน แบบอนุภาคไขมันแข็ง (Solid Lipid particle, SLN) ของเซลล์แก้ว.....	100
3.4.7 การขึ้นรูปแก้วเป็นอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง	103
3.4.8 การศึกษาลักษณะสมบัติของอิมัลชันแบบอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งของเซลล์ แก้ว	105
3.4.9 การศึกษาความคงตัวของอิมัลชันที่สภาวะต่างๆ.....	107
3.4.10 การเคลือบอิมัลชันลงบนกระดาษ	109
3.4.11 ศึกษาสมบัติของกระดาษที่ผ่านการเคลือบ.....	110
3.4.12 การใช้สถิติในการวางแผนและวิเคราะห์ผลการทดลอง	113
3.4.13 สถานที่ทำการวิจัย.....	113
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล	114
4.1 ลักษณะทางกายภาพและเคมีของเซลล์แก้ว	114
4.1.1) การทำความสะอาดเซลล์แก้วจากโรงงาน	114
4.1.2) ลักษณะทางกายภาพของเซลล์แก้ว.....	117
4.1.3) ลักษณะทางเคมีของเซลล์แก้ว	118
4.1.4) สมบัติทางความร้อนของเซลล์แก้ว.....	120
4.1.5) โครงสร้างผลึกของเซลล์แก้ว.....	124

4.2	ศึกษาการใช้สารลดแรงตึงผิวและอัตราส่วนในการเตรียมอิมัลชันแบบอนุภาคไขมันแข็งของเซลเล็กเว็กซ์.....	128
4.2.1)	การเตรียมอิมัลชันด้วยเครื่อง vortex mixer.....	129
4.2.2)	การเตรียมอิมัลชันด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง.....	133
4.3	ศึกษาลักษณะสมบัติของอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งของเซลเล็กเว็กซ์	135
4.3.1)	ลักษณะทางกายภาพของอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง	135
4.3.2)	สมบัติทางความร้อนของอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง	143
4.3.3)	โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง	147
4.4	ศึกษาความคงตัวของอิมัลชันที่สภาวะต่างๆ	154
4.4.1)	ขนาดอนุภาคของอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งภายใต้ระยะเวลาการเก็บรักษา	154
4.4.2)	การแยกชั้นของอิมัลชันเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิต่างๆ	156
4.4.3)	ความคงตัวของอิมัลชันในสภาวะเยือกแข็งและการละลาย.....	160
4.4.4)	ความคงตัวของอิมัลชันเมื่อถูกปั่นเหวี่ยง	161
4.5	ทดสอบเคลือบอิมัลชันลงบนกระดาษ.....	162
4.5.1)	ลักษณะทางกายภาพของกระดาษเคลือบอิมัลชัน	162
4.5.2)	ความสามารถในการต้านทานการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษเคลือบ	170
4.5.3)	ความสามารถในการต้านทานความชื้นของกระดาษเคลือบ	177
4.5.4)	ความไม่ชอบน้ำของพื้นผิวกระดาษเคลือบ	180
4.5.5)	ความสามารถในการต้านทานการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของกระดาษเคลือบ	184
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	185
5.1	สรุปผลการวิจัย	185
5.2	ข้อเสนอแนะ	190
รายการอ้างอิง	191

ญ

หน้า

ภาคผนวก.....	202
ภาคผนวก ก.....	203
ภาคผนวก ข.....	206
ภาคผนวก ค.....	208
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	211



สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางการค้าของเซลลैกแวกซ์จากบริษัท Roeper (C.E. Roeper GmbH, Germany) และบริษัท Tolaram Shellac (Tolaram Overseas Corporation, India).....	36
ตารางที่ 2.2 ลักษณะสมบัติของเซลลैกแวกซ์ในไทย (พันธ์ศิริ ศิริรัชตพงษ์ และคณะ 2008)	36
ตารางที่ 2.3 ลักษณะสมบัติของเซลลैกแวกซ์และแวกซ์เอสเทอร์ชนิดอื่น (Kirk-Othmer, 2007)..	40
ตารางที่ 2.4 ตำแหน่งหมู่ฟังก์ชันของเซลลैกแวกซ์และพาราฟิน (Edwards และคณะ 1997).....	42
ตารางที่ 2.5 องค์ประกอบแวกซ์และจำนวนพีการหลอมละลาย (Zhang และคณะ 2011).....	43
ตารางที่ 2.6 อุณหภูมิหลอมเหลว การเกิดผลึก ค่าเอนทัลปีของการหลอมเหลว/การเกิดผลึก และค่าความจุความร้อนจำเพาะของแวกซ์แต่ละชนิด (Zhang และคณะ 2011).....	45
ตารางที่ 2.7 ขนาดอนุภาค การกระจายตัว และค่าศักย์เซต้าของอิมัลชันอัตราส่วนแวกซ์ : น้ำมัน เท่ากับ 1 : 1 ปั่นผสมที่ความดัน 900 บาร์ จำนวน 8 รอบ (Larcerda และคณะ 2011).....	69
ตารางที่ 2.8 ผลการวัดขนาดอนุภาค ค่าศักย์เซตา และร้อยละโดยปริมาตรการเกิดชั้นครีมหลัง การปั่นเหวี่ยงของอิมัลชันทั้ง 5 ตัวอย่าง (Roland และคณะ 2003).....	70
ตารางที่ 2.9 ค่าการซึมผ่านไอน้ำและความหนาแน่นของชั้นเคลือบไคโตซานและไขมัน ที่อบแห้ง ที่อุณหภูมิต่างๆ ปริมาณไขมันในอิมัลชันเท่ากับร้อยละ 96 โดยน้ำหนัก (Zhang และคณะ 2014)..	84
ตารางที่ 2.10 ความหนาแน่นและค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบ (Gly คือ กลีเซอรอล และ BW คือไขมันร้อยละ 20 และ 60 โดยน้ำหนัก (Sothornvit 2009).....	84
ตารางที่ 2.11 ผลการทดสอบวัฏจักรเยือกแข็งและหลอมละลายของอิมัลชันที่เติมและไม่เติมสาร เพิ่มความคงตัวชนิดต่างๆ (Ratledge และคณะ 1974).....	91
ตารางที่ 3.1 ค่า HLB จากการผสมสารลดแรงตึงผิว SPAN [®] 80, TWEEN [®] 80 และ polxamer [®] 188 ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ กัน	101
ตารางที่ 3.2 การแบ่งประเภทของผสมเซลลैกแวกซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำ โดยการสังเกต ด้วยตาเปล่าและวัดขนาดอนุภาค (Ramtoola และคณะ 1999, Mahdi และคณะ 2011).....	102
ตารางที่ 3.3 ร้อยละโดยน้ำหนักขององค์ประกอบที่ใช้ระบุตำแหน่งของผสมในแผนภาพวัฏภาค 3 องค์ประกอบ คำนวณจากการเตรียมของผสมของเซลลैกแวกซ์: สารลดแรงตึงผิว อัตราส่วน	

1: 9 และไตเตรตน้ำปริมาณ 0.1 0.5 1.0 2.0 และ 10.0 กรัม (ใช้วิธีเดียวกันนี้กับของผสมอัตราส่วนแวกซ์: สารลดแรงตึงผิวตั้งแต่ 2: 8 จนถึง 9: 1).....	103
ตารางที่ 4.1 ค่า pH และค่าการนำไฟฟ้าที่ได้จากสารละลายที่ผ่านการต้มล้างและน้ำประปา.....	116
ตารางที่ 4.2 ค่าความสว่างและสีของเซลลิ่งแวกซ์ก่อนและหลังทำความสะอาด.....	118
ตารางที่ 4.3 ลักษณะทางกายภาพของเซลลิ่งแวกซ์ก่อนและหลังทำความสะอาด.....	118
ตารางที่ 4.4 ลักษณะทางเคมีของเซลลิ่งแวกซ์ก่อนและหลังทำความสะอาด.....	119
ตารางที่ 4.5 คุณสมบัติทางอุณหภูมิจากการวิเคราะห์ด้วย DSC.....	122
ตารางที่ 4.6 ร้อยละความเป็นผลึกและขนาดผลึกของแวกซ์จากการวิเคราะห์ด้วย XRD.....	128
ตารางที่ 4.7 สมบัติทางอุณหภูมิจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC และ XRD ของอิมัลชันชนิดอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลลิ่งแวกซ์และคาร์นูบาแวกซ์เปรียบเทียบกับเซลลิ่งแวกซ์และคาร์นูบาแวกซ์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นวิเคราะห์ด้วย DSC.....	146
ตารางที่ 4.8 ร้อยละความเป็นผลึกจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC และ XRD ของอิมัลชันชนิดอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลลิ่งแวกซ์และคาร์นูบาแวกซ์เปรียบเทียบกับเซลลิ่งแวกซ์และคาร์นูบาแวกซ์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น.....	150
ตารางที่ 4.9 ขนาดผลึกและร้อยละความเป็นผลึกของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลลิ่งแวกซ์และคาร์นูบาแวกซ์หลังจากเตรียม 1 วันและ 4 สัปดาห์ วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์.....	153
ตารางที่ 4.10 ขนาดอนุภาคในชั้นครีมและอิมัลชันที่อยู่ใต้ชั้นครีมของอิมัลชัน HLB 12.9 15.0 และ 17.8 ที่ถูกเก็บรักษาในสัปดาห์ที่ 8.....	159
ตารางที่ 4.11 ปริมาณร้อยละการเกิดชั้นครีมของอิมัลชัน HLB 12.9 15.0 และ 17.8 ในสภาวะปั่นเหวี่ยงความเร็ว 26,730 m/s ² ที่อุณหภูมิ 25.0 องศาเซลเซียส.....	162
ตารางที่ 4.12 ค่าความสว่างและสีของกระดาษเคลือบอิมัลชันแล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องกระดาษเคลือบอิมัลชันที่ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้องแล้ววัดด้วยความร้อน และกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบ.....	168
ตารางที่ 4.13 น้ำหนักแห้งของสารเคลือบต่อพื้นที่และความหนาแน่นจากการเคลือบอิมัลชัน 1 ครั้ง 2 ครั้ง และ 3 ครั้งบนกระดาษด้านเดียวกัน และการเคลือบลงบนกระดาษทั้ง 2 ด้าน ด้านละ 1 ครั้ง.....	170

ตารางที่ 4.14 ผลของอุณหภูมิการทำแห้งที่มีต่อความต้านทานไอน้ำของกระดาษที่ผ่านการเคลือบ ด้วยอิมัลชันจากเซลลูล์โลส (HLB 15.0) น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ 7.3 กรัม/ตารางเมตร เทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ 171



สารบัญรูปภาพ

รูปที่ 2.1	การแบ่งประเภทของแวกซ์ (ดัดแปลงภาพโดยอ้างอิงจาก Endlein และคณะ 2011)	25
รูปที่ 2.2	แวกซ์จากธรรมชาติชนิดต่างๆ (จากบนลงล่าง) รูป (a) คือ ต้นปาล์มคาร์นูบาและคาร์นูบาแวกซ์ (http://www.viveirodemudas.com) (b) คือ แมลงครึ่ง รั้งครึ่ง และเซลแล็กแวกซ์ (http://www.des-shellac.com) (c) คือ ถ่านหินลิกไนต์ แวกซ์จากถ่านหินลิกไนต์ และแวกซ์พาราฟิน (http://zhenmao.en.alibaba.com)	27
รูปที่ 2.3	โครงสร้างโมเลกุลทั่วไปของกรดไขมัน โดย (a) คือชนิดอิ่มตัว (b) คือชนิดไม่อิ่มตัวแบบซิสและ (c) คือ ชนิดไม่อิ่มตัวแบบทรานส์ (http://www.sigmaldrich.com).....	28
รูปที่ 2.4	โครงสร้างโมเลกุลทั่วไปของแอลกอฮอล์ (https://commons.wikimedia.org).....	28
รูปที่ 2.5	หมู่ฟังก์ชันของแวกซ์จากพืชหรือสัตว์เป็นองค์ประกอบอินทรีย์จากกระบวนการชีวภาพ โดย (a) คือนอร์มอลอัลเคน (b) คืออัลดีไฮด์ (c) คือคีโตน (d) คือแอลกอฮอล์ปฐมภูมิ (e) คือ แอลกอฮอล์ทุติยภูมิ และ (f) คือไดออล (http://www.ck12.org)	29
รูปที่ 2.6	แวกซ์พาราฟินมีองค์ประกอบอินทรีย์จากกระบวนการปิโตรเลียม (a) คือ นอร์มอลอัล-เคน (b) คือ ไอโซอัลเคน และ (c) คือ ไซโคลอัลเคน (http://www.sparknotes.com)	30
รูปที่ 2.7	การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุด้วยกราฟเทอร์โมแกรมที่แสดงความสัมพันธ์ของความร้อนกับอุณหภูมิ และการวิเคราะห์ค่าความจุความร้อน (ΔC_p) จากผลของอุณหภูมิเปลี่ยนแปลงสถานะคล้ายแก้ว (T_g).....	32
รูปที่ 2.8	(a) คือ ลักษณะของหน่วยเซลล์ และ (b) คือ พื้นที่ของกราฟการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ที่แสดงถึงความเป็นผลึกและอสัณฐานของวัสดุที่นำมาทดสอบด้วยเทคนิค XRD เมื่อ A_c คือ พื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบที่แสดงความเป็นผลึก และ A_a คือ พื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบที่แสดงความเป็นอสัณฐาน (ภาพจาก Kasemwong และคณะ 2011).....	33
รูปที่ 2.9	กระบวนการผลิตเรซินเซลแล็กซึ่งได้เซลแล็กแวกซ์เป็นผลพลอยได้ (ดัดแปลงภาพโดยอ้างอิงจาก http://www.shellacthailand.com/products.html)	35
รูปที่ 2.10	โครงสร้างโมเลกุลของแวกซ์เอสเตอร์ (a) คือโมเลกุลส่วนที่มาจากกรดไขมัน และ (b) คือโมเลกุลส่วนที่มาจากแอลกอฮอล์ (https://www.boundless.com).....	37
รูปที่ 2.11	โครงสร้างโมเลกุลของกรดลิกโนซีริก (http://www.ebi.ac.uk).....	37

รูปที่ 2.12	โครงสร้างโมเลกุลของกรดซีโรติก (https://commons.wikimedia.org).....	38
รูปที่ 2.13	โครงสร้างโมเลกุลของกรดอาลูริติก (https://commons.wikimedia.org).....	38
รูปที่ 2.14	แสดงโครงสร้างโมเลกุลของกรดแลคติกทั้ง 5 ชนิด (Chairat และคณะ 2010).....	39
รูปที่ 2.15	แสดงโครงสร้างโมเลกุลของเอริโทรแลกซินทั้ง 2 ชนิด เมื่อ (a) คือ ดิโออกซีเอริโทรแลกซิน และ (b) คือ ไอโซเอริโทรแลกซิน (Kongkachuichaya และคณะ 2002)	39
รูปที่ 2.16	ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแวกซ์แต่ละชนิดต่างๆ ด้วย Fourier-transform Raman spectroscopic เมื่อ (i)–(v) คือ เจแปนแวกซ์ แวกซ์จากกวาสเปิร์ม เคเรซิน แวกซ์ เซลลูล์กแวกซ์ และแวกซ์พาราฟิน ตามลำดับ (Edwards และคณะ 1997).....	41
รูปที่ 2.17	รูปร่างกราฟสมบัติทางอุณหภูมิจากแวกซ์ชนิดต่างๆ ที่วิเคราะห์ด้วย DSC โดย (a) คือ เซลลูล์กแวกซ์ (b) คือ ไชผิ้ง (c) คือ คาร์นูบาแวกซ์ และ (d) คือ พาราฟินแวกซ์ (Zhang และคณะ 2011).....	44
รูปที่ 2.18	โครงสร้างโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิว โดยส่วนหัวเป็นโมเลกุลส่วนที่ชอบน้ำ และส่วนหางเป็นโมเลกุลส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (http://www.wasanlab.com).....	48
รูปที่ 2.19	โครงสร้างโมเลกุลของ SPAN [®] 80 (http://www.chemicalbook.com).....	50
รูปที่ 2.20	โครงสร้างโมเลกุลของ TWEEN [®] 80 (https://en.wikipedia.org).....	51
รูปที่ 2.21	โครงสร้างโมเลกุลของ Poloxamer [®] 188 เมื่อ a เท่ากับ 80 และ b เท่ากับ 27 (http://www.drugfuture.com).....	51
รูปที่ 2.22	ความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิวทั้ง 3 ชนิดที่ใช้ในงานวิจัย และประเภทการใช้งานสารลดแรงตึงผิวแบ่งตามค่า HLB [ตัดแปลงภาพจากข้อมูลของ (ตัดแปลงภาพโดยอ้างอิงจาก นิธิยา รัตนานนท์ และคณะ)	52
รูปที่ 2.23	พฤติกรรมที่เกิดขึ้นกับหยดไขมันในอิมัลชัน รูป (a) คือการเกิด steric stabilization และ (b) คือการเกิด electrostatic repulsion.....	55
รูปที่ 2.24	ประจุไฟฟ้ารอบอนุภาคน้ำมันในอิมัลชัน (ตัดแปลงภาพโดยอ้างอิงจาก Sample Dispersion and refractive index Guide, Malvern Instruments Ltd., Ver 3.1 1997)	56
รูปที่ 2.25	(a) คือหยดน้ำมันในวัฏภาคของน้ำ (b) หยดน้ำมันไม่มีความเสถียร เริ่มสูญเสียรูปร่างและเกิดการรวมตัวกัน (c) การเกิด “breaks” ของอิมัลชัน ทั้งสองวัฏภาคแยกชั้นกันอย่างชัดเจน เป็นกระบวนการแบบผันกลับไม่ได้ (Kirk และคณะ 2008).....	57

รูปที่ 2.26 ผลของแรงโน้มถ่วงต่อเวลาทำให้อิมัลชัน ที่มีความหนาแน่นของทั้ง 2 ภูมิภาคแตกต่างกันมากในรูป (a) มีการแยกตัวเป็นชั้นครีมตั้งรูป (b) แต่สามารถกลับมาเป็นอิมัลชันได้เมื่อเขย่าหรือให้แรงเฉือน (Kirk และคณะ 2008).....	58
รูปที่ 2.27 การใส่พอลิเมอร์ที่ไม่ดูดซับในน้ำมัน (non-adsorbing polymer) จะช่วยแยกกลุ่มหยดน้ำมันออกจากกัน ทำให้น้ำมันกระจายตัวในน้ำได้ดีขึ้น (Kirk และคณะ 2008).....	59
รูปที่ 2.28 ภูมิภาคภายในของอิมัลชันในรูป (a) สามารถละลายได้เล็กน้อยในภูมิภาคภายนอก อาจทำให้หยดภูมิภาคภายในหายไป หรือเกิดการรวมตัวกลายเป็นหยดขนาดใหญ่ตั้งรูป (b) ปปรากฏการณ์นี้คือ Ostwald Ripening (Kirk และคณะ 2008).....	60
รูปที่ 2.29 การทำงานของเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ดินสูงและลักษณะของอนุภาคนาโนไขมันแข็ง.....	63
รูปที่ 2.30 ผลของจำนวนรอบความดันที่มีต่อขนาดและการกระจายตัวของขนาดอนุภาค เมื่อ Φ_1 คืออัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุต่อสารลดแรงตึงผิวทั้งหมด (Vilasau และคณะ 2011).....	65
รูปที่ 2.31 ภาพจากกล้อง Optical microscope แสดงขนาดอนุภาคเมื่อให้ความดัน 1 รอบ (a) และ 2 รอบ (b) กำหนดให้ Φ_1 คืออัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุต่อสารลดแรงตึงผิวทั้งหมด มีค่าเท่ากับ 0.67 (Vilasau และคณะ 2011).....	66
รูปที่ 2.32 ขนาดและการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในอิมัลชัน เมื่อ (a) ใช้ปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่างกัน บันผสมด้วยความดันคงที่ 270 เท่าของความดันบรรยากาศ จำนวน 1 รอบ (b) ให้ความดันต่างกัน 1 รอบ กำหนดให้ความเข้มข้นสารลดแรงตึงผิวเท่ากับร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก (Vilasau และคณะ 2011).....	67
รูปที่ 2.33 (a) ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มแบบสองชั้นด้วยเทคนิคการเคลือบและเทคนิคอิมัลชัน (b) ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มแบบอิมัลชัน (ดัดแปลงภาพจาก Pe'rez-Gago และคณะ 2014).....	78
รูปที่ 2.34 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของของผสมไขมันและคาร์บูนาแว็กซ์ที่เคลือบลงบนกระดาษที่อัตราส่วน 5: 5 (A, B, C, D) และ 3: 7 (E) เมื่อ A แห่งที่อุณหภูมิห้อง B และ E ที่ 60 องศาเซลเซียส C และ D ที่ 70 และ 80 องศาเซลเซียส ตามลำดับ (X-h คือเมื่อเพิ่มกำลังขยายของรูป) (Zhang และคณะ 2014).....	82
รูปที่ 2.35 องค์ประกอบโมเลกุลที่ช่วยให้อิมัลชันมีความคงตัวต่อการทดสอบวัฏจักรเยือกแข็งและหลอมละลาย เมื่อ N และ N' คือ $-NH_2$, $-NHCH_3$, NHC_2H_5 , $-CH_3$ และ $-CH_5$ (Ratledge และคณะ 1974).....	90

รูปที่ 3.1	แผนผังการดำเนินงานวิจัย	94
รูปที่ 3.2	การทำความสะอาดเซลล์แก้วด้วยสารละลายต่าง กรด และน้ำสะอาด	95
รูปที่ 3.3	ตัวอย่างการบันทึกข้อมูลเฟสไดอะแกรมแบบสามองค์ประกอบที่มีประกอบด้วย เซลล์แก้ว สารลดแรงตึงผิว และน้ำ ที่อัตราส่วน เซลล์แก้ว: สารลดแรงตึงผิว: น้ำ เท่ากับ 10: 30: 70.....	102
รูปที่ 3.4	ภาพเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมอิมัลชัน (a) vortex mixer (b) เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง.....	104
รูปที่ 3.5	เครื่องมือสำหรับเคลือบฟิล์ม (casting bar) ขนาดความหนาชั้นฟิล์ม 400 ไมโครเมตร .	110
รูปที่ 4.1	ลักษณะทั่วไปของเซลล์แก้วที่แยกออกมาจากรีซินเซลล์ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลัก ของบริษัทเอกเซลแลคส์ จำกัด	114
รูปที่ 4.2	สมการเคมีของปฏิกิริยาสะปอนนิฟายกรดไขมันด้วยต่าง ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสบู่และน้ำ	115
รูปที่ 4.3	เซลล์แก้วหลังกระบวนการต้มล้างและบดละเอียด	117
รูปที่ 4.4	กราฟ DSC ของเซลล์แก้วก่อนทำความสะอาด (a) หลังทำความสะอาด (b) และ คาร์บูนาแก้ว (c) เมื่อให้ความร้อนจนหลอมเหลว และทำให้เย็นตัวลงจนตกผลึก โดยเพิ่ม อุณหภูมิจาก 25 เป็น 100 องศาเซลเซียส และลดอุณหภูมิจาก 100 เป็น 25 องศาเซลเซียส ตามลำดับ.....	121
รูปที่ 4.5	กราฟการกระเจิงรังสีเอ็กซ์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของเซลล์แก้วหลังทำความสะอาด และคาร์บูนาแก้วเกรดการค้าที่นำมาศึกษาในงานวิจัยนี้..	125
รูปที่ 4.6	รูปแบบการจัดเรียงอะตอมหรือโมเลกุลในโครงสร้างผลึก (a) คือ ระนาบแรงเงาของมิล เลอร์ที่มีการจัดเรียงอะตอมแบบ (110) และ (200) (b) คือ แบบจำลองอะตอมที่มีระนาบผลึก แบบ (110) และ (200) ของโครงสร้างผลึกออร์โธโรมบิก (Koch และคณะ 2008) (c) แบบจำลองหน่วยเซลล์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (มุมระหว่าง a b และ c ตั้งฉากกัน แต่ความยาวของ $a \neq b \neq c$).....	126
รูปที่ 4.7	พื้นที่ได้พิคการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกและอสังฐานของเซลล์ แก้วหลังทำความสะอาดในงานวิจัยนี้ ร้อยละความเป็นผลึกคำนวณจากพื้นที่ได้พิคด้วย โปรแกรม Smadchrom software (Morgan and Kennedy Research, Australia)	127

- รูปที่ 4.8** แผนภาพวิถีภาค 3 องค์ประกอบของของผสมหลังจากเตรียมด้วยวิธีผสมด้วยเครื่อง vortex mixer เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง 131
- รูปที่ 4.9** แผนภาพวิถีภาค 3 องค์ประกอบของอิมัลชันหลังเตรียมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง..... 134
- รูปที่ 4.10** แผนภาพวิถีภาค 3 องค์ประกอบและขนาดอนุภาควัดด้วยเครื่อง Zetasizer ตำแหน่ง จุดบ่งบอกอัตราส่วนประกอบของอิมัลชัน ตัวเลขในภาพคือขนาดอนุภาคเฉลี่ย (นาโนเมตร)..... 136
- รูปที่ 4. 11** (a) กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 (b) กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของเซลเล็กแวกซ์ และคาร์นูบาแวกซ์ (CW SLNs) ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 วัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง Zetasizer NanoZS (Malvern Instrument Ltd., UK)..... 139
- รูปที่ 4.12** ลักษณะโครงสร้างพื้นฐานของอนุภาคนาโนไขมันแข็งในสภาวะแห้งของอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยาย 4000 และ 7500 เท่า 142
- รูปที่ 4.13** ลักษณะโครงสร้างพื้นฐานของอนุภาคนาโนไขมันแข็งในสภาวะแห้งของอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) และอิมัลชันคาร์นูบาแวกซ์ (CW SLNs) ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยาย 4000 และ 7500 เท่า..... 143
- รูปที่ 4.14** กราฟ DSC ของการดูดและคายความร้อนของอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) และคาร์นูบาแวกซ์ (CW SLNs) เปรียบเทียบกับกราฟการดูดและคายความร้อนของเซลเล็กแวกซ์หลังทำความสะอาด (SW) และคาร์นูบาแวกซ์ (CW) ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น..... 144
- รูปที่ 4.15** รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) และคาร์นูบาแวกซ์ (CW SLNs) เปรียบเทียบกับการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของเซลเล็กแวกซ์หลังทำความสะอาด (SW) และคาร์นูบาแวกซ์ (CW) ซึ่งเป็นวัตถุดิบตั้งต้น วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)..... 148
- รูปที่ 4.16** รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) และคาร์นูบาแวกซ์ (CW SLNs) หลังเตรียมเป็นเวลา 1 วัน และ 4 สัปดาห์ วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)..... 152

- รูปที่ 4.17** ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) สูตร 10: 4: 86 เก็บรักษาที่อุณหภูมิ 27 ± 2 องศาเซลเซียส 8 สัปดาห์ เตรียมอิมัลชันโดยใช้สารลดแรงตึงผิว HLB 12.9 15.0 และ 17.8 ขนาดอนุภาคในอิมัลชันวัดด้วยเครื่อง Zetasizer 154
- รูปที่ 4.18** ร้อยละการเกิดชั้นครีมโดยปริมาตรของอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลเล็กแวกซ์สูตร 10: 4: 86 (แวกซ์: สารลดแรงตึงผิว: น้ำ) เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 เก็บรักษาที่อุณหภูมิ 4.0 ± 2.0 และ 45.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 สัปดาห์..... 157
- รูปที่ 4.19** ค่าความหนืดของอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์สูตร 10: 4: 86 เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB 12.9, 15.0 และ 17.8 ที่ทำเยือกแข็งและละลาย 7 ครั้ง วิเคราะห์ความหนืดที่อุณหภูมิ 27 ± 0.2 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่องวัดความหนืด SV-10 Vibro Viscometer (A&D company, Limited, Japan)..... 160
- รูปที่ 4.20** ลักษณะของกระดาศเคลือบอิมัลชันที่แห้งที่อุณหภูมิห้อง และกระดาศที่รีดด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเมื่อมองด้วยตาเปล่า สัญลักษณ์ลูกศรแสดงบริเวณที่มีการเคลือบอิมัลชัน..... 163
- รูปที่ 4.21** โครงสร้างพื้นฐานของกระดาศเคลือบอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) HLB 12.9, 15.0 และ 17.8 หลังเคลือบอิมัลชันแล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 4000x และ 7500x 164
- รูปที่ 4.22** โครงสร้างพื้นฐานของกระดาศที่เคลือบด้วยอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) HLB 12.9, 15.0 และ 17.8 ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และรีดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 4000x และ 7500x 165
- รูปที่ 4.23** โครงสร้างพื้นฐานของกระดาศที่เคลือบและไม่เคลือบอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ และคาร์นูบาแวกซ์ (HLB 15.0) หลังทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 4000x 167
- รูปที่ 4.24** สีต่างๆตามตำแหน่งแกน L^* , a^* , b^* โดยกรอบสีเหลี่ยมสีขาวแสดงขอบเขตสีของกระดาศที่เคลือบและไม่เคลือบ (Commision International de l'Eclairage (CIE)) 169
- รูปที่ 4.25** ผลของชนิดแวกซ์และค่า HLB ที่มีต่อความต้านทานไอน้ำของกระดาศที่ผ่านการเคลือบด้านเดียว จำนวน 1 ครั้ง เทียบกับกระดาศที่ไม่เคลือบ (uncoated) เมื่อ SW SLNs คือ

- อิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ และ CW SLNs คือ อิมัลชันคาร์บูบาแวกซ์ (a และ b แสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p\text{-value}<0.05$)) 172
- รูปที่ 4.26** ผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันจากเซลแล็กแวกซ์ และคาร์บูบาแวกซ์ เทียบกับกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบ (a-d แสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p\text{-value}<0.05$))..... 174
- รูปที่ 4.27** โครงสร้างพื้นฐานแบบตัดขวางของกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ HLB 15.0 เพียงด้านเดียว ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย $3000\times$ เมื่อ (a) คือกระดาษไม่เคลือบอิมัลชัน (b) คือกระดาษเคลือบอิมัลชัน 1 ครั้ง (c) คือกระดาษเคลือบอิมัลชัน 2 ครั้ง (d) คือกระดาษเคลือบอิมัลชัน 3 ครั้ง..... 176
- รูปที่ 4.28** ผลของความน้ำหนักชั้นเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อปริมาณความชื้นของกระดาษที่ไม่เคลือบและเคลือบอิมัลชัน ที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90% ที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส (a-d แสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p\text{-value}<0.05$))..... 178
- รูปที่ 4.29** ความสัมพันธ์ของค่ามัมสัมผัสน้ำที่เปลี่ยนไปเมื่อเทียบกับเวลาของกระดาษที่ไม่เคลือบและเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์และคาร์บูบาแวกซ์ ที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส..... 180
- รูปที่ 4.30** ความสัมพันธ์ของค่ามัมสัมผัสน้ำที่เปลี่ยนไปเมื่อเทียบกับเวลาของกระดาษที่ไม่เคลือบและเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์และคาร์บูบาแวกซ์ ที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส..... 182

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาของงานวิจัย

แว็กซ์ (wax) เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาวประเภทไขมัน สามารถละลายได้ในไขมันหรือน้ำมันแต่ไม่ละลายในน้ำเนื่องจากไม่มีความเป็นขั้วในโครงสร้างโมเลกุล มีลักษณะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิปกติและอ่อนนิ่มลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น โดยทั่วไปแบ่งได้เป็นสองประเภทใหญ่ๆ คือแว็กซ์พอลิเมอร์ซึ่งจากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการทางเคมี และแว็กซ์ธรรมชาติจากพืช สัตว์ และถ่านหินแร่ แว็กซ์จากพืชและสัตว์สามารถเกิดใหม่ทดแทนได้ (Endlein และคณะ 2011) สามารถย่อยสลายได้โดยไม่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม มีความเป็นพิษต่ำและสามารถเข้ากันได้ทางชีวภาพกับร่างกาย นิยมใช้ในอุตสาหกรรมยาและเครื่องสำอาง ใช้เคลือบผิวผลไม้เพื่อรักษาความสดใหม่ และใช้เคลือบลงบนผิววัสดุเพื่อป้องกันน้ำและความชื้น (Kirk และคณะ 2008)

ประเทศไทยมีแว็กซ์ที่ได้จากพืชและสัตว์หลายชนิด หนึ่งในนั้นคือ เชลแล็กแว็กซ์ (Shellac wax) ซึ่งเป็นผลพลอยได้ของกระบวนการผลิตเรซินเชลแล็กจากรังของแมลงครั่ง (*Laccifer lacca* Kerr.) แมลงชนิดนี้พบมากในประเทศไทย จีน และอินเดีย (Wang และคณะ 1999) เรซินเชลแล็กเป็นสินค้าเศรษฐกิจของประเทศไทยที่มีการส่งออกไปจำหน่ายทั่วโลก แว็กซ์จะถูกแยกออกจากเรซินเชลแล็กในระหว่างกระบวนการผลิต เพื่อนำไปกำจัดหรือจำหน่ายโดยตรง ทำให้มีสิ่งเจือปนและมีมูลค่าไม่สูงนัก การศึกษาเพื่อปรับปรุงสมบัติจึงสามารถเพิ่มมูลค่าเชลแล็กแว็กซ์ให้สูงขึ้นได้

ปัจจุบันมีงานวิจัยทางเภสัชกรรมเกี่ยวกับระบบนำส่งสารสำคัญด้วยอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง (Solid lipid nanoparticles, SLNs) จากเชลแล็กแว็กซ์ (ศิริรัชตพงษ์ และคณะ 2551) และมีการศึกษาการยึดอายุการเก็บรักษาผลไม้โดยใช้อิมัลชันของเชลแล็กแว็กซ์เคลือบผิว (Sakulwong และคณะ 2011) ซึ่งพบว่าได้ผลที่น่าพอใจและสามารถนำไปต่อยอดเพื่อผลิตในระดับอุตสาหกรรมได้ ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยจึงมุ่งหวังจะสร้างความหลากหลายในการใช้งาน โดยสนใจการขึ้นรูปเชลแล็กแว็กซ์ให้อยู่ในรูปอนุภาคไขมันแข็งขนาดเล็กสำหรับเคลือบลงบนบรรจุภัณฑ์อาหาร เพื่อลดการซึมผ่านของความชื้นและอากาศซึ่งเป็นสาเหตุของปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ทำให้อาหารเสื่อมสภาพ ในอุตสาหกรรมทั่วไปสารเคลือบบรรจุภัณฑ์มักผลิตจากพอลิเมอร์สังเคราะห์ซึ่งได้จากฟอสซิล (fossil) ที่ใช้แล้วหมดไปและย่อยสลายได้ยาก เชลแล็กแว็กซ์มีโครงสร้างโมเลกุลเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว

ประกอบด้วยแวกซ์เอสเตอร์ แอลกอฮอล์ และกรดไขมันอิสระต่างๆ (Pool และคณะ 1940, Kirk และคณะ 2008) สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพและแยกออกจากวัสดุที่ถูกเคลือบได้ง่ายด้วยสารละลายที่เป็นต่าง จึงเป็นผลดีต่อกระบวนการนำวัสดุกลับมาใช้ใหม่ (Borsinger และคณะ 2010)

การขึ้นรูปแวกซ์ให้เป็นอนุภาคไขมันขนาดเล็กที่กระจายตัวในน้ำในลักษณะของอิมัลชัน (emulsion) ทำให้เคลือบลงบนวัสดุได้ที่อุณหภูมิห้อง อนุภาคแวกซ์เชิงขนาดเล็กรวมกันกระจายตัวบนผิววัสดุได้อย่างทั่วถึง จึงช่วยลดปริมาณแวกซ์ที่ใช้ต่อพื้นที่และเพิ่มความยืดหยุ่นในการใช้งานได้

ในอุตสาหกรรมทั่วไปวัสดุที่ใช้ทำบรรจุภัณฑ์โดยเฉพาะกระดาษจะถูกนำไปรีดหรืออบด้วยความร้อนหลังผ่านการเคลือบเพื่อกำจัดความชื้น และเพื่อให้สารเคลือบติดแน่นบนผิววัสดุ การนำวัสดุที่เคลือบด้วยอิมัลชันจากเซลล์แวกซ์ไปผ่านความร้อนจะทำให้อนุภาคแวกซ์จะละลายเชื่อมต่อกันเป็นชั้นฟิล์ม จึงสามารถป้องกันและลดจำนวนโมเลกุลของน้ำและออกซิเจนที่จะสัมผัสกับผิววัสดุได้

งานวิจัยนี้ศึกษาการขึ้นรูปเซลล์แวกซ์ให้เป็นอนุภาคเชิงขนาดเล็กรวมกันกระจายตัวในน้ำ โดยสนใจผลของชนิดและค่า Hydrophile-Lipophile Balance (HLB) ซึ่งบ่งบอกถึงความชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อลักษณะของอิมัลชัน ศึกษาอัตราส่วนองค์ประกอบที่เหมาะสมในการเตรียมอิมัลชันด้วยแผนภาพวัฏภาค 3 องค์ประกอบ (ternary phase diagram) และกระบวนการขึ้นรูปที่มีผลต่อขนาดอนุภาคและความคงตัวของอิมัลชัน การขึ้นรูปอนุภาคไขมันเชิงใช้วิธีผสมเป็นเนื้อเดียวด้วยความดันสูงที่อุณหภูมิสูง (hot high pressure homogenization) เนื่องจากทำได้ง่าย ไม่มีสารเคมีเจือปน ได้อิมัลชันที่มีอนุภาคเล็กและมีความคงตัวสูง (Pardeike และคณะ 2009) อิมัลชันที่เตรียมได้จะถูกวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและความคงตัวที่สภาวะต่างๆ จากนั้นจึงทดสอบเคลือบลงบนกระดาษและนำไปรีดด้วยความร้อน (heat pressed) เพื่อศึกษาความสามารถในการป้องกันความชื้นและอากาศ โดยมุ่งหวังให้ผลของการศึกษาเป็นประโยชน์ต่อผู้ที่สนใจและเป็นทางเลือกหนึ่งในการปรับปรุงคุณสมบัติเพื่อเพิ่มมูลค่าวัสดุที่มีภายในประเทศ

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 เพื่อศึกษาผลของชนิดและปริมาณสารลดแรงตึงผิว อัตราส่วนขององค์ประกอบ และกระบวนการเตรียมต่อขนาดอนุภาคและความคงตัวของอนุภาคชนิดไขมันเชิงที่เตรียมได้
- 1.2.2 เพื่อประเมินความสามารถในการเคลือบผิวของอนุภาคชนิดไขมันเชิงที่เตรียมจากเซลล์แวกซ์

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 ศึกษาลักษณะสมบัติของเซลลิ่งแก้ว

- ลักษณะสมบัติทางกายภาพ วิเคราะห์จากสี ปริมาณความชื้น และปริมาณเถ้า
- ลักษณะสมบัติทางเคมีวิเคราะห์จากค่าความเป็นกรด ค่าสaponนิฟิเคชัน และค่าเอสเทอร์
- ลักษณะสมบัติทางความร้อนวิเคราะห์จากอุณหภูมิเปลี่ยนเฟส จุดหลอมเหลว และเอนทัลปีการหลอมเหลวและตกผลึก ด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry
- ลักษณะโครงสร้างผลึก วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)

1.3.2 ศึกษาการใช้สารลดแรงตึงผิวและอัตราส่วนที่เหมาะสมต่อการเกิดอิมัลชันแบบอนุภาคไขมันแข็งของเซลลิ่งแก้ว

- ค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมในการเตรียมอิมัลชันอนุภาคไขมันแข็งของเซลลิ่งแก้ว
- อัตราส่วนขององค์ประกอบของอิมัลชันอนุภาคไขมันแข็งของเซลลิ่งแก้วศึกษาด้วยแผนภาพวัฏภาค 3 องค์ประกอบ

1.3.3 เตรียมอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งของเซลลิ่งแก้วด้วยวิธีผสมเป็นเนื้อเดียวด้วยความดันสูงที่อุณหภูมิสูง และศึกษาลักษณะสมบัติของอิมัลชัน

- โครงสร้างสัณฐานของอนุภาคในอิมัลชัน (SEM)
- ขนาดและค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในอิมัลชัน
- ลักษณะสมบัติทางความร้อนวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry
- โครงสร้างผลึกของอนุภาคในอิมัลชัน วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)
- ความคงตัวของอิมัลชันที่สภาวะต่างๆ

1.3.4 เคลือบอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งบนกระดาษ ศึกษาลักษณะสมบัติ

- ลักษณะสมบัติทางกายภาพ วิเคราะห์จากโครงสร้างสัณฐานของอนุภาคบนผิววัสดุ (SEM) สีของวัสดุที่ผ่านการเคลือบ และน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่
- ค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิววัสดุ
- ความต้านทานความชื้นของวัสดุที่ผ่านการเคลือบ
- การซึมผ่านของไอน้ำและออกซิเจน

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

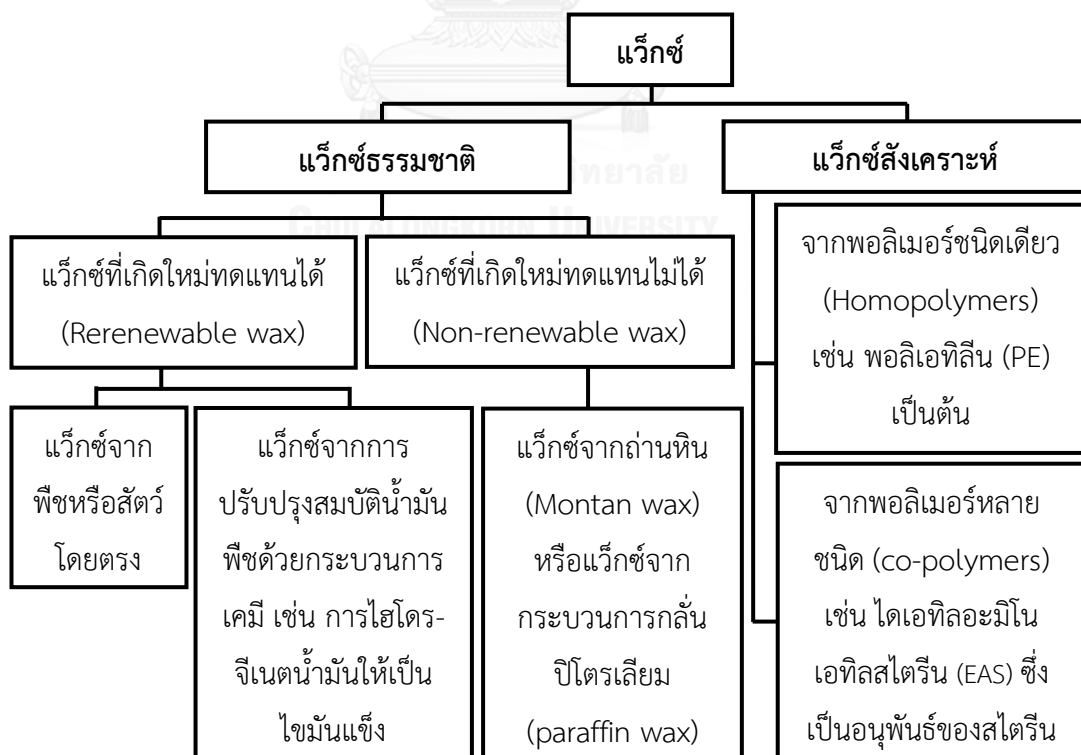
2.1 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับแว็กซ์

แว็กซ์ (wax) เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาวประเภทไขมัน สามารถสังเคราะห์ได้ในทางชีวภาพและทางเคมีพอลิเมอร์ มีโครงสร้างโมเลกุลเป็นไฮโดรคาร์บอน ประกอบด้วยโซ่ตรง (straight chains) โซ่กิ่ง (branched chains) และหมู่ฟังก์ชันเฉพาะตัวที่หลากหลายขึ้นกับต้นกำเนิดและวิธีการสังเคราะห์ จำนวนและความยาวของโซ่กิ่งทำให้ลักษณะสมบัติของแว็กซ์แต่ละชนิดมีความแตกต่างกัน เช่น ความเป็นกรด และจุดหลอมเหลว เป็นต้น (Sharma 1991) โดยทั่วไปแว็กซ์เป็นของแข็งที่อุณหภูมิกปกติและอ่อนนุ่มลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ตัวอย่างเช่น ไขผึ้ง หรือเป็นสารหล่อลื่น คล้ายน้ำมัน (unctuous) ที่อุณหภูมิกปกติ เช่น ลาโนลินจากขนแกะ โครงสร้างสัณฐานเป็นได้ทั้งผลึก (crystalline) หรืออสัณฐาน (amorphous) แว็กซ์มีคุณสมบัติไม่ละลายในน้ำแต่ละลายได้ในไขมัน หรือน้ำมันเนื่องจากมีองค์ประกอบที่ไม่มีขั้วของคาร์บอนในโครงสร้างโมเลกุล มีความมันวาว ช่วยเพิ่มคุณสมบัติการขึ้นรูปของผลิตภัณฑ์ เพิ่มความอ่อนนุ่มบนผิวสัมผัส และช่วยลดการระคายเคืองได้

สารประเภทไขมันมีลักษณะสมบัติที่หลากหลาย สามารถเป็นได้ทั้งของเหลวและของแข็งที่สภาวะต่างๆ จึงได้มีการนิยามลักษณะทางกายภาพที่บ่งบอกถึงลักษณะของไขมันแข็งหรือแว็กซ์ (Endlein และคณะ 2011) ไว้ดังนี้

- เป็นของผสมของสารที่มีความไม่ชอบน้ำสูงหรือต่ำในสายโซ่โมเลกุล
- มีความอ่อนนุ่มหรือเหนียว แต่ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส หรือต่ำกว่า จะเป็นของแข็งที่สามารถแตกหักได้ และมีคุณสมบัติเชิงวัสดุแบบพลาสติก (plastic)
- มีจุดหลอมเหลวได้ตั้งแต่ 40 ถึง 140 องศาเซลเซียส
- ไม่ละลายตัวเมื่อผ่านการหลอมละลายและสามารถกลับเป็นของแข็งได้อีกครั้ง (re-solidifying) เมื่ออุณหภูมิลดลง โดยคุณสมบัติก่อนและหลังการหลอมละลายไม่แตกต่างจากเดิม
- อุณหภูมิมีผลอย่างมากต่อสถานะทางกายภาพ (การหลอมเหลวและการเกิดผลึกของแข็ง) โดยมีความหนืดลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น

แว็กซ์มี 2 ประเภทใหญ่ๆ ประเภทแรกคือแว็กซ์พอลิเมอร์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ผลิตด้วยการเชื่อมต่อโมเลกุลมอนอเมอร์ของไฮโดรคาร์บอนให้เป็นพอลิเมอร์สายยาว (polymerization) หรือจากกระบวนการสลายพันธะคาร์บอนที่อุณหภูมิสูง (cracking) เพื่อลดความยาวของสายโซ่ เช่น แว็กซ์สังเคราะห์จากการต่อสายโซ่ของเอทิลีน (ethylene) แว็กซ์สังเคราะห์จากการตัดสายโซ่ของพอลิเอทิลีน (polyethylene, PE) หรือพอลิโพรไพลีน (polypropylene, PP) เป็นต้น นอกจากนี้ยังมีการนำแก๊สธรรมชาติมาผ่านกระบวนการ Fischer-Tropsch (Franz Fischer and Hans Tropsch 1923) เพื่อให้เป็นแว็กซ์พาราฟินสังเคราะห์ได้อีกด้วย แว็กซ์ประเภทที่ 2 คือแว็กซ์ที่ได้จากธรรมชาติ เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทางชีวภาพ มีโครงสร้างโมเลกุลเป็นไฮโดรคาร์บอน ประกอบด้วยเอสเทอร์ของกรดไขมัน แอลกอฮอล์ และหมู่ฟังก์ชันอื่นๆ ที่มีความหลากหลายโดยขึ้นอยู่กับชนิด ลักษณะ หรือถิ่นกำเนิดของแว็กซ์ แว็กซ์จากธรรมชาติแบ่งออกได้อีก 2 ชนิดคือ แว็กซ์ที่สามารถเกิดใหม่ทดแทนได้ (renewable wax) เช่น แว็กซ์จากพืชหรือสัตว์ และแว็กซ์ที่ไม่สามารถเกิดใหม่ทดแทนได้ (Non-renewable wax) หรือเกิดได้ช้า ส่วนใหญ่ได้จากฟอสซิล (fossil) เช่น แว็กซ์จากปิโตรเลียม และแว็กซ์จากถ่านหิน เป็นต้น การแบ่งประเภทแว็กซ์แสดงดังรูปที่ 2.1

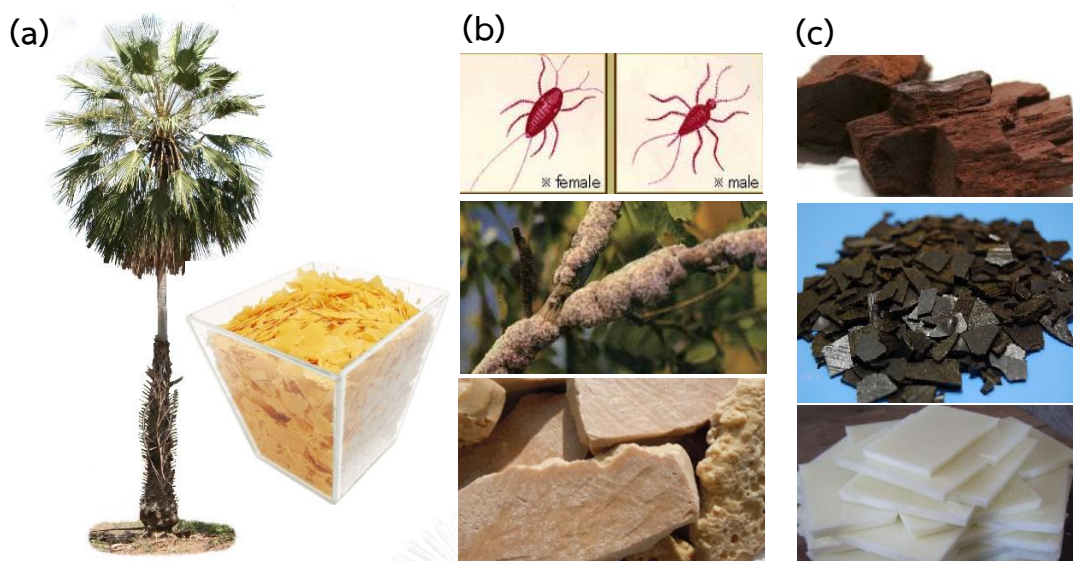


รูปที่ 2.1 การแบ่งประเภทของแว็กซ์ (ดัดแปลงภาพโดยอ้างอิงจาก Endlein และคณะ 2011)

แว็กซ์จากพืชสามารถเกิดใหม่ทดแทนได้ มักพบในพืชที่อยู่ในเขตอากาศอบอุ่น พืชสร้างแว็กซ์ขึ้นเพื่อควบคุมการระเหยของน้ำจากส่วนต่างๆ ของลำต้น ใบ และดอก องค์ประกอบส่วนใหญ่ของแว็กซ์จากพืชคือกรดไขมันและแอลกอฮอล์ มีโครงสร้างโมเลกุลที่หลากหลายขึ้นอยู่กับชนิด ถิ่นกำเนิด และหน้าที่ของแว็กซ์ที่ถูกผลิตออกมา เช่น คาร์นูบาแว็กซ์ (carnauba wax) ทำหน้าที่ลดการระเหยน้ำจากใบของต้นปาล์มคาร์นูบาซึ่งปลูกมากในประเทศบราซิล เป็นแว็กซ์ที่มีจุดหลอมเหลวและความแข็งแรงสูง นิยมใช้ในอุตสาหกรรม นอกจากนี้ยังมีแว็กซ์อื่นๆ ที่เป็นที่รู้จักดีเช่น แคนเดิลลิลลาแว็กซ์ (candelilla wax) แว็กซ์จากอ้อย (sugarcane wax) และน้ำมันโจโจบา (jojoba oil) เป็นต้น

แว็กซ์จากสัตว์สามารถเกิดใหม่ทดแทนได้ มีองค์ประกอบทางเคมีเป็นกรดไขมันและแอลกอฮอล์เช่นเดียวกับแว็กซ์จากพืช สัตว์ใช้แว็กซ์เคลือบบนผิวหนังเพื่อสร้างความชุ่มชื้น ลดการระคายเคือง และใช้เป็นที่อยู่อาศัย เช่น ไชผึ้ง (Beeswax) จากรังผึ้ง ใช้ในการผลิตเทียนที่มีเขมน้อย เครื่องสำอาง และสารขัดเงา แว็กซ์จากแมลงครึ่งหรือเซลแล็กแว็กซ์ (shellac wax) ใช้ในงานเคลือบเพื่อยืดอายุผลไม้และป้องกันความชื้น โดยนิยมนำมาใช้ร่วมกับคาร์นูบาแว็กซ์เนื่องจากมีคุณสมบัติใกล้เคียงกัน นอกจากนี้ยังมีแว็กซ์จากสัตว์ชนิดอื่น เช่น ไชจากส่วนหัวของวาฬสเปิร์ม (spermaceti) และแว็กซ์จากขนสัตว์ เช่น ลาโนลินจากขนแกะ (lanolin) ซึ่งนิยมนำมาใช้ในการผลิตเครื่องสำอาง

แว็กซ์ที่เกิดได้ช้าจนถือว่าไม่สามารถเกิดใหม่ทดแทนได้ มี 2 ชนิด คือ แว็กซ์จากกระบวนการทางปิโตรเลียมหรือพาราฟิน และแว็กซ์จากถ่านหินหรือมอนแตนแว็กซ์ (montan wax) พาราฟินมีทั้งชนิดมวลโมเลกุลต่ำที่พบในแก๊สธรรมชาติ และชนิดมวลโมเลกุลสูงที่ได้จากกระบวนการกลั่นน้ำมัน นิยมใช้ในอุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์ เครื่องสำอาง และงานเคลือบต่างๆ (Freund และคณะ 1982) แว็กซ์จากถ่านหินได้จากถ่านหินสีน้ำตาล (Brown coal) หรือลิกไนต์ (Lignite) เกิดจากซากพืชที่ทับถมใต้พื้นโลกเป็นเวลาหลายล้านปี จึงมีโครงสร้างโมเลกุลและองค์ประกอบทางเคมีที่คล้ายแว็กซ์จากพืช คือประกอบด้วยกรดไขมันและแอลกอฮอล์ สมบัติทางเคมีและกายภาพของแว็กซ์จากถ่านหินขึ้นกับชนิดของพืชต้นกำเนิด การเนาเปื่อย ปริมาณสารอินทรีย์ อุณหภูมิ และความดัน แว็กซ์จากถ่านหินมีความแข็งแรง มีสีเหลืองถึงน้ำตาลเข้ม มีกลิ่นรุนแรง แต่สามารถทำให้บริสุทธิ์หรือฟอกสีได้ นิยมใช้เป็นสารขัดเงา สารเคลือบพลาสติก กระจก และสารหล่อลื่น (Kirk และคณะ 2008) รูปที่ 2.2 แสดงภาพแว็กซ์จากธรรมชาติชนิดต่างๆ

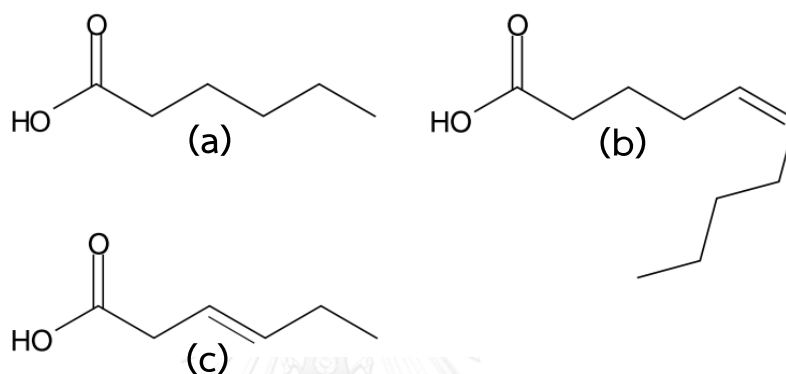


รูปที่ 2.2 แวกซ์จากธรรมชาติชนิดต่างๆ (จากบนลงล่าง) รูป (a) คือ ต้นปาล์มคาร์นูบาและคาร์นูบา แวกซ์ (<http://www.viveirodemudas.com>) (b) คือ แมลงครั่ง รังครั่ง และเซลแล็กแวกซ์ (<http://www.des-shellac.com>) (c) คือ ถ่านหินลิกไนต์ แวกซ์จากถ่านหินลิกไนต์ และแวกซ์ พาราฟิน (<http://zhenmao.en.alibaba.com>)

องค์ประกอบสำคัญของแวกซ์จากธรรมชาติ

แวกซ์จากธรรมชาติมีองค์ประกอบและลักษณะสมบัติที่หลากหลายขึ้นกับต้นกำเนิดและ หน้าที่ที่ถูกผลิตขึ้น โดยมีโครงสร้างโมเลกุลเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว (aliphatic hydrocarbons) ที่ประกอบด้วยโซ่ตรงและโซ่กิ่ง แวกซ์จากพืชและสัตว์มีองค์ประกอบ เอสเตอร์ (ester) ของกรดไขมัน (fatty acid) และแอลกอฮอล์ (alcohol) ขนาดใหญ่ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) เพียงหมู่เดียว (Kirk และคณะ 2008) กรดไขมันแบ่งเป็น 2 ประเภทคือ กรดไขมันอิ่มตัว (Saturated fatty acid) พบมากในไขมันสัตว์ มีพันธะระหว่างคาร์บอนอะตอมเป็นพันธะเดี่ยว ไม่สามารถรับไฮโดรเจนได้อีก มีสูตรทั่วไปคือ $C_nH_{2n}O_2$ ไม่ทำปฏิกิริยากับออกซิเจน จึงมีความเสถียร ไม่ เกิดกลิ่นหืน ส่วนกรดไขมันไม่อิ่มตัว (Unsaturated fatty acid) พบมากในไขมันพืช มีพันธะคู่ ระหว่างคาร์บอนอะตอมอย่างน้อย 1 พันธะ มีจุดหลอมเหลวต่ำกว่ากรดไขมันอิ่มตัวที่มีจำนวน คาร์บอนเท่ากัน แบ่งเป็น 2 ชนิดคือ กรดไขมันไม่อิ่มตัวเชิงเดี่ยว (monounsaturated fatty acid) มี พันธะคู่ 1 ตำแหน่ง และกรดไขมันไม่อิ่มตัวเชิงซ้อน (polyunsaturated fatty acid) มีพันธะคู่ 2

ตำแหน่งขึ้นไป พันธะคู่มี 2 รูปแบบ คือ แบบซิส (Cis) ที่พบในธรรมชาติ และ ทรานส์ (trans) ที่เกิดจากการนำน้ำมันพืชมาผ่านกระบวนการเติมไฮโดรเจน (hydrogenation) ให้จุดหลอมเหลวสูงขึ้น ใช้ในการผลิตเนยเทียม (Margarine) จากน้ำมันพืช ส่วนแอลกอฮอล์ (alcohol) เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่ในโครงสร้างโมเลกุล มีสูตรทั่วไปคือ R-OH เมื่อ R คือหมู่อัลคิล (alkyl group) รูปที่ 2.3 และ 2.4 แสดงโครงสร้างโมเลกุลทั่วไปของกรดไขมันและแอลกอฮอล์ในองค์ประกอบของเอสเทอร์ของแว็กซ์จากพืชและสัตว์



รูปที่ 2 3 โครงสร้างโมเลกุลทั่วไปของกรดไขมัน โดย (a) คือชนิดอิ่มตัว (b) คือชนิดไม่อิ่มตัวแบบซิส และ (c) คือ ชนิดไม่อิ่มตัวแบบทรานส์ (<http://www.sigmaaldrich.com>)

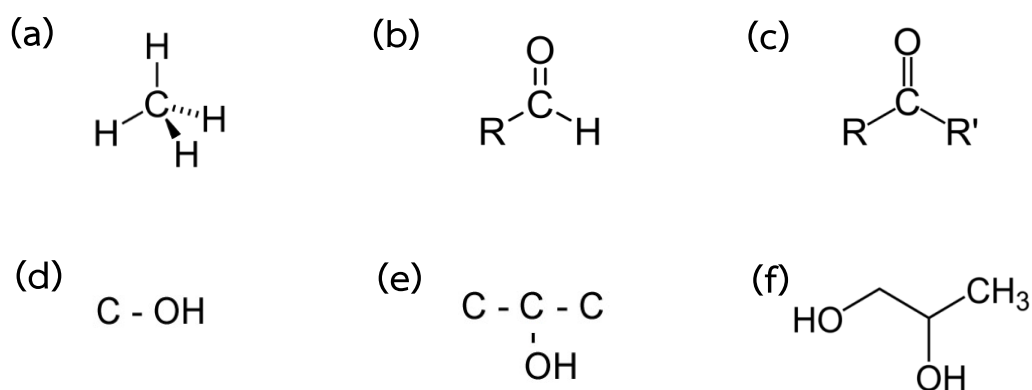


รูปที่ 2.4 โครงสร้างโมเลกุลทั่วไปของแอลกอฮอล์ (<https://commons.wikimedia.org>)

แว็กซ์จากพืชมีโครงสร้างโมเลกุลเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว มีคาร์บอน 20 ถึง 34 อะตอม มีโซ่กิ่งเล็กน้อย ประกอบด้วยหมู่อัลเคน กรดไขมัน แอลกอฮอล์ปฐมภูมิและทุติยภูมิ (primary and secondary alcohol) ไดออล (diols) คีโตน (Ketone) และอัลดีไฮด์ (Aldehyde) เป็นต้น แว็กซ์แต่ละชนิดมีปริมาณอัลเคนที่ต่างกัน (สูงสุดร้อยละ 50) จำนวนอะตอมบ่งบอกความจำเพาะของแว็กซ์แต่ละชนิด เช่น แว็กซ์จากข้าวโพดมีคาร์บอน 32 อะตอม แว็กซ์จากอ้อยและข้าวมีคาร์บอน 28 อะตอม แว็กซ์จากต้นสนมีแอลกอฮอล์ 2 หมู่ มีคาร์บอน 27 และ 29 อะตอม แว็กซ์จากต้นละหุ่ง (castor) มีแอลกอฮอล์ 2 หมู่ มีคาร์บอน 22 ถึง 28 อะตอม เป็นต้น (Kirk และคณะ 2008) ประเภท

ของเอสเทอร์บ่งบอกความจำเพาะของแว็กซ์ได้เช่นกัน เช่น คาร์นูบาแว็กซ์มีเอสเทอร์ไมริซิลซีโรเตต (myricyl cerotate) แคนเดลีลลาแว็กซ์มีเอสเทอร์ของไตรเทอร์พีนอยด์ (triterpenoid ester) เป็นต้น (Pool และคณะ 1940)

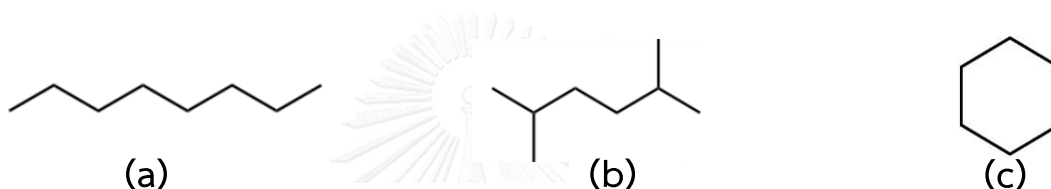
แว็กซ์จากสัตว์ส่วนใหญ่มีปริมาณอัลเคนสายโซ่ตรงสูงกว่าแว็กซ์จากพืช (สูงสุด 100 %) และพบโซ่กิ่งแบบเมทิล (methyl) มากกว่า แว็กซ์จากแมลงมีหมู่อัลเคนและอัตราส่วนของพันธะคู่สูง เนื่องจากมีความสัมพันธ์กับพฤติกรรมการดึงดูดเพศตรงข้ามเพื่อขยายพันธุ์ของแมลง เอสเทอร์ของแว็กซ์จากสัตว์ประกอบด้วยกรดไขมันที่บ่งบอกลักษณะเฉพาะ เช่น ไชผึ้งมีคาร์บอน 36 ถึง 54 อะตอม มีองค์ประกอบหลักคือเอสเทอร์ไมริซิลปาล์มิเตต (myricyl palmitate) และกรดซีโรติก (cerotic acid) เซลแล็กแว็กซ์มีคาร์บอน 28 ถึง 34 อะตอม ประกอบด้วยกรดไขมันชนิดต่างๆ เช่น กรดลิโนซีริก (lignoceric) กรดซีโรติก (cerotic) กรดออลูริติก (aleuritic) และกรดแลคคาอิก (laccic acid) เป็นต้น แว็กซ์จากสัตว์ชนิดอื่น เช่น ไชจากส่วนหัวของวาฬสเปิร์ม (spermaceti) ประกอบด้วยเอสเทอร์เซทิลปาล์มิเตต (cetyl palmitate) (Pool และคณะ 1940) แว็กซ์ขนแกะหรือลาโนลิน (lanolin) ประกอบด้วยเอสเทอร์ของสเตอรอล (sterols) และกรดลาโนลิน (lanolin acid) รูปที่ 2.5 แสดงโครงสร้างโมเลกุลขององค์ประกอบในแว็กซ์จากพืชหรือสัตว์



รูปที่ 2.5 หมู่ฟังก์ชันของแว็กซ์จากพืชหรือสัตว์เป็นองค์ประกอบอินทรีย์จากกระบวนการชีวภาพ โดย (a) คืออนุกรมอัลเคน (b) คืออัลดีไฮด์ (c) คือคีโตน (d) คือแอลกอฮอล์ปฐมภูมิ (e) คือแอลกอฮอล์ทุติยภูมิ และ (f) คือไดออล (<http://www.ck12.org>)

แว็กซ์พาราฟิน (paraffin wax) มีโครงสร้างโมเลกุลต่างจากแว็กซ์จากพืชและสัตว์เนื่องจากไม่มีกรดไขมันและแอลกอฮอล์ แต่เป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาวของอนุกรมอัลเคน (n-alkanes)

ไอโซอัลเคน (iso-alkanes) ไซโคลอัลเคน (Cycloalkanes) หรือแนฟทีน (naphthenes) และ หมู่อัลคิลซึ่งเป็นสารประกอบอะโรเมติกส์ (รูปที่ 2.6) แวกซ์พาราฟินมีคาร์บอน 30 ถึง 60 อะตอม เป็นโซ่ตรงร้อยละ 80 ถึง 90 ที่เหลือเป็นโซ่กิ่งและแนฟทานิกไฮโดรคาร์บอน แวกซ์จากถ่านหิน ประกอบด้วยเรซิน (resin) และแอสฟัลต์ (asphalt) มีองค์ประกอบเอสเทอร์เช่นเดียวกับแวกซ์จากพืชเพราะเกิดจากซากพืชที่ทับถมกันเป็นเวลานาน โครงสร้างโมเลกุลเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว มีคาร์บอน 24 ถึง 30 อะตอม ประกอบด้วยเอสเทอร์ร้อยละ 50 ถึง 60 กรดไขมันร้อยละ 20 ถึง 25 กรดจากเรซินร้อยละ 10 ถึง 15 พอลิเทอร์เพน (polyterpenes) ร้อยละ 3 ถึง 5 และแอลกอฮอล์ ร้อยละ 1 ถึง 1.5 มีจุดหลอมเหลวประมาณ 80 องศาเซลเซียส (Kirk และคณะ 2008)



รูปที่ 2.6 แวกซ์พาราฟินมีองค์ประกอบอินทรีย์จากกระบวนการปิโตรเลียม (a) คือ นอร์มอลอัลเคน (b) คือ ไอโซอัลเคน และ (c) คือ ไซโคลอัลเคน (<http://www.sparknotes.com>)

แวกซ์เป็นของแข็งที่มีภาวะพหุสัณฐาน (polymorphism) ซึ่งหมายถึงการที่โมเลกุลของสารชนิดเดียวกันมีการจัดเรียงตัวกันได้หลายแบบ (Brittain และคณะ 1999) ทำให้สารนั้นมีลักษณะทางกายภาพและทางเคมีที่แตกต่างกัน เช่น ความเป็นผลึก ความเป็นอสัณฐาน และรูปร่างของผลึก คำจำกัดความของพหุสัณฐานที่ International Conference on Harmonization Guideline Q6A1 (ICH Q6A 1999) ใช้นิยามไว้ คือ รูปแบบผลึก (crystalline form) ที่มีความแตกต่างกันของสารชนิดเดียวกัน รวมถึงระบบที่โมเลกุลของตัวทำละลายหรือโมเลกุลของน้ำอยู่ร่วมกับโมเลกุลของสารอื่นด้วย ซึ่งภาวะนี้เรียกว่า ภาวะพหุสัณฐานเทียม (pseudopolymorphism)

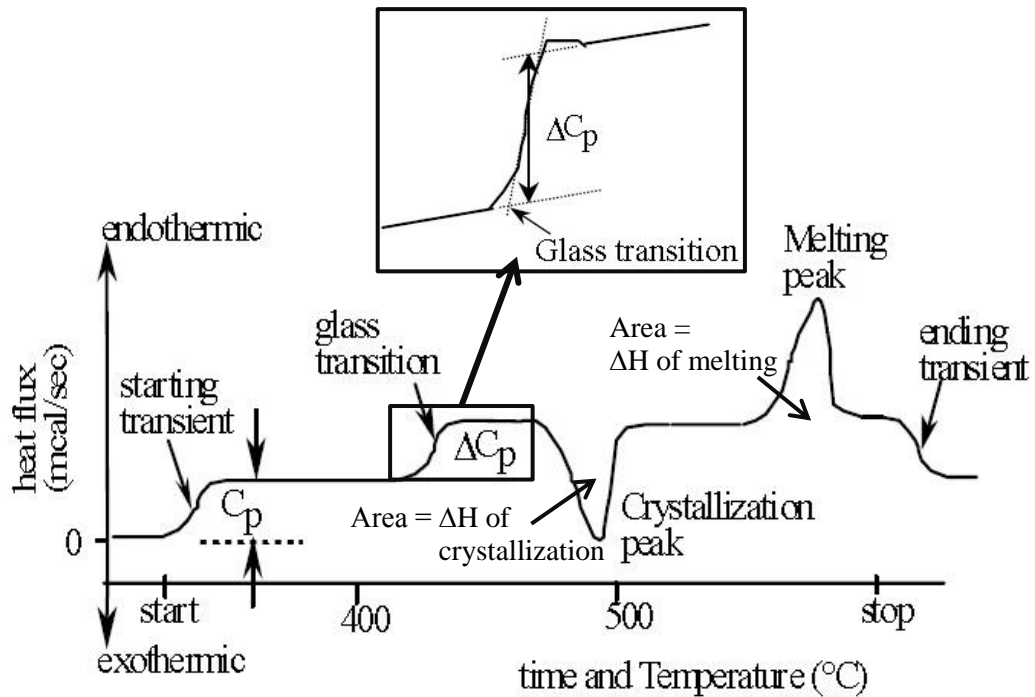
ไขมันส่วนใหญ่มีโครงสร้างแบบพหุสัณฐานที่มีโครงสร้างแตกต่างกันขึ้นกับชนิดของไขมัน การจัดเรียงโครงสร้างอะตอมในหน่วยเซลล์ที่แตกต่างกันเกิดจากองค์ประกอบอัลเคนในโครงสร้างโมเลกุลของไขมัน รูปแบบของการจัดเรียงตัวของไขมันที่พบมากมี 3 รูปแบบ คือ รูปแบบไตรคลินิก (triclinic, β) ซึ่งเป็นรูปแบบที่มีเสถียรภาพมากที่สุด รองลงมา คือ ออธอร์โรมบิก (orthorhombic, β') ที่พบมากในนอร์มัลพาราฟิน กรดไขมัน และเอสเทอร์ของกรดไขมัน และรูปแบบที่มีเสถียรภาพน้อยที่สุด คือ เฮกซาโกนอล (hexagonal, α) ที่มีการเรียงตัวที่ซับซ้อนที่สุด และมีขนาดผลึกเล็กที่สุด

โครงสร้างของพหุสัณฐานมีอิทธิพลต่อประสิทธิภาพการกักเก็บและการปลดปล่อยสารสำคัญ ของระบบนำส่งที่เตรียมจากอนุภาคนาโนจากแว็กซ์หรือไขมันแข็ง การเปลี่ยนแปลงของรูปแบบพหุ สัณฐานระหว่างการเก็บรักษาจะเกิดจากรูปแบบเฮกซาโกนอลเปลี่ยนเป็นออร์ธอโรมบิก และแบบ ออร์ธอโรมบิกเปลี่ยนเป็นไตรคลินิก (Müller และคณะ 2000) อุณหภูมิในการเก็บรักษามีผลต่อการ เปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก โดยโครงสร้างผลึกแบบออร์ธอโรมบิกอาจเปลี่ยนเป็นเฮกซาโกนอลได้ เมื่ออุณหภูมิเข้าใกล้จุดหลอมเหลวของแว็กซ์ เนื่องจากอุณหภูมิทำให้การจัดเรียงตัวโมเลกุลแบบพื้น ปลายของออร์ธอโรมบิกหมุนตามแนวยาวสายโซ่และเปลี่ยนเป็นรูปแบบการจัดเรียงตัวแบบเฮกซา โกนอล (Müller และคณะ 2000) ในกรณีของอนุภาคนาโนไขมันแข็งที่ใช้สำหรับนำส่งสารสำคัญ การ เปลี่ยนแปลงรูปแบบโครงสร้างอาจทำให้สารสำคัญที่ถูกกักเก็บไว้หลุดออกมาและทำให้เกิดการ สลายตัวได้ อนุภาคที่มีการเปลี่ยนโครงสร้างระหว่างการเก็บรักษาจึงไม่สามารถเป็นสื่อกลางในการนำ สารสำคัญเข้าสู่เซลล์หรืออวัยวะเป้าหมาย ลักษณะของพหุสัณฐานในแว็กซ์สามารถวิเคราะห์ได้จาก คุณสมบัติทางความร้อนซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง DSC และการจัดเรียงตัวในโครงสร้างผลึกที่ วิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD)

เทคนิค DSC สามารถวัดการดูดหรือคายพลังงานความร้อนของแว็กซ์ได้ด้วยการให้ความร้อน แก้วสุกและทำให้เย็นตัวลงเพื่อศึกษาสมบัติการหลอมเหลวและการตกผลึก ผลการวิเคราะห์แสดง ออกมาในรูปของกราฟเทอร์โมแกรม (DSC thermogram) ความสัมพันธ์ของอุณหภูมิกับสมบัติทาง ความร้อนของวัสดุสามารถวิเคราะห์ได้จากกราฟได้ (รูปที่ 2.7) พื้นที่ใต้กราฟการให้ความร้อนและการ ทำให้เย็นตัวลงสัมพันธ์โดยตรงกับค่าเอนทัลปี (enthalpy, ΔH) และค่าความจุความร้อน (Heat capacity, ΔC_p) ของการหลอมเหลวและการตกผลึกของวัสดุ

แว็กซ์ที่มีความเป็นผลึกมากและมีโครงสร้างผลึกที่เรียงตัวในรูปแบบเดียวกัน (Uniform orientation) จะมีค่า ΔH ของการหลอมเหลวสูง เนื่องจากต้องใช้พลังงานความร้อนที่สูงกว่าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมภายในโครงสร้างจึงจะสามารถทำลายการจัดเรียงตัวของอะตอมและทำให้เกิด การหลอมเหลวได้ (Beck และคณะ 2011) ค่าความเป็นผลึกของวัสดุซึ่งแสดงผลในรูปร้อยละความ เป็นผลึกจึงสามารถหาได้จากค่าเอนทัลปีของการหลอมเหลว ค่าความจุความร้อนที่เปลี่ยนแปลง (ΔC_p) หาได้จากความชันที่เปลี่ยนแปลงของเส้นกราฟเทอร์โมแกรมซึ่งเกิดจากการที่วัสดุเริ่มเปลี่ยน สถานะจากของแข็งเป็นหลอมเหลวที่อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) (รูปที่ 2.7) ความชันนี้ ไม่ส่งผลต่อค่าเอนทัลปี เนื่องจากมีค่าน้อยมากเมื่อเทียบกับพีคการหลอมเหลว ประสิทธิภาพของ

เครื่อง DSC มีผลต่อการหาค่าความจุความร้อน เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงที่ T_g อาจเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น เครื่อง DSC ที่สามารถวัดค่าความจุความร้อนได้ต้องมีความไวต่ออุณหภูมิอย่างมาก



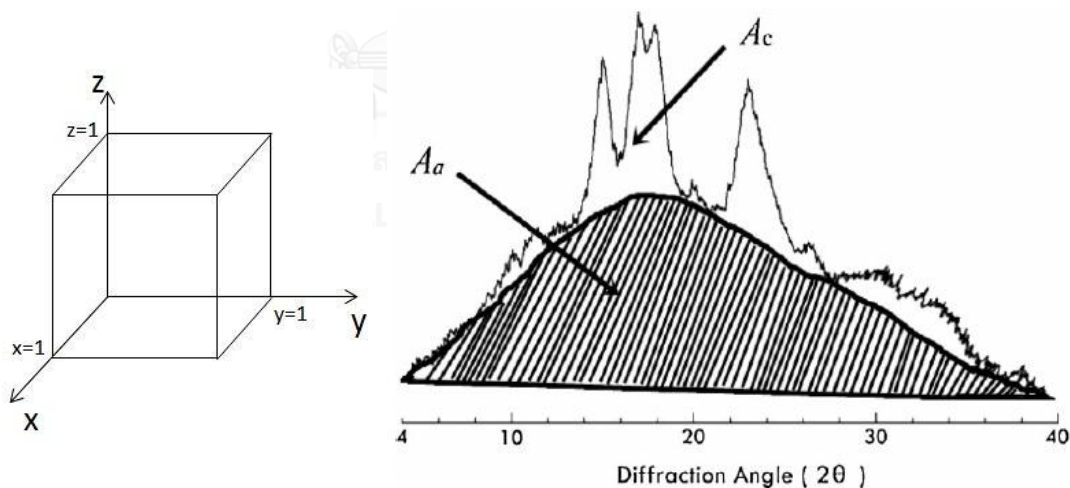
รูปที่ 2.7 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุด้วยกราฟเทอร์โมแกรมที่แสดงความสัมพันธ์ของความร้อนกับอุณหภูมิ และการวิเคราะห์ค่าความจุความร้อน (ΔC_p) จากผลของอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g)

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย XRD ทำได้โดยยิงรังสีเอ็กซ์ที่ทราบความยาวคลื่นให้ตกกระทบบนวัตถุหรืออนุภาค รังสีเอ็กซ์จะเกิดการเลี้ยวเบนที่มุมต่าง ๆ กัน ซึ่งบ่งบอกถึงองค์ประกอบของธาตุ การจัดเรียงตัวของอะตอมหรือโมเลกุล และโครงสร้างผลึกของอนุภาคได้ โดยสามารถวิเคราะห์จากค่า long spacing ที่บ่งบอกความหนาของชั้นโมเลกุล และค่า short spacing ที่บ่งบอกระยะห่างแบบ side-by-side ระหว่างสายโซ่โมเลกุล การใช้เทคนิคนี้สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ การจัดเรียงตัวของอะตอมในหน่วยเซลล์ และโครงสร้างผลึกในหน่วยเซลล์ (unit cell) ได้ การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดขึ้นที่มุม 2θ ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ดังสมการที่ 2.1

$$2d \sin \Theta = n\lambda \quad (2.1)$$

เมื่อ	d	คือ	ระยะห่างระหว่างระนาบ
	Θ	คือ	มุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่พิจารณา
	n	คือ	ลำดับการสะท้อน
	λ	คือ	ความยาวคลื่นรังสีเอ็กซ์

ตำแหน่งพีคของการกระเจิงรังสีเอ็กซ์สามารถใช้หาลักษณะของหน่วยเซลล์ในผลึกได้ โดยวิเคราะห์จากค่าดัชนีของมิลเลอร์ (Miller indice) ซึ่งบ่งบอกถึงการจัดเรียงตัวของอะตอมหรือโมเลกุลของผลึกในหน่วยเซลล์ในรูปแบบระนาบแนวแกน ($h \ l \ k$) โดยค่า h l และ k เป็นเศษส่วนกลับของระนาบที่ตัดแกน x y และ z ของหน่วยเซลล์ ดังรูปที่ 2.8 (a) พื้นที่พิคการกระเจิงรังสีมีความสัมพันธ์กับความเป็นผลึกและความเป็นออสัญฐานของแวกซ์ โดยพื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบของกราฟการกระเจิงรังสีแสดงความเป็นผลึก ส่วนพื้นที่ใต้เส้นโค้งเรียบแสดงความเป็นออสัญฐาน (Kasemwong และคณะ 2011) ดังรูปที่ 2.8 (b) ร้อยละความเป็นผลึกคำนวณจากพื้นที่ใต้พิคด้วยโปรแกรม Smadchrom software (Morgan and Kennedy Research, Australia)



รูปที่ 2.8 (a) คือ ลักษณะของหน่วยเซลล์ และ (b) คือ พื้นที่ของกราฟการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ที่แสดงถึงความเป็นผลึกและออสัญฐานของวัสดุที่นำมาทดสอบด้วยเทคนิค XRD เมื่อ A_c คือ พื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบที่แสดงความเป็นผลึก และ A_a คือ พื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบที่แสดงความเป็นออสัญฐาน (ภาพจาก Kasemwong และคณะ 2011)

2.2 เซลแล็กแว็กซ์

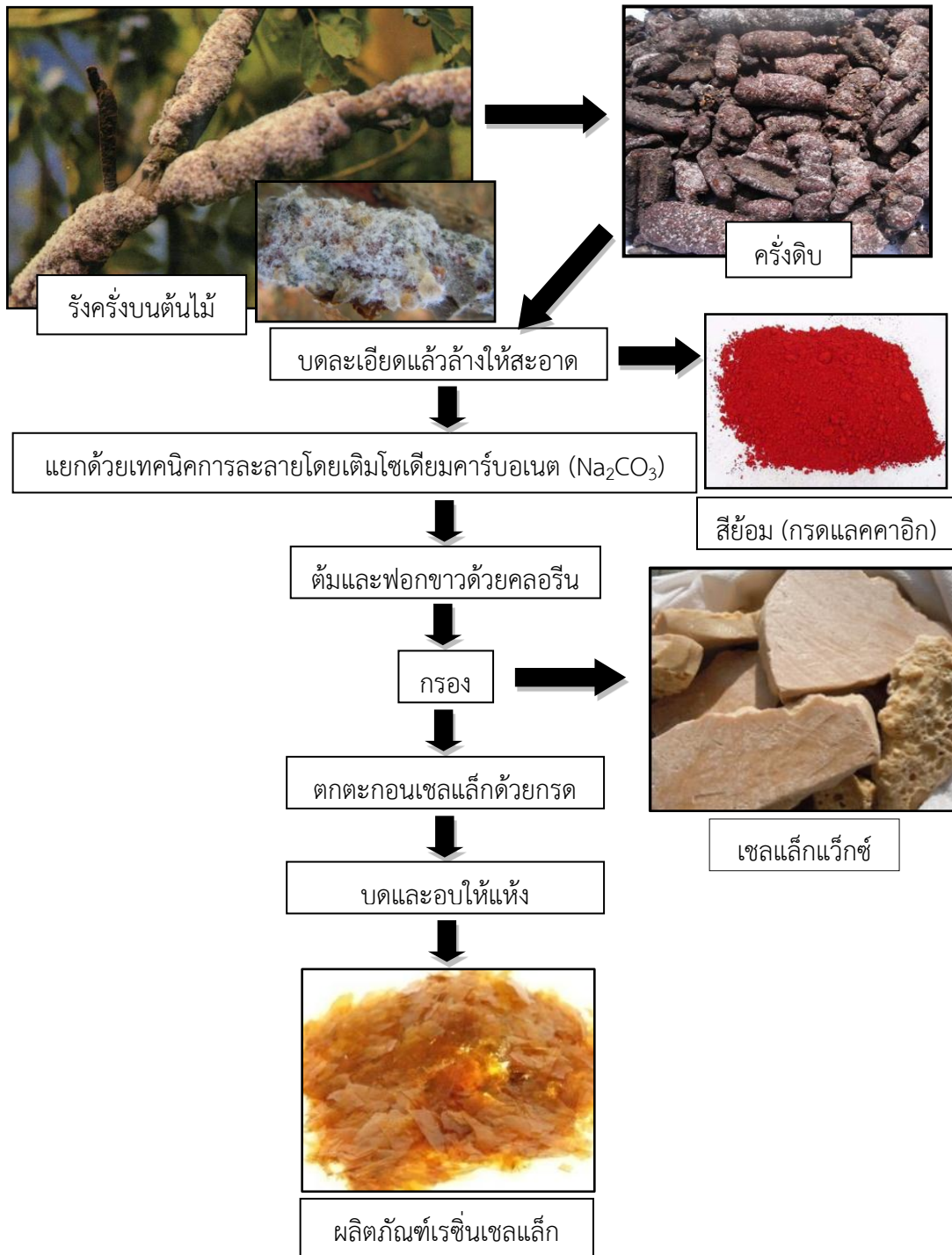
เซลแล็กแว็กซ์ (shellac wax) เป็นผลพลอยได้จากกระบวนการผลิตเรซินเซลแล็ก (shellac resin) จากรังของแมลงครั่ง (*Laccifer lacca* Kerr.) ซึ่งเป็นแมลงสีแดงขนาดเล็กในวงศ์แลกซิเฟอร์ริตี (Lacciferidae) (Wang และคณะ 1999) ที่อาศัยเกาะดูดน้ำเลี้ยงบนต้นพืชมังคุดเป็นอาหาร และขับของเหลวสีเหลืองออกมาห่อหุ้มตัวเองเพื่อป้องกันอันตราย ของเหลวนี้แข็งตัวเมื่อสัมผัสอากาศและมีสีเข้มขึ้นเมื่อเวลาผ่านไปเรียกว่ารังครั่ง โดยมีลักษณะเป็นยางแข็งสีน้ำตาลอมแดงห่อหุ้มรอบกิ่งไม้ รังครั่งที่ถูกแยกออกจากเนื้อไม้เรียกว่ารังดิบ รังดิบมีส่วนประกอบสำคัญคือ เรซินเซลแล็ก สีครั่ง ซากแมลงครั่ง และเซลแล็กแว็กซ์ แมลงครั่งพบได้ทั่วโลก แต่มีเพียงอินเดีย ไทย และจีน เท่านั้นที่ผลิตเรซินเซลแล็กส่งออกเป็นสินค้าเศรษฐกิจ ในประเทศไทยนิยมเลี้ยงแมลงครั่งทางภาคเหนือและภาคตะวันออกเฉียงเหนือ โดยเลี้ยงด้วยด้วยพืชมังคุดประเภทไม้ยืนต้นที่ชอบอากาศชื้น (rain tree) เช่น จามจุรี ทองกวาว สะแก และมะเดื่อ เป็นต้น

รังดิบในประเทศไทยประกอบด้วยเรซินเซลแล็กร้อยละ 70 ถึง 80 โดยน้ำหนัก สีครั่งร้อยละ 4 ถึง 8 โดยน้ำหนัก และเซลแล็กแว็กซ์ร้อยละ 6 ถึง 7 โดยน้ำหนัก (ลิ้มมัทวาริธี 2547)

กระบวนการผลิตเริ่มจากการต้มรังดิบกับน้ำและสารละลายโซเดียมคาร์บอเนตซึ่งมีฤทธิ์เป็นด่างแก่ ปั่นจนทำให้เข้ากันจนมีลักษณะเป็นสารละลาย นำสารละลายมากรองซากแมลงและเศษกิ่งไม้ ออกจากนั้นฟอกสีด้วยคลอรีน แล้วทิ้งให้เย็น เซลแล็กแว็กซ์จะแยกตัวออกจากเรซินเซลแล็กในขั้นตอนนี้ โดยแว็กซ์จะลอยขึ้นมาบนผิวหน้าของสารละลาย แยกแว็กซ์ออกจากกระบวนการผลิตเพื่อจำหน่ายโดยตรงหรือกำจัด จากนั้นเติมกรดลงในสารละลายเพื่อตกตะกอนเรซินเซลแล็ก

รูปที่ 2.9 แสดงกระบวนการผลิตเรซินเซลแล็กเกรดอาหารของบริษัทเอ็กเซลแลค จำกัด (Exellac. Co., Ltd.) จังหวัดลำปาง โดยได้เซลแล็กแว็กซ์เป็นผลพลอยได้

กระบวนการผลิตเรซินเซลแล็ก



รูปที่ 2.9 กระบวนการผลิตเรซินเซลแล็กซึ่งได้เชลแล็กแวกซ์เป็นผลพลอยได้ (ดัดแปลงภาพโดยอ้างอิงจาก <http://www.shellacthailand.com/products.html>)

ลักษณะสมบัติของเซลแล็กแวกซ์

เซลแล็กแวกซ์เป็นไขมันแข็ง (solid lipid) ที่อุณหภูมิห้อง มีจุดหลอมเหลวประมาณ 80 องศาเซลเซียส มีสีเหลืองถึงน้ำตาลขึ้นกับถิ่นกำเนิด ชนิดของต้นไม้ที่ใช้เลี้ยงแมลงครั้ง และองค์ประกอบของสี 2 ชนิด คือ สีแดงจากกรดแลคคาอิก (laccic acid) ที่ละลายได้ในน้ำ และสีเหลืองจากเอริโทรแลกซิน (Erythrolaccin) ที่ละลายในแอลกอฮอล์ (alcohol soluble dye) (Kirk และคณะ 2008) แวกซ์มีความแข็งและมันวาวใกล้เคียงคาร์บูบาแวกซ์ที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม แวกซ์ทั้ง 2 ชนิดนี้สามารถใช้ทดแทนกันหรือผสมกันเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติให้เหมาะสมต่อการใช้งานได้

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางการค้าของเซลแล็กแวกซ์จากบริษัท Roeper (C.E. Roeper GmbH, Germany) และบริษัท tolaram shellac (Tolaram Overseas Corporation , India)

Melting Point	70 – 80°C
Color	Light Yellow
Acid Value	4.0
Saponification value	42.0
Ester value	38.0
Ash content	0.5% (MAX)
Density	0.970 (MAX)

ตารางที่ 2.2 ลักษณะสมบัติของเซลแล็กแวกซ์ในไทย (พันธ์ศิริ ศิริรัชตพงษ์ และคณะ 2008)

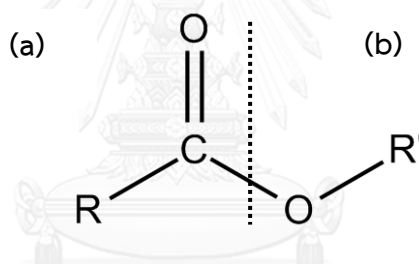
Melting Point	77.7°C
Color	Light Yellow
Acid Value	21.5
Saponification value	146.8
Ester value	168.3
Ash content	0.07%
Moisture content	0.015%

องค์ประกอบทางเคมีของเซลแล็กแวกซ์

เซลแล็กแวกซ์เป็นไขมันแข็งจากธรรมชาติ มีโครงสร้างโมเลกุลเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว มีจำนวนคาร์บอน 28 ถึง 34 อะตอม ประกอบด้วยเอสเทอร์ร้อยละ 70 ถึง 82 แอลกอฮอล์ร้อยละ 8 ถึง 14 กรดไขมันอิสระร้อยละ 1 ถึง 4 และองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนอื่นๆร้อยละ 1 ถึง 6 (Kirk และคณะ 2008) หมู่ฟังก์ชันที่สำคัญ คือ กรดลิโนซีริก (lignoceric acid) กรดซีโรติก (cerotic acid) กรดอาลูริติก (aleuritic acid) กรดแลคคาอิก (laccaic acid) และเออริโทรแลกซิน (Erythrolaccin) ซึ่งเป็นรงควัตถุที่ละลายได้ในแอลกอฮอล์

แวกซ์เอสเทอร์

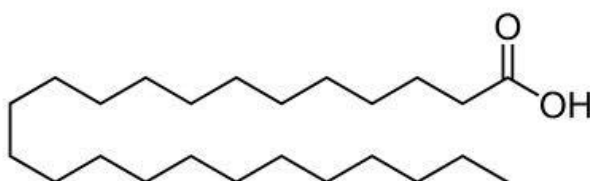
แวกซ์เอสเทอร์เป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว ประกอบด้วยกรดไขมัน (fatty acid) และ แอลกอฮอล์ (fatty alcohol) มีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 2.10 แวกซ์เอสเทอร์เป็นส่วนประกอบหลักในสารจำพวกไขมันจากพืชและสัตว์



รูปที่ 2.10 โครงสร้างโมเลกุลของแวกซ์เอสเทอร์ (a) คือโมเลกุลส่วนที่มาจากกรดไขมัน และ (b) คือโมเลกุลส่วนที่มาจากแอลกอฮอล์ (<https://www.boundless.com>)

กรดลิโนซีริก

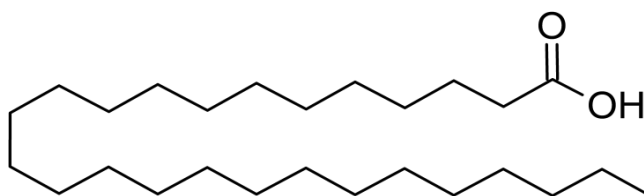
กรดลิโนซีริกหรืออีกชื่อหนึ่งคือกรดเตตระโคซานอิก เป็นกรดไขมันอิ่มตัวที่พบมากในยางไม้ มีองค์ประกอบเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว มีคาร์บอน 24 อะตอม สูตรโครงสร้างอย่างง่ายคือ $C_{23}H_{47}COOH$ มีจุดหลอมเหลว 84.2 องศาเซลเซียส โครงสร้างโมเลกุลแสดงดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 โครงสร้างโมเลกุลของกรดลิโนซีริก (<http://www.ebi.ac.uk>)

กรดซีโรติก

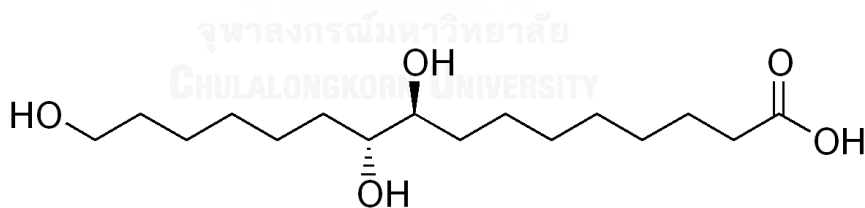
กรดซีโรติกหรือกรดเฮกซาโคซานอิกเป็นกรดไขมันอิ่มตัว มีองค์ประกอบเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว มีคาร์บอน 26 อะตอม สูตรโครงสร้างอย่างง่ายคือ $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{24}\text{COOH}$ พบมากในไขผึ้ง และคาร์นูบาแว็กซ์ มีลักษณะเป็นผลึกแข็งสีขาว จุดหลอมเหลว 61.8 องศาเซลเซียส โครงสร้างโมเลกุลแสดงดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 โครงสร้างโมเลกุลของกรดซีโรติก (<https://commons.wikimedia.org>)

กรดอาลูริติก

กรดอาลูริติก กรดแอลฟา-อาลูริติก (α -aleuritic acid) หรือกรด 9, 10, 16 ไตรไฮดรอกซีปาล์มมิติก (9, 10, 16 trihydroxy palmitic acid) เป็นกรดไขมันอิ่มตัวที่พบในเซลล์เล็กเท่านั้น มีจุดหลอมเหลว 92 ถึง 98 องศาเซลเซียส สูตรโครงสร้างอย่างง่ายคือ $\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_5$ กรดอาลูริติกมีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 2.13 ใช้เป็นวัสดุเริ่มต้นในอุตสาหกรรมน้ำหอม สามารถแยกออกจากเซลล์เล็กด้วยกระบวนการสะaponนิฟิเคชัน (saponification) และการกรอง

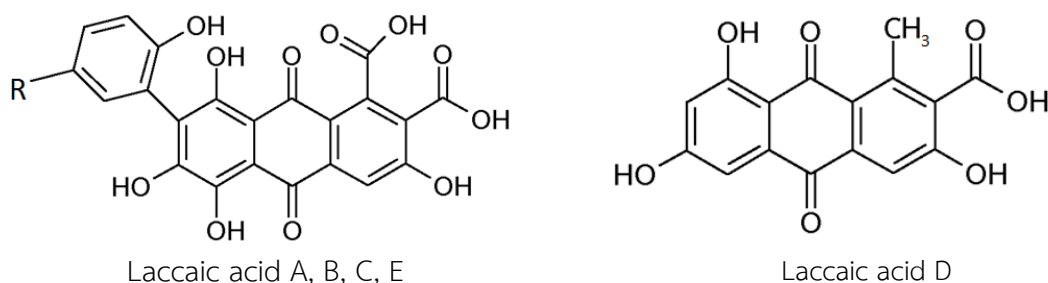


รูปที่ 2.13 โครงสร้างโมเลกุลของกรดอาลูริติก (<https://commons.wikimedia.org>)

กรดแลคคาอิก

กรดแลคคาอิกเป็นสารให้สีแดงในกลุ่มแอนทราควิโนน (Anthraquinones) ซึ่งเป็นรงควัตถุที่มีโครงสร้างแบบอะโรมาติก มีสูตรโครงสร้างอย่างง่ายคือ $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_{10}$ กรดแลคคาอิกมี 5 ชนิด โดยมีโครงสร้างโมเลกุลแตกต่างกัน คือ ชนิด A, B, C, D และ E (Kongkachuichaya และคณะ 2002, Chairat และคณะ 2010) ดังรูปที่ 2.14 กรดแลคคาอิกที่พบมาก คือ ชนิด A คิดเป็นร้อยละ 71 ถึง

96 และชนิด B ร้อยละ 0 ถึง 20 (Wongwad และคณะ 2012) สามารถละลายได้ในน้ำ ตกผลึกได้รวดเร็ว และสลายตัวที่ 180 องศาเซลเซียส

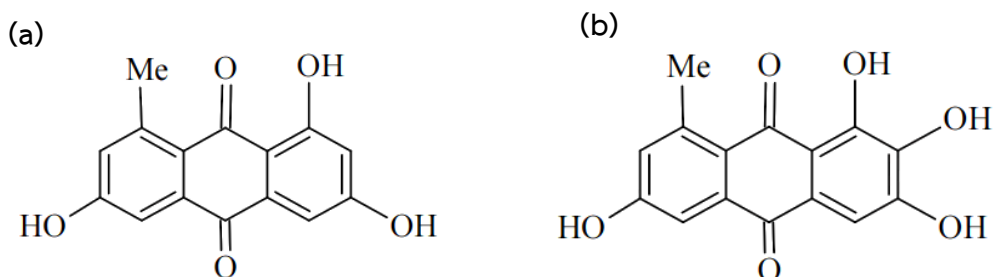


- เมื่อ R ในโครงสร้างของกรดแลคคาอิกชนิด A คือ $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NHCOCH}_3$
 R ในโครงสร้างของกรดแลคคาอิกชนิด B คือ $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$
 R ในโครงสร้างของกรดแลคคาอิกชนิด C คือ $-\text{CH}_2\text{CHNH}_2\text{COOH}$
 R ในโครงสร้างของกรดแลคคาอิกชนิด A คือ $-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

รูปที่ 2.14 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของกรดแลคคาอิกทั้ง 5 ชนิด (Chairat และคณะ 2010)

เออริโทรแลกซิน

เออริโทรแลกซินเป็นรงควัตถุที่ให้สีเหลืองในเซลล์แก๊วกิ้ง ละลายได้เฉพาะในแอลกอฮอล์ ประกอบด้วยสารให้สีสองชนิดคือ ดีออกซีเออริโทรแลกซิน (Deoxyerythrolaccin) และ ไอโซเออริโทรแลกซิน (Isoerythrolaccin) (Kongkachuichaya และคณะ 2002) มีสูตรโครงสร้างอย่างง่ายคือ $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_5$ และ $\text{C}_{15}\text{H}_{11}\text{O}_6$ ตามลำดับ โครงสร้างโมเลกุลแสดงดังรูปที่ 2.15



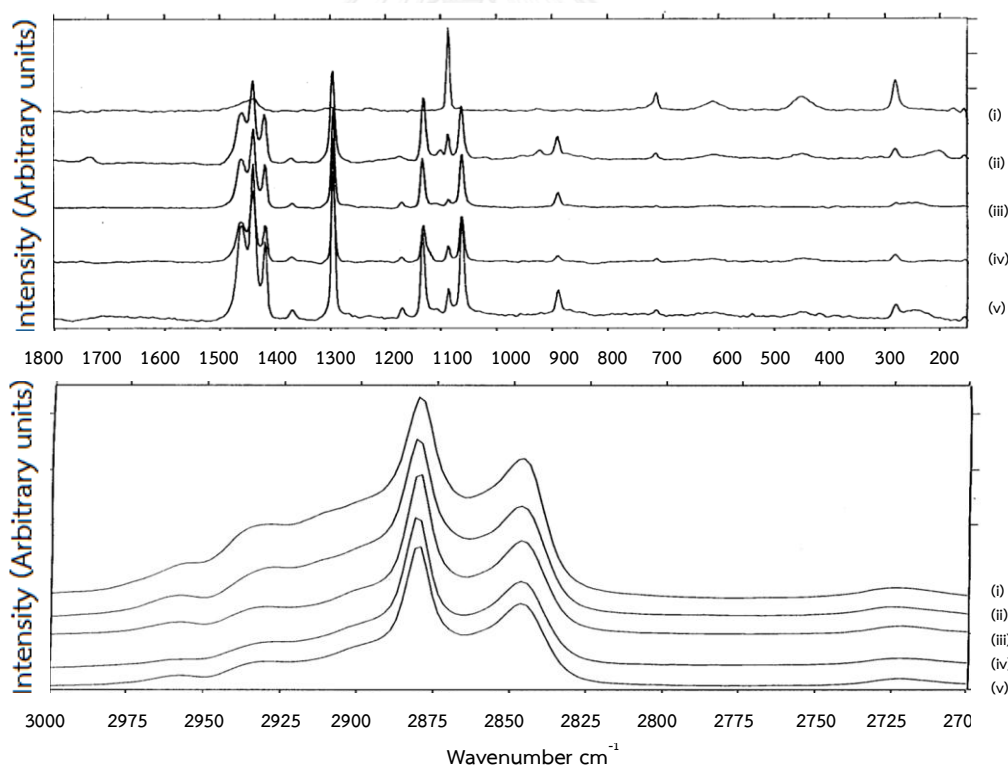
รูปที่ 2.15 แสดงโครงสร้างโมเลกุลของเออริโทรแลกซินทั้ง 2 ชนิด เมื่อ (a) คือ ดีออกซีเออริโทรแลกซิน และ (b) คือ ไอโซเออริโทรแลกซิน (Kongkachuichaya และคณะ 2002)

ตารางที่ 2.3 ลักษณะสมบัติของเซลแล็กส์และแว็กซ์ไฮดรอกซ์ชนิดอื่น (Kirk-Othmer, 2007)

wax	T _m (°C)	Long-chain	special group	% Fatty acid esters	% Free alcohol	% Free acid	% Hydrocarbon	Acid value
Shellac wax	70 - 80	28 - 34 C atom	Lignoceric acid Cerotic acid Aleuritic acid laccaic acid	70 - 82	8 - 14	1 - 4	1 - 6	10 (max)
Beeswax	64	36 - 54 C atom	ethyl ester : paimitate, tetracosanoate, oleate, Cerotic acid	72	1 - 2	12 - 15	10 - 15	3 - 30
Carnauba wax	78 - 85	30 - 34 C atom	Cinnamic acid Cerotic acid	80 - 85	10 - 15	3 - 6	1 - 3	8 (max)
Candelilla wax	67 - 80	29 - 33 C atom	Triterpenoid ester	28 - 30	7 - 9		50	13 - 18
Montan wax	80	24 - 30 C atom	polyterpenes	50 - 60	1 - 1.5	20 - 25	1	32 (max)
Paraffin wax	18-30	18 - 30 C atom	n-, iso-, and Cyclo- alkanes	-	-	-	80-95	3 (max)

การวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลของเซลลैกแว็กซ์

H.G.M. Edwards และคณะ (1997) วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเซลลैกแว็กซ์ ไซจาก วาฬสเปิร์ม เจแปนแว็กซ์ (Japan wax) จากผิวผลไม้ประเภทเบอร์รี่ เคเรซินแว็กซ์ (Ceresin wax) จากแร่ และแว็กซ์พาราฟิน ด้วยเครื่อง Fourier-transform Raman spectroscopic (Bruker IFS66) เลือกรัศมีแสงยาวคลื่น 100 ถึง 3500 cm^{-1} เอกลักษณ์ของเซลลैกแว็กซ์ประเมินจากความเข้มสเปกตรัมของพันธะไฮโดรคาร์บอน โดยพบว่ามีหมู่ CH_2 ของสายโซ่อัลคิล (alkyl chains) ในปริมาณมาก (รูปที่ 2.16) ทำให้หมู่แอลกอฮอล์หรือ OH ซึ่งมีน้อยกว่าไม่ปรากฏพิกที่เด่นชัด พบหมู่ $\nu(\text{C-O})$ ที่ 1087 และ 1062 cm^{-1} พบพิกขนาดเล็กของ $\nu(\text{CH}_3-\text{CH})$ ที่ 2640 cm^{-1} นอกจากนี้ยังพบพิกของ $\delta(\text{CCO})$ ขนาดเล็กกว่าที่ 589 cm^{-1} เซลลैกแว็กซ์แตกต่างจากแว็กซ์พาราฟินเนื่องจากไม่พบหมู่ $\nu(\text{CC})$ ที่ 1107 cm^{-1} และ $\tau(\text{CH}_3)$ ที่ 240 cm^{-1} และต่างจากไขวาฬสเปิร์มและเจแปนแว็กซ์ เนื่องจากไม่แสดงพันธะ $\nu(\text{C=O})$ หมู่ฟังก์ชันในโครงสร้าง (ตารางที่ 2.4) (Edwards และคณะ 1997)



รูปที่ 2.16 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแว็กซ์แต่ละชนิดต่างๆ ด้วย Fourier-transform Raman spectroscopic เมื่อ (i)–(v) คือเจแปนแว็กซ์ แว็กซ์จากวาฬสเปิร์ม เคเรซินแว็กซ์ เซลลैกแว็กซ์ และแว็กซ์พาราฟิน ตามลำดับ (Edwards และคณะ 1997)

ตารางที่ 2.4 ตำแหน่งหมู่ฟังก์ชันของเซลแล็กแวกซ์และพาราฟิน (Edwards และคณะ 1997)

Shellac wax (ν/cm^{-1})	Paraffin wax (ν/cm^{-1})	Approximate assignment of vibration mode
2958	2958	$\nu(\text{CH}_3)$ symmetrical
2846	2847	$\nu(\text{CH}_2)$ symmetrical
2724	2722	$\nu(\text{CH}_3-\text{CH}_2)$
2653	2653	$\nu(\text{CH}_2-\text{CH}_3)$
2640	-	$\nu(\text{CH}_3-\text{CH})$
2615	-	-
1462	1461	$\delta(\text{CH}_2)$ acissoring
1440	1440	$\delta(\text{CH}_2)$ asymmetric bend
1418	1417	$\delta(\text{CH}_2)$
1370	1370	$\delta(\text{CH}_2)$
1296	1294	$\delta(\text{CH}_2)$ twisting
1171	1170	$\nu(\text{CC})$
1130	1132	$\nu(\text{CC})$
-	1107	$\nu(\text{CC})$
1087	1087	$\nu(\text{C-O})$
1062	1060	$\nu(\text{C-O})$
890	889	$\rho(\text{CH}_2)$; $\delta(\text{COC})$
710	712	$\nu(\text{CC})$
589	-	$\delta(\text{CCO})$
282	282	$\tau(\text{CH}_3-\text{CH}_2)$
-	240	$\tau(\text{CH}_3)$
155	550	$\tau(\text{COH})$

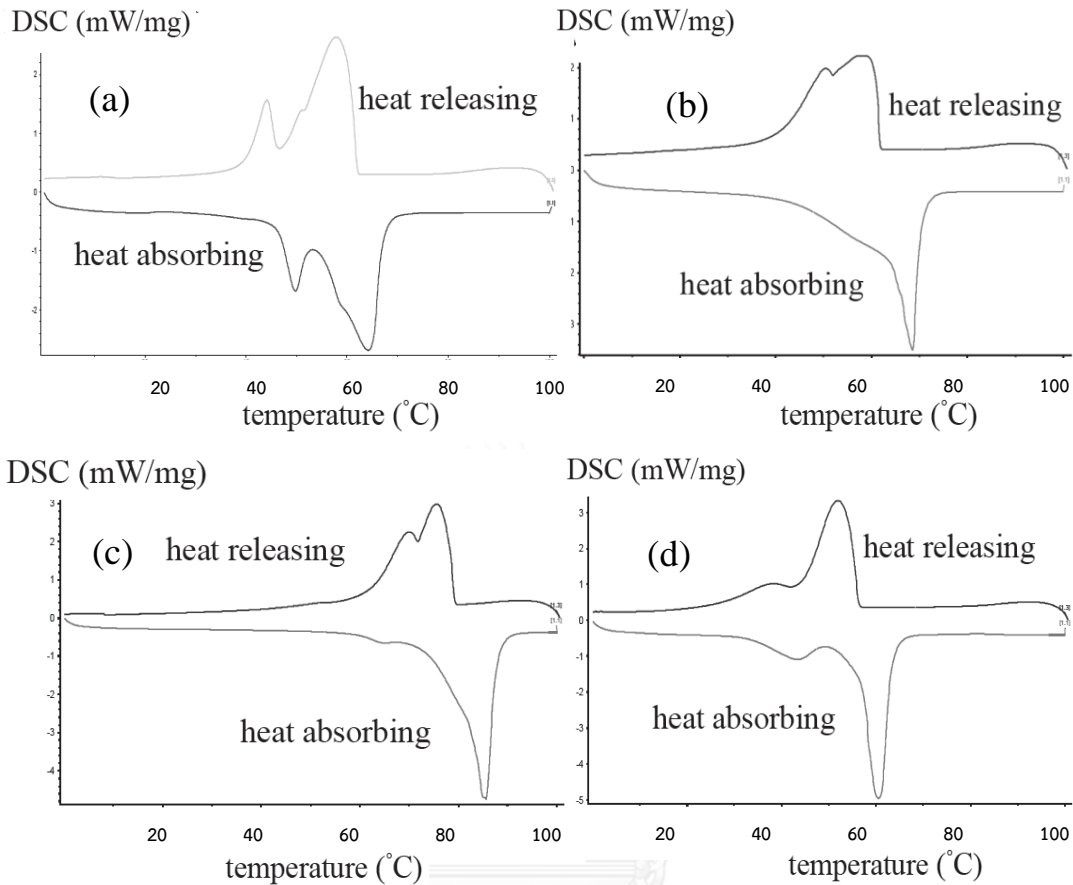
จากการวิเคราะห์โครงสร้างโมเลกุลเซลแล็กแวกซ์พบว่าองค์ประกอบร้อยละ 80 โดยน้ำหนักคือสายโซ่ยาวของกรดอินทรีย์ มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 14 ถึง 34 อะตอม ($\text{C}_{14}-\text{C}_{34}$) เป็นแอลกอฮอล์ร้อยละ 15 ส่วนอีกร้อยละ 5 คือไฮโดรคาร์บอนประเภทนอร์มอลอะลิฟาติก (*n*-aliphatic hydrocarbon) ซึ่งอยู่ในรูปของเพนตะโคเซน (pentacosane) และเฮปตะโคเซน (heptacosane)

คุณสมบัติทางความร้อนของเซลแล็กแว็กซ์

Zhang Ruguo และคณะ (2011) ศึกษาสมบัติทางความร้อนของแว็กซ์จากแมลง พืช และปิโตรเลียมด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimetry (DSC) ซึ่งวิเคราะห์ความไวต่อการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของวัสดุ สามารถวัดองค์ประกอบเคมีที่ทำให้คุณสมบัติทางความร้อนเปลี่ยนแปลงแม้เพียงเล็กน้อย และใช้วิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของแว็กซ์ได้ ในการศึกษาใช้แว็กซ์จากแมลงคือ ไชผึ้ง (beeswax), อินเซคท์ไวท์แว็กซ์ (insect white wax) จากแมลงพื้นเมืองของจีน คอคเคอริน (coccerin wax) จากแมลงโคชินีล (cochineal insect) และเซลแล็กแว็กซ์จากแมลงครึ่งแว็กซ์จากพืชคือคาร์นุบาแว็กซ์ และแว็กซ์จากปิโตรเลียมคือแว็กซ์พาราฟิน จากการวิเคราะห์พบจำนวนพีค (peak) การดูดซับความร้อน (heat absorbing) และพีคการคายความร้อน (heat releasing) 1 ถึง 4 พีค รูปร่างพีคที่ต่างกันแสดงถึงชนิดและปริมาณขององค์ประกอบทางเคมีที่ส่งผลต่อคุณสมบัติทางความร้อน ตารางที่ 2.5 แสดงองค์ประกอบหลักทางเคมีและจำนวนพีคของการหลอมละลายของแว็กซ์ชนิดต่างๆ รูปที่ 2.17 แสดงรูปร่างและจำนวนพีคของการหลอมละลายของแว็กซ์ 4 ชนิด คือ เซลแล็กแว็กซ์ ไชผึ้ง คาร์นุบาแว็กซ์ และพาราฟิน (Zhang และคณะ 2011)

ตารางที่ 2.5 องค์ประกอบแว็กซ์และจำนวนพีคการหลอมละลาย (Zhang และคณะ 2011)

ชนิดของแว็กซ์	จำนวนพีค	องค์ประกอบหลักทางเคมี
insect white wax	1 peak at 80-90°C	aliphatic monobasic acid ester (93-95%)
coccerin	2 peaks at 70-90°C and 90-100°C	ester formed with cochineal wax acids and cochineal wax alcohols
beeswax	1 peaks at 60-70°C	fatty acid ester (72%), free acid (13%), hydrocarbon (13%), etc.
shellac wax	3 peaks at 45-55°C, 55-60°C and 60-70°C	fatty acid ester (70-82%), free alcohols (8-14%) free acid (1-4%), hydrocarbon (1-6%)
carnauba wax	2 peaks at 60-70°C and 75-90°C	fatty acid ester (80-85%), free alcohols (10-15%)
paraffin wax	2 peaks at 30-50°C and 50-70°C	straight chain (80-95%), branched chain alkanes, mono-cycloalkanes ($\leq 20\%$)



รูปที่ 2.17 รูปร่างกราฟสมบัติทางอุณหภูมิจากการวิเคราะห์ด้วย DSC โดย (a) คือ เซลล์เล็กแก้ว (b) คือ ไซฟิ่ง (c) คือ คาร์บอนแก้ว และ (d) คือ พาราฟินแก้ว (Zhang และคณะ 2011)

จากรูปที่ 2.16 พบว่าเซลล์แก้วประกอบด้วยองค์ประกอบเคมีอย่างน้อยสองจำพวก คือ จำพวกที่มีปริมาณน้อยซึ่งปรากฏพิคของการหลอมละลายที่อุณหภูมิ 40 ถึง 60 องศาเซลเซียส ส่วนอีกจำพวกหนึ่งที่มีปริมาณมากกว่าพบพิคของการหลอมละลายที่อุณหภูมิ 60 ถึง 80 องศาเซลเซียส ช่วงอุณหภูมิ 40 ถึง 60 องศาเซลเซียส ซึ่งปรากฏพิคแรกของการหลอมละลายของเซลล์แก้วเป็น ช่วงของการดูดซับความร้อนของกรดไขมันอิสระและสารประเภทไฮโดรคาร์บอน ในขณะที่ช่วง อุณหภูมิ 60 ถึง 80 องศาเซลเซียส พิคที่ได้มีพื้นที่และความสูงมากที่สุด ซึ่งแสดงถึงอุณหภูมิ หลอมเหลวของสารประกอบเอสเทอร์ที่พบมากในเซลล์แก้ว โดยมีปริมาณสูงสุดประมาณร้อยละ 82 ขององค์ประกอบทั้งหมด

ตารางที่ 2.6 แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของแว็กซ์แต่ละชนิด เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้หลอมเหลวหรือเกิดผลึกนั้นขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุลของแว็กซ์ ทำให้สามารถวิเคราะห์ได้ว่าน้ำหนักโมเลกุลของแว็กซ์จากแมลงที่สูงที่สุดก็คือ คอคเคอริน รองลงมาคือ อินเซคไวท์แว็กซ์ เซลแล็กแว็กซ์ และไขผึ้ง ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบจุดหลอมเหลวของแว็กซ์แต่ละชนิดพบว่า คอคเคอรินเป็นแว็กซ์จากแมลงชนิดเดียวที่มีจุดหลอมเหลวสูงกว่าคาร์นุบาแว็กซ์ที่ได้จากพืช แต่จุดหลอมเหลวของแว็กซ์จากแมลงทั้งหมดสูงกว่าพาราฟินแว็กซ์ เนื่องจากโครงสร้างพาราฟินคือแอลเคนสายโซ่ยาวที่มีโซ่กิ่งน้อยจึงมีน้ำหนักโมเลกุลที่น้อยกว่าแว็กซ์ที่ได้จากแมลงซึ่งมีสารประกอบเอสเทอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงและมีโครงสร้างที่ซับซ้อนกว่า ในหมู่ของแว็กซ์ที่ได้มาจากแมลงพบว่าจุดหลอมเหลวของคอคเคอรินนั้นสูงที่สุด รองลงมาคือ อินเซคไวท์แว็กซ์ เซลแล็กแว็กซ์ และไขผึ้ง ตามลำดับ

ตารางที่ 2.6 อุณหภูมิหลอมเหลว การเกิดผลึก ค่าเอนทาลปีของการหลอมเหลว/การเกิดผลึก และค่าความจุความร้อนจำเพาะของแว็กซ์แต่ละชนิด (Zhang และคณะ 2011)

ชนิดของแว็กซ์	น้ำหนัก (mg)	T_{m1} (°C)	T_{m2} (°C)	Q_m (J/g)	Q_c (J/g)	ΔC_{p_m} (J/g.K)	ΔC_{p_c} (J/g.K)
insect white wax	5.3	86.6	71.3	180.7	176.3	18.3	11.2
Coccerin	5.4	90.4	62.6	193.2	177.4	13.4	11.6
Beeswax	5.0	70.3	41.5	168.1	166.9	18.0	10.0
shellac wax	5.3	83.8	43.7	203.2	198.8	10.3	10.1
carnauba wax	5.3	87.8	63.8	204.3	173.6	26.0	15.8
paraffin wax	5.3	63.3	45.6	193.9	193.8	27.1	18.3

T_{m1} : melting point (ending temperature of melting), T_{m2} : ending temperature of crystallizing, Q_m : melting enthalpy, Q_c : crystallization enthalpy, ΔC_{p_m} : change of melting specific heat capacity, ΔC_{p_c} : change of crystallization specific heat capacity

ตารางที่ 2.6 แสดงการเปลี่ยนแปลงที่สำคัญของเอนทาลปีของการหลอมเหลวและการเกิดผลึก (melting/crystallization enthalpy) และการเปลี่ยนแปลงของความจุความร้อนจำเพาะของแว็กซ์ (melting/crystallization heat capacity) ค่าเอนทาลปีหลอมเหลวและตกผลึกของแว็กซ์ที่ได้จากแมลงเรียงจากค่ามากที่สุดไปยังค่าที่ต่ำที่สุด ดังนี้ Q (shellac wax) > Q (coccerin) > Q

(insect white wax) > Q (beeswax) ค่าความจุความร้อนจำเพาะการหลอมเหลว (melting specific heat capacity) ของแว็กซ์จากแมลงจากสูงไปต่ำ คือ ΔC_{p_m} (insect white wax) > ΔC_{p_m} (beeswax) > ΔC_{p_m} (coccerin) > ΔC_{p_m} (shellac wax) และค่าความจุความร้อนจำเพาะของการเกิดผลึก (crystallization specific heat capacity) เรียงจากสูงไปต่ำคือ ΔC_{p_c} (coccerin) > ΔC_{p_c} (insect white wax) > ΔC_{p_c} (shellac wax) > ΔC_{p_c} (beeswax) เมื่อเทียบกับพาราฟิน และคาร์นูบาแว็กซ์พบว่าค่าเอนทาลปีของการหลอมเหลว การเกิดผลึก และค่าความจุความร้อนของแว็กซ์ที่ได้จากแมลงมีค่าต่ำกว่า ยกเว้นเอนทาลปีของเซลแล็กแว็กซ์ที่มีค่าสูงกว่าพาราฟิน เซลแล็กแว็กซ์มีจุดหลอมเหลวและค่าเอนทาลปีที่ไม่สัมพันธ์กันเมื่อเทียบกับแว็กซ์จากแมลงชนิดอื่นๆ แต่ผลที่ได้ยังไม่แน่นอนเนื่องจากตัวอย่างที่ทดสอบเป็นเซลแล็กแว็กซ์ที่มีสิ่งเจือปนสูง นอกจากนี้พบว่าแว็กซ์แต่ละชนิดมีค่าเอนทาลปีของการหลอมละลายสูงกว่าค่าเอนทาลปีของการเกิดผลึก เนื่องจากองค์ประกอบของแว็กซ์สามารถเป็นผลึกได้จากการเกิดผลึกย้อนกลับ

เมื่อพิจารณาคุณสมบัติของแว็กซ์ที่ได้จากแมลงพบว่า แว็กซ์ที่มีจุดหลอมเหลวที่สูงและต่ำที่สุด คือ คอคสะริน อินเซคไวท์แว็กซ์ เซลแล็กแว็กซ์ และไขผึ้ง ตามลำดับ โดยสิ่งที่มีผลต่อจุดหลอมเหลวและเส้นกราฟจากการวิเคราะห์ของแว็กซ์คือองค์ประกอบทางเคมีและน้ำหนักโมเลกุลของแว็กซ์แต่ละชนิด โดยพบว่าแว็กซ์ที่ได้จากแมลงทุกชนิดมีจุดหลอมเหลวสูงกว่าพาราฟิน แต่ต่ำกว่าคาร์นูบาแว็กซ์ ยกเว้นคอคสะรินที่มีจุดหลอมเหลวสูงกว่าเนื่องจากองค์ประกอบและน้ำหนักโมเลกุล นอกจากนี้ยังพบว่าเอนทาลปีการหลอมเหลว/การตกผลึกมีความสัมพันธ์แบบแปรผันตรงกับจุดหลอมเหลวของแว็กซ์ที่ได้จากแมลง ยกเว้นเซลแล็กแว็กซ์ที่มีเอนทาลปีการหลอมเหลว/การตกผลึกสูง โดยพบว่าแว็กซ์ทุกชนิดมีค่าเอนทาลปีของการหลอมเหลวสูงกว่าค่าเอนทาลปีของการตกผลึกเล็กน้อย

การวิเคราะห์ด้วย DSC มีความเหมาะสมในการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติทางอุณหภูมิจากแว็กซ์ที่ได้จากแมลงทั้งในเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ ค่าเอนทาลปีของการหลอมเหลว (ΔH_f) ที่วิเคราะห์ด้วยวิธี DSC สามารถใช้คำนวณหาความเป็นผลึกของวัสดุที่มีแว็กซ์เป็นองค์ประกอบได้ เช่น หาความเป็นผลึกของอิมัลชันที่เตรียมจากจากแว็กซ์ด้วยการคำนวณค่าเอนทาลปีของอิมัลชันเทียบกับค่าเอนทาลปีมาตรฐาน (ΔH_f^0) ของแว็กซ์ชนิดนั้นๆ (Hou และคณะ 2003) การวิเคราะห์ด้วย DSC ไม่สามารถหาลูกประกอบและโครงสร้างทางเคมีได้โดยตรง แต่สามารถวิเคราะห์หาลูกประกอบทางเคมีในแว็กซ์ได้หากองค์ประกอบนั้นมีความสัมพันธ์กับสมบัติทางความร้อนที่เปลี่ยนแปลงไป

ความเป็นพิษต่อเซลล์ของเซลล์แก้ว

พันธ์สิริ ศิริรัชตพงษ์ และพิชญ์นรี ลลิตาภรณ์ (2551) ศึกษาอนุภาคนาโนจากแก้วของเซลล์เพื่อการนำส่งสารสกัดจากธรรมชาติ โดยศึกษาความเป็นพิษของเซลล์แก้วที่มีต่อเซลล์ด้วยการขึ้นรูปอิมัลชันอนุภาคนาโนแข็งมันแข็งจากเซลล์แก้วเป็นฟิล์มบางบนแผ่นกระจกปิดสไลด์ (Glass slip) ฆ่าเชื้อด้วยแก๊สเอทิลีนออกไซด์ (Ethylene oxide) จากนั้นเพาะเลี้ยงเซลล์ L929 ซึ่งเป็นเซลล์ผิวหนังของหนู (mouse fibroblast) ลงบนตัวอย่าง เลี้ยงเซลล์ด้วยอาหารเลี้ยงเซลล์ชนิด Dulbecco's Modified Eagle's Medium (DMEM) 10% FBS, 50 U/ml pen/strep ในสภาวะที่มีแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) ร้อยละ 5 และอุณหภูมิคงที่ 37 องศาเซลเซียส นับจำนวนเซลล์ที่เวลา 6 ชั่วโมงเพื่อประเมินความสามารถในการเกาะติด นับจำนวนเซลล์ที่ 24 และ 48 ชั่วโมง เพื่อประเมินการเจริญเติบโตของเซลล์ด้วยวิธี MTT assay จากผลการศึกษาพบว่า จำนวนเซลล์ที่อยู่บนฟิล์มที่เตรียมจากอนุภาคนาโนของเซลล์แก้วมีจำนวนใกล้เคียงกับการเลี้ยงเซลล์ในกลุ่มควบคุม (กระจกปิดสไลด์เปล่า) จึงสรุปได้ว่า เซลล์แก้วไม่มีความเป็นพิษต่อเซลล์และเข้ากับเซลล์ในร่างกายได้ดี จึงสามารถใช้งานด้านการแพทย์ได้ (ศิริรัชตพงษ์ และคณะ 2551)

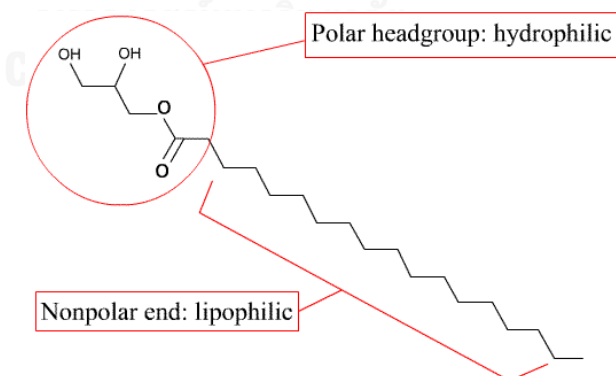
การใช้งานเซลล์แก้วในอุตสาหกรรม

ปัจจุบันมีการใช้เซลล์แก้วอย่างกว้างขวางในอุตสาหกรรม โดยเฉพาะในออสเตรเลียและอังกฤษ ส่วนใหญ่ใช้ในด้านเคลือบและใช้ผสมเข้ากับแก้วชนิดอื่น โดยมีความแข็งแรงและความงามใกล้เคียงกับคาร์บูนาแก้ว จึงสามารถใช้เป็นส่วนผสมและใช้แทนคาร์บูนาแก้วได้ เนื่องจากเซลล์แก้วเป็นแก้วจากธรรมชาติความสะอาดและแหล่งกำเนิดจึงมีผลต่อความมันวาวและความแข็ง มีการใช้เซลล์แก้วเคลือบเงารองเท้า พื้นไม้ ฝักรถยนต์ ยาทาเล็บ ใช้ปิดผนึกขวดแก้ว ใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษคาร์บอน หมึกพิมพ์ และใช้ในการเคลือบผิวผลไม้เพื่อชะลอการสุกด้วย (Sakulwong และคณะ 2011) เซลล์แก้วไม่มีความเป็นพิษต่อร่างกายและเซลล์ จึงสามารถผสมแก้วชนิดอื่นเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมยาและเครื่องสำอาง อาทิ เคลือบยาและวิตามิน ใช้ในการควบคุมการปลดปล่อยยาหรือสารสำคัญ ผสมขึ้นฝักรถอากาศปัด และลิปสติก เป็นต้น เซลล์แก้วเป็นฉนวนไฟฟ้าที่ดีและมีจุดหลอมเหลวสูง จึงมีการนำไปใช้ประโยชน์ด้านอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ด้วย นอกจากนี้ยังใช้เป็นส่วนผสมสำคัญในอุตสาหกรรมสีย้อม อาทิ สีย้อมผ้า ซอล์ก

และสี่เทียน เป็นต้น และยังมีการใช้งานด้านอื่นๆ เช่น ใช้เคลือบกระดานสกี ใช้เป็นสารหล่อลื่นในการขึ้นรูปผลิตภัณฑ์ ใช้ในอุตสาหกรรมยิปซัม และเป็นส่วนประกอบในสารที่ใช้ในการพิมพ์ฟัน เป็นต้น

2.3 สารลดแรงตึงผิว (surface active agent) และค่า Hydrophile-Lipophile Balance (HLB)

สารลดแรงตึงผิวเป็นสารที่มีโครงสร้างโมเลกุลที่มีทั้งส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic, lipophile) และส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophilic, hydrophile) อยู่ด้วยกัน หรือเรียกว่าโมเลกุลแบบ amphiphile ซึ่งมีรากศัพท์จากภาษากรีก โดยคำว่า amphi แปลว่าเป็นคู่หรือทั้ง 2 ข้าง และ philos แปลว่าการดึงดูดหรือความเป็นมิตร โครงสร้างโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวประกอบด้วยส่วนหาง (tail) และส่วนหัว (headgroup) ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.18 โมเลกุลส่วนหางเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาว (long chain hydrocarbon) สามารถละลายได้ดีในสารประเภทไฮโดรคาร์บอนและสารที่ไม่มีขั้ว (non-polar) โมเลกุลส่วนหัวเป็นส่วนที่มีความเป็นขั้ว (polar) ซึ่งมีคุณสมบัติเหมือนน้ำจึงมีความชอบน้ำ สามารถละลายได้ในน้ำหรือสารที่มีขั้ว เมื่อใส่สารลดแรงตึงผิวลงในน้ำที่แยกชั้นอยู่กับไขมันหรือน้ำมัน สารลดแรงตึงผิวจะลดแรงตึงผิวของน้ำลง (lower surface or interface tension) จากการที่โมเลกุลส่วนหัวจับกับน้ำและโมเลกุลส่วนหางจับกับไขมันหรือน้ำมัน ทำให้น้ำและไขมันหรือน้ำมันสามารถอยู่ในวัฏภาคเดียวกันโดยไม่แยกชั้น



รูปที่ 2.18 โครงสร้างโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิว โดยส่วนหัวเป็นโมเลกุลส่วนที่ชอบน้ำ และส่วนหางเป็นโมเลกุลส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (<http://www.wasanlab.com>)

สารลดแรงตึงผิวแบ่งเป็น 3 ชนิด คือ ชนิดสารลดแรงตึงผิวชนิดโมโนเมอร์ มีทั้งแบบมีประจุและไม่มีประจุ มีมวลโมเลกุลต่ำ สามารถแพร่ลงบนพื้นผิวได้รวดเร็ว ช่วยให้เกิดความเสถียรขณะเกิด

อิมัลชัน โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวสามารถเคลื่อนที่เข้าและออกจากพื้นผิวได้ในเชิงไดนามิกส์ ชนิดที่ 2 คือ สารลดแรงตึงผิวชนิดพอลิเมอร์ มีมวลโมเลกุลสูงกว่าสารลดแรงตึงผิวชนิดโมโนเมอร์ มีแรงดึงดูดต่อทั้งเฟสน้ำและน้ำมัน ดูดซับลงบนพื้นผิวได้ช้ากว่าสารลดแรงตึงผิวชนิดโมโนเมอร์ แต่สามารถทำให้เกิดความคงตัวแบบ steric (steric stabilization) หรือเกิดการเชื่อมต่อกับพื้นผิวแบบหลายจุด (multiple attachment point) การดูดซับมีความแข็งแรงและอยู่คงที่บริเวณพื้นที่ผิวประจัน (interface) สารลดแรงตึงผิวชนิดที่ 3 เป็นอนุภาคของแข็งขนาดเล็กที่เคลือบอยู่บนหยดของเหลว กลไกของการเชื่อมต่อกับพื้นผิวคือการเปลี่ยนของเหลวเป็นให้เจล (gel) แบบไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (heterocoagulation) ตัวอย่างเช่น clays activated carbon เป็นต้น (Kirk และคณะ 2008)

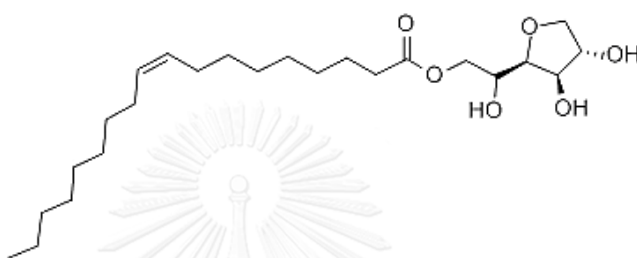
สารลดแรงตึงผิวยังสามารถแบ่งประเภทได้จากลักษณะของการแตกตัวในน้ำ (dissociation in water) โดยแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ และสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุซึ่งสามารถจำแนกออกได้อีกเป็น 2 ชนิด คือสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุแบบแอนไอออนิก (Anionic Surfactants) ซึ่งแตกตัวในน้ำให้ประจุเป็นลบ และสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุแบบแคทไอออนิก (Cationic Surfactants) ซึ่งแตกตัวในน้ำให้ประจุเป็นบวก

สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุมีส่วนชอบน้ำที่ไม่แตกตัวเป็นประจุเมื่อละลายในน้ำ เช่น แอลกอฮอล์ อีเทอร์ (ether) และเอสเทอร์ เป็นต้น ส่วนที่ไม่ชอบน้ำมักเป็นกรดไขมันธรรมชาติ เช่น กรดไขมันโอเลอิก (oleic acid) สารลดแรงตึงผิวชนิดนี้ประจุอาจอยู่ในรูปผงแห้งหรือของเหลว ไม่ค่อยนำไฟฟ้า สามารถใช้ได้ทั้งในน้ำเกลือและน้ำกระด้าง นิยมใช้ในด้านสุขภาพ ยา เครื่องสำอาง และอาหาร เนื่องจากมีความเป็นพิษต่ำ (Salager 2002) และคุณสมบัติไม่เปลี่ยนแปลงที่ค่า pH ต่างๆ (not affected by pH changes) (Sadoqi และคณะ 2009) โดยในงานวิจัยนี้เลือกใช้สารลดแรงตึงผิวแบบไม่มีประจุ 3 ชนิด คือ SPAN[®] 80 TWEEN[®] 80 และ Poloxamer[®] 188

SPAN[®] 80

SPAN[®] 80 เป็นชื่อทางการค้าของ sorbitan monooleate ผลิตจากเอสเทอร์ของซอร์บิทัน (sorbitan) และกรดไขมันโอเลอิก (oleic acid) มีลักษณะเป็นของเหลวใสหนืดสีเหลือง มีค่า HLB (Hydrophile-Lipophile Balance) เท่ากับ 4.3 (Griffin 1949) มีความไม่ชอบน้ำสูง ใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวสำหรับการเตรียมอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน (water in oil, W/O) สูตรโครงสร้างอย่างง่ายคือ C₂₄H₄₄O₆ มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 428.6 มีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 2.19

SPAN[®] 80 สามารถใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวเดี่ยวหรือใช้ผสมกับสารลดแรงตึงผิวชนิดอื่นได้ โดยนิยมผสมสารลดแรงตึงผิวประเภท SPAN[®] ร่วมกับ TWEEN[®] เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวทั้งสองชนิดนี้ได้มาจากอนุพันธ์ของซอร์บิทันและกรดโอเลอิกเช่นเดียวกัน การผสมคู่สารลดแรงตึงผิวที่มีความยาวของสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนเหมือนกันตามตัวเลขกำกับสองหลัก เช่น SPAN[®] 80 ร่วมกับ TWEEN[®] 80 ทำให้เกิดชั้นฟิล์มที่มีความแข็งแรงรอบๆหยดวิฏภาคภายใน (complex interfacial film) สามารถป้องกันการรวมตัวกันของหยดวิฏภาคภายในได้ดี ส่งผลให้อิมัลชันมีความคงตัวที่ดี



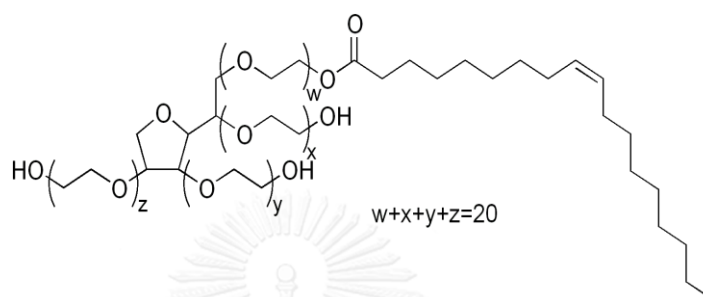
รูปที่ 2.19 โครงสร้างโมเลกุลของ SPAN[®] 80 (<http://www.chemicalbook.com>)

TWEEN[®] 80

TWEEN[®] 80 เป็นชื่อทางการค้าของ polyoxyethylene sorbitan monooleate เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ผลิตจากโพลีเอทอกซีเลตซอร์บิทัน (polyethoxylated sorbitan) และกรดไขมันโอเลอิก มีโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 2.20 ส่วนที่ชอบน้ำมาจากโมเลกุลของโพลีเอทิลีนออกไซด์ (polyethylene oxide, polyoxyethylene, POE) สายโซ่โมเลกุลที่ยาวยิ่งชอบน้ำมาก ลักษณะสำคัญของสารลดแรงตึงผิวที่ประกอบด้วยโมเลกุลชนิดนี้คือ จะมีความชอบน้ำน้อยลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงทำให้โมเลกุลออกซิเจนของออกซิเอทิลีนละลายน้ำได้น้อยลง (Batigöc และคณะ 2011) TWEEN[®] มีความชอบน้ำตามค่า HLB ที่แตกต่างกัน โดยจะตามด้วยตัวเลขสองหลักซึ่งหมายถึงหมู่ที่ไม่ชอบน้ำ ยิ่งตัวเลขน้อยก็จะมีค่า HLB สูงขึ้น

TWEEN[®] 80 เป็นสารละลายใสเหนียวสีเหลือง สามารถละลายได้ในน้ำ มีน้ำหนักโมเลกุล 1,310 มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 (Neugebauer 1990) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการทำอิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำ (oil in water, O/W) แต่เนื่องจากอุณหภูมิมีผลต่อความไม่ชอบน้ำ ดังนั้นที่อุณหภูมิสูงเกินไปอาจทำให้อิมัลชันเกิดการกลับวิฏภาคจากชนิดน้ำมันในน้ำเป็นน้ำในน้ำมัน (water in oil, W/O) ได้ อุณหภูมิที่ทำให้เกิดอิมัลชันมีการกลับวิฏภาคเรียกว่าอุณหภูมิกลับวิฏภาค (Phase Inversion

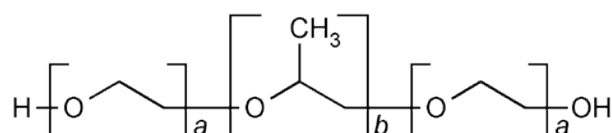
Temperature, PIT) (Shinoda และคณะ 1964) ซึ่งมักเกิดกับอิมัลชันที่ใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุที่มีโมเลกุลของโพลีเอทิลีนออกไซด์เป็นส่วนประกอบ TWEEN[®] 80 มีความเป็นพิษต่อเซลล์ต่ำ มีความเข้ากันได้ต่อร่างกาย นิยมใช้งานในด้านเภสัชกรรม เวชกรรม และในอุตสาหกรรมอาหาร นอกจากนี้ยังมีค่า HLB ที่เหมาะสมต่อการเตรียมอิมัลชันจากคาร์บูบาแว็กซ์ซึ่งมีองค์ประกอบและจุดหลอมเหลวใกล้เคียงกับเซลแล็กแว็กซ์อีกด้วย (Griffin 1949), (Kirk และคณะ 2008)



รูปที่ 2.20 โครงสร้างโมเลกุลของ TWEEN[®] 80 (<https://en.wikipedia.org>)

Poloxamer[®] 188

Poloxamer[®] 188 เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ โครงสร้างโมเลกุลเป็นโคโพลิเมอร์ของโพลีเอทิลีนออกไซด์ และโพลีโพรพิลีนออกไซด์ (polypropylene oxide) ที่เรียงตัวกันแบบไตรบล็อก (tri-block) โมเลกุลของโพลีโพรพิลีนออกไซด์ส่วนที่ไม่ชอบน้ำ ส่วนที่ชอบน้ำคือโพลีเอทิลีนออกไซด์ซึ่งอยู่ที่ปลายสองข้างของโครงสร้างโมเลกุล (รูปที่ 2.21) Poloxamer[®] 188 มีหลายสถานะที่อุณหภูมิห้อง ระบุด้วยตัวอักษร L สำหรับของเหลว P สำหรับลักษณะเป็นก้อนคล้ายดินน้ำมัน และ F สำหรับผงหรือเกล็ดสีขาว ละลายได้ดีในน้ำและแอลกอฮอล์ มีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยราว 7,680 ถึง 9,510 มีค่า HLB เท่ากับ 29.0 (American Pharmaceutical Association, 1994) (Kalam และคณะ 2010) เป็นสารลดแรงตึงผิวที่มีความชอบน้ำสูง ใช้ในการทำอิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำ



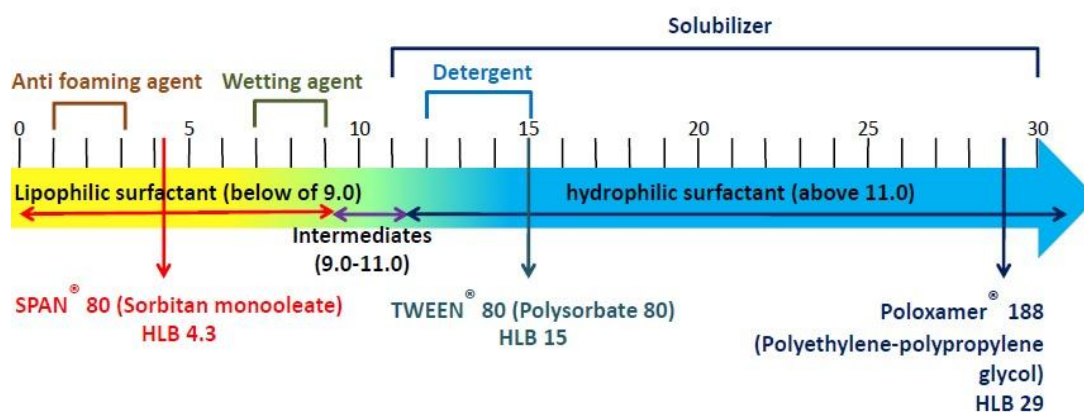
รูปที่ 2.21 โครงสร้างโมเลกุลของ Poloxamer[®] 188 เมื่อ a เท่ากับ 80 และ b เท่ากับ 27 (<http://www.drugfuture.com>)

การเลือกใช้สารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุพิจารณาจากค่า HLB ซึ่งบ่งบอกถึงความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิว (Griffin 1949) ค่า HLB สามารถคำนวณได้จากอัตราส่วนโดยน้ำหนัก (%wt) ของมวลโมเลกุลส่วนที่ชอบน้ำต่อมวลโมเลกุลทั้งหมด ดังสมการที่ 2.2

$$HLB = \frac{1}{5} \left(\frac{M_H}{M_T} \times 100 \right) \quad (2.2)$$

เมื่อ M_H คือ น้ำหนักโมเลกุลของหมู่ที่ชอบน้ำ
 M_T คือ น้ำหนักโมเลกุลของหมู่ที่ชอบน้ำและไม่ชอบน้ำรวมกัน

สารที่มีค่า HLB เท่ากับ 0 จึงเป็นสารที่มีแต่โมเลกุลที่ไม่ชอบน้ำ ระบบ HLB ทำให้เลือกสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมกับวัตถุประสงค์ที่ต้องการนำมาทำเป็นอิมัลชันได้ เนื่องจากวัตถุประสงค์แต่ละตัวมีค่า HLB ที่เหมาะสมในการเกิดอิมัลชันแตกต่างกัน รูปที่ 2.22 แสดงค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวทั้ง 3 ชนิดที่ใช้ในงานวิจัยและลักษณะการใช้งานตามค่า HLB โดยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่ำกว่า 9.0 มีความไม่ชอบน้ำสูง นิยมใช้ในการทำอิมัลชันแบบน้ำในน้ำมัน ค่า HLB ในช่วง 9.0 ถึง 11.0 มีความชอบน้ำเท่ากับไม่ชอบน้ำ และสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB มากกว่า 11.0 มีความชอบน้ำสูง ใช้ในการทำอิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำ (รัตนาพนนท์ และคณะ online)



รูปที่ 2.22 ความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิวทั้ง 3 ชนิดที่ใช้ในงานวิจัย และประเภทการใช้งานสารลดแรงตึงผิวแบ่งตามค่า HLB [ดัดแปลงภาพจากข้อมูลของ (ดัดแปลงภาพโดยอ้างอิงจาก นิธิยา รัตนาพนนท์ และคณะ)

สารลดแรงตึงผิวต่างชนิดสามารถผสมกันได้ โดย ค่า HLB ของการผสมจะสามารถคำนวณได้จากร้อยละโดยน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ผสมและค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวแต่ละชนิด (Griffin 1954)

ตัวอย่างการคำนวณ

การผสมสารลดแรงตึงผิวสองชนิดคือ Tween 80 ซึ่งมีค่า HLB เท่ากับ 15.0 และ Span 80 ซึ่งมีค่า HLB เท่ากับ 4.3 โดยให้มี Tween 80 ร้อยละ 80 และมี Span 80 ร้อยละ 20 จะสามารถคำนวณ HLB ของการผสมกันได้อันนี้

TWEEN 80	80% x 15.0	= 12	+
SPAN 80	20% x 4.3	= 0.9	
HLB of blended surfactants		= 12.9	

ได้ HLB สุดท้ายของการผสมกันเท่ากับ 12.9

2.4 อิมัลชัน (Emulsion)

อิมัลชันเป็นของเหลวเนื้อผสม (Heterogeneous) ประกอบด้วยสารอย่างน้อย 2 ชนิดที่แยกชั้นหรือไม่ผสมกันเป็นเนื้อเดียว และมีการใส่สารลดแรงตึงผิว หรือสารเพิ่มความคงตัว (stabilizer) เพื่อให้ของเหลวชนิดหนึ่งสามารถกระจายตัวในของเหลวอีกชนิดได้โดยไม่แยกชั้น หรือมีระยะเวลาในการแยกชั้นช้าลง อิมัลชันประกอบด้วยสาร 2 ภูมิภาคคือ ภูมิภาคภายใน (internal phase, dispersed phase) ที่กระจายตัวในตัวกลางอื่น และภูมิภาคภายนอก (external phase, dispersion medium หรือ continuous phase) ที่มีภูมิภาคภายในกระจายตัวอยู่ ของเหลวที่มีขั้วจัดอยู่ในประเภทของภูมิภาคน้ำ ส่วนของเหลวที่มีขั้วต่ำหรือไม่มีขั้วนั้นจัดอยู่ในประเภทของภูมิภาคน้ำมัน

โดยทั่วไปอิมัลชันแบ่งเป็น 2 ประเภท คือ อิมัลชันที่มีการกระจายตัวของอนุภาคน้ำมันในภูมิภาคภายนอกที่เป็นน้ำ (O/W) และอิมัลชันที่มีการกระจายตัวของอนุภาคน้ำในภูมิภาคภายนอกที่เป็นน้ำมัน (W/O) นอกจากนี้ยังมีอิมัลชันที่เป็นระบบ multiple emulsion คือมีการกระจายตัวของอนุภาคน้ำในน้ำมันโดยที่ชั้นน้ำมันนั้นกระจายตัวเป็นอนุภาคเล็กๆอยู่ในภูมิภาคภายนอกสุดที่เป็นน้ำ อีกชั้นหนึ่ง (W/O/W) หรืออาจกลับกันอยู่ในรูป O/W/O ก็ได้ การกระจายตัวของของเหลวชนิดหนึ่งในของเหลวอีกชนิดหนึ่งนั้นไม่เรียกว่าอิมัลชันหากการกระจายตัวไม่มีความคงตัวของอนุภาคเป็นระยะ

เวลานานพอสมควร ระยะเวลาของความคงตัวอาจเริ่มตั้งแต่ไม่กี่นาทีจนถึงหลายปี ขึ้นอยู่กับ
วัตถุประสงค์ในการใช้งาน (จันท์ศิริ 2549)

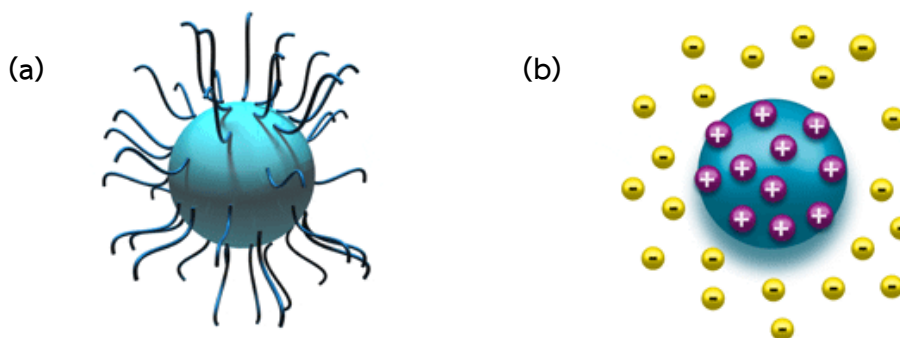
การเตรียมอิมัลชัน (Emulsion preparation)

อิมัลชันที่ดีที่สุดเกิดเมื่อสารลดแรงตึงผิวเคลือบลงบนพื้นผิวหยดของเหลวอย่างสมบูรณ์และมีการ
ดูดซับที่มั่นคง ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการเตรียมอิมัลชันขึ้นกับปริมาณองค์ประกอบของ
ของเหลวทั้ง 2 วัฏภาค ขนาดหรือพื้นที่ผิวของอนุภาคที่ต้องการเตรียม และประสิทธิภาพของสารลด
แรงตึงผิว ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการทำอิมัลชันส่วนใหญ่อยู่ที่ประมาณร้อยละ 1 ถึง 25 โดย
น้ำหนักเมื่อเทียบกับน้ำหนักอิมัลชัน การทำให้อิมัลชันมีความคงตัวทำได้โดยการเพิ่มความหนาแน่น
ของวัฏภาคน้ำให้ใกล้เคียงกับน้ำมันด้วยการใส่พอลิเมอร์สังเคราะห์ที่มีโมเลกุลสูงหรือสารที่มีลักษณะ
เหมือนยางตามธรรมชาติ การเตรียมอิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำ นิยมเตรียมด้วยการให้แรงเฉือน
(mechanical shear) เพื่อทำให้หยดน้ำมันแตกตัวและกระจายตัวในน้ำ (Kirk และคณะ 2008) การ
ให้แรงเฉือนทำได้หลายวิธี เช่น การเขย่าด้วยมือ การปั่นกวนด้วยใบพัด การปั่นผสมด้วยเครื่องปั่น
ผสมความเร็วสูงที่ความเร็วรอบตั้งแต่ 3000 รอบต่อนาที (rpm) ขึ้นไป การอัดของผสมผ่านหัวฉีด
ขนาดเล็กด้วยความดันสูง และการให้แรงเฉือนด้วยการสั่นสะเทือนของคลื่นเสียง เป็นต้น

เมื่อมีการให้แรงเฉือนสูงหรือทำให้เกิดการไหลแบบปั่นป่วน หยดน้ำมันจะกระจายตัวในน้ำ
จนเกิดเป็นอิมัลชัน การไหลแบบ micro-eddies มีผลต่อการกระจายตัวของขนาดหยดน้ำมัน การ
ไหลของทั้งสองวัฏภาคเปลี่ยนแปลงได้ระหว่างกระบวนการเตรียมอิมัลชัน อิมัลชันที่ดีต้องมีหยด
น้ำมันที่กระจายตัวได้ดี มีความคงตัวหลังเตรียม และไม่เกิดการรวมตัวกันเองอีกครั้ง

ความคงตัวของอิมัลชัน (Emulsion stabilization)

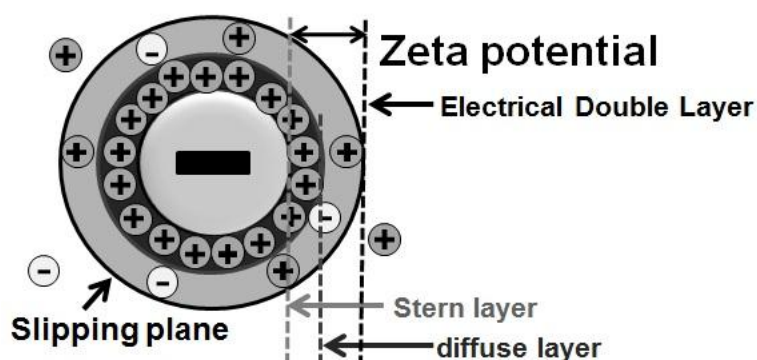
ความคงตัวของอิมัลชันขึ้นอยู่กับ 2 พฤติกรรมหลัก คือความคงตัวแบบ Steric (Steric
stabilization) ซึ่งเกิดจากหยดไขมันถูกรอบคลุมด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ (nonionic
surfactant) หรือชนิดพอลิเมอร์ (polymeric surfactant) และความคงตัวจากแรงผลักทางไฟฟ้า
ระหว่างอนุภาค (electrostatic repulsion) ซึ่งเกิดจากการที่หยดไขมันถูกรอบคลุมด้วยสารลดแรง
ตึงผิวชนิดมีประจุ (ionic surfactant) ลักษณะพฤติกรรมที่เกิดขึ้นกับหยดไขมันแสดงดังรูปที่ 2.23



รูปที่ 2.23 พฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับหยดไขมันในอิมัลชัน รูป (a) คือการเกิด steric stabilization และ (b) คือการเกิด electrostatic repulsion

ความคงตัวแบบ steric เกิดจากใช้พอลิเมอร์หรือสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ที่มีหมู่ทางเคมีที่แตกต่างกัน 2 หมู่ หมู่แรกชอบเกาะบนหยดน้ำมัน ส่วนอีกหมู่หนึ่งชอบยึดตัวออกไปในน้ำ ประสิทธิภาพของแรงผลักขึ้นกับปริมาณสารที่เกาะบนหยดน้ำมันและขนาดระยะยึดของระยาง แรงผลักเกิดจากการที่หยดน้ำมันเข้าใกล้กันจนสายระยางที่ชอบน้ำซ้อนทับและเหนี่ยวนำวฏภาคน้ำเข้าไประหว่างหยดน้ำมัน ทำให้เกิดเป็นแรงผลกออสโมซิสดันหยดน้ำมันให้เคลื่อนที่ออกจากกัน จึงไม่สามารถสัมผัสและรวมตัวกันได้ (Tadros 2004) การแยกตัวออกจากกันทำให้แรงดึงดูดระหว่างขั้วหรือแรงวานเดอวาลส์ (van der waals force) ซึ่งเป็นสาเหตุของการรวมตัวอ่อนลงอีกด้วย (Kirk และคณะ 2008) ความคงตัวแบบ steric เกิดได้ดีในสารละลายที่มีความเข้มข้นของเกลือมาก หรือสารละลายที่มีค่าศักย์เซต้า (zeta potential, ζ) ของพื้นผิวเข้าใกล้ศูนย์ (<http://www4.ncsu.edu>) ความคงตัวชนิดนี้เกิดได้ง่ายแต่หยดน้ำมันอาจรวมตัวเมื่อเวลาผ่านไป

ความคงตัวแบบ electrostatic หรือ charge stabilization เกิดจากแรงผลักทางไฟฟ้ารอบอนุภาคที่มีประจุ (รูปที่ 2.24) ความเข้มข้นขึ้นกับการแตกตัวของประจุและระยะทางที่ห่างจากพื้นผิวของอนุภาค ประจุภายใน diffuse layer เคลื่อนที่ไปกับอนุภาค ส่วนประจุที่อยู่ใน double layer จะอยู่กับวฏภาคกลาง ชั้นผิวระหว่าง diffuse layer และ double layer ที่สามารถเคลื่อนที่ไปมารอบอนุภาคได้ เรียกว่า slipping plane ศักย์ไฟฟ้าที่อยู่ภายใน slipping plane สามารถวัดได้ในรูปของค่าศักย์เซต้า ค่าศักย์เซต้า จึงบ่งบอกความแตกต่างประจุของประจรรอบอนุภาคกับประจุของของเหลว ประจุนบนอนุภาคเกิดจากการใส่สารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุ กรด หรือด่างลงในอิมัลชันอนุภาคที่มีพื้นผิวเป็นกรดมีค่าศักย์เซต้าเป็นลบ ส่วนอนุภาคที่มีพื้นผิวเป็นด่างมีค่าศักย์เซต้าเป็นบวก



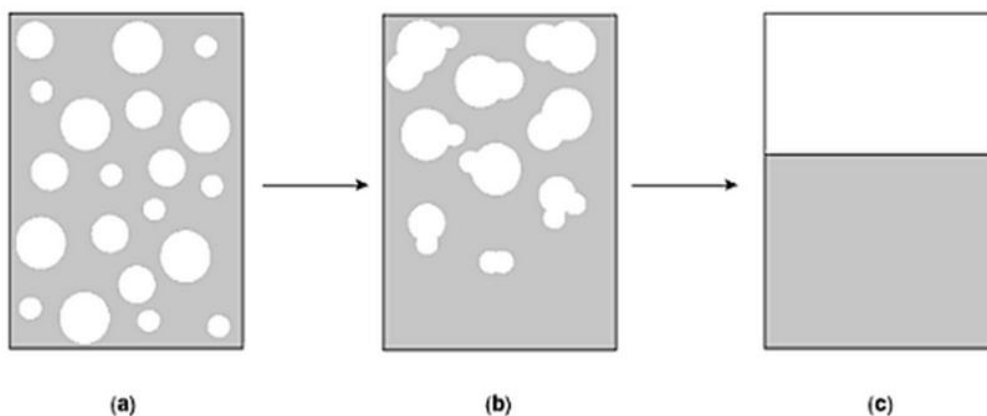
รูปที่ 2.24 ประจุไฟฟ้ารอบอนุภาคน้ำมันในอิมัลชัน (ดัดแปลงภาพโดยอ้างอิงจาก Sample Dispersion and refractive index Guide, Malvern Instruments Ltd., Ver 3.1 1997)

จากการศึกษาพบว่าความเป็นประจุและไม่เป็นประจุของสารลดแรงตึงผิวมีผลกับค่าศักย์เซต้าของอิมัลชัน ยิ่งประจุต่างกันมากอิมัลชันจะยิ่งมีค่าศักย์เซต้ามาก และมีความคงตัวมาก เนื่องจากแรงผลักรวมของประจุช่วยลดการรวมตัวของอนุภาค อิมัลชันที่มีความคงตัวควรมีค่าศักย์เซต้าสูงกว่า ± 25 mV เครื่องหมายบวกหรือลบแสดงถึงประจุบวกหรือลบ (Lieberman และคณะ 1989) อย่างไรก็ตาม ค่าศักย์เซต้าอาจไม่เพียงพอในการบ่งบอกถึงความคงตัวของอิมัลชัน การสังเกตการแยกชั้นของอิมัลชันที่สภาวะต่างๆ จึงมีความสำคัญ เนื่องจากระยะเวลาการเก็บรักษา อุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลง และแรงภายนอกที่กระทำต่ออิมัลชัน ล้วนมีผลต่อความคงตัว (Welin-Berger และคณะ 2000)

M.A. Schubert และ C.C. Müller-Goymann (2005) พบความสัมพันธ์ของค่าศักย์เซต้าและประจุของสารลดแรงตึงผิว จากการศึกษผลของเลซิตินและสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุที่มีต่ออนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งจากน้ำมันปาล์มที่ผ่านการไฮโดรจีเนต การเตรียมอิมัลชันใช้สารลดแรงตึงผิว 2 ชนิดคือ เลซิตินของถั่วเหลือง และ Solutol[®] ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ผลการศึกษาพบว่า ความเข้มข้นของ Solutol[®] ส่งผลต่อขนาด การกระจายตัว และประจุของอนุภาค โดยเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ค่าศักย์เซต้าก็ยิ่งแสดงประจุลบลดลง โดยลดลงเรื่อยๆ จาก -23.4 มิลลิโวลต์ จนเท่ากับ 0 มิลลิโวลต์ โดยการเพิ่มปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุทำให้ค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาค (Polydispersity Index, PI) ลดลง และขนาดของอนุภาคในอิมัลชันลดลงจาก 673.7 นาโนเมตร เป็น 61.4 นาโนเมตร (Schubert และคณะ 2005)

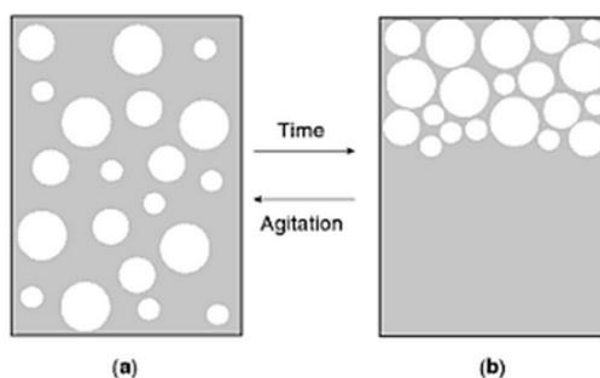
Soheila Kheradmandnia และคณะ (2010) พบว่าค่าศักย์เซต้ามี่ความสัมพันธ์กับประจุของสารลดแรงตึงผิวเช่นกัน จากศึกษาการเตรียมและลักษณะสมบัติของอนุภาคนาโนไขมันแข็งของไขมันและคาร์บอนาแว็กซ์ที่มีการใส่ตัวยาลงไป โดยใช้เลซิตินจากไข่ขาว และ TWEEN[®] 80 ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ ในการทดลองมีการปรับปริมาณ TWEEN[®] 80 จากร้อยละ 0 ถึง 100 โดยน้ำหนัก เพื่อศึกษาผลที่มีต่อขนาดอนุภาคและค่าศักย์เซต้ามี่ พบว่าเมื่อใช้ TWEEN[®] 80 อย่างเดียวได้ค่าศักย์เซต้ามี่ต่ำที่สุด ในขณะที่การใช้เลซิตินเพียงอย่างเดียวได้ค่าศักย์เซต้ามี่สูงที่สุด แต่หากไม่ใส่ TWEEN[®] 80 เลย อิมัลชันจะมีขนาดเท่ากับ 700 นาโนเมตร ซึ่งใหญ่กว่าอนุภาคของอิมัลชันที่มีการใส่ TWEEN[®] 80 ที่ความเข้มข้นต่างๆ (ร้อยละ 40, 50 และ 60 ของสารลดแรงตึงผิวทั้งหมด) ซึ่งได้อิมัลชันที่มีขนาดของอนุภาคไม่เกิน 100 nm แต่หากใช้ TWEEN[®] 80 เพียงอย่างเดียว พบว่าขนาดอนุภาคเพิ่มขึ้นเป็น 250 นาโนเมตร การใช้เลซิตินและ TWEEN[®] 80 ร่วมกันช่วยส่งผลให้อนุภาคมีขนาดเล็กลง (Kheradmandnia และคณะ 2010)

อิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำมีความคงตัวเมื่อหยดน้ำมันแยกตัวออกจากกัน และมีการกระจายตัวที่เป็นรูปแบบสม่ำเสมอในวัฏภาคของน้ำ หากอิมัลชันที่เตรียมไม่มีความคงตัวเพียงพอหยดน้ำมันจะรวมตัวเมื่อเคลื่อนที่มาชนกันจนเป็นหยดที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้เกิดการแยกตัวของทั้ง 2 วัฏภาคซึ่งขัดขวาง (breaking) การเกิดอิมัลชัน (Kirk และคณะ 2008) ดังรูปที่ 2.25



รูปที่ 2.25 (a) คือหยดน้ำมันในวัฏภาคของน้ำ (b) หยดน้ำมันไม่มีความเสถียร เริ่มสูญเสียรูปร่างและเกิดการรวมตัวกัน (c) การเกิด “breaks” ของอิมัลชัน ทั้งสองวัฏภาคแยกชั้นกันอย่างชัดเจน เป็นกระบวนการแบบผันกลับไม่ได้ (Kirk และคณะ 2008)

การผสมกันอย่างง่าย เช่น การเขย่าด้วยมือหรือการให้แรงเฉือนที่ไม่สูงมาก มักไม่ทำให้อิมัลชันมีความคงตัว เนื่องจากหยดน้ำมันยังคงรักษาความเป็นหนึ่งเดียวกันได้และพยายามลอยขึ้นสู่ด้านบน ปรากฏการณ์นี้เรียกว่าการตกตะกอน (sedimentation) หรือการเกิดชั้นครีม (creaming) ซึ่งสามารถเกิดเร็วหากความหนาแน่นของทั้ง 2 วัฏภาคในอิมัลชันมีความแตกต่างกันมาก ปรากฏการณ์ตกตะกอนเกิดจากแรงโน้มถ่วงเป็นสาเหตุหลัก แต่ยังสามารถกลับมาระบายตัวได้เมื่อให้แรงเฉือนอีกครั้ง (Kirk และคณะ 2008) ลักษณะการเกิดการตกตะกอนหรือการเกิดชั้นครีมของอิมัลชันเมื่อเวลาผ่านไปและการกระจายตัวอีกครั้งหลังการให้แรงเฉือนแสดงดังรูป 2.26



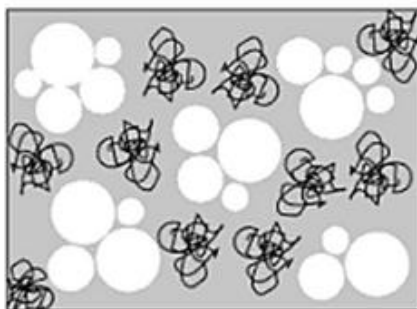
รูปที่ 2.26 ผลของแรงโน้มถ่วงต่อเวลาทำให้อิมัลชันที่มีความหนาแน่นของทั้ง 2 วัฏภาคแตกต่างกันมากในรูป (a) มีการแยกตัวเป็นชั้นครีมดังรูป (b) แต่สามารถกลับมาเป็นอิมัลชันได้เมื่อเขย่าหรือให้แรงเฉือน (Kirk และคณะ 2008)

กฎของ Stokes (Stokes's law) แสดงความสัมพันธ์ของความเร็วในการเกิดชั้นครีมหรือเกิดการตกตะกอน (v) รัศมีของหยดน้ำมัน (r) ความแตกต่างของความหนาแน่นของน้ำและน้ำมันหรือวัฏภาคภายนอกและวัฏภาคภายใน ($\Delta\rho$) และค่าความหนืดพลวัตหรือความหนืดไดนามิกส์ (dynamic viscosity) ของน้ำหรือวัฏภาคภายนอก (η) ไว้ดังสมการที่ 2.3

$$v = \frac{2r^2g\Delta\rho}{9\eta} \quad (2.3)$$

สมการของ Stokes แสดงให้เห็นว่า การเพิ่มความหนืดของน้ำหรือวัฏภาคภายนอก การลดขนาดหยดน้ำมันหรือวัฏภาคภายใน และการเลือกใช้ของเหลววัฏภาคภายในที่มีความหนาแน่นใกล้เคียงกับของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายนอก ล้วนช่วยให้เกิดการตกตะกอนหรือการแยกเป็นชั้นครีมได้ช้าลง ส่งผลให้อิมัลชันมีความคงตัวมากขึ้น ในบางกรณีหยดน้ำมันในอิมัลชันอาจเกิดการรวมตัวแบบ

ผันกลับได้ (flocculation) โดยหยดน้ำมันจะเข้าใกล้กันแต่ไม่สัมผัสกันเนื่องจากยังมีพลังงานศักย์อ่อนๆ ผลักกันบริเวณพื้นผิว การแก้ปัญหาทำได้โดยการใส่พอลิเมอร์ที่ไม่ดูดซับบนหยดน้ำมัน พอลิเมอร์จะกระจายตัวในน้ำและช่วยแยกกลุ่มหยดน้ำมันออกจากกัน ดังรูป 2.27

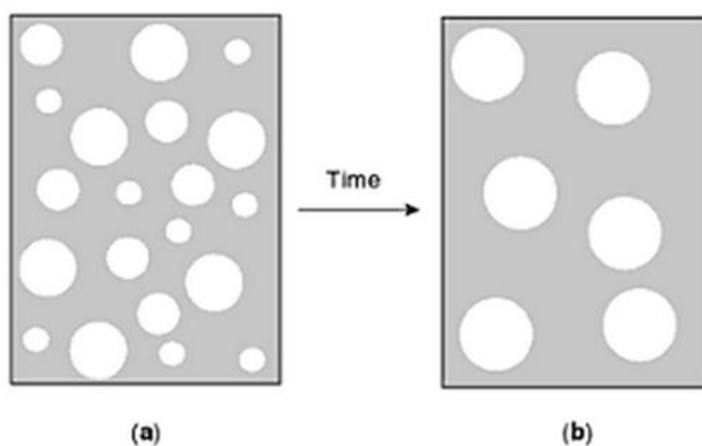


รูปที่ 2.27 การใส่พอลิเมอร์ที่ไม่ดูดซับในน้ำมัน (non-adsorbing polymer) จะช่วยแยกกลุ่มหยดน้ำมันออกจากกัน ทำให้น้ำมันกระจายตัวในน้ำได้ดีขึ้น (Kirk และคณะ 2008)

การเกิดขึ้นฟิล์มที่มีความหนาแน่นสูงหรือการเกิดผลึกของของเหลว (liquid crystals) บริเวณพื้นผิวของหยดน้ำมัน มักเกิดกับอิมัลชันที่มีอัตราส่วนของน้ำมันหรือวัฏภาคภายในและสารลดแรงตึงผิวสูง ขณะที่ปริมาณของน้ำหรือวัฏภาคภายนอกที่น้อยกว่า ทำให้ของเหลวมีโครงสร้างที่เรียงตัวกันอย่างหนาแน่นบริเวณพื้นที่ผิวประจัน (interface) ซึ่งช่วยป้องกันไม่ให้อนุภาครวมตัวกันได้ กลไกการเกิดผลึกของเหลวยังไม่เป็นที่เข้าใจนักในปัจจุบัน การหาอัตราส่วนของวัฏภาคภายในและสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมจึงควรเลือกจากการทดลองมากกว่าทฤษฎี (Kirk และคณะ 2008)

เนื่องจากอิมัลชันมีรูปแบบการกระจายตัวและขนาดอนุภาคที่แตกต่างกัน หยดน้ำมันที่อยู่ในอิมัลชันจึงมีได้ทั้งขนาดเล็กและใหญ่ ทำให้เกิดปรากฏการณ์ Ostwald Ripening ที่เป็นสาเหตุทำให้ความคงตัวของอิมัลชันลดลง ปรากฏการณ์นี้เกิดจากขนาดหยดวัฏภาคภายในที่แตกต่างกันสามารถในการละลายในวัฏภาคภายนอกได้ไม่เท่ากัน หยดน้ำมันขนาดเล็กจึงหายไปหรือเกิดรวมตัวกันจนมีขนาดใหญ่ขึ้นจากเดิม โดยแรงดันหรือศักย์เคมีของโมเลกุลภายในเป็นสัดส่วนกลับกับรัศมีหยดน้ำมัน (Tadros 2004) เมื่อหยดน้ำมันมีขนาดใหญ่ขึ้นจะทำให้พื้นที่ผิวประจันลดลงดังรูปที่ 2.28 ซึ่งมีผลต่อคุณสมบัติของอิมัลชัน เช่น สมบัติการไหล ประสิทธิภาพ และสมบัติทางกายภาพอื่นๆ ปรากฏการณ์ Ostwald Ripening เกิดขึ้นได้แม้วัฏภาคภายในจะมีค่าการละลายในวัฏภาคภายนอกที่ต่ำมาก (ระดับ ppm) และสามารถเกิดได้เร็วขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ วิธีที่จะทำให้ปรากฏการณ์นี้เกิดช้าลงคือการลดการ

แพร่กระจายของวัฏภาคภายในสู่พื้นที่ผิวประจัน ซึ่งทำได้โดยการใส่สารลดแรงตึงผิวร่วม ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวอีกชนิดหนึ่งที่มีมวลโมเลกุลต่ำ ละลายได้ในวัฏภาคภายในแต่ไม่ละลายในวัฏภาคภายนอก เมื่อมีสารลดแรงตึงผิว 2 ชนิดบนผิวหยดอนุภาค การแบ่งส่วนขององค์ประกอบทั้ง 2 จะทำให้ศักย์ทางเคมี (chemical potential) ระหว่างหยดอนุภาคมีค่าเท่ากันแม้ขนาดอนุภาคจะต่างกัน ทำให้เกิดสมดุลระหว่างอนุภาค หากสารลดแรงตึงผิวร่วมไม่ละลายในวัฏภาคภายนอก จะทำให้การกระจายของขนาดหยดอนุภาคไม่เปลี่ยนแปลงจากค่าเริ่มต้น อัตราการเพิ่มขนาดอนุภาคจึงเป็นศูนย์ ข้อจำกัดของการใช้วิธีนี้คือ สารลดแรงตึงผิวร่วมต้องไม่ละลายหรือละลายได้น้อยในวัฏภาคภายนอก และต้องเข้ากันได้ดีกับวัฏภาคภายใน การลด Ostwald Ripening อีกวิธีหนึ่งคือการทำให้เกิดผลึกของของเหลวที่พื้นที่ผิวประจัน เพื่อป้องกันการละลายเข้าหากันของ 2 วัฏภาค ปปรากฏการณ์ Ostwald Ripening กำจัดได้ยากและเป็นปัญหาที่สำคัญต่อความคงตัวของอิมัลชัน (Kirk และคณะ 2008)



รูปที่ 2.28 วัฏภาคภายในของอิมัลชันในรูป (a) สามารถละลายได้เล็กน้อยในวัฏภาคภายนอก อาจทำให้หยดวัฏภาคภายในหายไป หรือเกิดการรวมตัวกลายเป็นหยดขนาดใหญ่ดังรูป (b) ปปรากฏการณ์นี้คือ Ostwald Ripening (Kirk และคณะ 2008)

อิมัลชันที่มีอนุภาคขนาดเล็ก (Microemulsion)

โดยทั่วไปอิมัลชันที่มีขนาดตั้งแต่ 10 ถึง 1000 นาโนเมตรจะเรียกว่า นาโนอิมัลชัน ซึ่งสามารถแบ่งได้ 2 ประเภท ตามช่วงขนาดอนุภาค นาโนอิมัลชันที่มีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 200 ถึง 1000 นาโนเมตร เรียกว่า มาโครอิมัลชัน (macroemulsion) ส่วนอิมัลชันที่มีอนุภาคตั้งแต่ 10 ถึง 200 นาโนเมตร เรียกว่า ไมโครอิมัลชัน มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าความยาว 1 ใน 4 ของความยาวคลื่นแสง ทำ

ให้มีลักษณะโปร่งแสง (transparent) หรือกึ่งโปร่งแสง (translucent) เป็นอิมัลชันที่ใสหรือขุ่นมัวแต่ยอมให้แสงผ่านได้เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า ไมโครอิมัลชันมีความคงตัวต่ออุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลง และความคงตัวทางจลน์ต่อการตกตะกอนมากกว่ามาโครอิมัลชัน (Kirk และคณะ 2008)

การเตรียมไมโครอิมัลชันด้วยวิธีให้แรงเฉือนสูงทำได้โดยปั่นกวนอิมัลชันด้วยความเร็วรอบสูง (high speed homogenization) ให้วัฏภาคภายในกระจายตัวในวัฏภาคภายนอก หรือนำมาผสมด้วยความดันสูง (high pressure homogenization) โดยอัดของผสมผ่านหัวฉีดขนาดเล็กให้วัฏภาคภายในแตกตัวเป็นอนุภาคขนาดเล็ก หรือใช้ทั้ง 2 วิธีร่วมกัน นอกจากนี้ยังสามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการกลับวัฏภาค (phase inversion) (Fernandez และคณะ 2004) ซึ่งอุณหภูมิ ความเข้มข้น อิเล็กโทรไลต์ สัดส่วนวัฏภาคภายใน และลักษณะพิเศษของสารลดแรงตึงผิวสามารถทำให้เกิดไมโครอิมัลชันที่จุดอุณหภูมิกลับวัฏภาค (PIT) ได้ สารลดแรงตึงผิวที่ไม่มีประจุบางชนิดมีความไม่ชอบน้ำมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น โดยจุดที่อุณหภูมิเท่ากับ PIT อิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำจะเริ่มมีการกลับวัฏภาคเป็นแบบน้ำในน้ำมัน ที่จุดนี้อิมัลชันจะมีค่าแรงตึงผิวต่ำที่สุด ทำให้หยดอนุภาคขนาดเล็กก่อตัว เมื่อมีการกลับวัฏภาค อิมัลชันจะมีการกระจายตัวแบบน้ำมันในน้ำและน้ำในน้ำมันผสมกัน (bicontinuous) ความคงตัวของไมโครอิมัลชันที่เตรียมด้วยวิธีนี้ขึ้นกับอุณหภูมิ อุณหภูมิที่สูงกว่า PIT ทำให้วัฏภาคภายในรวมตัวกันได้ง่าย ไมโครอิมัลชันที่เตรียมจากสารลดแรงตึงผิวที่มีประจุเกิดการรวมตัวกันเช่นนี้เมื่อใส่สารประกอบที่แตกตัวเป็นอะตอมที่นำไฟฟ้าในสารละลาย หรืออิเล็กโทรไลต์ (electrolyte)

การสูญเสียความคงตัวของอิมัลชัน (Emulsion destabilization)

ความคงตัวของอิมัลชันชนิดมีประจุลดลงหากใส่สารที่มีคุณสมบัติเป็นอิเล็กโทรไลต์ เนื่องจากอิเล็กโทรไลต์ทำให้พลังงานศักย์ระหว่างหยดน้ำมันลดลง ทำให้หยดน้ำมันรวมตัวกันได้เมื่อเข้ามาใกล้กัน ความคงตัวของอิมัลชันชนิดไม่มีประจุลดลงเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง อุณหภูมิสูงหรือต่ำเกินไปทำให้หยดวัฏภาคภายในหลุดออกจากโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจนเกิดการรวมตัวกันแบบผันกลับได้ ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่มากขึ้นหรือลดลงอาจทำให้ระบบสมดุลของอิมัลชันและพื้นผิวประจันเสียหาย ทำให้ความคงตัวของอิมัลชันลดลงเช่นกัน นอกจากนี้แรงทางกลเช่น การปั่นเหวี่ยง การกรอง การทำให้เยือกแข็ง และการให้แรงเฉือน ล้วนมีผลต่อความคงตัวของอิมัลชันทั้งชนิดมีประจุและไม่มีประจุ นอกจากนี้อิมัลชันมักประกอบด้วยส่วนผสมที่มักย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เช่น สารลดแรงตึงผิว และสารช่วยให้ไหลได้ดี การที่สารเหล่านี้สลายตัวอาจทำให้อิมัลชันสิ้นเสถียรภาพและแยก

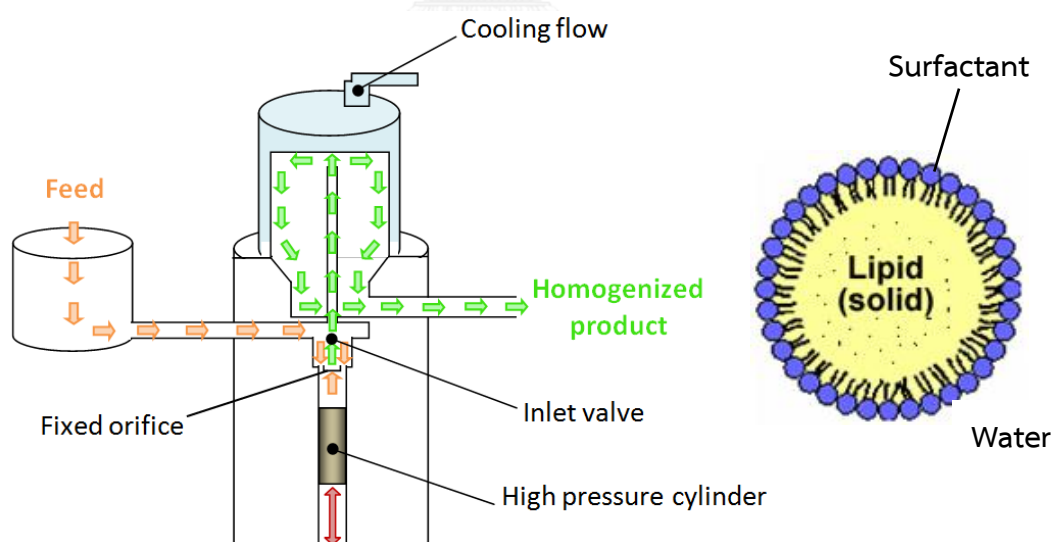
ชั้นได้เช่นกัน การเลือกใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีคุณสมบัติฆ่าเชื้อแบคทีเรีย (biocidal) ซึ่งมีส่วนผสมของเกลือแอมโมเนียมช่วยยืดอายุการใช้งานอิมัลชันได้ หากใช้เกลือชนิดนี้กับระบบไม่ได้ก็อาจใช้สารฆ่าแบคทีเรียได้ โดยใช้ในปริมาณน้อยเพื่อรักษาคุณสมบัติของอิมัลชัน (Kirk และคณะ 2008)

2.5 อิมัลชันแบบอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง (Solid Lipid Nanoparticles, SLNs)

อิมัลชันแบบอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งถูกผลิตขึ้นในปี 1991 (Hou และคณะ 2003) โดยเป็นทางเลือกหนึ่งของระบบนำส่งเช่นเดียวกับไลโปโซม (liposome) อนุภาคนาโนไขมันแข็งเตรียมจากไขมันที่มีความปลอดภัยต่อร่างกายและไม่หลอมละลายที่อุณหภูมิห้องหรืออุณหภูมिर่างกาย อนุภาคชนิดนี้จึงไม่มีความยืดหยุ่นเหมือนกับไลโปโซมหรืออิมัลชันที่เตรียมจากไขมันเหลว อนุภาคนาโนไขมันแข็งถูกพัฒนาขึ้นอย่างรวดเร็วในด้านนาโนเทคโนโลยี เนื่องจากสามารถประยุกต์ใช้งานได้หลายประเภท เช่น ใช้เป็นระบบนำส่งยาและงานวิจัยด้านอื่นๆ อิมัลชันเตรียมจากการผสมไขมันหรือแว็กซ์ที่มีจุดหลอมเหลวสูงกว่าอุณหภูมิห้อง สารลดแรงตึงผิว และวัฏภาคกลางซึ่งอาจเป็นน้ำหรือตัวทำละลายอื่นๆ ผสมที่อุณหภูมิเกินจุดหลอมเหลวของไขมันนั้นๆ ด้วยการให้แรงเฉือนเพื่อให้ไขมันเหลวกระจายตัวเป็นอนุภาคนาโนเมตร จากนั้นทำให้เย็นตัวลง อนุภาคจะกลายเป็นไขมันแข็งอีกครั้ง ขนาดอนุภาคมีได้ตั้งแต่ 40 ถึง 1000 นาโนเมตร (Lucks และคณะ 1991) อนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งมีคุณสมบัติที่ดี เนื่องจากมีขนาดเล็กจึงมีพื้นที่ผิวมาก มีความคงตัวสูงเพราะรวมตัวกันช้ากว่าไขมันเหลว ขนาดอนุภาคจึงค่อนข้างคงที่ และสามารถเก็บไว้ได้นานที่อุณหภูมิห้อง (Ekambaram และคณะ 2012)

การเตรียมอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งสามารถเตรียมได้หลายวิธี เช่น วิธีผสมเป็นเนื้อเดียวด้วยความดันสูงที่อุณหภูมิสูงหรือต่ำ (hot/cold high pressure homogenization) การใช้ตัวทำละลายในการเตรียมอิมัลชันและการระเหย (solvent emulsification and evaporation) การแพร่ผ่าน (emulsification-diffusion technique) และการกลับวัฏภาค เป็นต้น (ไมตรีเวช และคณะ) โดยวิธีที่นิยมใช้มากคือวิธีการผสมเป็นเนื้อเดียวด้วยความดันสูงที่อุณหภูมิสูง (hot high pressure homogenization) เนื่องจากทำได้ง่าย ต้นทุนต่ำ ไม่จำเป็นต้องใช้ตัวทำละลาย จึงไม่มีสารเคมีเจือปน และสามารถนำไปพัฒนาเพื่อใช้ในการผลิตระดับอุตสาหกรรมได้ง่าย อิมัลชันที่ได้มีความคงตัวสูง มีอนุภาคขนาดเล็ก (ไม่เกิน 1000 นาโนเมตร) และมีค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่น้อยกว่าการเตรียมด้วยความดันสูงที่อุณหภูมิต่ำ (Pardeike และคณะ 2009)

การผสมด้วยความดันสูงที่อุณหภูมิสูง (hot high pressure homogenization) ทำได้โดยหลอมไขมันที่อุณหภูมิเกินจุดหลอมเหลวก่อนนำไปผสมกับน้ำและสารลดแรงตึงผิวที่อุณหภูมิเดียวกัน จากนั้นผสมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูง (high speed homogenizer) เป็นระยะเวลาหนึ่งเพื่อให้ไขมันแตกตัวเป็นอนุภาคขนาดเล็กจนเกิดเป็นอิมัลชันเบื้องต้น แล้วนำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง (high pressure homogenizer) ซึ่งมีหัวฉีด (orifice) ขนาดเล็กระดับไมครอนต่อกับกระบอกสูบที่ให้ความดันตั้งแต่ 100 ถึง 2000 บาร์ โดยใช้แรงดันส่งอิมัลชันผ่านหัวฉีด เพื่อให้อิมัลชันเคลื่อนที่ด้วยความเร็วสูงในระยะทางสั้นๆ (มากกว่า 1000 กิโลเมตรต่อชั่วโมง) ก่อนอัดกระแทกกับผนังรองรับ การที่อิมัลชันไหลผ่านหัวฉีดขนาดเล็กด้วยความเร็วสูงทำให้แรงเฉือนและแรงควาเวชันสูงชัน (high shear stress and cavitation forces) ส่งผลให้ความหนาแน่นเพิ่มขึ้น อนุภาคจึงแตกตัวให้มีขนาดเล็กลงเพื่อรักษาความหนาแน่นให้เสถียรเช่นเดิม การอัดกระแทกจากความเร็วสูงช่วยทำให้ขนาดอนุภาคลดลงด้วย จากนั้นอิมัลชันจะถูกทำให้เย็นตัวลงจนอนุภาคภายในเป็นไขมันแข็งที่กระจายตัวอยู่ในน้ำ การทำงานของเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงและลักษณะของอนุภาคนาโนไขมันแข็งแสดงดังรูปที่ 2.29



รูปที่ 2.29 การทำงานของเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงและลักษณะของอนุภาคนาโนไขมันแข็ง

J.R. Villalobos-Hernández และ C.C. Müller-Goymann (2005) วิเคราะห์ลักษณะสมบัติระบบนำส่งของสารกันแดดอนินทรีย์ที่เตรียมจากคาร์บอนาเว็กซ์และน้ำมันดีซิลโอเลต (decyl

oleate) ที่เตรียมด้วยเครื่องผสมความดันสูงที่อุณหภูมิสูง โดยใช้สี (pigment) BaSO_4 , SrCO_3 และ TiO_2 ทำหน้าที่กระเจิงและสะท้อนรังสีอัลตราไวโอเล็ต อิมัลชันประกอบด้วยคาร์บูนาเว็กซ์ร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก น้ำมัน Decyl oleate ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ใช้ TWEEN[®] 80 ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เป็นสารลดแรงตึงผิว เตรียมที่อัตราส่วนคาร์บูนาเว็กซ์ : น้ำมัน Decyl oleate เท่ากับ 1 : 1 และ 2 : 1 สีร้อยละ 2 4 และ 6 โดยน้ำหนัก เติมน้ำกลั่น (bi-distilled water) จนเต็มอัตราส่วนร้อยละ เตรียมอิมัลชันเบื้องต้นด้วยเครื่องเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูง ความเร็วรอบ 26,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที ที่อุณหภูมิ 90 ± 5 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปผ่านเครื่องเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงที่ความดัน 300 บาร์ อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส จากการศึกษาพบว่าอนุภาคที่ห่อหุ้มสีมีขนาด 239.0 ถึง 749.9 นาโนเมตร มีค่าศักย์เซตาตั้งแต่ -21.9 ถึง -40.8 มิลลิโวลต์ ซึ่งแสดงถึงความคงตัวที่ดี (Villalobos-Hernández และคณะ 2005)

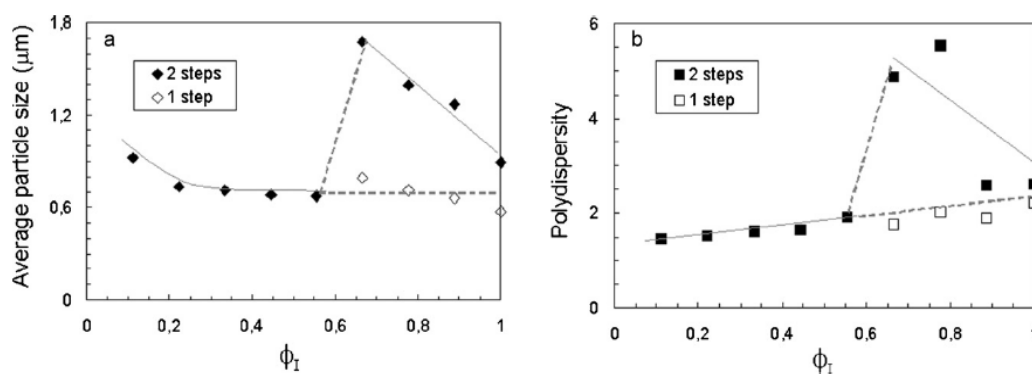
พันธ์สิริ ศิริรัชตพงษ์ และพิชญ์นรี ลลิตาภรณ์ (2551) ศึกษาอนุภาคนาโนจากเว็กซ์ของเซลลูล์ซเพื่อการนำส่งสารสกัดจากธรรมชาติ ภูมิภาคน้ำมันคือเซลลูล์ซเว็กซ์ที่กระจายตัวในน้ำปราศจากไอออน (deionization water) ใช้สารลดแรงตึงผิวไม่มีประจุ poloxamer[®] 188 ช่วยในการกระจายตัว ปั่นผสมเซลลูล์ซเว็กซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูงที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ที่ความเร็วรอบต่างๆ เป็นเวลา 15 นาที ก่อนนำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง จากนั้นลดอุณหภูมิของอิมัลชันเพื่อให้เป็นอนุภาคไขมันแข็ง ในการศึกษา มีการใส่สารสกัดจากขมิ้นชันลงในอิมัลชันที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ กันตั้งแต่ร้อยละ 1 ถึงร้อยละ 5 จากนั้นวิเคราะห์ค่าความคงตัวของจากค่าศักย์เซตาและขนาดอนุภาคไขมันแข็งในอิมัลชัน

จากการศึกษาพบว่าสัดส่วนที่เหมาะสมต่อการขึ้นรูปอนุภาคนาโนไขมันแข็งเพื่อการนำส่งสารสกัดจากขมิ้นชัน คือ เซลลูล์ซเว็กซ์ : poloxamer[®] 188 : น้ำ เท่ากับ 10 : 10 : 80 โดยมีเคอร์คูมินในอนุภาคเว็กซ์เท่ากับร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก เตรียมอิมัลชันด้วยความเร็วรอบ 8000 รอบต่อนาที ก่อนนำมาผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงที่ความดัน 500 บาร์ อิมัลชันที่ใส่เคอร์คูมินมีค่าศักย์เซตาเท่ากับ -26.8 มิลลิโวลต์ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 165.0 นาโนเมตร ส่วนอิมัลชันที่เตรียมในสถานะเดียวกันแต่ไม่มีการเติมเคอร์คูมินมีค่าศักย์เซตาเท่ากับ -17.7 มิลลิโวลต์ และมีอนุภาคภายในขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 171.0 นาโนเมตร จากการทดสอบการเจริญเติบโตของเซลล์พบว่าเซลลูล์ซเว็กซ์ไม่มีความเป็นพิษต่อเซลล์ แต่เคอร์คูมินมีฤทธิ์ในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเซลล์ ผลการศึกษาแสดง

ให้เห็นว่า อนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลลูล์กลีแวกซ์สามารถส่งเสริมการกระจายตัวของยาไม่ละลายน้ำและสามารถส่งสารออกฤทธิ์เข้าสู่เซลล์ได้ (ศิริรัชตพงษ์ และคณะ 2551)

มีการศึกษาอัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุและไม่มีประจุ ความดัน และจำนวนรอบของการให้ความดันที่มีผลต่อขนาดและการกระจายตัวของขนาดอนุภาค (polydispersity index, PDI) โดย J. Vilasau และคณะ (2011) อิมัลชันเตรียมด้วยวิธีผสมเป็นเนื้อเดียวด้วยความดันสูงอุณหภูมิสูง โดยนำแวกซ์พาราฟิน สารลดแรงตึงผิว และน้ำมาปั่นผสมให้เป็นอิมัลชันเบื้องต้นที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงที่ความดันต่างๆ

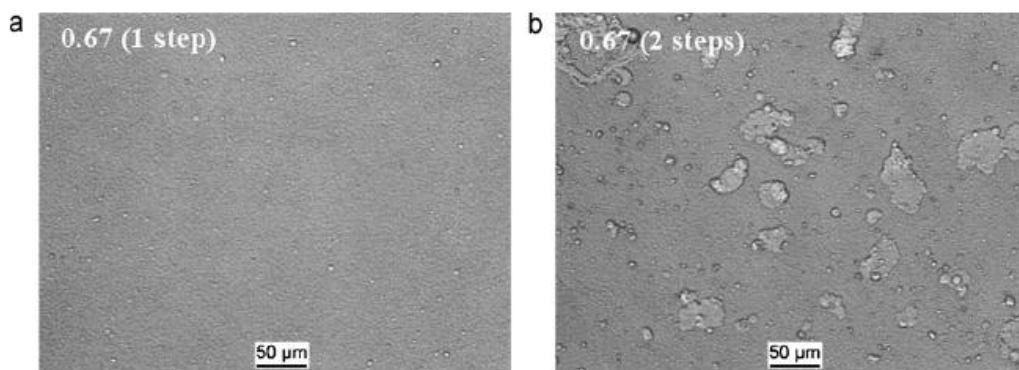
การศึกษาอัตราส่วนสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุต่อสารลดแรงตึงผิวทั้งหมด และจำนวนรอบของการให้ความดันที่มีผลต่อขนาดอนุภาคและการกระจายตัวทำได้โดยกำหนดความเข้มข้นสารลดแรงตึงผิวเท่ากับร้อยละ 1.8 โดยน้ำหนัก เทียบน้ำหนักกับอิมัลชันทั้งหมด โดยให้มีอัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุที่แตกต่างกัน ปั่นผสมให้เป็นอิมัลชันเบื้องต้นจากนั้นนำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงจำนวน 1 รอบ และ 2 รอบ โดยกำหนดความดันในการผสมเท่ากับ 270 เท่าของบรรยากาศ (atm) ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอนุภาคในอิมัลชันแสดงดังรูปที่ 2.30



รูปที่ 2.30 ผลของจำนวนรอบความดันที่มีต่อขนาดและการกระจายตัวของขนาดอนุภาค เมื่อ ϕ_1 คืออัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุต่อสารลดแรงตึงผิวทั้งหมด (Vilasau และคณะ 2011)

จากการศึกษาพบว่าขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคของอิมัลชันที่มีอัตราส่วนสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุน้อยกว่า 0.56 ซึ่งถูกอัดผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง 1 และ 2 รอบ มีความใกล้เคียงกัน แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุพบว่า อิมัลชันที่ผ่านการให้ความดัน 2 รอบ มีอนุภาคใหญ่กว่าและมีการกระจายตัวมากกว่าอิมัลชันที่ให้ความดัน 1 ดังรูปที่ 2.31

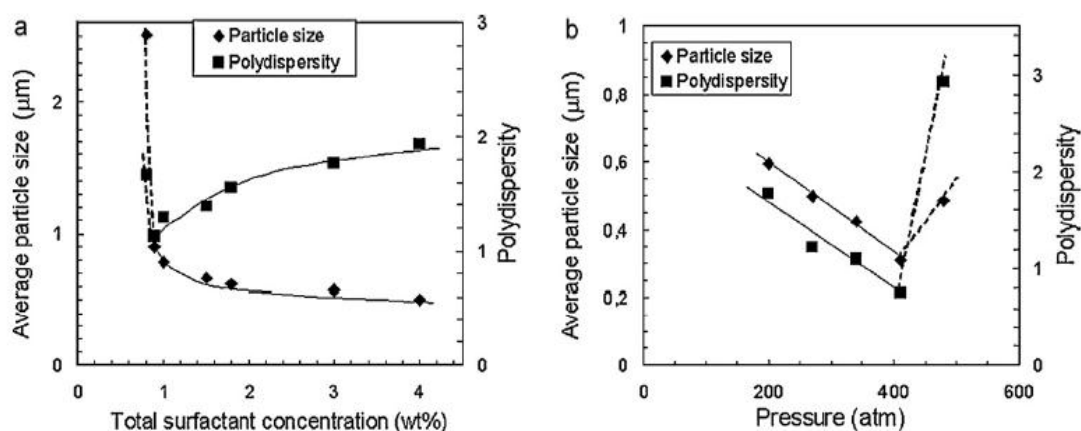
เนื่องจากความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวไม่เพียงพอต่อการครอบคลุมพื้นผิวของอนุภาคที่เล็กลง ทำให้อนุภาครวมตัวกัน นอกจากนี้การให้ความดันอาจทำให้สารลดแรงตึงผิวหลุดออกจากอนุภาคอีกด้วย



รูปที่ 2.31 ภาพจากกล้อง Optical microscope แสดงขนาดอนุภาคเมื่อให้ความดัน 1 รอบ (a) และ 2 รอบ (b) กำหนดให้ ϕ_1 คืออัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุต่อสารลดแรงตึงผิวทั้งหมด มีค่าเท่ากับ 0.67 (Vilasau และคณะ 2011)

ศึกษาผลของปริมาณสารลดแรงตึงผิวโดยกำหนดความเข้มข้นสารลดแรงตึงผิวต่างๆกันในอิมัลชัน นำอิมัลชันไปผ่านเครื่องผสมความดันสูง 1 รอบ ที่ความดันคงที่ 270 เท่าของบรรยากาศ จากนั้นเปรียบเทียบขนาดอนุภาคในอิมัลชันทุกตัวอย่าง พบว่าการใช้สารลดแรงตึงผิวร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก ได้ขนาดอนุภาคเล็กที่สุดแต่มีการกระจายตัวสูงที่สุด ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 2.32 (a)

ศึกษาผลของความดันที่มีต่อขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค โดยกำหนดอัตราส่วนสารลดแรงตึงผิวในอิมัลชันเท่ากับร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก เนื่องจากทำให้อนุภาคมีขนาดเล็กที่สุด นำอิมัลชันไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงสูง 1 รอบ ที่ความดัน 140 ถึง 540 เท่าของบรรยากาศ ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 2.32 (b) อิมัลชันมีขนาดเล็กลงเมื่อเพิ่มความดัน โดยมีขนาดเล็กที่สุดเท่ากับ 310 นาโนเมตรที่ความดัน 410 เท่าของบรรยากาศ แต่เมื่อเพิ่มความดันเกินกว่านี้พบว่าอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นและมีการกระจายตัวของขนาดเพิ่มขึ้น (Vilasau และคณะ 2011)



รูปที่ 2.32 ขนาดและการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในอิมัลชัน เมื่อ (a) ใช้ปริมาณสารลดแรงตึงผิวต่างกัน ปั่นผสมด้วยความดันคงที่ 270 เท่าของความดันบรรยากาศ จำนวน 1 รอบ (b) ให้ความดันต่างกัน 1 รอบ กำหนดให้ความเข้มข้นสารลดแรงตึงผิวเท่ากับร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก (Vilasau และคณะ 2011)

ผลการศึกษาแสดงถึงปัจจัยที่มีผลต่อขนาดอนุภาค คือ ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว ความดัน และจำนวนรอบของการให้ความดัน อิมัลชันที่มีความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวต่ำทำให้เกิดอนุภาคขนาดใหญ่ เนื่องจากปริมาณน้อยจนไม่เพียงพอต่อการครอบคลุมพื้นที่ผิวของอนุภาค การเพิ่มความดันทำให้ความเร็วขณะผ่านหัวฉีดของอิมัลชันสูงขึ้น แรงเฉือนเพิ่มขึ้น อนุภาคจึงมีขนาดเล็กลง แต่หากความเร็วสูงเกินไปสารลดแรงตึงผิวจะดูดซับลงบนพื้นผิวอนุภาคไม่ทันทำให้อนุภาครวมตัวกัน การเพิ่มจำนวนรอบการให้ความดันที่มากเกินไปทำให้อนุภาคใหญ่ขึ้น เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวหลุดออกจากอนุภาคหรืออนุภาคมีขนาดเล็กลงจนปริมาณสารลดแรงตึงผิวไม่เพียงพอ

ผลของชนิดสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อคาร์นูบาแว็กซ์มีการศึกษาในงานวิจัยของ S. P. Lacerda และคณะ (2011) ซึ่งศึกษาการเตรียมและลักษณะสมบัติของระบบนำส่งยา benzophenone-3 ด้วยโครงสร้างการนำส่งแบบ Nanostructured Lipid Carriers (NLCs) วัสดุภาคภายในคือคาร์นูบาแว็กซ์ และน้ำมัน isodecyl oleate วัสดุภาคภายนอกคือน้ำกลั่น (distilled water) ใช้สารลดแรงตึงผิวสองชนิดคือ TWEEN[®] 80 และ poloxamer[®] 188 อิมัลชันเตรียมโดยการผสมสารลดแรงตึงผิวกับน้ำ และผสมแว็กซ์กับน้ำมันอัตราส่วนต่างๆที่อุณหภูมิ 85 องศาเซลเซียส ผสมทั้ง 2 วัสดุภาคเข้าด้วยกัน โดยใช้เครื่องปั่นผสมความเร็วรอบสูง (Ultraturrax) ความเร็ว 26,000 รอบต่อนาที จากนั้นนำไปผ่าน

เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงที่ความดันและจำนวนรอบต่างๆ การทดสอบเพื่อวิเคราะห์แบ่งออกเป็นการทดสอบผลขององค์ประกอบ และการทดสอบผลของสภาวะที่ใช้ในการปั่นผสม

การทดสอบผลขององค์ประกอบทำได้โดยกำหนดอัตราส่วนของวัสดุภายในคือ แวกซ์ : น้ำมัน เท่ากับ 1 : 1 และ 2 : 1 ให้มีปริมาณเท่ากับร้อยละ 5 และ 20 โดยน้ำหนัก เปรียบเทียบผลของสารลดแรงตึงผิว 2 ชนิดคือ TWEEN[®] 80 และ poloxamer[®] 188 ที่ความเข้มข้นร้อยละ 1 และ 3 โดยน้ำหนัก อิมัลชันเตรียมด้วยความเร็วรอบ 26,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 4 นาที นำไปผ่านเครื่องผสมที่ความดัน 600 บาร์ 5 รอบ วิเคราะห์ขนาดอนุภาคอิมัลชันหลังเตรียมทันทีและหลังเตรียมเป็นเวลา 10 วัน จากการศึกษาพบว่าอัตราส่วนแวกซ์ : น้ำมัน เท่ากับ 1 : 1 ให้ขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าและขนาดเปลี่ยนแปลงน้อยกว่าเมื่อเวลาผ่านไป 10 วัน และพบว่า TWEEN[®] 80 เป็นสารลดแรงตึงผิวที่ทำให้เกิดขนาดอนุภาคเล็กกว่า

การทดสอบผลของสภาวะในการขึ้นรูปทำได้โดยกำหนดอัตราส่วนแวกซ์ : น้ำมัน เท่ากับ 1 : 1 ใช้ TWEEN[®] 80 เป็นสารลดแรงตึงผิวโดยให้มีความเข้มข้นเท่ากับร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ผสมกันที่ความเร็ว 26,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 4 และ 8 นาที นำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงที่ความดัน 400 และ 900 บาร์ จำนวน 2 และ 8 รอบ จากนั้นเปรียบเทียบการทำให้อิมัลชันเย็นตัวลง 2 วิธีคือ เย็นตัวที่อุณหภูมิห้องและในอ่างน้ำแข็ง วิเคราะห์ขนาดอนุภาคของอิมัลชันหลังเตรียมทันทีและหลังเตรียมเป็นเวลา 10 วัน พบว่าการปั่นกวนที่ 4 และ 8 นาที และการทำให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องและในอ่างน้ำเย็นไม่มีผลต่อขนาดอนุภาคมากนัก ตัวอย่างที่เตรียมที่ความดัน 900 บาร์ มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 265 นาโนเมตร และมีขนาดที่เปลี่ยนแปลงน้อยมากเมื่อเวลาผ่านไป 10 วัน

เลือกสภาวะที่เหมาะสมจากการทดสอบเพื่อขึ้นรูปอนุภาค NLCs ใช้อัตราส่วนแวกซ์ : น้ำมัน เท่ากับ 1 : 1 ใช้ TWEEN[®] 80 เป็นสารลดแรงตึงผิว ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก ผสมที่ความเร็ว 26,000 รอบต่อนาที 4 นาที นำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงที่ความดัน 900 บาร์ จำนวน 8 รอบ จากนั้นวิเคราะห์ขนาดอนุภาค การกระจายตัวของอนุภาค และค่าศักย์เซตาหลังเตรียมทันที หลังเตรียม 15 วัน และหลังเตรียม 30 วัน ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 2.7 (Lacerda และคณะ 2011)

ตารางที่ 2.7 ขนาดอนุภาค การกระจายตัว และค่าศักย์เซต้าของอิมัลชันอัตราส่วนแวกซ์ : น้ำมัน เท่ากับ 1 : 1 ปั่นผสมที่ความดัน 900 บาร์ จำนวน 8 รอบ (Larcerda และคณะ 2011)

ระยะเวลา เก็บรักษา (day)	ขนาดอนุภาค เฉลี่ย (nm)	ค่าการกระจายตัว (PI)	ค่าศักย์เซตา (mV)	pH
0	266.4 ± 0.70	0.139 ± 0.019	-32.4 ± 1.6	5.31
15	274.8 ± 1.40	0.100 ± 0.046	-28.8 ± 2.2	5.77
30	205.3 ± 2.38	0.186 ± 0.023	-27.2 ± 2.8	5.42

จากงานวิจัยต่างๆพบว่า การเตรียมอิมัลชันด้วยวิธี Hot homogenization ทำให้อนุภาคในอิมัลชันมีขนาดเล็กและกระจายตัวได้ดี อย่างไรก็ตาม ถึงแม้การให้อุณหภูมิผสมที่สูงจะทำให้อนุภาคมีขนาดเล็กลง แต่หากให้อุณหภูมิสูงเกินไปอาจทำให้เกิดการเสื่อมสภาพของโครงสร้างโมเลกุลได้ เช่นเดียวกันกับการให้ความดันในขณะผสมที่ทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลง แต่หากเพิ่มความดันหรือเพิ่มจำนวนรอบของการให้ความดันก็อาจทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นเช่นกัน

ข้อดีของอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งคือ มีความคงตัวสูงแม้เก็บไว้เป็นเวลานาน เกิดการรวมตัวของอนุภาคได้ยาก สามารถใช้งานและเก็บรักษาได้ที่อุณหภูมิห้อง วัตถุประสงค์ที่ใช้เหมือนการทำอิมัลชันทั่วไป สามารถใช้น้ำแทนตัวทำละลายชนิดอื่นที่อาจเกิดอันตรายต่อร่างกายและสิ่งแวดล้อม และสามารถพัฒนากระบวนการผลิตเพื่อใช้ในงานระดับอุตสาหกรรมได้ง่าย แต่มีข้อเสียคือ ทำนายรูปร่างลักษณะของอนุภาคได้ยาก เนื่องจากเกิดจากการเย็นตัวของไขมันแข็ง อาจเกิดการเปลี่ยนแปลงทางพอลิเมอร์ของไขมันในเชิงไดนามิกส์ และเกิดการรวมตัวของอนุภาคได้เมื่อเก็บไว้เป็นเวลานานเกินไป การศึกษาความคงตัวของอิมัลชันจึงมีความสำคัญ เนื่องจากอิมัลชันอาจมีการเปลี่ยนแปลงลักษณะสมบัติเมื่อเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ มีแรงกระทำภายนอก และเวลาที่เก็บรักษา

I. Roland และคณะ (2003) ศึกษาลักษณะสมบัติและความคงตัวที่สภาวะต่างๆ ของอิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำเพื่อการออกแบบอัตราส่วนและการเตรียมที่เหมาะสม วัตถุประสงค์ภายในคือน้ำมันถั่วเหลืองร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก วัตถุประสงค์ภายนอกคือน้ำ ใช้สารลดแรงตึงผิว TWEEN® 60 และ SPAN® 60 ผสมกันด้วยอัตราส่วน TWEEN® 60 : SPAN® 60 เท่ากับ 53 : 47 เตรียมอิมัลชัน 5 ตัวอย่างคืออิมัลชัน H, S, D10, D5 และ D2 โดยอิมัลชัน H เตรียมจากการกวนผสมด้วยมือ อิมัลชัน S เตรียม

โดยใช้เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูง 6,200 รอบต่อนาที 15 นาที อิมัลชัน D10 เตรียมจากการปั่นผสมเช่นเดียวกับอิมัลชัน S แล้วนำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงอิมัลชันทั้ง 3 ตัวมีความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเท่ากับร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ในขณะที่อิมัลชัน D2 และ D5 เตรียมที่สถานะเดียวกับอิมัลชัน D10 แต่ใช้สารลดแรงตึงผิวเท่ากับร้อยละ 2 และ 5 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ

การศึกษาลักษณะสมบัติอิมัลชันทำได้โดยการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคภายในและค่าศักย์เซต้าทดสอบความคงตัวของอิมัลชันจากผลของระยะเวลาการเก็บรักษา อุณหภูมิ และแรงภายนอกที่กระทำต่ออิมัลชัน โดยวิเคราะห์จากร้อยละโดยปริมาตรของการเกิดชั้นครีม (creaming volume percentage, v%) โดยอิมัลชันที่มีค่าร้อยละโดยปริมาตรของการเกิดชั้นครีมมากแสดงว่ามีความคงตัวมาก เนื่องจากการแยกชั้นน้อย ผลของการหาลักษณะสมบัติและการทดสอบความคงตัวของอิมัลชันทั้ง 5 ตัวอย่างแสดงดังตารางที่ 2.8 โดยแสดงผลที่ได้จากการวัดขนาดอนุภาค การวิเคราะห์ค่าศักย์เซต้า และร้อยละโดยปริมาตรของการเกิดชั้นครีม หลังจากให้อิมัลชันถูกปั่นเหวี่ยง (Roland และคณะ 2003)

ตารางที่ 2.8 ผลการวัดขนาดอนุภาค ค่าศักย์เซต้า และร้อยละโดยปริมาตรของการเกิดชั้นครีมหลังการปั่นเหวี่ยงของอิมัลชันทั้ง 5 ตัวอย่าง (Roland และคณะ 2003)

	อิมัลชัน H	อิมัลชัน S	อิมัลชัน D10	อิมัลชัน D5	อิมัลชัน D2
ขนาดอนุภาค (nm)	68,876.0	7,065.0	331.0	728.0	2312.0
ค่าศักย์เซต้า (mV)	-47.1	-50.2	-43.6	-43.1	-48.0
ร้อยละการเกิดชั้นครีม	47.0%	40.0%	100.0%	98.0%	74.0%

จากการทดสอบพบว่าอิมัลชันที่ถูกเตรียมด้วยการปั่นผสมที่ความเร็วรอบสูงแล้วนำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง (อิมัลชัน D2, D5 และ D10) มีความคงตัวที่สถานะต่างๆมากกว่าอิมัลชันที่ถูกเตรียมจากการกวนด้วยมือ (อิมัลชัน H) และอิมัลชันที่ถูกเตรียมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูงเพียงอย่างเดียว (อิมัลชัน S) อิมัลชันที่ผสมด้วยความดันสูงไม่เกิดการแยกชั้นหลังการเตรียม 24 ชั่วโมง อิมัลชัน D10 มีความคงตัวสูงที่สุด เนื่องจากไม่แยกชั้นที่การเก็บรักษาในอุณหภูมิต่างๆ ถึง 8 สัปดาห์ การทดสอบความคงตัวในสถานะที่อิมัลชันถูกทำให้เยือกแข็งและละลายพบว่าอิมัลชัน D2, D5 และ D10 มีการหลุดออกของวัฏภาคภายในจากการครอบคลุมของสารลดแรงตึงผิว

เมื่อผ่านกระบวนการเยือกแข็งและละลายในครั้งที่ 2, 3 และ 5 ตามลำดับ อิมัลชันที่มีความคงตัวสูงที่สุดคืออิมัลชัน D10 ซึ่งมีปริมาณสารลดแรงตึงผิวสูงที่สุด และถูกเตรียมด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ ความดันสูง

R. Mújika-Garai และคณะ (2007) ศึกษาความคงตัวของอิมัลชันจากแวกซ์พาราฟินในวัฏภาคผลึกของเหลวเพื่อใช้ในการผลิตแผ่นกระดาน (Chipboard Panels) วัฏภาคภายในคือพาราฟินแวกซ์ วัฏภาคภายนอกคือน้ำ สารลดแรงตึงผิวที่ใช้เป็นแบบมีประจุและไม่มีประจุผสมกัน อิมัลชันเตรียมจากพาราฟินแวกซ์ร้อยละ 58 โดยน้ำหนัก สารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุและไม่มีประจุ ความเข้มข้นรวมเป็นร้อยละ 1.8 โดยน้ำหนักอิมัลชันทั้งหมด โดยให้ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุมีตั้งแต่ร้อยละ 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 และ 1.2 โดยน้ำหนัก การเตรียมอิมัลชันทำได้โดยผสมแวกซ์พาราฟินกับสารลดแรงตึงผิวก่อน แล้วจึงนำไปผสมกับน้ำที่อุณหภูมิ 60 ถึง 70 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงนำไปผ่านเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูงจำนวน 2 รอบ

การทดสอบความคงตัวของอิมัลชันทำได้โดยเก็บรักษาอิมัลชันที่อุณหภูมิ -18 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 19 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเก็บที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจึงนำอิมัลชันไปปั่นเหวี่ยง 19,000 รอบนาที ด้วยความแรงของการปั่นเหวี่ยงเท่ากับ 50,000 g ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อีกครั้ง ทำตามขั้นตอนจนครบ 20 ครั้ง จากนั้นนำอิมัลชันที่ได้มาพิจารณาวัฏภาคที่เกิดขึ้น

จากการทดสอบพบว่า อิมัลชันมีการเกิดวัฏภาค 3 วัฏภาค วัฏภาคแรกคือวัฏภาคของแวกซ์พาราฟินที่หลอมละลายหลุดออกจากสารลดแรงตึงผิว วัฏภาคที่ 2 คือวัฏภาคที่ยังคงเป็นอิมัลชัน (Residual emulsion) มีขนาดอนุภาคของแวกซ์พาราฟินประมาณ 1 ถึง 100 ไมโครเมตร อิมัลชันที่มีปริมาณวัฏภาคนี้มากแสดงถึงความคงตัวที่มาก ส่วนวัฏภาคล่างสุดมีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นน้ำ มีปริมาณแวกซ์น้อย มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1 ถึง 0.2 ไมโครเมตร ผลของความคงตัวแบ่งอิมัลชันออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่อย่างชัดเจน กลุ่มที่มีความคงตัวสูงคือ กลุ่มที่มีความเข้มข้นสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุเท่ากับร้อยละ 0.8, 1.0 และ 1.2 โดยน้ำหนัก และกลุ่มที่มีความคงตัวต่ำ คือ กลุ่มที่มีความเข้มข้นสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุเท่ากับร้อยละ 0.2, 0.4 และ 0.6 โดยน้ำหนัก ผลจากการศึกษาแสดงให้เห็นว่าการเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุทำให้อิมัลชันมีความคงตัวสูงขึ้น (Mújika-Garai และคณะ 2007)

ตารางที่ 2.9 สรุปงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการขึ้นรูปอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งแบบน้ำมันในน้ำโดยการปั่นผสมด้วยความดันสูงแบบเตรียมที่อุณหภูมิสูง

ปริมาณวัสดุภาคภายใน	ปริมาณสารลดแรงดึงผิว	ปริมาณวัสดุภาคภายนอก	สถานะการขึ้นรูป	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (nm)	ค่าศักย์ゼตา (mV)	สภาวะทดสอบความคงตัว	ความคงตัว	อ้างอิง
น้ำมันถั่วเหลือง 30 wt%	TWEEN [®] 60 : SPAN [®] 60 (53:47) (ไม่มีประจุ) 10 wt%	น้ำกลั่น (DW) เต็มจนครบ 100 wt%	ปั่นกวน 6,200 รอบ/นาที 15 นาที อัตราความดัน 1,378.9 บาร์ จำนวน 2 รอบ	331	-43.6	เก็บที่ 21°C, 45°C และ 4°C 8 สัปดาห์ ปั่นเหวี่ยง 15,000 m/s ² 10 นาที Freez-thaw ที่ -21°C, 16 hr และ 21°C, 8 hr (5 ครั้ง)	ไม่แยกชั้น	I. Roland และคณะ (2003)
น้ำมันปาล์มไฮโดรจีเนต : Phospholipon (70:30) 5 wt%	Solutol [®] (ไม่มีประจุ) 1 wt%	น้ำกลั่น (bi-distilled water) เต็มจนครบ 100 wt%	ปั่นกวน 13,000 รอบ/นาที 5 นาที อัตราความดัน 1000 บาร์จำนวน 20 รอบ	95.5	-9.8	เก็บรักษาที่อุณหภูมิห้อง 6 เดือน	ขนาดอนุภาคเพิ่ม 10%	M.A. Schubert (2005)
คาร์บูบาแก๊ซ : Decyl oleate (1:1) 10 %wt	TWEEN [®] 80 (ไม่มีประจุ) 1 wt%	น้ำกลั่น (bi-distilled water) เต็มจนครบ 100 wt%	ปั่นกวน 26,000 รอบ/นาที 5 นาทีอัตราความดัน 300 บาร์ จำนวน 30 รอบ	244	-29.2	-	-	J.R. Villalobos-Hernández (2005)

ตารางที่ 2.9 (ต่อ) สรุปงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการขึ้นรูปอนุภาคนาโนชนิดโพลิเมอร์ในน้ำโดยการปั่นผสมด้วยความดันสูงแบบเตรียมที่อุณหภูมิสูง

ปริมาณวัสดุภาคภายใน	ปริมาณสารลดแรงตึงผิว	ปริมาณวัสดุภาคภายนอก	สถานะการขึ้นรูป	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (nm)	ค่าศักย์ゼตา (mV)	สภาวะทดสอบความคงตัว	ความคงตัว	อ้างอิง
แวกซ์พาราฟิน 58 wt%	แบบมีประจุผสมกับไม่มีประจุ 1.8 wt% (1:0.8)	น้ำ เติมนจนครบ 100 wt%	มีการผสมกันเบื้องต้นให้ความดัน 2 รอบ	-	-	เก็บที่ -18°C, 19 hr และ 70°C, 2 hr ปั่นเฉลี่ย 19,000 rpm, 30 นาที	แยกชั้น โดยเป็นอิมัลชัน 70%	R. Mujika-Garai และคณะ (2007)
เซลลูลอสแวกซ์ 10 wt%	Poloxamer®188 (ไม่มีประจุ) 10 wt%	น้ำปราศจากไอออน (DI) เติมนจนครบ 100 wt%	ปั่นจน 8000 รอบ/นาที 15 นาที อัดความดัน 500 บาร์ จำนวน 3 รอบ	171	-17.7	-	-	พันธุศิริ ศิริรัชตพงษ์, พิชญ์นรี ลลิตาภรณ์ (2551)
ซีดี : คาร์บอนาแวกซ์ (1 : 1) 3 wt%	TWEEEN® 80 (ไม่มีประจุ) 1 wt%	น้ำปราศจากไอออน เติมนจนครบ 100 wt%	ปั่นจน 24,000 รอบ/นาที 5 นาที ไม่มีการให้ความดัน	250	-8.6	-	-	Soheila K. และคณะ (2010)

ตารางที่ 2.9 (ต่อ) สรุปงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการขึ้นรูปอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งแบบน้ำมันน้ำโดยการปั่นผสมด้วยความดันสูงแบบเตรียมที่อุณหภูมิสูง

ปริมาณวัสดุภาคภายใน	ปริมาณสารลดแรงตึงผิว	ปริมาณวัสดุภาคภายนอก	สถานะการขึ้นรูป	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (nm)	ค่าศักย์ゼตา (mV)	สภาวะทดสอบความคงตัว	ความคงตัว	อ้างอิง
คาร์นูบาแว็กซ์ : Isodecyl oleate (1:1)	TWEEN® 80 (ไม่มีประจุ) 1 wt%	น้ำกลั่น (DW) เต็มจนครบ 100 wt%	ปั่นจน 26,000 รอบ/นาที 4 นาที อัตราความดัน 900 บาร์ จำนวน 8 รอบ	266.4	-32.4	เก็บรักษาที่อุณหภูมิห้อง 15 วัน	ขนาดอนุภาคเพิ่ม 3.2%	S. P. Lacerda และคณะ (2010)
แว็กซ์พาราฟิน 57.4 wt%	ซบิติมปีประจุและไม่มีประจุผสมกัน 4 wt%	น้ำปราศจากไอออน เต็มจนครบ 100 wt%	กวนผสมด้วยมือ (manual) อัตราความดัน 410 บาร์ จำนวน 1 รอบ	310	-75	-	-	J. Vilasau และคณะ (2011)

2.6 การเคลือบผิววัสดุ (Coating)

การเคลือบผิวในยุคแรกเกิดจากการเคลือบไขมันลงบนผิวของพืชผลทางการเกษตรเพื่อยืดอายุการเก็บรักษา มีการใช้แว็กซ์เคลือบผลไม้ประเภทส้มในจีนมาตั้งแต่ศตวรรษที่ 12 และ 13 เนื่องจากแว็กซ์เป็นของแข็งที่อุณหภูมิปกติและมีความเป็นพิษต่ำ แม้ขณะนั้นชาวจีนจะไม่ทราบโดยตรงว่าสารเคลือบทำให้กระบวนการหายใจของพืช (respiratory gas) ช้าลง แต่พวกเขาพบว่าผลไม้ที่ผ่านการเคลือบสามารถเก็บไว้ได้ยาวนานขึ้น ในช่วงปี 1930 ถึง ปี 1939 แว็กซ์พาราฟินเหลวถูกใช้เป็นแว็กซ์ทางการค้าสำหรับเคลือบผลไม้สด เช่น แอปเปิล และลูกแพร์ (Hardenburg 1967) ต่อมาในปี 1986 H. Y. Erbil และ N. Muftugil พบว่าการเคลือบพื้นผิวของลูกพีชด้วยอิมัลชันจากแว็กซ์ช่วยลดการส่งผ่านของไอน้ำและออกซิเจนบนพื้นผิว จึงช่วยอัตราการหายใจ (respiration rates) และทำให้สามารถเก็บรักษาลูกพีชได้ยาวนานขึ้น (Erbil และคณะ 1986)

M. O. Nisperos-Carriedo และคณะ (1990) สังเกตว่าน้ำมันหรือแว็กซ์และเซลลูโลสให้ผลที่ใกล้เคียงกันในการป้องกันการเน่าเสียและรักษาความสดใหม่ของผลไม้เขตร้อน จึงได้มีการศึกษาเพื่อพัฒนาวัสดุชนิดอื่นที่สามารถใช้เคลือบผลไม้เพื่อยืดอายุการเก็บรักษาได้ (Nisperos-Carriedo และคณะ 1990) ปัจจุบันมีการใช้ฟิล์มและสารเคลือบที่สามารถรับประทานได้กับผลิตภัณฑ์อาหาร เช่น ผักผลไม้ ลูกกวาด และถั่วบางชนิด (Krochta และคณะ 1997) มีการขึ้นรูปเป็นไคติน (chitin) และไคโตซาน (chitosan) ซึ่งได้จากสัตว์ไม่มีกระดูกสันหลังในทะเล เป็นฟิล์มใสเพื่อเคลือบผักและผลไม้ ฟิล์มคอลลาเจน (collagen) ใช้ในการห่อหุ้มผลิตภัณฑ์จากเนื้อ มีการเคลือบเซลล์ลงบนผักผลไม้ ลูกกวาด และเคลือบน้ำตาลลงบนถั่วชนิดต่างๆ เนื่องจากสารเคลือบเหล่านี้ไม่เป็นพิษต่อร่างกายและสามารถรับประทานได้ (Krochta 1997) ต่อมาอุตสาหกรรมยาและเวชภัณฑ์เริ่มมีการใช้น้ำตาลเคลือบลงบนเม็ดยา (drug pills) และมีการขึ้นรูปเจลาตินเป็นแคปซูลชนิดอ่อน (soft capsules) เพื่อใช้ในการเก็บยา (Gennadios 2002) (Shellhammer และคณะ 1997)

ถึงแม้แว็กซ์จะมีความเป็นพิษต่ำ แต่ก็สามารถสะสมในร่างกายและอาจเป็นพิษเมื่อสะสมในปริมาณมาก โดยเฉพาะแว็กซ์ที่เกิดจากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการทางเคมี จึงเริ่มมีการนำสารเคลือบมาใช้กับบรรจุภัณฑ์เพื่อยืดอายุผลิตภัณฑ์อาหาร เพื่อไม่ให้สารเคลือบสัมผัสกับอาหารโดยตรง บรรจุภัณฑ์ที่ใช้มีทั้งกระดาษ กระดาษแข็ง และพลาสติก ปัจจุบันมีการใช้บรรจุภัณฑ์กระดาษมากขึ้น เนื่องจากผลิตจากเส้นใยเซลลูโลสธรรมชาติซึ่งย่อยสลายได้ง่าย สามารถสร้างขึ้นทดแทนและนำกลับมาใช้ใหม่ได้ เซลลูโลสมีความเป็นขั้วในโมเลกุลจึงทำให้ไอน้ำและความชื้นซึมผ่านหรือสะสม ใน

อุตสาหกรรมการผลิตกระดาษเพื่อใช้เป็นบรรจุภัณฑ์จึงมีการเคลือบกระดาษด้วยพอลิเมอร์หรือพลาสติกสังเคราะห์ซึ่งสามารถทนต่อการซึมผ่านของไอน้ำได้ดี เช่นพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (polyethylene terephthalate) พอลิเอทิลีน (polyethylene) เป็นต้น พอลิเมอร์สังเคราะห์เหล่านี้ได้มาจากกระบวนการปิโตรเลียมซึ่งวัสดุเริ่มต้นคือพอลิซัลไฟด์ที่ใช้แล้วหมดไป ย่อยสลายได้ช้าหรือไม่ย่อยสลาย และแยกออกจากกระดาษที่ถูกเคลือบได้ยาก (Zhang และคณะ 2014) ดังนั้นจึงมีการศึกษาและปรับปรุงคุณสมบัติของพอลิเมอร์ทางชีวภาพที่มีความไม่ชอบน้ำ เช่น แวกซ์หรือไขมันจากธรรมชาติ เพื่อนำมาประยุกต์ใช้แทนพอลิเมอร์สังเคราะห์ เนื่องจากไขมันจากธรรมชาติจากพืชหรือสัตว์สามารถเกิดใหม่ทดแทนได้ ย่อยสลายได้ง่ายกว่า และแยกออกจากกระดาษเคลือบได้ด้วยสารละลายที่เป็นต่าง

ในการเลือกใช้สารเคลือบจำเป็นต้องทราบถึงความสามารถในการป้องกันการซึมผ่านไอน้ำและออกซิเจน (vapor permeability (WVP) และ oxygen permeability (OP)) ของสารเคลือบ ซึ่งขึ้นกับองค์ประกอบทางเคมี เทคนิคการขึ้นรูป และการประยุกต์ใช้กับผลิตภัณฑ์ (Debeaufort และคณะ 1998) สำหรับสารเคลือบที่มีองค์ประกอบและโครงสร้างโมเลกุลคล้ายกัน สภาวะในการทดสอบโดยเฉพาะอุณหภูมิและความชื้นมีผลอย่างมากต่อการป้องกันไอน้ำและออกซิเจน ดังนั้นจึงต้องมีการทดสอบตามมาตรฐาน เช่น ความต้านทานความชื้นของพื้นผิวที่ผ่านการเคลือบตามมาตรฐาน ASTM D 644-99 และการซึมผ่านของไอน้ำของวัสดุตามมาตรฐาน ASTM E398 เป็นต้น

องค์ประกอบทางเคมีของแว็กซ์มีความไม่ชอบน้ำสูงทำให้สามารถป้องกันไอน้ำซึมผ่านได้ดี โดยทั่วไปค่าการซึมผ่านของไอน้ำ (water vapor permeation, WVP) ของวัสดุลดลงเมื่อส่วนที่ไม่มีขี้หรือไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม T.H. Shellhammer และ J.M. Krochta (1997) พบว่า ค่าการซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มไม่สัมพันธ์กับค่าการซึมผ่านไอน้ำของไขมันที่ใช้เตรียมฟิล์ม แต่ขึ้นกับคุณสมบัติค่าความหนืดและความยืดหยุ่น (viscoelastic properties) ของไขมันชนิดนั้น แวกซ์แคนเดลิลาและแว็กซ์คาร์นูบาเป็นแว็กซ์ที่มีค่า WVP ต่ำแต่เมื่อนำมาเตรียมเป็นฟิล์มกลับพบว่าให้ค่า WVP ที่สูง ในขณะที่ไขผึ้งหรือ Beeswax มีค่า WVP ที่สูง แต่เมื่อนำมาเตรียมเป็นฟิล์มแบบอิมัลชันกลับมีค่า WVP ที่ต่ำ แม้จะมีอัตราส่วนของไขมันที่สูงก็ตาม (Shellhammer และคณะ 1997)

การเคลือบวัสดุทำได้หลายวิธี เช่นการพ่นเคลือบ (sprayed) การเคลือบฟิล์มโดยใช้แท่งเคลือบ (casting bar) หรือการจุ่มวัสดุ (dipping) ลงในสารเคลือบแล้วทำให้แห้ง สารที่เคลือบบน

วัสดุในรูปของฟิล์มแบ่งได้ 3 ประเภท คือ ฟิล์มเคลือบแบบชั้นเดียว ฟิล์มเคลือบแบบ 2 ชั้น และฟิล์มเคลือบแบบอิมัลชัน ซึ่งมีองค์ประกอบ การเตรียม และเทคนิคการเคลือบที่แตกต่างกัน ดังนี้

ฟิล์มเคลือบแบบชั้นเดียว (monolayer films)

การเคลือบวัสดุแบบฟิล์มชั้นเดียว เป็นการเคลือบวัสดุด้วยไขมันหรือแว็กซ์โดยตรง ไขมันธรรมชาติบางชนิดมีค่าการป้องกันซึมผ่านของไอน้ำ (WVP) ใกล้เคียงกับฟิล์มพลาสติกสังเคราะห์ เช่น ฟิล์มที่ผลิตจากโพลีเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ (Low-density polyethylene, LDPE) องค์ประกอบที่ไม่มีไขมันในไขมันมีคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพเฉพาะตัว สารเคลือบที่มีองค์ประกอบไขมันเป็นหลักจึงสามารถในการป้องกันความชื้นได้แตกต่างกัน โดยทั่วไปค่าการซึมผ่านไอน้ำลดลงเมื่อเพิ่มความไม่ชอบน้ำให้แก่วัสดุโดยเพิ่มปริมาณไขมันที่ใช้ในการเคลือบ ถึงแม้้องค์ประกอบส่วนใหญ่ของแว็กซ์จะไม่มีไขมันและไม่ชอบน้ำ แต่ก็ยังมีหมู่ที่ชอบน้ำอยู่บ้าง ทำให้ไอน้ำซึมผ่านได้เล็กน้อย (Rhim และคณะ 2005) การเคลือบวัสดุด้วยไขมันโดยตรงป้องกันการซึมผ่านไอน้ำได้ดี แต่ต้องใช้ปริมาณไขมันมาก ทำให้สมบัติทางกลของวัสดุลดลง

ฟิล์มเคลือบแบบ 2 ชั้น (bilayer films)

ฟิล์มเคลือบแบบ 2 ชั้นเป็นฟิล์ม เคลือบโดยใช้วัสดุตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไป มักเป็นโพรตีนกับไขมัน หรือโพลีแซคคาไรด์กับไขมัน เนื่องจากไขมันสามารถป้องกันไอน้ำได้ดีแต่มีคุณสมบัติทางกลต่ำ โพรตีนและโพลีแซคคาไรด์ป้องกันไอน้ำได้ไม่ดี แต่ป้องกันการซึมผ่านออกซิเจนได้ดี และมีคุณสมบัติทางกลที่ดี การเตรียมฟิล์มแบบ 2 ชั้นเตรียมได้ 2 วิธี คือ เตรียมจากเทคนิคเคลือบ และเทคนิคอิมัลชัน การเตรียมด้วยเทคนิคเคลือบมี 2 ขั้นตอน โดยเคลือบสารชนิดแรกที่ชอบน้ำลงบนวัสดุก่อน จากนั้นจึงเคลือบไขมันที่อยู่ในตัวทำละลายลงไป ขณะที่เทคนิคอิมัลชันมีเพียง 1 ขั้นตอน คือผสมสารแต่ละชนิดเข้าด้วยกัน จากนั้นเคลือบลงบนวัสดุ สารที่ชอบน้ำจะแยกลงมาด้านล่าง สารที่ไม่ชอบน้ำซึ่งมีความหนาแน่นต่ำกว่าจะอยู่ด้านบน จากนั้นทำให้แห้ง (Pe' rez-Gago และคณะ 2014) ดังรูปที่ 2.33 ประสิทธิภาพการป้องกันไอน้ำของฟิล์มแบบ 2 ชั้นค่อนข้างใกล้เคียงกับฟิล์มเคลือบชั้นเดียว

ฟิล์มเคลือบแบบ 2 ชั้นที่เตรียมด้วยเทคนิคอิมัลชันส่วนใหญ่เตรียมจากพอลิแซคคาไรด์และกรดไขมัน โดยทั่วไปฟิล์มป้องกันความชื้นดีขึ้นเมื่อผสมกรดไขมันหลายชนิดเข้าด้วยกัน หรือเมื่อเพิ่มปริมาณไขมันอิ่มตัวและความยาวสายโซ่โมเลกุลของกรดไขมัน (Hagenmaier และคณะ 1990) เช่น การผสมกรดปาล์มิติก (palmitic acid) และกรดสเตียริก (stearic acid) เข้าด้วยกัน (Kemper และ

คณะ 1984) फिल्म 2 ชั้นที่เตรียมด้วยเทคนิคอิมัลชันสามารถป้องกันความชื้นได้ดีกว่าฟิล์ม 2 ชั้นที่เตรียมด้วยเทคนิคการเคลือบ เนื่องจากโมเลกุลที่ไม่ชอบน้ำเรียงตัวกันระหว่างแยกชั้นได้ดีกว่าการเรียงตัวจากการเคลือบ นอกจากนี้ฟิล์มแบบ 2 ชั้นที่เตรียมจากเทคนิคอิมัลชันยังมีความยืดหยุ่นบนผิววัสดุและทนต่อแรงทางกลได้มากกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มจากเทคนิคการเคลือบซึ่งแตกเปราะง่ายกว่า

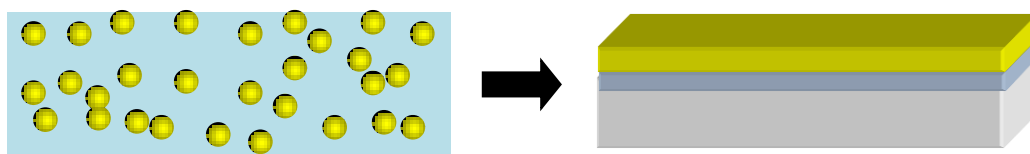
อย่างไรก็ตามการเตรียมฟิล์มแบบ 2 ชั้น ด้วยเทคนิคอิมัลชันสามารถใช้ได้กับสารที่มีองค์ประกอบเป็นกรดไขมัน และ/หรือใช้อุณหภูมิที่สูงในการอบแห้ง F. Debeaufort และคณะ (1993) พบว่าฟิล์มแบบ 2 ชั้น ไม่สามารถเตรียมได้จากอิมัลชันพาราฟินที่กระจายตัวในสารละลายเซลลูโลส เนื่องจากพาราฟินมีอัลเคนสายโซ่ตรงเป็นส่วนใหญ่ จึงมีจุดหลอมเหลวต่ำ ไม่สามารถอบแห้งที่อุณหภูมิสูงได้ (Shellhammer และคณะ 1997) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงให้เห็นว่าพื้นผิวฟิล์มแบบอิมัลชันมีการเรียงตัวของอนุภาคที่ไม่เป็นระเบียบ ในขณะที่ฟิล์มแบบเคลือบมีพื้นผิวเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่า ค่าการซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มทั้ง 2 ชนิด ขึ้นกับความเป็นเนื้อเดียวกันและการกระจายตัวของสารเคลือบบนวัสดุ (Debeaufort และคณะ 1993)

(a) Bilayer film: Lipid on hydrophilic film

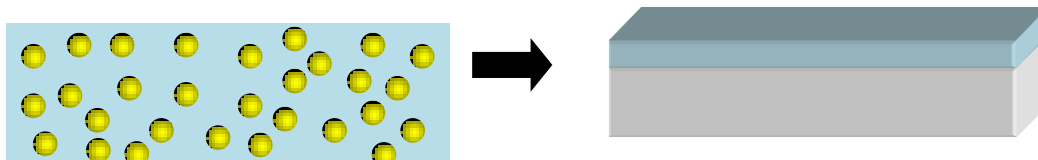
Coating technique: Two-step technique



Emulsion technique: One-step technique (phase separated)



(b) Emulsion film: Lipid droplet dispersed within the hydrophilic phase (emulsifier needed)



รูปที่ 2.33 (a) ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มแบบสองชั้นด้วยเทคนิคการเคลือบและเทคนิคอิมัลชัน (b) ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มแบบอิมัลชัน (ดัดแปลงภาพจาก Pe'rez-Gago และคณะ 2014)

องค์ประกอบอื่นที่มีผลต่อกลไกการป้องกันความชื้นของฟิล์มแบบ 2 ชั้นคือ อัตราส่วนของไขมันแข็ง จุดหลอมเหลวไขมัน และความหนาที่เคลือบ F. Debeaufort และ A. Voilley (1995) ได้สังเกตว่าค่าการซึมผ่านไอน้ำ (WVP) ของฟิล์มแบบ 2 ชั้น ลดลงแบบเอ็กซ์โพเนนเชียล เมื่อความหนาของชั้นเคลือบไตรกลีเซอไรด์เพิ่มจาก 0 เป็น 60 ไมโครเมตร ในขณะที่ชั้นของแว็กซ์พาราฟินมีจุดความหนาวิกฤติ (critical thickness) เท่ากับ 300 ไมโครเมตร และพบว่าความต้านทานความชื้นมีความสัมพันธ์กับลักษณะเฉพาะของไขมันแต่ละชนิดด้วย (Debeaufort และคณะ 1995)

ฟิล์มแบบอิมัลชัน (emulsion film)

ฟิล์มแบบอิมัลชันเตรียมจากเทคนิคอิมัลชัน โดยองค์ประกอบไขมันจะถูกทำให้กระจายตัวในโปรตีน โพลีแซคคาไรด์ หรือน้ำ ในการเตรียมมีการใส่สารลดแรงตึงผิวเพื่อให้อิมัลชันมีความคงตัวไม่แยกชั้น ในบางกรณีโปรตีนสามารถประพฤติตัวเป็นสารลดแรงตึงผิวได้ ในขณะที่โพลีแซคคาไรด์ไม่สามารถทำได้ แต่โดยทั่วไปมักมีการใส่สารลดแรงตึงผิวเพื่อความคงตัวที่ดีขึ้น

ชนิดของไขมัน การกระจายตัวอนุภาค อัตราส่วนโดยน้ำหนัก และสภาวะการทำแห้งมีผลต่อคุณสมบัติความต้านทานความชื้นเช่นเดียวกับฟิล์มแบบ 2 ชั้น ค่าการป้องกันการซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มแบบอิมัลชันขึ้นอยู่กับชนิดไขมัน ความเป็นขี้ และปริมาณไขมันอิมัลชัน กรดไขมันที่มีจุดหลอมเหลวสูง และแว็กซ์จึงเป็นวัสดุที่นิยมใช้ในการเตรียมฟิล์มสำหรับป้องกันความชื้น เนื่องจากมีความไม่ชอบน้ำสูงและมีความเป็นพิษต่ำ (Baldwin และคณะ 1997)

ฟิล์มแต่ละชนิดมีข้อดีและข้อเสียต่างกันไป งานวิจัยส่วนมากพบว่า ฟิล์มแบบ 2 ชั้นป้องกันการซึมผ่านไอน้ำได้ดีกว่าฟิล์มแบบอิมัลชัน เนื่องจากส่วนที่ไม่ชอบน้ำมีความเป็นเนื้อเดียวมากกว่า แต่ข้อเสียของฟิล์มแบบ 2 ชั้นคือ มีชั้นตอนที่ยุ่งยาก ต้องใช้ตัวทำละลาย หรือทำให้แว็กซ์หลอมเหลวตลอดเวลา การเตรียมฟิล์มแบบอิมัลชันทำได้ง่ายกว่า มีชั้นตอนการเคลือบที่ไม่ยุ่งยาก สามารถเคลือบได้ที่อุณหภูมิห้อง ฟิล์มที่ได้มีความยืดหยุ่นและมีคุณสมบัติทางกลที่ดีกว่าฟิล์มแบบ 2 ชั้น

ฟิล์มเคลือบจากโปรตีนและโพลีแซคคาไรด์มีคุณสมบัติทางกลที่ดีและมีประสิทธิภาพในการป้องกันการซึมผ่านของแก๊สเนื่องจากมีพันธะไฮโดรเจนในโครงสร้างโมเลกุล แต่ป้องกันความชื้นได้ไม่ดีเนื่องจากโมเลกุลน้ำสามารถแทรกเข้าไปในพันธะไฮโดรเจนและซึมผ่านได้ ฟิล์มจากไขมันป้องกันความชื้นได้ดีเนื่องจากมีความไม่ชอบน้ำ แต่มีคุณสมบัติทางกลที่ไม่ดีนัก (Han และคณะ 2005) ดังนั้นจึงมีการผสมโปรตีนหรือโพลีแซคคาไรด์เข้ากับไขมัน โดยให้อนุภาคไขมันกระจายตัวในโปรตีนหรือพอลิ

ลิแซคคาไรด์ เพื่อให้ฟิล์มที่ได้มีลักษณะทางกลที่ดี และป้องกันความชื้นได้ดี (Khwaldia และคณะ 2010) องค์ประกอบไขมันที่สูงและอนุภาคขนาดเล็กช่วยเพิ่มความต้านทานความชื้นของฟิล์มได้ แต่ปริมาณไขมันที่มากเกินไปทำให้คุณสมบัติทางกลลดลง จึงควรใส่ในปริมาณที่เหมาะสม

ปัจจุบันมีการนำกระดาษมาทำเป็นบรรจุภัณฑ์มากขึ้นเนื่องจากย่อยสลายได้ง่ายและไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม แต่โครงสร้างโมเลกุลเซลลูโลสในกระดาษมีพันธะไฮโดรเจนและหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งถูกแทนที่ด้วยโมเลกุลของน้ำได้ จึงมีความชอบน้ำสูง โดยทั่วไปสามารถเพิ่มความไม่ชอบน้ำของกระดาษได้ด้วยอนุภาคนาโนของซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) และฟลูออรีน (fluorinated SiO_2 nanoparticles) หรือการทำให้โมเลกุลสายโซ่ยาวของฟลูออรีนมีซิลิกอนไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบ (long-chain fluoro-containing SiO_2 nanoparticles) (Yang และคณะ 2008) แต่กระบวนการดังกล่าวมีค่าใช้จ่ายสูง ดังนั้นจึงเป็นวัสดุทางเลือก เนื่องจากมีความไม่ชอบน้ำ สามารถอยู่ในรูปอิมัลชันที่ใช้เคลือบกระดาษได้ โดยสามารถหลีกเลี่ยงการใช้ตัวทำละลาย สารประกอบฟลูออไรด์ จึงมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม แต่ความขรุขระของกระดาษเคลือบแว็กซ์มักไม่เพียงพอที่จะทำให้พื้นผิวมีความไม่ชอบน้ำสูงซึ่งต้องมีค่ามุมสัมผัสน้ำสูงกว่า 150° พื้นผิวที่มีความไม่ชอบน้ำสูงมีคุณสมบัติเฉพาะตัวที่สำคัญคือ มีความสะอาด และเกิดการปนเปื้อนได้ยาก เนื่องจากแรงยึดเหนี่ยวของสิ่งสกปรกกับวัสดุที่ไม่ชอบน้ำมีค่าต่ำกว่าแรงยึดเหนี่ยวของสิ่งสกปรกกับหยดน้ำ ทำให้สิ่งสกปรกเกาะติดกับหยดน้ำและหลุดออกจากพื้นผิววัสดุนั้นๆ ได้ (Sun และคณะ 2005, Ma และคณะ 2006) ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่เรียกว่า น้ำกลิ้งบนใบบัว (Lotus Effect) (Barthlott และคณะ 1997)

อย่างไรก็ตาม มีการรายงานว่าอุณหภูมิมีผลต่อพื้นผิวของอนุภาคแว็กซ์บนกระดาษ หากเตรียมของผสมที่ใช้เคลือบวัสดุจากแว็กซ์ 2 ชนิดที่มีจุดหลอมเหลวต่างกัน พบว่าที่อุณหภูมิเหมาะสมแว็กซ์ที่มีจุดหลอมเหลวสูงกว่าจะเป็นของแข็ง ขณะที่แว็กซ์ที่มีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าจะเป็นน้ำมันซึ่งสามารถหลุดออกมาจากวัสดุของผสมได้ การแยกวัสดุเช่นนี้ทำให้สีของพื้นผิวเกิดการเปลี่ยนแปลงและอาจส่งผลกระทบต่อความไม่ชอบน้ำ

W. Zhang และคณะ (2014) ได้ประดิษฐ์กระดาษที่มีความไม่ชอบน้ำสูงจากการเคลือบกระดาษด้วยอิมัลชันที่เตรียมจากแว็กซ์ 2 ชนิดที่มีอุณหภูมิหลอมเหลวต่างกัน คือ ไชผึ้งและคาร์นุบาแว็กซ์ โดยผสมกันที่อัตราส่วนเท่ากับ 7: 3 5: 5 และ 3: 7 โดยน้ำหนัก จำนวน 10 กรัมในน้ำ 40 มิลลิลิตร ผสมกันด้วยซีติลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide, CTAB) ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวประจุบวก (cationic surfactant) ความเข้มข้น 1.25 กรัมต่อลิตร ที่

อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ผสมที่ความเร็วรอบ 23,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 นาที และทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็วในอ่างน้ำแข็ง เคลือบอิมัลชันลงบนกระดาษเอกซาร์ ความหนา 75 แกรม ด้วยเครื่องมือเคลือบ (K303 Multicoater) อัตราเร็ว 10 เมตรต่อนาที ปริมาณสารเคลือบเท่ากับ 10 กรัมต่อตารางเมตร หลังเคลือบกระดาษจะถูกทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 12 ชั่วโมง ซึ่งพบว่า การแยกวัฏภาคของไขมันที่เกิดที่ชั้นตอนนี้

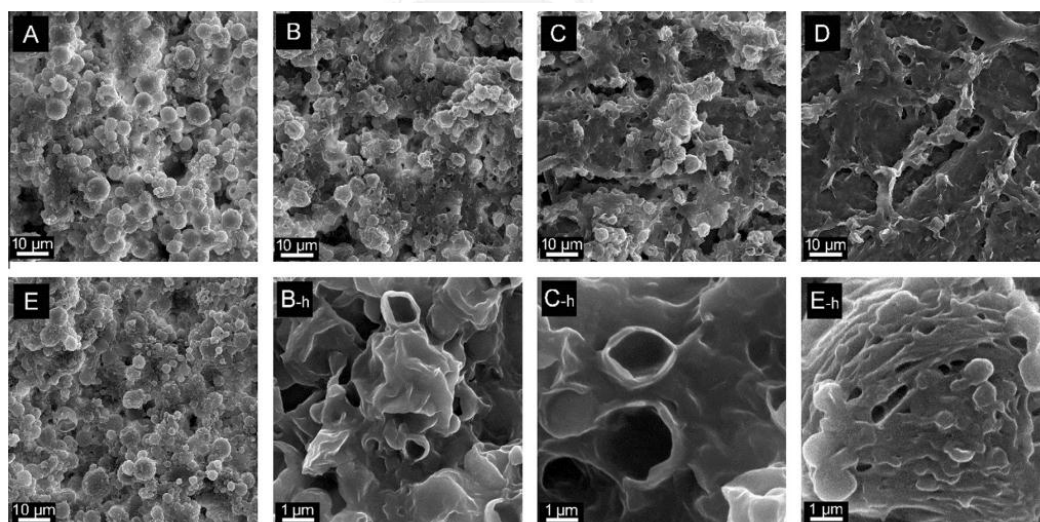
จากการวิเคราะห์กราฟสมบัติทางอุณหภูมิ (เทคนิค DSC) พบว่าคาร์บูบาแว็กซ์ และไขมันมีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 61 และ 80 องศาเซลเซียส ตามลำดับ พิจารณาหลอมเหลวของแว็กซ์ทั้ง 2 ชนิดที่ผสมกันมีการเลื่อนตำแหน่งอุณหภูมิหลอมเหลวที่สอดคล้องกับอัตราส่วนของผสมที่มีอัตราส่วนองค์ประกอบของไขมันมากกว่าเกิดพิกหลอมเหลวที่อุณหภูมิต่ำกว่า เนื่องจากโครงสร้างโมเลกุลของไขมันเป็นโซ่ตรงมากกว่า มีองค์ประกอบเอสเทอร์ และกรดไขมันที่หลอมเหลวที่อุณหภูมิต่ำกว่าคาร์บูบาแว็กซ์ (Kirk และคณะ 2008) จึงผลต่อความเป็นผลึก และความเป็นพหุสัณฐานซึ่งสัมพันธ์กับอุณหภูมิ (Gaillard และคณะ 2011) โดยพบว่าไขมันมีสถานะเป็นของเหลวมากขึ้นที่อุณหภูมิตั้งแต่ 47-67 องศาเซลเซียส (Basson และคณะ 1988) ในทางทฤษฎีเมื่อให้ความร้อนเป็นระยะเวลาเพียงพอไขมันจะแยกตัวออกจากของผสม เนื่องจากมีการเปลี่ยนสถานะเป็นไขมันเหลว ในขณะที่คาร์บูบาแว็กซ์ยังคงเป็นของแข็งอยู่

ค่ามุมสัมผัสน้ำของกระดาษที่ผ่านการเคลือบด้วยของผสมไขมันและคาร์บูบาแว็กซ์ที่อัตราส่วนต่างๆกัน มีค่าตั้งแต่ 129.9 ± 2.2 ถึง 167.1 ± 3.6 องศา ตัวอย่างแต่ละตัวมีค่ามุมสัมผัสน้ำบนพื้นผิวแตกต่างกันประมาณ 5° แสดงให้เห็นว่ากระดาษเคลือบที่มีแว็กซ์ 2 ชนิดในอัตราส่วนที่ต่างกันมีความไม่ชอบน้ำที่ใกล้เคียงกัน โดยของผสมที่มีอัตราส่วนของไขมันและคาร์บูบาแว็กซ์เท่ากับ 5: 5 อบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส มีค่ามุมสัมผัสน้ำสูงที่สุด

โครงสร้างสัณฐานของของผสมไขมันและคาร์บูบาแว็กซ์อัตราส่วน 5: 5 ที่เคลือบลงบนกระดาษศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM) จากการสังเกตพบว่า อุณหภูมิที่ใช้อบสามารถเปลี่ยนแปลงโครงสร้างสัณฐานของพื้นผิวกระดาษเคลือบได้ พื้นผิวกระดาษเคลือบที่ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องปรากฏอนุภาคแว็กซ์ที่มีรูปร่างค่อนข้างกลม (รูปที่ 2.34) เมื่ออบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดอนุภาคเล็กลงและมีรูปร่างคล้ายเหยือก (bowl-shaped beads) ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ความกลมและรูปร่างเหยือกของอนุภาคเริ่มถูกทำลาย พื้นผิวเริ่มมีความเรียบมากขึ้น แต่ก็ยังคงมีลักษณะของแอ่งหรือปุ่มเนินของอนุภาคแว็กซ์ในระดับไมครอน ซึ่งมีส่วนทำ

ให้กระดาษมีความไม่ชอบน้ำมากขึ้น เมื่ออบที่อุณหภูมิสูงถึง 80 องศาเซลเซียส ไม่พบอนุภาคที่มีรูปร่างกลมบนพื้นผิว มองเห็นเส้นใยของกระดาษไม่ชัดเจนเนื่องจากไขผึ้งหลอมโดยสมบูรณ์และคาร์นูบาแว็กซ์เริ่มหลอมละลายและเคลือบเส้นใยกระดาษไว้ โดยการเปลี่ยนแปลงรูปร่างอนุภาคสัมพันธ์กับสมบัติทางความร้อนของแว็กซ์ที่วิเคราะห์ด้วย DSC

ขนาดของอนุภาคบนกระดาษเคลือบมีตั้งแต่หลายร้อยนาโนเมตรจนถึงระดับไมโครเมตร กระดาษเคลือบที่มีอัตราส่วนของคาร์นูบาแว็กซ์ร้อยละ 50 และ 70 โดยน้ำหนักที่อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส (รูป B และ E ตามลำดับ) มีสัณฐานพื้นผิวแตกต่างกันอย่างชัดเจน พื้นผิวที่ถูกเคลือบด้วยของผสมที่มีคาร์นูบาแว็กซ์ร้อยละ 70 ปรากฏรูขนาดเล็กที่สามารถลดพื้นที่สัมผัสระหว่างของแข็งและหยดน้ำได้ ซึ่งมีผลต่อค่ามุมสัมผัสน้ำ เมื่อไขผึ้งหลอมเหลว คาร์นูบาแว็กซ์จะประพฤติตัวเป็นโครงสร้างค้ำจุนโดยมีอนุภาคเหลวของไขผึ้งแทรกอยู่ด้านในหรือหลุดออกมาด้านนอก เมื่อเย็นตัวลงพื้นผิวจึงมีความขรุขระมากขึ้น ความไม่ชอบน้ำจึงเพิ่มมากขึ้นด้วย แต่หากปริมาณของคาร์นูบาแว็กซ์มากเกินไป ร้อยละ 70 โดยน้ำหนัก ไขผึ้งจะแทรกออกมาได้ยาก เนื่องจากส่วนไขมันแข็งของคาร์นูบาแว็กซ์ที่มีปริมาณมากปิดกั้นการซึมผ่านของไขผึ้งเหลว (Zhang และคณะ 2014)



รูปที่ 2.34 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของของผสมไขผึ้งและ คาร์นูบาแว็กซ์ที่เคลือบลงบนกระดาษที่อัตราส่วน 5: 5 (A, B, C, D) และ 3: 7 (E) เมื่อ A แห่งที่อุณหภูมิห้อง B และ E ที่ 60 องศาเซลเซียส C และ D ที่ 70 และ 80 องศาเซลเซียส ตามลำดับ (X-h คือเมื่อเพิ่มกำลังขยายของรูป) (Zhang และคณะ 2014)

ความไม่ชอบน้ำของวัสดุที่ผ่านการเคลือบไม่เพียงขึ้นกับสัมพันธภาพของพื้นผิววัสดุ และค่ามุมสัมผัสน้ำเท่านั้น แต่ความต้านทานไอน้ำของวัสดุ อุณหภูมิอบแห้ง ปริมาณองค์ประกอบ และคุณสมบัติจำเพาะของสารที่นำมาเคลือบก็มีผลเช่นกัน ผลของปริมาณองค์ประกอบ และอุณหภูมิอบแห้งที่มีต่อการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษเคลือบศึกษาจากงานวิจัยของ W. Zhang และคณะ (2014) ที่ศึกษาประสิทธิภาพการป้องกันความชื้นของกระดาษที่เคลือบด้วยไขผึ้งผสมโคโตซาน โดยใช้กลีเซอรอลเป็นสารช่วยผสม อัตราส่วนโคโตซานต่อกลีเซอรอลเท่ากับ 4: 1 ใช้อัตราส่วนของไขผึ้งเท่ากับร้อยละ 30 60 และ 90 โดยน้ำหนัก ผสมให้เข้ากันด้วยเครื่องเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูงที่ความเร็วรอบ 28,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 นาที จากนั้นทำให้เย็นตัวลงอย่างรวดเร็วในอ่างน้ำแข็ง ส่วนผสมที่ได้มีลักษณะคล้ายยาง (latex) นำมาเคลือบลงบนกระดาษเอกสารความหนา 75 แกรม ด้วยเครื่องเคลือบฟิล์ม (K303 multicoater) อัตราเร็ว 10 เมตรต่อนาที จากนั้นอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 25 60 และ 90 องศาเซลเซียส

ผลของการศึกษาพบว่า อิมัลชันที่เตรียมได้มีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 400 ถึง 1000 นาโนเมตร ปริมาณไอน้ำซึมผ่านกระดาษเคลือบอิมัลชันลดลงเมื่อค่ามุมสัมผัสน้ำบนพื้นผิวมากขึ้น ปริมาณไอน้ำที่ซึมผ่านตัวอย่างมีค่าตั้งแต่ 495.6 ถึง 2,797.2 $\text{g/m}^2\cdot\text{day}$ ตัวอย่างมีค่ามุมสัมผัสน้ำบนพื้นผิวตั้งแต่ 118.0 ± 0.2 ถึง 138.3 ± 0.4 องศา โดยอิมัลชันที่ลดการซึมผ่านไอน้ำได้มากที่สุดและมีมุมสัมผัสน้ำสูงที่สุดคือ อิมัลชันที่มีปริมาณโคโตซานร้อยละ 3 และไขผึ้งร้อยละ 90 โดยน้ำหนัก อบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส องค์ประกอบที่มีผลต่อมุมสัมผัสน้ำที่สุดคือปริมาณไขผึ้ง รองลงมาคืออุณหภูมิ ปริมาณโคโตซานมีผลต่อความหนืดของอิมัลชันซึ่งส่งผลต่อกระบวนการเคลือบ

ผลของอุณหภูมิที่มีต่อการซึมผ่านไอน้ำศึกษาโดยกำหนดปริมาณไขผึ้งในอิมัลชันให้คงที่เท่ากับร้อยละ 96 โดยน้ำหนัก เคลือบอิมัลลงบนกระดาษและอบที่อุณหภูมิตั้งแต่ 25 ถึง 90 องศาเซลเซียส พบว่า ความหนาแน่นชั้นเคลือบเพิ่มขึ้น และค่าการซึมผ่านของไอน้ำลดลงจาก 2,610.6 เป็น 273.6 $\text{g/m}^2\cdot\text{day}$ ตามลำดับ (ตารางที่ 2.9) อุณหภูมิทำให้ความเป็นพหุสัมพันธ์ของไขมันเปลี่ยนแปลง จึงส่งผลต่อความหนาแน่นชั้นเคลือบและความต้านทานไอน้ำ (Kester และคณะ 1989) การอบกระดาษเคลือบที่อุณหภูมิสูงขึ้นทำให้ความต้านทานการซึมผ่านของไอน้ำลดลง เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้อนุภาคไขผึ้งหลอมละลายมากขึ้น ช่องว่างระหว่างอนุภาคจึงลดลง ทำให้โมเลกุลของน้ำเข้าไปแทรกได้ยากขึ้น ค่าการซึมผ่านของไอน้ำจึงลดลง (Zhang และคณะ 2014)

ตารางที่ 2.9 ค่าการซึมผ่านไอน้ำและความหนาแน่นของชั้นเคลือบไคโตซานและไข่ผึ้ง ที่อบแห้งที่อุณหภูมิต่างๆ ปริมาณไข่ผึ้งในอิมัลชันเท่ากับร้อยละ 96 โดยน้ำหนัก (Zhang และคณะ 2014)

Sample	Density of coating layer (kg/m ³)	Dry temp. (°C)	WVTR (g/m ² .day)
1	800.0	25.0	2,610.6
2	830.0	50.0	2,362.5
3	850.0	60.0	1,925.0
4	1,090.0	70.0	700.0
5	1,300.0	80.0	525.0
6	1,250.0	90.0	273.6

แม้ความไม่ชอบน้ำของไขมันจะช่วยลดการซึมผ่านไอน้ำได้ แต่ปริมาณไขมันไม่ได้แปรผันตรงกับความต้านทานไอน้ำเสมอไป R. Sothornvit (2009) สนใจอิทธิพลของปริมาณไขมันในของผสมไฮดรอกซีพรอพิลเมทิลเซลลูโลส (hydroxypropyl methylcellulose, HPMC) และกลีเซอรอล ที่มีต่อคุณสมบัติเชิงกลและค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษเคลือบ สารเคลือบเตรียมจากไฮดรอกซีพรอพิลเมทิลเซลลูโลส กลีเซอรอล กรดสเตียริกและไข่ผึ้งร้อยละ 20 และ 60 โดยน้ำหนัก ปั่นผสมด้วยความเร็วรอบ 30,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที ทิ้งให้เย็น จากนั้นนำมาเคลือบลงบนกระดาษเอกสารความหนา 80 แกรม ด้วยแท่งเคลือบฟิล์ม แล้วทิ้งให้แห้งเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ความหนาแน่น (density, g/cm³) ของสารเคลือบคำนวณจากน้ำหนัก พื้นที่ และความหนาของกระดาษเคลือบเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ ผลการศึกษาแสดงดังตารางที่ 2.10 (Sothornvit 2009)

ตารางที่ 2.10 ความหนาแน่นและค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบ (Gly คือ กลีเซอรอล และ BW คือไข่ผึ้งร้อยละ 20 และ 60 โดยน้ำหนัก (Sothornvit 2009)

Sample	Density (g/cm ³)	WVP (g-mm/ m ² .day.kPa)	
		Coated side	Uncoated side
Uncoated	-	115.2±12.0	115.2±12.0
HPMC: Gly	0.70	96.0±12.0	100.8±14.4
HPMC: Gly: 20BW	0.67	88.8±4.8	91.2±2.4
HPMC: Gly: 60BW	0.66	100.8±4.8	96.0±4.8

ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่ากระดาษที่ผ่านการเคลือบสามารถลดการซึมผ่านของไอน้ำได้ ค่าการซึมผ่านไอน้ำขึ้นกับชนิดของสารที่ใช้เคลือบและความสัมพันธ์ระหว่างสารเคลือบและเส้นใยกระดาษ เมื่อเปรียบเทียบค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบพบว่า สารเคลือบที่มีองค์ประกอบของไขมันร้อยละ 20 สามารถลดการซึมผ่านไอน้ำได้มากที่สุด โดยมากกว่าสารเคลือบที่มีไขมันร้อยละ 60 ปริมาณของไขมันจึงไม่แปรผันตรงกับความสัมพันธ์ของความต้านทานไอน้ำเสมอไป ค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษด้านที่เคลือบและด้านที่ไม่เคลือบไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ดังนั้นการเคลือบกระดาษเพียงด้านเดียวสามารถลดค่าการซึมผ่านของไอน้ำของกระดาษได้ทั้ง 2 ด้าน

ผลของสารลดแรงตึงผิวหรือสารช่วยผสม (plasticizer) และน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำศึกษาจากงานวิจัยของ Khwaldia, K. (2013) ซึ่งสนใจผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่และองค์ประกอบในสารเคลือบที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำ โดยสารเคลือบเตรียมจากไฮดรอกซีพอลิเมทิลเซลลูโลส ที่มีองค์ประกอบของสารช่วยผสมชนิดต่างๆ เคลือบลงบนกระดาษโดยให้น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่แตกต่างกัน ซึ่งพบว่าตัวอย่างกระดาษเคลือบที่มีอัตราส่วนของสารช่วยผสมมาก ทำให้ไอน้ำซึมผ่านได้มากขึ้น

สารเคลือบที่ไม่มีสารช่วยผสมที่เคลือบบนกระดาษด้วยน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 3.0 กรัม/ตารางเมตร สามารถลดการซึมผ่านไอน้ำได้สูงสุดเท่ากับร้อยละ 23.4 เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบ แต่เมื่อเพิ่มน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เป็น 5.0 7.0 และ 9.0 กรัม/ตารางเมตร พบว่าไอน้ำซึมผ่านได้มากขึ้น โดยลดการซึมผ่านไอน้ำได้เท่ากับร้อยละ 22.9 19.1 และ 18.8 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ สารเคลือบที่มีกลีเซอรอลร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก เป็นสารช่วยผสม ที่เคลือบด้วยน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 3.0 กรัม/ตารางเมตร ลดปริมาณไอน้ำซึมผ่านได้ร้อยละ 14.0 เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบ และเมื่อเพิ่มน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เป็น 5.0 และ 7.0 กรัม/ตารางเมตร พบว่าลดปริมาณไอน้ำซึมผ่านได้เพียงร้อยละ 9.7 และ 1.9 ตามลำดับ และเมื่อเพิ่มน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เป็น 9.0 กรัม/ตารางเมตร พบว่าไอน้ำซึมผ่านได้มากกว่ากระดาษที่ไม่เคลือบ

ผลการศึกษาแสดงให้เห็นว่าการเคลือบกระดาษด้วยสารเคลือบที่มีสารช่วยผสมทำให้ไอน้ำซึมผ่านได้มากขึ้น และน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่เพิ่มขึ้นก็ทำให้ไอน้ำซึมผ่านได้มากขึ้นเช่นกัน (Khwaldia 2013)

จากการศึกษาวิจัยที่เกี่ยวข้องทำให้สรุปได้ว่า การเคลือบอิมัลชันที่มีองค์ประกอบไขมันลงบนกระดาษทำให้กระดาษมีความต้านทานน้ำมากขึ้น และมีค่ามัมสัมผัสน้ำมากขึ้น ซึ่งแสดงถึงความ

ไม่ชอบน้ำที่มากขึ้นเมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่ได้ผ่านการเคลือบ ปัจจัยที่มีผลต่อความต้านทานน้ำและ มุมสัมผัสไอน้ำมากที่สุดคือ ปริมาณไขมันที่เป็นองค์ประกอบในอิมัลชัน รองลงมาคืออุณหภูมิที่ใช้ไม่ กระดาษที่ผ่านการเคลือบให้แห้ง อุณหภูมิมีผลต่อความหนาแน่นของชั้นเคลือบเนื่องจากคุณสมบัติ ขององค์ประกอบในแว็กซ์หรือไขมันสามารถเปลี่ยนแปลงได้เมื่ออุณหภูมิมีการเปลี่ยนแปลง

ปริมาณไขมันในอิมัลชันที่มากขึ้นทำให้ความไม่ชอบน้ำของกระดาษเคลือบเพิ่มมากขึ้น แต่ไม่ เสมอไปขึ้นกับองค์ประกอบภายในทั้งหมดของอิมัลชัน โดยเฉพาะอิมัลชันที่มีองค์ประกอบของโปรตีน หรือโพลีแซคคาไรด์ซึ่งมีคุณสมบัติเฉพาะในตัวเอง

อุณหภูมิอบแห้งที่มากขึ้นมีผลทำให้ความหนาแน่นของชั้นเคลือบ ค่ามุมสัมผัสบนพื้นผิว และ ค่าการซึมผ่านไอน้ำเปลี่ยนแปลง จากผลการวิจัยส่วนใหญ่พบว่ากระดาษเคลือบที่อบแห้งที่อุณหภูมิ สูงขึ้นจะมีความไม่ชอบน้ำมากขึ้น เนื่องจากอนุภาคแว็กซ์เกิดการหลอมเหลวเชื่อมต่อกัน โมเลกุลของ น้ำจึงสัมผัสกระดาษได้ยากขึ้น นอกจากนี้ความไม่ชอบน้ำของกระดาษเคลือบอาจเพิ่มขึ้นหรือลดลง เมื่อความหนาแน่นชั้นเคลือบมีการเปลี่ยนแปลง

ปริมาณสารลดแรงตึงผิวและสารช่วยผสมมีผลต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำของวัสดุ เนื่องจากเป็น สารที่มีทั้งโมเลกุลส่วนที่ชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ ทำให้สามารถเหนี่ยวนำโมเลกุลของน้ำให้ซึมผ่านวัสดุ ได้ง่ายขึ้น (Khwaldia 2013, Muscat และคณะ 2013) อิมัลชันที่ใช้เคลือบวัสดุจึงไม่ควรมียปริมาณ สารลดแรงตึงผิวหรือสารช่วยผสมมากเกินไป อย่างไรก็ตาม สารลดแรงตึงผิวไม่มีประจุบางชนิดที่มี องค์ประกอบของหมู่พอลิออกซีเอทิลีน เช่น Tween® จะมีความไม่ชอบน้ำมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงเกิน กว่าจุดเริ่มขุ่น (65 องศาเซลเซียส) เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงทำให้โมเลกุลออกซิเจนของพอลิออกซีเอ ทิลีน (polyoxyethylene) ในสายโซ่ละลายน้ำได้น้อยลง (Batigöc และคณะ 2011) ดังนั้นการ อบแห้งที่อุณหภูมิสูงจึงช่วยลดความชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิวได้

ชนิดของไขมันหรือแว็กซ์มีผลต่อความไม่ชอบน้ำของกระดาษเคลือบเช่นกัน ส่วนใหญ่ไขมันที่ มีจุดหลอมเหลวสูงกว่า จะสามารถป้องกันไอน้ำซึมผ่านได้ดีกว่า อย่างไรก็ตามพบว่าค่าการซึมผ่านไอน้ำของวัสดุไม่ได้ขึ้นกับค่าการซึมผ่านไอน้ำของไขมันที่ใช้เพียงอย่างเดียว แต่ขึ้นกับคุณสมบัติค่าความ หนืดและความยืดหยุ่นของไขมันชนิดนั้นด้วย ไขมันบางตัวอาจป้องกันไอน้ำซึมผ่านได้น้อยแม้ว่าจะมี อัตราส่วนของไขมันที่สูงก็ตาม (Shellhammer และคณะ 1997)

2.7 ลิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

ลิทธิบัตรในไทย: -

ลิทธิบัตรต่างประเทศ:

ลิทธิบัตรสหรัฐอเมริกา US7776928B2; Aug. 17, 2010

เจ้าของผลงาน Gregory Borsinger และ Abbas Hassan

ชื่อลิทธิบัตร wax emulsion coating application

อิมัลชันที่เตรียมจากแว็กซ์ใช้ในอุตสาหกรรมเคลือบกระดาษและกล่องใส่ของเพื่อป้องกันความชื้น แวกซ์ปิโตรเลียมมีปริมาณจำกัด ดังนั้นแว็กซ์จากพืชและสัตว์จึงเป็นทางเลือกใหม่เนื่องจากสามารถเกิดใหม่ทดแทนได้ ย่อยสลายโดยไม่ส่งผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม สามารถใช้เคลือบกระดาษ ใช้ผลิตเครื่องสำอาง และเคลือบผิวผลไม้ได้ น้ำมันจากธรรมชาติสามารถปรับปรุงคุณสมบัติด้วยกระบวนการไฮโดรจีเนต (hydrogenate) ให้มีจุดหลอมเหลวสูง และเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้องเช่นเดียวกับแว็กซ์ แวกซ์ที่ใช้ในลิทธิบัตรนี้เป็นแว็กซ์จากพืช ประกอบด้วยไตรกลีเซอไรด์ กรดคาร์บอกซิลิก หรือคาร์บอกซิลเอสเทอร์ (carboxyl ester) ต่อกันเป็นพอลิเมอร์ หมู่ฟังก์ชันเหล่านี้จะถูกสะaponนิฟายให้ชอบน้ำมากขึ้นและย่อยสลายได้เร็ว ซึ่งเป็นผลดีต่อกระบวนการนำกลับมาใช้ใหม่ของวัสดุที่ผ่านการเคลือบสารที่ใช้สะaponนิฟายกรดไขมันในแว็กซ์คือเบสและเอมีน (amine) แวกซ์ที่มีค่าสะaponนิฟิเคชันในช่วง 20 ถึง 30 mg.KOH/g.wax สามารถเตรียมเป็นอิมัลชันได้ง่าย โดยค่าสะaponนิฟิเคชันแสดงถึงจำนวนของกรดคาร์บอกซิลิกและเอสเทอร์ที่ถูกสะaponนิฟายได้

คุณสมบัติที่ดีของแว็กซ์อิมัลชันคือ สามารถแห้งได้เร็ว อิมัลชันจึงควรมีองค์ประกอบแว็กซ์สูง โดยทั่วไปอิมัลชันควรมีแว็กซ์เป็นองค์ประกอบร้อยละ 15 ถึง 40 สารลดแรงตึงผิวร้อยละ 5 ถึง 25 โดยน้ำหนัก การใช้น้ำเป็นวัฏภาคภายนอกทำให้อิมัลชันมีความเป็นพิษต่ำกว่าการใช้ตัวทำละลาย ประจุของแว็กซ์อิมัลชันเป็นได้ทั้งประจุลบ บวก หรือไม่มีประจุ ขึ้นอยู่กับสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ ขั้นตอนการเตรียมอิมัลชันคือ หลอมละลายแว็กซ์จากนั้นใส่ต่างลงไปเท่ากับค่าสะaponนิฟิเคชันของแว็กซ์ชนิดนั้นเพื่อสะaponนิฟายกรดไขมันและเอสเทอร์ในแว็กซ์ ใส่สารลดแรงตึงผิว ปั่นกวนให้เข้ากันตลอดเวลาด้วยเครื่องผสมเป็นเนื้อเดียว (homogenizer) ซึ่งช่วยให้เกิดแรงเฉือนระหว่างผสมได้ดีขึ้น ขนาดอนุภาคของแว็กซ์จึงเล็กลง และอาจลดขั้นตอนการสะaponนิฟายลงได้ ลักษณะสมบัติของอิมัลชันดูจากขนาดอนุภาค ซึ่งมีได้ตั้งแต่ 100 ถึง 1000 นาโนเมตร ความคงตัวของอิมัลชันวิเคราะห์จากการแยกชั้นเมื่ออุณหภูมิหรือเวลาเปลี่ยนแปลง

เตรียมอิมัลชันโดยต้มน้ำให้มีอุณหภูมิ 70 ถึง 80 องศาเซลเซียส ใส่น้ำมันถั่วเหลืองที่ผ่านกระบวนการไฮโดรจีเนต (hydrogenate) จนมีคุณสมบัติเป็นแว็กซ์ (soy bean wax) และสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุลงไป เติมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 45 โดยน้ำหนัก 0.01 กรัม เพื่อสะaponนิฟายกรดไขมันในแว็กซ์ จากนั้นปั่นกวนที่อุณหภูมิ 85 ถึง 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที ทิ้งให้อิมัลชันเย็นลงตัวที่ 50 องศาเซลเซียส นำไปผ่านเครื่องผสมความดันสูงที่ความดัน 3,000 psi แล้วทำให้อิมัลชันเย็นตัวลงที่อุณหภูมิ 30 ถึง 35 องศาเซลเซียส อิมัลชันที่ได้มีสีขุ่นเหมือนน้ำมันและมีความเสถียรเมื่อมองด้วยตาเปล่า นำกระดาษแข็งหรือกระดาษลูกฟูกขนาด 3x8 เซนติเมตร ไปอบที่ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาทีเพื่อไล่ความชื้น จากนั้นลุ่มลงในอิมัลชันเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นนำไปอบที่ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (Borsinger และคณะ 2010)
 ข้อถือสิทธิ

1. อิมัลชันควรประกอบด้วยแว็กซ์ร้อยละ 10 ถึง 50 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับน้ำหนักทั้งหมด หรือมีร้อยละของของแข็งเท่ากับ 25 ถึง 40 สารลดแรงตึงผิวร้อยละ 1 ถึง 25 โดยน้ำหนัก ควรเป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ (nonionic) หรือมีประจุบวก (cationic) อิมัลชันที่ได้ควรมีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 100 ถึง 1,000 นาโนเมตร
2. อาจมีการใส่สารปรับปรุงคุณสมบัติ เช่น สารป้องกันแบคทีเรีย บัฟเฟอร์ และสารกันบูด

สิทธิบัตรอเมริกา US4468254; Aug. 28, 1984

เจ้าของผลงาน Nobuo Yokoyama และ Yoshihiko Araki

ชื่อสิทธิบัตร wax emulsion

อิมัลชันจากแว็กซ์ที่มีองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนสามารถเคลือบป้องกันน้ำและความชื้นได้ เตรียมอิมัลชันจากพาราฟินแว็กซ์ และสารลดแรงตึงผิวชนิดมีประจุแบบแอนไอออนิก (anionic surfactant) หรือชนิดไม่มีประจุ (nonionic surfactant) เช่น SPAN[®] และ TWEEN[®] เป็นต้น ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมคือ ร้อยละ 5 ถึง 20 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับปริมาณแว็กซ์ การเพิ่มปริมาณสารลดแรงตึงผิวช่วยเพิ่มความเสถียรของอิมัลชันแต่จะลดความต้านทานน้ำและความชื้น ดังนั้นจึงไม่ควรใช้ในปริมาณมาก การใส่พอลิเมอร์สังเคราะห์สามารถลดปริมาณการใช้สารลดแรงตึงผิวได้ แต่ไม่ควรเกินร้อยละ 25 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับปริมาณแว็กซ์ พอลิเมอร์บางตัวเพิ่มความต้านทานไอน้ำได้ เช่น polar vinyl homopolymer หรือโคพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วย acrylic acid

ester, methacrylic acid และ styrene monomer อัตราส่วนของแวกซ์อิมัลชันต่อพอลิเมอร์ที่เหมาะสมคือ 90 ถึง 55 : 10 ถึง 45 เตรียมอิมัลชันโดยผสมแวกซ์พาราฟินกับพอลิเมอร์สังเคราะห์ อัตราส่วนต่างๆในบีกเกอร์ขนาด 3 ลิตรที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส ใส่สารลดแรงตึงผิวและเติมน้ำเดือดลงไป ปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นทำให้เย็นลงที่อุณหภูมิ 60 ถึง 70 องศาเซลเซียส นำไปผ่านเครื่องผสมเป็นเนื้อเดียว (homogenizer) แล้วให้อิมัลชันเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง วัดความหนืดของอิมัลชันด้วยเครื่องวัดความหนืด (Brookfield viscometer) ใช้ความเร็วรอบ 30 รอบต่อนาที

ทดสอบการเคลือบฟิล์มโดยเคลือบอิมัลชันลงบนกระดาษ ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง สังเกตผลการเคลือบด้วยตาเปล่าและการสัมผัส ทดสอบความต้านทานน้ำโดยการจุ่มน้ำ สังเกตการเปียกน้ำของฟิล์มและระยะเวลาที่หลุดจากกระดาษ ทดสอบการป้องกันน้ำตาม Japanese Industrial Standard P-8122 โดยเคลือบอิมัลชันลงบน Kraft paper ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จับเวลาที่ของเหลวซึมผ่านชั้นฟิล์ม โดยของเหลวซึมผ่าน Kraft paper ที่ไม่ผ่านการเคลือบอิมัลชันเมื่อเวลาผ่านไป 35 วินาที

ข้อถือสิทธิ์

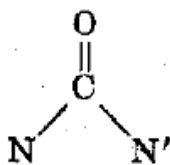
1. แวกซ์ที่ใช้เตรียมอิมัลชันควรถูกทำให้หลอมเหลวที่อุณหภูมิตั้งแต่ 40 ถึง 120 องศาเซลเซียส และมีการเติมพอลิเมอร์สังเคราะห์ร้อยละ 5 ถึง 25 โดยน้ำหนัก
2. หากมีการผสมสารประเภท petroleum resins, ethylene-vinyl acetate copolymers และ asphalt ไม่ควรใส่เกินร้อยละ 10 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับไฮโดรคาร์บอนทั้งหมด
3. ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมเท่ากับร้อยละ 3 ถึง 25 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับแวกซ์

สิทธิบัตรสหรัฐอเมริกา US3819530; June. 25, 1974

เจ้าของผลงาน Edward L. Ratledge และ Richard E. Ware

ชื่อสิทธิบัตร stabilized wax emulsions

ปัญหาที่พบมากของแวกซ์อิมัลชันแบบน้ำมันในน้ำคือความคงตัวที่ลดลงเนื่องจากระยะเวลาการเก็บรักษาและการขนส่งที่อาจทำให้เกิดการแยกแ่งและการหลอมละลาย ซึ่งทำลายความคงตัวของอิมัลชัน ทำให้อิมัลชันไม่สามารถไหลได้หรือมีลักษณะเหมือนครีม สิทธิบัตรนี้ต้องการผลิตอิมัลชันที่มีความคงตัวสูง ไม่แยกชั้น ไม่กลายเป็นเจลหรือครีเมื่อก่อนการทดสอบวัฏจักรแยกแ่งและหลอมละลาย (freeze-thaw cycles) ซึ่งพบว่า อิมัลชันที่มีเติมองค์ประกอบโมเลกุลตั้งรูปที่ 2.35 มีความคงตัวต่อการทดสอบวัฏจักรแยกแ่งและหลอมละลายที่มากขึ้น



รูปที่ 2.35 องค์ประกอบโมเลกุลที่ช่วยให้อิมัลชันมีความคงตัวต่อการทดสอบวัฏจักรเยือกแข็งและหลอมละลาย เมื่อ N และ N' คือ $-\text{NH}_2$, $-\text{NHCH}_3$, NHC_2H_5 , $-\text{CH}_3$ และ $-\text{CH}_5$ (Ratlledge และคณะ 1974)

สารที่ประกอบด้วยโครงสร้างโมเลกุลดังรูปที่ 2.32 คือ สารประกอบจำพวกยูเรีย (urea) เอไมด์ (amide) และคีโตน ซึ่งละลายน้ำได้ สามารถเติมลงในเว็ทซ์อิมัลชันได้โดยตรง หรือละลายในวัฏภาคน้ำก่อนหรือหลังการเตรียมอิมัลชัน ปริมาณที่ใช้ไม่ควรน้อยกว่าร้อยละ 0.05 และไม่ควรเกินร้อยละ 10 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับน้ำหนักทั้งหมด

อิมัลชันในสิทธิบัตรนี้เตรียมจากเว็ทซ์พาราฟิน 500 กรัม ผสมน้ำมันแร่ (mineral oil) 60 กรัม ใช้สารลดแรงตึงผิว sorbitan monostearate 26 กรัม และ polyoxyethylene sorbitan monostearate 24 กรัม ผสมกับน้ำ 390 กรัม ที่อุณหภูมิ 185 องศาฟาเรนไฮต์ โดยปั่นจนตลอดเวลา จากนั้นลดอุณหภูมิจนเท่ากับอุณหภูมิห้อง อิมัลชันมีทั้งหมด 7 ตัวอย่าง โดยใส่สารช่วยเพิ่มความคงตัวชนิดต่างๆ เพื่อทดสอบผลที่มีต่อความคงตัวเมื่อนำอิมัลชันไปผ่านวัฏจักรเยือกแข็งและหลอมละลาย ซึ่งทดสอบด้วยการนำอิมัลชันไปทำให้เยือกแข็งที่อุณหภูมิ 0 องศาฟาเรนไฮต์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำให้ละลายที่อุณหภูมิ 72 องศาฟาเรนไฮต์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จนครบ 5 ครั้ง วัดความหนืดของตัวอย่างทุกครั้งเพื่อเปรียบเทียบ ผลของความหนืดที่วัดได้แสดงดังตารางที่ 2.12 ผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่าสารเพิ่มความเสถียรช่วยปรับปรุงเสถียรภาพของอิมัลชัน โดยพบว่าอิมัลชันสามารถไหลได้หลังจากผ่านการทดสอบ 5 รอบ ส่วนอิมัลชันที่ไม่เติมสารช่วยเพิ่มความเสถียรมีลักษณะเป็นเจลที่ไม่สามารถไหลได้เมื่อผ่านการทดสอบรอบที่ 2 (Ratlledge และคณะ 1974)

ข้อถ้อยสิทธิ์

1. อัตราส่วนที่เหมาะสมของอิมัลชันคือ เว็ทซ์จากปิโตรเลียมร้อยละ 0.1 ถึง 60 น้ำร้อยละ 40 ถึง 98 และสารลดแรงตึงผิวผสมกับสารช่วยเพิ่มความคงตัวเท่ากับร้อยละ 2.0 ถึง 5.0 เมื่อเทียบกับน้ำหนักอิมัลชันทั้งหมด

ตารางที่ 2.11 ผลการทดสอบวัฏจักรเยือกแข็งและหลอมละลายของอิมัลชันที่เติมและไม่เติมสารเพิ่มความคงตัวชนิดต่างๆ (Ratlidge และคณะ 1974)

sample	Stabilizer	Parts stabilizer per 100 parts wax emulsion	Freeze thaw cycles Brookfield viscosity cps.					
			0	1	2	3	4	5
(a)	Urea	2.0	125	180	225	260	250	265
(b)	Methyl urea	2.5	103	135	170	185	210	245
(c)	1,3-dimethyl urea	3.0	105	140	140	160	200	190
(d)	Ethyl urea	4.0	100	135	160	185	190	190
(e)	Acetamide	2.0	100	105	185	305	275	335
(f)	Acetone	2.0	110	165	190	235	275	285
control	-	0	105	None-flowable gel				

จากข้อมูลในสิทธิบัตรที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมอิมัลชันจากแว็กซ์ การเคลือบวัสดุ และความคงตัวภายใต้การเยือกแข็งและหลอมละลาย สามารถสรุปได้ว่า อิมัลชันควรมีแว็กซ์เป็นองค์ประกอบร้อยละ 15 ถึง 40 สารลดแรงตึงผิวร้อยละ 5 ถึง 25 โดยน้ำหนัก การใส่ต่างเท่ากับค่าสะพานนิพิตะชันของแว็กซ์ทำให้เตรียมอิมัลชันได้ง่ายขึ้น แต่อาจทำให้ความชอบน้ำของแว็กซ์เพิ่มขึ้นเช่นกัน (Borsinger และคณะ 2010) การใส่พอลิเมอร์สังเคราะห์สามารถลดปริมาณสารลดแรงตึงผิวและเพิ่มความคงตัวของอิมัลชันได้ แต่ไม่ควรใส่เกินร้อยละ 25 โดยน้ำหนักของแว็กซ์ (Yokoyama และคณะ 1984) องค์ประกอบโมเลกุลที่ช่วยให้อิมัลชันมีความคงตัวต่อการทดสอบวัฏจักรเยือกแข็งและหลอมละลาย คือ $-NH_2$, $-NHCH_3$, NHC_2H_5 , $-CH_3$ และ $-CH_5$ (Ratlidge และคณะ 1974) ซึ่งอยู่ในสารประกอบจำพวกยูเรีย (urea) เอไมด์ (amide) และคีโตน ปริมาณที่ใช้ไม่ควรเกินร้อยละ 10 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับน้ำหนักทั้งหมด (Ratlidge และคณะ 1974) สามารถลดขั้นตอนการสะพานนิพิตะชันได้หากการเตรียมอิมัลชันที่มีการให้แรงเฉือนสูงเพียงพอ ขนาดอนุภาคในอิมัลชันมีได้ตั้งแต่ 100 ถึง 1000 นาโนเมตร การเคลือบทำได้โดยปาดอิมัลชันให้เป็นชั้นฟิล์มบนวัสดุ หรือจุ่มวัสดุลงในอิมัลชัน จากนั้นอบให้แห้ง (Borsinger และคณะ 2010)

บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุและสารเคมี

1. เซลแล็กแวกซ์ (ผลพลอยได้จากการผลิตเรซินเซลแล็ก) ซื้อจากบริษัท Exellac (Exellac Co., Ltd.) จังหวัดลำปาง ในเดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2556
2. Sodium hydroxide (NaOH, MW 40.00 QRèC, Germany)
3. 98% Sulfuric Acid (H_2SO_4 , MW 98.08, QRèC, Germany)
4. 95% ethanol (C_2H_5OH , MW 46.04 g/ml, JT Baker, Malaysia)
5. Toluene (QRèC, Germany)
6. Potassium hydroxide (KOH, MW 56.11 Q QRèC, Germany)
7. Hydrochloric Acid (HCl 37%, MW 36.46 g/mol, QRèC, New Zealand)
8. Polysorbate 80, TWEEN[®] 80 (MW 1,310.00, Rankem, RFCL limited, India)
9. SPAN[®] 80 (MW 428.60, Fluka, Germany)
10. Poloxamer[®] 188 (MW 8,350.00, Sigma-Aldrich, USA)
11. Deionization water, pH 5.5
12. Barium chloride ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$, MW 244.27, Ajax Finechem, New Zealand)
13. Sodium chloride (NaCl, MW 58.44, J.T.Baker, Malaysia)
14. หลอดปั่นเหวี่ยง (Centrifugal tubes 15 ml, 50 ml (Biofil, USA)
15. กระดาษถ่ายเอกสาร ความหนา 70 แกรม (กรัม/ตารางเมตร)

3.2 อุปกรณ์

1. เครื่องชั่งน้ำหนักแบบดิจิตอล (AL204, Mettler TOLEDO, USA)
2. บีกเกอร์ (Beaker 100, 250, 500, 1000, 2000 ml, Pyrex, USA)
3. ขวดแก้วบรรจุสาร (Dulan bottle 50, 100, 250, 500, 1000 ml, Pyrex, USA)
4. บิวเรตต์สำหรับไตเตรตสาร (burette 50 ml, Pyrex, USA)
5. เครื่องดูดจ่ายสารอัตโนมัติ (Micropipette, Pipetman P200, P1000 and P5000, USA)

6. เครื่องปั่นผสมแบบติดตั้งใบพัดด้านบน (Overhead stirrer)
7. เครื่องปั่นผสมแบบให้ความร้อน (Magnetic stirrer with hot plate, MSH-10, Daihan Scientific Ltd., WiseStir)
8. เครื่องวัดค่าพีเอช (pH meter)
9. เครื่องวัดค่าการนำไฟฟ้า (Conductivity meter)
10. อ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิ (Waterbath, scientific.c promotion Co., Ltd.)
11. เครื่อง vortex mixer (MX-S, Dragon Lab, China)
12. เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูง (Ultra-turrax T25, IKA digital, Germany)
13. เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง (High pressure homogenizer TS series, Constant system Ltd., UK)
14. เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge, Kubota corporation 6500, Japan)
15. ตู้อบ (Oven, VD23, Binder, Germany)
16. ถ้วยเซรามิกทนอุณหภูมิสูง (crucible)
17. เตาเผาอุณหภูมิสูง (Muffle furnace)
18. โถดูดความชื้น (Desiccator)
19. Differential scanning calorimetry, DSC (NETZSCH DSC 204F1 Phoenix)
20. Mastersizer 2000 (Malvern Instrument Ltd., UK)
21. Zetasizer NanoZS nanoseries (Malvern Instrument Ltd., UK)
22. เครื่องวัดความหนืด (SV-10 Vibro Viscometer, A&D company, Limited, Japan)
23. กล้องถ่ายรูป (D5000, Nikon, Japan)
24. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy (SEM), JSM-5410LV, Jeol, Japan)
25. เครื่องมือสำหรับเคลือบฟิล์ม (casting bar)
26. Contact angle tester (Camplus Micro, Tanteq Inc, USA)
27. Thickness gage (Dial type, Mitutoyo, Japan)
28. เครื่องวัดการซึมผ่านของไอน้ำ (Permatran-W[®] model 398, Mocon, USA)
29. เครื่องวัดการซึมผ่านออกซิเจน (OX-TRAN[®] Model 2/21 Series Mocon, USA)

3.3 แผนผังการดำเนินงาน

แผนผังสรุปการดำเนินการทั้งโครงการเป็นไปดังรูปที่ 3.1 โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

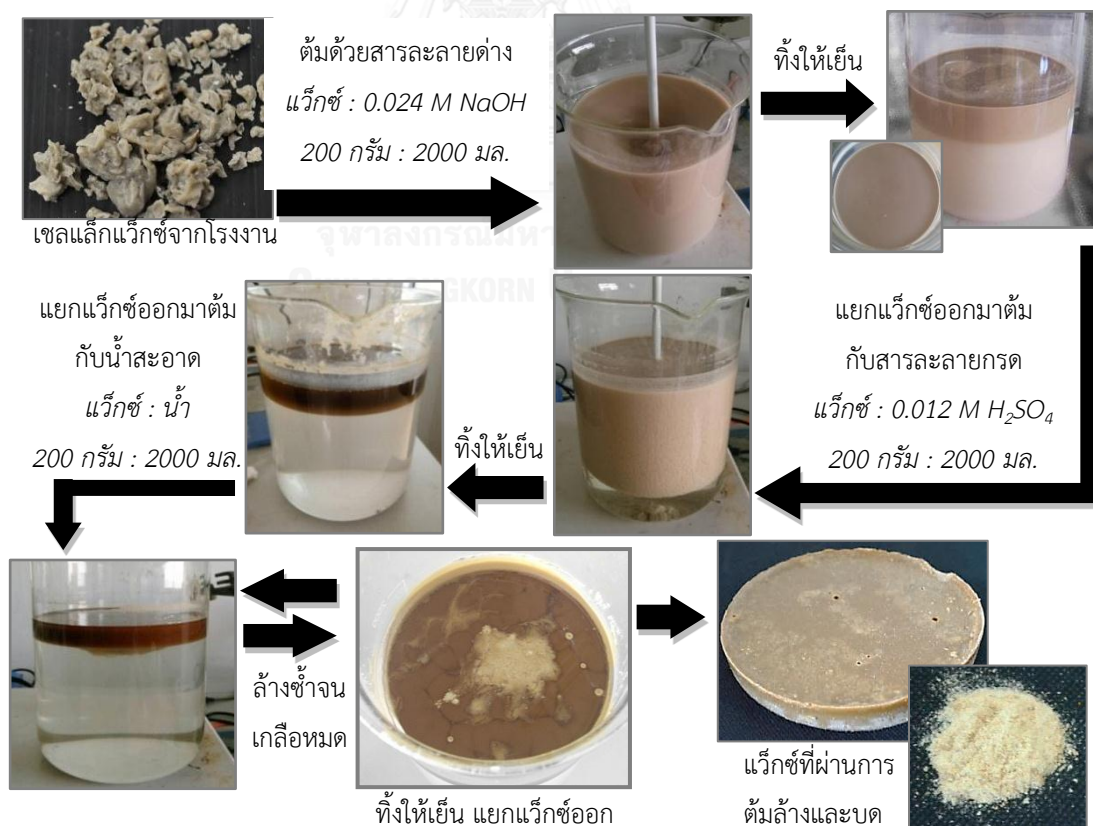


รูปที่ 3.1 แผนผังการดำเนินงานวิจัย

3.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การทำความสะอาดเซลล์แก๊สที่รับจากโรงงาน

เซลล์แก๊สจากโรงงานมีฝุ่นผง ตะกอนแขวนลอย และสารเคมี เช่น โซเดียมคาร์บอเนต และคลอรีนที่เจือปนมาจากกระบวนการผลิต จึงมีการทำความสะอาดแก๊สโดยดัดแปลงจากวิธีของ พันธุ์สิริ ศิริรัชตพงษ์ และ พิชญ์นรี ลลิตาภรณ์ (2551) เริ่มจากปั่นกวนแก๊ส 200 กรัม ในสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.024 โมลต่อลิตร ปริมาตร 2 ลิตร ที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้แก๊สละลายจนสิ่งเจือปนหลุดออก ทิ้งให้เย็น แยกแก๊สออกมาต้มใน สารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.012 โมลต่อลิตร สภาวะเดียวกัน เพื่อสะเทินด่างให้เป็นเกลือ ทิ้งให้เย็น จากนั้นแยกแก๊สมาต้มกับน้ำสะอาดเพื่อล้างเกลือจากปฏิกิริยา (รูปที่ 3.2) วัดค่าการนำ ไฟฟ้าและค่าพีเอชของสารละลายที่ผ่านการต้มล้างทุกครั้ง เปรียบเทียบค่าพีเอชและค่าการนำไฟฟ้า กับน้ำสะอาดเพื่อประเมินสิ่งเจือปนที่เหลือในแก๊ส จากนั้นแก๊สหลังทำความสะอาดจะถูกตากให้แห้งที่ อุณหภูมิห้อง และบดให้ละเอียดเพื่อศึกษาต่อไป



รูปที่ 3.2 การทำความสะอาดเซลล์แก๊สด้วยสารละลายต่าง กรด และน้ำสะอาด

3.4.2 การศึกษาลักษณะทางกายภาพและทางความร้อนของเซลลิ่งแวกซ์

(ก) สีของแวกซ์ วัดได้โดยบดแวกซ์ให้ละเอียดแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือวัดสี chromameter (Konica minolta model-CR-400, Japan) ด้วยระบบ Hunter's scale ใช้ค่า L^* a^* b^* บ่งบอกระดับสีและความสว่างแบบสามมิติ แกน L^* แสดงถึงความสว่าง (lightness) จากสีดำถึงสีขาว มีค่าตั้งแต่ 0 ถึง 100 ค่า L^* ที่เข้าใกล้ 0 แสดงว่ามีความสว่างน้อย หากค่า L^* เข้าใกล้ 100 แสดงว่ามีความสว่างมาก แกน a^* และ b^* มีทั้งค่าบวกและลบคือ $-a^*$ ถึง $+a^*$ ซึ่งแสดงสีเขียวถึงสีแดง และ $-b^*$ ถึง $+b^*$ แสดงถึงสีน้ำเงินถึงสีเหลือง การวัดสีตามมาตรฐานนี้กำหนดโดย Commission International de l'Eclairage (CIE) ประเทศฝรั่งเศส

(ข) ร้อยละโดยน้ำหนักของปริมาณความชื้น (% Moisture) ใช้หาค่าประกอบของน้ำที่สะสมอยู่ในน้ำมัน ไขมัน และแวกซ์ ทำได้โดยอบซามเปลาในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 ถึง 30 นาที เพื่อไล่น้ำ ชั่งน้ำหนักซามเปลา จากนั้นใส่ตัวอย่างลงในซามเปลาแล้วชั่งน้ำหนักซามเปลาด้วย นำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง หรือจนกว่าน้ำหนักจะคงที่ เพื่อแสดงว่าความชื้นหมดไปจากตัวอย่าง ให้นำน้ำหนักของซามเปลาที่แห้งแล้วชั่งน้ำหนักของซามเปลาและตัวอย่างหลังอบ นำค่าน้ำหนักที่คงที่มากำหนดหาปริมาณน้ำในองค์ประกอบจากสมการที่ 3.1

$$\% \text{ Moisture} = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{m_2} \quad (3.1)$$

เมื่อ m_1 คือ มวลของสารตัวอย่างก่อนอบ (กรัม)
 m_2 คือ มวลของสารตัวอย่างหลังอบ (กรัม)

(ง) ร้อยละโดยน้ำหนักของปริมาณเถ้า (% Ash) ใช้หาค่าประกอบของเถ้าที่อยู่ในน้ำมัน ไขมัน และแวกซ์ โดยเถ้าคือสารซึ่งเป็นธาตุ หรือสิ่งเจือปนต่างๆ ที่พบหลังจากเผาไขมันหรือน้ำมัน จนองค์ประกอบไฮโดรคาร์บอนสลายตัว การหาปริมาณเถ้ายึดตามวิธีของ (Galylean 2010) โดยอบถ้วยเคลือบทนไฟเปล่าที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 15 ถึง 30 นาที เพื่อไล่น้ำแล้วชั่งน้ำหนักถ้วยเปล่า จากนั้นนำตัวอย่างใส่ลงในถ้วยแล้วชั่งน้ำหนักรวม นำถ้วยเคลือบทนไฟเข้าเตาเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมงหรือจนกว่าเถ้าที่เหลือไม่มีไอน้ำ หากเถ้าที่ได้เป็นสีดำให้เผาตัวอย่างต่อจนเถ้ากลายเป็นสีขาวทั้งหมด จากนั้นชั่งถ้วยเคลือบทนไฟและเถ้าที่เหลือ คำนวณร้อยละของเถ้าต่อน้ำหนักเริ่มต้นจากสมการที่ 3.2

$$\% \text{ Ash} = \frac{\text{ash weight} \times 100}{\text{dry weight}} = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m} \quad (3.2)$$

เมื่อ	m	คือ	มวลของสารตัวอย่างที่นำมาทดสอบ (กรัม)
	m_1	คือ	มวลของถ้วยเคลือบทนไฟเปล่า (กรัม)
	m_2	คือ	มวลของของถ้วยเคลือบทนไฟและเถ้า (กรัม)

3.4.3 การศึกษาลักษณะทางเคมี ทางความร้อน และโครงสร้างผลึกของเซลลูล์กวีท

(ก) ค่าความเป็นกรด หรือ Acid Value (A.V.) ใช้หาองค์ประกอบของกรดไขมันอิสระในน้ำมัน ไขมัน หรือแว็กซ์ โดยคิดจากจำนวนมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ที่ใช้ในการสะเทินกรดไขมันอิสระในไขมัน 1 กรัมให้มีค่าเป็นกลาง หาค่าความเป็นกรดโดยวิธีของ (Pacquot 1979) ตามมาตรฐาน ASTM D1386 โดยชั่งตัวอย่างเซลลูล์กวีทประมาณ 3 กรัม ใส่ลงในสารละลายผสมเอทานอล (ความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยปริมาตร) และโทลูอินอัตราส่วน 1:1 ปริมาตร 150 มิลลิลิตร หยดฟีนอล์ฟทาลีนประมาณ 5 หยด ปั่นกวนโดยให้ความร้อนจนกว่าตัวอย่างจะละลายหมด จากนั้นนำไปไตเตรตกับสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ในเอทานอลที่มีความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยปริมาตร จนกว่าฟีนอล์ฟทาลีนจะเปลี่ยนเป็นสีชมพูอ่อนนานเกิน 30 วินาที คำนวณหาค่าความเป็นกรดของตัวอย่างจากสมการที่ 3.3

$$\text{A.V.} = \frac{56.1 \times T \times V}{m} \quad (3.3)$$

เมื่อ	A.V.	คือ	Acid Value (มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อแว็กซ์ 1 กรัม)
	V	คือ	ปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการไตเตรต (มิลลิลิตร)
	T	คือ	ความเข้มข้นของของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (โมล/ลิตร)
	m	คือ	มวลของตัวอย่างที่นำมาทดสอบ (กรัม)

(ข) Saponification Value (S.V.) คือจำนวนมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการสะเทินกรด ไขมันอิสระในน้ำมัน ไขมัน หรือแว็กซ์ 1 กรัมให้มีค่าเป็นกลางและทำให้องค์ประกอบเอสเทอร์ในไขมัน 1 กรัมมีคุณสมบัติเป็นสบู่ ค่า Saponification Value หาได้จากวิธีของ (Pacquot 1979) ตามมาตรฐาน ASTM D1387 ซึ่งน้ำหนักเซลลูล์กวีทประมาณ 3 กรัมใส่ลงในขวดแก้วรูป

กรวย (conical flask) เติมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ในเอทานอลความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยปริมาตร ลงไป 25 มิลลิลิตร (มากเกินไปที่จะทำปฏิกิริยากับกรดไขมันและเอสเทอร์) ปั่นกวนโดยให้ความร้อนจนกว่าแว็กซ์จะละลาย จากนั้นหยดฟีนอล์ฟทาลีน 5 หยด สารละลายที่ได้จะเป็นสีชมพูเข้ม นำไปไตเตรตด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCL) ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร จนกว่าสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีขาว จากนั้นทำ blank เพื่อเปรียบเทียบโดยเตรียมเช่นเดิมแต่ไม่ใส่ตัวอย่าง คำนวณค่า Saponification Value (S.V.) จากสมการที่ 3.4

$$S.V. = \frac{56.1 \times T \times (V_0 - V_1)}{m} \quad (3.4)$$

เมื่อ	S.V.	คือ	Saponification Value (มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/แว็กซ์ 1 กรัม)
	V_0	คือ	ปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรต blank (มิลลิลิตร)
	V_1	คือ	ปริมาตรโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ไตเตรตตัวอย่าง (มิลลิลิตร)
	T	คือ	ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก (โมล/ลิตร)
	m	คือ	มวลของตัวอย่างที่นำมาทดสอบ (กรัม)

(ค) Ester Value (E.V.) ใช้ในการหาค่าลักษณะสมบัติที่เป็นเอสเทอร์ของน้ำมัน ไขมัน และแว็กซ์ที่มาจากพืชและสัตว์ ค่า Ester Value คือจำนวนมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการทำห้องค์ประกอบเอสเทอร์ในไขมัน 1 กรัมมีคุณสมบัติเป็นสบู่ (saponification) ค่า Ester Value จึงหาได้จากการนำค่า Saponification Value มาลบด้วยค่า Acid Value จะได้จำนวนมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ทำห้องค์ประกอบเอสเทอร์ในไขมัน 1 กรัมมีคุณสมบัติเป็นสบู่ (Pacquot 1979) ค่า Ester Value สามารถคำนวณได้ดังสมการที่ 3.5

$$E.V. = S.V. - A.V. \quad (3.5)$$

เมื่อ	E.V.	คือ	Ester Value (มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/แว็กซ์ 1 กรัม)
	S.V.	คือ	Saponification Value (มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/แว็กซ์ 1 กรัม)
	A.V.	คือ	Acid Value (มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์/แว็กซ์ 1 กรัม)

3.4.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเซลลิ่งแก้ว

สมบัติทางความร้อนและจุดอุณหภูมิเปลี่ยนเฟสของแก้ว ศึกษาจากลักษณะทางกายภาพของแก้วที่เปลี่ยนไปเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลงไปด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC, (NETZSCH DSC 204F1 Phoenix โดยดัดแปลงจากวิธีของ Zhang Ruguo และคณะ (2011) (Zhang และคณะ 2011) นำเซลลิ่งแก้วบดละเอียดมาคัดเลือกรูปร่างด้วยตะแกรง 35 mesh (500 ไมโครเมตร) เพื่อลดผลกระทบจากขนาดและรูปร่างอนุภาคที่มีต่อคุณสมบัติทางอุณหภูมิ จากนั้นชั่งน้ำหนักตัวอย่างเซลลิ่งแก้วประมาณ 10 มิลลิกรัม ใส่ลงในภาชนะบรรจุที่ทำด้วยอะลูมิเนียม ปิดผนึกภาชนะด้วยเครื่องผนึก นำไปทดสอบด้วยเครื่อง DSC โดยเทียบกับภาชนะเปล่าที่ปิดผนึกเช่นกัน เพิ่มอุณหภูมิตั้งแต่ 25 ถึง 100 องศาเซลเซียส (10 องศาเซลเซียสต่อนาที) รักษาอุณหภูมิที่ 100 องศาเซลเซียส 2 นาที เพื่อให้แก้วเกิดการหลอมเหลวอย่างสมบูรณ์ จากนั้นลดอุณหภูมิจาก 100 จนถึง 25 องศาเซลเซียส (10 องศาเซลเซียสต่อนาที) ด้วยไนโตรเจนเหลว โดยให้อัตราการไหลของ purge gas และ shield gas (แก๊สไนโตรเจน) เท่ากับ 30 และ 70 มิลลิลิตรต่อนาที ตามลำดับ จากนั้นวิเคราะห์สมบัติทางอุณหภูมิและค่าเอนทัลปีที่ได้

3.4.5 การศึกษาโครงสร้างผลึกของเซลลิ่งแก้ว

โครงสร้างผลึกของแก้ววิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, D8 Advance Bruker AXS, Germany) เตรียมตัวอย่างโดยบรรจุแก้วที่บดละเอียดลงในภาชนะทดสอบและนำเข้าเครื่อง XRD การวิเคราะห์ใช้พลังงานรังสี $\text{Cu K}\alpha_1$ (ความยาวคลื่น 1.54 Å) ที่ 40 kV และ 40 mA กำหนดการกระเจิงรังสีอยู่ในช่วง 2.0 ถึง 45 องศา (2θ) ค่า scan parameter เท่ากับ 1 วินาทีต่อ step ค่า increment เท่ากับ 0.0375 ความเข้มรังสีที่เลี้ยวเบนใช้หาลักษณะหน่วยเซลล์ของผลึกได้จากดัชนีมิลเลอร์ (Miller indice) พื้นที่พิศการกระเจิงรังสีคำนวณด้วยซอฟต์แวร์ Smadchrom (Morgan and Kennedy Research, Australia) ร้อยละความเป็นผลึกของแก้วคำนวณจากสมการที่ 3.6

$$\% \text{ crystallinity} = \frac{A_c}{A_a + A_c} \times 100 \quad (3.6)$$

เมื่อ	A_c	คือ	พื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบที่แสดงความเป็นผลึก
	A_a	คือ	พื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบที่แสดงความเป็นอสัณฐาน

ขนาดผลึก (LC) สามารถหาได้จากความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกกับความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ด้วยสมการของเซอร์เรอร์ (สมการที่ 3.7)

$$LC = \frac{180}{\pi} \frac{k \cdot \lambda}{\cos \theta \cdot \sqrt{(FWHM)^2 - S^2}} \cdot 100 \quad (3.7)$$

เมื่อ	λ	คือ	ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (Å)
	K	คือ	ค่าคงที่ของเซอร์เรอร์ มีค่าเท่ากับ 0.89
	FWHM	คือ	ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีค
	S	คือ	ความกว้างของพีคที่เกิดจากเครื่องมือ

3.4.6 การศึกษาการใช้สารลดแรงตึงผิวและอัตราส่วนที่เหมาะสมต่อการเกิดเป็นอิมัลชันแบบอนุภาคไขมันแข็ง (Solid Lipid particle, SLN) ของเซลลูล์กลีแวกซ์

(ก) การศึกษาค่า HLB ที่เหมาะสมของสารลดแรงตึงผิวเพื่อเตรียมอิมัลชันเซลลูล์กลีแวกซ์ ทำได้โดยการเตรียมอิมัลชันโดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่างๆ ที่สภาวะเดียวกัน สังเกตลักษณะของอิมัลชันที่เกิดขึ้นโดยทำควบคู่ไปกับการหาอัตราส่วนของเซลลูล์กลีแวกซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำด้วยแผนภาพวัฏภาคแบบ 3 องค์ประกอบ (ternary phase diagram) การเตรียมสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่างๆ ทำได้โดยการผสมสารลดแรงตึงผิว 2 ชนิดที่ทราบค่า HLB เข้าด้วยกัน จากนั้นคำนวณค่า HLB จากการผสม ตามวิธีของ ICI Americas Inc. สารลดแรงตึงผิวที่ใช้เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ 3 ชนิด คือ SPAN[®] 80, TWEEN[®] 80 และ polxamer[®] 188 ซึ่งมีค่า HLB เท่ากับ 4.3, 15 และ 29 ตามลำดับ ผสมสารลดแรงตึงผิวสองชนิดตามอัตราส่วนร้อยละโดยน้ำหนักซึ่งแสดงดังตารางที่ 3.1 ค่า HLB หลังผสมจากสามารถคำนวณได้ตามสมการที่ 3.8 (Griffin 1954)

$$X_A H_A + X_B H_B = H_{blend} \quad (3.8)$$

เมื่อ	X_A	คือ	ร้อยละโดยมวลของสารลดแรงตึงผิว A
	H_A	คือ	ค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิว A
	X_B	คือ	ร้อยละโดยมวลของสารลดแรงตึงผิว B
	H_B	คือ	ค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิว B
	H_{blend}	คือ	ค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิว A และ B ผสมกัน

นำสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่างๆ มาผสมกับเซลลैกซ์แวกซ์และน้ำเพื่อเตรียมอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง (ขั้นตอนการเตรียมแสดงในหัวข้อ (ข)) ค่า HLB ที่เหมาะสมคือ ค่า HLB ที่สามารถทำให้เกิดช่วงของไมโครอิมัลชันและอิมัลชันที่มีความคงตัว ของผสมจะถูกแบ่งประเภทตามลักษณะที่สังเกตได้ จากนั้นบันทึกลงบนแผนภาพภูมิภาคแบบ 3 องค์ประกอบ ที่แสดงถึงปริมาณองค์ประกอบโดยน้ำหนักของเซลลैกซ์แวกซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำ

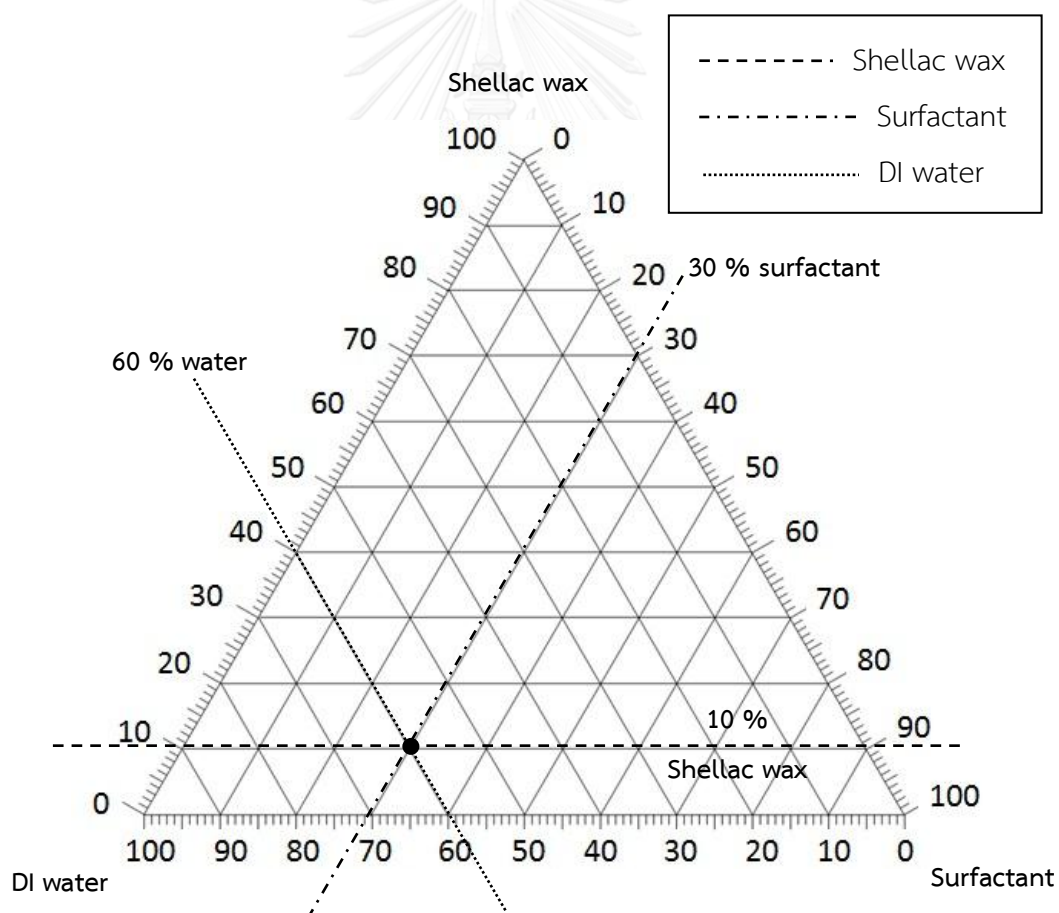
ตารางที่ 3.1 ค่า HLB จากการผสมสารลดแรงตึงผิว SPAN[®] 80, TWEEN[®] 80 และ poloxamer[®] 188 ที่อัตราส่วนโดยน้ำหนักต่างๆ กัน

wt% of surfactant			HLB of surfactant blend
SPAN [®] 80 HLB = 4.3	TWEEN [®] 80 HLB = 15	Poloxamer [®] 188 HLB = 29	
100	0	-	4.3
80	20	-	6.4
60	40	-	8.6
40	60	-	10.7
20	80	-	12.9
0	100	0	15.0
-	80	20	17.8
-	60	40	20.6
-	40	60	23.4
-	20	80	26.2
-	0	100	29.0

(ข) การศึกษาแผนภาพภูมิภาคแบบ 3 องค์ประกอบของเซลลैกซ์แวกซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำ ทำเพื่อบันทึกลักษณะของของผสมที่เกิดจากผลของอัตราส่วนที่แตกต่างกัน โดยทุกอัตราส่วนจะถูกระบุเป็นตำแหน่งในแผนภาพ ลักษณะของผสมที่เตรียมได้จะถูกสังเกตด้วยตาเปล่าหรือวัดขนาดอนุภาคภายใน โดยแบ่งประเภทของผสมดังตารางที่ 3.2 และบันทึกผลลงในแผนภาพภูมิภาค (ตัวอย่างการบันทึกผลแสดงดังรูปที่ 3.3)

ตารางที่ 3.2 การแบ่งประเภทของผสมเซลลैกแว็กซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำ โดยการสังเกตด้วยตาเปล่าและวัดขนาดอนุภาค (Ramtoola และคณะ 1999, Mahdi และคณะ 2011)

ประเภทของผสม	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (นาโนเมตร)	ลักษณะของผสม
ไมโครอิมัลชัน (microemulsion)	200	โปร่งใสหรือขุ่นมัว แสงผ่านได้ สามารถไหลได้เมื่อเอียง 90°
อิมัลชัน (Emulsion)	200 ถึง 1000	ขุ่นเหมือนน้ำมัน แสงผ่านไม่ได้ สามารถไหลได้เมื่อเอียง 90°
ครีม (cream)	-	ขุ่นเหมือนน้ำมัน แสงผ่านไม่ได้ ไม่สามารถไหลได้เมื่อเอียง 90°



รูปที่ 3.3 ตัวอย่างการบันทึกข้อมูลเฟสไดอะแกรมแบบสามองค์ประกอบที่มีประกอบด้วยเซลลैกแว็กซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำ ที่อัตราส่วน เซลลैกแว็กซ์: สารลดแรงตึงผิว: น้ำ เท่ากับ 10: 30: 70

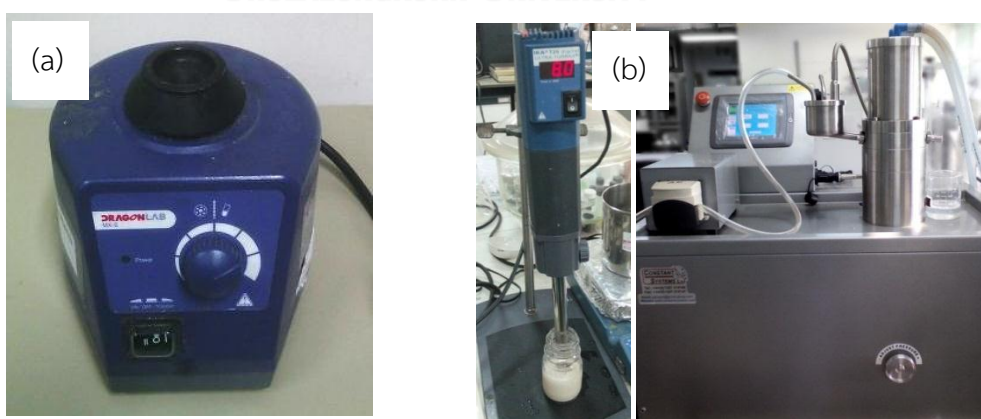
3.4.7 การขึ้นรูปแวกซ์เป็นอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง

(ก) การเตรียมของผสมด้วยวิธีปั่นผสมด้วยเครื่อง vortex mixer ใช้ในการเลือกอัตราส่วนองค์ประกอบและค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมต่อการเกิดอิมัลชัน เนื่องจากสามารถเตรียมของผสมในปริมาณน้อยๆได้ จึงไม่สิ้นเปลืองวัตถุดิบ เตรียมของผสมโดยผสมเซลแล็กแวกซ์และสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่างๆ ในหลอดทดลองที่ฝาปิดที่อุณหภูมิ 90.0 องศาเซลเซียส กำหนดอัตราส่วนโดยน้ำหนักของเซลแล็กแวกซ์: สารลดแรงตึงผิวเท่ากับ 1: 9 ถึง 9: 1 (น้ำหนักรวม 1 กรัม) จากนั้นใช้วิธีไตเตรตน้ำ (Mahdi และคณะ 2011) โดยหยดน้ำปราศจากไอออน (DI water) อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ลงในของผสมตามอัตราส่วนในตารางที่ 3.3 ผสมของผสมให้เข้ากันด้วยเครื่อง vortex mixer (รูปที่ 3.4 (a)) เป็นเวลา 5 นาที ที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 0.2 องศาเซลเซียส) เพื่อให้แวกซ์เย็นตัวลงระหว่างผสมจนเกิดเป็นอนุภาคแวกซ์แข็งที่กระจายตัวในน้ำ ทิ้งให้ของผสมเกิดสมดุลวิภาคที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 0.2 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นสังเกตลักษณะของของผสมด้วยตาเปล่าและบันทึกลงในแผนภาพวิภาคแบบ 3 องค์ประกอบ

ตารางที่ 3.3 ร้อยละโดยน้ำหนักขององค์ประกอบที่ใช้ระบุตำแหน่งของผสมในแผนภาพวิภาค 3 องค์ประกอบ คำนวณจากการเตรียมของผสมของเซลแล็กแวกซ์: สารลดแรงตึงผิว อัตราส่วน 1: 9 และไตเตรตน้ำปริมาณ 0.1 0.5 1.0 2.0 และ 10.0 กรัม (ใช้วิธีเดียวกันนี้กับของผสมอัตราส่วนแวกซ์: สารลดแรงตึงผิวตั้งแต่ 2: 8 จนถึง 9: 1)

Shellac wax (g)	Surfactant (g)	DI water (g)	Total weight (g)	Shellac wax wt%	Surfactant wt%	DI water wt%
0.1	0.9	0.1	1.1	9.1	81.8	9.1
0.1	0.9	0.5	1.5	6.7	60.0	33.3
0.1	0.9	1.0	2.0	5.0	45.0	50.0
0.1	0.9	2.0	3.0	3.3	30.0	66.7
0.1	0.9	10.0	11.0	0.9	8.2	90.9

(ข) การเตรียมอิมัลชันด้วยวิธีผสมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง (รูปที่ 3.4 (b)) ที่อุณหภูมิสูง อัตราส่วนองค์ประกอบของเซลแล็กแวกซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำ และค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมต่อการเกิดไมโครอิมัลชันและอิมัลชันที่ได้จากผลการศึกษาในหัวข้อที่ผ่านมา จะถูกนำมาเตรียมอีกครั้งด้วยวิธีเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากวิธีนี้สามารถผลิตอิมัลชันได้ในปริมาณมาก ไม่ต้องใช้สารเคมีช่วยในการเตรียม จึงไม่มีสารเคมีเจือปน และสามารถประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมได้ง่าย การเตรียมอิมัลชันทำได้โดยให้ความร้อนแก่เซลแล็กแวกซ์ที่อุณหภูมิ 90.0 องศาเซลเซียสจนหลอมเหลว จากนั้นเติมน้ำปราศจากไอออนที่ผสมกับสารลดแรงตึงผิวตามอัตราส่วนที่อุณหภูมิ 90.0 ลงไป ปั่นผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูง (Ultra-turrax T25, IKA digital, Germany) กำหนดความเร็วรอบ 8,000 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 90.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที ค่อยๆลดอุณหภูมิลงจนเท่ากับ 70.0 องศาเซลเซียส ปั่นผสมต่ออีก 5 นาที ก่อนนำไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง (high pressure homogenizer TS series, Constant system Ltd., UK) ที่ความดัน 500 บาร์จำนวน 1 รอบ จากนั้นปล่อยให้อิมัลชันเย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้กลับเป็นไขมันแข็งอีกครั้ง แล้วจึงนำอิมัลชันชนิดไขมันแข็งที่ได้ไปศึกษาลักษณะสมบัติต่อไป เหตุที่ต้องลดอุณหภูมิลงเป็น 70 องศาเซลเซียส เนื่องจากเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงที่ใช้ในงานวิจัยนี้ไม่มีระบบให้ความร้อนตลอดสายป้อนเข้า การนำอิมัลชันที่เซลแล็กแวกซ์ยังหลอมเป็นน้ำมันที่ 90 องศาเซลเซียส ไปผ่านเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงทันทีอาจทำให้แวกซ์แข็งตัวอุดตันในตัวเครื่องได้



รูปที่ 3.4 ภาพเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมอิมัลชัน (a) vortex mixer (b) เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง

3.4.8 การศึกษาลักษณะสมบัติของอิมัลชันแบบอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งของเซลแล็กแวกซ์

(ก) ขนาดและค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในอิมัลชัน สามารถวิเคราะห์ได้หลายวิธี ขึ้นกับความเหมาะสมของตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ โดยตัวอย่างอิมัลชันที่มีอนุภาคขนาดใหญ่กว่า 1,000 นาโนเมตร ขึ้นไป สามารถวิเคราะห์ขนาดได้ด้วยเครื่อง Mastersizer ส่วนอนุภาคที่มีขนาด 6 ถึง 6,000 นาโนเมตร สามารถวิเคราะห์ขนาดได้ด้วยเครื่อง Zetasizer NanoZS nanoseries (Malvern Instruments Ltd., UK) ซึ่งสามารถวัดขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของขนาดอนุภาค (polydispersity index, Pdl) ได้ โดยใช้เทคโนโลยี Non-invasive back scatter (NIBSR) เทคนิคนี้ประเมินขนาดอนุภาคจากความสัมพันธ์ของขนาดกับความเข้มแสงผันผวนที่เกิดจากการกระเจิงแสงและเคลื่อนที่แบบบราวเนียน (Brownian motion) ของอนุภาค อนุภาคที่มีขนาดใหญ่จะเคลื่อนที่ได้ช้ากว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ อิมัลชันจะถูกเจือจางในน้ำปราศจากไอออนให้มีความเข้มข้นเท่ากับร้อยละ 0.5 โดยปริมาตร เพื่อลดความเข้มข้นและความหนืด ซึ่งอาจมีผลต่อความเร็วในการเคลื่อนที่ของอนุภาค ดูตัวอย่างอิมัลชันโดยใช้ไมโครปิเปตใส่ลงในเซลล์เก็บตัวอย่างแบบแคพิลลารี (Folded Capillary Cell) ซึ่งใช้สำหรับเครื่อง zetasizer จากนั้นบรรจุลงในช่องสำหรับวิเคราะห์ วิเคราะห์อิมัลชันแต่ละตัวอย่างที่อุณหภูมิ 25.0 องศาเซลเซียส จำนวน 3 ครั้งเพื่อหาขนาดเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน โดยกำหนดค่าดัชนีหักเหแสง (Refractive Index, RI) ของเซลแล็กแวกซ์เท่ากับดัชนีหักเหแสงเฉลี่ยของแวกซ์ทั่วไปคือ 1.458 และค่าดัชนีหักเหแสงของน้ำเท่ากับ 0.33 (Malvern Instruments Ltd., 1997)

(ข) ค่าศักย์เซต้า (Zeta Potential) คือค่าความแตกต่างของประจุไฟฟ้าบนพื้นผิวอนุภาคกับประจุของของเหลวที่อยู่ล้อมรอบ ยิ่งประจุแตกต่างกันมากอิมัลชันจะยิ่งมีความคงตัวมาก เนื่องจากแรงผลักของประจุที่แตกต่างกันช่วยลดการรวมตัวของอนุภาค โดยทั่วไปค่าศักย์เซตาที่สูงกว่า ± 25 mV แสดงถึงความคงตัวของอิมัลชัน (Lieberman และคณะ 1989) โดยเครื่องหมายบวกหรือลบ แสดงถึงประจุของอิมัลชัน วิเคราะห์ค่าศักย์เซตา (Zeta potential) ของอิมัลชัน ด้วยเครื่อง Zetasizer Nano ZS Ver. 6.01 (Malvern Instruments Ltd., UK) ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส อิมัลชันจะถูกเจือจางในน้ำปราศจากไอออนให้มีความเข้มข้นเท่ากับร้อยละ 0.5 โดยปริมาตรก่อนนำมาทดสอบ เพื่อลดความเข้มข้นและความหนืดซึ่งอาจมีผลต่อประจุบนพื้นผิว ใช้ค่าดัชนีหักเหแสง (Refractive Index, RI) ของเซลแล็กแวกซ์เป็นค่าเดียวกับค่าดัชนีหักเหแสงโดยเฉลี่ยของแวกซ์ซึ่งเท่ากับ 1.458 และค่าดัชนีหักเหแสงของน้ำเท่ากับ 0.33 (Malvern Instruments Ltd., 1997)

(ค) โครงสร้างสัณฐานของอนุภาคในอิมัลชัน ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) JEOL รุ่น JSM-7610F (Tokyo Japan) โดยตัวอย่างจะถูกเจือจางจนมีความเข้มข้นเท่ากับร้อยละ 0.05 โดยปริมาตรในน้ำปราศจากไอออน หยดตัวอย่างที่เจือจางแล้วประมาณ 20 ไมโครลิตรลงบนแผ่นกระจกใส ทิ้งไว้ให้แห้งจากนั้นเก็บในโถดูดความชื้นเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อให้แห้งสนิท นำแผ่นกระจกที่มีอนุภาคกระจายตัวอย่างอยู่เข้าเครื่อง SEM เพื่อถ่ายภาพตัวอย่างที่กำลังขยาย 4000x และ 7500x สังเกตรูปร่างและการกระจายตัวของอนุภาค

(ง) คุณสมบัติทางความร้อนของอิมัลชันชนิดอนุภาคนาโนไขมันแข็ง วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential scanning calorimetry (DSC, NETZSCH DSC 204F1 Phoenix) ดัดแปลงจากวิธีวิเคราะห์ของ Z. Ruguo และคณะ (2011) (Zhang และคณะ 2011) โดยชั่งน้ำหนักตัวอย่างอิมัลชันประมาณ 10 มิลลิกรัมใส่ลงในภาชนะบรรจุที่ทำด้วยอะลูมิเนียม ปิดผนึกภาชนะด้วยเครื่องผนึก นำไปทดสอบด้วยเครื่อง DSC โดยเทียบกับภาชนะเปล่าที่ปิดผนึกเช่นกัน เพิ่มอุณหภูมิตั้งแต่ 25.0 ถึง 100.0 องศาเซลเซียส (10.0 องศาเซลเซียสต่อนาที) รักษาอุณหภูมิที่ 100.0 องศาเซลเซียส 2 นาทีเพื่อให้อนุภาคนาโนไขมันแข็งเกิดการหลอมโดยสมบูรณ์ จากนั้นลดอุณหภูมิจาก 100.0 จนถึง 25.0 องศาเซลเซียส (10.0 องศาเซลเซียสต่อนาที) ด้วยไนโตรเจนเหลว กำหนดอัตราการไหลของ purge gas และ shield gas (แก๊สไนโตรเจน) เท่ากับ 30.0 และ 70.0 มิลลิลิตรต่อนาที ตามลำดับ จากนั้นวิเคราะห์คุณสมบัติทางอุณหภูมิจากเอนทัลปีที่เปลี่ยนแปลงไป และร้อยละของความเป็นผลึก ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 3.10 เปรียบเทียบสมบัติทางความร้อนของอิมัลชันที่ได้กับแก้วที่ขังไม่ขึ้นรูปเป็นอิมัลชัน

(จ) Crystallinity Index (CI) หรือความเป็นผลึกของแก้ว สามารถคำนวณได้จากค่าเอนทัลปีของการหลอมเหลวที่ได้จาก Differential scanning calorimetry (DSC, (NETZSCH DSC 204F1 Phoenix) (Kheradmandnia และคณะ 2010) ร้อยละของความเป็นผลึกสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.9 (Siekmann และคณะ 1994, Hou และคณะ 2003)

$$\% \text{ CI} = \frac{\text{Melting enthalpy of SLNs dispersion (J/g)} \times 100}{\text{Melting enthalpy of wax (J/g)} \cdot \text{Concentration of lipid phase (\%)}} \quad (3.9)$$

(ฉ) โครงสร้างผลึกของอนุภาค วิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer (XRD) D8 Advance Bruker AXS, Germany) การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดขึ้นที่

มุม 2θ สามารถอธิบายได้ด้วยกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ดังสมการที่ 2.1 เตรียมตัวอย่างโดยนำอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งไปทำแห้งด้วยวิธีเยือกแข็ง (freeze dry) จากนั้นบรรจุลงในภาชนะทดสอบ แล้วจึงนำเข้าเครื่อง XRD การวิเคราะห์ที่ใช้พลังงานรังสี $\text{Cu K}\alpha_1$ (ความยาวคลื่น 1.54 Å) ที่ 40.0 kV และ 40.0 mA กำหนดการกระเจิงรังสีอยู่ในช่วง 2.0 ถึง 45.0 องศา (2θ) ค่า scan parameter เท่ากับ 1 วินาที/step และค่า increment เท่ากับ 0.0375 สัญญาณของการกระเจิงรังสีเอ็กซ์สามารถใช้หาลักษณะของหน่วยเซลล์ในผลึกได้จากดัชนีมิลเลอร์ (Miller indice) พื้นที่ที่ทำการกระเจิงรังสีมีความสัมพันธ์กับความเป็นผลึกและความเป็นอสัณฐานของแวกซ์ โดยพื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบของกราฟการกระเจิงรังสีเป็นพื้นที่ที่แสดงความเป็นผลึก ส่วนพื้นที่ใต้เส้นโค้งเรียบแสดงความเป็นอสัณฐาน (รูปที่ 2.8(b)) พื้นที่ของกราฟการกระเจิงรังสีคำนวณด้วยซอฟต์แวร์ Smadchrom (Morgan and Kennedy Research, Australia) พื้นที่จากกราฟสามารถใช้คำนวณร้อยละความเป็นผลึกของแวกซ์ด้วยสมการที่ 3.6

(ข) ค่าความหนืด (Viscosity) มีความสำคัญต่อการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของอิมัลชัน เนื่องจากมีความสัมพันธ์กับความเร็วในการแยกชั้นของวัฏภาค ความหนาแน่นของวัฏภาค และขนาดอนุภาค ตามกฎของ stokes ซึ่งแสดงดังสมการที่ 2.3 อิมัลชันปริมาตร 10 มิลลิลิตรจะถูกวิเคราะห์ค่าความหนืด (Viscosity) ด้วยเครื่องวัดความหนืด SV-10 Vibro Viscometer (A&D company, Limited, Japan) ที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส

3.4.9 การศึกษาความคงตัวของอิมัลชันที่สภาวะต่างๆ

(ก) ขนาดอนุภาคของอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งเมื่อเวลาผ่านไป 8 สัปดาห์ ภายใต้การเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 27 ± 2 องศาเซลเซียส วิเคราะห์โดยวัดขนาดอนุภาคภายในของอิมัลชันหลังเตรียม 1 วัน และหลังจากนั้นทุกสัปดาห์ จนถึงสัปดาห์ที่ 8 ด้วยเครื่อง Zetasizer Nano ZS Ver. 6.01 (Malvern Instruments Ltd., UK) อิมัลชันจะถูกเจือจางในน้ำปราศจากไอออนให้มีความเข้มข้นเท่ากับร้อยละ 0.5 โดยปริมาตร เพื่อลดความเข้มข้นและความหนืดซึ่งอาจมีผลต่อความเร็วในการเคลื่อนที่ของอนุภาค วิเคราะห์อิมัลชันที่อุณหภูมิ 25.0 องศาเซลเซียส จำนวน 3 ครั้งเพื่อหาขนาดเฉลี่ยและส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน โดยกำหนดค่าดัชนีหักเหแสง (Refractive Index, RI) ของเซลล์แก๊กแวกซ์เท่ากับดัชนีหักเหแสงเฉลี่ยของแวกซ์ทั่วไปคือ 1.458 และค่าดัชนีหักเหแสงของน้ำเท่ากับ 0.33 (Malvern Instruments Ltd., 1997)

(ข) การแยกชั้นของอิมัลชันภายใต้ระยะเวลาการเก็บรักษาเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง 3 สภาวะอุณหภูมิ คือ 4.0 องศาเซลเซียส อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 0.2 องศาเซลเซียส) และ 45.0 องศาเซลเซียส จะถูกศึกษาตามวิธีของ I. Roland และคณะ (2003) (Roland และคณะ 2003) โดยนำตัวอย่างอิมัลชันแต่ละตัวปริมาตร 5.0 มิลลิลิตรใส่ลงในหลอดทดลองชนิดมีฝาปิด ปิดฝาให้สนิทแล้วเก็บไว้ที่อุณหภูมิที่กำหนด สังเกตการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นกับอิมัลชันเมื่อเวลาผ่านไปทุกๆ สัปดาห์ จนถึงสัปดาห์ที่ 8 บันทึกการแยกชั้นหรือการเกิดเป็นชั้นครีมที่สามารถมองเห็นได้ วิเคราะห์ความคงตัวของอิมัลชันจากร้อยละโดยปริมาตรของการเกิดชั้นครีม (creaming volume percentage, v%) จากสมการของ G. Krishna และคณะ (1998) ตัวอย่างอิมัลชันที่ร้อยละโดยปริมาตรการเกิดชั้นครีมมีค่าน้อยจะแสดงถึงความคงตัวที่ดี เนื่องจากการแยกชั้นน้อย วิเคราะห์ความคงตัวของอิมัลชันจากร้อยละโดยปริมาตรการเกิดชั้นครีม (creaming volume percentage, v%) ซึ่งคำนวณได้จากสมการที่ 3.10 (Krishna และคณะ 1998)

$$C = 100 \frac{(V_t - V_s)}{V_t} \quad (3.10)$$

เมื่อ	C	คือ	ร้อยละโดยปริมาตรชั้นครีม (%)
	V_t	คือ	ปริมาตรทั้งหมดของตัวอย่าง (มิลลิลิตร)
	V_s	คือ	ปริมาตรของวัฏภาคที่อยู่ชั้นล่าง (มิลลิลิตร)

(ค) ความคงตัวของอิมัลชันในสภาวะเยือกแข็งและการละลาย (freeze/thaw cycles) ศึกษาโดยดัดแปลงตามวิธีในสิทธิบัตรของ Edward L. Ratledge และ Richard E. Ware (Ratledge และคณะ 1974) นำตัวอย่างอิมัลชันปริมาตร 5.0 มิลลิลิตรใส่ลงในหลอดทดลองชนิดมีฝาปิด ปิดฝาให้สนิทแล้วเก็บไว้ที่อุณหภูมิ -20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำให้ละลายที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทั้งหมด 7 ครั้ง วัดค่าความหนืดของตัวอย่างทุกครั้งเพื่อเปรียบเทียบความคงตัวของตัวอย่าง อิมัลชันที่มีความหนืดเปลี่ยนแปลงน้อยแสดงถึงความคงตัวที่มาก

(ง) ความคงตัวของอิมัลชันในสภาวะที่เกิดแรงภายนอกกระทำ ศึกษาจากผลของแรงปั่นเหวี่ยงจากศูนย์กลาง (centrifugal force) ที่มีต่อความคงตัวของอิมัลชัน โดยความต้านทานต่อแรงปั่นเหวี่ยงของอิมัลชันนั้นขึ้นอยู่กับค่าความหนาแน่นที่แตกต่างกันของวัฏภาคน้ำและวัฏภาคน้ำมัน หากทั้ง 2 วัฏภาคมีความหนาแน่นใกล้เคียงกันจะเกิดการแยกชั้นของวัฏภาคได้น้อย ทำให้มีความคง

ตัวสูง ความคงตัวของอิมัลชันเมื่อเกิดถูกกระทำด้วยแรงปั่นเหวี่ยงแสดงให้เห็นถึงความหนาแน่นของชั้นฟิล์มที่พื้นที่ผิวประจัน (Puisieux และคณะ 1983) การศึกษาทำตามวิธีของ AFNOR. (1976) โดยนำตัวอย่างอิมัลชันปริมาตร 5.0 มิลลิลิตร ใส่ลงในหลอดทดลองสำหรับการปั่นเหวี่ยง (centrifugation tube) จากนั้นบรรจุลงในเครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge) ปั่นเหวี่ยงด้วยความเร็วเท่ากับ $26,730 \text{ m/s}^2$ ($2,727.5 \times g$) การวิเคราะห์ทำที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เพื่อลดผลกระทบที่อาจเกิดจากความร้อน ค่าความเร่งของการปั่นเหวี่ยงสามารถคำนวณได้จากความเร็วรอบ และรัศมีของการหมุน ดังสมการที่ 3.11

$$\gamma = 110N^2R \quad (3.11)$$

เมื่อ	γ	คือ	ค่าความเร่งของการหมุนเหวี่ยง (เมตร/วินาที ²)
	N	คือ	ความเร็วรอบในหน่วยรอบต่อนาที (10^3 rpm)
	R	คือ	รัศมีของการหมุนในแนวนอนจากศูนย์กลางถึงหลอดทดลอง (เซนติเมตร)

วิเคราะห์ความคงตัวของอิมัลชันจากปริมาณอนุภาคแก้วที่ตกตะกอนแยกชั้นหลังการหมุนเหวี่ยง โดยนำตะกอนมาอบที่อุณหภูมิ 60.0 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อไล่น้ำ จากนั้นชั่งน้ำหนักตะกอนที่ได้เพื่อคิดเป็นน้ำหนักแห้งเทียบกับน้ำหนักของแก้วที่ใช้เตรียมอิมัลชัน

3.4.10 การเคลือบอิมัลชันลงบนกระดาษ

การเคลือบอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งจากเซลล์แก้วลงบนกระดาษทำได้โดยการเคลือบแบบฟิล์มซึ่งเหมาะสำหรับอิมัลชันที่มีความหนืดไม่มากจนถึงความหนืดสูง การเคลือบทำที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้เครื่องมือสำหรับเคลือบฟิล์ม (casting bar) ดังรูปที่ 3.5 เคลือบที่ความหนา 400 ไมโครเมตร เคลือบอิมัลชันปริมาณที่กำหนดลงบนกระดาษเอกสารความหนา 70 กรัม (g/m^2) ที่ยึดติดบนแผ่นกระจกเพื่อป้องกันไม่ให้เกิดรอยยับหรือหลุดเลื่อน กระดาษที่ผ่านการเคลือบจะถูกทำให้แห้งโดยเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาวัดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส กระดาษที่ผ่านการเคลือบอิมัลชันจะถูกนำไปทดสอบลักษณะสมบัติต่อไป



รูปที่ 3.5 เครื่องมือสำหรับเคลือบฟิล์ม (casting bar) ขนาดความหนาชั้นฟิล์ม 400 ไมโครเมตร

3.4.11 ศึกษาลักษณะสมบัติของกระดาษที่ผ่านการเคลือบ

(ก) โครงสร้างสัณฐานของอนุภาคที่เคลือบลงบนกระดาษ ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) JEOL รุ่น JSM-7610F (Tokyo Japan) กระดาษเคลือบอิมัลชัน ถูกเก็บไว้ในโถดูดความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น ก่อนนำเข้าเครื่อง SEM ถ่ายภาพที่ กำลังขยาย 4000x และ 7500x เพื่อศึกษารูปร่างและการกระจายตัวของอนุภาคบนวัสดุ

(ข) สี วัดด้วยเครื่องมือวัดสี chromameter (Konica minolta model-CR-400, Japan) ระบบ Hunter's scale ใช้ค่า L^* a^* b^* บ่งบอกระดับสีและความสว่างแบบสามมิติ โดยแกน L^* แสดงถึงความสว่าง (lightness) จากสีดำถึงสีขาว มีค่าตั้งแต่ 0 ถึง 100 ค่า L^* ที่เข้าใกล้ 0 แสดงว่ามีความสว่างน้อย หากค่า L^* เข้าใกล้ 100 แสดงว่ามีความสว่างมาก แกน a^* และ b^* มีทั้งค่าบวกและลบคือ $-a^*$ ถึง $+a^*$ ซึ่งแสดงสีเขียวถึงสีแดง และ $-b^*$ ถึง $+b^*$ แสดงถึงสีน้ำเงินถึงสีเหลือง การวัดสีตามมาตรฐานนี้กำหนดโดย Commission International de l'Eclairage (CIE) ประเทศฝรั่งเศส

(ค) น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่และความหนาแน่นของอิมัลชันที่เคลือบลงบนผิววัสดุ (coating density, g/cm^3) คำนวณจากพื้นที่ (กำหนดพื้นที่กระดาษเท่ากับ 4x4 ตารางเซนติเมตร) น้ำหนักแห้งของกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบ และความหนาของอิมัลชันบนพื้นผิววัสดุ ดัดแปลงการทดสอบโดยเทียบจากมาตรฐาน ASTM D 645-97 ตัดกระดาษให้ได้ตามขนาดจากนั้นเก็บตัวอย่างไว้ที่อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส ที่ความชื้นสัมพัทธ์ 75% อย่างน้อย 24 ชั่วโมง วัดความหนากระดาษ 5 ครั้งที่ตำแหน่งต่างๆกันด้วย micrometer thickness gage (Dial type, Mitutoyo, Japan) นำค่าความหนาที่ได้ไปคำนวณหาความหนาแน่นของชั้นเคลือบดังสมการ 3.12

$$\text{density} = \frac{(\text{dry weight of coating paper} - \text{dry weight of uncoated paper})}{\text{area} \times (\text{thickness of coating paper} - \text{thickness of uncoated paper})} \quad (3.12)$$

(ง) การซึมผ่านของไอน้ำของวัสดุ (Water vapor permeability, WVP) ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM E-398 ซึ่งใช้วิเคราะห์อัตราการแพร่ผ่านไอน้ำของวัสดุ (Water Vapor Transmission Rate, WVTR) ด้วยเครื่องวัดการซึมผ่านของไอน้ำ (Permatran-W[®] model 398, Mocon, USA) ทดสอบโดยตัดกระดาษตามแบบวงกลมให้มีพื้นที่ 5.0 ตารางเซนติเมตร ผนึกตัวอย่างใน diffusion cell ระหว่างสอง chamber ที่มีค่าความชื้นแตกต่างกัน (RH gradient) เท่ากับ 90%RH โดยกำหนดให้ chamber หนึ่งมีความชื้น 10%RH และมีแก๊สไนโตรเจนไหลผ่านด้วยอัตรา 800.0 มิลลิลิตรต่อนาที ส่วนอีก chamber มีความชื้น 100%RH การทดสอบทำที่อุณหภูมิ 37.8 องศาเซลเซียส ไอน้ำจะซึมผ่านวัสดุไปยังด้านที่มีแก๊สไนโตรเจน แก๊สไนโตรเจนจะพาโมเลกุลของน้ำผ่านเครื่องตรวจจับความชื้น ซึ่งจะวัดปริมาณไอน้ำจากนั้นจึงแปลงเป็นสัญญาณไฟฟ้า แอมพลิจูด (amplitude) ของสัญญาณนี้เป็นสัดส่วนกับปริมาณไอน้ำ จากนั้นหาอัตราการแพร่ผ่านไอน้ำของวัสดุที่นำมาทดสอบ (WVTR) และคำนวณหาค่าการซึมผ่านของไอน้ำของวัสดุ (WVP) จากสมการ 3.13

$$WVP = \frac{WVTR \times L}{\Delta p} \quad (3.13)$$

เมื่อ	WVP	คือ	ค่าการซึมผ่านไอน้ำของวัสดุในหน่วย $g_{H_2O} \cdot mm \cdot m^{-2} \cdot day^{-1} \cdot kPa^{-1}$
	WVTR	คือ	อัตราการแพร่ผ่านของไอน้ำของวัสดุในหน่วย $g_{H_2O} \cdot m^{-2} \cdot day^{-1}$
	L	คือ	ความหนาของวัสดุ (มิลลิเมตร)
	Δp	คือ	partial water vapor pressure difference (kPa)

(จ) ความต้านทานความชื้นของพื้นผิวที่ผ่านการเคลือบ วิเคราะห์จากปริมาณความชื้นสะสมในตัวอย่าง โดยสำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) กำหนดความชื้นสัมพัทธ์ปกติของประเทศไทยเท่ากับ 75% ที่อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส การทดสอบจึงทำที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75 และ 90% โดยดัดแปลงการทดสอบจากมาตรฐาน ASTM D 644-99 และวิธีของ H. Yang and Y. Deng (Yang และคณะ 2008) ทดสอบโดยตัดกระดาษขนาด 4x4 ตารางเซนติเมตร เลือกทดสอบกระดาษเฉพาะด้านที่เคลือบโดยติดเทปกั้นน้ำลงบนกระดาษด้านที่ไม่ได้เคลือบ เพื่อไม่ให้ส่งผลต่อค่าความชื้น นำตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิ 60.0 องศาเซลเซียสเป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมงหรือจนกระทั่งน้ำหนักของตัวอย่างคงที่ ชั่งน้ำหนักหลังอบ จากนั้นเก็บตัวอย่างส่วนหนึ่งไว้ในโถแก้วปิดสนิทซึ่งมีภาชนะบรรจุสารละลายเกลือโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) ความเข้มข้น 57.03 โมลต่อลิตร

ปริมาตร 60 มิลลิลิตร เพื่อจำลองสภาวะความชื้นสัมพัทธ์ที่ 75% ตัวอย่างอีกส่วนหนึ่งจะถูกเก็บไว้ใน โถแก้วปิดสนิทที่มีภาชนะที่บรรจุสารละลายเกลือแบเรียมคลอไรด์ (BaCl_2) ความเข้มข้น 17.14 โมล ต่อลิตร ปริมาตร 70 มิลลิลิตร เพื่อจำลองสภาวะความชื้นสัมพัทธ์ที่ 90% (รัตนาพนธ์ และคณะ online) ตัวอย่างจะถูกเก็บที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยค่าร้อยละ ของปริมาณความชื้นในวัสดุสามารถคำนวณได้จากสมการ 3.14

$$\text{ปริมาณความชื้น(\%)} = \frac{\text{น้ำหนักตัวอย่างที่ขึ้น} - \text{น้ำหนักตัวอย่างหลังอบ}}{\text{น้ำหนักตัวอย่างหลังอบ}} \times 100 \quad (3.14)$$

(ข) ความไม่ชอบน้ำของพื้นผิววิเคราะห์ที่ได้จากค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิววัสดุ (water contact angle) ด้วยเครื่องวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำ (water contact angle analyzer) ตัดแปลงจาก วิธีของ Jong-Whan Rhim และคณะ (2006) โดยหยดน้ำกลั่น 20 ไมโครลิตรลงบนพื้นผิวตัวอย่าง ขนาด 2.5×5 เซนติเมตร ที่ยึดติดกับแผ่นกระจกเพื่อป้องกันตัวอย่างหลุดเลื่อน วัดมุมสัมผัสของหยด น้ำสองด้านเพื่อให้แน่ใจว่าพื้นผิวอยู่ในแนวสมมาตร การทดสอบทำที่อุณหภูมิห้องและความดันปกติ ค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวจะถูกวัดทันทีที่หยดน้ำลงไป และวัดค่ามุมสัมผัสของน้ำที่เปลี่ยนไปเมื่อ เวลาผ่านไป ที่เวลา 0, 2, 5, 10, 20, 40, 60 วินาที 2, 5 และ 10 นาที จากนั้นสร้างแผนภูมิ ความสัมพันธ์ของค่ามุมสัมผัสน้ำที่เปลี่ยนไปเมื่อเทียบกับเวลา (Rhim และคณะ 2006)

(ข) การซึมผ่านของออกซิเจนของวัสดุ (Oxygen Transmission Rate, OTR) ทดสอบด้วย เครื่องวัดการซึมผ่านออกซิเจน (OX-TRAN® Model 2/21 Series Mocon, USA) ตามมาตรฐาน ASTM D3985 โดยการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนเกิดจาก 3 ชั้นตอนคือ แก๊สออกซิเจนละลายบนผิว ภายนอกของวัสดุ จากนั้นจึงเข้าสู่ภายในวัสดุ และแพร่ออกมาจากวัสดุ (Larsen และคณะ 2000) การทดสอบทำได้โดยนำวัสดุผนึกในตัวเครื่อง จากนั้นผ่านแก๊สออกซิเจนที่ด้านหนึ่งของวัสดุ ส่วนอีก ด้านหนึ่งให้มีแก๊สไนโตรเจนและไฮโดรเจนไหลผ่าน โมเลกุลของแก๊สออกซิเจนจะซึมผ่านวัสดุไปยัง ด้านที่มีแก๊สไนโตรเจนและไฮโดรเจน ซึ่งพาโมเลกุลของออกซิเจนผ่านเครื่องตรวจจับ ทำให้สามารถ วิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนที่ซึมผ่านผิววัสดุได้ การทดสอบปริมาณแก๊สออกซิเจนที่สามารถซึมผ่าน วัสดุได้ทำได้โดย ทดสอบโดยตัดกระดาษตามแบบซึ่งมีขนาด 100 ตารางเซนติเมตร ผนึกตัวอย่างใน diffusion cell กำหนดอัตราการไหลของแก๊สออกซิเจนเท่ากับ 20 มิลลิลิตร/นาที และแก๊สไนโตรเจน และไฮโดรเจนเท่ากับ 10 มิลลิลิตร/นาที การทดสอบทำที่อุณหภูมิ 23.0 องศาเซลเซียส

3.4.12 การใช้สถิติในการวางแผนและวิเคราะห์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้วิเคราะห์ค่าความแตกต่างของข้อมูลด้วยการเก็บตัวอย่างแบบสุ่ม 3 ซ้ำ จากนั้นหาค่าเฉลี่ยและค่าการเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard Deviation, SD) เพื่อศึกษาว่าค่าที่ได้มีนัยสำคัญของความแตกต่างหรือไม่ มีการวิเคราะห์สถิติแบบอะโนวา (Anova) ด้วยโปรแกรมคอมพิวเตอร์มินิแทบ (Minitab system for Windows version 14, USA) ที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ($p\text{-value} < 0.05$)

3.4.13 สถานที่ทำการวิจัย

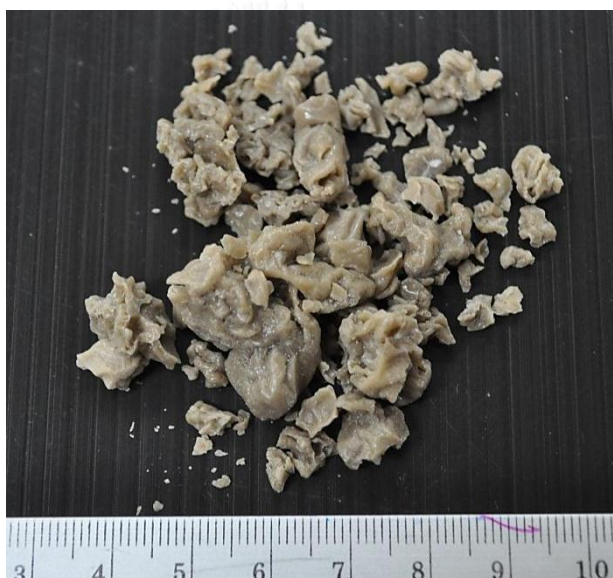
1. ห้องปฏิบัติการวิศวกรรมชีวภาพ ชั้น 5 ห้องปฏิบัติการชีววัสดุ ชั้น 6
อาคารอนุสาสน์ยันตรกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
2. ศูนย์ความเป็นเลิศทางเทคโนโลยีอนาคต อาคารวิศวกรรมศาสตร์ 4 ภาควิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
3. ห้องปฏิบัติการเครื่องกลไฟฟ้าจุลภาคและนาโนเทคโนโลยี ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
4. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
5. ห้องปฏิบัติการระบบนำส่ง ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ จังหวัดปทุมธานี

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 ลักษณะทางกายภาพและเคมีของเซลเล็กแวกซ์

เซลเล็กแวกซ์ที่ศึกษาในงานวิจัยนี้เป็นผลพลอยได้จากการผลิตเซลเล็กขาวเกรดอาหารของบริษัทเอกเซลแลคส์ จำกัด (Exellac. Co., Ltd.) จังหวัดลำปาง ซึ่งมาในเดือนพฤษภาคม พ.ศ. 2556 มีลักษณะทั่วไปเป็นของแข็งสีน้ำตาลเข้มที่อุณหภูมิห้อง มีความมันวาว แตกหักได้ง่าย ไม่มีขีดตมมือเมื่อสัมผัส และมีฝุ่นผงที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 ลักษณะทั่วไปของเซลเล็กแวกซ์ที่แยกออกมาจากเรซินเซลเล็กซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักของบริษัทเอกเซลแลคส์ จำกัด

4.1.1) การทำความสะอาดเซลเล็กแวกซ์จากโรงงาน

เซลเล็กแวกซ์ที่ซื้อจากโรงงานผลิตเป็นแวกซ์ผลพลอยได้ที่แยกออกมาจากเรซินเซลเล็กซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์หลักเพื่อกำจัดหรือจำหน่ายโดยตรง จึงมีสิ่งเจือปน เช่น ฝุ่นผง ตะกอนแขวนลอย และสารเคมีที่อาจตกค้างจากกระบวนการแยกแวกซ์ออกจากผลิตภัณฑ์หลัก เช่น โซเดียมคาร์บอเนต คลอรีน เป็นต้น (<http://www.shellacthailand.com/products.html>) การทำความสะอาดเซลเล็กแวกซ์ก่อนนำมาศึกษาทำตามวิธีของพันธ์ศิริ และพิชญ์นรี (2551) ที่ทำให้แวกซ์หลอมเหลว

และกระจายตัวในสารละลายต่างเพื่อกำจัดฝุ่นผงและสารเคมีที่ตกค้างในแวกซ์ออก จากนั้นสะเทินต่างด้วยสารละลายกรดเพื่อให้เกิดเป็นเกลือกับน้ำ และใช้น้ำล้างเกลือจากปฏิกิริยาออก สิ่งเจือปนและสารเคมีที่ละลายในต่าง กรด หรือน้ำได้จะถูกชะออก ส่วนฝุ่นผงซึ่งละลายน้ำไม่ได้จะตกตะกอนหรือลอยขึ้นสู่ด้านบนของสารละลายเนื่องจากผลของความหนาแน่น

แวกซ์สามารถกระจายตัวในสารละลายต่างได้เนื่องจากต่างทำให้กรดไขมันของแวกซ์อยู่ในรูปเกลือของกรดไขมันหรือสบู่ได้จากปฏิกิริยาสะaponนิฟิเคชัน (saponification) สบู่มีทั้งส่วนที่ชอบน้ำและไม่ชอบน้ำอยู่ด้วยกัน จึงสามารถกระจายตัวในน้ำได้โดยโมเลกุลของสบู่จะรวมกลุ่มกันเป็นไมเซลล์ที่เก็บส่วนที่ไม่ชอบน้ำไว้ภายในและหันด้านที่ชอบน้ำออก ปฏิกิริยาสะaponนิฟิเคชันเกิดจากหมู่ OH^- ของต่างทำปฏิกิริยากับหมู่ H^+ ของกรดไขมันอิสระ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและเกลือของกรดไขมันหรือสบู่ ดังรูปที่ 4.2 เมื่อ X คือ โซเดียม หรือโพแทสเซียม



รูปที่ 4.2 สมการเคมีของปฏิกิริยาสะaponนิฟิเคชันกรดไขมันด้วยต่าง ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสบู่และน้ำ

ทำความสะอาดแวกซ์โดยทำให้แวกซ์หลอมเหลวและกระจายตัวด้วยการปั่นกวนในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.024 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส แวกซ์สามารถกระจายตัวในสารละลายต่างได้โดยมีลักษณะเป็นสารละลายขุ่นสีน้ำตาลเช่นเดียวกับสีแวกซ์เมื่อหยุดปั่นกวนและหยุดให้ความร้อนแวกซ์จะค่อยๆแยกชั้นกับสารละลาย มีลักษณะเป็นผงละเอียดเมื่อมองด้วยตาเปล่า แต่ยังสามารถจับตัวกันเป็นก้อนของแข็งระหว่างที่เย็นตัวลงได้ การทำให้แวกซ์เย็นตัวในสารละลายต่างมี 2 ขั้นตอน คือ ปล่อยให้ภาชนะเย็นตัวเองประมาณ 10 ถึง 15 นาที เพื่อให้แวกซ์แยกชั้นและจับตัวกัน จากนั้นนำภาชนะไปทำให้เย็นตัวลงในอ่างน้ำอุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) การลดอุณหภูมิอย่างรวดเร็วด้วยการแช่ภาชนะลงในอ่างน้ำทันทีทำให้แวกซ์แข็งขณะกระจายตัว จึงมีลักษณะเป็นผงที่ไม่จับเป็นก้อนและแยกออกจากฝุ่นผงได้ยาก จากการสังเกตพบว่า ฝุ่นผงแยกออกจากแวกซ์ในขั้นตอนนี้มากที่สุด จากนั้นนำแวกซ์มาสะเทินต่างด้วยการปั่นกวนใน

สารละลายกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 0.012 โมลต่อลิตร ที่อุณหภูมิเดียวกัน เพื่อให้กรดและด่างทำปฏิกิริยาพอดีกันเกิดผลิตภัณฑ์เป็นเกลือ (Na_2SO_4) และน้ำ ดังสมการปฏิกิริยาที่ 4.1



แวกซ์ที่หลอมเหลวในสารละลายกรดมีลักษณะเป็นน้ำมันใสสีน้ำตาล เมื่อหยุดปั่นกวนจะแยกชั้นทันที จึงสามารถทำให้เย็นตัวลงในชั้นตอนเดียวได้ด้วยการแช่ภาชนะในอ่างน้ำที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นแยกแวกซ์ออกมาตามัดและปั่นกวนในน้ำประปา ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส หลายๆ ครั้ง เพื่อล้างเกลือจากปฏิกิริยา การตรวจสอบว่าสามารถล้างต่าง กรด และเกลือออกจากแวกซ์ได้หมดทำได้โดยการวัดค่าพีเอชและค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายที่ผ่านการต้มล้างแวกซ์แต่ละครั้งเทียบกับน้ำประปา เนื่องจากต่าง กรด และเกลือที่เกิดขึ้นทำให้ค่าพีเอชของสารละลายเกิดการเปลี่ยนแปลงและมีประจุที่แตกตัวเป็นไอออนนำไฟฟ้าได้ ตารางที่ 4.1 แสดงค่าการนำไฟฟ้าและค่า pH ของสารละลายต่าง สารละลายกรด และน้ำที่ผ่านการต้มล้าง โดยพบว่าน้ำที่ผ่านการต้มล้างครั้งที่ 4 มีค่า pH และค่าการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับน้ำประปา คือประมาณ 7.50 และ $2.87 \times 10^2 \mu\text{s}/\text{cm}$ ตามลำดับ แสดงว่าเกลือจากปฏิกิริยาถูกล้างออกจนหมดจากการต้มล้างด้วยน้ำประปาจำนวน 3 ครั้ง

ตารางที่ 4.1 ค่า pH และค่าการนำไฟฟ้าที่ได้จากสารละลายที่ผ่านการต้มล้างและน้ำประปา

สารละลายที่ใช้ต้มล้างเซลล์แก๊สแวกซ์	ค่า pH ของสารละลาย	ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย $\times 10^{-2}$ ($\mu\text{s}/\text{cm}$)
สารละลาย NaOH ความเข้มข้น 0.024 โมล/ลิตร	11.64	32.00
สารละลาย H_2SO_4 ความเข้มข้น 0.012 โมล/ลิตร	2.33	41.70
น้ำประปาที่ผ่านการต้มล้างครั้งที่ 1	6.97	3.06
น้ำประปาที่ผ่านการต้มล้างครั้งที่ 2	7.01	3.01
น้ำประปาที่ผ่านการต้มล้างครั้งที่ 3	7.39	2.88
น้ำประปาที่ผ่านการต้มล้างครั้งที่ 4	7.50	2.87
น้ำประปา	7.50	2.87

4.1.2) ลักษณะทางกายภาพของเซลแล็กแว็กซ์

ลักษณะของเซลแล็กแว็กซ์หลังทำความสะอาดและบดละเอียดแสดงดังรูปที่ 4.3 น้ำหนักผลได้ของแว็กซ์หลังจากการทำความสะอาดคิดเป็นร้อยละ 84.3 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับน้ำหนักของแว็กซ์ก่อนการทำความสะอาด



รูปที่ 4.3 เซลแล็กแว็กซ์หลังกระบวนการต้มล้างและบดละเอียด

สีของแว็กซ์หลังทำความสะอาดถูกวิเคราะห์เพื่อเปรียบเทียบกับแว็กซ์ก่อนทำความสะอาดด้วยเครื่องมือวัดสี chromameter (Konica minolta model-CR-400, Japan) โดยใช้ค่า L^* a^* b^* บ่งบอกระดับสีและความสว่างแบบสามมิติ แกน L^* มีค่าตั้งแต่ 0 ถึง 100 แสดงความสว่างจากสีดำถึงสีขาว แกน a^* และ b^* มีค่าบวกและลบคือ $-a^*$ ถึง $+a^*$ ซึ่งแสดงสีเขียวถึงสีแดง และ $-b^*$ ถึง $+b^*$ แสดงถึงสีน้ำเงินถึงสีเหลือง มาตรฐานสี L^* a^* b^* กำหนดโดย Commission International de l'Eclairage (CIE) ประเทศฝรั่งเศส ตารางที่ 4.2 แสดงค่าความสว่างและสีของแว็กซ์ก่อนทำความสะอาด (shellac wax as received) เปรียบเทียบกับสีของแว็กซ์หลังทำความสะอาด (shellac wax washed) แว็กซ์หลังทำความสะอาดมีค่าสีแดงต่ำกว่าเล็กน้อย ซึ่งอาจเกิดจากองค์ประกอบสีแดง (กรดแลคคาอิก) ซึ่งสามารถละลายน้ำได้ของแว็กซ์บางส่วนถูกกำจัดออกจากการทำความสะอาด ค่าความสว่างของแว็กซ์มากขึ้นเล็กน้อยหลังทำความสะอาดซึ่งอาจเกิดจากตะกอนฝุ่นผงหรือเศษไม้ถูกกำจัดออกไป ค่าสีที่วัดได้จากแว็กซ์ก่อนและหลังทำความสะอาดมีความใกล้เคียงกัน ดังนั้นการทำความสะอาดแว็กซ์จึงไม่ทำให้สีแตกต่างจากก่อนทำความสะอาดมากนัก

ตารางที่ 4.2 ค่าความสว่างและสีของเซลแล็กแวกซ์ก่อนและหลังทำความสะอาด

Sample	Color		
	L* (lightness)	a* (green-red)	b*(blue-yellow)
Shellac wax as received	54.01±0.30	2.78±0.05	13.01±0.08
Shellac wax washed	56.21±0.26	2.15±0.03	13.16±0.14

ปริมาณความชื้นของแวกซ์ทั้งก่อนและหลังทำความสะอาดมีความใกล้เคียงกันคือ ร้อยละ 0.0002 และ 0.0005 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ แฉกที่เหลือจากการเผาไหม้ของแวกซ์แสดงถึงสิ่งเจือปนในแวกซ์ เนื่องจากแวกซ์เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่สลายตัวเป็นน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์เมื่อได้รับความร้อนสูง โดยพบว่าปริมาณแฉกของแวกซ์ลดลงเมื่อผ่านการทำความสะอาดจากร้อยละ 0.12 เป็น 0.05 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะทางกายภาพของเซลแล็กแวกซ์ก่อนและหลังการทำความสะอาด และเซลแล็กแวกซ์เกรดการค้าของบริษัท Tolaram (Tolaram Overseas Corporation, India)

ตารางที่ 4.3 ลักษณะทางกายภาพของเซลแล็กแวกซ์ก่อนและหลังทำความสะอาด

ลักษณะสมบัติ	เซลแล็กแวกซ์เกรดการค้า *	เซลแล็กแวกซ์ในงานวิจัย		เซลแล็กแวกซ์ที่ศึกษาในงานวิจัยนี้	
		พันธ์สิริ และพิชญ์นรี, 2551		ก่อนล้าง	หลังล้าง
		ก่อนล้าง	หลังล้าง	ก่อนล้าง	หลังล้าง
% moisture (%wt.)	-	0.014	0.015	0.0002	0.0005
% ash (%wt.)	0.5	0.18	0.07	0.12	0.05

*ข้อมูลจากบริษัท Tolaram (Tolaram Overseas Corporation, India); - หมายถึง ไม่มีค่าระบุไว้

4.1.3) ลักษณะทางเคมีของเซลแล็กแวกซ์

เซลแล็กแวกซ์หลังทำความสะอาดมีค่าความเป็นกรด (acid value) ลดลง แสดงถึงปริมาณกรดไขมันที่น้อยลง ซึ่งอาจเกิดจากกรดไขมันอิสระที่ไม่มีพันธะโควาเลนต์กับองค์ประกอบเอสเทอร์ถูก

สะปอนนิฟายด้วยด่างในกระบวนการต้มล้าง หรือเกิดจากสิ่งเจือปนหรือสารเคมีจากกระบวนการผลิต ถูกชะล้างออกไป โดยค่าความเป็นกรดที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับเซลลैคแว็กซ์เกรดการค้ามากขึ้น

ค่าสะปอนนิฟิเคชัน (saponification value) ซึ่งแสดงถึงปริมาณกรดไขมันและองค์ประกอบ เอสเตอร์ที่ถูกสะปอนนิฟายได้ และค่าเอสเตอร์ (ester value) ซึ่งแสดงปริมาณเอสเตอร์ในแว็กซ์ มีค่ามากขึ้นทั้ง 2 ค่าหลังการทำความสะอาด แสดงว่าแว็กซ์มีองค์ประกอบเอสเตอร์มากขึ้น ซึ่งอาจเกิด จากกรดไขมันอิสระถูกสะปอนนิฟายด้วยด่างในกระบวนการต้มล้าง ทำให้สัดส่วนของเอสเตอร์เพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับแว็กซ์ก่อนล้างที่มีน้ำหนักเท่ากัน ค่าสะปอนนิฟิเคชันแปรผันตรงกับความยาวสายโซ่ โมเลกุล ปริมาณองค์ประกอบเอสเตอร์ ปริมาณกรดไขมันอิสระที่ถูกสะปอนนิฟายได้ และแสดงถึง ความชอบน้ำของไขมัน แว็กซ์ที่มีค่าสะปอนนิฟิเคชันต่ำๆ (20-30 mgKOH/gWax) มีความชอบน้ำ มากกว่าแว็กซ์ที่มีค่าสะปอนนิฟิเคชันสูงๆ และสามารถเตรียมเป็นอิมัลชันได้ง่ายกว่า (Borsinger และ คณะ 2010)

ลักษณะทางเคมีของเซลลैคแว็กซ์ก่อนและหลังทำความสะอาด และเซลลैคแว็กซ์เกรด การค้าของบริษัท Roeper (C.E. Roeper GmbH, Germany) แสดงดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ลักษณะทางเคมีของเซลลैคแว็กซ์ก่อนและหลังทำความสะอาด

ลักษณะสมบัติ	เซลลैค แว็กซ์ เกรดการค้า*	เซลลैคแว็กซ์ในงานวิจัย ของพันธ์สิริ และพิชญ์นรี 2551		เซลลैคแว็กซ์ ที่ศึกษาในงานวิจัยนี้	
		ก่อนล้าง	หลังล้าง	ก่อนล้าง	หลังล้าง
acid value, A.V. (mgKOH/gWax)	4*	21.5	21.5	5.6	4.9
saponification value, S.V. (mgKOH/gWax)	42*	118.8	168.3	46.2	62.8
ester value, E.V. (mgKOH/gWax)	38*	97.3	146.8	40.6	57.9

*ข้อมูลจากบริษัท Roeper (C.E. Roeper GmbH, Germany)

4.1.4) สมบัติทางความร้อนของเซลลैกแว็กซ์

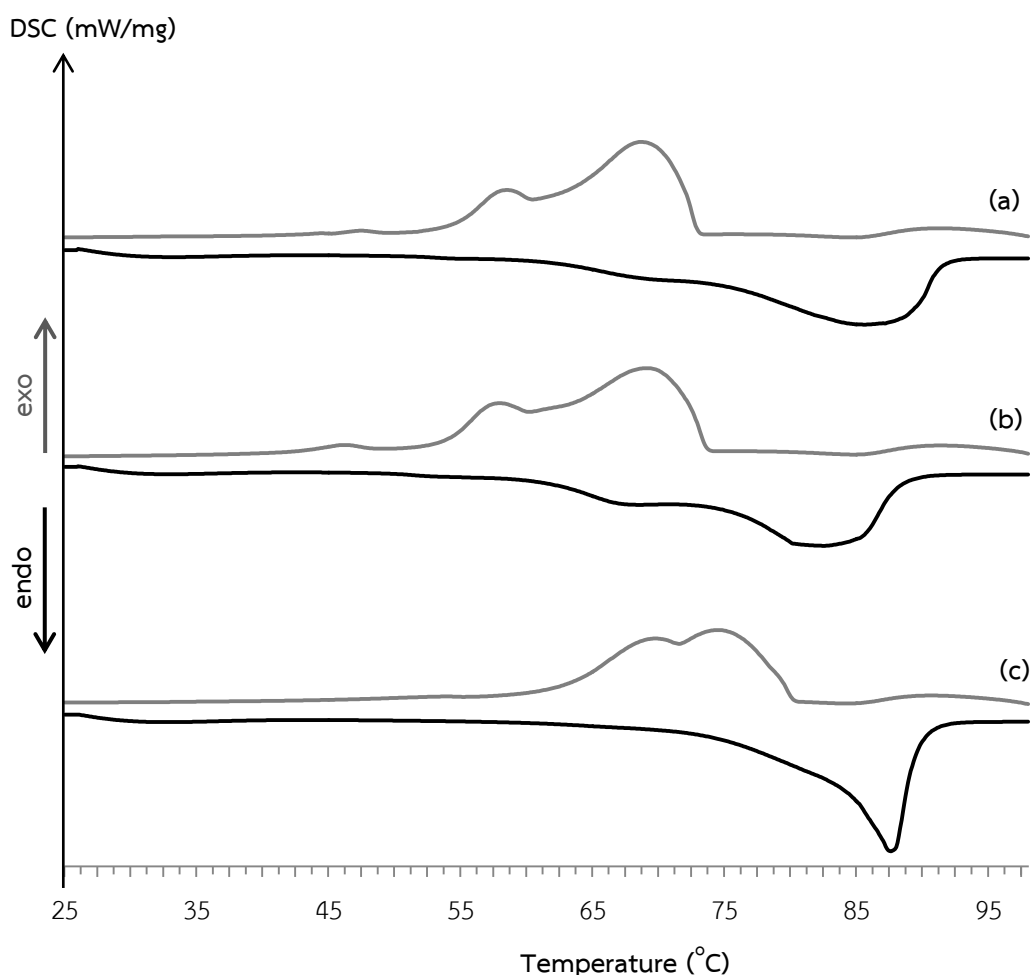
สมบัติทางความร้อนของแว็กซ์วิเคราะห์จากผลของอุณหภูมิที่มีต่อการหลอมเหลวและตกผลึกด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC, NETZSCH DSC 204F1 Phoenix) กราฟเทอร์โมแกรมการให้ความร้อนและการทำให้เย็นตัวของเซลลैกแว็กซ์ หลังทำความสะอาดเปรียบเทียบกับเซลลैกแว็กซ์ก่อนทำความสะอาด และคาร์นูบาแว็กซ์เกรดการค้า (Kahl wax 2442, Kahl GmbH & Co. KG, Germany) แสดงดังรูปที่ 4.4 โดยเพิ่มอุณหภูมิจาก 25 เป็น 100 องศาเซลเซียส จากนั้นลดอุณหภูมิลงจาก 100 เป็น 25 องศาเซลเซียส กำหนดอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

กราฟการดูดความร้อนของเซลลैกแว็กซ์ก่อนและหลังทำความสะอาด ปรากฏพีคของการหลอมเหลวที่ชัดเจน 2 พีค แสดงถึงองค์ประกอบทางเคมีอย่างน้อย 2 องค์ประกอบที่มีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิ พีคการหลอมเหลวแรกเกิดที่อุณหภูมิ 60.0 ถึง 75.0 องศาเซลเซียส พีคการหลอมเหลวที่ 2 แสดงถึงองค์ประกอบส่วนใหญ่ของเซลลैกแว็กซ์เนื่องจากมีขนาดพีคใหญ่ที่สุด เกิดที่อุณหภูมิ 75.0 ถึง 93.0 องศาเซลเซียส ค่าความเป็นกรดและค่าเอสเตอร์สามารถใช้วิเคราะห์องค์ประกอบที่ทำให้เกิดพีคหลอมเหลวของเซลลैกแว็กซ์อย่างคร่าวๆได้ เนื่องจากเซลลैกแว็กซ์หลังทำความสะอาดมีสัดส่วนของเอสเตอร์สูงขึ้นและมีกรดไขมันอิสระที่ลดลงเมื่อเทียบกับแว็กซ์ก่อนทำความสะอาด พีคการหลอมเหลวของแว็กซ์หลังทำความสะอาดจึงแสดงถึงองค์ประกอบเอสเตอร์เป็นส่วนใหญ่ แว็กซ์ก่อนทำความสะอาดมีพีคการหลอมเหลวต่างจากแว็กซ์ที่หลังทำความสะอาดเล็กน้อยเนื่องจากมีปริมาณกรดไขมันอิสระที่มากกว่า จึงอาจสรุปได้ว่าองค์ประกอบส่วนใหญ่ที่ทำให้เกิดพีคการหลอมเหลวทั้ง 2 พีคของเซลลैกแว็กซ์ในงานวิจัยนี้มาจากเอสเตอร์ของกรดไขมันที่มีจุดหลอมเหลวแตกต่างกัน 2 ช่วงอุณหภูมิ โดยทั่วไปมีการระบุว่าเซลลैกแว็กซ์ประกอบด้วยเอสเตอร์ของกรดไขมันร้อยละ 70 ถึง 82 มีองค์ประกอบเป็นกรดไขมันชนิดอิ่มตัวคือ กรดซีโรติก กรดลิกโนซีริก และกรดอาลูริติก ซึ่งมีอุณหภูมิหลอมเหลวเท่ากับ 61.8 84.2 และ 92.0 องศาเซลเซียส ตามลำดับ (Kirk และคณะ 2008) ซึ่งอยู่ในช่วงอุณหภูมิหลอมเหลวของเซลลैกแว็กซ์ในงานวิจัยนี้

กราฟการดูดความร้อนของคาร์นูบาแว็กซ์ปรากฏพีคที่ชัดเจน 1 พีค ในช่วงอุณหภูมิ 70.0 ถึง 92.0 องศาเซลเซียส โดยมีไหลพีคตั้งแต่ 75.0 ถึง 85.0 องศาเซลเซียส จากนั้นความชันเพิ่มขึ้นและปรากฏพีคลักษณะแคบในช่วงอุณหภูมิ 85.0 ถึง 92.0 องศาเซลเซียส โดยมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 87.6

องศาเซลเซียส พีคที่ปรากฏแสดงถึงการหลอมเหลวขององค์ประกอบเอสเทอร์ในคาร์นูบาแว็กซ์ซึ่งมีปริมาณร้อยละ 80 ถึง 85 โดยน้ำหนัก (Parish และคณะ 2002, Kirk และคณะ 2008)

กราฟการดูดและคายความร้อนของเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์ในงานวิจัยนี้สอดคล้องกราฟการดูดและคายความร้อนของเซลแล็กแว็กซ์จากประเทศจีน (Key Laboratory of Cultivation and Utilization of Resources Insects, China) และคาร์นูบาแว็กซ์จากประเทศเบลเยียม (Acros Organics Co., Ltd., Belgium) ในงานวิจัยของ Z. Ruguo และคณะ (2011) ซึ่งพบว่าเซลแล็กแว็กซ์มีพีคการหลอมเหลวที่ชัดเจน 2 พีค คาร์นูบาแว็กซ์มีพีคการหลอมเหลวที่มีลักษณะแคบ 1 พีค คุณสมบัติทางอุณหภูมิจากการวิเคราะห์ด้วย DSC แสดงดังตารางที่ 4.5



รูปที่ 4. 4 กราฟ DSC ของเซลแล็กแว็กซ์ก่อนทำความสะอาด (a) หลังทำความสะอาด (b) และคาร์นูบาแว็กซ์ (c) เมื่อให้ความร้อนจนหลอมเหลว และทำให้เย็นตัวลงจนตกผลึก โดยเพิ่มอุณหภูมิจาก 25 เป็น 100 องศาเซลเซียส และลดอุณหภูมิจาก 100 เป็น 25 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

ตารางที่ 4.5 คุณสมบัติทางอุณหภูมิจากการวิเคราะห์ด้วย DSC

Sample	Melting					Cooling		
	T_g (°C)	T_{m1} (°C)	T_{m2} (°C)	ΔH_m (J/g)	ΔC_p (J/(g·K))	T_{c1} (°C)	T_{c2} (°C)	ΔH_c (J/g)
Shellac wax as received	53.0	68.4	85.6	201.0	0.28	68.7	58.5	188.0
Shellac wax washed	51.8	68.4	82.6	202.8	0.30	69.1	57.9	213.5
Carnauba wax (Germany)	N/A	-	87.6	175.7	N/A	74.5	69.7	165.1
Shellac wax as received*	49.0	65.0	80.6	228.1	-	-	-	-
Shellac wax washed*	51.0	64.2	77.7	269.5	-	-	-	-
shellac wax (China)**	57.4	75.2	83.2	203.2	10.3	67.8	43.7	198.8
Carnauba wax (Belgium)**	81.0	85.7	87.8	204.3	26.0	75.8	63.8	173.6

T_m คือ อุณหภูมิหลอมเหลว; T_c คือ อุณหภูมิตกผลึก; ΔH_m คือ เอนทาลปีของการหลอมเหลว; ΔH_c คือ เอนทาลปีของการตกผลึก; ΔC_p คือ ความจุความร้อนของการหลอมเหลว

N/A คือ ไม่สามารถหาค่าได้จากการวิเคราะห์; - คือ ไม่มีค่าระบุไว้ในบทความที่อ้างอิง

*พันธ์สิริ และพิชญ์นรี (2551); ** Z. Ruguoa และคณะ (2011)

สมบัติทางความร้อนของเซลแล็คแว็กซ์มีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อผ่านการทำความสะอาด เว็กซ์หลังทำความสะอาดเริ่มอ่อนตัวและหลอมเหลวที่อุณหภูมิต่ำกว่าเว็กซ์ก่อนทำความสะอาดเล็กน้อย เนื่องจากอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) มีค่าลดลง ค่าความจุความร้อนที่เปลี่ยนแปลง (ΔC_p) สามารถวิเคราะห์ได้จากความชันที่เพิ่มขึ้นของเส้นกราฟที่จุดเริ่มเปลี่ยนสถานะ

คล้ายแก้ว (ดูรูปที่ 2.7 ประกอบ) เซลล์แก้วที่ก่อนและหลังทำความสะอาดมีค่า ΔC_p ที่ไม่แตกต่างกันมากนัก ค่า ΔC_p ของแก้วหลังทำความสะอาดมีค่ามากกว่าเพราะ T_g ต่ำกว่า ช่วงที่กราฟชันจึงมากกว่า คาร์บูบาแก้วไม่สามารถวิเคราะห์ค่า ΔC_p ได้เนื่องจากไม่สามารถวัดค่า T_g ได้ แสดงว่าความชันกราฟเปลี่ยนแปลงน้อยมากระหว่างเกิดการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว

จุดหลอมเหลวแรก (T_{m1}) ของแก้วก่อนและหลังทำความสะอาดมีค่าเท่ากันคือ 68.4 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลวที่ 2 (T_{m2}) ของแก้วหลังทำความสะอาดลดลงเมื่อเทียบกับแก้วก่อนทำความสะอาด โดยลดลงจาก 85.6 เป็น 82.6 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับการทดลองก่อนหน้า (ศิริรัชตพงษ์ และคณะ 2551) เซลล์แก้วก่อนและหลังทำความสะอาดหลอมเหลวโดยสมบูรณ์ที่อุณหภูมิประมาณ 93.0 และ 90.0 องศาเซลเซียส ตามลำดับ กราฟการหลอมเหลวที่แตกต่างกันอาจเกิดจากสัดส่วนของกรดไขมันอิสระและเอสเทอร์ที่เปลี่ยนแปลง สิ่งเจือปนถูกกำจัดออก หรือ โครงสร้างโมเลกุลของแก้วมีการเปลี่ยนแปลงระหว่างกระบวนการทำความสะอาด

ค่าเอนทาลปีของการหลอมเหลว (ΔH_m) หาได้จากพื้นที่ใต้กราฟดูดความร้อน วัสดุที่มีความเป็นผลึกมากและมีโครงสร้างผลึกที่เรียงตัวในรูปแบบเดียวกัน (Uniform orientation) จะมีค่า ΔH_m สูง เนื่องจากต้องใช้พลังงานความร้อนที่สูงกว่าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมภายในโครงสร้างจึงจะสามารถทำลายการจัดเรียงตัวของอะตอมและทำให้เกิดการหลอมเหลวได้ (Beck และคณะ 2011) เซลล์แก้วที่ใช้ในงานวิจัยนี้ทั้งก่อนและหลังทำความสะอาดมีความเป็นผลึกสูงกว่าคาร์บูบาแก้ว เนื่องจากมีค่า ΔH_m ที่สูงกว่า แต่คาร์บูบาแก้วในงานวิจัยของ Z. Ruguoa และคณะ มีค่า ΔH_m ที่ใกล้เคียงกับเซลล์แก้ว ความแตกต่างของสมบัติเหล่านี้สามารถเกิดขึ้นได้แม้จะเป็นแก้วชนิดเดียวกัน เนื่องจากเป็นแก้วที่มาจากธรรมชาติ สภาวะแวดล้อม การเก็บผลผลิต รวมถึงกระบวนการผลิตจากโรงงานล้วนมีผลต่อคุณสมบัติ แต่โดยทั่วไปคาร์บูบาแก้วมีอุณหภูมิหลอมเหลวสูงกว่าเซลล์แก้ว เนื่องจากมีกรดไขมันที่หลอมเหลวที่อุณหภูมิสูง เช่น กรดซินนามิก (cinnamic acid) (Castelli และคณะ 1999, Co และคณะ 2011) ซึ่งมีจุดหลอมเหลว 133 องศาเซลเซียส เป็นต้น

กราฟ DSC ของขั้นตอนการทำให้เย็นตัวลงแสดงถึงอุณหภูมิการตกผลึกของแก้ว เซลล์แก้วก่อนทำความสะอาดเริ่มตกผลึกที่อุณหภูมิ 73.5 องศาเซลเซียส พบพีคแรก และพีคที่ 2 ของการตกผลึกที่อุณหภูมิ 68.7 และ 58.5 องศาเซลเซียส แก้วหลังทำความสะอาดเริ่มตกผลึกที่อุณหภูมิสูงกว่าเล็กน้อยคือ 74.0 องศาเซลเซียส พบพีคของการตกผลึกที่อุณหภูมิ 69.1 และ 57.9 องศาเซลเซียส ซึ่งค่อนข้างใกล้เคียงกับแก้วก่อนทำความสะอาด อุณหภูมิตกผลึกมีความสัมพันธ์กับ

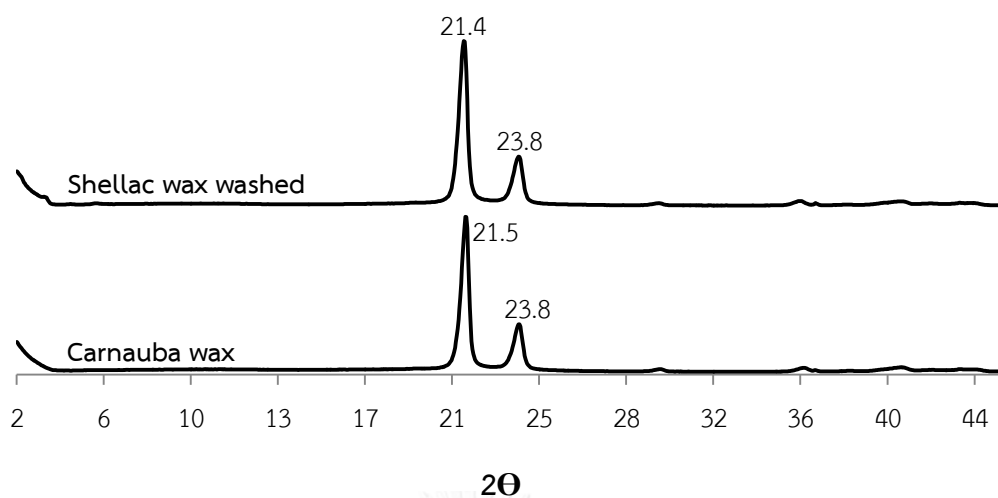
องค์ประกอบภายในแวกซ์ การตกผลึกที่อุณหภูมิสูงแสดงว่าตัวอย่างสามารถตกผลึกได้ง่าย เซลล์เล็ก แวกซ์ก่อนและหลังทำความสะอาดมีอุณหภูมิตกผลึกแตกต่างกันเล็กน้อยอาจเป็นผลมาจากโครงสร้างผลึกที่เป็นระเบียบมากขึ้น สายโซ่โมเลกุลสั้นลง หรือสิ่งเจือปนที่ขัดขวางการตกผลึกถูกกำจัดออก

เอนทัลปีของการตกผลึก (ΔH_c) ของแวกซ์หลังทำความสะอาดสูงกว่าแวกซ์ก่อนทำความสะอาด แสดงว่าแวกซ์หลังทำความสะอาดต้องคายพลังงานความร้อนสูงกว่าแวกซ์ที่ไม่ได้ทำความสะอาดจึงจะสามารถตกผลึกได้ เซลล์เล็กแวกซ์ทั้งก่อนและหลังทำความสะอาดมีค่าเอนทัลปีของการตกผลึกสูงกว่าคาร์บูนาแวกซ์ ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาคุณสมบัติทางอุณหภูมิจากแวกซ์ ชนิดต่างๆ โดย Z. Ruguoa และคณะ (2011) ที่พบว่าเซลล์เล็กแวกซ์มีค่าเอนทัลปีของการตกผลึกสูงที่สุดเมื่อเทียบกับคาร์บูนาแวกซ์ พาราฟินแวกซ์ คอคสะรินแวกซ์ และไขผึ้ง

อุณหภูมิหลอมเหลวและตกผลึกของแวกซ์จากต่างพื้นที่หรือพื้นที่เดียวกันแต่ต่างรอบการเก็บผลผลิตอาจมีสมบัติที่แตกต่างจากงานวิจัยนี้เล็กน้อย เนื่องจากเป็นไขมันแข็งจากธรรมชาติที่ควบคุมคุณภาพผลผลิตได้ยาก ปัจจัยที่มีผลต่ออุณหภูมิหลอมเหลวและตกผลึกของแวกซ์คือความเป็นผลึก ความยาวสายโซ่โมเลกุล ชนิดและปริมาณของกรดไขมันอิสระและเอสเทอร์ แวกซ์ที่มีความยาวสายโซ่และปริมาณกรดไขมันอิ่มตัวมากมีจุดหลอมเหลวสูงและตกผลึกได้ง่าย (Borsinger และคณะ 2010)

4.1.5) โครงสร้างผลึกของเซลล์เล็กแวกซ์

โครงสร้างผลึกของแวกซ์วิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer (XRD) D8 Advance Bruker AXS, Germany) รังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบบนวัตถุหรืออนุภาคจะเกิดการเลี้ยวเบนที่มุมต่างๆ กัน มุมที่รังสีเกิดการเลี้ยวเบนสามารถนำมาวิเคราะห์ค่า long spacing ที่บ่งบอกความหนาของชั้นโมเลกุล และค่า short spacing ที่บ่งบอกระยะห่างแบบ side-by-side ระหว่างสายโซ่โมเลกุล ทำให้สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ การจัดเรียงตัวอะตอมในหน่วยเซลล์ และโครงสร้างผลึกได้ กราฟการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของเซลล์เล็กแวกซ์หลังทำความสะอาดและคาร์บูนาแวกซ์เกรดการค้า (Kahl wax 2442, Kahl GmbH & Co. KG, Germany) ที่ศึกษาในงานวิจัยนี้ แสดงดังรูปที่ 4.5 กำหนดการกระเจิงรังสีอยู่ในช่วง 2.0 ถึง 45 องศา (2θ)

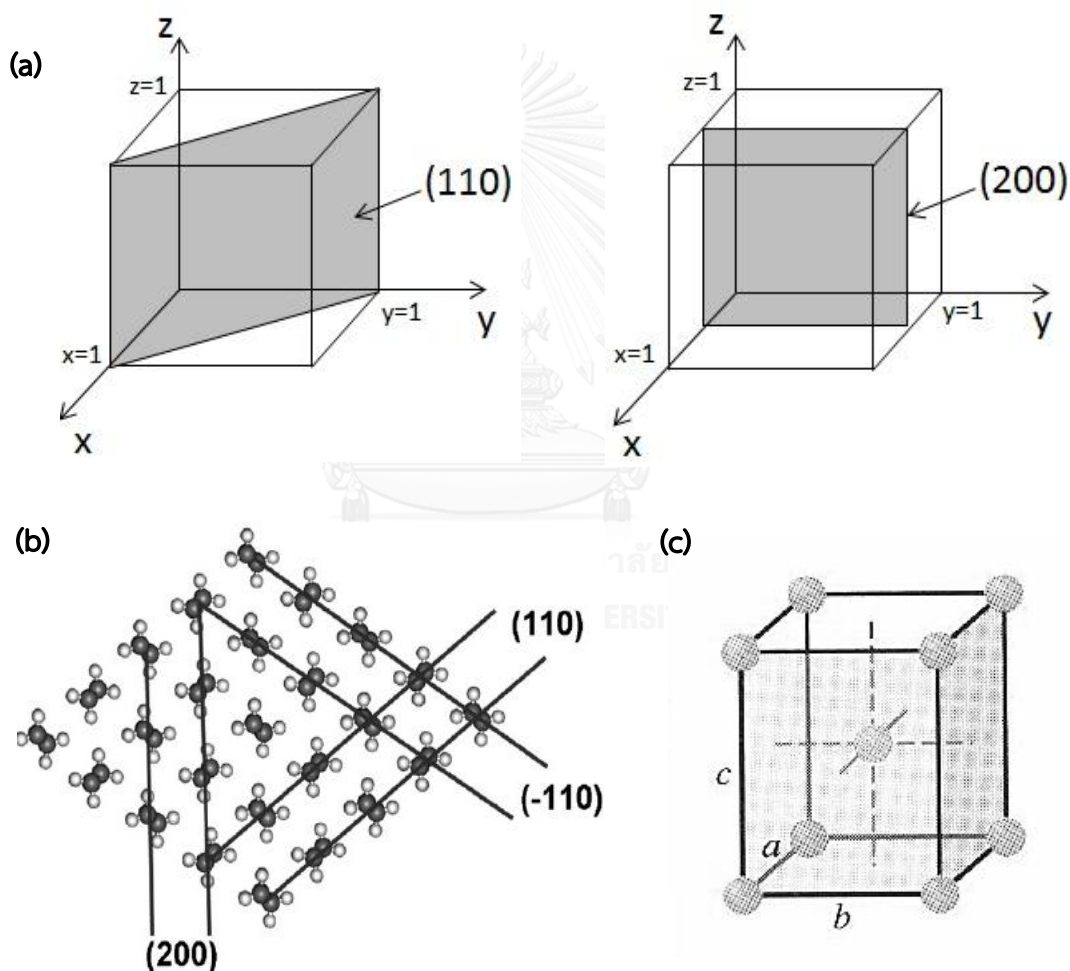


รูปที่ 4.5 กราฟการกระเจิงรังสีเอ็กซ์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของเซลแล็กแว็กซ์หลังทำความสะอาด และคาร์นุบาแว็กซ์เกรดการค้าที่นำมาศึกษาในงานวิจัยนี้

ตำแหน่งพิกคือมุมองศาที่รังสีเอ็กซ์เกิดการเลี้ยวเบนเมื่อตกกระทบบนผลึกหรืออนุภาคของวัตถุ จากการศึกษาพบว่าการเลี้ยวเบนของรังสีของเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นุบาแว็กซ์เกิดที่มุมองศาใกล้เคียงกัน โดยเกิดพิกแรกที่มีมุม 21.4 องศา และ 21.5 องศา ตามลำดับ ส่วนพิกที่สองเกิดที่ตำแหน่งเดียวกันคือ 23.8 องศา พิกที่เกิดขึ้นตรงกับพิกการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของคาร์นุบาแว็กซ์ที่มีการรายงานไว้ (Dassanayake และคณะ 2009, Kheradmandnia และคณะ 2010) นอกจากนี้ยังพบว่าแว็กซ์หรือไขมันจากธรรมชาติส่วนใหญ่มีมุมเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ประมาณ 21.4 และ 23.8 องศา เช่นเดียวกัน ดังในงานวิจัยของ D. Muscat และคณะ (2013) ที่ศึกษาโครงสร้างผลึกของคาร์นุบาแว็กซ์ ไชผิ้ง แคนเดลีลาแว็กซ์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (Muscat และคณะ 2013) และงานวิจัยของ U. Ruktanonchai และคณะ (2008) ที่ศึกษาเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของไซซีติลปาล์มิตเตต (Ruktanonchai และคณะ 2008)

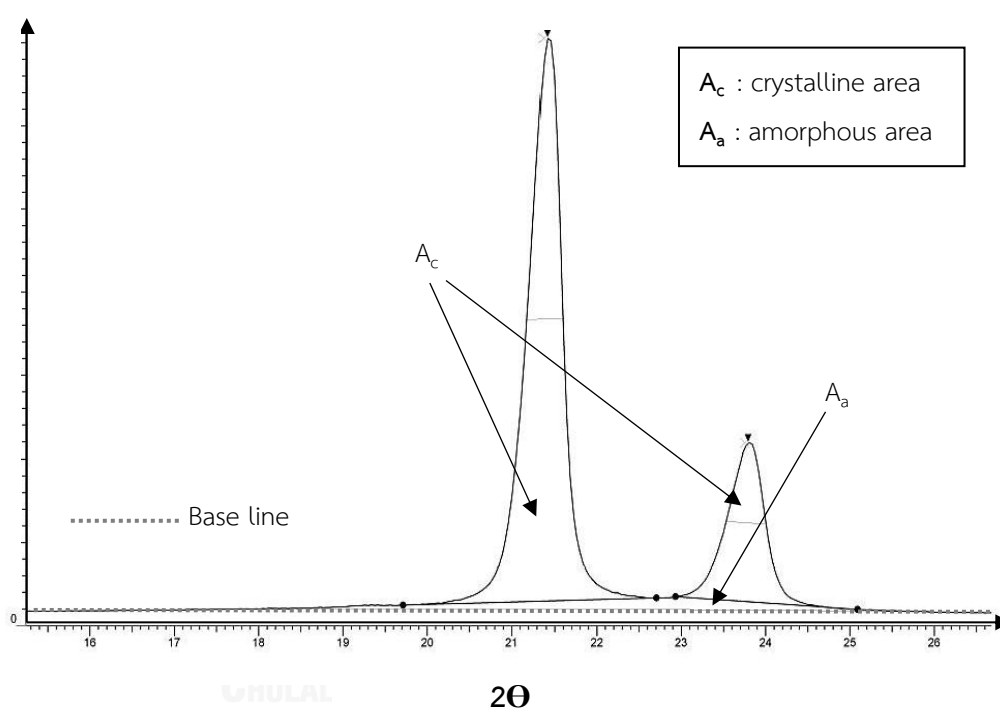
จากการวิเคราะห์ตำแหน่งพิกในรูปที่ 4.5 พบว่าที่ตำแหน่งพิก 21.4 องศา มีค่า short spacing เท่ากับ 4.1 \AA และที่ตำแหน่งพิก 23.8 องศา มีค่า short spacing เท่ากับ 3.7 \AA ซึ่งเป็นค่า short spacing ขององค์ประกอบเป็นไฮโดรคาร์บอนสายโซ่ยาวที่มีคาร์บอนอะตอมเรียงกันในรูปฟันปลา (Zig-zag-planes) (Donhowe และคณะ 1993)

ลักษณะหน่วยเซลล์ของผลึกของวัสดุสามารถพิจารณาจากค่า short spacing ได้ด้วยดัชนีของมิลเลอร์ (Miller indice) ซึ่งแสดงการจัดเรียงตัวของอะตอมหรือโมเลกุลของผลึกในหน่วยเซลล์ในรูปแบบระนาบแรงา (h l k) โดยค่า h l และ k เป็นเศษส่วนกลับของระนาบที่ตัดแกน x y และ z ตามลำดับ (รูปที่ 4.6) จากการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่า ค่า short spacing ของแวกซ์ที่เท่ากับ 4.1 Å และ 3.7 Å แสดงถึงการจัดเรียงตัวของโมเลกุลหรืออะตอมในระนาบแรงาของมิลเลอร์แบบ (110) และ (200) ตามลำดับ ซึ่งเป็นการจัดเรียงตัวของโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (orthorhombic) (Koch และคณะ 2008)



รูปที่ 4.6 รูปแบบการจัดเรียงอะตอมหรือโมเลกุลในโครงสร้างผลึก (a) คือ ระนาบแรงาของมิลเลอร์ที่มีการจัดเรียงอะตอมแบบ (110) และ (200) (b) คือ แบบจำลองอะตอมที่มีระนาบผลึกแบบ (110) และ (200) ของโครงสร้างผลึกออร์โธโรมบิก (Koch และคณะ 2008) (c) แบบจำลองหน่วยเซลล์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (มุมระหว่าง a b และ c ตั้งฉากกัน แต่ความยาวของ $a \neq b \neq c$)

ร้อยละความเป็นผลึกของวัสดุพิจารณาได้จากกราฟการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ พื้นที่ใต้พีคการกระเจิงรังสีมีความสัมพันธ์กับความเป็นผลึกและความเป็นอสัณฐานของวัสดุโดยตรง รูปที่ 4.7 แสดงพื้นที่กราฟการกระเจิงรังสีที่บ่งบอกความเป็นผลึกและอสัณฐานของเซลลูล์สแวกซ์หลังจากทำความสะอาดในงานวิจัยนี้ พื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบแสดงความเป็นผลึก ส่วนพื้นที่ใต้เส้นโค้งเรียบแสดงความเป็นอสัณฐาน ความเป็นผลึกคำนวณจากพื้นที่ใต้พีคด้วยโปรแกรม Smadchrom software (Morgan and Kennedy Research, Australia)



รูปที่ 4.7 พื้นที่ใต้พีคการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ซึ่งแสดงถึงความเป็นผลึกและอสัณฐานของเซลลูล์สแวกซ์ หลังจากทำความสะอาดในงานวิจัยนี้ ร้อยละความเป็นผลึกคำนวณจากพื้นที่ใต้พีคด้วยโปรแกรม Smadchrom software (Morgan and Kennedy Research, Australia)

ร้อยละความเป็นผลึกคำนวณได้จากสมการที่ 3.6 ขนาดผลึกหาได้จากความสัมพันธ์ของขนาดผลึกกับความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีคด้วยสมการของเชอร์เรอร์ (สมการที่ 3.7) ร้อยละความเป็นผลึกและขนาดผลึกของเซลลูล์สแวกซ์และคาร์บูนาแวกซ์ (รูปที่ 4.5) แสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ร้อยละความเป็นผลึกและขนาดผลึกของแว็กซ์จากการวิเคราะห์ด้วย XRD

Sample	% Crystallinity index	Crystalline size (Å)
shellac wax washed	84.4	215.8
carnauba wax	79.6	236.5

ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD แสดงให้เห็นว่าเซลแล็กแว็กซ์มีความเป็นผลึกสูงกว่าคาร์นูบาแว็กซ์ที่นำมาทดสอบในงานวิจัยนี้ สอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิค DSC เนื่องจากเซลแล็กแว็กซ์มีค่าเอนทัลปีการหลอมเหลวสูงกว่าคาร์นูบาแว็กซ์ แสดงถึงความเป็นผลึกที่สูงกว่า เนื่องจากต้องใช้ความร้อนที่มากกว่าในการสลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมในผลึกและทำให้เกิดการหลอมเหลว

4.2 ศึกษาการใช้สารลดแรงตึงผิวและอัตราส่วนในการเตรียมอิมัลชันแบบอนุภาคไขมันแข็งของเซลแล็กแว็กซ์

การศึกษาลักษณะของผสมของเซลแล็กแว็กซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำ ที่มีอัตราส่วนองค์ประกอบต่างๆ กัน และเตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ตั้งแต่ 4.3 ถึง 29.0 ทำได้โดยสังเกตลักษณะของผสมด้วยตาเปล่าและวัดขนาดอนุภาค จากนั้นบันทึกผลลงบนแผนภาพภูมิภาคแบบ 3 องค์ประกอบ โดยแบ่งประเภทของผสมตามตารางที่ 3.2

เนื่องจากยังไม่มีงานวิจัยใดศึกษาอัตราส่วนองค์ประกอบและสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมต่อการเตรียมอิมัลชันของเซลแล็กแว็กซ์ งานวิจัยนี้จึงเตรียมของผสมด้วยวิธีที่แตกต่างกัน 2 วิธีเพื่อให้เหมาะสมต่อจุดประสงค์ที่ต้องการศึกษา วิธีแรกคือ เตรียมของผสมด้วยเครื่อง vortex mixer เพื่อใช้เลือกอัตราส่วนองค์ประกอบและค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ทำให้เกิดอิมัลชัน วิธีนี้ใช้เตรียมของผสมในปริมาณน้อยๆ ได้ จึงไม่สิ้นเปลืองวัตถุดิบ เลือกอัตราส่วนองค์ประกอบและค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ทำให้เกิดอิมัลชันจากวิธีแรกมาเตรียมด้วยวิธีที่ 2 คือ วิธีผสมด้วยความดันสูงที่อุณหภูมิสูง โดยผสมของผสมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง วิธีนี้เตรียมอิมัลชันได้ในปริมาณมาก นิยมใช้ในอุตสาหกรรม และไม่มีการใช้ตัวทำละลายเคมี จึงไม่ส่งผลเสียต่อสุขภาพ สิ่งแวดล้อม และต้นทุนทางสิ่งแวดล้อมของผู้ผลิต บรรจุภัณฑ์ที่เคลือบอิมัลชันแว็กซ์จากธรรมชาติสามารถเข้าสู่กระบวนการนำกลับมาใช้ใหม่ได้โดยใช้สารละลายต่างล้างแว็กซ์ออกจากผิวบรรจุภัณฑ์ แวกซ์จากธรรมชาติที่แยกออกมาสามารถย่อยสลายได้และไม่มีความเป็นพิษต่อร่างกาย

4.2.1) การเตรียมอิมัลชันด้วยเครื่อง vortex mixer

อัตราส่วนองค์ประกอบและค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมต่อการเกิดอิมัลชันและไมโครอิมัลชันของเซลแล็กแวกซ์ศึกษาจากลักษณะของของผสมที่ถูกเตรียมด้วยเครื่อง vortex mixer การเตรียมของผสมโดยผสมเซลแล็กแวกซ์และสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่างๆ ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส จากนั้นเติมน้ำปราศจากไอออนอุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ลงไปตามอัตราส่วน (หัวข้อที่ 3.4.7) นำมาผสมให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่อง vortex mixer ที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 0.2 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 5 นาที ให้แว็กซ์เย็นตัวลงระหว่างผสมและเกิดเป็นอนุภาคแข็งที่กระจายตัวในน้ำ ปล่อยให้ของผสมเกิดสมดุลวัฏภาคที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 0.2 องศาเซลเซียส) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นสังเกตลักษณะของของผสมที่ได้และบันทึกผลลงบนแผนภาพวัฏภาคแบบ 3 องค์ประกอบ

จากการสังเกตพบว่า สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่ำกว่า 8.6 ไม่เหมาะต่อการเตรียมอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลแล็กแวกซ์ เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวชอบน้ำมันมากกว่าน้ำ (ความไม่ชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิวมากขึ้นเมื่อค่า HLB ต่ำลง) สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่ำกว่า 9.0 เหมาะต่อการเตรียมอิมัลชันแบบน้ำกระจายตัวในน้ำมัน จึงไม่เหมาะต่อการเตรียมอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งเป็นอิมัลชันแบบน้ำมันกระจายตัวในน้ำ เมื่อมีการผสมเข้าด้วยกันโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวที่ชอบน้ำมันจึงอยู่ร่วมกับแว็กซ์ แต่แยกตัวออกจากน้ำ ทำให้ของผสมเกิดการแยกวัฏภาค

พื้นที่ไมโครอิมัลชันเริ่มปรากฏเล็กน้อยที่ HLB เท่ากับ 10.7 และเพิ่มขึ้นเมื่อค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15 และ 17.8 (รูปที่ 4.8) แต่เมื่อเพิ่มค่า HLB เป็น 20.6 หรือมากกว่า พบว่า อิมัลชันเกิดฟองมาก ฟองเกิดจากอากาศในของเหลวที่ถูกกักไว้ด้วยชั้นฟิล์มบางบนผิวหน้าของเหลว ชั้นฟิล์มเกิดจากของเหลวมีแรงตึงผิวต่ำ หากของเหลวมีแรงตึงผิวมากจะมีแรงดึงของเหลวให้อยู่ด้วยกันและปล่อยอากาศหลุดออกไปได้ ในกรณีนี้ฟองอากาศเกิดจากองค์ประกอบสารลดแรงตึงผิวในอิมัลชันที่ทำให้ อิมัลชันมีแรงตึงผิวน้อยลง ความชอบน้ำของสารลดแรงตึงผิวและการจัดเรียงตัวของโมเลกุลบริเวณพื้นผิวประจันมีผลต่อการเกิดฟองอากาศ (Xu และคณะ 2009) สารลดแรงตึงผิวที่ละลายน้ำได้ดีหรือมีความชอบน้ำมากทำให้เกิดฟองมากขึ้น โดยสารลดแรงตึงผิวจะหันโมเลกุลด้านที่ไม่ชอบน้ำเข้าหาอากาศ และหันด้านที่ชอบน้ำเข้าหาน้ำ การเกิดฟองมีผลเสียต่อกระบวนการเตรียมอิมัลชันในระดับอุตสาหกรรม งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ไม่เกิน 17.8

ของผสมมีลักษณะเป็นอิมัลชันและไมโครอิมัลชันเมื่อประกอบด้วยน้ำร้อยละ 65 โดยน้ำหนัก ขึ้นไป ปริมาณเซลแล็กแวกซ์สูงสุดที่เกิดเป็นไมโครอิมัลชันได้คือร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เมื่อเตรียม

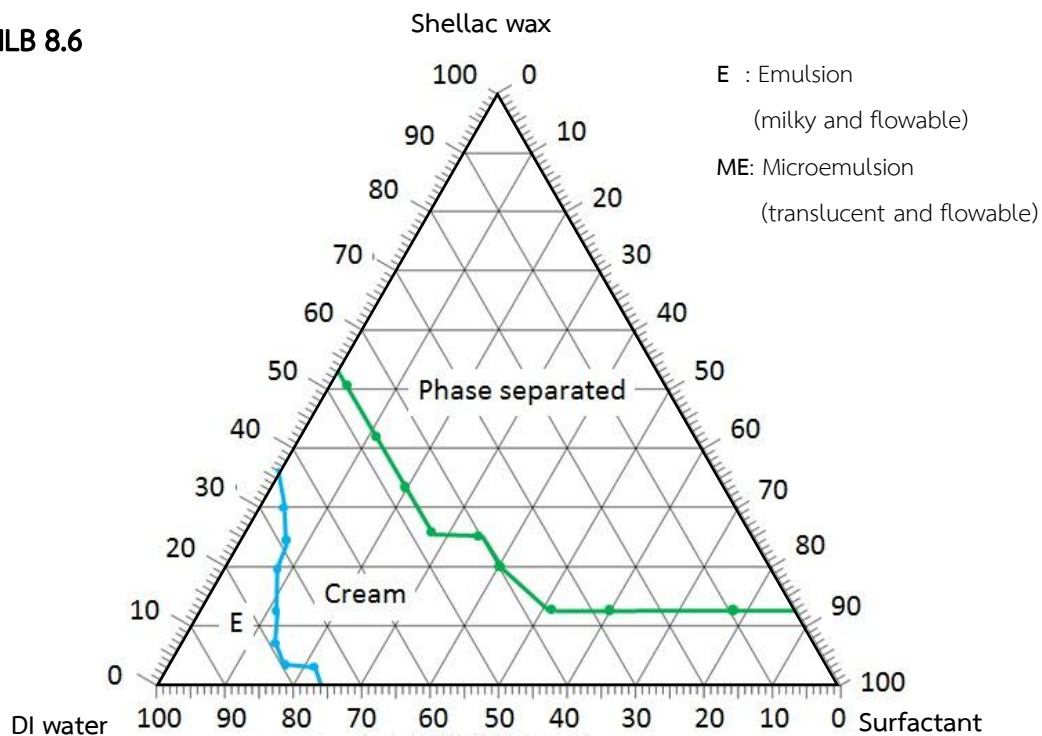
ด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 และเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 14 โดยน้ำหนักเมื่อเตรียมด้วย สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 และ 17.8 หากปริมาณแวกซ์มากกว่านี้จะเกิดเป็นอิมัลชัน หรือครีม ปริมาณแวกซ์สูงสุดที่สามารถเตรียมเป็นอิมัลชันได้คือประมาณร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก เมื่อ ใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 และ 15.0 และสูงสุดร้อยละ 45 เมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวที่มี ค่า HLB เท่ากับ 17.8 หากปริมาณแวกซ์มากกว่านี้จะเกิดเป็นครีมที่ไม่สามารถไหลได้

ปริมาณสารลดแรงตึงผิวสูงสุดที่ทำให้เกิดอิมัลชันและไมโครอิมัลชันคือประมาณร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก (ทุก HLB) หากปริมาณสารลดแรงตึงผิวมากกว่านี้โดยปริมาณแวกซ์ไม่เกินช่วงไมโคร อิมัลชันจะได้ของผสมที่ไม่สามารถไหลได้และค่อนข้างโปร่งแสง (clear gel) ลักษณะเช่นนี้คล้ายกับ การเกิดผลึกของเหลว (liquid crystal) ของอิมัลชันที่เตรียมจากน้ำมัน ผลึกของเหลวเกิดจากการ สร้างพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลในสายโซ่ออกซิเอทิลีนของสารลดแรงตึงผิวและน้ำ พันธะ ที่เกิดขึ้นนี้สามารถทำลายได้โดยการเจือจางของผสมด้วยน้ำ (Mahdi และคณะ 2011) ผลึกของเหลว มีความคงตัวสูง เนื่องจากโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวและน้ำมีการเรียงตัวอย่างหนาแน่นบริเวณ พื้นผิวประจันจึงช่วยป้องกันไม่ให้อนุภาครวมตัวกันได้ แต่มีความหนืดสูงจึงอาจส่งผลกระทบต่อกระบวนการ เตรียมอิมัลชัน (Eccleston 1990) อย่างไรก็ตาม งานวิจัยนี้ยังไม่สามารถสรุปได้ว่าเจลที่ค่อนข้างโปร่ง แสงที่ผลิตได้เป็นผลึกของเหลวหรือไม่ เนื่องจากยังไม่มีการศึกษาลักษณะสมบัติโดยละเอียด

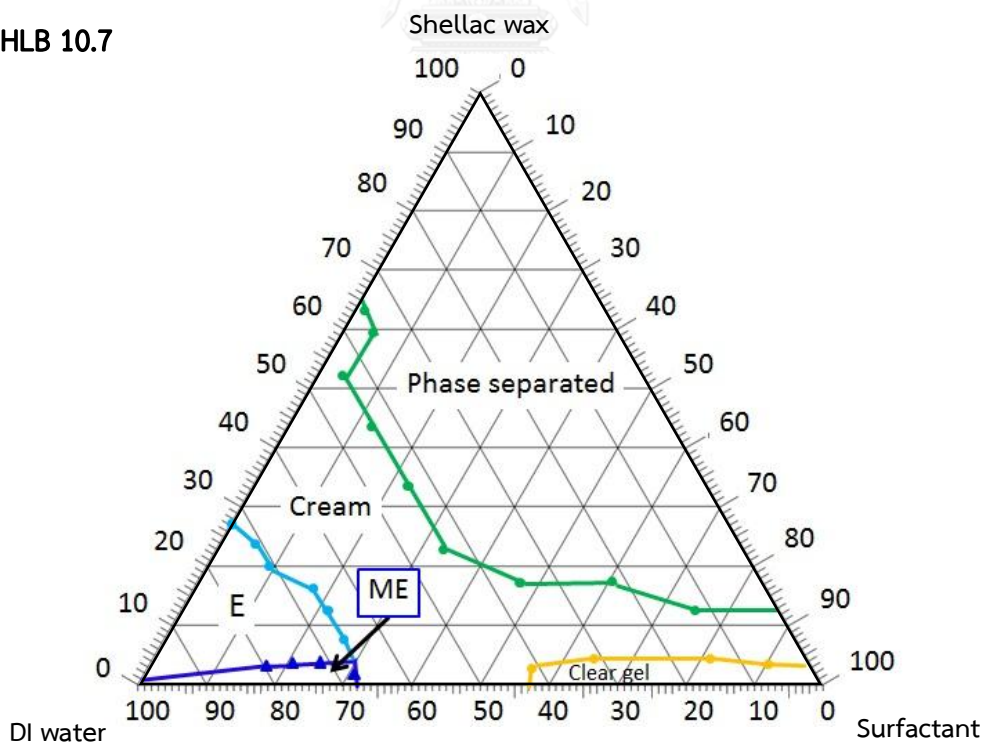
แผนภาพวัฏภาค 3 องค์ประกอบที่ได้มีความสอดคล้องกับงานวิจัยของ E. S. Mahdi และ คณะ (2011) และ M. F. Abdulkarim และคณะ (2011) ที่ใช้น้ำมันปาล์มเป็นวัฏภาคไขมัน ไมโคร อิมัลชันเกิดเมื่อปริมาณสารลดแรงตึงผิวมากกว่าแวกซ์ อิมัลชันเกิดเมื่อสารลดแรงตึงผิวน้อยกว่าแวกซ์ และเป็นครีมเมื่อมีปริมาณแวกซ์และสารลดแรงตึงผิวมาก ความแตกต่างของอิมัลชันจากน้ำมันและ อิมัลชันจากแวกซ์คือ อิมัลชันจากน้ำมันสามารถกลับวัฏภาคเป็นของไหลแบบน้ำกระจายตัวในน้ำมัน ได้เมื่ออัตราส่วนของน้ำมันมากกว่าน้ำ (Abdulkarim และคณะ 2011, Mahdi และคณะ 2011) แต่ ของผสมในงานวิจัยนี้ไม่เกิดของไหลที่กลับวัฏภาค เนื่องจากวัฏภาคไขมันเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง

จากผลการทดลองทำให้สามารถเลือกอัตราส่วนองค์ประกอบที่เหมาะสมต่อการผลิตไมโคร อิมัลชันและอิมัลชันได้ สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 มีความเหมาะสม ในการเตรียมอิมัลชันเนื่องจากทำให้เกิดพื้นที่ของไมโครอิมัลชันและอิมัลชันมากที่สุดเมื่อเทียบกับ HLB อื่น จึงถูกเลือกใช้ในการเตรียมอิมัลชันด้วยเครื่องไฮโมจิโนเซอร์ความเร็วสูงและความดันสูง

HLB 8.6

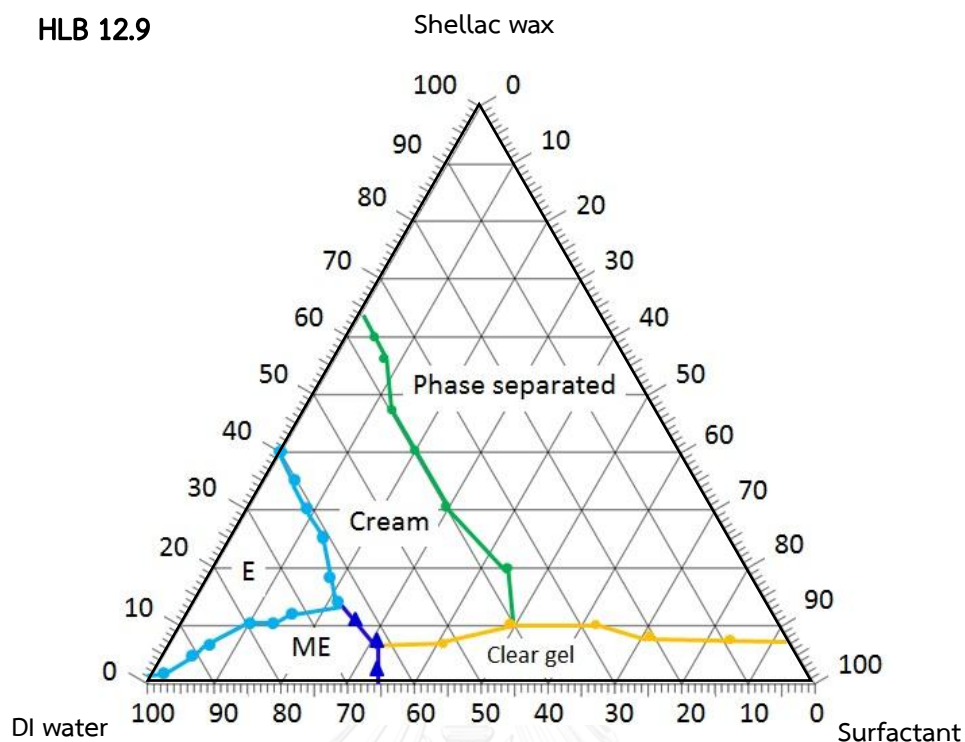


HLB 10.7

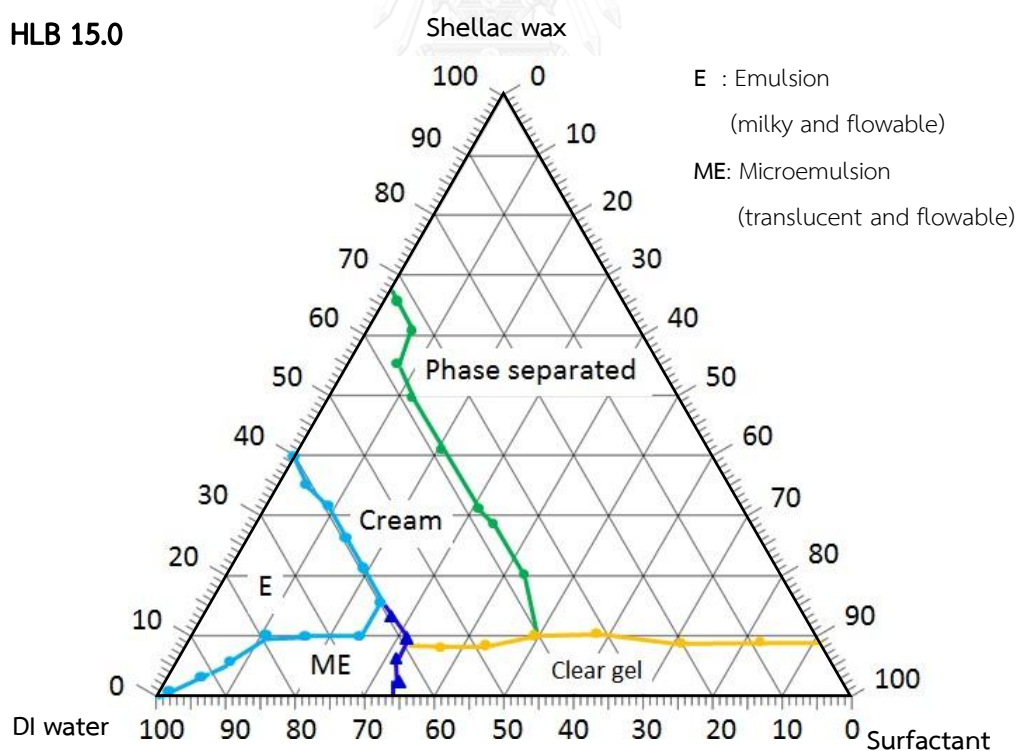


รูปที่ 4.8 แผนภาพวัฏภาค 3 องค์ประกอบของของผสมหลังจากเตรียมด้วยวิธีผสมด้วยเครื่อง vortex mixer เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

HLB 12.9

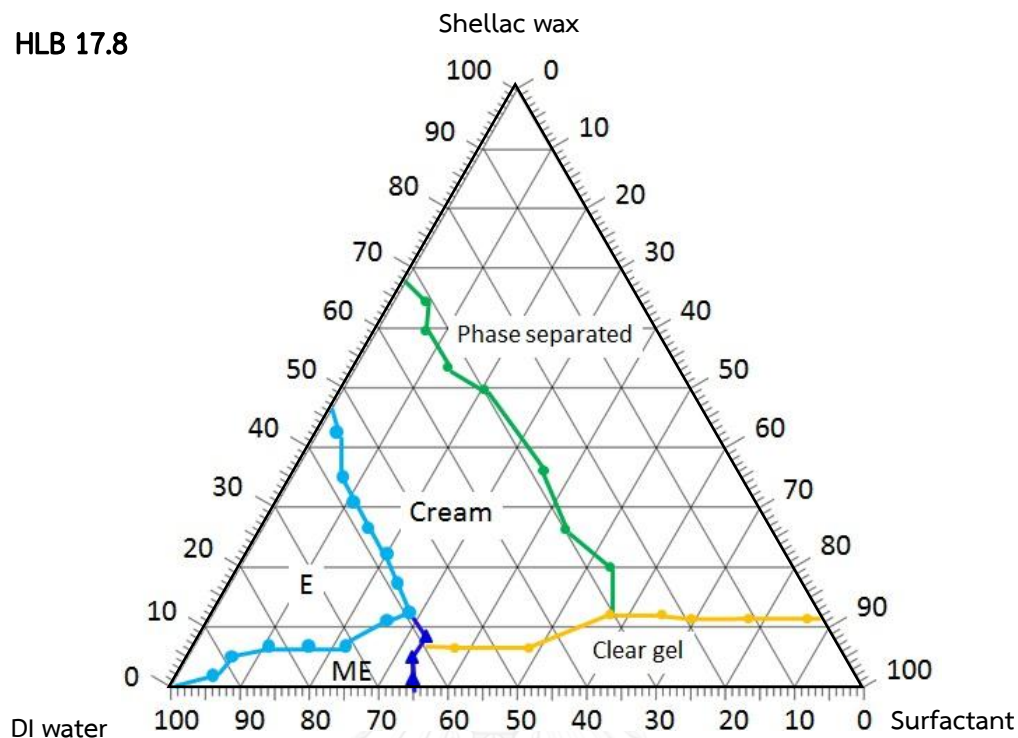


HLB 15.0



รูปที่ 4.8 (ต่อ) แผนภาพวัฏภาค 3 องค์ประกอบของของผสมหลังจากเตรียมด้วยวิธีผสมด้วยเครื่อง vortex mixer เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

HLB 17.8

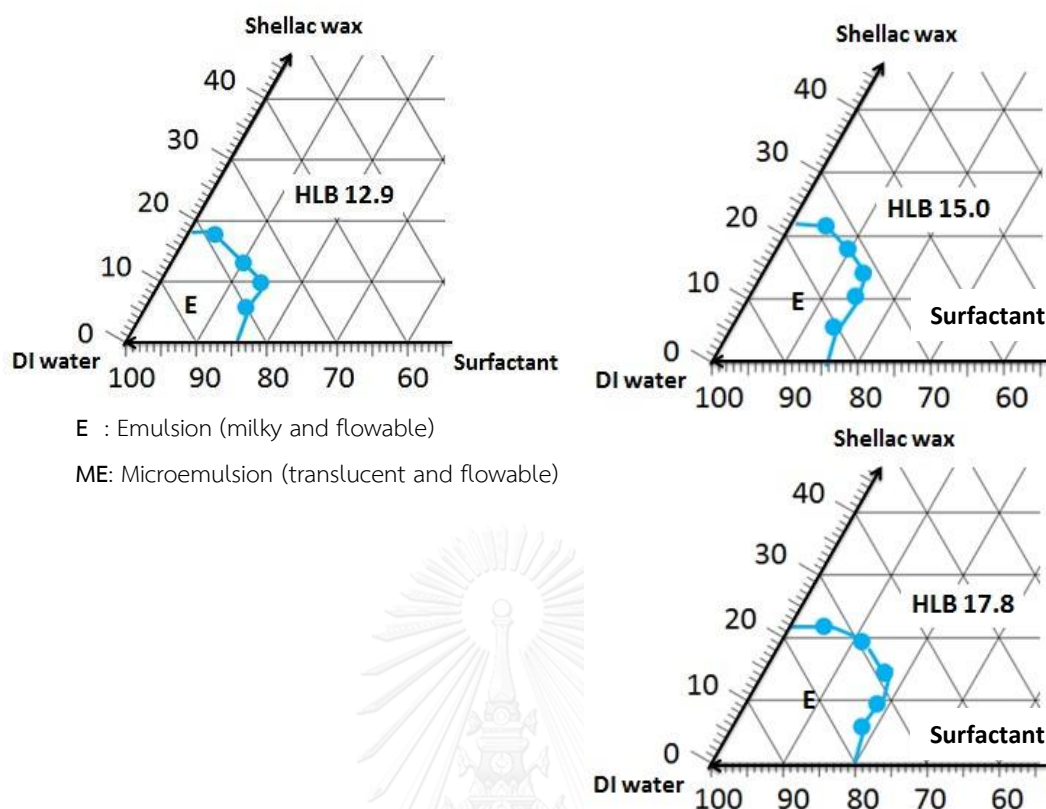


รูปที่ 4.8 (ต่อ) แผนภาพวัฏภาค 3 องค์ประกอบของของผสมหลังจากเตรียมด้วยวิธีผสมด้วยเครื่อง vortex mixer เป็นเวลา 5 นาที จากนั้นเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 27 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.2.2) การเตรียมอิมัลชันด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง

การผลิตอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งในอุตสาหกรรมนิยมใช้วิธีผสมเป็นเนื้อเดียวกันด้วยความดันสูงที่อุณหภูมิสูงซึ่งทำได้โดยเตรียมของผสมด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง ที่อุณหภูมิเกินจุดหลอมเหลวของแว็กซ์ เนื่องจากทำได้ง่าย ไม่ต้องใช้สารเคมีช่วยในการเตรียม จึงไม่มีสารเคมีเจือปน และสามารถผลิตอิมัลชันได้ในปริมาณมาก

อัตราส่วนองค์ประกอบที่ทำให้เกิดอิมัลชันและไมโครอิมัลชันมัลที่ได้จากวิธีเตรียมของผสมด้วยเครื่อง vortex mixer ถูกเลือกเพื่อเตรียมของผสมอีกครั้งด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 ขนาดอนุภาค การกระจายตัวของขนาด และค่าศักย์เซต้าของอิมัลชันวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Zetasizer NanoZS nanoseries (Malvern Instrument Ltd., UK) แบ่งลักษณะของผสมตามตารางที่ 3.3 และบันทึกลงบนแผนภาพวัฏภาคแบบ 3 องค์ประกอบ รูปที่ 4.9 แสดงแผนภาพวัฏภาคแบบ 3 องค์ประกอบของของผสมที่ได้



รูปที่ 4.9 แผนภาพภูมิภาค 3 องค์ประกอบของอิมัลชันหลังเตรียมด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง

จากการสังเกตพฤติกรรมของผสมและบันทึกลงบนแผนภาพภูมิภาค 3 องค์ประกอบ ไม่พบพื้นที่ไมโครอิมัลชันเมื่อมองด้วยตาเปล่า (ไม่มีอัตราส่วนองค์ประกอบใดที่ทำให้เกิดของผสมที่มีลักษณะโปร่งใส) พื้นที่อิมัลชันเพิ่มขึ้นเมื่อค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวมากขึ้น สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 17.8 มีพื้นที่ของอิมัลชันมากที่สุด รองลงมาคือ HLB เท่ากับ 15.0 และ 12.9 การเตรียมอิมัลชันด้วยวิธีนี้ทำให้พื้นที่การเกิดอิมัลชันลดลงเมื่อเทียบกับการเตรียมอิมัลชันด้วยเครื่อง vortex mixer เนื่องจากปริมาณแวกซ์และสารลดแรงตึงผิวที่มากขึ้นทำให้อิมัลชันมีความหนืดเพิ่มขึ้น อิมัลชันที่มีความหนืดมากกว่าหรือเท่ากับประมาณ 5.0 เซนติพอยท์ (mPa.s) ไม่สามารถผ่านกระบวนการอัดความดันได้ จึงถูกจัดให้เป็นครีมแม้สามารถไหลได้เมื่อเอียงภาชนะบรรจุ 90 องศา

ปริมาณแวกซ์มากที่สุดที่สามารถเตรียมเป็นอิมัลชันได้คือร้อยละ 18 โดยน้ำหนัก เมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 และเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 22 โดยน้ำหนัก เมื่อค่า HLB เท่ากับ 15.0 และ 17.8 หากมากกว่านี้จะเกิดเป็นครีม อิมัลชันที่สามารถเตรียมด้วยวิธีนี้ควรมีปริมาณน้ำ

ตั้งแต่ร้อยละ 75 โดยน้ำหนักขึ้นไป หากปริมาณน้ำน้อยกว่านี้อิมัลชันจะหนืด ส่งผลต่อกระบวนการเตรียม อัตราส่วนของแวกซ์และสารลดแรงตึงผิวจึงไม่ควรไม่เกินร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก

ปริมาณสารลดแรงตึงผิวมากที่สุดที่ทำให้เกิดอิมัลชันคือประมาณร้อยละ 14 โดยน้ำหนัก เมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 และ 15.0 และประมาณร้อยละ 18 โดยน้ำหนัก เมื่อค่า HLB เท่ากับ 17.8 หากปริมาณสารลดแรงตึงผิวมากกว่านี้จะเกิดลักษณะของครีม หรือเจล ทำให้ความหนืดของอิมัลชันมากขึ้นจนไม่สามารถผ่านกระบวนการอัดความดันได้

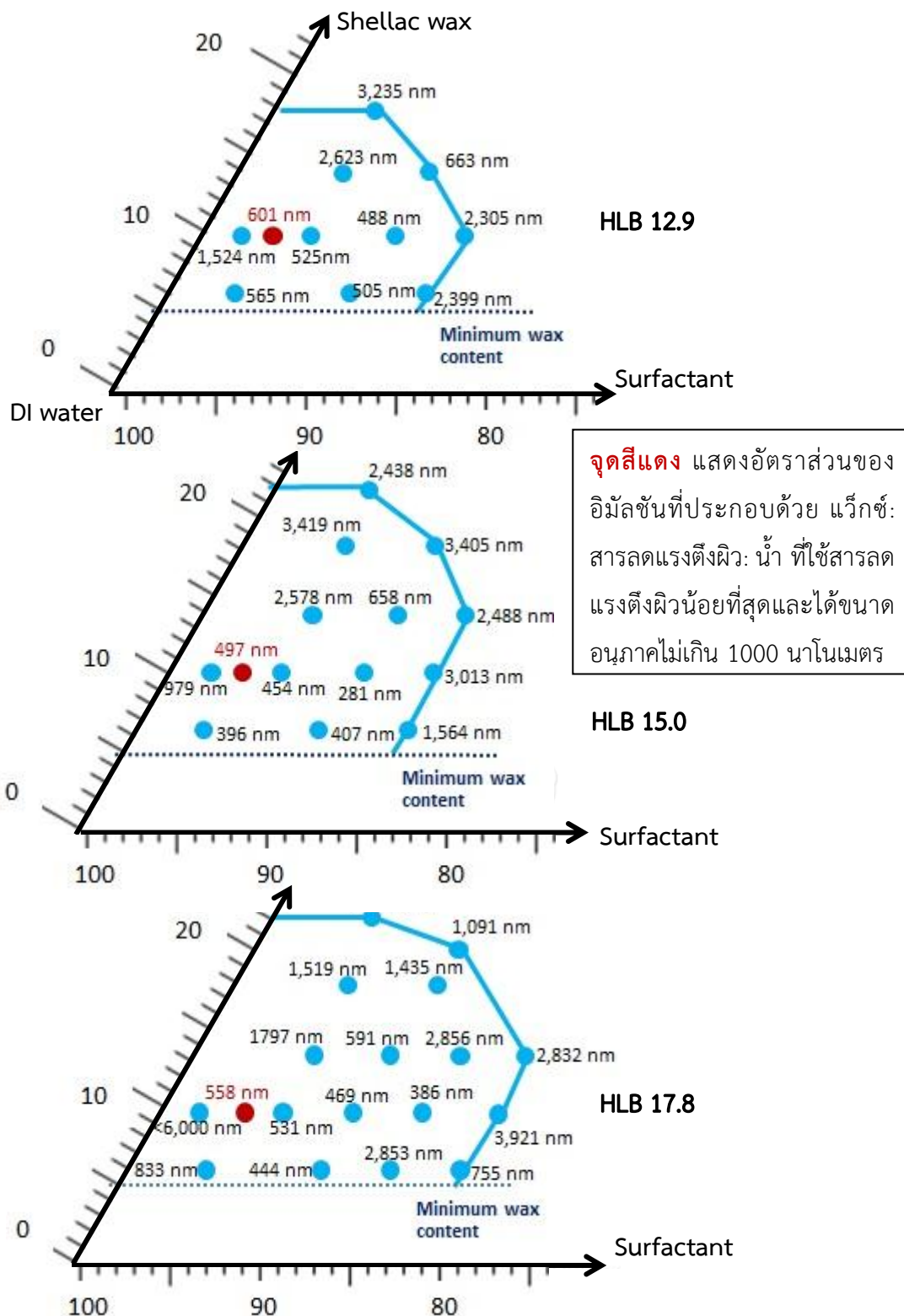
จากการสังเกตพฤติกรรมของผสมที่เตรียมด้วยวิธีต่างกันทั้ง 2 วิธีพบว่า ยิ่งค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวมากขึ้นอิมัลชันยิ่งมีความหนืดน้อยลง การใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 17.8 จึงสามารถเตรียมอิมัลชันที่มีปริมาณแวกซ์ได้มากที่สุด รองลงมาคือ HLB 15.0 และ 12.9 ตามลำดับ

4.3 ศึกษาลักษณะสมบัติของอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งของเซลแล็กแวกซ์

4.3.1) ลักษณะทางกายภาพของอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง

ขนาดอนุภาคและการกระจายตัวของอิมัลชันที่เตรียมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Zetasizer NanoZS (Malvern Instrument Ltd., UK) ซึ่งประเมินขนาดอนุภาคจากความเข้มแสงของการกระเจิงแสงและการเคลื่อนที่แบบบราวเนียน (Brownian motion) ของอนุภาค โดยอนุภาคขนาดใหญ่เคลื่อนที่ได้ช้ากว่าอนุภาคขนาดเล็ก อิมัลชันชนิดอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งที่ดีควรมีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 40 ถึง 1000 นาโนเมตร (Lucks และคณะ 1991) มีปริมาณแวกซ์ร้อยละ 10 ถึง 60 โดยน้ำหนัก และปริมาณสารลดแรงตึงผิวร้อยละ 0.1 ถึง 10 โดยน้ำหนักเมื่อเทียบกับน้ำหนักอิมัลชันทั้งหมด (Ratledge และคณะ 1974, Borsinger และคณะ 2010)

งานวิจัยนี้สนใจอิมัลชันที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยไม่เกิน 1000 นาโนเมตร โดยกำหนดปริมาณแวกซ์ต่ำสุดที่ใช้ในการเตรียมอิมัลชันเท่ากับร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก เนื่องจากปริมาณแวกซ์ที่น้อยเกินไปไม่เหมาะต่อการเตรียมอิมัลชันเพื่อเคลือบกันความชื้นซึมผ่านวัสดุ รูปที่ 4.10 แสดงพื้นที่การเกิดอิมัลชันในแผนภาพวัฏภาค 3 องค์ประกอบและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของอิมัลชันที่เตรียมจากสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 จากรูปพบว่าการใช้สารลดแรงตึงผิวที่ชอบน้ำมากขึ้น (HLB มากขึ้น) ทำให้พื้นที่อิมัลชันเพิ่มมากขึ้น อิมัลชันที่ใช้สารลดแรงตึงผิวที่น้อยสุด (ทุก HLB) และได้ขนาดอนุภาคไม่เกิน 1000 นาโนเมตร คืออิมัลชันสูตร 10: 4: 86 (แวกซ์: สารลดแรงตึงผิว: น้ำ) ปัจจัยที่มีผลต่อขนาดอนุภาคคือ อัตราส่วนองค์ประกอบ และค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิว



รูปที่ 4.10 แผนภาพวิภูภาค 3 องค์ประกอบของอิมัลชันที่เตรียมได้ วัดขนาดอนุภาคด้วย Zetasizer ตำแหน่งจุดบ่งบอกอัตราส่วนประกอบ ตัวเลขในภาพคือขนาดอนุภาคเฉลี่ยในหน่วยนาโนเมตร (n=3)

จากการวัดขนาดอนุภาคพบว่า อิมัลชันทุกอัตราส่วนมีขนาดเฉลี่ยใหญ่กว่า 200 นาโนเมตรจึงไม่เป็นไมโครอิมัลชัน อิมัลชันที่มีขนาดเฉลี่ยไม่เกิน 1000 นาโนเมตร เตรียมได้จากการใช้อัตราส่วน แวกซ์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และใช้สารลดแรงตึงผิวมากกว่าร้อยละ 4 โดยน้ำหนัก และอัตราส่วน แวกซ์ร้อยละ 14 โดยน้ำหนัก ใช้สารลดแรงตึงผิวร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่น้อยกว่านี้ทำให้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยใหญ่กว่า 1000 นาโนเมตร เนื่องจากการโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวไม่เพียงพอต่อการครอบคลุมพื้นที่ผิวของอนุภาค อนุภาคจึงรวมตัวกันเพื่อให้พื้นที่ผิวลดลง

ปริมาณแวกซ์สูงสุดที่สามารถผลิตเป็นอิมัลชันได้คือร้อยละ 22 โดยน้ำหนัก เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 และ 17.8 ปริมาณร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก ได้อนุภาคขนาดเฉลี่ยประมาณ 3000 นาโนเมตร หากปริมาณแวกซ์หรือสารลดแรงตึงผิวมากเกินไปจะเป็นครีม ปริมาณสารลดแรงตึงผิวที่มากขึ้นมีผลทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลง แต่ทำให้โมเลกุลที่ชอบน้ำในอิมัลชันมากขึ้น จึงไม่สอดคล้องกับจุดประสงค์ของงานวิจัยที่เตรียมอิมัลชันเคลือบวัสดุเพื่อป้องกันความชื้นและออกซิเจน เนื่องจากโมเลกุลส่วนที่ชอบน้ำทำให้อุณหภูมิและความชื้นซึมผ่านวัสดุได้ง่าย (Muscat 2013) รูปที่ 4.1 แสดงให้เห็นว่าอิมัลชันที่มีปริมาณสารลดแรงตึงผิวและแวกซ์มากทำให้อนุภาคมีขนาดเกิน 1000 นาโนเมตรได้เช่นกัน เนื่องจากองค์ประกอบที่มากขึ้นทำให้ความหนืดมากขึ้น แรงเฉือนที่ใช้ในกระบวนการเตรียมจึงไม่เพียงพอให้แวกซ์กระจายตัวในน้ำได้ทั่วถึง ทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่

อิมัลชันทุกอัตราส่วนมีค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาค (PDI) ที่ใกล้เคียงกันคือประมาณ 0.5 ถึง 0.7 และมีกราฟการกระจายตัวของขนาดมากกว่า 1 ช่วง แบ่งเป็นช่วงขนาดไม่เกิน 200 นาโนเมตร ขนาด 200 ถึง 1000 นาโนเมตร และขนาดใหญ่กว่า 1000 นาโนเมตร โดยจำนวนประชากรของแต่ละช่วงขนาดคิดเป็นร้อยละโดยปริมาตร (%volume) (ภาคผนวก ก)

การเลือกอัตราส่วนองค์ประกอบในอิมัลชันพิจารณาจากการกระจายตัวของช่วงขนาดที่น้อยและมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยไม่เกิน 1000 นาโนเมตร จากการวัดขนาดอนุภาคพบว่า อิมัลชันสูตร 10: 4: 86 เป็นอิมัลชันที่ใช้สารลดแรงตึงผิวน้อยที่สุดที่ทำให้อนุภาคมีขนาดไม่เกิน 1000 นาโนเมตร อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กที่สุดเมื่อเทียบกับ HLB อื่น คือประมาณ 497.6 ± 14.5 นาโนเมตร มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาค 2 ช่วงขนาด โดยไม่พบอนุภาคที่มีขนาดใหญ่มากกว่า 1000 นาโนเมตร ส่วนอิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 และ 17.8 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 601.4 ± 28.8 และ 558.5 ± 5.8 ตามลำดับ มีการกระจายตัวของอนุภาค 3 ช่วงขนาด และพบช่วงที่มีขนาดอนุภาคมากกว่า 1000 นาโนเมตร

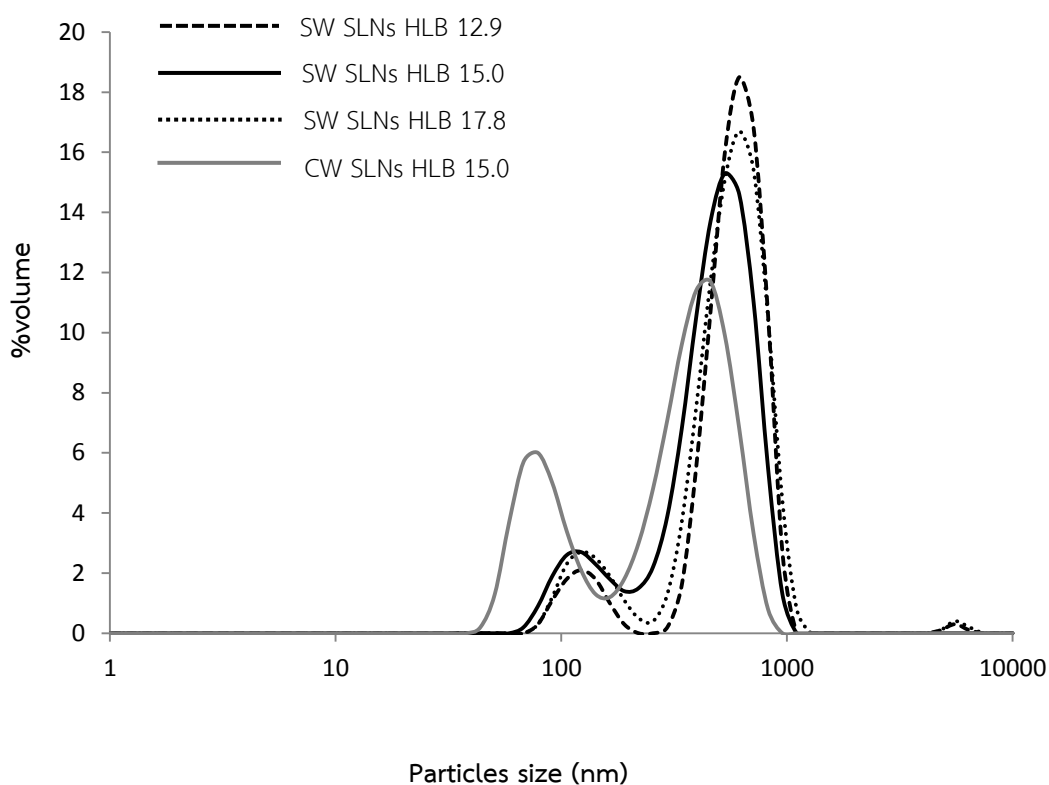
เมื่อเพิ่มอัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวเป็นร้อยละ 6 และ 10 โดยน้ำหนัก (สูตร 10: 6: 84 และ 10: 10: 80) พบว่าอิมัลชันทุก HLB มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยลดลงแต่ใกล้เคียงกับสูตร 10: 4: 86 มีการกระจายตัวของขนาด 2 ช่วง โดยไม่พบอนุภาคที่มีขนาดเกินกว่า 1000 นาโนเมตร ทั้ง 3 HLB

อิมัลชันสูตร 10: 10: 80 ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 ในงานวิจัยนี้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 281.3 ± 3.3 นาโนเมตร ใหญ่กว่าอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ที่อัตราส่วนเดียวกันที่เตรียมด้วยความดันเท่ากันในโครงการวิจัยของพันธ์ศิริ และพิชญ์นรี (2551) (อนุภาคเฉลี่ยประมาณ 171.0 นาโนเมตร) ขนาดอนุภาคที่แตกต่างกันคาดว่าเกิดจากชนิดสารลดแรงตึงผิว อุณหภูมิ การเตรียม และจำนวนรอบการให้ความดันที่แตกต่างกัน เนื่องจากพันธ์ศิริ และพิชญ์นรี ใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 29.0 เตรียมที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ให้ความดันจำนวน 3 รอบ แต่ในงานวิจัยนี้พบว่าสารลดแรงตึงผิว HLB 20.6 ขึ้นไปทำให้อิมัลชันมีฟองมากซึ่งขัดขวางกระบวนการเตรียม และไม่สามารถให้ความดันแก่อิมัลชันที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส ได้ เนื่องจากไม่มีระบบให้ความร้อนในเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง การเพิ่มจำนวนรอบการให้ความดันไม่ทำให้ขนาดอนุภาคแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญและทำให้เกิดช่วงการกระจายตัวของขนาดมากขึ้น (ภาคผนวก ข)

งานวิจัยนี้เลือกอิมัลชันสูตร 10: 4: 86 ในการเคลือบลงบนวัสดุเนื่องจากมีปริมาณแวกซ์มากที่สุดที่สามารถเตรียมได้โดยใช้สารลดแรงตึงผิวน้อยที่สุด และได้อิมัลชันที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยไม่เกิน 1000 นาโนเมตร กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของอิมัลชันจากเซลแล็กแวกซ์สูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 แสดงดังรูปที่ 4.11

ปัจจุบันงานวิจัยเกี่ยวกับการเตรียมอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลแล็กแวกซ์ยังไม่แพร่หลาย แวกซ์ที่มีองค์ประกอบและสมบัติใกล้เคียงกับเซลแล็กแวกซ์มากที่สุดที่มีการขึ้นรูปเป็นอนุภาคนาโนไขมันแข็งคือคาร์นูบาแวกซ์ โดยทั่วไปอิมัลชันคาร์นูบาแวกซ์เตรียมโดยใช้ปริมาณคาร์นูบาแวกซ์ตั้งแต่ร้อยละ 3 ถึง 40 โดยน้ำหนัก (Borsinger และคณะ 2010, Kheradmandnia และคณะ 2010, Lacerda และคณะ 2011, Nikolić และคณะ 2011) ค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่เหมาะสมต่อการเตรียมอิมัลชันคาร์นูบาแวกซ์คือ 15.0 (Griffin 1949) ควรได้ขนาดอนุภาคตั้งแต่ 200 ถึง 600 นาโนเมตร โดยขนาดอนุภาคขึ้นกับชนิดและปริมาณสารลดแรงตึงผิว และกระบวนการเตรียมอิมัลชัน งานวิจัยนี้จึงมีการเตรียมอิมัลชันจากคาร์นูบาแวกซ์ที่สภาวะเดียวกับการเตรียมอิมัลชันจากเซลแล็กแวกซ์เพื่อเปรียบเทียบขนาดอนุภาค และเพื่อตรวจสอบประสิทธิภาพการเตรียมอิมัลชันในงานวิจัยนี้

งานวิจัยนี้เตรียมอิมัลชันจากคาร์นูบาแว็กซ์สูตร 10: 4: 86 โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 พบว่ามีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 390.2 ± 19.4 นาโนเมตร เล็กกว่าขนาดอนุภาคของอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์ที่เตรียมด้วยสภาวะเดียวกัน อนุภาคมีการกระจายตัว 2 ช่วงขนาด คือ 93.2 นาโนเมตร ร้อยละ 30.1 โดยปริมาตร และ 433.6 นาโนเมตร ร้อยละ 69.9 โดยปริมาตร ซึ่งเป็นช่วงขนาดในงานวิจัยส่วนใหญ่ที่ศึกษาอิมัลชันจากคาร์นูบาแว็กซ์ กราฟกระจายตัวของขนาดอนุภาคในอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์และเซลแล็กแว็กซ์ สูตร 10: 4: 86 แสดงดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4. 11 กราฟการกระจายตัวของขนาดอนุภาคในอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์ (SW SLNs) เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15.0 และคาร์นูบาแว็กซ์ (CW SLNs) ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 วัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง Zetasizer NanoZS (Malvern Instrument Ltd., UK)

ค่าศักย์เซต้าวิเคราะห์จากความแตกต่างของประจุรอบอนุภาคกับประจุของตัวกลางอยู่ภายนอกโดยเป็นได้ทั้งค่าบวกและลบขึ้นกับความเป็นกรดหรือด่างของผิวอนุภาคและตัวกลาง โดยมีค่าเป็นลบเมื่อพื้นผิวของอนุภาคมีความเป็นกรดมากกว่าตัวกลางที่อยู่รอบอนุภาค และมีค่าเป็นบวกเมื่อพื้นผิวของอนุภาคมีความเป็นด่างมากกว่าตัวกลางที่อยู่รอบอนุภาค (Malvern Instruments Ltd. 1997)

อิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ในงานวิจัยนี้มีค่าศักย์เซต้าเป็นลบในทุกๆสูตร เนื่องจากพื้นผิวอนุภาคเซลแล็กมีความเป็นกรดของกรดไขมัน อิมัลชันทุกสูตรที่มีขนาดเฉลี่ยไม่เกิน 1000 นาโนเมตร มีค่าศักย์เซต้าตั้งแต่ -21.0 ถึง -37.3 มิลลิโวลต์ (ภาคผนวก ก) อิมัลชันสูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 มีค่าศักย์เซต้าเท่ากับ -24.4 ± 0.4 -22.7 ± 0.5 และ -25.5 ± 0.5 มิลลิโวลต์ ตามลำดับ

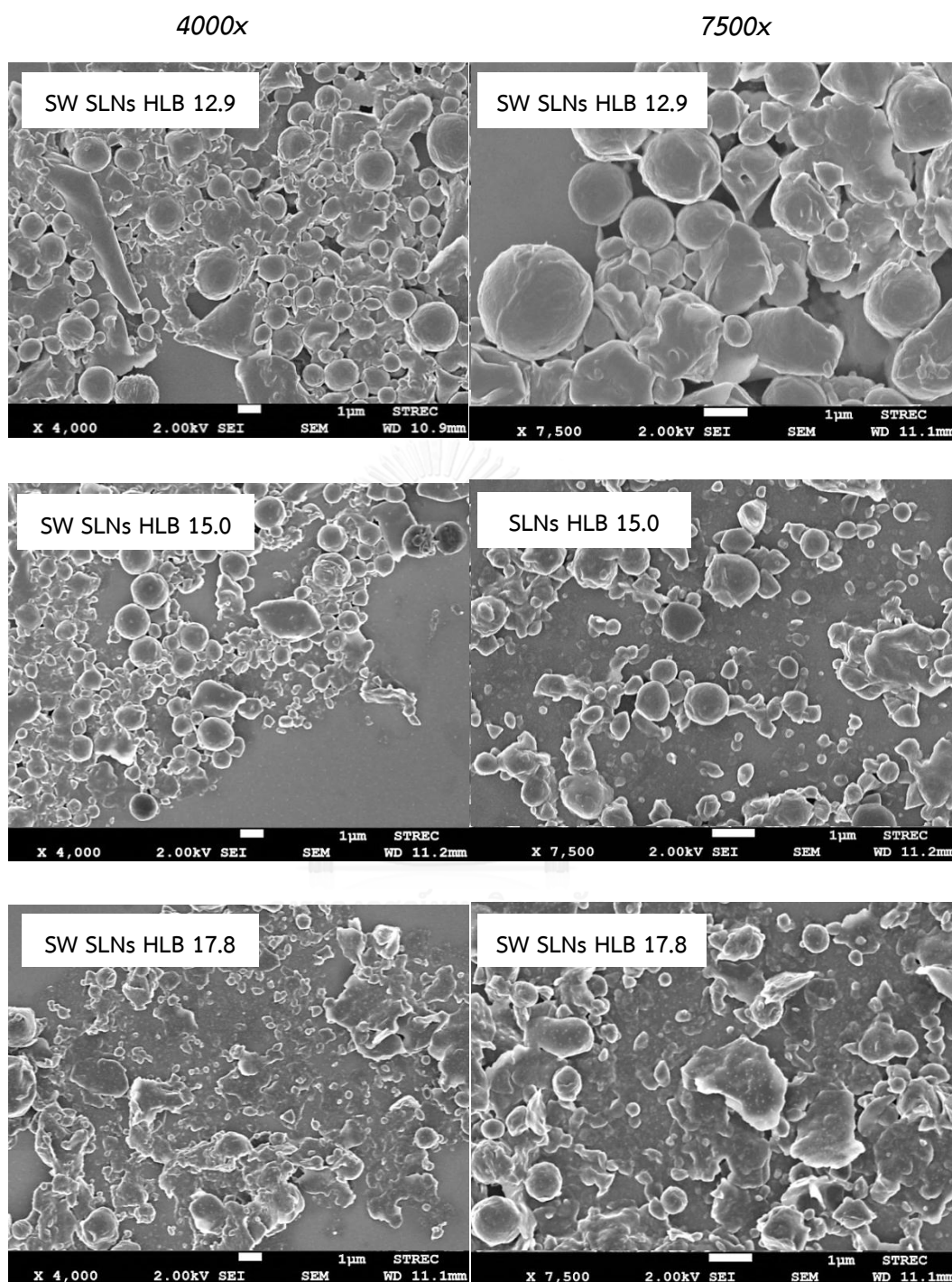
ค่าศักย์เซต้ามีความสัมพันธ์แบบแปรผันตรงกับแรงผลักระหว่างอนุภาคจากทฤษฎี DLVO (Derjagun Verway Lanau Overbeek theory) ซึ่งศึกษาความคงตัวของอิมัลชันและคอลลอยด์ (colloid) โดยทฤษฎีนี้ระบุว่า ความคงตัวของอิมัลชันขึ้นกับแรงดึงดูดของอนุภาค (attractive force) และแรงผลักระหว่างอนุภาค (repulsive force) อนุภาคที่มีแรงผลักมากกว่าแรงดึงดูดจะไม่เคลื่อนที่เข้าใกล้กันจึงไม่เกิดการรวมตัว ส่งผลให้อิมัลชันมีความคงตัว (Derjagun และคณะ 1940) ความคงตัวของอิมัลชันสามารถวิเคราะห์ด้วยค่าศักย์เซต้าได้ เนื่องจากค่าศักย์เซต้าสามารถบ่งบอกถึงความแตกต่างประจุของผิวอนุภาคและของเหลวรอบอนุภาค ความเป็นประจุนี้นำผลต่อแรงผลักระหว่างอนุภาค โดยทั่วไปอิมัลชันที่มีแรงผลักระหว่างอนุภาคมากกว่าแรงดึงดูดควรมีค่าศักย์เซต้าสูงกว่า ± 25.0 มิลลิโวลต์ (Lieberman และคณะ 1989, Roland และคณะ 2003) อย่างไรก็ตามความคงตัวของอิมัลชันยังขึ้นกับขนาดอนุภาค ความสามารถในการละลายของอนุภาคและตัวกลาง และการกระจายตัวของอนุภาคด้วย (Derjagun และคณะ, 1940) ค่าศักย์เซต้าจึงเป็นเพียงองค์ประกอบหนึ่งที่ใช้ประมาณความคงตัวของอิมัลชันเท่านั้น

ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ทุกสูตรที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้มีค่าศักย์เซต้าที่บ่งบอกถึงความคงตัวที่ดี โดยอิมัลชันสูตร 10: 4: 86 มีค่าศักย์เซต้าต่ำกว่า ± 25.0 มิลลิโวลต์ เล็กน้อย

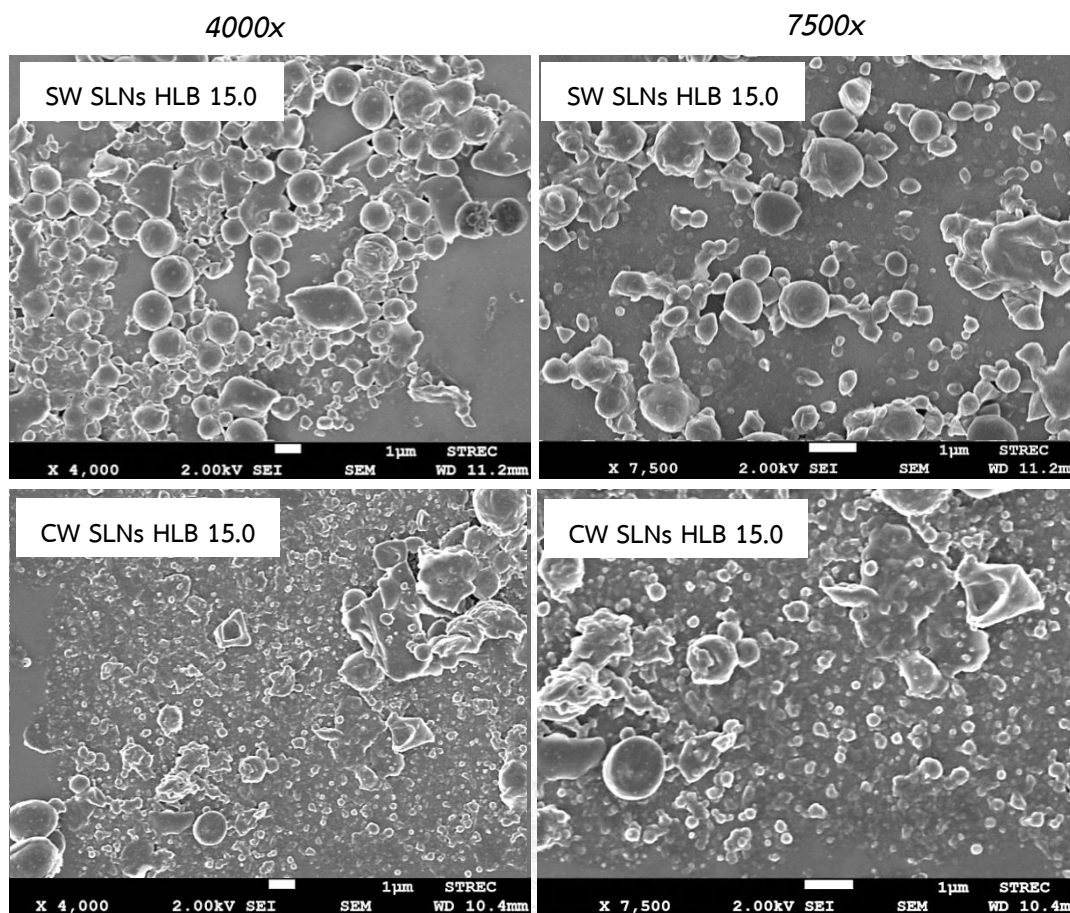
โครงสร้างพื้นฐานของอนุภาคเซลลิ่งแวกซ์ในอิมัลชันสูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 ในสภาวะแห้ง ศึกษาจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) JEOL รุ่น JSM-7610F (Tokyo, Japan) ที่กำลังขยาย 4000 และ 7500 เท่า รูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคเซลลิ่งแวกซ์ในสภาวะแห้งมีรูปร่างที่หลากหลาย โดยมีลักษณะเป็นทรงกลม รูปแท่ง และเป็นแผ่นหรือเกล็ด การควบคุมรูปร่างอนุภาคทำได้ยากเนื่องจากเกิดจากแวกซ์ที่กระจายตัวด้วยความเร็วสูง การเย็นตัวของแวกซ์ และการล่อจับโมเลกุลไขมันของสารลดแรงตึงผิว อนุภาคในสภาวะแห้งของอิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB 12.9 และ 15.0 มีรูปร่างเป็นทรงกลมมากกว่า HLB 17.8 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแสดงให้เห็นว่ามีอนุภาคที่มีขนาดใหญ่และเล็กกว่า 1000 นาโนเมตร ในทุกๆ HLB

อนุภาคที่มองเห็นจากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมีขนาดใหญ่กว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่วัดด้วยเครื่อง Zetasizer ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการวัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง Zetasizer ใช้เทคนิค Non-invasive back scatter (NIBSR) ซึ่งเป็นการประมาณขนาดอนุภาคจากความสัมพันธ์ของขนาดกับความเข้มแสงผันผวนที่เกิดจากการกระเจิงแสงและเคลื่อนที่แบบบราวเนียน (Brownian motion) ของอนุภาค (อนุภาคที่มีขนาดใหญ่จะเคลื่อนที่ได้ช้ากว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก) ค่าที่ได้จึงมีความแตกต่างกัน อย่างไรก็ตามภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 มีขนาดใหญ่ที่สุด เมื่อเทียบกับอนุภาคที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 และ 17.8 ซึ่งสอดคล้องกับขนาดอนุภาคที่วัดด้วยเครื่อง Zetasizer

รูปที่ 4.13 แสดงภาพถ่ายโครงสร้างพื้นฐานของอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลลิ่งแวกซ์และคาร์บูนาแวกซ์ที่ถูกตากให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง (air dry) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด อิมัลชันของแวกซ์ทั้ง 2 ชนิดเตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 จากภาพถ่ายจะเห็นว่าอนุภาคคาร์บูนาแวกซ์มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าเซลลิ่งแวกซ์ สอดคล้องกับการวัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง Zetasizer



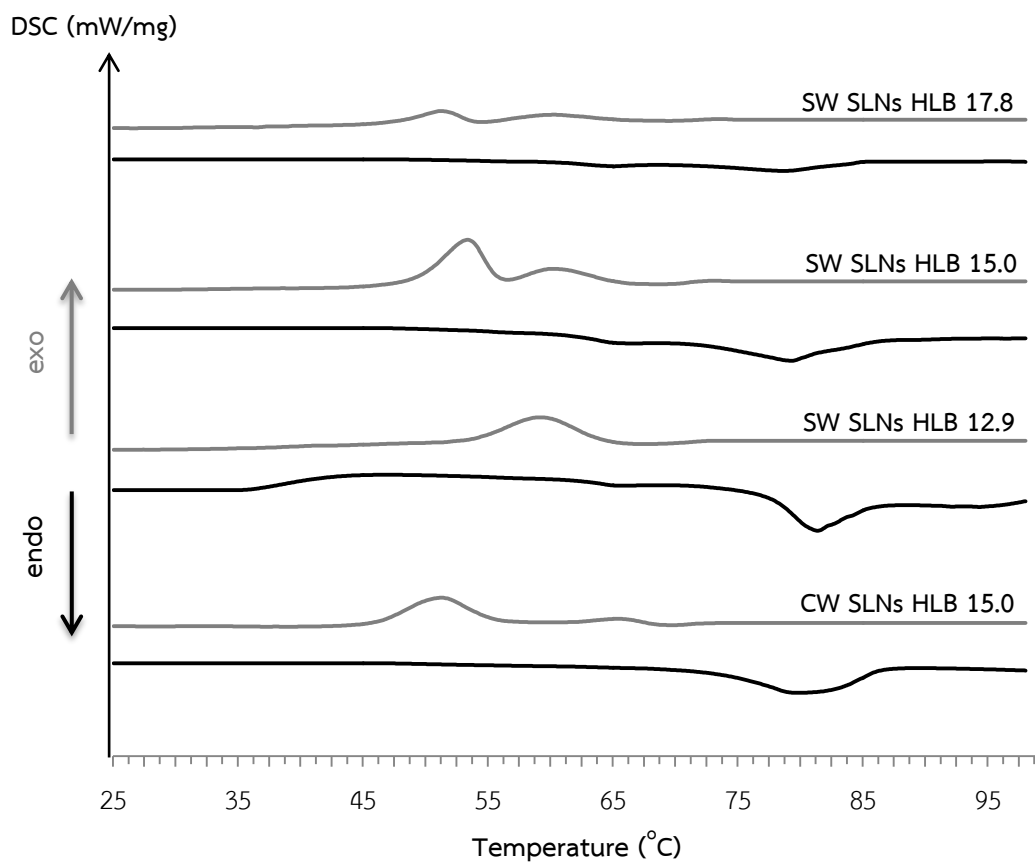
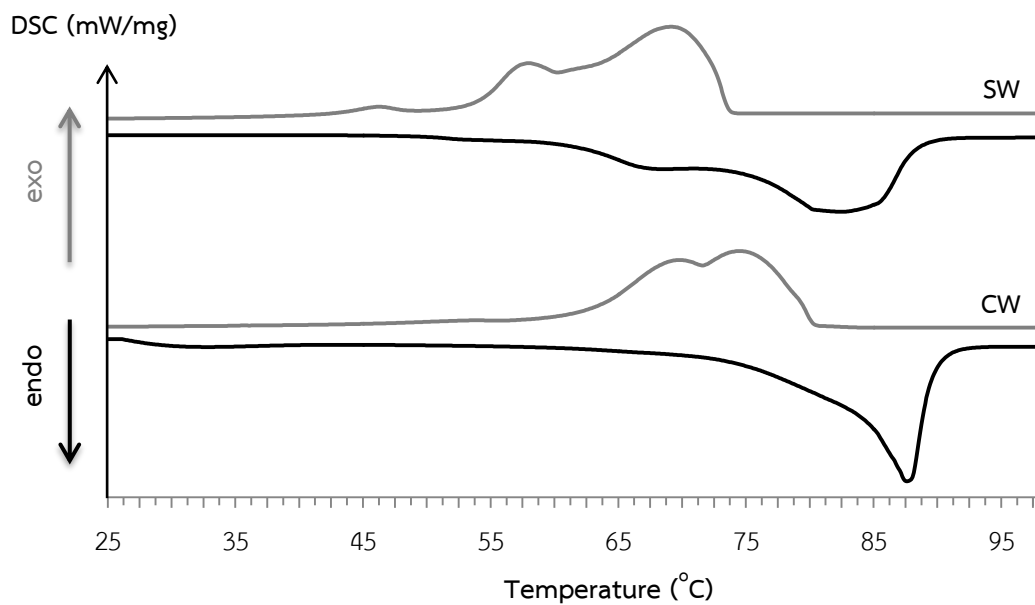
รูปที่ 4.12 โครงสร้างพื้นฐานของอนุภาคนาโนไขมันแข็งในสภาวะแห้งของอิมัลชันเซลเล็กเว็กซ์ (SW SLNs) ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย 4000 และ 7500 เท่า



รูปที่ 4.13 โครงสร้างสัณฐานของอนุภาคนาโนไขมันแข็งในสภาวะแห้งของอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) และอิมัลชันคาร์บูบาแวกซ์ (CW SLNs) เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย 4000 และ 7500 เท่า

4.3.2) สมบัติทางความร้อนของอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง

สมบัติทางความร้อนของอิมัลชันจากเซลเล็กแวกซ์และคาร์บูบาแวกซ์ วิเคราะห์ด้วยเครื่อง Differential scanning calorimetry (DSC, (NETZSCH DSC 204F1 Phoenix) รูปที่ 4.14 แสดงกราฟการดูดและคายความร้อนของเซลเล็กแวกซ์หลังทำความสะอาด (SW) และคาร์บูบาแวกซ์ (CW) เกรดการค้า (Kahl GmbH & Co. KG, Germany) ที่เป็นวัสดุตั้งต้น เปรียบเทียบกับกราฟการดูดและคายความร้อนของอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลเล็กแวกซ์ (SW SLNs) และคาร์บูบาแวกซ์ (CW SLNs) กำหนดอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที คุณสมบัติทางอุณหภูมิของแวกซ์และอนุภาคไขมันแข็งจากการวิเคราะห์ด้วย DSC แสดงดังตารางที่ 4.7



รูปที่ 4.14 กราฟ DSC ของการดูดและคายความร้อนของเซลแล็กแวกซ์หลังทำความสะอาด (SW) และ คาร์นูบาแวกซ์ (CW) ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น เปรียบเทียบกับกราฟการดูดและคายความร้อนของอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลแล็กแวกซ์ (SW SLNs) และคาร์นูบาแวกซ์ (CW SLNs)

กราฟการดูดความร้อนของอิมัลชันชนิดอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลลูล์กวีทที่เตรียมจากสูตร เว็กซ์: สารลดแรงตึงผิว: น้ำ เท่ากับ 10: 4: 86 เมื่อ HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ค่าเท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 ปรากฏพิศการห่อมเหลว 1 พิศ ในทุกๆ HLB จากนั้นจึงห่อมเหลวโดยสมบูรณ์ ซึ่งแตกต่างจากพิศการห่อมเหลวของเซลลูล์กวีทที่ปรากฏพิศการห่อมเหลวที่ชัดเจนและใหญ่กว่าจำนวน 2 พิศ ซึ่งแสดงถึงองค์ประกอบหลักอย่างน้อย 2 ชนิดที่สัมพันธ์กับอนุภากอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งของเซลลูล์กวีทที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวทุก HLB มีพิศการห่อมเหลวอยู่ในช่วงการห่อมเหลวของเซลลูล์กวีทที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น คือตั้งแต่ 60.0 ถึง 93.0 องศาเซลเซียส

อนุภากอิมัลชันห่อมเหลวของอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งลดลงเมื่อ HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เพิ่มขึ้น เซลลูล์กวีทซึ่งใช้เป็นวัตถุดิบมีอนุภากอิมัลชันห่อมเหลวเท่ากับ 82.6 องศาเซลเซียส อิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มี HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 มีอนุภากอิมัลชันห่อมเหลวเท่ากับ 81.4, 79.3 และ 78.7 องศาเซลเซียส ลดลงตามลำดับ

การที่อนุภากอิมัลชันห่อมเหลวของอิมัลชันแต่ละตัวอย่างมีความแตกต่างกันและลดลงจากอนุภากอิมัลชันห่อมเหลวของเว็กซ์ตั้งต้นเกิดจากหลายปัจจัย เช่น สัมพันธภาพของอนุภาคนาโนไขมันแข็งที่เกิดจากการตกผลึกของเซลลูล์กวีท ขนาดอนุภาคที่เล็กลงในระดับนาโนเมตร พื้นที่ผิวที่เพิ่มมากขึ้น และผลของสารลดแรงตึงผิวที่อยู่ในอิมัลชัน (Bunjjes และคณะ 1996, Saupe และคณะ 2005, Kalam และคณะ 2010) อนุภากอิมัลชันห่อมเหลวที่ลดลงเมื่อขึ้นรูปเว็กซ์เป็นอิมัลชันสามารถอธิบายได้ด้วยสมการของทอมสัน (Thomson equation) (Jenning และคณะ 2000)

ตารางที่ 4.7 สมบัติทางอุณหภูมิจากอิมัลชันชนิดอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์เปรียบเทียบกับเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้นวิเคราะห์ด้วย DSC

Sample	Melting					Cooling		
	T_g (°C)	T_{m1} (°C)	T_{m2} (°C)	ΔH_m (J/g)	ΔC_p (J/(g·K))	T_{c1} (°C)	T_{c2} (°C)	ΔH_c (J/g)
Shellac wax washed (SW)	51.8	68.4	82.6	202.8	0.30	69.1	57.9	213.5
SW SLNs, 10:4:86 HLB 12.9	64.3	-	81.4	10.0	0.23	59.2	-	10.0
SW SLNs, 10:4:86 HLB 15.0	63.8	-	79.3	8.0	0.38	60.2	53.3	16.8
SW SLNs, 10:4:86 HLB 17.8	62.2	-	78.7	3.4	0.24	60.3	51.3	5.9
Carnauba wax (CW)	N/A	-	87.6	175.7	N/A	74.5	69.7	165.1
CW SLNs, 10:4:86, HLB 15.0	N/A	-	79.9	13.5	N/A	65.4	51.2	12.3

T_m คือ อุณหภูมิหลอมเหลว; T_c คือ อุณหภูมิตกผลึก; ΔH_m คือ เอนทาลปีของการหลอมเหลว; ΔH_c คือ เอนทาลปีของการตกผลึก; ΔC_p คือ ความจุความร้อนของการหลอมเหลว

N/A คือ ไม่สามารถหาค่าได้จากการวิเคราะห์

อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) ของอิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวต่างๆ HLB เพิ่มมากขึ้นเมื่อเทียบกับแว็กซ์ตั้งต้น (51.8 องศาเซลเซียส) โดยมีค่าเท่ากับ 64.3 63.8 และ 62.2 องศาเซลเซียส ลดลงตามค่า HLB ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งอาจเกิดจากองค์ประกอบของน้ำและสารลดแรงตึงผิวในอิมัลชันที่ทำให้อนุภาคแข็งมีลักษณะหยุนคล้ายที่อุณหภูมิสูงขึ้น

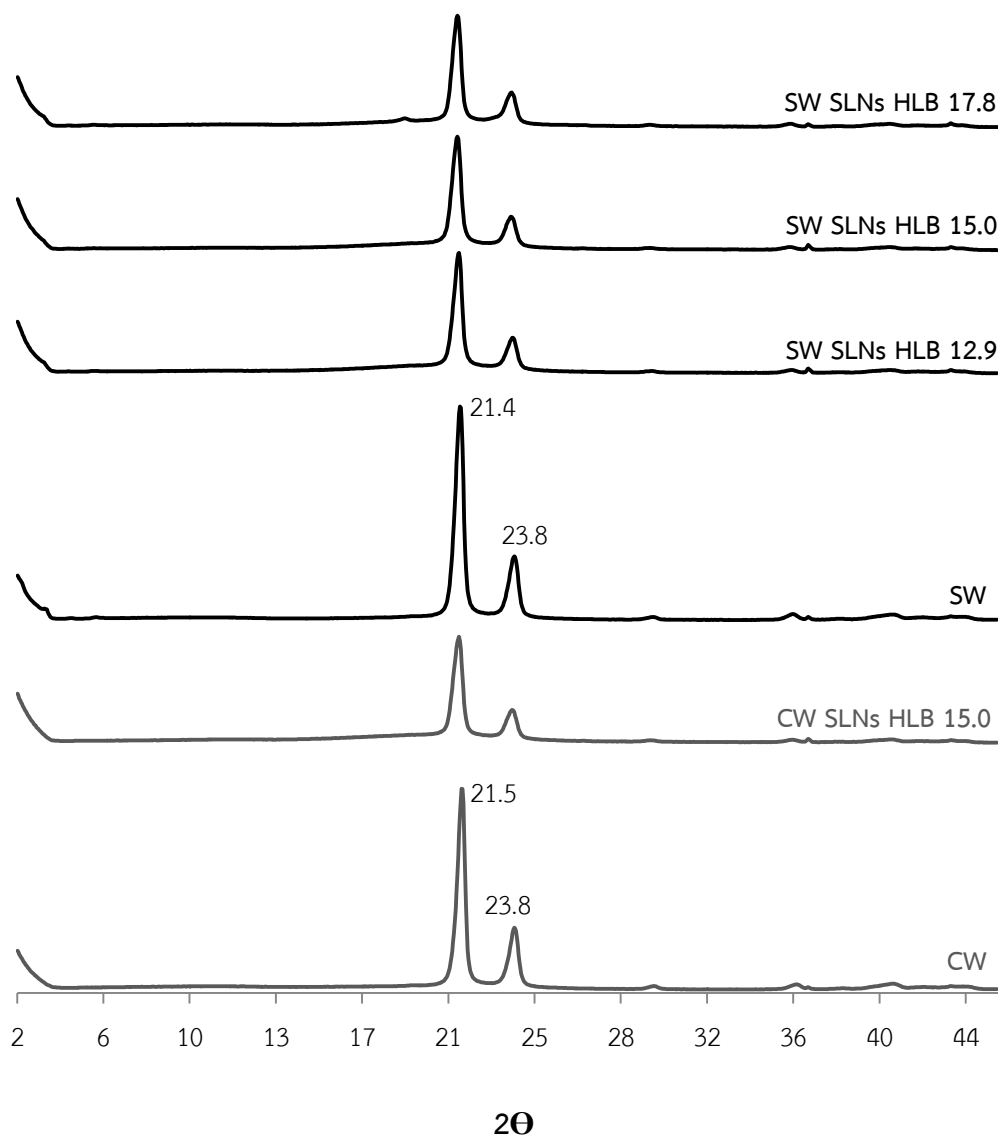
ค่าเอนทาลปีการหลอมเหลว (ΔH_m) ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งลดลงเมื่อเทียบกับแว็กซ์ตั้งต้น เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวในอิมัลชันเป็นอสัณฐาน การที่โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวเกาะอยู่รอบอนุภาคแว็กซ์ทำให้อนุภาคแว็กซ์มีความเป็นอสัณฐานมากขึ้น (Muscat และคณะ 2013) ผลของขนาดอนุภาคแว็กซ์ที่เล็กลง และพื้นที่ผิวที่มากขึ้นทำให้ค่าเอนทาลปีลดลงได้เช่นกัน นอกจากนี้ อัตราส่วนของแว็กซ์ที่ใช้เตรียมอิมัลชัน (ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก) ที่น้อยกว่าแว็กซ์วัตถุดิบยังส่งผลให้ค่าเอนทาลปีลดต่ำลงด้วย จากงานวิจัยของ U. Ruktanonchai และคณะ (2008) พบว่าค่าเอนทาลปีการหลอมเหลวของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากซีทิลปาล์มิตลดลงตามอัตราส่วนองค์ประกอบของซีทิลปาล์มิตในอิมัลชันเมื่อเทียบกับซีทิลปาล์มิตที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น โดยลดลงจาก 229.5 จูลส์ต่อกรัม เป็น 21.4, 15.8, 2.8 และ 0.6 จูลส์ต่อกรัม เมื่อมีปริมาณซีทิลปาล์มิตในอิมัลชันร้อยละเท่ากับ 10.0, 9.0, 7.0 และ 5.0 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ เมื่อเทียบกับน้ำหนักของอิมัลชันทั้งหมด (Ruktanonchai และคณะ 2008)

ค่าเอนทาลปีการหลอมเหลวที่ลดลงแสดงถึงความเป็นผลึกที่ลดลงเมื่อแว็กซ์ถูกขึ้นรูปเป็นอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง โดยค่าเอนทาลปีการหลอมเหลวของอิมัลชันลดลงเมื่อค่า HLB เพิ่มมากขึ้น แสดงว่าความเป็นผลึกของอนุภาคลดลงเมื่ออิมัลชันถูกเตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีความชอบน้ำมากขึ้น ความเป็นผลึกของอิมัลชันสามารถหาได้จากการคำนวณค่าเอนทาลปีการหลอมเหลวของอิมัลชันเทียบกับค่าเอนทาลปีการหลอมเหลวของแว็กซ์ที่เป็นวัสดุตั้งต้น (Hou และคณะ 2003, Kheradmandnia และคณะ 2010) ด้วยสมการที่ 3.9 การยืนยันลักษณะโครงสร้างผลึกควรพิจารณา ร่วมกับผลจากเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ หรือ X-ray diffraction (XRD) ซึ่งสามารถวิเคราะห์โครงสร้างผลึก ความเป็นผลึก และความเป็น อสัณฐานของวัสดุได้

4.3.3) โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็ง

โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนชนิดไขมันแข็งวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer (XRD) D8 Advance Bruker AXS, Germany) เทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแว็กซ์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น เพื่อศึกษาองค์ประกอบ การจัดเรียงตัวของอะตอมในหน่วยเซลล์ และโครงสร้างผลึกของอนุภาค รูปที่ 4.15 แสดงรูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลแล็กแว็กซ์ (SW SLNs) และคาร์นูบาแว็กซ์ (CW SLNs) เปรียบเทียบ

กับการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของเซลเล็กเว็กซ์หลังทำความสะอาด (SW) และคาร์นูบาเว็กซ์ (CW) ซึ่งเป็นวัตถุบิตั้งต้น กำหนดการกระเจิงรังสีอยู่ในช่วง 2.0 ถึง 45 องศา (2θ)



รูปที่ 4.15 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลเล็กเว็กซ์ (SW SLNs) และคาร์นูบาเว็กซ์ (CW SLNs) เปรียบเทียบกับการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของเซลเล็กเว็กซ์หลังทำความสะอาด (SW) และคาร์นูบาเว็กซ์ (CW) ซึ่งเป็นวัตถุบิตั้งต้น วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)

การเกิดพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอิมัลชันที่เตรียมจากแวกซ์ทั้ง 2 ชนิดบ่งบอกว่าอิมัลชันมีผลึกของของแข็งเป็นองค์ประกอบอย่างชัดเจน เนื่องจากมีพื้นที่ใต้เส้นโค้งเรียบของพีคซึ่งบ่งบอกถึงความเข้มข้นน้อยกว่าพื้นที่เหนือเส้นโค้งเรียบซึ่งบ่งบอกถึงความเข้มข้นผลึก (ดูรูปที่ 2.8 และ รูปที่ 4.7 ประกอบ) พีคการเลี้ยวเบนรังสีของอิมัลชันที่นำไปทดสอบเป็นรูปแบบพีคของวัตถุที่มีความเป็นผลึกสูง แสดงให้เห็นว่าสามารถเตรียมอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากแวกซ์ที่กระจายตัวในน้ำในรูปแบบของอิมัลชันได้สำเร็จ โดยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ต่างกัน 3 HLB สามารถทำให้เกิดอนุภาคแข็งของเซลล์แก๊กแวกซ์ในอิมัลชันได้ทั้งหมด

ตำแหน่งพีคการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของแวกซ์ตั้งต้นและอนุภาคนาโนไขมันแข็งของแวกซ์ทั้ง 2 ชนิดมีความใกล้เคียงกัน โดยพีคแรกเกิดในช่วง 21.3 ถึง 21.4 องศา พีคที่สองเกิดที่ช่วง 23.6 ถึง 23.8 องศา มีค่า short spacing เท่ากับ 4.1 Å และ 3.7 Å บ่งบอกถึงการจัดเรียงตัวของอะตอมบนระนาบแรกของมิลเลอร์แบบ (110) และแบบ (200) ซึ่งเป็นลักษณะโครงสร้างผลึกแบบออร์ธอโรมบิก ดังนั้นอนุภาคไขมันแข็งของแวกซ์จึงมีแลทธิของผลึกที่เป็นรูปแบบเดียวกันกับแวกซ์วัตถุดิบ

พื้นที่ของพีคทั้ง 2 ตำแหน่งของอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งลดลงเมื่อเทียบกับแวกซ์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น และลดลงตามค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่เพิ่มขึ้น ขนาดพีคที่แตกต่างกันสัมพันธ์กับความเข้มข้นผลึกและขนาดผลึกที่แตกต่างกันของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ อิมัลชันที่นำมาวิเคราะห์มีปริมาณแวกซ์ที่น้อยกว่าเมื่อเทียบกับแวกซ์ตั้งต้น โดยคิดเป็นปริมาณแวกซ์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก เมื่อเทียบกับน้ำหนักทั้งหมดของอิมัลชัน สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB ที่ต่างกันอาจทำให้ผลึกของแวกซ์ที่เกิดขึ้นระหว่างการเตรียมมีขนาดแตกต่างกันได้ ซึ่งส่งผลต่อขนาดของพีคการกระเจิงรังสีเช่นกัน (Ruktanonchai และคณะ 2008, Muscat และคณะ 2013)

ร้อยละความเป็นผลึกของอนุภาคนาโนไขมันแข็งสามารถพิจารณาได้จากพื้นที่ใต้พีคการกระเจิงรังสีซึ่งมีความสัมพันธ์กับความเข้มข้นผลึกและความเข้มข้นโดยตรง โดยสามารถคำนวณร้อยละความเป็นผลึกและอิมัลชันของแวกซ์ได้จากสมการที่ 3.6 ร้อยละความเป็นผลึกของแวกซ์และอนุภาคไขมันแข็งแต่ละสูตรที่วิเคราะห์จากเทคนิค XRD เปรียบเทียบกับร้อยละความเป็นผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC ซึ่งคำนวณจากเอนทาลปีการหลอมเหลวของอนุภาคไขมันแข็งและค่าเอนทาลปีของแวกซ์ตั้งต้น (สมการที่ 3.9) เนื่องจากร้อยละความเป็นผลึกของอนุภาคไขมันแข็งคิดเทียบจากค่าเอนทาลปีแวกซ์ตั้งต้น ดังนั้นแวกซ์ตั้งต้นจึงมีค่าร้อยละความเป็นผลึกจากผลของ DSC เท่ากับร้อยละ 100 ค่าความเป็นผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย XRD และ DSC แสดงดังตารางที่ 4.8

ตารางที่ 4.8 ร้อยละความเป็นผลึกจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC และ XRD ของอิมัลชันชนิดอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์เปรียบเทียบกับเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์ที่เป็นวัตถุดิบตั้งต้น

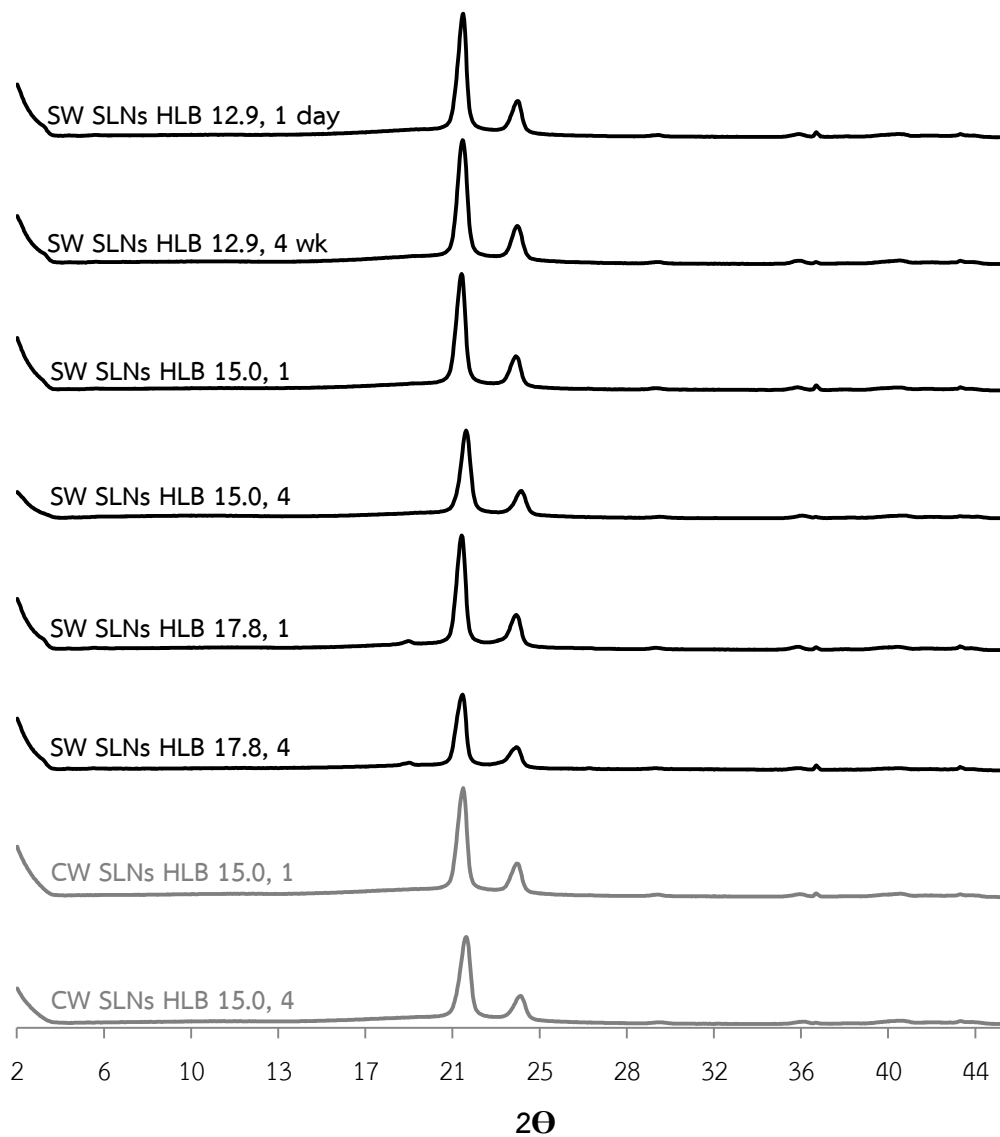
Sample	DSC			XRD	
	T _m (°C)	Melting enthalpy, ΔH _f (J/g)	% Crystallinity index	Crystalline size (Å)	% Crystallinity index
Shellac wax Washed (SW)	82.6	202.8	100.0	215.8	84.4
SW SLNs, 10:4:86 HLB 12.9	81.4	10.0	49.3	213.8	76.1
SW SLNs, 10:4:86 HLB 15.0	79.3	8.0	39.4	203.5	74.4
SW SLNs, 10:4:86 HLB 17.8	78.7	3.4	16.8	204.3	73.9
Carnauba wax (CW)	87.6	175.7	100.0	236.5	79.6
CW SLNs, 10:4:86, HLB 15.0	79.9	13.5	76.8	193.1	72.0

ค่าความเป็นผลึกที่ได้จาก XRD มีความสอดคล้องกับค่าความเป็นผลึกที่ได้จาก DSC เนื่องจากค่าเอนทาลปี (จาก DSC) และความเข้มของการกระเจิงรังสี (จาก XRD) ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งมีค่าลดลงเมื่อเทียบกับแว็กซ์ที่เป็นวัตถุดิบ โดยลดลงมากขึ้นเมื่อ HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้มีค่าเพิ่มขึ้น แว็กซ์ที่เป็นวัตถุดิบมีความเป็นผลึกมากกว่าแว็กซ์ที่อยู่ในรูปอนุภาคนาโน เมื่อพิจารณาอิมัลชันที่มีอัตราส่วนองค์ประกอบของแว็กซ์ สารลดแรงตึงผิว และน้ำเท่ากัน (สูตร 10: 4: 86) พบว่าความเป็นผลึกของอิมัลชันลดลงเมื่อที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB มากขึ้น (มี

ความชอบน้ำมากขึ้น) ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าความเป็นผลึกของแวกซ์สัมพันธ์กับปริมาณแวกซ์ที่นำมาทดสอบ การขึ้นรูปเป็นอิมัลชัน และค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการเตรียมอิมัลชัน

โดยทั่วไปหลังการเตรียมอนุภาคไขมันแข็ง ผลึกของไขมันจะอยู่ในรูปแบบที่ให้พลังงานสูง คือ เฮกซาโกนอล (α) หรือออร์ธอโรมบิก (β') ซึ่งมีเสถียรภาพในแลททิซของผลึกน้อยกว่ารูปแบบไตรคลินิก (β) (Freitas และคณะ 1999) ระยะเวลาการเก็บรักษาอาจส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปแบบโครงสร้าง โดยรูปแบบเฮกซาโกนอลจะเปลี่ยนเป็นออร์ธอโรมบิกและไตรคลินิกเมื่อเวลาผ่านไป อุณหภูมิในการเก็บรักษามีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกเช่นกัน รูปแบบออร์ธอโรมบิกเปลี่ยนเป็นเฮกซาโกนอลได้ที่อุณหภูมิใกล้จุดหลอมเหลวของไขมันแข็ง การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกอาจทำให้สารสำคัญที่กักเก็บไว้หลุดออกมาและเกิดการสลายตัว อนุภาคที่มีการเปลี่ยนโครงสร้างระหว่างการเก็บรักษาจึงไม่สามารถเป็นสื่อกลางในการนำสารสำคัญเข้าสู่เซลล์หรืออวัยวะเป้าหมายได้

การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนไขมันแข็งทำได้โดยเปรียบเทียบลักษณะและตำแหน่งพีคการกระเจิงรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งหลังเตรียม 1 วัน เทียบกับอนุภาคนาโนไขมันแข็งที่เก็บรักษาที่อุณหภูมิ 27 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 สัปดาห์ ตำแหน่งและลักษณะพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์แสดงดังรูปที่ 4.16 พื้นที่ได้พีคสามารถนำมาคำนวณร้อยละความเป็นผลึกและขนาดผลึกของอนุภาคนาโนไขมันแข็งได้ดังตารางที่ 4.9



รูปที่ 4.16 รูปแบบการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลเล็กแว็กซ์ (SW SLNs) และคาร์รูนบาแว็กซ์ (CW SLNs) หลังเตรียมเป็นเวลา 1 วัน และ 4 สัปดาห์ วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)

ตารางที่ 4.9 ขนาดผลึกและร้อยละความเป็นผลึกของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลลูล์สแวกซ์และคาร์บูนาแวกซ์หลังจากเตรียม 1 วันและ 4 สัปดาห์ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

Sample	1 day		4 weeks	
	Crystalline size (Å)	%Crystallinity index (XRD)	Crystalline size (Å)	%Crystallinity index (XRD)
SW SLNs, 10:4:86 HLB 12.9	213.8	77.5	189.8	76.1
SW SLNs, 10:4:86 HLB 15.0	203.5	74.4	191.5	70
SW SLNs, 10:4:86 HLB 17.8	204.3	73.9	187.4	66.6
CW SLNs, 10:4:86 HLB 15.0	193.1	72.0	176.6	69.6

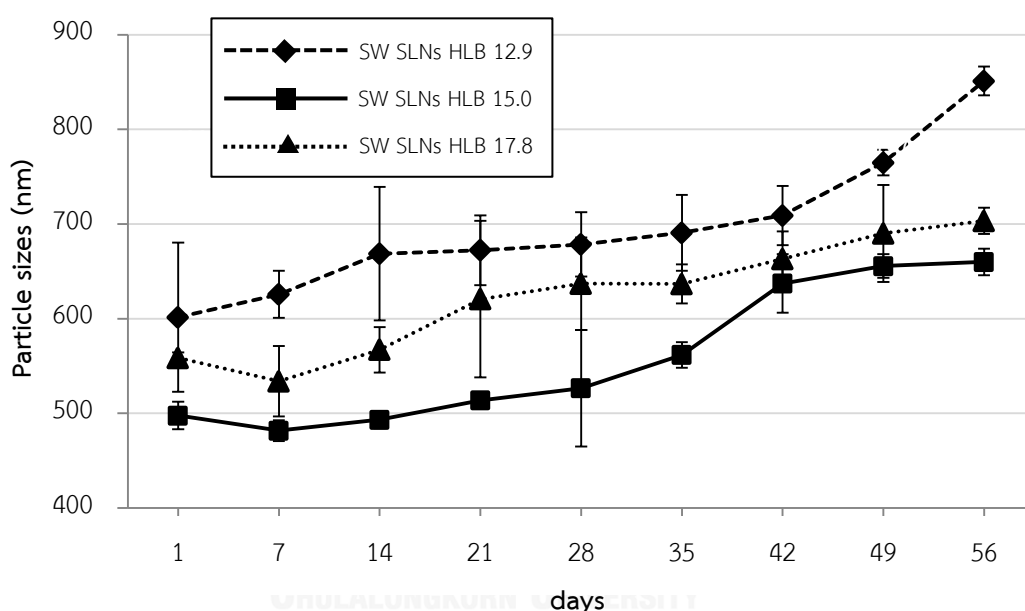
จากผลการวิเคราะห์รูปแบบการกระเจิงรังสีพบว่า เมื่อเวลาผ่านไป 4 สัปดาห์ ค่าร้อยละความเป็นผลึกและขนาดผลึกมีค่าลดลงเมื่อเวลาผ่านไป แต่ตำแหน่งพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคนาโนไขมันแข็งมีความใกล้เคียงกันในทุกๆ HLB จึงสามารถวิเคราะห์ได้ว่าโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลลูล์สแวกซ์และคาร์บูนาแวกซ์ในทุกอัตราส่วนที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีการจัดเรียงตัวของผลึกแบบออร์ธอโรมบิกเช่นเดิม ไม่มีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเวลาผ่านไป 4 สัปดาห์

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถบ่งบอกถึงความคงตัวของอนุภาคนาโนไขมันแข็งในแง่ของโครงสร้างผลึกและความเป็นผลึก การศึกษาความคงตัวมีความสำคัญเนื่องจากส่งผลต่อลักษณะสมบัติของอิมัลชันที่เปลี่ยนแปลง การนำไปใช้งาน และการเก็บรักษา จึงมีการศึกษาความคงตัวของอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งที่สภาวะต่างๆ ในงานวิจัยนี้ โดยศึกษาจากขนาดอนุภาค ค่าศักย์เซต้า การแยกชั้นของอิมัลชันเมื่อเวลาผ่านไป ค่าความหนืดที่เปลี่ยนแปลงจากการเยือกแข็งและการทำให้ละลาย และความคงตัวในสภาวะที่มีแรงภายนอกมากระทำ

4.4 ศึกษาความคงตัวของอิมัลชันที่สภาวะต่างๆ

4.4.1) ขนาดอนุภาคของอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งภายใต้ระยะเวลาการเก็บรักษา

ขนาดอนุภาคของอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งของเซลเล็กเว็กซ์สูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 ภายใต้ระยะเวลาการเก็บรักษาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Zetasizer NanoZS nanoseries (Malvern Instrument Ltd., UK) อิมัลชันทุกตัวอย่างถูกเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 27 ± 2 องศาเซลเซียส นำมาวัดขนาดและค่าศักย์เซต้าทุกๆ สัปดาห์เป็นเวลา 8 สัปดาห์ ขนาดอนุภาคที่เปลี่ยนแปลงเมื่อเวลาผ่านไปแสดงดังรูปที่ 4.17



รูปที่ 4.17 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของอิมัลชันเซลเล็กเว็กซ์ (SW SLNs) สูตร 10: 4: 86 เก็บรักษาที่อุณหภูมิ 27 ± 2 องศาเซลเซียส 8 สัปดาห์ เตรียมอิมัลชันโดยใช้สารลดแรงตึงผิว HLB 12.9 15.0 และ 17.8 ขนาดอนุภาคในอิมัลชันวัดด้วยเครื่อง Zetasizer

จากรูปที่ 4.17 พบว่าอิมัลชันของเซลเล็กเว็กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยในอิมัลชันหลังเตรียม 1 วัน ประมาณ 601.4 ± 78.8 นาโนเมตร มีการกระจายตัวของขนาด 3 ช่วง (ภาคผนวก ก) แบ่งเป็นขนาดเฉลี่ย 622.9 นาโนเมตร ร้อยละ 89.2 โดยปริมาตร ขนาดเฉลี่ย 119.8 นาโนเมตร ร้อยละ 10.2 โดยปริมาตร และขนาดเฉลี่ย 5590.0 นาโนเมตร ร้อยละ 0.6 โดยปริมาตร เมื่อเก็บรักษาเป็นเวลา 1 สัปดาห์พบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มเป็น

625.7±24.8 นาโนเมตร โดยไม่ปรากฏช่วงอนุภาคที่มีขนาดเฉลี่ยมากกว่า 1000 นาโนเมตร อนุภาคมีขนาดเฉลี่ยเพิ่มขึ้นในสัปดาห์ต่อมา โดยใน 5 สัปดาห์แรกมีขนาดเฉลี่ยไม่เกิน 700 นาโนเมตร ในสัปดาห์ที่ 6 และ 7 มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 700 ถึง 800 นาโนเมตร และในสัปดาห์ที่ 8 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเกิน 800 นาโนเมตร อนุภาคที่มีขนาดเฉลี่ยเกิน 1000 นาโนเมตร ปรากฏในสัปดาห์ที่ 4, 7 และ 8 จากแนวโน้มของการเพิ่มขึ้นของขนาดอนุภาคทำให้สามารถประเมินได้ว่าอิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 อาจจะไม่เป็นอนุภาคนาโนอีกต่อไปหลังจากสัปดาห์ที่ 8 เนื่องจากอนุภาคส่วนใหญ่จะมีขนาดมากกว่า 1000 นาโนเมตร

อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 หลังเตรียม 1 วัน มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 497.6±14.5 นาโนเมตร โดยมี 2 ช่วงขนาด แบ่งเป็นขนาดเฉลี่ย 554.4 นาโนเมตร ร้อยละ 86.9 โดยปริมาตร และขนาดเฉลี่ย 123.5 นาโนเมตร ร้อยละ 13.1 โดยปริมาตร เมื่อเก็บรักษาเป็นเวลา 2 สัปดาห์พบว่า อนุภาคมีขนาดเฉลี่ยไม่เกิน 500 นาโนเมตร ในสัปดาห์ที่ 3 ถึงสัปดาห์ที่ 5 มีขนาดเฉลี่ย 500 ถึง 600 นาโนเมตร และในสัปดาห์ที่ 6 7 และ 8 อนุภาคมีขนาดเฉลี่ยมากกว่า 600 นาโนเมตร โดยมีขนาดใกล้เคียงกันประมาณ 637.2±31.1 655.6±12.4 และ 659.9±13.9 นาโนเมตร ตามลำดับ อนุภาคที่มีขนาดมากกว่า 1000 นาโนเมตรปรากฏในสัปดาห์ที่ 2 และ 3 จากนั้นหายไปและพบอีกครั้งในสัปดาห์ที่ 6, 7 และ 8 อนุภาคที่มีขนาดไม่เกิน 200 นาโนเมตรมีขนาดเฉลี่ยเพิ่มขึ้นและลดลงตลอด 8 สัปดาห์ โดยมีปริมาณไม่เกินร้อยละ 13.6 โดยปริมาตร

อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 17.8 หลังเตรียม 1 วัน มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 558.5±5.85 นาโนเมตร โดยมี 3 ช่วงขนาด แบ่งเป็นขนาดเฉลี่ยประมาณ 573.8 นาโนเมตร ร้อยละ 86.1 โดยปริมาตร ขนาดเฉลี่ยประมาณ 109.0 นาโนเมตร ร้อยละ 13.0 โดยปริมาตร และขนาดเฉลี่ย 5590.0 นาโนเมตร ร้อยละ 0.9 โดยปริมาตร หลังจากเก็บรักษาเป็นเวลา 2 สัปดาห์พบว่า อนุภาคมีขนาดเฉลี่ยไม่เกิน 600 นาโนเมตร จากนั้นขนาดอนุภาคมีการเปลี่ยนแปลงอยู่ในช่วง 600 ถึง 700 นาโนเมตรจนถึงสัปดาห์ที่ 7 และในสัปดาห์ที่ 8 อนุภาคมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 703.3±13.9 นาโนเมตร อนุภาคที่มีขนาดมากกว่า 1000 นาโนเมตรปรากฏในสัปดาห์แรก จากนั้นปรากฏอีกครั้งในสัปดาห์ที่ 6 ถึง 8 อนุภาคที่มีขนาดไม่เกิน 200 นาโนเมตรมีขนาดเฉลี่ยเพิ่มขึ้นและลดลงตลอด 8 สัปดาห์ ไม่เกินร้อยละ 13.0 โดยปริมาตร

จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคพบว่าอิมัลชันที่ใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กที่สุดเมื่อเวลาผ่านไป 8 สัปดาห์ โดยอนุภาคส่วนใหญ่ร้อยละ 81.6 ถึง 88.5 มี

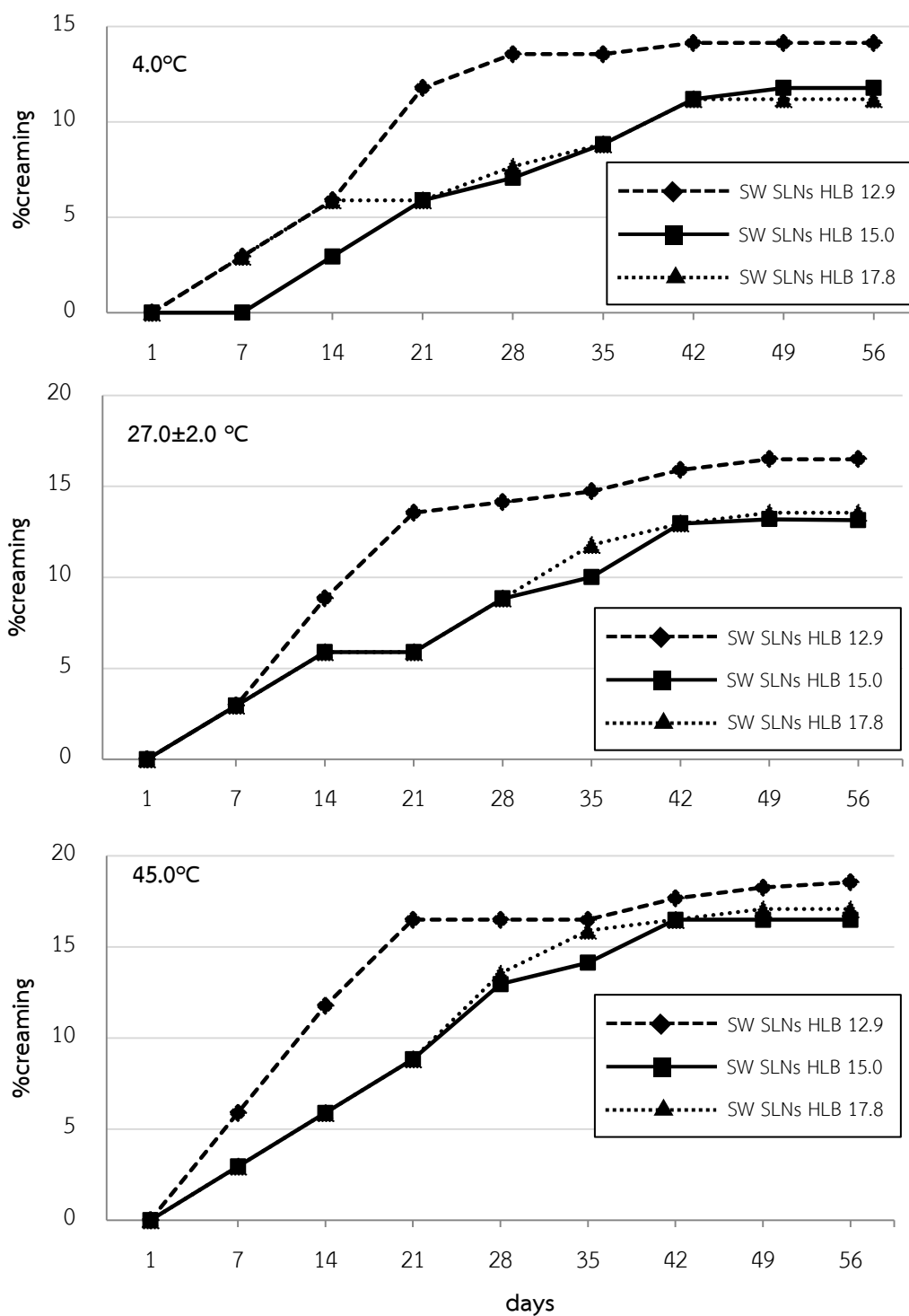
ขนาดอยู่ในช่วง 200 ถึง 1000 นาโนเมตร อนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่า 200 นาโนเมตรและ มากกว่า 1000 นาโนเมตร มีปริมาณที่เพิ่มขึ้นและลดลงระหว่างการเก็บรักษาในทุกๆ HLB แสดงว่าอนุภาคไขมันแข็งไม่ได้มีการรวมตัวแบบถาวร ขนาดอนุภาคที่เปลี่ยนแปลงไปมาเกิดจากการที่อนุภาคใกล้กัน แต่ยังไม่รวมตัวกัน ซึ่งเป็นลักษณะของปรากฏการณ์ที่อนุภาคภายในรวมตัวกันแบบผันกลับได้ (Kirk และคณะ 2008) แต่โดยรวมแล้วอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาผ่านไป

การแก้ปัญหาการรวมตัวแบบผันกลับได้ทำได้โดยการใส่พอลิเมอร์ที่ไม่ดูดซับบนอนุภาคไขมันระหว่างการเตรียมอิมัลชัน พอลิเมอร์จะกระจายตัวในน้ำและช่วยแยกกลุ่มหยดน้ำมันออกจากกันทำให้ปรากฏการณ์เหล่านี้เกิดขึ้นช้าลง หรือใส่สารลดแรงตึงผิวร่วม (co-surfactant) ที่มีความเป็นกรด เช่น กรดสเตียริก (stearic acid) หรือแอลกอฮอล์ที่มีโมเลกุลสายโซ่ยาวบางชนิด เช่น ซีติล แอลกอฮอล์ (cetyl alcohol) สเตียริลแอลกอฮอล์ (stearyl alcohol) หรือ กลีเซอรอลสเตียเรต (glycerol stearate) ซึ่งสามารถช่วยให้ความคงตัวของอิมัลชันเพิ่มขึ้นได้ สารที่ใส่ลงไปเพื่อลดแรงตึงผิวเหล่านี้ต้องดูดซับลงบนไขมันแข็งได้และไม่เกิดปฏิกิริยาต่อกัน ไม่เช่นนั้นอาจทำให้ความคงตัวลดลง การเพิ่มความหนืดของน้ำหรือวัฏภาคภายนอกก็ช่วยให้ปรากฏการณ์นี้เกิดช้าลงได้ เนื่องจากความหนืดที่ใกล้เคียงกันของทั้ง 2 วัฏภาคทำให้การแยกชั้นเกิดได้ช้าลง (Kirk และคณะ 2008)

4.4.2) การแยกชั้นของอิมัลชันเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิต่างๆ

การศึกษาผลของอุณหภูมิและระยะเวลาการเก็บรักษาที่มีต่อการแยกชั้นหรือการเกิดชั้นครีมของอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์สูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB 12.9 15.0 และ 17.8 ทำได้โดยเก็บรักษาอิมัลชันที่ 3 สภาวะอุณหภูมิ คือ 4.0 องศาเซลเซียส อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) และ 45.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 สัปดาห์ จากนั้นบันทึกปริมาตรการเกิดชั้นครีมที่สามารถมองเห็นทุกสัปดาห์ คำนวณร้อยละโดยปริมาตรของการเกิดชั้นครีมตามสมการที่ 3.13 อิมัลชันที่มีค่าร้อยละการเกิดชั้นครีมน้อยแสดงถึงความคงตัวที่ดี เนื่องจากมีการแยกชั้นน้อย

จากการสังเกตพฤติกรรมของอิมัลชันด้วยตาเปล่าเมื่อเวลาผ่านไป 8 สัปดาห์พบว่า สีและปริมาตรของอิมัลชันทุกตัวอย่างไม่เปลี่ยนแปลง ไม่มีการแยกชั้นอย่างชัดเจน แต่มีชั้นครีมเกิดขึ้นเมื่อเวลาผ่านไป โดยมีลักษณะเป็นฝาคริมสีขาวขุ่นชั้นบน ส่วนชั้นล่างเป็นของเหลวสีขาวขุ่นเช่นกันแต่มีสีอ่อนกว่าเล็กน้อย รูปที่ 4.18 แสดงร้อยละโดยปริมาตรชั้นครีมของอิมัลชันที่ถูกเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 4.0 องศาเซลเซียส อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) และ 45.0 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.18 ร้อยละการเกิดชั้นครีมโดยปริมาตรของอิมัลชันอนุภาคนาโนไขมันแข็งจากเซลแล็กแวกซ์ สูตร 10: 4: 86 (แวกซ์: สารลดแรงตึงผิว: น้ำ) เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 เก็บรักษาที่อุณหภูมิ 4.0 27.0±2.0 และ 45.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 สัปดาห์

อิมัลชันที่ถูกเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 4.0 องศาเซลเซียสมีปริมาณชั้นครีมน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับการเก็บที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิ 45.0 องศาเซลเซียส อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 12.9 มีปริมาณชั้นครีมเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วใน 4 สัปดาห์แรก จากนั้นค่อนข้างคงที่ และมีค่าประมาณร้อยละ 14.1 โดยปริมาตร ในสัปดาห์ที่ 8 อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0 และ 17.8 ร้อยละปริมาณชั้นครีมโดยปริมาตรที่ใกล้เคียงกัน โดยเพิ่มขึ้นเรื่อยๆใน 6 สัปดาห์แรก จากนั้นปริมาณค่อนข้างคงที่จนถึงสัปดาห์ที่ 8 มีค่าประมาณร้อยละ 11.8 และ 11.2 โดยปริมาตร ตามลำดับ

อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 12.9 ที่ถูกเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องมีปริมาณชั้นครีมเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วใน 3 สัปดาห์แรก และเพิ่มขึ้นเรื่อยๆจนถึงสัปดาห์ที่ 8 มีปริมาณสูงสุดประมาณร้อยละ 15.9 โดยปริมาตร อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0 และ 17.8 มีปริมาณชั้นครีมใกล้เคียงกันในทุกสัปดาห์ สูงสุดประมาณร้อยละ 12.9 และ 13.5 โดยปริมาตร ตามลำดับ

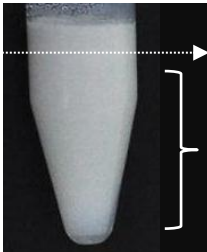
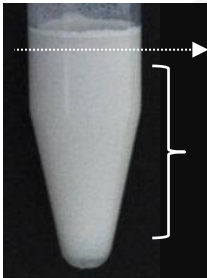
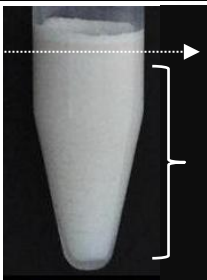
อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 12.9 ที่ถูกเก็บรักษาที่ 45.0 องศาเซลเซียส มีปริมาณชั้นครีมเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วใน 3 สัปดาห์แรก จากนั้นค่อยๆเพิ่มขึ้น และสูงสุดในสัปดาห์ที่ 8 ประมาณร้อยละ 18.5 โดยปริมาตร อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0 และ 17.8 มีปริมาณชั้นครีมค่อยๆเพิ่มขึ้นจนถึงสัปดาห์ที่ 6 จากนั้นค่อนข้างคงที่ประมาณร้อยละ 16.5 และ 17.8 โดยปริมาตร ตามลำดับ

จากการสังเกตสามารถสรุปได้ว่าระยะเวลาและอุณหภูมิการเก็บรักษามีผลต่อการเกิดชั้นครีมของอิมัลชัน การเกิดชั้นครีมที่มากขึ้นแสดงถึงความคงตัวที่ลดลง อิมัลชัน HLB 12.9 จึงมีความคงตัวน้อยที่สุดเมื่อเวลาผ่านไป รองลงมาคือ HLB 17.8 และ HLB 15.0 ซึ่งมีความคงตัวมากที่สุด อิมัลชันในทุก HLB มีความคงตัวที่น้อยลงเมื่อระยะเวลาและอุณหภูมิในการเก็บรักษามากขึ้น อุณหภูมิมีผลอย่างมากต่ออิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดไม่มีประจุ สารลดแรงตึงผิวชนิดนี้มีความชอบน้ำน้อยลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น อุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงจึงส่งผลกระทบต่อโครงสร้างของโมเลกุลสารลดแรงตึงผิวรอบอนุภาค นอกจากนี้อุณหภูมิที่สูงเกินไปอาจเหนี่ยวนำให้อนุภาคหลุดออกจากการเกาะของสารลดแรงตึงผิว ทำให้อนุภาคเกิดการรวมตัวกันได้

อย่างไรก็ตาม เมื่อเวลาผ่านไป 8 สัปดาห์พบว่า ตัวอย่างอิมัลชันทุก HLB ที่นำมาทดสอบไม่เกิดการแยกชั้นของวัฏภาคน้ำและไขมันแข็ง ของผสมที่อยู่ใต้ชั้นครีมยังคงมีลักษณะเป็นอิมัลชัน จาก

การวัดขนาดอนุภาคในชั้นครีมและอิมัลชันที่อยู่ใต้ชั้นครีมพบว่า ชั้นครีมเกิดจากอนุภาคไขมันที่มีขนาดใหญ่ที่ลอยขึ้นสู่ผิวหน้าของอิมัลชัน ผลการวัดขนาดอนุภาคแสดงดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 ขนาดอนุภาคในชั้นครีมและอิมัลชันที่อยู่ใต้ชั้นครีมของอิมัลชัน HLB 12.9 15.0 และ 17.8 ที่ถูกเก็บรักษาในสัปดาห์ที่ 8

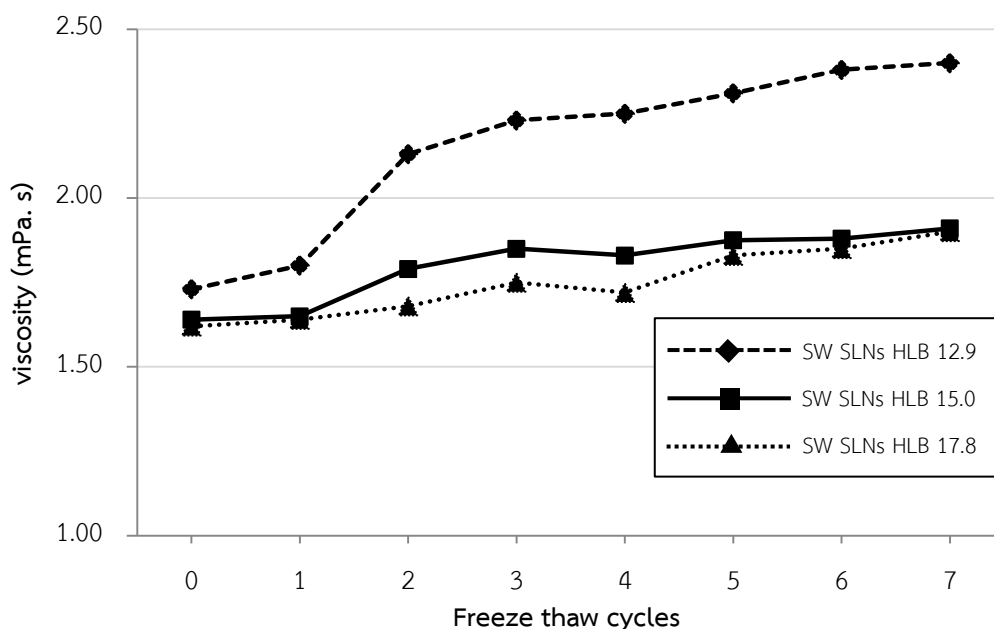
Sample	Picture (kept for 8 weeks)	particle size (nm)	
		Creaming bed	emulsion
SW SLNs HLB 12.9		1,320±19.3	686.1±72.7
SW SLNs HLB 15.0		690.3±14.1	331.6±11.4
SW SLNs HLB 17.8		707.9±23.0	545.6±8.9

ผลของความคงตัวภายใต้ระยะเวลาการเก็บรักษาสอดคล้องกับขนาดอนุภาคของอิมัลชันที่ถูกเก็บรักษาเป็นเวลา 8 สัปดาห์ อิมัลชัน HLB 12.9 มีขนาดเพิ่มขึ้นใน 3 สัปดาห์แรก ค่อนข้างคงที่ สัปดาห์ที่ 3 ถึง 5 และเพิ่มขึ้นในสัปดาห์ที่ 6 ถึง 8 เช่นเดียวกับปริมาณชั้นครีมที่เพิ่มอย่างรวดเร็วใน 3 สัปดาห์แรก ค่อยๆเพิ่มในสัปดาห์ที่ 3 ถึง 5 และเพิ่มขึ้นอีกในสัปดาห์ที่ 6 ถึง 8 โดยอิมัลชัน HLB 15.0 และ 17.8 ก็มีแนวโน้มของชั้นครีมที่เพิ่มขึ้นตามขนาดอนุภาคที่วัดได้ในแต่ละสัปดาห์เช่นกัน

อิมัลชันทุกตัวอย่างที่ถูกเก็บรักษาเป็นเวลา 8 สัปดาห์ในทุกๆอุณหภูมิสามารถกลับมาเป็นอิมัลชันเนื้อเดียวกันได้เมื่อให้แรงเขย่า แสดงว่าชั้นครีมที่เกิดขึ้นเกิดจากปรากฏการณ์การรวมตัวแบบผันกลับได้ สอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยการวัดขนาดอนุภาคเมื่อเวลาผ่านไปซึ่งพบว่า ปริมาณของอนุภาคขนาดใหญ่และเล็กมีความผันผวน ไม่ได้รวมตัวหรือแยกตัวกันแบบถาวร

4.4.3) ความคงตัวของอิมัลชันในสภาวะเยือกแข็งและการละลาย

การวิเคราะห์ความคงตัวของอิมัลชันในสภาวะเยือกแข็งและการละลายทำได้โดยเก็บอิมัลชันไว้ที่อุณหภูมิ -20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำให้ละลายที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยทำทั้งหมด 7 ครั้ง วัดค่าความหนืดของตัวอย่างทุกครั้งด้วยเครื่องวัดความหนืด SV-10 Vibro Viscometer (A&D company, Limited, Japan) ที่อุณหภูมิ 27 ± 0.5 องศาเซลเซียส ค่าความหนืดความสัมพันธ์กับความเร็วในการแยกชั้นของวัฏภาค ความหนาแน่นของวัฏภาค และขนาดอนุภาคตามกฎของ stokes ในสมการที่ 3.12 อิมัลชันที่มีความหนืดเปลี่ยนแปลงน้อยเมื่อผ่านการทำให้เยือกแข็งและละลายแสดงถึงความคงตัวที่มาก รูปที่ 4.19 แสดงค่าความหนืดของอิมัลชันที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากทำเยือกแข็งและละลายจำนวน 7 ครั้ง



รูปที่ 4.19 ค่าความหนืดของอิมัลชันเซลแล็กเว็กซ์สูตร 10: 4: 86 เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB 12.9, 15.0 และ 17.8 ที่ทำเยือกแข็งและละลาย 7 ครั้ง วิเคราะห์ความหนืดที่อุณหภูมิ 27 ± 0.2 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่องวัดความหนืด SV-10 Vibro Viscometer (A&D company, Limited, Japan)

อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15 และ 17.8 มีค่าความหนืดในวันแรกหลังจากการเตรียมเท่ากับ 1.73 1.64 และ 1.62 mPa.s ตามลำดับ เมื่อทำให้อิมัลชันเยือกแข็งและละลายพบว่า อิมัลชัน HLB 12.9 มีความหนืดเพิ่มขึ้นในทุกๆครั้งที่ทำเยือกแข็งและละลาย โดยมีความหนืดประมาณ 2.4 mPa.s ในครั้งที่ 7 มากกว่า HLB 15.0 และ 17.8 ซึ่งมีค่าความหนืดในครั้งที่ 7 ประมาณ 1.9 mPa.s เท่ากัน

ค่าความหนืดของอิมัลชันแปรผกผันกับค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เตรียมอิมัลชัน สารลดแรงตึงผิวที่มีความชอบน้ำมากทำให้ได้อิมัลชันที่มีความหนืดน้อยลง ซึ่งมีผลทำให้เคลือบอิมัลชันลงบนวัสดุได้ง่าย อิมัลชันทุกตัวอย่างสามารถไหลได้และไม่มีการแยกวัฏภาคเมื่อทำให้เยือกแข็งและละลายจนครบ 7 ครั้ง แสดงให้เห็นว่าอิมัลชันมีความคงตัวต่อการเยือกแข็งและการละลาย โดยอิมัลชัน HLB 12.9 มีความคงตัวน้อยที่สุด เนื่องจากมีความหนืดเพิ่มมากที่สุด

4.4.4) ความคงตัวของอิมัลชันเมื่อถูกปั่นเหวี่ยง







ความคงตัวของอิมัลชันเมื่อถูกปั่นเหวี่ยงขึ้นกับความแตกต่างของความหนาแน่นของวัฏภาคไขมันและวัฏภาคน้ำ อิมัลชันที่มีความหนาแน่นของวัฏภาคทั้ง 2 ใกล้เคียงกันจะแยกชั้นน้อยเมื่อถูกปั่นเหวี่ยง ซึ่งแสดงถึงความคงตัวที่มากและบ่งบอกถึงความแข็งแรงของชั้นฟิล์มที่ผิวประจันของอนุภาคและตัวกลางด้วย

งานวิจัยนี้ทดสอบความคงตัวของอิมัลชันโดยใช้แรงปั่นเหวี่ยงจากศูนย์กลางของเครื่องปั่นเหวี่ยง ด้วยความเร่ง $26,730 \text{ m/s}^2$ ($2,727.5 \times g$) ที่อุณหภูมิ 25.0 องศาเซลเซียส วิเคราะห์ความคงตัวของอิมัลชันจากปริมาณการเกิดชั้นครีมที่คิดเป็นร้อยละโดยปริมาตร ร้อยละการเกิดชั้นครีมคิดจากปริมาณครีมที่ตกตะกอนแยกชั้นหลังการปั่นเหวี่ยง โดยคิดเป็นน้ำหนักแห้งเทียบกับน้ำหนักของแวกซ์และสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เตรียมอิมัลชัน อิมัลชันที่มีปริมาณครีมที่ตกตะกอนน้อยเมื่อเทียบกับน้ำหนักแห้งที่ใช้เตรียมแสดงว่ามีความคงตัวมาก ร้อยละการเกิดชั้นครีมของอิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 แสดงดังตารางที่ 4.11

จากการคำนวณน้ำหนักแห้งของครีมที่ตกตะกอนเทียบกับน้ำหนักแห้งของแวกซ์และสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เตรียมอิมัลชันพบว่า อิมัลชันเตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 12.9 มีน้ำหนักแห้งของชั้นครีมที่ตกตะกอนมากที่สุด จึงมีความคงตัวน้อยที่สุด รองลงมาคืออิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0 ส่วนอิมัลชันที่มีความคงตัวต่อแรงปั่นเหวี่ยงมากที่สุดคืออิมัลชัน

เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 17.8 เนื่องจากเกิดการตกตะกอนของอนุภาคน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับอิมัลชันอีก 2 HLB

ตารางที่ 4.11 ปริมาณร้อยละการเกิดชั้นครีมของอิมัลชัน HLB 12.9 15.0 และ 17.8 ในสภาวะปั่นเหวี่ยงความเร่ง $26,730 \text{ m/s}^2$ ที่อุณหภูมิ 25.0 องศาเซลเซียส

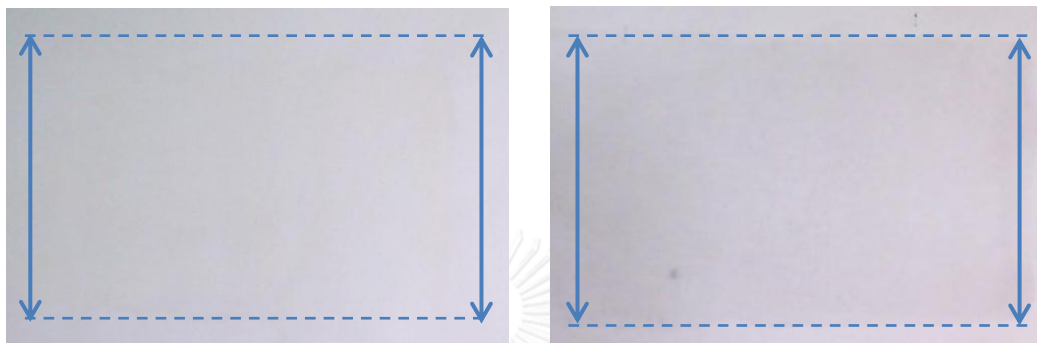
emulsion	picture		dry weight (g)		%creaming
	before	after	Wax and surfactant in emulsion	sediment	
HLB 12.9			0.425	0.15	35.29
HLB 15.0			0.427	0.08	18.73
HLB 29.0			0.425	0.05	11.76

4.5 ทดสอบเคลือบอิมัลชันลงบนกระดาษ

4.5.1) ลักษณะทางกายภาพของกระดาษเคลือบอิมัลชัน

กระดาษเคลือบอิมัลชันอนุภาคนาโนชนิดไขมันแห้งจากเซลแล็กแวกซ์หรือคาร์นูบาแวกซ์เตรียมได้โดยเคลือบอิมัลชันลงบนกระดาษเอกสารความหนา 70 แกรม (กรัม/ตารางเมตร) (หนาประมาณ 110 ไมโครเมตร) ที่อุณหภูมิห้อง ด้วยเครื่องมือสำหรับเคลือบฟิล์ม (casting bar) ที่มีความหนาชั้นเคลือบเท่ากับ 400 ไมโครเมตร หลังเคลือบอิมัลชันทิ้งกระดาษเคลือบให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง การศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อสมบัติของกระดาษเคลือบทำได้โดยนำกระดาษ

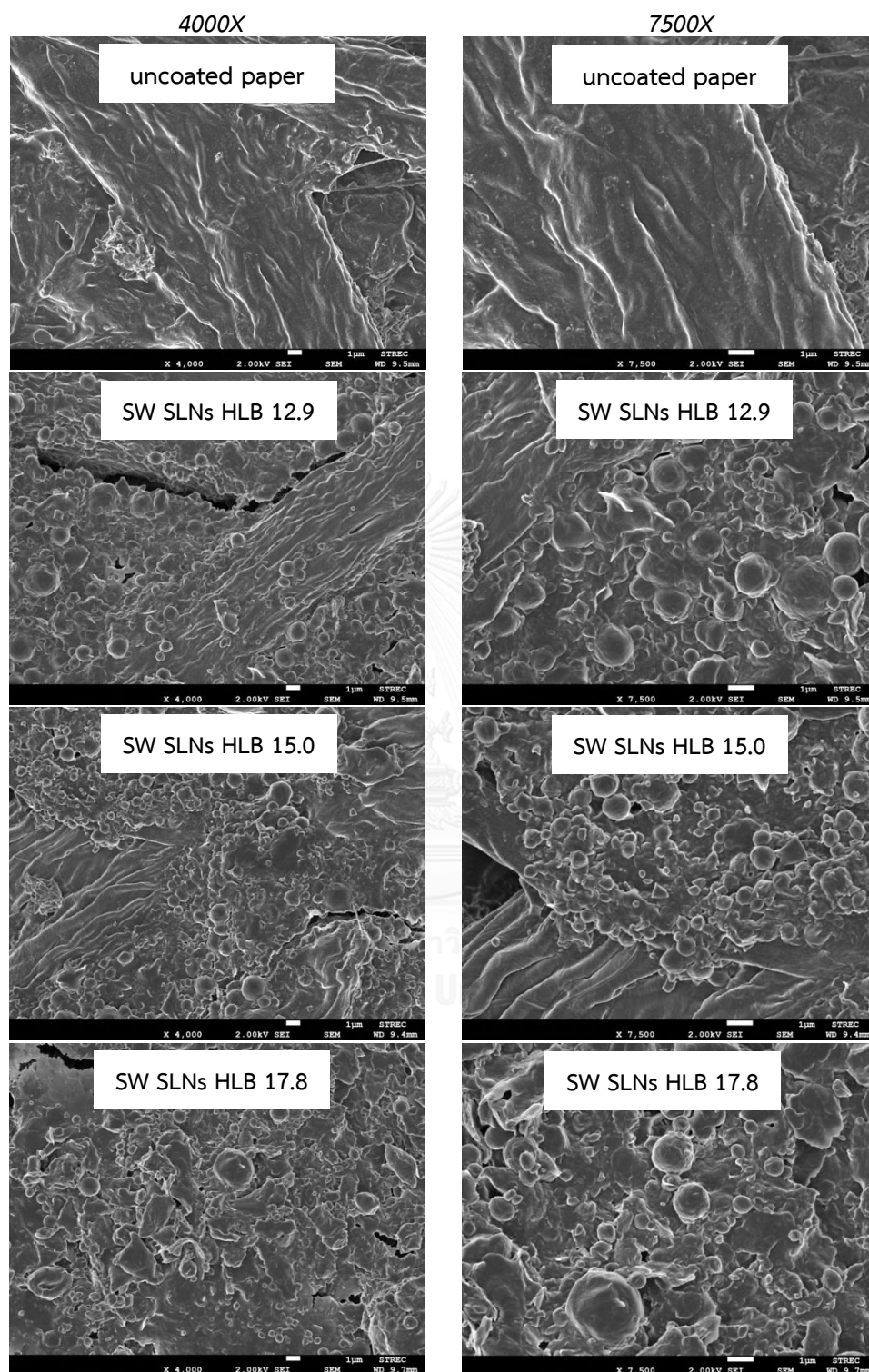
เคลือบอิมัลชันบางส่วนมารีดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เพื่อให้อนุภาคไขมันหลอมละลายเคลือบลงบนเส้นใยกระดาษ เนื่องจากอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นอุณหภูมิที่ใกล้จุดหลอมเหลวของอนุภาคไขมันแข็งในอิมัลชัน (ตารางที่ 4.7) ลักษณะของกระดาษเคลือบอิมัลชันที่ถูกทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และกระดาษที่รีดด้วยความร้อนแสดงดังรูปที่ 4.20



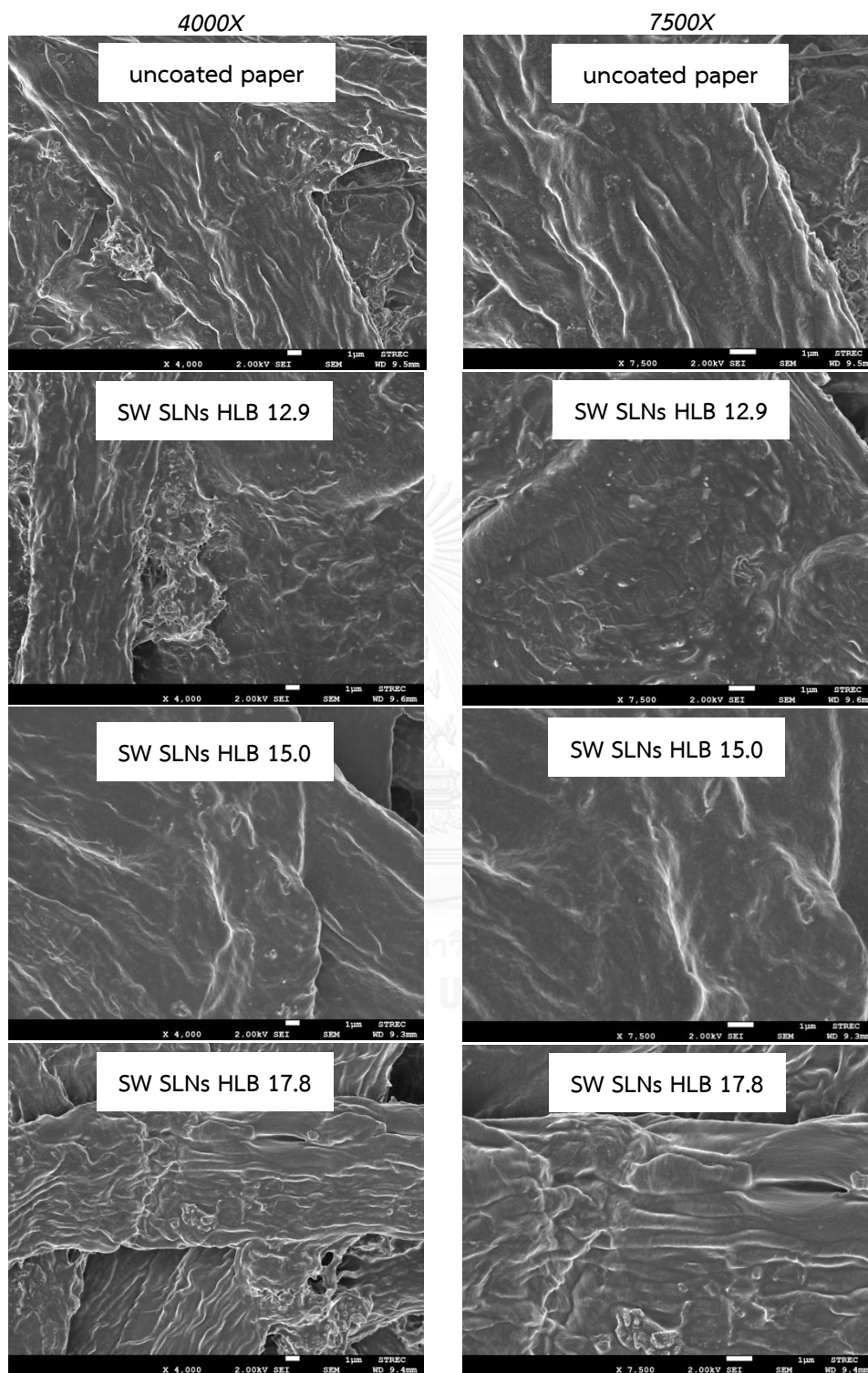
รูปที่ 4.20 ลักษณะของกระดาษเคลือบอิมัลชันที่แห้งที่อุณหภูมิห้อง และกระดาษที่รีดด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเมื่อมองด้วยตาเปล่า สัญลักษณ์ลูกศรแสดงบริเวณที่มีการเคลือบอิมัลชัน

จากการศึกษางานวิจัยต่างๆเกี่ยวกับการเคลือบไขมันลงบนกระดาษพบว่าอุณหภูมิการทำแห้งมีผลต่อความต้านทานไอน้ำของกระดาษเคลือบอย่างมาก การทำให้กระดาษเคลือบแห้งที่อุณหภูมิสูงทำให้สามารถต้านทานการซึมผ่านไอน้ำได้สูงขึ้น (Zhang และคณะ 2014, Zhang และคณะ 2014) งานวิจัยนี้จึงมีสนใจผลของอุณหภูมิที่มีต่อลักษณะทางกายภาพของกระดาษเคลือบ โดยศึกษาโครงสร้างสัณฐานของอนุภาคบนกระดาษเคลือบอิมัลชันด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, JEOL รุ่น JSM-7610F, Tokyo Japan) วัดสีของตัวอย่างด้วยเครื่องวัดสี (chromameter, Konica minolta model-CR-400, Japan)

โครงสร้างสัณฐานของกระดาษที่ไม่เคลือบและเคลือบด้วยอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 ที่ผ่านการรีดและไม่รีดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย 4000x และ 7500x แสดงดังรูปที่ 4.21 และ 4.22



รูปที่ 4.21 โครงสร้างพื้นฐานของกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ (SW SLNs) HLB 12.9, 15.0 และ 17.8 หลังเคลือบอิมัลชันแล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 4000x และ 7500x

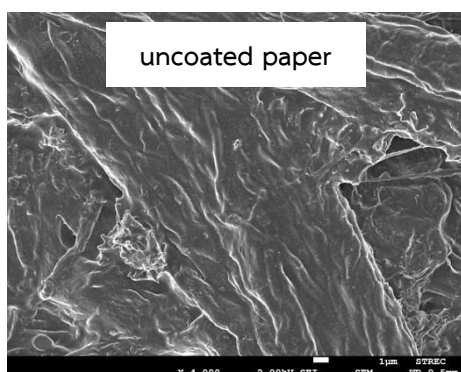


รูปที่ 4.22 โครงสร้างสัณฐานของกระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ (SW SLNs) HLB 12.9, 15.0 และ 17.8 ที่ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และรีดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 4000x และ 7500x

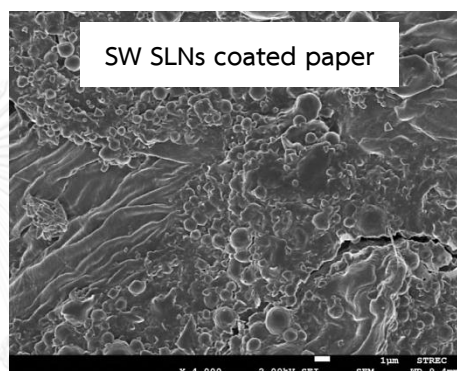
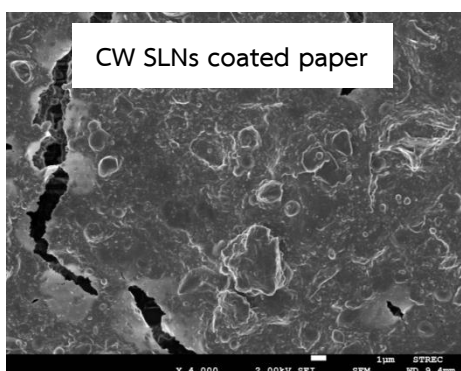
โครงสร้างสัณฐานของกระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันเซลลูล์กเร็กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 หลังทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องในรูปที่ 4.21 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคเร็กซ์กระจายตัวบนกระดาษได้แต่ไม่ทั่วถึงนัก เนื่องจากสามารถมองเห็นเส้นใยกระดาษบางส่วนที่ไม่ถูกปกคลุมด้วยอนุภาคเร็กซ์ และพบรอยแตกของชั้นเคลือบอิมัลชันทุก HLB บนพื้นผิวกระดาษ รอยแตกนี้อาจทำให้โมเลกุลของน้ำหลุดลอดเข้าสู่เส้นใยกระดาษ และทำให้กระดาษเคลือบมีความต้านทานไอน้ำและความชื้นที่น้อยลง รูปร่างและขนาดอนุภาคบนกระดาษเคลือบอิมัลชันแต่ละ HLB สอดคล้องกับรูปร่างและขนาดอนุภาคในอิมัลชันของเซลลูล์กเร็กซ์ (รูปที่ 4.11(a) และ 4.12) โดย HLB 12.9 มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่า HLB 15.0 แต่มีลักษณะเป็นทรงกลมเช่นเดียวกัน ในขณะที่ HLB 17.8 มีรูปร่างอนุภาคที่ไม่แน่นอน และมีขนาดใหญ่มากกว่า HLB 15.0

รูปที่ 4.23 แสดงภาพถ่ายโครงสร้างสัณฐานของกระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันเซลลูล์กเร็กซ์ HLB 12.9 15.0 และ 17.8 หลังทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และรีดด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคเร็กซ์บนกระดาษหลอมละลายทั้งหมด โดยอาจกลายเป็นฟิล์มไขมันที่เคลือบลงบนเส้นใยกระดาษและมีสัณฐานคล้ายกับกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบ

นอกจากนี้ยังมีการศึกษาโครงสร้างสัณฐานของกระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันเซลลูล์กเร็กซ์เทียบกับอิมัลชันคาร์นูบาเร็กซ์ที่ HLB 15.0 ด้วย โครงสร้างสัณฐานของกระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันของเร็กซ์ทั้ง 2 ชนิด แสดงดังรูปที่ 4.24 ซึ่งพบว่าอิมัลชันที่เคลือบบนกระดาษมีรอยแตกเช่นเดียวกัน ขนาดอนุภาคบนกระดาษสอดคล้องกับขนาดอนุภาคในอิมัลชันของเร็กซ์ทั้ง 2 ชนิด (รูปที่ 4.11(b) และ 4.13) เมื่อนำกระดาษเคลือบอิมัลชันไปรีดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคเร็กซ์ทั้ง 2 ชนิดหลอมละลายลงบนเส้นใยกระดาษและมีสัณฐานคล้ายกับกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบเช่นเดียวกัน



รูปที่ 4.23 โครงสร้างสัณฐานของกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ และคาร์นูบาแวกซ์ (HLB 15.0) หลังทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 4000x

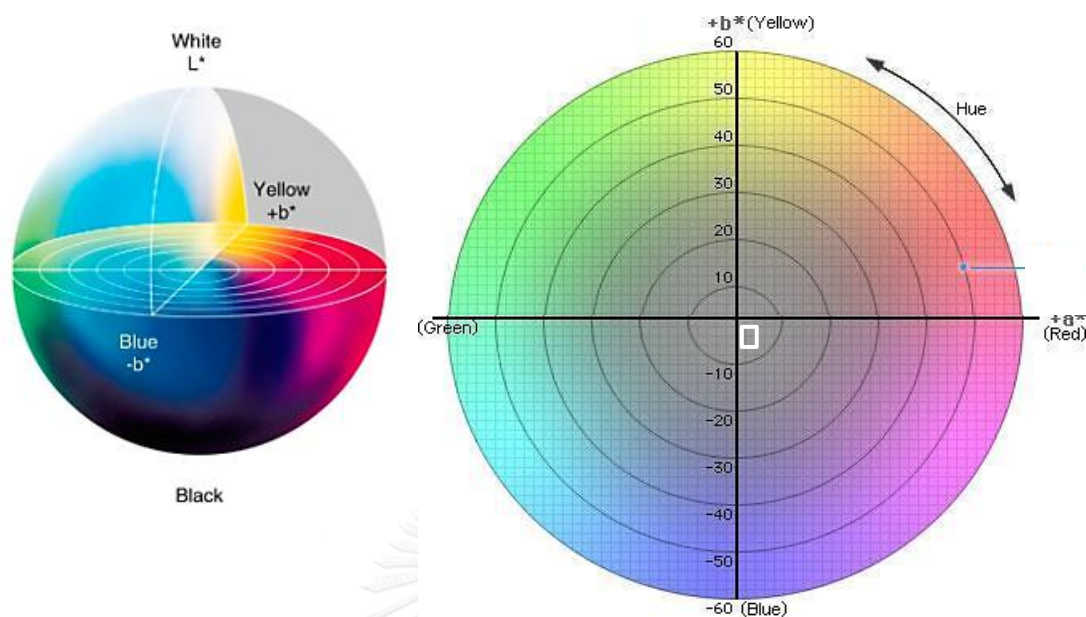


สีของกระดาษที่ผ่านการเคลือบด้วยอิมัลชันถูกวิเคราะห์เพื่อเปรียบเทียบกับกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบด้วยเครื่องมือวัดสี chromameter (Konica minolta model-CR-400, Japan) โดยใช้ค่า L^* , a^* , b^* บ่งบอกระดับสีและความสว่างแบบสามมิติ แกน L^* มีค่าตั้งแต่ 0 ถึง 100 แสดงความสว่างจากสีดำถึงสีขาว แกน a^* และ b^* มีค่าบวกและลบคือ $-a^*$ ถึง $+a^*$ ซึ่งแสดงสีเขียวถึงสีแดง และ $-b^*$ ถึง $+b^*$ แสดงถึงสีน้ำเงินถึงสีเหลือง มาตรฐานสี L^* , a^* , b^* กำหนดโดย Commission International de l'Eclairage (CIE) ประเทศฝรั่งเศส

ตารางที่ 4.12 แสดงค่าความสว่างและสีของกระดาษที่ไม่เคลือบอิมัลชัน กระดาษเคลือบอิมัลชันแล้วปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และกระดาษเคลือบอิมัลชันที่ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง แล้ววัดด้วยความร้อน รูปที่ 4.24 แสดงถึงสีต่างๆตามตำแหน่งของแกน L^* , a^* , b^* โดยกรอบสี่เหลี่ยมแสดงขอบเขตสีของกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบซึ่งพบว่ามีค่าใกล้เคียงกันมาก ดังนั้นการเคลือบกระดาษด้วยอิมัลชันจึงไม่ทำให้กระดาษมีสีที่แตกต่างจากก่อนเคลือบมากนัก

ตารางที่ 4.12 ค่าความสว่างและสีของกระดาษเคลือบอิมัลชันแล้วทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง กระดาษเคลือบอิมัลชันที่ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้องแล้วรีดด้วยความร้อน และกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบ

Sample	Conditions	HLB	Color		
			L* (lightness)	a* (green-red)	b* (blue-yellow)
uncoated paper	-	-	91.83±0.02	1.13±0.02	-3.82±0.07
shellac wax SLNs coated paper	air dried at 27±2°C	12.9	91.94±0.08	0.61±0.03	-2.24±0.18
		15.0	91.83±0.02	0.97±0.01	-3.29±0.03
		17.8	91.85±0.04	0.93±0.00	-3.79±0.02
	air dried at 27±2°C then heat pressed at 80°C	12.9	90.24±0.07	1.03±0.01	-3.86±0.08
		15.0	90.09±0.06	1.03±0.03	-3.78±0.09
		17.8	90.77±0.09	1.27±0.00	-4.04±0.02
carnauba wax SLNs coated paper	air dried at 27±2°C	15.0	91.71±0.05	0.6±0.08	-2.59±0.25
	air dried at 27±2°C then heat pressed at 80°C	15.0	90.18±0.09	1.11±0.02	-3.84±0.06



รูปที่ 4.24 สีต่างๆตามตำแหน่งแกน L^* , a^* , b^* โดยกรอบสีเหลี่ยมสีขาวแสดงขอบเขตสีของกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบ (Commision International de l'Eclairage (CIE))

จำนวนครั้งของการเคลือบอิมัลชัน มีผลต่อน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่และค่าความหนาแน่นชั้นเคลือบ งานวิจัยนี้มีการศึกษาน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่และความหนาแน่นของชั้นเคลือบจากการเคลือบอิมัลชัน 1 ครั้ง 2 ครั้ง และ 3 ครั้งบนกระดาษด้านเดียวกัน และการเคลือบลงบนกระดาษทั้ง 2 ด้านละ 1 ครั้ง น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่คำนวณจากน้ำหนักของกระดาษเคลือบอิมัลชันเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบที่มีพื้นที่เท่ากัน ความหนาแน่นชั้นเคลือบคำนวณจากน้ำหนักเคลือบ พื้นที่ และความหนาของกระดาษเคลือบอิมัลชันเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ (สมการที่ 3.13) ตารางที่ 4.13 แสดงน้ำหนักแห้งของสารเคลือบต่อพื้นที่ และความหนาแน่นชั้นเคลือบของกระดาษที่ถูกเคลือบด้วยจำนวนครั้งต่างๆ กัน

ตารางที่ 4.13 น้ำหนักแห้งของสารเคลือบต่อพื้นที่และความหนาแน่นจากการเคลือบอิมัลชัน 1 ครั้ง 2 ครั้ง และ 3 ครั้งบนกระดาษด้านเดียวกัน และการเคลือบลงบนกระดาษทั้ง 2 ด้าน ด้านละ 1 ครั้ง

Sample	Coated	Thickness (μm)	Coated weight per area (g/m^2)	Density (kg/m^3)
Uncoated paper	-	110	-	-
Shellac wax SLNs HLB 15 coated paper	1	120	7.3	73.3
	2	125	12.4	82.8
	3	130	16.8	84.2
	Both side	125	15.5	103.3
Carnauba wax SLNs HLB 15 coated paper	1	120	7.1	70.8
	2	124	12.2	87.5
	3	125	16.7	111.1
	Both side	123	15.4	118.6

ตารางที่ 4.13 แสดงให้เห็นว่าน้ำหนักแห้งของสารเคลือบต่อพื้นที่และความหนาแน่นชั้นเคลือบของกระดาษเคลือบด้านเดียวแปรผันตรงกับจำนวนครั้งของการเคลือบ กระดาษเคลือบทั้ง 2 ด้านมีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่และความหนาแน่นชั้นเคลือบมากกว่ากระดาษที่เคลือบเพียงด้านเดียว 1 ครั้ง และ 2 ครั้ง แต่น้อยกว่ากระดาษที่เคลือบเพียงด้านเดียว 3 ครั้ง

4.5.2) ความสามารถในการต้านทานการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษเคลือบ

ผลของอุณหภูมิที่ใช้รีดกระดาษเคลือบที่มีต่อความต้านทานไอน้ำศึกษาจากค่าการซึมผ่านไอน้ำ (Water vapor permeability, WVP) ทดสอบโดยวัดค่าการซึมผ่านไอน้ำของของกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูล์กร์กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ 7.3 กรัม/ตารางเมตร (ความหนาชั้นเคลือบประมาณ 10 ไมโครเมตร) ที่ถูกทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) ถูกรีดที่อุณหภูมิ 60 และ 80 องศาเซลเซียส เทียบกับกระดาษที่ไม่ผ่าน

การเคลือบอิมัลชัน ค่าการซึมผ่านไอน้ำทดสอบด้วยเครื่องวัดการซึมผ่านของไอน้ำ Permatran-W[®] model 398, Mocon ตามมาตรฐาน ASTM E398 โดยทดสอบที่อุณหภูมิ 37.8 องศาเซลเซียส ค่าการซึมผ่านของไอน้ำของวัสดุ (WVP) สามารถคำนวณได้จากอัตราการแพร่ผ่านไอน้ำของวัสดุที่นำมาทดสอบ (WVTR) ความหนาของตัวอย่าง และความแตกต่างของดันไอที่เกิดจากความชื้นที่แตกต่างกันของตัวอย่างทั้ง 2 ฝั่ง ที่ทำให้ไอน้ำสามารถซึมผ่านตัวอย่างจากด้านหนึ่งไปยังอีกด้านหนึ่งได้ (สมการ 3.13) ผลการทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.14

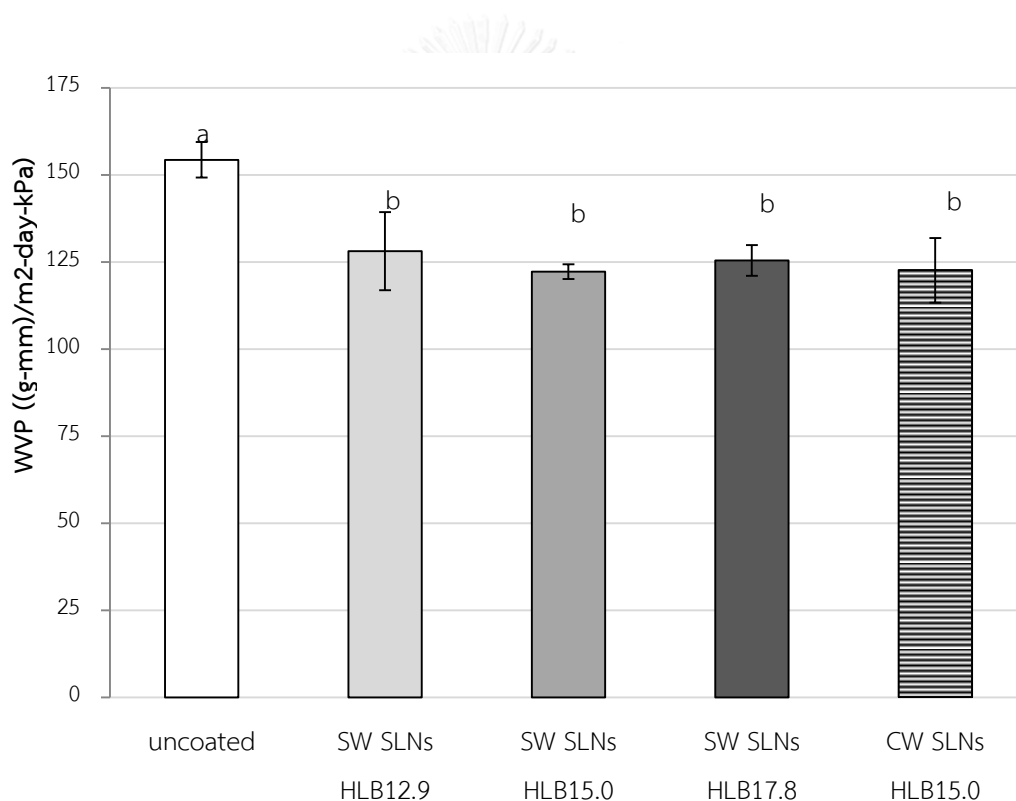
ตารางที่ 4.14 ผลของอุณหภูมิการทำแห้งที่มีต่อความต้านทานไอน้ำของกระดาษที่ผ่านการเคลือบด้วยอิมัลชันจากเซลลูล์สจากเซลลูล์ส (HLB 15.0) น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ 7.3 กรัม/ตารางเมตร เทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ

Sample	Heat pressed	WVTR g/(m ² -day)	WVP g-mm/(m ² -day-kPa)
uncoated Paper	-	3,609.1	154.3
shellac wax SLNs 10: 4: 86 HLB 15.0 coated paper	-	2,796.1	130.4
	60°C	2,755.9	128.5
	80°C	2,620.2	122.2

ผลการทดสอบพบว่ากระดาษที่ไม่เคลือบมีค่าการซึมผ่านไอน้ำเท่ากับ 154.3 g-mm/(m²-day-kPa) กระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันจากเซลลูล์สจากเซลลูล์สที่มีค่าการซึมผ่านไอน้ำที่น้อยกว่ากระดาษที่ไม่เคลือบ โดยกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูล์สจากเซลลูล์สที่รีดด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส มีค่าการไอน้ำซึมผ่านน้อยที่สุดเท่ากับ 122.2 g-mm/(m²-day-kPa) สามารถลดปริมาณไอน้ำซึมผ่านได้มีร้อยละ 20.8 เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ อุณหภูมิที่ใช้รีดสูงที่ว่าอุณหภูมิหลอมเหลวของอนุภาคแว็กซ์ อาจทำให้อนุภาคแว็กซ์หลอมละลายเคลือบบนเส้นใยกระดาษ ช่องว่างระหว่างอนุภาคจึงลดลง ทำให้โมเลกุลของน้ำแทรกเข้าไปในกระดาษได้ยากขึ้น ค่าการซึมผ่านของไอน้ำจึงลดลง (Kester และคณะ 1989, Zhang และคณะ 2014) นอกจากนี้สารลดแรงตึงผิว TWEEN[®] 80 (HLB 15.0) ยังมีความชอบน้ำลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นด้วย (Batigöc และคณะ 2011)

ดังนั้นในการทดสอบต่อจากนี้กระดาษเคลือบอิมัลชันจะถูกทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และรีดด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ก่อนนำไปทดสอบความต้านทานการซึมผ่านไอน้ำเพื่อศึกษาผลของค่า HLB ชนิดแว็กซ์ และน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ต่อไป

การศึกษาผลของค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เตรียมอิมัลชัน และชนิดของแว็กซ์ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำทำได้โดยวัดค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลเล็กแว็กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 และกระดาษเคลือบอิมัลชันจากคาร์นูบาแว็กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 เทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบอิมัลชัน ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 4.25



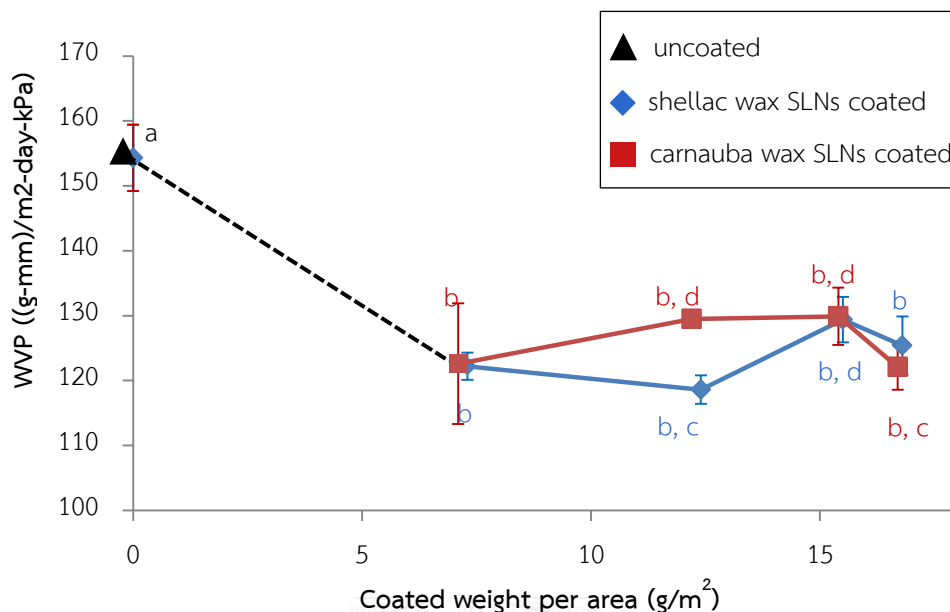
รูปที่ 4.25 ผลของชนิดแว็กซ์และค่า HLB ที่มีต่อความต้านทานไอน้ำของกระดาษที่ผ่านการเคลือบด้านเดียว จำนวน 1 ครั้ง เทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ (uncoated) เมื่อ SW SLNs คือ อิมัลชันเซลเล็กแว็กซ์ และ CW SLNs คือ อิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์ (a และ b แสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ (p-value<0.05))

ผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่ากระดาษเคลือบอิมัลชันสามารถป้องกันการซึมผ่านไอน้ำได้มากกว่ากระดาษที่ไม่เคลือบอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ โดยกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบมีค่าการซึมผ่านไอน้ำสูงกว่ากระดาษเคลือบทุกตัวอย่าง โดยมีค่าการซึมผ่านไอน้ำเท่ากับ 154.3 ± 5.1 g-mm/(m²-day-kPa)

ผลการศึกษานิตของสารลดแรงตึงผิวที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำพบว่า กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูล์กร์กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 มีค่าการซึมผ่านไอน้ำที่น้อยที่สุดคือ 122.2 ± 2.1 g-mm/(m²-day-kPa) สามารถลดปริมาณไอน้ำซึมผ่านได้ประมาณร้อยละ 20.8 เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ ในขณะที่กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูล์กร์กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 และ 17.8 สามารถลดปริมาณไอน้ำที่ซึมผ่านได้ร้อยละ 17.0 และ 18.7 ตามลำดับ การที่กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูล์กร์กซ์ที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 สามารถลดปริมาณไอน้ำได้มากที่สุดอาจเป็นผลจากการที่อนุภาคมีขนาดเล็กจึงกระจายตัวบนกระดาษได้ทั่วถึง โมเลกุลของน้ำซึมที่ผ่านได้จึงลดลง

ผลการศึกษานิตของแว็กซ์ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำพบว่า ค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูล์กร์กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 มีค่าใกล้เคียงกับกระดาษเคลือบอิมัลชันจากคาร์นูบาแว็กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 คือ 122.2 ± 2.1 และ 122.6 ± 9.3 g-mm/(m²-day-kPa) ตามลำดับ สามารถลดปริมาณไอน้ำลงได้ร้อยละ 20.8 และ 20.5 เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ

การศึกษาผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำทำได้โดยทดสอบค่าการซึมผ่านไอน้ำของตัวอย่างกระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันเซลลูล์กร์กซ์และอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์ (HLB เท่ากับ 15.0) เนื่องจากเป็นตัวอย่างที่ลดปริมาณได้น้ำซึมผ่านได้มากที่สุดจากการทดลองที่ผ่านมา โดยกระดาษเคลือบด้วยอิมัลชันเซลลูล์กร์กซ์และอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์ที่นำมาทดสอบมีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่แตกต่างกันตามตารางที่ 4.13 ผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบอิมัลชัน แสดงดังรูปที่ 4.26



รูปที่ 4.26 ผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันจากเซลแล็กแว็กซ์ และคาร์นูบาแว็กซ์ เทียบกับกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบ (a-d แสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ (p -value<0.05))

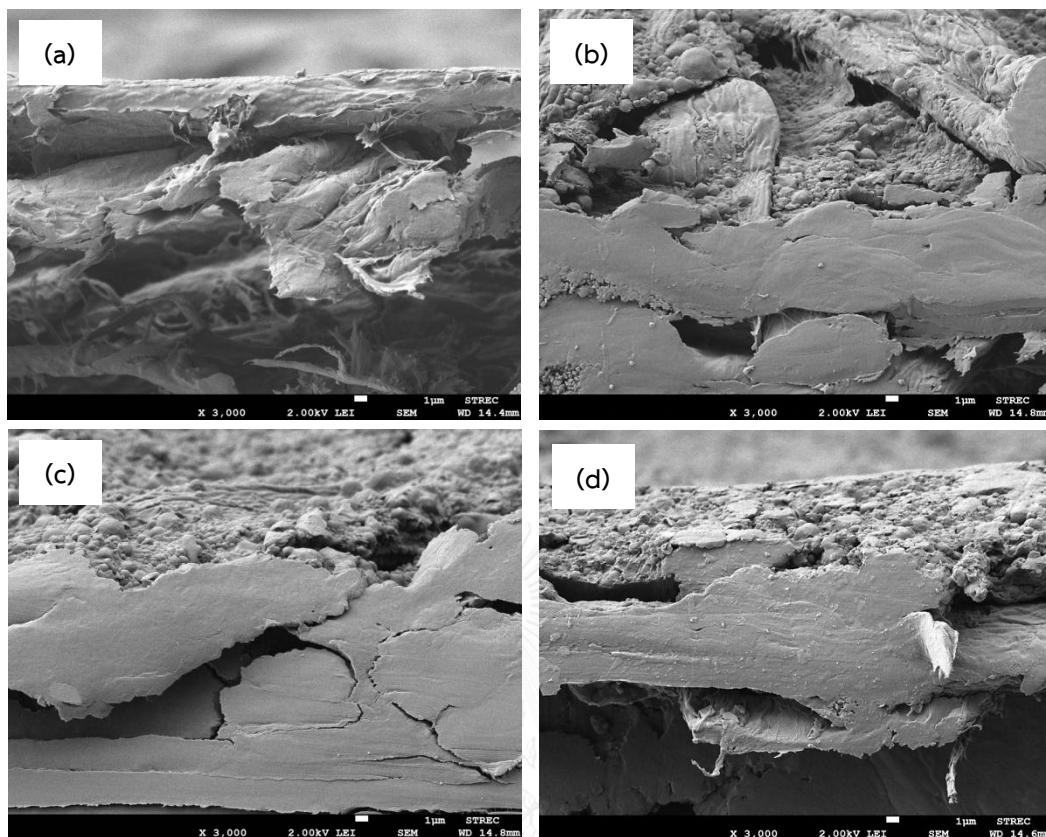
รูปที่ 4.26 แสดงให้เห็นว่ากระดาษเคลือบอิมัลชันที่เตรียมจากแว็กซ์ทั้ง 2 ชนิด มีค่าการซึมผ่านไอน้ำน้อยกว่ากระดาษที่ไม่เคลือบอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ กรณีกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์พบว่า กระดาษที่เคลือบอิมัลชันน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 12.4 กรัม/ตารางเมตร มีค่าการซึมผ่านไอน้ำน้อยที่สุดคือ 118.6 ± 2.2 g-mm/(m²-day-kPa) แต่ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์ที่มีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 7.3 และ 16.8 กรัม/ตารางเมตร ตามลำดับ) ที่มีค่าการซึมผ่านไอน้ำเท่ากับ 122.2 ± 2.1 และ 125.4 ± 4.5 g-mm/(m²-day-kPa) ตามลำดับ กรณีกระดาษเคลือบอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์พบว่า กระดาษที่เคลือบอิมัลชันน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 16.7 กรัม/ตารางเมตร มีค่าการซึมผ่านไอน้ำที่น้อยที่สุดเมื่อเทียบกับกระดาษเคลือบอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์ด้วยตัวเอง แต่ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติเมื่อเทียบกับกระดาษเคลือบอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 7.1 กรัม/ตารางเมตร โดยมีค่าการซึมผ่านไอน้ำใกล้เคียงกัน คือ 122.6 ± 9.3 และ 122.1 ± 3.5 g-mm/(m²-day-kPa) ตามลำดับ

นอกจากนี้ยังพบว่ากระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์ 2 ด้าน น้ำหนักเคลือบ 15.5 และ 15.4 กรัม/ตารางเมตร มีค่าการซึมผ่านไอน้ำเท่ากับ 129.4 ± 3.5 และ 129.9 ± 4.4

$g\text{-mm}/(\text{m}^2\text{-day-kPa})$ ซึ่งมากกว่ากระดาดเคลือบอิมัลชันเพียงด้านเดียว 1, 2 และ 3 ครั้ง การที่กระดาดเคลือบ 2 ด้านป้องกันไอน้ำซึมผ่านได้ไม่ต้อาจเกิดจากเส้นใยกระดาดดูดซับอิมัลชันไว้ทั้ง 2 ด้าน ทำให้อนุภาคแวกซ์และโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวซึมเข้าสู่โครงสร้างของเส้นใยกระดาดมากกว่ากระดาดที่เคลือบด้านเดียว อนุภาคแวกซ์ที่มากขึ้นช่วยลดการซึมผ่านไอน้ำได้ แต่โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวทำให้ความชอบน้ำของกระดาดเพิ่มขึ้น จึงอาจส่งผลให้ไอน้ำซึมผ่านได้มากขึ้น

ผลการทดสอบเคลือบกระดาดด้วยอิมัลชันจากแวกซ์ทั้ง 2 ชนิดที่มีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ต่างกันแสดงให้เห็นว่า น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่มีผลต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำแต่ไม่มีความสัมพันธ์กันอย่างชัดเจน น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่เพิ่มขึ้นอาจทำให้ค่าการซึมผ่านไอน้ำลดลงหรือเพิ่มขึ้นได้

ผลวิเคราะห์นี้ยืนยันได้จากและภาพตัดขวางของโครงสร้างพื้นฐานของกระดาดเคลือบอิมัลชันด้านเดียว 2 ครั้ง และ 3 ครั้ง ซึ่งศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (รูปที่ 4.27) ซึ่งพบว่าอนุภาคแวกซ์ส่วนใหญ่อยู่บนผิวกระดาด มีบางส่วนที่ลอดผ่านเส้นใยกระดาดได้ แต่ลงมาไม่ถึงกระดาดอีกด้าน ดังนั้นจึงมีอนุภาคแวกซ์อยู่บนผิวกระดาดเพียงด้านเดียว ขณะที่กระดาดที่เคลือบอิมัลชัน 2 ด้าน จะมีอนุภาคแวกซ์อยู่บนผิวกระดาดทั้ง 2 ด้าน น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่จึงมีค่ามากกว่ากระดาดที่เคลือบด้านเดียว โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะเกาะติดอยู่กับอนุภาคแวกซ์ ดังนั้นการที่อนุภาคแวกซ์อยู่บนกระดาดทั้ง 2 ด้าน จึงทำให้มีโมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวอยู่ทั้ง 2 ด้านเช่นกัน ซึ่งอาจทำให้เหนียวน้ำโมเลกุลของน้ำให้เข้าสู่เส้นใยกระดาดได้ง่ายขึ้น ค่าการซึมผ่านไอน้ำจึงมากขึ้นด้วย (Khwaldia 2013, Muscat และคณะ 2013)



รูปที่ 4.27 โครงสร้างสัณฐานแบบตัดขวางของกระดาศเคลือบอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์ HLB 15.0 เพียงด้านเดียว ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กำลังขยาย 3000x เมื่อ (a) คือกระดาศไม่เคลือบอิมัลชัน (b) คือกระดาศเคลือบอิมัลชัน 1 ครั้ง (c) คือกระดาศเคลือบอิมัลชัน 2 ครั้ง (d) คือกระดาศเคลือบอิมัลชัน 3 ครั้ง

กระดาศที่เคลือบด้วยอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์และคาร์บูบาแวกซ์ในงานวิจัยนี้สามารถลดปริมาณไอน้ำที่ซึมผ่านได้ตั้งแต่ร้อยละ 15.8 ถึงร้อยละ 23.1 เมื่อเทียบกับกระดาศที่ไม่เคลือบ โดยลดลงมากที่สุดเมื่อเคลือบกระดาศด้วยอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 12.4 กรัม/ตารางเมตร ค่าการซึมผ่านไอน้ำที่ลดลงเมื่อเคลือบกระดาศด้วยอิมัลชันแวกซ์ในงานวิจัยนี้มีความใกล้เคียงกับกระดาศเคลือบไฮดรอกซีพวอฟิลเมทิลเซลลูโลสที่มีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 7.0 และ 9.0 ในงานวิจัยของ Khwaldia, K. (2013) ซึ่งสามารถลดการซึมผ่านไอน้ำได้ร้อยละ 19.1 และ 18.8 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับกระดาศที่ไม่เคลือบ (Khwaldia 2013) และมีค่าใกล้เคียงกับกระดาศที่เคลือบด้วยอิมัลชันโปรตีนโซเดียมเคซีเนต (Sodium caseinate) ที่มีน้ำหนักเคลือบต่อ

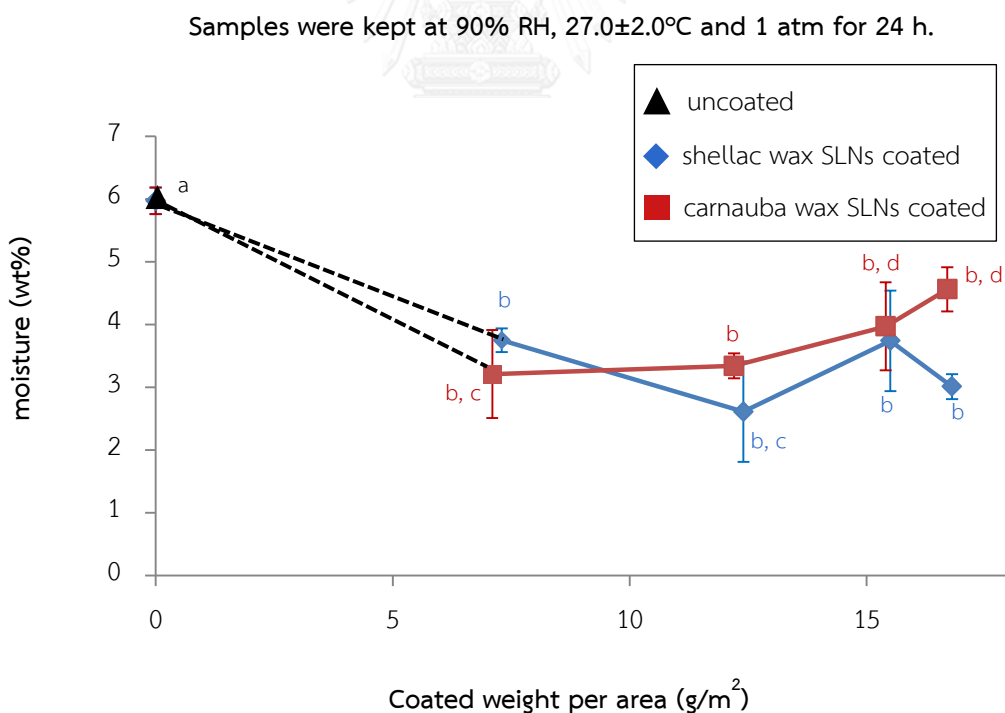
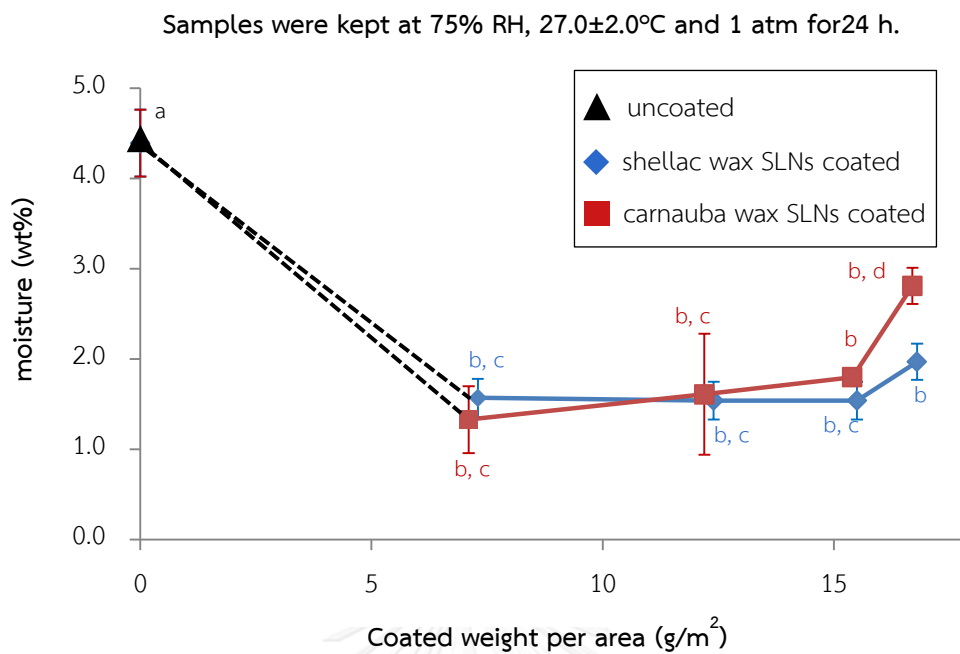
พื้นที่เท่ากับ 3.0 กรัม/ตารางเมตร ซึ่งสามารถลดปริมาณไอน้ำที่ซึมผ่านได้ร้อยละ 25.0 เมื่อเทียบกับ กระดาษที่ไม่เคลือบ

จากการศึกษาผลของอุณหภูมิ ชนิดของแว็กซ์ HLB ของสารลดแรงตึงผิว และน้ำหนักเคลือบ ต่อพื้นที่ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำของกระดาษ สามารถสรุปได้ว่ากระดาษเคลือบอิมัลชันสามารถลด การซึมผ่านไอน้ำได้อย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่ผ่านการเคลือบ เมื่อเคลือบกระดาษด้วย อิมัลชันแล้วควรทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องและรีดกระดาษด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เนื่องจาก อุณหภูมิที่หลอมละลายลงบนเส้นใยกระดาษช่วยลดการซึมผ่านของไอน้ำได้มากขึ้น อิมัลชันที่ลด การซึมผ่านไอน้ำได้มากที่สุดเมื่อเคลือบลงบนกระดาษคือคือ อิมัลชันเซลลูลาร์แว็กซ์ที่เตรียมด้วยสาร ลดแรงตึงผิว HLB 15.0 ที่มีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 12.4 กรัม/ตารางเมตร โดยมีค่าการซึมผ่าน ไอน้ำเท่ากับ 118.6 ± 2.5 g-mm/(m²-day-kPa) สามารถลดปริมาณไอน้ำที่ซึมผ่านได้ร้อยละ 23.1 เมื่อ เทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ

4.5.3) ความสามารถในการต้านทานความชื้นของของกระดาษเคลือบ

ความต้านทานความชื้นของพื้นผิวที่ผ่านการเคลือบวิเคราะห์จากปริมาณความชื้นที่ใน กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูลาร์แว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์ที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90% โดยดัดแปลงการทดสอบจากมาตรฐาน ASTM D 644-99 และวิธีของ H. Yang and Y. Deng (Yang และคณะ 2008) ค่าร้อยละของปริมาณความชื้นในวัสดุคำนวณได้จากสมการ 3.14

การศึกษาผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อปริมาณความชื้นของกระดาษเคลือบอิมัลชัน เซลลูลาร์แว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์ ทำได้โดยนำตัวอย่างกระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบอิมัลชันที่มี น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ต่างๆ กัน ดังตารางที่ 4.13 มาเก็บไว้ในที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90% ที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นชั่งน้ำหนักที่เปลี่ยนไปเทียบกับ น้ำหนักแห้งของตัวอย่าง ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 4.28



รูปที่ 4.28 ผลของความน้ำหนักชั้นเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อปริมาณความชื้นของกระดาษที่ไม่เคลือบ และเคลือบอิมัลชัน ที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90% ที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส (a-d แสดงความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ ($p\text{-value} < 0.05$))

รูปที่ 4.28 แสดงให้เห็นว่าเห็นวากระดาษที่เคลือบอิมัลชันจากเซลแล็กแวกซ์และคาร์นูบา แวกซ์มีปริมาณความชื้นที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% น้อยกว่าระดาษที่ไม่เคลือบอย่างมีนัยสำคัญ โดยระดาษที่ไม่เคลือบมีปริมาณความชื้นเท่ากับร้อยละ 4.39 ± 0.37 โดยน้ำหนัก กรณีระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์พบว่า ระดาษที่เคลือบด้วยน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 12.4 และ 15.5 กรัม/ตารางเมตร มีปริมาณความชื้นน้อยที่สุดโดยมีค่าเท่ากันคือ ร้อยละ 1.54 ± 0.21 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ แต่ปริมาณความชื้นไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับระดาษเคลือบที่มีน้ำหนักเคลือบเท่ากับ 7.3 กรัม/ตารางเมตร ซึ่งมีปริมาณความชื้นเท่ากับร้อยละ 1.57 ± 0.21 โดยน้ำหนัก กรณีระดาษเคลือบอิมัลชันคาร์นูบาแวกซ์พบว่า ระดาษเคลือบอิมัลชันคาร์นูบาแวกซ์ น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 7.1 กรัม/ตารางเมตรมีปริมาณความชื้นน้อยที่สุดคิดเป็นร้อยละโดยน้ำหนักเท่ากับ 1.33 ± 0.67 ซึ่งน้อยกว่าระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ที่สภาวะเดียวกัน

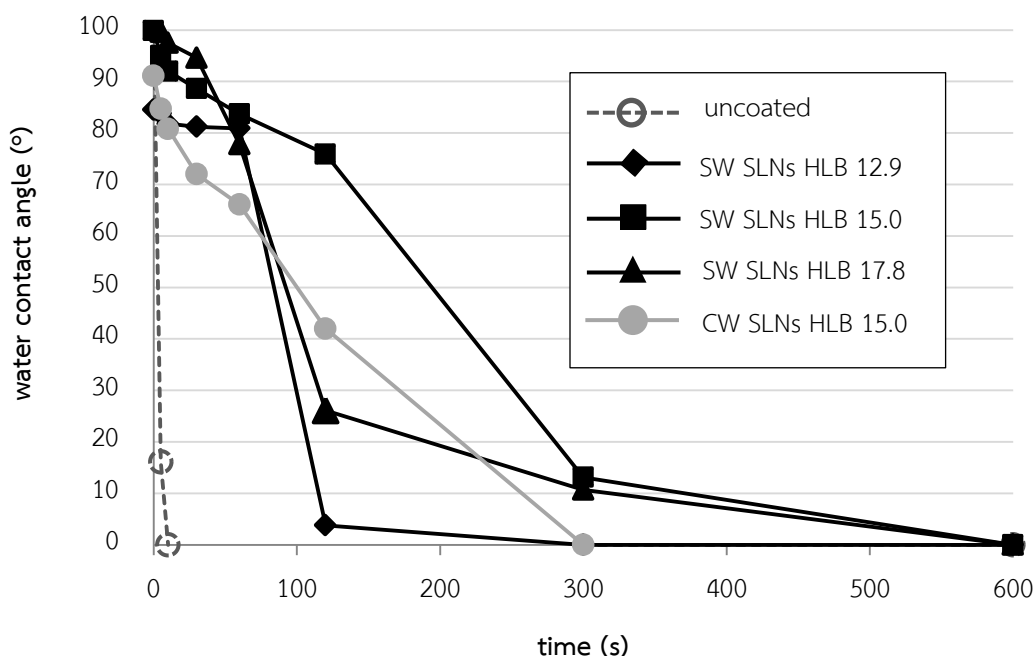
ระดาษที่เคลือบอิมัลชันจากเซลแล็กแวกซ์และคาร์นูบาแวกซ์สามารถลดปริมาณความชื้นที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 90% ได้อย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับระดาษที่ไม่เคลือบ โดยระดาษที่ไม่เคลือบมีปริมาณความชื้นเท่ากับร้อยละ 5.97 ± 0.21 โดยน้ำหนัก กรณีระดาษที่เคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ พบว่าระดาษที่เคลือบด้วยอิมัลชันน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 12.4 กรัม/ตารางเมตร มีปริมาณความชื้นน้อยที่สุดเท่ากับร้อยละ 2.61 ± 0.80 โดยน้ำหนัก กรณีระดาษเคลือบอิมัลชันคาร์นูบาแวกซ์พบว่า ระดาษที่เคลือบด้วยน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 7.1 กรัม/ตารางเมตรมีปริมาณความชื้นน้อยที่สุดเท่ากับร้อยละ 3.21 ± 0.70 โดยน้ำหนัก

จากผลการทดลองความต้านทานความชื้นของระดาษเคลือบอิมัลชันพบว่า กรณีระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ ระดาษเคลือบอิมัลชันที่มีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 12.4 กรัม/ตารางเมตร สามารถต้านทานความชื้นได้มากที่สุด โดยมีค่าความชื้นต่ำที่สุดทั้งในสภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90% กรณีระดาษเคลือบอิมัลชันคาร์นูบาแวกซ์ ระดาษเคลือบอิมัลชันที่มีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 7.1 กรัม/ตารางเมตร สามารถต้านทานความชื้นได้มากที่สุด โดยมีค่าความชื้นต่ำที่สุดทั้งในสภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90%

4.5.4) ความไม่ชอบน้ำของพื้นผิวกระดาษเคลือบ

ความไม่ชอบน้ำของพื้นผิวกระดาษเคลือบอิมัลชันและไม่เคลือบวิเคราะห์จากค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวตัวอย่างด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัสน้ำ (water contact angle analyzer) มุมสัมผัสน้ำที่มากแสดงถึงความไม่ชอบน้ำของพื้นผิว พื้นผิวที่มีมุมสัมผัสน้ำตั้งแต่ 150 องศา ขึ้นไปถือว่าเป็นมีความไม่ชอบน้ำมาก (super-hydrophobic surface) (Yang และคณะ 2008) การทดสอบมุมสัมผัสน้ำทำที่อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) และความดันปกติ ค่ามุมสัมผัสของน้ำบนพื้นผิวจะถูกวัดทันทีที่หยดน้ำลงไป บันทึกค่ามุมสัมผัสของน้ำที่เปลี่ยนไปเมื่อเวลาผ่านไป ตั้งแต่ 0 ถึง 10 นาที

ผลของชนิดแว็กซ์ และค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เตรียมอิมัลชันที่มีต่อค่ามุมสัมผัสน้ำที่เปลี่ยนไปเมื่อเทียบกับเวลาศึกษาโดยวัดค่ามุมสัมผัสน้ำของกระดาษที่เคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์ที่มีค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวเท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 และกระดาษที่เคลือบอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์ที่มีค่า HLB 15.0 ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 4.29



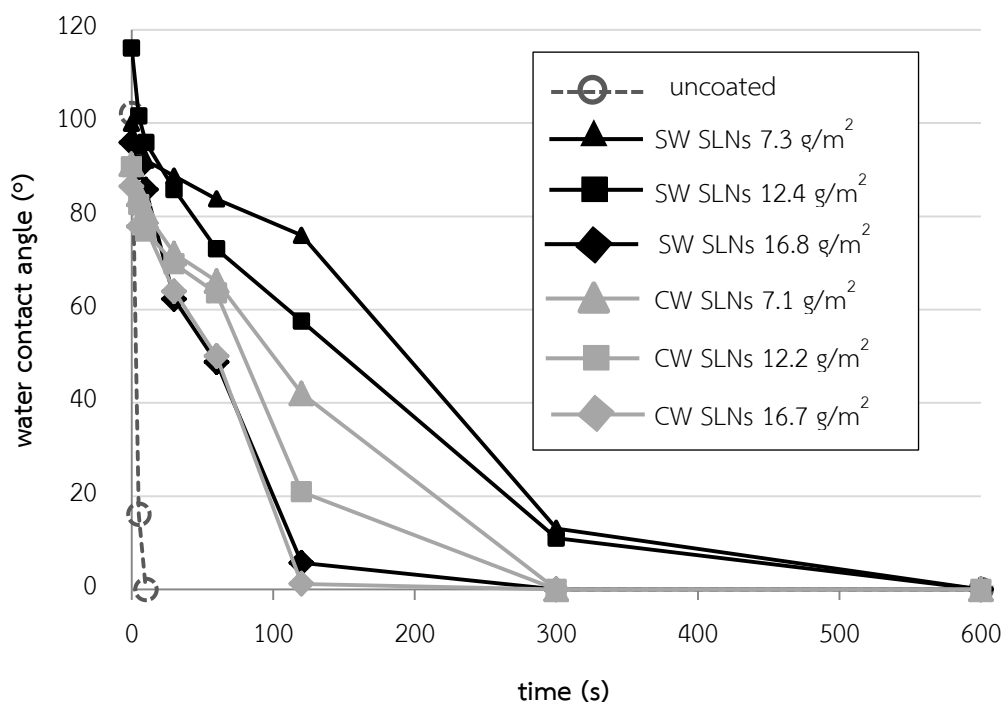
รูปที่ 4.29 ความสัมพันธ์ของค่ามุมสัมผัสน้ำที่เปลี่ยนไปเมื่อเทียบกับเวลาของกระดาษที่ไม่เคลือบและเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์ ที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.29 แสดงให้เห็นว่าเมื่อเริ่มจับเวลา (0 วินาที) กระจกตาที่ไม่เคลือบมีมัมสัมผัสน้ำเท่ากับ 102 องศา ซึ่งสูงกว่ากระจกตาที่เคลือบอิมัลชันในทุกสูตร แต่เมื่อเวลาผ่านไป 5 วินาทีพบว่ากระจกตาที่ไม่เคลือบมีค่ามัมสัมผัสน้ำลดลงเป็น 16.2 องศา เนื่องจากหยดน้ำแผ่ออกและน้ำซึมผ่านเข้าไปในเส้นใยกระจกตา เมื่อเวลาผ่านไป 10 วินาที ไม่สามารถวัดค่ามัมสัมผัสน้ำได้ เนื่องจากน้ำซึมเข้าไปในเนื้อกระจกตาจนหมด กระจกตาเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ HLB 17.8 มีมัมสัมผัสน้ำสูงสุดเมื่อเริ่มจับเวลา โดยมีค่าเท่ากับ 100.2 องศา รองลงมาคือ HLB 15.0 และ 12.9 ซึ่งมีค่าเท่ากับ 99.9 และ 84.5 องศา แต่เมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 45 วินาทีพบว่ามัมสัมผัสน้ำของกระจกตาเคลือบอิมัลชัน HLB 17.8 เริ่มมีค่าต่ำกว่า HLB 15.0 และมีค่าต่างกันมากเมื่อเวลาผ่านไป 120 วินาที (HLB 17.8 มีค่ามัมสัมผัสน้ำเท่ากับ 26.1 ส่วน HLB 15.0 มีค่ามัมสัมผัสน้ำเท่ากับ 80.9 องศา) มัมสัมผัสน้ำของทั้ง 2 HLB มีค่าลดลงเรื่อยๆจนไม่สามารถวัดค่าได้เมื่อผ่านไป 600 วินาที เนื่องจากน้ำซึมลงในกระจกตาจนหมด ในขณะที่ HLB 12.9 มีค่ามัมสัมผัสน้ำต่ำกว่า HLB อื่น คือ 3.8 องศา ที่เวลา 120 วินาที และน้ำซึมลงบนกระจกตาจนหมดเมื่อเวลาผ่านไป 300 วินาที

กระจกตาเคลือบอิมัลชันคาร์บูบาแวกซ์ HLB 15.0 มีค่ามัมสัมผัสน้ำเมื่อเริ่มจับเวลา (0 วินาที) เท่ากับ 91.1 องศา ต่ำกว่ากระจกตาเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ที่ HLB เดียวกัน 8.8 องศา จากนั้นค่ามัมสัมผัสน้ำลดลงเรื่อยๆจนไม่สามารถวัดค่าได้เมื่อเวลาผ่านไป 300 วินาที

จากการทดสอบผลของชนิดแวกซ์ และค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เตรียมอิมัลชันที่มีต่อค่ามัมสัมผัสน้ำสามารถสรุปได้ว่า กระจกตาเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ HLB 15.0 มีค่ามัมสัมผัสน้ำสูงสุดเมื่อเวลาผ่านไป ดังนั้นจึงมีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำมากที่สุดเมื่อเทียบกับกระจกตาเคลือบอิมัลชัน HLB อื่นและกระจกตาเคลือบอิมัลชันคาร์บูบาแวกซ์ นอกจากนี้ยังพบว่ากระจกตาเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ HLB 15.0 สามารถลดปริมาณน้ำซึมผ่านได้มากที่สุดเมื่อเวลาผ่านไป สอดคล้องกับผลการทดลองการซึมผ่านไอน้ำโดยสามารถลดปริมาณไอน้ำซึมผ่านได้มากที่สุด โดยจากการทดลองนี้พบว่ากระจกตาเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ HLB 15.0 สามารถป้องกันหยดน้ำซึมผ่านได้ไม่เกิน 600 วินาที หรือ 10 นาที

ผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่ามัมสัมผัสน้ำที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อเทียบกับเวลาศึกษาโดยวัดค่ามัมสัมผัสน้ำของกระจกตาที่เคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ และกระจกตาที่เคลือบอิมัลชันคาร์บูบาแวกซ์ที่มีค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวเท่ากับ 15.0 ซึ่งเคลือบลงบนกระจกตาด้วยน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่แตกต่างกัน ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 4.30



รูปที่ 4.30 ความสัมพันธ์ของค่ามุมสัมผัสที่เปลี่ยนไปเมื่อเทียบกับเวลาของกระดาษที่ไม่เคลือบและเคลือบอิมัลชันเซลลูล์สติกและคาร์บอนาเว็กซ์ ที่อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.30 พบว่า ในกรณีของกระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูล์สติกและคาร์บอนาเว็กซ์ กระดาษที่เคลือบอิมัลชันน้ำหนักร้อยเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 12.4 กรัม/ตารางเมตร มีมุมสัมผัสสูงสุดเมื่อเริ่มจับเวลา โดยมิต่ำเท่ากับ 116.0 องศา รองลงมาคือ กระดาษที่เคลือบน้ำหนักร้อยเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 7.3 และ 16.8 กรัม/ตารางเมตร ซึ่งมีค่าเท่ากับ 99.9 และ 95.8 องศา แต่เมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 30 วินาทีพบว่า มุมสัมผัสของกระดาษที่เคลือบด้วยน้ำหนักร้อยเคลือบ 12.4 กรัม/ตารางเมตร เริ่มมีค่าต่ำกว่ากระดาษที่เคลือบด้วยน้ำหนักร้อยเคลือบ 7.3 กรัม/ตารางเมตร โดยมุมสัมผัสของกระดาษเคลือบทั้ง 2 ตัวอย่างไม่สามารถวัดค่าได้เมื่อเวลาผ่านไป 600 วินาที

ในกรณีของกระดาษเคลือบอิมัลชันคาร์บอนาเว็กซ์พบว่า กระดาษที่เคลือบด้วยน้ำหนักร้อยเคลือบ 7.1 กรัม/ตารางเมตร มีค่ามุมสัมผัสเมื่อเริ่มจับเวลา (0 วินาที) สูงที่สุดเท่ากับ 91.1 องศา โดยกระดาษที่เคลือบด้วยน้ำหนักร้อยเคลือบ 12.2 และ 16.7 กรัม/ตารางเมตร มีมุมสัมผัสเท่ากับ 90.6 และ 86.4 องศา ตามลำดับ ตัวอย่างกระดาษที่เคลือบอิมัลชันคาร์บอนาเว็กซ์ทั้งหมดไม่สามารถวัดค่ามุมสัมผัสได้เมื่อเวลาผ่านไป 300 วินาที เนื่องจากน้ำซึมลงจนกระดาษจนหมด

จากการทดสอบผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่ามัมส์น้ำที่เปลี่ยนไปเมื่อเทียบกับเวลาสามารถสรุปได้ว่า กระจาดเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ที่มีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 7.3 กรัม/ตารางเมตร มีค่ามัมส์น้ำสูงที่สุดเมื่อเวลาผ่านไป ดังนั้นจึงมีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำมากที่สุด แต่มัมส์น้ำที่ได้ไม่เกิน 150 องศา ดังนั้นกระจาดเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์จึงยังไม่เป็นกระจาดที่มีความไม่ชอบน้ำสูง เพียงแต่มีความไม่ชอบน้ำมากกว่ากระจาดที่ไม่เคลือบ และสามารถกันหยดน้ำซึมผ่านได้ระยะเวลาหนึ่ง คือ ไม่เกิน 10 นาที

จากการทดลองศึกษาความไม่ชอบน้ำของตัวอย่างพบว่า ผลของค่า HLB และชนิดของแวกซ์ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำ ปริมาณความชื้น และมัมส์น้ำของกระจาดเคลือบอิมัลชันค่อนข้างสอดคล้องกัน กระจาดเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ HLB 15.0 มีคุณสมบัติต้านทานไอน้ำ ความชื้น และมีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำมากกว่าอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ HLB อื่น และมากกว่ากระจาดเคลือบอิมัลชันคาร์บูบาแวกซ์ที่ HLB เดียวกัน แต่ไม่แตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

ผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำ ปริมาณความชื้นสะสม และมัมส์น้ำกระจาดเคลือบอิมัลชันพบว่า กระจาดเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์น้ำหนักเคลือบ 12.4 กรัม/ตารางเมตร สามารถต้านทานการซึมผ่านไอน้ำและความชื้นที่สภาวะชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90% ได้มากที่สุด โดยมีค่าใกล้เคียงกับกระจาดเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์น้ำหนักเคลือบ 7.3 กรัม/ตารางเมตร แต่มีค่ามัมส์น้ำที่ต่ำกว่าเมื่อเวลาผ่านไป

จากผลการทดลองทั้งหมดแสดงให้เห็นว่าการเคลือบอิมัลชันแวกซ์สามารถเพิ่มความไม่ชอบน้ำให้กับกระจาดได้ โดยกระจาดเคลือบอิมัลชันสามารถต้านทานไอน้ำ ความชื้น และทำให้พื้นผิวกระจาดมีความไม่ชอบน้ำได้มากขึ้นอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติเมื่อเทียบกับกระจาดที่ไม่เคลือบ ความต้านทานไอน้ำของกระจาดเคลือบอิมัลชันเพิ่มมากขึ้นเมื่อผ่านการรีดด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เนื่องจากอนุภาคแวกซ์หลอมละลายเคลือบลงบนเส้นใยกระจาดทำให้โมเลกุลของน้ำสัมผัสกระจาดได้น้อยลง โดยที่สีของกระจาดเคลือบอิมัลชันแวกซ์ไม่มีความแตกต่างจากกระจาดที่ไม่ผ่านการเคลือบอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ

กระจาดเคลือบอิมัลชันที่มีค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิว ชนิดของแวกซ์ และน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่แตกต่างกันไม่ส่งผลต่อความสามารถในการต้านทานไอน้ำ ความชื้น และพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำอย่างมีนัยสำคัญทางสถิติ แต่เมื่อพิจารณาความสามารถในการต้านทานไอน้ำ ความชื้น และพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำที่วิเคราะห์ได้พบว่า กระจาดเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำมากที่สุดคือกระจาดที่เคลือบด้วย

อิมัลชันเซลแล็กแวกซ์ HLB 15.0 ด้านเดียว 2 ครั้ง ที่มีน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เท่ากับ 12.4 กรัม/ตารางเมตร

4.5.5) ความสามารถในการต้านทานการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของกระดาษเคลือบ

การซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของกระดาษเคลือบและไม่เคลือบทดสอบด้วยเครื่องวัดการซึมผ่านออกซิเจน OX-TRAN® Model 2/21 Series Mocon, USA การซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนเกิดจาก 3 ขั้นตอนคือ แก๊สออกซิเจนละลายบนผิวภายนอกของวัสดุ จากนั้นจึงเข้าสู่ภายในวัสดุ และแพร่ออกมาจากวัสดุ (Larsen และคณะ 2000)

จากการทดสอบพบว่ากระดาษที่เคลือบและไม่เคลือบอิมัลชันทุกตัวอย่างมีปริมาณแก๊สออกซิเจนซึมผ่านมากเกินกว่าค่าที่สามารถวัดได้ (มากกว่า $155,000 \text{ cc/m}^2 \cdot \text{day}$) ซึ่งอาจเกิดจากโครงสร้างของวัสดุที่นำมาทดสอบเคลือบในงานวิจัยนี้ กระดาษมีช่องว่างระหว่างการเรียงตัวของเส้นใยที่ใหญ่กว่าโมเลกุลของออกซิเจนมาก การเคลือบอิมัลชันแวกซ์ไม่สามารถลดช่องว่างระหว่างเส้นใยได้มากพอ แก๊สออกซิเจนจึงสามารถซึมผ่านตัวอย่างได้ การแก้ไขปัญหานี้อาจทำได้โดยเพิ่มน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่เพื่อให้อนุภาคแวกซ์มีมากพอที่จะลดช่องว่างเส้นใยกระดาษ หรือใส่องค์ประกอบที่สามารถป้องกันการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนได้ เช่น โพรตีน หรือ พอลิแซคคาไรด์ เนื่องจากองค์ประกอบเหล่านี้มีพันธะไฮโดรเจนในโครงสร้างโมเลกุลที่ช่วยลดการซึมผ่านของแก๊ส แต่การใส่องค์ประกอบเหล่านี้ อาจทำให้ความสามารถในการต้านทานไอน้ำลดลงเนื่องจากโมเลกุลน้ำสามารถแทรกเข้าไปในพันธะไฮโดรเจนและทำให้เกิดการซึมผ่านได้ (Han และคณะ 2005) การศึกษาผลของอิมัลชันแวกซ์ที่มีต่อการซึมผ่านแก๊สออกซิเจน อาจต้องเปลี่ยนวัสดุที่นำมาเคลือบเป็นพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างที่หนาแน่นกว่ากระดาษเพื่อให้สามารถวัดค่าการซึมผ่านออกซิเจนได้ เช่น พอลิเอทิลีน หรือ พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต เป็นต้น

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การทำความสะอาดเซลล์แก๊สจากโรงงานด้วยการต้มและปั่นกวนในสารละลายต่าง สารละลายกรด และน้ำ สามารถกำจัดฝุ่นผงที่เจือปนอยู่ในแก๊สได้ แต่ทำให้กรดไขมันอิสระของ แก๊สบางส่วนถูกสะaponนิฟายด้วยต่าง แก๊สที่ผ่านการทำความสะอาดมีปริมาณเถ้าร้อยละ 0.05 โดยน้ำหนัก และมีค่าความเป็นกรด 4.9 มิลลิกรัมโพแทสเซียม/กรัมแก๊ส

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบพีคการหลอมเหลวของเซลล์แก๊ส ก่อนและหลังทำความสะอาดจำนวน 2 พีค ซึ่งคาดว่าเกิดจากการหลอมเหลวขององค์ประกอบเอ สเตอร์ 2 กลุ่มในเซลล์แก๊ส โดยมีจุดหลอมเหลวเท่ากับ 68.4 และ 82.6 องศาเซลเซียส ตามลำดับ อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วและจุดหลอมเหลวของแก๊สหลังทำความสะอาดลดลง เล็กน้อยเมื่อเทียบกับแก๊สก่อนทำความสะอาด อาจเป็นผลจากสัดส่วนของกรดไขมันอิสระและเอ สเตอร์ที่เปลี่ยนแปลง สิ่งเจือปนถูกกำจัดออก หรือโครงสร้างโมเลกุลของแก๊สมีการเปลี่ยนแปลง ระหว่างกระบวนการทำความสะอาด เซลล์แก๊สในงานวิจัยนี้มีความเป็นผลึกสูงกว่าคาร์บูบาแก๊ส เกรดการค้าจากบริษัท Kahl GmbH & Co. KG ประเทศเยอรมนี เนื่องจากมีค่าเอนทัลปีของการ หลอมเหลวสูงกว่า แสดงถึงการใช้ความร้อนที่มากกว่าในการทำลายการจัดเรียงตัวของอะตอมใน โครงสร้างผลึก เซลล์แก๊สหลังทำความสะอาดตกผลึกได้เร็วกว่าแก๊สก่อนทำความสะอาดเล็กน้อย อาจเป็นผลมาจากโครงสร้างที่เป็นระเบียบมากขึ้น หรือสิ่งเจือปนซึ่งขัดขวางการตกผลึกถูกกำจัดออก

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของแก๊สด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่า เซลล์แก๊สและคาร์บูบาแก๊สมีมุมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ใกล้เคียงกัน และตรงกับมุมการ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแก๊สหรือไขมันจากธรรมชาติทั่วไป เซลล์แก๊สและคาร์บูบาแก๊สมีการ จัดเรียงตัวของโมเลกุลหรืออะตอมของในระนาบแรงเงาของมิลเลอร์แบบ (110) และ (200) ตามลำดับ บ่งบอกถึงโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก จากการวิเคราะห์พื้นที่ใต้พีคการเลี้ยวเบนรังสีพบว่า เซลล์แก๊สมีความเป็นผลึกสูงกว่าคาร์บูบาแก๊ส สอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิค DSC

การศึกษาลักษณะของผสมเซลล์แก๊ส สารลดแรงตึงผิว และน้ำ ที่อัตราส่วนองค์ประกอบ ต่างๆ โดยแบ่งประเภทของผสมจากการสังเกตหรือวัดขนาดอนุภาคและบันทึกผลลงบนแผนภาพวู

ภาคแบบ 3 องค์ประกอบพบว่า ของผสมที่เตรียมด้วยเครื่อง vortex mixer มีลักษณะเป็นอิมัลชัน และไมโครอิมัลชันเมื่อประกอบด้วยน้ำร้อยละ 65 โดยน้ำหนักขึ้นไป สารลดแรงตึงผิวที่มีความชอบน้ำต่ำ คือมีค่า HLB ต่ำกว่า 8.6 ทำให้ของผสมเกิดการแยกวัฏภาค สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 สามารถผลิตไมโครอิมัลชันได้ โดยพื้นที่ไมโครอิมัลชันในแผนภาพวัฏภาคเพิ่มมากขึ้นเมื่อค่า HLB เพิ่มขึ้น แต่เมื่อค่า HLB เพิ่มขึ้นเป็น 20.6 พบว่าอิมัลชันเกิดฟองมากระหว่างการเตรียม ซึ่งอาจมีผลเสียต่อการเตรียมอิมัลชันในระดับอุตสาหกรรม

อัตราส่วนองค์ประกอบที่ทำให้เกิดไมโครอิมัลชันและอิมัลชันถูกเตรียมอีกครั้งด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูงเนื่องจากเป็นวิธีที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรม โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 ในการเตรียมอิมัลชัน จากการสังเกตลักษณะของผสมพบว่า ไม่มีของผสมอัตราส่วนใดที่เกิดเป็นไมโครอิมัลชัน ของผสมมีลักษณะเป็นอิมัลชันเมื่อประกอบด้วยน้ำร้อยละ 75 โดยน้ำหนักขึ้นไป โดยความหนืดของอิมัลชันน้อยลงเมื่อเตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีความชอบน้ำมากขึ้น จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเฉลี่ย และการกระจายตัวของขนาดพบว่า อิมัลชันทุกอัตราส่วนมีค่าการกระจายตัวของขนาดประมาณ 0.5 ถึง 0.7 และมีการกระจายตัวมากที่สุด 3 ช่วงขนาด แบ่งเป็นช่วงขนาดอนุภาคที่ไม่เกิน 200 นาโนเมตร ขนาด 200 ถึง 1000 นาโนเมตร และขนาดใหญ่กว่า 1000 นาโนเมตร

อิมัลชันที่มีอัตราส่วนเว็กซ์: สารลดแรงตึงผิว: น้ำ เท่ากับ 10: 4: 86 (สูตร 10: 4: 86) เตรียมโดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 เป็นอิมัลชันที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กที่สุดที่เตรียมได้โดยใช้สารลดแรงตึงผิวปริมาณน้อยที่สุด โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 601.4 ± 28.8 , 497.6 ± 14.5 และ 558.5 ± 5.8 นาโนเมตร ตามลำดับ อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 มีช่วงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อยที่สุด โดยมีการกระจายตัว 2 ช่วงขนาด คือขนาดเฉลี่ย 123.5 นาโนเมตร ร้อยละ 13.1 โดยปริมาตร และขนาดเฉลี่ย 554.4 นาโนเมตร ร้อยละ 86.9 โดยปริมาตร

อิมัลชันคาร์นุบาเว็กซ์สูตร 10: 4: 86 เตรียมโดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเล็กกว่าอิมัลชันเซลเล็กเว็กซ์ที่เตรียมในสภาวะเดียวกัน โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 390.2 ± 19.4 นาโนเมตร มีการกระจายตัว 2 ช่วงขนาด คือขนาดเฉลี่ย 93.2 นาโนเมตร ร้อยละ 30.1 โดยปริมาตร และขนาดเฉลี่ย 433.6 นาโนเมตร ร้อยละ 69.9 โดยปริมาตร

อิมัลชันเซลแล็กเว็กซ์มีค่าศักย์เซต้าเป็นลบในทุกๆสูตรเนื่องจากพื้นผิวอนุภาคเว็กซ์มีความเป็นกรดมากกว่าวัฏภาคกลาง อิมัลชันสูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 15.0 และ 17.8 มีค่าศักย์เซต้าเท่ากับ -24.4 ± 0.4 -22.7 ± 0.5 และ -25.5 ± 0.5 มิลลิโวลต์ ตามลำดับ ต่ำกว่าค่าศักย์เซต้าของอิมัลชันที่มีความคงตัวที่ดีในทางทฤษฎีอยู่เล็กน้อย คือควรมีค่าตั้งแต่ ± 25.0 มิลลิโวลต์ขึ้นไป

โครงสร้างสัณฐานของอนุภาคเซลแล็กเว็กซ์ในอิมัลชันสูตร 10: 4: 86 ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าอนุภาคเว็กซ์ในสภาวะแห้งมีรูปร่างที่หลากหลาย อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9 และ 15.0 มีอนุภาครูปร่างทรงกลมมากกว่าอิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 17.8 อนุภาคในสภาวะแห้งที่ได้จากการถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมีขนาดใหญ่กว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่วัดได้ แต่มีแนวโน้มของขนาดที่สอดคล้องกัน โดยอนุภาคเซลแล็กเว็กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 มีขนาดเล็กที่สุดเมื่อเทียบกับ HLB อื่น แต่มีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคคาร์บูบาเว็กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากัน

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของอนุภาคนาโนไขมันแข็งด้วยเทคนิค DSC พบว่าอิมัลชันเซลแล็กเว็กซ์มีพีคการหลอมเหลว 1 พีค ที่อยู่ในช่วงอุณหภูมิหลอมเหลวของเซลแล็กเว็กซ์วัตดูติบ คือ 60.0 ถึง 93.0 องศาเซลเซียส อุณหภูมิหลอมเหลวของอิมัลชันลดลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับเว็กซ์ตั้งต้น โดยลดลงเมื่อค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เพิ่มมากขึ้น เอนทาลปีการหลอมเหลวของอิมัลชันมีค่าน้อยกว่าเว็กซ์ตั้งต้น เนื่องจากอิมัลชันมีองค์ประกอบเว็กซ์เพียงร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ค่าเอนทาลปีหลอมเหลวของอิมัลชันลดลงเมื่อค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวเพิ่มมากขึ้น แสดงให้เห็นว่าอนุภาคเว็กซ์มีความเป็นผลึกลดลงเมื่อสารลดแรงตึงผิวที่ใช้มีความชอบน้ำมากขึ้น สมบัติทางอุณหภูมิต่างกันของอนุภาคเว็กซ์และเว็กซ์วัตดูติบเป็นผลมาจากสัณฐานของอนุภาคนาโนไขมันแข็งขนาดอนุภาคที่เล็กลง พื้นที่ผิวที่เพิ่มมากขึ้น และผลของสารลดแรงตึงผิวที่อยู่ในอิมัลชัน

การศึกษาโครงสร้างผลึกของอนุภาคไขมันแข็งในอิมัลชันด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่า อนุภาคไขมันแข็งมีโครงสร้างผลึกแบบออร์ธอโรมบิกเช่นเดียวกันกับเว็กซ์วัตดูติบ แต่มีความเป็นผลึกน้อยกว่า โดยค่าความเป็นผลึกของอนุภาคไขมันแข็งลดลงเมื่อสารลดแรงตึงผิวที่ใช้มีความชอบน้ำมากขึ้น ความเป็นผลึกและขนาดผลึกของอนุภาคนาโนไขมันแข็งมีค่าลดลงเมื่อถูกเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 สัปดาห์ แต่มีโครงสร้างผลึกแบบออร์ธอโรมบิกเช่นเดิม

การศึกษาความคงตัวของอิมัลชันที่สภาวะต่างๆพบว่า อิมัลชันที่เตรียมจากสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 มีขนาดอนุภาคเล็กที่สุดเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 8 สัปดาห์ โดยมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 659.9 ± 13.9 นาโนเมตร ในสัปดาห์ที่ 8 มี สีและปริมาตรของอิมัลชันทุกตัวอย่างไม่มีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเก็บรักษาที่อุณหภูมิ 4.0 องศาเซลเซียส อุณหภูมิห้อง (27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส) และ 45.0 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 สัปดาห์ แต่พบว่าอุณหภูมิการเก็บรักษาที่สูงขึ้นทำให้อิมัลชันมีปริมาณชั้นครีมมากขึ้น อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0 มีความคงตัวมากที่สุดเนื่องจากเกิดปริมาณชั้นครีมน้อยที่สุด ชั้นครีมเกิดจากปรากฏการณ์การรวมตัวแบบผันกลับได้เนื่องจากอิมัลชันทุกตัวอย่างสามารถกลับมาเป็นเนื้อเดียวกันได้เมื่อให้แรงเขย่า อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0 และ 17.8 มีความคงตัวในสภาวะเยือกแข็งและละลายใกล้เคียงกัน โดยมีค่าความหนืดเท่ากันประมาณ 1.9 เซ็นติพอยท์ เมื่อผ่านทำให้เยือกแข็งและละลายจำนวน 7 ครั้ง อิมัลชันที่มีความคงตัวต่อแรงปั่นเหวี่ยงที่สุดคืออิมัลชันที่เตรียมโดยใช้สารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 17.8 มี เนื่องจากมีปริมาณชั้นครีมที่ตกตะกอนหลังการปั่นเหวี่ยงน้อยที่สุด

การศึกษาลักษณะทางกายภาพของกระดาศเคลือบอิมัลชันแว็กซ์สูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 12.9, 15.0 และ 17.8 ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวัดสีพบว่า รูปร่างและขนาดอนุภาคบนกระดาศเคลือบอิมัลชันแต่ละ HLB สอดคล้องกับรูปร่างและขนาดอนุภาคในอิมัลชันของเซลล์แก้วแว็กซ์ อนุภาคแว็กซ์สามารถกระจายตัวบนกระดาศได้ แต่ชั้นเคลือบอิมัลชันบนพื้นผิวกระดาศมีรอยแตกซึ่งอาจทำให้โมเลกุลของน้ำและออกซิเจนซึมผ่านได้ง่าย เมื่อนำกระดาศเคลือบมาวัดด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคแว็กซ์ทั้งหมดหลอมละลายเคลือบลงบนเส้นใยกระดาศโดยมีสัณฐานคล้ายกับกระดาศที่ไม่ผ่านการเคลือบ โดยการเคลือบกระดาศด้วยอิมัลชันไม่ทำให้กระดาศมีสีที่แตกต่างจากก่อนเคลือบมากนัก

การศึกษาผลของอุณหภูมิการรีดที่มีต่อความต้านทานไอน้ำของกระดาศที่ผ่านการเคลือบพบว่า กระดาศเคลือบอิมัลชันที่รีดด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ลดปริมาณไอน้ำซึมผ่านได้มากกว่ากระดาศเคลือบที่ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง และกระดาศเคลือบที่รีดที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส โดยมีค่าการซึมผ่านไอน้ำเท่ากับ 122.2 ± 2.1 g-mm/(m²-day-kPa) สามารถลดปริมาณไอน้ำซึมผ่านได้ร้อยละ 20.8 เมื่อเทียบกับกระดาศที่ไม่เคลือบ

การศึกษาผลของค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้เตรียมอิมัลชัน และชนิดของแว็กซ์ ที่มีต่อความต้านทานไอน้ำพบว่า กระดาศที่เคลือบอิมัลชันเซลล์แก้วแว็กซ์ HLB 15.0 มีค่าการซึมผ่านไอน้ำ

ต่ำที่สุด เท่ากับ 122.2 ± 2.1 g-mm/(m²-day-kPa) ซึ่งอาจเป็นผลจากการที่อนุภาคมีขนาดเล็กกว่า อิมัลชันที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 12.9 และ 17.8 จึงสามารถกระจายตัวบนกระดาษ ได้ทั่วถึงมากกว่าทำให้โมเลกุลของน้ำซึมผ่านได้น้อยลง โดยค่าการซึมผ่านไอน้ำที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับ กระดาษเคลือบอิมัลชันจากคาร์นูบาแว็กซ์ HLB 15.0 ซึ่งมีค่าการซึมผ่านไอน้ำ เท่ากับ 122.6 ± 9.3 g-mm/(m²-day-kPa)

การศึกษาผลของน้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำพบว่า น้ำหนักเคลือบต่อพื้นที่ที่มีผลต่อค่าการซึมผ่านไอน้ำแต่ไม่มีความสัมพันธ์กันอย่างชัดเจน กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็ก แวกซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึงผิว HLB เท่ากับ 15.0 น้ำหนักเคลือบ 12.4 กรัม/ตารางเมตร มีค่า การซึมผ่านไอน้ำที่ต่ำที่สุดเท่ากับ 118.6 ± 2.2 g-mm/(m²-day-kPa) สามารถลดปริมาณไอน้ำซึมผ่าน ได้ร้อยละ 23.1 เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ

ความต้านทานความชื้นของพื้นผิวที่ผ่านการเคลือบวิเคราะห์จากปริมาณความชื้นในกระดาษ เคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์และคาร์นูบาแว็กซ์ ที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90% ที่ อุณหภูมิ 27.0 ± 2.0 องศาเซลเซียส พบว่า กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์น้ำหนักเคลือบต่อ พื้นที่ 12.4 กรัม/ตารางเมตรสามารถต้านทานความชื้นสะสมได้มากที่สุดโดยมีค่าความชื้นสะสมที่ต่ำ ที่สุดทั้งในสภาวะความชื้นสัมพัทธ์ 75% และ 90%

การศึกษาผลของค่า HLB ของสารลดแรงตึงผิว และชนิดของแว็กซ์ที่มีต่อคุณสมบัติของน้ำพบว่า กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์ HLB 15.0 มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำมากที่สุด เนื่องจากมีค่ามุม สัมผัสน้ำสูงที่สุดเมื่อเวลาผ่านไป เมื่อเทียบกับกระดาษเคลือบอิมัลชัน HLB อื่นและกระดาษเคลือบ อิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์ การศึกษาผลของน้ำหนักเคลือบที่มีต่อคุณสมบัติของน้ำพบว่า กระดาษเคลือบ อิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์ น้ำหนักต่อพื้นที่ 7.3 กรัม/ตารางเมตร มีพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำมากที่สุดเนื่องจากมี ค่ามุมสัมผัสน้ำสูงที่สุดเมื่อเวลาผ่านไป แต่มุมสัมผัสน้ำที่ได้ไม่เกิน 150 องศา กระดาษเคลือบอิมัลชัน เซลแล็กแว็กซ์ในงานวิจัยนี้จึงยังไม่เป็นพื้นผิวที่มีความไม่ชอบน้ำสูง

ผลการทดสอบค่าการซึมผ่านไอน้ำ ปริมาณความชื้นสะสม และมุมสัมผัสน้ำของกระดาษ เคลือบอิมัลชันค่อนข้างสอดคล้องกัน กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์ที่เตรียมด้วยสารลดแรงตึง ผิว HLB เท่ากับ 15.0 มีคุณสมบัติต้านทานไอน้ำ ความชื้น และพื้นผิวที่ไม่ชอบน้ำมากกว่า HLB อื่น กระดาษเคลือบอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์น้ำหนักเคลือบ 12.4 กรัม/ตารางเมตร มีค่าการซึมผ่านไอน้ำ

และปริมาณความชื้นที่สภาวะความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 75 และ 90 น้อยที่สุด แต่มีค่ามอดสัมผัสน้ำที่ต่ำกว่ากระดาษเคลือบอิมัลชันเซลลูล์กร์กซ์น้ำหนักเคลือบ 7.3 กรัม/ตารางเมตร เมื่อเวลาผ่านไป

การศึกษาการแพร่ผ่านแก๊สของออกซิเจนพบว่า การเคลือบกระดาษด้วยอนุภาคนาโนไขมัน ซึ่งไม่มีผลต่อความสามารถในการแพร่ผ่านแก๊สออกซิเจน เนื่องจากโครงสร้างของเส้นใยกระดาษมีช่องว่างใหญ่กว่าโมเลกุลของออกซิเจนมาก

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. การทำความสะอาดแว็กซ์ควรลดความเข้มข้นของสารละลายต่างลง เพื่อลดปริมาณกรดไขมันอิสระของแว็กซ์ที่ถูกสะaponนิฟายด้วยต่าง
2. อิมัลชันที่เตรียมได้มีขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่ และไม่เกิดเป็นไมโครอิมัลชัน การใส่แอลกอฮอล์เป็นสารช่วยผสมอาจทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลงได้ เนื่องจากแว็กซ์ละลายได้ดีในแอลกอฮอล์
3. การใส่สารลดแรงตึงผิวที่มีประจุหรือกรดจำนวนเล็กน้อยอาจช่วยเพิ่มแรงผลักดันทางประจุของอนุภาคได้ ซึ่งอาจทำให้อิมัลชันมีความคงตัวมากขึ้น
4. อิมัลชันควรมีปริมาณแว็กซ์มากขึ้น และมีปริมาณสารลดแรงตึงผิวน้อยลง เพื่อให้กระดาษเคลือบอิมัลชันสามารถต้านทานการซึมผ่านไอน้ำและความชื้นได้มากขึ้น
5. การใส่องค์ประกอบโปรตีนหรือโพลีแซคคาไรด์ลงในอิมัลชันแว็กซ์อาจช่วยลดปริมาณแก๊สออกซิเจนที่ซึมผ่านกระดาษเคลือบอิมัลชันได้
6. วัสดุที่นำมาเคลือบอิมัลชันควรมีโครงสร้างพื้นฐานที่หนาแน่นมากกว่าเส้นใยกระดาษ เพื่อให้สามารถทดสอบผลของการเคลือบอิมัลชันแว็กซ์ที่มีต่อการแพร่ผ่านของแก๊สออกซิเจนได้

รายการอ้างอิง

- จันทร์ศิริ, ก. (2549). อิมัลชันทางเภสัชกรรม. นครปฐม, คณะเภสัชศาสตร์และโรงพยาบาลศิริราชพยาบาล.
- ไมตรีเวช, อ., สาริสุต, ณ., มณีโรจน์ภักดี ด., วิฑูรย์สฤกษ์ศิลป์, ว. และ แซ่ตั้ง, ก. "การพัฒนาอนุภาคนาโนและระบบนำส่ง." ภาควิชาเภสัชอุตสาหกรรม คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล. ลี้มัททวาริรดี, ส. (2547). "เซลล์เล็ก: แนวทางประยุกต์ใช้สารจากธรรมชาติที่มีอยู่ในประเทศ." วารสารมหาวิทยาลัยศิลปากร(1): 202-216.
- ศิริรัชตพงษ์, พ. และ ลลิตาภรณ์, พ. (2551). อนุภาคนาโนจากแว็กซ์ของเซลล์เล็กเพื่อการนำส่งสารสกัดจากธรรมชาติ. ปรินญานิพนธ์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.

ภาษาอังกฤษ

- Abdulkarim, M. F., G. Z. Abdullah, S. M.H.F., M. Chitneni, M. F. Yam, et al. (2011). "Study of Pseudoternary Phase Diagram Behaviour and the Effect of Several Tweens and Spans on Palm Oil Esters Characteristics." International Journal of Drug Delivery **3**: 95-100.
- Baldwin, E. A., M. O. Nisperos-Carriedo, R. D. Hagenmaier and R. A. Baker (1997). "Use of lipids in coatings for food products." Food Technology **51**: 56-64.
- Barthlott, W. and C. Neinhuis (1997). "Purity of the sacred lotus or escape from contamination in biological surfaces." Planta **202**: 1-8.
- Basson, I. and E. C. Reynhardt (1988). "An investigation of the structures and molecular dynamics of natural waxes. I. Beeswax." Journal of Physics D: Applied Physics **21**: 1421.
- Batigöç, C. and H. Akbas (2011). "Spectrophotometric determination of cloud point of Brij 35 nonionic surfactant." Fluid Phase Equilibria **303**: 91-95.
- Beck, R., S. Guterres and A. Pohlmann (2011). Nanocosmetics and Nanomedicines, Springer Science & Business Media.
- Borsinger, G. and A. Hassan (2010). wax emulsion coating application. United States patent office. **US7776928B2**.

- Brittain, H. G. and D. J. W. Grant (1999). Polymorphism in pharmaceutical solid. New York, Marcel Dekker.
- Bunjes, H., K. Westesen and M. H. J. Koch (1996). "Crystallization tendency and polymorphic transitions in triglyceride, nanoparticles." International Journal of Pharmaceutics **129**: 159-173.
- Castelli, F., N. Uccella, D. Trombetta and A. Saija (1999). "Differences between coumaric and cinnamic acids in membrane permeation as evidenced by time-dependent calorimetry." Journal of Agricultural and Food Chemistry **47**: 991-995.
- Chairat, M., D. U. and S. Rujivan (2010). "Thermodynamics of adsorption of Laccic Acid onto Chitosan and associated dye toxicity studies." Fibers and Polymers **11**(2): 205-212.
- Co, E. and A. G. Maragoni (2011). Nanotechnologies for Solubilisation and Delivery in Foods. Lancaster, Pa., DEStech Publication Inc.
- Dassanayake, L. S. K., D. R. Kodali, S. Ueno and K. Sato (2009). "Physical Properties of Rice Bran Wax in Bulk and Organogels." Journal of the American Oil Chemists' Society **86**: 1163-1173.
- Debeaufort, F., M. Martin-Polo and A. Voilley (1993). "Polarity homogeneity and structure affect water vapor permeability of model edible films." Journal of Food Science **58**: 426-434.
- Debeaufort, F., J. A. Quezada-Gallo and A. Voilley (1998). "Edible films and coatings: tomorrow's packagings: A review." Critical Reviews in Food Science **38**(4): 299-313.
- Debeaufort, F. and A. Voilley (1995). "Effect of surfactant and drying rate on barrier properties of emulsified edible films." International Journal of Food Science & Technology **30**: 183-190.
- Donhowe, I. G. and O. Fennema (1993). "Water vapour and oxygen permeability of wax films." Journal of American Oil Chemists' Society **70**(9): 867-873.
- Eccleston, G. M. (1990). "Multiple-phase oil-in-water emulsions." Journal of the Society of Cosmetic Chemists **41**: 1-22.

- Edwards, H. and M. Falk (1997). "Fourier-transform raman spectroscopic study of unsaturated and saturated waxes." Spectrochimica Acta **53**: 2685-2694.
- Ekambaram, P., A. H. Sathali and K. Priyanka (2012). "Solid lipid nanoparticles: A review." Scientific Reviews & Chemical Communications Journal **2**(1): 80-102.
- Endlein, E. and K. H. Peleikis (2011). "Natural waxes properties, compositions and applications." International Journal for Applied Science **4**: 137.
- Erbil, H. Y. and N. Muftugil (1986). "Lengthening the postharvest life of peaches by coating with hydrophobic emulsions." Journal of Food processing and preservation **10**: 269-279.
- Fernandez, P., V. Andre, J. Rieger and A. Kuhnle (2004). "Nano-emulsion formation by emulsion phase inversion." Colloids And Surfaces A-Physicochemical And Engineering Aspects **251**: 53-58.
- Freitas, C. and R. H. Muller (1999). "Correlation between long-term stability of solid lipid nanoparticles (SLN) and crystallinity of the lipid phase." European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics **47**(125-132).
- Freund, M., R. Csikos, S. Keszthelyi and G. Y. Mózes (1982). Development in Petroleum Science Amsterdam, The Netherlands Elsevier Scientific Publishing Company.
- Gaillard, Y., A. Mija, A. Burr, E. Darque-Ceretti, E. Felder, et al. (2011). "Green material composites from renewable resources: Polymorphic transitions and phase diagram of beeswax/rosin resin." Thermochimica Acta **521**: 90-97.
- Galyean, M. L. (2010). laboratory procedures in animal nutrition research, Texas Tech University.
- Gennadios, A. (2002). Protein-based films and coatings. Boca Raton, FL, CRC Press LLC.
- Griffin, W. C. (1949). "Classification of Surface Active Agents by HLB." Journal of the Society of Cosmetic Chemists **1**: 311-326 cited in The HLB system a time-saving guide to emulsifier selection, Delaware, Wilmington, ICI Americas Inc., 1980.
- Griffin, W. C. (1954). "Calculation of HLB values of Nonionic Surfactants." Journal of the Society of Cosmetic Chemists **5**: 249-256 cited in The HLB system a time-

- saving guide to emulsifier selection, Delaware, Wilmington, ICI Americas Inc., 1980.
- Hagenmaier, R. D. and P. E. Shaw (1990). "Moisture permeability of edible films made with fatty acid and (Hydroxy propyl) methylcellulose." Journal of Agricultural and Food Chemistry **38**: 1799-1803.
- Han, J. H. and A. Gennadios (2005). "Edible films and coatings: a review." Innovations in Food Packaging **239**: 262.
- Hardenburg, R. E. (1967). Wax and Related Coatings for Horticultural Products. Department of Agriculture, Washington, D.C., USDA/ARS Publ.
- Hou, D., C. Xie, K. Huang and C. Zhu (2003). "The production and characteristics of solid lipid nanoparticles (SLNs)." Biomaterials **24**: 1781-1785.
- Jenning, V., A. F. Thunemann and S. H. Gohla (2000). "Characterisation of a novel solid lipid nanoparticle carrier system based on binary mixtures of liquid and solid lipid." International Journal of Pharmaceutics **199**(167-177).
- Kalam, M. A., Y. Sultana, A. Ali, M. Aqil, A. K. Mishra, et al. (2010). "Preparation, characterization and evaluation of gatifloxacin loaded solid lipid nanoparticles as colloidal ocular drug delivery system." J. Drug Target **18**(3): 191-204.
- Kalam, M. A., Y. Sultana, A. Ali, M. Aqil, A. K. Mishra, et al. (2010). "Preparation, characterization, and evaluation of gatifloxacin loaded solid lipid nanoparticles as colloidal ocular drug delivery system." Journal of Drug Targeting **18**(3): 191-204.
- Kamper, S. L. and O. Fennema (1984). "Water vapor permeability of an edible, fatty acid, bilayer film." Journal of Food Science **49**: 1482-1485.
- Kasemwong, K., U. R. Ruktanonchai, W. Srinuanchai, T. Itthisoponkul and K. Sriroth (2011). "Effect of high-pressure microfluidization on the structure of cassava starch granule." 160-170.
- Kester, J. J. and O. Fennema (1989). "The influence of polymorphic form on oxygen and watervapor transmission through lipid films." Journal of the American Oil Chemists' Society **66**: 1147-1153.
- Kheradmandnia, S., E. Vasheghani-Farahani, M. Nosrati and F. Atyabi (2010). "Preparation and characterization of ketoprofen-loaded solid lipid

- nanoparticles made from beeswax and carnauba wax." Nanomedicine **6**(6): 753-759.
- Khwalidia, K. (2013). "Physical and mechanical properties of Hydroxypropyl methylcellulose-coated paper as affected by coating weight and coating composition." BioResources **8**(3): 3438-3452.
- Khwalidia, K., E. Arab-Tehrany and S. Desobry (2010). "Biopolymer coatings on paper packaging materials." Comprehensive reviews in food science and food safety **9**: 82-91.
- Kirk, R. E., D. F. Othmer and S. A. (2008). Food and Feed Technology. Hoboken, New Jersey, John Wiley & Sons Inc.
- Kirk, R. E., D. F. Othmer and A. Seidel (2008). Food and Feed Technology. Hoboken, New Jersey, John Wiley & Sons Inc.
- Koch, K. and H. J. Ensikat (2008). "The hydrophobic coatings of plant surfaces: Epicuticular wax crystals and their morphologies, crystallinity and molecular self-assembly." Micron **39**: 759-772.
- Kongkachuichaya, P., A. Shitangkoonb and N. Chinwongamorna (2002). "Studies on dyeing of silk yarn with lac dye: Effects of mordants and dyeing conditions." ScienceAsia **28**: 161-166.
- Krishna, G., G. C. Wood and B. B. Sheth (1998). "Improving emulsification efficacy of lecithin by formulation design I: Effect of adding a secondary surfactant." PDA Journal of Pharmaceutical Science and Technology **52**: 331-336.
- Krochta, J. M. (1997). Edible composite moisture-barrier films. National Food Processors Association Washington, DC, Blakistone, B. (Ed.).
- Krochta, J. M. and C. De Mulder-Johnston (1997). Edible and biodegradable polymer films. Chicago, IL
- Lacerda, S. P., N. N. Cerize and M. I. Re (2011). "Preparation and characterization of carnauba wax nanostructured lipid carriers containing benzophenone-3." International Journal of Cosmetic science **33**(4): 312-321.
- Larsen, H., A. Kohler and E. M. Magnus (2000). "Ambient oxygen ingress rate method: An Alternative method to Ox-Tran for measuring oxygen transmission rate of whole Packages." Packaging Technology and Science **13**: 233-241.

- Lieberman, H. A., R. M.M. and G. S. Banker (1989). Pharmaceutical Dosage Forms.
Merck, Dekker, New York
- Lucks, J. S. and R. H. Müller (1991). Medication vehicles made of solid lipid particles
(solid lipid Nanospheres SLN). **EP0605497-A1**.
- Ma, M. and R. M. Hill (2006). "Superhydrophobic surfaces." Current Opinion in Colloid
& Interface Science **11**: 193-202.
- Mahdi, E. S., M. H. Sakeena, M. F. Abdulkarim, G. Z. Abdullah, S. M. A., et al. (2011).
"Effect of surfactant and surfactant blends on pseudoternary phase diagram
behavior of newly synthesized palm kernel oil esters." Drug Design,
Development and Therapy **5**: 311-323.
- Mújika-Garai, R., C. Aguilar-García, F. Juárez-Arroyo, I. Covián-Sánchez, J. Nolla, et al.
(2007). "Stabilization of paraffin emulsions used in the manufacture of
chipboard panels by liquid crystalline phases." Journal of Dispersion Science
and Technology **28**(6): 829-836.
- Müller, R. H., K. Mader and S. Gohla (2000). "Solid lipid nanoparticles (SLN) for
controlled drug delivery - a review of the state of the art." European Journal
of Pharmaceutics and Biopharmaceutics **50**: 161-177.
- Muscat, D., A. Adhikari, S. McKnight, Q. Guo and B. Adhikari (2013). "The
physicochemical characteristics and hydrophobicity of high amylose starch-
glycerol films in the presence of three natural waxes." Journal of Food
Engineering **119**: 205-219.
- Muscat, D., Adhikari, A., McKnight, S., Guo, Q. and Adhikari, B. (2013). "The
physicochemical characteristics and hydrophobicity of high amylose starch-
glycerol films in the presence of three natural waxes." Journal of Food
Engineering **119**: 205-219.
- Neugebauer, J. M. (1990). Detergents: An overview.
- Nikolić, S., K. C.M., C. Anselmi and R. H. Müller (2011). "Skin photoprotection
improvement: Synergistic interaction between lipid nanoparticles and organic
UV filters." International Journal of Pharmaceutics **414**: 276-284.
- Nisperos-Carriedo, M. O., P. E. Shaw and E. A. Baldwin (1990). "Changes in volatile
flavor components of pineapple orange juice as influenced by the application

- of lipid and composite films." Journal of Agricultural and Food Chemistry **38**: 1382-1387.
- Pacquot, C. (1979). Standard methods for the analysis of oils, fats, and derivatives. France, Pergamon press.
- Pardeike, J., A. Hommoss and R. H. Müller (2009). "Lipid nanoparticles (SLN, NLC) in cosmetic and pharmaceutical dermal products." International Journal of Pharmaceutics **366**: 170-184.
- Parish, E. J., Y. L. Boos and S. Lin (2002). Food lipids: Chemistry, nutrition and biotechnology. New York, Marcel Dekker, Inc.
- Pe´rez-Gago, M. B. and J. W. Rhim (2014). "Edible coating and film materials: lipid bilayers and lipid emulsions."
- Pool, O. W. and J. Harwood (1940). Waxing and polishing composition. United States patent office. **US2225392**.
- Puisieux, F. and M. Seiller (1983). Agents de surface et émulsions. Lavoisier, Paris.
- Ramtoola, Z. and N. M. Clarke (1999). WO Patent 99/56.
- Ratledge, E. L. and R. E. Ware (1974). Stabilized wax emulsions. United States patent office. **US3819530**.
- Rhim, J. W., L. J. H. and H. S. I. (2006). "Water resistance and mechanical properties of biopolymer (alginate and soy protein) coated paperboards." LWT- Food Science and Technology **39**: 806-813.
- Rhim, J. W. and T. H. Shellhammer (2005). Lipid-based edible films and coatings. Elsevier, London.
- Roland, I., P. G., D. L. and E. B. (2003). "Systematic characterization of oil-in-water emulsions for formulation design." International Journal of Pharmaceutics **263**(1-2): 85-94.
- Ruktanonchai, U., S. Limpakdee, S. Meejoo, U. Sakulkhu, N. Bunyapraphatsara, et al. (2008). "The effect of cetyl palmitate crystallinity on physical properties of gamma-oryzanol encapsulated in solid lipid nanoparticles." Nanotechnology **19**: 1-10.
- Sadoqi, M., C. A. Lau-Cam and S. H. Wuc (2009). "Investigation of the micellar properties of the tocopheryl polyethylene glycol succinate surfactants TPGS

- 400 and TPGS 1000 by steady state fluorometry." Journal of Colloid and Interface Science **333**: 585-589.
- Sakulwong, K., A. Bunsiri, S. Preechanont and S. Kanokpanont (2011). "Effect of shellac coating formulations containing shellac wax or carnauba wax combined with composite plastic bags on the shelf life of rambutan cv. rongrien." Agricultural Science Journal **42**(1): 275-278.
- Salager, J. L. (2002). "Surfactants types and uses." **2**.
- Saupe, A., S. A. Wissing, A. Lenk, C. Schmidt and R. H. Muller (2005). "Solid lipid nanoparticles (SLN) and nanostructured lipid carriers (NLC)—structural investigations on two different carrier systems." Bio-Medical Materials and Engineering **15**(393-402).
- Schubert, M. A. and C. C. Muller-Goymann (2005). "Characterisation of surface-modified solid lipid nanoparticles (SLN): influence of lecithin and nonionic emulsifier." European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics **61**(1-2): 77-86.
- Sharma, B. K. (1991). Industrial Chemistry including chemical engineering. Meerut, Uttar Pradesh, India, Krishna Prakashan Media (P) Ltd.
- Shellhammer, T. H. and J. M. Krochta (1997). "Whey protein emulsion film performance as affected by lipid type and amount." Journal of Food Science **62**: 390-394.
- Shinoda, K. and H. Arai (1964). "The correlation between phase inversion temperature in emulsion and cloud point in solution of nonionic emulsifier." The Journal of Physical Chemistry **68**.
- Siekmann, B. and K. Westesen (1994). "Thermoanalysis of the recrystallization process of melt-homogenized glyceride nanoparticles." Colloids Surfaces **3**: 159-175.
- Sothornvit, R. (2009). "Effect of hydroxypropyl methylcellulose and lipid on mechanical properties and water vapor permeability of coated paper." Food Research International **42**(2): 307-311.
- Sun, T., L. Feng, X. Gao and L. Jiang (2005). "Bioinspired surfaces with special wettability." Accounts of Chemical Research **38**: 644-652.

- Tadros, T., Izquierdo, P., Esquena, J., and Solans, C. (2004). "Formation and stability of nano-emulsions." Advances in Colloid and Interface Science **108 –109**: 303–318.
- Vilasau, J., C. Solans, M. J. Gómez, J. Dabrio, R. Mújika-Garai, et al. (2011). "Influence of a mixed ionic/nonionic surfactant system and the emulsification process on the properties of paraffin emulsions." Colloids And Surfaces A-Physicochemical And Engineering Aspects **392**: 38-44.
- Villalobos-Hernández, J. R. and C. C. Müller-Goymann (2005). "Novel nanoparticulate carrier system based on carnauba wax and decyl oleate for the dispersion of inorganic sunscreens in aqueous media." European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics **60**: 113-122.
- Wang, L., Y. Ishida, H. Ohtani and S. Tsuge (1999). "Characterization of natural resin shellac by reactive pyrolysis-gas chromatography in the presence of organic alkali." Analytical Chemistry **71**: 1316-1322.
- Welin-Berger, K. and B. Bergenstahl (2000). "Inhibition of Ostwald ripening in local anesthetic emulsions by using hydrophobic excipients in the disperse phase." International Journal of Pharmaceutics **200**: 249–260.
- Wongwad, E., A. Jimtaisong, N. Saewan and P. Krisadaphong (2012). "Preparation of lake pigment from Thai lac dye." International Conference on Biomedical Engineering and Technology **34**: 73.
- Xu, Q., M. Nakajima, S. Ichikawa, N. Nakamura, P. Roy, et al. (2009). "Effects of surfactant and electrolyte concentrations on bubble formation and stabilization." Journal of Colloid and Interface Science **332**(1): 208-214.
- Yang, H. and Y. Deng (2008). "Preparation and physical properties of superhydrophobic papers." Journal of Colloid and Interface Science **325**(): 588-593.
- Yokoyama, N. and Y. Araki (1984). wax emulsion. United States patent office **US4468254**.
- Zhang, R., H. Zheng, H. Zhang, Y. Feng, K. Li, et al. (2011). "Thermal analysis of four insect waxes based on differential scanning calorimetry (DSC)." Procedia Engineering **18**: 101-106.

Zhang, W., P. Lu, L. Qian and H. Xiao (2014). "Fabrication of superhydrophobic paper surface via wax mixture coating." *Chemical Engineering Journal* **250**: 431-436.

Zhang, W., H. Xiaoa and L. Qian. (2014). "Beeswax–chitosan emulsion coated paper with enhanced water vapor barrier efficiency." *Applied Surface Science* **300**: 80-85.

เว็บไซต์

รัตนাপนนท์, น. และ พ. พิมพ์เพ็ญ. (online). "Equilibrium Relative Humidity (ERH) / ความชื้นสัมพัทธ์ในสภาวะสมดุล" Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/1903/equilibrium-relative-humidity>.

รัตนাপนนท์, น. และ พ. พิมพ์เพ็ญ. (online). "Hydrophile-lipophile balance (HLB)." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/1130/hydrophile-lipophile-balance-hlb>.

"Additional Information on Bleached Shellac: Our product process." Retrieved 20 มกราคม, 2557, from <http://www.shellacthailand.com/products.html>.

"Aleuritic acid." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Aleuritic_acid.png.

"Cerotic acid." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Cerotic_acid.png.

"CHEBI:28866 - lignoceric acid." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <http://www.ebi.ac.uk/chebi/searchId.do?chebiId=CHEBI:28866>.

"Esters are functional groups produced from the condensation of an alcohol with a carboxylic acid." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <https://www.boundless.com/chemistry/textbooks/boundless-chemistry-textbook/organic-chemistry-23/functional-group-names-properties-and-reactions-166/esters-642-7517>.

"Functional Groups." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <http://www.ck12.org/book/CK-12-Chemistry-Intermediate/section/25.3/>.

- "montan wax." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <http://www.exportersindia.com/ram-pratap-lehari-mal-pvt-ltd/>.
- "Native trees of brazil." Retrieved 22 กันยายน พ.ศ. 2558, from <http://www.viveirodemudas.com/mudas-palmeiras.html>.
- "Organic chemistry: structure of alkanes." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <http://www.sparknotes.com/chemistry/organic2/alkanes/section2.rhtml>.
- "Paraffin Wax 58/60 (Semi Refined or Full Refined)." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from http://zhenmao.en.alibaba.com/product/50331681-50370814/Paraffin_Wax_58_60_Semi_Refined_or_Full_Refined_.html.
- "Poloxamer." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from http://www.drugfuture.com/pharmacopoeia/usp32/pub/data/v32270/usp32nf27s0_m66210.html.
- "Polysorbate 80." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from https://en.wikipedia.org/wiki/Polysorbate_80.
- "Polyvinyl Alcohol Structural Formula " Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Polyvinyl_Alcohol_Structural_Formula_V1.svg.
- "Refined Shellac Wax." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <http://www.des-shellac.com/en/product-details.aspx?category=2&id=6>.
- "Span 80 Basic information." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from http://www.chemicalbook.com/ProductChemicalPropertiesCB0419567_EN.htm
- "Tolaram Overseas Corporation : shellac wax." Retrieved 17 มกราคม, พ.ศ. 2557, from <http://www.tolaramshellac.com/wax.html>.
- "Trans Fats in Cookies using SP-2560 and SLB-IL111." Retrieved 22 กันยายน, พ.ศ. 2558, from <http://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/analytical/food-beverage/trans-fat-cookies.html>.
- "waxes: shellac wax from C.E. Roeper manufacturer." Retrieved 17 มกราคม, พ.ศ. 2557, from <http://www.hellotrade.com/ce-roeper-germany/waxes-shellac-wax.html>.



ภาคผนวก ก

ค่าศักย์ゼต้า การกระจายตัวของขนาดและจำนวนประชากรของช่วงขนาด (%volume)

ตารางที่ ก ขนาดอนุภาค ร้อยละโดยปริมาตรของขนาด และค่าศักย์ゼต้าของอิมัลชันเซลเล็กแวกซ์

wax:sur:DI	HLB	<200 nm		200-1000 nm		>1000 nm		Zeta Potential (mV)
		mean size	% vol.	mean size	% vol.	mean size	% vol.	
6: 4: 90	12.9	126.8	7.0	598.8	93.0	-	-	-31.1±0.7
	15	45.2	19.0	478.8	81.0	-	-	-23.5±0.2
	17.8	109.5	5.7	536.0	89.8	5584.2	6.2	-16.8±0.9
6: 10: 84	12.9	91.5	14.4	575.5	85.6	-	-	-34.6±0.6
	15	71.1	11.3	450.6	88.7	-	-	-22.6±1.7
	17.8	92.8	12.6	495.7	87.4	-	-	-37.3±0.9
6: 14: 80	12.9	56.9	12.0	465.4	22.3	4550.5	50.3	-25.2±0.8
	15	16.8	64.8	590.0	7.7	5484.7	27.5	-12.9±3.2
	17.8	73.5	10.6	555.5	41.1	5418.7	48.3	-23.1±0.4
6: 18: 76	12.9	Cream						
	15	Cream						
	17.8	34.4	82.5	347.2	4.2	5349.0	13.3	-26.4±0.6
10: 2.5: 87.5	12.9	230.9	8.7	-	-	1647.7	91.3	-28.7±1.0
	15	193.6	13.6	890.8	82.5	5590.0	3.9	-31.5±0.3
	17.8	-	-	-	-	<6000	1.0	-
10: 4: 86	12.9	119.8	10.2	622.9	89.2	5590.0	0.6	-24.4±0.4
	15	123.5	13.1	554.4	86.9	-	-	-22.7±0.5
	17.8	109.0	13.0	573.8	86.1	5590.0	0.9	-25.5±0.5

ตารางที่ ก (ต่อ) ขนาดอนุภาค ร้อยละโดยปริมาตรของขนาด และค่าศักย์ゼต้าของอิมัลชันเซลเล็ก
แวกซ์

wax:sur:DI	HLB	<200 nm		200-1000 nm		>1000 nm		Zeta Potential (mV)
		mean size	% vol.	mean size	% vol.	mean size	% vol.	
10: 6: 84	12.9	124.9	12.2	581.6	87.8	-	-	-34.7±0.6
	15	80.4	13.8	514.9	86.2	-	-	-29.9±1.1
	17.8	109.7	7.1	564.1	92.9	-	-	-30.8±1.1
10: 10: 80	12.9	89.0	9.8	531.9	90.2	-	-	-27.8±0.7
	15	62.4	38.6	419.0	61.4	-	-	-22.6 ±0.7
	17.8	76.4	10.4	515.3	89.6	-	-	-27.0±0.5
10: 14: 76	12.9	88.3	1.7	561.2	23.8	2913.0	74.5	-4.9±0.7
	15	41.1	27.0	499.9	13.0	4897.6	60.0	-19.4±0.6
	17.8	81.8	25.0	487.7	75.0	-	-	-30.7±4.9
10: 18: 72	12.9	Cream						
	15	Cream						
	17.8	67.4	3.0	403.1	18.4	4892.8	78.6	-30.3±0.7
14: 6: 80	12.9	-	-	228.4	0.02	2611	0.98	-
	15	154.5	5.7	639.6	53.7	5483.5	40.6	-34.1±0.6
	17.8	202.4	8.2	759.1	93.2	2411.4	44.5	-30.3±1.0
14: 10: 76	12.9	91.7	7.3	589.2	90.5	5611.0	2.2	-29.8±0.4
	15	45.4	26.8	544.1	68.2	5503.0	5.0	-28.7±2.1
	17.8	90.6	7.8	601.2	89.2	1591.0	3	-30.7±0.3

ตารางที่ ก (ต่อ) ขนาดอนุภาค ร้อยละโดยปริมาตรของขนาด และค่าศักย์ゼตาของอิมัลชันเซลเล็ก
แวกซ์

wax:sur:DI	HLB	<200 nm		200-1000 nm		>1000 nm		Zeta Potential (mV)
		mean size	% vol.	mean size	% vol.	mean size	% vol.	
14: 14: 72	12.9	Cream						
	15	49.9	6.0	588.0	29.9	3604.0	64.1	-6.9±0.4
	17.8	113.7	4.4	678.2	49.9	5499.8	45.7	-32.4±0.9
14: 18: 68	12.9	Cream						
	15	Cream						
	17.8	63.3	12.0	522.9	37.6	5215.6	50.4	23.9±1.6
18: 6: 76	12.9	118.2	0.3	573.5	10.7	3566.0	89.0	-
	15	-	-	635.1	14.1	3877.0	85.9	-5.4±0.9
	17.8	127.5	5.3	847.3	67.4	3449.0	27.3	-35.4±0.8
18: 10: 72	12.9	Cream						
	15	137.2	0.4	602.0	11.3	3779.0	88.3	-5.1±0.7
	17.8	98.3	7.3	724.5	72.7	4509.0	20.0	-30.2±0.4
20: 10: 70	12.9	Cream						
	15	Cream						
	17.8	-	-	212.0	7.9	1166.8	92.1	-34.3±1.5
22: 6: 72	12.9	Cream						
	15	-	-	-	-	2438.0	1	-5.1±0.4
	17.8	-	-	-	-	3124.0	1	-2.3±0.1

ภาคผนวก ข

การกระจายตัวของช่วงขนาดที่เกิดจากวิธีการเตรียมอิมัลชัน

ตารางที่ ข การเปรียบเทียบการกระจายตัวของช่วงขนาด และค่าศักย์ゼต้าของอิมัลชันเซลเล็กแก้วที่เตรียมด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูงและเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง ที่ความดัน 500 บาร์ โดยมีจำนวนรอบการให้ความดันต่างๆกัน โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0

wax:sur:DI HLB 15.0	Cycle Of pressure	<200 nm		200-1000 nm		>1000 nm		Zeta Potential (mV)
		mean size	% vol.	mean size	% vol.	mean size	% vol.	
10: 4: 86	-	170.6	8.3	608.7	63.2	5544.2	0.285	-28.23±0.96
	1	123.5	13.1	554.4	86.9	-	-	-22.7±0.46
	2	146.4	11.0	574.5	89.0	-	-	-27.60±0.87
	3	159.6	8.7	575.0	86.0	5483.3	7.5	-32.4±0.65
10: 6: 84	-	101.7	7.3	504.3	83.6	4837.4	9.1	-49.27±1.86
	1	80.4	13.8	514.9	86.2	-	-	-29.87±1.1
	2	97.1	8.4	559.1	75.4	5590.0	24.3	-29.1±0.72
	3	102.4	10.6	525.6	8.9	-	-	-25.1±0.26
10: 10: 80	-	32.1	59.9	418.6	10.8	4938.2	29.3	-19.56±0.5
	1	30.7	62.9	335.1	37.1	-	-	-21.1±0.7
	2	89.0	18.9	407.9	17.2	4749.7	61.9	-23.2±0.26
	3	65.4	21.9	375.9	24.9	4913.7	53.0	-22.63±0.75
10: 14: 76	-	24.6	87.7	671.8	1.6	5008.3	0.106	-1.37±1.09
	1	41.1	27.0	499.9	13.0	4897.6	60.0	-19.4±0.6
	2	196.9	7.1	-	-	1578.0	92.9	-30.2±1.4
	3	Cream						

— หมายถึงอิมัลชันเตรียมด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูงโดยไม่มีกรให้ความดัน;

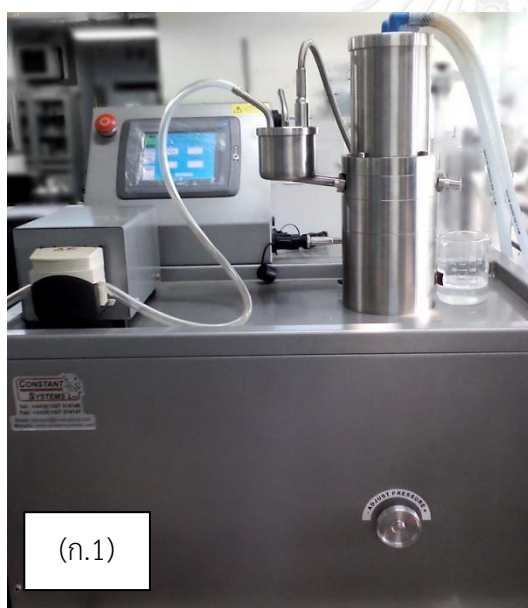
ตารางที่ ค การเปรียบเทียบการกระจายตัวของช่วงขนาด และค่าศักย์ゼต้าของอิมัลชันเซลแล็กแว็กซ์ และอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์ที่เตรียมด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูง (HSH) ที่ความเร็วรอบ 8000 รอบ/นาที เพียงอย่างเดียว และเตรียมด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูง (HSH) ที่ความเร็วรอบ 8000 รอบ/นาที จากนั้นนำไปผ่านเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง (HPH) ที่ความดัน 500 บาร์ โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.

wax:sur:DI HLB 15.0	Preparation	<200 nm		200-1000 nm		>1000 nm		Zeta Potential (mV)
		mean size	% vol.	mean size	% vol.	mean size	% vol.	
Carnauba wax SLNs	HSH 8000 rpm	78.6	42.0	411.9	28.9	5229.7	17.5	-22.1±0.5
	HPH 1 cycle	93.2	30.1	433.6	69.9	-	-	-21.3±1.2
Shellac wax SLNs	HSH 8000 rpm	170.6	83.0	608.7	63.2	5544.2	28.5	-28.2±1.0
	HPH 1 cycle	123.5	13.1	554.4	86.9	-	-	-22.7±0.5

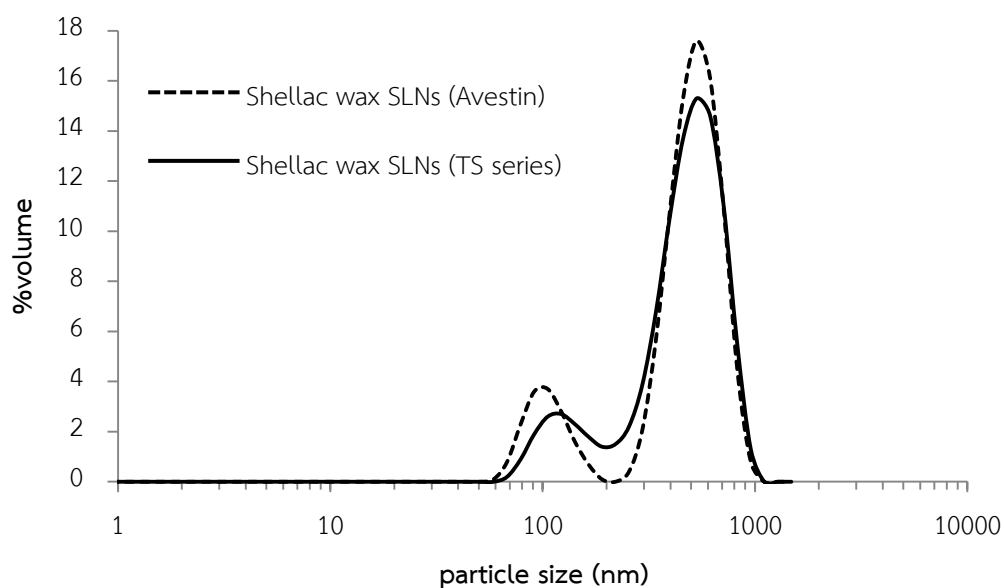
ภาคผนวก ค

การกระจายตัวของช่วงขนาดที่เกิดจากเครื่องมือที่ใช้เตรียมอิมัลชัน

ศึกษาผลของเครื่องมือที่ใช้เตรียมอิมัลชันที่มีต่อการกระจายตัวของขนาดและขนาดอนุภาคเฉลี่ยของอิมัลชันจากเซลแล็กแวกซ์ และอิมัลชันจากคาร์นูบาร์แวกซ์ สูตร 10: 4: 86 โดยเตรียมอิมัลชันด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความเร็วสูง (Ultra-turrax T25, IKA digital, Germany) ชนิดเดียวกัน แต่ใช้เครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูงต่างชนิดกัน คือ เครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง รุ่น TS series จากบริษัท Constant system Ltd., และเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูงยี่ห้อ Avestin จากบริษัท Microfluidics corporation เตรียมอิมัลชันที่ความเร็วรอบ 8,000 รอบ/นาที ความดัน 500 บาร์ จำนวน 1 รอบ โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0 รูปที่ ก แสดงลักษณะของเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูงทั้ง 2 ชนิด ที่ใช้ในการเตรียมอิมัลชัน

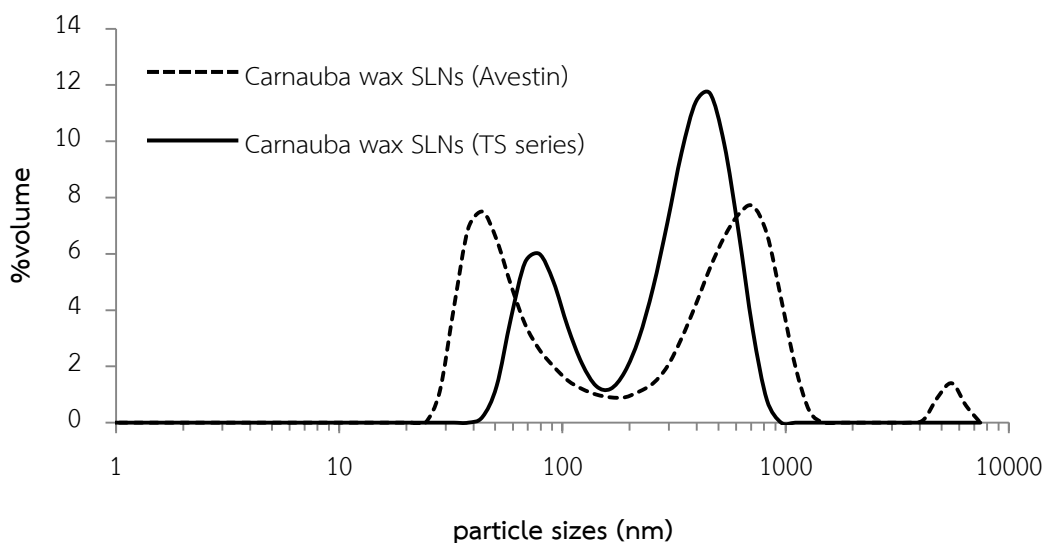


รูปที่ ก ลักษณะของเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูงที่ใช้ในการเตรียมอิมัลชัน (ก.1) คือ เครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง รุ่น TS series จากบริษัท Constant system Ltd., และ (ก.2) คือ เครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูงยี่ห้อ Avestin จากบริษัท Microfluidics corporation



Sample	Average particles size (Z-avg, nm)	PDI	<200 nm		200-1000 nm		>1000 nm	
			mean size	% vol.	mean size	% vol.	mean size	% vol.
Shellac wax SLNs (Avestin)	484.5±59.0	0.6	113.9	14.8	557.5	85.2	-	-
Shellac wax SLNs (TS series)	497.6±14.5	0.5	123.5	13.1	554.4	86.9	-	-

รูปที่ ข การกระจายตัวของช่วงขนาด และค่าศักร์เซต้าของอิมัลชันเซลแล็กแวกซ์สูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูง รุ่น TS series จากบริษัท Constant system Ltd., และเครื่องโฮโมจิไนเซอร์ความดันสูงยี่ห้อ Avestin จากบริษัท Microfluidics corporation ที่ความดัน 500 บาร์ จำนวน 1 รอบ โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0



Sample	Average particles size (Z-avg, nm)	PDI	<200 nm		200-1000 nm		>1000 nm	
			mean size	% vol.	mean size	% vol.	mean size	% vol.
Carnauba wax SLNs (Avestin)	277.7±18.6	0.6	48.5	45.4	561.7	46.6	5122.5	8.0
Carnauba wax SLNs (TS series)	390.2±19.4	0.4	93.2	30.1	433.6	69.9	-	-

รูปที่ ค การกระจายตัวของช่วงขนาด และค่าดัชนีเสถียรของอิมัลชันคาร์นูบาแว็กซ์สูตร 10: 4: 86 ที่เตรียมด้วยเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง รุ่น TS series จากบริษัท Constant system Ltd., และเครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูงยี่ห้อ Avestin จากบริษัท Microfluidics corporation ที่ความดัน 500 บาร์ จำนวน 1 รอบ โดยใช้สารลดแรงตึงผิวที่มีค่า HLB เท่ากับ 15.0

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวปติตตา ตั้งจิตร์ศิริรัตน์ เกิดเมื่อวันที่ 10 กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2532 ที่โรงพยาบาลอินทร์บุรี อำเภออินทร์บุรี จังหวัดสิงห์บุรี สำเร็จการศึกษาระดับชั้นมัธยมศึกษาตอนปลายในปีการศึกษา 2549 จากโรงเรียนอินทร์บุรี จากนั้นได้เข้าศึกษาในระดับปริญญาตรี สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร จนสำเร็จการศึกษาระดับวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต และในปีการศึกษา 2555 ได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท สาขาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ผลงานในการประชุมวิชาการ

Kanokpanont, S., Ruktanonchai, U., Tangjitsirirat, P., Siriratchatapong, P. and Lalitaporn, P., Solid Lipid Nanoparticles from Shellac Wax for Controlled Release of Curcumin, IUPAC World Polymer Congress (MACRO 2014), Chiang Mai, Thailand, 6-11 July 2014

Tangjitsirirat, P. and Kanokpanont, S., Ternary Phase Diagram Behavior and Effect of HLB of the Surfactant on Shellac Wax Emulsion, International Conference on Safe and Sustainable Nanotechnology (GTSNN 2014), Naresuan University, Phitsanulok, Thailand, 14-17 October 2014 (Best Oral Presentation Award)