

Chulalongkorn University

Chula Digital Collections

Chulalongkorn University Theses and Dissertations (Chula ETD)

2023

การเตรียมและลักษณะเฉพาะของแก๊สเอสเตอร์จากกรดปาล์มิติก

พัชรกมล ตีมูลมั่ง

คณะวิทยาศาสตร์

Follow this and additional works at: <https://digital.car.chula.ac.th/chulaetd>

 Part of the [Chemistry Commons](#)

Recommended Citation

ตีมูลมั่ง, พัชรกมล, "การเตรียมและลักษณะเฉพาะของแก๊สเอสเตอร์จากกรดปาล์มิติก" (2023). *Chulalongkorn University Theses and Dissertations (Chula ETD)*. 10477.
<https://digital.car.chula.ac.th/chulaetd/10477>

This Thesis is brought to you for free and open access by Chula Digital Collections. It has been accepted for inclusion in Chulalongkorn University Theses and Dissertations (Chula ETD) by an authorized administrator of Chula Digital Collections. For more information, please contact ChulaDC@car.chula.ac.th.

การเตรียมและลักษณะเฉพาะของแก๊สไฮโดรเจนจากกรดปาล์มติก



นายณัฐกมล ตีมูลมั่ง

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2566

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF WAX ESTERS FROM PALMITIC ACID



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Chemical Technology
Department of Chemical Technology
Faculty Of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2023

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมและลักษณะเฉพาะของแก๊ซเอสเตอร์จากกรด ปาล์มดิก
โดย	นายณัฐกมล ตีมูลมั่ง
สาขาวิชา	เคมีเทคนิค
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ศาสตราจารย์ ดร.ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ศาสตราจารย์ ดร.ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการ
การศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โพธิยะราช)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	
.....	ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.นพิตา หิณชี่ระนันท์)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ศาสตราจารย์ ดร.ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ศาสตราจารย์ ดร.ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ)	
.....	กรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.สมเกียรติ งามประเสริฐสิทธิ์)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.บุญญาวัฒน์ อยู่สุข)	

ณัฐกมล ดีมูลมั่ง : การเตรียมและลักษณะเฉพาะของแว็กซ์เอสเทอร์จากกรดปาล์มิติก. (PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF WAX ESTERS FROM PALMITIC ACID)
 อ.ที่ปรึกษาหลัก : ศ. ดร.ชวลิต งามจรัสศรีวิชัย, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ศ. ดร.ภัทร
 พรพรรณ ประศาสน์สารกิจ

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการสังเคราะห์แว็กซ์ปาล์มิติกผ่านปฏิกิริยารีดักชันและปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน ปฏิกิริยารีดักชันเป็นการเปลี่ยนกรดปาล์มิติกเป็นปาล์มิติกแอลกอฮอล์ ตัวแปรของการศึกษาคือปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาและเวลา ภาวะที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาคือ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา 2.66%w/w และเวลา 24 ชั่วโมง เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นของผสมระหว่างผลิตภัณฑ์ปาล์มิติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มิติกส่วนเกิน จึงมีการสกัดแยกด้วยตัวทำละลาย เช่น เมทานอล เอทานอล ไอโซ-โพรพานอล เมทิลเอทิลคีโตน และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ เพื่อแยกกรดปาล์มิติกและผลิตภัณฑ์ปาล์มิติกแอลกอฮอล์ จากนั้นทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเพื่อสังเคราะห์แว็กซ์เอสเทอร์ที่ได้จากกรดปาล์มิติกและปาล์มิติกแอลกอฮอล์ พบว่าแว็กซ์ปาล์มิติกสังเคราะห์จากปาล์มิติกแอลกอฮอล์ได้สำเร็จ (อัตราส่วนระหว่าง CA/ตัวทำละลายเป็น 1:2) คือ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ ให้ร้อยละผลได้ของแว็กซ์ปาล์มิติกเอสเทอร์สูงที่ 48.1, 71.0 และ 56.7% ตามลำดับ สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแว็กซ์ปาล์มิติกศึกษาด้วยการวิเคราะห์ FTIR, XRD, NMR, DSC และ TGA แว็กซ์ปาล์มิติก W-CA-EtOH₂ ซึ่งเป็นสารเคลือบกระดาษมีค่าความไม่ชอบน้ำยิ่งยวดสูงด้วยค่ามุมสัมผัส 161.4 องศา นอกจากนี้การเคลือบ W-CA-EtOH₂ มีความต้านทานน้ำสูงโดยมีการดูดซึมน้ำต่ำที่ 0.43 ผลของการศึกษานี้บ่งบอกกระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ปาล์มิติกมีประสิทธิภาพความทนน้ำเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบ

สาขาวิชา เคมีเทคนิค
 ปีการศึกษา 2566

ลายมือชื่อนิสิต
 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

6370062423 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEYWORD:

Nattakamon Deemoonmang : PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF WAX ESTERS FROM PALMITIC ACID . Advisor: Prof. CHAWALIT NGAMCHARUSSRIVICAI, Ph.D. Co-advisor: Prof. PATTARAPAN PRASASSARAKICH, Ph.D.

This work focuses on the synthesis of palmitic wax via reduction reaction and esterification reaction. The reduction reaction is to convert the palmitic acid to palmitic alcohol. The variables of this study were the catalyst amount and reaction time. The appropriate conditions for the reaction are the catalyst amount of 2.66%w/w and reaction time of 24 hours. Due to that the product was a mixture of palmitic alcohol and excess palmitic acid, the solvent extraction (e.g., methanol, ethanol, iso-propanol, MEK, DMF) was performed to separate palmitic acid and palmitic alcohol products. Esterification reaction was performed to synthesize wax esters obtained from palmitic acid and palmitic alcohol. The palmitic wax successfully synthesized from palmitic alcohol (extraction at CA/solvent ratio of 1:2) was W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ and W-CA-MEK₂ with a sufficiently high wax ester yield of 48.1, 71.0, and 56.7% respectively. The physical and chemical properties of palmitic wax ester were characterized by FTIR, XRD, NMR, DSC and TGA. The Palmitic wax ester, W-CA-EtOH₂ applied as paper coating, exhibited the super hydrophobic behavior with high contact angle (161.4°). In addition, W-CA-EtOH₂ coating possessed high water resistance with low water absorption of 0.43. The result of this study provided the increased efficiency of paper coated with palmitic wax compared with non-coating.

Field of Study: Chemical Technology

Academic Year: 2023

Student's Signature

Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความอนุเคราะห์จากศาสตราจารย์ ดร. ภัทรพรณ ประศาสน์สารกิจ และ ศาสตราจารย์ ดร. ขวลิต งามจรัสศรีวิชัย ที่ให้คำปรึกษา ชี้แนะแนวทางในการทำวิจัย ตรวจสอบและแก้ไขข้อบกพร่องด้วยความเอาใจใส่จนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จสมบูรณ์ผู้วิจัยขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร. นพิตา หิณชี่ระนันท์ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ศาสตราจารย์ ดร. สมเกียรติ งามประเสริฐสิทธิ์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์และ ดร.บุญญา วัฒนย์ อยู่สุข กรรมการสอบวิทยานิพนธ์จากภายนอกมหาวิทยาลัย ที่สละเวลาเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์และให้ข้อคิดเห็นในข้อประเด็นต่าง ๆ เพื่อปรับปรุงวิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ผู้วิจัยขอขอบคุณ ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งงานวิจัยในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้รับการสนับสนุน อำนวยความสะดวก และให้ชั่วโมงในการใช้งาน จึงขอขอบคุณ ณ โอกาสนี้

ขอขอบคุณ ดร. ดุษฎี ดำนานทอง นักวิจัยหลังปริญญาเอก รุ่นพี่จากภาคเคมีเทคนิคผู้ให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือในการทำวิจัยมาโดยตลอด รวมถึงรุ่นพี่-รุ่นน้อง เพื่อน ๆ และเจ้าหน้าที่ของภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่ให้ความอำนวยความสะดวกและประสานงานในการทำงานวิจัยให้ผู้วิจัยตลอดมาให้ความเข้าใจถูกต้องและรวดเร็วมากขึ้น

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณมารดา บิดา และทุกท่านในครอบครัวที่คอยสนับสนุนและเป็นกำลังใจสำคัญจนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ผู้วิจัยมีความซาบซึ้งในความกรุณาของทุกท่าน ทั้งที่ได้กล่าวและไม่ได้กล่าวและผู้ที่ไม่ได้เอ่ยนามที่ได้มีส่วนช่วยเหลือในการสนับสนุนให้มีกำลังใจดีตลอดมา ตั้งแต่เริ่มต้นจนสำเร็จสมบูรณ์ ผู้วิจัยจึงขอกราบขอบพระคุณทุกท่านจากใจจริง ด้วยความเคารพอย่างสูง ไว้ ณ โอกาสนี้

ณัฐกมล ตีมูลมั่ง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
กิตติกรรมประกาศ	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ณ
สารบัญรูปภาพ.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและวารสารปริทรรศน์.....	3
2.1 แวกซ์ (waxes) และ ไบโอะแวกซ์ (biowax)	3
2.2 น้ำมันพืชและองค์ประกอบ	10
2.2.1 กรดไขมัน (fatty acid) [10]	11
2.2.2 ปาล์มไขมัน	13
2.2.3 กระบวนการไฮโดรทรีตติงของน้ำมัน [14-16].....	14
2.3 การผลิตกรดปาล์มติกจากน้ำมันพืช.....	16
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	17
2.4.1 งานวิจัยด้านการเตรียมแวกซ์จากน้ำมันพืชและกรดไขมัน.....	17
2.4.2 งานวิจัยด้านสมบัติการเคลือบของแวกซ์	21

บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	24
3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย.....	24
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์.....	25
3.3 การสังเคราะห์แก๊สเอสเตอร์ปาล์มติก	26
3.4 ขั้นตอนดำเนินการทดลอง.....	27
3.4.1 Reduction reaction เป็นการเตรียมปาล์มติกแอลกอฮอล์ (CA) จากกรดปาล์มติก (PA).....	27
3.4.2 Solvent extraction เป็นการสกัดแยกปาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มติกส่วนเกิน	27
3.4.3 Esterification reaction โดยการเตรียมแก๊สปาล์มติก.....	28
3.4.4 การวิเคราะห์แก๊สเอสเตอร์ปาล์มติก.....	28
3.4.5 การคำนวณผลลัพธ์จากการทดลอง.....	30
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง	31
4.1 ปฏิกริยารีดักชันของกรดปาล์มติกเป็นปาล์มติกแอลกอฮอล์.....	32
ก. ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปฏิกิริยารีดักชัน.....	32
ข. ผลของเวลาต่อปฏิกิริยารีดักชัน	33
4.2 ผลของตัวทำละลายในการสกัดแยกระหว่างปาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มติกส่วนเกิน	34
4.3 เอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาล์มติกและปาล์มติกแอลกอฮอล์.....	37
4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของแก๊สปาล์มติก.....	39
ก. การวิเคราะห์แก๊สปาล์มติกด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy: FTIR).....	39
ข. การวิเคราะห์แก๊สปาล์มติกด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy: ¹³ C-NMR)	40
ค. การวิเคราะห์แก๊สปาล์มติกด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy: ¹ H-NMR).....	43

ง. การวิเคราะห์แวกซ์ปาลมิติกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD)	46
4.5 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน.....	47
ก. เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC).....	47
ข. เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analysis).....	48
4.6 การวิเคราะห์มุมสัมผัสหยดน้ำ และการดูดซึมน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแวกซ์ปาลมิติก ...	52
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	55
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	55
5.2 ข้อเสนอแนะ	57
บรรณานุกรม.....	58
ภาคผนวก.....	63
ประวัติผู้เขียน	71

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 เปรียบเทียบปริมาณเปอร์เซ็นต์ของกรดไขมันในน้ำมันพืชแต่ละชนิด [9]	11
ตารางที่ 2.2 การเปรียบเทียบร้อยละโดยมวลขององค์ประกอบกรดไขมันในน้ำมันพืชแต่ละชนิด [11, 12]	12
ตารางที่ 4.1 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์พาล์มติกแอลกอฮอล์ (%yield)	32
ตารางที่ 4.2 ผลของชนิดตัวทำละลายต่อการละลายของพาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดพาล์มติก ที่อุณหภูมิห้อง	36
ตารางที่ 4.3 ผลของตัวทำละลายในการสกัดแยกระหว่างพาล์มติกแอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์ได้และกรดพาล์มติกส่วนเกิน ที่อุณหภูมิห้อง	36
ตารางที่ 4.4 เอสเทอร์ฟิเคชันของกรดพาล์มติก (PA) และพาล์มติกแอลกอฮอล์ (CA)	38
ตารางที่ 4.5 การวิเคราะห์มวลโมเลกุลของแก๊สพาล์มติกจากเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (NMR)	45
ตารางที่ 4.6 ลักษณะทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ของ W-CA-MeOH ₂ , W-CA-EtOH ₂ , W-CA-MEK ₂ และ W-CA-pure	47
ตารางที่ 4.7 การสลายตัวด้วยความร้อน ของ W-CA-MeOH ₂ , W-CA-EtOH ₂ , W-CA-MEK ₂ และ W-CA-pure ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA analysis)	49
ตารางที่ 4.8 มุมสัมผัสหยดน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแก๊สพาล์มติก	52
ตารางที่ 4.9 การดูดซึมน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแก๊สพาล์มติก	54

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 1.1 ตัวอย่างปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาล์มติกและปาล์มติกแอลกอฮอล์	2
รูปที่ 2.1 ปฏิกิริยาการรวมตัวของกลีเซอรอลและกรดไขมัน	10
รูปที่ 2.2 ผลปาล์มน้ำมัน [13].....	13
รูปที่ 2.3 แผนผังแสดงการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรทรีตติงของน้ำมันพืช [14].....	15
รูปที่ 3.1 การสังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์ปาล์มติก	26
รูปที่ 4.1 กลไกการเกิดแวกซ์ปาล์มติก (PA wax).....	31
รูปที่ 4.2 ATR-FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยารีดักชันที่เวลา 6, 8, 18 และ 24 ชั่วโมง และเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของกรดปาล์มติก (PA) และปาล์มติกแอลกอฮอล์ (CA).....	34
รูปที่ 4.3 ATR-FTIR สเปกตรัมของแวกซ์ปาล์มติก a) W-CA-MeOH2 b) W-CA-EtOH2 c) W-CA- MEK2 และ d) W-CA-pure ตามลำดับ	40
รูปที่ 4.4a-b ¹³ C-NMR สเปกตรัมของ a) W-CA-MeOH2 และ b) W-CA-EtOH2	41
รูปที่ 4.5c-d ¹³ C-NMR สเปกตรัมของ c) W-CA-MEK2 และ d) W-CA-pure	42
รูปที่ 4.6a ¹ H-NMR สเปกตรัมของ W-CA-MeOH2.....	43
รูปที่ 4.7b-c ¹ H-NMR สเปกตรัมของ b) W-CA-EtOH2 และ c) W-CA-MEK2	44
รูปที่ 4.8d ¹ H-NMR สเปกตรัมของ d) W-CA-pure.....	45
รูปที่ 4.9 รูปแบบ XRD ของ a) W-CA-MeOH2, b) W-CA-EtOH2, c) W-CA-MEK2 และ d) W-CA- pure	46
รูปที่ 4.10 DSC เทอร์โมแกรม ของ a) W-CA-MeOH2, b) W-CA-EtOH2, c) W-CA-MEK2 และ .	48
รูปที่ 4.11a-b กราฟเทอร์โมแกรมและ DTG เปรียบเทียบสมบัติทางความร้อน ของ a) W-CA- MeOH2 และ b) W-CA-EtOH2	50
รูปที่ 4.12c-d กราฟเทอร์โมแกรมและ DTG เปรียบเทียบสมบัติทางความร้อน ของ c) W-CA-MEK2 และ d) W-CA-pure	51



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทที่ 1

บทนำ

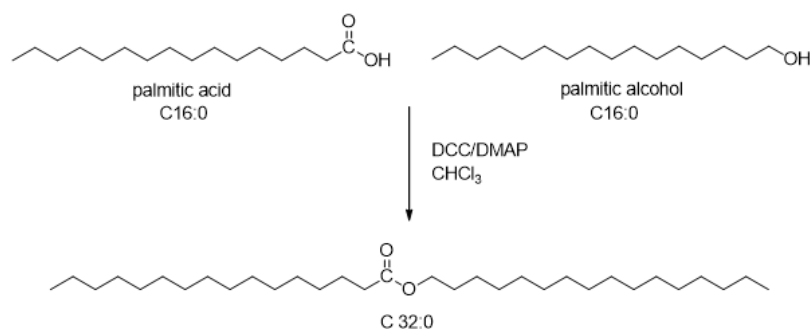
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ความกังวลทางด้านสิ่งแวดล้อมและความยั่งยืนที่เพิ่มขึ้นกำลังถูกผลักดันในงานวิจัยเพื่อผลิตน้ำมันหล่อลื่น แวกซ์ และเจลที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ จึงมีความพยายามในหาวัตถุดิบทดแทนสำหรับการผลิตวัสดุสินค้าโภคภัณฑ์ จึงได้มีความต้องการวัสดุที่รับผิดชอบต่อสิ่งแวดล้อมที่เพิ่มขึ้น [1] และแนวโน้มการสิ้นสุดของน้ำมันฟอสซิล [2] ในเรื่องนี้ น้ำมันพืชเป็นทางเลือกที่น่าสนใจเนื่องจากสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้ ย่อยสลายทางธรรมชาติ และมีความเป็นพิษต่ำ

แวกซ์เอสเทอร์ คาร์บอนอะตอมระหว่าง 38 - 44 ซึ่งประกอบด้วยสารประกอบที่สำคัญที่ได้มาจากแอลกอฮอล์สายยาวและกรดไขมันที่มีความยาวสายโซ่ของคาร์บอนอะตอมมากกว่า 12 อะตอมขึ้นไป ซึ่งสามารถผลิตได้จากแหล่งธรรมชาติ เช่น ไขผึ้ง ไขวฬ ไขโจโจบา เป็นต้น โมเลกุลของสารประกอบในกลุ่มนี้มีสมบัติเฉพาะตัวที่เหมาะสมสำหรับการใช้งานที่หลากหลาย เช่น เครื่องสำอางค์ น้ำมันหล่อลื่น และอาหาร [3]

ปัจจุบันแวกซ์เอสเทอร์โดยทั่วไปผลิตโดยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของแอลกอฮอล์ที่มีกรดคาร์บอกซิลิกหรือทรานส์เอสเทอร์ฟิเคชันของน้ำมันและไขมันด้วยแอลกอฮอล์โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาทางเคมี เช่น กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) โซเดียมเมทอกไซด์ (CH_3ONa) ของเหลวไอออนิกที่เป็นกรด โครงสร้างทางอินทรีย์ที่มีเซอร์โคเนียม เป็นต้น และมีความต้องการพลังงานสูงและมีความอันตรายของสารละลาย เช่น ไพรีดีน (pyridine)

งานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นไปที่การสังเคราะห์พาลมิดิกแวกซ์เอสเทอร์จากกรดพาลมิดิกผ่านปฏิกิริยารีดักชันและปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน เพื่อนำแวกซ์พาลมิดิกไปทดสอบสมบัติกายภาพและเคมีเพื่อใช้สำหรับเป็นสารเคลือบกระดาษ



รูปที่ 1.1 ตัวอย่างปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาล์มติกและปาล์มติกแอลกอฮอล์

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. สังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์ของกรดปาล์มติก
2. ศึกษาสมบัติกายภาพและเคมีของแวกซ์เอสเทอร์จากกรดปาล์มติก

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาปฏิกิริยารีดักชันของปาล์มติกแอลกอฮอล์จากกรดปาล์มติก
2. ศึกษาปฏิกิริยาการสังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์ของกรดปาล์มติกและปาล์มติกแอลกอฮอล์
3. วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแวกซ์เอสเทอร์ของกรดปาล์มติก

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้กระบวนการที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์จากกรดปาล์มติก

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทที่ 2

ทฤษฎีและวารสารปริทรรศน์

2.1 แวกซ์ (waxes) และ ไบโอแวกซ์ (biowax)

แวกซ์มีคำจำกัดความต่างๆ มากมาย ซึ่งเดิมมีรากศัพท์มาจากคำว่า "weax" ในภาษาแองโกล-แซกซัน (anglo-Saxon) ซึ่งแปลว่า ไขผึ้ง (beeswax) สำหรับนักชีวเคมีแล้ว แวกซ์ คือ ชั้นของส่วนประกอบที่เป็นไขมันบนพื้นผิวใบพืช ตัวแมลง และผิวหนังสัตว์ ในขณะที่ผู้เชี่ยวชาญทางด้านเทคโนโลยีใช้คำนี้เพื่ออ้างถึงผลิตภัณฑ์ใด ๆ ที่มีวัสดุที่เป็นไขมันซึ่งได้จากพืช แมลง แหล่งทางทะเล หรือแร่ธาตุที่มีมูลค่าทางการค้า แวกซ์สามารถอธิบายได้ว่าเป็นสารอินทรีย์ที่ไม่ชอบน้ำมีความยาวโซ่ปานกลาง [4]

ไบโอแวกซ์เป็นแวกซ์ที่ได้จากการดัดแปลงโครงสร้างของไตรกลีเซอไรด์ของน้ำมันพืชโดยกระบวนการเติมไฮโดรเจนบางส่วนหรือกระบวนการเติมไฮโดรเจนทั้งหมดของสายโซ่กรดไขมัน หรือเกิดกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน (transesterification) เพื่อให้ได้สมบัติทางกายภาพที่ต้องการ โดยทั่วไปมีการนำหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ มาใช้กับโซ่เอซิล (acyl) เพื่อปรับปรุงความเหนียวแน่นและปรับแต่งสมบัติทางเคมีของแวกซ์ เช่น หมู่ไฮดรอกซิลหรือหมู่แอลคิลที่มีกิ่งก้านและกรดไขมันสายสั้น อีกวิธีในการเตรียมไบโอแวกซ์คือกระบวนการเอสเทอริฟิเคชัน (esterification) ของกรดไขมันสายโซ่ยาวกับแอลกอฮอล์ไขมันเพื่อผลิตแวกซ์เอสเทอร์ที่มีสายโซ่คาร์บอนอะตอมยาวกว่า 30 อะตอม ซึ่งแวกซ์เอสเทอร์นี้มีความแข็งแรงกว่า มีความมันน้อยกว่า และมีความเปราะมากกว่าแวกซ์ที่ได้จากกระบวนการทรานส์เอสเทอริฟิเคชัน [5]

แหล่งที่มาของแวกซ์

ก. แวกซ์สัตว์ (animal waxes) [6]

ไขผึ้ง (beeswax) เป็นแวกซ์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ ผลิตจากต่อมใต้ท้องของกลุ่มผึ้ง *Apis mellifera* ซึ่งเป็นเพศเมีย โดยต่อมใต้ท้องของผึ้งจะหลั่งไขผึ้งออกมาและใช้ในการสร้างรังผึ้ง

ส่วนประกอบของไขผึ้งแตกต่างกันขึ้นอยู่กับสถานที่ผลิต (ยุโรป เอเชีย หรือแอฟริกา) สายพันธุ์ของผึ้ง และอายุของไขผึ้ง โดยทั่วไปไขผึ้งที่ไม่ถูกไฮโดรไลซ์ ประกอบไปด้วยไฮโดรคาร์บอน 15% เอสเทอร์ 71% กรดอิสระ (free acid) 8% และส่วนประกอบอื่นๆ 6% ในช่วงหลายปีที่ผ่านมา มีการศึกษาเกี่ยวกับไขผึ้ง พบว่า ไขผึ้งที่ผลิตจากประเทศอังกฤษ ประกอบด้วยกรดเซโรติก (cerotic acid) 14.45% และไมริซิน (myricin) 88.9% นอกจากนี้พบว่าไขผึ้งส่วนใหญ่มีส่วนผสมของเอ็น-แอส

ลเคน แอลกอฮอล์ และกรด ไชฟิ่งที่ผลิตจากประเทศอินเดีย พบว่าส่วนใหญ่เป็นไฮโดรคาร์บอนไม่อิ่มตัว ไฮโดรคาร์บอนอิ่มตัว และกรดไฮดรอกซี (hydroxy acid) ไชฟิ่งที่ผลิตจากประเทศญี่ปุ่น พบว่ามีสมบัติความเป็นพลาสติกที่ดี เนื่องจากมีปริมาณแอลกอฮอล์และกรดไฮดรอกซิล (hydroxyl acid) ที่สูงกว่า ไชฟิ่งที่ผลิตจากประเทศสเปน พบว่ามีไฮโดรคาร์บอนที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 21 ถึง 41 อะตอม แอลกอฮอล์อิสระ (free alcohol) กรด เอสเทอร์ และกรดไฮดรอกซิล และไชฟิ่งที่เก็บจากรวงผึ้งสีอ่อนและสีเข้มผลิตจากประเทศโปแลนด์ พบว่ามีความแตกต่างกัน เนื่องจากรวงผึ้งสีเข้มมีปริมาณเอ็น-แอลเคนทั้งหมด รวมถึงแอลเคนที่มีจำนวนคาร์บอนเป็นเลขคู่และเลขคี่สูงกว่ารวงผึ้งสีอ่อน

ไชฟิ่งบริสุทธิ์มีสีขาว สีจะเข้มขึ้นเมื่อใช้ภายในรวมมีเศษเกสร ใหม่ และตัวอ่อนรวมอยู่ด้วย ไชฟิ่งในธรรมชาติเมื่อเย็นมีความเปราะ มีความเหนียวและความยืดหยุ่นสูง ไม่ละลายในน้ำและทนทานกับกรดหลายชนิด แต่ส่วนใหญ่ละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ จุดหลอมเหลวอยู่ระหว่าง 62 ถึง 65 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่อุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียส คือ 0.958-0.970 ค่ากรด (acid number) คือ 17-24 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม (mg of KOH/g) และค่าสaponification number) 85-100 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม

ไชฟิ่งใช้เป็นพื้นฐานในการทำแว็กซ์ และในเชิงพาณิชย์มีการใช้งานหลายด้าน เช่น การทำเทียน การหล่อโลหะ การสร้างแบบจำลอง ในเครื่องสำอาง การแปรรูปอาหาร เทคโนโลยีอุตสาหกรรม สิ่งทอ สารเคลือบเงา และยาขัดเงา

ไชเซลแล็ค (shellac wax) ไชเซลแล็คมีความแข็ง มีสีน้ำตาล และมีสมบัติให้ความเงางาม ส่วนใหญ่ผลิตในอินเดียและไทย เป็นสารคัดหลั่งของแมลง *Laccifer lacca* (kerr) ไชเซลแล็คประกอบด้วยเอสเทอร์สายโซ่ยาวของแอลกอฮอล์ที่มีเวเลนซีหนึ่ง (monovalent alcohols) และกรด ประกอบด้วยแอลกอฮอล์แว็กซ์อิสระมากกว่า 30% โดยเป็นสายโซ่คาร์บอนอะตอมจำนวน 28 ถึง 32 อะตอม นอกจากนี้ยังมีไฮโดรคาร์บอนเล็ก ๆ และกรดแลคติก (lactic acid) ประมาณ 1% พบว่า ครั่งดิบ ประกอบด้วยครั่งบริสุทธิ์ 60% ถึง 80% ไชครั่ง 4% ถึง 6% และสิ่งสกปรก เช่น ไม้แมลงที่ตายแล้ว ความชื้น เป็นต้น และครั่งที่ถูกทำให้บริสุทธิ์ ประกอบด้วยครั่งบริสุทธิ์ 85% ถึง 90% ไชครั่ง 5% ถึง 8% และสิ่งเจือปน 2% ถึง 5% ไชเซลแล็คมีประโยชน์ในเครื่องสำอาง น้ำยาขัดเงา เฟอร์นิเจอร์ เคลือบแผ่นอะลูมิเนียม เคลือบกระดาษ เครื่องสำอาง หมึกพิมพ์ สี ยาเม็ด ปุ๋ยทางการเกษตร และขนมหวาน

ไชขนแกะ (wool Wax) ไชขนแกะเป็นไขที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติซึ่งหลั่งออกมาจากต่อมไขมันในหนังแกะ โดยสามารถเคลือบและทำให้เส้นใยขนสัตว์นุ่มขึ้น ปกป้องทั้งขนแกะและหนัง

แคะจากการสัมผัสประกอบด้วยแว็กซ์เอสเทอร์สายโซ่ยาว แอลกอฮอล์ลาโนลิน (lanolin alcohol) กรดลาโนลิน (lanolin acid) และไฮโดรคาร์บอนลาโนลิน (lanolin hydrocarbon) ไชชนแกะถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลาย เช่น เครื่องสำอางที่มีมูลค่าสูง เครื่องสำอางบนใบหน้า ผลิตภัณฑ์สำหรับริมฝีปาก และมีการใช้งานในอุตสาหกรรมเชิงพาณิชย์ เช่น สารเคลือบกันสนิม จาระบีหล่อลื่น สารขัดเงาไม้ เป็นต้นตลอดจนการรักษาเครื่องหนัง ลาโนลินถูกใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตวิตามินดี 3 หรือโคเลแคลซิเฟอรอล (cholecalciferol) โดยใช้การฉายรังสี นอกจากนี้ยังใช้ในลิปบาล์ม

ไขวาฟ (spermaceti) ไขวาฟ มาจากโพรงในหัวของวาฬ *P. macrocephalus* เป็นอวัยวะส่วนหน้าซึ่งสัตว์ใช้เป็นโซนาร์ มีปริมาณประมาณ 3 ตันสำหรับสัตว์ที่มีความยาว 15 เมตร ประกอบไปด้วยเอสเทอร์ไขมัน 65% ถึง 95% ไตรกลีเซอไรด์ 5% ถึง 30% แอลกอฮอล์อิสระ 1% ถึง 5% และกรด 0% ถึง 3% โดยเอสเทอร์ไขมันประกอบด้วย เซตทิลปาล์มมิเตท (cetyl palmitate) ที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 32 อะตอม และเซตทิลไมริสเตท (cetyl myristate) ที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 30 อะตอม ไขวาฟนำมาใช้ในการแพทย์ในอังกฤษ (ศตวรรษที่ 15) และต่อมานำมาใช้ในการเครื่องสำอาง ร้านขายยา และในเทียน อย่างไรก็ตามหลังจากกฎระเบียบระหว่างประเทศล่าสุดที่เกี่ยวข้องกับการจับวาฬ ห้ามมีการผลิตและจำหน่าย ซึ่งทำให้มีการแทนที่ด้วยไขวาฟสังเคราะห์จากเซตทิลปาล์มมิเตทบริสุทธิ์หรือสารผสมที่มีน้ำมันโจโจบา

แว็กซ์พืช (vegetable waxes) [6]

ไขคาร์นوبا (carnanuba wax) ไขคาร์นوباผลิตโดยต้นปาล์มบราซิล *Copernicia cerifera* Martius หรือชื่อสามัญว่า ปาล์มไขคาร์นوبا คือแว็กซ์ที่ได้จากพืชที่สำคัญที่สุดในเชิงพาณิชย์ การสกัดและการส่งออกไขคาร์นوباถือเป็นอุตสาหกรรมหลักในบราซิล พบแว็กซ์ทั้งใบข้างบนและใบข้างล่างพื้นผิวของใบตาล

ไขคาร์นوباประกอบด้วยแอลกอฮอล์เป็นส่วนใหญ่มี ออกตะโคซานอล (octacosanol, C_{28}), ไตรอะคอนทานอล (triacontanol, C_{30}) และโดไตรอะคอนทานอล (dotriacontanol, C_{32}) อยู่ และมีจำนวนคาร์บอนแอลกอฮอล์สายโซ่ตรง 24 ถึง 34 อะตอมดังเช่น เอ็น-โดโคแซน-1,22-ไดออล (*n*-docosane-1,22-diol), เอ็น-เตตระโคแซน-1,24-ไดออล (*n*-tetracosane-1,24-diol), เอ็น-เฮกโซแซน-1,26-ไดออล (*n*-hexosane-1,26-diol) และ ออกตะโคแซน-1,28-ไดออล (octacosane-1,28-diol) เป็นต้น

ไขคาร์นوباประกอบด้วยไดเอสเทอร์พอลิเมอร์สามชนิดคือกรดซินนามิก (cinnamic acid), พารา-ไฮดรอกซี (*para*-hydroxy) และอนุพันธ์ของพารา-เมทอกซี (*para*-methoxy) โดยไขคาร์นوباแบ่งออกเป็นเกรดเชิงพาณิชย์หลายประเภทตามความบริสุทธิ์และ

ปริมาณน้ำมัน มีตั้งแต่สี่เหลี่ยม (ประเภท 1 บริสุทธิ์) ไปจนถึงสี่เหลี่ยมหรือสี่ดำ (ประเภท 4) องค์ประกอบไฮคาร์บอนประเภท 1 พบว่ามี ไฮโดรคาร์บอน 0.3% ถึง 1% แอลิแพติก เอสเทอร์ 38% ถึง 40% พารา-ไฮดรอกซีซินนามิก แอลิแพติก ไดเอสเทอร์ (*p*-hydroxycinnamic aliphatic diesters) 20% ถึง 23% โอเมกา-ไฮดรอกซี แอลิแพติก เอสเทอร์ (ω -hydroxy aliphatic ester) 12% ถึง 14% พารา-เมทอกซีซินนามิก แอลิแพติก ไดเอสเทอร์ (*p*-methoxycinnamic aliphatic diesters) 5% ถึง 7% มอนอไฮดริก แอลกอฮอล์ (monohydric alcohols) 10% ถึง 12% ไทรเทอร์พีน ไดออล (triterpene diols) 0.4% กรดอิสระ (free acid) และองค์ประกอบอื่นๆ 57%

ไฮคาร์บอนเป็นหนึ่งในแก๊สจากพืชที่แรงที่สุด ละลายได้ในตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว และไม่ละลายในตัวทำละลายที่มีขั้ว ไฮคาร์บอนประเภท 1 ถึง 4 มีจุดหลอมเหลวอยู่ระหว่าง 82.5 ถึง 83.0 องศาเซลเซียส ค่ากรดมีค่าอยู่ระหว่าง 2 ถึง 4 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม และมีค่าสaponification 88 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม

ไฮคาร์บอนมีการใช้งานที่หลากหลาย อาทิใช้สำหรับอาหาร เครื่องสำอาง รถยนต์ เฟอร์นิเจอร์แม่พิมพ์สำหรับอุปกรณ์กึ่งตัวนำ และเป็นสารเคลือบไหมขัดพื้น ไฮคาร์บอนมีสมบัติในการทำให้เป็นอิมัลชันที่ดีมากและมีความสามารถในการจับกับน้ำมันที่ดีสำหรับน้ำมันจากเอสเทอร์ และน้ำมันจากแร่ธาตุ นอกจากนี้ไฮคาร์บอนยังเพิ่มจุดหลอมเหลวของเจล ซึ่งใช้เป็นสารเติมแต่งในลิปสติก ลิปบาล์ม และมาสคาร่า มีสมบัติทำให้พื้นผิวมันวาวและลื่น ไฮคาร์บอนสามารถสร้างฟิล์มที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำยิ่งยวด (superhydrophobic) ซึ่งทนทานต่อการกัดกร่อนตัวทำละลายด้วยคลอโรฟอร์ม โทลูอีน แอซิโตน และแอลกอฮอล์ ไฮคาร์บอนใช้เป็นสารทำให้แข็งสำหรับแก๊สชนิดอื่นๆ และเพิ่มจุดหลอมเหลวของส่วนผสมแว็กซ์ อีกทั้งยังเป็นส่วนประกอบของเฟอร์นิเจอร์ เครื่องหนัง และน้ำยาขัดรองเท้า ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอางและอาหาร มีการเติมไฮคาร์บอนลงในสูตรลิปสติก ยาหม่อง และหมากฝรั่ง

ไขแคนเดลิลา (candelilla wax) แหล่งที่มาหลักของไขแคนเดลิลา คือพืชเม็กซิกัน *E. antisiphilitica* Zuccarini พืชเจริญเติบโตเป็นกระจุกของก้านบางเกือบไม่มีใบซึ่งเคลือบด้วยไข สภาพทะเลทรายทางตอนเหนือของเม็กซิโกและทางตะวันตกเฉียงใต้ที่กึ่งขั้วส่งเสริมการผลิตไขอย่างอุดมสมบูรณ์

องค์ประกอบของไขแคนเดลิลาที่ไม่ถูกไฮโดรไลซ์จะแตกต่างกันไปตามฤดูกาลเมื่อเก็บเกี่ยวพืช อายุของพืชภูมิภาคและภูมิอากาศ ส่วนประกอบของไขแคนเดลิลา โดยเฉลี่ยโดยน้ำหนัก ได้แก่ ไฮโดรคาร์บอน 42% แวกซ์ เรซิน และสเตอรอยล เอสเทอร์ (steroyl ester)

39% แล็กโตน (lactone) 6% แวกซ์อิสระ (free wax) และกรดเรซิน (resin acids) 8% และ แวกซ์อิสระและแอลกอฮอล์เรซิน (resin alcohol) 5% ไชแคนเดิลลามีความแข็งและเปราะ ไม่ละลายในน้ำ แต่ละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์หลายชนิด โดยทั่วไปจุดหลอมเหลวอยู่ในช่วง 68.5 ถึง 72.5 องศาเซลเซียส โดยมีความหนาแน่นสัมพัทธ์ที่ 15 องศาเซลเซียส คือ 0.950-0.990 ค่ากรดมีค่า 1222 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม และมีค่าสaponิฟิเคชัน 4365 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม

ไชแคนเดิลลาที่มีลักษณะเป็นไมโครอิมัลชันถูกใช้เป็นสารเคลือบผลไม้ สามารถนำไปผสมกับไขมันชนิดอื่นเพื่อให้แข็งตัว ถูกใช้ในเครื่องสำอางและเป็นวัตถุเจือปนอาหาร เช่นเดียวกับในยาขี้ดองเท้าและเฟอร์นิเจอร์

ไขโจโจบา (jojoba wax) ได้มาจากพืช *S. chinensis* ซึ่งเป็นไม้พุ่มที่อยู่ในวงศ์ Simmondsiaceae โดยทั่วไปพืชชนิดนี้เรียกว่าถั่วโจโจบา, ถั่วกวาง, ถั่วแพะ, เฮเซลป่า พืชชนิดนี้พบได้ในพื้นที่กึ่งแห้งแล้งของเม็กซิโกและในสหรัฐ มีมูลค่าทางเศรษฐกิจสูงมากในทะเลทรายโซนอรัณอุตสาหกรรมการโจโจบา ไขโจโจบามีจุดหลอมเหลวตั้งแต่ 15 ถึง 70 องศาเซลเซียส ไม่มีกลิ่น ไม่มีสี และอาจเป็นของเหลวได้มวลแข็ง สมบัติซึ่งส่วนใหญ่เป็นเนื้อสัมผัสและความเป็นผลึก สามารถปรับเปลี่ยนได้โดยการทำความเย็นอย่างรวดเร็วซึ่งส่งผลต่อความสวยงามสมบัติทนทานต่อการเกิดออกซิเดชันได้มากเนื่องจากไม่มีพันธะคู่ที่ถูกขัดจังหวะด้วยเมทิลีน น้ำมันโจโจบาสกัดจากเมล็ดโดยการสกัดเย็น แร็วซ์แข็งแบบผลึกสามารถเตรียมได้โดยการเติมไฮโดรเจนของน้ำมัน

ไขโจโจบาประกอบด้วยแวกซ์เอสเทอร์ประมาณ 97% รวมทั้งแอลกอฮอล์ กรด และสเตอรอลอิสระอีก 3% โดยมีจุดหลอมเหลว 6.8-7.0 องศาเซลเซียส ค่ากรดมีค่า 2 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม และมีค่าสaponิฟิเคชัน 92 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัม

ไขโจโจบาใช้เพื่อวัตถุประสงค์ทางการแพทย์และทดแทนกาแฟโดยชนพื้นเมืองอเมริกัน นอกจากนี้ยังใช้เป็นทดแทนไขวาฟที่ห้ามใช้ อย่างไรก็ตามการใช้งานหลักของไขโจโจบาอยู่ในเครื่องสำอางอุตสาหกรรม

ไขดอกทานตะวัน (sunflower wax) ได้มาจาก *H. annuus* (ดอกทานตะวัน) พบได้ตามส่วนต่างๆ ของพืช รวมทั้งเมล็ด เปลือกเมล็ด และขี้ข้าวโพด

ไขดอกทานตะวันเป็นไขจากพืชที่มีความแข็ง มีผลึก มีจุดหลอมเหลวสูง ประกอบด้วยเอสเทอร์ สายโซ่ยาวอิ่มตัวที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 42 ถึง 60 อะตอม จาก

แอลกอฮอล์ไขมันและกรดไขมัน โดยเอสเทอร์ที่สำคัญในบางสายพันธุ์คือ จำนวนอะตอมคาร์บอน 40 ถึง 44 อะตอม ซึ่งเอสเทอร์ที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 42 อะตอมมีมากกว่า

ไขดอกทานตะวันมีประโยชน์ในเครื่องสำอางเช่น ลิปสติก มาสคาร่า เครื่องสำอาง ตกแต่ง ลิปปาล์ม และอิมัลชัน เป็นต้น ไขนี้ทำหน้าที่เป็นตัวปรับความคงตัว ทำให้สูตรผสมหนาขึ้น โดยการสร้างโครงสร้างที่แข็งแรงของผลึกแว็กซ์ ปรับปรุงการยึดเกาะของน้ำมัน ทำให้ผิวเนียน การสร้างฟิล์ม และความสามารถในการหล่อลื่นสามารถใช้แทนไขรำข้าว ไขคาร์นอบา และไขแคนเดลิลา ได้ ไขดอกทานตะวันทำหน้าที่ควบคุมความสม่ำเสมอของแท่งไม้ที่ทำให้เกิดความแข็ง เนื้อสัมผัส ความแข็งแรง และการหลุดของเชื้อรา นอกจากนี้ยังควบคุมความสม่ำเสมอในอิมัลชันและมีสมบัติเจลด น้ำมันที่แข็งแรงมากเมื่อใช้ที่ความเข้มข้นต่ำถึง 4% สามารถใช้เป็นทดแทนโกลบาในเครื่องสำอาง ตกแต่ง น้ำมันดอกทานตะวันยังใช้ในอาหารเป็นน้ำมันทอด

ไขรำข้าว (rice bran wax) เป็นไขจากพืชที่มีความแข็งและจุดหลอมเหลวสูงซึ่งได้มาจากกลีบข้าว *O. sativa* ไขรำข้าวประกอบด้วยเอสเทอร์โมเลกุลเดี่ยวที่มีมวลโมเลกุลสูง ซึ่งเป็นเอสเทอร์อิมัลชันยาวที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 46 ถึง 62 อะตอม จากแอลกอฮอล์ไขมันที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 20 ถึง 36 อะตอม และกรดไขมันที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 20 ถึง 26 อะตอม ส่วนประกอบสำคัญของไขรำข้าวคือ กรดแอลิแฟติก (กรดแว็กซ์ (wax acids)) และเอสเทอร์ แอลกอฮอล์ที่สูงขึ้น โดยกรดแอลิแฟติกประกอบด้วยกรดปาล์มติก (C_{16}) กรดเบเฮนิก (C_{22}) กรดลิโน เซริก (C_{24}) และกรดแว็กซ์ที่สูงขึ้นอื่นๆ เอสเทอร์แอลกอฮอล์ที่สูงขึ้นประกอบด้วย เซริลแอลกอฮอล์ (C_{26}) และเมลิสซิลแอลกอฮอล์ (C_{30}) เป็นส่วนใหญ่ ไขรำข้าวยังมีส่วนประกอบต่างๆ เช่น กรดไขมัน อิสระ (กรดปาล์มติก) สควาลีน และฟอสโฟลิปิด ไขรำข้าวเข้ากันได้กับแว็กซ์จากพืชและแร่ธาตุส่วนใหญ่ เช่นเดียวกับน้ำมันพืช น้ำมันแร่ และปิโตรลาทัม

ไขรำข้าวถูกนำมาใช้ในเครื่องสำอางหลายประเภท โดยแทนที่ไขคาร์นอบาในการใช้งานบางประเภทถูกนำมาใช้ในการเคลือบกระดาษ สิ่งทอ วัสดุระเบิด การเคลือบผิว และผลไม้ ขนหม ยาทิพย์ ผลิตภัณฑ์ขึ้นรูปใหม่ ฉนวนไฟฟ้า ขนาดสิ่งทอ เครื่องหนัง การกันน้ำ กระดาษคาร์บอน รีบบิ้นเครื่องพิมพ์ดีด การพิมพ์ หมึกพิมพ์ สารหล่อลื่น ดินสอสี กาว หมากฝรั่ง และเครื่องสำอาง เช่น ครีม โลชั่น ครีมกันแดด มาสคาร่า และลิปปาล์ม เป็นต้น ไขรำข้าวสามารถใช้เป็นสารเพิ่มความชื้น และมีสมบัติทำให้ผิวเนียน ยังเป็นสารยึดเกาะ สารเคลือบ หรือสารก่อเจลที่ดีได้ด้วย

แว็กซ์แร่ธาตุ (Mineral waxes) [6]

ไขมอนแทน (Montan waxes) คือ ไขจากฟอสซิล แหล่งที่มาหลักคือแหล่งสะสม ลิกันต์ในเยอรมนีตะวันออก เกิดขึ้นเป็นส่วนประกอบของบิทูเมน (bitumen) การสกัดลิกันต์ด้วยตัว

ทำละลายโดยใช้ตัวทำละลายประเภทไฮโดรคาร์บอน เช่น โทลูอีน ตามด้วยการกลั่นเพื่อกำจัดตัวทำละลายออกให้ผลผลิตเป็นไขมอนแทนดิบที่ดีที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ตัวทำละลายที่มีขี้เช่นเอทานอล

องค์ประกอบของไขมอนแทนดิบขึ้นอยู่กับวัสดุของพืชที่ถูกฟอสซิลและตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัด โดยมีปริมาณแว็กซ์ เรซิน และแอสฟัลต์ ส่วนประกอบหลักของไขมอนแทนได้แก่ กรดแว็กซ์ 35% แวกซ์แอลกอฮอล์ 20% กรดเรซิน 15% กรดไฮดรอกซีคาร์บอกซิลิก 10% และสเตอรอล 10%

ไขมอนแทนดิบมีความแข็งและเปราะ สามารถละลายได้ในตัวทำละลายอินทรีย์ มีค่ากรด และค่าสปอนนิฟิเคชัน คือ 2040 และ 70120 มิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อกรัมตามลำดับ ไขมอนแทนดิบจำเป็นต้องได้รับการขัดเกลาและสร้างอนุพันธ์เพื่อใช้ในอุตสาหกรรมการใช้งาน อนุพันธ์ของไขมอนแทนใช้ในการขัดเงาและน้ำมันหล่อลื่นพลาสติก

แว็กซ์ปิโตรเลียม (petroleum waxes) [7]

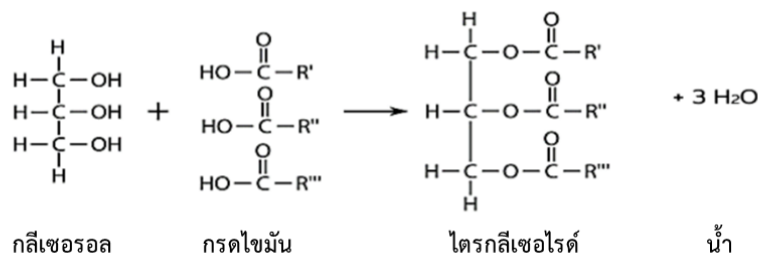
เป็นสารข้างเคียงที่ได้จากการกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม มีสูตรเคมีเป็น C_nH_{2n+2} เช่น พาราฟินมีลักษณะเป็นของแข็งสีขาวอ่อนนุ่ม ลื่น ไม่มีกลิ่น เมื่อรวมตัวกับตัวทำละลายมักจะเหนียว แวกซ์ไมโครคริสตัลไลน์ (microcrystalline wax) เป็นไขจากน้ำมันปิโตรเลียมอีกชนิดหนึ่ง มีลักษณะเป็นผลึกขนาดเล็ก เหนียว และอ่อนนุ่ม มีน้ำหนักโมเลกุลสูง มี ค่าความแข็ง (textile strength) และจุดหลอมเหลวสูงกว่าพาราฟิน มีความเป็นมันเงาน้อย ลื่นมือ สามารถรวมตัวกับไขจากพืชและเรซิน ซึ่งจะส่งผลให้จุดหลอมเหลวและความแข็งสูงขึ้น

แว็กซ์สังเคราะห์ (synthetic waxes) [7]

สารเคลือบที่สังเคราะห์ขึ้น ได้แก่ แวกซ์พอลิเอทิลีน (polyethylene wax), พอลิเอทิลีน ไกลคอล หรือ คาร์โบแว็กซ์ (polyethylene glycol (cabowax)), คลอรีนแนฟทาไลน์ หรือ ฮาโลแว็กซ์ (chlorinated naphthalene (halowax)), พอลิออกซีเอทิลีน ซอร์บิทอล (polyoxyethylene sorbitol) และ เอทิลีน ไกลคอล มอนอสเตียเรต (ethylene glycol monostearate) เป็นต้น สังเคราะห์มาจากเอทิลีนซึ่งเป็นผลพลอยได้จากการกลั่นน้ำมันดิบและจากการแยกก๊าซธรรมชาติ

2.2 น้ำมันพืชและองค์ประกอบ

น้ำมันพืชเป็นสารประกอบไตรกลีเซอไรด์ที่ประกอบด้วย กรดไขมัน 3 โมเลกุล และกลีเซอรอล 1 โมเลกุล แสดงดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 ปฏิกิริยาการรวมตัวของกลีเซอรอลและกรดไขมัน

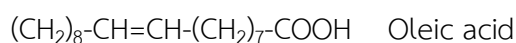
ซึ่งสามารถแบ่งประเภทของกรดไขมันได้เป็น 2 ประเภท คือ กรดไขมันอิ่มตัว และกรดไขมันไม่อิ่มตัว สัดส่วนของกรดไขมันทั้งสองชนิดต่างกันส่งผลทำให้สมบัติของน้ำมันพืชที่แตกต่างกัน ดังตารางที่ 2.1 หากน้ำมันพืชที่มีสัดส่วนของกรดไขมันอิ่มตัวมากเหมาะแก่การทอดอาหารและไม่เหม็นหืนได้ง่าย ในขณะที่น้ำมันพืชที่มีสัดส่วนของกรดไขมันไม่อิ่มตัวสูงกว่าเหมาะแก่การประกอบอาหารแต่ไม่ควรใช้อุณหภูมิสูงเกินกว่า 180 องศาเซลเซียสในการประกอบอาหาร เพื่อป้องกันสารอนุมูลอิสระที่เป็นสาเหตุหนึ่งในการเกิดมะเร็ง [8]

ตารางที่ 2.1 เปรียบเทียบปริมาณเปอร์เซ็นต์ของกรดไขมันในน้ำมันพืชแต่ละชนิด [9]

ชนิดของน้ำมันพืช	เปอร์เซ็นต์ของกรดไขมัน		
	กรดไขมันอิ่มตัว (SFA)	กรดไขมันไม่อิ่มตัวเชิงเดี่ยว (MUFA)	กรดไขมันไม่อิ่มตัวเชิงซ้อน (PUFA)
น้ำมันงา	14	38	42
น้ำมันรำข้าว	18	45	37
น้ำมันถั่วเหลือง	16	24	60
น้ำมันเมล็ดทานตะวัน	12	21	67
น้ำมันในเนื้อปาล์ม	86	12	2
น้ำมันถั่วลิสง	50	39	10
น้ำมันเมล็ดข้าวโพด	17	37	40
น้ำมันมะกอก	13	20	62

2.2.1 กรดไขมัน (fatty acid) [10]

ในธรรมชาติส่วนใหญ่พบกรดไขมันที่มีอะตอมคาร์บอนเป็นเลขคู่อยู่ในช่วง 4-30 อะตอม โดยชนิดของคาร์บอน 16-18 อะตอม พบมากที่สุด ในน้ำมันปาล์ม และกรดไขมันอิ่มตัวพบ มากที่สุด คือ กรดปาลมิติก (palmitic acid) และกรดสเตียริก (stearic acid) ส่วนกรดไขมันไม่อิ่มตัว พบมากที่สุด คือ กรดโอเลอิก (oleic acid)



กรดไขมันแบ่งออกเป็น 3 ประเภท คือ

1. กรดไขมันชนิดอิ่มตัว (saturated fatty acid) คือ กรดไขมัน (fatty acid) ที่พันธะระหว่างคาร์บอนอะตอมในโมเลกุลเป็นพันธะเดี่ยว และไม่สามารถรับไฮโดรเจนได้อีก มีสูตรทั่วไปเป็น $\text{C}_n\text{H}_{2n}\text{O}_2$ มีความเสถียร ไม่ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนทำให้เกิดการเหม็นหืนจากออกซิเจน (lipid oxidation) มีจุดหลอมเหลว (melting point) สูง เมื่อเปรียบเทียบกับกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัว (unsaturated fatty acid) ที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากัน

2. กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัว (unsaturated fatty acid) หมายถึง กรดไขมัน (fatty acid) ที่มีพันธะคู่ระหว่างคาร์บอนอะตอมในโมเลกุล 1 พันธะหรือมากกว่า มีจุดหลอมเหลว (melting point) ต่ำกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับกรดไขมันชนิดอิ่มตัว (saturated fatty acid) ที่มีจำนวนคาร์บอนเท่ากัน ประเภทของกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัว Monounsaturated fatty acid เป็นกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่ 1 ตำแหน่ง ได้แก่ กรดโอเลอิก (oleic acid) Polyunsaturated fatty acid เป็นกรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่ ตั้งแต่ 2 ตำแหน่งขึ้นไป

กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่ 2 ตำแหน่ง ได้แก่ กรดลิโนเลอิก (linoleic acid)

กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่ 3 ตำแหน่ง ได้แก่ กรดลิโนเลนิก (linolenic acid)

กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัวที่มีพันธะคู่ 4 ตำแหน่ง ได้แก่ กรดอะราคิโดนิก (arachidonic acid)

3. กรดไขมันโครงสร้างแบบอื่น (fatty acids of unusual structure) พบไม่มาก เช่น Hydroxyl and Dihydroxy acid, Acetylenic acid, Cyclopropenoid acid, Epoxy acids, Keto acid และ Kyclopentenoid acid

ในน้ำมันพืชแต่ละชนิดมีกรดไขมันอิ่มตัว และกรดไขมันไม่อิ่มตัวอยู่ในสัดส่วนที่แตกต่างกันทำให้สมบัติของน้ำมันพืชแต่ละชนิดแตกต่างกัน ดังตารางที่ 2.2

ตารางที่ 2.2 การเปรียบเทียบร้อยละโดยมวลขององค์ประกอบกรดไขมันในน้ำมันพืชแต่ละชนิด [11, 12]

กรดไขมัน	โครงสร้าง	ปริมาณของกรดไขมัน (ร้อยละโดยมวล)					
		น้ำมัน สบู่ดำ	น้ำมัน ปาล์ม	น้ำมัน คาโนลา	น้ำมันถั่ว เหลือง	น้ำมันเมล็ด ทานตะวัน	น้ำมันเมล็ด ยางพารา
ไมตริก	C14:0	0	2.5	0.1	0	0	0
ปาลมิติก	C16:0	15.9	40.8	5.1	11.5	6.5	10.2
ปาลมิโตเลอิก	C16:1	0.9	0	0	0	0.2	0
สเตียริก	C18:0	6.9	3.6	4	4	5.8	8.7
โอเลอิก	C18:1	41.1	45.2	24.5	24.5	27	24.6
ลิโนเลอิก	C18:2	34.7	7.9	53	53	60	39.6
ลิโนเลนิก	C18:3	0.3	0	7	7	0.2	16.3

2.2.2 ปาล์มน้ำมัน

ปาล์มน้ำมัน เป็นพืชน้ำมัน (oil crop) มีชื่อทางวิทยาศาสตร์ว่า อีเลอิส กินีเอนซิส (*elaeis guineensis*) ปาล์มน้ำมันออกผลเป็นทะลาย ทะลายหนึ่งมีผลปาล์ม 1,000 - 2,000 ผลและมีน้ำหนักทะลายละ 10-15 กิโลกรัม ผลปาล์มน้ำมันมีลักษณะเป็นรูปรียาวหรือรูปไข่ มีขนาดกว้าง 3 เซนติเมตร และยาว 5 เซนติเมตร มีน้ำหนักผลละ 10-15 กรัม เปลือกผิวนอกของผลปาล์มเป็นสีเขียวหรือดำเมื่อผลอ่อน และเปลี่ยนเป็นสีส้มแดงเมื่อผลแก่และสุก ภายใต้เปลือกเป็นเมล็ด ประกอบด้วยกะลาและเนื้อในซึ่งมีต้นอ่อนฝังอยู่ น้ำมันปาล์ม (palm oil) จะได้จากผลปาล์ม 2 ส่วนคือ จากส่วนที่เป็นเปลือกหุ้มภายนอก (mesocarp) และจากเนื้อในของเมล็ด (kernel) เรียกว่า palm kernel oil ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 ผลปาล์มน้ำมัน [13]

กระบวนการสกัดน้ำมันจากผลปาล์ม จะมีผลิตภัณฑ์น้ำมันอยู่ 2 ชนิด ได้แก่

- น้ำมันปาล์มดิบ (crude palm oil) ได้จากการสกัดเนื้อปาล์มที่มีสีส้ม เนื่องจาก ประกอบด้วย เบต้าแคโรทีน ซึ่งเบต้าแคโรทีนสามารถกำจัดโดยนำน้ำมันปาล์มดิบไปต้ม จนมีสีส้มของ น้ำมันปาล์มดิบจางหายไป โดยน้ำมันปาล์มดิบเป็นน้ำมันพืชที่มีไขมันอิ่มตัว (saturated fatty acids) ค่อนข้างสูง น้ำมันบางส่วนจึงมีสมบัติเป็นสารกึ่งของแข็ง (semi-solid) ที่อุณหภูมิห้อง นอกจากนี้มี วิตามินอีและวิตามินเอสูงกว่าน้ำมันพืชชนิดอื่น

- น้ำมันเมล็ดในปาล์ม (palm oil kernel oil) ได้จากการสกัดเมล็ดในผลปาล์ม สมบัติคล้ายน้ำมันมะพร้าว และมีกรดลอริก (lauric acid) เป็นกรดไขมันอิ่มตัว และมีกรดไขมันไม่อิ่มตัว (polyunsaturated fatty acids, PUFA) ในปริมาณน้อย โดยน้ำมันเมล็ดในผลของปาล์ม สามารถแยกเป็นส่วนของแข็งและของเหลวได้ ผ่านการกรองและบีบอัดความดัน โดยส่วนที่เป็นของแข็ง เรียกว่า สเตียรีน (stearin) ใช้ในการทำเนย ส่วนที่เป็นของเหลว เรียกว่า โอเลอิน น้ำมันปาล์มดิบ ประกอบด้วยกรดไขมันไม่อิ่มตัว (unsaturated fatty acid) และกรดไขมันที่ อิ่มตัว (saturated fatty acid) ในอัตราส่วนที่เท่าๆกัน อีกทั้งยังมีวิตามินอีสูงทำให้น้ำมันปาล์มมีเสถียรภาพสูง โดยกรดไขมันไม่อิ่มตัวส่วนใหญ่เป็นพันธะเดี่ยวโอเลอิก (monounsaturated oleic acid) 40% ในขณะที่

กรดไขมันไม่อิ่มตัวประกอบด้วย กรดปาลมิก (palmitic acid) 44% และกรดสเตียริก (stearic acid) 5% สัดส่วนกรดไขมันดังกล่าว ทำให้น้ำมันปาล์มมีสมบัติที่เหมาะสมใช้ในอุตสาหกรรมแปรรูปอาหาร ยิ่งไปกว่านั้นน้ำมันปาล์มยังใช้เป็นส่วนผสมของมาการีน และใช้ในอุตสาหกรรมผลิตเครื่องสำอาง สบู่ ผงซักฟอก และยา

2.2.3 กระบวนการไฮโดรทรีตติงของน้ำมัน [14-16]

ไฮโดรทรีตติง เป็นกระบวนการเพื่อปรับปรุงสมบัติน้ำมันให้เหมาะสมที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม วัตถุประสงค์หลักในการนำไปใช้งานมี 2 ประเภท คือ ต้องการทำให้โครงสร้างโมเลกุลของไฮโดรคาร์บอนมีพันธะอิ่มตัว และกำจัดองค์ประกอบธาตุที่ไม่ต้องการในน้ำมัน เช่น ซัลเฟอร์ ออกซิเจน ไนโตรเจน และโลหะ โดยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาและเติมไฮโดรเจน ไฮโดรทรีตติงประกอบด้วยปฏิกิริยา ดังนี้

ไฮโดรจีเนชัน (hydrogenation)

ไฮโดรดีออกซิจีเนชัน (hydrodeoxygenation)

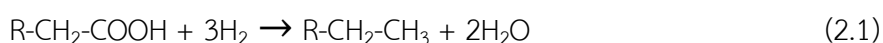
ไฮโดรดีซัลเฟอร์ไรเซชัน (hydrodesulfurization)

ไฮโดรดีไนโตรจีเนชัน (hydrodenitrogenation)

ไฮโดรดีเมทัลเลชัน (hydrodemetallation)

ปฏิกิริยาไฮโดรทรีตติงของน้ำมันปิโตรเลียมมีความแตกต่างจากปฏิกิริยาไฮโดรทรีตติงของน้ำมันพืชเป็นผลอันเนื่องมาจากสารตั้งต้นมีองค์ประกอบที่แตกต่างกัน น้ำมันปิโตรเลียมที่มีอะตอมของออกซิเจนอยู่เพียงเล็กน้อยในขณะที่น้ำมันพืชมีอะตอมของออกซิเจนอยู่มาก ดังนั้นปฏิกิริยาไฮโดรดีออกซิจีเนชันจึงมีความสำคัญมากในการไฮโดรทรีตติงของน้ำมันพืช น้ำมันปาล์มเป็นสารตั้งต้นในการผลิตน้ำมันดีเซลชีวภาพไฮโดรจีเนต โดยปฏิกิริยาในไฮโดรทรีตติง เกิดผ่าน 3 ปฏิกิริยา ได้แก่

1. ปฏิกิริยาไฮโดรดีออกซิจีเนชัน (hydrodeoxygenation: HDO) เป็นปฏิกิริยาคายความร้อน (exothermic reaction) กรดไขมันหรือไตรกลีเซอไรด์ถูกเติมไฮโดรเจนเข้าไปเพื่อกำจัดออกซิเจนจากกรดไขมันหรือไตรกลีเซอไรด์ในรูปของน้ำ ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบบนอร์มัลแอลเคนที่มีจำนวนคาร์บอนอะตอมเท่ากับจำนวนคาร์บอนอะตอมที่อยู่ในกรดไขมันหรือไตรกลีเซอไรด์ก่อนทำปฏิกิริยา ดังสมการ 2.1



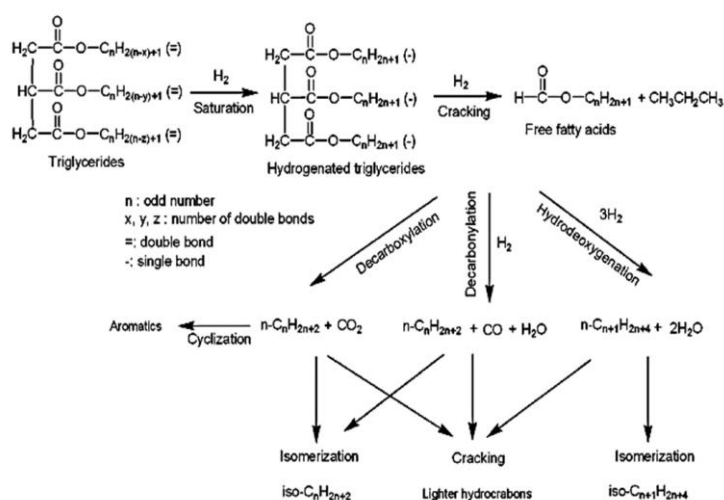
2. ปฏิกริยาดีคาร์บอนิลเลชัน (decarbonylation: DCO) เป็นปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermic reaction) ของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบในไตรกลีเซอไรด์ถูกดึงออกซิเจนออกจากโครงสร้างของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบในไตรกลีเซอไรด์โดยออกไปในรูปของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์และน้ำ ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบนอร์มัลแอลเคนที่มีจำนวนคาร์บอนอะตอมน้อยกว่ากรดไขมันหรือไตรกลีเซอไรด์ที่ทำปฏิกิริยา 1 อะตอม ดังสมการ 2.2



3. ปฏิกริยาดีคาร์บอกซีเลชัน (decarboxylation: DCO₂) เป็นปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermic reaction) เป็นการแตกตัวของหมู่คาร์บอกซิลในโครงสร้างของกรดไขมันที่เป็นองค์ประกอบในไตรกลีเซอไรด์โดยไม่ใช้ไฮโดรเจนในการทำปฏิกิริยาในรูปของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบนอร์มัลแอลเคนที่มีจำนวนคาร์บอนอะตอมน้อยกว่าที่ทำปฏิกิริยา 1 อะตอม ดังสมการ 2.3



จากปฏิกิริยาทั้งหมดที่กล่าวมามีกลุ่มนักวิจัยได้นำเสนอแผนผังการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรทรีตติงของน้ำมันพืชที่มีความน่าเชื่อถือเป็นอย่างมาก [8, 14, 16, 17] เสนอปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องซึ่งถูกอ้างอิงจากผลิตภัณฑ์หลักที่เกิดขึ้นและผลิตภัณฑ์ร่วมจาก 3 ปฏิกิริยา คือ 1. ปฏิกิริยาไฮโดรดีออกซิจีเนชัน 2. ปฏิกริยาดีคาร์บอนิลเลชัน 3. ปฏิกริยาดีคาร์บอกซีเลชัน แสดงเป็นแผนผังดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 แผนผังแสดงการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรทรีตติงของน้ำมันพืช [14]

2.3 การผลิตกรดปาล์มติกจากน้ำมันพืช

Kirschenbauer และคณะ [18] ศึกษาการผลิตกรดปาล์มติก โดยทั่วไปกระบวนการผลิตกรดปาล์มติกประกอบด้วยสองขั้นตอน ขั้นที่หนึ่งน้ำมันพืชผ่านกระบวนการไฮโดรจิเนชัน (selective hydrogenation) ภายใต้ภาวะที่มีกรดไขมันไม่อิ่มตัวค่อนข้างสูง เช่น ไลโนเลอิกและไลโนเลนิก โดยปฏิกิริยาดังกล่าวนั้นเป็นส่วนใหญ่หรือเปลี่ยนเป็นกรดโอเลอิกอย่างสมบูรณ์ และขั้นที่สอง ผลิตภัณฑ์ของปฏิกิริยาไฮโดรจิเนชันผ่านปฏิกิริยาวาร์เรนแทรปป์ (varrentrapp reaction) เพื่อเปลี่ยนกรดโอเลอิกให้เป็นกรดปาล์มติกที่ต้องการ กรดไขมันชนิดไม่อิ่มตัว เช่น ไลโนเลอิกและกรดไลโนเลนิก ถูกเติมไฮโดรเจนในขั้นไฮโดรจิเนชันให้เป็นกรดโอเลอิก กระบวนการไฮโดรจิเนชันซึ่งสารส่วนใหญ่ที่เป็นกรดมีความไม่อิ่มตัวมากกว่าโอเลอิกเปลี่ยนเป็นกรดโอเลอิก จากนั้นจึงนำไปผ่านกระบวนการการอบชุบด้วยความร้อน (heat treatment) เมื่อมีโลหะอัลคาไลส่วนเกิน เช่น โพแทสเซียมหรือโซดาไฟ โดยพบว่าผลิตภัณฑ์ประกอบด้วยเปอร์เซ็นต์กรดปาล์มติกที่เกิดจากปฏิกิริยาวาร์เรนแทรปป์ค่อนข้างสูง เกี่ยวข้องกับการเคลื่อนย้ายของพันธะคู่ของกรดโอเลอิกไปทางตำแหน่งอะตอมคาร์บอนที่ 16 ไปตำแหน่งอะตอมคาร์บอนที่ 17 จากนั้นกรดไขมันเกิดการแตกระหว่างตำแหน่งอะตอมคาร์บอนที่ 16 และตำแหน่งอะตอมคาร์บอนที่ 17 ตามลำดับ เพื่อให้ได้กรดอิ่มตัวที่มีจำนวนอะตอมคาร์บอน 16 อะตอมเป็นผลิตภัณฑ์หลัก

Magne และคณะ [19] ศึกษาการผลิตกรดปาล์มติกบริสุทธิ์จากกรดน้ำมันพืช (vegetable oil acid) โดยทั่วไปตามธรรมชาติ เกิดจากกระบวนการสaponification ของไตรกลีเซอไรด์ พบว่าเกิดส่วนผสมของกรดไขมันชนิดอิ่มตัวสูงกว่า กรดไขมันผสมมีจุดเดือดที่สูงมากจึงไม่สามารถแยกให้บริสุทธิ์ได้โดยการกลั่นลำดับส่วน ในขณะที่จุดหลอมเหลวของกรดแตกต่างกันอย่างมาก ในขั้นตอนการตกผลึก กรดไขมันมีแนวโน้มที่จะแข็งตัวในรูปของผลึกที่มีโมเลกุลต่างกัน ในกรณีที่ต้องการกรดไขมันชนิดอิ่มตัวที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่า จะได้มาจากตกผลึกซ้ำจากตัวทำละลายอินทรีย์ที่มีปริมาณออกซิเจนมาก เช่น แอซีโตน อย่างไรก็ตาม ขั้นตอนดังกล่าวจำเป็นต้องมีขั้นตอนการตกผลึกซ้ำหลายขั้นตอน โดยผลผลิตของกรดไขมันบริสุทธิ์ค่อนข้างต่ำ

Cosgrove และคณะ [20] ศึกษากระบวนการทำให้กรดโอเลอิกมีความบริสุทธิ์สูง โดยการทำให้เกิดความซับซ้อนของกรดไลโนเลอิกของน้ำมันที่มีส่วนผสมกรดไขมันสูง (tall oil fatty acid) ส่งผลให้สามารถแยกส่วนของกรดโอเลอิกบริสุทธิ์ได้ในปริมาณมาก (เช่น บริสุทธิ์อย่างน้อย 92%) ขั้นตอนที่ทำให้เกิดความซับซ้อน คือการเกิดคอนจูเกต (conjugation) พันธะคู่ของส่วนของกรดไลโนเลอิกและทำปฏิกิริยาผลิตภัณฑ์คอนจูเกตนี้กับไดอีนโพล์ที่อุณหภูมิระหว่าง 180 ถึง 300 องศาเซลเซียส เพื่อเพิ่มน้ำหนักโมเลกุลเมื่อเทียบกับน้ำหนักโมเลกุลกรดไลโนเลอิกและกรดโอเลอิกเดิม ซึ่ง

น้ำหนักโมเลกุลที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้จุดเดือดแตกต่างกันและช่วยให้การแยกของกรดโอเลอิกออกจากกรดไลโนเลอิกจากการกลั่นได้ ส่งผลให้ได้กรดโอเลอิกที่มีสีอ่อนและมีความบริสุทธิ์สูง

Fehr และคณะ [21] ศึกษาไขมันถั่วเหลืองที่มีความเข้มข้นสูงทั้งกรดปาล์มติกและกรดสเตียริก โดยน้ำมันถั่วเหลืองได้จากการบดและสกัดจากเมล็ดถั่วเหลือง พบว่าปริมาณกรดปาล์มติก (C16:0) เพิ่มขึ้นจาก 14% เป็น 24% และปริมาณกรดสเตียริก (C18:0) เพิ่มขึ้นจาก 20% เป็น 30% ของน้ำหนักขององค์ประกอบของกรดไขมันทั้งหมด ทั้งนี้เมื่อนำน้ำมันถั่วเหลืองที่ผ่านการปรับปรุงพันธุ์กรรมจะพบกรดไลโนเลนิก (C18:3) ที่เป็นส่วนประกอบของน้ำมันถั่วเหลืองมีปริมาณน้อยกว่า 3% ของน้ำหนักขององค์ประกอบของกรดไขมันทั้งหมด ทั้งนี้จะสามารถนำไปใช้ทางด้านการเกษตรเพื่อยกระดับปริมาณกรดปาล์มติกและกรดสเตียริก

Machado และคณะ [22] ศึกษากระบวนการสลายด้วยความร้อน (pyrolysis) ของมอลต์ชานอ้อยเพื่อให้ได้ถ่านชีวภาพที่มีขนาดรูพรุนเป็นเมโสพอร์สและน้ำมันที่เติมไปด้วยกรดปาล์มติก พบว่าผลที่ดีที่สุดสำหรับการผลิตถ่านไบโอชาร์คือที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส โดยมีเวลาที่ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิที่ต้องการเป็นเวลา 10 นาที ผลผลิตของถ่านไบโอชาร์และน้ำมันไพโรไลซิสในภาชนะนี้คือร้อยละ 29.7 และ 33.9 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ อุณหภูมิการสลายด้วยความร้อนและเวลาที่ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิที่ต้องการมีผลต่อผลผลิตของผลิตภัณฑ์ โดยเพิ่มอุณหภูมิการสลายด้วยความร้อนจาก 500 เป็น 700 องศาเซลเซียส และเวลาที่ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิที่ต้องการเป็นเวลาจาก 10 เป็น 50 นาที ทำให้ผลผลิตถ่านไบโอชาร์ลดลง ปริมาณสารระเหยลดลง และปริมาณเถ้าเพิ่มขึ้น นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิการสลายด้วยความร้อนทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของถ่านไบโอชาร์ลดลง ในขณะเดียวกันถ่านไบโอชาร์มีหมู่ฟังก์ชันที่น่าสนใจและมีลักษณะขนาดรูพรุนเป็นเมโสพอร์สซึ่งสามารถเป็นสารตั้งต้นในการเป็นตัวดูดซับ น้ำมันไพโรไลซิสประกอบด้วยสารประกอบแอโรมาติกที่ถูกเติมออกซิเจน โดยส่วนหลักคือกรดปาล์มติก 27.3% ซึ่งสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้หลายประเภทรวมถึงการผลิตไบโอดีเซล แสดงให้เห็นว่าของเสียที่มีอยู่และมีปัญหา เช่น ชานอ้อยมอลต์ สามารถแปลงเป็นถ่านไบโอชาร์มีลักษณะขนาดรูพรุนเป็นเมโสพอร์และกลายเป็นน้ำมันไพโรไลซิสที่เติมไปด้วยกรดปาล์มติก ถ่านไบโอชาร์และน้ำมันไพโรไลซิสเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีมูลค่าสูงและสามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้หลายด้าน

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.4.1 งานวิจัยด้านการเตรียมแวกซ์จากน้ำมันพืชและกรดไขมัน

Bouzidi และคณะ [23] ศึกษาองค์ประกอบของแวกซ์เอสเทอร์ นำไปทดแทนน้ำมันโจโจบาที่มีราคาสูง ผ่านกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันจากกรดไขมันและแอลกอฮอล์ไขมัน โดยใช้ตัวอย่างเป็น

กรดเอรูซิก (erucic acid) ที่มีจำนวนคาร์บอน 22 อะตอมและมีตำแหน่งของพันธะคู่ 1 ตำแหน่ง และตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ไดไซโคลเฮกซิลคาร์โบไดอิมิด (dicyclohexylcarbodiimide, DCC) ในคลอโรฟอร์ม ต่อ 4-ไดเมทิลอะมิโนไพริดีน (4-dimethylaminopyridine, 4-DMAP) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าได้ผลิตภัณฑ์คือแวกซ์เอสเทอร์ที่มีจำนวนคาร์บอน 36, 40 (สมมาตรและอสมมาตร) และ 44 ขึ้นอยู่กับความยาวของสายโซ่หรือจำนวนคาร์บอนและความสมมาตรของโมเลกุล

Bouzidi และคณะ [24] ศึกษาจำนวนกิ่งของแวกซ์เอสเทอร์ที่มีลักษณะคล้ายไขโจไบบาบริสุทธี (JLE) ผ่านกระบวนการอีพอกไซด์และการเปิดวงเพื่อสังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์ผ่านกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันจากกรดไขมันและแอลกอฮอล์ โดยใช้ตัวอย่างเป็นกรดเอรูซิกที่มีจำนวนคาร์บอน 22 อะตอม มีตำแหน่งของพันธะคู่ 1 ตำแหน่ง และตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ไดไซโคลเฮกซิลคาร์โบไดอิมิดในคลอโรฟอร์ม ต่อ 4-ไดเมทิลอะมิโนไพริดีน พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้คือ แวกซ์เอสเทอร์ที่มีกิ่ง 1, 2, 3 และ 4 กิ่ง ในโครงสร้างของแวกซ์เอสเทอร์แสดงถึงโครงสร้างที่ไม่สมมาตร ซึ่งเมื่อจำนวนของกิ่งเพิ่มมากขึ้น การตกผลึกลดลง เนื่องจากจำนวนกิ่ง มวล และความสมมาตรของโครงสร้างขึ้นอยู่กับ การตกผลึกและการหลอมเหลว ซึ่งอนุพันธ์ของแวกซ์เอสเทอร์มีสมบัติเป็นของเหลวคล้ายแก้ว (glass transition) ที่อุณหภูมิต่ำแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างที่ไม่สมมาตรมีแนวโน้มในการเกิดความเป็นกิ่งในโครงสร้างมากขึ้น

Bouzidi และคณะ [25] ศึกษาผลความยาวของสายโซ่ จำนวนกิ่ง ความสมมาตรของโมเลกุล และหมู่ฟังก์ชันที่เป็นแอลิฟาติกที่มีผลต่อการสังเคราะห์ผ่านกระบวนการสังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์จากเอซิด คลอไรด์และแอลกอฮอล์ โดยใช้ตัวอย่างเป็น 9-เดซีโนล และ กรด 9-เดซีโนอิก ที่อุณหภูมิห้อง ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ ไพริดีน (pyridine) ในคลอโรฟอร์ม ผลที่ได้คือ เอสเทอร์คล้ายไขโจไบบาบริสุทธี (JLEs) ซึ่งได้แวกซ์ 3 ชนิด คือ octadec-9-enyl dec-9-enoate (JLE 281), dec-9-enyl oleate (JLE 282) และ dec-9-enyl dec-9-enoate (JLE-20) ซึ่งแวกซ์เอสเทอร์ที่สังเคราะห์ได้มีปลายสายโซ่ที่เป็นพันธะคู่ จึงส่งผลให้พันธะคู่ (cis) และการหมุนในโครงสร้างทำให้การตกผลึกลดลง

Cirujano และคณะ [26] ศึกษาการสังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์ด้วยกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันของกรดไขมันและแอลกอฮอล์ไขมัน โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยา คือ 0.07 มิลลิโมล Zr-MOFs ในเมทานอล Zr-MOFs ในเอทานอล UiO-66 และ UiO-66-NH₂ จากงานวิจัยพบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดมีความหลากหลายเช่น UiO-66 ผลิตภัณฑ์สูงถึง 80 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 78 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง เป็นต้น โดยในแต่ละตัวเร่งปฏิกิริยามีภาวะการทดลองที่แตกต่างกัน ซึ่งเสถียร และสามารถนำกลับมาใช้งานได้

Romero และคณะ [27] ศึกษาไบโอพาราฟินจากน้ำมันถั่วเหลืองเพื่อเป็นทางเลือกที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมแทนแวกซ์แร่ธาตุ โดยใช้ตัวอย่างเป็นร้อยละอัตราส่วนระหว่างส่วนผสมของน้ำมันถั่วเหลืองที่มีการเติมไฮโดรเจนทั้งหมดและน้ำมันถั่วเหลืองที่มีการเติมไฮโดรเจนบางส่วน 50 ต่อ 50 และ 80 ต่อ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าเกิดการจัดเรียงสายโซ่ของไตรเอซิลกลีเซอรอลใหม่ ทำให้ปริมาณความเข้มข้นของไตรเอซิลกลีเซอรอลแบบอิ่มตัวและไม่อิ่มตัวเพิ่มขึ้น เมื่อเกิดการปรับเปลี่ยนองค์ประกอบทางเคมีอย่างชัดเจนจึงส่งผลต่อการตกผลึก ขนาดผลึกลดลง เกิดการเปลี่ยนแปลงของผลึก และความเป็นพลาสติกเพิ่มขึ้น ดังนั้นวัสดุจึงแสดงลักษณะการหลอมละลายและลักษณะเนื้อสัมผัสที่เหมาะสมสำหรับการใช้แทนแวกซ์แร่ธาตุ

Caputo และคณะ [28] ศึกษาการเตรียมไบโอแวกซ์เอสเทอร์ในภาวะการไหลแบบต่อเนื่อง (continuous flow condition) ไบโอแวกซ์สังเคราะห์จากกรดไขมันน้ำมันพืชเป็นทางเลือกในการทดแทนพาราฟินปิโตรเลียม โดยกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันแบบฟิชเชอร์ (fisher-type esterification) ของกรดไขมันสายโซ่ยาวและแอลกอฮอล์ภายใต้ภาวะความเป็นกรด ไบโอแวกซ์เอสเทอร์จึงเตรียมภายใต้เวลาปฏิกิริยา 30 นาทีและอุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียส แนวทางนี้นำมาซึ่งการปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์ไบโอแวกซ์จากมุมมองทางเศรษฐกิจและสิ่งแวดล้อมดังนั้นทำให้วิธีการนี้สามารถขยายขนาดไปสู่ระดับอุตสาหกรรมได้

Al-Arafi และคณะ [29] ศึกษาการผลิตแวกซ์เอสเทอร์จากกรดโอเลอิกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogenous catalyst) โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นกรดและมีความเป็นเนื้อเดียวกันเกิดปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันของกรดโอเลอิกและโอเลิลแอลกอฮอล์ในการผลิตโอเลิลโอเลเอตซึ่งเป็นแวกซ์เอสเทอร์ กรดซัลฟิวริกมีความจำเพาะค่อนข้างสูง ตัวแปรของปฏิกิริยาต่างๆ จึงปรับให้เหมาะสมเพื่อให้ได้ผลผลิตที่มีโอเลิลโอเลเอตสูง ภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการผลิตโอเลิลโอเลเอตคือเวลาปฏิกิริยา 5 ชั่วโมง อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ปริมาณกรดซัลฟิวริก 5 กรัม และอัตราส่วนโดยโมลระหว่างโอเลิลแอลกอฮอล์และกรดโอเลอิกเป็น 1:1 ผลผลิตของแวกซ์เอสเทอร์ที่ได้รับจากภาวะปฏิกิริยาที่เหมาะสมคือ 93.88%

Beula และคณะ [30] ศึกษาจลนพลศาสตร์ของเอสเทอริฟิเคชันของกรดปาล์มติกด้วยการเพิ่มประสิทธิภาพเอทานอลโดยใช้การออกแบบการทดลองทางสถิติ เพื่อประยุกต์การออกแบบการทดลองทางสถิติเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชันและเพื่อให้ได้จลนศาสตร์ของปฏิกิริยา โดยใช้กรดปาล์มติกกับเอทานอลเป็นสารตั้งต้นและใช้กรดซัลฟิวริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน ตัวแปรที่เหมาะสมต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา ได้แก่ อุณหภูมิ อัตราส่วนโมลของสารตั้งต้น และความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ

73 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลเริ่มต้นของสารตั้งต้นที่ 9.39 และความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ร้อยละ 6.4 โดยน้ำหนัก

Reddy และคณะ [31] ศึกษากระบวนการเอสเทอริฟิเคชันแบบออกซิเดชันของแอลกอฮอล์ชนิดปฐมภูมิที่อุณหภูมิห้องภายใต้ตัวกลางที่เป็นน้ำ โดยกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันแบบออกซิเดชันของแอลิฟาติกแอลกอฮอล์ปฐมภูมิ ใช้โซเดียมโบรไมด์และโซเดียมโบรเมตภายใต้ตัวกลางที่เป็นน้ำ ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าสารตั้งต้นที่ใช้ทั้งแอลิฟาติกแอลกอฮอล์และไซคลิกแอลกอฮอล์ ให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ที่ดี (>99%) ซึ่งข้อดีของกระบวนการนี้เป็นวิธีที่ง่ายต่อการแยก เนื่องจากไม่ต้องมีการใช้วิธีคอลัมน์โครมาโตกราฟี (column chromatography) เพื่อแยกความบริสุทธิ์

Santi และคณะ [32] ศึกษาตัวทำละลายยูเทคติก (eutectic solvent) ที่เป็นกรดในการทำปฏิกิริยาสำหรับเอสเทอริฟิเคชันของกรดคาร์บอกซิลิกกับแอลกอฮอล์ ตัวทำละลายยูเทคติกที่เป็นกรดที่ปราศจากฮาโลเจน (DES) เตรียมโดยการผสมเกลือควอเตอร์นารีแอมโมเนียมมีเทนซัลโฟเนตกับกรดพารา-โทลูอินซัลโฟนิก (*p*-toluenesulfonic acid, PTSA) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาตัวทำละลายคู่สำหรับกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันของกรดคาร์บอกซิลิกหลายชนิดที่มีแอลกอฮอล์ต่างกันด้วยในอัตราส่วนโดยโมลของตัวเร่งปฏิกิริยา 1:1 วิธีการนี้ไม่รุนแรง ปลอดภัย และเรียบง่าย ความง่ายในการคืนกลับและการนำตัวทำละลายยูเทคติกที่เป็นกรดที่ปราศจากฮาโลเจน ใช้ซ้ำได้สูงทำให้วิธีนี้มีประสิทธิภาพ เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม และได้แกวซ์เอสเทอร์ต่างๆ ให้ผลผลิตที่ดี

Kleinová และคณะ [33] ศึกษาการเตรียมและลักษณะเฉพาะของน้ำมันหล่อลื่นเพื่อทดแทนเอสเทอร์ของกรดสเตียริกให้เป็นสารหล่อลื่นที่มีประสิทธิภาพ โดยเตรียมเอสเทอร์ 4 ตัวคือ อนุพันธ์ของกรด 9,10-ไดไฮดรอกซีสเตียริก ผ่านกระบวนการอีพอกซิเดชันของเมทิลเอสเทอร์ของกรดโอเลอิก การเปิดวงแหวนออกซิเรนในตัวกลางที่เหมาะสม และกระบวนการเอสเทอริฟิเคชันของหมู่ไฮดรอกซิลอิสระ (free hydroxyl group) โดยการกำจัดพันธะคู่ออกจากเอซิล (acyl) ของกรดไขมัน ทำให้น้ำมันโมเลกุล และการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างโมเลกุลเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความหนืดและความเสถียรของการเกิดออกซิเดชันเพิ่มขึ้น

2.4.2 งานวิจัยด้านสมบัติการเคลือบของแว็กซ์

Bayer และคณะ [34] ศึกษาแผ่นฟิล์มที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (superhydrophobic) จากอิมัลชันไฮคาร์บอนา-แอลกอฮอล์ที่มีความทนต่อตัวทำละลาย โดยการผลิตฟิล์มที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดจากพอลิเตตระฟลูออโรเอทิลีน (PTFE) พบว่าฟิล์มแสดงความต้านทานต่อการกัดกร่อนด้วยตัวทำละลาย เช่น คลอโรฟอร์ม โทลูอีน แอซิโตน และแอลกอฮอล์ เมื่อจุ่มลงในอ่างตัวทำละลายดังกล่าวเป็นเวลาหนึ่งชั่วโมง ฟิล์มคอมโพสิตมีความไม่ชอบน้ำได้หลังจากที่ตัวทำละลายระเหยออกไปออกจากพื้นผิวหลังจากนำออกจากอ่างตัวทำละลายนอกจากนี้ และพบว่าการวัดมุมฮิสเทรีซิสของมุมสัมผัสไม่ได้ลดระดับลง

Zhang และคณะ [35] ศึกษาการสร้างพื้นผิวกระดาษที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดโดยการเคลือบส่วนผสมแว็กซ์ เพื่อสร้างโครงสร้างจุลภาคโดยใช้ไขเพื่อเตรียมพื้นผิวกระดาษที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด มี 2 กระบวนการ คือ ผสมซีฟิ่ง (ไขผึ้ง/ไฮคาร์บอนา) ให้เป็นอิมัลชัน และเคลือบบนพื้นผิวกระดาษ จะนำกระดาษเคลือบที่อุณหภูมิต่างๆ ทำให้กระดาษที่เคลือบนั้นมีสมบัติไม่ชอบน้ำหรือไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดไปจนถึงสถานะโลตัส (Lotus) ชั้นเคลือบแว็กซ์แสดงได้ดีเช่นกันกับสมบัติความโปร่งใสและเสถียรภาพ ข้อดีของวิธีการนี้เป็นวิธีที่ง่าย ประหยัด เนื่องจากการไม่มีการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์และสารเคมีในขั้นตอนการเคลือบ และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

Zhao และคณะ [36] ศึกษาสารเคลือบที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำสูงต่ออาหารเหลวที่ใช้แว็กซ์เกรดอาหาร พบว่าสารเคลือบที่ไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดมีมุมสัมผัสน้ำ (water contact angle) 158.2 องศาและมุมเลื่อน (slide angle) 7.3 องศา สารเคลือบมีความทนทานต่อการฉีกขาดที่รุนแรงและการแช่ในสารละลายน้ำที่มีฤทธิ์กัดกร่อน นอกจากนี้สารเคลือบแสดงสมบัติด้านการยึดเกาะที่ดีเยี่ยมสำหรับอาหารเหลวหลายชนิด รวมถึงโคล้าน้ำผึ้ง นม และโยเกิร์ต นอกจากนี้การเคลือบยังสามารถใช้ได้กับพื้นผิวที่แตกต่างกัน เช่น กระดาษไคโด แผ่นพอลิเอทิลีน และเทรฟทาเลต เป็นต้น และสามารถเตรียมได้โดยใช้แว็กซ์ชนิดต่างๆ เช่น แว็กซ์พาราฟิน ไขผึ้ง และไขไมโครคริสตัลไลน์ เป็นต้น สารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดของแว็กซ์สามารถใช้งานในด้านต่างๆ เช่น การป้องกันการยึดเกาะของอาหารเหลว การถนอมผลไม้ และการต่อต้านการยึดเกาะทางชีวภาพ เป็นต้น

Wang และคณะ [37] ศึกษาพื้นผิวผสมสารหล่อลื่นชนิดกินได้ที่ได้รับแรงบันดาลใจทางชีวภาพพร้อมกับสมบัติในการลดสารตกค้างของของเหลว โดยพื้นผิวถูกออกแบบง่ายและมีการผสมสารหล่อลื่นโดยตรง ตัวอย่างพื้นผิวสร้างขึ้นสี่ประเภท ไฮคาร์บอนาที่มีการผสมเอทิลโอเลเอต ไฮคาร์บอนาที่มีการผสมน้ำมันปรุงอาหาร ไขผึ้งที่มีการผสมเอทิลโอเลเอต และไขผึ้งที่มีการผสมน้ำมันปรุง

อาหาร พบว่าพื้นผิวที่เคลือบด้วยไฮคาร์บอนามีความลื่น ส่วนพื้นผิวที่เคลือบซีฟิ่งมีความโปร่งใส เช่นเดียวกับพื้นผิวที่มีการผสมเอทิลโอเลตและพื้นผิวที่มีการผสมน้ำมันปรุงอาหารมีความลื่นที่ดีและมีข้อได้เปรียบที่ไม่แพง นอกจากนี้การเลือกใช้วัสดุของพื้นผิวสามารถหมุนเวียน เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม รีไซเคิลได้ และกินได้ แสดงให้เห็นว่าพื้นผิวมีข้อดีในด้านประสิทธิภาพในระยะยาวและทนต่อแรงกระแทกได้ดี และบ่งชี้ว่าสามารถอำนวยความสะดวกได้สำหรับการผลิตพื้นผิวลดสารตกค้างของเหลวแบบการใช้งานที่หลากหลายพร้อมการรับประกันความปลอดภัยของอาหาร

Liu และคณะ [38] ศึกษาการผลิตสารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดด้วยวัสดุชนิดกินได้ สารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดถูกประดิษฐ์ขึ้นด้วยไฮแคนเดิลลิตาที่กินได้และไซร่าข้าวผ่านการพ่นในชั้นตอนเดียวสารละลายร้อนแบบแก๊สในเอทานอลบนพื้นผิวพอลิโพรพิลีน (polypropylene) สำหรับภาชนะบรรจุอาหาร สารเคลือบแสดงความสามารถในความไม่ชอบน้ำได้ดีเยี่ยมสำหรับความหนืดที่หลากหลายของเหลวที่มีมุมสัมผัสสูงกว่า 150 องศา และมุมเลื่อนในใกล้ 0 องศา พอลิโพรพิลีนที่เคลือบแล้วสามารถคงสภาพได้ดีเยี่ยมสมบัติที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดหลังจากการกระแทกจากสารละลายน้ำร้อน (ประมาณ 70 องศาเซลเซียส) หรือการไค้งงอซ้ำ 1200 ครั้ง ทนความร้อนได้ดีและมีความยืดหยุ่นสูง วิธีการนี้สามารถนำไปใช้กับพื้นผิวด้านในของบรรจุภัณฑ์อาหารทุกชนิดได้ลดอาหารเหลวตกค้าง

Zhang และคณะ [39] ศึกษาบรรจุภัณฑ์อาหารอเนกประสงค์สำหรับการลดอาหารเหลวที่ตกค้าง โดยใช้สารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่กินได้และทนต่ออุณหภูมิจากกาแฟและฟิ้ง สารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดชนิดกินได้และทนความร้อนประดิษฐ์ขึ้นโดยใช้ซีฟิ่งและกาแฟ พื้นผิวเคลือบนี้มีโครงสร้างระดับไมโคร/นาโนที่คล้ายกันของผิวใบ สมบัติช่วยลดการตกค้างของอาหารเหลวได้อย่างมีประสิทธิภาพเมื่อเทออกจากภาชนะบรรจุ ความเสถียรทางความร้อนและแรงยึดเกาะของสารเคลือบเพิ่มขึ้น มุมสัมผัสของการเคลือบนี้สูงกว่า 150 องศา สารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดชนิดกินได้และทนต่อความร้อนสามารถแก้ปัญหาได้ปัญหาที่สารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่กินได้แบบเดิมไม่สามารถทนต่ออุณหภูมิสูงได้และมีโอกาสการใช้งานในด้านบรรจุภัณฑ์อาหารเพื่อสุขภาพ

Wan และคณะ [40] ศึกษากระดาษที่เป็นนาโนคอมโพสิตจากไบโอแวกซ์-แร่ธาตุแบบผสมผสานและโปรตีน การสร้างนาโนคอมโพสิตหน้าทีจากสารเติมแต่งที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและกระดาษเซลลูโลส ซีฟิ่ง-ซิลิกาแบบผสมผสานเลียนแบบหนังกำพร้าไบโอแวกซ์ที่มีแร่ธาตุของไบข้าว เกล็ดดิน นาโนคอมโพสิตที่รวมตัวกันแสดงความสามารถในความไม่ชอบน้ำได้ กระบวนการของการฉีดพ่นไบโอแวกซ์-แร่ธาตุแบบผสมผสานลงบนพื้นผิวผลิตกระดาษเพื่อกำหนดขนาดหรือเคลือบพื้นผิว

โดยมีสมบัติด้านเชื้อแบคทีเรียและการเก็บรักษาผัก/ผลไม้ เป็นวิธีที่เรียบง่ายและได้รับแรงบันดาลใจทางชีวภาพนี้จะนำผลิตภัณฑ์ที่ทำจากกระดาษที่ยั่งยืนไปสู่ความหลากหลายการใช้งาน ภาชนะบรรจุอาหาร/เครื่องดื่มหรือวัสดุบรรจุภัณฑ์ที่สามารถลดหรือกำจัดของเสียที่เป็นของเหลว

Wang และคณะ [41] ศึกษาสารเคลือบแว็กซ์ชนิดกินได้แบบผสมที่ทนทาน พร้อมสมบัติความไม่ชอบน้ำและสามารถยึดได้ จากการใช้สารเคลือบที่ผสมไขคาร์บอนา และไขผึ้ง ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย ด้วยวิธีพ่นสเปรย์และใช้เครื่องสั่น (ultrasonicate) เพื่อทำให้เป็นเนื้อเดียวกัน โดยสเปรย์บนพาราฟิน (PF) ไนไตรล์บิวตาไดอิน (NBR) และพอลิเอทิลีน (PE) มุมสัมผัสหยดน้ำทั้งก่อนและหลังการยึดแสดงถึงความไม่ชอบน้ำ พบว่ามีความทนทานต่อการเสียดสี การรักษารอยขีดข่วน ปราศจากสิ่งตกค้าง และความสามารถในการคืนกลับหลังจากการยึด

Seth และคณะ [42] ศึกษาการพัฒนาสารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดจากขยะชีวภาพและไขมันจากธรรมชาติ ปัจจุบันสารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดผลิตจากวัสดุที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมและยั่งยืนในปัจจุบันมีงานด้านขยะชีวภาพผงเปลือกไข่และไขมันธรรมชาติเกรดอาหารพบว่า สารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดมีมุมสัมผัสน้ำ 156 องศา และมุมเลื่อน 10 องศา พื้นผิวเคลือบนี้มีสมบัติที่ดีมากสำหรับกันของเหลว มุมสัมผัสน้ำ 150 องศาและป้องกันการเกาะตัวของของเหลวด้วย ดังนั้นสารเคลือบที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมที่ประดิษฐ์ขึ้นสามารถใช้เป็นสารเคลือบบรรจุภัณฑ์อาหารที่มีฤทธิ์ด้านการยึดติดที่เป็นของเหลวได้ ป้องกันการสูญเสียเครื่องดื่มทั่วไปที่บริโภคในชีวิตประจำวันของเรา

Wang และคณะ [43] ศึกษาการเตรียมและการใช้สารที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพและสารที่ไม่ชอบน้ำเป็นพิเศษเคลือบด้วยกรดพอลิแลกติก/แว็กซ์คาร์บอนา การเคลือบแว็กซ์คาร์บอนาชนิดไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (PLA/CW) ถูกประดิษฐ์ขึ้นด้วยวิธีง่ายๆวิธีการพ่นเคลือบ การเคลือบพื้นผิวด้วยกรดพอลิแลกติก/แว็กซ์คาร์บอนา มีความสามารถในการไม่ชอบน้ำที่ดีเยี่ยม มุมสัมผัสโดยมีมุมสัมผัสของน้ำที่ 160.4 องศา และมุมการเลื่อนของน้ำเพียง 6 องศา และเมื่อเทียบกับวัสดุที่มีความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวดทั่วไปที่เกี่ยวข้องกับวิธีการที่ซับซ้อนและวัสดุที่ย่อยสลายได้ยากการเคลือบพื้นผิวด้วยกรดพอลิแลกติก/แว็กซ์คาร์บอนา สามารถย่อยสลายทางชีวภาพได้อย่างสมบูรณ์ด้วยวิธีการผลิตที่ง่ายและต้นทุนต่ำ

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

การทดลองนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แกวซ์เอสเทอร์ของกรดปาลมิติก โดยใช้วิธีเอสเทอร์ิฟิเคชันของกรดปาลมิติกและปาลมิติกแอลกอฮอล์ เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์แกวซ์เอสเทอร์ แล้วนำมาวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแกวซ์เอสเทอร์ของกรดปาลมิติก

3.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

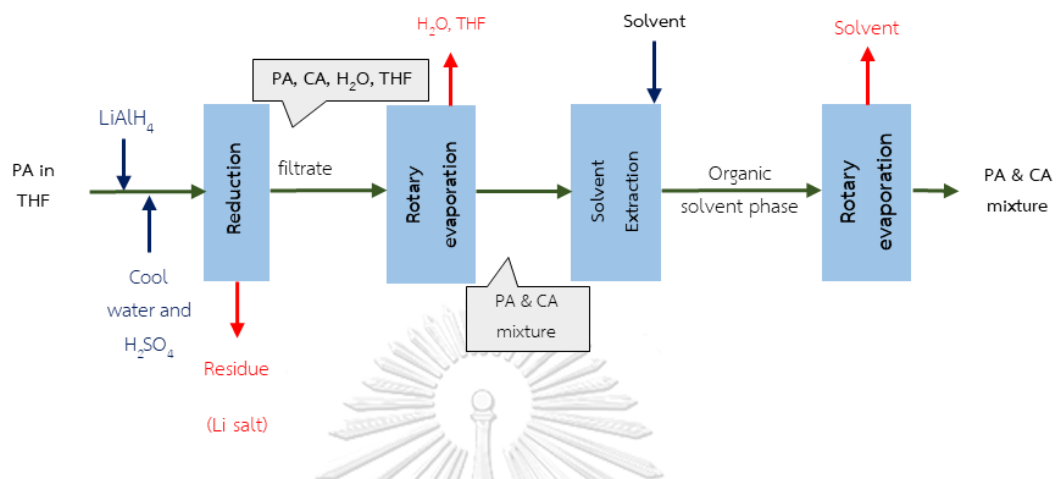
1. กรดปาลมิติก 98% จาก บริษัท Loba chemie
2. ปาลมิติกแอลกอฮอล์ 98% จาก บริษัท Loba chemie
3. ลิเทียมอะลูมิเนียมไฮไดรด์ในเตตระไฮโดรฟูแรน จาก บริษัท Acros organic
4. 4-ไดเมทิลอะมิโนไพรีดีน จาก บริษัท Acros organic
5. ไดไซโคลเฮกซิลคาร์โบไดอิมิด จาก บริษัท Acros organic
6. เตตระไฮโดรฟูแรน จาก บริษัท Loba chemie
7. คลอโรฟอร์ม จาก บริษัท RCI Labscan
8. น้ำปราศจากไอออน
9. กรดซัลฟิวริก จาก บริษัท Qręc
10. โซเดียมไฮดรอกไซด์ จาก บริษัท Qręc
11. โซเดียมคลอไรด์ จาก บริษัท Carlo erba reagents
12. โซเดียมไบคาร์บอเนต จาก บริษัท EMD chemical
13. เมทานอล จาก บริษัท RCI Labscan
14. เอทานอล จาก บริษัท Qręc
15. ไอโซ-โพรพานอล จาก บริษัท Qręc
16. เมทิล เอทิล คีโตน จาก บริษัท Qręc
17. ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ จาก บริษัท Qręc
18. กรดไฮโดรคลอริก จาก บริษัท Qręc

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์

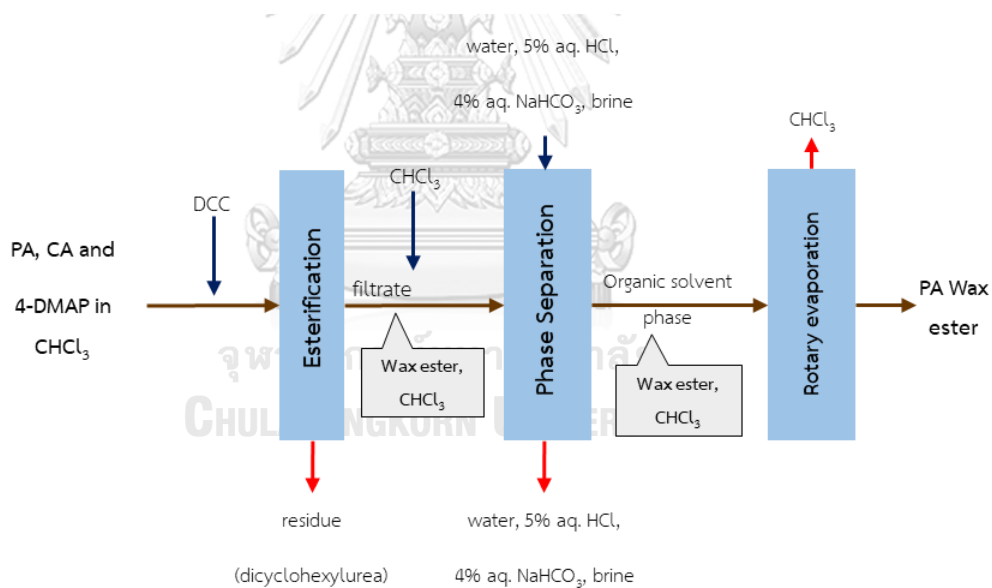
1. อุปกรณ์การกรองประกอบด้วย กรวยบุชเนอร์ (buchner funnel) ขวดกรอง (suction or filter flask) เครื่องดูดอากาศ (aspirator) และกระดาษกรอง Whatman No.42
2. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer: FTIR) รุ่น Nicolet is5 ยี่ห้อ Thermo scientific
3. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer: XRD) รุ่น D8 ADVANCE ยี่ห้อBruker
4. เครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (Nuclear Magnetic Resonance spectrometer: NMR) รุ่น JNM-ECZ500R/S1 ยี่ห้อ JEOL
5. เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analyzer: TGA) รุ่น Pyris Diamond ยี่ห้อ Perkin Elmer
6. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter: DSC) รุ่น DSC 822 ยี่ห้อ Mettler Toledo
7. เครื่องวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ (Goniometer) Rame-Hart รุ่น 200-F1

3.3 การสังเคราะห์แว็กซ์เอสเทอร์ปาลมิติก

← 01. Reduction reaction → ← 02. Solvent extraction →



← 03. Esterification reaction →



รูปที่ 3.1 การสังเคราะห์แว็กซ์เอสเทอร์ปาลมิติก

3.4 ขั้นตอนดำเนินการทดลอง

3.4.1 Reduction reaction เป็นการเตรียมปาลมิติคแอลกอฮอล์ (CA) จากกรดปาลมิติค (PA)

1. การเตรียมปาลมิติคแอลกอฮอล์ในขวดก้นกลมเติมกรดปาลมิติค 4 กรัมที่ละลายในเตตระไฮโดรฟูแรน 5 กรัมหรือ 5.63 มิลลิลิตรจากนั้นค่อยๆหยดลิเทียมอะลูมิเนียมไฮไดรด์ในเตตระไฮโดรฟูแรน 60 มิลลิลิตรหลังจากนั้นของผสมจะถูกกวนผสมที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
2. เมื่อกรดปาลมิติคทั้งหมดทำปฏิกิริยา ปฏิกิริยาถูกหยุดด้วยการเติมน้ำเย็น 50 มิลลิลิตร ตามด้วย 3 นอร์มัลของสารละลายกรดซัลฟิวริก 20 มิลลิลิตร
3. ของแข็งสีขาวเกิดขึ้น (เกลือของลิเทียม) ถูกกรองด้วยการกรองแบบสุญญากาศ
4. นำสารที่ถูกกรองระเหยแห้งเพื่อกำจัดน้ำและได้ของแข็งสีขาวซึ่งเป็นของผสมของปาลมิติคแอลกอฮอล์และกรดปาลมิติคส่วนเกิน
5. สกัดแยกสารผสมระหว่างปาลมิติคแอลกอฮอล์และกรดปาลมิติคส่วนเกินด้วยตัวทำละลาย

3.4.2 Solvent extraction เป็นการสกัดแยกปาลมิติคแอลกอฮอล์และกรดปาลมิติคส่วนเกิน

1. นำตัวอย่างจากปฏิกิริยาเตรียมปาลมิติคแอลกอฮอล์ (3.4.1) 1 กรัม นำมาสกัดด้วยตัวทำละลายเพื่อสกัดแยกปาลมิติคแอลกอฮอล์และกรดปาลมิติคส่วนเกิน ที่อุณหภูมิห้อง
2. ตัวทำละลาย (solvent) ที่ใช้ 5 ชนิดคือ
 - เมทานอล
 - เอทานอล
 - ไอโซ-โพรพานอล
 - เมทิลเอทิลคีโตน
 - ไดเมทิลฟอร์มาไมด์
3. กำจัดตัวทำละลายด้วยเครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุนพร้อมทั้งเก็บผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปใช้ในการสังเคราะห์แวกซ์ปาลมิติคต่อไป

3.4.3 Esterification reaction โดยการเตรียมแก๊สพาลมิติค

1. พาลมิติคแอลกอฮอล์ 1 กรัมที่ผ่านการสกัด (3.4.2) ในคลอโรฟอร์ม 10 มิลลิลิตร ผสมกับกรดพาลมิติค 1 กรัม และ 4-ไดเมทิลอะมิโนไพรีดีน ถูกทำให้เย็นในอ่างน้ำแข็ง
2. เติมนิโคตริกแอซิดในคลอโรฟอร์ม อย่างช้าๆ และของผสมจะถูกกวนผสมที่อุณหภูมิห้องข้ามคืน
3. นิโคตริกแอซิดที่ตกตะกอนถูกกำจัดออกโดยการกรอง
4. ของที่กรองถูกเจือจางด้วยคลอโรฟอร์ม 10 มิลลิลิตร
5. สารละลายที่รวมกันถูกล้างตามลำดับด้วยน้ำ 20 มิลลิลิตรจำนวน 3 ครั้ง 5 % ของสารละลายไฮโดรคลอริก 20 มิลลิลิตร จำนวน 1 ครั้ง 4 % ของสารละลายโซเดียมไบคาร์บอเนต 20 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง และน้ำเกลือ 20 มิลลิลิตร จำนวน 2 ครั้ง
6. กำจัดคลอโรฟอร์มด้วยเครื่องกลั่นระเหยสารแบบหมุนพร้อมทั้งเก็บผลิตภัณฑ์ของแก๊สเอสเทอร์ดังกล่าวไปทดสอบต่อไป

3.4.4 การวิเคราะห์แก๊สเอสเทอร์พาลมิติค

- ก. การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันผลิตภัณฑ์แก๊สเอสเทอร์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)
การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแก๊สเอสเทอร์พาลมิติค นำตัวอย่างไปวัดด้วยเครื่องฟูเรียร์แทรนส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ ด้วยโหมด attenuated total reflectance (ATR) ในช่วงความยาวคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ ความละเอียดในการเก็บข้อมูล 64 cm^{-1} จำนวนครั้งในการสแกน 32 ครั้งต่อการวัด 1 ครั้ง
- ข. การวิเคราะห์โดยเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) เตรียมตัวอย่างลักษณะเป็นผลึกปริมาณ 1 กรัม ใส่ตัวอย่างในภาชนะใส่ตัวอย่าง เกลี่ยให้ผิวตัวอย่างเรียบเสมอขอบแผ่นบรรจุด้วยกระจกสไลด์ จากนั้นนำ ตัวอย่างไปใส่แท่นวางตัวอย่างของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์

ค. การวิเคราะห์โดยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy, NMR)

การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแก๊สเอสเตอร์ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี เตรียมตัวอย่างโดยนำ 20 มิลลิกรัม ของแก๊สเอสเตอร์มาละลายใน สารละลายคลอโรฟอร์มเจือจาง (CDCl_3) ในหลอด NMR 5 มิลลิเมตร

ง. การวิเคราะห์โดยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analyzer, TGA)

การวัดสมบัติเชิงความร้อนของแก๊สเอสเตอร์โดยเครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (thermogravimetric analysis, TGA) ตัวอย่างแก๊สเอสเตอร์น้ำหนัก 7 ถึง 10 มิลลิกรัม บรรจุในภาตแพลทินัมที่ใช้วิเคราะห์ ใช้บรรยากาศไนโตรเจนในการวิเคราะห์ และเผาไหม้ในช่วงอุณหภูมิ 40 ถึง 600 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 10 องศาเซลเซียส ต่อนาที และอัตราการไหลของไนโตรเจนที่ 50 มิลลิลิตรต่อนาที เพื่อให้ได้ค่าอุณหภูมิเริ่มต้นของการสลายตัว (initial decomposition temperature, T_{id}) และค่าอุณหภูมิสูงสุดของการสลายตัว (maximum decomposition rate temperature, T_{max})

จ. การวิเคราะห์โดยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนแคลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC) เป็นการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารตัวอย่าง โดยตัวอย่างแก๊สเอสเตอร์น้ำหนัก 8 มิลลิกรัม บรรจุในภาตสารตัวอย่าง (sample pan) และภาตอ้างอิง (reference pan) เพื่อเปรียบเทียบปริมาณความร้อนของภาตทั้งสอง ใช้ไนโตรเจนของเหลวในการวิเคราะห์ทำให้สามารถวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิตดลได้ และช่วงอุณหภูมิในการวิเคราะห์ -60 ถึง 60 องศาเซลเซียส ความแม่นยำในการวิเคราะห์ (accuracy) ± 0.2 องศาเซลเซียส ความสามารถในการทำซ้ำในการวิเคราะห์ (reproducibility) ± 0.1 องศาเซลเซียส สามารถตั้งค่าอัตราความร้อน (programmable heating rate) 0 ถึง 100 องศาเซลเซียส โดยมีค่า calorimetric resolution มากกว่า 0.4 ไมโครวัตต์ อัตราการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิของการวิเคราะห์ที่ควบคุมได้ตั้งแต่ 0.1 ถึง 100 องศาเซลเซียสต่อนาที เพื่อให้ได้ค่าอุณหภูมิในการหลอมเหลว (melting point), อุณหภูมิในการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (glass transition), อุณหภูมิในการตกผลึก (crystallization) ฯลฯ โดยศึกษาการเปลี่ยนแปลงพลังงานแบบกระบวนการคายความร้อน (exothermic reaction)

ฉ. การวิเคราะห์สมบัติของสารเคลือบด้วย Contact angle measurement

การเตรียมแผ่นกระดาษเคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมติก นำแว็กซ์ปาลมติก 1 กรัม ละลายในเอทานอล 20 มิลลิลิตรเคลือบโดยการพ่นสเปรย์ (spray) บนกระดาษขนาด 3 × 4.5 เซนติเมตร และนำกระดาษเคลือบทดสอบสมบัติชอบน้ำได้จากการวัดมุมสัมผัสหยดน้ำ โดยใช้เครื่องมือ Goniometer หยดน้ำลงบนพื้นผิวที่เคลือบด้วยแว็กซ์เอสเทอร์ และวัดค่าองศาของมุมสัมผัสด้วย ซอฟต์แวร์

ช. การวิเคราะห์การดูดซึมน้ำ (Water absorption)

การวิเคราะห์การดูดซึมน้ำของพื้นผิวที่เคลือบด้วยแว็กซ์เอสเทอร์ โดยการเตรียมตัวอย่างขนาด 3 × 4.5 เซนติเมตร และนำไปแช่ในน้ำเป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิห้อง การดูดซึมน้ำคำนวณดังสมการ

$$\text{การดูดซึมน้ำ} = \frac{(W_{s2} - W_{s1})}{W_{s1}}$$

W_{s1} และ W_{s2} คือน้ำหนักของตัวอย่างก่อนและหลังแช่ในน้ำตามลำดับ

3.4.5 การคำนวณผลลัพธ์จากการทดลอง

ก. การคำนวณร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ของปาลมติกแอลกอฮอล์ (yield, % โดยน้ำหนัก)

$$\text{ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์} = \frac{\text{น้ำหนักกรัมของปาลมติกแอลกอฮอล์}}{\text{น้ำหนักกรัมของกรดปาลมติก}} \times 100$$

ข. การคำนวณร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ของแว็กซ์เอสเทอร์ปาลมติก (yield, % โดยน้ำหนัก) ขึ้นอยู่กับน้ำหนักของปาลมติกแอลกอฮอล์

$$\text{ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์} = \frac{\text{น้ำหนักกรัมของแว็กซ์ปาลมติก}}{\text{น้ำหนักกรัมของปาลมติกแอลกอฮอล์}} \times 100$$

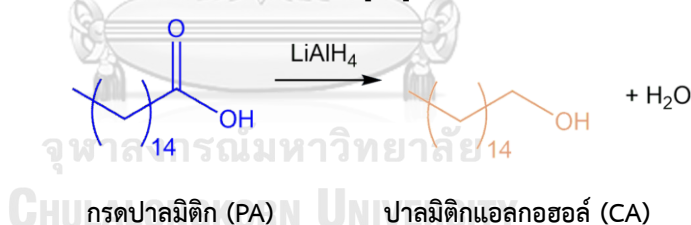
บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดลอง

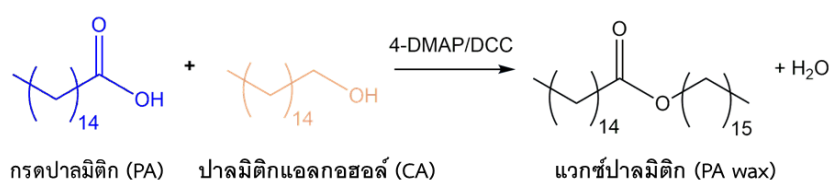
การวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์ของกรดปาล์มติก โดยใช้ปฏิกิริยารีดักชันของกรดปาล์มติกเปลี่ยนเป็นปาล์มติกแอลกอฮอล์และปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาล์มติกและปาล์มติกแอลกอฮอล์ เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์แวกซ์เอสเทอร์ แล้วนำมาวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแวกซ์เอสเทอร์ของกรดปาล์มติก

กลไกการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์แวกซ์เอสเทอร์ของกรดปาล์มติกแสดงดังรูปที่ 4.1 เริ่มต้นจากปฏิกิริยารีดักชัน (reduction reaction) ของกรดปาล์มติกเปลี่ยนเป็นปาล์มติกแอลกอฮอล์ โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นลิเทียมอะลูมิเนียมไฮไดรด์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ (reducing agent) เปลี่ยนหมู่ฟังก์ชันคาร์บอกซิลิก ($-\text{COOH}$) เป็นหมู่แอลคอกซี ($-\text{CO}-$) แล้วทำการหยุดปฏิกิริยาด้วยน้ำเย็นและกรดซัลฟิวริก เพื่อรับไฮโดรเจนไอออน (H^+) จากกรดแก่ แล้วเปลี่ยนเป็นแอลกอฮอล์ และปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาล์มติกและปาล์มติกแอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์ผ่านกระบวนการรีดักชันข้างต้น โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็น 4-ไดเมทิลอะมิโนไพรีดีน และไดไซโคลเฮกซิลคาร์โบไดอิมด์ (4-DMAP/DCC) โดยกรดปาล์มติกจะทำปฏิกิริยากับปาล์มติกแอลกอฮอล์ได้ผลิตภัณฑ์แวกซ์ปาล์มติก

การสังเคราะห์ปาล์มติกแอลกอฮอล์จากกรดปาล์มติก [44]



การสังเคราะห์แวกซ์ปาล์มติก [45]



รูปที่ 4.1 กลไกการเกิดแวกซ์ปาล์มติก (PA wax)

4.1 ปฏิกริยารีดักชันของกรดปาลมิติกเป็นปาลมิติกแอลกอฮอล์

ก. ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อปฏิกริยารีดักชัน

การศึกษาการสังเคราะห์ปาลมิติกแอลกอฮอล์จากกรดปาลมิติก ตัวแปรที่สำคัญของตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา ตารางที่ 4.1 แสดงผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ (%yield) ปาลมิติกแอลกอฮอล์ พบว่า เมื่อภาวะการทดลอง กรดปาลมิติก 2 กรัม (7.8 มิลลิโมล) เตตระไฮโดรฟูแลน 3.38 มิลลิเมตร อุณหภูมิห้อง เวลา 24 ชั่วโมง ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา 1.78, 2.66, 3.55 และ 4.44%w/w เมื่อเทียบกับกรดปาลมิติก ได้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ดังนี้ 33.8, 42.9, 17.6 และ 23.0 โดยน้ำหนักตามลำดับ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่เหมาะสม คือ 2.66%w/w ในการสังเคราะห์ปาลมิติกแอลกอฮอล์ โดยลิเทียมอะลูมิเนียมไฮไดรด์ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นสารที่ทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ (reducing agent) ซึ่งเป็นตัวที่มีความไวในการเกิดปฏิกิริยา (reactivity) มาก ดังนั้นเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาให้สูงขึ้น ทำให้การเลือกจำเพาะของผลิตภัณฑ์ (selectivity) ลดลง [46] และทำให้เกิดปฏิกิริยาข้างเคียงเช่น การเกิดปฏิกริยารีดักชันของกรดคาร์บอกซิลิกเปลี่ยนเป็นนอร์มัลแอลแคน เป็นต้น [47] จึงทำให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ปาลมิติกแอลกอฮอล์ลดลง

↑ amount of LiAlH_4 (1.78 – 2.66%) ↑ %yield

↑ amount of LiAlH_4 (>3.55 – 4.44%) ↓ %yield

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.1 ผลของปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาต่อร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ปาลมิติกแอลกอฮอล์ (%yield)

Amount of LiAlH_4 (%w/w)	%yield
1.78	33.8
2.66	42.9
3.55	17.6
4.44	23.0

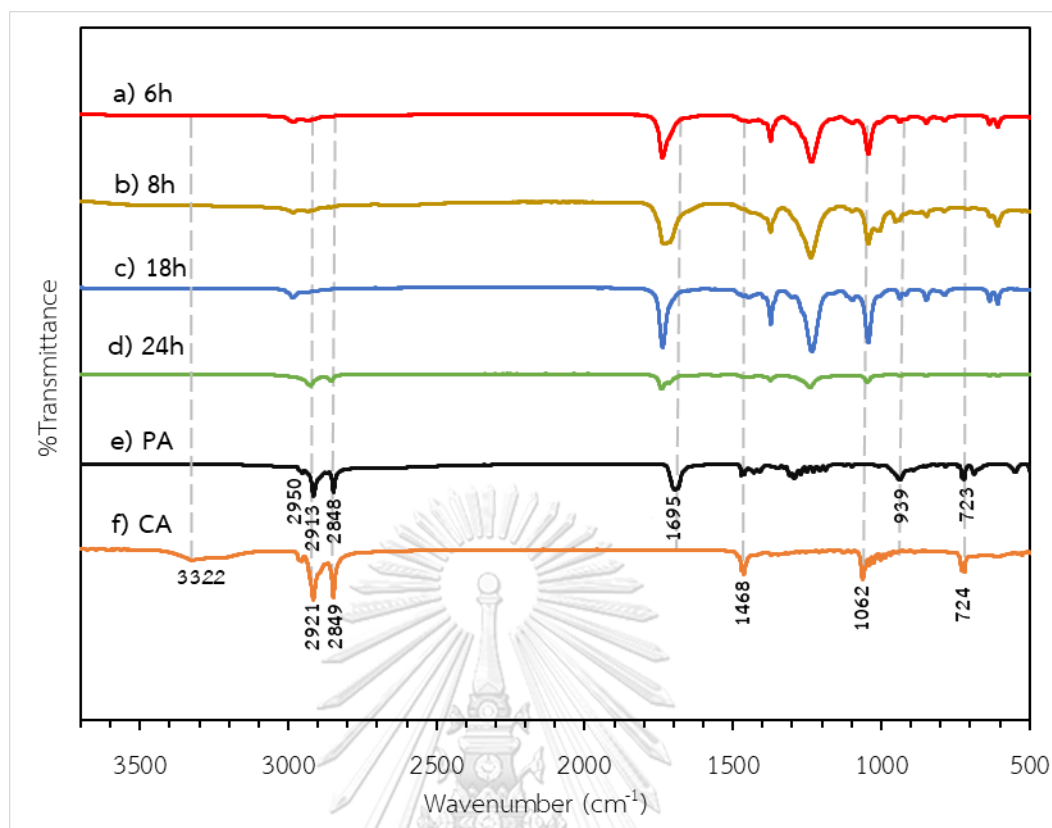
ภาวะ: กรดปาลมิติก 2 กรัม ปริมาณ LiAlH_4 x %w/w อุณหภูมิห้อง เวลา 24 ชั่วโมง

ข. ผลของเวลาต่อปฏิกิริยารีดักชัน

ATR-FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยารีดักชันที่เวลา 6, 8, 18 และ 24 ชั่วโมง ดังแสดง **รูปภาพที่ 4.2** เมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของกรดปาลมิติกและปาลมิติกแอลกอฮอล์ พบว่าสเปกตรัมของทั้ง 4 เวลา พิกของผลิตภัณฑ์ปาลมิติกแอลกอฮอล์ปรากฏ และพิกของกรดปาลมิติกซึ่งเป็นสารตั้งต้นก็ปรากฏด้วย ดังนั้นแสดงว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยารีดักชันของกรดปาลมิติกเป็นของผสมระหว่างผลิตภัณฑ์ปาลมิติกแอลกอฮอล์และสารตั้งต้นกรดปาลมิติก

เมื่อพิจารณา ATR-FTIR สเปกตรัมของกรดปาลมิติก (PA) พบว่าที่ความยาวคลื่น 2913 cm^{-1} และ 2848 cm^{-1} แสดงการสั่นแบบยืดสมมาตรของ $-\text{CH}_3$ และ $-\text{CH}_2$ ตามลำดับ สำหรับการสั่นแบบยืดของ $\text{C}=\text{O}$ มีค่าการดูดกลืนที่ 1695 cm^{-1} การสั่นแบบงอของ $-\text{CH}_3$ และ $-\text{CH}_2$ มีค่าการดูดกลืนที่ 1464 cm^{-1} สำหรับการสั่นในระนาบและนอกระนาบของ $-\text{OH}$ ความยาวคลื่น 939 cm^{-1} และ 1299 cm^{-1} ตามลำดับ และค่าการดูดกลืนที่ 723 cm^{-1} และ 685 cm^{-1} แสดงการสั่นแบบแกว่ง (swinging) [48] และสเปกตรัมของปาลมิติกแอลกอฮอล์ (Cetyl alcohol, CA) พบว่าที่ความยาวคลื่น 3322 cm^{-1} แสดงการสั่นแบบยืดของ $-\text{OH}$ นอกจากนี้ยังพบค่าการดูดกลืนแสงของการสั่นแบบยืดของหมู่ $\text{C}-\text{O}$ ของแอลกอฮอล์ ที่ตำแหน่งค่าการดูดกลืนเท่ากับ 1062 cm^{-1} และ 724 cm^{-1} สำหรับการสั่นแบบยืดของ $\text{C}-\text{H}$ ที่ตำแหน่งค่าการดูดกลืนเท่ากับ 2921 cm^{-1} และ 2849 cm^{-1} และที่ตำแหน่งการดูดกลืนเท่ากับ 1468 cm^{-1} แสดงการยืดของ $-\text{CH}_2$ ของแอลกอฮอล์ [49]

การเปรียบเทียบ ATR-FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ที่ 6, 8, และ 18 ชั่วโมง จะเห็นได้ว่าสัดส่วนของพิกมีความใกล้เคียงกัน จาก **รูปภาพที่ 4.2** เมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของกรดปาลมิติกและปาลมิติกแอลกอฮอล์ พบว่าที่ตำแหน่งค่าการดูดกลืน 2848 ถึง 2921 cm^{-1} และตำแหน่งค่าการดูดกลืนที่ 1695 cm^{-1} เกิดการเคลื่อนของพิก แต่ปรากฏพิกที่แสดงตำแหน่งของการสั่นแบบยืดของหมู่ $\text{C}-\text{O}$ ของแอลกอฮอล์ ที่ตำแหน่งค่าการดูดกลืนเท่ากับ 1062 cm^{-1} และ ATR-FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ที่ 24 ชั่วโมง จะเห็นได้ว่าสัดส่วนของพิกมีความลดลง เมื่อเปรียบเทียบกับ ATR-FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ที่ 6, 8, และ 18 ชั่วโมง และเมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของกรดปาลมิติกและปาลมิติกแอลกอฮอล์ พบว่าที่ตำแหน่งค่าการดูดกลืน 2848 ถึง 2921 cm^{-1} ไม่มีการเคลื่อนของพิก แต่ตำแหน่งค่าการดูดกลืนที่ 1695 cm^{-1} เกิดการเคลื่อนของพิก แต่ปรากฏพิกที่แสดงตำแหน่งของการสั่นแบบยืดของหมู่ $\text{C}-\text{O}$ ของแอลกอฮอล์ ที่ตำแหน่งค่าการดูดกลืนเท่ากับ 1062 cm^{-1} เช่นเดียวกับ ATR-FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์ที่ 6, 8, และ 18 ชั่วโมง ดังนั้นเวลาที่ใช้ในปฏิกิริยารีดักชันที่เหมาะสมคือ 24 ชั่วโมงในการสังเคราะห์ปาลมิติกแอลกอฮอล์จากกรดปาลมิติก



รูปที่ 4.2 ATR-FTIR สเปกตรัมของผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยารีดักชันที่เวลา 6, 8, 18 และ 24 ชั่วโมง และเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของกรดพาลมิติก (PA) และพาลมิติกแอลกอฮอล์ (CA)

4.2 ผลของตัวทำละลายในการสกัดแยกระหว่างพาลมิติกแอลกอฮอล์และกรดพาลมิติกส่วนเกิน

ในการสกัดแยกด้วยตัวทำละลายของกรดพาลมิติกบริสุทธิ์และพาลมิติกแอลกอฮอล์บริสุทธิ์

ตารางที่ 4.2 แสดงความสามารถในการละลาย (solubility) ของกรดพาลมิติกและพาลมิติกแอลกอฮอล์ในตัวทำละลาย 5 ชนิด โดยพารามิเตอร์การละลาย (solubility parameter, δ) ของกรดพาลมิติกและพาลมิติกแอลกอฮอล์มีค่าใกล้เคียงกันคือ $\delta_{CA} = 18.3 \text{ MPa}^{0.5}$ และ $\delta_{PA} = 18.6 \text{ MPa}^{0.5}$ และตัวทำละลายที่ใช้ในการสกัดแยกมีพารามิเตอร์การละลายดังนี้ $\delta_{MeOH} = 29.6 \text{ MPa}^{0.5}$, $\delta_{EtOH} = 26.5 \text{ MPa}^{0.5}$, $\delta_{iPrOH} = 23.5 \text{ MPa}^{0.5}$, $\delta_{MEK} = 19.0 \text{ MPa}^{0.5}$ and $\delta_{DMF} = 24.8 \text{ MPa}^{0.5}$ [50] การทดสอบการละลายกรดพาลมิติกหรือพาลมิติกแอลกอฮอล์โดยใช้ตัวทำละลาย เมทานอล เอทานอล เมทิลเอทิลคีโตน และไอโซ-โพรพานอล พบว่า ทั้งกรดพาลมิติกและพาลมิติกแอลกอฮอล์ละลายได้บางส่วน ส่วนการละลายกรดพาลมิติกและพาลมิติกแอลกอฮอล์ในตัวทำละลาย ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ พบว่า กรดพาลมิติกละลายได้หมด และพาลมิติกแอลกอฮอล์ไม่ละลาย ดังนั้นในการสกัดแยกจึงไม่สามารถแยกกรดพาลมิติกและพาลมิติกแอลกอฮอล์ได้สมบูรณ์

ผลของตัวทำละลายในการสกัดแยกระหว่างปาล์มิติกแอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์ได้และกรดปาล์มิติกส่วนเกินต่อร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ (%yield) แสดงดังตารางที่ 4.3 พบว่าสำหรับการสกัดแยกของปาล์มิติกที่สังเคราะห์ในอัตราส่วน 1:1 โดยใช้ เมทานอล เอทานอล เมทิลเอทิลคีโตน และไอโซ-โพรพานอล เป็นตัวทำละลาย ซึ่งใช้ปริมาณตัวทำละลายเพิ่มขึ้นจากอัตราส่วน 1:1 เป็น 1:2 ส่งผลให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์หลังการสกัดแยกลดลง (จาก 100% เป็น 84% สำหรับเอทานอล, จาก 84% เป็น 53.2% สำหรับเมทานอล, จาก 100% เป็น 98% สำหรับเมทิลเอทิลคีโตน, จาก 86% เป็น 50% สำหรับไอโซ-โพรพานอล) เนื่องจากความสามารถในการละลายเพิ่มขึ้นไปจนบริสุทธิ์

สำหรับการสกัดแยกของปาล์มิติกที่สังเคราะห์ในอัตราส่วน 1:1 โดยใช้ ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ เป็นตัวทำละลาย ซึ่งใช้ปริมาณตัวทำละลายเพิ่มขึ้นจากอัตราส่วน 1:1 เป็นอัตราส่วน 1:2 ส่งผลให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์หลังการสกัดแยกลดลงอย่างต่อเนื่อง ความสามารถในการละลายทั้งกรดปาล์มิติกและปาล์มิติกแอลกอฮอล์เพิ่มขึ้นไปจนละลายหมด จาก 68% เป็น 36% ดังนั้นร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์หลังการสกัดแยกโดยใช้ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ในอัตราส่วน 1:2 จึงต่ำกว่าร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์หลังการสกัดแยกโดยใช้เมทานอล เอทานอล เมทิลเอทิลคีโตน และไอโซ-โพรพานอลในอัตราส่วน 1:2

ตารางที่ 4.2 ผลของชนิดตัวทำละลายต่อการละลายของปาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มติก ที่อุณหภูมิห้อง

Commercial CA, PA	Solvent (2g)					Note
	MeOH $\delta = 29.6$	EtOH $\delta = 26.5$	iPrOH $\delta = 23.5$	MEK $\delta = 19.0$	DMF $\delta = 24.8$	
Commercial PA (1g) $\delta = 18.6$						ทดสอบการละลาย ของ PA ในตัวทำ ละลาย 5 ชนิด
Commercial CA (1g) $\delta = 18.3$						ทดสอบการละลาย ของ CA ในตัวทำ ละลาย 5 ชนิด
Commercial PA + CA	    					← After Extraction →

^aPartial Soluble = ปริมาณของแข็ง PA หรือ CA ลดลง

ตารางที่ 4.3 ผลของตัวทำละลายในการสกัดแยกระหว่างปาล์มติกแอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์ได้และกรดปาล์มติกส่วนเกิน ที่อุณหภูมิห้อง

CA Sample	CA : Solvent	After extraction (g)	%Extraction	%Yield ^a
CA-MeOH1 ^b	1:1	1.000	0.0	100.0
CA-EtOH1	1:1	0.840	16.0	84.0
CA-iPrOH1	1:1	0.861	13.9	86.1
CA-MEK1	1:1	1.000	0.0	100.0
CA-DMF1	1:1	0.681	31.9	68.1
CA-MeOH2 ^c	1:2	0.908	9.2	90.8
CA-EtOH2	1:2	0.532	46.8	53.2
CA-iPrOH2	1:2	0.501	49.9	50.1
CA-MEK2	1:2	0.981	1.9	98.1
CA-DMF2	1:2	0.360	64.0	36.0

^aBasis: 1 กรัม ผลิตภัณฑ์ปาล์มติกแอลกอฮอล์

^bCA-MeOH1 = ปาล์มติกแอลกอฮอล์สังเคราะห์ได้ (CA) ในการสกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:1

^cCA-MeOH2 = ปาล์มติกแอลกอฮอล์สังเคราะห์ได้ (CA) ในการสกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:2

4.3 เอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาลมิติกและปาลมิติกแอลกอฮอล์

สำหรับเอสเทอร์ฟิเคชันของ CA และ PA ร้อยละผลได้ของแก๊สพาลมิติกเอสเทอร์ แสดงดัง **ตารางที่ 4.4** พบว่าแก๊สพาลมิติกที่สังเคราะห์จากปาลมิติกแอลกอฮอล์ด้วยการสกัดแยกที่อัตราส่วน CA ต่อตัวทำละลาย 1:2 สูงกว่าร้อยละผลได้ของแก๊สพาลมิติกเอสเทอร์ สังเคราะห์จากปาลมิติกแอลกอฮอล์ด้วยการสกัดแยกที่อัตราส่วน CA ต่อตัวทำละลาย 1:1 ดังเช่นแก๊ส W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ ให้ร้อยละผลได้ของแก๊สพาลมิติกเอสเทอร์สูงที่ 48.1, 71.0 และ 56.7% ตามลำดับ โดยร้อยละผลได้ของแก๊สพาลมิติกโดยฐาน CA เท่านั้นเนื่องจากปริมาณ PA มากเกินไป ปริมาณ CA จึงเป็นตัวกำหนดปริมาณผลิตภัณฑ์แก๊สพาลมิติกที่เกิดขึ้น

กระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชันของปาลมิติกแอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์มีความบริสุทธิ์ต่ำจากการสกัดแยกในอัตราส่วน 1:1 ซึ่งเป็นการสกัดใช้ปริมาณตัวทำละลายน้อย ส่งผลให้ร้อยละผลได้ของแก๊สพาลมิติกเอสเทอร์ต่ำ ดังเช่น ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ของ W-CA-MEK₁ และ W-CA-DMF₁ ได้ 5.6 และ 5.1 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าปริมาณของตัวทำละลายน้อย ทำให้การสกัดแยกระหว่างปาลมิติกแอลกอฮอล์และกรดปาลมิติกต่ำ และอาจเป็นผลของความมีขี้ของตัวทำละลายเนื่องจากปาลมิติกแอลกอฮอล์มีขี้ ถ้าตัวทำละลายที่มีขี้ต่ำ เช่น เมทิลเอทิลคีโตน เป็นต้น ทำให้การสกัดแยกเพื่อให้ได้ปริมาณของปาลมิติกแอลกอฮอล์ต่ำ ส่งผลให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ต่ำด้วยเช่นกัน ดังนั้นสำหรับกระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาลมิติกและปาลมิติกแอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์ด้วยการสกัดแยกในอัตราส่วน 1:1 ทำให้ได้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์แก๊สพาลมิติกเรียงจากมากไปน้อย 3 อันดับแรกคือ W-CA-MeOH₁ > W-CA-iPrOH₁ > W-CA-EtOH₁ (15.9-27.8%)

กระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชันของปาลมิติกแอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์มีความบริสุทธิ์สูงจากการสกัดแยกในอัตราส่วน 1:2 ส่งผลให้ได้ร้อยละผลได้ของแก๊สพาลมิติกเอสเทอร์สูง ดังเช่น W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ แสดงร้อยละผลได้ของแก๊สพาลมิติกเอสเทอร์สูง และยืนยันว่าปริมาณตัวทำละลายมีขี้สูง จะทำให้การสกัดแยกระหว่างปาลมิติกแอลกอฮอล์และกรดปาลมิติกดีขึ้น และอาจเป็นผลของความมีขี้ของตัวทำละลายเนื่องจากปาลมิติกแอลกอฮอล์มีขี้ ถ้าตัวทำละลายที่มีขี้สูง เช่น เอทานอล เป็นต้น ทำให้การสกัดแยกเพื่อให้ได้ปริมาณของปาลมิติกแอลกอฮอล์สูงขึ้น ส่งผลให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์สูงด้วยเช่นกัน ดังนั้นสำหรับกระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาลมิติกและปาลมิติกแอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์ด้วยการสกัดแยกในอัตราส่วน

1:2 ทำให้ได้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์แว็กซ์ปาล์มติกเรียงจากมากไปน้อย 3 อันดับแรกคือ W-CA-EtOH2 > W-CA-MEK2 > W-CA-MeOH2 (48.1-71.0%)

ตารางที่ 4.4 เอสเทอร์ฟิเคชันของกรดปาล์มติก (PA) และปาล์มติกแอลกอฮอล์ (CA)

Wax sample	CA (g)	CA/PA (w/w)	PA wax (g)	Palmitic wax yield ^a (%)
W-CA-MeOH1 ^b	1.0	1:1	0.280	27.8
W-CA-EtOH1	0.8	1:1	0.134	15.9
W-CA-iPrOH1	0.8	1:1	0.217	25.2
W-CA-MEK1	1.0	1:1	0.056	5.6
W-CA-DMF1	0.6	1.2:1	0.035	5.1
W-CA-MeOH2 ^c	0.9	1:1	0.436	48.1
W-CA-EtOH2	0.5	0.5:1	0.378	71.0
W-CA-iPrOH2	0.5	0.5:1	0.176	35.1
W-CA-MEK2	1.0	1:1	0.556	56.7
W-CA-DMF2	0.4	1:1	0.162	44.9
W-CA-pure ^d	1.0	1:1	1.000	100.0

^aPalmitic wax yield โดยฐานปริมาณ CA เท่านั้น

^bW-CA-MeOH1 คือแว็กซ์ได้จากปาล์มติกแอลกอฮอล์ที่สกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:1

^cW-CA-MeOH2 คือแว็กซ์ได้จากปาล์มติกแอลกอฮอล์ที่สกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:2

^dW-CA-pure คือแว็กซ์ได้จากปาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มติกเชิงพาณิชย์

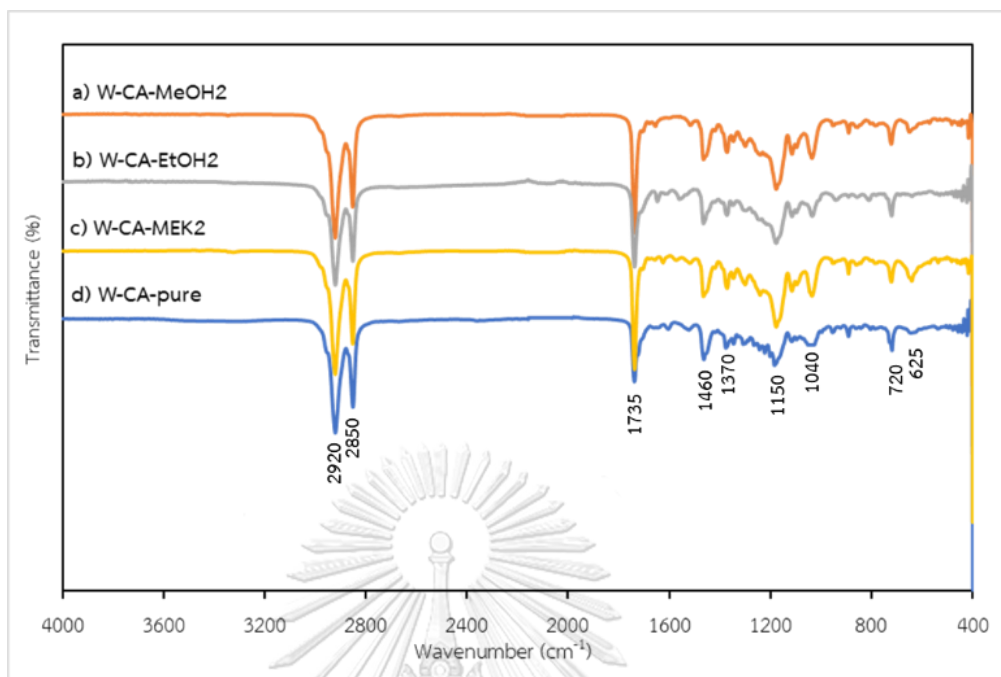
ภาวะ: กรดปาล์มติก (PA) 1 กรัม ปาล์มติกแอลกอฮอล์ (CA) x กรัม 4-DMAP/DCC (0.2/1.1) กรัม อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของแก๊สพอลิเมติก

สำหรับการเตรียมแก๊สพอลิเมติก ในงานวิจัยนี้ได้เลือกแก๊สพอลิเมติก W-CA-MeOH₂ W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ ซึ่งมีร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ที่สูง ในการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของแก๊สพอลิเมติก รวมถึงการนำไปใช้ในการเคลือบกระดาษเพื่อทดสอบความไม่ชอบน้ำ ในส่วนนี้เป็นการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของแก๊สพอลิเมติกด้วยเทคนิคฟูเรียร์ แทรנסฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy: FTIR) การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy: NMR) ทั้ง ¹³C-NMR และ ¹H-NMR และการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของแก๊สพอลิเมติกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD) เพื่ออธิบายการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดพอลิเมติก

ก. การวิเคราะห์แก๊สพอลิเมติกด้วยเทคนิคฟูเรียร์ แทรנסฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy: FTIR)

ATR-FTIR สเปกตรัมของแก๊สพอลิเมติกที่สังเคราะห์ได้ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure แสดงดังรูปภาพที่ 4.3 พบว่าแก๊สพอลิเมติกที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ชนิด แสดงการสั่นแบบยืดของคาร์บอนิลหมู่เอสเทอร์ (C=O) ที่ความยาวคลื่น 1735 cm⁻¹ เมื่อเปรียบเทียบกับมีโครงสร้างทางเคมีที่เหมือนกัน และนอกจากนี้ยังพบค่าการดูดกลืนแสงของการสั่นแบบยืดของหมู่ CH, CH₂, C-O ของแอลกอฮอล์และกรดคาร์บอกซิลิก ที่ตำแหน่งการดูดกลืนเท่ากับ 2920, 2850, 1370 และ 1150 cm⁻¹ ตามลำดับ ทำให้สามารถยืนยันได้ว่า W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ สามารถเกิดจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันของกรดพอลิเมติกและพอลิเมติก แอลกอฮอล์และเกิดเป็นแก๊สเอสเทอร์สำเร็จ



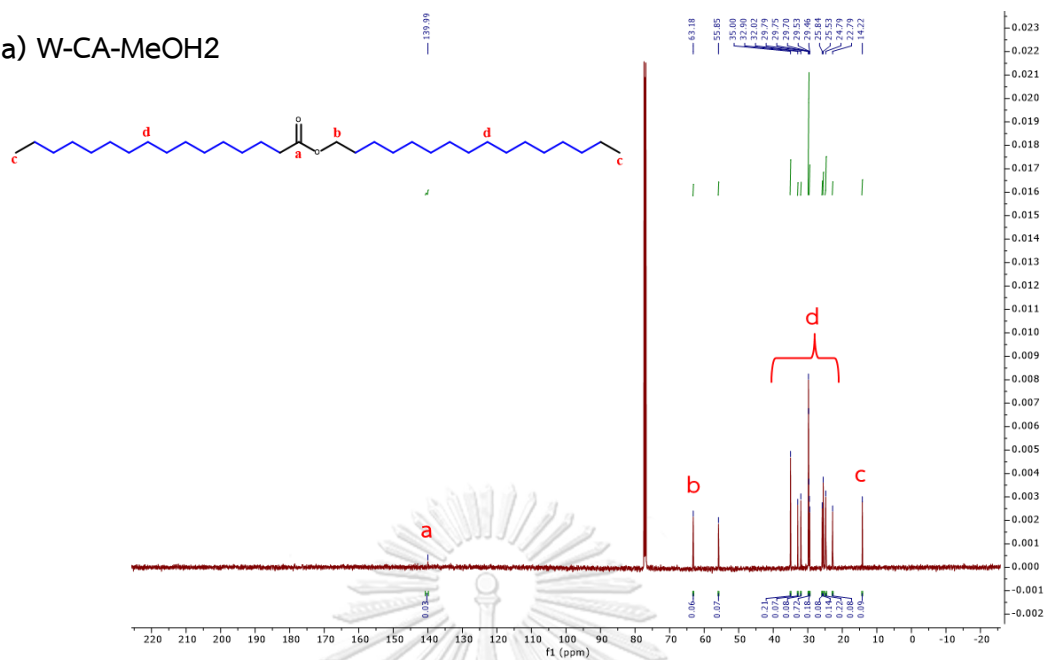
รูปที่ 4.3 ATR-FTIR สเปกตรัมของแก๊สพอลิเมติก a) W-CA-MeOH2 b) W-CA-EtOH2 c) W-CA-MEK2 และ d) W-CA-pure ตามลำดับ

ข. การวิเคราะห์แก๊สพอลิเมติกด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี

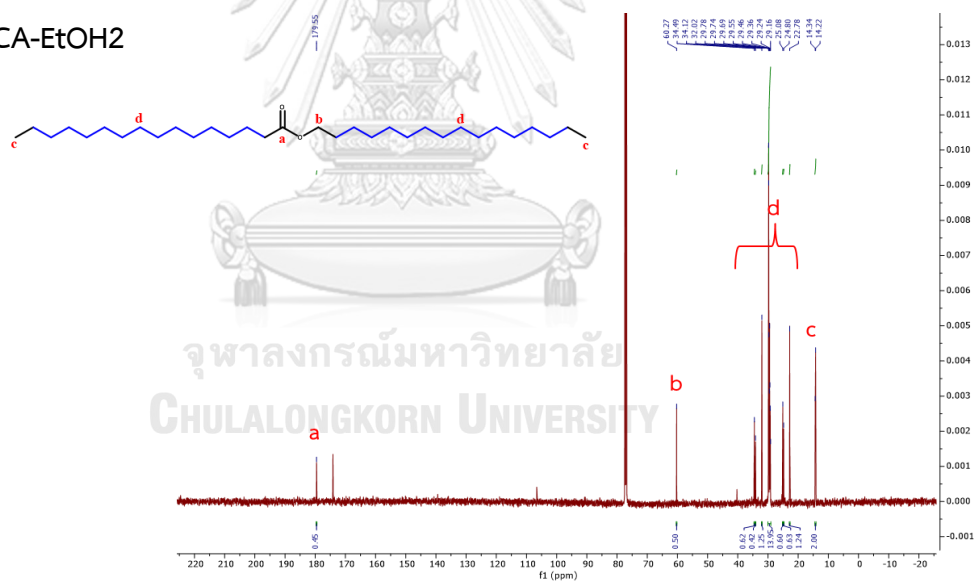
(Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy: ^{13}C -NMR)

^{13}C -NMR สเปกตรัมของแก๊สพอลิเมติกที่สังเคราะห์ได้ W-CA-MeOH2, W-CA-EtOH2, W-CA-MEK2 และ W-CA-pure แสดงดัง **รูปภาพที่ 4.4a-d** พบว่าค่าสัญญาณที่ 174 ppm (ตำแหน่ง a) แสดงคาร์บอนของหมู่คาร์บอนิล ($\text{C}=\text{O}$) ที่ตำแหน่งพันธะเอสเทอร์บนโครงสร้างแก๊สพอลิเมติก สำหรับค่าสัญญาณที่ 63.2 ppm (ตำแหน่ง b) แสดงคาร์บอนที่ต่อกับหมู่ $-\text{C}-\text{O}-$ ในตำแหน่งที่ถัดจากหมู่คาร์บอนิลในโครงสร้าง ค่าสัญญาณที่ 14 ppm (ตำแหน่ง c) แสดงคาร์บอนของหมู่เมทิล ($-\text{CH}_3$) บริเวณปลายสายทั้งสองคาร์บอน และค่าสัญญาณที่ 22-34 ppm (ตำแหน่ง d) แสดงคาร์บอนของหมู่เมทิลีน ($-\text{CH}_2-$) เมื่อเทียบจำนวนคาร์บอนจากโครงสร้างแก๊สพอลิเมติกและ ^{13}C -NMR สเปกตรัมของแก๊สพอลิเมติก พบว่าสอดคล้องกับจำนวนคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 32 อะตอม

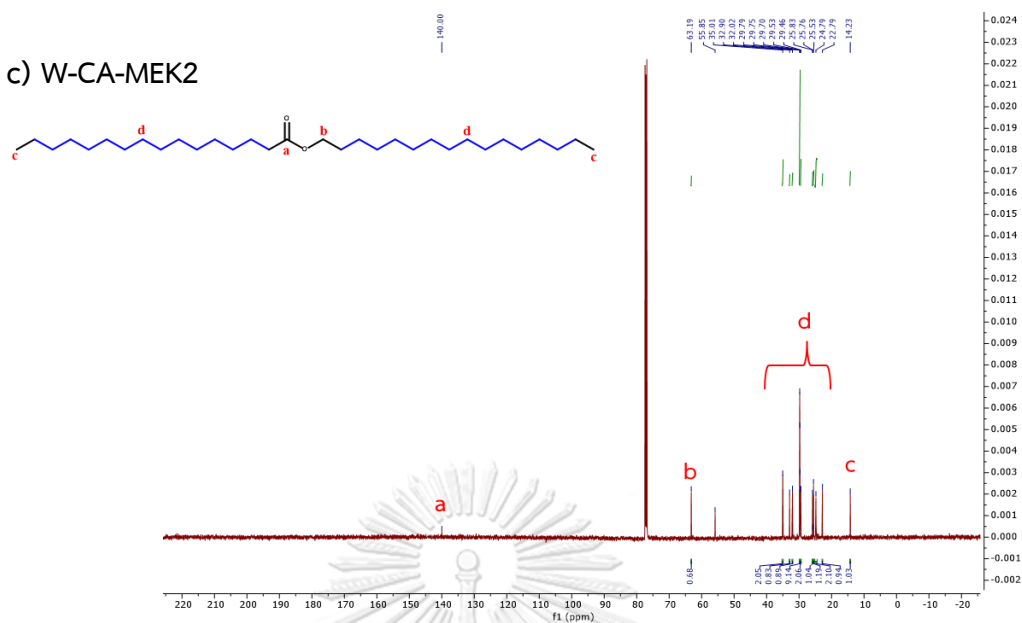
a) W-CA-MeOH2



b) W-CA-EtOH2

รูปที่ 4.4a-b ¹³C-NMR สเปกตรัมของ a) W-CA-MeOH2 และ b) W-CA-EtOH2

c) W-CA-MEK2

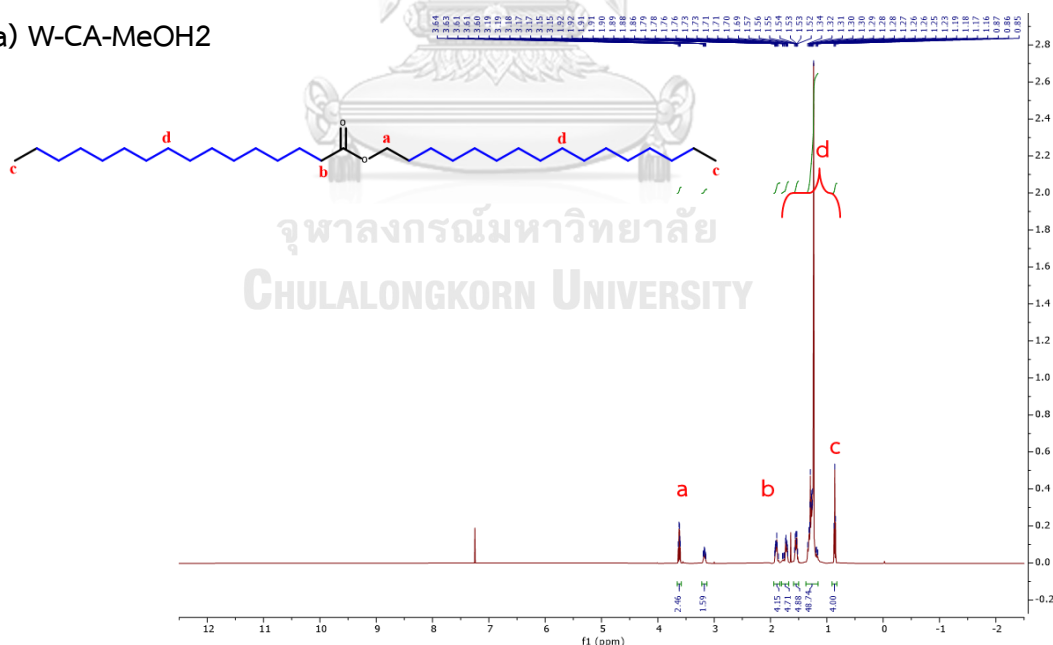


ค. การวิเคราะห์แก๊สพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี
(Nuclear Magnetic Resonance spectroscopy: $^1\text{H-NMR}$)

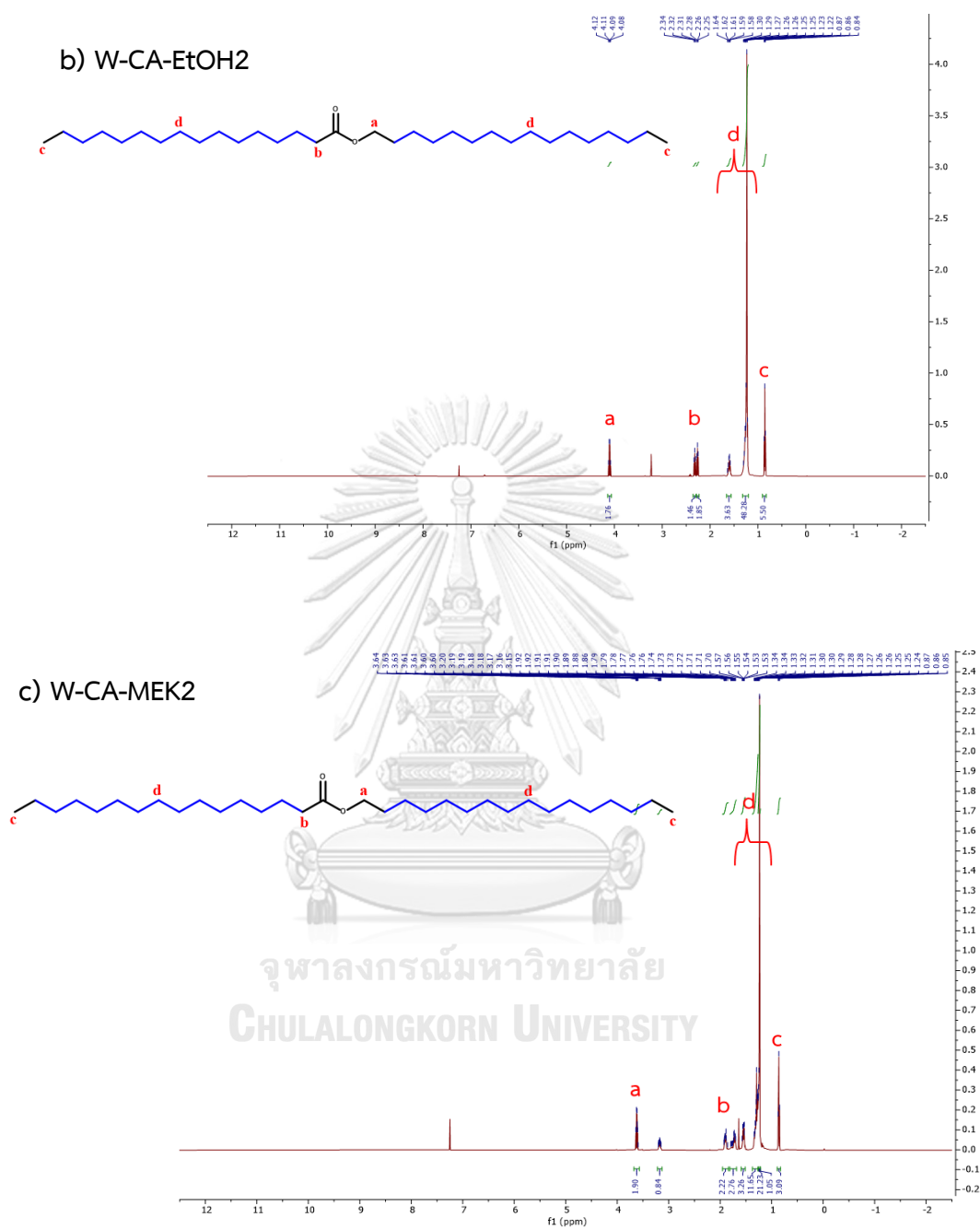
$^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของแก๊สพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure แสดงดัง **รูปภาพที่ 4.5a-d** พบว่าค่าสัญญาณที่ 4.1 ppm (ตำแหน่ง a) แสดงโปรตอนของหมู่เมทิลีนในตำแหน่งที่ติดจากหมู่ $-\text{CO}-\text{O}-\text{CH}_2-$ ในโครงสร้างของแก๊ส สำหรับค่าสัญญาณที่ 2.2 ppm (ตำแหน่ง b) แสดงโปรตอนของหมู่เมทิลีนในตำแหน่งที่ก่อนจากหมู่ $-\text{CH}_2-\text{CO}-\text{O}-$ ในโครงสร้างของแก๊ส ค่าสัญญาณที่ 0.8 ppm (ตำแหน่ง c) แสดงโปรตอนของหมู่เมทิล ($-\text{CH}_3$) บริเวณปลายสายทั้งสองคาร์บอน และค่าสัญญาณระหว่าง 1.2-1.9 ppm (ตำแหน่ง d) แสดงโปรตอนของหมู่เมทิลีน ($-\text{CH}_2-$) สรุปได้ว่า แก๊สพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มีสูตรโครงสร้าง $\text{C}_{32}\text{H}_{64}\text{O}_2$ และมีมวลโมเลกุลเท่ากับ 480 กรัมต่อโมล

จะเห็นได้ว่าจากเอ็นเอ็มอาร์สเปกตรัม ปรากฏสัญญาณของตำแหน่งที่แตกต่างกัน เนื่องจากความไม่บริสุทธิ์ที่เป็นกรดพอลิเมอร์ (PA) และพอลิเมอร์แอลกอฮอล์ (CA) ซึ่งไม่สามารถวัดในเชิงปริมาณของกรดพอลิเมอร์ (PA) และพอลิเมอร์แอลกอฮอล์ (CA) ได้

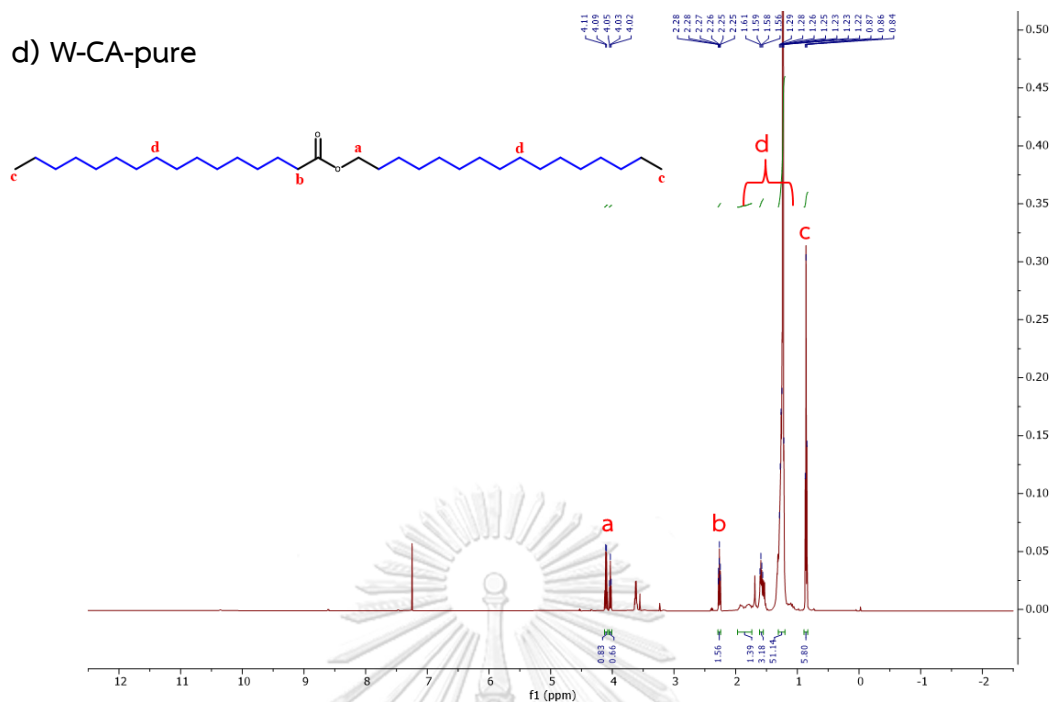
a) W-CA-MeOH₂



รูปที่ 4.6a $^1\text{H-NMR}$ สเปกตรัมของ W-CA-MeOH₂



รูปที่ 4.7b-c ¹H-NMR สเปกตรัมของ b) W-CA-EtOH₂ และ c) W-CA-MEK₂



รูปที่ 4.8d ^1H -NMR สเปกตรัมของ d) W-CA-pure

ตารางที่ 4.5 การวิเคราะห์หีมวลโมเลกุลของแว็กซ์ปาล์มติกจากเทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี (NMR)

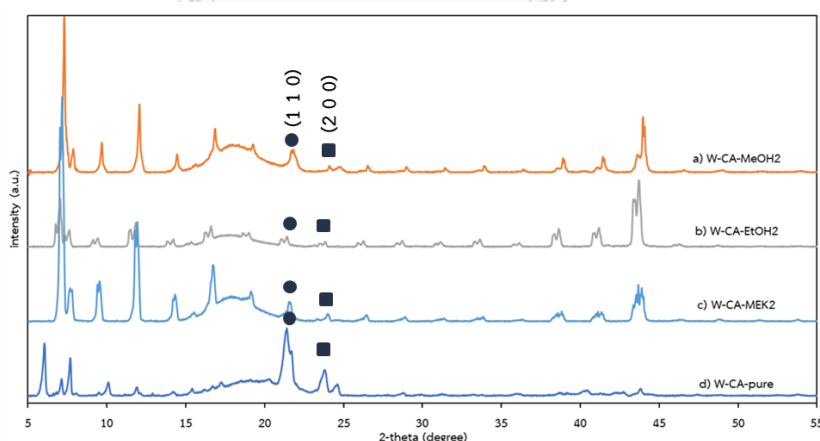
Wax Sample	จำนวน C (วิเคราะห์จาก ^{13}C NMR)	จำนวน H (วิเคราะห์จาก ^1H NMR)	จำนวน C : จำนวน H
W-CA-MeOH2 ^a	32	64	1:2
W-CA-EtOH2	32	64	1:2
W-CA-MEK2	32	64	1:2
W-CA-pure	32	64	1:2

^aW-CA-MeOH2 คือแว็กซ์ที่เกิดจากปาล์มติกแอลกอฮอล์ที่สกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:2

ง. การวิเคราะห์แก๊สพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction: XRD)

รูปภาพที่ 4.6 แสดงรูปแบบ XRD ของแก๊สพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ a) W-CA-MeOH₂, b) W-CA-EtOH₂, c) W-CA-MEK₂ และ d) W-CA-pure การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นเทคนิคที่นิยมวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกของแก๊สพอลิเมอร์ เมื่อได้ทำการพิจารณารูปแบบ XRD ของ W-CA-pure พบว่าค่าที่ $2\theta = 21.5^\circ$ และ $2\theta = 23.8^\circ$ เป็น crystal plane (1 1 0) และ (2 0 0) ซึ่ง พิก (1 1 0) แสดงถึงความยาวสายโซ่ที่ซ้อนกันสามชั้น (3L) และพิก (2 0 0) แสดงถึงความยาวสายโซ่ที่ซ้อนกันสองชั้น (2L) ทั้งสอง crystal plane บ่งบอกถึงการจัดเรียงเซลล์ย่อยของผลึก (β orthorhombic sub-cell) ซึ่งเป็น allomorph ที่เสถียร [51] และเมื่อพิจารณารูปแบบ XRD ของ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ พบว่าค่าที่ $2\theta = 21.5^\circ$ และ $2\theta = 23.8^\circ$ ซึ่งเป็นตำแหน่งของ crystal plane (1 1 0) และ (2 0 0) นั้นมีความเข้มพีคลดลง พิกมีการกระจายตัวที่กว้าง ส่งผลให้ความเป็นอสัณฐานสูง (amorphous) เนื่องจากความเป็นผลึกลดลง

ในรูปแบบ XRD ของ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure พบค่าที่ 2θ ระหว่าง $5-20^\circ$ และ $37-45^\circ$ ซึ่งอาจเป็นผลของสารตั้งต้น เนื่องจากปริมาณของกรดพอลิเมอร์ที่เป็นสารตั้งต้นมีปริมาณมากกว่าปริมาณของพอลิเมอร์แอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์ ดังนั้นผลิตภัณฑ์แก๊สพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้จึงมีส่วนที่เหลือของสารตั้งต้นจึงปรากฏในรูปแบบ XRD



รูปที่ 4.9 รูปแบบ XRD ของ a) W-CA-MeOH₂, b) W-CA-EtOH₂, c) W-CA-MEK₂ และ d) W-CA-pure

4.5 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

ก. เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC)

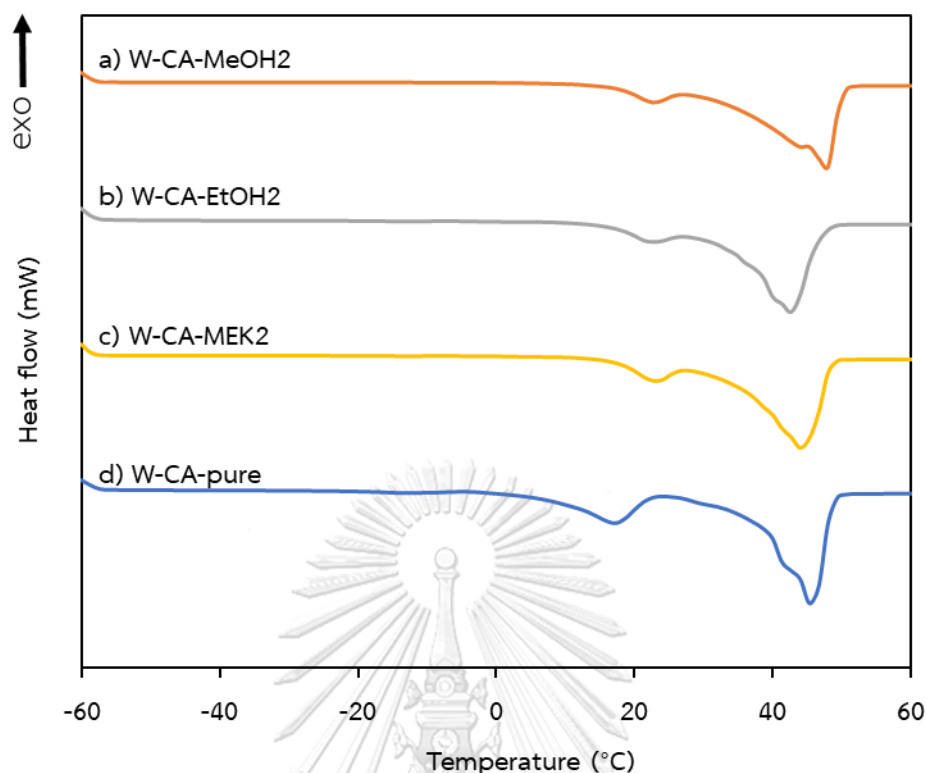
พฤติกรรมเชิงความร้อนของ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure โดยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC จากการสแกนครั้งแรก เทอร์โมแกรมของแกวซ์ปาลมิติกจะถูกปรากฏออกมาในรูปของ อุณหภูมิในการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) อุณหภูมิในการหลอมเหลว (T_m) และเอนทัลปีของการหลอมเหลว (ΔH_m) ดังตารางที่ 4.6 และรูปภาพที่ 4.7 พบว่าการสแกน DSC เทอร์โมแกรมเพื่อดูค่า T_g และ T_m ของ W-CA-pure มีค่าเท่ากับ 16.8 องศาเซลเซียส และ 44.8 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ค่า T_g ของ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ มีค่าเท่ากับ 22.3, 21.8 และ 22.5 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ซึ่งมีความใกล้เคียงกับค่า T_g ของ W-CA-pure สำหรับค่า T_m ของ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ มีค่าเท่ากับ 46.6, 41.9 และ 43.5 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แต่มีค่าต่ำกว่าเมื่อเทียบกับไขผึ้งที่มีค่า T_m เท่ากับ 62-65 องศาเซลเซียส [6] จะเห็นได้ว่าตัวอย่างจะปรากฏพิกของจุดหลอมเหลว (melting peak) บ่งบอกถึงสถานะ β polymorph เป็นสถานะที่เสถียรและมีมากที่สุดในกลุ่มไขมัน [52] และเมื่อเทียบผลทางความร้อนกับปริมาณ C ต่อปริมาณ H จาก ตารางที่ 4.5 จะเห็นได้ว่าผลทางความร้อนของทั้ง 4 แกวซ์แตกต่างกัน แต่ปริมาณ C ต่อปริมาณ H เท่ากัน เนื่องจากความไม่บริสุทธิ์ทั้งปริมาณกรดปาลมิติก (PA) และปาลมิติกแอลกอฮอล์ (CA) ในการสกัดด้วยตัวทำละลายทำให้ %PA และ %CA แตกต่างกัน

สำหรับเทคนิค DSC สามารถใช้ซอฟต์แวร์ในการคำนวณหาเอนทัลปีของการหลอมเหลวซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีสำหรับการเปลี่ยนสถานะจากของแข็งเป็นของเหลว พบว่า ΔH_m (heat of melting) ของ W-CA-pure, W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ มีค่าเท่ากับ 115.4, 100.2, 87.3 และ 93.6 J/g ตามลำดับ

ตารางที่ 4.6 ลักษณะทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ของ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure

Wax sample	T_m (°C)	T_{onset} (°C)	T_{endset} (°C)	ΔH_m (J/g)	%crystallinity
W-CA-MeOH ₂ ^a	46.6	44.6	49.9	100.2	6.31
W-CA-EtOH ₂	41.9	36.0	46.3	87.3	2.22
W-CA-MEK ₂	43.5	38.1	48.1	93.6	4.33
W-CA-pure	44.8	37.7	48.4	115.4	30.07

^aW-CA-MeOH₂ คือแกวซ์ที่ได้จากปาลมิติกแอลกอฮอล์ที่สกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:2



รูปที่ 4.10 DSC เทอร์โมแกรม ของ a) W-CA-MeOH₂, b) W-CA-EtOH₂, c) W-CA-MEK₂ และ d) W-CA-pure

ข. เทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analysis)

รูปภาพที่ 4.8 แสดงเทอร์โมแกรมของแก๊สพาลมิติก และตารางที่ 4.7 แสดงสมบัติทางความร้อนของแก๊สพาลมิติก คือ อุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัว (initial decomposition temperature, T_{id}) อุณหภูมิที่สลายตัว 50% ($T_{50\%}$) และอุณหภูมิสูงสุดของการสลายตัว (maximum decomposition temperature, T_{max}) พบว่าในทุกตัวอย่างมีค่า T_{id} ของแก๊สพาลมิติก W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ (T_{id} = 190.8 – 219.0 องศาเซลเซียส) ไม่มีความแตกต่างกันเมื่อเปรียบเทียบกับ W-CA-pure (T_{id} = 200.0 องศาเซลเซียส) เมื่อเปรียบเทียบค่า T_{max} ของ W-CA-pure เท่ากับ 342.4 องศาเซลเซียส และ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ มีค่า T_{max} ลดลง (T_{max} = 265.2 – 268.5 องศาเซลเซียส) เมื่อใช้พาลมิติก แอลกอฮอล์ที่สังเคราะห์ในการสังเคราะห์แก๊สพาลมิติกทั้งพาลมิติกแอลกอฮอล์ที่ถูกสกัดด้วยตัวทำละลายเมทานอล เอทานอล และเมทิลเอทิลคีโตน ที่อัตราส่วนพาลมิติกแอลกอฮอล์ต่อตัวทำละลาย

1:2 แสดงให้เห็นว่า แวกซ์ปาล์มดิกที่สังเคราะห์ได้มีความไม่บริสุทธิ์ จึงส่งผลให้เสถียรภาพทางความร้อนของแวกซ์ปาล์มดิกต่ำลง

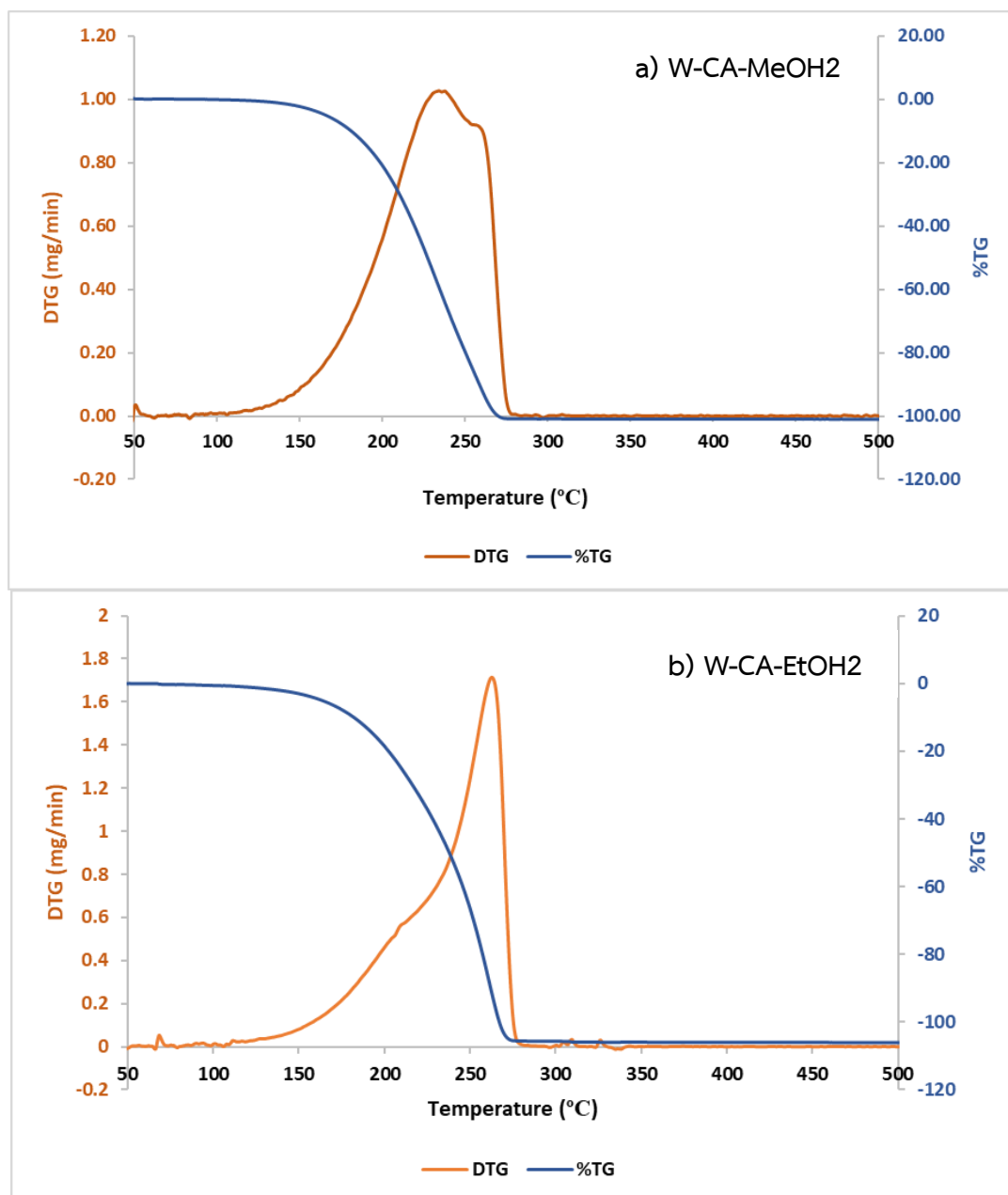
รูปภาพที่ 4.8a-c แสดงเทอร์โมแกรมของแวกซ์ปาล์มดิก a) W-CA-MeOH₂, b) W-CA-EtOH₂ และ c) W-CA-MEK₂ พบว่า TGA เทอร์โมแกรมของแวกซ์ปาล์มดิกทั้ง 3 ตัวอย่าง แสดงการสลายตัวด้วยความร้อนเพียงขั้นตอนเดียว โดยที่ W-CA-MeOH₂ สลายตัวที่อุณหภูมิ 190.8 องศาเซลเซียส น้ำหนักลดลง 0.6% W-CA-EtOH₂ สลายตัวที่อุณหภูมิ 219.3 องศาเซลเซียส น้ำหนักลดลง 3.0% และ W-CA-MEK₂ สลายตัวที่อุณหภูมิ 208.6 องศาเซลเซียส น้ำหนักลดลง 1.6% ซึ่งเป็นการสลายตัวของสายโซ่แอลิแฟติกของแวกซ์ [53]

รูปภาพที่ 4.8d แสดงเทอร์โมแกรมของแวกซ์ปาล์มดิก W-CA-pure พบว่า TGA เทอร์โมแกรมของ W-CA-pure แสดงการสลายตัวด้วยความร้อน 2 ขั้นตอน ซึ่งอาจเป็นผลมาจากการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลของแวกซ์ โดยขั้นแรกของการสลายตัวที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส น้ำหนักลดลง 1.9% เกิดการสลายตัวสารประกอบที่ระเหยง่าย รวมถึงกรดปาล์มดิก ขั้นที่สองของการสลายตัวที่อุณหภูมิ 265.6 องศาเซลเซียส น้ำหนักลดลง 62.1% เกิดการสลายตัวของสายโซ่แอลิแฟติกของแวกซ์ [53]

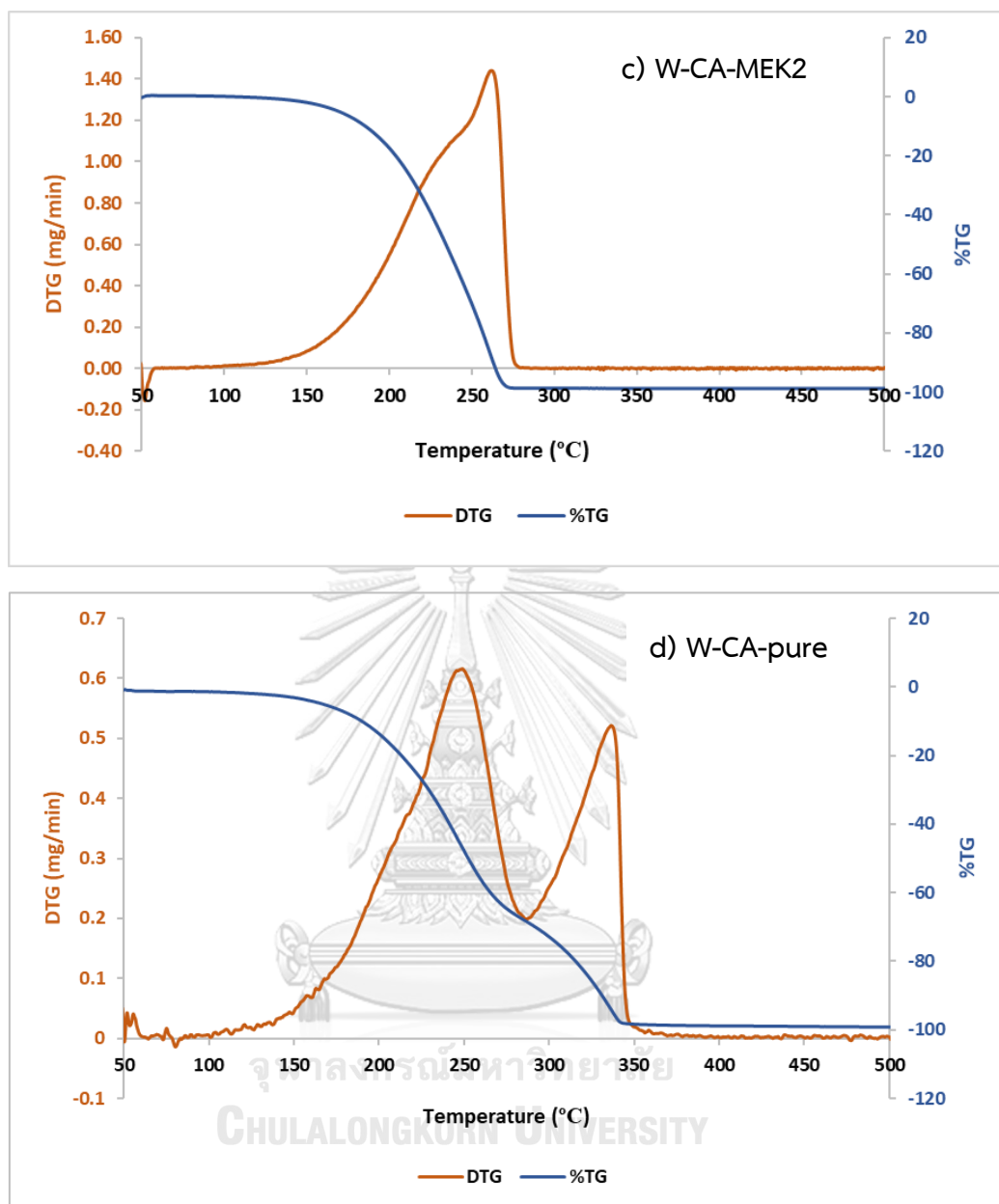
ตารางที่ 4.7 การสลายตัวด้วยความร้อน ของ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA analysis)

Wax sample	T _{id} (°C)	T _{50%} (°C)	T _{max} (°C)	%residue
W-CA-MeOH ₂ ^a	190.8	228.0	265.2	0.0
W-CA-EtOH ₂	219.0	241.6	269.4	0.0
W-CA-MEK ₂	208.6	234.5	268.5	1.2
W-CA-pure	200.0	265.6	342.4	1.3

^aW-CA-MeOH₂ คือแวกซ์ที่ได้จากปาล์มดิกแอลกอฮอล์ที่สกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:2



รูปที่ 4.11a-b กราฟเทอร์โมแกรมและ DTG เปรียบเทียบสมบัติทางความร้อน ของ a) W-CA-MeOH2 และ b) W-CA-EtOH2



รูปที่ 4.12c-d กราฟเทอร์โมแกรมและ DTG เปรียบเทียบสมบัติทางความร้อน ของ c) W-CA-MEK2 และ d) W-CA-pure

4.6 การวิเคราะห์มุมสัมผัสผิวน้ำ และการดูดซึมน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมิติก

จากตารางที่ 4.8 พบว่าค่ามุมสัมผัสผิวน้ำของกระดาษที่ไม่เคลือบแว็กซ์เท่ากับ 100.3 องศา และมีค่ามุมสัมผัสผิวน้ำสูงขึ้นเมื่อกระดาษเคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมิติก ค่ามุมสัมผัสผิวน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วย W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure มีค่าเท่ากับ 142.5 องศา, 161.4 องศา, 120.0 องศา และ 136.4 องศา ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่า แว็กซ์ปาลมิติกประกอบด้วยไฮโดรคาร์บอนที่ไม่มีขั้วจึงส่งผลให้พื้นผิวกระดาษที่เคลือบมีสมบัติไม่ชอบน้ำและค่ามุมสัมผัสผิวน้ำสูงเมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมิติก มุมสัมผัสของผิวน้ำสามารถบ่งบอกถึงความไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) ของพื้นผิวได้ ซึ่งมุมสัมผัสผิวน้ำ ≥ 90 องศา บ่งบอกถึงความไม่ชอบน้ำ และมุมสัมผัสผิวน้ำ ≥ 150 องศา บ่งบอกถึงความไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (superhydrophobic) [54] ดังนั้น กระดาษที่เคลือบด้วย W-CA-EtOH₂ มีสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด รวมไปถึง กระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ W-CA-MeOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure มีสมบัติไม่ชอบน้ำด้วยเช่นกัน โดยสามารถลำดับมุมสัมผัสผิวน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมิติกจากมากไปน้อยได้ดังนี้ W-CA-EtOH₂ > W-CA-MeOH₂ > W-CA-pure > W-CA-MEK₂ > control (กระดาษที่ไม่เคลือบแว็กซ์) และจะเห็นได้ว่าปริมาณ C ต่อปริมาณ H เท่ากันจาก ตารางที่ 4.5 ของแต่ละแว็กซ์ แต่ความสามารถในความไม่ชอบน้ำแตกต่างกัน เนื่องจากองค์ประกอบของแว็กซ์แตกต่างกัน

ตารางที่ 4.8 มุมสัมผัสผิวน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมิติก

Sample	Water contact angle (°)	Sample	Water contact angle (°)
W-CA-MeOH ₂ ^a	142.5	W-CA-pure	136.4
W-CA-EtOH ₂	161.4	Control ^b	100.3
W-CA-MEK ₂	120.0		

^aW-CA-MeOH₂ คือแว็กซ์ที่เกิดจากปาลมิติกแอลกอฮอล์ที่สกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:2

^bcontrol คือ กระดาษที่ไม่มีการเคลือบแว็กซ์

จากตารางที่ 4.9 แสดงผลการดูดซึมน้ำของกระดาศที่เคลือบด้วยแวกซ์ปาลมิติก พบว่า กระดาศที่ไม่เคลือบแวกซ์มีการดูดซึมน้ำเท่ากับ 2.03 กระดาศที่เคลือบด้วย W-CA-pure มีการดูดซึมน้ำลดลงเท่ากับ 1.35 กระดาศที่เคลือบด้วย W-CA-MeOH₂ และเคลือบด้วย W-CA-MEK₂ มีค่าการดูดซึมน้ำลดลงเท่ากับ 1.14 และ 1.12 ตามลำดับ กระดาศที่เคลือบด้วย W-CA-EtOH₂ มีการดูดซึมน้ำต่ำสุดเท่ากับ 0.43 จะเห็นได้ว่ากระดาศที่เคลือบด้วยแวกซ์ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure มีการดูดซึมน้ำต่ำกว่ากระดาศที่ไม่เคลือบแวกซ์ปาลมิติก สัมพันธ์กับค่ามุมสัมผัสหยดน้ำที่เพิ่มขึ้นสูงกว่ากระดาศที่ไม่เคลือบแวกซ์ โดยสามารถเรียงลำดับการดูดซึมน้ำของกระดาศที่เคลือบด้วยแวกซ์ปาลมิติกจากน้อยไปมากได้ดังนี้ W-CA-EtOH₂ < W-CA-MEK₂ < W-CA-MeOH₂ < W-CA-pure < control (กระดาศที่ไม่เคลือบแวกซ์)



ตารางที่ 4.9 การดูดซึมน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแวกซ์ปาล์มติก

Sample	Before soak	After soak ^c	Water absorption
W-CA-MeOH2 ^a			1.14
W-CA-EtOH2			0.43
W-CA-MEK2			1.12
W-CA-pure			1.35
control ^b			2.03

^aW-CA-MeOH2 คือแวกซ์ที่เกิดจากปาล์มติกแอลกอฮอล์ที่สกัดแยกด้วยเมทานอลในอัตราส่วน 1:2

^bcontrol คือ กระดาษที่ไม่มีการเคลือบแวกซ์

^cAfter soak คือ การดูดซึมน้ำ คำนวณหลังจากแช่น้ำ 15 นาทีทันที

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์แกวซ์ปาล์มติกผ่านกระบวนการรีดักชันและกระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชัน โดยปฏิกิริยารีดักชันเป็นการเปลี่ยนกรดปาล์มติกเป็นปาล์มติกแอลกอฮอล์ ศึกษาผลของปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา ผลของเวลาในการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน และผลของตัวทำละลายในการสกัดแยกระหว่างกรดปาล์มติกและปาล์มติกแอลกอฮอล์ และปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันเป็นการสังเคราะห์แกวซ์เอสเทอร์ที่เกิดจากกรดปาล์มติกและปาล์มติกแอลกอฮอล์เพื่อได้ผลิตภัณฑ์แกวซ์ปาล์มติก ศึกษาสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแกวซ์ปาล์มติก เพื่อนำแกวซ์ปาล์มติกไปใช้ในการเคลือบกระดาษ และศึกษาประสิทธิภาพของกระดาษที่เคลือบด้วยแกวซ์ปาล์มติก

ก) ผลของปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา และผลของเวลา

ในการทำปฏิกิริยารีดักชันของกรดปาล์มติก ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา LiAlH_4 ที่เหมาะสม คือ 2.66%w/w และเวลา 24 ชั่วโมง ให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ปาล์มติกแอลกอฮอล์ 42.9% และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากปฏิกิริยาของกรดปาล์มติกเป็นของผสมของผลิตภัณฑ์ปาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มติกสารตั้งต้น

ข) ผลตัวทำละลายในการสกัดแยกระหว่างผลิตภัณฑ์ปาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มติก

ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นของผสมของผลิตภัณฑ์ปาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มติกส่วนเกินจึงได้มีการสกัดแยกด้วยตัวทำละลายเพื่อแยกปาล์มติกแอลกอฮอล์และกรดปาล์มติกส่วนเกิน พบว่าเมื่อใช้ตัวทำละลายเป็น เมทานอล เอทานอล เมทิลเอทิลคีโตน และไอโซ-โพรพานอล ปริมาณตัวทำละลายเหมาะสมที่อัตราส่วน 1:2 ส่งผลให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์หลังการสกัดคือ $\text{CA-MeOH}_2 = 84\%$, $\text{CA-EtOH}_2 = 53.2\%$, $\text{CA-MEK}_2 = 98\%$ และ $\text{CA-iPrOH}_2 = 50\%$ และเมื่อใช้ตัวทำละลายเป็น ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ ปริมาณตัวทำละลายที่อัตราส่วน 1:2 ส่งผลให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์หลังการสกัดแยกทดลองอย่างต่อเนื่อง $\text{CA-DMF}_2 = 36\%$

ค) ผลของร้อยละของผลได้ของแก๊สพาลมิติกจากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน

หลังจากการสกัดแยกผลิตภัณฑ์พาลมิติกแอลกอฮอล์ที่ได้ทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันกับกรดพาลมิติก พบว่า ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์แก๊สพาลมิติกที่สังเคราะห์จากพาลมิติกแอลกอฮอล์ด้วยการสกัดแยกที่อัตราส่วน CA ต่อตัวทำละลาย 1:2 ให้ผลที่สูงกว่าร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์แก๊สพาลมิติกที่สังเคราะห์จากพาลมิตีแอลกอฮอล์ด้วยการสกัดแยกที่อัตราส่วน CA ต่อตัวทำละลาย 1:1 ดังเช่นแก๊ส W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ ให้ร้อยละผลได้ของแก๊สพาลมิติกเอสเทอร์สูงที่ 48.1, 71.0 และ 56.7% ตามลำดับ

ง) การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแก๊สพาลมิติก

จากเทคนิคฟูเรียร์แทรนสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโทรสโกปี และเทคนิคเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เพื่อวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน โครงสร้างทางเคมีและโครงสร้างของผลึกของแก๊สพาลมิติกที่สังเคราะห์ได้ สำหรับโครงสร้างทางเคมีของแก๊สพาลมิติก ประกอบด้วยคาร์บอนอะตอมจำนวน 32 อะตอม วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ¹³C-NMR ไฮโดรเจนอะตอมจำนวน 64 อะตอม วิเคราะห์ด้วยเทคนิค ¹H-NMR และ ออกซิเจนอะตอมจำนวน 2 อะตอม วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR นำผลการวิเคราะห์ทั้ง 3 เทคนิคมาประกอบกันเพื่อหามวลโมเลกุลของแก๊สพาลมิติก โดยแก๊สพาลมิติกที่สังเคราะห์มีสูตรโครงสร้าง C₃₂H₆₄O₂ มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 480 กรัมต่อโมล และแก๊สพาลมิติกที่ได้มีความไม่บริสุทธิ์เนื่องจากมีส่วนผสมของกรดพาลมิติกซึ่งเป็นสารตั้งต้นปริมาณมากกว่าพาลมิติกแอลกอฮอล์

จากเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลสแกนแคลอริเมทรี และเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก เพื่อวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของแก๊สพาลมิติก สำหรับสมบัติเชิงความร้อนค่า T_{max} ของแก๊ส W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ มีค่าเป็น 265.2, 269.4 และ 268.5 องศาเซลเซียสตามลำดับ มีค่าต่ำเมื่อเทียบกับ W-CA-pure มีค่าเป็น 342.4 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นเสถียรภาพทางความร้อนของแก๊ส W-CA-pure ที่สูง รวมถึงค่า T_m หรืออุณหภูมิในการหลอมเหลวของแก๊ส W-CA-pure มีค่าเท่ากับ 44.8 องศาเซลเซียส เมื่อเทียบกับ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂ และ W-CA-MEK₂ มีค่าเท่ากับ 46.6, 41.9 และ 43.5 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

จ) การวิเคราะห์ประสิทธิภาพของกระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมิติก

ประสิทธิภาพของกระดาษเคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมิติก การวิเคราะห์ด้วยค่ามุมสัมผัสผิวน้ำ และค่าสัดส่วนการบวมน้ำ พบว่า ค่ามุมสัมผัสผิวน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure มีค่าสูงเป็น 142.5 องศา, 161.4 องศา, 120.0 องศา และ 136.4 องศา ตามลำดับ เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบด้วยแว็กซ์ปาลมิติกเป็น 100.3 องศา ซึ่งแสดงให้เห็นว่า กระดาษที่เคลือบด้วย W-CA-EtOH₂ มีสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างยิ่งยวด (superhydrophobic) รวมไปถึง กระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ W-CA-pure, W-CA-MeOH₂ และ W-CA-MEK₂ มีสมบัติไม่ชอบน้ำด้วย และพบว่า การดูดซึมน้ำของกระดาษที่เคลือบด้วยแว็กซ์ W-CA-MeOH₂, W-CA-EtOH₂, W-CA-MEK₂ และ W-CA-pure มีการดูดซึมน้ำต่ำกว่าเป็น 1.14, 0.43, 1.12 และ 1.35 เมื่อเทียบกับกระดาษที่ไม่เคลือบแว็กซ์ปาลมิติก มีค่า 2.03

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. สำหรับกระบวนการเอสเทอร์ฟิเคชัน ควรเพิ่มการศึกษาอัตราส่วนระหว่างกรดปาลมิติก และปาลมิติกแอลกอฮอล์และปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในกระบวนการเพื่อให้ได้ร้อยละของผลได้ของผลิตภัณฑ์แว็กซ์ปาลมิติกให้สูงขึ้น
2. ศึกษาองค์ประกอบของแว็กซ์ปาลมิติกที่สังเคราะห์
3. แว็กซ์ปาลมิติกที่สังเคราะห์ สามารถพัฒนาได้อีกควรหาภาวะที่เหมาะสมของการเตรียมแว็กซ์และศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของแว็กซ์

บรรณานุกรม

- [1] P.T. Anastas, M.M. Kirchhoff, Origins, current status, and future challenges of green chemistry, *Acc. Chem. Res.* 35(9) (2002) 686-694.
- [2] C.A.S. Hall, C.A. Ramírez-Pascualli, *The First Half of the Age of Oil*, Springer: New York 2013.
- [3] S. Patel, D.R. Nelson, A.G. Gibbs, Chemical and physical analyses of wax ester properties, *J Insect Sci* 1 (2001) 4.
- [4] D. Post-Beittenmiller, Biochemistry and molecular biology of wax production in plants, *Annual Review of Plant Physiology and Plant Molecular Biology* 47 (1996) 405-430.
- [5] B. Oliver-Tomas, M. Renz, A. Corma, High quality biowaxes from fatty acids and fatty Esters: Catalyst and reaction mechanism for accompanying reactions, *Industrial & Engineering Chemistry Research* 56(45) (2017) 12870-12877.
- [6] W.F. Tinto, T.O. Elufioye, J. Roach, *Waxes*, *Pharmacognosy* 2017, pp. 443-455.
- [7] จ. ศิริพานิช, สรีรวิทยาและเทคโนโลยีหลังการเก็บเกี่ยวผักและผลไม้, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, กรุงเทพฯ 2003.
- [8] A. Srifa, K. Faungnawakij, V. Itthibenchapong, N. Viriya-Empikul, T. Charinpanitkul, S. Assabumrungrat, Production of bio-hydrogenated diesel by catalytic hydrotreating of palm oil over $\text{NiMoS}_2/\text{gamma-Al}_2\text{O}_3$ catalyst, *Bioresour Technol* 158 (2014) 81-90.
- [9] ส. จิตตรีพล, น้ำมันมะพร้าวบริสุทธิ์ กินได้ ทาได้ ไม่รัยอย่างที่ถูกล่าวหา, *ข่าวสารเกษตรศาสตร์* (2009) 38-51.
- [10] S. Czernik, A.V. Bridgwater, Overview of applications of biomass fast pyrolysis oil, *Energy & Fuels* 18(2) (2004) 590-598.
- [11] J.K. Satyarthi, T. Chiranjeevi, D.T. Gokak, P.S. Viswanathan, An overview of catalytic conversion of vegetable oils/fats into middle distillates, *Catal. Sci. Technol.* 3(1) (2013) 70-80.
- [12] D.-S. Lee, B.-S. Noh, S.-Y. Bae, K. Kim, Characterization of fatty acids composition in vegetable oils by gas chromatography and chemometrics, *Analytica Chimica Acta* 358 (1998) 163-175.
- [13] ช. ศิริพัฒน์, กรมส่งเสริมการเกษตรแนะ วิธีเลือกพันธุ์ปาล์มน้ำมัน, 2023. <https://www.thairath.co.th/news/local/south/2696278>. (Accessed 12 October 2023).
- [14] B. Veriansyah, J.Y. Han, S.K. Kim, S.-A. Hong, Y.J. Kim, J.S. Lim, Y.-W. Shu, S.-G. Oh, J. Kim, Production of renewable diesel by hydroprocessing of soybean oil: Effect of

catalysts, *Fuel* 94 (2012) 578-585.

[15] N. Chen, S. Gong, E.W. Qian, Single-step hydroconversion of jatropha oil to high quality fuel oil over reduced nickel-molybdenum catalysts, *Journal of the Japan Petroleum Institute* 56(4) (2013) 249-252.

[16] N. Hongloi, P. Prapainainar, A. Seubsai, K. Sudsakorn, C. Prapainainar, Nickel catalyst with different supports for green diesel production, *Energy* 182 (2019) 306-320.

[17] M. Ameen, M.T. Azizan, S. Yusup, A. Ramli, M. Yasir, Catalytic hydrodeoxygenation of triglycerides: An approach to clean diesel fuel production, *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 80 (2017) 1072-1088.

[18] Hans George Kirschenbauer, A.N. J., Production Of Palmitic Acid, Colgate-Palmolive Company, Jersey City, N. J. , U. S., 1954.

[19] F.C. Magne, E.L. Skau, R.R. Mod, Obtaining pure palmitic acid from vegetable oil acids, the United States of America U. S. , 1957.

[20] J.P. Cosgrove, J.G. Hayden, P.L. Robinson, Process for making high-purity oleic acid, Westvaco Corporation, New York, N.Y., U. S., 1993.

[21] W.R. Fehr, E.G. Hammond, Soybean vegetable oil having elevated concentrations of both palmitic acid and stearic acid, Iowa State University Research Foundation, Inc, U. S., 1998.

[22] L.M.M. Machado, S.F. Lutke, D. Perondi, M. Godinho, M.L.S. Oliveira, G.C. Collazzo, G.L. Dotto, Simultaneous production of mesoporous biochar and palmitic acid by pyrolysis of brewing industry wastes, *Waste Manag* 113 (2020) 96-104.

[23] L. Bouzidi, S. Li, S. Di Biase, S.Q. Rizvi, S.S. Narine, Lubricating and waxy esters, I. Synthesis, crystallization, and melt behavior of linear monoesters, *Chem Phys Lipids* 165(1) (2012) 38-50.

[24] L. Bouzidi, S. Li, S. Di Biase, S.Q. Rizvi, P. Dawson, S.S. Narine, Lubricating and waxy esters II: Synthesis, crystallization, and melt behavior of branched monoesters, *Industrial & Engineering Chemistry Research* 51(45) (2012) 14892-14902.

[25] L. Bouzidi, S. Li, S. Di Biase, S.Q. Rizvi, S.S. Narine, Lubricating and waxy esters. 4. Synthesis, crystallization behavior, melt behavior, and flow behavior of linear monoesters incorporating 9 -decenol and 9 -decenoic acid, *Industrial & Engineering Chemistry Research* 52(7) (2013) 2740-2749.

- [26] F.G. Cirujano, A. Corma, F.X. Llabrés i Xamena, Zirconium-containing metal organic frameworks as solid acid catalysts for the esterification of free fatty acids: Synthesis of biodiesel and other compounds of interest, *Catalysis Today* 257 (2015) 213-220.
- [27] S. Romero, R.J. Minari, S.E. Collins, Bio-paraffin from soybean oil as eco-friendly alternative to mineral waxes, *Industrial & Engineering Chemistry Research* 60(15) (2021) 5364-5373.
- [28] D. Caputo, M. Casiello, A.G. Laurenza, F. Fracassi, C. Fusco, A. Nacci, L. D'Accolti, Preparation of biowax esters in continuous flow conditions, *ACS Omega* 4(7) (2019) 12286-12292.
- [29] N. Al-Arafi, J. salimon, Production of oleic acid based wax ester using acidic homogeneous catalysts, *E-Journal of Chemistry* 9(1) (2012) 99-106.
- [30] C. Beula, P.S.T. Sai, Kinetics of esterification of palmitic acid with ethanol-optimization using statistical design of experiments, *International Journal of Chemical Engineering and Applications* (2013) 388-392.
- [31] N.N.K. Reddy, C. Ravi, S. Adimurthy, Oxidative esterification of primary alcohols at room temperature under aqueous medium, *Synthetic Communications* 48(13) (2018) 1663-1670.
- [32] V. De Santi, F. Cardellini, L. Brinchi, R. Germani, Novel brønsted acidic deep eutectic solvent as reaction media for esterification of carboxylic acid with alcohols, *Tetrahedron Letters* 53(38) (2012) 5151-5155.
- [33] A. Kleinova, P. Fodran, L. Brncalova, J. Cvangros, Substituted esters of stearic acid as potential lubricants, *Biomass and Bioenergy* 32(4) (2008) 366-371.
- [34] I.S. Bayer, D. Fragouli, P.J. Martorana, L. Martiradonna, R. Cingolani, A. Athanassiou, Solvent resistant superhydrophobic films from self-emulsifying carnauba wax-alcohol emulsions, *Soft Matter* 7(18) (2011).
- [35] W. Zhang, P. Lu, L. Qian, H. Xiao, Fabrication of superhydrophobic paper surface via wax mixture coating, *Chemical Engineering Journal* 250 (2014) 431-436.
- [36] X. Zhao, T. Hu, J. Zhang, Superhydrophobic coatings with high repellency to daily consumed liquid foods based on food grade waxes, *J Colloid Interface Sci* 515 (2018) 255-263.
- [37] D. Wang, Z. Guo, W. Liu, Bioinspired edible lubricant-Infused surface with liquid

residue reduction properties, Research (Wash D C) 2019 (2019) 1649427.

[38] B.-Y. Liu, C.-H. Xue, Q.-F. An, S.-T. Jia, M.-M. Xu, Fabrication of superhydrophobic coatings with edible materials for super-repelling non-newtonian liquid foods, Chemical Engineering Journal 371 (2019) 833-841.

[39] Y. Zhang, J. Bi, S. Wang, Q. Cao, Y. Li, J. Zhou, B.W. Zhu, Functional food packaging for reducing residual liquid food: Thermo-resistant edible super-hydrophobic coating from coffee and beeswax, J Colloid Interface Sci 533 (2019) 742-749.

[40] J. Wan, P. Wang, X. Qian, M. Zhang, S. Song, M. Wang, Q. Guo, J. Shen, Bioinspired paper-based nanocomposites enabled by biowax–mineral hybrids and proteins, ACS Sustainable Chemistry & Engineering 8(26) (2020) 9906-9919.

[41] D. Wang, J. Huang, Z. Guo, W. Liu, Durable mixed edible wax coating with stretching superhydrophobicity, Journal of Materials Chemistry A 9(3) (2021) 1495-1499.

[42] M. Seth, S. Jana, Development of superhydrophobic coating from biowaste and natural wax, Materials Today: Proceedings 52 (2022) 1422-1428.

[43] X. Wang, K. Chen, Y. Liu, R. He, Q. Wang, Preparation and application of biodegradable and superhydrophobic polylactic acid/carnauba wax coating, Progress in Organic Coatings 177 (2023).

[44] S. Farmer, Conversion of carboxylic acids to alcohols using LiAlH_4 , 2022. [https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Supplemental_Modules_\(Organic_Chemistry\)/Carboxylic_Acids/Reactivity_of_Carboxylic_Acids/Conversion_of_carboxylic_acids_to_alcohols_using_LiAlH4](https://chem.libretexts.org/Bookshelves/Organic_Chemistry/Supplemental_Modules_(Organic_Chemistry)/Carboxylic_Acids/Reactivity_of_Carboxylic_Acids/Conversion_of_carboxylic_acids_to_alcohols_using_LiAlH4). (Accessed 20 August 2023).

[45] B. Neises, P.D.W. Steglich, Simple method for the esterification of carboxylic acids, Angewandte Chemie International Edition in English 17 (1978) 522-524.

[46] R.C. Hoye, Reductions by the alumino- and borohydrides in organic synthesis, 2nd edition, Journal of Chemical Education 76(1) (1999) 33.

[47] Volume 4 : 4.7. Reaction Of Organic Compounds Of Oxygen, 2022. <https://chemistryfromscratch.org/4-7>. (Accessed 14 September 2023).

[48] Y. Krishna, R. Saidur, N. Aslfattahi, M. Faizal, K.C. Ng, Enhancing the thermal properties of organic phase change material (palmitic acid) by doping MXene nanoflakes, AIP Conference Proceedings 2233(1) (2020) 020013.

- [49] C. Veerakumar, A. Sreekumar, Preparation, thermophysical studies, and corrosion analysis of a stable capric acid/cetyl alcohol binary eutectic phase change material for cold thermal energy storage, *Energy Technology* 6(2) (2018) 397-405.
- [50] R. Subrahmanyam, P. Gurikov, P. Dieringer, M. Sun, I. Smirnova, On the road to biopolymer aerogels-dealing with the solvent, *Gels* 1(2) (2015) 291-313.
- [51] R.E. Timms, Confectionery fats handbook: Properties, production and application, *Confectionery Fats Handbook: Properties, Production and Application* (2003) 1-441.
- [52] H. Kabiri, Z. Tayarani-Najaran, P. Rahmanian-Devin, M.S. Vaziri, S. Nasirizadeh, S. Golmohammadzadeh, H. Kamali, Preparation, characterization, and evaluation of anti-tyrosinase activity of solid lipid nanoparticles containing undecylenoyl phenylalanine (Sepiwhite[®]), *J Cosmet Dermatol* 21(11) (2022) 6061-6071.
- [53] F. Lionetto, R. Lopez-Munoz, C. Espinoza-Gonzalez, R. Mis-Fernandez, O. Rodriguez-Fernandez, A. Maffezzoli, A study on exfoliation of expanded graphite stacks in candelilla wax, *Materials (Basel)* 12(16) (2019).
- [54] S. Parvate, P. Dixit, S. Chattopadhyay, Superhydrophobic surfaces: Insights from theory and experiment, *J Physical Chem B* 124(8) (2020) 1323-1360.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก

ตัวอย่างการคำนวณ

การคำนวณ

1. ปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา คือ ลิเทียมอะลูมิเนียมไฮไดรด์ (LiAlH_4) ในเตตระไฮโดรฟูแลน (THF) (ความหนาแน่นของ เตตระไฮโดรฟูแลน เท่ากับ 0.888 g/mL โดยคิดเทียบกับกรดปาลมิติก 2 กรัมดังนี้

$$1 \text{ ลิตร} = 1000 \text{ มิลลิลิตร}$$

$$1 \times 10^{-6} \text{ ลิตร} = 10^{-3} \text{ มิลลิลิตร}$$

$$1 \times 10^{-6} \text{ ลิตร} = 0.001 \text{ มิลลิลิตร}$$

เปลี่ยนมิลลิลิตรเป็นกรัมจากสูตร $D = \frac{m}{V}$; D = ความหนาแน่นของสารละลาย (g/mL),
 m = น้ำหนักของสาร (g) และ V = ปริมาตร (mL)

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ $1.78\% \text{w/w}$ จากปริมาณที่ใช้ 40 ไมโครลิตร

$$1 \times 10^{-6} \text{ ลิตร} = 0.001 \text{ มิลลิลิตร}$$

$$40 \times 10^{-6} \text{ ลิตร} = 0.04 \text{ มิลลิลิตร}$$

$$D = \frac{m}{V}, m = D \times V ; m = 0.04 \text{ mL} \times 0.888 \text{ g/mL}$$

$$m = 0.03552 \text{ g}$$

คิดเป็น % โดยเทียบกับกรดปาลมิติก 2 กรัม $\% = \frac{m}{2} \times 100$

$$\% = \frac{0.03552}{2} \times 100 = 1.776\%$$

ตารางที่ ก-1 ค่าการคำนวณปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยา (%w/w) เทียบกับปริมาณกรดปาลมิติก

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ (%w/w)	ปริมาณที่ใช้ (μL)
1.78	40
2.66	60
3.55	80
4.44	100

2. การคำนวณร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ของปาลมิติกแอลกอฮอล์ (yield, % โดยน้ำหนัก)

$$\text{ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์} = \frac{\text{น้ำหนักกรัมของปาลมิติกแอลกอฮอล์}}{\text{น้ำหนักกรัมของกรดปาลมิติก}} \times 100$$

ที่ ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ 1.78%w/w

$$\begin{aligned} \text{ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์} &= \frac{0.6762}{2.0022} \times 100 \\ &= 33.8 \% \end{aligned}$$

ตารางที่ ก-2 ค่าการคำนวณร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ของปาลมิติกแอลกอฮอล์ (yield, % โดยน้ำหนัก)

ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ (%w/w)	กรดปาลมิติก (g)	ปาลมิติกแอลกอฮอล์ (g)	ร้อยละผลได้ของ ผลิตภัณฑ์ (%)
1.78	2.0022	0.6762	33.8
2.66	2.0140	0.8654	42.9
3.55	2.0113	0.3541	17.6
4.44	2.0297	0.4675	23.0

3. การคำนวณ %Extraction และร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ (yield, % โดยน้ำหนัก)

ตารางที่ ก-3 ค่าการคำนวณ %Extraction และร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ ของตัวทำละลายทั้ง 5 ชนิดที่อัตราส่วนระหว่าง CA : ตัวทำละลาย เป็น 1:1 และ 1:2

CA Sample	CA : Solvent	After extraction (g)	%Extraction	%Yield ^a
CA-MeOH1	1:1	1.000	0.0	100.0
CA-EtOH1	1:1	0.840	16.0	84.0
CA-iPrOH1	1:1	0.861	13.9	86.1
CA-MEK1	1:1	1.000	0.0	100.0
CA-DMF1	1:1	0.681	31.9	68.1
CA-MeOH2	1:2	0.908	9.2	90.8
CA-EtOH2	1:2	0.532	46.8	53.2
CA-iPrOH2	1:2	0.501	49.9	50.1
CA-MEK2	1:2	0.981	1.9	98.1
CA-DMF2	1:2	0.360	64.0	36.0

^aBasis: 1 กรัม ผลิตภัณฑ์ปาล์มติกแอลกอฮอล์

$$\% \text{Extraction} = \frac{\text{ปริมาณน้ำหนักรีก่อนสกัดแยก} - \text{ปริมาณน้ำหนักรีกหลังสกัดแยก}}{\text{ปริมาณน้ำหนักรีก่อนสกัดแยก}} \times 100$$

$$\% \text{extraction of CA-EtOH1} = \frac{1.000 - 0.840}{1.000} \times 100 = 16.0\%$$

$$\% \text{extraction of CA-EtOH2} = \frac{1.000 - 0.532}{1.000} \times 100 = 46.8\%$$

$$\% \text{Yield} = \frac{\text{ปริมาณน้ำหนักรีกหลังสกัดแยก}}{\text{ปริมาณน้ำหนักรีกก่อนสกัดแยก}} \times 100$$

$$\% \text{Yield of CA-EtOH1} = \frac{0.840}{1.000} \times 100 = 84.0\%$$

$$\% \text{Yield of CA-EtOH2} = \frac{0.532}{1.000} \times 100 = 53.2\%$$

4. การคำนวณร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ของแวกซ์แอสเทอร์ปาลมิติก (yield, % โดยน้ำหนัก) ขึ้นอยู่กับน้ำหนักของปาลมิติกแอลกอฮอล์

$$\text{ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์} = \frac{\text{น้ำหนักกรัมของแวกซ์ปาลมิติก}}{\text{น้ำหนักกรัมของปาลมิติกแอลกอฮอล์}} \times 100$$

Wax sample	CA (g)	CA/PA (w/w)	PA wax (g)	Palmitic wax yield ^a (%)
W-CA-MeOH1	1.008	1:1	0.280	27.8
W-CA-EtOH1	0.840	1:1	0.134	15.9
W-CA-iPrOH1	0.861	1:1	0.217	25.2
W-CA-MEK1	1.009	1:1	0.056	5.6
W-CA-DMF1	0.681	1.2:1	0.035	5.1
W-CA-MeOH2	0.908	1:1	0.436	48.1
W-CA-EtOH2	0.532	0.5:1	0.378	71.0
W-CA-iPrOH2	0.501	0.5:1	0.176	35.1
W-CA-MEK2	0.981	1:1	0.556	56.7
W-CA-DMF2	0.360	1:1	0.162	44.9
W-CA-pure	1.000	1:1	1.000	100.0

^aPalmitic wax yield โดยฐานปริมาณ CA เท่านั้น

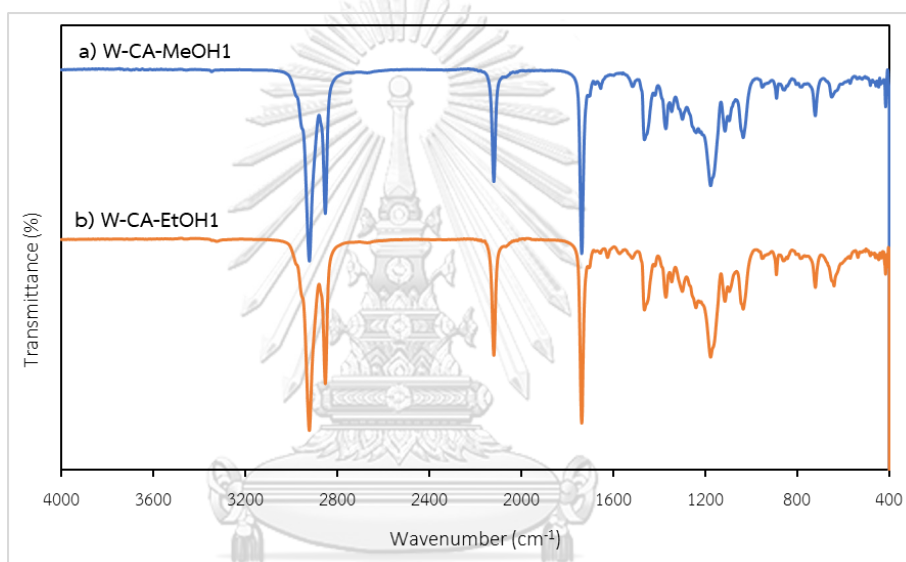
$$\begin{aligned} \% \text{ Palmitic wax yield of W-CA-MeOH1} &= \frac{0.280}{1.008} \times 100 \\ &= 27.8\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \% \text{ Palmitic wax yield of W-CA-MeOH2} &= \frac{0.436}{0.908} \times 100 \\ &= 48.1\% \end{aligned}$$

ภาคผนวก ข

การวิเคราะห์แก๊สพอลิเมอร์

จากปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันได้มีการสังเคราะห์แก๊สพอลิเมอร์ที่ได้จากพอลิเมอร์แอลกอฮอล์จากการสกัดแยกด้วยตัวทำละลายที่อัตราส่วน CA : ตัวทำละลาย เป็น 1:1 จึงได้นำ W-CA-MeOH1 และ W-CA-EtOH1 ตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ดังรูปภาพที่ ข.1 และตารางที่ ข-1 แสดงค่าความยาวคลื่นการดูดกลืนของหมู่ฟังก์ชันของ W-CA-MeOH1 และ W-CA-EtOH1



รูปภาพที่ ข.1 ATR-FTIR สเปกตรัมของ W-CA-MeOH1 และ W-CA-EtOH1

ตารางที่ ข-1 ค่าความยาวคลื่นการดูดกลืนของหมู่ฟังก์ชันของ W-CA-MeOH1 และ W-CA-EtOH1

ค่าการดูดกลืน (cm^{-1})	หมู่ฟังก์ชัน
1735 cm^{-1}	การสั่นแบบยืดของคาร์บอนิลหมู่เอสเทอร์ ($\text{C}=\text{O}$)
2920, 2850 cm^{-1}	การสั่นแบบยืดของหมู่ CH , CH_2
1370 cm^{-1}	การสั่นแบบยืดของหมู่ $\text{C}-\text{O}$ ของแอลกอฮอล์
1150 cm^{-1}	การสั่นแบบยืดของหมู่ $\text{C}-\text{O}$ ของกรดคาร์บอกซิลิก

ภาคผนวก ค

การคำนวณการดูดซึมน้ำ

การคำนวณการดูดซึมน้ำ โดยการเตรียมตัวอย่างพื้นผิวที่เคลือบด้วยแวกซ์เอสเทอร์ ขนาด 3×4.5 เซนติเมตร และนำไปแช่ในน้ำเป็นเวลา 15 นาที ที่อุณหภูมิห้อง การดูดซึมน้ำคำนวณดังสมการ

$$\text{การดูดซึมน้ำ} = \frac{(W_{s2} - W_{s1})}{W_{s1}}$$

W_{s1} และ W_{s2} คือน้ำหนักของตัวอย่างก่อนและหลังแช่ในน้ำตามลำดับ

ตัวอย่างการคำนวณ: กระจกที่เคลือบด้วยแวกซ์ W-CA-EtOH2 ขนาด 3×4.5 เซนติเมตร

น้ำหนักของตัวอย่างก่อนแช่ในน้ำ : 0.2159 กรัม

น้ำหนักของตัวอย่างหลังแช่ในน้ำ 15 นาที : 0.3082 กรัม

$$\begin{aligned} \text{การดูดซึมน้ำ} &= \frac{(0.3082 - 0.2159)}{0.2159} \\ &= 0.43 \end{aligned}$$

ตารางที่ ค-1 การดูดซึมน้ำของกระจกที่เคลือบด้วยแวกซ์ปาล์มติก

Sample	W_{s1}	W_{s2}	การดูดซึมน้ำ
W-CA-MeOH2	0.2400	0.5140	1.14
W-CA-EtOH2	0.2159	0.3082	0.43
W-CA-MEK2	0.2284	0.4837	1.12
W-CA-pure	0.2138	0.5021	1.35
control	0.1937	0.5873	2.03

ภาคผนวก ง

ค่าเคมีคัลชิฟ (δ) ของแกวซ์ปาลมิติก

W-CA-MeOH2

^{13}C NMR in CDCl_3 δ (ppm), 139.99, 63.18, 55.85, 35.00, 32.90, 32.02, 29.93 – 29.62 (m), 29.50 (d, J = 9.4 Hz), 25.84, 25.53, 24.79, 22.79, 14.22.

^1H NMR in CDCl_3 δ (ppm), 3.66 – 3.58 (m, 2H), 3.22 – 3.13 (m, 1H), 1.94 – 1.83 (m, 4H), 1.80 – 1.68 (m, 4H), 1.54 (dt, J = 8.7, 6.7 Hz, 4H), 1.37 – 1.16 (m, 44H), 0.86 (t, J = 6.9 Hz, 4H).

W-CA-EtOH2

^{13}C NMR in CDCl_3 δ (ppm), 179.55, 60.27, 34.49, 32.02, 30.03 – 29.03 (m), 25.08, 24.80, 22.78, 14.28 (d, J = 14.7 Hz).

^1H NMR in CDCl_3 δ (ppm), 4.10 (q, J = 7.1 Hz, 2H), 2.32 (t, J = 7.5 Hz, 1H), 2.26 (t, J = 7.6 Hz, 2H), 1.61 (dt, J = 14.9, 7.5 Hz, 4H), 1.32 – 1.20 (m, 48H), 0.86 (t, J = 6.9 Hz, 6H).

W-CA-MEK2

^{13}C NMR in CDCl_3 δ (ppm), 63.19, 35.01, 32.90, 32.02, 29.93 – 29.60 (m), 29.50 (d, J = 8.7 Hz), 25.80 (d, J = 9.5 Hz), 25.53, 24.79, 22.79, 14.23.

^1H NMR in CDCl_3 δ (ppm), 3.62 (td, J = 6.7, 5.3 Hz, 3H), 3.18 (dp, J = 9.8, 4.0, 3.3 Hz, 1H), 1.95 – 1.84 (m, 3H), 1.81 – 1.68 (m, 4H), 1.59 – 1.51 (m, 4H), 1.37 – 1.26 (m, 15H), 1.24 (s, 28H), 0.86 (t, J = 6.9 Hz, 4H).

W-CA-pure

^{13}C NMR in CDCl_3 δ (ppm), 174.13 (d, J = 12.0 Hz), 63.18, 60.26, 32.91, 32.03, 30.15 – 28.92 (m), 28.74, 25.93 (d, J = 24.3 Hz), 25.11 (d, J = 5.3 Hz), 22.79, 14.29 (d, J = 14.5 Hz).

^1H NMR in CDCl_3 δ (ppm), 4.10 (d, J = 7.1 Hz, 1H), 4.03 (t, J = 6.7 Hz, 1H), 2.27 (td, J = 7.6, 1.6 Hz, 2H), 1.61 – 1.55 (m, 3H), 1.31 – 1.20 (m, 51H), 0.86 (t, J = 6.9 Hz, 6H).

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ณัฐกมล ดีมูลมั่ง
วัน เดือน ปี เกิด	29 มีนาคม 2541
สถานที่เกิด	จังหวัดน่าน
วุฒิการศึกษา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ ภาควิชาเคมี มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
ที่อยู่ปัจจุบัน	9 หมู่ 1 หมู่บ้านน้ำเกียน ตำบลน้ำเกียนใต้ อำเภอกู่เพียง จังหวัดน่าน 55000
ผลงานตีพิมพ์	"Preparation and characterization of wax esters from palmitic acid " นำเสนอผลงานการประชุมวิชาการ 16th Eurasia Conference on Chemical Sciences 2023 Frontiers in Chemical Sciences for Sustainability ณ วันที่ 13-15 ธันวาคม 2566