

การกักเก็บน้ำหอมโดยใช้ไซโตเดียมไตรโพลีฟอสเฟตและแป้งดัดแปรสำหรับผงซักฟอก



นายธีราพัฒน์ บุญชัยพัฒน์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2566

FRAGRANCE ENCAPSULATION USING SODIUM TRIPOLYPHOSPHATE AND A MODIFIED
STARCH FOR POWDER DETERGENT



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

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การกักเก็บน้ำหอมโดยใช้โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟตและแป้ง
	ดัดแปรสำหรับผงซักฟอก
โดย	นายธีราพัฒน์ บุญชัยพัฒน์
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.อภิวัฒน์ สุทธิธารวัช

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ เตชวรสินสกุล)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	
.....	ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.รุ่งทิwa เมธาอาภาานนท์)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.อภิวัฒน์ สุทธิธารวัช)	
.....	กรรมการ
(ดร.กริชชาติ ว่องไวลิขิต)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.อุรชา รักษ์ตานนท์ชัย)	

ธีราพัฒน์ บุญชัยพัฒน์ : การกักเก็บน้ำหอมโดยใช้โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟตและแป้งดัดแปรสำหรับผงซักฟอก. (FRAGRANCE ENCAPSULATION USING SODIUM TRIPOLYPHOSPHATE AND A MODIFIED STARCH FOR POWDER DETERGENT)
 อ.ที่ปรึกษาหลัก : รศ. ดร.อภิวัฒน์ สุทธิธารธวัช

น้ำหอมเป็นหนึ่งในองค์ประกอบหลักที่สำคัญของผงซักฟอก มีหน้าที่ให้ความหอมแก่เนื้อผ้า ทั้งยังมีส่วนดึงดูดให้ผู้ซื้อตัดสินใจเลือกซื้อ ในกระบวนการผลิตผงซักฟอกโดยทั่วไปนั้น น้ำหอมจะถูกผสมลงไปในรูปแบบของเหลว ซึ่งเพิ่มความชื้นให้แก่ผงซักฟอก และหากเติมมากเกินไปผงซักฟอกก็จะจับตัวกันเป็นก้อน ดังนั้น การใช้น้ำหอมในรูปแบบผงจึงถูกพัฒนาขึ้นเพื่อลดข้อด้อยดังกล่าว ผู้ผลิตรายใหญ่เริ่มปรับเปลี่ยนมาใช้ผงน้ำหอม ซึ่งทำมาจาก Melamine-formaldehyde ที่ห่อหุ้มน้ำหอมไว้ในรูปแบบผง แต่สารห่อหุ้มดังกล่าวก็ยังมีข้อเสียที่ปลดปล่อย Microplastic กลับสู่สิ่งแวดล้อม เพื่อแก้ไขจุดอ่อนนี้ สารห่อหุ้มชนิดต่างๆ จึงได้รับการพัฒนาขึ้น รวมถึงงานวิจัยนี้จะนำเสนอแนวทางการทำผงน้ำหอมด้วยเทคนิคสเปรย์ดราย โดยนำส่วนผสมที่มีอยู่แล้วในผงซักฟอกนำมาใช้เป็นสารห่อหุ้ม สำหรับงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้ Sodium tripolyphosphate (STPP) และ HI-CAP® 100 (HICAP) เป็นสารห่อหุ้ม มี D-limonene (DL) เป็นน้ำหอมต้นแบบ มี Solid content = 21% และมี Core/Wall Ratio = 0.2 การทำผงน้ำหอมมีด้วยกัน 2 ขั้นตอน คือ การทำอิมัลชันและการทำสเปรย์ดราย โดยทำการทดลองเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน STPP : HICAP ในขั้นตอนการเตรียมอิมัลชัน และเปลี่ยนแปลง Inlet Temperature ในการขั้นตอนการทำสเปรย์ดราย ผลที่ได้คือ วิธีการเติม STPP มีผลต่อขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชัน โดยที่ HICAP มีส่วนช่วยในการรวมตัวเป็นอิมัลชันได้ดีขึ้น สำหรับอัตราส่วนระหว่าง STPP : HICAP ที่ 1 : 1 นั้นมีมากเพียงพอที่จะห่อหุ้ม DL ไว้ ทั้งนี้ ขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชัน ไม่ได้เป็นปัจจัยเดียวที่ส่งผลต่อการกักเก็บน้ำหอม อัตราส่วนของสารห่อหุ้มก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่ง สำหรับการเพิ่ม Inlet temperature ในขั้นตอนการทำสเปรย์ดราย มีส่วนทำให้ปริมาณ DL บนพื้นผิวและความชื้นของผงน้ำหอมลดลง ในขณะที่เมื่อคุณลักษณะทางกายภาพของผงน้ำหอม พื้นผิวของผงน้ำหอมที่มีลักษณะเป็น

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี
 ปีการศึกษา 2566

ลายมือชื่อนิสิต
 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้เป็นอย่างดี จากคำแนะนำวิธีการดำเนินการวิจัยตั้งแต่ต้นจนแล้วเสร็จของ รศ. ดร.อภิรักษ์ สุทธิธารรัช อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ขอขอบคุณ ผศ. ดร.รุ่งทิวา เมธาอาภาานนท์ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ดร.กริชชาติ ว่องไวลิขิต กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และ ดร.อรุชา รักษัตานนท์ชัย กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ภายนอกมหาวิทยาลัย ที่กรุณาให้คำแนะนำตลอดจนแก้ไขเพิ่มเติมส่วนที่บกพร่องของงานวิจัยนี้

จึงขอกล่าวนามและแสดงความขอบคุณไว้ ณ ที่นี้

ธีราพัฒน์ บุญชัยพัฒน์



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ณ
สารบัญรูปภาพ.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและเอกสารที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 ผงซักฟอก.....	3
2.2 ไมโครเอนแคปซูเลชัน.....	7
2.3 การอบแห้งแบบพ่นฝอย.....	9
2.4 โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟต.....	9
2.5 แป้งดัดแปร.....	10
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	11
2.7 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง.....	12
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	14
3.1 สารเคมี.....	14
3.2 ขั้นตอนการทำผงน้ำหอม.....	15

3.2.1 การเตรียมอิมัลชัน	15
3.2.2 การอบแห้งแบบพ่นฝอย.....	18
3.3 การศึกษาคุณสมบัติด้านต่างๆ	19
3.3.1 การวัดขนาดและการกระจายตัวของอิมัลชัน.....	19
3.3.2 การวัดปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม.....	20
3.3.3 การวัดปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอม	22
3.3.4 การวัดความชื้นของผงน้ำหอม	23
3.3.5 ลักษณะทางกายภาพของผงน้ำหอม	23
3.3.6 การวัดปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงซักฟอก	24
3.3.7 การวัดความคงตัวของผงน้ำหอมเมื่ออยู่ในผงซักฟอกมาตรฐาน	25
บทที่ 4 ผลการศึกษาและการวิเคราะห์ข้อมูล.....	26
4.1 การศึกษาขนาดและการกระจายตัวของอิมัลชัน	26
4.1.1 ผลของขั้นตอนการเติม Sodium tripolyphosphate.....	26
4.1.2 ผลของอัตราส่วนระหว่าง STPP : HI-CAP® 100	30
4.2 การศึกษาคุณสมบัติของผงน้ำหอมจากการอบแห้งแบบพ่นฝอย	31
4.2.1 ปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม.....	31
4.2.2 ปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอม	33
4.2.3 ปริมาณความชื้นของผงน้ำหอม.....	35
4.2.4 ลักษณะทางกายภาพของผงน้ำหอม	36
4.3 ผลการศึกษาความคงตัวของผงน้ำหอมที่ใส่ในผงซักฟอกมาตรฐาน	38
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	40
5.1 สรุปผลการวิจัย	40
5.2 ข้อเสนอแนะ	41
บรรณานุกรม	42

ภาคผนวก.....	45
ภาคผนวก ก วิธีการสกัด D-limonene จากผงน้ำหอม.....	46
ประวัติผู้เขียน.....	49



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 ส่วนผสมที่เป็นของแข็ง ซึ่งมีปริมาณมากในผงซักฟอก	5
ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบและอัตราส่วนของอิมัลชัน	18
ตารางที่ 3.2 ส่วนผสมผงซักฟอกมาตรฐาน	24
ตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Limonene oxide และ Carvone ด้วย GC-FID...	38
ตารางที่ ก.1 วิธีการสกัด D-limonene จากผงน้ำหอม	46



สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 กระบวนการผลิตผงซักฟอกสูตรมาตรฐานในประเทศ	6
รูปที่ 2.2 โครงสร้างภายในของ Microcapsule ลักษณะต่างๆ	7
รูปที่ 2.3 กระบวนการทำ Encapsulation ด้วยเทคนิคต่างๆ	8
รูปที่ 2.4 โครงสร้างทางเคมีของ Sodium tripolyphosphate	9
รูปที่ 2.5 โครงสร้างทางเคมีของ HI-CAP® 100	10
รูปที่ 3.1 วิธีการดำเนินการวิจัย	14
รูปที่ 3.2 การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 1	15
รูปที่ 3.3 การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 2	16
รูปที่ 3.4 การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 3	17
รูปที่ 3.5 IKA T25 Digital ULTRA TURRAX® Homogenizer	17
รูปที่ 3.6 BÜCHI Mini Spray Dryer B-290	18
รูปที่ 3.7 MALVEN Laser diffraction particle size analyzer	19
รูปที่ 3.8 วิธีการสกัด D-limonene จากผงน้ำหอม	20
รูปที่ 3.9 AGILENT Gas Chromatography-Flame Ionization Detector; GC-FID)	21
รูปที่ 3.10 SHIMADZU Moisture Analyzer	23
รูปที่ 3.11 JEOL Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)	24
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค ด้วยการเตรียมวิธีที่ 1	26
รูปที่ 4.2 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค ด้วยการเตรียมวิธีที่ 2	27
รูปที่ 4.3 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค ด้วยการเตรียมวิธีที่ 3	27
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค เปรียบเทียบการเตรียม 3 วิธี	28

รูปที่ 4.5	วิธีการดำเนินการวิจัย (แสดงวิธีการทำอิมัลชัน)	29
รูปที่ 4.6	กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชัน ที่มีอัตราส่วน STPP : HICAP = 1 : 0.5 / 1 : 1 / 1 : 2 / 0 : 1	30
รูปที่ 4.7	กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม เมื่อเปลี่ยนแปลง Inlet Temperature	31
รูปที่ 4.8	กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม เมื่อ Inlet Temperature คงที่	32
รูปที่ 4.9	กราฟแสดงปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอม เมื่อเปลี่ยนแปลง Inlet Temperature	33
รูปที่ 4.10	กราฟแสดงปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอม เมื่อ Inlet Temperature คงที่	34
รูปที่ 4.11	กราฟแสดงปริมาณความชื้นของผงน้ำหอม เมื่อเปลี่ยนแปลง Inlet Temperature	35
รูปที่ 4.12	กราฟแสดงปริมาณความชื้นของผงน้ำหอม เมื่อ Inlet Temperature คงที่	36
รูปที่ 4.13	ลักษณะพื้นผิวของอิมัลชันและอนุภาคที่แตกต่างกัน	37
รูปที่ 4.14	กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงซีกฟอก ในวันที่ 0, 7 และ 21	39
รูปที่ 4.15	ลักษณะของผงซีกฟอกที่ใส่ผงน้ำหอม หลังเก็บไว้ 85 วัน	39
รูปที่ ก.1	กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่สกัดได้จากผงน้ำหอม ในตัวอย่างที่มีสารหล่อหุ้ม STPP : HICAP = 1 : 0.5 (ตัวอย่าง H5)	47
รูปที่ ก.2	กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่สกัดได้จากผงน้ำหอม ในตัวอย่างที่มีสารหล่อหุ้ม STPP : HICAP = 0 : 1 (ตัวอย่าง H8)	47

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

กระบวนการผลิตผงซักฟอกสูตรมาตรฐานในประเทศไทย ขั้นตอนการเติมน้ำหอมลงไป ในผงซักฟอกนั้น จะใช้วิธีการฉีดพ่นน้ำหอมลงไปบนเม็ดผงซักฟอกโดยตรง [1] การที่จะเติมน้ำหอมใน ปริมาณมากๆ เพื่อเพิ่มความหอมนั้น จะส่งผลให้เกิดความชื้นจนผงซักฟอกจับตัวกันเป็นก้อน และ อาจทำให้เกิดกลิ่นที่ไม่พึงประสงค์จากปฏิกิริยาของส่วนผสมได้ ในการพัฒนาวิธีการเติมน้ำหอมลงใน ผงซักฟอก Hull, M., et al. (1988) [2] ได้ทำ Spray-drying จากวัสดูรพรุณโซเดียมไตรโพลี ฟอสเฟต (Sodium tripolyphosphate) และโซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate) แล้วฉีด พ่นน้ำหอมลงบนตัวพา (Carrier) โดยให้ตัวพาเหล่านี้ดูดซับของเหลวไว้ ส่วน Nebashi, T., et al. (1995) [3] ได้ใช้ β -cyclodextrin เป็นสารห่อหุ้มน้ำหอม ด้วยเทคนิคฟรีซ-ดราย (Freeze-dried)

สำหรับกระบวนการผลิตผงซักฟอกสูตรเข้มข้นนั้น ผู้ผลิตอาจใช้กระบวนการที่แตกต่างกัน ออกไปตามเทคโนโลยีที่มีอยู่ [1] โดยในขั้นตอนการเติมน้ำหอมลงไป ในผงซักฟอก ได้มีการ ปรับเปลี่ยนจากการฉีดพ่นเป็นการเติมผงน้ำหอมแทน เพื่อลดความชื้นแก่ผงซักฟอก ทั้งนี้เทคโนโลยี ในการทำผงน้ำหอมยังสามารถเพิ่มคุณสมบัติพิเศษอื่นๆ เช่น คงความหอมได้ยาวนานขึ้น และ สามารถควบคุมการปลดปล่อยความหอมได้ เป็นต้น ผู้ผลิตผงซักฟอกรายใหญ่ได้ทำผงน้ำหอมด้วย การทำเอนแคปซูลชัน (Encapsulation) โดยใช้เมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์ (Melamine-formaldehyde; MF) เป็นสารห่อหุ้มน้ำหอมไว้ ซึ่งสามารถกักเก็บน้ำหอมไว้ได้ 50-80% และจะ ปลดปล่อยความหอมเมื่อถูกแรงกดหรือขัดถู [4] ด้วย MF เกิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน (Polymerization) ของ Melamine และครอสลิงค์ (Crosslink) ด้วยหมู่อัลดีไฮด์ (Aldehyde) ของ Formaldehyde ส่งผลในการเพิ่มประสิทธิภาพเชิงกลและลดการซึมผ่านของน้ำหอมได้ดี [5] แต่มี ข้อเสียตรงที่ MF เป็นสารจำพวก Polymer และสามารถปลดปล่อยสารฟอร์มัลดีไฮด์ (Formalin) ซึ่ง เป็นพิษออกมาได้ การเติมสารพวกเอมีน (Amine) ลงใน Formaldehyde จะเกิดปฏิกิริยาผันกลับได้ ภายในสภาวะที่เป็นกรด ผลก็คือโพลีเมอร์ที่อาจมีฟอร์มัลดีไฮด์ที่ไม่ทำปฏิกิริยาหรือเสื่อมคุณภาพแล้ว ปลดปล่อยออกมาขณะเก็บรักษา [6] มีหลายงานวิจัยที่ได้ศึกษา Encapsulation โดยใช้สารห่อหุ้ม แบบ Formaldehyde-free [7] ตัวอย่างเช่น Leon, G. (2017). [8] ได้ใช้ไกลออกซัลและอนุพันธ์ (Glyoxal and its derivatives) เป็น Crosslink ทดแทนการใช้ Formaldehyde อย่างไรก็ตาม ปฏิกิริยาก็ยังคงเป็น Polymerization ของ Melamine ซึ่งก่อให้เกิดไมโครพลาสติก (Microplastic) ตกค้างได้ในสิ่งแวดล้อม

จะเห็นได้ว่าเทคโนโลยี Encapsulation ได้เข้ามามีบทบาทในอุตสาหกรรมผงซักฟอก ด้วยการห่อหุ้มน้ำหอมไว้ เพื่อลดความชื้นในขั้นตอนการเติม ป้องกันการระเหยระหว่างจัดเก็บ และยัง สามารถควบคุมการปลดปล่อยกลิ่นได้อีกด้วย สารห่อหุ้มหลักๆ ที่นิยมใช้กันโดยทั่วไปในหลาย อุตสาหกรรม ในการเก็บรักษากลิ่นและควบคุมการปลดปล่อย ได้แก่ 1) กลุ่มแป้ง เช่น แป้งดัด-แปรร (Modified starches) มอลโตเดกซ์ทริน (Maltodextrins) และเบตาไซโคลเดกติน (β -cyclodextrin) 2) กลุ่ม Gum เช่น Gum Arabic และ 3) กลุ่มโปรตีน เช่น เวย์โปรตีน (Whey proteins) เจลาติน (Gelatin) และโซเดียมเคซีเนต (Sodium caseinate) เป็นต้น [9] อย่างไรก็ตาม การ Encapsulation ของน้ำหอมสำหรับผงซักฟอกโดยเฉพาะนั้นหาได้ยากในงานวิจัย

สำหรับงานวิจัยนี้ ขอเสนอการทำผงน้ำหอมสำหรับผงซักฟอกที่มีขั้นตอนการทำอย่างง่าย (Simple method) โดยวิธี Encapsulation ด้วยเทคนิคอบแห้งแบบพ่นฝอย (Spray-dried) จาก Sodium tripolyphosphate ซึ่งเป็นส่วนผสมที่มีปริมาณมากในผงซักฟอก และใช้ไฮ-แคป® 100 (HI-CAP® 100) ซึ่งเป็นแป้งดัดแปรรที่จะช่วยเชื่อมโยง (Binding) น้ำหอมให้เข้ากับ Carrier ได้ดียิ่งขึ้น ทั้งนี้สารห่อหุ้มจะมีความเป็นธรรมชาติ (Bio-based) และไม่ก่อให้เกิด Microplastic ตกค้างในสิ่งแวดล้อม

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

เพื่อศึกษากระบวนการกักเก็บน้ำหอมโดยใช้โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟตและแป้งดัดแปรร ด้วยเทคนิคอบแห้งแบบพ่นฝอย

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) เตรียม Emulsion จาก Sodium tripolyphosphate และ HI-CAP® 100 โดยใช้ D-limonene เป็นน้ำหอมต้นแบบ ในอัตราส่วน D-limonene : STPP : HI-CAP ระหว่าง 1 : 1 : 1 ถึง 1 : 4 : 4 และมี Solid content เท่ากับ 20%
- 2) ศึกษาขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชัน
- 3) ศึกษาผลของ Inlet Air Temperature ในการอบแห้งแบบพ่นฝอย
- 4) ศึกษาปริมาณน้ำหอมที่เหลืออยู่ในผงน้ำหอมหลังจากอบแห้งแบบพ่นฝอย
- 5) ศึกษาปริมาณน้ำหอมบนพื้นผิวของผงน้ำหอม
- 6) ศึกษาความชื้นของผงน้ำหอม
- 7) ศึกษาลักษณะทางกายภาพของผงน้ำหอม
- 8) ศึกษาความคงตัวของผงน้ำหอมหลังจากผสมเข้ากับผงซักฟอก

บทที่ 2

ทฤษฎีและเอกสารที่เกี่ยวข้อง

2.1 ผงซักฟอก

สำนักงานมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม (สมอ.) [10] ได้ให้ความหมายของผงซักฟอกไว้ว่า ผงซักฟอก หมายถึง ผลิตภัณฑ์ที่มีสารลดแรงตึงผิวชนิดสังเคราะห์และ/หรือชนิดธรรมชาติเป็นส่วนประกอบหลักสำหรับใช้ซักผ้า ในประเทศไทยผงซักฟอกแบ่งออกเป็น 3 ชนิด คือ

- (1) ชนิดซักฟอกด้วยมือ
- (2) ชนิดซักฟอกด้วยเครื่องซักผ้า
- (3) ชนิดซักฟอกด้วยมือหรือเครื่องซักผ้า

โดยมีส่วนประกอบหลัก ดังนี้:-

1) สารลดแรงตึงผิว (Surface-active agent or surfactant) หมายถึง สารซึ่งเมื่อละลายในน้ำแล้วจะช่วยลดแรงตึงผิวของน้ำ เป็นสารเคมีประเภท แอนไอออนิก (Anionic) แคตไอออนิก (Cationic) หรือนอนไอออนิก (Nonionic) ประเภทใดประเภทหนึ่งหรือผสมกัน ในกรณีที่เป็นสารเคมีประเภทแอนไอออนิกต้องไม่เป็นแอลคิลเบนซีน ซัลโฟเนตที่มีโครงสร้างแบบกิ่ง (Branched alkylbenzene sulphonate)

2) สารลดความกระด้างของน้ำ (Sequestering builder) หมายถึง สารที่ลดความกระด้างของน้ำ ช่วยให้สารลดแรงตึงผิวสามารถทำหน้าที่ได้อย่างมีประสิทธิภาพ เช่น โซเดียมไตรพอสเฟต (Sodium tripolyphosphate) เกลือของกรดไนทริโลไตรแอซีติก (Nitrilotriacetic acid, NTA) เกลือของกรดเอทิลีนไดแอมีนเทตระแอซีติก (Ethylenediaminetetraacetic acid, EDTA) กรดซิทริกและอนุพันธ์ของกรดซิทริก (Citric acid and derivatives) ซีโอไลต์ (Zeolite) สารใดสารหนึ่งหรือผสมกัน

3) สารรักษาระดับความเป็นด่าง (Alkaline builder) หมายถึง สารที่รักษาระดับความเป็นด่างให้คงที่ตลอดช่วงการใช้งาน เช่น โซเดียมซิลิเกต (Sodium silicate) โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate) โซเดียมเซสควิคาร์บอเนต (Sodium sesquicarbonate) สารใดสารหนึ่งหรือผสมกัน

4) สารกันคราบคืน (Anti-soil redeposition agent) หมายถึง สารที่ช่วยไม่ให้คราบหรือสิ่งสกปรกที่หลุดออกไปแล้วกลับมาจับผ้าอีกขณะซัก เช่น โซเดียมคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Sodium carboxymethylcellulose; CMC)

5) สารเพิ่มความสดใส (Optical brightening agent or optical brightener) หมายถึง สารที่สามารถดูดแสงอัลตราไวโอเล็ต แล้วให้แสงที่ทำให้ผ้าดูสดใสยิ่งขึ้น

ทั้งนี้ ยังสามารถมีส่วนประกอบอื่นๆ ได้ เช่น

6) สารเพิ่มฟอง (Suds booster) หมายถึง สารซึ่งเมื่อใช้ร่วมกับกับสารลดแรงตึงผิวจะทำให้เกิดฟองมากขึ้น

7) สารลดฟอง (Suds depressor) หมายถึง สารซึ่งเมื่อใช้ร่วมกับกับสารลดแรงตึงผิวจะทำให้ฟองลดลง

8) สารฟอก (Oxygen bleach) หมายถึง สารที่อาศัยปฏิกิริยาของแอกซิเจน (Nascent oxygen) ในการฟอก

9) สารฟอกต้นตอ (Bleach precursor) หมายถึง สารซึ่งเมื่อละลายในน้ำจะเกิดสารฟอกขึ้น

10) สารคงสภาพสำหรับสารฟอกต้นตอ (Stabilizer for bleach precursor) หมายถึง สารซึ่งเมื่อผสมกับสารฟอกต้นตอแล้วทำให้สารฟอกต้นตอสลายตัวช้าลง

11) สารช่วยการละลาย (Hydrotrope) หมายถึง สารที่ทำให้ผงซักฟอกละลายในน้ำได้ดีขึ้น

12) สารกันหมอง (Anti-tarnishing agent) หมายถึง สารที่ช่วยให้สิ่งซักล้างส่วนที่เป็นโลหะไม่หมองคล้ำ

13) แอนติออกซิแดนต์ (Anti-oxidant) หมายถึง สารที่ทำให้ส่วนประกอบบางอย่างของผงซักฟอกมีปฏิกิริยากับออกซิเจนช้าลง

14) เอนไซม์ (Enzyme) หมายถึง สารอินทรีย์ที่มีสมบัติช่วยย่อยโมเลกุลของโปรตีนหรือแป้งหรือไขมันให้เป็นหน่วยย่อย ๆ ได้

15) สารช่วยขับสิ่งสกปรก (Soil releasing agent) หมายถึง สารที่ช่วยให้สิ่งสกปรกที่ติดผ้าหลุดออกง่ายขึ้น

16) สารต้านจุลินทรีย์ (Anti-microbial compound) หมายถึง สารที่ช่วยยับยั้งการเจริญเติบโตของจุลินทรีย์

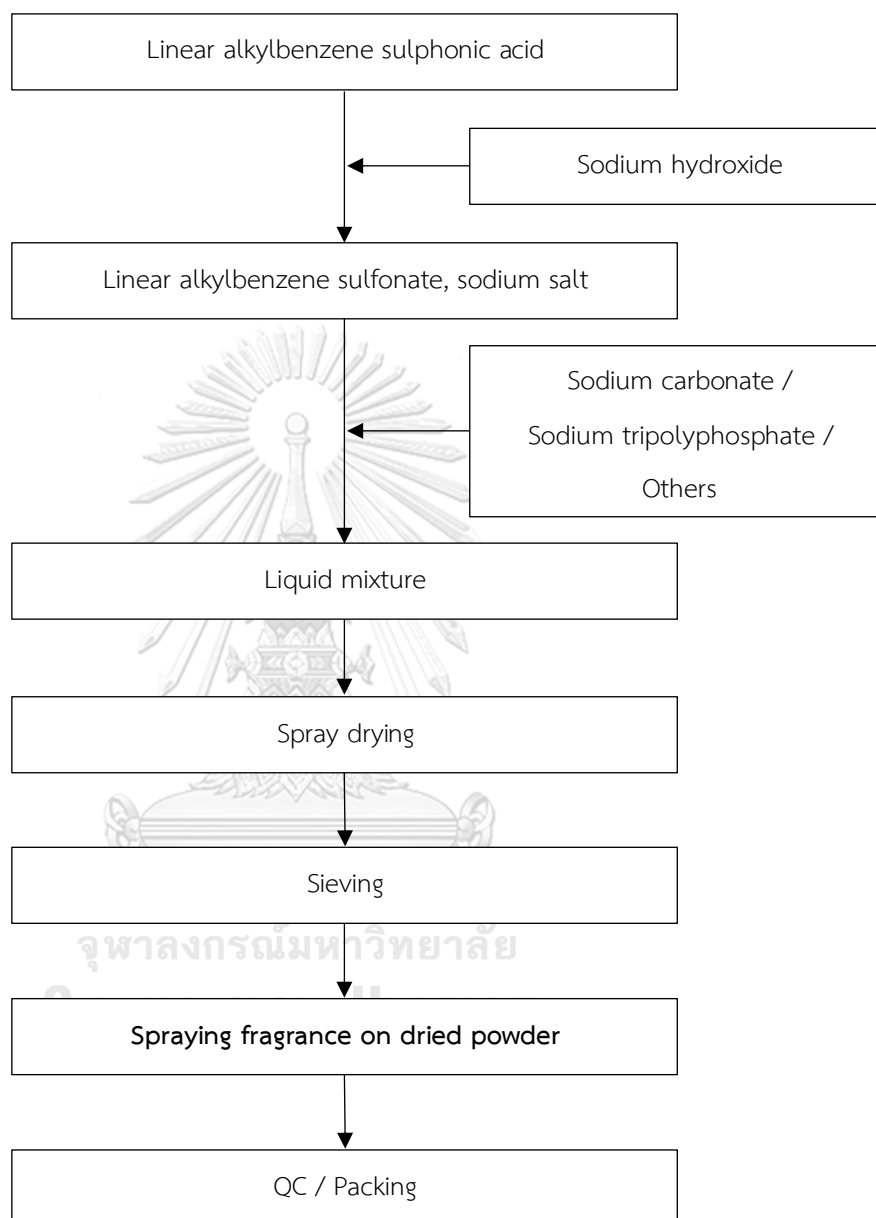
- 17) สารละมุน (Mildness additive) หมายถึง สารที่ช่วยให้ผงซักฟอกไม่เป็นอันตรายต่อผิวหนัง
- 18) สารคงสภาพการเก็บรักษา (Storage stabilizer) หมายถึง สารที่ช่วยให้ผงซักฟอกเก็บไว้ได้นานโดยไม่เสื่อมสภาพ
- 19) สารช่วยให้ผ้านุ่ม (Fabric softening agent) หมายถึง สารที่ช่วยทำให้ผ้านุ่มหลังจากซักแล้ว
- 20) สารกันไฟฟ้าสถิต (Anti-static agent) หมายถึง สารที่ช่วยลดประจุไฟฟ้าสถิตที่เกิดขึ้นบนผ้า
- 21) สารกันการกัดกร่อน (Anti-corrosion agent) หมายถึง สารที่ช่วยลดการกัดกร่อนส่วนที่เป็นโลหะของเสื้อผ้า

ตารางที่ 2.1 ตัวอย่างส่วนประกอบของผงซักฟอกสูตรฟอสเฟตและสูตรซีโอไลต์ [1]

ส่วนประกอบ	สูตรฟอสเฟต	สูตรซีโอไลต์
โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟต	25%	
ซีโอไลต์-A		30%
สารลดแรงตึงผิว ชนิดไม่แตกตัวเป็นอออน	2%	4%
สารลดแรงตึงผิว ชนิดแตกตัวเป็นอิน	12%	10%
โซเดียมคาร์บอเนต	10%	15%
ซิลิเกต	6%	2%
โซเดียมซัลเฟต	44%	37%
สารป้องกันสิ่งสกปรกกลับเข้าเกาะ	1%	1%

กระบวนการผลิตผงซักฟอกสูตรมาตรฐานในประเทศไทยทั้งหมด [1] ผลิตโดยใช้สารตั้งต้นเป็นกรดไลเนียร์อัลคิลเบนซีนซัลโฟนิค (Linear alkylbenzene sulfonic acid; LAB) นำมาทำให้เป็นกลาง (Neutralization) ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) เพื่อเปลี่ยนกรดซัลโฟนิคให้เป็นเกลือโซเดียม ซึ่งเป็นสารช่วยลดแรงตึงผิวของน้ำ ในขั้นนี้ยังช่วยกำจัดกรดซัลฟิวริกให้หมดไปด้วย เพราะกรดซัลฟิวริกจะเป็นอันตรายต่อเส้นใยของผ้าและผิวหนังของคน จากนั้นจึงเติมสารลดความกระด้างของน้ำ เช่น โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟต ซีโอไลต์ ซิลิเกต และสารเติมแต่งอื่นๆ ตามสูตรของแต่ละผู้ผลิต เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการซัก สารผสมที่ได้จะมีลักษณะ

เป็นของเหลวชั้นๆ คล้ายแป้งเปียก (paste) แล้วจึงทำให้เป็นผงด้วยเทคนิคสเปรย์ดราย (Spray-drying) จากนั้นนำเม็ดผงซັกฟอกที่ได้ขนาดไปผ่านการฉีดย้ำหอม เพื่อช่วยให้ผ้ามีกลิ่นหอม



รูปที่ 2.1 กระบวนการผลิตผงซັกฟอกสูตรมาตรฐานในประเทศ

สำหรับกระบวนการผลิตผงซັกฟอกสูตรเข้มข้น จะมีอยู่หลายวิธีขึ้นอยู่กับเทคโนโลยีของผู้ผลิต ที่มีการเปลี่ยนแปลงอยู่ตลอดเวลา จึงไม่ได้ยกตัวอย่างไว้ในที่นี้

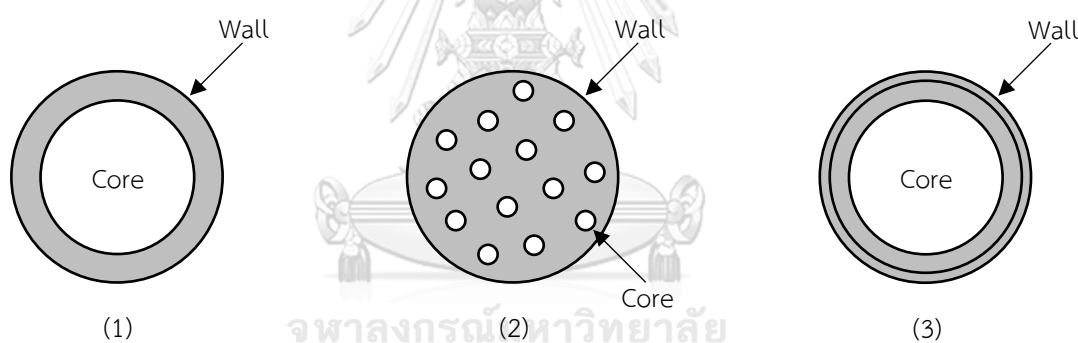
2.2 ไมโครเอนแคปซูลชัน

ไมโครเอนแคปซูลชัน (Microencapsulation) [11] เป็นเทคนิคที่ใช้ในการกักเก็บสารชนิดหนึ่ง ซึ่งอาจเรียกว่า แกน (Core) ไว้ในสารห่อหุ้มอีกชนิดหนึ่ง ซึ่งอาจเรียกว่า เปลือก (Shell) หรือ ผนัง (Wall) โดยมีขนาดอนุภาคระหว่าง 1 ถึง 1000 ไมโครเมตร (μm) สารที่ถูกกักเก็บมักเป็นสารสำคัญ เช่น ยา กลิ่น เอนไซม์ เซลล์ ซึ่งอาจมีสถานะเป็นของแข็ง ของเหลว หรือก๊าซ ก็ได้ และจะถูกปลดปล่อยตามอัตราที่ควบคุมภายใต้สภาวะที่เฉพาะเจาะจง

กระบวนการของ Microencapsulation โดยทั่วไปครอบคลุม 3 ขั้นตอน

- (1) การประกอบกันขึ้นเป็น Wall ของสารห่อหุ้ม ล้อมรอบ Core ที่เป็นสารสำคัญ
- (2) การเก็บรักษา Core ไว้ภายใน Wall โดยไม่ให้ถูกปลดปล่อยออกมา
- (3) การปลดปล่อย Core ออกมาในเวลาและอัตราที่ถูกต้อง

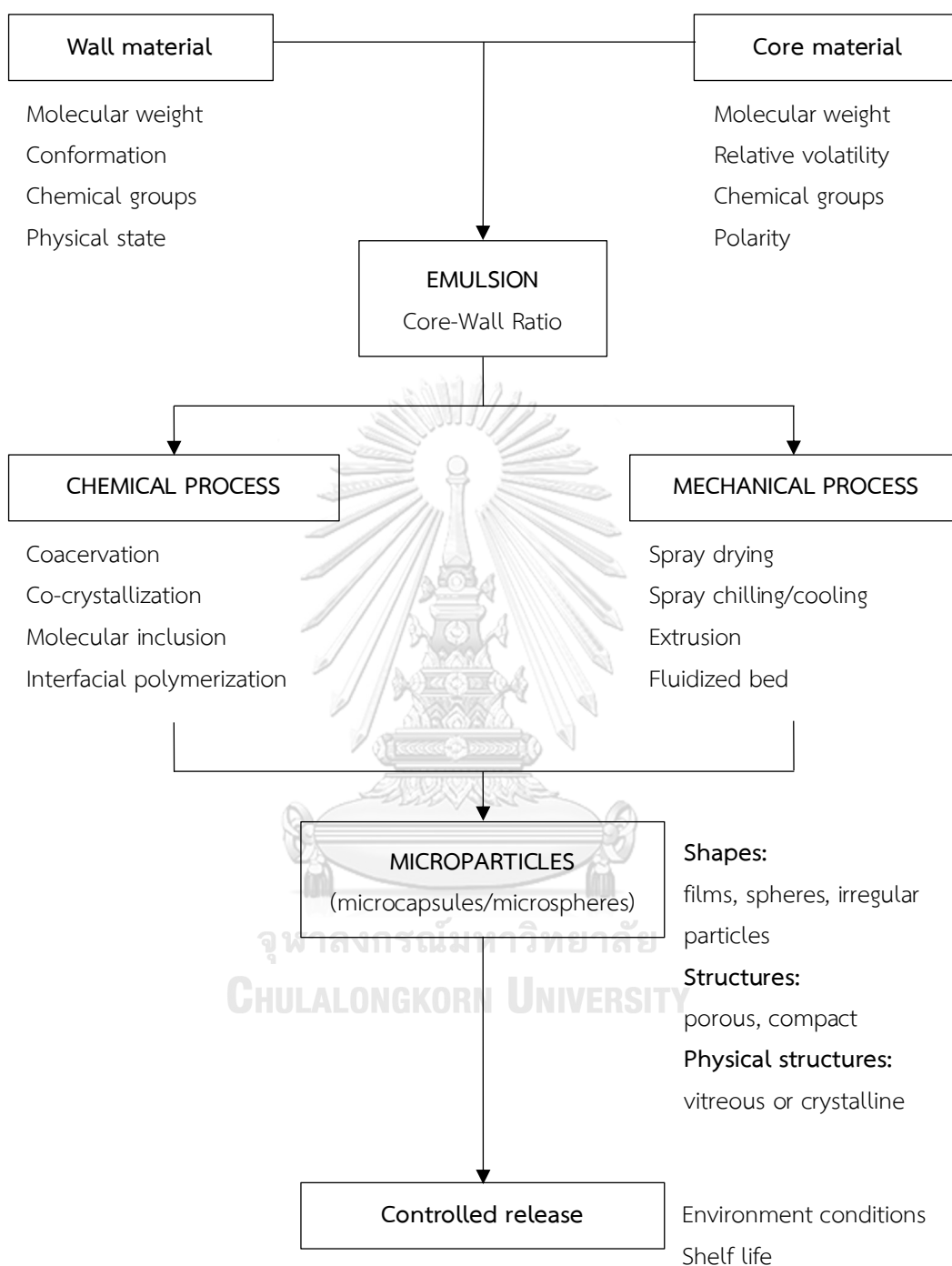
ลักษณะโครงสร้างภายในของไมโครแคปซูล (Microcapsule) อาจแบ่งออกเป็น 3 ลักษณะ คือ (1) Single core (2) Multi-core (3) Multi-wall



รูปที่ 2.2 โครงสร้างภายในของ Microcapsule ลักษณะต่างๆ

(1) Single-core (2) Multi-core และ (3) Multi-wall

โดยเทคนิคการทำ Microencapsulation นั้น มีหลายวิธีทั้งเทคนิคทางเคมี (Chemical processes) เช่น วิธีโคอะเซอเวชัน (Coacervation) วิธีตกผลึกร่วม (Co-crystallization) วิธีรวมตัวเข้ากันของโมเลกุล (Molecular inclusion) และวิธีการพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างเฟส (Interfacial polymerization) เป็นต้น ส่วนเทคนิคทางกล (Mechanical processes) เช่น วิธีสเปรย์ทราย (Spray drying) วิธีสเปรย์คูลิ่ง/ชิลลิ่ง (Spray cooling/chilling) วิธีการบีบอัด (Extrusion) และวิธีฟลูอิดไดซ์เบด (Fluidized Bed) เป็นต้น [9] ดังรูปที่ 2.3



รูปที่ 2.3 กระบวนการทำ Encapsulation ด้วยเทคนิคต่างๆ

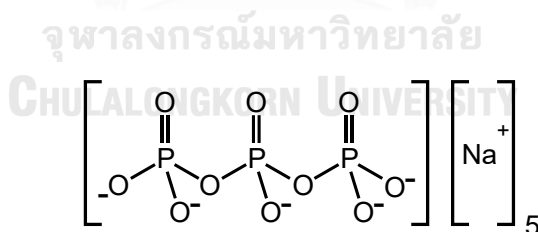
2.3 การอบแห้งแบบพ่นฝอย (Spray Drying) [9]

การอบแห้งแบบพ่นฝอย หรือที่เรียกกันว่า การสเปรย์ทราย (Spray drying) เป็นกระบวนการที่ใช้กันอย่างกว้างขวางเชิงพาณิชย์ ในการห่อหุ้มกลิ่นและรสชาติด้วยการผลิตที่มีขนาดใหญ่ ข้อดีของกระบวนการนี้ก็คือ ใช้เครื่องมือที่หาได้ง่าย ต้นทุนการดำเนินงานต่ำ มีสารที่ใช้ห่อหุ้มให้เลือกหลากหลาย สามารถเก็บรักษาสารระเหยได้ดี มีความคงตัวของผลิตภัณฑ์ที่ได้ และสามารถผลิตได้ปริมาณมากสำหรับการผลิตแบบต่อเนื่อง เทคนิคนี้ให้การเก็บรักษาสารให้กลิ่นระหว่างการทำให้แห้งได้ดี วิธีสเปรย์ทรายนั้นสามารถใช้กับวัสดุที่ทนความร้อนได้น้อยหรือมีจุดเดือดต่ำ โดยขั้นตอนการทำเริ่มต้นจากทำให้สารที่ต้องการห่อหุ้มกระจายตัวเข้าไปในวัสดุตัวพา (Carrier material) ตามด้วยการทำให้สารผสมเป็นละอองฝอย (Atomization) และฉีดพ่นเข้าสู่แชมเบอร์ที่ร้อน (Hot chamber) จนเกิดเป็น Microcapsules ซึ่งจะถูกลำเลียงไปยังไซโคลน (Cyclone) เพื่อแยกส่วนที่เป็นผงออกมา

ดังนั้น สิ่งสำคัญที่ต้องทำเป็นอย่างแรก คือ การทำให้สารห่อหุ้มกับสารสำคัญอยู่รวมกันเป็นอิมัลชัน (Emulsion) ที่เสถียรได้นานพอจนเสร็จสิ้นกระบวนการสเปรย์ทราย

สำหรับงานวิจัยนี้จะใช้วัสดุที่ทำสารห่อหุ้มจาก Sodium tripolyphosphate ซึ่งเป็นหนึ่งในส่วนผสมที่มีปริมาณมากในผงซักฟอก

2.4 โซเดียมไตรโพลีฟอสเฟต (Sodium Tripolyphosphate; STPP)



รูปที่ 2.4 โครงสร้างทางเคมีของ Sodium tripolyphosphate

สาร STPP มีสูตรโมเลกุล $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ วัตถุประสงค์ที่ใช้ในการผลิตที่สำคัญ คือ เทอร์มัลฟอสฟอริกแอซิด และโซดาแอชเข้มข้น ปฏิกิริยาของกรดฟอสฟอริกกับโซดาแอชเข้มข้นจะให้ของผสมระหว่างโมโนและไดโซเดียมออร์โทฟอสเฟต STPP ได้จากปฏิกิริยาดีไฮเดรชัน (dehydration) ของของผสมระหว่างโมโนและไดโซเดียมออร์โทฟอสเฟตที่อุณหภูมิสูง (500°C) STPP ที่ผลิตได้ในประเทศไทยใช้ในอุตสาหกรรมผลิตผลิตภัณฑ์ซักฟอกเป็นส่วนใหญ่ นอกนั้น STPP สามารถใช้ในระบบ

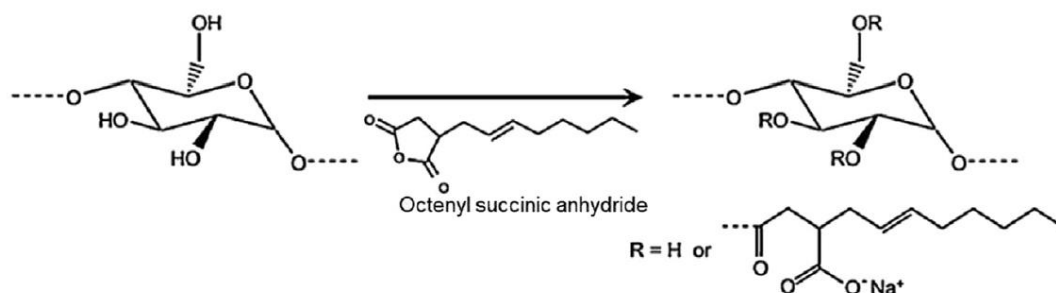
เตรียมน้ำประปา อุตสาหกรรมกระเบื้องเซรามิก สารช่วยถนอมอาหารทะเล อุตสาหกรรมสี เป็นต้น

สาร STPP ในผลิตภัณฑ์ซักผ้าจะลดความกระด้างโดยดึงอนุภาคแคลเซียม (Ca^{2+}) และแมกนีเซียม (Mg^{2+}) ออกจากน้ำ แคลเซียมหรือแมกนีเซียมจะเข้าแทนที่โซเดียมในโมเลกุลของ STPP ส่วนประกอบ STPP ในผลิตภัณฑ์ซักผ้าตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมของไทย เมื่อคำนวณจากน้ำหนักของผลิตภัณฑ์ซักผ้าจะมีส่วนผสมที่เป็นสาร STPP ซึ่งคำนวณในรูปของฟอสเฟตทั้งหมด (คำนวณเป็นฟอสฟอรัสเพนตะออกไซด์: P_2O_5) กำหนดให้ไม่เกินร้อยละ 20 และ 28 ในผงซักฟอกชนิดซักฟอกด้วยมือและด้วยเครื่องซักผ้าตามลำดับ ในหลายประเทศทางยุโรปที่ยังไม่มีข้อจำกัดการใช้ STPP จะมีส่วนประกอบ STPP ในผลิตภัณฑ์ซักผ้าใกล้เคียงกัน เช่น ประเทศอังกฤษมีปริมาณ STPP ร้อยละ 18 - 25 ซึ่งสังเกตได้ว่าน้อยกว่าข้อกำหนดสูงสุดของประเทศไทยเล็กน้อย

2.5 แบ่งตัดแปรร

ไฮ-แคป® 100 (HI-CAP® 100) หรือเรียกว่า Octenyl succinic anhydride starch เป็นแบ่งตัดแปรรจากข้าวโพด จัดจำหน่ายโดย Ingredion (Thailand) Co., Ltd. มีคุณสมบัติโดยทั่วไป [12] มีดังนี้:-

ลักษณะทางกายภาพ	: เป็นผงสีขาว
pH	: 3 - 8
ความชื้น	: < 8%
Specific Viscosity	: 7 - 10 s
Relative Density	: 1.5
Molecular Weight	: > 10,000



รูปที่ 2.5 โครงสร้างทางเคมีของ HI-CAP® 100 [13]

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Hogan, S. et. al. (2001) [14] ได้ศึกษาการใช้สารห่อหุ้มจาก Sodium caseinate (NaCas) ร่วมกับ Carbohydrate เนื่องจากสารห่อหุ้มจาก Carbohydrate อย่างเดียวอาจขาด Interfacial functionality ส่วนการใช้ Sodium caseinate อย่างเดียวมีราคาสูง ผลที่ได้คือการกักเก็บน้ำมัน 20-75% ของผงสเปรย์ทราย โดยขนาดของอิมัลชันไม่ขึ้นอยู่กับ Dextrose equivalence (DE) ใน Carbohydrate แต่ขึ้นอยู่กับ NaCas/Carbohydrate Ratio และ Core/Wall Ratio สำหรับ Microencapsulation Efficiency (ME) ของ Dried emulsion จะเพิ่มขึ้นตามปริมาณ DE ที่เพิ่มขึ้น และจะลดลงเมื่อ NaCas/Carbohydrate Ratio น้อยกว่า 1 : 19 ที่ Core/Wall Ratio สูงๆ ส่วน ME จะมีผลกลับกันกับขนาด Redispersed dried emulsions ($R = -0.81$) ส่วนผสมระหว่าง NaCas กับ DE28 $\geq 1 : 19$ จะให้คุณสมบัติที่ดีที่สุดจากการ Encapsulating

อภิรักษ์ สุทธิธรรวัช และคณะ (2003) [15] ได้ศึกษาอิทธิพลของขนาดอิมัลชันที่มีผลต่อการเก็บรักษากลิ่นขณะสเปรย์ทราย D-limonene, Ethyl butyrate และ Ethyl propionate ถูกใช้เป็นกลิ่นต้นแบบ ขณะที่ใช้ Gum Arabic, Polysaccharides และ Modified starch เป็นวัสดุห่อหุ้ม จากการศึกษาพบว่า การเพิ่มขนาดขึ้นของเม็ดอิมัลชันจะลดการเก็บรักษากลิ่น และเม็ดอิมัลชันจะมีขนาดใหญ่ขึ้นหลังขั้นตอน Atomization ส่งผลต่อการเก็บรักษากลิ่นให้ลดลง

อภิรักษ์ สุทธิธรรวัช และคณะ (2005) [16] ได้ทำ Microencapsulation ของ D-limonene โดยใช้ Gum arabic, Maltodextrin และ Modified starch เป็นสารห่อหุ้ม ด้วยวิธีสเปรย์ทราย จากนั้นศึกษาผลจากขนาดของเม็ดอิมัลชันและขนาดของเม็ดผง ในการเตรียมอิมัลชันนั้น ได้ใช้สัดส่วน D-limonene ต่อ สารห่อหุ้ม เป็น 1:4 และทำการโฮโมจิไนซ์ที่ความเร็ว 8,000 rpm เป็นเวลา 3 นาที แล้วนำไปทำให้แห้งด้วยวิธีสเปรย์ทราย ที่สภาวะอากาศเข้าที่อุณหภูมิ 200 °C อากาศออกที่อุณหภูมิ 110°C±10°C อัตราการป้อนสาร 45 ml/min อัตราการไหลของอากาศ 110 kg/h และควบคุมความเร็วในการหมุนของ Atomizer ที่ 10,000 rev/min ผลการศึกษาพบว่า ได้เม็ดอิมัลชันขนาดประมาณ 1 µm และได้เม็ดผงขนาด 25 - 30 µm

Koupantisis, T. et al. (2014) [17] ได้ศึกษาการบรรจุ β -pinene ใน Microcapsule ด้วยเทคนิค Coacervation จาก Sodium caseinate (CN) และ Whey protein isolate (WPI) ผสมกับ Carboxymethylcellulose (CMC) พบว่าสารห่อหุ้ม CN-CMC และ WPI-CMC เกิดการพัฒนาเป็น Encapsulating agents ขึ้น ในช่วงค่า pH ลดลงเข้าใกล้ 2.8 ซึ่ง Zeta-potential มีค่าเป็นบวก เป็นผลมาจาก Electrostatic interactions ระหว่าง Non-adsorbed protein กับ Polysaccharides โดย Protein/polysaccharide (pr/pl) ratio สูงสุดที่ 6.99 และมี β -pinene หนัก 6.99g ให้ประสิทธิภาพการกักเก็บกลิ่นได้ดีที่สุด

Koupantisis, T. et al. (2017) [18] ได้ศึกษาการทำ Freeze-dried จากการทำ Coacervation ของ Sodium caseinate และ Carboxymethylcellulose แล้วเก็บไว้เป็นเวลา 20 วัน ที่ความชื้นสัมพัทธ์ (Relative humidity; RH) 0 และ 45% และอุณหภูมิ 25 และ 45°C โดยใช้ β -pinene เป็นกลิ่นต้นแบบ พบว่าในบางตัวอย่าง ที่ RH 0% Retention ลดลงประมาณ 70-90% และที่ RH 45% Retention ลดลงประมาณ 40-70% ส่วนที่อุณหภูมิ 45°C Retention ลดลงเหลือ 80 และ 70% เมื่อ RH = 0 และ 45% ตามลำดับ นอกจากนี้ Retention time ของ β -pinene ยังสอดคล้องกับสมการ Avrami's

2.7 สิทธิบัตรที่เกี่ยวข้อง

Hull, M., et al. (1988) [2] ได้จดสิทธิบัตร Spray-dried Material for Detergent compositions. โดยใช้วัสดุที่มีรูพรุนที่เหมาะสมในการนำมาใช้เป็นตัวพา ได้แก่ Sodium tripolyphosphate และ Sodium carbonate ในอัตราส่วนของ Sodium tripolyphosphate ต่อ Sodium carbonate ที่สนใจอยู่ระหว่าง 0.7 : 1 ถึง 1 : 1 ด้วยการทำให้ตัวพาทั้งสองเป็น slurry แล้วทำให้เป็นผงด้วยวิธี spray-dried จากนั้นฉีดพ่นส่วนผสมที่เป็นของเหลว เช่น Nonionic surfactant (4EO) ลงบนตัวพา ซึ่งตัวพาจะดูดซับของเหลวไว้

Nebashi, T., et al. (1995) [3] ได้จดสิทธิบัตร Detergent Composition Containing Perfume ซึ่งมีการทำผงน้ำหอมเป็นส่วนประกอบ โดยละลาย β -cyclodextrin หนัก 18 g ในน้ำร้อน 60°C ปริมาณ 200 ml จากนั้นเติมน้ำหอม 2.5 g และปั่นกวนให้เข้ากันเป็นเวลา 3 hr. จะเกิดปรากฏการณ์ส่วนที่ไม่ละลายน้ำตกตะกอนออกมา ส่วนที่ตกตะกอนนี้จะถูกนำมากรองและทำการ Freeze-dried สุดท้ายจะได้ขนาดของเม็ดเฉลี่ย 670 μ m

Warr, J., et al. (2009) [19] ได้จดสิทธิบัตร Spray Dried Powdered Detergents with Perfume-containing Capsules ด้วยการใช้นิเมทิลเลต เมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์เรซิน, โพลี-2-อะคริลามิโด-2-เมทิลโพรพานีสัลโฟนิก กรด, โซเดียม เกลือ ในการเตรียม แคปซูลน้ำหอม โดยเริ่มต้นจากการผสม เมลามีน-ฟอร์มัลดีไฮด์ เรซิน กับ เมทานอล ร่วมกับ น้ำหอม และ Emulsifier ในอัตราส่วน Melamine : Formaldehyde : Methanol ตั้งแต่ 1 : 3 : 2 ถึง 1 : 6 : 4 ทั้งนี้อาจใช้ Urea แทน Melamine ได้ แล้วเติมกรดที่ไม่ส่งผลเสียต่อระบบ เช่น Formic acid หรือ Acetic acid เพื่อปรับ pH ให้อยู่ระหว่าง 3.5 ถึง 6.5 และเพิ่ม อุณหภูมิให้อยู่ระหว่าง 30 - 45°C ปั่นกวนไปเรื่อยๆ จนกระทั่งกระจายตัวสมบูรณ์ไม่มีน้ำมันหลงเหลืออยู่ จากนั้นบ่มแคปซูลที่อุณหภูมิระหว่าง 60 - 100°C พร้อมกับปั่นกวนไปด้วยประมาณ 6 ชั่วโมง (Several hours) หลังจากบ่มเสร็จสิ้น ให้ลดอุณหภูมิลงเหลือประมาณ 50°C และทำให้

เป็นกลางก่อนที่จะปรับ pH ให้อยู่ประมาณ 9.5 แคปซูลที่ได้จะมีขนาด 5 - 70 μm ขึ้นอยู่กับ
น้ำหอมที่อยู่ในแกนกลางและสภาวะในการเตรียม และความหนาของผนังแคปซูลจะมีขนาด 0.025
- 1.0 μm

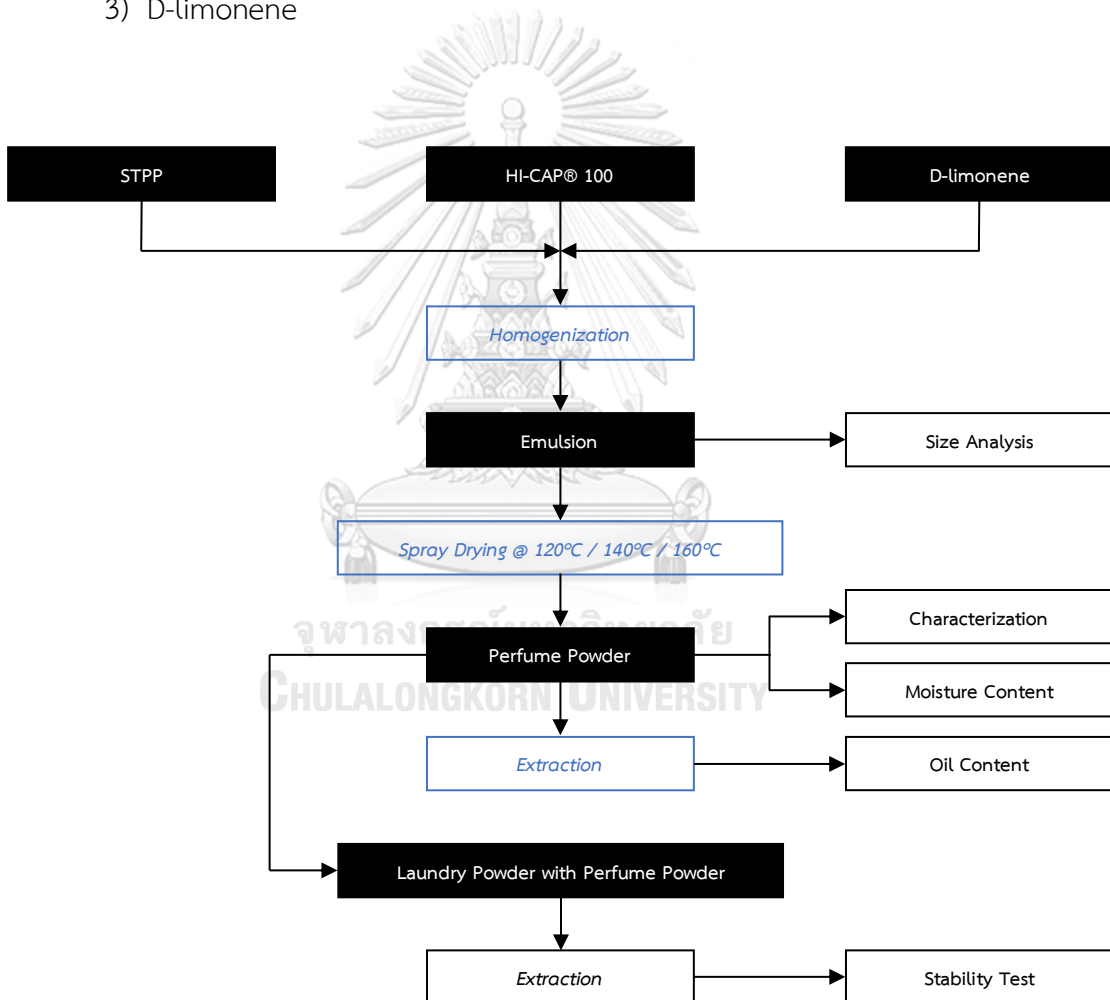


บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

สารเคมีหลักทั้งหมดเป็น Commercial grade ดังนี้:-

- 1) Sodium tripolyphosphate (STPP)
- 2) HI-CAP® 100
- 3) D-limonene



รูปที่ 3.1 วิธีการดำเนินการวิจัย

3.2 ขั้นตอนการทำผงน้ำหอม

ในการเตรียมผงน้ำหอมนั้น มีอยู่ 2 ขั้นตอนหลักๆ ดังนี้ :-

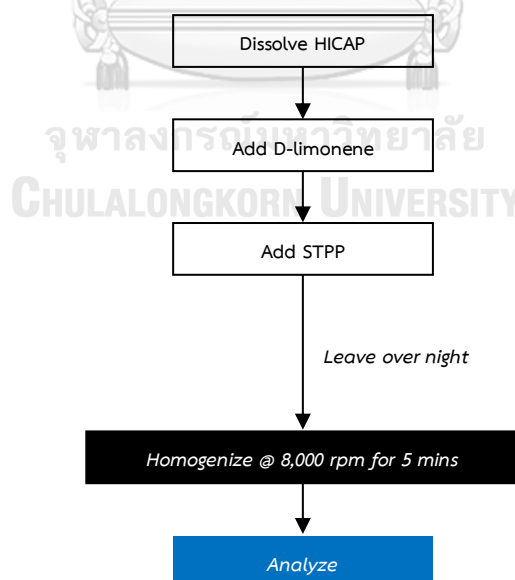
3.2.1 การเตรียมอิมัลชัน

เป็นการทำให้สารหอมและน้ำหอมละลายอยู่ในน้ำเป็นเนื้อเดียวกัน มีการใช้เครื่อง Homogenizer ช่วยให้ได้อิมัลชันมีอนุภาคขนาดเล็ก

ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาวิธีการเตรียมอิมัลชันที่แตกต่างกัน 3 วิธี เพื่อให้ทราบถึงผลของการเติม Sodium tripolyphosphate ที่มีต่อขนาดอนุภาคและความคงตัวของอิมัลชัน โดยมีวิธีการเตรียมดังนี้ :-

1) การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 1

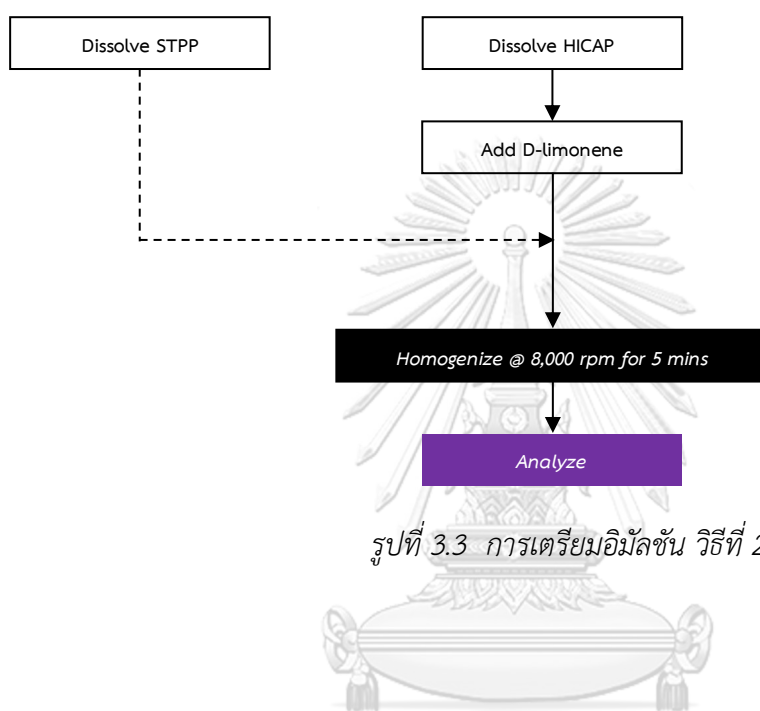
ละลาย HI-CAP® 100 ในน้ำ ผสม D-limonene โดยใช้ Magnetic stirrer แล้วเติม Sodium tripolyphosphate แล้วทิ้งไว้ 1 คืน จากนั้นทำ Homogenize ด้วยความเร็ว 8,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำการวัดขนาดอนุภาคอิมัลชัน ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 1

2) การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 2

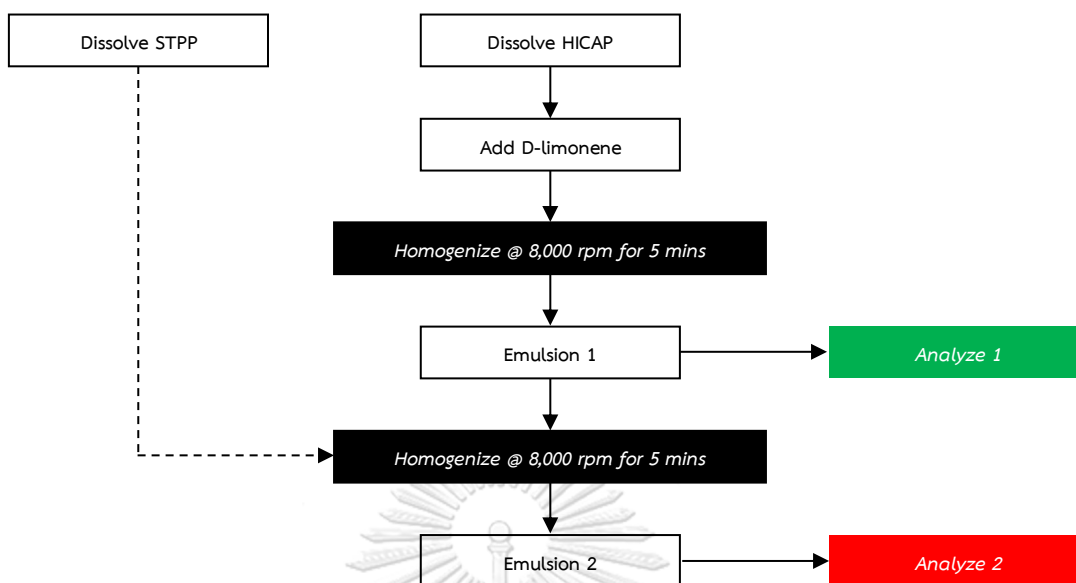
ละลาย HI-CAP® 100 ในน้ำ ผสม D-limonene โดยใช้ Magnetic stirrer แล้วเติม Sodium tripolyphosphate ซึ่งได้ละลายไว้แล้วก่อนหน้านี้ จากนั้นทำ Homogenize ด้วยความเร็ว 8,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที แล้วทำการวัดขนาดอนุภาคอิมัลชัน ดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 2

3) การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 3

ละลาย HI-CAP® 100 ในน้ำ ผสม D-limonene โดยใช้ Magnetic stirrer แล้วทำ Homogenize ด้วยความเร็ว 8,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที แล้ววัดขนาดอนุภาค จากนั้นผสม Sodium tripolyphosphate ซึ่งได้ละลายไว้แล้วก่อนหน้านี้ แล้วทำ Homogenize ด้วยความเร็ว 8,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที อีกครั้ง แล้ววัดขนาดอนุภาคที่ได้ เพื่อเปรียบเทียบความเปลี่ยนแปลง ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 3

ในงานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง Homogenizer ยี่ห้อ IKA รุ่น T25 Digital ULTRA TURRAX® ดังรูปที่ 3.5 ในการทำให้เป็นอิมัลชัน โดยทำการศึกษาส่วนผสมและอัตราส่วนต่างๆ ของอิมัลชัน ดังแสดงในตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.5 IKA T25 Digital ULTRA TURRAX® Homogenizer

ตารางที่ 3.1 องค์ประกอบและอัตราส่วนของอิมัลชัน

Emulsion	Composition (%)					Ratio		
	DL	STPP	HICAP	Solid	Water	D : S : H	Core/Wall	STPP : HICAP
H5	3.5	11.67	5.83	21	79	1 : 3.33 : 1.67	0.2	1 : 0.5
H6	3.5	8.75	8.75	21	79	1 : 2.50 : 2.50	0.2	1 : 1
H7	3.5	5.83	11.67	21	79	1 : 1.67 : 3.33	0.2	1 : 2
H8	3.5	-	17.50	21	79	1 : 0.00 : 5.00	0.2	0 : 1

3.2.2 การอบแห้งแบบพ่นฝอย

เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย หรือ เครื่องสเปรย์ตรายเป็นลักษณะ ดังรูปที่ 3.6 มีขั้นตอนการทำ เริ่มจากนำอิมัลชันที่เตรียมไว้จากข้อ 3.2.1 ฉีดพ่นไปยังห้องอบแห้ง ซึ่งมีลมร้อนช่วยในการระเหยน้ำออกจากอนุภาคอิมัลชัน จนพื้นผิวภายนอกแห้งและแข็งตัว แล้วถูกแยกออกมาโดยใช้แรงหมุนเหวี่ยงจากไซโคลน โดยศึกษาที่สภาวะการทำงาน ดังนี้ :-

Spray Dryer: BÜCHI Mini Spray Dryer B-290
 Inlet Temperature: 120°C / 140°C / 160°C
 Emulsion Feed: 6.5 ml/min



รูปที่ 3.6 BÜCHI Mini Spray Dryer B-290

3.3 การศึกษาคุณสมบัติด้านต่างๆ

3.3.1 การวัดขนาดและการกระจายตัวของอิมัลชัน

การวัดขนาดและการกระจายตัวของ Emulsion ในงานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง Laser diffraction particle size analyzer ยี่ห้อ MASTERSIZER รุ่น APA 2000 Particle Analyzer ดังรูปที่ 3.7 สามารถทำการวัดได้โดย หยดอิมัลชันลงในบีกเกอร์ จนมีความเข้มข้นถึงระดับที่เพียงพอที่เครื่องสามารถวัดค่าได้ โดยใช้ค่าดัชนีหักเหแสง (Refractive Index) ของ D-limonene = 1.470



รูปที่ 3.7 Laser diffraction particle size analyzer
MASTERSIZER APA 2000 Particle Analyzer

ผลการวัดค่าการกระจายตัวของอิมัลชันแสดงในรูป Volume Distribution (%) และขนาดอนุภาคอิมัลชันคำนวณเป็น Volume Weighted Mean $D_{4,3}$ ดังสมการ 3.1

$$D_{4,3} = \frac{\sum n_i d_i^4}{\sum n_i d_i^3} \quad (3.1)$$

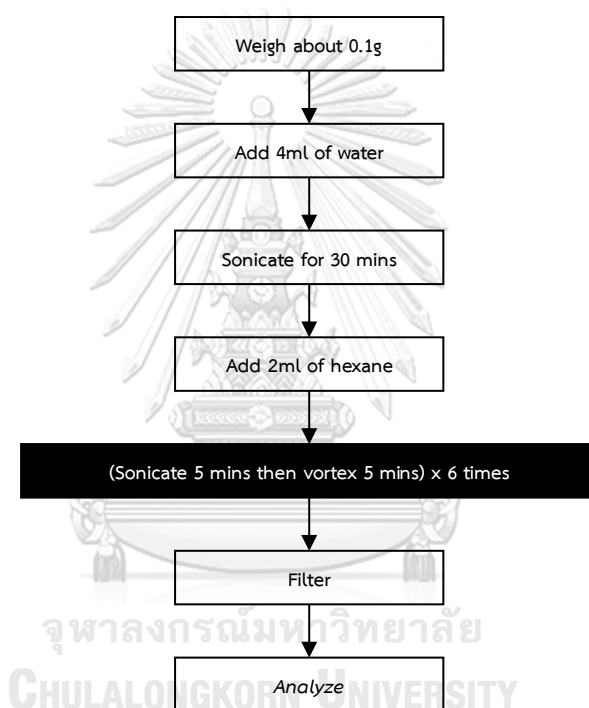
โดยที่ $D_{4,3}$ คือ ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค

n_i คือ จำนวนอนุภาคที่มีขนาด d_i

3.3.2 การวัดปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม

ในการศึกษาปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม (DL Retention) นั้น วิธีการสกัด D-limonene ออกมาจากผงน้ำหอม เป็นขั้นตอนสำคัญที่ส่งผลต่อค่า DL Retention ที่วัดได้ โดยในการสกัด D-limonene จากผงน้ำหอม ดังนี้

ละลายผงน้ำหอมประมาณ 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้ว Sonicate 5 นาที สลับกับ Vortex mixing 5 นาที เป็นจำนวน 6 รอบ ดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 วิธีการสกัด D-limonene จากผงน้ำหอม

หลังจากทำการสกัด DL ตามวิธีข้างต้นแล้ว ทำการปิเปตตัวอย่าง 1 ml จากชั้นบน (Oil phase) กรองผ่านฟิวเตอร์ขนาด 0.2 μm เติม Tridecane 0.01 ml ซึ่งใช้เป็น Internal standard จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วย GC-FID แล้วคำนวณเพื่อรายงานผล

1) รายงานค่า Retention เป็น mg-DL/g-DryPowder *ดั่งสมการ 3.2*

$$mg-DL/g-DryPowder = \frac{Extracted\ DL\ (mg)}{Dry\ Powder\ (g)} \quad (3.2)$$

โดยที่ mg-DL/g-DryPowder	คือ	น้ำหนัก DL ต่อน้ำหนักของผงน้ำหอม
Extracted DL	คือ	น้ำหนัก DL ที่สกัดออกมาได้จากผงน้ำหอม (mg)
Dry Powder	คือ	น้ำหนักของผงน้ำหอม (g)

2) รายงานค่า Retention เป็น Percent (%) *ดั่งสมการ 3.3*

$$Retention\ (\%) = \frac{Total\ DL\ in\ dry\ powder\ (g)}{DL\ in\ feed\ emulsion\ (g)} \times 100 \quad (3.3)$$

โดยที่ Retention	คือ	ปริมาณ DL ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม (%)
Total DL in dry powder	คือ	น้ำหนัก DL ที่สกัดออกมาได้จากผงน้ำหอม (g)
DL in feed emulsion	คือ	น้ำหนัก DL ที่อยู่ในอิมัลชัน (g)



รูปที่ 3.9 Gas Chromatography-Flame Ionization Detector; GC-FID)
Agilent Model 8890 with Auto-sampler

การวิเคราะห์ปริมาณ D-limonene ด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโทกราฟี-เฟลมไอออไนเซชันดีเทคเตอร์ (Gas Chromatography-Flame Ionization Detector; GC-FID) ที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์เพื่อการวิจัยขั้นสูง มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ (Center of Scientific Equipment for Advanced Research, Thammasat University; TUCSEAR) ใช้ GC ยี่ห้อ Agilent รุ่น 8890 ดังรูปที่ 3.9 โดยมีสภาวะการทำงานดังนี้ :-

GC Condition

Column:	HP-5 (Agilent; 30 m, 0.32 mm ID., 0.25 μ m df.)
Injection mode:	Split (Split ratio 20:1)
Carrier gas:	He
Flow rate:	1 ml/min
Injection temperature:	300°C
Temperature program:	start 50°C (hold 2 min), to 130°C at rate 10°C/min, to 150°C at rate 5°C/min, to 190°C (hold 3 min) at rate 30°C/min.

FID Condition

Temperature:	230°C
Signal data rate:	20 Hz

3.3.3 การวัดปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอม

ชั่งผงน้ำหอมประมาณ 1 g เติม Hexane 2 ml เขย่าเล็กน้อย ปิเปตตัวอย่าง 1 ml กรองผ่านฟิวเตอร์ขนาด 0.2 μ m เติม Tridecane 0.01 ml ซึ่งใช้เป็น Internal standard จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วย GC-FID ผลที่ได้รายงานเป็น DL on Surface (%) ดังสมการ 3.4

$$DL_{Surface}(\%) = \frac{Washed\ DL\ (g)}{Dry\ Powder\ (g)} \times 100 \quad (3.4)$$

โดยที่ $DL_{surface}$	คือ ปริมาณ DL บนพื้นผิวของผงน้ำหอม (%)
$Washed\ DL$	คือ น้ำหนัก DL ที่ล้างออกมาได้จากผงน้ำหอม (g)
$Dry\ Powder$	คือ น้ำหนักของผงน้ำหอม (g)

3.3.4 การวัดความชื้นของผงน้ำหอม

ค่าความชื้นในผงน้ำหอม มีผลกระทบต่อความคงตัวของทั้งผงน้ำหอมเอง และผงซักฟอกที่จะผสมลงไป การวัดความชื้นในผงน้ำหอมทำได้โดย ชั่งผงน้ำหอมประมาณ 0.2 g ใส่ลงในเครื่อง SHIMADZU MOC63u Unibloc Moisture Analyzer ดังรูปที่ 3.10 ค่าที่วัดได้จะนำมาคำนวณเฉลี่ยจากการทำซ้ำ 3 ครั้งต่อหนึ่งตัวอย่าง และรายงานผลเป็นค่าความชื้นเฉลี่ย (%)



รูปที่ 3.10 Moisture Analyzer
SHIMADZU MOC63u

3.3.5 ลักษณะทางกายภาพของผงน้ำหอม

ทำการวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM 7800F ประเทศญี่ปุ่น ดังรูปที่ 3.11 เป็นเครื่องมือที่สามารถใช้ในการตรวจวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว ขนาด รูปร่างของอนุภาค และลักษณะการกระจายของเฟสในโครงสร้างจุลภาค มี Resolution : 0.8 nm ที่ 15 kV, กำลังขยาย 25 เท่า - 1000000 เท่า (ขึ้นอยู่กับตัวอย่างที่นำมาทดสอบ) ศักย์เร่งอิเล็กตรอนสามารถปรับเปลี่ยนในช่วง 0.01-30 kV โดยใช้บริการของศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์เพื่อการวิจัยขั้นสูง มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ (Center of Scientific Equipment for Advanced Research, Thammasat University; TUCSEAR)



รูปที่ 3.11 Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)
ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM 7800F ประเทศญี่ปุ่น

3.3.6 การวัดปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงชั๊กฟอก

เริ่มจากการเตรียมผงชั๊กฟอกมาตรฐาน ซึ่งมีส่วนผสมตามตารางที่ 3.2 จากนั้นเติมผงน้ำหอมตามสัดส่วน เก็บรักษาไว้เหมือนสภาวะการใช้งานในครัวเรือนตามปกติ เมื่อถึงเวลาที่ต้องการวัดค่า เช่น 7 วัน, 14 วัน และ 21 วัน ก็นำตัวอย่างมาสกัดและวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GC-FID ตามหัวข้อ 3.3.2 การคำนวณหาปริมาณ DL ที่คงอยู่ในผงชั๊กฟอก ให้ทำเช่นเดียวกับการหาปริมาณ DL ที่คงอยู่ในผงบ้าหอม

ตารางที่ 3.2 ส่วนผสมผงชั๊กฟอกมาตรฐาน

Ingredients	Composition
Sodium sulfate	60%
Sodium carbonate	23%
Sodium lauryl sulfate	2%
Carboxymethyl cellulose	5%
Sodium metasilicate	5%
Encapsulated powder (H5 / H6 / H7 / H8)	5%

3.3.7 การวัดความคงตัวของผงน้ำหอมเมื่ออยู่ในผงชักฟอกมาตรฐาน

เมื่อ D-limonene ถูกออกซิไดซ์จะกลายเป็น Limonene oxide (LO) และ Carvone (CV) Anandaraman S. (1986) [20] ดังนั้น ความคงตัวของผงน้ำหอมในผงชักฟอกจึงสามารถหาได้จาก Limonene oxide และ Carvone ที่เกิดขึ้นในตัวอย่าง หลังจากเก็บไว้เป็นระยะเวลาต่างๆ

โดยทำการวัดปริมาณสารที่เปลี่ยนแปลงไปของ D-limonene, Limonene oxide และ Carvone จากการสกัดและวิเคราะห์ปริมาณด้วยเทคนิค GC-FID เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.2

และยังสามารถศึกษาจากลักษณะทางกายภาพของผงชักฟอกที่เปลี่ยนไปได้ เช่น สีของผงชักฟอกที่เปลี่ยนไป การจับตัวกันเป็นก้อน เป็นต้น



บทที่ 4

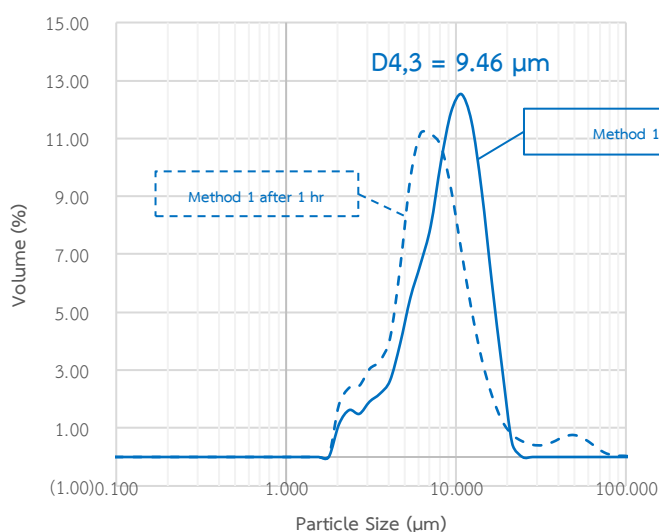
ผลการศึกษาและการวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 การศึกษาขนาดและการกระจายตัวของอิมัลชัน

4.1.1 ผลของขั้นตอนการเติม Sodium tripolyphosphate

จากการทดลองพบว่า การเติม Sodium tripolyphosphate ลงในอิมัลชันของ HI-CAP® 100 กับ D-limonene ซึ่งถูกผสมเข้ากันด้วยการปั่นกวนก่อนหน้า มีผลต่อขนาดและการกระจายตัวของอิมัลชัน กล่าวคือ

1) การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 1 เป็นการเติม STPP ซึ่งอยู่ในสถานะที่เป็นผง ลงไปในอิมัลชันของ DL และ HICAP โดยตรง แล้วจึง Homogenize ด้วยความเร็ว 8,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที วัดขนาดอิมัลชัน D_{4,3} ได้เท่ากับ 9.46 μm หลังจากทิ้งไว้ 1 ชั่วโมง แล้ววัดขนาดอีกครั้งพบว่าขนาดอนุภาคเปลี่ยนแปลงไป แปลว่าอิมัลชันที่ได้นั้นยังไม่เสถียร ดังรูปที่ 4.1

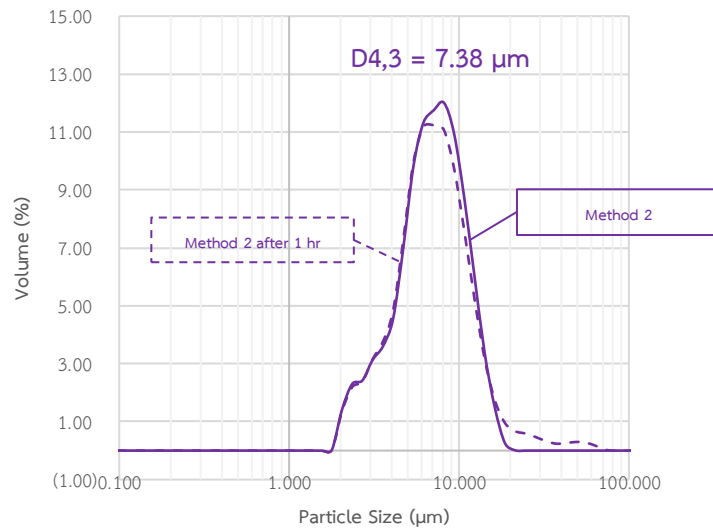


รูปที่ 4.1 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค ด้วยการเตรียมอิมัลชันวิธีที่ 1

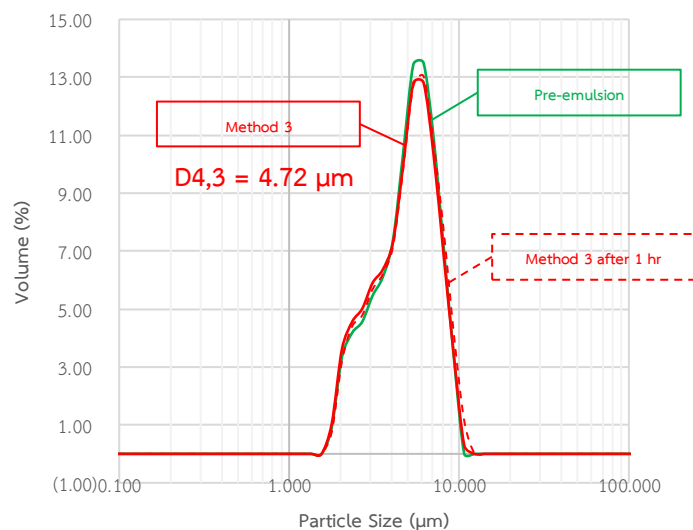
— วิธีการที่ 1 - - - - - หลังจากผ่านไป 1 ชม.

2) การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 2 เป็นละลาย STPP ในน้ำก่อน แล้วค่อยเติมลงไปอิมัลชันของ DL และ HICAP จากนั้นจึง Homogenize ด้วยความเร็ว 8,000 rpm เป็นเวลา 5 นาที วัดขนาดอนุภาคของอิมัลชัน D_{4,3} ได้เท่ากับ 7.38 μm และอิมัลชันที่ได้มีความเสถียร ดูได้จากขนาดอิมัลชันยังคงเดิม หลังจากเก็บไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.2

สำหรับการเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 2 ที่มีผลทำให้ขนาดอิมัลชันเล็กกว่าวิธีที่ 1 นั้น เป็นเพราะมีการละลาย STPP ก่อน จึงเกิดการแตกตัวเป็นโซเดียมไอออน (5Na^+) กับโพลีฟอสเฟตไอออน ($\text{P}_3\text{O}_{10}^{5-}$) ซึ่งทำให้สามารถจับตัวกับอนุภาคของ DL และ HICAP ได้ง่ายกว่า



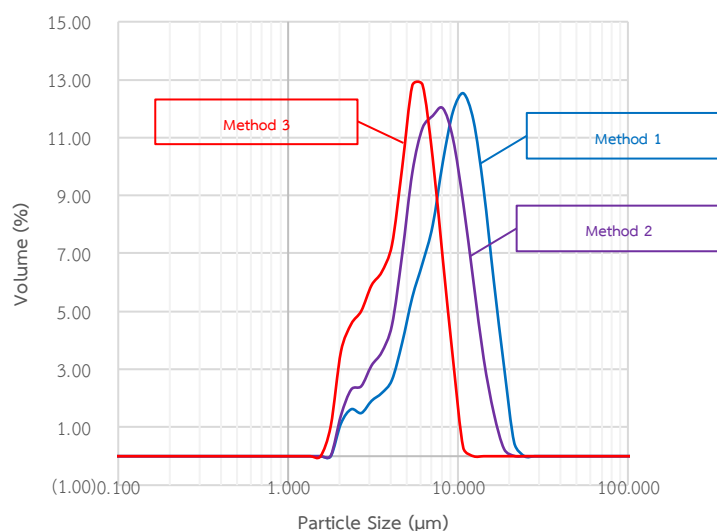
รูปที่ 4.2 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค ด้วยการเตรียมอิมัลชันวิธีที่ 2
 ——— วิธีการที่ 2 - - - - - หลังจากผ่านไป 1 ชม.



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาค ด้วยการเตรียมอิมัลชันวิธีที่ 3
 ——— วิธีการที่ 3 ขั้นตอนที่ 1 ——— วิธีการที่ 3 ขั้นตอนที่ 2 - - - - - หลังจากผ่านไป 3 ชม.

3) การเตรียมอิมัลชัน วิธีที่ 3 แตกต่างจากวิธีการที่ 1 และ 2 ตรงที่มีการทำ Homogenize 2 รอบ รอบแรกผสม HICAP กับ DL ให้เข้ากัน แล้วทำการ Homogenize ในรอบนี้ จะได้อิมัลชันที่มีอนุภาคขนาดเล็กกว่าก่อนแล้ว จากนั้นเติมสารละลาย STPP แล้วทำการ Homogenize ซ้ำอีกครั้ง ในรอบสองนี้ STPP จะเข้าจับอนุภาคจากรอบที่ 1 เมื่อนำมาวัดขนาดอนุภาคของอิมัลชัน D4,3 ได้เท่ากับ 4.72 μm และอิมัลชันที่ได้มีความเสถียร ดูได้จากขนาดอิมัลชันยังคงเดิม หลังจากเก็บไว้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง *ดังรูปที่ 4.3*

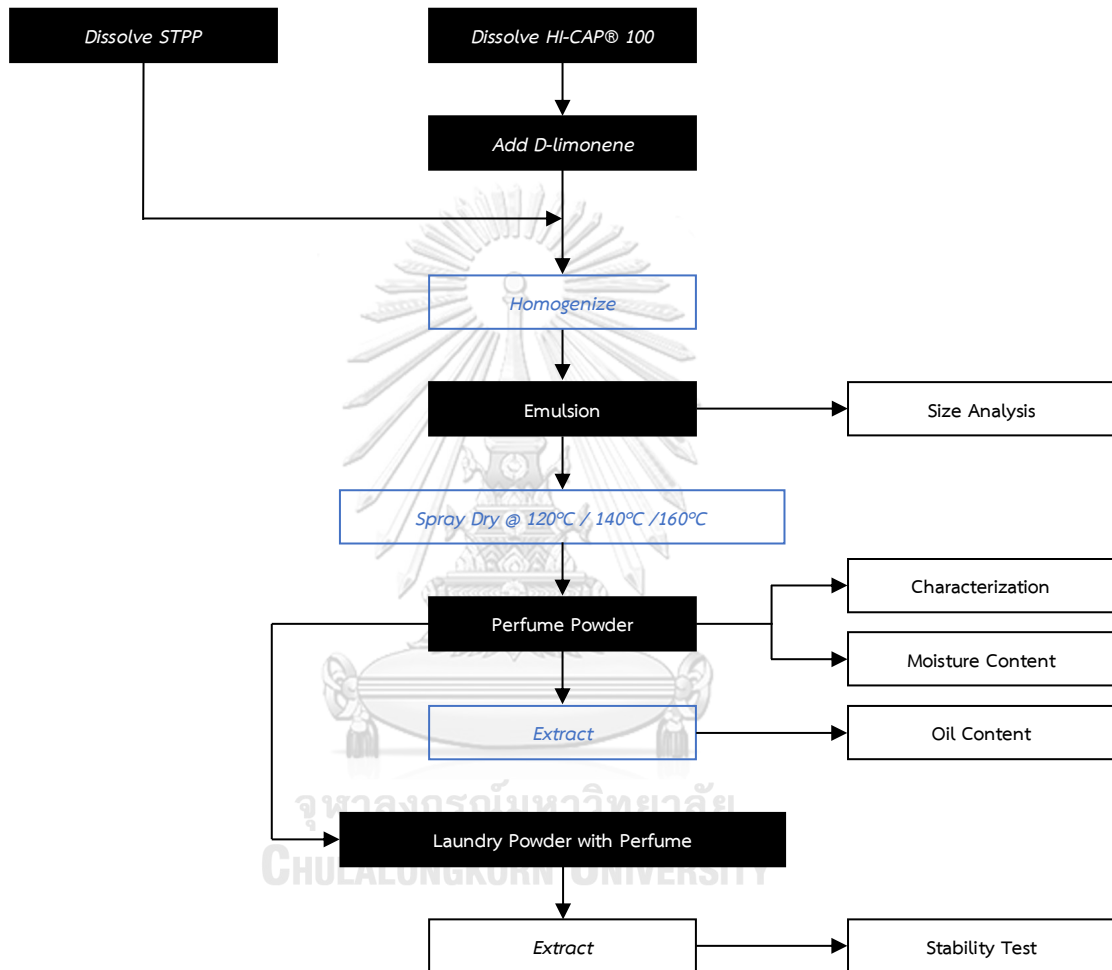
เมื่อพิจารณาขนาดและการกระจายตัวของอิมัลชันเปรียบเทียบการเตรียมอิมัลชัน ทั้ง 3 วิธี *ดังรูปที่ 4.4* พบว่า วิธีที่ 3 มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าทุกวิธี ตามคำอธิบายของ Goula, A. M., et al. [21] การที่ขนาดและการกระจายตัวของอิมัลชันมีขนาดเล็กกว่า จะทำให้มีประสิทธิภาพในการกักเก็บได้ดีกว่า สอดคล้องกับการทดลองของ Soottitantawat, A., et al. [15]



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอิมัลชัน เปรียบเทียบการเตรียม 3 วิธี

— วิธีการที่ 1 — วิธีการที่ 2 — วิธีการที่ 3

ดังนั้น งานวิจัยนี้จึงได้ทำเตรียมอิมัลชันตามวิธีที่ 3 โดยแสดงเป็นขั้นตอนการดำเนินการวิจัย ดังรูปที่ 4.5

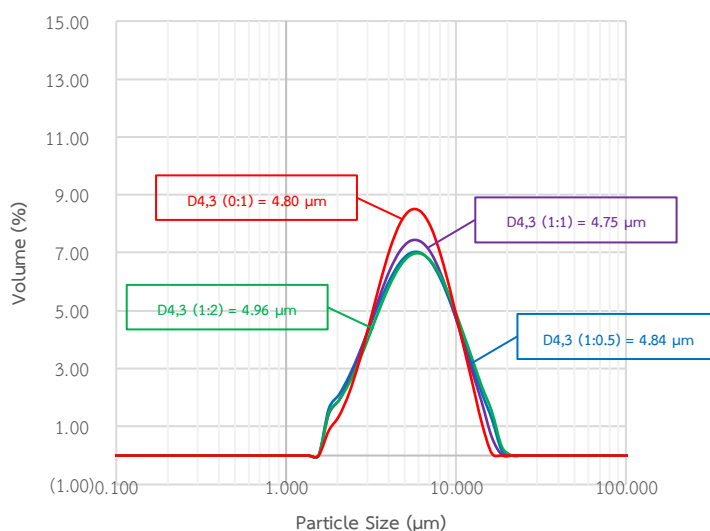


รูปที่ 4.5 วิธีการดำเนินการวิจัย (แสดงวิธีการทำอิมัลชัน)

4.1.2 ผลของอัตราส่วนระหว่าง STPP : HI-CAP® 100

ในการศึกษาขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชัน เมื่อมี Solid Content = 21% และมี Core/Wall Ratio = 0.2 โดยทำการปรับเปลี่ยนเฉพาะอัตราส่วน STPP : HICAP ดังแสดงในตารางที่ 3.1 ปรากฏว่า

เมื่อทำการเพิ่มอัตราส่วนของ STPP : HICAP ตั้งแต่ 1 : 0.5 เป็น 1 : 1 จนถึง 1 : 2 รวมถึง 0 : 1 (ไม่มี STPP ในองค์ประกอบ) สามารถวัดขนาดของอนุภาคอิมัลชัน D_{4,3} ได้ 4.84, 4.75, 4.96 และ 4.80 μm ตามลำดับ ซึ่งถือว่ามีขนาดอนุภาคอิมัลชันใกล้เคียงกัน ถึงแม้ว่าการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชันของทุกอัตราส่วนจะมีลักษณะเป็น Normal Distribution เหมือนกัน แต่พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ HICAP ในอิมัลชัน ลักษณะของ Distribution จะแคบลง แสดงว่าขนาดของอนุภาคมีขนาดใกล้เคียงกันมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชัน ที่มีอัตราส่วน STPP : HICAP

— (1:0.5) — (1:1) — (1:2) — (0:1)

ที่เป็นเช่นนั้นเพราะโครงสร้างทางเคมีของ HI-CAP® 100 ซึ่งมีโมเลกุลของแป้งที่ซับซ้อนเป็นแกนหลัก ดัดแปรต่อเข้ากับ Octenyl succinic anhydride ดังที่ Altuna, L. (2018) [13] ได้อธิบายไว้ จึงมีส่วนช่วยให้สามารถรวมตัวกับ D-limonene และ STPP ได้ดีขึ้น

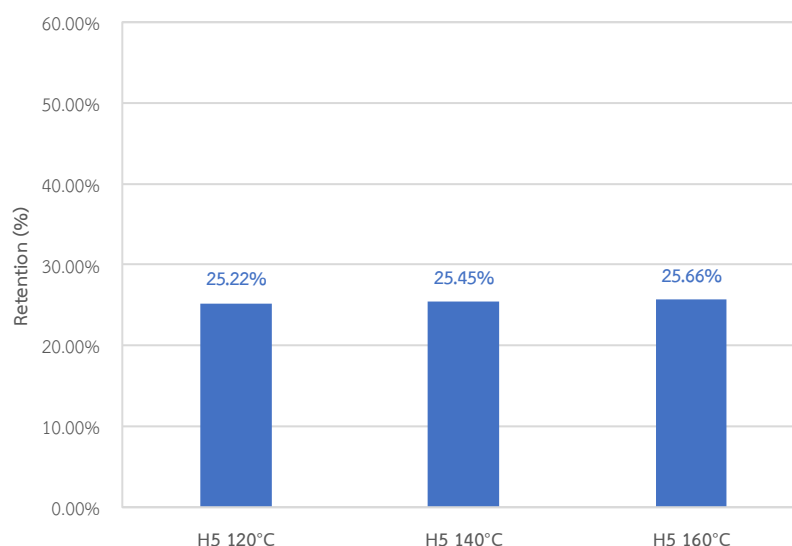
4.2 การศึกษาคุณสมบัติของผงน้ำหอมจากการอบแห้งแบบพ่นฝอย

4.2.1 ปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม

ในการศึกษาปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม เมื่อ Solid Content = 21% และ Core/Wall Ratio = 0.2 ในอัตราส่วน STPP : HICAP ต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1 ปรากฏว่า

1) เมื่อนำอิมัลชันที่มีอัตราส่วน STPP : HICAP = 1 : 0.5 เหมือนกัน (ตัวอย่าง H5) ไปทำการสเปรย์ทรายด้วย Inlet Temperature ต่างๆ ที่อุณหภูมิ 120°C, 140°C และ 160°C ได้ออกมาเป็นผงน้ำหอมซึ่งกักเก็บ DL ไว้ หลังจากให้นำผงน้ำหอมดังกล่าวไปสกัด DL แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วย GC-FID เพื่อวัดปริมาณ DL ที่คงอยู่ในผงน้ำหอมหลังจากการสเปรย์ทราย ผลที่ได้คำนวณเป็น %Retention ดังสมการ 3.3 พบว่าผงน้ำหอมสามารถกักเก็บ DL ได้ปริมาณ 25.22%, 25.45% และ 25.66% ตามลำดับ ซึ่งถือสามารถกักเก็บน้ำหอมได้ใกล้เคียงกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.7

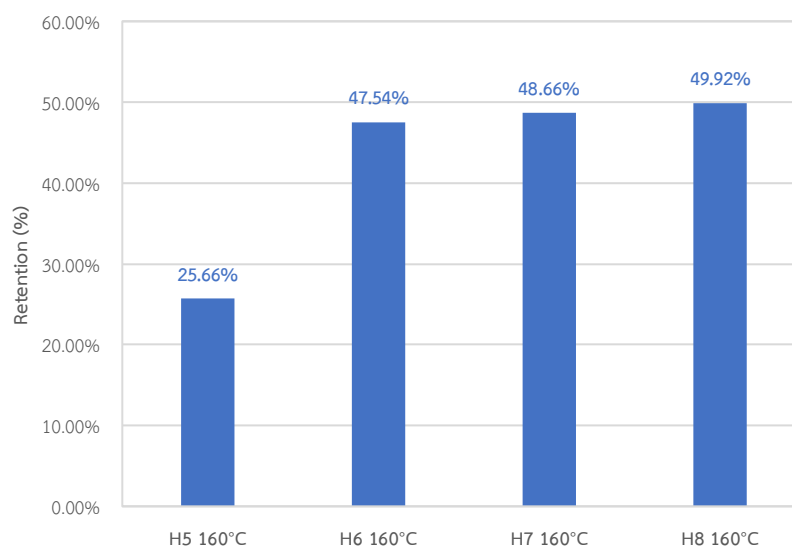
แสดงให้เห็นว่า การเปลี่ยนแปลง Inlet Temperature ไม่ส่งผลต่อปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม สอดคล้องกับคำอธิบายของ Kieckbusch T. G., et al. (1980) [22] ที่ชี้ให้เห็นว่ายังมีปัจจัยอื่นๆ นอกเหนือจาก Inlet Temperature ที่ส่งผลต่อความสามารถในการกักเก็บน้ำหอมด้วยเทคนิคสเปรย์ทราย



รูปที่ 4.7 กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม เมื่อเปลี่ยนแปลง Inlet Temperature

2) เมื่อนำอิมัลชันที่มีอัตราส่วน STPP : HICAP ต่างๆ ได้แก่ 1 : 0.5 (ตัวอย่าง H5), 1 : 1 (ตัวอย่าง H6), 1 : 2 (ตัวอย่าง H7) และ 0 : 1 (ตัวอย่าง H8) ไปทำการสเปรย์ทรายด้วย Inlet Temperature ที่ 160°C เท่ากัน ได้ออกมาเป็นผงน้ำหอม ซึ่งเมื่อนำไปสกัดและวิเคราะห์ด้วย GC-FID แล้ว คำนวณเป็น %Retention ตามสมการ 3.3 ได้ 25.66%, 47.54%, 48.66% และ 49.92% ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 4.8 พบว่า การเพิ่มอัตราส่วน STPP : HICAP ในสารห่อหุ้ม ตั้งแต่ 1 : 1 ขึ้นไป จะไม่ช่วยให้สามารถกักเก็บ DL ในผงน้ำหอมได้มากขึ้นไปกว่านี้อย่างมีนัยสำคัญ ทั้งนี้การเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน STPP : HICAP จาก 1 : 0.5 เป็น 1 : 1 สามารถเพิ่มปริมาณการกักเก็บ DL ได้มากขึ้นอย่างก้าวกระโดด

แสดงให้เห็นว่า อัตราส่วนของ STPP : HICAP ที่ 1 : 1 มีปริมาณมากเพียงพอที่จะทำการห่อหุ้มและกักเก็บ DL ไว้ได้แล้ว สอดคล้องกับการทดลองของ Shu, B., et al. (2006) [23] ที่กล่าวว่าสารห่อหุ้มในสัดส่วนหนึ่งเกิดการเปลี่ยนแปลงของ %Retention ได้มากกว่าสัดส่วนอื่น



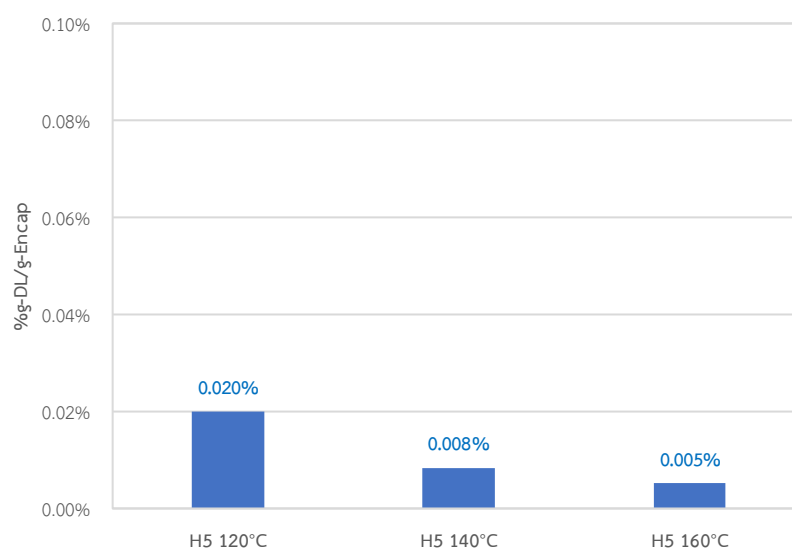
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม เมื่อ Inlet Temperature คงที่

4.2.2 ปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอม

สำหรับการศึกษาปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอมหลังจากการทำสเปรย์ทราย โดยใช้อิมัลชันที่มี Solid Content = 21% และมี Core/Wall Ratio = 0.2 ในอัตราส่วน STPP : HICAP ต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1 ปรากฏว่า

1) เมื่อนำอิมัลชันที่มีอัตราส่วน STPP : HICAP = 1 : 0.5 (ตัวอย่าง H5) ไปทำการสเปรย์ทราย ด้วย Inlet Temperature ที่ 120°C, 140°C และ 160°C จากนั้นนำผงน้ำหอมที่ได้ไปล้างด้วย Hexane โดยหลักการที่ว่าส่วนที่เป็นน้ำมันซึ่งอยู่บนพื้นผิวจะละลายเข้ากับ Hexane ฉะนั้นในขั้นตอนการล้างนี้ DL ที่อยู่บนพื้นผิวของผงน้ำหอมจะละลายไปกับ Hexane จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วย GC-FID เพื่อวัดปริมาณ DL บนพื้นผิว ผลที่ได้คำนวณเป็น g-DL/g-DryPowder (%) ดังสมการ 3.4 พบว่ามีปริมาณ DL บนพื้นผิวเท่ากับ 0.020%, 0.008% และ 0.005% g-DL/g-DryPowder ตามลำดับ ดังรูปที่ 4.9

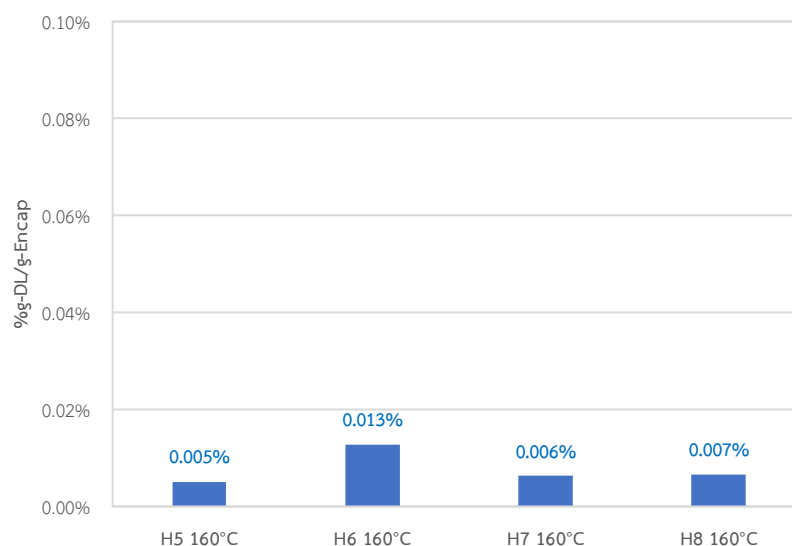
แสดงให้เห็นว่า เมื่อเพิ่ม Inlet Temperature ให้สูงขึ้น ปริมาณ DL บนพื้นผิวจะลดลง



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอม เมื่อเปลี่ยนแปลง Inlet Temperature

2) ในขณะที่เมื่อนำอิมัลชันที่มีอัตราส่วน STPP : HICAP ต่างๆ ได้แก่ 1 : 0.5 (ตัวอย่าง H5), 1 : 1 (ตัวอย่าง H6), 1 : 2 (ตัวอย่าง H7) และ 0 : 1 (ตัวอย่าง H8) ไปทำการสเปรย์ทรายด้วย Inlet Temperature ที่ 160°C เท่ากัน นำผงน้ำหอมที่ได้ไปล้างด้วย Hexane แล้ววิเคราะห์ด้วย GC-FID ผลที่ได้คำนวณเป็น g-DL/g-DryPowder (%) ดังสมการ 3.4 พบว่าปริมาณ DL บนพื้นผิวเท่ากับ 0.005%, 0.013%, 0.006% และ 0.007% g-DL/g-DryPowder ตามลำดับ ดังรูปที่ 4.10

แสดงให้เห็นว่า สำหรับอัตราส่วนของสารหอมต่างๆ ในอิมัลชัน เมื่อทำการสเปรย์ทรายด้วย Inlet Temperature เดียวกัน จะมีปริมาณ DL บนพื้นผิวผงน้ำหอมใกล้เคียงกัน



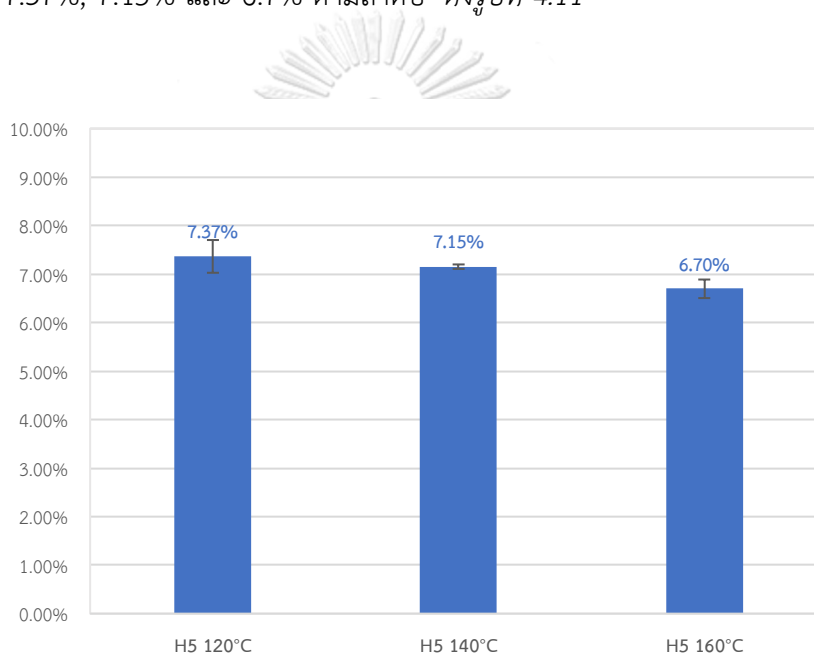
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวของผงน้ำหอม เมื่อ Inlet Temperature คงที่

นอกจาก Inlet Temperature ที่มีอิทธิพลต่อปริมาณ DL บนพื้นผิวแล้ว ยังมีสภาวะการทำงานอื่นๆ ของเทคนิคสเปรย์ทรายที่มีผลต่อปริมาณ DL บนพื้นผิวอีก เช่น Emulsion feed rate, Nozzle design เป็นต้น Kieckbusch T. G., et al. (1980) [22]

4.2.3 ปริมาณความชื้นของผงน้ำหอม

การศึกษาปริมาณความชื้นของผงน้ำหอมหลังจากการทำสเปรย์ทราย โดยใช้อิมัลชันที่มี Solid Content = 21% และมี Core/Wall Ratio = 0.2 ในอัตราส่วน STPP : HICAP ต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 3.1 ปรากฏว่า

1) เมื่อนำอิมัลชันที่มีอัตราส่วน STPP : HICAP = 1 : 0.5 (ตัวอย่าง H5) ไปทำการสเปรย์ทราย ด้วย Inlet Temperature ที่ 120°C, 140°C และ 160°C จากนั้นนำผงน้ำหอมที่ได้ไปวัดความชื้นด้วยเครื่อง SHIMADZU MOC63u Unibloc Moisture Analyzer ดังรูปที่ 3.10 วัดความชื้นได้ 7.37%, 7.15% และ 6.7% ตามลำดับ ดังรูปที่ 4.11

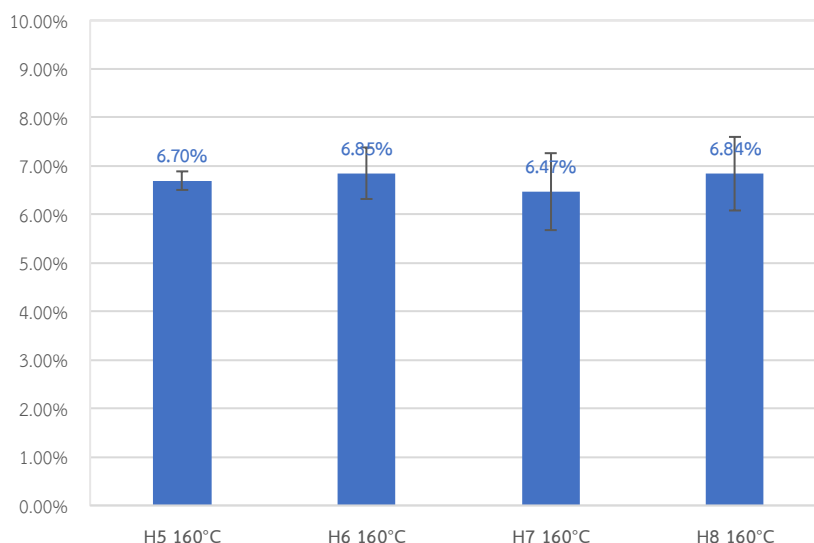


CHULALONGKORN UNIVERSITY

รูปที่ 4.11 กราฟแสดงปริมาณความชื้นของผงน้ำหอม

เมื่อเปลี่ยนแปลง Inlet Temperature

2) ในขณะที่เมื่อนำอิมัลชันที่มีอัตราส่วน STPP : HICAP ต่างๆ ได้แก่ 1 : 0.5 (ตัวอย่าง H5), 1 : 1 (ตัวอย่าง H6), 1 : 2 (ตัวอย่าง H7) และ 0 : 1 (ตัวอย่าง H8) ไปทำการสเปรย์ทรายด้วย Inlet Temperature ที่ 160°C เท่ากัน วัดความชื้นได้ 6.0%, 6.85%, 6.47% และ 6.84% ตามลำดับ ดังรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 กราฟแสดงปริมาณความขึ้นของผงน้ำหอม
เมื่อ Inlet Temperature คงที่

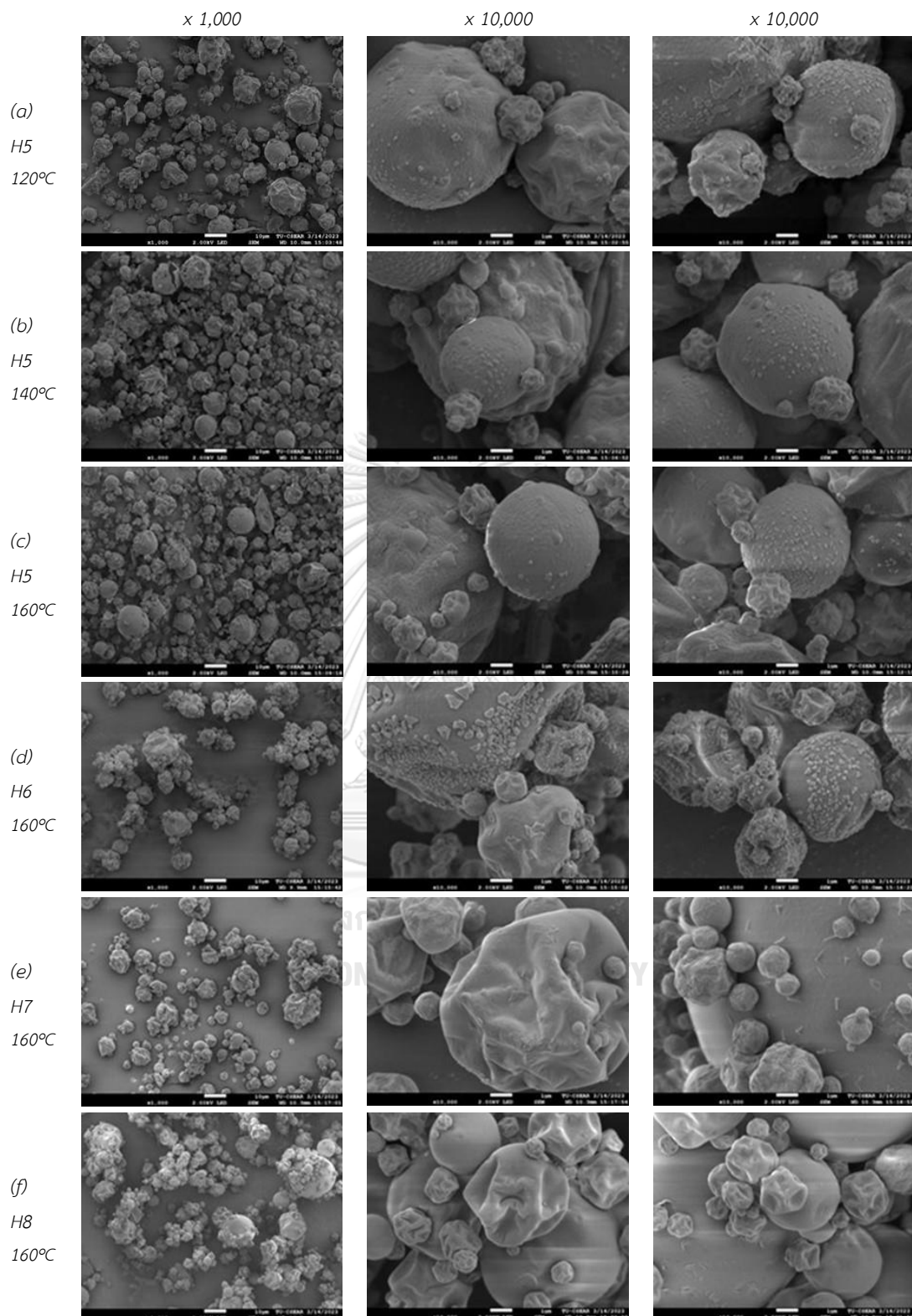
จะเห็นได้ว่า เมื่อเพิ่ม Inlet temperature จะส่งผลให้ความขึ้นของผงน้ำหอมจะลดลง สอดคล้องกับการทดลองของ Tonon, R. V., [24] ในขณะที่อัตราส่วนของสารหอมไม่ได้ส่งผลต่อความขึ้นของผงน้ำหอม

4.2.4 ลักษณะทางกายภาพของผงน้ำหอม

ในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของผงน้ำหอม ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยผลจากการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของสารหอม STPP : HICAP ต่างๆ ที่ 1 : 0.5 (ตัวอย่าง H5), 1 : 1 (ตัวอย่าง H6), 1 : 2 (ตัวอย่าง H7) และ 0 : 1 (ตัวอย่าง H8) ไปทำการสเปรย์ทรายด้วย Inlet Temperature ที่ 160°C เท่ากัน

พบว่าตัวอย่างที่มี STPP : HICAP เท่ากับ 1 : 1, 1 : 2 และ 0 : 1 มีลักษณะเป็นทรงกลมผิวย่น ดังรูปที่ 4.13 (d) (e) (f) ในขณะที่ตัวอย่างที่มี STPP : HICAP เท่ากับ 1 : 0.5 มีลักษณะเป็นทรงกลมผิวเรียบ ดังรูปที่ 4.13 (c)

เมื่อนำลักษณะพื้นผิวของผงน้ำหอมมาพิจารณาเปรียบเทียบกับปริมาณ DL ที่กักเก็บได้ของตัวอย่างที่มี STPP : HICAP เท่ากับ 1 : 1, 1 : 2 และ 0 : 1 ซึ่งมี %Retention ประมาณ 48% กับตัวอย่างที่มี STPP : HICAP เท่ากับ 1 : 0.5 ซึ่งมี %Retention ประมาณ 25% แสดงให้เห็นว่าลักษณะพื้นผิวสามารถทำนายปริมาณการกักเก็บ DL ของผงน้ำหอมได้



รูปที่ 4.13 ลักษณะพื้นผิวของอิมัลชันและอนุภาคที่แตกต่างกัน
 (a) H5 120°C (b) H5 140°C (c) H5 160°C (d) H6 160°C (e) H7 160°C (f) H8 160°C

ขณะที่น้ำในอนุภาคอิมัลชันกำลังระเหย ผิวภายนอกจะเริ่มแห้งและก่อตัวเป็นเปลือกหุ้ม โดยเกิดการหดกลับของผิวภายนอกเป็นลักษณะผิวขรุขระ ตามการอธิบายของ Rosenberg, M., et al. (1985) [25] และ Lokuwan, J. (2007) [26] เรื่องการเกิดการหดตัวของอนุภาคจากการระเหยของน้ำในระหว่างขั้นตอนการอบแห้ง

4.3 ผลการศึกษาความคงตัวของผงน้ำหอมที่ใส่ในผงซักฟอกมาตรฐาน

จากการวิเคราะห์ตัวอย่างผงซักฟอกมาตรฐานและผงซักฟอกที่มีผงน้ำหอม ด้วยเทคนิค GC-FID หลังจากเก็บไว้ในวันที่ 7 และวันที่ 21 ดูได้จากตารางที่ 4.1 ปรากฏว่าไม่พบ Limonene oxide (LO) และ Carvone (CV) ซึ่งเป็นสารที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงสภาพของ D-limonene ในตัวอย่าง อ้างอิงการทดลอง Anandaraman S. (1986) [20]

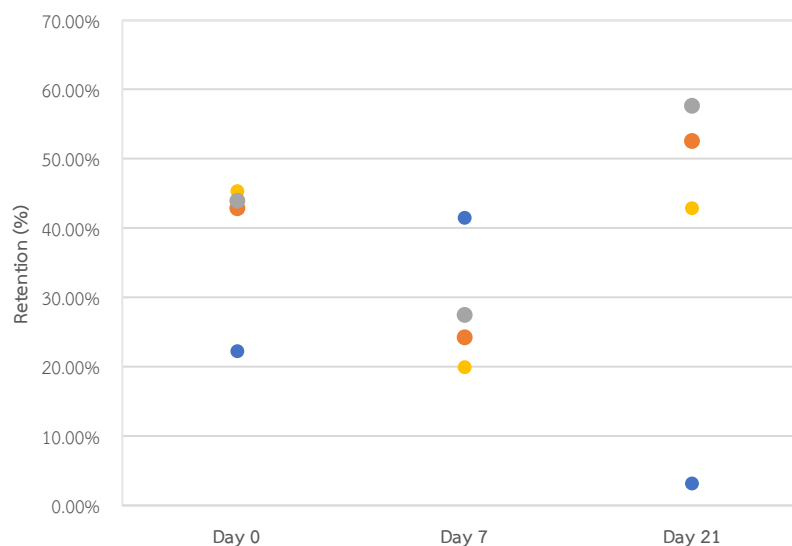
แสดงให้เห็นว่า การกักเก็บ DL ในสารหอมที่มาจาก STPP และ HICAP สามารถป้องกันการสลายตัวของ DL ในผงซักฟอกได้ในช่วง 21 วัน

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณ Limonene oxide และ Carvone ด้วย GC-FID

Sample	Limonene oxide (LO)		Carvone (CV)	
	Day 7	Day 21	Day 7	Day 21
Washing powder	n/d	n/d	n/d	n/d
Washing powder with H5 (1:0.5)	n/d	n/d	n/d	n/d
Washing powder with H6 (1:1)	n/d	n/d	n/d	n/d
Washing powder with H7 (1:2)	n/d	n/d	n/d	n/d
Washing powder with H8 (0:1)	n/d	n/d	n/d	n/d

หมายเหตุ : n/d = ตรวจไม่พบ (Not detected)

เมื่อทำการวิเคราะห์หาปริมาณ DL ที่คงอยู่ในผงซักฟอก ในวันที่ 0, 7 และ 21 ด้วยเทคนิค GC-FID ปรากฏว่า DL Retention ได้ค่าที่ไม่สอดคล้องกัน เบื้องต้นคาดว่าน่าจะเป็นอิทธิพลจากผงซักฟอกที่ทำให้เกิดการสกัด DL ออกมาได้ไม่สมบูรณ์ ดังรูปที่ 4.14

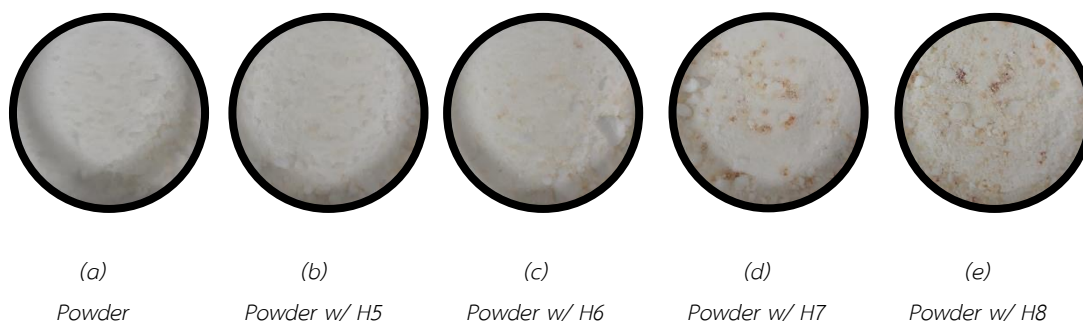


รูปที่ 4.14 กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงชักฟอก ในวันที่ 0, 7 และ 21

- Powder w/ H5
- Powder w/ H6
- Powder w/ H7
- Powder w/ H8

เมื่อเปรียบเทียบลักษณะของผงชักฟอกมาตรฐานและผงชักฟอกที่ใส่ผงน้ำหอม หลังจากเก็บไว้ 85 วัน ดังแสดงในรูปที่ 4.15 (a) - (e) ลักษณะของผงชักฟอกมาตรฐานที่สังเกตได้ยังคงเป็นสีขาว ส่วนผงชักฟอกที่เติมผงน้ำหอมลงไปจะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีเหลือง โดยเรียงลำดับจากสีเหลืองอ่อนไปจนเป็นสีเหลืองที่มากขึ้น จากผงชักฟอกที่เติมผงน้ำหอมที่มี STPP : HICAP = 1 : 0.5 (H5) ไปจนถึง STPP : HICAP = 0 : 1 (H8) ตามลำดับ

สาเหตุเนื่องมาจากผงชักฟอกที่รับความชื้นจะเริ่มเกิดปฏิกิริยาแล้วเปลี่ยนเป็นผงสีเหลือง และการที่ HI-CAP® 100 สามารถจับความชื้นในอากาศได้ดี ยังมีปริมาณ HICAP อยู่ในสารหอม้มาก ยิ่งส่งผลให้ผงชักฟอกเปลี่ยนสีได้มากขึ้น



รูปที่ 4.15 ลักษณะของผงชักฟอกที่ใส่ผงน้ำหอม หลังเก็บไว้ 85 วัน

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

การกักเก็บน้ำหอมด้วยเทคนิคสเปรย์ทราย โดยใช้ Sodium tripolyphosphate และ HI-CAP® 100 เป็นสารห่อหุ้ม ซึ่งมี Solid Content เท่ากับ 21% และมี Core/Wall Ration เท่ากับ 0.2 โดยศึกษาผลจากการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของสารห่อหุ้ม STPP : HICAP ที่ 1 : 0.5, 1 : 1, 1 : 2 และ 0 : 1 และศึกษาผลจากการเปลี่ยนแปลง Inlet temperature ที่ 120°C, 140°C และ 160°C วัตถุประสงค์เพื่อนำมาใช้เป็นวิธีการทำผงน้ำหอมสำหรับผงซักฟอก ซึ่งสามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังนี้ :-

- 1) วิธีการเติม Sodium tripolyphosphate ในขั้นตอนการเตรียมอิมัลชันนั้น มีผลต่อขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชัน
- 2) ปริมาณ HI-CAP® 100 มีส่วนช่วยในการรวมตัวกันของ D-limonene และ Sodium tripolyphosphate ให้ดีขึ้น โดยมีลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชันเป็น Normal distribution curve ที่แคบลง เมื่ออัตราส่วนของ STPP : HICAP เพิ่มมากขึ้น
- 3) อัตราส่วนระหว่างของสารห่อหุ้ม STPP : HICAP ที่ 1 : 1 นั้น มีมากเพียงพอที่จะห่อหุ้ม D-limonene ไว้
- 4) ขนาดของอนุภาคอิมัลชัน ไม่ได้เป็นปัจจัยเดียวที่ส่งผลต่อการกักเก็บน้ำหอม อัตราส่วนของสารห่อหุ้มก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่ง
- 5) การเพิ่ม Inlet temperature มีส่วนทำให้ปริมาณ D-limonene บนพื้นผิวและร้อยละความชื้นของผงน้ำหอมลดลง
- 6) พื้นผิวของผงน้ำหอมที่มีลักษณะเป็นทรงกลมและผิวอ่อน สามารถบ่งบอกเบื้องต้นได้ว่า มีปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอมมากกว่า พื้นผิวของผงน้ำหอมที่มีลักษณะทรงกลมผิวเรียบ
- 7) สารห่อหุ้ม Sodium tripolyphosphate กับ HI-CAP® 100 สามารถป้องกันการออกซิไดซ์ของ D-limonene ในผงซักฟอก ได้ในช่วง 21 วัน

8) ผงซักฟอกที่ใส่ผงน้ำหอมซึ่งมีปริมาณ HI-CAP® 100 เป็นสารหอมมากกว่า จะแสดงลักษณะ Degrade ของผงซักฟอกให้เห็นเป็นสีเหลืองได้มากกว่า เนื่องมาจาก HI-CAP® 100 สามารถจับตัวกับความชื้นในอากาศได้ดี

5.2 ข้อเสนอแนะ

เพื่อศึกษาการกักเก็บน้ำหอมด้วยเทคนิคสเปรย์ทราย โดยใช้ Sodium tripolyphosphate และ HI-CAP® 100 เป็นสารหอม ว่าเหมาะสมที่จะนำไปใช้งานเป็นผงน้ำหอมสำหรับผงซักฟอกได้หรือไม่ ยังต้องมีการศึกษาเพิ่มเติมในประเด็นอื่นๆ อีก จึงมีข้อเสนอแนะดังนี้ :-

- 1) ศึกษาขนาดและการกระจายตัวของอนุภาคอิมัลชัน เมื่อปรับเปลี่ยนองค์ประกอบต่างๆ เช่น Core/wall ratio และ Solid content
- 2) ศึกษาสภาวะการทำงานอื่นๆ ของเทคนิคสเปรย์ทราย เช่น Emulsion feed rate
- 3) ศึกษาความคงตัวของผงน้ำหอม เมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลาต่างๆ
- 4) ในการศึกษาความคงตัวของผงน้ำหอมในผงซักฟอก เมื่อเก็บไว้เป็นระยะเวลาต่างๆ ให้เปรียบเทียบเพิ่มเติมกับ ผงซักฟอกที่ใส่น้ำหอมแบบปกติ และผงซักฟอกที่ใส่ HICAP อย่างเดียวด้วย เพื่อให้ทราบว่า การเสื่อมสภาพของผงซักฟอกนั้น เกิดจากตัวของน้ำหอมเองหรือจากสารหอม

บรรณานุกรม

1. สำนักงานเลขานุการโครงการฉลากเขียว, *TGL-10-R1-10* ข้อกำหนดฉลากเขียวสำหรับผลิตภัณฑ์ซักผ้า, สถาบันสิ่งแวดล้อมไทย, Editor. 2553.
2. Hull, M., P.C. Knight, and A.W. Travill, *Spray-dried material for detergent compositions*. 1988.
3. Nebashi, T., et al., *Detergent composition containing perfume*. 1995.
4. Thompson, K. *Opportunities and Challenges in Encapsulation for Home & personal Care Products*. 2014 [cited 2020 Nov. 9]; Available from: [https://www.formulation.org.uk/images/stories/ie14/09Katherine Thompson - RSC - FSTG - Innovations in Encapsulation 2014.pdf](https://www.formulation.org.uk/images/stories/ie14/09Katherine%20Thompson%20-%20RSC%20-%20FSTG%20-%20Innovations%20in%20Encapsulation%202014.pdf).
5. Hu, J., H.Q. Chen, and Z. Zhang, *Mechanical properties of melamine formaldehyde microcapsules for self-healing materials*. *Materials Chemistry and Physics*, 2009. **118**(1): p. 63-70.
6. Quellet, C. and J. Hotz, *Product*. 2009.
7. Lalgudi, R. *Finding Formaldehyde-Free Substitutes for Encapsulation*. 2017 [cited 2020 Nov. 28]; Available from: Available from: <https://www.pcimag.com/articles/104111-finding-formaldehyde-free-substitutes-for-encapsulation>
8. León, G., et al., *Formaldehyde-free melamine microcapsules as core/shell delivery systems for encapsulation of volatile active ingredients*. *RSC Advances*, 2017. **7**(31): p. 18962-18975.
9. Madene, A., et al., *Flavour encapsulation and controlled release – a review*. *International Journal of Food Science & Technology*, 2006. **41**(1): p. 1-21.
10. สำนักงานมาตรฐานอุตสาหกรรม, มอก.78-2549 มาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรมผงซักฟอก, กระทรวงอุตสาหกรรม, Editor. 2549.
11. Mishra, M.K., *Microencapsulation*. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, 2019: p. 1-35.
12. Ingredient, *Product Data Sheet HI-CAP® 100*. 2015.
13. Altuna, L., M.L. Herrera, and M.L. Foresti, *Synthesis and characterization of*

- octenyl succinic anhydride modified starches for food applications. A review of recent literature.* Food Hydrocolloids, 2018. **80**: p. 97-110.
14. Hogan, S., et al., *Emulsification and microencapsulation property of sodium caseinate/carbohydrate blends.* International Dairy Journal, 2001. **11**: p. 137-144.
 15. Soottitantawat, A., et al., *Microencapsulation by spray drying: Influence of emulsion size on the retention of volatile compounds.* Journal of Food Science, 2003. **68**(7): p. 2256-2262.
 16. Soottitantawat, A., et al., *Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated D-limonene by spray drying.* Innovative food science & emerging technologies., 2005. **6**(1): p. 107-114.
 17. Koupantsis, T., E. Pavlidou, and A. Paraskevopoulou, *Flavour encapsulation in milk proteins – CMC coacervate-type complexes.* Food Hydrocolloids, 2014. **37**: p. 134-142.
 18. Koupantsis, T. and A. Paraskevopoulou, *Flavour retention in sodium caseinate – Carboxymethylcellulose complex coacervates as a function of storage conditions.* Food Hydrocolloids, 2017. **69**: p. 459-465.
 19. Warr, J., S. Fraser, and E. Aussant, *Spray dried powdered detergents with perfume-containing capsules.* 2009.
 20. Anandaraman, S. and G.A. Reineccius, *Stability of Encapsulated Orange Peel Oil.* Food Technology, 1986. **40**: p. 88-93.
 21. Goula, A.M. and K.G. Adamopoulos, *Method for Pomegranate Seed Application in Food Industries: Seed oil encapsulation.* Food and Bioproducts Processing, 2012. **90**: p. 639–652.
 22. G., K.T. and C.J. King, *Volatiles Loss During Atomization in Spray Drying.* AIChE Journal, 1980. **26**: p. 718-725.
 23. Shu, B., et al., *Study on Microencapsulation of Lycopene by Spray-drying.* Journal of Food Engineering, 2006. **76**: p. 664-669.
 24. Tonon, R.V., C. Brabet, and M.D. Hubinger, *Influence of Process Conditions on the Physicochemical Properties of Açai (Euterpe Oleraceae Mart.) Powder Produced by Spray Drying.* Journal of Food Engineering, 2008. **88**: p. 411–418.

25. Rosenberg, M., I.J. Kopelman, and Y. Talmon, *Affecting Retention in Spray-Drying Microencapsulation of Volatile Materials*. *Agricultural and Food Chemistry*, 1990. **38**: p. 1288-1294.
26. Lokuwan, J., *Characteristics of microencapsulated β -carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin*. *Food Hydrocolloids*, 2007. **21**: p. 928–935.





ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

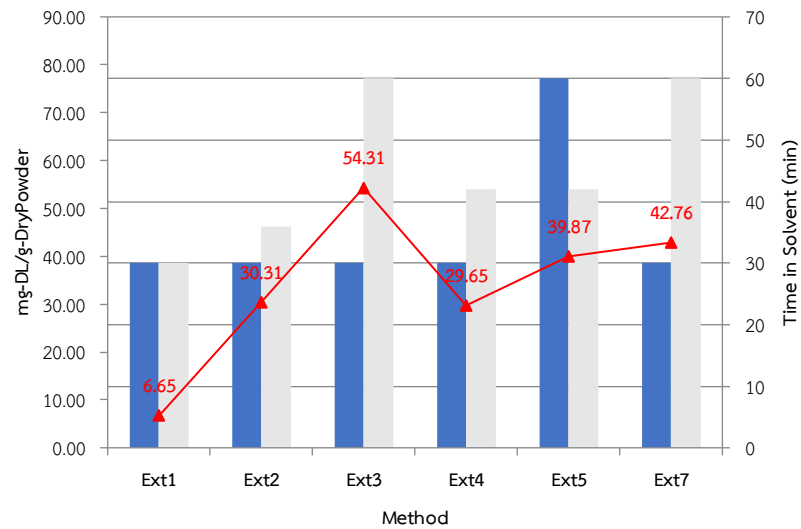
ภาคผนวก ก

วิธีการสกัด D-limonene จากผงน้ำหอม

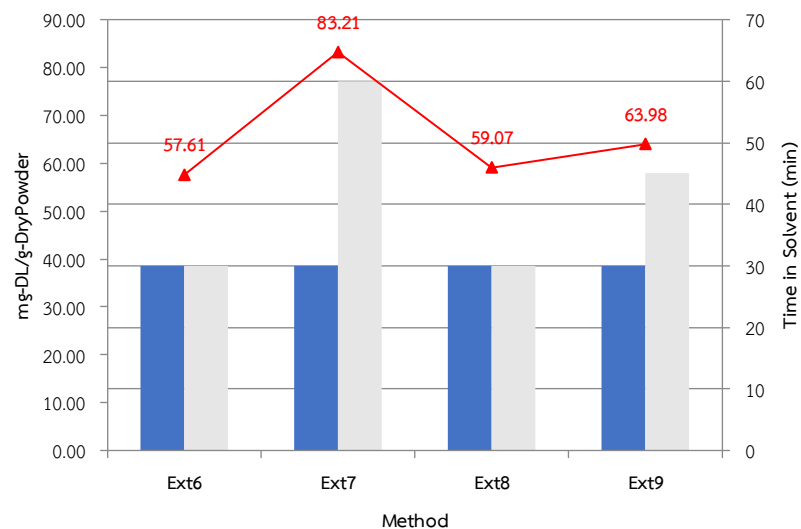
ในการศึกษาปริมาณ D-limonene ที่คงอยู่ในผงน้ำหอม (DL Retention) นั้น วิธีการสกัด D-limonene ออกมาจากผงน้ำหอม เป็นขั้นตอนสำคัญที่ส่งผลต่อค่า DL Retention ที่วัดได้ โดยในงานวิจัยนี้ได้ทดลองทำการสกัดหลากหลายวิธีการ ดังตารางที่ ก.1

ตารางที่ ก.1 วิธีการสกัด D-limonene จากผงน้ำหอม

วิธีการสกัด	Code	คำอธิบายขั้นตอนการสกัด
Ext1	D30 / (S30)	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้ว Sonicate พร้อมกับเขย่าเป็นครั้งคราว เป็นเวลา 30 นาที
Ext2	D30 / (S5+S5) x 6t	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้ว Sonicate 5 นาที สลับกับการเขย่า เป็นจำนวน 6 รอบ
Ext3	D30 / (S5+V5) x 6t	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้ว Sonicate 5 นาที สลับกับ Vortex mixing 5 นาที เป็นจำนวน 6 รอบ
Ext4	D30 / (S5+V2) x 6t	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้ว Sonicate 5 นาที สลับกับ Vortex mixing 2 นาที เป็นจำนวน 6 รอบ
Ext5	D60 / (S5+V2) x 6t	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 60 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้ว Sonicate 5 นาที สลับกับ Vortex mixing 2 นาที เป็นจำนวน 6 รอบ
Ext6	D30 / (SV30)	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที พร้อมกับ Vortex mixing 30 วินาที ทุกๆ 5 นาที
Ext7	D30 / (SV60)	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 60 นาที พร้อมกับ Vortex mixing 30 วินาที ทุกๆ 5 นาที
Ext8	D30 / (HV30)	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้วแช่ใน Water bath 80°C เป็นเวลา 30 นาที พร้อมกับ Vortex mixing 30 วินาที ทุกๆ 5 นาที
Ext9	D30 / (HV30+SV15)	ละลายผงน้ำหอม 0.1g ในน้ำ 4 ml แล้ว Sonicate เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติม Hexane 2 ml แล้วแช่ใน Water bath 80°C เป็นเวลา 30 นาที จากนั้น Sonicate เป็นเวลา 15 นาที พร้อมกับ Vortex mixing 30 วินาที ทุกๆ 5 นาที



รูปที่ ก.1 กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่สกัดได้จากผงน้ำหอม
 ในตัวอย่างที่มีสารหอม STPP : HICAP = 1 : 0.5 (ตัวอย่าง H5)
 ▲ ปริมาณ DL ■ เวลาที่สกัดอยู่ในน้ำ ■ เวลาที่สกัดอยู่ใน Hexane



รูปที่ ก.2 กราฟแสดงปริมาณ D-limonene ที่สกัดได้จากผงน้ำหอม
 ในตัวอย่างที่มีสารหอม STPP : HICAP = 0 : 1 (ตัวอย่าง H8)
 ▲ ปริมาณ DL ■ เวลาที่สกัดอยู่ในน้ำ ■ เวลาที่สกัดอยู่ใน Hexane

หลังจากสกัด D-limonene จากผงน้ำหอมตามวิธีการข้างต้นแล้ว ดูตารางที่ ก.1 ทำการปิ-
เปตตัวอย่าง 1 ml จากชั้นบน (Oil phase) กรองผ่านฟิวเตอร์ขนาด 0.2 μm เติม Tridecane
0.01 ml ซึ่งใช้เป็น Internal standard จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วย GC-FID แล้วคำนวณปริมาณ
D-limonene ที่สกัดได้จากผงน้ำหอมเป็น mg-DL/g-DryPowder ดังสมการ ก.1

$$\text{mg-DL/g-DryPowder} = \frac{\text{Extracted DL (mg)}}{\text{Dry Powder (g)}} \quad (\text{ก.1})$$

โดยที่	mg-DL/g-DryPowder	คือ	น้ำหนัก DL ต่อน้ำหนักของผงน้ำหอม
	Extracted DL	คือ	น้ำหนัก DL ที่สกัดออกมาได้จากผงน้ำหอม (mg)
	Dry Powder	คือ	น้ำหนักของผงน้ำหอม (g)

ผลการหาปริมาณ D-limonene ที่สกัดได้จากผงน้ำหอมด้วยวิธีการต่างๆ แสดงไว้ตามรูปที่ ก.1 และ
รูปที่ ก.2

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล
สถานที่เกิด

ธีราพัฒน์ บุญชัยพัฒน์
กรุงเทพมหานคร



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY