



การศึกษาการเตรียมและการดูดซึมน้ำของเซลล์โลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล



โดย
นายปฏิพัทธ์ กองร้อยอยู่

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร





การศึกษาการเตรียมและการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจล



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2563

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

STUDY ON PREPARATION AND WATER ABSORPTION OF CELLULOSE / OLIGO-
CHITOSAN HYDROGEL



By
MR. Patipat KONGROIYU

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for Master of Engineering (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Department of MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

Graduate School, Silpakorn University

Academic Year 2020

Copyright of Graduate School, Silpakorn University

หัวข้อ การศึกษาการเตรียมและการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโต
ซานไฮโดรเจล
โดย ปฏิพัทธ์ กองร้อยอยู่
สาขาวิชา วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผนก ก แบบ ก 2 ระดับปริญญา
มหาบัณฑิต
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วันชัย เลิศวิจิตรจรัส

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ได้รับพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

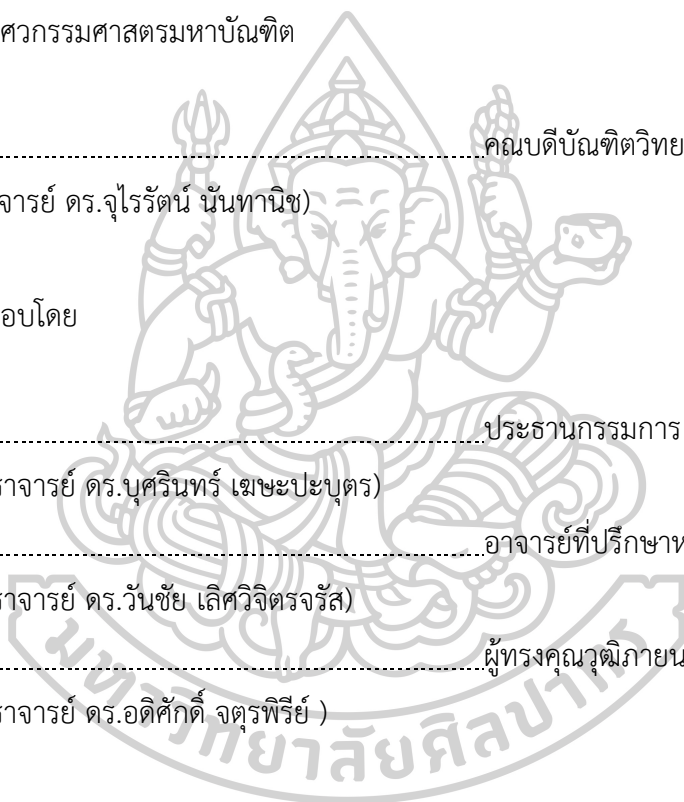
..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.จุไรรัตน์ นันทานิช)

พิจารณาเห็นชอบโดย

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เหมะปะบุตร)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วันชัย เลิศวิจิตรจรัส)

..... ผู้ทรงคุณวุฒิภายนอก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อดิศักดิ์ จตุรพิริย์)



61402215 : วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโท

คำสำคัญ : ไฮโดรเจล, เซลลูโลส, โคลิโคซาน

นาย ปฏิพัทธ์ กองร้อยอยู่: การศึกษาการเตรียมและการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคลิโคซานไฮโดรเจล อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วันชัย เลิศวิจิตรจรัส

วัสดุดูดซึมน้ำเป็นวัสดุที่สามารถสังเคราะห์ได้จากพอลิเมอร์ที่มีความชอบน้ำ เซลลูโลสและโคลิโคซานเป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีศักยภาพจะนำมาเตรียมเป็นวัสดุดูดซึมน้ำได้ ไฮโดรเจลของเซลลูโลสและโอลิโกโคลิโคซานและไฮโดรเจลแบบมีรูพรุนของเซลลูโลสและโอลิโกโคลิโคซานถูกเตรียมขึ้นในงานวิจัยนี้ ความเป็นรูพรุนของไฮโดรเจลเกิดขึ้นมาจากวิธีการเตรียมแบบ high internal phase emulsion (HIPE) อิทธิพลของสัดส่วนระหว่างเซลลูโลสกับโอลิโกโคลิโคซานที่ใช้ในขั้นตอนการเตรียมที่ส่งผลต่อสัญญาณวิทยาและพฤติกรรมการดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลได้รับการศึกษา มวลโมเลกุลเฉลี่ยตามความหนืดของโอลิโกโคลิโคซานที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 214 กรัม/โมล เซลลูโลสและโอลิโกโคลิโคซานถูกเชื่อมขวางโดยใช้อิพิคลอโรไฮดรินในสัดส่วน 20% โดยปริมาตร ปริมาตรของเฟสภายในสำหรับการเตรียมไฮโดรเจลด้วยเทคนิค HIPE เท่ากับ 80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร องค์ประกอบทางเคมี หมู่ฟังก์ชัน ความเป็นผลึก และ สัญญาณวิทยาของไฮโดรเจลที่เตรียมได้ทั้งหมดถูกตรวจสอบด้วยการวิเคราะห์หาองค์ประกอบ Fourier-transform infrared spectrophotometry และ scanning electron microscopy ตามลำดับ เทคนิคการวัดความเป็นรูพรุนด้วยการแทนที่ด้วยปรอทถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์ความเป็นรูพรุนของไฮโดรเจล ไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยเทคนิค HIPE มีความรูพรุนและพื้นที่ผิวสูงกว่าไฮโดรเจลที่เตรียมแบบปกติ สำหรับไฮโดรเจลที่เตรียมโดยใช้วิธีปกติ นั้น ไฮโดรเจลที่เตรียมโดยใช้สัดส่วนระหว่างเซลลูโลสกับโอลิโกโคลิโคซานเท่ากับ 60/40 แสดงค่าการดูดซึมน้ำที่สภาวะสมดุลสูงที่สุดเท่ากับ 780% สำหรับไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยเทคนิค HIPE นั้น ไฮโดรเจลที่เตรียมจากเซลลูโลส 100% มีค่าการดูดซึมน้ำที่สภาวะสมดุลสูงที่สุดเท่ากับ 2500 % ค่าคงที่อัตราการดูดซึมน้ำและค่าคงที่อัตราการคายน้ำของไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยเทคนิค HIPE มีค่าสูงกว่าค่าคงที่อัตราการดูดซึมน้ำและค่าคงที่อัตราการคายน้ำของไฮโดรเจลที่เตรียมแบบปกติ

61402215 : Major (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Keyword : hydrogel, cellulose, chitosan

MR. PATIPAT KONGROIYU : STUDY ON PREPARATION AND WATER ABSORPTION OF CELLULOSE / OLIGO-CHITOSAN HYDROGEL THESIS ADVISOR : ASSISTANT PROFESSOR WANCHAI LERDWIJITJARUD, Ph.D.

Water-absorbing materials can be synthesized from hydrophilic polymers. Cellulose and chitosan are the natural polymers, which have a potential to prepare water-absorbing materials. The conventional cellulose/oligo-chitosan hydrogel and the porous cellulose/oligo-chitosan hydrogel are prepared in present research. A porosity of hydrogel creates from a high-internal-phase-emulsion (HIPE) preparation method. The influence of cellulose/oligo-chitosan ratio in preparation step on morphology and water absorption behavior of hydrogel is investigated. A viscosity-average molar mass of synthesized oligo-chitosan is 214 g/mol. Cellulose and oligo-chitosan were crosslinked by epichlorohydrin at 20% by volume. The volume percentage of an internal phase for hydrogel preparation using HIPE technique is 80. The chemical compositions, functional groups, crystallinity, and morphology of all prepared hydrogels were examined by elemental analysis, Fourier-transform infrared spectrophotometry, X-rays diffraction, and scanning electron microscopy, respectively. Mercury intrusion porosimetry is used to characterize the porosity of hydrogel. For hydrogels prepared by conventional method, hydrogel that prepared by using the ratio of cellulose/oligo-chitosan of 60/40 represents the highest equilibrium water absorption of 780%. For hydrogels synthesized by HIPE technique, all-cellulose hydrogel provides the highest equilibrium water absorption of 2500%. Water-absorption rate constant and water-releasing rate constant of HIPE-synthesized hydrogel are higher than those of conventional-prepared hydrogel.

กิตติกรรมประกาศ

การที่วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สามารถดำเนินการสำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดีนั้นผู้วิจัยต้องขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วันชัย เลิศวิจิตรจรัส อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้การช่วยเหลือ ให้คำแนะนำและชี้แนะแนวทางในการแก้ปัญหาต่างๆที่เกิดขึ้นระหว่างการทำงานวิจัยเป็นอย่างดีเสมอมา

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เมฆะปะบุตร และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อดิศักดิ์ จตุรพิริย์ ที่สละเวลามาเป็นประธานและกรรมการในการสอบวิทยานิพนธ์นี้และยังทำการตรวจสอบข้อบกพร่องต่าง ๆ ในงานวิจัย รวมทั้งการให้คำแนะนำสำหรับการแก้ไขข้อบกพร่องดังกล่าว ทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ทุกท่านที่ได้อบรมสั่งสอนประสิทธิ์ประสาทความรู้ความเข้าใจในด้านต่าง ๆ และขอขอบพระคุณภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร สำหรับการสนับสนุนงานวิจัยในด้านต่าง ๆ ทั้งห้องปฏิบัติการเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย รวมถึงทุนสนับสนุนงานวิจัยและทุนการศึกษาตลอดระยะเวลาที่ทำการศึกษา และการดำเนินงานวิจัยที่ผ่านมา

ขอขอบพระคุณ คุณพินิจ เจียนระลึก นักวิทยาศาสตร์ประจำภาควิชา คุณไพโรจน์ ตั้งสุขธวัช วิศวกรประจำภาควิชา และบุคลากรประจำภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุทุกท่าน ที่คอยช่วยเหลือในการจัดเตรียม อุปกรณ์สารเคมีรวมถึงการดำเนินการด้านการจัดซื้อ จัดจ้าง และดำเนินการเอกสารต่าง ๆ ซึ่งทำให้งานวิจัยนี้สามารถดำเนินมาได้ด้วยความเรียบร้อย

ขอบคุณเพื่อน ๆ พี่ ๆ และน้อง ๆ นักศึกษาปริญญาโททุกคนที่คอยให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา คอยรับฟัง รวมทั้งคอยเป็นกำลังใจให้กันเสมอมา ขอขอบคุณสำหรับมิตรภาพที่ดีที่มีให้กันมาโดยตลอด

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณ พ่อแม่และครอบครัว ที่คอยสั่งสอน ให้กำลังใจ และสนับสนุนมาโดยตลอด ทั้งด้านการศึกษา การดำเนินชีวิต รวมถึงเป็นกำลังใจสำคัญทำให้สามารถก้าวผ่านอุปสรรคต่างๆ ได้มาตลอด

ปฏิพัทธ์ กองร้อยอยู่

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญภาพ.....	ฉุ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 กรอบแนวความคิดงานวิจัย.....	2
1.4 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.5 ขั้นตอนในการดำเนินงานวิจัย.....	3
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากผลงานวิจัย.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 hydrogel.....	5
2.2 cellulose.....	6
2.3 chitosan.....	7
2.4 oligo-chitosan.....	8
2.5 epichlorohydrin.....	8
2.6 porous polymer.....	9
2.7 high internal phase emulsion (HIPEs).....	9

2.8 sorption and release kinetic model	11
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	13
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	18
3.1 วัสดุและวิธีการทดลอง	18
3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	18
3.1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์และทดสอบ	19
3.2 ดัชนีอักษรย่อ	19
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	20
3.3.1 การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีของโอลิโกโคโตซาน	20
3.3.2 การหาปริมาณ internal phase ที่เหมาะสมในระบบการสังเคราะห์ไฮโดรเจลด้วยระบบ high internal phase emulsion.....	21
3.3.3 การเตรียมเซลล์ูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่มีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างเซลล์ูโลสและโอลิโกโคโตซาน	22
3.3.3.1 การเตรียมเซลล์ูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ conventional preparation.....	22
3.3.3.2 การเตรียมเซลล์ูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ HIPE.....	22
3.3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาพื้นฐานวิทยา ของเซลล์ูโลสโคโตซานไฮโดรเจล.....	23
3.3.5 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซึมน้ำและคายน้ำของเซลล์ูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล	24
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	25
4.1 การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีของโอลิโกโคโตซาน.....	25
4.1.1 การเตรียมสารละลายเซลล์ูโลส	25
4.1.2 การเตรียมโอลิโกโคโตซาน	26
4.1.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์โอลิโกโคโตซานที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR).....	27

4.1.4 การหาน้ำหนักโมเลกุลของโคโตซานและโอลิโกโคโตซานที่สังเคราะห์ได้	28
4.2 การหาปริมาณ internal phase และปริมาณสารเชื่อมขวางที่เหมาะสมในระบบการสังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion	29
4.3 การเตรียมเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่มีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซาน	32
4.3.1 การเตรียมเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ conventional preparation	32
4.3.2 การเตรียมเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ high internal phase emulsion.....	34
4.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาสัณฐานวิทยา ของเซลลูโลสโคโตซานไฮโดรเจล	34
4.4.1 การทดสอบหาค่าประกอบธาตุของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล	34
4.4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์เซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)	36
4.4.3 การศึกษาความเป็นผลึกของเซลลูโลสโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล	38
4.4.4 การศึกษาความเป็นรูพรุนของเซลลูโลสโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล	43
4.4.5 การทดสอบสัณฐานวิทยาของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM).....	45
4.5 การทดสอบดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล	49
4.5.1 การศึกษาจลนศาสตร์การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล	51
4.5.2 การศึกษาจลนศาสตร์การคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล	68
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	81
5.1 สรุปผลการทดลอง	81
5.2 ข้อเสนอแนะ	82
ภาคผนวก.....	83
ภาคผนวก ก. ตัวอย่างการคำนวณ.....	84

รายการอ้างอิง 92

ประวัติผู้เขียน 97



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 4.1.1 ค่าความหนืดและน้ำหนักโมเลกุลของโคโคซานและโอลิโกโคโคซาน.....	28
ตารางที่ 4.3.1 ความเข้มข้นของสารต่างๆในการสังเคราะห์เซลลูโลส/โอลิโกโคโคซานไฮโดรเจล	32
ตารางที่ 4.3.2 ปริมาณสัดส่วนของสารตั้งต้นในระบบการสังเคราะห์และเปอร์เซ็นต์ผลผลิต.....	33
ตารางที่ 4.3.3 ปริมาณสัดส่วนของสารตั้งต้นในระบบการสังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion (HIPE).....	34
ตารางที่ 4.4.1 องค์ประกอบของ เซลลูโลส, โอลิโกโคโคซาน และเซลลูโลส/โอลิโกโคโคซานไฮโดรเจล	35
ตารางที่ 4.4.2 องค์ประกอบของเซลลูโลส/โอลิโกโคโคซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE).....	36
ตารางที่ 4.4.3 ปริมาณผลึกของไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยระบบ conventional preparation.....	40
ตารางที่ 4.4.4 ปริมาณผลึกของไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยระบบ HIPE โดยถูกเชื่อมขวางด้วยอีพิกลอโรไฮดริน	41
ตารางที่ 4.4.5 ผลการทดสอบหาความเป็นรูพรุนด้วยเทคนิค mercury intrusion porosimetry ของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation.....	43
ตารางที่ 4.4.6 ผลการทดสอบหาความเป็นรูพรุนด้วยเทคนิค mercury intrusion porosimetry ของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE).....	44
ตารางที่ 4.5.1 ข้อมูลการเปรียบเทียบ โมเดลที่นำมาอธิบายพฤติกรรมการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/ โอลิโกโคโคซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation	52
ตารางที่ 4.5.2 ข้อมูลการเปรียบเทียบแบบจำลองที่นำมาอธิบายพฤติกรรมการคายน้ำของเซลลูโลส/ โอลิโกโคโคซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE).....	60
ตารางที่ 4.5.3 การเปรียบเทียบค่าคงที่อัตราการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโคซานไฮโดรเจล ด้วย pseudo second order model	67

ตารางที่ 4.5.4 ข้อมูลการเปรียบเทียบ โมเดลที่นำมาอธิบายพฤติกรรมการคายนํ้าของเซลลูโลส/โพลิ
 โกลิโคไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation..... 69

ตารางที่ 4.5.5 ข้อมูลการเปรียบเทียบแบบจำลองที่นำมาอธิบายพฤติกรรมการคายนํ้าของเซลลูโลส/
 โพลิโกลิโคไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) 75

ตารางที่ 4.5.6 ข้อมูลการเปรียบเทียบแบบจำลองที่นำมาอธิบายพฤติกรรมการคายนํ้าของเซลลูโลส/
 โพลิโกลิโคไคโตซานไฮโดรเจล..... 80



สารบัญภาพ

หน้า

ภาพที่ 2.1.1 การสังเคราะห์ไฮโดรเจลด้วยระบบ three-dimensional polymerization	5
ภาพที่ 2.2.1 โครงสร้าง cellulose	6
ภาพที่ 2.2.2 แสดงโครงสร้างอนุพันธ์ของเซลลูโลส	6
ภาพที่ 2.3.1 โครงสร้าง chitin	7
ภาพที่ 2.3.2 โครงสร้างของ chitosan	7
ภาพที่ 2.5.1 โครงสร้างทางเคมีของ epichlorohydrin	8
ภาพที่ 2.5.2 กลไกการเชื่อมขวางด้วย epichlorohydrin กับหมู่ไฮดรอกซิล	8
ภาพที่ 2.7.1 ภาพ SEM ของ poly(HIPE)	9
ภาพที่ 2.7.2 แบบจำลองการสังเคราะห์ด้วยระบบอิมัลชัน	10
ภาพที่ 2.9.1 แสดงสัญญาณวิทยาของชิ้นงานด้วยเทคนิค SEM a, b, c คือชิ้นงานที่ cure ด้วยความร้อน และ d, e, f คือชิ้นงานที่ cure ด้วยความเย็น	14
ภาพที่ 2.9.2 แสดงปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสและไคโตซาน	14
ภาพที่ 2.9.3 สัญญาณวิทยาของชิ้นงานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsions	15
ภาพที่ 2.9.4 (a) แสดง micro-gel อยู่ใน continuous phase (b) micro-gel เกิดการรวมตัวกัน	16
ภาพที่ 2.9.5 (a) แผนภาพความสามารถในการดูดซับน้ำบริสุทธิ์ (b) แผนภาพเปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับน้ำที่ pH ต่างๆ (c) CMC gel ที่ทำการทดสอบการบวมน้ำ	16
ภาพที่ 2.9.6 กลไกการเชื่อมขวางด้วย epichlorohydrin	17
ภาพที่ 2.9.7 ความสามารถในการดูดซับน้ำของชิ้นงาน	17
ภาพที่ 4.1.1 สารละลายเซลลูโลสที่ความเข้มข้นต่างๆ หลังการละลายที่อุณหภูมิ -10 องศาเซลเซียส	26

ภาพที่ 4.1.2 A) สารละลายโคโตซาน B) สารละลายโคโตซานหลังการตัดสายโซ่ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และ C) สารที่ได้หลังจากทำการตกตะกอนด้วยเอทานอล.....	26
ภาพที่ 4.1.3 FTIR spectrum ของโคโตซานและโอลิโกโคโตซาน	27
ภาพที่ 4.1.4 การหา intrinsic viscosity ของโคโตซาน	28
ภาพที่ 4.1.5 การหา intrinsic viscosity ของโอลิโกโคโตซาน	29
ภาพที่ 4.2.1 ระบบอิมัลชันเมื่อเติม internal phase 76, 80 และ 85 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร.....	30
ภาพที่ 4.2.2 สารละลายอิมัลชันที่มีการเติม internal phase 80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรทดสอบด้วยเครื่อง optical microscope.....	30
ภาพที่ 4.2.3 สารละลายเซลลูโลสหลังจากเติมอีพิคลอโรไฮดริน 10, 15, 20 และ 25 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ทดสอบด้วยกล้องดิจิทัล.....	31
ภาพที่ 4.2.4 ชิ้นงานเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ในระบบ high internal phase emulsions	31
ภาพที่ 4.3.1 ปฏิกริยาเคมีของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานและอีพิคลอโรไฮดริน.....	33
ภาพที่ 4.4.1 FTIR spectrum ของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วย ระบบ conventional preparation	37
ภาพที่ 4.4.2 FTIR spectrum ของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลสังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE 37	
ภาพที่ 4.4.3 XRD pattern ของเซลลูโลส โคโตซานและโอลิโกโคโตซาน.....	38
ภาพที่ 4.4.4 XRD pattern ของไฮโดรเจลที่เตรียมได้จากการเชื่อมขวางด้วยอีพิคลอโรไฮดริน ด้วยระบบ conventional preparation.....	39
ภาพที่ 4.4.5 XRD pattern ของไฮโดรเจลที่เตรียมได้จากการเชื่อมขวางด้วยอีพิคลอโรไฮดรินด้วยระบบ HIPE.....	41
ภาพที่ 4.4.6 สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจล ที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE ในกระบวนการทำแห้งแบบต่างๆ	45
ภาพที่ 4.4.7 ภาพ SEM ของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล ก่อนคูดน้ำ.....	46
ภาพที่ 4.4.8 ภาพ SEM ของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล หลังคูดน้ำ	46
ภาพที่ 4.4.9 สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ conventional และ HIPE.....	47

ภาพที่ 4.4.10	สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE ก่อนและ หลังดูดซึมน้ำ.....	47
ภาพที่ 4.4.11	สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE ก่อนทดสอบดูดซึมน้ำโดยการทำแห้งด้วยวิธี CPD ทดสอบด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่า.....	48
ภาพที่ 4.4.12	สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE หลังทดสอบดูดซึมน้ำโดยการทำแห้งด้วยวิธี Freeze dry ทดสอบด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่า.....	49
ภาพที่ 4.5.1	ความสามารถในการดูดซึมน้ำของชิ้นงานไฮโดรเจลหลังจากแช่น้ำเวลา 2 วัน.....	50
ภาพที่ 4.5.2	การดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ conventional preparation.....	52
ภาพที่ 4.5.3	การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลกับแบบจำลองการดูดซึมน้ำต่างๆ	53
ภาพที่ 4.5.4	การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล ในช่วงเวลา 0-70 นาที วิเคราะห์ด้วยแบบจำลอง pseudo first-order model.....	55
ภาพที่ 4.5.5	การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลวิเคราะห์ด้วยแบบจำลอง pseudo second-order model.....	57
ภาพที่ 4.5.6	การดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion.....	60
ภาพที่ 4.5.7	การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับแบบจำลองการดูดซึมน้ำต่างๆ.....	61
ภาพที่ 4.5.8	การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase (HIPE) ในช่วงเวลาที่ 0-70 นาที วิเคราะห์ด้วย pseudo first-order model	63
ภาพที่ 4.5.9	การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase (HIPE) วิเคราะห์ด้วย pseudo second-order model.....	65
ภาพที่ 4.5.10	การคายน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ conventional preparation.....	69
ภาพที่ 4.5.11	การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation ด้วยแบบจำลองการคายน้ำต่างๆ.....	70
ภาพที่ 4.5.12	การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation กับ Higuchi model	72

ภาพที่ 4.5.13 การคายนํ้าของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion..... 75

ภาพที่ 4.5.14 การเปรียบเทียบข้อมูลการคายนํ้าของเซลลูโลส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์
ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับโมเดลการดูดซึมต่างๆ..... 76

ภาพที่ 4.5.15 การเปรียบเทียบข้อมูลการคายนํ้าของเซลลูโลส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์
ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับ Higuchi model..... 78



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันสังคมไทยกำลังเข้าสู่สังคมผู้สูงอายุ เนื่องจากมีจำนวนประชากรผู้สูงอายุเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว ผลิตภัณฑ์และเครื่องใช้ด้านสุขภาพจึงจำเป็นต่อการใช้ชีวิตประจำวันของผู้สูงอายุที่มีปัญหาด้านสุขภาพ ผ้าอ้อมอนามัยเป็นผลิตภัณฑ์ด้านสุขภาพที่สามารถช่วยอำนวยความสะดวกในการใช้ชีวิตประจำวันของผู้สูงอายุ และบุคคลที่ประสบปัญหาสุขภาพด้านระบบการขับถ่าย เนื่องจากผ้าอ้อมอนามัยสามารถดูดซับและเก็บกักของเหลวได้อย่างมีประสิทธิภาพ องค์ประกอบของผ้าอ้อมอนามัยที่สำคัญ คือ วัสดุดูดซับ (absorbent materials) เป็นวัสดุที่สังเคราะห์มาจากพอลิเมอร์ที่มีความชอบน้ำ (hydrophilic polymers) โครงสร้างของวัสดุดูดซับเป็นโครงสร้างแบบร่างแห เมื่อวัสดุมีน้ำภายในโครงสร้างจะถูกเรียกว่า ไฮโดรเจล (hydrogel) ไฮโดรเจลเป็นวัสดุที่มีความสามารถในการดูดซับน้ำได้ดีเยี่ยมและมีความยืดหยุ่นสูง โดยส่วนใหญ่สังเคราะห์มาจากพอลิเมอร์สังเคราะห์ (synthetic polymer) เช่น poly(acrylic acid), poly(acrylamide) และ poly(vinyl alcohol) เป็นต้น ผ้าอ้อมอนามัยเป็นวัสดุสิ้นเปลืองใช้เพียงครั้งเดียว อีกทั้งในปัจจุบันพอลิเมอร์ที่นิยมนำมาผลิตเป็นผ้าอ้อมอนามัยคือ พอลิเมอร์ที่ไม่สามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ จึงยากต่อการทำลายและก่อให้เกิดปัญหาด้านสิ่งแวดล้อม

พอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradable polymer) และมีความชอบน้ำ (hydrophilic polymers) ที่น่าสนใจในปัจจุบัน คือ เซลลูโลส (cellulose) และ ไคโตซาน (chitosan) เนื่องจากสายโซ่ของพอลิเมอร์ประกอบด้วย หมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) อีกทั้งไคโตซานมีหมู่เอมีน (amine group) ซึ่งทั้งสองหมู่ฟังก์ชันสามารถเกิดแรงอันตรกิริยากับน้ำด้วยพันธะไฮโดรเจนได้ดีจึงสามารถสังเคราะห์เป็นวัสดุดูดซับน้ำได้ดีเยี่ยม ไคโตซานเป็นพอลิเมอร์ที่ไม่สามารถละลายน้ำได้จึงยากต่อการสังเคราะห์ในระบบที่มีน้ำเป็นตัวกลาง อย่างไรก็ตามหากไคโตซานถูกตัดสายโซ่ให้สั้นลงกลายเป็นโอลิโกไคโตซาน (oligo-chitosan) จะสามารถละลายน้ำได้

ความสามารถในการดูดซับน้ำของวัสดุดูดซับน้ำจะขึ้นกับชนิดของพอลิเมอร์ที่มีความชอบน้ำ พื้นที่ผิวสัมผัส และความเป็นรูพรุนของวัสดุ ซึ่งความเป็นรูพรุนของวัสดุดูดซับน้ำจะส่งผลทำให้เกิดแรงอันตรกิริยาระหว่างพอลิเมอร์กับน้ำเกิดมากขึ้น และสามารถเก็บกักน้ำภายในโครงสร้างได้การเพิ่มความชื้นของวัสดุทำให้พื้นที่ผิวสัมผัสของวัสดุเพิ่มมากขึ้น วิธีการเพิ่มความชื้นให้กับวัสดุที่น่าสนใจวิธีหนึ่ง คือ การสังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsions (HIPE) ซึ่งเป็น

กระบวนการสังเคราะห์แบบอิมัลชันโดยใช้ปริมาตร internal phase มากกว่า 74 % โดยปริมาตร ซึ่งสามารถทำให้วัสดุเกิดรูพรุนมากขึ้นได้

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุดูดซึมน้ำจากเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซาน โดยการสังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsions (HIPE) เพื่อเพิ่มปริมาณรูพรุนให้กับวัสดุโดยคาดหวังว่าจะสามารถเพิ่มความสามารถในการดูดซึมน้ำ

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์เซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลแบบรูพรุนด้วยระบบ high internal phase emulsions (HIPE)
- 1.2.2 เพื่อศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานที่ใช้ในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลที่ส่งผลต่อสัญญาณวิทยาและสมบัติการดูดซึมน้ำและการคายน้ำของวัสดุ

1.3 กรอบแนวความคิดงานวิจัย

วัสดุดูดซึมน้ำภายในผ้าอ้อมอนามัย เป็นวัสดุสิ้นเปลืองใช้เพียงครั้งเดียวพอลิเมอร์ที่ใช้ในปัจจุบันยากต่อการย่อยสลาย ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดสังเคราะห์วัสดุดูดซึมน้ำจากเซลลูโลสและโคโตซาน ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เตรียมวัสดุดูดซึมน้ำด้วยระบบการสังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion (HIPE) และศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานที่ส่งผลต่อสัญญาณวิทยา สมบัติการดูดซึมน้ำและการคายน้ำของวัสดุ

1.4 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.4.1 ศึกษาความเข้มข้นของเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานภายในตัวทำ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักต่อปริมาตรที่เตรียมในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย
- 1.4.2 ศึกษาความเข้มข้นสารเชื่อมขวางที่ส่งผลต่อสัญญาณวิทยาและความสามารถในการดูดซึมน้ำและความสามารถในการอุ้มน้ำของไฮโดรเจลสารเชื่อมขวางที่ใช้ในงานวิจัยคืออิพิคลอโรไฮดรินโดยความเข้มข้นสารเชื่อมขวาง ที่ทำการศึกษาคือ 20 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตรเทียบกับสัดส่วนสัญญาณต่อเนื้อ

1.5 ขั้นตอนในการดำเนินงานวิจัย

- 1.5.1 ศึกษาเอกสาร และค้นคว้างานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- 1.5.2 ออกแบบวิธีการทดลอง และวางแผนการทดลอง
- 1.5.3 คำนวณหาปริมาณสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ในแต่ละการทดลอง แล้วดำเนินการจัดหา
- 1.5.4 ดำเนินงานวิจัย แบ่งการดำเนินงานวิจัยเป็น 3 ตอน ดังนี้

ตอนที่ 1 การเตรียมโอลิโกโคโตซานและการเตรียมระบบการสังเคราะห์เซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานด้วยการเตรียมแบบปกติ (conventional preparation)

ขั้นตอนที่ 1 เตรียมสารละลายเซลลูโลสที่เหมาะสม เตรียมในระบบตัวทำละลาย NaOH/Urea/water ในอัตราส่วนผสม 7/12/81 เปอร์เซ็นต์โดยมวล
 ขั้นตอนที่ 2 เตรียมสารตั้งต้นโอลิโกโคโตซาน โดยการตัดสายโซ่โคโตซานด้วยกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เพื่อสามารถเตรียมไฮโดรเจลในระบบตัวทำละลาย NaOH/Urea ได้
 ขั้นตอนที่ 3 เตรียมเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยการเตรียมแบบปกติ (conventional preparation) โดยศึกษาสัดส่วนระหว่างเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซาน และใช้ฮิพคโลโรไฮดรินเป็นสารเชื่อมขวาง

ตอนที่ 2 การศึกษาการสังเคราะห์เซลลูโลสโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE)

เตรียมไฮโดรเจลในระบบ high internal phase emulsion (HIPE) โดยใช้โพลูอินทำหน้าที่เป็น internal phase และใช้สารเสถียรอิมัลชัน คือ โซเดียมโดเดควิลเฟต (SDS) ใช้ฮิพคโลโรไฮดรินทำหน้าที่เป็นสารเชื่อมขวางทางเคมี โดยปรับสัดส่วนระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซาน ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

ตอนที่ 3 การทดสอบสมบัติต่างๆของชิ้นงานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้

นำชิ้นงานไฮโดรเจลดำมาบดแล้วทดสอบเอกลักษณ์ทางเคมีด้วยเทคนิค FTIR, XRD และ elemental analysis และทดสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และตรวจสอบความเป็นรูพรุนด้วยเทคนิค mercury intrusion porosity (MIP) จากนั้นจะทดสอบความสามารถในการดูดซึมน้ำและการคายน้ำของไฮโดรเจล

1.5.5 วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

1.5.6 จัดทำเล่มรายงานวิทยานิพนธ์

1.5.7 เสนอผลงานวิจัย

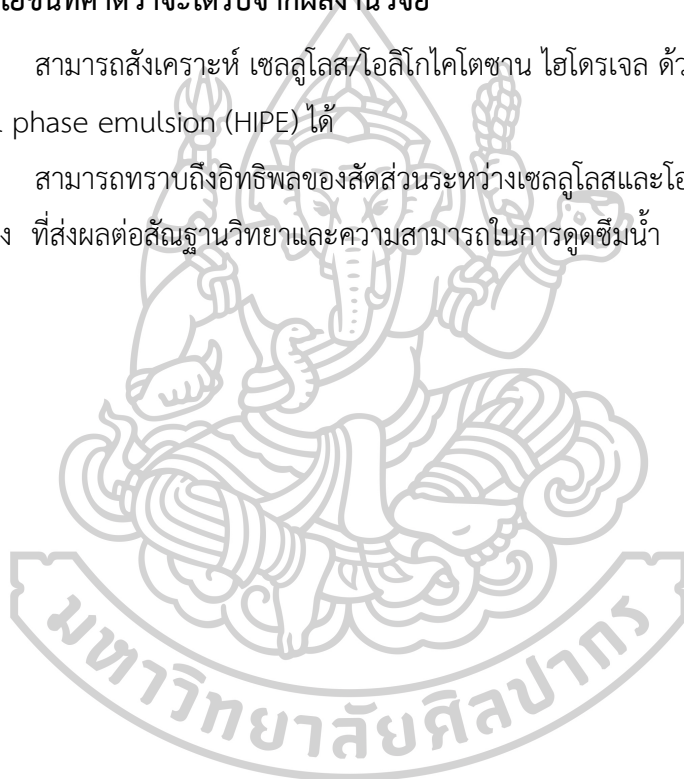
1.5.7.1 การสอบโครงงานวิจัย

1.5.7.2 บทความวิจัยหรือนำเสนอผลงานวิจัยในการประชุมวิชาการ ที่มีรายการประชุมฉบับเต็ม

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากผลงานวิจัย

1.6.1 สามารถสังเคราะห์ เซลลูโลส/โอลิโกไคโตซาน ไฮโดรเจล ด้วยระบบการสังเคราะห์ high internal phase emulsion (HIPE) ได้

1.6.2 สามารถทราบถึงอิทธิพลของสัดส่วนระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกไคโตซานภายใน ภูมิภาคต่อเนื่อง ที่ส่งผลต่อสัณฐานวิทยาและความสามารถในการดูดซึมน้ำ



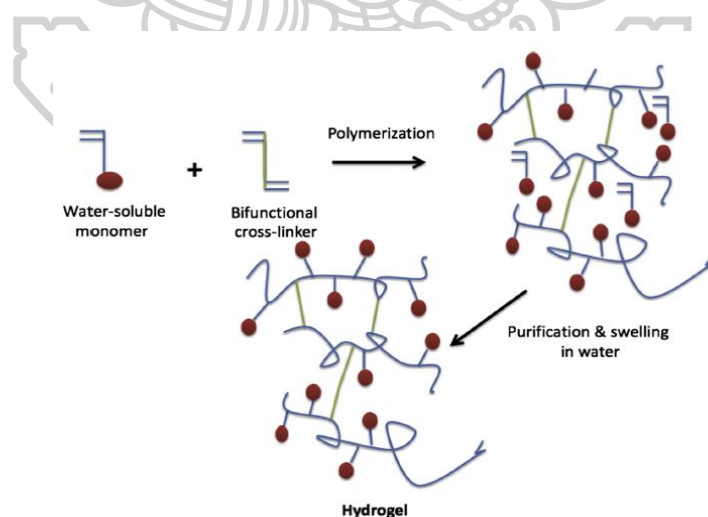
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 hydrogel

ไฮโดรเจล เป็นวัสดุพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่มีโครงสร้างเป็นร่างแห และมีความสามารถในการบวมน้ำ พอลิเมอร์ที่สามารถนำมาสังเคราะห์เป็นไฮโดรเจลเพื่อใช้ประโยชน์ในด้านการดูดซับน้ำจะเป็นพอลิเมอร์ชนิดชอบน้ำ (hydrophilic polymer) เช่น poly(acrylic acid), poly(acrylamide) และ poly(vinyl alcohol) เป็นต้น ซึ่งพอลิเมอร์เหล่านี้จะมีหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดแรงอันตรกิริยากับน้ำได้ โดยการเกิดแรงอันตรกิริยาจะเป็นแรงระหว่างโมเลกุลแบบพันธะไฮโดรเจน น้ำจึงสามารถเข้าไปอยู่ในโครงสร้างของไฮโดรเจลได้ [1] ไฮโดรเจลนิยมนำมาใช้งานด้านการดูดซับ เช่น ผ้าอ้อมอนามัยของเด็ก ดินวิทยาศาสตร์ เป็นต้น เนื่องจากมีความสามารถในการดูดซับที่ดีเยี่ยม อีกทั้งยังสามารถยืดหยุ่นได้และอุ้มน้ำได้ดี [2]

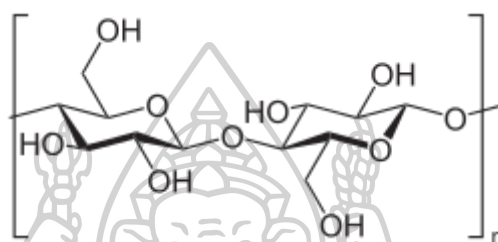
ไฮโดรเจลมีโครงสร้างเป็น 3 มิติ โดยไฮโดรเจลสามารถแบ่งตามลักษณะการเชื่อมขวาง ได้ 2 ประเภท ได้แก่ ไฮโดรเจลที่มีการเชื่อมขวางทางเคมี และไฮโดรเจลที่มีการเชื่อมขวางเชิงกายภาพ โดยทั่วไปจะนิยมสังเคราะห์ไฮโดรเจลที่มีการเชื่อมขวางทางเคมี ซึ่งการเชื่อมขวางของไฮโดรเจลจะทำให้โครงสร้างมีพื้นที่ว่างในการเกิดแรงอันตรกิริยากับน้ำได้ กลไกการจำลองการเชื่อมขวางของไฮโดรเจล แสดงในภาพที่ 2.1.1 [3]



ภาพที่ 2.1.1 การสังเคราะห์ไฮโดรเจลด้วยระบบ three-dimensional polymerization [3]

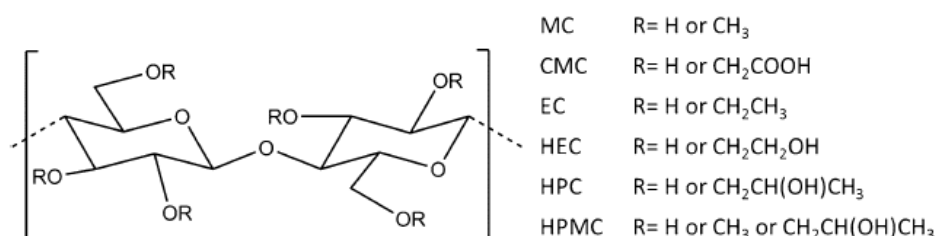
2.2 cellulose

cellulose เป็นพอลิเมอร์ที่ได้มาจากส่วนที่เป็นผนังเซลล์ของพืช ซึ่งจะพบอยู่ร่วมกับ เฮมิเซลลูโลสและลิกนิน โดยการได้มาของเซลลูโลสจะนำพืชมาผ่านกระบวนการทางกายภาพ หรือ กระบวนการทางเคมี เพื่อให้ได้เป็นเซลลูโลสบริสุทธิ์ เซลลูโลสเป็นพอลิแซ็กคาไรด์สายโซ่ตรงที่มีมอนอเมอร์ คือ กลูโคส ที่มีการต่อกันด้วยพันธะ β (1, 4) glycosidic bond แสดงดังภาพที่ 2.2.1 โครงสร้างของเซลลูโลสจะเป็น semicrystalline โดยจะมีส่วนผลึกมากกว่าส่วนอสัณฐาน [4]



ภาพที่ 2.2.1 โครงสร้าง cellulose [5]

เซลลูโลสมีหลายอนุพันธ์สมบัติของอนุพันธ์เซลลูโลสจะขึ้นอยู่กับปริมาณผลึก หมู่ฟังก์ชันและการจัดเรียงตัว เซลลูโลสมีหมู่ฟังก์ชันหลัก คือ หมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งทำให้เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ที่มีความชอบน้ำ (hydrophilic polymer) เนื่องจากสามารถเกิดอันตรกิริยากับน้ำได้ดี แต่เซลลูโลสจะไม่สามารถละลายได้ในน้ำและตัวทำละลายทั่วไป ตัวอย่างอนุพันธ์ของเซลลูโลส คือ methyl cellulose (MC), carboxymethyl cellulose (CMC), ethyl cellulose (EC), hydroxyethyl cellulose (HEC), hydroxypropyl cellulose (HPC), และhydroxypropylmethyl cellulose (HPMC) โครงสร้างแสดงดังภาพที่ 2.2.2

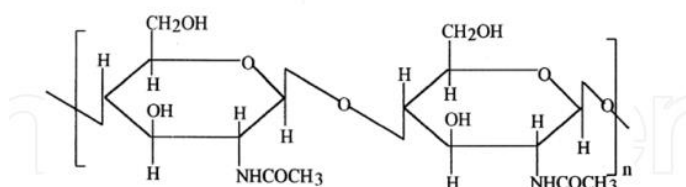


ภาพที่ 2.2.2 แสดงโครงสร้างอนุพันธ์ของเซลลูโลส [4]

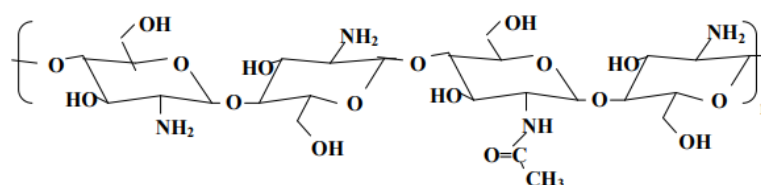
ลักษณะเด่นของเซลลูโลส คือ เป็นพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เข้ากันกับเนื้อเยื่อสิ่งมีชีวิตได้ สายโซ่พอลิเมอร์มีแข็งแกร่ง (chain stiffness) นิยมนำใช้งานด้านการถักทอ บรรจุภัณฑ์ การเคลือบกระดาษ ด้านการแพทย์ เป็นต้น วัสดุดูดซับที่สังเคราะห์มาจากเซลลูโลสนิยมนำมาใช้งานเป็นดินวิทยาศาสตร์เพื่อใช้เป็นตัวดูดซับและอุ้มน้ำในพื้นที่แห้งแล้ง [6]

2.3 chitosan

ไคโตซาน เป็นพอลิแซคคาไรด์ที่สังเคราะห์มาจากไคตินโดยผ่านปฏิกิริยา deacetylation ไคโตซานเป็นไบโอพอลิเมอร์ที่ไม่มีพิษ และมีหมู่ฟังก์ชันคือ หมู่อะมิโน ไคโตซานมีความสามารถในการยับยั้งการขยายบริเวณของเชื้อแบคทีเรียได้ [7]



ภาพที่ 2.3.1 โครงสร้าง chitin [8]



ภาพที่ 2.3.2 โครงสร้างของ chitosan [7]

ไคโตซานมีหมู่อะมิโนและคาร์บอกซิล ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่มีความสามารถในการดูดซับน้ำได้รวดเร็ว ไคโตซานเป็นพอลิแซคคาไรด์ที่มีมอนอเมอร์คือ glucosamine และ N-acetylglucosamine อยู่ในปริมาณเล็กน้อย มีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 100-2000 kDa โดยโครงสร้างของไคโตซานจะมีส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic group) คือ หมู่อะมิโนแอสีทิล (-NHC(=O)CH₃) และส่วนที่ชอบน้ำคือ ฟังก์ชันอะมิโนและคาร์บอกซิล ซึ่งหมู่อะมิโนและคาร์บอกซิลสามารถเกิดแรงอันตรกิริยาดัวยพันธะไฮโดรเจนกับน้ำได้ดี จึงทำให้ไคโตซานสามารถดูดซับน้ำได้ [9] ลักษณะเด่นของไคโตซาน คือ เป็นพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และสามารถยับยั้งการแพร่

เชื้อของแบคทีเรียได้ แต่ข้อเสียของไคโตซาน คือ ไม่สามารถละลายน้ำได้ทำให้ยากในการสังเคราะห์ เพื่อแปรรูปเป็นผลิตภัณฑ์ ไคโตซานจะละลายในสารละลายที่มีสภาวะเป็นกรดเท่านั้น [10]

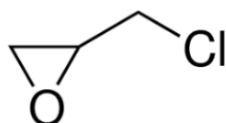
2.4 oligo-chitosan

โอลิโกไคโตซานเป็นอนุพันธ์ขนาดเล็กที่ได้มาจากการตัดสายโซ่ (depolymerization) ของไคโตซาน ซึ่งไคโตซานจะถูกตัดสายโซ่ให้สั้นลงแล้วจนได้น้ำหนักโมเลกุลน้อยลงเหลือประมาณ 16 kDa จึงเรียกว่าโอลิโกไคโตซาน (oligo-chitosan) โอลิโกไคโตซานจะสามารถละลายน้ำได้ วิธีการตัดสายโซ่ไคโตซานที่นิยมในปัจจุบัน คือ [11]

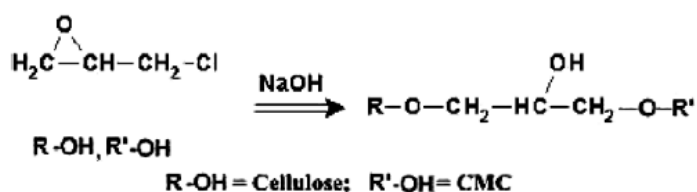
- enzymatic chitosan depolymerization
- chitosan depolymerization by nitrous acid
- chitosan depolymerization by hydrochloric acid
- chitosan depolymerization by hydrogen peroxide

2.5 epichlorohydrin

อิพิคลอโรไฮดริน (epichlorohydrin) เป็นสารเชื่อมขวางที่นิยมใช้กับเซลลูโลส มีโครงสร้างดังภาพที่ 2.5.1 อิพิคลอโรไฮดรินเป็นสารประกอบไม่มีสี ไม่มีกลิ่น สามารถละลายได้ในสารละลายที่มีขี้ มีน้ำหนักโมเลกุลน้อยและนิยมใช้ในอุตสาหกรรมเกี่ยวกับตัวทำละลายและพื้นผิวในอุตสาหกรรมการผลิตยา กลไกการเชื่อมขวางของอิพิคลอโรไฮดรินสามารถเชื่อมขวางบริเวณหมู่ไฮดรอกซิล แสดงดังภาพที่ 2.5.2 [12]



ภาพที่ 2.5.1 โครงสร้างทางเคมีของ epichlorohydrin [13]



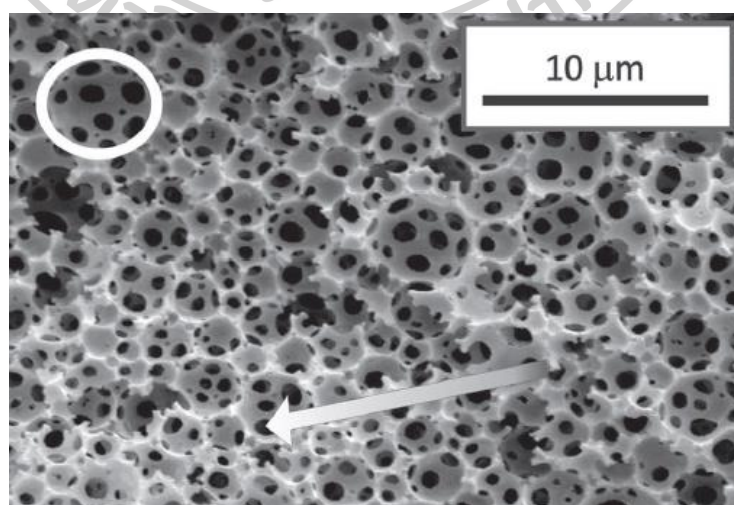
ภาพที่ 2.5.2 กลไกการเชื่อมขวางด้วย epichlorohydrin กับหมู่ไฮดรอกซิล [14]

2.6 porous polymer

พอลิเมอร์ที่โครงสร้างเป็นรูพรุน (porous) หรือมีช่องว่างภายในโครงสร้างจะทำให้วัสดุมีน้ำหนักน้อย มีพื้นที่ผิวสัมผัสมากจึงนิยมสังเคราะห์วัสดุเพื่อใช้เป็นวัสดุดูดซับหรือตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากการมีรูพรุนในโครงสร้างจะทำให้สามารถกักเก็บสารเข้ามายังโครงสร้างได้มากกว่าวัสดุทั่วไป ลักษณะการเกิดรูพรุนของวัสดุจะแบ่งออกเป็นทั้งหมด 3 แบบ คือ 1. รูพรุนที่มีขนาดใหญ่ (first level) จะเกิดขึ้นระหว่างการสังเคราะห์ทันที ในบริเวณที่ไม่เกิดปฏิกิริยา polymerization เมื่อกำจัดมอนอเมอร์ออกจึงเกิดเป็นช่องว่าง 2. รูพรุนที่เกิดจาก droplet (secondary level) เป็นลักษณะที่เกิดจากการหยดสารลงไปทำให้รูพรุนสามารถเชื่อมถึงกันได้ และสุดท้าย 3. รูพรุนแบบ bulk pore รูพรุนนี้เกิดมาจากการที่มีรูพรุนจำนวนมากทำให้เกิดการรวมตัวกันเป็นโพรงจึงเป็นช่องว่างมีใหญ่มาก [15, 16]

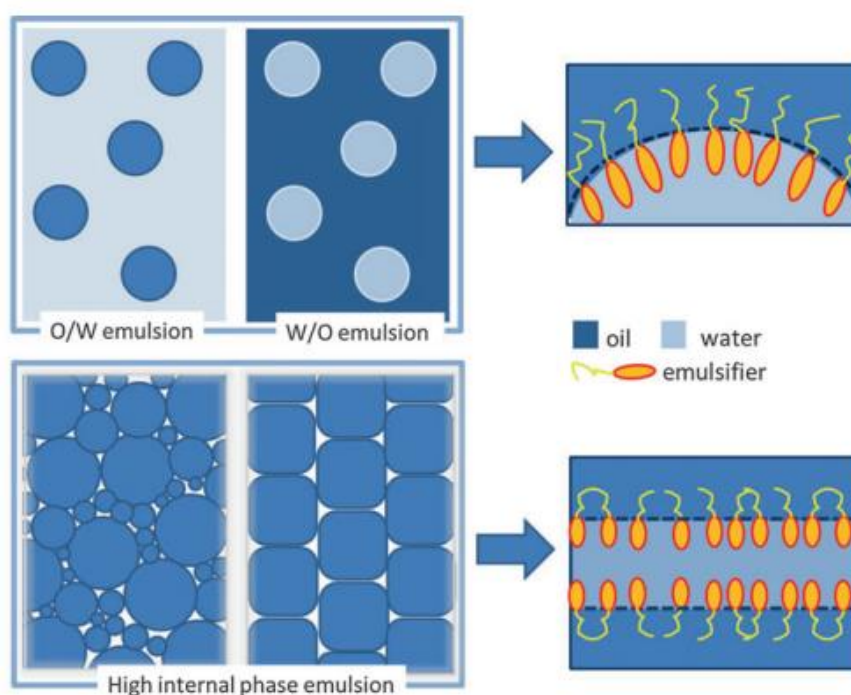
2.7 high internal phase emulsion (HIPEs)

การสังเคราะห์ด้วยวิธี high internal phase emulsion คล้ายคลึงกับการสังเคราะห์แบบ emulsion แตกต่างกันที่จะมีการหยด internal phase มากกว่า 74% เทียบกับปริมาตรทั้งหมด ซึ่ง phase ที่หยดลงไปจะมีรูปร่างเป็น spheres การสังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion นั้นได้รับความสนใจในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง หรือการเตรียมโฟม ระบบการสังเคราะห์แบบ oil in water โดยที่วัสดุภาค oil เป็น internal phase เมื่อทำการสังเคราะห์ออกมาจะทำให้ได้พอลิเมอร์แบบมีรูพรุนดังภาพที่ 2.6.1



ภาพที่ 2.7.1 ภาพ SEM ของ poly(HIPE) [17]

พอลิเมอร์ที่เตรียมด้วยระบบ high internal phase emulsions (HIPEs) จะถูกเรียกว่า polyHIPEs โดยระบบจะมีการใช้มอนอเมอร์ร่วมกับสารเชื่อมขวางและสารเสถียรอิมัลชัน พร้อมกับ การหยดวิภาคของเหลวลงในสารละลายอย่างช้าๆ เพื่อให้เกิดการกระจายตัวโดยวิภาคของเหลว ที่หยดลงมาจะทำหน้าที่ทำให้เกิดเป็นรูพรุน จากนั้นทำให้มอนอเมอร์เกิดปฏิกิริยาทางเคมีเปลี่ยนเป็น พอลิเมอร์ แล้วทำการกำจัดวิภาคที่ทำให้เกิดรูพรุนออกด้วยวิธี soxhlet extraction จากนั้นทำการ ออบสารเพื่อให้ได้เป็น polyHIPEs พอลิเมอร์ที่นิยมเตรียมด้วยวิธี high internal phase emulsions (HIPEs) เช่น polystyrene และ polyacrylamide ซึ่งในการเตรียมนั้นต้องคำนึงถึงความเข้ากันได้ ของสองวิภาค เนื่องจากระบบต้องมี 2 วิภาคคือ วิภาคชอบน้ำ และวิภาคที่ไม่ชอบน้ำ เพื่อทำ ให้สามารถสังเคราะห์เป็น polyHIPEs ได้ การเตรียมสามารถเตรียมได้หลายระบบเช่น O/W emulsion และ W/O emulsion แสดงแบบจำลองในภาพที่ 2.6.2 [17]



ภาพที่ 2.7.2 แบบจำลองการสังเคราะห์ด้วยระบบอิมัลชัน [18]

2.8 sorption and release kinetic model

วัสดุดูดซับมีความสามารถในการดูดซับที่แตกต่างกัน อัตราการดูดซับและกลไกการดูดซับระหว่างสารที่ถูกดูดซับและตัวดูดซับเป็นปัจจัยหนึ่งที่ต้องคำนึงถึงเมื่อมีการนำวัสดุดูดซับไปใช้งานแบบจำลองที่นิยมใช้อธิบายกลไกการดูดซับมี 2 แบบจำลอง คือ

1. pseudo-first order

แบบจำลองนี้เป็นการตั้งสมมติฐานว่ากระบวนการดูดซับและการคายซับของเหลวเป็นปฏิกิริยาเคมีเทียม (pseudo chemical reaction) และอธิบายลักษณะการดูดซับของวัสดุดูดซับที่ยังไม่ถูกครอบครอง ดูดซับด้วยกลไกการดึงดูดทางไฟฟ้า (electrostatic interaction) ระหว่างผิวตัวดูดซับกับโมเลกุลของตัวถูกดูดซับ สามารถเขียนสมการการดูดซับได้ดังนี้

$$\frac{dq_t}{dt} = K_1(q_e - q_t)$$

โดยที่ K_1 คือ ค่าคงที่อัตราการดูดซับอันดับหนึ่งเทียม (นาที่⁻¹)

q_1 คือ ความสามารถในการดูดซับ ณ เวลาใดๆ (มิลลิกรัม/กรัม)

q_e คือ ความสามารถในการดูดซับ ณ สมดุล (มิลลิกรัม/กรัม)

เมื่อทำการปรับสมการด้วยการอินทิเกรตขอบเขตตั้งแต่ $t=0$ ถึง $t=t$ จะได้สมการอย่างง่าย คือ

$$\log(q_e - q_t) - \log q_e = \frac{-K_1 t}{2.303}$$

การหาค่า K_1 จะหาได้จากการเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\log(q_e - q_t)$ กับ t ซึ่งความชันของ

กราฟคือ $\frac{-K_1}{2.303}$ และจุดตัดแกน y คือ $\log q_e$ [19]

2. pseudo-second order

เป็นแบบจำลองที่ตั้งสมมติฐานของกลไกการดูดซับระหว่างตัวดูดซับกับโมเลกุลของตัวถูกดูดซับเป็นผลมาจากแรงดึงดูดทางไฟฟ้า และเป็นการดูดซับทางเคมีที่มีผลมาจากตำแหน่งการเกิดปฏิกิริยา (active site) ซึ่งสามารถแสดงอัตราการดูดซับได้ดังสมการนี้

$$\frac{dq_t}{dt} = K_2(q_e - q_t)^2$$

โดยที่ K_2 คือ ค่าคงที่อัตราการดูดซับอันดับสองเทียม (นาที่⁻¹)

การหาค่า K_2 จะหาได้จากการเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $1/q_t$ กับ t ซึ่งความชันของกราฟคือ $1/q_e$ และจุดตัดแกน y คือ $1/K_2 q_e^2$ [20]

พฤติกรรมการณ์ปลดปล่อยสารของวัสดุดูดซับ เป็นปัจจัยหนึ่งที่สำคัญในการเลือกใช้วัสดุดูดซับแบบจำลองที่นิยมนำมาศึกษาพฤติกรรมดังกล่าวมี 2 แบบจำลอง คือ

1. Peppas model

แบบจำลองนี้ใช้ในการอธิบายการปลดปล่อยสาร โดยมีสมมติฐาน คือ ตัวปลดปล่อยสามารถบวมตัวได้ในขณะปลดปล่อยสาร ซึ่งการปลดปล่อยจะอาศัยหลักการในการแพร่ (diffusion) อธิบายได้สมการดังนี้ [21]

$$\frac{M_t}{M_\infty} = kt^n$$

- M_t = ปริมาณสารที่ถูกปลดปล่อย ณ เวลา t
 M_∞ = ปริมาณสารที่ถูกปลดปล่อย ณ เวลาอนันต์
 k = ค่าตัวแปรคงที่
 n = สัมประสิทธิ์ที่บ่งบอกกลไกการปลดปล่อย
 t = เวลาในการปลดปล่อย

2. Higuchi model

แบบจำลองนี้นิยมนำในอธิบายการปลดปล่อยยาของระบบขนส่งยา (drug delivery) กลไกการปลดปล่อยของตัวกักเก็บอาศัยหลักการการแพร่ (diffusion) ซึ่งเป็นการควบคุมพฤติกรรมการณ์ปลดปล่อยสาร โดยสมมติฐานของแบบจำลองนี้ คือ

1. ความเข้มข้นเริ่มสารเริ่มต้นต้องมีความเข้มข้นมากกว่าความสามารถในการละลายของเมทริกซ์
2. เมทริกซ์ต้องมีความสมบูรณ์
3. การแพร่กระจายคงที่
4. การบวมตัวของพอลิเมอร์เกิดขึ้นระหว่างการแพร่เพียงเล็กน้อยเท่านั้น

ซึ่งสามารถแสดงพฤติกรรมการณ์ปลดปล่อยสารได้ดังสมการนี้ [22]

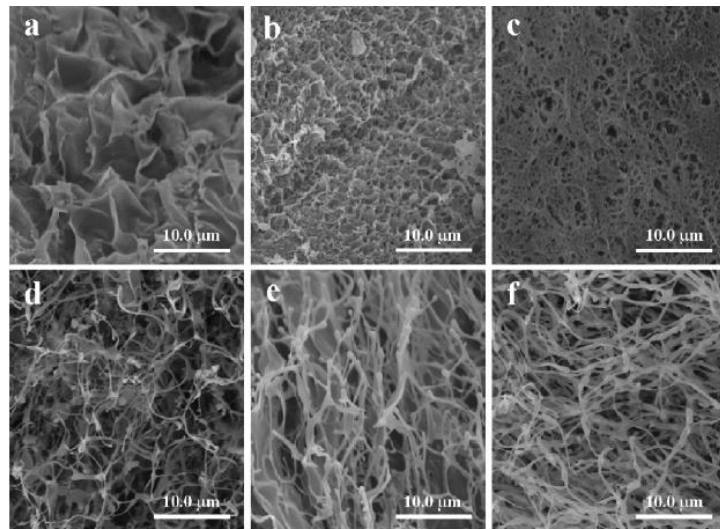
$$q_t/q_e = Kt^{1/2}$$

- โดยที่ K คือ ค่าคงที่อัตราการคายสาร (นาที่^{-1/2})
 q_1 คือ ความสามารถในการคายสาร ณ เวลาใดๆ (มิลลิกรัม/กรัม)
 q_e คือ ความสามารถในการคายสาร ณ เวลาเริ่มต้น (มิลลิกรัม/กรัม)

2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยของ Matheis F.J.D.P. Tanasale, Catherina M. Bijang, และ Ervina Rumpakwara เรื่อง Preparation of Chitosan with Various Molecular Weight and Its Effect on depolymerization of Chitosan with Hydrogen Peroxide using Conventional Technique [23] โดยศึกษาการตัดสายโซ่ของไคโตซานโดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เพื่อให้ได้น้ำหนักโมเลกุลของไคโตซานลดลง ซึ่งในงานวิจัยนี้จะมีการควบคุมสภาวะในการสังเคราะห์ โดยเตรียมจากการนำไคโตซานละลายในอะซีติกแอซิดที่มีความเข้มข้น 2 % โดยปริมาตร จนละลายได้สมบูรณ์ จากนั้นทำการปรับเปลี่ยนปริมาณไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 4, 5 และ 6 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และปรับเปลี่ยนเวลาและอุณหภูมิที่ทำการตัดสายโซ่ต่างกัน ผลการทดลองพบว่า การปล่อยทิ้งไว้ 12 ชั่วโมงเป็นเวลาที่เหมาะสมมากที่สุด และสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไคโตซานให้เป็นโอลิโกไคโตซานนั้นคือ ใช้ไคโตซาน 5 % ในสารละลายกรดอะซีติกเข้มข้น 2 % โดยปริมาตร ทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง จากนั้นหยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 4 % ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียสเป็นเวลานาน 4 ชั่วโมงจะทำให้ได้โอลิโกไคโตซานมากที่สุด ได้น้ำหนักโมเลกุลไคโตซานหลังจากตัดสายโซ่ 4.2×10^3 และเปอร์เซ็นต์ผลได้ คือ 97.57%

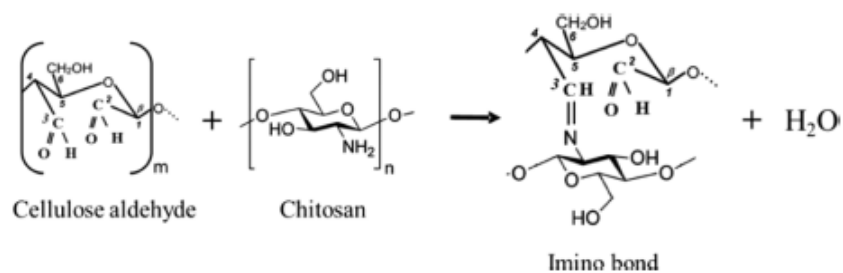
งานวิจัยของ Chunyu Chang, Lingzhi Zhang, Jinping Zhou, Lina Zhang และ John F. Kennedy เรื่อง structure and properties of hydrogels prepared from cellulose in NaOH/urea aqueous solutions [24] ในงานวิจัยนี้ เป็นการศึกษากระบวนการสังเคราะห์เซลลูโลสไฮโดรเจลโดยสังเคราะห์ในระบบสารละลายผสม NaOH/urea ซึ่งในการทดลองจะใช้อิพิคลอโรไฮดริน ใช้เป็นสารเชื่อมขวางและทำการเชื่อมขวาง 2 สภาวะ คือ การปรับเปลี่ยนที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และ อุณหภูมิ -10 องศาเซลเซียส จากผลการศึกษาพบว่าสูตร Gel-H2 ที่ใช้เซลลูโลส 2 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรและทำการเชื่อมขวางที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส มีความสามารถการดูดซับน้ำของไฮโดรเจลสูงมากที่สุด หากมีปริมาณ cellulose มากขึ้นจะทำให้ความสามารถในการดูดซับน้ำลดลง เมื่อทำการทดสอบสมบัติ viscoelastic โดยศึกษาสภาวะที่มีการเปลี่ยนแปลงความถี่ ตั้งแต่ 0.1 ถึง 100 rad/s จะพบว่าค่า storage modulus ของระบบที่ใช้ cure ด้วยความเย็นจะมีค่า storage สูงกว่า ระบบที่ cure ด้วยความร้อน และเมื่อมีการเพิ่มปริมาณสารเชื่อมขวางเพิ่มขึ้นจะทำให้ค่า storage เพิ่มมากขึ้นด้วย ซึ่งแสดงให้เห็นว่าชิ้นงานมีความเป็นของแข็งเพิ่มมากขึ้น เมื่อทำการส่องกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดได้ผลการทดสอบดังภาพที่ 2.9.1 ซึ่งพบว่าโครงสร้างของชิ้นงานที่มีการ cure ด้วยความร้อน แตกต่างกับการ cure ด้วยความเย็น



ภาพที่ 2.9.1 แสดงลักษณะวิทยาของชิ้นงานด้วยเทคนิค SEM

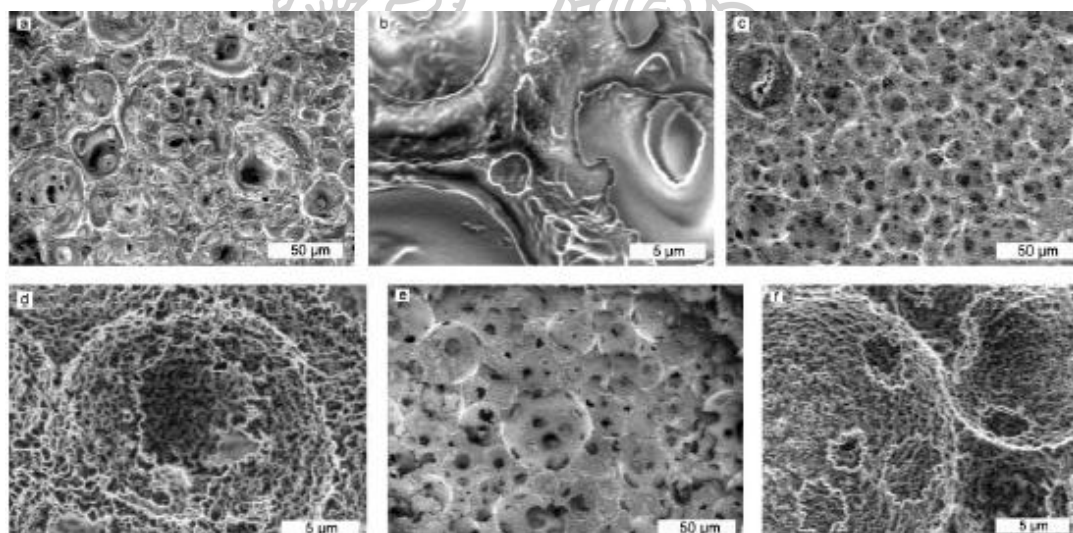
a, b, c คือชิ้นงานที่ cure ด้วยความร้อน และ d, e, f คือชิ้นงานที่ cure ด้วยความเย็น [24]

งานวิจัยของ Md Nur Alam และ Lew P. Christopher เรื่อง natural cellulose-chitosan cross-Linked superabsorbent hydrogels with superior swelling properties [25] งานวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์ไฮโดรเจล โดยจะนำเนื้อเยื่อไม้มาสังเคราะห์ให้ได้เป็น cellulose aldehyde จากนั้นจะนำไปทำปฏิกิริยากับ chitosan ซึ่งพอลิเมอร์ทั้งสองจะเกิดการเชื่อมขวางกันได้ แสดงดังภาพที่ 2.9.2 ซึ่งการเชื่อมขวางเกิดขึ้นโดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง และปล่อยทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4-6 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดการเชื่อมขวาง โดยการเชื่อมขวางจะเกิดจากหมู่แอลดีไฮด์ ของ cellulose ทำปฏิกิริยากับหมู่เอมีนของไคโตซาน ซึ่งในงานวิจัยจะมีการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของปริมาณสารทั้งสองชนิด ซึ่งพบว่าสัดส่วนของ cellulose aldehyde และ chitosan ที่เหมาะสมในการดูดซับน้ำ คือ cellulose 75 %wt chitosan 35 %wt ซึ่งสามารถดูดซับน้ำได้ถึง 610 กรัมต่อน้ำหนักเจล และเมื่อนำไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ไปแช่ในน้ำเกลือพบว่าสามารถดูดซับน้ำเกลือได้ 85 g/g ซึ่งดูดได้มากกว่าไฮโดรเจลทั่วไป

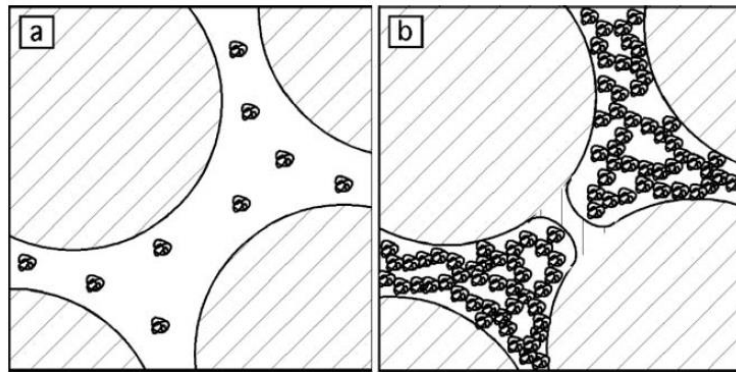


ภาพที่ 2.9.2 แสดงปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสและไคโตซาน [10]

จากงานวิจัยของ Olga Kulygin และ Michael S. Silverstein เรื่อง Porous poly(2-hydroxyethyl methacrylate) hydrogels synthesized within high internal phase emulsions [26] ซึ่งได้ทำการศึกษาระบบการสังเคราะห์ poly(2-hydroxyethyl methacrylate) ด้วยระบบการสังเคราะห์ high internal phase emulsion (HIPE) โดยจะมีการปรับเปลี่ยนปริมาณของ methylbisacrylamide (MBAM) ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารเชื่อมขวางในระบบ พบว่าเมื่อมีการเติมปริมาณสารเชื่อมขวางเพิ่มมากขึ้นจะทำให้สมบัติการดูดซับน้ำและพื้นที่ผิวสัมผัสมากขึ้น เมื่อวิเคราะห์ค่ามอดูลัสของชิ้นงานจะมีค่าลดลง และศึกษาสัณฐานวิทยาของชิ้นงานพบว่า ชิ้นงานมีรูพรุนขนาดเล็กทั่วบริเวณของชิ้นงาน เมื่อศึกษาพฤติกรรมการไหลของชิ้นงานโดยศึกษาจากค่า $\tan \delta$ พบว่าเมื่อปริมาณของสารเชื่อมขวางเพิ่มมากขึ้นจะทำให้ $\tan \delta$ เพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นถึงส่วนที่ความเคลื่อนไหวได้ของชิ้นงานเคลื่อนไหวได้น้อยลง เมื่อศึกษาสัณฐานวิทยาของไฮโดรเจล พบว่า ชิ้นงานมีรูพรุนขนาดเล็กซึ่งแสดงดังภาพที่ 2.9.3 การที่ชิ้นงานเกิดรูพรุนเพราะมีการแยกระหว่าง continuous phase และ internal phase เมื่อเกิดกระบวนการ polymerization ของพอลิเมอร์จะเกิดเป็น micro-gel ก่อนแล้ว micro-gel จะมีการรวมตัวกันทำให้เกิดเป็นรูพรุนขนาดนาโนซึ่งแสดงดังภาพที่ 2.9.4



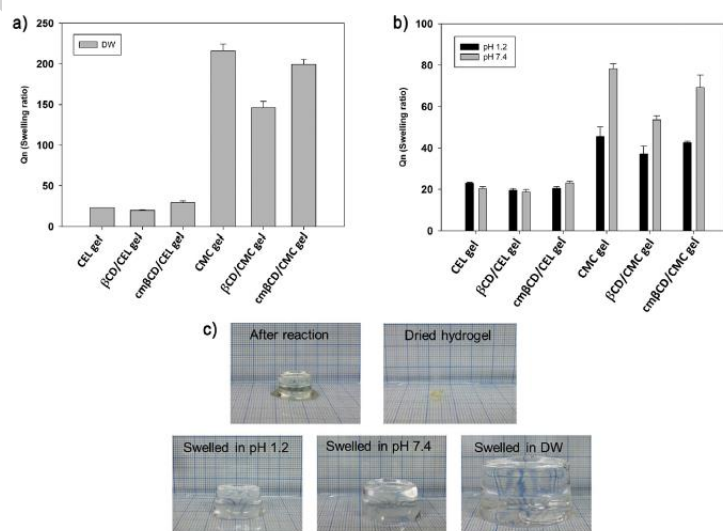
ภาพที่ 2.9.3 สัณฐานวิทยาของชิ้นงานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsions [26]



ภาพที่ 2.9.4 (a) แสดง micro-gel อยู่ใน continuous phase (b) micro-gel เกิดการรวมตัวกัน

[26]

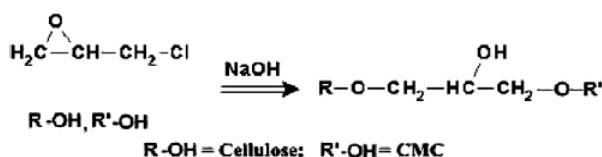
งานวิจัยของ Daham Jeong และคณะ เรื่อง carboxymethyl cellulose-based superabsorbent hydrogels containing carboxymethyl β -cyclodextrin for enhanced mechanical strength and effective drug delivery [27] โดยได้ทำการศึกษานิตของเซลลูโลสที่นำมาสังเคราะห์เป็นไฮโดรเจลเพื่อนำมาใช้เป็นตัวลำเลียงยา มีการเติมสารเชื่อมขวาง คือ epichlorohydrin ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลานาน 12 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดการเชื่อมขวาง หลังจากนั้นจะทำการชะล้างด้วย ethanol ด้วยสัดส่วน 20 %V/V เมื่อทดสอบความสามารถในการดูดซับน้ำของชิ้นงานผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 2.9.5 ไฮโดรเจลที่สังเคราะห์โดยใช้ CMC จะมีการดูดซับน้ำมากถึง 220 กรัมต่อกรัมเจล มากกว่าการใช้เซลลูโลสชนิดอื่น



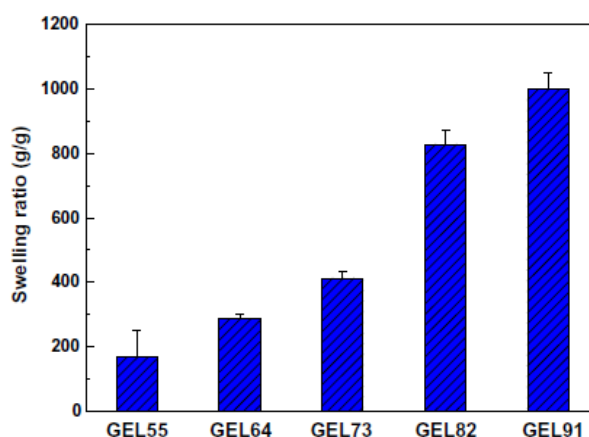
ภาพที่ 2.9.5 (a) แผนภาพความสามารถในการดูดซับน้ำบริสุทธิ์ (b) แผนภาพเปรียบเทียบความสามารถในการดูดซับน้ำที่ pH ต่างกัน (c) CMC gel ที่ทำการทดสอบการบวมน้ำ [27]

เมื่อศึกษาการการดูดซับและปลดปล่อยตัวยา tetracycline พบว่า CMC cellulose เป็นไฮโดรเจลที่สามารถดูดซับได้มากที่สุด จากการทดสอบสมบัติเชิงกลของไฮโดรเจล พบว่า เมื่อมีการเติม β CD จะทำให้สมบัติเชิงกลของไฮโดรเจลนั้นดีขึ้นแต่จะส่งผลทำให้สมบัติด้านการดูดซับน้ำลดลง เนื่องจากมีส่วนของ hydrophobic เพิ่มมากขึ้นจึงทำให้การดูดซับน้ำลดลง การศึกษาความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียพบว่าไฮโดรเจล β CD-CMC hydrogel ที่มีการนำมาเป็น drug release นั้นมีความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียได้มากที่สุด

งานวิจัยเรื่อง Superabsorbent hydrogels based on cellulose for smart swelling and controllable delivery ของ Chunyu Chang, Bo Duan, Jie Cai, Lina Zhang [14] ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ superabsorbent hydrogel โดยมีการศึกษาการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของ cellulose และ CMC ซึ่ง มีการใช้สารเชื่อมขวางคือ epichlorohydrin กลไกการเชื่อมขวางแสดงดังภาพที่ 2.9.6 เมื่อทำการทดสอบความสามารถในการดูดซับน้ำของชิ้นงานพบว่าชิ้นงานที่สามารถดูดซับน้ำได้มากที่สุดคือชิ้นงานสูตร GEL91 ซึ่งสังเคราะห์มาจากสารละลาย CMC เข้มข้น 3 เปอร์เซ็นต์โดยมวล จำนวน 27 กรัม และ สารละลายเซลลูโลสเข้มข้น 3 เปอร์เซ็นต์โดยมวล จำนวน 3 กรัม มีความสามารถในการดูดซับน้ำประมาณ 1000 กรัม/กรัม และพบว่าเมื่อมีการใช้สัดส่วนที่มี CMC มากขึ้นจะทำให้การดูดซับน้ำของไฮโดรเจลมีค่าสูงมากขึ้น แสดงดังภาพที่ 2.9.7



ภาพที่ 2.9.6 กลไกการเชื่อมขวางด้วย epichlorohydrin [14]



ภาพที่ 2.9.7 ความสามารถการดูดซับน้ำของชิ้นงาน [24]

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุและวิธีการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เซลลูโลสที่มีผลึกระดับไมโครเมตร (microcrystalline cellulose, MCC) ชื่อทางการค้า Avicel® เกรด PH-101 ขนาดอนุภาคประมาณ 50 ไมโครเมตร บริษัท Sigma Aldrich ประเทศญี่ปุ่น
2. ไคโตซาน (chitosan) degree of deacetylation $\geq 90\%$ บริษัท Marine Bio Resources, ประเทศไทย
3. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide, H_2O_2) เข้มข้น 30%W/W บริษัท chem-supply ประเทศออสเตรเลีย
4. ฟอสโฟทังสติกแอซิด (phosphotungstic acid, $H_5O_{41}PW_{12}$) เกรด analytical reagent บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศเยอรมนี
5. อะซีติกแอซิด (acetic acid, CH_3COOH) เกรด AR บริษัท QRèC ประเทศนิวซีแลนด์
6. โซเดียมอะซีเตต (sodium acetate, CH_3COONa) เกรด AR บริษัท Sigma Aldrich ประเทศญี่ปุ่น
7. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH) บริษัท UNIVAR ประเทศออสเตรเลีย
8. ยูเรีย (urea, CH_4N_2O) บริษัท QRèC ประเทศนิวซีแลนด์
9. อีพิคลอโรไฮดริน (epichlorohydrin, EP) เกรด GC ความบริสุทธิ์ $\geq 99\%$ บริษัท Sigma-Aldrich ประเทศเยอรมนี
10. โซเดียม โดเดซิลซัลเฟต (Sodium dodecylsulfate, SDS)
11. โทลูอีน (Toluene, $C_6H_5CH_3$) เกรด AR บริษัท QRèC ประเทศนิวซีแลนด์
12. เอทานอล (ethanol, C_2H_5OH) ความบริสุทธิ์ 95% จากบริษัท RCL Labscan จำกัด ประเทศไทย
13. อะซีโตน (acetone, C_3H_6O) ความบริสุทธิ์ 95% จากบริษัท RCL Labscan จำกัด ประเทศไทย
14. น้ำกลั่น (distilled water)

3.1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์และทดสอบ

- เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transforms infrared spectrometer ; FTIR) รุ่น Vertex 70 บริษัท Bruker ประเทศเยอรมนี
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น MIRA3 บริษัท TESCAN ประเทศเยอรมนี
- เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ (elemental analyzer; EA) รุ่น CHN623 series บริษัท LECO ประเทศสหรัฐอเมริกา
- เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น MAXima_X XRD-7000 บริษัท Shimadzu ประเทศญี่ปุ่น
- ตู้อบสุญญากาศ (vacuum oven) รุ่น VO200 บริษัท Memmert ประเทศเยอรมนี
- อ่างควบคุมอุณหภูมิ (temperature control) รุ่น AT110 บริษัท Heto Lab Equipment ประเทศเดนมาร์ก
- เครื่องทำแห้งแบบจุดเยือกแข็ง (Freeze dryer) รุ่น coolSafe 55-4 Pro บริษัท Labogene ประเทศเดนมาร์ก
- เครื่องวิเคราะห์ปริมาณรูพรุนด้วยการอัดปรอท (mercury intrusion porositer ; MIP) รุ่น auto pore V บริษัท Micromeritics x ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2 ดัชนีอักษรย่อ

การศึกษาการสังเคราะห์ไฮโดรเจลในงานวิจัยนี้ ได้ทำการเตรียมวัสดุไฮโดรเจลโดยใช้สองวิธี และใช้อัตราส่วนระหว่างเซลล์โลสกับโพลิโกโคไคโตซานหลายอัตราส่วน จึงแสดงรายละเอียดเกี่ยวกับดัชนีอักษรต่อไปนี้

X-CLY/CSZ

โดยที่ ตัวอักษร X แสดงถึง วิธีการเตรียมไฮโดรเจล คือ H และ S โดย
 H แสดงถึงการเตรียมไฮโดรเจลด้วยวิธีอิมัลชันแบบ high internal phase emulsions (HIPE) ภายใต้ระบบตัวทำละลายผสมระหว่างNaOH/Urea โดยใช้สารเชื่อมขวางคืออีพิกคลอโรไฮดริน

C แสดงถึงการเตรียมไฮโดรเจลด้วยการเตรียมแบบปกติ (conventional preparation) ไม่มีการหยด internal phase ภายใต้ระบบตัวทำละลายผสมระหว่าง NaOH/Urea โดยใช้สารเชื่อมขวางคืออีพิกลอโรไฮดริน

ยกตัวอย่าง เช่น

H-CL100/CS0 แสดงถึง ไฮโดรเจลที่เตรียมจากระบบอิมัลชันแบบ high internal phase emulsions (HIPE) ซึ่งใช้สารเชื่อมขวางทางเคมี คือ อีพิกลอโรไฮดริน มีสัดส่วนมอนอเมอร์โดยน้ำหนักของเซลลูโลสต่อโอลิโกไคโตซานเป็น 100/0

ตัวอักษร CL	แสดงถึง เซลลูโลส
ตัวอักษร Y	แสดงถึง สัดส่วนของเซลลูโลส
ตัวอักษร CS	แสดงถึง โอลิโกไคโตซาน
ตัวอักษร CS	แสดงถึง สัดส่วนของโอลิโกไคโตซาน

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีของโอลิโกไคโตซาน

นำไคโตซาน 12.5 กรัม ละลายในสารละลายอะซีติกแอซิดเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร 250 มิลลิลิตร ปล่อยให้ทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง จากนั้นทำการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30 มิลลิลิตรผสมกับตัวเร่งปฏิกิริยา คือฟอสฟอรัสแอซิด 0.0625 กรัม หยดลงในสารละลายไคโตซาน ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสพร้อมกวนสารละลายตลอดเวลาเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ จากนั้นตกตะกอนสารละลายโอลิโกไคโตซานด้วยเอทานอล ในสัดส่วนของสารละลายโอลิโกไคโตซานต่อเอทานอล คือ 1/30 โดยปริมาตร แล้วกรองด้วยระบบกรองสุญญากาศ จากนั้นอบไล่ความชื้นและเอทานอลด้วยตู้อบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง จากนั้นหาน้ำหนักโมเลกุลของโอลิโกไคโตซานจากความสัมพันธ์ intrinsic viscosity โดยใช้ Huggins equation และ Kramer equation โดยการทดลองจะทำการเตรียมไคโตซานและโอลิโกไคโตซานที่ความเข้มข้นต่างๆ วัดอัตราการไหลด้วย Ubbelohde viscometer โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างอะซีติกแอซิดเข้มข้น 0.5 โมลาร์และโซเดียมอะซีเตตเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 25

องศาเซลเซียส ใช้ค่าคงที่ $K = 19.9 \times 10^{-2} \text{ mL/g}$ และ ค่า $a = 0.59$ [28] วิเคราะห์เอกลักษณ์ทางเคมี โดยนำสารตัวอย่างบดกับ KBr ในอัตราส่วน สารตัวอย่างต่อKBr เป็น 1:9 แล้วอัดด้วยแท่งอะลูมิเนียมให้ชิ้นงานมีลักษณะเป็นแผ่นกลมบาง จากนั้นทดสอบเอกลักษณ์ทางเคมีด้วยเครื่อง FTIR (Vertex70, Bruker, Germany) ทดสอบด้วยโหมด TR ในช่วงเลขคลื่น $400\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$ จำนวนการสแกน 32 ครั้งและใช้ความละเอียด 4 cm^{-1} และทดสอบหาปริมาณผลึก โดยบรรจุตัวอย่างลงในแท่งบรรจุที่ทำจากอะลูมิเนียมแล้วอัดให้แน่นจากนั้นนำตัวอย่างที่เตรียมไว้ไปทดสอบด้วย เครื่อง XRD [MAXima_X XRD7000, Shimadzu, Japan] ที่มีแหล่งกำเนิดแสง X-ray เป็น Copper $K\alpha$ ที่มีควมยาวคลื่น 1.5418 \AA โดยใช้ความต่างศักย์ (voltage) 30.0 kV กระแสไฟฟ้า(current) 20. mA และใช้มุม 2θ ตั้งแต่ 5 ถึง 40 องศา ด้วยความเร็วในการสแกนเป็น 4 องศา/นาที

3.3.2 การหาปริมาณ internal phase ที่เหมาะสมในระบบการสังเคราะห์ไฮโดรเจลด้วยระบบ high internal phase emulsion

การหาปริมาณของ internal phase ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แบบ HIPE จะศึกษาในระบบการเตรียมไฮโดรเจลของเซลลูโลส โดยศึกษาสัดส่วนปริมาตรของ internal phase คือ 76,80 และ 85 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรเทียบกับปริมาตรทั้งหมด การเตรียม continuous phase คือนำเซลลูโลสมาละลายในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย/น้ำ (7/12/81 เปอร์เซ็นต์โดยมวล) ในสถานะอ่างน้ำเย็นที่อุณหภูมิ -20 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเติมสารเชื่อมขวาง คือ อีพิกลอโรไฮดรินในสัดส่วน 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรเทียบกับปริมาตรของ continuous phase จากนั้นเติมสารเสถียรอิมัลชันในระบบคือโซเดียมโดเดคิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulfate, SDS) 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเทียบกับปริมาตรของระบบ จากนั้นกวนเป็นเวลา 30 นาที แล้วทำการหยุดโหลอื่น ซึ่งทำหน้าที่เป็น internal phase ลงไปในสารละลายที่เตรียมไว้ ขณะทำการหยุดจะทำการกวนตลอดเวลา หลังจากหยุดโหลอื่นหมด ทำการกวนอีกเป็น 30 นาที นำสารที่เตรียมได้มาใส่หลอดทดลองและทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นให้บริสุทธิ์โดยใช้วิธี soxhlet extraction ด้วยอะซิโตนเป็นเวลา 24 ชั่วโมงและทำ

3.3.3 การเตรียมเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่มีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซาน

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์ 2 ระบบ คือ การเตรียมแบบปกติ (conventional preparation) และ high internal phase emulsion (HIPE) ซึ่งมีกระบวนการสังเคราะห์ ดังนี้

3.3.3.1 การเตรียมเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ conventional preparation

นำสารตั้งต้นคือเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานปริมาณรวม 0.5 กรัม ละลายลงในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ศึกษาปริมาณสัดส่วนเซลลูโลสต่อโอลิโกโคโตซาน คือ 100/0, 80/20, 60/40, 50/50 และ 40/60 เปอร์เซ็นต์ในอ่างน้ำเย็นที่อุณหภูมิ - 20 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเติมสารเชื่อมขวาง คือ อีพิกโลโรไฮดรินในสัดส่วน 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรเทียบกับปริมาตรของ continuous phase กวนเป็น 30 นาที และทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำให้บริสุทธิ์ โดยใช้วิธี soxhlet extraction ด้วยอะซีโตนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นอบแห้งด้วยตู้อบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสและความดัน 20 mbar เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง

3.3.3.2 การเตรียมเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ HIPE

นำสารตั้งต้นคือเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานปริมาณรวม 0.5 กรัม ละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ศึกษาปริมาณสัดส่วนเซลลูโลสต่อโอลิโกโคโตซาน คือ 100/0, 80/20, 60/40, 50/50 และ 40/60 เปอร์เซ็นต์ในอ่างน้ำเย็นที่อุณหภูมิ -20 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นเติมสารเชื่อมขวาง คือ อีพิกโลโรไฮดรินในสัดส่วน 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรเทียบกับปริมาตรของ continuous phase และสารเสถียรอิมัลชัน คือ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulfate, SDS) 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเทียบกับปริมาตรของระบบ ทำการกวนเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นทำการหยุดโกลูอินขณะทำการหยุดจะทำการกวนตลอดเวลาหลังจากหยุดโกลูอินหมดแล้วให้กวนอีกเป็น 30 นาที นำสารที่เตรียมได้มาใส่ขวดทดลองและทิ้งไว้ในอ่างน้ำร้อนควบคุมอุณหภูมิที่ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำให้บริสุทธิ์ โดยใช้วิธี soxhlet extraction ด้วยอะซีโตนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นอบแห้งด้วยตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสและความดัน 20 mbar เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง

3.3.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาสัณฐานวิทยา ของเซลลูโลสไคโตซานไฮโดรเจล

1. การทดสอบ Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

นำเซลลูโลส ไคโตซานและไฮโดรเจลที่อบแห้งแล้วบดกับ KBr จากนั้นอัดเป็นแผ่น ทดสอบด้วยเครื่อง FTIR ทดสอบด้วยโหมด TR ในช่วงเลขคลื่น $400-4000\text{ cm}^{-1}$ จำนวนการสแกน 32 ครั้ง และใช้ความละเอียด 4 cm^{-1}

2. การทดสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM)

เตรียมชิ้นงานที่ได้จากการสังเคราะห์วางบน stub ชนิดส่องแบบภาคตัดขวาง จากนั้นเคลือบชิ้นงานด้วยทองด้วยกระบวนการ sputtering เป็นเวลา 45 วินาที จากนั้นทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (MIRA3, TESCAN)

3. การทดสอบหาปริมาณผลึก X-Ray Diffraction (XRD)

บรรจุตัวอย่างลงในแท่นบรรจุที่ทำจากอะลูมิเนียมแล้วอัดให้แน่นจากนั้นนำตัวอย่างที่เตรียมไว้ไปทดสอบด้วย เครื่อง XRD [MAXima X XRD7000, Shimadzu, Japan] ที่มีแหล่งกำเนิดแสง X-ray เป็น Copper $K\alpha$ ที่มีความยาวคลื่น 1.5418 \AA โดยใช้ความต่างศักย์ (voltage) 30.0 kV กระแสไฟฟ้า (current) $20.\text{ mA}$ และใช้มุม 2θ ตั้งแต่ 5 ถึง 40 องศา ด้วยความเร็วในการสแกนเป็น 4 องศา/นาที

4. การทดสอบองค์ประกอบธาตุ (Elemental analyzer)

นำสารตัวอย่างอบแห้งพร้อมทำการบดให้เป็นผงละเอียด จากนั้นไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 วันแล้วทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ (CHN623 series, LECO)

5. การทดสอบหาปริมาณรูพรุนด้วยปรอท

ทดสอบ mercury intrusion porosimetry ด้วยเครื่อง mercury intrusion porosimeter โดยชั่งตัวอย่าง ด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง จากนั้นบรรจุตัวอย่างลงใน penetrometer แบบ powder ขนาด 5 cc แล้วอัดตัวอย่างด้วยปรอทตามระดับความดัน $0.50 - 60,000\text{ psi}$

3.3.5 การศึกษาพฤติกรรมการดูดซึมน้ำและคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

1. การทดสอบ swelling measurement

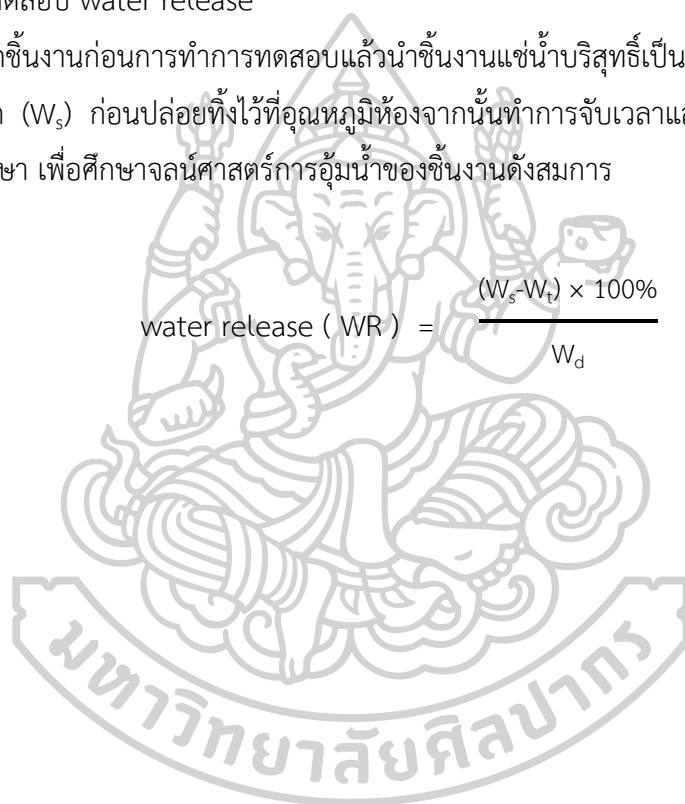
นำชิ้นงานที่เตรียมได้แช่ลงในน้ำบริสุทธิ์ โดยทำการชั่งน้ำหนักก่อนแช่ (W_d) และทำการวัดน้ำหนักหลังแช่ (W_t) เพื่อศึกษาจลนศาสตร์การบวมตัวของชิ้นงานดังสมการ

$$\text{water absorption (WA)} = \frac{(W_t - W_d) \times 100\%}{W_d}$$

2. การทดสอบ water release

ชั่งน้ำหนักชิ้นงานก่อนการทำการทดสอบแล้วนำชิ้นงานแช่ในน้ำบริสุทธิ์เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนัก (W_s) ก่อนปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้องจากนั้นทำการจับเวลาและชั่งน้ำหนัก (W_t) สารตามเวลาที่ศึกษา เพื่อศึกษาจลนศาสตร์การอุ้มน้ำของชิ้นงานดังสมการ

$$\text{water release (WR)} = \frac{(W_s - W_t) \times 100\%}{W_d}$$



บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ conventional preparation และ ระบบ high internal phase emulsions (HIPE) โดยทั้งสองระบบใช้สารเชื่อมขวางชนิดเดียวกัน คือ อีพิดอโรไฮดริน สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ คือ เซลลูโลสโคโตซาน และโอลิโกโคโตซาน โดยงานวิจัยนี้จะแบ่งการวิเคราะห์ผลการศึกษาออกเป็น 3 ส่วน ได้แก่

1. การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีของโอลิโกโคโตซาน
2. การหาปริมาณ internal phase และปริมาณสารเชื่อมขวางที่เหมาะสมในระบบการสังเคราะห์ high internal phase emulsion
3. การเตรียมเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่มีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซาน
4. การพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาสัณฐานวิทยาของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล
5. การศึกษาพฤติกรรมการดูดซึมน้ำและคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล

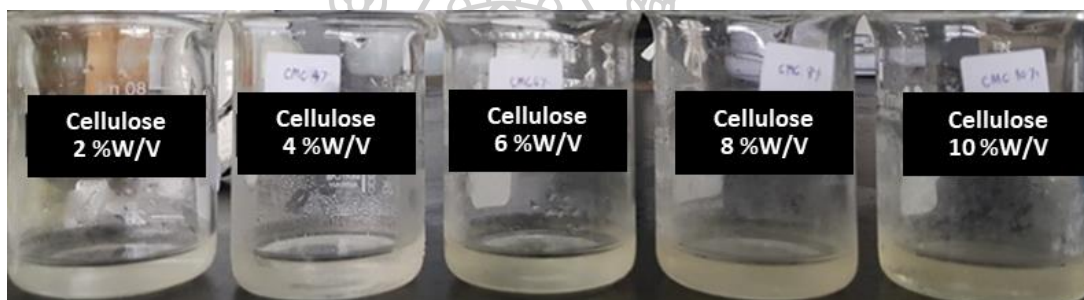
4.1 การเตรียมและพิสูจน์เอกลักษณ์ทางเคมีของโอลิโกโคโตซาน

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ที่พบได้มากในธรรมชาติแต่ไม่สามารถละลายน้ำได้ เซลลูโลสสามารถละลายได้ดีในระบบสารละลายเบส ในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการเตรียมเซลลูโลสในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย อีกทั้งงานวิจัยนี้ต้องการให้โคโตซานสามารถละลายในน้ำได้ จึงศึกษาการตัดสายโซ่ของโคโตซานเพื่อให้ได้เป็นโอลิโกโคโตซานที่มีความสามารถในการละลายน้ำได้ จากนั้นนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นเพื่อสังเคราะห์ไฮโดรเจล

4.1.1 การเตรียมสารละลายเซลลูโลส

วิธีการละลายเซลลูโลสในการสังเคราะห์ในงานวิจัยนี้จะละลายเซลลูโลสในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย เนื่องจากเซลลูโลสไม่สามารถละลายน้ำได้ อัตราส่วนผสมของตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรียจะเตรียมในอัตราส่วนของ โซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย/น้ำบริสุทธิ์ คือ 7/12/81 เปอร์เซ็นต์โดยมวล

ส่วนแรกของงานวิจัยได้ศึกษาหาปริมาณเซลลูโลสที่เหมาะสมในระบบตัวทำละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย โดยศึกษาความเข้มข้นของเซลลูโลสในสารละลาย คือ 2, 4, 6, 8 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตร โดยใช้อุณหภูมิในการละลาย -10 องศาเซลเซียสพร้อมทั้งกวนจนกระทั่งเซลลูโลสละลายสมบูรณ์ จากผลการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของเซลลูโลสจะทำให้สารละลายมีความหนืดมากขึ้นและสีของสารละลายจะขุ่นมากขึ้น ซึ่งสังเกตผลการละลายได้แสดงดังภาพที่ 4.1.1 งานวิจัยนี้มีการใช้สารเสถียรอิมัลชันที่เป็นผงละเอียดจึงต้องเลือกความเข้มข้นของสารละลายเซลลูโลสที่เหมาะสมเพื่อให้สารเสถียรอิมัลชันละลายได้ทั้งหมด จึงเลือกความเข้มข้นของสารละลายเซลลูโลส คือ 5 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตร เนื่องจากมีความหนืดของสารเหมาะสมและสามารถละลายสารเสถียรอิมัลชัน ในปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตรได้



ภาพที่ 4.1.1 สารละลายเซลลูโลสที่ความเข้มข้นต่างๆ หลังการละลายที่อุณหภูมิ -10 องศาเซลเซียส

4.1.2 การเตรียมโอลิโกไคโตซาน

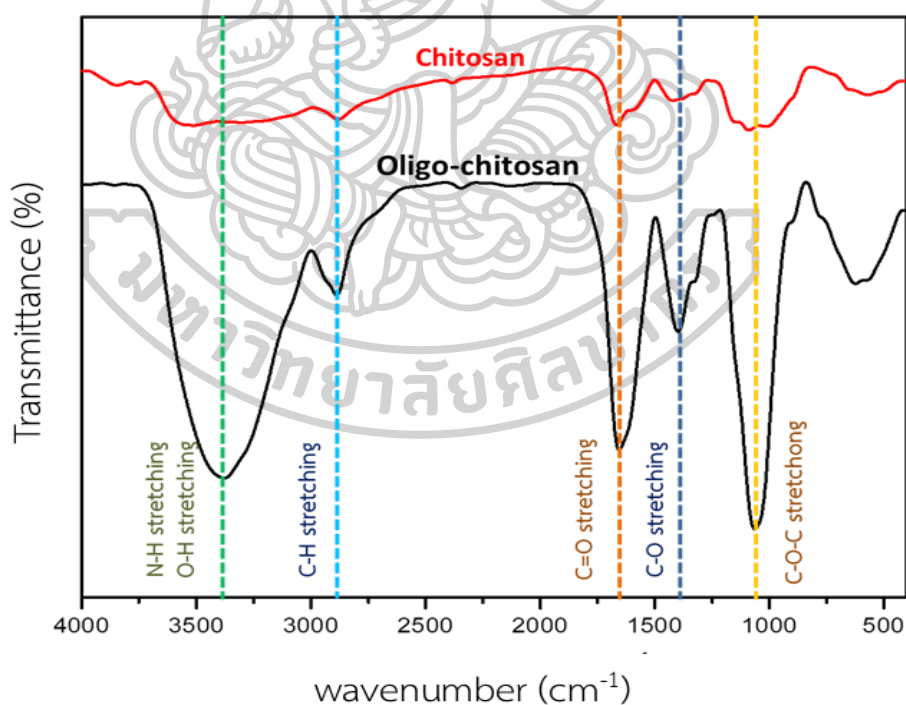
ไคโตซานสามารถละลายในสารละลายอะซีติกแอซิดเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร อย่างสมบูรณ์ แสดงดังภาพที่ 4.1.2A เนื่องจากไคโตซานละลายดีในสารละลายที่เป็นกรด จากนั้นทำการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ลงไปในสารละลายไคโตซาน เพื่อตัดสายโซ่ของไคโตซานด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส สายโซ่ไคโตซานจะสั้นลงจนได้เป็นโอลิโกไคโตซาน [29] แสดงดังภาพที่ 4.2.1B จากนั้นตกตะกอนสารละลายโอลิโกไคโตซานด้วยเอทานอลจะได้โอลิโกไคโตซานแสดงดังภาพที่ 4.2.1C



ภาพที่ 4.1.2 A) สารละลายไคโตซาน B) สารละลายไคโตซานหลังการตัดสายโซ่ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และ C) สารที่ได้หลังจากทำการตกตะกอนด้วยเอทานอล

4.1.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์โอลิโกไคโตซานที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

การทดสอบด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) ของไคโตซานและโอลิโกไคโตซานที่สังเคราะห์ได้เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี จากการผลทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.1.3 พบว่าไคโตซานจะปรากฏพีก ที่ตำแหน่ง 3512 cm^{-1} และ ที่ตำแหน่ง 3302 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นแบบ stretching ของพันธะ O-H และ N-H ซึ่งมาจากหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่เอมีนที่อยู่ภายในโครงสร้างของไคโตซาน ที่ตำแหน่ง 2880 cm^{-1} แสดงถึงการสั่นแบบ stretching ของพันธะ C-H ที่ตำแหน่ง 1666 cm^{-1} และ 1396 cm^{-1} จะบ่งบอกถึงการสั่นแบบ stretching ของพันธะ C=O และ C-O ตามลำดับ และ ที่ตำแหน่ง 1089 cm^{-1} จะบ่งบอกถึง C-O-C asymmetric stretching [23, 30] เมื่อทำวิเคราะห์ผลจากภาพที่ 4.1.3 โดยการเปรียบเทียบระหว่างไคโตซานและโอลิโกไคโตซานพบว่าการปรากฏพีกของโอลิโกไคโตซานจะขึ้นตำแหน่งใกล้เคียงกับไคโตซานจึงบ่งบอกได้ว่า การตัดสายโซ่ไคโตซานไม่ได้ทำให้โครงสร้างทางเคมีเปลี่ยนแปลงไป



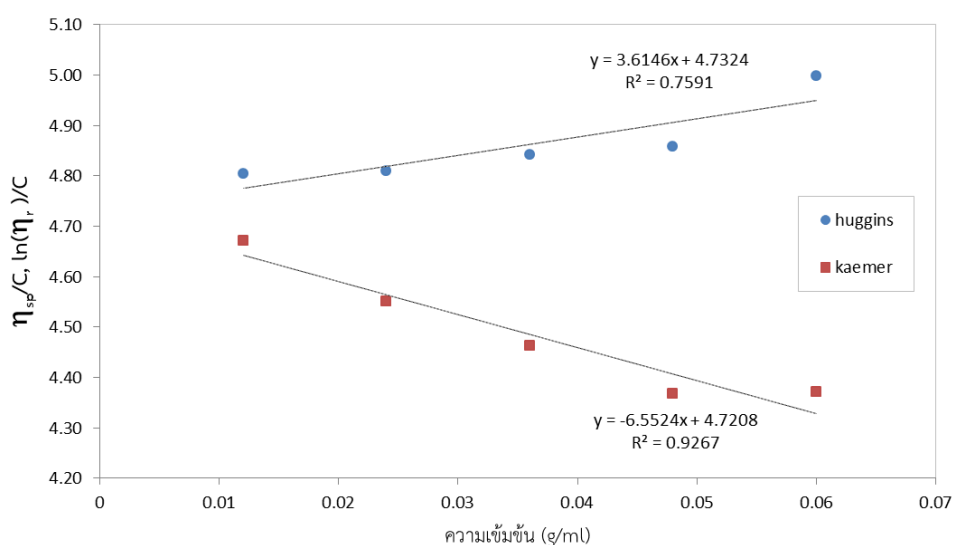
ภาพที่ 4.1.3 FTIR spectrum ของไคโตซานและโอลิโกไคโตซาน

4.1.4 การหาน้ำหนักโมเลกุลของโคโตซานและโอลิโกโคโตซานที่สังเคราะห์ได้

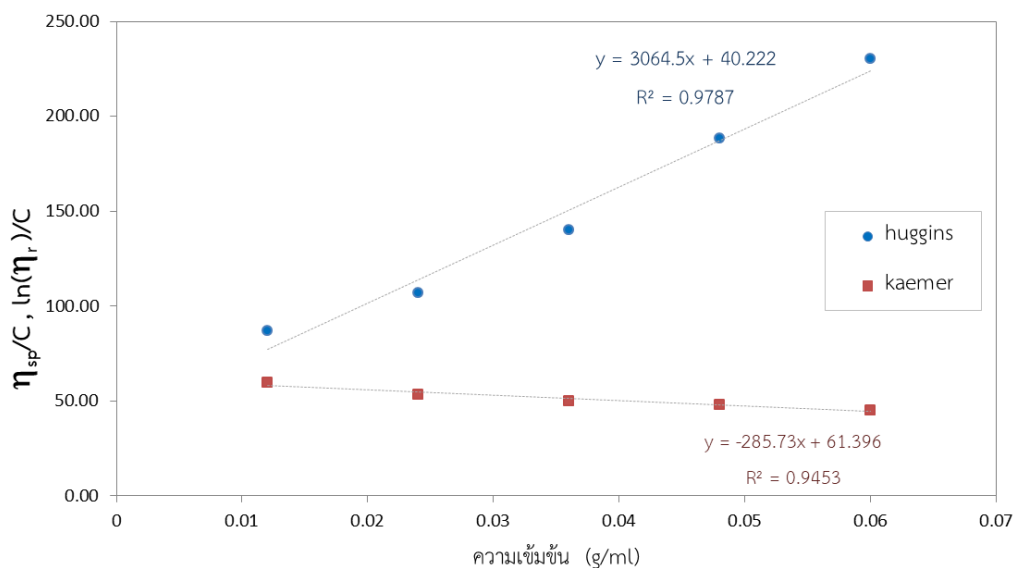
การหาน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยของโคโตซานและโอลิโกโคโตซานที่สังเคราะห์ได้ จากการหา intrinsic viscosity โดยใช้ Huggins equation และ Kramer equation โดยการทดลองจะทำการเตรียมโคโตซานและโอลิโกโคโตซานที่ความเข้มข้นต่าง ๆ มาวัดอัตราการไหลด้วย Ubbelohde viscometer โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่างอะซิติกแอซิดเข้มข้น 0.5 โมลาร์และโซเดียมอะซิเตตเข้มข้น 0.5 โมลาร์ ทำการทดลองที่อุณหภูมิ 25 ± 2 องศาเซลเซียส ใช้ค่าคงที่ $K = 19.9 \times 10^{-2}$ mL/g และ ค่า $a = 0.59$ [28] จากภาพที่ 4.1.4 พบว่าโคโตซานมีค่า intrinsic viscosity เท่ากับ 50.80 dL/g และจากภาพที่ 4.1.5 พบว่าโอลิโกโคโตซานมีค่า intrinsic viscosity เท่ากับ 4.72 dL/g จากตารางที่ 4.1.1 แสดงค่าที่ได้จากการหาน้ำหนักโมเลกุลของโคโตซานเท่ากับ 12,017 g/mol และโอลิโกโคโตซาน 214 g/mol จากผลการทดสอบจะพบว่าเมื่อนำโคโตซานมาละลายแล้วเติมกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสามารถตัดสายโซ่ของโคโตซานให้สั้นลงกลายเป็นโอลิโกโคโตซานได้และหลังจากนั้นทดสอบการละลายน้ำ พบว่าสามารถละลายน้ำได้โดยสมบูรณ์

ตารางที่ 4.1.1 ค่าความหนืดและน้ำหนักโมเลกุลของโคโตซานและโอลิโกโคโตซาน

สาร	$[\eta]$ (dL/g)	M_v (g/mol)
โคโตซาน	50.80	12,017
โอลิโกโคโตซาน	4.72	214



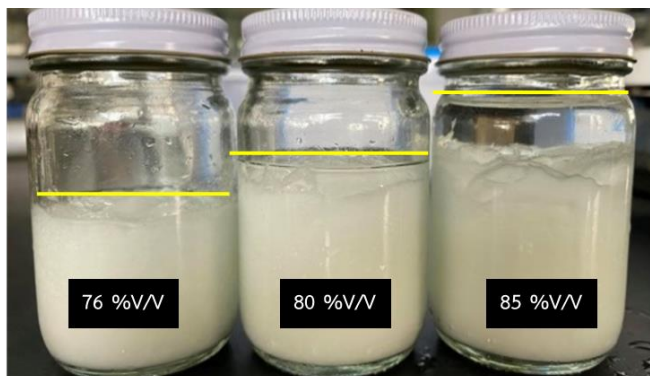
ภาพที่ 4.1.4 การหา intrinsic viscosity ของโคโตซาน



ภาพที่ 4.1.5 การหา intrinsic viscosity ของโอลิโกโคโตซาน

4.2 การหาปริมาณ internal phase และปริมาณสารเชื่อมขวางที่เหมาะสมในระบบการสังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion

การสังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsions จะเติมโพลูอิน ซึ่งจะทำหน้าที่เป็น internal phase การสังเคราะห์ในระบบ HIPE ต้องมีการเติมปริมาณ internal phase มากกว่า 74 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร [26] ในงานวิจัยนี้จะศึกษาหาปริมาณของโพลูอินที่เหมาะสมกำหนดปริมาณสารเสถียรอิมัลชันคงที่ คือ 3 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตร และศึกษาการปรับเปลี่ยนปริมาณโพลูอิน คือ 76, 80 และ 85 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เพื่อเลือกปริมาณของ internal phase ที่เหมาะสม ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.2.1 พบว่า เมื่อมีการหยดโพลูอินลงในสารละลายเซลลูโลสมากกว่า 80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร จะทำให้ระบบอิมัลชันมีการแบ่งชั้น ซึ่งแสดงถึงจุดอิ่มตัวของการเติมโพลูอิน เนื่องจากสารเสถียรอิมัลชันมีปริมาณไม่เพียงพอที่จะเสถียรระบบอิมัลชันได้ จึงทำให้เกิดการแยกชั้น งานวิจัยนี้จึงเลือกปริมาณโพลูอินในการสังเคราะห์ คือ 80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เพื่อใช้ในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลด้วยระบบ high internal phase emulsion



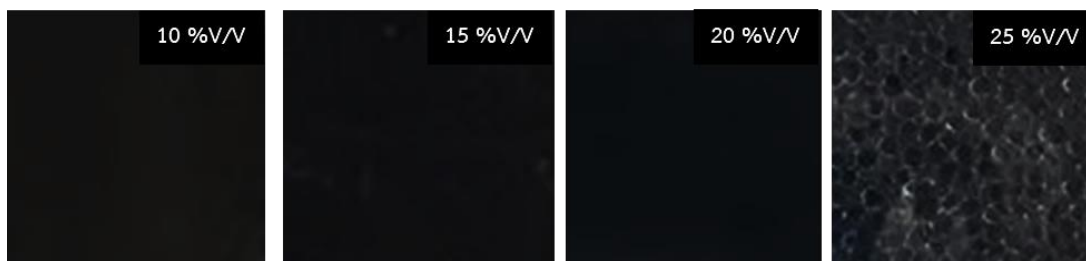
ภาพที่ 4.2.1 ระบบอิมัลชันเมื่อเติม internal phase 76, 80 และ 85 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร

เมื่อวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของสารละลายอิมัลชันด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง พบว่าเกิดปรากฏการณ์ droplet กระจายอยู่ทั่วสารละลาย เนื่องจากโพลีเมอร์เป็นสารที่ไม่มีขั้วและ วัสดุของพอลิเมอร์เป็นสารที่มีขั้ว เมื่อเติมสารเสถียรอิมัลชันทำให้โพลีเมอร์กลายเป็น droplet กระจายอยู่ในวัสดุพอลิเมอร์ที่มีขั้วได้ แสดงดังภาพที่ 4.2.2



ภาพที่ 4.2.2 สารละลายอิมัลชันที่มีการเติม internal phase 80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรทดสอบด้วยเครื่อง optical microscope

การศึกษาหาปริมาณสารเชื่อมขวางที่เหมาะสมในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการปรับเปลี่ยนปริมาณสารเชื่อมขวางคือ อีพิกลอโรไฮดริน ในปริมาณ 10, 15, 20 และ 25 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร พบว่าหากเติมปริมาณมากกว่า 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรจะทำให้เกิดการไม่เข้ากันระหว่างสารละลายเซลลูโลสและสารเชื่อมขวาง แสดงดังภาพที่ 4.2.3 งานวิจัยนี้จึงเลือกปริมาณสารเชื่อมขวางที่ใช้การสังเคราะห์ คือ 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร



ภาพที่ 4.2.3 สารละลายเซลลูโลสหลังจากเติมอิมพิคโลโรไฮดริน 10, 15, 20 และ 25 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ทดสอบด้วยกล้องดิจิทัล

เมื่อได้ปริมาณสารและสัดส่วนที่เหมาะสมแล้ว จึงดำเนินการสังเคราะห์เซลลูโลสไฮโดรเจลด้วยระบบ high internal phase emulsions (HIPE) พบว่า สามารถสังเคราะห์ไฮโดรเจลได้แสดงดังภาพที่ 4.2.4 จากการทดลองพบว่าไฮโดรเจลที่ได้สามารถคงรูปได้ดี จึงเลือกสัดส่วนปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์ไฮโดรเจล คือ สัดส่วนของ internal phase 80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และใช้อิมพิคโลโรไฮดริน 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรทำหน้าที่เป็นสารเชื่อมขวาง และสารเสถียรอิมัลชัน 3 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตร เพื่อใช้ศึกษาในตอนต่อไป



ภาพที่ 4.2.4 ชิ้นงานเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ในระบบ high internal phase emulsions

4.3 การเตรียมเซลลูโลสและโอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่มีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกไคโตซาน

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล 2 ระบบ คือ 1. conventional preparation และ 2. high internal phase emulsion

4.3.1 การเตรียมเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ conventional preparation

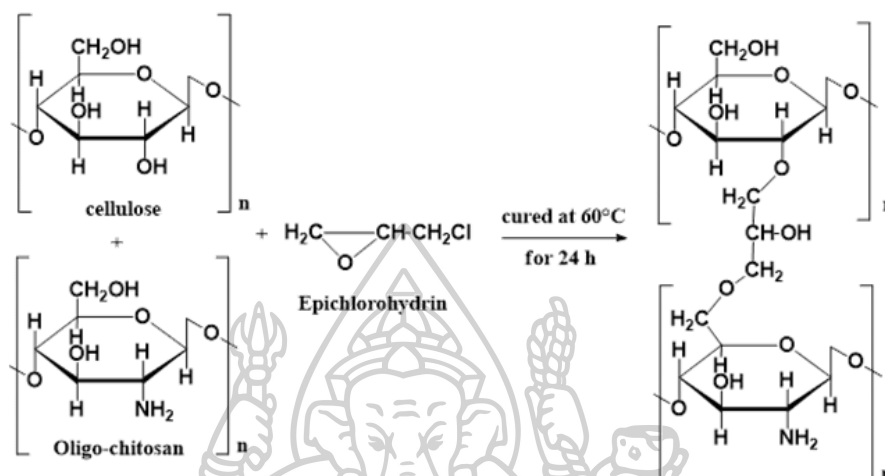
การเตรียมเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานในตัวทำละลายยูเรีย/โซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตร โดยในงานวิจัยได้ทำการศึกษาการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของเซลลูโลสต่อโอลิโกไคโตซานที่ใช้สังเคราะห์ไฮโดรเจลแสดงดังตารางที่ 4.3.1

ตารางที่ 4.3.1 ความเข้มข้นของสารต่างๆในการสังเคราะห์เซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

สูตร	ปริมาณเซลลูโลส (%wt)	ปริมาณโอลิโกไคโตซาน (%wt)	ปริมาณอิพิคลอโรไฮดริน (%v/v)
B-cellulose	5	0	20
B-CL80/CS20	4	1	20
B-CL60/CS40	3	2	20
B-CL50/CS50	2.5	2.5	20
B-CL40/CS60	2	3	20
B-chitosan	0	5	20

ปฏิกิริยาการเชื่อมขวางระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกไคโตซานแสดงดังภาพที่ 4.3.1 เมื่อศึกษาเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของไฮโดรเจลได้ผลดังตารางที่ 4.3.2 พบว่าเปอร์เซ็นต์ผลผลิตของไฮโดรเจลเมื่อสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานเพิ่มขึ้นจะทำให้เปอร์เซ็นต์ผลผลิตลดลง เนื่องจากการสังเคราะห์ควบคุมปริมาณของสารเชื่อมขวาง คือ อิพิคลอโรไฮดรินให้คงที่ในสัดส่วน 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ปฏิกิริยาการทำปฏิกิริยาแสดง การเชื่อมขวางระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกไคโตซานจะเชื่อมขวางบริเวณหมู่ไฮดรอกซิล โดยกระบวนการสังเคราะห์ใช้ความร้อน [13] การเชื่อมขวางของไฮโดรเจลที่มีสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานปริมาณมาก มีโอกาสที่โอลิโกไคโตซานจะเชื่อมขวางกันเกิดเป็นสายโซ่

พอลิเมอร์ที่ยาวขึ้นหรือมีการเชื่อมขวางระหว่างกันเองมากขึ้น ทำให้ต้องใช้ปริมาณสารเชื่อมขวางมาก จึงส่งผลทำให้ปริมาณสัดส่วนของสารเชื่อมขวางกับสารตั้งต้นไม่เพียงพอต่อการเชื่อมขวางทุกโมเลกุล ทำให้เปอร์เซ็นต์ผลผลิตลดลง



ภาพที่ 4.3.1 ปฏิกิริยาเคมีของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานและอีพิคลอโรไฮดริน

ตารางที่ 4.3.2 ปริมาณสัดส่วนของสารตั้งต้นในระบบการสังเคราะห์และเปอร์เซ็นต์ผลผลิต

ตัวอย่างชิ้นงาน	เซลลูโลส (%wt)	โอลิโกไคโตซาน (%wt)	% Yield
C-cellulose	100	0	100
C-CL80/CS20	80	20	99
C-CL60/CS40	60	40	83
C-CL50/CS50	50	50	76
C-CL40/CS60	40	60	65
C-chitosan	0	100	80

4.3.2 การเตรียมเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลด้วยระบบ high internal phase emulsion

การเตรียมเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล ด้วยระบบ HIPE ในการสังเคราะห์จะเตรียมในตัวทำละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย โดยใช้สัดส่วนปริมาณสารใน external phase ดังตารางที่ 4.3.3 โดยใช้สารเสถียรอิมัลชัน คือ sodium dodecyl sulfate (SDS) และสารที่ทำหน้าที่เป็น internal phase คือ โทลูอีน การสังเคราะห์ของงานวิจัยนี้เป็นแบบ oil in water โดยใช้ internal phase ในปริมาณ 80 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร

ตารางที่ 4.3.3 ปริมาณสัดส่วนของสารตั้งต้นในระบบการสังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion (HIPE)

สูตร	external phase ปริมาตรรวมทั้งหมด 10 ml				Internal phase
	เซลลูโลส (%wt)	โอลิโกไคโตซาน (%wt)	อพิคโลโรไฮดริน (%V/V)	SDS (%w/v)	โทลูอีน (ml)
H-cellulose	5	0	20	3	40
H-CL80/CS20	4	1	20	3	40
H-CL60/CS40	3	2	20	3	40
H-CL50/CS50	2.5	2.5	20	3	40
H-CL40/CS60	2	3	20	3	40
H-chitosan	0	5	20	3	40

4.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์และศึกษาพื้นฐานวิทยา ของเซลลูโลสไคโตซานไฮโดรเจล

4.4.1 การทดสอบหาค่าประกอบธาตุของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

จากการทดสอบหาค่าประกอบธาตุของชิ้นงานที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation ด้วยเครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ (elemental analyzer) ได้ผลทดสอบดังตารางที่ 4.4.1 พบว่าเมื่อเทียบสัดส่วนมวลของไนโตรเจนต่อมวลคาร์บอนของโอลิโกไคโตซานจะมีค่าเท่ากับ 0.17 ซึ่งตามทฤษฎีสัดส่วนมวลของไนโตรเจนต่อคาร์บอนของโอลิโกไคโตซานจะมีค่าเท่ากับ 14/72 [31] และเมื่อเพิ่มสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น ค่าเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนต่อเปอร์เซ็นต์คาร์บอนมีค่ามากขึ้น ซึ่งสามารถกล่าวได้ว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้มีโอลิโกไคโตซาน

เป็นองค์ประกอบ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณโอลิโกโคโตซานมากเกินไป 40 เปอร์เซ็นต์ พบว่าเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนต่อเปอร์เซ็นต์คาร์บอนลดลง อาจเป็นเพราะโอลิโกโคโตซานเป็นสารโมเลกุลขนาดเล็กจึงต้องใช้ปริมาณสารเชื่อมขวางมากขึ้นเพื่อเชื่อมขวางระหว่างโมเลกุลกันเอง ส่งผลทำให้ปริมาณสารเชื่อมขวางไม่เพียงพอต่อการเชื่อมขวางโมเลกุลภายในระบบได้ทั้งหมด ทำให้สารหายไปภายหลังจากการทำให้สารบริสุทธิ์ด้วยวิธี soxhlet extraction ด้วยอะซีโตน

ตารางที่ 4.4.1 องค์ประกอบของ เซลลูโลส, โอลิโกโคโตซาน และเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล

สารตัวอย่าง	%คาร์บอน	%ไนโตรเจน	%ไนโตรเจน / %คาร์บอน
เซลลูโลส	42.05	0.00	0
โอลิโกโคโตซาน	37.86	6.34	0.17
C-cellulose	40.00	1.10	0.03
C-CL80/CS20	32.19	2.77	0.09
C-CL60/CS40	34.44	3.75	0.11
C-CL50/CS50	31.63	4.14	0.14
C-CL40/CS60	36.59	3.63	0.10

ผลการทดสอบหาองค์ประกอบธาตุของชิ้นงานที่ถูกเตรียมด้วยระบบ high internal phase emulsion แสดงดังตารางที่ 4.4.2 พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของโอลิโกโคโตซานจะพบว่า ค่าเปอร์เซ็นต์ไนโตรเจนต่อเปอร์เซ็นต์คาร์บอนมีค่ามากขึ้น ซึ่งสามารถกล่าวได้ว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้มีโอลิโกโคโตซานเป็นองค์ประกอบ เมื่อเปรียบเทียบองค์ประกอบธาตุของชิ้นงานที่สังเคราะห์จากระบบ conventional preparation กับระบบ high internal phase emulsion พบว่าสัดส่วนมวลของไนโตรเจนต่อคาร์บอนของโอลิโกโคโตซานในระบบ high internal phase emulsion มีค่าน้อยกว่า อาจเป็นเพราะว่า SDS ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารเสถียรอิมัลชันและโพลูอินบางส่วนที่อาจละลายอยู่ใน continuous phase เข้าไปรบกวนปฏิกิริยาการเชื่อมขวางของเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซาน

ตารางที่ 4.4.2 องค์ประกอบของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE)

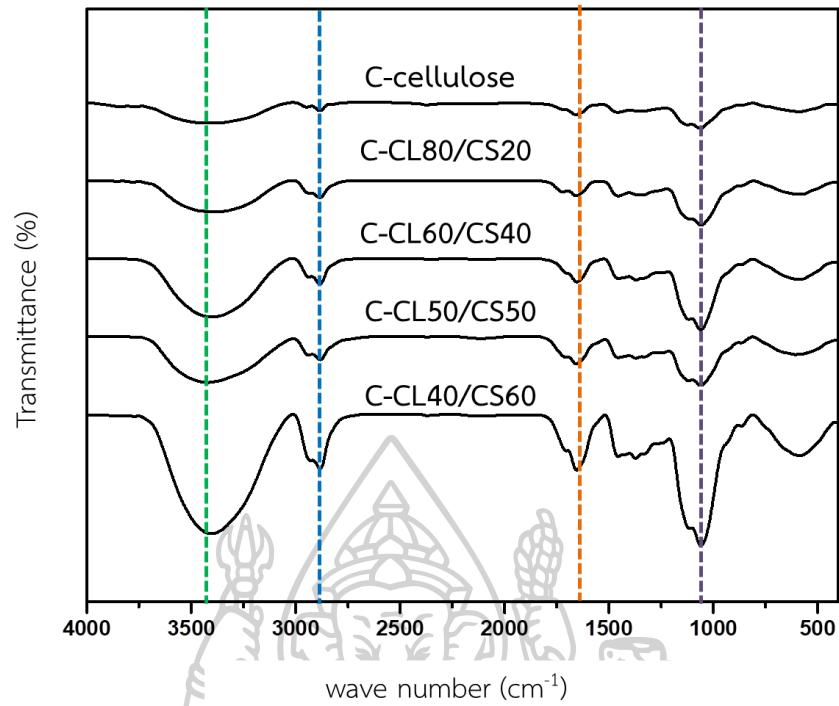
สารตัวอย่าง	%คาร์บอน	%ไนโตรเจน	%ไนโตรเจน / %คาร์บอน
H-cellulose	30.83	0.30	0.0097
H-CL80/CS20	28.56	0.82	0.0287
H-CL60/CS40	36.53	1.52	0.0416
H-CL50/CS50	37.85	1.98	0.0523
H-CL40/CS60	32.30	2.13	0.0660

4.4.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์เซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค

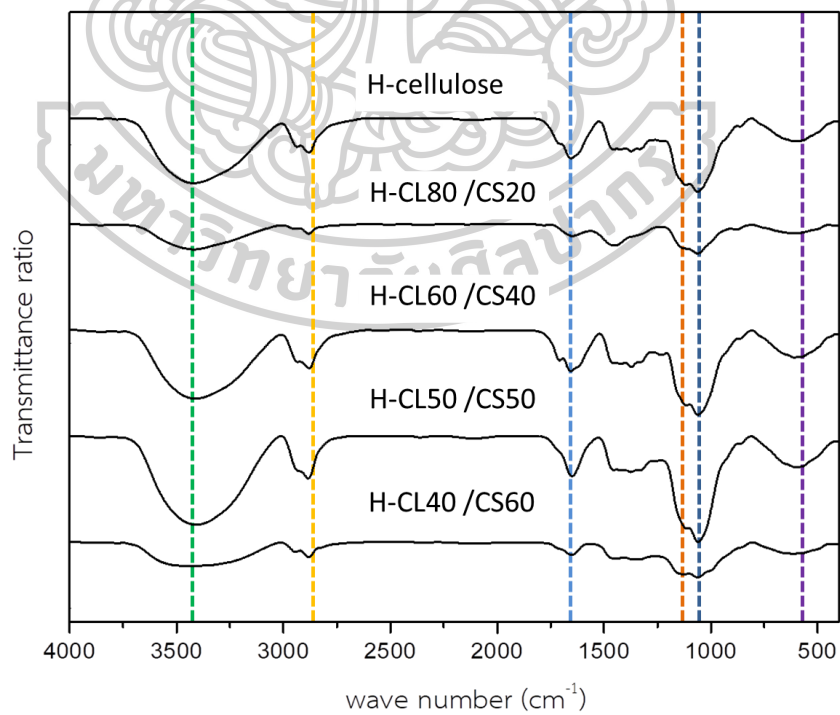
Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR)

จากการผลการทดสอบ FTIR ของชิ้นงานที่สังเคราะห์ด้วยระบบ solution polymerization ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.4.1 พบว่าการปรากฏตำแหน่งพีดของชิ้นงานเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลมีความใกล้เคียงกัน โดยปรากฏพีดที่สำคัญ คือพีดที่ตำแหน่งประมาณ 3378 cm^{-1} บ่งบอกถึง N-H stretching และ O-H stretching ตำแหน่งประมาณ 2800 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-H stretching ตำแหน่งประมาณ 1665 cm^{-1} บ่งบอกถึง C=O stretching หรือ N-H bending และที่ตำแหน่งพีดประมาณ 1064 cm^{-1} บ่งบอกถึง ether linkage (1,4- β -D-glucoside) [32] จากผลการทดสอบพบว่าพีคระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานมีการดูดกลืนช่วงเลขคลื่นที่ใกล้เคียงกันมากแตกต่างแบบไม่มีนัยสำคัญ

จากการผลการทดสอบ FTIR ของชิ้นงานที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.4.2 พบว่าการขึ้นตำแหน่งพีดของชิ้นงานเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลมีความใกล้เคียงกัน โดยปรากฏพีดที่สำคัญ คือ ที่ตำแหน่งประมาณ 3378 cm^{-1} บ่งบอกถึง N-H stretching และ O-H stretching ตำแหน่งประมาณ 2800 cm^{-1} บ่งบอกถึง C-H stretching ตำแหน่งประมาณ 1665 cm^{-1} บ่งบอกถึง C=O stretching หรือ N-H bending และที่ตำแหน่งพีดประมาณ 1064 cm^{-1} บ่งบอกถึง ether linkage (1,4- β -D-glucoside) [33] ซึ่งจากผลการทดสอบจะพบว่าพีคระหว่างเซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานมีการดูดกลืนช่วงเลขคลื่นที่ใกล้เคียงกัน แสดงถึงไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ มีโครงสร้างทางเคมีคล้ายคลึงกัน และเมื่อเปรียบเทียบผล FTIR ของชิ้นงานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ทั้งระบบทั้งสอง พบว่าชิ้นงานมีการดูดกลืนช่วงเลขคลื่นที่ใกล้เคียงกัน แสดงให้เห็นถึงระบบการสังเคราะห์ในงานวิจัยนี้ไม่ส่งผลต่อเอกลักษณ์ทางเคมี



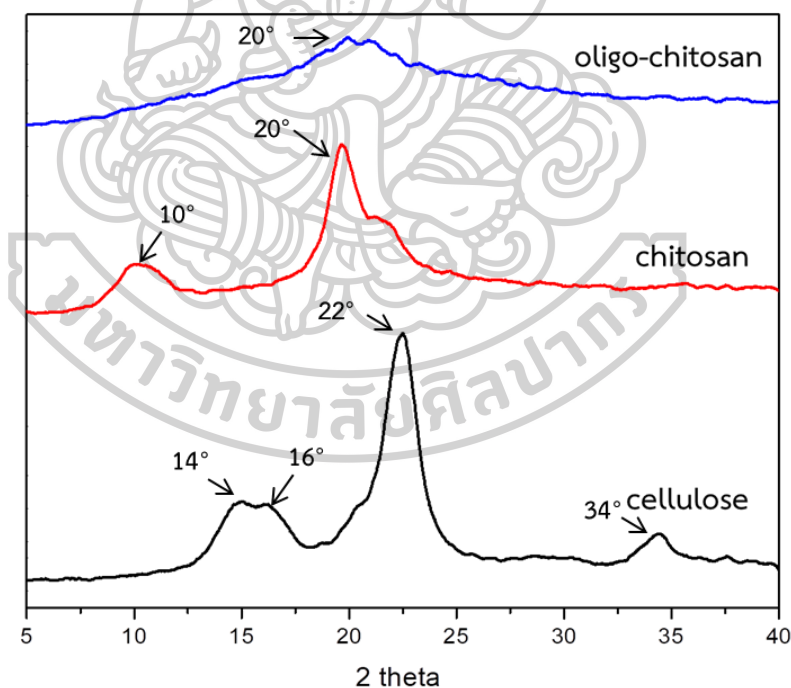
ภาพที่ 4.4.1 FTIR spectrum ของเซลลูโลส/ไอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation



ภาพที่ 4.4.2 FTIR spectrum ของเซลลูโลส/ไอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลสังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE

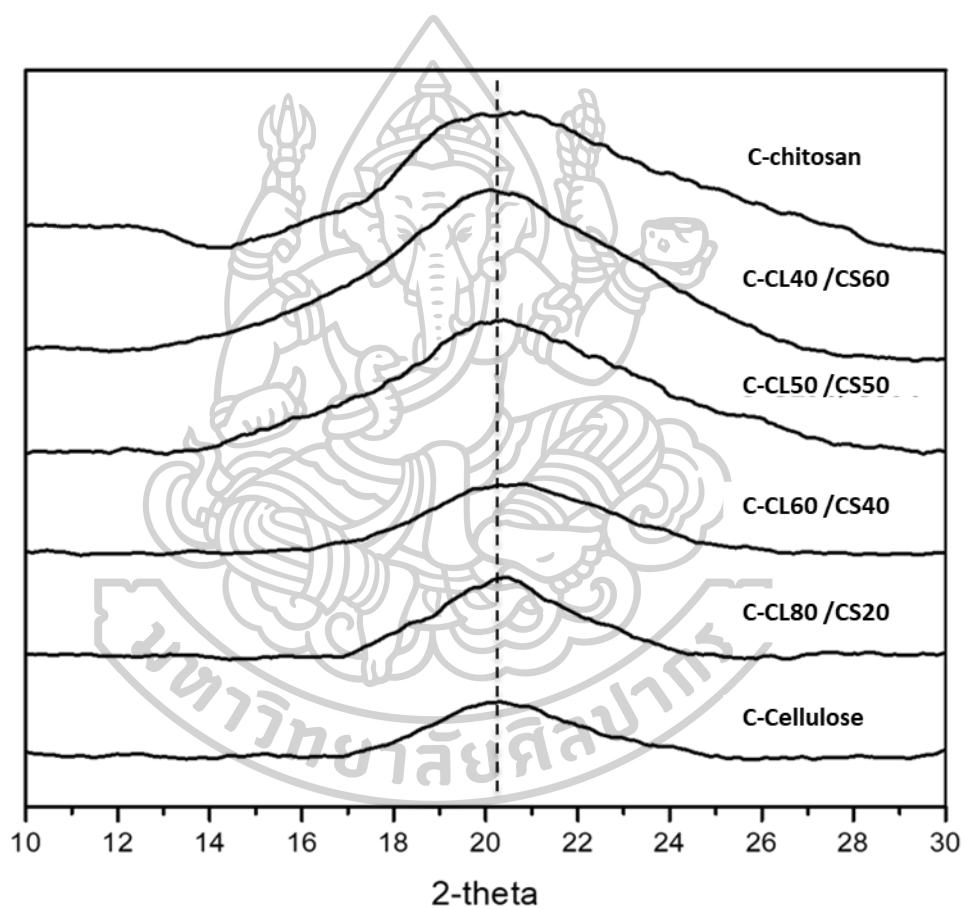
4.4.3 การศึกษาความเป็นผลึกของเซลลูโลสโอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

ผลการทดสอบ XRD แสดงดังภาพที่ 4.4.3 พบว่า สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ไฮโดรเจล คือ เซลลูโลส ไคโตซาน และ โอลิโกไคโตซาน ปรากฏพิกเอกลักษณะแตกต่างกัน คือ เซลลูโลส จะปรากฏพิกเอกลักษณะ 3 พิก ที่ 2θ ประมาณ 14° , 16° , 22° และ 34° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบผลึกของเซลลูโลส [12, 32] ไคโตซานปรากฏพิกเอกลักษณะ 2 พิก ที่ 2θ ประมาณ 10° และ 20° ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบผลึกของไคโตซาน [34] และโอลิโกไคโตซานที่ได้จากการตัดสายโซ่ไคโตซาน ด้วยกรดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จะพบพิกเอกลักษณะ ที่ 2θ เท่ากับ 20° ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับ ไคโตซานก่อนตัดสายโซ่จะพบว่าพิกที่ 10° หายไปหลังจากการตัดสายโซ่และพิกที่ 20° มีความเข้มลดลงแสดงให้เห็นถึง ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์สามารถตัดสายโซ่ของไคโตซานได้ ด้วยการทำลายพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่เอมีนและหมู่ไฮดรอกซิลภายในโครงสร้างของไคโตซาน ส่งผลทำให้การอัดแน่นของโครงสร้างเพื่อเกิดเป็นผลึกยากขึ้น ส่งผลทำให้โครงสร้างของโอลิโกไคโตซานเป็นแบบอสัณฐานมากขึ้น



ภาพที่ 4.4.3 XRD pattern ของเซลลูโลส ไคโตซานและโอลิโกไคโตซาน

จาก XRD pattern ที่แสดงในภาพที่ 4.4.4 พบว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะ XRD pattern ใกล้เคียงกัน ปรากฏพีคเอกลักษณ์ที่ 2θ เท่ากับ 20° พบว่าหลังจากการสังเคราะห์ พีคเอกลักษณ์ของสายตั้งต้นจะหายไปบางส่วน และการคำนวณปริมาณผลึกโดยมีรายละเอียดการคำนวณตามภาคผนวก ก มีปริมาณผลึกลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับสารตั้งต้นแสดงในตารางที่ 4.4.3 ซึ่งเป็นผลมาจากโมเลกุลของสายตั้งต้นถูกเชื่อมขวาง ส่งผลทำให้การกลับมาแพ็คตัวเป็นผลึกเกิดขึ้นได้ยากกว่า



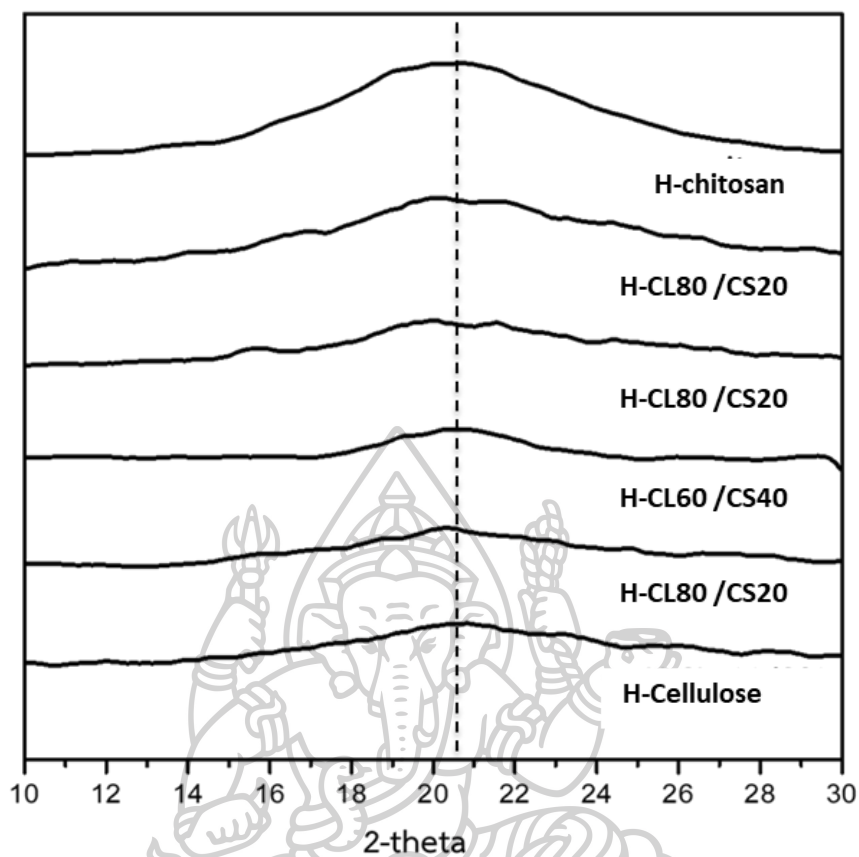
ภาพที่ 4.4.4 XRD pattern ของไฮโดรเจลที่เตรียมได้จากการเชื่อมขวางด้วยอิพิดลอโรไฮดริน ด้วยระบบ conventional preparation

เมื่อสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจะส่งผลทำให้ปริมาณผลึกลดลง เนื่องจากโมเลกุลของโอลิโกไคโตซานสามารถขัดขวางการแพ็คตัวของโครงสร้างได้ แต่เมื่อสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานมากกว่า 40 เปอร์เซ็นต์ จะพบว่าปริมาณผลึกของไฮโดรเจลมีปริมาณมากขึ้น เนื่องจากโอลิโกไคโตซานเกิดการเชื่อมขวางกันเองและแสดงความเป็นไคโตซานมากขึ้น และเมื่อพิจารณาปริมาณผลึกของ สูตร C-cellulose เทียบกับ สูตร C-chitosan พบว่าเซลลูโลสไฮโดรเจลจะมีปริมาณผลึกที่น้อยกว่า ไคโตซานไฮโดรเจล

ตารางที่ 4.4.3 ปริมาณผลึกของไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยระบบ conventional preparation

สาร	เปอร์เซ็นต์ผลึก
cellulose	49.6
chitosan	34.5
oligo-chitosan	12.4
C-cellulose	8.8
C-Cl80/CS20	8.2
C-Cl60/CS40	7.5
C-Cl50/CS50	14.8
C-Cl40/CS60	20.7
C-chitosan	23.8

จากผลการทดสอบ XRD pattern ของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่ถูกสังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion แสดงดังภาพที่ 4.4.5 พิกเอกลักษณะของสารตั้งต้น คือ เซลลูโลส และโอลิโกไคโตซาน หายไปบางส่วนเนื่องจากการแพ็คตัวผลึกนั้นเกิดได้ยากขึ้น และพิกของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะพิกใกล้เคียงกัน คือ ขึ้นพิกเอกลักษณะที่ 2θ เท่ากับ 20° [32] : ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับสารตั้งต้น พบว่าปริมาณผลึกที่พิก 2θ เท่ากับ 20° มีปริมาณลดลง ซึ่งเป็นผลมาจากโมเลกุลของสายตั้งต้นถูกเชื่อมขวาง ส่งผลทำให้การกลับมาแพ็คตัวเป็นผลึกเกิดขึ้นได้ยากกว่าเดิม



ภาพที่ 4.4.5 XRD pattern ของไฮโดรเจลที่เตรียมได้จากการเชื่อมขวางด้วยอีพิกลอโรไฮดรินด้วยระบบ HIPE

ตารางที่ 4.4.4 ปริมาณผลึกของไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยระบบ HIPE โดยถูกเชื่อมขวางด้วยอีพิกลอโรไฮดริน

สาร	เปอร์เซ็นต์ผลึก (%)
H-CL100/CS0	6.2
H-CL80/CS20	8.3
H-CL60/CS40	8.5
H-CL50/CS50	13.0
H-CL40/CS60	15.1
H-chitosan	13.2

เมื่อเปรียบเทียบไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยเทคนิคที่ต่างกัน จากผลการศึกษาปริมาณผลึกของ ชิ้นงานไฮโดรเจล พบว่า XRD pattern ของชิ้นงานที่สังเคราะห์จาก conventional preparation และ high internal phase emulsion มีลักษณะคล้ายคลึงกัน และเมื่อพิจารณาปริมาณผลึกพบว่า เซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion มี ปริมาณผลึกที่น้อยกว่า เนื่องจากกระบวนการสังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion มี การหยุดโพลูอินเป็น internal phase ระหว่างการสังเคราะห์จึงอาจส่งผลทำให้โครงสร้างของไฮโดร เจลเกิดการแพ็คตัวกันได้ยาก และเมื่อเปรียบเทียบปริมาณสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานที่ส่งผลต่อ ความเป็นผลึกของไฮโดรเจล พบว่า เมื่อเติมปริมาณโอลิโกไคโตซานในสัดส่วนที่เพิ่มขึ้น จะส่งผลทำให้ ไฮโดรเจลที่สังเคราะห์จากระบบ high internal phase emulsion มีปริมาณผลึกที่เพิ่มขึ้น เนื่องจาก ระหว่างกระบวนการสังเคราะห์เกิดการรวมตัวกันเองของโอลิโกไคโตซาน ส่งผลให้แสดงเอกลักษณ์ ของการแพ็คตัวของสายโซ่ได้มากขึ้น



4.4.4 การศึกษาความเป็นรูพรุนของเซลลูโลสโอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

ชิ้นงานไฮโดรเจลเมื่อมีการดูดซึมน้ำเข้ามาภายในโครงสร้างนั้น โมเลกุลน้ำจะเข้าไปแทรกตัวอยู่ในโครงสร้างของไฮโดรเจล เมื่อนำไฮโดรเจลดังกล่าวไปผ่านการกำจัดน้ำออกจากโครงสร้างด้วยเทคนิค freeze dry บริเวณดังกล่าวจะเกิดเป็นช่องว่างเกิดขึ้น เมื่อนำชิ้นงานไปทดสอบหาปริมาณรูพรุนด้วยเทคนิค mercury intrusion porosimetry ซึ่งเป็นเทคนิคหาปริมาณรูพรุนและขนาดรูพรุนจากการอัดปรอทเข้าไปในชิ้นงานด้วยความดัน ได้ผลทดสอบแสดงดังตารางที่ 4.4.5

ตารางที่ 4.4.5 ผลการทดสอบหาความเป็นรูพรุนด้วยเทคนิค mercury intrusion porosimetry ของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation

ตัวอย่าง	Intrusion volume (mL/g)	Pore area (m ² /g)	Average pore diameter (μm)
B-Cl100/CS0	7.22	0.63	46.22
B-Cl80/CS20	7.70	1.06	29.18
B-Cl60/CS40	11.28	2.84	15.89
B-Cl50/CS50	9.99	1.96	20.43
B-Cl40/CS60	7.80	1.67	18.73
B-chitosan	0.37	0.05	28.33

ผลทดสอบของไฮโดรเจลที่เตรียมจากการสังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation แสดงในตารางที่ 4.4.5 พบว่าเมื่อสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานเพิ่มขึ้นส่งผลทำให้ค่าปริมาณการอัดปรอทเข้าไปอยู่ในรูพรุนและพื้นที่รูพรุนมีปริมาณมากขึ้น ไฮโดรเจลสูตร C-Cl100/CS0 มีค่าพื้นที่ผิวรูพรุนมากที่สุด ถึง 11.28 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งสอดคล้องกับภาพสัณฐานวิทยาที่ทดสอบด้วยเทคนิค SEM ของไฮโดรเจลหลังจากการทำแห้งด้วยเทคนิค freeze dry ดังภาพที่ 4.2.5 บ่งบอกได้ว่า การเติมปริมาณโอลิโกไคโตซานในปริมาณที่แตกต่างกัน จะส่งผลต่อสัณฐานวิทยาและความเป็นรูพรุนของไฮโดรเจล

ผลทดสอบของไฮโดรเจลที่เตรียมจากการสังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion แสดงในตารางที่ 4.4.6 พบว่า เมื่อปริมาณสัดส่วนของโพลิโกโคโตซานเพิ่มขึ้นจะส่งผลทำให้ปริมาณพื้นที่รูพรุนลดลงและปริมาตรของพรอทที่สามารถอัดเข้าไปในชิ้นงานลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM แสดงดังภาพที่ 4.4.8 และสอดคล้องกับผลการดูดซึมน้ำของไฮโดรเจล พบว่าไฮโดรเจลสูตร H-cellulose เป็นสูตรที่ดูดซึมน้ำมากที่สุดและโครงสร้างเป็นแบบ cell connectivity ระหว่างกันมากจึงสามารถดูดซึมน้ำได้มาก เมื่อทดสอบด้วยเทคนิค mercury intrusion porosimetry พบปริมาณพรอทที่อัดเข้าไปในชิ้นงานได้มากถึง 36.79 มิลลิลิตรต่อกรัมและพื้นที่ผิวรูพรุน 6.81 ตารางเมตรต่อกรัม แสดงให้เห็นถึงไฮโดรเจลสามารถเก็บกักน้ำไว้ในโครงสร้างได้มาก

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างการสังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation กับระบบ high internal phase emulsion พบว่าระบบที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion มีปริมาณรูพรุนสูงกว่าระบบ conventional preparation จึงยืนยันได้ว่าระบบการสังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion สามารถเพิ่มปริมาณรูพรุนให้กับชิ้นงานได้

ตารางที่ 4.4.6 ผลการทดสอบหาความเป็นรูพรุนด้วยเทคนิค mercury intrusion porosimetry ของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE)

ตัวอย่าง	Intrusion volume (mL/g)	Pore area (m ² /g)	Average pore diameter (μm)
H-cellulose	36.79	6.81	21.61
H -Cl80/CS20	25.96	3.70	28.05
H -Cl60/CS40	22.41	3.47	25.82
H -Cl50/CS50	16.56	3.30	20.05
H -Cl40/CS60	13.29	1.95	27.24
H -chitosan	10.73	2.40	17.86

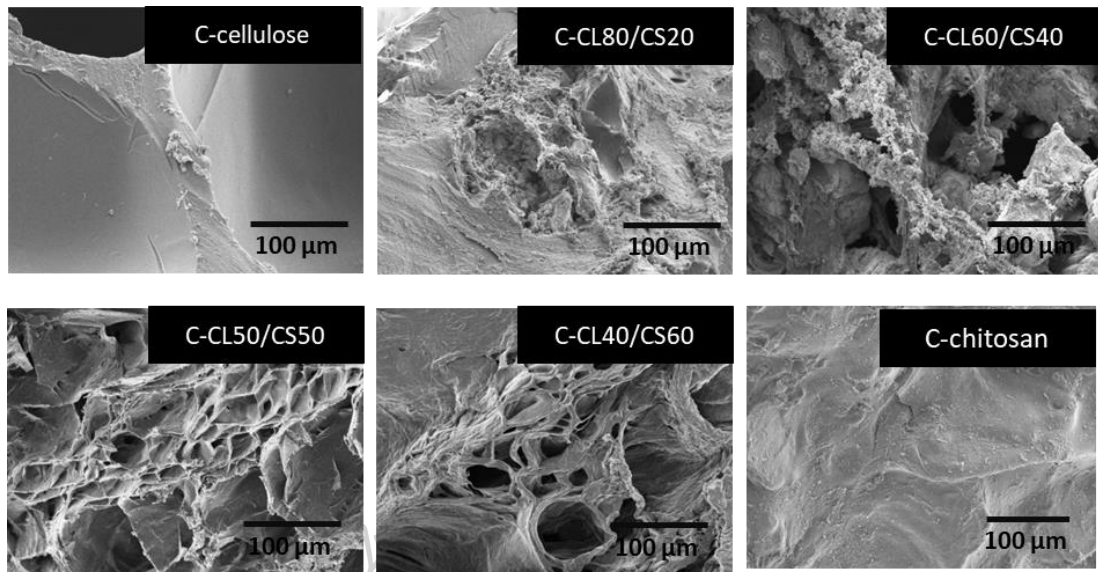
4.4.5 การทดสอบสัณฐานวิทยาของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM)

การทำแห้งชิ้นงานไฮโดรเจลหลังจากการทำ purification โดยงานวิจัยนี้ศึกษาการทำแห้ง 3 วิธี คือ 1. การทำแห้งด้วยตู้อบความร้อนธรรมดา (hot air oven) 2. ตู้อบด้วยความร้อนแบบสุญญากาศ (vacuum oven) และ 3. เครื่องทำแห้งตัวอย่างด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ ณ จุดวิกฤต (critical point dryer; CPD) เมื่อนำชิ้นงานหลังจากการทำแห้งทั้ง 3 วิธีทดสอบด้วยเทคนิค SEM ได้ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.4.6 พบว่าการทำแห้งด้วยตู้อบด้วยความร้อนแบบธรรมดาจะทำให้โครงสร้างของไฮโดรเจลยุบตัว เนื่องจากการกำจัดตัวทำละลายออกจะถูกกำจัดอย่างรวดเร็วจึงส่งผลทำให้โครงสร้างยุบตัวได้ง่าย แต่เมื่อทำแห้งด้วยตู้อบสุญญากาศหรือเครื่อง critical point dryer พบว่าโครงสร้างยังคงสภาพคงความเป็นรูพรุนได้ดี เนื่องจากตัวทำละลายที่อยู่ภายในไฮโดรเจลถูกกำจัดออกพร้อมกันด้วยความดันคงที่ จึงทำให้ไฮโดรเจลยังคงสภาพได้ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกทำแห้งด้วยตู้อบสุญญากาศ เนื่องจากง่ายต่อการศึกษาและยังมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับการทำแห้งแบบ critical point dryer



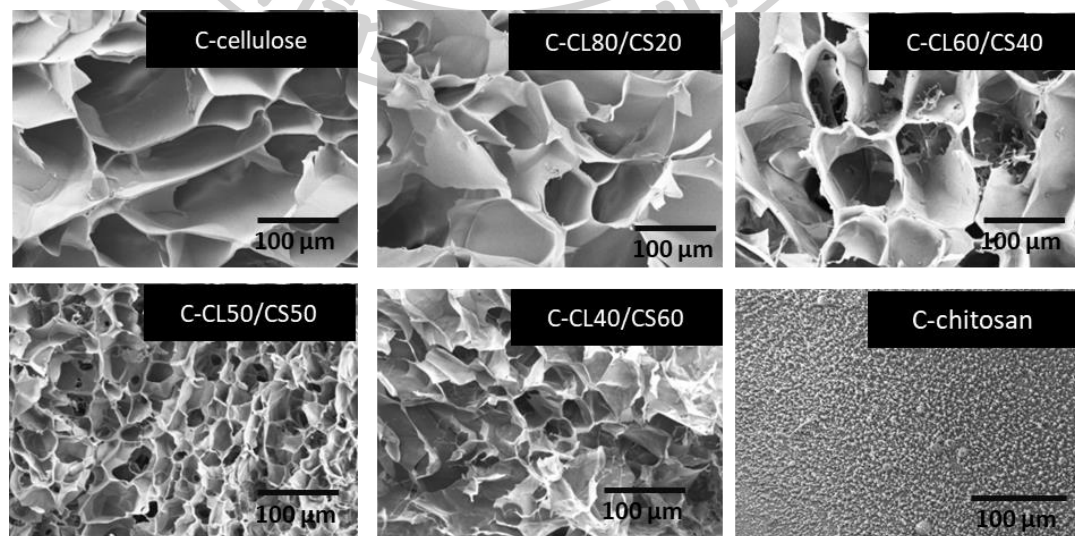
ภาพที่ 4.4.6 สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจล ที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE ในกระบวนการทำแห้งแบบต่างๆ

การเตรียมชิ้นงานไฮโดรเจลจะทำแห้งด้วยตู้อบสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ความดัน 20 mbar เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นทำการเคลือบทองเพื่อทำการทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด แสดงผลการทดสอบที่ได้ดังภาพที่ 4.4.7 แสดงให้เห็นว่าเซลลูโลสไฮโดรเจล (C-cellulose) และไคโตซานไฮโดรเจล (C-chitosan) มีพื้นผิวมีลักษณะเรียบ ไม่มีรูพรุน แต่เมื่อสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานมากขึ้นจะทำให้พื้นที่ผิวของชิ้นงานมีความขรุขระมากขึ้น



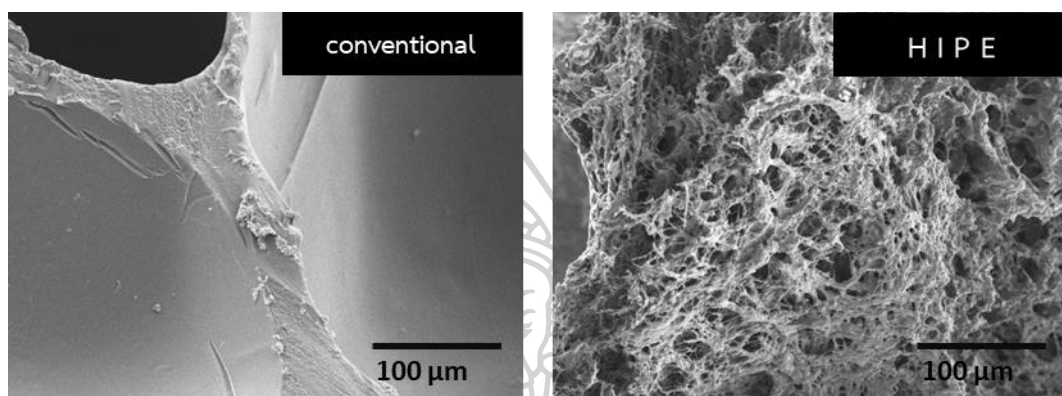
ภาพที่ 4.4.7 ภาพ SEM ของเซลลูโลส/ไอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล ก่อนดูน้ำ

จากนั้นนำไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ไปทดสอบการดูดซึมน้ำเป็นเวลา 1 วันแล้วนำไฮโดรเจลมาทำแห้งด้วยเครื่อง freeze dryer เพื่อกำจัดน้ำออกจากโครงสร้าง จากการทดสอบด้วย SEM ได้ผลแสดงดังภาพที่ 4.4.8 พบว่าหลังจากการดูดซึมน้ำโครงสร้างของไฮโดรเจลจะขยายตัวบ่งบอกว่าน้ำสามารถเข้าไปภายในโครงสร้างของไฮโดรเจลได้ เมื่อสัดส่วนของไอลิโกไคโตซานในไฮโดรเจลเพิ่มขึ้นพบว่าปริมาณรูพรุนจะเพิ่มขึ้นซึ่งยืนยันผลจากภาพ SEM ในภาพที่ 4.4.8 และการทดสอบความเป็นรูพรุนในตารางที่ 4.4.5 แต่ขนาดรูพรุนจะเล็กลงเพราะโครงสร้างของไฮโดรเจลมีการเชื่อมขวางหนาแน่นขึ้น เนื่องจากโมเลกุลของไอลิโกไคโตซานมีโอกาสเชื่อมขวางระหว่างกันมากขึ้น



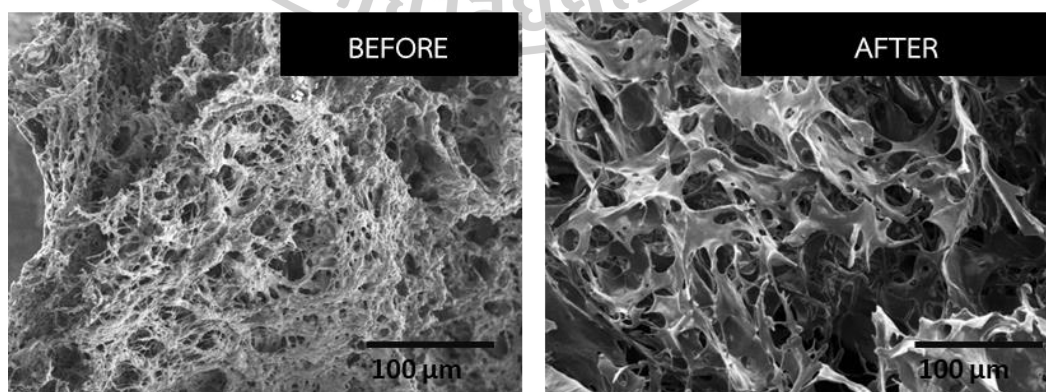
ภาพที่ 4.4.8 ภาพ SEM ของเซลลูโลส/ไอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล หลังดูน้ำ

เมื่อตรวจสอบชิ้นงานไฮโดรเจลซึ่งสังเคราะห์โดยการเติมโพลูอินเพื่อทำหน้าที่เป็น internal phase พบว่าสามารถเกิดขึ้นงานมีรูพรุนแสดงดังภาพที่ 4.4.9 เนื่องจากโพลูอินจะถูกสารเสถียรอิมัลชันล้อมไว้เกิดเป็น droplet เมื่อสารตั้งต้นเกิดการเชื่อมขวางจะไม่เกิดบริเวณที่มีโพลูอินอยู่ หลังจากกำจัดโพลูอินออกโดยใช้วิธี soxhlet extraction ด้วยอะซีโตน โพลูอินจะถูกชะล้างออกไปจากไฮโดรเจลทำให้ชิ้นงานไฮโดรเจลเกิดรูพรุนขึ้น



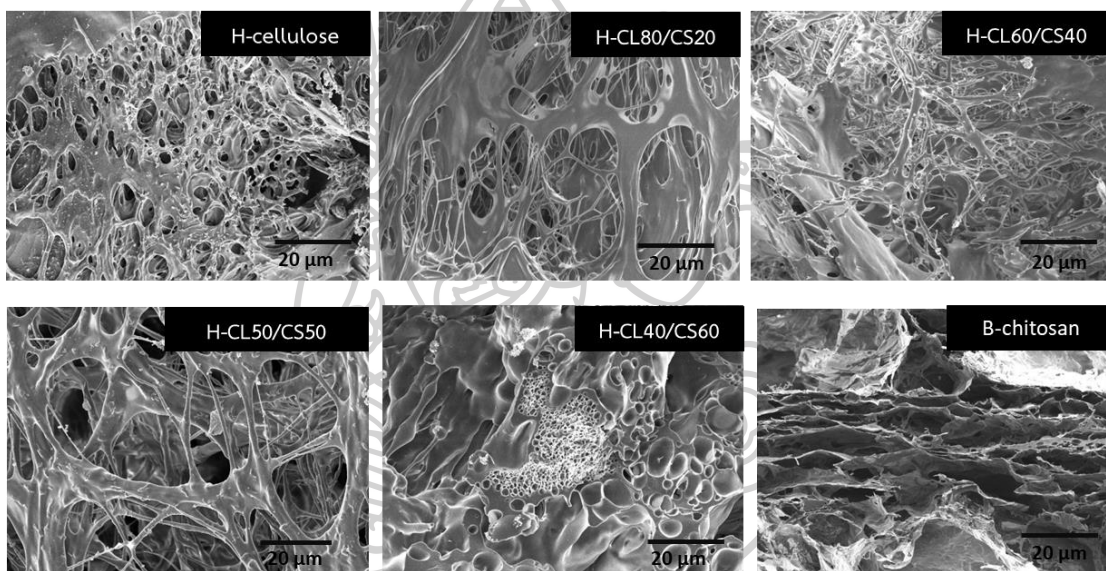
ภาพที่ 4.4.9 สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ conventional และ HIPE

เมื่อเปรียบเทียบไฮโดรเจลก่อนและหลังดูดซึมน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง พบว่าโครงสร้างของไฮโดรเจลมีความแตกต่างกัน เนื่องจากไฮโดรเจลมีการขยายตัวหลังจากการดูดซึมน้ำเพราะโมเลกุลของน้ำสามารถแทรกตัวอยู่ในโครงสร้างของไฮโดรเจล เมื่อกำจัดน้ำออกด้วยวิธี freeze dry พบว่าโครงสร้างของไฮโดรเจlnั้นแสดงดัง ภาพที่ 4.4.10 ไฮโดรเจลจะขยายตัวและรูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้น

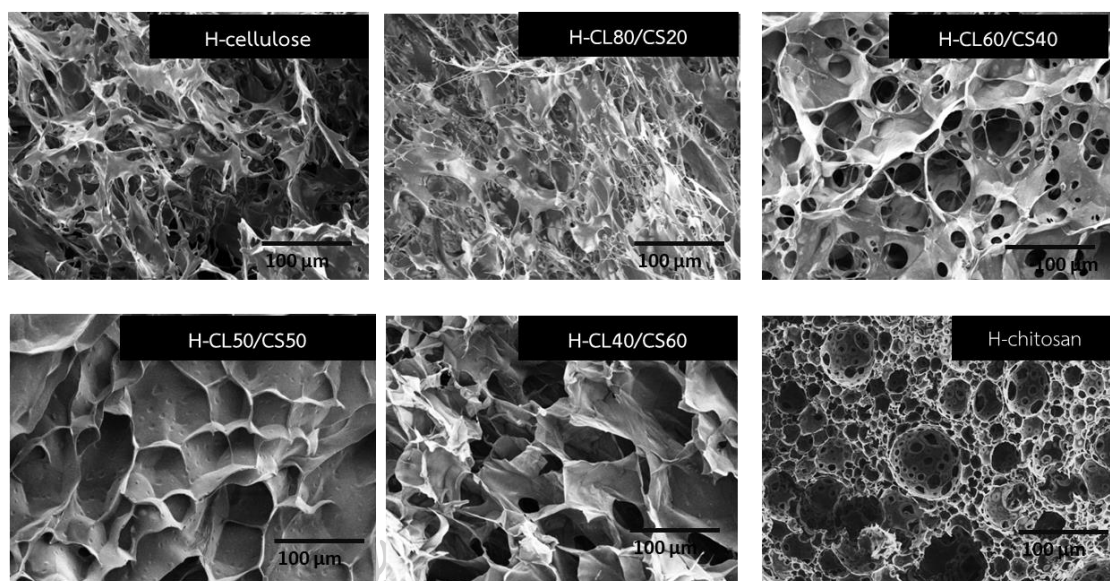


ภาพที่ 4.4.10 สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE ก่อนและหลังดูดซึมน้ำ

เมื่อเปรียบเทียบสัดส่วนสัณฐานวิทยาของไฮโดรเจลที่มีการปรับเปลี่ยนของสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ พบว่าสัดส่วนสารตั้งต้นที่แตกต่างกันจะส่งผลต่อโครงสร้างของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ แสดงดังภาพที่ 4.4.11 และหลังจากการดูดซึมน้ำแล้วทำแห้งด้วยวิธี freeze dry พบว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์จากเซลลูโลสจะมีปริมาณรูพรุนขนาดเล็กและมีปริมาณมาก โครงสร้างไฮโดรเจลมีลักษณะแบบ cell connectivity มากขึ้น สัดส่วนของโอลิโกโคโตซานที่ใช้ในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลเพิ่มขึ้นจะทำให้ขนาดรูพรุนของไฮโดรเจลมีขนาดใหญ่ขึ้น แต่เมื่อเติมโอลิโกโคโตซานเกิน 50 เปอร์เซ็นต์พบว่าโครงสร้างของชิ้นงานไฮโดรเจลมีรูพรุนหนาแน่นเพิ่มขึ้นอีกครั้งแสดงดังภาพที่ 4.4.12



ภาพที่ 4.4.11 สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE ก่อนทดสอบดูดซึมน้ำโดยการทำแห้งด้วยวิธี CPD ทดสอบด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

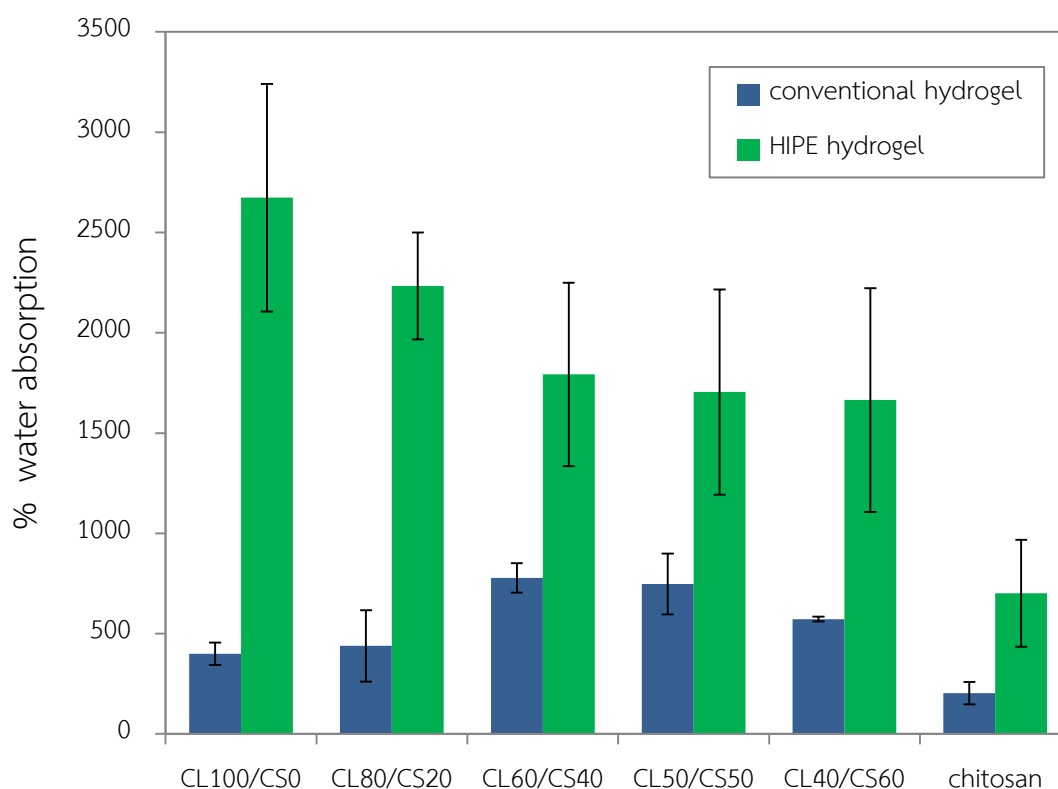


ภาพที่ 4.4.12 สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE หลังทดสอบดูดซึมน้ำโดยการทำแห้งด้วยวิธี Freeze dry ทดสอบด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่า

4.5 การทดสอบดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

การดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation ใช้เวลาทดสอบแช่น้ำเป็นเวลา 2 วัน ได้ผลการทดสอบแสดงดังภาพที่ 4.5.1 โดยสัดส่วนที่ดูดซึมน้ำได้สูงที่สุดในงานวิจัยนี้ คือ C-CL60/CS40 ซึ่งสามารถดูดซึมน้ำได้ประมาณ 780 % ทั้งนี้เกิดจากโอลิโกไคโตซานสามารถเข้าไปแทรกตัวภายในโครงสร้างของเซลลูโลสทำให้เกิดช่องว่างระหว่างสายโซ่ และสัณฐานวิทยาของไฮโดรเจลมีลักษณะเป็นรูพรุนและมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากขึ้น ทำให้วัสดุไฮโดรเจลมีโอกาสเกิดแรงอันตรกิริยากับโมเลกุลของน้ำมากขึ้น แต่เมื่อเพิ่มสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานมากกว่า 40% พบว่าเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลมีความสามารถในการดูดซึมน้ำลดลง เนื่องจากสัณฐานวิทยาของไฮโดรเจลมีลักษณะเป็นรูพรุนขนาดเล็กและมีการเชื่อมขวางหนาแน่นมาก ทำให้ไฮโดรเจลขยายตัวยาก จึงทำให้ดูดซึมน้ำลดลง

ผลการทดสอบดูดซึมน้ำแสดงดังภาพที่ 4.5.1 ไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิค HIPE มีค่าการดูดซึมน้ำมากกว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบปกติอย่างน้อย 2 เท่า เนื่องจากไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE มีปริมาณรูพรุนและพื้นที่ผิวรูพรุนก่อนดูดซึมน้ำมากกว่า เนื่องการหดตัวของโพลีเมอร์ไปสารละลายทำให้ชิ้นงานมีปริมาณรูพรุนและพื้นที่ผิวสัมผัสของไฮโดรเจลเพิ่มขึ้น ทำให้ปริมาณหมู่ hydrophilic group ที่อยู่บนพื้นผิวของไฮโดรเจลมีมากขึ้น เมื่อพิจารณาสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานในระบบการสังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion พบว่าหากเติมปริมาณโอลิโกไคโตซานเพิ่มขึ้นการดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลลดลง เนื่องจากไฮโดรเจลจะมีโครงสร้างแบบ cell connectivity ลดลง

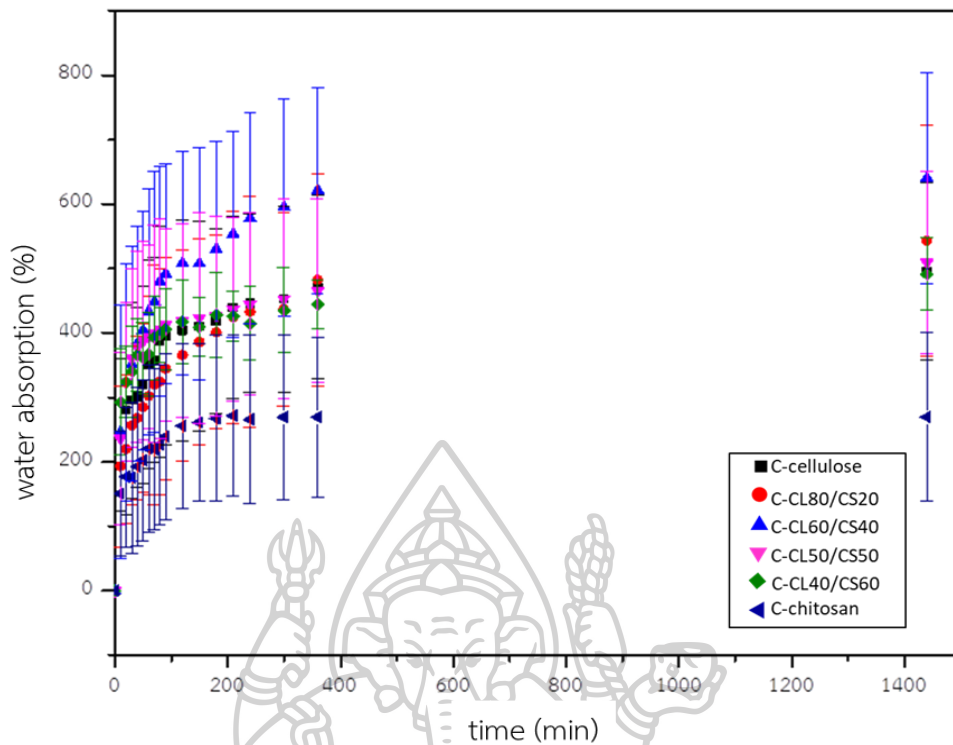


ภาพที่ 4.5.1 ความสามารถในการดูดซึมน้ำของชิ้นงานไฮโดรเจลหลังจากแช่น้ำเวลา 2 วัน

4.5.1 การศึกษาจลนศาสตร์การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

การศึกษาพฤติกรรมดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล จะทำการติดตามการเพิ่มขึ้นของน้ำหนักไฮโดรเจลหลังจากแช่น้ำที่เวลาต่างๆเป็นเวลาทั้งหมด 1 วัน ได้ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.5.2 พบว่าเมื่อเวลาผ่านไป ไฮโดรเจลสามารถดูดซึมน้ำได้มากขึ้น ซึ่งไฮโดรเจลสูตร C-CL60/CS40 มีความสามารถในการดูดซึมน้ำรวดเร็วที่สุด จากนั้นนำแบบจำลองทางจลนศาสตร์มาอธิบายพฤติกรรมดูดซึมน้ำ ดังผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.5.3 และตารางที่ 4.5.1 เมื่อพิจารณาค่าสัมประสิทธิ์สหสัมพันธ์ (R^2) ของทุกช่วงการดูดซึมน้ำ พบว่าพฤติกรรมดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลที่เตรียมได้สอดคล้องกับแบบจำลอง pseudo second-order model มากที่สุด แต่เมื่อพล็อตกราฟเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำในช่วงแรกพบว่าสามารถใช้ความสัมพันธ์ของแบบจำลองแบบ pseudo first-order model ได้ผลดังภาพที่ 4.5.4 ซึ่งสามารถพล็อตกราฟแล้วมีความเป็นเส้นตรง แต่เมื่อพล็อตทุกช่วงของกราฟพบว่าสอดคล้องกับแบบจำลอง pseudo second-order model มากกว่า แสดงดังภาพที่ 4.5.5 ดังนั้นจึงบ่งบอกได้ว่า ในช่วงแรกของการดูดซึมน้ำของวัสดุที่สังเคราะห์ได้ มีพฤติกรรมดูดซึมน้ำทางกายภาพ และหลังจากนั้นวัสดุจะดูดซึมน้ำด้วยกลไกการดูดซึมน้ำทางเคมี (chemical attachment) โดยเกิดจากการที่ไฮโดรเจลใช้ไอเล็กตรอนร่วมกับโมเลกุลของน้ำเกิดขึ้นที่บริเวณ active site ของวัสดุดูดซึมน้ำ [19, 20]

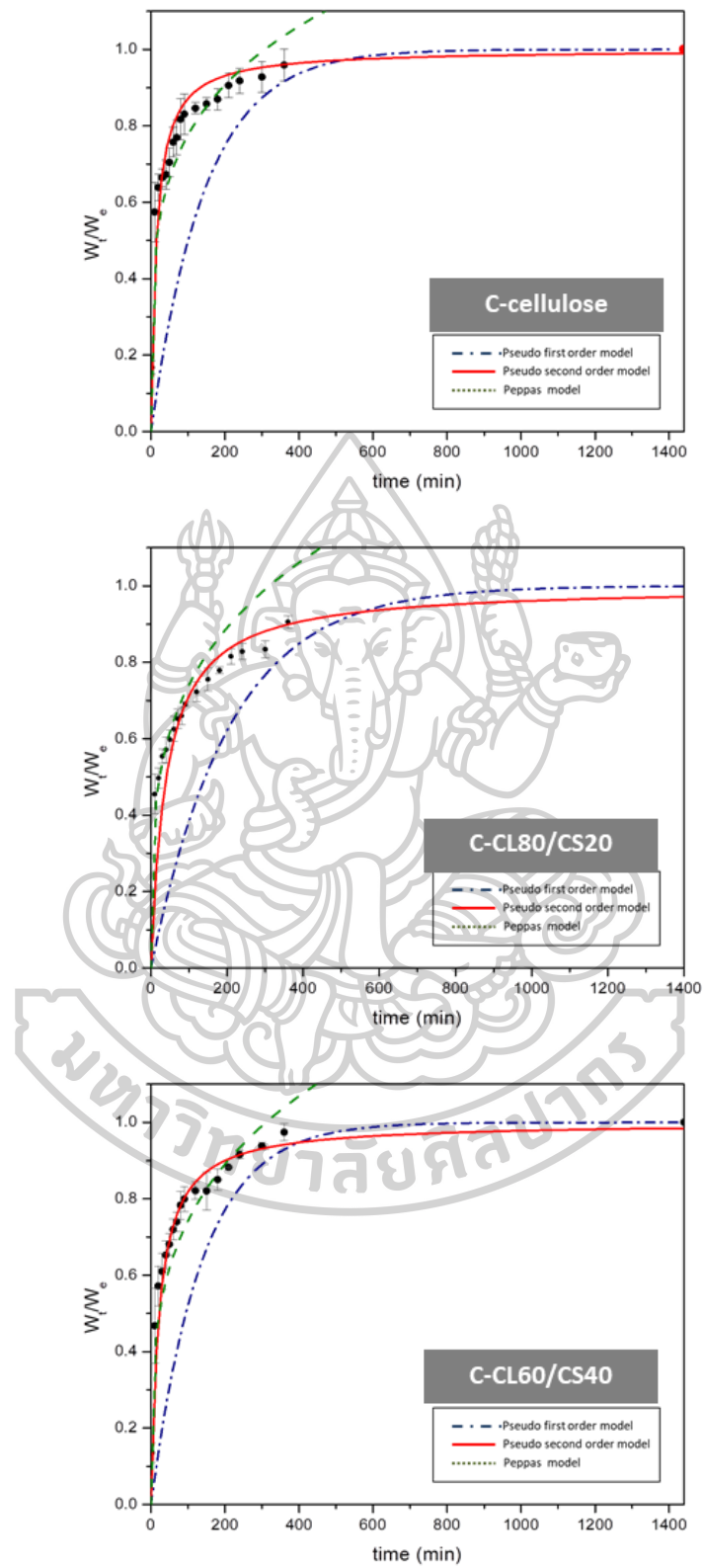
เมื่อพิจารณาจลนศาสตร์การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation ตาม pseudo second-order model แสดงดังภาพที่ 4.5.5 พบว่า เมื่อปริมาณโอลิโกไคโตซานเพิ่มขึ้นจะส่งผลทำให้ค่า K_2 มีค่าเพิ่มขึ้น ดังตารางที่ 4.3.1 เนื่องจากเมื่อเติมโอลิโกไคโตซานจะทำให้ไฮโดรเจลมีพื้นที่ผิวขรุขระมากขึ้นดังในภาพการทดสอบ SEM ในภาพที่ 4.4.8 และพื้นที่ผิวขรุขระเพิ่มขึ้นในตารางที่ 4.4.5 เมื่อไฮโดรเจลมีพื้นที่ผิวสัมผัสมากทำให้มีโอกาสเกิดแรงอันตรกิริยาระหว่างหมู่ฟังก์ชันกับโมเลกุลของน้ำมากขึ้น แต่เมื่อเติมโอลิโกไคโตซานมากกว่า 40 % พบว่าค่า K_2 มีค่าลดลง เนื่องจากไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวขรุขระลดลงแสดงในตารางที่ 4.4.5 ทำให้โอกาสการเกิดแรงอันตรกิริยากับโมเลกุลน้ำเกิดได้ยาก



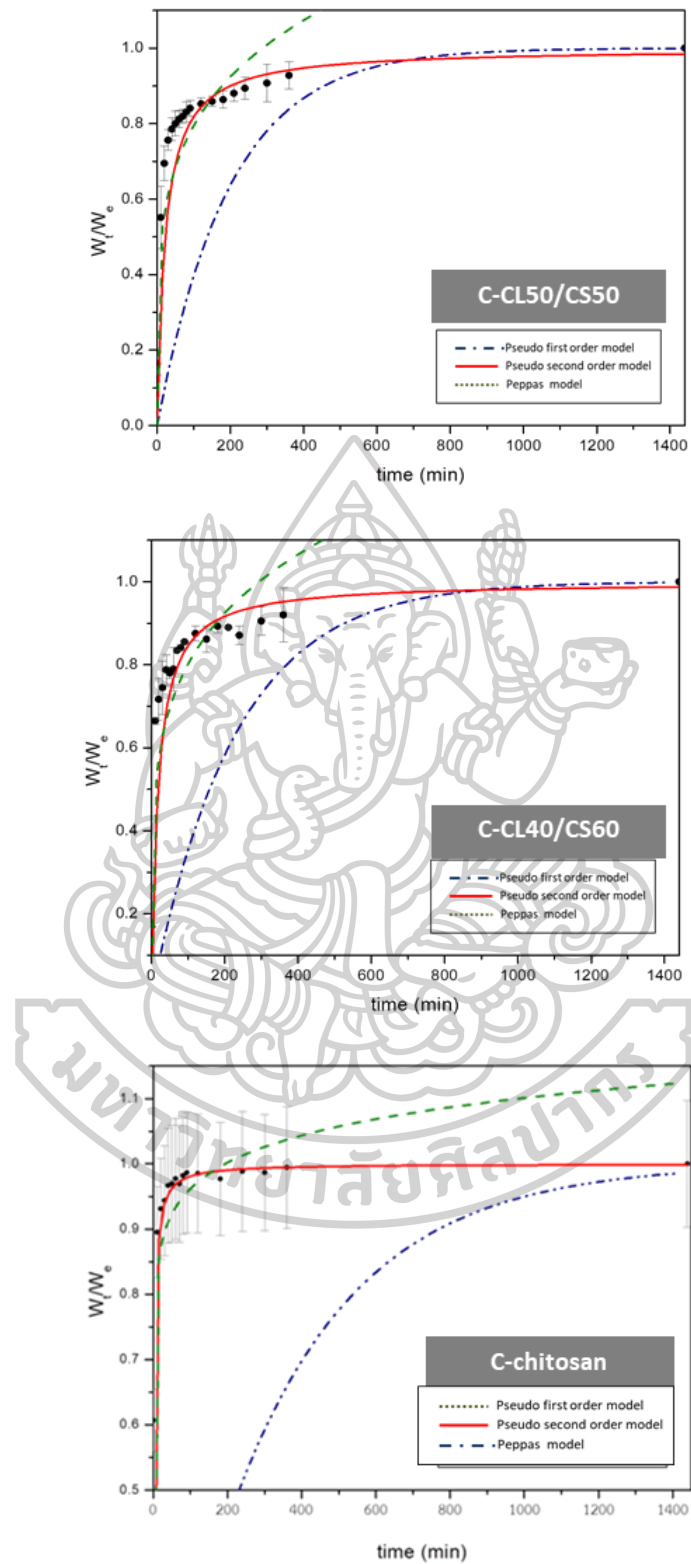
ภาพที่ 4.5.2 การดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ conventional preparation

ตารางที่ 4.5.1 ข้อมูลการเปรียบเทียบ โมเดลที่นำมาอธิบายพฤติกรรมดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation

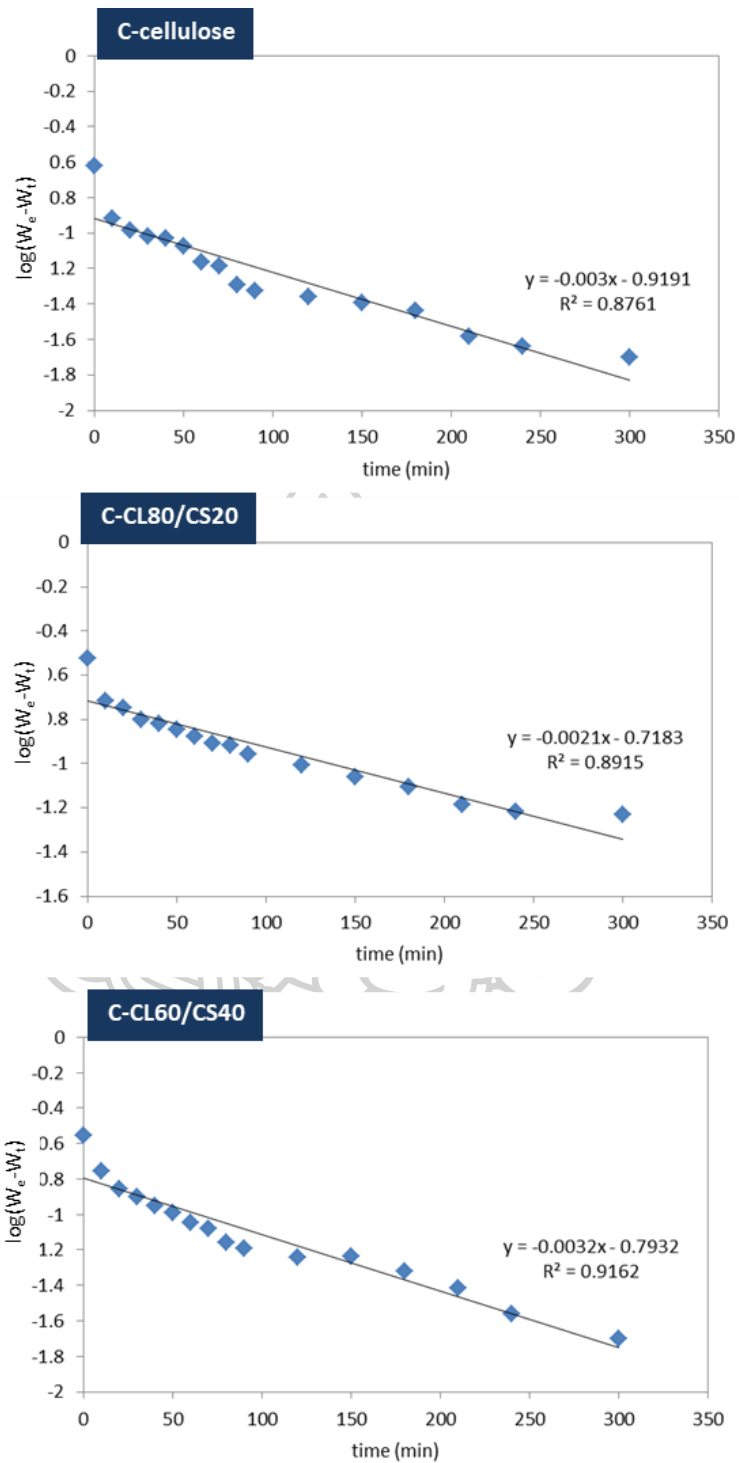
สูตร	PSEUDO FIRST-ORDER MODEL		PSEUDO SECOND-ORDER MODEL		PAPPAS MODEL	
	K_1 ($\times 10^{-3}$)	R^2	K_2	R^2	K	R^2
C-cellulose	6.90	0.87	0.02	0.99	0.27	0.81
C-CL80/CS20	4.83	0.89	0.06	0.99	0.21	0.91
C-CL60/CS40	7.36	0.71	0.10	0.99	0.22	0.84
C-CL50/CS50	5.06	0.67	0.03	0.99	0.29	0.74
C-CL40/CS60	4.37	0.66	0.03	0.99	0.31	0.70
C-chitosan	0.01	0.89	0.013	0.89	0.35	0.70



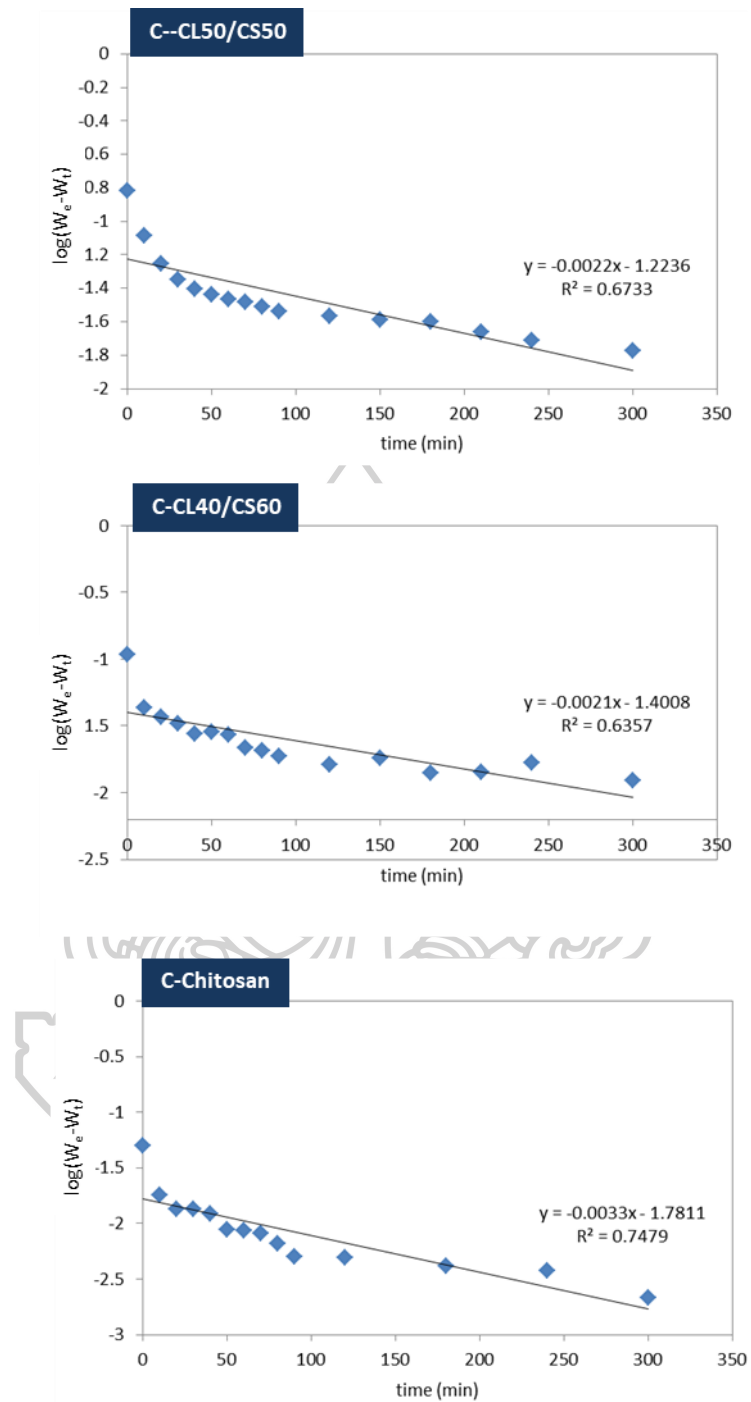
ภาพที่ 4.5.3 การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลกับแบบจำลองการดูดซึมน้ำต่างๆ



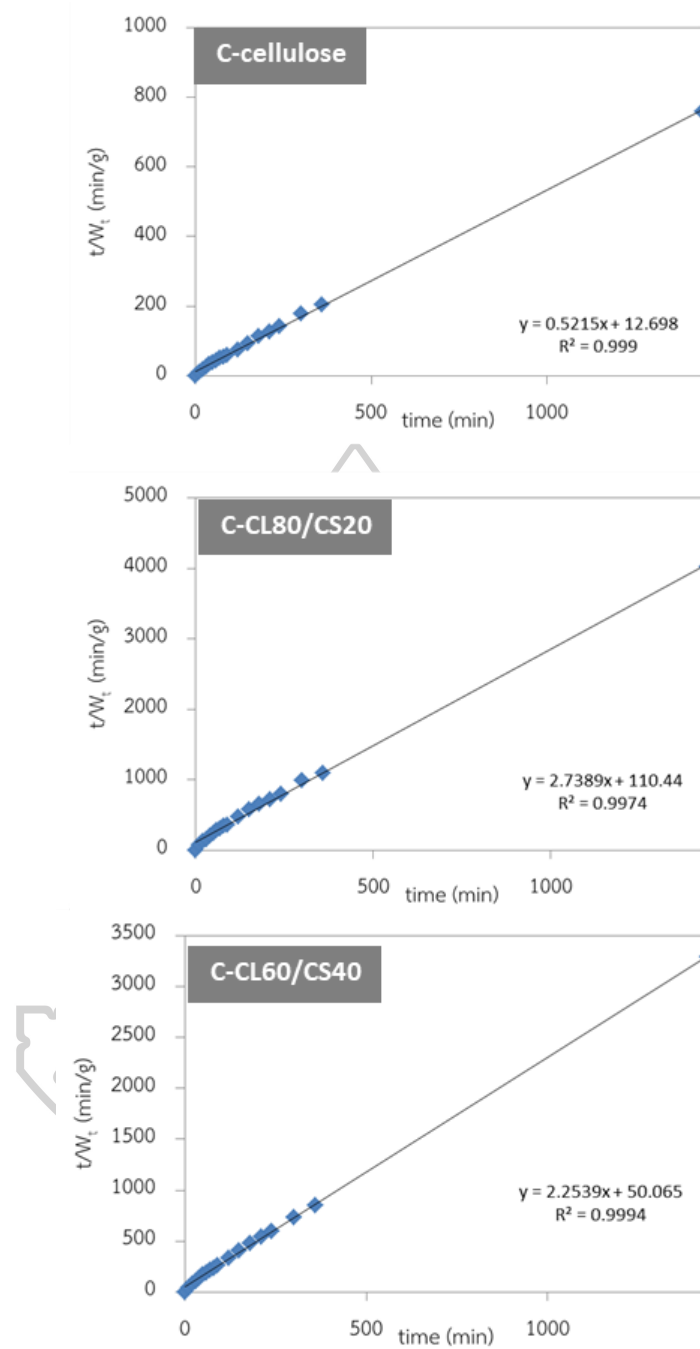
ภาพที่ 4.5.3 (ต่อ) การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลกับแบบจำลองการดูดซึมต่างๆ



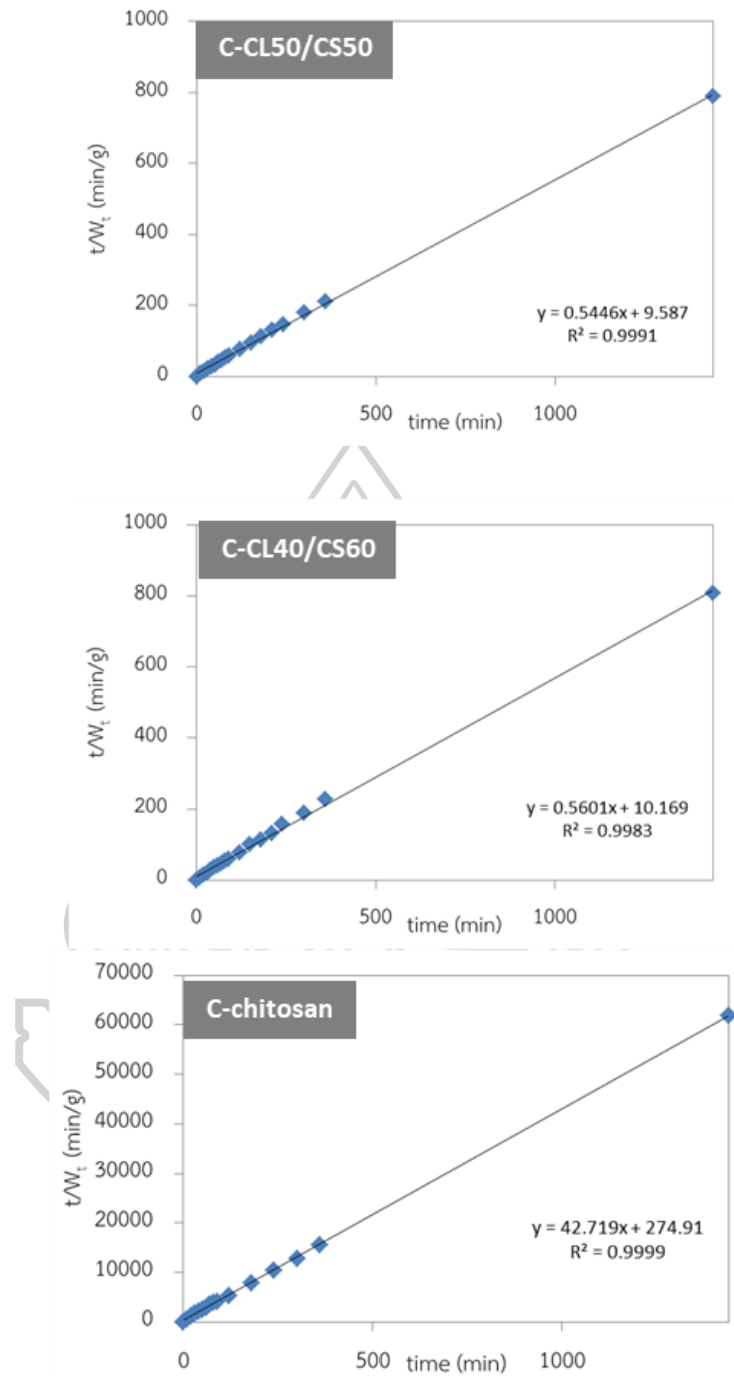
ภาพที่ 4.5.4 การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล ในช่วงเวลา 0-70 นาที วิเคราะห์ด้วยแบบจำลอง pseudo first-order model



ภาพที่ 4.5.4 (ต่อ) การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลล์ูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล ในช่วงเวลา 0-70 นาที วิเคราะห์ด้วยแบบจำลอง pseudo first-order model



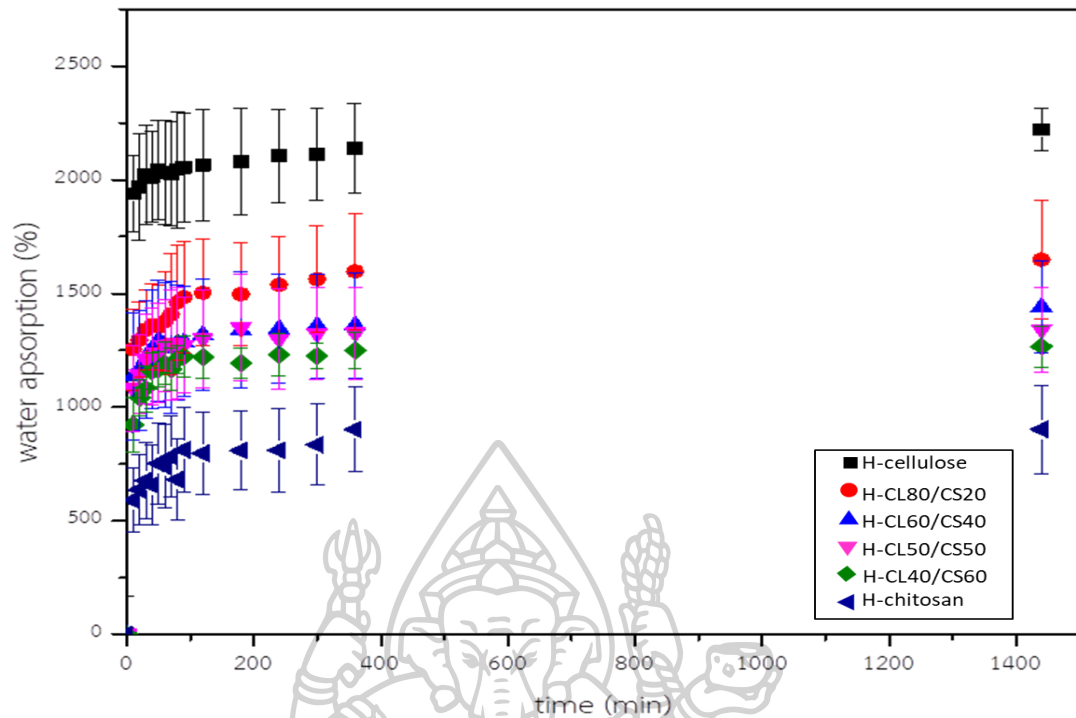
ภาพที่ 4.5.5 การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจลวิเคราะห์ด้วยแบบจำลอง pseudo second-order model



ภาพที่ 4.5.5 (ต่อ) การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลวิเคราะห์ด้วยแบบจำลอง pseudo second-order model

การศึกษาพฤติกรรมการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) จะทำการติดตามการเพิ่มขึ้นของน้ำหนักที่เวลาต่างๆ เป็นเวลาทั้งหมด 1 วัน ได้ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.5.6 เมื่อนำแบบจำลองทางจลนศาสตร์มาอธิบายพฤติกรรมการดูดซึมน้ำดังกล่าวได้ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.5.7 และตารางที่ 4.5.2 พบว่าพฤติกรรมการดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลที่เตรียมได้สอดคล้องกับแบบจำลอง pseudo second-order model แต่เมื่อทำการวิเคราะห์พฤติกรรมการดูดซึมน้ำของวัสดุในช่วงแรกพบว่า วัสดุที่มีพฤติกรรมการดูดซึมน้ำที่สามารถใช้แบบจำลอง pseudo first-order model จากการพล็อตข้อมูลพบว่า มีความเป็นเส้นตรง แสดงดังภาพที่ 4.5.8 แต่เมื่อวิเคราะห์ผลทุกช่วงของการดูดซึมน้ำของวัสดุ พบว่า พฤติกรรมการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล สอดคล้องกับ pseudo second-order model มากกว่าแสดงดังภาพที่ 4.5.9 กล่าวคือ พฤติกรรมของการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) มีพฤติกรรมการดูดซึมน้ำในช่วงแรกด้วยกลไกการดูดซึมทางกายภาพและหลังจากนั้นจะดูดซึมน้ำด้วยด้วยกระบวนการทางเคมีโดยเกิดจากการที่ไฮโดรเจลใช้ไอเล็กตรอนร่วมกันกับโมเลกุลของน้ำ [19, 20]

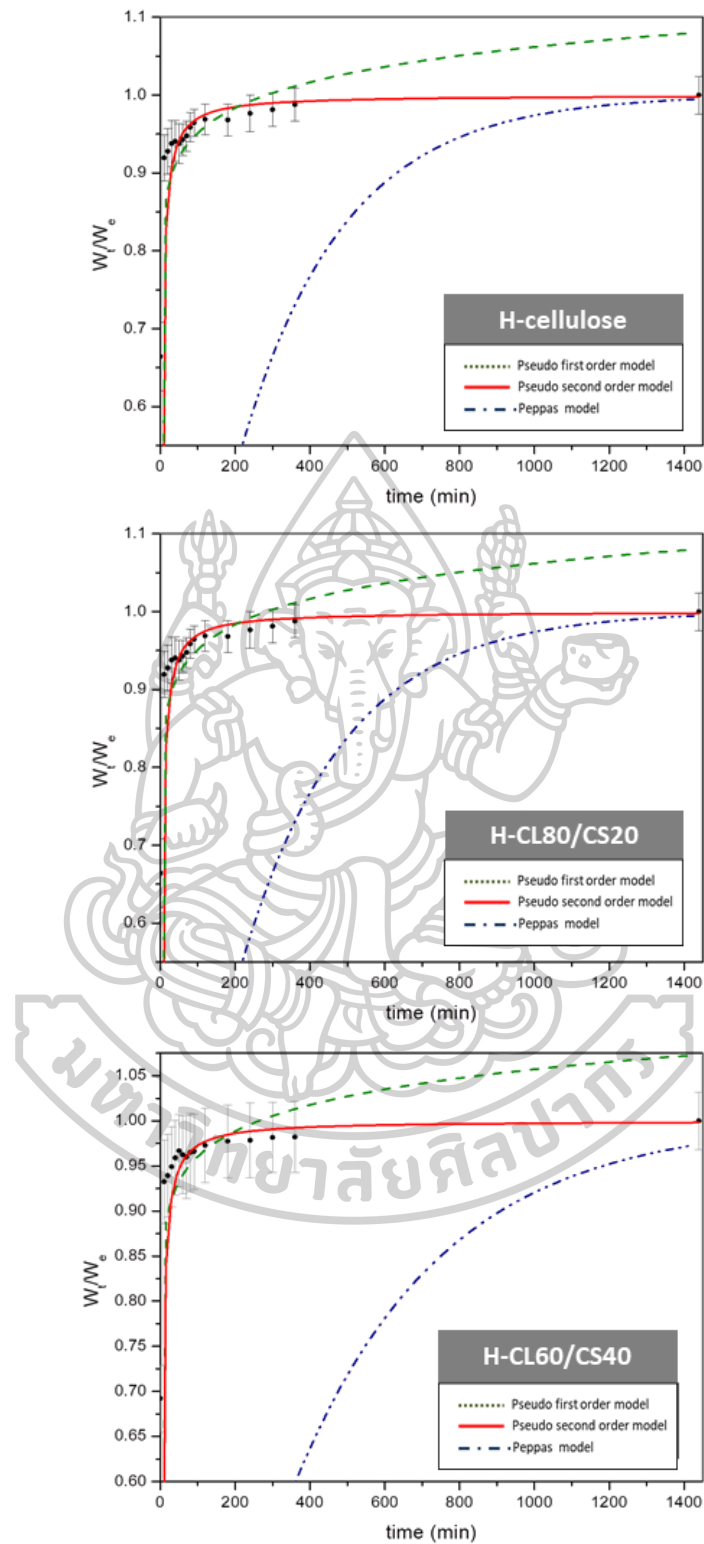
เมื่อพิจารณา พฤติกรรมทางจลนศาสตร์การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase (HIPE) ตาม pseudo second-order model ดังภาพที่ 4.5.9 พบว่า เมื่อปริมาณโอลิโกไคโตซานเพิ่มขึ้นจะส่งผลทำให้ค่า K_2 มีค่าลดลง ดังตารางที่ 4.5.2 เนื่องจากเมื่อเติมโอลิโกไคโตซานจะทำให้ไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วย ระบบ HIPE ทำให้พื้นที่ผิวรูพรุนมีค่าลดลงจึงส่งผลทำให้โอกาสในการเกิดแรงอันตรกิริยากับโมเลกุลของน้ำลดลง



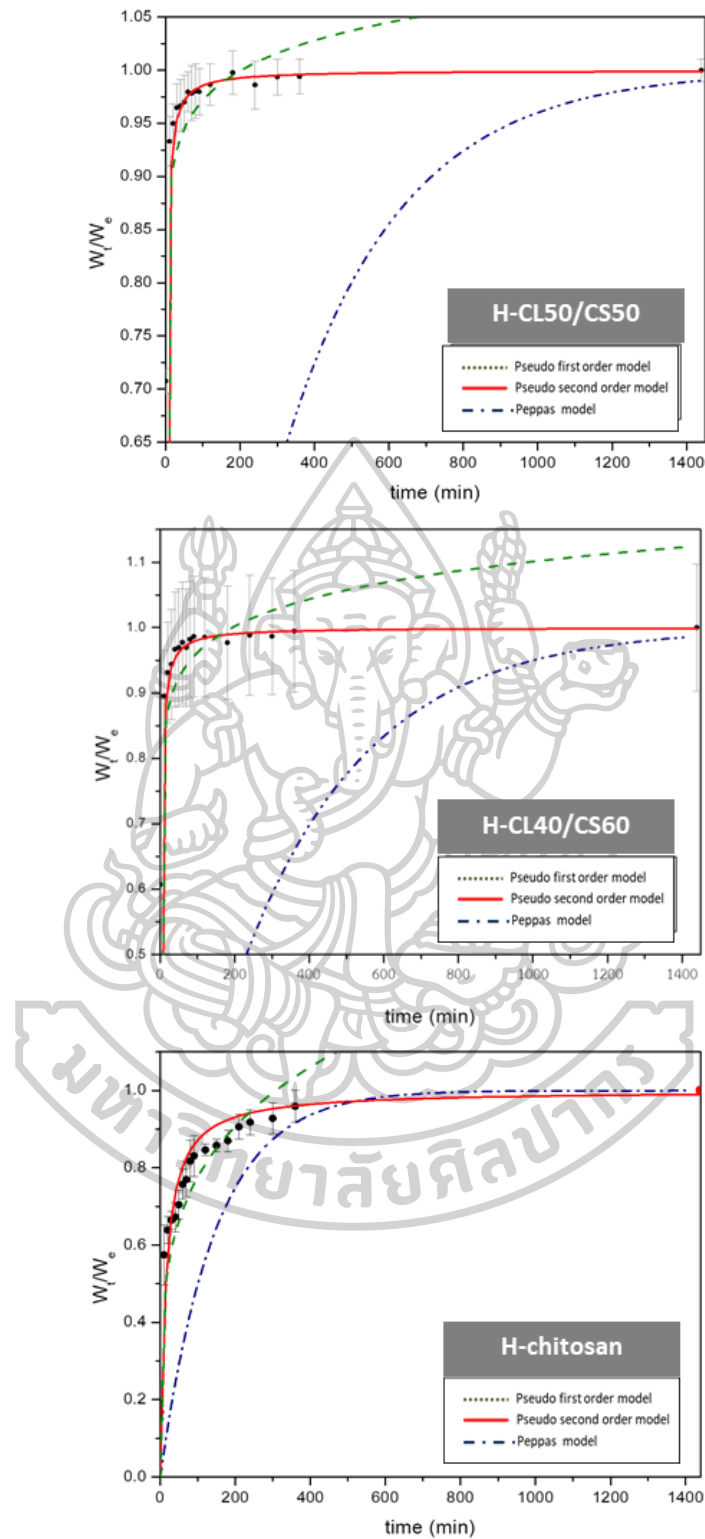
ภาพที่ 4.5.6 การดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion

ตารางที่ 4.5.2 ข้อมูลการเปรียบเทียบแบบจำลองที่นำมาอธิบายพฤติกรรมคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE)

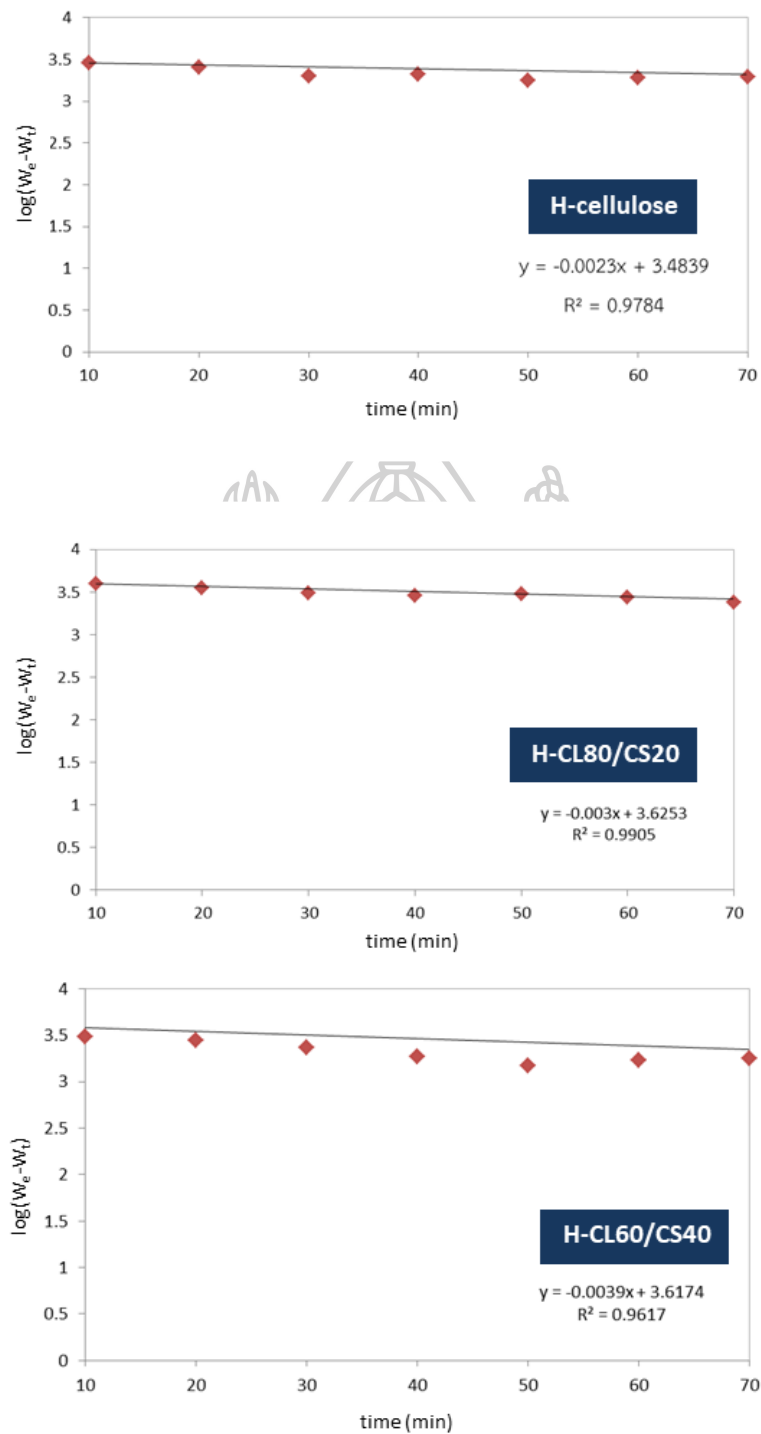
สูตร	PSEUDO FIRST-ORDER MODEL		PSEUDO SECOND-ORDER MODEL		PAPPAS MODEL	
	K_1 ($\times 10^{-3}$)	R^2	K_2	R^2	K	R^2
H-cellulose	3.68	0.85	1.37	1.00	0.74	0.57
H-CL80/CS20	3.68	0.89	1.07	1.00	0.76	0.70
H-CL60/CS40	2.53	0.96	0.90	1.00	0.79	0.66
H-CL50/CS50	3.22	0.76	0.70	1.00	0.80	0.65
H-CL40/CS60	2.99	0.63	0.49	1.00	0.73	0.65
H-chitosan	1.53	0.75	0.40	0.98	0.31	0.20



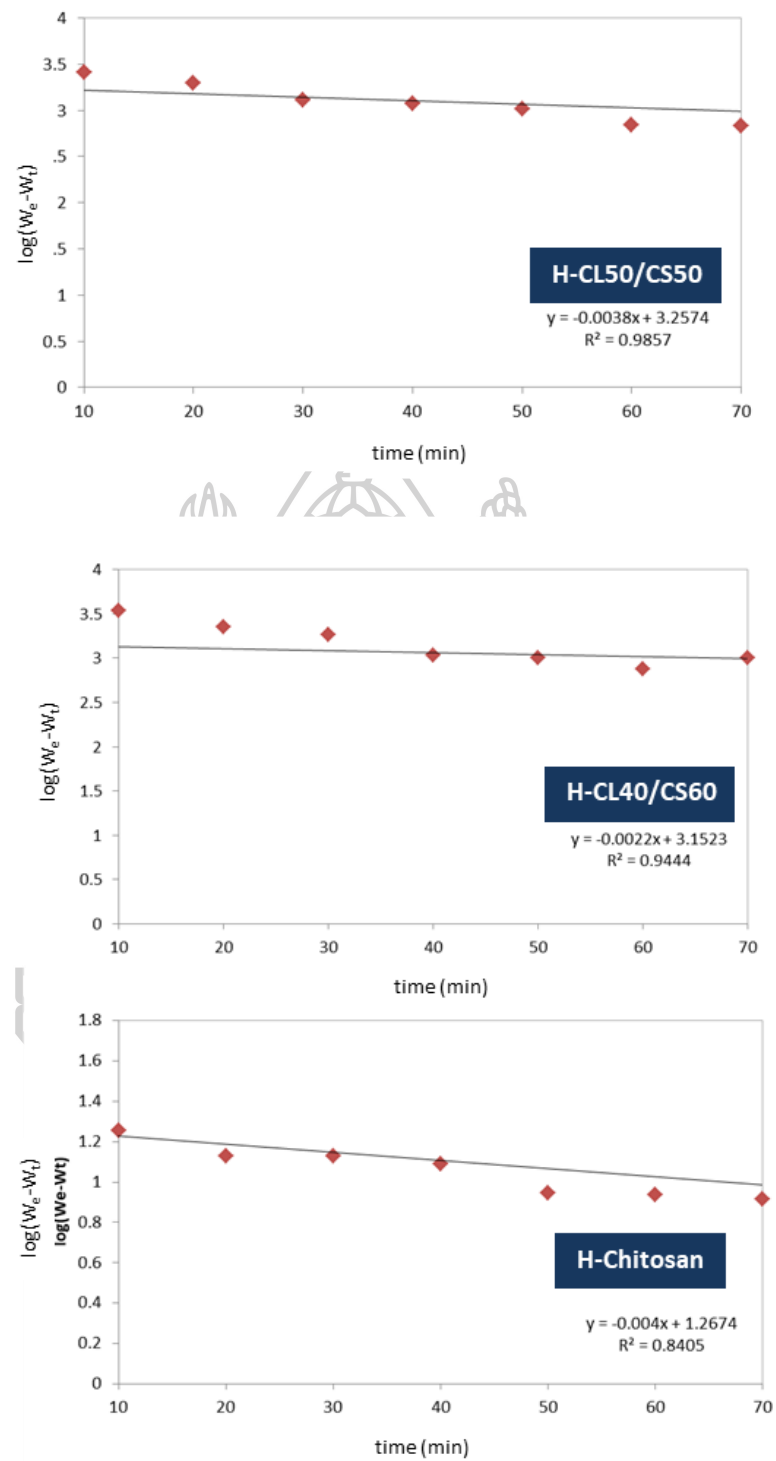
ภาพที่ 4.5.7 การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับแบบจำลองการดูดซึมน้ำต่างๆ



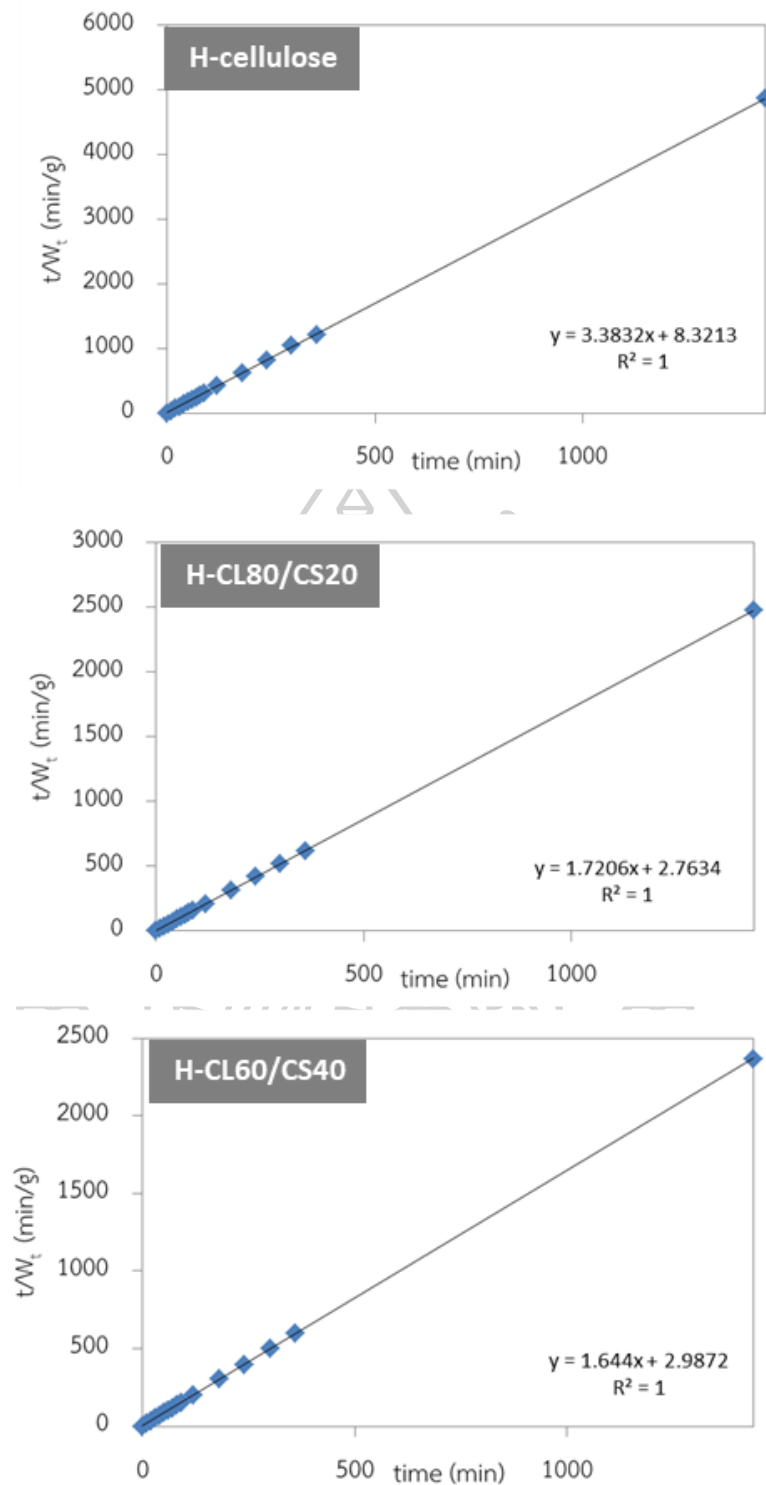
ภาพที่ 4.5.7 (ต่อ) การเปรียบเทียบการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับแบบจำลองการดูดซึมน้ำต่างๆ



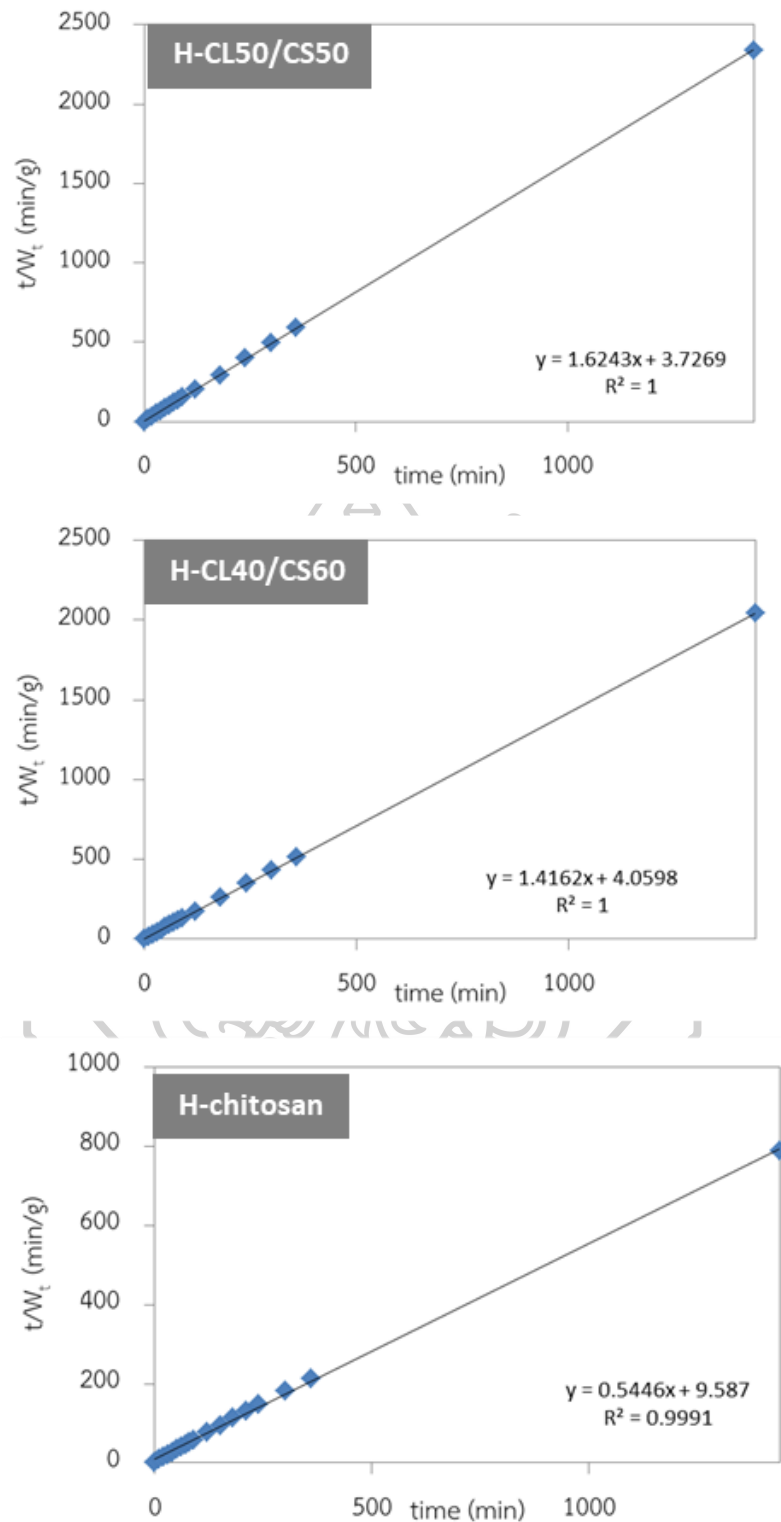
ภาพที่ 4.5.8 การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase (HIPE) ในช่วงเวลาที่ 0-70 นาที วิเคราะห์ด้วย pseudo first-order model



ภาพที่ 4.5.8 (ต่อ) การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase (HIPE) ในช่วงเวลาที่ 0-70 นาที วิเคราะห์ด้วย pseudo first-order model



ภาพที่ 4.5.9 การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase (HIPE) วิเคราะห์ด้วย pseudo second-order model



ภาพที่ 4.5.9 การดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase (HIPE) วิเคราะห์ด้วย pseudo second-order model

เมื่อพิจารณาค่าอัตราการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation และระบบ high internal phase emulsion (HIPE) ด้วย pseudo second order model ดังตารางที่ 4.5.3 พบว่า เซลลูโลส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE มี ค่าคงที่อัตราการดูดซึมน้ำ (K_2) มากกว่าเซลลูโลส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation เนื่องจากเมื่อพิจารณาความเป็นรูพรุนของไฮโดรเจลที่เตรียมได้จากทั้งสองระบบในตารางที่ 4.4.5 และ 4.4.6 พบว่าไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยระบบ HIPE มีความเป็นรูพรุนสูงกว่าไฮโดรเจลที่เตรียมด้วยระบบ conventional preparation ความเป็นรูพรุนของวัสดุมากขึ้น ส่งผลทำให้โอกาสการเกิดแรงอันตรกิริยากับโมเลกุลน้ำได้มาก

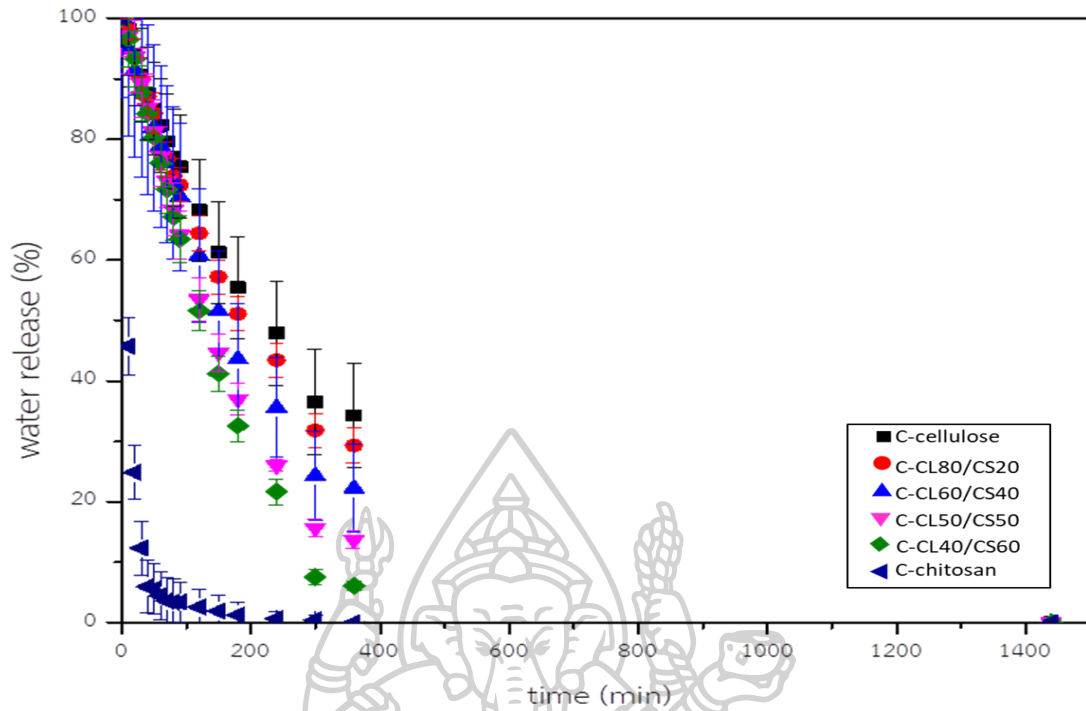
ตารางที่ 4.5.3 การเปรียบเทียบค่าคงที่อัตราการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลด้วย pseudo second order model

สูตร	PSEUDO SECOND-ORDER MODEL			
	conventional		HIPE	
	K_2	R^2	K_2	R^2
cellulose hydrogel	0.02	0.99	1.37	1.00
CL80/CS20	0.06	0.99	1.07	1.00
CL60/CS40	0.10	0.99	0.90	1.00
CL50/CS50	0.03	0.99	0.71	1.00
CL40/CS60	0.03	0.99	0.49	1.00
Chitosan hydrogel	0.01	0.89	0.40	0.99

4.5.2 การศึกษาจลนศาสตร์การคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

การศึกษาจลนศาสตร์การคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจล ทำการชั่งน้ำหนักไฮโดรเจลที่นำออกจากน้ำและวางให้น้ำระเหยออกที่อุณหภูมิ 30 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วัน ได้ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.5.10 พบว่าเมื่อเวลาผ่านไปน้ำจะระเหยออกจากไฮโดรเจลเพิ่มขึ้น จากนั้นนำข้อมูลพฤติกรรมมการคายน้ำมาเปรียบเทียบกับแบบจำลองทางจลนศาสตร์ 2 แบบจำลองคือ Pappas model และ Higuchi model แสดงดังภาพที่ 4.5.11 โดยผลการศึกษาได้ค่าความผันแปร (R^2) ดังตารางที่ 4.5.4 และได้ทำการพล็อตข้อมูลกับแบบจำลองแสดงดังภาพที่ 4.5.12 พบว่าพฤติกรรมมการคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation สอดคล้องกับ Higuchi model ซึ่ง พฤติกรรมมการคายน้ำของ Higuchi model เป็นพฤติกรรมมการคายน้ำที่ถูกควบคุมด้วยกลไกการแพร่ หรือการซึมผ่านของน้ำออกจากไฮโดรเจลโดยเมทริกซ์จะไม่ถูกกัดกร่อน [35]

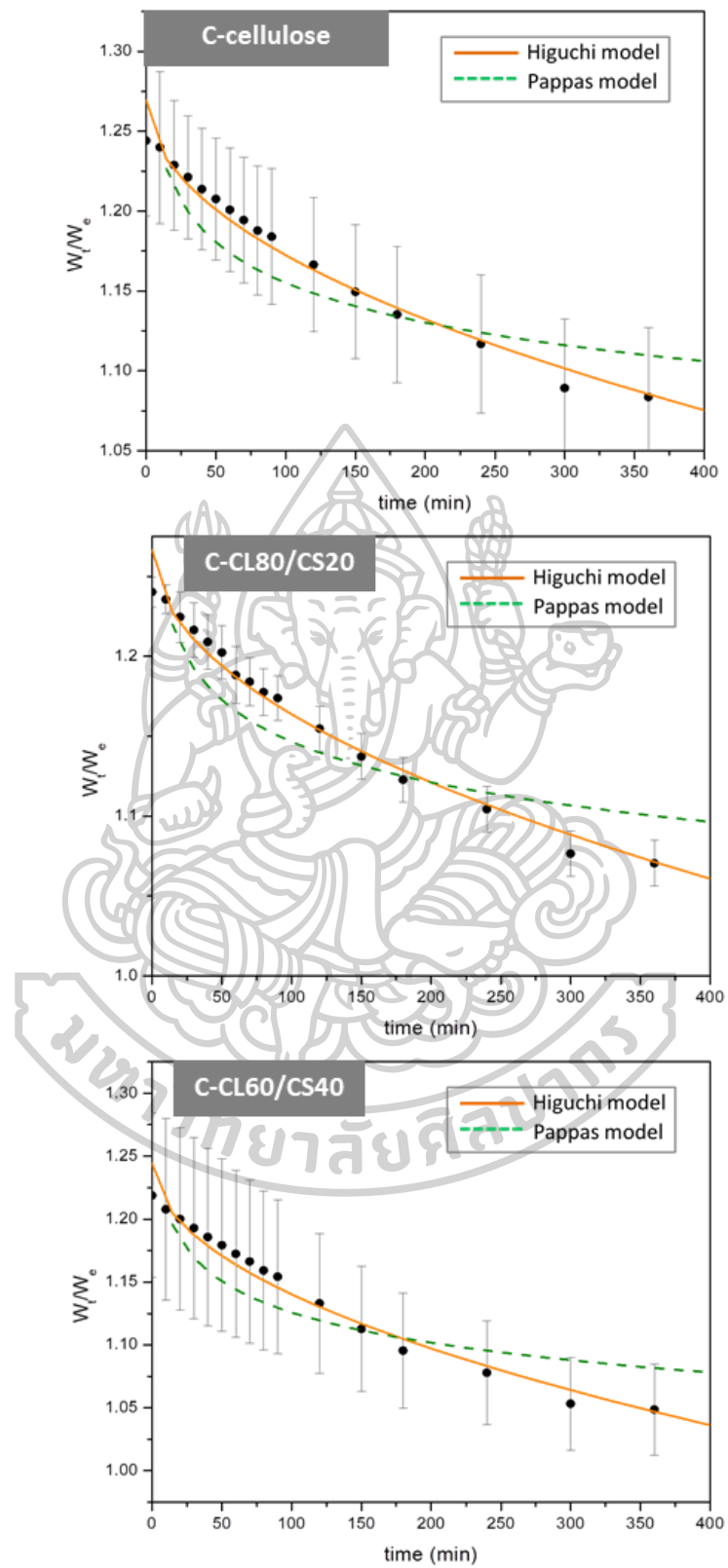
พิจารณาปริมาณโอลิโกไคโตซานที่ส่งผลต่อพฤติกรรมจลนศาสตร์การคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation ที่มีพฤติกรรมมการคายน้ำสอดคล้องกับ Higuchi model แสดงดังภาพที่ 4.5.12 พบว่าเมื่อสัดส่วนของโอลิโกไคโตซานเพิ่มขึ้นทำให้ค่าคงที่อัตราการคายน้ำ (K_H) มีค่าลดลง บ่งบอกถึงอัตราการคายน้ำของไฮโดรเจลเกิดได้ช้า เนื่องจากความเป็นรูพรุนของวัสดุไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation มีลักษณะเป็นรูพรุนที่เชื่อมถึงกันน้อย แสดงดังภาพที่ 4.4.8 ทำให้น้ำจะแพร่ออกจากไฮโดรเจลได้ยาก



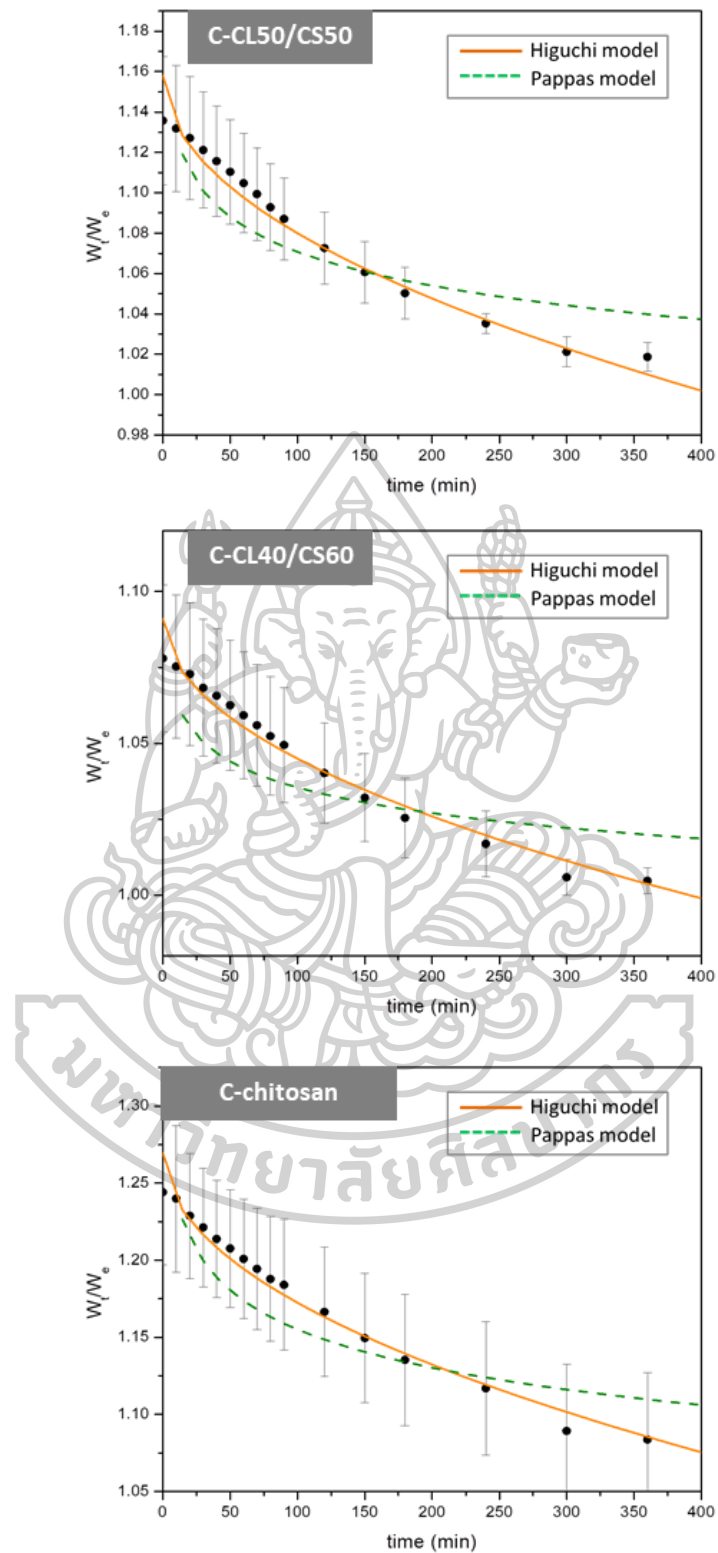
ภาพที่ 4.5.10 การคายน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ conventional preparation

ตารางที่ 4.5.4 ข้อมูลการเปรียบเทียบ โมเดลที่นำมาอธิบายพฤติกรรมการคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิ
โกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation

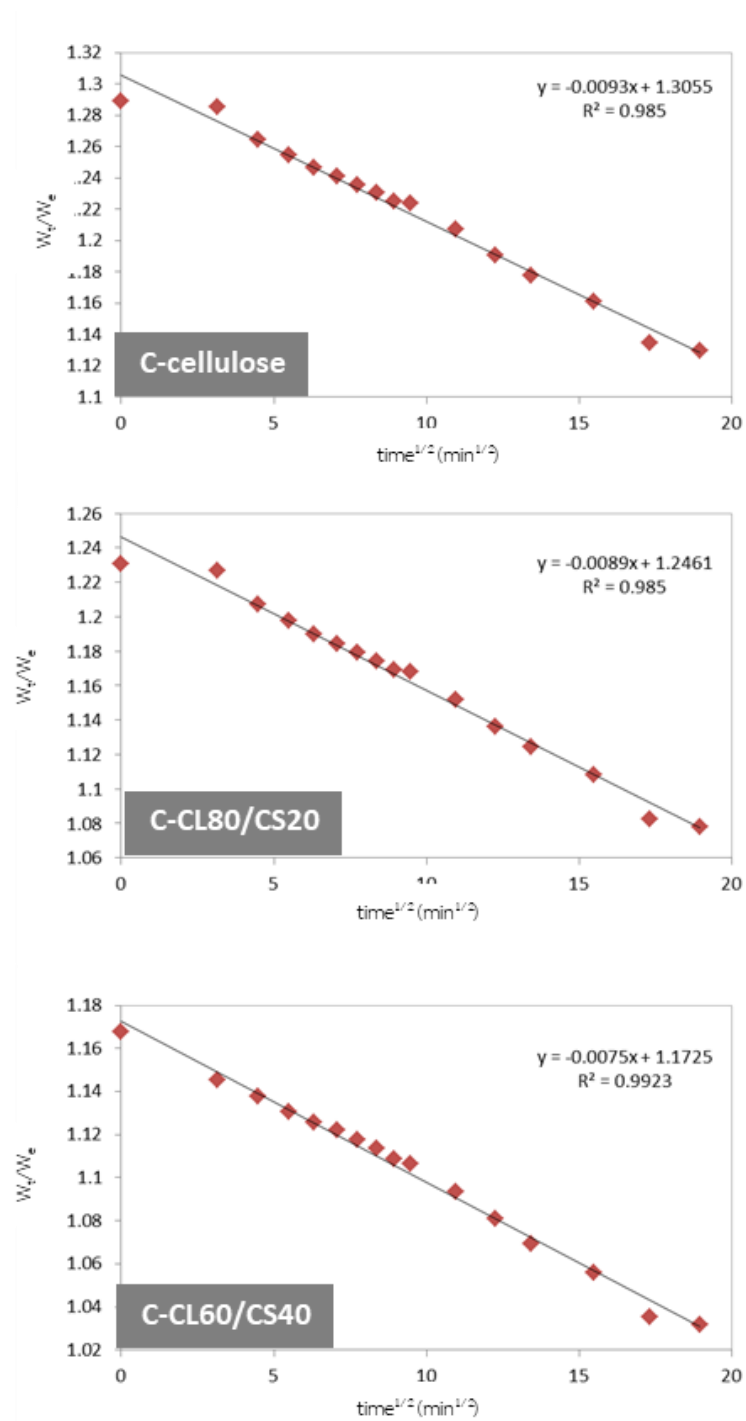
สูตร	R^2			
	Pappas model		Higuchi model	
	K	R^2	$-K_H (\times 10^{-3})$	R^2
C-cellulose	1.33	0.65	9.34	0.98
C-CL80/CS20	1.32	0.68	8.94	0.98
C-CL60/CS40	1.29	0.72	7.58	0.99
C-CL50/CS50	1.18	0.72	6.67	0.96
C-CL40/CS60	0.98	0.68	5.33	0.95
C-chitosan	0.83	0.52	2.60	0.98



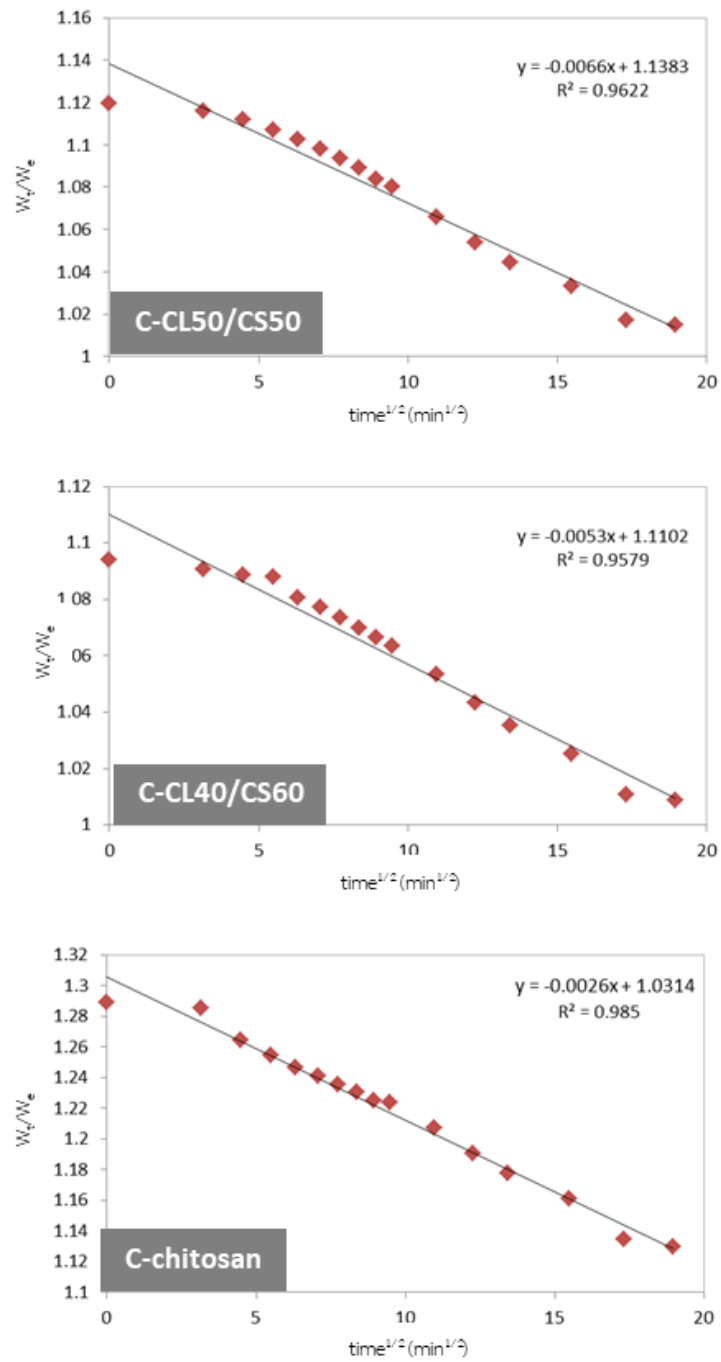
ภาพที่ 4.5.11 การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation ด้วยแบบจำลองการคายต่างๆ



ภาพที่ 4.5.11 (ต่อ) การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation ด้วยแบบจำลองการคายน้ำต่างๆ



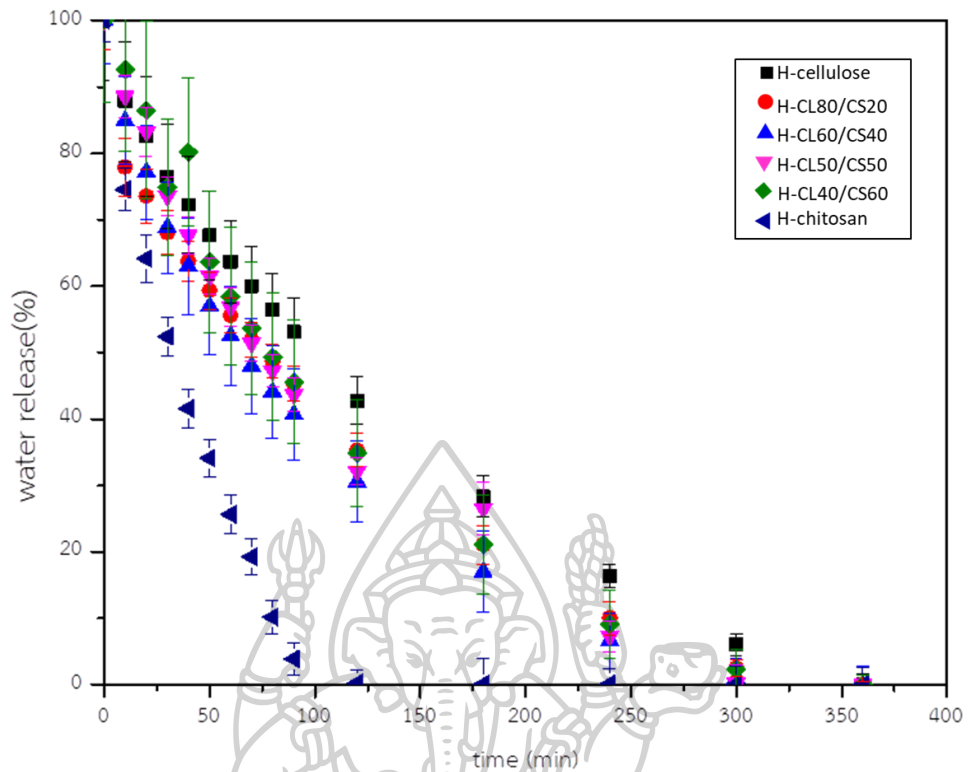
ภาพที่ 4.5.12 การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation กับ Higuchi model



ภาพที่ 4.5.12 (ต่อ) การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/ไอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation กับ Higuchi model

เมื่อพิจารณาพฤติกรรมการคายน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion โดยซึ่งน้ำหนักไฮโดรเจลที่นำออกจากน้ำและวางให้น้ำระเหยออกที่อุณหภูมิ 30 ± 2 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 วันได้ผลการทดลองแสดงดังภาพที่ 4.5.13 พบว่าเมื่อเวลาผ่านไปน้ำจะระเหยออกจากไฮโดรเจลเพิ่มขึ้น จากนั้นนำข้อมูลพฤติกรรมการคายน้ำมาเปรียบเทียบกับแบบจำลองทางจลนศาสตร์ 2 แบบจำลอง คือ Pappas model และ Higuchi model แสดงดังภาพที่ 4.5.14 โดยผลการศึกษาได้ค่าความผันแปร (R^2) ดังตารางที่ 4.5.5 และได้ทำการพล็อตข้อมูลกับแบบจำลองแสดงดังภาพที่ 4.5.15 พบว่า พฤติกรรมการคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) สอดคล้องกับ Higuchi model ซึ่งพฤติกรรมการคายน้ำของ Higuchi model เป็นพฤติกรรมการคายน้ำที่ถูกควบคุมด้วยกลไกการแพร่หรือการซึมผ่านของน้ำออกจากไฮโดรเจลโดยเมทริกซ์จะไม่ถูกกัดกร่อน [35]

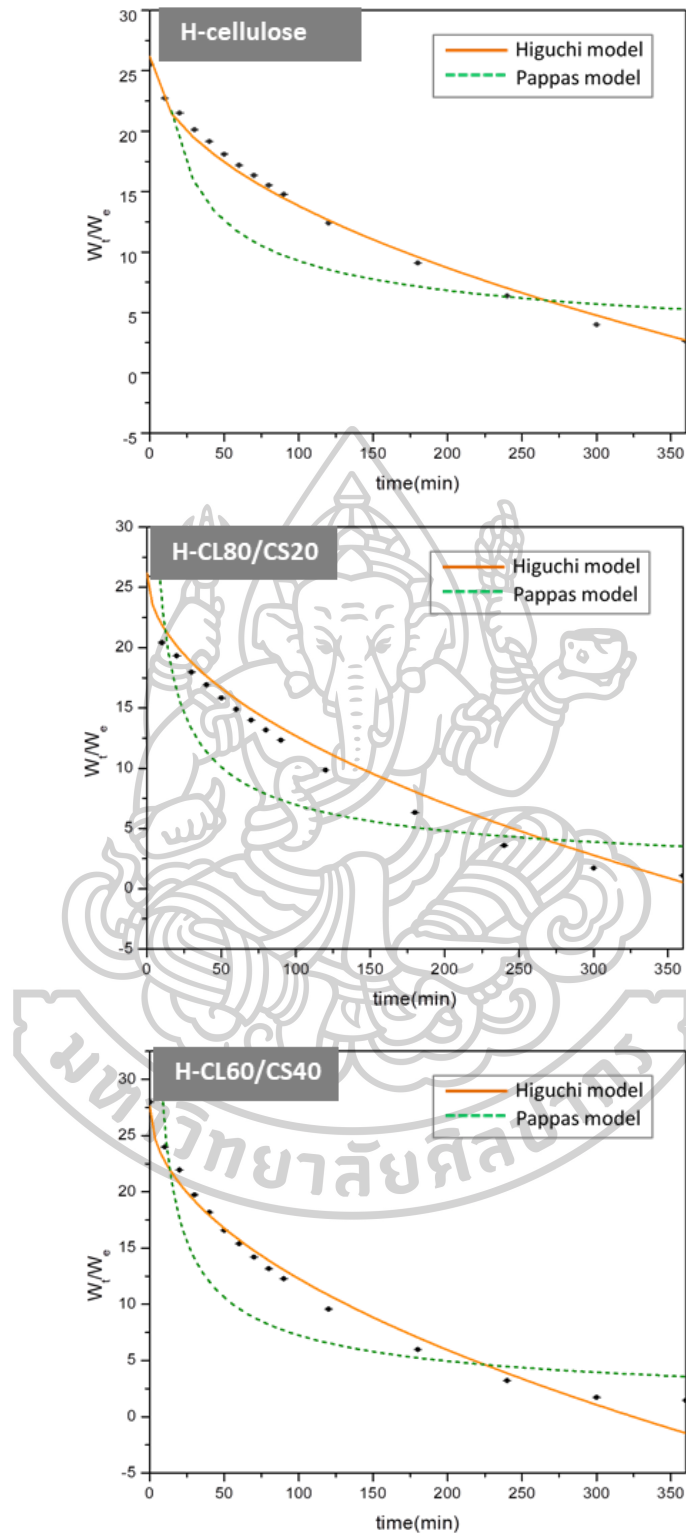
พิจารณาปริมาณโอลิโกโคโตซานที่ส่งผลต่อพฤติกรรมจลนศาสตร์การคายน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion ที่มีพฤติกรรมการคายน้ำสอดคล้องกับ Higuchi model แสดงดังภาพที่ 4.5.15 พบว่าเมื่อสัดส่วนของโอลิโกโคโตซานเพิ่มขึ้นทำให้ค่าคงที่อัตราการคายน้ำ (K_H) มีค่าเพิ่มขึ้น บ่งบอกถึงอัตราการคายน้ำของไฮโดรเจลเกิดได้รวดเร็ว เนื่องจากโครงสร้างของวัสดุไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion ที่มีปริมาณโอลิโกโคโตซานมีผนังเซลล์ที่หนาแสดงดังภาพที่ 4.4.12 เมื่อน้ำระเหยออกไป โครงสร้างของไฮโดรเจลจะยุบตัวน้อยกว่าไฮโดรเจลสูตร H-cellulose ที่มีผนังเซลล์แบบเส้นใยที่ยุบตัวได้ง่าย โครงสร้างไฮโดรเจลที่ยุบตัวยากทำให้น้ำสามารถแพร่ออกจากไฮโดรเจลได้เร็วกว่า



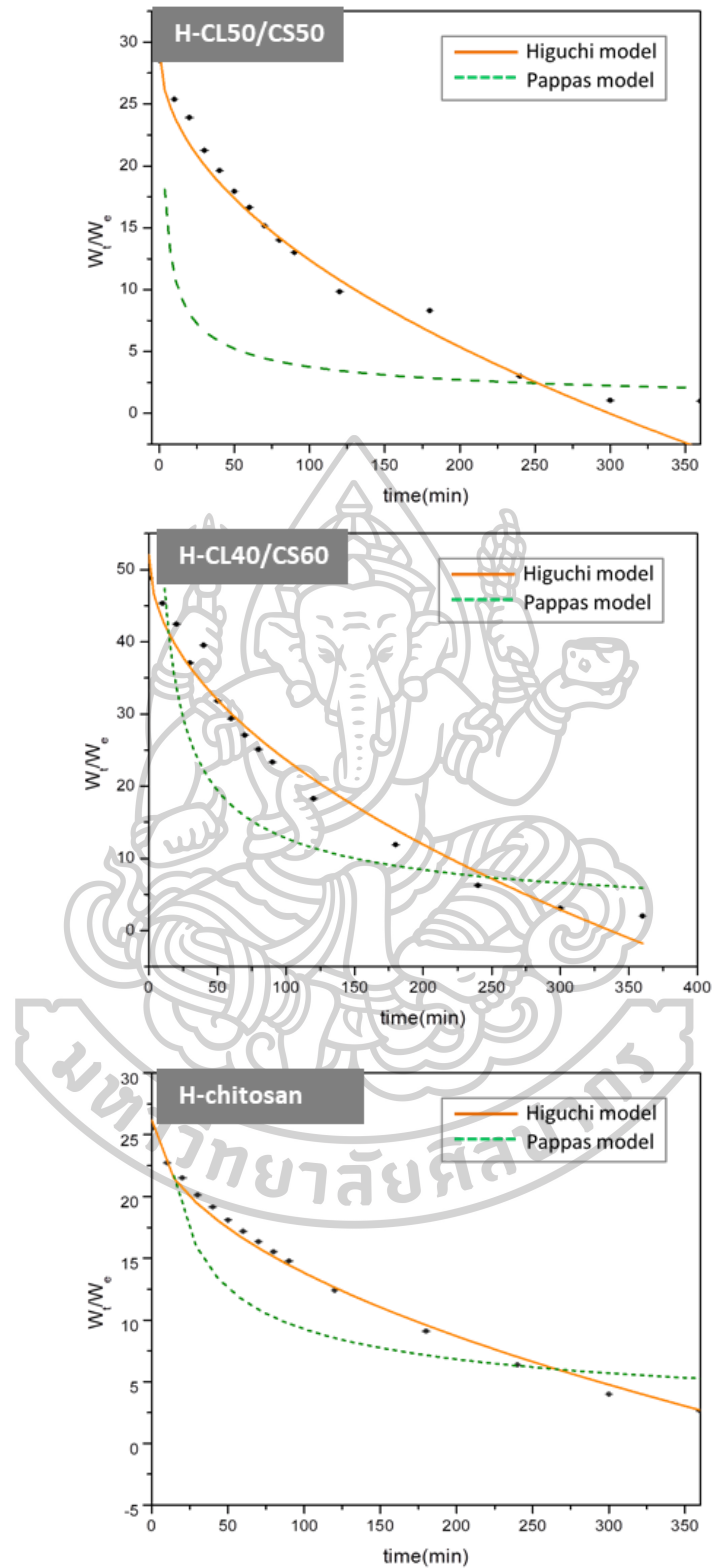
ภาพที่ 4.5.13 การคายน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์แบบ high internal phase emulsion

ตารางที่ 4.5.5 ข้อมูลการเปรียบเทียบแบบจำลองที่นำมาอธิบายพฤติกรรมการคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE)

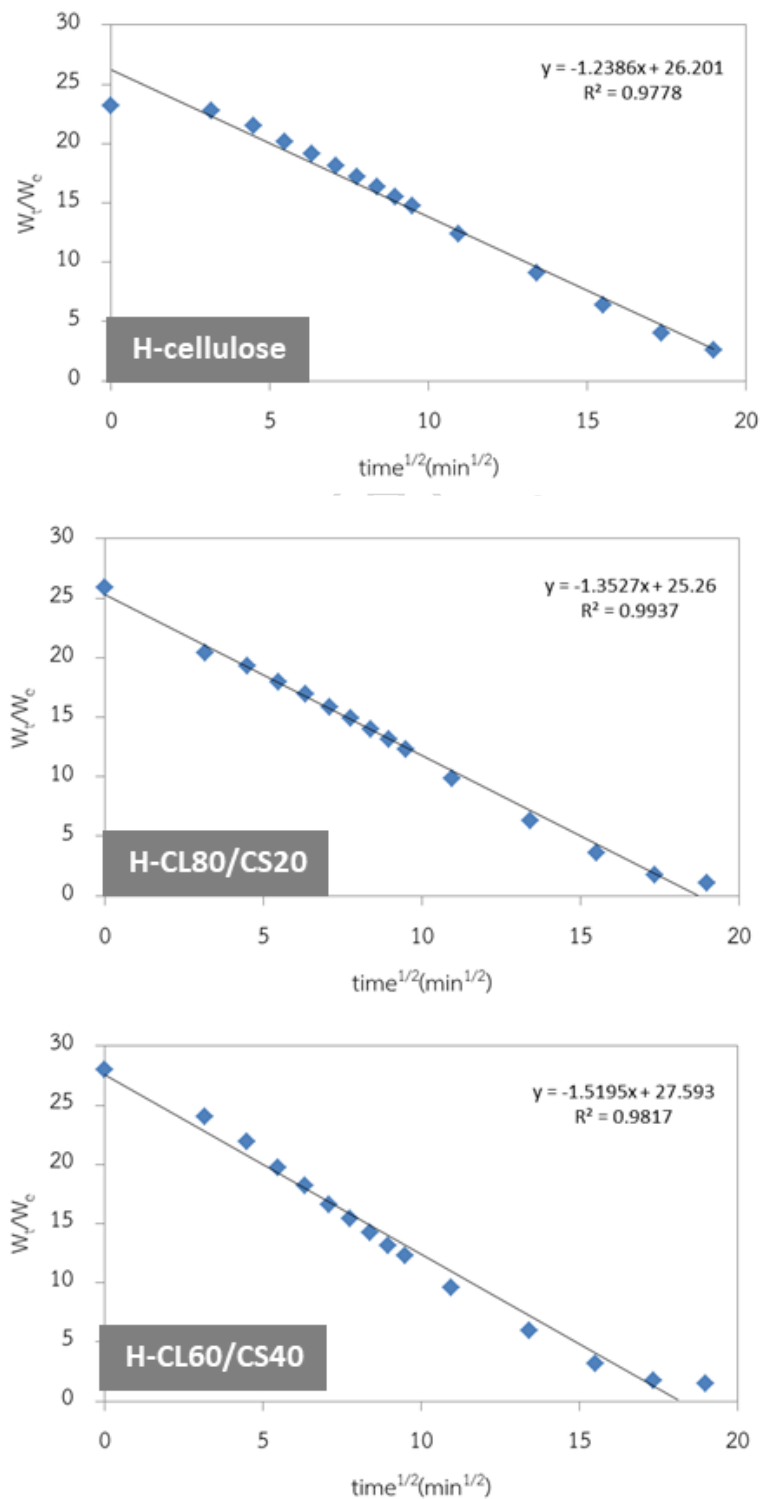
สูตร	R^2			
	Pappas model		Higuchi model	
	K	R^2	$-K_H$	R^2
H-cellulose	70.66	0.65	1.23	0.97
H-CL80/CS20	81.57	0.68	1.35	0.99
H-CL60/CS40	92.12	0.72	1.53	0.98
H-CL50/CS50	34.02	0.72	1.61	0.98
H-CL40/CS60	148.42	0.68	2.83	0.97
H-chitosan	98.12	0.52	0.11	0.81



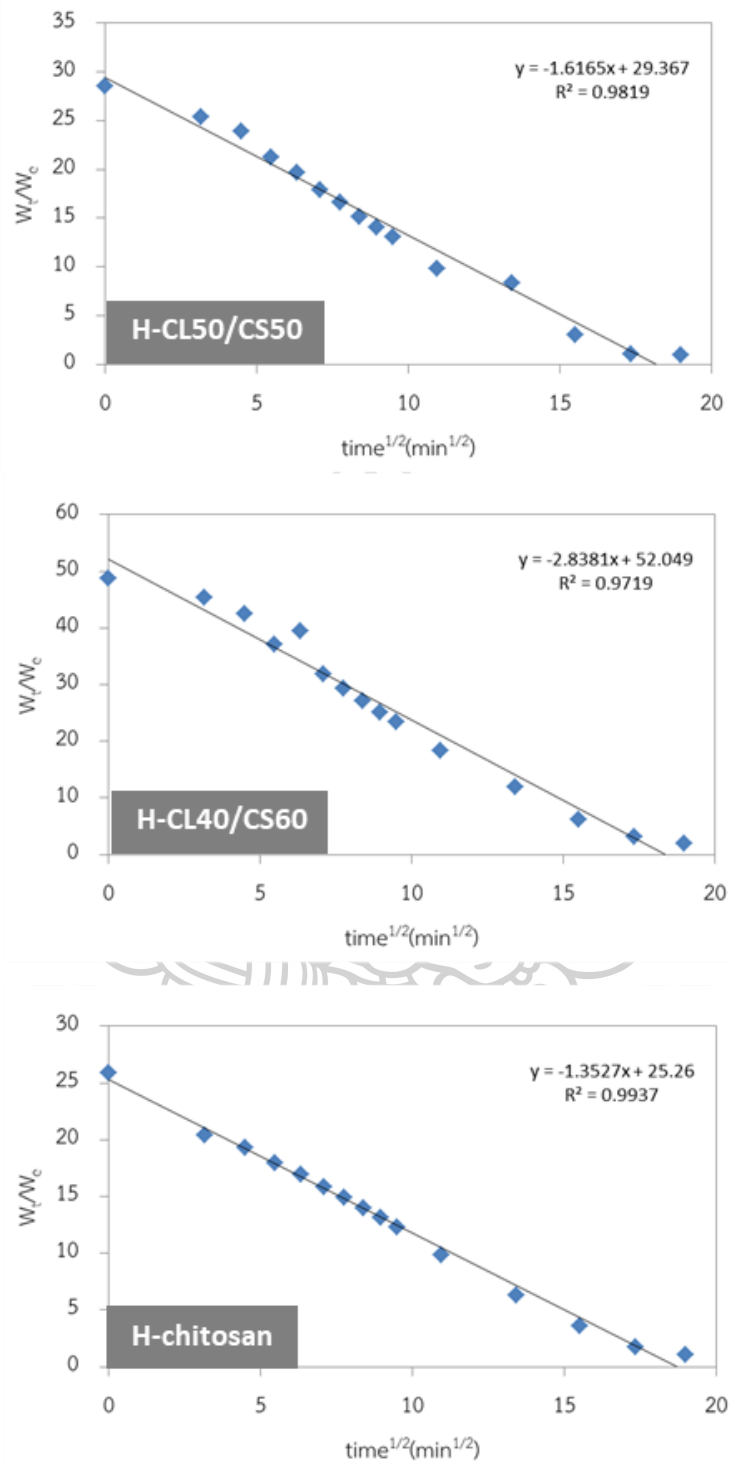
ภาพที่ 4.5.14 การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับโมเดลการดูดซึมต่างๆ



ภาพที่ 4.5.13 (ต่อ) การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/ไอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับโมเดลการดูดซึมต่างๆ



ภาพที่ 4.5.15 การเปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับ Higuchi model



ภาพที่ 4.5.14 (ต่อ) เปรียบเทียบข้อมูลการคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) กับ Higuchi model

เมื่อเปรียบเทียบพฤติกรรมการคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation และ high internal phase emulsion (HIPE) พบว่าทั้งสองระบบมีพฤติกรรมการคายน้ำสอดคล้องกับ Higuchi model ซึ่งบ่งบอกถึงพฤติกรรมการคายน้ำที่ควบคุมด้วยการแพร่ โดยพบว่าค่าคงที่อัตราการคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE จะมีอัตราการคายน้ำได้รวดเร็วกว่าวิธีการสังเคราะห์แบบ conventional preparation เมื่อพิจารณาโครงสร้างของไฮโดรเจล ก่อนคายน้ำ ดังผลการทดสอบ SEM ภาพที่ 4.4.8 และ 4.4.12 พบว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE จะมีโครงสร้างรูพรุนมากกว่าส่งผลทำให้การแพร่ของน้ำภายในโครงสร้างของไฮโดรเจลที่อัตราการแพร่ได้รวดเร็วกว่าไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ conventional preparation

ตารางที่ 4.5.6 ข้อมูลการเปรียบเทียบแบบจำลองที่นำมาอธิบายพฤติกรรมการคายน้ำของเซลลูโลส/โพลิโกไคโตซานไฮโดรเจล

สูตร	Higuchi model			
	Bulk hydrogel		HIPE hydrogel	
	$-K_H(\times 10^{-3})$	R^2	$-K_H$	R^2
Cellulose hydrogel	9.34	0.65	1.23	0.97
CL80/CS20	8.94	0.68	1.35	0.99
CL60/CS40	7.58	0.72	1.53	0.98
CL50/CS50	6.67	0.72	1.61	0.98
CL40/CS60	5.33	0.68	2.83	0.97
Chitosan hydrogel	2.60	0.98	0.11	0.81

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

เซลลูโลสและโคโตซานเป็นพอลิเมอร์ที่มีความสามารถในการดูดซึมน้ำได้ เนื่องจากเป็นทั้งสองเป็นพอลิเมอร์ชนิดชอบน้ำ (hydrophilic polymer) เมื่อโคโตซานถูกตัดสายโซ่ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์จะได้เป็นโอลิโกโคโตซานที่มีน้ำหนักโมเลกุล 214 g/mol ที่สามารถละลายน้ำได้ เมื่อสังเคราะห์เซลลูโลสและโอลิโกโคโตซานไฮโดรเจล พบว่าสามารถใช้เชื่อมขวางได้ด้วยอิพิคลอโรไฮดริน ในปริมาณ 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร และศึกษาการสังเคราะห์ไฮโดรเจลด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) ในสารละลายยูเรีย/โซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าการเติมโกลูอิน 80 % โดยปริมาตรเป็นปริมาณที่เหมาะสม ไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion มีโครงสร้างความเป็นรูพรุนมากกว่าระบบ การสังเคราะห์แบบ conventional preparation

ความสามารถในการดูดซึมน้ำของเซลลูโลส/โอลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์จากระบบ conventional preparation ขึ้นกับสัดส่วนของโอลิโกโคโตซาน เมื่อสัดส่วนโอลิโกโคโตซานเพิ่มส่งผลทำให้ความสามารถในการดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลสูงขึ้น โดยสูตรที่ดูดซึมน้ำมากที่สุดคือ B-Cl60/CS40 สามารถดูดซึมน้ำได้ประมาณ 780 เปอร์เซ็นต์โดยมวลแต่เมื่อสัดส่วนของโอลิโกโคโตซานมากกว่า 40 เปอร์เซ็นต์ ความสามารถในการดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลจะลดลง พฤติกรรมการดูดซึมน้ำของไฮโดรเจลที่เตรียมแบบ conventional preparation สอดคล้องกับ pseudo first-order model ในช่วง 0 - 70 นาทีของการดูดซึมน้ำ หลังจากนั้นสอดคล้องกับ pseudo second-order model และจลนศาสตร์การคายน้ำของไฮโดรเจลสอดคล้องกับ Higuchi model เมื่อไฮโดรเจลถูกเตรียมด้วยระบบ high internal phase emulsion สามารถเพิ่มปริมาณรูพรุนให้ขึ้นงานได้ และไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ HIPE มีความสามารถในการดูดซึมน้ำมากกว่าระบบ conventional preparation ประมาณ 2 เท่า โดย พฤติกรรมการดูดซึมน้ำสอดคล้องกับ pseudo first-order model ในช่วง 0 - 70 นาทีของการดูดซึมน้ำ หลังจากนั้นสอดคล้องกับ pseudo second-order model และจลนศาสตร์การคายน้ำของไฮโดรเจลสอดคล้องกับ Higuchi model ไฮโดรเจลสูตร HCl100/CS0 ดูดซึมน้ำได้สูงสุดประมาณ 2500 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ซึ่งเมื่อพิจารณาสัดส่วนของโอลิโกโคโตซานในระบบการสังเคราะห์แบบ HIPE พบว่า เมื่อปริมาณสัดส่วนของโอลิโกโคโตซานเพิ่มขึ้นส่งผลทำให้ความสามารถในการดูดซึมน้ำลดลง

5.2 ข้อเสนอแนะ

หากนำไปประยุกต์ใช้งานด้านการดูดซับ ต้องปรับปรุงด้านการคงรูปของชิ้นงานไฮโดรเจล เนื่องจากเซลล์ลอส/โพลิโกโคโตซานไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ด้วยระบบ high internal phase emulsion (HIPE) เมื่อดูดซึมน้ำในปริมาณมากชิ้นงานไฮโดรเจลจะแตกออกได้ง่าย จึงต้องปรับปรุงด้านสมบัติเชิงกลของไฮโดรเจลเพื่อประโยชน์สูงสุดในการใช้งาน เช่น สังเคราะห์ไฮโดรเจลแบบ double high internal phase emulsion หรือ ปรับเปลี่ยนสารเชื่อมขวางในการสังเคราะห์

งานวิจัยนี้แนวคิดในการใช้ทดแทนวัสดุดูดซึมน้ำในผ้าอ้อมอนามัย หากสามารถนำไปใช้งานได้จริงอาจจะต้องเพิ่มการทดสอบด้านการต้านเชื้อ เนื่องจากโคโตซานมีสมบัติในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้ดี





ภาคผนวก



ภาคผนวก ก. ตัวอย่างการคำนวณ

ภาคผนวก ก.1 การคำนวณหาน้ำหนักโมเลกุลของโคโตซานและโอลิโกโคโตซาน
กำหนดให้ $K=19.9 \times 10^{-2}$ mL/g, $a=0.59$, Temp=25 °C

การหาน้ำหนักโมเลกุลของโคโตซาน

ตารางที่ ก.1 แสดงเวลาที่ใช้ในการไหลของสารใน Ubbelohde viscometer ของโคโตซาน

ชนิด	น้ำหนักสาร (กรัม)	เวลา(s)			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
Solvent	-	90	90	90	90.0
โคโตซาน	0.60	1328	1338	1336	1334
	0.48	902	903	904	903
	0.36	542	544	546	544
	0.24	321	321	321	321
	0.12	184	183	184	184

ตารางที่ ก.2 แสดงค่าต่างๆที่ใช้ในการไหลของสารใน Ubbelohde viscometer ของโคโตซาน

ชนิด	น้ำหนักสาร (กรัม)	C (g/mL)	η_r	η_{sp}	η_{sp}/C	$(\ln \eta_{rel})/C$
โคโตซาน	0.60	0.06	14.82	13.8206	230.3429	2.6960
	0.48	0.048	10.03	9.0322	188.1712	2.3058
	0.36	0.036	6.04	5.0438	140.1048	1.7990
	0.24	0.024	3.57	2.5699	107.0807	1.2725
	0.12	0.012	2.04	1.0442	87.0181	0.7150

ตัวอย่างการคำนวณหาค่าน้ำหนักโมเลกุลของโอลิโกไคโตซาน

ค่า $[\eta]$ สามารถหาได้จากจุดตัดแกน y ของกราฟของ Huggins equation และ Kramer equation แต่ในกรณีนี้จุดตัดทั้งสองไม่ได้ตัดที่จุดเดียวกัน จึงทำการหาค่าเฉลี่ย โดย

$$\text{จาก Huggins equation ; } y = 3064.5X + 40.222$$

$$\text{จุดตัดแกน } y (X=0) ; y = 40.222$$

$$\text{จาก Kramer equation ; } y = -285.73X + 61.396$$

$$\text{จุดตัดแกน } y (X=0) ; y = 61.396$$

$$\text{ดังนั้น } [\eta]_{\text{avg}} = 40.222 + 61.396 = 50.809 \text{ dL/g}$$

$$\text{จาก } [\eta] = KMv^a$$

$$\text{จะได้ } Mv^a = [\eta] / K$$

$$a \log Mv = \log([\eta] / K)$$

$$\log Mv = \log([\eta] / K) / a$$

$$\text{ดังนั้น } Mv = 10^{(\log([\eta] / K) / a)}$$

$$\text{จะได้ } Mv_{\text{chitosan}} = 10^{(\log(50.809 \times 19.9 \times 10^{-2} / 0.59))} = 12,017 \text{ g/mol}$$

การหาน้ำหนักโมเลกุลของโอลิโกไคโตซาน

ตารางที่ ก.3 แสดงเวลาที่ใช้ในการไหลของสารใน Ubbelohde viscometer ของโอลิโกไคโตซาน

ชนิด	น้ำหนักสาร (กรัม)	เวลา (s)			
		ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	เฉลี่ย
Solvent	-	90	90	90	90.0
โอลิโกไคโตซาน	116	116	116	117	116
	110	110	110	111	110
	105	104	105	105	105
	98	99	98	98	98
	96	96	96	95	96

ตารางที่ ก.4 แสดงค่าต่างๆที่ใช้ในการไหลของสารใน Ubbelohde viscometer ของโอลิโกไคโตซาน

ชนิด	น้ำหนักสาร (กรัม)	C (g/mL)	η_r	η_{sp}	η_{sp}/C	$(\ln\eta_{rel})/C$
โอลิโกไคโตซาน	0.06	1.30	0.2999	4.9976	0.2623	4.370886
	0.048	1.23	0.2332	4.8583	0.2096	4.366863
	0.036	1.17	0.1743	4.8421	0.1607	4.463448
	0.024	1.12	0.1154	4.8097	0.1092	4.551726
	0.012	1.06	0.0577	4.8050	0.0561	4.671597

ตัวอย่างการคำนวณหาค่าน้ำหนักโมเลกุลของโอลิโกไคโตซาน

ค่า $[\eta]$ สามารถหาได้จากจุดตัดแกน y ของกราฟของ Huggins equation และ Kramer equation แต่ในกรณีนี้จุดตัดทั้งสองไม่ได้ตัดที่จุดเดียวกัน จึงทำการหาค่าเฉลี่ย โดย

$$\text{จาก Huggins equation ; } y = 3.6146X + 4.7324$$

$$\text{จุดตัดแกน } y (X=0) ; y = 4.7324$$

$$\text{จาก Kramer equation ; } y = -6.5524X + 4.7208$$

$$\text{จุดตัดแกน } y (X=0) ; y = 4.7208$$

$$\text{ดังนั้น } [\eta]_{\text{avg}} = 4.7324 + 4.7208 = 4.7266 \text{ dL/g}$$

$$\text{จาก } [\eta] = K M_v^a$$

$$\text{จะได้ } M_v^a = [\eta] / K$$

$$a \log M_v = \log([\eta] / K)$$

$$\log M_v = \log([\eta] / K) / a$$

$$\text{ดังนั้น } M_v = 10^{(\log([\eta] / K) / a)}$$

$$\text{จะได้ } M_{v \text{ oligo-chitosan}} = 10^{(\log(4.7266 \times 19.9 \times 10^{-2}) / 0.59)} = 214.6 \text{ g/mol}$$

ภาคผนวก ก.2 การคำนวณปริมาณผลึก

เมื่อทำการหาพื้นที่ใต้กราฟทั้งหมด และพื้นที่ใต้พีคที่สนใจได้แล้ว จึงนำมาคำนวณปริมาณผลึก จากสมการความสัมพันธ์

$$\% \text{ crystallinity} = \frac{\text{ปริมาณผลึก}}{\text{ปริมาณผลึก} + \text{ปริมาณอสัณฐาน}} \times 100\%$$

เมื่อ ปริมาณผลึก คือ พื้นที่ใต้พีค

ปริมาณผลึก+ปริมาณอสัณฐาน คือ พื้นที่ใต้กราฟ XRD

ยกตัวอย่างการคำนวณผลึกของเซลลูโลส

เมื่อทำการหาพื้นที่ใต้กราฟ จะได้ผลการทดสอบดังนี้

$$\text{ปริมาณผลึก} = 303.123 + 745.119 = 1048$$

$$\text{ปริมาณผลึก} + \text{ปริมาณอสัณฐาน} = 2113$$

จะได้ว่า

$$\begin{aligned} \% \text{ crystallinity} &= \frac{1048}{2113} \times 100\% \\ &= 49.60\% \end{aligned}$$



ภาคผนวก ก.3 การคำนวณการดูดซึมน้ำและการคายน้ำของไฮโดรเจล

การคำนวณการดูดซึมน้ำของไฮโดรเจล

นำชิ้นงานที่เตรียมได้แช่ลงในน้ำบริสุทธิ์ โดยทำการชั่งน้ำหนักก่อนแช่ (W_d) และทำการวัดน้ำหนักหลังแช่ (W_t) เพื่อศึกษาจลนศาสตร์การบวมตัวของชิ้นงานดังสมการ

$$\text{water absorption (WA)} = \frac{(W_t - W_d) \times 100\%}{W_d}$$

ยกตัวอย่างการคำนวณสูตร B-Cl100/CS0 ที่เวลา 1440 นาที

ก่อนแช่น้ำ 0.0408 กรัม

หลังแช่น้ำ 0.2508 กรัม

เมื่อทำการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การดูดซึมน้ำ

$$\begin{aligned} \text{water absorption (WA)} &= \frac{(0.2508 - 0.0408) \times 100\%}{0.0408} \\ &= 514.71\% \end{aligned}$$

การคำนวณการคายน้ำของไฮโดรเจล

ชั่งน้ำหนักชิ้นงานก่อนการทำการทดสอบแล้วนำชิ้นงานแช่น้ำบริสุทธิ์เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนัก (W_s) ก่อนปล่อยทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องจากนั้นทำการจับเวลาและชั่งน้ำหนัก (W_t) สารตามเวลาที่ศึกษา เพื่อศึกษาจลนศาสตร์การอุ้มน้ำของชิ้นงานดังสมการ

$$\text{water release (WR)} = \frac{(W_s - W_t) \times 100\%}{W_d}$$

ยกตัวอย่างการคำนวณสูตร B-Cl100/CS0 ที่เวลา 1440 นาที

ก่อนทดสอบ 1.8305

หลังทดสอบ 1.6394 กรัม

$$\begin{aligned} \text{จากสูตร} \quad \text{water release (WR)} &= \frac{(W_s - W_t) \times 100\%}{W_d} \\ \text{จะได้ว่า} \quad \text{water release (WR)} &= \frac{(1.8305 - 1.6394) \times 100\%}{1.8305} \\ &= 10.43\% \end{aligned}$$

ภาคผนวก ก.4 การคำนวณค่า K จาก pseudo-first order swelling kinetic

ตัวอย่างการคำนวณหาค่า k จาก pseudo-first order swelling kinetic ของไฮโดรเจล

สูตร B-Cl100/CSO โดยเมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง W_t/W_e และ เวลา จะได้ สมการเส้นตรงดังนี้

$$Y = -0.003X - 0.9191$$

จาก $\log(W_e - W_t) = \frac{-K_1 t}{2.303} + \log W_e$

$$\log(W_e - W_t) - \log W_e = \frac{-K_1 t}{2.303}$$

$$\log((W_e - W_t) / W_e) = \frac{-K_1 t}{2.303}$$

$$1 - (W_t / W_e) = 10^{\exp\left(\frac{-K_1 t}{2.303}\right)}$$

$$W_t / W_e = 1 - 10^{\exp\left(\frac{-K_1 t}{2.303}\right)}$$

เมื่อพิจารณาความสัมพันธ์เป็น ความชัน = $\frac{-K_1}{2.303}$

ดังนั้น $K_1 = -(-0.003 \times 2.303) = 6.909 \times 10^{-3}$

ภาคผนวก ก.5 การคำนวณค่า K จาก pseudo-second order swelling kinetic

ตัวอย่างการคำนวณหาค่า k จาก pseudo-second order swelling kinetic ของไฮโดรเจล สูตร

B-Cl100/CSO โดยเมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง t/W_t และ เวลา จะได้ สมการเส้นตรงดังนี้

$$Y = 0.5215X + 12.698$$

จาก $t/W = A + Bt$

$$A = 1/(k_2 W_e^2)$$

$$B = 1/W_e$$

จะได้ $t/W = 12.698 + 0.5215t$

$$W_e = 1/0.5215 = 1.9175$$

$$K_2 = 1/(A W_e^2)$$

$$= 1/(12.698)(1.9175)^2$$

$$= 0.0214$$

ภาคผนวก ก.6 การคำนวณค่า K จาก peppas model

ตัวอย่างการคำนวณหาค่า k จาก peppas model ของไฮโดรเจล สูตร B-Cl100/CS0 โดยเมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(W_t/W_e)$ และ $\ln t$ จะได้ สมการเส้นตรงดังนี้

$$y = 0.2257x - 1.2932$$

จากสมการ peppas model $\ln(W_t/W_e) = n \ln t + \ln k$

จะได้ว่า $\ln k = -1.2932$

$$K = 0.2744$$

$$n = 0.2257$$

ภาคผนวก ก.7 การคำนวณค่า K จาก peppas model ของเจลนศาสตร์การคายน้ำ

ตัวอย่างการคำนวณหาค่า k จาก peppas model ของไฮโดรเจล สูตร B-Cl100/CS0 โดยเมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(W_t/W_e)$ และ $\ln t$ จะได้ สมการเส้นตรงดังนี้

$$y = -0.0312x + 0.2878$$

จากสมการ peppas model $\ln(W_t/W_e) = n \ln t + \ln k$

จะได้ว่า $\ln k = 0.2878$

$$K = 1.3335$$

$$n = -0.0312$$

ภาคผนวก ก.8 การคำนวณค่า K จาก higuchi model ของเจลนศาสตร์การคายน้ำ

ตัวอย่างการคำนวณหาค่า k จาก peppas model ของไฮโดรเจล สูตร B-Cl100/CS0 โดยเมื่อสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง W_t/W_e และ $t^{1/2}$ จะได้ สมการเส้นตรงดังนี้

$$y = -0.0093x + 1.3055$$

จากสมการ higuchi model คือ $W_t/W_e = kt^{1/2}$

จะได้ว่า $K = -0.0093$

รายการอ้างอิง

- [1] วารุณี ดานันต์ และสายันต์ แสงสุวรรณ. (2557). "พอลิเมอร์ดูดซับน้ำได้มากการสังเคราะห์การวิเคราะห์และการประยุกต์ใช้ " วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี 16, 2: 63-81.
- [2] Enas M.Ahmed. (2015). "Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review." **Journal of Advanced Research** 6, 2: 105-121.
- [3] Enrica Calo and Vitaliy V.Khutornyanskiy. (2015). "Biomedical applications of hydrogels: A review of patents and commercial products." **European polymer journal** 65, 252-267.
- [4] Neslihan Kayra and Ali Ozhan Aytekin. (2019). **Synthesis of cellulose-based hydrogels: preparation, formation, mixture, and modification**. Turkey:
- [5] **Cellulose** เข้าถึงเมื่อ 6 June 2019. เข้าถึงได้จาก <https://en.wikipedia.org/Cellulose>
- [6] Diana E. Ciolacu and Dana M. Suflet. (2018). **Cellulose-based Superabsorbent Hydrogels** Romania:
- [7] Fatma Zohra Benabid and Foued Zoual. (2016). "Natural polymers: cellulose, chitin, chitosan, gelatin, starch, carrageenan, xylan and dextran." **Algerian Journal of Natural Products** 4, 348-357.
- [8] Zanariah Ujang, Mazita Diah, and Ahmad Hazri Abdul Rashid. (2011). **The development, characterization and application of water soluble chitosan** InTech
- [9] Narayanan Narayanan and Raghachari Dhamodharan. (2015). "Super water-absorbing new material from chitosan, EDTA and urea." **Carbohydr Polymer** 134, 337-343.
- [10] Md Nur Alam and Lew P. Christopher. (2018). "Natural cellulose-chitosan cross-linked superabsorbent hydrogels with superior swelling properties." **ACS Sustainable Chemistry & Engineering** 6, 7: 8736-8742.
- [11] Riccardo A. A. Muzzarelli, Vesna Stanic, and Viviana Ramos. (1999). **Enzymatic Depolymerization of Chitins and Chitosans**. Totowa, NJ: Humana Press
- [12] Yuanyuan Zhai, Hongmei Qu, Zhongxuan Li, Bo Zhang, Jinxi Cheng, and Jiaji Zhang. (2020). "Rapid and Efficient Adsorption Removal of Reactive Blue 4 from

Aqueous Solution by Cross-Linked Microcrystalline Cellulose–Epichlorohydrin Polymers: Isothermal, Kinetic, and Thermodynamic Study." **Transactions of Tianjin University**

- [13] **Epichlorohydrin**. เข้าถึงเมื่อ 6 June 2019. เข้าถึงได้จาก <https://www.fishersci.fi/EPH>
- [14] Chunyu Chang, Bo Duan, Jie Cai, and Lina Zhang. (2010). "Superabsorbent hydrogels based on cellulose for smart swelling and controllable delivery." **European Polymer Journal** 46, 1: 92-100.
- [15] Gokmen M. Talha and Du Prez Filip E. (2012). "Porous polymer particles—A comprehensive guide to synthesis, characterization, functionalization and applications." **Progress in Polymer Science** 37, 3: 365-405.
- [16] Irena Pulko and Peter Krajnc. (2017). **Porous Polymer Monoliths by Emulsion Templating**. John Wiley & Sons, Inc.
- [17] Andrea Feinle , Michael S. Elsaesser, and Nicola Husing. (2016). **Hierarchical organization in monolithic Sol–Gel materials**. Springer
- [18] Neil R Cameron. (2005). "High internal phase emulsion templating as a route to well-defined porous polymers." **Polymer** 46, 5: 1439-1449.
- [19] Jean-Pierre Simonin. (2016). "On the comparison of pseudo-first order and pseudo-second order rate laws in the modeling of adsorption kinetics." **Chemical Engineering Journal** 300, 254-263.
- [20] Talal Shahwan. (2014). "Sorption kinetics: Obtaining a pseudo-second order rate equation based on a mass balance approach." **Journal of Environmental Chemical Engineering** 2, 2: 1001-1006.
- [21] Stanislav S. Dukhin and Mohamed E. Labib. (2012). "Theory of effective drug release from medical implants based on the Higuchi model and physico-chemical hydrodynamics." **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects** 409, 10-20.
- [22] Lukas Liehr and Peter Massopust. (2020). "On the mathematical validity of the Higuchi method." **Physica D: Nonlinear Phenomena** 402, 132265.
- [23] Matheis F.J.D.P. Tanasale, Catherina M. Bijang, and Ervina Rumpakwara. (2019). "Preparation of chitosan with various molecular weight and its effect on depolymerization of chitosan with hydrogen peroxide using conventional

- technique " **International Journal of ChemTech Research** 12, 112-120.
- [24] Chunyu Chang, Lingzhi Zhang, and Jinping Zhou. (2010). "Structure and properties of hydrogels prepared from cellulose in NaOH/urea aqueous solutions." **Carbohydrate polymers** 82, 122-127.
- [25] Nan Li and Renbi Bai. (2018). "Novel chitosan-cellulose hydrogel adsorbents for lead adsorption ." National University of Singapore
- [26] Kulygin Olga and Silverstein Michael S. (2007). "Porous poly(2-hydroxyethyl methacrylate) hydrogels synthesized within high internal phase emulsions." **Soft Matter** 3, 12: 1525-1529.
- [27] Hiroyuki Kono. (2014). "Characterization and properties of carboxymethyl cellulose hydrogels crosslinked by polyethylene glycol." **Carbohydrate Polymer** 106, 84-93.
- [28] Cristiane N. Costa, Viviane G. Teixeira, Marcia C. Delpech, Josefa Virginia S. Souza, and Marcos A. S. Costa. (2015). "Viscometric study of chitosan solutions in acetic acid/sodium acetate and acetic acid/sodium chloride." **Carbohydrate Polymers** 133, 245-250.
- [29] Qun Zeng Huang, Shi Ming Wang, Jin Feng Huang, Li Hong Zhuo, and Ying Chen Guo. (2007). "Study on the heterogeneous degradation of chitosan with hydrogen peroxide under the catalysis of phosphotungstic acid." **Carbohydrate Polymers** 68, 4: 761-765.
- [30] Feng Tian, Yu Liu, Keao Hu, and Binyuan Zhao. (2004). "Study of the depolymerization behavior of chitosan by hydrogen peroxide." **Carbohydrate Polymers** 57, 1: 31-37.
- [31] P. R. Sivashankari and Prabakaran Mani. (2017). **5 - Deacetylation modification techniques of chitin and chitosan**. Woodhead Publishing
- [32] Fazli Wahid, Xiao-Hui Hu, Li-Qiang Chu, Shi-Ru Jia, Yan-Yan Xie, and Cheng Zhong. (2019). "Development of bacterial cellulose/chitosan based semi-interpenetrating hydrogels with improved mechanical and antibacterial properties." **International Journal of Biological Macromolecules** 122, 380-387.
- [33] Hiroyuki Kono. (2014). "Characterization and properties of carboxymethyl cellulose hydrogels crosslinked by polyethylene glycol." **Carbohydrated**

Polymer 106, 84-93.

- [34] Lorenz Anthony T. Fernando, Myra Ruth S. Poblete, Aileen Grace M. Ongkiko, and Leslie Joy L. Diaz. (2016). "Chitin Extraction and Synthesis of Chitin-Based Polymer Films from Philippine Blue Swimming Crab (*Portunus pelagicus*) Shells." **Procedia Chemistry** 19, 462-468.
- [35] Regina M Brophy. (1987). "Application of the Higuchi model for drug release from dispersed matrices to particles of general shape." **International Journal of Pharmaceutics** 37, 1: 41-47.





ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายปฏิพัทธ์ กองร้อยอยู่
วัน เดือน ปี เกิด	7 กุมภาพันธ์ 2539
สถานที่เกิด	สุพรรณบุรี
วุฒิการศึกษา	พ.ศ.2557-2560 วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วศ.บ.) ปีโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์
ที่อยู่ปัจจุบัน	154/1 ม.10 ต.วัดโบสถ์ อ.บางปลาม้า จ.สุพรรณบุรี รหัสไปรษณีย์ 72150
ผลงานตีพิมพ์	Patipat Kongroiyu, Wanchai Lerdwijitjarud "CELLULOSE/OLIGO-CHITOSAN HYDROGEL: PREPARATION AND WATER-ABSORPTION BEHAVIOR" Proceeding in Pure and applied Chemistry International Conference 2020, Impact Forum, Muang Thong Thani Nonthaburi, Thailand 13-14 February, 2020
รางวัลที่ได้รับ	พ.ศ 2561-2562 (4 ภาคการศึกษา) ได้รับทุนการศึกษาและทุนนักศึกษาผู้ช่วยสอน จากภาควิชาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร

