บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

ชื่อสาร	บริษัท
ไคโตแซน	Tokyo Kasei Kogyo Co., Ltd.
แอซิติก (AR Grade)	BDH
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (AR Grade)	BDH
กรดซัลฟุริก (AR Grade)	BDH
กรดไฮโดรคลอริก (AR Grade)	BDH
เมธานอล (AR Grade)	BDH
ผงวุ้น	ห้างหุ้นส่วนจำกัด พัฒนาสิน เอ็นเตอร์ไพรส์

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

1. ชุดเครื่องกวนชนิดปรับความเร็วรอบ
2. ชุดใบกวนเทปลอน
3. ตู้อบ
4. เตาเผา
5. ปั๊มสูญญากาศ
6. ชุดทดสอบการนำโปรตอน
7. เครื่องชั่งความละเอียด 2 ตำแหน่งและ 4 ตำแหน่ง
8. ไมโครมิเตอร์
9. โถดูดความชื้น
10. เครื่องแก้วอื่นๆ ในห้องปฏิบัติการ

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

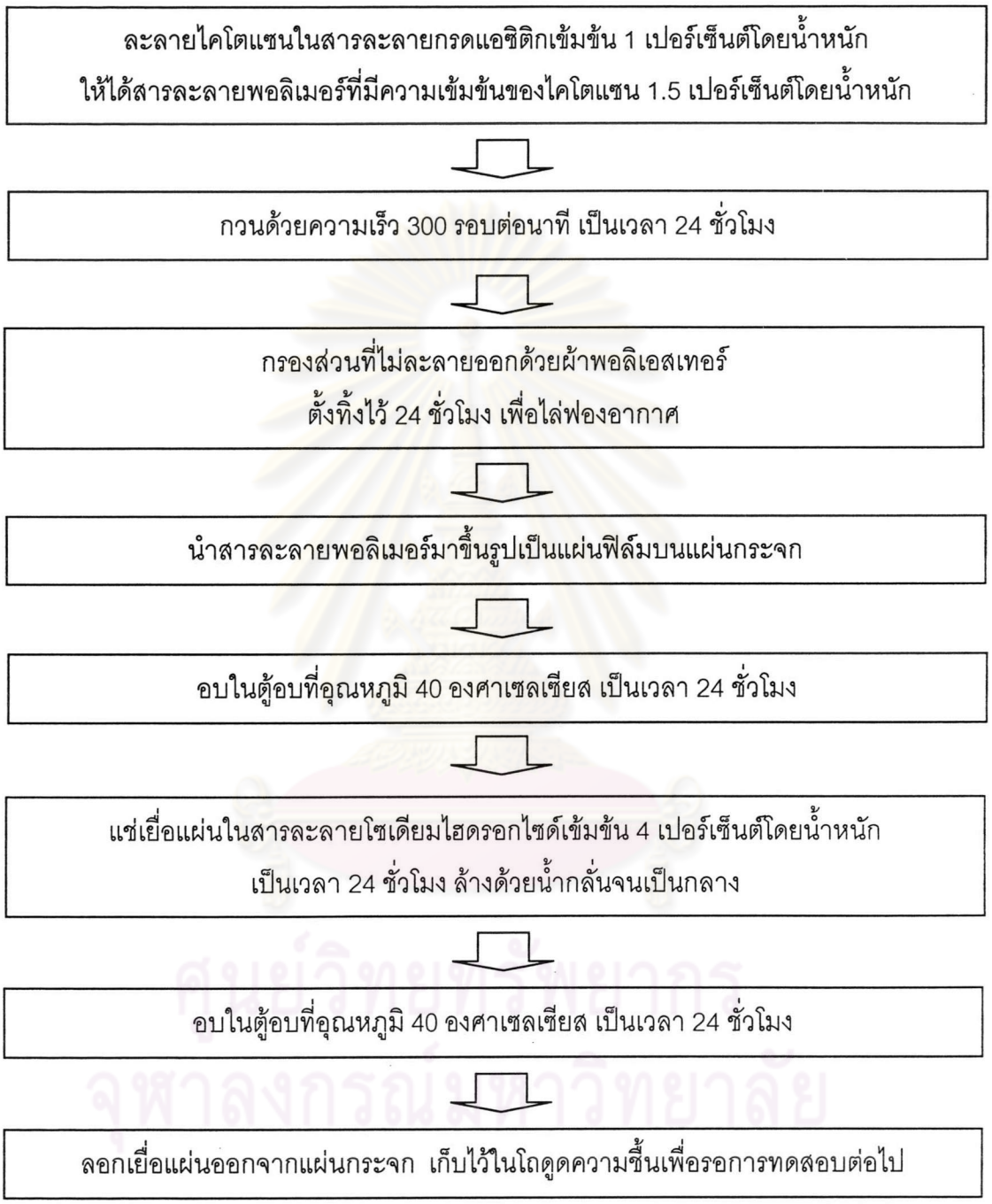
3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. Scanning Electron Microscope : Jeol JSM 6400
2. Gel Permeation Chromatography : Polymer Laboratories GPC11
3. Universal Testing Machine : LLOYD Instruments LR 5K

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมเยื่อแผ่นไคโตแซน ดังรูปที่ 3.1

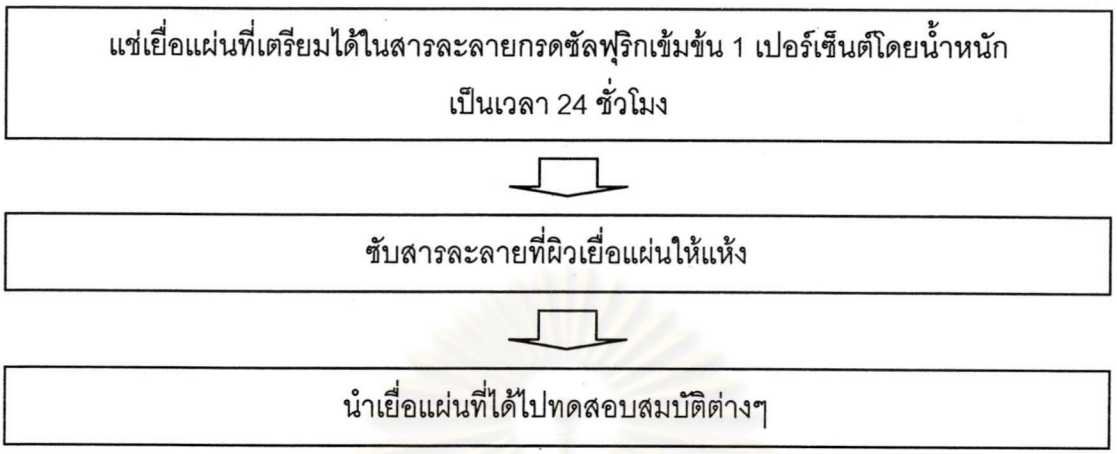


รูปที่ 3.1 แผนภาพวิธีการเตรียมเยื่อแผ่นไคโตแซน

3.4.2 การเตรียมเยื่อแผ่นไคโตแซนที่ถูกทำให้เกิดโครงร่างตาข่ายโดยใช้กรดซัลฟุริกเป็นสารเชื่อมโยง ดังรูปที่ 3.2

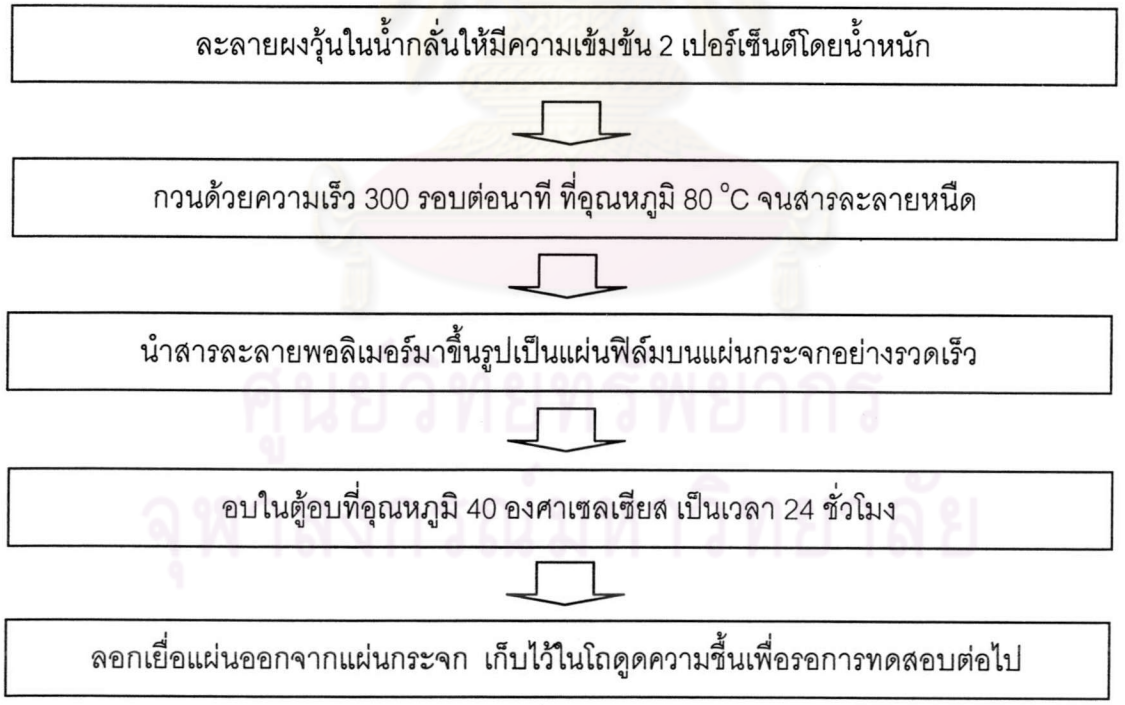
รูปที่ 3.2 แผนภาพวิธีการเตรียมเยื่อแผ่นไคโตแซนที่ถูกทำให้เกิดโครงร่างตาข่าย โดยใช้กรดซัลฟุริกเป็นสารเชื่อมโยง

3.4.3 **การกระตุ้นเยื่อแผ่น** ดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แผนภาพวิธีการกระตุ้นเยื่อแผ่น

3.4.4 **การเตรียมเยื่อแผ่นอัลจิเนต** ดังรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 แผนภาพวิธีการเตรียมเยื่อแผ่นอัลจิเนต

3.4.5 **การหาค่าร้อยละการกำจัดหมู่แอเซติล** (Degree of deacetylation) [7]

การเตรียมอนุพันธ์ไคโตแซนคลอไรด์

1. ละลายไคโตแซน 2.5 กรัม ในสารละลายกรดแอซิติกเข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ปริมาตร 200-400 มิลลิลิตร (ขึ้นอยู่กับความหนืดของสารละลาย) กวนด้วยเครื่องกวนที่ความเร็วรอบสูง เป็นเวลา 15 นาที
2. กรองส่วนที่ไม่ละลายออกด้วยผ้าพอลิเอสเทอร์
3. เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นช้าๆ ประมาณ 18 มิลลิลิตร โดยขณะเติมต้องกวนด้วยความเร็วรอบสูง กวนต่อไปจนไคโตแซนคลอไรด์ตกตะกอนหมด ระหว่างการเติมกรดไฮโดรคลอริกอุณหภูมิของสารละลายจะเพิ่มขึ้นประมาณ 6 องศาเซลเซียส
4. กรองตะกอนออกด้วยผ้าพอลิเอสเทอร์ ล้างตะกอนด้วยเมธานอลจนไม่มีคลอไรด์อิสระเหลืออยู่ ซึ่งทดสอบได้ด้วยสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตเข้มข้น 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก การล้างด้วยเมธานอลจะต้องทำประมาณ 5-6 ครั้ง
5. อบตะกอนของอนุพันธ์ไคโตแซนคลอไรด์ในข้อ (4) ในตู้อบ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาข้ามคืน อนุพันธ์ไคโตแซนคลอไรด์ที่ได้จะมีสีน้ำตาลอ่อน

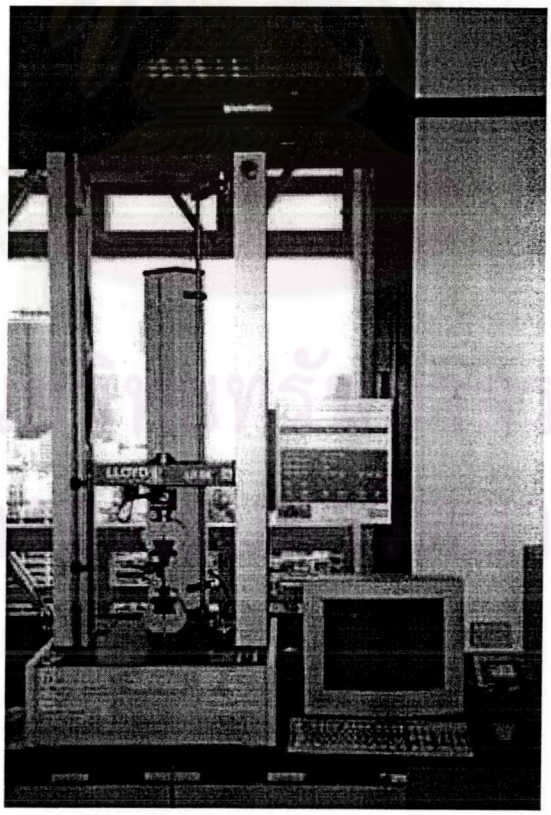
การไตเตรตอนุพันธ์ไคโตแซนคลอไรด์

1. ละลายอนุพันธ์ไคโตแซนคลอไรด์ 1 กรัม ในน้ำกลั่น จนมีปริมาตร 250 มิลลิลิตร
2. ปิเปตสารละลายอนุพันธ์ไคโตแซนคลอไรด์ในข้อ (1) ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่มีขนาด 125 มิลลิลิตร ไตเตรตด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.0876 โมลาร์ โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์
3. บันทึกปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ คำนวณร้อยละการกำจัดหมู่แอเซติลของไคโตแซนโดยใช้สมการที่ 4.1

3.4.6 **ความสามารถทนต่อแรงดึง** (Tensile strength) **และความสามารถในการยืดตัวสูงสุด** (Ultimate elongation)

1. ตัดเยื่อแผ่นให้มีลักษณะดังรูปที่ 3.5
2. วัดความหนาของเยื่อแผ่นด้วยไมโครมิเตอร์
3. ทดสอบตาม ASTM D638 [32, 33] ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine ดังรูปที่ 3.6

รูปที่ 3.5 ชิ้นตัวอย่างสำหรับการวัดความสามารถทนต่อแรงดึงและความสามารถในการยืดตัวสูงสุด



รูปที่ 3.6 เครื่อง Universal Testing Machine LLOYD Instruments LR 5K

3.4.7 **ร้อยละการดูดซับน้ำ** (Water content) [34]

1. ชั่งน้ำหนักของเยื่อแผ่นแห้ง
2. แช่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. นำเยื่อแผ่นมาซับน้ำที่ผิวหน้าเยื่อแผ่นออกให้แห้งด้วยกระดาษซับ แล้วชั่งน้ำหนักอย่างรวดเร็ว เพื่อป้องกันการระเหยของน้ำในเยื่อแผ่น
4. นำค่าน้ำหนักของเยื่อแผ่นแห้งและหลังการดูดซับน้ำมาคำนวณค่าการดูดซับน้ำตามสมการที่ 4.2

3.4.8 **ร้อยละการเปลี่ยนแปลงความหนา** (Thickness change) [34]

1. วัดความหนาของเยื่อแผ่นแห้งด้วยไมโครมิเตอร์
2. แช่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. นำเยื่อแผ่นมาซับน้ำที่ผิวหน้าเยื่อแผ่นออกให้แห้งด้วยกระดาษซับ แล้ววัดความหนาของเยื่อแผ่นอย่างรวดเร็ว
4. นำค่าความหนาที่ได้มาคำนวณค่าร้อยละของการเปลี่ยนแปลงความหนาตามสมการที่ 4.3

3.4.9 **ความสามารถในการแลกเปลี่ยนไอออน** (Ion exchange capacity) [29]

1. ชั่งเยื่อแผ่นแห้งให้มีน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัม
2. แช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.005 นอร์มอล ปริมาตร 20 มิลลิลิตร เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยกวนตลอดเวลา
3. ปิเปตสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในข้อ (2) มาไตเตรตกับสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.005 นอร์มอล โดยจุดยุติจะมีความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7
4. คำนวณค่าความสามารถแลกเปลี่ยนไอออนตามสมการที่ 4.4

3.4.10 **มวลโมเลกุลเฉลี่ยของไคโตแซน** (Average molecular weight of chitosan)

มวลโมเลกุลเฉลี่ยของไคโตแซนสามารถหาได้โดยเครื่อง Gel Permeation Chromatography (GPC)

3.4.11 การวัดค่าการนำโปรตอน

การวัดค่าการนำโปรตอนทำโดยวิธี Four probe method

1. ตัดเยื่อแผ่นให้มีขนาด 1x4 เซนติเมตร

2. วางเยื่อแผ่นบนเซลล์วัดค่าการนำโปรตอน โดยวางเยื่อแผ่นตามขวางให้อยู่บนลวดแพลตินัมทั้งสอง

3. วางแผ่นแพลตินัมที่มีขนาด 1x2.5 เซนติเมตร บนปลายทั้งสองข้างของเยื่อแผ่น

4. ประกอบเซลล์วัดค่าการนำโปรตอนเข้าด้วยกัน ขันสกรูทั้ง 4 จุดให้สัมผัสกับแผ่นแพลตินัม ต่อสายไฟที่ขั้วทั้งสอง

5. บรรจุเซลล์เข้าชุดวัดค่าการนำโปรตอน ปิดฝาของชุดเครื่องมือและต่อเข้ากับชุดควบคุมความชื้น

6. ใส่ชุดวัดค่าการนำโปรตอนเข้าในตู้อบ ณ อุณหภูมิที่ต้องการทดสอบ

7. ป้อนแก๊สไฮโดรเจนที่ผ่านระบบควบคุมความชื้นแล้วเข้าสู่ชุดวัดการนำโปรตอน โดยตั้งอุณหภูมิของระบบควบคุมความชื้นให้สูงกว่าอุณหภูมิของชุดวัดการนำโปรตอน 10 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการควบแน่นของไอน้ำในทางเดินของแก๊สไฮโดรเจน

8. ต่อชุดวัดค่าการนำโปรตอนเข้ากับเครื่อง Automatic polarization system

9. รอจนความชื้นในชุดวัดค่าการนำโปรตอนเพิ่มขึ้นถึงร้อยละ 100 จึงเริ่มทำการทดลอง

10. บันทึกค่าความต่างศักย์และกระแส นำข้อมูลมาเขียนกราฟระหว่างความต่างศักย์และกระแส ความชันของเส้นกราฟจะมีค่าเท่ากับความต้านทานของเยื่อแผ่น

11. นำเยื่อแผ่นออกจากชุดวัดค่าการนำโปรตอน วัดขนาดของเยื่อแผ่นเพื่อนำมาคำนวณหาขนาดพื้นที่หน้าตัดของเยื่อแผ่น นำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหาค่าการนำโปรตอนดังสมการที่ 4.5

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย