



โครงการ
การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การพัฒนาความทนด่างบนผ้าไหมสำหรับการเหนียวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์
Development of alkaline resistant on silk fabric for inducing of hydroxyapatite
crystal

ชื่อนิสิต นายปฐมพล สุโพภาค เลขประจำตัว 6033244023
นางสาวศุภามน กี่สง่า เลขประจำตัว 6033273123

ภาควิชา วัสดุศาสตร์
ปีการศึกษา 2563

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โครงการวิจัยระดับปริญญาตรี

เรื่อง

การพัฒนาความทนด่างบนผ้าไหมสำหรับการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์
Development of alkaline resistant on silk fabric for inducing of hydroxyapatite crystal

เสนอ

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ตามระเบียบการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

1. นายปฐมพล สุโพภาค เลขประจำตัว 6033244023
2. นางสาวศุภามน กี่สง่า เลขประจำตัว 6033273123

อนุมัติโดย



(ผศ.ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก๋า คະชิมมา)

อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

ปีการศึกษา 2563

หัวข้องานวิจัย	การพัฒนาความทนด่างบนผ้าไหมสำหรับการเหนียวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์
โดย	นายปฐมพล สุโพภาค นางสาวศุภามน กี่สง่า
สาขาวิชา	วัสดุศาสตร์
แขนงวิชา	เซรามิกและวัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ. ดร. คุณฤทัย พงษ์เก๋า คະชิมา
ปีการศึกษา	2563

บทคัดย่อ

การเหนียวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหม สามารถทำได้โดยผ้าไหมซึ่งมีหมู่เอไมด์ในโครงสร้าง สามารถตรึง Ca^{2+} ได้ดี ทำให้สามารถเหนียวนำให้เกิดไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA) ขึ้นบนผืนผ้าไหมได้ แต่เนื่องจาก HA เกิดได้ดีในภาวะด่าง ซึ่งในภาวะด่าง โปรตีนในเส้นใยในผ้าไหมจะถูกทำลายลง ทำให้ผ้าไหมเกิดความเสียหาย จากการทบทวนวรรณกรรมพบว่า แอลกอฮอล์สามารถช่วยจัดระเบียบ โครงสร้าง โปรตีนของเจลสกัดจากรังไหมให้มีความแข็งแรงขึ้นได้ ผู้วิจัยจึงเลือกใช้แอลกอฮอล์เพื่อปรับผิวผ้าไหมก่อนการเหนียวนำ HA บนผืนผ้า โดยใช้อัลกอฮอล์ 2 ชนิด คือ Isopropanol และ Ethanol ปรับผิวผ้าไหมก่อนการเหนียวนำ HA จากนั้นนำผ้าไหมที่ผ่านการปรับผิวแล้วไปจุ่มแช่ในสารละลาย CaCl_2 และ Na_2HPO_4 เป็นเวลา 15 นาที โดยทำซ้ำ 7 รอบ ก่อนแช่ค้างคืนใน Na_2HPO_4 จากนั้นนำไปอบที่ 60°C แล้วนำไปวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ ซึ่งพบว่า ผ้าไหมเกิดผลึก HA ขึ้นเป็นเฟสหลักและหมู่โครงสร้างของผ้าไหมที่วิเคราะห์ด้วย ATR-FTIR เปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อย ผลการดูดซับแอมโมเนียของผ้าที่เหนียวนำ HA ที่ไม่ผ่านการปรับสภาพผิวมีการดูดซับที่ดีที่สุด ซึ่งบ่งชี้ให้เห็นว่าการใช้แอลกอฮอล์ปรับผิวผ้าไหม แม้จะทำให้เกิดการเหนียวนำ HA ในภาวะด่างได้ แต่แอลกอฮอล์ก็ทำให้โครงสร้างของเส้นใยไหมเปลี่ยนสภาพไป ซึ่งส่งผลต่อความสามารถในการดูดซับแอมโมเนียที่ลดลงด้วย

Title **Development of alkaline resistant on silk fabric for inducing of hydroxyapatite crystal**

Authors **Pathompol Suphopark**
Suphamon Keesanga

Department **Materials Science**

Field **Ceramics and Materials Science**

Advisor **Asst Prof Dr. Dujreutai Pongkao Kashima**

Academic Year 2020

Abstract

Inducing of hydroxyapatite crystals on silk fabric can be accomplished via the binding of Ca^{2+} to amide group in silk fiber. However, HA predominantly precipitates in alkaline condition which protein in silk fiber cannot be tolerated. From literature review, it was reported that alcohols could rearrange the protein structure inside extracted silk gel from silk cocoon and made higher strength in that gel. This is a reason why we aim at selecting two kinds of alcohols, ethanol and isopropanol, to treat silk fabric before inducing of HA. Then, surface treated silk fabric subsequently soaked in CaCl_2 and Na_2HPO_4 for each 15 mins and 7 cycles, repeatedly. After that it was incubated in Na_2HPO_4 , 60°C for overnight. Phase analyses, functional groups, and ammonia adsorption testing were performed by XRD, ATR-FTIR, and ammonia gas adsorption testing apparatus which we had set up in our laboratory. The results indicated that HA could be induced on silk fabric as a major phase without any second phase contaminated when using ethanol as surface treatment chemical. However, the ammonia adsorption testing results implied that ethanol might destroy silk fiber in silk fabric as shown in the decreasing of ammonia adsorption ability.

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยดี เนื่องจากได้รับความกรุณาอย่างสูงจาก ผศ.ดร. คุณฤทัย พงษ์เก่า คະจิ
มา อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัย ที่กรุณาให้คำแนะนำปรึกษา ตลอดจนปรับปรุงแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ
ด้วยความเอาใจใส่อย่างดียิ่ง ผู้วิจัยตระหนักถึง ความตั้งใจจริงและความทุ่มเทของอาจารย์ และขอ
กราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้ ขอขอบพระคุณ นายวิรพงษ์ ทรัพย์นวม ที่ช่วยเหลือในด้าน
เครื่องมือการวิเคราะห์ และช่วยทำการวิเคราะห์คุณสมบัติตัวอย่าง จนทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไป
ด้วยดี ขอขอบคุณ นาย จักรกฤษดิ์ ทองใบ ที่ช่วยเหลือในด้านต้นแบบงานวิจัย และเป็นที่ปรึกษา ให้กับ
งานวิจัยในครั้งนี้ อนึ่ง ผู้วิจัยหวังว่า งานวิจัยฉบับนี้จะมีประโยชน์อยู่ไม่น้อยต่อผู้ที่สนใจศึกษา

คณะผู้วิจัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
สารบัญ.....	ค
สารบัญรูป.....	ง
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 ความรู้พื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 ไฮดรอกซีอะพาไทต์.....	3
2.2 ฟ้าไหม.....	5
2.3 เอทานอล.....	6
2.4 แคลเซียมคลอไรด์.....	7
2.5 โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต.....	7
2.6 งานวิจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง.....	8
บทที่ 3 ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย.....	11
3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี.....	11
3.2 วัสดุดิบ.....	11
3.3 แผนภาพแสดงประกอบการทดลอง	12
3.4 วิธีการทดลอง.....	13
3.5 การวิเคราะห์สมบัติของตัวอย่าง.....	15
3.6 ระยะเวลาในการดำเนินงาน.....	16
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	18
4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส.....	19

4.2 ผลการวิเคราะห์ห้หมูโครงสร้างด้วย Fourier transform Infrared (FTIR) Spectroscopy.....	21
4.3 ผลการทดสอบการดูดซับแอมโมเนีย.....	21
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	23
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	23
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	24
เอกสารอ้างอิง.....	25

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 โครงสร้างของไฮดรอกซีอะพาไทต์.....	3
รูปที่ 2.2 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนที่มีอัตราส่วนโดย โมลระหว่าง Ca/P เท่ากับ 1.67 (Hench and Wilson, 1993).....	4
รูปที่ 2.3 SEM แสดงให้เห็นว่าเกิดไฮดรอกซีอะพาไทต์บนพื้นผิวผ้าไหมและการแจกแจงการจับคู่ แบบจุดของ Ca (ซ้าย) และ P (ขวา).....	5
รูปที่ 2.3 โครงสร้างเส้นใยไหม.....	5
รูปที่ 2.4 โครงสร้างของเอทานอล.....	7
แคลเซียมคลอไรด์.....	7
โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต.....	7
รูปที่ 2.5 ammonium gas adsorption results.....	8
รูปที่ 2.6 แผนผังแสดงกลไกของเจลไหมส่วนไฟโบรอินเมื่อผ่านการเหนี่ยวนำด้วย monohydric alcohols และ polyhydric alcohols.....	10
รูปที่ 3.1 วัตถุประสงค์ที่	11
รูปที่ 3.2 แผนผังการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหมขนาด 3.75 cm ²	12
รูปที่ 3.3 แผนผังการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหมขนาด A4.....	13
รูปที่ 3.4 การติดตั้งอุปกรณ์เพื่อใช้ทดสอบการดูดซับแก๊สแอมโมเนีย.....	15
รูปที่ 3.5 X-ray Diffraction (XRD).....	16
รูปที่ 3.6 Fourier transform Infrared (FTIR) Spectroscopy.....	17
รูปที่ 4.1 ผลการทดสอบองค์ประกอบเฟสของ ของ a.) ผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ไม่ปรับสภาพผิว b.) ผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล c.) ผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ปรับสภาพผิวด้วย ไอโซโพลทานอล.....	20
รูปที่ 4.2 ผลการทดสอบองค์ประกอบเฟสของ a.) ผ้าขนาดA4 ที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล b.) ผ้า ขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล.....	20
รูปที่ 4.3 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์หมู่โครงสร้างด้วย FT-IR ของผ้าไหมที่ไม่มีการปรับสภาพผิว และผ้าไหมที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอลและไอโซโพลทานอล.....	21
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสามารถในการดูดซับแอมโมเนีย.....	22

บทที่ 1

บทนำ

1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ผ้าไหมเป็นผ้าที่ทอมาจากเส้นใยของหนอนไหมซึ่งเป็นที่นิยมด้วยความสวยงามและความหรูหรา สามารถนำมาใช้เพื่อตกแต่งภายในอาคารได้ ทั้งนี้หากเพิ่มความสามารถในการจำกัคลื่นไมพิงประสงค์ให้กับผ้าไหมได้ ก็จะสามารถเพิ่มมูลค่าและเพิ่มประสิทธิภาพให้กับผืนผ้าไหมได้ ในปัจจุบันนักวิจัยได้พยายามพัฒนาผ้าไหม เพื่อเพิ่มความสามารถในการดูดซับก๊าซแอมโมเนีย ซึ่งเป็นที่มาของกลิ่นไมพิงประสงค์และยังสามารถคงความสวยงามของผ้าไหมไว้ได้ โดยอาศัยคุณสมบัติการเป็นตัวดูดซับที่ดีของไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) รวมถึงคุณสมบัติเด่นในการเข้ากันได้ดีกับเนื้อเยื่อของร่างกายมนุษย์ ทั้งนี้ผ้าไหมประกอบด้วยโปรตีนไฟโบรอินซึ่งสามารถตรึงแคลเซียมไอออนบนหมู่เอไมด์ได้ดีจึงทำให้การแช่ผ้าไหมในสารละลายที่มีแคลเซียมไอออนและนำไปแช่ต่อในสารละลายที่มีฟอสเฟตไอออนจะทำให้เกิดการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ขึ้นบนผ้าไหมได้ ดังนั้นนักวิจัยจึงได้มีการคิดค้นที่จะปลูกผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผืนผ้าไหมเพื่อที่จะใช้ดูดซับก๊าซแอมโมเนีย ซึ่งการที่จะให้ไฮดรอกซีอะพาไทต์เติบโตได้นั้นจำเป็นต้องปลูกผลึกในภาวะที่เป็นเบส แต่ปัญหาที่พบคือผ้าไหมไม่ทนต่อสภาวะที่เป็นเบส เนื่องจากโปรตีนในเส้นไหมจะถูกทำลายจึงส่งผลให้พื้นผิวสัมผัสของผ้าไหมหยาบกระด้างและความสวยงามลดน้อยลง จากข้อมูลงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าเอทานอลสามารถช่วยทำให้พื้นผิวของผ้าไหมมีความคงทนต่อภาวะเบสได้มากขึ้น

จากที่กล่าวมาข้างต้นจึงเป็นเหตุจูงใจในการหาปัจจัยที่จะเพิ่มความสามารถของผ้าไหมให้ทนต่อภาวะเบส เพื่อที่จะมีส่วนช่วยในการเติบโตของผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ได้อย่างสมบูรณ์ โดยที่ยังรักษาสมบัติพื้นฐานของผ้าไหม คือพื้นผิวสัมผัส และความงามไว้ได้

1.2. วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาผลของแอลกอฮอล์ต่อการส่งเสริมความสามารถในการทนภาวะด่างของผ้าไหม
2. เพื่อให้เหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ให้เกิดบนผ้าไหมได้ดี แม้ในภาวะด่าง

1.3. ขอบเขตของการศึกษา

1. ตรวจสอบตัวแปรที่สำคัญและภาวะที่ใช้ในการปลูกผลึกของไฮดรอกซีอะพาไทต์บนพื้นผ้าไหม
2. ตรวจสอบตัวแปรที่สำคัญที่จะทำให้ผ้าไหมทนต่อภาวะต่าง

1.4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. เพื่อเพิ่มมูลค่าให้ผ้าไหมในด้านการนำไปใช้งานในหลากหลายด้านมากขึ้น
2. ศึกษาวิธีการในการเกิดผลึกของไฮดรอกซีอะพาไทต์บนพื้นผ้าไหม เพื่อใช้ในการดูดซับก๊าซแอมโมเนีย

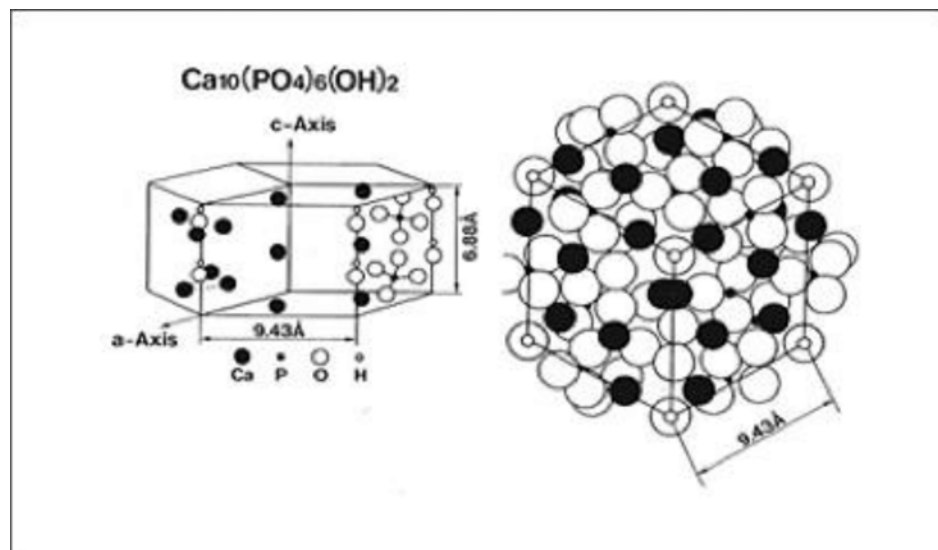
บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไฮดรอกซีอะพาไทต์

2.1.1 โครงสร้างไฮดรอกซีอะพาไทต์

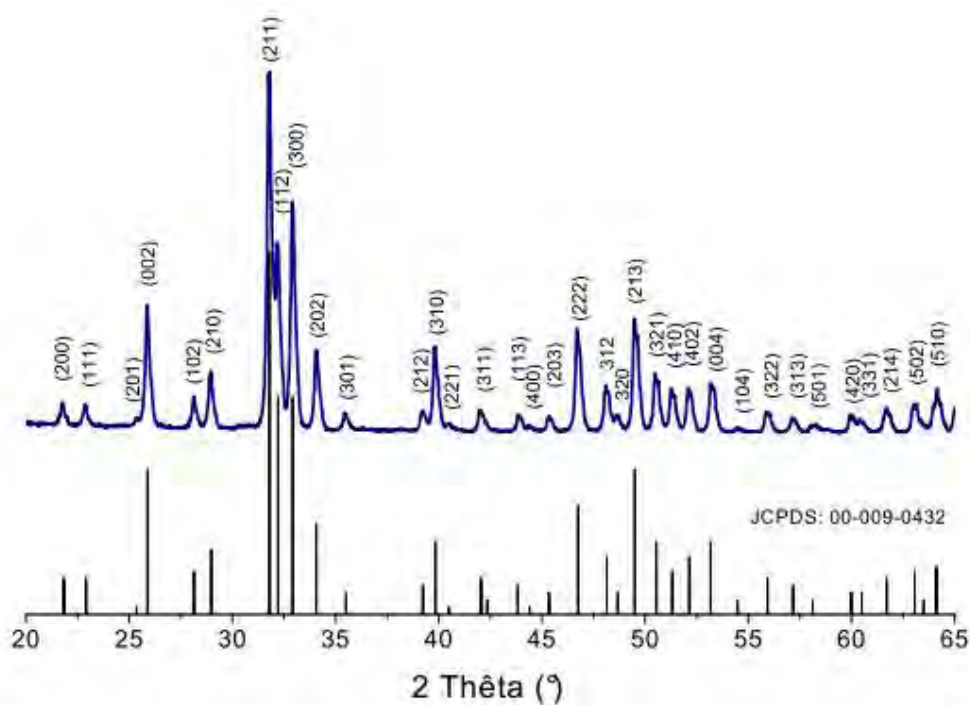
ในเทอมของอะพาไทต์ (Apatite) อธิบายได้ว่าเป็นกลุ่มของสารประกอบที่มี โครงสร้างเหมือนกันแต่ไม่จำเป็นต้องมีองค์ประกอบเดียวกันกับไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยเฉพาะแคลเซียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งอยู่ในรูปของสารประกอบ $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ โครงสร้างของแคลเซียมไฮดรอกซีอะพาไทต์แสดงตำแหน่งที่แน่นอนในผลึก ซึ่งถูกกำหนดจากแร่ ธาตุแต่ละธาตุ ซึ่งต่อมาภายหลัง ได้มีการกำหนด ตำแหน่งของอะตอมขึ้นมาใหม่จากการสังเคราะห์วัสดุไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดย โครงสร้างแคลเซียมไฮดรอกซีอะพาไทต์จะมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลมีกลุ่มปริภูมิ (Space group) P63/m มีค่า $a = b = 9.43$ และ $c = 6.88$ angstrom และมุม $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma = 120^\circ$ ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของไฮดรอกซีอะพาไทต์ http://www.bone.pentax.jp/img/img_crystal.gif

2.1.2 องค์ประกอบของไฮดรอกซีอะพาไทต์

ไฮดรอกซีอะพาไทต์บริสุทธิ์มีองค์ประกอบทางทฤษฎีคือมี Ca อยู่ 39.68% โดยน้ำหนัก และ P 18.45% โดยน้ำหนัก และมีอัตราส่วนระหว่าง Ca/P คือ 2.151 โดยน้ำหนัก หรือ 1.67 โดยโมล ถ้าอัตราส่วนโดยโมลมีค่าเท่ากับ 1.67 XRD แพทเทิร์นแสดงวิภูภาคจะเป็นดังภาพ 2.2 ถ้าอัตราส่วนระหว่าง Ca/P น้อยกว่า 1.67 โดยโมล จะได้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีเฟสอื่นปนอยู่ หรือเฟสอื่นเช่น TTCP (Tetracalcium phosphate, $\text{Ca}_4\text{P}_2\text{O}_9$ หรือ $\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$) ถ้าอัตราส่วนระหว่าง Ca/P มากกว่า 1.67 โดยโมลจะได้เฟส CaO ปนอยู่กับเฟสของไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยในเชิงพาณิชย์ อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Ca/P ของวัสดุไฮดรอกซีอะพาไทต์จะอยู่ในช่วง 1.57-1.70

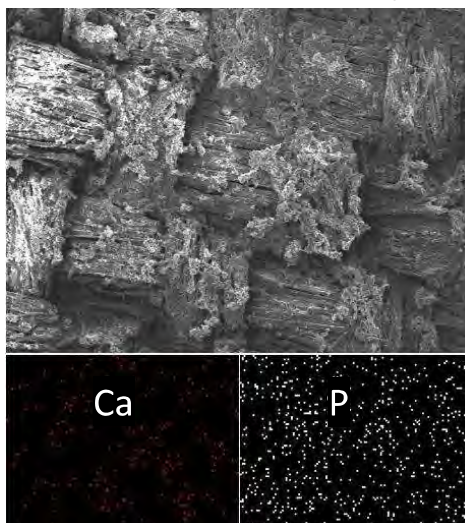


รูปที่ 2.2 XRD แพทเทิร์นของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนที่มีอัตราส่วนโดย โมลระหว่าง Ca/P เท่ากับ 1.67 (Hench and Wilson, 1993)

2.1.3 การเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหม

ไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดบนผ้าไหมและเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับก๊าซแอมโมเนียมเนื่องจากพื้นที่ผิวที่ดีขึ้น กลไกการเหนี่ยวนำของไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหมอาศัยโปรตีนอะมิโนกลุ่มหนึ่งซึ่งกระตุ้นให้แคลเซียมไอออนทำหน้าที่เป็น ไซต์นิวเคลียส ตาม

กลไกการเหนียวนำไปได้ว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์บนพื้นผิวนั้นติดอยู่กับเนื้อผ้าและสามารถผ่านกระบวนการซักได้ สิ่งนี้สามารถพัฒนาผ้าไหมไทยที่มีคุณสมบัติดูดซับก๊าซแอมโมเนียได้ดีกว่า

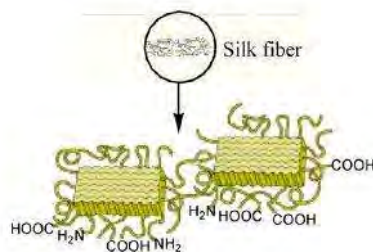


รูปที่ 2.3 SEM แสดงให้เห็นว่าเกิดไฮดรอกซีอะพาไทต์บนพื้นผิวผ้าไหมและการแจกแจงการจับรูปแบบจุดของ Ca (ซ้าย) และ P (ขวา)

2.2 ผ้าไหม

2.2.1 ลักษณะของผ้าไหม

ไหมเป็นเส้นใยโปรตีนธรรมชาติ มีสารโปรตีนที่เรียกว่า Fibroin และมีโปรตีนที่เรียกว่า เซริซิน (Sericin) มีลักษณะเหนียวเหมือนกาว ช่วยยึดให้เส้นใยสองเส้นติดกัน โปรตีนของเส้นใยไหมประกอบด้วยกรดอะมิโนเกาะเข้าด้วยกัน เป็นโซ่ยาว เรียกว่า โพลีเปปไทด์ (polypeptide chain) สาร fibroin แตกต่างจากสารเคราติน (Keratin) ซึ่งเป็นโปรตีนในขนสัตว์ คือไม่มีตัวยึดที่ เรียกว่า cystine หรือ Sulphur linkage เช่นในเส้นใยขนสัตว์ โปรตีนของเส้นใยไหมประกอบด้วย กรดอะมิโนประมาณ 15 ชนิด ส่วนใหญ่เป็นกรด อะมิโนเดี่ยว เช่น Glycin, Alanine, Serine เป็นต้น โมเลกุลของเส้นใยไหมเรียงตัวกันเป็นระเบียบดีมาก ทำให้เส้นใยมีความเหนียวแข็งแรงทนทาน



รูปที่ 2.3 โครงสร้างเส้นใยไหม

2.2.2 คุณสมบัติทางกายภาพของผ้าไหม (Physical Properties)

1. เส้นใยไหมแบบแห้ง และแบบเปียกมีความทนต่อแรงดึงที่ 27-35 g/tex และ 23- 45 g/tex
2. เส้นใยไหมสามารถกลับคืนสู่สภาพเดิมได้ถึง 90% จาก 2% ที่ยืดออก และ 30-35% จาก 20% ที่ยืดออก
3. เส้นใยไหมมีความแข็งแรงปานกลาง และมีความสามารถอย่างดีเยี่ยมของการกลับคืนสู่สภาพเดิมจากการเปลี่ยนแปลงสภาพโดยอาศัยสภาวะของอุณหภูมิ และความชื้น
4. เส้นใยไหมมีความถ่วงจำเพาะที่ 1.25-1.30
5. เส้นใยไหมมีความชื้นประมาณ 11% ภายใต้อุณหภูมิพื้นฐาน
6. เส้นใยไหมสามารถละลายได้ในสารละลาย Lithium Bromide, Phosphoric acid และ สารละลาย Cuprammonium
7. เส้นใยไหมมีคุณสมบัติเป็นฉนวนกันความร้อนได้เป็นอย่างดี และมีผลกระทบเพียงเล็กน้อยที่อุณหภูมิมากกว่า 150 องศาเซลเซียส และมีความต้านทานไฟฟ้า

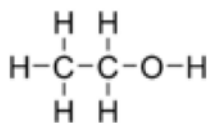
2.2.3 คุณสมบัติทางเคมี (Chemical Properties)

1. เส้นใยไหมสามารถถูกทำลายด้วยสารละลายต่าง และสามารถละลายได้อย่างรวดเร็วใน สารละลายที่มีตัวออกซิไดซ์ที่แรง เช่น สารประกอบไฮโปคลอไรต์ (Hypochloride compound) และมีผลกระทบเพียงเล็กน้อยในสารละลายที่มีตัวรีดิวซ์
2. เส้นใยไหมสามารถต้านทานต่อการทำลายของเชื้อจุลินทรีย์ แต่แรงกัดดูที่เป็นสีเหลือง และความแข็งแรงของเส้นใยไหมจะลดน้อยลงเมื่อสัมผัสกับแสง
3. เส้นใยไหมโดยทั่วไปจะมีองค์ประกอบที่เป็นดินบุก และเกลือของโลหะ ซึ่งเกลือของโลหะจะทำให้เส้นใยไหมมีความไวต่อการออกซิไดซ์ของแสง

2.3 เอทานอล

2.3.1 โครงสร้างของเอทานอล

เอทานอล (ethanol) หรือ เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) (สูตรเคมี C_2H_5OH) เป็นแอลกอฮอล์ชนิดหนึ่งซึ่งเกิดจากการนำเอาพืชมาหมักเพื่อเปลี่ยนแป้งเป็นน้ำตาล จากนั้นจึงเปลี่ยนจากน้ำตาลเป็นแอลกอฮอล์ โดยใช้เอนไซม์หรือกรดบางชนิดช่วยย่อย เมื่อทำให้เป็นแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ 95% โดยการกลั่น ส่วนใหญ่ผลิตจากพืช สองประเภทคือ พืชประเภทน้ำตาล เช่น อ้อย บีทรูท และพืชจำพวกแป้งเช่น มันสำปะหลัง ข้าว ข้าวโพด



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของเอทานอล

2.4 แคลเซียมคลอไรด์



แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) มีลักษณะเป็นผลึกสีขาว ใช้มากในงานอุตสาหกรรมทั่วไป อุตสาหกรรมอาหาร และอุตสาหกรรมการเกษตร เป็นสารที่ดูดซับความชื้น และละลายได้ดีในน้ำ เมื่อละลายน้ำจะเกิดกรดไฮโดรคลอริก และเกิดแคลเซียมประจุบวก

2.5 โซเดียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต



Disodium Hydrogen Phosphate (crystal) มีสีเป็นไม่มีสีจนถึงสีขาว.

Disodium Hydrogen Phosphate (anhydrous) มีลักษณะเป็นผงสีขาว.

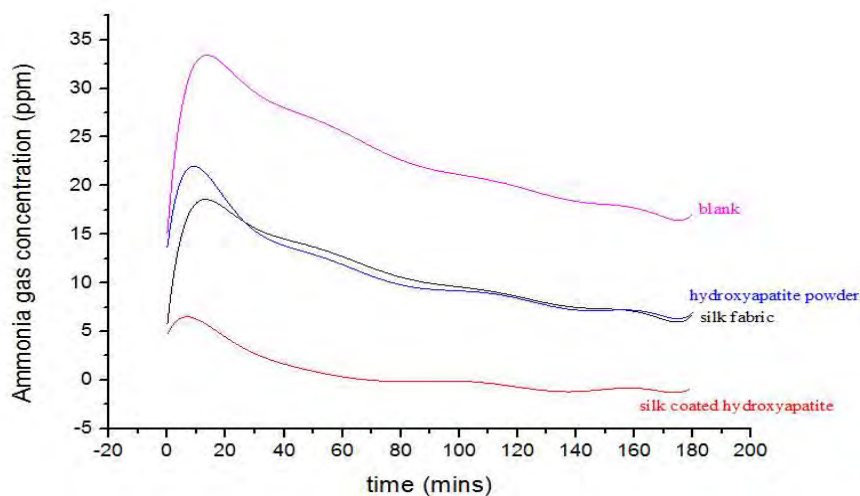
(1) สีของสารละลายไม่มีสีจนถึงใส (0.50 g, water 20 ml).

(2) pH 9.0 — 9.6 (1.0 g, water 100 ml).

2.6 งานวิจัยต่างๆ ที่เกี่ยวข้อง

2.6.1 Apatite inducing ability on silk fabric and its ammonium gas adsorptivity

Charkrit Thongbai และคณะ¹ ได้ศึกษาทำการเหนี่ยวนำการเติบโตของ Hydroxyapatite บนผ้าไหมโดยการแช่ผ้าไหมในสารละลาย 1.5M CaCl_2 , 20 ml เป็นเวลา 12 ชั่วโมงและแช่ต่อในสารละลาย 1M Na_2HPO_4 , 20 ml ซึ่งได้ผ่านการปรับ pH ให้เป็น 7 ด้วยกรด H_3PO_4 เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นแช่ต่อในสารละลาย 1M CaCl_2 , 20 ml อีก 20 นาที กระบวนการแช่ระหว่าง 1M Na_2HPO_4 และ 1 M CaCl_2 ทำซ้ำอีก 7 รอบ และแช่ต่อใน 1M Na_2HPO_4 , 20 ml pH 7 อีก 12 ชั่วโมง ที่ 100°C และที่อุณหภูมิห้อง เพื่อที่จะเปลี่ยน Brushite เป็น Hydroxyapatite จากนั้นปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง อีก 8 ชั่วโมง และการดูดซับแก๊สแอมโมเนีย ของผ้าไหมและ Hydroxyapatite เกิดได้ดีขึ้น เมื่อ Hydroxyapatite เกิดอยู่บนผ้าไหม



รูปที่ 2.5 ammonium gas adsorption results

2.6.2 Preparation and characterization of ethanol-treated silk fibroin dense membranes for biomaterials application using waste silk fibers as raw material

Grinia M. Nogueira และคณะ² ได้ศึกษา ethanol treatment กับเส้นไหมส่วนเกินที่ถูกทิ้ง โดยการล้างไหม 3 ครั้ง แต่ละครั้งนาน 30 นาที ใน 0.5 wt% Na_2CO_3 ที่ 85°C เพื่อกำจัด sericin แล้วล้างด้วยน้ำ จากนั้นปล่อยให้แห้งในอุณหภูมิห้องใยที่ถูกล้างแล้วนำมาละลายใน 100 ml CaCl_2 - $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ - H_2O (1:2:8 mol ratio) ที่ 85°C จนละลายหมดและเพิ่มความหนาด้วย ฟอกสารละลายใยไหมด้วยน้ำ กลั่นเป็นเวลา 4 วัน ที่อุณหภูมิห้อง ใยไหมละลายน้ำได้เทลงใน แผ่น polystyrene แล้วปล่อยให้แห้งเป็น

เวลา 24 ชม. เยื่อที่หนาขึ้นถูกแช่ใน ethanol 70% v/v เพื่อเหนี่ยวนำการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง และลดการละลายน้ำ โดยหลังการ ethanol treatment เยื่อหนาที่ได้ ตกผลึกเป็น β -sheet conformation

2.6.3 Controlling Molecular Conformation of Regenerated Wild Silk Fibroin by Aqueous Ethanol Treatment

Mingzhong Li และคณะ ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของใยไหมในรูป α -helix and random coil เป็น β -sheet formation โดยการใส่เอทานอล เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของใยและทนการละลายน้ำ ไหมถูกล้าง 3 ครั้งด้วยสารละลาย 0.3 wt% Marsciltes soap (1000 ml) ผสมกับ 5 g of Na_2CO_3 ที่ 98-100 C ครั้งละ 30 นาที ล้างใยด้วยน้ำ (deionized water) ใยไหมที่ถูกล้าง (20 g) ถูกละลายใน 200 ml 10 M lithium thiocyanate เป็นเวลา 60 นาที ที่ 40 C. สารละลายถูกชำระใน cellulose tubing กับน้ำเป็นเวลา 4 วัน, พร้อมเปลี่ยนน้ำรอบต่อวัน.

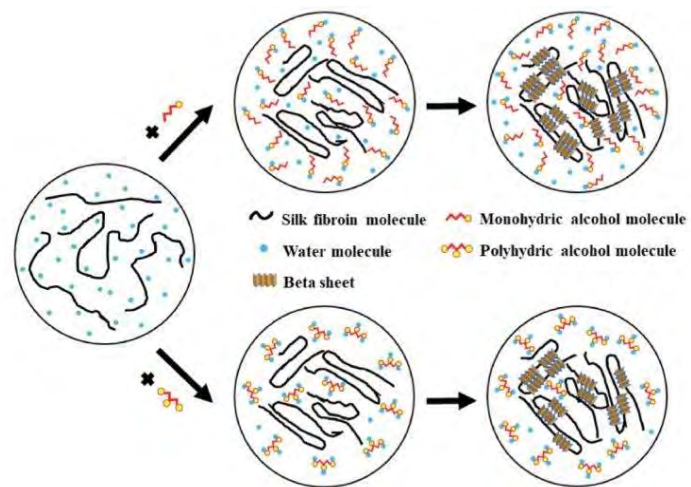
สารละลายที่ได้ (approximately 3 wt%) เทลงจาน polyethylene petri ที่อากาศแห้ง 40 C. หลังจากแห้งแล้ว, ก็ได้รับ फिल्मหนาประมาณ 35 mm. फिल्मเส้นใยถูกแช่ใน ethanol (40, 60, 80, and 100 (99)% v/v ethanol) 60 นาที ที่อุณหภูมิห้อง อากาศแห้ง 20 องศา.

2.6.4 Thai silk fibroin gelation process enhancing by monohydric and polyhydric alcohols

Kanyaluk keawprasit และคณะ

ได้ศึกษาชนิดของแอลกอฮอล์ที่มีผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้างของเจลไหม กรณีของ monohydric alcohols ความ hydrophobicity ของส่วน aliphatic hydrocarbon effectively encountered silk fibroin chains ในขณะที่ hydroxyl functional group เกาะกับโมเลกุลน้ำรอบๆ โดยการเพิ่ม aliphatic carbon chain, แรงผลักระหว่างโมเลกุล alcohol กับ fibroin อาจจะเพิ่มขึ้น ทำให้ไปเร่งการรวมตัวของ silk fibroin ทำให้เกิดรูปแบบอย่าง beta sheet domains ขึ้นมา

กรณีของ polyhydric alcohols ความมีขั้วเพิ่มความชื้นใน hydrogels และจำนวน hydroxyl groups ก็เพิ่มขึ้นตาม ทำให้แรงผลักระหว่าง alcohol and silk fibroin molecules ลดลง ดังนั้นการเกิด beta sheet domains จะน้อยกว่ากรณีแรก



รูปที่ 2.6 แผนผังแสดงกลไกของเจลไหมส่วนไฟโบรอินเมื่อผ่านการเหนี่ยวนำด้วย monohydric alcohols และ polyhydric alcohols

บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการทดลองเตรียมตัวอย่างผ้าไหมก่อนเพื่อศึกษาสภาพการเปลี่ยนแปลงของผ้าไหมในตัวทำละลายต่างชนิดกันและค่อยทำการปลูกผลึกไฮดรอกซีเอพาไทต์ โดยใช้วัตถุดิบซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

- ผ้าไหม
- แคลเซียมคลอไรด์ ($\text{CaCl}_2 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$)
- ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($\text{Na}_2\text{H}(\text{PO}_4)$)
- น้ำ Deionized
- บีกเกอร์
- เอทานอล($\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$)
- ไอโซโพรพานอล ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)

3.2 วัตถุดิบ



(a.)



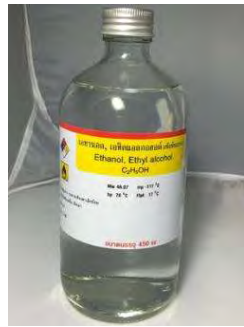
(b.)



(c.)



(d.)



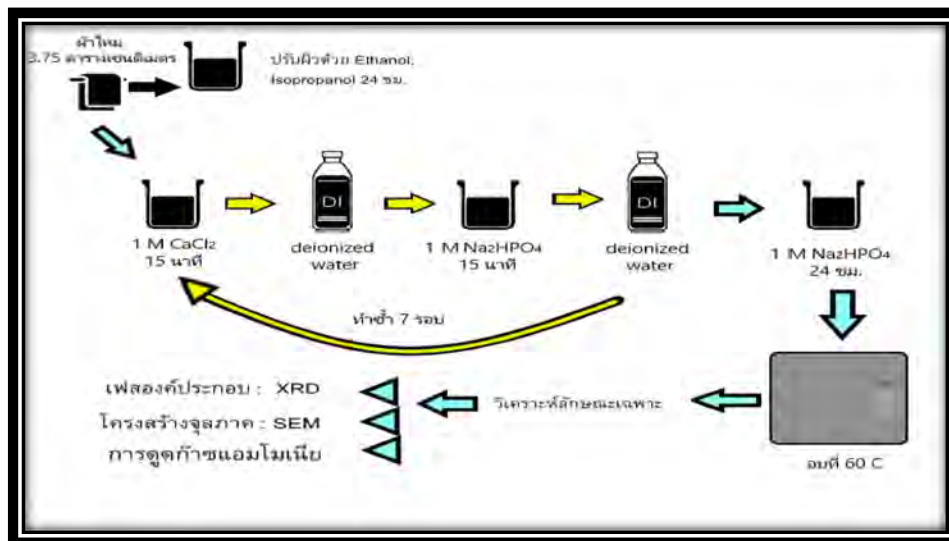
(e.)



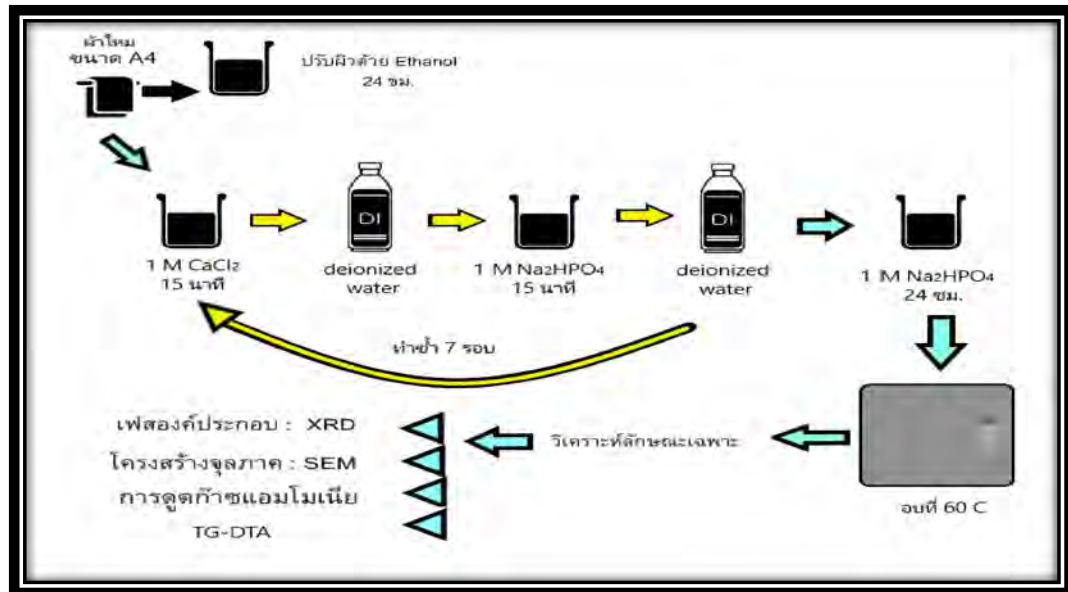
(f.)

รูปที่ 3.1 วัตถุดิบที่ใช้ (a.) ผ้าไหม (b.) ไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($\text{Na}_2\text{H}(\text{PO}_4)$)
(c.) แคลเซียมคลอไรด์ ($\text{CaCl}_2 \cdot 2(\text{H}_2\text{O})$) (d) น้ำ Deionized (e.) เอทานอล (f.) ไอโซโพรพานอล

3.3 แผนภาพแสดงประกอบการทดลอง



รูปที่ 3.2 แผนผังการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหมขนาด 3.75 cm^2



รูปที่ 3.3 แผนผังการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหมขนาด A4

3.4 วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหมขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว

เงื่อนไขที่ 1 ผ้าไหมที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล

- เตรียมเอทานอล 40 mL และตัดผ้าไหมขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว แช่ในเอทานอลทิ้งไว้ 1 คืน
- เตรียมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ 1 mol 40 mL และสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1 mol 40 mL
- นำผ้าไหมในขั้นตอนที่ 1 จุ่มแช่ลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์เป็นเวลา 15 นาที
- ยกผ้าไหมขึ้นและนำผ้าไหมที่ได้ไปล้างในน้ำปราศจากไอออน
- นำไปแช่ในสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเป็นเวลา 15 นาที
- นำผ้าไหมที่ได้ไปล้างในน้ำปราศจากไอออนเพื่อล้างเกลือ โซเดียมคลอไรด์ที่เกิดและทำขั้นตอนที่ 3 และ 4 และ 5 ซ้ำ จำนวน 7 รอบ
- ผสมสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1 mol 40mL และนำผ้าไหมจากขั้นตอนที่ 6 แช่ทิ้งไว้ 1 คืน ที่อุณหภูมิห้อง
- ล้างน้ำปราศจากไอออนและนำผ้าไหมไปอบในแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
- จัดเก็บผ้าไหมที่ได้ในกล่องที่ใส่สารดูดความชื้น

เงื่อนไขที่ 2 ผ้าไหมที่ไม่ปรับสภาพผิว

1. ตัดผ้าไหมขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว
2. เตรียมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ 1 mol 40 mL และสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1 mol 40 mL
3. นำผ้าไหมในขั้นตอนที่ 1 จุ่มแช่ลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์เป็นเวลา 15 นาที
4. ยกผ้าไหมขึ้นและนำผ้าไหมที่ได้ไปล้างในน้ำปราศจากไอออน
5. นำไปแช่ในสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเป็นเวลา 15 นาที
6. นำผ้าไหมที่ได้ไปล้างในน้ำปราศจากไอออนเพื่อล้างเกลือโซเดียมคลอไรด์ที่เกิดและทำขั้นตอนที่ 3 และ 4 และ 5 ซ้ำ จำนวน 7 รอบ
7. ผสมสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1 mol 40mL และนำผ้าไหมจากขั้นตอนที่ 6 แช่ทิ้งไว้ 1 คืน ที่อุณหภูมิห้อง
8. ล้างน้ำปราศจากไอออนและนำผ้าไหมไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
9. จัดเก็บผ้าไหมที่ได้ในกล่องที่ใส่สารดูดความชื้น

เงื่อนไขที่ 3 ผ้าไหมที่ปรับสภาพผิวด้วยไอโซโพลพานอล

1. ตัดผ้าไหมขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว แช่ในไอโซโพลพานอลทิ้งไว้ 1 คืน
2. เตรียมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ 1 mol 40 mL และสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1 mol 40 mL
3. นำผ้าไหมในขั้นตอนที่ 1 จุ่มแช่ลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์เป็นเวลา 15 นาที
4. ยกผ้าไหมขึ้นและนำผ้าไหมที่ได้ไปล้างในน้ำปราศจากไอออน
5. นำไปแช่ในสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเป็นเวลา 15 นาที
6. นำผ้าไหมที่ได้ไปล้างในน้ำปราศจากไอออนเพื่อล้างเกลือโซเดียมคลอไรด์ที่เกิดและทำขั้นตอนที่ 3 และ 4 และ 5 ซ้ำ จำนวน 7 รอบ
7. ผสมสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1 mol 40mL และนำผ้าไหมจากขั้นตอนที่ 6 แช่ทิ้งไว้ 1 คืน ที่อุณหภูมิห้อง
8. ล้างน้ำปราศจากไอออนและนำผ้าไหมไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
9. จัดเก็บผ้าไหมที่ได้ในกล่องที่ใส่สารดูดความชื้น

ตอนที่ 2 การเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีเอพาไทต์บนผ้าไหมขนาด A4

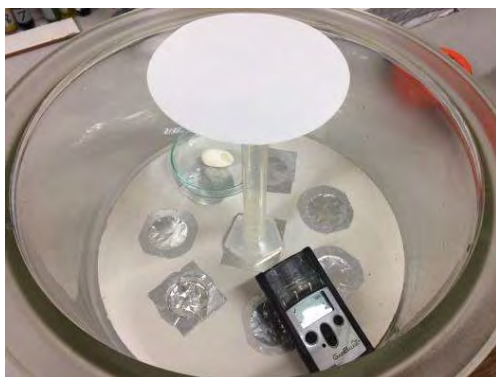
เงื่อนไข : ผ้าไหมที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล

- 1.เตรียมเอทานอล 40 mL และตัดผ้าไหมขนาด A4 แช่ในเอทานอลทิ้งไว้ 1 คืน
2. เตรียมสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ 1 mol 40 mL และสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1 mol 40 mL
3. นำผ้าไหมในขั้นตอนที่ 1 จุ่มแช่ลงในสารละลายแคลเซียมคลอไรด์เป็นเวลา 15 นาที
4. ยกผ้าไหมขึ้นและนำผ้าไหมที่ได้ไปล้างในน้ำปราศจากไอออน
5. นำไปแช่ในสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟตเป็นเวลา 15 นาที
6. นำผ้าไหมที่ได้ไปล้างในน้ำปราศจากไอออนเพื่อล้างเกลือโซเดียมคลอไรด์ที่เกิดและทำขั้นตอนที่ 3 และ 4 และ 5 ซ้ำ จำนวน 7 รอบ
7. ผสมสารละลายไดโซเดียมไฮโดรเจนฟอสเฟต 1 mol 40mL และนำผ้าไหมจากขั้นตอนที่ 6 แช่ทิ้งไว้ 1 คืน ที่อุณหภูมิห้อง
8. ล้างน้ำปราศจากไอออนและนำผ้าไหมไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส
9. จัดเก็บผ้าไหมที่ได้ในกล่องที่ใส่สารดูดความชื้น

3.5 การวิเคราะห์สมบัติของตัวอย่าง

3.5.1 การตรวจวัดแอมโมเนีย

วิธีการตรวจวัดนี้มีต้นแบบจากบริษัท SCG โดยเครื่องตรวจวัดแก๊สแอมโมเนียที่ใช้เป็นยี่ห้อ industrial scientific รุ่น GasBadge Pro โดยนำเครื่องมือตรวจวัดวางในภาชนะขนาด 16 ลิตรพร้อมกับตัวอย่างที่จะทดสอบจากนั้นทำการหยดสารละลายแอมโมเนียลงบนกระดาษกรองและนำไปในภาชนะดังภาพที่ 3.4 ซึ่งแอมโมเนียจะระเหยและตกลงสู่ด้านล่างของภาชนะ เครื่องตรวจวัดจะทำการตรวจวัดปริมาณแอมโมเนียที่คงเหลืออยู่ซึ่งสามารถดูค่าได้จากการลดลงของแอมโมเนียที่วัดได้



ภาพที่ 3.4 การติดตั้งอุปกรณ์เพื่อใช้ทดสอบการดูดซับแก๊สแอมโมเนีย

3.5.2 องค์ประกอบทางเฟส (X - ray Diffraction)

เครื่อง XRD เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในผลึกของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการของ Bragg's law หรือ $2d\sin\theta = n\lambda$ ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยังผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่าง โดยจะใช้ Detector รับความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่างๆ ของการทดสอบ สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง หรือตัวอย่างที่เป็น powder ได้



รูปที่ 3.5 X-ray Diffraction (XRD)

3.5.3 วิเคราะห์หมู่โครงสร้าง (Fourier transform Infrared (FTIR) Spectroscopy)

เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform Infrared (FTIR) Spectroscopy) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ จำแนกประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์และพันธะเคมีหรือหมู่ฟังก์ชันในโมเลกุล ซึ่งสามารถ วิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ โดยวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ทำให้เกิดช่วงกลาง (Middle infrared region) ช่วงความยาวคลื่น (l) 2.5 - 50 mm, ช่วงเลขคลื่น 4000 - 400 cm^{-1} เป็นเทคนิคที่ไม่ทำลายตัวอย่าง (nondestructive) คือไม่มีการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางเคมีและกายภาพของตัวอย่างหลังการวัด นอกจากนี้ยังเป็นวิธีที่สะดวก ไม่ยุ่งยาก ใช้เวลาในการวัดสั้น และมีความปลอดภัยสูงสามารถวัดตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็งและของเหลว



รูปที่ 3.6 Fourier transform Infrared (FTIR) Spectroscopy

3.6 ระยะเวลาในการดำเนินงาน


การทดลอง	พ.ย. 2563	ธ.ค. 2563	ม.ค. 2562	ก.พ. 2562	มี.ค. 2562	เม.ย. 2562	พ.ค. 2563
1. เตรียมวัตถุดิบ	/	/					
2. ขึ้นรูปตัวอย่าง		/	/	/	/	/	/
3. ทดสอบคุณสมบัติ							/
4. สรุปผลการทดลอง							/

บทที่ 4

ผลการทดลอง

จากผลการทดลองการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้า โดยนำเอทานอลและไอโซโพลพานอลมาช่วยในการปรับสภาพผิวทำให้ผ้าไหมทนสภาพต่างมากขึ้น แล้วเปรียบเทียบกับผ้าไหมที่ไม่ได้ปรับสภาพพื้นผิวด้วยเอทานอล หรือ ไอโซโพลพานอล ได้ผลการทดลองดังนี้

ตารางที่ 1 ตารางเปรียบเทียบสภาพผ้าไหมขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ก่อน-หลังการทดลอง

เงื่อนไข	ก่อนการเหนี่ยวนำHA	หลังการเหนี่ยวนำHA
ผ้าธรรมดา		
ผ้าแช่ไอโซโพลพานอล		
ผ้าแช่เอทานอล		

จากตารางที่ 1 พบว่า ผ้าไหมที่มีการปรับสภาพผิวด้วยไอโซโพลพานอลจะมีสภาพผ้าดีกว่าเมื่อเทียบกับผ้าไหมที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล ผ้าไหมที่ไม่ผ่านการปรับสภาพผิว และเมื่อมีการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์จะพบว่าผ้าที่ผ่านการปรับสภาพผิวด้วยไอโซโพลพานอล จะมีผลึกเกาะมองเห็นด้วยตาเปล่าในจำนวนที่เยอะกว่าผ้าในเงื่อนไขอื่น รองลงมาจะเป็นผ้าที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล และผ้าไหมที่ไม่ผ่านการปรับสภาพผิว

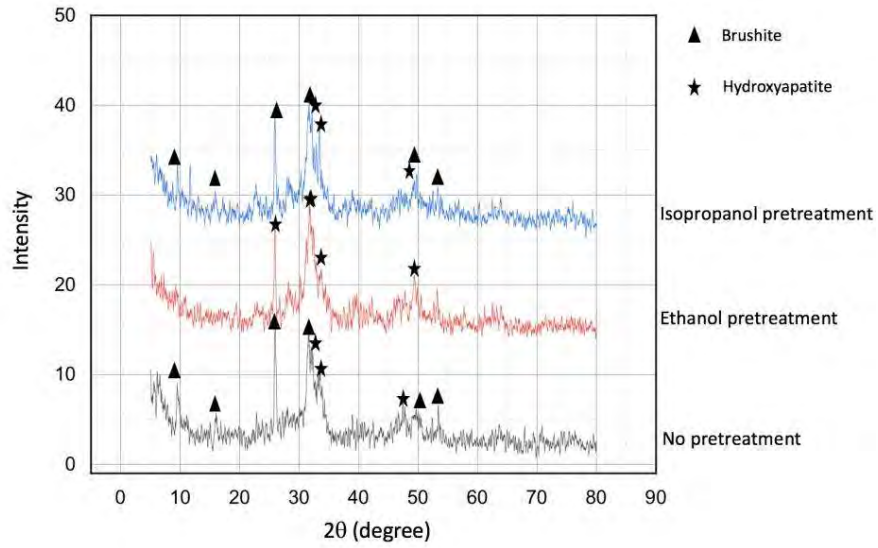
ตารางที่ 2 ตารางเปรียบเทียบสภาพผ้าไหมขนาด A4 ก่อน-หลังการทดลอง

เงื่อนไข	ก่อนการเหนียวน้ำ	หลังการเหนียวน้ำ
ผ้าแช่เอทานอล		

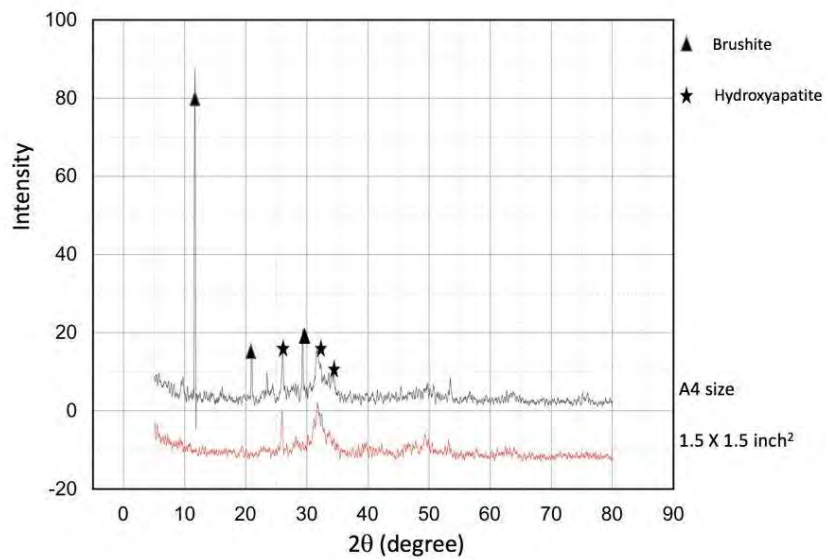
จากตารางที่ 2 พบว่าสภาพผ้าหลังปรับสภาพผิวด้วยการแช่เอทานอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ผ้าไม่มีการขาด หลุย้เพิ่มเติมจากเดิม และเมื่อทำการเหนียวน้ำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์จะพบว่าบริเวณพื้นผิวของผ้าด้านที่ไม่สัมผัสกับผ้าฝืนอื่นจะมีผลึกเกาะน้อยกว่าด้านที่สัมผัสกับผ้าฝืนอื่น และบริเวณตามซอกของผ้าเมื่อเราพับแล้วแช่ จะพบว่าบริเวณตามซอกมีการเกาะของผลึกที่หนาแน่นกว่าบริเวณอื่น

4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟส

จากการศึกษาองค์ประกอบของเฟสด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) ของผงผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เกิดบนผืนผ้าไหมทั้ง 3 เงื่อนไข ในการทดลองตอนที่ 1 โดยมีผล XRD pattern ดังรูปที่ 4.1 พบว่าผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ไม่ปรับสภาพผิวและผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ปรับสภาพผิวด้วยไอโซโพลทานอล แสดงให้เห็นการเกิดหลายเฟสรวมทั้งไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยคาดว่าน่าจะเกิดจากค่า pH ที่ลดลงของสารละลาย CaCl_2 ในระหว่างการทำปฏิกิริยา จึงพบ Brushite ภายในโครงสร้าง ซึ่งน่าจะเกิดจากสภาพความเป็นด่างของสารละลายลดลงและในผ้าที่มีการปรับสภาพผิวด้วยเอทานอลพบว่าผลึกที่เกิดจะเป็นผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์เพียงตัวเดียวตามที่ต้องการ ต่อมาด้วยเหตุผลดังกล่าว จึงขยายการทดลองเป็นผ้าฝืนใหญ่ขนาด A4 และทำการปรับสภาพผิวด้วยเอทานอลและผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของผ้าขนาด A4 ที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล พบว่ามีองค์ประกอบของไฮดรอกซีอะพาไทต์และยังคงพบองค์ประกอบของ Brushite ภายในโครงสร้าง



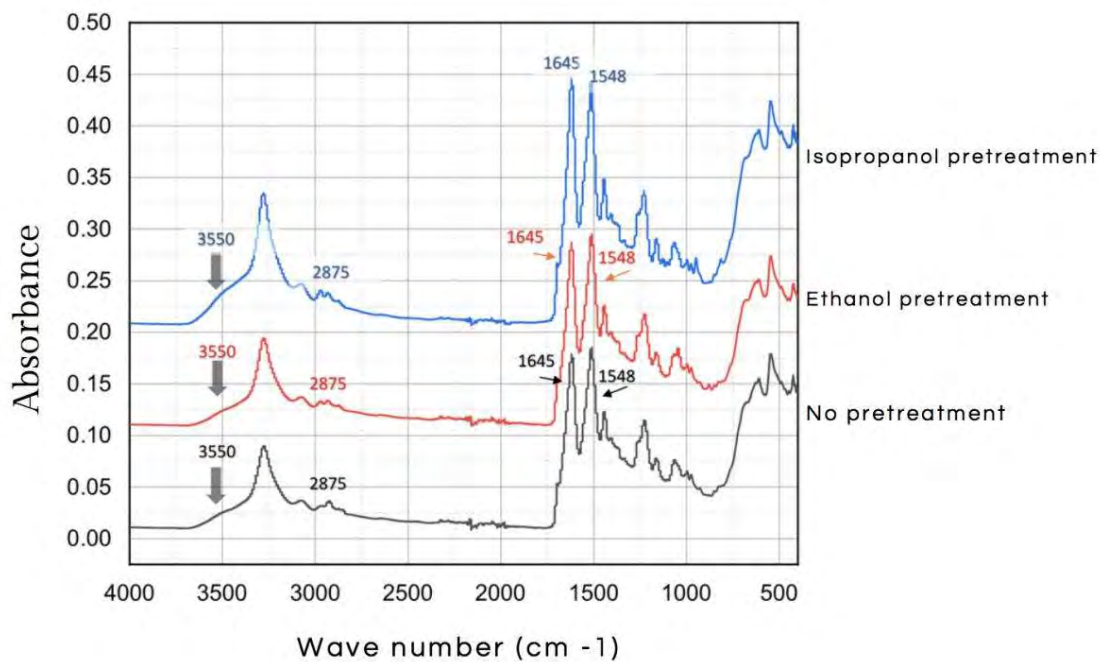
รูปที่ 4.1 ผลการทดสอบองค์ประกอบเฟสของ ของ a.) ผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ไม่ปรับสภาพผิว b.) ผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล c.) ผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ปรับสภาพผิวด้วยไอโซโพลทานอล



รูปที่ 4.2 ผลการทดสอบองค์ประกอบเฟสของ a.) ผ้าขนาด A4 ที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล b.) ผ้าขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว ที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอล

4.2 ผลการวิเคราะห์หมู่โครงสร้างด้วย Fourier transform Infrared (FTIR) Spectroscopy

การวิเคราะห์หมู่โครงสร้างด้วย ATR-FTIR ถูกใช้เพื่อวิเคราะห์การมีอยู่ของโครงสร้างในผ้าไหมหลังมีการปรับสภาพพื้นผิวของผ้าไหมด้วยเอทานอลและไอโซโพลพานอล ซึ่งโปรตีนไฟโบรอินของผ้าไหมจะอยู่ในช่วงบริเวณสเปกตรัมของ Amide I ตั้งแต่ $1600-1700\text{ cm}^{-1}$ (C=O stretching) และ Amide II ตั้งแต่ $1500-1600\text{ cm}^{-1}$ (N-H bending) และจากผลการวิเคราะห์พบว่า โปรตีนไฟโบรอินของผ้าไหมที่มีการปรับสภาพผิวด้วยเอทานอลและไอโซโพลพานอล มีหมู่โครงสร้าง Amide I ณ ตำแหน่ง 1645 cm^{-1} และ Amide II ณ ตำแหน่ง 1548 cm^{-1} บริเวณการดูดซึมเหล่านี้แสดงในรูป 4.3 ซึ่งจะสามารถยืนยันได้ว่าโครงสร้างของผ้าไหมที่ไม่ผ่านการปรับสภาพผิวจะถูกเปลี่ยนไปเป็นอีกโครงสร้างหลังการปรับสภาพผิวด้วยเอทานอลและไอโซโพลพานอล

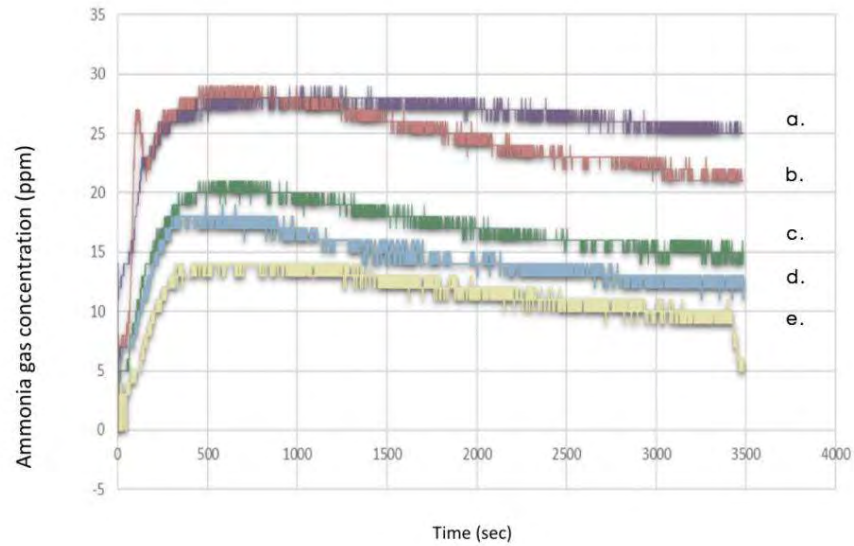


รูปที่ 4.3 กราฟแสดงผลการวิเคราะห์หมู่โครงสร้างด้วย FT-IR ของผ้าไหมที่ไม่มีการปรับสภาพผิวและผ้าไหมที่ปรับสภาพผิวด้วยเอทานอลและไอโซโพลพานอล

4.3 ผลการทดสอบการดูดซับแอมโมเนีย

การทดสอบการดูดซับแอมโมเนียหลังการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผ้าไหมขนาด 1.5×1.5 นิ้ว ที่มีการปรับสภาพผิวด้วยเอทานอลกับไอโซโพลพานอลและผ้าไหมที่ไม่ปรับสภาพผิว พบว่าผ้าไหมที่ไม่ปรับสภาพผิวและมีการเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์จะมีความสามารถในการดูดซับแอมโมเนียมากกว่าผ้าไหมที่ผ่านการปรับสภาพผิวด้วยแอลกอฮอล์ เนื่องมาจากการปรับสภาพผิวด้วยแอลกอฮอล์อาจ

เข้าไปทำให้พื้นที่ผิวของผ้าไหมลดลงทำให้เหลือพื้นที่ให้ผ้าไหมดูดซับแอมโมเนียได้น้อยลง แต่การเกิดขึ้นของผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์มีส่วนช่วยในการดูดซับแอมโมเนีย เนื่องจากไฮดรอกซีอะพาไทต์ มีส่วนที่เรียกว่า P-site เป็น PO_3^{4-} สามารถจับสารที่มีหมู่ฟังก์ชัน NH_4^+ เข้าไว้ได้



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสามารถในการดูดซับแอมโมเนียของ a.) Blank b.) HA No pretreatment Chakrit experiment c.) HA Ethanol pretreatment d.) Isopropanal pretreatment e.) HA No pretreatment

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

ผงที่ได้จากผ้าไหม เฟสที่พบบนผืนผ้าไหมขนาด 1.5 x 1.5 นิ้ว หลังการเหนี่ยวนำตามเงื่อนไขต่างๆ ได้แก่ เฟส โมเนไทต์และไฮดรอกซีอะพาไทต์ เมื่อเปรียบเทียบระหว่างผ้าไหมที่ผ่านการแช่ในสารละลายไอโซโพลฟานอลกับผ้าไหมที่ผ่านการแช่เอทานอลและผ้าไหมที่ไม่มีการปรับสภาพ ผ้าไหมที่ผ่านการแช่ในสารละลายไอโซโพลฟานอลสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกของไฮดรอกซีอะพาไทต์ขึ้นได้มากกว่าเมื่อเทียบกับผ้าที่แช่ในเอทานอล และผ้าธรรมดา ส่วนผ้าไหมขนาด A4 เมื่อผ่านการปรับสภาพด้วยเอทานอลและนำไปเหนี่ยวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ จะพบว่า ผลึกจะเกิดได้ดีตามซอก ตามมุมของผ้า โดยเฉพาะผิวหน้าของผ้าในด้านที่สัมผัสกับผ้าผืนอื่นเวลาวางซ้อนทับกัน ในการวิเคราะห์ห้องปฏิบัติการของเฟสด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) ผล XRD ของผงที่ได้จากผ้าไหม ในส่วนของการทดลองกับผ้าไหมขนาด 1.5x1.5 นิ้ว เฟสหลักที่เกิดขึ้นคือผลึกของไฮดรอกซีอะพาไทต์ จึงทำให้ยืนยันได้ว่าวิธีดังที่ทดลองสามารถปลูกผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์บนผืนผ้าไหมได้และในผ้าไหมที่มีการปรับสภาพผิวด้วยเอทานอลจะเกิดไฮดรอกซีอะพาไทต์ มากกว่าแบบอื่นและการที่ผ้าไหมที่ไม่มีการปรับสภาพผิวและผ้าไหมที่มีการปรับสภาพผิวด้วยไอโซโพลฟานอล เกิดเฟส Brushite ในโครงสร้าง เนื่องจากเมื่อนำผ้าไหมกลับมาแช่ในสารละลาย CaCl_2 แคลเซียมไอออนในสารละลายจะถูกนำไปใช้เพื่อทำให้เกิดผลึกของสารในตระกูลแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งจะส่งผลให้คลอไรด์ไอออนเหลือมากเกินไป ทำให้สารละลายมีความเป็นกรดมากขึ้น เป็นเหตุให้เกิดเฟส Brushite และคลอไรด์ไอออนที่เหลือก็ยังสามารถแทรกเข้าไปในโครงสร้างเกิดเป็นคลอโรอะพาไทต์ขึ้นอีกด้วย และในการวิเคราะห์หมู่โครงสร้างด้วยวิธี FTIR พบหมู่โปรตีน Amide I,II มีการเปลี่ยนแปลงไปหลังจากการปรับสภาพผิวด้วยแอลกอฮอล์ ทั้งนี้สันนิษฐานว่าเกิดจากการที่เมื่อแอลกอฮอล์เข้าไปภายในโครงสร้างจะทำหน้าที่ดึงน้ำออกจากโครงสร้าง ทำให้เส้นใยโปรตีนไฟโบรอินในผ้าไหมมีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบมากขึ้น จัดเรียงตัวแบบ Beta sheet แต่ทั้งนี้ในอนาคตก็ควรมีการทำซ้ำ เพื่อความชัดเจนของข้อมูลอีกครั้ง และจากการนำไปทดสอบการใช้งานโดยนำไปดูดซับแอมโมเนีย การที่มีผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ภายในโครงสร้างสามารถช่วยการดูดซับแอมโมเนียได้จริง แต่การนำแอลกอฮอล์มาใช้เพื่อปรับสภาพผิวอาจจะส่งผลให้โปรตีนไฟโบรอินที่เคยอยู่แบบอิสระ มีการเรียงตัวแน่นขึ้น พื้นที่ผ้าไหมลดลง ทำให้จับแอมโมเนียได้ลดลง แต่ทั้งนี้ควรมีการศึกษาปัจจัยอื่นเพิ่มเติมในอนาคต เช่น การวิเคราะห์ SEM เพื่อดูลักษณะของผลึกที่เกิดขึ้นว่าจะส่งผลต่อคุณสมบัติอื่นอย่างไร เป็นต้น

5.2 ข้อเสนอแนะ

- การปรับสภาพผ้าไหมด้วยแอลกอฮอล์ก่อนการเหนียวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์ ควรมีการทดลองกับแอลกอฮอล์หลายชั้นมากขึ้น เพื่อหาแนวโน้ม/ ปัจจัย ที่เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยน โครงสร้างของผ้าไหม ที่จะส่งผลต่อการเหนียวนำผลึกไฮดรอกซีอะพาไทต์
- วิเคราะห์ผลด้วยวิธีอื่นเพิ่มเติม เช่น การศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM

เอกสารอ้างอิง

- [1] X.D. Kong, et al., Journal of crystal growth ,(2004): 197-202.
- [2] L. Huixia, et al., The royal society of chemistry,(2015): 3865-3874.
- [3] J. Zhao, et al., Bone, (2009): 517-527.
- [4] Y. Li, et al., Applied surface science , (2008): 1681-1685.
- [5] Charkrit Thongbai, Suwapitcha Buntham, Chawalit Ngamcharussrivichai and Dujreutai Pongkao Kashima, (2020). Apatite Inducing Ability on Silk Fabric and its Ammonium Gas Adsorptivity. Bangkok: Chulalongkorn University.
- [6] Grínia M. Nogueiraa, Andrea C.D. Rodasb, Carlos A.P. Leitec, Carlos Gilesc, Olga Z. Higab, Bronislaw Polakiewicz d. et al. (2010). Preparation and characterization of ethanol-treated silk fibroin dense membranes for biomaterials application using waste silk fibers as raw material. São Paulo: Universidade Estadual de Campinas.
- [7] Mingzhong Li, Wei Tao, Shigenori Kuga and Yoshiharu Nishiyama, (2003).Controlling Molecular Conformation of Regenerated Wild Silk Fibroin by Aqueous Ethanol Treatment. Suzhou: Suzhou University
- [8] "Silk". The Free Dictionary By Farlex. Retrieved 23 May 2012.
- [9] "Handbook of Fiber Chemistry", Menachem Lewin, Editor, 2nd ed., 1998, Marcel Dekker, pp. 438–441, ISBN 0-8247-9471-0
- [10] Li Li, Gong Decai, Yao Zhengyuan and Wang Jie, (2019).A preliminary study of the decline in solubility of ancient silk protein. Shandong: Shandong University
- [11] (2017). Disodium Hydrogen Phosphate. Retrieved May 22, 2020, from [https://web.archive.org/web/20110717102830/http://www.ffcr.or.jp/zaidan/FFCRHOMEN.nsf/7bd44c20b0dc562649256502001b65e9/916cae3da5a8a11b49256f320018877f/\\$FILE/D121.pdf](https://web.archive.org/web/20110717102830/http://www.ffcr.or.jp/zaidan/FFCRHOMEN.nsf/7bd44c20b0dc562649256502001b65e9/916cae3da5a8a11b49256f320018877f/$FILE/D121.pdf)
- [12] (2003). แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl₂). Retrieved May 22, 2020, from <https://www.siamchemi.com/%E0%B9%81%E0%B8%84%E0%B8%A5%E0%B9%80%E0%B8%8B%E0%B8%B5%E0%B8%A2%E0%B8%A1%E0%B8%84%E0%B8%A5%E0%B8%AD%E0%B9%84%E0%B8%A3%E0%B8%94%E0%B9%8C/>
- [13] (2014). HY-624 การทดสอบความคงทนของสีซักผ้า. Retrieved May 22, 2020, from <http://th.hy-tester.com/washing-color-fastness-tester/947.html/>