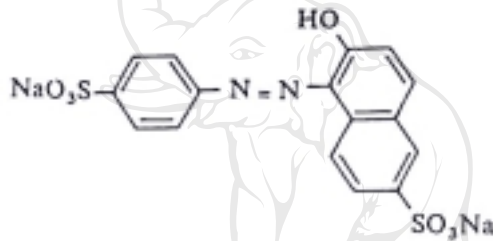


บทที่ 3

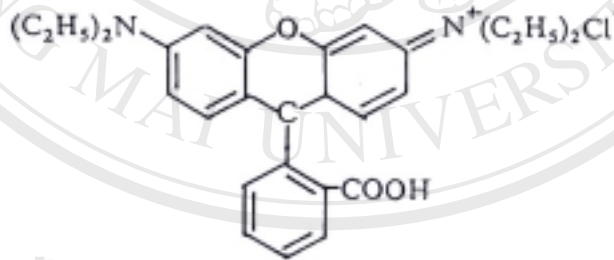
วิธีการทดลอง

วัสดุ

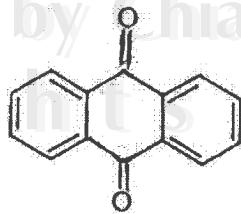
1. ไคติน จากแกนปลาหมึก บริษัทต้าหมิง
2. กรดเกลือเข้มข้น เกรดอุตสาหกรรม บริษัทคูสวัสดิ์
3. สีซันเซตเยลโลว์ เอฟ ซี เอฟ (FD& C yellow No6)



4. สีโรดามีนบี (D&C Red No.19)



5. สีสกัดจากดอกอัญชัน (*Cliteria ternatia Lim*)



6. น้ำกลั่น

อุปกรณ์

1. เครื่อง Spray dry (Lab Plant SD-04 England)
2. ตู้ดูดควัน
3. Magnetic stirrer : (Gem MS 101)
4. เครื่อง Sigma Centrifuge model 2-16 S/N 89045
5. เครื่องวัดพีเอช (Horiba D-23)
6. กล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (SEM) รุ่น jsm 6335 F
7. Volumetric Flask ขนาด 50, 100 ซีซี
8. สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Spekol 1100 / 1200)
9. Pipette ขนาด 5, 10, 25 ซีซี
10. เครื่องชั่งน้ำหนัก (Analytica ac 210 S Sartorius)
11. hot air oven KSL No.870
12. เครื่องบดขยี้หือ ก้อนแข็งหือ

ขั้นตอนการทดลอง

1. ตัวแปรหลัก คือ สีที่จับกับไคติน คอลลอยด์ 3 ชนิด คือ สีประจุลบ สีประจุบวก และสีธรรมชาติ
2. ปัจจัยที่ต้องควบคุมให้คงที่ คือ ค่าพีเอช ระยะเวลาในการดูดซับสี วิธีการเตรียมไคตินคอลลอยด์ ให้มีคุณสมบัติที่คงที่สม่ำเสมอ
3. เตรียมไคตินคอลลอยด์ ให้มีพีเอชอยู่ในช่วง 3.9 – 4.1
4. นำไคตินคอลลอยด์ไปจับกับสีทีละชนิด แล้วตรวจวัดปริมาณการจับกับสีแต่ละชนิด
5. นำสีที่จับกับไคตินคอลลอยด์แล้วไปพ่นแห้ง (สเปรย์ทราย)
6. นำผงสีที่ได้ไปตรวจสอบคุณสมบัติทางกายภาพ (ขนาด, รูปร่าง, ลักษณะพื้นผิว) ด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (SEM)

วิธีการทดลอง

1. ขั้นตอนการเตรียมไคตินคอลลอยด์ที่ พีเอช 3.9 – 4.1
โดยนำไคติน (จากแกนปลาหมึก) 1.5 กรัม ผสมกับกรดเกลือเข้มข้น 50 g

เตรียมในตู้ดูดควัน



ปั่นละลายด้วย Magnetic stirrer 90 นาทีจนไคตินละลายหมด



เทสารละลายไคตินในน้ำกลั่น 150 ซีซีที่กำลังปั่นด้วย Magnetic stirrer



ปั่นต่ออีก 5 นาที เพื่อให้เกิดไคตินคอลลอยด์ที่สมบูรณ์



นำคอลลอยด์ไป Centrifuge = 4000 rpm, 30 นาที แยกน้ำส่วนใสทิ้ง เพื่อปรับ pH ให้สูงขึ้น
และวัดค่า pH



เติมน้ำกลั่น จำนวน 400 ซีซี พร้อมคนให้ตะกอนไคตินคอลลอยด์กระจายตัว



นำคอลลอยด์ไป Centrifuge = 4000 rpm, 30 นาที แยกน้ำส่วนใสทิ้งเพื่อปรับพีเอช ทำซ้ำ
6 ครั้ง และวัดพีเอช จนพีเอชอยู่ในช่วง 3.9 – 4.1 ก็จะได้ไคตินคอลลอยด์ที่พร้อมจะนำไปจับสี
ในขั้นต่อไปในปริมาณเทียบเท่ากับไคติน 1.42 กรัม(เตรียมจากไคตินปริมาณเริ่มต้น 1.5 กรัม)

2. ขั้นตอนการจับสี

2.1 การจับกับสีประจุลบ โดยจะใช้สีซันเซตเยลโลว์ เอฟ ซี เอฟ เป็นตัวแทนของสีกลุ่มนี้

เติมไคตินคอลลอยด์ที่เตรียมไว้แล้วในปริมาณเทียบเท่ากับไคติน 1.42 กรัมลงใน Volumetric flask



เติมสีที่ซั่งแล้ว 30.2 mg ใน Volumetric flask 100 ซีซี



ปรับปริมาตรให้ครบ 100 ซีซี ด้วยน้ำกลั่น



ปั่นผสมสีด้วย Magnetic stirrer 4 ชั่วโมง ทิ้งไว้ข้ามคืน



นำไป Centrifuge = 4000 rpm, 30 นาที แยกส่วนใส



นำส่วนใสมาวัดปริมาณสีที่เหลือจากการจับสีด้วยสเปกโตรโฟโตมิเตอร์
ที่ความยาวคลื่น 486 นาโนเมตร



ทำการจับสีอีก 5 ความเข้มข้น เพื่อวิเคราะห์การอิ่มตัวของการจับสี
ที่ความเข้มข้น 40.5 mg, 45.1 mg, 53.3 mg, 60.1 mg, 65.1 mg

2.2 จับกับสีประจวบทุก โดยจะใช้สีโรดามีนบี เป็นตัวแทนของสีกลุ่มนี้

นำโคตินคอลลอยด์ที่เตรียมไว้ในปริมาณเทียบเท่ากับโคติน 1.42 กรัมบรรจุลงในขวดปรับ
ปริมาตร แล้วนำมาเติม



กรดแทนนิก 5 % จำนวน 1 ซีซี



ปั่นด้วย Magnetic stirrer 5 นาที



เติมสีโรดามีนบีลงไป 280 mcg



ปรับปริมาตรในขวดปรับปริมาตร ครบ 100 ซีซี



ปั่นด้วย Magnetic stirrer 4 ชั่วโมง ทิ้งไว้ข้ามคืน



นำมา Centrifuge = 4000 rpm 30 นาที



แยกส่วนไขมันวัดความเข้มข้นสีที่เหลืองด้วย สเปกโตรโฟโตมิเตอร์
ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร



ทำการจับสีอีกที่ความเข้มข้นอื่น ๆ คือ 0.480 mg, 1.000 mg,
1.280 mg, 2.000 mg, 2.500 mg

โดยที่ความเข้มข้น 1.000 mg ได้ทำการจับสีอีกครั้ง โดยไม่เติมกรดแทนนิก
เพื่อดูผลการจับสี เมื่อไม่มีกรดแทนนิก

2.3 จับกับสีธรรมชาติ โดยจะใช้สีอัญชัน ที่สกัดด้วยน้ำ เพื่อเป็นตัวแทนของสีกลุ่มนี้

2.3.1 การสกัดสีจากดอกอัญชัน⁽¹⁰⁾ (*Cliteria ternatia* Linn.)

ดอกอัญชันแห้งให้ตัดใบเลี้ยงดอก (ขั้วดอก) เป็นส่วนที่ไม่มีสี ออกก่อนเพื่อไม่ให้มีส่วนที่
ไม่มีสีถูกสกัดออกมาด้วย ซึ่งอาจมีผลรบกวนการดูดซับสี

รายละเอียดขั้นตอนมีดังนี้

ขั้นตอนการสกัดสีน้ำดอกอัญชัน

ดอกอัญชันแห้งที่ตัดขั้วดอกออกแล้ว 100 กรัม



ใส่ในน้ำกลั่นที่ต้มจนเดือดแล้ว 1 ลิตร



ต้มจนเดือดต่อไปอีก 15 นาที



กรองสกัดน้ำสีดอกอัญชัน ใส่ภาชนะแยกพักไว้ เป็นการต้มสกัดครั้งที่ 1



กากดอกอัญชันที่ต้มแล้ว นำมาต้มสกัดอีกครั้ง โดยใช้ น้ำเดือด ปริมาณ 400 ซีซี

ต้มจนเดือดต่อไปอีก 15 นาที



จากนั้นนำไปรวมกับน้ำสกัดสีดอกอัญชันครั้งที่ 1 ต้มไฟอ่อน ๆ ให้สีสกัดเหลือ

เพียง 200 ซีซี



โดยทิ้งให้พอร้อน เทใส่ตะตึงซึ่งพลาสติกทนร้อน



นำไปประเหยแห้งใน hot air oven ตั้งอุณหภูมิ 50°C ทิ้งไว้ 2 วัน



จากนั้นบรรจุไว้ในขวดสีชา เก็บในตู้เย็นเพื่อรักษาความคงตัว

2.3.2 การจับสีอัญชัน

ใช้วิธีการและเงื่อนไขเหมือนกับการจับสีโรดามีนบี ที่ความเข้มข้น 100 mg จะทำการเปรียบเทียบการจับสีโดยไม่ใส่กรดแทนนิก กับการจับสีเมื่อใส่กรดแทนนิก ที่ความเข้มข้น 100 mg เนื่องจากสีอัญชันเป็นสีจากธรรมชาติ มีการดูดซับสีได้น้อยจึงเติมสารช่วยติดสี (mordant) ลงไปในการทดลองด้วย และนำผลมาเปรียบเทียบกับการไม่ใส่สารช่วยติดสี โดยมีขั้นตอนการศึกษาดังต่อไปนี้

นำไคตินคอลลอยด์ที่เตรียมไว้ ในปริมาณเทียบเท่ากับไคติน 1.42 กรัม มาเติม

กรดแทนนิก 5% จำนวน 1 ซีซี



ปั่นด้วย Magnetic stirrer 5 นาที



เติมสีสกัดจากดอกอัญชัน เริ่มที่ 100 mg



ปรับปริมาตรให้ครบ 100 ซีซี



ปั่นด้วย magnetic stirrer 4 ชั่วโมง ทิ้งไว้ข้ามคืน



นำมา centrifuge ที่ 4,000 rpm เวลา 30 นาที



แยกส่วนใสมาวัดปริมาณสีที่เหลือด้วยสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ที่ความยาวคลื่น 612 นาโนเมตร



ทำการศึกษาก่อนครั้งโดยไม่ใส่กรดแทนนิกความเข้มข้นของสื่อัญชน คือ 100 mg
เพื่อเปรียบเทียบผล



ทำการศึกษาที่ความเข้มข้น ต่อมาคือ 120 mg, 140 mg, 160 mg, 180 mg.

3. ขั้นตอนการทำให้แห้ง

การทำเม็ดสีเลคส์ให้แห้งจะใช้วิธีสเปรย์คราย เพื่อให้ได้ผงเลคส์ที่สามารถนำไปตรวจวัดขนาดอนุภาค และคุณลักษณะทางกายภาพของเลคส์ เช่นรูปร่าง ลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง SEM ต่อไปซึ่งต้องล้างสีส่วนเกินที่อยู่ในโคตินคอลลอยด์ที่ดูดซับสีแล้วด้วยน้ำกลั่น 400 ซีซีจากนั้นนำไป Centrifuge ที่ 4000 rpm, 30 นาที จำนวน 2 ครั้งก่อนการสเปรย์คราย

การใช้เครื่องสเปรย์ครายมีขั้นตอน ดังนี้

เปิด / ปรับแรงดันลมหัวพ่นให้ได้ 3 บาร์



เปิด ON เครื่องสเปรย์คราย



ตั้ง blower ไว้ที่ 70



เปิด heater ตั้งไว้ที่ 180°C



เปิด compressor หัวสเปรย์ไปทางบวก (+) จนเกือบสุด

ตั้ง peristaltic pump ไว้ 4 ml/min



ครั้งแรกให้ล้างหัวสเปรย์ก่อน โดยสเปรย์น้ำเปล่าล้างระบบก่อน ประมาณ 20 นาที

ระวังขั้นตอนนี้อาจให้น้ำแห้ง

ขอแนะนำการใช้อุปกรณ์

1. ถ้าสายยางหัวสเปรย์ สะบัดหลุด แสดงว่า เกิดการอุดตันที่หัวสเปรย์ ให้ถอดล้าง และใช้หลอดทองแดงเส้นเล็ก แทงทะลุช่องที่อุดตัน

2. ให้เปิด magnetic stirrer คน เลคส์ตลอดเวลา เติมน้ำกลั่นให้เจือจาง 4 เท่า พอน้ำใกล้แห้งให้เติมน้ำเพิ่มทีละน้อยจนเลคส์ ถูกสเปรย์ครายทั้งหมด
3. หากมีผงตะกอนดำตกลงมา เกิดจากยางหุ้มในช่อง blower ให้ใช้ผ้าเปียกหมาดๆ เช็ดเอาผงยางที่ร้อนหลุดออกไป
4. คอยสังเกตสายยางสเปรย์ ถ้าหากว่ามีอาการโป่ง บวม แสดงว่า มีการอุดตัน ต้องปิด pump ทันที มิฉะนั้นสายยางจะเกิดแรงดันจนระเบิดหลุดจากหัวสเปรย์
5. heater สามารถปรับได้ถึงอุณหภูมิ 195 °C ถ้าอุณหภูมิสูงกว่านี้ อาจทำให้ส่วนประกอบที่เป็นแก้วแตกได้
6. การใช้เครื่องสเปรย์คราย ควรเปิดใช้ประมาณ 2 ชั่วโมง หากเกินกว่านี้จะเริ่มเกิดการอุดตันของสารที่สเปรย์

นำโคตินคอลลอยด์ที่จับกับสีแล้วมาสเปรย์คราย
โดยนำคอลลอยด์ มาเจือจางด้วยน้ำอีก 200 ซีซี

ผ่านเครื่องสเปรย์คราย

แยกส่วนผงสีที่ตกลงมาโดยอิสระ
ในขวดเก็บผงสีเลคส์

แยกส่วนที่เป็นผงสีเลคส์ติดหลอดแก้ว
สเปรย์คราย เก็บไว้ไม่ต้องนำไปตรวจ
SEM ตัดฉลาก

นำออกจากหลอดแก้วสเปรย์ครายตัดฉลากเตรียมนำไปตรวจ SEM

4. การศึกษาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิว ขนาดอนุภาค ของเลคส์ที่ได้จากสี 3 ชนิด โดยใช้กล้อง SEM รุ่น jsm

6335 F

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการทำ SEM ให้นำสารแขวนลอยของเลคส์แต่ละชนิดมาหยดบาง ๆ กับฐานที่ใช้ตรวจ (stub) ทิ้งไว้แห้ง ตัดฉลากที่ด้านล่างของฐานตรวจ จากนั้นนำไปเคลือบด้วยทอง

แล้วนำไปศึกษาต่อด้วย SEM ทำเช่นนี้ จนครบทั้ง 3 ชนิด โดยที่จะใช้กำลังขยายที่ 800 เท่า 1,000 เท่า และ 6,000 เท่า



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved