

บทที่ 2

วิธีการทดลอง

2.1 สารเคมี อุปกรณ์ และเครื่องมือ

2.1.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองแสดงในตาราง 2.1

ตาราง 2.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	หน้าที่	ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ผลิต
โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (Potassium persulfate)	ตัวริเริ่ม (Initiator)	98%	BDH, England
โพแทสเซียมเมตาไบซัลไฟต์ (Potassium metabisulfite)	ตัวริเริ่มร่วม (Co initiator)	96%	Fluka, AG Switzerland
4,4'-เอโซ-บิส(4-ไซยาโนเพนตาโนอิก แอซิด) (4,4'-Azo-bis(4-cyanopentanoic acid))	ตัวริเริ่ม (Initiator)	98%	Fluka, AG Switzerland
เฟอร์รัสซัลเฟต (Ferrous sulphate)	ตัวเร่ง (Catalyst)	99%	Carlo Erba
2-อะครีลามิโด-2-เมทิลโพรเพน-ซัลโฟนิก แอซิด (2-acrylamido-2-methylpropane sulfonic acid)	มอนอเมอร์ (Monomer)	98%	Fluka, AG Switzerland
คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (Carboxymethyl cellulose)	พอลิเมอร์เบลนด์ (Polymer blended)	-	Acros Organics

ตาราง 2.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

สารเคมี	หน้าที่	ความบริสุทธิ์	บริษัทผู้ผลิต
คาร์บอกซีเมทิลไคโตซาน (Carboxymethyl chitosan)	พอลิเมอร์เบลนด์ (Polymer blended)	-	-
เอ็น, เอ็น'-เมทิลีน-บิส-อะคริลาไมด์ (N,N'-methylene-bis-acrylamide)	ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ (Crosslinking agent)	98%	Fluka, AG Switzerland
เอทิลีน ไกลคอล ไดเมทาคริเลต (Ethylene glycol dimethacrylate)	ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ (Crosslinking agent)	97%	Fluka, AG Switzerland
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)	ปรับ pH (Neutralize)	98%	Carlo Erba

2.1.2 อุปกรณ์ และเครื่องมือ

อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลองแสดงในตาราง 2.2

ตาราง 2.2 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์และเครื่องมือ	รุ่น	บริษัทผู้ผลิต
ดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter)	DSC7	Perkin - Elmer
เครื่องวัดสมบัติเชิงกล (Mechanical tester)	LRX	LLOYD instruments
ฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม-อินฟราเรด อะนาไลเซอร์ (FT-IR analyzer)	510	Nicolet
พีเอช มิเตอร์ (pH meter)	713	Metrohm
เทอร์มอลกราวิเมตริก อะนาไลเซอร์ (Thermal gravimetric analyzer)	TGA7	Perkin - Elmer
เจลเพอร์มีเอชัน โครมาโตกราฟี (Gel permeation chromatograph)	Waters	R-2414

ตาราง 2.2 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

อุปกรณ์และเครื่องมือ	รุ่น	บริษัทผู้ผลิต
อินคิวเบเตอร์ (Incubator)	BM 400	Memmert
ตู้อบ (Drying oven)	FCO-100	Whatman
ตู้อบสุญญากาศ (Vacuum oven)	VOS-300SD	EYELA, Tokyo Rikakai CO Ltd.
เครื่องชั่งน้ำหนัก (Electrical balance)	BA210s	Sartorius Basic
ชุดอุปกรณ์การหาอัตราการผ่านของไอน้ำ (Water vapour transmission test set)	-	Yasuda
เครื่องคนและให้ความร้อน (Stirring heater)	MR 3001	Heidolph
แผ่นปิดไฮโดรเจลชนิดใยฝ้าย (Backing sheet)	-	-
แผ่นพลาสติกพอลิเอทรีลีน เทอเรฟทาเลต (Poly(ethylene terephthalate) film)	-	3M
ตาข่ายพลาสติก (Plastic mesh)	-	บริษัทอุตสาหกรรม ท่อน้ำไทย
แผ่นปิดไฮโดรเจลชนิดฟิล์มพอลิยูรีเทน (Backing sheet)	Opsite Flexifix	Smith & nephew Medical Limited

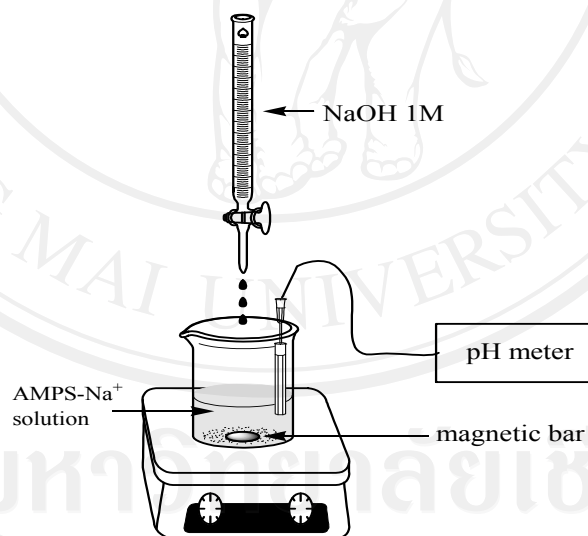
2.2 การเตรียมสารละลายมอนอเมอร์ AMPS- Na^+ สารละลายพอลิเมอร์เบลนด์ และ การสังเคราะห์ไฮโดรเจล AMPS- Na^+ และไฮโดรเจลชนิดเบลนด์

2.2.1 การเตรียมสารละลายมอนอเมอร์ AMPS- Na^+ [Durmaz และ Okay (2000)]

วัตถุประสงค์ของการเปลี่ยนจากสารละลายมอนอเมอร์ที่มีสภาพเป็นกรด (AMPS- H^+) มาเป็นกลางซึ่งอยู่ในรูปของเกลือ (AMPS- Na^+) ก็เพื่อป้องกันไม่ให้แผ่นไฮโดรเจลมีสภาพเป็นกรด

เพราะว่าหลังจากการสังเคราะห์ไฮโดรเจลจะมีสภาพเป็นกรดซึ่งไม่สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้จริง

การเตรียมสารละลาย AMPS-Na^+ ที่มีความเข้มข้น 30% w/v ทำได้โดยชั่ง AMPS-H^+ 30 g ละลายในน้ำกลั่น ปริมาตร 40 mL ทำให้เป็นกลางด้วยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 40% w/v ปริมาตร 10 mL ซึ่งในขั้นตอนนี้จะต้องทำการวัดการเปลี่ยนแปลง pH ด้วยพีเอชมิเตอร์ สิ่งที่สำคัญมากสำหรับการเตรียมนี้จะต้องทำในระบบที่มีการหล่อเย็นและมีการคน (stirring) อย่างต่อเนื่อง เพราะว่าเป็นระบบที่เกิดปฏิกิริยาคายความร้อน จะมีอุณหภูมิสูงขึ้นอย่างมาก และอาจจะเป็นผลทำให้เกิดการพอลิเมอร์ไรซ์ขึ้นได้ (self polymerisation) จากนั้นทำการปรับสารละลายให้มี pH เท่ากับ 7.0 โดยไทเทรตสารละลายนี้อีกครั้งด้วย NaOH 1.0 M และ 0.1 M ตามลำดับ จนได้สารละลายที่มี pH 7.0 (อุปกรณ์การเตรียมสารละลาย AMPS-Na^+ แสดงดังรูป 2.1) และสุดท้ายปรับปริมาตรรวมทั้งหมดยกเว้นขวดวัดปริมาตรจนเป็น 100.00 mL สำหรับการเตรียมสารละลาย AMPS-Na^+ ที่มีความเข้มข้น 40-60% w/v ก็ทำในลักษณะเดียวกันเพียงแต่เปลี่ยนปริมาณของ AMPS-H^+ เพิ่มขึ้นเป็น 40-60 g ตามลำดับ



รูป 2.1 อุปกรณ์สำหรับการเตรียมสารละลาย AMPS-Na^+ โดยติดตามการเปลี่ยนแปลงความเป็นกรด-เบสด้วยพีเอช มิเตอร์

2.2.2 การเตรียมสารละลายพอลิเมอร์เบสของคาร์บอกซีเมทิลไคโตซาน และคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

ในงานวิจัยนี้มีความต้องการเตรียมความเข้มข้นของสารละลายคาร์บอกซีเมทิลไคโตซาน (carboxymethyl chitosan, CMCTS) และคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส (carboxymethyl cellulose, CMC) เข้มข้นที่สุดเท่าที่จะสามารถละลายได้ เพื่อทดสอบปรับปรุงสมบัติของไฮโดรเจลและเพื่อลดปริมาณการใช้ AMPS- Na^+ ซึ่งความเข้มข้นของ CMCTS และ CMC เข้มข้นที่สุดที่สามารถเตรียมได้ในห้องปฏิบัติการคือ 5.0 และ 2.0% w/v โดยมีน้ำเป็นตัวทำละลายตามลำดับ การเตรียมเริ่มจากบดคาร์บอกซีเมทิลไคโตซานซึ่งมีลักษณะเป็นเกล็ดให้ละเอียด จากนั้นชั่งคาร์บอกซีเมทิลไคโตซาน 5.0 g แล้วนำมาละลายในน้ำกลั่น 100 mL และคนให้เข้ากัน ส่วนการเตรียมสารละลายคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสก็ทำในลักษณะเช่นเดียวกับข้างต้น เพียงแต่เปลี่ยนน้ำหนักเป็น 2.0 g (จากการทดลองเบื้องต้นพบว่าปริมาณดังกล่าวเป็นปริมาณที่มากที่สุดที่สามารถละลายในน้ำปริมาตร 100 mL ที่อุณหภูมิห้อง)

ข้อมูลของ CMCTS และ CMC ที่ใช้ในงานวิจัยแสดงดังนี้ คือมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยประมาณ ($\overline{M}_w$) 307,000 และ 1,890,000 ตามลำดับ ส่วนค่าดีกรีการแทนที่ (degree of substitution, DS) มีค่าเท่ากับ 0.9 ทั้งสองตัวอย่าง ซึ่ง CMCTS ได้รับความอนุเคราะห์จาก ดร.วนิดา จันทรวีกุล ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ส่วน CMC มาจากการค้า

2.2.3 การสังเคราะห์ไฮโดรเจล AMPS- Na^+

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์แผ่นไฮโดรเจลชนิด พอลิ(2-อะครีลามิโด-2-เมทิลโพรเพน-ซัลโฟนิคแอซิด) ผ่านระบบริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบฟรีแรดดิคัล (free radical polymerisation) ใน 3 ระบบคือ การสังเคราะห์โดยใช้ความร้อน (thermal initiation) ใช้ตัวเร่งให้เกิดปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิห้องจากปฏิกิริยารีดอกซ์ (redox initiation) และใช้แสงอัลตราไวโอเลต (photoinitiation) เพื่อให้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาแตกตัวได้ฟรีแรดดิคัล

ภายในระบบของการสังเคราะห์มีการใช้ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ (crosslinker) เพื่อทำให้โครงสร้างของไฮโดรเจลมีลักษณะเป็นโครงร่างตาข่ายใน 3 มิติ จึงมีการใช้ NMBA และ/หรือ EGDM เพื่อร่วมในการเกิดปฏิกิริยาโคพอลิเมอไรเซชัน และเพื่อเป็นการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของโครงร่างตาข่าย (crosslink network density) ของไฮโดรเจล

2.2.3.1 การสังเคราะห์โดยใช้ความร้อน

ระบบปฏิกิริยาที่ใช้ความร้อนเพื่อให้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาเกิดฟรีแรดิคัลได้ แสดงดังปฏิกิริยา 2.1 [Cowie (1991)] โดยใช้โพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) เป็นตัวริเริ่มปฏิกิริยา



ขั้นตอนในการเตรียมไฮโดรเจลภายใต้ระบบที่ใช้ความร้อนสามารถทำได้โดยการเทสารละลายมอนอเมอร์ AMPS- Na^+ ปริมาตร 15 mL ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 mL จากนั้นเติมตัวเชื่อมต่อด้ายโซ่ กวนสารละลายผสมให้เข้ากัน 24 ชั่วโมง ลำดับต่อไปเติมตัวริเริ่มคือสารละลายโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต (0.1% mole/mole of monomer) ซึ่งในขั้นตอนนี้จะทำการคนด้วยความระมัดระวังไม่ให้เกิดฟองอากาศขึ้น จากนั้นเทสารละลายผสมข้างต้นลงในแม่พิมพ์แนวตั้ง (vertical mould) ขนาด 15 x 15 x 0.1 cm แล้วนำเข้าตู้อบเพื่อให้ปฏิกิริยาดำเนินไปภายใต้อุณหภูมิ $60.0 \pm 5.0^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ก่อนนำเอาแผ่นไฮโดรเจลที่ได้มาทำการทดสอบสมบัติต่างๆ ต่อไป

2.2.3.2 การสังเคราะห์โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

การสังเคราะห์ไฮโดรเจลที่อุณหภูมิห้องโดยมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ซึ่งนอกจากการเติมโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟตแล้วยังมีการเติมตัวริเริ่มปฏิกิริยาร่วม คือโพแทสเซียมเมตาไบซัลไฟต์ ($K_2S_2O_5$) ส่วนตัวเร่งที่เติมคือเฟอร์รัสซัลเฟต ($FeSO_4$) เพื่อทำให้ระบบเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์เนื่องจากเปอร์ซัลเฟตไอออน (persulphate ion) ทำปฏิกิริยากับเฟอร์รัสไอออน (ferrous ion) แล้วจะได้ฟรีแรดิคัล การแตกตัวให้ฟรีแรดิคัลแสดงดังปฏิกิริยา 2.2 [Braun (2001)]



การสังเคราะห์แผ่นไฮโดรเจลที่อุณหภูมิห้องโดยปฏิกิริยารีดอกซ์ก็เตรียมในลักษณะที่คล้ายกับระบบปฏิกิริยาที่ใช้ความร้อน แต่จะมีการผสมตัวริเริ่มปฏิกิริยาร่วม ($K_2S_2O_5$) 0.38% w/v ปริมาตร 1 mL และเติมตัวเร่งเฟอร์รัสซัลเฟต ($FeSO_4$) 0.24% w/v ปริมาตร 1 mL การเตรียมในขั้นตอนนี้มีผลอย่างมากเนื่องจากปฏิกิริยาการพอลิเมอร์ไรซ์จะเกิดขึ้นด้วยอัตราที่เร็วมาก โดยมี

ช่วงเวลาของการเป็นเจล (gel time) ประมาณ 3-5 นาที ดังนั้นเมื่อสารละลายถูกคนให้เข้ากันแล้ว จะต้องรีบเทสารละลายผสมดังกล่าวลงในแม่พิมพ์ทันที มิฉะนั้นสารละลายผสมจะเปลี่ยนเป็นเจล และมีลักษณะแข็งขึ้นทำให้ไม่สามารถเทลงแม่พิมพ์เพื่อขึ้นรูปเป็นแผ่นได้ ปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันจะถูกปล่อยให้ดำเนินไปภายในแม่พิมพ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ก่อนนำแผ่นไฮโดรเจลออกจากแม่พิมพ์

2.2.3.3 การสังเคราะห์โดยใช้แสงอัลตราไวโอเลต

ระบบริเริ่มที่ใช้แสงอัลตราไวโอเลตนั้นเป็นระบบที่อาศัยพลังงานจากแสงอัลตราไวโอเลต ในการทำให้ตัวริเริ่มแตกตัวเพื่อให้ฟรีแรดิคอล ตัวริเริ่มที่ใช้คือ 4,4'-เอโซ-บิส(4-ไซยาโนเพนตาโนอิก แอซิด) (4,4'-Azo-bis(4-cyanopentanoic acid)) การเกิดปฏิกริยาพอลิเมอไรเซชันเกิดได้ที่อุณหภูมิห้อง แสดงการแตกตัวของตัวริเริ่มดังปฏิกริยาที่ 2.3 [Moad และ Solomon (2006)]



การเตรียมแผ่นไฮโดรเจลจากระบบริเริ่มที่ใช้แสงอัลตราไวโอเลต (photoinitiation) ก็เตรียมในลักษณะที่คล้ายกับระบบริเริ่มสองระบบข้างต้น คือผสมสารละลายมอนอเมอร์ ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ และตัวริเริ่ม ซึ่งระบบริเริ่มนี้ได้ใช้ตัวริเริ่มชนิด 4,4'-เอโซ-บิส(4-ไซยาโนเพนตาโนอิก แอซิด) เมื่อคนส่วนต่างๆ จากข้างต้นเข้ากันจนเป็นเนื้อเดียวกันแล้ว จากนั้นเทลงในแม่พิมพ์ แล้วนำแม่พิมพ์เข้ากล่องอะลูมิเนียมเพื่อป้องกันแสงอัลตราไวโอเลต โดยฉายแสงอัลตราไวโอเลตในระยะห่างจากแม่พิมพ์ 10 cm ในทิศทางขนานกับแม่พิมพ์ เป็นเวลา 10 นาที ก่อนนำเอาแผ่นไฮโดรเจลออกมาทดสอบสมบัติต่างๆ ต่อไป



รูป 2.2 อุปกรณ์การสังเคราะห์ไฮโดรเจลในระบบริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบแสงอัลตราไวโอเลต

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาปัจจัยต่างๆ จากการสังเคราะห์ที่มีผลต่อสมบัติของแผ่นไฮโดรเจล โดยเริ่มจาก 1) ระบบริเริ่มที่แตกต่างกัน ซึ่งมีทั้งหมดสามระบบดังที่ได้กล่าวไว้ในข้างต้น 2) ความเข้มข้นของมอนอเมอร์ AMPS- Na^+ ในช่วง 30-60% w/v และ 3) ความเข้มข้นของตัวเชื่อมต่อสายโซ่ EGDM ในช่วง 0.1-3.0% mole/mole of monomer นอกจากนั้นยังศึกษาถึง 4) ความแตกต่างของชนิดตัวเชื่อมต่อสายโซ่ (EGDM และ NMBA) ซึ่งองค์ประกอบของการสังเคราะห์แต่ละปัจจัยแสดงดังตารางที่ 2.3-2.6 ตามลำดับ

ตาราง 2.3 สัดส่วนของมอนอเมอร์ ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ และตัวริเริ่มสำหรับการสังเคราะห์แผ่นไฮโดรเจลในระบบริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบความร้อน รีดอกซ์ และแสงอัลตราไวโอเลต

ตัวอย่าง	ระบบริเริ่ม	AMPS- Na^+ 15 ml (% w/v)	EGDM (% mole)	ตัวริเริ่ม (% mole)
1.1	thermal	50	1.0	0.1
1.2	redox	50	1.0	0.1
1.3	photo	50	1.0	0.1

ตาราง 2.4 สัดส่วนของมอนอเมอร์ ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ และตัวริเริ่มสำหรับการสังเคราะห์แผ่นไฮโดรเจลที่มีความเข้มข้นมอนอเมอร์ในช่วง 30-60% w/v

ตัวอย่าง	ระบบริเริ่ม	AMPS- Na^+ 15 ml (% w/v)	EGDM (% mole)	ตัวริเริ่ม (% mole)
2.1	photo	30	1.0	0.1
2.2	photo	40	1.0	0.1
2.3	photo	50	1.0	0.1
2.4	photo	60	1.0	0.1

ตาราง 2.5 สัดส่วนของมอนอเมอร์ ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ และตัวริเริ่มสำหรับการสังเคราะห์แผ่นไฮโดรเจลที่มีปริมาณตัวเชื่อมต่อสายโซ่ในช่วง 0.1-3.0% mole

ตัวอย่าง	ระบบริเริ่ม	AMPS- Na^+ 15 ml (% w/v)	EGDM (% mole)	ตัวริเริ่ม (% mole)
3.1	photo	50	0.1	0.1
3.2	photo	50	0.5	0.1
3.3	photo	50	1.0	0.1
3.4	photo	50	2.0	0.1
3.5	photo	50	3.0	0.1

ตาราง 2.6 สัดส่วนของมอนอเมอร์ ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ และตัวริเริ่มสำหรับการสังเคราะห์แผ่นไฮโดรเจลที่มีชนิดตัวเชื่อมต่อสายโซ่ EGDM และ NMBA

ตัวอย่าง	ระบบริเริ่ม	AMPS- Na^+ 15 ml (% w/v)	ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ (1.0% mole)	ตัวริเริ่ม (% mole)
4.1	photo	50	EGDM	0.1
4.2	photo	50	NMBA	0.1

2.2.4 การสังเคราะห์ไฮโดรเจลชนิดเบลนด์

ในการทดลองนี้ได้ทำการสังเคราะห์ไฮโดรเจลแบบเบลนด์สองชนิด คือ 1) AMPS- Na^+ + CMC และ 2) AMPS- Na^+ + CMCTS

โดยอัตราส่วนของมอนอเมอร์ AMPS- Na^+ กับ CMC หรือ CMCTS ที่ใช้แสดงดังตารางที่ 2.7 และ 2.8 ตามลำดับ ในการสังเคราะห์ได้ใช้ระบบริเริ่มของปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันแบบใช้แสงอัลตราไวโอเลต

การเตรียมไฮโดรเจลชนิดเบลนด์ที่อัตราส่วน 96.8:3.2% wt ของ AMPS- Na^+ ต่อ CMC เริ่มจากเทสารละลาย AMPS- Na^+ (50% w/v) ปริมาตร 15 mL และสารละลาย CMC (2.0% w/v) ปริมาตร 5 mL สำหรับอัตราส่วนที่ 90.9:9.1 และ 76.9:23.1% wt ก็ทำในลักษณะเดียวกันเพียงแต่ลดปริมาตรของ AMPS- Na^+ (50% w/v) เป็น 10 และ 5 mL ตามลำดับ และเพิ่มปริมาตรของสารละลาย CMC (2.0% w/v) เป็น 10 และ 15 mL ตามลำดับ ผสมลงในบีกเกอร์ขนาด 50 mL จากนั้นเติมตัวเชื่อมต่อสายโซ่ชนิด EGDM (1.0% mole/mole of monomer) และกวนสารละลายผสมให้เข้ากัน จากนั้นทำตามขั้นตอนของการสังเคราะห์ไฮโดรเจลแบบใช้แสงอัลตราไวโอเลตทุกขั้นตอน

การเตรียมไฮโดรเจลชนิดเบลนด์ระหว่าง AMPS- Na^+ (50% w/v) กับ CMCTS (5.0% w/v) ที่อัตราส่วน 98.7:1.3, 96.2:3.8 และ 89.3:10.7% wt นั้นจะทำได้เหมือนกับการเตรียมพอลิเมอร์เบลนด์ชนิด CMC ข้างต้น เพียงแต่เปลี่ยนเป็นสารละลาย CMCTS (5.0% w/v)

ตาราง 2.7 อัตราส่วนของมอนอเมอร์ AMPS- Na^+ ต่อ CMC ที่ใช้ในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลชนิดเบลนด์

ตัวอย่าง	อัตราส่วน AMPS- Na^+ : CMC (% wt)	AMPS- Na^+ (g)	CMC (g)
5.1	98.7:1.3	7.5	0.1
5.2	96.2:3.8	5.0	0.2
5.3	89.3:10.7	2.5	0.3

* ปริมาตรรวมของสารละลายเท่ากับ 20 mL

ตาราง 2.8 อัตราส่วนของมอนอเมอร์ AMPS- Na^+ ต่อ CMCTS ที่ใช้ในการสังเคราะห์ไฮโดรเจลชนิดเบลนด์

ตัวอย่าง	อัตราส่วน AMPS- Na^+ : CMCTS (% wt)	AMPS- Na^+ (g)	CMCTS (g)
6.1	96.8:3.2	7.5	0.25
6.2	90.9:9.1	5.0	0.50
6.3	76.9:23.1	2.5	0.75

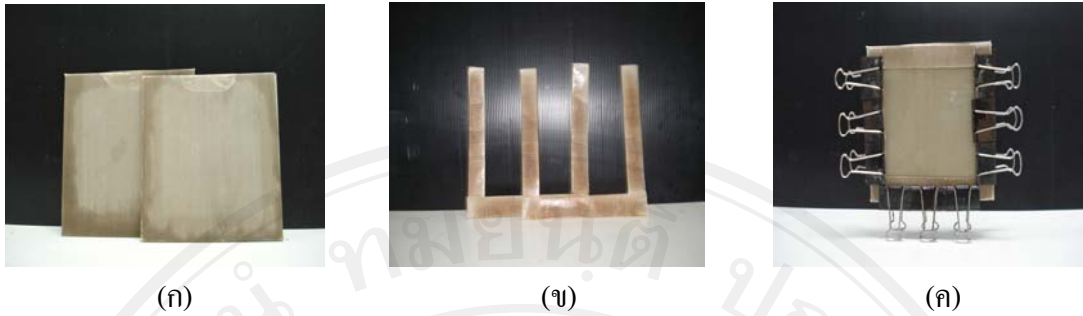
* ปริมาตรรวมของสารละลายเท่ากับ 20 mL

2.3 การออกแบบแม่พิมพ์

2.3.1 การออกแบบแม่พิมพ์ของระบบริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบใช้ความร้อน ริดอกซ์ และแสงอัลตราไวโอเลต

แม่พิมพ์ที่ใช้ประกอบด้วยแผ่นกระจกใส 2 แผ่น ขนาดประมาณ 15 x 15 cm โดยที่ด้านบนของกระจกทำเป็นร่องลาดลงกว้าง 1.5 นิ้ว ยาวประมาณ 1 นิ้ว เพื่อสะดวกต่อการเทสารละลายมอนอเมอร์ แล้วหุ้มด้วยแผ่นพอลิเอทิลีนเทอเรพธาเลต แสดงดังรูป 2.3 (ก) เพื่อป้องกันไม่ให้ไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ขึ้นติดกับแผ่นกระจกและง่ายต่อการนำออกจากแม่พิมพ์ จากนั้นนำเอาแผ่นกระจกทั้งสองมาประกอบเข้าด้วยกัน โดยมีแผ่นกั้น (spacer) อยู่ระหว่างตรงกลาง ซึ่งแผ่นกั้นนี้มีลักษณะตัวยู (U) กว้าง 2 cm หนาประมาณ 1 mm แสดงดังรูป 2.3 (ข) ซึ่งทำมาจากแผ่นพลาสติกแบบบางแล้วหุ้มด้วยแผ่นพอลิเอทิลีนเทอเรพธาเลต จากนั้นประกอบเข้าด้วยกันเป็นแม่พิมพ์แนวตั้ง แสดงดังรูป 2.3 (ค) แม่พิมพ์ดังกล่าวเป็นแม่พิมพ์ที่รองรับการสังเคราะห์ของระบบริเริ่มที่อาศัยความร้อนและปฏิกิริยารีดอกซ์

แม่พิมพ์ของระบบริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบใช้แสงอัลตราไวโอเลตจะแตกต่างจากแม่พิมพ์ของระบบริเริ่มสองระบบแรก อันเนื่องมาจากแสงอัลตราไวโอเลตไม่สามารถผ่านแผ่นกระจกได้ ดังนั้นจึงเปลี่ยนแผ่นกระจกด้านหนึ่งมาเป็นแผ่นพลาสติกใส ในการสังเคราะห์นั้นจะหันด้านที่เป็นแผ่นพลาสติกใสเข้ารับแสงอัลตราไวโอเลต แม่พิมพ์ที่รองรับการสังเคราะห์ในระบบใช้แสงอัลตราไวโอเลตแสดงดังรูป 2.4



รูป 2.3 องค์ประกอบของแม่พิมพ์ที่รองรับการสังเคราะห์ไฮโดรเจลในระบบปริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบความร้อน และรีดอกซ์



รูป 2.4 แม่พิมพ์ที่รองรับการสังเคราะห์ไฮโดรเจลในระบบปริเริ่มปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบแสงอัลตราไวโอเลต

2.3.2 การออกแบบแม่พิมพ์ชนิดรองรับการใส่ตาข่ายพลาสติก

การนำตาข่ายพลาสติกเข้าไปอยู่ภายในตรงกลางของแผ่นไฮโดรเจลถือว่าเป็นวิธีการหนึ่งที่จะช่วยเพิ่มความแข็งแรงทางกายภาพให้กับแผ่นไฮโดรเจล เนื่องจากมีตาข่ายพลาสติกเป็นโครงยึด (scaffold) บริเวณกลางของแผ่นไฮโดรเจล

แม่พิมพ์ชนิดนี้ประกอบด้วยแผ่นพลาสติกใส 2 แผ่น และแผ่นกั้น 2 แผ่น แผ่นพลาสติกใสและแผ่นกั้น (spacer) จะถูกเจาะเป็นรูด้านข้างทั้งสามด้าน แสดงดังรูป 2.5 (ก) ซึ่งขั้นตอนการประกอบแม่พิมพ์เริ่มจากนำแผ่นพลาสติกใสแผ่นแรกประกอบเข้ากับแผ่นกั้นชั้นแรก ต่อจากนั้นนำเทปพันเกลียวมาวางทาบตรงขอบของแผ่นกั้นทั้งสามด้านเพื่อให้แม่พิมพ์แน่น ขึ้นต่อไปนำตาข่ายพลาสติกประกอบเข้าไปอีกชั้น จากนั้นนำเทปพันเกลียวมาวางทาบตรงขอบของตาข่ายพลาสติกทั้งสามด้านอีกรอบ แล้วนำแผ่นกั้นชั้นที่สองประกอบเข้าไป สุดท้ายนำแผ่นพลาสติกใสอีกแผ่นมา

วางทาบเป็นชั้นสุดท้าย จากนั้นประกอบแม่พิมพ์ให้แน่น โดยการใช้หนีตและสกรูขันให้แน่น แสดง
 ดังรูป 2.5 (ข)



รูป 2.5 แม่พิมพ์แผ่นไฮโดรเจลที่รองรับการสังเคราะห์แบบใส่ตาข่ายพลาสติก

2.4 การหาลักษณะเฉพาะเบื้องต้นของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้

2.4.1 ลักษณะทางกายภาพของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้

ลักษณะทางกายภาพของแผ่นไฮโดรเจลที่สามารถสังเกตได้ทั้งหมดมี 2 สถานะ เริ่มจากเมื่อ
 สังเคราะห์เสร็จ และเมื่ออิมมัลด้วยน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$

2.4.2 ความสามารถในการขยายตัวและดูดซับน้ำของไฮโดรเจลสังเคราะห์

เพื่อศึกษาสมบัติการพองตัวของแผ่นไฮโดรเจลตัวอย่างที่สังเคราะห์ขึ้นได้ว่ามีการขยายตัว
 อย่างไรเมื่อมีโมเลกุลน้ำแพร่ผ่านเข้าไป โดยจะทำการวัดขนาดก่อนและหลังแช่ในน้ำกลั่นของแผ่น
 ไฮโดรเจลตัวอย่าง จากนั้นจะนำมาเปรียบเทียบขนาดของแผ่นไฮโดรเจลเมื่อแห้งและอิมมัลด้วยน้ำ
 และคำนวณค่าเปอร์เซ็นต์การขยายตัวตามพื้นที่ใน 2 มิติ (กว้าง x ยาว) และปริมาตร การทดลอง
 เริ่มจากนำแผ่นไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้มาตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ $1.5 \times 1.5 \text{ cm}$ จากนั้น
 นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำมาวัดขนาดความกว้าง ความ
 ยาวและความหนา จากนั้นนำไปแช่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้ว
 นำเอามาวัดขนาดซ้ำอีกครั้ง

เพื่อศึกษาความสามารถดูดซับน้ำของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ในแต่ละตัวอย่าง โดยจะเทียบกับน้ำหนักไฮโดรเจลแห้ง 1.0 g การทดลองจะคล้ายกับการทดสอบความสามารถในการขยายตัว คือนำแผ่นไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้มาตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมขนาดประมาณ 1.5 x 1.5 cm จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำไปแช่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำเอามาชั่งน้ำหนักอีกครั้ง

2.5 การหาลักษณะเฉพาะที่เกี่ยวข้องกับน้ำของแผ่นไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ [Williams (1981)]

2.5.1 การหาปริมาณน้ำ (Water Content, WC) และสัดส่วนการพองตัว (Swelling Ratio, SR)

การหาปริมาณน้ำสมดุลเป็นการวัดความสามารถในการดูดซับน้ำของแผ่นไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ขึ้นได้ โดยทำการตัดแผ่นไฮโดรเจลขนาดประมาณ 1.5 x 1.5 cm ต่อจากนั้นนำไปไว้ในตู้ควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก ซึ่งก็คือน้ำหนักของแผ่นไฮโดรเจลที่แห้ง จากนั้นนำไปแช่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลาหนึ่งนาทีก่อนนำแผ่นไฮโดรเจลขึ้นมาซับน้ำที่เกินพอลอดด้วยกระดาษทิชชูหรือกระดาษกรอง แล้วชั่งน้ำหนัก จากนั้นนำแผ่นไฮโดรเจลกลับลงไปแช่ในน้ำกลั่นต่อในทุกๆ หนึ่งนาทีก่อนทำการทดลองเช่นนี้ไปเรื่อยๆ จนกระทั่งน้ำหนักของแผ่นไฮโดรเจลที่ชั่งมีน้ำหนักคงที่ การหาปริมาณน้ำร้อยละที่มีเป็นองค์ประกอบอยู่ภายในไฮโดรเจลสามารถคำนวณได้จากสมการ 1.1 สำหรับปริมาณน้ำที่ไฮโดรเจลดูดซับไว้มากที่สุดและคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงตามเวลาหรือที่สมดุล เรียกว่า “ปริมาณน้ำที่สมดุล” (equilibrium water content, EWC) นอกจากการทดสอบความสามารถดูดซับในน้ำกลั่นแล้วยังได้ทำการทดสอบในน้ำเกลือ (normal saline) และซีรัม (serum) ที่ได้จากการสกัดในเลือดไก่

การหาค่าสัดส่วนการพองตัวได้มาจากการนำค่าการดูดซับน้ำของไฮโดรเจลที่เวลาต่างๆ จากการหาปริมาณน้ำสมดุลข้างต้นมาคำนวณตามสมการ 1.2 ซึ่ง SR เป็นแปดตัวหนึ่งที่บ่งบอกถึงความสามารถในการดูดซับน้ำ โดยจะเปรียบเทียบกับน้ำหนักแห้งของไฮโดรเจล

2.5.2 การหาปริมาณน้ำคงอยู่ (Water Retention, WR)

การหาปริมาณน้ำคงอยู่เป็นการหาความสามารถในการรักษาโมเลกุลน้ำของแผ่นไฮโดรเจลเมื่อมีการปล่อยให้อยู่ในสถานะที่โมเลกุลน้ำสามารถระเหยออกไปได้

การทดสอบเริ่มจากนำแผ่นไฮโดรเจลตัวอย่างที่มีขนาดประมาณ $1.5 \times 1.5 \text{ cm}$ ไปแช่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำออกมาซับน้ำ แล้วนำไปชั่งน้ำหนักบันทึกน้ำหนักไฮโดรเจลเป็นเริ่มต้น จากนั้นนำแผ่นตัวอย่างไปไว้ในอินคิวเบเตอร์ที่ควบคุมให้มีอุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^\circ\text{C}$ และความชื้นสัมพัทธ์ $55 \pm 5 \%$ จากนั้นนำออกมาชั่งน้ำหนักตามช่วงเวลาที่ต้องการ จนน้ำหนักคงที่ ทำการทดลองตัวอย่างละ 3 ครั้ง จากนั้นคำนวณหาค่าปริมาณน้ำคงอยู่ของแผ่นไฮโดรเจลตัวอย่าง ณ เวลาต่างๆ ตามสมการ 2.1 [Li (2008); Corkhill (1987)]

$$\% \text{ ปริมาณน้ำคงอยู่} = \frac{(\text{ปริมาณน้ำ ณ เวลาใดๆ})}{\text{ปริมาณน้ำเริ่มต้น}} \times 100 \% \quad (2.1)$$

สำหรับปริมาณน้ำคงอยู่ของไฮโดรเจลตัวอย่างที่มีน้ำหนักคงที่ไม่เปลี่ยนแปลงตามเวลาหรือที่สมดุล เรียกว่า “ปริมาณน้ำคงอยู่สมดุล” (equilibrium water retention, EWR)

2.5.3 การหาอัตราการผ่านของไอน้ำ (Water Vapour Transmission Rate, WVTR)

การหาอัตราการผ่านของไอน้ำจากแผ่นไฮโดรเจลเป็นสิ่งที่จำเป็น กล่าวคือบาดแผลที่เกิดจากการไหม้ที่ระดับตื้นๆ จะมีอัตราการผ่านของไอน้ำที่แตกต่างกัน ดังนั้นเพื่อให้การรักษาผิวหนังที่เกิดจากการไหม้โดยแผ่นไฮโดรเจลให้มีประสิทธิภาพมากที่สุด ดังนั้นอัตราการผ่านของไอน้ำที่ได้ต้องสัมพันธ์กัน และแผ่นไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ต้องมีความสามารถในการยอมให้ไอน้ำแพร่ผ่านได้ในอัตราที่เหมาะสม เพื่อช่วยลดการสูญเสียน้ำและระบายความร้อนออกจากบาดแผล

อัตราการผ่านของไอน้ำหาได้จากปริมาณน้ำที่ระเหยผ่านวัสดุตัวอย่างต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ จากวิธีของ The American Society for Testing and Materials (ASTM E 96-93) [Kambe และ Garn (1974)] โดยเทคนิคคัพ (water cup)

$$\text{WVTR} = G / tA = (G/t) / A \quad (2.2)$$

WVTR = อัตราการผ่านของไอน้ำ (g/hr.m^2)

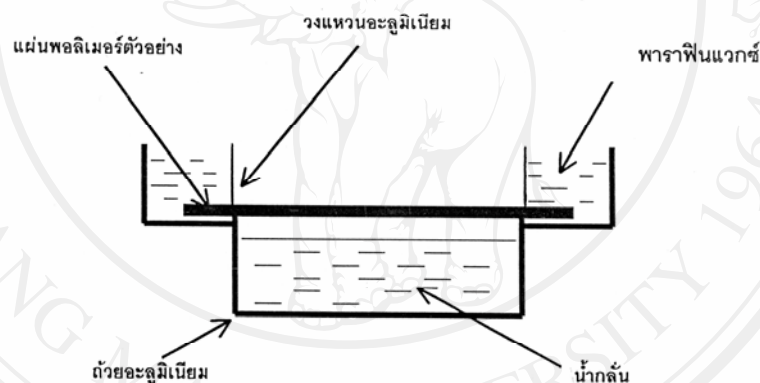
G = น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (g)

t = เวลา (hr)

$$A = \text{พื้นที่ของการระเหยผ่านหรือพื้นที่ของปากถ้วยอะลูมิเนียม} \\ (2.83 \times 10^{-3} \text{ m}^2)$$

$$G/t = \text{อัตราการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักหรือความชันของกราฟ (g/hr)}$$

วิธีการทดลองเริ่มจากการตัดแผ่นไฮโดรเจลตัวอย่างเป็นรูปวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 cm แล้วนำไปประกอบเข้ากับถ้วยอะลูมิเนียมที่มีน้ำกลั่นอยู่ประมาณ 20 mL ใช้พาราฟินปิดผนึก ชั่งน้ำหนักถ้วยอะลูมิเนียมที่ประกอบเสร็จเป็นน้ำหนักที่เวลาเริ่มต้น จากนั้นนำไปไว้ในอินคิวเบเตอร์ที่ควบคุมอุณหภูมิ $35.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$ และความชื้น $55 \pm 5\%$ จากนั้นนำถ้วยอะลูมิเนียมออกมาชั่งตามเวลาที่เหมาะสม แล้วพล็อตกราฟระหว่างน้ำหนักของน้ำที่หายไปกับเวลา เพื่อหาความชัน (slope) ของกราฟแล้วนำมาคำนวณหาอัตราการผ่านของไอน้ำดังสมการ 2.2



รูป 2.6 รูปจำลองถ้วยอะลูมิเนียมที่ใช้ในการหาอัตราการผ่านของไอน้ำ

2.6 อินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Infrared Spectroscopy, IR) [Ewing (1975); แม้น (2534)]

งานวิจัยนี้ใช้ Nicolet FT-IR 510 Infrared Spectrometer ในการวิเคราะห์ โดยทำการเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์ 2 วิธี ขึ้นอยู่กับลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง กล่าวคือสารตัวอย่างที่สามารถเตรียมให้เป็นของเหลวได้จะใช้วิธีป้ายลงบนเซลล์ซีเซียมคลอไรด์แล้วนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสง ส่วนสารตัวอย่างที่เป็นของแข็งจะใช้การเตรียมแบบแผ่น (pellete) โดยใช้เกลือ

โพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ซึ่งมีลักษณะโปร่งแสงและไม่มีการดูดกลืนแสงในช่วงที่วิเคราะห์ สารตัวอย่างจะถูกบดให้เป็นผงละเอียด แล้วอบในตู้สุญญากาศที่อุณหภูมิ 100°C จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ จากนั้นนำสารตัวอย่างมาบดผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ที่อบแห้งแล้ว ใช้อัตราส่วนของสารตัวอย่างต่อโพแทสเซียมโบรไมด์ ประมาณ 1:10 โดยน้ำหนัก แล้วนำของผสมที่ได้ไปอัดให้เป็นแผ่นโดยใช้เครื่องอัดแผ่นโพแทสเซียมโบรไมด์ด้วยความดันประมาณ 10 ตัน ประมาณ 1 นาที ได้แผ่นบางสีขาวขุ่นแล้วจึงนำไปวัดการดูดกลืนแสงที่ wave number = 4,000-600 cm^{-1} และมี resolution = 4 cm^{-1}

2.7 เจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี (Gel Permeation Chromatography, GPC) [ปรีชา (2531)]

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง เจลเพอร์มิเอชันโครมาโตกราฟี Waters รุ่น R-2414 โดยใช้เฟสเคลื่อนที่เป็นสารละลาย NaCl อุณหภูมิ 30°C และใช้คอลัมน์มาตรฐานพอลิสไตรีน เพื่อหาน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์เบลนด์ชนิด CMC และ CMCTS

2.8 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน [Hunt (1993); Stevens (1999)]

การวิเคราะห์ทางความร้อนเป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาสมบัติทางกายภาพของสาร หรือผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจากการทำปฏิกิริยาของสารต่างๆ ที่เปลี่ยนแปลงเมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง เทคนิคที่ใช้วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของสารมีหลายเทคนิค เช่น ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมตรี (Differential Scanning Calorimetry, DSC) ดิฟเฟอเรนเชียลเทอร์มอลอะนาไลซิส (Differential Thermal Analysis, DTA) และเทอร์มอลกราวิเมตรี (Thermalgravimetry, TG) เป็นต้น ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิค DSC และ TG ซึ่งมีรายละเอียดของงานวิจัยดังต่อไปนี้

2.8.1 ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมตรี

ในงานวิจัยนี้ได้นำเทคนิค DSC เข้ามาตรวจสอบหามอนอเมอร์ที่หลงเหลืออยู่หลังจากการสังเคราะห์ไฮโดรเจล และศึกษาจลนศาสตร์ของปฏิกิริยาพอลิเมไรเซชันเพื่อทำให้ทราบถึงอัตราการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมไรเซชัน ลักษณะของการเกิดปฏิกิริยารวมถึงปริมาณความร้อนที่คาย

ออกมา ในงานวิจัยนี้ได้ติดตามจลนศาสตร์โดยเทคนิคการให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้นด้วยอัตราที่คงที่ (temperature scan) ซึ่งมีข้อดีคือเป็นวิธีที่ทำได้ง่ายในระยะเวลาสั้น และการพอลิเมอไรเซชันเกิดได้อย่างสมบูรณ์ในช่วงอุณหภูมิที่ใช้ตั้งแต่อุณหภูมิต่ำจนถึงอุณหภูมิสูง ทั้งนี้ต้องมีการตั้งสมมุติฐานว่า heat capacity ของระบบต้องคงที่ และปฏิกิริยาสามารถเกิดได้อย่างสมบูรณ์ในช่วงอุณหภูมิที่ให้แกปฏิกิริยา จึงทำให้สามารถคำนวณหาค่าความร้อนจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ได้ ทั้งนี้การติดตามของการเกิดขึ้นในปฏิกิริยาจะอาศัยลักษณะเฉพาะตัวของปฏิกิริยาดังกล่าวคือเป็นแบบคายความร้อน (exothermic reaction) โดยตั้งสมมุติฐานว่าปริมาณความร้อนที่ออกมาจากปฏิกิริยาจะเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างเรดิคัลและพันธะคู่ของ $C=C$ ที่มาจากมอนอเมอร์ (AMPS- Na^+) และตัวเชื่อมต่อนายโซ่ [Tobita (1990); Naghash (1996)] ระบบที่ได้ทำการศึกษาจลนศาสตร์ของการพอลิเมอไรเซชัน คือระบบที่มีการให้ความร้อน (thermal initiation) ระบบนี้จะใช้ความร้อนเพื่อให้ตัวริเริ่มปฏิกิริยาเกิดฟรีเรดิคัลและสามารถเกิดปฏิกิริยาได้แสดงดังปฏิกิริยา 2.1 ข้างต้น โดยในระบบที่ใช้ความร้อนจะมีตัวริเริ่มปฏิกิริยาเป็นโพแทสเซียมเปอร์ซัลเฟต ($K_2S_2O_8$) ในการศึกษาจลนศาสตร์ของการพอลิเมอไรเซชันได้อาศัยเทคนิค DSC กล่าวคือเป็นเทคนิคที่ใช้วัดปริมาณพลังงานความร้อนที่สารได้รับหรือปลดปล่อยออกมา เปรียบเทียบกับสารอ้างอิงที่เฉื่อยต่อความร้อน ดังที่ได้ทราบแล้วว่าเมื่อเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบฟรีเรดิคัล ระบบจะปลดปล่อยพลังงานออกมาหรือคายพลังงานออกมา ดังนั้นเทคนิคนี้จึงสามารถตรวจสอบได้ว่าการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันขึ้นอีกหรือไม่อย่างไร และยังสามารถติดตามจลนศาสตร์ของการพอลิเมอไรเซชันเพื่อทราบกลไกการเปลี่ยนแปลงได้

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้ Perkin-Elmer DSC7 Differential Scanning Calorimeter ในการวิเคราะห์มอนอเมอร์ที่หลงเหลืออยู่หลังจากการสังเคราะห์ไฮโดรเจล ก่อนการวิเคราะห์ได้นำไฮโดรเจลตัวอย่างไปอบในตู้อบสูญญากาศที่อุณหภูมิ $60^{\circ}C$ แล้วนำมาบดจนละเอียด จากนั้นนำไปอบอีกครั้ง จนน้ำหนักคงที่ จากนั้นชั่งน้ำหนักของไฮโดรเจลตัวอย่างที่ใช้ให้อยู่ในช่วง 3-10 mg แล้วใส่ลงในภาชนะอะลูมิเนียม จากนั้นทำการปิดผนึก แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้อัตราการให้ความร้อนที่ $10^{\circ}C/นาท$ ในช่วงอุณหภูมิ $30-250^{\circ}C$ ใช้ Intracooler 1 (Perkin Elmer) เป็นตัวควบคุมอุณหภูมิ ใช้โปรแกรม Pyris Series DSC 7 ในการวิเคราะห์

การศึกษาจลนศาสตร์ได้ศึกษาทั้งอัตราการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันและการดำเนินไปของปฏิกิริยา (extent of reaction) ซึ่งก็คือการเกิดปฏิกิริยาไปของมอนอเมอร์ในระบบ โดยทำการประเมินได้จากปริมาณของพันธะคู่ $C=C$ ที่ลดลงไปหรือถูกใช้ในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างที่เกิดการพอลิเมอไรเซชัน ซึ่งจะมีการคายความร้อนออกมา โดยสามารถคำนวณการดำเนินไปของปฏิกิริยาได้ ดังสมการ 2.3 [Van Krevelan (1972)]

$$\alpha = \frac{1}{\Delta H_{total}} \int_0^t \frac{(d\Delta H_t)}{dt} dt \quad (2.3)$$

โดยที่ α คือ extent of reaction หรือ conversion; ΔH_{total} คือความร้อนของปฏิกิริยาทั้งหมด และ ΔH_t คือความร้อนของปฏิกิริยา ณ เวลาใดๆ

ในการศึกษานี้ใช้เครื่อง Perkin-Elmer DSC7 ในการวิเคราะห์ ซึ่งได้ทำการศึกษาผลของความเข้มข้นมอนอเมอร์และตัวเชื่อมต่อสายโซ่ที่มีต่อจลนศาสตร์ ก่อนการวิเคราะห์ได้เตรียมสารละลายมอนอเมอร์ ซึ่งแสดงดังตาราง 2.9 และ 2.10 ตามลำดับ จากนั้นนำสารละลายมอนอเมอร์แต่ละตัวอย่างในข้างต้นมาลงในหม้อมอนอเมอร์และตัวเชื่อมต่อสายโซ่เข้าจนเป็นเนื้อเดียวกัน เติมตัวริเริ่ม $K_2S_2O_8$ 0.1% mole/mole of monomer จากนั้นทำการชั่งสารละลายผสมของแต่ละตัวอย่างลงในภาชนะอะลูมิเนียมขนาด 10 μ L ในช่วง 5-10 mg ในขั้นตอนนี้ต้องพยายามให้สารละลายกระจายอยู่เฉพาะที่ด้านล่างของภาชนะอะลูมิเนียมเท่านั้นเพื่อให้ได้การวิเคราะห์ที่ถูกต้อง แล้วทำการผนึกภาชนะอะลูมิเนียม เพื่อให้สามารถทนต่อความดันที่จะเกิดขึ้นในขณะที่วิเคราะห์ สภาวะที่เลือกใช้คือเป็นการให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้นด้วยอัตราที่คงที่แก่สารละลายผสมที่ทำการวิเคราะห์ ด้วยอัตรา $10^\circ\text{C}/\text{นาท}$ โดยเริ่มจาก $20\text{-}200^\circ\text{C}$

ตาราง 2.9 องค์ประกอบการเตรียมสารละลายมอนอเมอร์ที่มีความเข้มข้นของมอนอเมอร์แตกต่างกันในช่วง 30-60% w/v

ตัวอย่าง	AMPS- Na^+ 10 mL (% w/v)	ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ EGDM (% mole)
1	30	0.1
2	40	0.1
3	50	0.1
4	50	0.1

ตาราง 2.10 องค์ประกอบสารเตรียมสารละลายมอนอเมอร์ที่มีความเข้มข้นตัวเชื่อมต่อสายโซ่แตกต่างกันในช่วง 0.5-3.0% mole

ตัวอย่าง	AMPS- Na^+ 10 mL (% w/v)	ตัวเชื่อมต่อสายโซ่ EGDM (% mole)
5	50	0.5
6	50	1.0
7	50	2.0
8	50	3.0

2.8.2 เทอร์โมกราวิเมตรี

TG เป็นเทคนิคที่ใช้วัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่าง เมื่อทำการให้หรือดึงความร้อนออกจากระบบ หรือคงไว้ที่อุณหภูมิหนึ่งๆ สามารถนำมาใช้ศึกษาลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์ต่างๆ ได้ เช่น ปริมาณน้ำหรือปริมาณสารต่างๆ ที่ระเหยออกมาจากพอลิเมอร์ปริมาณของสารต่างๆ ที่ถูกเติมลงไป (filler หรือ additive) สัดส่วนของพอลิเมอร์เบลนด์ อุณหภูมิการสลายตัว และจลศาสตร์ของการสลายตัว เป็นต้น ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้มีความสนใจนำเทคนิคนี้ไปศึกษาการสลายตัวด้วยความร้อนของสารตั้งต้น เช่น พอลิเมอร์คาร์บอกซิเมทิลไคโตซาน คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส และไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ขึ้นได้

ในงานวิจัยนี้ใช้ Perkin-Elmer TGA7 Thermogravimetry Analyzer การเตรียมตัวอย่างในการวิเคราะห์ทำเหมือนกับการวิเคราะห์ DSC ใช้สารตัวอย่างในช่วง 3-10 mg โดยใช้อัตราการให้ความร้อนที่ 20°C/นาที ในช่วงอุณหภูมิ 50-600°C โดยใช้โปรแกรม Pyris Series DSC 7 ในการวิเคราะห์

2.9 การศึกษาสมบัติเชิงกล [Davis (1964); นิทัศน์ (2543)]

ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล รุ่น LRX ของบริษัท LLOYD ในการทดสอบความทนต่อแรงดึงของไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ โดยนำไฮโดรเจลที่สังเคราะห์ได้ไปไว้ในอินคิวเบเตอร์ที่อุณหภูมิ $25.0 \pm 1.0^\circ\text{C}$ ความชื้นสัมพัทธ์ $55 \pm 5\%$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วตัดให้มีขนาด 1.0

x 10.0 cm ประมาณ 20 ชิ้นงานต่อไฮโดรเจลหนึ่งตัวอย่าง จากนั้นนำไปทดสอบ โดยมีสภาวะของการทดสอบดังนี้

ระยะห่างของตัวรองรับตัวอย่าง (guage length)	=	50.0 mm
ตัววัดแรง (load cell)	=	10 N
ความเร็วของกานสำหรับยึดตัววัดแรง (cross-head speed)	=	10 mm/min
อุณหภูมิ	=	$25.0 \pm 1.0^{\circ}\text{C}$
ความชื้นสัมพัทธ์	=	$55 \pm 5 \%$

2.10 การปลอดเชื้อและการทดสอบความเป็นพิษของไฮโดรเจลตัวอย่าง [Dumitriu (2002), ISO 10993-5 (1992)]

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการปลอดเชื้อแผ่นไฮโดรเจลตัวอย่างด้วยรังสีแกมมา หลังจากทำการปลอดเชื้อได้ทำการบรรจุแผ่นไฮโดรเจلدังกล่าวลงในซองพลาสติกที่ฉาบด้วยอะลูมิเนียม จากนั้นนำมาทำการทดสอบความเป็นพิษต่อเซลล์ L929 (mouse fibroblasts) ด้วยวิธีสัมผัสโดยตรง (direct contact) โดยการตรวจสอบลักษณะ รูปร่าง และการติดสีของเซลล์หลังจากสัมผัสกับวัสดุตัวอย่างเป็นเวลา 48 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับวัสดุควบคุมที่มีพิษ (positive control) และวัสดุที่ไม่มีพิษ (negative control) ซึ่งในการทดสอบนี้ใช้ยางธรรมชาติ (natural rubber) และ พอลิเอทิลีนแบบหนาแน่นสูง (high density polyethylene, HDPE) ตามลำดับ ซึ่งอุปกรณ์และสารเคมี รวมถึงวิธีการทดสอบ แสดงในลำดับต่อไปนี้

2.10.1 อุปกรณ์ และสารเคมี

- เซลล์ไฟโบรพลาสต์ (mouse fibroblast, ECACC no. 85011425) ความเข้มข้น 6×10^4 เซลล์/จานทดสอบ
- อาหารเหลว Dullbecco's modified Eagle's Medium (DMEM) ซึ่งมี 10% (v/v) fetal bovine serum, L-glutamine, penicillin (100 unit/ml) และ streptomycin (100 $\mu\text{g/ml}$) (GibcoTM, Paisley, Scotland.UK) สำหรับเลี้ยงไฟโบรพลาสต์
- non-toxic dental wax ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 mm ยาว 15 mm
- phosphate buffer saline (PBS) pH 7.2

- จ) สีย้อม neutral red ความเข้มข้น 0.01% v/v ใน PBS
- ณ) กล้องจุลทรรศน์ (phase contrast light microscope)

2.10.2 วิธีการทดสอบด้วยวิธีสัมผัสโดยตรง

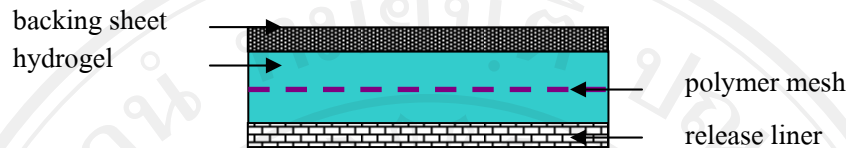
การทดสอบวัสดุตัวอย่างเริ่มจากนำวัสดุตัวอย่างมาทำให้พองตัวด้วยอาหารเลี้ยงเซลล์ DMEM เมื่อวัสดุตัวอย่างพองตัวเต็มที่ ตัดวัสดุตัวอย่างให้มีขนาด $1 \times 1 \text{ cm}^2$ ยึดวัสดุตัวอย่างให้ติดกับจานเพาะเลี้ยงเซลล์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 35 mm ด้วย non-toxic wax เพื่อไม่ให้ตัวอย่างเคลื่อน ทำการเพาะเลี้ยงเซลล์ L929 ความเข้มข้น 6×10^4 เซลล์/จาน ปริมาตร 2 mL โดยรอบวัสดุตัวอย่าง จากนั้นนำจานเพาะเลี้ยงเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างไปบ่มที่อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

การย้อมสีและวิเคราะห์ตัวอย่าง หลังจากที่เซลล์สัมผัสกับวัสดุตัวอย่างเป็นเวลา 48 ชั่วโมง ทำการล้างเซลล์ด้วย PBS และย้อมเซลล์ด้วยสี neutral red เป็นเวลา 10 นาที ทำการล้างเซลล์ด้วย PBS และเติมอาหารเหลว DMEM ปริมาตร 1 mL ลงในจานเพาะเลี้ยงเซลล์ดังกล่าว จากนั้นทำการตรวจสอบ ลักษณะรูปร่าง และการติดสีของเซลล์ L929 ด้วยกล้องจุลทรรศน์ โดยการเปรียบเทียบกับเซลล์ที่สัมผัสกับพอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูงซึ่งไม่มีความเป็นพิษ (negative control) และยางธรรมชาติซึ่งมีความเป็นพิษ (positive control)

2.11 การออกแบบแผ่นไฮโดรเจลในลักษณะ Multi-component

เพื่อเพิ่มการประยุกต์ใช้งานของแผ่นไฮโดรเจล ดังนั้นจึงได้เรียนแบบองค์ประกอบจากไฮโดรเจลทางการค้า ซึ่งในที่นี้คือ SPENCO[®] 2nd SKIN ซึ่งประกอบไปด้วย 3 ส่วน ส่วนแรกจะติดอยู่ด้านบนสุดของแผ่นไฮโดรเจล (backing sheet) ซึ่งได้ใช้วัสดุ 2 ชนิด คือแผ่นฟิล์มของพอลิยูรีเทนมีหน้าที่ป้องกันเชื้อโรคและน้ำจากภายนอกเข้าสู่บาดแผล แต่ยอมให้อิออน้ำและออกซิเจนรวมถึงคาร์บอนไดออกไซด์แพร่ผ่านได้ และชนิดใยฝ้าย (non-woven) มีหน้าที่เช่นเดียวกับแผ่นฟิล์มพอลิยูรีเทนแต่ไม่สามารถป้องกันน้ำจากภายนอกเข้าสู่บาดแผลได้ อย่างไรก็ตามแผ่นใยฝ้ายดังกล่าวจะช่วยเพิ่มปริมาณการดูดซับของเหลวที่ออกจากบาดแผล ดังนั้นจึงสามารถเลือกใช้วัสดุได้ตามความต้องการ ส่วนที่ 2 เป็นตาข่ายพลาสติก (polymer mesh) ซึ่งจะอยู่ตรงกลางของแผ่นไฮโดรเจลเพื่อช่วยเพิ่มความแข็งแรง ส่วนสุดท้าย คือแผ่นพลาสติกลอก (release liner) ที่จะติดอยู่ด้านล่างสุดของแผ่นไฮโดรเจล เพื่อสะดวกต่อการเคลื่อนย้ายและป้องกันการติดของแผ่นไฮโดรเจล

กับวัสดุอื่นก่อนการใช้งาน การใช้งานคือลอกแผ่นพลาสติกดังกล่าวออกและติดแผ่นไฮโดรเจลด้านนี้กับบาดแผล



รูป 2.7 รูปจำลององค์ประกอบแผ่นไฮโดรเจลแบบ multi-component

การติดแผ่นปิด (backing sheet) ชนิดแผ่นฟิล์มพอลิยูรีเทนเริ่มจากลอกเทปกาวที่ติดอยู่บนแผ่นฟิล์มดังกล่าวออกแล้วนำไปติดบนแผ่นไฮโดรเจล ส่วนแผ่นปิดชนิดใยฝ้ายไม่มีเทปกาวติด ดังนั้นจึงต้องนำสารละลายมอนอเมอร์ที่พร้อมสังเคราะห์มาฉาบด้านหนึ่งของทั้งแผ่นใยฝ้ายและแผ่นไฮโดรเจล จากนั้นนำมาประกบติดกัน แล้วนำไปฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 10 นาที

การใส่ตาข่ายพลาสติกเริ่มจากการเตรียมแม่พิมพ์ชนิดที่รองรับการใส่ตาข่ายดังที่ได้กล่าวไว้ในข้างต้น จากนั้นเทสารละลายมอนอเมอร์ที่จะสังเคราะห์ลงในแม่พิมพ์ แล้วนำไปฉายแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 10 นาที ส่วนการติดพลาสติกลอกเริ่มจากนำแผ่นไฮโดรเจลด้านที่ไม่ได้ติดแผ่นปิดมาติดกับแผ่นพลาสติกลอก โดยไม่ต้องใช้เทปกาวเพราะว่าแผ่นไฮโดรเจลมีสมบัติการยึดติดอยู่แล้ว