



การศึกษาวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วยอนุภาคนิยมนิลิกเตลีสีธรรมชาติ
เพื่อเป็นตัววัดค่าความเป็นกรดต่าง

โดย

นายศิวพันธุ์ รัตนปฏิพันธุ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2552

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

การศึกษาวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วยอนุภาคนิเกิลเคตลีธรรมชาติ
เพื่อเป็นตัววัดค่าความเป็นกรดต่าง

โดย
นายศิวพันธุ์ รัตนปฏิพันธุ์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์
ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ
บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร
ปีการศึกษา 2552
ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

**INVESTIGATION OF NATURAL DYE-ALUMINIUM-SILICATE POLYMER
COMPOSITES FOR pH INDICATORS**

By

Sivaphan Rattanapatiphan

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree

MASTER OF ENGINEERING

Department of Materials Science and Engineering

Graduate School

SILPAKORN UNIVERSITY

2009

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร อนุมัติให้วิทยานิพนธ์เรื่อง “การศึกษาวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วยอูมิเนียมซิลิเกตสีธรรมชาติเพื่อเป็นตัววัดค่าความเป็นกรด่าง” เสนอ โดย นายศิวพันธุ์ รัตนปฏิพันธุ์ เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริชัย ชินะตังกูร)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่.....เดือน..... พ.ศ.....

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปาเจรา พัฒนถาบุตร

คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์)

...../...../.....

..... กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โพธิยะราช)

...../...../.....

..... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปาเจรา พัฒนถาบุตร)

...../...../.....

50402238 : สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

คำสำคัญ : อนุเมียนซิลิเกต/สีย้อมธรรมชาติ/เทคนิคโซลเจล/ตัวบ่งบอกความเป็นกรด-ด่าง

ศิวพันธุ์ รัตนปฏิพันธุ์ : การศึกษาวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วยอนุเมียนซิลิเกต
สีธรรมชาติเพื่อเป็นตัววัดค่าความเป็นกรด-ด่าง. อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์: ผศ. ดร. ปาเจรา
พัฒนถาบุตร. 87 หน้า

สีธรรมชาติที่สกัดได้จากแก่นฝาง (*Caesalpinia sappan* L.) มีลักษณะทาง chromophore และ auxochrome ซึ่งสามารถเปลี่ยนเฉดสีได้เมื่ออยู่ในสภาวะที่เป็นกรดและด่าง อย่างไรก็ตามสีธรรมชาตินี้เป็นสีประเภท mordant dye ซึ่งต้องมีโลหะที่ทำหน้าที่เป็นมอร์แดนท์เพื่อที่จะจับกับโมเลกุลของสีแล้วก่อให้เกิดเป็นโมเลกุลวงแหวน งานวิจัยนี้จึงมีจุดมุ่งหมายเพื่อเตรียมวัสดุพอลิเมอร์ไวไนลแอลกอฮอล์เสริมองค์ประกอบด้วยอนุภาคอนุเมียนซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติซึ่งเตรียมจากเทคนิคโซลเจลโดยที่มีการใช้ตัวกลางในการสังเคราะห์ที่ต่างกันคือ Anionic surfactant ในน้ำและเอทานอลในน้ำและมีปริมาณของอนุเมียนที่แตกต่างกัน ทำการขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มด้วยวิธีการหล่อแบบจากสารละลายในน้ำเพื่อที่จะได้เป็นฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิต ทำการศึกษาหามุมฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR พบว่ามีการสั่นของพันธะ Si-O-Al ที่เลขคลื่น $1100-1000\text{ cm}^{-1}$ ทำการศึกษาความเป็นผลึกของอนุภาคอนุเมียนซิลิเกตหลังจากการเผาที่อุณหภูมิต่างกันด้วยเทคนิค XRD พบว่าอนุภาคมีความเป็นอสัณฐาน การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคด้วยเทคนิค UV-Vis spectroscopy พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางและมีปริมาณของอนุเมียนในอนุภาคสูงกว่าจะมีค่าร้อยละการดูดซับและค่าร้อยละการตรึงสีธรรมชาติที่ดีเท่ากับ 70.93% และ 63.61% ตามลำดับ การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคในแผ่นฟิล์มด้วยเทคนิค SEM พบการกระจายตัวที่ดีของอนุภาคตลอดความหนาของแผ่นฟิล์มและศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่อง Universal testing machine พบว่าฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีปริมาณอนุภาค 10% จะแสดงสมบัติเชิงกลและมีความเข้มของสีที่เหมาะสมที่สุด วัสดุเสริมองค์ประกอบนี้แสดงให้เห็นความสามารถในการประยุกต์ใช้เป็นตัวบ่งบอกความเป็นกรด-ด่างในบรรจุภัณฑ์อาหารได้

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ปีการศึกษา 2552

ลายมือชื่อนักศึกษา.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์.....

50402238 : MAJOR : POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING

KEY WORDS : ALUMINIUM SILICATE/ NATURAL DYE/ SOL-GEL TECHNIQUE/ ACID
ALKALINE INDICATORS

SIVAPHAN RATTANAPATIPHAN : INVESTIGATION OF NATURAL DYE-
ALUMINIUM-SILICATE POLYMER COMPOSITES FOR pH INDICATORS. THESIS ADVISOR :
ASST. PROF. PAJAERA PATANATHABUTR, Ph.D. 87 pp.

Natural dye extracted from Sappan wood (*Caesalpinia sappan* L.) has characteristic chromophore and auxochrome which is shade-sensitive to acid and alkaline environment. However natural dye is a mordant dye which is required metal mordants to bind dye with the substrate by metal chelate formation. In this research, high porous aluminium-silicate powder was used as natural dye absorbers to prepare polyvinyl alcohol (PVA)-natural dye-aluminium-silicate ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) composites by sol-gel technique with different emulsifier as anionic surfactant and ethanol. The effect of different molar ratio of aluminium mordants was investigated. Film casting method in aqueous solution was conducted to obtain film polymer composite. Fourier transform infrared (FTIR) was employed to characterize aluminium-silicate powder and found the vibration of Si-O-Al around wavenumber $1100\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$. Calcined aluminium-silicate powder at all temperature studied, investigated by X-ray diffraction (XRD), showed amorphous phase. Natural dyeing efficiency of aluminium-silicate powder at different molar ratio of aluminium mordants were characterized by UV-VIS spectroscopy and found that more aluminium mordants powder were obtained from anionic surfactant serve as emulsifier showed higher dye absorption and fixation are 70.93% and 63.61% respectively. The distribution of the powder in film was investigated by Scanning electron microscopy (SEM) found well distribution of powders. Mechanical properties of film was studied by Universal testing machine. It was found that the composite film with 10% powder showed the best of mechanical property and color shade intensity. The composite films showed visual change in color shade in acid and alkaline condition which can be applied as acid-alkaline indicators in food packaging.

กิตติกรรมประกาศ

ในการวิจัยในครั้งนี้ ผู้เขียนวิทยานิพนธ์ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปาเจรา พัฒนถาบุตร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำปรึกษา ให้ความรู้และให้ข้อชี้แนะช่วยเหลือในการทำงานวิจัยนี้ขอขอบคุณภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่ได้สนับสนุนห้องวิจัยรวมถึงเครื่องมือ สารเคมีและอุปกรณ์ในการทำงานวิจัย ขอขอบคุณ ภาควิชาเทคโนโลยีชีวภาพที่ได้สนับสนุนเครื่องมือ และอุปกรณ์ในการทำงานวิจัย ขอขอบคุณศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียมปิโตรเคมีและวัสดุขั้นสูง จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการสนับสนุนเงินทุนในการวิจัยและค่าใช้จ่ายในการนำเสนอผลงานวิจัย และขอขอบคุณเจ้าหน้าที่, อาจารย์, เพื่อนและรุ่นพี่รุ่นน้องทุกคนที่ให้คำแนะนำ ความช่วยเหลือ และอำนวยความสะดวกในการทำงานวิจัยเป็นอย่างดีมาโดยตลอด

ท้ายนี้ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ มารดา และครอบครัว ซึ่งเป็นกำลังใจและสนับสนุนเรื่องการศึกษามาโดยตลอดจนสำเร็จการศึกษา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ญ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	3
แนวคิดของงานวิจัย	3
ขอบเขตของงานวิจัย	4
แนวทางและขั้นตอนการวิจัย	4
ผลที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย	6
2 เอกสารที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย	7
ความรู้เกี่ยวกับบรรจุภัณฑ์ฉลาด (Intelligent Packaging)	7
ความรู้เกี่ยวกับสีธรรมชาติ	10
ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับ Sol-gel Chemistry	18
ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับอะลูมิเนียมซิลิเกต	21
ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์.....	26
ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับระบบการวัดสี	30
3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	39
วัสดุและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	39
สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	40
สีธรรมชาติ.....	41
วิธีการดำเนินงานวิจัย	41
4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	45
การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต	45

บทที่	หน้า
การศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR	45
การศึกษาความเป็นผลึกของอนุภาคอลูมิเนียมซัลไฟด์ด้วยเทคนิค XRD	47
การศึกษาปริมาณของอลูมิเนียมในอนุภาคอลูมิเนียมซัลไฟด์ด้วยเทคนิค ICP	49
การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซัลไฟด์ด้วยเทคนิค UV-Vis Spectroscopy	50
การศึกษาลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคอลูมิเนียมซัลไฟด์เชื่อมสีธรรมชาติในฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยเทคนิค SEM	54
การศึกษาการเปลี่ยนแรงตึงผิวของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตเมื่ออยู่ในสภาวะที่เป็นกรดและด่าง	54
การศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิต	57
การศึกษาความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของสารสกัดจากแก่นฝาง	60
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	62
สรุปผลการทดลอง	62
ข้อเสนอแนะ	63
บรรณานุกรม	64
ภาคผนวก	66
ภาคผนวก ก วิธีการคำนวณค่าต่างๆในงานวิจัย	67
ภาคผนวก ข ผลการทดสอบประสิทธิภาพการย้อมสี	69
ภาคผนวก ค การนำเสนอผลงานวิจัย	72
ประวัติผู้วิจัย	87

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	แสดงลักษณะการเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับสีของโลหะมอร์แดนท์	13
2	แสดงระดับการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ในอาหาร	29
3	แสดงปริมาณอูมิเนียม (%w/w) ที่มีอยู่ในอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกต.....	50
4	แสดงค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกต ที่ถูกสังเคราะห์โดยใช้ Anionic surfactant ในน้ำและเอทานอลในน้ำ เป็นตัวกลาง	51
5	แสดงค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตที่มี ปริมาณอูมิเนียมต่างกัน.....	52
6	แสดงค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตที่เผาที่ อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส.....	53
7	แสดงค่า ΔL^* , Δa^* , Δb^* และ ΔE ของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตในสภาวะการ สัมผัสไอระเหยของกรดและต่างเทียบกับสภาวะที่เป็นกลาง	55
8	แสดงค่า ΔL^* , Δa^* , Δb^* และ ΔE ของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตในการ ทดสอบการเปลี่ยนสีแบบย้อนกลับ (Reverse) ในสภาวะไอระเหยของกรด และต่างเทียบกับสภาวะที่เป็นกลาง	57

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1	แสดงโมเดลหน้าที่ของบรรจุภัณฑ์	8
2	แสดงระดับการสุกของลูกแพร์ (RipeseSense)	9
3	แสดงตัวบ่งบอกความสดของอาหาร (Freshness Indicators)	9
4	แสดง Barcode Freshness Indicators	10
5	แสดง Inkjet printed oxygen indicators	10
6	แสดงต้นฝางและแก่นฝาง	16
7	แสดงโครงสร้างทางเคมีของ (a) brazilin และ (b) brazilein	17
8	แสดงการเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล	18
9	แสดงกระบวนการโซลเจล	19
10	แสดงตัวอย่างผลิตภัณฑ์แก้วจากกระบวนการโซลเจล	21
11	แสดงโครงสร้างของซิลิกาเตตระฮีดรอล	22
12	แสดงโครงสร้างของอะลูมินาออกตาฮีดรอล	23
13	แสดงแบบจำลองโครงสร้างพื้นฐานของเคโอลิไนต์ (1:1 ไทป์)	24
14	แสดงแบบจำลองโครงสร้างพื้นฐานของมอนต์มอริลโลไนต์ (2:1 ไทป์)	24
15	แสดงแบบจำลองโครงสร้างพื้นฐานของอิลไลต์ (2:1 ไทป์)	25
16	แสดงโครงสร้างของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์	27
17	แสดงลักษณะการเชื่อมต่อกันของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์	30
18	แสดง Munsell Color Charts	31
19	แสดงความไวแสงของสายตามนุษย์ (Color-matching function)	32
20	แสดง Chromaticity diagram	32
21	แสดงไดอะแกรมแสดงสัมประสิทธิ์สี a^* , b^*	33
22	แสดงปริภูมิสีระบบ L^*a^*b (L^*a^*b color space)	34
23	แสดงไดอะแกรมแสดงค่าสัมประสิทธิ์สี L^*a^*b	35
24	แสดงเฉดสีของแอปเปิ้ลที่ต่างกันสองลูก	36
25	แสดงส่วนหนึ่งของไดอะแกรมสี a^* , b^*	36
26	แสดงค่าความแตกต่างสีในปริภูมิสีระบบ L^*a^*b	37

ภาพที่		หน้า
27	แสดงกราฟ FTIR ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมี Surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางแล้วเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส	45
28	แสดงกราฟ FTIR ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมีเอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางแล้วเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส	46
29	แสดงกราฟ XRD ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมี Surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางแล้วเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส	47
30	แสดงกราฟ XRD ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมีเอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางแล้วเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส	48
31	แสดงกราฟ XRD ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมี Surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางแล้วเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส	49
32	แสดงภาพ SEM บริเวณรอยหักของแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิต (a) 1Al-1Si-ethanol, (b) 1Al-1Si-surfactant, (c) 2Al-1Si-ethanol และ (d) 2Al-1Si-surfactant	54
33	แสดงเจดสีที่เปลี่ยนไปของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตเมื่ออยู่ในไอระเหยของ (a) สภาวะกรด pH = 2.5 (b) สภาวะกลาง pH = 7 และ (c) สภาวะด่าง pH = 14	56
34	แสดงกราฟ Stress-strain ของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติที่ต่างกัน	58
35	แสดงกราฟแสดงการเปรียบเทียบค่า Young's Modulus ของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติ 5, 10 และ 15%wt	58
36	แสดงกราฟแสดงการเปรียบเทียบค่า Tensile strength ของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติ 5, 10 และ 15%wt	59
37	แสดงกราฟแสดงการเปรียบเทียบค่า Percentage strain ของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติ 5, 10 และ 15%wt	59
38	แสดงผลการทดสอบความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียทั้งสองชนิดของสารสกัดจากแก่นฝาง (a) <i>Staphylococcus aureus</i> และ (b) <i>Salmonella enteritica</i> serovar Enteritidis	61

ภาพที่		หน้า
39	แสดงกราฟ Calibration curve ของสีที่สกัดจากแก่นฝาง.....	70
40	แสดงประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต ที่ถูกสังเคราะห์โดยใช้ Surfactant ในน้ำและเอทานอลในน้ำเป็น ตัวกลางของ 2Al-1Si-surfactant และ 1Al-Si-ethanol.....	70
41	แสดงประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต ที่มีปริมาณอลูมิเนียมต่างกันของ 1Al-1Si-surfactant และ 2Al-Si-surfactant	71
42	แสดงประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียสของ 2Al-Si- surfactant	71

บทที่ 1

บทนำ

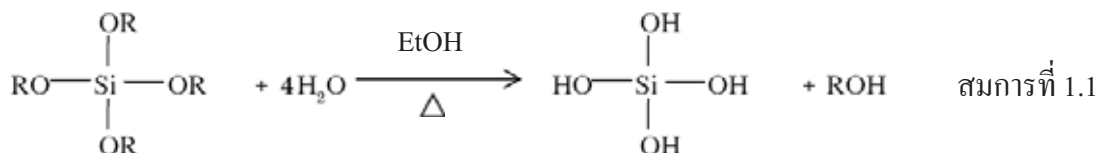
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของเรื่อง

เนื่องจากเมื่ออาหารเริ่มจะเน่าเสียจุลินทรีย์ที่อยู่ในอาหารจะมีการผลิตกรดขึ้นมา ดังนั้นถ้าบรรจุภัณฑ์ที่ใช้บรรจุหรือห่อหุ้มอาหารสามารถที่จะบ่งบอกความเป็นกรดหรือด่างของอาหารได้ก็จะสามารถสังเกตได้ว่าอาหารนั้นๆเกิดการเน่าเสียแล้วหรือไม่ โดยจะสามารถระบุ shelf life ของอาหารได้แม่นยำมากขึ้น

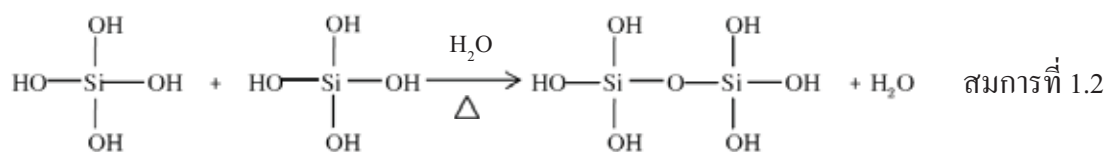
สารประกอบ silica เป็นวัสดุที่มีความเป็นรูพรุนสูงได้รับความสนใจในการประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆเช่น เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้ในการแยกสารเช่น chromatography ใช้เป็นตัวควบคุมในการปลดปล่อยยา ใช้เป็นตัวกรองที่มีค่า dielectric constant ต่ำ เป็นต้น เนื่องจากขนาดของรูพรุนที่สามารถปรับเปลี่ยนได้และพื้นที่ผิวที่มากจึงมีความสามารถในการกักเก็บหรือตรึงสารที่มีโมเลกุลขนาดเล็กได้ นอกจากนี้ในงานวิจัยที่ผ่านมายังพบว่ามีการใช้ polyaluminium-silicate-chloride ในการบำบัดน้ำโดยที่ polyaluminium-silicate-chloride จะทำหน้าที่ในการตรึงตะกอนให้มีขนาดใหญ่แล้วตกตะกอนลงมา [1] ในการสังเคราะห์สารประกอบ silica นิยมใช้วิธี sol-gel ในการสังเคราะห์เนื่องจากกระบวนการผลิตโดยวิธี sol-gel เป็นกระบวนการผลิตที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิกและแก้ว โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการ sol-gel เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า sol ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1.0 micron เป็นของแข็งที่เรียกว่า gel ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการ sol-gel มี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis, Water condensation และ Alcohol condensation ดังสมการที่

1.1-1.4

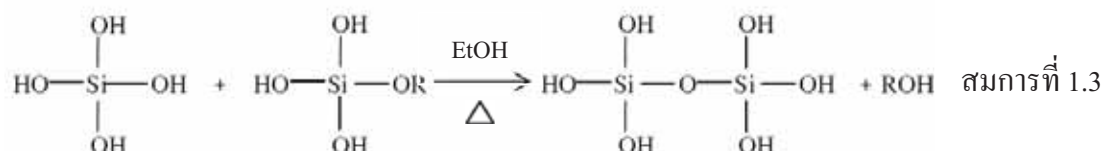
Hydrolysis



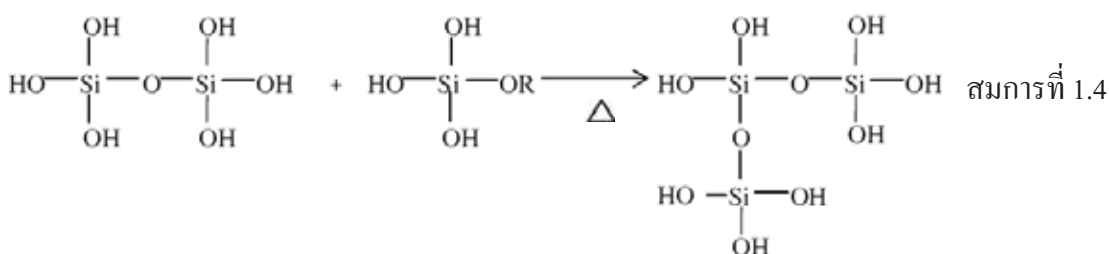
Water condensation



Alcohol condensation



Poly condensation



ในกระบวนการผลิตทั้งจากสภาวะที่เป็น sol และ gel เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำแห้งจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น powder, fiber, aerogel และ coating film เป็นวัสดุพิเศษสำหรับงานด้านต่างๆ เนื่องจากคุณสมบัติความเป็นรูพรุนของอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตที่สามารถกักเก็บหรือตรึงสารที่มีโมเลกุลขนาดเล็กได้จึงมีแนวคิดที่จะใช้อนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตในการตรึงสีที่ได้จากธรรมชาติ การที่ใช้สีธรรมชาติที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลง pH เพื่อใช้เป็นสารเติมแต่งในฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารจำเป็นที่จะต้องทำการตรึงสีด้วยวัสดุที่มีรูพรุนเพื่อประสิทธิภาพในการยึดติดของสีธรรมชาติ ซึ่งคือสีจากแก่นฝาง (Sappan wood) โดยทั่วไปแล้วสีจะเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับสารประกอบของโลหะออกไซด์ได้ดีเช่นออลูมิเนียมหรือเหล็ก เช่นในการย้อมสีเมอร์แคนท์ในการย้อมสีธรรมชาติ เป็นต้น ดังนั้นโมเลกุลของสีจากแก่นฝางที่ถูกตรึงอยู่ในอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตจะเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับออลูมิเนียมทั้งนี้แก่นฝางมีสารสีชมพูส้มถึงแดงชื่อ Brazilin ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลง Chromophore เมื่อค่า pH เปลี่ยนแปลง สาร Brazilin ในแก่นฝางเมื่อผ่านการต้ม สาร Brazilin จะเปลี่ยนเป็นสาร Brazilein ซึ่งมีสีแดงซึ่งสม้ยก่อนใช้ในการย้อมผ้า แต่งสีขนมและทำน้ำยาอูทัย คุณสมบัติทางยาของเนื้อไม้และเปลือกไม้ฝางเกิดจากกลุ่มของสาร Phenol ที่มีชื่อเรียกว่า Homoisoflavonoids ลำต้นและใบมีสาร Alkaloid และ Phytosterol อยู่ในปริมาณมาก ปัจจุบันมีรายงานการทดลองของสารทั้ง Brazilin และ Brazilein คือสามารถแก้แสบ สาร Brazilin ที่สกัด

ได้จากแก่นฝางมีฤทธิ์ระงับการอักเสบได้ดี การที่ฝางเสนมีส่วนระงับการอักเสบนี้ยิ่งทำให้มีผลระงับอาการหอบหืดและระงับเชื้อโรค การนำพืชที่มีสาร Brazilin (รวมทั้งฝางเสน) มาใช้ในแอลกอฮอล์จะทำให้ได้น้ำยาสกัดแอลกอฮอล์ที่มีสาร Brazilin ละลายอยู่ น้ำยานี้สามารถยับยั้งเชื้อแบคทีเรียที่ทำให้เกิดไข้สูง โรคท้องร่วงระบาด เชื้อ Staphylococcus ได้ นอกจากนี้ในแก่นฝางยังพบว่ามีสารอีกชนิดหนึ่งที่ระงับเชื้อโรคได้เช่นกันคือสาร Sappanin

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA หรือ PVOH) เป็นเทอร์โมพลาสติกประเภทโพลิโอเลฟิน เป็นผงสีขาวจนถึงครีม ผลิตจากโพลิไวนิลเอซีเตตในภาวะกรดหรือเบส มีหลายเกรดตามความหนืดซึ่งขึ้นอยู่กับคีรีของโพลิเมอไรเซชัน และค่าร้อยละของกระบวนการของแอลกอฮอล์ซิส จะละลายน้ำได้มากขึ้นเมื่อน้ำหนักโมเลกุลลดลง แต่ความแข็งแรง การดึงยึด ความทนต่อการฉีกขาด และการอ่อนงอดีขึ้นเมื่อน้ำหนักโมเลกุลเพิ่มขึ้น ทั้งนี้จะสลายตัวในน้ำและเกิดเป็นสารที่มีพันธะคู่ ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาต่อไปทำให้เกิดสี ใช้ประโยชน์ในการแต่งเส้นใยและเส้นด้าย เป็นสารทำให้ขึ้นและสารช่วยลดแบบของพลาสติกหล่อ เป็นกาที่ใช้ในเครื่องสำอาง เซรามิก หนังสือผ้า และกระดาษ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์สามารถขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มได้ง่ายด้วยวิธี Casting ดังนั้นถ้าใช้สีจากแก่นฝางที่ถูกตรึงอยู่ใน aluminium silicate เป็นสารให้สีในฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์จะทำให้ได้ฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตซึ่งมีสีที่คงทน ด้วยเหตุที่พอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีความเป็นขั้วสูงจึงมีความสามารถในการดูดซับน้ำได้ดี ดังนั้นฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตนี้น่าจะใช้เป็น ตัวบ่งบอกความเป็นกรดต่างได้และสามารถประยุกต์ใช้เป็นบรรจุภัณฑ์อาหารที่สามารถระบุอายุในการเก็บของอาหารได้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาประสิทธิภาพการตรึงสีธรรมชาติด้วยอนุภาคลูมิเนียมซิลิเกต
2. ศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมวัสดุเสริมองค์ประกอบของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยอนุภาคลูมิเนียมซิลิเกตสีธรรมชาติเพื่อใช้เป็นตัววัดค่าความเป็นกรดต่าง

1.3 แนวคิดของงานวิจัย

งานวิจัยนี้ต้องการสกัดสีจากแก่นฝางเพื่อใช้ในการย้อมอนุภาคลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์จาก TEOS และ aluminium nitrate สำหรับเตรียมเป็นฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตในการใช้ประโยชน์เป็นตัวบ่งบอกความเป็นกรดต่างในบรรจุภัณฑ์อาหาร ซึ่งงานวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 3 ส่วน ดังนี้

ส่วนที่ 1 เตรียมอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์จาก TEOS และ aluminium nitrate โดยเทคนิค โซลเจล

ส่วนที่ 2 ศึกษาประสิทธิภาพของการย้อมสีแก่นไม้ฝางลงบนอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกต โดยใช้เทคนิค Ultraviolet-visible spectroscopy (UV-Vis) เพื่อหา % dye absorption และ % dye fixation เพื่อแสดงประสิทธิภาพของการย้อมสี

ส่วนที่ 3 ศึกษาความเป็นไปได้ในการนำฟิล์มวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วยออลูมิเนียมซิลิเกต สีธรรมชาติมาใช้เป็นตัวบ่งบอกความเป็นกรดด่างโดยการทดสอบอั่งไธระเหยในสถานะที่เป็นกรด และด่างเทียบกับสถานะที่เป็นกลาง

1.4 ขอบเขตการวิจัย

1. สีธรรมชาติที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือสีจากแก่นฝางเพื่อเป็นตัววัดค่าความเป็นกรดด่างโดยที่มีไธระเหยของ สารละลายกรดแอซิดิก ความเข้มข้น 10% และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 10% เป็นตัวทดสอบ

2. ศึกษาประสิทธิภาพการย้อมสีจากอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตเตรียมจากตัวกลางที่ต่างกัน 2 ชนิดได้แก่ Anionic surfactant และ เอทานอล และ มีปริมาณของออลูมิเนียมซึ่งทำหน้าที่เป็นมอร์แดนที่ต่างกัน

2. การขึ้นรูปฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นตัวกลางโดยวิธีการ Casting ด้วยน้ำเป็นตัวทำละลาย

1.5 แนวทางและขั้นตอนการวิจัย

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อสร้างฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีความสามารถในการบ่งบอกความเป็นกรดด่างได้ โดยที่มีการเลือกใช้สีที่มาจากธรรมชาติเป็นตัวบ่งบอกและใช้ อนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้เป็นตัวยัดจับโครงสร้างสีให้มีความคงทนยิ่งขึ้น โดยมีขั้นตอนการดำเนินงานวิจัยดังนี้

1.5.1 ศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.5.2 ออกแบบวิธีและวางแผนการทดลอง

1.5.3 ดำเนินงานวิจัย

ตอนที่ 1. การศึกษาประสิทธิภาพการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกต

1.1 เตรียมอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติ

- เตรียม aluminium silicate powder จาก TEOS กับ aluminium nitrate ด้วยวิธี โซลเจล และศึกษาปัจจัยของอุณหภูมิที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาการควบแน่นเป็นบางส่วนของ อนุภาคอลูมิเนียม ซิลิเกตที่อุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาที่ $100-800^{\circ}\text{C}$ และศึกษาปัจจัยของตัวกลางที่ใช้ในการสังเคราะห์ และอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นที่มีผลต่อประสิทธิภาพการตรึงสีที่อัตราส่วนของ Al:Si โดยโมลที่ 1:1 และ 2:1

- สกัดสีจากแก่นฝางด้วยน้ำร้อนที่ 80°C ที่อัตราส่วนของพืชแห้งต่อน้ำที่ 1:10

1.2 ศึกษาประสิทธิภาพการตรึงสีและดูดซับสีด้วย อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต โดยเทคนิค UV-Vis Spectroscopy

1.3 ศึกษาสมบัติการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของสารสกัดจากแก่นฝาง

1.4 การวิเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต

- การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR เพื่อศึกษาหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต

- การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เพื่อศึกษาลักษณะความเป็นผลึกของอนุภาคอลูมิเนียม ซิลิเกต

- การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค ICP เพื่อวิเคราะห์ปริมาณ aluminium และ silicaon ที่มีใน อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่เตรียมได้

ตอนที่ 2. การศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติทางกายภาพของวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วย อลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติ

2.1 เตรียมฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยวิธี Casting

- เตรียมฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เพื่อใช้เป็นตัวอ้างอิงของตัวกลาง

- เตรียมฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์โดยมีการผสมสีจากแก่นฝาง

- เตรียมฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ โดยมีการผสมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต ที่ตรึงสีจาก แก่นฝางและศึกษาปริมาณอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต ที่ใช้เติมลงในพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีผลต่อ สมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิต โดยการเปลี่ยนแปลงปริมาณอนุภาคอลูมิเนียม ซิลิเกต ที่ ใช้ในช่วงร้อยละ 5-15 โดยน้ำหนักของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

2.2 การวิเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ของพอลิเมอร์คอมโพสิต

- ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM เพื่อดูการกระจายตัวของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต ใน ตัวกลางพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

- ศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิต

ตอนที่ 3. การศึกษาความเป็นไปได้ในการนำฟิล์มวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วยอนุภาคนิยมนิลิกเตตีสรรพชาติมาทำเป็นตัวบ่งบอกความเป็นกรดต่าง

3.1 ทำการวัดค่าเจดสีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่อง color spectrophotometer ภายหลังจากผ่านสภาวะความเป็นกรดต่างในแบบการสัมผัสไอระเหย

1.5.4 วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

1.5.5 จัดทำรายงานผลงานวิจัย

1.5.6 เผยแพร่ผลงานวิจัยในที่ประชุมทางวิชาการที่มี proceeding

1.6 ผลที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

1.6.1 สามารถใช้ฟิล์มวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วยอนุภาคนิยมนิลิกเตตีสรรพชาติเป็นตัวบ่งบอกความเป็นกรดต่างได้

1.6.2 สามารถประยุกต์ใช้ฟิล์มวัสดุพอลิเมอร์เสริมองค์ประกอบด้วยอนุภาคนิยมนิลิกเตตีสรรพชาติในงานด้านบรรจุภัณฑ์อาหารในการบ่งบอกถึงความเป็นกรดต่างของอาหารเมื่ออาหารเริ่มเสีย

บทที่ 2

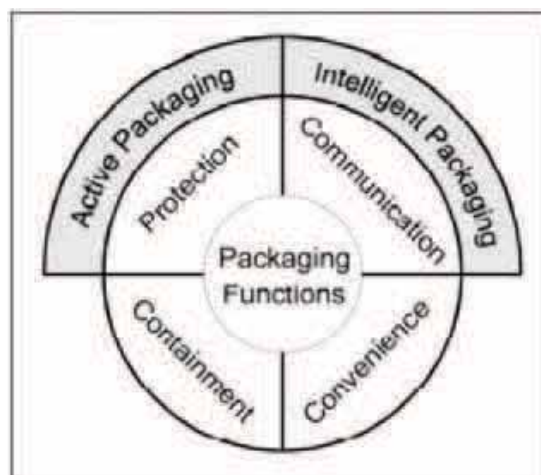
เอกสารที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย

2.1 ความรู้เกี่ยวกับบรรจุภัณฑ์ฉลาด (Intelligent Packaging) [2]

บรรจุภัณฑ์จะมีหน้าที่หลัก 4 ประการ คือ ป้องกันการเสื่อมเสียของผลิตภัณฑ์จากสภาพแวดล้อมภายนอกต่างๆ เป็นเสมือนเครื่องมือทางการตลาดและทำให้ผู้บริโภคทราบข้อมูลเกี่ยวกับผลิตภัณฑ์ ทำให้เกิดความสะดวกต่อการขนส่งและการนำไปใช้โดยผู้บริโภค และ ทำหน้าที่บรรจุผลิตภัณฑ์ในรูปแบบและขนาดต่างๆ

อย่างไรก็ตาม ในปัจจุบันเทคโนโลยีบรรจุภัณฑ์มีความก้าวหน้าไปอย่างมาก เพราะนอกจากจะมีหน้าที่หลัก 4 ประการดังกล่าวข้างต้นแล้ว ยังเกิดนวัตกรรมด้านเทคโนโลยีบรรจุภัณฑ์ที่ต้องการตอบสนองความต้องการของผู้บริโภคในด้านต่างๆ คือ เทคโนโลยีบรรจุภัณฑ์แบบที่เรียกว่า Active Packaging (AP), Intelligent Packaging (IP) และ Smart Packaging (SP)

สำหรับ ความหมายของ AP นั้น คือบรรจุภัณฑ์ที่เน้นหน้าที่ในการปกป้องผลิตภัณฑ์โดยใช้เทคโนโลยีต่างๆ ที่จะทำให้อาหารมีอายุการเก็บรักษาที่ยาวนานขึ้น รวมทั้งทำให้อาหารปลอดภัยต่อการบริโภค และคงคุณภาพทั้งทางด้านเคมี กายภาพ และประสาทสัมผัส ส่วน IP นั้น หมายถึงบรรจุภัณฑ์ที่สามารถให้ข้อมูลหรือแสดงให้ทราบว่าผลิตภัณฑ์ที่บรรจุอยู่นั้นมีคุณภาพเป็นอย่างไร สำหรับ SP เป็นบรรจุภัณฑ์ที่มีความสามารถทั้ง 2 แบบคือ เป็นทั้ง AP และ IP ดังแสดงในภาพที่ 1



ภาพที่ 1 แสดงโมเดลหน้าที่ของบรรจุภัณฑ์ [2]

2.1.1 ความหมายของ Intelligent Packaging

สำหรับ ความหมายมีผู้ให้นิยามมากมาย ความหมายหนึ่งของ Intelligent Packaging คือ ระบบที่ใช้ไฟัระวังหรือตรวจติดตามสภาวะของอาหารที่ถูกบรรจุอยู่ภายในโดย ให้ข้อมูลเกี่ยวกับคุณภาพระหว่างการขนส่งและกระจายสินค้าไปสู่ผู้บริโภค

2.1.2 Intelligent Packaging มีความสามารถหลัก 3 ประการ คือ

1. ตรวจติดตามผลิตภัณฑ์ (track)
2. บอกสภาพแวดล้อมภายในและภายนอกภาชนะบรรจุ (sense)
3. ให้ข้อมูลเกี่ยวกับผู้ผลิต ผู้กระจายสินค้า ผู้ค้าปลีก และผู้บริโภค (inform)

2.1.3 การประยุกต์ใช้ Intelligent Packaging

เพื่อบ่งบอกหลักฐานของการเข้าไปรบกวนหรือปนเปื้อนภายในบรรจุภัณฑ์หรือบอกความสมบูรณ์ของการบรรจุ เช่น บอกการฉีกขาดหรือแตกของบรรจุภัณฑ์ บ่งบอกคุณภาพและความปลอดภัย เช่น มีตัวตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงของเวลาและอุณหภูมิ (time-temperature indicators (TTIs)) ก๊าซ (gas sensing devices) การเจริญของจุลินทรีย์ (microbial growth) และ การตรวจจับจุลินทรีย์ที่เป็นเชื้อโรค (pathogen detection) เพื่อการตรวจสอบย้อนกลับ เช่น การใช้ radio frequency identification (RFID) เพื่อการรับรองผลิตภัณฑ์ เช่นการใช้ holographic images การใช้ logos เช่น hidden design print elements

2.1.4 รูปแบบของ Intelligent Packaging ได้แก่

Ripeseense บอกระดับความสุกของผลไม้ ดังแสดงในภาพที่ 2 หากผลไม้ยังสุกไม่มากคือมีเนื้อสัมผัสที่กรอบ แถบวัดที่ติดอยู่จะมีสีแดง และเมื่อผลไม้เริ่มสุกมากขึ้นความกรอบก็จะเริ่มลดลง โดยเนื้อจะมีลักษณะที่นุ่มขึ้น แถบวัดจะมีสีเปลี่ยนแปลงไป โดยค่อยๆ เปลี่ยนจากสีแดงเป็นส้มและเหลือง เมื่อเป็นสีเหลือง เนื้อผลไม้จะมีลักษณะที่ฉ่ำน้ำ [2]



ภาพที่ 2 แสดงระดับการสุกของลูกแพร์ (Ripeseense) [2]

Freshness indicators บอกความสดของอาหาร ดังแสดงในภาพที่ 3 โดยหากผลิตภัณฑ์ยังมีความสดอยู่แถบสีจะยังคงมีสีแดงอยู่ แต่ถ้าหากไม่สดแถบสีก็จะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีดำ โดยเมื่อเป็นสีดำแล้วก็ไม่ควรบริโภค



ภาพที่ 3 แสดงตัวบ่งบอกความสดของอาหาร (Freshness Indicators) [2]

บางชนิดก็บอกความสดโดยใช้การเปลี่ยนแปลงของบาร์โค้ด หากบาร์โค้ดเปลี่ยนสีไปจนไม่สามารถอ่านได้แสดงว่าผลิตภัณฑ์ไม่สดแล้ว ดังแสดงในภาพที่ 4



ภาพที่ 4 แสดง Barcode Freshness Indicators [2]

Inkjet printed oxygen indicators แสดงให้เห็นว่าหากสภาพบรรยากาศที่บรรจุอยู่ภายในบรรจุภัณฑ์มีออกซิเจน หมึกที่พิมพ์อยู่บนบรรจุภัณฑ์ก็จะแสดงให้เห็นตัวอักษรที่พิมพ์ไว้ขึ้นมา ดังแสดงในภาพที่ 5 เมื่อบรรจุภัณฑ์ถูกเปิดทำให้ออกซิเจนเข้าไป หมึกที่พิมพ์ไว้ว่า opened หรือถูกเปิดแล้ว ก็จะปรากฏขึ้น



ภาพที่ 5 แสดง Inkjet printed oxygen indicators [2]

2.2 ความรู้เกี่ยวกับสีธรรมชาติ [3]

สีธรรมชาติ หมายถึง สารจากวัสดุธรรมชาติที่สามารถละลายน้ำได้และสามารถให้สีกับเส้นใยได้ ซึ่งอาจอยู่ในรูป ที่มีสีหรือไม่มีก็ได้ ส่วนใหญ่เป็นสีที่ได้จากสกัดจากพืช เปลือกไม้ ใบไม้ ลูกไม้และรากไม้ มีกรรมวิธีเพื่อที่จะทำให้เกิดเป็นสีต่างๆได้สวยงาม แปลกตา ต่างจากสีสังเคราะห์ ส่วนผสมของสีย้อม ขั้นตอนการย้อม และการประเมินในกระบวนการย้อมสีจะเป็นตัวกำหนดความคงทนและคุณภาพของสีที่ได้รับ การย้อมสีแต่ละสีจะมีกรรมวิธี ส่วนผสมหรือ

เทคนิคที่แตกต่างกันออกไป เส้นหนึ่งของสีธรรมชาติอยู่ที่บางสีที่ย้อมออกมามีลักษณะเฉพาะที่ยากจะย้อมซ้ำให้เหมือนเดิมได้อีก หรือยากที่จะใช้สีเคมีย้อมให้เหมือน ซึ่งผู้สนใจในการย้อมสีธรรมชาติจะต้องแสวงหาความรู้เหล่านั้นจากการศึกษาและทดลองปฏิบัติด้วยตนเอง

สีธรรมชาติสามารถละลายน้ำได้ และมีคุณสมบัติพิเศษที่ติดเส้นใยได้ด้วยตนเอง (Substantivity) โดยไม่ต้องใช้สารอื่นช่วยในการย้อม เพียงแต่นำสีมาผสมน้ำก็สามารถย้อมได้ ซึ่งมีลักษณะคล้ายสีสังเคราะห์ชนิดหนึ่ง คือสีไคเร็กท์ (Direct dye) เป็นสีที่ติดง่ายและหลุดง่าย เช่นเดียวกัน มีความคงทนของสีผ้าดำ ไม่สดใส

สีธรรมชาติเริ่มย้อมที่อุณหภูมิห้องและติดสีได้ดีที่อุณหภูมิสูงประมาณ 80 -100 องศาเซลเซียส ระหว่างการย้อมต้องหมั่นคนเพราะสีธรรมชาติตกตะกอนง่าย เป็นสาเหตุให้การย้อมเส้นใยค้าง แต่สีธรรมชาติจะมีคุณสมบัติพิเศษอีกอย่างหนึ่ง คือ สามารถกระจายตัวได้ดี ดังนั้น ถ้าเกิดปัญหาค้างหรือย้อมได้ไม่สม่ำเสมอ เมื่อครบกำหนดเวลาย้อม สามารถแก้ไขได้โดยวิธีเติมน้ำย้อมเดิม ย้อมจนกว่าจะหายค้าง

2.2.1 คุณค่าของสีธรรมชาติ

โดยทั่วไปคุณค่าประโยชน์ในการย้อมสีธรรมชาติที่สำคัญ คือความปลอดภัยต่อผู้ผลิตและผู้บริโภค เพราะสีธรรมชาติไม่มีองค์ประกอบทางเคมีที่เป็นอันตรายต่อสุขภาพ ไม่มีไอระเหย กระแทกตา ผิวหนังให้ระคายเคืองหรืออักเสบ นอกจากนั้นสีธรรมชาติบางชนิดยังเป็นยาสมุนไพรที่เป็นประโยชน์ต่อร่างกาย ได้แก่ มะเกลือ สะเดา สมอ ฝาง และลิ้นฟ้า เป็นต้น นอกจากนี้ยังประหยัดการใช้สีจากต่างประเทศ ช่วยลดการขาดดุลการค้าของประเทศ ซึ่งสามารถใช้วัตถุดิบในท้องถิ่น เช่น เปลือกไม้ต่างๆ เพื่อสร้างความตระหนักในการอนุรักษ์ต้นไม้และสิ่งแวดล้อม กล่าวคือ ทั้งผู้ผลิตและผู้บริโภค จะเห็นคุณค่าของต้นไม้เพิ่มมากขึ้น เพราะต้นไม้ที่นอกจากสามารถนำมาทำเป็นอาหาร ยารักษาโรค ที่อยู่อาศัย และเชื้อเพลิงแล้ว ต้นไม้ยังสามารถนำมาย้อมสีได้อีกด้วย เมื่อผู้ผลิตและผู้บริโภคตระหนักถึงคุณค่าของต้นไม้เพิ่มมากขึ้นก็จะไม่ทำลายโดยง่ายขาย แต่จะช่วยกันดูแลรักษาและปลูกเพิ่มเติม อีกทั้งยังฟื้นฟูและอนุรักษ์องค์ความรู้อันเป็นมรดกประชาคมโลกมิให้สูญหาย

2.2.2 ข้อจำกัดของสีธรรมชาติ

การย้อมสีธรรมชาตินี้ก็ยังมียข้อจำกัดที่ผู้ผลิตยังต้องคำนึงถึงอยู่ เช่น

1. วัตถุดิบในการย้อมสีธรรมชาตินั้น นับวันจะมีจำนวนน้อยลง ยิ่งถ้าผู้ผลิตไม่ปลูกทดแทนก็จะหมดไปในที่สุด และถึงแม้จะมีการปลูกทดแทนก็จำเป็นต้องใช้เวลาช่วงหนึ่งไม่ต่ำกว่า 4 - 5 ปี ดังนั้นการจัดหาวัตถุดิบจำนวนมากๆมาใช้ในการย้อมสีธรรมชาติจึงทำได้ยาก

2. คุณภาพของสี เช่น ค่าความความคงทนของสีต่อแสง ความคงทนต่อการซัก หรือการซักดุนั้นอยู่ระหว่างขั้นต่ำถึงดี แต่ไม่ใช่ขั้นดีมากอย่างที่เคยกล่าวมาแล้วว่าต้นไม้ทุกชนิดให้สีได้ แต่สีจะคงทนแค่ไหนผู้ผลิตจะต้องตรวจสอบให้แน่ชัดว่าสีย้อมนั้นมีคุณภาพอยู่ที่ระดับใด ถ้าปรับปรุงให้มีมาตรฐานสูงขึ้นจะต้องทำอย่างไร

3. การย้อมซ้ำให้ได้สีเหมือนเดิมของสีธรรมชาติบางครั้งกระทำได้ยาก เพราะวัตถุดิบที่นำมาใช้ย้อมนั้นสามารถควบคุมได้ยาก คุณภาพของวัตถุดิบขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง เช่น ต้นไม้ต้นเดียวกันในฤดูร้อนและฤดูฝนจะให้สีที่แตกต่างกัน หรือต้นไม้ชนิดเดียวกันแต่อายุต่างกันก็ให้สีที่ต่างกันไปด้วย หรือต้นไม้ประเภทเดียวกัน อายุใกล้เคียงกันขึ้นอยู่คนละพื้นที่ก็อาจให้สีต่างกัน เป็นต้น ปัจจัยต่างๆเหล่านี้ จะมีผลอย่างมากต่อการย้อมซ้ำให้ได้สีเหมือนเดิมของสีธรรมชาติ

4. วัตถุดิบในการย้อมสีบางสีหายาก หรือเทคนิคการย้อมบางสีนั้นยาก เช่น สีดำจากมะเกลือ ฝรน้ำเงินจากต้นคราม และสีแดงจากครั่ง ผู้ผลิตต้องมีความรู้ และความชำนาญเฉพาะสีนั้นๆ ซึ่งผู้ผลิตทั่วไปไม่สามารถกระทำได้ ในกรณีเช่นนี้ผู้ผลิตบางรายก็จะหันไปใช้สีเคมีที่ให้ผลกระทบบกกับสิ่งแวดล้อมน้อย (Low impact chemical dyes) ซึ่งปัจจุบันได้มีการผลิตและจำหน่ายกันแพร่หลายมากขึ้น สีเคมีดังกล่าวไม่มีสาร Azo เป็นสารที่ก่อให้เกิดมะเร็ง จึงเป็นสีเคมีที่ปลอดภัย แต่การใช้สีเคมีที่ให้ผลกระทบน้อยนี้จะต้องมีการบำบัดน้ำเสียอย่างถูกวิธีด้วยเช่นกัน

2.2.3 ความรู้เกี่ยวกับการย้อมด้วยสีธรรมชาติ

2.2.3.1 การย้อมแบบใช้สารมอร์แดนต์

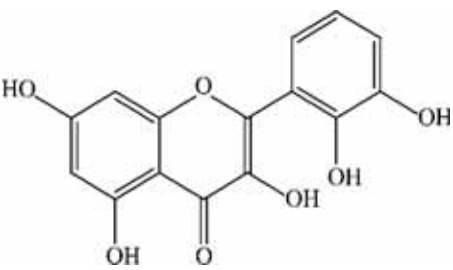
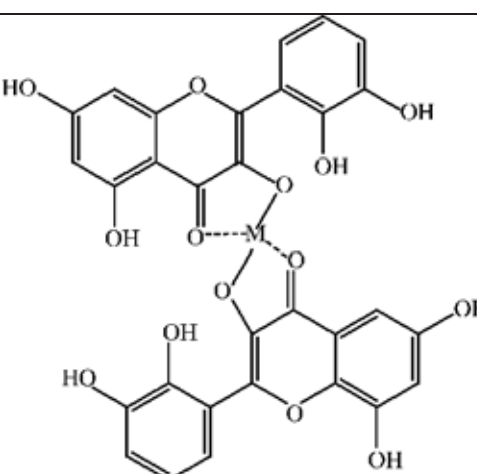
สีย้อมที่ได้จากธรรมชาติส่วนมากไม่สามารถย้อมติดวัสดุได้คงทนด้วยตัวเอง เพราะตัวสีเองไม่มีพันธะติดต่อกับวัสดุต่างๆ จึงจำเป็นต้องใช้สารมอร์แดนต์ (Mordant) หรือสารช่วยยึดส่วนใหญ่เป็นโลหะที่มีประจุบวกและมักเป็นส่วนประกอบของเกลือโลหะ ซึ่งสามารถรวมกับโมเลกุลของสีเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับสี (metal dye complexes) ทำให้สีสามารถถูกผนึกอยู่ในเส้นใยได้ดีขึ้น ทำให้โมเลกุลของสีมีขนาดใหญ่ขึ้น และเปลี่ยนรูปของโมเลกุลของสีย้อมให้อยู่ในรูปที่ไม่ละลายน้ำ สีจะไม่ตกหรือซีดจาง ทำให้มีความคงทนมากขึ้น บางครั้งสารมอร์แดนต์จะให้สีด้วย ซึ่งสามารถใช้ได้ทั้งช่วงก่อนการย้อมสี (The chrome mordant method) พร้อมกับการย้อมสี

(The metachrome method) และหลังการย้อมสี (The afterchrome method) ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้มากที่สุด สารมอร์แดนท์จะทำปฏิกิริยากับสีย้อมผ่านพันธะโคเวเลนต์หรือพันธะโคออร์ดิเนต เกิดเป็น สารประกอบเชิงซ้อน ซึ่งมีชื่อเรียกเฉพาะว่า สารประกอบเชิงซ้อนประเภทวงแหวน (Chelate) ดังแสดงในตารางที่ 1 สารมอร์แดนท์ที่นิยมใช้มากได้แก่ จูนิลี สนิมเหล็ก สารส้ม และ ตะกั่ว เป็นต้น

สารมอร์แดนท์ที่ใช้ในกระบวนการย้อมไม่ควรมีผลกระทบต่อคุณสมบัติทางกายภาพของวัสดุ ปริมาณที่ใช้ไม่ควรมากหรือน้อยเกินไประยะเวลาในการย้อมสารมอร์แดนท์ต้องพอเหมาะ ถ้าการย้อมไม่สมบูรณ์จะส่งผลให้สีที่ย้อมได้ไม่เสมอและสูญเสียความสดใสและความคงทนของสีนอกจากจะช่วยให้สีคงทนต่อการซักได้ดีขึ้น ประโยชน์ที่ได้จากการใช้สารมอร์แดนท์อีกประการหนึ่งก็คือจะได้สีแตกต่างกันจากการใช้สารมอร์แดนท์ต่างชนิดกัน ดังนี้

1. การใช้อลูมิเนียมจะได้สีที่มีความสดใสมากที่สุด และมีความคงทนต่อการซักที่ดีมากที่สุด
2. การใช้เหล็กจะได้สีที่ไม่สดใส แต่มีความคงทนต่อแสงและการซักดี
3. การใช้ทองแดงจะได้สีที่เจือสีเขียว ความคงทนของสีต่อแสงไม่ค่อยดี
4. การใช้โครเมียมจะให้สีเข้มที่มีความคงทนต่อการซักที่ดีที่สุด มีความสดใสและมีความคงทนต่อแสงดี
5. การใช้ดีบุกจะได้สีที่สดใส มีความคงทนต่อแสงและการซักดี

ตารางที่ 1 แสดงลักษณะการเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับสีของโลหะมอร์แดนท์ [3]

Dye	Metal dye complex (Chelate)
	

2.2.3.2 การย้อมสีให้ติดดีและสม่ำเสมอ

ผู้ย้อมจะต้องมีความรู้ทั่วไปในการย้อมสีนั้นๆ เช่น ปริมาณของสี อัตราส่วนของน้ำต่อสิ่งที่จะนำมาย้อม อุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการย้อม ขั้นตอนในการย้อมหรือสารที่ช่วยให้สีมีความคงทน รวมทั้งการปฏิบัติในขณะที่ทำการย้อม เช่น การกวนและการควบคุมสภาวะต่างๆ

2.2.3.3 ความคงทนของสี

เป็นสมบัติที่สำคัญของผลิตภัณฑ์ผลิตภัณฑ์ที่ดีมีการย้อมสีที่ได้มาตรฐานจะต้องมีความคงทนต่อการซักล้าง ความคงทนต่อการซักล้าง และความคงทนต่อแสงแดดในระดับมาตรฐาน

2.2.3.4 ความสามารถในการย้อมซ้ำให้เหมือนเดิม

การย้อมสีธรรมชาติให้ได้สีเหมือนเดิม ผู้ผลิตจะต้องทำการบันทึกข้อมูลในการย้อมสี เช่น ปริมาณของสี อัตราส่วนของวัตถุดิบ กรรมวิธีในการย้อมและชนิดของวัตถุดิบที่จะนำมาย้อม ซึ่งโดยทั่วไปต้นไม้แต่ละชนิดจะมีแปรไปตามฤดูกาล อายุของต้นไม้หรือแม้กระทั่งพื้นที่ที่ต้นไม้เจริญเติบโต ดังนั้นผู้ย้อมจึงจำเป็นต้องบันทึกข้อมูลต่างๆเหล่านี้เอาไว้ เพื่อให้การย้อมซ้ำมีผลลัพธ์ที่เหมือนเดิมหรือใกล้เคียงสีเดิมให้มากที่สุด

2.2.3.5 ความเป็นมิตรกับธรรมชาติและสิ่งแวดล้อม

การย้อมสีธรรมชาติเป็นการใช้ประโยชน์จากธรรมชาติโดยตรง ผู้ผลิตจึงจำเป็นต้องเรียนรู้และพัฒนาการย้อมที่เป็นมิตรกับธรรมชาติและการใช้ต้นไม้อย่างยั่งยืน กล่าวคือ ต้องมีการประหยัดพลังงาน มีกรรมวิธีในการบำบัดน้ำเสียอย่างถูกวิธี รวมทั้งการใช้วัตถุดิบอย่างไรให้ประหยัดและเกิดประโยชน์สูงสุด

2.2.3.6 การย้อมสีธรรมชาติอย่างยั่งยืน

เพื่อให้การย้อมสีธรรมชาติเป็นการย้อมสีที่สามารถอยู่ร่วมกับธรรมชาติได้อย่างเกื้อกูลกัน ไม่ทำลายแต่สามารถดูแลรักษาธรรมชาติและสิ่งแวดล้อมให้อยู่ต่อไปได้อย่างยั่งยืน ผู้ย้อมจะต้องรู้จักการย้อมสีธรรมชาติอย่างยั่งยืน อันมีแนวทางในการปฏิบัติดังนี้คือ การเลือกใช้วัตถุดิบ

ถึงแม้ว่าวัตถุดิบจากธรรมชาติที่นำมาใช้ในการย้อมจะมาจากสัตว์ เช่น ครั่ง มาจากแร่ธาตุ เช่น ดิน ออกไซด์ของเหล็ก เปลือกของตะกั่วหรือทองแดง และมาจากพืช แต่ที่นิยมใช้กันอย่างมากแพร่หลายและหาง่ายคือ วัตถุดิบจากพืช

โดยทั่วไปในธรรมชาติ ต้นไม้ทุกชนิดสามารถให้สีได้ แต่สีจากต้นไม้เหล่านั้นมีเพียงบางชนิดเท่านั้นที่เป็นสีที่มีความคงทนไม่ซีดจางหรือตกง่าย ตัวอย่างเช่น สีขมิ้น เมื่อแรกย้อมจะให้สีเหลืองสวยงาม แต่หลังจากนั้นเพียงไม่กี่วันสีก็จะซีดจางลง ขมิ้นจึงไม่เหมาะที่จะนำมาเป็นวัตถุดิบในการย้อมสี นอกเสียจากต้องคิดกรรมวิธีในการย้อมที่จะทำให้สีติดทนจึงสามารถนำมา

เป็นวัตถุดิบในการย้อมได้ ผู้ผลิตจึงจำเป็นต้องทดลองให้ทราบแน่ชัดว่า ต้นไม้ชนิดไหนที่ให้สีที่ดี ไม่ซีด ไม่ตก

นอกจากนั้นการเลือกใช้ส่วนต่างๆของต้นไม้ เช่น เปลือกไม้ ใบไม้ ดอกไม้ ผลไม้ รากไม้ และ แก่นไม้ ผู้ผลิตจะต้องเลือกใช้อย่างฉลาด กล่าวคือ ต้องคำนึงถึงว่าจะไม่ทำให้ต้นไม้ตาย กลายเป็นการทำลายสิ่งแวดล้อม ในขณะที่วัตถุดิบนั้นจะต้องมีปริมาณมากพอที่จะย้อมซ้ำได้

จากเหตุผลดังกล่าวข้างต้น ผู้ผลิตจึงไม่ควรใช้ดอกไม้เพราะจะมีปริมาณไม่เพียงพอในการย้อมและไม่ควรใช้รากไม้และแก่นไม้เพราะจะเสี่ยงต่อการทำให้ต้นไม้ตาย ในกรณีของการใช้แก่นไม้นั้น ผู้ย้อมควรจะใช้ส่วนของกิ่งไม้ที่มีอายุ 5 ปี แทนการใช้แก่นไม้จากลำต้น โดยทั่วไปผู้ย้อมจะนิยมใช้เปลือกไม้และใบไม้แทนแก่นไม้ เพราะเปลือกไม้และใบไม้สามารถงอกใหม่ได้ การใช้ใบไม้จะเป็นการรักษาต้นไม้ได้ดีที่สุด กล่าวคือ ถ้าใบไม้ชนิดใดชนิดหนึ่งสามารถให้สีเหมือนเปลือกได้ ผู้ย้อมควรใช้ใบไม้แทนเปลือกไม้

จากที่กล่าวมาแล้วว่าผู้ย้อมจะต้องเลือกใช้วัตถุดิบอย่างฉลาด เช่น ใช้ใบไม้แทนรากไม้ แก่นไม้ และ เปลือกไม้ ในกรณีที่มีความจำเป็นต้องใช้เปลือกไม้ รากไม้ แก่นไม้ ผู้ย้อมจะต้องรู้จักการนำวัตถุดิบเหล่านั้นมาใช้โดยไม่ทำให้ต้นไม้ตาย แต่ต้นไม้เหล่านั้นสามารถสร้างส่วนที่นำไปใช้แทนขึ้นมาใหม่ได้ ตัวอย่างคือ

- การใช้เปลือกไม้ หากเปลือกไม้โดยไม่ให้ถึงแก่นไม้ ถ้าบางส่วนของลำต้น ไม่ใช้ หากเปลือกไม้จมนรอบลำต้น ใช้ดินเหนียวชุบน้ำประยอกตาก เพื่อให้ต้นไม้ฟื้นตัวเร็วขึ้น
- การใช้ใบไม้ ต้อง ไม่เก็บใบไม้จนหมดต้น แต่เก็บเพียงบางส่วนเท่านั้น
- การใช้รากไม้ ควรจะนำรากไม้มาใช้เพียงบางส่วนเท่านั้น ไม่ควรตัดรากทั้งหมดของต้นไม้
- การใช้แก่นไม้ ควรใช้กิ่งไม้ที่มีอายุตั้งแต่ 5 ปีขึ้นไป แทนแก่นไม้จากลำต้น

2.2.4 ความรู้เกี่ยวกับสีธรรมชาติที่ใช้ในงานวิจัย [4]

ฝาง (ฝางเสน, ฝางส้ม, ง้าย, หนามโค้ว, ขาวง, โขบัก) หรือ Sappan Tree มีชื่อวิทยาศาสตร์ว่า *Caesalpinia sappan* Linn. จัดเป็นพืชในวงศ์ Leguminosae ส่วนที่ใช้เป็นยาคือ เนื้อไม้และแก่น

2.2.4.1 ลักษณะทั่วไป

ฝางเป็นไม้ต้นขนาดเล็กหรือไม้พุ่มรอเลื้อย สูง 8-10 เมตร มีหนามแข็งๆ ทัวทั้งลำต้น ผลัดใบแต่ผลิใบไว จะแตกกิ่งแขนงชิดพื้นดิน เลื้อยพาดเกาะไม้อื่นไปได้ถึง 10 เมตร เปลือก

นอก สีเทาออกเหลือง มีปมใหญ่ขนาดปลายนิ้วชี้ทั่วทั้งเถา ส่วนปลายกิ่งจะมีหนามแหลมสีดำ ถ้าปมหนามหลุดจะเป็นรอยแผลเป็น ใบเป็นใบประกอบแบบขนนก 2 ชั้น เรียงสลับกัน ช่อใบยาว 15-45 เซนติเมตร มีช่อใบย่อย 8-16 คู่ แต่ละช่อย่อยมีใบย่อย 7-18 คู่ ใบย่อยขนาดเล็ก 6-10 × 10-20 มิลลิเมตร ปลายมน โคนเบี้ยว ผิวใบเกลี้ยงทั้งสองด้าน ดอก เป็นช่อกระจุก ออกใกล้กับบริเวณปลายกิ่ง ก้านดอกยาว 15-20 มิลลิเมตร แต่ละช่อมีหลายสิบดอก กลีบเลี้ยงและกลีบดอกมีอย่างละ 5 กลีบ ผล เป็นฝักเมื่อแห้งจะแข็งและแตก้าออก ฝักแก่สีน้ำตาลแก่เป็นจุดๆ ขนาดฝัก 1.5-2.5 × 6-12 เซนติเมตร รูปรี ปลายฝักมีจะงอยแหลม ภายในมี 2-4 เมล็ด



ภาพที่ 6 แสดงต้นฝางและแก่นฝาง [4]

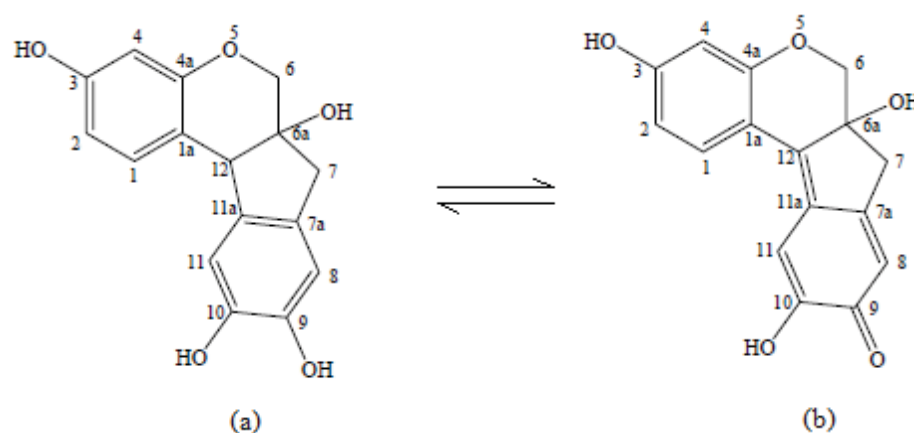
2.2.4.2 การกระจายพันธุ์ตามธรรมชาติ

พบทั่วไปในป่าเบญจพรรณ ป่าเต็งรัง ป่าเขาหินปูนแห้งแล้ง และตามชายป่าดงดิบทั่วประเทศไทย ในต่างประเทศ พบที่อเมริกาใต้ ป्लูกกันอย่างกว้างขวางตลอดเขตร้อน อินเดีย ศรีลังกา พม่า กัมพูชา ลาว เวียดนาม จีนตอนใต้

2.2.4.3 การใช้ประโยชน์

แก่นฝาง (Sappan wood) มีสารสีชมพูส้มถึงแดง (ขึ้นกับปริมาณ) ชื่อ Brazilin แก่น ฝาง มีรสขื่นขม ฝาด ใช้ต้มน้ำกินเป็นยาบำรุงโลหิตสตรี แก้ปวดฟกการ ขับหนอง ขับเสมหะ ทำโลหิตให้เย็น แก้โรคหิด แพทย์ชนบทใช้ต้มน้ำกินแก้อาการท้องร่วง ธาตุพิการ ร้อนใน แก้โลหิตออกทางทวารหนักและทวารเบา เนื้อไม้ใช้แก้ท้องเสีย แก้บิด ทำให้ประจำเดือนมาเป็นปกติ แก้ไข้ รักษาโรคทั่วไป นอกจากนี้ส่วนเปลือก ลำต้นและเนื้อไม้สามารถให้สีมารับประทานรักษาวัณโรค ท้องเสียและอาการอักเสบในลำไส้ เป็นยาฝาดสมานและรักษาแผล จากข้อมูลรายงานการทดลองต่างๆ ที่มีอยู่ไม่พบข้อมูลการยับยั้งเชื้อ MRSA ของฝาง ทราบแต่เพียงว่าสาร Brazilin ในแก่นฝางที่กล่าวถึงข้างต้น

นั้น เมื่อผ่านการต้ม สาร Brazilin จะเปลี่ยนเป็นสาร Brazilein ซึ่งมีสีแดงดังภาพที่ 7 สมัยก่อนใช้ในการย้อมผ้า แต่งสีขนมและทำน้ำยาอุทัย คุณสมบัติทางยาของเนื้อไม้และเปลือกไม้ฝางเกิดจากกลุ่มของสาร phenol ที่มีชื่อเรียกว่า homoisoflavonoids ลำต้นและใบมีสาร alkaloid และ phytosterol อยู่ในปริมาณมาก เนื้อไม้และแก่นไม้ฝางเป็นสินค้าส่งออกที่สำคัญของประเทศไทยในสมัยโบราณ ซึ่งประเทศญี่ปุ่นได้ให้ความสนใจไม้ให้สีต้นนี้มากเป็นพิเศษ เป็นต้นไม้ที่เหมาะสมอย่างยิ่งในการพัฒนาอุตสาหกรรมสีย้อมธรรมชาติ



ภาพที่ 7 แสดงโครงสร้างทางเคมีของ (a) brazilin และ (b) brazilein [5]

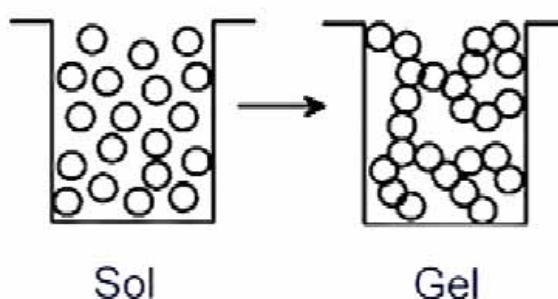
ปัจจุบันมีรายงานการทดลองของสารทั้ง Brazilin และ Brazilein ดังนี้

- แก้อักเสบ: สาร Brazilin ที่สกัดได้จากแก่นฝางมีฤทธิ์ระงับการอักเสบได้ดี การที่ฝางเสนมีสารระงับการอักเสบนี้อยู่จึงทำให้มีผลระงับอาการหอบหืดได้ด้วย
- ระงับเชื้อโรค: การนำพืชที่มีสาร Brazilin (รวมทั้งฝางเสน) มาแช่ในแอลกอฮอล์จะทำให้ได้น้ำยาสกัดแอลกอฮอล์ที่มีสาร Brazilin ละลายอยู่ น้ำยานี้สามารถยับยั้งเชื้อแบคทีเรียที่ทำให้เกิดไข้สูง โรคท้องร่วงระบาด เชื้อ Staphylococcus ได้ นอกจากนี้ในแก่นฝางยังพบว่ามีสารอีกชนิดหนึ่งที่ระงับเชื้อโรคได้เช่นกันคือสาร Sappanin
- แก้ก้องเสีย: แก่นและเปลือกฝางเสนมีสาร Tannin อยู่มากโดยเฉพาะส่วนเปลือกฝางจึงใช้ต้มกินแก้ท้องเสียหรือบดอย่างอ่อนได้
- ป้องกันหืด: สาร Brazilein สามารถยับยั้งไม่ให้ร่างกายสร้างสาร Histamine ได้จึงน่าจะช่วยป้องกันโรคหืดได้

ฤทธิ์ ทางเภสัชวิทยาของฝางนอกจากด้านเชื้อแบคทีเรียแล้ว ยังสามารถต้านเชื้อรา ไวรัส ยีสต์ ลดการอักเสบ ขับยั้งเนื้องอก กระตุ้นภูมิคุ้มกันและยับยั้งการแพ้ได้ด้วย

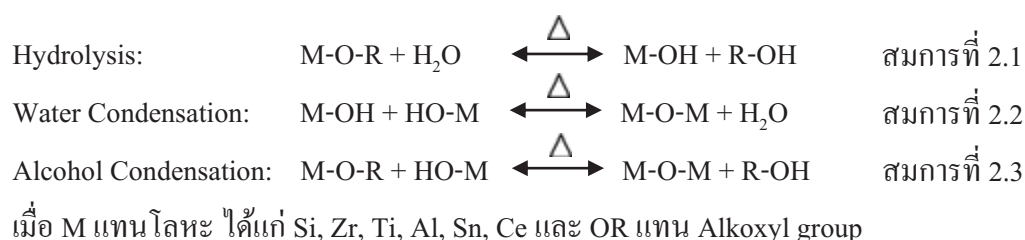
2.3 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับ Sol-gel Chemistry [6]

กระบวนการผลิตโดยวิธี sol-gel เป็นกระบวนการผลิตที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิกและแก้ว โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการ sol-gel เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า sol ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1.0 ไมโครเมตร เป็นของแข็งที่เรียกว่า gel



ภาพที่ 8 แสดงการเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล [6]

ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการ sol-gel มี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis, Water condensation และ Alcohol condensation ดังสมการ มีปัจจัยที่สำคัญที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา คือ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำและโลหะ และ อุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ในสถานะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและโครงสร้างที่ต่างกัน

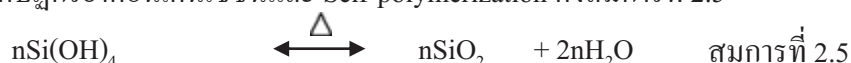


ขั้นตอนแรกของการทำโซลเจลคือ การผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซลเจล เป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น Metal Alkoxide เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมสูง เนื่องจากทำปฏิกิริยากับ

น้ำได้ดี เช่น Tetramethoxysilane (TMOS) และ Tetraethoxysilane (TEOS) ส่วน alkoxide ชนิดอื่น เช่น Aluminate, Titanate และ Borate มีใช้กันอย่างแพร่หลายโดยมักจะใช้ร่วมกับ TEOS เช่น Si(OR)_4 ซึ่ง R คือ CH_3 (TMOS), C_2H_5 (TEOS) หรือ C_3H_7 จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส กับน้ำดัง สมการที่ 2.4

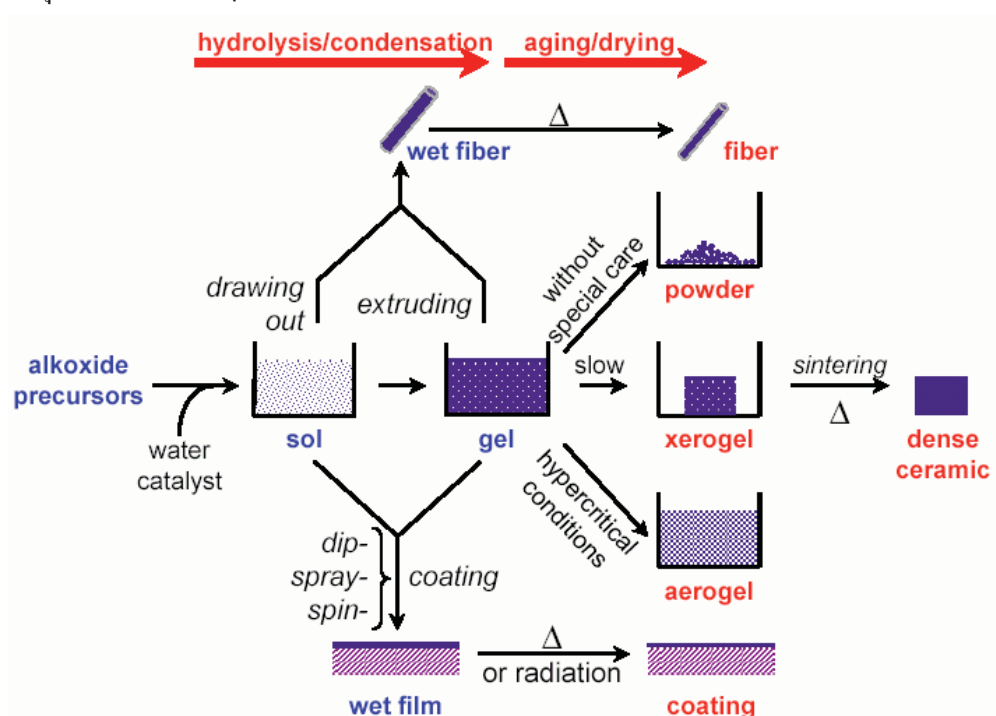


ในขณะเดียวกันก็จะเกิดปฏิกิริยาcondensation และ Self-polymerization ดังสมการที่ 2.5



อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ว่าเมื่อเกิดผลิตภัณฑ์ที่ต้องการแล้ว (SiO_2) โดยสมบูรณ์ ปริมาณ น้ำที่ใช้ในสารละลายไม่ควรมีมากเกินไป การใช้น้ำในสารละลายมากเกินไป จะทำให้เกิดการ ย้อนกลับของสมการ ทำให้ผลิตภัณฑ์ส่วนใหญ่ไม่เกิดการ condensation และกลายเป็น Si(OH)_4

ในกระบวนการผลิตทั้งจากสถานะที่เป็นโซลและเจล เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้ง จะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น fiber, aerogel, xerogel, powder และ coating film เป็นวัตถุดิบ สำหรับอุตสาหกรรมอื่นๆต่อไป



ภาพที่ 9 แสดงกระบวนการโซลเจล [6]

การนำเทคโนโลยีโซลเจล (Sol-Gel Technology) มาใช้ประโยชน์สามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น พงละเอียด ฟิล์มบาง เส้นใย และ วัสดุก้อน ซึ่งเป็นสารตั้งต้นสำหรับการผลิต

ผลิตภัณฑ์ต่างๆต่อไป เช่น แก้วซิลิกา สารเคลือบป้องกันการสึกกร่อน การสะท้อนแสง และการเกาะติดผิวของน้ำ เป็นต้น เทคโนโลยีโซลเจลจะเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการผลิตสารหรือวัสดุที่มีสมบัติเฉพาะตัวหรือต้องการความบริสุทธิ์สูง ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการโซลเจลจะมีความบริสุทธิ์สูงเนื่องจากการเตรียมสารหรือวัสดุในระดับโมเลกุลทำให้สามารถกำหนดสมบัติต่างๆที่ต้องการได้ง่าย นับเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเคมี เทคโนโลยีพลังงาน อุตสาหกรรมรถยนต์ และ อุตสาหกรรมเซรามิก เป็นต้น การนำเทคโนโลยีโซลเจลมาใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรม ยังต้องศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมและลักษณะหรือสมบัติของสารหรือวัสดุที่ต้องการ ซึ่งมีความแตกต่างกันในแต่ละผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตามแนวโน้มการนำเทคโนโลยีดังกล่าวมาใช้ประโยชน์ในเชิงพาณิชย์มีความเป็นไปได้สูง เนื่องจากกระบวนการโซลเจลเป็นเทคโนโลยีการผลิตที่ทำได้ที่อุณหภูมิห้อง สามารถทำได้ตั้งแต่ระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรม



ภาพที่ 10 แสดงตัวอย่างผลิตภัณฑ์แก้วจากกระบวนการโซลเจล [6]

Minati Chatterjee และ Milan Kanti Naskar [7] ได้ทำการสังเคราะห์ lithium aluminium silicate จากแหล่งของ silica ที่ต่างกันโดยวิธี sol-gel การทดลองแบ่งเป็น 2 ขั้นตอนเริ่มจากการเตรียม bi-component sol ของ Lithia-alumina โดยใช้สารละลาย aluminium nitrate กับสารละลายแอมโมเนียแล้วจึงเตรียมเป็น tri-component sol โดยการเติมสารละลาย lithium nitrate ขั้นตอนที่สองจึงทำการเติม silica จากแหล่งที่ต่างกันได้แก่ TEOS, Fumed silica, rice husk ash แล้วจึงให้ความร้อนที่ 80 องศาเซลเซียส ภายใต้การกวนอย่างต่อเนื่องจนได้เป็นผงเจลขึ้นมา พบว่าสังเคราะห์ lithium aluminium silicate จากแหล่งของ silica ที่ต่างกันจะมีเอกลักษณ์ที่ต่างกัน ยกเว้นลักษณะทาง morphology ที่ไม่แตกต่างกัน

2.4 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับอนุภาคอะลูมิเนียมซิลิเกต [8]

2.4.1 สมบัติที่สำคัญของอะลูมิเนียมซิลิเกต

อะลูมิเนียมซิลิเกต หรือ ซิลิเกตเคลย์ เป็นคอลลอยด์ที่มีอยู่ในดินมากที่สุดในโครงสร้างของแร่ดินเหนียว มีสมบัติที่สำคัญดังต่อไปนี้

อะลูมิเนียมซิลิเกต มีลักษณะเป็นแผ่นบาง ๆ ซ้อนกันอยู่เป็นจำนวนมาก อนุภาคของแร่ดินเหนียวส่วนใหญ่จะมีลักษณะเป็นผลึกบาง ๆ มีรูปร่างเป็นหกเหลี่ยม (hexagonal) ซึ่งสามารถมองเห็นได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (electron microscope) ส่วนแร่ดินเหนียวบางชนิดมีรูปร่างเป็นม้วนก็มี ขนาดของ อะลูมิเนียมซิลิเกต จะอยู่ระหว่าง 0.01 – 5.0 ไมโครเมตร

พื้นที่ผิว (surface area) อะลูมิเนียมซิลิเกต มีขนาดเล็กมาก และเป็นแผ่นแบบและบาง จึงทำมีพื้นที่ผิว มีค่าสูง นอกจากนี้ อะลูมิเนียมซิลิเกตยังมีพื้นที่ผิวภายใน ซึ่งอยู่ตามช่องระหว่างแผ่นผลึกของอะลูมิเนียมซิลิเกตที่ซ้อนทับกันอยู่เป็นอนุภาค ทำให้มีพื้นที่ผิวมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับทรงกลม และลูกบาศก์

ความเหนียว (cohesion) และอ่อนตัว (plasticity) ความเหนียวหมายถึง ความสามารถเกาะยึดกันไว้ระหว่างอนุภาคของดินเหนียวเมื่อดินเหนียวมีความชื้น ที่เหมาะสมจะมีความอ่อนนุ่มสามารถบีบปั้นให้เป็นรูปต่าง ๆ ได้ จะเห็นได้ว่าความเหนียวและความอ่อนตัวจะขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวของดินเหนียว เป็นอย่างมาก ถ้าหากดินเหนียวมีพื้นที่ผิวมาก น้ำก็เกาะยึดอยู่ได้มาก ทำให้อนุภาคของดินเหนียวเกาะติดกันได้ดี และมีความอ่อนตัวจะมีสภาพเหนียวและเกาะติดมือ และการไถพรวนดินทำได้ลำบากตรงข้าม ถ้าดินมีพื้นที่ผิวดินเหนียวน้อยถึงแม้จะมีความชื้นมากก็ไปทำให้ดินเหนียว ไม่สามารถเกาะติดกับดินเหนียวของอนุภาคอื่นได้ดี ทำให้ดินมีสภาพร่วนไม่เหนียว และการไถพรวนดินก็ทำได้ง่าย

การขยายตัว (swelling) และการหดตัว (shrinking) การขยายตัวและการหดตัวขึ้นอยู่กับช่องว่างหรือหีบระหว่างแผ่นผลึกที่ซ้อน ทับ เมื่อน้ำเข้าไปอยู่หีบ (inter layer) มากขึ้นทำให้หีบระหว่างดินเหนียวอ้ามากขึ้นทำให้ดินเหนียวเมื่อเปียกน้ำทำให้เกิดการพองหรือการขยายตัว แต่เมื่อน้ำในหีบของดินเหนียวระเหยออกไปก็จะทำให้หีบของดินเหนียว นั้นยุบตัวลง ทำให้เกิดการหดตัว จะเห็นได้จากดินในท้องนาในหน้าร้อน ดินจะแตกระแหงเนื่องจากการหดตัวของดินเหนียว ส่วนในหน้าฝนเมื่อดินขึ้นการแตก ระแหงจะหายไป เนื่องจากดินเกิดการพองหรือขยายตัว

ประจุลบ (electronegative charge) และ การดูดซับไอออนบวก (adsorption of cation) บริเวณผิวของอนุภาคดินเหนียว จะมีประจุลบอยู่จำนวนมากเมื่อดินเหนียวอยู่ในสภาพแขวนลอยจะมีอนุภาคของน้ำ และแคตไอออน (cation) มาเกาะอยู่ที่ดินเหนียว เต็มไปหมดสภาพเช่นนี้เรียกว่า เคลย์ ไมเซลล์ (clay micelle) ไอออนบวกที่ถูกยึดอยู่ที่ผิวของดินเหนียว จะถูกยึดแบบหลวม ๆ

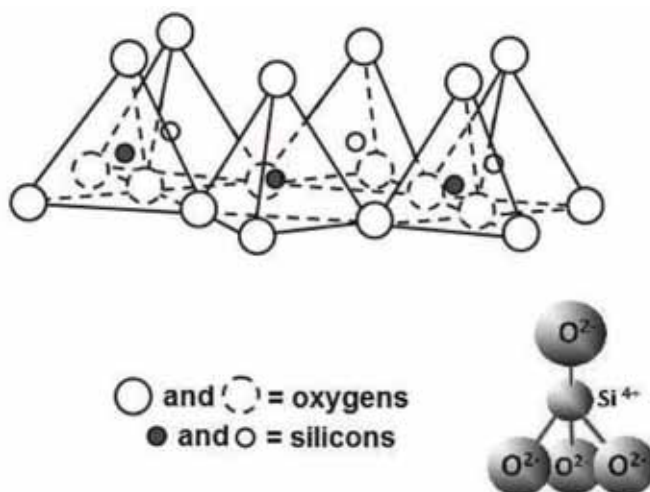
สามารถถูกไล่ที่ได้ด้วยแคตไอออนชนิดอื่น ๆ ได้ ซึ่งเรียกแคตไอออนพวกนี้ว่า แคตไอออนที่แลกเปลี่ยนได้ (exchangeable cation) ดินส่วนใหญ่พบว่ามี แคตไอออน พวก ไฮโดรเจนไอออน โปแตสเซียมไอออน โซเดียมไอออนแมกนีเซียมไอออน และแคลเซียมไอออนเกาะที่ผิวของดินเหนียว

โครงสร้างและชนิดของอลูมิเนียมซิลิเกต นักวิทยาศาสตร์สามารถหาโครงสร้างของอลูมิเนียมซิลิเกตโดยใช้รังสีเอกซ์

2.4.2 โครงสร้างของอลูมิเนียมซิลิเกต

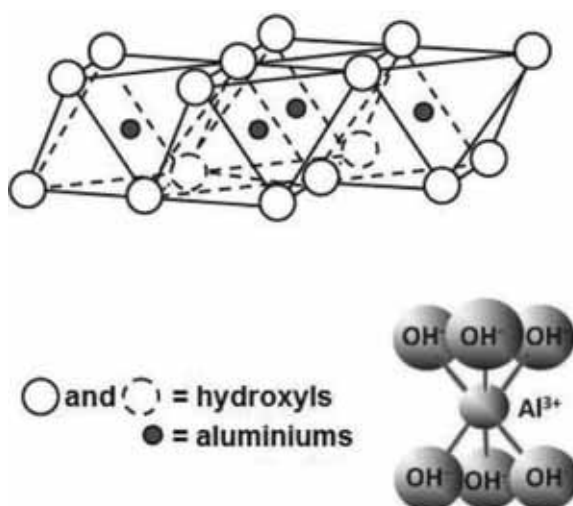
คุณสมบัติที่สำคัญในการกำหนดโครงสร้างของอลูมิเนียมซิลิเกต ได้แก่คุณสมบัติทางกายภาพที่ประกอบด้วย พื้นที่ผิว ความเหนียว ความอ่อนตัว และการขยายตัว รวมทั้งคุณสมบัติทางเคมี ได้แก่ ไอออนลบที่อยู่บริเวณผิวของอลูมิเนียมซิลิเกต ซึ่งจะมีไอออนบวกต่างๆ เช่น ไฮโดรเจนไอออน โซเดียมไอออน และโปแตสเซียม เป็นต้น มาเกาะบริเวณผิวของอลูมิเนียมซิลิเกต เป็นจำนวนมาก

อลูมิเนียมซิลิเกตประกอบด้วยหน่วยของซิลิกาเตตระฮีดรอล (silica tetrahedral unit) ประกอบด้วย ธาตุซิลิกา 1 อะตอม ล้อมรอบด้วยธาตุออกซิเจน 4 อะตอม เกิดเป็นรูปทรงที่มีสี่ด้าน เรียกว่า หน่วยของเตตระฮีดรอล (tetrahedral unit) ทำให้เกิดเป็นแผ่นคล้ายรังผึ้ง คือจะเป็นแผ่นที่มีช่วงรูปหกเหลี่ยมอยู่ทั่วไป เรียกว่า แผ่นของ ซิลิกาเตตระฮีดรอล (silica tetrahedral sheet) หรือเรียกว่า แผ่นซิลิกา (silica sheet) ดังแสดงในภาพที่ 11



ภาพที่ 11 แสดงโครงสร้างของ ซิลิกาเตตระฮีดรอล (silicon tetrahedral) [8]

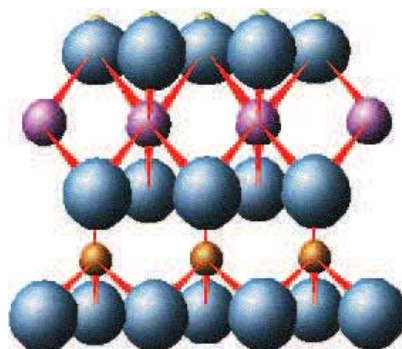
หน่วยของอลูมินาออกตาฮีดรัล (alumina octahedral unit) ประกอบด้วยธาตุอลูมิเนียม 1 อะตอม อยู่ตรงกลางล้อมรอบด้วยออกซิเจน 6 อะตอม ทำให้เกิดเป็นรูปทรงที่มีแปดด้านขึ้นเรียกว่า แผ่นอะลูมินาออกตาฮีดรัล (alumina octahedral sheet) หรือ แผ่นอะลูมินา (alumina sheet) ดังแสดงในภาพที่ 12



ภาพที่ 12 แสดงโครงสร้างของอลูมินาออกตาฮีดรัล [8]

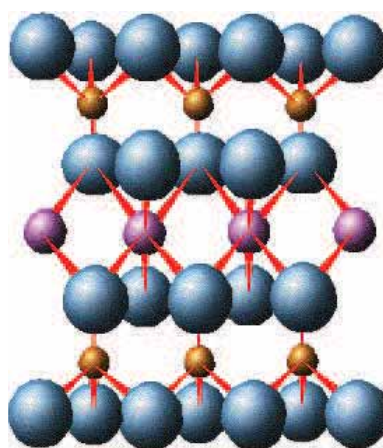
อลูมิเนียมซิลิเกต ทุกชนิดประกอบด้วยหน่วยโครงสร้างดังกล่าวแทบทั้งสิ้น อลูมิเนียมซิลิเกตชนิดต่าง ๆ เกิดขึ้นจากการแตกต่างกันที่กันเรียงซ้อนทับของแผ่นซิลิกาและแผ่นอะลูมินาและการแลกเปลี่ยนการแทนที่ของซิลิกอน (Si) และอลูมิเนียม (Al)

โครงสร้างผลึกของอลูมิเนียมซิลิเกตประกอบด้วยเคโอลิไนต์ (kaolinite) มีสูตรทางเคมี $\text{Si}_4\text{Al}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$ พบอยู่ในดินมากที่สุด มีโครงสร้างประกอบด้วยแผ่นซิลิกา (silica sheet) 1 แผ่น ประกบทับแผ่นของอะลูมินา (alumina sheet) อีก 1 แผ่น โดยมี ซิลิกอน (Si) และอลูมิเนียม (Al) จะรวมเกาะออกซิเจนตัวเดียวกันในด้านที่ประกบเข้าหากัน จึงทำให้แผ่นทั้งสองประสานกันรวมกันเข้าเป็นผลึกของแร่เคโอลิไนต์ดังแสดงในภาพที่ 13



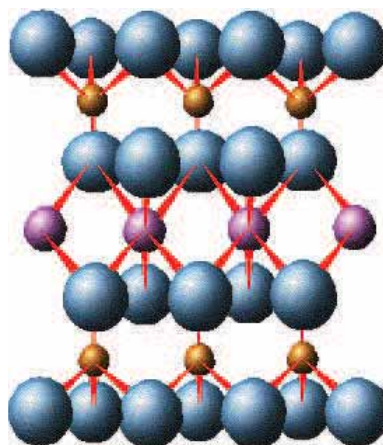
ภาพที่ 13 แสดงแบบจำลองโครงสร้างพื้นฐานของโครงสร้างเคโอลิไนต์ (1:1 ไทป์) [8]

มอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite) มีสูตร $\text{Si}_8\text{Al}_4\text{O}_{20}(\text{OH})_4$ ประกอบด้วยแผ่นซิลิกา (silica sheet) 2 แผ่น และ แผ่นอะลูมินา (alumina sheet) 1 แผ่น นิยมเรียกว่าเป็นพวก 2 : 1 ไทป์เคลย์ โดยมี ซิลิกอน และอะลูมิเนียม อะตอมในแผ่นเหล่านี้ต่างก็เกาะยึดออกซิเจนร่วมกันประกอบกันเป็น ผลึกของ มอนต์มอริลโลไนต์ มีสูตร $\text{K}(\text{SiAl}_4\text{O}_{20}(\text{OH})_6)$ ดังแสดงในภาพที่ 14



ภาพที่ 14 แสดงแบบจำลองพื้นฐาน โครงสร้างมอนต์มอริลโลไนต์ (2:1 ไทป์) [8]

อิลไลต์ (illite) หรือพวกไฮดรอสไมกา (hydrone mica) มีองค์ประกอบของผลึกคล้ายกับ พวกมอนต์มอริลโลไนต์มาก จึงเป็นพวก 2 : 1 ไทป์เคลย์ คุณสมบัติต่าง ๆ ของอิลไลต์จะอยู่ระหว่าง ของมอนต์มอริลโลไนต์ และเคโอลิไนต์ ดังแสดงในภาพที่ 15



ภาพที่ 15 แสดงแบบจำลองโครงสร้างพื้นฐานของอิลไลต์ (2:1 ไทป์) [8]

จากงานวิจัยของ O. Martinez-Zapata และคณะ [9] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตโดยใช้เทคนิคโซลเจลเพื่อใช้ในการเปรียบเทียบการยัดจับสีทั้ง methylene blue และ malachite green โดยใช้ tetraethyl orthosilicate เป็นแหล่งของซิลิกอนและ aluminium tri-sec-butoxide เป็นแหล่งของอลูมิเนียม โดยมี 1,3,5-Trimethylbenzene เป็นตัวทำให้เกิดรูพรุนเพิ่มมากขึ้น จากผลการทดลองพบความแตกต่างที่สำคัญระหว่าง methylene blue และ malachite green ว่าแรงกระทำระหว่าง matrix กับโมเลกุลของสี methylene blue นั้นแข็งแกร่งกว่า malachite green แต่ malachite green จะเกิดการแพร่ได้ดีและรวดเร็วกว่า methylene blue

จากงานวิจัยของ K. Sinko และ R. Mezei [10] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตโดยใช้เทคนิคโซลเจล โดยใช้ tetraethyl orthosilicate เป็นแหล่งของซิลิกอนและใช้ aluminium nitrate เป็นแหล่งของอลูมิเนียมในอัตราส่วนโมลเท่ากับ 1:1 ในระบบที่มี 1-propanol เป็นตัวกลาง เพื่อที่จะศึกษาสภาวะการเกิดเจลที่มีผลต่อการเข้าทำปฏิกิริยาของอลูมิเนียมในร่างแหของเจล จากผลการทดลองพบว่าปริมาณอลูมิเนียมที่ใช้ 0-90% สามารถทำให้เกิดเจลได้ อย่างไรก็ตามเฉพาะปริมาณอลูมิเนียม 0-70% เท่านั้นที่จะทำให้อลูมิเนียมเกิดพันธะกับร่างแหของเจลและปฏิกิริยาจะเกิดได้ดีขึ้นเมื่อลดปริมาณน้ำที่ใช้ทำปฏิกิริยาและเพิ่มอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา

จากงานวิจัยของ Hrvoje Ivankovic และคณะ [11] ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุ mullite โดยใช้เทคนิคโซลเจล โดยใช้ tetraethyl orthosilicate เป็นแหล่งของซิลิกอนโดยใช้แหล่งของอลูมิเนียมที่แตกต่างกัน 4 แหล่งได้แก่ 1.aluminium nitrate 2.aluminium nitrate ที่ปรับค่า pH ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 3.aluminium oxide และ 4.boehmite ในระบบที่มีเอทานอลเป็นตัวกลาง จากผลการทดลองพบว่า grain morphology และ microstructure ของวัสดุ mullite มีความแตกต่างกันเนื่องจาก

แหล่งของออลูมิเนียมที่ต่างกันและตัวอย่างทดสอบที่มี creep rate สูงที่สุดคือตัวอย่างทดสอบที่มี morphology แบบ monomodal และมีขนาดของเกรน $0.6 \mu\text{m}$

2.5 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ [12]

2.5.1 ลักษณะทั่วไป

โพลิไวนิลแอลกอฮอล์ เป็นเทอร์โมพลาสติกที่มีสมบัติพิเศษคือ สามารถย่อยสลายได้โดยวิธีชีวภาพ และติดไฟได้คล้ายกระดาษ นอกจากนี้ยังสามารถละลายในน้ำได้ การใช้งานของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ แบ่งออกเป็น 2 ลักษณะคือ อาศัยคุณสมบัติการละลายในน้ำ เช่น ใช้เป็นตัวช่วยทำให้ระบบบอิลชัน และแขวนลอยต่างๆ ขึ้นขึ้น (คือใช้ เป็น thickening agent) และใช้ทำแผ่นฟิล์มเคลือบกระดาษซึ่งมีความใสเหนียว และทนต่อการขีดข่วน และ นำพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ไปทำปฏิกิริยาเคมีให้ไม่สามารถละลายแล้วจึงนำมาใช้งาน ซึ่งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ไม่ละลายในน้ำนี้สามารถดูดน้ำและความชื้นได้เป็น อย่างดี (ประมาณ ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก) จึงใช้เป็นเส้นใยแทนฝ้ายได้ ผ้าที่ทำด้วยเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์นี้สวมใส่สบาย ซักง่าย ทนทานต่อการสึกหรอ และสามารถคงรูปได้เป็นอย่างดี

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ถูกเตรียมขึ้นมารั้งแรกโดย Hermann และ Haehnel ในปี 1924 โดยการไฮโดรไลซ์พอลิไวนิลอะซิเตตในเอทานอลในระบบที่มีโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ถูกผลิตในเชิงการค้าจากพอลิไวนิลอะซิเตตโดยกระบวนการแบบต่อเนื่อง หมู่อะซิเตตจะถูกไฮโดรไลซ์โดยการแลกเปลี่ยนของเอสเตอร์ด้วยเอทานอลในระบบที่มีแอมโมเนียไฮดรอกไซด์หรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ คุณสมบัติทางกายภาพและการใช้งานที่จำเพาะของมันขึ้นอยู่กับระดับของการเกิดพอลิเมอร์และระดับของการเกิดไฮโดรไลซิส พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ถูกแบ่งออกเป็นสองระดับขั้นมีชื่อว่า Partially hydrolyzed และ Fully hydrolyzed Partially hydrolyzed PVA ถูกใช้งานเกี่ยวกับอาหาร

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ไม่มีกลิ่นและไม่มีรส มีการให้แสงผ่านได้น้อย มีสีขาวหรือครีม ลักษณะเป็นผงเกล็ด มักถูกใช้เป็นฟิล์มกันความชื้นในผลิตภัณฑ์อาหารเสริมแบบเม็ดและสำหรับอาหารหรืออาหารแห้งที่ต้องการหลีกเลี่ยงการดูดความชื้น พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ไม่ใช่ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ใช้เกี่ยวกับอาหารนั้นไม่มีกลิ่นและไม่มีรส, มีการให้แสงผ่านได้น้อย มีสีขาวหรือครีมลักษณะเป็นผงเกล็ด มีความสามารถในการละลายในน้ำ ละลายได้เล็กน้อยในเอทานอล แต่ไม่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์อื่นๆ ส่วนใหญ่แล้วสารละลายพอลิไวนิล

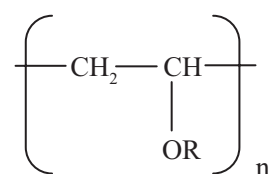
แอลกอฮอล์ความเข้มข้น 5% จะมีค่า pH อยู่ในช่วง 5.0-6.5 มีจุดหลอมเหลว 180-190 องศาเซลเซียส มีน้ำหนักโมเลกุลระหว่าง 26,300-30,000 และระดับของการไฮโดรไลซิส 86.5-89%

วัตถุดิบหลักที่ใช้ในการผลิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์คือไวนิลอะซิเตตมอนอเมอร์ ซึ่งสามารถผลิตได้จากการเกิดพอลิเมอไรซ์ของไวนิลอะซิเตตโดยกระบวนการ Partial hydrolysis กระบวนการของการไฮโดรไลซิสนั้นขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของหมู่ เอสเตอร์ในไวนิลอะซิเตตด้วย หมู่ไฮดรอกซิลและการมีอยู่เพียงพอสองโซ่เดิมไฮดรอกไซด์ ตามด้วยการเติม saponification agent อย่างช้าๆ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์จะตกตะกอนลงมาแล้วจึงล้างและทำให้แห้ง ระดับของการเกิดไฮโดรไลซิสสามารถหาได้จากจุดที่ปฏิกิริยา saponification นั้นหยุด

2.5.2 คุณสมบัติทางเคมี

2.5.2.1 องค์ประกอบ

โครงสร้างของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (partially hydrolyzed) ดังแสดงในภาพที่ 16



ภาพที่ 16 แสดงโครงสร้างทางเคมีของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ [12]

โดยที่ R = H หรือ COCH₃

2.5.2.2 สิ่งเจือปนที่อาจเกิดขึ้น

สิ่งเจือปนซึ่งเป็นผลจากกระบวนการผลิตได้แก่ โซเดียมอะซิเตต เมทานอล และ เมทิลอะซิเตต ปริมาณของโซเดียมอะซิเตต ปฏิกิริยาของผลพลอยได้จะถูกตรวจติดตามโดยการทดสอบการจุดไฟ ส่วนที่เหลือของเมทานอล และ เมทิลอะซิเตต จะถูกตรวจติดตามระหว่างกระบวนการผลิต แต่ยังไม่มียาละเอียดเกี่ยวกับมอนอเมอร์ที่ไม่ได้เกิดปฏิกิริยา

2.5.2.3 วิธีวิเคราะห์หาปริมาณ

ยังไม่มีวิธีในการวัดปริมาณพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่เกิดขึ้น แม้ว่าจะมีหลากหลายวิธีที่อธิบายถึงการตรวจหาพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ กระดาษกรองที่ถูก treat ด้วยสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดด์และไอโอดีนสามารถที่จะตรวจวัดความเข้มข้นของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ใน wastewater อยู่ในช่วง 1,000-20,000 มิลลิกรัม/ลิตร สีของพอลิเมอร์รวมทั้งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และอนุพันธ์ของมันในสารละลายต่างๆสามารถใช้ในการบ่งบอกได้ สารประกอบ

เชิงซ้อนสี่เหลี่ยมของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีกรดบอริกถูกใช้ในการตรวจหาปริมาณเพียงเล็กน้อยในพอลิไวนิลคลอไรด์เรซิน

2.5.3 การใช้ประโยชน์

2.5.3.1 การใช้งานด้านเทคโนโลยี

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์สามารถประยุกต์ใช้ได้หลากหลายในอุตสาหกรรมอาหาร ใช้เป็นตัวช่วยยึดเกาะและเคลือบผิว ซึ่งมันจะถูกใช้เป็นฟิล์มเคลือบผิวโดยเฉพาะอย่างยิ่งในการใช้งานที่ซึ่งต้องการคุณสมบัติในการป้องกันความชื้น ในการใช้งานในการเคลือบเม็ดยานั้นได้ถูกพัฒนาในการเคลือบผลิตภัณฑ์เสริมอาหารเพื่อป้องกันส่วนผสมที่ไวต่อความชื้น ก๊าซออกซิเจนและองค์ประกอบอื่นๆในสิ่งแวดล้อม ในขณะที่เดียวกันก็เป็นการกักเก็บกลิ่นและรสชาติของมันได้ ซึ่งมันทำให้ง่ายต่อการหีบจับและสะดวกต่อการกลืนกิน ความหนืดของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์นั้นทำให้สามารถประยุกต์ใช้เป็นตัวช่วยในการเคลือบเม็ดยา แคปซูล และ รูปแบบอื่นๆซึ่งโดยทั่วไปแล้วจะใช้งานที่เกี่ยวกับของแข็ง

2.5.3.2 ประเภทและระดับในการใช้ในอาหาร

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์อาจใช้ในอาหารที่มีความชื้นสูงเพื่อที่จะคงความพึงพอใจในรสชาติ พื้นผิว และ คุณภาพของอาหาร ในการผลิตลูกกวาดอาจมีการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เพื่อที่จะคงไว้ซึ่งความสมบูรณ์ขององค์ประกอบที่ไวต่อความชื้น ระดับการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์นั้นมีการให้ข้อมูลโดยการคาดเดาจากผู้สนับสนุนผลิตภัณฑ์คือ 2.3 มิลลิกรัม พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/ตารางเซนติเมตร ในการใช้เป็นฟิล์มเคลือบ การหาระดับสูงสุดของการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เพื่อผลิตภัณฑ์อาหารสุดท้ายโดยการเลือกผลิตภัณฑ์ภายในแต่ละหมวดของอาหาร ด้วยอัตราส่วนมากที่สุดขององค์ประกอบที่ไวต่อความชื้น การประมาณพื้นที่ผิวขององค์ประกอบนั้นๆ และ การคาดเดาของพื้นที่ผิวที่พอลิไวนิลแอลกอฮอล์จะไปเคลือบอยู่

ตารางที่ 2 แสดงระดับการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ในอาหาร [12]

Use levels of Polyvinyl alcohol		
Food Category	Proposed Food-Use	Use Levels for Polyvinyl alcohol (%)
Dairy-based desserts	Ice cream and frozen yogurt with inclusions	0.2
Confectionery	Multi-component chocolate	1.5
Cereals and cereal products	Bars	0.5
	Ready to eat breakfast cereals	
Food supplements	with dried fruits	1.8
Ready to eat savories	Food supplement tablets	1.5
	Nut and fruit mixtures	

2.5.4 ปฏิกริยาที่มีต่ออาหาร

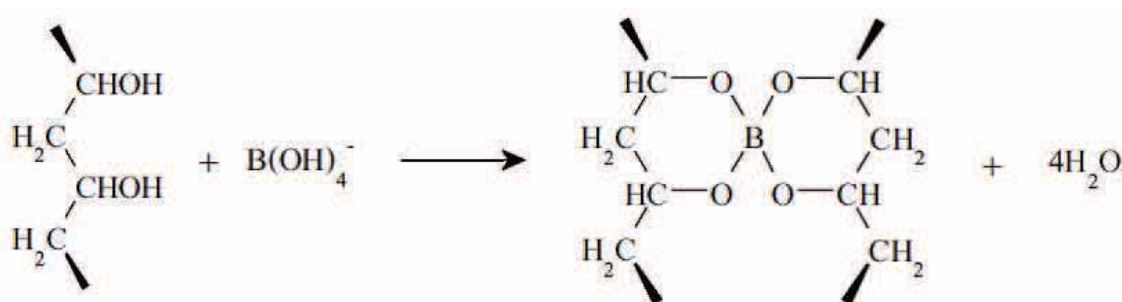
ผลิตภัณฑ์อาหารที่มีการใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ถ้ามีค่า pH ที่เป็นกลางและถูกเก็บไว้ที่ที่มีอุณหภูมิต่ำหรืออุณหภูมิห้องจะไม่ส่งผลให้เกิดการสลายตัวของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และไม่มีผลต่อความเสถียรของการละลายน้ำของมัน โครงสร้างของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์จะไม่นำไปสู่การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของหมู่เอสเทอร์ที่เหลือยู่หรือเกิดปฏิกิริยา esterification ภายใต้สภาวะการใช้และการเก็บอาจจะมีผลเพียงเล็กน้อยระหว่างพอลิไวนิลแอลกอฮอล์กับองค์ประกอบของอาหาร

จากงานวิจัยของ Shangwen Tang และคณะ [13] ได้ทำการศึกษาผลของ SiO_2 ต่อประสิทธิภาพของพอลิเมอร์ผสมระหว่างแป้งและ polyvinyl alcohol ซึ่งใช้ TEOS เป็นแหล่งของ SiO_2 และทำการขึ้นรูป polymer composite film ด้วยวิธี casting จากผลการทดลองพบว่าสมบัติเชิงกลของ polymer composite film ดีขึ้นเมื่อมีการผสม nano- SiO_2 แต่สมบัติเชิงกลจะเริ่มลดลงเมื่อมีร้อยละของ nano- SiO_2 เกิน 2.5 และเมื่อเพิ่มปริมาณของ nano- SiO_2 จะทำให้คุณสมบัติการคงทนต่อน้ำดีขึ้น

L.A. Garcia-Cerda และคณะ [14] ได้ทำการเตรียมคอมโพสิตของ Polyvinyl alcohol-cobalt ferrite nanocomposites ซึ่งได้ทำการผสม $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ Polyvinyl alcohol ขึ้นรูปเป็นฟิล์มโดยวิธี casting พบว่าเมื่อเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมจะทำ

ให้คุณสมบัติค่าของ magnetization ของคอมโพสิตเปลี่ยนไป และวิธี in situ สามารถใช้เตรียมสารประกอบพวก metallic nanoparticles ชนิดอื่นได้

นอกจากนี้พบว่าบอเรตไอออนซึ่งได้จากการแตกตัวของโซเดียมเตตระบอเรตหรือบอแรกซ์ โดยจะทำหน้าที่เชื่อมต่อระหว่างสายพอลิเมอร์ของโพลีไวนิลแอลกอฮอล์จะทำให้เกิดเป็นเจลที่มีความหนืดมาก เรียกว่า เจลพอลิเมอร์ ซึ่งลักษณะการเชื่อมต่อกันของสารพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เขียนแสดงได้ดังนี้



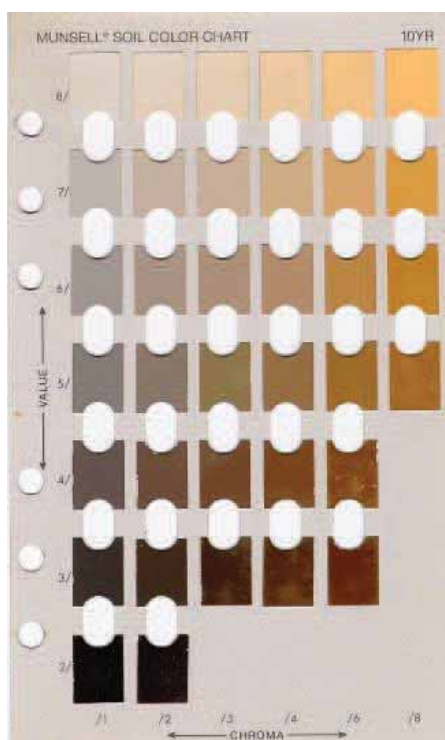
ภาพที่ 17 แสดงลักษณะการเชื่อมต่อกันของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ [15]

2.6 ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับระบบการวัดสี [16]

2.6.1 ประวัติการแสดงสีในเชิงตัวเลข

ในอดีตมีคนมากมายได้ประดิษฐ์คิดค้นวิธีการในการจำแนกสี แต่ส่วนใหญ่มักใช้สูตรที่ซับซ้อนในการอธิบายสีและระบุออกมาเป็นค่าตัวเลข โดยมุ่งหวังให้ทุกคนสามารถสื่อสารในเรื่องสีกันได้ง่ายขึ้นและแม่นยำวิธีการเหล่านี้ต่างพยายามหาทางที่จะอธิบายสีเป็นค่าตัวเลข เช่นเดียวกับการบอกระยะทางหรือน้ำหนัก ตัวอย่างเช่น ในปี ค.ศ. 1905 นักศิลปินชาวอเมริกัน A.A Munsell ได้คิดค้นวิธีการบอกลีโดยนำแผ่นสีจำนวนมาก แบ่งเป็นสีล้วน (Munsell Hue) ความสว่าง (Munsell Value) และความอิ่มตัว (Munsell Chroma) เพื่อใช้เปรียบเทียบกับสีตัวอย่าง (Specimen Color) ในเวลาต่อมา หลังจากได้ทำการทดลองเป็นจำนวนมาก ระบบนี้ได้พัฒนามาเป็น (Munsell Renotation System) ซึ่งยังใช้กันอยู่จนถึงปัจจุบัน ระบบนี้สีต่างๆถูกแสดงออกมาเป็นค่า ตัวอักษร/ตัวเลขเรียงกัน เช่น (H V/C) โดย H คือค่าสี (Hue) หมายถึงสีล้วน V คือค่าความสว่าง (Value) และ C คือค่าความอิ่มตัวหรือโครมา (Chroma) ซึ่งเป็นการประเมินด้วยตาโดยใช้กับตารางสีของมุนเซลล์ (Munsell Color Charts) สำหรับระบบอื่นๆที่น่าสนใจที่ใช้อธิบายสีในเชิงตัวเลข ได้แก่ระบบที่พัฒนาขึ้นโดยองค์กรระหว่างประเทศที่เกี่ยวข้องกับเรื่องสีและแสง คือ The Commission International Del'Eclairage (CIE) ที่ได้รับความนิยมแพร่หลายมากที่สุดอยู่ 2 ระบบคือระบบ Yxy (แสดงตำแหน่งสี Yxy) ซึ่งเริ่มใช้ในปี ค.ศ. 1931 คำนวณจากค่าไตรสติมูลัส XYZ ตามมาตรฐานของ CIE และระบบ L*a*b (แสดงตำแหน่งสี L*a*b) เริ่มนำมาใช้ในปี 1976 ซึ่งทำให้ความแตกต่าง

ของสีมีระยะที่สัมพันธ์ใกล้เคียงกับความแตกต่างที่มองเห็นด้วยตามากขึ้น ปริภูมิสี (Color Space) เหล่านี้ ถูกนำมาใช้ในสื่อสารในระบบสีของโลกอยู่ในปัจจุบัน

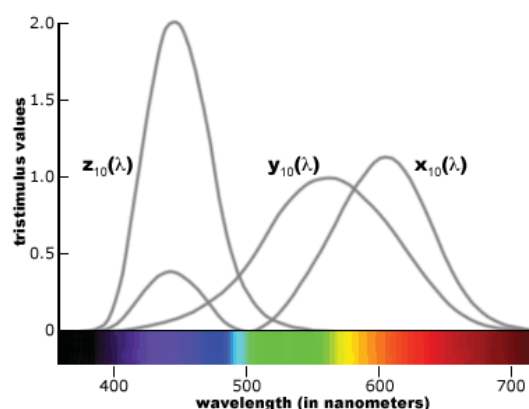


ภาพที่ 18 แสดง Munsell Color Charts [16]

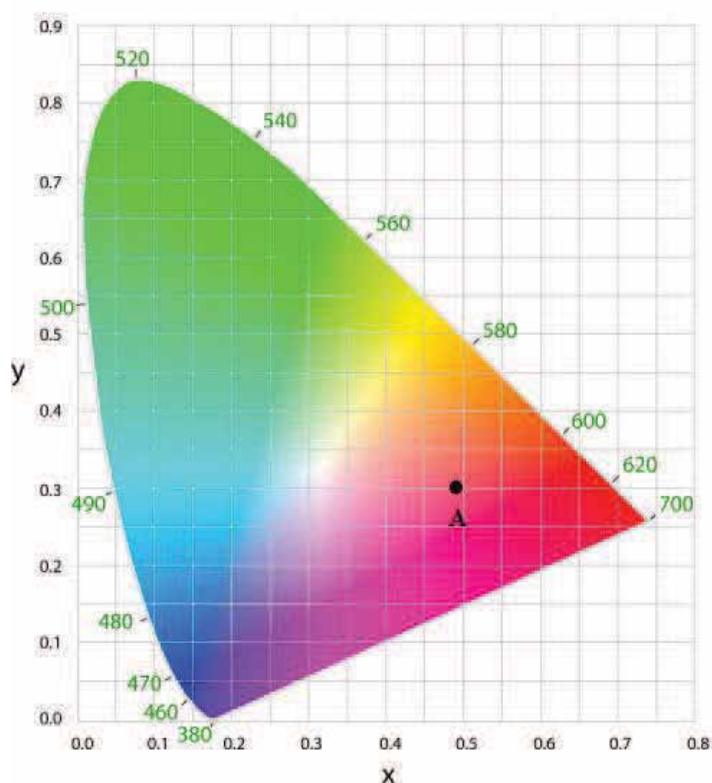
2.6.2 ค่าไตรสติมูลัส XYZ และ ปริภูมิสี Yxy

ค่าไตรสติมูลัส XYZ และ ปริภูมิสี Yxy ถือว่าพัฒนามาจากระบบสี CIE ซึ่งมีแนวพื้นฐานมาจากทฤษฎี 3 องค์ประกอบ (three-component theory) ในการมองเห็น ได้กล่าวไว้ว่าตาของมนุษย์ประกอบด้วยเซลล์ไวแสงสามสีคือ สีแดง สีเขียวและน้ำเงิน สีทั้งหมดที่มองเห็นเกิดจากการผสมของสามสีหลักดังกล่าว ในปี คศ. 1931 CIE ได้ให้กำหนดมาตรฐานการมองเห็นของมนุษย์เพื่อให้ได้ฟังก์ชันความไวแสงของเซลล์ทั้งสาม (Color-matching function) $\bar{X}(\lambda)$, $\bar{Y}(\lambda)$ และ $\bar{Z}(\lambda)$ ดังแสดงในภาพที่ 19 ค่าไตรสติมูลัส XYZ จะถูกคำนวณมาจากฟังก์ชันการมองเห็นดังกล่าว แต่เนื่องจากค่าไตรสติมูลัส XYZ นี้นำไปแปลความหมายของสีได้ค่อนข้างยาก ดังนั้น CIE จึงเสนอปริภูมิสีใหม่ในปี 1931 เป็นรูปกราฟสองมิติโดยไม่รวมความสว่างเข้ามาด้วย เรียกว่า ปริภูมิสี Yxy (Yxy Color Space) ทั้งนี้ให้ Y แทนความสว่าง (ค่าไตรสติมูลัส Y) ส่วนค่า x และ y คือ ค่าสัมประสิทธิ์ของสีที่ได้ที่ได้จากการคำนวณค่าไตรสติมูลัส XYZ ไดอะแกรมแสดงปริภูมิสีในระบบ

นี้ ดังแสดงในภาพที่ 20 ซึ่งจากไดอะแกรมดังกล่าว บริเวณที่ใกล้จุดกึ่งกลางจะไม่มีสีและสีจะสดเมื่อใกล้ขอบมากขึ้น ถ้าวัดสีผลแอปเปิ้ลโดยใช้หลักการดังกล่าวจะได้ค่า $x = 0.4832$ $y = 0.3045$ เป็นจุดที่ค่าทั้งสองตัดกัน ที่จุด A บนไดอะแกรมในภาพที่ 20 โดยมีค่า $Y = 13.37$ หมายความว่า ผลแอปเปิ้ลมีค่าการสะท้อนแสงที่ 13.37% เมื่อเปรียบเทียบกับค่าการสะท้อนสมบูรณ์ที่ 100%



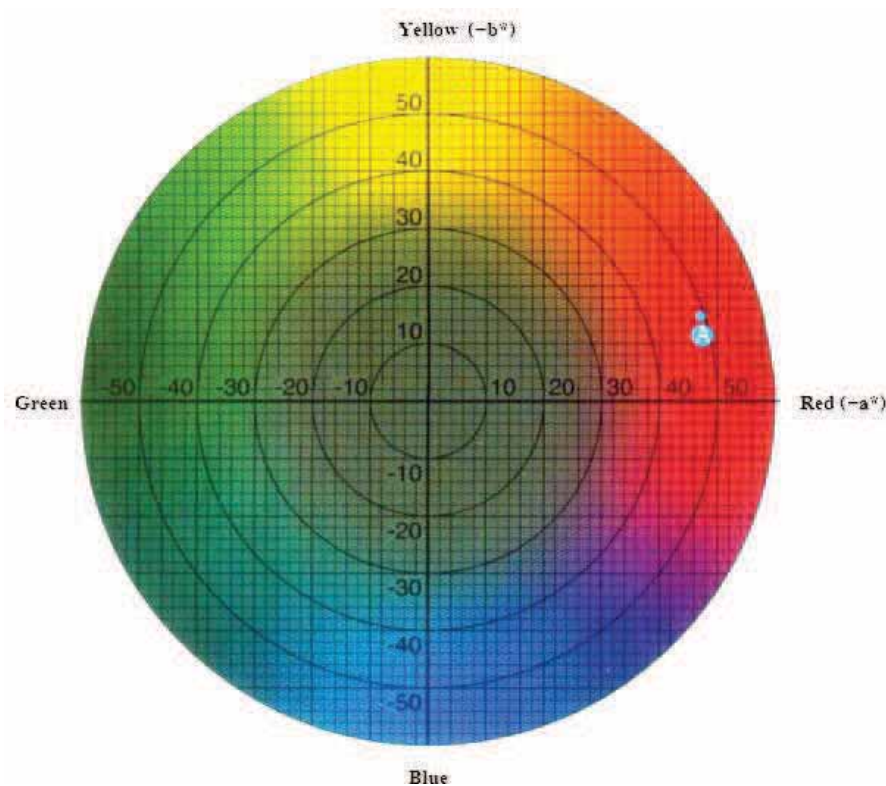
ภาพที่ 19 แสดงความไวแสงของสายตามนุษย์ (Color-matching function) [16]



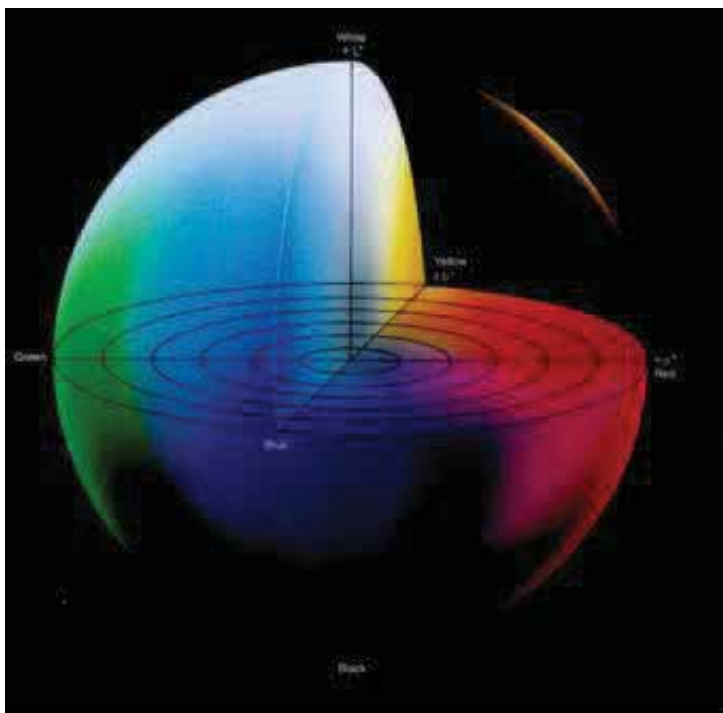
ภาพที่ 20 แสดง Chromaticity diagram [16]

2.6.3 ปริภูมิสีระบบ $L^*a^*b^*$

ระบบสี $L^*a^*b^*$ (บางครั้งเรียกว่า CIELAB) เป็นอีกระบบหนึ่งที่นิยมกันมากในการนำมาใช้วัดค่าสีและใช้กันอย่างแพร่หลายที่สุดในหลายๆวงการ โดยปริภูมิสีเป็นประเภทที่มีสเกลสม่ำเสมอ (uniform) ซึ่งได้ถูกกำหนดโดย CIE ในปี 1976 เพื่อแก้ปัญหาในการแปลค่าสีที่เกิดขึ้นในระบบ Yxy เพราะพบว่าระยะห่างระหว่าง x กับ y บนไดอะแกรมสีจะไม่สอดคล้องกับความแตกต่างของสีที่เกิดจากการมองเห็นจริง ในระบบสี $L^*a^*b^*$ นี้ ค่า L^* จะหมายถึงความสว่าง ส่วน a^* และ b^* จะเป็นค่าสัมประสิทธิ์สีแดงแสดงในภาพที่ 21 ไดอะแกรมดังกล่าว ค่า a^* และ b^* จะบอกถึงทิศทางของสี เช่น $+a^*$ หมายถึงอยู่ในทิศของสีแดง $-a^*$ หมายถึงอยู่ในทิศของสีเขียว, $+b^*$ หมายถึงอยู่ในทิศของสีเหลือง และ $-b^*$ หมายถึงอยู่ในทิศของสีน้ำเงิน พื้นที่ตรงกลางจะไม่สามารถแยกสีได้ (achromatic) เมื่อค่า a^* และ b^* เพิ่มขึ้นและจุดดังกล่าว เคลื่อนที่ออกจากจุดศูนย์กลางความมืดตัวของสีก็จะเพิ่มขึ้นดังแสดงในภาพที่ 21 ซึ่งแสดงให้เห็นค่าสีต่างๆของปริภูมิสี $L^*a^*b^*$ อย่างชัดเจน ภาพที่ 21 เป็นรูปตัดขวางโดยที่ค่า L^* คงที่ ถ้าวัดสีผลแอปเปิ้ลโดยใช้ระบบสีของ $L^*a^*b^*$ จะได้ค่า $a^* = +47.63$, $b^* = +14.12$ จุด A จะเป็นจุดที่แสดงสีของผลแอปเปิ้ล



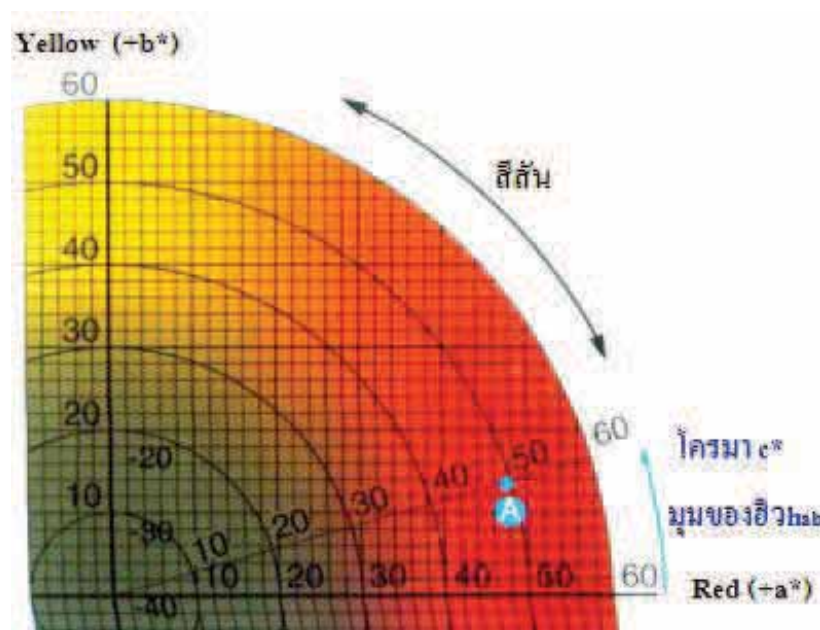
ภาพที่ 21 แสดงไดอะแกรมแสดงสัมประสิทธิ์สี a^*, b^* [16]



ภาพที่ 22 แสดงปริภูมิสีระบบ L^*a^*b (L^*a^*b color space) [16]

2.6.4 ปริภูมิสีระบบ L^*C^*h (L^*C^*h color space)

ปริภูมิสีระบบ L^*C^*h ใช้โคออร์ดิเนตแบบเดียวกับระบบ L^*a^*b แต่รูปร่างต่างกันที่เป็นรูปกรวยแหลมแทนรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ในระบบนี้ค่า L^* หมายถึงความสว่าง เช่นเดียวกับค่า L^* ใน L^*a^*b โดย C^* หมายถึงค่าโครมา (Chroma) และ h หมายถึง มุมของสี (Hue angle) ค่า C^* จะมีค่าเป็น 0 ที่จุดศูนย์กลางและจะมีสีเข้มตัวมากขึ้นเมื่อออกห่างจากศูนย์กลางมากขึ้น ส่วนค่ามุมของสีที่แทนค่าด้วย h จะเริ่มนับค่าบนแกนด้าน $+a^*$ โดยมีค่าเริ่มต้นที่ 0 องศาบนแกนด้าน $+a^*$ จะเป็น (สีแดง) เมื่อเป็นมุม 90 องศาจะเป็นแกน $+b^*$ (สีเหลือง) ที่มุม 180 องศาจะเป็นแกน $-a^*$ (สีเขียว) และเมื่อเป็นมุม 270 องศาจะเป็น $-b^*$ (สีน้ำเงิน) เมื่อวัดสีของผลแอปเปิ้ลด้วยขอบเขตตำแหน่งสีวิธี L^*C^*h จะได้ค่าของของสีคือ $L = 43.31$, $C = 49.68$ และ $h = 16.5$ ถ้านำค่าที่ได้มาพล็อตจุดบนกราฟในภาพที่ 23 จะได้จุด A ตามต้องการ



ภาพที่ 23 ไดอะแกรมแสดงค่าสัมประสิทธิ์สี $L^*a^*b^*$ [16]

2.6.5 ปริภูมิสีระบบ Hunter Lab

ปริภูมิสีระบบ ฮันเตอร์ พัฒนาโดยนายอาร์.เอส.ฮันเตอร์ โดยมีหลักการให้กำหนดสเกลที่สม่ำเสมอ (uniform) มากกว่าระบบสีแบบ Yxy ของ CIE ปี 1931 ในปัจจุบันนี้ยังคงมีการใช้อยู่มากในหลายอุตสาหกรรมเช่นเดียวกับระบบสีแบบ $L^*a^*b^*$ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในอุตสาหกรรมสีในสหรัฐอเมริกา

2.6.6 การวัดสีต่างๆด้วยเครื่องคลเลอร์รีมิเตอร์

แม้ว่าสายตามนุษย์จะไม่สามารถวัดสีต่างๆออกมาเป็นจำนวนได้อย่างแม่นยำ แต่สำหรับเครื่องวัดสีแล้ว ถือว่าเป็นเรื่องง่ายมาก เนื่องจากเครื่องวัดสีไม่เพียงแต่ระบุสีออกมาตามที่มนุษย์ใช้สื่อสารกันเท่านั้น แต่เครื่องวัดสียังระบุสีออกมาเป็นตัวเลขตามมาตรฐานสากลได้อีกด้วย โดยวิธีดังกล่าวทำให้เป็นเรื่องง่ายที่จะเข้าใจสีได้ตรงกัน นอกจากนั้นประสาทสัมผัสของมนุษย์ต่อสีใดสีหนึ่งยังมีการเปลี่ยนแปลงได้จากผลกระทบของพื้นฉากหลังและแหล่งกำเนิดแสง จะเห็นได้ว่าแม้เครื่องวัดสีจะใช้หลักการทำงานเหมือนสายตามนุษย์ แต่ด้วยการควบคุมทั้งแหล่งกำเนิดแสงและระบบการใช้แสงสามารถทำได้ จึงให้เหมือนกันทุกครั้งไม่ว่าจะเป็นการวัดสี ในเวลากลางวันหรือกลางคืน วัดในที่ร่มหรือที่แจ้ง ให้ผลเที่ยงตรง ซึ่งเป็นเรื่องง่ายมาก

2.6.7 การแสดงความแตกต่างเป็นค่าตัวเลข

สิ่งที่สร้างความยุ่งยากมากที่สุดในการใช้สีคือ เมื่อสีมีความแตกต่างกันเพียงเล็กน้อยเท่านั้น แต่สำหรับเครื่องวัดสีแล้ว แม้จะมีความแตกต่างเพียงน้อยนิด ก็ยังคงแสดงผลเป็นตัวเลขที่เข้าใจได้ง่าย ถ้าวัดใช้ค่าสี $L^*a^*b^*$ กับ L^*C^*h หาค่าความแตกต่างระหว่างผลแอปเปิ้ล 2 ลูก จากตัวอย่าง

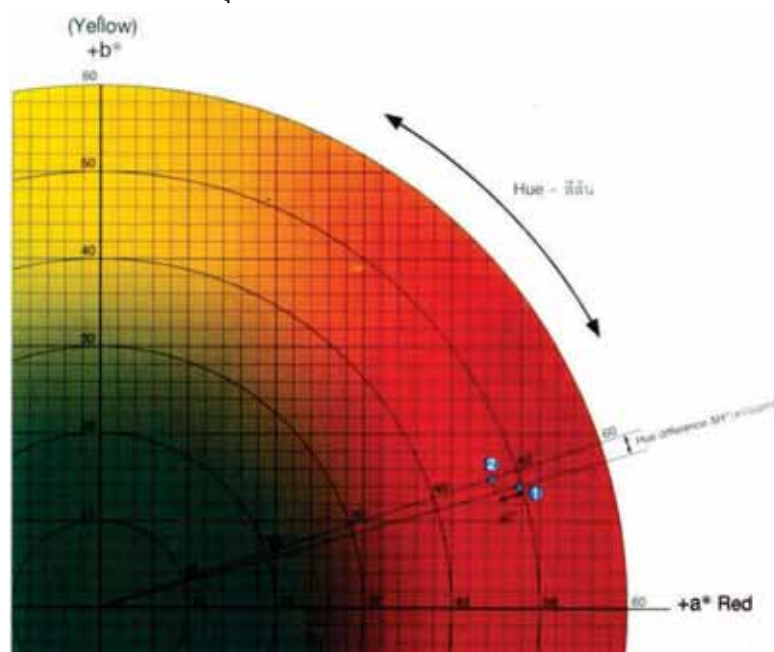


ภาพที่ 24 แสดงเฉดสีของแอปเปิ้ลที่ต่างกันสองลูก [16]

แอปเปิ้ลผลที่ 1 วัดได้ $L^* = 43.31$, $a^* = +47.83$, $b^* = +14.12$

แอปเปิ้ลผลที่ 2 วัดได้ $L^* = 47.34$, $a^* = +44.58$, $b^* = +15.16$

จากค่าสีของแอปเปิ้ลผลที่ 1 จะได้จุดพิกัด A และระยะค่าแตกต่างสีแสดงในกราฟภาพที่ 25



ภาพที่ 25 แสดงส่วนหนึ่งของไดอะแกรมสี a^* , b^* [16]

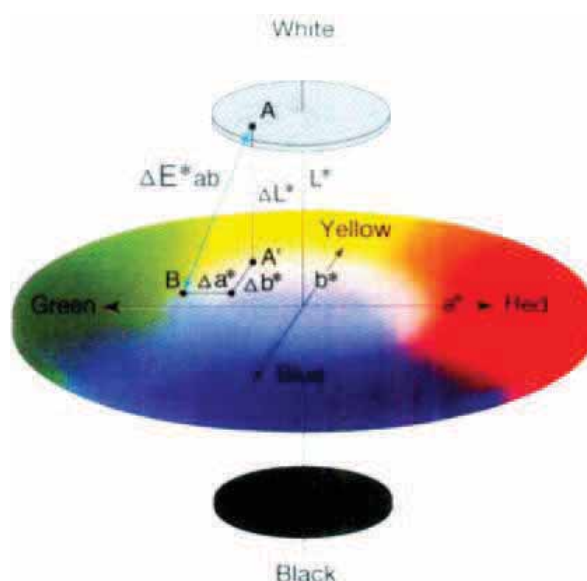
ภาพที่ 26 แสดงว่าการหาความแตกต่างของสีด้วยระบบ L^*a^*b เป็นเรื่องที่เข้าใจได้ง่ายตามวิธี L^*a^*b ความแตกต่างของสีจะแสดงเป็นค่าเพียงค่าเดียว เรียกว่า เดลต้าอี (ΔE^*_{ab}) ซึ่งจะบอกเฉพาะปริมาณความแตกต่างของสีเท่านั้นแต่ไม่ได้บอกทิศทางความต่างของสี เดลต้าอี (ΔE^*_{ab}) คำนวณได้จากสูตร

$$\Delta E^*_{ab} = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

นำค่า $\Delta L^* = +4.03$, $\Delta a^* = -3.05$ และ $\Delta b^* = +1.04$ ของสีแอปเปิ้ลทั้งสองไปแทนค่าลงในสมการ จะได้ค่า เดลต้าอี (ΔE^*_{ab}) = 5.16 ในทำนองเดียวกัน ถ้าวัดค่าความแตกต่างสีผลแอปเปิ้ลสองผล โดยใช้วิธี L^*C^*h ค่า ΔL^* เป็นค่าเดียวกับการวัดด้วยวิธี L^*a^*b , $\Delta C^* = -2.59$ ซึ่งบ่งบอกว่า แอปเปิ้ลผลที่ 2 มีสีสดน้อยกว่าผลที่ 1 สำหรับค่าสีสันที่แตกต่างระหว่างแอปเปิ้ลสองผลคือ ΔH^* คำนวณได้จากสูตร

$$\Delta H^* = \sqrt{(\Delta E^*_{ab})^2 - (\Delta a^*)^2 - (\Delta b^*)^2}$$

ในกรณีนี้ค่าที่ได้คือ +1.92 ถ้าดูสีจากภาพที่ 25 จะเห็นได้ว่าแอปเปิ้ลผลที่ 2 จะอยู่ใกล้แกน +b มากกว่า ดังนั้นจึงดูเป็นสีเหลืองมากกว่า



ภาพที่ 26 ค่าความแตกต่างสีในปริภูมิสีระบบ L^*a^*b [16]

นอกจากการวัดสีโดยใช้ Spectrophotometer แล้ว ยังมีเทคนิคอีกอย่างหนึ่งในการวัดสีซึ่งต้นทุนต่ำกว่าการใช้ Spectrophotometer คือการใช้สแกนเนอร์ร่วมกับโปรแกรมคอมพิวเตอร์สำเร็จรูปเพื่อตรวจสอบค่าสี [17] โปรแกรมสำเร็จรูปบางโปรแกรมเช่น Photoshop สามารถบอกถึงค่าสีในระบบต่าง ๆ ของภาพที่ได้จากสแกนเนอร์ได้ด้วย ตัวอย่างการใช้งานโปรแกรม Photoshop เพื่อหาค่าสีในระบบต่าง ๆ อย่างไม่รู้ก็ตามเทคนิคนี้จะต้องมีการสอบเทียบ (Calibrate) ค่าสีที่อ่านได้

ก่อนเทียบกับอุปกรณ์วัดสีที่มีความเที่ยงตรง เนื่องจากการอ่านค่าสีโดยใช้โปรแกรมสำเร็จรูปนั้นมีปัจจัยหลายอย่างที่อาจส่งผลต่อการคำนวณสี เช่น คุณภาพของอุปกรณ์สแกนภาพ หรือ การรบกวนประมวลภาพในคอมพิวเตอร์ เป็นต้น

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุและเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในงานวิจัย

- ภาสแตนเลส
- ภาสเซรามิก
- ผ้าขาวบาง
- ขวดน้ำกลั่น
- กระดาษ Universal Indicator
- มีด เขียง กรรไกร ตะแกรง
- อลูมิเนียมฟอยล์ - กระดาษกรอง

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ การสกัด และการย้อมสี

- ซ้อนดักสาร - กระบอกตวง
- แท่งแก้ว - ไปเปิดและดูยางไปเปิด
- Hotplate
- Desiccator
- กรวยกรองแก้ว - หลอดหยด
- บีกเกอร์ - ขวดปริมาตร
- แท่งแม่เหล็ก - ขวดก้นกลม
- Condenser
- เทอร์โมมิเตอร์
- Temperature Controller
- Sieve Analyzer
- อ่าง Ultrasonic
- ขวดรูปชมพู่
- Square acrylic mold
- pH meter

3.1.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

- เครื่องชั่งละเอียด 2 ตำแหน่ง และ 4 ตำแหน่ง
- เตาเผา (CHAVACHOTE.Co.,Ltd)
- ตู้อบ (เครื่อง WTC รุ่น binder)

- ตู้อบลมร้อน	(เครื่อง Rapid รุ่น Mini-dryer A1708 Type R-3)
- เครื่อง Exhaustion	(เครื่อง Laboratory high Temperature Dyeing Machine รุ่น Rapid-12)
- ตู้แสง Daylight	(เครื่อง GretagMacbeth: The Judge II)
- UV-Vis spectrophotometer	(เครื่อง JASCO รุ่น UV-V530 UV-vis spectrophotometer)
- เครื่อง XRD	(เครื่อง PHILIP รุ่น PW-1730)
- เครื่อง SEM	(เครื่อง CamScan รุ่น Maxim 2000S)
- เครื่อง ICP	(เครื่อง Varian รุ่น Liberty 220)
- เครื่อง Universal Testing Machine	(เครื่อง LLOYD Instrument รุ่น LR 50K)
- เครื่อง FT-IR	(เครื่อง Nicolet รุ่น Impact410)
- เครื่องวัดเนคส์	(เครื่อง ColorReader Konica Minolta CR-10)

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.2.1 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต

- Aluminium nitrate	(98.0%)	Ajax Finechem
- Tetraethyl Orthosilicate (TEOS)	(98.0%)	Fluka
- Ammonium Hydroxide	(30.0%)	Mallinckrodt Chemicals
- Ethyl Alcohol	(99.9%)	Merck
- Anionic surfactant	(96.0%)	

3.2.2 สารเคมีที่ใช้ในการปรับค่า pH ของน้ำขี้ม

- 1 M Sodium Hydroxide Solution	(99.0%)	Merck
---------------------------------	---------	-------

3.2.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดสอบความเป็นกรด-ด่าง

- 10% Acetic Acid Solution	(99.8%)	Lab-Scan
- 10% Sodium Hydroxide Solution	(99.0%)	Merck

3.2.4 สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มคอมโพสิต

- Polyvinyl Alcohol

Ajax Finechem

3.2.5 สารละลาย

- น้ำกลั่น

3.4 สีสรรสมบัติ

สีสรรสมบัติที่ได้จากการสกัด

ชื่อที่เรียกโดยทั่วไป

- แก่นฝาง

ชื่อทางพฤกษศาสตร์

Caesalpinia sappan L.

3.5 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ส่วนที่ 1 การเตรียมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิคโซลเจล [5]

1. เตรียมสารละลายอลูมิเนียมไนเตรดความเข้มข้น 1 โมลาร์ โดยการชั่งอลูมิเนียมไนเตรด จำนวน 75 กรัม ในสารละลายปริมาตร 200 มิลลิลิตร สำหรับการเตรียมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตในอัตราส่วน Al:Si โดยโมลอะตอมเท่ากับ 1:1 และเตรียมสารละลายอลูมิเนียมไนเตรดความเข้มข้น 2 โมลาร์ โดยการชั่งอลูมิเนียมไนเตรดจำนวน 150 กรัม ในสารละลายปริมาตร 200 มิลลิลิตรสำหรับการเตรียมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตในอัตราส่วน Al:Si โดยโมลอะตอมเท่ากับ 2:1

2. ให้ความร้อนแก่สารละลายที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสในสภาวะ reflux ในขณะที่กวนอย่างต่อเนื่อง เติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 30 มิลลิลิตร สำหรับการเตรียมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตในอัตราส่วน Al:Si โดยโมลอะตอมเท่ากับ 1:1 และเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 70 มิลลิลิตร สำหรับการเตรียมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตในอัตราส่วน Al:Si โดยโมลอะตอมเท่ากับ 2:1 จนกระทั่งตะกอนละลายหมดเพื่อให้ได้ค่า pH เท่า 3.3

3. ละลาย TEOS ปริมาตร 44.6 มิลลิลิตร ในเอทิลแอลกอฮอล์ปริมาตร 135 มิลลิลิตร สำหรับการเตรียมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตในระบบที่มีเอทิลแอลกอฮอล์เป็นตัวกลางและผสม Anionic surfactant ปริมาตร 2 มิลลิลิตร กับ TEOS ปริมาตร 44.6 มิลลิลิตร สำหรับการเตรียมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตในระบบที่มี Anionic surfactant เป็นตัวกลาง แล้วผสมลงในสารละลายอลูมิเนียมไนเตรดที่ปรับค่า pH แล้วในขณะที่กวนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิห้อง

4. ให้ความร้อนแก่สารที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสในขณะที่กวนอย่างต่อเนื่องจนสารเปลี่ยนสภาพไปเป็นลักษณะที่ขึ้นหืนจึงลดอุณหภูมิลงเป็น 70 องศาเซลเซียส แล้วให้ความร้อนทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จึงได้อลูมิเนียมซิลิเกตเจลในลักษณะที่แห้ง

5. นำอลูมิเนียมซิลิเกตเจลไปบดด้วยครกจนได้เป็นผงแบบหยาบแล้วจึงนำผงอลูมิเนียมซิลิเกตเจลไปกวนกับน้ำกลั่นเป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อเป็นการลดขนาดอนุภาคและกำจัดสารหรือไอออนอื่นที่เจือปนมา จากนั้นจึงนำไปกรองและอบแห้ง

6. นำอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตมาล้างด้วยน้ำกลั่นจำนวนหลายครั้งเพื่อกำจัดสารหรือไอออนอื่นที่เจือปนมา แล้วทำการทดสอบโดยการวัดค่า pH ของน้ำก่อนล้างและน้ำหลังล้าง จากนั้นจึงนำไปกรองและอบแห้ง

7. นำอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตไปทำการ heat treatment ที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส

8. ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy ซึ่งเตรียมตัวอย่างวิเคราะห์โดยนำอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตบดกับ KBr ที่อบไล่ความชื้นแล้วในอัตราส่วนอนุภาค : KBr เท่ากับ 1 : 9 แล้วนำไปอัดเป็นแผ่นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.20 เซนติเมตร

9. ศึกษาความเป็นผลึกของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิค X-ray Diffraction โดยทำการทดสอบที่มุม (2θ) เท่ากับ 5-80 องศา

10. ศึกษาปริมาณอลูมิเนียมและซิลิกอนในอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิค Inductively Couple Plasma โดยใช้ตัวอย่างอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตน้ำหนักประมาณ 2 กรัมและละลายอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตให้เป็นสารละลายด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก

ส่วนที่ 2 การสกัดสีธรรมชาติจากไม้แก่นฝาง

1. นำแก่นไม้ฝางมาแช่ในน้ำกลั่นเป็นเวลา 12 ชั่วโมงที่อัตราส่วนแก่นฝางต่อน้ำเท่ากับ 3:10 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำไปต้มในน้ำเดือดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

2. กรองเศษไม้ออกด้วยกระดาษกรอง ทำการปรับค่า pH ของน้ำย้อมด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 โมลาร์ จนได้ค่า pH เท่ากับ 7

ส่วนที่ 3 การย้อมสีอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยสีธรรมชาติที่สกัดจากแก่นฝาง

1. ผสมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตกับน้ำย้อมที่สกัดจากแก่นฝางในอัตราส่วนอนุภาคต่อน้ำย้อมเท่ากับ 1:30 โดยน้ำหนักลงในกระบอกย้อม

2. ทำการข้อมอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตด้วยน้ำข้อมที่สกัดจากแก่นฝางด้วยเครื่อง Dye Exhaustion ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3. กรองอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตข้อมสีธรรมชาติด้วยกระดาษกรอง แล้วนำไปอบให้แห้ง แล้วจึงล้างอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตข้อมสีธรรมชาติด้วยน้ำกลั่นในอัตราส่วนอนุภาคต่อน้ำกลั่นเท่ากับ 1:30 โดยน้ำหนัก กรองอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตข้อมสีธรรมชาติด้วยกระดาษกรอง แล้วนำไปอบให้แห้ง จากนั้นนำไปบดด้วย Ball Mill เป็นเวลา 12 ชั่วโมงและร่อนด้วย Sieve Analyzer ให้มีขนาดอนุภาคน้อยกว่า 20 ไมโครเมตร

4. เก็บน้ำก่อนข้อม น้ำหลังข้อมและน้ำหลังล้างไว้เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติด้วยเทคนิค UV-Vis Spectroscopy โดยการเจือตัวอย่างในการทดสอบด้วยน้ำกลั่น 50 เท่า ใช้เซลล์ทดสอบที่เป็นควอตซ์ และทำการทดสอบด้วยความยาวคลื่นตั้งแต่ 800-400 นาโนเมตร

ส่วนที่ 4 การขึ้นรูปเป็นฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิต

1. ผสมอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตข้อมสีธรรมชาติปริมาณ 0.05, 0.10 และ 0.15 g ลงในน้ำกลั่นปริมาตร 10 มิลลิลิตร ในขณะที่กวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นจึงนำไปจุ่มลงในอ่าง Ultrasonic เป็นเวลา 15 นาที

2. ผสมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ปริมาณ 1 กรัม ลงใน suspension ของอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตข้อมสีธรรมชาติ แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมงในขณะที่กวนอย่างต่อเนื่องในสภาวะ reflux

3. เตรียมแม่พิมพ์สำหรับการเทหล่อซึ่งฐานของแม่พิมพ์เป็นแผ่นกระจกและตัวของแม่พิมพ์เป็นอะคริลิกที่มีขนาดความกว้าง×ความยาว×ความหนา เท่ากับ 90×90×2 มิลลิเมตร โดยที่มีช่องว่างสำหรับเทหล่อขนาดความกว้าง×ความยาว×ความหนา เท่ากับ 60×60×2 มิลลิเมตร จากนั้นจึงเทสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีการกระจายตัวของอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตข้อมสีธรรมชาติลงในแม่พิมพ์จนเต็ม แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

ส่วนที่ 5 การทดสอบการเปลี่ยนเจดสีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตในสภาวะที่เป็นกรดและเบส

1. เตรียมสารละลายกรดแอสิดิกความเข้มข้น 10% v/v pH เท่ากับ 2.4 และสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10% w/v pH เท่ากับ 14 เพื่อใช้เป็นสารละลายที่ใช้ทดสอบการเปลี่ยนเจดสีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตในสภาวะที่เป็นกรดและเบส

2. ตัดแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตเพื่อใช้เป็นชิ้นงานทดสอบขนาดความกว้าง×ความยาวเท่ากับ 50×10 มิลลิเมตร แล้วนำไปทดสอบอ่งไขของสารละลายกรดแอซิดิกและสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่บรรจุในบีกเกอร์ปริมาตร 50 มิลลิลิตรที่ระยะห่างระหว่างแผ่นฟิล์มทดสอบกับผิวของสารละลายเท่ากับ 3 เซนติเมตรเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

3. ศึกษาการเปลี่ยนเฉดสีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตด้วยเครื่อง ColorReader Konica Minolta ในตู้แสงที่มีพื้นรองเป็นกระดาษขาวโดยใช้แสงแบบ Daylight แล้วทำการวัดค่าเฉดสีบนแผ่นฟิล์มในบริเวณที่ต่างกัน 3 จุด

ส่วนที่ 6 ศึกษาความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของสารสกัดจากแก่นฝาง

1. นำสารสกัดจากแก่นฝางไปประเหยแห้งแล้วบดเป็นผง จากนั้นจึงละลายด้วยน้ำกลั่นให้ได้ความเข้มข้น 5 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร แล้วจึงนำสารละลายที่ได้ไปกรองด้วยตัวกรองที่มีขนาดรูพรุน 0.2 ไมโครเมตร เพื่อให้ปลอดเชื้อ

2. ทำการ spread เชื้อแบคทีเรียที่ใช้ทดสอบได้แก่ *Staphylococcus aureus* และ *Salmonella enteritica* serovar Enteritidis ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมบวกและแกรมลบตามลำดับ ปริมาณ 0.1 มิลลิลิตร ลงบน plate เพาะเชื้อแล้วปล่อยให้แห้ง

3. ใช้กระดาษกรองรูปวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5 มิลลิเมตรจุ่มลงในสารละลายของสารสกัดจากแก่นฝางแล้วปล่อยให้แห้ง จากนั้นจึงแปะกระดาษกรองที่จุ่มสารสกัดจากแก่นฝางที่แห้งแล้วกับกระดาษกรองเปล่าลงบน plate ที่ทำการเพาะเชื้อไว้แล้ว

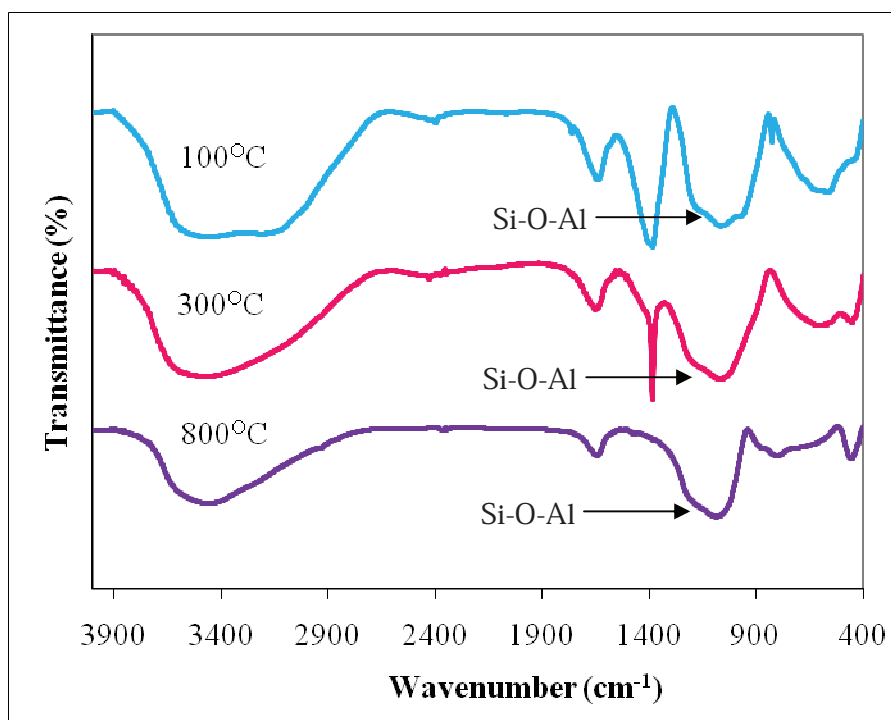
4. นำ plate เพาะเชื้อไปบ่มในตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ 37 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

บทที่ 4
ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

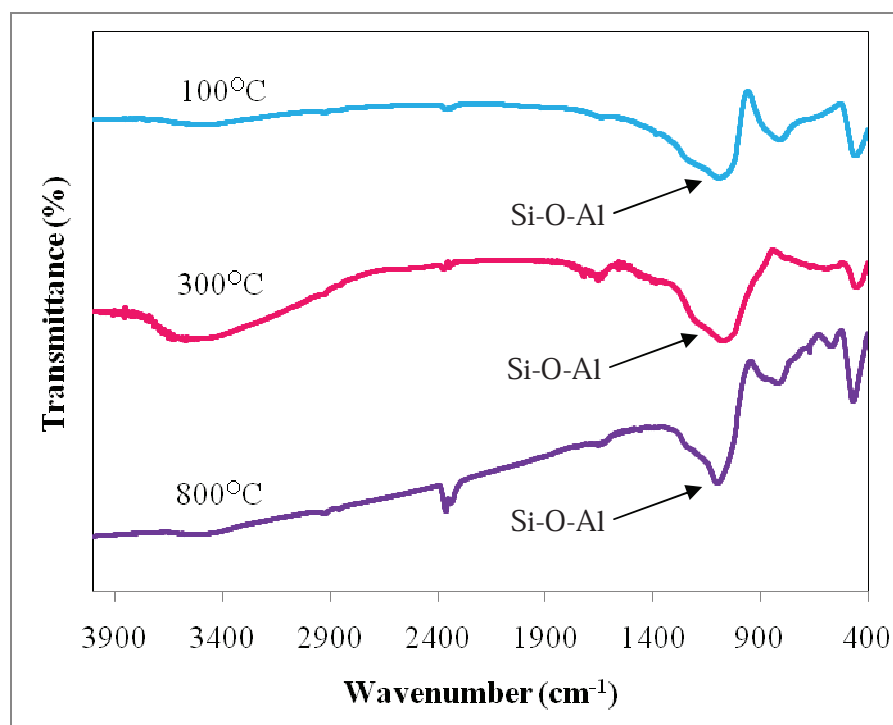
4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต

4.1.1 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR

งานวิจัยนี้ได้มีการเตรียมอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิคโซลเจล โดยใช้ $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ เพื่อที่จะให้อลูมิเนียมที่เข้าทำปฏิกิริยากับ SiO_4 ทำหน้าที่เป็นมอร์แดนท์ในการช่วยยึดจับกับโมเลกุลของสีธรรมชาติที่ได้จากแก่นฝาง โดยที่มีการศึกษาอิทธิพลของใช้ตัวกลางในการสังเคราะห์ในงานวิจัยนี้คือ Anionic surfactant ในน้ำ และ เอทานอลในน้ำ



ภาพที่ 27 แสดงกราฟ FTIR ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมี Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลาง แล้วเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 28 แสดงกราฟ FTIR ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมีเอทานอลในน้ำเป็นตัวกลาง แล้วเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส

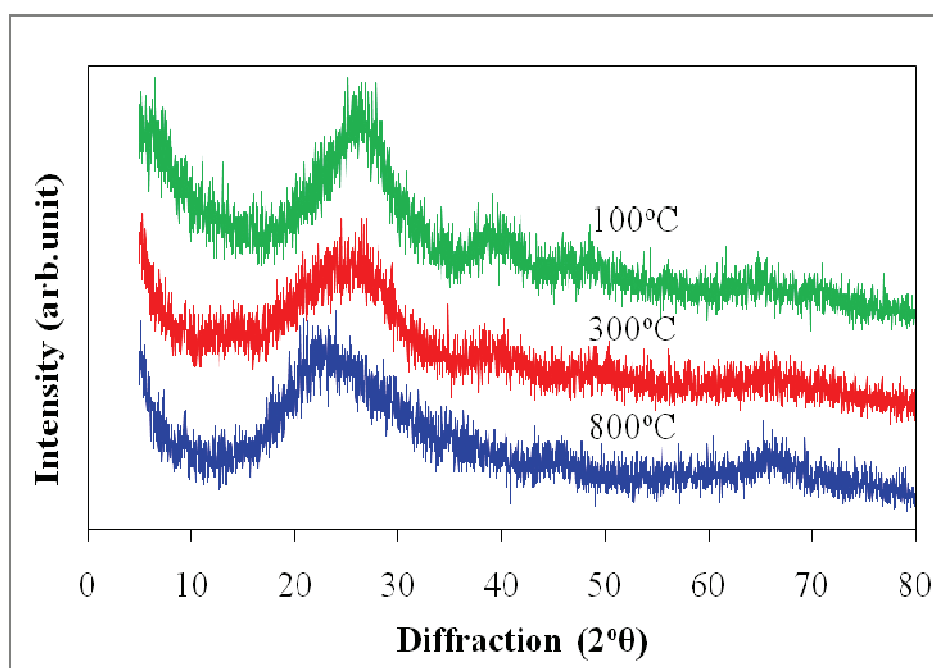
จากภาพที่ 27 และ 28 เป็นกราฟ FTIR ของการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้จากตัวกลาง Anionic surfactant ในน้ำและเอทานอลในน้ำแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส จะเห็นได้ว่าทุกตัวอย่างจะมี peak ที่ชัดเจนอยู่ในช่วงเลขคลื่น 1100-1000 cm^{-1} ทั้งนี้เนื่องมาจากการสั่นของพันธะ Si-O-Al ในอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต [18] และสามารถสังเกตได้ว่า peak จะมีการเลื่อนไปทางที่มีค่าเลขคลื่นมากขึ้นเมื่อมีการใช้อุณหภูมิในการเผาที่สูงขึ้นจาก 100 ถึง 800 องศาเซลเซียส สามารถบ่งบอกได้ว่าการเกิดขึ้นของ AlO_4 tetrahedral แทนที่ SiO_4 tetrahedral มากขึ้น และก่อให้เกิดเป็นพันธะ Si-O-Al [5]

จากกราฟ FTIR ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้จากตัวกลางที่เป็น Anionic surfactant ในน้ำดังภาพที่ 27 จะสามารถสังเกตเห็น peak ที่เลขคลื่นประมาณ 1475 และ 1660 cm^{-1} และลดลงจนหายไปเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา ทั้งนี้เนื่องจากสารประกอบไฮโดรคาร์บอนจาก TEOS ซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา เพราะเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้น สารประกอบไฮโดรคาร์บอนจะเกิดการสลายตัว สาเหตุที่ยังมี TEOS หลงเหลืออยู่เป็นเพราะการล้างอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยน้ำกลั่นหลังจากสังเคราะห์ได้นั้นทำการล้างยังไม่บริสุทธิ์เพียงพอที่จะกำจัด

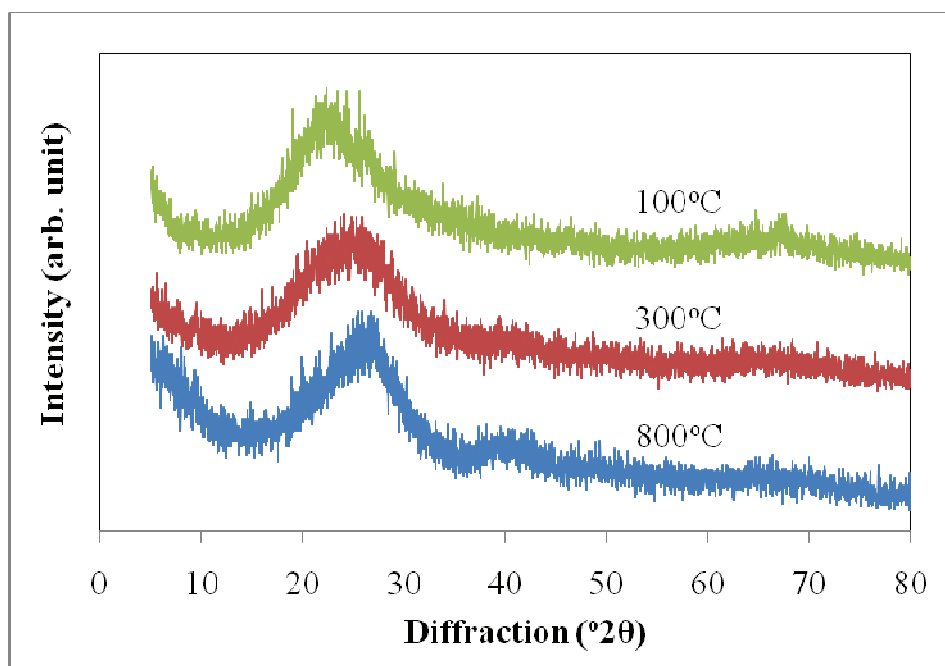
TEOS ออกไปได้หมด แต่เมื่อเปรียบเทียบกับกราฟ FTIR ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้จากตัวกลางที่เป็นเอทานอลในน้ำแล้วจะเห็นว่าไม่เจอ peak ที่เลขคลื่นประมาณ 1475 และ 1660 cm^{-1} ดังภาพที่ 28 นั่นเป็นเพราะการสังเคราะห์ที่ใช้เอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางได้ทำการล้างอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตได้มีประสิทธิภาพเพียงพอที่จะกำจัด TEOS ที่เหลือได้

4.1.2 การศึกษาความเป็นผลึกของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิค XRD

จากการสังเคราะห์อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตเพื่อที่จะใช้เป็นตัวยึดจับโมเลกุลของสีธรรมชาตินั้นนอกจากอูมิเนียมที่ทำหน้าที่เป็นมอร์แคนท์ในการช่วยยึดจับโมเลกุลของสีเชิงเคมีแล้ว ยังมีการยึดจับเชิงกายภาพร่วมด้วย ดังนั้นลักษณะความเป็นอสัณฐานและความเป็นผลึกของอนุภาคจึงต้องถูกพิจารณา เพราะจะส่งผลต่อประสิทธิภาพการยึดจับโมเลกุลของสีธรรมชาติ [9]

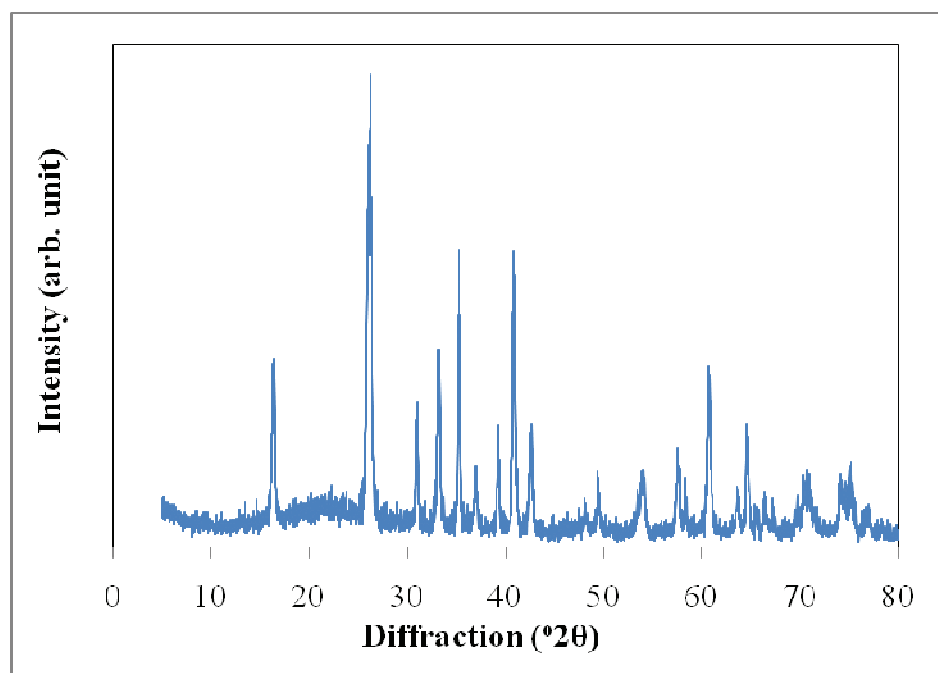


ภาพที่ 29 แสดงกราฟ XRD ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมี Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลาง แล้วเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 30 แสดงกราฟ XRD ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมีเอทานอลในน้ำเป็นตัวกลาง แล้วเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส

จากภาพที่ 29 และ 30 เป็นการวิเคราะห์อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิค XRD ที่สังเคราะห์ได้จากตัวกลางที่แตกต่างกันสองชนิดแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส จากภาพจะเห็นได้ว่าทุกตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์นั้น ไม่เกิดลักษณะของความเป็นผลึก แม้ว่าจะทำการเผาที่อุณหภูมิสูงถึง 800 องศาเซลเซียส แล้วก็ตาม เป็นการบ่งบอกได้ว่าอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้นั้นมีความเป็นอสัณฐาน โดยที่มุม 2θ เท่ากับ 25 องศาบ่งบอกถึงการมีอยู่ของ SiO₂ [18]



ภาพที่ 31 แสดงกราฟ XRD ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยมี Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลาง แล้วเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส

จากภาพที่ 31 เป็นการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์โดยใช้ Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส จากรูปจะเห็นได้ว่าเกิด peak แหลมของเฟสผลึกอย่างชัดเจน และจากการวิเคราะห์พบว่าผลึกที่เกิดขึ้นนั้นเป็นผลึกเดี่ยวของ Mullite ซึ่งเป็นแร่ชนิดหนึ่งจำพวกอลูมิเนียมซิลิเกต [19]

งานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าความเป็นผลึกของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่จะส่งผลต่อประสิทธิภาพของการยึดจับกับโมเลกุลของสีธรรมชาติ [9] ดังนั้นจึงจะทำการศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับสีธรรมชาติด้วยเทคนิค UV-Vis Spectroscopy

4.1.3 การศึกษาปริมาณของอลูมิเนียมในอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิค ICP

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายที่จะศึกษาผลของปริมาณอลูมิเนียมที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของการยึดจับกับโมเลกุลของสีธรรมชาติ ในการทดลองจึงมีการสังเคราะห์อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่มีการเติมอลูมิเนียมในปริมาณที่ต่างกันได้แก่ 1 และ 2 โมลในรูปของเกลืออลูมิเนียมไนเตรต ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) โดยที่อนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางและมีปริมาณของอลูมิเนียมที่เติมลงไป 1 โมลและ 2 โมล จะให้ชื่อเป็น 1Al-1Si-surfactant และ 2Al-

1Si-surfactant ตามลำดับ และอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้เอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางและมีปริมาณของออลูมิเนียมที่เติมลงไป 1 โมลและ 2 โมล จะให้ชื่อเป็น 1Al-1Si-ethanol และ 2Al-1Si-ethanol ตามลำดับแล้วจึงนำไปศึกษาหาปริมาณของออลูมิเนียมที่มีอยู่จริงในอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิค ICP

ตารางที่ 3 แสดงปริมาณออลูมิเนียม (%w/w) ที่มีอยู่ในอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกต

อนุภาคที่สังเคราะห์ได้	ปริมาณออลูมิเนียม (%w/w)	ปริมาณซิลิกา (%w/w)	อัตราส่วน Al:Si
1Al-1Si-surfactant	17.2	81.4	0.21:1
2Al-1Si-surfactant	24.1	79.9	0.30:1
1Al-1Si-ethanol	15.4	83.9	0.18:1
2Al-1Si-ethanol	21.7	78.0	0.27:1

จากปริมาณของออลูมิเนียมที่แสดงในตารางที่ 3 จะเห็นได้ทั้ง 2Al-1Si-surfactant และ 2Al-1Si-ethanol นั้นมีปริมาณของออลูมิเนียมมากกว่าทั้ง 1Al-1Si-surfactant และ 1Al-1Si-ethanol แสดงให้เห็นว่าในการสังเคราะห์ที่มีการใช้ปริมาณออลูมิเนียมตั้งต้นที่มากกว่าจะทำให้ได้อนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตที่มีปริมาณออลูมิเนียมสูงกว่าแม้ว่าจะไม่เป็นอัตราส่วน 2 เท่าเนื่องจากข้อจำกัดในการเข้าทำปฏิกิริยากันระหว่างออลูมิเนียมและซิลิกอนในปฏิกิริยาโซลเจล

4.2 การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิค UV-Vis Spectroscopy

การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตจำเป็นต้องมีการปรับ pH ของน้ำย้อมให้เท่ากับหรือใกล้เคียง 7 ก่อนที่จะทำการย้อมอนุภาค เพราะน้ำย้อมที่สกัดได้จากแก่นฝางจะมีค่า pH ที่ต่ำกว่า 7 จึงทำให้สีที่ได้เป็นเฉดสีส้มไม่เป็นสีแดงเข้ม ซึ่งจะส่งผลต่อค่า λ_{max} ของน้ำย้อมและน้ำหลังย้อม ความเข้มข้นที่เปลี่ยนไปของน้ำย้อมทั้งก่อนและหลังย้อมนั้นสามารถศึกษาได้จากค่าการดูดกลืนรังสี UV ที่ลดลงเมื่อน้ำย้อมมีความเข้มข้นที่ลดลง ซึ่งน้ำย้อมที่สกัดได้จากแก่นฝางจะมีค่า λ_{max} เท่ากับ 540 นาโนเมตร [20] งานวิจัยนี้ได้ศึกษาปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตได้แก่ตัวกลางที่ใช้สังเคราะห์ ปริมาณออลูมิเนียมในอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา

ซึ่งสามารถคำนวณเป็นร้อยละการดูดซับสีและตรึงสีธรรมชาติได้จาก Calibration curve จากเทคนิค UV-Vis spectroscopy

4.2.1 ผลของตัวกลางที่ใช้สังเคราะห์ที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกต

ตัวกลางที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตโดยปฏิกิริยาโซลเจลในงานวิจัยนี้ได้แก่ Anionic surfactant ในน้ำและเอทานอลในน้ำ ซึ่งอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ตัวกลางที่แตกต่างกันจะมีประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติที่ต่างกันด้วย

ตารางที่ 4 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่ถูกสังเคราะห์โดยใช้ Anionic surfactant ในน้ำและเอทานอลในน้ำเป็นตัวกลาง

ชนิดตัวกลาง	ร้อยละการดูดซับสีธรรมชาติ	ร้อยละการตรึงสีธรรมชาติ
2Al-1Si-surfactant	70.93	63.61
2Al-1Si-ethanol	63.20	55.88

จากค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่สังเคราะห์ได้จากตัวกลางที่แตกต่างกันจะพบว่าอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่ใช้ Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์จะมีค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติที่สูงกว่าอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่ใช้เอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์ ทั้งนี้เนื่องจากการใช้ เอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางนั้นจะทำให้สารตั้งต้นทั้งสองละลายเป็นเนื้อเดียวกันแล้วจึงเกิดปฏิกิริยาโซลเจล แต่เมื่อเทียบกับการใช้ Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางนั้นจะทำให้ TEOS แยกตัวออกเป็นหยดเล็กๆและกระจายตัวได้ดีในสารละลายแล้วจึงเกิดปฏิกิริยาโซลเจล ด้วยเหตุนี้การเกิดปฏิกิริยาโซลเจลที่ได้จากการกระจายตัวของ TEOS นั้นจะส่งผลให้ได้อนุภาคที่มีความเป็นรูพรุนสูงกว่าอนุภาคที่เกิดจากสารตั้งต้นที่ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้นอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่ใช้ Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์จะมีประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติสูงกว่าอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่ใช้เอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์

4.2.2 ผลของปริมาณอนุภาคนิเยมในอนุภาคนิเยมซิลิเกตที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคนิเยมซิลิเกต

อนุภาคนิเยมซิลิเกตที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้ถูกเตรียมโดยให้มีปริมาณอนุภาคนิเยมที่ต่างกัน โดยที่มีการใช้ปริมาณอนุภาคนิเยมตั้งต้นในการสังเคราะห์ต่างกัน 2 เท่า ซึ่งค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคนิเยมซิลิเกตที่มีปริมาณอนุภาคนิเยมต่างกันแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 5 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคนิเยมซิลิเกตที่มีปริมาณอนุภาคนิเยมต่างกัน

ปริมาณอนุภาคนิเยม	ร้อยละการดูดซับสีธรรมชาติ	ร้อยละการตรึงสีธรรมชาติ
1Al-1Si-surfactant	52.50	45.19
2Al-1Si-surfactant	70.93	63.61

จากค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคนิเยมซิลิเกตที่มีปริมาณอนุภาคนิเยมที่ต่างกัน พบว่าอนุภาคนิเยมซิลิเกตที่มีปริมาณอนุภาคนิเยมมากกว่าจะมีประสิทธิภาพในการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติที่ดีกว่า ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคนิเยมที่อยู่ในอนุภาคจะทำหน้าที่เป็นมอร์แคนท์ซึ่งสามารถรวมกับโมเลกุลของสีเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับสี (metal dye chelate complexes) ทำให้สีสามารถถูกผนึกอยู่ในอนุภาคได้ดีขึ้น ทำให้โมเลกุลของสีมีขนาดใหญ่ขึ้น และเปลี่ยนรูปของโมเลกุลของสียอมให้อยู่ในรูปที่ไม่ละลายน้ำ สีจะไม่ตกหรือซีดจาง ทำให้มีความคงทนมากขึ้น ด้วยเหตุนี้อนุภาคที่มีปริมาณอนุภาคนิเยมที่มากกว่าจึงเกิดเป็นสารประกอบเชิงซ้อนกับสีได้ดีกว่าและทนต่อการซักล้างมากกว่า [3]

4.2.3 ผลของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคนิเยมซิลิเกต

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาความเป็นผลึกของอนุภาคนิเยมซิลิเกต จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าอนุภาคจะเกิดเป็นผลึกอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ดังนั้นอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาจึงส่งผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคนิเยมซิลิเกต

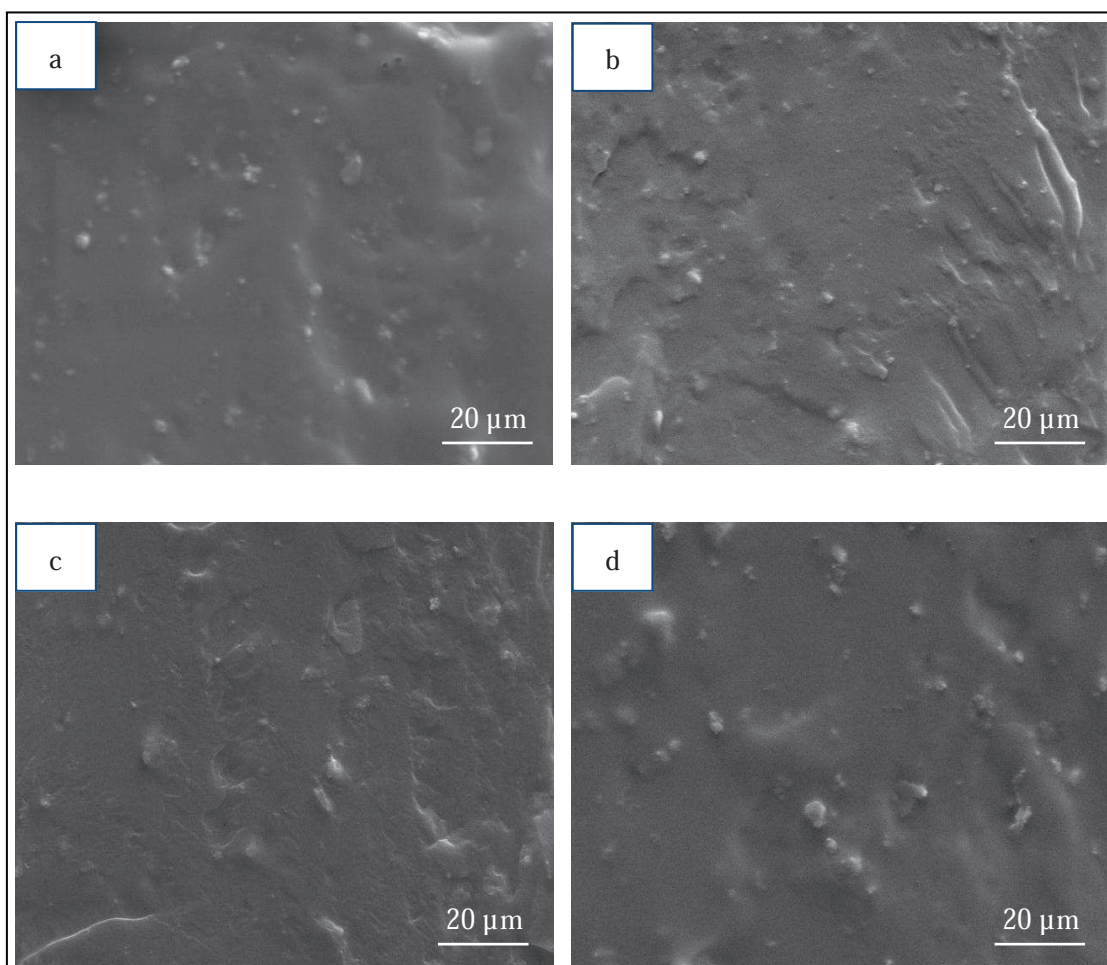
ตารางที่ 6 แสดงค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่เผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส

อุณหภูมิที่ใช้ ($^{\circ}\text{C}$)	ร้อยละการดูดซับสีธรรมชาติ	ร้อยละการตรึงสีธรรมชาติ
100	70.93	63.61
300	57.34	50.03
800	35.28	27.97

จากค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่เผาที่อุณหภูมิต่างกัน พบว่าที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส อนุภาคจะมีค่าร้อยละการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติที่ดีที่สุด รองลงมาคือที่อุณหภูมิ 300 และ 800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากลักษณะที่เป็นอนุภาคของอนุภาคจะมีความสามารถในการดูดซับและการตรึงสีธรรมชาติได้ดีกว่าลักษณะที่เป็นผลึกของอนุภาค เพราะการใช้อุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นจะทำให้อนุภาคมีความเป็นผลึกมากขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อนุภาคจะเกิดเป็นผลึกอย่างสมบูรณ์ จึงทำให้ประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคลดลง

4.3 การศึกษาลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติในฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยเทคนิค SEM

ลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติในฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์นั้นมีลักษณะการกระจายตัวที่ดีตามแนวระนาบ ซึ่งสามารถสังเกตได้จากสีของแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีสีแดงของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติกระจายตัวได้ดีทั่วทั้งแผ่น สำหรับการกระจายตัวของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติตามแนวความหนาของแผ่นฟิล์มสามารถศึกษาได้จากเทคนิค SEM โดยการถ่ายภาพที่ตำแหน่งรอยหักของแผ่นฟิล์มซึ่งใช้ในโครงงานเหลวในการทำให้แผ่นฟิล์มแข็งตัวแล้วจึงทำการหักแผ่นฟิล์มได้โดยไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงการกระจายตัวของอนุภาค



ภาพที่ 32 แสดงภาพ SEM บริเวณรอยหักของแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิต (a) 1Al-1Si-surfactant, (b) 2Al-1Si-surfactant, (c) 1Al-1Si-ethanol และ (d) 2Al-1Si-ethanol

จากภาพที่ 32 เป็นการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติในฟิล์มทั้ง 4 ตัวอย่างมีการกระจายตัวเป็นอย่างดีตลอดความหนาของแผ่นฟิล์ม ไม่มีการตกตะกอนของอนุภาคไปทางด้านชั้นบนหรือชั้นล่างของแผ่นฟิล์ม โดยที่รูปร่างของอนุภาคมีลักษณะคล้ายกับหลายเหลี่ยมจับตัวกันเป็นก้อนก้อนมีขนาดอนุภาคประมาณ 1-10 ไมโครเมตร เนื่องจากการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคบางส่วน

4.4 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงสีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตเมื่ออยู่ในสถานะที่เป็นกรดและด่าง

จุดมุ่งหมายในการเตรียมฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการกระจายตัวของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติในงานวิจัยนี้ก็เพื่อให้ฟิล์มมีความสามารถในการเป็นบรรจุภัณฑ์ฉลาด (Intelligent Packaging) เพื่อใช้บ่งบอกอายุในการเก็บอาหารที่ถูกบรรจุไว้ในบรรจุภัณฑ์ได้

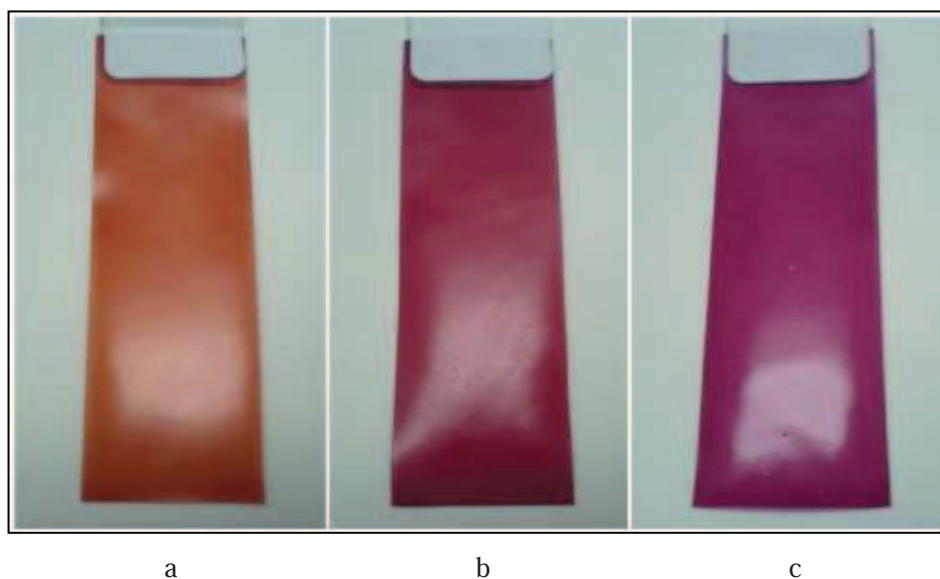
จึงต้องมีการทดสอบความสามารถในการเปลี่ยนเฉดสีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตเมื่ออยู่ในสภาวะที่เป็นกรดและด่างด้วยเครื่อง Color reader โดยที่ค่าเฉดสีจากฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตได้ทำการวัดในระบบของ CIELAB color system ประกอบด้วยค่า L^* , a^* และ b^* รวมถึงค่าความต่างของเฉดสี (ΔE) ได้จากการคำนวณค่าความต่างโดยรวมของค่าเฉดสีทั้งสามค่าจากฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตและฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

ตารางที่ 7 แสดงค่า ΔL^* , Δa^* , Δb^* และ ΔE ของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตในสภาวะการสัมผัสไฮดรอกไซด์ของกรดและด่างเทียบกับสภาวะที่เป็นกลาง

		Acid condition	Neutral condition	Alkaline condition
1Al-1Si-surfactant	ΔL^*	-42.23 ± 1.66	-44.49 ± 1.30	-46.76 ± 2.72
	Δa^*	49.07 ± 1.32	51.53 ± 1.21	49.37 ± 3.08
	Δb^*	19.34 ± 1.05	6.60 ± 0.90	-7.43 ± 0.81
	ΔE	68.98	66.56	67.69
2Al-1Si-surfactant	ΔL^*	-47.30 ± 0.53	-50.73 ± 1.72	-54.66 ± 1.31
	Δa^*	49.97 ± 0.70	51.93 ± 0.15	50.00 ± 0.72
	Δb^*	17.50 ± 0.17	6.60 ± 1.65	-7.43 ± 0.91
	ΔE	72.23	71.51	75.81
1Al-1Si-ethanol	ΔL^*	-40.97 ± 1.55	-42.93 ± 0.76	-45.27 ± 1.00
	Δa^*	48.90 ± 0.50	51.00 ± 1.34	49.53 ± 0.42
	Δb^*	22.60 ± 1.61	6.20 ± 0.40	-6.10 ± 1.14
	ΔE	69.68	65.37	70.37
2Al-1Si-ethanol	ΔL^*	-45.63 ± 0.25	-48.37 ± 0.58	-50.37 ± 0.50
	Δa^*	49.53 ± 0.15	51.73 ± 0.12	49.97 ± 0.15
	Δb^*	19.87 ± 0.15	6.77 ± 0.65	-6.57 ± 0.45
	ΔE	71.78	69.56	72.67
pure PVA	L^*	-	94.56 ± 0.29	-
	a^*	-	0.73 ± 0.06	-
	b^*	-	3.13 ± 0.06	-

หมายเหตุ : ค่า $+\Delta L^*$ ที่มากขึ้นแสดงถึงตัวอย่างที่มีความสว่างมากขึ้นขณะที่ค่า $-\Delta L^*$ ที่มากขึ้นแสดงถึงตัวอย่างที่มีความทึบแสงมากขึ้น ค่า $+\Delta a^*$ ที่มากขึ้นแสดงถึงตัวอย่างที่มีเฉดสีแดงมากขึ้นขณะที่ค่า $-\Delta a^*$ ที่มากขึ้นแสดงถึงตัวอย่างที่มีเฉดสีเขียวมากขึ้น ค่า $+\Delta b^*$ ที่มากขึ้นแสดงถึงตัวอย่างที่มีเฉดสีเหลืองมากขึ้นขณะที่ค่า $-\Delta b^*$ ที่มากขึ้นแสดงถึงตัวอย่างที่มีเฉดสีน้ำเงินมากขึ้น

จากตารางที่ 7 จะเห็นได้ว่าฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ที่นำมาใช้เป็นตัวอ้างอิงนั้นมีลักษณะเป็นฟิล์มใส มีความสว่าง ไม่ทึบแสงและมีเจดสีเหลืองปนเล็กน้อยเนื่องจากค่า $+b$ ในขณะที่ฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตทั้งสี่ (1Al-1Si-surfactant, 2Al-1Si-surfactant, 1Al-1Si-ethanol และ 2Al-1Si-ethanol) ในสภาวะที่เป็นกลาง ($pH = 7$) จะมีเจดสีแดงเนื่องจากมีค่า $+\Delta a^*$ จากตารางสามารถสังเกตได้ว่าเมื่ออัตราส่วนปริมาณของ Al_2O_3 ต่อ SiO_2 มีค่ามากขึ้นค่าความสว่าง (ΔL^*) จะมีค่าลดลง ในขณะที่ค่า Δa^* จะมีค่ามากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณของอนุเมียมในอนุภาคอนุเมียมซิลิเกตที่เพิ่มขึ้นจึงทำหน้าที่เป็นมอร์แดนที่ช่วยยึดจับกับ โมเลกุลของสีส่งผลให้ประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติขึ้น สีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตจึงมีสีแดงที่เข้มขึ้นเป็นผลให้ค่าความสว่างนั้นลดลง การเปลี่ยนเจดสีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตเป็นสีม่วงในสภาวะที่เป็นด่าง ($pH = 14$) เนื่องจากค่า $-\Delta b^*$ ที่มากขึ้น เป็นการบ่งบอกว่าเมื่อค่า $-\Delta b^*$ มากขึ้นเป็นผลให้เจดสีของฟิล์มซึ่งเดิมเป็นสีแดงเกิดเป็นสีน้ำเงินปนมากขึ้นจึงทำให้ได้ฟิล์มที่มีเจดสีม่วง ในขณะที่การเปลี่ยนเจดสีของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตเป็นสีส้มในสภาวะที่เป็นกรด ($pH = 2.5$) เนื่องจากค่า $+\Delta b^*$ ที่มากขึ้น เป็นการบ่งบอกว่าเมื่อค่า $+\Delta b^*$ มากขึ้นเป็นผลให้เจดสีของฟิล์มซึ่งเดิมเป็นสีแดงเกิดเป็นสีเหลืองปนมากขึ้นจึงทำให้ได้ฟิล์มที่มีเจดสีส้ม ดังภาพที่ 4.7 ค่าความต่างเจดสีโดยรวม (ΔE) ของฟิล์มทั้งในสภาวะที่เป็นกรดและด่าง สามารถพิจารณาได้ว่ามีความแตกต่างของเจดสีโดยรวมเมื่อเทียบกับฟิล์มในสภาวะที่เป็นกลาง การทดสอบการเปลี่ยนสีกลับ (Reverse) จากสภาวะไอระเหยของกรดและด่างพบว่าฟิล์มมีความสามารถในการเปลี่ยนสีกลับไปมาระหว่างสภาวะที่เป็นกรดและด่างได้ เจดสีที่เปลี่ยนแปลงในสภาวะที่เป็นกรด-ด่างดังแสดงในตารางที่ 8



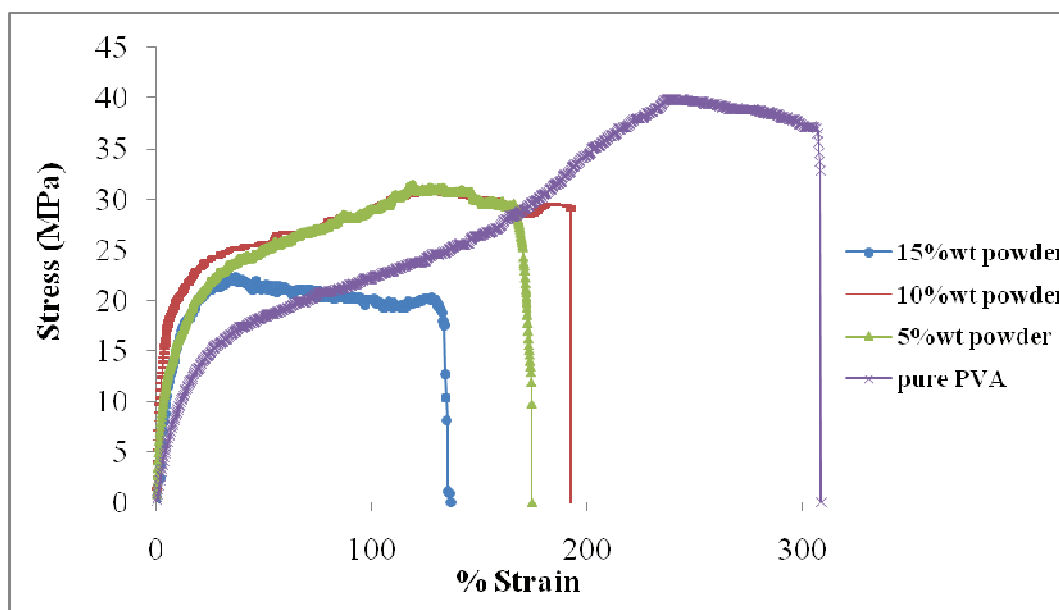
ภาพที่ 33 แสดงเจดสีที่เปลี่ยนไปของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตเมื่ออยู่ในไอระเหยของ (a) สภาวะกรด $pH = 2.5$ (b) สภาวะกลาง $pH = 7$ และ (c) สภาวะด่าง $pH = 14$

ตารางที่ 8 แสดงค่า ΔL^* , Δa^* , Δb^* และ ΔE ของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตในการทดสอบการเปลี่ยนสีแบบย้อนกลับ (Reverse) ในสภาวะไอระเหยของกรดและด่างเทียบกับสภาวะที่เป็นกลาง

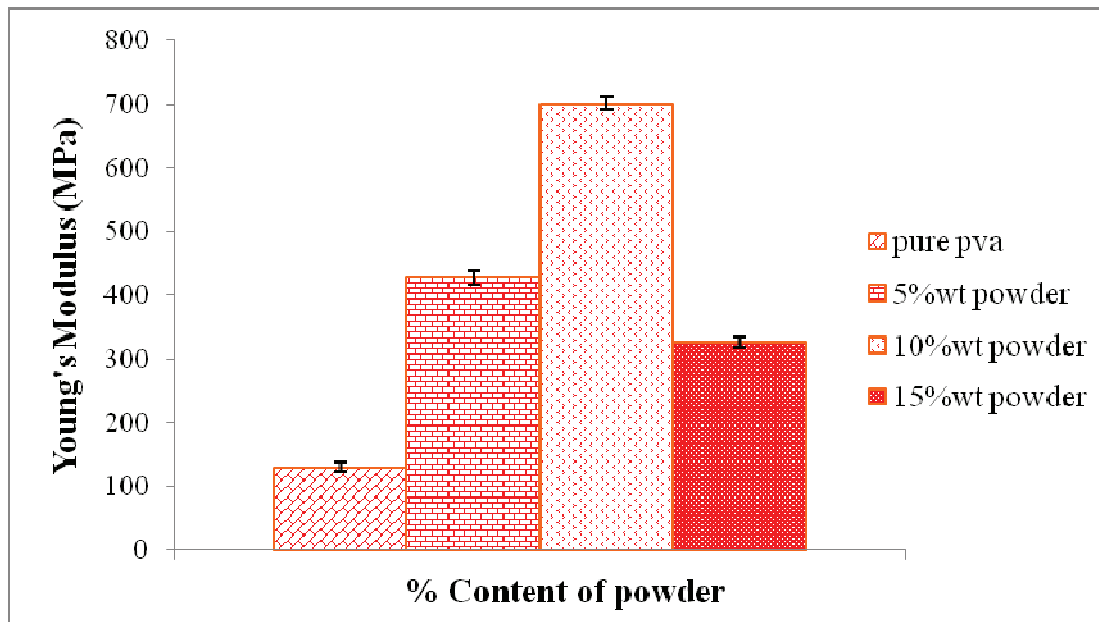
		Neutral condition	Acid condition	Reversible in alkaline condition	Reversible in acid condition
1Al-1Si-surfactant	ΔL^*	-50.43 ± 0.84	-48.23 ± 0.69	-51.74 ± 1.93	-47.79 ± 1.36
	Δa^*	42.63 ± 1.96	39.37 ± 1.05	49.05 ± 2.07	40.45 ± 1.94
	Δb^*	4.60 ± 1.70	19.94 ± 1.69	-7.51 ± 1.84	20.03 ± 1.48
	ΔE	66.19	65.37	71.69	65.71
2Al-1Si-surfactant	ΔL^*	-54.00 ± 0.40	-48.97 ± 0.98	-52.43 ± 0.40	-48.32 ± 0.86
	Δa^*	43.13 ± 0.32	40.30 ± 0.17	41.80 ± 0.62	40.49 ± 0.93
	Δb^*	2.60 ± 0.38	20.23 ± 0.81	-7.60 ± 0.26	20.60 ± 1.66
	ΔE	69.16	66.57	67.48	66.32
1Al-1Si-ethanol	ΔL^*	-50.34 ± 0.37	-50.06 ± 1.18	-50.02 ± 1.92	-50.48 ± 1.33
	Δa^*	41.36 ± 1.39	38.03 ± 1.93	44.25 ± 0.32	38.85 ± 0.28
	Δb^*	3.93 ± 1.19	17.87 ± 0.98	-6.05 ± 0.91	16.89 ± 1.98
	ΔE	67.30	65.36	67.06	65.90
2Al-1Si-ethanol	ΔL^*	-51.83 ± 0.37	-49.57 ± 0.37	-52.85 ± 0.63	-49.25 ± 0.96
	Δa^*	43.07 ± 2.07	38.54 ± 1.85	48.37 ± 1.84	37.37 ± 0.42
	Δb^*	2.73 ± 0.76	20.75 ± 0.65	-7.57 ± 1.08	19.69 ± 1.55
	ΔE	67.44	66.13	72.04	64.88

4.5 การศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิต

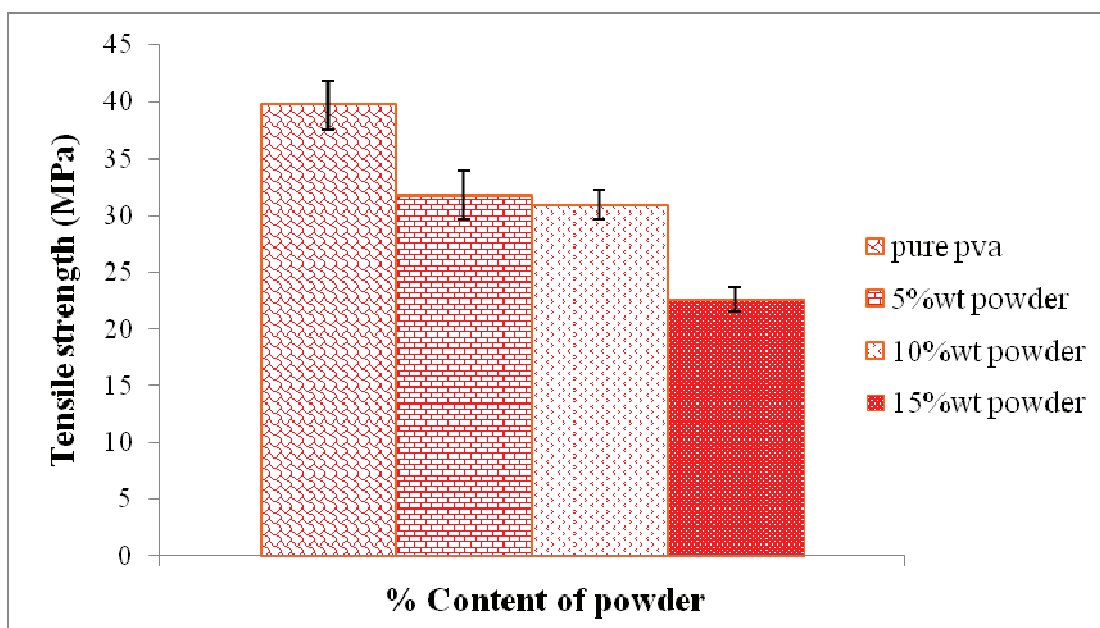
สำหรับการเตรียมฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการกระจายตัวของอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาตินั้นจำเป็นต้องรู้ปริมาณของอนุภาคที่ใช้ในการกระจายตัวในฟิล์มเพื่อที่จะได้ฟิล์มที่มีความเข้มสีที่เหมาะสมและได้สีที่ชัดเจนที่สุด ซึ่งความเข้มสีของแผ่นฟิล์มนั้นเป็นผลมาจากปริมาณของอนุภาคอูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติที่อยู่ในฟิล์ม กล่าวคือถ้ามีปริมาณอนุภาคมากก็จะได้ฟิล์มที่มีสีเข้มขึ้นแต่ปริมาณของอนุภาคที่ใช้จะส่งผลต่อสมบัติเชิงกลของฟิล์ม



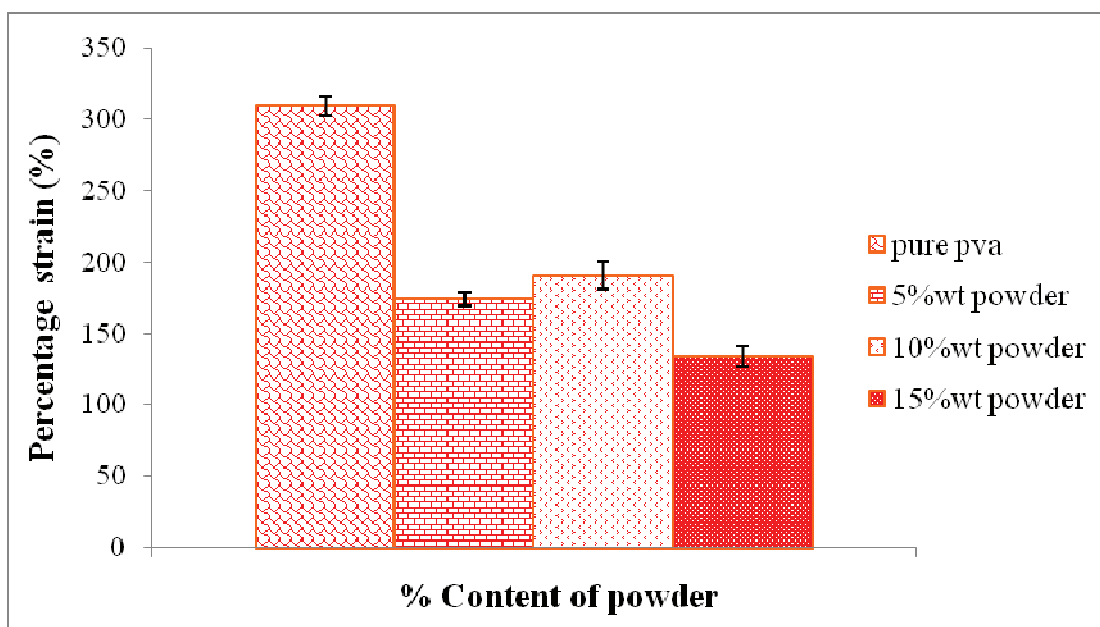
ภาพที่ 34 แสดงกราฟ Stress-strain ของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติ 5, 10 และ 15%



ภาพที่ 35 แสดงกราฟแสดงการเปรียบเทียบค่า Young's Modulus ของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติ 5, 10 และ 15%wt



ภาพที่ 36 แสดงกราฟแสดงการเปรียบเทียบค่า Tensile strength ของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคคอลลอยด์ไคโตซาน 5, 10 และ 15%wt



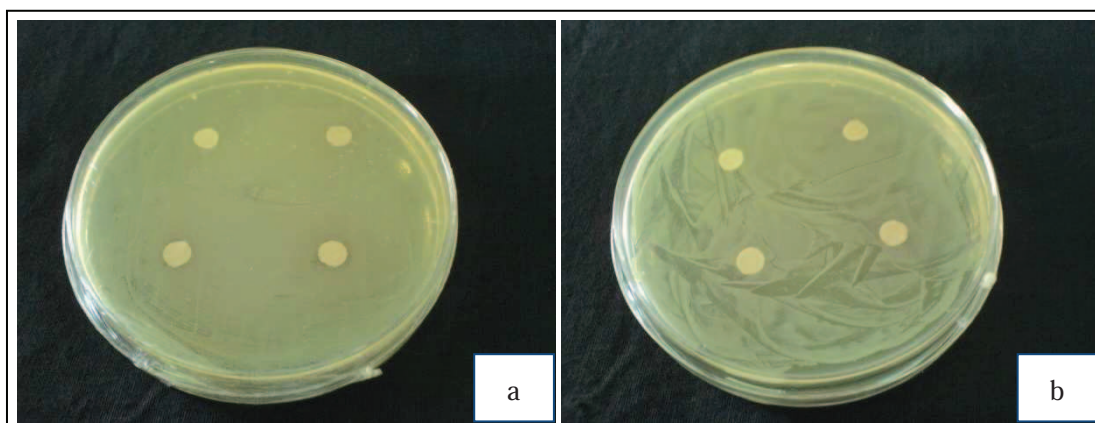
ภาพที่ 37 แสดงกราฟแสดงการเปรียบเทียบค่า Percentage strain ของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคคอลลอยด์ไคโตซาน 5, 10 และ 15%wt

จากการศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการกระจายตัวของอนุภาค อลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติเมื่อเทียบกับฟิล์มซึ่งเป็นพอลิไวนิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์พบว่าค่า Young's Modulus ของฟิล์มคอมโพสิตมีค่าเพิ่มขึ้นซึ่งจะเกิดจากอนุภาคไปทำหน้าที่เป็นสาร เสริมแรงในฟิล์มคอมโพสิตทำให้ฟิล์มคอมโพสิตมีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้นแต่ในขณะเดียวกัน อนุภาคก็จะไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่โมเลกุลของพอลิเมอร์ ทำให้การเลื่อนผ่านกันของ สายโซ่โมเลกุลเกิดได้ยากขึ้นอีกทั้งการเข้ากันที่ไม่ดีระหว่างเฟสอนุภาคและเฟสพอลิเมอร์ทำให้เกิด ช่องว่างระหว่างเฟสขึ้นส่งผลให้บริเวณระหว่างเฟสรับแรงได้น้อยลง ดังนั้นฟิล์มคอมโพสิตจึง แสดงพฤติกรรมแบบ Brittle มากขึ้น ความเหนียวของฟิล์มคอมโพสิตจึงลดลง ในการให้แรงกับ ฟิล์มทุกตัวอย่างจะทำให้ฟิล์มเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกมากขึ้นจึงสังเกตเห็นได้ว่าค่า Tensile strength จะเพิ่มขึ้นอีกหลังจากที่การให้แรงผ่านจุด Yield ไปแล้ว แต่เมื่อมีการกระจายตัวของ อนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติในฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ อนุภาคจะไปขัดขวางการ เกิดผลึกของฟิล์มจึงทำให้ค่า % Strain และ Tensile strength ของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตมีค่า ลดลงเมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์บริสุทธิ์

เมื่อเปรียบเทียบสมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาค อลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติที่ต่างกันได้แก่ 5, 10 และ 15%wt พบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่มี ปริมาณของอนุภาค 10%wt จะมีค่า Young's Modulus สูงที่สุด และเมื่อเปรียบเทียบค่า % Strain และ Tensile strength ของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตทั้งสามตัวอย่างแล้วพบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่มี ปริมาณของอนุภาค 5 และ 10%wt มีคุณสมบัติใกล้เคียงกันและดีกว่าฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณ ของอนุภาค 15%wt เนื่องจากเมื่อมีปริมาณอนุภาคมากเกินไปจะทำให้การกระจายตัวของอนุภาคไม่ ดีจึงเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคส่งผลให้สมบัติเชิงกลของฟิล์มลดลง ดังนั้นในการหาปริมาณที่ เหมาะสมของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติในการเตรียมฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตจึง เลือกฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณอนุภาค 10%wt ซึ่งจะได้ฟิล์มที่มีความแข็งที่ที่เหมาะสมและมี สมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด

4.6 การศึกษาความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของสารสกัดจากแก่นฝาง

จากการศึกษาที่ผ่านมา [4] พบว่าสาร Brazilein ในแก่นฝางมีความสามารถในการยับยั้ง เชื้อแบคทีเรียได้ ในงานวิจัยนี้จึงมีการศึกษาความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของสารสกัด จากแก่นฝางซึ่งได้ทำการเลือกเชื้อแบคทีเรียสองชนิดได้แก่ *Staphylococcus aureus* และ *Salmonella enteritica* serovar Enteritidis เป็นเชื้อแบคทีเรียแกรมบวกและแกรมลบตามลำดับ ซึ่ง เชื้อแบคทีเรียทั้งสองชนิดนี้เป็นเชื้อที่ก่อให้เกิดโรคในอาหาร



ภาพที่ 38 แสดงผลการทดสอบความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียทั้งสองชนิดของสารสกัดจากแก่นฝาง (a) *Staphylococcus aureus* และ (b) *Salmonella enteritica* serovar Enteritidis

จากผลการทดสอบความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียของสารสกัดจากแก่นฝางพบว่าไม่เกิด clear zone ขึ้นบริเวณรอบแผ่นทดสอบการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียทั้งสองชนิดเป็นเพราะสารสกัดจากแก่นฝางในงานวิจัยนี้ไม่มีความสามารถในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียได้ ทั้งนี้เนื่องจากสารสกัดอาจจะเสียสภาพระหว่างกระบวนการระเหยแห้งเพราะอุณหภูมิที่สูง อีกทั้งความเข้มข้นของสารสกัดจากแก่นฝางที่ใช้ในการทดสอบ 5 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร ต่ำเกินกว่าที่จะมีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตด้วยเทคนิคโซลเจลเพื่อใช้เป็นวัสดุในการตรึงสีธรรมชาติโดยมีการใช้ Anionic surfactant ในน้ำและเอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์และมีปริมาณออลูมิเนียมเริ่มต้นในการสังเคราะห์ที่ต่างกัน 1 และ 2 โมลอะตอม แล้วจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งปริมาณของออลูมิเนียมในอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกต ตัวกลางที่ใช้ในการสังเคราะห์และอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาจะส่งผลต่อประสิทธิภาพในการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติโดยที่อนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตที่ใช้ Anionic surfactant ในน้ำเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์จะมีประสิทธิภาพในการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติที่ดีกว่าการใช้เอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางในการสังเคราะห์โดยที่อนุภาคที่มีปริมาณออลูมิเนียมมากกว่าและเผาที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสจะมีประสิทธิภาพในการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติที่ดีที่สุด

ในการเตรียมฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีการกระจายตัวของอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติจากการศึกษาด้วยเทคนิค SEM พบว่าอนุภาคมีการกระจายตัวได้ดีตลอดความหนาของแผ่นฟิล์ม ไม่มีการตกตะกอนไปทางด้านใดด้านหนึ่งของแผ่นฟิล์ม ในการทดสอบการเปลี่ยนเฉดสีของแผ่นฟิล์มในสถานะที่เป็นกรดและด่างเทียบกับสถานะที่เป็นกลางพบว่าในสถานะที่เป็นกลางสีของฟิล์มเป็นเฉดสีแดง เมื่ออยู่ในสถานะที่เป็นกรดฟิล์มจะเปลี่ยนเป็นสีส้มและในสถานะที่เป็นด่างฟิล์มจะเปลี่ยนเป็นสีม่วง อีกทั้งยังมีความสามารถในการเปลี่ยนเฉดสีแบบย้อนกลับได้ ซึ่งสามารถยืนยันผลการทดสอบได้จากค่า L^* , a^* และ b^* ของการทดสอบวัดค่าเฉดสีด้วยเครื่อง Color reader

การศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติที่ต่างกันพบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาค 5 และ 10%wt จะมีสมบัติเชิงกลใกล้เคียงกันและดีกว่าฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของอนุภาค 15%wt ดังนั้นในการหาปริมาณที่เหมาะสมของอนุภาคออลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติในการเตรียมฟิล์มพอลิเมอร์คอมโพสิตจึงเลือกฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณอนุภาค 10%wt ซึ่งจะได้ฟิล์มที่มีความแข็งแรงและมีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมในการใช้เป็น Intelligent packaging

จากการทดสอบการยับยั้งเชื้อของสาร Brazilein ที่สกัดได้จากแก่นฝางนั้นพบว่าสาร Brazilein ที่สกัดได้ในงานวิจัยนี้ไม่สามารถที่จะยับยั้งการเจริญของเชื้อแบคทีเรีย *Staphylococcus aureus* และ *Salmonella enteritica* serovar Enteritidis ได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้มีการใช้สีจากแก่นฝางเพื่อเป็นตัวบ่งบอกสถานะที่เป็นกรดและด่าง ซึ่งนอกจากสีจากแก่นฝางแล้วยังมีสีจากพืชชนิดอื่นเช่น อัญชัน และ กะหล่ำม่วง ที่มีความสามารถในการบ่งบอกสถานะที่เป็นกรดและด่างได้ ทั้งนี้จะต้องมีการทดสอบการทนต่อแสงเพื่อเป็นการเปรียบเทียบกัน

อย่างไรก็ตามการใช้งานของ Intelligent packaging นั้นต้องไม่เกิดการเปลี่ยนไปกลับของเฉดสี (reversible color shade) เพื่อป้องกันการบริโภคสินค้าที่หมดอายุอันเกิดจากการปลอมแปลงเฉดสีของบรรจุภัณฑ์ที่อยู่ในสถานะที่เปลี่ยนไปกลับตามค่าความเป็นกรด-ด่าง

บรรณานุกรม

- [1] B.Y. Gao, H.H. Hahn and E. Hofmann, “Evaluation of aluminum-silicate polymer composite as a coagulant for water treatment”, *Water research*, 36, (2002), 3573-3581
- [2] Intelligent packaging [online], accessed 5 February 2010. Available from <http://www.bloggang.com/mainblog.php?id=utcc-foodscitech&month=12-08-2009&group=2&gblog=1>, 5
- [3] พลอย เหลืองไพโรจน์, “การพัฒนาผ้ามาตรฐานสีธรรมชาติเพื่อการทดสอบการทนต่อแสงสำหรับผ้าทอพื้นเมืองย้อมสีธรรมชาติ”, วิทยานิพนธ์ สาขาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร, (2551).
- [4] แก่นฝาง [online], accessed 14 December 2009. Available from <http://www.dnp.go.th/EPAC/Herb/16fang.htm>
- [5] Brazilein [online], accessed 14 December 2009. Available from http://www.scisoc.or.th/stt/33/sec_o/paper/stt33_O3_O0024.pdf
- [6] Sol-gel [online], accessed 2 May 2008. Available from <http://www.dpim.go.th/dt/pper/000001106028718.pdf>
- [7] M. Chatterjee and M. K. Naskar, “Sol-gel synthesis of lithium aluminosilicate powders: The effect of silicate source” *Ceramics international*, 32, (2006), 623-632.
- [8] Aluminum silicate [online], accessed 15 January 2009. Available from http://www.nsruc.ac.th/e-learning/soil/lesson_7_2.php
- [9] O. Martinez-Zapata a, J. Mendez-Vivar and V.H. Lara, “Trapping organic molecules in sol-gel aluminosilicate matrices” *Journal of Non-Crystalline Solids*, 355, (2009), 2496–2502.
- [10] K. Sinko and R. Mezei, “Preparation effects on sol-gel aluminosilicate gels” *Journal of Non-Crystalline Solids*, 231, (1998), 1-9.
- [11] H. Ivankovic, E. Tkalec and R. Rein, “Microstructure and high temperature 4-point bending creep of sol-gel derived mullite ceramics” *Journal of the European Ceramic Society*, 26, (2006), 1637–1646.
- [12] Polyvinyl alcohol [online], accessed 23 December 2009. Available from ftp://ftp.fao.org/es/esn/jecfa/cta/CTA_61_PVA.pdf

- [13] S. Tang, P. Zou and H. Xiong, "Effect of nano-SiO₂ on the performance of starch/polyvinyl alcohol blend films", *Carbohydrate polymer*, 72, (2008), 521-526.
- [14] L.A. Gareia-Cerda, M.U. Escareno-Castro and M. Salazar-Zertuche, "Preparation and characterization of polyvinyl alcohol-cobalt ferrite nanocomposites", *Journal of non-crystalline solid*, 353, (2007), 808-810.
- [15] สนุกกับโพลีเมอร์ [online], accessed 24 March 2009. Available from
<http://www3.ipst.ac.th/chemistry/document/activity/สนุกกับโพลีเมอร์.pdf>
- [16] รศ.ดร.อรัญ หาญสืบสาย, การสื่อสารสื่ออย่างแม่นยำ.คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- [17] การวัดค่าแฉดสี [online], accessed 20 December 2009. Available from
http://coursewares.mju.ac.th/ea341/lesson2/ch02_6.pdf
- [18] A.A. Jara, S. Goldberg and M.L. Mora, "Studies of the surface charge of amorphous aluminosilicates using surface complexation models", *Journal of Colloid and Interface Science*, 292, (2005), 160-170.
- [19] M.A. Sainz, F.J. Serrano and J. Bastida, "XRD microstructural analysis of mullites obtained from kaolinite-alumina mixtures", *Journal of the European Ceramic Society*, 20, (2000), 403-412.
- [20] E. Milropoulou, E. Tsatsaroni and E.A. Varela, "Revival of traditional European dyeing techniques yellow and red colorants", *Journal of Cultural Heritage*, 10, (2009), 447-457.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

วิธีการคำนวณค่าต่างๆในงานวิจัย

ก.1 การคำนวณประสิทธิภาพการย้อม โดยการหาค่าการดูดซับสี (%absorption and %dye fixation)

$$\% \text{ dye absorption} = \left(\frac{[A_b] - [A_a]}{[A_b]} \right) \times 100$$

$$\% \text{ dye fixation} = \left(\frac{[A_b] - [A_a] - [A_w]}{[A_b]} \right) \times 100$$

โดยที่ $[A_b]$ = ค่าความเข้มข้นของน้ำสีก่อนการย้อม

$[A_a]$ = ค่าความเข้มข้นของน้ำสีหลังการย้อม

$[A_w]$ = ค่าความเข้มข้นของน้ำสีหลังการล้างครั้งแรก

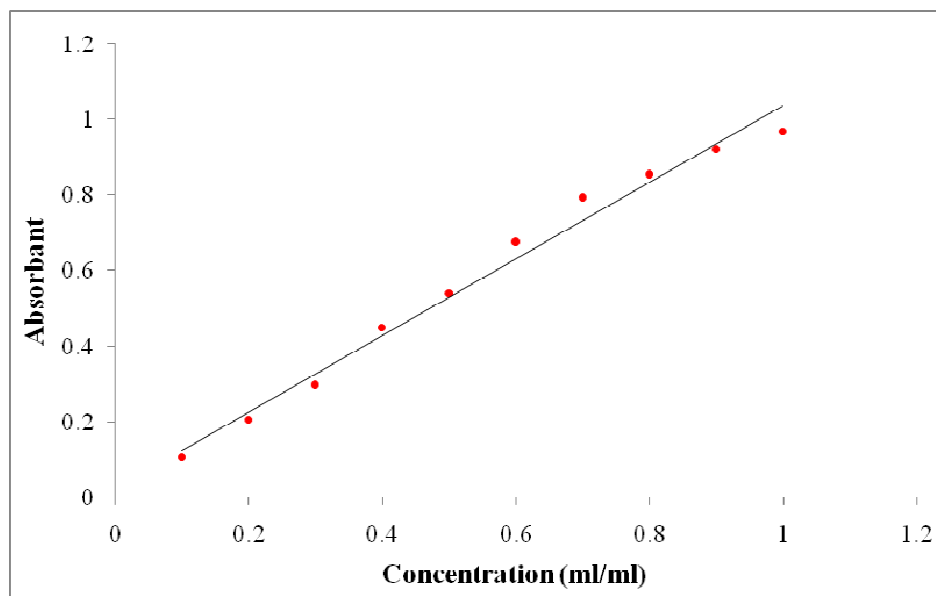
ก.2 คำนวณค่าความแตกต่างสีของ ΔE ในระบบ L a b

$$\Delta E = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}$$

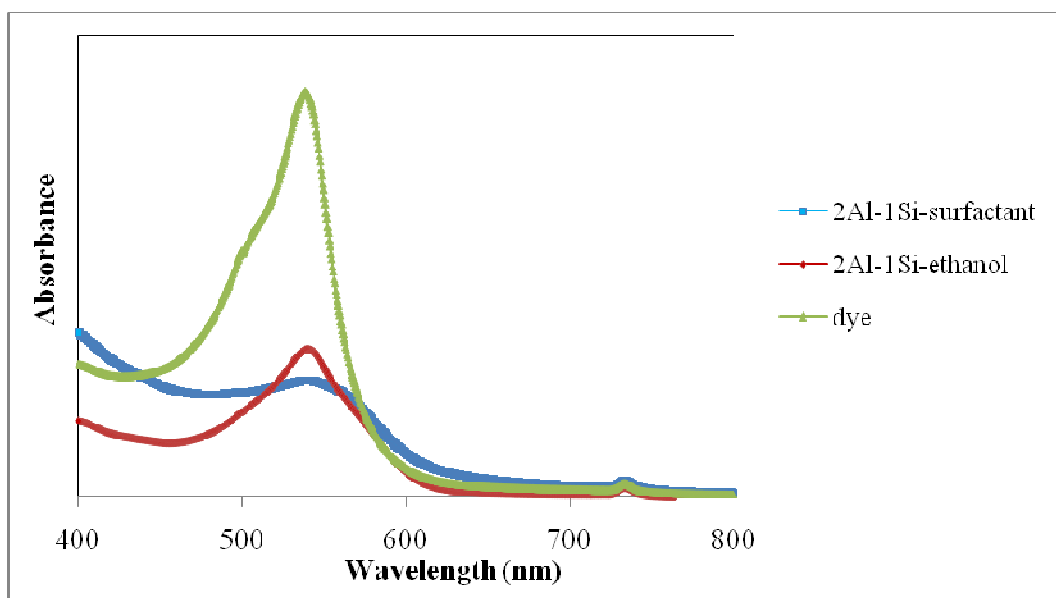
โดยที่ $\Delta L^*, \Delta a^*, \Delta b^*$ = ค่าความแตกต่างใน L, a และ b ระหว่างสีตัวอย่างและสีที่ใช้เทียบ

ภาคผนวก ข

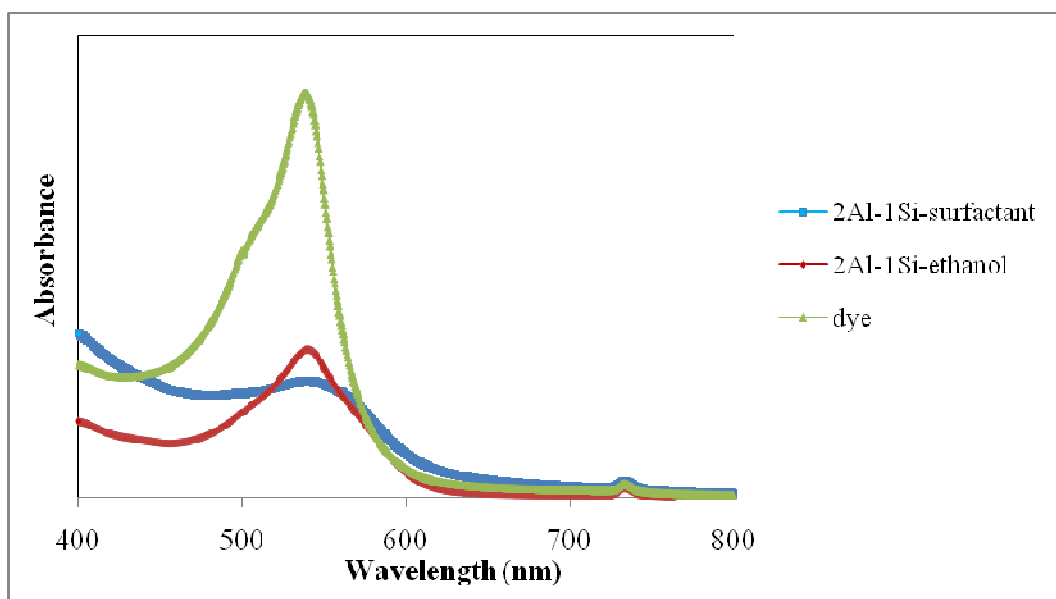
ผลการทดสอบประสิทธิภาพการย้อมสี



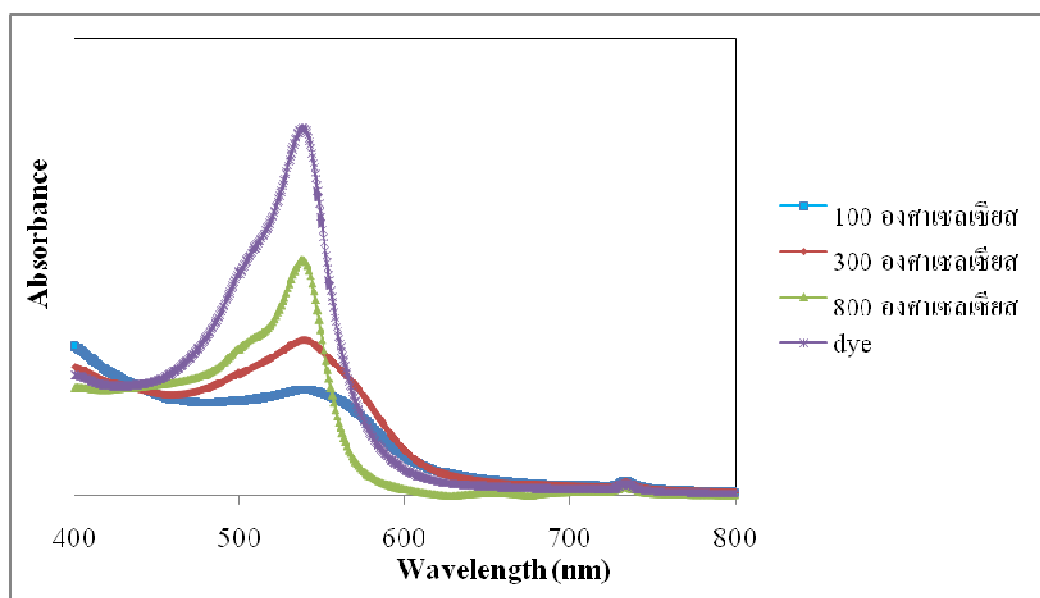
ภาพที่ 39 แสดงกราฟ Calibration curve ของสีที่สกัดจากแก่นฝาง



ภาพที่ 40 แสดงประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอลูมิเนียมซิลิเกตที่ถูกสังเคราะห์โดยใช้ Surfactant ในน้ำและเอทานอลในน้ำเป็นตัวกลางของ 2Al-1Si-surfactant และ 2Al-1Si-ethanol



ภาพที่ 41 แสดงประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอะลูมิเนียมซิลิเกตที่มีปริมาณอะลูมิเนียมต่างกันของ 1Al-1Si-surfactant และ 2Al-1Si-surfactant

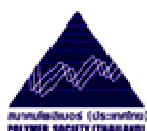


ภาพที่ 42 แสดงประสิทธิภาพการดูดซับและตรึงสีธรรมชาติของอนุภาคอะลูมิเนียมซิลิเกตที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 100, 300 และ 800 องศาเซลเซียส ของ 2Al-1Si-surfactant

ภาคผนวก ค

การนำเสนอผลงานวิจัย

1. การประชุมวิชาการบัณฑิตศึกษาด้านสาขาพอลิเมอร์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 2 วันที่ 21-22 พฤษภาคม 2552 ณ อาคารมหามกุฏ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย นำเสนอในรูปแบบโปสเตอร์



The 2nd Polymer Graduate Conference of Thailand
May 21- 22, 2009
Mahamakut Building, Faculty of Science, Chulalongkorn University

Notification of Presentation

May 12, 2009

Dear Sivaphan Rattanaapatiphan,

It is our pleasure to inform you that your abstract entitled **“Preparation and characterization of natural dye-aluminum-silicate polymer composites for pH indicators”** has been accepted for poster presentation and will be published in the proceeding book of the 2nd Polymer Graduate Conference of Thailand. The final program and the guideline for presentation can be viewed at <http://www.thaipolymersociety.org/>.

We hereby confirm that you are officially invited to attend the 2nd Polymer Graduate Conference of Thailand, which will be held on May 21-22, 2009 at Faculty of Science, Chulalongkorn University, Thailand. Please be informed that advanced registration along with the appropriate payment is requested for all presenters. The deadline of on-site registration only for participants with no presentations is May 22, 2009.

We look forward to seeing you in the 2nd Polymer Graduate Conference of Thailand

Sincerely yours,

Assistant Professor Krisda Suchiva
Chairman of Organizing Committee, the 2nd Polymer Graduate Conference of Thailand

Proceedings of The 2nd Polymer Graduate Conference Of Thailand



Organized by : Polymer Society (Thailand)
Chulalongkorn University

May 21–22, 2009

Faculty of Science

Chulalongkorn University



Preparation and characterization of natural dye-aluminum-silicate polymer composites for pH indicators

Sivaphan Rattanapatiphan^{1,2} and Pajaera Patanathabutr^{1,2*}

¹Department of Material Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Nakorn Pathom, 73000, Thailand

²Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Chulalongkorn University, Bangkok, 10330, Thailand. E-Mail: pajaera@su.ac.th

Abstract

Natural dye extracted from Sappan wood (*Caesalpinia sappan* L.) has characteristic chromophore and auxochrome which are shade-sensitive to acid and alkaline environment. The aim of this research is to prepare polyvinyl alcohol (PVA)-natural dye-aluminum-silicate ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) composites by sol-gel technique, following by film casting method in aqueous solution. The aluminum-silicate powder was characterized by FTIR and X-ray diffraction (XRD) and the distribution of the powder in film was investigated by Scanning electron microscopy (SEM). The composites showed visual change in color shade of film in acid and alkaline condition which can be applied as pH indicators in food packaging.

Keywords: Aluminum-silicate, natural dye, sol-gel chemistry, pH indicators

1. Introduction

When food was rotten, the microorganism in food would generate acid. Thus if food packaging can identify acidity or alkalinity of food contained, and can visualize a difference in pH, the packaging can then inform shelf-life of food to customers.

Sappan tree or Indian red (*Caesalpinia sappan* L.), called Fang in Thai, is an indecuduous tree distributed in Thailand, China, India and Burma. Its heartwood has long been used in oriental folk medicines to treat infectious diseases [1] as well as used in natural dyeing of cotton and silk for red shade yarn. The main constituent of Sappan tree is oxidized brazilin, called brazilein, which can be extracted by boiled water.

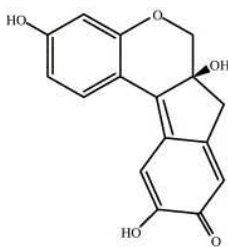


Figure 1. Illustrates the chemical structure of brazilein [1].

Brazilein has a characteristic chromophore which can absorb light in the wavelength ranged between 490-500 nm and shows the complementary color to eye as red shade. When in acid condition, the auxochrome which is an electron-donating group alters light absorption of the

chromophore to the wavelength ranged between 480-490 nm. and shows the complementary color to eye as orange shade. While, in alkaline condition, the dye alters light absorption of the chromophore to the wavelength ranged between 500-560 nm. shows the complementary color to eye as purple shade.

However natural dye is a mordant dye which is required metal mordants to bind dye with the substrate by metal chelate formation. In this research, high porous aluminum-silicate powder will be used as natural dye absorbers.

Aluminum-silicate powder can be prepared by sol-gel technique [2]. The Sol-gel technique was the process that changing liquid called "sol" which was the suspension with particle size about 0.1-1.0 micron to solid called "gel". Most of precursor materials in sol-gel technique are alkoxide based system such as tetraethoxysilane (TEOS), following by hydrolysis and condensation reaction. The mixed metal oxide powder can be prepared by chemical modifications with chelating ligands [3].

In the present study, the aluminium silicate synthesis of different molar ratio of aluminium oxide (Al_2O_3) and silicon oxide (SiO_2) powder as 1:1 and 2:1 were prepared from aluminium nitrate and controlled hydrolysis of tetraethoxysilane [4]. The effect of different molar composition on dyeing efficiency will be investigated. Furthermore, the visual change in color shade of natural dye-aluminum-silicate polyvinyl alcohol

(PVA) cast film in acid and alkali condition will be compared with that casted in a neutral condition.

2. Experimental

2.1 Preparation of aluminum-silicate powder

Aluminium nitrate ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) was dissolved in distilled water to obtain 1M and 2M solution respectively. The solution was stirred and refluxed at 80°C for 30 min. Then, 30% aqueous ammonia was added at 80°C under reflux condition to obtain the solution of pH 3.3. The amount of tetraethoxysilane ($\text{TEOS}-(\text{OC}_2\text{H}_5)_4\text{Si}$) was calculated according to molar ratio of aluminium oxide (Al_2O_3) and silicon oxide (SiO_2) as 1:1 and 2:1 which was called 1Al-1S and 2Al-1S, respectively. Anionic organic surfactant (0.045 times by weight of TEOS) was added into the solution under continuously stirring at room temperature. Then, TEOS was added drop wise into the mixed solution and heat at 80°C until gelation. The gel was dried in oven at 60°C overnight. Dried gel was grinded with alumina mortar and washed with distilled water several times to remove surplus Al^{3+} , NO_3^- and organic surfactant then dried at 60°C overnight. The powder was calcined at temperature of 100, 300 and 800°C for 2 hours.

2.2 Natural dye extraction

Natural dye was extracted from grinded Sappan heartwood (*Caesalpinia sappan* L.) by hot water at ratio of dried heartwood to water equal to 1:10 by weight at 80°C for 2 hours. Then the extracted red dye solution was filtered by filter paper and adjusted pH value to 7 with 1M sodium hydroxide solution.

2.3 Natural dye adsorption on aluminum-silicate powder

The aluminum-silicate powder was milled with alumina ball in the glass pod overnight and then the powder were sieved with 635 mesh sieve tray to obtain $<20\mu\text{m}$ powder. Then the powder was added in Sappan dye bath at ratio of the aluminum-silicate powder to the dye bath equal to 1:30 by weight at 80°C for 2 hours. Then the dyed powder was filtered out and dried at 60°C overnight. After that the dyed powder was washed with distilled water at the ratio of powder to water equal to 1:30 and then dried at 60°C overnight.

2.4 Film polymer composite preparation

The dyed powder was dispersed in distilled water in ultrasonic bath. Then, 10% by weight of polyvinyl alcohol (PVA) was added in dye bath and heated at 100°C until PVA was dissolved completely. The PVA-natural dye aluminum-silicate suspension was casted into a square acrylic mold with dimension of $60 \times 60 \times 1$ mm at room temperature and then dried at 60°C overnight to obtain red film polymer composites.

2.5 Characterization of powders and polymer composite film

Fourier transform infrared (FTIR) was employed to characterize 2Al-1S aluminum-silicate powder. The crystalline phases of the calcined 2Al-1S aluminum-silicate powder developed at different temperatures were examined by X-ray diffraction (XRD). The microstructures of the polymer composite films were observed by Scanning electron microscope (SEM). The investigation of change in color shade under acid and alkaline condition was conducted by placing 1×5 cm film in closed beakers which were saturated by vaporized acid and alkaline. The solution studied were 10% acetic acid solution at pH 2.5, 10% sodium hydroxide solution at pH 14.0 and distilled water at pH 7.0. Then L, a, b color measurement of all samples was performed in compared with those of clear PVA film.

3. Result and discussion

3.1 Characterization of aluminum-silicate powder

Figure 2. showed FTIR spectra of 2Al-1S aluminum-silicate powder calcined at 100, 300 and 800°C . all spectra show a strong broad band of Si-O-Al vibration in wave number region of $1100-1000\text{ cm}^{-1}$ however, the band shifted to higher wavelength region, towards 1000 cm^{-1} with increase in temperatures from 100 to 800°C . It indicated that more substitution of AlO_4 tetrahedral took place into SiO_4 tetrahedral unit and form Si-O-Al. Therefore, the characteristics band for Si-O-Si vibration changed to Si-O-Al vibration with increase in temperature. A medium band in the wave number region $800-950\text{ cm}^{-1}$ which are the characteristic absorption bands for AlO_6 octahedral with nonbridging oxygens found to be present in the samples dried at 100°C while there were no existence of such band in the

samples dried at 300 and 800°C. It could indicate that at higher temperature, AlO_6 octahedral changed to AlO_4 tetrahedral.

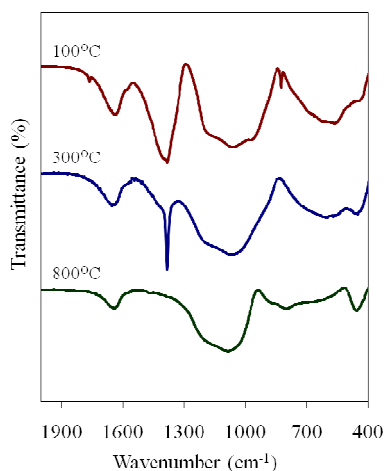


Figure 2. Illustrates the FTIR spectra of gel 2Al-1S aluminum-silicate powder calcined at 100, 300 and 800°C.

XRD patterns of 2Al-1S aluminum-silicate powders calcined at 100, 300 and 800°C were shown in Figure 3. All samples remained amorphous with strong broad band at region $2\theta = 25$ corresponding to the SiO_4

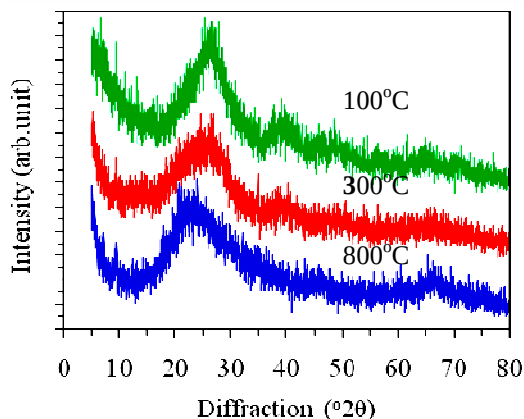


Figure 3. Illustrates XRD pattern of gel powder calcined at 100, 300 and 800°C.

3.2 Natural dyeing efficiency

Table 1. showed natural dyeing efficiency of aluminum-silicate powder at different molar ratio of aluminium oxide and silicon oxide. Dye concentration before and after dyeing was calculated by UV absorption calibration curve at wavelength of 538 nm. It was founded that aluminum-silicate powder of 2:1 molar ratio of

aluminium oxide and silicon oxide showed higher dye absorption and fixation of dye on the powder due to higher amount of metal chelating substitutes.

Table 1. Shows percentage of dye absorption and fixation by aluminum-silicate powders with different Al content.

Powder	% dye absorption	%dye fixation
1Al-1S	32.55	25.46
2Al-1S	50.64	43.55

3.3 Dyed aluminum-silicate powder distribution

The SEM fracture surface of the polymer composite film in Figure 4. revealed that the dyed aluminum-silicate powders were cobblestone like morphology with particle size 1-10 μm . As seen in Figure 4, all the film has well dispersed of aluminum-silicate powder throughout the thickness of the film.

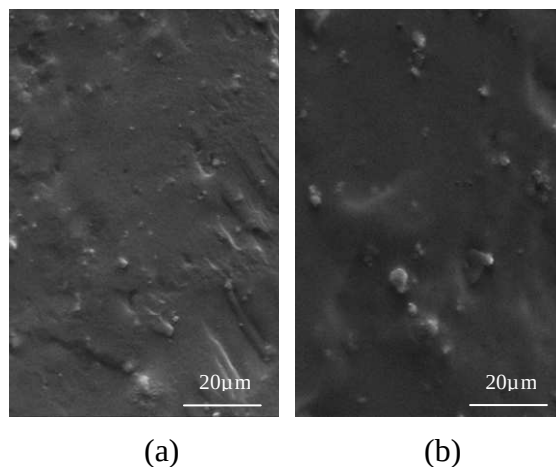


Figure 4. Illustrates SEM image of fracture surface (a) 1Al-1S and (b) 2Al-1S polymer composite throughout the thickness of film.

3.4 The change in color shade if composite film under acid and alkaline condition

Table 2. showed the ΔL , Δa , Δb and ΔE value of polymer composite film in three vaporized acid, neutral and alkaline condition compared to clear PVA film. The higher $+\Delta L$ shows that the sample is brighter, while the higher $-\Delta L$ shows that the sample is duller. The higher $+\Delta a$ shows that the sample is redder while higher $-\Delta a$ shows that the sample

is greener. The higher $+\Delta b$ shows that the sample is more yellow while higher $-\Delta b$ shows that the sample is bluer. Corresponding to exposed films in Figure 5., in neutral condition, both composite films was visually red. In alkaline condition, both composite films appeared in purple corresponding to higher $-\Delta b$ value, while in acid condition, both composite films appeared in red-orange corresponding to higher $+\Delta b$ value. Moreover, ΔE value showed overall change in color shade of both composite films in different vaporized acid and alkaline condition. However, composite film of higher molar ratio of aluminium oxide to silicon oxide would change its color shade in acid and alkaline condition more than the lower one, due to deeper color shade of original composite film as it absorbs higher dye concentration.

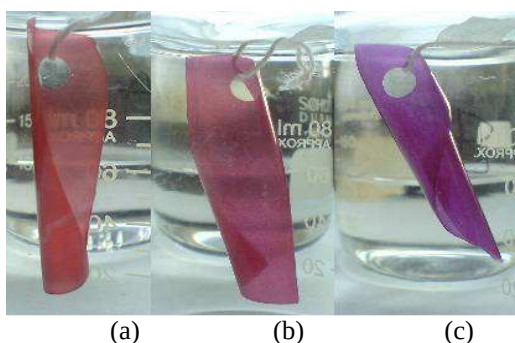


Figure 5. Illustrates color change of composite films in vaporized of (a) acid condition pH 2.5, (b) neutral condition pH 7.0 and (c) alkaline condition pH 14.0

Table 2. Shows the ΔL , Δa , Δb and ΔE value of the film polymer composites in three vaporized acid, neutral and alkaline conditions.

1Al-1S	Acid condition	Neutral condition	Alkaline condition
ΔL	-42.3	-46.2	-46.8
Δa	51.0	49.1	48.4
Δb	19.4	6.6	-7.4
ΔE	69.0	67.7	67.7
2Al-1S	Acid condition	Neutral condition	Alkaline condition
ΔL	-47.3	-50.8	-54.7
Δa	51.8	50.0	52.0
Δb	17.5	6.6	-7.4
ΔE	72.3	71.6	75.8
PVA	Acid condition	Neutral condition	Alkaline condition
L	-	94.56	-
a	-	0.73	-
b	-	3.13	-

4. Conclusion

Aluminum-silicate powder ($m\text{Al}_2\text{O}_3\text{-nSiO}_2$) which was prepared by sol-gel technique can absorb natural sappan wood dye. The higher molar ratio of Al_2O_3 to SiO_2 provided higher dyeing efficiency. The natural dyed aluminum-silicate PVA composite film changes its color shade according to acid and alkaline environment. This characteristic of the film can be applied as pH indicators in food packaging application which will be further investigated.

Acknowledgements

The authors would like to thank Department of Material Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University for funding of materials and chemicals used in this research as well as Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Chulalongkorn University for scholarship funding.

References

- [1] M. Ye, W. Xie, F. Lei, Z. Meng, Y. Zhao, H. Su and L. Du, "Brazilein, an important immunosuppressive component from *Caesalpinia sappan* L.", *International Immunopharmacology*, 6 (3), (2006), 426-432.
- [2] M. Chatterjee and M. K. Naskar, "Sol-gel Synthesis of lithium aluminum silicate powders: The effect of silicate source", *Ceramics international*, 32, (2006), 623-632.
- [3] S. Tang, P. Zou and H. Xiong, "Effect of nano- SiO_2 on the performance of starch/polyvinyl alcohol blend films", *Carbohydrate polymer*, 72, (2008), 521-526.
- [4] A. A. Eliseev, S. V. Kalinin and V.I. Privalov, "The effect of Copolymerization of Tetraethylorthosilicate and Aluminum Hydroxonitrates", *Journal of Solid State Chemistry*, 147, (1999) 304-308.

2. การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 35 (วทท 35) วันที่ 15-17 ตุลาคม 2552 ณ เดอะ ไฮด์ รีสอร์ท หาดบางแสน จังหวัดชลบุรี นำเสนอในรูปแบบบรรยาย



STT35-0152



สนง.การประชุม วิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ตู้ ปณ. 428 ปณจ หลักสี่ กรุงเทพฯ 10210

Tel : +66 (0) 26448717, 085-4491881(รัชดา), 089-9831353 (ณัฐกมล) Fax : +66 (0) 264487155

E-mail: rdirdk@ku.ac.th, natkhamon@gmail.com

ใบตอบรับ

เรียน คุณ ศิวพันธุ์ รัตนปฏิพันธุ์

คณะ กรรมการฝ่ายเลขานุการการจัดการประชุม ฯ วทท.35 ใคร่ขอแจ้งให้ท่านทราบว่าได้รับเอกสารการลงทะเบียน วทท.35 ของท่านแล้ว ตาม ID: 0152 e-mail address: sivaphan@windowslive.com
ฝ่ายเลขานุการคณะกรรมการการจัดการประชุม วทท.35 ได้รับเอกสาร

☐ ร่วมประชุม ☒ ร่วมประชุมและร่วมเสนอผลงานวิชาการ

ได้รับค่าลงทะเบียน เป็น ☐ เงินสด ☐ ธนาคาร ☒ โอนเข้าบัญชี ☐ เช็คธนาคาร

จำนวนเงิน 800.00 บาท (แปดร้อยบาทถ้วน)

โดยผลงานของท่านเรื่อง วัสดุเสริมองค์ประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติเพื่อใช้เป็นตัว บ่งบอกค่าพีเอช ได้ผ่านการพิจารณาจากคณะกรรมการวิชาการ วทท. 35 ให้นำเสนอในรูปแบบ

☐ โปสเตอร์

☒ แบบบรรยาย (ตรวจสอบวันบรรยายได้จากตารางการประชุม)

☐ ปฏิเสธบทความ

จึงเรียนมาเพื่อโปรดทราบ

รศ.ดร. นภาพร ณ รัตนราภรณ์



Abstracts

THE 35th CONGRESS
on SCIENCE and TECHNOLOGY
of THAILAND (STT 35)

การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย
ครั้งที่ 35 (วทท 35)

วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีเพื่ออนาคตที่ดีขึ้น
SCIENCE AND TECHNOLOGY FOR A BETTER FUTURE

To Celebrate the 35th Anniversary of Faculty of Science, Burapha University
To Celebrate the 30th Anniversary of Ministry of Science and Technology

October 15 - 17, 2009

Venue : The Tide Resort (Bangsaen Beach), Chonburi, Thailand.

15-17 ตุลาคม 2552 ณ เดอะ ไทด์ รีสอร์ท (หาดบางแสน) จังหวัดชลบุรี

WWW.STT35.SCISOC.OR.TH

E_E0020 NATURAL DYE-ALUMINUM-SILICATE POLYMER COMPOSITE FOR pH INDICATORSivaphan Rattanapattiphan^{1,2} and Pajara Patanathabut^{1,2*}¹Department of Material Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Nakorn Pathom, 73000, Thailand.²Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials, Chulalongkorn University, Bangkok, 10330, Thailand. E-Mail: pajara@su.ac.th

Abstract: Natural dye extracted from Sappan wood (*Caesalpinia sappan* L.) has a characteristic chromophore and auxochrome which are shade-sensitive to acid and alkaline environment. The aim of this research is to prepare polyvinyl alcohol (PVA)-natural dye-aluminum-silicate ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) composites by sol-gel technique, following by film casting method in aqueous solution. The aluminum-silicate powder was characterized by FTIR and X-ray diffraction (XRD) and the distribution of the powder in film was investigated by scanning electron microscopy (SEM). The composites showed visual change in color shade of film in acid and alkaline condition which can be applied as pH indicator in food packaging.

E_E0021 PREPARATION OF TITANIUM METAL INJECTION MOULDING FEEDSTOCK USING A PEG/PMMA BINDERNuttita Chuankerkkul¹, Wen Xu², Muhammad Hussain Ismail², Alfred Sidambe² and Iain Todd²¹Metallurgy and Materials Science Research Institute, Chulalongkorn University, Soi Chula 12, Phiyathai Road, Bangkok 10330, Thailand²Department of Engineering Materials, University of Sheffield, Mappin Street, Sheffield, United Kingdom

Abstract: Titanium and its alloys are well-known for their unique properties such as relatively low density, excellent corrosion resistance, high strength and biocompatible. They are widely used in aerospace or biomedical applications. Metal injection moulding (MIM) is a cost effective process for a fabrication of small, complex-shaped components for high performance applications. In this work, a binder system, composed of polyethylene glycol (PEG) and polymethyl methacrylate (PMMA), was developed for the preparation of feedstock of titanium for MIM. The processing parameters and the rheological behaviour have been investigated. Feedstocks, containing 69 vol% of powder, can be successfully prepared and extruded with a small plunger-typed injection moulding machine. They exhibited pseudoplastic behaviour over the range of shear rates tested. The preliminary study showed that the PEG/PMMA binder system can be employed in the preparation of the feedstock for MIM.

E_E0022 THE INFLUENCE OF SIZE AND LOADING OF CALCIUM CARBONATE ON MELT FLOW INDEX AND THERMAL PROPERTIES OF POLYLACTIC ACID EXTRUSION SHEETBawornkit Nckhamanurak^{1,2}, Pajara Patanathabut^{1,2,*} and Nattakorn Hongsririphan^{1,2}¹Department of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Nakhonpathom, 73000 Thailand²Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals, and Advance Materials, Thailand
E-mail address: pajara@su.ac.th

Abstract: The objectives of the research are to prepare PLA-calcium carbonate sheet by twin-screw extruder and investigate the effect of particle size and calcium carbonate loading on melt flow index and thermal properties of micro and nano-size calcium carbonate-PLA extrusion sheet. The thermal properties and polymer melt properties including glass transition temperature, melting temperature, crystallisation temperature, and melt flow index were examined as a function of filler particle size and filler loading. The results on the melt flow index show that the viscosity of PLA after processing is lower than PLA before processing. The increasing of CaCO_3 loading makes the decreasing of viscosity of the blend of PLA-calcium carbonate. The nano-size CaCO_3 has more effect than micro-size CaCO_3 . The DSC results show that adding of micro and nano-size CaCO_3 has effects on the glass transition temperature, melting temperature and crystallisation temperature of the PLA-calcium carbonate extrusion sheet.

E_E0023 ANALYSIS OF POZZOLANIC ACTIVITY OF RICE HUSK ASH BY IMPEDANCE SPECTROSCOPYSirirat Janjaturaphan¹, Supaporn Wansom¹, Waraporn Pinyo¹, Sakprayut Sinthupinyo²¹National Metal and Materials Technology Center (MTEC), National Science and Technology Development Agency (NSTDA), 114 Thailand Science Park, Paholyothin Rd., Klong 1, Klongluang, Pathumthani 12120, Thailand²SCI Research and Innovation Co., Ltd., 51 Moo 8, Tubkwang, Kaeng Khoi, Saraburi 18260, Thailand
E-mail: siriratj@ntec.or.th

วัสดุเสริมองค์ประกอบอะลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติเพื่อใช้เป็นตัวบ่งบอกค่าพีเอช

NATURAL DYE-ALUMINUM-SILICATE POLYMER COMPOSITE FOR pH INDICATOR

ศิวพันธุ์ รัตนปฏิพันธุ์^{1,2} และ ปาเจรา พัฒนถาบุตร^{1,2}

Sivaphan Rattanapatiphan^{1,2} and Pajaera Patanathabutr^{1,2*}

¹Department of Material Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Nakorn Pathom, 73000, Thailand.

²Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials, Chulalongkorn University, Bangkok, 10330, Thailand. E-Mail: pajaera@su.ac.th

บทคัดย่อ: สีสรรณชาติที่สกัดจากแก่นฝาง (*Caesalpinia sappan* L.) มีคุณลักษณะเฉพาะของ chromophore และ auxochrome ซึ่งสามารถเกิดการเปลี่ยนแปลงเฉดสีในสภาวะสิ่งแวดล้อมที่เป็นกรดและด่าง งานวิจัยนี้จึงมีจุดมุ่งหมายเพื่อเตรียมวัสดุพอลิเมอร์ไวน์แอลกอฮอล์เสริมองค์ประกอบด้วยอะลูมิเนียมซิลิเกตย้อมสีธรรมชาติซึ่งเตรียมจากเทคนิคโซล-เจล จากนั้นจึงขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มด้วยวิธี การหล่อแบบจากสารละลายในน้ำ ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ของอะลูมิเนียมซิลิเกตที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค FTIR และ X-Ray Diffraction (XRD) และทำการศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคในแผ่นฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) วัสดุเสริมองค์ประกอบนี้แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงเฉดสีซึ่งมองเห็นได้ด้วยตาของแผ่นฟิล์มในสภาวะที่เป็นกรดและด่างและสามารถประยุกต์ใช้เป็นตัวบ่งบอกค่าพีเอชในบรรจุภัณฑ์อาหารได้

Abstract: Natural dye extracted from Sappan wood (*Caesalpinia sappan* L.) has a characteristic chromophore and auxochrome which are shade-sensitive to acid and alkaline environment. The aim of this research is to prepare polyvinyl alcohol (PVA)-natural dye-aluminum-silicate ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$) composites by sol-gel technique, following by film casting method in aqueous solution. The aluminum-silicate powder was characterized by FTIR and X-ray diffraction (XRD) and the distribution of the powder in film was investigated by scanning electron microscopy (SEM). The composites showed visual change in color shade of film in acid and alkaline condition which can be applied as pH indicator in food packaging.

Introduction: Sappan tree or Indian red (*Caesalpinia sappan* L.) has main constituent as oxidized brazilein (brazilein) which can be extracted by boiled water. Brazilein has a characteristic chromophore and auxochrome which are shade-sensitive to acid and alkaline environment. However natural dye is a mordant dye which is required metal mordants to bind dye with the substrate by metal chelate formation. In this research, high porous aluminum-silicate powder will be used as natural dye absorbers. Aluminum-silicate powder can be prepared by sol-gel technique [1]. The Sol-gel technique is the process that changing liquid called “sol” which is the suspension with particle size about 0.1-1.0 micron to solid called “gel”. Most of precursor materials in

sol-gel technique are alkoxide based system such as tetraethoxysilane (TEOS), following by hydrolysis and condensation reaction. The mixed metal oxide powder can be prepared by chemical modifications with chelating ligands [2]. In the present study, the aluminum silicate synthesis of different molar ratio of aluminum oxide (Al_2O_3) and silicon oxide (SiO_2) powder as 1:1 and 1.5:1 were prepared from aluminum nitrate and controlled hydrolysis of tetraethoxysilane [3]. The effect of different molar composition on dyeing efficiency was investigated. Furthermore, the visual change in color shade of natural dye-aluminum-silicate polyvinyl alcohol (PVA) cast film in acid and alkali condition was compared with that casted in a neutral condition.

Methodology: Aluminum nitrate ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) was dissolved in distilled water to obtain 1M and 2M solution respectively. The solution was stirred and refluxed at 80°C for 30 min. Then, 30% aqueous ammonia was added at 80°C under reflux condition to obtain the solution of pH 3.3. The amount of tetraethoxysilane (TEOS) was calculated according to molar ratio of aluminum oxide (Al_2O_3) and silicon oxide (SiO_2). Anionic organic surfactant (0.045 times by weight of TEOS) was added into the solution under continuously stirring at room temperature. Then, TEOS was added dropwise into the mixed solution and heated at 80°C until gelation. The gel was dried in oven at 60°C overnight. Dried gel was grinded with alumina mortar and washed with distilled water several times to remove surplus Al^{3+} , NO_3^- and organic surfactant then dried at 60°C overnight. The powder was calcined at temperature of 100, 300 and 800°C for 2 hours. Natural dye was extracted from grinded Sappan heartwood by hot water at ratio of dried heartwood to water equal to 1:10 by weight at 80°C for 2 hours. The aluminum-silicate powder was milled with alumina ball in the glass pod overnight and then the powder was sieved with 635 mesh sieve tray to obtain $< 20\mu\text{m}$ powder. The aluminum silicate powder was characterized by fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and X-ray diffraction (XRD). Inductively coupled plasma (ICP) analysis was conducted on aluminum-silicate powder to measure amount ratio of aluminum oxide. It was found that the ratio was 1:1 and 1.5:1, which was called 1Al-1S and 1.5Al-1S, respectively. Then, the powder was added in Sappan dye bath at ratio of the aluminum- silicate powder to the dye bath equal to 1:30 by weight at 80°C for 2 hours. Then the dyed powder was filtered out and dried at 60°C overnight. After that the dyed powder was washed with distilled water at the ratio of powder to water equal to 1:30 and then dried at 60°C overnight. The dyed powder was dispersed in 10% polyvinyl alcohol solution in ultrasonic bath. The PVA-natural dye aluminum-silicate suspension was casted into a square acrylic mold with dimension of $60 \times 60 \times 1$ mm. at room temperature and then dried at 60°C overnight to obtain red film polymer composites. The distribution of the powder in film was investigated by Scanning electron microscopy (SEM). The investigation of change in color shade under acid and alkaline condition was conducted by placing $10 \times 50 \times 1$ mm. film in closed beakers which were saturated by vaporized acid and alkaline. The solution studied were 10% acetic acid solution at pH 2.5, 10% sodium hydroxide solution at pH 14.0 and distilled water at pH 7.0. Then L^* , a^* , b^* color measurement of all samples form Color spectrophotometer machine was performed in compared with those of clear PVA film.

Results, Discussion and Conclusion:

1. Characterization of aluminum-silicate powder

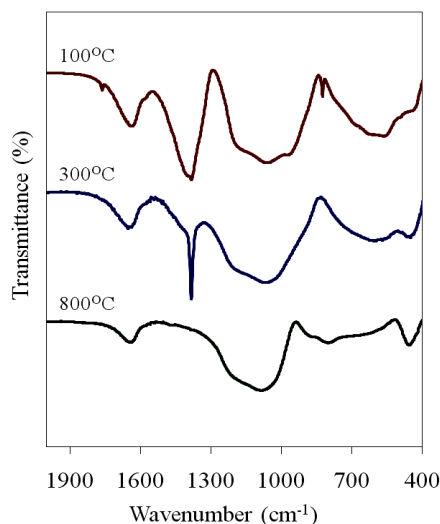


Figure 1 Illustrates the FTIR spectra of gel 1.5Al-1S aluminum-silicate powder calcined at 100, 300 and 800°C.

Figure 1 showed FTIR spectra of 1.5Al-1S aluminum-silicate powder calcined at 100, 300 and 800°C. All spectra showed a strong broad band of Si-O-Al vibration in wave number region of 1100-1000 cm^{-1} . However, the band shifted to higher wavelength region, towards 1000 cm^{-1} with increase in temperatures from 100 to 800°C. It indicated that more substitution of AlO_4 tetrahedral took place into SiO_4 tetrahedral unit and form Si-O-Al. The decreased and disappeared of FTIR spectra at 1475 and 1660 cm^{-1} when increasing calcinations temperature were due to the decomposition of hydrocarbon of TEOS precursor.

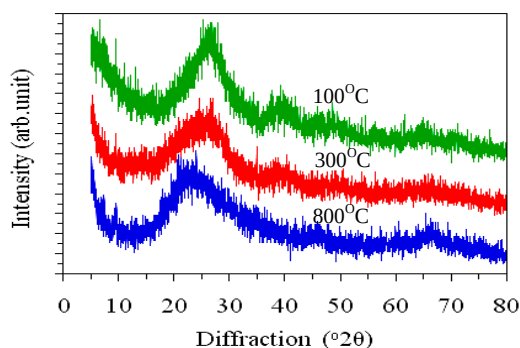


Figure 2 Illustrates XRD pattern of 1.5Al-1S Aluminum-silicate powder calcined at 100, 300 and 800°C.

XRD patterns of 1.5Al-1S aluminum-silicate powders calcined at 100, 300 and 800°C were shown in Figure 2. All samples remained amorphous with strong broad band at region $2\theta = 25$ corresponding to the SiO_4 .

2. Natural dyeing efficiency

Table 1 showed natural dyeing efficiency of aluminum-silicate powder at different molar ratio of aluminum oxide and silicon oxide. From ICP characterization result revealed the corrected molar ratio of aluminum oxide to silicon oxide were 1:1 and 1.5:1. Dye concentration before and after dyeing was calculated by UV absorption calibration curve at wavelength of 538 nm. It was founded that aluminum-silicate powder of 1.5:1 molar ratio of aluminum oxide and silicon oxide showed higher dye absorption and fixation of dye on the powder due to higher amount of metal chelating substitutes.

Table 1 Shows percentage of dye absorption and fixation by aluminum-silicate powders with different Al content.

Powder	% dye absorption	%dye fixation
1Al-1S	32.55	25.46
1.5Al-1S	50.64	43.55

3. Dyed aluminum-silicate powder distribution

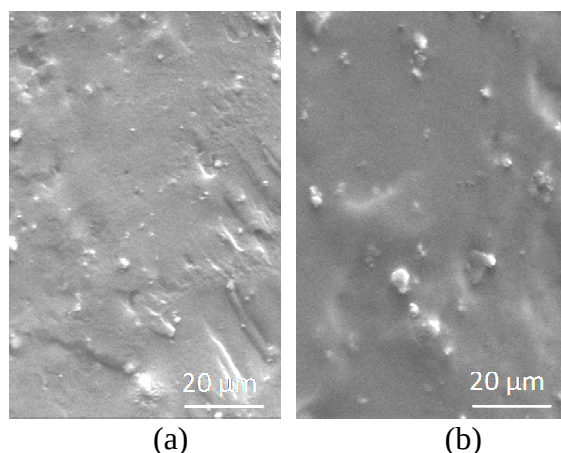


Figure 3 Illustrates SEM image of fracture surface (a) 1Al-1S and (b) 1.5Al-1S polymer composite throughout the thickness of film.

The SEM fracture surface of the polymer composite film in Figure 3 revealed that the dyed aluminum-silicate powders were cobblestone like morphology with particle size 1-10 μm . As seen in Figure 3, all the film has well dispersed of aluminum-silicate powder throughout the thickness of the film.

4. The change in color shade if composite film under acid and alkaline condition

The color values of composite films were evaluated in CIELAB color system, the three axes namely as L^* , a^* and b^* . The color difference (ΔE) was calculated from the total difference in these three coordinate values of dyed composite films and pure PVA film. Table 2 showed the ΔL^* , Δa^* , Δb^* and ΔE values of composite films in three vaporized acid, neutral and alkaline condition compared to clear PVA film. In neutral condition (pH=7.0), 1Al-1S and 1.5Al-1S composite films were visually red, responding to + Δa^* value. The lightness (ΔL^*) value decreased and Δa^* value increased when increasing molar ratio of Al_2O_3 to SiO_2 . The higher amount of Al_2O_3 provided dull redder color shade due to increasing in dyeing absorption. Changing color shade of both composite films in alkaline condition (pH=14.0) to purple corresponding to higher $-\Delta b^*$ value (bluer in original red), while in acid condition (pH=2.5), both composite films appeared in red-orange corresponding to higher + Δb^* value (more yellow in original red). The color difference (ΔE) of both composite films in acid and alkaline condition were considerably difference from those in neutral condition which were distinguishable visually. This characteristic of the film can be applied as pH indicators in food packaging application which will be further investigated.

Table 2 Shows the ΔL^* , Δa^* , Δb^* and ΔE value of composite films in three vaporized acid, neutral and alkaline conditions.

1Al-1S	Acid condition	Neutral condition	Alkaline condition
ΔL^*	-42.23 ± 1.66	-44.49 ± 1.30	-46.76 ± 2.72
Δa^*	51.00 ± 1.21	49.07 ± 1.32	48.37 ± 3.08
Δb^*	19.34 ± 1.05	6.60 ± 0.90	-7.43 ± 0.81
ΔE	68.98	66.56	67.69
1.5Al-1S	Acid condition	Neutral condition	Alkaline condition
ΔL^*	-47.30 ± 0.53	-50.73 ± 1.72	-54.66 ± 1.31
Δa^*	51.73 ± 0.15	49.97 ± 0.70	52.00 ± 0.72
Δb^*	17.50 ± 0.17	6.60 ± 1.65	-7.43 ± 0.91
ΔE	72.23	71.51	75.81
Pure PVA	Acid condition	Neutral condition	Alkaline condition
L	-	94.56 ± 0.29	-
a	-	0.73 ± 0.06	-
b	-	3.13 ± 0.06	-

The higher $+\Delta L^*$ shows that the sample is brighter, while the higher $-\Delta L^*$ shows that the sample is duller. The higher $+\Delta a^*$ shows that the sample is redder while higher $-\Delta a^*$ shows that the sample is greener. The higher $+\Delta b^*$ shows that the sample is more yellow while higher $-\Delta b^*$ shows that the sample is bluer.

In conclusion, aluminum-silicate powder ($m\text{Al}_2\text{O}_3\text{-nSiO}_2$) which was prepared by sol-gel technique can absorb natural sappan wood dye. The higher molar ratio of Al_2O_3 to SiO_2 provided higher dyeing efficiency. The natural dyed aluminum-silicate PVA composite film changes its color shade according to acid and alkaline environment.

References:

1. M. Chatterjee and M. K. Naskar, "Sol-gel Synthesis of lithium aluminum silicate powders: The effect of silicate source", *Ceramics international*, 32, (2006), 623-632.
2. S. Tang, P. Zou and H. Xiong, "Effect of nano- SiO_2 on the performance of starch/polyvinyl alcohol blend films", *Carbohydrate polymer*, 72, (2008), 521-526.
3. A. A. Eliseev, S. V. Kalinin and V.I. Privalov, "The effect of Copolymerization of Tetraethylorthosilicate and Aluminum Hydroxonitrates", *Journal of Solid State Chemistry*, 147, (1999) 304-308.

Keywords: Aluminum-silicate, natural dye, sol-gel chemistry, pH indicators

Acknowledgments: This research is supported by Department of Material Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University for funding of materials and chemicals used in this research as well as Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Chulalongkorn University for scholarship funding.

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ-สกุล	นาย ศิวพันธุ์ รัตนปฏิพันธุ์
ที่อยู่	7/1 หมู่ 7 ต.โพธิ์พระยา อ.เมือง จ.สุพรรณบุรี 72000 โทรศัพท์ 084-9717147
ประวัติการศึกษา	
พ.ศ. 2550	สำเร็จการศึกษาปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเทคโนโลยีชีวภาพ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัย ศิลปากร นครปฐม
พ.ศ. 2553	สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาโทบริหารบัณฑิต สาขาวิทยาการและวิศวกรรม พอลิเมอร์ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร
ประวัติการทำงาน	
พ.ศ. 2549	ฝึกงานงานที่ศูนย์พันธุ์วิศวกรรมและเทคโนโลยีชีวภาพแห่งชาติ อุทยานวิทยาศาสตร์ จังหวัดปทุมธานี