บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 วัสดุ สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.1.1 วัสดุและสารเคมี

- เจลลาติน (ศึกษาภัณฑ์)

- น้ำผึ้ง (โครงการหลวง สวนจิตรดา)

- กรดอะซีติก ความเข้มข้น 26.67 โมล/ลิตร

- น้ำปราศจากไอออน (DI water)

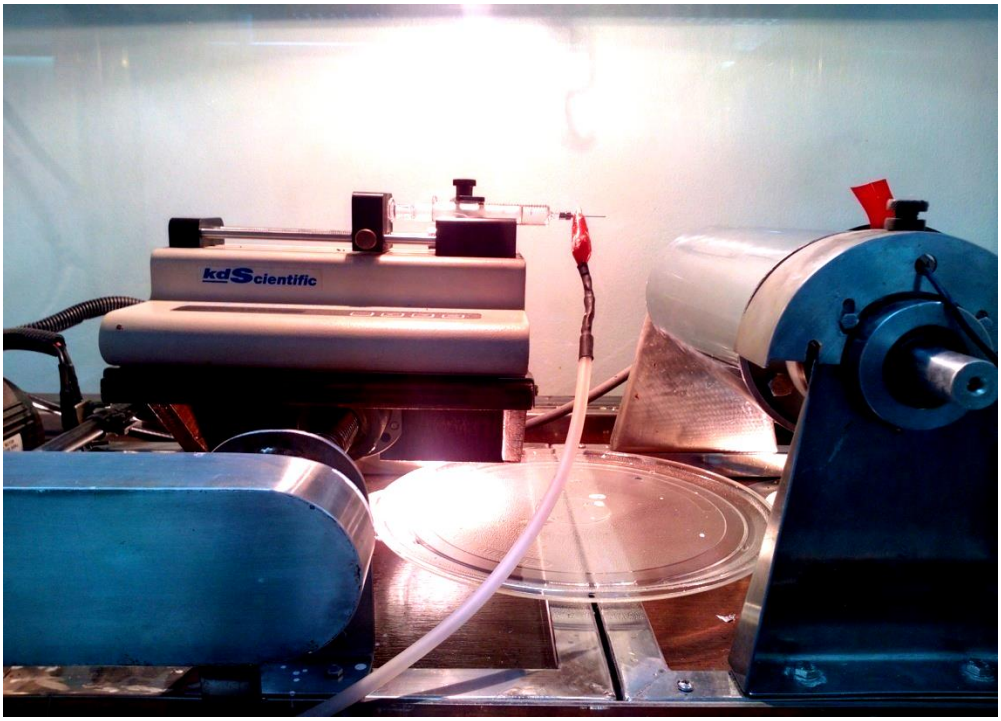
- กลูต้ารัลดีไฮด์

3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในโครงการวิจัย

3.1.2.1 สำหรับการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

อุปกรณ์การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตแสดงดังรูปที่ 3.1 ประกอบด้วย

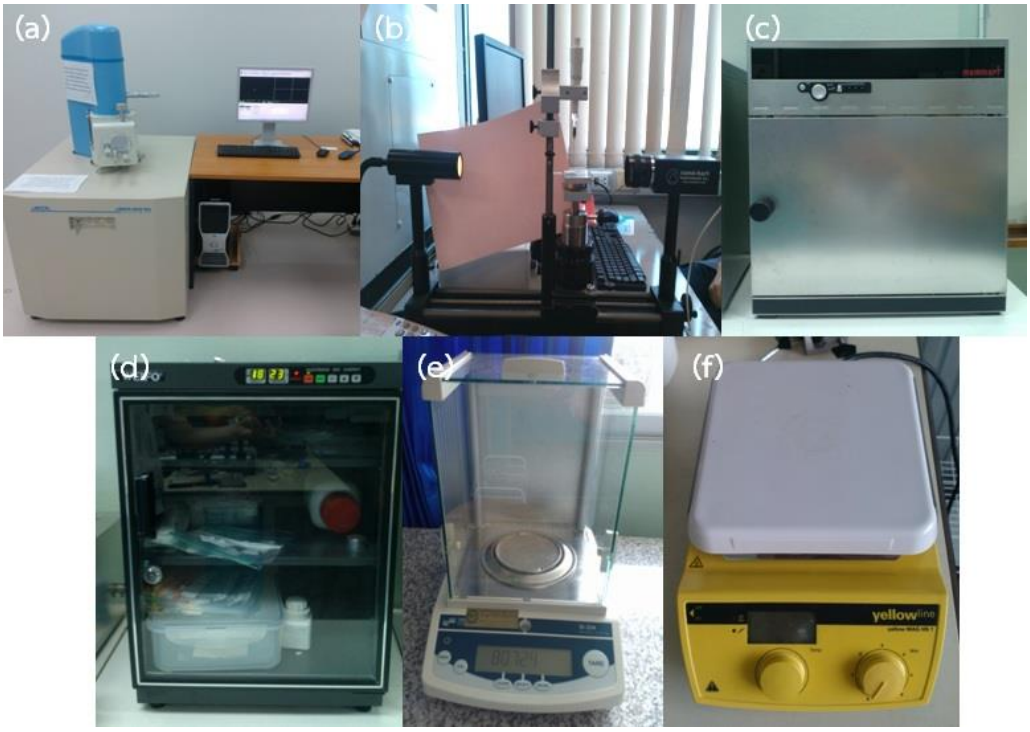
- เครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้าแรงสูง (High Voltage Power Supply) ของบริษัท Glassman High Voltage รุ่น SERIES EL ซึ่งสามารถปรับค่าความต่างศักย์ได้ตั้งแต่ 0 ถึง 20 กิโลโวลต์
- หลอดฉีดยา ขนาด 5 มิลลิลิตร เป็นหลอดสำหรับบรรจุสารละลายพอลิเมอร์
- เข็มฉีดยาเหล็กกล้าไร้สนิม เบอร์ 22 ยาว 3 เซนติเมตรปลายตัด
- ลูกกลิ้งม้วนเก็บแผ่นเส้นใย ซึ่งหุ้มด้วยแผ่นอลูมิเนียมฟอยล์ ทำหน้าที่เป็นอุปกรณ์รองรับเส้นใยที่ปั่นได้ ลูกกลิ้งนี้มีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 12 เซนติเมตร
- เครื่องปั๊มสารละลายจากหลอดฉีดยา ของบริษัท Kd Sciencetific รุ่น KDS100



รูปที่ 3.1 แสดงชุดอุปกรณ์การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

3.1.2.2 สำหรับการตรวจสอบลักษณะและสมบัติของเส้นใย

- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ของบริษัท JEOL รุ่น JSM – 6510 และรุ่น JSM – 6610 LV
- เครื่องวัดมุมสัมผัส (contact angle) ของบริษัท rame-hart,inc รุ่น Standard Goniometer 100-00-220
- เตาอบ ของบริษัท MEMMERT รุ่น UNB 400
- ตู้ปราศจากความชื้น ของบริษัท WEIFO รุ่น Dry-60
- เครื่องชั่งดิจิตอล ของบริษัท Denver Instrument Germany รุ่น SI-234
- เครื่องปั่นกวนแบบแม่เหล็ก (manetic stirrer) ของบริษัท Yellow line รุ่น MAG H57



รูปที่ 3.2 แสดงภาพเครื่องมือที่ใช้ในโครงการวิจัย (a) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด **(b)** เครื่องวัดมุมสัมผัส **(c)** เตาอบ **(d)** ตู้ปราศจากความชื้น **(e)** เครื่องชั่งดิจิตอล **(f)** เครื่องปั่นกวนแบบแม่เหล็ก

3.2 การเตรียมสารละลายน้ำผึ้งและการสังเคราะห์เส้นใยน้ำผึ้งนาโน

ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนในโครงการวิจัยนี้ ใช้สารละลายผสมระหว่างน้ำผึ้ง และสารละลายเจลลาตินในกระอะซีติกเป็นสารตั้งต้น โดยมีวิธีการเตรียมสารละลายดังกล่าว และการสังเคราะห์เส้นใยน้ำผึ้งนาโน ดังนี้

3.2.1 เตรียมสารละลายเจลลาติน โดยละลายเจลลาตินในกรดอะซีติก ในอัตราส่วน 20% ร้อยละโดยน้ำหนัก โดยใช้แท่งแม่เหล็กคนอย่างสม่ำเสมอเป็นเวลา 12-15 ชั่วโมง

3.2.2 ผสมน้ำผึ้งลงในสารละลายเจลลาตินที่ได้จาก ข้อ3.2.1 ในอัตราส่วน 0% 5% 10% และ15 % ร้อยละโดยน้ำหนัก ใช้แท่งแม่เหล็กคนอย่างสม่ำเสมอเป็นเวลา 3 ชั่วโมงจะได้ สารละลายเจลลาตินในกรดอะซีติกผสมน้ำผึ้งที่มีความเข้มข้นต่างๆกัน

3.2.3 นำสารละลายที่ได้ไปสังเคราะห์เป็นเส้นใยนาโนด้วยเครื่อง Electrospinning โดยมีเงื่อนไขในกระบวนการสังเคราะห์ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 เงื่อนไขในการสังเคราะห์เส้นใย น้ำผึ้งนาโนด้วยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

เงื่อนไขที่	อัตราส่วน น้ำผึ้ง (%)	อัตราส่วน เจลลาติน (%)	ศักย์ไฟฟ้า (kV)	อัตราการไหล (ml/hr)	ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับ (cm)
1	0	100	13	0.04	10
2	0	100	13	0.06	10
3	0	100	13	0.08	10
4	0	100	15	0.04	10
5	0	100	15	0.06	10
6	0	100	15	0.08	10
7	0	100	17	0.04	10
8	0	100	17	0.06	10
9	0	100	17	0.08	10
10	5	95	13	0.04	10
11	5	95	13	0.06	10
12	5	95	13	0.08	10
13	5	95	15	0.04	10
14	5	95	15	0.06	10
15	5	95	15	0.08	10
16	5	95	17	0.04	10
17	5	95	17	0.06	10
18	5	95	17	0.08	10
19	10	90	13	0.04	10
20	10	90	13	0.06	10
21	10	90	13	0.08	10
22	10	90	15	0.04	10
23	10	90	15	0.06	10
24	10	90	15	0.08	10
25	10	90	17	0.04	10
26	10	90	17	0.06	10
27	10	90	17	0.08	10
28	15	85	13	0.04	10
29	15	85	13	0.06	10
30	15	85	13	0.08	10
31	15	85	15	0.04	10
32	15	85	15	0.06	10
33	15	85	15	0.08	10
34	15	85	17	0.04	10
35	15	85	17	0.06	10
36	15	85	17	0.08	10

3.2.4 นำเส้นใยที่สังเคราะห์ได้จากเงื่อนไขต่างๆ ในตารางที่ 3.1 ไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว และ ขนาดของเส้นใย

3.2.5 นำเส้นใยที่สังเคราะห์ได้จากเงื่อนไขต่างๆ ในตารางที่ 3.1 ไปทำกระบวนการ Cross-link เพื่อปรับสภาพเส้นใยให้ไม่ละลายน้ำ แล้วนำเส้นใยที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่ามุมสัมผัสระหว่างพื้นผิวของเส้นใยกับหยดน้ำ และวิเคราะห์ร้อยละการอุ้มน้ำของเส้นใย

3.2.6 นำข้อมูลที่ได้จากข้อ 3.2.4 และ 3.2.5 ไปวิเคราะห์ อภิปราย และสรุปผลการทดลอง

3.3 การตรวจสอบลักษณะและสมบัติของเส้นใย

3.3.1 การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวและขนาดของเส้นใย

ตรวจสอบลักษณะพื้นผิวและขนาดของเส้นใยด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) รุ่น JSM – 6510 และรุ่น JSM – 6610 LV โดย

3.3.1.1 เตรียมชิ้นงานโดยการตัดแผ่นอลูมิเนียมฟอยล์ที่มีแผ่นเส้นใยอยู่ด้านบน ขนาดประมาณ 5x5 มิลลิเมตรตามจำนวนที่ต้องการ

3.3.1.2 นำชิ้นงานที่ได้จากข้อ 3.3.1.1ไปติดลงบนแท่นวางชิ้นงาน (stub) แล้วนำไปเคลือบแพลทินัมเพื่อให้เส้นใยนำไฟฟ้า

3.3.1.3 นำชิ้นงานที่ได้จากข้อ 3.3.1.2 ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 3,000 เท่า โดยใช้อิเล็กตรอนพลังงาน 5 kV กวาดไปบนผิวหน้าของแผ่นเส้นใยบันทึกกราฟที่ได้

3.3.1.4 นำภาพที่ได้จากข้อ 3.3.1.3 ไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและขนาดของเส้นใย

3.3.2 การตรวจสอบสมบัติการเปียกของเส้นใย

เนื่องจากเส้นใยที่ได้จากการสังเคราะห์ละลายน้ำ จึงต้องนำเส้นใยที่ได้ไปผ่านกระบวนการ Cross-link ด้วยไอของสารละลายกลูต้ารัลดีไฮด์ โดยมีวิธีการคือ เทสารกลูต้ารัลดีไฮด์ลงในภาชนะ แล้วนำชิ้นงานที่ต้องการ Cross-link ไปวางไว้ข้างๆ กับภาชนะที่ใส่กลูต้ารัลดีไฮด์โดยกระบวนการทั้งหมดนี้จะทำในระบบปิดเป็นเวลา 1วัน เพื่อให้ไอของสารกลูต้ารัลดีไฮด์แทรกตัวเข้าไปในเส้นใย[45] ส่งผลให้เส้นใยดังกล่าวไม่ละลายน้ำ

หลักจากได้เส้นใยที่ไม่ละลายน้ำแล้ว ทำการตรวจสอบสมบัติการเปียกของเส้นใยด้วยการวัดและวิเคราะห์ค่ามุมสัมผัส (Contact angle) ด้วยเครื่อง Contact angle ของบริษัท rame-hart,inc รุ่น Standard Goniometer 100-00-220 โดย

3.3.2.1 ตัดชิ้นงานที่ต้องการวิเคราะห์และทำการ Cross-link แล้วมาติดลงบนแผ่นกระจกสไลด์

3.3.2.2 เปิดโปรแกรม DROPimage Standard แล้วนำแผ่นกระจกสไลด์ในข้อ 3.3.2.1 ไปวางบนฐานของเครื่องวัดมุมสัมผัส

3.3.2.3 เลื่อนตัวชิ้นงานขึ้นให้พอดีกับระดับของกล้องที่ใช้ในการถ่ายภาพ หยดน้ำลงบนแผ่นกระจกสไลด์โดยหมุนปลายด้านบนของที่หยดน้ำเพื่อให้ได้ปริมาตรของหยดตามที่ต้องการ (0.2ไมโครลิตร) จากนั้นกดถ่ายรูปของหยดน้ำบนแผ่นกระจกสไลด์ และทำซ้ำอีก 2 ครั้งโดยทำการหยดน้ำในบริเวณที่ต่างกันอีก 2 ตำแหน่งบนเส้นใยเดียวกัน

3.3.2.4 นำภาพที่ได้ไปวิเคราะห์ค่ามุมสัมผัสโดยใช้โปรแกรม ImageJ ด้วย Plugins ชื่อ Drop analysis แล้วนำค่าที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย

3.3.3 การตรวจสอบสมบัติในการอุ้มน้ำของเส้นใย

เนื่องจากเส้นใยที่ได้จากการสังเคราะห์ละลายน้ำดังที่กล่าวไว้แล้ว จึงต้องนำเส้นใยที่ได้ไปผ่านกระบวนการ Cross-link ด้วยไอของสารละลายกลูต้ารัลดีไฮด์ โดยมีวิธีการเช่นเดียวกับหัวข้อที่ 3.3.2 จากนั้นนำเส้นใยที่ได้ไปทำการตรวจสอบสมบัติในการอุ้มน้ำของเส้นใยด้วยเทคนิค water uptake โดย

3.3.3.1 เตรียมชิ้นงานโดยการตัดแผ่นอลูมิเนียมฟอยล์ที่มีแผ่นเส้นใยอยู่ด้านบน ขนาดประมาณ 1x1 เซนติเมตรตามจำนวนที่ต้องการ

3.3.3.2 นำชิ้นงานที่ได้ไปแช่ในน้ำ DI เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานที่ผ่านการแช่น้ำ DI แล้ว มาทำการซับน้ำบนผิวของแผ่นเส้นใยออก

3.3.3.3 นำชิ้นงานในข้อ 3.3.3.2 ไปชั่งน้ำหนักโดยใช้เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง บันทึกค่าที่ได้เป็นค่ามวลเปียก

3.3.3.4 นำชิ้นงานในข้อ 3.3.3.3 ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

3.3.3.5 นำชิ้นงานที่ได้จากข้อ 3.3.3.4 ไปทำการชั่งน้ำหนักอีกครั้ง บันทึกค่าเป็นมวลแห้ง

3.3.3.6 คำนวนค่าร้อยละการอุ้มน้ำของเส้นใยโดยสมการที่ (1)

$$\text{ร้อยละการอุ้มน้ำของเส้นใย} = \left|\frac{\text{มวลเปียก} - \text{มวลแห้ง}}{\text{มวลแห้ง}}\right| \times 100\% \qquad \ldots (1)$$