



รายงานการวิจัย เรื่อง

การปรับปรุงความคงตัวของเซลแล็กฟอกขาวโดยการเตรียมในรูปเกลือบางส่วนและ/หรือคอมพอสิต
Stability improvement of bleached shellac by partial salt formation and/or composite
formation

มานี เหลืองธนะอนันต์
MANEE LUANGTANA-ANAN

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยศิลปากร ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558

ปีที่ดำเนินการเสร็จ พ.ศ. 2559

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยเรื่อง “การปรับปรุงความคงตัวของเซลล์ฟอกขาวโดยการเตรียมในรูปเกล็ดบางส่วนและ/หรือคอมพอสิต” ได้รับทุนสนับสนุนจากเงินงบประมาณแผ่นดิน สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยศิลปากร ประจำปีงบประมาณ 2558 ผู้ดำเนินการวิจัยจึงใคร่ขอขอบคุณไว้ ณ ที่นี้ที่ให้การสนับสนุนทุนอุดหนุนการวิจัยนี้

ขอขอบคุณภาควิชาเทคโนโลยีเภสัชกรรม คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ในความอนุเคราะห์เครื่องมือ อุปกรณ์ สำหรับการวิจัย

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณเพื่อนร่วมงานทุกท่านและกลุ่มวิจัยพอลิเมอร์ธรรมชาติสำหรับอุตสาหกรรมยา ที่ให้การสนับสนุน ช่วยคิด วิจัยและเป็นที่กำลังใจงานวิจัยสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี

คณะผู้ทำวิจัย

บทคัดย่อภาษาไทย

ชื่อโครงการวิจัย	การปรับปรุงความคงตัวของเซลล์ฟอกขาวโดยการเตรียมในรูปเกลือบางส่วนและ/หรือคอมพอสิต
ชื่อผู้วิจัย	รศ.ดร. มานี เหลืองธนะอนันต์
หน่วยงานที่สังกัด	ภาควิชาเทคโนโลยีเภสัชกรรม คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร
แหล่งอุดหนุนทุนวิจัย	งบประมาณแผ่นดินประจำปี 2558 สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยศิลปากร
ปีที่เสร็จ	2559
ประเภทงานวิจัย	การวิจัยพื้นฐาน
สาขาวิชาการ	สาขาวิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช

บทคัดย่อ

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงสมบัติของเซลล์ฟอกขาวและเพิ่มความคงตัวด้วยการเตรียมให้อยู่ในรูปเกลือบางส่วนและการเตรียมให้อยู่ในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิต การทดลองเริ่มจากการเตรียมและประเมินผลเซลล์ฟอกขาวเปรียบเทียบกับเซลล์ทั่วไป ผลการศึกษาพบว่ากระบวนการฟอกขาวไม่มีผลต่อโครงสร้างทางเคมีของสัณฐานและผลึก และสมบัติเชิงกล แต่จะมีผลต่อค่าของกรดทำให้มีกลุ่มกรดอิสระมากขึ้น และมีความคงตัวลดลง ดังนั้นในการศึกษาต่อมาจึงได้มีการปรับปรุงความคงตัวของเซลล์ฟอกขาวที่ได้ด้วยการเตรียมให้อยู่ในรูปเกลือบางส่วน โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นสารก่อเกลือ ในอัตราส่วนต่างๆ และเตรียมเป็นพอลิเมอร์คอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลส ผลการศึกษาพบว่า การเตรียมให้อยู่ในรูปเกลือบางส่วนจะทำให้ค่าของกรดลดลงตามอัตราส่วนเกลือที่เพิ่มขึ้น ค่าการละลายในตัวกลาง จุดหลอมเหลว และค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำมีค่าเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนความเป็นเกลือที่เพิ่มขึ้น หลังการเก็บในตู้อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75% ในระยะเวลา 6 เดือน พบการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนเกี่ยวกับ ค่าของกรด ของแข็งที่ไม่ละลาย และสมบัติการละลายของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลืออัตราส่วนต่ำๆ (10%, 20%, และ 30%) แต่ไม่พบการเปลี่ยนแปลงกับเซลล์ฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลืออัตราส่วน 50% และ 100% ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าปริมาณเกลือโซเดียมที่เหมาะสมสามารถป้องกันการเกิดปฏิกิริยาที่หมู่ไฮดรอกซิลและคาร์บอนิล ด้วยพันธะไอออนิกระหว่างประจุลบของเซลล์กับประจุบวกของโซเดียม ทำให้เซลล์ฟอกขาวมีความคงตัวดี โดยสัดส่วนที่เหมาะสมในการทำให้เกิดความคงตัวและเป็นสารเคลือบเอนเทอริกคือการเตรียมในรูปเกลือ 50%

ในส่วนผลของการเตรียมเป็นพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลล์ฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลส พบว่าการเตรียมเป็นพอลิเมอร์คอมพอสิตไม่ทำให้สมบัติต่างๆ ของเซลล์เปลี่ยนแปลง ยกเว้นค่าการละลายของพอลิเมอร์คอมพอสิตสัดส่วน 7:3, 6:4 และ 5:5 ที่พบว่าละลายไม่หมดในตัวกลางพีเอช 7.4 เวลา 3 ชั่วโมง และหลังจากเก็บในตู้อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75% ระยะเวลา 6 เดือน จะพบการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนเกี่ยวกับ ค่าของกรด และของแข็งที่ไม่ละลายของพอลิเมอร์คอมพอสิตอัตราส่วน 9:1, 8:2, 7:3 และ 6:4 แต่ไม่พบการเปลี่ยนแปลงกับพอลิเมอร์คอมพอสิตสัดส่วน 5:5 ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าปริมาณเอทิลเซลลูโลสที่เหมาะสมสามารถป้องกันการเกิดปฏิกิริยาที่หมู่ไฮดรอกซิลและคาร์บอนิล ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันจะเกิดได้ยากเนื่องจากความเกะกะของสายโซ่เอทิลเซลลูโลส ทำให้เซลล์ฟอกขาวมีความคงตัวดี ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเตรียมในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตเป็นอีกวิธีที่เพิ่มความคงตัว อย่างไรก็ตามพอลิเมอร์คอมพอสิตที่สัดส่วน 5:5 มีข้อด้อยคือการละลายที่ต่ำที่พีเอช 7.4 ซึ่งการพัฒนาให้เป็นรูปแบบยาต่าง ๆ เช่น เอนเทอริกยังคงต้องศึกษาต่อไป ดังนั้นเซลล์ฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลือบางส่วนโดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นสารก่อเกลือความเหมาะสมสำหรับใช้พัฒนาเป็นสารเคลือบเอนเทอริก

คำสำคัญ: เซลล์ฟอกขาว, ความคงตัว, เซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วน, เซลล์ฟอกขาวในรูปคอมพอสิต

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ

Research title	Stability Improvement of bleached shellac by partial salt formation and/or composite formation
Researcher	Assoc. Prof. Dr. Manee Luangtana-anan
Office	Department of Pharmaceutical Technology, Faculty of Pharmacy, Silpakorn University
Research grants	Fiscal Year 2015 Research and Development Institute, Silpakorn University
Year	2016
Type of research	Basic reseearch
Subjects	Chemical Science

Abstract

The objective of this study was to improve properties and stability of bleached shellac by the partial salt and composite formations. Initially, bleached shellac was prepared, evaluated and compared with unbleached shellac. The study proved that the bleaching process did not have effects on chemical structure, amorphousness and crystallinity, and mechanical properties. However, the acid values increased significantly and the stability was reduced. Further study was to improve the stability by partial salt formation with the use of sodium carbonate as a salt forming agent at various ratios. The improvement was also performed by composite formation based on bleached shellac and ethylcellulose. The findings was the increase in the ratio of salt form contributed to the lower acid value, and increases in solubility in the medium, melting point and water permeability. Upon stability study at 40°C, 75% RH for 6 month, the acid values, insoluble solids and solubility properties changed significantly at the lower raioes of salt (10%, 20%, และ 30%) while the higher ratios at 50% and 100% were stable. The sufficient salt formation can prevent the interaction between hydroxyl and carbonyl groups by the formation of ionic bond between negative charge of shellac and positive charge of sodium. The suitable ratio for stability enhancement and enteric coating was at 50% salt.

For composite formation based on bleached shellac and ethyl cellulose, all the ratios of formulations did not cause any changes in various properties, except the solubility at pH 7.4 did not dissolve at the ratios of 7:3, 6:4 and 5:5 for 3 h. Upon 6-month storage at 40°C, 75% RH, the significant changes in acid value and insoluble solid were reported at the ratios of 9:1, 8:2, 7:3 and 6:4, whereas the ratio of 5:5 remained stable. This indicated that the sufficient amount of ethyl cellulose could prevent hydroxyl and carbonyl groups from the polymerization processs due to the entanglement effect of ethylcellulose. The stability enhancement by the composite formation is, hence, another approach to improve the stability of bleached shellac. However, the low solubility at the pH 7.4 was the obstacle for the dosage form. Further study is required to improve its solubility for dosage form design such as enteric dosage form. Therefore, the partial salt formation shows a better approach for the development of enteric coating.

Keywords: bleached shellac, stability, bleached shellac in partial salt form, bleached shellac in composite form

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
คำอธิบายสัญลักษณ์และอักษรย่อที่ใช้ในการวิจัย	จ
บทที่ 1 บทนำ	1
บทที่ 2 วิธีการดำเนินงานวิจัย	4
บทที่ 3 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	14
บทที่ 4 สรุปผลการวิจัย	48
เอกสารอ้างอิง	49
ประวัติผู้วิจัย	50

คำอธิบายสัญลักษณ์และอักษรย่อที่ใช้ในการวิจัย

อักษรย่อ	คำเต็ม
°C	degree Celsius
g	gram(s)
h	hour(s)
kg	kilogram(s)
m	metre(s)
min	minute(s)
mm	millimetre(s)
mol	mole
s	second(s)

บทที่ 1

บทนำ

ที่มา ปัญหาและทบทวนวรรณกรรม

ปัจจุบันกระแสดความนิยมในเรื่องการใช้วัตถุดิบจากธรรมชาติ และการลดใช้วัตถุดิบที่มาจากปิโตรเลียมมีเพิ่มมากขึ้น ประกอบกับนโยบายในการพัฒนาวัตถุดิบที่สามารถหาได้ในประเทศเพื่อทดแทนการนำเข้าจากต่างประเทศ จึงได้มีการศึกษา ค้นคว้าวิจัย และพัฒนาพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีอยู่ในประเทศให้มีคุณสมบัติที่เหมาะสมในการนำไปใช้งานในด้านต่างๆ โดยเฉพาะพอลิเมอร์ธรรมชาติที่หาได้ง่ายและมีมากในประเทศ ปัจจุบันพอลิเมอร์ธรรมชาติสามารถแบ่งออกได้เป็น 4 ประเภทคือ คือ พอลิแซ็กคาไรด์ ลิพิด โปรตีนและพอลิเมอร์ธรรมชาติกลุ่มพิเศษ ซึ่งส่วนใหญ่ได้มาจากส่วนประกอบของพืช สัตว์ จุลินทรีย์ สารคัดหลั่งจากแมลง และวัตถุดิบทางการเกษตรเป็นต้น [1-6] ตัวอย่างของพอลิเมอร์ธรรมชาติที่สามารถหาได้ง่ายในประเทศและมีความน่าสนใจในการศึกษาและวิจัยมากขึ้นในปัจจุบัน ได้แก่ เซลลูล์โลส เพคติน ไคโตแซน แอลจีเนต แป้งและเจลาติน เป็นต้น

เซลลูล์โลสจัดเป็นพอลิเมอร์ ธรรมชาติที่ได้จากกระบวนการดัดแปลงของสารคัดหลั่งประเภทเรซินของแมลง *Laccifer lacca* หรือที่รู้จักกันดีในชื่อว่า “ครั่ง” [7] โดยประเทศไทยเป็นผู้ส่งออกเซลลูล์โลสเป็นอันดับ 2 ของโลกรองจากประเทศอินเดีย โครงสร้างทางเคมีของเซลลูล์โลสประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็นเรซินแข็งซึ่งในส่วนนี้ประกอบด้วยพอลิเอสเทอร์ และองค์ประกอบอีกส่วนหนึ่งคือเรซินอ่อน ซึ่งประกอบด้วยเอสเทอร์เดี่ยว เมื่อทำการย่อยสลายด้วยน้ำส่วนของยางครั่งจะพบส่วนประกอบของกรดไขมันได้แก่ กรดอะลูลิติก (aleuritic acid) กรดเทอร์พีนิก (terpenic acid) ซึ่งประกอบด้วยสารหลายชนิดโดยสารที่มีอยู่มากได้แก่กรดจาลาริก (jalaric acid) และกรดแลคคิจาลาริก (laccijalaric acid) [8-9] โดยมีปริมาณที่แตกต่างกันในแหล่งที่พบและช่วงเวลาเก็บ เซลลูล์โลสมีคุณสมบัติของการเป็นสารก่อฟิล์มที่ดี มีความสามารถในการป้องกันความชื้นสูง เนื่องจากไอน้ำสามารถซึมผ่านได้ต่ำมากเมื่อเทียบกับพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆ และยังให้ความเงางามของผิววัสดุที่ถูกเคลือบ [10,11] ดังนั้นในปัจจุบันจึงมีการนำเอาเซลลูล์โลสมาใช้ประโยชน์ทางอุตสาหกรรมต่างๆมากขึ้น อาทิ อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมหมึกพิมพ์อุตสาหกรรมเกี่ยวกับวัสดุที่เป็นฉนวนไฟฟ้า อุตสาหกรรมยางนอกจากนี้ ยังมีการนำเซลลูล์โลสมาใช้ในอุตสาหกรรมอาหารและยา เช่น ใช้เคลือบผิวผลไม้ ทำให้เหี่ยวช้าลงกว่าปกติ ใช้เคลือบลูกกวาด [1, 12-14] ใช้ในอุตสาหกรรมยา เช่น การเคลือบเพื่อป้องกันความชื้นไม่ให้ยาแพร่ผ่านเข้าไปในเม็ดยาหรือการเคลือบยาเอนเทอริก โดยอาศัยคุณสมบัติของเซลลูล์โลสที่ไม่ละลายในกระเพาะอาหารซึ่งมีพีเอชค่อนข้างต่ำ [15] ปัจจุบันเซลลูล์โลสที่ขายในท้องตลาดจะมีอยู่ 3 ประเภท ได้แก่ เซลลูล์โลสธรรมดา เซลลูล์โลสปอกขาว หรือเซลลูล์โลสปอกสี และเซลลูล์โลสปรงแต่ง โดยเซลลูล์โลสที่มีสีจางจะเป็นที่นิยมและมีราคาแพงที่สุดทำให้ในปัจจุบันได้มีโรงงานทำการผลิตเซลลูล์โลสปอกขาวเพื่อส่งออก สร้างรายได้ให้กับประเทศปีละหลายร้อยล้านบาท โดยในประเทศไทยมีโรงงานผลิตครั้งเม็ดอยู่ 7 รายตั้งอยู่ในพื้นที่ภาคเหนือ 5 รายและภาคอีสาน 2 ราย ขณะที่โรงงานผลิตเซลลูล์โลสปอกขาวมีอยู่เพียง 3-4 ราย แต่ส่วนใหญ่เป็นการผลิตเซลลูล์โลสปอกขาวเกรดที่นำไปใช้กับงานไม้ ส่วนการผลิตเซลลูล์โลสปอกขาวเกรดที่ใช้กับอาหารและยามีเพียงบริษัทเดียวเท่านั้น โดยสินค้าที่บริษัทผลิตจะเน้นส่งออกต่างประเทศ และทางต่างประเทศจะนำไปแปรรูปเป็นสารหรือน้ำยาสำหรับเคลือบยาเม็ดขนมหวานอาหารหรือแวกซ์ผิวผลไม้ต่างๆ ตลอดจนใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอางแล้วส่งกลับมาขายในเมืองไทย ดังนั้นเพื่อทดแทนการนำเข้าผลิตภัณฑ์สารเคลือบผิวราคาแพงจากต่างประเทศ และเป็นการพัฒนาวัตถุดิบของไทยให้มีมูลค่าเพิ่มขึ้น ทำให้อุตสาหกรรมไทยได้ใช้วัตถุดิบของไทยที่มีคุณภาพสูงและมีโอกาสที่จะได้ใช้วัตถุดิบที่ราคาถูกขึ้น ดังนั้นจึงได้มีการวิจัยและพัฒนาสมบัติของเซลลูล์โลสในช่วงหลายปีที่ผ่านมา

พอลิเอสเทอร์ที่เป็นส่วนประกอบหลักของเซลลูล์โลสเป็นพอลิเมอร์ที่ไม่มีสี โดยสีของเซลลูล์โลสเกิดมาจาก lac dye ซึ่งได้มาจากสารคัดหลั่งของแมลงครั่งเช่นกัน จากการศึกษาของ Okai และคณะ [16] พบว่าสารให้สีหรือ lac dye ดังกล่าวเป็นสารประเภท laccaic acid โดยสารดังกล่าวจะมีความสามารถในการละลายคล้ายกับเซลลูล์โลสแต่จะละลายในน้ำได้ดีกว่าเซลลูล์โลสจึงสามารถแยกสับบางส่วนออกมาได้ในกระบวนการผลิตครั้งเม็ดโดยการล้างด้วยน้ำ และในกระบวนการผลิตเซลลูล์โลสโดยการแยกด้วยตัวทำละลาย (solvent extraction process) ซึ่งวิธีนี้จะไม่มีผลต่อโครงสร้างโมเลกุลของเซลลูล์โลสแต่ก็มีสีบางส่วนที่ไม่สามารถกำจัดออกได้ จึงทำให้เซลลูล์โลสมีสีเหลืองส้มแต่ในโรงงานบ้านเราไม่นิยมใช้วิธีนี้เนื่องจากใช้ต้นทุนสูงและมีการควบคุมการใช้เอทานอลตามกฎหมาย วิธีการกำจัดสีของเซลลูล์โลสที่นิยม

ในประเทศไทยคือการใช้สารฟอกขาว เนื่องจากเป็นวิธีที่ทำได้ง่าย รวดเร็ว และใช้ต้นทุนต่ำ สารฟอกขาวที่ใช้ได้แก่ สารประกอบของคลอรีน เช่น โซเดียมไฮโปคลอไรท์ ซึ่งเป็นสารที่นิยมใช้ในขบวนการฟอกขาว [17-19] การผลิตเซลลูล์ฟอกขาวทำได้โดยละลายเซลลูล์ในต่างจำพวกโซดาไฟ ฟอกขาวด้วยไฮโปคลอไรท์ และตกตะกอนด้วยสารละลายกรดเจือจาง [20-22] แต่เนื่องจากในขั้นตอนการฟอกขาวมีการใช้สารละลายต่างและสารฟอกขาวโซเดียมไฮโปคลอไรท์ส่งผลให้โครงสร้างโมเลกุลของเซลลูล์เกิดการเปลี่ยนแปลงได้แก่ สายโซ่โมเลกุลที่สั้นลงและมีการแทนที่ของหมู่คลอรีนในสายโซ่ทำให้เซลลูล์เกิดการพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) ที่เป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้เซลลูล์เกิดความไม่คงตัว อายุในการใช้งานน้อยลง [23] โดยปัญหาดังกล่าวเป็นปัจจัยที่สำคัญที่ทำให้ในปัจจุบันความนิยมในการใช้เซลลูล์ลดลงโดยเฉพาะในอุตสาหกรรมยา นอกจากนี้ยังพบว่าในปัจจุบันยังไม่มีงานวิจัยที่ได้ทำการศึกษาแนวทางในการเพิ่มความคงตัวของเซลลูล์ฟอกขาว ซึ่งงานวิจัยที่พบจะเป็นการเพิ่มความคงตัวของเซลลูล์ทั่วไปได้แก่การใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกัน พบว่าฟิล์มที่เตรียมโดยใช้สารละลายแอมโมเนียมมีความคงตัวดีกว่าฟิล์มที่ใช้สารละลายแอลกอฮอล์ ความไม่คงตัวของเซลลูล์เกิดจากการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันของกลุ่มกรดต่างๆของเซลลูล์ ซึ่งฟิล์มที่เตรียมในรูปแอลกอฮอล์ประกอบด้วยกลุ่มของกรดที่เป็นอิสระในขณะที่การเตรียมในรูปเกลือแอมโมเนียมสามารถป้องกันกลุ่มกรดเหล่านี้ทำปฏิกิริยา ฟิล์มจึงมีความคงตัวขึ้น [23, 24] มีการศึกษาผลของสารเพิ่มความยืดหยุ่นต่อความคงตัวของฟิล์มเซลลูล์พบว่าชนิดของสารเพิ่มความยืดหยุ่นมีผลเพิ่มหรือลดความคงตัวของสารก่อฟิล์มเซลลูล์แตกต่างกันไป การเปลี่ยนสารเพิ่มความยืดหยุ่นและตัวทำละลายที่ใช้จะส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของฟิล์มรวมถึงความคงตัว พบว่าการเติม PEG 400 ในปริมาณ 10% ของน้ำหนักพอลิเมอร์มีผลลดการเกิดพอลิเมอร์ไรเซชันของฟิล์มเซลลูล์ในรูปแอลกอฮอล์ ขณะที่การใช้ diethylphthalate และ triacetin ไม่มีผลเพิ่มความคงตัวของเซลลูล์ [24] การเตรียมเป็นพอลิเมอร์คอมโพสิตเป็นอีกหนึ่งแนวทางที่นิยมใช้กันมากในปัจจุบันเพื่อปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ โดยนำพอลิเมอร์ 2 ชนิดหรือมากกว่า 2 ชนิด ซึ่งอยู่ในสถานะที่เป็นสารละลาย มาผสมให้อยู่รวมเป็นเนื้อเดียวกัน ได้เป็นพอลิเมอร์คอมโพสิต (composite polymer) ซึ่งมีสมบัติที่ดีของพอลิเมอร์แต่ละชนิดมารวมกัน จากงานวิจัยการเตรียมเป็นคอมโพสิตโดยใช้ gelatin พบว่านอกจากจะเพิ่มความคงตัวของเซลลูล์โดยลดการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแล้ว ยังสามารถทำให้ฟิล์มเซลลูล์ที่เตรียมได้มีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น [25,26] การเตรียมเซลลูล์ให้อยู่ในรูปเกลือเป็นอีกวิธีที่สามารถป้องกันการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันและยังสามารถเพิ่มค่าการละลายของเซลลูล์ที่เพื่อเช่าต่างๆ มีรายงานที่แสดงการเตรียมเซลลูล์ในรูปเกลือแอมโมเนียม โดยนำเซลลูล์มาทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียมคาร์บอเนต (ammonium carbonate) ผลการศึกษาที่ได้พบว่าเซลลูล์ในรูปเกลือดังกล่าวมีการละลายที่ดีกว่าการเตรียมในรูปของกรด (เซลลูล์ที่ละลายในเอทานอล) [23] นอกจากนี้ยังมีการเตรียมให้อยู่ในรูปเกลือโดยใช้ 2-อะมิโน-2-เมทิล-1-โพรพานอล (2-amino-2-methyl-1-propanol, AMP) และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ammonium hydroxide, AMN) [27] ซึ่งพบว่าเมื่อมีการเพิ่มอัตราส่วนของ AMP:AMN อัตราส่วน 100:0 ถึง 0:100 พบว่าฟิล์มเซลลูล์ที่เตรียมขึ้นสามารถลดปัญหาการละลายที่พีเอชสูงกว่า 7 ของเซลลูล์จากธรรมชาติได้ และมีความคงตัวเพิ่มขึ้นด้วย [23,28,29] อีกทั้งการเตรียมเซลลูล์ในรูปเกลือยังเป็นวิธีที่ไม่ซับซ้อน และทำได้ง่าย จึงเป็นวิธีที่น่าสนใจในการนำไปปรับปรุงเซลลูล์ฟอกขาวเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมอาหารและยา อย่างไรก็ตามเซลลูล์ในรูปเกลือกลับมีข้อด้อยคือ เซลลูล์ในรูปเกลือหากสามารถละลายน้ำได้ดีอาจส่งผลเสียเมื่อใช้เซลลูล์ในรูปเกลือเพื่อเป็นสารเคลือบเอนเทอริก ซึ่งอาจจะส่งผลให้สารเคลือบเกิดการแตกตัวก่อนกำหนดเมื่อให้ร่วมกับน้ำในการรับประทานยา ทำให้เกิดการปลดปล่อยยาก่อนกำหนดส่งผลให้เกิดการระคายเคืองในทางเดินอาหารหรือยาอาจถูกทำลายโดยน้ำย่อยจากทางเดินอาหารกรณีตัวยาสำคัญไม่ทนกรด รวมถึงกรณีการใช้เพื่อเป็นสารเคลือบผลไม้เพื่อให้สามารถเก็บรักษาผลไม้ได้นานขึ้น ในช่วงที่ฝนตกความชื้นในอากาศที่สูงและละอองน้ำในอากาศอาจทำให้ฟิล์มที่เคลือบผลไม้เกิดความเสียหายส่งผลให้ผลไม้ดังกล่าวเก็บไว้ได้ไม่นานตามที่ต้องการ

ในการศึกษาค้นคว้าหาข้อมูลในเบื้องต้นพบว่าความไม่คงตัวของเซลลูล์ขึ้นอยู่กับปริมาณและความไวในการเกิดปฏิกิริยาของหมู่กรดอิสระ งานวิจัยส่วนใหญ่มุ่งไปในการป้องกันหมู่กรดทั้งหมดไม่ให้เกิดปฏิกิริยา แต่ยังไม่พบงานวิจัยที่เน้นป้องกันกลุ่มกรดดังกล่าวเพียงบางส่วน ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงต้องการศึกษาการเตรียมเซลลูล์ฟอกขาวโดยใช้โซเดียมไฮโปคลอไรท์เป็นสารฟอก ให้อยู่ในรูปเกลือบางส่วน โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นสารก่อเกลือเนื่องจากยังไม่มีรายงานเกี่ยวกับการเตรียมเซลลูล์ให้อยู่ในรูปของเกลือโซเดียมคาร์บอเนตซึ่งเป็นสารที่มีความอันตรายต่ำเมื่อเทียบกับสารก่อเกลืออื่นๆ ที่ได้กล่าวมา โดยศึกษาสัดส่วนที่เหมาะสมของเกลือคาร์บอเนตในการทำให้เกิดความคงตัว

โดยไม่ทำให้สมบัติอื่นๆ ของเซลล์ฟอกขาวเปลี่ยนแปลง หรือเปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย อีกทั้งยังมีการศึกษาการเตรียมเซลล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยใช้เอทิลเซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ตัวที่สอง จากนั้นศึกษาความคงตัวของเซลล์ฟอกขาวที่เตรียมได้ทั้งในรูปเกลือบางส่วนและหรือพอลิเมอร์คอมพอสิตภายใต้สภาวะเร่งที่อุณหภูมิ 40 °C ความชื้นสัมพัทธ์ 75% เป็นเวลา 3 ถึง 6 เดือน ตัวอย่างที่ได้จะนำไปใช้เป็นสารเคลือบเอนเทอริก

ในการศึกษาวิจัยนี้ มีวัตถุประสงค์เพื่อ

1. เพื่อพัฒนาเซลล์ให้อยู่ในรูปฟอกขาว
2. เพื่อเพิ่มความคงตัวของเซลล์ฟอกขาว โดยเตรียมในรูปเกลือบางส่วนและหรือพอลิเมอร์คอมพอสิต

บทที่ 2
วิธีการดำเนินงานวิจัย

1.สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. เซลแล็ก (shellac, Union Shellac, Part., Ltd., Thailand).
2. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Lot No. B0274298 827, Merck Darmstadt, Germany)
3. โซเดียมคาร์บอเนต (Lot No. AF405220, Ajax Pty Ltd, Australia)
4. เอทานอล 95% เกรด A
5. โซเดียมไฮโปคลอไรท์ (Photo Chemical Part., Ltd., Bangkok, Thailand)
6. กรดไฮโดรคลอริก (Lot No.05 07 0162, Lab scan, Germany)
7. กรดซัลฟิวริก (Lot No. B0274298 827, Merck Darmstadt, Germany)
8. โพแทสเซียม ไดไฮโดรเจน ฟอสเฟต (Lot No. A837073 707, Merck Darmstadt, Germany)
9. โซเดียมคลอไรด์ (Lot No. 0811292, Ajax Pty Ltd, New Zealand)
10. แคลเซียมคลอไรด์ (Lot No. 7D027277D, Carlo Erba, France)
11. พอร์มาไมด์ (Lot No. 0808223, Ajax Pty Ltd, Australia)
12. เอทิลเซลลูโลส 10 cps

2. อุปกรณ์เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

1. เครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge, Hettich, model Universal 620 R, Germany)
2. เครื่องกวนแบบแม่เหล็ก (Magnetic stirrer, Mettler-toledo GmbH, model 1MS-400, Germany)
3. เครื่องพีเอชมิเตอร์ (pH meter, Mettler-toledo GmbH, model seveneasy, Germany)
4. เครื่องวัดการดูดกลืนแสง (UV-VIS spectrophotometer, Agilent, model 1100 series, USA)
5. เครื่องวัดความหนา (Thickness tester, Minitest , model 600B, Germany)
6. เครื่องชั่งวิเคราะห์ (Analytical balance, Sartorius CP 224s, Germany)
7. เครื่องวัดการแตกตัวของยาเม็ด (Disintegration apparatus, Sotax DT 3, Switzerland)
8. ฟูเรียร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform IR Spectrometer, Nicolet, Magna4700, USA)
9. ตู้ควบคุมอุณหภูมิและความชื้น (climatic chamber, KBF 720, Germany)
10. ตู้อบ (Heraeus UT 6200, Germany)
11. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผง (Rigaku, MiniflexII, Japan)
12. เครื่องทดสอบผิวสัมผัส (Texture analyzer, TA.XT , model Plus, UK)
13. กล้องจุลทรรศน์แบบแท่นความร้อน (hot stage microscope, Mettler Toledo, model FP82HT, Switzerland)
14. เครื่องวิเคราะห์ลักษณะหยดของเหลว (drop shape instrument , First Ten Angstroms, model FTA 1000, USA)
15. ขวดฝาเกลียวขนาด 250, 500, 1000 มิลลิลิตร (Glass Jar with Screw Cap, Duran group, Germany)
16. ไมโครปิเปตขนาด 20-100 ไมโครลิตร, 100-1000 ไมโครลิตร, 1-5 มิลลิลิตร และ 1-10 มิลลิลิตร (micropipette , Masterpette ; Bio-Active Co.,Ltd., USA)

3 การเตรียมเซลล์ฟอกขาวในรูปคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลสอัตราส่วนต่าง ๆ

ซึ่งเซลล์และเอทิลเซลลูโลส น้ำหนักรวม 4 กรัม โดยน้ำหนักของเซลล์ต่อน้ำหนักของเอทิลเซลลูโลส เท่ากับ 9:1, 8:2, 7:3, 6:4 และ 5:5 ละลายในสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์ คนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลาอย่างน้อย 1 คืน ปรับปริมาตรด้วยแอลกอฮอล์จนครบ 50 กรัม เหยี่ยงปั่นด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงความเร็ว 6000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที เพื่อแยกส่วนที่ไม่ละลายออกไปเทสารละลายเซลล์ลงบนเพลทแก้วที่ประกอบขึ้นเอง นำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3-4 ชั่วโมงขึ้นกับองค์ประกอบของแผ่นฟิล์ม จนได้ฟิล์มที่แห้งพอดีสำหรับการลอก นำฟิล์มที่ได้ไปทดสอบสมบัติต่างๆ

4 การเตรียมเซลล์ในรูปฟิล์ม

ซึ่งเซลล์โดยซึ่งเพิ่มในส่วนของของแข็งที่เจือปนและน้ำที่ปนอยู่ในผงเซลล์เพื่อให้มีเนื้อเซลล์จริงๆ คิดเป็น 4 กรัมต่อ 1 ฟิล์มที่เตรียมละลายผงเซลล์ในสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์คนด้วย เครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลาอย่างน้อย 1 คืน ปรับปริมาตรด้วยแอลกอฮอล์จนครบ 50 กรัม เหยี่ยงปั่นด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงความเร็ว 6000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที เพื่อแยกส่วนที่ไม่ละลายออกไปเทสารละลายเซลล์ลงบนเพลทแก้วที่ประกอบขึ้นเองนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3-4 ชั่วโมงขึ้นกับองค์ประกอบของแผ่นฟิล์ม จนได้ฟิล์มที่แห้งพอดีลอกฟิล์มออก นำไปทดสอบสมบัติต่างๆ

5 การวิเคราะห์ตัวอย่าง

5.1 ค่าของกรด (Acid value, AV)

ศึกษาค่าของกรดด้วยวิธีการที่ดัดแปลงมาจากเภสัชตำรับประเทศสหรัฐอเมริกา [30]โดยการนำตัวอย่างเซลล์จำนวน 3 กรัม ละลายในสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์ ปั่นจนกระทั่งตัวอย่างไม่ละลายเพิ่มขึ้นอีก(อย่างน้อย 1 คืน) ปรับน้ำหนักด้วยสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์จนได้น้ำหนักเป็น 39 กรัม นำตัวอย่างที่ได้ปั่นด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงตะกอน ที่ความเร็วรอบ 6,000 รอบต่อนาที เป็นเวลานาน 10 นาทีแยกส่วนใสในปริมาณที่สมมูลกับเซลล์ 2 กรัม (น้ำหนักสารละลาย 26 กรัม) มาไตเตรตด้วย 0.1N NaOH ที่ทราบความเข้มข้นที่ถูกต้องแน่นอน สังเกตการเปลี่ยนแปลงด้วยเครื่องวัดพีเอช (Mettler-Toledo, model Seveneasy pH, Switzerland) นำข้อมูลที่ได้มาพล็อต กราฟระหว่างพีเอชที่เปลี่ยนแปลงไปกับปริมาณของ 0.1 N NaOH ที่ใช้ไปในการไตเตรต และตรวจสอบจุดสมมูล (equivalent point) จากจุดเปลี่ยน (inflection point) บนกราฟ หลังจากนั้นคำนวณหาค่าของกรด (acid value, AV) จากสูตรด้านล่าง (ทำ 2 ครั้งต่อ 1 ตัวอย่าง และหาค่าเฉลี่ย) สูตรที่ใช้ในการคำนวณ

$$\text{ค่าของกรด} = \frac{V \times C \times 56.1}{W}$$

V = ปริมาตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.1 นอร์มอล ที่มีความเข้มข้นที่ถูกต้องแน่นอน (มิลลิลิตร)

C = นอร์มอลิตีของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 0.1นอร์มอลที่มีความเข้มข้นที่ถูกต้องแน่นอน (นอร์มอล)

W = น้ำหนักเซลล์ในสารละลาย (ใช้หาค่าของกรดของเซลล์ในการศึกษาผลของภาวะที่ใช้ในการฟอกขาว) และน้ำหนักเซลล์ที่ใช้ (ใช้หาค่าของกรดในการศึกษาความคงตัว) (กรัม)

โดยค่าของกรดที่ได้เทียบเท่ากับมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide, KOH) ที่ใช้ในการในการสะเหินหมู่คาร์บอกซิลในเซลล์ 1 กรัม

5.2 ปริมาณตะกอน (Insoluble solid, IS) (การศึกษาความคงตัว)

ศึกษาปริมาณตะกอนโดยนำตะกอนที่ได้จากการหาค่าของกรดของเซลล์กรองผ่านกระดาษกรองที่อบไว้แล้วที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 12 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนักที่ถูกต้องแน่นอน ล้างตะกอนที่ได้ด้วย

สารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 12 ชั่วโมง หรือจนมีน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักอีกครั้งเพื่อคำนวณปริมาณตะกอนที่ได้ดังสมการ

$$\text{ของแข็งที่ไม่ละลาย (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักของของแข็งที่ไม่ละลาย}}{\text{น้ำหนักของเซลล์ที่ละลาย} + \text{น้ำหนักของของแข็งที่ไม่ละลาย}} \times 100$$

5.3 ค่าความชื้น และปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายในเนื้อเซลล์

ศึกษาหาค่าความชื้น และปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายในเนื้อเซลล์ได้โดยเตรียมดังนี้

1. นำเซลล์ 1 กรัมละลายในสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์ 20 มิลลิลิตร คนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลาอย่างน้อย 1 คืน

2. เทสารละลายที่ได้ลงในหลอดสำหรับปั่นเหวี่ยงที่อบไว้แล้วที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 5-6 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนักที่ถูกต้องแน่นอนแล้ว เหวี่ยงปั่นด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงความเร็ว 6000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที แยกส่วนที่ละลายออกไปเติมสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์ 20 มิลลิลิตรลงในหลอดสำหรับปั่นเหวี่ยงที่มีของแข็งที่ไม่ละลายอยู่ แล้วนำไปเหวี่ยงปั่นด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงความเร็ว 6000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาทีอีกครั้ง แยกส่วนที่ละลายออกไป

3. นำหลอดสำหรับปั่นเหวี่ยงที่มีของแข็งที่ไม่ละลายไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 5-6 ชั่วโมง หรือจนมีน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักอีกครั้งเพื่อคำนวณปริมาณของของแข็งที่ไม่ละลาย

4. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 3 เติมน้ำในหลอดที่อบไว้แล้วที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 5-6 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนักที่ถูกต้องแน่นอนแล้ว อบระเหยตัวทำละลายที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 5-6 ชั่วโมง หรือจนมีน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักอีกครั้งเพื่อคำนวณปริมาณของเซลล์ที่ละลาย

5. คำนวณหาค่าความชื้น และปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายในเนื้อเซลล์ ตามสมการด้านล่าง

$$\text{ความชื้น (\%)} = [1 - \frac{\text{น้ำหนักของเซลล์ที่ละลาย} + \text{น้ำหนักของของแข็งที่ไม่ละลาย}}{\text{น้ำหนักของเซลล์แห้ง}}] \times 100$$

$$\text{ของแข็งที่ไม่ละลาย (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักของของแข็งที่ไม่ละลาย}}{\text{น้ำหนักของเซลล์ที่ละลาย} + \text{น้ำหนักของของแข็งที่ไม่ละลาย}} \times 100$$

5.4 ฟูเรียร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (Fourier Transform infrared spectroscopy, FTIR)

ศึกษาโครงสร้างเคมีของฟิล์มเซลล์ด้วยฟูเรียร์ ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ เตรียมตัวอย่างในขั้นตอนการศึกษาผลของภาวะที่ใช้ในการฟอกขาวต่อสมบัติของเซลล์ ด้วยการละลายเซลล์ในเอทานอล 95% หลังจากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปตกตะกอนในน้ำ และทำแห้งด้วยการ freeze dry ในส่วนตัวอย่างเซลล์ฟอกขาวในรูปเกล็ดและการศึกษาความคงตัว เตรียมตัวอย่างด้วยการบดให้ละเอียด หลังจากนั้นผสมตัวอย่างเซลล์กับโปแตสเซียมโบรไมด์ (KBr method) โดยการบดเซลล์กับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) นำไปตอกด้วยสากขนาด 13 มิลลิเมตร ด้วยแรงตอกประมาณ 5 ตัน นำแผ่น (disc) ที่ได้ไปวัดด้วย ฟูเรียร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ (Nicolet, Magna 4700, USA) โดยมีภาวะในการทดสอบดังต่อไปนี้ จำนวนครั้งในการตรวจ (number of scan) 32 ครั้ง การแยกชัด (resolution) 4 เซนติเมตร⁻¹ ที่มีความยาวคลื่น (wave number) 4,000-400 เซนติเมตร⁻¹

5.5 โครงสร้างออสซิลและผลึก

ศึกษาโครงสร้างออสซิลและผลึกได้โดยเตรียมตัวอย่างเซลล์ในรูปฟิล์มบรรจุในแผ่นแก้วสำหรับตรวจสอบ หลังจากนั้นนำไปทดสอบในเครื่อง Powder X-ray diffractometer (Rigaku, Miniflex, Japan) โดยใช้ภาวะในการทดสอบดังนี้ เป้า (target) Cu; ตัวกรอง (filter) Ni; ความต่างศักย์ไฟฟ้า 30 กิโลโวลต์; กระแส 15 มิลลิแอมป์; และความเร็วในการตรวจสอบ (scanning speed) 4 องศาต่อนาที บันทึกค่าที่ 5 ถึง 26 องศา

5.6 การละลายของฟิล์ม

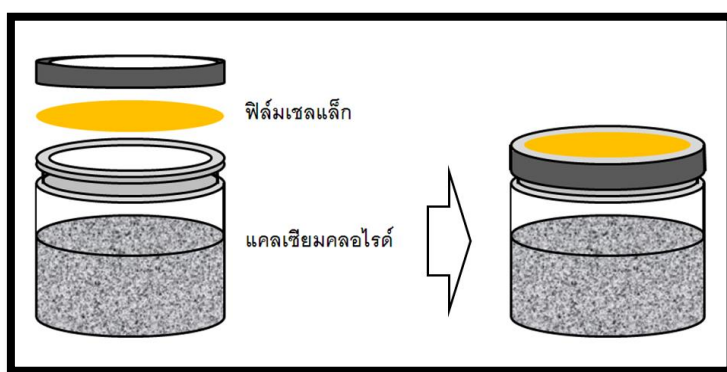
การตรวจสอบการละลายของฟิล์มเซลล์ทำโดยวิธีการวิเคราะห์น้ำหนักเซลล์ที่หายไปด้วยวิธีการตัดแปลงจาก Wu และคณะ [59] โดยเครื่องการแตกตัว (disintegration apparatus) ตัดฟิล์มให้มีขนาด 1 x 1 เซนติเมตร ชั่งน้ำหนักฟิล์มที่แน่นอน จุ่มฟิล์มในน้ำเป็นเวลา 1 ชั่วโมง อบฟิล์มเซลล์ที่เหลือจากการทดสอบจนได้น้ำหนักคงที่ คำนวณน้ำหนักที่หายไป หาค่าเฉลี่ย 6 ตัวอย่างต่อหนึ่งค่าทำการทดลองเช่นเดิมในสารละลายน้ำย่อยจำลองในกระเพาะอาหาร (simulated gastric fluid, SGF) พีเอช 1.2 เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง และฟอสเฟตบัฟเฟอร์ (phosphate buffer) ที่พีเอช 6.8 และ 7.4 เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง

5.7 การซึมผ่านของไอน้ำ (Water vapor permeability)

ศึกษาการซึมผ่านไอน้ำโดย permeation cell ตัดแปลงดัดแปลงการทดลองของ Luangtana-anan และคณะ [24, 31] โดยนำฟิล์มชนิดต่าง ๆ ที่เตรียมได้ ตัดเป็นรูปวงกลม โดยมีพื้นที่ประมาณ 800-900 ตารางมิลลิเมตร วัดความหนาเฉลี่ยของแผ่นฟิล์มเตรียมขวดแก้วและฝาขวดที่ทำหน้าที่เป็น permeation cell โดยให้มีพื้นที่ในส่วนที่เจาะประมาณ 800-900 ตารางมิลลิเมตร วัดเส้นผ่าศูนย์กลางฝาขวดที่เปิดออกบรรจุ anhydrous calcium chloride ที่ได้อบแห้งแล้วประมาณ 30 กรัมในขวด permeation cell (ภาพที่ 4) วางแผ่นฟิล์มเซลล์ที่ได้ตัดเป็นวงกลมบนปากขวดปิดฝาขวด พร้อม seal ฝาขวดและขวดแก้วด้วยกาวซิลิโคนนำขวดดัดแปลง permeation cell ที่เตรียมขึ้นนี้ไปเก็บที่ตู้ควบคุมอุณหภูมิ 40°C ความชื้นสัมพัทธ์ 75% RH เป็นระยะเวลา 10 วัน บันทึกการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักทุก 24 ชั่วโมงคำนวณอัตราการซึมผ่านของน้ำผ่านแผ่นฟิล์ม และนำไปคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำ (permeability coefficient) ดังสมการ

$$P = \frac{Wt}{A \times \Delta P}$$

เมื่อ	P	คือ	ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำ
	W	คือ	ปริมาณการแพร่ผ่านของไอน้ำกรัมต่อชั่วโมง (ได้จากความลาดชันของกราฟระหว่างปริมาณไอน้ำที่แพร่ผ่านกับเวลา)
	t	คือ	ความหนาของฟิล์ม (มม.)
	ΔP	คือ	ความแตกต่างของความดันระหว่างขวด Permeation cell และบรรยากาศภายนอก
	A	คือ	พื้นที่ของแผ่นฟิล์ม (ตารางมิลลิเมตร)



ภาพที่ 4 Permeation cell สำหรับทดสอบการซึมผ่านของไอน้ำ

5.8 สมบัติเชิงกล (Mechanical property)

นำแผ่นฟิล์มตัดเป็นรูปร่าง dumbbell โดยมีความกว้างของแผ่นฟิล์มประมาณ 6.0 มิลลิเมตรและความยาวที่ทดสอบ = 25 มิลลิเมตรนำฟิล์มที่ตัดได้เก็บไว้ในตู้ควบคุมความชื้น 3 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปทดสอบด้วยเครื่อง texture analyzer (TA.XT , model Plus, UK) โดยใช้ load cell ขนาด 50 กิโลกรัม ความเร็วของการดึงฟิล์มจนขาดคือ 1 มิลลิเมตร/นาที นำฟิล์มที่ตัดยึดกับ load cell ที่หัวท้ายของแผ่นฟิล์มให้แรงดึงจนฟิล์มขาดเป็นสองท่อน

บันทึกสมบัติเชิงกลของฟิล์ม ได้แก่ ค่าความเค้นสูงสุด(stress at maximum load) และค่าความเครียดสูงสุด(% strain at maximum load) ฟิล์มโดยวัดเฉลี่ยประมาณ 10 ตัวอย่าง ดังสูตร

$$\text{Stress} = P/(T \times W)$$

เมื่อ P คือ แรงดึงสูงสุดของฟิล์ม(N)

T คือ ความหนาของฟิล์ม (mm)

W คือ ความกว้างของฟิล์ม (mm)

$$\% \text{Strain} = \Delta L/L \times 100$$

เมื่อ ΔL คือ ระยะที่ฟิล์มยืดออกที่ตำแหน่งแรงดึงสูงสุด (mm)

L คือความยาวเริ่มต้นของฟิล์ม (mm)

5.9 ค่าความมีขั้ว(% polarity)

นำฟิล์มที่เตรียมได้มาศึกษาค่าพลังงานอิสระที่พื้นผิวโดยใช้หลักการการวัดมุมสัมผัสที่กลุ่มของเหลว กระทำบนพื้นผิวของแผ่นฟิล์ม ด้วยเครื่องวิเคราะห์ลักษณะหยดของของเหลว(Drop Shape Instrument FTA1000) โดยใช้ของเหลวมาตรฐาน 3 ชนิด ได้แก่ น้ำ ฟอрмаไมด์และเอทิลีน ไกลคอล ทำการวัดตัวอย่างละ 3 ค่า คำนวณตามวิธีของ Wu harmonic mean จากนั้นนำค่าพลังงานอิสระพื้นผิวที่ได้คำนวณหาค่าความมีขั้วดังสมการ

$$\%P = (P / T) \times 100$$

เมื่อ P คือ องค์ประกอบย่อยในส่วนที่มีขั้ว

T คือ ผลรวมของพลังงานอิสระที่พื้นผิว

5.10 การตรวจสอบสมบัติเชิงความร้อนด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแผ่นความร้อน (hot stage microscope, HSM)

บทความด้วยกล้องก่อนนำไปทดสอบดูการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพภายใต้อุณหภูมิด้วยกล้องจุลทรรศน์ ให้ความร้อนตัวอย่างด้วยแผ่นความร้อน(FP82HT, Mettler Toledo, Switzerland) อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที ติดตามการเปลี่ยนแปลงด้วยกล้องmicroscope (CX41, Olympus, Japan)

6 การศึกษาความคงตัว

นำเซลล์แก้วฟอกขาวที่เตรียมได้มาศึกษาความคงตัวทางเคมีกายภาพโดยประเมินผลจากการเก็บในสภาวะเร่งที่อุณหภูมิ 40 °C ความชื้นสัมพัทธ์ 75% เป็นเวลา 6 เดือนโดยประเมินคุณสมบัติทางเคมีกายภาพที่ระยะเวลา 0 15 30 60 90 และ 180 วัน ซึ่งสมบัติที่ใช้ในการประเมินได้แก่ ค่าของกรด ปริมาณของแข็งที่ไม่ละลาย ค่าการละลายในน้ำและที่พีเอช 6.8 และ 7.4 และโครงสร้างเคมี

7 รวบรวมข้อมูล วิเคราะห์ผลการทดลองทางสถิติ

ทำการรวบรวมข้อมูลที่ได้จากการทดลอง โดยข้อมูลที่ศึกษาในงานวิจัยทำการทดลองอย่างน้อย 2 ครั้ง แล้วแต่วิธีการศึกษาในแต่ละหัวข้อ โดยแสดงผลด้วยค่าเฉลี่ย $\pm$ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน สำหรับกลุ่มตัวอย่าง โดยวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติด้วยการวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียว (ONE WAY ANOVA) ที่ระดับนัยสำคัญ $p < 0.05$

บทที่ 3

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

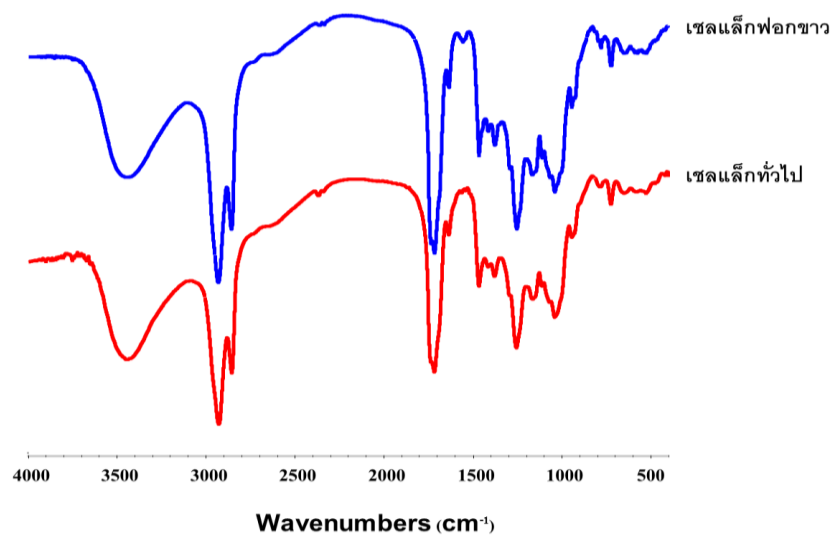
1. เซลล์ฟอกขาว

เซลล์เป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีคุณสมบัติคล้ายกับพอลิเมอร์สังเคราะห์ ในกลุ่มเทอร์โมพลาสติก (thermoplastic) [45, 53] โครงสร้างทางเคมีประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนที่เป็นเรซินแข็งซึ่งในส่วนนี้ประกอบด้วยพอลิเอสเทอร์ และองค์ประกอบอีกส่วนหนึ่งคือเรซินอ่อน ซึ่งประกอบด้วยเอสเทอร์เดี่ยว [8, 9] สีของเซลล์ส่วนใหญ่เกิดมาจากสีของ lac dye ที่โมเลกุลมีโครงสร้างที่เป็นคลอโมฟอร์ ได้มาจากสารคัดหลั่งของแมลงครั้ง เป็นสารประเภท laccaic acid การฟอกขาวเซลล์โดยใช้สารเคมี (bleaching agent) เป็นวิธีที่ใช้มากที่สุดในอุตสาหกรรมผลิตเซลล์ฟอกขาวในปัจจุบัน สารฟอกขาวที่ใช้จะเป็นสารออกซิไดส์ ได้แก่ โซเดียมไฮโปคลอไรท์ (NaOCl) [32] โดยสารฟอกขาวจะทำลายพันธะคู่ในคลอโมฟอร์ให้กลายเป็นพันธะเดี่ยวทำให้การดูดกลืนแสงลดลง หรือเปลี่ยนโครงสร้างในคลอโมฟอร์ของสีครั้งให้ดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นอื่นๆ ที่ตามนุษย์มองไม่เห็นทำให้เซลล์มีสีจางลง ในงานวิจัยนี้ได้เตรียมเซลล์ฟอกขาวขึ้นมาใช้เองโดยพยายามควบคุมสภาวะในการฟอกจนได้เซลล์ฟอกขาวที่มีความขาวที่น่าพอใจโดยที่สมบัติต่างๆ ยังคงคล้ายกับเซลล์ทั่วไปหรือเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย ตารางที่ 1 แสดงสมบัติของเซลล์ก่อนฟอกขาวและหลังฟอกขาว พบว่าเซลล์หลังจากฟอกขาวจะมีค่าของกรดเพิ่มขึ้นจาก 84.29 เป็น 117.03 มิลลิกรัม โปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อน้ำหนักเซลล์ที่ละลาย 1 กรัม มีปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายเพิ่มขึ้นจาก 0% เป็น 4.83 % ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำเพิ่มขึ้นจาก 4.44×10^{-9} เป็น 5.98×10^{-9} ค่าความเป็นขั้วเพิ่มขึ้นจาก 25.19% เป็น 31.15% แต่สมบัติเชิงกลได้แก่ ความเค้น ความเครียด และโมดูลัสของยังมีค่าไม่แตกต่างจากเดิม โดยผลดังกล่าวเกิดจาก ในโครงสร้างของเซลล์ประกอบด้วยสายพอลิเอสเทอร์ของ hydroxyl aliphatic และ sesquiterpenoid จำนวนหมู่คาร์บอกซิลิกจะเป็นตัวกำหนดค่าของกรดของเซลล์ สารฟอกขาวโซเดียมไฮโปคลอไรต์ในขบวนการฟอกขาวเมื่อละลายน้ำจะแตกตัวเป็นกรดไฮโปคลอรัส (HOCl) และสารประกอบไฮดรอกไซด์ที่เป็นด่าง โดยต่างดังกล่าวมีความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของเซลล์ [23] รวมถึงไอออนไฮโปคลอไรต์ (OCl⁻) จากสารฟอกขาวที่สามารถเกิดปฏิกิริยาข้างเคียงกับหมู่คาร์บอนิล (carbonyls) ในโมเลกุลของเซลล์ทำให้เกิดการแตกของสายโซ่เซลล์ ส่งผลให้ค่าของกรดของเซลล์ฟอกขาวมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับเซลล์ทั่วไป ผลจากค่าความเป็นกรดที่เพิ่มขึ้นยังส่งผลต่อปริมาณของของแข็งที่ไม่ละลาย เนื่องจากกลุ่มกรดอิสระของกลุ่มเอสเทอร์โมเลกุลเดี่ยวของเซลล์ที่เกิดขึ้นจะสามารถเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันได้ดีกว่าโมเลกุลที่เป็นพอลิเอสเทอร์ โดยเฉพาะในกระบวนการฟอกขาวที่เกิดอนุมูลอิสระที่เป็นตัวช่วยให้เกิดปฏิกิริยาต่างๆ ได้ง่ายขึ้น ส่งผลให้มีของแข็งที่ไม่ละลายเกิดขึ้นในส่วนของการซึมผ่านของไอน้ำและค่าความมีขั้วของเซลล์ฟอกขาวที่เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับเซลล์ทั่วไป สาเหตุที่เกิดจากกลุ่มกรดอิสระที่มากขึ้น โดยกลุ่มกรดอิสระที่เพิ่มขึ้นจะแสดงสมบัติมีขั้วทำให้ค่าความมีขั้วของฟิล์มเซลล์ฟอกขาวมีค่ามากกว่าฟิล์มเซลล์ทั่วไป ค่าความมีขั้วที่เพิ่มขึ้นทำให้ฟิล์มมีส่วนที่ขบน้ำเพิ่มขึ้น ไอน้ำจึงซึมเข้าและผ่านฟิล์มได้ง่ายขึ้น ทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำมากขึ้น ผลที่ได้สอดคล้องกับงานของสนทยาและคณะ [23] ที่พบว่าเซลล์ที่ผ่านการไฮโดรไลซ์ด้วยด่างเข้มข้นจะมีกลุ่มกรดอิสระเพิ่มขึ้นและทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำมากขึ้นด้วย

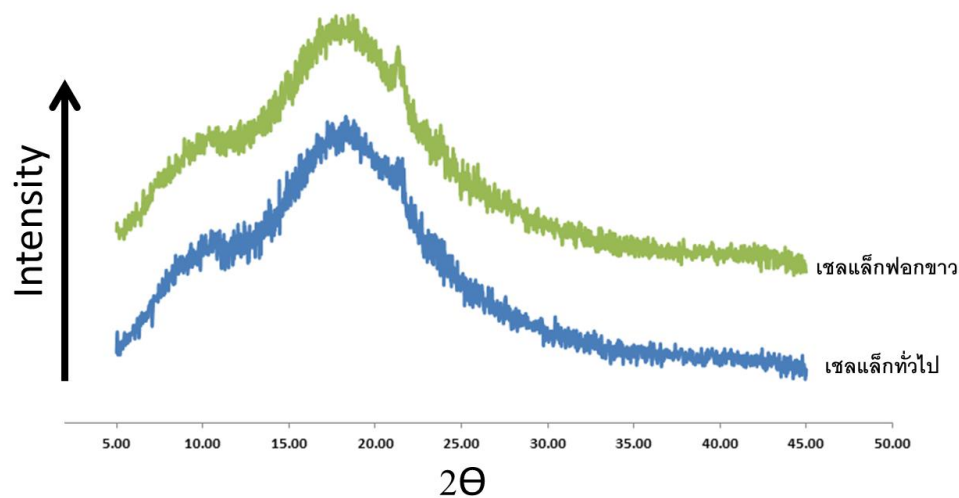
ภาพที่ 8 แสดงโครงสร้างทางเคมีของเซลล์ทั่วไปและเซลล์ฟอกขาวศึกษาโดยใช้ ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ พบว่าเซลล์ทั่วไปและเซลล์ฟอกขาว มี FTIR สเปกตรัมที่เหมือนกันกล่าวคือพบพีกกว้างที่บริเวณ 3600-3200 เซนติเมตร⁻¹ โดยมีจุดสูงสุดที่ประมาณ 3400 เซนติเมตร⁻¹ ซึ่งเกิดจาก O-H stretching พีกที่ 1716 เซนติเมตร⁻¹ ซึ่งเกิดจาก C=O stretching ของหมู่คาร์บอกซิล (-COOH) [24, 25, 26, 27, 28] โดยไม่มีพีกใหม่เกิดขึ้น หรือมีพีกใดๆ หายไป เช่นเดียวกับผลการศึกษาโครงสร้างออสันฐานและผลึกของเซลล์ทั่วไปและเซลล์ฟอกขาวด้วยเครื่อง Powder X-ray diffractometer (ภาพที่ 11) ที่พบว่า XRD diffractogram ของเซลล์ก่อนและหลังฟอกขาวมีลักษณะที่คล้ายกัน ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการฟอกขาวไม่ส่งผลต่อโครงสร้างทางเคมีและโครงสร้างออสันฐานและผลึก ของเซลล์

ตารางที่ 1 สมบัติของเซลลैคก่อนฟอกขาวและหลังฟอกขาว

สมบัติ	เซลลैค	
	เซลลैคทั่วไป	เซลลैคฟอกขาว
ค่าของกรด (มิลลิกรัมโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อ น้ำหนักเซลลैคที่ละลาย 1 กรัม)	84.29±1.56	117.03±3.88
ปริมาณของแข็งที่ไม่ละลาย (%)	0	4.83±1.09
ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำ ($\text{gh}^{-1} \text{mm}^{-1} \text{mmHg}^{-1}$)	$4.44 \times 10^{-9} \pm 0.32 \times 10^{-9}$	$5.98 \times 10^{-9} \pm 0.62 \times 10^{-9}$
ค่าความชื้น (%)	25.19±1.54	31.15±2.16
ค่าความเค้น (MPa)	10.63±3.57	9.06±1.3
ค่าความเครียด (%)	2.2±0.96	2.51±0.84
มอดูลัสของยัง	5.2±0.56	4.91±1.03



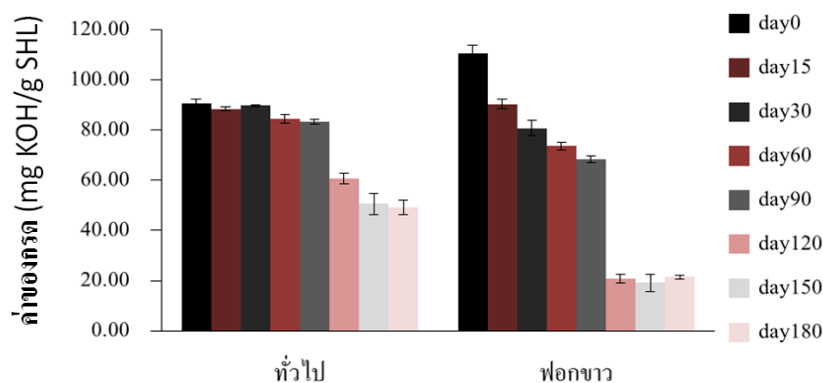
ภาพที่ 8 FTIR สเปกตรัมของของเซลลैคทั่วไปและเซลลैคฟอกขาว



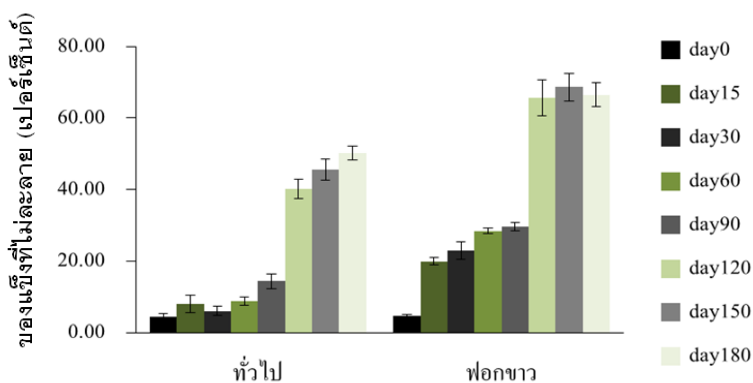
ภาพที่ 11 XRD diffractogram ของเซลลैคทั่วไปและเซลลैคฟอกขาว

การศึกษาความคงตัวของเซลแล็กทำโดยการนำเซลแล็กเก็บไว้ในตู้ที่มีอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน โดยมีการสุ่มมาตรวจสอบเป็นระยะๆ เพื่อศึกษาคุณสมบัติของเซลแล็ก ได้แก่ ค่าของกรด ปริมาณตะกอน และฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี โดยภาพที่ 12 และ 13 แสดงผลของระยะเวลาในการเก็บที่มีต่อค่าของกรดของเซลแล็ก 1 กรัมและปริมาณตะกอนของเซลแล็กทั่วไปและเซลแล็กฟอกขาว หลังจากเก็บไว้เป็นเวลา 6 เดือน พบว่าเซลแล็กฟอกขาวมีการเปลี่ยนแปลงค่าของกรดและปริมาณตะกอนอย่างชัดเจน ($P<0.05$) หลังจากเก็บไว้เพียง 15 วัน ค่าของกรดมีแนวโน้มลดลงตลอดระยะเวลาที่เก็บ เช่นเดียวกับปริมาณตะกอนที่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตลอดระยะเวลาที่เก็บ โดยเซลแล็กทั่วไปพบการลดลงของค่าของกรดอย่างชัดเจน ($P<0.05$) หลังจากเก็บไว้นาน 120 วัน ในขณะที่ปริมาณตะกอนมีการเพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน ($P<0.05$) หลังจากเก็บไว้ 90 วัน ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นถึงความคงตัวของเซลแล็กฟอกขาวที่มีค่าน้อยกว่าเซลแล็กทั่วไป ทำให้โอกาสในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันกันระหว่างหมู่คาร์บอกซิลและไฮดรอกซิลบนสายพอลิเมอร์ของเซลแล็กด้วยปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันมีมาก ความคงตัวจึงลดลง ส่งผลให้ค่าของกรดลดลงและเกิดปริมาณตะกอนที่ไม่ละลายในเอทานอล [33]

จากผลการทดลองที่ได้ แสดงให้เห็นว่ากระบวนการฟอกขาวทำให้สมบัติต่างๆ ของเซลแล็กเปลี่ยนไปเพียงเล็กน้อย ยกเว้นความคงตัวซึ่งเดิมทีเซลแล็กทั่วไปก็มีความคงตัวที่ค่อนข้างต่ำ แต่เมื่อผ่านกระบวนการฟอกขาวเซลแล็กที่ได้ความคงตัวยิ่งต่ำกว่าเดิมมาก ดังนั้นในการวิจัยครั้งนี้จึงมีจุดประสงค์เพิ่มความคงตัวของเซลแล็กฟอกขาวโดยการเตรียมให้อยู่ในรูปเกลือบางส่วน ศึกษาอัตราส่วนความเป็นเกลือบ่อความคงตัวและค่าการละลาย โดยความคงตัวที่เพิ่มขึ้นต้องไม่ทำให้เซลแล็กละลายน้ำได้ดีเกินไป รวมถึงการเพิ่มความคงตัวของเซลแล็กฟอกขาวโดยเตรียมให้อยู่ในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลส



ภาพที่ 12 ค่าของกรดของเซลแล็กทั่วไปและเซลแล็กฟอกขาวหลังจากเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน



ภาพที่ 13 ปริมาณตะกอนของเซลแล็กทั่วไปและเซลแล็กฟอกขาวหลังจากเก็บไว้ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน

3. เซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วน

เซลล์ทั่วไปและเซลล์ฟอกขาวปกติจะอยู่ในรูปของกรด (acid form) ทำให้มีการละลายที่ไม่ดีในพีเอชที่ต่ำกว่า 7 ประกอบกับภายในโครงสร้างของเซลล์มีหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่คาร์บอกซิลิกที่จะทำให้เกิดพอลิเมอร์ไครเซชันระหว่างหมู่ดังกล่าวบนสายพอลิเมอร์ทำให้เซลล์สูญเสียความคงตัวโดยเฉพาะเซลล์ฟอกขาวที่มีหมู่คาร์บอกซิลิกมากกว่าเซลล์ทั่วไป ดังนั้นการป้องกันการสลายตัวของเซลล์สามารถทำได้โดยการป้องกันการเกิดพอลิเมอร์ไครเซชันที่ตำแหน่งดังกล่าว การแก้ปัญหาหลายวิธีดังที่กล่าวมาแล้วในบทนำ โดยการดัดแปลงที่หมู่คาร์บอกซิลิกด้วยการเตรียมให้อยู่ในรูปของเกลือเป็นวิธีที่ทำได้ง่ายและไม่ซับซ้อน มีรายงานการเตรียมเซลล์ในรูปเกลือแอมโมเนียม โดยการนำเซลล์มาทำปฏิกิริยากับแอมโมเนียม คาร์บอเนต พบว่าเซลล์ที่เตรียมได้มีการละลายที่ดีกว่าเซลล์ในรูปกรด [68] นอกจากนี้ยังมีรายงานการเตรียมเซลล์ในรูปเกลือคอมโพสิตโดยใช้ 2-อะมิโน-2-เมทิล-1-โพรพานอล (2-amino-2-methyl-1-propanol, AMP) และแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ammonium hydroxide, AMN) ที่อัตราส่วนต่างกัน พบว่าสามารถเพิ่มการละลายและความคงตัวให้กับเซลล์มากขึ้น โดยเฉพาะเกลือคอมโพสิตที่มีอัตราส่วนของ AMP สูงขึ้น [28] อย่างไรก็ตามยังไม่มีรายงานเกี่ยวกับการเตรียมเซลล์ให้อยู่ในรูปของเกลือโซเดียมคาร์บอเนตซึ่งเป็นสารที่มีความอันตรายต่ำเมื่อเทียบกับสารก่อเกลียวที่ได้กล่าวมา รวมถึงยังไม่มีรายงานการเตรียมให้อยู่ในรูปเกลือเพียงบางส่วน ดังนั้นในการทดลองนี้จึงมีวัตถุประสงค์เพื่อเตรียมเซลล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลือคาร์บอเนตบางส่วน โดยศึกษาสัดส่วนที่เหมาะสมของเกลือคาร์บอเนตในการทำให้เกิดความคงตัว

3.1 การเตรียมและประเมินเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วน

จากหัวข้อที่ 2 จะเห็นได้ว่าเซลล์ที่ผ่านกระบวนการฟอกขาวจะมีค่าความเป็นกรดที่สูงกว่าเซลล์ทั่วไป ผลดังกล่าวบ่งบอกถึงความคงตัวของเซลล์ฟอกขาวที่ต่ำกว่าเซลล์ทั่วไปเนื่องจากการเกิดพอลิเมอร์ไครเซชันจะเกิดได้ง่ายกว่า ดังนั้นในการทดลองนี้ได้ทำการเตรียมเซลล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลือเพื่อทดสอบความคงตัวและศึกษาคุณสมบัติของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือสัดส่วนต่างกัน โดยเตรียมให้อยู่ในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตในสัดส่วนต่างกัน ได้แก่ร้อยละ 10, 20, 30, 40, 50, และ 100 ของค่าความเป็นกรด จากนั้นนำไปประเมินค่าต่างๆ ดังแสดงในหัวข้อที่ 3.1.1-3.1.7

3.1.1 ค่าของกรด ปริมาณตะกอนและปริมาณความชื้น

ตารางที่ 2 แสดงค่าของกรด ปริมาณตะกอน และปริมาณความชื้น ของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนที่แตกต่างกัน เซลล์ฟอกขาวในรูปกรดมีค่าความเป็นกรดประมาณ 108.88 มิลลิกรัมโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อน้ำหนักเซลล์ 1 กรัม มีความชื้นประมาณ 7.12 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ภายหลังจากนำเซลล์ฟอกขาวมาดัดแปลงให้อยู่ในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนแตกต่างกันทำให้ค่าความเป็นกรดลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) ในขณะที่ค่าความชื้นไม่เปลี่ยนแปลง ปริมาณเกลือที่เพิ่มขึ้นจะทำให้ค่าของกรดลดลง การเติมเกลือปริมาณ 10% ทำให้ค่าของกรดลดลงเหลือ 90 มิลลิกรัมโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อน้ำหนักเซลล์ 1 กรัมและลดลงเป็นลำดับเมื่อปริมาณเกลือเพิ่มขึ้นจนเหลือเพียง 4 มิลลิกรัมโปแตสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อน้ำหนักเซลล์ 1 กรัมเมื่อเตรียมเป็นรูปเกลือ 100% การลดลงของค่าของกรดแสดงให้เห็นว่า ความเป็นต่างของโซเดียมคาร์บอเนต ไม่ส่งผลให้มีการสลายตัว (hydrolysis) ที่จะทำให้ค่าของกรดมากขึ้น ซึ่งแตกต่างกับการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ที่มีความเป็นด่างที่ค่อนข้างสูงกว่าจึงทำให้การสลายตัวเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่าของกรดเพิ่มขึ้นในระหว่างการเตรียม [23] การลดลงของค่าความเป็นกรดของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือเกิดจากเกลือโซเดียมของโซเดียมคาร์บอเนตสามารถจับกับหมู่คาร์บอกซิลิกในโมเลกุลของเซลล์ฟอกขาวจึงทำให้ค่าของกรดมีค่าลดลง ผลของเกลือต่อปริมาณของตะกอนที่ไม่ละลายในเอทานอลเซลล์นั้นไม่พบตะกอนเซลล์ฟอกขาวในเบื้องต้นเลย และผลของการเติมเกลือเพิ่มขึ้นไม่มีผลเพิ่มปริมาณตะกอน แสดงให้เห็นว่าการเตรียมเซลล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตนั้นไม่ทำให้เกิดความไม่คงตัวในระหว่างการเตรียมตัวอย่าง ผลที่ได้สอดคล้องกับรายงานการเตรียมเซลล์ในรูปเกลือ AMP [28] ค่าของกรดและปริมาณตะกอนที่แสดงดังกล่าวมานี้จะถูกใช้เป็นค่าเริ่มต้นในการศึกษาเปรียบเทียบความคงตัวต่อไป

ตารางที่ 2 ค่าของกรดปริมาณตะกอนและความชื้นของเซลลูล์ฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตในสัดส่วนต่างกัน

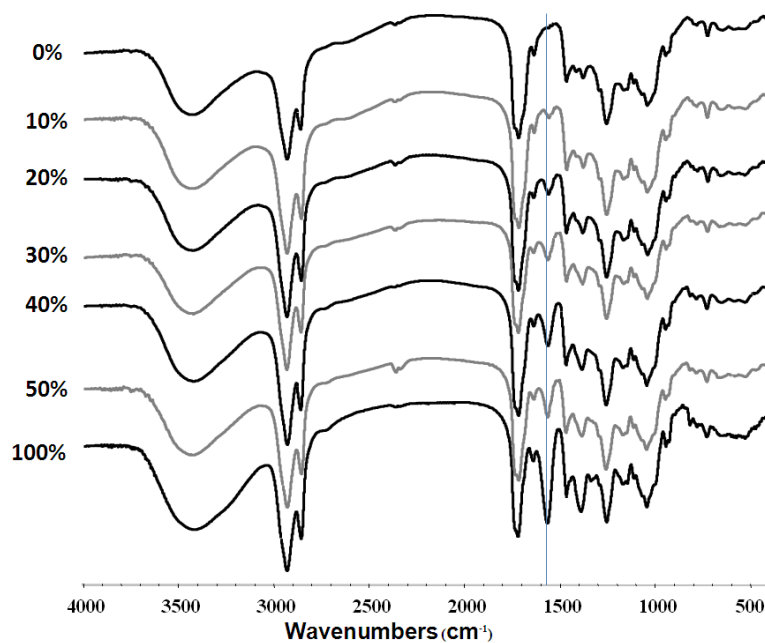
อัตราส่วนความเป็นเกลียว(เปอร์เซ็นต์)	ค่าของกรด (มิลลิกรัมโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ต่อ น้ำหนักเซลลูล์ 1 กรัม)	ปริมาณตะกอน (เปอร์เซ็นต์)	ความชื้น (เปอร์เซ็นต์)
0	108.88±4.37	0	7.12±2.17
10	90.44±0.87	0	9.72±0.64
20	76.80±0.85	0	6.83±1.03
30	69.23±1.11	0	6.18±1.82
40	61.25±0.15	0	4.67±3.12
50	54.43±0.15	0	7.12±0.57
100	4.30±0.05	0	5.97±0.62

3.1.2 โครงสร้างทางเคมี

ภาพที่ 14 แสดงฟูเรียร์ ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกตรัม ของเซลลูล์ฟอกขาวและเซลลูล์ฟอกขาวที่เตรียมในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตบางส่วนที่สัดส่วนต่างกัน เซลลูล์ฟอกขาวพบพีกที่มีลักษณะกว้างที่บริเวณ 3600-3200 เซนติเมตร⁻¹ มีการดูดกลืน (absorbance) สูงสุดที่ประมาณ 3400 เซนติเมตร⁻¹ซึ่งเกิดจาก O-H stretching และพบพีกที่ 1716 เซนติเมตร⁻¹ซึ่งเกิดจาก C=O stretching ของหมู่คาร์บอกซิลิก (-COOH) แต่เมื่อเตรียมในรูปเกลียวของโซเดียมคาร์บอเนตบางส่วนจะพบพีกใหม่เกิดขึ้นที่ประมาณ 1556 และ 1385 เซนติเมตร⁻¹ ซึ่งเกิดจาก C=O stretching ของหมู่คาร์บอกซิเลต (-COO⁻) แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของเซลลูล์จากรูปกรดกลายเป็นรูปเกลียว ซึ่งสอดคล้องกับรายงานการวิจัยซึ่งเป็นการเตรียมเซลลูล์ในรูปเกลียว AMN อย่างเดียว [34] เมื่อนำเซลลูล์ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตในสัดส่วนที่ต่างกันมาเปรียบเทียบกับค่าอัตราส่วนของการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของคาร์บอกซิเลตต่อคาร์บอกซิลิก (ABS_{1556}/ABS_{1716}) ดังแสดงในตารางที่ 3 พบว่าเซลลูล์ฟอกขาวในรูปเกลียวบางส่วนมีค่า ABS_{1556}/ABS_{1716} สูงกว่าเซลลูล์ฟอกขาวในรูปกรด นอกจากนี้ยังพบว่า ABS_{1556}/ABS_{1716} จะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออัตราส่วนของเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นถึงการเพิ่มขึ้นของหมู่คาร์บอกซิเลต (-COO⁻)[28]

ตารางที่ 3 อัตราส่วนการดูดกลืนแสงของ COO⁻/-COOH (absorbance ratio, ABS_{1556}/ABS_{1716}) ของเซลลูล์ฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตในอัตราส่วนต่างๆ

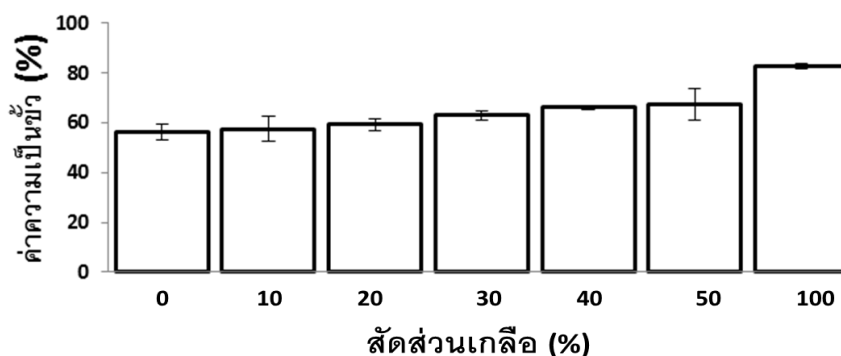
สัดส่วนความเป็นเกลียว (%)	ABS_{1556}/ABS_{1716}
0	0.00
10	0.06±0.03
20	0.13±0.01
30	0.21±0.09
40	0.32±0.03
50	0.31±0.06
100	0.93±0.12



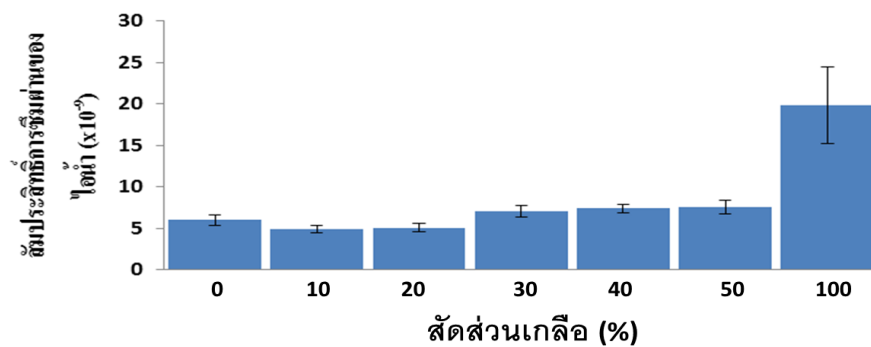
ภาพที่ 14 FTIR สเปกตรัมของเซลลูลอสฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตในสัดส่วนที่ต่างกัน

3.1.3 ค่าความเป็นขี้และค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำ

ปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตที่ใช้ในการเตรียมเซลลูลอสฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลียวมีผลต่อค่าความขี้และค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มเซลลูลอสฟอกขาว โดยภาพที่ 15 แสดงค่าความขี้ของฟิล์มเซลลูลอสฟอกขาวที่เตรียมให้อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตในสัดส่วนต่างๆ พบว่าค่าความขี้ของฟิล์มเซลลูลอสฟอกขาวมีค่าเท่ากับ 31.15 % และมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเตรียมฟิล์มเซลลูลอสฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนต ค่าความขี้จะเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนของเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่เพิ่มอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) เมื่อเตรียมฟิล์มเซลลูลอสฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่มีสัดส่วนของเกลียวตั้งแต่ 40% ขึ้นไป โดยฟิล์มเซลลูลอสฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนต 100% มีค่าความขี้ 52.74% ผลของค่าความขี้ที่เพิ่มขึ้นแสดงถึงส่วนที่ขบับน้ำที่เพิ่มขึ้นของฟิล์มทำให้ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณสัดส่วนของเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่เพิ่มขึ้นไปด้วย ดังแสดงในภาพที่ 16 โดยค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) เมื่อฟิล์มเซลลูลอสฟอกขาวอยู่ในรูปเกลียว 100% โดยมีค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำอยู่ที่ $1.99 \times 10^{-8} \text{ g h}^{-1} \text{ mm}^{-1} \text{ mmHg}^{-1}$ ซึ่งมีค่ามากกว่าฟิล์มเซลลูลอสฟอกขาวในรูปกรดอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) ที่มีค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำเท่ากับ $5.98 \times 10^{-9} \text{ g h}^{-1} \text{ mm}^{-1} \text{ mmHg}^{-1}$ แต่ค่าการซึมผ่านไอน้ำนี้ยังมีค่าที่น้อยเมื่อเทียบกับ เอนเทอร์พอลิเมอร์ชนิดอื่น เช่น เซลลูโลส อะซิเตด พทาเลต (cellulose acetate phthalate, CAP) [35] หรือกลุ่มอะครีเลตพอลิเมอร์ (Eudragit L-30D) มีค่าประมาณ $1 \times 10^{-7} - 3 \times 10^{-5} \text{ g h}^{-1} \text{ m}^{-1} \text{ Pa}^{-1}$ [36]



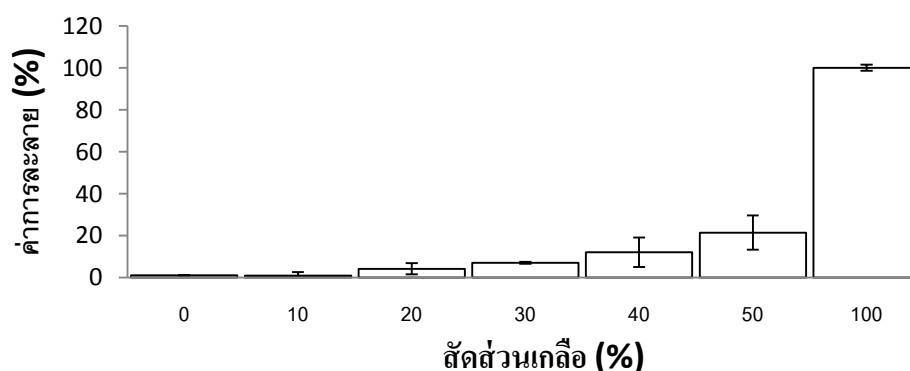
ภาพที่ 15 ค่าความขี้ของเซลลูลอสฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนที่ต่างกัน



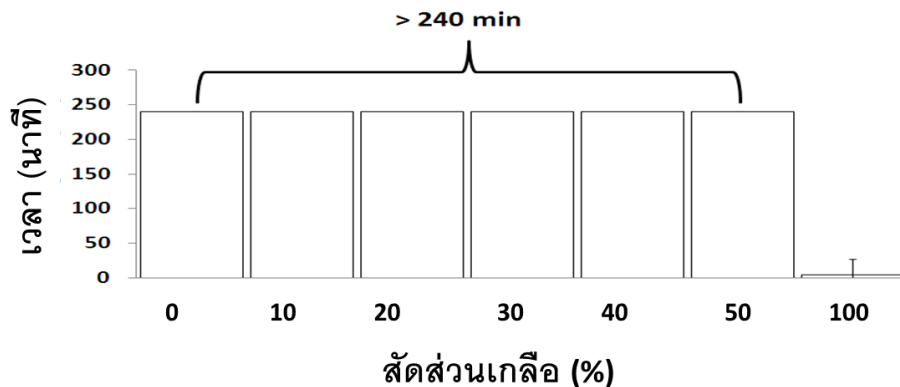
ภาพที่ 16 ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของเซลลูล์ฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตในอัตราส่วนต่างๆ

3.1.4 ค่าการละลาย

เซลลูล์ฟอกขาวสามารถเตรียมเป็นฟิล์มที่มีความสวยงามมีความมันเงา ป้องกันความชื้นได้ดีและไม่ละลายน้ำ จึงมีการนำมาใช้ในการเคลือบวัสดุต่างๆ รวมถึงอาหารและยาโดยใช้เคลือบอาหารประเภทผลไม้เพื่อเพิ่มระยะเวลาในการเก็บให้นานขึ้น และใช้เคลือบยาเพื่อป้องกันความชื้นและใช้เป็นสารเคลือบเอ็นเทอร์ิก เพื่อป้องกันยาที่มีการระคายเคืองต่อกระเพาะอาหารหรือป้องกันยาเสื่อมสลายในกระเพาะอาหารที่มีสภาวะเป็นกรด แต่การเตรียมเซลลูล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลียวจะลดการเป็นสารที่ไม่ละลายน้ำของเซลลูล์ฟอกขาว อาจทำให้การเคลือบเอ็นเทอร์ิกไม่ประสบผลสำเร็จเนื่องจากเซลลูล์ฟอกขาวจะละลายระหว่างการรับประทานของผู้ป่วยพร้อมน้ำ การเตรียมเซลลูล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลียวบางส่วนสามารถช่วยลดปัญหาดังกล่าวได้ โดยภาพที่ 17 แสดงให้เห็นค่าการละลายของฟิล์มเซลลูล์ฟอกขาวที่เตรียมให้อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนต ในสัดส่วนต่าง ๆ พบว่าเปอร์เซ็นต์การละลายของฟิล์มเซลลูล์ฟอกขาวในน้ำในระยะเวลา 1 ชั่วโมง เพิ่มขึ้นตามค่าความเป็นเกลียวอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) โดยฟิล์มจะละลายน้ำหมดภายใน 1 ชั่วโมงเมื่ออยู่ในรูปเกลียว 100% เท่านั้น การทำฟิล์มเซลลูล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลียวบางส่วนยังสามารถเพิ่มระยะเวลาในการละลายของฟิล์มได้ดังแสดงในภาพที่ 18 ที่แสดงระยะเวลาในการละลายของฟิล์มในน้ำ โดยฟิล์มเซลลูล์ฟอกขาวที่เตรียมในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนต 100% จะละลายในน้ำหมดภายในเวลา 4.57 นาที แต่ฟิล์มเซลลูล์ฟอกขาวในรูปเกลียวบางส่วนจะละลายไม่หมดภายใน 4 ชั่วโมง ผลที่ได้สามารถอธิบายได้จากค่าความเป็นขี้และจำนวนหมู่คาร์บอกซิเลตที่เพิ่มขึ้นทำให้ฟิล์มละลายน้ำได้ดีขึ้นดังที่ได้อธิบายในภาพที่ 15 และตารางที่ 4 ตามลำดับ



ภาพที่ 17 ค่าการละลายน้ำภายในระยะเวลา 1 ชั่วโมงของฟิล์มเซลลูล์ฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน



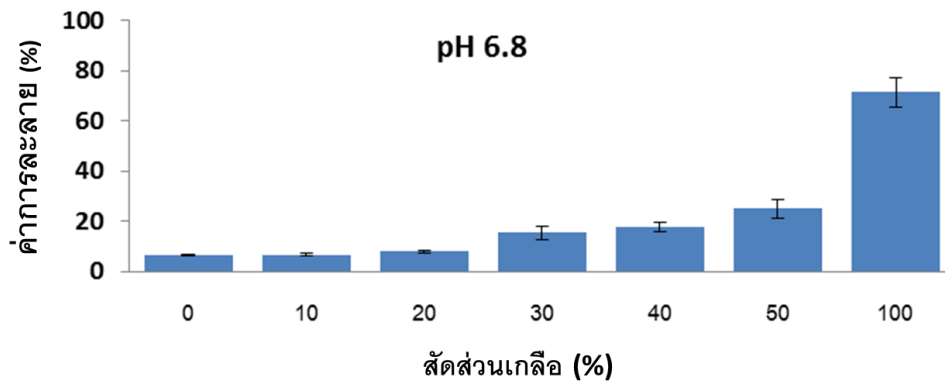
ภาพที่ 18 ระยะเวลาในการละลายในน้ำของฟิล์มเซลลูล์โลสในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน

เพื่อเป็นการยืนยันว่าฟิล์มเซลลูล์โลสในรูปเกลือบางส่วนมีความสามารถทนกรดได้ จึงได้ทดสอบการละลายในสารละลายน้ำย่อยจำลองในกระเพาะอาหารพีเอช 1.2 ของฟิล์มพบว่าฟิล์มทั้งหมดละลายไปไม่ถึง 8% ดังแสดงในตารางที่ 5 จากนั้นทำการทดสอบดูการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 และ 7.4 พบว่าฟิล์มทั้งหมดละลายได้บางส่วนในตัวกลางพีเอช 6.8 และละลายได้หมดในตัวกลางพีเอช 7.4 ในระยะเวลา 3 ชั่วโมง โดยภาพที่ 19 แสดงค่าการละลายของฟิล์มเซลลูล์โลสในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตในสัดส่วนต่างกัน ภายในระยะเวลา 3 ชั่วโมงพบว่าค่าการละลายของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนของความเป็นเกลือของฟิล์มเซลลูล์โลส ฟิล์มเซลลูล์โลสในรูปเกลือ 10 % สามารถละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 ได้เพียง 6.51% และจะเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) เมื่ออัตราส่วนความเป็นเกลือมากกว่า 30% และจะเพิ่มเป็น 71.13% เมื่อฟิล์มเซลลูล์โลสอยู่ในรูปเกลือ 100%

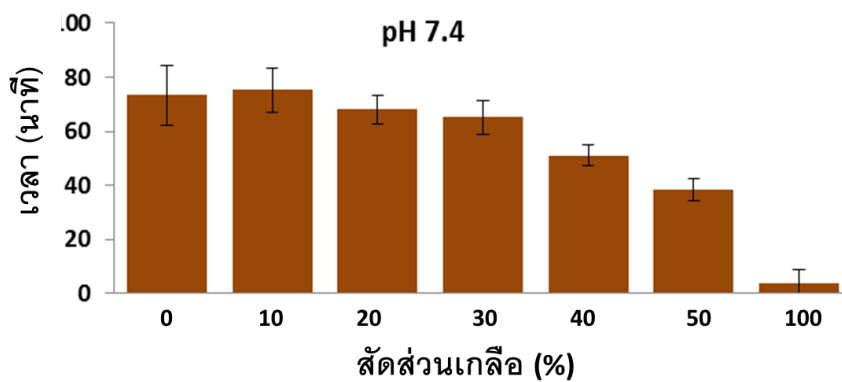
ภาพที่ 20 แสดงระยะเวลาในการละลายของฟิล์มเซลลูล์โลสในสัดส่วนต่างกัน ในตัวกลางพีเอช 7.4 พบว่าระยะเวลาจะลดลงเมื่อฟิล์มอยู่ในรูปเกลือที่อัตราส่วนสูง ๆ ฟิล์มเซลลูล์โลสในรูปเกลือ 100% จะใช้เวลาเพียง 3 นาที 58 วินาทีซึ่งน้อยกว่าฟิล์มเซลลูล์โลสที่อยู่ในรูปกรดที่ใช้เวลาถึง 1 ชั่วโมง 13 นาที โดยระยะเวลาในการละลายจะลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) เมื่ออัตราส่วนของเกลือมีค่ามากกว่า 40 % สำหรับกลไกการละลายที่เพิ่มขึ้นนั้นคาดว่ามีความสัมพันธ์กับการเกิดหมู่คาร์บอกซิเลต ซึ่งยืนยันด้วยค่า ABS_{1556}/ABS_{1716} ดังที่ได้อธิบายไว้แล้วในตารางที่ 3 ที่พบว่าหมู่คาร์บอกซิเลตมากขึ้นเมื่ออัตราส่วนความเป็นเกลือเพิ่มขึ้นทำให้ฟิล์มละลายได้ดีขึ้น อย่างไรก็ตามไม่สามารถบอกได้ว่าฟิล์มเซลลูล์โลสในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตอัตราส่วนใดเหมาะกับการนำไปเป็นสารเคลือบเอนเทอริกโดยดูจากค่าการละลายอย่างเดียว ผลของความคงตัวจะเป็นอีกคุณสมบัติหนึ่งที่จะใช้ในวิเคราะห์โดยจะแสดงในหัวข้อที่ 3.2 ต่อไป

ตารางที่ 4 ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 1.2 ระยะเวลา 2 ชั่วโมงของฟิล์มเซลลูล์โลสในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน

สัดส่วนความเป็นเกลือ(เปอร์เซ็นต์)	ค่าการละลาย (%)
0	5.16±0.62
10	4.13±0.21
20	6.19±0.44
30	5.28±0.68
40	7.63±1.17
50	6.58±0.95
100	6.73±0.47



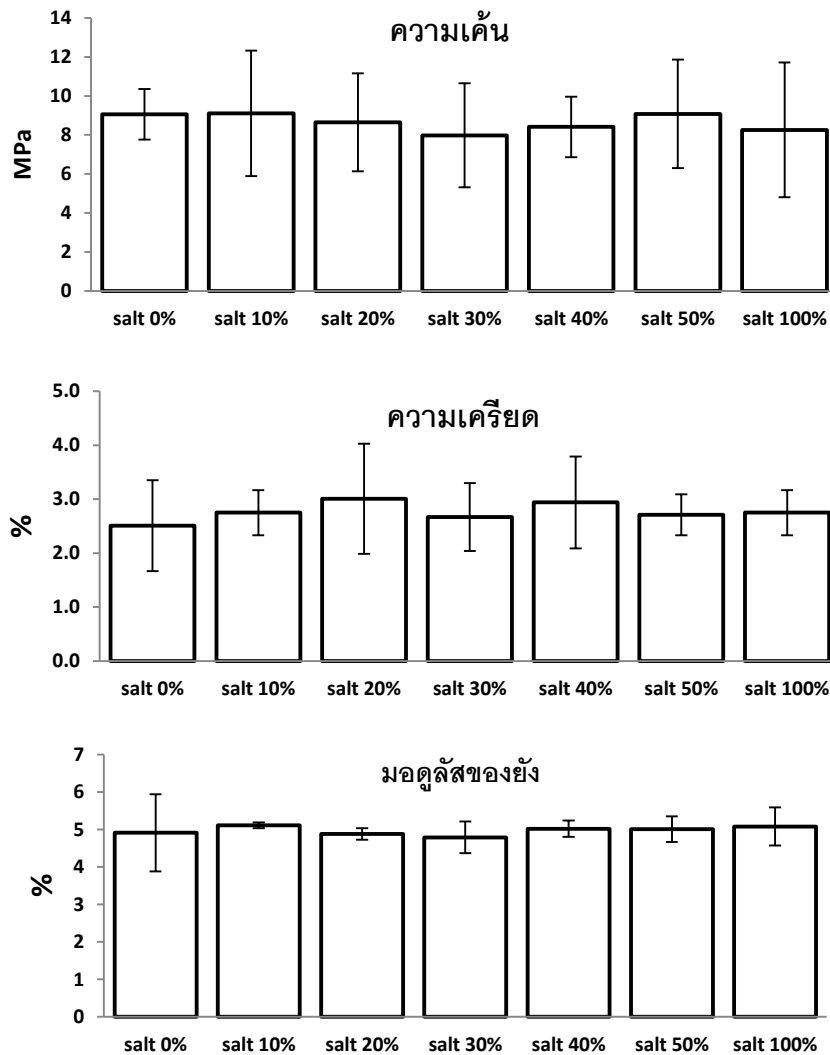
ภาพที่ 19 ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 ระยะเวลา 3 ชั่วโมงของฟิล์มเซลล์ฟอกขาวในรูปเกล็ดโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน



ภาพที่ 20 ระยะเวลาในการละลายในตัวกลางพีเอช 7.4 ของฟิล์มเซลล์ฟอกขาวในรูปเกล็ดโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน

3.1.5 สมบัติเชิงกล

ค่าความเค้น (stress) ความเครียด (strain) และค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus) เป็นสมบัติที่เป็นตัวชี้วัดถึงความแข็งแรงและความยืดหยุ่นของฟิล์ม ฟิล์มที่ดีควรมีความแข็งแรงและความยืดหยุ่นที่มากพอเช่น ในการเคลือบยาฟิล์มจะต้องสามารถทนแรงกระแทกระหว่างการเคลือบได้และต้องมีความยืดหยุ่นที่มากพอที่จะสามารถเคลือบยาเม็ดแกนโดยไม่มีการแตกเสียหาย [23, 25] โดยภาพที่ 21 แสดงค่าความเค้น (Stress) ความเครียด (Strain) และ มอดูลัสของยัง (Young's modulus) ของฟิล์มเซลล์ฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกล็ดโซเดียมคาร์บอเนตในอัตราส่วนต่างๆ พบว่าค่าต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมจากเซลล์ฟอกขาวในรูปกรดและรูปเกล็ดโซเดียมคาร์บอเนตในอัตราส่วนต่างๆ ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) ทั้งความเค้น ความเครียดและมอดูลัสของยัง แสดงว่าการเตรียมเซลล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกล็ดโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกันไม่มีผลต่อสมบัติเชิงกล อย่างไรก็ตามผลที่ได้ไม่สอดคล้องกับรายงานก่อนหน้านี้ที่แสดงให้เห็นว่าฟิล์มเซลล์ในรูปเกล็ดแอมโมเนียและเกล็ดชนิดอื่นๆ จะมีค่าความเค้นและความเครียดและมอดูลัสของยังต่างจากฟิล์มเซลล์ในรูปกรดขึ้นอยู่กับชนิดของเกล็ด [28, 31]



ภาพที่ 21 ค่าความเค้น (Stress) ความเครียด (Strain) และ มอดูลัสของยัง (Young's modulus) ของฟิล์มเซลลูล์กลอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน

3.1.6 การเปลี่ยนแปลงภายใต้อุณหภูมิ

การศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงของเซลลูล์กลอกขาวภายใต้อุณหภูมิทำได้โดยการดูการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพภายใต้กล้องจุลทรรศน์ด้วยกล้อง microscope ให้ความร้อนตัวอย่างด้วยแท่นความร้อนอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที ผลที่ได้แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงของเซลลูล์กลอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน เกิดการหลอมเหลวเมื่ออยู่ภายใต้อุณหภูมิที่มากกว่า 77 องศาเซลเซียส โดยอุณหภูมิที่เซลลูล์กลอกขาวเริ่มเกิดการเปลี่ยนแปลงและอุณหภูมิที่เซลลูล์กลอกขาวละลายหมดได้แสดงในตารางที่ 5 ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าอัตราส่วนในการเป็นเกลือของเซลลูล์กลอกขาวมีผลต่อจุดหลอมเหลวของเซลลูล์กลอกขาว กล่าว อุณหภูมิที่เซลลูล์กลอกขาวละลายหมดจะเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนเกลือที่เพิ่มขึ้นโดยจะเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) เมื่ออัตราส่วนเกลือมากกว่า 30% โดยเซลลูล์กลอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนต 100% จะเห็นการหลอมเหลวอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส ซึ่งมากกว่าเซลลูล์กลอกขาวในรูปกรด (เกลือ 0%) ซึ่งเกิดการหลอมเหลวอย่างสมบูรณ์ที่ 77 องศาเซลเซียส และเซลลูล์กลอกขาวทั่วไปที่มีจุดหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 75–85 องศาเซลเซียส (MSDS 2552) ผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยในการเตรียมเซลลูล์กลอกขาวในรูปเกลือคอมโพสิตระหว่างแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์กับ 2-amino-2-methyl-1-propanol ซึ่งแสดงให้เห็นการหลอมเหลวของเซลลูล์กลอกขาวภายใต้อุณหภูมิ โดยมีอุณหภูมิที่สูงกว่าเซลลูล์กลอกขาวทั่วไป [24] ซึ่ง

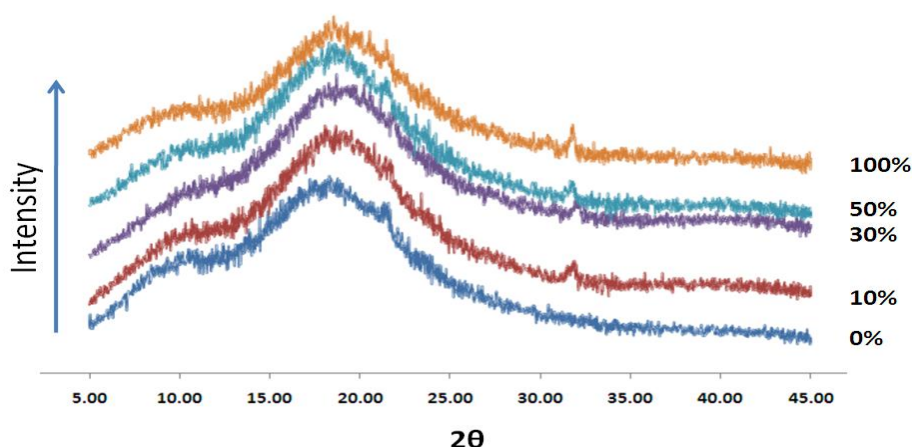
การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิหลอมเหลวสามารถอธิบายได้โดยเซลล์ในรูปเกลียวจะเกิดการแทนที่ของโมเลกุลที่หมู่คาร์บอกซิลิกจากไฮโดรเจนอะตอมเปลี่ยนเป็นอะตอมของโซเดียมและการเกิดพันธะไอออนิกที่จุดดังกล่าวซึ่งมีผลทำให้การหมุน การคลายตัว การเปลี่ยนรูปของสายโซ่เกิดได้ยากขึ้นเมื่อได้รับแรงหรือเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น สภาวะเหล่านี้จะทำให้จุดหลอมเหลวของพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น [28]

ตารางที่ 5 อุณหภูมิที่เริ่มเห็นการเปลี่ยนแปลงและอุณหภูมิที่หลอมเหลวทั้งหมดของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน ติดตามการเปลี่ยนแปลงภายใต้อุณหภูมิด้วยกล้องไมโครสโคป

สัดส่วนเกลียว (%)	อุณหภูมิที่เริ่มเห็นการเปลี่ยนแปลง (C°)	อุณหภูมิที่หลอมเหลวทั้งหมด (C°)
0	61-63	77
10	61-63	77
20	62-64	77
30	69-71	81
40	72-74	85
50	78-80	91
100	110-112	135

3.1.7 โครงสร้างพื้นฐานและผลึก

สารอินทรีย์ทั่วไปโมเลกุลมีขนาดเล็ก น้ำหนักโมเลกุลต่ำ สามารถตกผลึกหรืออยู่ในรูปของผลึกได้ แต่สำหรับพอลิเมอร์ ขนาดของโมเลกุลยาว น้ำหนักโมเลกุลสูงจึงมีโอกาสที่จะอยู่ในรูปผลึกน้อยกว่าส่วนของพอลิเมอร์ซึ่งโมเลกุลจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบ หรือไม่เป็นผลึกเรียกว่า “พอลิเมอร์อสัณฐาน” โดยเซลล์และเซลล์ฟอกขาวจัดเป็นพอลิเมอร์ที่มีการจัดเรียงตัวที่ไม่เป็นผลึก ซึ่งดูได้จากผลของ XRD diffractogram ภาพที่ 22 แสดง XRD diffractogram ของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน พบว่า XRD diffractogram ของเซลล์ทั้งหมดมีลักษณะเป็นอสัณฐาน โดยเซลล์ที่อยู่ในรูปเกลียวที่สัดส่วนต่างกันจะมีลักษณะเหมือนกันโดยจะมีลักษณะของผลึกเพิ่มขึ้นที่ 2θ เท่ากับ 32 องศาเมื่อเทียบกับเซลล์ฟอกขาวในรูปกรด ซึ่งผลดังกล่าวอาจเกิดมาจากเอทิลแอลกอฮอล์ที่ตกค้างอยู่ในฟิล์ม (ยืนยันผลจากการทดสอบเซลล์ฟอกขาวในรูปฟิล์มแล้วพบลักษณะดังกล่าวเพิ่มขึ้น)



ภาพที่ 22 XRD diffractogram ของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน

3.2 การศึกษาความคงตัว

การศึกษาความคงตัวของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน ทำโดยการนำเซลล์ฟอกขาวที่เตรียมได้เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน โดยมีการสุ่มมาตรวจสอบเป็นระยะๆ เพื่อศึกษาคุณสมบัติของเซลล์ฟอกขาวที่เปลี่ยนแปลงไป ได้แก่ ค่าของกรด ปริมาณตะกอน ฟลูออรีนทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี และค่าการละลายของฟิล์มที่ตัวกลางต่างๆ

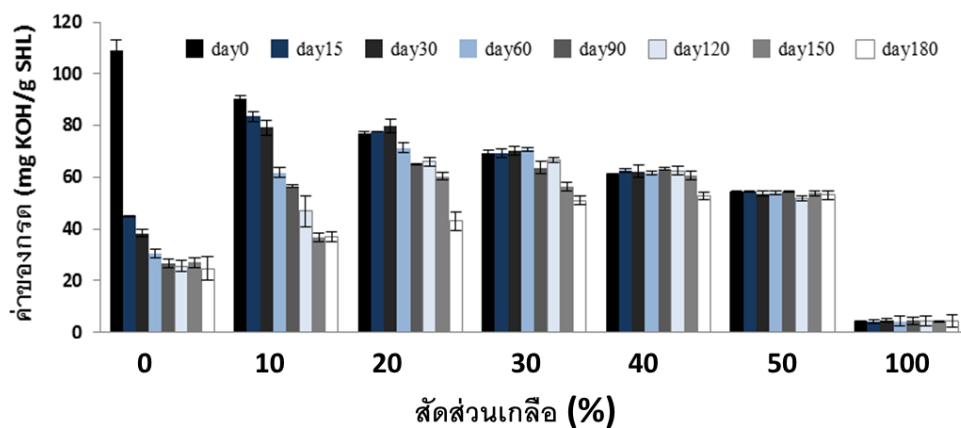
เมื่อนำเซลล์ที่เตรียมในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน มาเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน พบว่าลักษณะทางกายภาพของเซลล์ไม่มีการเปลี่ยนแปลง และได้ทำการทดสอบคุณสมบัติอื่นๆ ดังต่อไปนี้

3.2.1 ค่าของกรดและปริมาณตะกอน

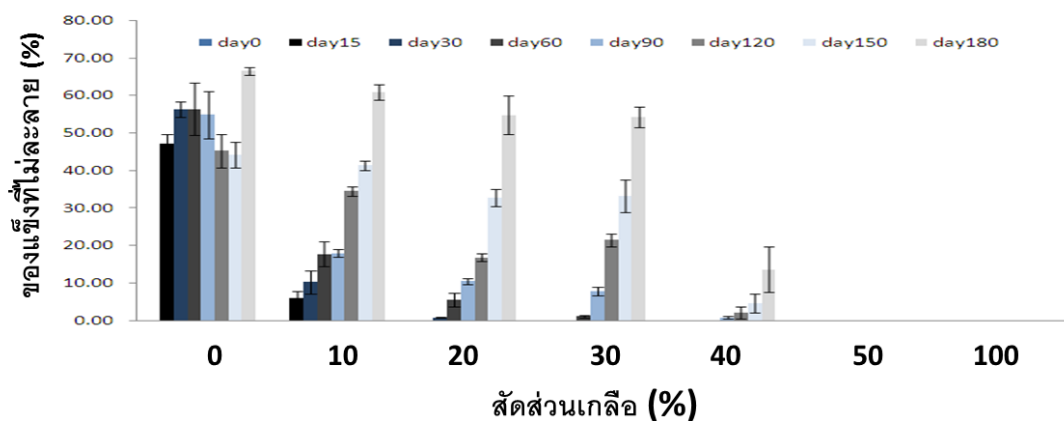
เซลล์ในรูปกรดเมื่อเก็บไว้เป็นเวลานานจะเกิดการเสียสภาพ เนื่องจากเซลล์เกิดการพอลิเมอร์เซชันกันระหว่างหมู่คาร์บอกซิลและไฮดรอกซิลบนสายพอลิเมอร์ของเซลล์ด้วยปฏิกิริยาเอสเทอริฟิเคชัน ส่งผลทำให้มีค่าของกรดลดลงและทำให้เกิดปริมาณตะกอนที่ไม่ละลายในเอทานอลเพิ่มมากขึ้น [33] ดังนั้นค่าของกรดและปริมาณตะกอนจึงเป็นตัวชี้วัดที่สำคัญในการแสดงถึงความคงตัวของเซลล์ ในการศึกษาครั้งนี้มีการเปลี่ยนแปลงเซลล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตบางส่วน ซึ่งคาดว่าจะทำให้ความคงตัวเพิ่มขึ้น โดยศึกษาผลของเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตในสัดส่วนต่างกัน ต่อการเปลี่ยนแปลงของค่าของกรดและปริมาณตะกอนเมื่อเก็บเซลล์เป็นระยะเวลานาน ดังแสดงในภาพที่ 23 และ 24 ตามลำดับ ผลการทดสอบพบว่าระยะเวลาการเก็บเซลล์ฟอกขาวในรูปกรด (0%เกลียว) มีค่าของกรดลดลงอย่างรวดเร็วภายหลังการเก็บ 15 วัน [28, 33] โดยจะลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่อเก็บไว้ 90 วันและจะเริ่มมีค่าคงที่หลังจากเก็บนานกว่า 90 วัน ผลของการเตรียมเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวทำให้ลดการเปลี่ยนแปลงค่าของกรดเมื่อเก็บเป็นระยะเวลานาน 180 วัน ทั้งนี้ขึ้นกับปริมาณเกลียวที่ใช้ โดยพบว่า การเปลี่ยนแปลงของค่าของกรดจะลดลงเมื่อมีสัดส่วนของเกลียวมากขึ้นและจะมีค่าคงที่เมื่อสัดส่วนเกลียวมีค่ามากกว่า 40% โดยที่สัดส่วนเกลียวปริมาณน้อย (10-30%) พบการลดลงของค่าของกรดอย่างต่อเนื่องตลอดระยะเวลาที่ศึกษา และที่ 40%ไม่พบการเปลี่ยนแปลงของค่าของกรดจนถึง 150วัน ผลที่ได้แสดงให้เห็นถึงความคงตัวที่เพิ่มมากขึ้นของเซลล์ฟอกขาวหลังจากเกิดการเปลี่ยนแปลงให้อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตบางส่วนที่มีสัดส่วนของเกลียวมากกว่า 40%

เมื่อพิจารณาผลของปริมาณตะกอนที่ไม่ละลายในเอทานอลของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน ดังแสดงในภาพที่ 24 พบว่าเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตที่มีอัตราส่วนเกลียว 50% และ 100% ไม่พบตะกอนของแข็งที่ไม่ละลายในเอทานอลตลอดระยะเวลาเก็บซึ่งแตกต่างจากเซลล์ฟอกขาวในรูปกรดที่พบตะกอนของแข็งที่ไม่ละลายปริมาณมากถึง 47.6% หลังจากเก็บไว้เพียง 15 วัน [28, 33] โดยตะกอนจะเพิ่มขึ้นเป็น 66.51% หลังจากเก็บไว้ 180 วัน ผลที่ได้สอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงของค่าความเป็นกรดที่ลดลงอย่างมากหลังเก็บเป็นระยะเวลา 180 วัน ผลของการเตรียมเซลล์ในรูปเกลียวพบการเกิดตะกอนของแข็งที่ลดลงอย่างมาก เซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนต 10 20 และ 30% พบของแข็งที่ไม่ละลายหลังจากเก็บไว้ 15 30 และ 60 วันตามลำดับและจะเพิ่มขึ้นตลอดระยะเวลาที่เก็บ อย่างไรก็ตามเซลล์ฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนต 40% พบตะกอนของแข็งที่ไม่ละลายในปริมาณน้อยมาก (0.80%) หลังจากเก็บไว้ 90 วัน และจะเพิ่มขึ้นเป็น 13.62% หลังจากเก็บไว้ 180 วัน โดยตะกอนที่เกิดขึ้นมีค่าไม่ถึง 5% ในการเก็บ 150 วัน และไม่พบการตะกอนของแข็งที่ไม่ละลายตลอดระยะเวลา 180 วันเมื่อเตรียมเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลียวที่สัดส่วน 50% และ 100% ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าการเตรียมเซลล์ฟอกขาวให้อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนตบางส่วนสามารถลดและป้องกันการเกิดพอลิเมอร์เซชันของเซลล์ฟอกขาวที่ตำแหน่งของหมู่คาร์บอกซิลิกและหมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งเป็นสาเหตุที่ทำให้เซลล์เสียความคงตัวได้ โดยเฉพาะเซลล์ฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลียวโซเดียมคาร์บอเนต 100% จะเกิดพันธะไอออนิกระหว่างหมู่ COO^- และ Na^+ ที่มีความแข็งแรงเนื่องจากโซเดียมเป็นธาตุหมู่ 1 กลุ่มโลหะสามารถเกิดพันธะไอออนิกได้ดีทำให้ตลอดระยะเวลาการเก็บพันธะดังกล่าวไม่ได้ถูกทำลายเนื่องจากความชื้นและอุณหภูมิในตู้เก็บเซลล์จึงไม่สามารถเกิดการพอลิเมอร์เซชันส่งผลให้เซลล์มีความคงตัวตลอดระยะเวลาการเก็บ ผลที่ได้แตกต่างจากการเตรียมเซลล์ในรูปเกลียวแอมโมเนียมที่มีรายงานการเสียสภาพหลังจากเก็บไว้เกิน 90 วัน [24, 28] เนื่องจากพันธะไอออนิกระหว่าง COO^- กับ NH_4^+ ของเซลล์ในรูปเกลียวแอมโมเนียมมีความแข็งแรงต่ำกว่าพันธะไอออนิกระหว่าง COO^-

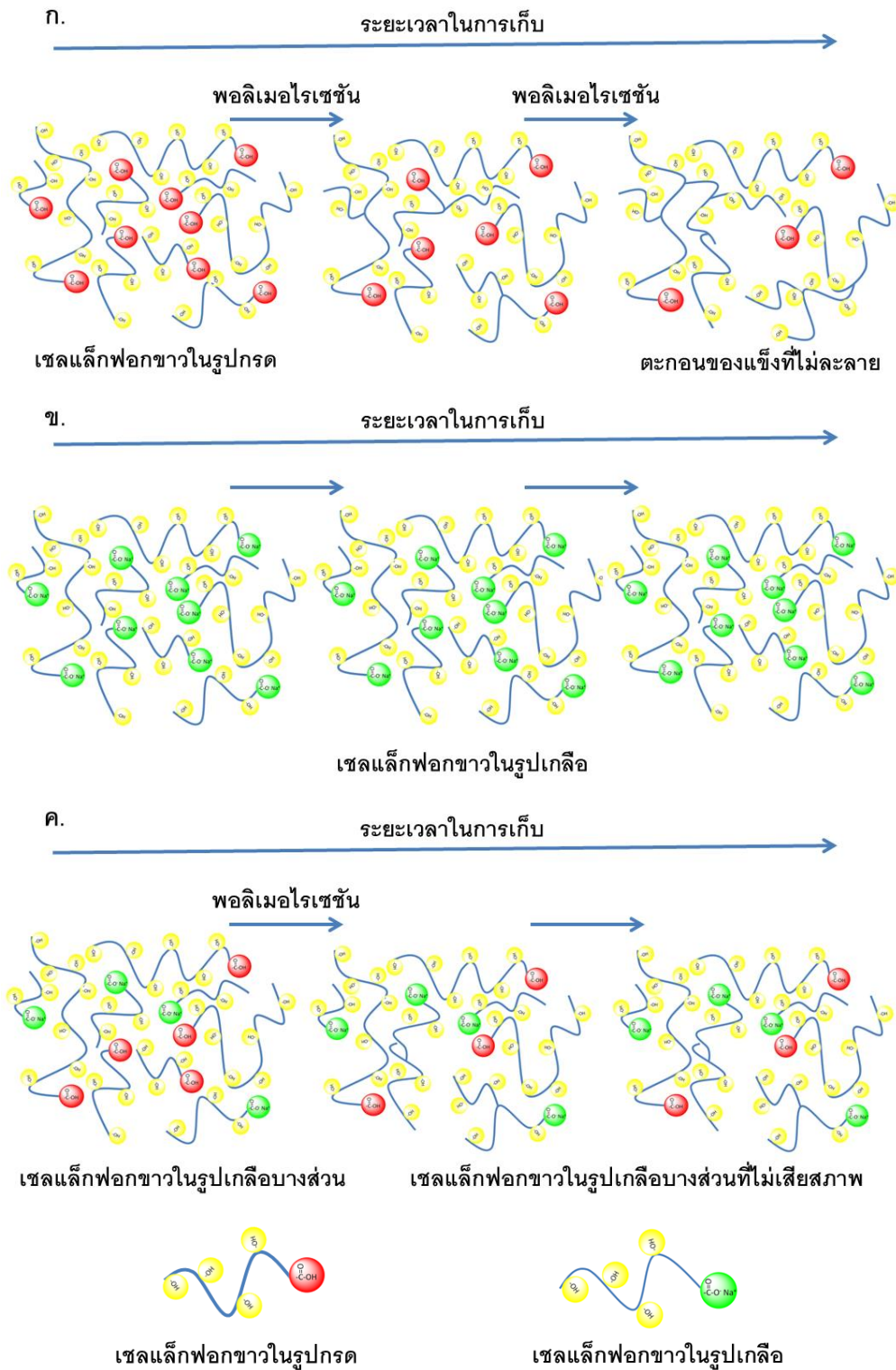
กับ Na^+ ของเซลล์ที่รูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนต ถ้าแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของน้ำในสภาพอากาศที่มีความชื้นสูงกับไอออนมีค่ามากกว่าแรงยึดเหนี่ยวระหว่างไอออนบวกของ NH_4^+ กับไอออนลบของ COO^- บวกกับอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสในตู้เก็บจะทำให้พันธะไอออนิกซึ่งเป็นพันธะที่อ่อนเกิดหลุดออกมา ส่งผลให้เซลล์เกิดกรดอิสระ ทำให้สามารถเกิดพอลิเมอร์โซลที่ตำแหน่งดังกล่าว ความคงตัวจึงลดลงเมื่อเก็บเพียงระยะเวลา 90 วัน โดยภาพที่ 25 แสดงให้เห็นการเสื่อมสภาพของเซลล์ฟอกขาวในรูปกรด รูปเกลือและรูปเกลือบางส่วน เนื่องจากเซลล์ฟอกขาวเกิดการย่อยสลายบางส่วนในกระบวนการฟอกขาว ทำให้มีเซลล์ฟอกขาวที่มีสายโซ่โมเลกุลสั้นเกิดขึ้นมาก การเสื่อมสภาพของเซลล์จะเกิดจากกระบวนการพอลิเมอร์โซลซึ่งเป็นปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชันระหว่างหมู่คาร์บอกซิลและหมู่ไฮดรอกซิล เซลล์ที่มีสายโซ่โมเลกุลสั้นจะเกิดได้ง่ายกว่าเซลล์ที่มีสายโซ่โมเลกุลยาว โดยเซลล์ฟอกขาวในรูปกรดจะเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวได้ตลอดระยะเวลาในการเก็บดังภาพที่ 25 ก. ซึ่งตรงข้ามกับเซลล์ในรูปเกลือที่ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ (ภาพที่ 25 ข.) แต่ในส่วนหนึ่งของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วน เซลล์โมเลกุลสั้นจะสามารถฟอร์มเกลือได้ดีกว่าเซลล์โมเลกุลยาวทำให้เซลล์ที่มีสายโซ่โมเลกุลสั้นส่วนใหญ่อยู่ในรูปของเกลือซึ่งไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์โซลได้ ดังนั้นเซลล์ที่อยู่ในรูปกรดจึงเป็นเซลล์ที่มีสายโซ่โมเลกุลยาวซึ่งเกิดปฏิกิริยาได้ยาก ปฏิกิริยาพอลิเมอร์โซลจะเกิดได้บ้างจากเซลล์ในรูปกรดที่สายโซ่โมเลกุลไม่ยาวมาก แต่เมื่อเกิดปฏิกิริยาแล้วปฏิกิริยาไม่สามารถเกิดต่อไปได้เนื่องจากหลังเกิดปฏิกิริยาเซลล์สูญเสียหมู่กรดอิสระไปดังภาพที่ 25 ค. จึงทำให้เซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือสัดส่วน 50% มีความคงตัวที่ดีตลอดระยะเวลาที่เก็บ



ภาพที่ 23 ค่าของกรดของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกันภายหลังการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน



ภาพที่ 24 ปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายของเซลล์ฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตอัตราส่วนต่างๆภายหลังการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน

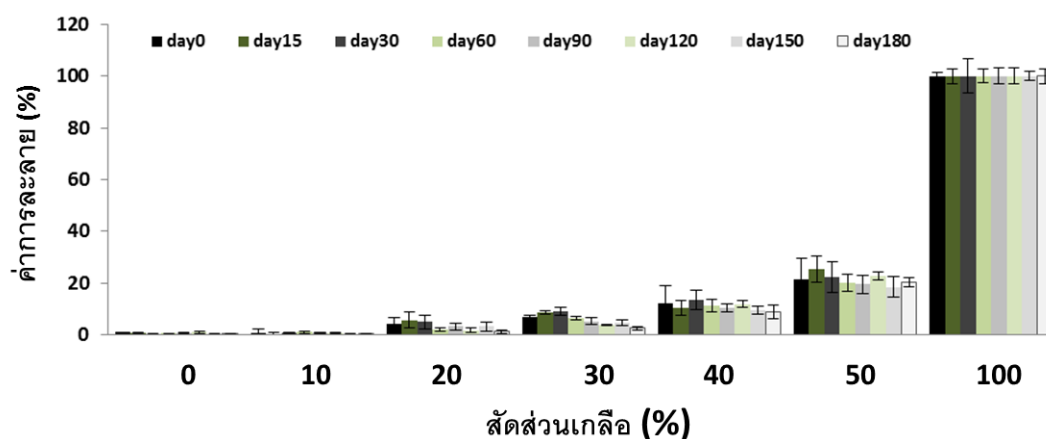


ภาพที่ 25 ผลของเวลาต่อการเสื่อมสภาพของ ก.เซลล์เล็กฟอกขาวในรูปกรด ข.เซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือ และ ค.เซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วน

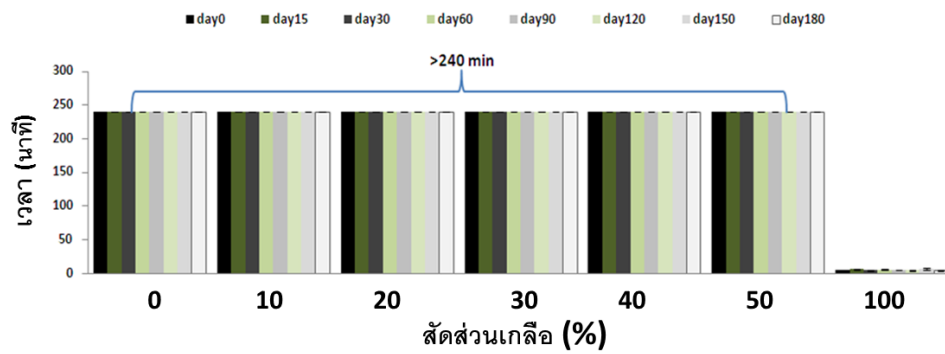
3.2.2 ค่าการละลาย

เซลล์เล็กฟอกขาวในรูปกรดมีความสามารถในการละลายน้ำที่ต่ำเมื่อเทียบกับเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนต โดยความสามารถในการละลายน้ำจะเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วนความเป็นเกลือของเซลล์เล็กฟอกขาว ภาพที่ 26 แสดงผลของเวลาในการเก็บต่อค่าการละลายน้ำใน 1 ชั่วโมงของฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตสัดส่วนต่างกัน พบว่าค่าการละลายน้ำของฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวสัดส่วนต่างกัน ไม่มีการเปลี่ยนแปลงหลังจากเก็บไว้นาน 6 เดือน ยกเว้นค่าการละลายน้ำของฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนต 30% ที่พบว่าค่าการละลายมีการลดลงอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) เมื่อเก็บฟิล์มเซลล์เล็กไว้นาน 6 เดือน ซึ่งผลดังกล่าวเกิดจากการเกิดพอลิเมอร์เซชันของฟิล์มทำให้เกิดตะกอนของแข็งที่ไม่ละลาย ส่งผลให้เซลล์เล็กมีการละลายได้น้อยลง อย่างไรก็ตามการเก็บฟิล์มเซลล์เล็กไว้นาน 6 เดือนกลับไม่มีผลต่อเวลาในการละลายของฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตอัตราส่วนต่างๆดังแสดงในภาพที่ 27

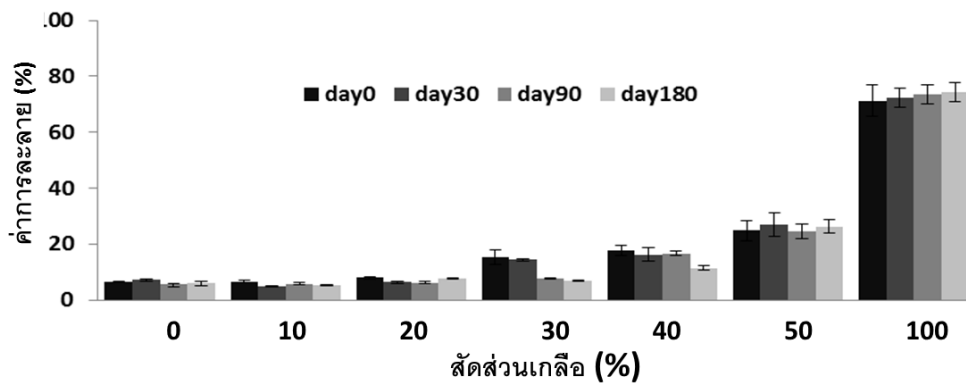
ภาพที่ 28 แสดงผลของเวลาในการเก็บต่อค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 ในเวลา 3 ชั่วโมง ที่แสดงให้เห็นว่า ตลอดระยะเวลาในการเก็บ ฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตสัดส่วนต่างกัน มีค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 ในระยะเวลา 3 ชั่วโมงไม่แตกต่างเมื่อเทียบกับค่าการละลายของฟิล์มก่อนเก็บ ยกเว้นฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือ 30% และ 40% ที่พบค่าการละลายมีการลดลงหลังจากเก็บไว้ 90 และ 180 วัน ตามลำดับ ภาพที่ 29 และ 30 แสดงค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 7.4 ภายในระยะเวลา 3 ชั่วโมงและเวลาในการละลายของฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตอัตราส่วนต่างๆภายหลังการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน พบว่าการละลายของฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือสัดส่วนต่ำกว่า 50% มีค่าลดลงจากเดิมที่สามารถละลายได้หมดในตัวกลางดังกล่าวภายในระยะเวลา 3 ชั่วโมง โดยเฉพาะฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปกรดและฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนต 10% ที่ละลายไม่หมดหลังจากเก็บไว้ 1 เดือน โดยฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตสัดส่วน 20% และ 30% ละลายในตัวกลางดังกล่าวไม่หมดหลังจากเก็บไว้นาน 90 วัน และฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนต 40% ละลายไม่หมดหลังจากเก็บไว้นาน 180 วัน อย่างไรก็ตามผลของการเก็บไม่มีผลต่อค่าการละลายของฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตอัตราส่วนที่มากกว่า 50% ผลการละลายดังกล่าวแสดงให้เห็นถึงความคงตัวของเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตสัดส่วนที่มากกว่า 40% ที่ทำให้ค่าการละลายของฟิล์มยังคงไม่เปลี่ยนแปลงแม้จะเก็บไว้นาน 6 เดือน ซึ่งสอดคล้องกับค่าของกรดที่มีค่าลดลงในเซลล์เล็กฟอกขาวสัดส่วนเกลือต่ำกว่า 40 % รวมถึงปริมาณตะกอนที่เพิ่มขึ้นตลอดระยะเวลาในการเก็บ



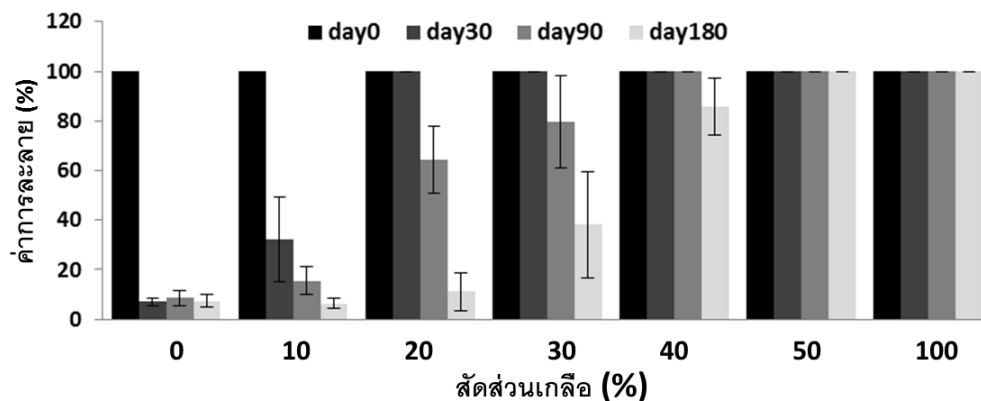
ภาพที่ 26 ค่าการละลายน้ำใน 1 ชั่วโมงของฟิล์มเซลล์เล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกัน ภายหลังการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน



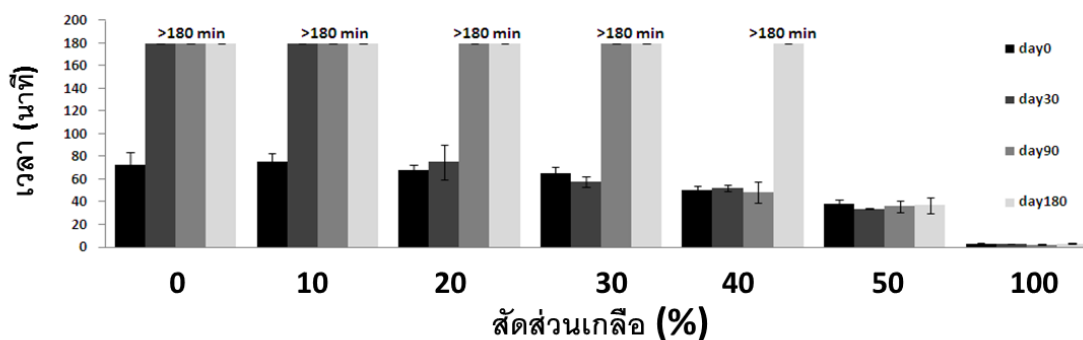
ภาพที่ 27 เวลาการละลายในน้ำของฟิล์มเซลล์กพอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกันภายหลังการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน



ภาพที่ 28 ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 ภายในระยะเวลา 3 ชั่วโมงของฟิล์มเซลล์กพอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกันภายหลังการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน



ภาพที่ 29 ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 7.4 ภายในระยะเวลา 3 ชั่วโมงของฟิล์มเซลล์กพอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตอัตราส่วนต่างๆภายหลังการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน



ภาพที่ 30 เวลาการละลายในตัวกลางพีเอช 7.4 ของฟิล์มเซลล์กล้วยในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตที่สัดส่วนต่างกันภายหลังการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน

จากการศึกษาสมบัติต่างๆ โดยเฉพาะค่าการละลายและค่าความคงตัวของฟิล์มเซลล์กล้วยในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตบางส่วนจะพบว่าฟิล์มเซลล์กล้วยในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตสัดส่วน 50% มีความคงตัวที่ดีมาก ไม่พบการเปลี่ยนแปลงทั้งค่าความเป็นกรด ปริมาณตะกอน และค่าการละลายตลอดระยะเวลา 6 เดือน อีกทั้งมีการละลายในน้ำและในตัวกลางพีเอช 1.2, 6.8 และ 7.4 ที่เหมาะสมในการนำไปใช้เป็นสารเคลือบเอนเทอริกมากกว่าเซลล์กล้วยและเซลล์กล้วยในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตสัดส่วนเกลืออื่นๆ

4. เซลล์กล้วยในรูปคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส

ในหัวข้อนี้เป็นการศึกษาการเพิ่มความคงตัวของเซลล์กล้วยโดยเตรียมในรูปคอมพอสิตพอลิเมอร์กับเอทิลเซลลูโลส ซึ่งเดิมที่ต้องการศึกษาการเพิ่มความคงตัวของเซลล์กล้วยโดยเตรียมในรูปคอมพอสิตพอลิเมอร์กับเพคติน CU201 แต่ในการศึกษาเบื้องต้นพบว่า การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตระหว่างเพคตินกับเซลล์กล้วยนั้นจำเป็นต้องเตรียมเซลล์กล้วยในรูปเกลือก่อนจึงจะสามารถผสมกับเพคตินได้ ทำให้ฟิล์มที่ได้ละลายน้ำได้ดี ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงต้องการหาสารใหม่ที่สามารถเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตกับเซลล์กล้วยได้โดยไม่ต้องเตรียมเซลล์กล้วยในรูปเกลือก่อน แต่จะเตรียมโดยการละลายในเอทิลแอลกอฮอล์ และพบว่าเอทิลเซลลูโลสสามารถนำมาเตรียมได้ ทำให้งานวิจัยนี้เปลี่ยนจากการใช้เพคติน CU201 มาใช้เอทิลเซลลูโลส 10 cps เพิ่มความคงตัวของเซลล์กล้วยโดยเตรียมในรูปคอมพอสิตพอลิเมอร์

4.1 การเตรียมและประเมินเซลล์กล้วยในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส

การทดลองนี้ได้ทำการเตรียมเซลล์กล้วยให้อยู่ในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตเอทิลเซลลูโลสเพื่อเพิ่มความคงตัว และศึกษาคุณสมบัติของเซลล์กล้วยในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตเอทิลเซลลูโลสสัดส่วนต่าง ๆ ได้แก่ น้ำหนักเซลล์กล้วยต่อเอทิลเซลลูโลสเท่ากับ 9 ต่อ 1, 8 ต่อ 2, 7 ต่อ 3, 6 ต่อ 4 และ 5 ต่อ 5 การประเมินค่าต่างๆ แสดงในหัวข้อที่ 4.1.1-4.1.7

4.1.1 ค่าของกรด

ในโครงสร้างของเซลล์กล้วยประกอบด้วยสายพอลิเอสเทอร์ของ hydroxyl aliphatic และ sesquiterpenoid จำนวนหมู่คาร์บอกซิลิกจะเป็นตัวกำหนดค่าของกรดของเซลล์กล้วย การเปลี่ยนแปลงค่าของกรดแสดงว่ากลุ่มคาร์บอกซิลิกเกิดการเปลี่ยนแปลง ตารางที่ 6 แสดงค่าของกรดของพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลล์กล้วยกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างๆ ค่าของกรดของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าลดลงเมื่อเทียบกับเซลล์กล้วยที่มีค่าของกรดเท่ากับ 88.29 mg KOH/g sample โดยค่าของกรดจะลดลงตามอัตราส่วนของเอทิลเซลลูโลสที่เพิ่มขึ้น แต่เมื่อดูค่าของกรดต่อปริมาณเซลล์กล้วยในพอลิเมอร์คอมพอสิตจะพบว่าไม่มีค่าไม่แตกต่างกับเซลล์กล้วยอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) ผลที่ได้สามารถบอกได้ว่าในพอลิเมอร์คอมพอสิต เซลล์กล้วยไม่ได้ทำปฏิกิริยากับเอทิลเซลลูโลสแต่กระจายแทรก

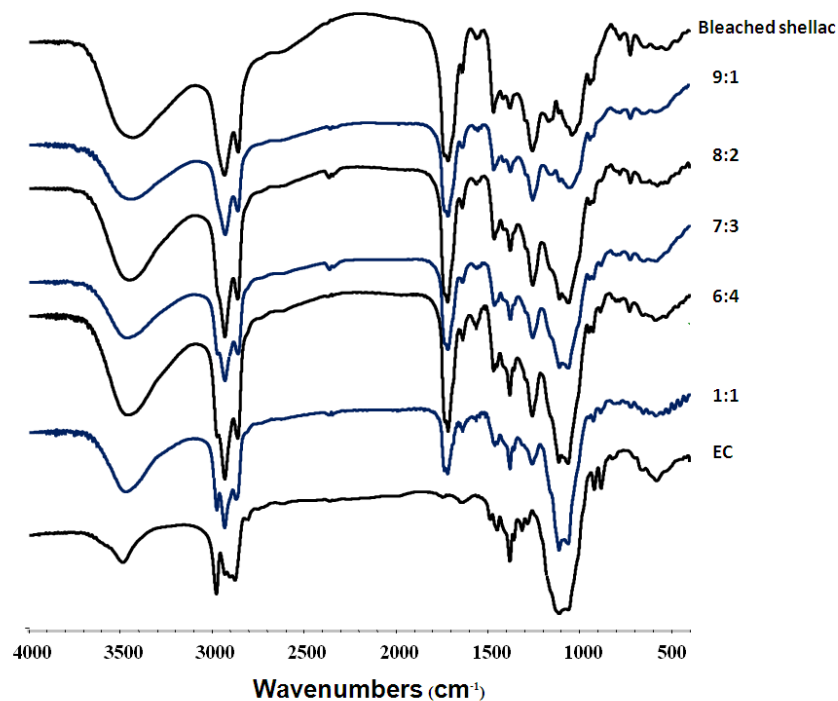
อยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ ผลที่ได้สอดคล้องกับงานของสิทธิพงษ์และคณะซึ่งได้พิสูจน์ว่าเซลแล็กสามารถเกิดคอมพอสิตกับพอลิเมอร์ชนิดที่สองโดยที่ค่าของกรดไม่เปลี่ยนแปลง [25, 26]

ตารางที่ 6 ค่าของกรดของพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างๆ

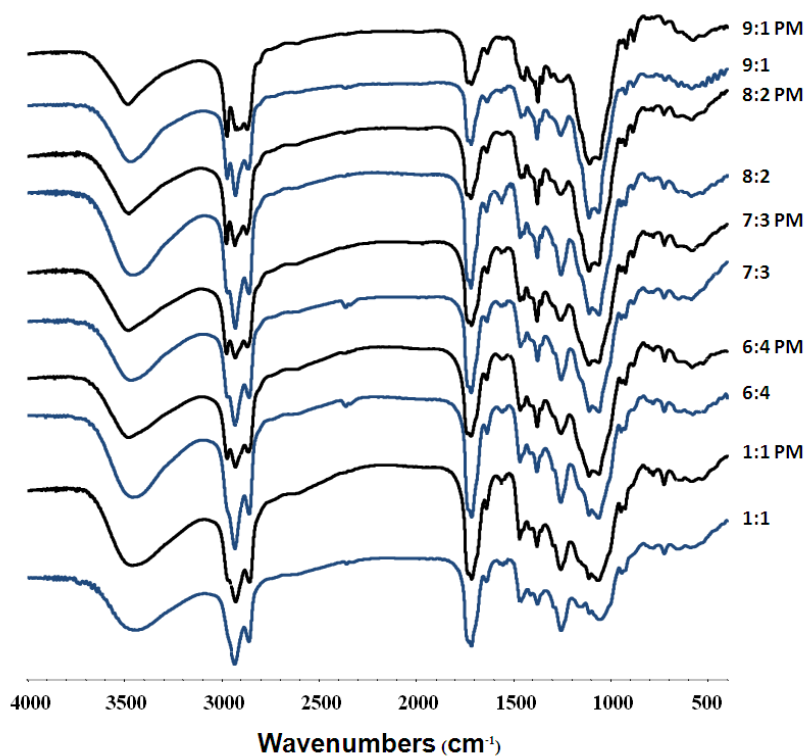
เซลแล็ก	สัดส่วน เซลแล็กฟอกขาว:เอทิลเซลลูโลส	ค่าของกรด (mg KOH/g sample)	ค่าของกรด (mg KOH/g shellac)
ฟอกขาว	-	88.29±1.56	88.29±1.56
ฟอกขาวคอมพอสิต เอทิลเซลลูโลส	9:1	78.71±1.18	87.45
	8:2	71.81±0.97	89.76
	7:3	61.19±0.47	87.41
	6:4	53.39±1.52	88.98
	5:5	43.03±1.27	86.06

4.1.2 โครงสร้างทางเคมี

ภาพที่ 31 แสดง FTIR สเปกตรัมของเซลแล็กฟอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน โดยเซลแล็กฟอกขาวจะพบพีกกว้างที่บริเวณ 3600-3200 เซนติเมตร⁻¹ โดยมีจุดสูงสุดที่ประมาณ 3400 เซนติเมตร⁻¹ ซึ่งเกิดจาก O-H stretching พีกที่ 1716 เซนติเมตร⁻¹ ซึ่งเกิดจาก C=O stretching ของหมู่คาร์บอกซิล (-COOH) เมื่อเตรียมเป็นพอลิเมอร์คอมพอสิตที่สัดส่วนเซลแล็กต่อเอทิลเซลลูโลสเท่ากับ 9 ต่อ 1 จะไม่พบพีกใหม่เกิดขึ้น แต่จะพบพีกที่ 3000 1400 และ 1100 เซนติเมตร⁻¹ เมื่อสัดส่วนเซลแล็กต่อเอทิลเซลลูโลสเป็น 8 ต่อ 2 และจะชัดขึ้นเมื่ออัตราส่วนเอทิลเซลลูโลสเพิ่มขึ้น โดยพีกทั้งสามที่เพิ่มขึ้นมาน่าจะเป็นพีกที่แสดงโครงสร้างทางเคมีของเอทิลเซลลูโลส และเมื่อดูภาพที่ 32 ที่แสดง FTIR สเปกตรัมของพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างๆ เปรียบเทียบกับ FTIR สเปกตรัมของเซลแล็กฟอกขาวผสมกับเอทิลเซลลูโลส (Physical mixture) ที่อัตราส่วนเดียวกัน ที่แสดงให้เห็นได้อย่างชัดเจนว่า มี FTIR สเปกตรัมที่ไม่ต่างกัน ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลส เซลแล็กฟอกขาวไม่ได้เกิดพันธะเคมีกับเอทิลเซลลูโลส ผลที่ได้สอดคล้องกับผลค่าของกรดในหัวข้อที่ 4.1.1 ที่บอกว่าในพอลิเมอร์คอมพอสิต เซลแล็กฟอกขาวไม่ได้ทำปฏิกิริยากับเอทิลเซลลูโลสแต่กระจายแทรกอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์



ภาพที่ 31 FTIR สเปกตราของเซลแล็กฟอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน



ภาพที่ 32 FTIR สเปกตราพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน เปรียบเทียบกับ FTIR สเปกตราของของผสมทางกายภาพเซลแล็กฟอกขาวผสมเอทิลเซลลูโลส ที่สัดส่วนเดียวกัน

4.1.3 ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำและความเป็นขั้ว

เซลลิกเป็นพอลิเมอร์ที่สามารถเกิดฟิล์มและมีความสามารถในการป้องกันความชื้นที่สูง คุณสมบัติข้อนี้เป็นเหตุผลที่สำคัญที่ทำให้เซลลิกถูกนำมาใช้มาตั้งแต่อดีตเพื่อการปกป้องความชื้น ตารางที่ 7 แสดงค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านของไอน้ำของฟิล์มเซลลิกฟอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิกฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างๆ พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มเซลลิกฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิกฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสมีค่าไม่แตกต่างกันเมื่อสัดส่วนเซลลิกต่อเอทิลเท่ากับ 9 ต่อ 1 แต่จะมีค่าลดลงเมื่อสัดส่วนเซลลิกต่อเอทิลเซลลูโลสเท่ากับ 8 ต่อ 2, 6 ต่อ 4 และ 5 ต่อ 5 แต่เมื่อดูผลของความเป็นขั้วกลับพบว่า ฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตมีขั้วมากกว่าฟิล์มเซลลิกฟอกขาว ซึ่งผลที่ได้ไม่สอดคล้องกับผลของฟิล์มเซลลิกฟอกขาวในรูปเกลียวบางส่วนที่พบว่าค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นตามค่าความเป็นขั้ว ผลที่ได้อาจเกิดจากการเรียงตัวของพอลิเมอร์ในฟิล์ม ฟิล์มเซลลิกฟอกขาวในรูปเกลียวมีการจัดเรียงตัวเหมือนกันกับฟิล์มเซลลิกฟอกขาว เกลียวที่เพิ่มขึ้นไม่มีผลต่อการจัดเรียงตัวแต่จะมีผลต่อค่าความมีขั้วทำให้มีขั้วมากขึ้นน้ำจึงซึมผ่านได้มากขึ้น แต่ฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิกฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลส เอทิลเซลลูโลสที่เพิ่มเข้ามานอกจากจะทำให้ความมีขั้วเพิ่มขึ้นแล้ว ยังมีผลต่อการจัดเรียงตัวของฟิล์มด้วย โดยการจัดเรียงตัวของฟิล์มน่าจะมีผลต่อสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มมากกว่าความเป็นขั้ว ทั้งนี้เอทิลเซลลูโลสเป็นสารที่ไม่ชอบน้ำ ทำให้การกระจายตัวของเอทิลเซลลูโลสไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของการซึมผ่านไอน้ำ แต่เมื่อเปรียบเทียบสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตพบว่าค่าที่ได้ไม่ได้แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) แสดงว่าปริมาณเอทิลเซลลูโลสไม่มีผลต่อสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิต

ตารางที่ 7 ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำและค่าความเป็นขั้วของฟิล์มเซลลิกฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิกฟอกขาวคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน

เซลลิก	สัดส่วน เซลลิกฟอกขาว:เอทิลเซลลูโลส	ค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำ ($\text{gh}^{-1} \text{mm}^{-1} \text{mmHg}^{-1}$)	ค่าความเป็นขั้ว (%)
ฟอกขาว	-	$5.38 \times 10^{-9} \pm 0.32 \times 10^{-9}$	32.12
ฟอกขาวคอมพอสิต เอทิลเซลลูโลส	9:1	$5.26 \times 10^{-9} \pm 0.76 \times 10^{-9}$	41.65
	8:2	$4.62 \times 10^{-9} \pm 0.55 \times 10^{-9}$	49.79
	7:3	$5.25 \times 10^{-9} \pm 0.75 \times 10^{-9}$	51.76
	6:4	$4.09 \times 10^{-9} \pm 0.82 \times 10^{-9}$	50.86
	5:5	$4.18 \times 10^{-9} \pm 0.62 \times 10^{-9}$	51.09

3.1.4 ค่าการละลาย

ดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าเซลลิกสามารถเตรียมเป็นฟิล์มที่มีความสวยงามมีความมันเงา ป้องกันความชื้นได้ดีและไม่ละลายน้ำ จึงมีการนำมาใช้ในการเคลือบวัสดุต่างๆ รวมถึงอาหารและยาโดยใช้เคลือบยาเพื่อป้องกันความชื้นและใช้เป็นสารเคลือบเอนเทอริก เพื่อป้องกันยาที่มีการระคายเคืองต่อกระเพาะอาหารหรือป้องกันยาเสื่อมสลายในกระเพาะอาหารที่มีสภาพเป็นกรด แต่การเพิ่มความคงตัวโดยเตรียมเซลลิกให้อยู่ในรูปเกลียวจะลดการเป็นสารที่ไม่ละลายน้ำของเซลลิก อาจทำให้การเคลือบเอนเทอริกไม่ประสบผลสำเร็จเนื่องจากเซลลิกจะละลายระหว่างการรับประทานยาของผู้ป่วยพร้อมน้ำ การเตรียมเซลลิกให้อยู่ในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสสามารถช่วยลดปัญหาดังกล่าวได้ โดยตารางที่ 8 แสดงให้เห็นค่าการละลายของฟิล์มเซลลิกฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิกฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสในสัดส่วนต่างกัน พบว่าเปอร์เซ็นต์การละลายของฟิล์มทั้งหมดในน้ำในระยะเวลา 1 ชั่วโมง มีค่าไม่เกิน 6% ซึ่งถือว่าน้อยมาก และเพื่อเป็นการยืนยันว่าฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิกฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสในสัดส่วนต่าง ๆ มีความสามารถทนกรดได้ จึงได้ทดสอบการละลายของฟิล์มในสารละลายจำลองน้ำย่อยใน

กระเพาะอาหารพีเอช 1.2 พบว่าฟิล์มทั้งหมดละลายไปไม่ถึง 7% ดังแสดงในตารางที่ 9 จากนั้นทำการทดสอบดูการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 และ 7.4 (ตารางที่ 10 และ 11 ตามลำดับ) พบว่าฟิล์มทั้งหมดละลายได้บางส่วน (ไม่เกิน 9%) ในตัวกลางพีเอช 6.8 ในระยะเวลา 3 ชั่วโมง แต่ในตัวกลางพีเอช 7.4 ฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิ่งฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสสัดส่วน 9 ต่อ 1 และ 8 ต่อ 2 จะละลายได้หมดในระยะเวลา 3 ชั่วโมง สัดส่วน 7 ต่อ 3, 6 ต่อ 4 และ 5 ต่อ 5 จะละลายได้ไม่หมด ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าการเตรียมเซลลิ่งฟอกขาวให้อยู่ในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วน 7 ต่อ 3, 6 ต่อ 4 และ 5 ต่อ 5 จะทำให้ค่าการละลายที่พีเอช 7.4 เปลี่ยนไป ซึ่งอาจทำให้พอลิเมอร์คอมพอสิตที่สัดส่วนดังกล่าวไม่เหมาะสำหรับการนำไปใช้เป็นสารเคลือบเอนเทอริก แต่พอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิ่งฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสสัดส่วน 9 ต่อ 1 และ 8 ต่อ 2 ยังคงมีค่าการละลายที่เหมาะสมในการนำมาเป็นสารเคลือบเอนเทอริกได้ แต่ต้องดูผลของความคงตัวประกอบด้วย

ตารางที่ 8 ค่าการละลายน้ำภายในระยะเวลา 1 ชั่วโมงของฟิล์มเซลลิ่งฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิ่งฟอกคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน

เซลลิ่ง	สัดส่วน เซลลิ่งฟอกขาว:เอทิลเซลลูโลส	ค่าการละลายน้ำภายใน ระยะเวลา 1 ชั่วโมง(%)
ฟอกขาว	-	4.21±1.82
ฟอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส	9:01	3.08+1.01
	8:02	5.07+0.71
	7:03	2.12+0.53
	6:04	4.14+0.81
	5:05	3.07+1.02

ตารางที่ 9 ค่าการละลายของฟิล์มของฟิล์มเซลลิ่งฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลิ่งฟอกคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน ในตัวกลางพีเอช 1.2 ระยะเวลา 2 ชั่วโมง

เซลลิ่ง	สัดส่วน เซลลิ่งฟอกขาว:เอทิลเซลลูโลส	ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 1.2 ในระยะเวลา 2 ชั่วโมง(%)
ฟอกขาว	-	5.16±0.62
ฟอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส	9:01	4.81±2.42
	8:02	3.84±2.15
	7:03	6.53±1.53
	6:04	6.27±2.11
	5:05	4.38±1.59

ตารางที่ 10 ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 ระยะเวลา 3 ชั่วโมงของฟิล์มของฟิล์มเซลลูล์กฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน

เซลลูล์ก	สัดส่วน เซลลูล์กฟอกขาว:เอทิลเซลลูโลส	ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 ใน ระยะเวลา 3 ชั่วโมง (%)
ฟอกขาว	-	6.15+2.31
ฟอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส	9:01	8.13+1.82
	8:02	6.77+3.08
	7:03	4.15+2.50
	6:04	6.08+1.07
	5:05	8.64+0.89

ตารางที่ 11 ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 7.4 ระยะเวลา 3 ชั่วโมงของฟิล์มของฟิล์มเซลลูล์กฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน

เซลลูล์ก	สัดส่วน เซลลูล์กฟอกขาว:เอทิลเซลลูโลส	ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 7.4 ในระยะเวลา 3 ชั่วโมง (%)
ฟอกขาว	-	100
ฟอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส	9:01	100
	8:02	100
	7:03	78.56+2.37
	6:04	52.12±3.71
	5:05	34.82±4.17

4.1.5 สมบัติเชิงกล

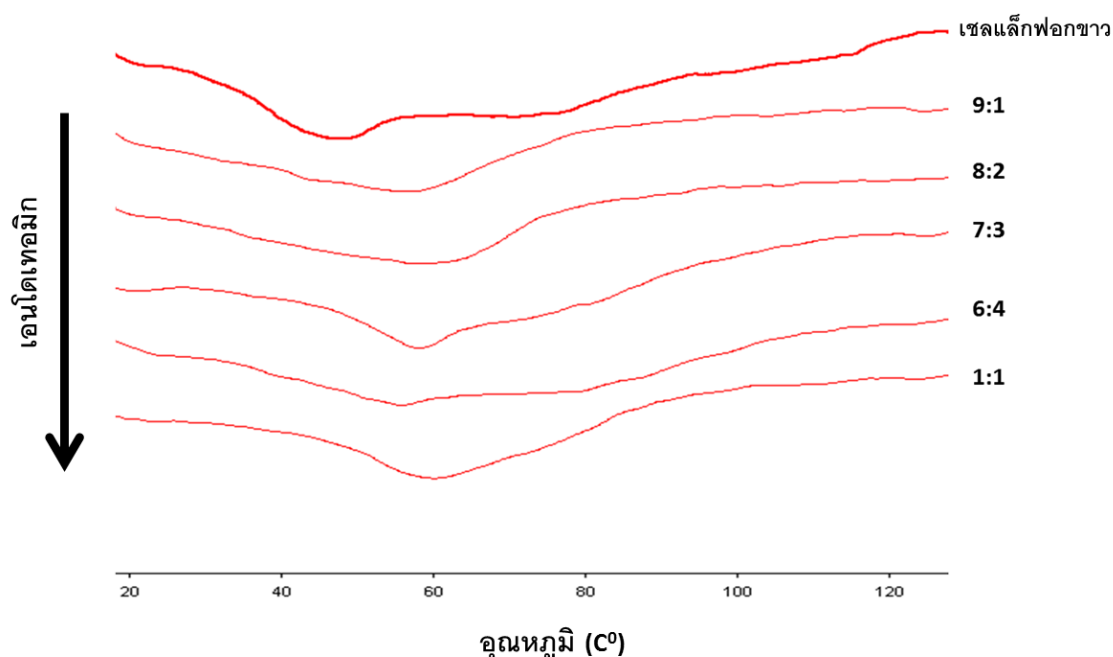
ค่าความเค้น (stress) ความเครียด (strain) และค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus) ของฟิล์มเซลลูล์กฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างๆ แสดงในตารางที่ 12 ที่แสดงให้เห็นว่าค่าต่างๆ ไม่มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) ทั้งความเค้น ความเครียดและมอดูลัสของยัง แสดงว่าการเตรียมเซลลูล์กฟอกขาวให้อยู่ในพอลิเมอร์คอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสในอัตราส่วนต่างๆ ไม่มีผลต่อสมบัติเชิงกล ผลที่ได้คล้ายกับผลของฟิล์มเซลลูล์กฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วนที่แสดงให้เห็นว่าสัดส่วนเกลือบไม่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของฟิล์ม

ตารางที่ 12 ค่าความเค้น ความเครียดและมอดูลัสของยังของฟิล์มเซลลูล์กฟอกขาวและฟิล์มพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน

เซลลูล์ก	อัตราส่วน เซลลูล์กฟอกขาว:เอทิลเซลลูโลส	ความเค้น (MPa)	ความเครียด (%)	มอดูลัสของยัง
ฟอกขาว	-	9.23+3.61	2.61+0.93	4.95+0.87
ฟอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส	9:01	10.03+3.05	3.02+0.51	5.17+2.13
	8:02	9.82+2.18	2.17+0.14	6.11+2.08
	7:03	11.35+3.07	1.93+0.32	6.32+1.17
	6:04	12.28+2.83	1.67+0.50	5.98+0.34
	5:05	11.32+2.41	1.73+0.24	6.53+0.47

4.1.6 สมบัติทางความร้อน

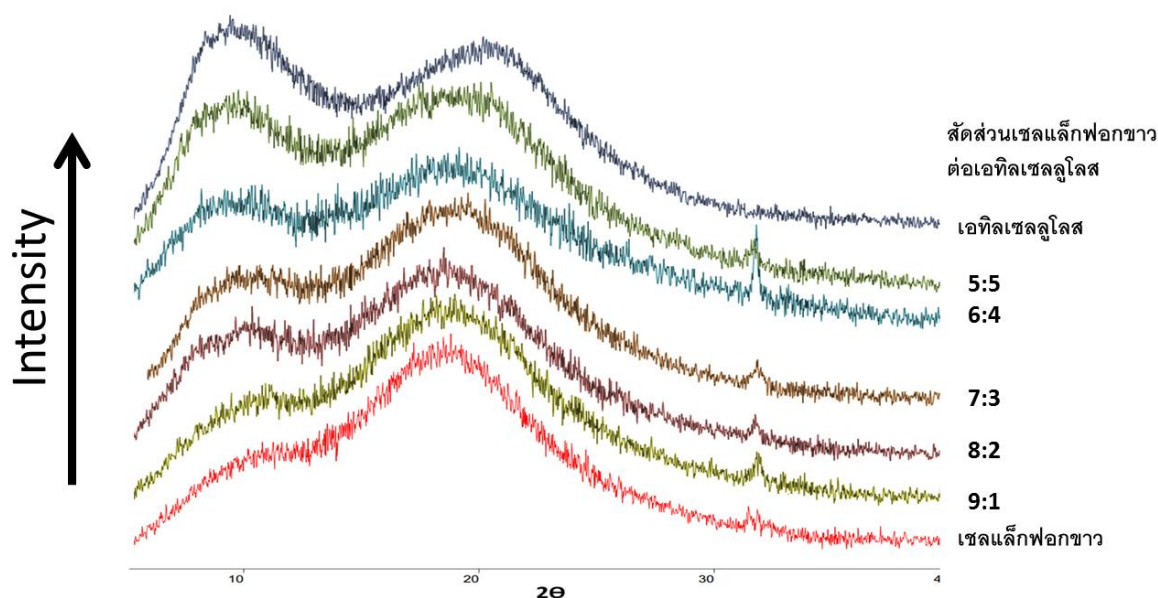
รูปที่ 33 แสดง DSC curves ของเซลลูล์กฟอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างๆ DSC curves ของเซลลูล์กฟอกขาว แสดงพิกัดจุดกลืนความร้อน (endothermic peak) แบบกว้างๆ ที่ประมาณ 45-55 องศาเซลเซียส ซึ่งน่าจะเกิดจากการละลายของเซลลูล์กฟอกขาว แต่ DSC curves ของพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างๆ แสดงพิกัดจุดกลืนความร้อนแบบกว้างๆ ที่ประมาณ 55-70 องศาเซลเซียส ซึ่งน่าจะเกิดจากการละลายของเซลลูล์กฟอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเตรียมเซลลูล์กฟอกขาวในรูปคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลสสามารถเพิ่มจุดหลอมเหลวของเซลลูล์กฟอกขาวได้ แต่เมื่อส่องดูด้วยกล้องภายใต้อุณหภูมิที่เปลี่ยนไปกลับพบว่าเซลลูล์กฟอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสสัดส่วน 9 ต่อ 1 จะละลายหมดในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว แต่พอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนอื่นๆ จะมีบางส่วนที่ละลายไม่หมด ซึ่งส่วนที่ไม่ละลายน่าจะเป็นเอทิลเซลลูโลสเนื่องจากเอทิลเซลลูโลสมีจุดหลอมเหลวที่ 125 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 33 DSC curves ของเซลลูล์กฟอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลลูล์กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน

4.1.7 โครงสร้างออสถุและผลึก

ภาพที่ 34 แสดง XRD diffractogram ของเซลแล็กฟอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่างๆ พบว่าการเตรียมเซลแล็กฟอกขาวให้อยู่ในรูปคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลสไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างออสถุและผลึกในทุกอัตราส่วนที่เตรียม โดยลักษณะของ XRD diffractogram เซลแล็กฟอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลสแสดงความเป็นออสถุมากกว่าผลึกคล้ายกัน โดยจะมีลักษณะของผลึกเพิ่มขึ้นที่ 2θ เท่ากับ 32 องศาเมื่อเทียบกับเซลแล็กฟอกขาว ซึ่งผลดังกล่าวอาจเกิดมาจากเอทิลแอลกอฮอล์ที่ตกค้างอยู่ในฟิล์มผลที่ได้สอดคล้องกับผลของเซลแล็กฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วนที่พบลักษณะดังกล่าวเช่นกัน



ภาพที่ 34 XRD diffractogram ของเซลแล็กฟอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่างกัน

4.2 ความคงตัว

การทดสอบความคงตัวของพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลส โดยศึกษาผลปริมาณของเอทิลเซลลูโลสในอัตราส่วนต่าง ๆ ต่อการเปลี่ยนแปลงค่าของกรดและปริมาณตะกอนเมื่อเก็บเซลแล็ก ภายใต้สภาวะเร่ง 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน ผลที่ได้แสดงในตารางที่ 13 และ 14 ค่าของกรดของเซลแล็กฟอกขาวลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเวลาผ่านไป 1 เดือน และพบของแข็งที่ไม่ละลายเมื่อเวลาผ่านไปเพียง 1 เดือน แต่เมื่อเตรียมเซลแล็กฟอกขาวให้อยู่ในรูปคอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลส พบว่าที่อัตราส่วนเอทิลเซลลูโลสสูงๆ (6:4 และ 5:5) ค่าของกรดไม่เปลี่ยนแปลงตลอดระยะเวลาที่เก็บ และพบตะกอนของเซลแล็กฟอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลสอัตราส่วน 6 ต่อ 4 เพียงเล็กน้อยหลังจากเก็บไว้นานถึง 4 เดือน แต่ไม่พบตะกอนเลยที่อัตราส่วน 5 ต่อ 5 ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าการเตรียมเซลแล็กฟอกขาวในรูปคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนสูง ๆ (6:4 และ 5:5) สามารถลดการเสียสภาพของเซลแล็กได้ เนื่องจากเอทิลเซลลูโลสที่แทรกตัวอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์ไปขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาที่หมู่ไฮดรอกซิลและคาร์บอนิลของเซลแล็กฟอกขาวทำให้ปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันเกิดได้ยากขึ้นเซลแล็กขาวจึงมีความคงตัวเพิ่มขึ้น [25, 26] แต่เมื่อดูผลของค่าการละลายที่พบว่าพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวที่อัตราส่วน 6 ต่อ 4 และ 5 ต่อ 5 มีค่าการละลายที่ไม่เหมาะสมสำหรับนำมาเป็นสารเคลือบเอนเทอริก เพราะละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 และ 7.4 ได้ไม่หมด แต่พอลิเมอร์คอมพอสิตอัตราส่วน 9 ต่อ 1 และ 8 ต่อ 2 ที่มีค่าการละลายที่เหมาะสมกลับมีความคงตัวที่ไม่ดี

ตารางที่ 13 ค่าของกรดของเซลแล็กพอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กพอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน ภายหลังจากเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 4 เดือน

เซลแล็ก	อัตราส่วนเซลแล็กต่อเอทิลเซลลูโลส	0 วัน	15 วัน	30 วัน	60 วัน	90 วัน	120 วัน	150 วัน	180 วัน
เซลแล็กพอกขาว	-	88.29+1.56	89.34+0.56	76.37+1.17	69.63+1.47	70.37+2.08	62.59+1.84	65.28+2.51	57.92+3.18
เซลแล็กพอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส	9:01	78.71+1.18	76.32+1.41	77.59+0.47	75.39+0.74	62.38+1.42	63.21+2.08	59.82+2.17	54.22+3.57
	8:02	71.81+0.97	71.07+0.54	72.51+0.62	71.33+0.47	67.32+1.59	65.33+2.17	54.19+2.04	57.17+1.17
	7:03	61.19+0.47	61.97+0.31	59.92+1.82	62.33+1.27	59.31+0.48	56.11+1.52	44.18+3.24	43.82+1.86
	6:04	53.39+1.52	51.94+0.73	53.72+0.73	52.18+0.31	53.74+0.09	52.11+0.17	50.09+0.61	49.38+0.72
	5:05	43.03+0.27	44.61+0.72	41.88+1.55	43.66+0.51	44.82+0.42	43.72+0.35	44.73+1.26	42.58+0.74

ตารางที่ 14 ค่าของแข็งที่ไม่ละลายของเซลแล็กพอกขาวและพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กพอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนต่างกัน ภายหลังจากเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 4 เดือน

เซลแล็ก	อัตราส่วนเซลแล็กต่อเอทิลเซลลูโลส	0 วัน	15 วัน	30 วัน	60 วัน	90 วัน	120 วัน	150 วัน	180 วัน
เซลแล็กพอกขาว	-	0	0	10.28+3.12	15.38+3.94	20.28+1.17	39.52+2.37	41.67+6.38	48.63+6.41
เซลแล็กพอกขาวคอมพอสิตเอทิลเซลลูโลส	9:01	0	0	0.51+0.23	6.38+1.14	18.62+4.81	28.22+3.54	33.27+3.51	41.61+3.88
	8:02	0	0	0	1.34+0.88	14.25+1.07	15.53+0.47	30.28+4.16	35.18+2.26
	7:03	0	0	0	0	2.27+0.42	14.71+0.27	21.03+5.21	19.63+4.91
	6:04	0	0	0	0	0	0.51+0.08	2.18+0.54	3.11+0.53
	5:05	0	0	0	0	0	0	0	0

จากการศึกษาสมบัติต่างๆ ของพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กพอกขาวกับเอทิลเซลลูโลส โดยเฉพาะ ค่าการละลายและค่าความคงตัวของฟิล์มพบว่า ฟิล์มเซลแล็กพอกขาวในรูปคอมพอสิตพอลิเมอร์เอทิลเซลลูโลสอัตราส่วน 5:5 มีความคงตัวที่ดีมากเมื่อเทียบกับพอลิเมอร์คอมพอสิตอัตราส่วนอื่นๆ คือไม่พบการเปลี่ยนแปลงทั้งค่าความเป็นกรด ปริมาณตะกอน และค่าการละลายตลอดระยะเวลา 6 เดือน แต่ถ้าวัดในเรื่องค่าการละลายกลับพบว่าค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 6.8 และ 7.4 ไม่เหมาะสมสำหรับนำมาใช้เป็นสารเคลือบเอนเทอริก ผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเตรียมเซลแล็กพอกขาวในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยไม่ต้องทำให้อยู่ในรูปเกลือก่อนก็สามารถเพิ่มความคงตัวให้เซลแล็กพอกขาวได้แต่การที่จะใช้เซลแล็กพอกขาวในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตเป็นสารเคลือบเอนเทอริกได้นั้นอาจจำเป็นต้องหาพอลิเมอร์ตัวที่สองที่มีค่าการละลายที่เหมาะสมสำหรับเป็นสารเคลือบเอนเทอริกหรืออาจต้องเตรียมเซลแล็กพอกขาวให้อยู่ในรูปเกลือกเพื่อเพิ่มความคงตัวแล้วใช้เอทิลเซลลูโลสเป็นสารช่วยเพื่อลดความสามารถในการละลายน้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิต โดยคณะผู้วิจัยตั้งใจที่จะทำการศึกษาในงานวิจัยต่อไป

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

การศึกษาครั้งนี้สามารถเพิ่มความคงตัวของเซลแล็กฟอกขาวที่มีกรดอัสเริกมากกว่าเซลแล็กทั่วไป โดยยังคงคุณสมบัติที่ดีของเซลแล็กฟอกขาวไว้ได้แก่ การเป็นสารที่ละลายได้น้อยในกรด และในน้ำ ทำได้โดยการเตรียมในรูปเกลือบางส่วน โดยเลือกใช้โซเดียมคาร์บอเนตเพื่อให้เกิดพันธะกับกลุ่มกรดอัสเริกของเซลแล็กฟอกขาว และการเตรียมเป็นพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลส เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์เซชันที่ทำให้เซลแล็กฟอกขาวเสียสภาพ การเตรียมในรูปเกลือบางส่วนที่อัตราส่วนเกลือบางส่วนที่ 10%, 20%, 30%, 40%, 50% และ 100% ของค่าของกรดของเซลแล็กฟอกขาว โดยพบว่า ค่าของกรดของเซลแล็กฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วนมีค่าลดลงตามอัตราส่วนเกลือบางส่วนที่เพิ่มขึ้น ความชื้นมีค่าใกล้เคียงกัน และไม่มีตะกอนของแข็งที่ไม่ละลายเกิดขึ้น โดยค่าการละลายในตัวกลางต่างๆ ของฟิล์มเซลแล็กฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วนจะเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนความเป็นเกลือบางส่วน เนื่องจากกลุ่มคาร์บอกซิลเปลี่ยนเป็นคาร์บอกซิเลตซึ่งสามารถยืนยันได้ด้วยค่า ABS_{1556}/ABS_{1716} เชนเดียวกับจุดหลอมเหลว และค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำที่เพิ่มขึ้นตามสัดส่วนความเป็นเกลือบางส่วนที่เพิ่มขึ้น โดยเซลแล็กฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วนตั้งแต่ 50% และ 100% มีความคงตัวที่ดีมาก ไม่พบการเปลี่ยนแปลงในเรื่องค่าการละลายในตัวกลางต่างๆ ค่าของกรด และปริมาณตะกอน ตลอดระยะเวลาในการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน แตกต่างจากเซลแล็กฟอกขาวในรูปเกลือบางส่วนตั้งแต่ 0% ถึง 40% ที่พบว่าค่าของกรดมีค่าลดลง ปริมาณตะกอนมีค่าเพิ่มขึ้น และค่าการละลายมีค่าลดลงตลอดระยะเวลาเก็บ เซลแล็กฟอกขาวที่มีความคงตัวที่ดีและยังคงคุณสมบัติในการเป็นเอนเทอริก คือละลายได้น้อยในกรดและน้ำ คือ เซลแล็กฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลือบางส่วน 50% สำหรับการเพิ่มความคงตัวของเซลแล็กฟอกขาวโดยการเตรียมในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตเซลแล็กฟอกขาวกับเอทิลเซลลูโลสที่สัดส่วนเซลแล็กฟอกขาวต่อเอทิลเซลลูโลส 9:1, 8:2, 7:3, 6:4 และ 5:5 พบว่าค่าของกรด โครงสร้างทางเคมี โครงสร้างอสัณฐานและผลึก ค่าการละลายในน้ำ ค่าการละลายในตัวกลางพีเอช 1.2 และ 6.8 และค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำของพอลิเมอร์คอมพอสิตไม่มีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเทียบกับเซลแล็กฟอกขาว แต่เมื่อดูค่าการละลายพบว่าค่าการละลายของพอลิเมอร์คอมพอสิตสัดส่วน 7:3, 6:4 และ 5:5 ในตัวกลางพีเอช 7.4 แตกต่างกับเซลแล็กฟอกขาว คือละลายไม่หมดในตัวกลางดังกล่าวหลังจาก 3 ชั่วโมง ในการศึกษาความคงตัวพบว่าพอลิเมอร์คอมพอสิตอัตราส่วน 5:5 มีความคงตัวที่ดีมาก ไม่พบการเปลี่ยนแปลงในเรื่องค่าของกรด และปริมาณตะกอน ตลอดระยะเวลาในการเก็บที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 6 เดือน แตกต่างจากพอลิเมอร์คอมพอสิตสัดส่วน 9:1, 8:2 และ 7:3 ที่พบว่าค่าของกรดมีค่าลดลง และปริมาณตะกอนมีค่าเพิ่มขึ้นตลอดระยะเวลาเก็บ และพอลิเมอร์คอมพอสิตสัดส่วน 6:4 ที่ค่าของกรดและปริมาณตะกอนเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยหลังจากเก็บไว้นาน 4 เดือน จากผลที่ได้ไม่พบเซลแล็กฟอกขาวในรูปคอมพอสิตที่มีความคงตัวที่ดีและยังคงคุณสมบัติในการเป็นเอนเทอริก พอลิเมอร์คอมพอสิตที่มีความคงตัวที่ดีกลับมีค่าการละลายที่ไม่เหมาะสมในการใช้เป็นสารเคลือบเอนเทอริก แต่พอลิเมอร์คอมพอสิตที่มีค่าการละลายที่เหมาะสมกับการใช้เป็นสารเคลือบเอนเทอริกกลับมีความคงตัวที่ไม่ดี ซึ่งในงานวิจัยนี้พบว่าเซลแล็กฟอกขาวที่อยู่ในรูปเกลือบางส่วนโดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นสารก่อเกลือบางส่วนเหมาะสมสำหรับใช้เป็นสารเคลือบเอนเทอริกมากกว่าเซลแล็กฟอกขาวในรูปพอลิเมอร์คอมพอสิตกับเอทิลเซลลูโลส

เอกสารอ้างอิง

- 1) T. Bourtoom. "Edible films and coatings: characteristics and properties" *International Food Research Journal* 15 (3), (2008): 237-248.
- 2) A. Pinottia, M.A. Garc, M.N. Martino and N.E. Zaritzky. "Study on microstructure and physical properties of composite films based on chitosan and methylcellulose" *Food Hydrocolloids* 21, (2007): 66-72.
- 3) R.N. Tharanathan. "Biodegradable films and composite coatings: past, present and future" *Trends in Food Science and Technology* 14, (2003): 71-78.
- 4) J. H. Han. "Antimicrobial food packaging." *Food Technology* 54 (3), (2000):56-65.
- 5) J. J. Kester, and O. R. Fennema. "Edible films and coatings: A review" *Food Technology* 12, (1986): 47-59.
- 6) Yu, L., Dean, K. & Li, L. (2003) "Polymer blends and composites from renewable resources." *Progress in Polymer Science* 31, 576-602.
- 7) K.P. Krause and R.H. Muller "Production of aqueous shellac dispersions by high pressure homogenizer" *International journal of pharmaceutics* 223, (2001):89-92.
- 8) A. N. Singh, A. B.Upadhye, V. V. Mhaskar, and S. Dev. "Chemistry of lac resin-VI: components of soft resin" *Tetrahedron* 30, (1974):867-874.
- 9) A. B. Upadhye, M. S. Wadia, V. V. Mhaskar and S. Dev. "Chemistry of lac resin-IV: Purelac resin-1: isolation and quantitative determination of constituent acids" *Tetrahedron*, 26, (1970): 4177-4187.
- 10) A. DerMarderosian and J.A. Beutler, "The review of natural products" *Fact and Comparisons*® A walters Kluwer company, USA, 2nd ed., (2002): 595.
- 11) G. S Banker and G. A. Agyilrah. "Polymers for Enteric Coating Applications" In *Polymers for Controlled Drug Delivery*; Tarcha, P. J., Ed.; CRC Press: London, (1999):39-66.
- 12) G. Ramond, D.H. Mcguire and D.H. Robert. "Shellac Coatings for Grapefruits that Favor Biological control of *Penicillium digitatum* by *candida oleophila*" *Biological control* 7, (1996):100-106.
- 13) R. D. Hagenmaier and R. A. Baker. "Reduction in gas exchange of citrus fruit by wax coatings" *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 41 (2), (1993):283-287.
- 14) S. Valencia-chamorro, M. Perez-Gago, M. Angel del Rio, and P. Lluís. "Effect of antifungal hydroxypropyl methylcellulose (HPMC)-lipid edible composite coatings on postharvest decay development and quality attributes of cold-stored 'Valencia' oranges" *Postharvest Biology and Technology* 54, (2009):72-79.
- 15) S. C. Porter. "Coating of Pharmaceutical Dosage Forms" In *Pharmaceutical Dosage Forms: Tablet*; Lieberman, H. A., Ed.; Marcel Dekker Inc.: New York, 16, (1990):77-160.
- 16) H. Oka, Y. Ito, S. Yamada, T. Kagami, J. Hayakawa, K. Harada, E. Atsumi, M. Sazuki, M. Suzuki, H. Odami, S. Akahori, K. Maeda, T. Tanaka and M. Mizuno "Identification of lac dye components by Electrospray High Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry" *J. Mass Spectrom. Soc.Jpn.* 46(1), (1998):63-68.
- 17) D. Kuakpetoon and Y. Wang "Locations of hypochlorite oxidation in corn starches varying in amylose content" *Carbohydrate Research* 343 (2008): 90-100.

- 18) A. Hebeish, M. Hashem, N. Shaker, M. Ramadan, B. El-Sadek and M. A. Hady "New development for combined bioscouring and bleaching of cotton-based fabrics" *Carbohydrate Polymers* 78, (2009): 961–972
- 19) T. Hihara, Y. Okada and Z. Morita "The reaction of triphenyldioxazine dyes with bleaching agents, hypochlorite and hydrogen peroxide, in aqueous solution" *Dyes and Pigments* 46, (2000): 181-192
- 20) G. P. Vincent and B. Manor "Method for bleaching shellac" United States Patent. No. 472179, 1946.
- 21) S.A. Santos, J.T. Cotter and M.M. McWeeney "Method for preparing stable bleached shellac" United States Patent. No. US.6348217B1, 2002.
- 22) B. Charless, R. Charles and P. Charles "Bleached shellac and method for preparing same" World Intellectual Property Organization. No. Wo2009/130599 A2, 2009
- 23) S. Limmatavapirat, C. Limmatavapirat, M. Luangtana-anan, J. Nunthanid, T. Oguchi, Y. Tozuka, K. Yamamoto and S. Puttipipatkachorn "Modification of physicochemical and mechanical properties of shellac by partial hydrolysis" *International Journal of Pharmaceutics* 278 (1), (2004): 41-49.
- 24) M. Luangtana-anan, S. Limmatavapirat, J. Nunthanid, C. Wanawongthai, R. Chalongsuk, and S. Puttipipatkachorn. "Effect of salts and plasticizers on stability of shellac films" *Journal of Agriculture and Food Chemistry* 55, (2007): 687–692.
- 25) S. Soradech, S. Limatvapiat and M. Luangtana-anan "Stability enhancement of shellac by formation of composite film: Effect of gelatin and plasticizers" *Journal of Food Engineering* 116, (2013): 572–580
- 26) S. Soradech, J. Nunthanid, S. Limmatvapiat and M. Luangtana-anan "An approach for the enhancement of the mechanical properties and film coating efficiency of shellac by the formation of composite films based on shellac and gelatin" *Journal of Food Engineering* 108, (2012): 94–102
- 28) G.A. Agyilrah, and G.S. Banker In: P.J. Tarcha ed. "Polymers for controlled drug delivery", Boston: CRC Press, (1991):39-66.
- 28) S. Limmatvapiat, C. Limmatvapiat, S. Puttipipatkachorn, J. Nunthanid and M. Luangtana-anan. "Enhanced enteric properties and stability of shellac films through composite salts formation" *European Journal of Pharmaceutical and Biopharmaceutical Science* 67, (2007): 690–698.
- 29) มานี เหลืองธนอนันต์ และสนทยา ลิ้มมัทวาทิธี "ผลของต่างต่อคุณสมบัติทางกายภาพและความคงตัวของฟิล์มเซลแล็ก" บรรณาธิการ, มานี เหลืองธนอนันต์ และ ธนะเศรษฐ์ จ้าวหิรัญพัฒน์ ISBN : 974-600-952-4 การประชุมวิชาการ การประยุกต์ใช้เทคโนโลยีพอลิเมอร์เพื่อพัฒนาตำรับยาเครื่องสำอางและผลิตภัณฑ์เพื่อสุขภาพ (2546): 167-181.
- 30) United States Pharmacopeia XXIX NF24. (2006).Meglumine, Monograph.24Th ed. Pharmacopeial Convention, Rockville, Marcel Dekker.
- 31) M. Luangtana-anan, J. Nunthanid, and S. Limmatvapiat. "Effect of molecular weight and concentration of polyethylene glycol on physicochemical properties and stability of shellac film." *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 58(24), (2007): 12934-12940.
- 32) V. Valls and M.B. Roncero "Using both xylanase and laccase enzymes for pulp bleaching" *Bioresource Technology* 100, (2009): 2032–2039.

- 33) Y. Farag and C. S. Leopold "Physicochemical Properties of Various Shellac Types." *Dissolution Technologies* (2009): 33-39.
- 34) P.C. Sarkar and A.K. Shrivastava "spectroscopy of lac resin and its derivatives." *Pigment & Resin Technology* 26(6), (1997): 370-377.
- 35) P.W.S. Heng, L.W. Chan, and K.T. Ong "Influence of storage conditions and type of plasticizers on ethyl cellulose and acrylate films formed from aqueous dispersions." *Journal Pharmaceutical Science* 6(3), (2003): 334-344.
- 36) J. Liu and O. Robert Williams III "Properties of heat-humidity cured cellulose acetate phthalate free films." *European Journal of Pharmaceutical Sciences* 17 (2002): 31-41.

ประวัติผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

- ชื่อ – นามสกุล (ภาษาไทย) นางสาว มานี เหลืองธนะอนันต์
(ภาษาอังกฤษ) Miss Manee Luangtana-anan
- ตำแหน่งทางวิชาการปัจจุบัน รองศาสตราจารย์ ชำนาญการ
- หน่วยงานและสถานที่ติดต่อได้สะดวก พร้อมหมายเลข โทรศัพท์ โทรสาร และไปรษณีย์อิเล็กทรอนิกส์ (e-mail)
ภาควิชาเทคโนโลยีเภสัชกรรม คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร นครปฐม 73000
โทรศัพท์ (034) 255800/03 ต่อ 24291
โทรสาร (034) 255801
e-mail manee@su.ac.th
- ประวัติการศึกษา
2527 เภสัชศาสตรบัณฑิต (ภ.บ.) คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
2531 Ph.D. (Pharmaceutics) Manchester University, United Kingdom
- ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัยทั้งภายในและภายนอกประเทศ

ผลงานวิจัย/ผลงานสร้างสรรค์ทางด้านศิลปะและการออกแบบที่ดำเนินการเสร็จแล้ว

เรื่องที่ 1

- การศึกษาการใช้pektinจากเปลือกผลส้มโอเพื่อเป็นสารก่อฟิล์มในตำรับยาเม็ดเคลือบฟิล์ม
(Studies on pectin from pomelo peel as a film-former in film-coated tablet formulation)
- ลักษณะโครงการ หัวหน้าโครงการย่อยของโครงการชุด
- สาขาวิชา วิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช
- จำนวนงบประมาณ 47500 บาท
- ระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย/สร้างสรรค์ผลงานตั้งแต่ปี พ.ศ 2547 ถึงปี พ.ศ.2549
- ชื่อแหล่งทุน / แหล่งสนับสนุน งบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยศิลปากร
- การเผยแพร่ผลงานวิจัย/ผลงานสร้างสรรค์ดังกล่าว

ในรูปของบทความทางวิชาการ

- Manee Luangtana-anan, Sontaya Limatvapirat, Jurairat Nunthanid, Praneet Opanasopit, Tanasait Ngawhirunpat, Suthep Sangsod The Thai Journal of Pharmaceutical Sciences 2006; 30(supp): 20.

เรื่องที่ 2

- ผลของสารพอลิเอทิลีนไกลคอลต่อคุณสมบัติทางกายภาพและความคงตัวของฟิล์มเซลลูลอส
(Effect of polyethylene glycol on physical properties and stability of shellac film)
- ลักษณะโครงการ หัวหน้าโครงการ
- สาขาวิชา วิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช
- จำนวนงบประมาณ 50000 บาท
- ระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย/สร้างสรรค์ผลงานตั้งแต่ปี พ.ศ 2553 ถึงปี พ.ศ 2554
- ชื่อแหล่งทุน / แหล่งสนับสนุน ทุนงบเงินรายได้คณะเภสัช ศิลปากร ปี 2553
- การเผยแพร่ผลงานวิจัย/ผลงานสร้างสรรค์ดังกล่าว

ในรูปของบทความทางวิชาการ

1. Luangtana-anan M, Nunthanid J, Limmatvapirat S. "Effect of molecular weight and concentration of polyethylene glycol on physicochemical properties and stability of shellac film" Journal of Agricultural and Food Chemistry 2010, 58(24): 12934-12940

ผลงานวิจัยหรือผลงานสร้างสรรค์ได้รับรางวัล

1. ชื่อ รางวัลวิจัยดีเด่น สาขาวิทยาศาสตร์และวิทยาศาสตร์ประยุกต์ ประจำปีการศึกษา 2556

หน่วยงานที่ให้รางวัล มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปี พ.ศ.ที่ได้รับรางวัล 2556

สาขาวิชาที่ได้รับรางวัล สาขาวิทยาศาสตร์และวิทยาศาสตร์ประยุกต์

เรื่องที่ 3

1. ผลของเกลือและสารเพิ่มความยืดหยุ่นต่อความคงตัวของเซลแล็กฟิล์ม

(Effect of salt and plasticizer on stability of shellac film)

2. ลักษณะโครงการ หัวหน้าโครงการ

3. สาขาวิชา วิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช

4. จำนวนงบประมาณ 130000 บาท

5. ระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย/สร้างสรรค์ผลงานตั้งแต่ปี พ.ศ 2548 ถึงปี พ.ศ 2550

6. แหล่งทุน / แหล่งสนับสนุน งบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยศิลปากร

7. การเผยแพร่ผลงานวิจัย/ผลงานสร้างสรรค์ดังกล่าว

ในรูปแบบบทความทางวิชาการ

1. Manee Luangtana-anan, Sontaya Limmatvapirat, Jurairat Nunthanid, Chalermphon Wanawongthai, Rapeepun Chalongsuk, and Satit Puttipipatkachorn "Effect of Salts and Plasticizers on Stability of Shellac Film" J. agri food chem. 55 (3), 687 – 692, 2007.

ในรูปแบบการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

1. Luangtana-anan M, Limmatvapirat C, Nunthanid J, Asavapichayont P, Puttipipatkachorn S, Limmatvapirat S. (2004) "Effect of plasticization on stability of shallac" The 20th FAPA Congress, Bangkok, Thailand, 30 Nov-3 Dec 2004.

2. M. Laungtana-anana, J. Nunthanida, S. Limmatvapirat Effects of salts and plasticizers on stability of shellac 5th World meeting on Pharmaceutics Biopharmaceutics and Pharmaceutical Technology, Geneva, 27-30 March 2006.

3. Luangtana-anan, M. Nunthanid, J. Limmatvapirat, S. Impact of plasticizers on stability of soluble shellac film. The 1st conference on Innovation in drug delivery: from biomaterials to devices, Naples, Italy, September 30 -October 3, 2007.

เรื่องที่ 4

1. ผลของเกลือไคโตแซนและน้ำหนักโมเลกุลต่อการเกิดอนุภาคนาโนพาคีเคิล

(Effect of chitosan salt and molecular weight on formation of nanoparticle)

2. ลักษณะโครงการ เป็นหัวหน้าโครงการ

3. สาขาวิชา วิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช

4. จำนวนงบประมาณ 110000 บาท

5. ระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย/สร้างสรรค์ผลงานตั้งแต่ปี พ.ศ 2547 ถึงปี พ.ศ 2548

6. แหล่งทุน / แหล่งสนับสนุน งบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยศิลปากร

7. การเผยแพร่ผลงานวิจัย/ผลงานสร้างสรรค์ดังกล่าว

ในรูปของบทความทางวิชาการ

1. Luangtana-anan M., Opanasopit P, Ngawhirunpat T, Nunthanid T, Srimornsak P, Limmatavapirat S and. Lim L.Y “Effect of chitosan salts and molecular weight on a nanoparticulate carrier for therapeutic protein” Pharm. Dev. Technol. 10,189-196,2005.

ในรูปของการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

1. ปกรณ์ ไกรสิทธิ์และมานี เหลืองธนะอนันต์ Application of chitosan base and chitosan glutamate in microparticles for protein delivery system. ศิลปการวิจัย ครั้งที่ 2 วันที่ 18-19 ธันวาคม 2551 ณ มหาวิทยาลัยศิลปากร วังท่าพระ

ผลงานวิจัยหรือผลงานสร้างสรรค์ได้รับรางวัล

1. ชื่อ รางวัลวิจัยดี สาขาวิทยาศาสตร์และวิทยาศาสตร์ประยุกต์ ประจำปีการศึกษา 2550
หน่วยงานที่ให้รางวัล มหาวิทยาลัยศิลปากร
ปี พ.ศ.ที่ได้รับรางวัล 2550
สาขาวิชาที่ได้รับรางวัล สาขาวิทยาศาสตร์และวิทยาศาสตร์ประยุกต์

เรื่องที่ 5

1. การประยุกต์ใช้อนุพันธ์เกลือโคไโตแซนในระบบนำส่งยาโปรตีนในรูปแบบนาโนพาร์ทิเคิล (Application of chitosan salt derivatives in nanoparticles for protein drug delivery system)
2. ลักษณะโครงการเป็นผู้อำนวยการโครงการชุด และเป็นหัวหน้า โครงการย่อยของโครงการชุด
3. สาขาวิชา วิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช
4. จำนวนงบประมาณ 560000 บาท
5. ระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย/สร้างสรรค์ผลงานตั้งแต่ปี พ.ศ 2550 ถึงปี พ.ศ 2553
6. ชื่อแหล่งทุน / แหล่งสนับสนุน งบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยศิลปากร
7. การเผยแพร่ผลงานวิจัย/ผลงานสร้างสรรค์ดังกล่าว

ในรูปของบทความทางวิชาการ

1. Luangtana-anan M., Limmatavapirat S., Nunthanid J., Chalongsuk R., & Yamamoto K. Polyethylene Glycol on “Stability of Chitosan Microparticulate Carrier for Protein” AAPS PharmSciTech 2010, 11(3), 1376-1382.

ในรูปของการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

1. Manee Luangtana-anan*, Praneet Opanasopit, Tanasait Ngawhirunpat, Jurairat Nunthanid, Sontaya Limmattavapirat. Chitosan aspartate as nanoparticulate carrier for protein The 6th Asia Pacific Chitin and chitosan in the 21 st century conference ,23-26 May,2004, Singapore
2. Manee Luangtana-anan*, Praneet Opanasopit, Tanasait Ngawhirunpat, Jurairat Nunthanid, Sontaya Limmattavapirat “Effect of chitosan salt on protein-loaded nanoparticles” European conference on drug delivery and Pharmaceutical Technology May 10-12 ,2004, Spain
3. Manee Luangtana-anan*, Praneet Opanasopit, Tanasait Ngawhirunpat, Jurairat Nunthanid, Sontaya Limmattavapirat, Panida Asavapichayont, Pensee Nuengsigkapien “Amino acid as a salt forming agent of protein loaded chitosan nanoparticles” 30th congress on science and technology of Thailand 2004, 19-21 Oct. 2004, Bangkok

4. Manee Luangtana-anan*, Praneet Opanasopit, Tanasait Ngawhirunpat, Jurairat Nunthanid, Sontaya Limmattavapirat, Pensee Nuengsigkapan "Chitosan lactate as microparticulate carrier for protein" 20th FAPA Congress, Bangkok, Thailand November 30 - December 3, 2004.
5. Luangtana-anan M, Limmatvapat S, Nunthanid J, Chitosan Salts as Protein Loaded Microparticle Produced from Waste of Sea Food from Thailand. 17th International Symposium on Microencapsulation, Nagoya, Japan, 29 September- 1 October 2009.

เรื่องที่ 6

1. การพัฒนาระบบนำส่งยาโปรตีนในรูปแบบรับประทานที่เตรียมจากอนุพันธ์เกลือไคโตแซนนาโนพาร์ทิเคิล
(Development of protein drug delivery system into oral dosage form prepared from chitosan salt derivative nanoparticles)
2. ลักษณะโครงการเป็นผู้อำนวยการโครงการชุด และเป็นหัวหน้า โครงการย่อยของโครงการชุด
3. สาขาวิชา วิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช
4. จำนวนงบประมาณ 800000 บาท
5. ระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย/สร้างสรรค์ผลงานตั้งแต่ปี พ.ศ 2550 ถึงปี พ.ศ 2553
6. ชื่อแหล่งทุน / แหล่งสนับสนุน งบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยศิลปากร
7. การเผยแพร่ผลงานวิจัย/ผลงานสร้างสรรค์ดังกล่าว
กำลังอยู่ในระหว่างเขียนเพื่อตีพิมพ์

เรื่องที่ 7

1. การเกิดอนุภาคนาโนโดยใช้สารพอลิอิเล็กโทรไลต์ระหว่างไคโตแซนกลูตาเมตและเซลแล็กเป็นสารประกอบเพื่อใช้ในระบบนำส่งโปรตีน
(Nanoparticulate formation using polyelectrolyte complex between chitosan glutamate and shellac as protein delivery system)
2. ลักษณะโครงการ เป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการระดับปริญญาเอก
3. สาขาวิชา วิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช
4. จำนวนงบประมาณ 2 ล้าน บาท
5. ระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย/สร้างสรรค์ผลงานตั้งแต่ปี พ.ศ 2550 ถึงปี พ.ศ 2555
6. ชื่อแหล่งทุน / แหล่งสนับสนุน โครงการปริญญาเอก กาญจนภิเษก
7. การเผยแพร่ผลงานวิจัย/ผลงานสร้างสรรค์ดังกล่าว

ในรูปของบทความทางวิชาการ

1. Kraisit P, Limmatvapat S, Nunthanid J, Srimornsak P, Luangtana-Anan M. Determination of Surface Free Energy and Contact Angle for Hydrolyzed Shellac Advanced Materials Research 506 (2012) pp 270-273.
2. Kraisit P, Limmatvapat S, Nunthanid J, Srimornsak P, Luangtana-Anan M. Nanoparticle formation by using shellac and chitosan for a protein delivery system"
Pharmaceutical development and technology Vol.18 No.3 (2013) pp 686-693.

ในรูปของการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

1. Pakorn Kraisit, Jurairat Nunthanid, Sontaya Limmatvapat, Pornsak Srimornsak, Manee Luangtana-anan Effect of Chitosan Salts on Complex of Shellac for Protein Delivery System.RGJ-Ph.D.

Congress X“Climate Change and Its Impacts”การประชุมนักวิจัยรุ่นใหม่ พบเมธีวิจัยอาวุโส สกว ครั้งที่ 9, เพชรบุรี, April 3 – 5, 2009

2. Pakorn Kraisit, Jurairat Nuntanid, Sontaya Limmatvapirat, Pornsak Sriamornsak, Manee Luangtananan Formation of protein loaded nanoparticles between two biodegradable polymers by ionic cross-linking 5th Thailand Pharmacy Congress International Trade and Exhibition Centre (BITEC) in Bangkok , Thailand. November 27-28, 2009 (โปสเตอร์ดีเด่น)

ในการจดสิทธิบัตร

เรื่อง การใช้สารจากธรรมชาติ 2 ชนิด คือ ไคโตแซน และ เซลแล็ก รวมถึงเซลแล็กที่ผ่านการ hydrolyzed ด้วยต่าง ที่มีประจุต่างกันมาเชื่อมด้วยแรงทางประจุ (Polyelectrolyte complex) เพื่อกักเก็บยาหรือโปรตีนในรูปของอนุภาคนาโนเพื่อสามารถนำส่งโปรตีนได้ในรูปแบบรับประทานหรือรูปแบบอื่นๆ

8. ผลงานวิจัยหรือผลงานสร้างสรรค์ที่กำลังดำเนินการ

เรื่องที่ 1

1. การประยุกต์ใช้เซลแล็กฟอกขาวในการเตรียมยาเม็ดรับประทาน

(The application of bleached shellac for tableted)

2. ลักษณะโครงการเป็นหัวหน้าโครงการ

3. สาขาวิชา วิทยาศาสตร์เคมีและเภสัช

4. จำนวนงบประมาณ 200000 บาท

5. ระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย/สร้างสรรค์ผลงานตั้งแต่ปี พ.ศ 2558 ถึงปี พ.ศ 2560

6. ชื่อแหล่งทุน / แหล่งสนับสนุน งบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยศิลปากร