

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. โปแทสเซียม 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

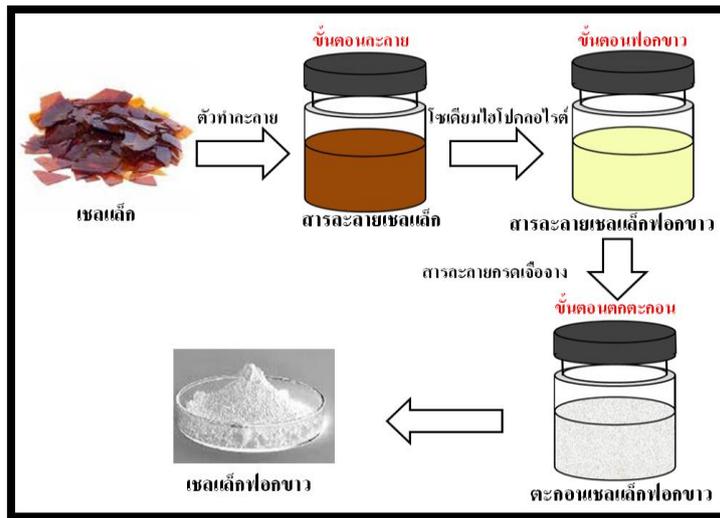
2. อุปกรณ์เครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

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 สเปกโทรมิเตอร์ (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. เครื่องวิเคราะห์ลักษณะหยดของของเหลว (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. วิธีดำเนินการวิจัย

1 การเตรียมเซลแล็กฟอกขาว

วิธีการฟอกขาวเซลแล็กโดยทั่วไปมีขั้นตอนหลักอยู่ 3 ขั้นตอนได้แก่ ขั้นตอนละลาย ขั้นตอนฟอกขาว และขั้นตอนตกตะกอนดังแสดงในภาพที่ 1 ในงานวิจัยนี้เตรียมเซลแล็กฟอกขาวด้วยการละลายเซลแล็กทั่วไป 10 กรัม และโซเดียมคาร์บอเนต 0.1 กรัม ในน้ำ 200 มิลลิลิตร ฟอกขาวด้วยสารละลาย 10% w/w โซเดียมไฮโปคลอไรต์ ปริมาณ 20 มิลลิลิตร ตกตะกอนในสารละลาย 0.5% กรดซัลฟิวริก 2 ลิตร ล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำ 6-7 ครั้ง กรองตะกอนที่ได้และผึ่งให้แห้งที่อุณหภูมิ 25 °C



ภาพที่ 1 ขั้นตอนในการฟอกขาวเซลแล็ก

2 การเตรียมเซลแล็กฟอกขาวในรูปเกลือโซเดียมคาร์บอเนตสัดส่วนต่าง ๆ

2.1 ละลายเซลแล็กฟอกขาว 10 กรัมใน 95% เอทิลแอลกอฮอล์ 100 มิลลิลิตร คนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลาอย่างน้อย 1 คืน เหวี่ยงปั่นด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงความเร็ว 6000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที เพื่อแยกส่วนที่ไม่ละลายออกไป

2.2 ละลายโซเดียมคาร์บอเนตในน้ำ 10 มิลลิลิตร โดยปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตคิดจากค่าของกรดของเซลแล็กฟอกขาว โดยใช้ในปริมาณร้อยละ 10, 20, 30, 40, 50 และ 100 % ของค่าของกรด ปริมาณโซเดียมคาร์บอเนตคำนวณจากสมการ

$$W = (A * S * M / K * n) (P / 100)$$

เมื่อ	W	=	น้ำหนักของโซเดียมคาร์บอเนต
	A	=	ค่าของกรดของเซลแล็กฟอกขาว
	S	=	น้ำหนักของเซลแล็กฟอกขาวที่หาค่าความชื้นและปริมาณตะกอน
	M	=	มวลโมเลกุลของโซเดียมคาร์บอเนต
	K	=	มวลโมเลกุลของ KOH
	n	=	จำนวนครั้งในการแตกตัวในน้ำของโซเดียมคาร์บอเนต
	P	=	ร้อยละของเกลือที่จะเตรียม

2.3 เติมสารละลายข้อ 2 ลงในสารละลายเซลแล็ก คนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 5 นาที เติมน้ำจนได้ลงเหลวแก้ว ระเหยตัวทำละลายออกด้วยตุ๋นอุณหภูมิ 50 °C

3 การเตรียมเซลล์ฟอกขาวในรูปคอมพอลิเมอร์เซลลูโลสอัตราส่วนต่าง ๆ

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

4 การเตรียมเซลล์ในรูปฟิล์ม

ซึ่งเซลล์โดยซึ่งเพิ่มในส่วนของของแข็งที่เจือปนและน้ำที่ปนอยู่ในผงเซลล์เพื่อให้มีเนื้อเซลล์จริงๆ คิดเป็น 4 กรัมต่อ 1 ฟิล์มที่เตรียมละลายผงเซลล์ในสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์คนด้วย เครื่องกวนแบบ แม่เหล็กเป็นเวลาอย่างน้อย 1 คืน ปรับปริมาตรด้วยแอลกอฮอล์จนครบ 50 กรัม เหย็งปั่นด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง ความเร็ว 6000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที เพื่อแยกส่วนที่ไม่ละลายออกไปเทสารละลายเซลล์ลงบนเพลทแก้วที่ ประกอบขึ้นเองนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3-4 ชั่วโมงขึ้นกับองค์ประกอบของ แผ่นฟิล์ม จนได้ฟิล์มที่แห้งพอดีลอกฟิล์มออก นำไปทดสอบสมบัติต่างๆ

5 การวิเคราะห์ตัวอย่าง

5.1 ค่าของกรด (Acid value, AV)

ศึกษาค่าของกรดด้วยวิธีการที่ดัดแปลงมาจากเภสัชตำรับประเทศสหรัฐอเมริกา [30] โดยการนำตัวอย่าง เซลล์จำนวน 3 กรัม ละลายในสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์ ปั่นจนกระทั่งตัวอย่างไม่ละลายเพิ่มขึ้นอีก(อย่าง น้อย 1 คืน) ปรับน้ำหนักด้วยสารละลาย 95% เอทิลแอลกอฮอล์จนได้น้ำหนักเป็น 39 กรัม นำตัวอย่างที่ได้ปั่นด้วย เครื่องหมุนเหวี่ยงตะกอน ที่ความเร็วรอบ 6,000 รอบต่อนาที เป็นเวลานาน 10 นาทีแยกส่วนใสในปริมาณที่สมมูลย์กับ เซลล์ 2 กรัม (น้ำหนักสารละลาย 26 กรัม) มาไตเตรตด้วย 0.1N NaOH ที่ทราบความเข้มข้นที่ถูกต้องแน่นอน สังกะการเปลี่ยนแปลงด้วยเครื่องวัดพีเอช (Mettler-Toledo, model Seveneasy pH, Switzerland) นำข้อมูลที่ได้ มาพล็อต กราฟระหว่างพีเอชที่เปลี่ยนแปลงไปกับปริมาณของ 0.1 N NaOH ที่ใช้ไปในการไตเตรต และตรวจสอบจุด สมมูลย์ (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 0.1 นอร์มอลที่มีความเข้มข้นที่ถูกต้องแน่นอน (นอร์มอล)

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

โดยค่าของกรดที่ได้เทียบเท่ากับมิลลิกรัมของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide, KOH) ที่ใช้ในการในการสะเทินหมู่คาร์บอกซิลในเซลล์ 1 กรัม

5.2 ปริมาณตะกอน (Insoluble solid, IS) (การศึกษาความคงตัว)

ศึกษาปริมาณตะกอนโดยนำตะกอนที่ได้จากการหาค่าของกรดของเซลล์กรองผ่านกระดาษกรองที่อบไว้แล้วที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 12 ชั่วโมง และซึ่งน้ำหนักที่ถูกต้องแน่นอน 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 มิลลิลิตรคนด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลาอย่างน้อย 1 คืน

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

3. นำหลอดสำหรับปั่นเหวี่ยงที่มีของแข็งที่ไม่ละลายไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 5-6 ชั่วโมงหรือจนมีน้ำหนักคงที่ ชั่งน้ำหนักอีกครั้งเพื่อคำนวณปริมาณของแข็งที่ไม่ละลาย

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

5. คำนวณหาค่าความชื้น และปริมาณของแข็งที่ไม่ละลายในเนื้อเซลล์ ตามสมการด้านล่าง

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

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

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

ศึกษาโครงสร้างเคมีของฟิล์มเซลล์ด้วยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ 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 โครงสร้างออสันฐานและผลึก

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

5.6 การละลายของฟิล์ม

การตรวจสอบการละลายของฟิล์มเซลล์ที่ทำโดยวิธีการวิเคราะห์น้ำหนักเซลล์ที่หายไปด้วยวิธีการตัดแปลงจาก Wu และคณะ [59] โดยเครื่องหาการแตกตัว (disintegration apparatus) ตัดฟิล์มให้มีขนาด 1 x 1 เซนติเมตร ซึ่งน้ำหนักฟิล์มที่แน่นอน จุ่มฟิล์มในน้ำเป็นเวลา 1 ชั่วโมง อบฟิล์มเซลล์ที่เหลือจากการทดสอบจนได้น้ำหนักคงที่ คำนวมน้ำหนักที่หายไป 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 ตัดแปลงตั้งการทดลองของ 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 ฝาขวดและขวดแก้วด้วยกาวซิลิโคนนำขวดตัดแปลง permeation cell ที่เตรียมขึ้นนี้ไปเก็บที่ตู้ควบคุมอุณหภูมิ 40°C ความชื้นสัมพัทธ์ 75% RH เป็นระยะเวลา 10 วัน บันทึกการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักทุก 24 ชั่วโมงคำนวณอัตราการซึมผ่านของน้ำผ่านแผ่นฟิล์ม และนำไปคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การซึมผ่านไอน้ำ (permeability coefficient) ดังสมการ

$$P = \frac{W}{A \times t} \Delta P$$

- 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) ของฟิล์มโดยวัดเฉลี่ยประมาณ 10 ตัวอย่าง ดังสูตร

$$\text{Stress} = P/(TxW)$$

เมื่อ P คือ แรงดึงสูงสุดของฟิล์ม(N)

T คือ ความหนาของฟิล์ม (mm)

W คือ ความกว้างของฟิล์ม (mm)

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

เมื่อ ΔL คือ ระยะที่ฟิล์มยืดออกที่ตำแหน่งแรงดึงสูงสุด (mm)

L คือ ความยาวเริ่มต้นของฟิล์ม (mm)

5.9 ค่าความมีขี้ขี้(% polarity)

นำฟิล์มที่เตรียมได้มาศึกษาค่าพลังงานอิสระที่พื้นผิวโดยใช้หลักการการวัดมุมสัมผัสที่กลุ่มของเหลว กระทำบนพื้นผิวของแผ่นฟิล์ม ด้วยเครื่องวิเคราะห์ลักษณะหยดของเหลว(Drop Shape Instrument FTA1000) โดยใช้ของเหลวมาตรฐาน 3 ชนิด ได้แก่ น้ำ พอร์มาไมด์และเอทิลีน ไกลคอล ทำการวัดตัวอย่างละ 3 ค่า คำนวณตามวิธีของ Wu harmonic mean จากนั้นนำค่าพลังงานอิสระที่พื้นผิวที่ได้คำนวณหาค่าความมีขี้ขี้ดังสมการ

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

เมื่อ P คือ องค์ประกอบย่อยในส่วนที่มีขี้ขี้

T คือ ผลรวมของพลังงานอิสระที่พื้นผิว

5.10 การตรวจสอบสมบัติเชิงความร้อนด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแผ่นความร้อน (hot stage microscope, HSM)

บันทึกตัวอย่างด้วยกล้องก่อนนำไปทดสอบดูการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพภายใต้อุณหภูมิด้วยกล้องจุลทรรศน์ 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 $p < 0.05$