



การแยกและสมบัติทางเคมีกายภาพของมอลโทเดกซ์ทริน

โดย

นางสาวกมลเพชร พ่วงจั่น

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2552

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

การแยกและสมบัติทางเคมีกายภาพของมอลโทเดกซ์ทริน

โดย

นางสาวกมลเพชร พ่วงจั่น

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2552

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

SEPARATION OF MALTODEXTRIN AND THEIR PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES

By

Gamonpetch Pongchun

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

MASTER OF ENGINEERING

Department of Materials Science and Engineering

Graduate School

SILPAKORN UNIVERSITY

2009

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร อนุมัติให้วิทยานิพนธ์เรื่อง “การแยกและสมบัติทางเคมี
กายภาพของมอลโทเดกซ์ทริน” เสนอโดย นางสาวกมลเพชร พ่วงจั่น เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตาม
หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริชัย ชินะตั้งกูร)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่.....เดือน..... พ.ศ.....

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เมษะปะบุตร

คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(อาจารย์ ดร.ณัฐฉา ชัยยุตต์)

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

..... กรรมการ

(อาจารย์ ดร.ศิริพงษ์ โรจน์ลือชัย)

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

..... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.บุศรินทร์ เมษะปะบุตร)

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

50402203 : สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์

คำสำคัญ : มอลโทเดกซ์ทริน/โครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง/ความว่องไวต่อความชื้น/ฟิล์มบาง

กมลเพชร พ่วงจั่น : การแยกและสมบัติทางเคมีกายภาพของมอลโทเดกซ์ทริน.

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : ผศ.ดร.บุศรินทร์ เหมะปะบุตร. 86 หน้า.

ในงานวิจัยนี้แบ่งออกเป็น 2 ส่วนคือ ศึกษาการแยกของมอลโทเดกซ์ทริน และศึกษาสมบัติของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ต่อความว่องไวทางความชื้น ในส่วนของการศึกษาการแยกของมอลโทเดกซ์ทรินจะใช้เทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง เนื่องจากทำได้ง่าย ราคาถูก และให้ผลในการวิเคราะห์เร็ว โดยศึกษาที่ตัวแปรต่าง ๆ เช่น ส่วนเคลื่อนที่ อัตราส่วนของส่วนเคลื่อนที่ การเคลือบพื้นผิวของแผ่นโครมาโทกราฟี และตัวทำให้เกิดสี จากการทดลองพบว่าตัวแปรต่าง ๆ มีผลต่อการแยกของมอลโทเดกซ์ทริน และพบว่าสภาวะที่เหมาะสมต่อการแยกมอลโทเดกซ์ทรินคือ แผ่นโครมาโทกราฟีที่ไม่ได้เคลือบด้วยสารละลายโซเดียมอะซิเตท โดยมีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมของบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 และตัวทำให้เกิดสีคือ สารผสมของไคฟิโนลลามีน อะนีนีน และกรดออร์โทฟอสฟอริก ผสมในอะซิโตน

ในการศึกษาผลของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ต่อค่าความว่องไวทางความชื้นจะใช้เซอร์โคนาเทรนเป็นสารตั้งต้น และใช้เทคนิคกระบวนการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าในการขึ้นรูปฟิล์มบาง สันฐานวิทยาของฟิล์มบางวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และวัดค่าความว่องไวทางความชื้น จากผลการทดลองพบว่า อิมพีแดนซ์จะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณความชื้น และผลความถี่พบว่าเมื่อความถี่มีค่ามาก อิมพีแดนซ์จะลดลงและจะเป็นอิสระต่อปริมาณความชื้น จากผลการศึกษาเวลาในการตอบสนอง การคืนสภาพ และค่าไดนามิกส์ของฟิล์มบาง พบว่าอิมพีแดนซ์มีการลดลง และเริ่มคงที่อย่างรวดเร็ว นั่นคือฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีความสามารถในการทำซ้ำ ความเสถียร เวลาในการตอบสนอง และการคืนสภาพที่ดี

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ปีการศึกษา 2552

ลายมือชื่อนักศึกษา.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

50402203 : MAJOR : POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING

KEY WORDS : MALTODEXTRIN/THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY/HUMIDITY
SENSOR/THIN FILM

GAMONPETCH POUNGCHUN : SEPARATION OF MALTODEXTRIN AND THEIR
PHYSICO-CHEMICAL PROPERTIES. THESIS ADVISOR : ASST.PROF.BUSSARIN
KSAPABUTR, Ph.D . 86 pp.

This work was divided into two parts: the separation of maltodextrin and the study of humidity sensing properties of zirconium dioxide films. The separation of maltodextrin was studied using thin layer chromatography due to its simple, low-cost and rapid technique. The influences of various factors, including the mobile phase, mobile phase ratio, coating of chromatography plate and detection reagent, on the separation of the maltodextrin were examined. Optimal conditions for the maltodextrin separation were found to be a non-coated silica using butanol-ethanol-water (5 : 3 : 2, by volume mixture) as the mobile phase and mixture of diphenylamine, aniline and phosphoric acid in acetone as a detection reagent.

In the study of humidity sensing properties of zirconium dioxide films, zirconatran was used as precursor and the zirconium dioxide films were fabricated using electrostatic spray deposition technique. The morphology and microstructure of the samples were examined by scanning electron microscopy and X-ray diffraction (XRD) techniques, respectively. Additionally, the humidity sensing properties were also investigated. From the results, it was found that the impedance of zirconium dioxide film decreased with increasing the humidity. An increase in frequency resulted in a decrease in impedance and the independence of humidity. Moreover, the study of dynamic cycles showed that the impedance decreased and became constant quickly. The resulting zirconium dioxide films showed promising performance for humidity sensing in terms of reproducibility, stability and response/recovery times.

Department of Materials Science and Engineering Graduate School, Silpakorn University Academic Year 2009

Student's signature

Thesis Advisor's signature

กิตติกรรมประกาศ

การทำงานวิจัยในครั้งนี้ ผู้เขียนวิทยานิพนธ์ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. บุศรินทร์ เพষะปะบุตร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำปรึกษาให้ความรู้และให้ข้อชี้แนะช่วยเหลือในทุก ๆ ด้าน ขอขอบคุณ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร และศูนย์ความเป็นเลิศแห่งชาติด้านปิโตรเลียม ปิโตรเคมี และวัสดุขั้นสูง สำหรับการสนับสนุนเงินทุนในการทำงานวิจัย และค่าใช้จ่ายในการนำเสนอผลงานวิจัย ขอขอบคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์มานพ ปานะโปย คุณธนพล เฉลิมกิติ คุณอรรถพล เอี่ยมศิลา ตลอดจนเพื่อนนักศึกษานิเทศศาสตร์ทุกคนที่ให้ความช่วยเหลือต่าง ๆ มากมาย และขอขอบคุณทุก ๆ คนที่ไม่ได้กล่าวไว้ ณ ที่นี้ที่ทำงานวิจัยครั้งนี้สำเร็จได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และพี่น้องที่เป็นกำลังใจและให้การสนับสนุนในทุก ๆ ด้านมาจนถึงทุกวันนี้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญภาพ	ญ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
ขอบเขตและวิธีดำเนินงานวิจัยโดยสังเขป	3
ประโยชน์ที่จะได้รับ	3
2 เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
มอลโทเดกซ์ทริน (Maltodextrin)	4
โครมาโทกราฟี (Chromatography)	5
องค์ประกอบของโครมาโทกราฟี (Chromatography system)	5
ส่วนอยู่กับที่ (Stationary phase)	5
ส่วนเคลื่อนที่ (Mobile phase).....	6
การจำแนกชนิดของโครมาโทกราฟี	6
ชนิดของส่วนอยู่กับที่	6
ชนิดของส่วนเคลื่อนที่.....	8
ชนิดของกลไก.....	8
ชนิดของเครื่องมือหรือเทคนิคที่ใช้.....	14
ชนิดของการประยุกต์ใช้.....	26
เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (Zirconium dioxide)	27
สมบัติของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO ₂)	27
วิธีการขึ้นรูปฟิล์มบางสำหรับการวัดความว่องไวในความชื้น (Humidity sensor) ..	30
การขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพิมพ์สกรีน (Screen-printing)	30
การขึ้นรูปด้วยเทคนิค Spin coating	31

บทที่	หน้า
การขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าหรือ Electrostatic spray deposition (ESD).....	33
3 วิธีการทดลอง.....	34
อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	34
สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	34
การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเทคนิคโครมาโทกราฟี.....	36
การเตรียมตัวมาตรฐานน้ำตาลกลูโคส และมอลโทเดกซ์ทริน.....	36
การเตรียมส่วนเคลื่อนที่ (Mobile phase)	36
การเตรียมตัวทำให้เกิดสี (Detection reagent).....	36
เทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง	37
การเตรียมแผ่นโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางโดยศึกษาส่วนเคลื่อนที่ และอัตราส่วนของส่วนเคลื่อนที่	37
การเตรียมแผ่นโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางโดยศึกษาการเคลือบผิวบนแผ่นซิลิกา.....	37
การเตรียมแผ่นโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางโดยศึกษาตัวทำให้เกิดสี.....	38
การสังเคราะห์เซอร์โคนาเทรน (Zirconatran).....	38
การขึ้นรูปฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์.....	38
การเตรียมสารละลายที่ปริมาณความชื้นต่าง ๆ	39
ปริมาณความชื้น 0 เปอร์เซ็นต์ (0% Relative humidity; RH)	39
ปริมาณความชื้น 33 เปอร์เซ็นต์.....	39
ปริมาณความชื้น 50 เปอร์เซ็นต์.....	39
ปริมาณความชื้น 75 เปอร์เซ็นต์.....	40
ปริมาณความชื้น 100 เปอร์เซ็นต์.....	40
การพิสูจน์เอกลักษณ์ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์.....	40
วิธีปฏิบัติและข้อแนะนำต่าง ๆ	40
4 ผลการทดลอง	41
ศึกษาการแยกมอลโทเดกซ์ทรินโดยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง.....	42
อิทธิพลของส่วนเคลื่อนที่และอัตราส่วนของส่วนเคลื่อนที่.....	42

บทที่	หน้า
อิทธิพลของการเคลือบแผ่น โครมาโทกราฟี.....	45
อิทธิพลของตัวทำให้เกิดสี.....	45
การเตรียมส่วนอยู่กับที่ด้วยผงเซอร์โคเนียมไดออกไซด์.....	48
เทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า	48
เทคนิค Electrophoretic deposition (EPD).....	48
เทคนิคการจุ่ม (Dipping)	49
เทคนิคการกดอัด (Compression)	49
การศึกษาอุณหภูมิในการสลายตัวของตัวทำละลาย องค์ประกอบเซอร์โคนาเทรน และสัณฐานวิทยาของฟิล์มบาง	49
ศึกษาสมบัติของความว่องไวทางความชื้นของฟิล์มบาง.....	51
อิทธิพลของการปรับเปลี่ยนความถี่	51
Response และ Recovery ของฟิล์มบาง	55
การตอบสนองทางไดนามิกส์ (Dynamic) ของฟิล์มบาง.....	58
5 สรุปผลการทดลอง	59
บรรณานุกรม	61
ภาคผนวก	68
ภาคผนวก ก ภาพโครมาโทกราฟีที่ได้ในการทดลองที่สภาวะต่าง ๆ.....	69
ภาคผนวก ข ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์ม บางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรนต่อเอทานอล ที่กำลังขยายอื่น ๆ	77
ภาคผนวก ค ค่าความต้านทานไฟฟ้ากระแสสลับที่สภาวะต่าง ๆ	80
ภาคผนวก ง ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์จากงานวิจัยฉบับนี้.....	83
ประวัติผู้วิจัย	86

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1	โครงสร้างของมอลโทเดกซ์ทริน	5
2	การละลายของโมเลกุลของสารในส่วนอยู่กับที่ และการเข้ามาอยู่ของสารใน ส่วนเคลื่อนที่	6
3	โครงสร้างของตัวแลกเปลี่ยนประจุลบและตัวแลกเปลี่ยนประจุบวก	9
4	โครงสร้างของ (a) ซีเอ็ม-เซลลูโลส และ (b) ดีอีเออี-เซลลูโลส	10
5	กลไกการแยกในโครมาโทกราฟีแต่ละชนิด (a) Partition (b) Adsorption (c) Ion-exchange (d) Size exclusion	12
6	การแยกตามขนาดโดยใช้รูพรุนของเจลเป็นตัวกรอง	13
7	โครงสร้างซิลิกาเจล	15
8	โครงสร้างอะลูมินา	16
9	โครงสร้างเซลลูโลส	17
10	การเปรียบเทียบโครมาโทกราฟี 2 แบบโดย (a) โครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์และ (b) โครมาโทกราฟีแบบแผ่นระนาบ	21
11	หลักการทำงานของเครื่อง Evaporative light scattering detector	24
12	การขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพิมพ์สกรีน	30
13	ลักษณะอุปกรณ์สำหรับเทคนิค Spin coating	31
14	ลักษณะอุปกรณ์สำหรับเทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า	33
15	การขึ้นรูปฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์สำหรับการวัดค่าความว่องไวทาง ความชื้น	39
16	ผลการวิเคราะห์ XRD ของซิลิกาที่ใช้ในเทคนิคโครมาโทกราฟี	41
17	โครมาโทแกรมในการวิเคราะห์มอลโทเดกซ์ทริน ที่ใช้ตัวทำให้เกิดสีเป็นระบบ ที่หนึ่งและส่วนเคลื่อนที่ต่าง ๆ (a) อะซีโตไนไตรล์ เอทิลอะซีเตท โพรพา นอลและน้ำที่อัตราส่วน 85 ต่อ 20 ต่อ 50 ต่อ 50 (b) บิวทานอล เอทานอล และน้ำที่อัตราส่วน 2 ต่อ 3 ต่อ 5 และ (c) บิวทานอล เอทานอล และน้ำ ที่ อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2	42

ภาพที่		หน้า
18	โครมาโทแกรมในการวิเคราะห์หมอลโทเดกซ์ทริน โดยมีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำด้วยอัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 โดยมีตัวทำให้เกิดสีเป็น N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริกในเมทานอล (a) ไม่มีการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟี (b) เคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตท	43
19	โครมาโทแกรมของหมอลโทเดกซ์ทรินที่ใช้ส่วนเคลื่อนที่ระบบที่สาม และใช้ตัวทำให้เกิดสีระบบที่สอง (a) เคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตท (b) ไม่มีการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตท	44
20	สมการของการเปลี่ยนรูปจากน้ำตาลกลูโคสไปเป็น Furfural derivatives	46
21	การทำปฏิกิริยาของโมเลกุลน้ำตาลกับตัวทำให้เกิดสีในระบบที่สอง	46
22	โครมาโทแกรมในการวิเคราะห์กลูโคสเทียบกับหมอลโทเดกซ์ทริน ที่มีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอล และน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 และสารผสมของไดฟีนิลลามีน อะนิลีน และกรดออร์โทฟอสฟอริก ในอะซีโตนเป็นตัวทำให้เกิดสี	47
23	เทอร์โมแกรม TG/DTG ของเซอร์โคนาเทรน	50
24	ผลการวิเคราะห์ XRD ของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรนต่อเอทานอลเป็น 2 ต่อ 1 ที่อุณหภูมิในการเผา 400 องศาเซลเซียส	51
25	ภาพถ่าย SEM ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรนต่อเอทานอลที่ 2 ต่อ 1 ที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับขั้วสเตรต 11 เซนติเมตรแรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ (a) ภาพถ่ายจากด้านบน (b) ภาพถ่ายจากด้านข้าง	52
26	ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานไฟฟ้ากระแสสลับ และปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ของฟิล์มบาง เมื่อมีการปรับเปลี่ยนความถี่	53
27	ความสัมพันธ์ระหว่างการ Adsorption และ Desorption ของฟิล์มบางที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์เปลี่ยนแปลงจาก 0 เปอร์เซ็นต์ ไป 100 เปอร์เซ็นต์	55

ภาพที่		หน้า
28	Response และ Recovery ของฟิล์มบางที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ 0 เปอร์เซ็นต์ และ 100 เปอร์เซ็นต์	56
29	ค่าไดนามิกส์ของฟิล์มบางจำนวน 5 รอบที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ (a) จาก 0 เปอร์เซ็นต์ ไป 33 เปอร์เซ็นต์ (b) จาก 0 เปอร์เซ็นต์ ไป 50 เปอร์เซ็นต์ (c) จาก 0 เปอร์เซ็นต์ ไป 75 เปอร์เซ็นต์ (d) จาก 0 เปอร์เซ็นต์ ไป 100 เปอร์เซ็นต์	57

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันธุรกิจทางด้านอุตสาหกรรมอาหารเจริญเติบโตอย่างรวดเร็วพร้อมกับการแข่งขันที่สูงขึ้น ทั้งในเรื่องของกระบวนการแปรรูปอาหาร และความสามารถในการเก็บรักษาสภาพของอาหาร ซึ่งส่วนสำคัญในการยอมรับของอาหารคือกลิ่นรสอาหาร ผลิตภัณฑ์อาหารที่มีกลิ่นรสธรรมดาไม่มีความโดดเด่น หรือไม่มีคุณภาพ จึงเป็นเรื่องยากที่ทำให้ผลิตภัณฑ์นั้นประสบความสำเร็จ จึงได้คิดวิธีในการรักษากลิ่นเพื่อให้อยู่ได้เป็นเวลานาน เกิดการปลดปล่อยกลิ่นในช่วงเวลาที่เหมาะสม หรือเมื่อผลิตภัณฑ์อยู่ในสภาพของแข็งจะเกิดการปลดปล่อยกลิ่นให้น้อยที่สุด

กลิ่นรสมีบทบาทที่สำคัญในอุตสาหกรรมของอาหาร ส่วนที่ให้กลิ่นของสารจะมีโมเลกุลต่ำ มีสมบัติการระเหยให้กลิ่นออกมาได้ทั้งในรูปของน้ำ (Water base) และน้ำมัน (Oil base) ทำให้เกิดการระเหยได้ง่าย จึงเกิดการสูญเสียกลิ่นรสทั้งในระหว่างกระบวนการแปรรูปและการเก็บรักษาอาหาร ดังนั้นจึงมีความจำเป็นที่จะต้องหาวิธีที่จะรักษากลิ่นรสไม่ให้เกิดการเปลี่ยนแปลงไป ในระหว่างกระบวนการแปรรูปและการเก็บรักษา

การควบคุมการปลดปล่อยของสารจะใช้กระบวนการที่เรียกว่าไมโครเอนแคปซูเลชัน (Microencapsulation) โดยอาศัยหลักการเคลือบห่อหุ้มเพื่อกักเก็บสารที่ต้องการนำส่งไว้ในรูปของอนุภาคเล็ก โดยเคลือบสารด้วยสารพอลิเมอร์บางชนิดที่เตรียมได้จากธรรมชาติหรือจากการสังเคราะห์ ซึ่งมีคุณสมบัติเกิดเป็นฟิล์มห่อหุ้มเคลือบสารที่ต้องการไว้ได้ สารเคลือบนั้นควรมีความยืดหยุ่นและแข็งแรง มีคุณสมบัติในการยึดติดกับสารได้ดีโดยไม่ทำปฏิกิริยากัน มีความหนืดต่ำเมื่ออยู่ในสถานะของแข็งต้องขึ้นง่าย นอกจากนี้ยังมีความคงตัวสูง และนำส่งสารนั้น ๆ ได้ในสภาวะที่เหมาะสม เทคนิคไมโครเอนแคปซูเลชันมีสามขั้นตอน คือ

1. การทำให้เกิดฟิล์มบาง ๆ รอบอนุภาค หรือทำให้เกิดอิมัลชัน
2. ทำให้ฟิล์มแข็งแรง
3. แยกแคปซูเลชัน และทำให้แห้ง

การทำเอนแคปซูเลชันนอกจากใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ยังใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องสำอาง อุตสาหกรรมเกษตร อุตสาหกรรมสิ่งทอ หรืออุตสาหกรรมยา เช่น สามารถควบคุมการปลดปล่อยตัวยา หรือสารสำคัญให้ได้ตรงตามวัตถุประสงค์ การห่อหุ้มวิตามินอีเพื่อใช้ในการชะลอความแก่ หรือการใช้ห่อหุ้มแบคทีเรียที่ผลิตกรดแลคติก (Lactic acid bacteria) ที่เป็นประโยชน์ในระบบทางเดินอาหารให้อยู่รอดได้ในสภาวะที่มีความเป็นกรดสูง เป็นต้น [1]

สารเคลือบ (Wall material) จะทำหน้าที่สำคัญในการเก็บกัก หรือยอมให้กลืนผ่านได้ในสภาวะที่เหมาะสม สารเคลือบจะอยู่ในรูปของไมโครแคปซูล โดยจะช่วยป้องกันกลืนรจากการทำปฏิกิริยากับส่วนผสมอื่นในระบบ (Active ingredient) เช่น ป้องกันการเกิดออกซิเดชันกับอากาศ หรือการเกิดปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อมภายนอก ลดอัตราการระเหย และยังป้องกันการซึมออกของกลืนรสได้อีกด้วย การกักเก็บกลืนรสให้มีประสิทธิภาพสูงที่สุดนั้นควรเลือกสารเคลือบที่ต้องมีความสามารถสูงในการสร้างอิมัลชันที่เสถียร และมีขนาดเล็กพอเหมาะ มีคุณสมบัติในการเกิดฟิล์มได้อย่างรวดเร็วระหว่างขบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอยพ่นสเปรย์ (Spray dry) แต่ยังสามารถปล่อยโมเลกุลน้ำออกไปพร้อมกับกักน้ำมันกลืนรสไว้ภายในอนุภาค โดยมีน้ำมันที่ผิวหน้าน้อยที่สุด [2]

สารเคลือบที่เป็นสารที่ได้จากการสังเคราะห์ได้แก่ ไวนิลอะซิเตท (Polyvinyl acetate) เอทิลเซลลูโลส (Ethyl cellulose) ส่วนสารเคลือบที่นิยมใช้นั้นมีหลายชนิดทั้งที่ได้จากธรรมชาติ ได้แก่ เพกทิน (Pectin) มอลโทเดกซ์ทริน (Maltodextrin) กัมอะราบิก (Gum arabic) โพรตีน ไฮโดรโฟบิกสตาร์ช (Hydrophobic starch) ไฮโดรคอลลอยด์ (Hydrocolloid) หรือแป้งดัดแปร (Modified starch) ต่าง ๆ เป็นต้น กลไกการจับตัวระหว่างสารให้กลืนรสและแป้งแบ่งออกเป็นสองรูปแบบ โดยรูปแบบแรกสารให้กลืนรสจะถูกล้อมรอบด้วย Amylase helix โดยการจับกันเป็นแบบพันธะไฮโดรโฟบิก (Hydrophobic bonding) ซึ่งแป้งจะกักสารให้กลืนรสไว้ในโมเลกุล รูปแบบที่สองจะเกิดแรงระหว่างขั้ว โดยพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลของแป้งและสารให้กลืนรส แต่มอลโทเดกซ์ทรินและกัมอะราบิกจะเป็นตัวที่ได้รับความนิยมในการนำมาใช้กับอุตสาหกรรมอาหาร

กัมอะราบิก (Gum arabic) จัดเป็นสารกลุ่มไฮโดรคอลลอยด์ที่ละลายน้ำแล้วให้สารละลายขุ่นหนืด ปัจจุบันนิยมใช้กันอย่างแพร่หลายมากขึ้นด้วยวัตถุประสงค์ต่าง ๆ เช่น ช่วยให้อาหารมีความขุ่นหนืด ช่วยให้มีอิมัลชัน สารแขวนลอยและฟองคงตัว นอกจากนี้ยังช่วยให้เกิดเจลในขณะที่เป็นผงแห้งจะไม่จับตัวเป็นก้อน อุตสาหกรรมอาหารที่นิยมใช้ได้แก่ แยม เยลลี่หรือผลิตภัณฑ์ขนมอบ กัมอะราบิกเป็นน้ำยางที่สกัดได้จากต้นไม้ ซึ่งเป็นกัมที่ละลายน้ำได้ดี ไม่ละลายในน้ำมันและแอลกอฮอล์ ความหนืดที่ได้จากกัมชนิดนี้ค่อนข้างต่ำ นิยมใช้เป็นอิมัลชันคงตัว ป้องกันการตกผลึกของน้ำตาลในผลิตภัณฑ์ขนมหวาน [3] กัมอะราบิกเป็นสารเคลือบที่มี

ประสิทธิภาพสูงอีกตัวหนึ่ง โดยสามารถใช้ได้ในช่วงความเป็นกรด-เบสที่กว้าง มีความเสถียร แต่เนื่องจากกัมมะราบิกเป็นสารที่มีราคาแพง ทำให้ต้นทุนการผลิตสูง [4] มอลโทเดกซ์ทรินจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งในการใช้เป็นสารเคลือบในการกักเก็บกลิ่นของอาหาร ซึ่งมีคุณสมบัติคล้ายกัน แต่เนื่องจากมอลโทเดกซ์ทรินที่ผลิตได้มีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลที่สูงทำให้เกิดปัญหาในสถานะการผลิต มอลโทเดกซ์ทรินได้จากการย่อยด้วยกรดหรือเอนไซม์ ซึ่งจะมีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลค่อนข้างกว้าง ซึ่งจะส่งผลกระทบต่อคุณสมบัติในการเป็นตัวป้องกันกลิ่นที่จะสูญเสียออกจากไมโครแคปซูล

ในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะศึกษาการแยกมอลโทเดกซ์ทรินที่มีองศาการเกิดพอลิเมอร์ (Degree of polymerization; DP) ที่แตกต่างกันให้มีการกระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลที่แคบ และทำการศึกษาสมบัติทางด้านเคมีกายภาพ เพื่อที่จะนำไปใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมอาหาร

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาวิธีการที่เหมาะสมในการแยกมอลโทเดกซ์ทรินที่ทำมาจากแป้งข้าว
2. เพื่อศึกษาสมบัติทางเคมีกายภาพของมอลโทเดกซ์ทริน

1.3 ขอบเขตและวิธีการดำเนินงานวิจัยโดยสังเขป

1. หาสถานะที่เหมาะสมในการแยกมอลโทเดกซ์ทรินที่ทำมาจากแป้งข้าว
2. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของมอลโทเดกซ์ทริน

1.4 ประโยชน์ที่จะได้รับ

1. สามารถแยกมอลโทเดกซ์ทรินที่มีองศาการเกิดพอลิเมอร์ต่าง ๆ กันในระดับห้องปฏิบัติการได้
2. เพื่อเป็นความรู้พื้นฐานในการนำไปประยุกต์ใช้ในการผลิตเป็นไมโครแคปซูลได้

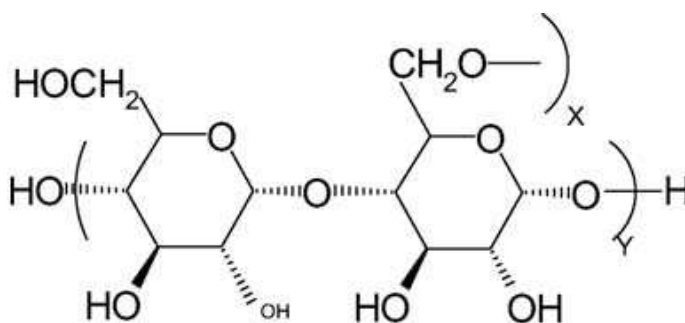
บทที่ 2

เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 มอลโทเดกซ์ทริน (Maltodextrin)

มอลโทเดกซ์ทรินเป็นผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ของแป้ง เช่น แป้งข้าวโพด แป้งมันฝรั่ง หรือข้าว เป็นต้น โดยจะมีค่าสมมูลเดกซ์โทรส (Dextrose equivalent ; DE) น้อยกว่า 20 ซึ่งค่าสมมูลเดกซ์โทรสเป็นค่าที่บ่งบอกถึงการย่อยแป้งให้เป็นน้ำตาลกลูโคส หรือ เดกซ์โทรส เช่น ค่าสมมูลเดกซ์โทรสของแป้งจะมีค่าเป็น 0 ในขณะที่ค่าสมมูลเดกซ์โทรสของ กลูโคสมีค่าเป็น 100 [5-7] ค่าสมมูลเดกซ์โทรสที่มีค่ามากจะมีสมบัติในด้านของการละลาย และ ความหวาน ในขณะที่ค่าสมมูลเดกซ์โทรสที่มีค่าต่ำจะมีสมบัติด้านการควบคุมความหนืด การยึด หรือการขึ้นรูปฟิล์ม [8] ค่าสมมูลเดกซ์โทรสจะส่งผลต่อสมบัติและลักษณะของมอลโทเดกซ์ทริน แต่การที่ค่าสมมูลเดกซ์โทรสมีค่าเท่ากันนั้นอาจให้สมบัติและส่วนประกอบของมอลโทเดกซ์ทรินที่ แตกต่างกันได้ มอลโทเดกซ์ทรินเป็นส่วนหนึ่งของพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) ประกอบไป ด้วยน้ำตาลกลูโคส (D-glucose) ต่อกันแบบ Primary α 1,4-bonds และมีค่าองศาของการเกิดพอลิ เมอร์ (Degree of polymerization ; DP) กว้างขวาง หรืออาจมีความยาวเฉลี่ยของสายโซ่ประมาณ 3 ถึง 20 โมเลกุลของกลูโคส มอลโทเดกซ์ทรินเป็นสารที่มีคุณสมบัติระหว่างแป้งกับแป้งที่ถูกย่อย ให้กลายเป็นน้ำตาล (Corn syrups) โดยจะไม่เหมือนแป้งตรงที่สามารถละลายได้ในน้ำเย็น และไม่ เหมือนแป้งที่ถูกย่อยให้กลายเป็นน้ำตาลตรงที่ไม่มีรสหวาน นอกจากนี้มอลโทเดกซ์ทรินยังมี คุณสมบัติในการละลายน้ำ มีความหนืดต่ำ มอลโทเดกซ์ทรินได้ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวาง เช่น ใน อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง อุตสาหกรรมอาหาร หรือการนำมาใช้เป็นสารเคลือบสำหรับกักเก็บกลิ่น หรือในการปรุงรส [5, 9] มอลโทเดกซ์ทรินเมื่อแตกตัวหรือถูกย่อยต่อไปจะให้น้ำตาลกลูโคสใน ที่สุด [10]

มอลโทเดกซ์ทรินสามารถผลิตได้ทั้งจากกรด หรือเอนไซม์ เช่น เอนไซม์แอลฟา-อะไมเลส [11] ในการไฮโดรไลซิสด้วยกรดนั้นผลิตภัณฑ์ที่ได้จะละลายได้ไม่สมบูรณ์ สมบัติของมอล โทเดกซ์ทรินที่นิยมนำไปใช้งานได้แก่ สมบัติการละลาย และมีความหนืดต่ำ [12]



ภาพที่ 1 โครงสร้างของมอลโทเดกซ์ทริน [13]

สมบัติของมอลโทเดกซ์ทรินขึ้นกับหลายปัจจัย เช่น เวลาในไฮโดรไลซิส ชนิดของเอนไซม์ ความเข้มข้น เป็นต้น การนำมอลโทเดกซ์ทรินไปประยุกต์การใช้งานมีมากมายได้แก่ ใช้เป็นวัสดุเคลือบ [14] หรือเป็นตัวกักเก็บกลิ่นในอุตสาหกรรมอาหาร [15]

2.2 โครมาโทกราฟี (Chromatography) [16]

โครมาโทกราฟีคือ วิธีการหรือเทคนิคที่ใช้แยกสารประกอบออกจากกัน หรือออกจากของผสมโดยอาศัยหลักการที่สารประกอบแต่ละชนิดสามารถแบ่งแยกตัวเอง (Partition) ระหว่างส่วนอยู่กับที่ (Stationary phase) และส่วนเคลื่อนที่ (Mobile phase) ทั้งนี้โดยอาศัยคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของสารประกอบนั้น ๆ ซึ่งคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของสารประกอบที่จะทำให้เกิดการแยกโดยวิธีทางโครมาโทกราฟี ได้แก่

- ความสามารถในการละลาย (Solubility) ของสารประกอบในตัวทำละลาย (Solvent) ชนิดต่าง ๆ และความสามารถในการแบ่งแยกตัวของสารประกอบในตัวทำละลายสองชนิดที่ไม่ผสมกัน

- ความสามารถในการดูดซับ (Adsorption) โดยของแข็งที่มีรูต่อสารประกอบต่าง ๆ
- ความสามารถในการระเหย (Volatility) ของสารประกอบที่อุณหภูมิต่าง ๆ

2.3 องค์ประกอบของโครมาโทกราฟี (Chromatography system) ประกอบด้วย

2.3.1 ส่วนอยู่กับที่ (Stationary phase)

คือส่วนที่ทำหน้าที่ดูดซับ โดยส่วนอยู่กับที่จะมีความสามารถในการดูดซับหรือการละลายต่อสารประกอบแต่ละชนิดไม่เท่ากัน ซึ่งมีทั้งที่เป็นของแข็งและของเหลว โดยส่วนที่เป็นของแข็งจะมีขนาดเล็กและมีรูบนพื้นผิว ถ้าเป็นของเหลวจะอยู่ในลักษณะเป็นชั้นบาง ๆ เคลือบอยู่บนตัวรองรับ (Support)

2.3.2 ส่วนเคลื่อนที่ (Mobile phase)

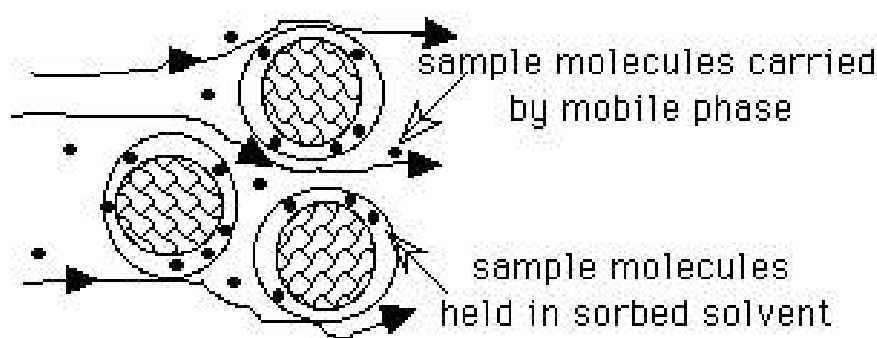
คือส่วนที่เคลื่อนที่ผ่านสารตัวอย่างที่ถูกดูดซับหรือสารละลายอยู่ในสารที่อยู่กับที่ พร้อมกับพาสารประกอบบางชนิดไปด้วย

2.4 การจำแนกชนิดของโครมาโทกราฟีอาจทำได้หลายแบบ โดยพิจารณาจาก

1. ชนิดของส่วนอยู่กับที่

ชนิดของส่วนอยู่กับที่แบ่งได้เป็นการแยกโดยความสามารถของตัวดูดซับ (Adsorption chromatography) และการแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัว (Partition chromatography)

1.1 การแยกโดยความสามารถของตัวดูดซับ โดยความสามารถในการดูดซับจะแตกต่างกันไปตามชนิดของส่วนเคลื่อนที่ ซึ่งขบวนการจะเกิดขึ้นเมื่อส่วนเคลื่อนที่เคลื่อนที่ผ่านรูบนพื้นผิวของตัวดูดซับ (Adsorbent) ซึ่งดูดซับสารต่าง ๆ ไว้ และจะพาสารประกอบบางชนิดไปด้วย การที่สารประกอบชนิดใดจะถูกเคลื่อนที่ไปก่อนหรือหลังนั้นขึ้นกับคุณสมบัติเฉพาะตัวของสารนั้น โดยสารที่สามารถละลายได้ดีในส่วนเคลื่อนที่ก็จะถูกพาออกมาก่อน ในขณะที่สารที่ละลายได้ดีในส่วนอยู่กับที่ก็จะถูกพาออกมาทีหลัง



ภาพที่ 2 การละลายของโมเลกุลของสารในส่วนอยู่กับที่ และการเข้ามาอยู่ของสารในส่วนเคลื่อนที่ [17]

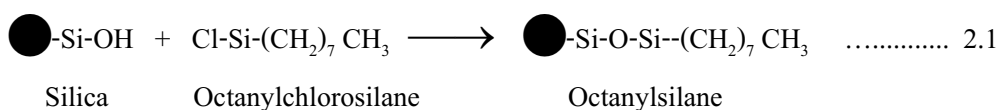
ตารางที่ 1 ชนิดของสารละลายเรียงตามลำดับความสามารถในการอยู่ในคอลัมน์โครมาโทกราฟีแบบปกติ และชนิดโครมาโทกราฟีแบบผกผัน [18]

โครมาโทกราฟีแบบผกผัน	สารละลาย	โครมาโทกราฟีแบบปกติ
อยู่ในคอลัมน์นาน (Most retained) ↓ อยู่ในคอลัมน์ไม่นาน (Least retained)	ฟลูออโรคาร์บอน (Fluorocarbon) ไฮโดรคาร์บอนที่อิ่มตัว (Saturated hydrocarbon) ไฮโดรคาร์บอนที่ไม่อิ่มตัว (Unsaturated hydrocarbon) สารประกอบเฮไลด์และ เอสเตอร์ (Halides and Esters) แอลดีไฮด์และคีโตน (Aldehydes and ketones) กรดและเบส (Acids and bases) แอลกอฮอล์และไทออล (Alcohol and thiols)	อยู่ในคอลัมน์ไม่นาน (Least retained) ↑ อยู่ในคอลัมน์นาน (Most retained)

1.2 การแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัว ประกอบด้วยส่วนอยู่กับที่เป็นของเหลวซึ่งเคลือบเป็นชั้นบาง ๆ บนตัวรองรับ โดยกระบวนการในการแยกจะอาศัยความแตกต่างของสารในสารผสมที่มีการกระจายตัวในส่วนเคลื่อนที่และส่วนอยู่กับที่ สารที่กระจายตัวได้ดีในส่วนเคลื่อนที่จะเคลื่อนที่ไปกับตัวทำละลายได้เร็วกว่าที่กระจายตัวได้ดีในส่วนอยู่กับที่ ดังภาพที่ 2 และถ้าพิจารณาจากความมีขั้วของของเหลวที่ใช้เป็นส่วนอยู่กับที่ในโครมาโทกราฟีแบบแบ่งแยกตัว สามารถแบ่งได้ 2 ประเภทคือ

1.2.1 โครมาโทกราฟีแบบปกติ (Normal phase partition chromatography) คือส่วนอยู่กับที่เป็นของเหลวที่มีขั้ว เช่น น้ำ แอลกอฮอล์ และมีส่วนเคลื่อนที่เป็นของเหลวที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วต่ำกว่าส่วนอยู่กับที่ เช่น บิวทานอล คลอโรฟอร์ม เทคนิคนี้ใช้ในการแยกสารที่มีขั้วขนาดเล็กพวกกรดอะมิโน เป็นต้น

1.2.2 โครมาโทกราฟีแบบผันกลับ (Reversed phase partition chromatography) [19, 20] คือส่วนอยู่กับที่จะเป็นของเหลวที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วต่ำ เช่น สารอินทรีย์ประเภทแอลคิลซึ่งมีคาร์บอน 8 หรือ 18 โมเลกุล เพื่อแยกสารที่มีสภาพขั้วต่ำออกจากกัน และมีส่วนเคลื่อนที่เป็นของเหลวที่มีขั้วสูงกว่าไลสารที่ต้องการออกมาจากคอลัมน์ เช่น น้ำ สารละลายแอลกอฮอล์ โดยสารตัวอย่างที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วต่ำนี้จะเคลื่อนที่มากับส่วนเคลื่อนที่แล้วเกิดการกระจายตัวได้ในส่วนอยู่กับที่มากกว่า จึงเคลื่อนที่ออกจากคอลัมน์ช้ากว่า ดังสมการที่ 2.1



2. ชนิดของส่วนเคลื่อนที่

สามารถแบ่งส่วนเคลื่อนที่ออกเป็นทั้งส่วนที่เป็นของเหลวและแก๊ส โดยส่วนที่เป็นของเหลวแบ่งออกเป็นการแยกโดยความสามารถของตัวถูกดูดซับ กับการแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัว และส่วนเคลื่อนที่เป็นแก๊สจะมี Gas-solid chromatography และ Gas-liquid chromatography

2.1 Gas-solid chromatography หรือการแยกโดยความสามารถของตัวถูกดูดซับ คือส่วนอยู่กับที่เป็นของแข็งและส่วนเคลื่อนที่เป็นแก๊ส ในวิธีนี้สารประกอบที่แยกได้จะต้องสามารถระเหยได้ที่อุณหภูมิใดอุณหภูมิหนึ่ง โดยสารประกอบที่ถูกดูดซับได้ดีและระเหยได้ยากหรือที่อุณหภูมิสูง จะถูกแยกออกมาทีหลัง

2.2 Gas-liquid chromatography หรือการแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัว คือส่วนอยู่กับที่เป็นของเหลวที่เคลือบเป็นชั้นบาง ๆ บนตัวรองรับ และมีส่วนเคลื่อนที่เป็นแก๊ส การแยกของสารประกอบชนิดต่าง ๆ เกิดได้โดยอาศัยความสามารถในการละลายของสารประกอบในของเหลวและความสามารถในการระเหยที่อุณหภูมิต่าง ๆ

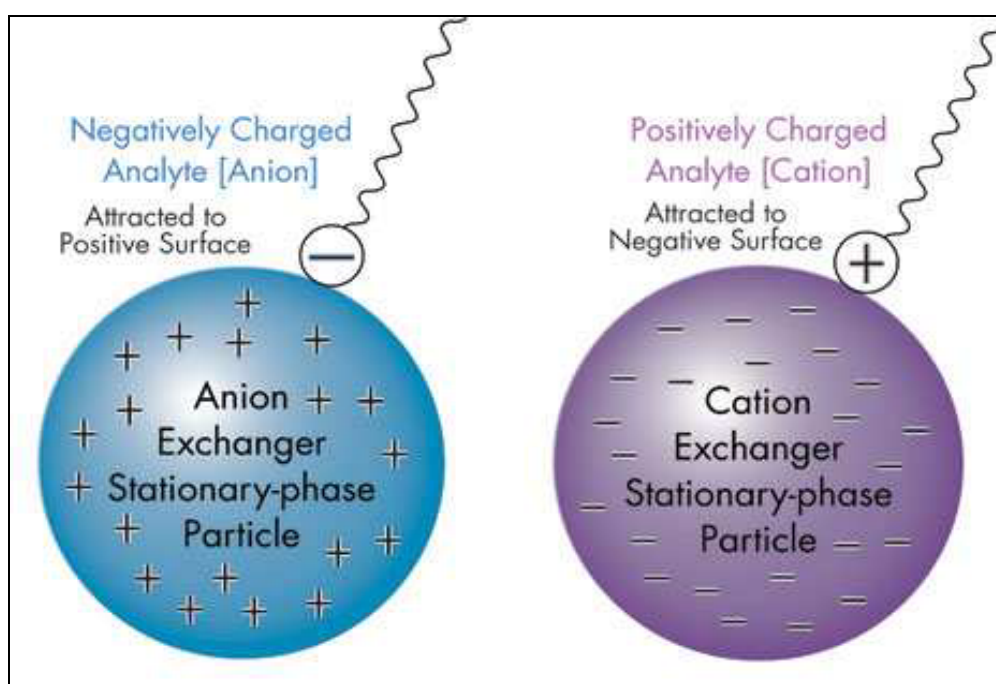
3. ชนิดของกลไก

การจำแนกชนิดของโครมาโทกราฟีโดยพิจารณาจากกลไกที่ทำให้เกิดการแยกสามารถแบ่งได้ดังนี้

3.1 การแยกโดยความสามารถของตัวถูกดูดซับ คือ แรงที่เกิดขึ้นในกระบวนการนี้เกี่ยวข้องกับการดูดซับของตัวดูดซับ และการละลายของสารประกอบในของเหลว หรือการระเหยของสารประกอบที่อุณหภูมิต่าง ๆ

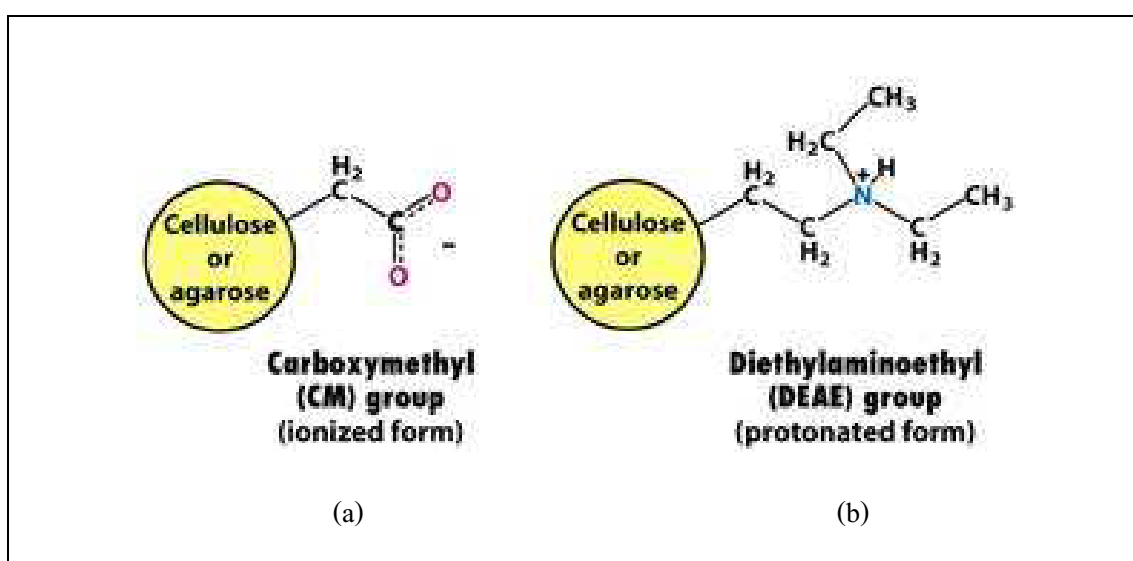
3.2 การแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัว คือ แรงที่เกิดขึ้นในกระบวนการนี้เกี่ยวข้องกับความสัมพันธ์ของการละลายของสารประกอบในส่วนอยู่กับที่ และส่วนเคลื่อนที่ หรือการละลายของสารประกอบในส่วนอยู่กับที่ และการระเหยของสารประกอบที่อุณหภูมิต่าง ๆ

3.3 การแยกโดยการแลกเปลี่ยนประจุ (Ion-exchange chromatography) คือ โครมาโทกราฟีของส่วนอยู่กับที่มีคุณสมบัติเป็นกรดหรือเป็นด่าง ตัวแลกเปลี่ยนประจุมี 2 แบบ คือ ตัวแลกเปลี่ยนประจุบวก (Cation-exchanger) และตัวแลกเปลี่ยนประจุลบ (Anion-exchanger) ซึ่งประกอบด้วยตัวค้ำจุนเป็นของแข็ง ไม่ละลายน้ำ โดยมีหมู่ที่มีประจุติดกับตัวค้ำจุนด้วยพันธะโควาเลนต์ และมีประจุตรงข้ามจับกับหมู่ที่มีประจุบนตัวค้ำจุนด้วยพันธะไอออนิก ตัวแลกเปลี่ยนประจุบวกที่มีหมู่บนตัวค้ำจุนเป็นประจุลบ จะจับกับประจุบวกเพื่อรักษาสมดุลไฟฟ้า ในขณะที่ตัวแลกเปลี่ยนประจุลบ ตัวค้ำจุนจะมีประจุเป็นบวกและทำหน้าที่แลกเปลี่ยนประจุลบแสดงดังภาพที่ 3 ในกรณีที่เป็นกรดจะประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันด้านที่เป็นกรด เช่น หมู่คาร์บอกซิลิก ($-\text{COOH}$) กรดซัลฟิวริก ($-\text{SO}_3\text{H}$) ในกรณีที่เป็นด่างประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่เป็นเบส เช่น เอมีน หมู่เอมีนจตุรภูมิ



ภาพที่ 3 โครงสร้างของตัวแลกเปลี่ยนประจุลบและตัวแลกเปลี่ยนประจุบวก [21]

ซึ่งหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้จะเกาะอยู่กับสายโซ่พอลิเมอร์หรือตัวค้ำจุนที่ไม่ละลายในตัวทำละลาย
 ธรรมดา รวมทั้งน้ำด้วย ดังนั้นการแยกโดยแลกเปลี่ยนประจุจึงใช้สำหรับการแยกสารที่เป็นไอออน
 เช่น กรด หรือด่าง ตัวแลกเปลี่ยนประจุลบที่นิยมใช้ได้แก่ คีอีเออี-เซลลูโลส (DEAE-Cellulose)
 ในขณะที่ตัวแลกเปลี่ยนประจุบวกจะนิยมใช้ซีเอ็ม-เซลลูโลส (CM-Cellulose) [22, 23] แสดงดัง
 ภาพที่ 4 ประจุบนคีอีเออี-เซลลูโลส และซีเอ็ม-เซลลูโลส



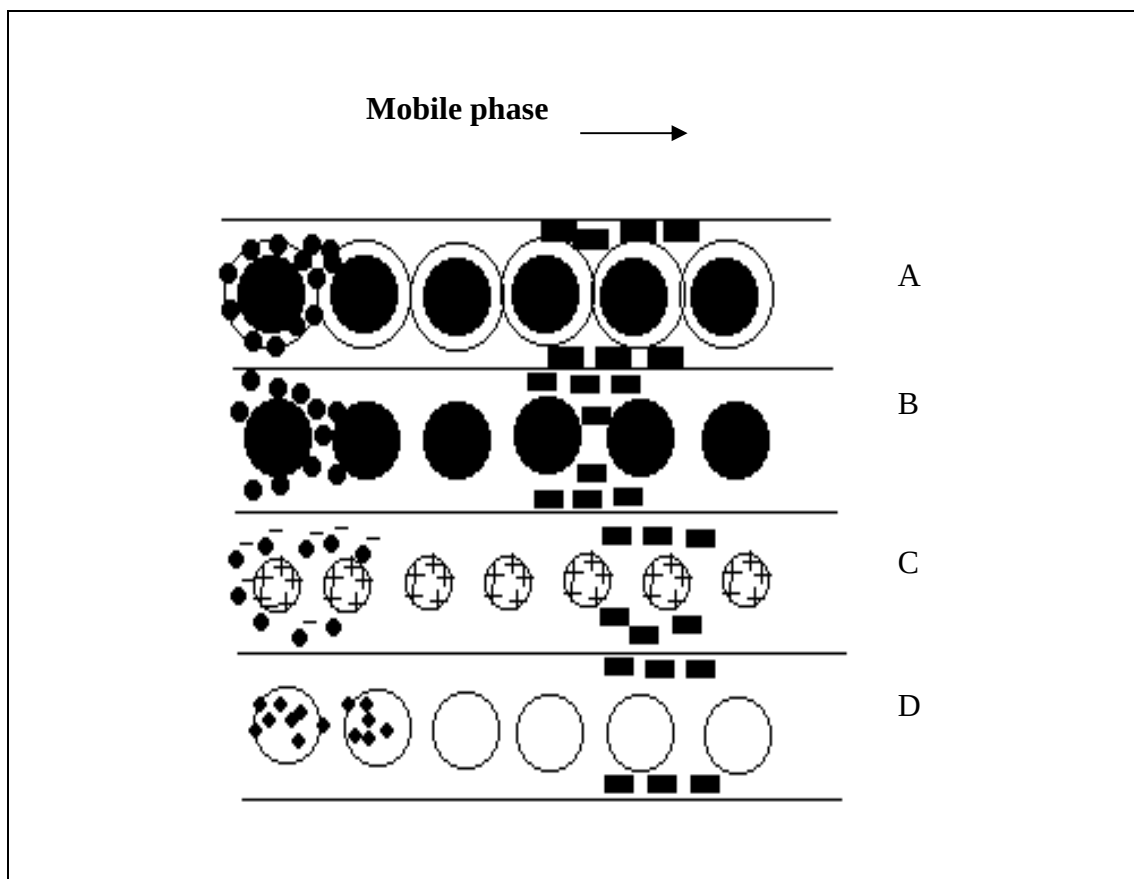
ภาพที่ 4 โครงสร้างของ (a) ซีเอ็ม-เซลลูโลส และ (b) คีอีเออี-เซลลูโลส [24]

Jing Li และคณะ [25] ได้ศึกษาการแยกและการประมาณค่าของ
 คาร์โบไฮเดรตด้วยเทคนิคการแยกโดยการแลกเปลี่ยนประจุลบ โดยใช้ Evaporation light-scattering
 (ELSD) เป็นตัวตรวจวัด ในการทดลองจะใช้โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เป็นส่วนเคลื่อนที่
 เนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกซีทำหน้าที่เป็นตัวชะจะทำให้มีความว่องไวสูง และมีการตอบสนองแบบ
 เส้นตรงในการวิเคราะห์ แต่พบว่าหมู่ไฮดรอกซีจะไปจับกับคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) เป็นผลให้
 เกิดการปนเปื้อนของพวกคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งจะมีผลต่อค่า Retention ในการวิเคราะห์จึงใช้
 เทคนิค Reagent free ในการ Generate โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เพื่อกลายเป็นไฮดรอกไซด์ที่
 บริสุทธิ์ การแยกคาร์โบไฮเดรตจะได้สารพื้นฐานสามชนิด คือ น้ำตาลกลูโคส น้ำตาลซูโครส และ
 น้ำตาลฟรุคโตส โดยเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ จะใช้เวลาในการวิเคราะห์
 มากขึ้น เนื่องจากเกิดแรงจับกันระหว่างไอออนของคาร์โบไฮเดรตกับส่วนอยู่กับที่มาก แต่สารที่
 แยกออกมาได้จะใช้ระยะเวลาที่สั้น จากการทดลองความเข้มข้นของโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่

เหมาะสมในการแยกคาร์โบไฮเดรต คือ 32 มิลลิโมลต่อลิตร จึงใช้ความเข้มข้นนี้ในการวิเคราะห์หา น้ำตาลกลูโคส น้ำตาลซูโครส และน้ำตาลฟรุคโตสของน้ำโคคาโคล่า และน้ำผลไม้

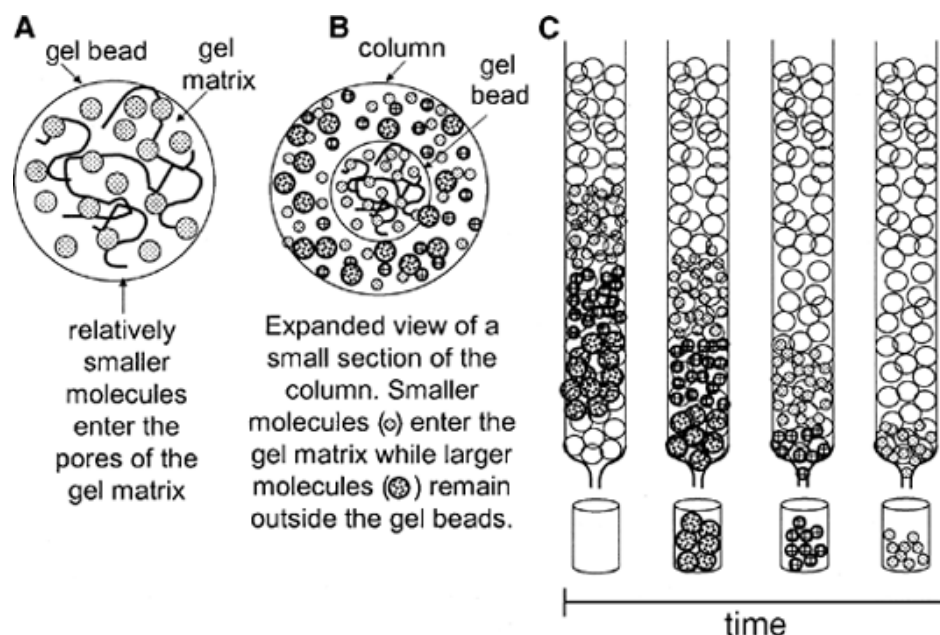
M. Jochum และคณะ[26] ได้วิเคราะห์คาร์โบไฮเดรตโดยใช้โคพอลิเมอร์ของพอลิสไตรีนกับไดไวนิลเบนซีน (Polystyrene-divinylbenzene) เป็นส่วนอยู่กับที่ในการแยก ด้วยเทคนิคการแลกเปลี่ยนประจุลบที่มีตัวตรวจวัดเป็น Amperometric (PAD) ในการทดลองจะ สังเคราะห์ส่วนอยู่กับที่ด้วยเทคนิคอิมัลชัน (Emulsion) 2 ขั้นตอน จากนั้นนำไปปรับให้มีหมู่ของอะมิโนบนโคพอลิเมอร์ของพอลิสไตรีนกับไดไวนิลเบนซีน ซึ่งในการทดลองจะใช้ส่วนอยู่กับที่ ขนาด 3 ไมโครเมตรเปรียบเทียบกับขนาด 5 ไมโครเมตร และส่วนเคลื่อนที่คือโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นส่วนผสมหลักโดยจะมีอัตราการไหล (Flow rate) คงที่ 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที สำหรับส่วนอยู่กับที่ ขนาด 3 ไมโครเมตร และที่อัตราการไหลคงที่เป็น 1.0 มิลลิลิตรต่อนาทีสำหรับส่วนอยู่กับที่มี ขนาด 5 ไมโครเมตร ในการเปรียบเทียบการแยกโมโนแซ็กคาไรด์ ไดแซ็กคาไรด์ และโอลิโกแซ็กคาไรด์ (Oligosaccharide) โดยทั่วไปแล้วไดแซ็กคาไรด์จะแสดงค่า Retention time มากกว่า โมโนแซ็กคาไรด์ เนื่องจากจำนวนประจุลบของไดแซ็กคาไรด์มีมากกว่าโมโนแซ็กคาไรด์ตามการ เพิ่มขึ้นของหมู่ไฮดรอกซี ในทำนองเดียวกันค่า Retention time ของโอลิโกแซ็กคาไรด์ก็จะมากกว่า ทั้งโมโนแซ็กคาไรด์และไดแซ็กคาไรด์ จากการทดลองพบว่าผลของขนาดโคพอลิเมอร์เป็น 3 ไมโครเมตรจะเหมาะสมกับการแยกโมโนแซ็กคาไรด์ ในขณะที่ 5 ไมโครเมตรเหมาะสมกับการแยก ไดแซ็กคาไรด์และโอลิโกแซ็กคาไรด์

3.4 การแยกโดยการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอน (Electron-exchange chromatography) คือ โครมาโทกราฟีที่มีส่วนอยู่กับที่มีหมู่ฟังก์ชันที่มีคุณสมบัติเป็นตัวออกซิไดซ์ หรือตัวถูกรีดิวซ์ ซึ่งจะเกาะอยู่บนสายโซ่พอลิเมอร์คล้ายกับในการแยกโดยการแลกเปลี่ยนประจุ และส่วนเคลื่อนที่ก็จะเป็นตัวออกซิไดซ์หรือตัวถูกรีดิวซ์เช่นกัน กลไกในการแยก คือ เกิดการแข่งขันระหว่างส่วนอยู่กับที่ และส่วนเคลื่อนที่ในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือปฏิกิริยารีดักชัน กับสารตัวอย่างที่ต้องการแยก



ภาพที่ 5 กลไกการแยกในโครมาโทกราฟีแต่ละชนิด (a) Partition (b) Adsorption (c) Ion-exchange (d) Size-exclusion [20]

3.5 การแยกตามขนาดโดยใช้รูพรุนของเจลเป็นตัวกรอง (Gel-filtration chromatography) หรือ Size-exclusion chromatography (SEC) คือ โครมาโทกราฟีที่มีส่วนอยู่กับที่เป็นสารรูเล็ก ๆ ที่ทราบขนาดรู เช่น Sephadex คือพวกร่างแหของพอลิเดกซ์แทรน ซึ่งส่วนอยู่กับที่ ต้องไม่เกิดปฏิกิริยาได้ง่าย และมีความสามารถที่จะเลือกดูดซับ โมเลกุลที่มีขนาดพอดีกับรูที่พื้นผิว ดังนั้นการแยกจะเกี่ยวข้องกับขนาดของโมเลกุลของสารประกอบเพียงอย่างเดียว แต่การคัดกรองขนาดโมเลกุลอาจเกิดขึ้นพร้อมกับการแลกเปลี่ยนประจุด้วย ซึ่งอาจทำให้ประสิทธิภาพของการแยกเพิ่มขึ้นหรืออาจลดลงได้ [22] การแยกตามขนาดโดยใช้รูพรุนนี้สำหรับแยกสารทั้งที่เป็นไอออนิก และไม่เป็นไอออนิกดังภาพที่ 6



ภาพที่ 6 การแยกตามขนาดโดยใช้รูพรุนของเจลเป็นตัวกรอง [27]

D.Richard และคณะ[8] ได้ศึกษาพฤติกรรมของเดกซ์ทรินที่มีค่าสมมูลเดกซ์โทรสต่างกันโดยนำเทคนิคการแยกตามขนาดที่มีตัวตรวจวัดเป็น Multi angle light scattering refractive index และใช้ Disodium hydrogenphosphate กับ Potassium dihydrogenphosphate เป็นส่วนเคลื่อนที่ ที่อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อนาที เทียบกับเทคนิคการแลกเปลี่ยนประจุลบที่มีตัวตรวจวัดเป็น Pulsed amperometric โดยมีโซเดียมไฮดรอกไซด์และโซเดียมอะซิเตทเป็นส่วนเคลื่อนที่ ที่อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาที ในการทดลองจะวิเคราะห์เดกซ์ทรินที่มีค่าสมมูลเดกซ์โทรสเป็น 10 เทียบกับค่าสมมูลเดกซ์โทรสที่ 20 จากเทคนิคการแลกเปลี่ยนประจุลบการแยกเดกซ์ทรินที่มีค่าสมมูลเดกซ์โทรสเป็น 10 สามารถเห็นอัตราส่วนของสารประกอบมากกว่าที่ค่าสมมูลเดกซ์โทรสเป็น 20 โดยจะสามารถแยกได้ดีจนถึงองศาการเกิดพอลิเมอร์เท่ากับ 7 และจากเทคนิคการแยกตามขนาด จะอาศัยหลักการของขนาดใหญ่ออกมาก่อน ขนาดเล็กออกมาทีหลัง โดยวิเคราะห์ผลจากตัวตรวจวัด Light scattering จะตรวจวัดโดยอาศัยการแยกตามขนาดและตามความเข้มข้น ในขณะที่ตัวตรวจวัด Refractive index จะตรวจวัดโดยอาศัยความเข้มข้นเท่านั้น เมื่อนำ 2 เทคนิคมารวมกันจะสามารถคำนวณค่าของ Molar mass ได้ นั่นคือเทคนิคการแลกเปลี่ยนประจุลบที่มีตัวตรวจวัดเป็น Pulsed amperometric สามารถวิเคราะห์ลักษณะโพลิเมอร์แคปไซค์ และเทคนิคการแยกตามขนาดที่มีตัวตรวจวัดเป็น Multi angle light scattering refractive index สามารถเข้าใจการ

กระจายตัวของน้ำหนักโมเลกุลด้วย โดยทั้งสองเทคนิคทำให้สามารถเข้าใจถึงความสัมพันธ์ของลักษณะของโอลิโกแซ็กคาไรด์ ค่าสมมูลเดกซ์โทรส และกระบวนการไฮโดรไลซิส

Anne Jodelet และคณะ [28] ได้ศึกษาการแยกและการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิคเอ็นเอ็มอาร์สเปกโทรสโกปี (NMR) ของแอลฟาเดกซ์ทรินที่มีตำแหน่งกิ่งต่างกัน ในการทดลองจะใช้เอนไซม์สลายโครงสร้างของเดกซ์ทริน และจะใช้เทคนิคการแยกตามขนาดโดยใช้รูพรุนของเจลเป็นตัวกรองที่มีโพรตีนอะซีเตทเป็นตัวทำละลายในการคัดแยกองค์ประกอบของเดกซ์ทรินออกมา จากนั้นจะใช้เทคนิคการแลกเปลี่ยนประจุลบที่มีตัวตรวจวัดเป็น PAD และมีส่วนเคลื่อนที่เป็นโซเดียมไฮดรอกไซด์กับโซเดียมอะซีเตท ที่อัตราการไหล 1.0 มิลลิลิตรต่อนาทีเป็นตัวตรวจสอบและใช้ในการตรวจสอบหาสัดส่วนของเดกซ์ทริน โดยพบว่าถ้าใช้เทคนิคการแลกเปลี่ยนประจุลบจะให้พีคหลักเพียงพีคเดียว ในขณะที่เทคนิคเอ็นเอ็มอาร์สเปกโทรสโกปีที่ต้องสารการเกิดพอลิเมอร์เท่ากับ 6, 7 และ 8 จะเป็นการผสมกันของไอโซเมอร์ (Isomer)

4. ชนิดของเครื่องมือหรือเทคนิคที่ใช้

การจำแนกชนิดของโครมาโทกราฟีโดยพิจารณาเครื่องมือหรือเทคนิคที่ใช้สามารถแบ่งได้ดังนี้

4.1 โครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง (Thin-layer chromatography; TLC)

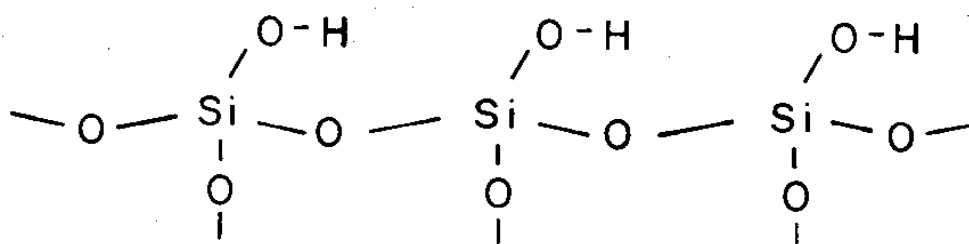
คือ โครมาโทกราฟีชนิดที่มีส่วนอยู่กับที่มีลักษณะเป็นชั้นบาง ๆ แผ่นกระจายอยู่บนตัวรองรับ เช่น แผ่นแก้ว แผ่นกระดาษ และส่วนเคลื่อนที่เป็นของเหลว โดยโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางนี้อาจใช้หลักการของการแยกโดยอาศัยความสามารถของตัวถูกดูดซับหรือความสามารถในการแบ่งแยกตัวก็ได้ ขึ้นกับส่วนอยู่กับที่ของโครมาโทกราฟี โดยโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางประกอบด้วย 2 ส่วน ดังนี้

4.1.1 ของแข็งที่ทำหน้าที่เป็นตัวดูดซับ ตัวดูดซับที่ใช้มีทั้งที่เป็นสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์โดยส่วนใหญ่จะมีขนาดเล็กอยู่ระหว่าง 5 ถึง 50 ไมโครเมตร ตัวดูดซับที่นิยมใช้กันมาก ได้แก่ ซิลิกาเจล อะลูมินา รองลงมาได้แก่ เซลลูโลส นอกจากนี้ยังมีผงถ่าน แคลเซียมคาร์บอเนต ฤทธิ์ของผงถ่านเป็นที่นิยมน้อยมากเนื่องจากมีสีดำ ทำให้สังเกตเห็นแถบสีของสารประกอบที่แยกได้ยาก ส่วนตัวที่เป็นสารอินทรีย์สังเคราะห์ได้แก่ พอลิเอไมด์ เป็นต้น ในการเคลือบตัวดูดซับลงบนตัวรองรับมักจะเติมสารที่สามารถทำให้ตัวดูดซับกระจายตัวบนตัวรองรับในลักษณะเป็นชั้นบาง ๆ และไม่ทำให้ตัวดูดซับร่วงหล่นออกมา ตัวที่เติมลงไปเรียกว่าตัวช่วยการยึดเกาะ (Binder) ซึ่งตัวช่วยในการยึดเกาะที่นิยมใช้ได้แก่ แคลเซียมซัลเฟต (CaSO_4) แป้ง หรือซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ๆ

ซิลิกาเจล (Silica gel) [16, 29]

เป็นสารอินทรีย์ที่มีลักษณะเป็นผงละเอียด แต่ละเม็ด (Grain) จะมีรูหรือช่องว่าง (Pore หรือ Cavity) โดยธรรมชาติซิลิกาเจลมีคุณสมบัติเป็นกรดอ่อน ขนาดของเม็ดอยู่ระหว่าง 5 ถึง 50 ไมโครเมตร เหมาะสำหรับใช้แยกสารที่เป็นกลาง ซิลิกาเจลที่มีจำหน่ายตามท้องตลาดมีหลายแบบให้เลือกเช่น

- Silica gel H คือ ซิลิกาเจลที่ไม่มีตัวช่วยยึดเกาะผสมอยู่
- Silica gel G คือ ซิลิกาเจลที่มีแคลเซียมซัลเฟตผสมอยู่เพื่อเป็นตัวช่วยยึดเกาะ
- Silica gel GF คือ ซิลิกาเจลที่มีแคลเซียมซัลเฟตและฟลูออเรสเซนต์ผสมอยู่



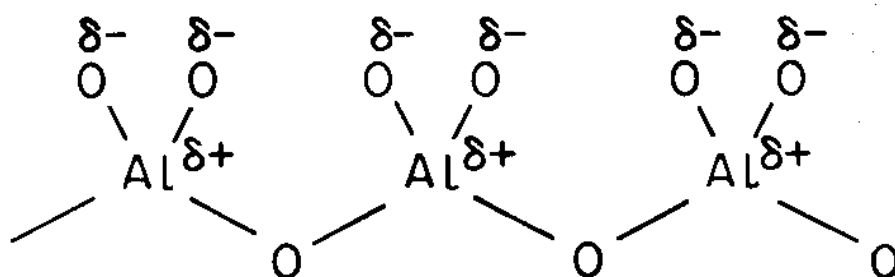
ภาพที่ 7 โครงสร้างซิลิกาเจล [29]

อะลูมินา (Aluminium oxide)

เป็นสารอินทรีย์ที่นิยมใช้รองลงมาจากซิลิกา ขนาดของอะลูมินาที่ใช้ในโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางควรเล็กกว่า 60 ไมโครเมตร โดยธรรมชาติอะลูมินามีคุณสมบัติเป็นด่าง แต่สามารถเปลี่ยนแปลงให้เป็นกรด หรือกลางได้ อะลูมินาที่มีจำหน่ายตามท้องตลาดมีหลายแบบเช่น

- Acidic alumina คืออะลูมินาที่ถูกเปลี่ยนแปลงให้มีคุณสมบัติเป็นกรดอ่อน
- Basic alumina คือ อะลูมินาธรรมชาติที่มีคุณสมบัติเป็นด่าง

- กลาง
- Neutral alumina คืออะลูมินาที่ถูกเปลี่ยนแปลงให้เป็น
 - Aluminium oxide G คืออะลูมินาที่มีแคลเซียมซัลเฟต
 - Aluminium oxide GF คืออะลูมินาที่มีแคลเซียมซัลเฟต
- ผสมอยู่เพื่อเป็นตัวยึดเกาะ
- และฟลูออเรสเซนต์ผสมอยู่

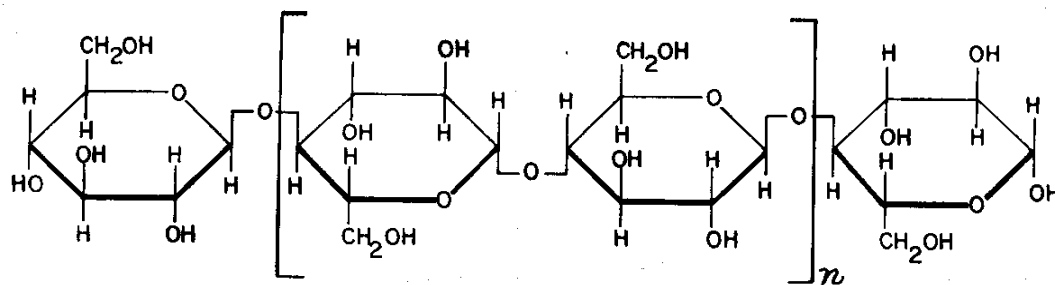


ภาพที่ 8 โครงสร้างอะลูมินา [29]

เซลลูโลส (Cellulose)

เป็นสารอินทรีย์จำพวกอนุพันธ์ของคาร์โบไฮเดรต ประกอบด้วยหน่วยของเซลลูโลสเชื่อมต่อกันโดยพันธะเบต้าหนึ่งสี่ไกลโคซิดิก (β -1,4-glycosidic bond) แต่ละหน่วยเล็กมีหมู่ไฮโดรฟิลิก (Hydrophilic) อยู่ ทำให้เหมาะสำหรับแยกสารพวกไฮโดรฟิลิก แป้งเซลลูโลสที่ใช้ในโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางมี 2 ชนิด คือ ชนิดที่เป็นเส้นใย (Fibrous) และชนิดที่เป็นผงเล็ก ๆ (Microcrystalline) สำหรับเซลลูโลสที่มีจำหน่ายได้แก่

- แป้งเซลลูโลสเอ็มเอ็น 300 (Cellulose MN 300) คือ แป้งเซลลูโลสที่ไม่มีตัวช่วยยึดเกาะผสมอยู่ และมีขนาดเส้นใยระหว่าง 2 ถึง 20 ไมโครเมตร
- แป้งเซลลูโลสเอ็มเอ็น 300 จี (Cellulose MN 300 G) คือ แป้งเซลลูโลสที่มีแคลเซียมซัลเฟตผสมอยู่เป็นตัวช่วยยึดเกาะ



ภาพที่ 9 โครงสร้างเซลลูโลส [30]

4.1.2 ส่วนที่ทำหน้าที่รองรับตัวดูดซับ จะมีลักษณะเป็นแผ่นบาง ๆ แต่ที่นิยมใช้เป็นแท่งแก้ว หรือกระจกเนื่องจากทนความร้อนได้ดี หาง่าย และราคาถูก โดยจะต้องมีผิวหน้าที่เรียบสม่ำเสมอ โดยตัวรองรับที่ใช้มีขนาดต่าง ๆ ดังนี้

- โครมาโทกราฟีแบบชั้นบางไมโคร (Micro-layer TLC) ใช้แท่งแก้วเล็ก ๆ ขนาด Microscopic slide

- โครมาโทกราฟีแบบชั้นบางมาโคร (Macro-layer TLC) ใช้แท่งแก้วทนความร้อนที่มีความหนา 0.5 เซนติเมตร และขนาดกว้างยาวต่างกัน เช่น 10×20 เซนติเมตรหรือ 20×20 เซนติเมตร

- Preparative TLC ใช้แท่งแก้วทนความร้อนขนาดใหญ่ ใช้ในการแยกสารประกอบจำนวนมาก

การเลือกส่วนเคลื่อนที่ (Mobile phase)

ส่วนเคลื่อนที่เป็นองค์ประกอบสำคัญของโครมาโทกราฟี โดยในการเลือกต้องเลือกให้เหมาะสม ส่วนเคลื่อนที่จะเป็นของเหลวซึ่งอาจจะเป็นตัวทำละลายบริสุทธิ์ชนิดเดียว หรือส่วนผสมของตัวทำละลายหลาย ๆ ชนิด การเลือกส่วนเคลื่อนที่อาจพิจารณาจาก Eluotropic series ของตัวทำละลายดังตารางที่ 2

ตารางที่ 2 Eluotropic series ของตัวทำละลายต่าง ๆ [16]

ความมีขั้ว	ชนิดของสาร
Non-polar	Light petroleum (ether, hexane, heptane etc.)
	Cyclohexane
	Carbon tetrachloride
	Trichloroethylene
	Toluene
	Benzene
	Dichloromethane
	Chloroform
	Ethyl ether
	Ethyl acetate
	Acetone
	n-propanol
	Ethanol
	Methanol
Polar	Water

โดยตารางที่ 2 เป็นการจัดเรียงตัวทำละลายชนิดต่าง ๆ ตามลำดับของความมีขั้ว โดยเริ่มจากตัวทำละลายที่ไม่มีขั้ว ตามด้วยตัวทำละลายที่มีขั้วเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนถึงน้ำที่จัดว่ามีความมีขั้วสูงสุด และเนื่องจากมีปัจจัยที่เกี่ยวข้องหลายอย่าง โดยเฉพาะกลไกที่เกิดขึ้นในโครมาโทกราฟี แต่ละแบบ ได้แก่

1. ชนิดของสารประกอบที่เป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่าง ถ้าพิจารณาจากความมีขั้ว สามารถแบ่งได้เป็นตัวที่มีขั้วและไม่มีขั้ว โดยอาศัยหลักการที่ว่าสารประกอบที่มีขั้วจะละลายได้ดีในตัวทำละลายที่มีขั้ว ซึ่งถ้าสารตัวอย่างมีขั้วควรเลือกตัวทำละลายที่มีขั้วโดยเริ่มจากตัวที่มีขั้วต่ำ ๆ แล้วจึงค่อยเปลี่ยนเป็นชนิดที่มีขั้วเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ ในอัตราส่วนต่างกัน

2. ชนิดของกลไกที่เกิดขึ้นในโครมาโทกราฟี หมายถึง กลไกการเกิดการแยกโดยความสามารถของตัวดูดซับ และการแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัว ซึ่งกลไกการ

แยกโดยความสามารถของตัวดูดซับอาจเป็นสารที่มีขั้วหรือไม่มีขั้ว ถ้าเป็นสารที่มีขั้วต้องใช้ส่วนเคลื่อนที่ที่มีขั้วจึงจะสามารถชะเอาสารตัวอย่างออกจากตัวดูดซับได้ ในกรณีของการแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัวซึ่งมีส่วนอยู่กับที่เป็นของเหลว จะต้องเลือกส่วนเคลื่อนที่ไม่ผสมกับส่วนอยู่กับที่ และสามารถที่จะละลายในสารตัวอย่างได้มากกว่าจึงจะสามารถชะเอาสารตัวอย่างออกจากส่วนอยู่กับที่ได้

Katarina Reiffova และคณะ [31] นำเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางมาวิเคราะห์ฟรุคโตโอลิโกแซ็กคาไรด์ (Fructooligosaccharide) เนื่องจากเทคนิคนี้มีความสะดวก รวดเร็ว ง่าย และราคาถูก ฟรุคโตโอลิโกแซ็กคาไรด์ คือน้ำตาลเชิงซ้อนที่เป็นรูปแบบที่บริสุทธิ์และเข้มข้นที่สุดที่พบได้ ให้พลังงานต่ำและจัดเป็นสารเส้นใยที่ละลายน้ำได้ พบได้ในธรรมชาติ ในผัก ผลไม้และเมล็ดพืชหลายชนิด [32] ในการทดลองโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางจะใช้สารผสมระหว่างบิวทานอล (Butanol) เอทานอล (Ethanol) และน้ำด้วยอัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 เป็นส่วนเคลื่อนที่ และใช้ไดฟีนิลามีน (Diphenylamine) อะนิลีน (Aniline) กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid) ในอะซีโตนเป็นตัวทำให้เกิดสี ในการทดลองจะใช้สารมาตรฐานคือน้ำตาลกลูโคส น้ำตาลซูโครส น้ำตาลฟรุคโตส ในการวิเคราะห์เทียบผลกับ Raftified มอลโทเดกซ์ทริน และ Raftilose พบว่าน้ำตาลฟรุคโตสหรือน้ำตาลกลูโคสจะเคลื่อนที่ไปได้มากที่สุดเนื่องจากมีมวลโมเลกุลน้อย และนำไปทดสอบกับลูกหนูเมื่อให้ Raftified และมอลโทเดกซ์ทริน ซึ่งวิเคราะห์จากส่วน Jejunum ileum และ Colon โดยวิเคราะห์หาสารดังกล่าวเทียบจากสารมาตรฐานด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางและเทคนิค Capillary isotachopheresis

Rupendra Mkerj และคณะ [33] ใช้เทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางในการศึกษาการแยกและการวิเคราะห์เชิงปริมาณของมอลโทเดกซ์ทรินและไอโซมอลโทเดกซ์แทรน โดยใช้สารผสมของอะซีโตนไนไตรล์ (Acetonitrile) เอทิลอะซิเตท (Ethyl acetate) โพรพานอล (Propanol) และน้ำด้วยอัตราส่วน 85 ต่อ 20 ต่อ 50 โดยมีปริมาณน้ำในช่วง 50 ถึง 70 สำหรับมอลโทเดกซ์ทริน และปริมาณน้ำในช่วง 90 ถึง 100 สำหรับไอโซมอลโทเดกซ์แทรน พบว่าในการแยกพันธะ α 1-3 ของมอลโทเดกซ์ทรินจะใช้ปริมาณน้ำเป็น 50 ในขณะที่แยกพันธะ α 1-6 ของไอโซมอลโทเดกซ์แทรนจะใช้ปริมาณน้ำเป็น 70 และใช้ 0.5 เปอร์เซ็นต์ของแอลฟาแนฟทอลกับ 5 เปอร์เซ็นต์ของกรดซัลฟิวริกในเอทานอลเป็นตัวทำให้เกิดสี โดยโครงสร้างของแซ็กคาไรด์จะปรากฏเป็นจุดสีดำนบนแผ่นตัวดูดซับ

Jindrich และคณะ [34] ได้ศึกษาการแยกไซโคลเดกซ์ทรินรวมถึงสารอนุพันธ์ (Derivatives) ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางและโครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์ จากเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางจะศึกษาผลของส่วนเคลื่อนที่ โดยระบบแรกส่วนเคลื่อนที่

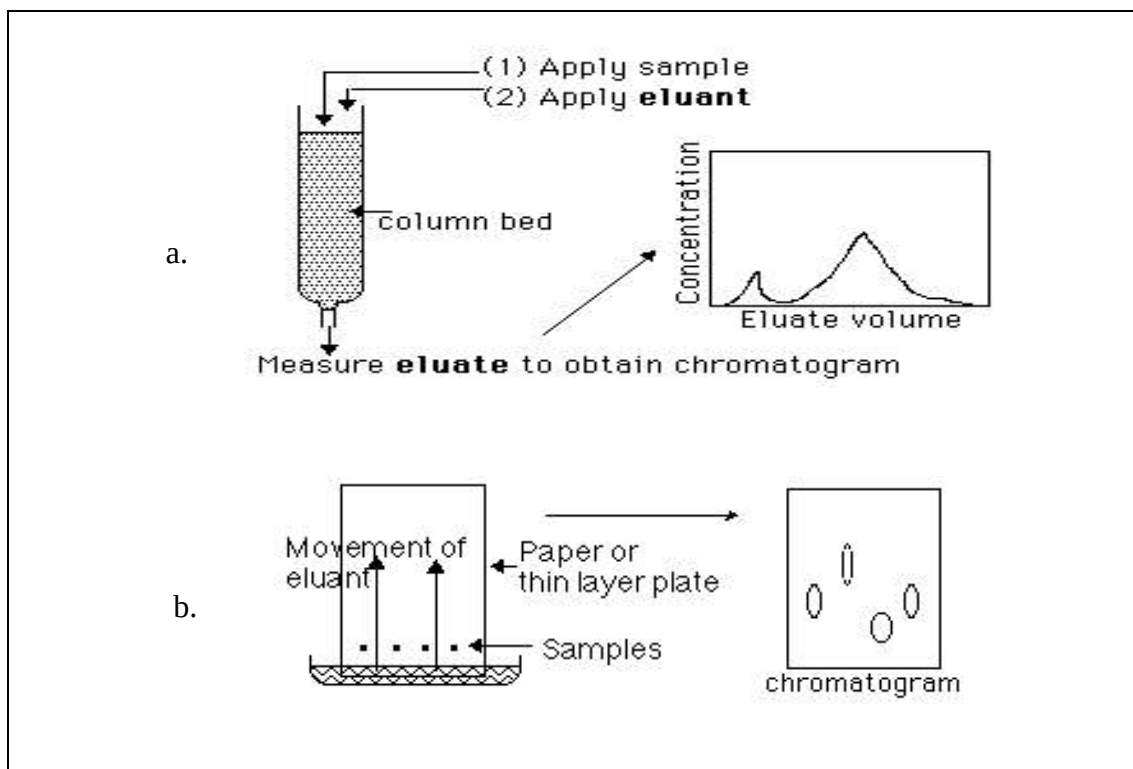
คือ อะซีโตนไตรล์ น้ำ และแอมโมเนีย ด้วยอัตราส่วน 6 ต่อ 3 ต่อ 1 และในระบบที่สองส่วนเคลื่อนที่ คือ โพรพานอล (1-propanol) เอทิลอะซีเตท น้ำ และแอมโมเนีย ด้วยอัตราส่วน 6 ต่อ 1 ต่อ 3 ต่อ 1 พบว่าในระบบแรกจะมีการเคลื่อนที่ได้เร็วกว่า ในขณะที่ระบบที่สองตัวทำละลายจะเคลื่อนที่ช้ากว่า 2 ถึง 3 เท่า และเมื่อนำโพลิโกแซ็กคาไรด์เทียบกับไซโคลเดกซ์ทริน พบว่าจำนวนโมโนแซ็กคาไรด์ที่มีอยู่จะทำให้ค่า R_f ลดลง ในขณะที่ไซโคลโพลิโกแซ็กคาไรด์ค่า R_f จะมากกว่าลิเนียโพลิโกแซ็กคาไรด์ นอกจากนี้ ค่า R_f จะเพิ่มขึ้นตามขนาดและลดลงตามความมีขั้วของหมู่แทนที่ เช่น จำนวนหมู่ไฮดรอกซิล หรือหมู่ลิโปฟิลิก แต่จากการใช้ส่วนเคลื่อนที่เป็นเอทิลอะซีเตท และแอมโมเนียจะมีข้อเสียคือ เมื่อตัวทำละลายสลายตัวจะทำให้เกิดการปนเปื้อนของแอมโมเนียอะซีเตท และอะซีทาไมด์ จึงเปลี่ยนมาใช้โทลูอินแทนเอทิลอะซีเตท แต่จากการแยกไซโคลเดกซ์ทรินและสารอนุพันธ์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางนี้สามารถแยกแคะหมู่แทนที่แต่ไม่สามารถแยกไอโซเมอร์ได้ จึงได้ใช้เทคนิคโครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์เข้าช่วยโดยใช้ส่วนเคลื่อนที่เป็นเมทานอลและคลอโรฟอร์มเข้าช่วย

4.2 โครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์ (Column chromatography; CC) คือ

โครมาโทกราฟีชนิดที่ส่วนอยู่กับที่อยู่ในลักษณะเป็นคอลัมน์ โดยบรรจุอยู่ในภาชนะรูปทรงกระบอกแทนที่จะเป็นชั้นบาง ๆ โครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์ใช้สำหรับแยกของผสมที่มีปริมาณมาก

การประยุกต์ใช้โครมาโทกราฟีคอลัมน์

โดยทั่วไปใช้โครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์ในการแยกสารประกอบบริสุทธิ์ออกจากของผสมในปริมาณมากเกินความจุของโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง ดังนั้นจึงใช้งานทางด้านอุตสาหกรรมต่าง ๆ เพื่อแยกสารประกอบบริสุทธิ์จากผลิตภัณฑ์ธรรมชาติ



ภาพที่ 10 การเปรียบเทียบโครมาโทกราฟี 2 แบบ โดย (a) โครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์ และ (b) โครมาโทกราฟีแบบแผ่นระนาบ [17]

4.3 โครมาโทกราฟีกระดาษ (Paper chromatography; PC) คือ โครมาโทกราฟีชนิดที่มีเซลล์โลสหรือกระดาษในสภาพแผ่นบาง ๆ เป็นตัวดูดซับหรือตัวรองรับ ขึ้นอยู่กับว่า เป็นการแยกโดยความสามารถของตัวถูกดูดซับหรือการแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัว แต่ส่วนใหญ่ตัวรองรับที่เป็นเซลล์โลสมักจะมีความชื้นอยู่เสมอ ดังนั้นโครมาโทกราฟีกระดาษจึงมักเป็นการแบ่งแยกตัวมากกว่าการแยกโดยความสามารถของตัวถูกดูดซับ ถ้าเปรียบเทียบกับโครมาโทกราฟีแบบคอลัมน์จะได้ว่า โครมาโทกราฟีกระดาษจะเปรียบเหมือนเป็น Opened column partition chromatography ที่มีน้ำเป็นส่วนอยู่กับที่ และจะเป็นเซลล์โลสไฟเบอร์ในกรณีของโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง โครมาโทกราฟีกระดาษจัดเป็นเทคนิคที่มีความไวสูงมาก ถ้าพิจารณาตามลักษณะของส่วนอยู่กับที่สามารถแบ่งโครมาโทกราฟีกระดาษเป็น 3 ประเภท

4.3.1 โครมาโทกราฟีกระดาษชนิดที่ใช้สารละลาย เช่น น้ำ กรด ค้าง บัฟเฟอร์เป็นส่วนอยู่กับที่ และใช้ตัวทำละลายที่มีขั้วเป็นส่วนเคลื่อนที่ โครมาโทกราฟีกระดาษนี้นิยมใช้มากที่สุดในการแยกสารประกอบที่มีขั้ว เช่น น้ำตาล หรือกรดอะมิโน

4.3.2 โครมาโทกราฟีกระดาษที่ใช้ตัวทำละลายที่มีขั้วที่ระเหยได้ยาก เช่น ฟอรัมาดีไฮด์เป็นส่วนอยู่กับที่ และใช้ตัวทำละลายไม่มีขั้วเป็นส่วนเคลื่อนที่ โครมาโทกราฟีชนิดนี้ใช้แยกส่วนที่มีขั้วน้อยกว่าในกรณีแรก

4.3.3 โครมาโทกราฟีชนิดที่ใช้ตัวทำละลายไม่มีขั้ว เช่น น้ำมันซิลิโคนเป็นส่วนอยู่กับที่ และใช้ตัวทำละลายที่มีขั้วเป็นส่วนที่เคลื่อนที่ โครมาโทกราฟีชนิดนี้นิยมใช้แยกสารประกอบที่ไม่มีขั้ว เช่น ไขมัน หรือสารไตรกลีเซอไรด์

การเปรียบเทียบระหว่างโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางและโครมาโทกราฟีกระดาษ

1. โครมาโทกราฟีแบบชั้นบางทนต่อน้ำยาฉีดพ่นที่กัดกร่อน ในขณะที่โครมาโทกราฟีกระดาษไม่ทน
2. ระยะเวลาที่ใช้ในการวิเคราะห์สารที่ปรากฏในกรณีโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางจะสั้นกว่าในโครมาโทกราฟีกระดาษ
3. โครมาโทกราฟีแบบชั้นบางมีการประยุกต์ใช้ได้กว้างขวางกว่า คือ ใช้ได้ทั้งการเป็นการแยกโดยความสามารถของตัวถูกดูดซับหรือการแยกโดยความสามารถในการแบ่งแยกตัวส่วนโครมาโทกราฟีกระดาษมักเป็นการแยกแบบแบ่งแยกตัว

4.4 โครมาโทกราฟีแก๊ส (Gas chromatography; GC) คือ โครมาโทกราฟีที่มีส่วนเคลื่อนที่เป็นแก๊ส และส่วนอยู่กับที่อาจเป็นของแข็งหรือของเหลวก็ได้ โครมาโทกราฟีแก๊สใช้แยกสารประกอบที่ระเหยได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

4.5 โครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง (High performance liquid chromatography; HPLC) [35] เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารเชิงคุณภาพวิเคราะห์ (Qualitative analysis) และปริมาณวิเคราะห์ (Quantitative analysis) ที่นิยมใช้มากวิธีหนึ่ง โดยสามารถใช้กับงานด้านต่าง ๆ อย่างกว้างขวาง เช่น ในการวิเคราะห์ทางอาหาร ยา ยาฆ่าแมลง ทางด้านการแพทย์ สมุนไพร และทางด้านสิ่งแวดล้อม เป็นต้น สามารถตรวจวิเคราะห์ปริมาณต่ำ ๆ ได้ในระดับไมโครกรัม (μg) ถึงพิโคกรัม (pg) เมื่อเลือกใช้เครื่องตรวจวัดที่เหมาะสม โครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูงเป็นเทคนิคแยกสารผสมแบบใช้เครื่องสูบแรงดันสูง (High pressure pump) สูบตัวทำละลายซึ่งทำหน้าที่เป็นส่วนที่เคลื่อนที่จะพาสารตัวอย่างที่ถูกฉีดเข้าทางช่องฉีดสาร (Injector) ผ่านอนุภาคที่เป็นส่วนอยู่กับที่ซึ่งบรรจุอยู่ในคอลัมน์ สารผสมตัวอย่างจะเคลื่อนที่ผ่านคอลัมน์และถูกแยกออกมาผ่านเข้าสู่เครื่องตรวจวัด (Detector) ในเวลาที่ต่างกัน

สัญญาณที่วัดได้จะอยู่ในรูปสัญญาณไฟฟ้าตามเวลาและปริมาณของสารแต่ละตัวที่ตรวจวัดได้ จากนั้นสัญญาณจะถูกส่งไปยังเครื่องบันทึกสัญญาณ เพื่อแสดงผลออกมาเป็นโครมาโทแกรม

เครื่องตรวจวัดสัญญาณที่นิยมใช้ในเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูง ได้แก่

4.5.1 เครื่องตรวจวัดการดูดกลืนแสง (Ultraviolet-visible) เป็นตัวตรวจวัดที่วัดค่าการดูดกลืนแสงของสาร สามารถวัดได้ทีละหลายความยาวคลื่นในเวลาเดียวกัน และวัดได้ตั้งแต่ 190 ถึง 900 นาโนเมตร ระบบการเดินทางของแสงจะเป็นแบบย้อนแสง แสงจากแหล่งกำเนิดแสง (Light source) จะผ่านไปยัง Flow cell ก่อนที่จะผ่านไปยังโมโนโครเมเตอร์ (Monochromator) คือ Slit และ Grating เมื่อแสงตกกระทบบน Grating แสงจะกระจายออกเป็นความยาวคลื่นต่าง ๆ แล้วไปตกกระทบบนแผงของ Diode array ตรวจวัดสัญญาณออกมาเป็นโครมาโทแกรม Diode array detector และสามารถเก็บข้อมูลสเปกตรัมของพีคต่าง ๆ ของโครมาโทแกรม

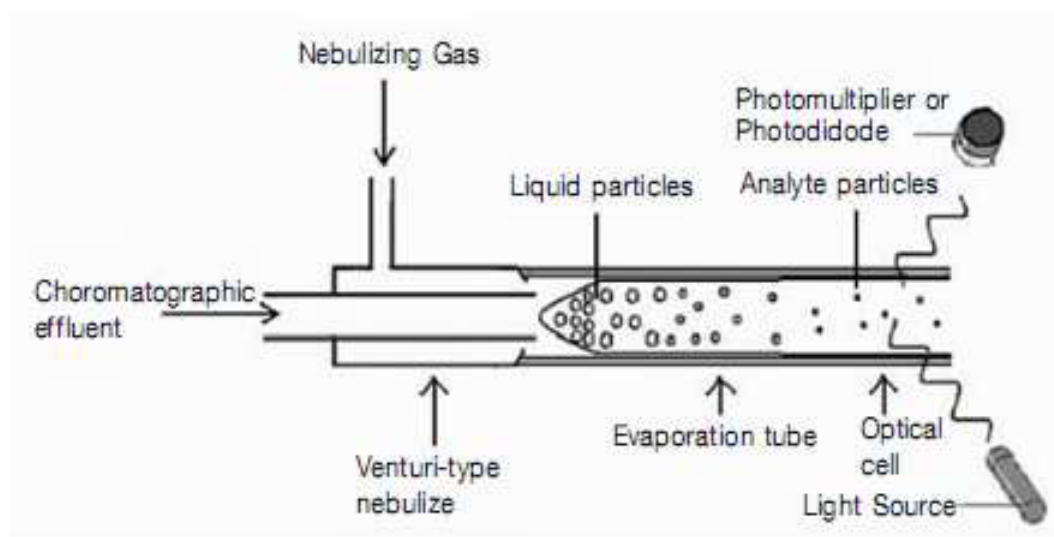
4.5.2 เครื่องตรวจวัดแบบฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescence detector) เป็นเครื่องวัดที่มีความไวสูงและเฉพาะ (Selective) เนื่องจากมีความสามารถในการวัดฟลูออเรสเซนซ์ที่ได้ออกมาจากตัวอย่างที่ถูกกระตุ้น (Excited) ด้วยแสงยูวี โดยที่แสงยูวีจากแหล่งกำเนิดแสงผ่านเครื่องกรองแสงคือโมโนโครเมเตอร์ เพื่อให้แสงที่มีความยาวคลื่นตามต้องการผ่านเข้าไปยัง Flow cell ที่มีสารตัวอย่างที่ออกมาจากคอลัมน์ เมื่อตัวอย่างถูกกระตุ้นจะปล่อยพลังงาน (Emission) ออกมาทุกทิศทาง แต่จะมีพลังงาน ที่ทำมุม 90 องศาเท่านั้น ซึ่งเป็นความยาวคลื่นเฉพาะผ่านไปยังตัวกรองตัดแสงที่ไม่ต้องการออก จากนั้นจึงผ่านเข้าไปยัง Photo cell ตรวจวัดสัญญาณออกมาเป็นโครมาโทแกรม ดังนั้นทั้งความยาวคลื่นที่ถูกกระตุ้นและที่ถูกปลดปล่อยออกมา จึงเป็นความยาวคลื่นที่เป็นลักษณะจำเพาะกับตัวอย่างนั้น ๆ เท่านั้น ดังนั้นตัวอย่างที่เหมาะสมกับเครื่องวัดชนิดนี้คือตัวอย่างสารชีวภาพ เลือด ปัสสาวะ เป็นต้น

4.5.3 เครื่องวัดแบบดรรชนีหักเห (Refractive index) ใช้วัดปริมาณสารใดก็ได้ที่มีค่าดรรชนีหักเหแตกต่างจากส่วนเคลื่อนที่ นั่นคือจะเกิดความแตกต่างกันระหว่างมีส่วนเคลื่อนที่ไหลผ่าน (Reference cell) และมีสารที่สนใจ (Sample cell) ภายในเครื่องวัด จึงทำให้ได้ค่าดรรชนีหักเหที่ต่างกัน จึงตรวจวัดสัญญาณได้ ใช้ในงานวิจัยที่วิเคราะห์เกี่ยวกับน้ำตาลเช่น วิเคราะห์เกี่ยวกับพอลิแซ็กคาไรด์ โอลิโกแซ็กคาไรด์ ซึ่งจะใช้ตัวตรวจวัดทั้งแบบตรวจวัดการดูดกลืนแสงและวัดแบบดรรชนีหักเห เนื่องจากน้ำตาลไม่ดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นมากกว่า 200 นาโนเมตร จึงใช้เครื่องตรวจแบบดรรชนีหักเหเข้าช่วย [36]

4.5.4 เครื่องวัดแบบ Electrochemical ใช้วัดการสูญเสียหรือได้รับอิเล็กตรอนของสารที่ออกมาจากคอลัมน์

4.5.5 Conductivity detectors ใช้วัดความสามารถในการนำไฟฟ้าของสารที่ต้องการวิเคราะห์กับส่วนเคลื่อนที่

4.5.6 เครื่อง Evaporative light scattering detector (ELSD) [37] เป็นเครื่องวัดอีกทางเลือกหนึ่งสำหรับสารที่ไม่ดูดกลืนแสงยูวีในช่วงความยาวคลื่นมากกว่า 200 นาโนเมตร โดยเครื่องนี้ใช้หลักการการกระเจิงแสงของอนุภาค โดยหลักการการทำงานแบ่งเป็น 3 ขั้นตอนดังภาพที่ 11 เมื่อแสงเลเซอร์ตกกระทบกับอนุภาคละอองฝอย สารตัวอย่างจะเกิดการกระเจิงของแสง ปริมาณของแสงที่กระเจิงจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณของสารตัวอย่าง ข้อดีของเครื่องนี้คือ สามารถตรวจวัดได้เกือบทุกชนิด ทุกประเภทที่ไม่ระเหย หรือระเหยได้ยากกว่าส่วนเคลื่อนที่ และไม่ขึ้นกับคุณสมบัติเชิงแสงของสารและชนิดของสาร ซึ่งเหมาะกับพวกสารที่ไม่ดูดกลืนแสงยูวี เช่น สารจำพวกไขมัน กรดไขมัน คาร์โบไฮเดรต หรือพวกน้ำตาลต่าง ๆ นอกจากนี้ยังมีข้อดีกว่าเครื่องตรวจวัดแบบฟลูออเรสเซนซ์ เนื่องจากไม่ต้องทำให้สารที่ต้องการวิเคราะห์เป็นสารอนุพันธ์ ส่วนข้อจำกัดของเทคนิคนี้คือ ไม่สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่ระเหยหรือระเหิดได้



ภาพที่ 11 หลักการทำงานของเครื่อง Evaporative light scattering detector [37]

S. Guenu และคณะ [38] ได้ศึกษาการวิเคราะห์หมอลโทเดกซ์ทริน เมื่อมีการเปรียบเทียบ 2 วิธี คือวิธีแรกจะใช้ Octadecyl-bond silica เป็นส่วนอยู่กับที่ และมีสารผสมระหว่างเมทานอลกับน้ำเป็นส่วนเคลื่อนที่ ส่วนวิธีที่สองใช้ Amino-bond polymeric เป็นส่วนอยู่กับที่ และสารผสมระหว่างอะซีโตนไตรัลกับน้ำเป็นส่วนเคลื่อนที่ เมื่อพิจารณาวิธีแรกหมอลโทเดกซ์ทรินมาวิเคราะห์เทียบกับสารมาตรฐานพบว่า เกิดการแยกออกอย่างเห็นได้ชัด (Resolution) สำหรับ โอลิโกแซ็กคาไรด์ โดยโมเลกุลน้ำตาลที่มีองศาการเกิดพอลิเมอร์ที่ 1 ถึง 13 สามารถแยกได้ภายใน 25 นาที และที่องศาการเกิดพอลิเมอร์ที่ 11 ถึง 13 สามารถแยก α และ β ได้ ในส่วนวิธีที่สองน้ำจะเป็นตัวชะได้ดีกว่าอะซีโตนไตรัล ซึ่งน้ำตาลเริ่มแรกจะแสดง Resolution ที่ดี โดยจะใช้ปริมาณน้ำเป็น 35 เปอร์เซ็นต์ และจะใช้ถึง 100 เปอร์เซ็นต์เมื่อต้องการแยกแซ็กคาไรด์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง จากนั้นนำมาทดสอบกับ Basic และ Melilot โดยใส่หมอลโทเดกซ์ทรินลงไป ซึ่งเมื่อทดสอบด้วยวิธีที่หนึ่งไม่สามารถวิเคราะห์ส่วนประกอบของหมอลโทเดกซ์ทรินได้ ในขณะที่วิธีที่สองสามารถทดสอบได้โดยในกรณีของ Basil จะปรากฏพีคที่บ่งบอกกลูโคสถึง Maltotetraose และในช่วงเวลา 20 ถึง 25 นาทีจะไม่ปรากฏพีคใด ๆ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณของหมอลโทเดกซ์ทริน (MD-6) จะพบพีคขึ้นในช่วงเวลานี้ ซึ่งองศาการเกิดพอลิเมอร์เป็น 5 ถึง 10 ในทำนองเดียวกันเมื่อเพิ่มปริมาณของหมอลโทเดกซ์ทริน (MD-6) ใน Melilot ก็จะมีพีคในช่วงนี้ซึ่งองศาการเกิดพอลิเมอร์เป็น 5, 6 และ 10

Yang Wei และคณะ [39] ได้ศึกษาการโอบไฮเดรตด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูงที่มีการปรับปรุงด้วยหมู่อะมิโน โดยมีตัวตรวจวัดเป็น Evaporative light scattering ในการทดลองจะใส่ไดเอมีนหรือพอลิเอมีนและดูดซับบนพื้นผิวซิลิกา ซึ่งจะเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่อะมิโนของเอมีนกับหมู่ไฮดรอกซิลของซิลิกา ในส่วนเคลื่อนที่จะเป็นสารผสมระหว่างอะซีโตนไตรัลกับน้ำ โดยมีเอทิลีนไดเอมีนที่อัตราส่วน 0.03 ถึง 0.1 เปอร์เซ็นต์ พบว่าที่อัตราส่วนเอทิลีนไดเอมีนเป็น 0.03 จะทำให้เกิดการแยกคาร์โบไฮเดรตที่ดีที่สุด แต่ต้องมีการปรับความเป็นกรด-เบสให้อยู่ระหว่าง 9 ถึง 10 คาร์โบไฮเดรตที่แยกได้จะประกอบไปด้วยฟรุคโตส กลูโคส ซูโครส มอลโทส แลคโตส และราฟิโนส นอกจากนี้ยังศึกษาผลของอัตราส่วนของปริมาณน้ำและอะซีโตนไตรัล พบว่าเมื่อปริมาณน้ำเพิ่มขึ้นการแยกคาร์โบไฮเดรตจะเกิดเร็วจากเดิม และที่อัตราส่วนอะซีโตนไตรัลกับน้ำเป็น 1 ต่อ 2.6 จะทำให้เกิดเวลาในการแยกเร็วที่สุดและการแยกฟรุคโตสกับกลูโคสจะแยกดีที่สุด

Alain Berthod และคณะ [36] นำเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูงที่มีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างอะซีโตนไตรัลและน้ำ มาศึกษาการแยกของโอลิโกแซ็กคาไรด์ต่าง ๆ ที่มีค่าองศาของการเกิดพอลิเมอร์อยู่ในช่วง 2 ถึง 10 โดยอาศัยผลจากแรงระหว่างส่วนอยู่กับที่ ที่เป็นสารที่มีขั้วกับผลจากแรงดึงดูดของส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic) ใน

การศึกษาพฤติกรรมและประสิทธิภาพที่เกิดขึ้น พบว่าเมื่อโมเลกุลของสารเกิดกระจายตัวในส่วนเคลื่อนที่และส่วนอยู่กับที่จะเกิดแรงปฏิกิริยาของพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ไฮดรอกซีของส่วนอยู่กับที่กับโมเลกุลของน้ำตาล โดยค่า Retention ของน้ำตาลจะลดลงเมื่อปริมาณของน้ำในส่วนเคลื่อนที่มีค่าเพิ่มขึ้น

F.J. Moreno และคณะ [40] ได้ศึกษาผลของมอลโทเดกซ์ทรินโดยการเปรียบเทียบเทคนิคที่ต่างกัน 3 เทคนิคคือ เทคนิคการแยกโดยการแลกเปลี่ยนประจุที่มีการใช้ Pulsed electrochemical เป็นตัวตรวจวัด เทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูงโดยมีเครื่องวัดแบบดรรชนีหักเหเป็นตัวตรวจวัด และเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางโดยมีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมของอะซีโตน ไตรคลอโรเอทิลอะซีเตท โพรพานอล และน้ำด้วยอัตราส่วน 85 ต่อ 20 ต่อ 50 ต่อ 50 ตามลำดับ และใช้ตัวทำให้เกิดสีเป็นแอลฟาแนฟтолผสมกับกรดซัลฟิวริก จากผลการทดลองพบว่า เมื่อมีการทดลองซ้ำหรือการวัดปริมาณจะให้ผลที่ดีทั้งสามเทคนิค แต่เทคนิคการแยกโดยการแลกเปลี่ยนประจุจะให้ผลดีที่สุดเนื่องจากมีความว่องไวกว่าเทคนิคโครมาโทกราฟีของเหลวแบบสมรรถนะสูงและเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง

Glyad [41] ได้วิเคราะห์โมโนแซ็กคาไรด์ ไดแซ็กคาไรด์ และโอลิโกแซ็กคาไรด์ด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบของเหลวสมรรถนะสูง และใช้เครื่องวัดแบบดรรชนีหักเหเป็นตัวตรวจวัดที่อัตราการไหลคงที่ 0.8 มิลลิลิตรต่อนาที และส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมของอะซีโตน ไตรคลอโรเอทิลอะซีเตทกับน้ำ ซึ่งในการทดลองจะปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของอะซีโตน ไตรคลอโรเอทิลอะซีเตทกับน้ำ เป็น 80 ต่อ 20, 75 ต่อ 25 และ 70 ต่อ 30 พบว่าที่อัตราส่วนของอะซีโตน ไตรคลอโรเอทิลอะซีเตทกับน้ำเป็น 75 ต่อ 25 และ 70 ต่อ 30 ค่า Retention time ของฟรุคโตสและ Sorbose แยกออกจากกันได้ยาก ซึ่งแตกต่างจากตัวอื่น และเมื่อเพิ่มปริมาณของอะซีโตน ไตรคลอโรเอทิลอะซีเตทกับน้ำเป็น 80 ต่อ 20 พบว่าค่า Retention time ของฟรุคโตสและ Sorbose สามารถแยกออกจากกันได้ ซึ่งการเพิ่มปริมาณของอะซีโตน ไตรคลอโรเอทิลอะซีเตทกับน้ำจะทำให้ค่า Retention time ของโมโนแซ็กคาไรด์ ไดแซ็กคาไรด์ และโอลิโกแซ็กคาไรด์มีค่าเพิ่มขึ้น

5. ชนิดของการประยุกต์ใช้

การจำแนกโครมาโทกราฟีโดยพิจารณาจากการประยุกต์ใช้ สามารถแบ่งได้ดังนี้

5.1 การวิเคราะห์โครมาโทกราฟีเชิงคุณภาพ คือ โครมาโทกราฟีที่ใช้ในงานตรวจวิเคราะห์ชนิดของสารประกอบ หรือตรวจเอกลักษณ์ของสารประกอบที่ต้องการทราบ

5.2 การวิเคราะห์โครมาโทกราฟีเชิงปริมาณ คือ โครมาโทกราฟีที่ใช้ในงานวิเคราะห์หาปริมาณของสารประกอบที่ต้องการทราบ ซึ่งอาจจะทำการหาปริมาณสารประกอบหลายชนิดพร้อมกันได้

5.3 Preparative chromatography คือโครมาโทกราฟีที่ใช้การแยกสารประกอบในปริมาณมากออกจากของผสม หรือสิ่งปนเปื้อนเพื่อทำให้บริสุทธิ์

2.5 เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (Zirconium dioxide)

เซอร์โคเนียม (Zirconium ; Zr) เซอร์โคเนียมเป็นโลหะทรานซิชันมีสีขาวเทาคล้ายไทเทเนียม เป็นโลหะที่มีจุดหลอมเหลว 1852 องศาเซลเซียส จุดเดือด 4377 องศาเซลเซียส เซอร์โคเนียมสกัดได้จากแร่เซอร์คอน (ZrSiO_4) ตามแหล่งแร่ดิบ การผลิตเซอร์โคเนียมนั้นทำได้โดยนำสินแร่เซอร์คอนมาหลอมรวมกับโซเดียมออกไซด์ (NaO) ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส จะได้โซเดียมเซอร์โคเนียมซิลิเกต ($\text{Na}_2\text{ZrSiO}_3$) และทราย (SiO_2) ที่ปนเปื้อนจะถูกเปลี่ยนเป็น Na_2SiO_3 แล้วสกัดด้วยน้ำร้อนเพื่อละลาย Na_2SiO_3 ส่วนโซเดียมเซอร์โคเนียมซิลิเกตซึ่งไม่ละลายน้ำจะตกตะกอน กรองแยกตะกอนออก แล้วนำตะกอนนี้ไปละลายในสารละลายกรดซัลฟิวริกเจือจางที่ร้อน ได้สารละลายโซเดียมซัลเฟต (Na_2SO_4) และเซอร์โคเนียมซัลเฟต ($\text{Zr}(\text{SO}_4)_2$) ทำสารละลายที่ได้ให้เป็นกลางด้วยสารละลายแอมโมเนียมเข้มข้น เซอร์โคเนียมซัลเฟตจะเปลี่ยนเป็นเซอร์โคเนียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Zr}(\text{OH})_4$) ซึ่งไม่ละลายน้ำ กรองแยกตะกอนไปเผาที่ 900 องศาเซลเซียส จะได้เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2) มีลักษณะเป็นสีขาวหนัก ไม่มีกลิ่น มีจุดหลอมเหลวประมาณ 2680 องศาเซลเซียส [42, 43]

2.6 สมบัติของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ (ZrO_2)

เซอร์โคเนียมไดออกไซด์ได้รับความสนใจอย่างกว้างขวาง เนื่องจากมีสมบัติที่ดีในหลายด้าน เช่น ใช้ในเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู โดยทำหน้าที่เป็นตัวดูดซับนิวตรอน และทำเป็นโลหะผสมซึ่งเซอร์โคเนียมไดออกไซด์เป็นธาตุที่มีความไวต่อปฏิกิริยาเคมี ณ อุณหภูมิสูง ความไวต่อไนโตรเจนและออกซิเจนของธาตุนี้ประมาณ 3 เท่าเมื่อเทียบกับไทเทเนียม เป็นตัวนำออกซิเจนให้ผ่านได้ดี (Good oxygen ion conductor) จึงถูกนำมาใช้เป็นตัววัดความไวต่อออกซิเจน (Oxygen sensor) [44, 45] เซอร์โคเนียมไดออกไซด์มีจุดหลอมเหลวสูงประมาณ 2983 เคลวิน [46-48]

สมบัติที่สำคัญของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ [46-48]

- ทนอุณหภูมิได้มากกว่า 2400 องศาเซลเซียส
- ความหนาแน่นสูง
- ค่าการนำความร้อนที่ต่ำ (น้อยกว่าอะลูมินา 20 เปอร์เซ็นต์)
- ทนต่อการกัดกร่อนทางเคมี
- ประจุไฟฟ้า (Ionic electric conduction)
- ด้านทานต่อการสวมใส่ (Excellent wear resistance)
- ด้านทานต่อการขยายตัวทางรอยแตก (High fracture toughness)
- มีความทนทานสูง (High hardness)

เฟสของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์จะมี 3 เฟส โดยจะแตกต่างกันขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ โดยที่อุณหภูมิสูงจะมีลักษณะเฟสเป็นแบบคิวบิก (Cubic) มีลักษณะคล้ายสี่เหลี่ยมลูกเต๋าที่มีความยาวของแกนผลึก 3 แกนเท่ากันและตั้งฉากกัน ที่อุณหภูมิต่ำจะเป็นแบบโมโนคลินิก (Monoclinic) ส่วนเฟสเตตระโกนอล (Tetragonal) หรือทรงสี่หน้าจะอยู่ระหว่างอุณหภูมิของเฟสโมโนคลินิก และคิวบิก การเปลี่ยนแปลงเฟสจากเตตระโกนอลไปเป็นโมโนคลินิกจะเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วโดยมีขนาดปริมาตรเพิ่มขึ้น 3 ถึง 5 เปอร์เซ็นต์ เป็นสาเหตุให้เกิดรอยแตกบนวัสดุได้ง่าย นั่นคือพฤติกรรมเชิงกลจะขึ้นกับเฟสของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ นอกจากนี้สมบัติของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์จะแตกต่างกันไปขึ้นกับกระบวนการที่ใช้ แสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 สมบัติเชิงกลของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ [49]

	Partially stabilised	Fully stabilised	Partially stabilised (Plasma sprayed)
Density (g.cm^{-3})	5.7 – 5.75	5.56 – 6.1	5.6 – 5.7
Hardness – Knoop (GPa)	10 -11	10 -15	-
Modulus of rupture (MPa)	700	245	6 – 80
Fracture toughness ($\text{MPa.m}^{-1/2}$)	8	2.8	1.3-3.2
Young's modulus (GPa)	205	100 – 200	48
Poisson's ratio	0.23	0.23 – 0.32	0.25
Thermal expansion ($10^{-6}/\text{K}$)	8 – 10.6	13.5	7.6 – 10.5
Thermal conductivity (W/m.K)	1.8 – 2.2	1.7	0.69 – 2.4
Specific heat (J/Kg.K)	400	502	-

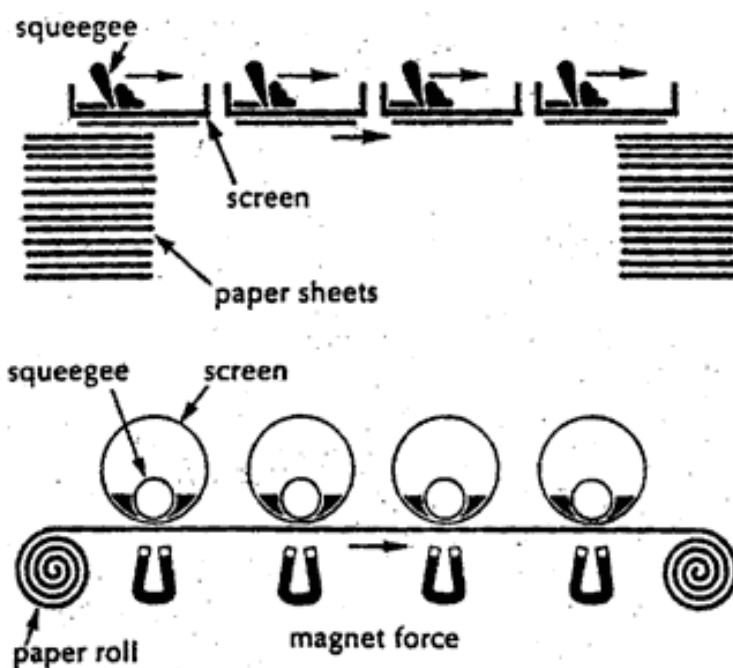
ปัจจุบันความชื้นมีการเปลี่ยนแปลงจากหลายสาเหตุทั้งจากสภาพอากาศที่เปลี่ยนแปลงหรือการใช้ชีวิตประจำวัน การควบคุมปริมาณความชื้นจึงเป็นสิ่งสำคัญไม่ว่าจะเป็นการดำรงชีวิตของมนุษย์ การเก็บรักษาผลผลิต หรือแม้แต่การควบคุมการผลิตในโรงงานอุตสาหกรรม จึงมีการนำตัวตรวจวัดความชื้น มาวัดปริมาณความชื้นที่เปลี่ยนแปลงไปเพื่อป้องกันการเกิดความเสียหายต่อผลผลิตทางการเกษตร หรือทางอุตสาหกรรม ซึ่งตัวตรวจวัดค่าปริมาณความชื้นที่เปลี่ยนแปลงไปคือ Humidity sensor

สารที่ใช้ในการเป็นตัววัดปริมาณความชื้นมีด้วยกันหลายประเภทไม่ว่าจะเป็นพอลิเมอร์ [50] สารคอมโพสิต [51] หรือเซรามิกส์ เช่น ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) [52] ไทเทเนียมไดออกไซด์ [53] และเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ โดยวัสดุทางเซรามิกส์ได้รับความสนใจมากกว่าสารพอลิเมอร์เนื่องจากสมบัติของการเสถียรทางเคมีและทางกายภาพ

2.7 วิธีการขึ้นรูปฟิล์มบางสำหรับการวัดค่าความว่องไวในความชื้น (Humidity sensor)

2.7.1 การขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพิมพ์สกรีน (Screen-printing) [54-56]

เป็นระบบการพิมพ์ที่ใช้หลักการการปาดหรือพิมพ์ลงบนซับสเตรตให้มีลายตามต้องการ แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิสูง การพิมพ์อาจมีตัวยึดเหนี่ยว (Binder) ช่วยให้ยึดได้มากขึ้น การพิมพ์สามารถพิมพ์ได้กับวัสดุหลายชนิด การควบคุมลักษณะโครงสร้าง คุณภาพของฟิล์มที่ได้จะขึ้นกับการพิมพ์สกรีนหรืออุณหภูมิในการเผา



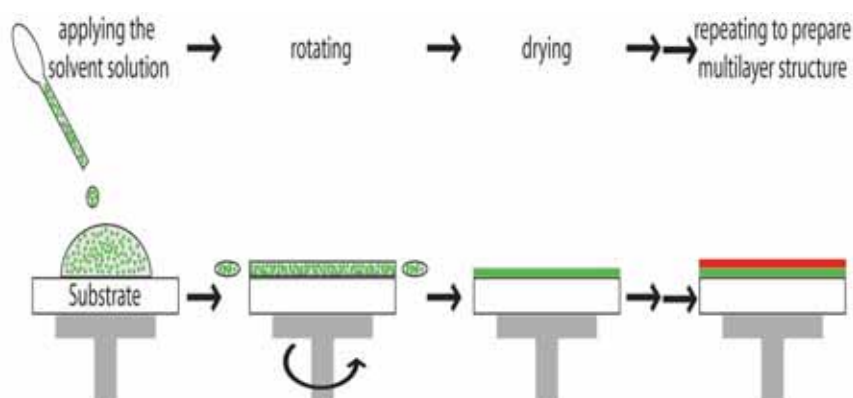
ภาพที่ 12 การขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพิมพ์สกรีน [57]

Jing Wang และคณะ [58] วัดอิมพีแดนซ์และความว่องไวทางความชื้นบนฟิล์มบางของวัสดุนาโนเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ โดยเตรียมฟิล์มบางด้วยเทคนิคการพิมพ์สกรีน ลงบนตัวซับสเตรต ความหนาของฟิล์มที่ได้ประมาณ 0.5 มิลลิเมตร ในการวัดค่าความว่องไวทางความชื้น จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าอิมพีแดนซ์ (Impedance) กับค่าความเข้มข้นของความชื้น เมื่อปรับเปลี่ยนความถี่พบว่า ความถี่มีผลต่ออิมพีแดนซ์ โดยอิมพีแดนซ์จะลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น และที่ความถี่เป็น 100 และ 1000 เฮิร์ตซ์ อิมพีแดนซ์จะมีลักษณะลดลงเป็นเส้นตรง และเมื่อพิจารณาค่าความว่องไวทางความชื้นพบว่า อิมพีแดนซ์จะลดลงจาก 10^6 เป็น 10^2 ที่ค่าความชื้นจาก 11 เปอร์เซ็นต์ไป 98 เปอร์เซ็นต์

Xiao feng Song และคณะ [59] ศึกษาค่าความว่องไวทางความชื้นของ โพลีเอทิลีนคลอไรด์ (KCI) โดปบนทินออกไซด์ (SnO_2) ในการเตรียมเส้นใยโพลีเอทิลีนคลอไรด์ โดปบนทินออกไซด์ เตรียมโดยเทคนิค Electrospinning และเตรียมฟิล์มวัดค่าความว่องไวทางความชื้นด้วยเทคนิคการพิมพ์สกรีนลงบนตัวซับสเตรตที่มี Ag-Pd เป็นตัวอิเล็กโทรด ที่ความหนาของฟิล์ม 10 ไมโครเมตร เมื่อนำมาทดสอบค่าความว่องไวโดยการปรับเปลี่ยนปริมาณของ โพลีเอทิลีนคลอไรด์ พบว่าปริมาณของโพลีเอทิลีนคลอไรด์ 15 เปอร์เซ็นต์จะแสดงการเปลี่ยนแปลงอิมพีแดนซ์ดีที่สุด เมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาณความชื้นจาก 11 เปอร์เซ็นต์ไปยัง 95 เปอร์เซ็นต์ จึงได้นำอัตราส่วนของโพลีเอทิลีนคลอไรด์ 15 เปอร์เซ็นต์โดปบนทินออกไซด์ ทดสอบที่ความถี่ต่าง ๆ โดยอิมพีแดนซ์จะลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น และอิมพีแดนซ์จะเป็นอิสระที่ความถี่ 100 กิโลเฮิร์ตซ์ เมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาณความชื้นจาก 11 เปอร์เซ็นต์ไปยัง 95 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากผลของการเคลื่อนที่ของสนามไฟฟ้า (Electric field) ซึ่งที่ความถี่มากขึ้น สนามไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็ว โมเลกุลของน้ำจึงไม่สามารถจับบนผิวได้ อิมพีแดนซ์จึงไม่มีผลเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาณความชื้น

2.7.2 การขึ้นรูปด้วยเทคนิค Spin coating [60, 61]

เทคนิคนี้ทำได้โดยหยดสารตัวอย่างจำนวนหนึ่งลงบนซับสเตรต จากนั้นให้ความเร็วรอบกับซับสเตรต เพื่อให้สารตัวอย่างแผ่กระจายไปตามแรงเหวี่ยงบนซับสเตรต ความหนาของฟิล์มที่ได้สามารถควบคุมได้จากความเร็วรอบในการหมุน เวลาในการหมุน และความเข้มข้นของสารตัวอย่างดังภาพที่ 13



ภาพที่ 13 ลักษณะอุปกรณ์สำหรับเทคนิค Spin coating [60]

Weon-Pil Tai และคณะ [53] ได้ทดสอบค่าความว่องไวทางความชื้นของวัสดุนาโนของสารผสมโพแทสเซียมไททานเตด (KT) กับไทเทเนียม (TiO_2) โดยเตรียมฟิล์มบางด้วยเทคนิค Spin coating ลงบนตัวซับสเตรตที่มีเงินเป็นตัวอิเล็กโทรด โดยความหนาของฟิล์มโพแทสเซียมไททานเตดและไททานเตดเป็น 220 และ 480 นาโนเมตร ในขณะที่สารผสมของไทเทเนียมกับโพแทสเซียมไททานเตด และโพแทสเซียมไททานเตดกับไทเทเนียมมีความหนาเป็น 636 และ 682 นาโนเมตร ตามลำดับ เมื่อนำไปทดสอบค่าความว่องไวทางความชื้นพบว่า อิมพีแดนซ์ของฟิล์มไทเทเนียมสูงกว่าฟิล์มโพแทสเซียมไททานเตด และลดลงเป็นเส้นตรงที่ความชื้นจาก 20 ไป 90 เปอร์เซ็นต์ ในกรณีของฟิล์มผสม ในกรณีของฟิล์มผสมไทเทเนียมกับโพแทสเซียมไททานเตด และโพแทสเซียมไททานเตดกับไทเทเนียมจะให้ผลที่ดีกว่าฟิล์มชั้นเดียว และค่าการเปลี่ยนแปลงอิมพีแดนซ์จะเปลี่ยนเป็น 3 เท่าเมื่อเปลี่ยนความชื้นจาก 20 ไป 90 เปอร์เซ็นต์

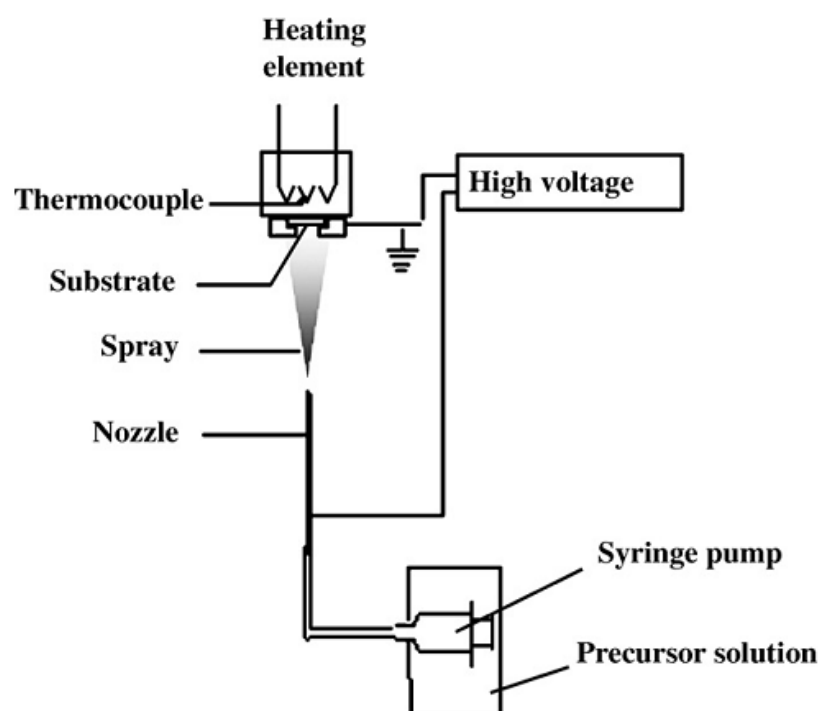
Myoung-Seon Gong และคณะ [62] ศึกษาโคพอลิเมอร์ของเกลือฟอสฟอเนียม (Phosphonium salt) กับพอลิอิเล็กโทรไลต์ (Polyelectrolytes) ต่อสมบัติความว่องไวทางความชื้น โดยเตรียมฟิล์มบางด้วยเทคนิค Dipping ลงบนตัวซับสเตรตที่มีทองเป็นตัวอิเล็กโทรด ความหนาของฟิล์มที่ได้ประมาณ 8 ถึง 10 ไมโครเมตร ในการทดลองจะใช้โคพอลิเมอร์ (Vinylbenzyl)tributylphosphonium chloride กับสไตรีน และ (Vinylbenzyl)tributylphosphonium chloride กับ *n*-butylacrylate ซึ่งในกรณีของโคพอลิเมอร์ (Vinylbenzyl)tributylphosphonium chloride กับสไตรีน อิมพีแดนซ์จะลดลงเป็น 3 เท่าเมื่อเพิ่มปริมาณความชื้นจาก 30 เปอร์เซ็นต์ไปที่ 90 เปอร์เซ็นต์ และอิมพีแดนซ์จะเพิ่มขึ้นในกรณีของ *n*-butylacrylate เนื่องจากผลของการไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ของโมโนเมอร์ ในทำนองเดียวกันอิมพีแดนซ์จะลดลงเมื่อมีปริมาณของเกลือฟอสฟอเนียม นั่นคืออิมพีแดนซ์มีผลต่อปริมาณของความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ และขนาดของความชอบน้ำ (Hydrophilic) นอกจากนี้ยังมีผลต่อความหนาของฟิล์มที่เตรียมได้ โดยค่าความว่องไวทางความชื้นไม่ว่าจะเป็น Hysteresis และค่าการตอบสนองต่อเวลาจะลดลงเมื่อมีการเพิ่มความหนาของฟิล์มโคพอลิเมอร์

Jing Wang และคณะ [63] ได้ศึกษาความว่องไวทางความชื้นของพอลิเมอร์ โดยเตรียมฟิล์มบางด้วยเทคนิค Dipping ลงบนตัวซับสเตรตที่มีทองเป็นตัวอิเล็กโทรด ความหนาของฟิล์มที่ได้ประมาณ 10 ไมโครเมตร โดยอิมพีแดนซ์จะเปลี่ยนแปลงจาก 10^6 ไปยัง 10^3 โอห์มที่ปริมาณความชื้น 11 เปอร์เซ็นต์ไปยัง 98 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อเปลี่ยนแปลงความถี่พบว่าอิมพีแดนซ์มีค่าลดลงเมื่อความถี่เพิ่มขึ้น โดยจะแสดงการลดลงเป็นเส้นตรงที่ที่ความถี่เป็น 100 และ 1000 เฮิรตซ์ ค่าความต่างศักย์ยังส่งผลต่อสมบัติของความว่องไวทางความชื้น ส่วนค่าความจุแทบจะไม่มีเปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มความถี่ ซึ่งสามารถอธิบายได้จากสมบัติของ Dielectric ของวัสดุ โดยที่ความถี่

ต่ำสนามไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนอย่างช้า ๆ โมเลกุลของน้ำจึงสามารถดูดซับบน Space-charge polarization ในขณะที่ความถี่ค่าสูงสนามไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนอย่างรวดเร็ว โมเลกุลของน้ำจึงไม่สามารถจับบนผิวได้อิมพีแดนซ์จึงไม่มีผลเมื่อเปลี่ยนแปลงปริมาณความชื้น

2.7.3 การขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าหรือ Electrostatic spray deposition (ESD) [64-66]

จากภาพที่ 14 แสดงเครื่องการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า โดยสารตัวอย่างที่ต้องการพ่นจะใส่ไว้ในหลอดฉนวนที่มีอัตราการไหลที่แน่นอน (สารตัวอย่างอาจอยู่ในรูปของเหลว) และมีตัวเครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้าแรงสูง (High voltage) คอยป้อนกระแสซึ่งต่ออยู่ระหว่างตัวขั้วสเตรตกับหัวเข็ม ซึ่งตัวขั้วสเตรตที่มีอุณหภูมิสูงจะต้องเป็นกลาง เพื่อให้สารพ่นฝอยที่ออกทางหัวเข็มไปเกาะลงบนตัวขั้วสเตรตภายใต้แรงเคลื่อนทางไฟฟ้าข้อดีของเทคนิคนี้คือ สามารถขึ้นรูปได้ง่าย ต้นทุนต่ำ และสามารถเกิดสัณฐานวิทยาได้หลากหลาย



ภาพที่ 14 ลักษณะอุปกรณ์สำหรับเทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า [67]

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องชั่งละเอียดรุ่น BL210S ผลิตโดยบริษัท Satorius
2. เครื่อง Ultrasonic cleaner ผลิตโดยบริษัท KA Production
3. ตู้ควบคุมอุณหภูมิ รุ่น Binder ผลิตโดยบริษัท R3-controller Series
4. เครื่องวิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analyzer; TGA) รุ่น TGA7 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer
5. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) รุ่น S3400N ผลิตโดยบริษัท Hitachi
6. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น D/Max 2000HV ผลิตโดยบริษัท Rigaku

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. เอทานอล (Ethyl alcohol absolute, C_2H_5OH , ความบริสุทธิ์ 99.8% ของบริษัท CARLO ERBA)
2. บิวทานอล (Butan-1-ol, C_4H_9OH , ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA)
3. โพรพานอล (n-propyl alcohol, C_3H_8O , ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA)
4. อะซีโตนไทรล์ (Acetonitrile, CH_3CN , ความบริสุทธิ์ 99.9% ของบริษัท CARLO ERBA)
5. ไดฟีนีลลามีน (Diphenylamine, $C_{12}H_{11}N$, ของบริษัท ACROSS)
6. อะนิลีน (Aniline, C_6H_7N , ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท Fluka)
7. กรดออร์โทฟอสฟอริก (Orthophosphoric acid, H_3PO_4 , ความบริสุทธิ์ 85% ของบริษัท CARLO ERBA)

8. N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride, ความบริสุทธิ์ 98% ของบริษัท ACROS ORGANICS)
9. เมทานอล (Methyl alcohol, CH_3OH , ความบริสุทธิ์ 99.9% ของบริษัท CARLO ERBA)
10. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, ความบริสุทธิ์ 98% ของบริษัท CARLO ERBA)
11. เอทิลอะซิเตท (Ethyl acetate, $\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$, ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท RCL labscan)
12. โซเดียมอะซิเตท (Sodium acetate, CH_3COONa)
13. น้ำกลั่น
14. มอลโทเดกซ์ทริน (Maltodextrin)
15. อะซีโตน (Acetone บริษัทยูเนี่ยน อินทราโก้)
16. เซอร์โคเนียมไฮดรอกไซด์ (Zirconium(IV)hydroxide, $\text{Zr}(\text{OH})_4$, ความบริสุทธิ์ 97% ของบริษัท ALDRICH)
17. ไตรเอทานอลามีน (Triethanolamine (TEA), $(\text{CH}_2\text{OHCH}_2)_3\text{N}$, ความบริสุทธิ์ 99% ของบริษัท CARLO ERBA)
18. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH , ความบริสุทธิ์ 98% ของบริษัท UNIVAR)
19. เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol (EG), $(\text{CH}_2\text{OHCH}_2)\text{OH}$, ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA)
20. เอทานอล (Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, ความบริสุทธิ์ 95%)
21. แผ่นโครมาโทกราฟีซิลิกาเจลเคลือบบนอะลูมิเนียม (TLC silica gel 60 F₂₅₄ ของบริษัท Merck)
22. น้ำตาลกลูโคส (Glucose, ของบริษัท Fluka)
24. ซิลเวอร์ เพนท์ (Silver paint, ของบริษัท SPi)
25. โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl , ความบริสุทธิ์ 99% ของบริษัท LAB SCAN)
26. แมกนีเซียมคลอไรด์ (Magnesium chloride hexahydrate, , $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ความบริสุทธิ์ 98% ของบริษัท Fluka)

27. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)

3.3 การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเทคนิคโครมาโทกราฟี

3.3.1 การเตรียมตัวมาตรฐานน้ำตาลกลูโคส และมอลโทเดกซ์ทริน

การเตรียมสารละลายน้ำตาลกลูโคส และมอลโทเดกซ์ทรินเตรียมได้โดยละลายน้ำตาลกลูโคส และมอลโทเดกซ์ทริน 5 มิลลิกรัม ในน้ำกลั่น 1 มิลลิลิตร นำไปใส่ใน Ultrasonic bath จนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

3.3.2 การเตรียมส่วนเคลื่อนที่ (Mobile phase)

การเตรียมส่วนเคลื่อนที่ระบบที่หนึ่ง โดยผสมอะซิโตนไนไตรล์ (Acetonitrile, CH_3CN , ความบริสุทธิ์ 99.9% ของบริษัท CARLO ERBA) เอทิลอะซิเตต (Ethyl acetate, $\text{CH}_3\text{-COOC}_2\text{H}_5$, ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท RCL labscan) โพรพานอล (n-propyl alcohol, $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$, ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA) และน้ำกลั่นด้วยอัตราส่วน 85 ต่อ 20 ต่อ 50 ต่อ 50 ตามลำดับ โดยนำตัวทำละลายที่เตรียมได้ผสมให้เข้ากัน เทลงในบีกเกอร์ที่มีฝาปิดสนิท ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งในบีกเกอร์มีตัวด้วยไอของตัวทำละลาย

การเตรียมส่วนเคลื่อนที่ระบบที่สอง โดยผสมบิวทานอล (Butan-1-ol, $\text{C}_4\text{H}_9\text{-OH}$, ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA) เอทานอล (Ethyl alcohol absolute, $\text{C}_2\text{H}_5\text{-OH}$, ความบริสุทธิ์ 99.8% ของบริษัท CARLO ERBA) และน้ำกลั่นด้วยอัตราส่วน 2 ต่อ 3 ต่อ 5 ตามลำดับ โดยนำตัวทำละลายที่เตรียมได้ผสมให้เข้ากัน เทลงในบีกเกอร์ที่มีฝาปิดสนิท ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งในบีกเกอร์มีตัวด้วยไอของตัวทำละลาย

การเตรียมส่วนเคลื่อนที่ระบบที่สาม โดยผสมบิวทานอล (Butan-1-ol, $\text{C}_4\text{H}_9\text{-OH}$, ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA) เอทานอล (Ethyl alcohol absolute, $\text{C}_2\text{H}_5\text{-OH}$, ความบริสุทธิ์ 99.8% ของบริษัท CARLO ERBA) และน้ำกลั่นด้วยอัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 และที่อัตราส่วน 2 ต่อ 3 ต่อ 5 ตามลำดับ โดยนำตัวทำละลายที่เตรียมได้ผสมให้เข้ากัน เทลงในบีกเกอร์ที่มีฝาปิดสนิท ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งในบีกเกอร์มีตัวด้วยไอของตัวทำละลาย

3.3.3 การเตรียมตัวทำให้เกิดสี (Detection reagent)

การเตรียมตัวทำให้เกิดสีระบบที่หนึ่ง เตรียมโดยนำ N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride, ความบริสุทธิ์ 98% ของบริษัท ACROS ORGANICS) 0.3 กรัมกับกรดซัลฟิวริก 5 มิลลิลิตร (Sulfuric acid, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, ความบริสุทธิ์ 99.8% ของบริษัท

CARLO ERBA) ในตัวทำละลายเมทานอล (Methyl alcohol, CH_3OH , ความบริสุทธิ์ 99.9% ของบริษัท CARLO ERBA) 100 มิลลิลิตร

การเตรียมตัวทำให้เกิดสีระบบที่สอง เตรียมโดยนำไดฟีนีลามีน (Diphenylamine, $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{N}$, ของบริษัท ACROSS) 2 กรัม ผสมกับอะนิลีน (Aniline, $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}$, ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท Fluka) 2 มิลลิลิตรในตัวทำละลายอะซีโตน (Acetone) 80 มิลลิลิตร จากนั้นเติมกรดออร์โทฟอสฟอริก (Orthophosphoric acid, H_3PO_4 , ความบริสุทธิ์ 85% ของบริษัท CARLO ERBA) 15 มิลลิลิตรแล้วเจือจางด้วยอะซีโตน (Acetone) 100 มิลลิลิตร

3.4 เทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง

3.4.1 การเตรียมแผ่นโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางโดยศึกษาส่วนเคลื่อนที่ และอัตราส่วนของส่วนเคลื่อนที่

นำสารละลายมอลโทเดกซ์ทรินหยดลงบนแผ่นโครมาโทกราฟีกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 20 เซนติเมตร (TLC silica gel 60 F₂₅₄ ของบริษัท Merck) 2 ถึง 3 ครั้ง รอจนหยดมอลโทเดกซ์ทรินแห้ง จึงนำไปใส่ในบีกเกอร์ที่อ้อมตัวด้วยสารผสมระหว่างอะซีโตน ไตรลเอทิลอะซีเตท โพรพานอล และน้ำด้วยอัตราส่วน 85 ต่อ 20 ต่อ 50 ต่อ 50 ตามลำดับ และสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำด้วยอัตราส่วน 2 ต่อ 3 ต่อ 5 และ 5 ต่อ 3 ต่อ 2 สำหรับระบบที่สองและสามตามลำดับ ตั้งทิ้งไว้ให้ตัวทำละลายเคลื่อนที่บนแผ่นโครมาโทกราฟีจนถึงขอบแผ่น (Solvent front) แล้วนำแผ่นโครมาโทกราฟีออกจากบีกเกอร์ รอจนแผ่นโครมาโทกราฟีแห้ง จึงนำไปจุ่มตัวทำให้เกิดสีของ N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริกในเมทานอล รอจนแผ่นแห้งแล้วจึงนำไปเข้าสู่ควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที

3.4.2 การเตรียมแผ่นโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางโดยศึกษาการเคลือบผิวบนแผ่นซิลิกา

นำแผ่นโครมาโทกราฟีกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 20 เซนติเมตรเคลือบด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตท (Sodium acetate, CH_3COONa) แล้วนำไปอบให้แผ่นโครมาโทกราฟีแห้งด้วยตู้ควบคุมอุณหภูมิเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นหยดสารละลายมอลโทเดกซ์ทรินจำนวน 2 ถึง 3 ครั้ง รอจนสารละลายแห้งจึงนำไปใส่ในบีกเกอร์ที่อ้อมตัวด้วยสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอล และน้ำด้วยอัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 ตั้งทิ้งไว้ให้ตัวทำละลายเคลื่อนที่บนแผ่นโครมาโทกราฟีจนถึงขอบแผ่น แล้วนำแผ่นโครมาโทกราฟีออกจากบีกเกอร์ รอจนแผ่นโครมาโทกราฟีแห้ง จึงนำไปจุ่มตัวทำให้เกิดสีของผสม N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริก

ในตัวทำละลายเมทานอล ร่อนแผ่นแห้งแล้วจึงนำไปเข้าสู่ควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที

3.4.3 การเตรียมแผ่นโครมาโทกราฟีแบบชั้นบางโดยศึกษาตัวทำให้เกิดสี

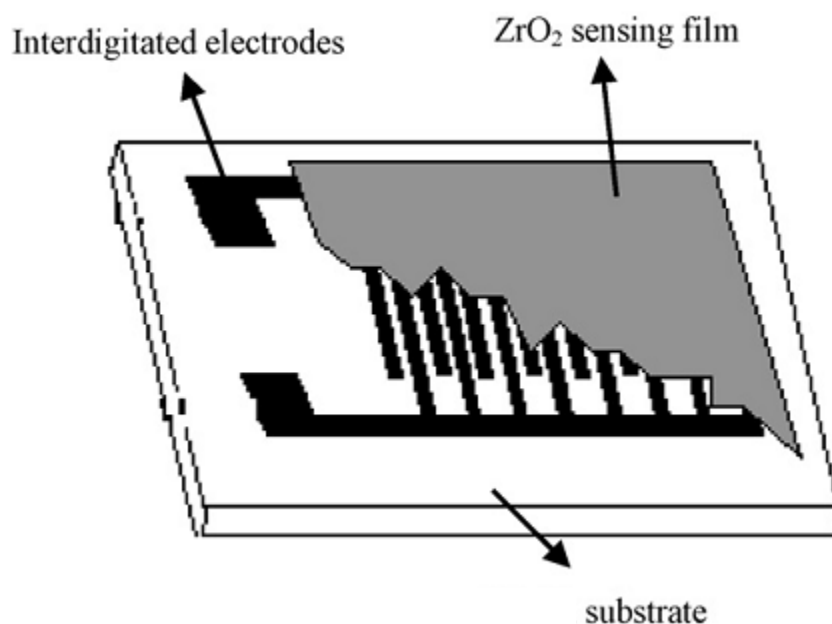
นำสารละลายมอลโทเดกซ์ทรินหยดลงบนแผ่นโครมาโทกราฟีกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 20 เซนติเมตร 2 ถึง 3 ครั้ง ร่อนหยดมอลโทเดกซ์ทรินแห้ง จึงนำไปใส่ในบีกเกอร์ที่อิมมัวด้วยสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอล และน้ำด้วยอัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 ตั้งทิ้งไว้ให้ตัวทำละลายเคลื่อนที่บนแผ่นโครมาโทกราฟีจนถึงขอบแผ่น แล้วนำแผ่นโครมาโทกราฟีออกจากบีกเกอร์ ร่อนแผ่นโครมาโทกราฟีแห้ง จึงนำไปจุ่มตัวทำให้เกิดสีของผสม N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริกในเมทานอล เทียบกับตัวทำให้เกิดสีของสารผสมไคฟีนิลามีน อะนีลีน กรดออร์โทฟอสฟอริก ในตัวทำละลายอะซีโตน ร่อนแผ่นแห้งแล้วจึงนำไปเข้าสู่ควบคุมอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที

3.5 การสังเคราะห์เซอร์โคนาเทรน (Zirconatran)

การสังเคราะห์เซอร์โคนาเทรนทำได้โดยการผสมเซอร์โคเนียมไฮดรอกไซด์ (Zirconium(IV)hydroxide, $Zr(OH)_4$, ความบริสุทธิ์ 97% ของบริษัท ALDRICH) ไตรเอทานอลามีน (Triethanolamine (TEA), $(CH_2OHCH_2)_3N$, ความบริสุทธิ์ 99% ของบริษัท CARLO ERBA) และ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH, ความบริสุทธิ์ 98% ของบริษัท UNIVAR) โดยมีเอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol (EG), $(CH_2OHCH_2)OH$, ความบริสุทธิ์ 99.5% ของบริษัท CARLO ERBA) เป็นตัวทำละลาย สังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

3.6 การขึ้นรูปฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์

นำเซอร์โคนาเทรนที่สังเคราะห์ได้ผสมกับเอทานอล (Ethanol, C_2H_5OH , ความบริสุทธิ์ 95%) ด้วยอัตราส่วนของเซอร์โคนาเทรนต่อเอทานอลเป็น 2:1 โดยน้ำหนัก จนสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน นำสารละลายไปขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางลงบนกระจกสไลด์ที่มีซิลเวอร์ เพนท์ (Silver paint, ของบริษัท SPi) เป็นตัวฉนวนด้วยเทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า ดังภาพที่ 15 ที่อุณหภูมิห้อง 400 องศาเซลเซียส ระยะห่างระหว่างหัวเข็มและซับสเตรต 11 เซนติเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ อัตราการไหลของสารละลายตั้งต้น 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง โดยมีอุณหภูมิในการเผา 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 15 การขึ้นรูปฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์สำหรับการวัดค่าความว่องไวทางความชื้น

3.7 การเตรียมสารละลายที่ปริมาณความชื้นต่าง ๆ

3.7.1 ปริมาณความชื้น 0 เปอร์เซ็นต์ (0% Relative humidity; RH)

การเตรียมสารละลายที่ปริมาณความชื้น 0 เปอร์เซ็นต์ ทำได้โดยนำซิลิกาเจลไปอบไล่ความชื้นในตู้ควบคุมอุณหภูมิ เป็นเวลา 60 นาทีก่อนการทดลองทุกครั้ง จากนั้นนำซิลิกาเจลใส่ในแฮมเบอร์

3.7.2 ปริมาณความชื้น 33 เปอร์เซ็นต์

การเตรียมสารละลายที่ปริมาณความชื้น 33 เปอร์เซ็นต์ ทำได้โดยนำเกลือแมกนีเซียมคลอไรด์ (Magnesium chloride hexahydrate, $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ความบริสุทธิ์ 98% ของบริษัท Fluka) ใส่ลงไปในน้ำที่ปราศจากไอออน จนแมกนีเซียมคลอไรด์เกิดการอิ่มตัว จากนั้นนำไปใส่ในแฮมเบอร์ ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งภายในแฮมเบอร์เกิดการอิ่มตัว

3.7.3 ปริมาณความชื้น 50 เปอร์เซ็นต์

การเตรียมสารละลายที่ปริมาณความชื้น 50 เปอร์เซ็นต์ ทำได้โดยนำโซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride, NaCl , ความบริสุทธิ์ 99% ของบริษัท LAB SCAN) 4.8 กรัม ผสมกับน้ำ

ที่ปราศจากไอออน 5.2 กรัม กวนจนกระทั่งสารละลายเป็นเนื้อเดียวกันจากนั้นนำไปใส่ในแฮมเบอร์ ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งภายในแฮมเบอร์เกิดการอิมตัว

3.7.4 ปริมาณความชื้น 75 เปอร์เซ็นต์

การเตรียมสารละลายที่ปริมาณความชื้น 75 เปอร์เซ็นต์ ทำได้โดยนำโซเดียมคลอไรด์ ใส่ลงไปในน้ำที่ปราศจากไอออน จนโซเดียมคลอไรด์เกิดการอิมตัว จากนั้นนำไปใส่ในแฮมเบอร์ ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งภายในแฮมเบอร์เกิดการอิมตัว

3.7.5 ปริมาณความชื้น 100 เปอร์เซ็นต์

การเตรียมสารละลายที่ปริมาณความชื้น 100 เปอร์เซ็นต์ ทำได้โดยเตรียมน้ำที่ปราศจากไอออน 30 มิลลิลิตร เทใส่ลงในบีกเกอร์ นำบีกเกอร์ไปใส่ในแฮมเบอร์ ตั้งทิ้งไว้จนกระทั่งภายในแฮมเบอร์อิมตัวด้วยไอของน้ำ

3.8 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์

การวิเคราะห์อุณหภูมิที่ใช้ในการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้านั้นจะใช้เทคนิควิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analyzer; TGA) รุ่น TGA7 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ในการศึกษาสัณฐานวิทยาของฟิล์มบาง และการตรวจสอบความหนาของฟิล์มบางจะใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) รุ่น S3400N ผลิตโดยบริษัท Hitachi การวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มบางทดสอบโดยเทคนิควัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น D/Max 2000HV ผลิตโดยบริษัท Rigaku โดยใช้ Cu-K α เป็นแหล่งกำเนิดรังสี

3.9 วิธีปฏิบัติและข้อแนะนำต่าง ๆ

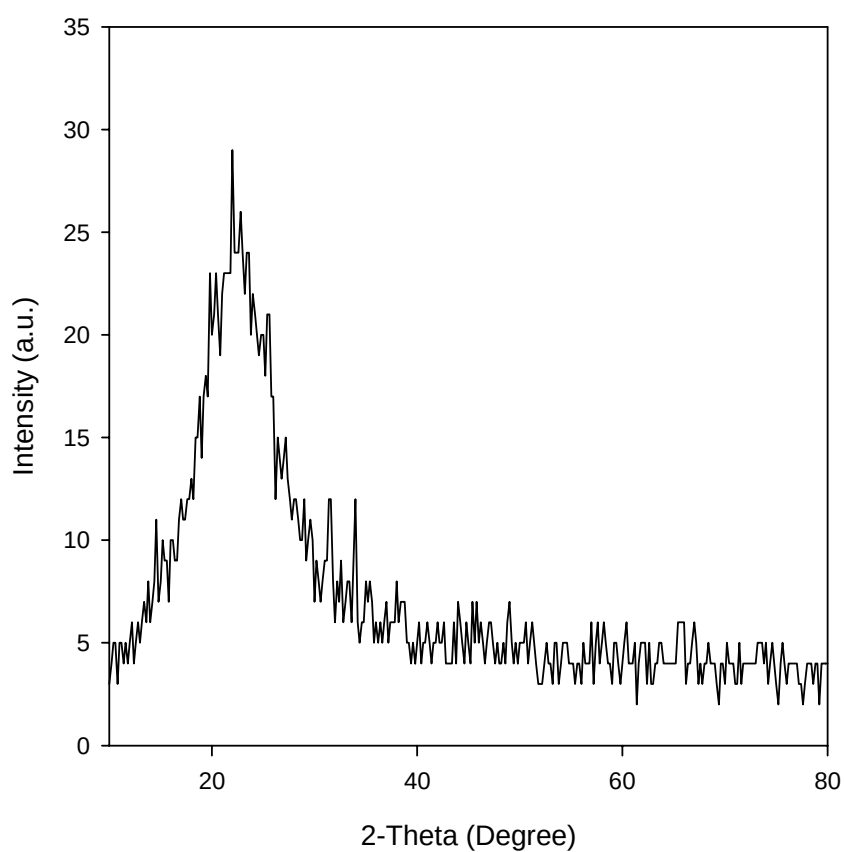
1. ขณะทำการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าควรปิดกระจกเพื่อป้องกันสิ่งรบกวนจากภายนอกที่จะมีผลต่อสนามไฟฟ้า เพื่อให้สารตัวอย่างที่พ่นลงบนซับสเตรตอย่างเดียว
2. ในขณะทำการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าควรสวมรองเท้า ถุงมือ เพื่อป้องกันไฟฟ้าสถิตวิ่งผ่านร่างกาย ทำให้เกิดอันตรายได้
3. ในการเตรียมสารละลายควรแต่งกายให้มิดชิดเพื่อป้องกันสารเคมีกระเด็นใส่ร่างกาย

บทที่ 4

ผลการทดลอง

ตอนที่ 1 การศึกษาการแยกมอลโทเดกซ์ทริน

ในการศึกษาองค์ประกอบของแผ่นโครมาโทกราฟีแสดงในภาพที่ 16 พบว่ามีองค์ประกอบสอดคล้องกับซิลิกาตรงตาม JCPDS เลขที่ 01-082-1570 ซึ่งมีลักษณะเด่นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 20.874 (011), 22.326 (101), 27.639 (103) และ 37.731 (114)

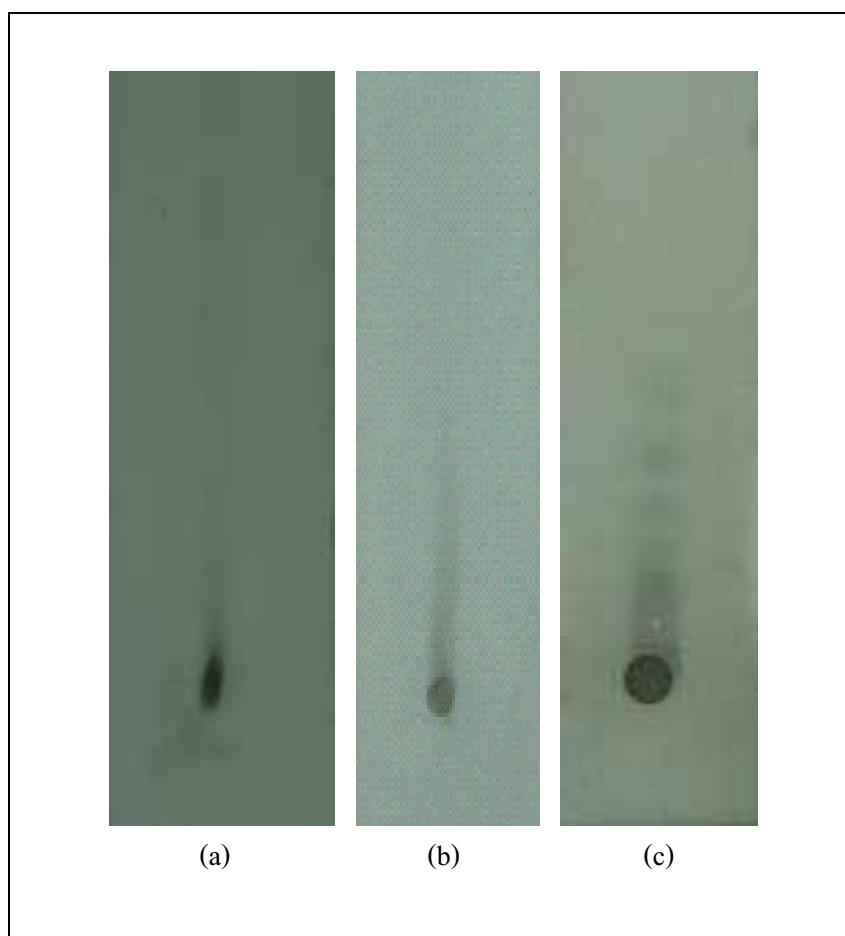


ภาพที่ 16 ผลการวิเคราะห์ XRD ของซิลิกาที่ใช้ในเทคนิคโครมาโทกราฟี

4.1 ศึกษาการแยกมอลโทเดกซ์ทรินโดยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง

4.1.1 อิทธิพลของส่วนเคลื่อนที่และอัตราส่วนของส่วนเคลื่อนที่

การศึกษาอิทธิพลของส่วนเคลื่อนที่ทำได้โดยใช้ส่วนเคลื่อนที่ของอะซีโตน ไตรคลอโรเอทิล เติทราไฮโดรฟูแรน โพรพานอล และน้ำ เทียบกับระบบของบิวทานอล เอทานอลและน้ำ โดยใช้ตัวทำให้เกิดสีตัวเดียวกันคือ N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริกในเมทานอล แสดงดังภาพที่ 17



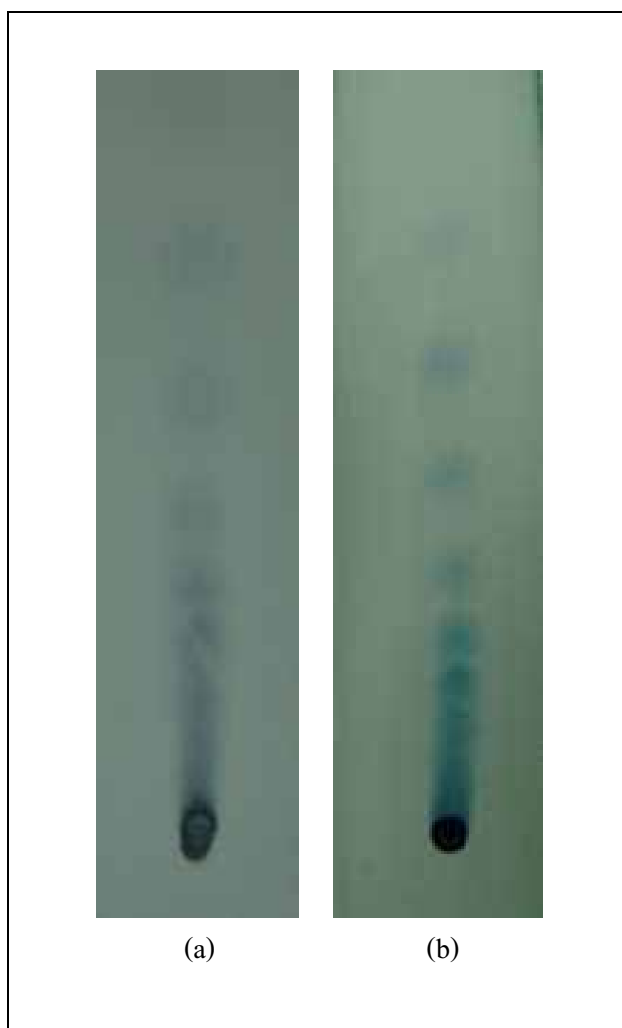
ภาพที่ 17 โครมาโทแกรมในการวิเคราะห์มอลโทเดกซ์ทริน ที่ใช้ตัวทำให้เกิดสีเป็นระบบที่หนึ่ง และส่วนเคลื่อนที่ต่าง ๆ (a) อะซีโตน ไตรคลอโรเอทิล เติทราไฮโดรฟูแรน โพรพานอล และน้ำ ที่อัตราส่วน 85 ต่อ 20 ต่อ 50 ต่อ 50 (b) บิวทานอล เอทานอลและน้ำ ที่อัตราส่วน 2 ต่อ 3 ต่อ 5 และ (c) บิวทานอล เอทานอลและน้ำ ที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2

เนื่องจากการแยกมอลโทเดกซ์ทรินไม่สามารถตรวจสอบบนแผ่นโครมาโทแกรมด้วยตาเปล่าจึงต้องใช้ตัวทำให้เกิดสีช่วยในการทดสอบ [30] จากภาพที่ 17 (a) และ (b) จะเห็นเพียงจุดสีม่วงของสารตัวอย่างมอลโทเดกซ์ทริน โดยไม่สามารถเห็นการแยกของมอลโทเดกซ์ทรินที่เกิดขึ้นได้ และเมื่อสังเกตภาพที่ 17 (c) เมื่อเปลี่ยนอัตราส่วนของส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอล และน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 พบว่าสามารถเห็นการแยกมอลโทเดกซ์ทรินได้ แต่เพียงบางจุดเท่านั้น



ภาพที่ 18 โครมาโทแกรมของมอลโทเดกซ์ทรินโดยมีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำด้วยอัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 โดยมีตัวทำให้เกิดสีเป็น N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริกในเมทานอล (a) ไม่มีการเคลื่อนผ่านโครมาโทกราฟ (b) เคลือบแผ่นโครมาโทกราฟด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตต

จากภาพที่ 17 (a) และ (b) พบว่าไม่สามารถเห็นการแยกของมอลโทเดกซ์ทริน เนื่องจากอัตราส่วนของส่วนเคลื่อนที่ไม่เหมาะสม โดยมีส่วนที่มีขี้ (น้ำ) ในปริมาณที่มากเกินไป ทำให้ส่วนเคลื่อนที่เกิดการเคลื่อนที่บนแผ่นโครมาโทกราฟีได้อย่างรวดเร็ว ทำให้ไม่สามารถดูดซับส่วนประกอบของมอลโทเดกซ์ทรินออกมาได้ [16]



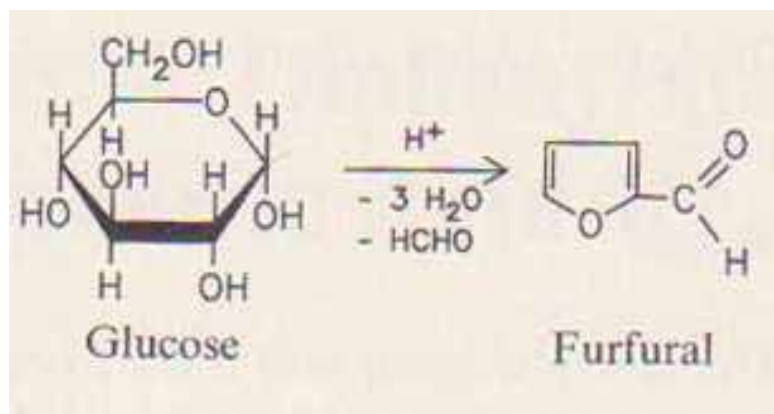
ภาพที่ 19 โครมาโทแกรมของมอลโทเดกซ์ทรินที่ใช้ส่วนเคลื่อนที่ระบบที่สาม และใช้ตัวทำให้เกิดสัระบบที่สอง (a) เคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตต (b) ไม่มีการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตต

4.1.2 อิทธิพลของการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟี

จากการศึกษาผลของตัวทำละลายพบว่าในระบบบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 สามารถแยกมอลโทเดกซ์ทรินได้ จึงเลือกระบบนี้มาศึกษาต่อ แต่ได้มีการเคลือบผิวโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตท [31] ส่วนอีกแผ่นไม่มีการเคลือบด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตท และยังคงใช้ตัวทำให้เกิดสีตัวเดิมคือ N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริกในเมทานอลแสดงดังภาพที่ 18 จากภาพที่ 18 (a) สามารถเห็นการแยกของมอลโทเดกซ์ทรินที่เกิดขึ้นได้เพียงบางจุด และเมื่อสังเกตภาพที่ 18 (b) เมื่อมีการเคลือบด้วยสารละลายสารละลายโซเดียมอะซีเตท พบว่าเห็นการแยกมอลโทเดกซ์ทรินเช่นกัน สาเหตุที่มีการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีเนื่องจากสามารถดัดแปลงค่า pH ความเป็นกรด หรือค่าของแผ่นโครมาโทกราฟี เช่น มีการเติมกรดบอริก (Boric acid) เพื่อใช้แยกน้ำตาล หรือเติม Silver nitrate เพื่อใช้แยกสารประกอบพวกโพลิฟีน เป็นต้น[16]

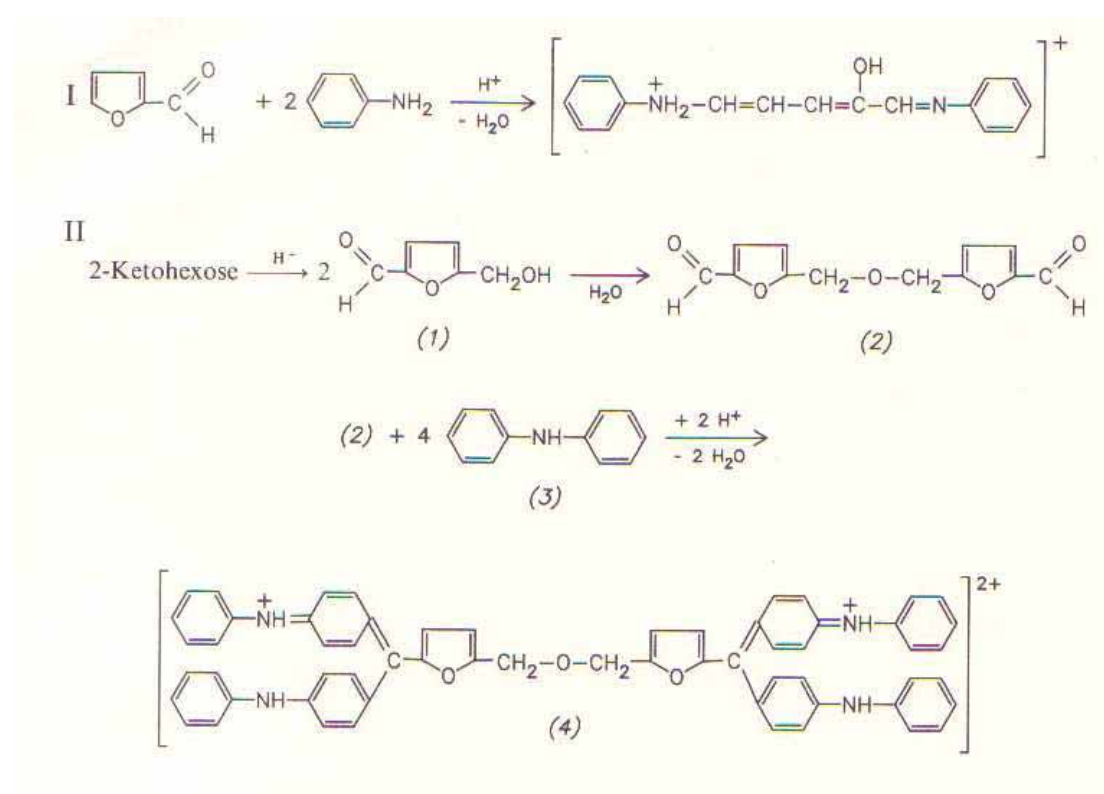
4.1.3 อิทธิพลของตัวทำให้เกิดสี

จากการทดลองข้างต้นพบว่าสามารถแยกมอลโทเดกซ์ทรินได้เพียงบางส่วนเท่านั้น และยังเห็นการแยกได้ไม่ชัดเจน จึงปรับเปลี่ยนตัวทำให้เกิดสีจากเดิมที่ใช้ N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริก ในเมทานอล เป็นไดฟีนิลลามีน อะนิลีน กรดออร์โทฟอสฟอริก ในอะซีโตน โดยยังคงเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตท และส่วนเคลื่อนที่เป็นบิวทานอล เอทานอลและน้ำตัวเดิม ดังภาพที่ 19 เมื่อสังเกตภาพที่ 19 (a) พบว่าเมื่อเปลี่ยนตัวทำให้เกิดสีสามารถเห็นการแยกมอลโทเดกซ์ทรินได้มากกว่าเดิม แต่ในการทดลองพบว่าการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตทก่อให้เกิดขั้นตอนที่ซับซ้อนและยุ่งยาก ทั้งยังทำให้เสียเวลาในการวิเคราะห์ จึงได้ตัดขั้นตอนนี้ออก แต่ยังคงใช้ส่วนที่เคลื่อนที่เป็นบิวทานอล เอทานอลและน้ำ ที่มีตัวทำให้เกิดสีเป็นไดฟีนิลลามีน อะนิลีน กรดออร์โทฟอสฟอริกในอะซีโตนตัวเดิม เมื่อพิจารณาภาพที่ 19 (b) พบว่าประสบความสำเร็จในการแยกมอลโทเดกซ์ทริน โดยสามารถเห็นสีในการแยกที่ชัดเจนมากกว่ากรณีที่มีการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซีเตท ทั้งนี้การเห็นสีบนแผ่นโครมาโทแกรมของตัวทำให้เกิดสีในระบบที่สองสามารถอธิบายได้จากการที่น้ำตาลได้รับความร้อนและความเป็นกรดในตัวทำให้เกิดสี โดยน้ำตาลจะถูกเปลี่ยนรูปเป็น Furfural derivatives ซึ่งมีการกำจัดน้ำ และฟอร์มัลดีไฮด์ออกไปจากหมู่หมู่อัลโดเฮกโซส (Aldohexose) ดังภาพที่ 20 [68]



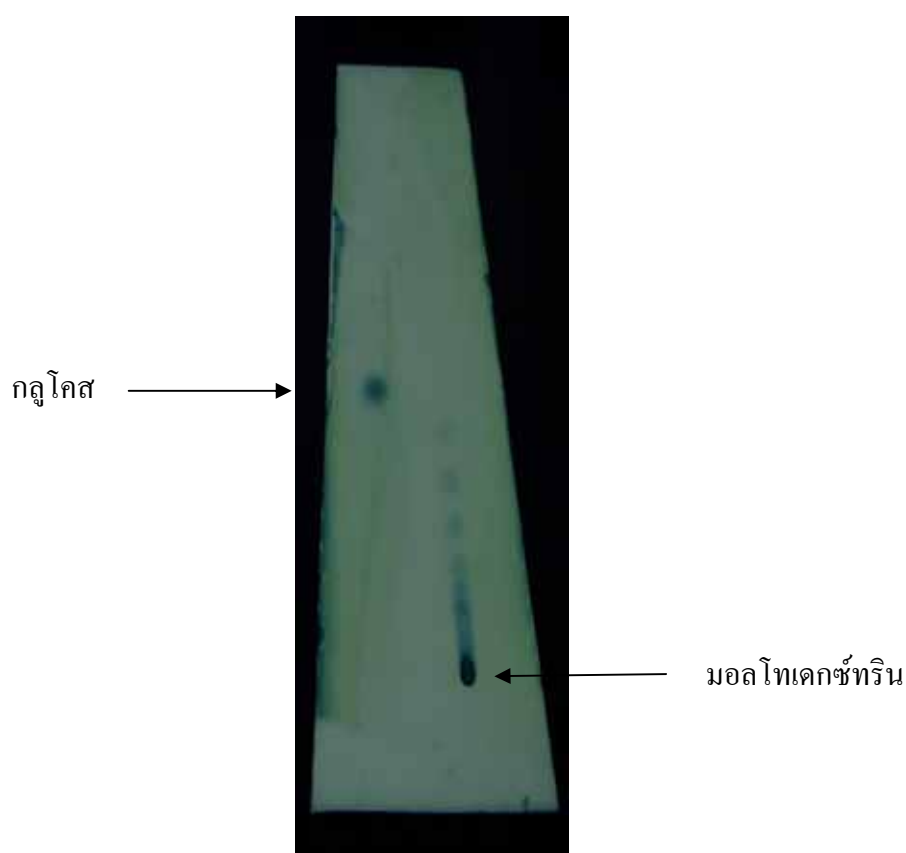
ภาพที่ 20 สมการของการเปลี่ยนรูปจากน้ำตาลกลูโคสเป็น Furfural derivatives [68]

จากนั้นแอลดีไฮด์ของโครงสร้าง Furfural จะไปทำปฏิกิริยากับหมู่เอมีน ซึ่งจะ
เป็นไปตามกลุของ SCHIFF'S base และหมู่คีโตเฮกโซส (Keto-hexose) จะทำปฏิกิริยากับไดฟีนิลลา
มินในสภาวะความเป็นกรดแสดงดังภาพที่ 21 [68]



ภาพที่ 21 การทำปฏิกิริยาของโมเลกุลน้ำตาลกับตัวทำให้เกิดสีในระบบที่สอง [68]

จากแผ่นโครมาโทแกรมพบว่าสีที่เกิดขึ้นจากการแยกจะปรากฏทั้งหมด 6 จุด แต่จุดที่ 6 จะมีสีจางกว่าจุดอื่น และเมื่อนำสารมาตรฐานของน้ำตาลกลูโคสมาเปรียบเทียบกับผลการแยกของมอลโทเดกซ์ทรินที่ได้แสดงดังภาพที่ 22 พบว่าจุดบนสุดที่มีสีจางของมอลโทเดกซ์ทรินตรงกับน้ำตาลกลูโคส เนื่องจากน้ำตาลกลูโคสเป็นสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อย จึงสามารถเคลื่อนที่ไปได้ไกลสุด และจากสีของจุดที่ 6 มีสีจางนั้นสามารถบ่งบอกว่ามีปริมาณของน้ำตาลกลูโคสน้อย โดยความเข้มของแต่ละจุดที่เกิดขึ้นจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณสารที่มีอยู่ [16, 31]



ภาพที่ 22 โครมาโทแกรมในการวิเคราะห์กลูโคสเทียบกับมอลโทเดกซ์ทริน ที่มีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอล และน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 และสารผสมของไคเฟนิลลามีน อะนิลีน และกรดออร์โทฟอสฟอริก ในอะซีโตนเป็นตัวทำให้เกิดสี

4.2 การเตรียมส่วนอยู่กับที่ด้วยผงเซอร์โคเนียมไดออกไซด์

จากผลการทดลองข้างต้นที่มีการใช้ส่วนอยู่กับที่เป็นซิลิกาทำให้สามารถแยกมอลโทเดกซ์ทรินได้ จึงได้ทดลองเปลี่ยนส่วนอยู่กับที่จากซิลิกาเป็นผงเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์เซอร์โคนาเทรนโดยนำมาขึ้นรูปด้วยวิธีต่าง ๆ ดังนี้

4.2.1 เทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า

ในการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าของเซอร์โคนาเทรนต่อเอทานอลที่อัตราส่วนเป็น 1 ต่อ 2, 1 ต่อ 1 และ 2 ต่อ 1 อุณหภูมิच्चสเตรต 400 องศาเซลเซียส แรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ อัตราการไหลของสารตั้งต้น 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมงที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับच्चสเตรต 11 เซนติเมตร ระยะเวลาในการพ่นฝอย 5 ชั่วโมง อุณหภูมิในการเผา 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำแผ่นกระจกมาทดสอบการแยกมอลโทเดกซ์ทรินโดยใช้สภาวะเดียวกันกับข้างต้นคือ สารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 เป็นส่วนเคลื่อนที่ และไดฟีนิลลามีน อะนิลีน กรดออกซาลิกในอะซิโตนเป็นตัวทำให้เกิดสี โดยไม่มีการเคลื่อนที่ของสารละลายโซเดียมอะซิเตท จากผลการทดลองพบว่าไม่สามารถเห็นการแยกของมอลโทเดกซ์ทริน ทั้งนี้เนื่องจากผลของแผ่นโครมาโทกราฟีที่ได้มีความเรียบไม่สม่ำเสมอและความหนาไม่เท่ากันทั้งแผ่น จึงส่งผลต่อคุณภาพในการแยกสารประกอบออกจากกัน [16, 29] ทำให้ส่วนเคลื่อนที่ไม่สามารถพาโมเลกุลของมอลโทเดกซ์ทรินออกจากกันได้

4.2.2 เทคนิค Electrophoretic deposition (EPD)

ในการขึ้นรูปด้วยเทคนิค Electrophoretic deposition ของผงเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรนต่อเอทานอลด้วยอัตราส่วน 2 ต่อ 1 ที่อุณหภูมิในการเผาเป็น 600 องศาเซลเซียส มีการให้ความต่างศักย์ 50 โวลต์ ระยะห่างระหว่างच्चสเตรตเป็น 2.5 เซนติเมตรเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำแผ่นเซอร์โคเนียมไดออกไซด์มาทดสอบการแยกมอลโทเดกซ์ทรินโดยใช้บิวทานอล เอทานอลและน้ำเป็นส่วนเคลื่อนที่ และไดฟีนิลลามีน อะนิลีน กรดออกซาลิกในอะซิโตนเป็นตัวทำให้เกิดสี และไม่มีการเคลื่อนที่ของสารละลายโซเดียมอะซิเตท จากผลการทดลองพบว่าไม่สามารถเห็นการแยกของมอลโทเดกซ์ทริน เนื่องจากความหนาของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ยังไม่เพียงพอที่จะทำให้ส่วนเคลื่อนที่พาเอาโมเลกุลของมอลโทเดกซ์ทรินออกมาได้

4.2.3 เทคนิคการจุ่ม (Dipping)

ในการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการจุ่มโดยใช้กระจกขนาด 2×20 เซนติเมตร จุ่มลงในตัวทำละลายของคลอโรฟอร์ม และเอทานอล พบว่าไม่สามารถยึดติดกับกระจกได้

4.2.4 เทคนิคการกดอัด (Compression)

ในการขึ้นรูปด้วยเทคนิคการกดอัด ด้วยแรงอัด 10,000 ปอนด์ เป็นเวลา 30 วินาที จากนั้นนำแผ่นเซอร์โคเนียมาทดสอบการแยกของมอลโทเดกซ์ทรินโดยใช้บิวทานอล เอทานอลและน้ำเป็นส่วนเคลื่อนที่ และไดฟีนิลลามีน อะนิลีน กรดออร์โทฟอสฟอริก ในอะซิโตนเป็นตัวทำให้เกิดสี และไม่มีการเคลือบกระจกด้วยสารละลายโซเดียมอะซิเตท จากผลการทดลองพบว่าไม่สามารถเห็นการแยกของมอลโทเดกซ์ทริน เนื่องจากอนุภาคของเซอร์โคเนียไดออกไซด์ภายในไม่สม่ำเสมอ บางจุดเกาะตัวกันเป็นก้อน จึงส่งผลต่อการพามอลโทเดกซ์ทรินเคลื่อนที่บนส่วนอยู่กับที่

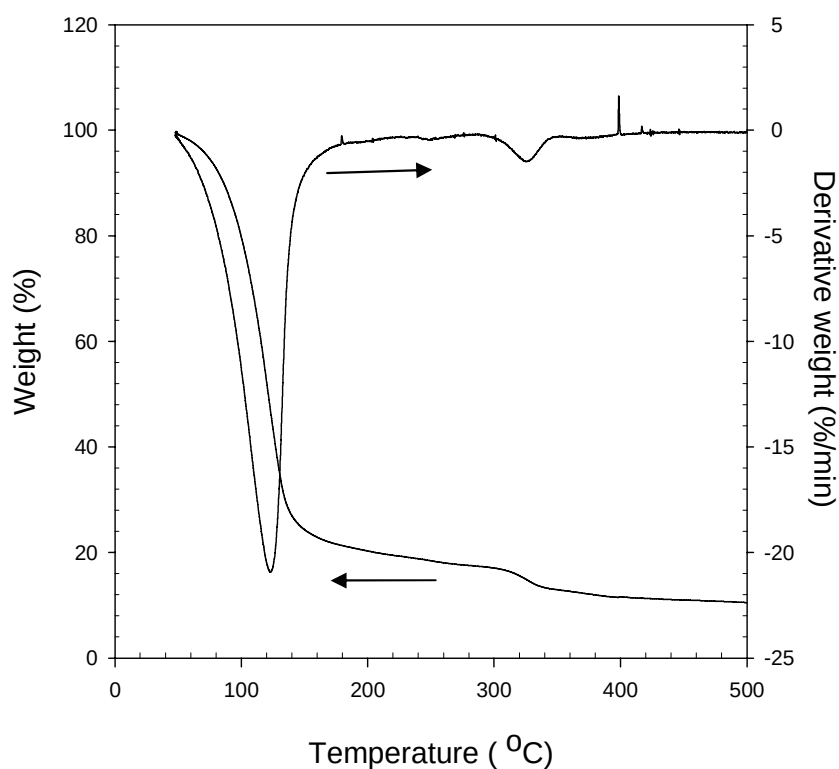
ตอนที่ 2 การศึกษาสมบัติของฟิล์มบางเซอร์โคเนียไดออกไซด์ต่อค่าความว่องไวทางความชื้น

จากการทดลองข้างต้นเมื่อใช้เซอร์โคเนียไดออกไซด์เป็นส่วนอยู่กับที่แทนซิลิกา ซึ่งผลที่ได้ไม่สามารถเห็นการแยกของมอลโทเดกซ์ทรินที่เกิดขึ้นได้ จึงได้นำฟิล์มบางของเซอร์โคเนียไดออกไซด์มาประยุกต์ใช้ในการเป็นตัววัดความว่องไวทางความชื้น เนื่องจากเซอร์โคเนียไดออกไซด์มีสมบัติที่ดีทั้งทางกายภาพและทางเคมี

4.3 การศึกษาอุณหภูมิการสลายตัวของตัวทำละลาย องค์ประกอบเซอร์โคนาเทรอน และลักษณะวิทยาของฟิล์มบาง

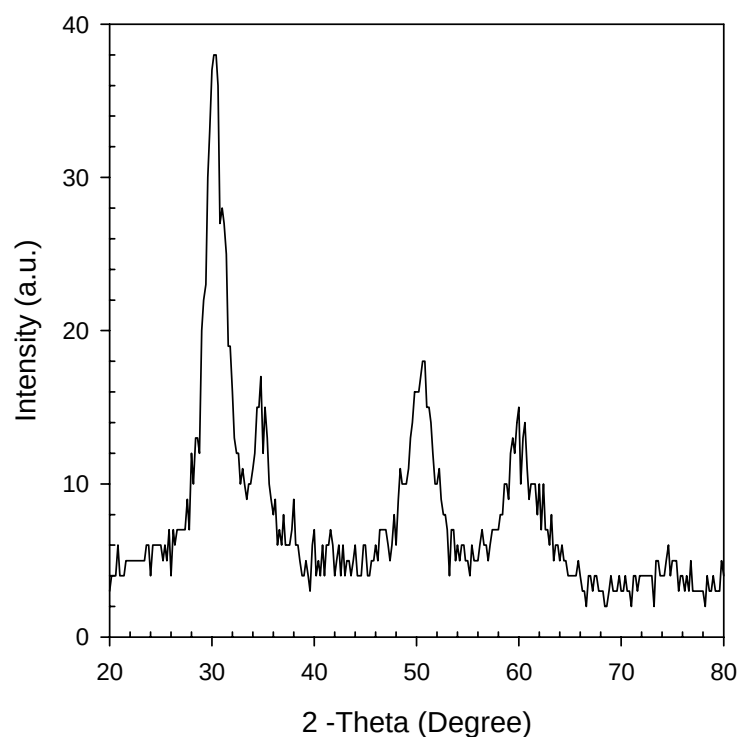
ในการศึกษาอุณหภูมิการสลายตัวขององค์ประกอบในเซอร์โคนาเทรอนที่ใช้เป็นสารตั้งต้นด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA) แสดงดังภาพที่ 23 พบว่าเซอร์โคนาเทรอนมีการสลายตัวเป็น 2 ช่วง แบ่งเป็นช่วงที่ 1 เริ่มการสลายตัวที่อุณหภูมิ 98 องศาเซลเซียสจนถึงที่อุณหภูมิ 136 องศาเซลเซียส และช่วงที่ 2 เริ่มการสลายตัวอีกครั้งที่อุณหภูมิ 314 องศาเซลเซียสโดยอุณหภูมิจะเริ่มคงที่ที่ 337 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่ากระบวนการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าจะใช้อุณหภูมิของซับสเตรตไม่ต่ำกว่า 337 องศาเซลเซียส จึงจะได้ฟิล์มบางที่มีความบริสุทธิ์ และจากภาพที่ 24 เป็นการวิเคราะห์องค์ประกอบสารตั้งต้นที่อัตราส่วนเซอร์โคนาเทรอนต่อเอทานอลเป็น 2 ต่อ 1 พบว่าที่อุณหภูมิในการเผาเป็น 400 องศาเซลเซียส มีผลสอดคล้องกับเฟสทรงสี่หน้า (Tetragonal) ของเซอร์โคเนียไดออกไซด์ (Zirconium oxide; ZrO_2) ตรงตาม JCPDS เลขที่ 50-1089 ซึ่งมีลักษณะ

เส้นที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 30.271 (011), 35.256 (110), 50.375 (112), 60.207 (121) และ 62.969 (202)



ภาพที่ 23 เทอร์โมแกรม TG/DTG ของเชอร์โคนาเทรน

สัณฐานวิทยาของฟิล์มบางเชอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเชอร์โคนาเทรนต่อเอทานอลที่ 2 ต่อ 1 อุณหภูมิแช่สเตรต 400 องศาเซลเซียส แรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ อัตราการไหลของสารตั้งต้น 1.5 มิลลิเมตรต่อชั่วโมง ที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับแช่สเตรต 11 เซนติเมตร อุณหภูมิในการเผา 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังภาพที่ 25 (a) พบว่าฟิล์มบางมีความเป็นรูพรุน โดยสามารถยืนยันได้จากภาพด้านข้าง 25 (b)

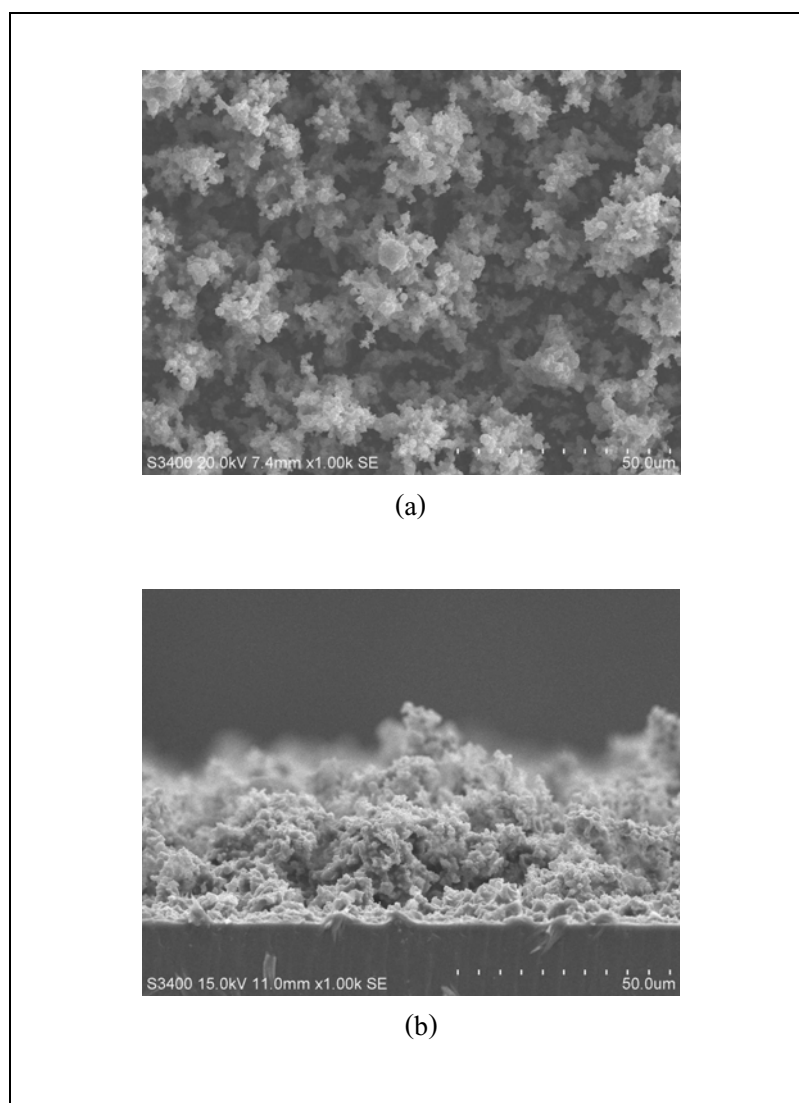


ภาพที่ 24 ผลการวิเคราะห์ XRD ของเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรนต์เอทานอลเป็น 2 ต่อ 1 ที่อุณหภูมิในการเผา 400 องศาเซลเซียส

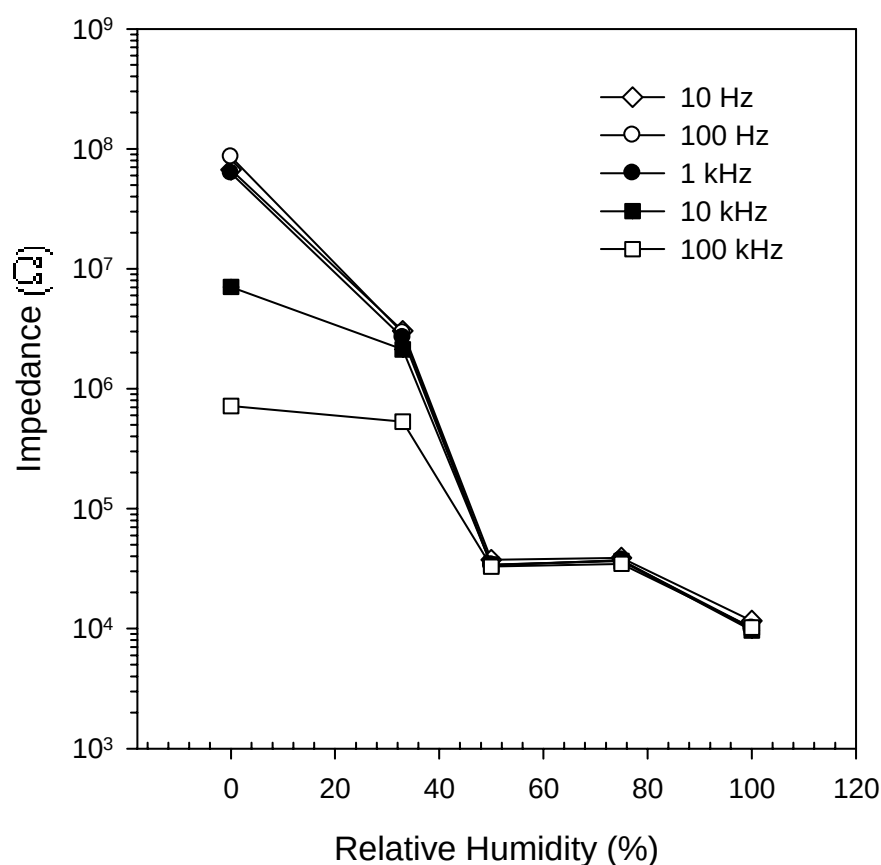
4.4 ศึกษาสมบัติของความว่องไวทางความชื้นของฟิล์มบาง

4.4.1 อิทธิพลของการปรับเปลี่ยนความถี่

ในการวิเคราะห์ค่าความว่องไวต่อความชื้นของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์สามารถวิเคราะห์ ที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ (Relative humidity) 0, 33, 50, 75 และ 100 เปอร์เซ็นต์ โดยจะศึกษาความถี่ต่าง ๆ คือที่ 10 เฮิร์ตซ์ 100 เฮิร์ตซ์ 1 กิโลเฮิร์ตซ์ 10 กิโลเฮิร์ตซ์และ 100 กิโลเฮิร์ตซ์ตามลำดับดังภาพที่ 26



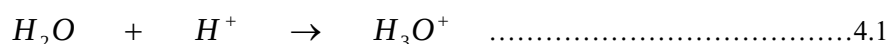
ภาพที่ 25 ภาพถ่าย SEM ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรนต์เอทานอลที่ 2 ต่อ 1 ที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับซับสเตรต 11 เซนติเมตร แรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ (a) ภาพถ่ายจากด้านบน (b) ภาพถ่ายจากด้านข้าง



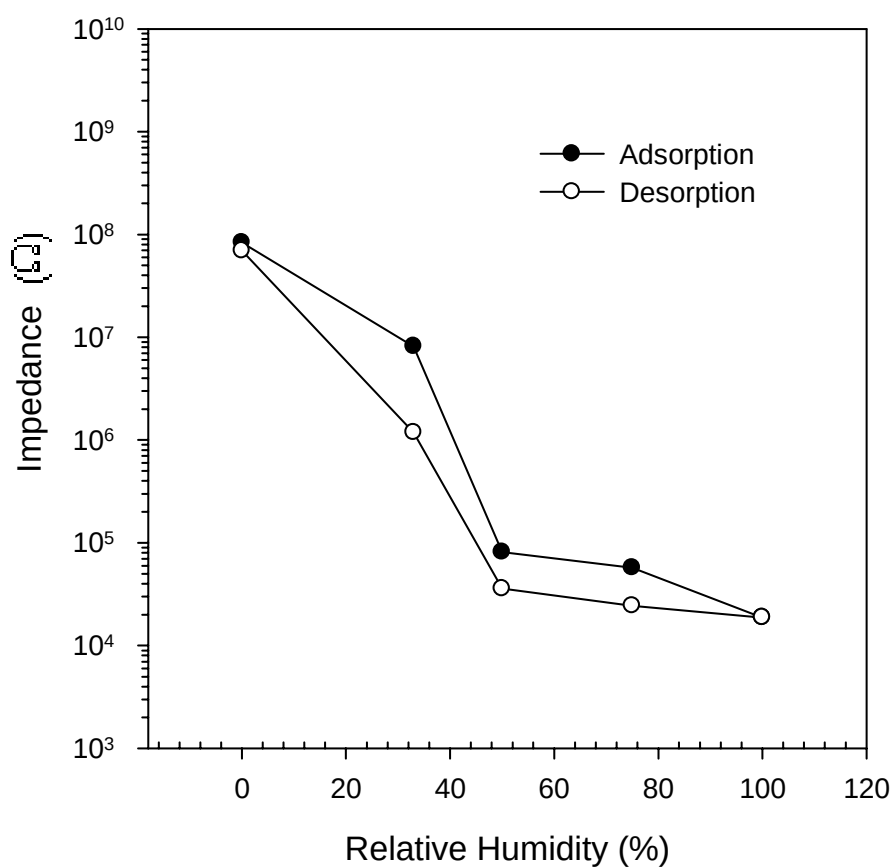
ภาพที่ 26 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานไฟฟ้ากระแสสลับ และปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ของฟิล์มบาง เมื่อมีการปรับเปลี่ยนความถี่

จากภาพที่ 26 พบว่าที่ความถี่ต่าง ๆ อิมพีแดนซ์จะมีการเปลี่ยนแปลง เมื่อปริมาณความชื้นสัมพัทธ์เปลี่ยนไป เนื่องจากโมเลกุลของน้ำถูกดูดซับบนพื้นผิวของฟิล์มบาง โดยรูพรุนบนฟิล์มบางจะช่วยให้มีพื้นที่ผิวมากขึ้น ทำให้เพิ่มความสามารถในการดูดซับของน้ำ [58] และอิมพีแดนซ์จะมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ [69] ซึ่งอธิบายได้จากการพิจารณาแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกเมื่อโมเลกุลของน้ำเกิดการดูดซับบนผิวของตัววัดปริมาณความชื้นจะทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนโปรตอนกลายเป็นไฮโดรเนียมไอออน ดังสมการที่ 4.1 และขั้นที่สองจะเกิดการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของการดูดซับ โดยอาศัยการอธิบายได้จากโมเดลของ Anderson's เมื่อปริมาณความชื้นสัมพัทธ์มีค่าน้อย พื้นผิวของตัววัดปริมาณความชื้นจะถูกปกคลุมด้วยโมเลกุลของน้ำไม่สมบูรณ์ ทำให้โปรตอนยังคงสามารถเคลื่อนที่จากบริเวณหนึ่งไปยังอีก

บริเวณหนึ่งตามรูพรุนที่ว่าง จนกระทั่งพื้นผิวถูกปกคลุมไปด้วยโมเลกุลของน้ำ โปรตอนก็จะครอบครองพื้นที่บนพื้นผิวของตัววัดปริมาณความชื้น ส่งผลให้อิมพีแดนซ์มีการเปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการเปลี่ยนปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ โดยอิมพีแดนซ์จะลดลงเมื่อปริมาณความชื้นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้น (จากผลของความสามารถในการนำประจุบนพื้นผิวของตัววัดปริมาณความชื้น) [70]



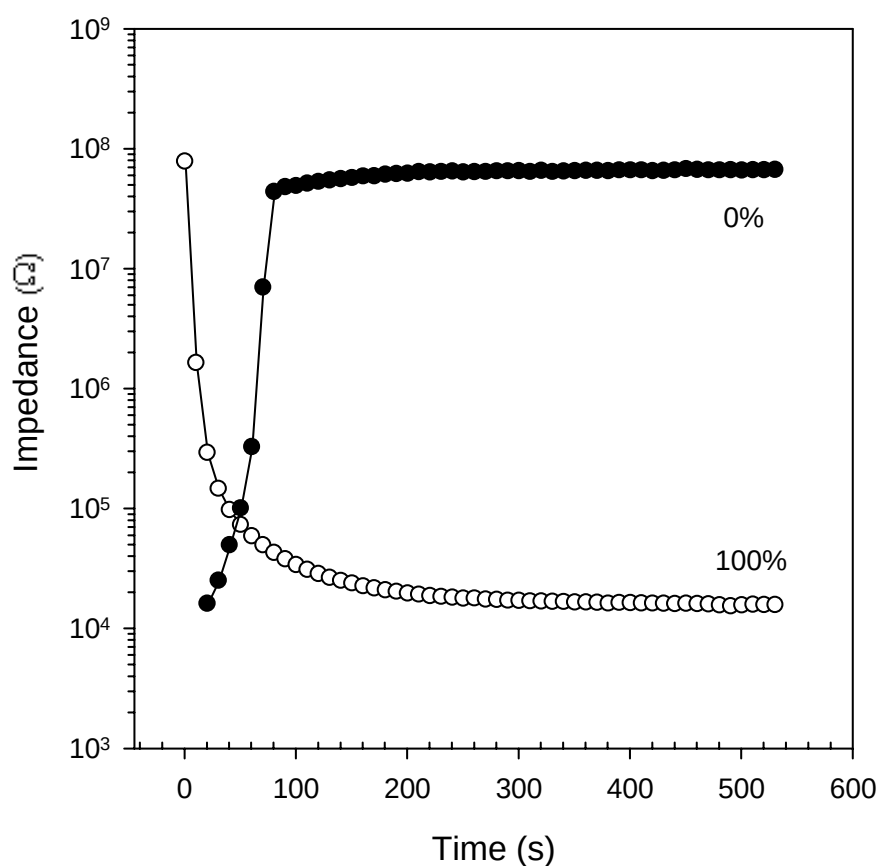
และอิมพีแดนซ์ยังขึ้นอยู่กับความถี่ โดยอิมพีแดนซ์จะลดลงเมื่อเพิ่มความถี่ ซึ่งจะลดลงต่ำสุดที่ความถี่ 100 กิโลเฮิร์ตซ์ และพบว่าที่ความถี่ 100 เฮิร์ตซ์และ 1 กิโลเฮิร์ตซ์มีแนวโน้มเข้าใกล้เส้นตรงมากที่สุด ในขณะที่ค่าความถี่ 10 กิโลเฮิร์ตซ์และ 100 กิโลเฮิร์ตซ์จะมีความราบเรียบ (Flat) นั่นคืออิมพีแดนซ์จะไม่ขึ้นกับปริมาณความชื้นที่ค่าความถี่มีค่ามาก เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของสนามไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนอย่างช้าที่ความถี่ต่ำ ทำให้สามารถเกิดช่องว่างที่โมเลกุลของน้ำจะดูดซับได้ (Space-charge polarization) และเมื่อพิจารณาที่ความถี่มีค่ามาก สนามไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็ว ทำให้โมเลกุลของน้ำไม่สามารถดูดซับได้ หรือดูดซับได้ไม่ทันจึงทำให้อิมพีแดนซ์เปลี่ยนแปลงเล็กน้อย และเป็นอิสระต่อปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ [58, 59, 63] นอกจากนี้เมื่อพิจารณาที่ความถี่ 1 กิโลเฮิร์ตซ์ อิมพีแดนซ์จะมีการเปลี่ยนแปลงจาก 6.27×10^7 ไปเป็น 9.81×10^3 โอห์ม จากปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ 0 เปอร์เซ็นต์ไปยัง 100 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ นอกจากนี้ยังวิเคราะห์ค่าการ Adsorption และ Desorption ของฟิล์มบางดังรูปที่ 4.10 โดยเส้นตรง Adsorption บ่งบอกถึงการดูดซับของโมเลกุลน้ำที่ปริมาณความชื้น 0 เปอร์เซ็นต์ไปยัง 100 เปอร์เซ็นต์ และเส้นตรง Adsorption บ่งบอกถึงการคายออกของโมเลกุลน้ำที่ปริมาณความชื้น 100 เปอร์เซ็นต์ไปยัง 0 เปอร์เซ็นต์



ภาพที่ 27 ความสัมพันธ์ระหว่างการ Adsorption และ Desorption ของฟิล์มบางที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์เปลี่ยนแปลงจาก 0 เปอร์เซ็นต์ ไป 100 เปอร์เซ็นต์

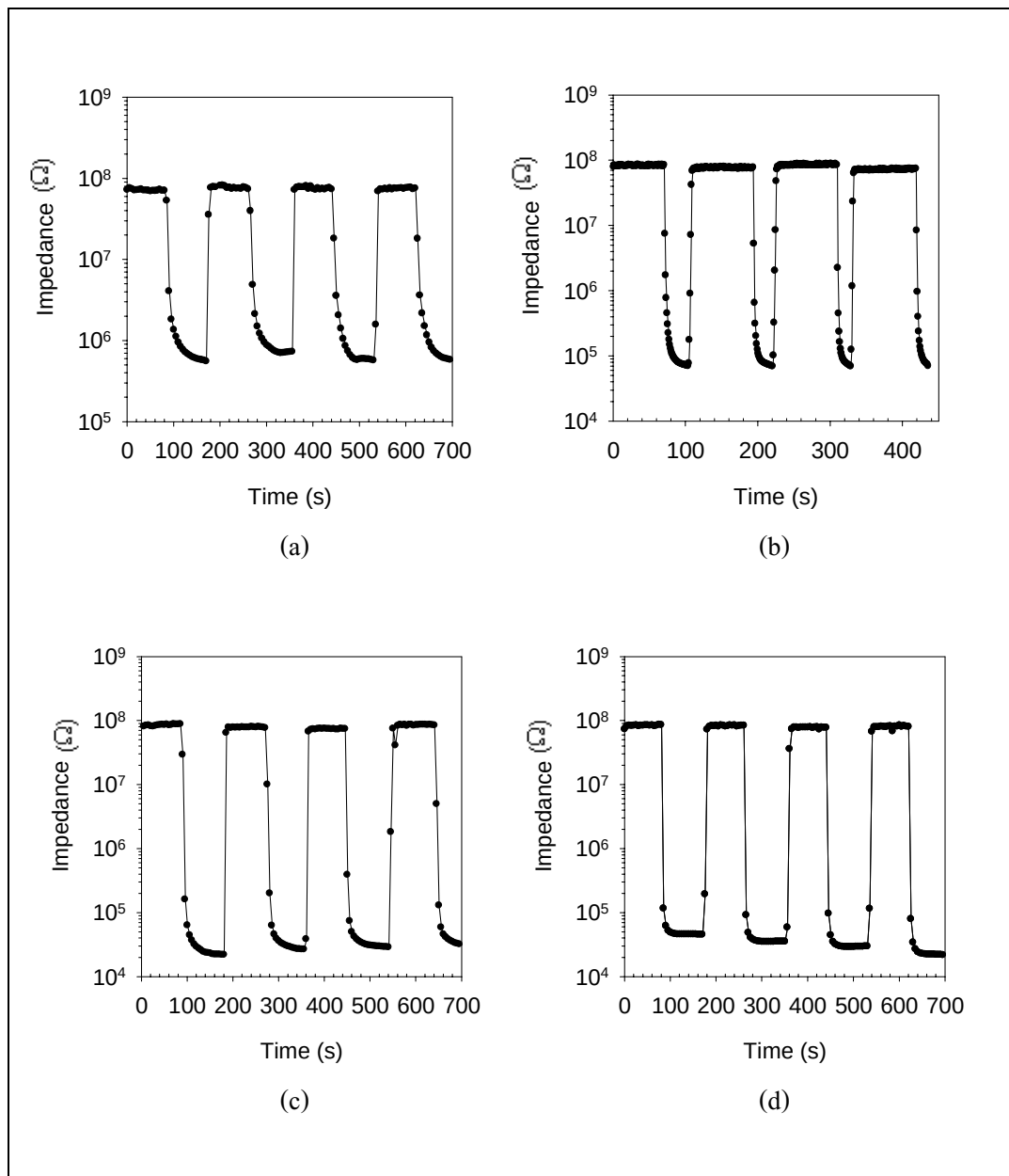
4.4.2 Response และ Recovery ของฟิล์มบาง

ในการวิเคราะห์สมบัติของตัววัดความว่องไวต่อความชื้น คุณสมบัติที่สำคัญอีกประการหนึ่งคือเวลาในการ Response และการ Recovery ซึ่งเป็นค่าที่บ่งบอกถึงลักษณะของตัววัดความชื้นได้ ในการทดลองจะวิเคราะห์ที่ความถี่ 1 กิโลเฮิร์ตซ์ โดยมีปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ 0 เปอร์เซ็นต์และ 100 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับโดยจะศึกษาความถี่ต่าง ๆ คือที่ 10 เฮิร์ตซ์ 100 เฮิร์ตซ์ 1 กิโลเฮิร์ตซ์ 10 กิโลเฮิร์ตซ์และ 100 กิโลเฮิร์ตซ์ ตามลำดับดังภาพที่ 28



ภาพที่ 28 Response และ Recovery ของฟิล์มบางที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ 0 เปอร์เซ็นต์ และ 100 เปอร์เซ็นต์

จากภาพที่ 28 เวลาที่ใช้ในการ Response ของฟิล์มบางซึ่งพิจารณาจากเส้น 100 เปอร์เซ็นต์ในกราฟ คือค่าการเปลี่ยนแปลงปริมาณความชื้นสัมพัทธ์จาก 0 เปอร์เซ็นต์ไป 100 เปอร์เซ็นต์ โดยจะมีการเปลี่ยนแปลงและสามารถเป็นเส้นตรงได้อย่างรวดเร็ว (มีการตอบสนองและคงที่อย่างรวดเร็ว) และเมื่อพิจารณาเวลาที่ใช้ในการ Recovery ซึ่งพิจารณาจากเส้น 0 เปอร์เซ็นต์ในกราฟคือ ค่าการเปลี่ยนแปลงปริมาณความชื้นสัมพัทธ์จาก 100 เปอร์เซ็นต์ไป 0 เปอร์เซ็นต์ก็ให้ผลเช่นเดียวกัน



ภาพที่ 29 ค่าไดนามิกส์ของฟิล์มบางจำนวน 5 รอบที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ (a) จาก 0 เปอร์เซ็นต์ ไป 33 เปอร์เซ็นต์ (b) จาก 0 เปอร์เซ็นต์ไป 50 เปอร์เซ็นต์ (c) จาก 0 เปอร์เซ็นต์ไป 75 เปอร์เซ็นต์ (d) จาก 0 เปอร์เซ็นต์ไป 100 เปอร์เซ็นต์

4.4.3 การตอบสนองทางไดนามิกส์ (Dynamic) ของฟิล์มบาง

นอกจากสมบัติของเวลาในการ Response และการ Recovery ของฟิล์มบางแล้ว สมบัติอีกประการหนึ่งที่มีความสำคัญต่อตัววัดความว่องไวทางความชื้นคือ การตอบสนองทางไดนามิกส์ของฟิล์มบาง ซึ่งสามารถบอกถึงการ Reproducibility และความเสถียร (Stability) ของตัววัดความว่องไวทางความชื้น ซึ่งแสดงดังภาพที่ 29 โดยเมื่อพิจารณาค่าไดนามิกส์ทุกความชื้นมีแนวโน้มที่คงที่ นอกจากนี้การตอบสนองต่อเวลาทั้งจาก Adsorption และ Desorption ทั้ง 5 รอบมีค่าค่อนข้างคงที่ และตอบสนองอย่างรวดเร็ว อาจอธิบายได้จากความหนาของฟิล์มบาง โดยอิมพีแดนซ์จะตกลงอย่างรวดเร็วเมื่อโมเลกุลของน้ำเกิดการดูดซับบนพื้นผิวของตัววัดปริมาณความชื้น จากนั้นอิมพีแดนซ์ค่อย ๆ ลดลงขึ้นกับความหนาของฟิล์มที่เตรียมได้ โดยความหนาจะเป็นตัวกำหนดอิมพีแดนซ์ว่าจะเข้าสู่สมดุลได้เร็วหรือช้า กล่าวคือถ้าเตรียมตัววัดปริมาณความชื้นที่มีความหนามาก จะทำให้ใช้เวลาในการเข้าสู่สมดุลนาน (Recovery นาน) นั่นคือฟิล์มที่มีความหนาที่น้อยจะมีเวลาในการ Recovery ที่สั้นกว่าฟิล์มที่มีความหนา นั่นคือจากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่า ฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีความเป็น Reproducibility ความเสถียร เวลาในการ Response และการ Recovery ที่ดี [62, 70]

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาการแยกของมอลโทเดกซ์ทรินด้วยเทคนิคโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง โดยใช้ซิลิกาเป็นส่วนอยู่กับที่ เมื่อศึกษาผลของส่วนเคลื่อนที่และอัตราส่วนของส่วนเคลื่อนที่ ที่ตัวทำให้เกิดสีเป็น N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริกในเมทานอล พบว่าสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 สามารถแยกมอลโทเดกซ์ทรินได้ แต่แยกได้เพียงบางจุด เนื่องจากอัตราส่วนของความมีขั้วไม่เหมาะสม ทำให้ส่วนเคลื่อนที่ไม่สามารถดูดซับส่วนประกอบของมอลโทเดกซ์ทรินออกมาได้ จากนั้นได้ปรับเปลี่ยนตัวทำให้เกิดสีจากเดิมมาเป็นสารผสมระหว่างไคเฟนิลลามีน อะนิลีน กรดออร์โทฟอสฟอริก ในอะซีโตน และมีการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซิเตท โดยใช้ส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมของบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 พบว่าเห็นการแยกมอลโทเดกซ์ทรินได้มากขึ้นแต่ความเข้มของจุดไม่ชัดเจน จากการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีสารละลายโซเดียมอะซิเตทก่อให้เกิดชั้นตอนที่ซับซ้อนและยุ่งยาก ทั้งยังทำให้เสียเวลาในการวิเคราะห์จึงได้ตัดชั้นตอนนี้ออก แล้วนำแผ่นโครมาโทกราฟีมาทดสอบในสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 และตัวทำให้เกิดสีเป็นสารผสมไคเฟนิลลามีน อะนิลีน กรดออร์โทฟอสฟอริกในอะซีโตน จากผลดังกล่าวทำให้สามารถแยกมอลโทเดกซ์ทรินได้ โดยเห็นจุดบนโครมาโทแกรมทั้งหมด 6 จุด จึงทำการเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานของน้ำตาลกลูโคส และพบว่าจุดบนสุดของมอลโทเดกซ์ทรินตรงกับสารมาตรฐานกลูโคส

การศึกษาสมบัติของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ต่อค่าความว่องไวทางความชื้น ในการขึ้นรูปฟิล์มบางจะใช้เทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า อุณหภูมิขับสเตรต 400 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของสารตั้งต้น 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมงที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับขับสเตรต 11 เซนติเมตร แรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ อุณหภูมิในการเผา 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราส่วนเซอร์โคเนียมต่อเอทานอลที่ 2 ต่อ 1 เป็นสารตั้งต้น จากการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างอิมพีแดนซ์ ต่อปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ต่าง ๆ พบว่าอิมพีแดนซ์จะลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณความชื้น เนื่องจากฟิล์มบางมีการดูดซับโมเลกุลของน้ำ และผลของความถี่ต่ออิมพีแดนซ์ที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ต่าง ๆ พบว่า ที่ความถี่มีค่ามีมาก อิมพีแดนซ์มีแนวโน้มลดลง และที่ความถี่มาก

(100 กิโลเฮิรตซ์) อิมพีแดนซ์จะเป็นอิสระต่อปริมาณความถี่สัมพัทธ์ เนื่องจากผลของการเปลี่ยนแปลงสนามไฟฟ้าอย่างรวดเร็ว นอกจากนี้ยังศึกษาผลของเวลาในการ Response จากปริมาณความถี่สัมพัทธ์จาก 0 เฮิรตซ์ไป 100 เฮิรตซ์ และเวลาในการ Recovery ปริมาณความถี่สัมพัทธ์จาก 100 เฮิรตซ์ไป 0 เฮิรตซ์ โดยเวลาที่ใช้ในการ Response จะลดลงอย่างรวดเร็ว และเวลาที่ใช้ในการ Recovery ก็เกิดขึ้นอย่างรวดเร็ว และสมบัติที่สำคัญอีกอย่างก็คือการศึกษาค่าไดนามิกส์ของฟิล์มบาง พบว่าเมื่อทำการวัดอิมพีแดนซ์ที่ปริมาณความถี่สัมพัทธ์ค่าต่าง ๆ จำนวน 5 รอบ อิมพีแดนซ์ที่ได้ยังคงมีแนวโน้มที่คงที่ นั่นคือฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีความเป็น Reproducibility ความเสถียร เวลาในการ Response และการ Recovery ที่ดี

บรรณานุกรม

1. สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย. เทคนิคไมโครเอนแคปซูเลชัน. [cited; Available from: <http://opac.tistr.or.th/Multimedia/STJN/4904/4904-11.pdf>.
2. W. Lertwanawatana. *A New Role of Modified Starch in Flavor Encapsulation*. 2009 [cited; Available from: http://siammodifiedstarch.com/Article/Special%20Report_Flavour%20encapsulation_25-2-09.pdf.
3. สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย (วว.) และ ฝ่ายเทคโนโลยีอาหาร. *Sugar Substitutes : Low – Carbohydrate Sweetener* [cited; Available from: http://www.tistr-foodprocess.net/food_health/food_health13.htm.
4. S. Krishnan, R. Bhosale, and R. S. Singhal, *Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials*. Carbohydrate Polymers, 2005. 61(1): p. 95-102.
5. P. Dokic, J. Jakovljevic, and L. Dokic-Baucal, *Molecular characteristics of maltodextrins and rheological behaviour of diluted and concentrated solutions*. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, 1998. 141(3): p. 435-440.
6. R. I. Stefan, J. F. van Staden, and Y. Hassan. Aboul-Enein, *Maltodextrins as new chiral selectors in the design of potentiometric, enantioselective membrane electrodes*. Fresenius' Journal of Analytical Chemistry, 2001. 370(1): p. 33-37.
7. C. Loret, S. Schumm, P. D. A. Pudney, W. J. Frith, and P. J. Fryer, *Phase separation and molecular weight fractionation behaviour of maltodextrin/agarose mixtures*. Food Hydrocolloids, 2005. 19(3): p. 557-565.
8. D. Richard White, P. Hudson, and J. T. Adamson, *Dextrin characterization by high-performance anion-exchange chromatography-pulsed amperometric detection and size-exclusion chromatography-multi-angle light scattering-refractive index detection*. Journal of Chromatography A, 2003. 997(1-2): p. 79-85.
9. C. Y. Takeiti, T. G. Kieckbusch, and F. P. Collares-Queiroz, *Optimization of the jet steam instantizing process of commercial maltodextrins powders*. Journal of food Engineering, 2008. 86(3): p. 444-452.

10. ก. แก่นตะวัน. *Inulin, FOS, Oligofructose, Pre biotic*. [cited; Available from: <http://www.oknation.net/blog/kaentawan>
11. ร. ประดิษฐ์พงษ์, การผลิตมอลโทเดกซ์ทรินจากแป้งข้าวโดยเอนไซม์แอลฟา-อะมิเลส เพื่อใช้รักษากลิ่นหอมของข้าวสาร. 2539, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์: ประเทศไทย. p. 244.
12. F. Avaltroni, P. E. Bouquerand, and V. Normand, *Maltodextrin molecular weight distribution influence on the glass transition temperature and viscosity in aqueous solutions*. Carbohydrate Polymers, 2004. 58(3): p. 323-334.
13. A. A. Rat'ko and R. Stefan-van Staden, *Determination of baclofen enantiomers in pharmaceutical formulations using maltodextrin-based enantioselective, potentiometric membrane electrodes*. Il Farmaco, 2004. 59(12): p. 993-997.
14. W. Zhou Mya Mya Khim, S. Yun Yeo, *Mass transfer in the osmotic dehydration of coated apple cubes by using maltodextrin as coating material and their textural properties*. Journal of food Engineering, 2007. 18: p. 514-522.
15. H. Yoshii, A. Soottitantawat, X. Liu, T. Atarashi, T. Furuta, S. Aishima, M. Ohgawara, and P. Linko, *Flavor release from spray-dried maltodextrin/gum arabic or soy matrices as a function of storage relative humidity*. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2001. 2(1): p. 55-61.
16. ก. ดันต๊ะรุ่งโรจน์, ก. ภูตะคาม, ท. เทียมราช, ป. ดันต๊ะพัฒนานันต์, ด. สานติอาวรณ์, ส. บุรพาเตชะ, ส. จารุมณี และ ป. ทิพย์ดวงตา, *เภสัชกรรมเทคโนโลยีและโครมาโตกราฟี*. 2529.
17. ร. โชติปฏิเวชกุล. *กระบวนการวิชาเทคนิคทางห้องปฏิบัติการชั้นสูง 2 (510204)2550* [cited; Available from: <http://www.phys.uts.edu.au/subjects91326/Section3/section3.html>.
18. Tabor MW, *Chromatography: theory and practice*. 2 ed, 1989: C.V. Mosby
19. ศูนย์วิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเชียงใหม่. *เครื่องวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นของเหลวโดยวิธีโครมาโตกราฟี* [cited; Available from: <http://www.sci.cmru.ac.th/assetdetail.php?idasset=399>.
20. พ. นามจันทร์, *Chromatography*. 2544.
21. Waters Corporation. *HPLC Separation Mode*. 2000 [cited; Available from: www.waters.com/waters/nav.htm?cid=10049076.
22. D. Voet and J. Voet, *Biochemistry*. 2004, USA: John Wiley & Sons.

23. การแยกโดยการแลกเปลี่ยนประจุ (*ion-exchange chromatography*). [cited; Available from:
http://www.bmb.leeds.ac.uk/agb/ProtLab%20Python/locale/th/files/Ion_Exchange.html.
24. Biochemistry. *Protein Purification* 2007 [cited; sixth:[Available from:
http://www.genome.ou.edu/3653/Lecture12-9_18_06.html.
25. J. Li, M. Chen, and Y. Zhu, *Separation and determination of carbohydrates in drinks by ion chromatography with a self-regenerating suppressor and an evaporative light-scattering detector*. *Journal of Chromatography A*, 2007. 1155(1): p. 50-56.
26. M. Jochum, R. Bakry, I. Wartusch, C. Huck, H. Engelhardt, and G. Bonn, *Analysis of carbohydrates using different quaternized polystyrene-divinylbenzene particles and pulsed amperometric detection*. *Chromatographia*, 2002. 56(5): p. 263-268.
27. *Chromatography*. [cited; Available from: www.currentprotocols.com/protocol/et0601.
28. A. Jodelet, N. M. Rigby, and I. J. Colquhoun, *Separation and NMR structural characterisation of singly branched [alpha]-dextrins which differ in the location of the branch point*. *Carbohydrate Research*, 1998. 312(3): p. 139-151.
29. S. Hamilton Richard Hamilton, *Thin Layer Chromatography* David Kealey . 1987: John Wiley & Sons.
30. B. Fried, *Thin layer chromatography Techniques and Application*. 2 ed. Vol. 35. 1986: Marcel Dekker.
31. K. Reiffova and R. Nemcova, *Thin-layer chromatography analysis of fructooligosaccharides in biological samples*. *Journal of Chromatography A*, 2006. 1110(1-2): p. 214-221.
32. Thai Meiji Pharmaceutical Company Limited. ฟรุคโตโอลิโกแซคคาไรด์ [cited; Available from: <http://www.thaimeiji.th.com/healthy2.htm>.
33. J. F. Robyt and R. Mukerjee, *Separation and quantitative determination of nanogram quantities of maltodextrins and isomaltodextrins by thin-layer chromatography*. *Carbohydrate Research*, 1994. 251: p. 187-202.
34. J. Jindrich, J. Pitha, and B. Lindberg, *Separation of cyclodextrins and their derivatives by thin-layer and preparative column chromatography*. *Carbohydrate Research*, 1995. 275(1): p. 1-7.

35. PerkinElmer Thailand. *High Performance Liquid Chromatography (HPLC)* [cited; Available from: http://las.perkinelmer.com/local/Thailand/AS_HPLC.htm.
36. A. Berthod, S. S. C. Chang, J. P. S. Kullman, and D. W. Armstrong, *Practice and mechanism of HPLC oligosaccharide separation with a cyclodextrin bonded phase*. *Talanta*, 1998. 47(4): p. 1001-1012.
37. ศ. หวังพัฒนพานิชย์, ELSD กับงานวิเคราะห์สุมุนไพรและผลิตภัณฑ์จากธรรมชาติ. วารสารเพื่อการวิจัยและพัฒนา องค์การเภสัชกรรม, 2552. 16(1): p. 17-21.
38. S. Guenu, J. Seigneuret, and M. Dreux, *Analysis of maltodextrins in plant extracts by LC using evaporative light scattering detection*. *Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies*, 2000. 23(18): p. 2883.
39. Y. Wei and M. Ding, *Analysis of carbohydrates in drinks by high-performance liquid chromatography with a dynamically modified amino column and evaporative light scattering detection*. *Journal of Chromatography A*, 2000. 904(1): p. 113-117.
40. F. Moreno, A. Olano, G. Santa-Maria, and N. Corzo, *Determination of maltodextrins in enteral formulations by three different chromatographic methods*. *Chromatographia*, 1999. 50(11): p. 705-710.
41. V. M. Glyad, *Determination of Monosaccharides, Disaccharides, and Oligosaccharides in the Same Plant Sample by High-Performance Liquid Chromatography*. *Russian Journal of Plant Physiology*, 2002. 49(2): p. 277-282.
42. ว. หงษ์เวียง. เคมีในอุตสาหกรรม. [cited; Available from: http://nakhamwit.ac.th/pingpong_web/Chem_Indust.htm.
43. พ. เกตุวีระพงศ์. เซอร์โคเนียม (Zr). 2006 [cited; Available from: <http://www.cmw.ac.th/elibrary/fileselibrary/Science/phuangphet004/sec1page6.htm>.
44. N. Rajabbeigi, B. Elyassi, A. Ali Khodadadi, S. Mohajerzadeh, Y. Mortazavi, and M. Sahimi, *Oxygen sensor with solid-state CeO₂-ZrO₂-TiO₂ reference*. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2005. 108(1-2): p. 341-345.
45. G. Tan and X. Wu, *Electronic conductivity of a ZrO₂ thin film as an oxygen sensor*. *Thin Solid Films*, 1998. 330(2): p. 59-61.

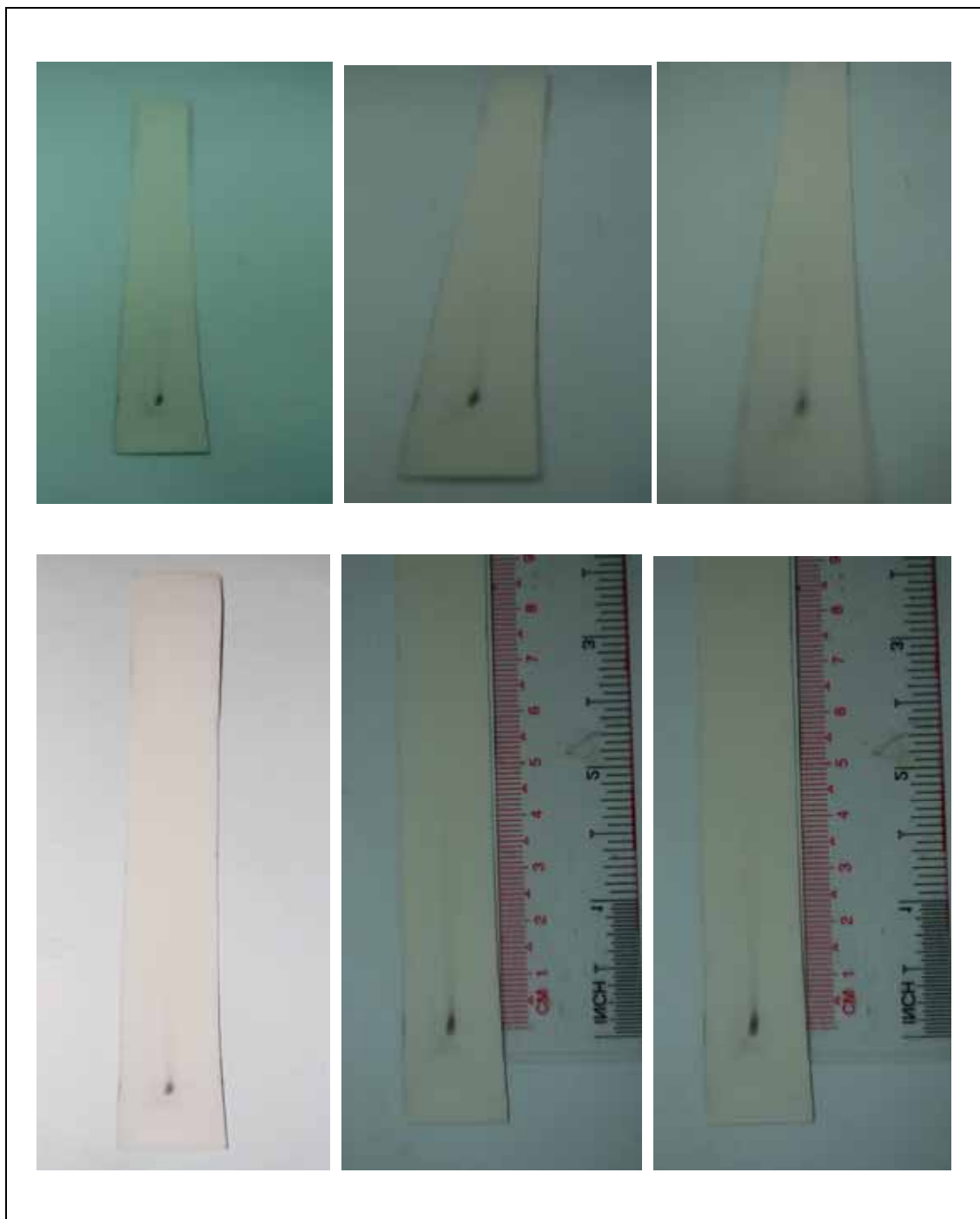
46. B. M. Reddy and V. R. Reddy, *Influence of SO_4^{2-} , Cr_2O_3 , MoO_3 , and WO_3 on the stability of ZrO_2 -tetragonal phase*. Journal of Materials Science Letters, 2000. 19(9): p. 763-765.
47. ช. เจนวาณิชย์. *Zirconium (Zr) เซอร์โคเนียม*. [cited; Available from: <http://www.school.net.th/library/snet5/topic2/Zr.html>.
48. Accurrtus company. *Zirconium Oxide, ZrO_2* . [cited; Available from: <http://www accuratus.com/zirc.html>.
49. Cream. *Zirconia*. 2001 [cited; Available from: <http://www.azom.com/details.asp?ArticleID=133>.
50. Y. Sakai, Y. Sadaoka, and M. Matsuguchi, *Humidity sensors based on polymer thin films*. Sensors and Actuators B: Chemical, 1996. 35(1-3): p. 85-90.
51. M. Sirotiyuk, S. Ponomarchuk, I. Vinnik, and I. Uvarova, *Effect of chemistry and particle size of cryochemical powders on the properties of humidity sensors*. Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 1998. 37(3): p. 161-164.
52. S. Dixit, A. Srivastava, R. K. Shukla, and A. Srivastava, *ZnO Thick Film Based Opto-electronic Humidity Sensor for a Wide Range of Humidity*. Optical Review, 2007. 14(4): p. 186-188.
53. W. Tai, J. Kim, J. Oh, C. Lee, D. Park, and W. Ahn, *Humidity sensing properties of nanostructured- bilayered potassium tantalate: Titania films*. Journal of Materials Science: Materials in Electronics, 2005. 16(8): p. 517-521.
54. บริษัท ไทม์ เฟลทซ์ จำกัด. *การพิมพ์กรีน*. [cited; Available from: <http://www.timeflex.co.th/timecolor/lean.html>.
55. B. Riviere, J. P. Viricelle, and C. Pijolat, *Development of tin oxide material by screen-printing technology for micro-machined gas sensors*. Sensors and Actuators B: Chemical, 2003. 93(1-3): p. 531-537.
56. J. P. Viricelle, B. Riviere, and C. Pijolat, *Optimization of SnO_2 screen-printing inks for gas sensor applications*. Journal of the European Ceramic Society, 2005. 25(12): p. 2137-2140.
57. Enviromental Assistance Center. *Screen printing*. [cited; Available from: www.pneac.org/printprocesses/screen/.

58. J. Wang, M. Su, J. Qi, and L. Chang, *Sensitivity and complex impedance of nanometer zirconia thick film humidity sensors*. Sensors and Actuators B: Chemical, 2009. 139(2): p. 418-424.
59. X. Song, Qi Qi, T. Zhang, and C. Wang, *A humidity sensor based on KCl-doped SnO₂ nanofibers*. Sensors and Actuators B: Chemical, 2009. 138(1): p. 368-373.
60. Paul Scherrer Institut. *Spin Coating*. [cited; Available from: http://images.google.co.th/imgres?imgurl=http://materials.web.psi.ch/Research/Thin_Films/Methods/Images/Spin.jpg&imgrefurl=http://materials.web.psi.ch/Research/Thin_Films/Methods/Spin.htm&usg=__OTwA7rVQH3_AQM07hhc-sep8QH0=&h=500&w=1875&sz=34&hl=th&start=3&um=1&tbnid=2nrSHpd6m3oFZM:&tbnh=40&tbnw=150&prev=/images%3Fq%3Dspin%2Bcoating%26hl%3Dth%26lr%3Dlang_th%26sa%3Dg%26um%3D1.
61. L. Wu, *Thermal effects on liquid film dynamics in spin coating*. Sensors and Actuators A: Physical, 2007. 134(1): p. 140-145.
62. M. Gong , C. Lee , S. Joo , and B. Choi, *Humidity-sensitive properties of phosphonium salt-containing polyelectrolytes*. Materials Science, 2002. 37: p. 4615-4620.
63. W. Jing, S. Kaihe, C. Lihua, and Z. Xiaojun, *Study of polymer humidity sensor array on silicon wafer*. Journal of Materials Science, 2004. 39(9): p. 3155-3157.
64. W. Yoon, K. Yoon Chung, K. Nam, and K. Kim, *Characterization of LiMn₂O₄⁻ coated LiCoO₂ film electrode prepared by electrostatic spray deposition*. Journal of Power Sources, 2006. 163(1): p. 207-210.
65. S. C. G. Leeuwenburgh, J. G. C. Wolke, J. Schoonman, and J. A. Jansen, *Influence of deposition parameters on morphological properties of biomedical calcium phosphate coatings prepared using electrostatic spray deposition*. Thin Solid Films, 2005. 472(1-2): p. 105-113.
66. R. Neagu, D. Perednis, A. Princivale, and E. Djurado, *Zirconia coatings deposited by electrostatic spray deposition. Influence of the process parameters*. Surface and Coatings Technology, 2006. 200(24): p. 6815-6820.

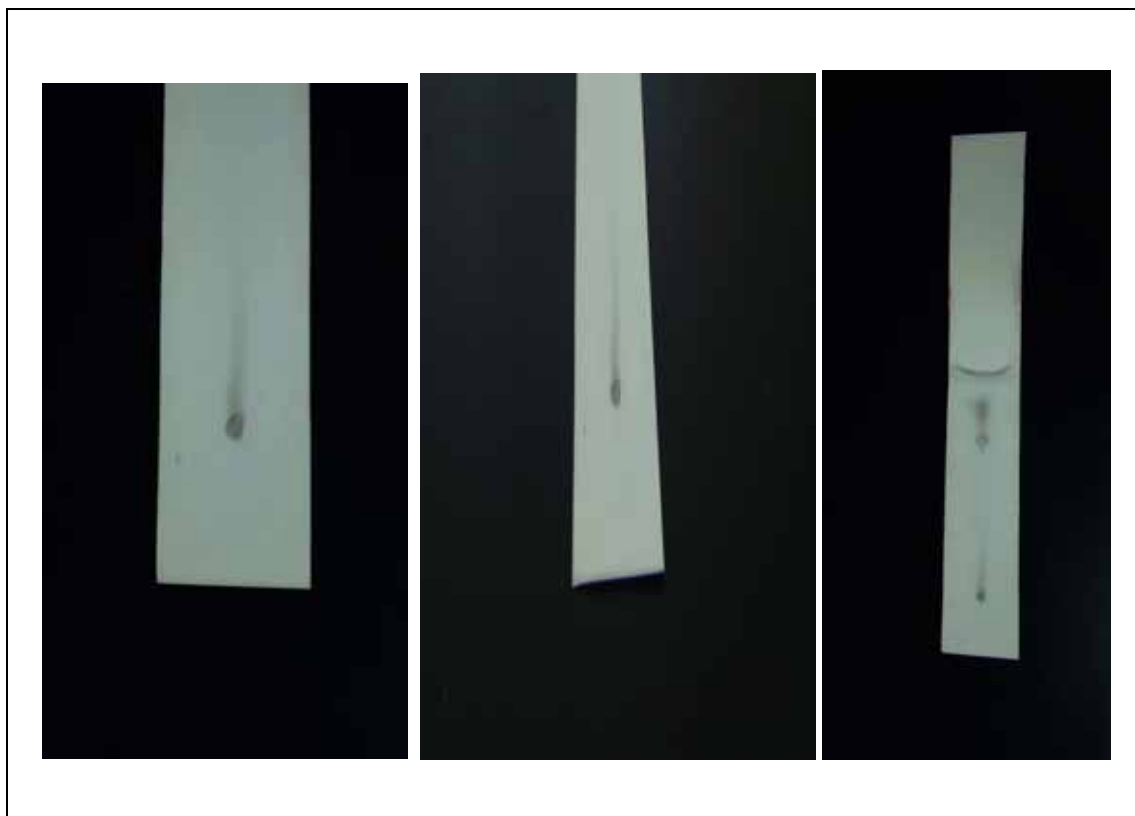
67. A. Lintanf, R. Neagu, and E. Djurado, *Nanocrystalline Pt thin films prepared by electrostatic spray deposition for automotive exhaust gas treatment*. Solid State Ionics, 2007. 177(39-40): p. 3491-3499.
68. H. Jork, W. Funk, W. Fischer, and H. Wimmer, *Thin-Layer Chromatography : reagents and detection methodes*. Vol. 1a. 1990.
69. I. Vinnik, I. Uvarova, and V. Zenkov, *Ceramic humidity sensors based on zirconium dioxide*. Powder Metallurgy and Metal Ceramics, 1998. 37(11): p. 632-634.
70. W. Yan, C. Hu, Y. Xi, B. Wan, X. He, M. Zhang, and Y. Zhang, *ZnSe nanorods prepared in hydroxide-melts and their application as a humidity sensor*. Materials Research Bulletin, 2009. 44(6): p. 1205-1208.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก
ภาพโครมาโทกราฟีที่ได้ในการทดลองที่สภาวะต่าง ๆ



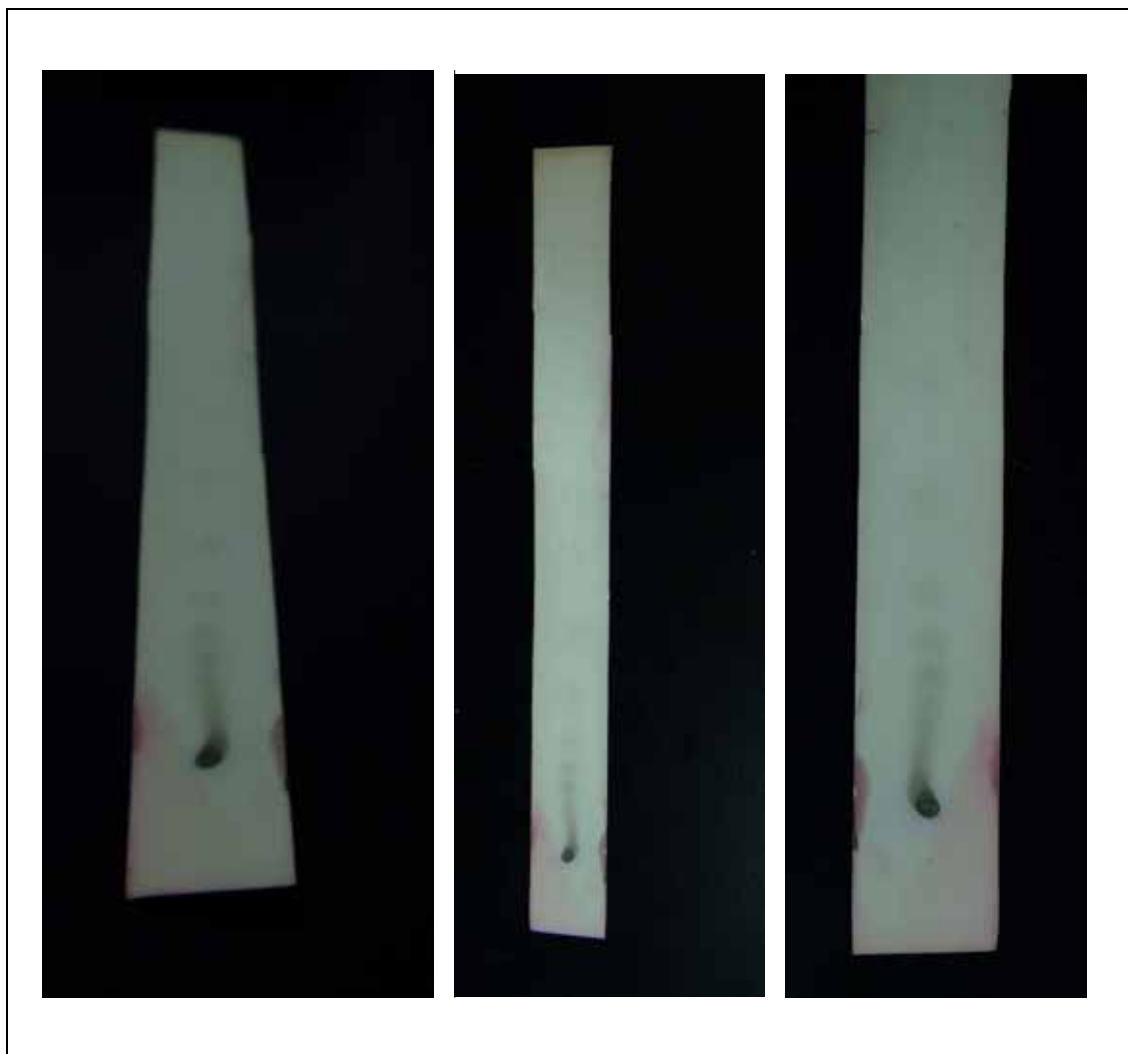
ภาพที่ 30 โครมาโทกราฟีในการวิเคราะห์หีมอลโทเดกซ์ทริน ที่มีตัวทำให้เกิดสีเป็น N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริก ในเมทานอล โดยมีส่วนที่เคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างอะซีโตไนไตรล์ เอทิลอะซีเตท โพรพานอล และน้ำที่อัตราส่วน 85 ต่อ 20 ต่อ 50 ต่อ 50



ภาพที่ 31 โครมาโทกราฟีในการวิเคราะห์ห่อมอลโทเดกซ์ทริน ที่มีตัวทำให้เกิดสีเป็น N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริก ในเมทานอล โดยมีส่วนที่เคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 2 ต่อ 3 ต่อ 5



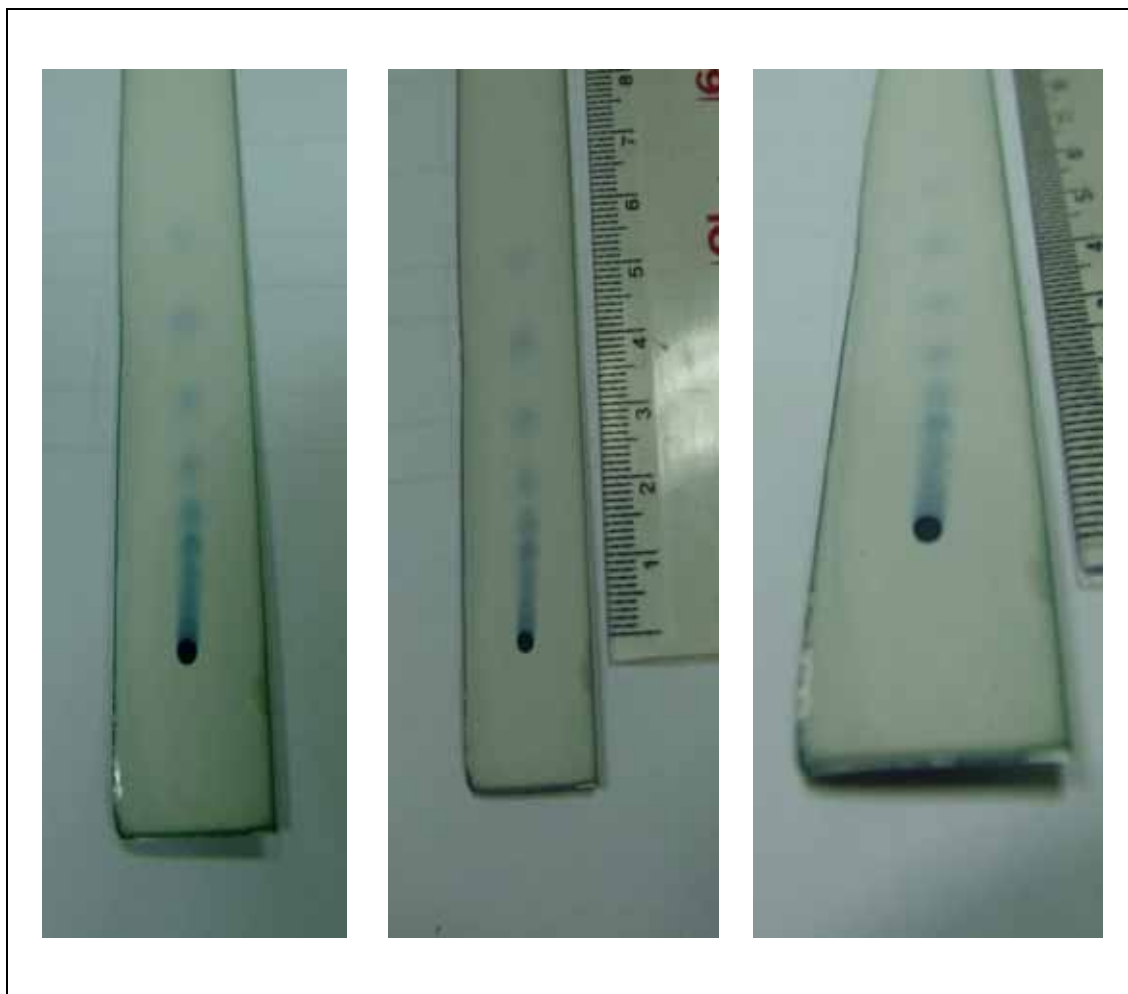
ภาพที่ 32 โครมาโทกราฟีในการวิเคราะห์ห่มอลโทเดกซ์ทริน ที่มีตัวทำให้เกิดสีเป็น N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริก ในเมทานอล โดยมีส่วนที่เคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2



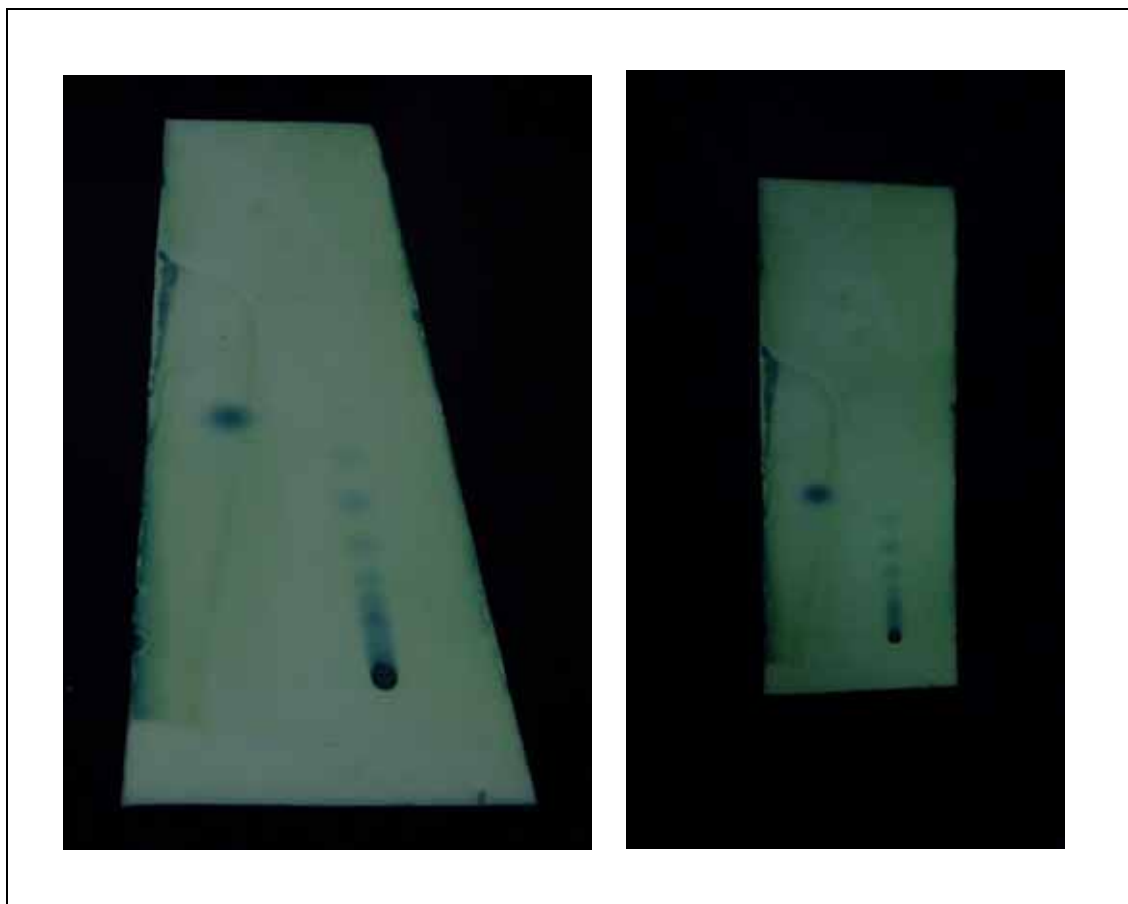
ภาพที่ 33 โครมาโทกราฟีในการวิเคราะห์ห่อมอลโทเดกซ์ทรินที่มีการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟี ที่มี ส่วนที่เคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 โดยมี ตัวทำให้เกิดสีเป็น N-(1-naphthyl)ethylenediamine dihydrochloride กับกรดซัลฟิวริก ในเมทานอล



ภาพที่ 34 โครมาโทกราฟีที่มีการเคลื่อนผ่านโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซิเตทในการวิเคราะห์หีมอลโทเดกซ์ทริน ที่มีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 และใช้ตัวทำให้เกิดสีเป็นสารผสมของไดฟีนิลลามีน อะนีนีน และกรดออร์โทฟอสฟอริก ผสมในอะซิโตน



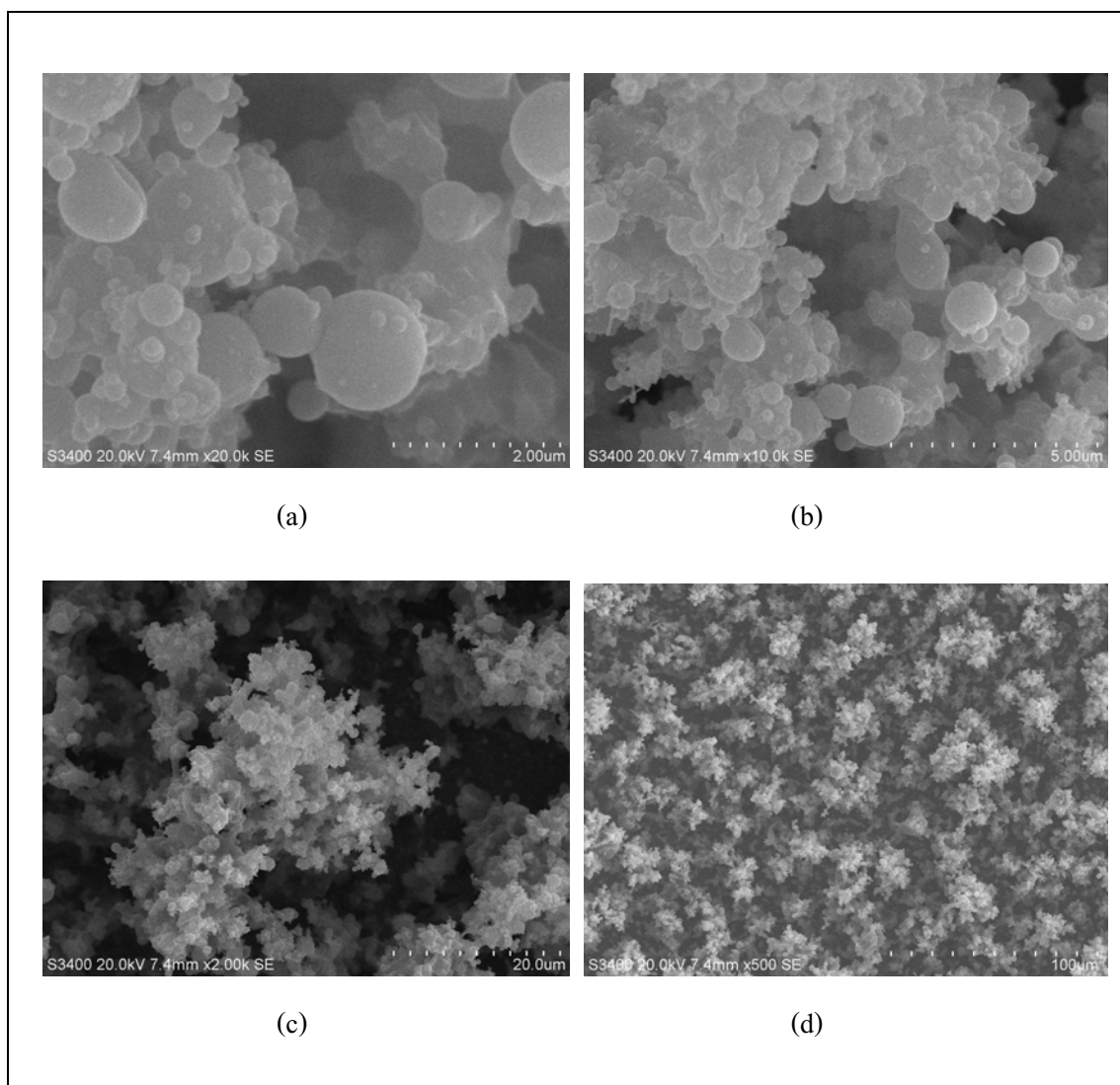
ภาพที่ 35 โครมาโทกราฟีที่ไม่มีการเคลือบแผ่น โครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซิเตทในการวิเคราะห์หมอลโทเดกซ์ทริน ที่มีส่วนเคลื่อนที่เป็นสารผสมระหว่างบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 และใช้ตัวทำให้เกิดสีเป็นสารผสมของไดฟีนิลลามีน อะนีนีน และกรดออร์โทฟอสฟอริก ผสมในอะซีโตน



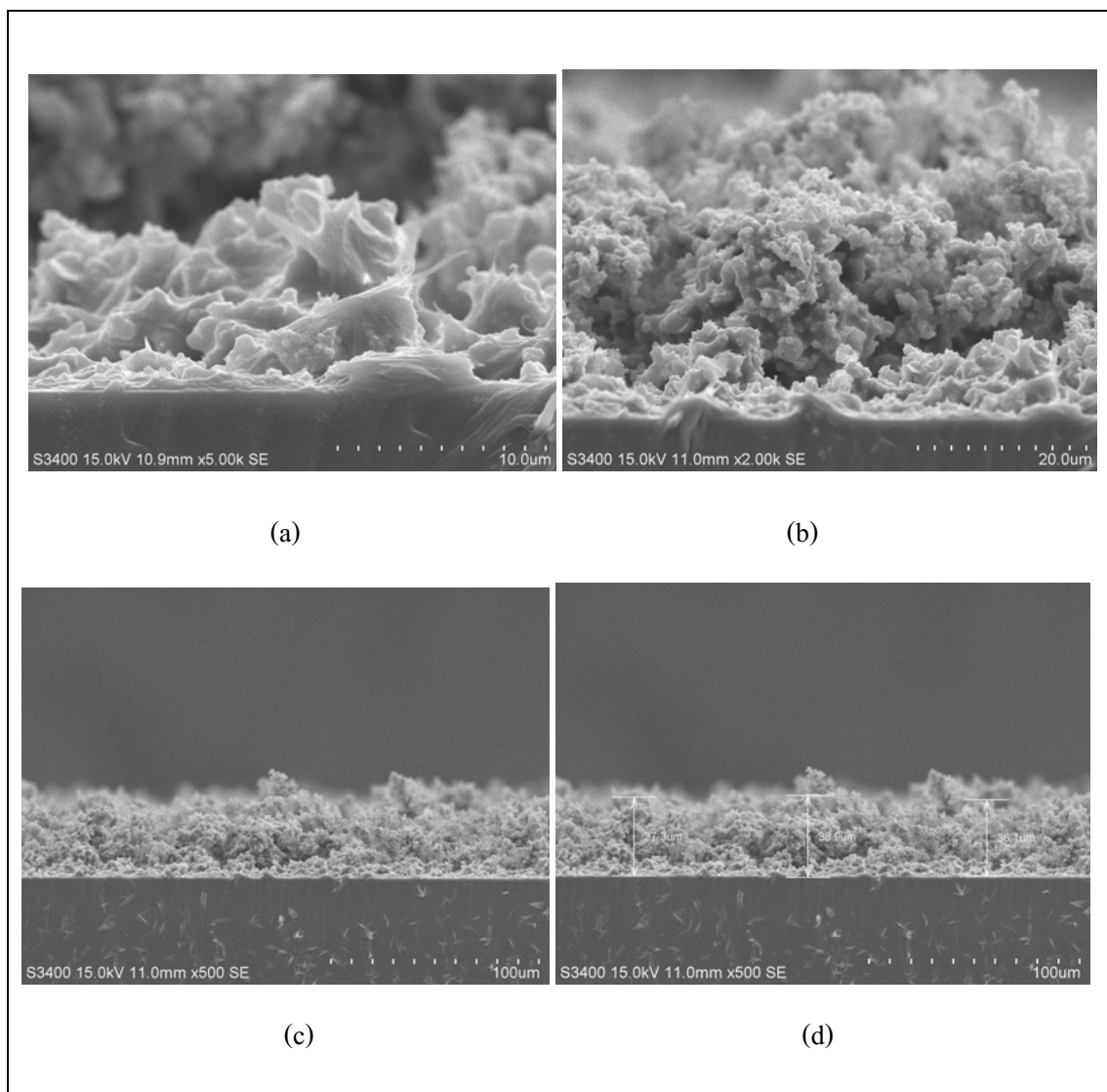
ภาพที่ 36 โครมาโทกราฟีที่ไม่มีการเคลือบแผ่นโครมาโทกราฟีด้วยสารละลายโซเดียมอะซิเตทในการวิเคราะห์หมอลโทเดกซ์ทรินเทียบกับสารละลายมาตรฐานของน้ำตาลกลูโคส ที่มีส่วนเคลื่อนที่เป็นบิวทานอล เอทานอลและน้ำที่อัตราส่วน 5 ต่อ 3 ต่อ 2 และใช้ตัวทำให้เกิดสีเป็นสารผสมของ ไดฟีนิลลามีน อะนีนีน และกรดออร์โทฟอสฟอริก ผสมในอะซิโตน

ภาคผนวก ข

ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้
จากเซอร์โคนาเทรนต์เอทานอลที่กำลังขยายอื่น ๆ



ภาพที่ 37 ภาพถ่าย SEM (ด้านบน) ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรน ต่อเอทานอลที่ 2 ต่อ 1 อัตราการไหล 1.5 มิลลิเมตรต่อชั่วโมง ที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับขั้วสเตรต 11 เซนติเมตร แรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ อุณหภูมิขั้วสเตรต 400 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย (a) 20000 เท่า (b) 10000 เท่า (c) 2000 เท่า และ (d) 500 เท่า



ภาพที่ 38 ภาพถ่าย SEM (ด้านข้าง) ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรน ต่อเอทานอลที่ 2 ต่อ 1 อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง ที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับขั้ว สเตรต 11 เซนติเมตร แรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ อุณหภูมิขั้วสเตรต 400 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย (a) 20000 เท่า (b) 10000 เท่า (c) 2000 เท่า และ (d) 500 เท่า

ภาคผนวก ค

ค่าความต้านทานไฟฟ้ากระแสสลับที่สภาวะต่าง ๆ

ตารางที่ 4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานไฟฟ้ากระแสสลับและปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ของฟิล์มบาง เมื่อมีการปรับเปลี่ยนความถี่ของฟิล์มบางเซอร์โคเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากเซอร์โคนาเทรนต์ต่อเอทานอลที่ 2 ต่อ 1 ที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับขั้วสเตรต 11 เซนติเมตร แรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ อุณหภูมิขั้วสเตรต 400 องศาเซลเซียส

ค่า Impedance (Ω) ที่ ปริมาณความชื้น สัมพัทธ์ต่างๆ (%)	ความถี่ (เฮิรตซ์)				
	10	100	1,000	10,000	100,000
0	6.68×10^{-7}	8.55×10^{-7}	6.27×10^{-7}	7.06×10^{-6}	7.17×10^{-5}
33	3.03×10^{-6}	2.92×10^{-6}	2.67×10^{-6}	2.12×10^{-6}	5.31×10^{-5}
50	3.75×10^{-4}	3.40×10^{-4}	3.37×10^{-4}	3.41×10^{-4}	3.29×10^{-4}
75	3.90×10^{-4}	3.70×10^{-4}	3.72×10^{-4}	3.65×10^{-4}	3.46×10^{-4}
100	1.16×10^{-4}	1.01×10^{-4}	9.81×10^{-3}	9.67×10^{-3}	1.02×10^{-4}

ตารางที่ 5 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานไฟฟ้ากระแสสลับของการดูดซับ และการคายซับของฟิล์มบางของฟิล์มบางที่ได้จากเซอร์โคเนียเทรนต่อเอทานอลที่ 2 ต่อ 1 ที่ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ต่างๆ เมื่อความต่างศักย์ 5 โวลต์ ความถี่ 1 กิโลเฮิร์ตซ์ ที่ระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับขั้วสเตรต 11 เซนติเมตร แรงดันไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ อุณหภูมิขั้วสเตรต 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

ปริมาณความชื้นสัมพัทธ์ (%)	ค่า Impedance (Ω)	
	Adsorption	Desorption
0	8.32×10^{-7}	6.95×10^{-7}
33	8.13×10^{-6}	1.19×10^{-6}
50	8.13×10^{-4}	3.59×10^{-4}
75	5.73×10^{-4}	2.44×10^{-4}
100	1.84×10^{-4}	1.84×10^{-4}

ภาคผนวก ง

ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์จากงานวิจัยฉบับนี้

Abstract of the 3rd International Symposium on Function Materials

[ISFM 2009] 15-18 June 2009

Jinju, Korea.

(Oral Presentation)

Architectural control of nanostructured ZrO₂ thin films via electrostatic spray deposition technique using zirconatranne as precursor

Gamonpetch Pongchun^{1,2}, Manop Panapoy^{1,2}, Bussarin Ksapabutr^{1,2,*}

¹Department of Material Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Sanamchandra Palace Campus, Nakhon Pathom 73000, Thailand

²Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials, Chulalongkorn University, Bangkok, 10330, Thailand
E-mail address: kbussarin@hotmail.com

The architectural control of nanocrystals with well-defined morphology has attracted significant interest of material scientist and chemist because of the importance of the shape and size of materials in determining their widely varying properties. Zirconium dioxide (ZrO₂) is very useful in many application due to their wear resistance, hardness, chemical inertness, high melting temperature, poor thermal conductivity, ionic and electrical properties, creep resistance, hardness and high elastic modulus. ZrO₂ thin films have several potential applications in wear-resistant coating, transistors, optical coatings, superconductors, oxygen sensors, thermal barrier and ion conductors. In this study, nanostructures of the ZrO₂ thin films were fabricated in open atmosphere through the cost-effective and simple coating technique referred to as electrostatic spray deposition (ESD). Such nanostructures were grown on glass substrate using zirconatranne as precursor synthesized via the Oxide One Pot Synthesis (OOPS) process. Nanostructured ZrO₂ films were characterized by means of SEM, XRD, and TEM. The results showed that the morphologies of ZrO₂ nanocrystals can be easily controlled via tuning the weight ratio of zirconatranne and ethanol. ZrO₂ structures presented nanoflower- or nanowire-like morphologies.

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ-สกุล นางสาวกมลเพชร พ่วงจั่น
 ที่อยู่ 118 ถ.นาสร้าง ซอยนาสร้าง 2 ต.นครปฐม อ. เมือง จ. นครปฐม
 รหัสไปรษณีย์ 73000

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2549 สำเร็จการศึกษาปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
 สาขาวิชาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์
 คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม
 มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์ นครปฐม

พ.ศ. 2550 ศึกษาต่อระดับปริญญาโท
 สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์
 บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ผลงานวิจัย

1. Pongchun, G., Panapoy, M. and Ksapabutr, B., “Architectural control of nanostructured ZrO_2 thin films via electrostatic spray deposition technique using zirconatane as precursor.” The 3rd International Symposium on Functional Materials, (ISFM 2009), 15-18 June 2009, Jinju, Korea.

2. กมลเพชร พ่วงจั่น, มาณพ ปานะโปย และ บุศรินทร์ เข้มปะบุตร. “การแยกมอลโทเดกซ์ทริน โดยวิธีทางโครมาโทกราฟีแบบชั้นบาง.” การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีครั้งที่ 8 “วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี เพื่อการพัฒนาชุมชน สังคมมีความสุข”, 19 มีนาคม 2553, คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์.