



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการพัฒนาแผ่นฟิล์ม PVP ผสมโปรตีนไหมและสารสกัดจากพืช
เพื่อใช้เป็นวัสดุรักษาบาดแผล

โดย

ผศ.ดร.สุภาสินี ชีท

มีนาคม 2556

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการการพัฒนาแผ่นฟิล์ม PVP ผสมโปรตีนไหมและสารสกัดจากพืช
เพื่อใช้เป็นวัสดุรักษาบาดแผล

โดย

ผศ.ดร.สุภาสินี ชีท
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)
(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อพัฒนาแผ่นฟิล์มพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (polyvinyl pyrrolidone, PVP) ผสมโปรตีนไหมและสารสกัดจากพืชสมุนไพรเพื่อใช้เป็นวัสดุรักษาบาดแผล เริ่มจากการสกัดโปรตีนไหมไฟโบรอิน (silk fibroin, SF) จากรังไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 ด้วย Ajisawa's solution ทำการสกัดสารออกฤทธิ์ยับยั้งแบคทีเรียจากเปลือกทับทิมด้วยน้ำที่อุณหภูมิห้อง พบว่าสารสกัดจากเปลือกผลทับทิมที่ความเข้มข้น 100 mg/ml สามารถยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *Pseudomonas aeruginosa* ได้ดี ทำการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP โดยปรับเปลี่ยนเงื่อนไขการเตรียมหลายเงื่อนไขพบว่ายังไม่มีเงื่อนไขใดที่ทำให้แผ่นฟิล์มสามารถคงตัวได้นาน โดยที่สามารถควบคุมอัตราการปลดปล่อยสารออกฤทธิ์ และยังไม่สามารถทำให้เกิดแผ่นฟิล์ม PVP และ SF ที่อยู่ด้วยกันได้อย่างที่เสนอไว้ เนื่องจากสารทั้งสองมีความแตกต่างกันอย่างมากทางเคมี ดังนั้นควรหาเทคนิคที่เหมาะสมที่จะทำให้พอลิเมอร์ทั้งสองไม่แยกตัวกัน เช่นการเปลี่ยนตัวทำละลายหรือการปรับผิวชิ้นงานด้วยวิธี grafting

Abstract

This research aims to develop polyvinyl pyrrolidone (PVP) film blended with silk protein and plant extract for wound healing applications. Silk fibroin (SF) was extracted from cocoons of *Bombyx mori* (Nang Noi Sri Sa Ket-1) using Ajisawa's solution. Antibacteria agent was extracted from fresh mangosteen peels using water at room temperature. The obtained agent at the concentration of 100 mg/ml was effective against *Pseudomonas aeruginosa*. Several approaches had been used to prepare the PVP films including polymer blending and changes of film forming techniques. However, the PVP/SF films with good stability were never achieved. Other approaches such as changes in solution or the use of grafting technique might be used in order to obtain the PVP/SF film.

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ สำนักงานสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ที่สนับสนุนให้ทุนการวิจัยในโครงการนี้
ขอขอบคุณ รศ.ดร.สินีนาง สุริ ที่ให้คำแนะนำต่างๆ ในงานวิจัยนี้ และนักศึกษาระดับปริญญาตรีทุก
ท่านที่มีส่วนร่วมในการผลิตผลงานวิจัย
สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ที่ได้สนับสนุนการใช้เครื่องมือและ
อุปกรณ์ต่างๆ เพื่อดำเนินงานวิจัยนี้

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุภาสินี ชีท
มีนาคม 2556

แบบสรุปโครงการวิจัย (Executive Summary)

1. ความสำคัญและที่มาของปัญหา

การรักษาบาดแผลเป็นปัญหาสำคัญ ซึ่งนับวันการรักษาพยาบาลจะเพิ่มสูงขึ้นสืบเนื่องจากอุบัติเหตุหรือโรคร้ายต่างๆ การรักษาบาดแผลเป็นงานที่ยากและใช้เวลานาน ส่งผลทำให้ผู้ป่วยต้องใช้ชีวิตอย่างไม่มีความสุข นอกจากนี้วัสดุที่ใช้ในการรักษาบาดแผลยังต้องนำเข้า ทำให้ค่าใช้จ่ายในการรักษาพยาบาลสูง โครงการนี้จึงสนใจที่จะพัฒนาวัสดุที่จะช่วยรักษาบาดแผลให้หายได้เร็วขึ้น เนื่องจากสมบัติที่สามารถดูดซับสาร exudate จากบาดแผลและคงสภาพความชื้นที่เหมาะสมไว้ได้ ซึ่งวัสดุดังกล่าวจะได้มาจากการศึกษาวิจัยสัดส่วนที่เหมาะสมระหว่างสารพอลิเมอร์สังเคราะห์และโปรตีนจากไหมที่มีสมบัติการสลายได้เองทางชีวภาพ และการเพิ่มสมบัติในการยับยั้งแบคทีเรีย โดยการผสมสารสกัดจากพืชสมุนไพรที่มีฤทธิ์ยับยั้งแบคทีเรียและการสมานบาดแผล ความสำเร็จของโครงการนี้จะทำให้เราได้วัสดุสำหรับรักษาบาดแผลที่ผลิตได้เองในประเทศ ทำให้ผู้ป่วยได้รับการรักษาอย่างทันทั่วถึงและเป็นการลดค่าใช้จ่าย

งานวิจัยนี้เลือกใช้สารพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (polyvinylpyrrolidone, PVP) ในการเตรียมวัสดุปิดแผล PVP เป็นสารออกฤทธิ์เพื่อผสมในน้ำยาฆ่าเชื้อต่างๆ โดยเมื่อละลาย PVP ในน้ำจะได้สารละลายที่มีความหนืดเมื่อสารละลายแห้งจะได้เป็นแผ่นฟิล์มที่มีลักษณะใส และสามารถดูดซับน้ำในอากาศได้อย่างรวดเร็วมากถึง 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของน้ำในอากาศ ซึ่งเป็นสมบัติที่เหมาะสมในการนำมาใช้เป็นส่วนประกอบของวัสดุที่ใช้ในทางชีวภาพ สามารถนำมาใช้แทนน้ำเลือดในกรณีการเกิดบาดแผลได้ รวมถึงการนำไปใช้เป็นส่วนประกอบของเครื่องสำอาง ยาสระผม ยาสีฟัน และคอนแทคเลนส์สำหรับดวงตา เป็นต้น (Higa *et al.*, 1999; Razzak *et al.*, 2001) และมีรายงานการนำโปรตีนไหม (silk fibroin, SF) ซึ่งจัดเป็นวัตถุดิบที่ได้จากธรรมชาตินำมาผลิตเป็นแผ่นปิดรักษาบาดแผล โปรตีนไหมประกอบด้วยกรดอะมิโน ซีรีน (serine), ไกลซีน (glycine) และ กรดแอสพาร์ติก (aspartic acid) เป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งกรดอะมิโนเหล่านี้มีสมบัติในการดูดและอุ้มน้ำได้ดี มีอัตราการก่อให้เกิดอาการแพ้ต่ำ โดยการรายงานการทดสอบพบว่า โปรตีนไหมสามารถเข้ากับเซลล์ผิวหนังมนุษย์ได้ อีกทั้งยังสามารถกระตุ้นการสร้างเซลล์ผิวหนังและเพิ่มการสร้างคอลลาเจนของผิวหนังที่มีบาดแผลได้อีกด้วย และในขณะเดียวกันยังสามารถปกป้องบาดแผลจากการกระทบกระแทก และที่สำคัญแผ่นเนื้อเยื่อที่ได้จากโปรตีนไหมนี้ยังสามารถใช้เป็นเนื้อเยื่อเทียม ซึ่งผู้ป่วยไม่จำเป็นต้องลอกออก แต่แผ่นจะค่อยๆ สลายตัวเมื่อมีการเคลื่อนของเซลล์ผิวหนังใหม่แทนที่ (พรอนงค์ อร่ามวิทย์, 2553)

2. วัตถุประสงค์

1. เพื่อเตรียมแผ่นฟิล์มวัสดุผสมพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนและโปรตีนไหมด้วยวิธีการหล่อแบบ
2. ทดสอบสมบัติทางกายภาพของแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้
3. เพื่อเตรียมแผ่นฟิล์มวัสดุผสมพอลิไวนิลไพร์โรลิโดนและโปรตีนไหมให้มีส่วนผสมของสารสกัดพืชสมุนไพร
4. ทดสอบสมบัติทางชีวภาพของแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้

3. วิธีการดำเนินงานและผลการวิจัย

3.1 การสกัดโปรตีนจากไหม

3.1.1 วิธีการสกัดโปรตีนไฟโบรอินจากรังไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1

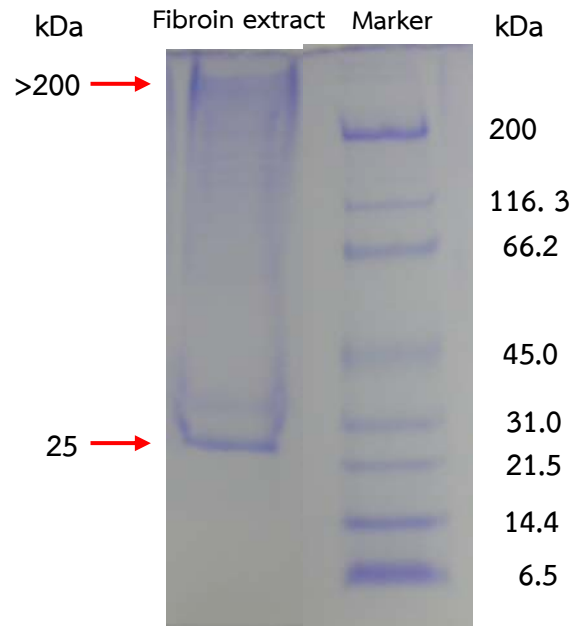
ทำการสกัดโปรตีนไฟโบรอินจากรังไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 ด้วย Ajisawa's method ตามวิธีการของ Yamada และคณะ (Yamada *et al*, 2001) โดยเริ่มจากนำรังไหมปริมาณ 30 กรัมไปทำการกำจัดกาวไหม (degum) โดยการต้มรังไหมในสารละลาย 0.05% w/v โซเดียมคาร์บอเนตเป็นเวลา 15 นาที แล้วล้างรังไหมด้วยน้ำอุ่น จากนั้นทำการละลายโปรตีนไฟโบรอินออกจากรังไหมด้วย Ajisawa's solution (อัตราส่วน $\text{CaCl}_2:\text{Ethanol}:\text{H}_2\text{O} = 1:2:8 \text{ mol}$) ที่อุณหภูมิ 80°C ทำการ dialysis เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำสารที่ผ่านการ dialysis แล้วมาทำให้แห้งด้วยวิธี lyophilize จากนั้นชั่งน้ำหนักและเก็บโปรตีนที่สกัดได้ที่อุณหภูมิ -20°C จากนั้นศึกษาลักษณะของโปรตีนไฟโบรอินที่สกัดได้ด้วยเทคนิค SDS-PAGE

3.1.2 ผลของการสกัดและการศึกษาโปรตีนไฟโบรอินที่สกัดได้

จากการสกัดโปรตีนไฟโบรอินด้วย Ajisawa's solution พบว่าสามารถสกัดโปรตีนไฟโบรอินจากรังไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 ได้ประมาณ 14.7% เมื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักสดของรังไหมบ้านเริ่มต้น (ตารางที่ 1) เมื่อนำโปรตีนไฟโบรอินที่สกัดได้มาศึกษาแบบของโปรตีนด้วยเทคนิค SDS-PAGE พบว่าโปรตีนไฟโบรอินที่ถูกสกัดด้วย Ajisawa's solution นั้นแสดงแถบโปรตีนขนาดประมาณ 25 kDa และขนาดใหญ่กว่า 200 kDa ตามลำดับ (รูปที่ 1) เมื่อเทียบกับการศึกษาลักษณะของโปรตีนไฟโบรอินจากรังไหมบ้านที่สกัดด้วย Ajisawa's solution โดย Yamada และคณะ (2001) พบว่าปรากฏแถบโปรตีน 2 แถบ ที่ขนาด 35 kDa และ 350 kDa ซึ่งเป็นลักษณะของ subunit ทั้งสองของโปรตีนไฟโบรอินคือ light chain และ heavy chain ตามลำดับ ดังนั้นโปรตีนไฟโบรอินที่สกัดได้จากรังไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 ที่ขนาด 25 kDa และขนาดใหญ่กว่า 200 kDa น่าจะเป็น light chain และ heavy chain ของโปรตีนไฟโบรอินของไหมพันธุ์นี้ตามลำดับ (Wadbua *et al*, 2010) ทั้งนี้สันนิษฐานว่าการที่ light chain ของโปรตีนไฟโบรอินของไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 มีขนาดเล็กกว่าที่รายงานโดย Yamada และคณะ น่าจะเป็นเพราะความแตกต่างของไฟโบรอินจากสายพันธุ์ไหมญี่ปุ่นและสายพันธุ์พื้นเมืองไทย

ตารางที่ 1 ปริมาณโปรตีนเซรีซินและไฟโบรอินที่สกัดได้จากรังไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 ด้วย Ajisawa's solution

น้ำหนักสดของรังไหมเริ่มต้น (g)	น้ำหนักแห้งโปรตีนเซรีซิน (กาวไหม) (g)	โปรตีนเซรีซิน (%)	น้ำหนักแห้งโปรตีนไฟโบรอิน (g)	โปรตีนไฟโบรอิน (%)
30.01	2.73	9.1	4.41	14.7



รูปที่ 1 ลักษณะของโปรตีนไฟโบรอินจากรังไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 ที่สกัดด้วย Ajisawa's solution บน SDS-PAGE โดยใช้ตัวอย่างโปรตีน 15 μ g เลนทางซ้ายและขวาแสดงลักษณะของโปรตีนไฟโบรอินและ marker ตามลำดับ

3.2 การสกัดสารออกฤทธิ์ยับยั้งแบคทีเรียจากพืชสมุนไพร

3.2.1 วิธีการสกัด

งานวิจัยนี้สนใจศึกษาฤทธิ์ยับยั้งแบคทีเรียจากผลทับทิม ซึ่งสามารถสกัดสารออกฤทธิ์ได้จากเปลือกผลทับทิม เริ่มต้นจากนำเปลือกทับทิมสดมาทำการสกัดด้วยน้ำที่อุณหภูมิห้อง (อัตราส่วนเปลือกทับทิมต่อน้ำ 1:4) จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปกรอง แล้วทำให้สารละลายแข็งด้วย freezer จากนั้นทำให้สารแห้งด้วยความเย็นภายใต้สภาวะสุญญากาศด้วยเครื่อง lyophilizer จะได้สารที่มีลักษณะเป็นเกร็ด จากนั้นทำการเก็บสารที่ได้ใน desiccator

3.2.2 วิธีการทดสอบประสิทธิภาพของสารออกฤทธิ์

ในการทดสอบประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย เริ่มต้นจากนำเกร็ดสารสกัดเปลือกผลทับทิมไปละลายในน้ำ และกรองผ่าน 0.22 μ m sterilized filter ทำการเตรียมที่ความเข้มข้น 100 mg/ml เพื่อนำไปศึกษาฤทธิ์ในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียแกรมบวก ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้เลือกเชื้อแบคทีเรียแกรมบวก 4 ชนิด ได้แก่ *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923), *Streptococcus faecalis* (NCTC 8213), *Bacillus cereus* (DMST 1928), และ *Pseudomonas aeruginosa* (DMST 3307) และทำการศึกษาดังวิธี agar well diffusion assay

3.2.3 ผลการทดสอบประสิทธิภาพของสารออกฤทธิ์

จากการศึกษาด้วยวิธี agar well diffusion assay พบว่าค่า inhibition zone ของสารสกัดจากเปลือกผลทับทิมต่อเชื้อแบคทีเรียทั้ง 4 ชนิด เป็น 11.0 ± 0.6 , 7.2 ± 0.2 , 10.1 ± 0.4 และ 12.8 ± 0.4 cm ตามลำดับ (ตารางที่ 2) เป็นที่น่าสนใจว่าสารสกัดจากเปลือกผลทับทิมที่ความเข้มข้น 100 mg/ml สามารถยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย *Pseudomonas aeruginosa* ได้ดี ในขณะที่ยาปฏิชีวนะเตตราซัยคลินที่ความเข้มข้น 50 µg/ml ซึ่งถูกใช้เป็น positive control ไม่สามารถยับยั้งได้ ดังนั้นสารสกัดหยาดด้วยน้ำจากเปลือกผลทับทิมจึงน่าจะเป็นสารสกัดที่เหมาะสมที่จะนำมาประยุกต์ใช้ในการเพิ่มประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียให้กับแผ่นฟิล์ม PVP

ตารางที่ 2 การยับยั้งแบคทีเรียด้วยสารสกัดจากเปลือกผลทับทิม

แบคทีเรีย	Inhibition zone (cm)	
	สารสกัดด้วยน้ำจากเปลือกผลทับทิม	ยาปฏิชีวนะเตตราซัยคลิน
<i>Staphylococcus aureus</i> (ATCC 25923)	11.0 ± 0.6	11.6 ± 0.7
<i>Streptococcus faecalis</i> (NCTC 8213)	7.2 ± 0.2	11.2 ± 0.3
<i>Bacillus cereus</i> (DMST 1928)	10.1 ± 0.4	7.5 ± 0.2
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> (DMST 3307)	12.8 ± 0.4	0

3.3 การเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP และ PVP/TiO₂

3.3.1 วิธีการเตรียมแผ่นฟิล์ม

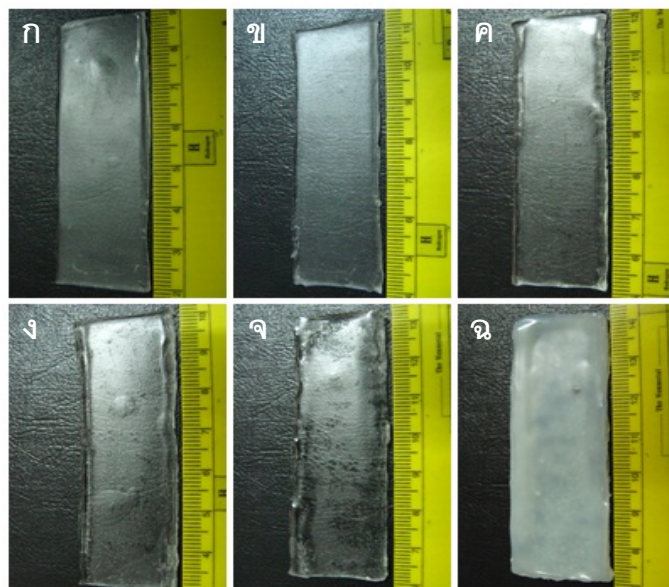
ทำการเตรียมฟิล์ม PVP โดยใช้ตัวทำละลายคือ 100% ethanol และใช้ PVP ที่ความเข้มข้น 10, 12, 14, 16 และ 18 wt% ทำการกวนละลายเป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายไปเทลงในแบบพิมพ์ ทิ้งไว้ให้แห้ง แล้วจึงแกะชิ้นงานออกจากแบบพิมพ์ ตัดชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 1 cm × 1 cm แล้วนำชิ้นงานไปฉายรังสี UV เป็นเวลา 6, 24 และ 48 ชั่วโมง

การทดสอบเบื้องต้นเรื่องความสามารถในการปลดปล่อยยา ได้ใช้ผง TiO₂ ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคประมาณ 15 nm แทนอนุภาคยาผสมลงในสารละลาย PVP ที่มีความเข้มข้นที่เหมาะสม และทำการเทแบบเพื่อเตรียมชิ้นงาน PVP/TiO₂ ด้วยวิธีดังที่กล่าวแล้วข้างต้น

3.3.2 ผลการเตรียมและการศึกษาลักษณะของแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้

จากการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP ที่ความเข้มข้นต่างๆ พบว่าที่ความเข้มข้น 10 wt% สารละลายมีความเข้มข้นน้อยเกินไป ชิ้นงานที่ได้จึงบางมาก ยากต่อการแกะแบบ (รูปที่ 2ก) ส่วนที่ความเข้มข้น 18 wt% สารละลายมีความเข้มข้นมากเกินไป ทำให้หนืดมาก ยากต่อการเทแบบ (รูปที่ 2จ) ในขณะที่แผ่นฟิล์ม PVP ที่เตรียมที่ความเข้มข้น 14 wt% มีลักษณะที่ดีที่สุด กล่าวคือสารละลายมีความหนืดเหมาะสม ไม่มากหรือน้อย

เกินไป นอกจากนี้แผ่นฟิล์มที่ได้มีลักษณะผิวเรียบ มีความหนาสม่ำเสมอ (รูปที่ 2ค) ดังนั้นจึงเลือกเงื่อนไขความเข้มข้น 14 wt% สำหรับการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP/TiO₂ (รูปที่ 2ฉ) ซึ่งชิ้นงานที่ได้จะมีผิวเรียบ และมีสีขาวขุ่น เนื่องจากการกระจายตัวของผง TiO₂ ในชิ้นงาน



รูปที่ 2 แสดงลักษณะของแผ่นฟิล์ม PVP ที่ความเข้มข้นต่างๆ ก) 10 wt%, ข) 12 wt%, ค) 14 wt%, ง) 16 wt%, จ) 18 wt% และ ฉ) แผ่นฟิล์มผสม PVP/TiO₂

3.3.3 การศึกษาการบวมตัวของชิ้นงาน

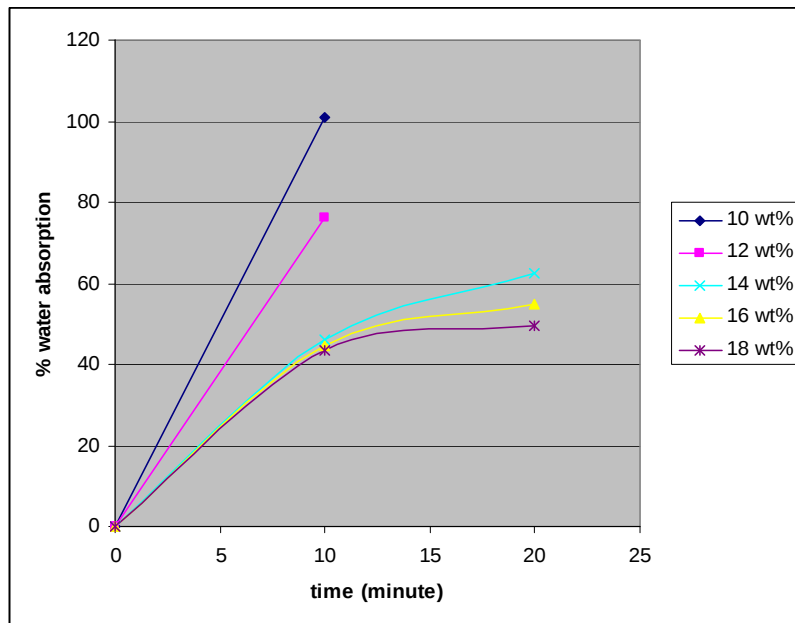
การศึกษาการบวมตัวของชิ้นงาน เป็นการทดสอบความสามารถในการคงตัวของชิ้นงานที่เตรียมได้เมื่ออยู่ในสารละลาย โดยพิจารณาจากค่าเปอร์เซ็นต์การดูดซับน้ำ (water absorption) ซึ่งในเบื้องต้นนี้ ได้ทำการตัดชิ้นงานให้ได้ขนาด 1 cm x 1 cm จากนั้นนำไปแช่ในน้ำ DI และนำขึ้นมาชั่งน้ำหนักทุกๆ 10 นาที ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 แสดงค่า % water absorption ของแผ่นฟิล์ม PVP ความเข้มข้นต่างๆ

ชิ้นงาน	water absorption (%)		
	เริ่มต้น	10 นาที	20 นาที
PVP 10 wt%	0	101.0461	*
PVP 12 wt%	0	76.3125	*
PVP 14 wt%	0	46.1100	62.4442
PVP 16 wt%	0	44.5358	54.9644
PVP 18 wt%	0	43.4108	49.4494

(* ไม่สามารถนำขึ้นมาชั่งน้ำหนักได้เพราะชิ้นงานอ่อนเหลว ไม่คงตัว)

จากข้อมูลในตารางที่ 3 สามารถนำมาแสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า % water absorption กับเวลาที่ใช้ในการแช่ชิ้นงาน ได้ดังรูปที่ 3 นี้



รูปที่ 3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า % water absorption กับเวลาที่ใช้ในการแช่ชิ้นงานของแผ่นฟิล์ม PVP ที่ความเข้มข้นต่างๆ

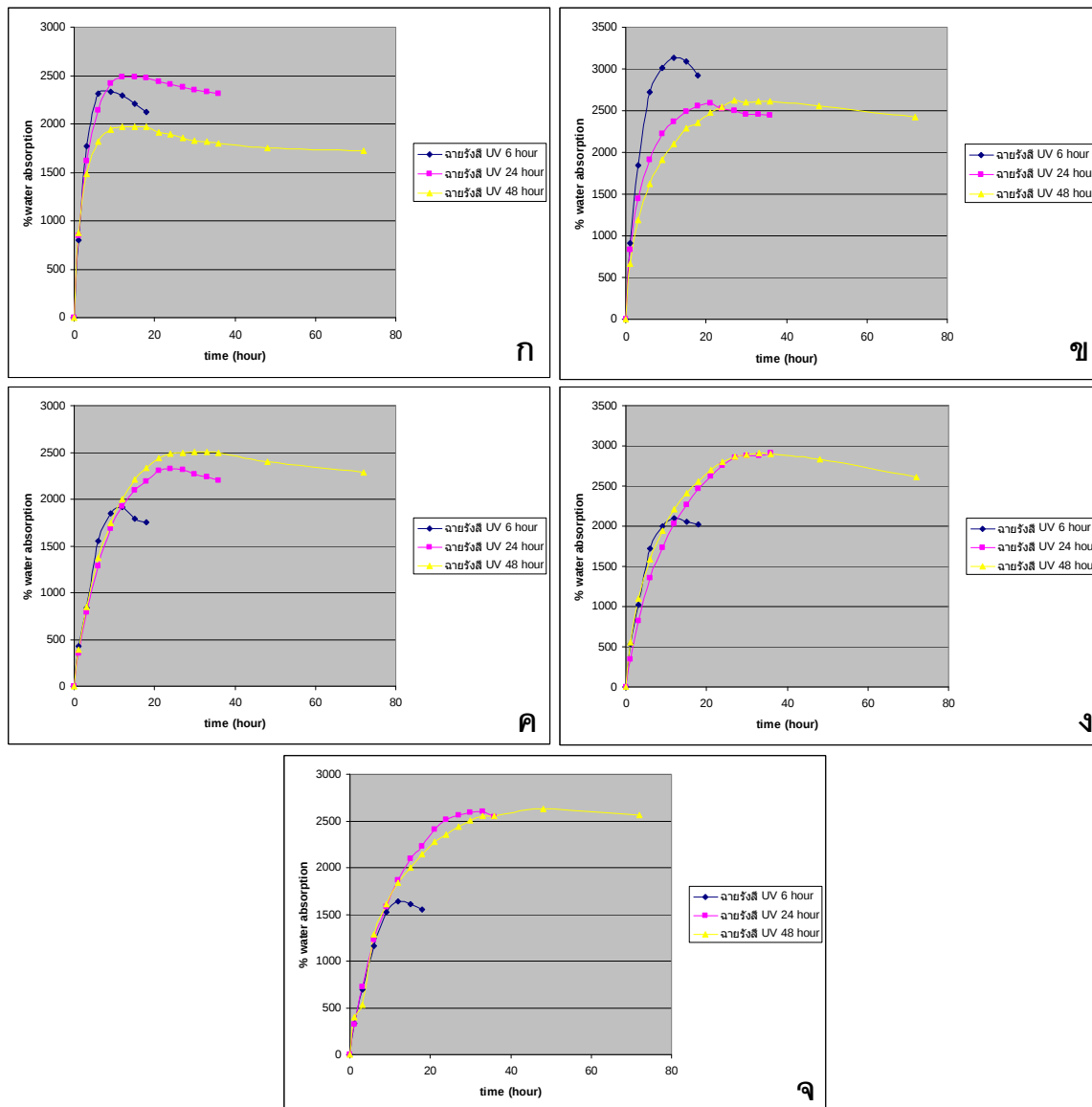
จากรูปที่ 3 จะพบว่าค่าความเข้มข้นของสารละลาย PVP มีผลต่อค่า % water absorption นั่นคือ เมื่อความเข้มข้นของ PVP น้อย ค่า % water absorption จะมาก ถ้าความเข้มข้นของ PVP มาก ค่า % water absorption ที่ได้จะมีค่าน้อย นั่นแสดงว่ายิ่งความเข้มข้นน้อย ชิ้นงานก็ยิ่งจะมีการบวมตัวมากและการบวมตัวของชิ้นงานจะลดน้อยลงเมื่อเราเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายให้มากขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าชิ้นงานมีความคงสภาพเมื่ออยู่ในน้ำได้เพียง 30 นาทีเท่านั้น หลังจากนั้นชิ้นงานก็เริ่มละลายไปเกือบหมด

ดังนั้น เพื่อเป็นการทำให้ชิ้นงานคงสภาพได้นานขึ้น จึงนำชิ้นงานไปฉายรังสี UV ที่ระยะเวลาต่างๆกัน เพื่อให้เกิดการ crosslink ของสายโซ่พอลิเมอร์ แล้วจึงนำชิ้นงานมาแช่ในน้ำ และทำการชั่งน้ำหนักในช่วงแรกของแช่ น้ำ หลังจากนั้นก็ทำการชั่งน้ำหนักของชิ้นงานทุกๆ 3 ชั่วโมง ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 4

ตารางที่ 4 แสดงค่า % water absorption ของแผ่นฟิล์ม PVP ที่ความเข้มข้นต่างๆ เมื่อนำไปฉายรังสี UV ที่เวลาต่างกัน

เวลาที่ ใช้ใน การแช่ ชิ้นงาน (ชม.)	water absorption (%)														
	ฉายรังสี UV 6 ชั่วโมง					ฉายรังสี UV 24 ชั่วโมง					ฉายรังสี UV 48 ชั่วโมง				
	PVP 10 wt%	PVP 12 wt%	PVP 14 wt%	PVP 16 wt%	PVP 18 wt%	PVP 10 wt%	PVP 12 wt%	PVP 14 wt%	PVP 16 wt%	PVP 18 wt%	PVP 10 wt%	PVP 12 wt%	PVP 14 wt%	PVP 16 wt%	PVP 18 wt%
เริ่มต้น	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
1 ชม.	803.3913	909.0610	432.0476	535.9837	336.4689	851.0384	828.4204	351.0135	349.4741	322.3412	876.647	667.1128	392.9358	559.9553	399.7472
3 ชม.	1775.806	1845.3940	833.9734	1025.781	695.9262	1623.66	1442.0960	789.7603	822.7773	722.1026	1489.052	1192.5450	852.136	1096.889	531.1534
6 ชม.	2317.1861	2725.1100	1550.287	1726.419	1163.371	2140.629	1906.9520	1281.026	1358.218	1224.177	1819.929	1622.0990	1369.992	1589.106	1281.929
9 ชม.	2333.337	3007.7950	1847.435	1995.004	1525.994	2417.022	2225.5860	1685.591	1738.31	1585.162	1944.159	1915.7500	1738.419	1948.52	1613.766
12 ชม.	2293.266	3128.6200	1912.2	2104.362	1640.863	2489.207	2371.4430	1922.477	2029.884	1866.451	1967.109	2104.6220	2001.583	2212.396	1835.817
15 ชม.	2212.094	3091.1170	1793.066	2053.206	1609.598	2487.94	2493.4060	2095.984	2270.085	2093.184	1973.842	2287.2220	2207.946	2415.431	2004.27
18 ชม.	2120.354	2918.8040	1754.362	2027.159	1549.505	2479.393	2560.3800	2190.519	2470.99	2231.768	1968.349	2357.3350	2331.567	2550.313	2139.733
21 ชม.						2440.926	2585.0790	2302.341	2621.521	2411.613	1913.057	2482.5410	2442.46	2703.46	2272.889
24 ชม.						2405.583	2520.6640	2327.741	2755.757	2521.767	1896.921	2548.1150	2487.046	2797.536	2353.704
27 ชม.						2384.618	2495.2430	2313.023	2858.819	2559.525	1854.784	2621.5010	2499.295	2870.735	2435.814
30 ชม.						2355.653	2452.9350	2270.024	2882.983	2591.766	1825.924	2604.6940	2508.391	2885.927	2501.944
33 ชม.						2330.245	2451.6180	2237.789	2879.765	2597.088	1818.734	2608.6670	2508.983	2908.599	2556.988
36 ชม.						2312.225	2449.3070	2197.241	2915.446	2539.224	1799.648	2613.0580	2493.546	2894.926	2551.737
48 ชม.											1751.095	2254.2300	2403.019	2833.699	2627.931
72 ชม.											1724.036	2327.8380	2281.252	2616.355	2562.844

จากข้อมูลในตารางที่ 4 สามารถนำมาแสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า % water absorption กับเวลาที่ใช้ในการแช่ชิ้นงาน ได้ดังรูปที่ 4 นี้



รูปที่ 4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า % water absorption กับเวลาในการแช่แผ่นฟิล์ม เมื่อนำแผ่นฟิล์มไปฉายรังสี UV ที่เวลาต่างกัน ก) แผ่นฟิล์ม PVP ความเข้มข้น 10 wt%, ข) 12 wt%, ค) 14 wt%, ง) 16 wt% และ จ) 18 wt%

จากรูปที่ 4 พบว่าในช่วง 12 ชั่วโมงแรกค่า % water absorption จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว หลังจากนั้นก็จะเพิ่มขึ้นอย่างช้าๆ แล้วจึงลดลง นอกจากนี้ยังพบว่าแผ่นฟิล์ม PVP ที่ฉายรังสี UV 6 ชั่วโมง เมื่อนำไปแช่น้ำจะคงสภาพเดิมได้เพียง 18 ชั่วโมง แล้วแผ่นฟิล์มจะค่อยๆ หลุดออกจนขาดไป ส่วนแผ่นฟิล์ม PVP ที่ฉายรังสี UV 24 ชั่วโมง เมื่อนำไปแช่น้ำจะคงสภาพเดิมได้เพียง 36 ชั่วโมง และสุดท้ายแผ่นฟิล์ม PVP ที่ฉายรังสี UV 48 ชั่วโมง เมื่อนำไปแช่น้ำจะอยู่ได้นานถึง 72 ชั่วโมง ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าการคงสภาพอยู่ของแผ่นฟิล์มจะในกับ

ระยะเวลาในการฉายรังสี UV คือถ้าใช้เวลาในการฉายรังสี UV นานขึ้น เปอร์เซ็นต์การเกิด crosslink ในชั้นงานก็มากขึ้น ทำให้แผ่นฟิล์มสภาพในน้ำได้นานขึ้น (พฤกษา ปากหวาน, 2551)

ข้อดีของผลการทดลองนี้คือ เราสามารถออกแบบให้ชั้นงานมีเวลาในการสลายตัวที่แตกต่างกันออกไปเพื่อให้เหมาะสมกับการใช้งาน ยกตัวอย่างเช่น การประยุกต์ทำแผ่นปิดแผล ถ้าเป็นแผลเล็กน้อยที่สามารถสมานได้เร็ว ชั้นงานอาจมีเวลาในการสลายตัว 1-2 วัน แต่ถ้าบาดแผลมีขนาดใหญ่หรือมีการติดเชื้อ อาจมีการเพิ่มตัวยาในแผ่นปิดแผล และเตรียมชั้นงานให้สลายตัวช้าลงถึงระดับ 1 สัปดาห์ เป็นต้น

3.3.4 ศึกษาความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ

การศึกษาและทดสอบคุณสมบัติการชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ (hydrophobic and hydrophilic) ของแผ่นฟิล์ม PVP สามารถทำการทดสอบด้วยวิธี contact angle ซึ่งใช้เครื่อง FTA 1000 Drop Shape Instrument B Frame System (First Ten Angstroms, FTA 1000B, England) ทำการวัดมุมสัมผัสของแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้ ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 5

ตารางที่ 5 แสดงค่ามุมสัมผัสของแผ่นฟิล์ม PVP ที่ความเข้มข้นต่างๆ ทั้งที่ฉายรังสี UV ที่เวลาต่างกัน และไม่ฉายรังสี UV

ชั้นงาน	มุมสัมผัสที่วัดได้							
	ไม่ฉาย UV		ฉาย UV 6 ชม.		ฉาย UV 24 ชม.		ฉาย UV 48 ชม.	
	เริ่มต้น	10 นาที	เริ่มต้น	10 นาที	เริ่มต้น	10 นาที	เริ่มต้น	10 นาที
10 wt%	87.07	34.93	109.26	61.01	105.22	50.75	97.55	49.37
12 wt%	86.34	41.20	103.02	66.29	97.08	59.72	92.90	11.26
14 wt%	83.07	29.71	102.24	51.68	96.50	54.87	91.98	51.54
16 wt%	78.91	29.94	102.29	36.07	96.44	37.47	107.72	64.21
18 wt%	73.35	36.27	90.38	36.18	96.79	39.61	85.41	35.79

จากผลการทดลองในตารางที่ 5 พบว่า มุม ณ เวลาผ่านไป 10 นาที มีค่าลดลงไปมากจากมุมเริ่มต้น นั่นแสดงว่า แผ่นฟิล์ม PVP มีสมบัติการชอบน้ำ และถ้าเลือกพิจารณาเฉพาะมุมเริ่มต้นของแผ่นฟิล์มที่ความเข้มข้นต่างๆ จะพบว่าแผ่นฟิล์ม PVP ที่ไม่ได้ฉายรังสี UV มีสมบัติการชอบน้ำมากกว่าแผ่นฟิล์ม PVP ที่ฉายรังสี UV และแผ่นฟิล์มที่ฉายรังสี UV เป็นเวลานานจะมีสมบัติการชอบน้ำมากกว่าแผ่นฟิล์มที่ฉายรังสี UV ในระยะเวลานั้น นอกจากนี้ยังพบว่าค่ามุมสัมผัสมีค่าลดลงเมื่อความเข้มข้นของแผ่นฟิล์มเพิ่มขึ้น แสดงว่าที่ความเข้มข้นมาก แผ่นฟิล์มจะมีสมบัติการชอบน้ำมากกว่าที่ความเข้มข้นน้อย

3.3.5 ศึกษาอัตราการปลดปล่อย TiO_2 จากแผ่นฟิล์ม

การทดสอบการปลดปล่อย TiO_2 เป็นการจำลองการปลดปล่อยตัวยาจากแผ่นฟิล์ม โดยทำการวิเคราะห์ปริมาณ TiO_2 ที่หลุดออกมาจากชิ้นงาน PVP/ TiO_2 ที่แช่ในน้ำ DI ปริมาตร 60 ml เป็นเวลา 6, 24 และ 48 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานขึ้นมา แล้วนำสารละลายที่ได้จากการแช่ชิ้นงานไปทดสอบหาปริมาณ TiO_2 โดยใช้เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer เพื่อตรวจสอบค่า absorption ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 แสดงอัตราการปลดปล่อย TiO_2 ของแผ่นฟิล์มผสม PVP กับ TiO_2

เวลาที่ใช้ในการแช่	ความเข้มข้นของสารละลาย TiO_2 (mM)		
	ฉาย UV 6 ชม.	ฉาย UV 24 ชม.	ฉาย UV 48 ชม.
6 ชม.	3.1	3.7	2.8
24 ชม.	2.6	2.4	2.3
48 ชม.	2.4	3.2	2.8

จากตารางที่ 6 แนวโน้มอัตราการปลดปล่อย TiO_2 ของแผ่นฟิล์มผสม PVP/ TiO_2 ไม่ขึ้นกับเวลาที่ใช้ในการฉายรังสี UV และเวลาที่ใช้ในการแช่น้ำแต่อย่างใด ทั้งนี้คาดว่าอาจเป็นเพราะขนาดของอนุภาค TiO_2 มีขนาดใหญ่กว่าความยาวของสายโมโนเมอร์ของ PVP ซึ่งจากการศึกษา พบว่า TiO_2 มีขนาดของอนุภาค 15 nm ส่วนความยาวของสายโมโนเมอร์ PVP มีความยาว 0.252 nm นั่นคืออนุภาค TiO_2 มีขนาดใหญ่กว่าสายโมโนเมอร์ของ PVP ดังนั้น TiO_2 อาจจะไปขวางระหว่างสายโมโนเมอร์ของ PVP ทำให้เกิด crosslink ได้ยาก ซึ่งสังเกตได้จากชิ้นงานที่ไม่มีการแข็งตัวไม่ว่าจะฉายรังสี UV ที่เวลาใดๆ จึงส่งผลให้อัตราการปลดปล่อย TiO_2 ที่เวลาในการฉายรังสี UV และ เวลาในการแช่ชิ้นงานต่างๆ มีค่าใกล้เคียงกัน ไม่สามารถบอกแนวโน้มการปลดปล่อยได้

จากผลการทดลองพบว่าแผ่นฟิล์ม PVP ยังคงสภาพได้ไม่นานพอ ดังนั้นเพื่อปรับปรุงสมบัติของแผ่นฟิล์มจึงนำสารพอลิเอทิลีนออกไซด์ (polyethylene oxide, PEO) ไปผสมเป็นแผ่นฟิล์ม PVP/PEO รายละเอียดดังหัวข้อที่ 3.4

3.4 การเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP/PEO

3.4.1 วิธีการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP/PEO

ทำการเตรียมสารละลาย PVP ความเข้มข้น 14 wt% โดยใช้ 100% ethanol เป็นตัวทำละลาย และเตรียมสารละลาย PEO ในน้ำ DI นำสารละลายทั้งสองมาทอที่อัตราส่วน 9:1, 8:2, 7:3 และ 6:4 ให้เข้ากันเป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเทแบบในแบบพิมพ์ เมื่อแห้งแล้วนำมาตัดให้ได้ขนาด 1 cm x 1 cm และเพื่อให้เกิดการ crosslink ดีขึ้น จึงทำการเติมสาร benzoyl peroxide (BPO) ที่ความเข้มข้น 1 wt% ของ PVP จากนั้นนำไปฉายแสง UV เป็นเวลา 30 นาทีเพื่อทำการ crosslink ต่อไป

3.4.2 ผลการเตรียมและลักษณะของแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้

จากการศึกษาด้วยตาเปล่าพบว่าแผ่นฟิล์มทุกเงื่อนไขที่เตรียมได้มีผิวเรียบและใส ดูเป็นเนื้อเดียว

3.4.3 การศึกษาการบวมตัวของชิ้นงาน

นำชิ้นงาน PVP และ PVP/PEO ที่ไม่ได้ฉายแสง UV ขนาด 1 cm x 1 cm ไปแช่น้ำหนักแล้วไปแช่ในน้ำ DI เป็นระยะเวลาต่างๆที่กำหนดจนถึง 72 ชั่วโมง ผลการศึกษาแสดงในตารางที่ 7

ตารางที่ 7 แสดงค่า % water absorption ของแผ่นฟิล์ม PVP/PEO ที่อัตราส่วนต่างๆ

ชิ้นงาน	% water absorption			
	เริ่มต้น	10 นาที	20 นาที	30 นาที
PVP 14 wt%	0	64.0400	*	*
PVP/PEO (9:1)	0	112.1019	121.9039	138.2038
PVP/PEO (8:2)	0	95.1496	111.5865	126.3748
PVP/PEO (7:3)	0	106.6263	116.9908	134.4696
PVP/PEO (6:4)	0	105.3138	145.4746	163.6219

จากค่าในตารางที่ 7 พบว่าปริมาณ PEO ยิ่งมากขึ้น ค่า % water absorption ยิ่งมากขึ้น และชิ้นงานอยู่ในน้ำได้เพียง 20-30 นาทีเท่านั้น นานกว่านี้ชิ้นงานจะอ่อนเหลว ไม่มีรูปร่าง ไม่สามารถนำขึ้นมาชั่งน้ำหนักได้ ดังนั้นเพื่อใช้ชิ้นงานคงตัวนานขึ้น จึงทำการผสมสาร BPO แล้วนำไปฉายรังสี UV เป็นเวลา 30 นาที ก่อนนำชิ้นงานมาแช่ในน้ำกลั่น ผลการทดลองพบว่าแผ่นฟิล์ม PVP/PEO จะคงตัวได้นานขึ้น และเมื่อปริมาณของ PEO มากขึ้น ค่า % water absorption จะมีค่าน้อยลง นั่นคือแผ่นฟิล์มสามารถคงตัวอยู่ได้นานขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นฟิล์มที่อัตราส่วน PVP:PEO เท่ากัน แต่แผ่นฟิล์มที่มี BPO จะมีค่า % water absorption น้อยกว่า แสดงว่าแผ่นฟิล์มสามารถคงตัวได้นานขึ้น อันเกิดเนื่องจากสาร BPO ในแผ่นฟิล์มทำให้เกิดการ crosslink มากขึ้น (ศิริดา ต้นสวรรค์, 2552)

จากการทดลองพบว่าชิ้นงาน PVP/PEO+BPO สามารถคงตัวอยู่ได้เกิน 3 วัน อย่างไรก็ตาม ในกรณีที่ต้องการเตรียมวัสดุปิดแผลที่มีระยะเวลารักษาบาดแผลนาน 1-2 สัปดาห์ ชิ้นงานนี้ยังไม่มีสมบัติที่ดีพอ ดังนั้นเพื่อทำการปรับปรุงสมบัติ จึงเลือกสารพอลิคาโพรแลคโตน (polycaprolactone, PCL) ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradable) และมีอัตราการสลายตัวในระยะเวลานาน (long term degradation rate) มาเป็นส่วนผสมของแผ่นฟิล์ม

ตารางที่ 8 แสดงค่า % water absorption ของแผ่นฟิล์ม PVP/PEO ที่อัตราส่วนต่างๆ และนำไปฉายรังสี UV เป็นเวลา 30 นาที

เวลาในการแช่ ชิ้นงาน (ชม.)	% water absorption								
	PVP 14 wt%	PVP/PEO				PVP/PEO + BPO			
		9:1	8:2	7:3	6:4	9:1	8:2	7:3	6:4
1	709.8988	934.4428	925.1212	1059.4161	906.5767	402.8332	542.3604	423.2231	434.9026
3	1496.9710	1613.2410	1712.2960	1902.7362	1641.3960	599.1469	570.0077	537.4053	491.1519
6	2198.3890	2321.8921	2275.4449	2496.1748	2156.4391	656.1353	672.6158	579.5517**	531.3328**
9	2813.5510	2834.1742	2743.2342	2990.4393	2593.1671	653.6801	673.7274**	552.9881	522.4307
12	3273.6400	3178.7500	3092.1322	3340.2011	2918.4839	673.7536	664.2762	568.6093	529.6083
15	3554.3270	3585.1248	3342.4189	3629.5917	3195.4342	714.0414	652.7608	578.1753	531.5202
18	3923.9530	3774.9773	3576.2563	3716.6318	3399.7189	714.5382**	656.8687	579.2209	542.5053
21	4138.7000	4000.0011	3704.9141	4047.5943	3548.2237	693.7846	652.2888	550.1033	506.4715
24	4253.0600	4115.9229	3802.9188	4152.4614	3652.0971	696.5303	637.8606	541.7863	512.1851
27	*	4191.3962	3910.5478	4257.7990	3754.7122	671.1405	601.7401	508.8762	485.9260
30	*	4296.9283	3939.7262	4316.5201	3832.0721	630.0631	602.2021	498.9222	485.5833
33	*	4412.2679	3946.1441**	4368.3491**	3855.8568	635.2161	576.3725	502.0969	463.2926
48	*	4547.5141**	3875.5990	4311.7608	3871.7531**	627.6332	653.5474	508.3033	465.1157
72	*		3501.4431	3952.8769	3636.8481	622.1931	625.0209	494.6404	448.9622

(*ไม่สามารถนำชิ้นมาชั่งน้ำหนักได้เพราะชิ้นงานอ่อนเหลว ไม่มีรูปร่าง, **ชิ้นงานมีน้ำหนักมากที่สุ่ก่อนที่จะเกิดการละลายและหลุดออกจากชิ้นงาน)

3.5 การเตรียมแผ่นเส้นใย PVP และ PVP/PCL

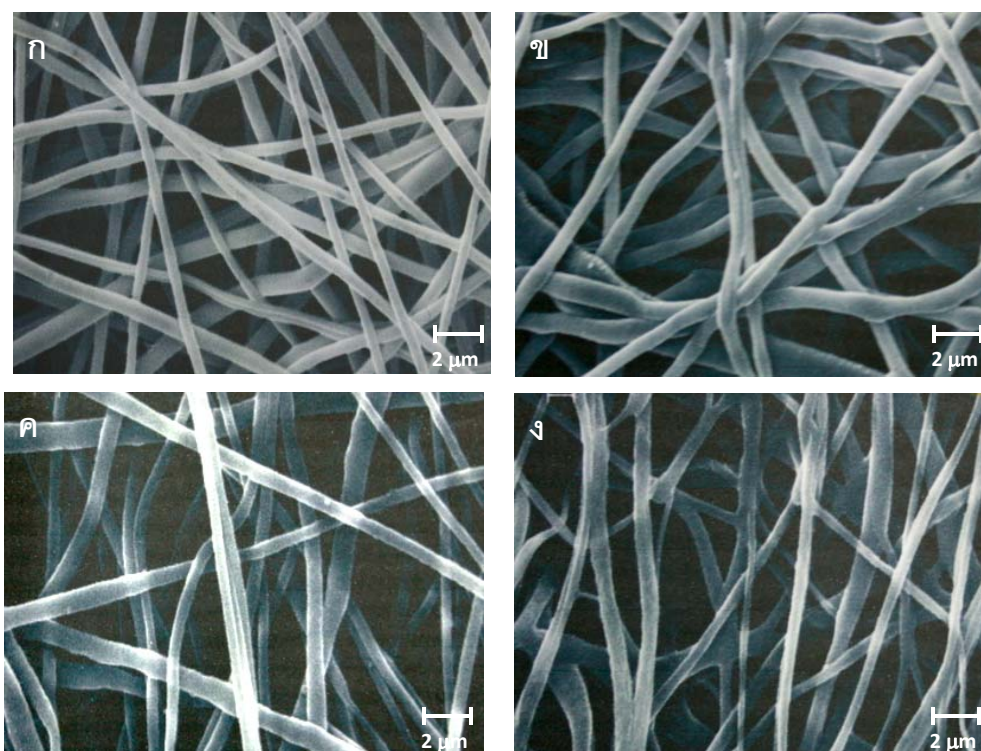
3.5.1 วิธีการเตรียมแผ่นเส้นใย

ทำการเตรียมสารละลาย PVP โดยใช้ตัวทำละลาย 100% ethanol และ PVP ที่ความเข้มข้น 10, 12, 14, 16 และ 18 wt% ทำการกวนละลายเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ส่วนสารละลาย PCL เตรียมที่ความเข้มข้น 12 wt% โดยใช้ N,N-dimethyl formamide (DMF) : methylene chloride (MC) ที่อัตราส่วน 1:3 เป็นตัวทำละลาย จากนั้นทำการขึ้นรูปแผ่นเส้นใยด้วยเครื่องอิเล็กโตรสปินนิง (electrospinning) แบบ 2 หัว ด้วยเงื่อนไขความต่างศักย์ 14-17 V อัตราเร็ว 1 ml/hr

เพื่อเป็นการทดสอบประสิทธิภาพการปลดปล่อยตัวยา ทำการเติมยาแอมพิซิลลิน (ampicillin, Amp) ที่ความเข้มข้น 50 mg/ml ลงในสารละลาย PVP จากนั้นนำไปสปินดังวิธีที่กล่าวเบื้องต้น

3.5.2 ผลการเตรียมและการศึกษาลักษณะของแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้

จากการสปินพบว่าสามารถผลิตแผ่นเส้นใย PVP/PVP, PCL/PCL, PVP/PCL และ PVP+Amp/PCL ได้ โดยแผ่นเส้นใยที่ได้สามารถลอกออกได้ง่าย และเมื่อนำไปศึกษาลักษณะเส้นใยที่ได้ด้วยเทคนิค SEM พบว่าเส้นใยที่ได้มีความต่อเนื่องและไม่พบปิดส้นบนแผ่นเส้นใย เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ระหว่าง 200-1000 nm ดังแสดงในรูปที่ 5 เส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางไม่คงที่เนื่องมาจากความต่างศักย์มีค่าไม่คงที่ระหว่างการสปิน (นุจรินทร์ แสงวงศ์, 2553)

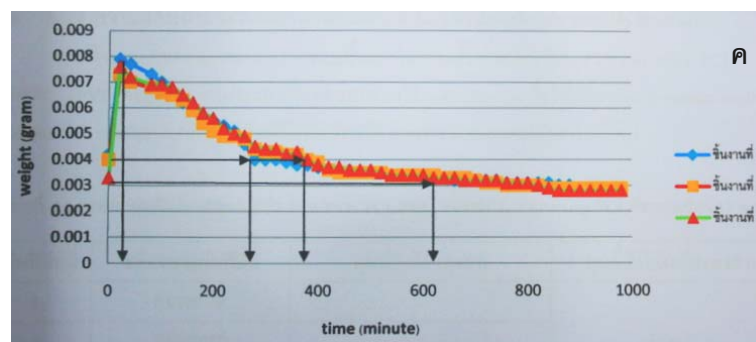
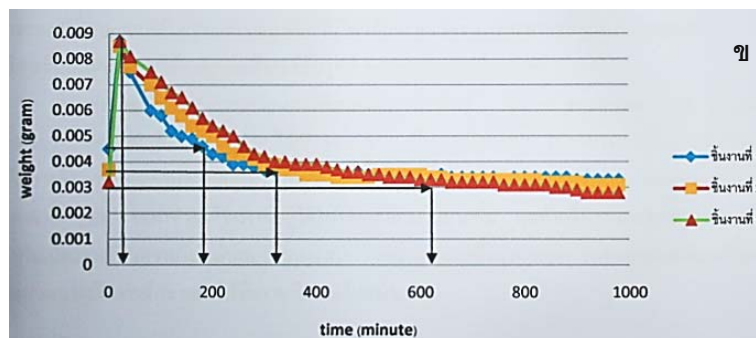
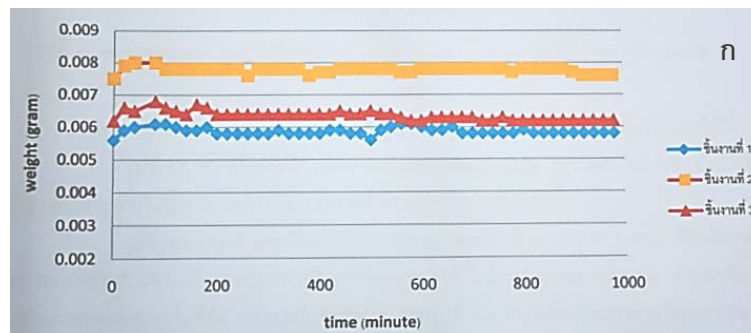


รูปที่ 5 SEM ของเส้นใยนาโน ก) PVP/PVP, ข) PCL/PCL, ค) PVP/PCL และ ง) PVP+Amp/PCL

3.5.3 การศึกษาอัตราการสลายตัวของชิ้นงาน

ทำการทดสอบการสลายตัวของชิ้นงาน โดยนำชิ้นงานที่สปินได้มาตัดให้มีขนาด 1 cm x 1 cm จากนั้นนำชิ้นงานไปแช่ในน้ำ DI และนำขึ้นมาชั่งน้ำหนักทุกๆ 20 นาที ผลการศึกษาพบว่าแผ่นเส้นใย PVP/PVP อ่อนตัวมาก ไม่สามารถนำขึ้นมาชั่งน้ำหนักได้ ส่วนแผ่นเส้นใย PCL/PCL มีน้ำหนักคงที่ เนื่องจาก PCL ไม่ละลายน้ำ จึงสามารถคงตัวได้ตลอดช่วงการทดสอบ 1000 นาที (รูปที่ 6(ก))

แผ่นเส้นใย PVP/PCL มีอัตราการสลายตัวมากกว่า PCL/PCL เนื่องจาก PVP ละลายออกจากแผ่นเส้นใย โดยสามารถสลายตัวได้ในช่วง 300-650 นาที แสดงดังรูปที่ 6(ข) นอกจากนี้ยังพบว่าแผ่นเส้นใย PVP+Amp/PCL (รูปที่ 6(ค)) มีอัตราการสลายตัวใกล้เคียงกับแผ่นเส้นใย PVP/PCL แสดงว่าสาร Amp ไม่มีผลต่ออัตราการสลายตัวของชิ้นงาน



รูปที่ 6 (4.6) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าน้ำหนักกับเวลาที่ใช้ในการแช่ชิ้นงาน (ก) PCL/PCL (ข) PVP/PCL และ (ค) PVP+Amp/PCL

จากการศึกษาพบว่าหลังจาก 1000 นาที่ ชิ้นงาน PVP/PCL และ PVP+AmP/PCL ยังสามารถคงตัวได้ถึง 3 วัน โดยไม่มีการบวมตัว แต่หลังจากนั้น ชิ้นงานจะเริ่มหลุดจากกันเป็นชั้นเล็กๆ ทำให้ไม่สามารถชั่งน้ำหนักได้ นอกจากนี้ยังแสดงถึงว่าชิ้นงานไม่สามารถคงตัวเป็นแผ่นได้ ถึงแม้จะไม่มีการสลายหรือบวมตัวก็ตาม จึงทำให้ชิ้นงานนี้ไม่เหมาะกับการนำไปใช้งานเป็นแผ่นปิดแผล

3.5.4 ศึกษาความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ

ทำการศึกษสมบัติความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำของแผ่นฟิล์ม PVP/PVP, PCL/PCL, PVP/PCL และ PVP+AmP/PCL ด้วยวิธี contact angle ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 9

ตารางที่ 9 ค่ามุมสัมผัสของแผ่นฟิล์ม

แผ่นฟิล์มที่	ชนิดของแผ่นฟิล์ม	มุมสัมผัส (องศา)	มุมสัมผัสเฉลี่ย (องศา)
1	PCL/PCL	123.65	122.38
2	PCL/PCL	122.29	
3	PCL/PCL	121.20	
4	PVP/PCL	61.33	62.74
5	PVP/PCL	66.11	
6	PVP/PCL	60.78	
7	PVP+AmP/PCL	61.36	65.63
8	PVP+AmP/PCL	68.79	
9	PVP+AmP/PCL	66.74	

ผลการศึกษาพบว่า ไม่สามารถวัดมุมสัมผัสบนแผ่นฟิล์ม PVP/PVP ได้ เนื่องจากน้ำแผ่นผิวของชิ้นงาน ส่วนแผ่นฟิล์ม PCL/PCL มีค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยเท่ากับ 122.38 องศา ค่ามุมสัมผัสมีค่าสูงเนื่องจาก PCL เป็นพอลิเมอร์ที่ไม่ชอบน้ำ สำหรับแผ่นฟิล์ม PVP/PCL มีค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยเท่ากับ 62.74 องศา ค่ามุมสัมผัสมีค่าลดลงเนื่องจากมีสาร PVP เป็นส่วนประกอบ สุดท้ายแผ่นฟิล์ม PVP+AmP/PCL มีค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยเท่ากับ 65.63 องศา ซึ่งใกล้เคียงกับแผ่นฟิล์ม PVP/PCL แสดงว่า Amp ไม่มีผลต่อสมบัติความชอบน้ำของแผ่นฟิล์ม

3.5.5 การทดสอบประสิทธิภาพการปลดปล่อยด้วยวิธี Agar disc diffusion

ทำการศึกษการยับยั้งแบคทีเรีย (antibacterial activity) ด้วยวิธี agar disc diffusion assay โดยนำแผ่นฟิล์ม PVP+AmP/PCL มาตัดให้ได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 mm แต่ละชิ้นมีน้ำหนักประมาณ 0.0006 g นำชิ้นงานวางลงบน plate ที่มีเชื้อแบคทีเรีย *E.Coli* โดยมีชิ้นงาน PVP/PCL เป็นตัวควบคุม ทำการศึกษาเป็นระยะเวลา 72 ชั่วโมง ผลการศึกษาพบว่าเกิดวงรอบๆ ชิ้นงาน (clear zone) PVP+AmP/PCL (ชิ้นงาน 6 ชิ้นที่อยู่วงนอก) เปรียบเทียบกับชิ้นงาน PVP/PCL ที่เป็นตัวควบคุม (ตรงกลาง) ซึ่งไม่เกิดวงรอบๆ แสดงถึงการที่ตัวยา Amp สามารถแพร่ออกจากชิ้นงานได้ ทำให้เชื้อ *E.Coli* บริเวณรอบๆ ชิ้นงาน PVP+AmP/PCL ตาย จึงเกิดเป็น clear zone ดังที่ปรากฏในรูปที่ 7



รูปที่ 7 การทดสอบการยับยั้งแบคทีเรียของชิ้นงาน PVP+Amp/PCL ด้วยเทคนิค agar disc diffusion

3.6 การเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP/SF

3.6.1 วิธีการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP/SF

ทำการเตรียมแผ่นฟิล์มผสม PVP/SF โดยละลายสาร PVP ในเอทานอลที่ความเข้มข้น 15, 16, 18, 20 และ 22 wt% และละลายโปรตีนไหมในกรดฟอร์มิกที่ความเข้มข้น 16, 18 และ 20 wt% จากนั้นผสมสารละลายทั้งสองให้เข้ากันและเทแบบในแม่พิมพ์ จากนั้นทิ้งให้แห้งและนำไปทดสอบการบวมตัว

3.6.2 ลักษณะของแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้และผลการทดสอบการบวมตัว

ผลการเตรียมแผ่นฟิล์มพบว่า PVP และ SF จะแยกตัวกัน ไม่เป็นเนื้อเดียว และเมื่อนำไปแช่น้ำ DI เพื่อทดสอบพบว่าแผ่นฟิล์มจะแยกตัวกันอย่างรวดเร็ว (ภายใน 10 นาที) แสดงว่าการเตรียมด้วยเทคนิคนี้ไม่เหมาะสมจึงปรับปรุงเทคนิคในการเตรียมใหม่ ดังแสดงในหัวข้อที่ 3.7

3.7 การเตรียมแผ่นเส้นใย PVP/SF

3.7.1 วิธีการเตรียมแผ่นเส้นใย PVP/SF

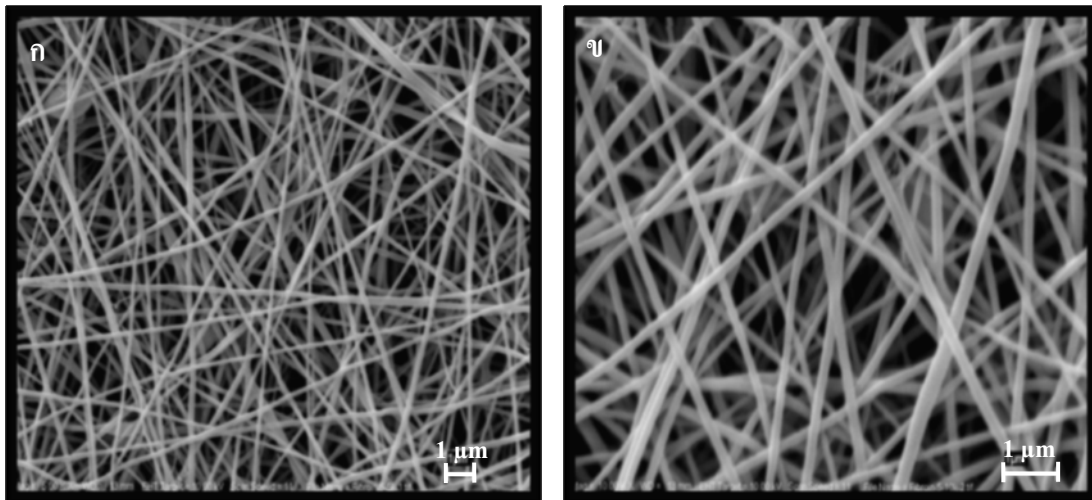
ในการทดลองตอนที่ 3.7 นี้ ได้เปลี่ยนแนวทางการเตรียมชิ้นงานผสม PVP/SF จากเดิมที่ใช้เทคนิคการผสมและเทแบบ เป็นการสปินแผ่นเส้นใย SF จากนั้นจึงนำแผ่นเส้นใย SF ที่ได้ไปวางลงในแม่แบบแล้วจึงเทสารละลาย PVP ทับ เพื่อให้ได้เป็นชิ้นงานผสม PVP/SF

เริ่มต้นจากการเตรียมโปรตีนไหมที่ความเข้มข้น 25, 27 และ 29 wt% และใช้กรดฟอร์มิกเป็นตัวทำละลาย กวนละลายเป็นเวลาประมาณ 48 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ไปสปินด้วยเครื่องอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง ใช้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับเท่ากับ 15 cm ความต่างศักย์ไฟฟ้า 17-18 kV อัตราการไหล 0.2 ml/hr ทำการสปินเป็นเวลา 10 ชั่วโมง

ในการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP เริ่มต้นละลายสาร PVP ที่ความเข้มข้น 15, 16, 18, 20 และ 22 wt% ในเอทานอล เลือกเงื่อนไขที่เหมาะสมเพื่อศึกษาผลของสาร photoinitiator ซึ่งในที่นี้ใช้สาร DMPA ที่ความเข้มข้น 5 และ 15 wt% กวนทิ้งไว้ให้เข้ากันเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายที่ได้ไปเทลงบนแม่พิมพ์ แล้วนำชิ้นงานไปฉายรังสี UV เป็นเวลา 30, 60 และ 90 นาที ในกรณีที่เตรียมแผ่นฟิล์ม PVP/SF ให้เทสารละลาย PVP ลงบนแม่พิมพ์ก่อน จากนั้นนำแผ่นเส้นใย SF วางลงบนสารละลายในแม่พิมพ์ แล้วจึงเทสารละลายลงบนแผ่นเส้นใย SF อีกครั้ง ก่อนนำชิ้นงานไปฉายรังสี UV ต่อไป

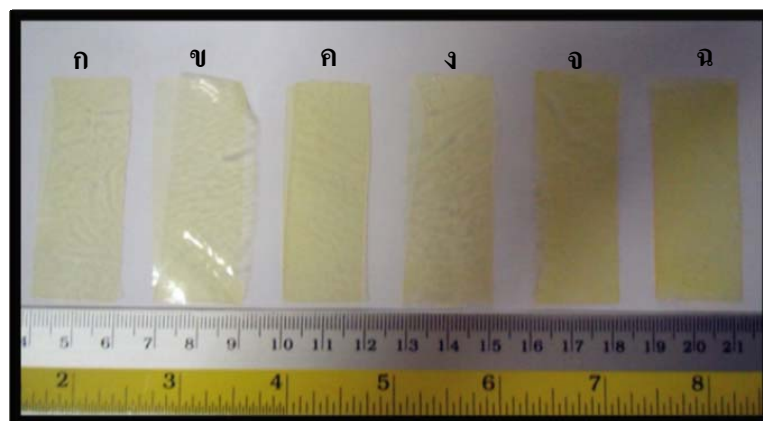
3.7.2 ผลการเตรียมและลักษณะของแผ่นเส้นใยที่เตรียมได้

ผลการเตรียมแผ่นเส้นใยโปรตีนไหม (SF) พบว่าความเข้มข้นที่สามารถสปินให้เป็นแผ่นเส้นใยได้ คือ สารละลาย SF ที่ความเข้มข้น 29 wt% การศึกษาลักษณะภายนอกของแผ่นเส้นใยด้วยตาเปล่า พบว่าแผ่นเส้นใยมีลักษณะเป็นสีขาวหนาและเรียบ ไม่เกิดการหยดของสารละลายบนแผ่นชิ้นงาน จากการศึกษาด้วยเทคนิค SEM พบว่า เส้นใยมีความต่อเนื่อง ขนาดของเส้นใยสม่ำเสมอ และไม่เกิดการหดตัว เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 171 ± 27 nm แสดงดังรูปที่ 8



รูปที่ 8 SEM ของแผ่นเส้นใย SF ความเข้มข้น 29 wt% ที่กำลังขยาย (ก) 5000 เท่า และ (ข) 10000 เท่า

จากการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP ที่ความเข้มข้น 20 wt% ผสมกับ DMPA 5 และ 15 wt% แล้วนำไปฉายรังสี UV ที่ระยะเวลาต่างๆ ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 9



รูปที่ 9 ลักษณะแผ่นฟิล์ม PVP ที่เติม DMPA 5 และฉายรังสี UV เป็นเวลา (ก) 30 นาที, (ข) 60 นาที, (ค) 90 นาที และแผ่นฟิล์ม PVP ที่เติม DMPA 15 wt% และฉายรังสี UV เป็นเวลา (ง) 30 นาที, (จ) 60 นาที และ (ฉ) 90 นาที

จากผลการทดลองรูปที่ 9 พบว่าแผ่นฟิล์ม PVP มีลักษณะเป็นสีเหลืองใสทั้งแผ่น มีความหนาไม่มาก เรียบสม่ำเสมอ ไม่แข็งมาก และจากการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP/SF ด้วยแผ่นเส้นใยที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยวิธี อิเล็กโตรสปินนิง พบว่าแผ่นฟิล์มที่ได้มีลักษณะเป็นสีเหลืองใส เกิดฟองอากาศขึ้นบางจุดบนแผ่นฟิล์ม ซึ่งเกิดจากสารละลาย PVP/DMPA ไม่ซึมเข้าไปในบริเวณช่องว่างของแผ่นเส้นใยในบางจุด โดยแผ่นฟิล์ม PVP/SF จะมีความหนามากกว่าแผ่นฟิล์ม PVP

3.7.3 การศึกษาการคงตัวของชิ้นงาน

ทำการศึกษาคงตัวของชิ้นงานโดยแช่ชิ้นงานในน้ำ DI พบว่าชิ้นงานสามารถอยู่ในน้ำได้นานขึ้นจากเดิมที่เตรียมด้วยเทคนิคเทแบบสารละลาย (หัวข้อที่ 3.6) อย่างไรก็ตาม พบว่าเมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 3 วัน ชิ้นงานจะเริ่มแยกออกจากกัน และชั้น PVP กับชั้นแผ่นเส้นใย SF จะหลุดออกจากกันอย่างสมบูรณ์เมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 7 วัน

3.7.4 การศึกษาความชอบน้ำและไม่ชอบน้ำ

ทำการศึกษาศักยภาพการชอบน้ำและไม่ชอบน้ำของแผ่นฟิล์ม PVP และแผ่นฟิล์ม PVP/SF โดยทำการหยดน้ำลงบนผิวชิ้นงาน แล้วทำการวัดมุมสัมผัสของแผ่นฟิล์ม ค่ามุมสัมผัสเฉลี่ยแสดงดังตารางที่ 10

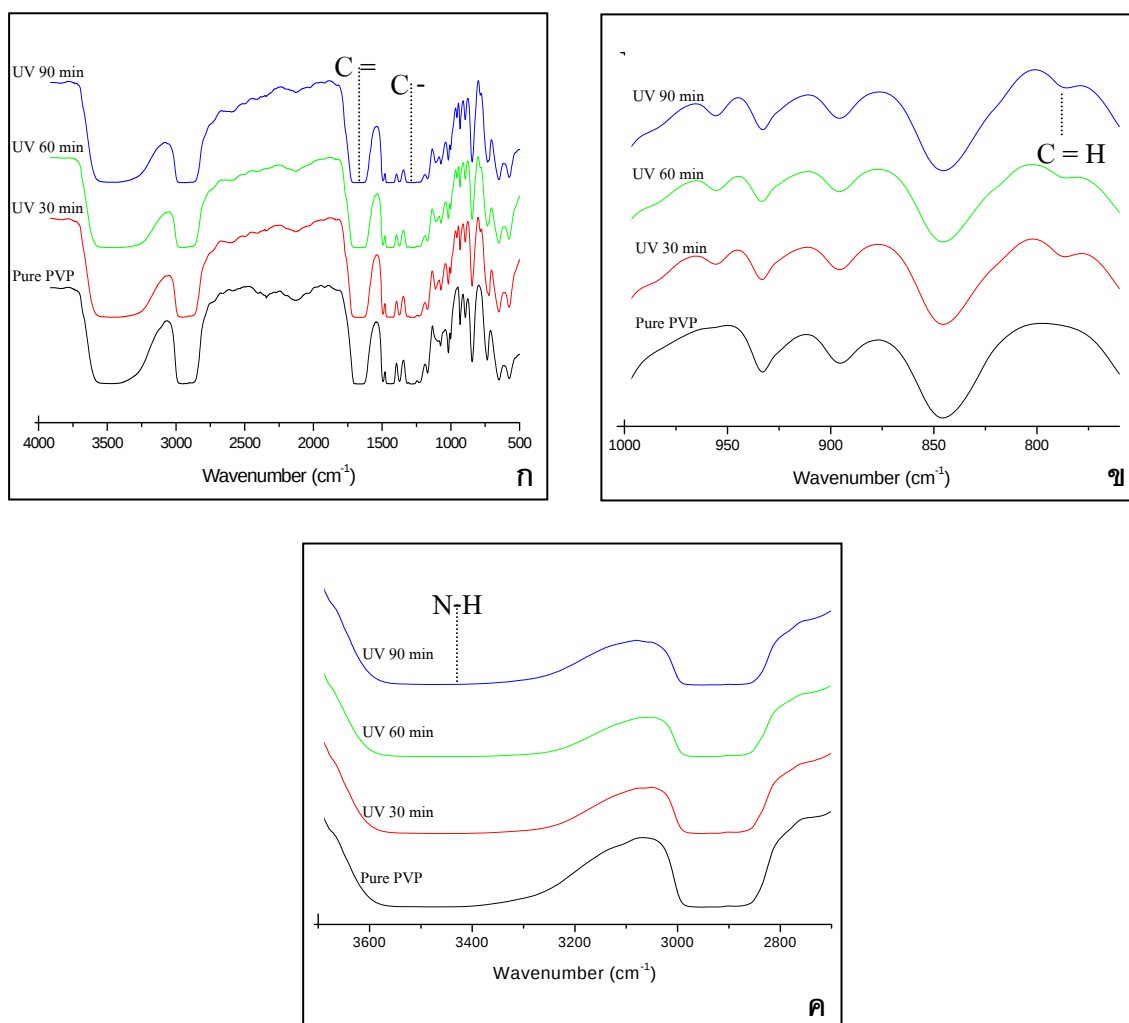
ตารางที่ 10 แสดงค่ามุมสัมผัสของแผ่นฟิล์ม PVP ที่เติม DMPA และฉายรังสี UV ที่ระยะเวลาต่างๆ

ระยะเวลาในการฉาย UV	มุมสัมผัสที่วัดได้ (องศา)			
	แผ่นฟิล์ม PVP		แผ่นฟิล์ม PVP/SF	
	DMPA 5 wt%	DMPA 15 wt%	DMPA 5 wt%	DMPA 15 wt%
30 นาที	61.59 ± 5.80	62.28 ± 1.75	63.86 ± 2.70	64.88 ± 3.04
60 นาที	61.86 ± 2.54	63.38 ± 1.19	64.95 ± 3.11	65.34 ± 2.68
90 นาที	63.36 ± 2.81	64.40 ± 1.53	65.49 ± 2.84	65.88 ± 2.61

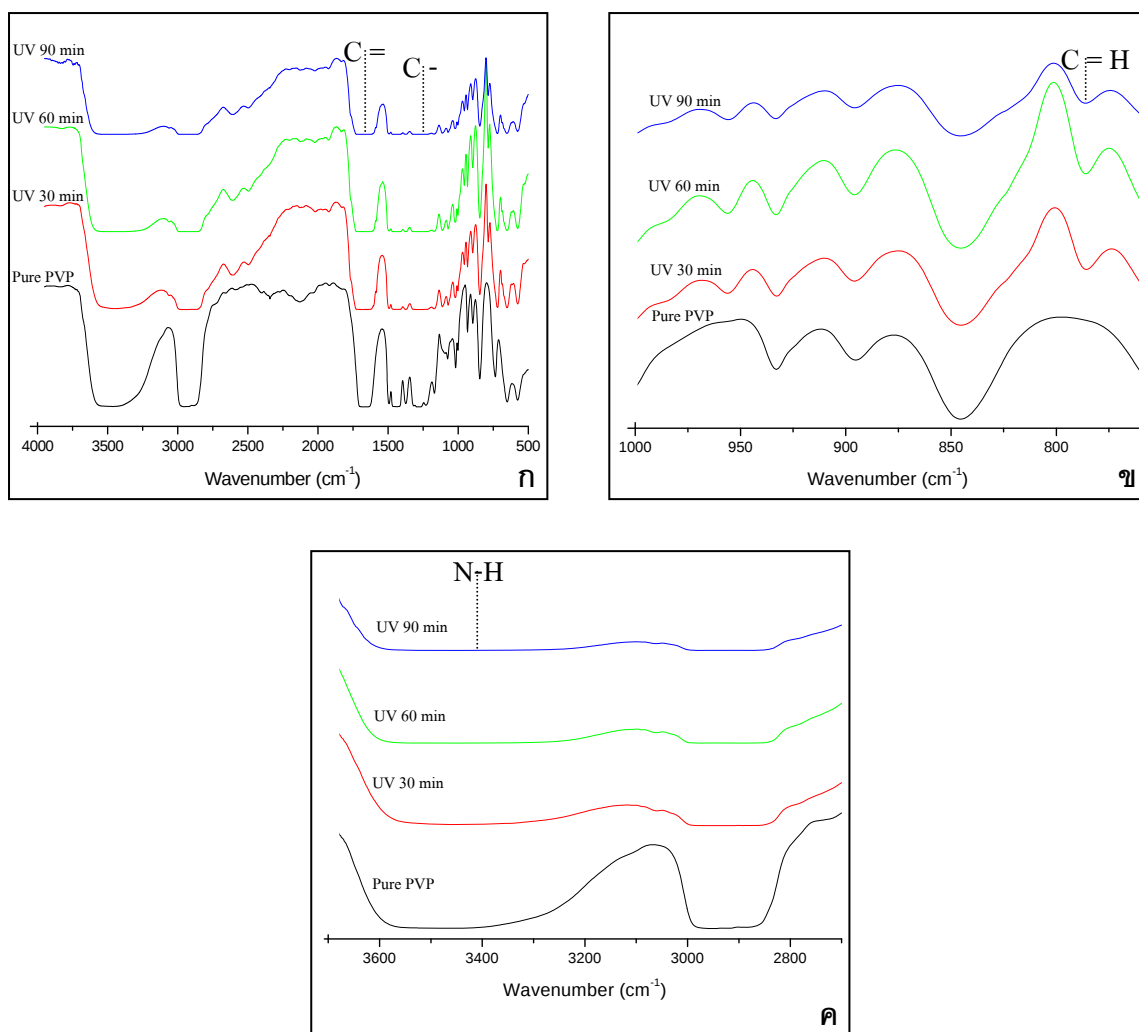
จากผลการทดลองพบว่าแผ่นฟิล์ม PVP/SF มีค่ามุมสัมผัสมากกว่าแผ่นฟิล์ม PVP เล็กน้อย เนื่องจากแผ่นฟิล์ม PVP/SF มีส่วนประกอบของแผ่นเส้นใยโปรตีนไหมที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำ ซึ่งวัดค่ามุมสัมผัสของแผ่นเส้นใยโปรตีนไหมได้ค่าประมาณ 118.95 องศา ส่งผลให้แผ่นฟิล์ม PVP/SF สามารถคงตัวได้นานกว่าเมื่อสัมผัสกับน้ำ นอกจากนี้ ค่ามุมสัมผัสที่วัดได้มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อให้ปริมาณ DMPA และระยะเวลาในการฉายรังสี UV มากขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าแผ่นฟิล์มมีความคงตัวและมีการเกิด crosslink มากขึ้น โดยยืนยันได้จากการศึกษา หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR (หัวข้อที่ 3.7.5)

3.7.5 การวิเคราะห์องค์ประกอบของแผ่นฟิล์มโดยเทคนิค FT-IR

เป็นการศึกษาและการตรวจวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน (functional group) ที่เป็นองค์ประกอบของโมเลกุลของสารและพอลิเมอร์ในแผ่นฟิล์ม โดยนำแผ่นฟิล์ม PVP และแผ่นฟิล์มที่เติม DMPA 5 และ 15 wt% ที่ฉายรังสียูวีที่ระยะเวลาต่างกัน ไปทำการวัดค่าการส่งผ่านพลังงานคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (transmittance) ในช่วงเลขคลื่น (wavenumber) ตั้งแต่ $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$ โดยใช้เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer (Perkin Elmer, Spectrum one, USA) เพื่อเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้น ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่มีอยู่ในแผ่นฟิล์มตัวอย่างที่เติม DMPA และฉายรังสียูวีที่เวลาต่างๆแสดงดังรูปที่ 9 และ 10 และสำหรับการศึกษาโดยเทคนิคนี้ จะเป็นการวัดค่าการส่งผ่านพลังงานคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (transmittance) ในช่วงเลขคลื่นตั้งแต่ $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$



รูปที่ 9 FT-IR spectra ของแผ่นฟิล์ม PVP และ PVP/DMPA 5 wt% ที่ฉายรังสี UV ที่เวลาต่างๆ ที่ช่วงเลขคลื่น (ก) $4000\text{--}500\text{ cm}^{-1}$, (ข) $1000\text{--}760\text{ cm}^{-1}$ และ (ค) $3700\text{--}2700\text{ cm}^{-1}$



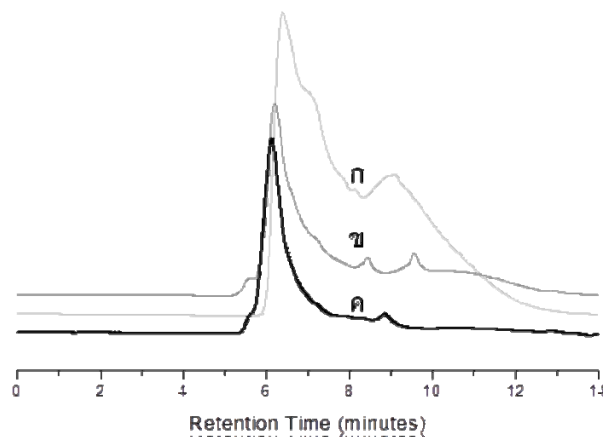
รูปที่ 10 FT-IR spectra ของแผ่นฟิล์ม PVP และ PVP/DMPA 15 wt% ที่ฉายรังสี UV เป็นเวลาต่างๆ ที่ช่วงเลขคลื่น (ก) 4000–500 cm^{-1} , (ข) 1000–760 cm^{-1} และ (ค) 3700–2700 cm^{-1}

จากผลของการศึกษาหมู่ฟังก์ชันในรูปที่ 9 และ 10 เมื่อเปรียบเทียบจาก FT-IR spectra ของ PVP พบว่าแผ่นฟิล์มที่เติม DMPA มีแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน C=O ที่เลขคลื่นประมาณ 1865 cm^{-1} และมีแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน C-N ที่เลขคลื่นประมาณ 1286 cm^{-1} ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบของ PVP โดยความเข้มของการสั่นไม่แตกต่างกันมากนัก พบแถบการสั่นที่เกิดขึ้นใหม่ของหมู่ฟังก์ชัน C=H ที่เลขคลื่นประมาณ 795 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการเกิด crosslink ของพอลิเมอร์ และยังพบแถบการสั่นที่ลดลงของหมู่ฟังก์ชัน N-H ที่เลขคลื่นประมาณ 3451 cm^{-1} ของแผ่นฟิล์มที่มีระยะเวลาในการฉายรังสี UV เพิ่มขึ้น โดยแผ่นฟิล์มที่เติม DMPA 15 wt% จะมีแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน N-H ลดลงมากกว่าแผ่นฟิล์มที่เติม DMPA 5 wt% ซึ่งเป็นลักษณะของการเกิด crosslink ที่มากขึ้นเมื่อปริมาณ DMPA และระยะเวลาในการฉายรังสีเพิ่มขึ้น โดยผลการทดลองมีความสอดคล้องกับงานวิจัยของ Can (2004)

3.7.6 การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุลโดยเทคนิค GPC

การวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุล เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงขนาดโมเลกุลของพอลิเมอร์ในสารละลายที่ได้จากการนำแผ่นฟิล์ม PVP/SF ที่ผ่านการฉายรังสี UV ขนาด 1×1 cm ไปแช่ในน้ำกลั่น 6 ml เป็นเวลา 2 สัปดาห์ เปรียบเทียบกับสารละลาย PVP โดยอาศัยหลักการแยกสารละลายตามขนาดโมเลกุลด้วยวิธี Gel Permeation Chromatography (GPC) โดยใช้เครื่อง Gel Permeation Chromatograph (Shimadzu, LC 20A, JAPAN)

ผลการวิเคราะห์น้ำหนักโมเลกุล เป็นการศึกษาการเปลี่ยนแปลงขนาดโมเลกุลของพอลิเมอร์ในสารละลายที่ได้จากการนำแผ่นฟิล์ม PVP/SF+DMPA และผ่านการฉายรังสี UV แช่ในน้ำกลั่น เปรียบเทียบกับสารละลาย PVP โดยอาศัยหลักการแยกสารละลายตามขนาดโมเลกุลด้วยวิธี GPC ได้ผลการทดลองดังรูปที่ 11



รูปที่ 11 Chromatogram แสดง Retention Time ของสารละลาย PVP และ PVP/DMPA ของสารละลาย (A) PVP (B) PVP/SF+DMPA 5 wt% และ (C) PVP/SF+DMPA 15 wt%

จากผลของการศึกษาขนาดโมเลกุลของพอลิเมอร์ในรูปที่ 11 พบว่าสารละลายตัวอย่างทุกตัวมีพีคแรกที่ตั้งตำแหน่ง Retention Time ใกล้เคียงกันประมาณ 6.4 นาที แต่เมื่อเปรียบเทียบพีคสุดท้ายของสารละลายแต่ละตัว พบว่าสารละลาย PVP+DMPA 15 wt% มีตำแหน่ง Retention Time และความเข้มของพีคสุดท้ายน้อยกว่าสารละลาย PVP และ PVP+DMPA 5 wt% ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสารละลาย PVP และ PVP+DMPA 5 wt% มีปริมาณของโมเลกุลขนาดเล็กมากกว่า จึงสรุปได้ว่าแผ่นฟิล์ม PVP/SF+DMPA 15 wt% เกิดการ crosslink มากกว่าแผ่นฟิล์ม PVP/SF+DMPA 5 wt% (กิริติ มีพร, 2554)

4. สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์หลักคือการเตรียมแผ่นฟิล์มวัสดุผสม PVP/SF ด้วยวิธีการหล่อแบบอย่างใดก็ตาม เนื่องจากปัญหาต่างๆที่พบระหว่างการดำเนินการวิจัย จึงทำให้มีการปรับเปลี่ยนแผนการทดลองดังที่แสดงในหัวข้อที่ 3.3 ถึง 3.7 ผลการวิจัยต่างๆที่ได้สามารถสรุปได้ดังนี้

- สามารถสกัดโปรตีนไฟโบรอินจากรังไหมบ้านพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 ได้
- สามารถสกัดสารออกฤทธิ์ยับยั้งแบคทีเรียจากเปลือกหับทิมได้
- ทำการเตรียมแผ่นฟิล์ม PVP โดยปรับเปลี่ยนเงื่อนไขการเตรียม

- การเติมสารพอลิเมอร์อื่นๆ: PEO, PCL
- การขึ้นรูป: เทแบบ อิเล็กโตรสปินนิง
- จำลองการปลดปล่อยสารออกฤทธิ์: TiO_2 , Ampicillin
- เติมสาร initiator เพื่อให้เกิดการ crosslink: BPO, DMPA

อย่างไรก็ตาม พบว่ายังไม่มีเงื่อนไขใดที่ทำให้แผ่นฟิล์มสามารถคงตัวได้นาน โดยที่สามารถควบคุมอัตราการปลดปล่อยสารออกฤทธิ์ และยังไม่สามารถทำให้เกิดแผ่นฟิล์ม PVP และ SF ที่อยู่ด้วยกันได้อย่างที่เสนอไว้ เนื่องจากสารทั้งสองมีความแตกต่างกันอย่างมากทางเคมี

ข้อเสนอแนะ ควรหาตัวทำละลายที่ดีที่สามารถละลายได้ทั้ง PVP และ SF โดยที่ไม่เป็นพิษต่อร่างกาย เพื่อให้พอลิเมอร์ทั้งสองรวมกันเป็นเนื้อเดียว หรืออาจทำการปรับผิวของพอลิเมอร์ด้วยวิธี grafting เพื่อให้เกิดการเชื่อมต่อของสายโซ่พอลิเมอร์

5. เอกสารอ้างอิง

- กิริติ มีพร (2554). การเตรียมแผ่นฟิล์มพอลิไวนิลไพโรลิโดนผสมโปรตีนไหมสำหรับใช้เป็นวัสดุปิดแผล
โครงการพิเศษเชิงอุตสาหกรรม ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น
- นุจรินทร์ แสงวงศ์ (2553). แผ่นฟิล์มเส้นใยอิเล็กโตรสปินผสมพอลิไวนิลไพโรลิโดนและพอลิคาโพรแลคโตน
สำหรับการประยุกต์ใช้ทางการแพทย์ โครงการพิเศษเชิงอุตสาหกรรม ภาควิชาฟิสิกส์ คณะ
วิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น
- พรอนงค์ อร่ามวิทย์ (2553). แผ่นเนื้อเยื่อปิดแผลจากโปรตีนกาวไหม. จุฬาสัมพันธ์, ปีที่ 53 ฉบับที่ 32.
- พฤษภา ปากหวาน (2551). การเตรียมและการศึกษาลักษณะเฉพาะของแผ่นฟิล์มพอลิไวนิลไพโรลิโดน
โครงการพิเศษเชิงอุตสาหกรรม ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น
- ศิริดา ต้นสวรรค์ (2552). การเตรียมและศึกษาสมบัติของแผ่นฟิล์มผสมพอลิไวนิลไพโรลิโดนและพอลิเอทิลีน
ออกไซด์ โครงการพิเศษเชิงอุตสาหกรรม ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น
- Can H.K. (2004) Synthesis of persulfate containing poly (N-vinyl-2-pyrrolidone) hydrogels in
aqueous solution by γ -induced radiation. Radiat. Phys. Chem. 72: 703-710.
- Higa O.Z., Rogero S.O., Machado L.D.B., Mathor M.B. and Lugao A.B. (1999) Biocompatibility
study for PVP wound dressing obtained in different conditions. Radiat. Phys. Chem.
55: 705-707.
- Razzak M.T., Darwis D., Zainuddin, and Sukirno. (2001) Irradiation of polyvinyl alcohol and
polyvinylpyrrolidone blended hydrogel for wound dressing. Radiat. Phys. Chem.
62: 107-113.
- Wadbua P., Promdonkoy B., Maensiri S. and Siri S. (2010) Different properties of electrospun
fibrous scaffolds of separated heavy-chain and light-chain fibroins of *Bombyx mori*.
Int J Biol. Macromol. 46: 493-501.
- Yamada H., Nakao H., Takasu Y. and Tsubouchi K. (2001) Preparation of undergraded native
molecular fibroin solution from silkworm cocoons. Mater. Sci. Eng. C14: 41-46.

6. ผลงานที่ได้รับ

เนื่องจากโครงการวิจัยนี้ไม่บรรลุวัตถุประสงค์ จึงไม่สามารถตีพิมพ์ผลงานวิจัยได้ อย่างไรก็ตามโครงการวิจัยนี้ได้มีส่วนช่วยในการผลิตบัณฑิตระดับปริญญาตรีของหลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ของคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น จำนวน 4 คน (ตั้งแต่ปีการศึกษา 2551-2554) โดยระหว่างการศึกษานักศึกษาได้มีโอกาสนำเสนอผลงานวิชาการในงานประชุมวิชาการคณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยขอนแก่น และหนึ่งในนั้นได้มีโอกาสนำเสนอผลงานวิชาการแบบโปสเตอร์ในงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติ ชื่อผลงานดังนี้

Meeporn K. and Seet S.L. *PVP/Silk fibroin blend film for wound dressing application*. ในงานประชุมวิชาการระดับนานาชาติ Chiang Mai International Conference on Biomaterials & Application (CMICBA2011) ระหว่างวันที่ 9-10 สิงหาคม พ.ศ. 2554 ณ โรงแรม The Empress จังหวัดเชียงใหม่



PVP/SILK FIBROIN BLEND FILM FOR WOUND DRESSING APPLICATION



K. Meeporn¹, S.L. Seet^{1*}

¹ Department of Physics, Faculty of Science, Khonkaen University, Khonkaen 40002, Thailand

* Corresponding author: suphasinee@gmail.com

Abstract

Polyvinyl pyrrolidone (PVP) is a water-soluble polymer and has been widely used in medical applications. Silk fibroin (SF) is a natural biopolymer with a potential use in biomedical applications because of its good biocompatibility, good oxygen and water vapour permeability. However, the disadvantages of SF are its brittleness and hydrophobicity. In this work, PVP/SF blend films with a potential use as a degradable wound dressing were fabricated. SF fibrous mat was prepared by an electrospinning technique. PVP solution was then poured into the mould with an electrospun SF mat at the bottom. The mould was then put into the UV oven in order to crosslink the film. The effects of the exposure time and the amount of photoinitiator were investigated. To study the degradation rate, the blend films were soaked in deionized water. It was found that the degradation rate was slower as the exposure time and the amount of photoinitiator increased meaning that the degradation rate could be tailored to suit the type of wound.

Introduction

Polyvinyl pyrrolidone (PVP) is a water-soluble polymer which has useful applications for pharmaceutical and medical purposes because of its outstanding absorption and complex forming abilities and has been widely used in medical applications [1]. Silk fibroin (SF) is a naturally derived biocompatible polymer which has been established as an attractive biomaterial for tissue engineering because of its good biocompatibility, good oxygen and water vapour permeability [2]. However, the disadvantages of SF are its brittleness and hydrophobicity [3]. Electrospinning technique has attracted much recent interest due to its ability to fabricate micro-/nano-fibers [4]. In this work, PVP/SF blend films with a potential use as a degradable wound dressing were fabricated. Electrospinning was used to prepare the SF mat in order to increase the interface area of PVP/SF in the film.

Experimental procedure

SF fibrous mat was prepared by an electrospinning technique. Firstly, SF was dissolved in formic acid and stirred for 48 h. Then the SF solution was fed into the syringe equipped with the electrospinning apparatus. The electrospinning condition was 15 kV, distance 15 cm, flow rate of 0.2 ml/hr and spinning time of 10 hours.

The preparation of PVP/SF film was summarized in Fig.1. Polyvinyl pyrrolidone (PVP, Fluka Analytical, USA) was dissolved in ethanol. The photoinitiator, 2,2-Dimethoxy-2-phenylacetophenone (DMPA, Aldrich Chemistry, Germany), was mixed into PVP solution at 5, 10 and 15 wt% of PVP. The obtained solutions were then poured into the mould with an electrospun SF mat at the bottom. In order to crosslink the films, the moulds were then put into the UV oven for 30, 60 and 90 min. The effects of the exposure time and the amount of photoinitiator were investigated. Contact angle study was employed to study the hydrophobic/hydrophilic of the films. To evaluate the degradation rate, the blend films were soaked in deionized water.

Results and discussion

The morphology of SF mat was shown in Fig.1. It can be clearly seen that the fine fibres with uniform diameters were obtained. The average fibre diameter was calculated to be 161.28 nm, ± 27.14 nm.

To study the hydrophobic/hydrophilic behaviour of the films, a contact angle technique was employed. Fig. 2 shows the contact water angles of SF mat, PVP film and PVP/SF film. It was found that the SF mat had a highest contact angle (70.0°), suggesting its high hydrophobicity. On the contrary, water dropped on the PVP film formed no contact angle (0°), this phenomena is called superhydrophilicity. For PVP/SF films, the contact angles were in between the angle on pure PVP and SF films.

For degradation study, the films were soaked in deionized water and eye-observed at 7, 14, 21 and 30 days. It was found that, all the films tended to roll. For the same polymerization time, the films with higher amount of DMPA could stay longer than the ones with lower amount of photoinitiator, suggesting lower degradation rate. On the contrary, at the same amount of DMPA, the stability of samples with different polymerization times were not that much different. Therefore, the amount of photoinitiator has more effect on the degradation rate than the polymerization time. Table 1 summarizes the results of degradation study when the films were photopolymerized for 30 min.

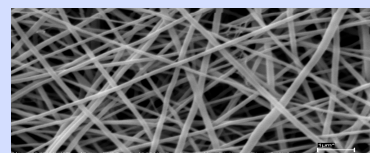


Fig.1 the morphology of electrospun SF mat.

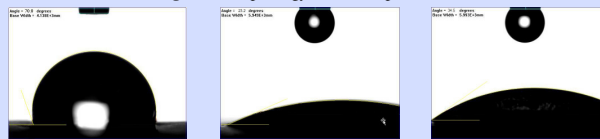


Fig. 2 the water contact angles of (a) SF mat, (b) PVP film and (c) PVP/SF film.

Table 1 the 30-min photopolymerized films with different amount DMPA.

Amount of DMPA (wt%)	Appearance	Degradation behavior
5	Clear film, slightly yellowish	Could stay upto 14 days
10	Clear film, slightly yellowish	Could stay upto 21 days
15	Clear film, slightly yellowish	Could stay longer than 30 days

Acknowledgement

The authors would like to thank Department of Physics, Department of Chemistry and Department of Biochemistry, Faculty of Science, Khonkaen University for providing the facilities. This work was supported by The Thailand Research Fund.

Conclusions

PVP/SF films were successfully fabricated. The amount of photoinitiator has more effect on the degradation rate than the polymerization time, but not much effect on the hydrophilicity of the films.

References

- [1] J. Wang, F. Sun, X. Li, J. Appl. Polym. Sci. 117(2010), p.1851.
- [2] C. Vepari, D.L. Kaplan, Prog. Polym. Sci. 32(2007), p.991.
- [3] J. Ayultsedee, M. Gandhi, S. Sukigara, M. Micklus, H.E. Chen, F. Ko, Polymer 46(2005), p.1625.
- [4] Q.P. Pham, U. Sharma, A.G. Mikos, Tissue Eng. 12(2006), p.1197.