



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง การเตรียมผงไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโคร-นาโนเมตรจากปุยไหม
An insoluble micro-nanometer scale fibroin powder preparation from silk floss

โดย ปิยรัตน์ มุลศิริ

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

เรื่อง การเตรียมผงไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโคร-นาโนเมตรจากปุยไหม

An insoluble micro-nanometer scale fibroin powder preparation from silk floss

ผู้วิจัย

ดร.ปิยรัตน์ มุลศรี

สังกัด

คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากงบประมาณบำรุงการศึกษามหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์

ประจำปี พ.ศ.2551

ประกาศคุณูปการ

การวิจัยครั้งนี้ เป็นการวิจัยเพื่อศึกษาการเตรียมผงไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโคร-นาโนเมตรจากปูไหม โดยได้รับทุนอุดหนุนงานวิจัยจากมหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ประจำปีงบประมาณ 2551 ผู้วิจัยใคร่จะขอขอบคุณ สถาบันวิจัยและพัฒนาที่ได้อำนวยความสะดวกในการดำเนินการวิจัย และบริษัทจุฬไหมไทย จำกัด จังหวัด เพชรบูรณ์ ที่ให้การอนุเคราะห์ตัวอย่างปูไหมที่ใช้ตลอดการดำเนินงานวิจัย ตลอดจนคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์ ที่ได้เอื้อเฟื้ออุปกรณ์ เครื่องมือทางวิทยาศาสตร์ และสถานที่ในการดำเนินงานวิจัย

ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่า งานวิจัยนี้จะมีประโยชน์ต่องานทางด้านอุตสาหกรรมและผู้ที่เกี่ยวข้อง ในการนำเอาข้อมูลและผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์ ต่อไป

ดร. ปิรรัตน์ มุลศรี

2551

หัวข้อวิจัย:	การเตรียมผงไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโคร-นาโนเมตรจากปูไหม
ประเภทการวิจัย:	การวิจัยประยุกต์ (เคมี)
ชื่อผู้วิจัย:	ดร. ปิยรัตน์ มุลศรี
คณะ:	วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัย:	มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์
ปีการศึกษา:	2551

บทคัดย่อ

ได้ทำการเตรียมผงไฟโบรอินระดับไมโครและนาโนเมตรจากปูไหมโดยการใช้วิธีทางกายภาพและวิธีการทางเคมี สำหรับการเตรียมโดยวิธีทางกายภาพ การลดขนาดอนุภาคของไฟโบรอินทำได้ 2 วิธีคือการปั่นเส้นใยไฟโบรอินด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย และการบดด้วยเครื่องบอลมิลล์ ในกรณีการเตรียมโดยวิธีทางเคมีทำโดยการนำสารละลายไฟโบรอินไปตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ได้แก่ เอทานอล อะซิโตน อะซิโตรไนล์ และไอโซบิวทานอล และการเติมสารก่ออนุภาคได้แก่ เซเรเนียม และโซเดียมคลอไรด์ ในการศึกษาครั้งนี้การเตรียมผงไฟโบรอินจากไฟโบรอินคอลลอยด์ทำโดยวิธีการทำแห้งแบบเยือกแข็งหรือวิธีการทำแห้งแบบอบลมร้อน ผงไฟโบรอินที่เตรียมได้ถูกนำไปตรวจสอบสมบัติได้แก่ ลักษณะพื้นฐาน วิทยา โครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ การละลายน้ำ ขนาดอนุภาค และสมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ จากการศึกษาลักษณะพื้นฐานวิทยาคด้วยกล้อง SEM พบว่าผงไฟโบรอินที่เตรียมโดยการปั่นด้วยเครื่องปั่นและการบดด้วยเครื่องบอลมิลล์มีขนาดอนุภาคประมาณ 50 μm และ 20 μm ตามลำดับ ส่วนอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนและการใช้สารก่ออนุภาคจะมีขนาดอนุภาคประมาณ 0.5 μm อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการทางกายภาพและการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์แสดงโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิเป็นแบบ β -sheet (Silk II) จากการตรวจหาลักษณะเฉพาะโดยเทคนิค FT-IR ในขณะที่การใช้สารก่ออนุภาคจะมีโครงสร้างเป็นแบบแรนดอมคอยล์ (Silk I) จากการทดสอบการละลายน้ำของผงไฟโบรอินพบว่าผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีทางกายภาพและการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์มีเปอร์เซ็นต์การละลายน้ำน้อย ในขณะที่การใช้สารก่ออนุภาคจะทำให้ได้ผงไฟโบรอินที่ละลายน้ำได้มากถึง 20% จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคโดยการเลี้ยวเบนแสงเลเซอร์พบว่า การบดด้วยเครื่องบอลมิลล์จะทำให้ได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของไฟโบรอินที่วิเคราะห์ได้ประมาณ 14 μm ในขณะที่การเตรียมโดยวิธีการทางเคมีจะทำให้ได้อนุภาคเฉลี่ยประมาณ 3.72 μm ซึ่งมีอนุภาคไฟโบรอินที่เล็กที่สุดที่ตรวจวัดได้ประมาณ 130 nm จากการศึกษาสมบัติการเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้พบว่าอนุภาคไฟโบรอินเตรียมโดยวิธีทางกายภาพมีสมบัติการเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์น้อย ในขณะที่การเตรียมโดยวิธีทางเคมีจะแสดงความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ในช่วง 15-22% ดังนั้นจากผลที่ได้คาดว่าผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ นี้จะสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการผลิตเครื่องสำอาง และประดิดงู่วาสทางชีวภาพต่อไปได้

Research title: An insoluble micro-nanometer scale fibroin powder preparation from silk floss

Type of research: Applied research (Chemistry)

Researcher: Mr. Piyaarut Moonsri

Faculty: Science and Technology

University: Phetchabun Rajabhat University

Year: 2008

Abstract

Fibroin powder in micro-nano scale was prepared by using physical and chemical methods. For the physical method, reduction of fibroin particle was carried out by 2 methods which are blender grinding and ball-mill crushing. In case of chemical method, fibroin particle can be prepared either by sedimentation of fibroin solution in organic solvent such as ethanol acetone acetonitrile and isobutanol or by particle forming agents such as selenium and sodium chloride. In this study, fibroin powder preparation from fibroin colloids was prepared by either freeze drying method or oven drying method. The prepared fibroin powders were characterized their properties including, morphology, secondary protein structure, water solubility, particle size, and antioxidant property. From morphology investigation by SEM, it found that fibroin powder which prepared by grinding with blender and crushing with ball-mill exhibited particle size approximately 50 and 20 μm , respectively. Fibroin powder prepared by the sedimentation in organic solvents and by using particle forming agent showed their particle size about 0.5 μm . Fibroin particle which prepared by physical method and the fibroin sedimentation in organic solvent exhibited the secondary protein structure as a β -sheet (Silk II) by FT-IR characterization. Whilst fibroin particle prepared by using particle forming agent exhibited random coil (Silk I) structure. From water solubility testing, it was found that the fibroin powder which prepared by physical methods and by sedimentation in organic solvent have lower percent of water solubility than the fibroin powder prepared by using particle forming agents which having more water solubility percentage up to 20%. From particle size analysis by laser diffraction, while the ball-mill crushing method can produce fibroin particle size about 14 μm , the chemical methods can produce a smaller particle size of fibroin particle low down to about 3.72 μm with the lowest size about 130 nm. For the antioxidant property studying, the fibroin particles prepared by physical have less antioxidant properties than the fibroin particle prepared by the chemical methods which exhibited about 15-22%. From these results, fibroin powder which prepared by all of these methods can be expected to apply in cosmetic production and biomaterial fabrication.

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
ประกาศคุุณูปการ	๖
บทคัดย่อภาษาไทย	๗
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	๘
สารบาณ	๑๑
สารบาณตาราง	๑๒
สารบาณรูป	๑๓
รายการอักษรย่อและสัญลักษณ์	๑๔
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
1.4 ขอบเขตของการวิจัย	3
1.5 ระยะเวลาดำเนินการวิจัย	3
1.6 สถานที่ดำเนินการวิจัย	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ไหมและรังไหม	4
2.2 เส้นไหมและปูไหม	5
2.3 ไฟโบรอิน	7
2.3.1 องค์ประกอบกรดอะมิโนในสารไฟโบรอิน	7
2.3.2 โครงสร้างทุติยภูมิของสารไฟโบรอิน	9
2.3.3 การใช้ประโยชน์ของสารไฟโบรอิน	10
2.4 การเตรียมอนุภาคไฟโบรอิน	11
2.5 การเตรียมผงไฟโบรอิน	11
2.6 วัสดุขนาดนาโนเมตร	14
2.7 วิธีการตรวจสอบสมบัติของไฟโบรอิน	15
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	22

เรื่อง	หน้า
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	26
3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี	26
3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์	26
3.1.2 สารเคมี	27
3.2 การเตรียมวัสดุใหม่และสารละลาย	28
3.2.1 การเตรียมวัสดุใหม่	28
3.2.2 การเตรียมสารละลาย	28
3.3 การเตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตร	30
3.3.1 การเตรียมโดยวิธีทางกายภาพ	30
3.3.2 การเตรียมโดยวิธีการทางเคมี	32
3.4 การศึกษาสมบัติของอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตร	35
3.4.1 การศึกษาพื้นฐานวิทยาของอนุภาคไฟโบรอินด้วย SEM	35
3.4.2 การศึกษาโครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินด้วย FT-IR	35
3.4.3 การศึกษาการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้	36
3.4.4 การศึกษาขนาดอนุภาคโดยเครื่องวัดขนาดอนุภาค	37
3.4.5 การศึกษาสมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์โดยวิธี DPPH	37
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล	39
4.1 การศึกษาการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตรด้วยวิธีทางกายภาพ	39
4.1.1 การลดขนาดของเส้นไหมโดยใช้เครื่องปั่นอย่างง่าย	39
4.1.2 การลดขนาดของอนุภาคไฟโบรอินโดยการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์	42
4.1.3 ลักษณะทางกายภาพของผงไฟโบรอินที่ผ่านการลดขนาด	44
4.2 การศึกษาการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตรโดยวิธีทางเคมี	45
4.2.1 การเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์	45
4.2.2 การเตรียมโดยวิธีการใช้สารก่ออนุภาค	46
4.3 การศึกษาสมบัติของอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตร	47
4.3.1 การศึกษาพื้นฐานวิทยาด้วย SEM	47
4.3.2 การศึกษาโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินด้วยเทคนิค FT-IR	49
4.3.3 การศึกษาการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้	51
4.3.4 การศึกษาขนาดอนุภาคโดยเครื่องวัดขนาดอนุภาค	54
4.3.5 การศึกษาสมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ของไฟโบรอิน	72

เรื่อง	หน้า
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย	74
5.1 การศึกษาการเตรียมผงไหมไฟโบรอินระดับไมโครและนาโนเมตร	74
5.2 การศึกษาสมบัติของผงไฟโบรอิน	74
5.3 การถ่ายทอดนวัตกรรมการเตรียมผงไหม	76
เอกสารอ้างอิง	77
ภาคผนวก	79
ประวัติผู้วิจัย	81

สารบัญตาราง

ลำดับ	หน้า
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบกรดอะมิโนในสารไฟโบรอินเปรียบเทียบกับเซรีซิน	8
ตารางที่ 2.2 แสดงช่วงความถี่ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของพีคของพวกเอไมด์ทุติยภูมิต่าง ๆ	18
ตารางที่ 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	26
ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	27
ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์ผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท จากการเตรียมที่สภาวะต่าง ๆ ของการปั่นเส้นใยไฟโบรอิน	40
ตารางที่ 4.2 เปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ลอดผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท จากการเตรียม โดยการบดด้วยเครื่องบดมิลล์ที่สภาวะต่าง ๆ	42
ตารางที่ 4.3 เปอร์เซ็นต์การละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้ด้วยวิธีต่าง ๆ	53
ตารางที่ 4.4 ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่แช่ด้วย สารละลายกรดด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย	55
ตารางที่ 4.5 ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่แช่ด้วย สารละลายเบสด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย	56
ตารางที่ 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธี การปั่นเส้นใย	57
ตารางที่ 4.7 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 6 ชั่วโมง	58
ตารางที่ 4.8 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 12 ชั่วโมง	59
ตารางที่ 4.9 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 18 ชั่วโมง	60
ตารางที่ 4.10 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 24 ชั่วโมง	61
ตารางที่ 4.11 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง	62
ตารางที่ 4.12 แสดงผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคไฟโบรอิน	63

ลำดับ	หน้า
ตารางที่ 4.13 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากที่ตกตะกอนในเอทานอล	64
ตารางที่ 4.14 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากที่ตกตะกอนในอะซิโตน	65
ตารางที่ 4.15 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากที่ตกตะกอนในอะซิโตรไนล์	66
ตารางที่ 4.16 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากที่ตกตะกอนในไอโซบิวทานอล	67
ตารางที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธี ตกตะกอน	68
ตารางที่ 4.18 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาคเป็น กรดเชเรเนียส	69
ตารางที่ 4.19 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาคเป็นสารละลาย โซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว	70
ตารางที่ 4.20 แสดงผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยใช้ สารก่ออนุภาค	71
ตารางที่ 4.21 แสดงเปอร์เซ็นต์สควาเวนจิง แอคติวิตีโดยวิธี DPPH ของผงไฟโบรอินชนิดต่างๆ	72

สารบัญรูป

ลำดับ	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงหนอนใหม่และรังใหม่	5
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเส้นไหมดิบ	6
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของเส้นไหมสองเส้น เมื่อทำการลอกเอาทวนไหมออก	6
รูปที่ 2.4 แสดงโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ Silk I และ Silk II ที่พบในไฟโบรอิน	9
รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะรูปแบบต่าง ๆ ที่มีการนำสารไฟโบรอินไปใช้ประโยชน์	10
รูปที่ 2.6 แสดงแผนผังองค์ประกอบของเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์	17
รูปที่ 2.7 แสดงส่วนประกอบของเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	19
รูปที่ 2.8 แสดงส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบเลี้ยวเบนแสงเลเซอร์	21
รูปที่ 3.1 ลักษณะของ (ก) รังไหม และ (ข) ปุยไหม	28
รูปที่ 3.2 แสดงอุปกรณ์และเครื่องลดขนาดอนุภาคแบบบอลมิลล์	32
รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 100 เมท และความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการแช่เพื่อลดความแข็งแรงของเส้นใย	41
รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 100 เมท ของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์โดยใช้เวลาต่างๆ	43
รูปที่ 4.3 ลักษณะของปุยไหมและผงไฟโบรอินที่เตรียมได้จากวิธีการเตรียมทางกายภาพต่าง ๆ	44
รูปที่ 4.4 ลักษณะไฟโบรอินคอลลอยด์ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ ชนิดต่างๆ ได้แก่ (A) เอทานอล (B) อะซิโตน (C) อะซิโตรไนล์ และ (D) ไอโซบิวทานอล	45
รูปที่ 4.5 ลักษณะไฟโบรอินคอลลอยด์ที่เตรียมได้โดยวิธีการใช้สารก่ออนุภาค (ก) เซเรเนียม และ(ข) สารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว	46
รูปที่ 4.6 ลักษณะพื้นฐานวิทยาของ (ก) เส้นใยไฟโบรอิน (ข) ผงไฟโบรอินที่ได้จากการปั่น และ (ค-ด) ผงไฟโบรอินที่ได้จากการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์นาน 6, 12, 24, และ 48 ชั่วโมง	47
รูปที่ 4.7 ลักษณะพื้นฐานวิทยาที่ศึกษาด้วยกล้อง SEM ของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้โดย (ก) วิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ และ (ข) วิธีการใช้สารก่ออนุภาค	48
รูปที่ 4.8 โครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการปั่นเส้นใยไฟโบรอิน ด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย (SFP-M1) และการนำไปบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ (SFP-M2)	49

ลำดับ	หน้า
รูปที่ 4.9 โครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์	50
รูปที่ 4.10 โครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาค	51
รูป 4.11 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอินที่มีพีเอชต่าง ๆ ของสารละลายไฟโบรอินมีความเข้มข้น 1.0 mg/ml	52
รูป 4.12 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้นต่างๆ ที่พีเอช 7	52
รูปที่ 4.13 เปอร์เซนต์การละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีต่างๆ ในน้ำกลั่นพีเอช 7 ที่อุณหภูมิห้อง	54

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของการวิจัย

ในปัจจุบันอุตสาหกรรมการผลิตเส้นไหมเพื่อใช้ในการทอผ้าทั้งในระดับอุตสาหกรรมขนาดเล็กและอุตสาหกรรมขนาดใหญ่ ล้วนต้องแข่งขันทางด้านต้นทุนการผลิตและการสร้างกำไรจากผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการผลิตให้ได้มูลค่าสูงสุด ซึ่งในกระบวนการสาวไหม (Silk reeling process) รังไหมที่ผ่านการลอกกว (กำจัดสารเซรีซิน) จะถูกนำไปเข้าสู่กระบวนการทำเป็นเส้น (Spinning process) เพื่อให้ได้เส้นไหมที่มีลักษณะที่ต้องการ ซึ่งในกระบวนการดังกล่าวจะมีส่วนที่ไม่สามารถทำเป็นเส้นไหมได้ เช่น ส่วนของ เศษไหม (Silk waste) และส่วนของปุยไหม (Silk floss) ซึ่งยังไม่มีตลาดที่จะนำเศษไหมหรือปุยไหมเหล่านี้ไปใช้โดยตรงดังนั้นทางภาคอุตสาหกรรมจึงต้องเก็บรักษาส่วนที่เหลือทิ้งเหล่านี้ไว้เพื่อหาทางนำไปใช้ประโยชน์หรือถ้าหากนำไปขายก็จะขายได้ในราคาที่ต่ำมาก ซึ่งในแต่ละปีปริมาณเศษไหมและปุยไหมที่เกิดขึ้นในปริมาณค่อนข้างมาก ดังนั้นการพัฒนาผลิตภัณฑ์จากเศษไหมหรือปุยไหมดังกล่าวจึงเป็นโจทย์ปัญหาหนึ่งที่ทางโรงงานอุตสาหกรรมที่ผลิตเส้นไหมเชิงพาณิชย์ได้พยายามหาทางแก้ไข หรือเพิ่มมูลค่าของวัสดุเหล่านั้นเพื่อให้เป็นรายได้ของทางโรงงานอุตสาหกรรมอีกทางหนึ่ง

เส้นไหมเป็นเส้นใยโปรตีนธรรมชาติที่ประกอบด้วย 2 องค์ประกอบ คือ ส่วนของเส้นใยไฟโบรอิน(Fibroin fiber) ซึ่งเป็นเส้นใยหลักของเส้นไหมที่ประกอบขึ้นจากกรดอะมิโนชนิดต่างๆ อาทิเช่น กรดอะมิโนไกลซีน(Glycine) และอะลานีน (Alanine) มาจัดเรียงตัวในโพลิเมอร์โปรตีน(Protein polymer) และโดยทั่วไปแล้วเส้นใยไฟโบรอินเป็นองค์ประกอบอยู่ในเส้นไหมประมาณ 70-75% สำหรับอีกองค์ประกอบหนึ่งที่พบในเส้นไหมคือสารเซรีซิน(Sericin) ซึ่งเป็นโปรตีนที่ละลายน้ำได้ ทำหน้าที่คล้ายกาว “gum-like-protein” คอยยึดเหนี่ยวเส้นใยไฟโบรอินให้อยู่ด้วยกัน องค์ประกอบทางเคมีของสารเซรีซินประกอบด้วยกรดอะมิโนที่มีขั้วหลายชนิดแต่ส่วนมากที่พบได้แก่ เซรีน(Serine) โดยทั่วไปเซรีนมีอยู่ในเส้นไหมประมาณ 25-30%

ไม่นานมานี้เส้นใยไฟโบรอินมีการนำไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่น ๆ นอกเหนือจากการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมทอผ้าหรือใช้เป็นไหมเย็บแผลทางการแพทย์ โดยจะแปรรูปเส้นไหมให้อยู่ในรูปแบบของผงไหมไฟโบรอินแล้วจึงนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ อาทิเช่น การนำไปใช้ในเครื่องสำอางหลายประเภท หรือการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร ทั้งนี้เนื่องจากคุณสมบัติและองค์ประกอบทางเคมีที่พบในสารไฟโบรอิน นอกจากนั้นไฟโบรอินที่ผ่านกระบวนการทำเป็นสารละลายหรือทำให้อยู่ในรูปสารไฟโบรอินที่มีความบริสุทธิ์สูงสามารถนำไปใช้ในการผลิตวัสดุทางการแพทย์ เช่น ผิวหนัง

เทียม คอนแทคเลนส์ วัสดุเพาะกระดูก กระดูกเทียม วัสดุควบคุมการกระจายตัวของยา หรือการใช้เป็นวัสดุรีเจนเนอเรชันในงานด้านไบโอเซนเซอร์และงานด้านอุตสาหกรรมอาหาร เป็นต้น

ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้ ผู้วิจัยจึงมีความสนใจในการเพิ่มมูลค่าของปุ๋ยไหมดังกล่าว โดยการนำปุ๋ยไหมนั้นมาเตรียมให้อยู่ในรูปของผงไหมไฟโบรอินในระดับไมโคร/นาโนเมตร และศึกษาสมบัติของผงไหมที่เตรียมได้ ตลอดจนศึกษาสมบัติการเป็นสารแอนติออกซิแดนต์ ที่สามารถนำไปใช้ได้ในการผลิตเครื่องสำอาง หรือสามารถประยุกต์ใช้ในงานด้านอื่นๆ ได้ ทั้งนี้คาดว่าจะงานวิจัยดังกล่าวสามารถเพิ่มมูลค่าของเศษไหมและปุ๋ยไหมที่เหลือทิ้งจากกระบวนการ และแก้ไขโจทย์ปัญหาของอุตสาหกรรมผลิตเส้นไหมได้

นอกจากนี้แล้วผลที่ได้จากงานวิจัยจะก่อให้เกิดองค์ความรู้ใหม่เชิงนวัตกรรมการผลิตผงไฟโบรอินระดับไมโคร-นาโนเมตร ซึ่งสามารถใช้เป็นแนวทางในการจัดการผลผลิตที่เหลือทิ้งจากกระบวนการผลิตเส้นไหมในเชิงอุตสาหกรรม ทำให้เกิดการเพิ่มศักยภาพในด้านการแข่งขัน โดยการปรับโครงสร้างการผลิตเพื่อเพิ่มผลิตภาพและคุณค่าของสินค้า โดยการแก้ไขปัญหปุ๋ยไหมที่เป็นวัสดุค่อยราคาหรือวัสดุเหลือทิ้งจากกระบวนการผลิตเส้นไหม ของอุตสาหกรรมขนาดกลางและเล็ก หรืออุตสาหกรรมขนาดใหญ่ที่มีปัญหาในด้านการจัดการวัสดุเหลือทิ้งเหล่านี้ได้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อให้ได้การเตรียมผงไหมไฟโบรอินระดับไมโคร-นาโนเมตรจากปุ๋ยไหม
2. เพื่อได้ทราบสมบัติคุณสมบัติทางกายภาพและสมบัติแอนติออกซิแดนต์ของผงไฟโบรอิน
3. เพื่อให้ได้ข้อมูลของผงไหมไฟโบรอินที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ทางด้านอุตสาหกรรม

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถแก้ไขปัญหและเพิ่มมูลค่าของปุ๋ยไหมที่เป็นวัสดุเหลือทิ้ง จากกระบวนการผลิตเส้นไหมทางภาคอุตสาหกรรมได้
2. ได้องค์ความรู้ใหม่ด้านการผลิตผงไหมไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโคร/นาโนเมตร ที่ผู้ประกอบการธุรกิจการผลิตเส้นไหมเชิงพาณิชย์ สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้
3. จากองค์ความรู้ดังกล่าวสามารถเผยแพร่ในวารสารหรือจดอนุสิทธิบัตรทางกรรมวิธีการผลิตผงไหมดังกล่าวได้
4. กลุ่มผู้ประกอบการธุรกิจการผลิตเส้นไหมเชิงพาณิชย์ และวิสาหกิจชุมชนได้รับการถ่ายทอดเทคโนโลยีการผลิตผงไหมไฟโบรอินและการใช้ประโยชน์

1.4 ขอบเขตของการวิจัย

1. วัสดุปุ๋ยไหมที่ใช้ในการศึกษาได้มาจากไหมพันธุ์จูล และเป็นวัสดุที่เหลือทิ้งจากกระบวนการผลิตเส้นไหมของบริษัท จุลไหมไทย อ. เมือง จ. เพชรบูรณ์
2. การเตรียมผงไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโคร/นาโนเมตร จากปุ๋ยไหมทำโดยการใช้สารละลายกรดหรือเบส การใช้เอนไซม์เฉพาะ และการใช้นาโนคอมโพสิต ซึ่งการทำให้เป็นผงทำโดยการใช้วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง
3. ทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพของผงไหมที่ผลิตได้ อาทิ เช่น การละลายน้ำ ขนาดของอนุภาคผงไหม สมบัติเชิงคอลลอยด์ เป็นต้น เพื่อให้ได้ข้อมูลที่เป็นประโยชน์ต่อการนำไปประยุกต์ใช้ในงานด้านต่าง ๆ เช่น การผลิตเครื่องสำอาง ทางด้านการผลิตอาหาร เป็นต้น
4. ทำการศึกษาสมบัติการเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้
5. การประเมินวิธีการเตรียมผงไฟโบรอินและการพัฒนา ทำร่วมกับ บริษัท จุลไหมไทย เพื่อให้เกิดการนำไปใช้ได้จริงในระดับอุตสาหกรรม และประเมินแนวทางการนำไปใช้ประโยชน์ต่อไป

1.5 ระยะเวลาดำเนินการวิจัย

ตั้งแต่เดือน มิถุนายน 2550 – ตุลาคม 2551

1.6 สถานที่ดำเนินการวิจัย

ห้องปฏิบัติการทางเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ไหมและรังไหม (Silk and Silk Cocoon)

หนอนไหม (Silk worm) เป็นแมลงชนิดหนึ่งที่มีการเจริญเติบโตจากไข่และเป็นตัวหนอนไหม หนอนไหมเลี้ยงมีชื่อวิทยาศาสตร์ *Bombyx mori* Linn มีการเจริญเติบโตแบบเปลี่ยนรูปร่างสมบูรณ์ (complete metamorphosis) 4 ขั้นตอนอย่างชัดเจนคือ ขั้นตอนแรกเรียกว่าระยะไข่ ซึ่งก็คือ ไข่ ระยะที่ไข่ไหมฟักออกเป็นตัวหนอนไหม ไหมต่างพันธุ์ก็จะมีระยะในการฟักตัวของไข่ที่แตกต่างกัน ตั้งแต่ 10 วันถึง 1 ปี แต่หนอนไหมที่เลี้ยงกันในการผลิตเส้นไหมจะมีระยะในการฟักจากไข่เป็นตัวหนอนประมาณ 10-12 วันเท่านั้น ขั้นตอนที่สองคือ ระยะเวลาตัวหนอน ซึ่งหนอนไหมที่ฟักฟักออกมาใหม่ๆ เรียกว่าหนอนไหมวัยหนึ่ง มีลักษณะสีดำ หรือดำปนเทา และมีขนปกคลุมหนาแน่นต่อจากนั้นเมื่อหนอนไหมเติบโตจนจะดู บางลง ช่วงนี้หนอนไหมจะกินใบหม่อนตลอดวัน และมีการลอกคราบสลับกันไป ตัวไหมจะมีการลอกคราบรวมทั้งสิ้น 5 ครั้งในระยะเวลาประมาณ 20-22 วัน จนถึงวัยที่โตเต็มที่ซึ่งจะมีน้ำหนักตัวเพิ่มขึ้น 10^4 เท่า ช่วงการลอกคราบครั้งที่ 1-3 เรียกว่าหนอนไหมวัยอ่อน ส่วนการลอกคราบครั้งที่ 4-5 เรียกว่าหนอนไหมวัยแก่ เมื่อหนอนไหมลอกคราบครบ 5 ครั้งแล้ว ก็จะเกิดต่อมไหมขึ้นใน หนอนไหมวัยแก่นั้นเรียกว่า ไหมสุก ในขั้นตอนที่สามเรียกว่า ระยะดักแด้หนอนไหมเมื่อเจริญเติบโตเต็มที่แล้วเป็น ไหมสุกจะหยุดกินอาหารแล้วพ่นเส้นใยออกมาห่อหุ้มตัวเองเป็นรังไหมซึ่งจะใช้เวลาในการชักใยที่ รังประมาณ 3-4 วัน แล้วลอกคราบเป็นดักแด้และนอนนิ่งอยู่ ประมาณ 14 วัน เพื่อจะลอกคราบเป็นผีเสื้อ (Moth) ต่อไป ขั้นตอนสุดท้ายเรียกว่าระยะผีเสื้อ ซึ่งเมื่อลอกคราบเป็นผีเสื้อแล้วมันไม่สามารถบินได้แต่มีการกระพือปีกเพื่อเป็นสื่อในการผสมพันธุ์กัน หลังจากการผสมพันธุ์แล้วมีชีวิตรประมาณ 2-3 วันเพื่อวางไข่จากนั้นตัวไหมก็จะตายไป (สมหญิง, 2546) ดังนั้นเส้นไหมก็คือ เส้นใยที่พ่นออกมาจากตัวหนอนไหมที่โตเต็มวัย เพื่อห่อหุ้มตัวและป้องกันศัตรู ทางธรรมชาติในขณะที่ หนอนไหมลอกคราบเป็นตัวดักแด้ และไม่สามารถเคลื่อนไหวได้ ในการผลิตเส้นไหมจะนำในช่วงก่อนที่ หนอนไหมจะเข้าสู่ ระยะดักแด้ซึ่งหนอนไหมจะกัดรังออกมาเพื่อลอกคราบและผสมพันธุ์ โดยการดักรังไหมในระยะไหมสุกซึ่งเส้นไหมสามารถดึงออกมาได้จากรังไหมที่ผ่านการดักในน้ำที่อุณหภูมิ มากกว่า 80°C ความยาวของเส้นใยจะขึ้นอยู่กับสายพันธุ์และการดูแลเลี้ยงหนอนไหม



หนอนไหม



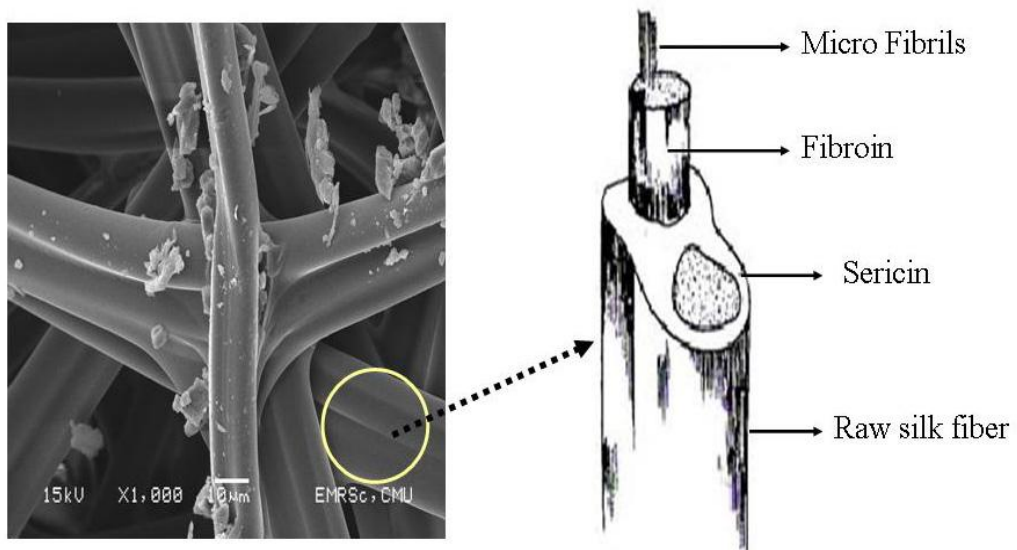
รังไหม

รูปที่ 2.1 แสดงหนอนไหมและรังไหม

2.2 เส้นไหมและปูไหม

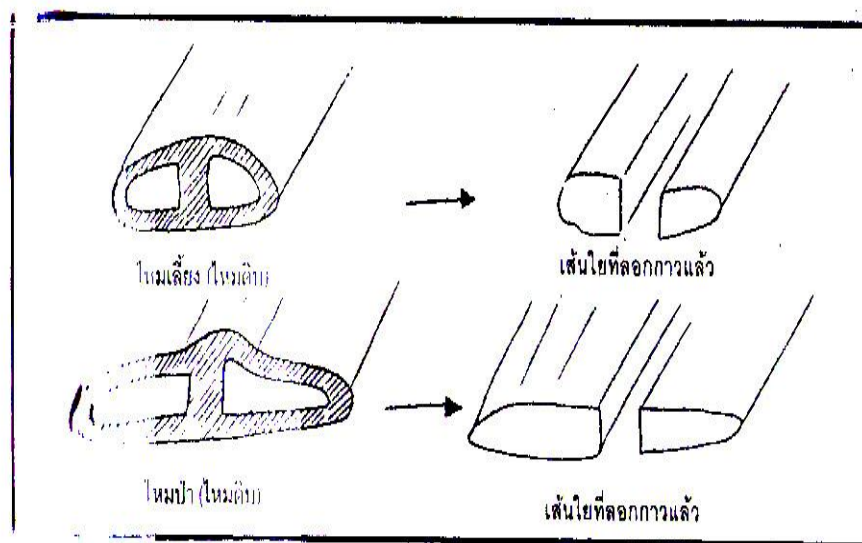
เส้นไหม (Silk fibers) ที่ได้จากหนอนไหม *บอมบิกมอริ* (*Bombyx mori* silkworm) เป็นโปรตีนธรรมชาติที่ประกอบขึ้นจากโปรตีนสองชนิดคือ อโปรตีนเส้นใยไฟโบรอิน (Fibroin filament protein) และโปรตีนเซรีซิน (Sericin protein) โดยทั่วไปแล้วพบว่าเส้นไหมจะมีองค์ประกอบของโปรตีนเซรีซินอยู่ประมาณ 25-30 % โดยน้ำหนักของไหม ในขณะที่โปรตีนเส้นใยไฟโบรอินจะมีอยู่ประมาณ 70-75 % โดยน้ำหนักของไหม (Freddi และคณะ, 2003) ซึ่งโปรตีนเซรีซินนี้จะทำหน้าที่ยึดเกาะเส้นใยไฟโบรอินให้อยู่ด้วยกันเส้นไหมและทำให้เส้นไหมมีความแข็งแรง อีกทั้งยังช่วยยึดเกาะเส้นไหมที่หนอนไหมพ่นออกมาพันรอบๆ ตัวเองให้อยู่ด้วยกันเป็นรังไหมห่อหุ้มหนอนไหม รูปที่ 2.2 แสดงโครงสร้างของเส้นไหมที่ประกอบไปด้วยเส้นใยไฟโบรอินที่ถูกละลายด้วยโปรตีนเซรีซิน ส่วนใหญ่เกิดจากหมักจะถูกล้างทำความสะอาดรังไหมเพื่อเอาโปรตีนเซรีซินที่เป็นโปรตีนประเภทที่สามารถละลายน้ำได้ทิ้งนี้เนื่องจากกรดอะมิโนส่วนใหญ่ที่ประกอบของโปรตีนเซรีซินเป็นกรดอะมิโนชนิดที่ละลายน้ำได้ ดังนั้นสารเซรีซินจึงสามารถถูกล้างทำความสะอาดรังไหมได้โดยการต้ม น้ำที่ใช้ต้มเส้นไหมนี้เรียกว่าน้ำลอกกาไหม ทั้งนี้เนื่องจากมีโปรตีนเซรีซินที่ทำหน้าที่คล้ายกาวยึดเหนี่ยวเส้นโปรตีนไฟโบรอินภายในเส้นไหม โดยลักษณะของเส้นไหมก่อนการลอกกาไหมและภายหลังการลอกกาไหมแสดงได้ดังรูปที่ 2.3

โดยทั่วไปในกระบวนการผลิตเส้นไหม จะมีปูไหม (Silk Floss) เป็นวัสดุที่เหลือของกระบวนการ ทั้งนี้เนื่องจากขั้นตอนการเตรียมรังไหม (silk cocoon) เพื่อจะนำไปสู่กระบวนการสาวไหม (Silk reeling process) ต้องมีการดึงเอาส่วนที่เป็นเส้นใยเล็กๆ รอบรังไหมออกก่อน เพื่อให้ได้รังไหมที่มีความสะอาดและดึงเป็นเส้นได้ง่าย ดังนั้นปูไหมก็คือ เส้นไหมที่มีขนาดเล็กซึ่งไม่สามารถนำไปใช้ในการผลิตเส้นไหมเพื่อทำผ้าได้ แต่ทั้งนี้ปูไหมก็ยังคงมีองค์ประกอบของโปรตีนสำคัญ 2 ชนิดที่มีอยู่ในเส้นไหมเป็นองค์ประกอบอยู่ นั่นคือ



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเส้นไหมดิบ

ที่มา : อภิชาติ, 2547 หน้า 24



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของเส้นไหมสองเส้น เมื่อ ท่อ าลงเอาจากไหมออก

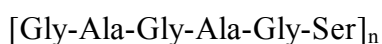
ที่มา : อภิชาติ, 2547 หน้า 24

2.3 ไฟโบรอิน (Fibroin)

ไฟโบรอิน คือ โปรตีนเส้นใยซึ่งประกอบด้วยกรดอะมิโนที่มากกว่า 18 ชนิดมาต่อเรียงกันเป็นโมเลกุลสายโซ่ยาว โดยส่วนใหญ่เป็นกรดอะมิโนประเภทที่ไม่มีขั้ว และมีการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ ดังนั้นจึงทำให้ไฟโบรอินเป็นองค์ประกอบที่มีอยู่ในเส้นไหมที่ไม่ละลายน้ำ ให้เส้นไหมมีความคงทนแข็งแรง และมีความยืดหยุ่นดี เป็นต้น องค์ประกอบทางเคมีของไฟโบรอิน โครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิของไฟโบรอิน และการใช้ประโยชน์ กล่าวได้ดังนี้

2.3.1 องค์ประกอบกรดอะมิโนในสารไฟโบรอิน

ดังที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้นว่าโปรตีนไฟโบรอินประกอบด้วยกรดอะมิโนต่างๆ มากกว่า 18 ชนิด โดยส่วนใหญ่เป็นกรดอะมิโนประเภทที่ไม่มีขั้ว (non polar amino acids) เช่น ไกลซีน (Glycine) และอะลานีน (Alanine) เป็นต้น นอกจากนั้นก็ยังประกอบด้วยกรดอะมิโนชนิดที่มีขั้ว (polar amino acids) อีกบางส่วนเช่น เซรีน (Serine) ไทโรซีน (Tyrosine) และกรดแอสพาทิก (Aspartic acid) เป็นต้น โดยมีกรดอะมิโนประเภทที่ไม่มีขั้วเป็นองค์ประกอบมากกว่า 70 % โดยน้ำหนัก เมื่อเปรียบเทียบกับโปรตีนเซรีนที่มีอยู่ในเส้นไหมอีกส่วนหนึ่งจะเป็นโปรตีนที่ส่วนใหญ่ประกอบด้วยกรดอะมิโนประเภทที่มีขั้วเช่น เซรีน (Serine) แอสพาทิก แอซิด (Aspartic acid) และ ไทโรซีน (Tyrosine) เป็นต้น ดังนั้นจึงทำให้โปรตีนเซรีนสามารถเกิดการละลายน้ำได้ เนื่องจากมีองค์ประกอบของกรดอะมิโนที่มีขั้วเหล่านี้เอง ในตารางที่ 2.1 แสดงกรดอะมิโนแอซิดที่พบในสารไฟโบรอินเปรียบเทียบกับที่พบในเซรีน แสดงให้เห็นว่าสารไฟโบรอินประกอบด้วย กรดอะมิโนไกลซีนอยู่ เป็นปริมาณมากที่สุดประมาณ 43.53% และรองลงมาได้แก่อะลานีน 27.95 % ของกรดอะมิโนแอซิดทั้งหมด 18 ชนิด ไกลซีนและอะลานีนเป็นกรดอะมิโนที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อยและไม่มีสภาพขั้วในโมเลกุล ดังนั้นจึงมีลักษณะคล้ายกับโมเลกุลพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วยมอนอเมอร์มาจัดเรียงตัวกันในสายโซ่โมเลกุล โดยจากการศึกษาของ Yamada และคณะ (2002) แสดงการจัดเรียงตัวของกรดอะมิโนในสายโซ่โมเลกุลของไฟโบรอินใน 1 หน่วยยูนิต เป็นดังนี้



โดยมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยอยู่ในช่วงประมาณ 25-350 kDa ดังนั้นสายโซ่โมเลกุลของไฟโบรอินที่จัดเรียงตัวในเส้นไหมจึงทำให้เส้นไหมเป็นวัสดุพอลิเมอร์จากธรรมชาติ และมีความทนต่อแรงดึงที่ดี มีความยืดหยุ่นสูง การจัดเรียงตัวของเส้นใยได้ดี และมีความทนต่อความร้อน เป็นต้น โดยนอกเหนือจากการนำไปใช้เป็นเส้นใยทอผ้า จากองค์ประกอบทางเคมีที่มีอยู่ในไฟโบรอินจึงทำให้สามารถนำไฟโบรอินไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นๆ ได้อย่างมากมาย

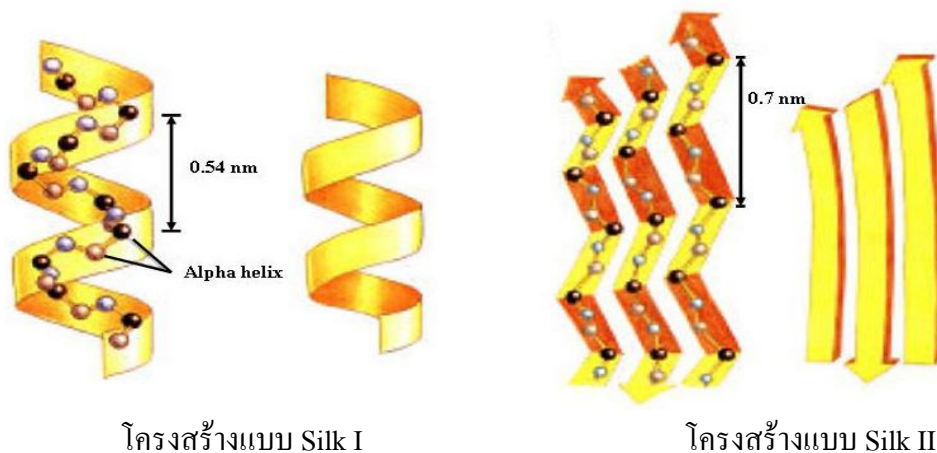
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบกรดอะมิโนในสารไฟโบรอินเปรียบเทียบกับเซรีซิน

กรดอะมิโน	ปริมาณของกรดอะมิโนแต่ละชนิด (% โมล)	
	ไฟโบรอิน	เซรีซิน
Asp	2.39	20.55
Thr	1.31	7.96
Ser	12.32	25.28
Glu	1.24	7.90
Pro	0.70	0.00
Gly	43.53	10.51
Ala	27.95	3.97
Cys	0.10	0.72
Val	2.25	3.79
Ile	0.62	0.88
Leu	0.51	1.36
Tyr	4.96	4.47
Phe	0.70	0.91
Lys	0.46	4.68
His	0.24	1.75
Arg	0.63	5.26

ที่มา : Wu และคณะ (2007) หน้า 1259

2.4.2 โครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิของสารไฟโบรอิน

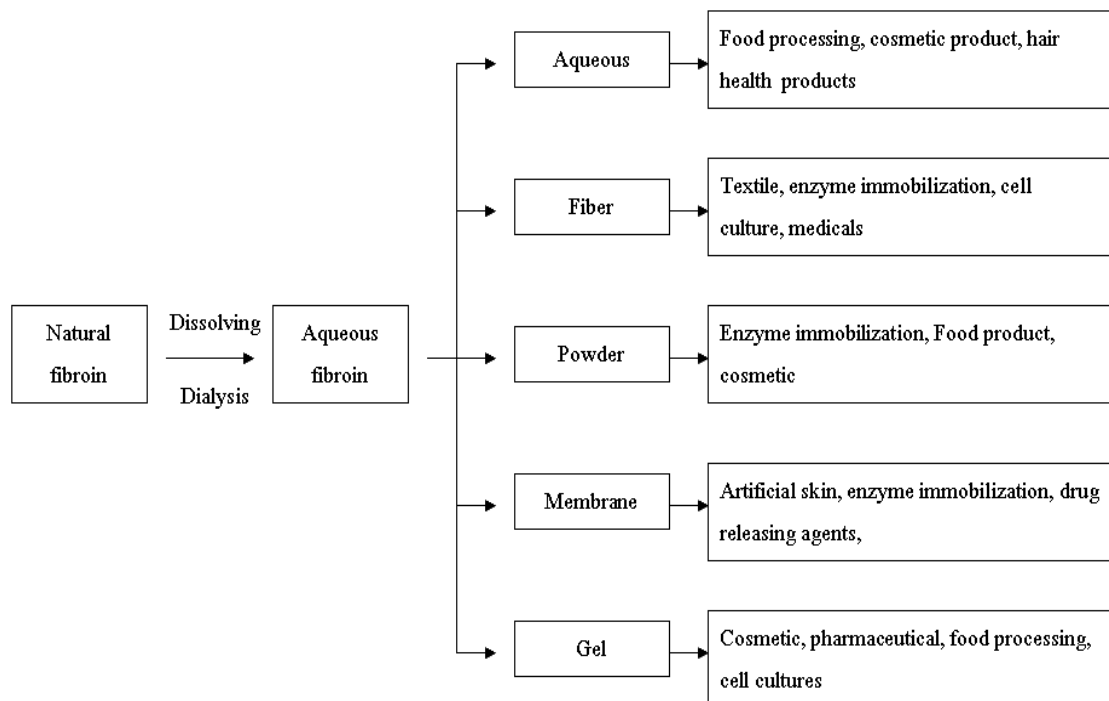
การที่โปรตีนไฟโบรอินประกอบขึ้นจากการรวมตัวกันของกรดอะมิโนหลายชนิดมาต่อกันเป็นสายโซ่ และเกิดแรงดึงดูดกันเกิดขึ้นในโมเลกุลและระหว่างโมเลกุล ทำให้การจัดเรียงตัวกันของโมเลกุลของเซรีซินมีโครงสร้างทุติยภูมิ (Secondary structure) ได้เหมือนกันกับโปรตีนไป ซึ่งโดยทั่วไปแล้วโครงสร้างทุติยภูมิที่มีพบในโปรตีนไฟโบรอินมี 2 ประเภทคือ Silk I (random coil and α -helical conformation) และ Silk II (antiparallel β -sheet conformation) (Chen และคณะ, 2001) ดังแสดงได้ในรูปที่ 2.4 ซึ่งโดยทั่วไปแล้วโครงสร้างทุติยภูมิของไฟโบรอินที่พบในเส้นไหมส่วนใหญ่จะเป็นแบบ Silk II หรือ แบบเบต้าชีต (β -sheet) ซึ่งเป็นโครงสร้างที่เกิดจากการจัดเรียงตัวกันของโมเลกุลส่วนใหญ่ที่มีความเป็นระเบียบสูง ดังนั้นจึงทำให้เส้นไหมมีความทนทานต่อแรงดึงสูง และไม่ละลายในน้ำ ความคงตัวสูง เป็นต้น ในขณะที่ละลายไฟโบรอินซึ่งอาจได้มาจากทั้งในส่วนของต่อมน้ำลายของหนอนไหม หรือ การทำให้เป็นสารละลายด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ของไฟโบรอินจะมีโครงสร้างทุติยภูมิเป็นแบบ Silk I จากนั้นหากทำการเตรียมวัสดุไฟโบรอินเพื่อใช้สลายไฟโบรอินนี้ เช่น เมมเบรน ฟิล์ม หรือ อื่นๆ เป็นต้น ก็มักจะมีโครงสร้างเป็นแบบ Silk I ด้วยเสมอ แต่โครงสร้างดังกล่าวทำให้วัสดุที่เตรียมได้ไม่เสถียร สามารถละลายได้ง่าย ดังนั้นจะนิยมทำให้วัสดุที่เตรียมได้เหล่านั้นให้มีโครงสร้างเป็นแบบ Silk II โดยการนำไปจุ่มในสารละลายเอทานอลเข้มข้นในช่วงระยะเวลาหนึ่ง จะทำให้การละลายของวัสดุไฟโบรอินลดลง หรือ การใช้เทคนิคสำหรับการเตรียมวัสดุไฟโบรอินโดยการใช้อุณหภูมิที่สูง 80°C ก็จะทำให้วัสดุไฟโบรอินที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นแบบ Silk II ได้ นอกจากนั้นการเติมสารเชื่อมขวางไปในช่วงการเตรียมวัสดุไฟโบรอินก็ช่วยให้การละลายน้ำของวัสดุที่เตรียมได้ลดลง และมีความคงทนดีขึ้น



รูปที่ 2.4 แสดงโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ Silk I และ Silk II ที่พบในไฟโบรอิน

2.3.3 การใช้ประโยชน์ของสารไฟโบรอิน

ในปัจจุบันการใช้ประโยชน์ของสารไฟโบรอินนั้น นอกจากการนำมาใช้เป็นเส้นใยในอุตสาหกรรมการทอผ้าทอผ้าแล้ว ก็ยังสามารถนำมาใช้ประโยชน์ในด้านอื่น ๆ ได้อีกมากมาย อาทิเช่น ในด้านของอุตสาหกรรมอาหาร เครื่องสำอางและนํ้า การนำไฟโบรอินไปผลิตเป็นวัสดุทางชีวภาพเพื่อใช้ประโยชน์ในทางด้านเกษตร ทางด้านการแพทย์ และการใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่องมี อัตรวจัดสารทางชีวภาพ (Biosensors) เป็นต้น ทั้งนี้ก็เนื่องมาจากองค์ประกอบทางเคมีอยู่ในสารไฟโบรอินที่โครงสร้างของวัสดุทางชีวภาพที่ผลิตจากไฟโบรอินที่มีการนำไปใช้ประโยชน์ อาทิเช่น การเตรียมเป็นเมมเบรนและฟิล์มเพื่อใช้เป็นไฮโดรเจลสำหรับปิดบาดแผล การผลิตเป็นวัสดุในการเพาะเลี้ยงเนื้อเยื่อของเซลล์และกระดูก การนำไปผลิตเป็นหลอดเล็ก อดเทียม คอนแทกเลนส์ การใช้เป็นวัสดุสำหรับตรึงเอนไซม์ และวัสดุควบคุมการย่อยในสิ่งมีชีวิต เป็นต้น ทั้งนี้เนื่องมาจากสมบัติที่เป็นข้อดีของไฟโบรอินนี้ กว่าวัสดุธรรมชาติอื่น ๆ เช่น ไม้เป็นพิษ มีความเข้ากันได้ดีกับสิ่งมีชีวิต แก๊สแพร่ผ่านได้ง่าย มีความต้านทานเชื้อโรคที่เรียกและจุลชีพ และเตรียมเป็นวัสดุทางชีวภาพต่าง ๆ ได้ง่าย เป็นต้น สารละลายไฟโบรอินสามารถนำไปใช้ในการเตรียมวัสดุทางชีวภาพที่มีประโยชน์ได้อย่างมากมาย ทั้งในรูปของผงไฟโบรอิน เส้นใยไฟโบรอิน ระดับนาโน แผ่นฟิล์มบางไฟโบรอิน และไฟโบรอินเมมเบรน เป็นต้น ดังที่แสดงได้ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 แสดงลักษณะรูปแบบต่าง ๆ ที่มีการนำสารไฟโบรอินไปใช้ประโยชน์

2.4 การเตรียมอนุภาคไฟโบรอิน

โดยทั่วไปแล้วการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินสามารถเตรียมได้ 2 วิธีใหญ่ ๆ คือ การลดขนาดของเส้นใยไฟโบรอินด้วยวิธีการเชิงกล เช่น การบดด้วยเครื่องมีดที่มีประสิทธิภาพสูง เพื่อให้มีขนาดเล็กถึงโดยขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่ได้จะขึ้นกับประสิทธิภาพของเครื่องบด หั่น ค้อน ตำ ที่ใช้ในการบดนั้น และอีกวิธีหนึ่งเป็นวิธีการทางเคมี ซึ่งนิยมเตรียมโดยใช้สารละลายไฟโบรอินเป็นสารตั้งต้น โดยสารละลายไฟโบรอินนั้นสามารถหาได้จากการนำสารละลายไฟโบรอินมาจากต่อมน้ำลายของหนอนไหมหรือ การเตรียมสารละลายไฟโบรอินขึ้นจากการทำละลายเส้นใยไฟโบรอินให้อยู่ในสถานะไฟโบรอินด้วยสารละลายเกลือเข้มข้นเช่น ลิเทียมโบรไมด์ (LiBr) หรือ สารละลายผสมของแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) เอทานอล (ethanol) และน้ำ เป็นต้น จากนั้นจึงทำให้สารละลายไฟโบรอินมีความบริสุทธิ์โดยการกำจัดตัวทำละลายเกลือ โดยวิธีการ dialysis โดยวิธีการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินด้วยวิธีทางเคมีนี้ในปัจจุบันอาจมีแนวโน้มออกเป็นอีกแบบใหญ่ ๆ คือ การนำสารละลายไปตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ และการเติมสารที่ช่วยให้เกิดอนุภาค เป็นต้น ซึ่งขนาดของอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมได้นั้นจะขึ้นกับวิธีการเตรียมที่เลือกใช้และสารเคมีที่ใช้ด้วย โดยสามารถเตรียมอนุภาคไฟโบรอินที่มีขนาดตั้งแต่ระดับไมโครเมตรลงไปถึงในระดับนาโนเมตร

2.5 การเตรียมผงไฟโบรอิน

การเตรียมผงไฟโบรอินจากสารละลายไฟโบรอินที่สกัดได้จากรังไหมหรือ เส้นไหม สามารถทำได้โดยการนำสารละลายไฟโบรอินนั้นมาเพิ่มความเข้มข้นโดยการระเหยน้ำออกไปจนได้สารละลายที่มีปริมาณของแข็งในสารละลายที่เหมาะสม จากนั้นจึงนำไปทำให้เป็นวิธีการที่นิยมใช้ได้แก่วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze Drying) และวิธีการทำให้แห้งแบบพ่นฝอยผ่านลมร้อน (Spray Drying) นอกจากนี้วิธีการนำสารละลายไฟโบรอินไปตกตะกอนในสารละลายเอทานอลที่มีความเข้มข้น > 75% แล้วนำตะกอนไฟโบรอินที่ได้ไปทำให้เป็นผงโดยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็งโดยการนำไปอบให้แห้งลมร้อน ก็เป็นอีกวิธีหนึ่งที่นิยมใช้ เป็นต้น

ในการเตรียมผงไฟโบรอินโดยวิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็งนั้นคือ ภายหลังจากการทำ ให้แห้งเป็นผงแล้ว ผงไฟโบรอินที่เตรียมได้จะมีคุณสมบัติในการละลายน้ำได้ดีกว่าการทำแห้งผงด้วยวิธีการอื่น ทั้งนี้เนื่องมาจากวิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็งนี้ให้โครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิของไฟโบรอินยังเป็นแบบ Silk I อยู่ ในขณะที่วิธีที่ใช้ความร้อนหรือ การใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ทำแห้งเตรียมผงไฟโบรอินจะทำให้การละลายลดลง ซึ่งรายละเอียดในการเตรียมให้เป็นผงแบบต่าง ๆ แสดงได้ดังนี้คือ

2.5.1 การทำแห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying)

เทคนิคการทำแห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying หรือ Lyophilization) เป็นเทคนิคการทำสารให้เข้มข้นและทำให้แห้งในรูปผลึกแห้งในลักษณะผงแห้ง โดยอาศัยหลักการแช่

แข็ง (Freezing) เพื่อ เปลี่ยนสถานะของตัวอย่างจากสถานะของเหลวมาเป็นของแข็ง จากนั้นจึงกระตุ้นให้เกิดการระเหิดของน้ำกลายเป็นไอโดยตรง โดยอาศัยหลักการปรับความดันไอของน้ำให้มีค่าลดต่ำกว่าจุดรวมสาม (triple point) ของน้ำ จากหลักการดังกล่าวที่ ทำให้เราสามารถลดปริมาณน้ำในตัวอย่างลงได้จนกระทั่งอยู่ในระดับที่สามารถเก็บผลิตภัณฑ์ไว้ได้นานโดยที่มีการเสื่อมคุณภาพน้อยที่สุดไปสารที่นิยมใช้เทคนิคการทำ แช่แข็งแบบเยือกแข็งกับสารที่มีการสลายตัวด้วยความร้อนได้ง่าย ที่ ทำให้ไม่สามารถใช้การอบแห้ง หรือ การทำ แช่แข็งโดยวิธีที่ร้อน อนุพาความร้อนได้โดยตรง เอนไซม์ยาปฏิชีวนะ และฮอร์โมนต่างๆ เป็นต้น สำหรับหลักการของวิธีการทำ แช่แข็งแบบเยือกแข็งในขั้นตัวตัวอย่างซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็นสองรูปแบบด้วยคือน้ำอิสระ (Free water) และน้ำที่ถูก กักจับไว้ในโครงสร้างของสิ่งมีชีวิต (Bounded water) ซึ่งโดยทั่วไปพบน้ำทั้งสองในอัตราส่วนร้อยละ 80:20 ดังนั้นหลักการทำ แช่แข็งโดยวิธีนี้แบ่งออกเป็นสองขั้นตอนคือ การไล่น้ำอิสระ เกิดขึ้นได้ง่ายเนื่องจากมีแรงยึดเหนี่ยวกับโมเลกุลของสารตัวอย่างไม่มากนัก ส่วนขั้นตอนที่สองคือการไล่น้ำส่วนที่ถูก กักจับยึดไว้ในส่วนโครงสร้างของสาร ถูกไล่ออกไปได้ยากต้องใช้พลังงานในการสลายพันธะหรือ แรงยึดเหนี่ยวในปริมาณที่สูง ดังนั้นขั้นตอนในการทำ แช่แข็งแบบเยือกแข็งแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนดังนี้

1.1 การแช่แข็ง (Freezing)

เป็นการเปลี่ยนสถานะของน้ำจากสถานะของเหลวให้อยู่ ในรูปของแข็ง โดยเริ่มจากการลดอุณหภูมิ ของตัวอย่างลงจน มีห้องลงมาถึง ทำให้เกิดการเปลี่ยนสถานะเป็นของแข็งบางส่วน เรียกว่าน้ำที่แข็งตัวนี้ว่า นิวเคลียส ไอซ์ (nucleation ice) ส่วนของแข็งที่ละลายน้ำอยู่นั้นมีความเข้มข้นสูง เนื่องจากการเปลี่ยนสถานะของน้ำเปรียบเสมือนตัวละลายที่มีปริมาณลดลง ทำให้สารตัวอย่างเข้มข้นมากขึ้นจนถึงขั้นของการตกผลึก เรียกจุดนี้ว่า ยู เทกติก (eutectic point) โดยอุณหภูมิ ของน้ำและตัวถู กละลายเกิดการตกผลึกควบคู่ กันที่ eutectic temperature (TE)

1.2 การระเหิด (Sublimation หรือ primary drying)

หลังจากการแช่แข็งจนกระทั่งได้ลักษณะตัวอย่างเป็นผลึกน้ำแข็งแล้ว ในสถานะของแข็งนี้พบว่าค่าความดันไอของน้ำมีค่าลดลงจนกระทั่งต่ำกว่าจุดสมดุลสถานะ (triple point) ที่ ทำให้ลักษณะการเปลี่ยนแปลงบนเส้นสมดุลสถานะเกิดได้เพียงสองสถานะ คือ จากสถานะของแข็งสามารถเปลี่ยนสถานะเป็นไอน้ำได้โดยตรงโดยไม่ต้องเกิดการหลอมตัวเป็นของเหลวก่อน เรียกปรากฏการณ์ดังกล่าวว่า การระเหิด การระเหิดนี้ต้องอาศัยพลังงานจากภายนอกสูง ถึง 800 kJ/ kg ของน้ำ โดยพลังงานดังกล่าวเป็นตัวพา (convection) ความร้อนเข้าสู่ น้ำแข็งสารแช่แข็งเพื่อ ระเหิดน้ำในรูป ไอระเหยออกมาจากโครงสร้างสารตัวอย่างแหล่งพลังงานข้างต้นสามารถกระทำ ได้โดยการใช้ปั๊มสุญญากาศเป็นตัวกำเนิดพลังงานอาศัยผลต่างของความดันในสารตัวอย่างกับภายในเครื่องเป็น ตัวพาไอน้ำออกมา ความแตกต่างของความดันดังกล่าวต้องสูง กว่า 2 mbar หรือ อาจกล่าวได้ว่าเมื่อ ทำ การปรับสภาพความดันไอของน้ำให้ต่ำกว่า 6 mbar (4.6 mm.Hg) ที่ ทำให้เข้าสู่ Triple point จึงทำให้เกิดการพาความร้อนในลักษณะดังกล่าว อย่างไรก็ตามในสภาพสุญญากาศระเหิดสามารถเกิดขึ้นได้

ที่อุณหภูมิ 20 ถึง 50°C เนื่องจากค่าความดันไอน้ำต่ำ จึงสามารถจัดน้ำอิสระออกจากสารตัวอย่างได้ที่อุณหภูมิ 20°C ซึ่งสามารถลดปริมาณความชื้นในผลิตภัณฑ์ให้เหลือต่ำกว่า 20% โดยน้ำหนักแห้งได้ ในขณะที่ยังคงปริมาตรรวมของโครงสร้างสารเท่ากับขั้นตอนการแช่แข็ง

1.3 การไล่น้ำในส่วน bounded form (Desorption)

เกิดจากการให้ความร้อนภายใต้สภาพสุญญากาศ พบว่าการให้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 20 ถึง 40°C สามารถระเหยน้ำที่เหลืออยู่ในโครงสร้างของโปรตีนออกได้ ระยะเวลาของน้ำโดยอาศัยผลต่างของอุณหภูมิระหว่างภายในตัวอย่างและผิวของตัว ความร้อนที่เข้าไป ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่ใช้เวลานานมากที่สุด

2.5.2 การทำแห้งแบบพ่นด้วยลมร้อน (Spray drying)

เทคนิคการทำแห้งแบบพ่นด้วยลมร้อน (Spray Dry) เป็นวิธีการที่นิยมใช้สำหรับการทำแห้งสารละลายอินทรีย์ สารประเภท อิมัลชัน (emulsion) และของเหลวชนิดต่างๆ โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้จะอยู่ในรูปของผงในอุตสาหกรรมทางเคมีและอาหาร ผลิตภัณฑ์ส่วนหนึ่งที่ได้จากการทำแห้งแบบพ่นด้วยลมร้อนที่มีวางขายในปัจจุบัน ได้แก่ นมผง อาหารเด็ก ยา และสีย้อม การทำแห้งด้วยวิธีนี้นอกจากจะใช้สำหรับทำแห้งอย่างรวดเร็วแล้ว ยังเป็นวิธีการที่มีประโยชน์มากในการลดขนาดและปริมาตรของของเหลวอีกด้วย และจากการวิจัยและพัฒนาที่ต่อเนื่องกัน ทำให้วิธีการทำแห้งแบบพ่นด้วยลมร้อนกลายเป็นวิธีการทำแห้งที่มีประสิทธิภาพและนิยมนำมาใช้กับผลิตภัณฑ์หลายชนิดในปัจจุบัน สำหรับหลักการของการทำแห้งแบบพ่นด้วยลมร้อนเป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อระเหยออกจากของเหลวอย่างรวดเร็วโดยอาศัยการระเหิดของของเหลวที่ประกอบไปด้วยการพ่นของเหลว (feed) ออกมาจนเป็นละอองขนาดเล็ก เข้าผสมกับอากาศร้อนที่ไหลผ่านอย่างรวดเร็ว ทำให้อยู่ในละอองของเหลวระเหยไปทั้งหมด และได้ผลิตภัณฑ์ที่อยู่ในรูปของผงแห้งสำหรับกระบวนการทำแห้งของเหลว นั้น จะเริ่มที่ถังใส่ของเหลว ลงในเครื่องปั่นของเหลว มีความชื้นในระดับที่เหมาะสมต่อการฉีดให้ออกมาเป็นละออง จากนั้นจึงแยกผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำแห้งออกมา สำหรับตัวอย่างของเหลวที่นำมาใช้แห้งได้ทั้งที่เป็นตัวละลายประเภทอิมัลชัน หรือ สารแขวนลอยก็ได้ เครื่องมือที่ใช้สำหรับกระบวนการทำแห้งแบบพ่นด้วยลมร้อน

2.5.3 การทำแห้งแบบอบลมร้อน (Oven drying)

การอบแห้งอาหารหรือวัสดุตัวอย่างโดยการทำแห้งแบบอบด้วยลมร้อน หลักการที่อากาศซึ่งโดยปกติจะมีอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จะมีความชื้นสัมพัทธ์ประมาณ 60-75 % เมื่อทำให้อากาศร้อนขึ้นสัมพัทธ์ของลมร้อนจะลดลงขึ้นอยู่กับอุณหภูมิของลมร้อน เช่น องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ของลมร้อนจะเป็น 15-25 % ซึ่งจะสามารถถ่ายเทความร้อนให้กับอาหาร

หรือ วัสดุสารตัวอย่าง โคโธจะ ำให้ยั้เหยกลายเป็นไอ และลมจะพัดพาไอน้ำออกจากอาหาร ความชื้นในอาหารจะลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงแรก ต่อจากนั้นจะลดลงช้าๆจนกระทั่งถึงจุดความชื้นสมดุล เนื่องจากผักและผลไม้มีความชื้นสูง 70-95 % ระยะเวลาในการอบแห้งจึงใช้เวลานาน

2.6 วัสดุนาโนเมตร

นาโนเมตรเป็นหน่วยวัดอย่างหนึ่งซึ่งมาจากคำ 2 คำ “รวมกันทีนาโอ” กับ “เมตร” โดยคำว่านาโน (nano) เป็นคำ ที่มีรากศัพท์มาจากคำ ำในภาษากรีก ซึ่งแปลว่าแคระหรือ เล็ก เมื่อ ำคำว่านาโนมาใช้เป็นหน่วยวัด ำหน้าหน่วยวัดทางวิทยาศาสตร์หรือ อกณิตศาสตร์จะหมายถึงเศษหนึ่งส่วนพันล้านส่วนของหน่วยวัดนั้น หรือ ำหนึ่งนาโนเมตร (nm) ก็จะมีค่าเท่ากับ 10^{-9} m โดยทั่วไปแล้วสิ่งที่เล็กที่สุดที่มนุษย์สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่าจะมีขนาด 10,000 nm ดังนั้นวัสดุนาโนเมตรจึงเป็นสิ่งที่เราไม่สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่าและแม้แต่การใช้กล้องจุลทรรศน์ธรรมดา แต่การที่จะมองเห็นวัสดุที่มีขนาดเล็กในระดับหนึ่งนาโนเมตรนั้นจะต้องใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูง ึ่งมาก หรือ ำกล้องจุลทรรศน์ที่ถูกสร้างขึ้นมาส ำหรับใช้กับนาโนเทคโนโลยีโดยเฉพาะเท่านั้น

วัสดุที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรมีสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางแม่เหล็ก สมบัติทางแสง และสมบัติทางเคมีแตกต่างไปจากวัสดุที่มีขนาดใหญ่ เช่น ำอนุภาคทองคำ ำขนาดนาโนจะมีสีแดงแทนที่จะเป็นสีทอง และมีความว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมีสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ หรือ ำการที่อนุภาคเงินขนาดปกติไม่สามารถฆ่าเชื้อโรคได้ดีเท่าที่ควร แต่อนุภาคเงินขนาดนาโนสามารถฆ่าเชื้อโรคได้อย่างมีประสิทธิภาพ สมบัติของวัสดุนาโนที่พิเศษขึ้นสามารถน ำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างม ำก เคยมีมาก่อน เช่น แคลเซียม ำขนาดนาโนสามารถน ำยาไปยังเป้าหมายที่ต้องการในส่วนต่าง ๆ ของร่างกายได้อย่างแม่นยำ ำทำ ำให้ผลการรักษาโรคมีประสิทธิภาพและมีผลข้างเคียงน้อยลง จึงทำ ำให้มีการค้นคว้าและพัฒนาเทคโนโลยีเกี่ยวกับวัสดุนาโนอย่างกว้างขวางและมีการน ำมาใช้ประโยชน์ในเชิงพาณิชย์เพิ่มขึ้นเร ำก ำ เทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องกับวัสดุหร ำึ่งองที่มีขนาดนาโนนี้เรียกว่านาโนเทคโนโลยี ดังนั้นนาโนเทคโนโลยีจึงเป็นเทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการจัดการ การสร้าง การสังเคราะห์วัสดุ อุปกรณ์ เครื่องจักร หรือต่าง ำด ำที่มีขนาดเล็กมากประมาณ 1 ถึง 100 nm นาโนเทคโนโลยีจึงสามารถน ำมาจัดเรียงอะตอมหรือ ำโมเลกุลเข้าด้วยกันอย่างถูกต้องแม่นยำ ำ ส่งผลให้โครงสร้างของวัสดุหรือ สารต่าง ๆ มีสมบัติที่พิเศษขึ้นทั้งทางด ำกายภาพ เคมี และชีวภาพ ซึ่งเป็นประโยชน์ต่อผู้ ใช้สอยและเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจได้ ประเภทของวัสดุนาโนในปัจจุบันอาจแบ่งได้เป็น 5 ชนิด ดังนี้คือ ำอนุภาคนาโน (Nanoparticle) วัสดุผสมผสานนาโน (Nanocomposites) เส้นใยนาโน (Nanofibers) โครงสร้างนาโนของคาร์บอนและโพรงนาโน (Nanotubes and Nanopores) และฟิล์มบางนาโน (Thin Film Nanostructure)

การสังเคราะห์วัสดุอุปกรณ์ที่มีขนาดนาโนเมตรนี้มีอยู่ 2 กระบวนการหลัก ๆ คือ ำกระบวนการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์จากการทำ ำให้โครงสร้างขนาดใหญ่ให้มีขนาดเล็กลงขนาดนาโน ซึ่งกระบวนการ

สังเคราะห์ในลักษณะนี้จะเรียกว่า กระบวนการสังเคราะห์แบบบนลงล่าง (Top-Down Approach) หรือ อแบบใหญ่ไปเล็ก ส่วนกระบวนการสังเคราะห์แบบนี้ก็มีอยู่ 'หลายวิธีเช่น การลดขนาดอนุภาคด้วยการบดให้ละเอียดด้วยเครื่อง มี อพิเศษ การใช้แสงเลเซอร์ เป็นต้น ส สำหรับกระบวนการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ขนาดนาโนอีกวิธีหนึ่งเป็นกระบวนการที่ขึ้น 'ต้นเล็ก ๆ ในระดับอะตอมหรือ โมเลกุลมาประกอบกันเป็นโครงสร้างขนาดใหญ่เลียนแบบการสังเคราะห์สารในธรรมชาติ เช่น การสังเคราะห์โปรตีน การเกาะตัวของผลึกเกลือ จากอนุภาคเล็ก ๆ พอถูก เป็นผลึกเกลือ อที่มีขนาดใหญ่อื่นการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์นาโนโดยกระบวนการแบบนี้จะเรียกว่า กระบวนการแบบล่างสู่ 'บน(Bottom-Up Approach) หรือ อแบบเล็กไปใหญ่ ส่วนกระบวนการสังเคราะห์แบบนี้มีอยู่ 'หลายวิธีเช่นการสังเคราะห์ในระบบคอลลอยด์ และอิเล็กโตรสปินนิง (Electrospinning) เป็นต้น

2.7 วิธีการตรวจสอบสมบัติของไฟโบรอิน

ดังที่ได้กล่าวมาแล้วว่าไฟโบรอินเป็นสารโปรตีนชนิดหนึ่งที่ประกอบด้วยกรดอะมิโนหลายชนิดมากเชื่อม 'ต่อกันเป็นโมเลกุลสายซึ่งจะทำ 'าให้มีลักษณะเป็นสารพอลิเมอร์ทางธรรมชาติ โดยโมเลกุลของไฟโบรอินนี้สามารถเกิดการจัดเรียงตัว ซึ่งเป็นผลทำ 'าให้วัสดุไฟโบรอินมีสมบัติที่แตกต่างกันไป ขึ้นอยู่ 'กับวิธีการเตรียมวัสดุไฟโบรอินเหล่านี้โดยคุณสมบัติที่สำคัญและนิยมนำมาตรวจสอบเพื่อ 'อนำ 'าข้อมูลไปใช้ประโยชน์ เช่น สมบัติการละลาย ลักษณะพื้นฐานวิทยา โครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ มีการกระจายขนาดอนุภาค (ส สำหรับอนุภาคไฟโบรอินที่ไม่ละลาย) และสมบัติทางชีวภาพ เป็นต้น ในหัวข้อนี้จะขอกล่าวถึงเฉพาะสมบัติที่สำคัญ 'าซึ่งเกี่ยวข้องกับการศึกษาดังนี้

2.7.1 สมบัติความสามารถในการละลาย (Solubility Property)

ในการศึกษาสมบัติการละลายของไฟโบรอินนิยมทำ การศึกษาโดยใช้เทคนิคอูลิเบติสเปกโตรโฟโตเมตรี (UV-Visible Spectrophotometry) ทั้งนี้เนื 'องจากการศึกษาการดูดกลืนแสงยู 'วีของโมเลกุลโปรตีนสามารถเกิดขึ้นได้ในช่วงความยาวคลื่น 'ะหว่าง 170-220 nm ส สำหรับกลุ่มเปปไทด์ และในช่วงของความยาวคลื่น 'ะหว่าง 280 nm ส สำหรับหมู่ 'แขนงของกรดอะมิโนที่มีส่วนประกอบเป็นวงอยู่ 'ด้วย (aromatic amino acid side-chain) ดังนั้นในการตรวจวัดความเข้มข้นของโปรตีนนั้น จึงสามารถทำ 'าได้โดยการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายที่ความความคลี 'ะหว่าง 280 nm ส

ในกรณีของโปรตีนไฟโบรอิน การละลายของอนุภาคไฟโบรอินสามารถหาได้จากการละลายออกไปของไฟโบรอินจากอนุภาคนั้นที่เป็นฟังก์ชันกับเวลา วิธีการศึกษาการดูดกลืนแสงยู 'วีนี้กันอย่างแพร่หลายในการประมาณการความเข้มข้นของโปรตีนไฟโบรอิน ทั้งนี้เนื 'องจากวิธีที่ง่ายดีหลายประการดังนี้คือ 1) เป็นวิธีที่สามารถบอกได้โดยตรงจากสารตัวอย่างโดยไม่ต้องใช้สารเคมีอื่น 2) เป็นวิธีการที่ทำ 'าได้อย่างรวดเร็วโดยไม่ต้องใช้ระยะเวลานาน และมีความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างความเข้มข้นของโปรตีนกับค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย โดยปกติแล้วโปรตีนจะเกิดการดูดกลืนแสงยู 'วี

แสงยูวีได้ที่ความยาวคลื่น 80 และ 200 nm ซึ่งสเปกโตรสโกปีของการดูดกลืนนี้เกี่ยวข้องกับ การดูดกลืนโฟตอนโดยอิเล็กตรอน โดยโฟตอนที่มียุ้งงานสูงจะมีความยาวคลื่นสั้นในสั อิเล็กตรอนซึ่งถูกกระตุ้นที่ความยาวคลื่น 80 nm จึงมีการดูดกลืนพลังงานที่น้อยกว่าที่ความยาวคลื่น 200 nm ปริมาณของการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นนี้จะขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายประการ อาทิเช่น ในโปรตีนที่มีกรดอะมิโนที่มีวงเบนซีนเป็นส่วนประกอบ เช่น ฟีนิลอะลานีน (Phenylalanine) ทริปโตเฟน (Tryptophan) ฮิสทีดีน (Histidine) และไทโรซีน (Tyrosine) ซึ่งหากโปรตีนนั้นมีกรดอะมิโน เหล่านี้อยู่มากน้อยก็จะมีผลทำให้ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นนี้แตกต่างกันไป นอกจากนี้โครงสร้าง โปรตีนทุติยภูมิ หรือ โครงสร้างโปรตีนตติยภูมิ ก็มีผลต่อการดูดกลืนแสงด้วยเช่นกัน ดังนั้น การหาความสัมพันธ์ที่แตกต่างกันทำให้ส่งผลต่อสภาวะที่อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นด้วยเป็นต้น

Li และคณะ (2003) ได้ดัดแปลงสมการของเบียร์ (Beer's law equation) เพื่อใช้ในการหาการ ละลายของโปรตีนไฟโบรอินฟิล์ม โดยใช้การวัดค่าการดูดกลืนแสงยูวีของสารละลายตัวอย่างที่ความยาว คลื่น 278 nm แล้วคำนวณเป็นเปอร์เซ็นต์ของการละลายสมการ

$$D = \frac{K \times V \times A}{G} \times 100 \quad (2.1)$$

เมื่อ D คือ ค่าการละลาย (%)
 K คือ ค่าคงที่การละลายของไฟโบรอินจากการทดลอง
 A คือ ค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 278 nm
 V คือ ปริมาตรของสารละลาย (ml)
 G คือ น้ำหนักเริ่มต้นของสารตัวอย่าง (mg)

2.7.2 การศึกษาโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ (Secondary Protein Structure)

โครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ มีของไฟโบรอินมีความสำคัญอย่างมากต่อสมบัติของวัสดุไฟ โบรอิน เช่น การละลาย สมบัติเชิงความร้อน และสมบัติเชิงกล เป็นต้น การศึกษาโครงสร้างโปรตีน ทุติยภูมิ มีของไฟโบรอินสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การใช้เทคนิคการสเปกโตรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FT-IR) และวิธีเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟกชัน (X-ray diffraction, XRD) เป็น ต้น ซึ่งโดยส่วนใหญ่แล้ววิธีของ FT-IR จะเป็นวิธีการที่ทำได้สะดวกและทำได้ง่ายกว่าวิธีอื่น โดย วิธี FT-IR ก็สามารถใช้ในการบอกลักษณะของโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ มีของไฟโบรอินได้อย่างดีได้ เช่นกัน ซึ่งจะขอกล่าวเฉพาะหลักการของ FT-IR เท่านั้น

โดยทั่วไปเครื่องมือทางสเปกโตรสโกปีจะใช้หลักการกระจายแสง (dispersion) ของสเปกตรัมการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงที่สนใจเป็นตัวกำหนด จากการบันทึกผลของค่าความเข้ม

ของแสงต่อความถี่ หรือ ความยาวคลื่น 'เลขคลื่น' (wave number) ซึ่งได้ออกมาเป็นสเปกตรัมเรียกว่า ฟริเควนซี โดเมน สเปกตรัม (frequency – domain spectrum) ดังที่เห็นกันอยู่ 'ไว้'



รูปที่ 2.6 แสดงแผนผังองค์ประกอบของเครื่องอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

ที่มา : แม้น อมรสิทธิ์, 2534 หน้า 120

แต่ถ้าใช้วิธีการวัดที่ต่างกันไป โดยวัดความเข้มของแสง หรือ อักของแสงที่ความยาวคลื่น 'น' ต่าง ๆ กันอย่างต่อเนื่อง 'องเทียบกับเวลา เรียกว่าไทม์ โดเมน สเปกโทรสโกปี (Time – Domain Spectroscopy) หรือ 'อ โดยไปเรียกว่า ฟลู เรียทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR) จากนั้น Time – domain spectrum spectroscopy จะถูกเปลี่ยนเป็น frequency - domain spectrum ด้วยฟลู เรียทรานสฟอร์มเป็นสเปกตรัมที่ได้จากการวัดการดูดกลืนแสงที่ความถี่ต่าง ๆ กัน 'องในช่วงระยะเวลาหนึ่ง แต่ฟลู เรียทรานสฟอร์มสเปกตรัมได้จากการวัดการดูดกลืนแสงที่ความถี่ทั้งหมด ดังนั้นฟลู เรียทรานสฟอร์มจึงช่วยให้ 'าให้การวิเคราะห์รวดเร็วขึ้น การแยก (resolution) ก็ดีขึ้น

โดยหลักการของ FT-IR นั้นสเปกตรัมของสารตัวอย่างที่เกิดขึ้น จะเกิดเนื 'องจากที่โมเลกุลของสารดูดกลืนแสงในช่วงของอินฟราเรดแล้วทำ 'าให้โมเลกุลนั้นถูกกระตุ้น (excite) เป็นโมเลกุลที่มีพลังงานสูง กว่าอยู่ 'ที่สภาวะพลังงานเปลี่ยนแปลงจะทำ 'าให้เกิดสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) ของพันธะในโมเลกุลได้ ซึ่งอินฟราเรดสเปกตรัมของสารพอลิเอปไทด์และโปรตีนจะแสดงพีกที่สัมพันธ์กับหมู่ 'ฟังก์ชันที่ต่าง ๆ ของ ONH และนอกจากนั้นยังสัมพันธ์กับลักษณะโครงสร้างที่มีการจัดเรียงตัวกันอยู่ 'ของสายโซ่พอลิเอปไทด์ด้วย โดยทั่วไปแล้วในการบอกตำแหน่งพีกของสารพอลิเอปไทด์และโปรตีนนิยมบอกในชื่อ พีกเอไมด์ I (Amide I) ถึง เอไมด์ VII (Amide VII) เอไมด์ II (Amide III) ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2.2 ซึ่งจะปรากฏขึ้นในช่วงความถี่ที่แตกต่างกัน โดยพีกเอไมด์ต่าง ๆ เหล่านี้ก็จะสัมพันธ์ถึงการสั่นหรือ การหมุนของหมู่ 'ฟังก์ชันที่ต่าง ๆ และการจัดเรียงตัวของสายโซ่โมเลกุลของโปรตีนด้วย

ตารางที่ 2.2 แสดงช่วงความถี่ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของฟังก์ชันของพวกเอไมด์ทุกชนิด มีต่าง ๆ

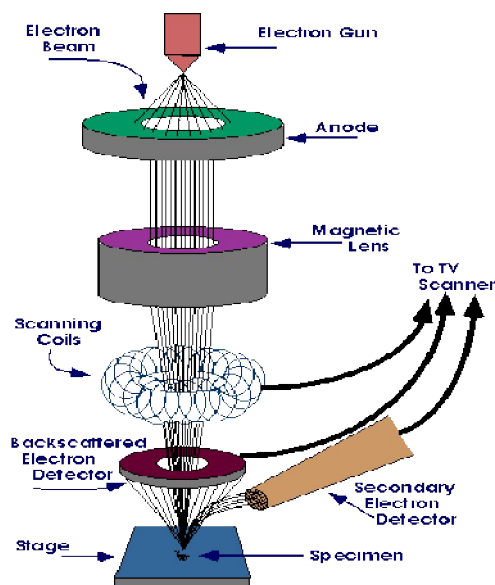
Amide Types	Frequency range (cm ⁻¹)	
	In-plane modes	Out-of-plane modes
Amide A	~ 3300	-
Amide B	~ 3100	-
Amide I	1597-1672	-
Amide II	1480-1575	-
Amide III	1229-1301	-
Amide IV	625-767	-
Amide V	-	640-800
Amide VI	-	537-606
Amide VII	-	~ 200

จากอินฟราเรดสเปกตรัมของไฟโบรอินที่เกิดขึ้นจากการนำวัสดุไฟโบรอินแห้งไปทำ การตรวจวัดด้วยเครื่อง IR โดยส่วนใหญ่แล้วนิยมใช้ในการบอกถึงลักษณะโครงสร้างโปรตีนทุกชนิด มีของวัสดุไฟโบรอินนั้นว่าเป็นแบบใด โดยลักษณะของโครงสร้างโปรตีนทุกชนิด มีที่พบจะแสดงถึงสภาพความเป็นอสัณฐานหรือ สภาพความเป็นผลึกของวัสดุไฟโบรอินได้ สำหรับไฟโบรอินที่มีสภาพความเป็นอสัณฐานซึ่งจะเรียกโครงสร้างโปรตีนทุกชนิด มีของไฟโบรอินแบบนี้โครงสร้างแบบ Silk I (random coil และ α -helix) ซึ่งจะแสดงตำแหน่งพีกประมาณ 1652 cm⁻¹ (amide I, C=O stretching) ที่ 1542 cm⁻¹ (amide II, N-H bending vibration) และที่ 1242 cm⁻¹ (amide III, C-N stretching) ตามลำดับ ในขณะที่ถ้าไฟโบรอินที่โมเลกุลมีการจัดเรียงตัวกันดีจะมีสภาพความเป็นผลึกสูง ซึ่งจะเรียกโครงสร้างโปรตีนทุกชนิด ของไฟโบรอินแบบนี้ว่าโครงสร้างแบบ Silk II (β -sheet) ซึ่งจะแสดงตำแหน่งพีกที่ประมาณ 1627 cm⁻¹ (amide I, C=O stretching) ที่ 1522 cm⁻¹ (amide II, N-H bending vibration) และที่ 1234 cm⁻¹ (amide III, C-N stretching) ตามลั (Chen และคณะ, 2001)

2.7.3 การศึกษาสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การศึกษาสัณฐานวิทยาของพื้นผิววัสดุชิ้นงานในระดับไมโคร-นาโนเมตร ในปัจจุบันจะนิยมใช้เทคนิคการโฟกัสลำอิเล็กตรอนกราดลงบนชิ้นงาน สัญญาณที่เกิดขึ้นจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนที่ตกกระทบกับผิวชิ้นงานจะถูกลำเลียงผ่านระบบตรวจวัดอิเล็กตรอนิกส์ปรากฏบนจอภาพคล้ายกับที่เห็นทางจอโทรทัศน์ กล้องจุลทรรศน์ที่ทำงานในลักษณะนี้เรียกว่า “กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)” สัญญาณที่ใช้ในการสร้างภาพมีหลายชนิด เช่น อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) อิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (backscattered electron) หรือ รังสีเอกซ์ (X-ray) เป็นต้น ทำให้เทคนิคสามารถใช้ในการศึกษา สัณฐานวิทยาของชิ้นงาน สภาพผิวของชิ้นงาน จุดบกพร่องบริเวณใกล้ผิวชิ้นงาน และหากมีตัวตรวจรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (characteristics X-ray) ก็สามารถวิเคราะห์สารประกอบเคมีในระดับจุลภาควิเคราะห์ได้

ลักษณะการทำงานของกล้องอย่างคร่าว ๆ และส่วนประกอบของเครื่อง SEM นี้แสดงได้ดังรูปที่ 2.7



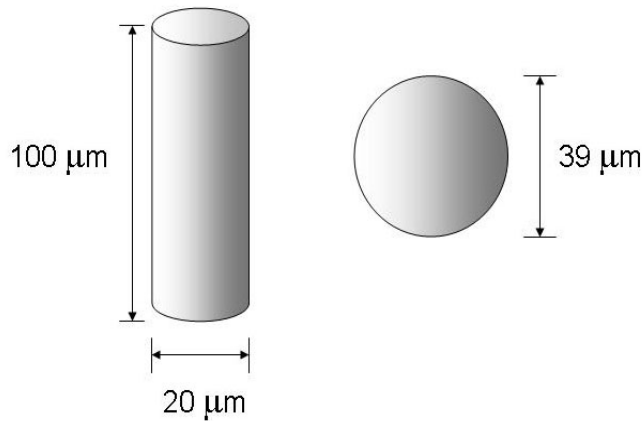
รูปที่ 2.7 แสดงส่วนประกอบของเครื่องจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ที่มา : (<http://www.purdue.edu/REM/rs/graphics/sem2.gif>)

2.7.4 การศึกษาการกระจายของขนาดอนุภาคโดยเลเซอร์ ดิฟแฟรคชัน (Laser Diffraction)

ขนาดของอนุภาคเป็นสมบัติที่สำคัญอย่างหนึ่งที่จะนำมาใช้ในการพิจารณาเพื่อเลือกนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างเหมาะสม ซึ่งการวัดขนาดของอนุภาคสามารถทำได้หลายวิธีนี้ขึ้นกับวิธีหรือเครื่องมือที่ใช้ในการวัดลักษณะของการวัดขนาดอนุภาคจะต้องพิจารณาจากรูปร่างของอนุภาคที่อนุภาคที่มีอยู่ในธรรมชาติส่วนใหญ่จะมีรูปร่างไม่แน่นอนในลักษณะที่วัดขนาดอนุภาคสามารถวัดได้

หลายวิธี โดยวิธีที่นิยมในการหาขนาดอนุภาคที่มีลักษณะทรงกลมคือ การวัดความยาวของเส้นผ่านศูนย์กลางของทรงกลม แต่ในกรณีของอนุภาคที่มีรูปร่างไม่แน่นอน (non-spherical shape) ขนาดของอนุภาคจะสามารถหาได้โดยเทียบปริมาตรหรือพื้นที่ผิวของอนุภาคที่มีรูปร่างไม่แน่นอนให้สมมูลย์เทียบกับทรงกลมจึงทำให้เกิดทฤษฎีที่เรียกว่า equivalent spherical theory ดังแสดงในตัวอย่างต่อไปนี้



คำนวณเปรียบเทียบฐานปริมาตร

$$\text{ปริมาตรทรงกระบอก} = \pi r^2 h = 10000\pi (\mu\text{m}^3) \quad (2.2)$$

$$\text{ปริมาตรรูปทรงกลม} = \frac{4}{3}\pi x^3 \quad (2.3)$$

ดังนั้น

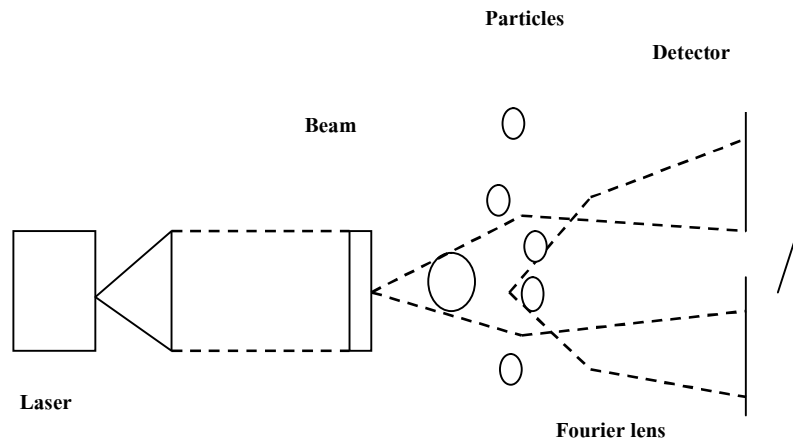
$$x = \sqrt[3]{\frac{3V}{4\pi}} = 0.62 \sqrt[3]{V}$$

$$x = \sqrt[3]{\frac{30000\pi}{4\pi}} = \sqrt[3]{7500} = 19.5 \mu\text{m}$$

$$D_2 = 39.1 \mu\text{m}$$

จากตัวอย่างการคำนวณที่ได้แสดงข้างต้นนี้เห็นได้ว่าอนุภาคที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20 μm และความสูง 100 μm สามารถเทียบเท่ากับอนุภาคที่มีรูปร่างทรงกลมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 39.1 μm

การหาขนาดอนุภาคโดยใช้การเลี้ยวเบนแสงเลเซอร์ เป็นเทคนิคที่วัดการเลี้ยวเบนของแสง เมื่อแสงเลเซอร์ชนอนุภาค ซึ่งส่วนประกอบของเครื่องแสดงได้อย่างคร่าว ๆ ดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 แสดงส่วนประกอบของเครื่องวัดขนาดอนุภาคแบบเลี้ยวเบนแสงเลเซอร์

ทฤษฎีที่นำมาใช้กับเครื่องนี้ มี 2 ทฤษฎี คือ Fraunhofer และ Mie ซึ่งทั้ง 2 ทฤษฎีมีข้อแตกต่างกัน คือ ทฤษฎี Fraunhofer ซึ่งกล่าวว่า อนุภาคจะมีลักษณะทึบแสง เมื่อแสงตกกระทบจะเกิดการเลี้ยวเบนรอบ ๆ อนุภาค และจะใช้วัดตัวอย่างที่ไม่ทราบค่าดัชนีการหักเหของสารตัวอย่างและทฤษฎี Mie ที่กล่าวว่า อนุภาคจะมีลักษณะไม่ทึบแสงทั้งหมด และแสงสามารถส่องผ่านอนุภาคได้ไม่เท่ากัน ดังนั้นเมื่อจะวัดสารตัวอย่างจะต้องทราบค่าดัชนีการหักเหของสารตัวอย่างนั้น

เทคนิคการวัดขนาดอนุภาคจากการเลี้ยวเบนของแสงเลเซอร์นี้สามารถวัดขนาดอนุภาคได้ตั้งแต่ 0.05-900 μm ในการหาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคสามารถทำได้หลายวิธีขึ้นกับฐานการคำนวณ เช่น วิธี Number Mean หรือ $D[1,0]$ จะใช้หาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคโดยเทคนิคการใช้กล้องจุลทรรศน์ (Microscopy) วิธี Number Surface Mean หรือ $D[2,0]$ จะใช้หาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคโดยเทคนิค Image analysis วิธี Number Volume Mean หรือ $D[3,0]$ จะใช้หาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคโดยเทคนิค Electrozone sensing และวิธี Volume Mean Diameter หรือ $D[4,3]$ จะใช้หาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคโดยเทคนิค Laser Diffraction เป็นต้น ในการหาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคโดยวิธี $D[4,3]$ สามารถหาได้โดย

$$D[4,3] = \frac{\sum d^4}{\sum d^3} \quad (2.4)$$

เมื่อ d^4 คือ อนุภาคโดยปริมาตร และ d^3 คือ อนุภาคโดยปริมาตร

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Altman และคณะ (2003) ได้รายงานถึงการใช้ไหม (Silk) เป็นวัสดุทางชีวภาพว่า ในเส้นไหมซึ่งประกอบด้วยเส้นใยไฟโบรอินเป็นองค์ประกอบหลัก เมื่อทำการกำจัดสารเคมีในไหม (ออกซิเจน) ออกไปแล้ว สามารถนำไปใช้ในการผลิตเป็นวัสดุทางชีวภาพที่สามารถเข้ากันได้กับชีวิตได้ดี ซึ่งรวมถึงการเข้ากันได้กับมนุษย์ด้วย โดยสามารถใช้เป็นวัสดุทางชีวภาพได้ดีพอ ๆ กับวัสดุทางชีวภาพอื่น ๆ เช่น พอลิแลคติก แอซิด และ คอลลาเจน เป็นต้น ซึ่งไหมไฟโบรอินนี้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านวัสดุชีวภาพได้หลายลักษณะเช่น การนำไปใช้เป็นวัสดุเพาะกระดูก หรือ ใช้เป็นวัสดุในอวัยวะหัวใจ หรือ อื่น ๆ ได้ เป็นต้น

สถาบันวิจัยหม่อนไหมแห่งชาติเฉลิมพระเกียรติฯ (2548) ได้ศึกษาวิจัยการนำรังไหมมาผลิตไหมเส้นเล็ก ๆ ใช้จากการผลิตเส้นไหมมาแปรรูปเป็นผงไหมชนิดละลายน้ำและไม่ละลายน้ำ จากส่วนของไฟโบรอินและเซรีซิน เพื่อใช้ในการใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรม จากผลงานวิจัยที่ดำเนินการปี 2540-2544 ซึ่งเป็นการวิจัยภายในห้องปฏิบัติการที่ใช้เครื่องมือและอุปกรณ์ที่มีโดยทดลองกับไหมพันธุ์ไทย พันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 และไหมป่าอี ด้วยวิธีง่าย ๆ และผลิตผงไหมได้ 2 ชนิด คือ Silk peptide ซึ่งเป็นผงไหมที่ละลายน้ำได้ ผลิตจากส่วนของไฟโบรอิน ด้วยการดัดแปลงวิธีการเตรียมของ Tsubouchi (1997) โดยที่ ละลายด้วยเกลือ อแคลเซียมคลอไรด์ ทำการไดอะไลซิสในเซลล์ โลสมเมเบรอนเพื่อล้างเกลือ ออกให้หมดจนได้ สารละลายไฟโบรอินไปทำ ให้แห้งแบบเยือกแข็งก่อนบดให้ละเอียดเป็นผงไหม นอกจากนั้นสถาบันวิจัยหม่อนไหมได้ร่วมกับสำนักงานพลังงานปรมาณู เพื่อสันติ เพื่อศึกษาวิธีการผลิตผงไหมด้วยรังสีแกมมาในปริมาณสูง พบว่ามีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของสีของรังไหม และมีผลทำให้ความเหนียวลดลง เส้นไหมเปื่อยยุ่ยทำให้บดละเอียดได้ง่ายขึ้นอีกชนิดหนึ่งที่ผลิตได้คือ ผงไหมไฟโบรอินชนิดที่ไม่ละลายน้ำโดยใช้วิธีการบดด้วยเครื่องไมโครโฮโมจิไนส์เซอร์ (micro-homogenizer) จากนั้นร่อนด้วยตะแกรงขนาด 80-200 mesh แล้วนำไปหมუნเหวี่ยงให้ตกตะกอน จากนั้นจึงนำไปทำให้แห้งเป็นผงไหมที่เหมาะสมนำไปผลิตเป็นเครื่องสำอาง ผลิตภัณฑ์ประเภท มอยเจอร์ไรเซอร์ (moisturizer) หรือ ป้องกันแสงแดด (UV protection) เป็นต้น

ชิดชัย และพิลาณี (2549) ได้ศึกษากระบวนการผลิตผงไหมชนิดละลายน้ำจากไหมพันธุ์นางน้อยศรีสะเกษ-1 โดยการละลายในสารละลายผสมของแมกนีเซียมคลอไรด์ ($MgCl_2$) น้ำและเอทานอลที่อุณหภูมิ $100^{\circ}C$ จากนั้นนำสารละลายไหมที่ได้ไปทำการไดอะไลซิสในน้ำเป็นเวลา 2 วัน เพื่อขจัดไอออนของเกลือ และนำสารละลายไหมที่ได้ไปหมუნเหวี่ยงที่ 8,000 rpm เป็นเวลา 15 นาที เพื่อขจัดน้ำออก จากนั้นนำสารละลายไหมบริสุทธิ์ไปให้แห้งโดยการแช่แข็งสุญญากาศและบดให้ละเอียด จะได้ผงไหมชนิดละลายได้ในน้ำสีเหลืองนวล การวิเคราะห์สมบัติทางเคมี พบว่าผงไหมจากห้องปฏิบัติการมีลักษณะปรากฏและรูปแบบของกรดอะมิโนกรดอะมิโนใกล้เคียงกับผงไหมทางการค้า อย่างไรก็ตามผงไหมจากห้องปฏิบัติการมีปริมาณไนโตรเจนทั้งหมดที่สูงกว่า ในขณะที่มีปริมาณความชื้นและเถ้าต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับผงไหม

ทางการ□าและมีขนาดโมเลกุลประมาณ 40 kDa ซึ่งมีคุณสมบัติในการดูดซับและเก็บรักษาคาร์บอนซึ่งเหมาะสมสำหรับ□าไฟ□านผสมในเครื่องสำอาง

ปิยรัตน์ มุลลศรี(2549) ได้ปรับปรุงกรรมวิธีการเตรียมผงไฟโบรอินจากเศษไหม ที่มีความสามารถในการละลายน้ำดี มีความบริสุทธิ์สูง และสามารถนำไปใช้งานได้อย่างสะดวก โดยใช้สารละลายผสมระหว่างแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) น้ำ และเอทานอล ในอัตราส่วนที่เหมาะสม การทำละลายเศษไหมที่สภาวะที่เหมาะสมนั้นใช้เวลาสั้น และทำได้ง่าย ภายหลังการกำจัดเกลือด้วยวิธีการไดอะไลซิสแล้วสารละลายไฟโบรอินที่ได้มีความคงตัวดีสามารถนำไปใช้ในการเตรียมวัสดุทางชีวภาพได้ สำหรับผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยกรรมวิธีการเตรียมผงไฟโบรอินจากเศษไหมนี้ ทำได้โดยการทำให้แห้งแบบเยือกแห้งจากการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่า มีลักษณะเป็นแผ่นขนาดไมโครเมตร (ประมาณ 200 μm)

Yeo และคณะ (2003) ได้เตรียมอนุภาคไฟโบรอินระดับไมโครเมตร ที่มีความบริสุทธิ์โดยการ ใช้ Sephadex G-25 เป็นวัสดุคัดกรอง ภายหลังจากการทำละลายไหมที่ผ่านการลอกด้วยสารละลายผสมระหว่างแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) น้ำ และเอทานอลแล้ว ที่อุณหภูมิ 95 °C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง สารละลายไฟโบรอินที่ได้จะนำไปกำจัดเกลือออกโดยวิธีไดอะไลซิส จากนั้นจึงทำให้แห้งด้วยการทำแห้งแบบเยือกแห้ง ทำให้ได้สารละลายไฟโบรอินที่มีความบริสุทธิ์ขึ้น ทำได้โดยการทำละลายผงไฟโบรอินข้างต้นอีกครั้งด้วยสารละลายแคลเซียมคลอไรด์ 5% จากนั้นนำไปแยกเกลือออกจากสารละลายออกโดยนํ้าไปใส่ Sephadex G-25 ส่วนของสารละลายไฟโบรอินบริสุทธิ์จะแยกออกมาได้โดยควบคุมการวัดค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายเตรียมอนุภาคไฟโบรอินระดับไมครอนที่ไม่ละลายน้ำนี้ จะทำโดยวิธีการทำให้แห้งแบบพ่นกระจายผ่านลมร้อน จากการตรวจวัดสมบัติพบว่า มีลักษณะเป็นก้อนกลม มีขนาด $2 \pm 10 \mu\text{m}$ อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้นี้มีความสามารถในการพองตัวในน้ำได้เพิ่มขึ้นเมื่อพีเอชของสารละลายเพิ่มขึ้นที่เวลาสังเกต 10 ชั่วโมง โครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้นี้เป็นแบบเบต้าชีต (β -sheet) โดยมีน้ำหนักโมเลกุลของโปรตีนไฟโบรอินเท่ากับ $61,500 \text{ g.mol}^{-1}$ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค GPC (gel permeation chromatography) ซึ่งจากคุณสมบัติดังกล่าวมานี้อนุภาคไฟโบรอินระดับไมครอนนี้สามารถใช้สำหรับเป็นวัสดุทางชีวภาพได้ อาทิเช่น วัสดุทางผิวหนัง และวัสดุสำหรับตรึงอนุภาคของเซลล์ เป็นต้น

Li และคณะ (2005) ได้เตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดนาโนเมตรจากเส้นไหมโดยใช้เครื่องที่มีได้ออกแบบและเทคนิคพิเศษ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope หรือ SEM) แสดงให้เห็นถึงขนาดของอนุภาคไหมที่ผลิตได้จากเส้นไหมซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 μm โดยจะมีขนาดลดลงจากระดับไมโครเมตรไปยังระดับนาโนเมตรภายหลังจากการดำเนินการด้วยขั้นตอนของกระบวนการพัลเวอร์ไรเซชัน (Pulverization) โดยขนาดของอนุภาคได้ถูกตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคโดยแสงเลเซอร์ (laser particle size analyzer) การวิเคราะห์ด้วยวิธีฟูริเยร์ ทรานสมิSSION อินฟราเรด (Fourier transmission infrared) แสดงว่า

ไม่มีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีของไหมหลังจากกระบวนการฟัลเวอร์ไรเซชัน ผงไหม
 ภายหลังจากการทำ ฟัลเวอร์ไรเซชันในขั้นตอนที่สองและสามจะมีความแตกต่างเล็กน้อยจากเส้นไหม
 และอนุภาคภายหลังจากการทำ ฟัลเวอร์ไรเซชันในขั้นตอนแรก โดยจะมีปริมาณของอะลิฟาติกเอมีนปฐม
 ภูมิมากกว่า อีกโครงสร้างทุติยภูมิของเอไมด์จะพบในเส้นไหมและผงไหมภายหลังจากการทำ ฟัล
 เวอร์ไรเซชันในขั้นตอนแรกและในขั้นตอนที่สอง แต่จะไม่พบในผงไหมภายหลังจากการทำ ฟัลเวอร์
 ไรเซชันในขั้นตอนที่สาม อีกทั้งผงไหมภายหลังจากการทำ ฟัลเวอร์ไรเซชันในขั้นตอนที่สามจะมีจํานวน
 ของหมู่ $C(CH_3)_3$ มากกว่าเส้นไหมและผงไหมภายหลังจากการทำ ฟัลเวอร์ไรเซชันในขั้นตอนแรกและ
 ขั้นตอนที่สอง การวิเคราะห์ด้วยเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟกชัน (X-ray diffraction) แสดงว่าสภาพความเป็นผลึก
 ของผงไหมได้ลดลงเมื่อขนาดของอนุภาคลดลงโดยเฉพาะในระดับนาโนเมตร

Cho และคณะ (2003) ได้เตรียมอนุภาคเซรีซินขนาดนาโนเมตรโดยการทำ ปฏิกิริยากับพอลิเอ
 ทิลีนไกลคอล (Poly ethylene glycol หรือ PEG) จากการศึกษาด้วยการวิเคราะห์ปริมาณของกรดอะมิโน
 และโปรตรอน-เอ็นเอ็มอาร์ สเปกโตรสโกปี (1H -NMR spectroscopy) แสดงให้ทราบว่าส่วนที่เป็นกลุ่มไฮ
 ดรอกซิลของทั้งอะลิฟาติก (Aliphatic) และอะโรมาติก (Aromatic) ของกรดอะมิโนเซรีน (Ser) และไท
 โรซีน (Try) จะเป็นส่วนที่เกิดปฏิกิริยาของเซรีซิน จากการวิเคราะห์ด้วย อินฟราเรด (Infrared หรือ IR)
 และ เซอร์คิวลาร์ ไดโครออิซึม (Circular dichroism หรือ CD) แสดงให้ทราบว่า PEG จะเหนี่ยวนำให้เซ
 รีซินมีโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ เปลี่ยนจากแบบเร็นดอมคอยล์ (random coil) ไปเป็นแบบเบต้า-ชีต (β -
 sheet) ซึ่งจากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของเซรีซิน-PEG ด้วยการวัดการกระเจิงแสงแบบไดนามิกส์
 (Dynamic light scattering) พบว่ามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคอยู่ ระหว่าง 200-400 nm และ
 ลักษณะรูปร่างของอนุภาคเซรีซิน-PEG ที่ถูกตรวจพบโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน
 (Transmission electron microscope) แสดงให้เห็นว่าอนุภาคนาโนที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นแบบ
 ทรงกลม

Xia (2003) ได้กล่าวถึงการสังเคราะห์อนุภาคเซลีเนียม (Selenium) ขนาดนาโนเมตรโดยการรีดิวซ์
 สารละลายกรดเซลีเนียส (Selenious acid) ด้วยกรดแอสคอร์บิกในสารละลายฟิโบริน จากการ ศึกษา
 พบว่าอนุภาทรงกลมของเซลีเนียมคอลลอยด์ที่เตรียมได้มีการกระจายตัวเชิงเดี่ยว (Monodispersed) และ
 มีความเสถียรอย่างดีในสารละลายฟิโบริน โดยอนุภาคอลลอยด์ขนาดนาโนเมตรของเซลีเนียมจะถูก
 ห่อหุ้มแบบ อิน-ซิตู (*in situ*) ด้วยโมเลกุลของฟิโบริน จากการศึกษาอนุภาคนาโนที่เตรียมได้
 ด้วยอะตอมมิกฟอซซัสไมโครสโกปี (Atomic force microscopy) พบว่าอนุภาคเซลีเนียมที่ห่อหุ้มด้วย
 ฟิโบรินจะมีขนาดน้อยกว่า $1 \mu m$ และจากการศึกษาด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟกชัน (X-ray
 diffraction technique) แสดงให้ทราบว่าอนุภาคอลลอยด์ของเซลีเนียมที่ถูกห่อหุ้มด้วยฟิโบรินมี
 โครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน (amorphous) นอกจากนั้นยังพบว่า สารละลายคอลลอยด์ขนาดนาโนเมตร
 ของเซลีเนียมในฟิโบรินนี้นั้นมีสีแดงและอนุภาคสามารถกระจายตัวได้ดีเมื่อเวลาผ่านไปหลายเดี
 อน ดังนั้นผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้นี้จะสามารถนำไปใช้เป็นวัสดุทางยาและอาหารได้

Zhou และคณะ (2001) ได้รายงานถึงการเตรียมอนุภาคผสมผสานขนาดนาโนเมตร ระหว่างคอลลอยด์ของทองคำ กับไฟโบรอินโดยใช้เทคนิค อิน-ซิตู-รีดอกซ์ (*in-situ-redox*) ที่อุณหภูมิห้องนี้ เนื่องจากหมู่ 'ของไฟโบรอินซึ่งเป็นกรดอะมิโนหนึ่งในสายโซ่โปรตีนของไฟโบรอินจะมีคุณสมบัติในการเป็นตัวให้อิเล็กตรอนได้ดีจึงสามารถเกิดการรีดิวซ์ไอออนของ Au^{+3} ใน AuCl_4^{-1} ได้เป็น Au คอลลอยด์ที่จับอยู่ กับโมเลกุลของไฟโบรอินที่มีความสัมพันธ์ของอนุภาคคอลลอยด์และมีการกระจายตัวอยู่ เป็นได้อย่างดีโดยโมเลกุลของไฟโบรอิน ที่ถูก ออกซิไดส์จะเกาะอยู่ ล้อมรอบอนุภาคขนาดนาโนของทองคำ อย่างสัมพันธ์ สมอ ซึ่งจะได้อนุภาคคอลลอยด์ที่มีขนาดเฉลี่ยประมาณ 45 nm โดยอนุภาคผสมผสานขนาดนาโนเมตร ระหว่างคอลลอยด์ของทองคำ กับไฟโบรอินที่เตรียมโดยใช้เทคนิค อิน-ซิตู-รีดอกซ์ ที่อุณหภูมิห้องนี้ มีข้อดีที่สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในงานทางด้านเทคโนโลยีทางชีวภาพได้

บทที่ 3
วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

3.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์	รุ่น	บริษัทผู้ผลิต
ยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS spectrophotometer)	UV-1700	Simadzu, Japan
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)	JSM-6335F	JEOL, Japan
เครื่องทำแห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze dryers)	Flexi-Dry™ MP	FTS System, USA
เตาอบ (Hot air oven)	UM500	Memmert, Germany
เครื่องให้ความร้อนและหมุนเวียน (Hotplate & Stirrer)	4658	Cole-Parmer, USA
เครื่องปั่นบดสาร (Blender)	P1000	Haminton, Italy
เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (Particle size analyzer)	WB22	Malvern, England
ฟลูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโทรโฟโตมิเตอร์ FT-IR	Tensor 27	Bruker, Germany
เครื่องบดสารแบบบอลมิลล์ (Ball-mill machine)	Home made	Thaiarsaco Thailand

3.1.2 สารเคมี

ในการวิจัยนี้ สารเคมีที่ใช้ในการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมี	สูตรเคมี	MW (g/mol)	เกรด	บริษัทผู้ผลิต
แคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรต (Calcium chloride dihydrate)	$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	147.01	AR	Fluka, Switzerland
อะซิโตน (Acetone)	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$	58.08	AR	Fisher, USA
อะซิโตรไนไตร์ (Acetonitide)	$\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$	41.05	AR	Sigma, USA
โพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium bromide)	KBr	119.01	AR	Sigma, USA
โซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride)	NaCl	58.443	AR	Carlo Erba, Italy
โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate)	Na_2CO_3	105.99	lab	Sigma, USA
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide)	NaOH	40.00	Lab	Carlo Erba, Italy
เอทานอล (Ethanol)	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	46.07	AR	Fisher, USA
ไอโซบิวทานอล (Isobutanol)	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{OH}$	74.12	AR	Fluka, Germany
กรดไฮโดรคลอริก 37% (v/v) (Hydrochloric acid)	HCl	36.46	AR	Merck, Germany
เซเลเนียส แอซิก (Selenious acid)	H_2SeO_3	128.97	AR	Fluka, Germany
ดีฟิฟิเอซ (2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl)	$\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_5\text{O}_6$	394.32	AR	Aldrich, USA
กรดแอสคอร์บิก (Ascorbic acid)	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}$	176.13	AR	Carlo Erba, Italy

3.2 การเตรียมวัสดุไหมและสารละลาย

3.2.1 การเตรียมวัสดุไหม

ในการวิจัยครั้งนี้ได้ศึกษาการเตรียมผงไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโคร-นาโนเมตร จากปุยไหม โดยปุยไหมที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นวัสดุที่เหลือทิ้งจากกระบวนการผลิตเส้นไหมของบริษัทจุลไหมไทย จำกัด จังหวัดเพชรบูรณ์ ซึ่งปุยไหมที่ใช้นี้คือส่วนที่ทางโรงงานได้มีการดึงออกมาจากรังไหม ก่อนการนำไปเข้าสู่กระบวนการสาวไหม โดยลักษณะของปุยไหมดังกล่าวแสดงได้ดังรูปที่ 3.1 ในการเตรียมวัสดุปุยไหมก่อนทำการศึกษาวิจัย จะต้องทำการคัดแยกสิ่งสกปรกที่ติดอยู่ในปุยไหมออกก่อน จากนั้นจึงนำไปกำจัดสารเคมีที่เกาะอยู่บนเส้นไหมออกโดยนำไปต้มในสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความเข้มข้น 0.05 % ที่อุณหภูมิประมาณ 100°C นาน 30 นาที จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำกลั่น และนำไปต้มในสารละลาย Na_2CO_3 ที่ความเข้มข้นและที่สภาวะเดียวกันอีก 2 ครั้ง ภายหลังการล้างด้วยน้ำกลั่นจะได้เส้นใยไฟโบรอินที่บริสุทธิ์ขึ้น



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.1 ลักษณะของ (ก) รังไหม และ (ข) ปุยไหม

3.2.2 การเตรียมสารละลาย

3.2.2.1 สารละลาย 0.05% Na_2CO_3

ชั่ง Na_2CO_3 0.5 g ละลายด้วยน้ำกลั่น ถ่ายลงไขววดปริมาตรขนาด 1000 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.2.2.2 สารละลายเอทานอลความเข้มข้น 75%

ดวงสารละลายเอทานอลเข้มข้น 99 % มา 758 ml ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 1000 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.2.2.3 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 5-20 %

ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์หนัก 5, 10, 15 และ 20 g จากนั้นนำไปละลายด้วยน้ำกลั่นในขวดปริมาตรขนาด 100 ml จำนวน 4 ขวด ตามลำดับ แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นในขวดปริมาตรแต่ละขวดจนถึงขีดปริมาตร

3.2.2.4 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 5-20 %

ปิเปตกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (37%) ปริมาตร 13.5, 27.1, 40.5 และ 54.1 ml ลงในขวดปริมาตรขนาด 100 ml ที่บรรจุน้ำกลั่นไว้บางส่วนแล้วจำนวน 4 ขวด ตามลำดับ แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร ภายหลังการเขย่าให้เข้ากันจะได้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 5, 10, 15, และ 20 % ตามลำดับ

3.2.2.5 สารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว

ตวงน้ำกลั่นปริมาตร 100 ml เทใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml จากนั้นค่อย ๆ ตักโซเดียมคลอไรด์ใส่ลงไปจนบีกเกอร์ที่บรรจุน้ำกลั่นนี้้อย่างช้า ๆ พร้อมทั้งคนให้โซเดียมคลอไรด์ละลายจนหมดจากนั้นตักโซเดียมคลอไรด์ใส่ลงไปจนบีกเกอร์อีกเรื่อย ๆ จนสังเกตเห็นว่าโซเดียมคลอไรด์ไม่เกิดการละลายต่อไปได้อีก จากนั้นนำสารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่ได้ไปทำการปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบประมาณ 600 rpm นาน 5 นาที แล้วจึงทำการแยกเอาเฉพาะสารละลายส่วนบนออกมาเพื่อใช้ในการทดลองต่อไป โดยสารละลายที่แยกได้เป็นสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัวที่อุณหภูมิห้อง

3.2.2.6 สารละลายเซลเลนิสความเข้มข้น 0.01 M

ชั่งกรดเซลเลนิส 0.3224 g นำไปละลายด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 200 ml จากนั้นทำการถ่ายลงในขวดปริมาตรขนาด 250 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.2.2.7 สารละลายกรดแอสโตรบิกความเข้มข้น 0.01 M

ชั่งกรดแอสโตรบิกหนัก 0.4403 g นำไปละลายด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 200 ml จากนั้นทำการถ่ายลงในขวดปริมาตรขนาด 250 ml แล้วปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

3.2.2.8 สารละลายผสมระหว่างแคลเซียมคลอไรด์ : น้ำ : เอทานอล (อัตราส่วน 1:8:2)

เทเอทานอลเข้มข้นปริมาตร 92 ml ลงไปในบีกเกอร์ขนาด 500 ml ซึ่งบรรจุน้ำกลั่นอยู่ปริมาตร 144 ml โดยกวนสารละลายผสมอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นชั่งแคลเซียมคลอไรด์ไดไฮเดรตหนัก 147 g และนำไปละลายในสารละลายผสมดังกล่าวจนหมด แล้วทำการกวนให้เข้ากัน

3.2.2.9 สารละลายไฟโบรอิน

ชั่งเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการลอกกาแล้วหนัก 10 g นำไปละลายในสารละลายผสมระหว่าง CaCl_2 : H_2O : $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ (อัตราส่วน 1: 8: 2) ปริมาตร 100 ml ที่อุณหภูมิประมาณ $100 \pm 10^\circ\text{C}$ นาน 3 ชั่วโมง หลังจากการทิ้งไว้ให้สารละลายเย็นแล้วทำการกรองสารละลายไฟโบรอินเพื่อคัดแยกเอาสิ่งสกปรกออก แล้วนำไปกำจัดตัวทำละลายเกลือออกไปโดยการทำไดอะไลซิสด้วยน้ำกลั่นนาน 3 วัน จะได้สารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้นประมาณ 3% w/v โดยสารละลายไฟโบรอินนี้สามารถเก็บไว้ใช้ได้นานโดยการแช่แข็งไว้ในตู้เย็น

3.2.2.10 ผงไฟโบรอินชนิดที่ละลายน้ำได้

นำสารละลายไฟโบรอินปริมาตร 100 ml ไปแช่แข็งที่อุณหภูมิ -10°C จากนั้นนำมาทำให้แห้งเป็นผงด้วยเครื่องทำแห้งแบบเยือกแข็ง

3.3 การเตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตร

3.3.1 การเตรียมโดยวิธีการทางกายภาพ

เนื่องจากเส้นใยไฟโบรอินเป็นเส้นใยที่มีความแข็งแรงและคงทนต่อตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ ได้ดี ดังนั้นการที่จะลดขนาดอนุภาคโดยการใช้วิธีทางกายภาพหรือการบดเส้นใยไฟโบรอินเพียงอย่างเดียวจึงทำได้ยาก ทั้งนี้อาจทำได้โดยการใช้เครื่องมือที่มีสมรรถนะสูงในการบดเพื่อลดขนาดอนุภาค ซึ่งก็จะมีราคาที่สูงตามไปด้วย ดังนั้นการศึกษาเพื่อลดขนาดอนุภาคของเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการลอกกาแล้วในงานวิจัยนี้ จึงจะศึกษาการลดขนาดอนุภาคของเส้นใยไฟโบรอินโดยการใช้เครื่องมือที่มีอยู่ในห้องปฏิบัติการและสามารถทำได้สะดวก จึงทำการแบ่งการศึกษาเป็น 2 วิธีคือวิธีการลดขนาดเส้นใยไฟโบรอินโดยการปั่นด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย (Blender) ซึ่งจะต้องทำการศึกษาลดความแข็งแรงของเส้นใยไฟโบรอินก่อนโดยการใช้สารละลายกรดและเบส จากนั้นจึงจะนำเส้นใยไปปั่นลดขนาดต่อด้วยเครื่องปั่น และอีกวิธีหนึ่งของการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีทางกายภาพคือ วิธีการลดขนาดของอนุภาคไฟโบรอินโดยการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ ซึ่งรายละเอียดในการดำเนินการทดลองเป็นดังนี้

3.3.1.1 การลดขนาดอนุภาคของเส้นใยไฟโบรอินโดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่น

1. ชั่งเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการลอกกาแล้วใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 500 ml จำนวน 4 ใบ โดยแต่ละบีกเกอร์ชั่งเส้นใยไฟโบรอินหนัก 20 g จากนั้นเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 5 10 15 และ 20 % ปริมาตร 400 ml ลงในบีกเกอร์ที่บรรจุเส้นใยไฟโบรอินของบีกเกอร์ที่ 1 ถึง 4 ตามลำดับ จากนั้นแช่ทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง

2. ชั่งเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการลอกขาวแล้วใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 500 ml จำนวน 4 ใบ โดยแต่ละบีกเกอร์ชั่งเส้นใยไฟโบรอินหนัก 20 g จากนั้นเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 5 10 15 และ 20% ปริมาตร 400 ml ลงในบีกเกอร์ที่บรรจุเส้นใยไฟโบรอินของบีกเกอร์ที่ 1 ถึง 4 ตามลำดับ จากนั้นแช่ทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง

3. เมื่อครบกำหนดเวลาแล้วจึงนำเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการแช่ทิ้งไว้ในสารละลายกรดหรือเบสในแต่ละบีกเกอร์นั้นมาล้างด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง เพื่อล้างเอาสารละลายกรดหรือเบสนั้นออกจากเส้นใย

4. นำเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการบำบัดด้วยสารละลายกรดหรือเบสนั้นไปปั่นลดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องปั่นนาน 5 นาที โดยการทำกรเพิ่มน้ำกลั่นปริมาตร 500 ml ลงไปที่ละน้อยในระหว่างการลดขนาดอนุภาคโดยเครื่องปั่นด้วย

5. นำสารละลายคอลลอยด์ที่ได้จากการลดขนาดอนุภาคของเส้นใยไฟโบรอิน มาทำการระเหยน้ำออกที่อุณหภูมิประมาณ 60°C นาน 2 ชั่วโมง

6. จากนั้นทิ้งสารคอลลอยด์ไฟโบรอินให้เย็นลง และนำไปแช่แข็งในตู้เย็น 1 คืน หรือจนกระทั่งสังเกตเห็นว่าเป็นน้ำแข็งทั้งหมดแล้ว

7. นำสารคอลลอยด์ของไฟโบรอินที่ผ่านการแช่แข็งแล้วไปทำให้แห้งเป็นผงโดยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying) หรือการอบด้วยลมร้อน (Oven drying)

8. ทำการชั่งผงไฟโบรอินที่เตรียมได้ของแต่ละสถานะหนัก 5 g ไปทำการร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท แล้วนำผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงไปชั่งเพื่อหาน้ำหนัก จากนั้นจึงทำการคำนวณเพื่อหาเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท (mesh)

9. จากข้อมูลที่ได้สถานะที่ทำให้มีเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท มากที่สุด จะใช้เป็นสถานะที่เหมาะสมในการลดขนาดอนุภาคของเส้นใยไฟโบรอินในขั้นตอนนี้

3.3.1.2 การลดขนาดอนุภาคไฟโบรอินด้วยการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์

1. ชั่งผงไฟโบรอินที่ถูกเตรียมได้ในขั้นตอน 3.3.1.1 ที่สถานะที่เหมาะสมของการใช้สารละลายเบสในการลดความแข็งแรงของเส้นใยไฟโบรอินหนัก 100 g ใส่ลงไปในโถบดสำหรับเครื่องลดขนาดอนุภาคแบบบอลมิลล์ จากนั้นใส่ลูกบอลเซรามิกส์สำหรับใช้บดลงในโถบดด้วย แล้วทำการปิดฝาให้เรียบร้อย โดยอุปกรณ์และเครื่องบอลมิลล์ที่ใช้ในการทดลองแสดงได้ดังรูปที่ 3.2

2. เปิดเครื่องบอลมิลล์เพื่อให้ทำงานและทิ้งไว้ในเกิดการบดเพื่อลดขนาดอนุภาคของผงไฟโบรอินนาน 48 ชั่วโมง

3. ทำการเก็บตัวอย่างของผงไหม้ที่ผ่านการบดด้วยเครื่องบอลมิลล์ทุก ๆ 6 ชั่วโมง จนครบ 48 ชั่วโมง

4. นำตัวอย่างผงไฟโบรอินที่ได้จากการบดเพื่อลดขนาดอนุภาคที่เวลาต่าง ๆ ไปทำการร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท เพื่อหาปริมาณของผงไฟโบรอินที่สามารถลอดผ่านตะแกรงขนาด 100 เมทได้ เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์นี้ จากนั้นจึงนำอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้ไปทำการตรวจวิเคราะห์สมบัติอื่น ๆ ต่อไป



รูปที่ 3.2 แสดงอุปกรณ์และเครื่องลดขนาดอนุภาคแบบบอลมิลล์

3.3.2 การเตรียมโดยวิธีการทางเคมี

การเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีการทางเคมีนี้ เป็นวิธีการที่จะทำโดยใช้ไฟโบรอินในรูปของสารละลายไฟโบรอิน ซึ่งทำโดยการละลายเส้นใยไฟโบรอินโดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง แคลเซียมคลอไรด์ น้ำ และเอทานอล (อัตราส่วน 1:8:2) จากนั้นจึงทำการไดอะไลซิสเพื่อกำจัดตัวทำละลายเหล่านี้ออกไป จะได้สารละลายไฟโบรอินที่จะนำมาใช้ในการศึกษานี้ โดยวิธีการดังกล่าวได้แสดงไว้ในหัวข้อ 3.2.2.9 ซึ่งสำหรับการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตรโดยวิธีการทางเคมีนี้จะทำใน 2 แบบ คือ การตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ และการใช้สารก่ออนุภาคดังนี้

3.3.2.1 การตกตะกอนสารละลายไฟโบรอินในตัวทำละลายอินทรีย์บางชนิด

ในการศึกษาการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตรโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์นี้ได้ทำการเตรียมสารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอินโดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์คือ สารละลายเอทานอล อะซิโตน อะซิโตรไนไคร์ และไอโซบิวทานอล โดยทำการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ เป็นดังนี้คือ

1) การตกตะกอนในสารละลายเอทานอล

1. ปิเปตสารละลายเอทานอลเข้มข้น 80 % ปริมาตร 30 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml พร้อมทั้งทำการกวนสารละลายนี้ด้วยเครื่องกวนสารละลาย
2. ทำการปิเปตสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้น 3% เติมลงไปอย่างรวดเร็ว จนมีความเข้มข้นของไฟโบรอินในสารละลายผสม 70 % v/v
3. กวนสารละลายผสมต่อที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลานาน 10 นาที จากนั้นจึงอัลตราโซนิกด้วยเครื่องซูปเปอร์โซนิก (Supersonic) นาน 4 นาที จะได้สารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอิน
4. นำสารละลายคอลลอยด์ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 5000 rpm นาน 10 นาที และแยกส่วนที่เป็นสารละลายด้านบนออกไป
5. ทำการเติมน้ำกลั่น 10 ml แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสารละลายนาน 1 นาที และนำสารละลายไปอัลตราโซนิกด้วยเครื่องซูปเปอร์โซนิก (Supersonic) นาน 4 นาที
6. ทำซ้ำข้อ 4 และ 5 อีก 1 ครั้ง จากนั้นจึงเทสารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอินที่เตรียมได้ลงในภาชนะแล้วนำไปทำให้แห้งด้วยเครื่องอบแบบลมร้อน

2) การตกตะกอนในตัวทำละลายอะซิโตน

1. ปิเปตตัวทำละลายอะซิโตน ปริมาตร 30 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml พร้อมทั้งทำการกวนสารละลายนี้ด้วยเครื่องกวนสารละลาย
2. ทำการปิเปตสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้น 3% เติมลงไปอย่างรวดเร็ว จนมีความเข้มข้นของไฟโบรอินในสารละลายผสม 70 % v/v
3. กวนสารละลายผสมต่อที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลานาน 10 นาที จากนั้นจึงอัลตราโซนิกด้วยเครื่องซูปเปอร์โซนิก (Supersonic) นาน 4 นาที จะได้สารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอิน
4. นำสารละลายคอลลอยด์ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 5000 rpm นาน 10 นาที และแยกส่วนที่เป็นสารละลายด้านบนออกไป
5. ทำการเติมน้ำกลั่น 10 ml แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสารละลายนาน 1 นาที และนำสารละลายไปอัลตราโซนิกด้วยเครื่องซูปเปอร์โซนิก (Supersonic) นาน 4 นาที
6. ทำซ้ำข้อ 4 และ 5 อีก 1 ครั้ง จากนั้นจึงเทสารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอินที่เตรียมได้ลงในภาชนะแล้วนำไปทำให้แห้งด้วยเครื่องอบแบบลมร้อน

3) การตกตะกอนในตัวทำละลายอะซิโตรไนล์

1. ปิเปตตัวทำละลายอะซิโตรไนล์ ปริมาตร 30 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml พร้อมทั้งทำการกวนสารละลายนี้ด้วยเครื่องกวนสารละลาย

2. ทำการปิเปตสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้น 3% เดิมลงไปอย่างรวดเร็วจนมีความเข้มข้นของไฟโบรอินในสารละลายผสม 70 % v/v
3. กวนสารละลายผสมต่อที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลานาน 10 นาที จากนั้นจึงอัลตราโซนิกด้วยเครื่องซูปเปอร์โซนิก (Supersonic) นาน 4 นาที จะได้สารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอิน
4. นำสารละลายคอลลอยด์ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 5000 rpm นาน 10 นาที และแยกส่วนที่เป็นสารละลายด้านบนออกไป
5. ทำการเติมน้ำกลั่น 10 ml แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสารละลายนาน 1 นาที และนำสารละลายไปอัลตราโซนิกด้วยเครื่องซูปเปอร์โซนิก (Supersonic) นาน 4 นาที
6. ทำซ้ำข้อ 4 และ 5 อีก 1 ครั้ง จากนั้นจึงเทสารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอินที่เตรียมได้ลงในภาชนะแล้วนำไปทำให้แห้งด้วยเครื่องอบแบบลมร้อน

4) การตกตะกอนในสารละลายไอโซบิวทานอล

1. ปิเปตตัวทำละลายไอโซบิวทานอล ปริมาตร 30 ml ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 250 ml พร้อมทั้งทำการกวนสารละลายนี้ด้วยเครื่องกวนสารละลาย
2. ทำการปิเปตสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้น 3% เดิมลงไปอย่างรวดเร็วจนมีความเข้มข้นของไฟโบรอินในสารละลายผสม 70 % v/v
3. กวนสารละลายผสมต่อที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลานาน 10 นาที จากนั้นจึงอัลตราโซนิกด้วยเครื่องซูปเปอร์โซนิก (Supersonic) นาน 4 นาที จะได้สารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอิน
4. นำสารละลายคอลลอยด์ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงที่ความเร็วรอบ 5000 rpm นาน 10 นาที และแยกส่วนที่เป็นสารละลายด้านบนออกไป
5. ทำการเติมน้ำกลั่น 10 ml แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าสารละลายนาน 1 นาที และนำสารละลายไปอัลตราโซนิกด้วยเครื่องซูปเปอร์โซนิก (Supersonic) นาน 4 นาที
6. ทำซ้ำข้อ 4 และ 5 อีก 1 ครั้ง จากนั้นจึงเทสารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอินที่เตรียมได้ลงในภาชนะแล้วนำไปทำให้แห้งด้วยเครื่องอบแบบลมร้อน

3.3.2.2 การใช้สารก่ออนุภาค

1) การใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว

1. เทสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้น 3 % ลงในบีกเกอร์ขนาด 50 ml
2. เติมสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัวลงไปอย่างช้าจนครบปริมาตร 2 ml
3. ทำการกวนในช่วงแรก และตั้งสารละลายผสมนี้ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องนาน 1 คืน
4. นำสารละลายคอลลอยด์ไฟโบรอินที่ได้ไปทำการอัลตราโซนิกโดยเครื่องซูปเปอร์โซนิก นาน 4 นาที จากนั้นนำไปประเหยให้แห้งโดยใช้เครื่องอบด้วยลมร้อน

2) การทำปฏิกิริยากับเซลีนีเยม

1. ปิเปตสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้น 3 % ปริมาตร 50 ml ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 250 ml
2. ปิเปตสารละลายกรดเซลีนีเยส (selenious acid) เข้มข้น 0.01 M ปริมาตร 10 ml ใส่ลงไปในบีกเกอร์ที่บรรจุสารละลายไฟโบรอินในข้อ 1
3. ปิเปตสารละลายกรดแอสคอร์บิก (ascorbic acid) เข้มข้น 0.01 M ปริมาตร 40 ml ใส่ลงไปในบีกเกอร์ที่บรรจุสารละลายไฟโบรอินในข้อ 1 แล้วทำการกวนสารละลายให้เข้ากันประมาณ 1 นาที โดยสารละลายผสมจะเปลี่ยนจากสารละลายไม่มีสีเป็นสารละลายสีแดงภายหลังจากเติมกรดแอสคอร์บิกแล้ว
4. จากนั้นทิ้งสารละลายผสมไว้ให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้องนาน 2 ชั่วโมงโดยไม่ต้องกวนสารละลาย แต่นำไปทำการอัลตราโซนิกเป็นครั้ง ๆ โดยใช้เวลาในการทำอัลตราโซนิกครั้งละประมาณ 3-4 นาที
5. นำสารละลายคอลลอยด์ของอนุภาคไฟโบรอิน-เซลีนีเยม ที่เตรียมได้ไปทำการกรองแล้วนำไปประเหยที่อุณหภูมิ 40 องศา จนแห้งด้วยเครื่องอบลมร้อน

3.4 การศึกษาสมบัติของอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตร

3.4.1 การศึกษาสัณฐานวิทยาของอนุภาคไฟโบรอินด้วย SEM

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยา (Morphology) ของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้ ทำโดยการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ซึ่งขั้นตอนจะทำการให้นำเอาอิเล็กตรอนได้โดยการนำไปเคลือบด้วยทอง (gold sputting) ก่อน และการวิเคราะห์ของเครื่องมือจะดำเนินการที่ความต่างศักย์ 15 keV โดยการดำเนินงานดังกล่าวนี้ได้จัดทำที่ ศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศน์ศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และหน่วยบริการในด้านการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างมหาวิทยาลัยนเรศวร

3.4.2 การศึกษาโครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินด้วยเทคนิค FT-IR

การวิเคราะห์เพื่อหาโครงสร้างของผงไฟโบรอิน (Conformation of silk sericin) ชนิดต่าง ๆ ที่เตรียมได้ ทำโดยใช้เครื่องฟลูเรียทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrophotometer, FT-IR) โดยวิธีการเตรียมตัวอย่างวิเคราะห์โดย KBr จัดทำที่ห้องปฏิบัติการคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์

3.4.3 การศึกษาการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้

การศึกษาการละลายของผงไฟโบรอินนี้ ใช้วิธีการศึกษาความสามารถในการละลายของโปรตีนใหม่ตามวิธีของ Li และคณะ (2003) โดยทำได้ดังนี้คือ

3.4.3.1 การหาค่าความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสง

1) ในการศึกษาอิทธิพลของพีเอชของสารละลายที่มีผลต่อความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของไฟโบรอิน ทำโดยการชั่งผงไฟโบรอินใส่ลงในหลอดทดลอง 3 หลอด โดยในแต่ละหลอดมีน้ำกลั่นปริมาตร 10 ml และได้ปรับพีเอชให้เป็น 4, 7, และ 10 ตามลำดับ โดยการใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกหรือสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นทำการชั่งผงไฟโบรอินชนิดที่ละลายน้ำได้ (เตรียมโดยการทำแห้งแบบเยือกแข็งของสารละลายไฟโบรอิน) ใส่ลงในแต่ละหลอดทดลอง หลอดละ 10 mg และทำการเขย่าให้เข้ากัน จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาทำการสแกนเพื่อหาความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอิน

2) ในการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายไฟโบรอินที่มีผลต่อความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของไฟโบรอิน ทำโดยการชั่งผงไฟโบรอินใส่ลงในหลอดทดลองที่บรรจุน้ำกลั่นปริมาตร 10 ml จำนวน 4 หลอด จากนั้นชั่งผงไฟโบรอินชนิดที่ละลายน้ำได้หนัก 5, 10, 20 และ 30 mg ใส่ลงในแต่ละหลอดทดลอง และทำการเขย่าให้เข้ากัน จะได้สารละลายไฟโบรอินความเข้มข้น 0.5, 1.0, 2.0 และ 3.0 mg/ml ตามลำดับ จากนั้นนำสารละลายที่ได้มาทำการสแกนเพื่อหาความยาวคลื่นที่เหมาะสมสำหรับการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอิน

3.4.3.2 การหาค่าคงที่การละลายของผงไฟโบรอิน

1) ชั่งผงไฟโบรอินชนิดที่ละลายน้ำได้ (ที่ได้จากการทำแห้งแบบเยือกแข็งของสารละลายไฟโบรอิน) หนัก 100 mg จากนั้นละลายด้วยสารละลาย 0.05 M HCl แล้วปรับปริมาตรให้เป็น 10 ml ในขวดปริมาตร สารละลายที่เตรียมได้กำหนดให้มีความเข้มข้น 10 mg/ml

2) นำสารละลายที่ได้ในข้อ 1) มาเจือจางด้วย 0.05 M HCl ให้มีความเข้มข้นเป็น 1, 2, 3 และ 4 mg/ml ตามลำดับ

3) นำสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นที่เหมาะสมที่ใช้ในการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของไฟโบรอิน

4) คำนวณหาค่าคงที่ของการละลายของผงไฟโบรอินจากกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนแสงและความเข้มข้นของสารละลายไฟโบรอิน

3.4.3.3 การหาค่าการละลายของผงไฟโบรอิน

- 1) ทำการเขย่าผงไฟโบรอิน 50 mg ในน้ำกลั่นที่ถูกปรับพีเอชให้เท่ากับ 7.0 ปริมาตร 10 ml จากนั้นนำไปเขย่าด้วยเครื่องเขย่าที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 2) กรองสารละลายที่ได้ด้วยถ้วยซินเตอร์กลาส จากนั้นนำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 275 nm
- 3) นำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การละลายของผงไฟโบรอิน

$$D = \left[\frac{K.V.A}{G} \right] \times 100 \quad (3.1)$$

เมื่อ

D = เปอร์เซ็นต์การละลายของไฟโบรอิน

K = ค่าคงที่ของการละลายของไฟโบรอิน

A = ค่าการดูดกลืนแสงของไฟโบรอินที่ความยาวคลื่น 275 nm

V = ปริมาตรของสารละลาย (ml)

G = น้ำหนักเริ่มต้นของสารตัวอย่างไฟโบรอิน (mg)

3.4.4 การศึกษาขนาดอนุภาคโดยเครื่องวัดขนาดอนุภาค

การวิเคราะห์เพื่อหาขนาดอนุภาคของไฟโบรอิน (Fibroin particle) ที่เตรียมได้โดยวิธีการต่างๆ ทำโดยใช้เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคโดยการเลี้ยวเบนแสงเลเซอร์ (Laser diffraction particle size analysis) โดยจัดทำที่ห้องปฏิบัติการ ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3.4.5 การศึกษาสมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์โดยวิธี DPPH

การศึกษาสมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ทำโดยวิธีการ ฟรีเรดิคัล สการ์เวนจิง แอคติวิตี (Free radical scavenging activity) โดยการใช้สารให้เรดิคัลเป็น 2,2-diphenyl-1-picryl-hydrazil (DPPH) ตามวิธีการของ Wu และคณะ (2007) โดยมีขั้นตอนดังนี้คือ

- 1) ทำการเตรียมสารละลายไฟโบรอินให้มีความเข้มข้น 10 mg/ml, 20 mg/ml, 30 mg/ml, 40 mg/ml และ 60 mg/ml
- 2) ทำการปิเปตสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ ปริมาตร 0.5 ml ใส่ลงในภาชนะขนาด 5 ml จากนั้นทำการปิเปตสารละลาย DPPH ความเข้มข้น 1.0×10^{-4} mol/l ปริมาตร 3.5 ml เติมลงไปในภาชนะที่บรรจุสารละลายไฟโบรอินแต่ละอันแล้วเริ่มจับเวลา

3) นำสารละลายผสมไปทำการเขย่าโดยนานประมาณ 2 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้ในภาชนะที่ไม่ให้มีแสงแดดผ่าน ที่อุณหภูมิห้อง

4) เมื่อเวลาผ่านไป 25 นาที นำสารละลายผสมนั้นออกมาหมุนเหวี่ยงที่ความเร็วรอบที่ 6400 rpm เป็นเวลานาน 5 นาที

5) ทำการดูดเอาสารละลายส่วนที่อยู่ด้านบนไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 517 nm โดยการใช้สารละลายผสมระหว่างไฟโบรอินและเมทานอลเป็นสารอ้างอิง (Blank) ซึ่งค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้ทำการบันทึกเพื่อใช้ในการคำนวณต่อไป (OD_{sample})

6) ทำเช่นเดียวกันกับข้อที่ 5 แต่ใช้สารละลายของ DDP โดยไม่มีสารไฟโบรอินอยู่ด้วย แทนสารละลายผสมระหว่างไฟโบรอินและ DDPH โดยค่าการดูดกลืนแสงที่วัดได้จะกำหนดให้เป็นค่าที่ใช้เปรียบเทียบในการคำนวณ (ค่า OD_{blind})

6) ทำการคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของ สคาร์เวนจิง แอติวิตี จากสมการด้านล่างนี้

$$\text{Scavenging activity (\%)} = \left(1 - \frac{OD_{sample}}{OD_{blind}} \right) \times 100 \quad (3.2)$$

เมื่อ OD_{sample} = ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายตัวอย่างที่ความยาวคลื่น 517 nm

OD_{blind} = ค่าการดูดกลืนแสงของสารละลาย DPPH เริ่มต้นที่ใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ได้ทำการศึกษาการเตรียมผงไหมไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำที่มีขนาดอนุภาคระดับไมโครและนาโนเมตรจากปุ๋ยไหม ซึ่งปุ๋ยไหมที่ใช้ในการศึกษาเป็นวัสดุที่เหลือทิ้งจากกระบวนการผลิตเส้นไหมของโรงงานผลิตเส้นไหมบริษัทจุลไหมไทย จำกัด จังหวัดเพชรบูรณ์ โดยปุ๋ยไหมได้มาจากการลอกเอาส่วนของเส้นไหมที่ห่อหุ้มรังไหมด้านนอกซึ่งมักจะต้องถูกดึงออกจากรังไหมดิบก่อนที่จะนำไปเข้าสู่กระบวนการสาวไหม ทั้งนี้เนื่องจากเป็นส่วนที่มักมีสิ่งสกปรกติดอยู่และมีลักษณะเป็นขุย ขนาดเส้นไม่สม่ำเสมอ และมีความแข็งแรงน้อย ดึงขาดได้ง่าย เป็นต้น โดยการศึกษาการเตรียมผงไหมไฟโบรอินที่มีขนาดอนุภาคระดับไมโครและนาโนเมตรนี้ได้แบ่งวิธีการเตรียมออกได้เป็น 2 วิธีใหญ่ ๆ คือ การเตรียมโดยวิธีการเตรียมทางกายภาพ และวิธีการเตรียมทางเคมี โดยวิธีการเตรียมทางกายภาพนี้ทำโดยการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการลดความแข็งแรงของเส้นใยแล้วด้วยเครื่องปั่น (Blender) และการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ (Ball mill machine) สำหรับวิธีการเตรียมโดยวิธีการทางเคมีทำโดยการละลายเส้นใยไฟโบรอินให้อยู่ในรูปของสารละลายไฟโบรอิน จากนั้นจึงนำไปทำการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์และโดยการเติมสารก่ออนุภาคลงไปในสารละลายไฟโบรอิน ในการเตรียมสารละลายคอลลอยด์ของไฟโบรอินให้อยู่ในรูปของผงไฟโบรอินนั้น ทำโดยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็งและการทำให้แห้งด้วยการอบแบบลมร้อน จากนั้นนำผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ ไปทำการศึกษาสมบัติต่าง ๆ เช่น การกระจายของขนาดอนุภาค โครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิ ลักษณะสัณฐานวิทยา การละลาย และสมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนท์ เป็นต้น ซึ่งรายละเอียดของผลการทดลองที่ได้จากการศึกษาในแต่ละขั้นตอน เป็นดังนี้คือ

4.1 การศึกษาการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตรด้วยวิธีการทางกายภาพ

4.1.1 การลดขนาดของเส้นไหมโดยใช้เครื่องปั่นอย่างง่าย

เส้นใยไฟโบรอิน (เส้นไหมที่ผ่านกระบวนการลอกกาวหรือการกำจัดสารเคมีแล้ว) ได้ถูกนำมาบดขั้ดขั้นต้นเพื่อลดความแข็งแรงของเส้นใยไฟโบรอินโดยใช้สารละลายกรด (สารละลายกรดไฮโดรคลอริก) และสารละลายเบส (สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์) ซึ่งการลดความแข็งแรงของเส้นใยไฟโบรอินทำโดยการนำเส้นใยไฟโบรอินไปแช่ทิ้งไว้ในสารละลายกรดหรือสารละลายเบสด้วยความเข้มข้นต่าง ๆ ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อหาความเข้มข้นที่เหมาะสมที่จะทำให้ง่ายต่อการปั่นเส้นใยไฟโบรอินให้มีขนาดเล็กลง และเมื่อนำไปทำให้แห้งเป็นผงแล้ว ได้อนุภาคของผงไฟโบรอินที่มีขนาดเล็ก ในการวิจัยครั้งนี้การลดขนาดจะทำโดยใช้เครื่องปั่นแบบธรรมดา และการทำให้แห้งเป็นผงจะทำโดยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง สำหรับการพิจารณาถึงความเข้มข้นของสารละลายกรดหรือสารละลาย

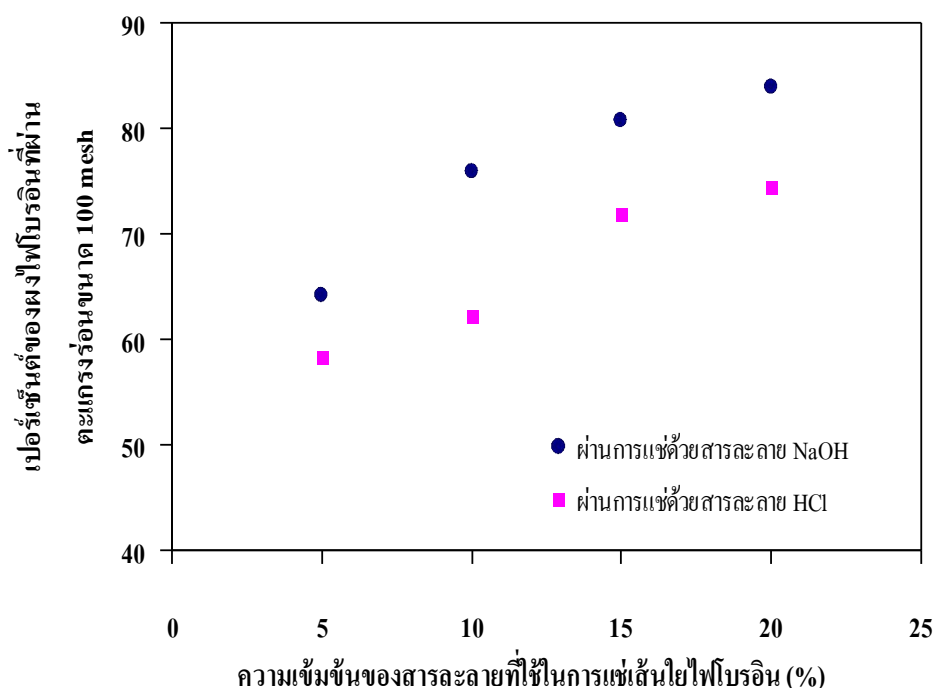
เบสที่เหมาะสมสำหรับการใช้ในการแช่เส้นใยไฟเบอร์อินนิน 2 ชั่วโมง เพื่อให้สามารถลดความแข็งแรงของเส้นใยได้เพียงพอและทำให้ป็นลดขนาดของเส้นใยไฟเบอร์อินให้อยู่ในรูปของไฟเบอร์อินคอลลอยด์ที่มีขนาดอนุภาคของคอลลอยด์ขนาดเล็ก จะพิจารณาจากการนำผงไฟเบอร์อินที่เตรียมจากสารละลายไฟเบอร์อินคอลลอยด์โดยวิธีการทำแห้งแบบเยือกแข็งไปร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท (Mesh) ซึ่งมีขนาดของรูตะแกรงขนาด 0.0059 นิ้ว หรือ 0.149 mm (ตามมาตรฐาน ASTM) โดยปริมาณของผงไฟเบอร์อินที่สามารถลอดผ่านตะแกรงขนาดดังกล่าวได้จะแสดงถึงขนาดของอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้โดยวิธีการนี้ ซึ่งผลการทดลองที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายกรดหรือสารละลายเบสที่ใช้ในการแช่เส้นใยไฟเบอร์อินเพื่อลดความแข็งแรงของเส้นใยและเปอร์เซ็นต์ของผงไหมไฟเบอร์อินที่สามารถร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท แสดงได้ดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 เปอร์เซ็นต์ผงไฟเบอร์อินที่ผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท จากการเตรียมที่สภาวะต่าง ๆ ของการปั่นเส้นใยไฟเบอร์อิน

ประเภท	คำอธิบาย	น้ำหนักของผงไฟเบอร์อิน (กรัม)		ผลต่างของน้ำหนัก (กรัม)	เปอร์เซ็นต์ของผงไหมที่ผ่านตะแกรง
		เริ่มต้น	ค้างบนตะแกรง		
SFPB1	สารละลาย 5% NaOH	20.0015	7.1582	12.8433	64.21
SFPB2	สารละลาย 10% NaOH	20.0441	4.8350	15.2091	75.88
SFPB3	สารละลาย 15% NaOH	20.0320	3.8456	16.1864	80.80
SFPB4	สารละลาย 20% NaOH	20.0010	3.2410	16.7600	83.80
SFPA1	สารละลาย 5% HCl	20.0112	8.3250	11.6862	58.40
SFPA2	สารละลาย 10% HCl	20.0150	7.5540	12.4610	62.26
SFPA3	สารละลาย 15% HCl	20.0010	5.6160	14.3850	71.92
SFPA4	สารละลาย 20% HCl	20.0085	5.1254	14.8831	74.38

จากตารางแสดงเปอร์เซ็นต์ของผงไฟเบอร์อินที่ได้จากการปั่นเส้นใยไฟเบอร์อินที่ผ่านการลดความแข็งแรงของเส้นใยโดยการแช่ทิ้งไว้ในสารละลายกรดหรือสารละลายเบส ที่มีความเข้มข้นในช่วงระหว่าง 5-20 % ซึ่งจากผลที่ได้แสดงว่า การลดความแข็งแรงของเส้นใยไฟเบอร์อินโดยการแช่ทิ้งไว้ในสารละลายกรดความเข้มข้น 20 % และสารละลายเบสที่ความเข้มข้น 15 % จะทำให้สามารถป็นลดขนาดของเส้นใยไฟเบอร์อินให้มีขนาดเล็กลงได้มาก โดยเมื่อทำให้เป็นผงโดยวิธีการทำแห้งแบบเยือกแข็ง

ของสารละลายไฟโบรอินคอลลอยด์แล้ว และนำมาร้อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท จึงมีเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่มีอนุภาคนาขนาดเล็กกว่า 100 เมท มากกว่าการแช่เส้นใยไฟโบรอินทิ้งไว้ที่ความเข้มข้นอื่น แต่ทั้งนี้สำหรับที่ความเข้มข้นของสารละลายเบสที่สูงเกินกว่า 15 % พบว่าเมื่อทำการแช่ทิ้งไว้นาน 5 นาที จะทำให้มีลักษณะเปื่อยและยุ่ย ซึ่งทำให้ยากต่อการนำไปล้างสารละลายกรดหรือเบสออกและดำเนินการในขั้นตอนต่อไป ดังนั้นจึงไม่เหมาะที่จะนำไปใช้ในการแช่เส้นใยไฟโบรอินเพื่อให้มีความแข็งแรงลดลงแล้วปั่นลดขนาดด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย ดังนั้นจากการศึกษาจึงพบว่าสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการแช่เส้นใยไฟโบรอินเพื่อลดความแข็งแรงของเส้นใยคือ การใช้สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 20 % หรือการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 15 % ในการแช่เส้นใยเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งเพื่อนำไปล้างสารละลายกรดหรือเบสออกไปแล้วจะทำให้สามารถปั่นเส้นใยไฟโบรอินด้วยเครื่องปั่นอย่างง่ายและทำให้ได้ไฟโบรอินคอลลอยด์ที่มีขนาดอนุภาคนาเล็กที่มีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า 0.149 mm ในปริมาณมาก กราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่สามารถร้อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท และความเข้มข้นของสารละลายกรดหรือเบสที่ใช้ในการแช่เส้นใยเพื่อลดความแข็งแรงของเส้นใยไฟโบรอินแสดงได้ดังรูปที่ 4.1 ดังนี้



รูปที่ 4.1 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงร้อนขนาด 100 เมท และความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ในการแช่เพื่อลดความแข็งแรงของเส้นใย

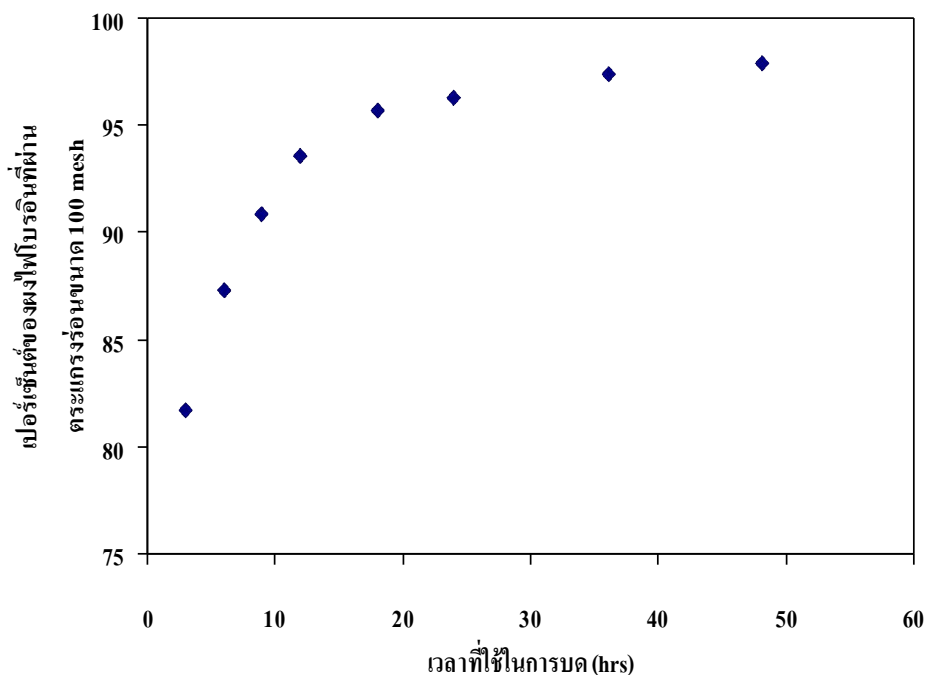
4.1.2 การลดขนาดของอนุภาคไฟโบรอินโดยการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์

จากผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการบำบัดด้วยสารละลายกรดหรือสารละลายเบส ที่ความเข้มข้นที่เหมาะสม จากนั้นนำสารละลายคอลลอยด์ไฟโบรอินไปทำให้แห้งเป็นผงด้วยการทำแห้งแบบเยือกแข็ง เมื่อนำผงไฟโบรอินที่ได้มาทำการบดเพื่อลดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ที่สภาวะต่าง ๆ จากนั้นนำผงไฟโบรอินที่ได้จากการบดไปทำการร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 ไมครอน พบว่าเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ลอดผ่านตะแกรงขนาด 100 ไมครอนของการบดที่สภาวะต่าง ๆ แสดงดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 เปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ลอดผ่านตะแกรงขนาด 100 ไมครอน จากการเตรียมโดยการบดด้วยเครื่องบอลมิลล์ที่สภาวะต่าง ๆ

ประเภท	คำอธิบาย	น้ำหนักของผงไฟโบรอิน (กรัม)		ผลต่างของน้ำหนัก (กรัม)	เปอร์เซ็นต์ของผงไหมที่ผ่านตะแกรง
		เริ่มต้น	ล้างบนตะแกรง		
SFB1	บดนาน 3 ชั่วโมง	20.0180	3.6530	16.3650	81.75
SFB2	บดนาน 6 ชั่วโมง	20.0554	2.5460	17.5094	87.31
SFB3	บดนาน 9 ชั่วโมง	20.0873	1.8350	18.2523	90.86
SFB4	บดนาน 12 ชั่วโมง	20.0070	1.2830	18.7240	93.59
SFB5	บดนาน 18 ชั่วโมง	20.0150	0.8541	19.1609	95.73
SFB6	บดนาน 24 ชั่วโมง	20.0445	0.7436	19.3009	96.29
SFB7	บดนาน 36 ชั่วโมง	20.0116	0.5330	19.4786	97.34
SFB8	บดนาน 48 ชั่วโมง	20.0080	0.4286	19.5794	97.86

จากตารางแสดงเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ผ่านการนำไปบดเพื่อลดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์โดยใช้ระยะเวลาในการบดต่าง ๆ พบว่าเมื่อใช้ระยะเวลาในการบดนานขึ้นจะทำให้ได้ผงไฟโบรอินที่มีขนาดอนุภาคเล็กลงมาก ซึ่งเมื่อพิจารณาจากการใช้ระยะเวลาในการบดผงไฟโบรอินนานขึ้นจะทำให้มีเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่สามารถลอดผ่านตะแกรงขนาด 100 ไมครอนเพิ่มมากขึ้น โดยเมื่อใช้ระยะเวลาในการบดนานเกินกว่า 12 ชั่วโมง พบว่าผงไฟโบรอินจะมีขนาดอนุภาคที่สามารถผ่านตะแกรงขนาด 100 ไมครอนได้เกือบ 100 % ดังนั้นจึงแสดงได้ว่าการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์จะทำให้ผงไฟโบรอินมีขนาดเล็กลงอย่างมาก



รูปที่ 4.2 ความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 100 เมท ของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์โดยใช้เวลาต่าง ๆ

รูปที่ 4.2 แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่ผ่านตะแกรงร่อนขนาด 100 เมท กับระยะเวลาที่ใช้ในการบดผงไฟโบรอินด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ โดยจากกราฟจะเห็นได้ว่าเมื่อใช้ระยะเวลาในการบดผงไฟโบรอินเพิ่มขึ้นจะมีเปอร์เซ็นต์ของผงไฟโบรอินที่มีขนาดเล็กกว่า 100 เมท เพิ่มมากขึ้น โดยเมื่อใช้ระยะเวลาในการบดนาน 6 ชั่วโมงจะทำให้มีผงไฟโบรอินที่สามารถร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท ประมาณ 87% ซึ่งหากเพิ่มระยะเวลาในการบดเป็น 10 ชั่วโมงจะทำให้มีผงไฟโบรอินที่สามารถร่อนผ่านตะแกรงร่อนนี้ได้ถึงประมาณ 92% และเมื่อใช้ระยะเวลาในการบดนาน 20 ชั่วโมง จะทำให้มีผงไฟโบรอินที่สามารถร่อนผ่านตะแกรงนี้ได้ประมาณ 96% และหากใช้ระยะเวลาในการบดที่นานขึ้นก็จะมีผงไฟโบรอินที่สามารถร่อนผ่านตะแกรงนี้ได้เพิ่มขึ้นอีกเพียงเล็กน้อย ดังนั้นระยะเวลาที่เหมาะสมที่สามารถใช้ในการบดผงไฟโบรอินที่เตรียมได้จากวิธีการปั่นเส้นใยไฟโบรอินด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย เพื่อให้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลงโดยที่ไม่ใช้ระยะเวลาในการบดนานเกินไปก็คือระยะเวลาประมาณ 12- 18 ชั่วโมง ซึ่งจะทำให้ได้ผงไฟโบรอินที่มีขนาดเล็กที่สามารถร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมท ได้ถึงประมาณ 95%

4.1.3 ลักษณะทางกายภาพของผงไฟโบรอินที่ผ่านการลดขนาดด้วยการปั่นและการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์

จากการเตรียมผงไฟโบรอินโดยการลดขนาดด้วยวิธีการทางกายภาพคือปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการบำบัดขั้นต้นเพื่อลดความแข็งแรงของเส้นใยด้วยการแช่ทิ้งไว้ในสารละลายกรดหรือสารละลายเบสที่สภาวะเหมาะสม โดยการใช้เครื่องปั่นลดขนาดอย่างง่าย และอีกวิธีหนึ่งคือ การบดโดยใช้เครื่องบดแบบบอลมิลล์ในการบดเพื่อลดขนาดอนุภาคของผงไฟโบรอิน ลักษณะของปุ๋ยไหมที่ใช้ ลักษณะของปุ๋ยไหมที่ผ่านการลอกกาวไหมเซริซินและกำจัดสิ่งสกปรกออกไป ลักษณะของผงไหมไฟโบรอินที่ได้จากการปั่นด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย และลักษณะของผงไหมไฟโบรอินที่ได้จากการบดเพื่อลดขนาดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ แสดงได้ดังรูปที่ 4.3 ดังนี้คือ



ปุ๋ยไหม



ปุ๋ยไหมที่ผ่านการลอกกาวเซริซินออกแล้ว



ผงไหมไฟโบรอินที่ได้จากการปั่นด้วย
เครื่องปั่นอย่างง่าย



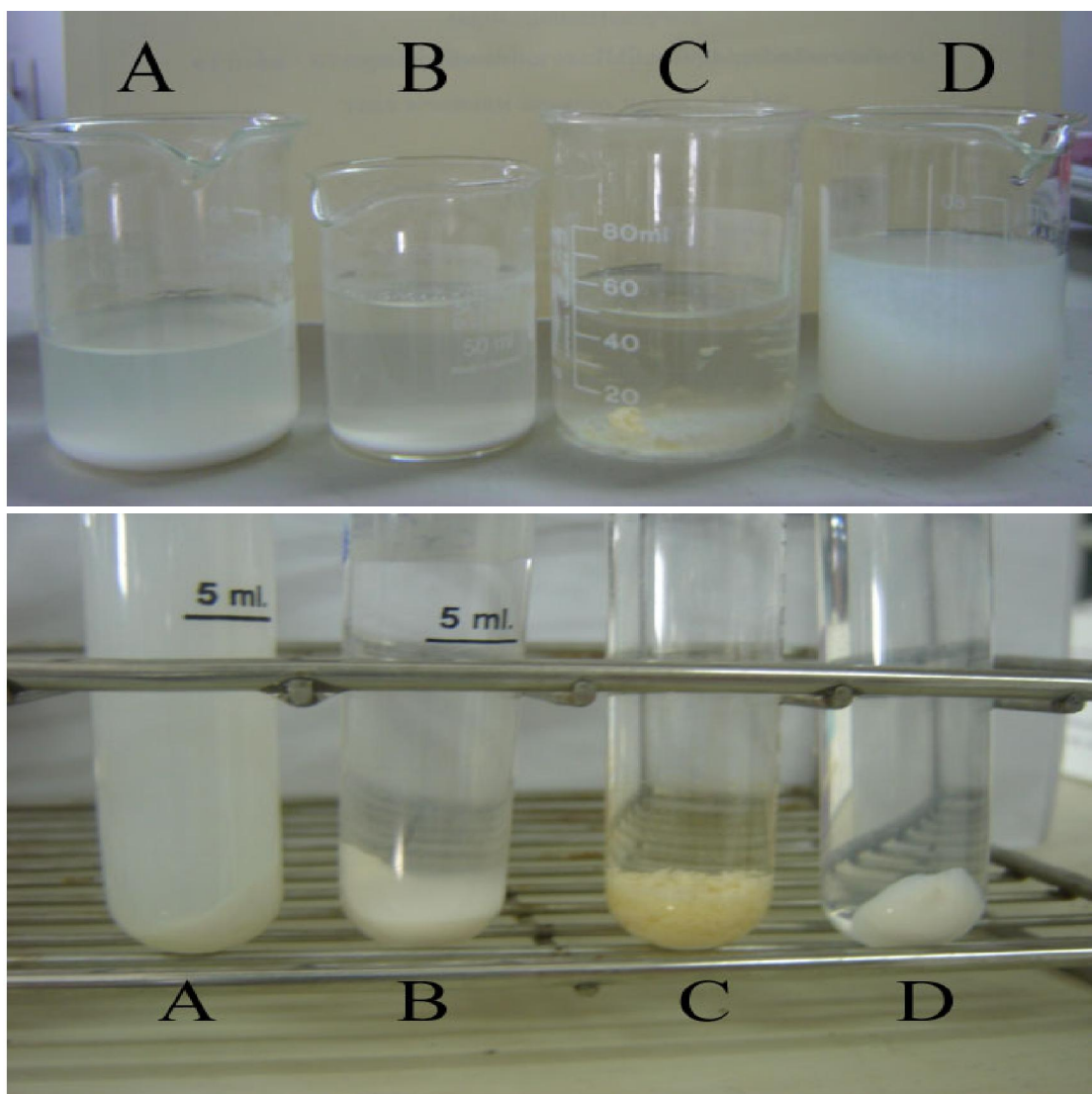
ผงไหมไฟโบรอินที่ได้จากการบดด้วย
เครื่องบดแบบบอลมิลล์

รูปที่ 4.3 ลักษณะของปุ๋ยไหมและผงไฟโบรอินที่เตรียมได้จากวิธีการเตรียมทางกายภาพต่าง ๆ

4.2 การศึกษาการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตรโดยวิธีการทางเคมี

4.2.1 การเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์

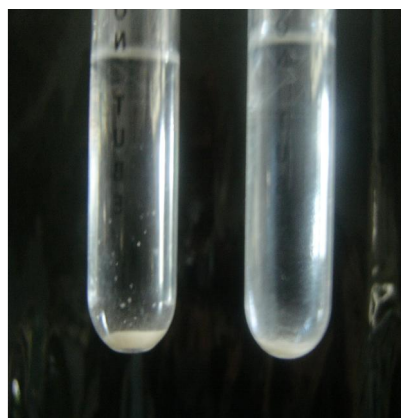
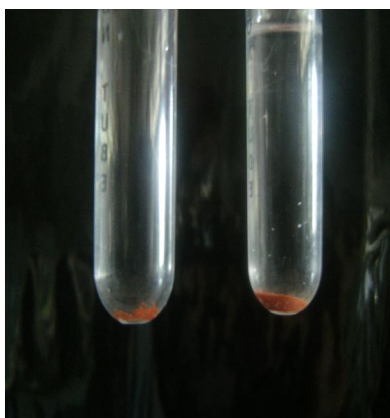
ได้มีการใช้ตัวทำละลายอินทรีย์ในการตกตะกอนสารละลายไฟโบรอิน เพื่อให้ได้อนุภาคของไฟโบรอินที่มีขนาดไมโครและนาโนเมตร โดยตัวทำละลายอินทรีย์ที่ใช้ได้แก่ เอทานอล อะซิโตน อะซิโตรไนไตร์ และไอโซบิวทานอล ซึ่งผลที่ได้ซึ่งแสดงลักษณะของอนุภาคของไฟโบรอินคอลลอยด์ที่ตกตะกอนได้ในตัวทำละลายอินทรีย์แต่ละชนิดแสดงได้ดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 ลักษณะไฟโบรอินคอลลอยด์ที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่างๆ ได้แก่ (A) เอทานอล (B) อะซิโตน (C) อะซิโตรไนไตร์ และ (D) ไอโซบิวทานอล

4.2.2 การเตรียมโดยวิธีการใช้สารก่ออนุภาค

ในการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินคอลลอยด์โดยใช้สารก่ออนุภาค เพื่อให้เกิดการฟอร์มอนุภาคคอลลอยด์ของไฟโบรอินในครั้งนี้ทำโดยใช้สารก่ออนุภาค 2 ชนิด ได้แก่ เซเรเนียม และ สารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว ซึ่งผลที่ได้แสดงได้ดังรูปที่ 4.5 ดังนี้คือ



(ก)

(ข)

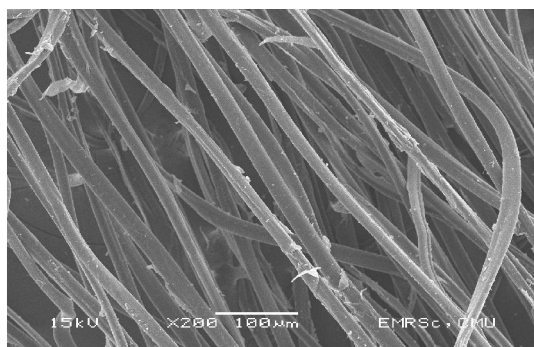
รูปที่ 4.5 ลักษณะไฟโบรอินคอลลอยด์ที่เตรียมได้โดยวิธีการใช้สารก่ออนุภาค (ก) เซเรเนียม และ (ข) สารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว

จากรูปที่ 4.5 ไฟโบรอินคอลลอยด์ที่เตรียมโดยใช้สารก่ออนุภาคเป็นกรดเซเลเนียม (รูป ก) มีลักษณะของอนุภาคไฟโบรอิน-เซเลเนียม ที่มีลักษณะสีแดง ทั้งนี้เมื่อทำการผสมกรดเซเลเนียมลงไป สารละลายไฟโบรอินสารละลายผสมที่ได้จะยังมีลักษณะใส แต่เมื่อทำการเติมกรดแอสคอร์บิกลงไปจะทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีและเกิดการฟอร์มอนุภาคขึ้น ทำให้สารละลายคอลลอยด์มีสีแดงดังรูป สำหรับการเตรียมโดยใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว (ข) ภายหลังจากการเติมสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัวลงไป สารละลายไฟโบรอินเมื่อทำการกวนและทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องนาน 1 คืน ภายหลังจากการนำไปทำการอัลตราโซนิกและนำไปหมุนเหวี่ยงจะได้อนุภาคไฟโบรอินที่มีลักษณะสีขาวดังรูป

4.3 การศึกษาการสมบัติของอนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครและนาโนเมตร

4.3.1 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย SEM

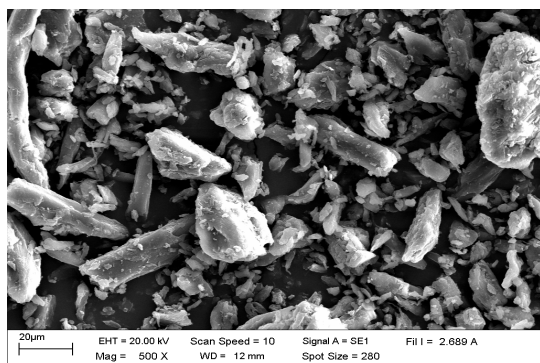
จากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาโดยกล้อง SEM แสดงลักษณะของเส้นใยไฟโบรอินและลักษณะของผงไหมไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการปั่นลดขนาดเส้นใยด้วยการปั่นด้วยเครื่องปั่นอย่างง่ายและการลดขนาดโดยการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ซึ่งแสดงได้ดังรูปที่ 4.6



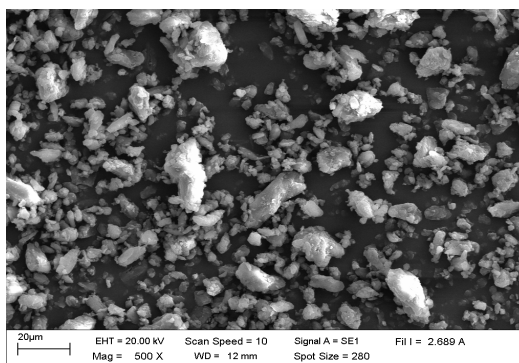
(ก)



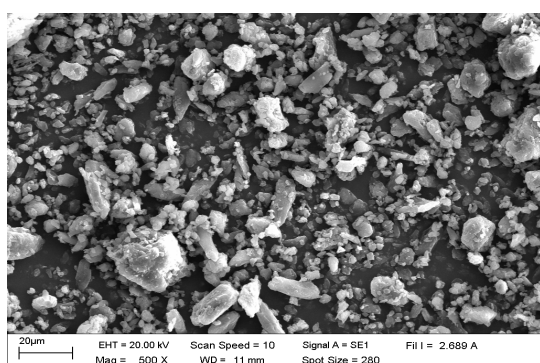
(ข)



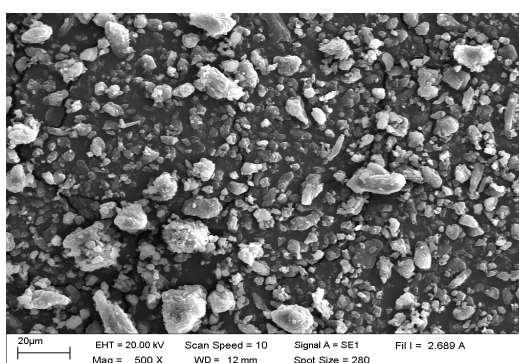
(ค)



(ง)



(จ)



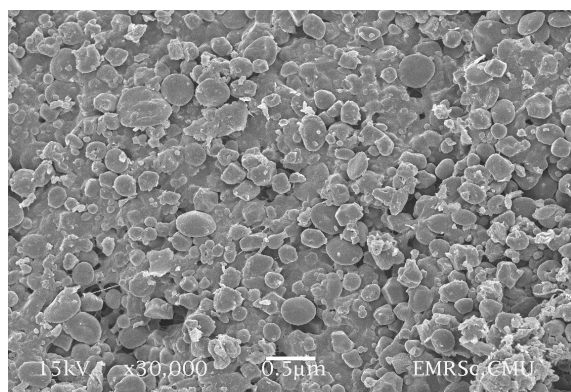
(ฉ)

รูปที่ 4.6 ลักษณะสัณฐานวิทยาของ (ก) เส้นใยไฟโบรอิน (ข) ผงไฟโบรอินที่ได้จากการปั่น และ (ค-ฉ) ผงไฟโบรอินที่ได้จากการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์นาน 6, 12, 24, และ 48 ชั่วโมงตามลำดับ

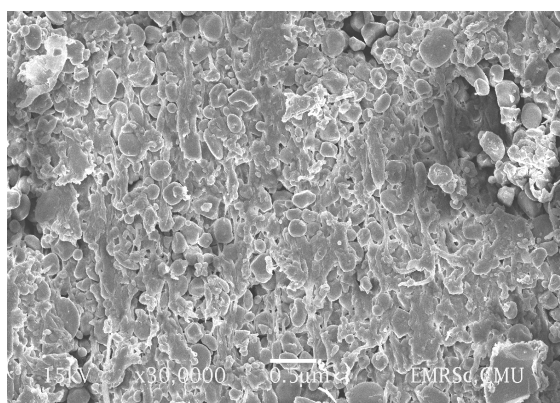
จากการตรวจหาลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุใหม่ต่าง ๆ ด้วยกล้อง SEM พบว่าเมื่อทำการลดขนาดเส้นใยไฟโบรอิน (รูป ก) ด้วยการปั่นด้วยเครื่องปั่นอย่างง่ายอนุภาคของไฟโบรอินที่ได้จะยังมี

ลักษณะคล้ายเส้นใยไฟเบอร์อินอยู่แต่ว่ามีขนาดเล็กลงมากประมาณ $50\text{ }\mu\text{m}$ (รูป ข) เมื่อนำผงไฟเบอร์อินมาบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์นาน 6-48 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคไฟเบอร์อินจะมีขนาดเล็กลงอย่างมากโดยจะมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า $20\text{ }\mu\text{m}$ (รูป ค-จ)

สำหรับลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้โดยการตกตะกอนอนุภาคไฟเบอร์อินจากสารละลายไฟเบอร์อินในตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งผลที่ได้จะมีลักษณะคล้ายกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.7 (ก) ซึ่งเป็นรูปถ่ายของอนุภาคไฟเบอร์อินที่ได้จากการตกตะกอนสารละลายไฟเบอร์อินในอะซิโตนไตร์ โดยพบว่าอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้จะมีลักษณะเป็นทรงกลมที่มีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า $0.5\text{ }\mu\text{m}$ หรือ 500 nm นอกจากนั้นลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาคก็ให้ผลที่มีลักษณะที่คล้ายกันของการใช้สารก่ออนุภาคทั้งสองชนิด โดยลักษณะของสัณฐานวิทยาของอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาคเป็นเซลเลนียส จะมีลักษณะเป็นทรงกลมเช่นกัน และมีขนาดเล็กกว่า 500 nm ดังแสดงในรูปที่ 4.7 (ข)



(ก)



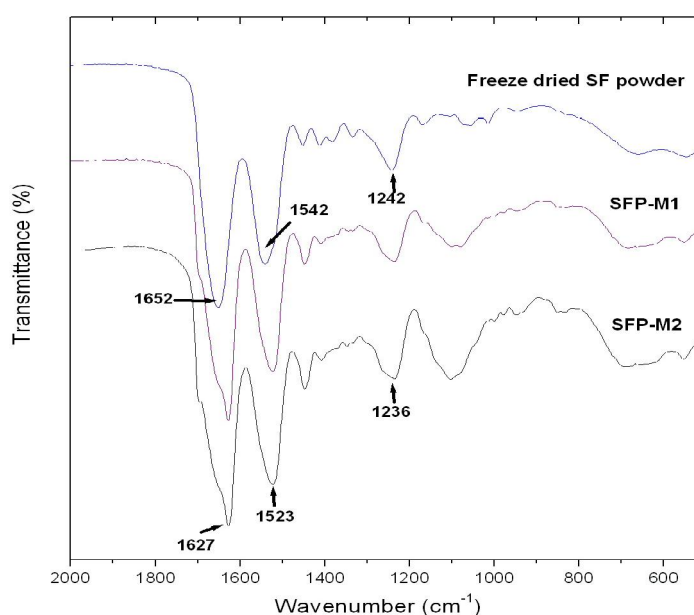
(ข)

รูปที่ 4.7 ลักษณะสัณฐานวิทยาที่ศึกษาด้วยกล้อง SEM ของอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้โดย

(ก) วิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ และ (ข) วิธีการใช้สารก่ออนุภาค

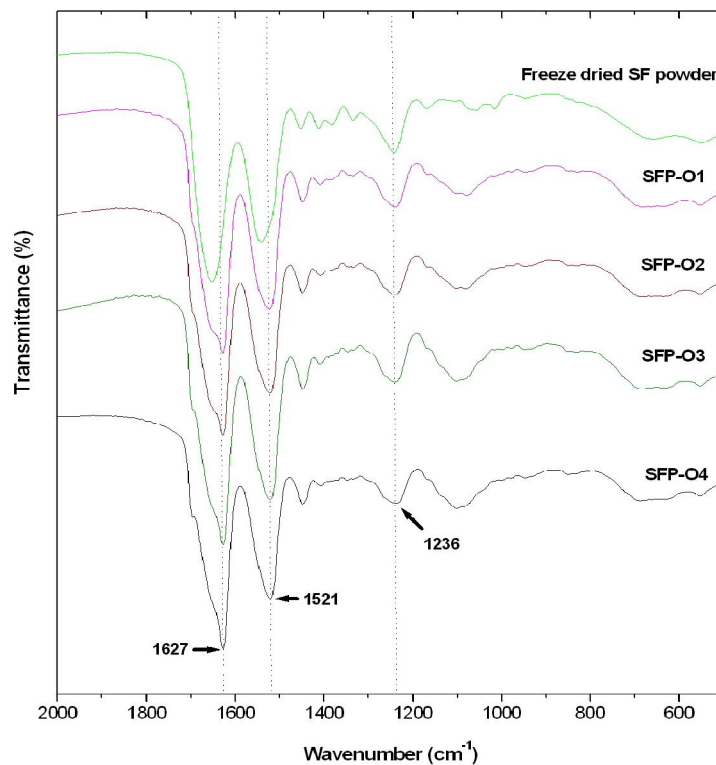
4.3.2 การศึกษาโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิของไฟโบรอินด้วยเทคนิค FT-IR

สำหรับการศึกษาโครงสร้างทุติยภูมิของผงไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการต่าง ๆ ด้วยเครื่องฟลูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรด (FTIR) แสดงดัง รูปที่ 4.8 ถึง รูปที่ 4.10 จะเห็นได้ว่าเส้นสเปกตรัมของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยการทำให้แห้งเป็นผงของสารละลายไฟโบรอินโดยวิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็งจะแสดงพีกที่ตำแหน่งเลขคลื่น (wave number) เท่ากับ 1658 cm^{-1} , 1540 cm^{-1} และ 1240 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งพีกของหมู่ amide I, amide II และ amide III ตามลำดับ ของโครงสร้างแบบ Silk I (random coil and α -helix) ในขณะที่ตำแหน่งของพีกที่ 1627 cm^{-1} , 1522 cm^{-1} และ 1234 cm^{-1} ของหมู่ amide I, amide II และ amide III ตามลำดับ ซึ่งจะแสดงถึงโครงสร้างแบบ Silk II (β -sheet plate) (Um และคณะ, 2003) ดังนั้นจากตำแหน่งของเลขคลื่นที่แสดงพีกของหมู่ amide I, amide II และ amide III ของผงไฟโบรอินแบบ SFP-M1 ซึ่งได้จากการปั่นเส้นใยไฟโบรอิน และผงไฟโบรอินแบบ SFP-M2 ซึ่งได้จากการบดผงไฟโบรอินด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ จะมีโครงสร้างแบบ β -sheet ซึ่งเป็นโครงสร้างที่มีความเสถียรภาพมาก และในเส้นใยไฟโบรอินก็จะพบโครงสร้างเช่นนี้เหมือนกัน (Xu และคณะ, 2005) ดังนั้นจึงแสดงให้เห็นได้ว่าผงไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการแบบ SFP-M1 และ SFP-M2 จะยังคงมีลักษณะโครงสร้างของโปรตีนทุติยภูมิที่เหมือนกับเส้นไหม ซึ่งแสดงให้เห็นว่าวิธีการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยการลดขนาดโดยวิธีทางกายภาพนี้ไม่ได้ทำให้มีการเปลี่ยนแปลงไปจากโครงสร้างของเส้นไหมเลย ในทางตรงกันข้ามหากมีการละลายเส้นไหมให้อยู่ในรูปของสารละลายแล้วทำให้เป็นผงไฟโบรอินโดยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง ซึ่งจะทำให้ได้ผงไฟโบรอินชนิดที่ละลายน้ำได้นั้น ผงไฟโบรอินดังกล่าวจะมีโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิที่เปลี่ยนแปลงไปจากเส้นไหม และทำให้เกิดการละลายน้ำได้



รูปที่ 4.8 โครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการปั่นเส้นใยไฟโบรอินด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย (SFP-M1) และการนำไปบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ (SFP-M2)

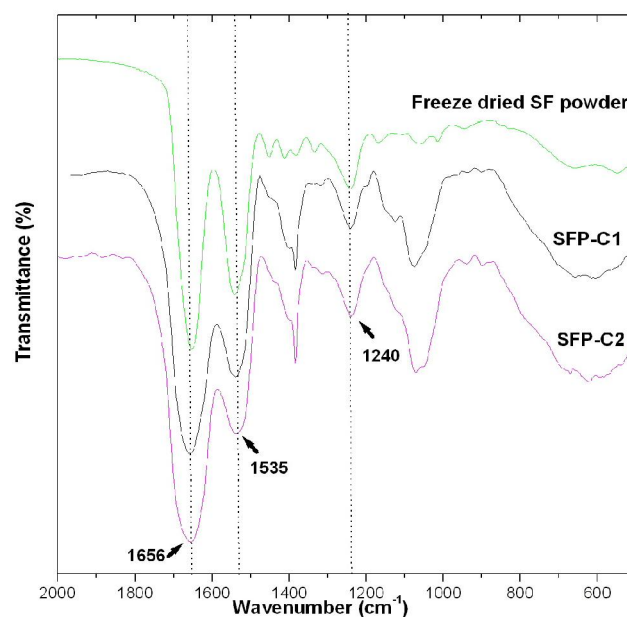
สำหรับสเปกตรัมที่แสดงถึงโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิของผงไฟโบรอิน ที่เตรียมได้โดยใช้วิธีการตกตะกอนสารละลายไฟโบรอินในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ ซึ่งได้แก่ เอทานอล อะซิโตน อะซิโตรไนไตร์ และไอโซบิวทานอล ซึ่งทำให้ได้ผงไฟโบรอินคือ SFP-O1, SFP-O2, SFP-O3, และ SFP-O4 ตามลำดับ แสดงได้ดังรูปที่ 4.9 โดยพบว่าลักษณะของตำแหน่งพีกของสเปกตรัมที่ได้ แสดงถึงลักษณะที่เป็นเอกลักษณ์ของโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิแบบ β -sheet หรือโครงสร้างแบบ Silk II และเมื่อเปรียบเทียบกับผงไฟโบรอินที่เตรียมจากสารละลายไฟโบรอินและทำแห้งแบบเยือกแข็ง จะแสดงลักษณะของโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิเป็นแบบ Silk I ซึ่งเป็นโครงสร้างแบบอสัณฐาน (amorphous) ดังนั้นแสดงให้เห็นว่าผงไฟโบรอินที่เตรียมจากสารละลายไฟโบรอินซึ่งผ่านการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ดังกล่าว จะมีผลทำให้โครงสร้างของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้เปลี่ยนไป



รูปที่ 4.9 โครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์

โดยจากการศึกษาของ Lee และคณะ (2003) ที่รายงานเกี่ยวกับอิทธิพลของตัวทำละลายอินทรีย์ต่อสัณฐานวิทยาและโครงสร้างของไฟโบรอิน พบว่าตัวทำละลายอินทรีย์ส่วนใหญ่ เช่น เมทานอล เอทานอล และอะซิโตน จะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสัณฐานวิทยาของไฟโบรอิน ทั้งนี้เนื่องจากไฟโบรอินซึ่งมีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นพวกรคอะมิโนชนิดที่ไม่มีขั้ว เช่น โกลซีน อะลานีน เป็นต้น การใช้ตัวทำละลายแอลกอฮอล์หรือความร้อน มักจะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจาก Silk I ไปเป็น Silk II ซึ่งจะมีผลต่อสมบัติการละลาย ความแข็ง ความเปราะ และอื่น ๆ เป็นต้น

สเปกตรัมที่แสดงใน รูปที่ 4.10 แสดงถึงผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยการใช้สารก่ออนุภาคในการให้ได้ผงไฟโบรอินโดยผงไฟโบรอินชนิด SFP-C1 และ SFP-C2 จะแสดงถึงการใช้สารเซลเลนียม (Se) และสารละลายอิมัลชันโซเดียมคลอไรด์ (NaCl) เป็นสารก่ออนุภาคตามลำดับ ซึ่งจากตำแหน่งของพีคของ amide I, amide II, และ amide III แสดงให้ทราบว่าโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิของผงไฟโบรอินที่เตรียมจากการใช้สารก่ออนุภาคดังกล่าว ผงไฟโบรอินที่ได้จะมีโครงสร้างแบบ silk I ซึ่งเหมือนกันกับผงไฟโบรอินที่เตรียมจากการทำแห้งสารละลายไฟโบรอินโดยวิธีการทำแห้งแบบเยือกแข็ง ดังนั้นจากผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยการใช้สารก่ออนุภาคคือ เซลเลนียม และสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิมัลชัน จะไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้เลย



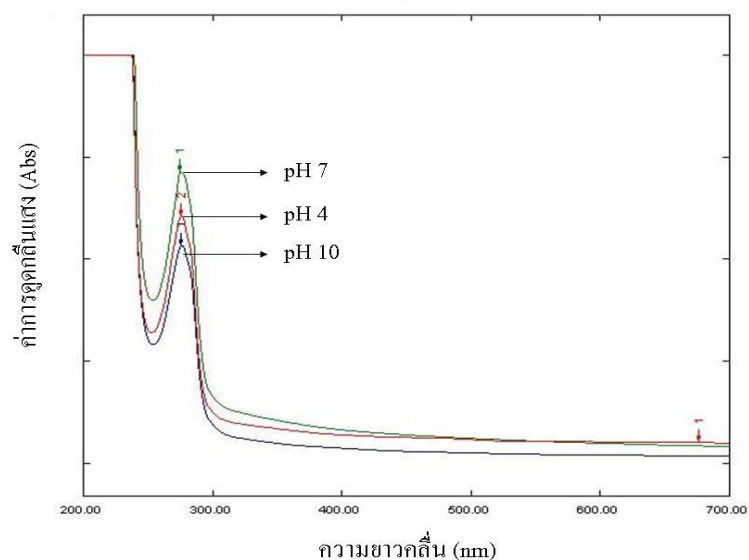
รูปที่ 4.10 โครงสร้างทุติยภูมิของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาค

4.3.3 การศึกษาการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้

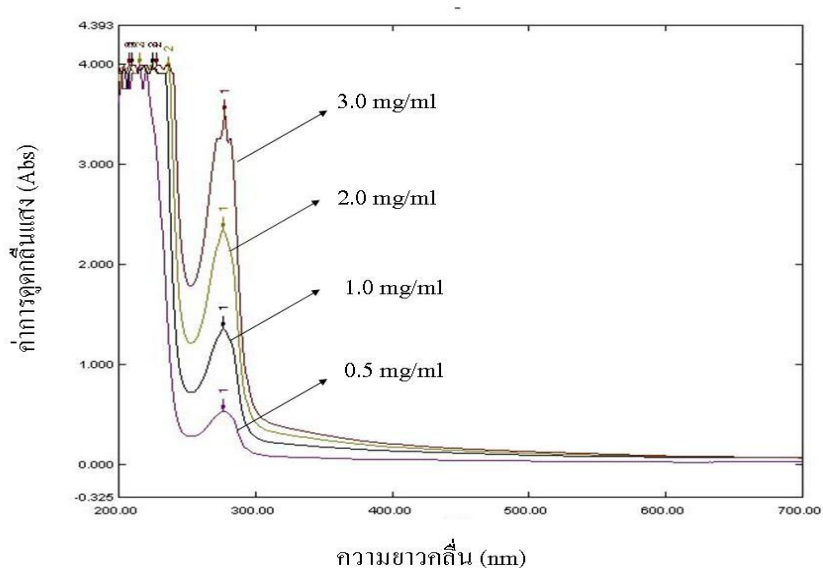
จากการศึกษาสมบัติการละลายของผงไฟโบรอินที่ความยาวคลื่นที่เหมาะสม โดยศึกษาการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอินในตัวทำละลายเป็นน้ำกลั่น ที่อุณหภูมิห้อง ผลที่ได้เป็นดังนี้คือ

4.3.3.1 การดูดกลืนแสงของไฟโบรอิน

จากการนำผงไฟโบรอินชนิดที่ละลายน้ำ ซึ่งเตรียมโดยวิธีการทำแห้งแบบเยือกแข็งของสารละลายไฟโบรอิน ที่ได้มีการรายงานว่าผงไฟโบรอินที่เตรียมจากวิธีกล่าวมามีความสามารถในการละลายน้ำได้ดี (Yeo และคณะ 2006) ไปทำการศึกษาเพื่อหาความยาวคลื่นที่เหมาะสมในการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของไฟโบรอินโดยพิจารณาถึงอิทธิพลของพีเอช และความเข้มข้นของสารละลายต่อการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอิน ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.11-4.12



รูป 4.11 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอินที่มีพีเอชต่าง ๆ ของสารละลายไฟโบรอิน มีความเข้มข้น 1.0 mg/ml



รูป 4.12 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอินที่มีความเข้มข้นต่างๆ ที่พีเอช 7

จากการศึกษาความยาวคลื่นที่เหมาะสมในการตรวจวัดการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอิน เพื่อที่จะนำไปทำการคำนวณค่าการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้ด้วยวิธีการต่าง ๆ โดยจากการวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ พบว่าความยาวคลื่นที่เหมาะสมที่สามารถนำไปใช้ในการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอิน เพื่อนำไปหาค่าการละลายของผงไฟโบรอินดังกล่าว คือที่ความยาวคลื่นเท่ากับ 275 nm ทั้งนี้เนื่องจากเป็นความยาวคลื่นที่มีค่าการดูดกลืนแสงสูงและไม่มีอิทธิพลจากสัญญาณรบกวนทั้งพีเอชและความเข้มข้นของสารละลายต่อการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอินเลย

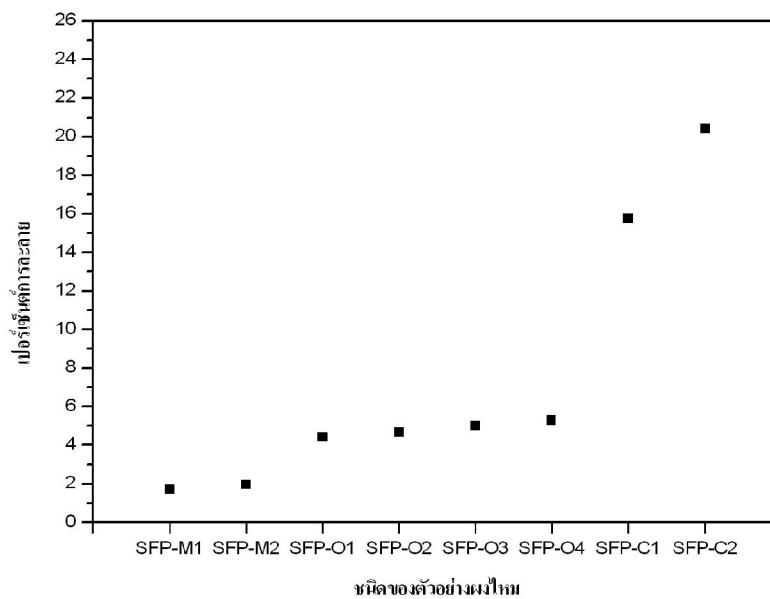
4.3.3.2 การศึกษาการละลายของผงไฟโบรอิน

จากการศึกษาการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการปั่นด้วยเครื่องปั่น (SFP-M1) การบดด้วยบอลมิลล์ (SFP-M2) การตกตะกอนด้วยเอทานอล (SFP-O1) ด้วยอะซิโตน (SFP-O2) ด้วยอะซิโตรไนไตรล์ (SFP-O3) ด้วยไอโซพิวทานอล (SFP-O4) การใช้สารก่ออนุภาคเป็นเซลเลนียม (SFP-C1) และโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว (SFP-C2) โดยการละลายในน้ำกลั่นที่มีพีเอชเท่ากับ 7 ที่อุณหภูมิห้อง (ภายหลังการเขย่าทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง) ผลที่ได้แสดงดัง ตารางที่ 4.3 และ รูปที่ 4.13

ตารางที่ 4.3 เปอร์เซ็นต์การละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้ด้วยวิธีต่าง ๆ

ชนิดของผงไฟโบรอิน	การทดลองครั้งที่ 1		การทดลองครั้งที่ 2		การทดลองครั้งที่ 3		เปอร์เซ็นต์การละลายเฉลี่ย
	ค่าการดูดกลืนแสง	เปอร์เซ็นต์การละลาย	ค่าการดูดกลืนแสง	เปอร์เซ็นต์การละลาย	ค่าการดูดกลืนแสง	เปอร์เซ็นต์การละลาย	
SFP-M1	0.326	1.74	0.339	1.81	0.294	1.63	1.73
SFP-M2	0.368	2.01	0.356	1.93	0.385	2.03	1.99
SFP-O1	0.784	4.39	0.783	4.46	0.823	4.41	4.42
SFP-O2	0.865	4.62	0.812	4.53	0.878	4.85	4.66
SFP-O3	0.876	4.82	0.946	5.03	0.960	5.15	5.00
SFP-O4	0.924	5.06	1.056	5.57	0.974	5.24	5.29
SFP-C1	2.842	15.88	2.96	15.80	2.94	15.60	15.76
SFP-C2	3.798	20.18	3.612	19.70	3.91	21.44	20.44

โดยจะเห็นได้ว่าการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ มีค่าการละลายที่ไม่สูงมากนัก โดยพบว่าการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการปั่นเส้นใยไฟโบรอินหรือการบดผงไฟโบรอินด้วยเครื่องบอลมิลล์ จะมีค่าการละลายน้อยกว่า 2 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เนื่องมาจากผงไฟโบรอินดังกล่าวมีโครงสร้างโปรตีนทุติภูมิและสัณฐานวิทยาที่คล้ายกับเส้นใยไฟโบรอิน ในขณะที่อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์จะมีค่าการละลายน้อยกว่า 5 เปอร์เซ็นต์ ทั้งนี้เนื่องจากตัวทำละลายอินทรีย์มีผลต่อสัณฐานวิทยาของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้และมีโครงสร้างเป็นแบบ silk II จึงทำให้สมบัติในการละลายของผงไฟโบรอินมีค่าน้อย (Lee และคณะ, 2003) อีกทั้งอาจมีผลต่อการเกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่นของตะกอนไฟโบรอินที่ได้ แต่ในกรณีที่ใช้สารก่ออนุภาคคือเซลเลนียมและสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัวในการเตรียมอนุภาคไฟโบรอิน พบว่ามีค่าการละลายที่มากกว่าการเตรียมโดยวิธีการอื่น ๆ ที่ได้กล่าวมาข้างต้น โดยจะมีค่าการละลาย 15-20 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นการใช้สารก่ออนุภาคเซลเลนียม และสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัวไม่ได้มีผลต่อการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้มากนัก



รูปที่ 4.13 เปอร์เซนต์การละลายของผงไฟเบอร์อินที่เตรียมโดยวิธีต่างๆ ในน้ำกลั่นพีเอช 7 ที่อุณหภูมิห้อง

4.3.4 การศึกษาขนาดของอนุภาคโดยเครื่องวัดขนาดอนุภาค

ได้ทำการศึกษาขนาดของอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ โดยการนำไปวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนเลเซอร์ ซึ่งเป็นวิธีการวิเคราะห์หนึ่งที่ยอมรับในการใช้วัดขนาดอนุภาคทั้งในระดับไมโครเมตรและนาโนเมตร ทั้งนี้เนื่องจากให้ผลที่ถูกต้องแม่นยำสูงและไม่ทำลายอนุภาคให้สูญเสียสภาพ การวัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคที่มีรูปร่างไม่แน่นอนสามารถหาได้หลายวิธีแล้วแต่ฐานการคำนวณที่ใช้อ้างอิงดังที่ได้กล่าวมาแล้วในบทที่ 2 แต่ในการหาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคโดยเทคนิคแบบการเลี้ยวเบนเลเซอร์นี้การหาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคแบบ $D[4,3]$ จะเป็นวิธีที่ทำให้ได้ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคที่ถูกต้องมากที่สุด ดังนั้นจากการนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ ผลการศึกษาคือ

4.3.4.1 ผลการศึกษาขนาดของอนุภาคไฟเบอร์อินที่เตรียมได้โดยการปั่นเส้นใย

จากการนำเส้นใยไฟเบอร์อินที่ผ่านการลอกกาแล้วไปแช่ด้วยสารละลายกรด (สารละลายกรดไฮโดรคลอริก) และสารละลายเบส (สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์) ที่สภาวะที่เหมาะสม ภายหลังจากการทำให้สารละลายไฟเบอร์อินคอลลอยด์แห้งด้วยวิธีการทำแห้งแบบเยือกแข็งแล้ว เมื่อนำผงไฟเบอร์อินที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนเลเซอร์ ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.4 ถึง 4.6 ตามลำดับคือ

ตารางที่ 4.4 ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่แช่ด้วยสารละลายกรดด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.58	0.01	14.22	5.75
0.67	0.05	16.57	6.03
0.78	0.15	19.31	6.05
0.91	0.27	22.49	5.93
1.06	0.39	26.20	5.76
1.24	0.54	30.53	5.62
1.44	0.69	35.56	5.53
1.68	0.83	41.43	5.46
1.95	0.93	48.27	5.13
2.28	0.99	56.23	4.44
2.65	0.99	65.51	3.48
3.09	0.96	76.32	2.51
3.60	0.92	88.91	1.78
4.19	0.95	103.58	1.36
4.88	1.10	120.67	1.18
5.69	1.41	140.58	1.15
6.63	1.92	163.77	1.15
7.72	2.61	190.80	1.10
9.00	3.45	222.28	0.93
10.48	4.34	258.95	0.64
12.21	5.16	301.68	0.36

ตารางที่ 4.5 ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่แช่ด้วยสารละลายเบสด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.78	0.02	16.57	4.88
0.91	0.06	19.31	5.45
1.06	0.13	22.49	5.86
1.24	0.24	26.20	6.15
1.44	0.38	30.53	6.33
1.68	0.55	35.56	6.41
1.95	0.72	41.43	6.39
2.28	0.87	48.27	6.27
2.65	0.96	56.23	5.51
3.09	0.99	65.51	4.50
3.60	0.96	76.32	3.49
4.19	0.92	88.91	2.74
4.88	0.92	103.58	2.29
5.69	0.99	120.67	2.06
6.63	1.18	140.58	1.94
7.72	1.51	163.77	1.83
9.00	2.01	190.80	1.64
10.48	2.65	222.28	1.31
12.21	3.40	258.95	0.88
14.22	4.18	301.68	0.44

ตารางที่ 4.6 แสดงผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการปั่นเส้นใย

ชนิดของสารตัวอย่าง	ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่ตรวจวัดได้ (μm)				หมายเหตุ
	D(V,0.1)	D(V,0.5)	D(V,0.9)	D(4,3)	
SFPA4	5.85	24.61	86.68	40.82	U/S 2 min
SFPB3	7.81	33.63	121.37	51.76	U/S 2 min

หมายเหตุ : SFPA4 หมายถึง ผงไฟโบรอินที่เตรียมจากการปั่นเส้นใยที่แช่ด้วยสารละลาย HCl 20%
 SFPB3 หมายถึง ผงไฟโบรอินที่เตรียมจากการปั่นเส้นใยที่แช่ด้วยสารละลาย NaOH 15%
 D(V,0.1) หมายถึง 10 volume % less than or equal to D, **D10 μm**
 D(V,0.5) หมายถึง 50 volume % less than or equal to D, **D50 μm**
 D(V,0.9) หมายถึง 90 volume % less than or equal to D, **D90 μm**
 D(4,3) หมายถึง ขนาดอนุภาคเฉลี่ย
 U/S หมายถึง ได้มีการทำอุลตราโซนิกสารตัวอย่างก่อนการวัด

ดังนั้นจากผลการทดลองที่ได้ทำการวิเคราะห์เพื่อหาขนาดอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการแช่ทิ้งไว้ด้วยสารละลายกรดและสารละลายเบสที่สถานะที่เหมาะสมพบว่าอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้มีขนาดเล็กที่สุดประมาณ 0.58 μm สำหรับการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยการปั่นเส้นใยที่ทำการลดความแข็งแรงโดยการแช่ในสารละลายกรด และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.78 μm สำหรับการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยการปั่นเส้นใยที่ทำการลดความแข็งแรงโดยการแช่ในสารละลายเบส ซึ่งจากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของไฟโบรอินโดยวิธีการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนเลเซอร์ พบว่าอนุภาคไฟโบรอินมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 40.82 μm และ 51.76 μm สำหรับการเตรียมโดยวิธีการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการแช่ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 20% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 15% ตามลำดับ

4.3.4.2 ผลการศึกษาขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยการบดด้วยเครื่องบอลมิลล์

จากการนำผงไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการแช่ทิ้งไว้ในสารละลายเบส และทำให้เป็นผงโดยวิธีการทำแห้งแบบเยือกแข็ง มาทำการบดเพื่อลดขนาดต่อด้วยเครื่องบดบอลมิลล์ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ระยะเวลาในการบดที่แตกต่างกันคือที่ 6 ชั่วโมง 12 ชั่วโมง

18 ชั่วโมง 24 ชั่วโมง และ 48 ชั่วโมง เมื่อนำผงไฟโบรอินที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนเลเซอร์ ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.7 ถึง 4.12 ตามลำดับคือ

ตารางที่ 4.7 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 6 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.67	0.02	9.00	3.47
0.78	0.16	10.48	3.73
0.91	0.32	12.21	4.04
1.06	0.53	14.22	4.37
1.24	0.78	16.57	4.72
1.44	1.08	19.31	5.09
1.68	1.41	22.49	5.48
1.95	1.75	26.20	5.87
2.28	2.05	30.53	6.25
2.65	2.27	35.56	6.31
3.09	2.42	41.43	5.98
3.60	2.52	48.27	5.21
4.19	2.60	56.23	4.09
4.88	2.72	65.51	2.48
5.69	2.86	76.32	1.69
6.63	3.03	88.91	0.83
7.72	3.22	103.58	0.31

ตารางที่ 4.8 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 12 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.58	0.01	6.63	4.33
0.67	0.09	7.72	4.50
0.78	0.34	9.00	4.71
0.91	0.61	10.48	4.90
1.06	0.95	12.21	5.07
1.24	1.35	14.22	5.19
1.44	1.83	16.57	5.26
1.68	2.36	19.31	5.27
1.95	2.88	22.49	5.08
2.28	3.32	26.20	4.74
2.65	3.64	30.53	4.23
3.09	3.82	35.56	3.55
3.60	3.91	41.43	2.71
4.19	3.97	48.27	1.88
4.88	4.06	56.23	1.05
5.69	4.18	65.51	0.22

ตารางที่ 4.9 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 18 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.58	0.03	6.63	4.20
0.67	0.12	7.72	4.41
0.78	0.37	9.00	4.67
0.91	0.65	10.48	4.91
1.06	0.97	12.21	5.14
1.24	1.36	14.22	5.31
1.44	1.82	16.57	5.42
1.68	2.34	19.31	5.47
1.95	2.86	22.49	5.24
2.28	3.29	26.20	4.83
2.65	3.59	30.53	4.26
3.09	3.73	35.56	3.53
3.60	3.78	41.43	2.69
4.19	3.82	48.27	1.81
4.88	3.91	56.23	1.02
5.69	4.04	65.51	0.41

ตารางที่ 4.10 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 24 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.67	0.09	7.72	4.25
0.78	0.36	9.00	4.34
0.91	0.65	10.48	4.43
1.06	1.01	12.21	4.52
1.24	1.45	14.22	4.58
1.44	1.95	16.57	4.63
1.68	2.48	19.31	4.65
1.95	3.00	22.49	4.63
2.28	3.43	26.20	4.54
2.65	3.74	30.53	4.33
3.09	3.92	35.56	3.96
3.60	4.00	41.43	3.37
4.19	4.03	48.27	2.61
4.88	4.06	56.23	1.75
5.69	4.11	65.51	0.90
6.63	4.17	76.32	0.04

ตารางที่ 4.11 ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่ผ่านการบดนาน 48 ชั่วโมง

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.58	0.02	6.63	4.42
0.67	0.11	7.72	4.53
0.78	0.38	9.00	4.67
0.91	0.69	10.48	4.79
1.06	1.07	12.21	4.90
1.24	1.51	14.22	4.97
1.44	2.04	16.57	5.02
1.68	2.61	19.31	4.88
1.95	3.16	22.49	4.63
2.28	3.63	26.20	4.25
2.65	3.96	30.53	3.76
3.09	4.13	35.56	3.16
3.60	4.21	41.43	2.46
4.19	4.24	48.27	1.76
4.88	4.28	56.23	10.6
5.69	4.34	65.51	0.35

ตารางที่ 4.12 แสดงผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคไฟโบรอิน

ชนิดของสารตัวอย่าง	ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่ตรวจวัดได้ (μm)				หมายเหตุ
	D(V,0.1)	D(V,0.5)	D(V,0.9)	D(4,3)	
SFB2	3.02	19.27	55.79	25.06	U/S 2 min
SFB4	2.23	10.20	34.76	14.80	U/S 2 min
SFB5	2.22	10.49	34.83	14.98	U/S 2 min
SFB6	2.17	10.10	39.28	15.93	U/S 2 min
SFB8	2.11	9.20	33.77	14.08	U/S 2 min

หมายเหตุ : SFB2 , SFB4, SFB5, SFB6 และ SFB8 หมายถึง ผงไฟโบรอินที่เตรียมโดยการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์นาน 6, 12, 18, 24, และ 48 ชั่วโมง ตามลำดับ

D(V,0.1) หมายถึง 10 volume % less than or equal to D, **D10 μm**

D(V,0.5) หมายถึง 50 volume % less than or equal to D, **D50 μm**

D(V,0.9) หมายถึง 90 volume % less than or equal to D, **D90 μm**

D(4,3) หมายถึง ขนาดอนุภาคเฉลี่ย

U/S หมายถึง ได้มีการทำอัลตราโซนิคสารตัวอย่างก่อนการวัด

จากการศึกษาขนาดอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการบดผงไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย โดยในการบดผงไฟโบรอินทำโดยการใส่เครื่องบดแบบบอลมิลล์ ซึ่งจากผลที่ได้พบว่าขนาดอนุภาคของไฟโบรอินที่เล็กที่สุดที่ตรวจพบมีขนาด 0.58 μm โดยมีขนาดของอนุภาคเฉลี่ยจากการบดด้วยระยะเวลา 6, 12, 18, 24 และ 48 ชั่วโมง จะมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 25.06, 14.80, 14.98, 15.93 และ 14.08 μm ตามลำดับ ดังนั้นจะเห็นได้ว่าการบดผงไฟโบรอินด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์จะทำให้ขนาดอนุภาคไฟโบรอินเฉลี่ยลดลง เมื่อเปรียบเทียบกับเตรียมอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมจากการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นอย่างง่ายเพียงอย่างเดียวและการบดนานตั้งแต่ 12 ชั่วโมงขึ้นไปจะทำให้ได้ผงไฟโบรอินที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 14 μm

4.3.4.3 ผลการศึกษาขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอน

จากการนำตะกอนของไฟโบรอินที่ผ่านการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ต่าง ๆ ของสารละลายไฟโบรอิน ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนเลเซอร์ ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.13 ถึง 4.17 ตามลำดับคือ

ตารางที่ 4.13 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากที่ตกตะกอนในเอทานอล

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.15	0.01	5.69	4.62
0.17	0.04	6.63	4.77
0.20	0.07	7.72	4.85
0.23	0.11	9.00	4.88
0.27	0.16	10.48	4.84
0.31	0.20	12.21	4.76
0.36	0.23	14.22	4.63
0.42	0.26	16.57	4.46
0.49	0.28	19.31	4.27
0.58	0.29	22.49	4.06
0.67	0.31	26.20	3.82
0.78	0.38	30.53	3.54
0.91	0.49	35.56	3.21
1.06	0.64	41.43	2.81
1.24	0.85	48.27	2.33
1.44	1.15	56.23	1.84
1.68	1.52	65.51	1.39
1.95	1.97	76.32	1.06
2.28	2.45	88.91	0.86
2.65	2.93	103.58	0.76
3.09	3.36	120.67	0.70
3.60	3.74	140.58	0.62
4.19	4.07	163.77	0.50
4.88	4.38	190.80	0.53

ตารางที่ 4.14 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากที่ตกตะกอนในอะซิโตน

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.13	0.01	3.60	3.56
0.15	0.04	4.19	4.05
0.17	0.08	4.88	4.57
0.20	0.12	5.69	5.06
0.23	0.18	6.63	5.45
0.27	0.23	7.72	5.72
0.31	0.28	9.00	5.85
0.36	0.33	10.48	5.81
0.42	0.37	12.21	5.64
0.49	0.40	14.22	5.34
0.58	0.42	16.57	4.99
0.67	0.43	19.31	4.50
0.78	0.50	22.49	4.05
0.91	0.58	26.20	3.65
1.06	0.70	30.53	3.31
1.24	0.88	35.56	2.95
1.44	1.12	41.43	2.54
1.68	1.42	48.27	2.04
1.95	1.79	56.23	1.54
2.28	2.20	65.51	1.05
2.65	2.63	76.32	0.55
3.09	3.09		

ตารางที่ 4.15 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากที่ตกตะกอนในอะซิโตนไนด์

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.20	0.33	3.09	4.77
0.23	0.80	3.60	4.25
0.27	1.34	4.19	3.71
0.31	1.92	4.88	3.30
0.36	2.49	5.69	3.01
0.42	3.03	6.63	2.76
0.49	3.49	7.72	2.50
0.58	3.86	9.00	2.22
0.67	4.13	10.48	1.89
0.78	4.29	12.21	1.56
0.91	4.44	14.22	1.23
1.06	4.60	16.57	0.95
1.24	4.77	19.31	0.72
1.44	4.98	22.49	0.56
1.68	5.22	26.20	0.43
1.95	5.38	30.53	0.30
2.28	5.37	35.56	0.18
2.65	5.17	41.43	0.05

ตารางที่ 4.16 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากที่ตกตะกอนในไอโซบิวทานอล

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.15	0.01	5.69	4.53
0.17	0.04	6.63	4.67
0.20	0.08	7.72	4.74
0.23	0.12	9.00	4.76
0.27	0.16	10.48	4.72
0.31	0.20	12.21	4.64
0.36	0.23	14.22	4.51
0.42	0.26	16.57	4.34
0.49	0.28	19.31	4.14
0.58	0.29	22.49	3.92
0.67	0.30	26.20	3.69
0.78	0.38	30.53	3.42
0.91	0.49	35.56	3.12
1.06	0.64	41.43	2.76
1.24	0.86	48.27	2.36
1.44	1.15	56.23	1.95
1.68	1.53	65.51	1.59
1.95	1.97	76.32	1.32
2.28	2.45	88.91	1.16
2.65	2.92	103.58	1.05
3.09	3.34	120.67	0.94
3.60	3.70	140.58	0.78
4.19	4.02	163.77	0.59
4.88	4.30	190.80	0.59

ตารางที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีตกตะกอน

ชนิดของสารตัวอย่าง	ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่ตรวจวัดได้ (μm)				หมายเหตุ
	D(V,0.1)	D(V,0.5)	D(V,0.9)	D(4,3)	
SFP-O1	2.44	10.81	50.02	21.48	U/S 2 min
SFP-O2	2.30	9.94	36.75	15.28	U/S 2 min
SFP-O3	0.50	1.97	9.05	3.72	U/S 2 min
SFP-O4	2.43	11.03	56.13	23.08	U/S 2 min

หมายเหตุ : SFP-O1 หมายถึง อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยการตกตะกอนในเอทานอล
 SFP-O2 หมายถึง อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยการตกตะกอนในอะซิโตน
 SFP-O3 หมายถึง อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยการตกตะกอนในอะซิโตรไนไตร์
 SFP-O4 หมายถึง อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยการตกตะกอนในไอโซบิวทานอล
 D(V,0.1) หมายถึง 10 volume % less than or equal to D, **D10 μm**
 D(V,0.5) หมายถึง 50 volume % less than or equal to D, **D50 μm**
 D(V,0.9) หมายถึง 90 volume % less than or equal to D, **D90 μm**
 D(4,3) หมายถึง ขนาดอนุภาคเฉลี่ย
 U/S หมายถึง ได้มีการทำอัลตราโซนิกสารตัวอย่างก่อนการวัด

จากการศึกษาขนาดอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนไฟโบรอินในตัวทำละลายอินทรีย์ 4 ชนิดได้แก่ เอทานอล อะซิโตน อะซิโตรไนไตร์ และไอโซบิวทานอล โดยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนเลเซอร์ พบว่าขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เล็กที่สุดที่ตรวจพบสำหรับอนุภาคไฟโบรอินที่นำไปตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์เป็น เอทานอล อะซิโตน อะซิโตรไนไตร์ และไอโซบิวทานอล มีขนาดอนุภาคเท่ากับ 0.15, 0.13, 0.20 และ 0.15 μm ตามลำดับ ซึ่งจากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของอนุภาคไฟโบรอินที่ได้จากการตกตะกอนในตัวทำละลายเป็น เอทานอล อะซิโตน อะซิโตรไนไตร์ และไอโซบิวทานอล มีขนาดเท่ากับ 21.48, 15.28, 3.72 และ 23.08 μm ตามลำดับ ดังนั้นจะเห็นได้ว่าการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์นี้ จะสามารถทำให้ได้อนุภาคไฟโบรอินที่มีขนาดเล็กถึงประมาณ 0.15 μm หรือ 150 nm และการใช้อะซิโตรไนไตร์เป็นสารตัวตกตะกอนจะทำให้ได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของไฟโบรอินที่เล็กที่สุด รองลงมาได้แก่ อะซิโตน เอทานอล และไอโซบิวทานอล ตามลำดับ

4.3.4.4 ผลการศึกษาขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยใช้สารก่ออนุภาค

จากการนำอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการที่ใช้สารก่ออนุภาคคือ กรดเซเลเนียส และสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนเลเซอร์ ผลที่ได้แสดงดังตารางที่ 4.18 ถึง 4.20 ตามลำดับคือ

ตารางที่ 4.18 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาคเป็นกรดเซเลเนียส

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.20	0.33	3.09	4.75
0.23	0.80	3.60	4.25
0.27	1.34	4.19	3.71
0.31	1.91	4.88	3.31
0.36	2.48	5.69	3.03
0.42	3.01	6.63	2.79
0.49	3.47	7.72	2.54
0.58	3.84	9.00	2.26
0.67	4.10	10.48	1.94
0.78	4.26	12.21	1.61
0.91	4.42	14.22	1.29
1.06	4.57	16.57	1.01
1.24	4.74	19.31	0.79
1.44	4.95	22.49	0.62
1.68	5.19	26.20	0.45
1.95	5.35	30.53	0.28
2.28	5.35	35.56	0.12
2.65	5.15		

ตารางที่ 4.19 แสดงขนาดอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาคเป็นสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว

ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ	ขนาดอนุภาค (μm)	เปอร์เซ็นต์ที่ตรวจพบ
0.20	0.32	3.09	4.75
0.23	0.81	3.60	4.23
0.27	1.34	4.19	3.69
0.31	1.91	4.88	3.28
0.36	2.48	5.69	3.00
0.42	3.02	6.63	2.75
0.49	3.48	7.72	2.50
0.58	3.85	9.00	2.22
0.67	4.11	10.48	1.89
0.78	4.27	12.21	1.57
0.91	4.43	14.22	1.26
1.06	4.59	16.57	0.98
1.24	4.75	19.31	0.77
1.44	4.96	22.49	0.60
1.68	5.20	26.20	0.48
1.95	5.36	30.53	0.35
2.28	5.35	35.56	0.22
2.65	5.15	41.43	0.10

ตารางที่ 4.20 แสดงผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยใช้สารก่ออนุภาค

ชนิดของสารตัวอย่าง	ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่ตรวจวัดได้ (μm)				หมายเหตุ
	D(V,0.1)	D(V,0.5)	D(V,0.9)	D(4,3)	
SFP-C1	0.50	1.99	9.21	3.74	U/S 2 min
SFP-C2	0.50	1.98	9.25	3.81	U/S 2 min

หมายเหตุ : SFP-C1 หมายถึง อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาคเป็นเซลล์เนียม
SFP-C1 หมายถึง อนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้จากการใช้สารก่ออนุภาคเป็น
โซเดียมคลอไรด์

D(V,0.1) หมายถึง 10 volume % less than or equal to D, **D10 μm**

D(V,0.5) หมายถึง 50 volume % less than or equal to D, **D50 μm**

D(V,0.9) หมายถึง 90 volume % less than or equal to D, **D90 μm**

D(4,3) หมายถึง ขนาดอนุภาคเฉลี่ย

U/S หมายถึง ได้มีการทำอุตราโซนิกสารตัวอย่างก่อนการวัด

ดังนั้นจากผลการทดลองที่ได้ทำการวิเคราะห์เพื่อหาขนาดอนุภาคของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยใช้สารก่ออนุภาค 2 ชนิดคือ กรดเซลล์เนียม และสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิมิตัว โดยการใช้เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนแสงเลเซอร์ พบว่าขนาดอนุภาคของไฟโบรอินที่เล็กที่สุดที่ตรวจพบคือ 0.5 μm หรือ 500 nm ของการเตรียมโดยใช้สารก่ออนุภาคทั้งสองชนิด โดยขนาดอนุภาคเฉลี่ยของไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยใช้สารก่ออนุภาคเป็นเซลล์เนียม และโซเดียมคลอไรด์ มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่วิเคราะห์ได้เท่ากับ 3.74 และ 3.81 μm ตามลำดับ ดังนั้นการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีการใช้สารก่ออนุภาคก็เป็นอีกวิธีหนึ่งที่สามารถใช้ในการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินที่มีขนาดระดับไมโครและนาโนเมตรได้

4.3.5 การศึกษาสมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ของไฟโบรอิน

จากการทดลองนำผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ ไปวิเคราะห์หาสมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์โดยวิธี DPPH ทั้งนี้เนื่องจาก DPPH เป็นสารฟรีเรดิคัลที่มีการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 517 nm ซึ่งสารที่มีสมบัติเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์จะให้โปรตรอนแก่ฟรีเรดิคัล ดังนั้นค่าการดูดกลืนแสงของ DPPH ที่ความยาวคลื่นนี้ก็จะมีการลดลง โดยการได้รับโปรตรอนจากสารแอนติออกซิแดนซ์มากน้อยเพียงใดจะแสดงได้โดยเปอร์เซ็นต์ของสคาเวนจิงแอคทิวิตี (Scavenging activity) ซึ่งผลจากการศึกษาแสดงได้ดังตารางที่ 4.21

ตารางที่ 4.21 แสดงเปอร์เซ็นต์สคาเวนจิง แอคทิวิตีโดยวิธี DPPH ของผงไฟโบรอินชนิดต่าง ๆ

ชนิดของอนุภาคไฟโบรอิน	ค่าการดูดกลืนแสง	Scavenging activity (%)
SFP-M1	0.153	2
SFP-M2	0.148	5
SFP-O1	0.133	15
SFP-O2	0.128	18
SFP-O3	0.131	16
SFP-O4	0.129	17
SFP-C1	0.115	26
SFP-C2	0.122	22

จากการทดสอบความสามารถในการเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการต่าง ๆ ได้แก่ การปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นอย่างง่าย (SFP-M1) การบดด้วยเครื่องบดมิลล์ (SFP-M2) การตกตะกอนในเอทานอล (SFP-O1) ในอะซิโตน (SFP-O2) ในอะซิโตรไนไตรล์ (SFP-O3) ในไอโซปีวาทานอล (SFP-O4) การใช้สารก่ออนุภาคเป็นเซลเลนียม (SFP-C1) และเป็นโซเดียมคลอไรด์ (SFP-C2) ตามลำดับ โดยพิจารณาจากเปอร์เซ็นต์สคาเวนจิงแอคทิวิตี ที่แสดงถึงความสามารถในการเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ของไฟโบรอินที่เตรียมได้ ซึ่งจากการศึกษาพบว่าสำหรับไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีทางกายภาพนี้จะแสดงความเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ที่ไม่ดี ทั้งนี้อาจเกิดเนื่องจากสมบัติที่ไม่ละลายน้ำของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้ ในกรณีของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ นั้นพบว่าสามารถแสดงสมบัติการเป็นสารแอนติออกซิแดนซ์ได้บ้างแต่น้อยกว่าอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมได้จากวิธีการใช้สารก่ออนุภาค ทั้งนี้เนื่องจากวิธีการใช้สารก่ออนุภาคนี้นี้จะทำให้มีการละลายน้ำที่สูงกว่าการเตรียมแบบอื่น ๆ อีกทั้งยังมีโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิเป็นแบบ Silk I ซึ่งน่าจะมีผลต่อการที่ง่ายต่อการให้โปรตรอนต่อฟรีเรดิคัล

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมผงไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโครและนาโนเมตรจากปุ๋ยไหม โดยมีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียมผงไฟโบรอินระดับไมโครและนาโนเมตรจากปุ๋ยไหมตลอดจนศึกษาสมบัติของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้เพื่อให้ได้ข้อมูลที่เป็นประโยชน์และสามารถนำไปใช้ในทางอุตสาหกรรมได้ โดยปุ๋ยไหมที่ถูกใช้ในการศึกษานี้ ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัทจุลไหมไทย จำกัด จังหวัดเพชรบูรณ์ ซึ่งเป็นส่วนที่ถูกดึงออกมาจากส่วนนอกของรังไหมก่อนที่จะนำรังไหมเข้าสู่กระบวนการผลิตเส้นไหมและเป็นวัสดุที่เหลือทิ้ง โดยในปัจจุบันทางโรงงานยังไม่มีการนำไปใช้ให้เกิดประโยชน์มากนัก ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะนำปุ๋ยไหมดังกล่าวมาเตรียมให้อยู่ในรูปของผงไหมไฟโบรอินที่มีขนาดระดับไมโครและนาโนเมตร โดยการใช้วิธีการเตรียมแบบต่าง ๆ ทั้งทางด้านกายภาพและทางเคมี ตลอดจนศึกษาสมบัติของผงไหมไฟโบรอินที่เตรียมได้ เพื่อให้มีข้อมูลที่จะนำผงไหมไฟโบรอินที่เตรียมได้จากปุ๋ยไหมนี้ ไปใช้ให้เกิดประโยชน์และก่อให้เกิดการเพิ่มมูลค่าให้กับปุ๋ยไหมต่อไป ซึ่งการดำเนินการวิจัยได้แบ่งออกเป็น 3 ระยะคือ ระยะที่ 1 เป็นการศึกษาการเตรียมผงไหมไฟโบรอินระดับไมโครและนาโนเมตร ระยะที่ 2 เป็นการศึกษาสมบัติของผงไฟโบรอิน และระยะที่ 3 เป็นการถ่ายทอดนวัตกรรมของการเตรียมผงไหมไฟโบรอินที่ได้ให้กับผู้ประกอบการ กลุ่มแม่บ้าน และผู้สนใจทั่วไป โดยในการทำการวิจัยตามขั้นตอนต่างๆ สามารถสรุปผลการทดลองได้คือ

5.1 การศึกษาการเตรียมผงไหมไฟโบรอินระดับไมโครและนาโนเมตร

ได้ทำการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีทางกายภาพและวิธีทางเคมีเพื่อให้ได้อนุภาคไฟโบรอินขนาดไมโครเมตรและนาโนเมตร ในการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีการทางกายภาพนั้นทำโดยวิธีการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการลดความแข็งแรงของเส้นใย โดยการแช่ทิ้งไว้ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 20 % หรือการแช่ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 15% เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งสภาวะดังกล่าวเป็นสภาวะที่เหมาะสมที่จะทำให้ได้เส้นใยไฟโบรอินที่มีความแข็งแรงของเส้นใยที่ลดลงพอเหมาะ ที่จะทำให้สามารถปั่นลดขนาดของเส้นใยได้โดยใช้เครื่องปั่นอย่างง่าย (Blender) สำหรับวิธีทางกายภาพอีกวิธีหนึ่งคือการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ (Ball mill) โดยจะนำผงไฟโบรอินที่ได้จากการปั่นลดขนาดของเส้นใย ไปทำการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ด้วยระยะเวลาต่างๆ ซึ่งพบว่าเมื่อนำผงไฟโบรอินที่ได้จากการบดด้วยเครื่องบอลมิลล์นานมากกว่า 12 ชั่วโมง ไปร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 ไมครอน พบว่ามีเปอร์เซ็นต์ของผงไหมที่สามารถร่อนผ่านตะแกรงขนาดดังกล่าวได้มากกว่า 95% ในขณะที่วิธีการลดขนาดโดยการปั่นเส้นใยจะมีปริมาณของผงไฟโบรอินที่สามารถลอดผ่านตะแกรงขนาดเดียวกันได้สูงสุดเพียง 83% ดังนั้นการลดขนาดอนุภาคโดยการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์นี้ จึงทำให้ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินลดลงได้อย่างมาก

ในการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีการทางเคมีทำได้โดยการนำสารละลายไฟโบรอินที่ได้จากการละลายเส้นใยไฟโบรอิน โดยใช้ตัวทำละลายผสมระหว่าง แคลเซียมคลอไรด์ น้ำ และเอทานอล ในอัตราส่วน (1:8:2) ที่อุณหภูมิประมาณ 110°C จากนั้นทำการไดอะไลซิสสารละลายของไฟโบรอินที่ได้เพื่อกำจัดตัวทำละลายดังกล่าวออกไป จะได้สารละลายไฟโบรอินที่สามารถนำไปใช้ในการเตรียมอนุภาคไฟโบรอิน การเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีทางเคมีนี้ทำได้ 2 วิธี คือ การนำสารละลายไฟโบรอินไปตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์จำนวน 4 ชนิด ได้แก่ เอทานอล อะซิโตน อะซิโตรไนไตร์ และไอโซบิวทานอล และอีกวิธีคือการใช้สารก่ออนุภาคซึ่งในการทดลองนี้ได้ใช้สารก่ออนุภาค 2 ชนิดคือ ใช้กรดเซเลเนียม และใช้สารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัว โดยการทำผงไฟโบรอินจะทำได้โดยการอบผ่านลมร้อนหรือการทำแห้งแบบเยือกแข็ง

5.2 การศึกษาสมบัติของผงไฟโบรอิน

จากการศึกษาสมบัติของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ ซึ่งได้แก่ ผงไฟโบรอินที่เตรียมโดยการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการลดความแข็งแรงของเส้นใยด้วยสารละลายกรดและเบส (SFP-M1) เตรียมจากการบดลดขนาดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ (SFP-M2) เตรียมโดยการตกตะกอนสารละลายไฟโบรอินในเอทานอล (SFP-O1) การตกตะกอนในอะซิโตน (SFP-O2) การตกตะกอนในอะซิโตรไนไตร์ (SFP-O3) การตกตะกอนในไอโซบิวทานอล (SFP-O4) ผงไฟโบรอินที่เตรียมโดยใช้สารก่ออนุภาคเป็นเซเลเนียม (SFP-C1) และการใช้สารก่ออนุภาคเป็นโซเดียมคลอไรด์ (SFP-C2) จากผลการศึกษาทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope หรือ SEM) พบว่าอนุภาคไฟโบรอิน SFP-M1 มีลักษณะเป็นแท่งขนาดเล็กที่มีขนาดประมาณ $50\text{ }\mu\text{m}$ ในขณะที่อนุภาคไฟโบรอิน SFP-M2 จะมีลักษณะที่เป็นทั้งแท่งและเป็นก้อนขนาดเล็กที่มีขนาดเล็กกว่า $20\text{ }\mu\text{m}$ สำหรับอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ทั้ง 4 ชนิด (SFP-O1, SFP-O2, SFP-O3, และ SFP-O4) ตลอดจนอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการใช้สารก่ออนุภาคทั้งสองชนิด (SFP-C1 และ SFP-C2) จะมีลักษณะของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้ เป็นก้อนกลมที่มีขนาดเล็กกว่า $0.5\text{ }\mu\text{m}$ หรือ 500 nm ในการศึกษาโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิของไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ ด้วยเทคนิค FT-IR พบว่า อนุภาคไฟโบรอิน SFP-M1, SFP-M2, SFP-O1, SFP-O2, SFP-O3, และ SFP-O4 จะแสดงโครงสร้างเป็นแบบ β -sheet หรือแบบ Silk II ในขณะที่อนุภาคไฟโบรอิน SFP-C1 และ SFP-C2 แสดงลักษณะโครงสร้างเป็นแบบแรนดอมคอยล์ หรือแบบ Silk I ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิกับผงไฟโบรอินที่ละลายน้ำได้ ซึ่งเตรียมจากสารละลายไฟโบรอินที่ทำให้เป็นผงโดยวิธีการทำแห้งแบบเยือกแข็งที่แสดงลักษณะของโครงสร้างเป็นแบบ Silk I และเส้นไหมโดยทั่วไปที่มีลักษณะโครงสร้างส่วนใหญ่เป็นแบบ Silk II ดังนั้นวิธีการเตรียมทางกายภาพโดยการปั่นด้วยเครื่องปั่นหรือการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์ ผงไฟโบรอินที่ได้จะยังคงมีโครงสร้างเหมือนกับโครงสร้างของเส้นไหม ในขณะที่การเตรียมอนุภาคไฟโบรอินจากสารละลายไฟโบรอินจะทำให้โครงสร้างของอนุภาค

ไฟโบรอินเปลี่ยนไปหรือไม่ขึ้นอยู่กับวิธีการเตรียม โดยจากการศึกษาครั้งนี้พบว่า การเตรียมโดยการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์จะทำให้ได้อนุภาคไฟโบรอินที่มีโครงสร้างเป็นแบบ Silk II ในขณะที่การใช้สารก่ออนุภาคจะทำให้มีโครงสร้างเปลี่ยนไปเป็นแบบ Silk I ทั้งนี้การที่อนุภาคไฟโบรอินมีโครงสร้างโปรตีนเปลี่ยนไปก็จะมีผลต่อสมบัติอื่น ๆ ของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้ ในการศึกษาการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการต่าง ๆ จากการติดตามตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอินที่ได้จากการละลายผงไฟโบรอินลงในน้ำกลั่นที่ปรับพีเอชให้เท่ากับ 7 ที่ความยาวคลื่น 275 nm และนำค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายไฟโบรอินที่ได้ไปคำนวณเพื่อหาค่าการละลายของผงไฟโบรอินชนิดต่าง ๆ ซึ่งจากการศึกษาพบว่า การเตรียมผงไฟโบรอินโดยวิธีการทางกายภาพทำให้ได้ผงไฟโบรอินที่มีค่าการละลายน้อยกว่า 2% และการเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์จะทำให้มีค่าการละลายน้อยกว่า 5% ในขณะที่การเตรียมโดยวิธีการใช้สารก่ออนุภาคจะทำให้มีค่าการละลายของผงไฟโบรอินที่เตรียมได้ระหว่าง 15-20% ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิที่มีอยู่ในผงไฟโบรอินแต่ละชนิด ตลอดจนการเกาะกลุ่มกันแน่นของอนุภาคไฟโบรอินของการเตรียมโดยวิธีการต่าง ๆ จึงทำให้มีค่าการละลายที่แตกต่างกัน จากการศึกษาขนาดอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยเครื่องวัดขนาดอนุภาคแบบการเลี้ยวเบนแสงเลเซอร์พบว่าอนุภาคของไฟโบรอิน SFP-M1 มีขนาดอนุภาคไฟโบรอินเล็กที่สุดที่ตรวจพบประมาณ 0.58 μm และ 0.78 μm สำหรับการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยการใช้สารละลายกรดและเบสตามลำดับ และพบว่าอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 40.82 μm และ 51.76 μm สำหรับการเตรียมโดยวิธีการปั่นเส้นใยไฟโบรอินที่ผ่านการแช่ด้วยสารละลายกรดและเบสตามลำดับ การเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีการบดด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์พบว่าขนาดอนุภาคของไฟโบรอินที่เล็กที่สุดที่ตรวจพบมีขนาด 0.58 μm โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยของไฟโบรอินจากการบดด้วยระยะเวลา 6, 12, 18, 24 และ 48 ชั่วโมง เท่ากับ 25.06, 14.80, 14.98, 15.93 และ 14.08 μm ตามลำดับ ดังนั้นจะเห็นได้ว่าการบดผงไฟโบรอินด้วยเครื่องบดแบบบอลมิลล์จะทำให้ขนาดอนุภาคไฟโบรอินเฉลี่ยลดลง เมื่อเปรียบเทียบกับ การเตรียมอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมจากการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นอย่างง่ายเพียงอย่างเดียวและการบดนานตั้งแต่ 12 ชั่วโมงขึ้นไปจะทำให้ได้ผงไฟโบรอินที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 14 μm จากการศึกษาขนาดอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมได้โดยวิธีการตกตะกอนพบว่า ขนาดของอนุภาคไฟโบรอินที่ตรวจพบสำหรับ SFP-O1, SFP-O2, SFP-O3, และ SFP-O4 เท่ากับ 0.15, 0.13, 0.20 และ 0.15 μm ตามลำดับ และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 21.48, 15.28, 3.72 และ 23.08 μm ตามลำดับ ดังนั้นจะเห็นได้ว่าการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์นี้จะสามารถทำให้ได้อนุภาคไฟโบรอินที่มีขนาดเล็กถึงประมาณ 0.15 μm หรือ 150 nm และการใช้อะซิโตนไนไตร์เป็นสารตัวตกตะกอนจะทำให้ได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของไฟโบรอินที่เล็กที่สุด รองลงมาได้แก่ อะซิโตน เอทานอล และไอโซบิวทานอลตามลำดับ สำหรับการหาขนาดอนุภาคของไฟโบรอิน SFP-C1 และ SFP-C2 พบว่าขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุด ที่ตรวจพบคือ 0.5 μm หรือ 500 nm ของการเตรียมโดยการใช้สารก่ออนุภาคทั้งสองชนิด โดยขนาดอนุภาคเฉลี่ยของไฟโบรอิน

ที่เตรียมได้โดยใช้สารก่ออนุภาคเป็นเซเลเนียมและโซเดียมคลอไรด์ ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของไฟโบรอินที่วิเคราะห์ได้เท่ากับ 3.74 และ 3.81 μm ตามลำดับ ดังนั้นการเตรียมอนุภาคไฟโบรอินโดยใช้สารก่ออนุภาคก็เป็นอีกวิธีหนึ่งที่สามารถเตรียมอนุภาคไฟโบรอินที่มีขนาดระดับไมโครและนาโนเมตรได้

ในการวิเคราะห์สมบัติความเป็นสารแอนติออกซิแดนท์ของผงไฟโบรอินโดยวิธี DPPH ของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการต่าง ๆ โดยพิจารณาจากเปอร์เซ็นต์สคาเวนจิงแอกทิวิตี ที่แสดงถึงความสามารถในการเป็นสารแอนติออกซิแดนท์ของไฟโบรอินที่เตรียมได้ จากการศึกษาพบว่าสำหรับไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีทางกายภาพทั้ง SFP-M1 และ SFP-M2 จะแสดงความเป็นสารแอนติออกซิแดนท์ได้น้อยมาก ทั้งนี้อาจเกิดเนื่องจากสมบัติที่ไม่ละลาย น้ำของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมได้ ในกรณีของอนุภาคไฟโบรอินที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนในตัวทำละลายอินทรีย์ชนิดต่าง ๆ (SFP-O1, SFP-O2, SFP-O3, และ SFP-O4) พบว่าสามารถแสดงสมบัติการเป็นสารแอนติออกซิแดนท์ได้บ้างแต่น้อยกว่าอนุภาคของไฟโบรอินที่เตรียมได้จากรีเอเจนต์สารก่ออนุภาค (SFP-C1 และ SFP-C2) ทั้งนี้เนื่องจากวิธีการใช้สารก่ออนุภาคนี้นี้จะทำให้มีการละลายน้ำที่สูงกว่าการเตรียมแบบอื่น ๆ อีกทั้งยังมีโครงสร้างโปรตีนทุติยภูมิเป็นแบบ Silk I ซึ่งน่าจะมีผลต่อการที่ง่ายต่อการใช้โปรตอนต่อฟรีเรดิคัล

5.3 การถ่ายทอดนวัตกรรมการเตรียมผงไหม

จากการประเมินวิธีการเตรียมผงไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำระดับไมโครและนาโนเมตรจากปุยไหม โดยการพิจารณาร่วมกันระหว่างผู้ที่รับผิดชอบในด้านการจัดการวัสดุเหลือทิ้งจากไหมของบริษัทปุยไหมไทยแล้ว มีความเห็นสรุปร่วมกันว่าการเตรียมผงไฟโบรอินจากปุยไหมโดยวิธีการทางกายภาพคือการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นอย่างง่ายและการบดด้วยบอลมิลล์ เป็นวิธีที่น่าจะนำมาใช้ในการผลิตผงไหมไฟโบรอินในระดับอุตสาหกรรมได้ เพื่อให้ได้ผงไหมที่สามารถนำไปใช้ในงานด้านต่าง เช่นเครื่องสำอาง อาหาร และทางการแพทย์ เป็นต้น

ในการถ่ายทอดนวัตกรรมการเตรียมผงไหมไฟโบรอินที่ได้จากการศึกษาวิจัยครั้งนี้ ได้มีการเผยแพร่องค์ความรู้ในด้านการเตรียมผงไหมไฟโบรอินให้แก่กลุ่มเกษตรกรผู้เลี้ยงไหม วิสาหกิจชุมชน และผู้ที่สนใจทั่วไปได้ทราบ ได้แก่

- การเข้าร่วมประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทยครั้งที่ 34 ระหว่างวันที่ 31 ตุลาคม 2551 ถึง 2 พฤศจิกายน 2551 ณ ศูนย์การประชุมแห่งชาติสิริกิติ์ กรุงเทพฯ โดยการนำเสนอแบบโปสเตอร์เรื่อง “การเตรียมอย่างง่ายและลักษณะเฉพาะของผงไหมไฟโบรอินชนิดไม่ละลายน้ำ” และตีพิมพ์บทความลงในวารสารสืบเนื่องการจัดประชุมวิชาการ
- การออกไปอบรมให้ความรู้แก่กลุ่มแม่บ้านเกษตรกรทอผ้าไหมมัดหมี่บ้านหนองจอก ตำบลระวิง อำเภอเมือง จังหวัดเพชรบูรณ์ ในวันที่ 29 พฤศจิกายน 2551

เอกสารอ้างอิง

- จิตชัย ปัญญาสวรรค์ และพิลาณี ไวณนอมสัตย์. 2549. การผลิตผงไหมชนิดละลายได้ในน้ำจากไหมหม่อนพันธุ์นางน้อยศรีษะเกษ1. รายงานการประชุมวิชาการของมหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 44 สาขาอุตสาหกรรมเกษตร. มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์: 274-281.
- เนือทิพย์ คำรงค์ไชย, สุจินต์ อังกราวีรุต และ น้อย เนียมสา. 2544. การศึกษาโปรตีนจากดักแด้ไหมและสารละลายกาวไหม. รายงานการวิจัย. มหาวิทยาลัยมหาสารคาม. มหาสารคาม.
- ปิยรัตน์ มูลศรี. 2549. อนุสิทธิบัตรเรื่องกรรมวิธีการสกัดสารไฟโบรอินจากเศษไหม. กรมทรัพย์สินทางปัญญา ประเทศไทย. เลขที่ 2931.
- รัชนิ ชัดสีโส. 2548. การวิจัยและพัฒนาเพื่อประโยชน์จากโปรตีนไหม. ศูนย์นวัตกรรมไหม มหาวิทยาลัยมหาสารคาม. มหาสารคาม.
- สถาบันวิจัยหม่อนไหมแห่งชาติเฉลิมพระเกียรติฯ กรมวิชาการเกษตร. 2548. การผลิตผงไหม. กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. [Online]. Available from: <http://www.moac.go.th/builder/mu/index.php?page=415&clicksub=415&sub=442> [9 ตุลาคม 2550]
- สมหญิง ชูประยูร. 2546. ไหม: ราชนิแห่งเส้นใย. โอเดียนสโตร์, กรุงเทพฯ.
- อภิชาติ สนธิสมบัติ. 2547. กระบวนการทางเคมีสิ่งทอ. ขอนแก่น : มหาวิทยาลัยขอนแก่น.
- Chen, X., Shao, Z., Marinkovic, N. S., Miller, L. M., Zhou, P., Chance. 2001. Conformation transition kinetics of regenerated *Bombyx mori* silk fibroin membrane monitored by time-resolved FTIR spectroscopy. *Biophys. Cheml.* 89: 25-34.
- Cho, K.Y., Moon, J.Y., Lee, Y. W., Lee, K. G., Yeo, J.H., Kweon, H.Y., Kim, K.H., Cho, C.S. 2003. Preparation of self-assembled silk sericin nanoparticles. *Int. J. Biol. Macromol.* 32: 36-42.
- Freddi, G., Mossotti, R. and Innocenti, R. 2003. Degumming of silk fabric with several protease. *J. Biotechnol.* 106: 101-112.
- Kwang, Y. C., Jae, Y. M., Yong, W. L., Kwang, G. L., Joo, H. Y., Hae, Y. K., et al, 2003. Preparation of self assembled silk sericin nanoparticles. *Int. J. Biol. Macromol.* 32: 36-42.
- Lee, K. G., Kweon, H. Y., Yeo, J. H., Soon, O. W., Lee, Y. W., Cho, C. S., Kim, K.H., and Park, Y.H. 2003. Effect of methyl alcohol on the morphology and conformational characteristics of silk sericin. *Int. J. Biol. Macromol.* 33: 75-80.

- Li, M., Tao, W., Lu, S. and Kuga, S. 2003. Compliant film of regenerated *Antheraea pernyi* silk fibroin by chemical crosslinking. *Int. J. Biol. Macromol.* 32: 159-163.
- Li, Y., Yuen, W.M., Hu, J.Y., Cheng, Y.F. 2005. Analysis of the structural characteristics of nanoscale silk particle. *J. Appl. Polym. Sci.* 100: 268-274.
- Moonsri, P., Watanesk, S., Watanesk, R., Niamsup, H., Deming, R.L. 2008. Fibroin membrane preparation and stabilization by polyethylene glycol diglycidyl ether. *J. Appl. Polym. Sci.* 108: 1402-1406.
- Renee, R. A., and Joan, M. 1993. Basic Biochemistry Methods. 2nd ed. New York. Wiley liss:426-432.
- Um, I.C., Kweon, H. Y., Kwang, G. L., and Park, Y. H. 2003. The role of formic acid in solubility and crystallization of silk protein polymer. *Int. J. Biol. Macromol.* 33: 203-213.
- Wu, J.-H., Wang, Z., Xu, S.-Y. 2007. Preparation and characterization of sericin powder extratec from silk industry wastewater. *Food. Chem.* 103: 1255-1262.
- Xia, Y.Y. 2007. Synthesis of selenium Nanoparticle in the presence of silk fibroin. *Matter. Lett.* 61: 4321-4324.
- Yeo, J.-H., Lee, K.-G. Lee, Y.-W., Kim, S. Y. 2003. Simple preparation and characteristics of silk fibroin microsphere. *Europ. Polym. J.* 39: 1195-1199.
- Zhou, Y. *et al.* 2001. Preparation a novel core-shell nanostructured gold colloid-silk fibroin bioconjugate by the protein *in situ* redox technique at room temperature. *Chem. Commun* : 2518.

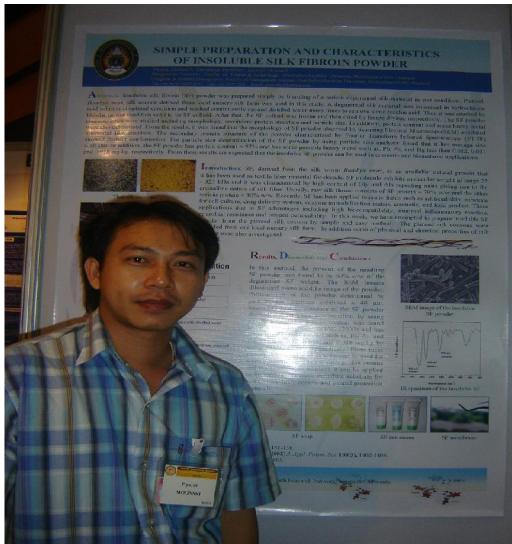
ภาคผนวก



การเข้าร่วมพิจารณาการเตรียมผงไหมไฟโบรอิน
กับทางบริษัท จุลไหมไทย จำกัด



การเข้าไปถ่ายทอดเทคโนโลยี โดยทดลองผลิต
ผงไหมไฟโบรอินในเชิงอุตสาหกรรม



การเข้าร่วมประชุมวิชาการ วทท. ครั้งที่ 34



บรรยายภาศในงานประชุมวิชาการ วทท. ครั้งที่ 34



การออกไปให้ความรู้แก่กลุ่มเกษตรกร ชาวบ้าน



บรรยายภาศการออกไปให้ความรู้แก่กลุ่มชาวบ้าน
รูป แสดงกิจกรรมต่าง ๆ ด้านการถ่ายทอดนวัตกรรมและการผลักดันให้มีการนำไปใช้ประโยชน์

ประวัติผู้วิจัย

- ชื่อ: ดร. ปิยรัตน์ มูลศรี
- คุณวุฒิ: วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี) คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (เคมี) คณะวิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
- ตำแหน่ง: อาจารย์ระดับ 6
- สถานที่ติดต่อ: คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเพชรบูรณ์

อักษรย่อและสัญลักษณ์

$\lambda_{\max}$	= ความยาวคลื่นที่มีค่าการดูดกลืนสูงสุด
λ	= ความยาวคลื่น
$^{\circ}\text{C}$	= องศาเซลเซียส
Abs	= ค่าการดูดกลืนแสง
cm	= เซนติเมตร
g	= กรัม
g.L^{-1}	= กรัมต่อลิตร
ml	= มิลลิลิตร
M	= โมลาร์
min	= นาที
nm	= นาโนเมตร
kDa	= กิโลดาลตัน
pH	= ความเป็นกรด-เบส
UV-vis	= ยูวี-วิสิเบิล
SEM	= กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
FT-IR	= ฟลูเรียทรานสฟอร์มอินฟราเรด