



# TIPA

Thai Industrial  
Pharmacist  
Association

## Journal

วารสารเภสัชกรอุตสาหกรรม

Volume 9

Issue 2

September 2021

ISSN 2773-9198 (online)

[www.tipa.or.th](http://www.tipa.or.th)



ศูนย์การศึกษาต่อเนื่องทางเภสัชศาสตร์  
Center for Continuing Pharmaceutical Education

## บทความวิชาการสำหรับการศึกษาต่อเนื่อง

รหัส 2004-1-000-004-10-2564

หน่วยกิตการศึกษาต่อเนื่อง 2.5 หน่วยกิต

วันที่รับรองบทความ: 1 ตุลาคม 2564

วันที่หมดอายุ: 30 กันยายน 2565

สมาชิกสมาคมเภสัชกรอุตสาหกรรม (ประเทศไทย) สามารถเข้าทำแบบทดสอบผ่านเว็บไซต์ของศูนย์การศึกษาต่อเนื่องทางเภสัชศาสตร์ (<http://www.ccpe.pharmacycouncil.org/>)

### เรื่อง

เทคนิคทางเลือกสำหรับศึกษาลักษณะฟิล์มและเมมเบรน

### ผู้เขียน

ผศ.ดร.ภญ. ศศิประภา ชิตรัตถา และ รศ.ดร.ภก. ธวัชชัย แพชมัด

### วัตถุประสงค์เชิงพฤติกรรม

1. เพื่อให้ทราบถึงเทคนิคทางเลือกใหม่ในการศึกษาลักษณะฟิล์มหรือเมมเบรน
2. สามารถประยุกต์ใช้เทคนิคทางเลือกในการศึกษาลักษณะฟิล์มหรือเมมเบรนซึ่งไม่สามารถวิเคราะห์ด้วยวิธีมาตรฐานได้

### คำสำคัญ

เทคนิคทางเลือก การวิเคราะห์คุณสมบัติ ฟิล์ม เมมเบรน

# เทคนิคทางเลือกสำหรับศึกษาลักษณะฟิล์มและ

## เมมเบรน



**พศ.ดร.ผญ. ศศิประภา ชิตรัตนา**

คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยสยาม

E-mail: sasiprapa.chi@siam.edu



**รศ.ดร.ภก. รวีชชัย อึ้งมุด**

คณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

E-mail: phaechamud\_t@su.ac.th

### บทคัดย่อ

ปัจจุบันระบบฟิล์มและเมมเบรนมีการนำมาใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวางในหลายสาขา เช่น อิเล็กทรอนิกส์ พลังงานทางเลือก เกษษกรรม ชีววิทยา และการแพทย์ ทั้งนี้สมบัติทางเคมีกายภาพของฟิล์มและเมมเบรนถือเป็นพื้นฐานที่ควรทราบก่อนการนำไปใช้ประโยชน์ ซึ่งการวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีกายภาพสามารถทำได้หลายวิธี โดยขึ้นกับการนำฟิล์มและเมมเบรนนั้นไปใช้ประโยชน์ด้านใด ในบางกรณีวิธีการตรวจวัดมาตรฐานไม่สามารถวิเคราะห์ลักษณะของวัสดุเหล่านี้ได้ ดังนั้น จึงมีการพัฒนาเทคนิคใหม่ขึ้นเพื่อใช้เป็นทางเลือกในการวิเคราะห์ลักษณะเหล่านั้น บทความนี้ได้รวบรวมเทคนิคใหม่ ๆ ในการวิเคราะห์ลักษณะฟิล์มและเมมเบรน ได้แก่ การทดสอบสมบัติทางความร้อนพลวัตเชิงกล (dynamic mechanical thermal analysis, DMTA) ของฟิล์ม การใช้คลื่นเสียงอุลตราโซนิก (ultrasonic technique) เพื่อตรวจวัดขนาดของรูพรุน การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาแบบสามมิติด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านและส่องกราด (scanning transmission electron microscopy, STEM) การใช้วิธีฮิสเทอรีซิสแบบพลวัต (dynamic hysteresis) เพื่อจำแนกลักษณะทางพื้นผิว การวัดมุมสัมผัสแบบเคลื่อนที่ (dynamic contact angle) เพื่อศึกษาการสลายตัวด้วยน้ำ และการทดสอบด้วยคลื่นวิทยุโดยไม่ทำลายตัวอย่าง (microwave nondestructive testing) เพื่อวิเคราะห์ความแตกต่างของปริมาณตัวยาสำคัญ เทคนิคใหม่ ๆ เหล่านี้สามารถใช้เป็นแนวทางในการเข้าใจสมบัติทางเคมีกายภาพของฟิล์มและเมมเบรนได้มากขึ้น

## บทนำ

ฟิล์ม คือ แผ่นบางของวัสดุหรือเคลือบบางบนวัสดุหรือชั้นของวัสดุที่ใช้เพื่อจัดการกับสมบัติต่าง ๆ ของพื้นผิว ส่วนเมมเบรน คือ วัสดุที่มีลักษณะเป็นฟิล์มบางและมีรูพรุน ฟิล์มและเมมเบรนอาจเตรียมจากวัสดุที่เป็นสารอินทรีย์หรือนินทรีย์ ปัจจุบันระบบฟิล์มและเมมเบรนมีการนำมาใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวางในหลายสาขา เช่น อิเล็กทรอนิกส์ พลังงานทางเลือก เกษษกรรม ชีววิทยา การแพทย์ และ เคมี โดยฟิล์มถูกนำไปใช้เป็นบรรจุภัณฑ์ สิ่งกันขวาง อุปกรณ์ตัวรับ วัสดุปลูกฝังทางการแพทย์ ตัวกรอง ตัวเคลือบ ใช้ในเชิงสถาปัตยกรรม อุปกรณ์รักษาความปลอดภัย ใช้ในเครื่องสำอาง เป็นต้น สำหรับเมมเบรนได้ถูกนำมาใช้ในการกรอง การแยกก๊าซ การกรองแบบออสโมซิสย้อนกลับ (reverse osmosis) การแยกสารโดยใช้เมมเบรน (prevaporation) ระบบนำส่งยา อวัยวะเทียม วิศวกรรมเนื้อเยื่อ และใช้เป็นเครื่องมือในการวินิจฉัยโรค เป็นต้น<sup>1-3</sup>

สมบัติทางเคมีกายภาพของฟิล์มและเมมเบรนถือเป็นข้อมูลพื้นฐานที่จำเป็นในการนำวัสดุดังกล่าวไปใช้ประโยชน์ วัตถุประสงค์ของการศึกษาลักษณะฟิล์มและเมมเบรน และการศึกษาสมบัติทางเคมีกายภาพของฟิล์มและเมมเบรนด้วยวิธีมาตรฐาน มีดังนี้

### วัตถุประสงค์ของการศึกษาลักษณะฟิล์มและเมมเบรน<sup>4</sup>

1. เพื่อตรวจสอบผลของตัวแปรต่างๆ ในกระบวนการผลิตต่อสมบัติที่ได้
2. เพื่อกำหนดเกณฑ์และข้อจำกัดที่เหมาะสมของประสิทธิภาพในการใช้งานในระหว่างการผลิตตลอดจนอายุการใช้งาน
3. เพื่อกำหนดประสิทธิภาพพื้นฐานที่เหมาะสมสำหรับใช้เปรียบเทียบเมื่อมีข้อผิดพลาดเกิดขึ้น
4. เพื่อตรวจสอบความสามารถในการทำซ้ำของวัสดุและกระบวนการผลิต

5. เพื่อช่วยในการวิเคราะห์เมื่อเกิดความล้มเหลวในการผลิตหรือการใช้งาน
6. เพื่อตรวจสอบความคงตัวของการทำงานที่ของฟิล์มและเมมเบรน

### การศึกษาลักษณะฟิล์มและเมมเบรนด้วยวิธีมาตรฐาน<sup>4,5</sup> มีดังนี้

1. ความหนา (thickness)
2. ความหนาแน่น (density)
3. สมบัติเชิงแสง (optical properties) ได้แก่ การสะท้อนและการเปล่งแสง (optical reflectance and emittance) และสี (color)
4. สมบัติเชิงกล (mechanical properties) ได้แก่ ความยืดหยุ่นโมดูลัส (elastic modulus) ความแข็ง (hardness) และความต้านทานต่อการสึกหรอ (wear resistance)
5. สมบัติเชิงไฟฟ้า (electrical properties) ได้แก่ ความต้านทานไฟฟ้าและสภาพต้านทานแผ่น (resistivity and sheet resistivity) สัมประสิทธิ์อุณหภูมิของความต้านทาน (temperature coefficient of resistivity) และหน้าสัมผัสทางไฟฟ้า (electrical contacts)
6. ความคงตัวทางเคมี (chemical stability)
7. สมบัติในการกั้นผ่าน (barrier properties)
8. องค์ประกอบธาตุ (elemental composition)
9. ความเป็นผลึก (crystallography)
10. สัณฐานวิทยา (morphology)
11. ขนาดและความเป็นรูพรุน (pore size and porosity)
12. สมบัติอื่น ๆ เช่น มุมสัมผัส (contact angle) ประจุของพื้นผิว (surface charge) การเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อน (differential scanning calorimetry and thermogravimetry)

## เทคนิคทางเลือกในการศึกษาลักษณะฟิล์มและเมมเบรน

ในบางกรณีที่วิธีการตรวจวัดมาตรฐานไม่สามารถจำแนกลักษณะฟิล์มและเมมเบรนอย่างลึกซึ้งตามที่ต้องการได้ ซึ่งอาจเนื่องมาจากความไม่เหมาะสมของเครื่องมือต่อลักษณะของตัวอย่างหรือเหตุผลอื่นใดก็ตาม ดังนั้นจึงมีการพัฒนาวิธีการใหม่ ๆ ขึ้นเพื่อใช้เป็นทางเลือกในการจำแนกลักษณะเหล่านั้น โดยบทความนี้ได้รวบรวมตัวอย่างงานวิจัยที่เกี่ยวกับเทคนิคทางเลือกใหม่ ๆ ซึ่งครอบคลุมการจำแนกสมบัติเชิงกล ขนาดและความเป็นรูพรุน ลักษณะทางสัณฐานวิทยา การสลายตัวและการวิเคราะห์ปริมาณตัวยาสสำคัญของระบบฟิล์มและเมมเบรน โดยนำเสนอองค์ความรู้พื้นฐานและการนำไปใช้ประโยชน์ของเทคนิคเหล่านั้น

### 1. การทดสอบสมบัติทางความร้อนพลวัตเชิงกลของฟิล์ม (dynamic mechanical thermal analysis, DMTA)<sup>6-9</sup>

การทดสอบสมบัติทางความร้อนพลวัตเชิงกล เป็นเทคนิคหนึ่งในกลุ่มการวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อนของวัสดุ ที่ใช้ศึกษาสมบัติเชิงกลและสมบัติวิสโคอีลาสติกของวัสดุ โดยมีแรงที่มีลักษณะเป็นคาบ (dynamic load) กระทำต่อวัสดุด้วยความถี่ภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเวลา เพื่อศึกษาโมดูลัสความแข็งแรงของวัสดุ (storage modulus) โมดูลัสการกระจายแรงที่มากกระทำ (loss modulus) อุณหภูมิที่วัสดุเปลี่ยนสถานะจากของแข็งคล้ายแก้วเป็นยืดหยุ่นคล้ายยาง (glass transition,  $T_g$ ) และอุณหภูมิที่ตัวอย่างเกิดการอ่อนตัว (softening temperature)<sup>10</sup> เป็นต้น DMTA จะให้ข้อมูลทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพที่มีประโยชน์ต่อวิศวกรควบคุมระบบ การผลิต นักวิจัย และนักเคมี

### วิธีวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนพลวัตเชิงกลของฟิล์ม

การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DMTA สามารถเตรียมตัวอย่างได้หลายรูปแบบ ทำให้มีวิธีให้แรงกระทำต่อ

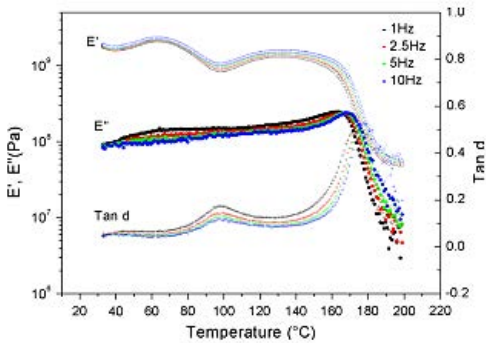
ตัวอย่างหลายรูปแบบเช่นเดียวกัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับรูปร่างของตัวอย่าง เช่น การให้แรงแบบดึง สำหรับตัวอย่างมีลักษณะเป็นแผ่นฟิล์มหรือเส้นใย การให้แรงแบบดัดงอ สำหรับตัวอย่างมีความแข็งแรงพอสมควร แต่ถ้าตัวอย่างไม่แข็งแรงหรือมีลักษณะที่มีความหนืดมาก เช่น ยางหรือหมากฝรั่ง สามารถให้แรงแบบเฉือน ทั้งนี้เมื่อให้แรงกระทำต่อวัสดุแล้วเครื่องทดสอบทำการวัดคามอดูลัสเพื่อแสดงสมบัติการต้านทานการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของวัสดุเมื่อได้รับแรงกระทำ โดยคำนวณจากอัตราส่วนระหว่างแรงที่ให้กับขนาดพื้นที่ที่เปลี่ยนแปลงไป<sup>11</sup>

ตัวอย่างการทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มโดยการให้ความร้อนด้วยเครื่องมือในระบบปิด แล้วทำการให้แรงกระทำแบบดัดงอ (bending mode) มีขั้นตอนดังนี้<sup>9</sup>

- Strain sweep: ขั้นตอนนี้ใช้หาค่าวิสโคอีลาสติกเชิงเส้น (linear viscoelastic region, LVR) ของตัวอย่างเพื่อนำข้อมูลที่ได้ไปใช้ในการเลือกค่าความเครียด (strain) เพื่อใช้ในการทดสอบขั้นต่อไป
- Frequency sweep: เป็นการหาค่าพฤติกรรมที่ขึ้นกับเวลาที่ให้กับตัวอย่าง (time-dependent behavior) โดยใช้ค่าที่ได้จากการหาค่าวิสโคอีลาสติกเชิงเส้นข้างต้น
- Temperature sweep: เป็นการหาค่าพฤติกรรมที่ขึ้นกับเวลาที่ให้กับตัวอย่าง (temperature-dependent behavior) และสามารถหาค่าอุณหภูมิที่วัสดุเปลี่ยนสถานะจากของแข็งคล้ายแก้วเป็นยืดหยุ่นคล้ายยาง (glass transition temperature,  $T_g$  หรือ  $T_\alpha$  หรือ sub- $T_g$  transition temperature ( $T_\beta$  และ  $T_v$ )) ได้

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างในขั้นตอน temperature sweep แสดงในรูปแบบที่ 1 ซึ่งเป็นการวิเคราะห์ที่ใช้มากที่สุดในการทดสอบด้วยวิธี DMTA โดยนิยมใช้ในการอธิบายลักษณะที่ขึ้นกับการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของวัสดุออสันฐาน จากรูปเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น storage modulus ( $E'$ ) จะลดลงอย่างช้าๆ แสดงว่าตัวอย่างมี

ความแข็งแรงลดลงไปจนถึงบริเวณที่มีการลดลงอย่างมากของค่าโมดูลัส ซึ่งเป็นจุดที่แสดงค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะจากของแข็งคล้ายแก้วเป็นยืดหยุ่นคล้ายยาง ( $T_g$ ) ของตัวอย่าง การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นนี้สามารถสังเกตได้จากเส้นตำแหน่งสูงสุดของ loss modulus ( $E''$ ) หรือตำแหน่งสูงสุดของกราฟ  $\tan d$  ได้เช่นกัน

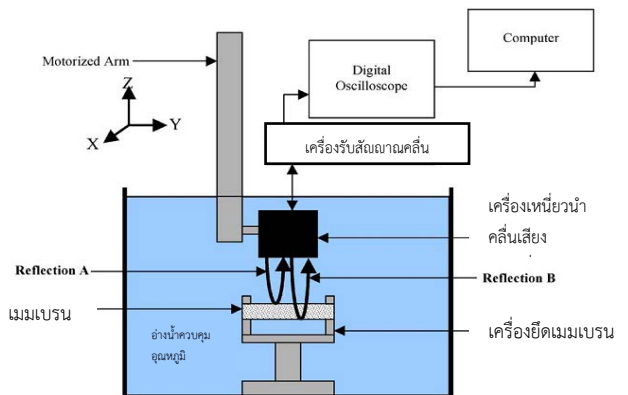


รูปที่ 1 ผลการวิเคราะห์ในขั้นตอน temperature-sweep ของตัวอย่างฟิล์ม hypromellose 2910 (Methocel E50) (ดัดแปลงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 9)

## 2. การใช้คลื่นเสียงความถี่สูง (ultrasonic) หาขนาดของรูพรุน<sup>12-14</sup>

การใช้คลื่นเสียงความถี่สูงซึ่งเป็นคลื่นเชิงกลที่มีความถี่มากกว่า 20 kHz ทำให้มีการแกว่งของตัวกลางที่มีความยืดหยุ่น ความเร็วในการแพร่ของคลื่นขึ้นอยู่กับสมบัติความยืดหยุ่นและความหนาแน่นของตัวกลางที่คลื่นเดินทางผ่าน วิธี ultrasonic frequency-domain reflectometry (UFDR) สามารถใช้เป็นวิธีทดสอบจำแนกลักษณะเมมเบรนโดยไม่ต้องทำลายตัวอย่างได้ มีการนำ UFDR ไปใช้ในการหาขนาดของรูพรุนของเมมเบรนโดยใช้น้ำเป็นตัวกลาง แผนผังระบบการจำแนกลักษณะเมมเบรนโดยใช้น้ำเป็นตัวกลางแสดงในรูปที่ 2 โดยคลื่นเสียงความถี่สูงถูกผลิตขึ้นจากเครื่องเหนี่ยวนำส่งผ่านน้ำไปกระทบกับตัวอย่างเมมเบรนที่ต้องการศึกษา จากนั้นความแตกต่างระหว่างความต้านทานเสียงของเมมเบรนและน้ำจะส่งผลให้เกิดการสะท้อนของคลื่นที่บริเวณผิวด้านหน้า (reflection A) และผิวด้านหลัง (reflection B) ของเมมเบรน โดยความสูงคลื่นเสียงของสัญญาณสะท้อนจากผิวด้านหน้า สามารถใช้จำแนกลักษณะทางพื้นผิวดูรวมถึงขนาดของรูพรุนและความขรุขระของเมมเบรนได้ ส่วนสัญญาณสะท้อนจากผิวด้านหลังซึ่งคลื่นเดินทางผ่านด้านตัดขวางของเมมเบรน สามารถช่วยแสดงถึงโครงสร้างภายใน ได้แก่ ขนาดรูพรุน ความเป็นรูพรุนทั้งหมด รวมถึงความขรุขระของพื้นผิวด้านหลังของเมมเบรนได้<sup>12</sup>

สเปกตรัมของ UFDR เป็นสัญญาณสะท้อนจากพื้นผิวด้านหลังเมมเบรนที่มีขนาดรูพรุนแตกต่างกัน พบว่าเมื่อขนาดรูพรุนเพิ่มขึ้นจะมีผลลดความสูงของคลื่นเสียงของสัญญาณสะท้อน เนื่องจากมีการกระเจิงของคลื่นเสียงความถี่สูงเพิ่มขึ้น จากการทดสอบทางสถิติพบว่าวิธี UFDR สามารถนำไปใช้ในการหาขนาดและความเป็นรูพรุนของเมมเบรนอย่างมีประสิทธิภาพเมื่อใช้ความถี่ที่จำเพาะเจาะจง

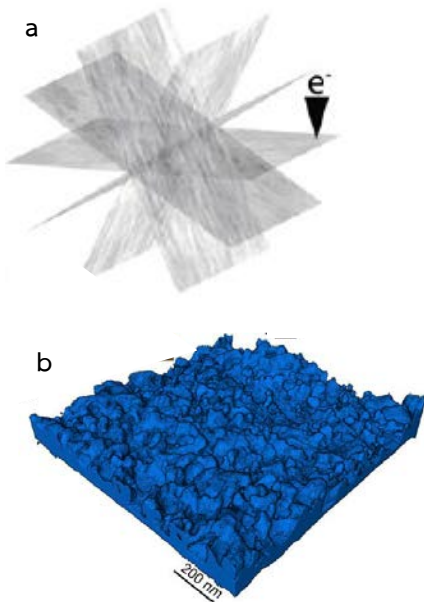


รูปที่ 2 แผนผังระบบการจำแนกลักษณะเมมเบรนโดยคลื่นเสียงความถี่สูงและใช้น้ำเป็นตัวกลาง (ดัดแปลงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 12)

## 3. การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาแบบ 3 มิติ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านและส่องกราด (scanning transmission electron microscopy, STEM)<sup>15</sup>

เทคนิคการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเมมเบรนมักเป็นรูปแบบ 2 มิติ ทำให้มีข้อจำกัดในการ

วิเคราะห์ การพองตัว การยุบตัว การจัดเรียงตัว ของโครงสร้างที่หลากหลายของพอลิเมอร์จากการบีบอัดในระหว่างชั้นรูปแบบเมมเบรน ดังนั้นการวิเคราะห์ตัวอย่างเมมเบรนให้เป็นรูปแบบ 3 มิติ จะสามารถให้ข้อมูลทางสัณฐานวิทยาเชิงลึกภายในชั้นของเมมเบรนได้ การใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านและส่องกราดจะสามารถโฟกัสผ่านตัวอย่างที่มีความหนาและมีแง่มุมมากเข้าไปได้ โดยจะแสดงภาพแบบเคลื่อนไหว ซึ่งสามารถอธิบายความผันแปรภายในตัวอย่างได้ดี และหากใช้ร่วมกับตัวตรวจวัดพื้นมีดวงแหวนมุมสูง (high-angle annular dark-field, HAADF) ภาพถ่ายของ HAADF-STEM จะอาศัยความแตกต่างของมวล ความหนา หรือเลขอะตอม ซึ่งจะทำให้ได้ภาพที่ตรงตามความเป็นจริง<sup>16</sup> ดังนั้น HAADF-STEM จึงเหมาะอย่างยิ่งในการแก้ปัญหาภาพถ่ายที่ไม่ชัดเจน จากการทำสิ่งแวดล้อมให้เป็นสุญญากาศ การเคลือบทองบนตัวอย่าง และตัวอย่างที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบ

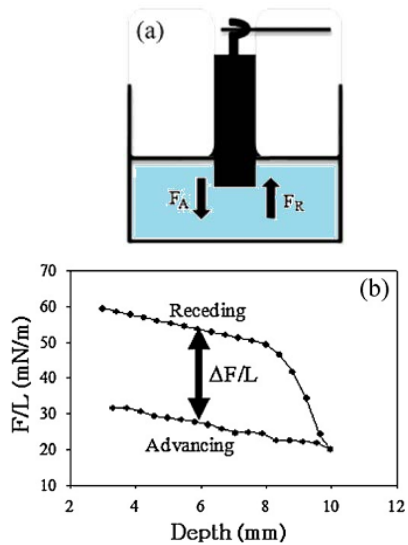


รูปที่ 3 ภาพถ่าย HAADF-STEM ของฟิล์มพอลิเอไมด์ a) แผนภูมิภาพ 2 มิติ ที่ได้จากชุดภาพถ่ายมุมเอียง  $\pm 65^\circ$  และ b) แบบจำลองภาพเชิงปริมาตรรูปแบบสามมิติ (ดัดแปลงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 15)

ตัวอย่างภาพถ่าย HAADF-STEM แสดงในรูปที่ 3 โดยรูป 3a เป็นลักษณะแผนภูมิภาพ 2 มิติ ที่ได้จากชุดภาพถ่ายมุมเอียง  $\pm 65^\circ$  ของฟิล์มพอลิเอไมด์ จากนั้นนำภาพถ่ายมุมต่าง ๆ ไปจัดเรียงใหม่โดยใช้ 3D software จะได้แบบจำลองภาพเชิงปริมาตรของฟิล์มพอลิเอไมด์ในรูปแบบสามมิติ (รูปที่ 3b)<sup>15</sup>

#### 4. การใช้วิธีฮิสเทอรีซิสแบบพลวัต (dynamic hysteresis) จำแนกลักษณะทางพื้นผิว<sup>17, 18</sup>

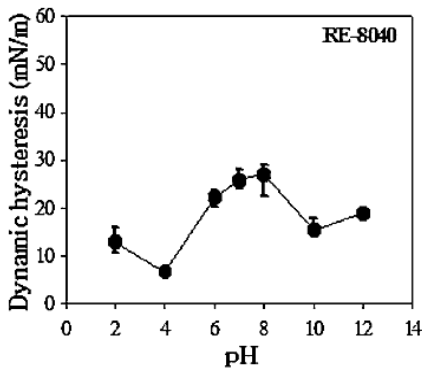
ฮิสเทอรีซิสแบบพลวัต คือความต่างระหว่างแรงที่ใช้เมื่อกดตัวอย่างลงในตัวกลาง (advancing) และแรงที่ใช้เมื่อดึงตัวอย่างขึ้นจากตัวกลาง (receding) ของพื้นผิวของแข็งเมื่ออยู่ในสารละลายเคมี ทั้งนี้ดำเนินการโดยใช้พื้นฐานวิธี Wilhelmy plate (รูปที่ 4a) การหาค่าฮิสเทอรีซิสแบบพลวัตแสดงในรูปที่ 4b โดยแสดงผลเป็นความกว้างในแนวตั้งระหว่างเส้นคู่ขนานของแรงใช้เมื่อกดตัวอย่างลงในตัวกลางและแรงที่ใช้เมื่อดึงตัวอย่างขึ้นจากตัวกลาง ต่อระยะทางที่มีการเคลื่อนที่ไป



รูปที่ 4 a) วิธี Wilhelmy plate โดย  $F_A$  คือ แรง advancing และ  $F_R$  คือแรง receding b) การหาค่าฮิสเทอรีซิสแบบพลวัต ( $\Delta F/L$ ) (ดัดแปลงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 17)



พารามิเตอร์ที่ได้นี้สามารถแสดงถึงสมบัติเคมี ฟิสิกส์ทางพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบทางเคมี ความขรุขระ การพองตัว ความแตกต่างทางเคมี การดูดซับ การคายการดูดซับ ระดับพลังงานอิเล็กทรอนิกส์ของพื้นผิว และการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของพื้นผิว เป็นต้น ตัวอย่างการวิเคราะห์โดยใช้ไอสเทอริซิสแบบพลวัต แสดงในรูปที่ 5 เป็นการหาค่าความแตกต่างทางเคมีของพื้นผิวเมมเบรน จากรูปเมื่อความเป็นกรดต่าง (pH) เปลี่ยนแปลง จะส่งผลให้ไอสเทอริซิสแบบพลวัตมีค่าลดลงที่จุดไอโซอิเล็กทริก (isoelectric point) ซึ่งเป็นจุดที่ประจุรวมของเมมเบรนเป็นศูนย์ (ค่าความเป็นกรดต่างอยู่ในช่วง 3.5 - 4.5) แต่เมื่อความเป็นกรดต่างเพิ่มขึ้นจะมีผลให้ไอสเทอริซิสแบบพลวัตเพิ่มขึ้น เนื่องจากมีความแตกต่างทางเคมีเกิดขึ้น ขณะที่ในสภาพแวดล้อมที่มีความเป็นกรดต่างสูงๆ มีผลให้ผิวของเมมเบรนสูญเสียโปรตอนไปอย่างเต็มที่จึงทำให้ค่าไอสเทอริซิสแบบพลวัตลดลงอีกครั้ง

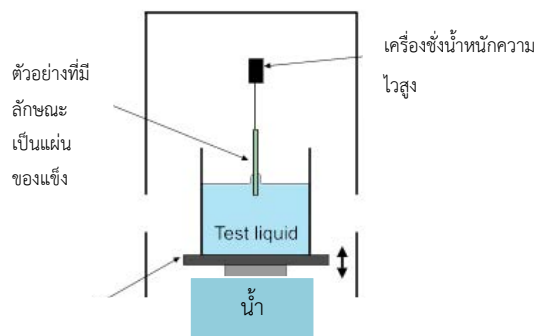


รูปที่ 5 การใช้ไอสเทอริซิสแบบพลวัตเพื่อวิเคราะห์ค่าความแตกต่างทางเคมีของพื้นผิวเมมเบรน (ดัดแปลงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 17)

### 5. การวัดมุมสัมผัสแบบเคลื่อนที่ (dynamic contact angle) เพื่อศึกษาการสลายตัวด้วยน้ำ<sup>19</sup>

สมมติฐานของการวัดมุมสัมผัสเพื่อศึกษาการสลายตัวด้วยน้ำ คือ ในระหว่างเกิดการสลายตัวด้วยน้ำฟิล์มพอลิเมอร์และฟิล์มพอลิเมอร์ร่วมจะถูกเหนี่ยวนำให้

เกิดการเปลี่ยนแปลงขององค์ประกอบและโครงสร้าง ทั้งบริเวณพื้นผิวและภายในแผ่นฟิล์ม ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความไม่ชอบน้ำขึ้น ดังนั้นเพื่อติดตามผลของการเปลี่ยนแปลงนี้สามารถใช้การวัดมุมสัมผัสแบบเคลื่อนที่ ของน้ำบนพื้นผิวของพอลิเมอร์ โดยการแช่ตัวอย่างฟิล์มในน้ำกลั่น ด้วยวิธี Wilhelmy plate (รูปที่ 6) ตามช่วงระยะเวลาที่กำหนด โดยศึกษาการสลายตัวจากความสามารถในการเปียกน้ำที่เปลี่ยนแปลงไปของพอลิเมอร์ชีวภาพ<sup>19</sup>



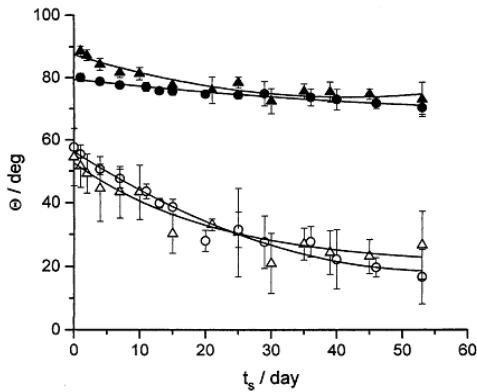
ฐานรองที่สามารถควบคุมความเร็วในการเคลื่อนที่ได้

รูปที่ 6 การวัดมุมสัมผัส (แบบเคลื่อนที่) ของน้ำบนพื้นผิวของตัวอย่างโดยการแช่ในน้ำด้วยวิธี Wilhelmy plate (ดัดแปลงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 20)

ตัวอย่างผลการวัดมุมสัมผัสแบบเคลื่อนที่ ซึ่งวัดมุมของน้ำในขณะกดตัวอย่างลงในตัวกลาง และวัดมุมของน้ำในขณะดึงตัวอย่างขึ้นจากตัวกลางบนแผ่นฟิล์มชนิดต่างๆ แสดงในรูปที่ 7 โดยการวัดมุมสัมผัสของน้ำทั้งสองแบบนี้ พบว่ามุมสัมผัสจะลดลงเมื่อเวลาผ่านไป แสดงถึงพื้นผิวมีความชอบน้ำเพิ่มขึ้นหรือเปียกน้ำได้ง่ายขึ้น ซึ่งอาจเกิดจากการที่ชั้นของพอลิเมอร์บางลงไปเรื่อย ๆ ตามเวลาที่ผ่านไป หรือเกิดจากการสลายตัวของพอลิเมอร์ด้วยน้ำตามเวลาที่ผ่านไป ซึ่งสามารถยืนยันผลได้ด้วยการทดสอบวิธีอื่น ๆ ซึ่งงานวิจัยนี้ใช้การยืนยันผลด้วยเครื่องวิเคราะห์โมเลกุลโครมาโทกราฟีชนิดของเหลวความดันสูง (gel permeation chromatography) เพื่อตรวจสอบโมเลกุลอื่น ๆ ที่สลายจากชั้นพอลิเมอร์ในตัวกลางที่



ใช้ทดสอบ ผลการทดสอบพบว่าความขุ่นที่เพิ่มขึ้นของพื้นผิวแผ่นฟิล์มเป็นผลโดยตรงจากการสลายตัวของน้ำของพอลิเมอร์<sup>19</sup>



รูปที่ 7 ผลการวัดมุมสัมพัทธ์แบบเคลื่อนที่ของน้ำในขณะกดตัวอย่างลงในตัวกลาง (วงกลมทึบ) และมุมของน้ำในขณะดึงตัวอย่างขึ้นจากตัวกลาง (วงกลมโปร่ง) ของน้ำบนแผ่นฟิล์มพอลิแลคติกแอซิด (ดัดแปลงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 19)

## 6. การทดสอบด้วยคลื่นวิทยุโดยไม่ทำลายตัวอย่าง (microwave nondestructive testing, MNDT) เพื่อวิเคราะห์ความแตกต่างของปริมาณตัวยาลำคัญ<sup>21</sup>

คลื่นวิทยุ (microwave) เป็นสัญญาณกระแสสลับหรือคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่ระหว่าง 300 MHz และ 300 GHz การทดสอบวัสดุด้วยคลื่นวิทยุโดยไม่ทำลายตัวอย่าง เป็นวิธีหลักที่ใช้สำหรับวัสดุที่ไม่ใช่โลหะ เนื่องจากมีการผ่านของคลื่นวิทยุในวัสดุที่นำไฟฟ้าในปริมาณน้อยมาก โดยนิยมความถี่ในช่วง 3-100 GHz ข้อดีของวิธีนี้คือ ใช้ต้นทุนต่ำ สามารถผ่านได้ตีในวัสดุที่ไม่ใช่โลหะ และมีความละเอียดในการตรวจวัด วิธี MNDT สามารถใช้สำหรับตรวจวัดตำหนิ รอยแตก ช่องว่าง ความไม่เป็นเนื้อเดียวกัน และปริมาณความชื้นของวัสดุได้ พารามิเตอร์ที่ใช้ในการตรวจวัดได้แก่ สัมประสิทธิ์การสะท้อน (reflection coefficients) สัมประสิทธิ์การส่งผ่าน (transmission coefficients)

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant,  $\epsilon$ ) ปัจจัยการสูญเสีย (loss factor) การแพร่ผ่านอย่างซับซ้อน (complex permeability) โดยขึ้นกับความถี่ของคลื่นภายใต้การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ<sup>22</sup>

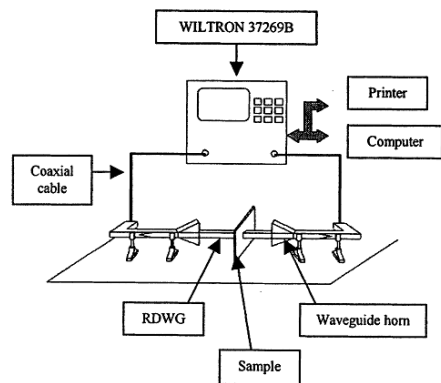
การวิเคราะห์ลักษณะฟิล์มด้วยวิธี MNDT ใช้ท่อนำคลื่นรูปทรงสี่เหลี่ยม (rectangular dielectric waveguide, RDWG) (รูปที่ 8) วัดด้วยคลื่นความถี่วิทยุ 10 GHz ตัวอย่างฟิล์มจะสัมผัสโดยตรงกับ RDWG 2 ระบบ โดยค่าพารามิเตอร์ที่วัดได้คือ สัมประสิทธิ์การส่งผ่านความร้อน (transmission coefficient) ( $S_{21}$ ) และสัมประสิทธิ์การสะท้อนกลับ (reflection coefficient) ( $S_{11}$ ) เมื่อได้ค่าพารามิเตอร์แล้วนำค่าที่ได้ไปแทนค่าในสมการ สัมประสิทธิ์พลังงานการดูดซับ (power absorption coefficient, PAC) ดังนี้<sup>21</sup>

$$PAC (\%) = [1 - |S_{11}|_{\text{linear}}^2 - |S_{21}|_{\text{linear}}^2] \times 100$$

$$\text{เมื่อ } |S_{11}|_{\text{linear}} = 10^{(|S_{11}|_{\text{dB}}/20)} \text{ และ}$$

$$|S_{21}|_{\text{linear}} = 10^{(|S_{21}|_{\text{dB}}/20)}$$

ผลการทดลองพบว่าการใช้วิธี MNDT ที่ใช้ความถี่ 10 GHz สามารถแยกความแตกต่างของฟิล์ม HPMC ที่บรรจุยา loratadine ในปริมาณ 57.3% กับฟิล์มควบคุมที่ไม่มีการบรรจุยาได้จากความแตกต่างของ %PAC ที่ได้จากการคำนวณ<sup>21</sup>



รูปที่ 8 ระบบการตรวจวัดแบบ rectangular dielectric waveguide (RDWG) (ดัดแปลงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 21)

## สรุป

เทคนิคใหม่ในการจำแนกลักษณะฟิล์มหรือเมมเบรนที่ได้รับรวบรวมไว้นี้ แสดงให้เห็นว่าวิธีการทดสอบสมบัติทางความร้อนพลวัตเชิงกลเป็นทางเลือกที่มีประสิทธิภาพในการใช้วิเคราะห์สมบัติเชิงกลและสมบัติวิสโคอีลาสติกของฟิล์มได้ การใช้คลื่นเสียงอัลตราโซนิกเป็นวิธีที่ไม่ทำลายตัวอย่างในการทดสอบหาขนาดและความเป็นรูพรุนของเมมเบรนได้เมื่อใช้ความถี่จำเพาะ การใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านและส่องกราดร่วมกับตัวตรวจวัดที่พื้นผิววงแหวนมุมสูงจะให้ภาพถ่ายทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มแบบสามมิติและใกล้เคียงความเป็นจริง การใช้วิธีฮิสเทอรีซิสแบบพลวัตมีประสิทธิภาพในการวิเคราะห์สมบัติทางเคมีฟิสิกส์ของพื้นผิวดตัวอย่างได้ การวัดมุมสัมผัสแบบเคลื่อนที่ของน้ำสามารถใช้ติดตามการสลายตัวด้วยน้ำของฟิล์มที่ทำจากพอลิเมอร์ชีวภาพได้ และการทดสอบด้วยคลื่นวิทยุแบบไม่ทำลายตัวอย่างโดยใช้ระบบการตรวจวัดด้วยท่อนำคลื่นรูปทรงสี่เหลี่ยมสามารถใช้จำแนกความแตกต่างของฟิล์มที่บรรจุยาในปริมาณสูงกับฟิล์มที่ไม่มีการบรรจุยาได้

## กิตติกรรมประกาศ

ผู้นิพนธ์ขอขอบคุณคณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยสยาม และคณะเภสัชศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร

## เอกสารอ้างอิง

1. Gould RD, Kasap S, Ray AK. Thin Films. In: Kasap S, Capper P (eds). Springer Handbook of Electronic and Photonic Materials. Springer Handbooks. 2017. Springer, Cham. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-48933-9\\_28](https://doi.org/10.1007/978-3-319-48933-9_28)
2. Ulbricht M. Advanced functional polymer membranes. Polym. 2006;47:2217-2262.
3. Stamatialis DF, Papenburg BJ, Girones M, Saiful S, Bettahalli SNM, Schmitmeier S, Wessling M. Medical applications of membranes: Drug delivery, artificial organs

and tissue engineering. J Membrane Sci. 2008;308:1-34.

4. Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing. Chapter 11: Film characterization and some basic film properties. Elsevier Inc. 2010:399- 438.
5. Khulbe KC, Feng CY, Matsuura T. UNESCO – EOLSS sample chapters Water and wastewater treatment technologies – membrane characterization. ©Encyclopedia of Life. 2011.
6. Lafferty SV, Newton JM, Podczek F. Dynamic mechanical thermal analysis studies of polymer films prepared from aqueous dispersion. Int J Pharm. 2002;235(1-2):107-111
7. Monda S, Hu JL. Structural characterization and mass transfer properties of nonporous segmented polyurethane membrane: Influence of hydrophilic and carboxylic group. J Membrane Sci. 2006;274:219-226.
8. Martins IMG, Magina SP, Oliveira L, Freire CSR, Silvestre AJD, Neto CP, Gandini A. New biocomposites based on thermoplastic starch and bacterial cellulose. Compos Sci Technol. 2009;69(13):2163-2168.
9. Cespi M, Bonacucina G, Mencarelli G, Casettari L, Palmieri GF. Dynamic mechanical thermal analysis of hypromellose 2910 free films. Eur J Pharm Biopharm. 2011;9:458-463.
10. Menard KP, Menard NR. Dynamic mechanical analysis in the analysis of polymers and rubbers. Ency Polym Sci Tech. 2015. <https://doi.org/10.1002/0471440264.pst102.pub2>.

11. ปิยวรรณ สุรัญขนาจิรสกุล. สมบัติทางกลแบบพลวัตของโพลีเมอร์. *Polm Sci (MTEC)*. 2005: 62-64.
12. Ramaswamy S, Greenberg AR, Peterson ML. Non-invasive measurement of membrane morphology via UFDR:pore-size characterization. *J Membrane Sci*. 2004;239:143-54.
13. Kaczmarek M, Safinowski P, Piwakowski B. Non-contact ultrasonic porosimetry. Non-Destructive Testing in Civil Engineering (NDTCE'09). Nantes, France, June 30th – July 3rd, 2009.
14. Kaczmarek MK, Piwakowski B, Drelich R. Characterization of structure of porous materials by ultrasonic reflectometry. *AIP Conference Proceedings*. 2012;1433(416). <https://doi.org/10.1063/1.3703217>
15. Culp TE, Shen Y, Geitner M, Paul M, Roy A, Behr MJ, Rosenberg S, Gu J, Kumar M, Gomez ED. Electron tomography reveals details of the internal microstructure of desalination membranes. *Proc Natl Acad Sci*. 2018;115(35):8694-8699.
16. Ercius P, Alaidi O, Rames MJ, Ren G. Electron tomography: A three-dimensional analytic tool for hard and soft materials research. *Adv Mater*. 2015;27:5638–5663.
17. Lee S, Lee E, Elimelech M, Hong S. Membrane characterization by dynamic hysteresis: Measurements, mechanisms, and implications for membrane fouling. *J Membrane Sci*. 2011;366:17-24.
18. Lee E, Lee S, Hong S. A new approach to the characterization of reverse osmosis membrane by dynamic hysteresis. *Desalin Water Treat*. 2012; 18(1). DOI: 10.5004/dwt.2010.1782.
19. Kiss E, Vargha-Butler EI. Novel method to characterize the hydrolytic decomposition of biopolymer surfaces. *Colloids Surf B*. 1999;15:181-193.
20. Smithers. Dynamic Contact Angle. [Online]. Available from:URL:<https://www.smithers.com/industries/packaging/manufacturers-and-users/packaging-materials-testing/paper-testing-surface-properties/dynamic-contact-angle>.
21. Anuar NK, Wui WT, Ghodgaonkar DK, Taib MN. Use of microwave nondestructive testing (NDT) technique to characterize the film for applications in transdermal drug delivery system. *IEEE. Sensors and the International Conference on new Techniques in Pharmaceutical and Biomedical Research*. 2005, pp. 31-33.
22. Zoughi, R. Microwave nondestructive testing: Theories and applications. *Inter Adv Nondestructive Testing*. 1990;15;255-288.