รหัสโครงการ SUT7-710-44-12-38

รายงานการวิจัย

การศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้เครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนศึกษาอินเทอร์เฟสของวัสดุพอลิเมอร์เชิงประกอบและเฟสองค์ประกอบของระบบพอลิเมอร์ผสม

(Infrared Synchrotron Radiation for Investigating Interphase of Polymer Composites and Phase Separation of Multiphase Polymer Systems: Feasibility Study)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิมลลักษณ์ สุตะพันธ์

สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ พ.ศ. 2544

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

มิถุนายน 2551

กิตติกรรมประกาศ

การวิจัยเรื่อง การศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้แสงซินโครตรอนอินฟราเรดเพื่อวิเคราะห์อินเทอร์เฟสของวัสดุเสริมแรงพอลิเมอร์และเฟสที่เป็นองค์ประกอบของระบบพอลิเมอร์ผสมได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2544 ผู้วิจัยขอขอบคุณมา ณ ที่นี้ นอกจากนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณ นายวสันต์ ทิพย์กรรณ นักศึกษาปริญญาตรี สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่เป็นผู้ช่วยสืบค้นข้อมูลเบื้องต้นของโครงการนี้

บทคัดย่อ

รายงานฉบับนี้ได้รวบรวมบทความวิจัยที่เกี่ยวกับการใช้แสงซินโครตรอนอินฟราเรด (symchrotron Infrared radiation) เป็นแหล่งเนิดแสงสำหรับเทคนิคอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี (infrared microspectroscopy) เรียกเทคนิคนี้ว่าซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปกโตรสโคปี (Synchrotron Infrared Microspectroscopy, SIRMS) โดยมุ่งเน้นไปที่การนำเทคนิค SIRMS ไปศึกษาระบบพอลิเมอร์ผสมแบบหลายเฟส (multiphase polymer systems) อินเทอร์เฟสของพอลิเมอร์คอมโพสิท (polymer composite interphase) และ พื้นผิวของโลหะที่เคลือบด้วยสารเคลือบประเภท chromate conversion coatings ระบบพอลิเมอร์ผสมแบบหลายเฟสหมายรวมถึงพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเมอร์สังเคราะห์ และพอลิเมอร์ผสมในระบบทางชีวภาพ พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเมอร์สังเคราะห์ ได้แก่ พอลิเมอร์ผสมระหว่าง พอลิโพรพิลีนและไนลอน-6 พีอีที (PET) และพอลิสไตรีน และ พีอีทีและพีเอ็มเอ็มเอ (PMMA) พอลิเมอร์ผสมในระบบทางชีวภาพ ได้แก่ ระบบที่มีโปรตีนและไลปิดเป็นองค์ประกอบ เช่น เซลต่าง ๆ ผิวหนัง และ เส้นผม ของร่างกายมนุษย์ เป็นต้น นอกจากนี้ได้กล่าวถึงระบบที่เอนไซม์ถูก immobilized ในเฟสของพอลิ (เมทิล เมทาคริเลต) (poly (methyl methacrylate))

Abstract

Synchrotron infrared microspectroscopy (SIRMS) is a spectroscopy technique employing synchrotron infrared radiation as an external source for infrared microspectroscopy. The combination of these two techniques results in the significant improvement of resolution of the infrared microspectroscopy down to 3-5 μm. In this report, the application of synchrotron infrared microspectroscopy to study multiphase polymer systems, polymer composites, and coated metal surface was reviewed. The multiphase polymer system included polymer blend of isotactic polypropylene - nylon 6 blend, and solid-state blends of PET-PS and PET-PMMA. The other multiphase system was biological system of cell, skin, and hair. They were multiphase system containing bio-polymers such as lipids and proteins. The study of immobilized enzymes in poly (methyl methacrylate) by SIRMS was also mentioned. For the polymer composites, the use of SIRMS to study the composite of LCP fiber reinforced polypropylene was reviewed. Lastly, the metal surface treated with chromate conversion coatings was also reviewed.

สารบัญ

หน้า

กิตติกรรมประกาศ ..... ก
บทคัดย่อภาษาไทย ..... ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... ค
สารบัญ ..... ง
สารบัญตาราง ..... ฉ
สารบัญรูปภาพ ..... ช
คำอธิบายคำย่อ ..... ญ
คำอธิบายสัญลักษณ์ ..... ฎ

บทที่ 1 บทนำ

1.1 ความสำคัญ ที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย 1
1.2 แสงซินโครตรอน (Synchrotron Radiation, SR) 2
1.3 เครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนในประเทศไทย (เครื่องกำเนิดแสงสยาม) 3
1.4 อินฟราเรดสเปคโตรสโคปี (Infrared Spectroscopy) 6

บทที่ 2 Synchrotron Infrared Microspectroscopy (SIRMS) and Its Application to Polymer Blends and Polymer Composites

2.1 Characteristic of Synchrotron Infrared Radiation 10
2.1.1 Power 10
2.1.2 Brightness (ความสว่างจ้า) 11
2.1.3 Diffraction Limit 13
2.2 Characterization of Polymer Blends and Composites by Synchrotron Infrared Microspectroscopy 16
2.2.1 Polymer Blend: Isotactic Polypropylene-Nylon 6 Blend 16
2.2.2 Polymer Blends: Solid-State Blended Polymers 19
2.2.3 Fiber-Reinforced Polymer Composites 21

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.3 Investigation of Biological System Using Synchrotron Infrared Microspectroscopy.. 24
2.3.1 Individual Cells and Apoptosis 24
2.3.2 Hair Composition and Structure 28
2.3.3 Human Skin Composition and Structure 31
2.4 Investigating Structure of Immobilized Enzymes Using Syncrotron Infrared Microspectroscopy 35
2.5 Surface Characterization Using Synchrotron Infrared Microspectroscopy..... 35
บทที่ 3 บทสรุป
3.1 สรุปผลการศึกษา 38
บรรณานุกรม 39
ภาคผนวก ก 43
ภาคผนวก ข 44
ภาคผนวก ค 45
ประวัติผู้วิจัย 46

สารบัญตาราง

ตาราง **หน้า**

ตารางที่ 1.1 คุณลักษณะต่าง ๆ ของวงกักเก็บอิเลคตรอนของเครื่องกำเนิดแสงสยาม 5

ตารางที่ 2.1 Diffraction limits calculated for the Nic-Plan microscope at the MIRAGE beamline for single and dual aperturing 15

สารบัญรูปภาพ

รูปภาพ **หน้า**

รูปที่ 1.1 Synchrotron radiation covers a large part of the electromagnetic spectrum from the microwave range out to the hard X-ray and γ–ray region. 2

รูปที่ 1.2 แผนภาพแสดงระบบผลิตและเร่งอิเลคตรอนและวงกักเก็บอิเลคตรอน 4

รูปที่ 1.3 Schematic of Infrared Microscope (Nicolet Continuμm FT-IR microscope) (a) and Schematic of a conventional IR microscope operating in transmission mode and employing Schwarzschild reflecting optics and confocal apertures (b). 7

รูปที่ 2.1 Total power of a synchrotron radiation source compared with a 10 mm x 1 mm thermal source 11

รูปที่ 2.2 Synchrotron radiation brightness compared to 2000K thermal source 13

รูปที่ 2.3 Micro-IR spectra of the polymer blend between propylene-ethylene copolymer and polyethylene with different aperture sizes: (a) 100 μm x 100 μm, (b) 3 μm x 3 μm, and (c) 15 μm x 15 μm. 14

รูปที่ 2.4 SEM และ IR band ratio maps (1640/1375 cm^{-1}) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิโพรพิลีนและไนลอน-6: (a) simple binary blend และ (b) binary blend compatibilized with PP-*g*-MAH interfacial agent. 17

รูปที่ 2.5 Axonometric plots of IR band ratios of an area 30 μm x 30 μm of (a) Non-compatibilized -blend และ (b) Compatibilized - blend ภาพด้านบนและภาพด้านล่างเป็นกราฟความเข้มพีคสัมพัทธ์ ของ 1640/1375 cm^{-1} และ 3330/2938 cm^{-1} ตามลำดับ. 18

รูปที่ 2.6 Optical micrographs of blends of PET/PS (a) and PET/PMMA (b) with arbitrarily chosen area grid of points imposed on the top of each surface. The IR spectrum for the crosshaired point in each sample is shown at the left of each photograph, along with the aperture size in microns. 20

รูปที่ 2.7 Area contour maps for 50/50 blends of PET/PS (a) and PET/PMMA (b). The areas illustrated are the same as those shown in the grids in Fig. 2.6. The polymers chosen for these maps are PS (a) and PET (b). 20

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปภาพ **หน้า**

รูปที่ 2.8 Polarized Optical Micrograph of an iPP-LCP fiber composite at 127°C obtained during dynamic crystallization at 10°C/min. F = LCP fiber, S = developing spherulitic iPP, TC = developing transcrytalline iPP. 22

รูปที่ 2.9 Mosaic of optical microscope images recorded from an iPP-LCP model composite where the fiber has been sheared at the isothermal crystallization temperature of 140°C, and pseudeo-3D plot of spectra along the line indicated, with and aperture of 6 μm. 22

รูปที่ 2.10 (a) Polarized optical microphotograph of a region of an isothermally crystallized film sample, showing points where IR spectra were recorded (numbered white boxes) and the mapped region (blue box), (b) spectra recorded at positions 1, 2, and 3, and (c) false color image of the marked region employing the 1296/1304 cm^{-1} intensity ratio.....23

รูปที่ 2.11 Apoptosis: the programmed death of a cell.....24

รูปที่ 2.12 Infrared spectra of individual cells before and after the induction of apoptosis. Spectra have been recorded using a dual aperture of 10 μm x 10 μm in size, positioned at the position of the nucleus (128 scans, 8 cm^{-1} resolution). Note the dramatic differences from 2800–3000 cm^{-1} to 1000–1300 cm^{-1}. 26

รูปที่ 2.13 Optical and chemical image of a necrotic single cell. (a) optical image, (b) chemical image of the C=O band at 1740 cm^{-1}, (c) chemical image of the nucleus (Amide I band). The spectra have been recorded with a 3 μm x 3 μm aperture, 128 scans and 8 cm^{-1} resolution. The concentration scales from black (zero) to white (maximum).....27

รูปที่ 2.14 Hair composition and Stucture.....28

รูปที่ 2.15 Infrared spectra, recorded with an aperture of 6 μm x 6 μm, 64 scans, of different regions of a Caucasian hair section (6 mm in thickness), in the 1000–4000 cm^{-1} frequency range (a). The Amide I and II region have been enlarged in (b), showing the presence of an additional band at 1575 cm^{-1} inside the medulla, and the different line shapes of the Amide I band envelope.....30

สารบัญรูปภาพ (ต่อ)

รูปภาพ **หน้า**

รูปที่ 2.16 Chemical distribution of the lipid characteristic frequency at 2919 cm^{-1} over a whole Caucasian hair section. Apart from the high concentration in the medulla, lipids are clearly seen to be higher concentration inside the cuticle, as compared to the cortex region. Shoulders at 1576 and 1469 cm^{-1} are also observable in spectra taken inside the cuticle. The image results from the analysis of 25 x 20 spectra are recorded in 3 μm steps (aperture of 3 μm x 3 μm, 4 cm^{-1} resolution, 32 scans).' 31

รูปที่ 2.17 (a) The Structure of Human Skin (b) ลักษณะชั้นย่อยของ eperdermis' 32

รูปที่ 2.18 Infrared spectra of different regions of human skin, recorded with an aperture of 6 μm x 6 μm, 8 cm^{-1} resolution and 128 accumulations: (a) inside the Stratum Corneum, (b) inside the epidermis, (c) inside the dermis.' 33

รูปที่ 2.19 Infrared spectra of the skin section displayed in (a), recorded every 3 μm, with an aperture of 3 μm x 3 μm, 256 scans, 4 cm^{-1} resolution. A frequency shift of the symmetric stretch mode of CH_2 occurs when probing the skin section from the outer to the inner region (indicated by the arrow). 34

รูปที่ 2.20 Values for the symmetric stretch mode of CH_2 (a) frequency and integrated intensity and (b) full width at half maximum (FWHM) as a function of the probing distance. The vertical dotted line represents the boundary between the SC and the epidermis, as observed in the optical image. 34

รูปที่ 2.21 Visible light image (left) of the Novozyme435 bead embedded in paraffin and cross-sectioned at a 12-μm thickness. The yellow box indicates the area imaged by the IR microscope. The right panel shows the enzyme distribution throughout the center section of the Novozyme435 bead. 36

รูปที่ 2.22 Chromate and cyano SIRMS maps of 581 mgm^{-2} (54 mg ft^{-2}) CCC on AA2024-T3 before (A) and after 30 min Ar^{+} ion etch. (B) Lighter region indicate higher concentration of the species 37

คำอธิบายคำย่อ

ATR = Attenuated Total Reflectance

CALB = *Candida Antarctica*

FWHM = Full Width Half Maximum

HBT = High Energy Beam Transport

iPP = isotactic Polypropylene

LBT = Low Energy Beam Transport

LCP = Liquid Crystalline Polymer

Linac = Linear Accelerator

MCT = Mercury Cadmium Tellurium

PBS = Phosphate-Buffered Saline

PCD = Programmed Cell Death

PE = Polyethylene

PET =Poly (Ethylene Terephthlate)

PMMA = Poly (Methyl Methacrylate)

PS = Polystyrene

SC = Stratum Corneum

SIR = Synchrotron Infrared Radiation,

SIRMS = Synchrotron Infrared Microspectroscopy,

SN = Signal-to-Noise Ratio

SR = Synchrotron Radiation

Syn = Booster Synchrotron,

α-form = alpha - form

β-form = beta - form

คำอธิบายสัญลักษณ์

ξ = the optical efficiency

λ = wavelength of the infrared radiation

$\phi(\nu)$ = the brightness

$\Delta\ell$ = resolution limit

A = the detector area

B = brightness

BW = bandwidth (%)

BW = bandwidth (%)

c = velocity of light

D^* = the detectivity of the detector

h = Plank's constant

k = Boltzman's constant

NA = numerical aperture of microscope system

P = the power

P_{bb} =the power emitted from black body per unit surface area

t = the measuring time interval

$\Delta\nu$ = the bandwidth

ε = the experiment's throughput

θ = the horizontal collection angle

I = current (amperes)

λ = wavelength (μm)

ρ = radius of the ring

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความสำคัญ ที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

ข้อจำกัดของการใช้ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared microspectroscopy) ศึกษาอินเทอร์เฟส (interface/interphase) ของวัสดุพอลิเมอร์คอมโพสิท (polymer composites) และ พอลิเมอร์ผสมแบบหลายเฟส (mutiphase polymer systems) คือ ความสามารถในการจำแนกความแตกต่างขององค์ประกอบในแนวระนาบ (spatial/lateral resolution) น้อยกว่า 10 μm และปริมาณสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (Signal-to-Noise ratio, SN) มีค่าต่ำตามขนาดของตัวอย่างที่เล็กลง[1-4]

ลำแสงในช่วงอินฟราเรดที่ได้จากเครื่องกำเนดแสงซินโครตรอนจะมีความสว่างจ้า (brigthness) มาก มีความเข้มแสง (intensity) สูง มีลำแสงที่คม และเป็นแสงที่มีสมบัติโพลาไรเซชัน (polarization)[4] จึงเหมาะที่จะใช้เป็นแหล่งกำเนิดแสงสำหรับเทคนิคอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีสำหรับศึกษาอินเทอร์เฟส และการแยกตัวของเฟสองค์ประกอบ (phase separation) ของวัสดุพอลิเมอร์คอมโพสิท และพอลิเมอร์ผสมแบบหลายเฟส

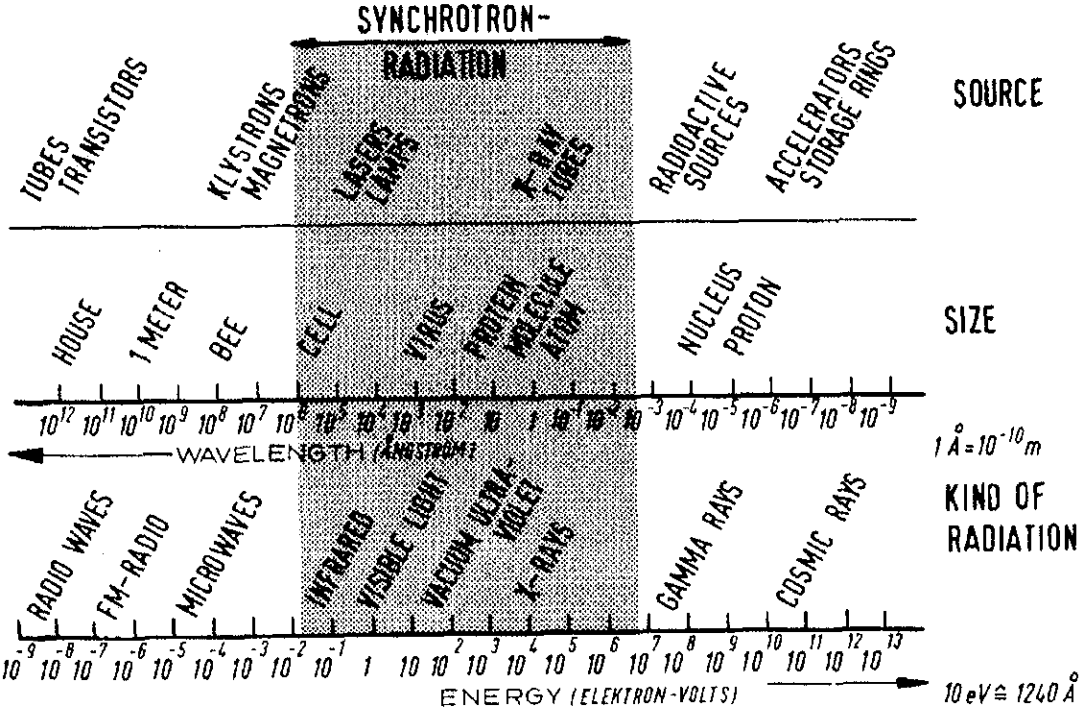
Williams และคณะ[5-8] ได้ชี้ให้เห็นถึงประโยชน์ของการใช้แสงซินโครตรอนอินฟราเรด (Synchrotron Infrared Radiation, SIR) ที่ได้จากเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอน ในการเพิ่มความสามารถในการจำแนกความแตกต่างขององค์ประกอบในแนว สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิคอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี และได้ค้นพบว่าแสงซินโครตรอนอินฟราเรดมีความสว่างจ้า (brightness) มากกว่าแสงอินฟราเรดที่ได้จากแหล่งกำเนิดวัตถุดำ (black body) ถึง 100-1000 เท่า

Dumas[9] ได้ทดลองใช้เทคนิคอินฟราเรดซินโครตรอนไมโครสเปคโตรสโคปี (Synchrotron Infrared Microspectroscopy, SIRMS) ในช่วงไกลอินฟราเรด (far-IR) วิเคราะห์โมเลกุลสารอินทรีย์ที่ดูดซับอยู่บนพื้นผิวของแข็งอนินทรีย์ (inorganic surface) ด้วยเทคนิคนี้สามารถวิเคราะห์ชนิดของสารอินทรีย์ที่ดูดซับอยู่บนพื้นผิวอนินทรีย์ได้ ต่อมา McKinney และคณะ[10] ได้ใช้เทคนิคเดียวกันนี้ศึกษาปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น ณ อินเทอร์เฟสระหว่างแบคทีเรียที่อยู่บนพื้นผิวอนินทรีย์ โดยใช้แสงอินฟราเรดในช่วง 4000-400 cm^{-1} ส่วน Carlson และคณะ[11] ได้ใช้เทคนิคเดียวกันศึกษาลักษณะของโปรตีนที่กระดูกและโปรตีนที่เกี่ยวข้องกับโรคกระดูกบางประเภท นอกจากนี้ ได้มีการใช้ SIRMS ในการวิเคราะห์ทางชีวภาพเกี่ยวกับโรคในสิ่งมีชีวิต ซึ่งเป็นระบบที่ซับซ้อนที่มีพอลิเมอร์ชีวภาพเป็นองค์ประกอบ[12, 13]

ดังนั้นเทคนิคอินฟราเรดซินโครตรอนไมโครสเปคโตรสโคปี จึงมีความเป็นไปได้สูงมากที่จะใช้วิเคราะห์อินเทอร์เฟสของวัสดุพอลิเมอร์คอมโพสิทที่ประกอบด้วยโมเลกุลของพอลิเมอร์ดูดซับอยู่บนพื้นผิวเส้นใยเสริมแรงอนินทรีย์หรือเส้นใยเสริมแรงอินทรีย์ และใช้วิเคราะห์การกระจายตัวขององค์ประกอบของระบบพอลิเมอร์ผสมแบบหลายเฟส

1.2 แสงซินโครตรอน (Synchrotron Radiation, SR)[14-16]

แสงซินโครตรอน คือ คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมาเมื่ออนุภาคที่มีประจุ เช่น อิเลคตรอนหรืออนุภาคโพสิตรอนถูกเร่งด้วยความเร็วสูงผ่านสนามแม่เหล็ก และถูกบังคับให้เปลี่ยนทิศทางการเคลื่อนที่ด้วยสนามแม่เหล็ก คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้จะครอบคลุมคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในย่านรังสีอินฟราเรดจนถึงรังสีเอ็กซ์ ดังแสดงในรูปที่ 1.1 จึงทำให้แหล่งกำเนิดแสงซินโครตรอนนี้เป็นแหล่งกำเนิดแสงที่สามารถเลือกช่วงความยาวคลื่นหรือพลังงานที่ต้องการใช้ประโยชน์ได้ มีประโยชน์อย่างยิ่งต่องานวิจัยทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีหลายสาขา เช่น ฟิสิกส์ เคมี ชีววิทยา เภสัชศาสตร์ แพทยศาสตร์ วัสดุศาสตร์ และธรณีวิทยา เป็นต้น แสงซินโครตรอนสามารถใช้เป็นแหล่งกำเนิดแสงสำหรับเครื่องมือวิทยาศาสตร์ที่ใช้ตรวจสอบตัวอย่างตั้งแต่ระดับเซลสิ่งมีชีวิตจนถึงนิวเคลียสของอะตอม (รูปที่ 1.1)



รูปที่ 1.1 Synchrotron radiation covers a large part of the electromagnetic spectrum from the microwave range out to the hard X-ray and γ–ray region[16].

แสงซินโครตรอนมีสมบัติที่พิเศษหลายประการเมื่อเทียบกับแหล่งกำเนิดแสงอื่น ๆ สมบัติดังกล่าวได้แก่[14-16]

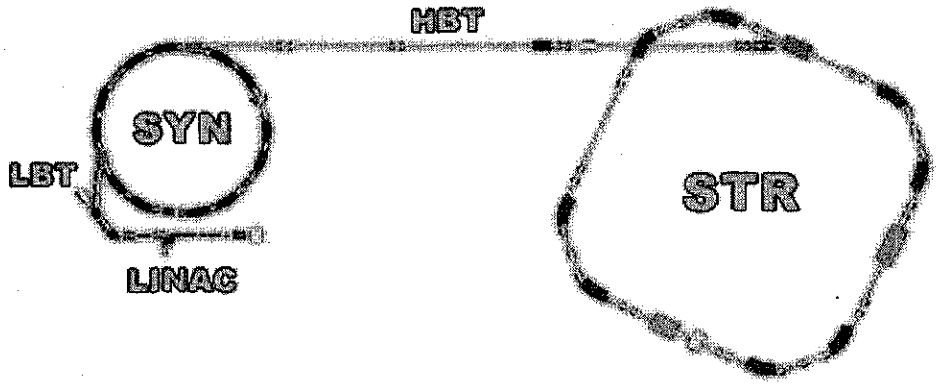
1. มีสเปคตรัมที่ต่อเนื่อง ตั้งแต่ย่านรังสีอินฟราเรดจนถึงรังสีเอ็กซ์
2. มีความเข้มสูง (high intensity): storage rings ปลดปล่อยตั้งแต่ 1 กิโลวัตต์ จนถึง หลาย ๆ เมกกะวัตต์
3. มีความคมสูง (highly collimated): 1 mrad ถึง 0.1 mrad
4. เป็นแสงที่โพลาไรซ์ (polarized light): ทั้งแบบ linear polarization ในระนาบของ orbit และ elliptical polarization ใน wings ที่เหนือและต่ำกว่า ระนาบของ orbit
5. เป็นแหล่งกำเนิดแสงที่มีความสว่างจ้ามาก (high brightness)
6. มีลักษณะเป็นพัลส์ (pulse) สั้น ๆ ประมาณ 50 ps
7. อิเลคตรอนบีมมีความเสถียรสูงโดยเฉพาะใน storage rings

1.3 เครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนในประเทศไทย (เครื่องกำเนิดแสงสยาม)[15, 17, 18]

ปัจจุบันทั่วโลกมีเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนทั้งหมด 72 เครื่อง โดยมีเครื่องที่กำลังใช้งานจำนวน 41 เครื่อง รวมทั้งเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนที่อยู่ในประเทศไทย ซึ่งรัฐบาลไทยได้อนุมัติโครงการแสงสยาม (The Siam Photon Project) เมื่อเดือนพฤษภาคม 2539 พร้อมจัดตั้งศูนย์ปฏิบัติการวิจัยเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนแห่งชาติ (National Synchrotron Research Center, NSRC) ณ จังหวัดนครราชสีมา เพื่อพัฒนาเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนขนาด 1.0 GeV ที่ได้รับบริจาคและขนย้ายมาจากกลุ่มบริษัทซอร์เทค (SORTEC Coorperation) เมือง Tsukuba ประเทศญี่ปุ่น[15]

เครื่องกำเนิดแสงสยามเป็นระบบเครื่องเร่งอนุภาคขนาดใหญ่ ประกอบด้วยสองระบบหลักที่สำคัญ คือ ระบบผลิตและเร่งอิเลคตรอน หรือเรียกว่า injection system และระบบวงกักเก็บอิเลคตรอน หรือ storage ring

ระบบผลิตและเร่งอิเลคตรอนของเครื่องกำเนิดแสงสยาม ประกอบด้วย แหล่งกำเนิดอิเลคตรอนซึ่งเรียกว่า ปืนอิเลคตรอน ระบบการบีบอัดลำอิเลคตรอน (buncher) เครื่องเร่งอนุภาคทางตรง (linear accelerator) 2 เครื่อง (Linac 1 และ Linac 2) ระบบลำเลียงอนุภาคพลังงานต่ำ (Low Energy Beam Transport, LBT) เครื่องเร่งอนุภาคแบบวงกลม (Booster Synchrotron, Syn) และ ระบบลำเลียงอนุภาคพลังงานสูง (High Energy Beam Transport, HBT)[17] ดังแสดงในรูปที่ 1.2



รูปที่ 1.2 แผนภาพแสดงระบบผลิตและเร่งอิเลคตรอนและวงกักเก็บอิเลคตรอน[18, 19]

ปืนอิเลคตรอนมีฟิลาเมนต์ (filament) เป็นแหล่งกำเนิดอิเลคตรอน และปลดปล่อย อิเลค-ตรอนออกมาโดยกระบวนการที่เรียกว่า thermionic field emission processs ลำอิเลคตรอนที่ผลิตจากปืนอิเลคตรอนมีลักษณะเป็นห้วงสั้น ๆ ระบบบีบอัดลำอิเลคตรอนจะบีบอิเลคตรอนให้เป็นห้วงที่สั้นลงอีก เพื่อให้สั้นพอที่จะทำการเร่งพลังงานได้อย่างมีประสิทธิภาพ เครื่องเร่งอนุภาคทางตรง (Linac) จะเร่งพลังงานอิเลคตรอนโดยอาศัยสนามไฟฟ้าจากคลื่นไมโครเวฟที่ผลิตโดยไครสตรอน (klystron) หลังจากถูกเร่งพลังงานโดยเครื่องเร่งอนุภาคทางตรง ลำอิเลคตรอนจะมีพลังงาน 40 MeV จะเข้าสู่ระบบลำเลียงอนุภาคพลังงานต่ำ (LBT) เพื่อนำอิเลคตรอนเข้าสู่เครื่องเร่งอนุภาคแบบวงกลม (Syn) สำหรับการเร่งพลังงานต่อ เครื่องเร่งอนุภาคแบบวงกลมของเครื่องกำเนิดแสงสยาม มีขนาดเส้นรอบวง 43 เมตร ทำหน้าที่เร่งพลังงานอิเลคตรอนให้เพิ่มขึ้นจาก 40 MeV เป็น 1 GeV[17] คุณลักษณะต่าง ๆ ของวงกักเก็บอิเลคตรอนของเครื่องกำเนิดแสงสยามแสดงดังตารางที่ 1.1

ปัจจุบันห้องปฏิบัติการแสงสยาม มีระบบลำเลียงแสงซินโครตรอนและสถานีทดลองพร้อมให้บริการ 3 สถานีทดลองที่ครอบคลุมงานวิจัยทางด้าน ฟิสิกส์ประยุกต์ เคมีชีวภาพ วิทยาศาสตร์สิ่งแวดล้อม และ อุตสาหกรรมที่สามารถพัฒนากระบวนการผลิตแม่แบบสำหรับการผลิตชิ้นส่วนอิเลคทรอนิกส์ให้มีขนาดเล็กมาก ๆ เช่น ไมโครชิพ หรือการผลิตชิ้นส่วนเครื่องจักรขนาดจิ๋วที่ใช้ร่วมกับเทคนิคที่เรียกว่า LIGA[20] และมีแผนในการเพิ่มระบบลำเลียงและสถานีทดลองสำหรับเทคนิคอินฟราเรดซินโครตรอนไมโครสเปคโตรสโคปี (SIRMS) ในอีก 2 ปีข้างหน้า[21]

ตารางที่ 1.1 คุณลักษณะต่าง ๆ ของวงกักเก็บอิเลคตรอนของเครื่องกำเนิดแสงสยาม[15]

คุณสมบัติ	
Electron energy	1.0 GeV
Circumference	81.3 m
Magnet lattice	Double bend achromat
Super periodicity	4
Long straight section	7 m x 4
Betatron wave number	4.71/2.78
Momentum compaction	0.0241
Natural emittance	72π m.rad
Natural chromaticity	-7.96/-6.45
RF voltage	120 kV
RF frequency	118 MHz
Harmonic number	32
Energy spread	5.02×10^{-4}
Energy loss per turn	31.8 keV/turn
Synchrotron oscillation frequency	13.5 kHz
Critical energy of SR	798 eV
Bunch length	135 ps
Beam size	0.94/0.15 mm
Damping time	18.9/17.0/8.1 ms

1.4 อินฟราเรดสเปคโตรสโคปี (Infrared Spectroscopy)[1, 22-25]

แสงย่านอินฟราเรดสามารถเกิดอันตรกิริยากับ electric dipole ทั้งชนิดที่เป็น free charge หรือ เกือบจะเป็น free charge แล้วสามารถเกิดโพลาไรเซชัน (polarization) ได้ การศึกษาผลของการตอบสนองต่อแสงอินฟราเรดที่ความถี่ต่าง ๆ จะได้ข้อมูลเชิงลึกทางกายภาพของสสารจนถึงข้อมูลในเชิงพลวัตที่เกี่ยวเนื่องสัมพันธ์กับพฤติกรรมของสสารนั้น

โดยทั่วไปแล้วอินฟราเรดสเปคโตรสโคปี (infrared spectroscopy) เป็นเทคนิคหนึ่งที่นิยมใช้ในการตรวจสอบวัสดุพอลิเมอร์ โดยที่ได้มีการพัฒนาเทคนิคในการเตรียมตัวอย่างสำหรับทดสอบอย่างต่อเนื่อง ทำให้สามารถใช้ตรวจสอบชิ้นตัวอย่างในหลากหลายรูปแบบ เช่น ชิ้นตัวอย่างในรูปของแผ่นฟิล์ม ชิ้นตัวอย่างที่เตรียมโดยการกดอัด เป็นต้น เทคนิคการเตรียมชิ้นตัวอย่างที่เป็นที่ต้องการมากคือ เทคนิคสำหรับชิ้นตัวอย่างขนาดเล็กและเทคนิคที่ไม่ทำลายตัวชิ้นตัวอย่าง (non-destructive study) วิธีการหนึ่งที่ทำได้ คือ การลดขนาดของลำแสงโดยใช้ beam condenser accessory สามารถลดขนาดลำแสงลงจาก 8-10 mm เป็น 2-3 mm[1]

ในช่วงก่อนสงครามโลกครั้งที่ 2 ได้มีการนำเทคนิคทางไมโครสโคปีและอินฟราเรดสเปคโตรสโคปีมารวมเข้าด้วยกัน และในต้นทศวรรษ 1950s เทคนิคใหม่ที่เกิดจากการรวมกันของทั้งสองเทคนิคนี้ประสบความสำเร็จเป็นครั้งแรกในการใช้ตรวจสอบชิ้นตัวอย่างที่มีขนาดเล็ก เทคนิคนี้มีชื่อเรียกว่า อินฟราเรดไมโครสโคปี (infrared microscopy) หรือ อินฟราเรดไมโครสเปค โตรสโคปี (infrared microspectroscopy) โดยต่อมามีการผลิตในทางการค้าในต้นทศวรรษ 1980s และมีการนำไปใช้อย่างกว้างขวางในวงการวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์[22]

สำหรับเครื่องอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีได้มีการใช้ objectives และ condensers ชนิด reflective Cassegrain หรือ Schwarzchild สำหรับโฟกัสแสงอินฟราเรดบนชิ้นตัวอย่าง และโฟกัสแสงที่สะท้อนจากชิ้นตัวอย่างหรือส่องผ่านชิ้นตัวอย่างไปยังเครื่องตรวจวัด (detector) โดยทั่วไปเครื่องตรวจวัดเป็นชนิด เมอร์คิวรีแคดเมียมเทลลูไรด์ (Mercury Cadmium Tellurium, MCT) และใช้ variable aperture ในการกำหนดขนาดของลำแสงอินฟราเรดก่อนตกกระทบชิ้นตัวอย่าง และสามารถกำหนดตำแหน่งบนชิ้นตัวอย่างเพื่อการทดสอบ หรือใช้ในการ mapping ทั่วทั้งพื้นที่ของชิ้นตัวอย่างโดยอาศัยการทำงานร่วมกับแท่นวางตัวอย่างที่ควบคุมการเปลี่ยนตำแหน่งในแนวราบด้วยคอมพิวเตอร์ (computer controlled x-y translation stages) อินฟราเรดสเปคตรัม (infrared spectrum) ที่ได้จากการ mapping จะให้ข้อมูลของโครงสร้างเคมีที่สัมพันธ์กับตำแหน่งบนชิ้นตัวอย่าง (special chemical structure) หรือ ให้ข้อมูลทางด้าน topological chemical structure ปัจจุบันนี้เลนส์สำหรับลำแสงอินฟราเรดที่ใช้ศึกษาวัสดุพอลิเมอร์ในระดับจุลภาคมีทั้งชนิด Attenuated Total Reflectance (ATR) objectives และ grazing angle objectives[23] ตัวอย่างของเครื่องอินฟราเรดไมโครสเปโตรสโคปีและระบบนำแสงแบบ transmission mode แสดงดังรูปที่ 1.3

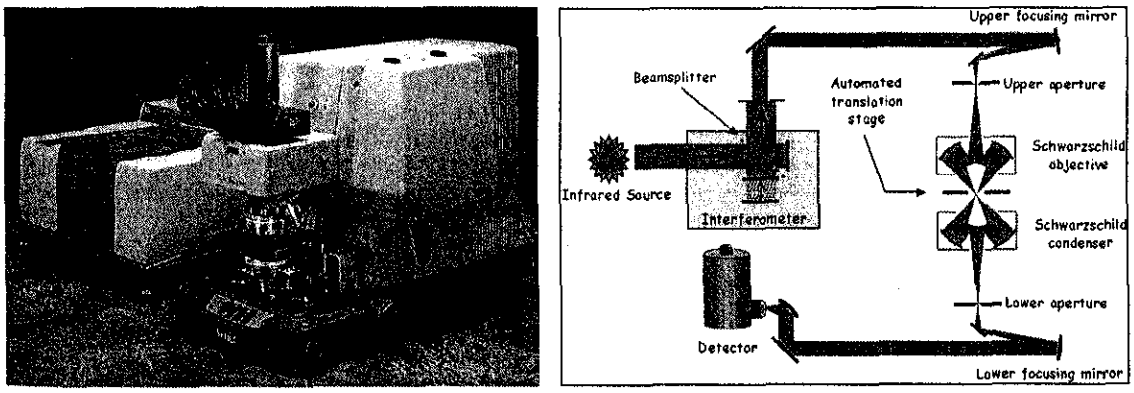
ความสามารถในการจำแนกความแตกต่างขององค์ประกอบในแนวระนาบของเครื่องอินฟราเรดไมโครสโคป (infrared microscope) สามารถควบคุมได้จากขนาดช่องเปิดของ variable aperture อย่างไรก็ตาม ความสามารถสูงสุดในการจำแนกในแนวระนาบของอินฟราเรดไมโครสโคปไม่ได้ถูกกำหนดจากขนาดของช่องเปิด แต่จะถูกกำหนดจาก diffraction limit โดยค่าที่บ่งบอกถึงความสามารถในการแยกแยะความแตกต่างระหว่างจุดสองจุดบนชิ้นทดสอบ คือ resolution limit ($\Delta\ell$) มักจะแสดงในรูปของ Rayleigh criterion (โดย Abbe) แสดงดังสมการที่ 1.1

$$\Delta\ell = \frac{0.61\lambda}{NA} \qquad (1.1)$$

λ = wavelength of the infrared radiation

NA = numerical aperture of microscope system

สำหรับความยาวคลื่นในช่วงกลางอินฟราเรด (mid-infrared) ตั้งแต่เลขคลื่น 4000-400 cm^{-1} (2.5-25 μm) ถ้า NA เท่ากับ 1 ที่เลขคลื่น 1000 cm^{-1} ความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบสูงสุดเป็น 6 μm อย่างไรก็ตามถ้าขนาดของ field aperture ของอินฟราเรดไมโครสโคปเท่ากับ 6 μm ความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบจะค่อนข้างต่ำ เนื่องจากปริมาณของแสดงอินฟราเรดที่ส่องผ่านชิ้นตัวอย่างจะน้อยเกินไป ส่งผลให้ปริมาณสัญญาณต่อสัญญาณรบกวนลดลงอย่างมาก ดังนั้นในทางปฏิบัติแล้วความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบของอินฟราเรดไมโครสโคปมีค่าประมาณ 10 μm



(a) (b)

รูปที่ 1.3 Schematic of Infrared Microscope (Nicolet Continuμm FT-IR microscope) (a)[24] and Schematic of a conventional IR microscope operating in transmission mode and employing Schwarzschild reflecting optics and confocal apertures (b)[25].

สำหรับแหล่งกำเนิดแสงของอินฟราเรดไมโครสโคปต้องเป็นแหล่งกำเนิดที่ให้แสงที่มีพลังงานสูง เนื่องจากลำแสงจะต้องผ่านช่องเปิดที่มีขนาดเล็ก ตัวอย่างของแหล่งกำเนิดแสงประเภทนี้ได้แก่ tunable infrared diode laser ซึ่งใช้ในการศึกษาการแพร่ของสิ่งเจือปนใน multi-layer polymer และ สำหรับ IR images ที่มีความละเอียดสูง (high resolution) ในช่วง 6.2-6.5 μm จะได้จากเครื่องอินฟราเรดไมโครสโคปที่ใช้แหล่งกำเนิดแสงชนิด tunable bandwidth

อย่างไรก็ตามในการที่จะให้เทคนิคอินฟราเรดไมโครสโคปีที่มีความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบสูงขึ้นจะเป็นการเปิดช่องทางใหม่ให้กับวงการวิทยาศาสตร์ในหลากหลายสาขาวิชาสำหรับการวิเคราะห์ในระดับจุลภาคและเป็นเทคนิควิเคราะห์แบบ non-destructive analysis เช่น การศึกษาที่เกี่ยวข้องกับ biological systems และ biomedical systems วิทยาศาสตร์อาหาร ธรณีวิทยา เคมีธรณี อิเลคโตรเคมี และวิทยาศาสตร์พื้นผิว การศึกษาที่เกี่ยวข้องกับสภาวะความดันสูง การวิจัยในวงอุตสาหกรรม การใช้งานทางด้าน forensics และ สำหรับ time-resolved spectroscopy

ในบทต่อไปจะกล่าวถึงซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี (SIRMS) ที่นำไปใช้ศึกษาพอลิเมอร์คอมโพสิท และระบบพอลิเมอร์ผสม ระบบพอลิเมอร์ผสมมีทั้งแบบพอลิเมอร์สังเคราะห์ และพอลิเมอร์ชีวภาพที่เป็นส่วนประกอบของร่างกายมนุษย์

บทที่ 2

Synchrotron Infrared Microspectroscopy (SIRMS) and Its Application to Polymer Blends and Polymer Composites

ได้มีรายงานเป็นครั้งแรกโดย Williams[26] ที่ใช้แสงซินโครตรอนเป็นแหล่งกำเนิดแสงสำหรับอินฟราเรดสเปคโตรสโคปี ซึ่งเป็นแสงซินโครตรอนที่ได้จาก bending magnet ใน storage rings ที่ให้ลำแสงอินฟราเรดที่มีความเป็น highly coherent broadband ครอบคลุมย่านอินฟราเรดทั้งหมด ลำแสงจะมีความสว่างเป็นพิเศษทำให้ความเข้มแสงเพิ่มขึ้น 2-3 เท่า และเกือบทั้งหมดให้ linear broadband ตลอดทั้งย่านอินฟราเรด และแสงซินโครตรอนอินฟราเรดสำหรับเทคนิคอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี เกิดขึ้นครั้งแรกในปี ค.ศ. 1993 ที่ Brookhaven National Laboratory มลรัฐนิวยอร์ก ซึ่งปัจจุบันนี้ลำแสงซินโครตรอนอินฟราเรดที่ใช้สำหรับเทคนิคอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีมี 14 แห่งทั่วโลก[25] optical layout ของซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรมิเตอร์ แสดงในภาคผนวก ค

เมื่อเปรียบเทียบระหว่างสมบัติของแสงซินโครตรอนอินฟราเรดและแสงอินฟราเรดที่ปลดปล่อยจากวัตถุดำ (black body) แสงซินโครตรอนอินฟราเรดจะมีความแข้มสูงกว่ามาก coherent และ fully tunable ในขณะที่แสงอินฟราเรดที่ปลดปล่อยจากวัตถุดำแม้จะ turnable แต่ในช่วงที่จำกัดย่านคลื่น[27]

สำหรับแสงซินโครตรอนอินฟราเรดเมื่อความยาวคลื่นเพิ่มขึ้น จะมีสัดส่วนของ radiation ต่อ unit bandwidth ลดลงในอัตราที่ช้ากว่า เมื่อเทียบกับ radiation (continuum) ที่ปลดปล่อยจากวัตถุดำ (black-body) ในช่วงความยาวคลื่น 100-200 μm แสงซินโครตรอนอินฟราเรด จะให้ radiation flux มากกว่าแหล่งกำเนิดแสงที่เป็นวัตถุดำ[27]

การใช้งาน SIRMS จึงเนื่องมาจากความสว่างจ้าของสำแสงซินโครตรอนอินฟราเรด (synchrotron infrared) และความพิเศษของอินฟราเรดสเปคโตรสโคปีที่สามารถให้คำตอบกับปัญหาทางด้าน ระบบพอลิเมอร์ผสม อินเทอร์เฟสของพอลิเมอร์คอมโพสิท วิทยาศาสตร์พื้นผิวของโลหะ[28] และ biological system[29] ซึ่งจะกล่าวต่อไป นอกจากนี้ได้มีการนำสำแสงซินโครตรอนอินฟราเรดมาใช้ศึกษาเชิงเปรียบเทียบระหว่างองค์ประกอบทางเคมีของเซลมะเร็งและเซลปกติ[13] ใช้ในการวิเคราะห์โปรตีนและเกลือแร่ที่เป็นองค์ประกอบของกระดูกที่เป็นโรค (osteoarthritis bone)[11] และใช้ศึกษาเนื้อเยื่อสมองของผู้ป่วยเป็นโรคอัลไซเมอร์[12]

2.1 Characteristic of Synchrotron Infrared Radiation

2.1.1 Power[5]

สำหรับเครื่องอินฟาเรดสเปคโตรมิเตอร์โดยทั่วไปที่แหล่งกำเนิดแสงเป็นชนิด thermal source, power ที่ปลดปล่อยออกมาสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.1[5] และความสว่างจ้าของ thermal source สามารถคำนวณโดยหารสมการที่ 2.1 ด้วย emitted area x 2π

$$P_{bb}(\text{watts}) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \frac{d\lambda}{e^{\frac{ch}{\lambda kT}} - 1} \qquad (2.1)$$

P_{bb} =the power emitted per unit surface area

$2\pi hc^2 = 3.7415 \times 10^{-16}$ W/m^2

$hc/k = 1/43879 \times 10^{-2}$ mK

การเปรียบเทียบ power ของแหล่งกำเนิดแสงอินฟราเรดชนิดวัตถุดำ (black body) ขนาด 10 mm x 1 mm และ power ของแสงซินโครตรอน ในช่วงความยาวคลื่นระหว่าง 1- 10,000 μm แสดงในรูปที่ 2.1 power ของแสงซินโครตรอนที่ปลดปล่อยออกมาในย่านอินฟราเรด (สำหรับ bending magnet) เป็นไปตามสมการที่ 2.2 ซึ่งมีหน่วยเป็น photons/sec และสามารถเปลี่ยนให้อยู่ในหน่วยของ Watts ได้โดยหาร P ด้วย $5.04 \times 10^{18} \times \lambda^{30}$

$$P_{SR}(\lambda) = 4.38 \times 10^{14} \times I \times \theta \times BW \times (\rho/\lambda)^{1/3} \qquad (2.2)$$

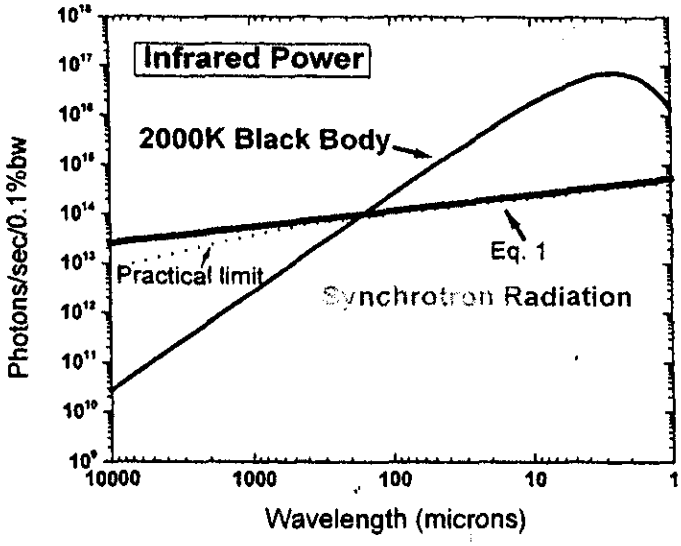
I = current (amperes)

θ = the horizontal collection angle (rads)

BW = bandwidth (%)

λ= wavelength (μm)

ρ = radius of the storage ring (μm)



รูปที่ 2.1 Total power of a synchrotron radiation source compared with a 10 mm x 1 mm thermal source[5].

2.1.2 Brightness (ความสว่างจ้า)[5]

ในเกือบศตวรรษที่ผ่านมาแหล่งกำเนิดแสงสำหรับเทคนิคทางอินฟราเรดสเปคโตรสโคปี (infrared spectroscopy) เป็นแบบ thermal source ถึงแม้จะมีการพัฒนาปรับปรุงประสิทธิภาพของเครื่องตรวจวัด (detector) และได้มีประยุกต์ใช้ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินเทอร์เฟอร์โรมิเทอร์ (Fourier Transform Interferometers) มาโดยลำดับ แต่ข้อจำกัดที่มีอยู่คือความสว่างจ้า (brightness) ของ thermal source ซึ่งมีผลต่อปริมาณสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (Signal-to-Noise ratio, SN) โดยที่สัญญาณรบกวน (noise) สามารถคำนวณได้จากสมการต่อไปนี้:

$$N(\%) = \frac{100A^{1/2}D^{*}}{\phi(\nu)\Delta\nu\varepsilon t^{1/2}\xi} \tag{2.3}$$

A = the detector area

D^{*} = the detectivity of the detector

$\phi(\nu)$ = the brightness

$\Delta\nu$ = the bandwidth

ε = the experiment's throughput

t = the measuring time interval

ξ = the optical efficiency

สำหรับเครื่องตรวจวัด (detector) ที่ดีที่สุดปริมาณสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (Signal-to-Noise ratio, SN) จะสูงขึ้นเมื่อความสว่างจ้าของ source เพิ่มขึ้น ซึ่งความสว่างจ้าของ SIR source จะเพิ่มเป็น 1000 เท่าเมื่อเทียบกับ thermal source ดังนั้นปริมาณสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน จะเพิ่มขึ้น 1000 เท่า เช่นเดียวกัน อย่างไรก็ตามในทางปฏิบัติปริมาณสัญญาณต่อสัญญาณรบกวนที่ได้จะน้อยกว่าที่คำนวณไว้เนื่องจากความไม่เสถียรใน electron orbits ของลำแสงซินโครตรอน

ในการคำนวณหาค่าความสว่างจ้าจำเป็นต้องทราบขนาด source area และ emission angle โดย source area จะใกล้เคียงกับสิ่งที่ได้จาก diffraction limit นั่นคือ full width half maximum (FWHM) ของ λ/θ_{nat} โดยที่ θ_{nat} คือลักษณะจำเพาะหรือ natural opening angle มีหน่วยเป็น เรเดียน (radians) ซึ่งมีค่าเท่ากับ $1.66(\lambda/\rho)^{1/3}$ โดย λ และ ρ มีหน่วยเดียวกัน สิ่งที่สำคัญคือ ถ้า horizontal angle มีขนาดใหญ่กว่า natural opening angle ค่าความสว่างจ้าจะลดลง ทั้งนี้เนื่องจาก curvature ของ storage ring และ ขนาดของ source ที่ใหญ่ อันเป็นผลมาจาก geometry กรณีนี้ horizontal size คำนวณได้จาก $\rho\theta_h^2/8$ โดยที่ θ_h คือ horizontal angle ของ beamline สำหรับ vertical size ที่สอดคล้องกันจะมีความซับซ้อนมาก แต่จะใกล้เคียงกับ $\rho\theta_h\theta_{nat}/8$ อย่างไรก็ตามภายใต้สมมติฐานที่ opening angle ของ beamline เท่ากับ natural opening angle ของแสงซินโครตรอน และภายใต้สมมติฐานที่ขนาดที่แท้จริงของ source เล็กกว่าขนาดอันเนื่องมาจาก diffraction ซึ่งความสว่างจ้า (photons/sec/mm^2/sr) ของ แสงซินโครตรอน จากทุกวงแหวน มีค่าโดยประมาณดังสมการที่ 2.4[5]

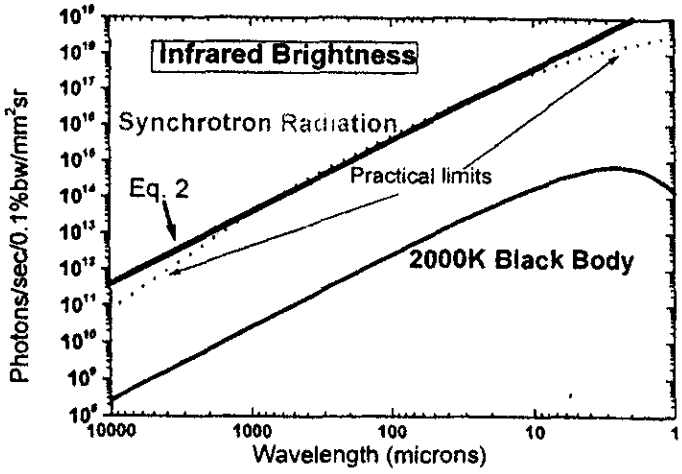
$$B(\lambda) = 3.8\times10^{20}\times I\times BW/\lambda^2 \qquad (2.4)$$

λ = wavelength (μm)

I = current (amperes)

BW = bandwidth (%)

รูปที่ 2.1 และ 2.2 เป็นกราฟที่ได้จากการคำนวณโดยอาศัย สมการที่ 2.1 และ 2.2 เปรียบเทียบกับค่าจริงจาก beamline ซึ่งรัศมีมีค่าเท่ากับ 1.91 m และ maximum collection angle เป็น 90 mrads (เป็นพารามิเตอร์ของ beamlines U4IR และ U12IR ณ National Synchrotron Light Source (NSLS) นิวยอร์ก สหรัฐอเมริกา) จากรูปที่ 2.2 จะเห็นได้ว่า SIR source มีความสว่างจ้าที่ดีกว่า thermal source ตลอดทั้งย่านอินฟราเรด และในช่วงความยาวคลื่นสูง ๆ จะมี power ที่สูงกว่า ประกอบกับปริมาณของสัญญาณรบกวนที่ลดลง จึงถือได้ว่า SIR source เป็น source ที่ดีกว่า thermal source จึงเหมาะอย่างยิ่งในการใช้งานทางด้านไมโครสเปคโตรสโคปี (microspectroscopy)



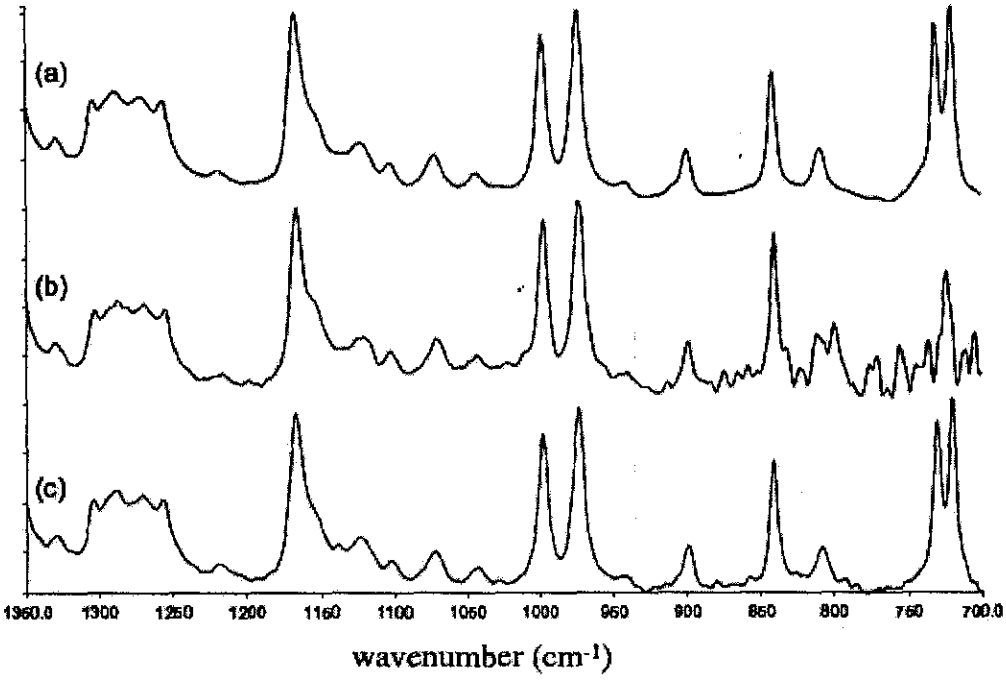
รูปที่ 2.2 Synchrotron radiation brightness compared to 2000K thermal source[5].

2.1.3 Diffraction Limit[22]

Ellis และ คณะ[22] ได้ศึกษา diffraction limit เปรียบเทียบระหว่างอินฟราเรดสเปคตรัมที่ได้จาก aperture ขนาด 100 μm x 100 μm และ ขนาด 15 μm x 15 μm (ใช้อินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีแบบดั้งเดิม: conventional IR microspectroscopy) และอินฟราเรดสเปคตรัมที่ได้จาก aperture ขนาด 3 μm x 3 μm (ใช้ซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี: synchrotron infrared microspectroscopy) ที่ใช้แสงซินโครตรอนอินฟราเรด จาก MIRAGE Beamline ระบบที่ศึกษาคือพอลิเมอร์ผสมระหว่างโพรพิลีนเอทิลีน โคพอลิเมอร์ (Propylene-Ethylene Copolymer) และ พอลิเอทิลีน (Polyethylene) โดยที่เมทริกซ์คือ โพรพิลีน-เอทิลีน โคพอลิเมอร์ และมีส่วนผสมอื่น ๆ เช่น talc และ สารเติมแต่ง

อินฟราเรดสเปคตรัมที่ได้จาก aperture ขนาด 100 μm x 100 μm เทคนิคอินฟราเรดไมโครสโคปีแบบดั้งเดิม แสดงดังรูปที่ 2.3 (a)) เปรียบเทียบกับอินฟราเรดสเปคตรัมที่ได้จาก โดยใช้ aperture ขนาด 3 μm x 3 μm ดังรูปที่ 2.3 (b) จะเห็นได้ว่าอินฟราเรดสเปคตรัมจาก aperture ขนาด 3 μm x 3 μm มีปริมาณสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (signal-to-noise ratio) ที่ต่ำกว่ารูปที่ 2.3 (a) และที่เลขคลื่นต่ำ ๆ จะสังเกตเห็นผลอันเนื่องมาจากการใช้ aperture ทีมีขนาดเล็กมาก ลักษณะจำเพาะของพีคที่เป็น doublet ณ ตำแหน่ง 720 และ 730 cm^{-1} ซึ่งเป็นผลจาก CH_2 rocking mode ของ ผลึกของพอลิเอทิลีน แสดงให้เห็นเกือบจะเป็น single peak และความเข้มสัมพัทธ์ (relative peak intensity) น้อยกว่าพีคที่ปรากฏในรูปที่ 2.3 (a) สำหรับอินฟราเรดสเปคตรัมในรูปที่ 2.3 (c) เป็นสเปคตรัมที่ได้จาก aperture ขนาด 15 μm x 15 μm จะเห็นได้ว่าลักษณะของสเปคตรัมจะเหมือนกับสเปคตรัมที่ได้จาก aperture ขนาด 100 μm x 100 μm ดังแสดงในรูปที่ 2.3 (a)

ถ้าความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบ (spatial resolution) ถูกจำกัดโดยขนาดของ aperture ดังนั้นความแตกต่างของความเข้มสัมพัทธ์ของพีคสามารถเป็นผลจากความหลากหลายของขนาดของพอลิเอทิลีนและการกระจายตัวของพอลิเอทิลีนในชิ้นตัวอย่าง อย่างไรก็ตามเพื่อที่จะทำความเข้าใจถึงความแตกต่างเหล่านี้จึงควรที่จะพิจารณาถึง diffraction limit ของแบนด์ที่สนใจ



รูปที่ 2.3 Micro-IR spectra of the polymer blend between propylene-ethylene copolymer and polyethylene with different aperture sizes: (a) 100 μm x 100 μm, (b) 3 μm x 3 μm, and (c) 15 μm x 15 μm[22].

ตารางที่ 2.2 แสดงค่าของ diffraction limit ที่ได้จากการคำนวณที่เลขคลื่นต่าง ๆ ของเครื่องอินฟราเรดไมโครสโคป ยี่ห้อ Nic-Plan microscope ทั้งแบบที่เป็น single aperture และ dual aperture ถ้า optical system ไม่มี aberration พบว่า diffraction limit ที่เลขคลื่น 720 cm^{-1} ของ single aperture มีค่าเท่ากับ 14.6 μm คิดเป็นห้าเท่าของขนาด aperture (3μm x 3 μm) สเปคตรัมของ system 1 ดังแสดงในรูปที่ 2.3 (c) ซึ่งขนาด aperture ที่ใช้คือ 15 μm x 15 μm จะมีลักษณะเดียวกับสเปคตรัมที่ได้จากการใช้ aperture ขนาด 100 μm m x 100 μm (รูปที่ 2.3 (a)) ดังนั้นการใช้ aperture ที่มีขนาดเล็กมาก ๆ โดยเฉพาะที่เล็กกว่า diffraction limit ของย่านคลื่นทั้งหมด ไม่เพียงแต่จะทำให้ปริมาณของสัญญาณรบกวน (noise) เพิ่มขึ้น ยังมีผลทำให้เกิดการบิดเบือนของความเข้มสัมพัทธ์ของแบนด์ ซึ่งจะสังเกตเห็นเมื่อเลขคลื่นโดยประมาณน้อยกว่า 800 cm^{-1}

ตามหลักการแล้วถ้าต้องการให้ได้สเปคตรัมที่มีคุณภาพ ขนาดของ aperture ควรเท่ากับ diffraction limit ของแบนด์ที่สนใจ ตัวอย่างเช่น ถ้าสนใจที่จะทำ mapping หมู่ไซยาโน (cyano group) ที่ 2235 cm^{-1} ขนาดของ single aperture ควรจะประมาณ 5 μm x 5 μm แต่ถ้าเป็นหมู่คาร์บอนิล (carbonyl group) ขนาด aperture ควรจะเป็น 6 μm x 6 μm สำหรับสเปคตรัมของพอลิเมอร์ในย่าน fingerprint ขนาดของ aperture ที่เหมาะสมคือ 6 μm x 6 μm ซึ่งเป็นขนาดที่จะทำให้ได้ความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบ (spatial resolution) ที่ดีและขณะเดียวกัน มี energy throughput และปริมาณสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (singnal-to-noise ratio) ที่เหมาะสม

ถึงแม้ในกรณีที่มี energy throughput มากพออาจใช้ over-aperturing ได้ เพื่อลดการเกิด diffraction ที่เกิดขึ้นบริเวณ aperture อย่างไรก็ตามวิธีการดังกล่าวไม่มีผลต่อการเพิ่มความสามารถในการจำแนกรายละเอียด แต่อาจส่งผลต่อการทำให้เกิดการผิดแผกไปของแบนด์ (band distortion) ในย่านความถี่ต่ำ เป็นที่ยอมรับกันโดยทั่วไปว่าการใช้ step size ที่เล็กกว่า aperture size จะทำให้การ mapping ได้รายละเอียดที่คมชัดขึ้นเมื่อขนาดรายละเอียดนั้นใกล้เคียงกับ diffraction limit

ตารางที่ 2.1 Diffraction limits calculated for the infrared microscope (Nic-Plan microscope) at the MIRAGE beamline for single and dual aperturing[22]

Wavenumber (cm^{-1})	**Wavelength** (mm)	**Abbe limit**	
		Single aperturing	**Dual aperturing**
4000	2.5	2.2	1.9
3300	3.0	2.6	2.3
2938	3.4	2.9	2.6
2235	4.5	3.9	3.5
1750	5.7	4.9	4.4
1650	6.1	5.2	4.7
1600	6.3	5.4	4.8
1375	7.3	6.3	5.6
1000	10.0	8.6	7.8
800	12.5	10.8	9.7
730	13.7	11.8	10.6
720	13.9	12.0	10.8
650	15.4	13.3	11.9

2.2 Characterization of Polymer Blends and Composites by Synchrotron Infrared Microspectroscopy

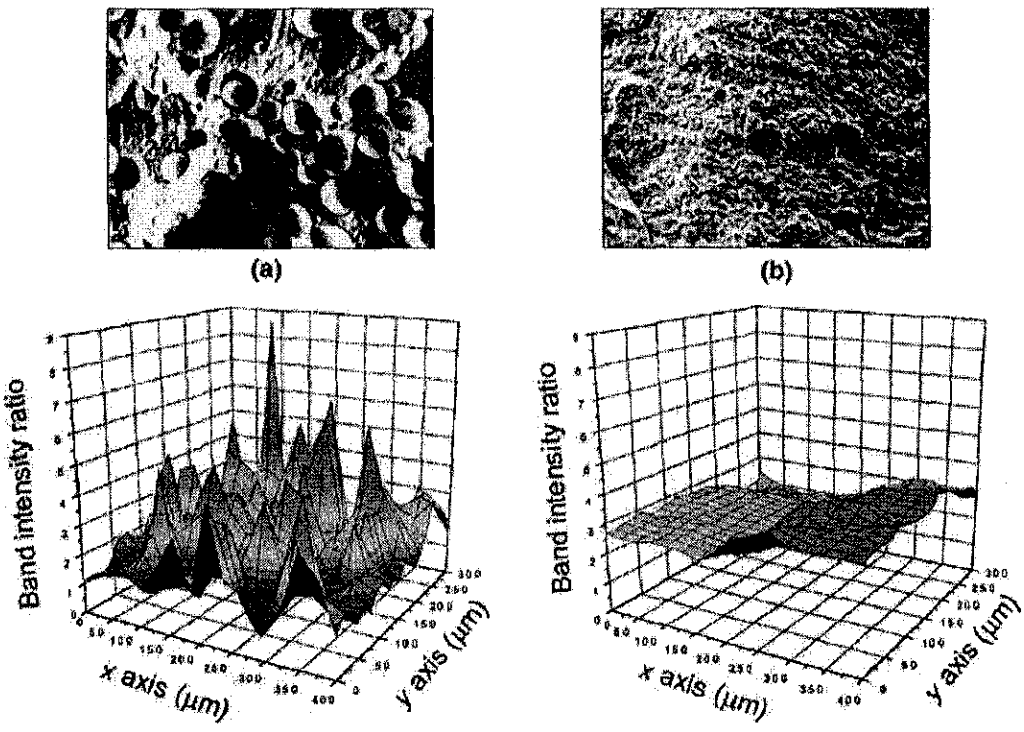
2.2.1 Polymer Blend: Isotactic Polypropylene-Nylon 6 Blend[22]

ระบบพอลิเมอร์ผสมระหว่าง ไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีน (isotactic polypropylene) และไนลอน-6 (nylon 6) จัดเป็นระบบพอลิเมอร์ผสมที่ไม่เข้ากัน (immiscible blend) ไนลอน-6 ซึ่งมีปริมาณน้อยกว่าพอลิโพรพิลีน มีรูปร่างเป็นทรงกลมกระจายตัวอยู่ในพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์ (polypropylene matrix) (รูปที่ 2.4 (a)) เนื่องมาจาก interfacial energy ของระบบมีค่ามาก เมื่อเปรียบเทียบภาพของระบบนี้ที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) และ ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดไมโครสโคปแบบดั้งเดิม (conventional Fourier Transform Infrared Microscope) ซึ่งใช้ aperture ขนาด 20 μm x 20 μm พื้นที่ของชิ้นตัวอย่างที่ทำการ mapping คือ 400 μm x 300 μm ดังแสดงในรูปที่ 2.4 เมื่อเปรียบเทียบอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ใต้พีคของหมู่เอไมด์ I (amide I group) ที่ตำแหน่ง 1640 cm^{-1} เนื่องจาก carbonyl stretching vibration และที่ตำแหน่ง 1375 cm^{-1} อันเนื่องจาก CH_2 deformation mode ในรูปของ axonometric plot ดังแสดงในรูปที่ 2.5 พีคที่ปรากฏในรูปเป็นโซนของ ไนลอน-6 แต่บริเวณที่เป็นพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์จะเป็นบริเวณที่พีคมีความเข้มต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับภาพจาก SEM และ axonometric plot ของระบบพอลิเมอร์ผสมชนิดเดียวกันแต่ใช้ PP-maleic anhydride graft copolymer เป็นสารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (compatibilizer) ดังแสดงในรูปที่ 2.4 (b) จาก SEM แสดงให้เห็นว่า ไนลอน-6 มีการกระจายตัวดีขึ้นและการยึดติดระหว่างพอลิโพรพิลีนและไนลอน-6 ดีขึ้นเช่นเดียวกัน ทำให้ระบบมีความเป็นเนื้อเดียวกัน (homogeneous) มากขึ้นส่งผลให้มีคุณสมบัติทางกลดีขึ้น เมื่อพิจารณา axonometric plot ของระบบดังกล่าว ดังแสดงในรูปที่ 2.5 (b) จะเห็นว่าเมื่อเปรียบเทียบกับระบบที่ไม่ใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ความเข้มพีคสัมพัทธ์ที่ตำแหน่ง 1640 cm^{-1} มีความสม่ำเสมอมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับการที่ระบบมีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น การที่ความสูงพีคสัมพัทธ์ที่ตำแหน่ง 1640 cm^{-1} มีความสม่ำเสมอมากขึ้น เป็นสิ่งที่แสดงให้เห็นว่าขนาดของไนลอน-6 ลดลงอย่างมีนัยสำคัญและมีขนาดเล็ก ที่เกินขอบเขตความสามารถในการแยกแยะตามขนาดของ aperture ที่ใช้คือ 20 μm x 20 μm

เมื่อนำเทคนิคซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสโคปี (synchrotron infrared microscopy) มาศึกษาเปรียบเทียบระหว่างระบบพอลิเมอร์ผสมระหว่างไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีนและไนลอน-6 ที่ไม่ใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (Non-compatibilized blend, N-blend) และใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ (Compatibilized blend, C-blend) จะได้ axonometric plot ดังแสดงในรูปที่ 2.5 (a) และ (b) ตามลำดับ โดยที่เป็น axonometric plot ของความเข้มพีคสัมพัทธ์ ณ ตำแหน่ง 1640 cm^{-1} (1640/1375) และ 3330 cm^{-1} (3330/2938) พีคที่ตำแหน่ง 3330 cm^{-1} เป็นพีคของ N-H stretching vibration ของ

ไนลอน-6 ในการทดลองใช้ single field stop aperture ขนาด 3 μm x 3 μm และ step size เท่ากับ 3 μm

จาก axonometric plots ในรูปที่ 2.5 จะเห็นได้ว่าความเข้มพีคสัมพัทธ์ ณ ตำแหน่ง 1640 และ 3330 cm^{-1} ของพอลิเมอร์ผสมชนิดที่ไม่ใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้จะแตกต่างอย่างเด่นชัดกับความเข้าพีคสัมพัทธ์ของพอลิเมอร์ชนิดที่ใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ ซึ่งรูปแบบของ axonometric plot พอลิเมอร์ผสมชนิดที่ใช้สารช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ แสดงถึงความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้นของระบบพอลิเมอร์ผสม axonometric plots ที่ได้จากทั้งสองแบนด์ซึ่งแสดงถึงการกระจายตัวของหมู่เอไมด์ในพอลิโพรพิลีนเมทริกซ์มีความแตกต่างกันในรายละเอียดทั้งนี้เนื่องมาจาก แบนด์ที่ตำแหน่ง 1640 และ 1375 cm^{-1} เป็นแบนด์ในช่วงความถี่ที่ Abbe limit มีค่าประมาณ 7.6 μm ซึ่งสูงกว่าขนาด aperture ที่ใช้ (3 μm x 3 μm) สำหรับแบนด์ที่ตำแหน่ง 3300 และ 2938 cm^{-1} Abbe limit มีค่าประมาณ 3.6 μm ซึ่งใกล้เคียงกับขนาด aperture การที่ axonometric plot ของความเข้มพีคสัมพัทธ์ที่ตำแหน่ง 3300/2938 cm^{-1} ให้รายละเอียดของการกระจายตัวของหมู่เอไมด์ได้ดีกว่า ดังแสดงใน contour map บนระนาบ x-y จึงเป็นผลมาจากการที่ใช้ aperture size มีขนาดเทียบเคียงกับ diffraction limit



รูปที่ 2.4 SEM และ IR band ratio maps (1640/1375 cm^{-1}) ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิโพรพิลีนและไนลอน-6: (a) simple binary blend และ (b) binary blend compatibilized with PP-*g*-MAH interfacial agent[22].

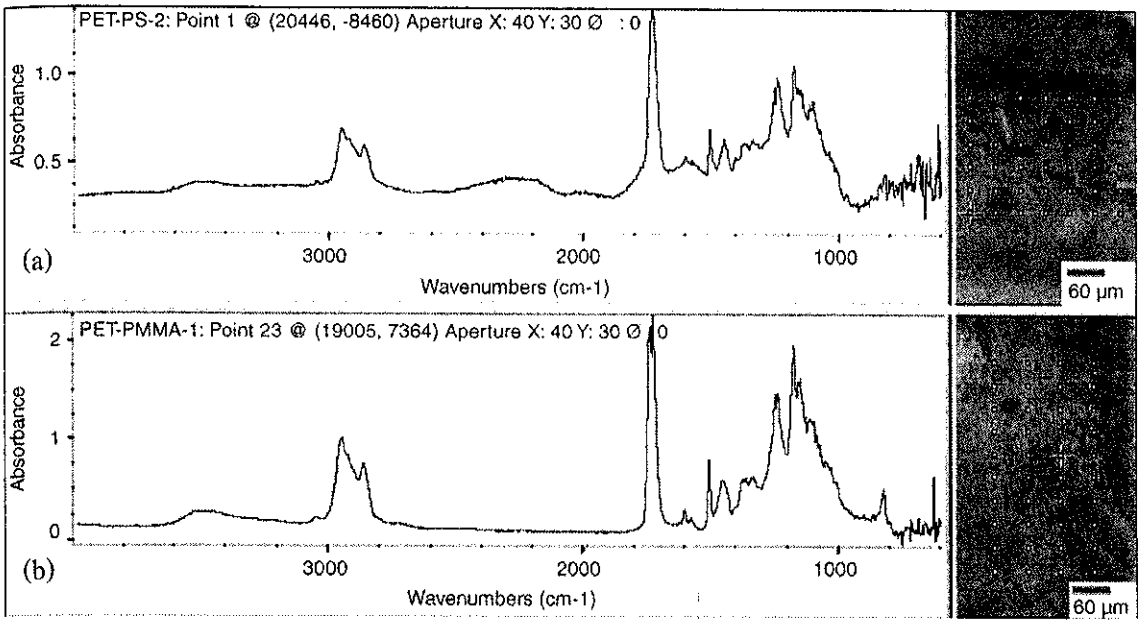
2.2.2 Polymer Blends: Solid-State Blended Polymers[31]

Mitchell และ คณะ[31] ได้ใช้เทคนิคซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี (synchrotron infrared microspectroscopy) ณ J. Bennett Johnston, Sr. Center for Advanced Microstructure and Devices (CAMD), Baton Rouge ในการศึกษาพอลิเมอร์ผสมของ PET/PS และ PET/PMMA ที่เตรียมในสภาวะ solid state โดยใช้ mechanical attrition (near net-shape manufacturing (NNSM) technique) ใช้ aperture ขนาด 40 μm x 30 μm ในการ mapping ระบบพอลิเมอร์ผสม PET/PS ครอบคลุมพื้นที่ 120 μm x 140 μm และ step size เท่ากับ 30 μm และสำหรับระบบพอลิเมอร์ผสม PET/PMMA ครอบคลุมพื้นที่ 300 μm x 120 μm และ step size เท่ากับ 30 μm ดังแสดงในรูปที่ 2.6 ขนาดของลำแสงที่ผ่าน aperture มี Gaussian FWHM เท่ากับ 10 μm x 10 μm

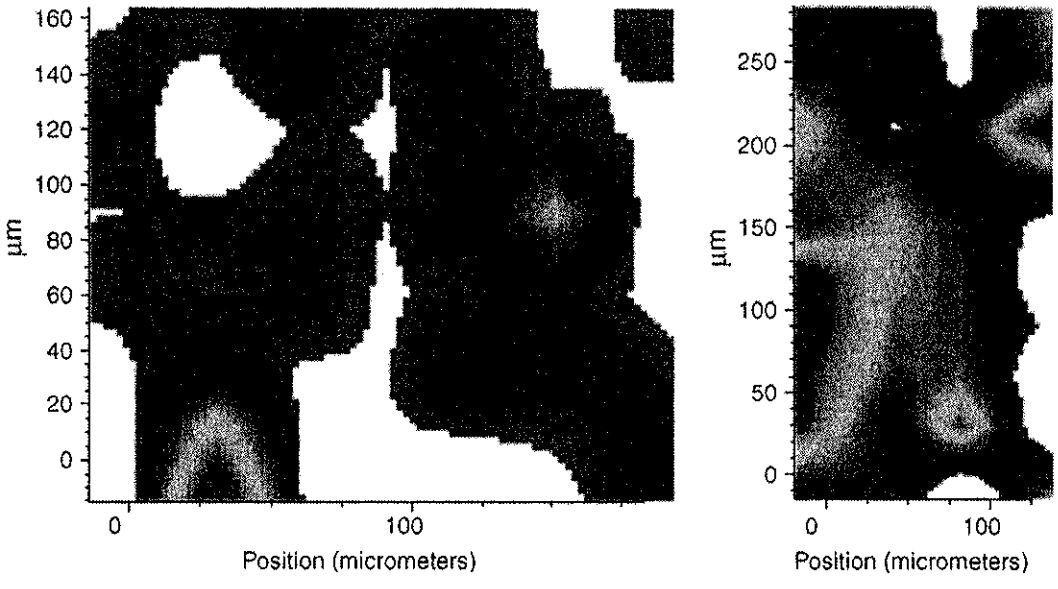
สเปคตรัมอินฟราเรดของ PET/PS และ PET/MMA ที่อัตราส่วนผสมโดยน้ำหนักเป็น 50/50 ดังแสดงในรูปที่ 2.6 (a) และ (b) ตามลำดับ เป็นสเปคตรัมที่ได้จากบริเวณที่แสดงตำแหน่งของ crosshair ดังแสดงใน optical micrograph ของ PET/PS และ PET/PMMA ตามลำดับ

จาก IR imaging ที่ได้จากการ mapping ตัวอย่าง PET/PS (50/50 โดยน้ำหนัก) ที่ได้จากการ plot ความเข้มของแบนด์ aromatic C-H stretching ที่ตำแหน่ง 3061 cm^{-1} ที่เป็นลักษณะจำเพาะของ PS กับตำแหน่งของการ mapping (รูปที่ 2.6) ดังแสดงในรูปที่ 2.7 (a) และ จาก IR imaging ดังรูปที่ 2.7 (b) ที่ได้จากการ mapping PET/PMMA (50/50) จากการ plot ความเข้มของแบนด์ aromatic C=C ของ para-substitution stretching ที่ตำแหน่ง 1508 cm^{-1} ของ PET กับตำแหน่งของการ mapping (รูปที่ 2.6) แสดงให้เห็นถึงลักษณะของความไม่เข้ากัน (immiscible) ของพอลิเมอร์ผสมทั้งสองระบบ จาก optical micrograph ของ PET/PS และ PET/PMMA บริเวณที่เป็นสีเข้มคือส่วนของ PS และ PMMA ตามลำดับ

จากรูปที่ 2.6 และ 2.7 แสดงให้เห็นว่าเทคนิคซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี สามารถใช้วิเคราะห์ระบบพอลิเมอร์ผสมของ PET/PS และ PET/PMMA (50/50 โดยน้ำหนัก) โดยแสดงให้เห็นถึงความแตกต่างขององค์ประกอบทางเคมีของระบบพอลิเมอร์ผสมและแสดงให้เห็นถึงความไม่เป็นเนื้อเดียวกันของพอลิเมอร์ผสม



รูปที่ 2.6 Optical micrographs of blends of PET/PS (a) and PET/PMMA (b) with arbitrarily chosen area grid of points imposed on the top of each surface. The IR spectrum for the crosshaired point in each sample is shown at the left of each photograph, along with the aperture size in microns[31].



รูปที่ 2.7 Area contour maps for 50/50 blends of PET/PS (a) and PET/PMMA (b). The areas illustrated are the same as those shown in the grids in Fig. 2.6. The polymers chosen for these maps are PS (a) and PET (b)[31].

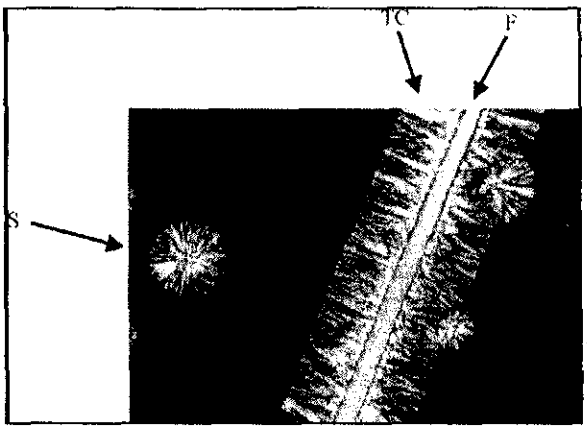
2.2.3 Fiber-Reinforced Polymer Composites

2.2.3.1 Transcrystallinity in Isotactic Polypropylene-LCP Fiber Composites[22]

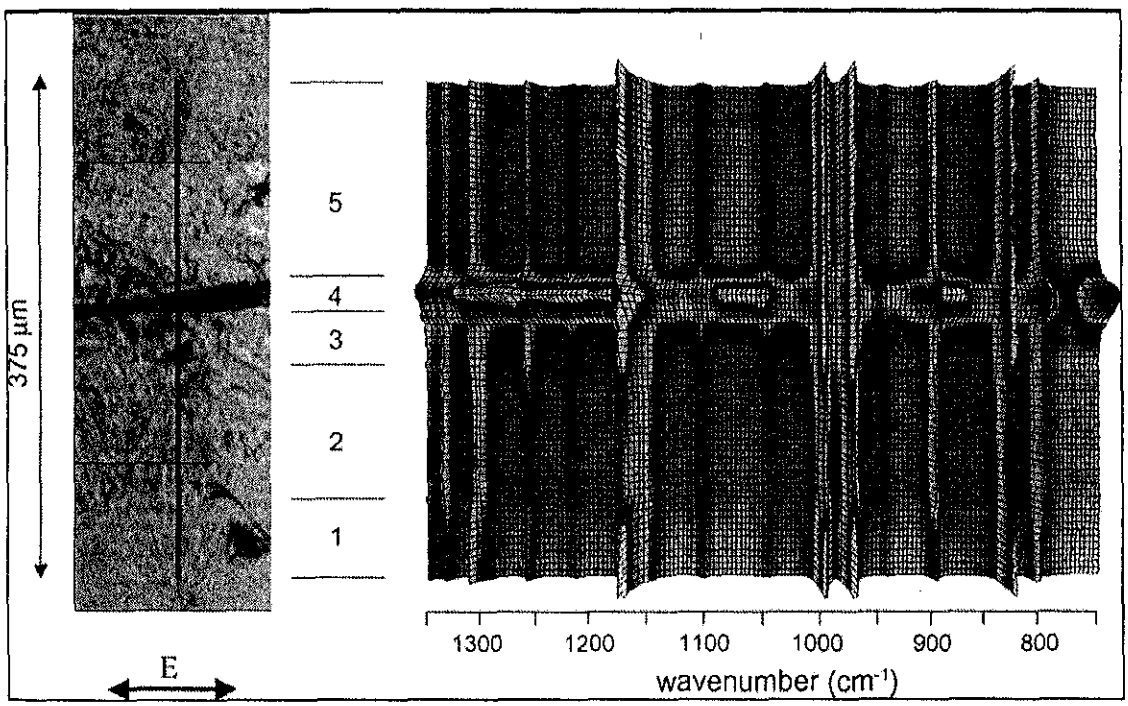
ลักษณะโครงสร้างของอินเทอร์เฟส (interphase) ระหว่างเส้นใยเสริมแรงและพอลิเมอร์เมทริกซ์มีความสำคัญต่อสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์คอมพอสิท (polymer composites) ซึ่งซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีเป็นเทคนิคที่สามารถให้ข้อมูลพื้นฐานของโครงสร้างในระดับจุลภาคของอินเทอร์เฟส ภายใต้สภาวะทั่วไปของการขึ้นรูปไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีน (isotactic polypropylene, iPP) จะตกผลึกในฟอร์มของ อัลฟา-ฟอร์ม (α-form) เป็นส่วนใหญ่ อย่างไรก็ตาม ภายใต้สภาวะที่มีแรงเฉือน ผลึกในชั้นของผลึกแบบทรานซ์ (transcrystalline) อาจเป็นได้ทั้ง อัลฟา- หรือ เบต้า-ฟอร์ม (β-form) โดยที่ เบต้า-ฟอร์มจะให้มอดุลัสสูงกว่าแต่มีปริมาณผลึก (crystallinity) น้อยกว่า อัลฟา-ฟอร์ม

จากรูปที่ 2.8 ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ (optical microphotograph) ของพื้นที่บริเวณเส้นใยที่ถูกกระทำด้วยแรงเฉือน โดยที่ทิศทางของ electric vector ของลำแสงซินโครตรอนอยู่ในแนวเดียวกับการวางตัวของเส้นใย สเปคตรัมที่บันทึกทั้งหมดคือ 125 สเปคตรัม ขนาดของ aperture คือ 6 μm และ step size คือ 3 μm โดยบันทึกสเปคตรัมตามแนวดังแสดงในรูปที่ 2.9 เป็นระยะ 375 μm จากรูปจะเห็นได้ว่าผลึกของไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีน ใน region 1 จะเป็น อัลฟา-ฟอร์มซึ่งสอดคล้องกับภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์ ส่วน region 2 ผลึกของไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีน อยู่ในรูป เบต้า-ฟอร์ม และ region 3 ผลึกของไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีน อยู่ในรูป อัลฟา-ฟอร์ม ในรูปที่ 2.9 แสดงถึงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มพีคสัมพัทธ์ระหว่างพีคที่ตำแหน่ง 1296 cm^{-1} และ 1304 cm^{-1} ณ ตำแหน่งต่าง ๆ ของคอมโพสิทที่ได้บันทึกอินฟราเรดสเปคตรัมเป็นระยะ 375 μm

จากการศึกษาอินเทอร์เฟสของคอมโพสิทดังกล่าวข้อมูลที่สำคัญที่ได้จากการใช้ลำแสงซินโครตรอนอินฟราเรด คือ ในการเกิดผลึกแบบทรานซ์ (transcrystallinzation) ในรูปเบต้า-ฟอร์มนั้น สเปคตรัมที่ได้จากบริเวณที่ใกล้เคียงกันเส้นใยแสดงให้เห็นถึงการเกิดผลึกแบบอัลฟา-ฟอร์ม ซึ่งการค้นพบดังกล่าวเป็นไปในแนวเดียวกับผลการศึกษาสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบโพลาไรซ์ (polarized optical microscope), กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอน (electron microscope) และ atomic force microscope ซึ่งพบว่าแนวของผลึกบนพื้นผิวเส้นใยเป็นแบบอัลฟา-ฟอร์ม ซึ่งจะเป็นตัวเหนี่ยวนำให้เกิดผลึกเบต้า-ฟอร์มในรูปทรงกระบอกซึ่งเป็นชั้นของ transcrystalline



รูปที่ 2.8 Polarized Optical Micrograph of an iPP-LCP fiber composite at 127°C obtained during dynamic crystallization at 10°C/min. F = LCP fiber, S = developing spherulitic iPP, TC = developing transcrytalline iPP[22]

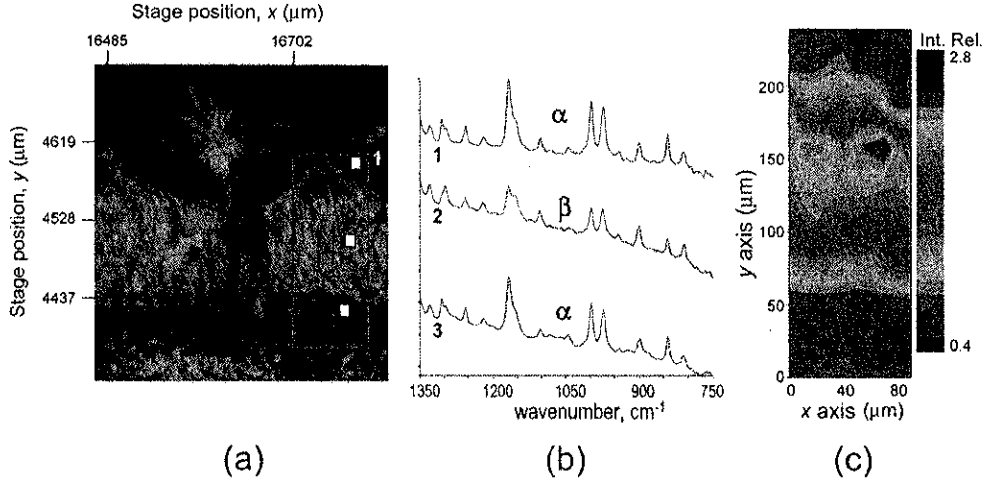


รูปที่ 2.9 Mosaic of optical microscope images recorded from an iPP-LCP model composite where the fiber has been sheared at the isothermal crystallization temperature of 140°C, and pseudeo-3D plot of spectra along the line indicated, with and aperture of 6 µm[22]

2.2.3.2 Crystallinity Interphase in Sheared Isotactic Polypropylene-Vectra (LCP) Fiber Model Composites[32]

Dumas และ คณะ[32] ได้ใช้ซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีแบบโพลาไรซ์ (polarized synchrotron infrared microspectroscopy) ศึกษาลักษณะผลึกของไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีน ที่เกิดจากแรงเฉือนในบริเวณอินเทอร์เฟสระหว่าง Vectra fiber และไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีน โดย Vectra fiber คือเส้นใย aromatic thermotropid main- chain liquid crystal copolyester ประกอบด้วย para-hydroxybenzoic acid 73% และ 2, 6 – hydroxynaphtoic acid 27% (โดยสัดส่วนจำนวนโมล) เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 23 μm ซินโครตรอนอินฟราเรดบันทึกโดยใช้ขนาด aperture เท่ากับ 8 μm และ การทำ IR mapping ตัวอย่างครอบคลุมพื้นที่ 88 μm x 224 μm ดังแสดงใน optical micrograph รูปที่ 2.10 (a) ด้วยขนาด aperture และ step size เท่ากับ 8 μm beamline สำหรับซินโครตรอนอินฟราเรดได้จาก U10B beamline ณ the National Synchrotron Light Source at Brookhaven National Laboratory มลรัฐนิวยอร์ค

อินฟราเรดสเปคตรัมในรูปที่ 2.10 (b) เป็นสเปคตรัมจำเพาะของผลึกแบบอัลฟา-ฟอร์ม (α-form), เบต้า-ฟอร์ม (β-from), และ อัลฟา-ฟอร์ม ของไอโซแทคติคพอลิโพรพิลีน ที่ได้จากตำแหน่ง 1, 2, และ 3 ที่ ดังแสดงในรูปที่ 2.10 (a) สำหรับรูปที่ 2.10 (c) แสดง IR imaging ของความเข้มพีคสัมพัทธ์ระหว่างพีค 1296/1304 cm^{-1} ที่ได้จากการทำ IR mapping จากรูป IR imaging สามารถแสดงความแตกต่างระหว่างบริเวณที่เป็นผลึกแบบอัลฟา-ฟอร์ม และผลึกแบบเบต้า-ฟอร์มได้ แต่ไม่สามารถแสดงให้เห็นถึงบริเวณที่เป็นเส้นใยได้เนื่องจากแบนด์ที่ใช้สำหรับ IR image ไม่ใช่แบนด์ที่ปรากฏในสเปคตรัมของเส้นใย

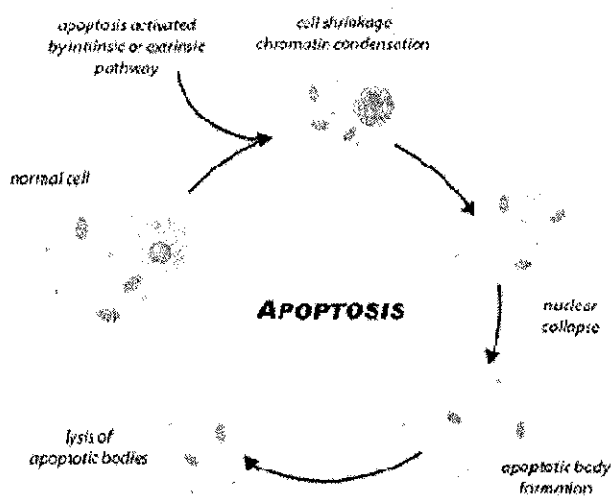


รูปที่ 2.10 (a) Polarized optical microphotograph of a region of an isothermally crystallized film sample, showing points where IR spectra were recorded (numbered white boxes) and the mapped region (blue box), (b) spectra recorded at positions 1, 2, and 3, and (c) false color image of the marked region employing the 1296/1304 cm^{-1} intensity ratio[32].

2.3 Investigation of Biological System Using Synchrotron Infrared Microspectroscopy

2.3.1 Individual Cells and Apoptosis[33-37]

Apoptosis เป็นขบวนการตายของเซล (programmed cell death: PCD) แบบหนึ่งที่ถูกโปรแกรมไว้เพื่อเป็นการกำจัดออกของเซลโดยไม่ก่อให้เกิดสารที่เป็นอันตรายต่อเนื้อเยื่อบริเวณนั้น โดยจะแตกต่างจากการตายแบบเน็คโครซิส (necrosis)[33] ซึ่งเป็นการตายของเซลที่ส่งผลทำให้เซลโดยรอบเกิดการบวมพอง (swelling) และ bursting และทำให้เกิด inflammatory response อย่างไรก็ตามในการเกิด apoptosis สัณฐานวิทยาของเซลมีการเปลี่ยนแปลงอย่างมาก คือ เซลเกิดการหดตัว ผนังเซลเกิด blebbing และ เกิด chromatin condensation โดยในช่วงสุดท้ายของการเกิด apoptosis เซลมักจะแตกตัวเป็น membrane-bound apoptotic bodies. ในการศึกษาในระดับโมเลกุลแสดงให้เห็นว่าระหว่างกระบวนการ apoptosis มีการแยกออกของสายโซ่ DNA (double-strand cleavage) เกิดขึ้น มีการ de novo ของการสังเคราะห์หรือการปรับแปรโปรตีน และ phosphatidylserine exposure ต่อ cell surface กระบวนการเกิด apoptosis แสดงดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 Apoptosis: the programmed death of a cell[34]

การเกิด apoptosis มีประโยชน์ในตลอดช่วงชีวิตของอวัยวะต่าง ๆ ของร่างกาย ในระหว่างการแบ่งตัวของตัวอ่อนมนุษย์การที่นิ้วมือและเท้าสามารถแยกเป็นนิ้วเดี่ยว ๆ ได้เป็นผลจากการเกิด apoptosis ของเซลระหว่างนิ้วนั้น การตายของเซลแบบ apoptosis ของมนุษย์โตเต็มวัยมีอยู่ประมาณ 50-70 ล้านเซล/วัน สำหรับวัยเด็กอายุ 8-14 ปี จะเกิดขึ้นประมาณ 20-30 ล้านเซล/วัน ในหนึ่งปีการเกิดใหม่ของเซลและการตายของเซลจะมีปริมาณเฉลี่ยเท่ากับ น้ำหนักตัวของแต่ละบุคคล การเกิด apoptosis ที่ผิดปกติจะเป็นสาเหตุของการเกิดโรคต่าง ๆ ได้แก่ การเกิด apoptosis ที่มากเกินไปเป็นสาเหตุของ hypotrophy เช่น ทำให้เกิด ischemic damage ทำให้เป็นโรค Alzheimer, Huntington และ Parkinson diseases ในขณะที่เกิด apoptosis น้อยเกินไปทำให้เกิดการแบ่งตัวของเซลที่ไม่สามารถ

ควบคุมได้เช่น การเกิดโรคมะเร็ง และลิวคีเมีย (leukemia) งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับ apoptosis ได้เพิ่มขึ้นอย่างมากตั้งแต่ต้นทศวรรษ 1990s[35-36]

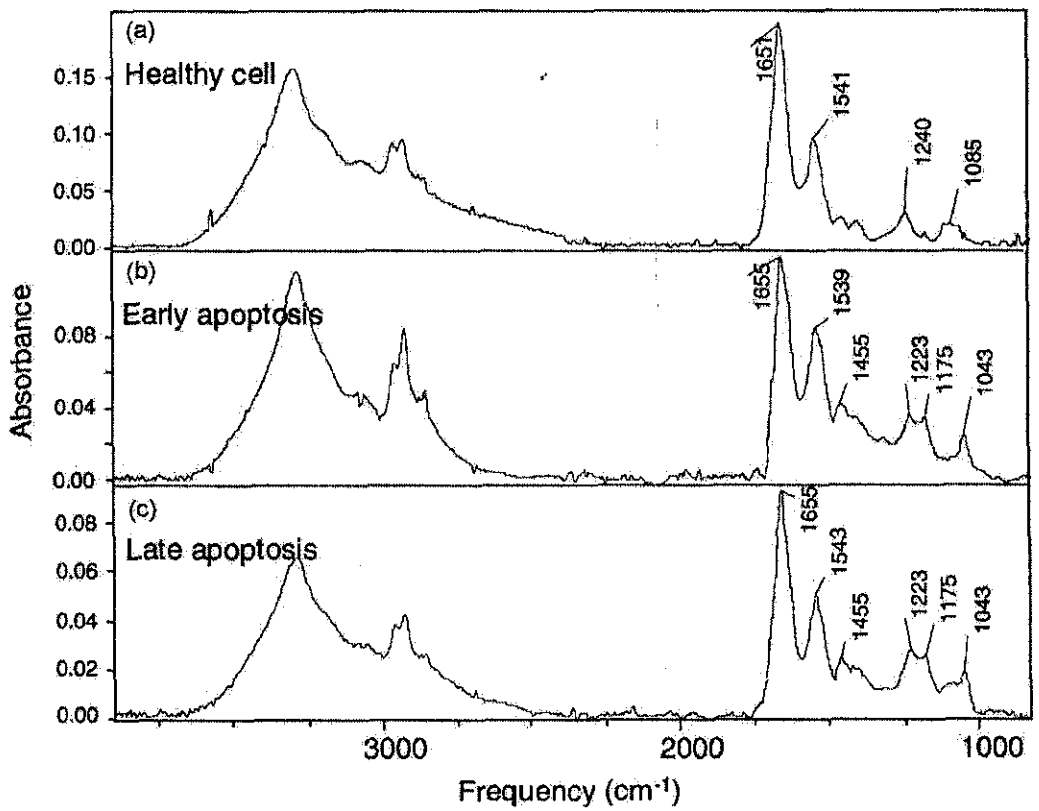
การศึกษาลักษณะองค์ประกอบของเซลเป็นอีกหนึ่งแขนงสาขาที่น่าตื่นเต้นสำหรับการใช้ประโยชน์จากลำแสงอินฟราเรดซินโครตรอน Dumas และ คณะ[37] กระบวนการ apoptosis ของเซล hybridoma B โดยใช้ beamline สำหรับซินโครตรอนอินฟราเรด 2 beamline ที่ MIRAGE beamline ณ SuperACO ประเทศฝรั่งเศส เป็น external IR source ของเครื่อง Nic-Plan IR microscope ที่ต่อเข้ากับกับ Magna-IR 560 FTIR spectrometer ในการศึกษานี้ กระบวนการ apoptosis ของเซลจะถูกเหนี่ยวนำเข้าสู่ Fas-positive hybridoma B cell line โดยใช้ anti-Fas nonoclonal antibody ในช่วงของการเหนี่ยวนำจะเติม annexin V และ propidium iodide ที่ระยะเวลาต่าง ๆ ของการเหนี่ยวนำ และจะแยก aliquot of cell ออกมา ทำให้เข้มข้นใน microcentrifuge แล้วล้างด้วย phosphate-buffered saline (PBS) ตัวเซลถูกทำให้เข้มข้นอีกครั้งแล้วล้างด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ ในขั้นสุดท้ายเซลจะถูก reconstituted ด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ในปริมาณน้อย และ deposited ลงบน diamond window (4 mm x 1 mm thick) สำหรับการวิเคราะห์ด้วยซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีต่อไป

จากรูปที่ 2.12 แสดงอินฟราเรดสเปคตรัมของเซลที่บันทึกตรงตำแหน่งของนิวเคลียสในช่วงก่อนเกิด apoptosis induction (a) ในระยะเริ่มต้นของ apoptosis (b) และ ช่วงท้ายของ apoptosis (c) ขนาดของ aperture เท่ากับ 10 μm x 10 μm จำนวนสแกนเท่ากับ 128 scans และ resolution no. เท่ากับ 8 cm^{-1} สเปคตรัมทั้งสามมีความแตกต่างกันในย่านความถี่ของ phosphate-stretching (1100-1300 cm^{-1}) และ CH_2/CH_3 stretching (2800-3000 cm^{-1}) ในระยะเริ่มต้นของ apoptosis และ ช่วงท้ายของ apoptosis ความเข้มของพีคที่ในย่าน 1044, 1177, และ1222 cm^{-1} เพิ่มขึ้นในขณะที่ความเข้มพีคของหมู่เมทิลีน (methylene group) ของไลปิด (lipids) ที่เพิ่มขึ้นจะพบเฉพาะเซลในระยะเริ่มต้นของ apoptosis

สิ่งที่น่าสังเกตคืออัตราส่วนพื้นที่ใต้พีคของ 1080/1650 หรือ 1234/1650 cm^{-1} ไม่เปลี่ยนแปลงแสดงให้เห็นถึงอัตราส่วนที่คงที่ระหว่างกรดนิวคลีอิค (nucleic acid) และโปรตีน นอกจากนี้ความเข้มของแบนด์ที่ 1054 cm^{-1} มีการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน และมีการเลื่อนตำแหน่งเล็กน้อยของแบนด์ที่เกิดจาก asymmetric phosphate stretching จาก 1237 cm^{-1} (untreated cells) เป็น 1234 cm^{-1} (treated cells) ซึ่งเป็นการบ่งชี้ถึงการเพิ่มขึ้นของอัตราส่วนระหว่าง DNA/RNA ในการตรวจหา DNA ในเซลที่เกิด apoptosis โดยเทคนิคอินฟราเรดสเปคโตรสโคปี (infrared spectroscopy) ควรตรวจสอบเมื่อเซลอยู่ใน S phase ของวงจรชีวิตของเซล (cell cycle) เนื่องจาก DNA จะจับตัวกันแน่นมากเมื่ออยู่ใน G1 และ G2 phase ส่งผลให้แสงอินฟราเรดเดินทางผ่านได้ยาก ดังนั้น การเพิ่มขึ้น

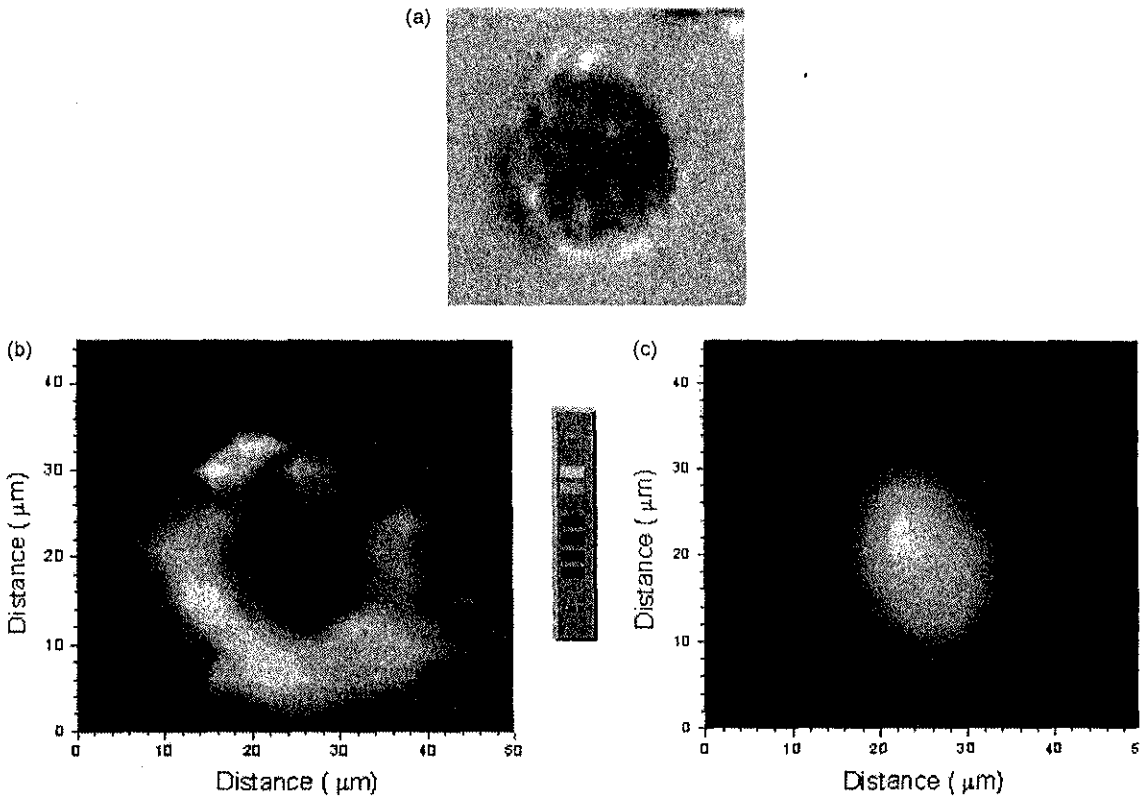
ของอัตราส่วนระหว่าง DNA/RNA อาจจะเป็นตัวบ่งบอกถึงการตรวจจับ DNA ได้ดีขึ้น เนื่องจากเซลอยู่ในช่วงของ S phase แผนภาพแสดงวงจรชีวิตของเซลในระยะต่าง ๆ แสดงในภาคผนวก ข

สเปคตรัมในช่วงเริ่มต้นและช่วงท้ายของ apoptosis แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนของความเข้มของแบนด์อันเนื่องมาจาก phosphate stretching ทั้งแบบ asymmetric และ symmetric ที่ตำแหน่ง 1234 และ1084 cm^{-1} และแสดงให้เห็นความเข้มที่เพิ่มขึ้นของแบนด์ที่ตำแหน่ง 1222, 1177, และ 1044 cm^{-1} โดยที่แบนด์ที่ตำแหน่ง 1222 cm^{-1} อาจจะสัมพันธ์กับโหมดของ asymmetric phosphate-stretching ของหมู่ (PO_2^-) ที่เกิดพันธะไฮโดรเจนที่สมบูรณ์ ซึ่งสัมพันธ์กับการที่ DNA เกิด fragmentation มากขึ้นในระหว่างการเกิด apoptosis



รูปที่ 2.12 Infrared spectra of individual cells before and after the induction of apoptosis. Spectra have been recorded using a dual aperture of 10 μm x 10 μm in size, positioned at the position of the nucleus (128 scans, 8 cm^{-1} resolution). Note the dramatic differences from 2800–3000 cm^{-1} to 1000–1300 cm^{-1} [37].

สำหรับ necrotic (dying) cell จะแสดงให้เห็นถึงความเข้มที่เพิ่มขึ้นของแบนด์ที่ตำแหน่ง 1740 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการเกิดออกซิเดชันของโปรตีน จากการใช้ลำแสงอินฟราเรดซินโครตรอน สามารถแสดงการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันนี้ของเซลเดี่ยว ดังภาพที่แสดงในรูปที่ 2.12 กระบวนการออกซิเดชันของโปรตีนจะเกิดที่ cytoplasm ในขณะที่บริเวณนิวเคลียสไม่แสดงการเกิดขึ้นของออกซิเดชันดังกล่าว ดังรูปที่ 2.12 (b)



รูปที่ 2.13 Optical and chemical image of a necrotic single cell. (a) optical image, (b) chemical image of the C=O band at 1740 cm^{-1}, (c) chemical image of the nucleus (Amide I band). The spectra have been recorded with a 3 μm x 3 μm aperture, 128 scans and 8 cm^{-1} resolution. The concentration scales from black (zero) to white (maximum)[37].

2.3.2 Hair Composition and Structure[37-40]

โครงสร้างของเส้นผมประกอบด้วย 3 ส่วนที่สำคัญ คือ ชั้นผิวผม (cuticle) เนื้อผม (cortex) และ แกนผม (medulla) ดังแสดงในรูปที่ 2.14 ส่วนประกอบอื่น ๆ ได้แก่ รากผม (root) และ ต่อมไขมัน (sebaceous glands)

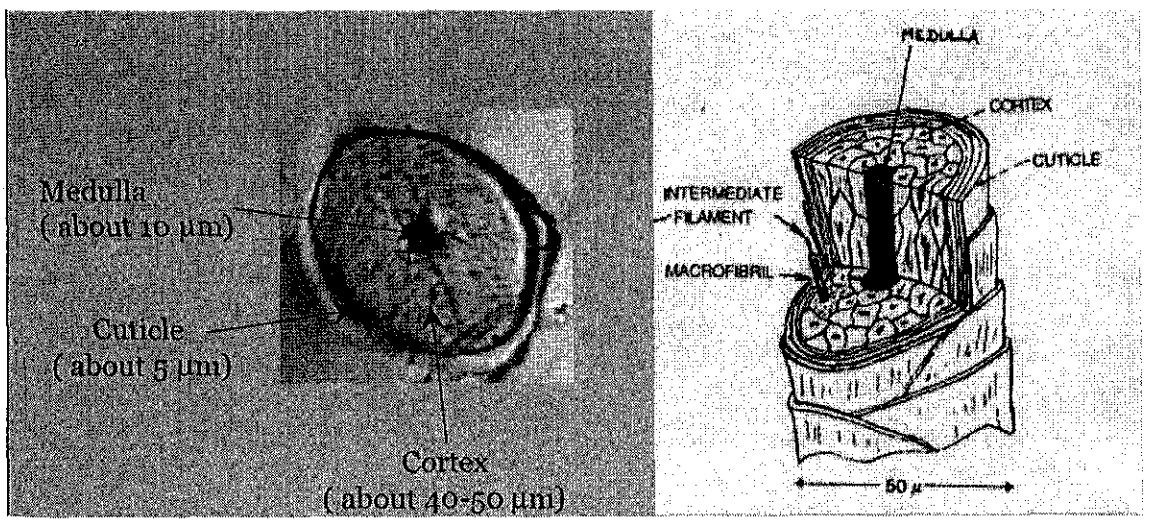
ชั้นผิวผมเป็นชั้นนอกสุดของเส้นผม ทำหน้าที่ปกป้องเส้นผม มีลักษณะเรียงซ้อนเหลื่อมกันเหมือนกระเบื้องมุงหลังคา ผมที่มีสุขภาพดีจะมี ชั้นผิวผมเรียงตัวแบนและซ้อนกันอย่างเหมาะสม ทำให้เส้นผมเรียบ ลื่น สะท้อนประกาย หากผิวผมเสียหาย ชั้นผิวผมจะเหมือนหลังคาบ้านที่ถูกลมพายุ คือ วางตัวไม่เป็นระเบียบ และอาจหลุดลอกออกไป ทำให้เส้นผมขาดชีวิตชีวา แตกเสียได้ง่าย[38]

เนื้อผมมีส่วนประกอบของเส้นใยเล็กๆ (fiber) ที่เรียงตัวกันเป็นโครงสร้าง ทำให้เส้นผมแข็งแรงและยืดหยุ่น ในส่วนเนื้อผมมีเม็ดสีเมลานิน (melanin) ซึ่งเป็นตัวกำหนดสีตามธรรมชาติเอาไว้

แกนผม (medulla) เป็นส่วนในสุดของเส้นผม มีเคราติน (keratin) เป็นองค์ประกอบทำให้ผมแข็งแรง สารอาหารสำหรับผมที่ได้จากการรับประทานจะถูกลำเลียงผ่านทางแกนผมนี้

รากผม (root) เป็นส่วนเดียวของเส้นผมที่มีชีวิต ทำหน้าที่สร้างโปรตีนแก่เส้นผมและควบคุมวงจรชีวิตของเส้นผม ประกอบด้วยหนังศีรษะชั้นล่าง (follicle) และโคนรากผม (hair bulb) สำหรับต่อมไขมัน (sebaceous glands) ทำหน้าที่ผลิตน้ำมัน (sebum) เพื่อหล่อลื่นให้ผมเงางาม

เส้นผมประกอบด้วย เคราติน (keratin) 60 - 90 % ซึ่งเป็นส่วนประกอบสำคัญในโครงสร้างของเส้นผม มีกรดอมิโนเป็นองค์ประกอบมากกว่า 20 ชนิด นอกจากนี้มีน้ำเป็นองค์ประกอบ 30% ไลปิด (lipid) 9% และสารอาหารอื่น ๆ เช่น ทองแดง สังกะสี ฯลฯ 0.3-0.9% ไลปิดประกอบด้วยไขมันที่เคลือบปกป้องเส้นผม ได้แก่ กรดไขมัน (fatty acid) เซรามายด์ (ceramide) และคอเรสเตอรอล (chloeresterol)



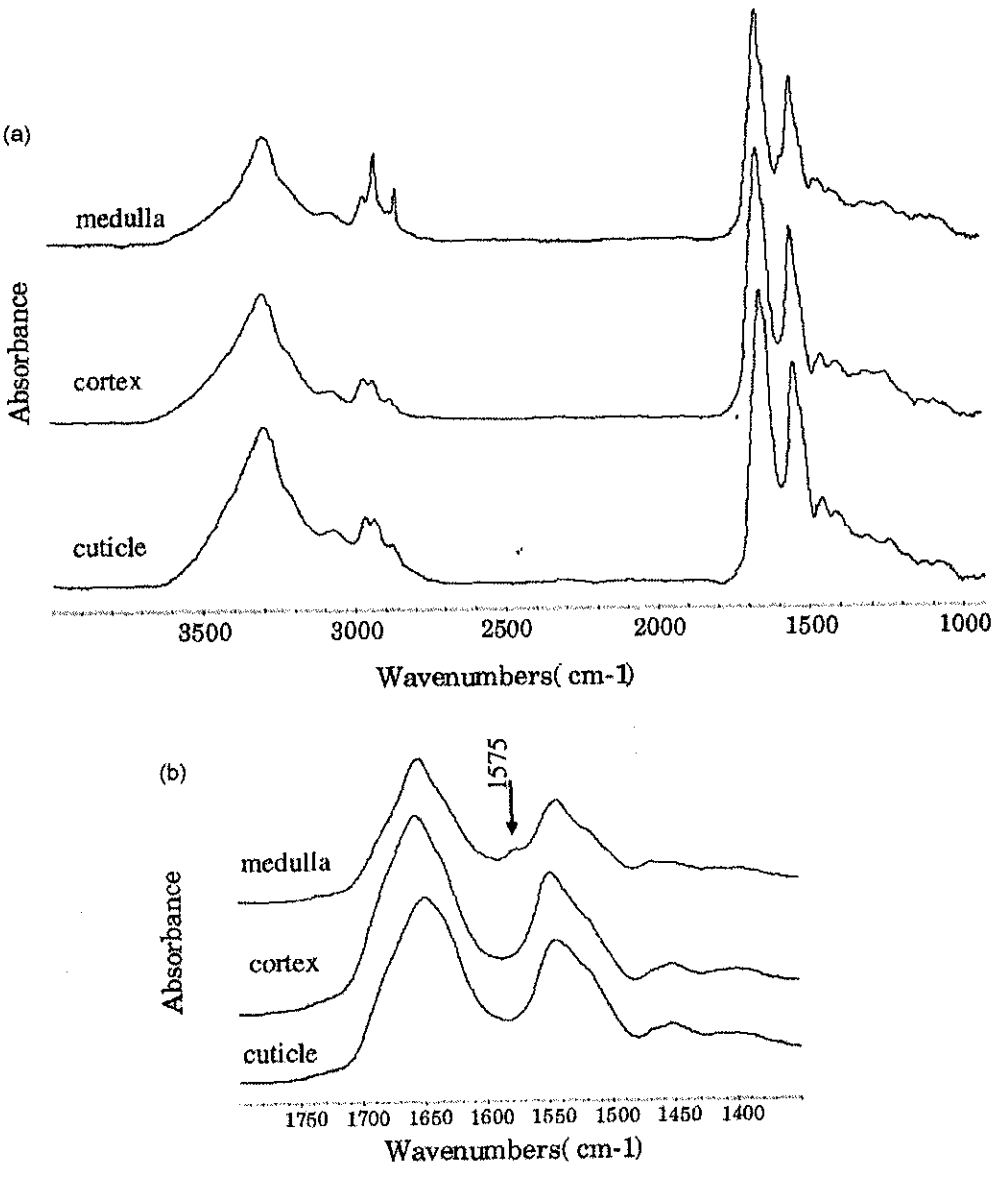
รูปที่ 2.14 Hair composition and Structure[40].

โดยปกติหนังศีรษะของคนเรามีต่อมผม (hair follicle) ประมาณ 80,000 –1,200,000 ต่อม และมีเลือดมาหล่อเลี้ยงมากมาย เมื่อร่างกายได้รับสารอาหารหรือมีระบบการเจริญเติบโตอย่างไร เส้นผมก็จะมีคุณลักษณะตามนั้น ดังนั้นเมื่อคนเรามีสภาพหรือสุขภาพร่างกายต่างกัน ธาตุองค์ประกอบของเส้นผมควรมีปริมาณที่ต่างกัน การศึกษาองค์ประกอบของเส้นผมน่าจะเป็นแนวทางในการหาวิธีการตรวจสอบเบื้องต้นของการเป็นโรคมะเร็งเต้านมผู้ป่วยหรือโรคอื่น ๆ[39]

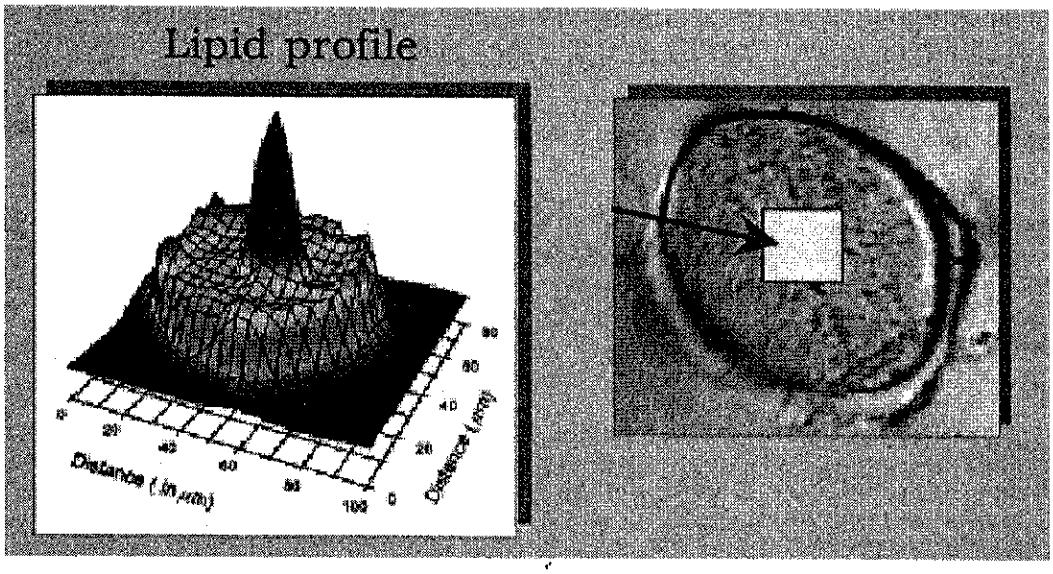
Dumas และคณะ[37] ได้ศึกษาองค์ประกอบของ เส้นผมของผู้หญิง young Coucasian โดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี (Fourier Transform Infrared Microspectroscopy) บันทึกอินฟราเรดสเปคตรัมของเส้นผมบริเวณที่เป็น medulla, cortex, และ cuticle ในช่วง 1000 -4000 cm^{-1} โดยใช้ resolution เท่ากับ 4 cm^{-1} และ co-added scans เท่ากับ 64 ขนาด aperture เท่ากับ 6μm x 6μm ตัวอย่างเส้นผมถูกตัดตามแนว x-section หนา 6 μm ด้วย cryomicrotome สเปคตรัมที่ได้แสดงในรูปที่ 2.15

สเปคตรัมจากแต่ละส่วนของเส้นผมมีความแตกต่างกันอย่างชัดเจน พีคของ CH_2 stretching ที่ 2920 และ 2850 cm^{-1} จากส่วน modulla มีความความเข้มพีคที่สูงกว่าส่วนอื่น ๆ เช่นเดียวกับพีคที่แสดงที่ 1740, 1575, และ 1469 cm^{-1} พีคที่ 1740 cm^{-1} เป็นตำแหน่ง C=O ของหมู่เอสเทอร์ (ester group) 1576 และ 1469 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของ asymmetric stretching และ symmetric stretching ของ COO^{-} (carboxylic acid salts) ในช่วงตำแหน่งของพีค amide I ระหว่าง 1585 - 1710 cm^{-1} จะเห็นว่าสเปคตรัมของทั้งสามบริเวณของเส้นผมมีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญทั้งในแง่ของรูปร่างแบนด์ (line shape) และ ตำแหน่งพีค (รูปที่ 2.15 (b)) ซึ่งเป็นสิ่งที่ชี้ให้เห็นว่าในบริเวณต่าง ๆ ของเส้นผมมีโครงสร้างของโปรตีนที่แตกต่างกัน

รูปที่ 2.16 แสดง chemical distribution ของไขมัน (แบนด์ในตำแหน่ง 2919 cm^{-1} ของเส้นผมในบริเวณ 100 μm x 80 μm โดยขนาดของ aperture เป็น 3 μm x 3 μm step size 3 μm และ resolution เท่ากับ 8 cm^{-1} และจำนวน scans เท่ากับ 32 จากรูปจะเห็นอย่างชัดเจนว่าไขมันมีอยู่มากในบริเวณ medulla และรองลงมาคือในบริเวณ cuticle



รูปที่ 2.15 Infrared spectra, recorded with an aperture of 6 μm x 6 μm, 64 scans, of different regions of a Caucasian hair section (6 mm in thickness), in the 1000–4000 cm^{-1} frequency range (a). The Amide I and II region have been enlarged in (b), showing the presence of an additional band at 1575 cm^{-1} inside the medulla, and the different line shapes of the Amide I band envelope[37].



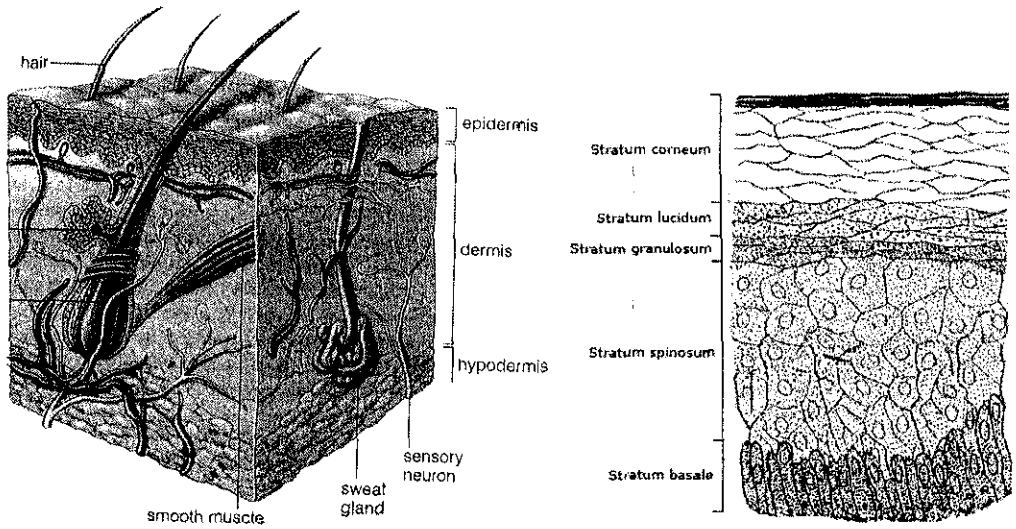
รูปที่ 2.16 Chemical distribution of the lipid characteristic frequency at 2919 cm^{-1} over a whole Caucasian hair section. Apart from the high concentration in the medulla, lipids are clearly seen to be higher concentration inside the cuticle, as compared to the cortex region. Shoulders at 1576 and 1469 cm^{-1} are also observable in spectra taken inside the cuticle. The image results from the analysis of 25 x 20 spectra are recorded in 3 μm steps (aperture of 3 μm x 3 μm, 4 cm^{-1} resolution, 32 scans)[37, 40].

2.3.3 Human Skin Composition and Structure[41-44]

โครงสร้างของผิวหนังประกอบด้วยชั้นสำคัญ 2 ชั้น คือ epidermis ซึ่งเป็นชั้นนอกสุด และ dermis ถัดจากชั้น dermis คือ ชั้นของ hypodermis ดังแสดงในรูปที่ 2.17 (a) ชั้น epidermis ประกอบด้วยชั้นย่อย 5 ชั้น คือ stratum corneum, stratum lucidum, stratum granulosum, stratum spinosum, และ stratum basale[4142, 42]

ชั้น epidermis ส่วนใหญ่ประกอบด้วย epithelial tissue หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่า epithelium เซลส่วนใหญ่ภายในชั้น epidermis เป็นเซลชนิด keratinocytes ทำหน้าที่สร้าง *keratin* ซึ่งเป็นโปรตีนที่เหนียวและไม่ละลายน้ำ เซลเหล่านี้จะเริ่มสร้าง keratin เมื่อตำแหน่งของเซลอยู่ที่ mid-epidermal regions เมื่อเซลนี้เคลื่อนย้ายมาอยู่ที่บริเวณ skin's free surface เซลเหล่านี้จะตายไม่มีนิวเคลียสและมีรูปร่างแบนราบ ส่วนที่เหลืออยู่คือเส้นใย *keratin* รวมตัวกันอยู่ภายใน plasma membranes ซึ่งเป็นส่วนประกอบของผิวหนังชั้นนอกสุดที่เรียกว่า stratum corneum ที่มีสมบัติเหนียวและไม่ละลายน้ำ ลักษณะของชั้น stratum corneum ดังแสดงในรูปที่ 2.17 (b)[42] โดยที่หน้าที่หลักอย่างหนึ่งของชั้น epidermis คือช่วยเก็บรักษาน้ำไว้ในร่างกาย

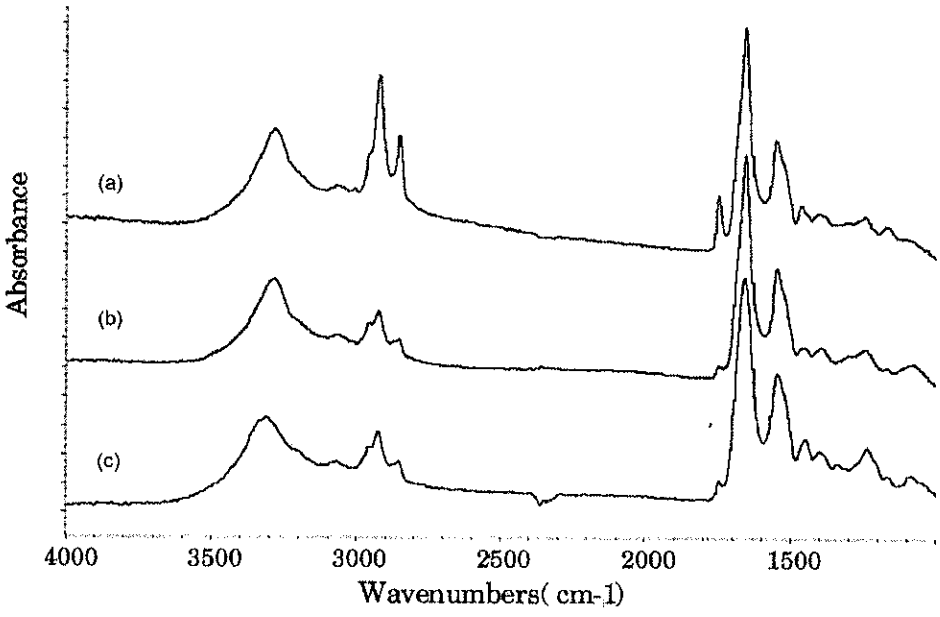
โครงสร้างทางชีวภาพโมเลกุลและโครงสร้างขั้นทุติยภูมิ (secondary structure) ของโปรตีนที่เป็นองค์ประกอบของชั้น stratum corneum (SC) มีความสำคัญอย่างมากในการทำความเข้าใจเกี่ยวกับการทำหน้าที่เป็นตัวกั้น (barrier function) ของผิวหนังชั้นนอกสุด ชั้น SC ของผิวหนังมนุษย์มีความหนาโดยเฉลี่ย 10-20 ไมโครเมตร ประกอบด้วยส่วนที่ flattened, ancleated, และเซลที่มีโปรตีนเป็นองค์ประกอบโดยส่วนใหญ่ ฝังตัวอยู่ในชั้นไลปิดที่เป็น multilamellar lipid matrix ที่องค์ประกอบหลักคือ ceramides ซึ่งเป็นไขมันจากธรรมชาติ ทำหน้าที่รักษาความชุ่มชื้นให้แก่ผิวหนัง[43]



รูปที่ 2.17 (a) The Structure of Human Skin (b) ลักษณะชั้นย่อยของ eperdermis[42, 44].

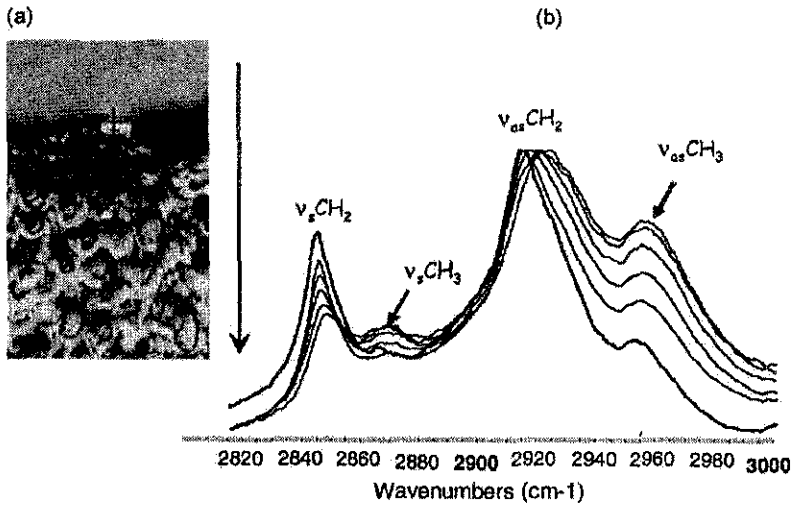
อินฟราเรดสเปคตรัมที่ได้จากการศึกษา SC, epidermis, และ dermis ด้วย aperture ขนาด 6 μm x 6 μm แสดงในรูปที่ 2.18 จากรูปแสดงให้เห็นว่าแบนด์จากการดูดกลืนของ CH_2 และ CH_3 ของ SC ในช่วง 2800-3000 cm^{-1} แตกต่างจากแบนด์ของ dermis และ epidermis ทั้งในแง่ของความเข้มของพีค CH_2 stretch modes และในแง่ของความเข้มพีคสัมพัทธ์ของ CH_2/CH_3 ในขณะเดียวกันแบนด์ที่ตำแหน่ง 1740 cm^{-1} เป็นแบนด์ที่มีความเข้มสูงสุดของ SC ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณของไลปิดซึ่งเป็นองค์ประกอบของ SC ที่มีปริมาณสูงสุด

Intensity profile ของ lipids แสดงดังรูปที่ 2.19 (b) แสดงการกระจายตัวของโปรตีนโดยอาศัยความเข้มแบนด์ของ Amide I ดังแสดงดังรูปที่ 2.18 (c)

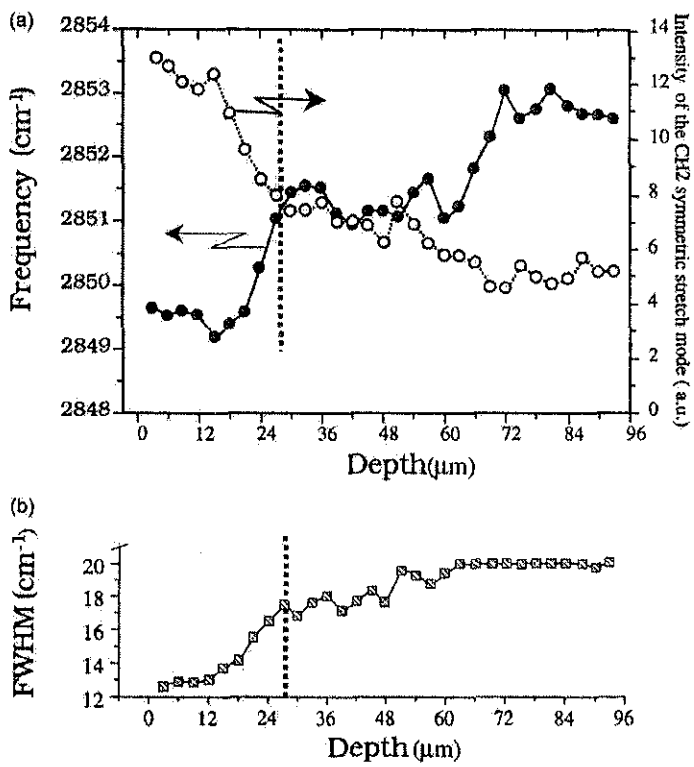


รูปที่ 2.18 Infrared spectra of different regions of human skin, recorded with an aperture of 6 μm x 6 μm, 8 cm^{-1} resolution and 128 accumulations: (a) inside the Stratum Corneum, (b) inside the epidermis, (c) inside the dermis[37, 40].

รูปที่ 2.19 (b) เป็นอินฟราเรดสเปคตรัมที่บันทึกจากชั้นผิวหนังตามแนวที่แสดงในรูปที่ 2.19 (a) ซึ่งใช้ aperture ขนาด 3 μm x 3 μm และ step size เท่ากับ 3 μm แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงตัว (organization) ของไลปิดในชั้น SC จากสเปคตรัมจะเห็นว่าตำแหน่งของ CH_2 stretching ปรากฏที่ความถี่เพิ่มขึ้นจากชั้น SC เข้าสู่ชั้นที่อยู่ลึกลงไปจากชั้นผิวหนังนอกสุด เมื่อเขียนกราฟระหว่างตำแหน่งที่ปรากฏและความเข้มพีคกับตำแหน่งของ aperture ตามระยะความลึกจากชั้นผิวนอกสุด (depth) และระหว่างความกว้างที่กึ่งกลางความสูง (FWHM) ของพีค symmetric CH_2 stretching กับตำแหน่งของ aperture ดังแสดงในรูปที่ 2.20 (a) และ รูปที่ 2.20 (b) ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าไลปิดมีการจัดเรียงตัวที่สม่ำเสมอในชั้น SC เมื่อพิจารณาจากตำแหน่งของพีค CH_2 stretching เส้น vertical line ในรูปที่ 2.20 แสดงขอบเขตระหว่างชั้น SC และ dermis



รูปที่ 2.19 Infrared spectra of the skin section displayed in (a), recorded every 3 μm, with an aperture of 3 μm x 3 μm, 256 scans, 4 cm^{-1} resolution. A frequency shift of the symmetric stretch mode of CH_2 occurs when probing the skin section from the outer to the inner region (indicated by the arrow)[37].



รูปที่ 2.20 Values for the symmetric stretch mode of CH_2 (a) frequency and integrated intensity and (b) full width at half maximum (FWHM) as a function of the probing distance. The vertical dotted line represents the boundary between the SC and the epidermis, as observed in the optical image[37].

2.4 Investigating Structure of Immobilized Enzymes Using Syncrotron Infrared Microspectroscopy[45]

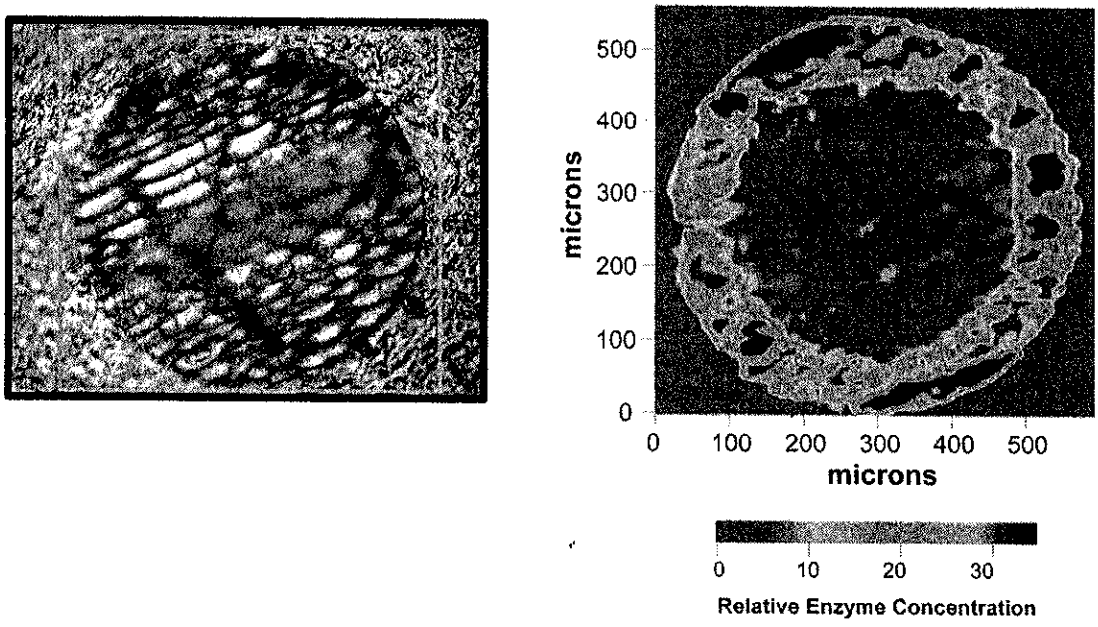
Gross และคณะ[45] ได้ใช้ซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี (synchrotron infrared microspectroscopy) ในการศึกษาการแทรกตัวผ่าน (penetration depth) ของเอนไซม์ไลเปสบี (lipase B, จาก *Candida Antarctica* (CALB) ที่มีโครงสร้างในระดับขั้นทุติยภูมิ (secondary structure) ที่ immobilized ภายในพอลิเมอร์เมทริกซ์ชนิดพอลิเมทิลเมทาคริเลต) (Novozyme 435 beads) ที่มีรูพรุน (macroporous) ที่ตัดให้หนา 12 μm แสงซินโครตรอนที่ใช้เป็นแหล่งจาก Beamline U10B ณ the National Synchrotron Light Source, Brookhaven National Laboratory โดยได้ mapping ด้วยขนาด aperture เท่ากับ 10 μm x 10 μm และ step size เท่ากับ 10 μm

Novozyme 435 เป็น heterogeneous biocatalyst ที่มีการผลิตในเชิงพาณิชย์ ประกอบด้วยเอนไซม์ไลเปสบี จาก *Candida Antarctica* (CALB) ที่ถูก immobilized อยู่ภายในของพอลิ (เมทิล เมทาคริเลต) ที่มีรูพรุน Novozyme435 มีคุณสมบัติเฉพาะในการทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มี regioselectivity ในปริมาณสูง ในกระบวนการเอสเทอริฟิเคชัน (esterification) ของน้ำตาล นิวคลีโอไซด์ และ สเตียรอยด์ ได้มีการใช้ Novozyme435 ในการเตรียม [*S*]-(+)-2-arylpropionic acids ที่มีความบริสุทธิ์ซึ่งสูง นำไปใช้งานทางด้าน anti-inflammatory effects และ Novozyme435 ยังมีประสิทธิภาพในเตรียมพอลิเมอร์จาก lactones และ activated diacid/diol substrates

จาก IR image ดังรูปที่ 2.21 แสดงให้เห็นว่า CALB ที่กระจายตัวอยู่เฉพาะชั้นรอบนอก ประมาณ 80-100 μm ของเม็ดพอลิเมอร์ โดยที่ CALB ที่ชั้นรอบนอกนี้มีการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอ ซึ่ง Gross และคณะได้อธิบายว่าเป็นผลเนื่องจากขนาดของรูพรุนเฉลี่ยของเม็ดพอลิเมอร์ ประมาณ 100 nm เป็นขนาดที่ใหญ่กว่าขนาดโมเลกุลของ CALB ถึง 10 เท่า ทำให้เป็นตัวขัดขวางการแพร่ของเอนไซม์เข้าสู่ใจกลางของเม็ดพอลิเมอร์

2.5 Surface Characterization Using Synchrotron Infrared Microspectroscopy

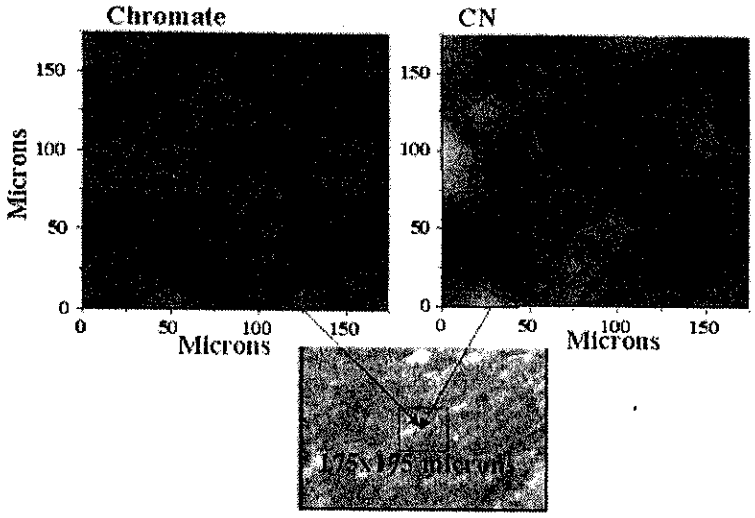
Vasquez และ คณะ[46] ได้ศึกษาลักษณะการเปลี่ยนแปลงของ chromate conversion coatings (CCC) ที่เคลือบบน aluminum-copper alloy (aerospace alloy, AA2024-T3) CCC เป็นสารเคลือบที่ใช้ป้องกันการเกิด corrosion ของ AA2024-T3 มี chromate หรือ dichromate เป็นองค์ประกอบ lesiy[AA2024-T3 ซึ่งใช้งานทางด้าน aerospace เป็นสำคัญ ประกอบด้วย alloying elements ที่หลากหลาย เช่น Cu, Mg, Mn, Si, and Fe ธาตุที่เป็นองค์ประกอบเหล่านี้จะฟอร์มตัวอยู่ในรูปโครงสร้างที่ซับซ้อนและหลายเฟส ที่เรียกว่า Intermetallic Compounds (IMC) เช่น Al_2Cu, Al_2CuMg, Al_2Cu_2Fe, Al_7Cu_2Fe, $Al_{12}Si(FeMn)_3$, $Al_{20}Cu_2(MnFe)_3$, $Al_{20}Cu_3Mn_3$

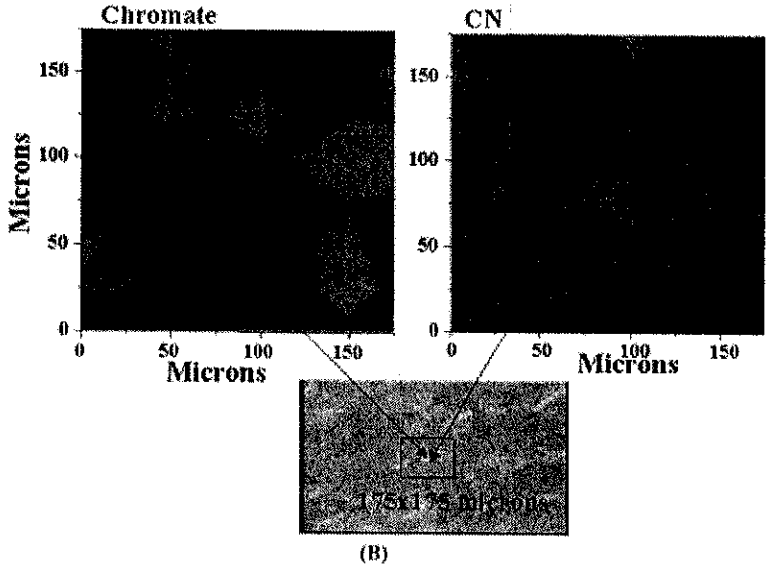


รูปที่ 2.21 Visible light image (left) of the Novozyme435 bead embedded in paraffin and cross-sectioned at a 12-μm thickness. The yellow box indicates the area imaged by the IR microscope. The right panel shows the enzyme distribution throughout the center section of the Novozyme435 bead[45].

เทคนิคหนึ่งที่ Vasquez และ คณะใช้ในการศึกษา คือ ซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี (synchrotron infrared microspectroscopy) ซึ่งใช้ beamline U10B ณ National Synchrotron Light Source (NSLS) ของ Brookhaven National Laboratory (BNL) ในการบันทึกแต่ละสเปคตรัม และการทำ IR mapping ใช้ขนาด aperture เท่ากับ 20 μm x 20 μm ซึ่งเทคนิคในการบันทึกสเปคตรัมเป็น reflection mode รูปที่ 2.22 แสดง IR image ของการกระจายของหมู่ chromate (CrO_4^{2-}) ที่เลขคลื่น 2100 cm^{-1} และ cyano (C-N) ที่เลขคลื่น820 cm^{-1} บนแผ่นฟิล์ม CCC ความหนาของฟิล์ม CCC ในการทำ mapping ต้องอยู่ในช่วง 0.5-1.0 μm

รูปที่ 2.22 เป็นการเปรียบเทียบ IR images ของหมู่ chromate และ cyano ของฟิล์ม CCC ที่เคลือบบน AA2024-T3 ระหว่างชิ้นตัวอย่างที่ผ่านและไม่ผ่านการ etching ด้วยไอออน Ar^+ ที่ 3 kV เป็นเวลา 30 นาที จากรูปที่ 2.22 (A) แสดงให้เห็นว่าการกระจายตัวในแนวระนาบในพื้นที่การ mapping 175 μm x 175 μm ของทั้งสองหมู่ดังกล่าวนั้นไม่สม่ำเสมอ และเมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 22 (B) ที่ได้จากการ mapping ชิ้นตัวอย่างที่ถูก etching ผิวหน้าออกบางส่วน จะเห็นว่าผิวหน้าของ AA2024-T3 บางส่วนมี CCC ปกคลุมอยู่และบางส่วนไม่มี อย่างไรก็ตามเนื่องจากความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบที่ไม่เพียงพอที่จะชี้ชัดได้ว่าบริเวณที่หมู่ chromate หายไปเป็นผลเนื่องจากการถูกแทนที่ด้วยอนุภาค IMC (Intermaetallic Compound)





รูปที่ 2.22 Chromate and cyano SIRMS maps of 581 mgm^{-2} (54 mg ft^{-2}) CCC on AA2024-T3 before (A) and after 30 min Ar^{+} ion etch. (B) Lighter region indicate higher concentration of the species[46].

บทที่ 3
บทสรุป

3.1 สรุปผลการศึกษา

จะเห็นได้ว่าซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีสามารถใช้ศึกษาระบบพอลิเมอร์ผสม อินเทอร์เฟสของพอลิเมอร์คอมโพสิท และพื้นผิวของโลหะที่เคลือบด้วยสารเคลือบชนิด chromate conversion coatings ได้เป็นอย่างดี เทคนิคนี้สามารถใช้ได้ทั้งแบบแสงที่ส่องผ่านชิ้นตัวอย่าง (transmission mode) และแบบแสงที่สะท้อนจากชิ้นตัวอย่าง (reflection mode) ดังตัวอย่างในการใช้ศึกษาพื้นผิวโลหะที่เคลือบด้วยสารเคลือบ ซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปี

ซึ่งความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบของอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีที่ใช้วัตถุดำเป็นแหล่งกำเนิดแสง จำกัดอยู่ที่ 10 ไมโครเมตร อย่างไรก็ตามความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบขึ้นกับย่านความถี่ที่ต้องการศึกษา คือขนาดของ aperture ต้องไม่เกิน diffraction limit ของความย่านคลื่นที่ต้องการศึกษา ขนาด aperture ที่เล็กที่สุดที่ใช้ได้คือ 3 ไมโครเมตร สำหรับเลขคลื่นประมาณ 3000 cm^{-1} สำหรับ step size ในการทำ IR mapping โดยส่วนใหญ่เท่ากับแต่ไม่มากกว่าขนาด aperture

ข้อดีอีกประการหนึ่งของว่าซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีคือ เป็น nondestructive technique และการเตรียมตัวอย่างไม่ยุ่งยาก ไม่ต้องเตรียมโดยผสมกับ KBr เนื่องจากตัวอย่างมีขนาดเล็กมาก ลดปัญหาเรื่อง “over absorbance”

สำหรับระบบพอลิมเมอร์ผสมซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีสามารถใช้ศึกษาระบบที่การแยกตัวของไมโครเฟสที่เป็นองค์ประกอบน้อยกว่า 10 ไมโครเมตร ถ้าเป็นระบบพอลิเมอร์ผสมที่มีความเข้ากันได้ (miscible blends) ซึ่งระดับการผสมอยู่ในระดับโมเลกุล (molecular mixing) ขนาดเฟสโดเมน (phase domain) อยู่ในระดับ $10^{-10} - 10^{-9}$ เมตร แม้จะมีหมู่ฟังก์ชันที่ต่างกัน IR image จากแบนด์จำเพาะของพอลิเมอร์ตัวใดตัวหนึ่งอาจให้ข้อมูลที่บิดเบือนไป เพราะความสามารถในการจำแนกในแนวระนาบของเทคนิคที่ใช้ต่ำกว่าขนาดเฟสโดเมนมาก

การใช้เทคนิคนี้ศึกษาพอลิเมอร์ผสมที่พอลิเมอร์ตัวใดตัวหนึ่งหรือทั้งสองตัวเป็นชนิดที่ไม่มีหมู่ฟังก์ชัน อาจมีข้อจำกัดคือแบนด์จำเพาะ (characteristic band) ของพอลิเมอร์แต่ละตัวต้องไม่อยู่ที่เลขคลื่นเดียวกันหรือใกล้เคียงกันมาก

ซินโครตรอนอินฟราเรดไมโครสเปคโตรสโคปีสามารถใช้ศึกษาอินเทอร์เฟสของพอลิเมอร์คอมโพสิทที่ความหนาของเฟสน้อยกว่า 10 ไมโครเมตร ได้ และสามารถใช้ศึกษาการจัดเรียงตัวของสายโซ่ของพอลิเมอร์กึ่งผลึกที่เป็นเมทริกซ์เชิงเปรียบระหว่างบริเวณที่พื้นผิวของเส้นใยและบริเวณที่ห่างออกไป

บรรณานุกรม

1. R. G. Messerschmidt, and M. A. Harthcock. (1988). Infrared Microspectroscopy: Theory and Applications. Marcel Dekker. New York.
2. A. Garton. (1992). Infrared Spectroscopy of Polymer Blends, Composites and Surfaces. Hanser Publishers. Munich.
3. H. H. Willard, L. L. Merritt Jr., J. A. Dean, and F. A. Settle Jr. (1988). Instrumental Methods of Analysis: 7th Ed. Wadsworth. Belmont.
4. เอกสารประกอบการสัมมนาวิชาการเรื่อง *Applications of Syncrotron Light to Medical Science.* (2543). ศูนย์ปฏิบัติการวิจัยเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนแห่งชาติ. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี. นครราชสีมา.
5. G. P. Williams. (1999). *Infrared synchrotron radiation. review of properties and prospectives.* Proceedings of SPIE. **3775**: 2-6.
6. P. Dumas, G. L. Carr, and G. P. Williams. (2000). *Enhancing the Lateral Resolution in Infrared Microspectrometry by Using Synchrotron Radiation: applications and Perspectives.* Analusis. **28**: 68-74.
7. K. D. Moeller, R. G. Zoeller, and G. P. Willians. (1986). *I-R and Millimeter Wave Radiation at the National Synchrotron Light Source.* Int. J. Infrared Millim. Waves. **7**: 963-969.
8. K. D. Moeller and G. P. Williams. (1990). *Application of Infrared Synchrotron Radiation of Asymmetric Fourier Transform Spectroscopy at Low Temperature.* Proceedings of SPIE. **1340**: pp 178-181.
9. P. Dumas. (1994). *Recent Aspects of Surface Infrared Spectroscopy.* Surf. Interface Anal.. **22**: 561-567.
10. H.-Y. N. Holman, D. L. Perry, M. C. Martin, and W. R. McKinney. (1998). *Applications of Synchrotron Infrared Microspectroscopy to the Study of Inorganic-Organic Interactions at the Bacteria-Mineral Interface.* Mater. Res. Soc. Symp. Proc.. **524**: 17-23.
11. L. M. Miller, D. Hamerman, M. R. Chance, and C. S. Carlson. (1999). *Analysis of bone protein and mineral composition in bone disease using synchrotron infrared microspectroscopy.* Proceedings of SPIE. **3775**: 104-112.

12. P. S. Bromberg, K. M. Gough, M. Ogg, M. R. Del Bigio, and R. Julian. (1999). *Synchrotron FTIR microspectroscopy of Alzheimer's diseased brain tissue at the SRC beamline.* Proceedings of SPIE. **3775**: 118-126.

13. M. J. Tobin, M. A. Chesters, M. Pearson, N. R. Griffin, S. E. Fisher, and B. Ruzicka. (1999). *Synchrotron IR Microspectroscopy of Malignant Tissue.* Proceedings of SPIE. **3775**: 96-103.

14. http://th.wikipedia.org/wiki.

15. ศูนย์ปฏิบัติการวิจัยเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนแห่งชาติ. (2543). การใช้ประโยชน์เครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนแห่งชาติ. กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม.

16. E.–E- Koch, D. E. Eastman, and Y. Farge. (1983). *Synchrotron Radiation – a powerful tool in science.* in E. Farge, Handbook on Synchrotron Radiation V1A. pp 3-8. North-Holland. Amsterdam.

17. ศุภกร รักใหม่. (มปป). *ระบบผลิตและเร่งอิเล็กตรอน.* ศูนย์ปฏิบัติการวิจัยเครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนแห่งชาติ. กระทรวงวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและสิ่งแวดล้อม.

18. http://www.nsrc.or.th/th/index.php?option=com_content&task=category&sectionid=3&id=6&Itemid=15.

19. http://www.warren.usyd.edu.au/bulletin/NO51/synchrotron_graphic_800.jpg.

20. แสงสยามสาร. (2550). ปีที่ 9 ฉบับที่ 5 ประจำเดือนพฤษภาคม.

21. แสงสยามสาร. (2550). ปีที่ 9 ฉบับที่ 9 ประจำเดือนกันยายน.

22. G. Ellis, C. Marco, and M. Gomez. (2004). *Highly resolved transmission infrared microscopy in polymer science.* Infrared Phys. Tech.. **45**: 349-364.

23. R. G. Messerschmidt. (2000). *Minimizing Optical Nonlinearities in Infrared Microspectroscopy.* in H. J. Humecki. Practical Guide to Infrared Microspectroscopy. Marcel Dekker. New York.

24. http://www.ijvs.com/volume2/edition4/section1.html

25. G. D. Smith. (2003). *Infrared Microspectroscopy using A Synchrotron Source for Arts-Science Research.* Journal of American Institute for Conservation (JAIC). **42**: 399 – 406.

26. G. P. Williams. (1982). *The National Synchrotron Light Source in the infra-red region.* Nuclear Instru. Methods. **195**: 383-387.

27. E.–E- Koch, D. E. Eastman, and Y. Farge. (1983). *Synchrotron radiation – a powerful tool in science.* in E. Farge. Handbook on Synchrotron Radiation V1A. pp 41-46. North-Holland. Amsterdam.

28. P. Rudolf, R. Raval, P. Dumas, and G. P. Williams. *Vibrational dynamics of fullerene molecules adsorbed on metal surfaces: a synchrotron infrared study.* Proceedings of SPIE. **3775**: 182-191.

29. National Synchrotron Research Center (NSCR). (2000). *Applications of synchrotron radiation.* Ministry of Science Technology and Environment.

30. P. Dumas and L. Miller. (2003). *The use of synchrotron infrared ฑicrospectroscopy in biological and biomedical investigations.* Vibra. Spectro. **32**: 3-21

31. R. J. Schexnaydre and B. S. Mitchell (2007). *Synchrotron infrared microspectroscopy characterization of heterogeneities in solid-state blended polymers.* Mater. Letters. **61**: 2151–2155.

32. J. Torre, M. Corta´zar, M. A. Go´mez, C. Marco, G. Ellis, C. Riekel, and P. Dumas. (2006). *Nature of the crystalline interphase in sheared IPP/Vectra fiber model composites by microfocus X-ray diffraction and IR microspectroscopy using synchrotron radiation.* Macromolecules. **39**: 5564-5568.

33. รัตนา บรรเจิดพงศ์ชัย. (2544). *คาสเพส (Caspases) กับการตายแบบอะพอพโทสิส (Apoptosis).* เชียงใหม่วารสาร. **40**: 105-110.

34. P. Yau. (2004). *Apoptosis.* The Science Creative Quaterly. Sept 07-Apr 08. issue 3.

35. http://www.medterms.com/script/main/art.asp?articlekey=11287.

36. http://en.wikipedia.org/wiki/Apoptosis.

37. P. Dumas and L. Miller. (2003). *The use of synchrotron infrared microspectroscopy in biological and biomedical investigations.* Vibra. Spectro. **32**: 3-21.

38. http://www.aviancethailand.com/product/haircare/knowing.asp.

39. http://www.nsrc.or.th/user/.log/w.php?show=%2Fusr%2Flocal%2Fwww%2Fapache22%2Fdata%2Fhtml%2FXRF.doc&id=gkj9ab52i3r57hsf8n37dt3mv1

40. P. Dumas. (2002). *Biological and biomedical applications of synchrotron infrared microspectroscopy.* THz-BRIDGE Workshop – Capri (Italy)- Sept 29-Oct 2.

41. http://www.mydr.com.au/default.asp?Article=3718.

42. C. Starr and R. Taggart. (1992). Biology, the Unity and Diversity of Life: 6th Ed. Wadsworth. California.

43. http://dictionary.webmd.com/terms/ceramides.xml.

44. http://en.wikipedia.org/wiki/Stratum_corneum.

45. Y. Mei, L. Miller, W. Gao, and R. A. Gross. (2003). *Gross imaging the distribution and secondary structure of immobilized enzymes using infrared microspectroscopy.* Biomacromolecules. **4**: 70-74.

46. M. J. Vasquez, G. P. Halada, and C. R. Clayton. (2002). *The application of synchrotron-based spectroscopic techniques to the study of chromate conversion coatings.* Electrochim. Acta. **47**: 3105-3115.

ภาคผนวก ก

ตาราง ก Beamlines สำหรับแสงซินโครตรอนอินฟราเรด (Synchrotron Infrared Radiation)

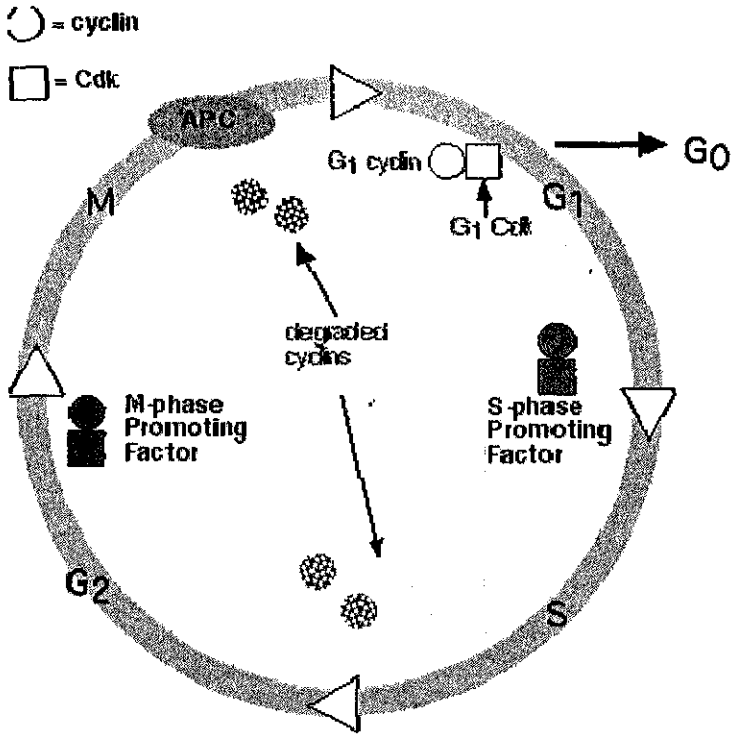
Facility	Location	Status
NSLS	Long Island, N.Y.	✓
ALS	Berkeley, Calif.	✓
SURF-III	Gaithersburg, Md.	✓
ALADDIN	Stoughton, Wis.	✓
CLS	Saskatoon, Canada	Under construction
SRS	Daresbury, England	✓
DIAMOND	Oxford, England	Under construction
LURE	Orsay, France	✓
ESRF	Grenoble, France	Planned
SOLEIL	Paris, France	Planned
ANKE	Karlsruhe, Germany	✓
BESSY-II	Berlin, Germany	✓
SINBAD (DAΦNE)	Frascati, Italy	✓
NSRRC	Hsinchu, Taiwan	✓
MAX-LAB	Lund, Sweden	✓
SLS	Villigen, Switzerland	Under construction
SPRING-8	Nishi-Harima, Japan	✓
UVSOR	Okazaki, Japan	✓
NSRL	Hefei, China	✓
BSRF	Beijing, China	Planned
NSRC	Nakhon, Thailand	Planned
BOOMERANG	Melbourne, Australia	Under construction
SESAME	Middle East (Salt, Jordan?)	Under discussion

✓ = operational

ที่มา: http://aic.stanford.edu/jaic/articles/jaic42-03-002.html

ภาคผนวก ข

วงจรชีวิตของเซล (Cell Cycle)



แผนภาพ ก วงจรชีวิตของเซล

(ที่มา:http://users.rcn.com/jkimball.ma.ultranet/BiologyPages/C/CellCycle.html)

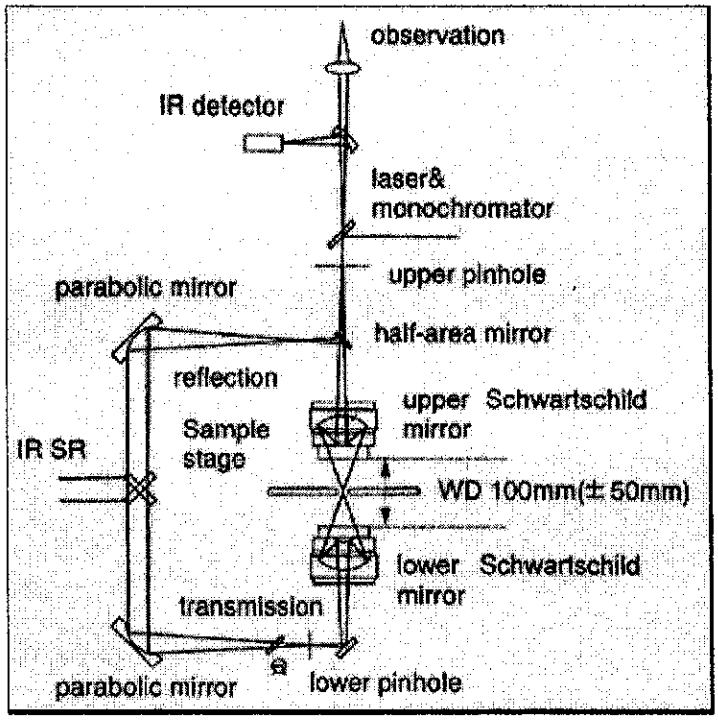
วงจรชีวิตของเซลประกอบด้วย

- G_1 = growth and preparation of the chromosomes for replication;
- S = synthesis of DNA [see DNA Replication] and duplication of the centrosome;
- G_2 = preparation for
- M = mitosis.
- doubling of its genome (DNA) in S phase (synthesis phase) of the cell cycle;
- halving of that genome during mitosis (M phase).

จากช่วงระหว่าง M และ S เรียกว่า G_1 phase ส่วนช่วงระหว่าง S และ M เรียกว่า G_2 phase

ภาคผนวก ค

Synchrotron Infrared Microspectrometer



แผนภาพ ก Optical layout ของ synchrotron infrared microspectrometer

(ที่มา: http://www.thaiscience.com/lab_vol/p19/forensic.asp)

ประวัติผู้วิจัย

1. **ชื่อ(ภาษาไทย):** นาง วิมลลักษณ์ สุตะพันธ์

   (ภาษาอังกฤษ): Mrs Wimonlak Sutapun

2. **ตำแหน่ง: ผู้ช่วยศาสตร์**

3. **ประวัติการศึกษา**

   Ph.D. (Macromolecular Science and Engineering) Case Western Reserve University. Cleveland. Ohio. USA 2000

   วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์) จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2535

   วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมี) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. 2532

4. **ประสบการณ์งานวิจัย**

   4.1 งานวิจัยที่ทำเสร็จแล้ว

   - การใช้เส้นใยจากตัวไหมเป็นวัสดุเสริมแรงสำหรับวัสดุเชิงประกอบอีพอกซี (Silkworm Fiber for Reinforcing Epoxy Composite) (แหล่งทุนสนับสนุน: มทส (สถานภาพ :หัวหน้าโครงการ)
   - การพัฒนาวัสดุพอลิเมอร์คอมโพสิทเชิงพาณิชย์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติในประเทศไทย (Development of Commercialized Polymer Composites Using Natural Fiber in Thailand) แหล่งทุนสนับสนุน: Mtec (สถานภาพ :หัวหน้าโครงการย่อย)
   - โครงการการผลิตผลิตภัณฑ์จากพอลิเมอร์คอมโพสิทระหว่างหญ้าแฝกกับพอลิโพรพีลีน (Manufacture of Product from Polymer Composite between Vetiver Grass and Polypropylene) แหล่งทุนสนับสนุน: มทส (สถานภาพ :ผู้ร่วมวิจัย)

   4.2 งานวิจัยที่กำลังทำ

   - ชุดโครงการการผลิตพอลิเมอร์คอมโพสิทจากเส้นใยป่านศรนารายณ์ แหล่งทุนสนับสนุน: มทส (สถานภาพ :ผู้ร่วมวิจัย)
   - โครงการการศึกษาการใช้หญ้าแฝกเป็นสารตัวเติมในพอลิโพรพิลีนระยะที่ 2: การปรับปรุงความทนทานต่อแรงกระแทกเพื่อใช้เป็นชิ้นส่วนยานยนต์ แหล่งทุนสนับสนุน: มทส (สถานภาพ :ผู้ร่วมวิจัย)
   - ผลของขนาดไฮดรอกซีอะปาไทต์และผลของการใช้สารประสานต่อสมบัติเชิงกลของพอลิโพรพิลีนคอมโพสิต แหล่งทุนสนับสนุน: มทส (สถานภาพ :ผู้ร่วมวิจัย)

– การเตรียมพอลิเมอร์คอมโพสิทจากเปลือกไข่ไก่ แหล่งทุนสนับสนุน: มทส (สถานภาพ : หัวหน้าโครงการ)

5. ผลงานทางวิชาการ

1. U. Somnuk, G. Eder, P. Phinyocheep, N. Suppakarn, W. Sutapun, and Y. Ruksakulpiwat, *Quiescent Crystallization of Natural Fiber-Polypropylene Composites*, **J. Appl. Polym. Sci.,** 106 (2007), 2997-3006.
2. W. Sutapun, P. Rossapol, S. Kiaw-on, and D. Kittilertkul, *Silkworm Fiber for Reinforcing Epoxy Composite* **The 2nd International Conference Advances in Petrochemicals and Polymers**, Bangkok, Thailand, BC-P22, 2007.
3. K. Jarukumjorn, W. Sutapun, Y. Ruksakulpiwat, and J. Kluengsamrong, *Effect of Sinlane Coupling Agent and Compatibilizer on Properties of Rossells Fiber/PP Composites* **The 2nd International Conference Advances in Petrochemicals and Polymers**, Bangkok, Thailand, BC-P16, 2007.
4. Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, W. Sutapun, W. Thomthong. *Vetiver - Polypropylene Composites: Physical and Mechanical Properties.* **Composites Part A. 38** (2007), 590-601..
5. N. Suppakarn, S. Sanmaung, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun, C. Lorprayoon, and S. Ekgasit. *Mechanical Properties of Natural Hydroxyapatite/PP Composites* **Annual Technical Conference 2006**. The Society of Plastics Engineers. Charlotte. North Carolina USA. p. 325. 2006.
6. Y. Ruksakulpiwat, U. Somnuk, J. Kleungsumrong, P. Phinyocheep, N. Suppakarn, and W. Sutapun. *Shear-Induced Crystallization of Natural Fiber-Polypropylene Composites.* **Annual Technical Conference 2006**. The Society of Plastics Engineers. Charlotte. North Carolina USA. p. 1225. 2006.
7. K. Jarukumjorn, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun, and J. Kluengsamrong. *Compatibilization of Natural Fibers/PP Composites.* **Annual Technical Conference 2006**. The Society of Plastics Engineers. Charlotte. North Carolina USA. p. 330. 2006.

8. U. Somnuk, N. Suppakarn, W. Sutapun, and Y. Ruksakulpiwat. *Injection Molding of Vetiver Grass-Polypropylene Composites: Effect of Particle Sizes on Rheological. Thermal. and Mechanical Properties.* **The 28th Australasian Polymer Symposium (APS2006)**. Rotorua. New Zealand. p. 8. 2006.

9. Y. Ruksakulpiwat, U. Somnuk, P. Phinyocheep, N. Suppakarn, and W. Sutapun. *Effect of Particle Sizes of Vetiver Grass on Shear-Induced Crystallization of Injection Molded Vetiver Grass-Polypropylene Composites.* **The 28th Australasian Polymer Symposium (APS2006)**. Rotorua. New Zealand. p. 9. 2006.

10. N. Suppakarn, S. Sanmaung, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun, C. Lorprayoon, and S. Ekgasit. *Effect of Water Absorption and Silane coupling agent on Tensile Properties of Hydroxyapatite/PP Composites.* **The 28th Australasian Polymer Symposium (APS2006)**. Rotorua. New Zealand. p. 27. 2006.

11. W. Sutapun, Y. Ruksakulpiwat, K. Jarukumjorn, N. Supakarn, P. Chumsamrong, and J. Kluengsamrong. *Studies of Thermal Properties and Surface Characteristics of Pretreated and Silane-Treated Rossell Fibers.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 241. 2005

12. Ruksakulpiwat, J. Kluengsamrong, U. Somnuk, W. Sutapun, and N. Suppakarn. *Comparison of Rheology Properties and Mechanical Properties of Polypropylene Composites from Various Types of Natural Fibers.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 221. 2005.

13. U. Somnuk, W. Sutapun, N. Suppakarn, P. Phinyocheep, and Y. Ruksakulpiwat. *Effect of Processing Conditions on Shear-induced Crystallization of Vetiver Grass-Polypropylene /Composites.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 221. 2005.

14. K. Jarukumjorn, W. Sutapun, Y. Ruksakulpiwat, and J. Kluengsamrong. *Short Rossells Fiber/Polypropylene Composites: Effect of Compatibilizer on Mechanical and Rheological Properties. and Heat Distortion Temperature.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 227. 2005.

15. Y. Ruksakulpiwat, J. Kluengsamrong, W. Sutapun, and N. Suppakarn. *Injection Molding of Rossells-Polypropylene Composites: Effect of Processing Parameters on Mechanical Properties.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 227. 2005.

16. P. Chumsamrong, W. Sutapun, Suriya Kiaw-on, and W. Tonukoon. *Influence of Alkali-Treated Rossells Fibers on The Tensile Properties of Unsaturated Polyester.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 234. 2005.

17. N. Suppakarn, W. Sutapun, Suriya Kiaw-on, and W. Tonukoon. *Effect of Fiber Content and Fiber Treatment on Mechanical Properties of Rossells Fiber-Epoxy Composite.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 237. 2005.

18. N. Suppakarn, J. Rittita, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun, and C. Lorprayoon. *Effect of Filler Particle size on Mechanical Properties of Cattle Bone Based Hydroxyapatite-Polypropylene Composite.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 242. 2005.

19. Y. Ruksakulpiwat, W. Thomthong, A. Thitichaisri, W. Sutapun, and N. Suppakarn. *Natural Rubber: an Impact Modifier for Vetiver Grass-Polypropylene Composites.* **The 31st Congress on Science and Technology of Thailand**. Nakhon Ratchasima. Thailand. p. 243. 2005.

20. ยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์, กษมา จารุกำจร, จันทิมา ดีประเสริฐกุล, นิธินาถ ศุภกาญจน์, ปราณี ชุมสำโรง, วิมลลักษณ์ สุตะพันธ์. *เส้นใยธรรมชาติ...ทางเลือกใหม่สำหรับพอลิเมอร์เชิงประกอบ.* **วิศวกรรมสาร**. 57 (2547), 44.

21. W. Sutapun, Y. Ruksakulpiwat, K. Jarukumjorn, N. Supakarn, P. Chumsamrong, and J. Kluengsamrong. *Studies of Thermal Properties and Surface Characteristics of Pretreated Jute Fibers by Boiling and Soxhlet Extraction.* **The 30th Congress on Science and Technology of Thailand**. Bangkok. Thailand. p. 175. 2004

22. Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, W. Sutapun, and W. Thomthong. *The Study of Using Vetiver Grass as a Filler in Polypropylene Composites* . **Annual Technical Conference 2004**. The Society of Plastics Engineers. Chicago. Illinois USA. 2004.

23. W. Thuamthong, Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, and W. Sutapun. *Effect of Vetiver Contents and Vetiver Lengths on Mechanical and Morphological Properties of Vetiver-Polypropylene*

Polypropylene Composites". **The Third Thailand Materials Science and Technology Conference**. Bangkok. Thailand. p. 167. 2004.

24. U. Somnuk, Y. Ruksakulpiwat, N. Suppakarn, and W. Sutapun. *Characterization of Chemical Treated Vetiver Grass* . **The Third Thailand Materials Science and Technology Conference**. Bangkok. Thailand. p. 420. 2004.
25. W. Thuamthong, Y. Ruksakulpiwat, W. Sutapun, and N. Suppakarn. *Thermal. Rheological. Mechanical. and Morphological Properties of Vetiver-Polypropylene Composites*. **The 8th Pacific Polymer Conference (PPC8)**. Bangkok. Thailand. p. 118. 2003
26. W. Noobut and J. L. Koenig. *Interfacial Behavior of Epoxy/E-glass Fiber Composites under Wet-Dry Cycles by FTIR Microspectroscopy*. **Polymer Composite**. 20. 38. 1999.

7. รางวัล

Certificates of Excellence for the King of Thailand Vetiver Awards. The Chaipattana Foundation / An investigation of using vetiver grass in polypropylene composites

8. หน่วยงานที่อยู่ที่ติดต่อได้พร้อมโทรศัพท์และโทรสาร

สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
111 ถ. มหาวิทยาลัย ต. สุรนารี อ. เมือง นครราชสีมา 30000
โทรศัพท์ (044) 224435 โทรสาร (044) 224605
E-mail: wimonlak@sut.ac.th