บทที่ 3

วิธีทำการวิจัย

การทำการวิจัยเราใช้ทั้งอุปกรณ์สำเร็จจากต่างประเทศและอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นใช้เอง เพื่อความมุ่งหมายบางอย่าง ในบทนี้จะกล่าวถึงอุปกรณ์และผลึกเหลวชนิดต่างๆที่ใช้ในการทดลอง สุดท้ายจะบรรยายขั้นตอนของการทดลองเพื่อศึกษาเทกซ์เจอร์ของผลึกเหลวดังที่กล่าวไว้แล้ว

3.1 อุปกรณ์
(INSTRUMENTS)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองมีดังต่อไปนี้

1. กล้องจุลทัศน์โอลิมปุสแบบซีเค[1] (OLYMPUS MICROSCOPE MODEL CK) กำลังขยาย 10x20 พร้อมด้วยโพลาไรเซอร์และแอนนาไลเซอร์ ดูรูปที่3-1และรูปที่3-2 ใช้ในการศึกษาเทกซ์เจอร์ของผลึกเหลว

2. เครื่องคุมอุณหภูมิแบบเมทเลอร์เอฟพี 5[2] (METTLER FP 5 CONTROL UNIT) ดูรูปที่3-3 เป็นเครื่องมืออิเลคโทรนิคซึ่งใช้คุมอุณหภูมิของกล่องคุมอุณหภูมิเอฟพี 52 (HOT STAGE FP 52) ดูรูปที่3-4 ตัวอย่าง (SAMPLE) ของผลึกเหลวจะใส่อยู่ในกล่องนี้ เครื่องคุมอุณหภูมิจะบอกอุณหภูมิของผลึกเหลวโดยมีความละเอียดถึง 0.1°ซ อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิมีตั้งแต่ 0.2°ซ ต่อนาทีถึง 10°ซต่อนาที อุณหภูมิขณะใดขณะหนึ่งบันทึกได้ด้วยการกดปุ่มบนแป้นบันทึก (HAND CONTROL PANEL) แสดงไว้ในรูปที่3-4

---

[1] หนังสือคู่มือ CK Instruction FP 51

[2] หนังสือคู่มือ Mettler FP 5 + FP 52 Instructions FP 53

3. กล้องถ่ายรูปโอลิมปุสสำหรับกล้องจุลทัศน์แบบพีเอ็ม 6(OLYMPUS MICROGRAPHIC CAMERA MODEL PM 6) ซึ่งใช้กับฟิล์มถ่ายรูปขนาด 35 มม. ดูรูปที่3–5ก พร้อมด้วยมาตรวัดแสงโอลิมปุสแบบอีเอ็มเอ็ม–วี[3] (OLYMPUS PHOTOMICROGRAPHIC EXPOSURE METER MODEL EMM–V) ดูรูปที่3–5ข

4. เครื่องชั่งอย่างละเอียดอี.เมทเลอร์ ซูริค แบบเอช 15(E.METTLER ZÜRICH TYPE H15) มีความละเอียดถึง 0.0001 กรัม

5. กล้องจุลทัศน์และกล่องคุมอุณหภูมิที่สร้างขึ้นเพื่อใช้ในการทดลองบางอย่าง คุณสมบัติพิเศษของเครื่องมือนี้คือ ใช้ศึกษาเทกซ์เจอร์ของตัวอย่างของผลึกเหลวซึ่งอยู่ในสนามแม่เหล็กได้ และมีโพลารอยด์ที่ครอสกันหมุนไปด้วยกันเป็นมุมต่างๆ จะถอดโพลาไรเซอร์หรือแอนนาไลเซอร์ตัวใดตัวหนึ่งออกหรือถอดออกทั้งสองอย่างเลยก็ได้ เนื่องจากกล้องจุลทัศน์ทำด้วยสารแม่เหล็กจึงอยู่ในสนามแม่เหล็กไม่ได้ ต้องใช้เลนซ์หน้ากล้องถ่ายรูปวางไว้ระหว่างตัวอย่างของผลึกเหลวกับกล้องจุลทัศน์ เลนซ์นี้จะโฟกัสภาพไปยังกล้องจุลทัศน์อีกที เครื่องมือทั้งหมดประกอบด้วยแหล่งกำเนิดของแสง,แท่นรองรับกล่องคุมอุณหภูมิ,เลนซ์หน้ากล้องถ่ายรูปและกล้องจุลทัศน์ ระหว่างแหล่งกำเนิดของแสงกับแท่นรองรับกล่องคุมอุณหภูมิมีโพลาไรเซอร์และระหว่างแท่นรองรับกล่องคุมอุณหภูมิกับเลนซ์มีแอนนาไลเซอร์ โพลาไรเซอร์กับแอนนาไลเซอร์ครอสกันอยู่ ดูรูปที่3–6 รายละเอียดของส่วนประกอบของเครื่องมือมีดังต่อไปนี้

ก. กล่องคุมอุณหภูมิ(CHAMBER) ประกอบด้วยฐานใส่ขดลวดนิโครมซึ่งพันรอบแผ่นไมกาเป็นตัวให้ความร้อน การพันในลักษณะนี้เพื่อไม่ให้เกิดสนามแม่เหล็กมารบกวนตัวอย่างของผลึกเหลวที่ใส่อยู่ในกล่องนี้ เหนือฐานขึ้นไปเป็นที่วางสไลด์มีช่องสำหรับใส่เทอร์มิสเตอร์ซึ่งเป็นเครื่องวัดอุณหภูมิภายในกล่อง สุดท้ายเป็นฝาปิดแผ่นบนซึ่งมีช่องดูสไลด์ดังแสดงในรูปที่3–7 อาศัยคุณสมบัติของเทอร์มิสเตอร์ที่ว่าความต้านทานของมันเปลี่ยนไปกับอุณหภูมิ เราสามารถทำการเทียบมาตรฐาน(CALIBRATION) สร้างสเกลของอุณหภูมิบนสเกลของมิลลิแอมมิเตอร์(MILLIAMMETER) อุณหภูมิของสารอ่านจากสเกลที่สร้างดูรูปที่3–8

---

[3]หนังสือคู่มือ Olympus Photomicrographic Exposure Meter Model EMM–V

ข. แหล่งกำเนิดของแสง(LIGHT SOURCE) เพื่อให้ได้ศักดาไฟฟ้าขาออก (VOLTAGE OUTPUT)ที่สม่ำเสมอ แปลงไฟฟ้ากระแสสลับ 220 โวลต์เป็นไฟฟ้ากระแสสลับ 9–12 โวลต์ 3 แอมแปร์ เรกติไฟเออร์(RECTIFIER)ใช้ไดโอด(DIODE) 4 ตัวต่อวงจรบริดจ์(BRIDGE) และตัวกรอง(FILTER)ใช้คาปาซิเตอร์(CAPACITOR)25 โวลต์ 470 ไมโครฟารัด กรองไฟฟ้ากระแสตรงให้เรียบมาเข้าหลอดไฟ 7 โวลต์มีสเกลเป็นองศาติดอยู่ โพลารอยด์จะบิดเป็นมุมต่างๆบนสเกลนี้ ดูรูปที่3–9

3.2 วัสดุ
(MATERIALS)

1. N-(p-Methoxybenzylidene)-p-n-butylaniline(MBBA) ซื้อจากบริษัทไรเดล (Riedel) catalogue number 36320

2. Cholesteryl Acetate(CA) ซื้อจากบริษัทเมริค (Merck) catalogue number 2391

3. Cholesteryl Nonanoate (CN) ซื้อจากบริษัทอีสท์แมนโกดัค (Eastman Kodak) catalogue number 9669

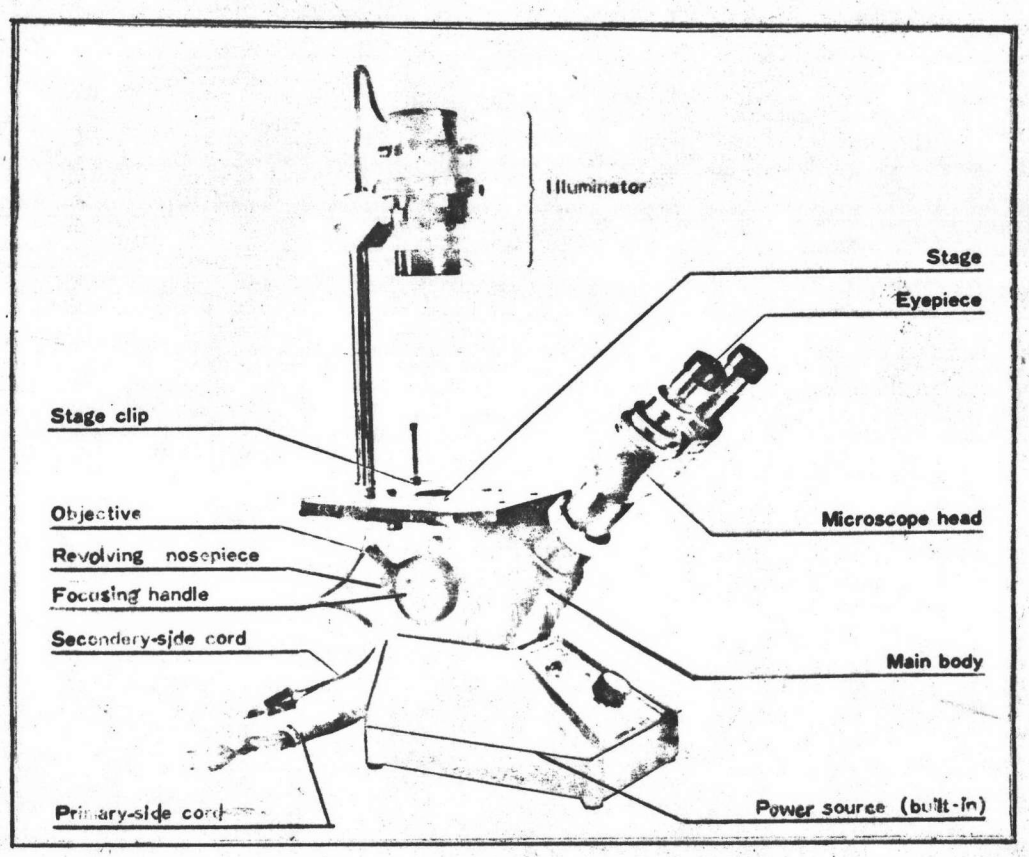
4. Cholesteryl-n-propionate (CP) ซื้อจากบริษัทอัลดริชเคมมิคอล (Aldrich Chemical) catalogue number C 7920–4

5. Toluene

6. ฟิล์มโกดัค ไทร–เอ็กซ์–แพน (Kodak Tri-X-Pan film) 35 มม., ASA 400, DIN 27

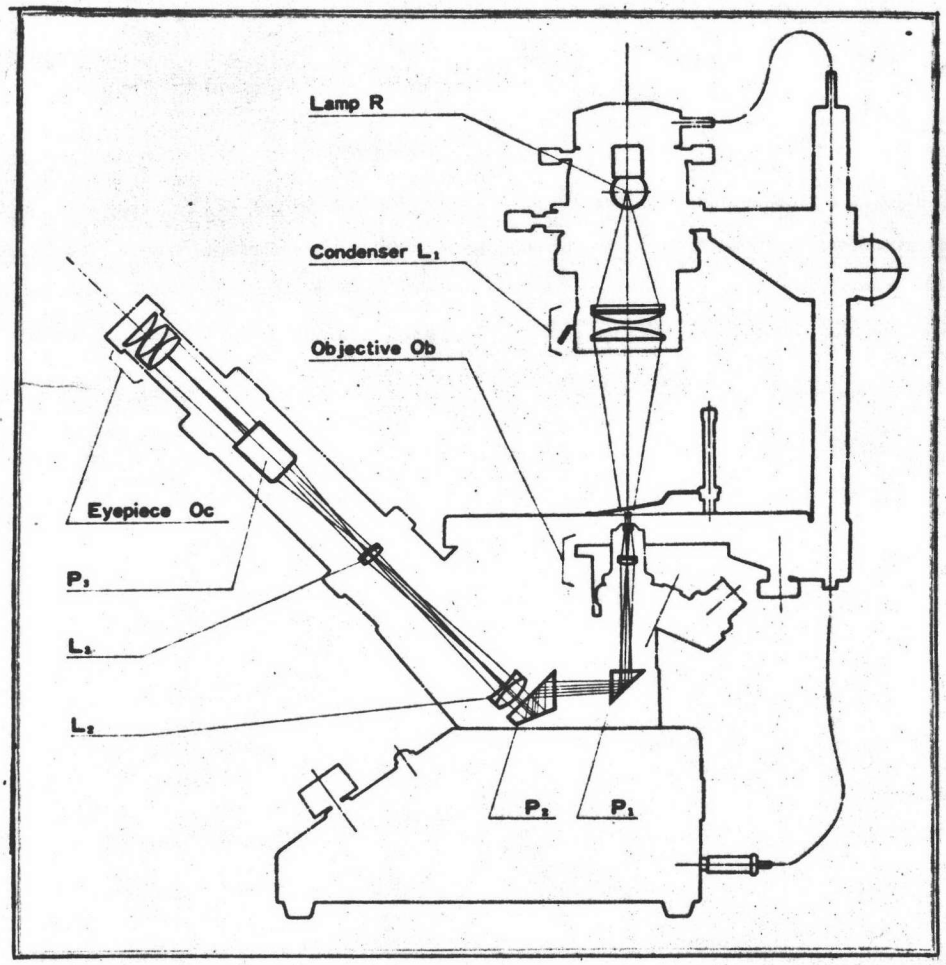
7. ฟิล์มสีฟูจิ เอฟ II (FUJICOLOR F-II film) 35 มม., ASA 100, DIN 21

ชื่อ,สูตร,การย่อและพิสัยของอุณหภูมิของการเป็นเมโซมอร์ฟิค (MESOMORPHIC TEMPERATURE RANGE) ของสารที่กล่าวข้างต้น แสดงในตารางที่3–1

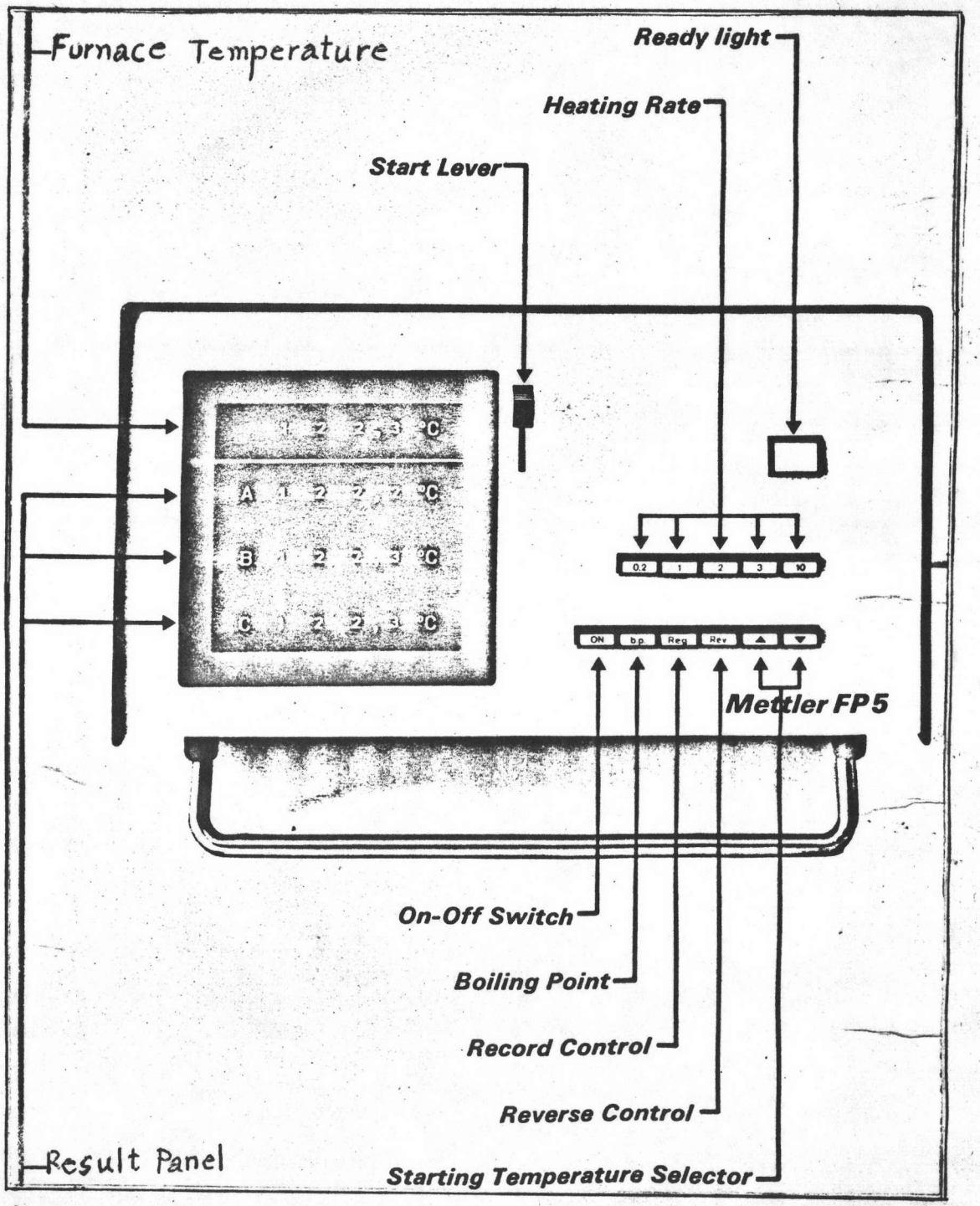


รูปที่3–1 กล้องจุลทัศน์โอลิมปุสแบบซีเค

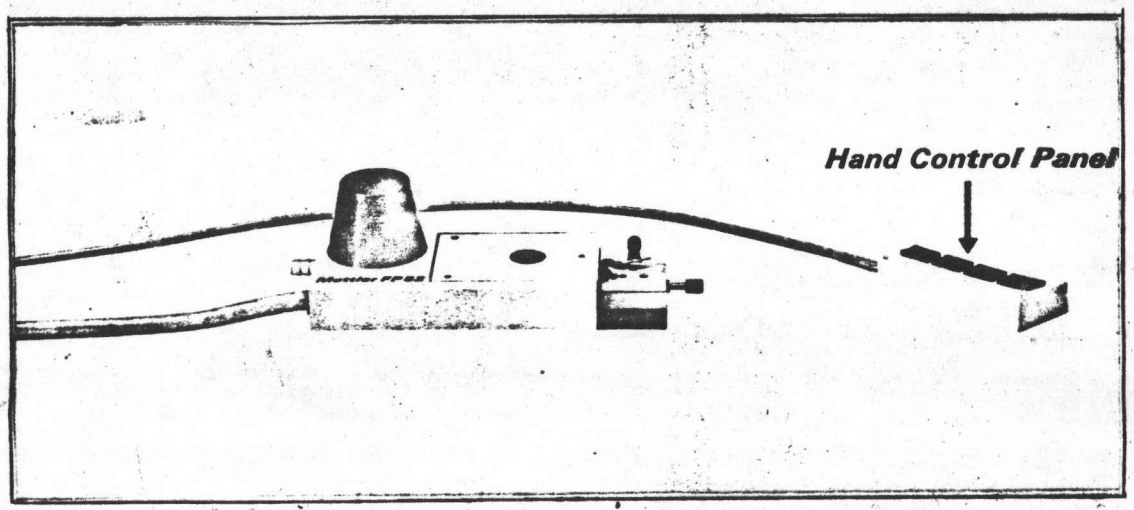
I 17869009



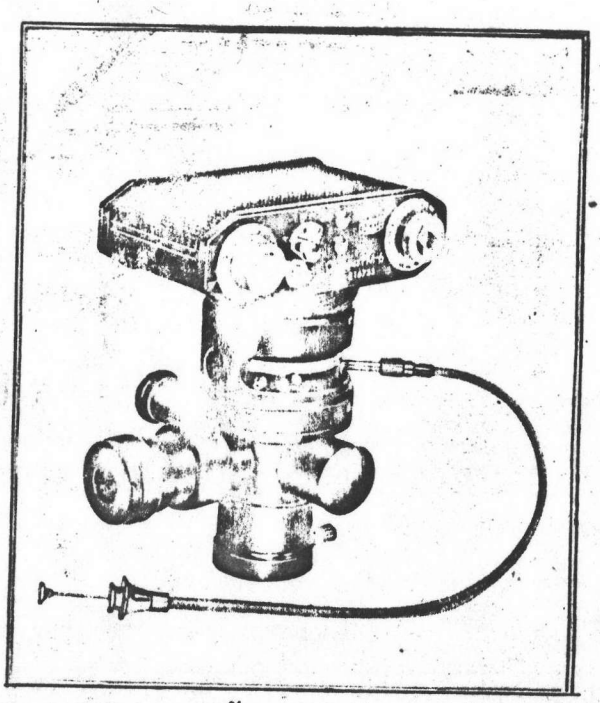
รูปที่3–2 กล้องจุลทัศน์โอลิมปุสแบบซีเคแสดงทางเดินของแสง



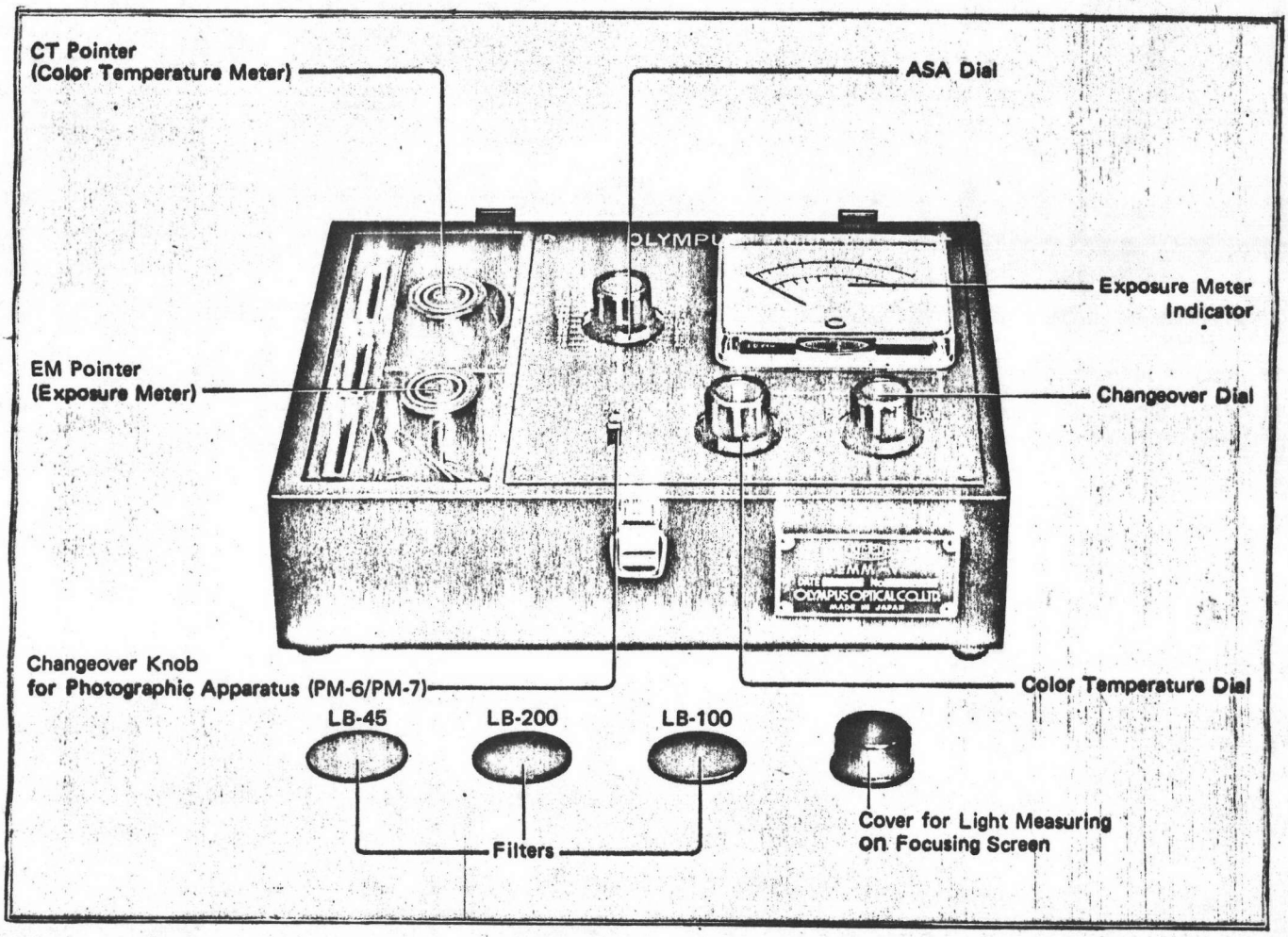
รูปที่3–3 เครื่องคุมอุณหภูมิแบบเมทเลอร์เอฟพี5



รูปที่3–4 กล่องคุมอุณหภูมิเอฟพี52และแป้นบันทึก

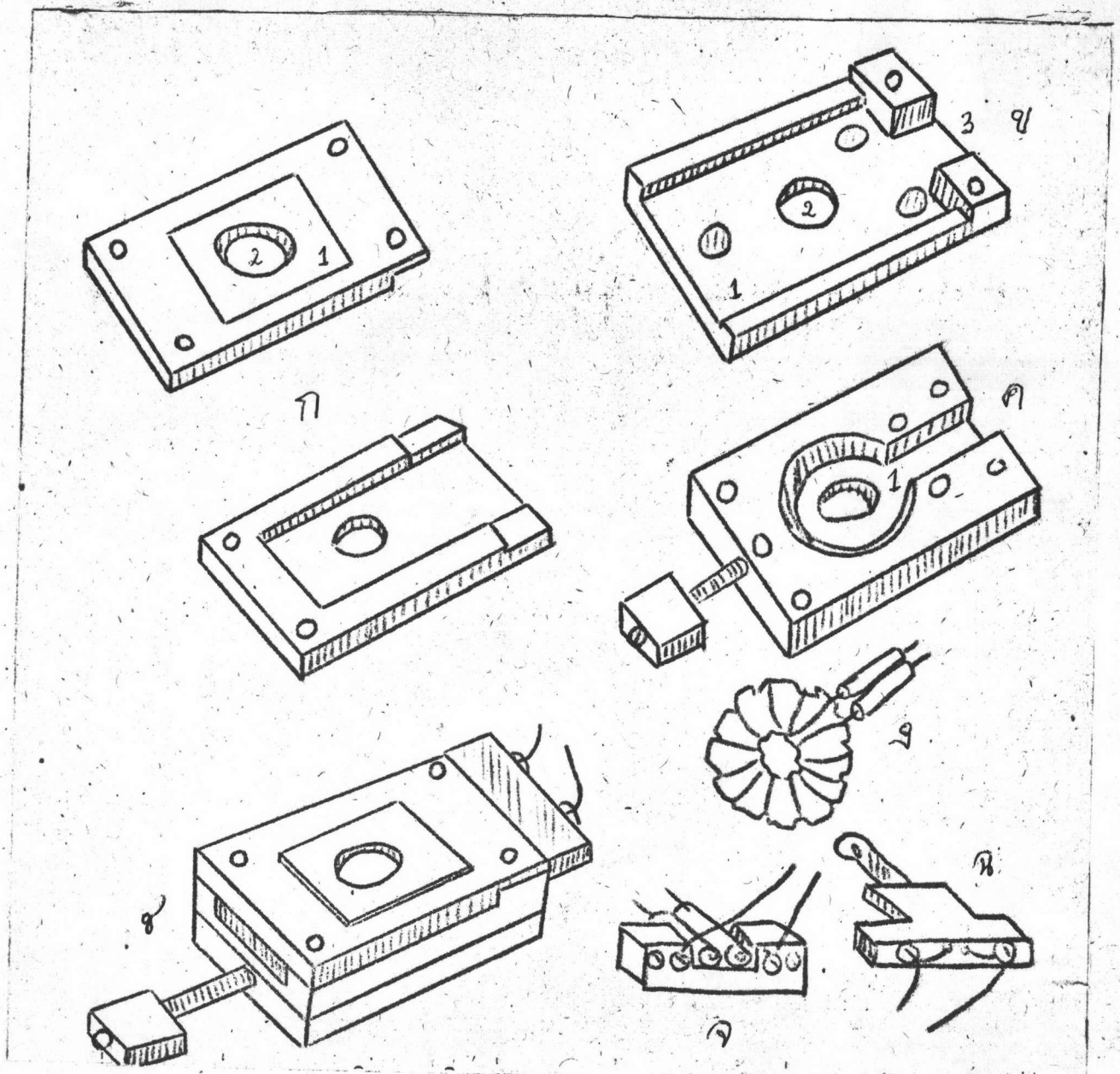


รูปที่3–5ก กล้องถ่ายรูปโอลิมปุสสำหรับกล้องจุลทัศน์แบบพีเอ็ม6

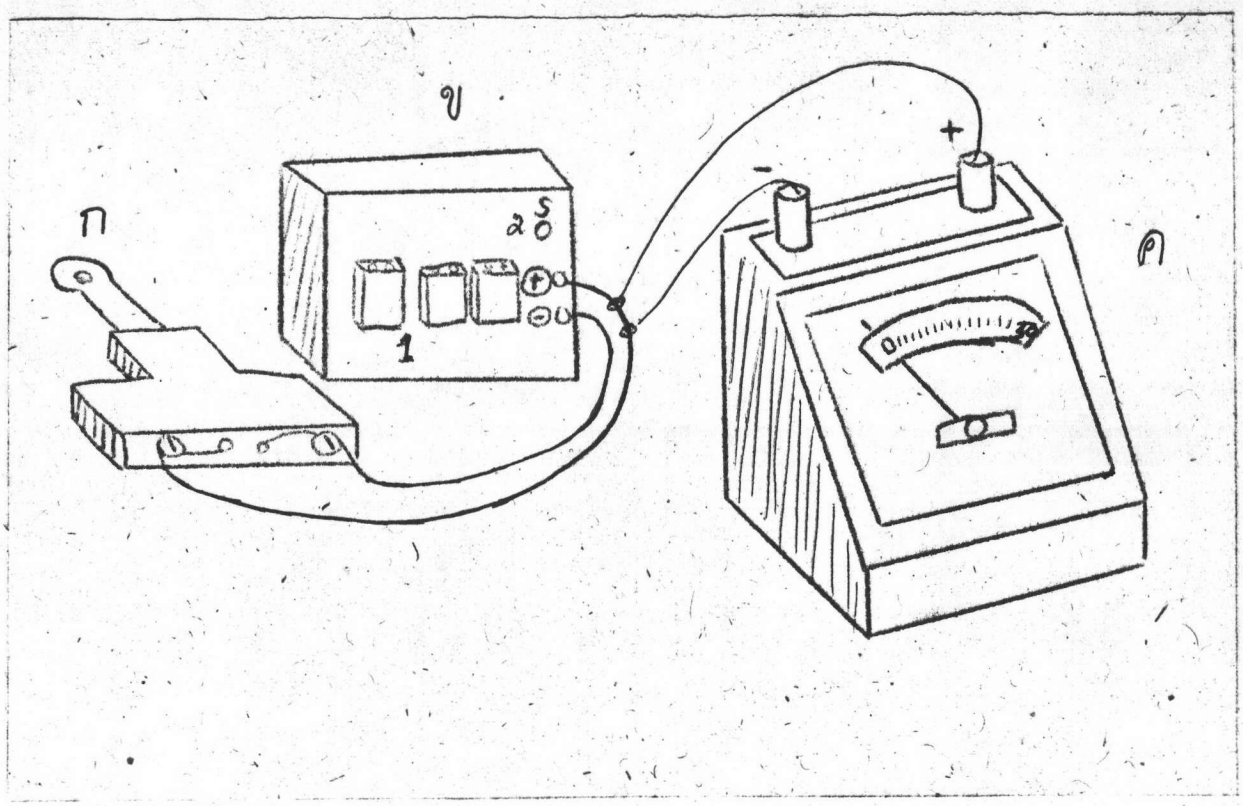


รูปที่3–5ข มาตรวัดแสงโอลิมปุสแบบอีเอ็มเอ็ม–วี

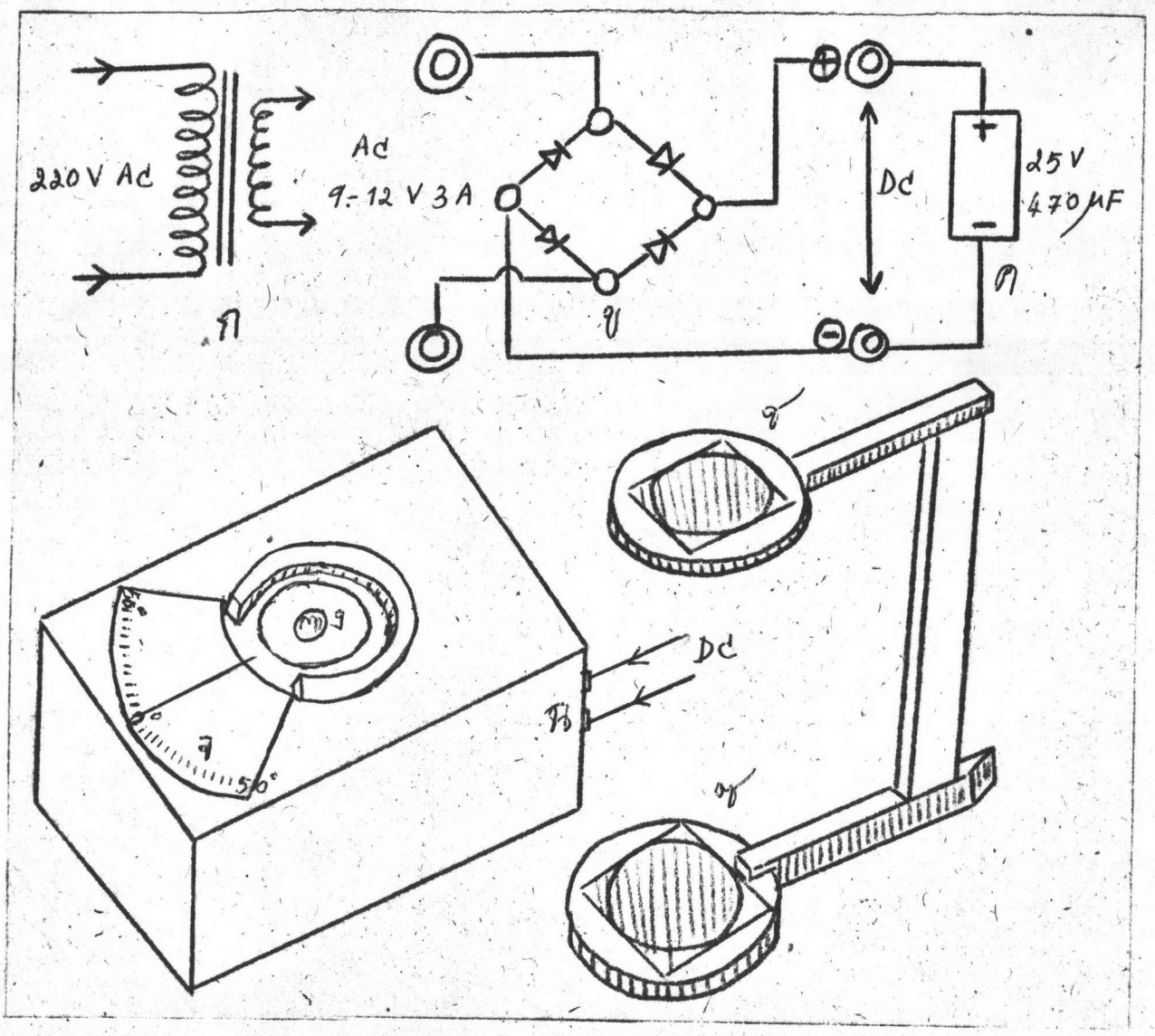
รูปที่3–6 กล้องจุลทัศน์และกล่องคุมอุณหภูมิที่สร้างขึ้น ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดของแสง, แท่นรองรับกล่องคุมอุณหภูมิ, เลนซ์หน้ากล้องถ่ายรูปและกล้องจุลทัศน์ ระหว่างแหล่งกำเนิดของแสงกับแท่นรองรับกล่องคุมอุณหภูมิมีโพลาไรเซอร์ และระหว่างแท่นรองรับกล่องคุมอุณหภูมิกับเลนซ์มีแอนนาไลเซอร์ โพลาไรเซอร์กับแอนนาไลเซอร์ครอสกัน



รูปที่3–7 กล่องคุมอุณหภูมิ ก. ฝาปิดแผ่นบน(มองด้านบนและด้านล่าง) 1.โคเวอร์สลิปปิดช่องดูสไลด์ 2.ช่องดูสไลด์ ข.ที่วางสไลด์ 1.ช่องวางสไลด์ 2.ตำแหน่งของตัวอย่างของสารที่อยู่บนสไลด์ 3.ช่องใส่เทอร์มิสเตอร์ ค.ฐานใส่ตัวให้ความร้อน 1.บริเวณที่จะวางขดลวดนิโครม ง.ลวดนิโครมพันรอบแผ่นไมกา จ.ฉนวนหุ้มทางเดินของลวดนิโครม ฉ.เทอร์มิสเตอร์ติดอยู่ในแท่น ช.เมื่อประกอบส่วนต่างๆเข้าเป็นกล่องคุมอุณหภูมิ

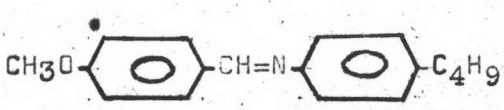
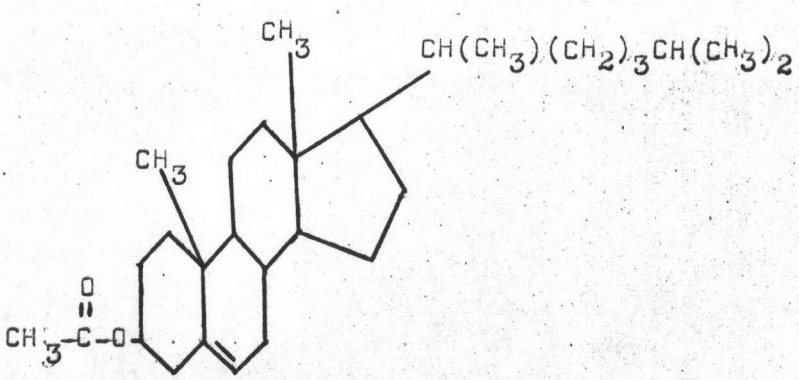


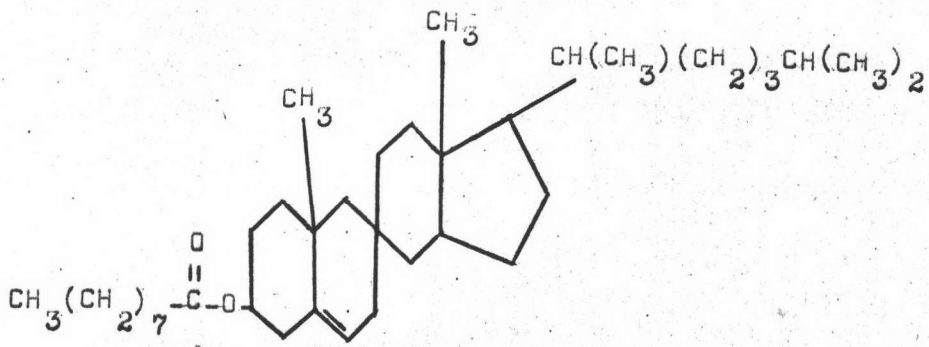
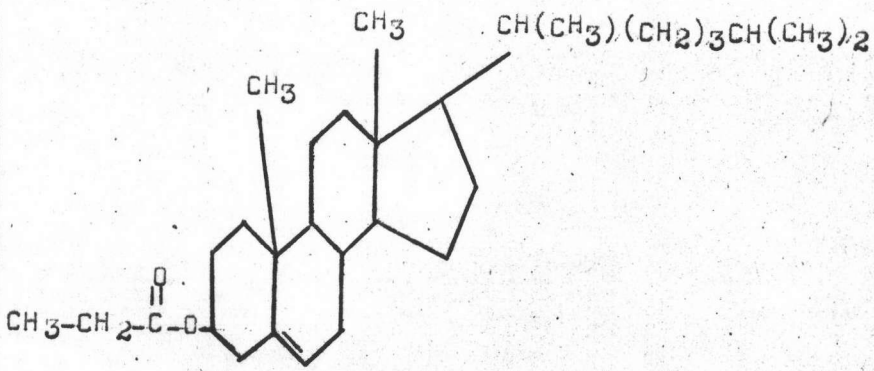
รูปที่3–8 เครื่องวัดอุณหภูมิ ก. เทอร์มิสเตอร์ ข. เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง 1.แบตเตอรี่ 9 โวลต์ 3 ก้อน 2.สวิทช์ 2 ทางเลือก 9 โวลต์กับ 27 โวลต์ ค.มิลลิแอมมิเตอร์ มีสเกลของอุณหภูมิที่สร้างบนสเกลของมิลลิแอมมิเตอร์



รูปที่3–9 แหล่งกำเนิดของแสง ก.ภาคจ่ายไฟแปลงไฟฟ้ากระแสสลับ 220 โวลต์ เป็นไฟฟ้ากระแสสลับ 9–12 โวลต์ 3 แอมแปร์ ข.ภาคเรกติไฟเออร์ ค.ภาคตัวกรอง ง.หลอดไฟ 7 โวลต์ จ.สเกลเป็นองศาอยู่ระหว่าง 50– 0°–50° ฉ.ทางเข้าของไฟฟ้ากระแสตรง ช.แผ่นโพลารอยด์ทำหน้าที่เป็นโพลาไรเซอร์ ช.แผ่นโพลารอยด์ทำหน้าที่เป็นแอนนาไลเซอร์

ตารางที่3–1 แสดงชื่อ,สูตร,การย่อและพิสัยของอุณหภูมิของการเป็นเมโซมอร์ฟิคของสารที่ใช้

ชื่อและสูตร	การย่อ	พิสัยของอุณหภูมิของการเป็นเมโซมอร์ฟิค(°ซ)
N-(p-Methoxybenzylidene)-p-n-butylaniline 	MBBA	19.0–45.0 (นีมาติค)
Cholesteryl Acetate 	CA	114.0–116.0 (คอเลสเตอริค)

ชื่อและสูตร	การย่อ	พิสัยของอุณหภูมิของการเป็นเมโซมอร์ฟิค(ซ
Cholesteryl Nonanoate 	CN	78.0–91.0 (คอเลสเตอริค)
Cholesteryl-n-propionate 	CP	97.0–147.0 (คอเลสเตอริค)

3.3 การดำเนินการวิจัย

3.3.1 การเตรียมของผสมนีมาติค–คอเลสเตอริค MBBA/CA, MBBA/CN และ MBBA/CP

ชั่งหลอดทดลอง (TEST TUBE) ก่อน ใส่ MBBA ซึ่งเป็นผลึกเหลวที่อุณหภูมิห้องลงในหลอดทดลองนั้นแล้วชั่ง เราอาจหาน้ำหนักของ MBBA ได้ จากนั้นคำนวณหาน้ำหนักของผลึกเหลวชนิดคอเลสเตอริคได้แก่ CA, CN หรือ CP ตัวใดตัวหนึ่ง เพื่อให้ได้ร้อยละโดยน้ำหนักตามต้องการ เมื่อทราบตัวเลขแล้วชั่งกระดาษเปล่า ใส่ CA, CN หรือ CP ซึ่งเป็นผงของแข็งลงในกระดาษนั้นแล้วชั่ง เราจะทราบน้ำหนักของผลึกเหลวนี้ เปลี่ยนปริมาณของผลึกเหลวจนกระทั่งได้น้ำหนักใกล้เคียงกับที่คำนวณไว้ เท CA, CN หรือ CP ที่ได้ลงใน MBBA ซึ่งอยู่ในหลอดทดลองที่ชั่งไว้แต่แรก ชั่งหลอดทดลองที่มี MBBA และ CA, CN หรือ CP อยู่อีก นำผลที่ได้ทั้งหมดมาคำนวณหาร้อยละโดยน้ำหนักของ CA, CN หรือ CP ที่มีอยู่จริงๆในของผสมนีมาติค–คอเลสเตอริคนั้น การคำนวณหาร้อยละโดยน้ำหนักของ CN ที่มีอยู่ใน MBBA/CN ที่ได้จากการทดลอง แสดงเป็นตัวอย่างดังต่อไปนี้

ชั่งหลอดทดลองได้หนัก	=	12.4352	กรัม
ชั่งหลอดทดลอง+MBBA ได้หนัก	=	14.3014	"
∴ น้ำหนักของ MBBA	=	1.8662	"

สำหรับของผสม MBBA/CN ซึ่งมี CN 0.5 % โดยน้ำหนัก น้ำหนักของ CN ต้องประมาณ 0.0093 กรัม เตรียม CN ซึ่งมีน้ำหนักโดยประมาณเท่ากับน้ำหนักที่คำนวณได้ จากนั้นเทลงในหลอดทดลองที่มี MBBA อยู่ซึ่งชั่งไว้แต่แรก

ชั่งหลอดทดลอง+MBBA+CN ได้น้ำหนัก	=	14.3089	กรัม
∴ น้ำหนักของ MBBA+CN	=	1.8737	"
และน้ำหนักของ CN	=	0.0075	"

$$\therefore \text{ร้อยละโดยน้ำหนักของ CN ที่มีอยู่ใน MBBA/CN นี้} = \frac{0.0075}{1.8737} \times 100$$

$$= 0.400$$

ของผสม MBBA/CN ที่ได้มีร้อยละโดยน้ำหนักของ CN ต่างจากที่ต้องการเล็กน้อย ทั้งนี้เพราะขณะเท CN ออกจากกระดาษ CN บางส่วนยังติดอยู่บนกระดาษ จึงทำให้น้ำหนักของ CN น้อยไป ร้อยละโดยน้ำหนักจึงต่ำลงเป็น 0.4

ตัวเลขที่แสดงในการคำนวณข้างต้นนี้ เป็นตัวเลขเฉลี่ยของการชั่งหลายครั้ง พบว่าความผิดพลาดอยู่ในเกณฑ์ประมาณ ±0.0001 กรัม ในกรณีนี้เราอาจบอกร้อยละโดยน้ำหนักของ CN ได้เป็น 0.400±0.006

ใช้แท่งแก้วคนจน CA, CN หรือ CP ละลายใน MBBA หมด จะได้ของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริคซึ่งเป็นผลึกเหลวชนิดคอเลสเตอริคที่อุณหภูมิห้องมีลักษณะขุ่นเหมือน MBBA ถ้าหยดโทลูอีนซึ่งเป็นตัวทำละลาย (SOLVENT) ลงในของผสมนี้ด้วยปริมาณพอเหมาะ จะได้ของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริคซึ่งเป็นของเหลวแบบไอโซโทรปิคที่อุณหภูมิห้องมีลักษณะใส ของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริคที่เตรียมเพื่อใช้ในการวิจัยแสดงในตารางที่3-2

3.3.2 <u>วิธีทำความสะอาดสไลด์กับโคเวอร์สลิป</u>

แช่สไลด์และโคเวอร์สลิปในน้ำสบู่หรือผงซักฟอก 1 วัน ล้างน้ำสบู่ออก แล้วแช่น้ำสะอาดไว้อีก 1 วัน เทน้ำสะอาดออก สุดท้ายแช่ด้วยน้ำกลั่นอีก 1 วัน เทน้ำกลั่นออก ทิ้งไว้ให้แห้ง แล้วเก็บในภาชนะสะอาดที่เตรียมไว้

3.3.3 <u>การเตรียมสไลด์ของของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริค</u>

โดยทั่วๆไปแกนของโมเลกุลของผลึกเหลวที่ติดกับสไลด์จะขนานกับผิวของสไลด์ เพื่อให้ทิศทางการเรียงตัวของโมเลกุลที่ผิวชี้ไปทางเดียวกันหมด เราถูสไลด์บนกระดาษวาดเขียนโดยถูไปทางเดียว 10 ครั้ง ใช้แผ่นมายลาร์ (MYLAR) ความหนา 25 ไมครอน และยาวเท่ากับความกว้างของสไลด์สองอัน วางบนสไลด์เป็นสเปเซอร์ (SPACER) หยดของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริคที่ผสมกันโดยตรงหรือใส่โทลูอีนลงบนสไลด์ กะให้อยู่ตรงกลางระหว่างแผ่นมายลาร์ทั้งสอง ปิดโคเวอร์สลิป ในกรณีนี้ความหนาของผลึกเหลวจะเท่ากับ 25 ไมครอน ข้อควรระวังก็คือสารที่หยดลงบนสไลด์ต้องเป็นหยดเล็กๆ มิฉะนั้นพอวางโคเวอร์สลิปสารจะไหลไปหมดเลยทำให้ต้องเตรียมสไลด์อันใหม่อีก

ตารางที่3-2 แสดงร้อยละโดยน้ำหนักของคอเลสเตอริคของของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริคที่ใช้ในการทดลอง

ของผสม	ร้อยละโดยน้ำหนักของคอเลสเตอริค
MBBA/CA	0.3907 ± 0.0124
	0.8591 ± 0.0001
	1.9893 ± 0.0196
MBBA/CN	0.3976 ± 0.0027
	1.0613 ± 0.0154
	2.3459 ± 0.0286
MBBA/CP	1.0642 ± 0.0131
MBBA/CP/Toluene	1.8035 ± 0.0144
	0.5894 ± 0.0040

ในการศึกษาสไลด์โดยกล้องจุลทัศน์โอลิมปุสแบบซีเค เราวางสไลด์ในกล่องคุมอุณหภูมิเอฟพี 52 ซึ่งวางอยู่บนแป้น(STAGE) ของกล้องจุลทัศน์ อุณหภูมิในกล่องคุมอุณหภูมิปรับได้โดยใช้เครื่องคุมอุณหภูมิเอฟพี 5 บันทึกอุณหภูมิต่างๆโดยกดปุ่มบนแป้นบันทึก ติดตั้งกล้องถ่ายรูปโอลิมปุสแบบพีเอ็ม 6 ซึ่งใส่ฟิล์มแล้วเข้ากับกล้องจุลทัศน์ วัดแสงโดยมาตรวัดแสงโอลิมปุสแบบอีเอ็มเอ็ม-วี

ในการศึกษาสไลด์โดยเครื่องมือซึ่งสร้างขึ้นเอง ใส่สไลด์ในกล่องคุมอุณหภูมิ ซึ่งวางอยู่บนแท่นรองรับ เปิดสวิทช์(SWITCH) ของแหล่งกำเนิดของแสงและเครื่องวัดอุณหภูมิ ติดตั้งกล้องถ่ายรูปโอลิมปุสแบบพีเอ็ม 6 เข้ากับกล้องจุลทัศน์ วัดแสงโดยมาตรวัดแสงโอลิมปุสแบบอีเอ็มเอ็ม-วี และบันทึกภาพที่น่าสนใจไว้

3.3.4 <u>ศึกษาเทกซ์เจอร์ของของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริคที่อุณหภูมิใกล้จุดเปลี่ยนสภาวะเมโซมอร์ฟิค-ไอโซโทรปิค</u>

ที่อุณหภูมิใกล้จุดเปลี่ยนสภาวะเมโซมอร์ฟิค-ไอโซโทรปิค ของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริคจะมีเทกซ์เจอร์เป็นเส้นมืดขนานเรียงกันคล้ายลายพิมพ์นิ้วมือ การวิจัยเพื่อที่จะศึกษาพฤติกรรม (BEHAVIOR) ได้แก่ การเกิด,ลักษณะและธรรมชาติของเทกซ์เจอร์ที่อุณหภูมิใกล้จุดเปลี่ยนสภาวะเมโซมอร์ฟิค-ไอโซโทรปิค ดำเนินเป็นขั้นๆดังนี้

ศึกษาความแน่นอนของการเกิดลวดลายในแง่ต่างๆดังต่อไปนี้

ก. โทลูอีนมีบทบาทอย่างไรกับเทกซ์เจอร์?

ข. ลวดลายเหมือนกันทุกสไลด์ของตัวอย่างของของผสมนีมาติค-คอเลสเตอริคเดียวกันหรือไม่?

ค. ร้อยละโดยน้ำหนักของคอเลสเตอริคต่างกัน ลวดลายต่างกันอย่างไร?

ง. ถ้าผลึกเหลวชนิดคอเลสเตอริคที่ใช้เปลี่ยนชนิดไป ลวดลายจะเปลี่ยนหรือไม่?

จ. อุณหภูมิที่จุดเปลี่ยนสภาวะ

ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของลวดลายที่อุณหภูมิในช่วงต่างๆซึ่งใกล้จุดเปลี่ยนสภาวะเมโซมอร์ฟิค–ไอโซโทรปิค

ศึกษาปรากฏการณ์อื่นๆที่น่าสนใจคือ

ก. การเกิดชลีเรนเทกซ์เจอร์ของเทกซ์เจอร์ลายก้นหอยก่อนที่จะเปลี่ยนเป็นของเหลวแบบไอโซโทรปิค

ข. สเฟียรูไลท์(SPHERULITE) ซึ่งเกิดที่อุณหภูมิที่จุดเปลี่ยนสภาวะไอโซโทรปิค–เมโซมอร์ฟิค

ทั้งหมดที่กล่าวข้างต้นนี้ จะบรรยายอย่างละเอียดในบทที่ 4 และบทที่ 5