

วิธีการวิจัย

การเตรียมฟิล์มไคโตซานเคลย์คอมพอสิต

การเตรียมขึ้นรูปฟิล์มไคโตซานเคลย์(มอนต์มอริลโลไนต์และเกาลิน)โดยการศึกษาความสัมพันธ์ของสัดส่วนโดยปริมาณของอนุภาคดินกับไคโตซาน และศึกษาสมบัติทางกายภาพ (ความแข็งแรง การดูดซึมน้ำ ลักษณะที่พื้นผิว) และทางเคมีโครงสร้างของฟิล์มคอมพอสิต และการวิเคราะห์โครงสร้างการเกิดปฏิกิริยาระหว่างไคโตซานและดินโดยใช้รังสีเอ็กซ์และเทคนิคทางสเปกโตรสโคปี(โครงสร้างผลึกด้วย XRD, โครงสร้างหมู่ฟังก์ชันด้วย IR) และสมบัติการเป็นสารดูดซับเอทิลีนก๊าช

วัตถุดิบและสารเคมีในการทดลอง

1. ไคโตซานจากเปลือกกุ้งที่ระดับการกำจัดหมู่อะซิไทลร้อยละ85และน้ำหนักโมเลกุล 250,000 คาลตัน จากบริษัท Biolife จำกัด (ประเทศไทย)
2. มอนต์มอริลโลไนต์ (montmorillonite)
3. เกาลิน(Kaolin)
4. โซเดียมไทรฟอสเฟต (Sodium triphosphate) Carlo Erba, USA
5. สารเคมีอื่น ๆ เป็นชนิด lab grade

อุปกรณ์เครื่องมือใช้ในการวิจัย

1. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR) Perkin Elmer รุ่น 1760X
2. เครื่องทดสอบความทนแรงดึง (tensile strength) LLoyd รุ่น 100 LR ประเทศอังกฤษ
3. เครื่อง X-Ray Diffractometer รุ่น PW3710 BASED ที่มีแหล่งกำเนิดรังสี คือ Cu Anode tube บริษัท Philips

4. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope) บริษัท Philips รุ่น XL 30CP
5. เครื่องวัดความหนืด Brookfield รุ่น DV-II
6. เครื่องเขย่า (shaker)
7. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง Mettler Toledo รุ่น AG204
8. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) Mettler Toledo รุ่น MP220
9. micrometer ยี่ห้อ Mitutoyo
10. แม่พิมพ์พลาสติกทำจากอะคริลิก (acrylic mold)

การเตรียมสารละลายไคโตซาน

เตรียมละลายไคโตซานที่ความเข้มข้น 1% ใน 1% Acetic acid นำไปเขย่าที่ 150 rpm 24 hrs จากนั้นกรองด้วยถุงผ้า (220 Mesh) ทิ้งไว้ 24 ชั่วโมง

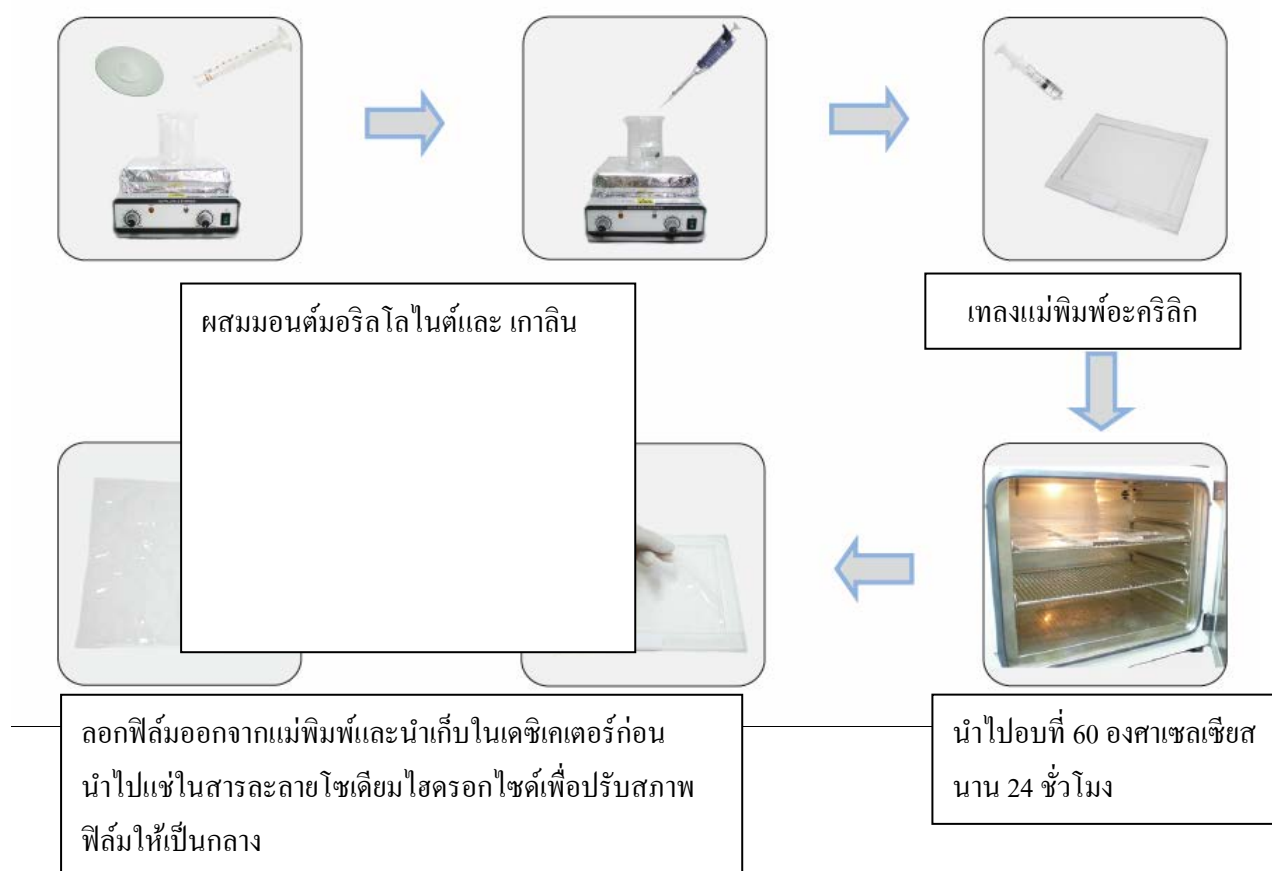
การเตรียมฟิล์มไคโตซานและฟิล์มไคโตซานผสม clay (kaolin และ bentonite)

ได้กำหนดสภาวะในการเตรียมฟิล์มผสมไคโตซาน 1% และศึกษาผลของการเตรียมบรรจุอนุภาค มอนมอริลโลไนต์และ เกาลิน ที่ปริมาณต่างๆ กันคือ 0.1-6% โดยน้ำหนักต่อปริมาตรสารละลายไคโตซาน

ตารางที่ 3 สภาวะและปริมาณสารในการทดลอง

ตัวแปร	ช่วงที่ทำการศึกษา	ปริมาตรรวมสารละลายผสม (มล) ต่อ 1 แม่พิมพ์อะคริลิก
ความเข้มข้นไคโตซาน	1.0%	30
ปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์และ เกาลิน	0.1, 0.5, 1.0, 5.0 และ 10 % w/v	
สภาวะในการเตรียมผสมก่อนขึ้นรูปฟิล์ม : ที่ความเร็วรอบ 1000 rpm, อุณหภูมิห้อง, เวลาในการกวนผสม 1 ชั่วโมง		

การเตรียมขึ้นรูปฟิล์ม



การทดสอบสมบัติของแผ่นฟิล์ม

นำแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์ผสมไปทดสอบสมบัติทางกายภาพ สมบัติทางเคมี และสมบัติเชิงกล เพื่อศึกษาคุณสมบัติที่เหมาะสมของแผ่นฟิล์ม ดังแสดงในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 รายการทดสอบสมบัติฟิล์มและเครื่องมือที่ใช้

การทดสอบสมบัติของแผ่นฟิล์ม	เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์
สมบัติทางกายภาพ	
1. ความหนาของแผ่นฟิล์ม (thickness)	micrometer
2. มุมสัมผัส (contact angle)	contact angle meter
3. ลักษณะสัณฐานภายนอกของฟิล์ม	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)
สมบัติเชิงกล	
1. แรงต้านทานแรงดึง (tensile strength)	Universal Testing Machine (LLOYD LR 100K)
สมบัติทางเคมีโครงสร้างและการดูดซับ	
1. การดูดซับน้ำของแผ่นฟิล์ม (water absorption)	24 hours immersion method
2. ลักษณะโครงสร้างทางผลึกในฟิล์ม	X-Ray Diffraction
3. เคมีโครงสร้างหมู่ฟังก์ชัน	Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR)
4. การดูดซับเอทิลีนก๊าช	Gas Chromatography ,GC

การวัดความหนาของแผ่นฟิล์ม (thickness)

วัดความหนาของแผ่นฟิล์มโดยใช้ไมโครมิเตอร์ (micrometer) ทำการวัดทั้งหมด 5 จุด ในตำแหน่งกึ่งกลางแผ่นฟิล์ม 1 จุด และตำแหน่งด้านข้างอีก 4 จุด แล้วนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ย เพื่อนำไปใช้วิเคราะห์หาแรงต้านทานแรงดึง (tensile strength) ต่อไป

การวัดมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับแผ่นฟิล์ม (contact angle)

วัดมุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับแผ่นฟิล์มด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัส (contact angle meter) โดยปรับตำแหน่งของเข็มกลิตยาให้อยู่ที่ตำแหน่งกึ่งกลางของเลนส์กล้อง นำตัวอย่างแผ่นฟิล์มวางลงบนฐานวางแผ่นฟิล์ม หมุนก้านเข็มกลิตยาให้หยดน้ำออกมา 1 หยดลงบนแผ่นฟิล์ม และรูปหยดน้ำบนแผ่นฟิล์มจะปรากฏบนจอภาพคอมพิวเตอร์ ทำการบันทึกภาพเก็บไว้เพื่อนำภาพมาหามุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับแผ่นฟิล์มทำการประมวลผลโดยใช้โปรแกรมวัดมุม (protractor)

การดูดซับน้ำของแผ่นฟิล์ม (water absorption)

การดูดซับน้ำของแผ่นฟิล์มวิเคราะห์โดยการตัดฟิล์มตัวอย่างให้มีขนาด 25.4 มม. × 76.2 มม. ไปฟิล์มไปอบในตู้อบที่มีอุณหภูมิประมาณ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ให้นำแผ่นฟิล์มไปชั่งน้ำหนักและบันทึกผล แล้วนำแผ่นฟิล์มแช่น้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องนาน 24 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลานำแผ่นฟิล์มตัวอย่างชั่งน้ำพอหมดแล้ว ทำการชั่งน้ำหนัก นำผลไปคำนวณหาน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นซึ่งเป็นค่าการดูดซับน้ำของแผ่นฟิล์ม ดังสมการ

$$\text{น้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของแผ่นฟิล์ม (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักเปียก} - \text{น้ำหนักแห้ง}}{\text{น้ำหนักแห้ง}} \times 100$$

ในการทดลองจะทดสอบแผ่นฟิล์มตัวอย่าง 3 ครั้งต่อ 1 ตัวอย่าง แล้วนำมาคำนวณหาค่าเฉลี่ย

การวัดแรงต้านทานแรงดึง (tensile strength)

วัดแรงต้านทานแรงดึงด้วยเครื่องทดสอบการต้านแรงดึงขาดด้วยเครื่องทดสอบ

การต้านแรงดึงขาด(tensile strength) ยี่ห้อ LLOYD รุ่น LR 100LR มาตรฐาน ASTM D882-83 แบบJE (constant rate of extension) โดยการนำแผ่นฟิล์มตัวอย่างขนาด 5 มม. × 65 มม. ที่ความหนา 0.030 ± 0.002 มม. จำนวนแผ่นฟิล์มในการทดสอบต่อตัวอย่าง เท่ากับ 5 ชิ้นต่อตัวอย่างที่สถานะในการทดสอบดังนี้ กำหนดระยะยึดแผ่นฟิล์ม (grip) 50 มม. ความเร็วในการดึง 25 มม./นาที่ แรงดึงสูงสุด (maximum load) 100 นิวตัน

การวิเคราะห์สมบัติความเป็นผลึกด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโตรสโกปี

(X-Ray Diffraction spectroscopy, XRD)

การวิเคราะห์สมบัติความเป็นผลึกด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโตรสโกปี

โดยเครื่อง XRD Diffractometer, Philips, PW 3710 BASED, โดยการเตรียมตัวอย่างฟิล์มไคโดซาน และฟิล์มคอมพอลิไทขนาด 2x2 ซม และทดสอบที่สถานะดังนี้

Generator tension 40 kV

Generator current 30mA

Start angle	3.00
End angle	50.00
Scan speed (2 θ /s)	0.040

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี จากตัวอย่างฟิล์มไคโดซานและฟิล์มคอมพอสิต โดยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrometer , ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น 1760X และศึกษาพิกที่ปรากฏในช่วง เลขคลื่น 400-4000 cm^{-1}

การวิเคราะห์สัณฐานภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning Electron Microscopy, SEM)

วิเคราะห์สัณฐานภายนอกฟิล์มฟิล์มไคโดซานและฟิล์มคอมพอสิตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด, Scanning Electron Microscopy, ยี่ห้อ Philips รุ่น XL30CP ที่กำลังขยาย 500-5000 เท่า โดยนำฟิล์มตัวอย่างติดบนเทปคาร์บอนวางบนฐานวางตัวอย่าง(stub) และนำไปฉาบผิวหน้าตัวอย่างฟิล์มด้วยไอของทองคำที่ความหนาประมาณ 50 อังสตรอม และสภาวะในการวิเคราะห์ด้วย SEM ช่วง 15-25 kV

การตรวจวัดการดูดซับเอทิลีนก๊าซของฟิล์มด้วยเทคนิคแก๊สโครมาโตกราฟี

นำฟิล์มไคโตซานและฟิล์มไคโตซานคอมพอสิต ขนาดน้ำหนัก 1 กรัม เก็บในโอแก้วปิดฝาสนิทที่มีก๊าซเอทิลีน เป็นเวลา 8 ชั่วโมง แล้วทำการเก็บตัวอย่างก๊าซคงเหลือปริมาณ 1 มิลลิลิตร นำไปวัดปริมาณ เอทิลีนโดยใช้เครื่อง gas chromatograph โดยระบบที่ใช้คือ flame ionization detector (FID) นำค่าที่วัดได้ไปคำนวณหาปริมาณก๊าซเอทิลีนคงเหลือจากสูตร

$$\text{อัตราการลดลงของก๊าซเอทิลีน} = \frac{\text{free volume} \times \text{ppm ethylene measure}}{\text{sample wt} \times \text{sealed time}}$$

โดย

- free volume (ml) = ปริมาตรของโอแก้ว – ปริมาตรของฟิล์ม
- ppm ethylene measure = ปริมาณเอทิลีนที่วัดได้จากเครื่อง GC (ppm)
- sample wt = น้ำหนักของตัวอย่างฟิล์ม (กรัม)
- sealed time = เวลาที่อยู่ในกล่อง (ชั่วโมง)

อัตราการลดลงของก๊าซเอทิลีน ที่ได้มีหน่วยเป็น ไมโครลิตร/กรัม/ชั่วโมง