

บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

การศึกษากระบวนการทางกายภาพที่ใช้ในการเตรียมสารละลายฟิล์มไคโตซาน เพื่อปรับปรุงสมบัติบางประการของฟิล์ม มีรายละเอียดของวัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนดังต่อไปนี้

3.1 วัสดุและอุปกรณ์

ในงานวิจัยนี้ใช้ไคโตซานจากบริษัท S.K. Profishery Co., Ltd. (สมุทรปราการ ประเทศไทย) (น้ำหนักโมเลกุล 900,000 Da และร้อยละการดึงหมู่อะซิดิลประมาณ 90.20) ในส่วนของขั้นตอนการผสมใช้กระบวนการทำให้เป็นเนื้อเดียวกัน 2 กระบวนการคือ การทำให้เป็นเนื้อเดียวกันที่ความเร็วรอบสูงโดยใช้เครื่องทำให้เป็นเนื้อเดียวกัน ยี่ห้อ IKA (รุ่น T25 Digital Ultra-Turrax®, Staufen ประเทศเยอรมนี) และการทำให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยความดันสูงแบบ 2 ชั้น โดยใช้เครื่องทำให้เป็นเนื้อเดียวกันยี่ห้อ Gea Niro Soavi S.P.A. (รุ่น NS2006L, Parma ประเทศอิตาลี) ส่วนของการอบแห้งฟิล์มหลังการขึ้นรูปใช้เครื่องอบแห้งแบบถาดยี่ห้อ Memmert (รุ่น UFE 600, Schwabach ประเทศเยอรมนี)

3.2 ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายฟิล์มไคโตซาน

นำไคโตซานมาละลายในสารละลายกรดอะซิติกร้อยละ 1 (v/v) จากบริษัท Merck (Darmstadt ประเทศเยอรมนี) จนได้สารละลายไคโตซานที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1.5 (w/v) โดยกวนผสมที่ความเร็วรอบ 700 รอบต่อนาที จนอุณหภูมิห้องเป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นจึงเติมกลีเซอรอล ซึ่งทำหน้าที่เป็นพลาสติกไซเซอร์จากบริษัท Carlo Erba (Val de Reuil ประเทศอิตาลี) ลงในสารละลายไคโตซานที่ร้อยละ 25 (w/v) และกวนผสมต่อที่ความเร็วรอบ 700 รอบต่อนาที เป็นเวลาอีก 1 ชั่วโมง จากนั้นนำสารละลายไคโตซานที่ได้เข้าสู่กระบวนการเหวี่ยงแยกด้วยเครื่องเหวี่ยงแยก ยี่ห้อ Hitachi (รุ่น Himac CR21, Ibaraki ประเทศญี่ปุ่น) ที่ความเร็วรอบ 12,400 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 15 นาที เพื่อกำจัดสิ่งแปลกปลอมในสารละลายไคโตซาน จากนั้นนำสารละลายที่ได้จากการเตรียมข้างต้นเข้าสู่กระบวนการที่แตกต่างกัน 2 กระบวนการ ได้แก่การให้ความร้อนด้วยเครื่องกวนสารแบบให้ความร้อนยี่ห้อ Framo®-Geratechnik (รุ่น M21/1, Eisenbach ประเทศเยอรมนี) ที่อุณหภูมิ 70°C

เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และไม่ให้ความร้อน จากนั้นนำสารละลายโคซานทั้งที่ให้และไม่ให้ความร้อนเข้าสู่กระบวนการทำให้เป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งได้แก่การทำให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยการผสมที่ความเร็วรอบสูง 9,600 รอบต่อนาที ที่ความดันบรรยากาศ และการทำให้เป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้ความดันสูงแบบ 2 ชั้น ที่ความดันเกจ 3 ระดับได้แก่ 10/5 MPa, 20/5 MPa และ 30/5 MPa เนื่องจากกระบวนการทั้ง 2 นี้อาจก่อให้เกิดฟองอากาศภายในเนื้อของสารละลาย จึงทิ้งสารละลายไว้เป็นเวลา 6 ชั่วโมงเพื่อลดปริมาณฟอง จากนั้นนำสารละลายฟิล์มเข้าสู่กระบวนการอบแห้งแบบลมร้อนที่อุณหภูมิ 40°C โดยกำหนดความชื้นสุดท้ายไว้ที่ร้อยละ 14 (d.b.) ในงานวิจัยนี้ใช้สารละลายฟิล์มโคซานที่ไม่ให้ความร้อนและไม่ผ่านกระบวนการทำให้เป็นเนื้อเดียวกันเป็นตัวอย่างควบคุม ทั้งนี้สามารถเขียนแผนภูมิขั้นตอนการดำเนินการทดลองได้ดังรูปที่ 3.1

3.2.2 การทดสอบสมบัติของฟิล์มโคซาน

นำฟิล์มโคซานที่ผลิตได้จากสารละลายซึ่งผ่านกระบวนการต่างๆ ข้างต้นมาบ่มในกล่องบรรจุสารละลายโซเดียมคลอไรด์อิ่มตัวจากบริษัท Ajax Finechem (Seven Hills, NSW ประเทศออสเตรเลีย) โดยภายในกล่องมีความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 75 เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้ฟิล์มโคซานมีค่าความชื้นคงที่ จากนั้นจึงนำฟิล์มโคซานไปทดสอบสมบัติต่างๆ ต่อไป

3.2.2.1 การทดสอบปริมาณความชื้นของฟิล์ม

นำตัวอย่างฟิล์มโคซานแต่ละกรณีในเวลาใดๆ มาชั่งมวลก่อนอบแห้ง (M_i) หลังจากนั้นทำการอบแห้งฟิล์มโดยใช้เครื่องอบแห้งแบบสุญญากาศ ยี่ห้อ Sanyo (รุ่น Gallenkamp/OM-09980, Loughborough ประเทศอังกฤษ) ที่อุณหภูมิ 70°C ที่ความดัน 10 kPa เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำฟิล์มที่เหลือมาชั่งมวลหลังอบแห้ง (M_s) นำค่ามวลของฟิล์มโคซานทั้งสองค่ามาคำนวณค่าปริมาณความชื้นดังสมการที่ (3.1)

$$\text{ปริมาณความชื้น (ร้อยละ d.b.)} = \frac{M_i - M_s}{M_s} \quad (3.1)$$

โดย M_i คือ มวลของฟิล์มโคซาน ณ เวลาใดๆ (กรัม)

M_s คือ มวลแห้ง (Bone-dry mass) (กรัม)

3.2.2.2 การวัดความหนาของฟิล์ม

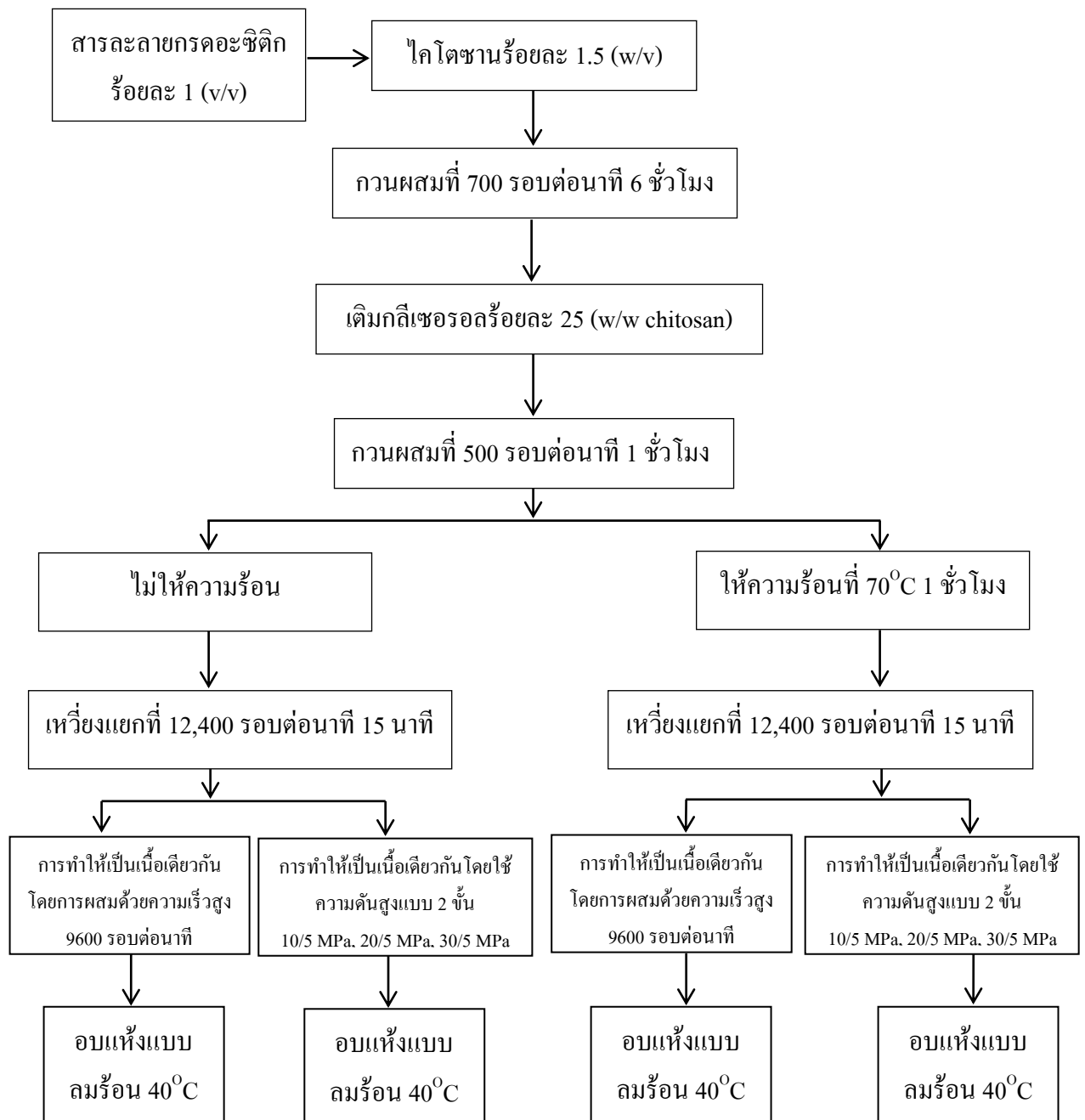
ค่าความหนาของฟิล์มวัดโดยใช้ไมโครมิเตอร์ ยี่ห้อ Mitutoyo (รุ่น 102-309, Tokyo ประเทศญี่ปุ่น) โดยในงานวิจัยนี้กำหนดค่าความหนาฟิล์มไว้ที่ 15 μm โดยวัดจุดกึ่งกลาง 4 ตำแหน่งตามความยาวของฟิล์ม จากนั้นจึงนำมาหาค่าเฉลี่ย ซึ่งค่าความหนาของฟิล์มนี้มีผลต่อการคำนวณค่าความแข็งแรงดึงและค่าร้อยละการยืด

3.2.2.3 การทดสอบสมบัติทางกลของฟิล์ม

นำตัวอย่างฟิล์มไคโตซานที่บ่มแล้วมาทดสอบสมบัติทางกลได้แก่ ค่าความแข็งแรงดึง และค่าร้อยละการยืดตามมาตรฐาน ASTM D882-10 (ASTM, 2010) โดยใช้เครื่องวิเคราะห์เนื้อสัมผัส ยี่ห้อ Stable Micro System (รุ่น TA.XT. Plus, Surrey ประเทศอังกฤษ) ซึ่งสมบัติทางกลทั้งสองค่านี้เป็นสมบัติที่แสดงถึงความสามารถในการต่อต้านความเค้นและความเครียดจากแรงภายนอก (Rao และคณะ, 2010) การทดสอบเริ่มจากตัดตัวอย่างฟิล์มไคโตซานให้มีขนาด $10 \times 2.5 \text{ cm}$ และทดสอบโดยใช้ความเร็วในการทดสอบ (Test speed) เท่ากับ 50 mm/min ที่ระยะจับชิ้นงาน 50 mm ค่าความแข็งแรงดึงคำนวณจากค่าแรงสูงสุดที่ทำให้ฟิล์มขาด ส่วนค่าร้อยละการยืดคำนวณจากความยาวหลังชิ้นงานขาดเทียบกับค่าความยาวเริ่มต้น และทุกการทดสอบใช้ตัวอย่างฟิล์มอย่างน้อย 3 ชิ้นงาน เพื่อหาค่าเฉลี่ยในการรายงานผล

3.2.2.4 ค่าร้อยละการบวมตัวของฟิล์ม

ค่าร้อยละการบวมตัวเป็นค่าที่แสดงถึงการเชื่อมโยงข้าม (Crosslinkage) ของสายโซ่ไคโตซาน โดยค่าการบวมตัวต่ำแสดงว่ามีการเชื่อมโยงข้ามของสายโซ่ไคโตซานมาก (Yang และคณะ, 2008; Zsivánovits และคณะ, 2005) การวิเคราะห์ค่าการบวมตัวของฟิล์มประยุกต์ตามวิธีการทดลองของ Mayachiew และคณะ (2010) ทั้งนี้ทดลองโดยตัดตัวอย่างฟิล์มไคโตซานให้มีขนาด $2 \times 2 \text{ cm}$ และอบด้วยเครื่องอบแห้งแบบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 70°C ความดันสัมบูรณ์ 10 kPa เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ชั่งมวลตัวอย่างฟิล์มหลังอบแห้ง จากนั้นนำตัวอย่างฟิล์มแช่ในน้ำกลั่นปริมาตร 30 mL เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำฟิล์มซับน้ำด้วยกระดาษชำระและชั่งมวลฟิล์มด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Sartorius (รุ่น RC 250S, Göttingen ประเทศเยอรมนี) แล้วจึงนำค่ามวลฟิล์มหลังอบแห้งและมวลฟิล์มหลังแช่น้ำมาคำนวณค่าการบวมตัวตามสมการที่ (3.2)



รูปที่ 3.1 แผนภูมิขั้นตอนและเงื่อนไขการดำเนินการทดลอง

3.2.2.5 ค่าระดับความเป็นผลึกของฟิล์ม

สำหรับการทดสอบค่าระดับความเป็นผลึก (Degree of crystallinity) กระทำโดยใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer ยี่ห้อ Bruker (รุ่น Bruker AXS D8 Discover XRD, Karlsruhe ประเทศเยอรมนี) โดยใช้การยิงรังสี CuK α ที่ความยาวคลื่น 0.1546 nm ด้วยอัตราการกวาด (Scanning rate) เท่ากับ 2° 2 θ /min ที่ 40 kV และ 40 mA บันทึกค่าความเข้มของ Diffraction peak ในช่วง (2 θ) 4-40° จากนั้นคำนวณค่าระดับความเป็นผลึก (X_c) จากสมการที่ (3.5)

$$\text{ค่าระดับความเป็นผลึก } (X_c) = \frac{F_c}{F_c + F_A} \times 100 \quad (3.5)$$

โดย X_c คือค่าระดับความเป็นผลึก

F_c คือค่าพื้นที่ใต้กราฟบริเวณที่เป็นผลึก

F_A คือค่าพื้นที่ใต้กราฟบริเวณที่ไม่เป็นผลึก

3.2.2.6 ค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วของฟิล์ม

การวิเคราะห์ค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature) ดำเนินการตามวิธีของ Thakhtiew และคณะ (2010) โดยใช้เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลพลวัต (Dynamic mechanical analyzer) ยี่ห้อ Mettler Toledo (รุ่น DMA/SDTA 861°, Schwerzenbach ประเทศสวิตเซอร์แลนด์) สำหรับการวิเคราะห์กระทำโดยตัดตัวอย่างฟิล์มไคโตซานขนาด 10.5 × 6 mm และทดสอบโดยใช้โหมด Tension โดยเพิ่มอุณหภูมิจาก -120°C ถึง 230°C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5°C/min ความถี่ในการทดสอบเท่ากับ 1 Hz ภายใต้ความดันบรรยากาศ โดยค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วสามารถหาได้จากการลากเส้นตัดแกน x ที่ตำแหน่งสูงสุดของกราฟ $\tan \delta$

3.2.2.7 การวิเคราะห์ข้อมูลทางสถิติ

นำข้อมูลที่ได้จากการทดลองทั้งหมดมาวิเคราะห์ความแปรปรวน (ANOVA) และทดสอบความแตกต่างของค่าเฉลี่ย โดยใช้โปรแกรม SPSS® (Version 16, Chicago, IL) โดยใช้การทดสอบแบบ Duncan's ที่ระดับความเชื่อมั่นร้อยละ 95 โดยการทดลองทั้งหมดมีจำนวน 2 ซ้ำ ยกเว้นกรณีที่ระบุเป็นอย่างอื่น