



บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

3.1. วัสดุและสารเคมี

- เคิร์ดแลนผง (Curdlan powder) จากบริษัท Walko ประเทศญี่ปุ่น
- กลีเซอรอล (glycerol) จากบริษัท Sigma Chemical Co. Ltd.
- ซอร์บิทอล (sorbitol) จากบริษัท Sigma Chemical Co. Ltd.
- พอลิเอทิลีนไกลคอล (polyethylene glycol) จากบริษัท Sigma Chemical Co. Ltd.
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จากบริษัท Fluka Chemical Co. Ltd.
- ลิเทียมคลอไรด์ ($\text{LiCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$) จากบริษัท Ajax Finechem Pty. Ltd.
- โพแทสเซียมอะซิเตท ($\text{KC}_2\text{H}_3\text{O}_2$) จากบริษัท Ajax Finechem Pty. Ltd.
- แมกนีเซียมคลอไรด์ ($\text{MgCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) จากบริษัท Ajax Finechem Pty. Ltd.
- โพแทสเซียมคาร์บอเนต ($\text{K}_2\text{CO}_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) จากบริษัท Ajax Finechem Pty. Ltd.
- แมกนีเซียมไนเตรท ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$) จากบริษัท Ajax Finechem Pty. Ltd.
- โซเดียมไนไตรท์ (NaNO_2) จากบริษัท Ajax Finechem Pty. Ltd.
- โซเดียมคลอไรด์ (NaCl) จากบริษัท Ajax Finechem Pty. Ltd.
- โพแทสเซียมคลอไรด์ (KCl) จากบริษัท Ajax Finechem Pty. Ltd.

3.2. อุปกรณ์และเครื่องมือ

- เครื่องชั่งไฟฟ้าทศนิยม 4 ตำแหน่ง
- เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ ของบริษัท TE Scientific
- เครื่องกวนชนิดแม่เหล็ก (magnetic stirrer) ของบริษัท IKA labortechnik
- เครื่องเขย่าสาร (shaker) ของบริษัท Schwabach
- เตาอบลมร้อน (hot air oven) ของบริษัท Binder
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ ของบริษัท WTB Binder
- เครื่องสเปกโตรมิเตอร์ ของบริษัท Shimadzu
- เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลของวัสดุ ของบริษัท LLOYD Instruments Ltd.
- เครื่องวัดสี (CIE colorimeter) ของบริษัท HunterLab Reston
- เครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC) ของบริษัท Perkin Elmer
- เครื่อง Thermo- gravimetric analyzer (TGA) ของบริษัท Perkin Elmer

- เครื่อง X-ray diffractometer ของบริษัท Philips
- เครื่อง Optical microscope ของบริษัท Olympus
- พิมพิซิลิโคน
- โถแก้วควบคุมความชื้น (desiccator)
- อุปกรณ์วิเคราะห์การซึมผ่านไอน้ำ

3.3. วิธีการทดลอง

3.3.1. ศึกษาผลของการใช้พลาสติกไซเซออร์ต่อสมบัติของฟิล์มจากเคิร์ดแลน

3.3.1.1. ศึกษาชนิดของพลาสติกไซเซออร์

เตรียมสารละลายเคิร์ดแลนโดยเติมเคิร์ดแลนผงในสารละลาย 0.3 M โซเดียมไฮดรอกไซด์ ให้ได้ความเข้มข้นของเคิร์ดแลน 1 % (w/w) กวนผสมเป็นเวลา 15 min จนกว่าเคิร์ดแลนละลายหมด เติมพลาสติกไซเซออร์ชนิดต่างๆ คือ พอลิเอธิลีนไกลคอล (PEG) ซอร์บิทอล และกลีเซอรอล ในปริมาณ 40% (w/w) ของปริมาณเคิร์ดแลน กวนผสมต่อเป็นเวลา 15 min ทำการขึ้นรูปแผ่นฟิล์ม โดยการนำสารละลายฟิล์มเคิร์ดแลนปริมาณ 5 g เติมลงในพิมพิซิลิโคนขนาด 5 x 5 cm² ทำการระเหยน้ำบางส่วนออกที่อุณหภูมิห้องนาน 12 h แล้วนำไปทำให้แห้งที่ 25 °C และความชื้นสัมพัทธ์เท่ากับ 50 % เป็นเวลา 24 h ลอกแผ่นฟิล์มออกจากพิมพิซิลิโคน เพื่อทำการวิเคราะห์สมบัติของแผ่นฟิล์ม คือ

3.3.1.1.1. ความหนาของฟิล์ม โดยการวัดด้วยไมโครมิเตอร์

3.3.1.1.2. สมบัติเชิงกลของแผ่นฟิล์ม โดยตรวจสอบค่า Tensile strength (TS) และ Elongation at break (EAB) โดยใช้เครื่องทดสอบความแข็งแรงของวัสดุ ตามวิธี ASTM-D882 (1995) โดยทำการปรับสภาพของแผ่นฟิล์มที่ 25 °C และความชื้นสัมพัทธ์ 50% เป็นเวลา 48 h ก่อนการตรวจสอบ

3.3.1.1.3. การซึมผ่านของไอน้ำ (Water vapor permeability : WVP) โดยดัดแปลงวิธี ASTM (1989) โดยนำแผ่นฟิล์มมาวางปิดบนปากถ้วยอลูมิเนียมสำหรับวัดค่าการซึมผ่านไอน้ำ (ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.0 cm) ที่ภายในบรรจุซิลิกาเจลที่อบแห้ง (ความชื้นสัมพัทธ์ = 0%) ยึดแผ่นฟิล์มให้แน่นด้วยแผ่นซิลิโคนและแผ่นยาง นำชุดทดสอบไปไว้ในเดซิเคเตอร์ที่บรรจุน้ำกลั่น (ความชื้นสัมพัทธ์ = 100%) แล้วนำไปเก็บไว้ในตู้ควบคุมอุณหภูมิที่ 30 °C นำชุดทดสอบออกมาชั่งน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปทุกชั่วโมงจนครบ 10 h คำนวณหาค่าการซึมผ่านไอน้ำ (WVP) ของตัวอย่างดังสมการที่ (3)

$$WVP = \Delta C \cdot X/A \cdot \Delta P \quad (3)$$

เมื่อ WVP = water vapor permeability

X = ความหนาของฟิล์ม

A = พื้นที่ของฟิล์ม

ΔP = ความแตกต่างของความดันไอน้ำทั้งสองด้านของฟิล์ม

ΔC = ความชันของเส้นกราฟระหว่างน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นเนื่องจากการซึมผ่านของไอน้ำกับเวลา (g/s)

คัดเลือกชนิดพลาสติกไซเซอรที่ให้ฟิล์มเคิร์ดแลนที่มีสมบัติเชิงกลดีที่สุด เพื่อใช้ในการศึกษาต่อไป

3.3.1.2. ศึกษาปริมาณของพลาสติกไซเซอร

ทำการเตรียมสารละลายฟิล์มเคิร์ดแลนเช่นเดียวกับวิธีการในข้อ 3.3.1.1 โดยใช้พลาสติกไซเซอรชนิดที่คัดเลือกได้จากข้อ 3.3.1.1 ในปริมาณต่างๆ คือ 30 40 50 และ 60% (w/w) ของปริมาณเคิร์ดแลนเตรียมเป็นแผ่นฟิล์มเคิร์ดแลน และวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มเคิร์ดแลนเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.1.1 – 3.3.1.1.3

คัดเลือกความเข้มข้นของพลาสติกไซเซอรที่ให้ฟิล์มเคิร์ดแลนที่มีสมบัติเชิงกลดีที่สุด เพื่อใช้ในการศึกษาต่อไป

3.3.2. ศึกษาผลของสภาวะในการเตรียมสารละลายฟิล์มต่อสมบัติของฟิล์มเคิร์ดแลน

3.3.2.1. สมบัติของฟิล์มเคิร์ดแลนที่เตรียมโดยใช้สารละลายต่างที่ความเข้มข้นต่างๆ

เตรียมสารละลายฟิล์มจากเคิร์ดแลนตามวิธีในข้อ 3.3.1.1 โดยใช้ความเข้มข้นของเคิร์ดแลน 0.5 1 และ 2% (w/v) ในสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.05 M, 0.1 M, 0.2 M และ 0.3 M และใช้พลาสติกไซเซอรชนิดและปริมาณที่คัดเลือกได้จากข้อ 3.3.1.1 และ 3.3.1.2 ทำการขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มตามวิธีการข้างต้น และนำฟิล์มเคิร์ดแลนมาวิเคราะห์สมบัติเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.1.1 – 3.3.1.1.3

3.3.2.2. สมบัติของฟิล์มเคิร์ดแลนจากสารละลายเคิร์ดแลนในน้ำและในโซเดียมไฮดรอกไซด์ร่วมกับการให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ

เตรียมสารละลายฟิล์มจากเคิร์ดแลน โดยผสมเคิร์ดแลนในน้ำกลั่นและในสารละลาย 0.2M NaOH ให้ได้ความเข้มข้นของเคิร์ดแลน 2% (w/v) ไฮโมจิไนซ์ส่วนผสมที่ 13,000 rpm เป็นเวลา 2 min เติมพลาสติกไซเซอรชนิดและปริมาณตามที่คัดเลือกได้จากข้อ 3.3.1 กวนผสมเป็นเวลา 15 min ที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิแตกต่างกัน คือ ที่อุณหภูมิห้อง 45 60 และ 85 °C พร้อมกวนเป็นเวลา 15 min นำสารละลายฟิล์มไปขึ้นรูปแผ่นฟิล์ม และนำฟิล์มเคิร์ดแลนมาวิเคราะห์สมบัติเช่นเดียวกับข้อ 3.3.1.1.1 – 3.3.1.1.3

คัดเลือกฟิล์มเคิร์ตแลนที่เตรียมจากสารละลายต่างและการให้ความร้อนที่มีสมบัติเชิงกลดีที่สุด เพื่อใช้ในการศึกษาต่อไป

3.3.3. ศึกษาเปรียบเทียบสมบัติบางประการของฟิล์มเคิร์ตแลนที่เตรียมจากสารละลายต่างและให้ความร้อน

นำฟิล์มเคิร์ตแลนที่เตรียมจากสารละลายต่างและการให้ความร้อนที่คัดเลือกได้จากข้อ

3.3.2 มาทำการศึกษาทางโครงสร้างและสมบัติบางประการเพิ่มเติม ดังนี้

3.3.3.1. สี การส่องผ่านแสง และความใสของฟิล์ม

ตรวจสอบสีโดยใช้ระบบ CIE $L^* a^* b^*$ โดยใช้เครื่องวัดสี และตรวจสอบการส่องผ่านแสงของฟิล์มโดยใช้เครื่อง UV-Visible spectrophotometer ในช่วงความยาวคลื่น 200–800 nm และคำนวณความโปร่งใสของฟิล์มตามวิธีของ Han และ Floros (1997) ดังสมการต่อไปนี้

$$\text{Transparency value} = -\log T_{600}/x \quad (4)$$

เมื่อ T_{600} คือ ค่าสัดส่วนการส่องผ่านแสงที่ความยาวคลื่น 600 nm และ x คือ ความหนา (mm) ของฟิล์ม

3.3.3.2. สมบัติทางความร้อน

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน โดยวิเคราะห์อุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะทางความร้อนด้วยเครื่อง Differential scanning calorimeter (DSC) ใช้ตัวอย่างประมาณ 5 มิลลิกรัม ที่ผ่านการปรับสภาพโดยใส่ในเดซีเคเตอร์ที่บรรจุซิลิกาเจล เป็นเวลา 1 week ทำการวิเคราะห์ในช่วง 25 ถึง 200 °C ด้วยอัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 10 °C/min

3.3.3.3. การดูดซับน้ำและน้ำมัน

ตรวจสอบการดูดซับน้ำและน้ำมันของฟิล์ม โดยแช่แผ่นฟิล์ม (ขนาด 2 x 2 cm² ที่ทราบความชื้นเริ่มต้นและชั่งน้ำหนักที่แน่นอน) ในน้ำกลั่นหรือน้ำมันพืชปริมาณ 50 ml ที่อุณหภูมิห้อง ติดตามน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงของแผ่นฟิล์มที่เวลา 0, 6, 12 และ 24 h คำนวณหาเปอร์เซ็นต์การดูดซับตัวทำละลายของฟิล์มที่เวลาต่าง ๆ เมื่อครบ 24 h ทำการกรองแยกส่วนที่ไม่ละลายออก แล้วนำส่วนที่ไม่ละลายมาทำแห้งที่ 105 °C นาน 24 h คำนวณหาน้ำหนักของฟิล์มที่ละลายในตัวทำละลายและคำนวณหาเปอร์เซ็นต์การละลายของฟิล์ม

3.3.3.4. วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึกของแผ่นฟิล์ม

วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของฟิล์ม โดยใช้ กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Optical microscope (OM) พร้อมถ่ายภาพที่กำลังขยายต่างๆ และวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มเคิร์ตแลน โดยใช้เทคนิค Wide angle x-ray diffraction (WAXD) ที่มุม 2 θ ระหว่าง 5 – 50

3.3.4. ศึกษา Moisture sorption isotherm และความคงตัวของฟิล์มเคิร์ดแลน

3.3.4.1. ศึกษา Moisture sorption isotherm

นำฟิล์มเคิร์ดแลนที่เตรียมจากสารละลายต่างและที่เตรียมโดยใช้ความร้อนที่คัดเลือกได้จากข้อ 3.3.2 มาศึกษา Moisture sorption isotherm ตามวิธีของ Kim และ Ustunol (2001) โดยติดตามการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักแผ่นฟิล์มที่วางในสภาวะที่มีความชื้นสัมพัทธ์ต่างๆ จนกระทั่งถึงจุดสมดุลที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้สารละลายเกลืออิมิตัวชนิดต่างๆ เพื่อให้ได้ความชื้นสัมพัทธ์แตกต่างกัน ได้แก่ $\text{LiCl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ (RH = 18%), $\text{KC}_2\text{H}_3\text{O}_2$ (RH = 23%), $\text{CaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (RH = 34%), $\text{K}_2\text{CO}_3\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (RH = 46%), $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (RH = 54%), NaNO_2 (RH = 64%), NaCl (RH = 73%) และ KCl (RH = 90%)

นำข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟ Moisture sorption isotherm ของแผ่นฟิล์ม

3.3.4.2. ศึกษาความคงตัวทางความร้อนของแผ่นฟิล์มเคิร์ดแลน

นำฟิล์มเคิร์ดแลนที่เตรียมจากสารละลายต่างและที่เตรียมโดยใช้ความร้อนที่คัดเลือกได้จากข้อ 3.3.2 มาทดสอบการสลายตัวทางความร้อนโดยใช้เครื่อง Thermo-gravimetric analyzer (TGA) โดยมีช่วงอุณหภูมิการทดสอบระหว่าง 30-600 °C และอัตราการให้ความร้อน 10 °C /min

การวางแผนการทดลองและการวิเคราะห์ทางสถิติ

วางแผนการทดลองแบบสุ่มตลอดอย่างสมบูรณ์ (Completely randomized design) จัดชุดการทดลองแบบแฟกทอเรียล วิเคราะห์ความแปรปรวนโดย Analysis of Variance (ANOVA) และวิเคราะห์ความแตกต่างโดย Duncan's Multiple Range Test (DMRT) การวิเคราะห์ข้อมูลใช้โปรแกรมสำเร็จรูป SPSS for Window

การรายงานตัวเลขผลการทดลองและผลการวิเคราะห์ทางสถิติในรูปแบบ ดังนี้ $\bar{X} \pm \text{SD}^{a,b,c,f}$ โดยที่ \bar{X} คือ ค่าเฉลี่ย

SD คือ ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน

^{a,b,c,f} คือ ตัวอักษรที่แสดงถึงผลการวิเคราะห์ความแตกต่างทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % กล่าวคือตัวอักษรที่เหมือนกันระหว่างชุดการทดลองที่ทำการเปรียบเทียบแสดงถึงไม่มีความแตกต่างทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95 % ($p \geq 0.05$) ในขณะที่ตัวอักษรที่แตกต่างกันระหว่างชุดการทดลองที่ทำการเปรียบเทียบแสดงถึงมีความแตกต่างกันทางสถิติที่ระดับความเชื่อมั่น 95% ($p < 0.05$)