

บทที่ 3

การวิจัยและการดำเนินงาน

3.1 วัสดุและสารที่ใช้ในการทดลอง

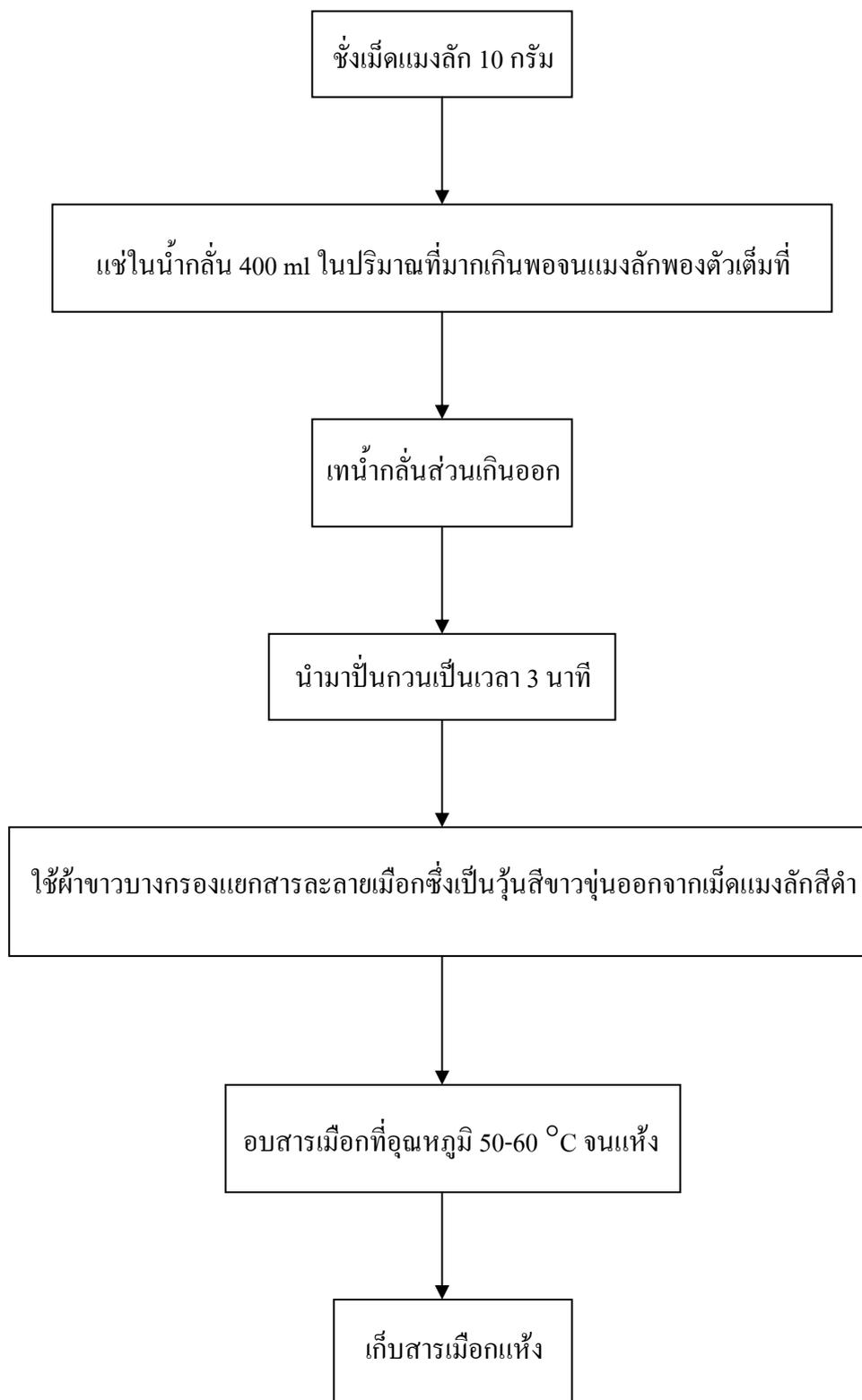
1. เมล็ดแมงลัก : ตราไร่ทิพย์
2. 2-Hydroxyethyl methacrylate : บริษัท ALDRICH $H_2C=C(CH_3)CO_2CH_2CH_2OH$
MW 130
3. Sodium hydroxide : บริษัท CARLO ERBA NaOH MW 39.997
4. N,N'-Methylenebisacrylamide : บริษัท Sigma-Aldrich Chemie GmbH $C_7H_{10}N_2O_2$ MW
154.17
5. Sodium Metabisulphite : บริษัท Ajax Finechem $Na_2S_2O_5$ MW 190.10
6. Ammonium Persulfate : บริษัท Ajax Finechem $(NH_4)_2 S_2O_8$ MW 228.19

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องทดสอบแรงดึงรุ่น LR 5K บริษัท LLOYD Instrument
2. เครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR) บริษัท Bruker
3. Thermogravimetric Analysis รุ่น TAC7/DX บริษัท Perin Elmer
4. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) รุ่น Mx 2500 s บริษัท Camscan Maxim
5. Hot plate รุ่น LabTech บริษัท Daihanlabtech
6. เครื่องชั่งแบบดิจิทัล รุ่น HR-200 บริษัท Denver Instrument
7. มอเตอร์พร้อมใบพัดปั่นกวน รุ่น Stedfast stirrer Model SL 2400 บริษัท Fisher Scientific
8. Thermometer
9. ชุดทดสอบสมบัติการดูดซับน้ำ
10. ตู้อบ
11. ผ้าขาวบาง
12. เครื่องปั่น National super blender
13. ถาด
14. Viscosity Centipoint รุ่น LV2000 บริษัท CANNON instrument

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 เตรียมผงสารเมือกแห้งจากเม็ดแมงลัก



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการเตรียมผงสารเมือกแห้งจากเม็ดแมงลัก

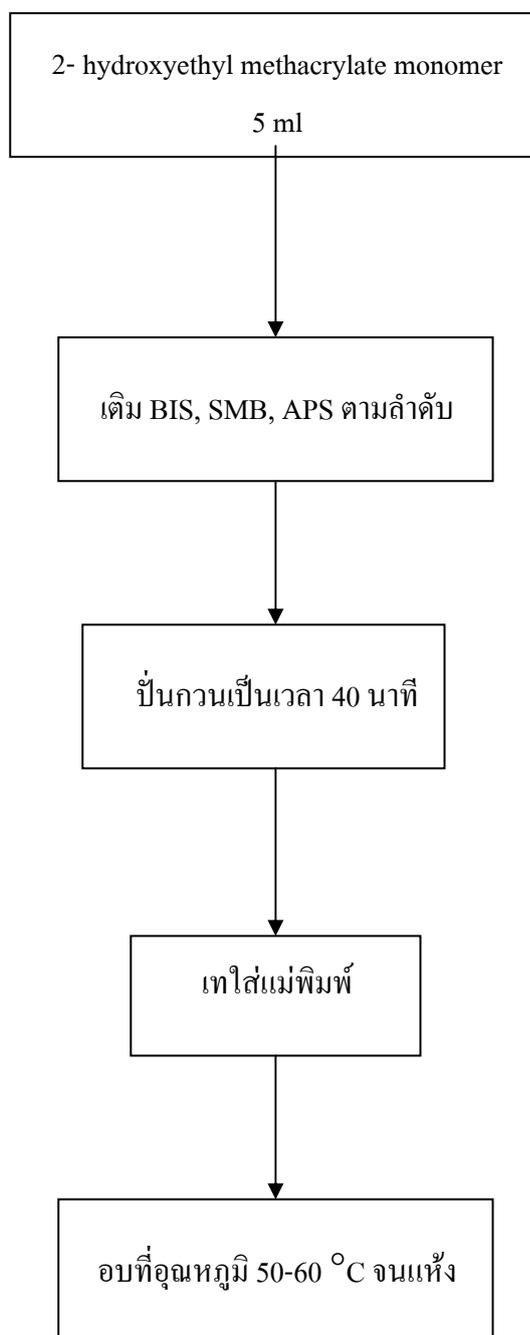


รูปที่ 3.2 แสดงเมล็ดแมงลัก [3]



รูปที่ 3.3 แสดงสารเมือกแห้งจากเมล็ดแมงลักที่เตรียมได้

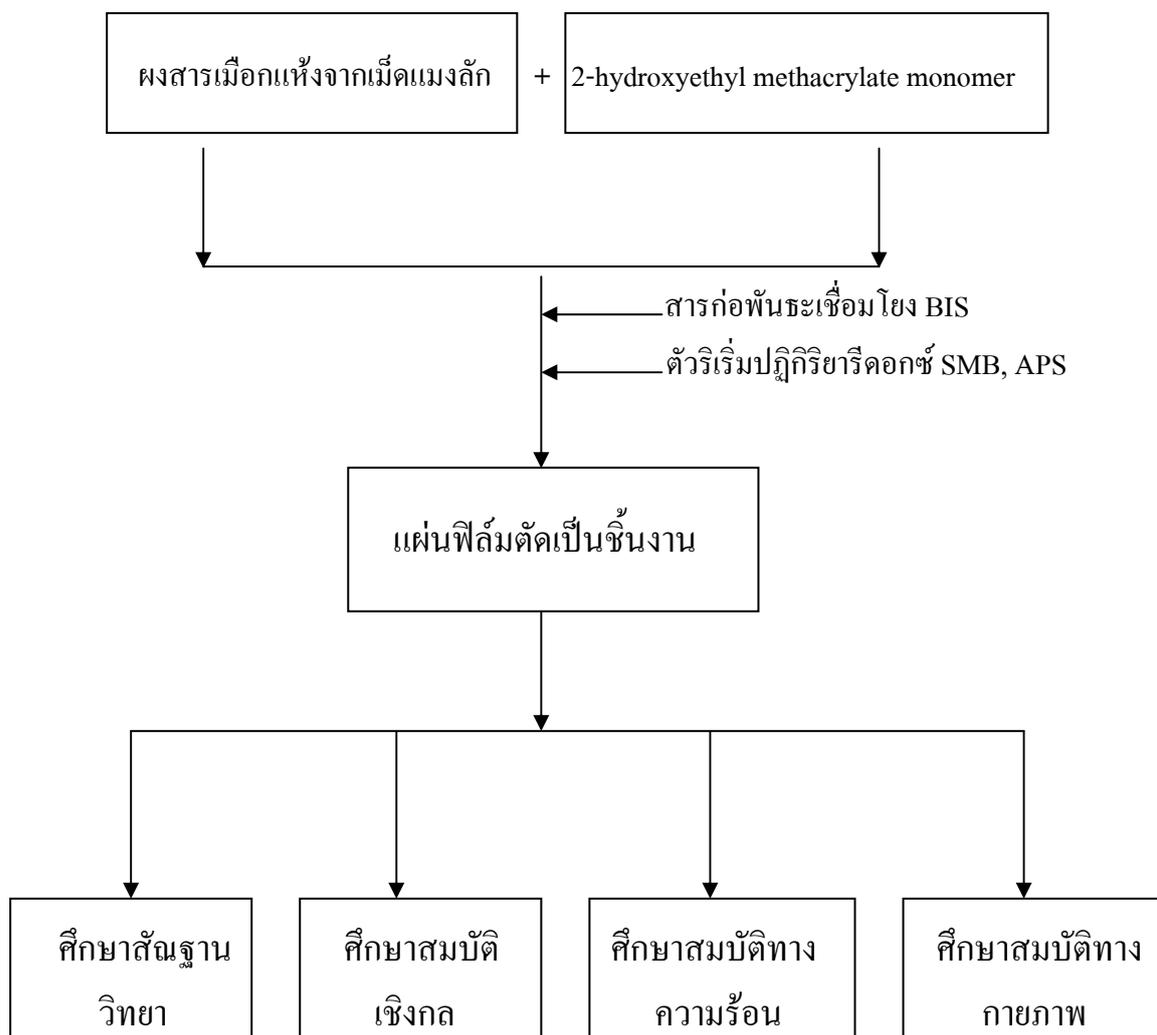
3.3.2 เตรียม Poly(2- hydroxyethyl methacrylate)



หมายเหตุ BIS = N,N'-Methylenebisacrylamide
 SMB = Sodium Metabisulphite
 APS = Ammonium Persulphate

รูปที่ 3.4 แสดงขั้นตอนการเตรียม Poly(2-hydroxyethyl methacrylate)

3.3.3 เตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างสารเมือกจากเม็ดแมงลักกับไฮดรอกซีเอทิลเมทาคริเลต



หมายเหตุ BIS = N,N'-Methylenebisacrylamide
 SMB = Sodium Metabisulphite
 APS = Ammonium Persulphate

รูปที่ 3.5 แสดงแผนผังขั้นตอนการทดลอง

3.3.4 การเตรียมฟิล์มจากสารเมือกเมล็ดแมงลัก

ตอนที่ 1 ศึกษาผลของ BIS, SMB และ APS ที่มีต่อสมบัติของฟิล์ม เมื่อไม่มีมอนอเมอร์

HEMA

1. นำส่วนผสมต่างๆมาผสมกันตามลำดับดังตารางที่ 3.1 และปั่นจนไปด้วย

ตารางที่ 3.1 แสดงอัตราส่วนที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์ที่ไม่มีมอนอเมอร์

สูตรที่	แป้ง แมงลัก (%w/v)	NaOH 0.1 M (ml)	Monomer (ml)	BIS (g)	SMB (g)	APS (g)	อุณหภูมิ ขณะผสม (°C)
1	0.5	5	0	0.19	0.13	0.13	50-60
2	1	5	0	0.19	0.13	0.13	50-60
3	2	5	0	0.19	0.13	0.13	50-60
4	3	5	0	0.19	0.13	0.13	50-60
5	0.5	5	0	0.19	0.13	0.13	28-30
6	1	5	0	0.19	0.13	0.13	28-30
7	2	5	0	0.19	0.13	0.13	28-30
8	3	5	0	0.19	0.13	0.13	28-30

หมายเหตุ Monomer = 2-Hydroxyethyl methacrylate, BIS = N,N'-Methylenebisacrylamide, SMB = Sodium Metabisulphite, APS = Ammonium Persulphate

2. นำไปขึ้นรูปโดยการหล่อเป็นแผ่นฟิล์ม แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50-60 °C

3.3.5 การเตรียมสารเมือกจากเม็ดแมงลักผสมพอลิเมอร์ [19]

ตอนที่ 2 ศึกษาผลของปริมาณสารเมือกจากเม็ดแมงลักที่มีต่อสมบัติของฟิล์ม

1. นำส่วนผสมต่างๆมาผสมกันตามลำดับดังตารางที่ 3.2 และปั่นจนไปด้วย

ตารางที่ 3.2 แสดงอัตราส่วนที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์กับสารเมือกจากเม็ดแมงลัก

สูตรที่	แป้ง แมงลัก (%w/v)	NaOH 0.1 M (ml)	Monomer (ml)	BIS (g)	SMB (g)	APS (g)	อุณหภูมิ ขณะผสม (°C)
9	0	5	5	0.19	0.13	0.13	50-60
10	0.5	5	5	0.19	0.13	0.13	50-60
11	1	5	5	0.19	0.13	0.13	50-60
12	2	5	5	0.19	0.13	0.13	50-60
13	3	5	5	0.19	0.13	0.13	50-60
14	0	5	5	0.19	0.13	0.13	28-30
15	0.5	5	5	0.19	0.13	0.13	28-30
16	1	5	5	0.19	0.13	0.13	28-30
17	2	5	5	0.19	0.13	0.13	28-30
18	3	5	5	0.19	0.13	0.13	28-30

หมายเหตุ Monomer = 2-Hydroxyethyl methacrylate, BIS = N,N'-Methylenebisacrylamide, SMB = Sodium Metabisulphite, APS = Ammonium Persulphate

2. นำไปขึ้นรูปโดยการหล่อเป็นแผ่นฟิล์ม แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50-60 °C

ตอนที่ 3 ศึกษาผลของปริมาณ BIS (crosslink) ที่ลดลงครั้งหนึ่ง ที่มีต่อสมบัติของฟิล์ม

1. นำส่วนผสมต่างๆมาผสมกันตามลำดับดังตารางที่ 3.3 และปั่นจนไปด้วย

ตารางที่ 3.3 แสดงอัตราส่วนที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์กับสารเมือกจากเม็ดแมงลักที่มีการลด

ปริมาณสารเชื่อมโยง

สูตรที่	แป้ง แมงลัก (%w/v)	NaOH 0.1 M (ml)	Monomer (ml)	BIS (g)	SMB (g)	APS (g)	อุณหภูมิ ขณะผสม (°C)
19	0	5	5	0.095	0.13	0.13	50-60
20	0.5	5	5	0.095	0.13	0.13	50-60
21	1	5	5	0.095	0.13	0.13	50-60
22	2	5	5	0.095	0.13	0.13	50-60
23	3	5	5	0.095	0.13	0.13	50-60
24	0	5	5	0.095	0.13	0.13	28-30
25	0.5	5	5	0.095	0.13	0.13	28-30
26	1	5	5	0.095	0.13	0.13	28-30
27	2	5	5	0.095	0.13	0.13	28-30
28	3	5	5	0.095	0.13	0.13	28-30

หมายเหตุ Monomer = 2-Hydroxyethyl methacrylate, BIS = N,N'-Methylenebisacrylamide, SMB = Sodium Metabisulphite, APS = Ammonium Persulphate

2. นำไปขึ้นรูปโดยการหล่อเป็นแผ่นฟิล์ม แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50-60 °C

ตอนที่ 4 ศึกษาผลของปริมาณ SMB และ APS (initiator) ที่ลดลงครั้งหนึ่ง ที่มีต่อสมบัติของฟิล์ม

1. นำส่วนผสมต่างๆมาผสมกันตามลำดับดังตารางที่ 3.4 และปั่นจนไปด้วย

ตารางที่ 3.4 แสดงอัตราส่วนที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์กับสารเมื่อจากเม็ดแมงลักที่มีการลดปริมาณตัวริเริ่มปฏิกิริยา

สูตรที่	แป้งแมงลัก (%w/v)	NaOH 0.1 M (ml)	Monomer (ml)	BIS (g)	SMB (g)	APS (g)	อุณหภูมิขณะผสม (°C)
29	0	5	5	0.19	0.065	0.065	50-60
30	0.5	5	5	0.19	0.065	0.065	50-60
31	1	5	5	0.19	0.065	0.065	50-60
32	2	5	5	0.19	0.065	0.065	50-60
33	3	5	5	0.19	0.065	0.065	50-60
34	0	5	5	0.19	0.065	0.065	28-30
35	0.5	5	5	0.19	0.065	0.065	28-30
36	1	5	5	0.19	0.065	0.065	28-30
37	2	5	5	0.19	0.065	0.065	28-30
38	3	5	5	0.19	0.065	0.065	28-30

หมายเหตุ Monomer = 2-Hydroxyethyl methacrylate, BIS = N,N'-Methylenebisacrylamide, SMB = Sodium Metabisulphite, APS = Ammonium Persulphate

2. นำไปขึ้นรูปโดยการหล่อเป็นแผ่นฟิล์ม แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 50-60 °C



รูปที่ 3.6 แสดงการปั่นกวนขณะเตรียมฟิล์มไฮโดรเจล

3.4 การทดสอบสมบัติของฟิล์มไฮโดรเจล

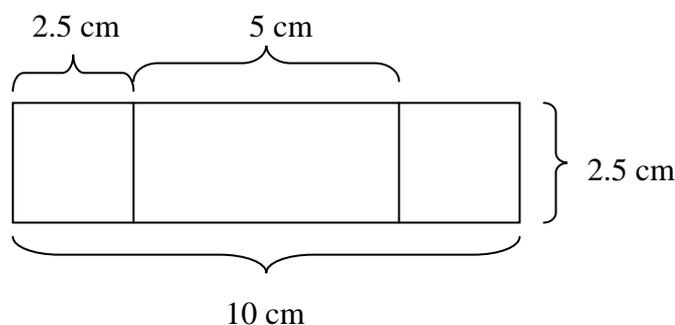
3.4.1. การตรวจหาหมู่ฟังก์ชัน

นำตัวอย่างที่เตรียมได้มาทำการตรวจวิเคราะห์โดยเครื่องอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี ในช่วงความยาวคลื่น $400-4000\text{ cm}^{-1}$ ตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน

3.4.2 การทดสอบเชิงกล [22]

สมบัติทางด้านการดึง (tensile properties) ได้แก่ การทนแรงดึง ร้อยละการดึงยืด ณ จุดขาด ตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด $2.5 \times 10\text{ cm}$ นำชิ้นงานมาแช่น้ำก่อน 10 นาที เนื่องจากการใช้งานต้องนำไปแช่ในน้ำหรือยา ก่อน ทดสอบโดยใช้เครื่องทดสอบแรงดึงใช้ชิ้นงานทดสอบตัวอย่างละ 8 ชิ้น (ASTM D882) สภาวะการทดสอบเป็นดังนี้

Load cell 100 N Test speed 5 mm/min Gauge length 5 cm



รูปที่ 3.7 แสดงขนาดชิ้นงานที่ใช้ทดสอบสมบัติเชิงกล

3.4.3 การทดสอบอัตราการดูดซับน้ำ [25]

นำชิ้นงานมาตัดเป็นแผ่นสี่เหลี่ยม 2×4 cm ให้ขนาดเท่ากัน นำไปซั่งเพื่อให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน แล้วนำไปใส่ของตาข่ายโลหะที่น้ำสามารถผ่านเข้าออกได้ นำไปแช่น้ำ โดยชิ้นงานต้องจมน้ำ นำขึ้นมาชั่งน้ำหนักทุกๆ 10 นาที เพื่อดูอัตราการดูดซับน้ำจนน้ำหนักคงที่ จากนั้นนำของเดิมไปต้มในน้ำร้อน 3 ชั่วโมง นำไปอบจนได้น้ำหนักคงที่ แล้วชั่งหาส่วนไม่ละลาย นำไปต้มในน้ำร้อนอีกครั้ง แล้วนำมาอบจนได้น้ำหนักคงที่ หลังจากนั้นนำชิ้นงานมาสกัดด้วยเมทานอลต่อเป็นเวลา 5 ชั่วโมงโดยใช้ soxhlet ดังรูปที่ 3.7 นำมาอบให้แห้งแล้วชั่งน้ำหนัก (เนื่องจากมีการใช้ค่าจำกัดความที่หลากหลาย เช่น % Swelling index, % Swelling capacity, % Swelling ratio, % Water uptake และ % Swelling ในการทดลองนี้จึงขอใช้คำว่า % Swelling และนำไปคำนวณจากสูตร)

$$\% \text{ Swelling} = \frac{\text{น้ำหนักฟิล์มหลังแช่น้ำ} - \text{น้ำหนักฟิล์มแห้งก่อนแช่น้ำ}}{\text{น้ำหนักฟิล์มแห้งก่อนแช่น้ำ}} \times 100$$

$$\% \text{ Gel fraction} = \frac{\text{น้ำหนักแห้งคงเหลือหลังสกัดด้วยน้ำและเมทานอล}}{\text{น้ำหนักฟิล์มแห้งก่อนสกัด}} \times 100$$



รูปที่ 3.8 แสดงการสกัดฟิล์มไฮโดรเจลด้วยเมทานอล ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



รูปที่ 3.9 แสดงการระเหยเมทานอลที่ได้จากการสกัดฟิล์มไฮโดรเจล

3.4.4 การทดสอบสมบัติทางความร้อน

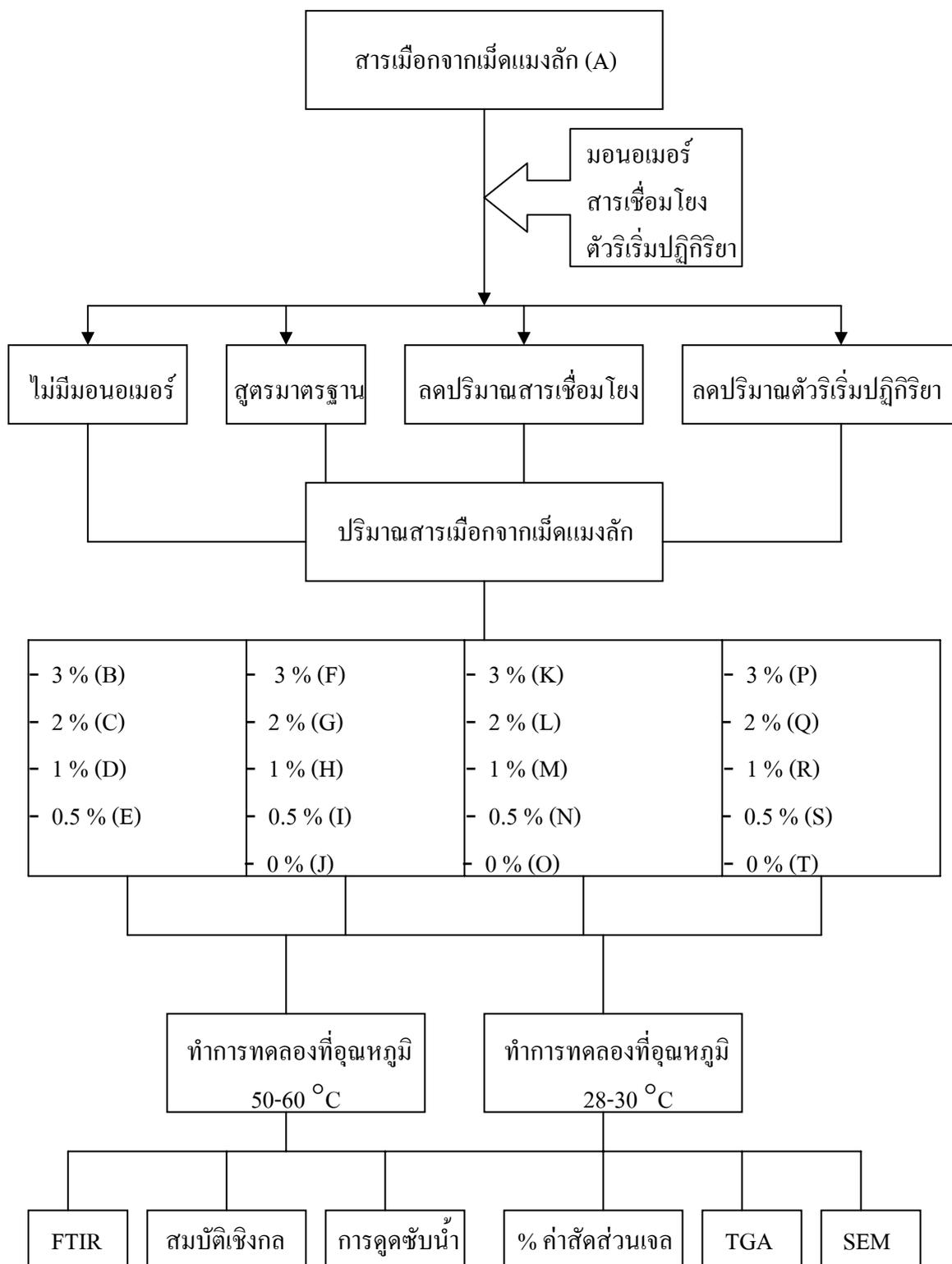
ใช้ TGA วิเคราะห์ความสามารถทนความร้อนของฟิล์มไฮโดรเจลที่ผสมสารเมือกจากเม็ดแมงลักและวัดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักสารซึ่งสามารถหาค่าประกอบคร่าวๆได้ โดยนำชิ้นงานมาตัดเป็นชิ้นเล็กๆ สภาวะการทดสอบเป็นดังนี้

Heating rate 20 °C/min ช่วงอุณหภูมิ 50 – 500 °C ภายใต้สภาวะก๊าซไนโตรเจน

3.4.5 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

ศึกษาการกระจายตัวของสารเมือกจากเม็ดแมงลักในพอลิเมอร์ ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มไฮโดรเจลก่อนและหลังการสกัดด้วยน้ำและเมทานอล โดยนำแผ่นฟิล์มไฮโดรเจลมาตัดเป็นชิ้นขนาดเล็กแล้วนำไปเคลือบด้วยทองคำ หลังจากนั้นนำไปส่องดูพื้นผิวของฟิล์มไฮโดรเจลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) รุ่น Mx 2500 s บริษัท Camscan Maxim

3.5 สรุปแผนผังการเตรียมฟิล์มไฮโดรเจล



รูปที่ 3.10 แสดงสรุปแผนผังการเตรียมฟิล์มไฮโดรเจล