

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 ขอบเขตการทดลอง

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายในการเตรียมฟิล์มพลาสติกที่มีความสามารถในการย่อยสลายได้ โดยทำการเตรียมฟิล์มพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (LLDPE) ผสมเจลาติน โดยทำการปรับปรุงความสามารถในการเข้ากันได้ระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้นกับเจลาตินด้วยกัน 2 วิธีคือ การใช้สารช่วยผสมและการดัดแปรทางเคมีของเจลาตินโดยการใช้ เอสเทอร์ของกรดไขมัน จากนั้นทำการผสมและขึ้นรูปเป็นฟิล์มพลาสติก และนำมาตรวจสอบ ลักษณะทางกายภาพและสมบัติต่างๆตลอดจนทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ ของฟิล์มพลาสติกที่เตรียมได้ ดังแสดงตามแผนการทดลองในรูปที่ 3.1



คุรุณวิทย์วิทยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2 การเตรียมฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้นผสมเจลาติน

ในการเตรียมฟิล์มพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น หรือที่เรียกว่า LLDPE ผสมเจลาตินนั้น เริ่มจากการนำเจลาตินซึ่งมีลักษณะเป็นเม็ด (granules) หยาบๆ มาทำการบดเจลาตินให้มีขนาดเล็กลง โดยใช้หม้อบด (ball mill) แล้วจึงนำผงเจลาตินที่ได้มาผสมและขึ้นรูปกับเม็ดพลาสติก LLDPE โดยใช้เครื่องผสม 2 ลูกกลิ้ง (two roll mill) ดังรายละเอียดต่อไปนี้

สารเคมีและวัตถุดิบ

1. เจลาตินจากบริษัท โกดัก ประเทศสหรัฐอเมริกา
2. เม็ดพลาสติกพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (LLDPE) จากบริษัท ไทยโพลิเอทิลีน จำกัด
3. พอลิเอทิลีนกราฟต์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (PE-g-MA) จากบริษัทดูปองต์ ประเทศสหรัฐอเมริกา

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องบดบอลล์มิลล์
2. หม้อบดเซรามิก
3. ลูกบดเซรามิก
4. เครื่องผสม 2 ลูกกลิ้ง (two roll mill)
5. เครื่องวัดความหนาของฟิล์ม (dial thickness)

ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 การเตรียมเจลาติน

นำเจลาตินซึ่งมีลักษณะเป็นเม็ดหยาบๆ มาบดให้มีขนาดเล็กลง โดยนำเจลาตินใส่ลงในหม้อบดที่มีลูกบด บดเป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นนำเจลาตินออกมารองผ่านตะแกรงร่อนที่มีความละเอียด 120 เมช(mesh) จะได้ผงเจลาตินที่มีขนาดประมาณ 125 ไมครอน นำเจลาตินที่ได้ไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง ก่อนนำไปใช้งาน

3.2.2 การผสมและขึ้นรูปฟิล์มพลาสติก

การผสมและขึ้นรูปฟิล์มพลาสติกทำโดยใช้เครื่องผสม 2 ลูกกลิ้ง โดยทำการผสมเม็ดพลาสติก LLDPE กับเจลาตินที่ผ่านการบดจนมีขนาดเล็กประมาณ 125 ไมครอน ในอัตราส่วน LLDPE ต่อเจลาติน 100:0, 95:5, 90:10, 85:15 และ 80:20 ลงในเครื่องผสม 2 ลูกกลิ้ง โดยตั้งสภาวะเครื่องผสม 2 ลูกกลิ้ง ที่อุณหภูมิลูกกลิ้งลูกหน้า 140 องศาเซลเซียส และลูกกลิ้งลูกหลัง 130 องศาเซลเซียส โดยเริ่มต้นเมื่อใส่เม็ดพลาสติก LLDPE ลงไปในเครื่องผสม 2 ลูกกลิ้งแล้วรอจนเม็ดพลาสติกหลอมเหลวก่อน จึงเติมผงเจลาตินปริมาณตามอัตราส่วนที่กล่าวไว้ ทำการผสมเป็นเวลาประมาณ 10 นาที เพื่อให้ LLDPE และเจลาตินมีความเข้ากัน จากนั้นทำการปรับช่องว่างระหว่างลูกกลิ้งให้ได้ระยะ 0.25 มิลลิเมตร ดึงของผสมออกมาเป็นฟิล์ม ทิ้งไว้ให้เย็นแล้ววัดความหนาอีกครั้งด้วยเครื่องวัดความหนาฟิล์ม (dial thickness)

สำหรับกรณีที่ต้องการปรับปรุงความสามารถในการเข้ากันได้ระหว่าง LLDPE กับเจลาติน โดยการใช้สารช่วยผสม ในที่นี้คือ พอลิเอทิลีนกราฟต์มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (PE-g-MA) ทำได้โดยการผสมเม็ดพลาสติก LLDPE กับเจลาตินตามสภาวะที่กล่าวมาแล้วข้างต้นเป็นเวลาประมาณ 5 นาที แล้วจึงเติม PE-g-MA ปริมาณ 5, 10, และ 15 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเจลาตินตามลงไป จากนั้นจึงทำการผสมต่อไปอีกประมาณ 10 นาที รวมระยะเวลาในการผสมทั้งสิ้นประมาณ 15 นาทีแล้วดึงของผสมออกมาเป็นฟิล์ม รอจนเย็นแล้ววัดความหนาด้วยเครื่องวัดความหนาฟิล์ม

3.3 การเตรียมฟิล์มพลาสติกระหว่างพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (LLDPE) กับเจลาตินที่ผ่านการดัดแปรทางเคมีโดยใช้เอสเทอร์ของกรดไขมัน²⁴⁻²⁵

การปรับปรุงความสามารถในการเข้ากันได้ระหว่าง LLDPE กับเจลาติน อีกวิธีหนึ่งคือ การดัดแปรทางเคมีของเจลาตินโดยใช้เอสเทอร์ของกรดไขมัน โดยเริ่มจากการสังเคราะห์เอสเทอร์ของกรดไขมัน ซึ่งในการทดลองนี้คือ N-Hydroxysuccinimide Ester ของกรดลอริก แล้วนำเอสเทอร์ของกรดลอริกที่ได้มาทำการดัดแปร (modify) เจลาติน จากนั้นทำการผสมและขึ้นรูปเม็ดพลาสติก LLDPE กับเจลาตินที่ผ่านการดัดแปรทางเคมีเป็นฟิล์มพลาสติก

ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การสังเคราะห์ N-Hydroxysuccinimide Ester ของกรดลอริก

สารเคมี

1. กรดลอริก (Lauric acid)
2. ไฮดรอกซีซัคซิไมด์ (N-Hydroxysuccinimide)
3. เอทิลอะซิเตต (Ethyl acetate)
4. ไดไซโคลเฮกซิลคาร์โบไดอิมายด์ (Dicyclohexylcarbodiimide : DCC)
5. เอทานอล (Ethanol)

อุปกรณ์

1. ขวด 3 คอ
2. ขวด 1 คอ
3. เทอร์โมมิเตอร์ 100 °C
4. ข้อต่อไนโตรเจน
5. แท่งกวนแม่เหล็ก (magnetic bar)
6. heating mantle
7. กรวยกระเบื้อง (funnel)
8. อุปกรณ์ดูด (suction)
9. ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask)
10. บีกเกอร์
11. vacuum flask
12. iced bath
13. sintered glass funnel
14. กระดาษกรอง
15. เครื่อง rotary vacuum

วิธีการทดลอง

- 1) เตรียมสารละลายของ N-Hydroxysuccinimide (3.54 กรัม , 30 mmol) ในเอทิลอะซิเตต (130 มิลลิลิตร) แล้ว เติมกรดลอริก (6 กรัม , 30มิลลิโมล) ลงไป โดยสารละลายทั้งหมดบรรจุอยู่ในขวด 3 คอ
- 2) เติมสารละลายของ dicyclohexylcarbodiimide (6.18 กรัม , 30 mmol) ในเอทิลอะซิเตต (10 มิลลิลิตร) ลงไปในขวด 3 คอ
- 3) กวนของผสมที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- 4) จากนั้นกรองเอา dicyclohexylurea ออกโดยใช้เครื่อง suction
- 5) นำสารละลายที่ได้เข้าเครื่อง rotary vacuum เพื่อกำจัดตัวทำละลายที่หลงเหลือออกจะได้ผลึกสีขาว
- 6) ทำการตกผลึกซ้ำ (recrystallization) ด้วยเอทานอล จะได้ N-Hydroxysuccinimide ester ของกรดลอริกบริสุทธิ์ ที่มีจุดหลอมเหลวประมาณ 75°C

3.3.2 การตัดแปรทางเคมีของเจลาตินด้วยเอสเทอร์ของกรดลอริก

ในขั้นตอนนี้เป็นการนำเอาเอสเทอร์ของกรดไขมัน ที่สังเคราะห์ได้จากขั้นตอนที่ 1 มาทำการตัดแปรเจลาติน เพื่อให้เจลาตินผ่านการตัดแปรมีส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) เพิ่มขึ้นอันเนื่องมาจากส่วนที่เป็นกรดไขมัน ทำให้เจลาตินมีความสามารถในการเข้ากันได้กับ LLDPE มากขึ้น

สารเคมี

1. เจลาติน
2. N-hydroxysuccinimide ester ของกรดลอริก ที่ได้จากข้อ 1
3. โดเมทิลซัลฟอกไซด์ (DMSO)
4. เอทานอล
5. เอทิลอะซิเตต
6. น้ำบริสุทธิ์ปราศจากไอออน

อุปกรณ์

1. เครื่องเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (centrifugator)
2. ขวด 3 คอ
3. บีกเกอร์

4. เทอร์โมมิเตอร์
5. ข้อต่อไนโตรเจน
6. แท่งกวนแม่เหล็ก
7. เครื่อง freeze-dry

วิธีการทดลอง

- 1) เติมเอสเทอร์ของกรดลอริก 0.4 มิลลิโมลต่อกรัมของเจลาติน ลงในสารละลายของเจลาตินในไดเมทิลซัลฟอกไซด์ (DMSO) ที่บรรจุอยู่ในขวด 3 คอ
- 2) ทำปฏิกิริยาภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง
- 3) จากนั้นนำของผสมมาตกตะกอนโดยการเติมเอทานอลเย็น (0°C) ปริมาณ 2 เท่าของของผสม
- 4) นำตะกอนที่ได้ไปเข้าเครื่องเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง (centrifugator) เพื่อเป็นการกำจัดตัวทำละลาย แล้วล้างตะกอนที่ได้ด้วยเอทานอลเย็น
- 5) นำตะกอนที่ได้ไปแขวนลอย (suspending) ในเอทิลอะซีเตตอุณหภูมิ 60°C 3 ครั้ง เพื่อกำจัดเอสเทอร์ กรดไขมันอิสระ และ N-Hydroxysuccinimide ที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยา
- 6) นำตะกอนที่ได้ละลายในน้ำบริสุทธิ์ที่ปราศจากไอออน (deionized water) แล้วนำไปทำให้แห้งโดยวิธี freeze-drying จะได้เป็น white cake ซึ่งก็คือ เจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีแล้วนั่นเอง

3.3.3 การขึ้นรูปฟิล์มพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้นผสมเจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วยเอสเทอร์ของกรดไขมัน

ในขั้นตอนนี้เป็นการนำเจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วยเอสเทอร์ของกรดลอริก มาผสมและกับเม็ดพลาสติก LLDPE แล้วขึ้นรูปเป็นฟิล์มพลาสติกโดยทำการขึ้นรูปแบบเดียวกันกับการขึ้นรูปฟิล์มพลาสติก LLDPE ผสมเจลาตินที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรดังที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อที่ 3.2

สารเคมีและวัตถุดิบ

1. เจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วย N-hydroxysuccinimide ester ของกรดลอริก
2. เม็ดพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำเชิงเส้น (LLDPE) จากบริษัท ไทยโพลีเอทิลีน จำกัด

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. เครื่องผสม 2 ลูกกลิ้ง
2. เครื่องวัดความหนาฟิล์ม

วิธีการทดลอง

เติมพลาสติก LLDPE ลงในเครื่องผสม 2 ลูกกลิ้ง ที่ตั้งสภาวะอุณหภูมิการขึ้นรูปของลูกกลิ้งลูกหน้า 140 องศาเซลเซียส และลูกกลิ้งลูกหลัง 130 องศาเซลเซียส รอจนเม็ดพลาสติกหลอมเหลว จึงเติมเจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีปริมาณตามอัตราส่วน 95:5, 90:10, 85:15, และ 80:20 ลงไป ทำการผสมเป็นเวลา 15 นาที ปรับช่องว่างระหว่างลูกกลิ้งให้ได้ระยะ 0.25 มิลลิเมตร ดึงของผสมออกมาเป็นฟิล์ม ทิ้งไว้ให้เย็นแล้ววัดความหนาอีกครั้งด้วยเครื่องวัดความหนาฟิล์ม

อนึ่งในขั้นตอนนี้พบว่า การผสมเจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วยเอสเทอร์ของกรดลอริกกับเม็ดพลาสติก LLDPE ไม่สามารถดึงของผสมออกมาเป็นฟิล์มได้ เนื่องจากเจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วยวิธีนี้ หลอมเหลวติดกับลูกกลิ้งทั้ง 2 ลูก จนไม่สามารถดึงออกมาเป็นฟิล์มได้ ดังนั้นในขั้นตอนการตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มพลาสติก LLDPE ผสมเจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วยเอสเทอร์ของกรดลอริก จึงไม่สามารถทำได้ ดังนั้นจึงขอไม่กล่าวถึงการตรวจสอบสมบัติของฟิล์มชนิดนี้ โดยจะทำการตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มพลาสติก เฉพาะฟิล์มพลาสติก LLDPE ผสมเจลาตินที่ไม่ได้ผ่านการตัดแปรทางเคมี และฟิล์มพลาสติก LLDPE ผสมเจลาตินที่เติมสารช่วยผสมเท่านั้น

3.4 การวิเคราะห์สมบัติของเจลาติน

เจลาตินที่นำมาใช้ในการทดลองนี้ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์มาจากบริษัทโกดักได้ถูกนำมาวิเคราะห์สมบัติเฉพาะตัวต่างๆ ดังนี้ คือ ลักษณะรูปร่างของเจลาติน ขนาดอนุภาค โครงสร้างทางเคมี ความหนาแน่น และสมบัติทางความร้อน และยังทำการตรวจสอบสมบัติของเจลาตินที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วยเอสเทอร์ของกรดลอริกด้วย

3.4.1 การวิเคราะห์สมบัติของเจลาตินภายหลังการอบ

3.4.1.1 การตรวจสอบลักษณะ รูปร่าง และขนาดอนุภาค ของเจลาตินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope:SEM)

นำเจลาตินที่ผ่านการอบจนมีขนาดเล็กประมาณ 125 ไมครอน มาส่องดูลักษณะ รูปร่าง และขนาดของอนุภาค โดยนำเจลาตินมายัดติดบนแท่นวางชิ้นงาน ทำการเคลือบผิวด้วยทอง แล้วนำไปส่องดูลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM-5410 LV ที่กำลังขยาย 100 และ 600 เท่า

3.4.1.2 การทดสอบหาความหนาแน่นของเจลาติน

ทำการหาความหนาแน่นของเจลาตินด้วยพิคโนมิเตอร์ (Picnometer) ที่รู้ปริมาตร (V_p) โดยชั่งน้ำหนักเจลาตินที่แน่นอน (W_G) แล้วใส่ในขวดพิคโนมิเตอร์ จากนั้นเติมสารละลายที่รู้ความหนาแน่นที่แน่นอน (ρ_D) และไม่ทำละลายเจลาติน ในที่นี่ใช้สารละลายไดเอทิลอีเทอร์ (diethyl ether) ชั่งน้ำหนักของขวดพิคโนมิเตอร์ที่มีเจลาตินและสารละลายไดเอทิลอีเทอร์ (W_{D+G}) และหาปริมาตรของเจลาตินได้จากความแตกต่างของปริมาตรสารละลายไดเอทิลอีเทอร์ในขวดพิคโนมิเตอร์ (V_D) และปริมาตรของสารละลายไดเอทิลอีเทอร์ที่ถูกเจลาตินแทนที่ (V_{D+G}) และสามารถคำนวณหาความหนาแน่นของเจลาตินได้จากสมการ 3.1

$$\rho_G = \frac{W_G}{V_D - (W_{D+G} / \rho_D)} \quad (3.1)$$

- เมื่อ
- ρ_G คือ ความหนาแน่นของเจลาติน (กรัม/ลบ.ซม.)
 - W_G คือ น้ำหนักของเจลาติน (กรัม)
 - V_D คือ ปริมาตรของสารละลายไดเอทิลอีเทอร์ในขวดพิคโนมิเตอร์
 - W_{D+G} คือ น้ำหนักของสารละลายไดเอทิลอีเทอร์ที่ถูกแทนที่ด้วยเจลาติน (กรัม)
 - ρ_D คือ ความหนาแน่นของสารละลายไดเอทิลอีเทอร์ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.71 กรัม/ลบ.ซม.

3.4.1.3 การตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR)

ตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของเจลาตินที่ผ่านการบดแล้ว ด้วยเครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy โดยนำเจลาตินที่ผ่านการบดจนมีขนาดอนุภาคประมาณ 100-120 ไมโครเมตร บดผสมกับโปแตสเซียมโบรไมด์ในอัตราส่วน 1 ต่อ 10 แล้วอัดเป็นแผ่นกลมใสเพื่อใช้ในการทดสอบ

3.4.1.4 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเจลาติน

เจลาตินที่นำมาใช้ในการทดลองถูกนำมาตรวจสอบสมบัติและพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer :TGA) เพื่อศึกษาถึงเสถียรภาพทางความร้อน (thermal stability) และอุณหภูมิการสลายตัว (decomposition temperature, T_d) ซึ่งเป็นอุณหภูมิมีความสำคัญในการนำเจลาตินไปขึ้นรูปและการนำไปใช้งาน และทำการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter:DSC) เพื่อตรวจสอบค่าพลังงานความร้อน และอุณหภูมิที่วัสดุเกิดการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ หรือการเปลี่ยนแปลงทางเคมี เช่น อุณหภูมิการหลอมเหลว อุณหภูมิการกลายตัว อุณหภูมิการเกิดผลึก การเปลี่ยนเฟส การเปลี่ยนและการเกิดผลึก เป็นต้น ซึ่งมีความสำคัญต่อการขึ้นรูป และการนำไปใช้งานเช่นเดียวกัน

3.4.1.4.1 การตรวจสอบด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer:TGA)

ตรวจสอบสมบัติเสถียรภาพทางความร้อนและอุณหภูมิการสลายตัวของเจลาตินด้วยเครื่อง TGA รุ่น TGA 7 Perkin-Elmer โดยการนำเจลาติน ประมาณ 5-10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียม ตั้งสภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 50 องศาเซลเซียส แล้วเพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสจนถึง 600 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที และทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

3.4.1.4.2 การตรวจสอบด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter:DSC)

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเจลาตินด้วยเครื่อง DSC รุ่น DSC 7 Perkin-Elmer โดยนำเจลาติน ที่มีน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียม (DSC Pan) ซึ่งน้ำหนักที่แน่นอนแล้วปิดฝา ตั้งสภาวะทดสอบโดยเพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนถึง 250 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน (heating rate) เท่ากับ 20 องศาเซลเซียส ต่อนาที เพื่อเป็นการกำจัดอิทธิพลต่างๆที่เกิดจากการขึ้นรูปแล้วทำการลดอุณหภูมิจาก 250 จนถึง 50 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเย็นตัว 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นจึงทำการเพิ่มอุณหภูมิอีกครั้ง (second heating) จากอุณหภูมิ 50 ถึง 260 องศาเซลเซียส โดยทำการทดสอบทั้งหมด กระทำภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

3.4.2 การวิเคราะห์สมบัติของเจลาตินที่ผ่านการดัดแปรทางเคมีด้วยเอสเทอร์ของกรดไขมัน

3.4.2.1 การตรวจสอบด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer:TGA)

ตรวจสอบสมบัติเสถียรภาพทางความร้อนและอุณหภูมิการสลายตัวของเจลาตินที่ผ่านการดัดแปรทางเคมีด้วยเครื่อง TGA รุ่น TGA 7 Perkin-Elmer โดยการนำเจลาติน ประมาณ 5-10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียม ตั้งสภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 50 องศาเซลเซียส แล้วเพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสจนถึง 600 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที และทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

3.4.2.2 การตรวจสอบด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter:DSC)

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเจลาตินที่ผ่านการดัดแปรทางเคมี ด้วยเครื่อง DSC รุ่น DSC 7 Perkin-Elmer โดยนำเจลาติน ที่มีน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียม (DSC Pan) ซึ่งน้ำหนักที่แน่นอนแล้วปิดฝา ตั้งสภาวะทดสอบโดยเพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนถึง 250 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศา

เซลเซียสต่อนาที เพื่อเป็นการกำจัดอิทธิพลต่างๆที่เกิดจากการขึ้นรูปแล้วทำการลดอุณหภูมิจาก 250 จนถึง 50 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเย็นตัว 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นจึงทำการเพิ่มอุณหภูมิอีกครั้ง (second heating) จากอุณหภูมิ 50 ถึง 260 องศาเซลเซียส โดยทำการทดสอบทั้งหมดกระทำภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

3.5 การตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มพลาสติก LLDPE ผสมเจลาติน

เนื่องจากฟิล์มพลาสติกที่ทำการขึ้นรูปได้ มีด้วยกัน 2 แบบ คือ ฟิล์มพลาสติก LLDPE ผสมเจลาตินที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปรทางเคมี และฟิล์มพลาสติก LLDPE ผสมเจลาตินที่เติมสารช่วยผสม PE-g-MA ดังนั้นจึงทำการตรวจสอบและวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มพลาสติกที่เตรียมได้ โดยจะทำการตรวจสอบความสามารถในการเข้ากันระหว่าง LLDPE กับเจลาตินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แล้วทำการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วย TGA และ DSC ตามด้วยการทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มพลาสติก

3.5.1 การตรวจสอบความสามารถในการเข้ากันได้ของ LLDPE และเจลาตินด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

ตรวจสอบดูลักษณะพื้นผิวของฟิล์มพลาสติก โดยนำแผ่นฟิล์มมายึดติดบนแท่นวางชิ้นงาน ทำการเคลือบผิวด้วยทอง แล้วนำไปส่องดูลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM-5410 LV ที่กำลังขยาย 100 และ 600 เท่า

3.5.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

3.5.2.1 การตรวจสอบด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer: TGA)

ตรวจสอบสมบัติเสถียรภาพทางความร้อนและอุณหภูมิการสลายตัวของฟิล์มพลาสติก ด้วยเครื่อง TGA รุ่น TGA 7 Perkin-Elmer โดยการนำฟิล์มพลาสติก ที่มีน้ำหนักประมาณ 5-10 มิลลิกรัม บรรจุในภาชนะอลูมิเนียม ตั้งสภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 50 องศาเซลเซียส แล้วเพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนถึง 600 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที และทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

3.5.2.2 การตรวจสอบด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter:DSC)

ตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของฟิล์มพลาสติก ด้วยเครื่อง DSC รุ่น DSC 7 Perkin-Elmer โดยนำฟิล์มพลาสติก ปริมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุในถาดอะลูมิเนียม (DSC Pan) ทำการชั่งน้ำหนักที่แน่นอนแล้วปิดฝา ตั้งสภาวะทดสอบโดยเพิ่มความร้อนจากอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนถึง 250 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาทีเพื่อเป็นการกำจัดอิทธิพลต่างๆที่เกิดจากการขึ้นรูป แล้วทำการลดอุณหภูมิจาก 250 จนถึง 50 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเย็นตัว 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นจึงทำการเพิ่มอุณหภูมิอีกครั้ง (second heat) จากอุณหภูมิ 50 ถึง 260 องศาเซลเซียส โดยการทดสอบทั้งหมดกระทำภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

3.5.3 การทดสอบสมบัติเชิงกล (mechanical properties) ของฟิล์มพลาสติก

นำฟิล์มพลาสติกที่เตรียมได้ซึ่งมีความหนาไม่เกิน 0.25 มิลลิเมตร มาตัดเป็นชิ้นทดสอบรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 15x200 มิลลิเมตร ทดสอบความทนทานต่อแรงดึง ตามมาตรฐาน ASTM D 882 ด้วยเครื่อง Universal Tensile Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K โดยใช้ Load cell ขนาด 100 นิวตัน อัตราเร็วในการดึง 20 มิลลิเมตรต่อนาที และอุณหภูมิในการทดสอบ 23 องศาเซลเซียส โดยทำการทดสอบ 5 ชิ้นงาน ต่อ 1 ตัวอย่าง ระยะระหว่างตัวจับชิ้นงาน (grip distance) เท่ากับ 100 มิลลิเมตร และรายงานผลการทดสอบในรูปของค่าความสามารถในการทนแรงดึง ณ จุดขาด (tensile strength) ความสามารถในการยืดดึง (elongation at break) และค่ามอดุลัสยืดหยุ่น (modulus of elasticity)

ศูนย์วิทยาศาสตร์สุขภาพ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.6 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายได้ทางชีวภาพของฟิล์มพลาสติก LLDPE ผสมเจลาติน

เนื่องจากจุดประสงค์ในการวิจัยนี้คือ การเตรียมฟิล์มที่มีความสามารถในการย่อยสลายได้ทางชีวภาพ จึงได้ทำการทดสอบความสามารถในการย่อยสลายได้ทางชีวภาพของฟิล์มพลาสติกที่เตรียมได้ ด้วย 2 วิธีการดังนี้ คือ

3.6.1 การทดสอบการย่อยสลายด้วยวิธีการใช้น้ำจากบ่อบำบัดน้ำเสียระบบตะกอนเร่ง (Activated Sludge)

นำชิ้นงานรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาด 15 x 200 มิลลิเมตร แช่ในน้ำจากบ่อบำบัดน้ำเสียระบบตะกอนเร่งจากโรงงานยูโนเด็ด เท็กไทล์ มิลล์ ซึ่งบรรจุอยู่ในถังพลาสติกขนาด 90 x 30 x 25 เซนติเมตร และมีการพ่นก๊าซออกซิเจนลงไปจนถึงตลอดเวลาเพื่อเป็นการเลี้ยงจุลินทรีย์ต่างๆที่มีอยู่ในน้ำเสียดังกล่าว ทำการแช่ฟิล์มเป็นระยะเวลา 1 เดือน โดยนำชิ้นงานออกมาตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วย SEM วัดเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญเสียไป (%weight loss) และตรวจสอบสมบัติความทนแรงดึง ทุกๆ 1 สัปดาห์ จนครบ 4 สัปดาห์ ซึ่งจะกล่าวในหัวข้อต่อไป

3.6.2 การทดสอบการย่อยสลายด้วยวิธีการใช้เอนไซม์ (Enzymatic Degradation)

เตรียมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ 0.1 มิลลิโมลาร์ ที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง(pH) เท่ากับ 8.2 ซึ่งเตรียมได้จากไดโปแตสเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (K_2HPO_4) และโปแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (KH_2PO_4) ซึ่งสัดส่วนในการเตรียมสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.2 แล้วจึงเติมเอนไซม์ protease ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักของชิ้นงานลงไป จากนั้นจึงนำฟิล์มพลาสติกรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 15x200 มิลลิเมตร ใส่ลงในขวดที่มีฝาปิด (vial) โดยจะทำการทดสอบเป็นจำนวน 5 ชิ้นงานต่อ 1 ตัวอย่าง แล้วเติมสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ผสมเอนไซม์ที่เตรียมไว้ลงไปจนเต็มขวด โดยทำการทดสอบทั้งสภาวะที่ใส่และไม่ใส่เอนไซม์ (blank) นำขวด vial ที่ปิดฝาเรียบร้อยแล้วจุ่มลงในอ่างน้ำอุ่นอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส นำชิ้นงานออกมาตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วย SEM วัดเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญเสียไป (%weight loss) และตรวจสอบสมบัติความทนแรงดึง ทุก ๆ 1 ชั่วโมง จนกระทั่งครบ 6 ชั่วโมง

จากสมการการแตกตัวของบัพเฟอร์ : $\text{H}_2\text{PO}_4^- + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{H}_3\text{O}^+ + \text{HPO}_4^{2-}$

$$\text{pH} = \text{pK}_a + \log \frac{[\text{เกลือ}]}{[\text{กรด}]} \quad (3.2)$$

[กรด]

โดย pK_a คือ ค่าคงที่ของการแตกตัวของไฮดรอนเนียมไอออน มีค่าเท่ากับ 7.2

[เกลือ] คือ ความเข้มข้นของ K_2HPO_4 ที่แตกตัวเป็น HPO_4^{2-}

[กรด] คือ ความเข้มข้นของ KH_2PO_4 ที่แตกตัวเป็น H_2PO_4^-

$$8.2 = 7.2 + \log \frac{[\text{HPO}_4^{2-}]}{[\text{H}_2\text{PO}_4^-]}$$

$$\text{อัตราส่วนของเกลือส่วนกรด } \frac{[\text{HPO}_4^{2-}]}{[\text{H}_2\text{PO}_4^-]} = \frac{23.99}{1}$$

จากนั้นหาน้ำหนักที่เป็นกรัมของ K_2HPO_4 และ KH_2PO_4 ได้ดังนี้

$$\begin{aligned} \text{K}_2\text{HPO}_4 \text{ (กรัม)} &= \frac{\text{เกลือ}}{\text{เกลือ+กรด}} \times \text{ความเข้มข้นของบัพเฟอร์} \times \text{น้ำหนักโมเลกุลของ } \text{K}_2\text{HPO}_4 \\ &= \frac{23.99}{23.99+1} \times 0.1 \times 10^{-3} \times 174.18 = 0.0167 \text{ กรัม} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{KH}_2\text{PO}_4 \text{ (กรัม)} &= \frac{\text{เกลือ}}{\text{เกลือ+กรด}} \times \text{ความเข้มข้นของบัพเฟอร์} \times \text{น้ำหนักโมเลกุลของ } \text{KH}_2\text{PO}_4 \\ &= \frac{1}{23.99+1} \times 0.1 \times 10^{-3} \times 136.09 = 5.445 \times 10^{-4} \text{ กรัม} \end{aligned}$$

3.7 การตรวจสอบความสามารถในการย่อยสลายด้วยวิธี Activated Sludge และวิธีการใช้เอนไซม์

จากการทดสอบการย่อยสลายทางชีวภาพของฟิล์มพลาสติกทั้ง 2 วิธี นำฟิล์มออกมาตรวจสอบสมบัติที่เปลี่ยนแปลงไป โดยตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วย SEM เปรอ์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญเสียไป และสมบัติความทนแรงดึง

3.7.1 การตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของฟิล์มพลาสติกภายหลังจากการย่อยสลาย

ทำการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มพลาสติกภายหลังจากการย่อยสลายด้วยวิธี Activated Sludge และวิธีการใช้เอนไซม์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยนำแผ่นฟิล์มพลาสติกมายึดติดบนแท่นวางชิ้นงาน ทำการเคลือบผิวด้วยทอง แล้วนำไปส่องดูลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM-5410 LV

3.7.2 การตรวจสอบน้ำหนักที่สูญเสียไปของฟิล์มพลาสติกภายหลังจากการย่อยสลาย

ทำการตรวจสอบน้ำหนักที่สูญเสียไปของฟิล์มพลาสติกภายหลังจากการย่อยสลายทั้ง 2 วิธีที่กล่าวมา โดยต้องชั่งน้ำหนักของฟิล์มพลาสติกก่อนการย่อยสลายเปรียบเทียบกับน้ำหนักของฟิล์มภายหลังจากการย่อยสลาย สำหรับเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญเสียไปสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.3 ดังนี้คือ

$$\text{เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญเสียไป} = \frac{\text{น้ำหนักก่อนแช่} - \text{น้ำหนักหลังแช่}}{\text{น้ำหนักก่อนแช่}} \times 100 \quad (3.3)$$

3.7.3 การทดสอบสมบัติความทนแรงดึงของฟิล์มพลาสติกภายหลังจากการย่อยสลาย

นำชิ้นงานพลาสติกภายหลังจากการย่อยสลายทั้ง 2 วิธี ที่กล่าวมา มาทดสอบสมบัติความทนแรงดึง ด้วยเครื่อง Universal Tensile Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K ตามมาตรฐาน ASTM D 882 เช่นเดียวกับที่กระทำกับฟิล์มพลาสติกที่ไม่ผ่านการย่อยสลาย โดยใช้ Load cell ขนาด 100 นิวตัน อัตราเร็วในการดึง 20 มิลลิเมตรต่อนาที และอุณหภูมิในการทดสอบ 23 องศาเซลเซียส โดยทำการทดสอบ 5 ชิ้นงาน ต่อ 1 ตัวอย่าง ระยะระหว่างตัวจับชิ้นงาน (grip distance) เท่ากับ 100 มิลลิเมตร และรายงานผลการทดสอบในรูปของค่าความสามารถในการทนแรงดึง ความสามารถในการยืดดึงที่จุดขาด (elongation at break) และค่ามอดุลัสยืดหยุ่น (modulus of elasticity) จากนั้นนำผลการทดสอบของฟิล์มพลาสติกทั้งก่อนและหลังการย่อยสลายมาเปรียบเทียบกัน