

บทที่ 3

ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ขั้นตอนการวิจัย

3.1.1 การเตรียมฟิล์มผสมจากพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่างๆกันด้วยการขึ้นรูปแบบหล่อแบบ (solution casting) ที่อุณหภูมิห้อง

3.1.2 การศึกษาความเข้ากันได้ของฟิล์มผสมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสทุกอัตราส่วน

3.1.3 การศึกษาผลจากการอบฟิล์ม และทดสอบสมบัติของฟิล์มผสมทุกอัตราส่วน

3.1.3.1 สมบัติเชิงกล ได้แก่ ความทนแรงดึง และการยืดตัว

3.1.3.2 สมบัติทางกายภาพ ได้แก่ การดูดความชื้นของฟิล์ม และการละลายน้ำ

3.2 วัตถุประสงค์และสารเคมี

3.2.1 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ใช้ในงานวิจัยได้จากบริษัท Nippon Synthetic Chemical Industry จำกัด มีสมบัติดังนี้

Grade	Commercial (GH-17)
Form	Powder
Colour	White
Hydrolysis (mol .%)	87-89
Viscosity (cps , 4% solution)	27-33

Ash Content (max .%)	0.7
Volaties (max .%)	5
pH	5-7

3.2.2 คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลส

คาร์บอกซิเมทิลเซลลูโลสที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้รับความอนุเคราะห์จาก บริษัท ไทยเซลลูโลสโปรดักส์ จำกัด มีสมบัติดังนี้

Grade	Commercial (for textile)
Form	Powder
Colour	Creamy White
Purity (%)	> 96
D.S.	0.7
Viscosity (cps, 1% solution , 25 ^o C)	100-600
Moisture (%)	< 8

3.2.3 น้ำกลั่น

3.2.4 กลีเซอรอล (glycerol)

3.2.5 ไซลีน (p-xylene)

3.2.6 คาร์บอนเตตระคลอไรด์ (carbontetrachloride)

3.2.7 สารละลายซิงค์คลอไรด์ (zinc chloride)

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือวิจัย

- 3.3.1 แม่แบบกระจกขนาด 15 x 25 เซนติเมตร
- 3.3.2 เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียด 2 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Precisa รุ่น 1000C-300D
- 3.3.3 เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Precisa รุ่น 125A
- 3.3.4 เตาอบยี่ห้อ Memmert รุ่น U15
- 3.3.5 Hot plate ชนิดที่มี magnetic stirrer ยี่ห้อ Framo – Gera Tetechnik รุ่น M21/1
- 3.3.6 Desiccator
- 3.3.7 ไมโครมิเตอร์ ยี่ห้อ Mitutoyo รุ่น M80-25
- 3.3.8 Universal Tester ยี่ห้อ Lloyd รุ่น LR 100 K
- 3.3.9 Optical microscope
- 3.3.10 เทอร์โมมิเตอร์ 0-100 °C
- 3.3.11 อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมสารละลายพอลิเมอร์และการขึ้นรูปฟิล์ม

3.4.1.1 การเตรียมสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เข้มข้น 5 % โดยน้ำหนัก

1. ค่อยๆ เติมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ 10 กรัม ลงในสารละลายน้ำกลั่นที่มีกลีเซอรอล 3 % โดยน้ำหนักจนครบ 200 กรัม ควบคุมอุณหภูมิสารละลายให้คงที่ที่ 85 °C โดยใช้เครื่องอังน้ำ (Water bath) และคนสารละลายตลอดเวลาด้วย magnetic stirrer ความเร็ว 1,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2. ปล่อยให้สารละลายมีอุณหภูมิตกลงจนถึงอุณหภูมิห้อง

3.4.1.2 การเตรียมสารละลายคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเข้มข้น 5 % โดยน้ำหนัก

1. ชั่งคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส 10 กรัม แล้วค่อยๆเติมลงในสารละลายน้ำกลั่น ที่มีกลีเซอรอล 3 % โดยน้ำหนักจนครบ 200 กรัม กวนสารละลายตลอดเวลาด้วย magnetic stirrer ความเร็ว 1,500 รอบต่อนาที และควบคุมอุณหภูมิให้คงที่ที่ 70-75 °C โดยใช้เครื่องอังน้ำเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
2. ปล่อยให้สารละลายมีอุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง

3.4.1.3 การขึ้นรูปฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส

1. ผสมสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เข้มข้น 5 % โดยน้ำหนักกับสารละลายคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสเข้มข้น 5 % โดยน้ำหนัก ด้วยอัตราส่วนพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ต่อคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส เป็น 100 : 0 , 80 : 20 , 60 : 40 , 50 : 50 , 40 : 60 , 20 : 80 และ 0 : 100 ตามลำดับ โดยให้สารละลายแต่ละอัตราส่วนมีปริมาณรวม 35 กรัม
2. กวนสารละลายพอลิเมอร์ผสมด้วย magnetic stirrer ความเร็ว 1,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 90 นาที ที่อุณหภูมิห้อง
3. ตั้งสารละลายที่ได้ทิ้งไว้ประมาณ 48 ชั่วโมง หรือ จนไม่มีฟองอากาศ
4. เทสารละลายพอลิเมอร์ผสมลงในแม่แบบกระจกที่สะอาด ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลาประมาณ 2 วัน
5. ลอกฟิล์มจากแม่แบบแล้วนำเก็บไว้ใน desiccator อย่างน้อย 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปทดสอบใดๆ

3.4.2 การศึกษาความเข้ากันได้ของฟิล์มพอลิเมอร์ผสม

1. ตัดฟิล์มผสมทุกอัตราส่วนและทุกอุณหภูมิที่อบความร้อนขนาด 2 x 2 เซนติเมตร

2. นำไปถ่ายภาพขยายด้วยเครื่องมือ Optical Microscope

3.4.3 การศึกษาผลจากการอบฟิล์มด้วยความร้อนต่อสมบัติของฟิล์มพอลิเมอร์ผสม

1. ตัดฟิล์มพอลิเมอร์ผสม ฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และฟิล์มคาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลส ขนาดที่ต้องการนำไปทดสอบใดๆ
2. นำฟิล์มที่ตัดแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 60°C ความดัน 1 บรรยากาศ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
3. เก็บฟิล์มที่อบแล้วใน desiccator อย่างน้อย 24 ชั่วโมงก่อนนำไปทดสอบ
4. ทำซ้ำข้อ 1-3 แต่เปลี่ยนจากอุณหภูมิ 60°C เป็น 90°C และ 120°C ตามลำดับ

3.4.4 การทดสอบสมบัติเชิงกลของฟิล์มพอลิเมอร์ผสม

ความทนแรงดึง (tensile strength) และการยืดตัว (elongation)

ความทนแรงดึงเป็นความสามารถของวัสดุในการต้านแรงกระทำต่อวัสดุจนกระทั่งวัสดุขาด

- ภาวะทดสอบ

ขนาดฟิล์ม	5 x 100	มิลลิเมตร
อัตราเร็วในการดึง	100	มิลลิเมตรต่อนาที
Gage Length	30	มิลลิเมตร
Load Cell	100	กิโลนิวตัน

- มาตรฐานทดสอบ

ATSM 882-91

-- วิธีทดสอบ

1. ตัดแผ่นฟิล์มขนาด 5 x 100 มิลลิเมตร แล้ววัดความหนาของฟิล์มด้วยไมโครมิเตอร์ บันทึกผล

2. ทดสอบความทนแรงดึงและการยืดตัวของฟิล์ม ด้วยเครื่องทดสอบความทนแรงดึง คือ Lloyd Universal Tester จนกระทั่งฟิล์มขาด

3. ทำการทดลองซ้ำอย่างน้อย 5 ซิน ต่อแผ่นฟิล์ม 1 ตัวอย่าง แล้วนำข้อมูลมาคำนวณดังนี้

$$\begin{aligned} \text{Tensile Strength (MPa)} &= F/A \\ \text{Elongation (\%)} &= \frac{(L - L_0) \times 100}{L_0} \end{aligned}$$

เมื่อ F = แรงดึงสูงสุดที่กระทำต่อแผ่นฟิล์ม
A = พื้นที่หน้าตัดของแผ่นฟิล์ม (ตารางมิลลิเมตร)
L = ความยาวที่เปลี่ยนไปจากเดิม (มิลลิเมตร)
L₀ = ความยาวเดิมของแผ่นฟิล์ม (มิลลิเมตร)

3.4.5 การทดสอบสมบัติทางกายภาพของฟิล์มพอลิเมอร์ผสม

3.4.5.1 การดูความชื้น

ปริมาณความชื้น (equilibrium moisture content) ของฟิล์ม คือ ความชื้นในอากาศที่ฟิล์มดูดซับไว้ภายใต้อุณหภูมิห้องและความชื้นที่กำหนด

1. นำแผ่นฟิล์มที่เก็บใน desiccator ออกมาเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาประมาณ 10 วัน

2. ชั่งน้ำหนักฟิล์ม บันทึกผลเป็น W₁

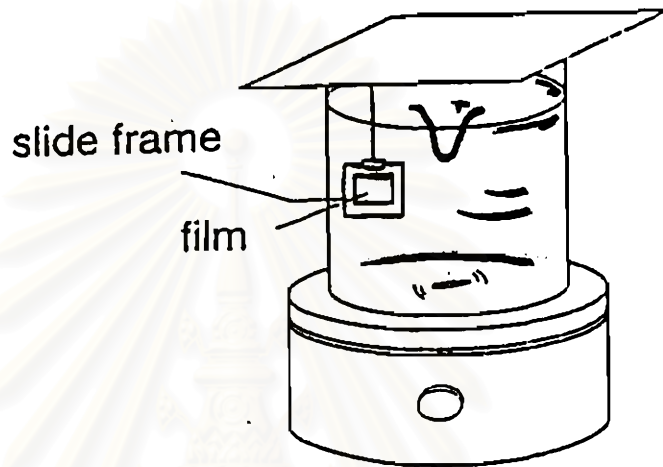
3. นำฟิล์มมาอบที่ 105°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงแล้วนำไปเก็บไว้ใน desiccator ก่อนนำมาชั่ง บันทึกน้ำหนักเป็น W₀

คำนวณการดูความชื้นของฟิล์มดังนี้

$$\text{ปริมาณการดูความชื้นของฟิล์ม (\%)} = \frac{(W_1 - W_0)}{W_1} \times 100$$

3.4.5.2 การละลายน้ำ

1. ตัดแผ่นฟิล์มขนาด 23x34 มิลลิเมตร บรรจุในกรอบสไลด์
2. จุ่มแผ่นกระดาษสไลด์ที่มีฟิล์มอยู่ลงในน้ำกลั่นอุณหภูมิ 25 °C ที่คนตลอดเวลาด้วย magnetic stirrer ความเร็ว 500 รอบต่อนาที ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 การทดสอบการละลายน้ำของฟิล์มพอลิเมอร์ผสม

3. จับเวลาที่แผ่นฟิล์มละลายหมด บันทึกผล

3.4.5.3 ความหนาแน่น

ใช้คอลัมน์ที่มีความหนาแน่นแตกต่าง (density gradient column)

โดยผสมตัวทำละลายอินทรีย์ 2 ชนิดคือไซลีน (ความหนาแน่น 0.859-0.861 g/ml) และคาร์บอนเตตระคลอไรด์ (ความหนาแน่น 1.592-1.595 g/ml) ที่อัตราส่วนต่างๆและใช้น้ำกลั่นกับสารละลายซิงค์คลอไรด์เป็นสารมาตรฐานที่ 25 °C

การเตรียมคอลลอยด์ที่มีความหนาแน่นแตกต่างกัน

1. เตรียมของผสมระหว่างไซลีนกับคาร์บอนเตตระคลอไรด์ 10 ชนิด ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 การเตรียมของผสมที่มีความหนาแน่นต่างๆจากไซลีนกับคาร์บอนเตตระคลอไรด์

ของผสม	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
ไซลีน (ml)	25	23	20	17	14	11	8	5	2	0
คาร์บอนเตตระคลอไรด์ (ml)	0	2	5	8	11	14	17	20	23	25

2. เทของผสมหมายเลข 1 ลงในกระบอกตวงขนาด 250 ml แล้วค่อยๆเติมของผสมหมายเลข 2 ลงไปอย่างช้าๆ อย่าให้ผสมกัน ทำต่อจนครบทั้ง 10 ชนิด

3. ค่อยๆจุ่มแท่งแก้วยาวลงไปคนเบาๆเพียง 1 ครั้ง แล้วนำไปแช่ในอ่างน้ำที่มีอุณหภูมิคงที่ที่ $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$

4. เทียบมาตรฐานด้วยน้ำกลั่นและสารละลายซิงค์คลอไรด์ โดยการหยดสารละลายที่ความเข้มข้น 10%, 20%, 30% และ 40% โดยน้ำหนักที่ทราบความหนาแน่น

แน่นอน อ่านค่าความสูงและนำมาสร้างกราฟมาตรฐานของคอลลอยด์

วิธีทดสอบ

1. ตัดฟิล์มขนาด 5 x 5 มิลลิเมตร
2. ค่อยๆปล่อยฟิล์มลงไปในคอลลอยด์
3. สังเกตระดับที่ฟิล์มจมลงไป บันทึกผล แล้วนำไปเปรียบเทียบหาความหนาแน่นจากกราฟมาตรฐาน
4. ทำการทดลองซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง ต่อแผ่นฟิล์ม 1 ตัวอย่าง