

## บทที่ 3

### ขั้นตอนและวิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.1 ขั้นตอนการวิจัย

แผนภูมิขั้นตอนการวิจัย แสดงในรูปที่ 3.1 ประกอบด้วย 3 ส่วน ดังนี้

3.1.1 การเตรียมฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมของโคโตแซน และไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสที่อัตราส่วนต่าง ๆ ด้วยเทคนิคการหล่อแบบ (casting technique) ที่อุณหภูมิห้อง

3.1.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการอบฟิล์มโคโตแซน ฟิล์มไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส และฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมทุกอัตราส่วน ที่อุณหภูมิ 60 - 120 °C

3.1.3 การทดสอบสมบัติของฟิล์มโคโตแซน ฟิล์มไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส และฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมทุกอัตราส่วน

: สมบัติเชิงกล ได้แก่ ความทนแรงดึง และการยืดตัว

: สมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความชื้นของฟิล์ม ความเป็นผลึก การดูดซึมน้ำ และการละลาย

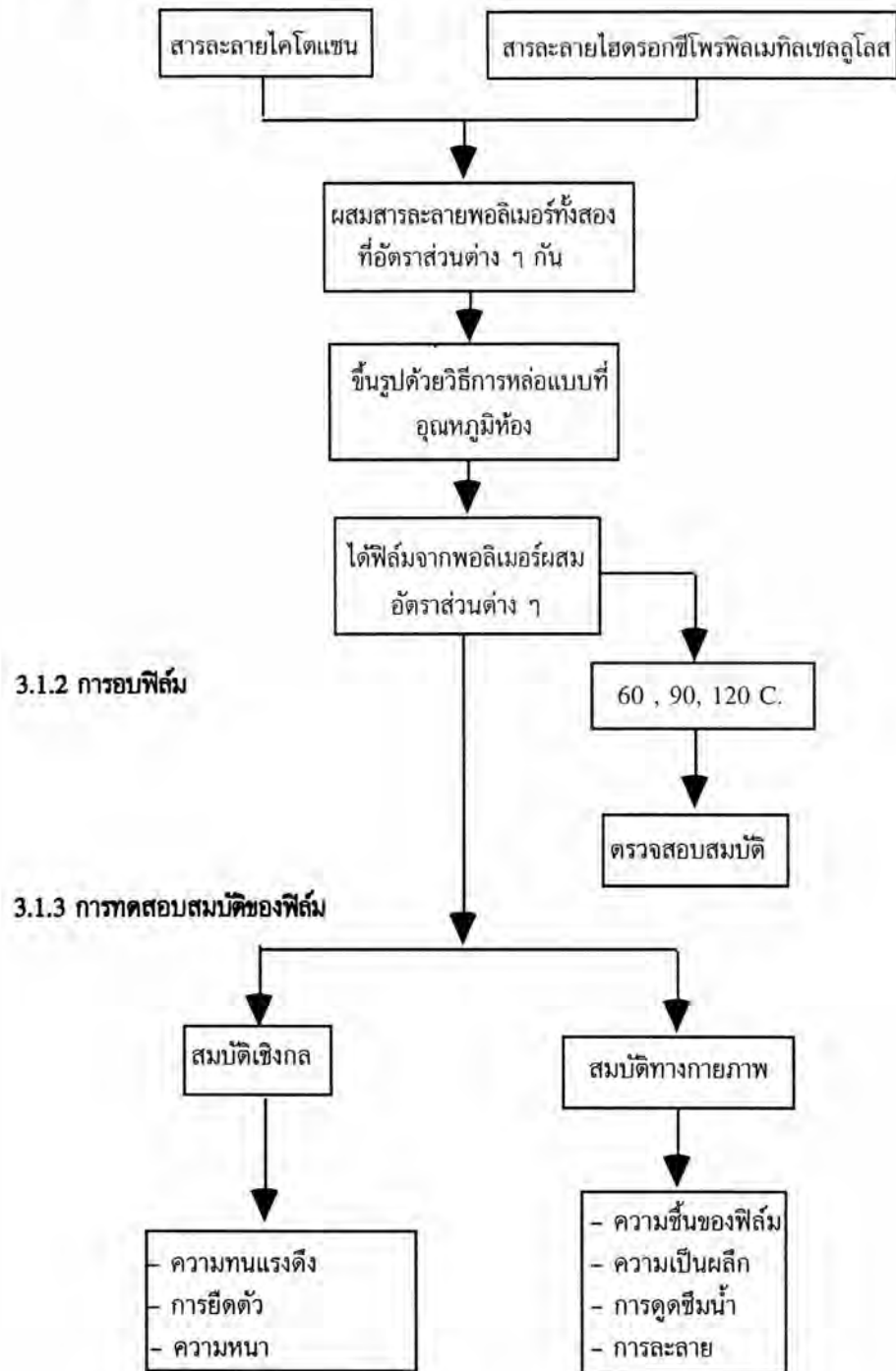
#### 3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

##### 3.2.1 โคโตแซน

โคโตแซนที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้จากบริษัท ยูนิคอร์ด์ จำกัด มีสมบัติดังนี้

Grade	Commercial
Source	Shrimp shells
Form	Flakes
Colour	Creamy white to light yellow
Moisture (%)	12.5
Ash Content (%)	<1.0
Solubility	<5 % insoluble
Deacetylation (%)	78.00
Viscosity (cps)	96.4 (1% in acetic acid)
Heavy Metal Content	<10 ppm

### 3.1.1 การเตรียมฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม



รูปที่ 3.1 แผนภูมิขั้นตอนการวิจัย

### 3.2.2 ไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส

สารนี้เป็นผลิตภัณฑ์จากบริษัท งามาโปรดักชั่น จำกัด มีสมบัติดังนี้

Product Name	Methocel E50LV
Batch No.	KF14012N21
Viscosity (cps)	48
Methoxyl (%)	28.6
Hydroxypropoxyl (%)	8.9
Moisture (%)	1.8
Heavy (%) as Pb (ppm)	<10
Arsenic (ppm)	< 3
pH , 1% Solution in water	7.0
Particle Size (% Through No. 40 Sieve)	100.0

3.2.3 กรดแอซิติค ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) AR grade

3.2.4 กรดไฮโดรคลอริก (HCl) AR grade

3.2.5 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) AR grade

3.2.6 โปแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) AR grade

3.2.7 โปแตสเซียมซอร์เบท ( $\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_2\text{K}$ ) Food grade

3.2.8 น้ำกลั่น

### 3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย

อุปกรณ์/เครื่องมือ	ยี่ห้อ	รุ่น
3.3.1 แม่แบบพลาสติก	ขนาด 11.5x24.5 ซม.	-
3.3.2 เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียด 2 ตำแหน่ง	Precisa	1000C-3000D 0 - 3000 กรัม
3.3.3 เครื่องชั่งไฟฟ้าละเอียด 4 ตำแหน่ง	Precisa	125A 0 - 125 กรัม
3.3.4 เตาอบ	Memmert	U15 30 - 220° ซ
3.3.5 Incubator	Heraeus	B6030 Max. 50° ซ

อุปกรณ์/เครื่องมือ	ยี่ห้อ	รุ่น
3.3.6 Hot plate	Framo-GeraTetechnik	M21/1
3.3.7 pH meter	Cyberscan	pH2000
3.3.8 เครื่องบดสารแบบแห้ง	Retsch	ZM1000
3.3.9 Desiccator	-	-
3.3.10 Micrometer	Mitutoyo	M820-25 0 - 25 มม.
3.3.11 Universal Tester	Instron	Series IX
3.3.12 X-Ray Diffractometer	Philips	PW3710 BASED
3.3.13 อุปกรณ์เครื่องแก้วทั่วไป	-	-

### 3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

#### 3.4.1 การเตรียมสารละลายพอลิเมอร์ และฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม

##### 3.4.1.1 การเตรียมสารละลายโคโตนแซมซัน 1 % โดยน้ำหนัก

1. นำโคโตนมาลดขนาดโดยการบด เพื่อให้ง่ายต่อการเตรียมเป็นสารละลายด้วยเครื่องบดสารแบบแห้ง
2. ชั่งโคโตนที่บดละเอียด 4 กรัม เติมสารละลายกรดแอสติกแซมซันร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก จนครบ 400 กรัม ละลายโดยคนทิ้งไว้ประมาณ 15 ชั่วโมง
3. กรองสารละลายด้วยผ้าขาวบางเพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่เจือปนและโคโตนส่วนที่ไม่ละลายออก

##### 3.4.1.2 การเตรียมสารละลายไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสแซมซัน 1 % โดยน้ำหนัก

1. ค่อย ๆ เติมไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส 4 กรัม ในน้ำกลั่นอุณหภูมิ 70 - 80 °C ปริมาณ 100 กรัม คนสารละลายตลอดเวลาขณะเติม
2. ปลอ่ยให้อุณหภูมิของสารละลายลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จึงเติมน้ำกลั่นให้ครบ 400 กรัม คนสารละลายให้เข้ากันก่อนนำไปใช้งาน

### 3.4.1.3 फिल्मจากพอลิเมอร์ผสมโคโตนและไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลส

1. ผสม 1 %w/w สารละลายโคโตน กับ 1 %w/w สารละลายไฮดรอกซีโพรพิล-เมทิลเซลลูโลส ด้วยอัตราส่วนโดยน้ำหนักของโคโตนต่อไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสเป็น 0:10, 1:9, 3:7, 5:5, 7:3, 9:1 และ 10:0 ปริมาณ 100 กรัม โดยสารละลายพอลิเมอร์ผสมมีความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก

2. คนสารละลายพอลิเมอร์ผสมด้วย magnetic stirrer ที่ความเร็ว 1,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 2 นาที พร้อมกับเติมโซเดียมซอร์เบทร้อยละ 0.02 โดยน้ำหนักของสารละลายพอลิเมอร์ผสม

3. ตั้งสารละลายพอลิเมอร์ผสมทิ้งไว้ จนกระทั่งหมดฟองอากาศ

4. เทสารละลายพอลิเมอร์ผสมลงในแม่แบบพลาสติกที่สะอาด และเรียบ จากนั้นปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาประมาณ 5 วัน

5. ลอกฟิล์มจากแม่แบบ เก็บฟิล์มที่ได้ไว้ใน desiccator ซึ่งควบคุมอุณหภูมิ  $27 \pm 2$  °C และความชื้น  $50 \pm 5\%$  อย่างน้อย 24 ชั่วโมงก่อนนำไปทดสอบ

### 3.4.2 การศึกษาอุณหภูมิในการอบฟิล์มที่มีผลต่อสมบัติของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสม

1. ตัดฟิล์มโคโตน ฟิล์มไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสและฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมขนาดที่ต้องการใช้ในการทดสอบสมบัติใด ๆ

2. อบฟิล์มที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และเก็บฟิล์มไว้ใน desiccator อย่างน้อย 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปทดสอบ

3. ทำเช่นเดียวกันกับ ข้อ 1 - 3 แต่เปลี่ยนอุณหภูมิในการอบเป็น 90°C และ 120°C ตามลำดับ

### 3.4.3 การทดสอบสมบัติของฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ

#### 3.4.3.1 ความทนแรงดึง (tensile strength) และการยืดตัว (elongation)

หมายถึงความสามารถของฟิล์มที่จะต้านทานต่อแรงดึงซึ่งกระทำที่ปลายข้างหนึ่งของแผ่นทดสอบที่มีความกว้างคงที่ จนกระทั่งแผ่นทดสอบนั้นขาด และนำข้อมูลมาคำนวณดังนี้

$$\text{Tensile strength (MPa)} = F/A$$

$$\text{Elongation (\%)} = L/L_0 \times 100$$

เมื่อ  $F$  = แรงดึงสูงสุดที่กระทำต่อแผ่นทดสอบ

$A$  = พื้นที่หน้าตัดของแผ่นทดสอบ (ตารางมิลลิเมตร)

$L$  = ความยาวที่เปลี่ยนไปจากความยาวเดิม (มิลลิเมตร)

$L_0$  = ความยาวเดิมของแผ่นทดสอบ (มิลลิเมตร)

ภาวะทดสอบ :

ขนาดฟิล์ม	5 x 100	มิลลิเมตร
อัตราเร็วในการดึง	10	มิลลิเมตรต่อนาที
Gage length	20	มิลลิเมตร
Load Cell	5	กิโลนิวตัน

มาตรฐานทดสอบ : ASTM D 882-91

วิธีทดสอบ :

1. เตรียมแผ่นฟิล์มทดสอบขนาด 5 x 100 มิลลิเมตร และวัดความหนาด้วยไมโครมิเตอร์ละเอียด 0.001 มิลลิเมตร แล้วบันทึกผล
2. ทดสอบแรงดึงและการยึดตัวของแผ่นฟิล์ม จนกระทั่งแผ่นฟิล์มนั้นขาดด้วยเครื่องทดสอบความทนแรงดึง (Instron Universal Tester)
3. ทดสอบซ้ำ จำนวนแผ่นฟิล์มอย่างน้อย 5 แผ่น ต่อ 1 ตัวอย่าง

#### 3.4.3.2 ความชื้นของฟิล์ม

ความชื้นในอากาศที่แผ่นฟิล์มหรือพอลิเมอร์ดูดซับไว้ เมื่อเก็บแผ่นฟิล์มหรือพอลิเมอร์นั้นภายใต้อุณหภูมิ และความชื้นที่กำหนด

วิธีทดสอบ :

1. นำแผ่นฟิล์มที่ได้ควบคุมไว้ที่อุณหภูมิ  $27 \pm 2$  °C ความชื้นสัมพัทธ์  $50 \pm 5$  % เป็นเวลาอย่างน้อย 24 ชั่วโมง มาชั่งน้ำหนัก บันทึก  $W_{con}$
2. อบฟิล์มที่อุณหภูมิ 105°C เวลา 3 ชั่วโมง แล้วเก็บใน desiccator
3. ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์มอีกครั้ง บันทึก  $W_{dry}$

#### 4. คำนวณปริมาณความชื้นในฟิล์ม ดังนี้

$$\text{ปริมาณความชื้น (\%)} = (W_{\text{con}} - W_{\text{dry}}) / W_{\text{dry}} \times 100$$

#### 3.4.3.3 ความเป็นผลึก

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) ใช้ในการวัดความเป็นผลึกของฟิล์มโคโตนแซน ฟิล์มไฮดรอกซีโพรพิลเมทิลเซลลูโลสและฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมโดยเปรียบเทียบความเป็นผลึกของฟิล์มโคโตนแซนและฟิล์มจากพอลิเมอร์ผสมที่อัตราส่วนต่าง ๆ กัน

เครื่องมือทดสอบ : X-Ray Diffractometer ที่มี

แหล่งกำเนิดแสง	Cu Anode Tube
Generator Tension	40 kV
Generator Current	30 mA

ภาวะทดสอบ :

Start Angle	5.010
End Angle	44.97
Speed Scan ( $\theta$ /S)	0.02

วิธีทดสอบ :

1. เตรียมฟิล์มตัวอย่าง ขนาด 2x2 เซนติเมตร เป็นอย่างน้อย และความหนา 25 ไมโครเมตร - 1 มิลลิเมตร
2. วางฟิล์มลงบนกระจกสไลด์ให้เรียบ
3. นำเข้าเครื่องทดสอบ

#### 3.4.3.4 การดูดซึมน้ำ (water absorption) และการละลาย

การดูดซึมน้ำ หมายถึง ปริมาณน้ำที่ฟิล์มหรือพอลิเมอร์ดูดซึมไว้ในระยะเวลาที่กำหนด วัดค่าเป็นน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของฟิล์มหรือพอลิเมอร์เมื่อดูดซึมน้ำ และวัดค่าการละลายเป็นน้ำหนักที่หายไปของฟิล์มหรือพอลิเมอร์เมื่ออบไล่ น้ำออกจนหมด

## ภาวะทดสอบ :

อุณหภูมิ 37°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

สารละลายที่มีค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ต่างกัน 3 ชนิด คือ

- สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.1 โมลาร์      pH 1.0
- น้ำกลั่น      pH 6.1
- สารละลายบัฟเฟอร์โปแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต      pH 7.4

การเตรียมสารละลายบัฟเฟอร์โปแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต (Clark และ Lubs, 1963) :

1. ปิเปต 50 มิลลิลิตรของสารละลายโปแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟตเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
2. เติม 39.1 มิลลิลิตรของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.1 โมลาร์ ลงในขวดวัดปริมาตรเดิม
3. เติมน้ำกลั่นจนครบ 100 มิลลิลิตร จะได้สารละลายบัฟเฟอร์ที่มี pH 7.4

## วิธีทดสอบ :

1. ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์มทดสอบขนาด 1.5 x 2.0 เซนติเมตร บันทึกค่า  $W_1$
2. แช่แผ่นฟิล์มในขวดพลาสติกที่ตวงน้ำกลั่นไว้ 25 มิลลิลิตร ปิดฝาให้สนิท เก็บไว้ในตู้ควบคุมอุณหภูมิ (Incubator) ที่ 37°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. นำขวดพลาสติกออกจากตู้ควบคุมอุณหภูมิ แล้วชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์มที่ได้ซับน้ำออกด้วยกระดาษกรองแล้ว บันทึกค่า  $W_2$
4. นำแผ่นฟิล์มดังกล่าวอบที่อุณหภูมิ 50-60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. เก็บใน desiccator นำมาชั่งน้ำหนัก บันทึกค่า  $W_3$
6. ทดสอบซ้ำ จำนวนแผ่นฟิล์ม 3 แผ่นต่อ 1 ตัวอย่าง
7. ทดสอบตามข้อ 1-6 อีก โดยเปลี่ยนจากน้ำกลั่นเป็น สารละลายกรดไฮโดรคลอริก และสารละลายบัฟเฟอร์โปแตสเซียมไดไฮโดรเจนฟอสเฟต ตามลำดับจนครบทุกตัวอย่าง
8. คำนวณผลดังนี้

$$\text{การดูดซึมน้ำ (\%)} = (W_2 - W_1) / W_1 \times 100$$

$$\text{การละลาย (\%)} = (W_1 - W_3) / W_1 \times 100$$