บทที่ 3

การทดลอง

3.1 ขั้นตอนการวิจัย

ขั้นตอนการวิจัยมี 4 ขั้นตอน ได้แก่

3.1.1 การเตรียมวัตถุดิบและอุปกรณ์ การปรับปรุงสมบัติของแป้งมันสำปะหลังโดยการไฮโดรลิซิสด้วยกรด และการทดสอบสมบัติของแป้งที่ผ่านการปรับปรุงสมบัติแล้ว

3.1.2 การเตรียมฟิล์มจากพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำผสมกับแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านกระบวนการไฮโดรลิซิสด้วยกรด

3.1.3 การนำฟิล์มจากข้อ 3.1.2 ไปผ่านกระบวนการย่อยสลาย โดยการนำไปฝังดินและวางไว้ในจานเพาะเลี้ยงเชื้อรา

3.1.4 การทดสอบสมบัติของฟิล์มทั้งก่อนและหลังผ่านกระบวนการในข้อ 3.1.3

3.2 สารเคมีและวัตถุดิบ

สารเคมีและวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลองมีดังนี้

1. กรดไฮโดรคลอริก
2. โซเดียมคาร์บอเนต
3. แป้งมันสำปะหลัง และแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรด จาก บริษัทสำปะหลังพัฒนา จำกัด เกรด 026 และ 026H
4. เม็ดพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (Low - Density Polyethylene : LDPE) เกรดสำหรับงานเป่าฟิล์ม (JJ 4324) จาก บริษัท อุตสาหกรรมปิโตรเคมีคัลไทย จำกัด มหาชน
5. เดคาไฮโดรแนฟทาลีน (Decahydronapthalene)
6. PDA (Potato Dextrose Agar)

ตารางที่3.1 สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ เกรด JJ 4324

สมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกล	ค่าที่ระบุ	วิธีการทดสอบ
ดรรชนีการไหล (กรัม/10วินาที)	5.50	ASTM D 1328
ความหนาแน่น (กรัม/ลบ.ซม.)	0.922	ASTM D 1328
ความทนแรงดึง (นิวตัน/ตร.มม.)	> 11.0	ASTM D 1328
การยืดที่จุดขาด (ร้อยละ)	> 600	ASTM D 1328
จุดอ่อนตัวไวแคท (องศาเซลเซียส)	95	ASTM D 1328
ความฝ้า (% max)	< 6.5	ASTM D 1328
ความเงา (% min)	> 95	ASTM D 1328

3.3 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองมีดังนี้

	แบบ/รุ่น	ผู้ผลิต
1. เครื่องบดผสมสองลูกกลิ้ง	-	Lab Tech
2. เครื่องเป่าฟิล์ม	-	Axon AB
3. เครื่องวัดความหนืดแบบบรูคฟิวล์	-	-
4. เครื่องทดสอบความทนแรงดึง	LR 100 K	LLOYD
5. ไมโครมิเตอร์	-	Mitsutoyo
6. เครื่องวิสโคมิเตอร์แบบแคนนอน-เฟนสก์	-	-
7. Scanning Electron Microscope	JSM – T 220 A	JEOL
	JSM – 5410	JEOL
8. Gold Sputter Coater	JFC – 1100 E	JEOL
9. FT - Raman Spectroscopy	System 2000	Perkin Elmer

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

3.4.1 การปรับปรุงสมบัติของแป้งมันสำปะหลังโดยวิธีการไฮโดรลิซิสด้วยกรด

ขั้นตอนการปรับปรุงสมบัติของแป้งมันสำปะหลังโดยวิธีการไฮโดรลิซิสด้วยกรด มีดังนี้

1. ใส่สารละลายกรดกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.15 โมลาร์ลงในของผสมระหว่างแป้งมันสำปะหลังกับน้ำซึ่งมีอัตราส่วนร้อยละ 20 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร

2. นำสารที่เตรียมได้จากข้อ 1. ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยกวนอย่างสม่ำเสมอ เพื่อป้องกันแป้งตกตะกอนนอนก้น

3. เติมโซเดียมคาร์บอเนตเพื่อหยุดปฏิกิริยา

4. ล้างแป้งมันสำปะหลังที่ได้จนความเป็นกรดหมดไป

5. ล้างแป้งมันสำปะหลังที่หมดความเป็นกรดแล้วครั้งสุดท้ายด้วย เอทิลแอลกอฮอล์เข้มข้นร้อยละ 95

6. อบแป้งที่ได้ที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

3.4.2 การศึกษาสมบัติของแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรด

3.4.2.1 การศึกษาลักษณะรูปร่างของแป้งมันสำปะหลังทั้งก่อนและหลังการปรับปรุงสมบัติโดยการใช้ไฮโดรลิซิสด้วยกรด

นำแป้งมันสำปะหลังมาทำการเคลือบผิวด้วยทองแล้วนำไปตรวจลักษณะภายนอกของเม็ดแป้ง โดยใช้ Scanning Electron Microscope (SEM) กำลังขยาย 1,000 เท่า

3.4.2.2 การศึกษาความหนืดของแป้งมันสำปะหลัง ทั้งก่อนและหลังการปรับปรุงสมบัติโดยการไฮโดรลิซิสด้วยกรดด้วยเครื่อง Brookfield Viscometer

ขั้นตอนในการวัดความหนืดมีดังนี้

1. ชั่งแป้งมันสำปะหลังให้ได้ร้อยละ 5 , 10 , 15 และ 20 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร เติมลงในน้ำ 500 มิลลิลิตร

2. นำของผสมของแป้งมันสำปะหลังและน้ำแต่ละชุดมาให้ความร้อนจนเดือด โดยมีการกวนอย่างสม่ำเสมอ

3. นำแป้งมาวัดความหนืดของแป้งขณะที่ยังร้อนอยู่ด้วยเครื่องวัดความหนืดแบบบรูคฟิวล์ บันทึกผลการทดลอง

3.4.2.3 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแป้งมันสำปะหลังทั้งก่อนและหลังการปรับปรุงสมบัติโดยการใช้ไฮโดรลิซิสด้วยกรด

นำแป้งมันสำปะหลังไปตรวจหมู่ฟังก์ชันโดยใช้เครื่อง Raman Spectroscopy

3.4.3 การผลิตฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำที่ดัดแปรด้วยแป้งมันสำปะหลังซึ่งผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรด

มีขั้นตอน 2 ขั้นตอนดังนี้

3.4.3.1 การผสมแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรด กับพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดหนาแน่นต่ำโดยใช้เครื่องผสมบดสองลูกกลิ้ง

มีขั้นตอนดังนี้

1. ชั่งแป้งมันสำปะหลังและพลาสติกในอัตราส่วนร้อยละ 5 , 10 , 15 และ 20 โดยน้ำหนักดังตารางที่ 3.2 เตรียมทำการบดผสมครั้งละ 1 อัตราส่วน

2. ตั้งอุณหภูมิที่ลูกกลิ้งด้านหน้า และลูกกลิ้งด้านหลังของเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้ง ที่อุณหภูมิ 140 และ 135 °C ตามลำดับ ให้อุณหภูมิทั้งสองนี้คงที่เป็นเวลา 30 นาที และจัดระยะห่างของลูกกลิ้งทั้งสองให้ห่างกัน 3 มิลลิเมตร

ตารางที่ 3.2 ปริมาณแป้งมันสำปะหลังและพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดหนาแน่นต่ำที่ใช้ ในการเตรียมของผสมระหว่างแป้งมันสำปะหลังกับพลาสติกในอัตราส่วนร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก

อัตราส่วนแป้ง (%)	ปริมาณแป้งมันสำปะหลัง (กรัม)	ปริมาณเม็ดพลาสติก (กรัม)
5	5	95
10	10	90
15	15	85
20	20	80

3. นำเม็ดพลาสติกใส่ในเครื่องผสมสองลูกกลิ้ง จนกระทั่งเม็ดพลาสติกเริ่มหลอม เดินเครื่อง ขณะที่พลาสติกกำลังหลอมเหลว ค่อยๆเติมแป้งที่เตรียมไว้ลงไปผสมกับพลาสติก เดินเครื่องต่อไปจนพลาสติกกับแป้งผสมกันดี ใช้เวลาในการผสมประมาณ 15 นาที

4. รีดพลาสติกที่ผสมกับแป้งเรียบร้อยแล้วออกมาเป็นแผ่นบางๆ

5. ตัดแผ่นพลาสติกที่ได้ออกเป็นชิ้นเล็กๆ แล้วนำไปเข้าเครื่องย่อยพลาสติก เพื่อให้ได้เม็ดพลาสติกขนาดเล็กๆ

6. นำพลาสติกที่ผ่านเครื่องย่อยจากข้อ 5. มาทำการบดผสมอีกครั้งด้วยเครื่องบดผสมสองลูกกลิ้ง ใช้เวลาในการผสมประมาณ 15 นาที แล้วทำซ้ำดังข้อ 4. และ 5. อีกครั้ง

7. เปลี่ยนอัตราส่วนของแป้งและพลาสติก ทำซ้ำตั้งแต่ข้อ 1. – 6. จนครบทุกอัตราส่วนที่ต้องการ

3.4.3.2 การเป่าฟิล์มพลาสติก ด้วยเครื่องเป่าฟิล์มพลาสติก

มีขั้นตอนดังนี้

1. นำเม็ดพลาสติกที่ผสมกับแป้งเรียบร้อยแล้ว มาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 100 °C จนไม่มีความชื้นเหลืออยู่ในเม็ดพลาสติกอีก

2. ตั้งอุณหภูมิที่สกรูของเครื่องเป่าฟิล์มพลาสติกในช่วงต่างๆ ดังนี้

Feed zone	อุณหภูมิ	140	°C
Compression zone	อุณหภูมิ	145	°C
Metering zone	อุณหภูมิ	150	°C
Die zone	อุณหภูมิ	155	°C

3. ใส่เม็ดพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำลงไปในเครื่องเป่าฟิล์ม เพื่อไล่พลาสติกที่ค้างอยู่ในเครื่อง

4. ใส่เม็ดพลาสติกผสมแป้งมันสำปะหลังที่อบแล้วแต่ละอัตราส่วน ลงในเครื่องเป่าฟิล์ม

5. เดินเครื่องเป่าฟิล์ม

6. นำฟิล์มไปทำการทดสอบต่อไป

3.4.4 การนำฟิล์มมาผ่านกระบวนการย่อยสลาย

3.4.4.1 การทดสอบการสลายตัวโดยการนำฟิล์มมาฝังดิน

ในการทดลองนี้ได้เลือกสถานที่ที่ฝังพลาสติก 2 แห่ง คือ สวนผลไม้ที่แขวงทุ่งครุ เขตบางขุนเทียน และบริเวณบ้านพักอาศัยใน เขตบางเขน จังหวัดกรุงเทพมหานคร ภาวะของดินที่ใช้ในการฝังพลาสติก แสดงในตารางที่ 3.3 และ 3.4

ตารางที่ 3.3 ภาวะต่างๆ บริเวณสวนผลไม้ เขตบางขุนเทียน ที่ใช้ในการฝังพลาสติก

เวลาในการฝังดิน เดือน/ปี	อุณหภูมิในดิน (°C)	ความชื้นในดิน (%)	ค่า pH
กันยายน/2540	27	31.63	7
ตุลาคม/2540	28	30.42	7
พฤศจิกายน/2540	28	28.64	7
ธันวาคม/2540	28	28.53	7
มกราคม/2541	27	28.99	7
กุมภาพันธ์/2541	27	28.95	7

ตารางที่ 3.4 ภาวะต่างๆ บริเวณบ้านพักอาศัย เขตบางเขน ที่ใช้ในการฝังพลาสติก

เวลาในการฝังดิน เดือน/ปี	อุณหภูมิในดิน (°C)	ความชื้นในดิน (%)	ค่า pH
กันยายน/2540	29	28.86	7.5
ตุลาคม/2540	30	27.97	7.5
พฤศจิกายน/2540	30	27.01	7.5
ธันวาคม/2540	30	26.98	7.5
มกราคม/2541	29	26.93	7.5
กุมภาพันธ์/2541	28	26.54	7.5

การนำพลาสติกไปฝังดิน มีวิธีการทดลองดังนี้

1. นำฟิล์มพลาสติกทุกชนิด มาใส่ในตระกร้าพลาสติกที่มีช่องว่างให้ฟิล์มสัมผัสดินและจุลินทรีย์ในดินได้

2. ฝังตระกร้าพลาสติกลงในดินลึก 6 - 8 นิ้ว แล้วกลบให้เรียบร้อย นำฟิล์มมาทดสอบทุกๆ 1 เดือน

3.4.4.2 การทดสอบการสลายตัวของฟิล์มโดยเชื้อรา

ในการทดลองนี้จะใช้เชื้อรา *Aspergillus niger* ในการย่อยสลายฟิล์มพลาสติก โดยทำการทดลองดังนี้

1. ทำความสะอาดภาชนะที่ใช้เลี้ยงเชื้อโดยใช้หม้อความดันอัดไอ ที่อุณหภูมิ 121 °C เป็นเวลา 15 นาที

2. เตรียมอาหารเลี้ยงเชื้อ ในการทดลองนี้ใช้ PDA (Potato Dextrose Agar) เป็นอาหารเลี้ยงเชื้อรา ใส่ลงในภาชนะที่เตรียมไว้

3. นำภาชนะพร้อมอาหารเลี้ยงเชื้อรา มาฆ่าเชื้ออีกครั้งโดยใช้หม้อความดันอัดไอที่อุณหภูมิ 121 °C เป็นเวลา 15 นาที

4. ปล่อยให้ PDA แข็งตัว

5. นำเชื้อรา *Aspergillus niger* วางบนอาหารเลี้ยงเชื้อ ปล่อยให้เชื้อราโตเต็มที่จนเต็มภาชนะ

6. ตัดฟิล์มพลาสติกให้ได้ขนาดตามต้องการแล้วนำฟิล์มที่ตัดได้ไปจุ่มในเอทิลแอลกอฮอล์เข้มข้น ร้อยละ 95 เป็นเวลา 10 นาที เพื่อฆ่าเชื้อจุลินทรีย์อื่นๆ

7. นำฟิล์มไปวางบนเชื้อราในภาชนะ เก็บภาชนะไว้ในตู้ควบคุมอุณหภูมิ นำฟิล์มมาทดสอบทุกๆ 1 เดือน

3.4.5 การทดสอบสมบัติของฟิล์มพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำที่ดัดแปรด้วยแป้งมันสำปะหลังซึ่งผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรด

3.4.5.1 การทดสอบการดูดซึมน้ำของฟิล์มพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำที่ดัดแปรด้วยแป้งมันสำปะหลังซึ่งผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรด

ในการทดสอบการดูดซึมน้ำทำตามมาตรฐาน ASTM D 570 - 81 ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. ตัดชิ้นงานขนาด 25.4 × 76.2 มิลลิเมตร ตัวอย่างละ 3 ชิ้นงาน

2. นำชิ้นงานทั้งหมดมาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 50 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นในโถทำแห้ง (desiccator) นำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอนโดยใช้เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง
3. นำชิ้นงานจากข้อ 2. มาแช่น้ำ โดยให้ชิ้นงานจมอยู่ในน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำชิ้นงานขึ้นจากน้ำ เช็ดให้แห้งด้วยผ้าสะอาด ชั่งน้ำหนักทันที
5. คำนวณค่าการดูดซึมน้ำจากสูตร

$$\text{ค่าการดูดซึมน้ำ (ร้อยละ)} = \left(\frac{\text{นน.ชิ้นงานหลังแช่น้ำ - นน.ชิ้นงานก่อนแช่น้ำ}}{\text{นน.ชิ้นงานก่อนแช่น้ำ}}\right) \times 100$$

3.4.5.2 การตรวจดูโครงสร้างบริเวณพื้นผิวของฟิล์มพลาสติก

นำฟิล์มพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำผสมแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรดมาทำการเคลือบผิวด้วยทอง แล้วนำไปส่องดูรูปร่างลักษณะพื้นผิวของฟิล์มโดยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) กำลังขยาย 350 เท่า

3.4.5.3 การทดสอบความทนแรงดึง

ทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 882 ด้วยเครื่อง LLOYD Universal Testing Machine : LR100K ใช้ load cell ขนาด 100 นิวตัน ตัดชิ้นงานเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าตามแนวเครื่อง (machine direction : MD) ให้มีขนาดกว้าง 25.4 มิลลิเมตร ระยะ gauge length 50 มิลลิเมตร อัตราเร็วในการดึง 100 มม./นาที

3.4.5.5 การหาน้ำหนักโมเลกุลของฟิล์ม

ในการหาน้ำหนักโมเลกุลของฟิล์มจะหาจากค่าความหนืด แล้วนำค่าความหนืดที่วัดได้มาคำนวณตามสมการของ Mark Houwink - Sakurada การหาความหนืดของฟิล์มทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 1601 - 86 โดยใช้ decahydronapthalene เป็นตัวทำละลาย