

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 ขอบเขตการทดลอง

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อหาแนวทางในการเตรียมโพลีเมอร์ที่ย่อยสลายจากถั่วเหลืองที่ใช้แล้วและเจลาติน โดยศึกษาอัตราส่วนที่เหมาะสมขององค์ประกอบต่างๆที่ใช้ในการเตรียมโพลีเมอร์ได้แก่ ถั่วเหลืองและเจลาติน รวมทั้งผลของการใช้สารดัดแปรซึ่งได้แก่ มาเลอิกแอนไฮไดรด์ โดยตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีและสัณฐานวิทยาของโพลีเมอร์ที่เตรียมได้ รวมทั้งตรวจสอบความสามารถในการย่อยสลายและทดสอบสมบัติเชิงกลของโพลีเมอร์ดังกล่าว

3.2 การเตรียมโพลีเมอร์จากถั่วเหลืองและเจลาติน

สารเคมีและวัตถุดิบ

1. เจลาตินจากศึกษาภัณฑ์พาณิชย์
2. ถั่วเหลืองยี่ห้อหนึ่งที่วางขายในท้องตลาด ซึ่งทำจากในลอนตามข้อมูลที่เปิดเผยบนซองบรรจุ
3. กรดไฮโดรคลอริก จาก Lab-Scan โดยใช้เกรดสำหรับการวิเคราะห์
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ จาก Merck โดยใช้เกรดสำหรับการวิเคราะห์
5. มาเลอิกแอนไฮไดรด์ จาก Fluka โดยใช้เกรดสำหรับการทดลอง

เครื่องมือและอุปกรณ์

1. ปีกเกอร์
2. หลอดทดลอง
3. จานเพาะเชื้อ
4. แท่งแก้ว
5. เทอร์โมมิเตอร์ 100 องศาเซลเซียส
6. hot plate

7. เครื่องกวนเชิงกล (mechanical stirrer) พร้อมใบพัด 4 แฉก
8. แม่แบบพลาสติก

ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 การกำจัดสีย้อมและสิ่งสกปรกจากถุงน่อง

นำถุงน่องมาตัดให้มีขนาดเล็กที่สุด จากนั้นนำไปละลายในกรดไฮโดรคลอริก และตกตะกอนถุงน่องด้วยการเติม 20 เปอร์เซ็นต์ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ กรองแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนหมดกรดและเบส จึงนำถุงน่องที่กำจัดสีย้อมและสิ่งสกปรกนี้ไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมากำจัดสีย้อมและสิ่งสกปรกอีกครั้ง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส จนกว่าตะกอนถุงน่องที่ได้จะแห้งก่อนนำไปใช้งาน

3.2.2 การเตรียมสารละลายเจลาตินผสมถุงน่อง

การเตรียมสารละลายเจลาตินผสมถุงน่องนั้น ทำโดยใช้เครื่องกวน ด้วยการผสมเจลาตินและถุงน่องที่ทำการกำจัดสีและสิ่งสกปรกแล้วในอัตราส่วนดังนี้

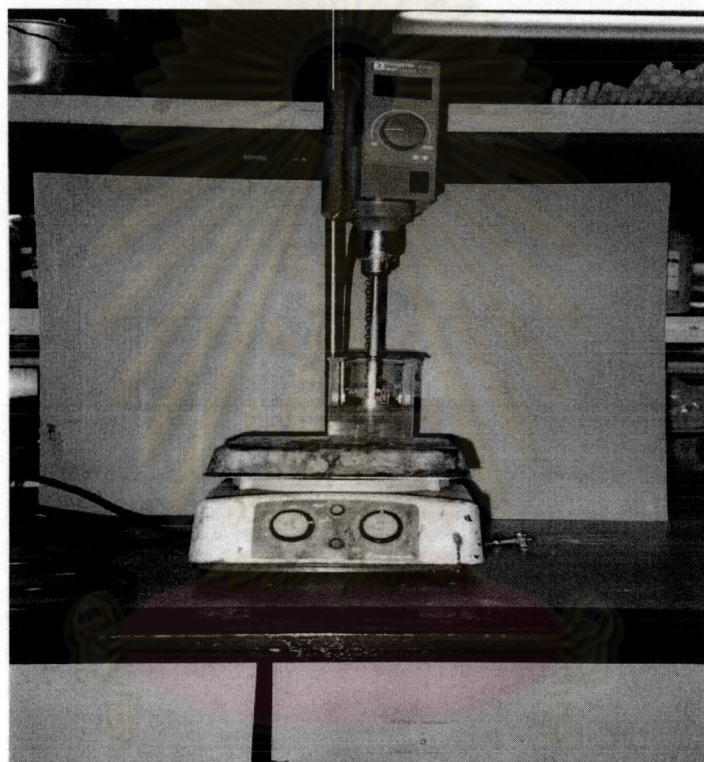
ตาราง 3.1 อัตราส่วนในการเตรียมสารละลายเจลาตินผสมถุงน่อง

ปริมาณ ถุงน่อง (phr)	ปริมาณมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (phr)					
	0 phr	10 phr	20 phr	30 phr	40 phr	50 phr
0 phr	G-0-0	G-0-10	G-0-20	G-0-30	G-0-40	G-0-50
5 phr	G-5-0	G-5-10	G-5-20	G-5-30	G-5-40	G-5-50
10 phr	G-10-0	G-10-10	G-10-20	G-10-30	G-10-40	G-10-50
15 phr	G-15-0	G-15-10	G-15-20	G-15-30	G-15-40	G-15-50
20 phr	G-20-0	G-20-10	G-20-20	G-20-30	G-20-40	G-20-50

เมื่อ phr คือ ส่วนต่อร้อยส่วนของเจลาตินคิดเป็นน้ำหนักต่อน้ำหนัก

โดยที่ G-X-Y G คือ เจลาติน X คือ ปริมาณถุงน่อง และ Y คือ ปริมาณของมาเลอิกแอนไฮไดรด์

นำเจลาตินละลายน้ำ โดยให้อัตราส่วนระหว่างน้ำกับเจลาตินเป็น 4:1 โดยน้ำหนัก อนุญาตให้มี 50 องศาเซลเซียส เติมถุงน่องที่อัตราส่วนตามปริมาณที่กำหนดไว้ จากนั้นปรับความเป็นกรดต่างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 6 โมลาร์ จนได้ความเป็นกรดต่างเท่ากับ 4.5 จึงทำการเติมมาเลอิกแอนไฮไดรด์ โดยอัตราส่วนระหว่างเจลาตินกับมาเลอิกแอนไฮไดรด์จะเป็นดังตารางข้างต้น ทำการกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วจึงปรับความเป็นกรดต่างด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ จนได้ความเป็นกรดต่างเท่ากับ 7.0 แล้วทำการขึ้นรูปต่อไป



รูปที่ 3.1 การเตรียมสารละลายเจลาตินผสมถุงน่อง

3.3 การขึ้นรูปโฟมจากสารละลายเจลาตินผสมถุงน่อง

ในขั้นตอนนี้เป็นการนำสารละลายเจลาตินผสมถุงน่องมาขึ้นรูปเป็นโฟมโดยเทสารละลายเจลาตินผสมถุงน่องในแม่แบบ ทิ้งไว้นาน 3-4 วัน (ขึ้นกับสภาวะอากาศ) จนสารละลายแข็งตัวดีแล้ว จึงนำไปวิเคราะห์สมบัติของโฟม

3.4 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของโฟม

3.4.1 การทดสอบความทนแรงดึง

ทดสอบความทนต่อแรงดึง ตามมาตรฐาน ASTM D 638-00 (Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics) ด้วยเครื่อง universal testing machine โดยใช้ Load cell ขนาด 10 กิโลนิวตัน อัตราเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตร/นาที อุณหภูมิในการทดสอบ 23 องศาเซลเซียส และความชื้น 50 ± 5 เปอร์เซ็นต์ความชื้นสัมพัทธ์

3.4.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

นำชิ้นตัวอย่างโฟมที่ได้จากถุ่นองและเจลาตินมาห้กภายใต้ในโตรเจนเหลวหรือใช้ใบมีดโกนที่คมตัด แล้วนำมายึดติดบนแท่นวางชิ้นงาน ทำการเคลือบผิวด้วยทอง จากนั้นนำไปส่องดูลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น GSM – LV



รูปที่ 3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.4.3 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR)

ตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของโพลิเมอร์ที่ได้จากถั่วเหลืองและเจลาตินด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ โดยนำโพลิเมอร์ที่ได้มาบดผสมกับโปแตสเซียมโบรไมด์ในอัตราส่วน 1 ต่อ 10 แล้วอัดเป็นแผ่นกลมใสเพื่อใช้ในการทดสอบ



รูปที่ 3.3 เครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.4.4 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายโดยการฝังดิน

เป็นการหาน้ำหนักที่หายไป (% weight loss) ใน 5 วัน และ 10 วัน โดยจะใช้ชิ้นงานทดสอบภาวะละ 5 ชิ้น

วิธีการทดลอง

1. ตัดชิ้นงานให้มีขนาด 1 ซม. x 5 ซม. x 0.3 ซม. แล้วนำไปใส่ในเดซิเคเตอร์
2. ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของชิ้นทดสอบ
3. นำชิ้นทดสอบไปฝังดินให้ลึก 5 ซม. ในภาชนะที่บรรจุดินและปุ๋ยอยู่เต็ม
4. รดน้ำบนปุ๋ยจนดินมีความชุ่มชื้นอยู่ 40-45 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งน้ำส่วนเกินให้ระบายออกจากรูด้านล่างของภาชนะ จากนั้นนำภาชนะนี้เก็บไว้ที่อุณหภูมิ 30-35 องศาเซลเซียส ทิ้งไว้ 5 วัน และ 10 วัน

5. นำชิ้นทดสอบออกจากดินอย่างระมัดระวังและล้างเบาๆ ด้วยน้ำกลั่นเพื่อเอาดินที่ติดออก จากนั้นทำชิ้นทดสอบให้แห้งด้วย vacuum ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักชิ้นทดสอบค่อนข้างคงที่
6. ความสามารถในการย่อยสลายโดยวิธีการฝังดิน คือ

$$\% W = \frac{W_0 - W_1}{W_0} \times 100$$

เมื่อ $\% W =$ น้ำหนักที่หายไป

$W_0 =$ น้ำหนักของชิ้นทดสอบเมื่อเริ่มต้น

$W_1 =$ น้ำหนักของชิ้นทดสอบเมื่อเวลาผ่านไป 5 วัน และ 10 วัน

3.4.5 การทดสอบความสามารถในการดูดซึมความชื้น (Moisture absorption)

เป็นการหาน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นใน 24 ชั่วโมง โดยจะใช้ชิ้นงานทดสอบภาวะละ 5 ชิ้น

วิธีการทดลอง

1. นำชิ้นงานในแต่ละสูตร สูตรละ 5 ชิ้นไปใส่ในเดซีเคเตอร์นาน 24 ชั่วโมง
2. ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของชิ้นทดสอบ
3. นำชิ้นงานมาใส่ในภาชนะที่อ้อมตัวด้วยไอน้ำนาน 24 ชั่วโมง
4. ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของชิ้นทดสอบ

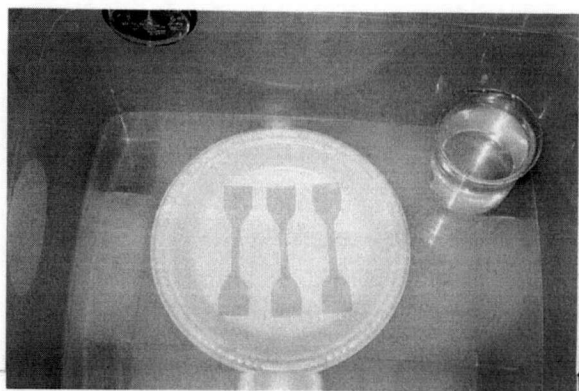
ความสามารถในการดูดความชื้นของชิ้นทดสอบคือ

$$\% M = \frac{M_3 - M_2}{M_2} \times 100$$

เมื่อ $\% M =$ น้ำหนักที่เพิ่มขึ้น

$M_2 =$ น้ำหนักของชิ้นทดสอบเมื่อเริ่มต้น

$M_3 =$ น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังจากใส่ไว้ในภาชนะที่อ้อมตัวด้วยไอน้ำนาน 24 ชั่วโมง



รูปที่ 3.4 การทดสอบความสามารถในการดูซึมความชื้น

3.4.6 การตรวจสอบความทนทานต่อสารเคมี

จะทำการตรวจสอบความทนทานต่อสารเคมีที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ชิ้นงานลงในหลอดทดลองหรือปิเกตอร์ ขนาด 50 มิลลิลิตร เติมตัวทำละลายลงไปโดยอัตราส่วนระหว่างตัวทำละลายและชิ้นงานอยู่ที่ 1 มิลลิลิตร ต่อน้ำหนักของชิ้นงาน 10 มิลลิกรัม

ศูนย์วิจัยทรัพยากรชีว
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงประเภทของตัวทำละลาย [30]

ชนิดของตัวทำละลาย	อุณหภูมิ (°C)	ความเข้มข้น (%)	เวลา (นาที)
กรดอะซีติก	20	100	5
อะซีโตน	20	100	5
สารละลายกรดไฮโดรคลอริก	20	20	10
สารละลายกรดฟอร์มิก	20	85	5
1,4 ไดออกเซน	101	100	5
สารละลายกรดซัลฟูริก	20	59.5	20
สารละลายกรดซัลฟูริก	38	70	20
เมตา-ครีซอล	139	100	5
สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	Tr	10	30
สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	Tr	20	30
น้ำ	50	0	30
น้ำ	Tr	0	7200

เมื่อ Tr = อุณหภูมิห้อง

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย