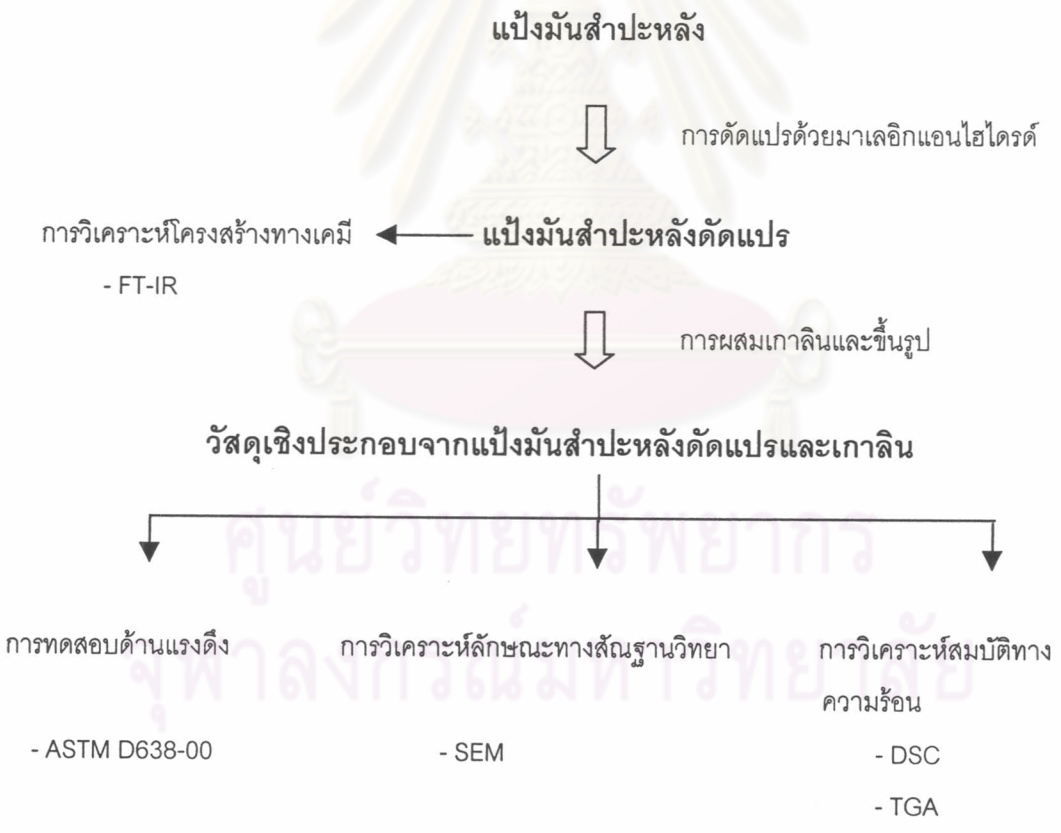
# บทที่ 3

# การทดลอง

## 3.1 ขอบเขตการทดลอง

งานวิจัยนี้มีจุดมุ่งหมายในการนำเกาลินมาใช้เป็นสารเสริมแรงในแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านการดัดแปรโครงสร้างทางเคมีด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์ โดยผสมส่วนผสมต่างๆ แล้วนำมาขึ้นรูปด้วยวิธีการหล่อในแม่แบบ จากนั้นนำวัสดุเชิงประกอบที่เตรียมได้มาศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา โครงสร้างทางเคมี สมบัติเชิงกล ตลอดจนการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน ตามแผนการทดลองในรูปที่ 3.1




**รูปที่** 3.1 แผนภาพแสดงขอบเขตการทดลอง

## 3.2. การดัดแปรแป้งมันสำปะหลังด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์

### 3.2.1 สารเคมีและวัตถุดิบ

1. แป้งมันสำปะหลัง จากบริษัท ไทยวา จำกัด(มหาชน)
   ซึ่งมีลักษณะเฉพาะตามที่บริษัทอ้างอิงดังนี้

| | | |
|---|---|---|
| - ปริมาณเนื้อแป้ง | 85% | โดยน้ำหนัก |
| - ปริมาณความชื้น | 13% | โดยน้ำหนัก |
| - ปริมาณเถ้า | 0.15% | โดยน้ำหนัก |
| - ค่าความเป็นกรดด่าง | 4.50-7.00 | |
| - สี | ขาว | |

2. มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (maleic anhydride) เกรดสำหรับการวิเคราะห์ จากบริษัท FLUKA จำกัด
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide) เกรดสำหรับการวิเคราะห์ จากบริษัท Merck จำกัด
4. กลีเซอรอล (glycerol) เกรดสำหรับการวิเคราะห์ จากบริษัท Merck จำกัด
5. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก (hydrochloric acid solution) ความเข้มข้น 37% เกรดสำหรับการวิเคราะห์ จากบริษัท LAB SCAN จำกัด
6. น้ำกลั่น

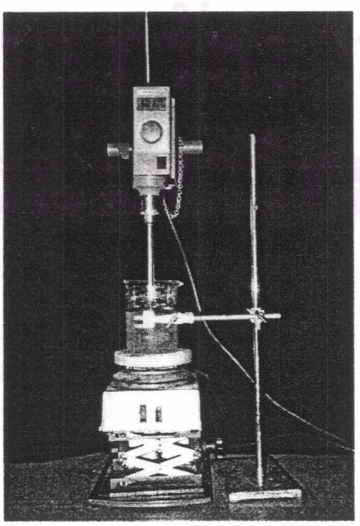
### 3.2.2 อุปกรณ์

1. บีกเกอร์
2. แท่งกวน
3. เทอร์โมมิเตอร์ 100 องศาเซลเซียส
4. เตาไฟฟ้า
5. ที่ยึดและที่จับ
6. เครื่องปั่นผสม
7. แท่งแก้ว

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 3.2.3 วิธีการทดลอง

1. อบแป้งมันสำปะหลังที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ก่อนนำมาใช้ในการทดลอง ชั่งน้ำหนักแป้งที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา แล้วนำไปใช้คำนวณหาปริมาณสารอื่นๆที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ดังต่อไปนี้
   - ใช้ปริมาณแป้งมันสำปะหลัง 12.5% ของน้ำหนักน้ำ
   - ปริมาณมาเลอิกแอนไฮไดรด์ขึ้นกับระดับการแทนที่ คิดจากจำนวนโมลของหมู่เอสเทอร์ที่เข้าไปแทนที่ตรงหมู่ไฮดรอกซิล 1 หน่วย
   - อัตราส่วนระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์กับมาเลอิกแอนไฮไดรด์เป็น 2.2:1 โดยโมล
2. เตรียมชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำกลั่นจนหมด
3. ละลายแป้งมันสำปะหลังในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ทีละน้อย พร้อมทั้งกวนตลอดเวลา ณ อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส
4. เติมมาเลอิกแอนไฮไดรด์อย่างช้าๆ โดยค่อยๆใส่ทีละน้อยพร้อมทั้งกวนตลอดเวลา จับเวลาหลังจากใส่มาเลอิกแอนไฮไดรด์หมด และปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส
5. เมื่อครบกำหนดเวลา ปรับค่าความเป็นกรดด่าง (pH) ของสารละลายแป้งดัดแปรให้เป็นกลางด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก
6. สำหรับสูตรที่มีการเติมกลีเซอรอล ให้เติมกลีเซอรอลในอัตราส่วน 20 phr



**รูปที่** 3.2 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการดัดแปรแป้ง

## 3.3 การเตรียมเกาลิน

### 3.3.1 สารเคมีและวัตถุดิบ

1. เกาลิน จาก CERAMICS R US CORP.,LTD.
   ซึ่งมีลักษณะเฉพาะตามที่บริษัทอ้างอิงดังนี้

| | | |
|---|---|---|
| - ขนาดของอนุภาคเฉลี่ย | 0.3 | ไมครอน |
| - ความถ่วงจำเพาะ | 2.55 | กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร |
| - พื้นที่ผิวประมาณ | 20 | ตารางเมตรต่อกรัม |
| - ปริมาณความชื้น | 3% | ต่อน้ำหนัก |

2. น้ำกลั่น

### 3.3.2 อุปกรณ์

1. บีกเกอร์
2. แท่งกวนแม่เหล็ก
3. เครื่องกวนผสม
4. แท่งแก้ว
5. เครื่องอัลตราโซนิก

### 3.3.3 วิธีการทดลอง

1. ชั่งเกาลินตามปริมาณที่ต้องการ
2. นำเกาลินผสมน้ำกลั่นในอัตราส่วน เกาลินต่อน้ำกลั่นเป็น 1 : 3 โดยน้ำหนัก
3. กวนผสมด้วยเครื่องกวนผสมแม่เหล็กเป็นเวลา 20-30 นาที
4. นำของผสมที่ได้ใส่ในเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 15 นาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## 3.4 การเตรียมวัสดุเชิงประกอบจากแป้งมันสำปะหลังดัดแปรและเกาลิน

ภายหลังการเตรียมแป้งมันสำปะหลังดัดแปรและเกาลินแล้ว นำส่วนผสมทั้ง 2 ชนิด มาผสมกัน โดยมีอัตราส่วนของมาเลอิกแอนไฮไดรด์ เกาลิน และกลีเซอรอล ดังตารางที่ 3.1 และ 3.2 ซึ่งมีการกำหนดสัญลักษณ์ของสูตรดังที่แสดงไว้ในตารางทั้งสอง

**ตารางที่** 3.1 อัตราส่วนของมาเลอิกแอนไฮไดรด์และเกาลินที่ใช้ในการเตรียมวัสดุเชิงประกอบในกรณีที่ไม่เติมกลีเซอรอล พร้อมการกำหนดสัญลักษณ์ของแต่ละสูตร

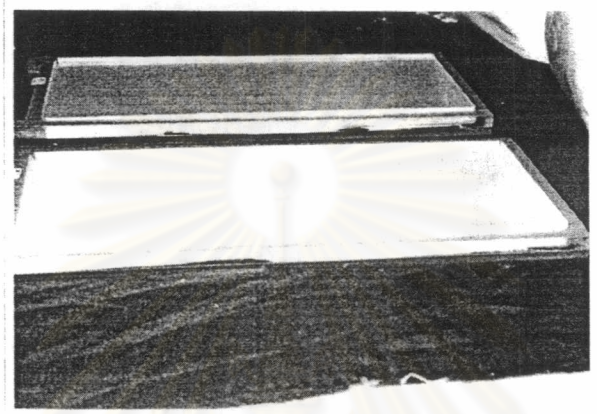
| ปริมาณเกาลิน (phr) | ปริมาณมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (%) | | |
|---|---|---|---|
| | 25 | 50 | 75 |
| 0 | 25,00,00 | 50,00,00 | 75,00,00 |
| 10 | 25,10,00 | 50,10,00 | 75,10,00 |
| 20 | 25,20,00 | 50,20,00 | 75,20,00 |
| 30 | 25,30,00 | 50,30,00 | 75,30,00 |
| 40 | 25,40,00 | 50,40,00 | 75,40,00 |
| 50 | 25,50,00 | 50,50,00 | 75,50,00 |
| 60 | 25,60,00 | 50,60,00 | 75,60,00 |

**ตารางที่** 3.2 อัตราส่วนของมาเลอิกแอนไฮไดรด์และเกาลินที่ใช้ในการเตรียมวัสดุเชิงประกอบในกรณีที่เติมกลีเซอรอล 20 phr พร้อมการกำหนดสัญลักษณ์ของแต่ละสูตร

| ปริมาณเกาลิน (phr) | ปริมาณมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (%) | | |
|---|---|---|---|
| | 25 | 50 | 75 |
| 0 | 25,00,20 | 50,00,20 | 75,00,20 |
| 10 | 25,10,20 | 50,10,20 | 75,10,20 |
| 20 | 25,20,20 | 50,20,20 | 75,20,20 |
| 30 | 25,30,20 | 50,30,20 | 75,30,20 |
| 40 | 25,40,20 | 50,40,20 | 75,40,20 |
| 50 | 25,50,20 | 50,50,20 | 75,50,20 |
| 60 | 25,60,20 | 50,60,20 | 75,60,20 |

## 3.5 การขึ้นรูป

การขึ้นรูปวัสดุเชิงประกอบสามารถทำได้ด้วยวิธีการหล่อ (casting) โดยนำของผสมที่ได้จากข้อ 3.4 มาเทลงบนแม่แบบดังรูปที่ 3.3 ปล่อยให้แห้งในบรรยากาศปกติ จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติต่างๆต่อไป



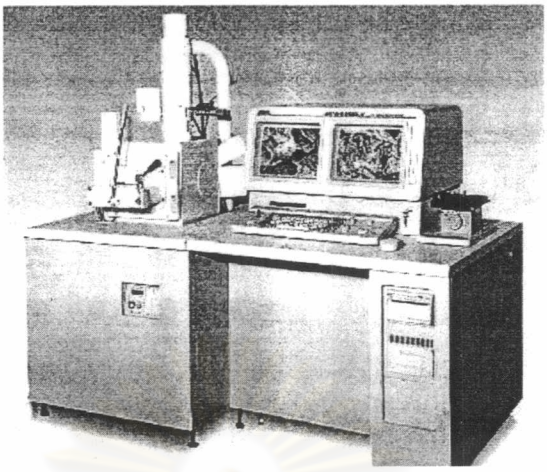
รูปที่ 3.3 ลักษณะแม่แบบที่ใช้ในการหล่อวัสดุเชิงประกอบ

## 3.6 การวิเคราะห์สมบัติของวัตถุดิบ

### 3.6.1 การวิเคราะห์สมบัติของแป้งมันสำปะหลัง

#### 3.6.1.1 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

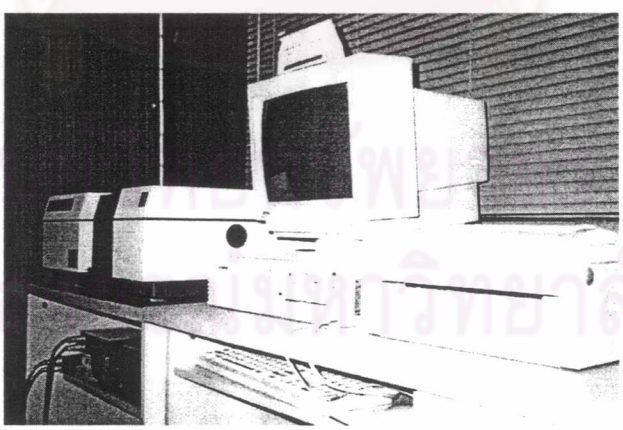
นำแป้งมันสำปะหลังมาติดลงบนแท่นวางชิ้นงาน แล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทอง จากนั้นนำไปส่องดูลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM-5800 LV ดังรูปที่ 3.4 ที่กำลังขยาย 200 และ 2,000 เท่า



**รูปที่** 3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.6.1.2 **การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูริเออร์ทรานสฟอร์ม-อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์** (FT-IR Spectrophotometer)

วิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูริเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทร-โฟโตมิเตอร์ รุ่น NICOLET-IMPACT 400 ดังรูปที่ 3.5 โดยนำแป้งมันสำปะหลังบดผสมกับโพแตสเซียมโบรไมด์ในอัตราส่วน 1 ต่อ 10 แล้วอัดเป็นแผ่นกลมใส เพื่อใช้ในการทดสอบ



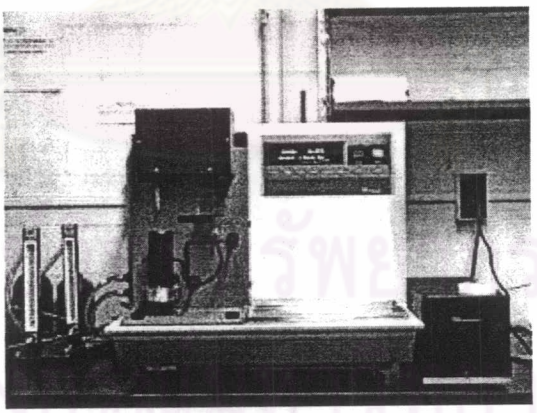
**รูปที่** 3.5 เครื่องฟูริเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

### 3.6.1.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

การศึกษาสมบัติและพฤติกรรมทางความร้อนของแป้งมันสำปะหลังสามารถทำได้โดยใช้เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer: TGA) เพื่อศึกษาถึงเสถียรภาพทางความร้อนและอุณหภูมิการสลายตัว และเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter: DSC) เพื่อสังเกตการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของวัสดุ

#### 3.6.1.3.1 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer : TGA)

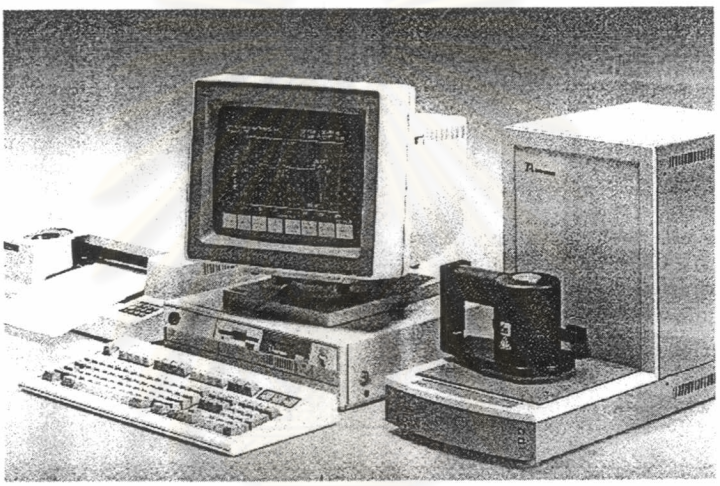
วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนและอุณหภูมิการสลายตัวของแป้งมันสำปะหลังด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ รุ่น TGA 2950 TA Instrument ดังรูปที่ 3.6 โดยการนำแป้งมันสำปะหลังประมาณ 5 มิลลิกรัม ใส่ในที่ใส่ตัวอย่างซึ่งทำจากแพลตินัม ตั้งภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 25 องศาเซลเซียส แล้วเพิ่มอุณหภูมิโดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 1,000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



**รูปที่** 3.6 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์

3.6.1.3.2 **การวิเคราะห์ด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์** (Differential Scanning Calorimeter : DSC)

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของแป้งมันสำปะหลังที่ใช้ในการทดลองด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์ รุ่น DSC 2910 TA Instrument ดังรูปที่ 3.7 โดยการนำแป้งมันสำปะหลังประมาณ 5 มิลลิกรัม บรรจุลงในอะลูมินัมแพน ตั้งภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 25 องศาเซลเซียสจนถึง 200 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน



**รูปที่** 3.7 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์

3.6.2 **การวิเคราะห์สมบัติของเกาลิน**

3.6.2.1 **การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด** (Scanning Electron Microscope : SEM)

นำเกาลินมาติดลงบนแท่นวางชิ้นงาน ทำการเคลือบผิวด้วยทอง แล้วนำไปส่องดูลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM-5800 LV ที่กำลังขยาย 2,000 และ 10,000 เท่า

#### 3.6.2.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

##### 3.6.2.2.1 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer : TGA)

วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนเกาลินด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ รุ่น TGA 2950 TA Instrument โดยนำเกาลินประมาณ 5 มิลลิกรัม ใส่ในที่ใส่ตัวอย่างซึ่งทำจากแพลตินัม ตั้งภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 25 องศาเซลเซียส แล้วเพิ่มอุณหภูมิโดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 1,000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

##### 3.6.2.2.2 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter : DSC)

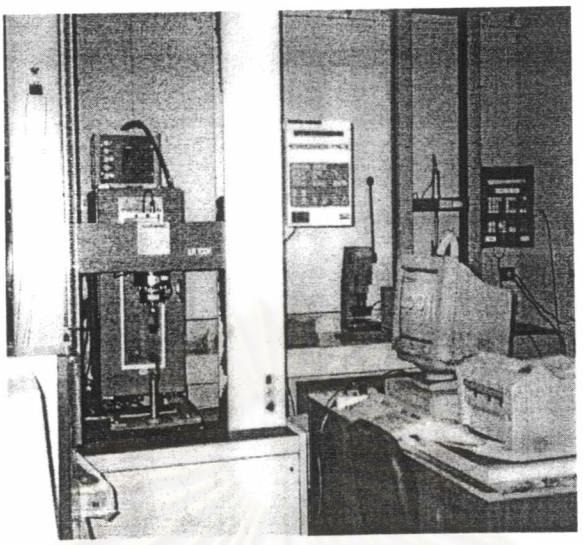
วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเกาลินด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์ รุ่น DSC 2910 TA Instrument โดยนำเกาลินประมาณ 5 มิลลิกรัม บรรจุลงในอะลูมินัมแพน ตั้งภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 25 องศาเซลเซียสจนถึง 200 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

## 3.7 การวิเคราะห์สมบัติของวัสดุเชิงประกอบจากแป้งมันสำปะหลังดัดแปรและเกาลิน

### 3.7.1 การทดสอบสมบัติเชิงกล

นำวัสดุเชิงประกอบซึ่งมีความหนา 1.6±0.2 มิลลิเมตร มาตัดเป็นรูปดัมเบลทดสอบสมบัติด้านแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D638-00 ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น LLOYD LR 100K ดังในรูปที่ 3.8 โดยใช้ load cell ขนาด 10 กิโลนิวตัน อัตราเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตรต่อนาที อุณหภูมิในการทดสอบ 25 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์ 50±2% และใช้ชิ้นงานทดสอบจำนวน 6 ชิ้นงานต่อ 1 ตัวอย่าง โดยรายงานผลการทดสอบในรูปของความทนแรงดึง ความสามารถในการยืดดึง ณ จุดขาด และมอดุลัสยืดหยุ่น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



**รูปที่** 3.8 เครื่อง Universal Testing Machine

### 3.7.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning Electron Microscope : SEM)

นำวัสดุเชิงประกอบจากแป้งมันสำปะหลังดัดแปรและเกาลินที่มีขนาดความกว้าง ความยาวและความหนาประมาณ 1.0 4.0 และ 0.16 เซนติเมตร ตามลำดับ มาจุ่มในไนโตรเจนเหลวแล้วหัก ก่อนนำไปติดบนแท่นวางชิ้นงาน แล้วนำมาเคลือบผิวด้วยทอง จากนั้นนำไปส่องดูลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรุ่น JSM-5800 LV ที่กำลังขยาย 200 และ 2,000 เท่า

### 3.7.3 การวิเคราะห์การดูดซึมความชื้น

เตรียมชิ้นตัวอย่างขนาดความกว้าง 20 มิลลิเมตร ความยาว 20 มิลลิเมตร และความหนา 1.5$\pm$0.2 มิลลิเมตร จำนวน 6 ชิ้นต่อ 1 สูตรการทดลอง อบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นในเดซิเคเตอร์ พร้อมทั้งควบคุมความชื้นเป็นเวลา 1 สัปดาห์ นำชิ้นตัวอย่างมาชั่งน้ำหนัก บันทึกน้ำหนัก จากนั้นนำไปเก็บในกล่องปิดซึ่งภายในบรรจุน้ำกลั่น โดยในทุกๆ 1 ชั่วโมง นำชิ้นตัวอย่างออกมาชั่งน้ำหนักเป็นเวลา 6 ชั่วโมง และชั่งต่อไปอีกในทุก 24 48 72 92 120 และ 168 ชั่วโมง คำนวณปริมาณความชื้นที่ชิ้นตัวอย่างดูดซึมไว้จากน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไป ดังสมการที่ 3.1

$$M\ (\%) = \frac{W_1 - W_0}{W_0} \times 100 \qquad (3.1)$$

เมื่อ

M เป็น ปริมาณความชื้นที่ชิ้นตัวอย่างดูดซึมไว้ (%)

$W_1$ เป็นน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างในชั่วโมงต่างๆ (กรัม)

$W_0$ เป็นน้ำหนักของชิ้นตัวอย่างก่อนเก็บในกล่องปิด (กรัม)

### 3.7.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

#### 3.7.4.1 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter : DSC)

วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุเชิงประกอบด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิงคาลอริมิเตอร์ รุ่น DSC 2910 TA Instrument โดยนำวัสดุเชิงประกอบประมาณ 5 มิลลิกรัม บรรจุลงในอะลูมินัมแพน ตั้งภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 25 องศาเซลเซียสจนถึง 200 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

#### 3.7.4.2 การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric Analyzer : TGA)

วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนและอุณหภูมิการสลายตัวของวัสดุเชิงประกอบด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ รุ่น TGA 2950 TA Instrument โดยนำวัสดุเชิงประกอบประมาณ 5 มิลลิกรัม ใส่ในที่ใส่ตัวอย่างซึ่งทำจากแพลตินัม ตั้งภาวะทดสอบโดยให้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 25 องศาเซลเซียส แล้วเพิ่มอุณหภูมิโดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึง 1,000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน