

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย



3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 แป้งมันสำปะหลัง (Tapioca starch) จากห้างหุ้นส่วนสามัญนิติบุคคลเอียบตงจิ้น ผลิตโดย โรงงานแป้งมันไทยท่า จ. ชลบุรี
- 3.1.2 ออกทีนิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์ (Octenyl succinic anhydride, OSA) จากบริษัท Helico Chemicals, USA7
- 3.1.3 น้ำปราศจากไอออน (Deionized water) หรือ น้ำ DI
- 3.1.4 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 3 (3% NaOH solution), AR grade, จากบริษัท Merk
- 3.1.5 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 3 (3% HCl solution), AR grade, จากบริษัท Merk
- 3.1.6 สารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 โมลาร์ เตรียมจากสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 37 โดยปริมาตรต่อปริมาตร, AR grade จากบริษัท Lab scan
- 3.1.7 เอทานอล (99% Ethanol), AR grade, จากบริษัท Lab-scan
- 3.1.8 แอซีโตน (Acetone) , AR grade, จากบริษัท Lab-scan
- 3.1.9 กลีเซอรอล (Glycerol), AR grade, จากบริษัท Lab-scan
- 3.1.10 สไตรีนิกอะคริลิกอิมัลชัน (Styrenic-Acrylic emulsion), VONCOAT 5483 จากบริษัทสยามเคมีคอล จำกัด
- 3.1.11 ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide), 89490 จากบริษัท Chemika
- 3.1.12 ฟีนอล์ฟธาเลอินอินดิเคเตอร์

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 อุปกรณ์เครื่องแก้ว เช่น บีกเกอร์ แท่งแก้วคนสาร ขวดรูปชมพู่ กรวยกรองสาร ขวดแก้วก้นกลมพร้อมจุกปิด และ บิวเรต
- 3.2.2 เครื่องปั่นกวนชนิดปรับรอบและอุณหภูมิได้พร้อมแท่งแม่เหล็กกวนสาร
- 3.2.3 เครื่องให้ความร้อน (hot plate)
- 3.2.4 เตาอบให้ความร้อน
- 3.2.5 กระดาษวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง

- 3.2.6 นาฬิกาจับเวลา
- 3.2.7 เดชเคเตอร์
- 3.2.8 เครื่องชั่งน้ำหนักความละเอียดทศนิยม 3 และ 4 ตำแหน่ง
- 3.2.9 กระดาษกรอง
- 3.2.10 กระดาษชั่งสาร
- 3.2.11 ไมโครปิเปตอัตโนมัติขนาด 100 และ 1000 ไมโครลิตร

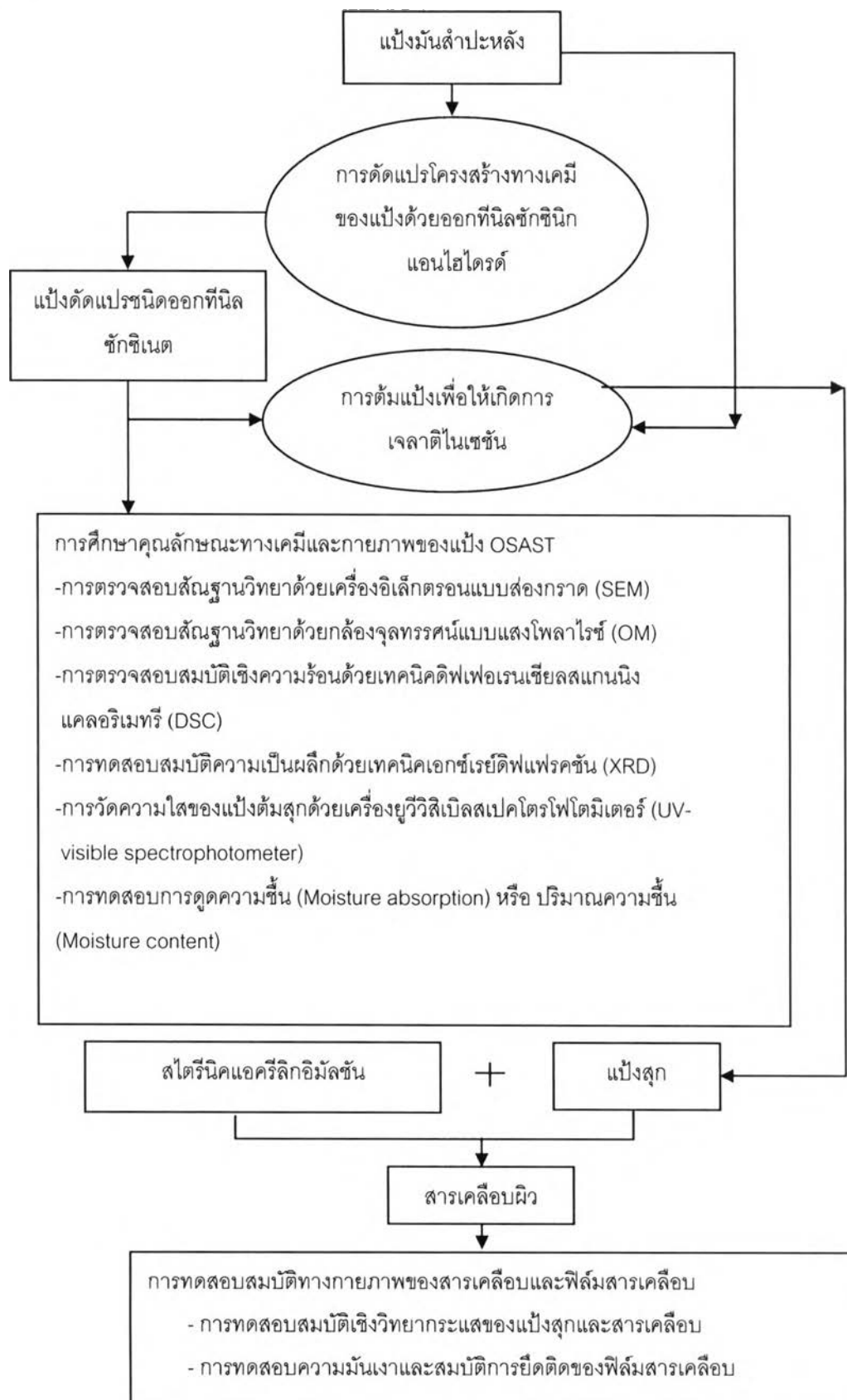
3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- 3.3.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-5410, JEOL
- 3.3.2 เครื่องเคลือบทอง รุ่น JFC-1200 fine coater, JEOL
- 3.3.3 กล้องจุลทรรศน์แบบโพลาไรซ์ (OM) รุ่น Axioskop, ZEISS
- 3.3.4 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FTIR) รุ่น System 2000, Perkin Elmer
- 3.3.5 ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC) รุ่น DSC822e, Mettler toledo
- 3.3.6 เอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) รุ่น JDX-3530, JEOL
- 3.3.7 เครื่องวัดค่าการดูดความชื้น รุ่น MA 150, Sartorius
- 3.3.8 เครื่องยูวีวิซิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (UV-VIS spectrophotometer) รุ่น V-530, Jasco
- 3.3.9 เครื่องรีโอมิเตอร์ (Rotational rheometer) รุ่น Gemini 200HR nano, Malvern-Bholin Instruments
- 3.3.10 เครื่องวัดความเงา (Gloss meter) รุ่น micro-gloss 60 °, Gardner GmbH

3.4 ขอบเขตการทดลอง

- 3.4.1 การดัดแปรแป้งมันสำปะหลังด้วย OSA เพื่อเตรียมแป้งออกทีนิลซัคซิเนต (OSAST)
- 3.4.2 การศึกษาคุณลักษณะทางเคมีและกายภาพของแป้ง OSAST
- 3.4.3 การศึกษาสมบัติเชิงวิทยากระแสน้ำของแป้ง OSAST
- 3.4.4 การเตรียมสูตรสารเคลือบผิวฐานน้ำโดย OSAST
- 3.4.5 การศึกษาผลกระทบขององค์ประกอบอื่นๆของสูตร ต่อสมบัติเชิงรีโอโลยีของสูตรสารเคลือบ
- 3.4.6 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของฟิล์มเคลือบจากสารเคลือบที่ใช้แป้ง OSAST โดยการวัดความเงาและการยึดติด

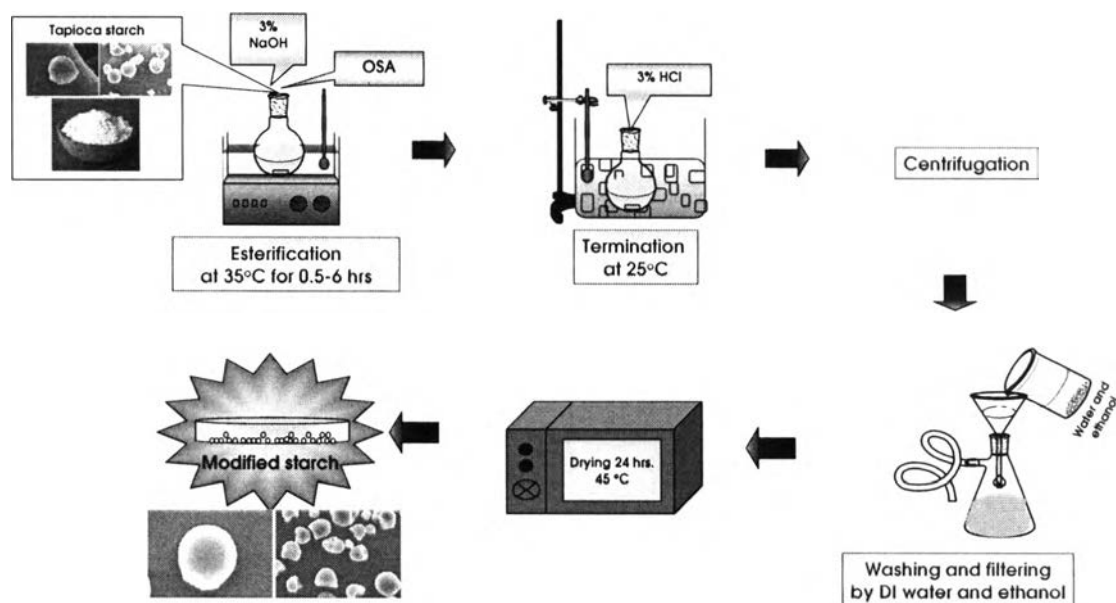
3.5 ขั้นตอนการทดลอง



รูปที่ 3. 1 แผนภูมิลำดับขั้นตอนการทดลอง

3.6 การดัดแปรแป้ง

ทำการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังโดยดัดแปลงมาจากวิธีของ Hui และคณะ, 2009 [6] ด้วยการเตรียมสารแขวนลอยน้ำแป้งเข้มข้นร้อยละ 35-50 แล้วปรับความเป็นกรด-ด่างให้เป็น 8.0 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 3.0 จากนั้นเติมออกทีนิลซัคซินิกร้อยละ 1.0-50.0 โดยปริมาตรต่อน้ำหนักแป้ง และปรับความเป็นกรด-ด่างน้ำแป้งเป็น 8 ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 3.0 กวนทิ้งไว้ที่อุณหภูมิ 35 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5-6 ชั่วโมง หลังจากนั้นหยุดปฏิกิริยาโดยปรับความเป็นกรด-ด่างให้เป็น 6.5 โดยใช้ สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นร้อยละ 3.0 จากนั้นนำไปเหวี่ยงตะกอนแป้งด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงที่ความเร็ว 5,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที ทำการกรองแป้ง และล้างแป้งด้วยน้ำ DI จำนวนสองรอบ และ เอทิลแอลกอฮอล์อีกสองรอบจนกระทั่งหลังทดสอบน้ำที่ผ่านการกรองแล้วไม่เกิดปฏิกิริยากับ ซิลเวอร์ไนเตรดเข้มข้น 0.1 นอร์มอล จากนั้นนำแป้งไปอบที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการบดแป้งด้วยโกร่งบดแล้วบรรจุถุงพลาสติกและเก็บไว้ในที่แห้ง โดยทำการศึกษาสภาวะการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังด้วยออกทีนิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์ ได้แก่ ระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยา ปริมาณของออกทีนิลซัคซินิกแอนไฮไดรด์ และความเข้มข้นของสารแขวนลอยแป้ง



รูปที่ 3. 2 ลักษณะของเครื่องมือและขั้นตอนที่ใช้ในการดัดแปรแป้ง

3.6.1 ตัวแปรที่ศึกษาในการดัดแปรแป้งมันสำปะหลัง

สำหรับงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาสภาวะการดัดแปรแป้งมันสำปะหลังด้วยออกทีนิลซัค-ซินิกแอนไฮไดรต์ โดยศึกษาผลของระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยา ปริมาณของออกทีนิลซัคซินิกแอนไฮไดรต์ และความเข้มข้นของสารแขวนลอยแป้ง โดยออกแบบการทดลองเป็น 10 ชุดการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3. 1 แสดงการออกแบบการทดลองในการดัดแปรแป้งมันสำปะหลัง

การทดลอง ชุดที่	เวลาในการทำ ปฏิกิริยา (ชั่วโมง)	ปริมาณออกทีนิลซัค- ซินิกแอนไฮไดรต์ (ร้อยละโดย น้ำหนักของแป้ง)	ความเข้มข้นของสาร แขวนลอยแป้ง (ร้อยละโดยน้ำหนัก)
1	0.5	1, 3 และ 5	35
2	1.5	1, 3 และ 5	35
3	3.0	1, 3 และ 5	35
4	6.0	1, 3 และ 5	35
5	1.5	10	35
6	1.5	15	35
7	1.5	20	35
8	1.5	30,40 และ 50	35
9	1.5	3, 10, 20, 30, 40 และ 50	40
10	1.5	3, 10, 20, 30, 40 และ 50	50

3.6.2 การวิเคราะห์ระดับการแทนที่ของแป้งออกทีนิลซัคซินิกแอนไฮไดรต์

การวิเคราะห์ระดับการแทนที่ดัดแปลงจากวิธีของ Whistler and Paschall, 1967 [62] โดยวัดค่าการเกิดปฏิกิริยาสะปอนนิฟิเคชัน (saponification) ของด่าง ด้วยการทำการไตเตรทย้อนกลับกับด่างที่เกินพอด้วยกรด โดยทำการชั่งน้ำหนักแป้งมันสำปะหลังดัดแปรมา 5 กรัม แล้วทำให้กระจายตัวในน้ำ 50 มิลลิลิตร จากนั้นเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 0.5 นอร์มอล ปริมาณ 25 มิลลิลิตรลงไป กวนด้วยแท่งกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาไตเตรทหาปริมาณด่างที่มากเกินพอด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่มีความเข้มข้น 0.5 นอร์มอล โดยใช้ฟีนอล์ฟธาเลอินเป็นตัวบ่งชี้ นอกจากนั้นได้ทำการไตเตรทเทียบโดยใช้

แป้งมันสำปะหลังที่ยังไม่ผ่านการดัดแปรอีกด้วย จากนั้นทำการคำนวณค่าระดับการแทนที่จากร้อยละของการแทนที่ด้วย OSA ได้ดังนี้

$$\% \text{OSA_substitution} = \frac{(V_{Blank} - V_{Sample}) \times 0.1 \times N \times 100}{W} \quad (3.1)$$

เมื่อ V_{Blank} คือ ปริมาตรของกรดไฮโดรคลอริกที่ต้องการสำหรับการไตเตรทแป้งมันสำปะหลังที่ไม่ได้ผ่านการดัดแปร

V_{Sample} คือ ปริมาตรของกรดไฮโดรคลอริกที่ต้องการสำหรับการไตเตรทแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านการดัดแปร

W คือ น้ำหนักของแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านการดัดแปร

N คือ นอร์มอลลิตีของกรดไฮโดรคลอริก

จากนั้นนำร้อยละของการแทนที่ด้วย OSA มาคำนวณหาค่าระดับการแทนที่ ได้ดังนี้

$$DS = \frac{162 \times \% \text{OSA_substitution}}{21,000 - (209 \times \% \text{OSA_substitution})} \quad (3.2)$$

เมื่อ 162 คือ น้ำหนักโมเลกุลของหน่วยกลูโคส

21,000 คือ น้ำหนักโมเลกุลของออกทีนิลซัคซินิกด้วยหนึ่งร้อย (octenyl succinic group)

209 คือ น้ำหนักโมเลกุลของหมู่ออกทีนิลซัคซินิล (octenyl succinyl group)

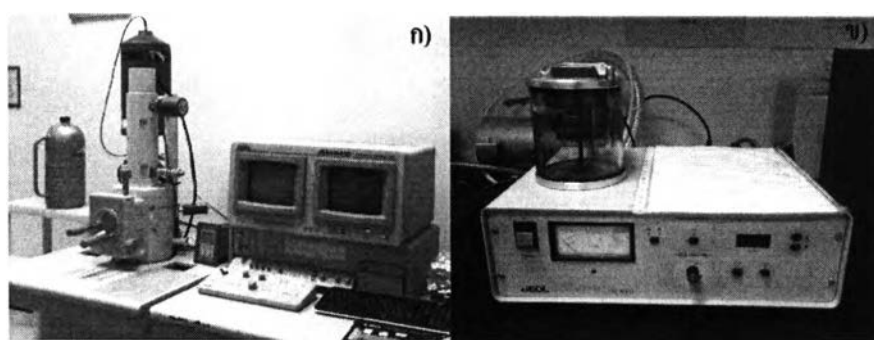
3.7 การศึกษาคุณลักษณะทางเคมีและกายภาพของแป้งมันสำปะหลังและออกทีนิลซัคซินี-เนต

นำตัวอย่างแป้งมันสำปะหลังที่ผ่านการดัดแปรตามแผนการทดลองมาตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะดังต่อไปนี้

3.7.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเม็ดแป้ง (starch granule morphology)

3.7.1.1 ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) (JSM-5410, JEOL)

ทำการสังเกตตามวิธีของ Bhosale และคณะ, 2006 [7] โดยการนำตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยมากระจายตัวบนเทปกาวคาร์บอนแบบ 2 หน้า ที่ติดอยู่บนแท่ง circular specimen holders จากนั้นนำแท่ง circular specimen holders ที่มีตัวอย่างของผงแบ่งที่กระจายตัวอยู่บนเทปกาวแบบคาร์บอนแล้วเข้าเครื่องเคลือบทอง (JFC -1200 fine coater, JEOL) โดยใช้เครื่องเคลือบทองโดยใช้กระแส 15 แอมแปร์ เป็นเวลา 120 วินาที จากนั้นนำตัวอย่างที่เคลือบทองเสร็จแล้วเข้าสู่ช่องภายในตัวกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน โดยควบคุมสภาวะการทดลองที่ค่าอัตราการเร่งของความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ 15 และ 20 กิโลโวลต์และใช้กำลังขยายที่ 1,500 และ 3,500 เท่า และบันทึกภาพแบบดิจิทัลลงในเครื่องคอมพิวเตอร์



รูปที่ 3.3 ก) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดรุ่น JSM-5410, JEOL

ข) เครื่องเคลือบทอง JFC-1200 fine coater, JEOL

3.7.1.2 ตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแสงและแสงโพลาไรซ์ (Optical Microscope with Normal and Polarized Light, OM) (Axioskop, ZEISS)

ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของเม็ดแบ่งตามวิธีของ Thongdang และคณะ, 2008 [63] โดยการนำแบ่งปริมาณเล็กน้อยมากระจายตัวบน glass slide โดยใช้เอทิลแอลกอฮอล์ช่วยในการกระจายตัว หลังจากเอทิลแอลกอฮอล์ระเหยหมดแล้ว ค่อยๆหยดกลีเซอรอลลงไปแล้วปิดด้วย cover-slip โดยระวังอย่าให้มีฟองอากาศ จากนั้นนำไปสังเกตด้วยแสงแบบปกติและใช้ตัวกรองแสงแบบโพลาไรซ์

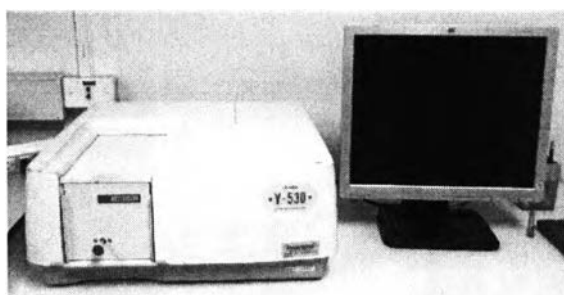
เทคนิคนี้ยังใช้ในการศึกษาลักษณะการรวมตัวและลักษณะสัณฐานวิทยาของเม็ดแบ่งในน้ำ โดยนำมาหยดบน glass slide แล้วค่อยๆปิดด้วย cover-slip โดยระวังอย่าให้มีฟองอากาศ จากนั้นนำไปสังเกตด้วยแสงแบบปกติและใช้ตัวกรองแสงแบบโพลาไรซ์



รูปที่ 3. 4 แสดงกล้องจุลทรรศน์แบบแสงและแสงโพลาไรซ์ Axioscop, Zeiss

3.7.2 การวิเคราะห์ความใสของแป้งต้มสุก (Paste clarity)

การวิเคราะห์ความใสของแป้งต้มสุกได้ดัดแปลงจากวิธีของ กล้าณรงค์ ศรีรอดและเกื้อกุล ปิยะจอมขวัญ ,2543 [40] โดยทำการศึกษาความใสของแป้งต้มสุกที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ทำการชั่งตัวอย่างแป้ง 0.1 กรัม (โดยน้ำหนักแห้ง) เติมน้ำปราศจากไอออน 10 มิลลิลิตร ตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที ให้แป้งกระจายตัวดี แล้วต้มสารละลายน้ำแป้งในอ่างน้ำที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส โดยใช้แท่งกวนแบบแม่เหล็กปั่นกวนตลอดเวลาเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง และก่อนทำการวัดความใส ให้นำตัวอย่างไปแช่ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นถ่ายสารละลายใส่ cuvette แล้วนำไปวัดค่าร้อยละการส่องผ่าน (%T) ที่ความยาวคลื่น 650 นาโนเมตร โดยใช้เครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ (UV/VIS Spectrophotometer, V-530, Jasco)



รูปที่ 3. 5 แสดงเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์รุ่น V-530, Jasco

3.7.3 การวัดปริมาณความชื้น

ศึกษาค่าร้อยละปริมาณความชื้นด้วยเครื่องวัดค่าการดูดความชื้น Sartorius Model-MA 150 โดยนำผงแป้งตัวอย่างประมาณ 1 กรัม ใส่ในที่ชั่งน้ำหนัก จากนั้นเครื่องจะทำการเก็บค่า

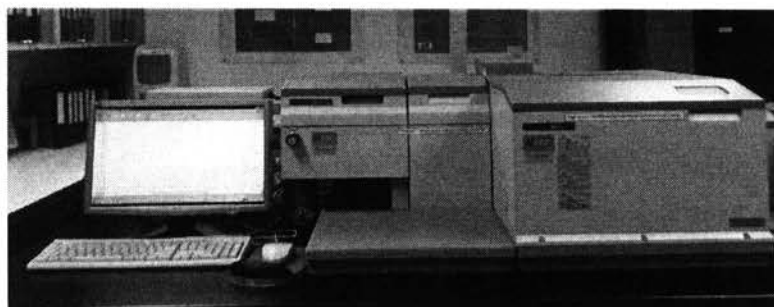
น้ำหนักที่อุณหภูมิห้อง แล้วทำการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 105 องศาเซลเซียสจนกว่าน้ำหนักแบ่งมีค่าคงที่แล้วเก็บค่าน้ำหนักที่ได้ แล้วรายงานออกมาเป็นค่าร้อยละปริมาณความชื้น



รูปที่ 3. 6 แสดงเครื่องวัดค่าร้อยละการดูดความชื้น MA-150, Sartorius

3.7.4 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแป้งมันสำปะหลังและแป้งออกทีนิล-ซัคซิเนต

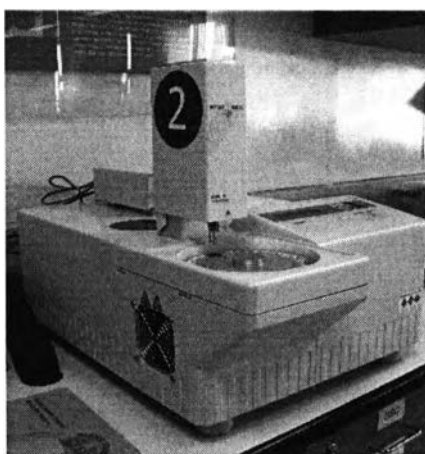
ทำการศึกษาคุณลักษณะเฉพาะของแป้งดัดแปร ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น Perkin Elmer System 2000 ซึ่งมีขั้นตอนในการวิเคราะห์ดังนี้ นำแป้งดัดแปรที่เตรียมได้ มาบดผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน แป้ง 1 ส่วน ต่อ KBr 2 ส่วน จากนั้นนำไปอัดเป็นแผ่นด้วยเครื่องไฮดรอลิกอัดแผ่นตัวอย่างด้วยแรงกด 10 บาร์ จนได้แผ่นตัวอย่างที่มีความโปร่งแสง แล้วนำแผ่นที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์ห่มู่ฟังก์ชัน โดยกำหนดความยาวเลขคลื่นของสเปกตรัมที่ได้ระหว่าง $4000-400 \text{ cm}^{-1}$ ใช้จำนวนสแกน 16 ครั้ง มีค่าความละเอียด (resolution) เป็น 4.0 จากนั้นเปรียบเทียบความยาวเลขคลื่นของห่มู่ฟังก์ชันที่ได้กับค่าจากเอกสารอ้างอิง [64]



รูปที่ 3. 7 แสดงเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ Perkin Elmer System 2000, Perkin Elmer

3.7.5 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนโดยใช้เทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC)

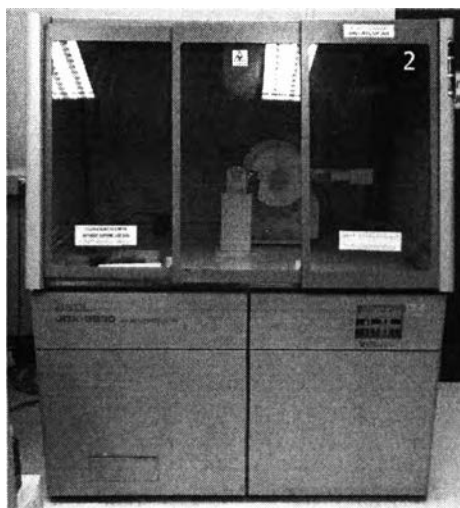
การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน ดัดแปลงจากวิธีของ Lawan, 2004 [65] โดยการชั่งตัวอย่างแป้งที่ทราบน้ำหนักแน่นอนประมาณ 2 มิลลิกรัม ใส่ใน aluminum pan เติมน้ำกลั่นจำนวน 6 ไมโครลิตร ปิดฝา aluminum pan แล้วนำมาเก็บไว้ในตู้ควบคุมอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อให้แป้งดูดซับน้ำได้เต็มที่ หลังจากนั้นให้ความร้อนแก่ตัวอย่างโดยใช้เครื่อง DSC รุ่น DSC822e, Mettler toledo ที่อุณหภูมิจาก 30 ถึง 120 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน บันทึกค่า onset temperature (T_o) peak temperature (T_p) conclusion temperature (T_c) และ ค่าเอนทัลปี (ΔH) ของกระบวนการเจลาตินไนเซชัน (gelatinization)



รูปที่ 3. 8 แสดงเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ DSC 822e, Mettler toledo

3.7.6 การวิเคราะห์ลักษณะผลึกของแป้งมันสำปะหลังและแป้งออกทินิลซัคซิเนต OSAST

การวิเคราะห์ลักษณะผลึกของแป้งมันสำปะหลังและแป้งมันสำปะหลังดัดแปร ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffraction, XRD) โดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์รุ่น JDX-3530, JEOL โดยการนำตัวอย่างผงแป้งค่อยๆ เกลี่ยและอัดลงบน specimen holder ให้มีผิวหน้าเรียบแล้วศึกษารูปแบบลักษณะผลึกของแป้งโดยวัดมุมสองเซต่าเป็น 3-40 องศา



รูปที่ 3. 9 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์รุ่น JDX-3530, JEOL

3.8 การศึกษาสมบัติเชิงวิทยาการกระแสของแป้งมันสำปะหลังและแป้งออกทีนิลซัคซิเนต

ทำการศึกษาสมบัติเชิงวิทยาการกระแสของแป้งมันสำปะหลังและแป้งออกทีนิลซัคซิเนต โดยเครื่องรีโอมิเตอร์แบบควบคุมความเค้นเฉือน (Ultra low torque rotational rheometer, controlled stress) รุ่น Gemini 200HR nano ศึกษาโดยทำการเตรียมตัวอย่างแป้งเจลที่ความเข้มข้นร้อยละ 1-4 ในน้ำ DI ตัวอย่างเช่น ต้องการความเข้มข้นของแป้งร้อยละ 1 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร โดยทำการชั่งตัวอย่างแป้ง 0.1 กรัม (โดยน้ำหนักแห้ง) เติมน้ำ DI 10 มิลลิลิตร ปั่นกวนด้วยแท่งกวนแบบแม่เหล็กทิ้งไว้เป็นเวลา 30 นาที ให้แป้งกระจายตัวดี แล้วต้มสารละลายน้ำแป้งในอ่างน้ำที่ควบคุมอุณหภูมิที่ 95 องศาเซลเซียส โดยใช้แท่งกวนแบบแม่เหล็กปั่นกวนตลอดเวลาเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำมาตั้งทิ้งไว้ให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำมาทดสอบสมบัติเชิงวิทยาการกระแส โดยใช้หัววัดแบบโคนและเพลท (cone and plate) ที่โคนมีมุม 2 องศา มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 55 มิลลิเมตร ระยะห่างระหว่างโคนและเพลทเป็น 70 ไมครอน ควบคุมอุณหภูมิที่ 25.0 ± 0.1 องศาเซลเซียส โดยฐานวัดแบบ Peltier ที่มีอ่างควบคุมอุณหภูมิรุ่น Julabo F12 และควบคุมอุณหภูมิภายใต้ระบบปิดโดยมีฝาครอบปิดตลอดการทดสอบ ทำการทดสอบซ้ำ 3 ครั้งโดยการเปลี่ยนตัวอย่างใหม่ทุกครั้งที่ทำกรทดสอบ เนื่องจากผลการทดสอบที่ได้ไม่แตกต่างกันมากนัก กราฟแสดงผลการทดสอบที่แสดงในเอกสารวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นผลการทดสอบที่เป็นตัวแทนของผลการทดสอบที่ได้



รูปที่ 3. 10 เครื่องรีโอมิเตอร์ (Ultra low torque Rotational rheometer, controlled stress) รุ่น Gemini 200HR nano, Malvern-Bhohlin Instrument

3.8.1 การทดสอบสมบัติเชิงวิสโคอิลาสติกของแป้งต้มสุก

สมบัติเชิงวิสโคอิลาสติกของสามารถทดสอบได้โดยการทดสอบทางไดนามิกส์ หรือทางการหมุนไปกลับของหัววัดโดยการควบคุมแรงบิด (torque) แล้ววัดค่าการตอบสนองของวัสดุที่อยู่ในรูปของการเสียรูปทรง (deformation) ซึ่งวัสดุที่มีสมบัติเชิงวิสโคอิลาสติกนั้นประกอบไปด้วยส่วนที่เป็นวิสคัส (viscous) คือ ส่วนที่คล้ายของเหลวที่ไหลหรือเสียรูปเมื่อถูกแรงกระทำ และส่วนที่เป็นอีลาสติก (elastic) คือ ส่วนที่คล้ายของแข็งเป็นส่วนที่ไหลหรือเสียรูปแบบผันกลับได้เมื่อได้รับแรงกระทำ ดังนั้น วัสดุที่มีสมบัติเชิงวิสโคอิลาสติกจึงเป็นสารที่แสดงสมบัติแบบกึ่งแข็งกึ่งเหลว โดยแต่ละชนิดจะแสดงสัดส่วนของวิสคัสและอีลาสติกที่แตกต่างกันออกไป สมบัติดังกล่าวสามารถทำการศึกษาได้โดยเครื่องรีโอมิเตอร์ สำหรับ stress-controlled rheometer ที่ใช้ในการศึกษานั้น ทำได้โดยการให้แรงแล้ววัดการตอบสนองกลับมาว่ามีการตอบสนองแบบทันทีทันใด ซึ่งเป็นสมบัติของอีลาสติก ไม่มีการเสียรูปและสูญเสียพลังงาน หรือไม่มีการตอบสนองกลับเลยซึ่งเป็นการ เสียรูปหรือเสียพลังงานไป เป็นสมบัติของวิสคัส โดยแป้งเจลโดยส่วนมากมีสมบัติแบบวิสโคอิลาสติก ซึ่งสามารถอธิบายสมบัตินี้ได้ตามสมการคณิตศาสตร์ ดังนี้

$$G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2} \quad (3.3)$$

เมื่อ G^* = มอดุลัสเชิงซ้อนของวัสดุวิสโคอิลาสติก

G' = มอดุลัสสะสม หรือ อีลาสติกมอดุลัส (พารามิเตอร์ที่แสดงสมบัติคล้ายของแข็ง)

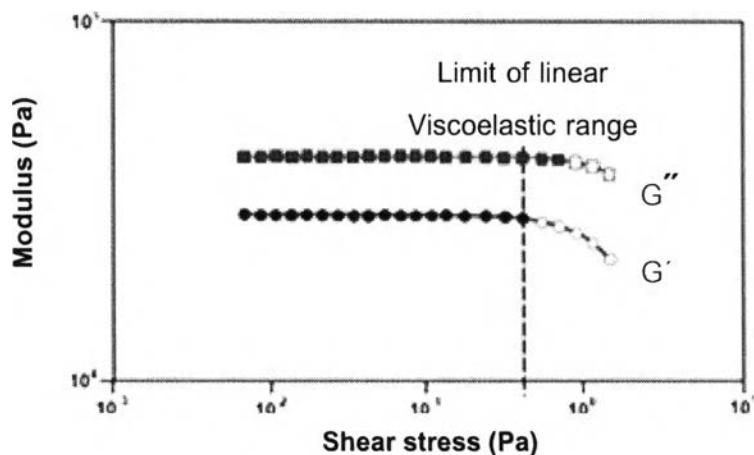
G'' = มอดุลัสสูญเสีย หรือ วิสคัสมอดุลัส (พารามิเตอร์ที่แสดงสมบัติคล้ายของเหลว)

โดยที่ค่าความหนืดเชิงซ้อน (η^*) หรือ Eta^* ของวัสดุ คือ

$$\eta^* = \frac{G''}{i\omega} \quad (3.4)$$

3.8.1.1 การทดสอบ Amplitude sweep test

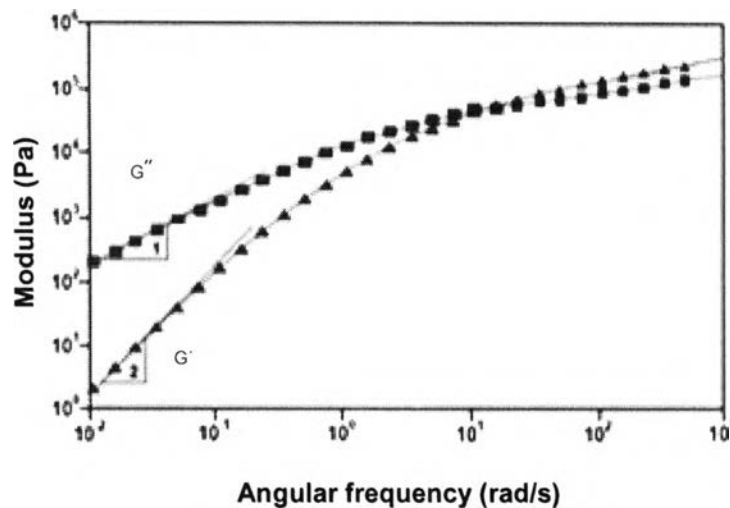
เป็นวิธีการทดสอบหาช่วงของความเป็นวิสโคอีลาสติกแบบเส้นตรงของตัวอย่าง ที่เรียกว่า Linear Viscoelastic Region (LVR) เพื่อเลือกค่าความเค้น (stress) ที่เหมาะสมในช่วงที่เป็นเส้นตรงดังกล่าวมาใช้ในการศึกษาใน Frequency sweep test โดยทำการศึกษาความเค้นเฉือนในช่วง 0.1-1000.0 ปาสคาล โดยใช้ความถี่เชิงมุม 0.1 เรเดียนต่อวินาที แล้ววัดการตอบสนองของวัสดุทั้งในส่วนที่เป็นมอดุลัสสะสมและมอดุลัสสูญเสีย



รูปที่ 3. 11 กราฟตัวอย่างของการทดสอบ Amplitude sweep test

3.8.1.2 การทดสอบ Frequency sweep test

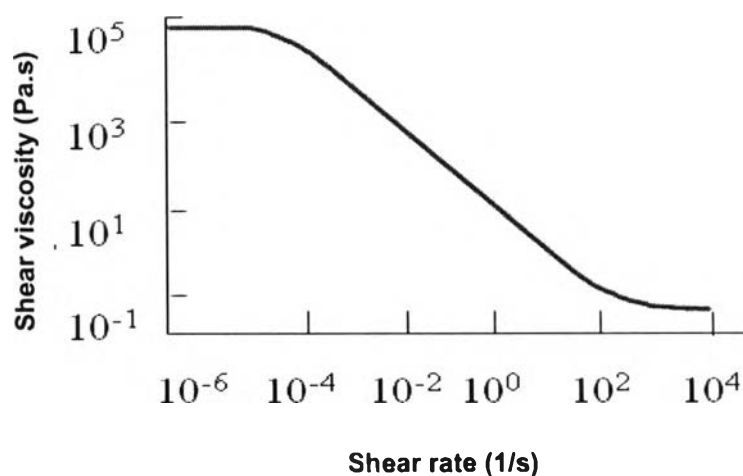
เป็นวิธีการทดสอบหาค่าการตอบสนองของวัสดุเชิงวิสโคอีลาสติกซึ่งมีสมบัติที่ขึ้นอยู่กับความถี่ซึ่งเป็นส่วนกลับกับเวลา นิยมใช้หน่วยการวัดในรูปของค่าความถี่แบบ เฮิรซ์ (Hz) หรือ อยู่ในรูปความถี่เชิงมุม (เรเดียนต่อวินาที, radian/s, rad/s) ให้แรงคงที่ค่าหนึ่งแก่วัสดุ แล้ววัดการตอบสนองที่เวลาต่างๆ โดยหากสังเกตที่ค่าความถี่หรือความถี่เชิงมุมต่ำนั้นคือให้เวลาในการสังเกตนาน แต่หากใช้เวลาในการสังเกตสูงนั้นคือ ให้เวลาในการสังเกตบ่อยยิ่งขึ้น แล้ววัดค่าการตอบสนองของค่ามอดุลัสสะสมและมอดุลัสสูญเสียรวมถึงค่าความหนืดเชิงซ้อนด้วย โดยในการทดลองนี้ทำการศึกษาค่าความถี่เชิงมุมในช่วง 0.1- 100 เรเดียน ต่อ วินาที (rad/s) โดยแรงที่ควบคุมนั้นอยู่ในช่วง LVE ที่ได้จากข้อ 3.8.1.1



รูปที่ 3. 12 แสดงกราฟตัวอย่างของการทดสอบ Frequency sweep test

3.8.2 การทดสอบแบบ Steady shear rate sweep test

เป็นการทดสอบแบ่งเจลด้วยอัตราเฉือนที่เพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ แล้ววัดการตอบสนองของแรงต้านการไหลในรูปของค่าความหนืดเฉือนและค่าความเค้นเฉือน โดยรายงานออกมาเป็นกราฟความหนืด (viscosity curve) ที่ค่าแกน X เป็นค่าอัตราเฉือน และ แกน Y เป็นค่า ความหนืดเฉือน หรือกราฟการไหล (flow curve) ที่แกน Y เป็นค่าความเค้นเฉือน ซึ่งโดยทั่วไปนั้นจะแสดงในรูปของกราฟแบบ log-log scale พบว่าแบ่งเจลหรือพอลิเมอร์โดยทั่วไปนั้นมักมีพฤติกรรมการไหลแบบแรงเฉือนลด (shear thinning)



รูปที่ 3. 13 แสดงกราฟความหนืดและภาพการไหลตัวอย่างของการทดสอบ Steady shear rate sweep test

3.8.2 การทดสอบสมบัติทิกโซทรอปี้

เป็นการทดสอบโดยการค่อยๆ กวนแป้งเจลดด้วยอัตราเขื่อนที่เพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ แล้ววัดการตอบสนองของแรงต้านในรูปของค่าความหนืดเฉือนและค่าความเค้นเฉือน จากนั้นให้ค่าอัตราเฉือนค่อยๆ ลดลงเรื่อยๆ จนเท่ากับอัตราเฉือนเริ่มต้น แล้ววัดการตอบสนองโดยรายงานออกมาเป็นกราฟการไหล ที่ค่าแกน X ยังคงเป็นค่าอัตราเฉือน และ แกน Y เป็นค่า ความหนืดเฉือน หรือค่าความเค้นเฉือน ระดับของความเป็นทิกโซทรอปี้ดูจากค่าพื้นที่ใต้กราฟว่ามีค่ามากหรือน้อย วัสดุจะแสดงสมบัติทิกโซทรอปี้เมื่อเกิดการเสียรูปภายใต้แรงเฉือนที่ให้และไม่สามารถคืนรูปได้อย่างสมบูรณ์ระหว่างการทดสอบ ทำให้ค่าความหนืดเฉือนและค่าความเค้นเฉือนลดลงเกิดเป็นวงของการสูญเสียพลังงาน เมื่อเพิ่มแล้วลดอัตราเฉือน โดยในการศึกษานี้ได้ทำการทดสอบในช่วงอัตราเฉือนระหว่าง 0.001-600.000 ต่อวินาที แล้วสังเกตพื้นที่ใต้กราฟ

3.9 การเตรียมสูตรสารเคลือบผิวฐานน้ำโดยใช้แป้งออกทีนิลซัคซิเนตและการทดสอบสมบัติเชิงวิทยากระแสของสูตรสารเคลือบ

สูตรสารเคลือบที่นำมาศึกษาการนำแป้งออกทีนิลซัคซิเนต (OSAST) เป็นตัวดัดแปรสมบัติเชิงวิทยากระแส นั้นคือ สไตรีนอะคริลิกอิมัลชัน ซึ่งมีสมบัติพื้นฐาน คือ มีปริมาณของแข็งร้อยละ 50 (50% solid content)

ตารางที่ 3. 2 สมบัติของอะคริลิกสไตรีนพอลิเมอร์รวม

Voncoat 5483 –Acrylic styrene copolymer emulsion: exterior flat paint	คุณสมบัติ
รูปร่างลักษณะ	สีขาวนํานม
ปริมาณของแข็ง (ร้อยละ)	49-51
ความหนืด (เซนติพอยส์)	400-1000
ความเป็นกรด-ด่าง	7-9
ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	0.05-0.1
ประจุของอนุภาค	ประจุลบ
อุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (องศาเซลเซียส)	15
ค่าความถ่วงจำเพาะ	1.03-1.06
ส่วนระเหยได้	น้ำ

ทดสอบสมบัติเชิงวิทยาการกระจายของสูตรสารเคลือบใช้วิธีการศึกษาเช่นเดียวกับการศึกษาสมบัติเชิงวิทยาการกระจายของแป้งมันสำปะหลังและแป้งออกทีนิลซัคซิเนต ในข้อ 3.8 คือ ทดสอบสมบัติเชิงวิสโคอิลาสติก การทดสอบแบบ Steady shear rate sweep test การทดสอบสมบัติทิกโซทรอปี้และการทดสอบแบบ recovery test

3.10 การศึกษาผลกระทบของความเป็นกรด-ด่างของสูตรต่อสมบัติเชิงวิทยาการกระจายของสูตรสารเคลือบ

นำสูตรสารเคลือบที่ประกอบด้วยอะคริลิกสไตรีนพอลิเมอร์ร่วมอิมัลชัน+OSAST มาศึกษาถึงผลกระทบต่อความเป็นกรด-ด่าง โดยศึกษาความเป็นกรด-ด่างที่ 6 8 และ 12 ตามลำดับ จากนั้นนำมาทดสอบสมบัติเชิงวิทยาการกระจาย โดยใช้วิธีการศึกษาเช่นเดียวกับการศึกษาสมบัติเชิงวิทยาการกระจายของแป้งมันสำปะหลังและแป้งมันสำปะหลังดัดแปรในข้อ 3.8 คือ ทดสอบสมบัติเชิงวิสโคอิลาสติก, การทดสอบแบบ Steady shear rate sweep test, การทดสอบสมบัติทิกโซทรอปี้ และการทดสอบแบบ recovery test

3.11 การศึกษาผลกระทบของผงสีไทเทเนียมไดออกไซด์ต่อสมบัติเชิงวิทยาการกระจายของสูตรสารเคลือบ

นำสูตรสารเคลือบที่แนะนำโดยผู้ผลิตเรซินมาทำการเติมแป้งมันสำปะหลังและ OSAST แทนสารช่วยให้ชั้นที่เป็นเซลล์ลูโลสโดยมีสูตรแสดงดังตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3. 3 สูตรสารเคลือบฐานน้ำที่ใช้ในการศึกษา

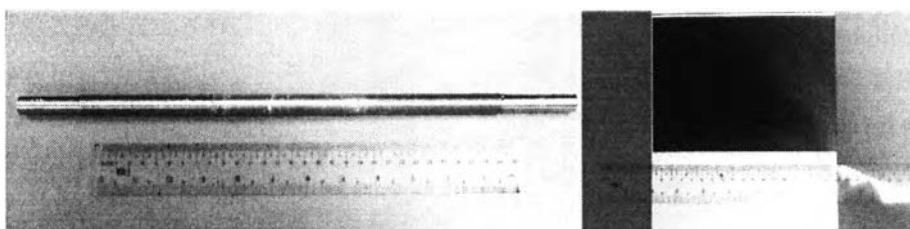
องค์ประกอบในสูตร	ชื่อสาร	ปริมาณ (โดยน้ำหนัก)	น้ำหนักแห้ง (ของแข็ง)
น้ำ	DI-water	26.060	-
ตัวช่วยกระจายสี	Tego disperder 740	1.430	-
สารลดจุดเยือกแข็งและหล่อลื่น	Ethylene glycol	1.680	-
ผงสี	Titanium dioxide	37.500	37.5000
เรซินหรือตัวประสาน	ASD	33.000	16.5100
สารช่วยให้ชั้น	ST/OSAST or CMC	0.330	0.0132
	รวม	100.000	54.0232

สูตรสารเคลือบที่ทำการศึกษามีปริมาณของแข็งร้อยละ 54.02 โดยมีปริมาณผงสีเป็นร้อยละโดยปริมาตรที่ไม่ระเหย (pigment volume concentration, PVC) เป็น 37.5

3.12 การศึกษาสมบัติทางกายภาพของฟิล์มสารเคลือบที่ใช่แบ่งแบ่งออกทีนิลซึกซิเนตเมื่อแห้งตัว

3.11.2 การเตรียมฟิล์มเคลือบ

สารเคลือบผิวที่ใช่แบ่ง OSAST เป็นสารดัดแปรสมบัติเชิงวิทยากระแสนั้นสามารถเตรียมได้โดยการโดยการนำแบ่งตัมสุกมาผสมกับสไตรีนิกอะคริลิกอิมัลชันที่ปริมาณต่างๆกันแล้วปั่นกวนด้วยแท่งกวนแบบแม่เหล็กที่ความเร็วสูงสุดจนแน่ใจว่าแบ่งตัมสุกกับสไตรีนิกอะคริลิกอิมัลชันเข้ากันได้ดีเป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วลดอัตราการปั่นกวนลงเป็นความเร็วปานกลางทิ้งไว้ข้ามคืนเพื่อให้ระบบเข้าสู่สมดุล จากนั้นนำสูตรสารเคลือบไปเคลือบบนกระดาษมาตรฐานโดยใช้ coating rod เบอร์ 26 ทำการปาดทาสารเคลือบแล้วทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 7 วันแล้วจึงนำฟิล์มสารเคลือบที่แห้งแล้วไปวัดสมบัติทางกายภาพ



รูปที่ 3. 14 coating rod เบอร์ 26 และกระดาษมาตรฐาน

3.11.1 การวัดความเงา (Gloss)

การวัดค่าความเงา (gloss) ตามมาตรฐาน ASTM D 523 ที่ทำการวัดความเงาของฟิล์มสารเคลือบโดยให้ลำแสงตกกระทบพื้นผิวฟิล์มมีค่าเป็น 20 องศา สำหรับฟิล์มที่มีความเงาสูง มุม 60 องศาใช้สำหรับฟิล์มที่มีความเงาปานกลาง (semi-gloss) และมุม 85 องศา ใช้สำหรับวัดฟิล์มเคลือบผิวที่มีความเงาน้อย แล้วทำการวัดค่าความเข้มของแสงสะท้อนที่มุม 60 องศา ค่าที่รายงานเป็นค่าความเงาจากการทดสอบ ณ ตำแหน่งต่างๆ 5 จุดแล้วนำมาหาค่าเฉลี่ย



รูปที่ 3. 15 เครื่องวัดความเงา (gloss meter) รุ่น micro-gloss 60 °, Gardner GmbH

3.11.2 การทดสอบการติดแน่น (Adhesion)

ทำการทดสอบความติดแน่น (Adhesion) ด้วยวิธี cross cut tape ตามมาตรฐาน ASTM D 3359-95 Method B ซึ่งเป็นวิธีการที่ง่ายที่สุดที่สามารถใช้บ่งบอกถึงการติดแน่น วิธีดังกล่าวบ่งบอกถึงระดับความมากน้อยในการติดแน่นระหว่างสารเคลือบผิวกับวัสดุ โดยการใช้ของมีคมขูดที่ผิวของฟิล์ม โดยวิธีที่ใช้ศึกษานั้น ทำได้โดยการใช้มีดคัทเตอร์ปาดลงบนพื้นผิวของฟิล์มให้ทะลุถึงแผ่นทดสอบ แล้วใช้แปรงปัดแผ่นทดสอบเบาๆไปมาจำนวน 5 ครั้ง จากนั้นตรวจสอบดูว่าลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบกพร่องเสียหายโดยจำแนกออกมาเป็น 4 ระดับ คือ 0 1 2 3 และ 4 ดังรูปที่ 3.16 โดย 0 นั้นแสดงถึงระดับการยึดติดที่ดีมากไม่มีความบกพร่องเสียหาย และลดคุณภาพของการยึดติดเมื่อตัวเลขเพิ่มขึ้นเป็น 1, 2, 3 และ 4 แสดงระดับที่ฟิล์มสารเคลือบมีลักษณะที่แตกเปราะมาก ซึ่งบ่งบอกว่าสารเคลือบผิวเมื่อแห้งนั้นมีการยึดเกาะกับพื้นผิวของวัสดุของวัสดุได้น้อย

Appearance of Cross-cut Area					
Percentage of Flaking	0%	<5%	<15%	<35%	<65%
Classification	0	1	2	3	4

รูปที่ 3. 16 ระดับการยึดติดจาก [66]

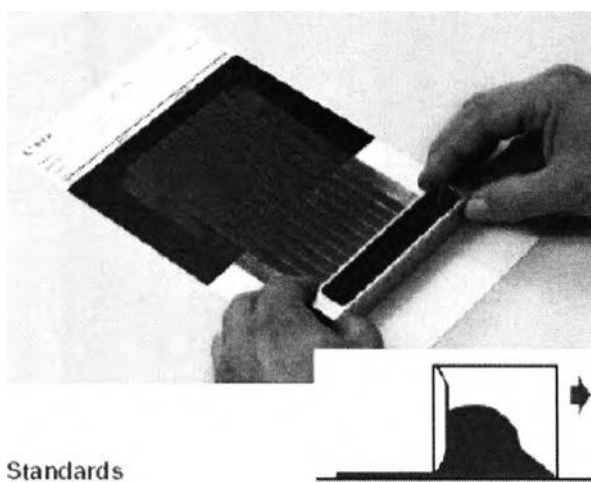
3.11.3 การทดสอบการไหลได้ระนาบและการย้อย

การไหลได้ระนาบและการย้อยทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 2801 สำหรับการไหลให้ได้ระนาบแล้วสังเกตจากคู่ของการไหลมาบรรจบกันของสารเคลือบที่ความหนา 1000, 500, 300, 200 และ 100 ไมโครเมตร โดยระดับการไหลมาบรรจบกันนั้นเป็นการบ่งบอกถึงความสามารถในการไหลให้ได้ระนาบของสารเคลือบ ส่วนการทดสอบการย้อยของสารเคลือบนั้นทำการลากสารเคลือบที่มีความหนา 10 ระดับตั้งแต่ 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225, 250, 275 และ 300

ไมโครเมตรตามลำดับ แล้วตั้งแผ่นทดสอบในแนวตั้งฉากกับพื้นแล้วสังเกตระดับความหนาที่สารเคลือบเริ่มขยับลงมาทับกัน

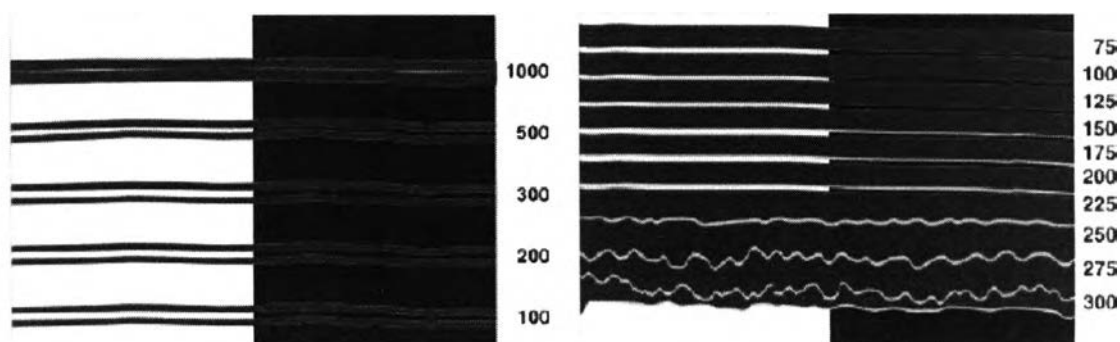


รูปที่ 3. 17 เครื่องทดสอบการไหลได้ระนาบและการขยับ (disperse/sagging tester) รุ่น 0810, Gardner GmbH



Standards

รูปที่ 3. 18 ตัวอย่างวิธีการเตรียมการทดสอบการไหลได้ระนาบและการขยับ, BYK instruments



รูปที่ 3. 19 ตัวอย่างแผ่นทดสอบการการไหลได้ระนาบและการขยับ, BYK instruments