

## บทที่ 3

### การทดลอง

#### 3.1 ขอบเขตการทดลอง

ขอบเขตของงานวิจัยนี้ ครอบคลุมถึงการนำเจลาตินมาดัดแปรด้วยกรดสเทียริก โดยใช้ภาวะในการดัดแปรต่างๆกัน ทั้งนี้เพื่อหาภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการดัดแปร อันได้แก่ ปริมาณกรดสเทียริก ภาวะความเป็นกรดต่าง และระยะเวลาในการดัดแปร พร้อมทั้งตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีและศึกษาสมบัติต่างๆของฟิล์มที่เตรียมได้จากเจลาตินดัดแปร

#### 3.2 การเตรียมฟิล์มเจลาตินดัดแปร

##### 3.2.1 สารเคมีและวัตถุดิบ

1. เจลาติน (เกรดการค้า) จากศึกษาภัณฑ์พาณิชย์ ซึ่งมีสมบัติตามตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 สมบัติของเจลาติน (เกรดการค้า) จากศึกษาภัณฑ์พาณิชย์

สมบัติ	ปริมาณ
Density, dry (g/cm <sup>3</sup> )	1.35
Weight average MW , M <sub>w</sub>	1×10 <sup>5</sup> to 5×10 <sup>5</sup>
Viscosity at 6.67 wt%, 60°C, mPa.s	5 - 10
Gel rigidity, g Bloom	75 - 330
Glass transition, dry, °C	217
Moisture, wt% at 50% rh	9 - 15
Ash, wt%	0 - 3

2. กรดสเทียริก (เกรดสำหรับการวิเคราะห์) จาก Lab-Scan

3. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 37 เปอร์เซ็นต์ (เกรดสำหรับการวิเคราะห์) จาก Lab-Scan
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (เกรดสำหรับการวิเคราะห์) จาก Merck
5. น้ำกลั่น

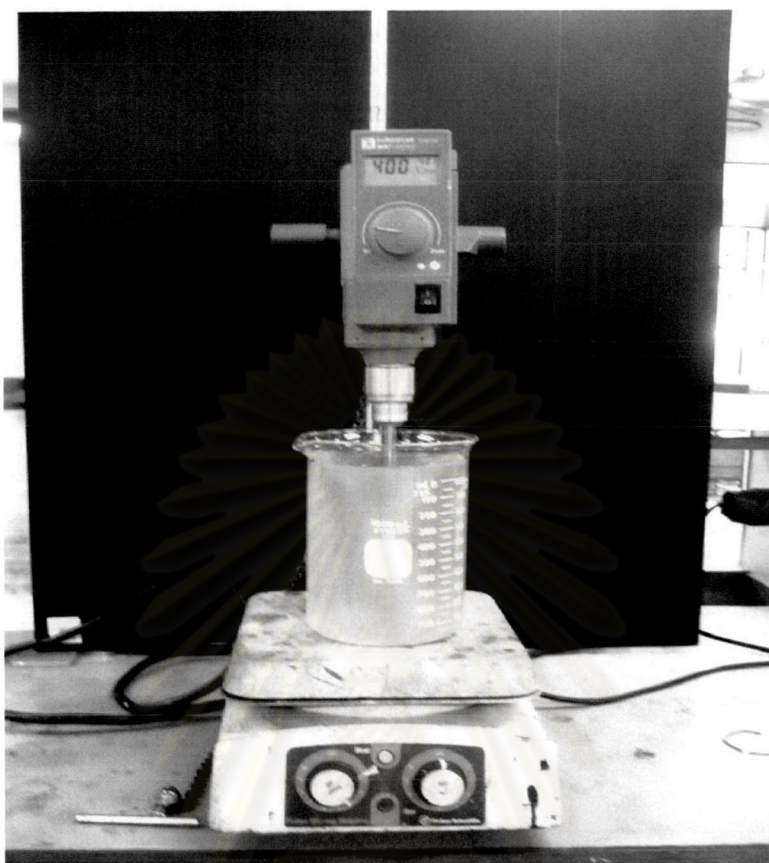
### 3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์ ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. เทอร์โมมิเตอร์ 100 องศาเซลเซียส
3. เครื่องกวนเชิงกล (mechanical stirrer) พร้อมใบพัด 4 แฉก
4. เครื่องให้ความร้อน (hot plate)
5. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)
6. แม่แบบพลาสติก

### 3.2.3 ขั้นตอนการทดลอง

1. การหาภาวะความเป็นกรดต่างที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มเจลาตินดัดแปร

ละลายเจลาตินในน้ำกลั่น ณ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที แล้วปรับความเป็นกรดต่างของสารละลายตามต้องการด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จากนั้น เติมกรดสเตริกในปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเจลาติน พร้อมกวนและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ตลอดเวลา จนครบ 2 ชั่วโมง ด้วยเครื่องปั่นผสมดังแสดงในรูปที่ 3.1 ปรับความเป็นกรดต่างของสารละลายเจลาตินดัดแปรให้เป็นกลางด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้น กรองสารละลายดังกล่าวด้วยผ้ากรอง และเทสารละลายที่กรองแล้วลงในแม่แบบพลาสติกดังรูปที่ 3.2 ทิ้งให้แห้งตัวที่อุณหภูมิห้อง ลอกฟิล์มที่ได้ออกจากแม่แบบ จากนั้น นำฟิล์มไปวิเคราะห์และศึกษาสมบัติต่างๆต่อไป ทั้งนี้ปริมาณสารต่างๆและภาวะที่ใช้เป็นไปตามรายละเอียดใน ตารางที่ 3.2



รูปที่ 3.1 การบั่นผสมสารละลายเจลาติน

ตารางที่ 3.2 ปริมาณสารต่างๆและภาวะความเป็นกรดต่างที่ใช้ในการตัดแปรงเจลาติน

สูตร	ปริมาณ เจลาติน (กรัม)	ปริมาณ น้ำกลั่น (กรัม)	การปรับภาวะ ความเป็นกรด ต่าง ของระบบ	ปริมาณ กรดสเดียริก (กรัม)	อุณหภูมิ การผสม (องศา เซลเซียส)
GStd	25	475	5.5	0	60
GM4.0	25	475	4	1.25	60
GM4.5	25	475	4.5	1.25	60
GM5.0	25	475	5	1.25	60
GM5.5	25	475	5.5	1.25	60



รูปที่ 3.2 แม่แบบพลาสติก

## 2. การหาปริมาณกรดสเตียริกและระยะเวลาตัดแปรที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม เจลาติน

ละลายเจลาติน 25 กรัมในน้ำกลั่น 475 กรัม ณ อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที แล้วปรับความเป็นกรดต่างของสารละลายให้เท่ากับ 5.5 ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก จากนั้น เติมกรดสเตียริกในปริมาณต่างๆกัน ตั้งแต่ 0 5 10 15 20 25 30 35 จนถึง 40 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของเจลาติน พร้อมกวนและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส ตลอดเวลา จนครบระยะเวลาที่กำหนดไว้ ได้แก่ 2 4 6 และ 8 ชั่วโมง ตามลำดับ แล้วปรับความเป็นกรดต่างของสารละลายเจลาตินตัดแปรให้เป็นกลางด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้น กรองสารละลายดังกล่าวด้วยผ้ากรองและเทสารละลายที่กรองแล้วลงในแม่แบบพลาสติก ทิ้งให้แห้งตัวที่อุณหภูมิห้อง ลอกฟิล์มที่ได้ออกจากแม่แบบ แล้วนำฟิล์มไปวิเคราะห์และศึกษาสมบัติต่างๆต่อไป ทั้งนี้ สัญลักษณ์ที่ใช้ในการเรียกสูตรต่างๆ จะเป็นไปตามรายละเอียดในตารางที่ 3.3

### ตารางที่ 3.3 ระยะเวลาและปริมาณกรดเตียริกที่ใช้ในการตัดแปรเจลาติน

ระยะเวลา	ปริมาณกรดเตียริก (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของกรดเตียริกต่อน้ำหนักของเจลาติน)								
	0	5	10	15	20	25	30	35	40
การผสม (ชั่วโมง)									
2	G-2-0	G-2-5	G-2-10	G-2-15	G-2-20	G-2-25	G-2-30	G-2-35	G-2-40
4	G-4-0	G-4-5	G-4-10	G-4-15	G-4-20	G-4-25	G-4-30	G-4-35	G-4-40
6	G-6-0	G-6-5	G-6-10	G-6-15	G-6-20	G-6-25	G-6-30	G-6-35	G-6-40
8	G-8-0	G-8-5	G-8-10	G-8-15	G-8-20	G-8-25	G-8-30	G-8-35	G-8-40

## 3.3 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของฟิล์ม

### 3.3.1 การทดสอบระยะเวลาในการแห้งตัว

ทดสอบตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM D 1640-95 นำสารละลายเจลาตินตัดแปร 20 กรัม ใส่ลงในแม่แบบขนาด 10 เซนติเมตร x 10 เซนติเมตร เริ่มจับเวลาหาระยะเวลาในการแห้งตัว (drying time) 2 ชั้น ตามลำดับ ดังนี้

1. แห้งแตะได้ (touch dry) หมายถึง การแห้งถึงขั้นที่แตะเบาๆแล้วไม่มีรอยนิ้วมือติดอยู่ ทดสอบโดยใช้นิ้วทดลองแตะเบาๆที่ผิวฟิล์มไปเรื่อยๆจนกว่าไม่มีรอยนิ้วมือติดอยู่ที่ผิวฟิล์ม จึงบันทึกเป็นเวลาแห้งแตะได้
2. แห้งแข็ง (hard dry) หมายถึง การแห้งถึงขั้นที่สามารถกดลงบนผิวฟิล์มและหมุนรอบๆ แล้วผิวไม่มีรอยแตกร้าวเสียหาย ทดสอบโดยใช้นิ้วหัวแม่มือกดลงบนผิวฟิล์มแล้วหมุนรอบๆ ถ้าผิวฟิล์มไม่มีรอยแตกร้าวเสียหาย จึงบันทึกเป็นเวลาแห้งแข็ง ซึ่งสามารถลอกฟิล์มออกจากแม่แบบได้ ณ เวลานี้

### 3.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี

ตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีของฟิล์มเจลาตินดัดแปรที่ได้ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ NICOLET IMPACT 400 D โดยนำฟิล์มที่ได้มาบดผสมกับโพแตสเซียมโบรไมด์ในอัตราส่วน 1 ต่อ 10 แล้วอัดเป็นแผ่นกลมใสโดยการอัดเม็ด ทดสอบโดยใช้ resolution  $4\text{ cm}^{-1}$  เวฟนัมเบอร์ช่วง  $4000$  ถึง  $400\text{ cm}^{-1}$  32 consecutive scan และพิจารณาการปรากฏของหมู่ไฮโดรคาร์บอนของกรดสเตียริกในสายโซ่เจลาตินจากพีค C-H stretching ช่วงเวฟนัมเบอร์  $2800$  ถึง  $3000\text{ cm}^{-1}$



รูปที่ 3.3 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

### 3.3.3 การทดสอบความขุ่นมัว

ตรวจสอบความขุ่นมัว (haze) ของฟิล์มเจลาตินดัดแปรด้วยเครื่อง MACBETH Color-Eye 7000 โดยนำฟิล์มเจลาตินมาวัดความขุ่นมัวอย่างน้อย 3 จุด

วิธีการทดสอบ คือ

1. เลือกระบบของเครื่องให้เป็น Reflectance Mode
2. เลือก Correlated Haze mode (Color-eye 7000)
3. นำฟิล์มเจลาตินดัดแปรที่ต้องการวัดความขุ่นเสียลงในที่ใส่ฟิล์ม
4. ทำ Calibration ก่อนวัดทุกครั้งด้วยแผ่นเซรามิกสีขาว
5. วัดฟิล์มเจลาตินดัดแปรที่ต้องการทดสอบ

6. ทำข้อ 4 และ 5 สลับกันทุกครั้งจนกว่าจะครบ 3 จุด



รูปที่ 3.4 เครื่อง MACBETH Color-Eye 7000

#### 3.3.4 การทดสอบความเงา

ตรวจสอบความเงา (gloss) ของฟิล์มเจลาตินดัดแปรด้วยเครื่อง Micro-gloss ของ BYK Chemie ตามมาตรฐาน ASTM D-523 ซึ่งวัดความเงาที่มุม 60 องศา ณ อุณหภูมิห้อง (21-25 องศาเซลเซียส) โดยนำฟิล์มมาวัดความเงาอย่างน้อย 3 จุด



รูปที่ 3.5 Micro-gloss meter

### 3.3.5 การทดสอบการดูดซึมความชื้น

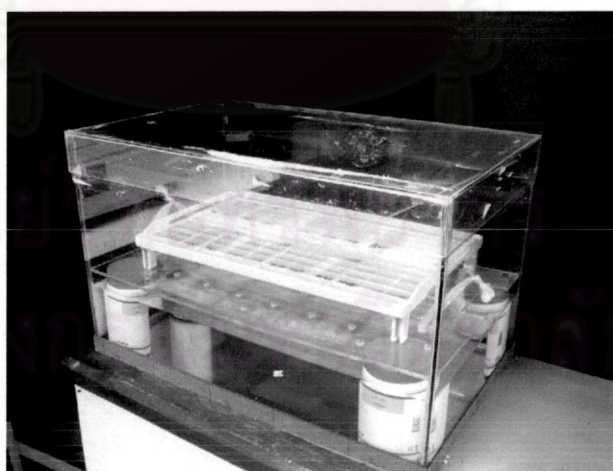
เป็นการหาน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นใน 7 วัน ใช้ชิ้นทดสอบขนาด 1 นิ้ว x 3 นิ้ว โดยนำชิ้นทดสอบในแต่ละสูตร สูตรละ 3 ชิ้น ไปใส่ในเดซิเคเตอร์นาน 24 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของชิ้นทดสอบ จากนั้น นำชิ้นงานมาใส่ในภาชนะที่อ้อมตัวด้วยไอน้ำนาน 7 วัน แล้วนำชิ้นทดสอบออกจากภาชนะ ชั่งน้ำหนักที่แน่นอน แล้วนำมาคำนวณหาความสามารถในการดูดซึมความชื้น (moisture absorption) ของชิ้นทดสอบ (%M) ตามสมการ

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

เมื่อ %M = เปอร์เซนต์การดูดซึมความชื้น

$W_0$  = น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนใส่ภาชนะ

$W_1$  = น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังจากใส่ในภาชนะที่อ้อมตัวด้วยไอน้ำนาน 7 วัน



รูปที่ 3.6 ภาชนะสำหรับการทดสอบการดูดซึมความชื้น



### 3.3.6 การทดสอบการย่อยสลายทางชีวภาพโดยการฝังดิน

เป็นการหาน้ำหนักที่หายไปของชิ้นทดสอบ เมื่อนำไปฝังดินที่ระยะเวลาต่างๆ โดยนำชิ้นทดสอบสูตรละ 25 ชิ้น แต่ละชิ้นมีขนาด 1 เซนติเมตร x 2 เซนติเมตร ใส่ไว้ในเดซิเคเตอร์ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักที่แน่นอนของชิ้นทดสอบ นำชิ้นทดสอบไปฝังดินให้ลึก 1 เซนติเมตร จากผิวน้ำ ในภาชนะที่บรรจุดิน 4 เซนติเมตร พร้อมน้ำปริมาณ 50 กรัม ให้ทั่วบริเวณ วันละ 2 ครั้ง ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 5 7 10 12 และ 15 วัน ตามลำดับ โดยในแต่ละช่วงเวลานำชิ้นทดสอบสูตรละ 5 ชิ้นออกจากดินอย่างระมัดระวัง แยกเอาดินที่ติดบนชิ้นทดสอบออก ทิ้งให้แห้งในเดซิเคเตอร์ 24 ชั่วโมง จากนั้น นำมาชั่งน้ำหนัก แล้วนำมาคำนวณหาความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพโดยวิธีการฝังดิน คือ

$$\%W = \frac{W_2 - W_3}{W_2} \times 100 \dots\dots\dots(3.2)$$

เมื่อ  $\%W$  = น้ำหนักที่ลดลงของชิ้นทดสอบ

$W_2$  = น้ำหนักของชิ้นทดสอบก่อนฝังดิน

$W_3$  = น้ำหนักของชิ้นทดสอบหลังฝังดิน เมื่อเวลาผ่านไป 5 7 10 12 และ 15 วัน



รูปที่ 3.7 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพโดยการฝังดิน

### 3.3.7 การทดสอบความทนทานต่อสภาพแวดล้อม

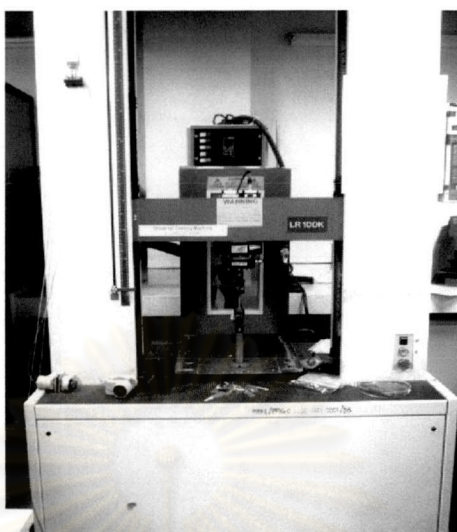
ทดสอบความทนทานต่อสภาพแวดล้อมด้วยเครื่อง Xenotest (HERDEUS Beta LM) ดังแสดงในรูปที่ 3.8 ที่ระยะเวลา 71 ชั่วโมงของเครื่อง ซึ่งเท่ากับระยะเวลาจริงในธรรมชาติ 8,760 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณรังสี = 102 เฟอร์เซ็นต์ อุณหภูมิ 28 องศาเซลเซียส และค่าความชื้นสัมพัทธ์ เท่ากับ 75 เฟอร์เซ็นต์ ใน Chamber ซึ่งค่าเหล่านี้ได้นำมาจากกรมอุตุนิยมวิทยาแห่งประเทศไทย



รูปที่ 3.8 เครื่อง Xenotest

### 3.3.8 การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง

ทดสอบสมบัติด้านแรงดึง ตามมาตรฐาน ASTM D 638-00 ด้วยเครื่อง Universal testing โดยใช้ Load cell ขนาด 10 กิโลนิวตัน อัตราเร็วในการดึง 10 มิลลิเมตร/นาที อุณหภูมิในการทดสอบ 23 องศาเซลเซียส และค่าความชื้นสัมพัทธ์  $50 \pm 5$  เฟอร์เซ็นต์ ใช้ชิ้นทดสอบรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า ขนาด 1.5 เซนติเมตร x 20 เซนติเมตร ความยาวเกจเท่ากับ 10 เซนติเมตร ทดสอบ สูตรละ 10 ชิ้นทดสอบ



รูปที่ 3.9 Universal testing machine

### 3.3.9 การทดสอบความทนทานต่อสารเคมี

ใช้มาตรฐานการทดสอบ ASTM C 1147-01 ทดสอบความทนทานต่อสารเคมีที่อุณหภูมิห้อง โดยใส่ชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 2.5 เซนติเมตร x 5 เซนติเมตร ตัวอย่างละ 3 ชิ้น ลงในบีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมตัวทำละลายลงไปในบีกเกอร์ประมาณ 250 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ตามภาวะที่แสดงในตารางที่ 3.4 โดยทำการทดสอบ 2 ช่วงเวลา แล้วบันทึกผลการทดลองที่ได้

#### ตารางที่ 3.4 ประเภทของตัวทำละลายที่ใช้ในการทดสอบ

ชนิดของตัวทำละลาย	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลาทดสอบ (นาที)	เวลาทดสอบ (ชั่วโมง)
อะซิโตน	Tr	5	24
กรดอะซิติก	Tr	5	24
10% สารละลายกรดไฮโดรคลอริก	Tr	5	24
เบนซีน	Tr	5	24
95% เอทิลแอลกอฮอล์	Tr	5	24
10% สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	Tr	5	24
น้ำกลั่น	Tr	5	24

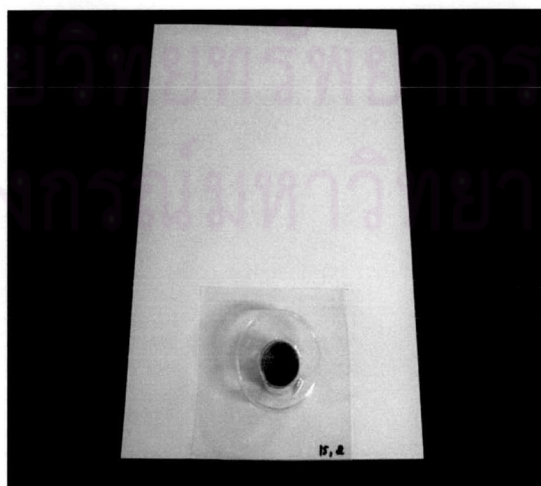
(Tr = อุณหภูมิห้อง)

### 3.3.10 การทดสอบความทนทานต่อไขมันและน้ำมัน

ทดสอบตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม 654-2529 ซึ่งทำการทดสอบที่อุณหภูมิ 25-29 องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 60-70 โดยนำฟิล์มมาตัดเป็นชิ้นทดสอบ ขนาด 100 มิลลิเมตร x 100 มิลลิเมตร ตัวอย่างละ 5 ชิ้น วางชิ้นทดสอบแต่ละชิ้นบนแผ่นกระดาษสีขาวที่วางอยู่บนพื้นราบเรียบ วางหลอด (ทำด้วยวัสดุแข็ง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 25 มิลลิเมตร สูงไม่น้อยกว่า 25 มิลลิเมตร ปลายเรียบทั้งสองข้าง) บนชิ้นทดสอบ แล้วใส่ทราย 4.9-5.1 กรัม ลงในหลอด ใช้ปิเปตดูดสารละลายน้ำมันสนหยดลงบนกองทราย 1.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้กระจกนาฬิกาครอบ แล้วเริ่มบันทึกเวลา เลื่อนชิ้นทดสอบไปอยู่ที่ตำแหน่งอื่น แล้วสังเกตรอยเปื้อนที่อยู่บริเวณใต้ชิ้นทดสอบที่ตำแหน่งเดิมก่อนที่จะเลื่อนไปทุก ๆ วัน โดยให้บันทึกเวลาที่เกิดคราบน้ำมันหรือรอยเปื้อนสีแดงเป็นครั้งแรก เมื่อทดสอบเป็นเวลา 5 วัน แผ่นกระดาษที่ใช้ทดสอบ ต้องไม่มีคราบน้ำมันหรือรอยเปื้อนสีแดง จึงจะถือว่าชิ้นทดสอบเป็นไปตามเกณฑ์ที่กำหนด

#### วิธีการเตรียมสารละลายน้ำมันสน

น้ำมันสนที่มีสีแดงและปราศจากน้ำ สามารถเตรียมได้โดยนำน้ำมันสนจำนวน 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในภาชนะที่มีฝาปิด เติมแคลเซียมคลอไรด์ที่ปราศจากน้ำ 5 กรัม และสีแดง (สีย้อมที่ละลายได้ในน้ำมัน) 1 กรัม ปิดฝาแล้วเขย่าให้เข้ากัน แล้วตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 10 ชั่วโมง โดยเขย่าเป็นครั้งคราว กรองผ่านกระดาษกรองที่แห้ง แล้วเก็บน้ำมันสนที่กรองได้ไว้ในขวดที่ปิดสนิท



รูปที่ 3.10 การทดสอบความทนทานต่อไขมันและน้ำมัน