

บทที่ 3

การทดลอง

3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมี

1. แป้งมันสำปะหลัง ได้รับความอนุเคราะห์จากบริษัท ไทยวา จำกัด (มหาชน) ซึ่งมีคุณลักษณะเฉพาะดังนี้
 - ปริมาณเนื้อแป้ง 85 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก
 - ปริมาณความชื้น 13 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก
 - ปริมาณเถ้า 0.15 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก
 - ค่าความเป็นกรดต่าง 4.50-7.00
 - สี ขาว
2. มาเลอิกแอนไฮไดรด์ (MA) จาก Fluka จำกัด โดยใช้เกรดสำหรับการวิเคราะห์
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จาก Merck โดยใช้เกรดสำหรับการวิเคราะห์
4. ซอร์บิทอล จาก Merck โดยใช้เกรดสำหรับการวิเคราะห์
5. กรดสแตียริก จาก Lab-Scan โดยใช้เกรดสำหรับการวิเคราะห์
6. กลีเซอรอล จาก Merck โดยใช้เกรดสำหรับการวิเคราะห์
7. น้ำมันปาล์ม ได้รับความอนุเคราะห์ จากบริษัท มรกตอินดัสตรี จำกัด (มหาชน) ซึ่งมีคุณลักษณะดังนี้
 - ค่าของกรด 1.67
 - ค่าไอโอดีน 52
 - ความต้วงจำเพาะ 0.9069
 - สี (การ์ดเนอร์) 4
 - ความหนืด (สโตกส์) 0.65
8. น้ำกลั่น

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

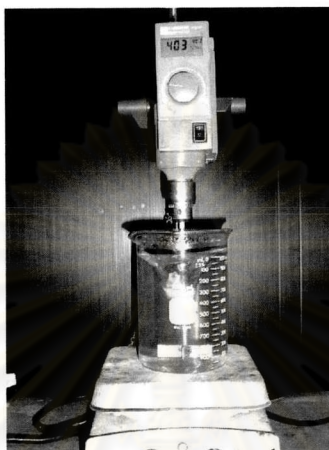
1. เครื่องปั่นกวนไฟฟ้า
2. แท่นให้ความร้อน
3. แม่แบบอะคริลิก
4. นาฬิกาจับเวลา
5. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Model Impact 400; Nicolet Analytical Instruments, Madison, WI)
6. เครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Perkin-Elmer DSC7)
7. เครื่อง Universal Tensile Testing (LLOYD LR 100K)
8. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (JSM – 6400)
9. เครื่อง Xenotest (HERDEUS Beta LM)



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 การเตรียมแป้งมันสำปะหลังดัดแปรผสมพลาสติกไซเซออร์



รูปที่ 3.1 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการดัดแปรแป้ง

มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1. อบแป้งมันสำปะหลังที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ซึ่งน้ำหนักแป้งและสารเคมีต่างๆตามปริมาณที่กำหนดในตารางที่ 3.1
2. เตรียมชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา
3. เติมน้ำกลั่นและละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ในน้ำกลั่น ณ อุณหภูมิห้อง
4. ละลายแป้งมันสำปะหลังในสารละลายไซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยค่อยๆใส่แป้งทีละน้อยพร้อมกวนของผสมและให้ความร้อนตลอดเวลา โดยควบคุมอุณหภูมิไม่ให้เกิน 50 องศาเซลเซียส ใช้เวลาละลายแป้งหลังจากใส่จนหมดครึ่งชั่วโมง
5. เติมหาเลอิกแอนไฮไดรด์ลงไปอย่างช้าๆโดยค่อยๆใส่ทีละน้อยพร้อมกวนตลอดเวลา จับเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง และควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ในช่วง 50-55 องศาเซลเซียส
6. เมื่อครบ 2 ชั่วโมง เติมพลาสติกไซเซออร์ตามปริมาณที่กำหนดลงในแป้งมันสำปะหลังดัดแปร กวนให้เข้ากันเป็นเวลา 5 นาที จะได้แป้งมันสำปะหลังดัดแปรผสมพลาสติกไซเซออร์

ตารางที่ 3.1 ปริมาณของวัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมแป้งมันสำปะหลังดัดแปรผสม
พลาสติกไซเซออร์

สูตรที่	แป้ง (กรัม)	น้ำ (มล.)	NaOH (กรัม)	MA (กรัม)	พลาสติกไซเซออร์ (กรัม)			
					กลีเซอรอล	ซอร์บิทอล	กรดสเตียริก	น้ำมันปาล์ม
B	30	200	6.6	6	-	-	-	-
G5	30	200	6.6	6	1.5	-	-	-
G10	30	200	6.6	6	3.0	-	-	-
G15	30	200	6.6	6	4.5	-	-	-
G20	30	200	6.6	6	6.0	-	-	-
S5	30	200	6.6	6	-	1.5	-	-
S10	30	200	6.6	6	-	3.0	-	-
S15	30	200	6.6	6	-	4.5	-	-
S20	30	200	6.6	6	-	6.0	-	-
A5	30	200	6.6	6	-	-	1.5	-
A10	30	200	6.6	6	-	-	3.0	-
A15	30	200	6.6	6	-	-	4.5	-
A20	30	200	6.6	6	-	-	6.0	-
P5	30	200	6.6	6	-	-	-	1.5
P10	30	200	6.6	6	-	-	-	3.0
P15	30	200	6.6	6	-	-	-	4.5
P20	30	200	6.6	6	-	-	-	6.0

หมายเหตุ : G แทนกลีเซอรอล S แทนซอร์บิทอล A แทนกรดสเตียริก และ P แทนน้ำมันปาล์ม

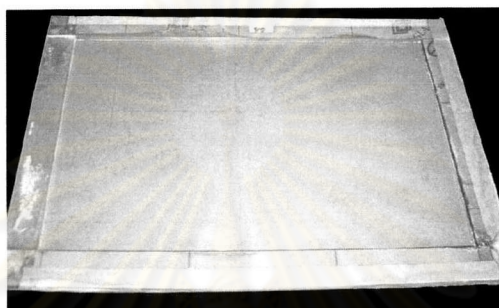
หมายเลขหลัง G S A และ P หมายถึง ปริมาณพลาสติกไซเซออร์ที่ใช้คิดเป็น 5 10 15 และ 20

เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของแป้ง ตามลำดับ

3.3.2 การขึ้นรูปและการหาระยะเวลาในการแห้งตัว

เป็นการขึ้นรูปในลักษณะฟิล์มด้วยวิธีการหล่อ โดยเทแป้งมันสำปะหลังดัดแปรผสมพลาสติกไซเซออร์ที่เตรียมได้ลงในแม่แบบพลาสติก ดังรูปที่ 3.2 แล้วทิ้งให้เปลี่ยนสภาพให้เป็นฟิล์มแข็ง โดยให้น้ำระเหยออกที่อุณหภูมิห้อง

สำหรับการหาระยะเวลาการแห้งตัวใช้เวลาที่ฟิล์มเกิดการแห้งแข็งตามมาตรฐาน ASTM D1640-95 ซึ่งมีนิยามและใช้การทดสอบดังนี้ แห้งแข็ง (hard dry) หมายถึง การแห้งถึงขั้นที่สามารถกดลงบนผิวฟิล์มแล้วหมุนรอบๆ แล้วผิวไม่มีรอยแตกร้าวเสียหายทดสอบโดยใช้นิ้วหัวแม่มือกดลงบนผิวฟิล์มแล้วหมุนรอบๆ ถ้าผิวฟิล์มไม่มีรอยแตกร้าวเสียหาย จึงบันทึกเป็นเวลาแห้งแข็ง ซึ่งสามารถลอกฟิล์มออกจากแม่แบบได้ ณ เวลานั้น



รูปที่ 3.2 ลักษณะแม่แบบที่ใช้ในการหล่อฟิล์มแป้งมันสำปะหลังดัดแปร

3.3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี

เป็นการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของแป้งมันสำปะหลัง แป้งมันสำปะหลังดัดแปร และแป้งมันสำปะหลังดัดแปรผสมพลาสติกไซเซออร์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR) โดยตรวจหาการแทนที่หมู่ไฮดรอกซิลด้วยหมู่เอสเทอร์ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาของแป้งกับมาเลอิกแอนไฮไดรด์ โดยพิจารณาจากการเปลี่ยนแปลงของพีกของหมู่ -OH (ไฮดรอกซิล) ที่เวฟนัมเบอร์ (wavenumber) ประมาณ $3200-3600\text{ cm}^{-1}$ และพีกของหมู่ -COO- (เอสเทอร์) ที่เวฟนัมเบอร์ ประมาณ $1500-1700\text{ cm}^{-1}$ นอกจากนี้ ยังพิจารณาการปรากฏของหมู่ฟังก์ชันของพลาสติกไซเซออร์แต่ละชนิดที่พีกของหมู่ -OH stretching ที่เวฟนัมเบอร์ประมาณ $3200 - 3600\text{ cm}^{-1}$ พีกของหมู่ CH_2 stretching ที่เวฟนัมเบอร์ประมาณ $2850 - 2960\text{ cm}^{-1}$ และพีกของหมู่ -COO- ที่เวฟนัมเบอร์ ประมาณ $1500 - 1700\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งมีขั้นตอนในการวิเคราะห์โดยละเอียดดังนี้

1. นำฟิล์มที่ได้เก็บไว้ในเดซิเคเตอร์เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
2. นำฟิล์มออกจากเดซิเคเตอร์มาบดผสมกับโพแตสเซียมโบรไมด์ในอัตราส่วน 1 ต่อ 10 แล้วอัดเป็นแผ่นฟิล์มใสด้วยเครื่องอัดเกลียวนอต

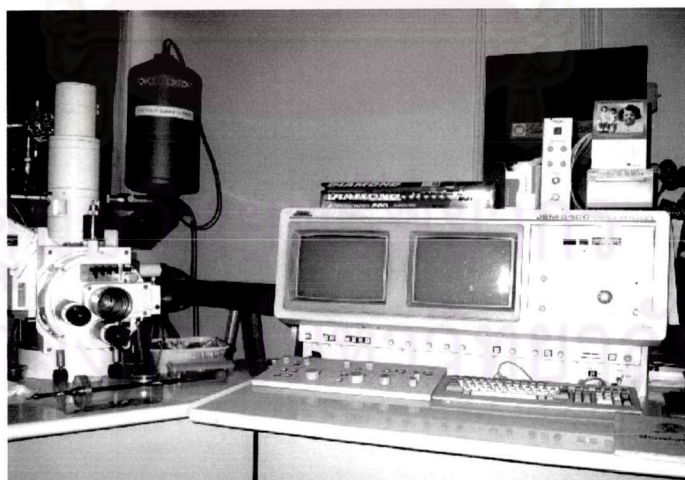
3. นำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์ สแกนในช่วงเวฟนัมเบอร์ $400\text{--}4000\text{ cm}^{-1}$ 32 consecutive สแกน และ resolution 4 cm^{-1}



รูปที่ 3.3 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

3.3.4 การตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยา

นำฟิล์มแข็งมันสำปะหลังดัดแปรไปตัด แล้วนำไปติดบนแท่นวางชิ้นงานก่อน แล้วนำมาเคลือบผิวด้วยทอง จากนั้น นำไปส่องดูลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่กำลังขยาย 150 และ 4,000 เท่า



รูปที่ 3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.3.5 การทดสอบสมบัติต่างๆ

3.3.5.1 สมบัติด้านแรงดึง (Tensile Properties)

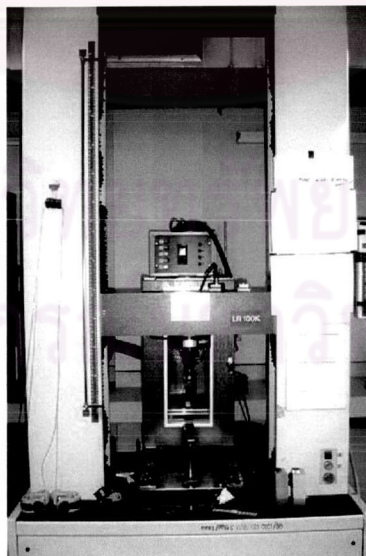
เตรียมชิ้นงานและทดสอบตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D 882-01 ด้วยเครื่อง Universal Tensile Testing โดยตัดชิ้นงานทดสอบเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด 1.5 เซนติเมตร x 20 เซนติเมตร โดยใช้ load cell 1 กิโลนิวตัน Preload 0.5 นิวตัน ความยาวเกจ 100 มิลลิเมตร ความเร็วในการดึง 10 มิลลิเมตรต่อนาที อุณหภูมิในการทดสอบ 25 องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์ 50 ± 5 เปอร์เซ็นต์ โดยแสดงผลของความทนแรงดึง เปอร์เซ็นต์การยืดดึง ณ จุดขาด และมอดุลัสยืดหยุ่น ซึ่งความทนแรงดึงของวัสดุแสดงถึงความต้านทานของวัสดุนั้นต่อการยืด (elongation) หรือการแตกหัก (breaking) เมื่อมีแรงดึงวัสดุ

การหาความทนแรงดึงหาได้จากความเค้นที่จุดขาดของชิ้นทดสอบ

$$\text{ความทนแรงดึง} = \frac{\text{แรง}}{\text{พื้นที่ภาคตัดขวาง}} = \frac{\text{Load}}{a \times b}$$

และหาเปอร์เซ็นต์การยืดได้จาก

$$\% \text{ การยืด} = \frac{\text{ความยาวที่เพิ่มขึ้น}}{\text{ความยาวเดิม}} \times 100 = \frac{(L_1 - L_2) \times 100}{L_1}$$



รูปที่ 3.5 เครื่อง Universal Tensile Testing

3.3.5.2 ความสามารถในการดูดซึมความชื้น

1. ตัดชิ้นงานขนาด 1 นิ้ว x 3 นิ้ว
2. นำชิ้นงานที่ตัดแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้น นำไปวางไว้ในเดซิเคเตอร์จนเย็น นำออกมาชั่งน้ำหนักที่แน่นอน
3. นำชิ้นงานตัวอย่างไปใส่ไว้ตู้พลาสติกที่อิมตัวไปด้วยไอน้ำเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. ชั่งน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไป แล้วคำนวณเปอร์เซ็นต์ในการดูดซึมความชื้นตามสมการดังนี้

$$\% \text{ การดูดความชื้น} = \frac{m_2 - m_1}{m_1} \times 100$$

เมื่อ m_1 = น้ำหนักชิ้นงานก่อนทดสอบ

m_2 = น้ำหนักชิ้นงานทดสอบเมื่อดูดความชื้นไป 24 ชั่วโมง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

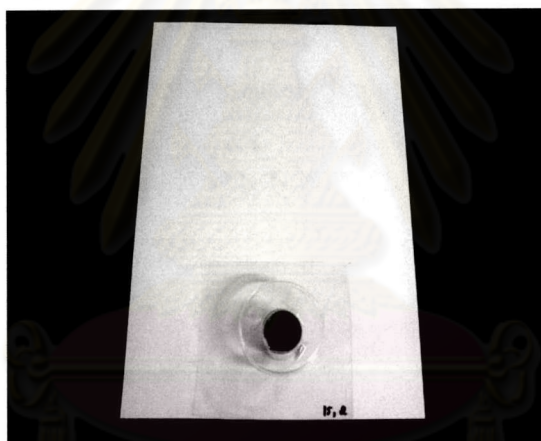
3.3.5.3 ความทนทานต่อไขมันและน้ำมัน

ทดสอบตามมาตรฐานผลิตภัณฑ์อุตสาหกรรม 654-2529

วิธีทดสอบ

วางชิ้นทดสอบแต่ละชิ้นบนกระดาษสีขาว วางหลอดบนชิ้นทดสอบแล้วเททราย 5 กรัมลงในหลอด หยดน้ำมันสนลงบนทราย 1.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใช้กระจกนาฬิกาครอบแล้วเริ่มจับเวลา เลื่อนชิ้นทดสอบไปอยู่ที่ตำแหน่งอื่น แล้วสังเกตรอยเปื้อนที่อยู่บริเวณใต้ชิ้นทดสอบที่ตำแหน่งเดิมก่อนที่จะเลื่อนไปทุก ๆ วัน โดยให้บันทึกเวลาที่เกิดคราบน้ำมันหรือรอยเปื้อนสีแดงเป็นครั้งแรก ทดสอบที่อุณหภูมิ 29 องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์ 60 เปอร์เซ็นต์

เมื่อทดสอบเป็นเวลา 5 วัน แผ่นกระดาษที่ใช้ทดสอบต้องไม่มีคราบน้ำมันหรือรอยเปื้อนสีแดง จึงจะถือว่าชิ้นทดสอบมีความทนทานต่อไขมันและน้ำมัน



รูปที่ 3.6 การทดสอบความทนทานต่อไขมันและน้ำมัน

ศูนย์วิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.5.4 ความทนทานต่อสารเคมี

ทดสอบความทนทานต่อสารเคมีที่อุณหภูมิห้อง โดยตัดชิ้นงานให้มีขนาดประมาณ 2.5 เซนติเมตร x 5 เซนติเมตร ตัวอย่างละ 3 ชิ้น ลงในบีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิเมตร เติมตัวทำละลายลงไปจนบีกเกอร์ประมาณ 250 มิลลิเมตร ทิ้งไว้ตามเงื่อนไขในตารางข้างล่างนี้ แล้วบันทึกผลการทดลองที่ได้

ตารางที่ 3.2 ประเภทของตัวทำละลายที่ใช้ในการทดสอบความทนทานต่อสารเคมี

ชนิดของตัวทำละลาย	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (นาที)	เวลา (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

เมื่อ Tr = อุณหภูมิห้อง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3.5.5 ความทนทานต่อสภาพบรรยากาศ

ทดสอบความทนทานต่อสภาพบรรยากาศของฟิล์มด้วยเครื่อง Xenotest (HERDEUS Beta LM) โดยทดสอบที่ระยะเวลา 71 ชั่วโมงของเครื่อง ซึ่งเท่ากับระยะเวลาจริงในธรรมชาติ 8,760 ชั่วโมง โดยใช้ปริมาณรังสี 102 เปอรเซ็นต์ อุนหนุมิ 28 องศาเซลเซียส และความชื้นสัมพัทธ์ 75 เปอรเซ็นต์ ซึ่งค่าเหล่านี้ได้มาจากกรมอุตุนิยมแห่งประเทศไทย



รูปที่ 3.7 เครื่อง Xenotest

3.3.5.6 ความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ

เป็นการทดสอบด้วยวิธีการฝังดิน โดยมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

1. ตัดชิ้นงานตัวอย่างทดสอบให้มีขนาด 1 เซนติเมตร x 3 เซนติเมตร แล้วนำไปชั่งหาน้ำหนักที่แน่นอนของชิ้นงานทดสอบ
2. จากนั้น นำไปฝังดินลึก 1 เซนติเมตร แล้วพรมน้ำตาม
3. นำชิ้นงานขึ้นมาชั่งหาน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปในเวลา 1 3 5 และ 10 วันตามลำดับ
4. ความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ คือ การหาน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปซึ่งสามารถหาได้จากสมการข้างล่างนี้

$$\% \text{ น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง} = \frac{w_1 - w_2}{w_1} \times 100$$

เมื่อ w_1 = น้ำหนักชิ้นงานก่อนทดสอบ

w_2 = น้ำหนักชิ้นงานทดสอบเมื่อเวลาผ่านไปตามระยะเวลาที่กำหนด



รูปที่ 3.8 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพโดยการฝังดิน

3.3.5.7 สมบัติทางความร้อน

การทดสอบสมบัติทางความร้อนของฟิล์ม โดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (DSC) ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ทำได้โดยนำฟิล์มตัวอย่างประมาณ 80 มิลลิกรัม บรรจุในภาตอะลูมิเนียมที่มีฝาปิด นำไปใส่ในเครื่อง ให้ความร้อนจาก -30 องศาเซลเซียส ถึง 150 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที



รูปที่ 3.9 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย