



บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 สารเคมี อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.1.1 สารเคมี

- 3.1.1.1 แป้งมันสำปะหลัง จากบริษัท ไทยวา จำกัด
- 3.1.1.2 ฟอร์มาไมด์ เกรด laboratory จากบริษัท Ajax Finechem
- 3.1.1.3 ซอร์บิทอล เกรด laboratory จากบริษัท Ajax Finechem
- 3.1.1.2 พอลิโพรพิลีน ชื่อทางการค้า Moplen HP561R จากบริษัท เอช เอ็ม ซี โปลีเมอร์ จำกัด (สมบัติของพอลิโพรพิลีนแสดงในตารางที่ 3.1)
- 3.1.1.3 เอทิลีนบิสสตีราไมด์ หรืออีบีเอสแวกซ์ (ARMOWAX EBS SF) จากบริษัท เคมิมิน จำกัด (สมบัติของอีบีเอสแวกซ์แสดงในตารางที่ 3.2)
- 3.1.1.4 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 0.05 M
- 3.1.1.5 กรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.1 M
- 3.1.1.6 ฟีนอล์ฟทาไลน์อินดิเคเตอร์ (Phenolphthalein indicator)
- 3.1.1.7 โพแทสเซียม แอซิด ฟทาเลต ความเข้มข้น 0.1M
- 3.1.1.8 Deionized water
- 3.1.1.9 มอนต์มอริลโลไนต์ จากสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 3.1 สมบัติทั่วไปของพอลิโพรพิลีน

Resin properties (a)	Moplen HP561R	ASTM METHOD(b)
Melt flow rate (230°C / 2.16 kg), dg/min	25	D1238
Density, g/cm ³	0.90	D792B
Tensile strength at yield, MPa	32	D638
Elongation at yield, %	11	D638
Flexural modulus, MPa	1240	D790A
Notched izod impact strength at 23°C, J/m	24	D256A
Deflection temperature, at 455 kPa, °C	94	D648

(a) Values shown are averages and are not to be considered as specifications.

(b) ASTM test methods are the latest under Society's current procedures. All molded specimens are prepared by injection

ตารางที่ 3.2 สมบัติทั่วไปของเอทิลีนบิสสตีราไมด์ (ARMOWAX EBS SF)

สมบัติทั่วไป	ค่าที่ระบุ
ค่าของกรด	มากที่สุด 6.0
ค่าของเอมีน	มากที่สุด 3.0
Color garner	มากที่สุด 3.0
ปริมาณน้ำ (%)	มากที่สุด 0.20
เถ้า (%)	มากที่สุด 0.10
จุดหลอมเหลว (°C)	141.5 – 145.0 °C
การระเหย (%)	มากที่สุด 0.5
ขนาดอนุภาค (ผ่านตะแกรงขนาด 200 เมช)	85 นาที
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมโครเมตร)	45
กลิ่น	มีกลิ่นไขมันเล็กน้อย
ลักษณะภายนอก	ผงละเอียด

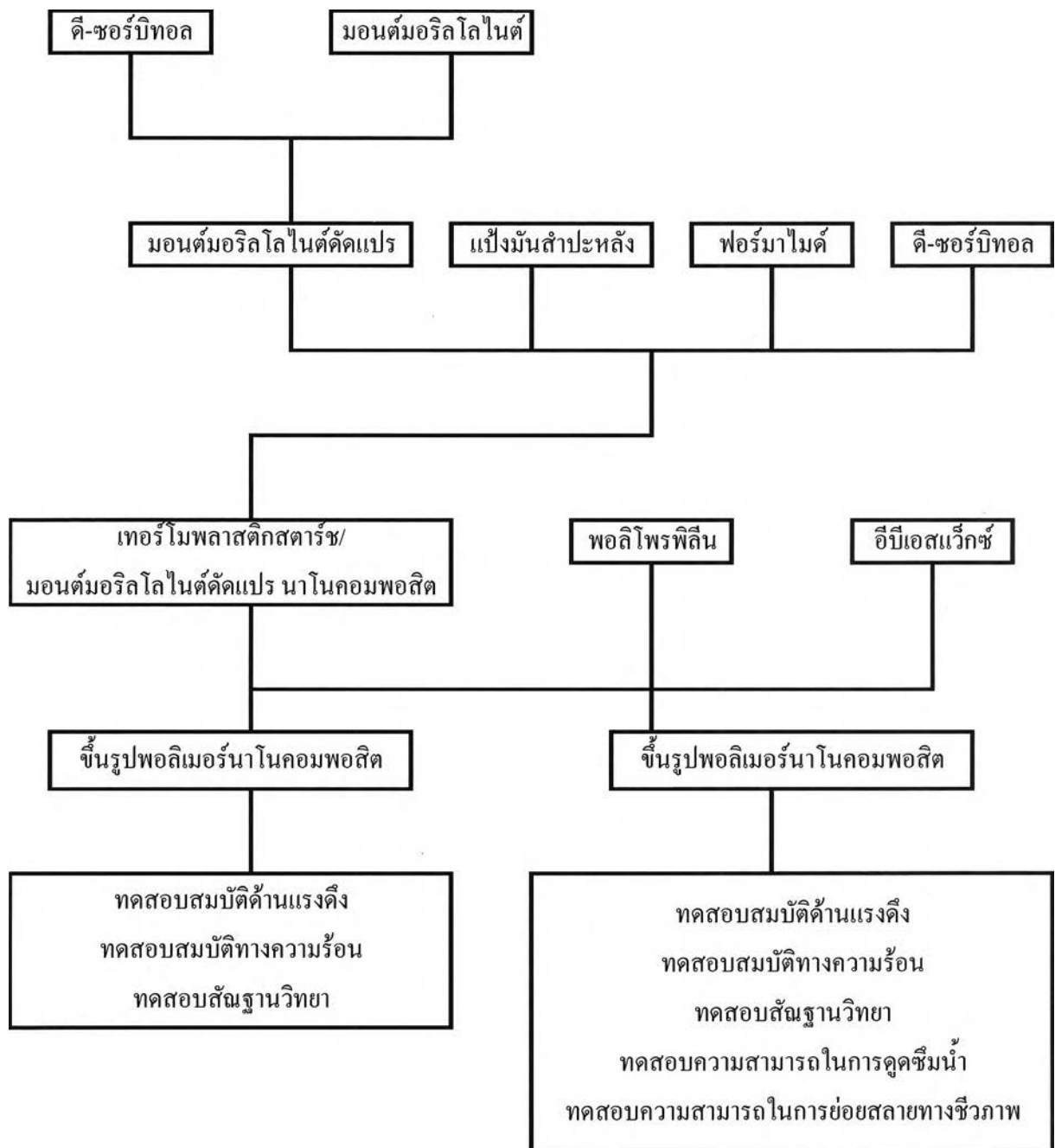
3.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- 3.1.2.1 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (twin screw extruder) รุ่น Thermo prism
- 3.1.2.2 เครื่องบดผสมแบบสองลูกกลิ้ง (two roll mill) ของ Lab Tech Engineering
- 3.1.2.3 เครื่องปั่นผสมความเร็วสูง (high speed mixer)
- 3.1.2.4 เครื่องบดละเอียด ของ FRITSCH
- 3.1.2.5 เครื่องอัดแบบ (compression molding machine) ของ Lab Tech Engineering
- 3.1.2.6 เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR100K และของ HOUNSFIELD รุ่น H10km
- 3.1.2.7 เครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter, DSC) ของ Perkin Elmer รุ่น DSC822e
- 3.1.2.8 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer, TGA) ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851
- 3.1.2.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) ของ JEOL รุ่น JSM-5900LV
- 3.1.2.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุ (Transmission electron microscope) ของ JEOL รุ่น JSM 2010

- 3.1.2.11 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) ของ Bruker Axs รุ่น D8 Discover
- 3.1.2.12 เครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer, FTIR) ของ Thermo รุ่น 470 FT-IR
- 3.1.2.13 อุปกรณ์การไทเทรต
- 3.1.2.14 ตู้อบ
- 3.1.2.15 ตู้ดูดสูญญากาศ

3.2 แผนภาพขั้นตอนการทดลอง

รูปที่ 3.1 แสดงแผนภาพขั้นตอนการทดลอง

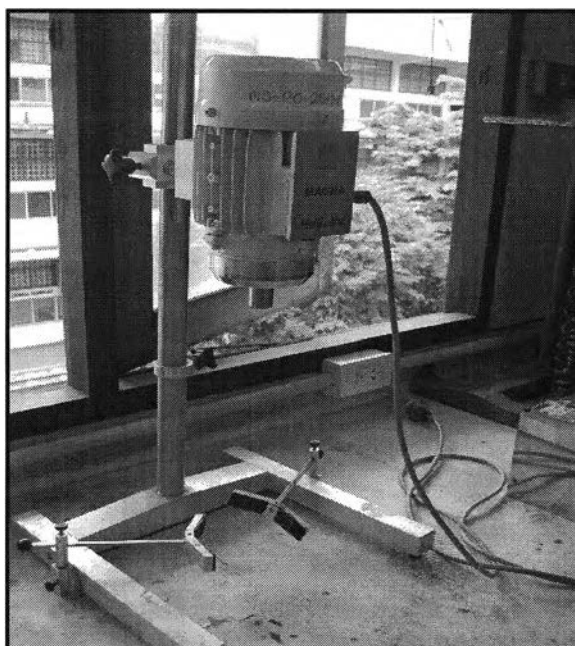


รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการทดลอง

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

3.3.1 การดัดแปรมอนต์มอริลโลไนต์

ผสมมอนต์มอริลโลไนต์ (MMT) กับซอร์บิทอลในอัตราส่วน MMT: ซอร์บิทอล เท่ากับ 1: 2 โดยน้ำหนัก ในหม้อสแตนเลส แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที แล้วนำของผสมที่ได้ไปผสมด้วยเครื่องปั่นผสมชนิดความเร็วสูง (high speed mixer) (รูปที่ 3.2) ด้วยความเร็วรอบ 3,000 รอบ/นาที เป็นเวลา 2 นาที โดยทันที จากนั้นเทของผสมลงบนแผ่นฟอยล์และเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้นจนของผสมเปลี่ยนเป็นของแข็ง จึงนำมอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปร (modified-MMT) ที่เตรียมได้ไปบดให้ละเอียดและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 45 เมช



รูปที่ 3.2 เครื่องปั่นผสมชนิดความเร็วสูง (high speed mixer)

3.3.2 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของมอนต์มอริลโลไนต์และมอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปรด้วย เทคนิค X-ray diffraction (XRD)

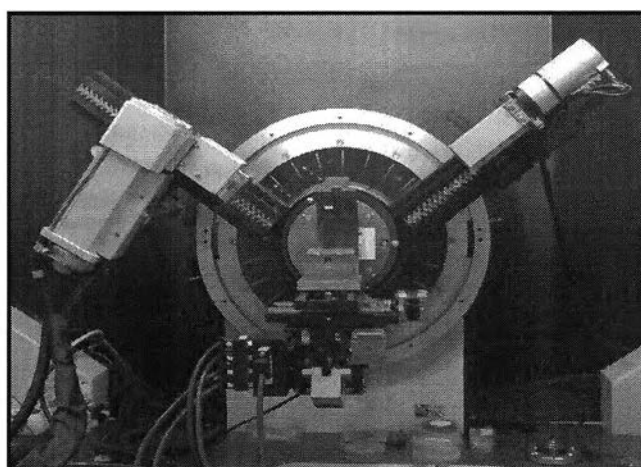
นำ MMT และ modified-MMT ไปตรวจสอบลักษณะโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ของ Bruker Axs รุ่น D8 Discover (รูปที่ 3.3) โดยมีภาวะการทดลอง ดังนี้

หลอดรังสีเอ็กซ์	:	Cu
ความต่างศักย์	:	40 kV
กระแสไฟฟ้า	:	40 mA
มุมที่ใช้	:	0.5 – 10 degree
Increment	:	0.02 degree
Scan speed	:	2 sec/step
Detector	:	Scintillation detector

คำนวณหาขนาดช่องว่างระหว่างชั้นซิลิเกตจาก Bragg's Equation

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

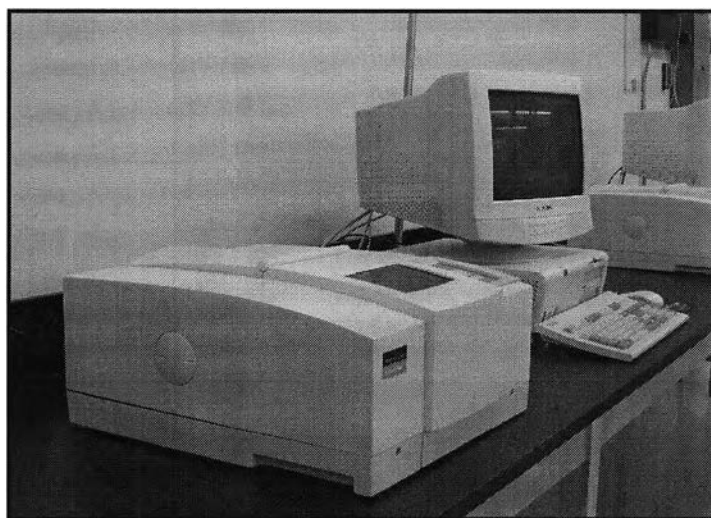
เมื่อ	n	คือ จำนวนเต็ม (1, 2, 3,, n)
	λ	คือ ความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิด, หน่วย nm.
	d	คือ ระยะห่างระหว่างผลึก, หน่วย nm.
	θ	คือ มุมตกกระทบของรังสีกับแผ่นผลึก



รูปที่ 3.3 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) ของ Bruker รุ่น AXS Model D8 Discover

3.3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างของซอร์บิทอล มอนต์มอริลโลไนต์และมอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปรด้วยเทคนิค Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)

นำซอร์บิทอล, MMT, และ modified-MMT ไปอัดเม็ดกับผงโปแตสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FTIR) ของ Thermo รุ่น 470 FT-IR (รูปที่ 3.4) เพื่อตรวจสอบการแทรกตัวของซอร์บิทอลเข้าไปในโครงสร้างผลึกของ MMT



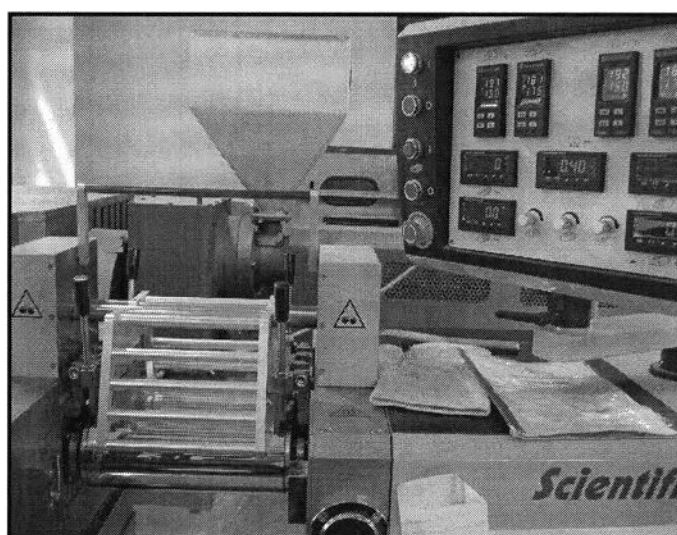
รูปที่ 3.4 เครื่องฟูเรียทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ของ Thermo รุ่น 470 FT-IR

3.3.4 การเตรียมเทอร์โมพลาสติกสตาร์ช/มอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปรนาโนคอมพอลิต

ผสมแป้งมันสำปะหลัง (250 กรัม) กับ modified-MMT (ที่ได้จากข้อ 3.3.1) พอร์มาไมด์ และซอร์บิทอลตามอัตราส่วนในตารางที่ 3.3 โดยการเขย่า แล้วเก็บของผสมที่ได้ไว้ในถุงพลาสติก เพื่อให้โมเลกุลของพอร์มาไมด์แพร่กระจายในของผสมได้ทั่วถึงเป็นเวลา 1 คืน จากนั้นนำของผสมที่ได้มาบดผสมด้วยเครื่องบดผสมแบบสองลูกกลิ้ง (รูปที่ 3.5) ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 10 รอบ/นาที แล้วจึงนำเทอร์โมพลาสติกสตาร์ช (TPS)/modified-MMT นาโนคอมพอลิตที่เตรียมได้ไปบดด้วยเครื่องบดละเอียดให้มีขนาด 0.5 มม. เพื่อใช้ในการทดสอบต่อไป

ตารางที่ 3.3 ส่วนผสมของ TPS/ modified-MMT Nanocomposites

MMT (phr)	Cassava starch (g)	Modified-MMT (g)	Formamide (g)	Sorbitol (g)
0	100	0	20	10
1	100	2	20	8
3	100	6	20	4
5	100	10	20	0



รูปที่ 3.5 เครื่องบดผสมแบบสองลูกกลิ้งของ Lab Tech Engineering

นำ TPS/modified MMT นาโนคอมพอสิต ที่บดละเอียดแล้วมาขึ้นรูปให้เป็นแผ่นที่มีขนาด $150 \times 150 \times 3$ มม. (กว้าง \times ยาว \times หนา) ด้วยเครื่องอัดแบบ (รูปที่ 3.6) โดยใช้ภาวะการขึ้นรูป ดังนี้

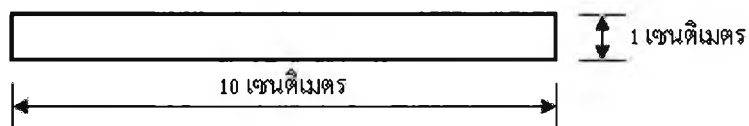
อุณหภูมิ	155	องศาเซลเซียส
เปิดไล่อากาศ	1	ครั้ง
เวลา pre-heat	180	วินาที
เวลาอัดก่อนเปิดไล่อากาศ	120	วินาที
เวลาอัดหลังเปิดไล่อากาศ	1200	วินาที
เวลาในการหล่อเย็น	180	วินาที



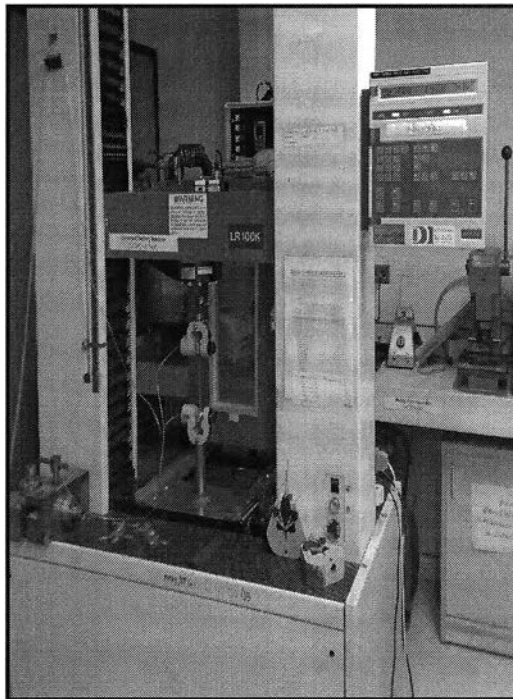
รูปที่ 3.6 เครื่องอัดแบบของ Lab Tech Engineering

3.3.5 การทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึงของเทอร์โมพลาสติกสตา์ช/มอนต์มอริลไลต์ ดัดแปรนาโนคอมพอสิต

ทำการทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึงของ TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิต โดยตัดชิ้นทดสอบเป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้าขนาด กว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 10 เซนติเมตรดังแสดงในรูปที่ 3.7 และทำการทดสอบสมบัติด้วยเครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR100K ดังแสดงในรูปที่ 3.8 โดยใช้ Load cell ขนาด 1 kN และ ความเร็วในการทดสอบ 50 mm/min



รูปที่ 3.7 ขนาดชิ้นงานของการทดสอบด้านแรงดึง



รูปที่ 3.8 เครื่อง Universal Testing Machine ของ LLOYD รุ่น LR100K

3.3.6 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์/มอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปร นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD)

นำ TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิตไปตรวจสอบลักษณะโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ของ Bruker Axs รุ่น D8 Discover (รูปที่ 3.3)

3.3.7 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของเทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์/มอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปร นาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค Transmission electron microscopy (TEM)

ทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของ TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิต (100/5) ด้วยเครื่อง Transmission electron microscope ของ JEOL รุ่น JSM 2010 (รูปที่ 3.9) ที่ความต่างศักย์ 160 kV โดยนำชิ้นทดสอบมาตัดด้วยเครื่องตัดอัลตราไมโครโทม (ultramicrotome) ของ RMC รุ่น MTX 75500 ให้มีความหนา 70 นาโนเมตร ด้วยใบมีดเพชร ที่อุณหภูมิ -45 องศาเซลเซียส ความเร็วของใบมีด 1 mm/sec

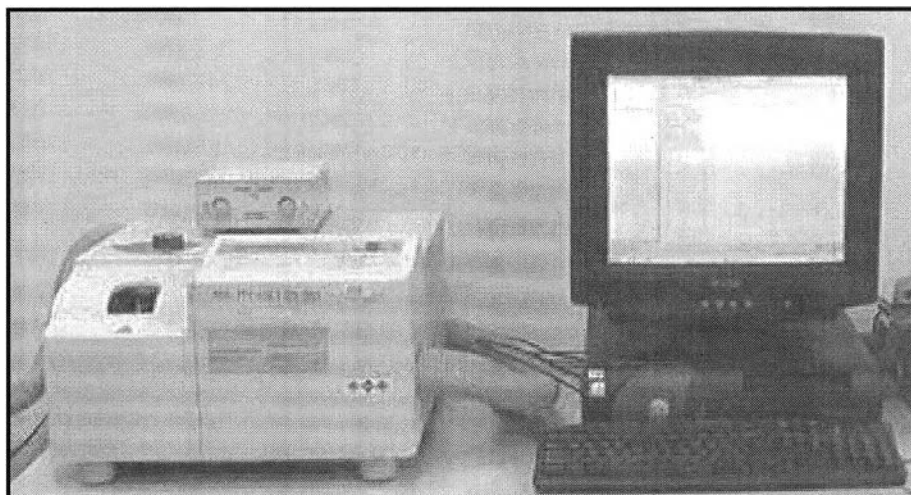


รูปที่ 3.9 เครื่อง Transmission electron microscope ของ JEOL รุ่น JSM 2010

3.3.8 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของเทอร์โมพลาสติกสตาร์ช/มอนต์มอริลโลไนต์ตัดแปร

นาโนคอมพอสิตต์ด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA)

ทำการทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SSDTA851 (รูปที่ 3.10) ซึ่งเป็นการทดสอบเสถียรภาพทางความร้อน และ อุณหภูมิการสลายตัวของ TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิตต์ โดยนำชิ้นทดสอบมาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยให้ความร้อนในอัตรา 20 องศาเซลเซียส/นาที ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50-700 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.10 เครื่อง Thermogravimetric analyzer ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851

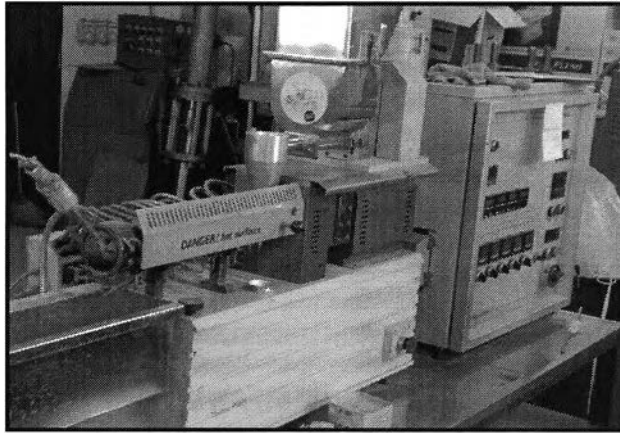
3.3.9 การเตรียมพอลิพรพิลีน/อีบีเอส/เทอร์โมพลาสติกสตาบิลไรเซอร์/มอนต์มอริลโลไนต์ตัดแปรรูป นาโนคอมพอสิต

หลังการทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึงของ TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิตพบว่า TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิต ที่ประกอบด้วย MMT ปริมาณ 5 phr มีสมบัติความต้านแรงดึง (tensile strength) สูงที่สุด ดังนั้น จึงเลือกอัตราส่วนนี้ในการเตรียม PP/EBS/TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิตต่อไป

นำผง PP ผสมกับอีบีเอสแว็กซ์ (EBS wax) ในอัตราส่วน 90/10 แล้วนำไปผสมกับ TPS/modified-MMT (100/5) นาโนคอมพอสิต ที่เตรียมได้จากข้อ 3.3.3 ในปริมาณ 0, 10, 20 และ 30 phr (ส่วน ต่อ PP + EBS wax 100 ส่วน) แล้วนำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง จากนั้นนำมาผสมโดยการเขย่าในถุงพลาสติก แล้วนำไปผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (รูปที่ 3.11) ภายใต้ภาวะการผสม ดังนี้

Feed Zone	อุณหภูมิ	170	องศาเซลเซียส
Compression Zone	อุณหภูมิ	180	องศาเซลเซียส
Metering Zone	อุณหภูมิ	190	องศาเซลเซียส
Die Zone	อุณหภูมิ	180	องศาเซลเซียส

ทำการอัดรีดผ่านหัวดาวยรูปร่างกลมโดยใช้ความเร็วรอบสกรู 20-25 รอบต่อนาที แล้วตัดเป็นเม็ดเพื่อเป็นวัตถุดิบในการขึ้นรูปต่อไป



รูปที่ 3.11 เครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ (twin screw extruder) รุ่น Thermo prism

นำเม็ด PP/EBS/TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิต ที่เตรียมได้จากการผสมด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ มาทำการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง จากนั้นนำไปขึ้นรูปเป็นแผ่นขนาด $150 \times 150 \times 3$ มม. (กว้าง \times ยาว \times หนา) ด้วยเครื่องอัดแบบ (รูปที่ 3.5) เพื่อใช้เป็นชิ้นทดสอบต่อไป โดยใช้ภาวะของการขึ้นรูป ดังนี้

อุณหภูมิ	180	องศาเซลเซียส
เปิดไล่อากาศ	1	ครั้ง
เวลา Pre-heat	180	วินาที
เวลาอัดก่อนเปิดไล่อากาศ	120	วินาที
เวลาอัดหลังเปิดไล่อากาศ	480	วินาที
เวลาในการหล่อเย็น	180	วินาที

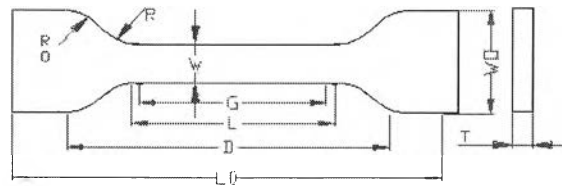
จากนั้นนำแผ่นนาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้เก็บไว้ในถุงพลาสติกที่มีซิปล็อก เพื่อรอการนำไปทดสอบสมบัติต่อไป

3.3.10 การทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึงของพอลิโพรพิลีน/อีพีเอส/เทอร์โมพลาสติกสตาเร็กซ์/

มอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปรนาโนคอมพอสิต

การทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึงของ PP/EBS/TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิต ตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D 638-03 ทำโดยใช้ชิ้นทดสอบที่ได้จากการอัดแบบ (type IV) ดังแสดงในรูปที่ 3.12 และตารางที่ 3.3 ซึ่งทดสอบด้วยเครื่อง Universal Testing Machine ของ HOUNSFIELD รุ่น H10km (รูปที่ 3.13) โดยใช้ภาวะในการทดสอบดังนี้

อุณหภูมิ	25	องศาเซลเซียส
ความชื้นสัมพัทธ์	50	เปอร์เซ็นต์
น้ำหนักที่ใช้ทดสอบ	1	กิโลนิวตัน
ความเร็วในการทดสอบ	50	มิลลิเมตรต่อนาที



รูปที่ 3.12 ชิ้นทดสอบสมบัติความต้านแรงดึงตามมาตรฐาน ASTM D 638-03 (type IV)

ตารางที่ 3.3 ขนาดชิ้นทดสอบตามมาตรฐาน ASTM D 638-03 (type IV)

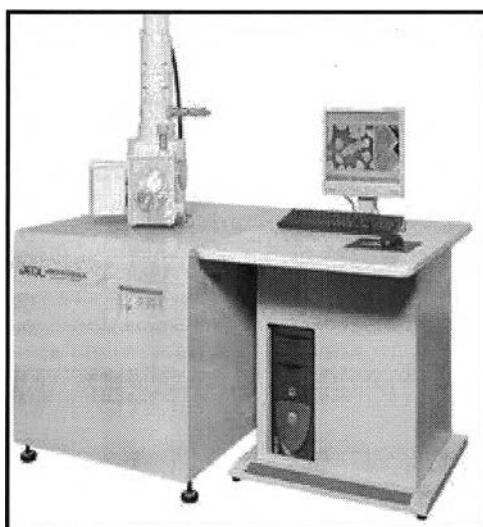
Dimension (mm)		Tolerance
W-Width of narrow section	3.18	±0.5
L-Length of narrow section	9.53	±0.5
W0-Width over-all, min	...	+6.4
W0-Width over-all, min	9.53	+3.18
L0-Length over-all, min	63.5	no max
G-Gage length	7.62	±0.25
G-Gage length	...	±0.13
D-Distance between grips	25.4	±5
R-radius of fillet	12.7	±1
R0-Outer of radius(Type IV)	...	±1



รูปที่ 3.13 เครื่อง Universal Testing Machine ของ HOUNSFIELD รุ่น H10km

3.3.11 การตรวจสอบลักษณะทางวิทยาของพอลิพรพิลีน/อีบีเอส/เทอร์โมพลาสติกสตาโรซ/มอนต์-มอริลโลไนต์ตัดแปรนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค Scanning electron microscopy (SEM)

ตรวจสอบลักษณะทางวิทยาของ PP/EBS/TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง Scanning electron microscope ของ JEOL รุ่น JSM 6480LV (รูปที่ 3.14) ที่ความต่างศักย์ 20 kv โดยตรวจสอบการกระจายตัวของ TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิตใน PP/EBS เมทริกซ์ โดยศึกษาตรงบริเวณพื้นผิวภาคตัดขวางที่แตกหักหลังการทดสอบสมบัติด้านความต้านแรงดึง



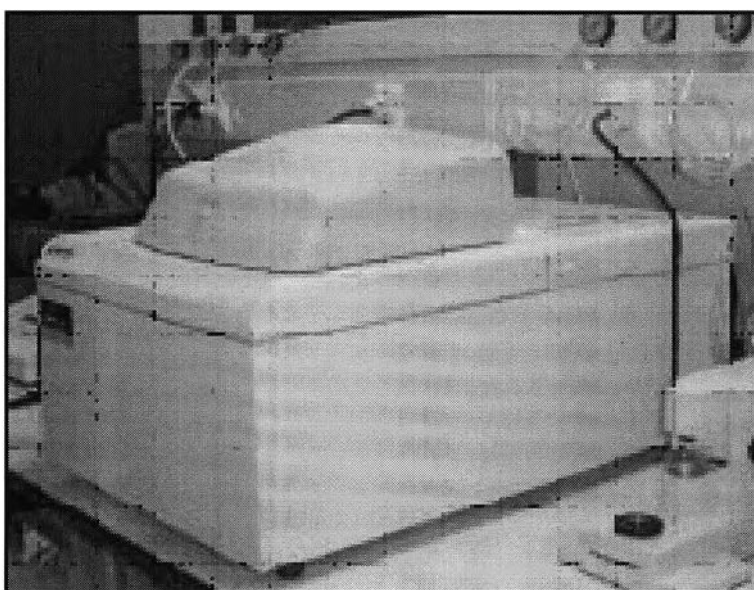
รูปที่ 3.14 เครื่อง Scanning electron microscope ของ JEOL รุ่น JSM 6480LV

3.3.12 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของพอลิโพรพิลีน/อีบีเอส/เทอร์โมพลาสติกสตา์ซ/ มอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปรนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA)

ทำการทดสอบทางความร้อนของ PP/EBS/TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้ ด้วยเครื่อง TGA ของ Mettler Toledo รุ่น TGA/SSDTA851 ด้วยภาวะการทดสอบเช่นเดียวกับข้อ 3.3.6

3.3.13 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของพอลิโพรพิลีน/อีบีเอส/เทอร์โมพลาสติกสตา์ซ/มอนต์มอริลโลไนต์ดัดแปรนาโนคอมพอสิตด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC)

ทำการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของ PP/EBS/TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิตที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง Differential scanning calorimeter ของ Perkin Elmer รุ่น DSC822e (รูปที่ 3.15) โดยนำชิ้นทดสอบมาอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาทดสอบภายใต้บรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน โดยให้ความร้อนที่ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที แล้วให้ความร้อนในอัตรา 20 องศาเซลเซียส/นาที ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 50–280 องศาเซลเซียส จากนั้นให้ความร้อนคงที่ที่อุณหภูมิ 280 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 นาที แล้วทำให้เย็นโดยใช้อัตราการทำให้เย็น 20 องศาเซลเซียส/นาที จนถึง 50 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.15 เครื่อง Differential scanning calorimeter ของ Perkin Elmer รุ่น DSC822e

3.3.14 การทดสอบความสามารถในการดูดซึมน้ำ (Water absorption)

นำชิ้นงานของ PP/EBS/TPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิต ที่เตรียมได้ มาทดสอบสมบัติการดูดซึมน้ำ ตามขั้นตอนในมาตรฐาน ASTM D 570-98 โดยตัดชิ้นทดสอบให้มีขนาด $76.2 \times 25.4 \times 3$ มิลลิเมตร (กว้าง \times ยาว \times หนา) ตัวอย่างละ 5 ชิ้น แล้วนำไปอบไล่ความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นใน desiccator ก่อนนำไปชั่งน้ำหนักที่แน่นอนด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง หลังจากนั้นนำชิ้นทดสอบไปแช่ในน้ำกลั่นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง, 1, 2, 3 และ 4 สัปดาห์ โดยทุกช่วงเวลาให้นำชิ้นทดสอบขึ้นมาชั่งน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง ซึ่งการชั่งน้ำหนักทำโดยนำชิ้นทดสอบขึ้นจากน้ำเช็ดให้แห้งด้วยผ้าสะอาด ชั่งน้ำหนักทันที แล้วใส่ชิ้นทดสอบกลับไปในน้ำหลังจากที่ชั่งน้ำหนักเรียบร้อยแล้ว โดยคำนวณค่าการดูดซึมน้ำจากสูตร

$$\% \text{ การดูดซึมน้ำ} = \frac{(W_1 - W_0)}{W_0} \times 100$$

เมื่อ W_1 คือ น้ำหนักชิ้นทดสอบหลังแช่น้ำตามระยะเวลาที่กำหนด
 W_0 คือ น้ำหนักชิ้นทดสอบก่อนแช่น้ำ

3.3.15 การทดสอบความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพ

3.3.15.1 เตรียมสารละลาย

- เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 0.05 M โดยชั่ง NaOH จำนวน 2 กรัม ด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง แล้วเติม deionized water จนมีปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

- เตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 0.1 M ดังนี้

1. คำนวณหาปริมาณเนื้อของ HCl เข้มข้นจากสูตร

$$\text{mol}_{\text{HCl}} = \frac{[\% \times 10 \times d]}{\text{MW}}$$

เมื่อ mol_{HCl} คือ ปริมาณเนื้อสารของ HCl เข้มข้น, หน่วย mol
 $\%$ คือ ความเข้มข้นของ HCl ตั้งต้น
 10 คือ ค่าคงที่
 d คือ ความหนาแน่นของ HCl เข้มข้น
 MW คือ น้ำหนักโมเลกุลของ HCl

2. คำนวณหาปริมาตรของ HCl เข้มข้นที่ต้องการ จากสูตร

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

เมื่อ	C_1	คือ	ปริมาณเนื้อสารของ HCl เจือจางที่ต้องการ, หน่วย mol
	V_1	คือ	ปริมาตรของสารละลายเจือจางที่ต้องการ, หน่วย ml
	C_2	คือ	ปริมาณเนื้อสารของ HCl เข้มข้น, หน่วย mol
	V_2	คือ	ปริมาตรของ HCl เข้มข้น, หน่วย ml

3. นำปริมาตรของ HCl เข้มข้นที่คำนวณได้จากข้อ 2 มาเจือจางให้มีความเข้มข้นเท่ากับ 0.1 M โดยหยด HCl เข้มข้นลงใน deionized water อย่างช้าๆ แล้วเติม deionized water ลงไปให้มีปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร

- เตรียมฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ โดยละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 0.1 กรัม ในไอโซโพรพานอลหรือเมทิลแอลกอฮอล์ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ควรเก็บรักษาสารละลายฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ในขวดสีชา และอายุการใช้งานภายหลังการเตรียมไม่ควรเกิน 1 ปี

- เตรียมสารละลายโพแทสเซียมแอสซิดฟทาเลต 0.1 M ดังนี้

1. อบสาร โพแทสเซียมแอสซิดฟทาเลต ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อกำจัดความชื้น

2. ชั่งโพแทสเซียมแอสซิดฟทาเลตประมาณ 2.2-2.4 กรัม (เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง) ละลายใน deionized water และเติม deionized water จนมีปริมาตรเท่ากับ 100 cm³

3. คำนวณความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมแอสซิดฟทาเลต จากสูตร
ความเข้มข้น, หน่วย M = $\frac{\text{น้ำหนักสารที่ชั่งมา/น้ำหนักโมเลกุล} \times 1000}{100}$

100

3.3.15.2 หาปริมาณความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย

- หาปริมาณความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย NaOH

1. ตวงปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมแอสซิดฟทาเลต (สารละลายมาตรฐาน) ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนจำนวน 10 มิลลิลิตร ด้วยปิเปตต์ใส่ขวดรูปชมพู่

2. หยดฟีนอล์ฟทาลีนอินดิเคเตอร์ 1-2 หยด ลงในขวดรูปชมพู่จากข้อ 1

- ข้อ 2
- ไทเทรตสารละลาย NaOH มาตรฐานจากบิวเรตต์ ลงในขวดรูปชมพู่จากข้อ 2
 - ไทเทรตจนถึงจุดยุติโดยสังเกตจากอินดิเคเตอร์เปลี่ยนจากสีไม่มีสีเป็นสีชมพูอ่อน
 - อ่านปริมาตรของสารละลาย NaOH ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลายโพแทสเซียมแอสซิดฟทาเลตนี้
 - คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย NaOH จากสูตร

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

เมื่อ	C_1	คือ	ปริมาณเนื้อสารโพแทสเซียมแอสซิดฟทาเลต, หน่วย mol
	V_1	คือ	ปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมแอสซิดฟทาเลต, หน่วย ml
	C_2	คือ	ปริมาณเนื้อสารของ NaOH, หน่วย mol
	V_2	คือ	ปริมาตรของโซเดียมไฮดรอกไซด์, หน่วย ml

- หาความเข้มข้นของสารละลาย NaOH ในหน่วย molar (M) จากการเทียบบัญญัติไตรยางค์ ดังนี้

สารละลาย NaOH 10 มิลลิลิตร มีเนื้อ NaOH V_2 mol
 ถ้าสารละลาย NaOH 1,000 มิลลิลิตร จะมีเนื้อ NaOH เท่ากับ $[10 \times V_2]/1,000$ mol
 เพราะฉะนั้นสารละลาย NaOH ในหน่วย molar เท่ากับ $[10 \times V_2]/1,000$ M

- หาปริมาณความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลาย HCl

- ตวงปริมาตรของสารละลาย HCl ที่ทราบความเข้มข้นแน่นอนจำนวน 10 มิลลิลิตร ด้วยปิเปตต์ใส่ลงในขวดรูปชมพู่
- หยดฟีนอล์ฟทาเลอินดิเคเตอร์ 1-2 หยด ลงในขวดรูปชมพู่จากข้อ 1
- ไทเทรตสารละลาย NaOH ลงในขวดรูปชมพู่จากข้อ 2
- ไทเทรตจนถึงจุดยุติโดยสังเกตจากอินดิเคเตอร์เปลี่ยนจากสีชมพูอ่อนเป็นสีไม่มีสี
- อ่านปริมาตรของสารละลาย NaOH ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาพอดีกับสารละลาย NaOH นี้
- คำนวณหาความเข้มข้นของสารละลาย HCl จากสูตร

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

เมื่อ	C_1	คือ	ปริมาณเนื้อสาร NaOH, หน่วย mol
	V_1	คือ	ปริมาตรของสารละลาย NaOH, หน่วย ml
	C_2	คือ	ปริมาณเนื้อสารของ HCl, หน่วย mol
	V_2	คือ	ปริมาตรของสารละลาย HCl, หน่วย ml

7. หาความเข้มข้นของสารละลาย HCl ในหน่วย molar (M) จากการเทียบ
บัญญัติไตรยางค์ ดังนี้

สารละลาย HCl 10 มิลลิลิตร มีเนื้อ HCl V_2 mol
ถ้าสารละลาย HCl 1,000 มิลลิลิตร จะมีเนื้อ HCl เท่ากับ $[10 \times V_2]/1,000$ mol
เพราะฉะนั้นสารละลาย NaOH ในหน่วย molar เท่ากับ $[10 \times V_2]/1,000$ M

3.3.15.3 ทดสอบการย่อยสลายทางชีวภาพโดยวัดปริมาณคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกี่ยวข้อง

▪ หาความชื้นในดิน

1. ร่อนดิน (ดินบริเวณกองขยะ, ดินบริเวณใต้ต้นไม้) ผ่านตะแกรงขนาด 2 มม.
2. นำดินที่ร่อนผ่านตะแกรงปริมาณ 20 กรัม (เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง) ใส่ลงในปิเกตอร์ บันทึกน้ำหนัก
3. นำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำให้เย็นลงในนเดซิเคเตอร์
4. คำนวณหาน้ำหนักของน้ำที่หายไปจากสูตร

$$\text{น้ำหนักของน้ำในดิน} = \text{น้ำดินก่อนอบ} - \text{น้ำหนักดินหลังอบ}$$

ดินที่มีความชื้น 100% คือ ดินก่อนอบ

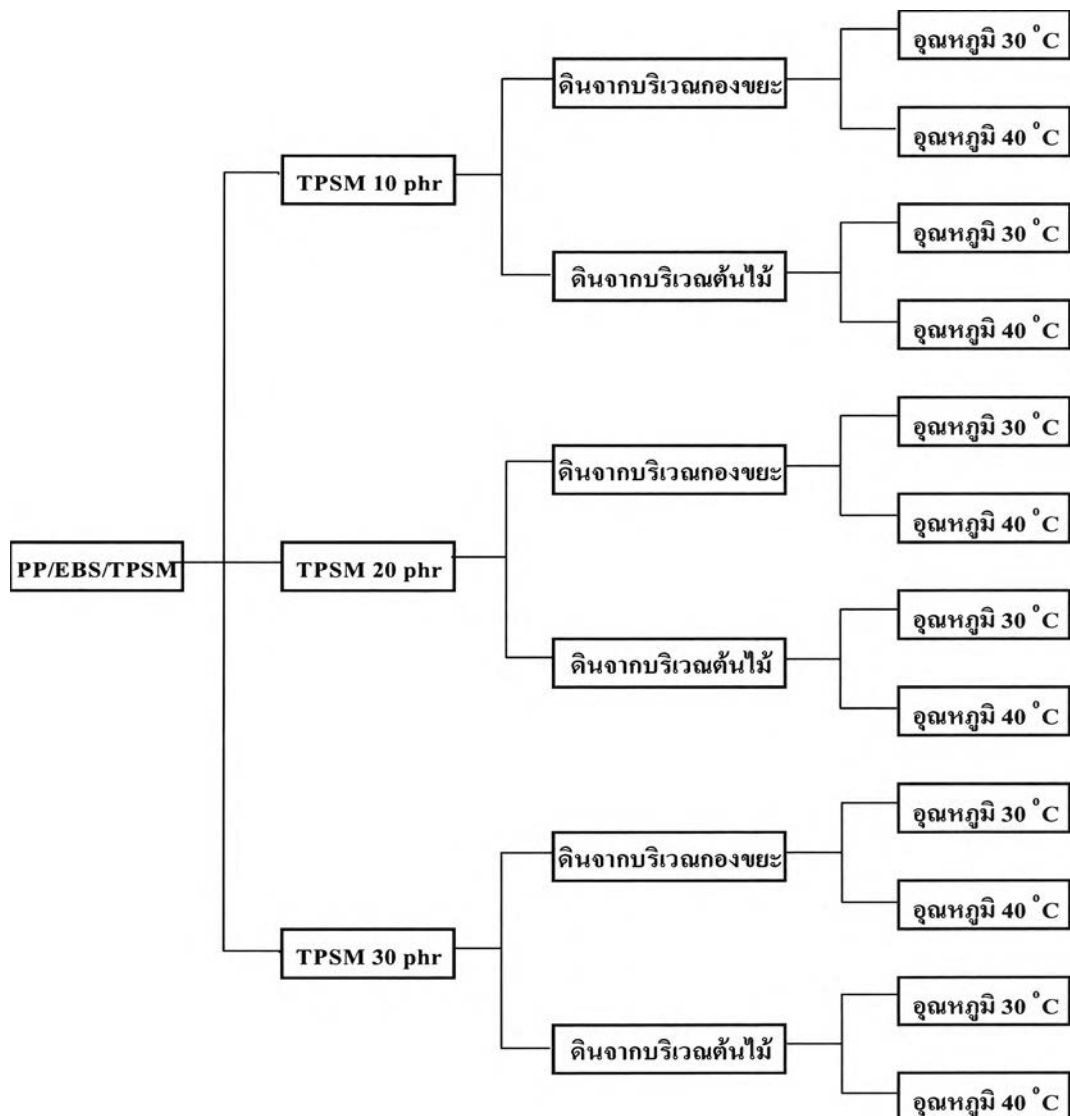
เพราะฉะนั้นดินที่มีความชื้น 50% คือ ดินที่อบแห้งเติมน้ำ $1/2$ ของน้ำหนักของน้ำในดิน

▪ หาปริมาณคาร์บอนไดออกไซด์ (Soil Respiration by Titration)

ทำการศึกษการย่อยสลายทางชีวภาพ โดยการวัดปริมาณแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้นเป็นเวลา 16 วัน ควบคุมความชื้นของดินไม่ให้ต่ำกว่า 50% และควบคุมการทดลองไม่ให้ถูกแสงแดดเพื่อป้องกันการสังเคราะห์แสงของพืชในดินโดยการห่อด้วยแผ่นพอลิ แ่งชุดการทดลอง

ออกเป็น 2 กลุ่ม คือชุดกลุ่มทดลอง (ชุดที่มีการผสมดินกับชิ้นงานทดสอบ) และชุดกลุ่มควบคุม (ชุดที่มีเฉพาะดิน)

- ชุดกลุ่มควบคุมเป็นการศึกษาปริมาณแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของดินจากบริเวณกองขยะและดินจากบริเวณใต้ต้นไม้ ที่อุณหภูมิ 30°C และ 40°C
- ชุดการทดลองแบ่งเป็นการศึกษาปริมาณของTPS/modified-MMT นาโนคอมพอสิต, แหล่งที่มาของดิน และอิทธิพลของอุณหภูมิต่อการทำงานของจุลินทรีย์ ดังรูปที่ 3.15 แสดงแผนภาพการทดลองการย่อยสลายทางชีวภาพ



รูปที่ 3.15 แผนภาพแสดงการทดลองการย่อยสลายทางชีวภาพ

ขั้นตอนวิธีการทดสอบ Soil Respiration โดยดัดแปลงมาจากวิธีของ Ohlinger [11] ดังนี้

1. ร่อนดิน (ดินบริเวณกองขยะ, ดินบริเวณใต้ต้นไม้) ผ่านตะแกรงขนาด 2 มม.
2. ชั่งดินที่ร่อนผ่านตะแกรงปริมาณ 20 กรัม และชิ้นงานทดสอบ 0.2 กรัม (เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง) ใส่ลงในบีกเกอร์ คนให้ชิ้นงานทดสอบกระจายตัวในดินทั่วถึงด้วยแท่งแก้ว คน บันทึกน้ำหนักรวมของบีกเกอร์
3. ปิเปตสารละลาย NaOH 20 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์
4. นำบีกเกอร์ดินจากข้อ 1 และสารละลาย NaOH จากข้อ 2 เก็บไว้ในขวดพลาสติกดังรูปที่ 3.16 และห่อแผ่นฟอยล์ปิดเพื่อกันแสง จากนั้นทำการบิรรอยต่อบริเวณปากขวด ด้วยพาราฟินส์แว็กซ์เพื่อป้องกันการสูญเสียแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์
5. นำขวดพลาสติกไปเก็บไว้ในตู้อบตามอุณหภูมิที่ต้องการ (30°C, 40°C) เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
6. ตั้งชุดกลุ่มควบคุม โดยชั่งดินชนิดเดียวกับข้อ 2 ปริมาณ 20 กรัม ใส่บีกเกอร์ จากนั้นทำการทดลองเหมือนข้อ 3 – 5
7. นำสารละลาย NaOH ออกมาทำการไทเทรตกับสารละลาย HCl เข้มข้น 0.1 M เพื่อทำปฏิกิริยากับ NaOH ที่เหลืออยู่ โดยใช้ฟีนอล์ฟทาลีนเป็นอินดิเคเตอร์ สังเกตจุดยุติจากอินดิเคเตอร์เปลี่ยนจากสีชมพูเป็นใสไม่มีสี บันทึกปริมาณ HCl ที่ใช้
8. ชั่งบีกเกอร์ดินเพื่อหาน้ำหนักที่น้ำหายไป จากนั้นหยดน้ำ Deionized ลงในบีกเกอร์ดินอย่างช้าตามปริมาณน้ำที่หายไป
9. ตั้งชุดการทดลองกลุ่มควบคุม โดยชั่งดินชนิดเดียวกับข้อ 1 ปริมาณ 20 กรัม ใส่บีกเกอร์ จากนั้นทำการทดลองเหมือนข้อ 2 – 6

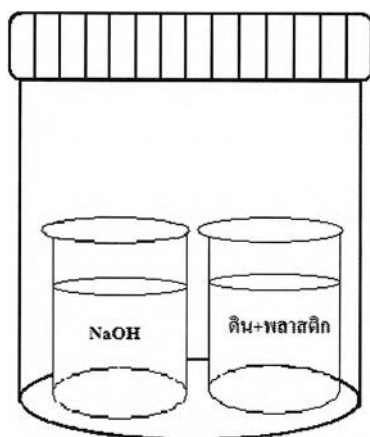
10. คำนวณหาปริมาณของคาร์บอนไดออกไซด์ จากสูตร

$$\frac{(C - S) \times 2.2 \times 100}{SW \times \%dm} = \text{mg} \cdot \text{CO}_2 \cdot \text{g}^{-1} \text{dm} \cdot 24\text{h}^{-1}$$

เมื่อ	C	คือ	ปริมาตรของ HCl ของกลุ่มควบคุม, หน่วย ml
	S	คือ	ปริมาตรของ HCl ของกลุ่มทดลอง, หน่วย ml

- 2.2 คือ ค่าคงที่ (ปริมาตร 1 ml ของ 0.1 M HCl ทำปฏิกิริยาพอดีกับ 2.2 mg ของ คาร์บอนไดออกไซด์)
- SW คือ น้ำหนักเริ่มต้นของดิน, หน่วย g
100. %⁻¹dm คือ ค่าคงที่ของเนื้อดินแห้ง

* หมายเหตุ: การวัดการหายใจของดินโดยการไทเทรตตามวิธีของ Ohlinger นั้น เพื่อให้การหายใจของดินมีประสิทธิภาพสูงควรกำหนดให้ดินมีความชื้นประมาณ 50–60 % และหากทำการทดลองเป็นระยะเวลานานควรเปลี่ยนสารละลาย NaOH ในระบบอย่างน้อยทุกๆ 3 วัน รูปที่ 3.16 แสดงชุดทดสอบการวัดปริมาณแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น



รูปที่ 3.16 ชุดทดสอบการวัดปริมาณแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น