บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 ขั้นตอนการวิจัย

แผนภูมิขั้นตอนการวิจัย แสดงในภาพที่ 25 ประกอบด้วย 2 ส่วนดังที่

3.1.1 การเตรียมพลาสติกจากวัสดุธรรมชาติ และวัสดุเหลือทิ้งจากการเกษตร โดยใช้พอลิแลคติกแอซิด(PLA) เป็นส่วนประกอบหลัก ผสมกับไคโตซาน(CS) เมทิลเซลลูโลส(MC) และเปลือกไข่(ES) ในอัตราส่วน 7:3 ด้วยเทคนิคการหล่อโดยการระเหยของตัวทำละลาย (solvent-evaporate casting technique)

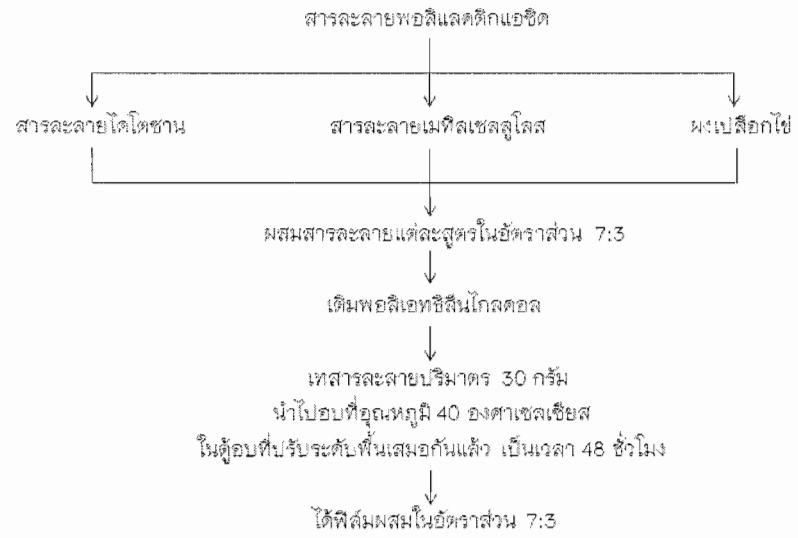
3.1.2 การทดสอบสมบัติของฟิล์มพอลิแลคติกแอซิด พอลิแลคติกแอซิดผสมกับไคโตซาน พอลิแลคติกแอซิดผสมกับเมทิลเซลลูโลส พอลิแลคติกแอซิดผสมกับผงเปลือกไข่ ในอัตราส่วน 7:3

: สมบัติทางกายภาพ ได้แก่ ความขุ่น-ใส ความหนา คุณสมบัติด้านการละลายน้ำ คุณสมบัติด้านแรงดึงและการยืดของแผ่นฟิล์ม ลักษณะด้านพื้นผิว

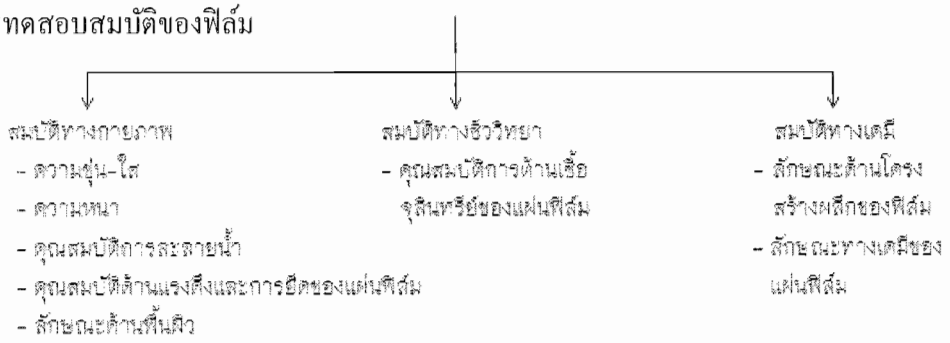
: สมบัติทางเคมี ได้แก่ ลักษณะด้านโครงสร้างผลึกของฟิล์ม ลักษณะธาตุที่เป็นองค์ประกอบทางเคมีของแผ่นฟิล์ม

: สมบัติทางชีววิทยา ได้แก่ คุณสมบัติการต้านเชื้อจุลินทรีย์ของแผ่นฟิล์ม

3.1.1 การเตรียมฟิล์มพลาสติกจากวัสดุธรรมชาติ



3.1.2 การทดสอบสมบัติของฟิล์ม



ภาพที่ 25 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการวิจัย

3.2 วัตถุดิบ และสารเคมี

3.2.1 พอลิแลคติก แอซิด (PLA)

(Purchased from: NatureWorks LLC, Grade: Commercial, Forms: Pellets)

3.2.2 ไคโตซาน (Chitosan, CS)

(Purchased from: Sigma Aldrich, Grade: Commercial, Forms: Powder)

3.2.3 เมทิลเซลลูโลส (Methy cellulose, MC)

(Purchased from: Sigma Aldrich, Grade: Commercial, Forms: White powder)

3.2.4 ผงเปลือกไข่ (Eggshell powder, ES)

3.2.5 เอทิลอะซิเตท (Ethyl acetate)

(Purchased from: Ajax Finechem, Grade: Commercial, Forms: Liquid)

3.2.6 พอลีเอทธีลีน ไกลคอล (Poly ethylene glycal, PEG)

(Purchased from: Merck, Grade: Commercial, Forms: powder)

3.2.7 แอซิติก แอซิด

(Purchased from: Ajax Finechem, Grade: Commercial, Forms: Liquid)

3.2.8 ไนโตรเจนเหลว

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือการวิจัย

3.3.1 เครื่องแก้ววิทยาศาสตร์พื้นฐาน

3.3.2 เครื่องชั่งไฟฟ้าแบบละเอียด

3.3.3 เตาให้ความร้อนพร้อมกวนสารละลาย

3.3.4 ตู้อบให้ความร้อน

3.3.5 เครื่อง UV-Vis Spectrophotometer

3.3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron micro-scope, SEM)

3.3.7 เครื่อง Universal Testing Machine

3.3.8 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-Ray Diffraction, XRD)

3.3.9 เครื่องเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence, XRF)

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

3.4.1 การเตรียมสารละลายพอลิแลคติกแอซิดและพอลิแลคติกแอซิดผสม

3.4.1.1 การเตรียมสารละลายพอลิแลคติกแอซิด ความเข้มข้น 1% โดยปริมาตร

1. นำพอลิแลคติกแอซิดแช่ในไนโตรเจนเหลว เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นนำมาบดให้ละเอียด
2. ชั่งพอลิแลคติกแอซิด 10 กรัม ในบิกเกอร์ 2,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายเอทิลอะซิเตทปริมาตร 1,000 มิลลิลิตร
3. นำไปละลายพร้อมกวนสารละลายเป็นเวลา 8 ชั่วโมง เก็บสารละลายในขวดแก้วก่อนนำไปใช้

3.4.1.2 การเตรียมสารละลายไคโตซาน ความเข้มข้น 1% โดยปริมาตร

1. ชั่งผงไคโตซานจำนวน 10 กรัม ในบิกเกอร์ขนาด 2,000 ลูกบาศก์

เซนติเมตร จากนั้นเติมสารละลายกรดแอซิติกที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยปริมาตร ปริมาณ 1,000 มิลลิลิตร

2. นำไปละลายพร้อมกวนสารละลายเป็นเวลา 8 ชั่วโมง เก็บสารละลายในขวดแก้วก่อนนำไปใช้งาน

3.4.1.3 การเตรียมสารละลายเมทิลเซลลูโลส ความเข้มข้น 1% โดยปริมาตร

1. ชั่งผงเมทิลเซลลูโลส จำนวน 10 กรัม ในบิกเกอร์ขนาด 2,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากนั้นเติมน้ำกลั่น ปริมาณ 1,000 มิลลิลิตร
2. นำไปละลายพร้อมกวนสารละลายเป็นเวลา 6 ชั่วโมง เก็บสารละลายในขวดแก้วก่อนนำไปใช้งาน

3.4.1.4 การเตรียมฟิล์มจากพอลิแลคติกแอซิดผสม

1. ผสมสารละลายพอลิแลคติกแอซิดต่อสารละลายไคโตซาน สารละลายเมทิลเซลลูโลส และผงเปลือกไข่ ด้วยอัตราส่วน 7:3 ปริมาณ 200 มิลลิลิตร โดยสารละลายที่ได้จะมีความเข้มข้น 1% โดยปริมาตร
2. นำสารละลายผสมที่ได้ไปกวนให้เข้ากันบนเตาให้ความร้อน
3. เติมพอลิเอทธีลีนไกลคอลซึ่งใช้เป็นพลาสติไซเซอร์ปริมาณร้อยละ 10 ของความเข้มข้นสารละลาย
4. เทสารละลายที่ผสมแล้ว ลงในเพลทแก้วที่ปรับระดับให้เสมอกันปริมาตร 30 กรัม จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง
5. ลอกแผ่นฟิล์มที่ได้ออกจากเพลทแก้ว แล้วนำไปเก็บไว้ใน desiccator ก่อนนำแผ่นฟิล์มมาทดสอบคุณสมบัติต่าง ๆ

3.4.2 การทดสอบสมบัติของแผ่นฟิล์มพอลิแลคติกแอซิดและพอลิแลคติกแอซิดผสม

3.4.2.1 การทดสอบความขุ่นใสของฟิล์ม

โดยใช้ UV-Vis Spectrophotometer ซึ่งเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสง ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาว ที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง โดยเครื่องมือนี้จะทำหน้าที่ในการตรวจวัดความเข้มแสงที่ผ่านหรือสะท้อนจากตัวอย่างเปรียบเทียบกับความเข้มแสงจากแหล่งกำเนิด

เครื่องมือทดสอบ : UV-Visible spectrophotometer (dual beam)

3.4.2.2 การวัดความหนาของฟิล์ม

โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

เครื่องมือทดสอบ : LEO รุ่น LEO 1450 VP

3.4.2.3 การทดสอบการละลายน้ำ (water solubility)

การวัดค่าการละลายสามารถหาได้จากน้ำหนักของแผ่นฟิล์มที่หายไปภายหลังแช่ฟิล์มไว้ในสารละลาย

$$\text{การละลาย (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักฟิล์มก่อนแช่สารละลาย} - \text{น้ำหนักฟิล์มหลังแช่สารละลาย}}{\text{น้ำหนักฟิล์มก่อนแช่สารละลาย}} \times 100$$

3.4.2.4 ทดสอบคุณสมบัติแรงดึง (Tensile Strength) และการยืด (Elongation) ของแผ่นฟิล์ม

หมายถึง ความสามารถในการต้านทานต่อแรงดึงซึ่งมากระทำที่ปลายแต่ละข้างของแผ่นฟิล์มที่ทดสอบที่มีความกว้างและความหนาคงที่ จนกระทั่งแผ่นทดสอบนั้นขาดจากกัน

เครื่องมือทดสอบ : Universal Testing Machine-Hounsfield H10KM

มาตรฐาน : ASTM D3500

3.4.2.5 ทดสอบลักษณะด้านพื้นผิวของแผ่นฟิล์ม

โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

สัณฐานวิทยา (morphology) ของแผ่นฟิล์มผสมแต่ละชนิดจะมีความแตกต่างกัน ทั้งนี้เนื่องจากโครงสร้างทางเคมีที่แตกต่างกัน ดังนั้นในการนำแผ่นฟิล์มแต่ละชนิดมาผสมกันจะทำให้สัณฐานเกิดการเปลี่ยนแปลง โดยอาจเกิดสัณฐานใหม่หรือเกิดการร่วมกันของสัณฐานของแผ่นฟิล์ม

เครื่องมือทดสอบ : LEO รุ่น LEO 1450 VP

3.4.2.6 ทดสอบลักษณะด้านโครงสร้างผลึกของฟิล์ม

โดยใช้เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-Ray Diffraction, XRD)

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-Ray Diffractomater, XRD) สามารถใช้ในการวัดความเป็นผลึกและความเข้ากันได้ของแผ่นฟิล์ม โดยการเปรียบเทียบตำแหน่งและความกว้างของยอดกราฟ (Peak) ของแผ่นฟิล์มที่อัตราส่วน 7:3

เครื่องมือทดสอบ : Bruker AXS , Germany Model D8 Advance

3.4.2.7 ทดสอบลักษณะทางเคมีของแผ่นฟิล์ม

โดยใช้เครื่องเอกซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence, XRF) ซึ่งเป็นเครื่องมือในการวิเคราะห์ธาตุที่มีอยู่ในตัวอย่างทดสอบ สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ โดยใช้ได้กับงานวิจัยในหลาย ๆ ด้าน เช่น วัสดุศาสตร์ ธรณีวิทยา และสิ่งแวดล้อม เป็นต้น

เครื่องมือทดสอบ : Energy Dispersive X-Ray Fluorescence (EDXRF)

3.4.2.8 ทดสอบคุณสมบัติการต้านเชื้อจุลินทรีย์ของแผ่นฟิล์ม

การทดสอบรัศมีการยับยั้งเชื้อแบคทีเรีย (Halo Test) สามารถทำได้โดยสังเกตบริเวณที่ปราศจากเชื้อแบคทีเรียหรือบริเวณที่เชื้อแบคทีเรียไม่สามารถเจริญเติบโตได้รอบ ๆ ชิ้นงานทดสอบ (Clear Zone) ซึ่งถือเป็นการบ่งบอกประสิทธิภาพการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียในเชิงคุณภาพของชิ้นงานทดสอบได้ ซึ่งในขั้นตอนการทดสอบรัศมีการยับยั้งเชื้อแบคทีเรียนี้ จะมีขั้นตอนหลักอยู่ 3 ขั้นตอน ได้แก่

1) การเตรียมเชื้อแบคทีเรีย

2) การเพาะเชื้อแบคทีเรียบนวัสดุที่มีสารยับยั้งเชื้อแบคทีเรียผสมอยู่

3) การแปรผลการทดสอบ