

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 การเตรียมตัวอย่าง

3.1.1 ทำการเตรียมตัวอย่างฟิล์ม โดยตัดตัวอย่างฟิล์มพอลิเอทิลีนและพอลิโพรพิลีนให้สะอาด จากนั้นนำมาตัดขนาดความกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 3 เซนติเมตร อย่างละ 4 ตัวอย่าง

3.1.2 นำแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีน 1 ตัวอย่าง ไปใส่ในชุดอุปกรณ์รีฟลักซ์ โดยเติมสารละลาย เบนโซอิล เปอร์ออกไซด์ กรดอะคริลิกและโพลิไวนิลอะซิเตต

3.1.3 ทำการรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยให้แก๊สไนโตรเจน ผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา

3.1.4 นำฟิล์มมาอบแห้ง ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

3.2 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการกราฟต์ฟิล์ม

3.2.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการกราฟต์มาเลอิก แอนไฮไดรด์

3.2.1.1 เปอร์เซนต์เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์

1) ตัดแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนขนาดความกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 3.5 เซนติเมตร จำนวน 4 ตัวอย่าง

2) นำแผ่นฟิล์มชนิดพอลิเอทิลีน 1 ตัวอย่าง ไปชุบลงในสารละลายผสมที่ ประกอบด้วยโทลูอีน 0.05 % w/v เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์และ 1.0 % w/v พอลิไวนิลอะซิเตต นำไปอบให้แห้งและนำไปชั่งน้ำหนัก

3) ทำการรีฟลักซ์ด้วยกรดมาเลอิก แอนไฮไดรด์เข้มข้นร้อยละ 5.0 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา

4) นำแผ่นฟิล์มมาล้างน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสและอบแห้งที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

5) ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์ม เมื่อทำครบ 4 ตัวอย่าง แล้วทำการเปลี่ยนเปอร์เซนต์ เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์เป็น 0.10 0.15 0.20 0.25 และ 0.30 % w/v ตามลำดับ

6) กำหนดเปอร์เซนต์กราฟต์เพื่อหาเปอร์เซนต์เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์จากนั้น เปลี่ยนชนิดของฟิล์มเป็นพอลิโพรพิลีนทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) จนถึงข้อ 6)

3.2.1.2 ความเข้มข้นของมาเลอิก แอนไฮไดรด์

- 1) ตัดแผ่นฟิล์มชนิดพอลิเอทิลีนให้มีขนาดความกว้าง 2 เซนติเมตรและยาว 3 เซนติเมตร จำนวน 4 ตัวอย่าง
- 2) นำแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีน 1 ตัวอย่างไปชุบลงในสารละลายผสมที่ประกอบด้วยโทลูอีน เปรอร์เซนต์เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ที่ได้จากข้อ 1) และ พอลิไวนิลอะซิเตตเข้มข้นร้อยละ 1 น้ำหนักต่อปริมาตร อบให้แห้งและนำไปชั่งน้ำหนัก
- 3) ทำการรีฟลักซ์ด้วยสารละลายมาเลอิก แอนไฮไดรด์เข้มข้นร้อยละ 5 ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา
- 4) นำแผ่นฟิล์มมาล้างน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสและอบแห้ง ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส
- 5) ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์ม เมื่อทำครบ 4 ตัวอย่างแล้วทำการเปลี่ยนความเข้มข้นของมาเลอิกแอนไฮไดรด์เป็นร้อยละ 10.0 และ 15.0 น้ำหนักต่อปริมาตร ตามลำดับ
- 6) คำนวณเปอร์เซ็นต์กราฟต์เพื่อหาเปอร์เซ็นต์มาเลอิก แอนไฮไดรด์ จากนั้นเปลี่ยนชนิดของฟิล์มเป็นพอลิโพรพิลีน ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) จนถึงข้อ 6)

3.2.1.3 เวลาที่ใช้ในกราฟต์โคพอลิเมอร์

- 1) ตัดแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนขนาดความกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 3 เซนติเมตร จำนวน 4 ตัวอย่าง
- 2) นำแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีน 1 ตัวอย่าง ไปชุบลงในสารละลายผสมที่ประกอบด้วยโทลูอีน สารละลายเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ที่ได้จากข้อ 1.1 และพอลิไวนิลอะซิเตตเข้มข้นร้อยละ 1 น้ำหนักต่อปริมาตร อบให้แห้งและนำไปชั่งน้ำหนัก
- 3) ทำการรีฟลักซ์กับเปอร์เซนต์มาเลอิก แอนไฮไดรด์ที่ได้จากข้อที่ 2) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา
- 4) นำแผ่นฟิล์มมาล้างน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสและอบแห้ง ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส
- 5) ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์มเมื่อทำครบ 4 ตัวอย่าง แล้วทำการเปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการกราฟต์โคพอลิเมอร์เป็น 4 6 8 10 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ
- 6) คำนวณเปอร์เซ็นต์กราฟต์เพื่อหาเวลาที่ใช้ในการกราฟต์โคพอลิเมอร์ จากนั้นเปลี่ยนชนิดของฟิล์มเป็นพอลิโพรพิลีนทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) จนถึงข้อ 6)

3.2.1.4 อุณหภูมิที่ใช้ในการกราฟต์โคพอลิเมอร์

- 1) ทำการตัดแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนขนาดความกว้าง 2 เซนติเมตรยาว 3 เซนติเมตร จำนวน 4 ตัวอย่าง
- 2) นำแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีน 1 ตัวอย่าง ไปชุบลงในสารละลายผสมที่ประกอบด้วย โทลูอิน เปรอร์เซนต์เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ที่ได้จากข้อ 1.1 และพอลิไวนิลอะซิเตตเข้มข้นร้อยละ 1 น้ำหนักต่อปริมาตร อบให้แห้งและนำไปชั่งน้ำหนัก
- 3) ทำการรีฟลักซ์กับเปอร์เซนต์มาเลอิก แอนไฮไดรด์ที่ได้จากข้อที่ 2) ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ตามเวลาที่ได้จากข้อ 3) โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา
- 4) นำแผ่นฟิล์มมาล้างน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และอบแห้ง อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส
- 5) ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์ม เมื่อทำครบ 4 ตัวอย่าง แล้วทำการเปลี่ยนอุณหภูมิที่ใช้ในการกราฟต์โคพอลิเมอร์เป็น 80 และ 90 °C ตามลำดับ
- 6) คำนวณเปอร์เซนต์กราฟต์เพื่อหาอุณหภูมิที่ใช้ในการกราฟต์โคพอลิเมอร์ จากนั้นเปลี่ยนชนิดของฟิล์มเป็นพอลิโพรพิลีนทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) จนถึงข้อ 6)

3.2.1.5 กราฟต์มาเลอิก แอนไฮไดรด์ลงบนแผ่นฟิล์ม

- 1) ทำการตัดแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนขนาดกว้าง 2 เซนติเมตรยาว 3 เซนติเมตร จำนวน 6 ตัวอย่าง
- 2) นำแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีน 1 ตัวอย่าง ไปชุบลงในสารละลายผสมที่ประกอบด้วย โทลูอิน เปรอร์เซนต์เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ที่ได้จากข้อ 1.1 และพอลิไวนิลอะซิเตตเข้มข้นร้อยละ 1 น้ำหนักต่อปริมาตร อบให้แห้งและนำไปชั่งน้ำหนัก
- 3) ทำการรีฟลักซ์กับเปอร์เซนต์มาเลอิก แอนไฮไดรด์ที่ได้จากข้อที่ 2) ตามเวลาที่ได้จากข้อ 3) และอุณหภูมิที่ได้ข้อ 4) โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา
- 4) นำแผ่นฟิล์มมาล้างน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสและอบแห้ง ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส
- 5) ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์ม แล้วคำนวณเปอร์เซนต์กราฟต์
- 6) เมื่อทำครบ 6 ตัวอย่าง จากนั้นเปลี่ยนชนิดของฟิล์มเป็นพอลิโพรพิลีนการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1) จนถึงข้อ 6)
- 7) นำไปตรวจดูหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่อง Fourier transform Infrared Spectrometer (FT-IR)

3.3 การกราฟต์ด้วยกรดอะคริลิกเข้มข้นร้อยละ 25 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ลงบนผิวหน้าของฟิล์มพอลิเอทิลีน และฟิล์มพอลิพรอพิลีน

3.3.1 ตัดแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ ขนาดกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 3.5 เซนติเมตร จำนวน 6 ตัวอย่าง และนำไปชั่งน้ำหนัก

3.3.2 นำแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ 1 ตัวอย่าง ไปชุบโดยการจุ่มแล้วเอาออกทันทีในสารละลายผสมที่ประกอบด้วยโทลูอิน 0.5 % โดยน้ำหนัก เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ พอลิไวนิล อะซิเตตร้อยละ 1 น้ำหนักต่อปริมาตร

3.3.3 ทำการรีฟลักซ์กับ 25 % โดยน้ำหนักกรดอะคริลิกที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา

3.3.4 นำฟิล์มที่ได้ล้างน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และอบแห้งที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

3.3.5 ชั่งน้ำหนัก แล้วนำไปตรวจดูโครงสร้างด้วย เครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

3.3.6 เมื่อทำครบ 6 ตัวอย่าง แล้วให้เปลี่ยนตัวอย่างเป็นฟิล์มพอลิพรอพิลีนแทนในข้อที่ 3.3.1 แล้วทำซ้ำการทดลองจนถึง ข้อ 3.3.6

3.4 การกราฟต์มาเลอิก แอนไฮไดรด์ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ลงบนผิวฟิล์มพอลิเอทิลีน และฟิล์มพอลิพรอพิลีน

3.4.1 ตัดแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ ขนาด 2×3.5 เซนติเมตรจำนวน 6 ตัวอย่าง และนำไปชั่งน้ำหนัก

3.4.2 นำแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ 1 ตัวอย่าง ไปชุบโดยการจุ่มแล้วเอาออกทันทีในสารละลายผสมที่ประกอบด้วยโทลูอิน เบนโซอิล เปอร์ออกไซด์เข้มข้นร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร พอลิไวนิล อะซิเตดเข้มข้นร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร

3.4.3 ทำการรีฟลักซ์ด้วยมาเลอิก แอนไฮไดรด์เข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา

3.4.4 นำฟิล์มมาล้างน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส และ อบแห้ง ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

3.4.5 ชั่งน้ำหนักแล้วนำไปตรวจดูโครงสร้างด้วยเครื่องฟูรีเออร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

3.4.6 เมื่อทำการทดลองซ้ำครบ 6 ตัวอย่างแล้ว ให้ทำการทดลองซ้ำอีกครั้งโดยในขั้นตอนตามข้อที่ 3.4.3 โดยเปลี่ยนเป็น 10 15 20 25% โดยน้ำหนักมาเลอิก แอนไฮไดรด์

3.4.7 เมื่อทำครบ 6 ตัวอย่าง แล้วให้เปลี่ยนตัวอย่างเป็นฟิล์มพอลิพรอพิลีนแทนในข้อที่ 3.4.1 แล้วทำซ้ำการทดลองจนถึง ข้อ 3.4.6

3.5 กราฟต์บิสอะมิโนโพรพอกซีเปอร์ออกไซด์ลงบนแผ่นฟิล์ม

3.5.1 เตรียมสารละลาย 5 % w/v บิสอะมิโนโพรพอกซีเปอร์ออกไซด์

3.5.2 นำแผ่นฟิล์มตัวอย่างที่ได้จากข้อที่ 1 ทำการรีฟลักซ์กับ 5 % w/v บิสอะมิโนโพรพอกซีเปอร์ออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านเข้าไปในปฏิกิริยาตลอดเวลา

3.5.3 นำแผ่นฟิล์มมาล้างน้ำที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

3.5.4 ชั่งน้ำหนักแผ่นฟิล์ม คำนวณเปอร์เซ็นต์กราฟต์ เมื่อทำครบ 6 ตัวอย่าง จากนั้นเปลี่ยนชนิดของฟิล์มเป็นพอลิพรอพิลีน ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 3.5.2 จนถึงข้อ 3.5.4

3.5.5 นำไปตรวจดูหมู่ฟังก์ชันด้วย Fourier transform Infrared Spectrometer (FT-IR)

3.6 การกราฟต์ฟิล์ม bisamino (propoxy) peroxide

3.6.1 นำตัวอย่างในขั้นที่ 1 มาทำการกราฟต์ bisamino propoxy โดยวิธีรีฟลักซ์ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยให้แก๊สไนโตรเจนผ่านตลอดเวลา

3.6.2 นำมาอบให้แห้งที่ อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

3.6.3 ชั่งน้ำหนักแล้วนำไปตรวจด้วยเครื่อง IR Spectrometer และนำไปส่องผ่านเครื่อง Scanning Electron Microscope เพื่อสังเกตโครงสร้างภายใน

3.7 การตรวจสอบลักษณะผิวหน้าของฟิล์ม

3.7.1 นำแผ่นฟิล์มพอลิเอทิลีนจำนวน 6 ตัวอย่างไปตรวจสอบด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)

3.7.2 นำแผ่นฟิล์มพอลิพรอพิลีนจำนวน 6 ตัวอย่างไปตรวจสอบด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM)

3.8 ทดสอบการต้านทานแบคทีเรีย

นำฟิล์มที่ผ่านการกราฟต์มาทดสอบการต้านทานเชื้อแบคทีเรียเปรียบเทียบกับฟิล์มที่ไม่ผ่านการกราฟต์ด้วย bisamino (propoxy) peroxide

3.9 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมี

3.9.1 เครื่องมือ

- 3.9.1.1 ชุดรีฟลักซ์ (ชุดให้ก๊าซไนโตรเจน)
- 3.9.1.2 ตู้ควบคุมอุณหภูมิ ห้อ Memmert ประเทศเยอรมัน
- 3.9.1.3 เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ Precisa รุ่น 240A
- 3.9.1.4 เครื่อง Fourier transform Infrared Spectrometer (FT-IR)
- 3.9.1.5 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) รุ่น LEO 1455 VP

3.9.2 สารเคมี

- 3.9.2.1 เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (benzoyl peroxide) Analytical reagent grade, Fluka
- 3.9.2.2 บิสอะมิโนโพรพอกซีเปอร์ออกไซด์ (Bisamino(propoxy) peroxide)
Analytical reagent grade, Fluka
- 3.9.2.3 โทลูอีน (toluene) Analytical reagent grade, Fluka
- 3.9.2.4 มาเลอิก แอนไฮไดรด์ (maleic anhydride) Analytical reagent grade, Fluka
- 3.9.2.5 ก๊าซไนโตรเจน (nitrogen gas)
- 3.9.2.6 พอลิไวนิลอะซิเตต (Poly vinyl acetate) Analytical reagent grade, Merck
- 3.9.2.7 พอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ (Low density polyethylene ; LDPE)
- 3.9.2.8 พอลิโพรพิลีน (polypropylene ; PP)
- 3.9.2.9 กรดอะคริลิก (acrylic acid) Analytical reagent grade, Merck
- 3.9.2.10 เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (benzoyl peroxide) Analytical reagent grade, Merck