

การเตรียมเซลล์โสมโครไฟบริลจากขานอ้อย/พอลิเล็กทิกแอซิดคอมพอสิต



นางสาวนิยวัน กิจวรฤทธิ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR) are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF BAGASSE MICROFIBRILLATED CELLULOSE/POLY(LACTIC ACID)
COMPOSITES

Miss Niyawan Kitvorawuth



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Applied Polymer Science and Textile
Technology
Department of Materials Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2014
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมเซลล์โลสไมโครไฟบริลจากชานอ้อย/พอลิ แล็กติกแอซิดคอมพอสิต
โดย	นางสาวนิยวัน กิจวรจุมิ
สาขาวิชา	วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร. กาวี ศรีกุลกิจ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

.....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ ทารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สิริรัตน์ จารุจินดา)
.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร. กาวี ศรีกุลกิจ)
.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. ดวงดาว อัจจงค์)
.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ปิยะพร คามภีรภาพพันธ์)

5572021923 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEYWORDS: MICROFIBRILLATED CELLULOSE, POLYLACTIC ACID, ACETYLATED CELLULOSE

NIYAWAN KITVORAWUTH: PREPARATION OF BAGASSE MICROFIBRILLATED CELLULOSE/POLY(LACTIC ACID) COMPOSITES. ADVISOR: ASSOC. PROF. KAWEE SRIKULKIT, Ph.D., pp.

Bagasse microfibrillated cellulose (MFC) was successfully prepared using the dissolution/precipitation technique by dissolving bagasse pulp in cooled NaOH/Urea solution using starch as anti-coagulating agent and followed by precipitating in an HCl bath. The morphology of MFC exhibited the web-like fiber network with the fiber diameter in the range of 10-20 nm. Further, the surface modification of MFC by acetylation with vinyl acetate was carried out. FTIR spectra indicated that the acetate group content increased with an increase in the concentration of vinyl acetate employed. As a result of the surface modification, the percent swelling of acetylated MFC was the highest due to its amorphous structure as evidenced by XRD analysis. Moreover, the intermolecular hydrogen bonding among MFC particles was reduced, further enhancing the water absorbability. The amorphous structure was derived from the presence of steric acetate side group which prevented the orientation of cellulose chains. In addition, acetate groups on MFC surface deterred MFC particles from re-packing, resulting in soft agglomeration. As a result, acetylated MFC particles were well-dispersed in poly(lactic acid) (PLA). The compatibility of acetylated MFC with PLA was observed. Due to the influence of acetylated MFC, T_g of the acetylated MFC/PLA composites was shifted to lower temperature when compared to unmodified MFC/PLA composites. It was expected that the acetylated MFC/PLA composites would exhibit more flexibility than virgin poly(lactic acid).

Department: Materials Science Student's Signature

Field of Study: Applied Polymer Science Advisor's Signature
and Textile Technology

Academic Year: 2014

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้อย่างสมบูรณ์เป็นเพราะได้รับความร่วมมือ ทั้งคำแนะนำทางวิชาการ ความเอื้อเฟื้อทางด้านวัตถุดิบ เครื่องมือ และสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบพระคุณบุคคล และหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง ดังต่อไปนี้

1. รองศาสตราจารย์ ดร.กาวี ศรีกุลกิจ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่คอยให้คำปรึกษาและแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์ รวมทั้งคำแนะนำในการแก้ไขปัญหาและสนับสนุนงานวิจัยเป็นอย่างดี และกรุณาในการตรวจทานแก้ไขวิทยานิพนธ์
2. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิริรัตน์ จารุจินดาที่สละเวลามาเป็นประธานสอบวิทยานิพนธ์
3. รองศาสตราจารย์ ดร.ดวงดาว อางองค์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปิยะพร คามภีรภาพันท์ที่สละเวลามาเป็นกรรมสอบวิทยานิพนธ์
4. ศูนย์ความเป็นเลิศด้านเทคโนโลยีปิโตรเคมีและวัสดุ สำนักพัฒนาบัณฑิตศึกษา และวิจัยด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
5. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
6. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา รุ่นพี่ เพื่อน และรุ่นน้องจากภาควิชาวัสดุศาสตร์ ที่ให้การสนับสนุนและกำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ทุกท่าน ที่ช่วยให้ความรู้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญรูป	ฅ
สารบัญตาราง.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย.....	3
บทที่ 2 วารสารปริทรรศน์.....	4
2.1 พอลิแล็กติกแอซิด (Poly(lactic acid), PLA)	4
2.1.1 ลักษณะโครงสร้าง.....	5
2.1.2 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด.....	5
2.1.2.1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากการควบแน่นแบบอะซีโอโทรปิกดีไฮเดรชัน (Azeotropic dehydrative condensation).....	5
2.1.2.2 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง (Ring-opening polymerization).....	5
2.1.2.3 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น (Direct condensation polymerization) และการใช้สารคู่ควบ	6
2.1.3 สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด	6
2.1.4 การปรับปรุงสมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด (Modification of poly(lactic acid)).....	6
2.1.4.1 การทำโคพอลิเมอไรเซชัน (Copolymerization).....	7

3.2.1	พอลิแล็กติกแอซิด (Poly (lactic acid), PLA).....	16
3.2.2	แป้งมันสำปะหลัง.....	16
3.2.3	กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl)	17
3.2.4	โทลูอีน (Toluene, Phenyl methane)	17
3.2.5	ไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ (Vinyl acetate monomer)	18
3.2.6	โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide, NaOH).....	18
3.2.7	แอซีโตน (Acetone).....	19
3.2.8	เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl Peroxide)	19
3.2.9	ยูเรีย (Urea).....	20
3.2.10	ไดเมทิลฟอร์มามิด (Dimethylformamide, DMF)	20
3.2.11	กาวพอลิไวนิลแอซิเตต (Poly(vinylacetate) latex).....	21
3.2.12	สีรีแอกทีฟ (Reactive Dye).....	21
3.3	เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	21
3.3.1	การเตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริลจากขานอ้อย	21
3.3.2	อุปกรณ์สำหรับเตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต	22
3.3.3	อุปกรณ์วิเคราะห์พอลิเมอร์คอมพอสิต	22
3.4	ขั้นตอนการวิจัย	23
3.4.1	การเตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริลจากขานอ้อย	23
3.4.2	การเตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต	23
3.4.3	การสังเคราะห์พอลิไวนิลแอซิเตต.....	24
3.4.4	การผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตกับพอลิไวนิลแอซิเตต	25
3.4.5	การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดกับเซลลูโลสไมโครไฟ บริลแอซิเตต	26

3.4.6 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์คอมพอสิต	27
3.4.5.1 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและ เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด	27
3.4.5.2 วิเคราะห์สัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค และสมบัติทางกายภาพของเส้นใย ชานอ้อยและเซลลูโลสไมโครไฟบริล.....	28
3.4.5.3 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิไวนิล แอซิ เตด เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิไวนิลแอซิเตด.....	28
3.4.5.4 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสไมโครไฟบริลและเซลลูโลสไมโคร ไฟบริลแอซิเตด	28
3.4.5.5 วิเคราะห์พฤติกรรมการบวมตัวและการกระจายในตัวทำละลายโดยเทคนิค Swelling test.....	29
3.4.5.6 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนพอลิเมอร์คอมพอสิตของเซลลูโลสไมโครไฟ บริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอ ซิด โดยการวัดค่าอุณหภูมิกลาสแทรนซิชันและอุณหภูมิการหลอมเหลว	29
3.4.5.7 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและความสามารถในการกระจายตัวของ เซลลูโลสไมโครไฟบริลและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด เซลลูโลสไมโคร ไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิ แล็กติกแอซิด	30
บทที่4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผล	32
4.1 วิเคราะห์เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด	32
4.1.1 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR).....	32
4.1.2 วิเคราะห์สัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค และสมบัติทางกายภาพของเซลลูโลสไมโคร ไฟบริลด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical Microscope, OM) และกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)	34

4.1.3 วิเคราะห์สมบัติความเสถียรทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermo gravimetric analysis, TGA).....	36
4.1.4 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray Diffraction, XRD)	37
4.1.5 วิเคราะห์พฤติกรรมการบวมตัวและการกระจายในตัวทำละลายโดยเทคนิค Swelling test	38
4.2 การวิเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิติเตดและพอลิแล็กติกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริล.....	39
4.2.1 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC).....	39
4.2.2 การวิเคราะห์การกระจายตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยการย้อมสี	41
4.2.3 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR).....	42
4.2.4 วิเคราะห์สัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค และสมบัติทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)	44
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	46
5.1 สรุปผลการทดลอง	46
5.2 ข้อเสนอแนะ	47
รายการอ้างอิง	48
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	51

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิไวนิลแอสซิเตต.....	9
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเซลลูโลส	9
รูปที่ 3.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของพอลิแล็กติกแอซิด	16
รูปที่ 3.2 สูตรโครงสร้างทางเคมีของแป้งมันสำปะหลัง	16
รูปที่ 3.3 สูตรโครงสร้างทางเคมีโทลูอิน.....	17
รูปที่ 3.4 สูตรโครงสร้างทางเคมีของไวนิลแอสซิเตตมอนอเมอร์	18
รูปที่ 3.5 สูตรโครงสร้างทางเคมีของแอสซิโตน	19
รูปที่ 3.6 สูตรโครงสร้างทางเคมีของเบนโซซิลเปอร์ออกไซด์	19
รูปที่ 3.7 สูตรโครงสร้างทางเคมีของยูเรีย.....	20
รูปที่ 3.8 สูตรโครงสร้างทางเคมีของไดเมทิลฟอร์มาไมด์.....	20
รูปที่ 3.9 การทำปฏิกิริยาของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต.....	24
รูปที่ 3.10 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี.....	27
รูปที่ 3.11 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์	28
รูปที่ 3.12 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทรมิเตอร์	29
รูปที่ 3.13 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์	30
รูปที่ 3.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	31
รูปที่ 4.1 พิกการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต	33
รูปที่ 4.2 ภาพ OM (a) เซลลูโลสไมโครไฟบริล (b) เซลลูโลสไมโครไฟบริล(ไม่เติมสารละลายแป้ง) (c) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต (d) ไวนิลแอสซิเตต 3 mol% (e) ไวนิลแอสซิเตต 4.5 mol% (f) ไวนิลแอสซิเตต 6 mol% (g) ไวนิลแอสซิเตต 7.5 mol%.....	34

รูปที่ 4.3 SEM ของ (a) เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระที่ไม่ผสมแป้ง (b) เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระที่ผสมแป้ง..... 35

รูปที่ 4.4 XRD ของ (a) MFC (b) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต 3 % (MMFC3) (c) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต 4.5 % (MMFC4.5) (d) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต 6 % (MMFC6) (e) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต 7.5 % (MMFC7.5)..... 37

รูปที่ 4.5 % Swelling ของเซลลูโลสไมโครไฟบริล(MFC),เซลลูโลสไมโครไฟบริล ไม่มีสารละลายแป้ง(MFC NS),เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต 3 %,เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต 4.5 %,เซลลูโลส ไมโครไฟบริลแฉิเตต 6 %,เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต 7.5 %..... 38

รูปที่ 4.6 DSC ของเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิเล็กทิกแฉิเตตที่อัตราส่วนต่างๆ..... 40

รูปที่ 4.7 DSC ของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต/พอลิเล็กทิกแฉิเตตที่อัตราส่วนต่างๆ..... 40

รูปที่ 4.8 OM ของ(a)เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระ,(b)เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต(c)เซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิเล็กทิกแฉิเตต,(d)พอลิเล็กทิกแฉิเตต/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต..... 41

รูปที่ 4.9 FTIR ของพอลิเล็กทิกแฉิเตต/เซลลูโลสไมโครไฟบริลที่สัดส่วนต่างๆ 43

รูปที่ 4.10 FTIR ของพอลิเล็กทิกแฉิเตต/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตตที่สัดส่วนต่างๆ 44

รูปที่ 4.11 SEM ของ(a)เซลลูโลสไมโครไฟบริล,(b)เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต,(c)เซลลูโลส ไมโครไฟบริล/พอลิเล็กทิกแฉิเตต,(d)เซลลูโลสไมโครไฟบริลแฉิเตต/พอลิเล็กทิกแฉิเตต..... 45

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของพอลิแล็กติกแอซิด	4
ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของพอลิไวนิลแอซิเตต	8
ตารางที่ 3.1 สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิดเกรด 2003D.....	16
ตารางที่ 3.2 สมบัติของกรดไฮโดรคลอริก.....	17
ตารางที่ 3.3 สมบัติของโพลูอิน.....	17
ตารางที่ 3.4 สมบัติของไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์	18
ตารางที่ 3.5 สมบัติของโซเดียมไฮดรอกไซด์	18
ตารางที่ 3.6 สมบัติของแอซิโตน.....	19
ตารางที่ 3.7 สมบัติของเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์.....	19
ตารางที่ 3.8 สมบัติของยูเรีย	20
ตารางที่ 3.9 สมบัติของไดเมทิลฟอร์มาไมด์	20
ตารางที่ 3.10 สมบัติของพอลิไวนิลแอซิเตต	21
ตารางที่ 3.11 อัตราส่วนของไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ต่อเซลลูโลสไมโครไฟบริล	24
ตารางที่ 3.12 อัตราส่วนของเซลลูโลสไมโครไฟบริลกับพอลิไวนิลแอซิเตต.....	25
ตารางที่ 3.13 อัตราส่วนของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตกับพอลิไวนิลแอซิเตต.....	25
ตารางที่ 3.14 อัตราส่วนของพอลิแล็กติกแอซิด เซลลูโลสไมโครไฟบริลและพอลิไวนิลแอซิเตต	26
ตารางที่ 3.15 อัตราส่วนของพอลิแล็กติกแอซิด เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตและ พอลิไวนิลแอซิเตต.....	27
ตารางที่ 3.16 ภาวะการทดสอบด้วยเครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์	30
ตารางที่ 4.1 ค่าTonset และ Tendset ของเซลลูโลสไมโครไฟบริลและเซลลูโลส	36

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและมูลเหตุจูงใจของงานวิจัย

ในปัจจุบันนี้โลกของเราได้มีวิทยาการมากมายที่ทำให้วัสดุ อุปกรณ์ หรือสิ่งก่อสร้างมีประโยชน์และเป็นที่ต้องการตรงตามผู้บริโภค แต่เนื่องจากการใช้ทรัพยากรมากขึ้น ย่อมต้องก่อให้เกิดปริมาณขยะมากขึ้นไปด้วย ซึ่งการกำจัดขยะเหล่านั้นต้องสิ้นเปลืองทั้งพลังงานและเวลา จึงทำให้มีการพัฒนาวัสดุจากธรรมชาติ โดยเฉพาะประเทศไทยที่มีผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรมากมาย สามารถนำมาวิจัยและพัฒนาเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติเทียบเท่าวัสดุจากเม็ดพลาสติกสังเคราะห์จากปิโตรเลียม เพื่อช่วยให้ปริมาณขยะที่ต้องกำจัดทิ้งลดลงหรือสิ้นเปลืองพลังงานการกำจัดน้อยลง จึงเริ่มมีการคิดค้นพลาสติกจากธรรมชาติขึ้น โดยพลาสติกจากธรรมชาติที่น่าสนใจคือ พอลิแล็กติกแอซิด (Poly(lactic acid (PLA)) ถือว่าเป็นพลาสติกทางธรรมชาติที่น่าสนใจ เนื่องจากสามารถสังเคราะห์จากแป้งธรรมชาติ ได้แก่ธัญพืช เช่น ข้าวโพด มันสำปะหลัง เป็นต้น และสามารถนำไปเป็นวัตถุดิบในการผลิตผลิตภัณฑ์พลาสติกได้เช่นเดียวกับเม็ดพลาสติกที่ได้จากปิโตรเลียม อีกทั้งพอลิแล็กติกแอซิดยังไม่ย่อยสลายในสถานะทั่วไป ทำให้มีอายุใช้งานได้ใกล้เคียงกับพลาสติกสังเคราะห์จากปิโตรเลียม แต่จะย่อยสลายเมื่อนำไปฝังกลบในดิน จึงทำให้ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก

อย่างไรก็ตาม พอลิแล็กติกแอซิดยังมีสมบัติที่ไม่เป็นที่ต้องการอยู่ คือ ความแข็งเปราะ สมบัติการซึมผ่านของแก๊สระดับหนึ่ง ทำให้ต้องมีการปรับปรุงคุณสมบัติเหล่านี้ โดยวิธีการปรับปรุงได้มีการศึกษาไว้หลายวิธี ซึ่งวิธีที่กำลังได้รับความสนใจในขณะนี้ คือ การเตรียมพอลิเมอร์ผสม (polymer blends) เช่น การผสม PLA กับ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (polybutelene succinate, PBS) การเติมสารตัวเติม (additive) และการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตด้วยฟิลเลอร์เสริมแรง เช่น เซลลูโลสไมโครคริสตัลลีน เป็นต้น แต่ฟิลเลอร์นี้มีขนาดใหญ่ทำให้พลาสติกมีความขุ่นและความแข็งเปราะยังคงมีอยู่ การเติมฟิลเลอร์ที่มีขนาดนาโนเมตรจึงได้รับความสนใจอย่างสูง เรียกว่าวัสดุนี้ว่า พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิต (polymer nanocomposites) พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตมีลักษณะทางกายภาพ คือ มีความโปร่งแสง ความหนาแน่นคล้ายกับพอลิเมอร์ธรรมดาทุกประการ แต่มีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่า นอกจากนี้ยังแสดงสมบัติการซึมผ่านแก๊สได้ดี เนื่องจากการกระจายตัวของอนุภาคนาโน กระจายตัวอย่างหนาแน่น ทำให้พอลิเมอร์นาโนคอมพอสิตเป็นวัสดุแบบใหม่ที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างสูง

ฟิลเลอร์นาโนเมตรที่เราให้ความสนใจในขณะนี้คือ เซลลูโลสไมโครไฟบริล (Microfibrillated cellulose ,MFC) [3] คือเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่อยู่ในเส้นใยเซลลูโลส มีค่า aspect ratio สูงมีความยาวในระดับไมครอน และมีเส้นผ่าศูนย์กลางระหว่าง 20-50 นาโนเมตร แหล่งของเซลลูโลสไมโครไฟบริล พบได้ในไม้เนื้อแข็ง (wood) เช่น ไม้สน ไม้ยูคาลิปตัสและในไม้เนื้ออ่อน (non-wood) เช่น ไม้ไผ่ ฝ้าย ปอ ป่านและชานอ้อย เป็นต้น[4] งานวิจัยนี้สนใจที่จะนำชานอ้อยมาทำเป็นฟิลเลอร์เสริมแรงให้กับพอลิเอทิลีนทิกแอซิด โดยกระบวนการเตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริล เริ่มด้วยการละลายเยื่อเซลลูโลสชานอ้อยในระบบโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย แล้วควบคุมการรวมตัวใหม่ของเซลลูโลส (aggregation) เพื่อให้ได้เซลลูโลสไมโครไฟบริล ซึ่งเป็นรูปของเซลลูโลสในขนาดนาโนเมตร เพื่อให้ได้การรวมตัวใหม่ของเซลลูโลสที่ควบคุมขนาดได้ จึงต้องเตรียมสารละลายผสมเซลลูโลส/แป้ง แล้วตกตะกอนเซลลูโลสในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก[5] ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเซลลูโลสจะเกิดการรวมตัวกันใหม่ในขณะที่แป้งจะไม่เกิดการรวมตัวกัน ขณะเดียวกันโมเลกุลของแป้งจะคอยขัดขวางไม่ให้เซลลูโลสเกิดการเกาะรวมตัวกันอย่างอิสระ จึงทำให้สามารถควบคุมขนาดของเซลลูโลสไม่ให้กลับมามีขนาดใหญ่ (large aggregate) ซึ่งหากปราศจากการควบคุมการรวมตัวใหม่อนุภาคของเซลลูโลสจะมีขนาดใหญ่ในระดับเดียวกับเซลลูโลสไมโครคริสตัลลีน (microcrystalline cellulose) เนื่องจากเซลลูโลสไมโครไฟบริลจะเกิดการยึดเกาะกันเอง (aggregation) จากพื้นที่ผิวมหาศาลด้วยพันธะไฮโดรเจน กลายเป็นก้อนขนาดใหญ่ที่ไม่สามารถแยกออกจากกันอันเนื่องมาจากแรงยึดเหนี่ยวของพันธะไฮโดรเจนที่แข็งแรง ทำให้ไม่สามารถนำก้อนเซลลูโลสไมโครไฟบริล (MFC aggregate) ไปใช้เป็นตัวเติมในพลาสติกได้โดยตรง เพื่อให้เซลลูโลสไมโครไฟบริลกระจายตัวได้อย่างอิสระในพอลิเมอร์เมทริกซ์ จึงต้องทำการปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลโดยการนำเซลลูโลสไมโครไฟบริลมาทำปฏิกิริยา Acetylation[6] โดยใช้ไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ หมูไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลจะถูกเปลี่ยนให้เป็นหมู่แอซิเตตบางส่วน ทำให้จำนวนหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวเซลลูโลสไมโครไฟบริลลดลง อนุภาคเซลลูโลสไมโครไฟบริลจึงไม่เกิด aggregation แต่จะรวมกันเป็นกลุ่มก้อนรวมๆ (agglomerate) เมื่อนำก้อนเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต (MFC acetate agglomerate) ไปผสมในพลาสติก อนุภาคเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตที่ยึดเกาะกันหลวมๆจะสามารถกระจายในพอลิเมอร์ได้

จากที่กล่าวมาทั้งหมด ขอบเขตของโครงการวิจัยนี้คือการเตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริลจากชานอ้อย แล้วปรับปรุงพื้นผิวเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยไวนิลแอซิเตต หลังจากนั้นนำไปผสมกับพอลิเอทิลีนทิกแอซิดด้วยเทคนิคการละลายและหล่อแบบเพื่อเตรียมพอลิเอทิลีนทิกแอซิดผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต

1.2 วัตถุประสงค์งานวิจัย

- 1.เตรียมเซลล์โลสไมโครไฟบริลจากชานอ้อย
- 2 เตรียมเซลล์โลสไมโครไฟบริลแอซิเตตด้วยการทำปฏิกิริยาเอซิติเลชันด้วยไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์
- 3.เตรียมพอลิแล็กติกแอซิดผสมเซลล์โลสไมโครไฟบริลแอซิเตต
- 4.ศึกษาความเข้ากันได้ระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและเซลล์โลสไมโครไฟบริลแอซิเตตด้วยเทคนิคต่างๆ



บทที่ 2 วารสารปริทรรศน์

2.1 พอลิแล็กติกแอซิด (Poly(lactic acid), PLA)

พอลิแล็กติกแอซิด เป็นพอลิเมอร์ในกลุ่มของอะลิฟาติกพอลิเอสเทอร์ สังเคราะห์ได้จากกรดแล็กติก (Lactic acid) หรือมีชื่อทางเคมีคือ 2-ไฮดรอกซีโพรพิโอนิกแอซิด (2-Hydroxy propionic acid) เป็นพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายเองได้ตามธรรมชาติ[1]เพราะผลิตจากผลิตภัณฑ์ทางธรรมชาติโดยกระบวนการหมักแป้งหรือน้ำตาล เช่น ข้าวโพด มันฝรั่ง อ้อย เป็นต้น ซึ่งนำไปใช้แทนพลาสติกที่ผลิตจากแหล่งปิโตรเลียมได้ ซึ่งในปัจจุบันเกิดปัญหาขยะพลาสติกเพิ่มขึ้น ทำให้พอลิแล็กติกแอซิดมีความนิยมนำมาใช้มากขึ้นตามไปด้วย พอลิแล็กติกแอซิดเป็นเทอร์โมพลาสติกที่มีความแข็งแรงและมีค่ามอดูลัสสูง ปัจจุบันนิยมใช้ในอุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์ต่างๆหรืออุปกรณ์เพื่อการอุปโภคด้านอื่นๆ และง่ายต่อขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ต่างๆ แต่พอลิแล็กติกแอซิดยังมีข้อจำกัดอยู่ เช่น มีความไม่ชอบน้ำ มีอัตราการสลายตัวช้า มีความเหนียว (Toughness) ต่ำ ไม่มีหมูข้างเคียงที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา จึงทำให้เกิดปรับปรุงพอลิแล็กติกแอซิดด้วยวิธีต่างๆ ซึ่งพอลิแล็กติกแอซิดมีสมบัติต่างๆไปตามตารางที่ 2.1[2]

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของพอลิแล็กติกแอซิด

สมบัติ	ปริมาณ
น้ำหนักโมเลกุล (kg/mol)	100-300
อุณหภูมิหลอมเหลว ($^{\circ}\text{C}$)	130-215
อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน($T_g,^{\circ}\text{C}$)	55-70
พลังงานความร้อนของการหลอมเหลว ΔH_m (J/m)	8.1-93.1
อุณหภูมิการสลายตัว	500-600
พารามิเตอร์การละลาย (δ) $(\text{J/ml})^{\frac{1}{2}}$	19-20.5
ความหนาแน่น (kg/m^3)	1.25
ดรชนีการหลอมไหล (MFI) (g/10 min)	2-20
ความสามารถในการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์ ($\text{fmol m}^{-1} \text{s}^{-1} \text{Pa}^{-1}$)	4.25 และ 23.2

สมบัติ	ปริมาณ
ความต้านแรงดึง (GPa)	1.9-4.1
ความแข็งแรง ณ จุดคราก (MPa)	70/53
ความต้านแรงดัดโค้ง(MPa)	119/88
ความยืดสูงสุด ณ จุดขาด (%)	100-180

2.1.1 ลักษณะโครงสร้าง

พอลิแล็กติกแอซิดสามารถสังเคราะห์ได้จากกรดอัลฟาไฮดรอกซี (α -Hydroxy acids) ซึ่งประกอบด้วย 2 ไอโซเมอร์ คือ แอล-แล็กติกแอซิด (L-Lactic acid) และ ดี-แล็กติกแอซิด (D-Lactic acid) ซึ่งเป็นอีแนนชิโอเมอร์ (Enantiomer) ซึ่งสามารถจะพบ แอล-แล็กติกแอซิดในธรรมชาติเป็นส่วนใหญ่ หรือจะพบในรูปของผสมระหว่างแอล-แล็กติกแอซิดกับ ดี-แล็กติกแอซิดในอัตราส่วน 1:1 เรียกว่าของผสมราซิมิก (Racemic mixture) หรือสารประกอบมีโซ (Meso-compound)

2.1.2 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด

การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดสามารถทำได้หลายวิธี คือ

2.1.2.1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากการควบแน่นแบบอะซีโอโทรปิกดีไฮเดรชัน (Azeotropic dehydrative condensation)

เป็นวิธีสังเคราะห์ที่ได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงโดยไม่ใช้สารที่ทำให้สายโซ่ยึดตัว การสังเคราะห์โดยทั่วไปจะประกอบด้วย การลดความดันของกรดแล็กติกเป็นเวลา 2-3 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียสเพื่อกำจัดน้ำ จากนั้นเติมตัวเร่งปฏิกิริยา ใช้เวลาต่ออีก 30-40 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส ถึงแม้ว่าจะได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงแต่พอลิเมอร์ไม่มีความบริสุทธิ์เพียงพอ ทั้งยังสลายตัวได้ง่าย ในกรณีของพอลิเมอร์ทางการแพทย์จะปลดปล่อยสารข้างต้นนี้ต้องทำให้บริสุทธิ์ก่อนนำไปใช้งาน

2.1.2.2 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง (Ring-opening polymerization)

การสังเคราะห์วิธีนี้พอลิเมอร์ที่ได้จะเรียกว่า พอลิแล็กไทด์ เกิดจากการควบคุมโครงสร้างทางเคมีโดยการแตกวงออกของแล็กไทด์ (Cyclic lactic dimer) ด้วยความร้อนและใช้ทินออกโทเอต (Tin octoate) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งนิยมใช้ในเชิงพาณิชย์ จะเปิดวงของแล็กไทด์เป็นวิธีที่ทำให้พอลิแล็กติกแอซิดมีน้ำหนักโมเลกุลสูงและมีความบริสุทธิ์ นอกจากนี้สามารถสังเคราะห์ผ่านกระบวนการแบบสารละลายแบบเบาว์ (Bulk) แบบหลอมเหลวหรือแบบแขวนลอยก็ได้และทำการ

สังเคราะห์ผ่านกลไกแบบไอออนิก (แคทไอออนหรือแอนไอออน) หรือแบบ Coordination-insertion ก็ได้

2.1.2.3 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบ

ควบแน่น (Direct condensation polymerization) และการใช้สารคู่ควบ

วิธีสังเคราะห์นี้เป็นวิธีที่ง่ายที่สุด โดยจะใช้แล็กติกแอซิดเป็นสารตั้งต้น จากนั้นใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นตัวลดความดัน วิธีการนี้จะทำให้เกิดน้ำแยกออกมา จึงไม่สามารถควบคุมการจัดเรียงตัวของโครงสร้างทางเคมีได้และยากที่จะได้น้ำหนักโมเลกุลสูงด้วย จึงมักมีการใช้สารคู่ควบเพื่อช่วยให้พอลิแล็กติกแอซิดมีน้ำหนักโมเลกุลสูง แต่การใช้สารคู่ควบเป็นการเพิ่มต้นทุนและยากต่อการผลิต อีกทั้งยังทำให้การย่อยสลายได้ทางชีวภาพยากขึ้นด้วย[3-6]

2.1.3 สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด

พอลิแล็กติกแอซิดเป็นเทอร์โมพลาสติกที่มีโครงสร้างที่มีส่วนของอสัณฐานและความเป็นกึ่งผลึก ซึ่งขึ้นอยู่กับสเตอริโอไอโซเมอร์ (Stereoisomer) และ Thermal History เป็นพลาสติกที่มีสถานะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง โดยทั่วไปพอลิแล็กติกแอซิดจะมีอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (Glass transition temperature) ประมาณ 58 องศาเซลเซียส และมีอุณหภูมิหลอมเหลว (Melting point) ประมาณ 148 องศาเซลเซียส ในส่วนของพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างอสัณฐาน แต่ในพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างกึ่งผลึกจะมีอุณหภูมิกลาสทรานซิชันประมาณ 62 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิหลอมเหลวประมาณ 151 องศาเซลเซียส พอลิแล็กติกแอซิดมีสมบัติเชิงกลดี ซึ่งขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุลและสเตอริโอเคมีเคิล (Stereochemical) พอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจะสามารถนำมาใช้งานได้เทียบเท่ากับหรือดีกว่าพอลิเมอร์ที่ผลิตจากแหล่งปิโตรเลียม และมีสมบัติการสกัดกั้นการผ่านของรสและกลิ่นได้ดีเทียบเท่ากับพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (PET) สามารถนำไปใช้กับบรรจุภัณฑ์อาหารได้ แต่พอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำจะมีความแข็งแรงไม่เป็นที่นิยม นอกจากนี้พอลิแล็กติกแอซิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic polymer) ซึ่งเมื่อลดน้ำหนักโมเลกุลลงความไม่ชอบจะลดลงไปด้วย แต่ก็จะทำให้พลาสติกมีลักษณะที่แข็งแรงและมีราคาแพง จึงมีการปรับปรุงสมบัติอื่นๆ[3]และเพื่อลดต้นทุนการผลิต โดยการทำให้พอลิเมอร์ผสมด้วยพอลิเมอร์ธรรมชาติตัวอื่นๆ เช่น แป้ง ไคโตซาน หรือเซลลูโลส เป็นต้น

2.1.4 การปรับปรุงสมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด (Modification of poly(lactic acid))

การปรับปรุงสมบัติของพอลิแล็กติกแอซิดมีด้วยกัน 3 วิธี คือ การทำโคพอลิเมอไรเซชัน การพลาสติกไซเซชัน และการทำพอลิเมอร์ผสม ซึ่งการปรับปรุงสมบัติจะช่วยเพิ่มระยะยืด ณ จุดขาดของพอลิแล็กติกแอซิด เพราะพอลิแล็กติกแอซิดมีความแข็งแรงที่ระยะยืด ณ จุดขาดน้อย

กว่า 10% จึงไม่เหมาะกับการใช้งานที่ต้องการความเหนียวสูง แต่ค่าความทนแรงดึงและความต้านทานการเปลี่ยนแปลงรูปร่างจะลดลง[7]

2.1.4.1 การทำโคพอลิเมอร์ไรเซชัน (Copolymerization)

การทำโคพอลิเมอร์ไรเซชันของแล็กติกแอซิดกับพอลิเมอร์ชีวภาพชนิดอื่น เช่น คาโพรแลคโตน แป้ง โปรตีน พอลิเอทิลีนไกลคอล เป็นต้น สามารถทำได้หลายวิธี เช่น กระบวนการโคพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง (Ring opening copolymerization) ของแล็กไทด์กับมอนอเมอร์วงแหวน มอนอเมอร์เชิงเส้นหรือเฮดเทอโรไซคลิกมอนอเมอร์ เช่น คาโพรแลคโตน (Caprolactone) ก็สามารถใช้เป็นโคมอนอเมอร์กับพอลิแล็กติกแอซิดได้ ทำให้ได้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ส่วนกระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น (Polycondensation copolymerization) ชนิดอื่น คือการทำโคพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างแล็กติกแอซิดและมอนอเมอร์ ซึ่งทำให้ได้โคพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ นอกจากนี้การทำกราฟต์พอลิเมอร์ชนิดอื่นกับพอลิแล็กติกแอซิดยังช่วยเพิ่มการเข้ากันได้ระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดกับพอลิเมอร์ชนิดอื่น โดยมีสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และลักษณะสัญญาณวิทยาของพอลิเมอร์แบบกราฟต์ดีกว่าการผสมพอลิแล็กติกแอซิดกับพอลิเมอร์อื่นโดยตรง กระบวนการโคพอลิเมอร์ไรเซชันทำให้ได้พอลิแล็กติกแอซิดที่มีสมบัติเชิงกลโดยเฉพาะความเหนียวและความสามารถในการขึ้นรูปดีขึ้น[8]

2.1.4.2 การพลาสติกไซเซชัน (Plasticization)

พอลิแล็กติกแอซิดจะมีความแข็งและความเปราะขึ้นอยู่กับการเกิดผลึก ซึ่งเกิดจากอัตราส่วนของไอโซเมอร์ต่างๆของแล็กติกแอซิด ซึ่งการทำพลาสติกไซเซชันจะทำให้ความยืดหยุ่นดีขึ้น อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพของพลาสติกไซเซอร์จะลดลง เนื่องจากความเป็นผลึกของพอลิแล็กติกแอซิดลดความเข้ากันได้ของพลาสติกไซเซอร์กับพอลิแล็กติกแอซิด และอาจเกิดการแยกเฟสขึ้น ซึ่งสามารถแก้ไขได้โดยการทำให้อุณหภูมิกลาสทรานซิชันของพอลิแล็กติกแอซิดต่ำลง การนำพอลิแล็กติกแอซิดไปทำปฏิกิริยากับสารกลุ่มซิเตรต (Citrate) และมาเลเอต (Maleate) เป็นวิธีการปรับปรุงสมบัติความยืดหยุ่นของพอลิแล็กติกแอซิด ซึ่งทำให้อุณหภูมิกลาสทรานซิชันลดลงและสมบัติเชิงกลดีขึ้น[8, 9]

2.1.4.3 การทำพอลิเมอร์ผสม (Blending)

การปรับปรุงสมบัติของพอลิแล็กติกแอซิดด้วยวิธีการทำพอลิเมอร์ผสมเป็นวิธีที่สามารถทำได้ง่ายที่สุด เช่น การทำพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดกับแป้ง หรือกับไคโตซาน เป็นต้น ซึ่งการปรับปรุงด้วยวิธีนี้ช่วยเพิ่มความยืดหยุ่น ความเหนียว และช่วยลดต้นทุนการผลิตโดยที่สามารถยังคงสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และความสามารถในการสลายตัวได้ทางชีวภาพของพอลิเมอร์ไว้ได้ พอลิเมอร์ที่นิยมนำมาผสมกับพอลิแล็กติกแอซิด ได้แก่ แป้ง พอลิเอทิลีนไกลคอล ไตรอะซิติก อีลาสโตเมอร์ พอลิไฮดรอกซิลแอซิด และไตรบิวทิลซีเตรต เป็นต้น แต่การผสม

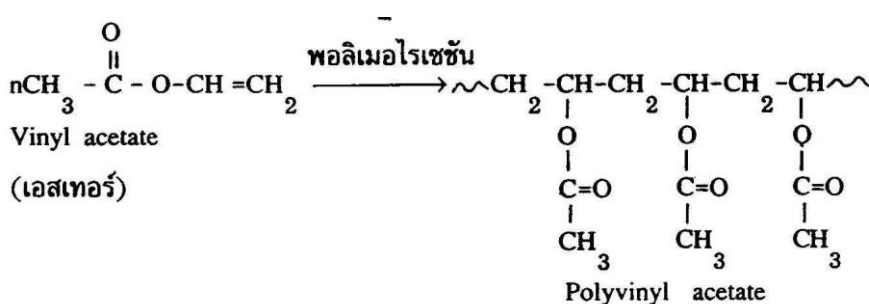
พอลิเล็กทิกแอซิดกับพอลิเมอร์ชนิดอื่นแตกต่างกับการเติมพลาสติกไซเซอร์ในพอลิเล็กทิกแอซิด ถ้าหากพอลิเมอร์เข้ากันได้ไม่ดี จะทำให้สมบัติของพอลิเล็กทิกแอซิดลดลง ดังนั้นจึงต้องพิจารณาความเข้ากันได้และความสามารถในการยึดเกาะของพอลิเมอร์ที่จะนำมาผสมกับพอลิเล็กทิกแอซิดด้วยวิธีการหนึ่งที่มีบทบาทสำคัญในการผสม คือการสังเคราะห์พอลิเมอร์ร่วมแบบบล็อก (Block copolymerization) เพื่อช่วยเพิ่มสภาพเข้ากันได้กับพอลิเล็กทิกแอซิดและปรับปรุงสมบัติได้ดีขึ้น นอกจากนี้การปรับปรุงความสามารถในการยึดติดระหว่างเฟสด้วยการทำคอมแพททิไบไรซ์เซชัน (Compatibilization) ด้วยการเติมสารช่วยผสม (Compatibilizer) เข้าไปในพอลิเมอร์ผสม ซึ่งการทำพอลิเมอร์ผสมพอลิเล็กทิกแอซิดกับพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆ จะทำให้ความแข็งแรงอีลาสติก (Elastic modulus) ความเค้น ณ จุดคราก (Stress at yield) และความเค้น ณ จุดแตกหัก (Stress at break) ลดลง แต่จะทำให้การยืดตัว ณ จุดขาด (Elongation at break) เพิ่มขึ้น

2.2 พอลิไวนิลแอซิเตต (Poly (vinyl acetate))

พอลิไวนิลแอซิเตตเป็นพอลิเมอร์ประเภทเทอร์โมพลาสติก[8] ที่สังเคราะห์ได้จากไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ นิยมใช้ประเภทสารเคลือบของเส้นใย ไม้ หรือผ้า เช่น สี กาว(ลาเทกซ์) เป็นต้น สมบัติทั่วไปของพอลิไวนิลแอซิเตต มีดังนี้

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของพอลิไวนิลแอซิเตต

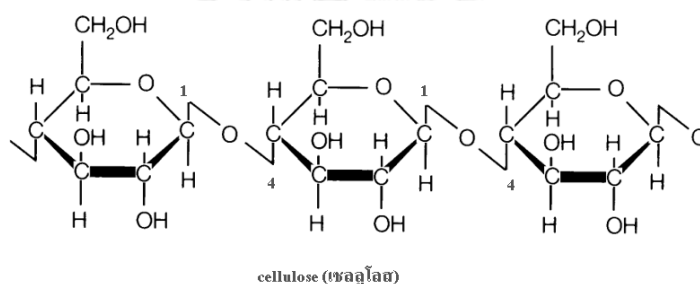
สมบัติ	ปริมาณ
น้ำหนักโมเลกุล (kg/mol)	86.09
จุดเดือด (°C)	72.7
ความถ่วงจำเพาะ	0.9317
ความดันไอ ที่ 20 องศาเซลเซียส (mmHg)	83
จุดเยือกแข็ง (°C)	-93
ความหนาแน่นของไอ	3
ความหนาแน่น (kg/m ³)	0.934



รูปที่ 2.1 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิไวนิลแอซิเตต

2.3 เซลลูโลส (Cellulose)

เซลลูโลสเป็นสารประกอบอินทรีย์คาร์โบไฮเดรต (Carbohydrate) ประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ประกอบด้วยน้ำตาลกลูโคส (Glucose) มาต่อกันด้วยพันธะไกลโคไซด์ (Glycosidic bond) ที่มีตำแหน่งปีต้า-1,4 (β-1,4)



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของเซลลูโลส

เป็นสายโซ่ยาวมากกว่า 2000 โมเลกุล ที่เรียงตัวขนานกัน ทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวกันด้วยพันธะไฮโดรเจนจนเกิดการจัดเรียงตัวแบบกึ่งผลึก (Semicrystalline structure) สลับกับการจัดเรียงตัวแบบอสัณฐาน ทำให้เซลลูโลสทำปฏิกิริยากับสารต่างๆ ได้ช้า โครงสร้างเซลลูโลสที่เป็นสายยาวและเรียงขนานกันเป็นคู่ เรียกว่า เซลลูโลสไมโครไฟบริล (Microfibrillated cellulose) ซึ่งส่วนใหญ่จะนำไปใช้วัสดุเสริมแรงในพอลิเมอร์ต่างๆ เป็นวัสดุคอมพอสิต [3, 8] เนื่องจากเซลลูโลสไมโครไฟบริลมีขนาดเล็ก มีความแข็งแรง ค่ามอดูลัส (Modulus) และอัตราส่วนพื้นที่ตัดขวางต่อความยาวสูง เมื่อนำไปเป็นวัสดุเสริมแรงจะช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อน นอกจากนี้ยังมีความหนาแน่นต่ำ เป็นวัสดุธรรมชาติที่สามารถทดแทนและย่อยสลายได้ตามธรรมชาติและที่สำคัญมีราคาต่ำ

ในการใช้งานเซลลูโลสไมโครไฟบริลเป็นตัวเสริมแรงในพอลิเมอร์เมทริกซ์ (Polymer matrix) ซึ่งส่วนใหญ่มีความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) แต่ส่วนใหญ่เซลลูโลสไมโครไฟบริลมีลักษณะความชอบน้ำ ทำให้การนำมาผสมกัน จึงทำได้ไม่ค่อยดีนัก เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสไมโครไฟบริลจะ

เกาะกลุ่มกันเองระหว่างพันธะไฮโดรเจน ทำให้เซลลูโลสไมโครไฟบริลกระจายตัวได้ไม่ดี สมบัติของพอลิเมอร์คอมพอสิตทั้งค่าความเค้นและความแข็งแรงลดลง จึงได้มีการศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลเพื่อให้สามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์เมทริกซ์

2.3.1 การปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริล

การปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลเพื่อพัฒนาการเข้ากันได้และการกระจายตัวในพอลิเมอร์เมทริกซ์ วิธีในการปรับปรุงมีด้วยกันหลากหลายวิธี เช่น การทำปฏิกิริยาเอสเทอร์ฟิเคชัน (Esterification) การกราฟต์พอลิเมอร์ (Polymer grafting) และการทำปฏิกิริยาแคทชันนิเซชัน (Cationisation) เป็นต้น[10]

2.3.1.1 การกราฟต์พอลิเมอร์ (Polymer grafting)

การปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลสามารถทำได้โดยการกราฟต์กับพอลิอีคาโปรแล็กโตน (Poly(ϵ -caprolactone)) ด้วยวิธีกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง เริ่มจากการทำปฏิกิริยากับอีพอกซี (Epoxy) เพื่อให้เกิดพันธะคู่ จากนั้นกราฟต์พอลิอะคริลิกแอซิดบนเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแบบสารละลาย (Solution polymerization) การกราฟต์ด้วยพอลิอีคาร์โพรแล็กโตน (PCL) พัฒนาการกระจายตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลซึ่งมีความชอบน้ำสูงให้สามารถกระจายในเมทริกซ์ที่มีความไม่ชอบน้ำหรือไม่มีความเป็นขี้ และสามารถยึดติดกับพอลิเมอร์คอมพอสิตได้ด้วย ตัวอย่างเช่น การกระจายตัวของของผสมในเตตระไฮโดรฟูแรน (THF) เพื่อที่จะแยกเซลลูโลสไมโครไฟบริลกราฟต์ด้วยพอลิอีคาร์โพรแล็กโตนแยกออกจากสารละลายด้วยการกรอง

2.3.1.2 การใช้สารเติมแต่ง (Coupling agent)

การใช้สารเติมแต่งเป็นอีกเทคนิคสำคัญในการปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริล สารเติมแต่งที่นิยมนำมาใช้คือ ซิลเลน (Silane) การปรับปรุงด้วยสารเติมแต่งซิลเลน รวมถึงการทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และการควบแน่นของไตรเอโทไซซิลเลน ซึ่งเกิดพันธะ $\equiv\text{Si-OH}$ กลายเป็นโอลิโกเมอร์ (Oligomers) การปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริล จะทำให้สามารถกระจายตัวในตัวทำละลายอินทรีย์โดยไม่กลับมารวมตัวกันอีก (Non-flocculation)

2.3.1.3 การทำปฏิกิริยาแอซิติเลชัน

ปฏิกิริยาแอซิติเลชันคือการปรับปรุงทางเคมีโดยการทำปฏิกิริยาระหว่างหมู่แอซิติลกับหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลเป็นการทำให้พื้นผิวที่มีความชอบน้ำของเซลลูโลสไมโครไฟบริลมีลักษณะความไม่ชอบน้ำมากขึ้น นอกจากนี้อัตราการแทนที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในช่วง 60 นาที แสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาบริเวณพื้นผิวเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วและจะลดลงเรื่อยๆ จนถึง นาทีที่ 180 ซึ่งการปรับปรุงด้วยการทำปฏิกิริยานี้จะปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไมโครไฟบริลไปพร้อมกัน

2.4 พอลิเมอร์ผสม

พอลิเมอร์ผสมคือการนำพอลิเมอร์ตั้งแต่ 2 ชนิดขึ้นไปมาผสมกันในสถานะของไหล เช่น สารละลาย (Solution) หรือสารหลอมเหลว (Molten) ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน (Blending) ซึ่งการทำพอลิเมอร์ผสมเป็นวิธีที่นิยมใช้กันมาก เพื่อปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ ซึ่งพอลิเมอร์ผสมที่ได้จะมีสมบัติที่ดีขึ้นโดยรวมสมบัติของทั้งสองชนิดมารวมกันไว้ แต่การผสมพอลิเมอร์ต่างชนิดกันให้เข้ากันเป็นเนื้อเดียวกันทำได้ยาก โดยการผสมกันเป็นการกระจายตัวของพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งอยู่ในเนื้อพอลิเมอร์อีกชนิดหนึ่ง ซึ่งหากการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอจะทำให้เกิดจุดบกพร่อง (Defects) ขึ้นได้ ทำให้สมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์แย่ลงไปด้วย ซึ่งสภาพการเข้ากันได้ (Compatibility) ของพอลิเมอร์ที่จะนำมาผสมต้องพิจารณาเป็นอันดับแรก เพราะพอลิเมอร์บางชนิดอาจจะเข้ากันได้ดี แต่บางชนิดอาจจะไม่สามารถเข้ากันได้ดี

2.4.1 สภาพเข้ากันได้ (Compatibility)

การเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมส่วนใหญ่มีวิธีการให้เกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างพอลิเมอร์ที่ทำการผสมกันในขณะที่ผสมอยู่หรือการใช้สารช่วยผสม โดยปกติสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมจะค่อนข้างต่ำ เพราะแรงดึงดูดระหว่างพื้นผิวสัมผัสต่ำ และมีความเค้นสะสม (Stress concentration) ในเมทริกซ์ ดังนั้นการทำให้ความสามารถในการเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมและการใช้สารช่วยผสม (Compatibilizer) เป็นตัวช่วยลดแรงดึงผิวของพื้นผิวของพอลิเมอร์ผสมในระหว่างการหลอมเหลว ช่วยเพิ่มการยึดเกาะระหว่างพื้นผิวของพอลิเมอร์ การกระจายตัวดีขึ้น ผลที่ได้คือลดการรวมตัวกันเองของพอลิเมอร์แต่ละชนิดในระหว่างกระบวนการหลอมเหลวและอบอ่อนทำให้มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ

2.4.2 วิธีการผสมเพื่อความเข้ากันได้

กระบวนการผสมเพื่อให้พอลิเมอร์สามารถเข้ากันได้ดี มีด้วยกันหลายวิธีซึ่งขึ้นอยู่กับผู้ผลิตจะเลือกดำเนินการด้วยการพิจารณาจากต้นทุนดังนี้

2.4.2.1 การเติมบล็อกหรือกราฟต์โคพอลิเมอร์ (Addition of block or Graft copolymers)

การใช้บล็อกโคพอลิเมอร์จะมีประสิทธิภาพสูงกว่าการใช้กราฟต์โคพอลิเมอร์ ส่วนการใช้โคปอลิเมอร์จะให้ประสิทธิภาพสูงกว่าการใช้ไตรบล็อกโคพอลิเมอร์และการใช้โคปอลิเมอร์ที่มีส่วนประกอบของบล็อกที่มีความยาวแตกต่างกัน จะให้ประสิทธิภาพสูงกว่าโคปอลิเมอร์ที่มีส่วนประกอบของบล็อกที่มีความยาวเท่ากัน

2.4.2.2 การเติมพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันหรือส่วนที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา

ขณะทำการผสม (Addition of functional/Reactive polymers)

การเติมพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันหรือส่วนที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาขณะทำการผสม ทำได้โดยการตัดแปรรพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งให้มีหมู่ฟังก์ชันหรือส่วนที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งหมู่ฟังก์ชันดังกล่าวจะต้องสามารถเกิดปฏิกิริยาหรือเกิดแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลกับพอลิเมอร์อีกชนิดหนึ่งได้ด้วย โดยการตัดแปรรพอลิเมอร์ให้มีหมู่ฟังก์ชันตามที่ต้องการสามารถทำในเครื่องปฏิกรณ์หรือทำในขณะผ่านการอัดรีด เช่น การนำพอลิโพรพิลีนที่ถูกกราฟต์ด้วยมาเลอิกแอนไฮไดรด์มาผสมกับพอลิเอไมด์ได้ จะเห็นว่ามาเลอิกแอนไฮไดรด์มีหมู่คาร์บอกซิลิกที่สามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีกับหมู่เอมีนของพอลิเอไมด์ได้ ซึ่งมาเลอิกแอนไฮไดรด์จะถูกจัดว่าเป็นสารช่วยผสมและถูกใช้ในทางการค้า เพราะราคาไม่สูงมากด้วย

2.4.2.3 การพิจารณาจากสภาพการผสมที่เข้ากันได้ทางเทอร์โมไดนามิกส์

(Thermodynamic Miscibility)

โดยจะขึ้นกับความสมดุลของเอนทัลปีและเอนโทรปีของการผสมซึ่งมีผลต่อค่าพลังงานเสรีของการผสม (Free energy of mixing) ดังสมการ

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S$$

โดยที่

ΔG = การเปลี่ยนแปลงค่าพลังงานเสรีของการผสม

ΔH = การเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีของการผสม

ΔS = การเปลี่ยนแปลงเอนโทรปีของการผสม

T = อุณหภูมิ (K)

2.4.2.4 การทำให้เกิดปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์ไรเซชันในขณะทำการผสมหรือเรียกว่าการผสมแบบรีแอกทีฟ (Reactive Blending)

การผสมหรือเรียกว่าการผสมแบบรีแอกทีฟ (Reactive Blending)

เป็นวิธีที่ใช้ผสมพอลิเมอร์โดยตรง ทำได้โดยการทำการปรับปรุงองค์ประกอบของสารที่จะนำมาผสมเพื่อที่จะสามารถเกิดปฏิกิริยากับพอลิเมอร์ที่ต้องการอีกชนิดหนึ่งได้ ซึ่งไม่ต้องเติมสารช่วยผสม เช่น การผสมพอลิคาร์บอนเนตกับพอลิเอสเทอร์ สามารถใช้การผสมแบบรีแอกทีฟในการผสมแบบไม่ต่อเนื่อง ส่วนการผสมอย่างต่อเนื่อง เช่น การอัดรีดด้วยสกรูเดี่ยว (Single-screw extruder) และการอัดรีดด้วยสกรูคู่ (Twin-screw extruder) เป็นที่นิยมเช่นเดียวกัน เพราะเป็นวิธีที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและสิ่งที่ไม่ต้องการออกจากการเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่า

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Zhang และคณะ [11] ได้ศึกษาเกี่ยวกับการเตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริลจากเยื่อไม้ ซึ่งเตรียมโดยกระบวนการปรับสภาพทางเคมี (chemical pretreatment) และปั่นละเอียดที่ความดันสูง พบว่าปริมาณโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ และจำนวนรอบของการปั่นละเอียดจะส่งผลต่อค่า Water Retention Value (WRV) ของเซลลูโลสไมโครไฟบริล ที่ได้ นอกจากนี้ยังพบว่าสมบัติต่างๆ เช่น โครงสร้างของพื้นผิว (วิเคราะห์โดย SEM), สมบัติการไหล (วิเคราะห์โดย Rheometer) และปริมาณกรดคาร์บอกซิล (วิเคราะห์โดย Headspace Gas Chromatography (HS-GC)) ในเซลลูโลสไมโครไฟบริล มีความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างปริมาณของโซเดียมไฮดรอกไซด์ และค่า WRV ของเซลลูโลสไมโครไฟบริล ซึ่งสามารถนำมาใช้คาดการณ์ค่า WRV ของเซลลูโลสไมโครไฟบริลได้ และยังพบว่าการปั่นละเอียดความดันสูง มีผลทำให้สมบัติของเซลลูโลสไมโครไฟบริลเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน เมื่อเพิ่มจำนวนรอบของการกวน ค่า WRV จะเพิ่มขึ้น degree of fibrillation ที่ได้จากเส้นใยก็จะเพิ่มขึ้นด้วย ทำให้เซลลูโลสไมโครไฟบริลมีพื้นที่ผิวมากกว่าเยื่อไม้ นอกจากนี้ยังพบว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลมีพฤติกรรมการไหลแบบ pseudoplastic และแบบ shear-thinning หมู่กรดคาร์บอกซิลพบว่ามีมากกว่าเยื่อไม้ และมีความสัมพันธ์เชิงเส้นระหว่างปริมาณกรดคาร์บอกซิล และค่า WRV

Iwatake และคณะ [12] ได้ศึกษาเกี่ยวกับ การใช้เซลลูโลสไมโครไฟบริล (microfibrillated cellulose, MFC) เป็นตัวเสริมแรงให้กับพอลิแล็กติกแอซิด เพื่อจุดมุ่งหมายในการผลิตวัสดุเชิงประกอบที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และศึกษาประสิทธิภาพในการเสริมแรงของเส้นใยนาโนไฟเบอร์เยื่อของเส้นใยยาวที่ผลิตจากไม้เนื้ออ่อนจำพวกสน (Needle-leaf Bleached Kraft Pulp, NBKP) และเยื่อ NBKP ที่ผ่านการทำให้บริสุทธิ์ถูกนำมาใช้เพื่อเปรียบเทียบด้านสมบัติในการเสริมแรงกับ MFC กระบวนการคือนำ MFC slurry มาผสมใน ตัวทำละลายอะซิโตนโดยใช้เครื่องกวน จากนั้นจึงนำ PLA ผสมลงไปทีละน้อย กวนติดต่อกันตามเวลาที่กำหนดไว้เป็น 5 ชั่วโมง ตัวทำละลายและน้ำจะระเหยออกไป จากนั้นจึงนำคอมพาวด์มาขึ้นรูปโดยใช้เครื่องอัดร้อน (hot-pressing) เพื่อขึ้นรูปเป็นแผ่น เมื่อทดสอบสมบัติเชิงกล พบว่าค่ามอดูลัสของยังส์ (Young's modulus) เพิ่มขึ้นร้อยละ 40 ค่าความต้านทานแรงดึง (tensile strength) เพิ่มขึ้นร้อยละ 25 เมื่อใช้ปริมาณเส้นใยเสริมแรงร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ส่วน NBKP ใส่ในปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนักนั้น พบว่าไม่ได้ปรับปรุงสมบัติเชิงกลให้ดีขึ้น โดยทำให้ไบโอคอมพอสิตมีความแข็งแรงลดลงถึงร้อยละ 15 สรุปได้ว่า MFC มีประสิทธิภาพเหนือกว่าเยื่อของเส้นใยยาวที่มาจากพืชหรือไม้ในการเสริมแรงให้กับเทอร์โมพลาสติกพอลิเมอร์ จึงนับได้ว่า MFC ถือเป็นตัวเติมเสริมแรงที่มีประสิทธิภาพสูงในการใช้เสริมแรงให้กับพอลิแล็กติกแอซิด เนื่องจากมีขนาดเล็กและมี aspect ratio สูง

Cetin และคณะ[13]ได้ศึกษาเกี่ยวกับการทำปฏิกิริยาแอซิติเลชัน (acetylation) เซลลูโลส นาโนวิสเกอร์ โดยการทำให้ transesterification ด้วยไวนิลแอซีเตต ซึ่งเกิดปฏิกิริยาบริเวณหมู่ไฮดรอกซิลกับไวนิลแอซีเตตของเซลลูโลส นาโนวิสเกอร์ ผลที่ได้คือเกิดการปรับปรุงที่เฉพาะบริเวณพื้นผิวของนาโนวิสเกอร์ แต่ความเป็นผลึกและความคงรูป ยังคงไม่เปลี่ยนแปลง ในขณะที่เวลาการทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น นำไปสู่การเกิดปฏิกิริยาแอซิติเลชันเพิ่มขึ้น ความเป็นผลึกลดลง ขนาดเล็กกลง ในตัวทำละลายความเป็นขั้วต่ำ แสดงว่า นาโนวิสเกอร์ที่ทำการปรับปรุงจะมีความเสถียรขึ้นตามการเพิ่มการเกิดปฏิกิริยาแอซิติเลชัน

Nakagaito และคณะ[14] ได้ทำการเตรียมพอลิแล็กติกแอซิดที่เสริมแรงด้วยเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์ในลักษณะแผ่นซีทโดยใช้กระบวนการคล้ายกับการผลิตกระดาษ โดยธรรมชาติแล้วพบว่าพอลิแล็กติกแอซิดเสริมแรงด้วยเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์นี้ยังมีปัญหาความไม่ชอบกันของพอลิแล็กติกแอซิดกับเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์เป็นผลให้เซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์กระจายตัวไม่ดีเนื่องจากเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์มีสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic) ในขณะที่พอลิแล็กติกแอซิด มีสมบัติไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) ด้วยการใช้เทคนิคการเตรียมแบบใหม่ที่คล้ายการผลิตกระดาษนี้จะได้ชิ้นงานออกมาในลักษณะแผ่นบางและพบว่าเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์ สามารถกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในพอลิแล็กติกแอซิดได้และสามารถผลิตเป็นแผ่นซีทจำนวนมากได้โดยการขึ้นรูปแบบอัดแบบ (compression molding) กระบวนการนี้เหมาะกับการผลิตในระดับอุตสาหกรรม เนื่องจากสามารถทำได้ง่าย ให้ผลผลิตสูง และใช้เวลาในการกำจัดน้ำออกสั้น การเสริมแรงโดยใช้เซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์ส่งผลให้สมบัติการทนแรงดึง ซึ่งแสดงโดยค่ามอดูลัส ความเค้น และความเครียดที่จุดแตกหักเพิ่มขึ้น โดยมีความสัมพันธ์เชิงเส้นกับปริมาณเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์ นอกจากนี้ยังทำให้ความเหนียวเพิ่มขึ้นด้วย จากการปรับปรุงสมบัติการกระจายตัวของเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์ ทำให้สามารถใช้ปริมาณเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์ได้มากถึงร้อยละ 90 โดยน้ำหนัก ซึ่งส่งผลให้ความทนแรงดึงมอดูลัส ความเค้น และความเครียดที่จุดแตกหักของคอมพอสิตเพิ่มขึ้น พบว่ามอดูลัสสามารถเพิ่มขึ้นถึงสองเท่า และความแข็งแรงเพิ่มขึ้นถึงสามเท่า เมื่อเพิ่มปริมาณเซลลูโลส ไมโครไฟเบอร์ จากร้อยละ 10 เป็นร้อยละ 70

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 วิธีการดำเนินการวิจัย

การดำเนินการวิจัยได้กำหนดไว้ 5 ขั้นตอนหลักและแต่ละขั้นตอนมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1.1. ค้นคว้าเอกสารและข้อมูลที่เกี่ยวข้อง

- ศึกษาค้นคว้าทฤษฎี และสืบค้นรวบรวมข้อมูลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- วางแผนงานของการวิจัย กำหนดขั้นตอน และวิธีการทดลอง
- จัดหาวัสดุดิบสารเคมี และอุปกรณ์การทดลอง

3.1.2 เตรียมคอมพอสิตของพอลิแล็กติกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต

- เตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริลจากชานอ้อย
- เตรียมเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต
- เตรียมของผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตกับพอลิไวนิลแอซิเตต
- เตรียมของผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตกับพอลิแล็กติกแอซิด

3.1.3 วิเคราะห์ความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์คอมพอสิต

- พิสูจน์เอกลักษณ์ของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy : FTIR)

- ตรวจสอบสัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาคและสมบัติทางกายภาพของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical Microscope : OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)

- วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermo gravimetric analysis : TGA) และเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมตรี (differential scanning calorimetry : DSC)

- วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray Diffraction : XRD)

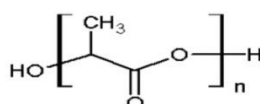
- วิเคราะห์พฤติกรรมการเกาะกลุ่มกันและความสามารถในการกระจายตัวโดยเทคนิค Swelling test

3.2 วัสดุดิบและสารเคมี

วัสดุดิบที่ใช้ในงานวิจัยประกอบด้วย

3.2.1 พอลิแล็กติกแอซิด (Poly (lactic acid), PLA)

ชื่อทางการค้า Ingeo™ เกรด 2003D บริษัท บีซี โพลีเมอร์ส มาร์เก็ตติ้ง จำกัด (ประเทศไทย) โดยมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 3.1 และมีสมบัติดังตารางที่ 3.1



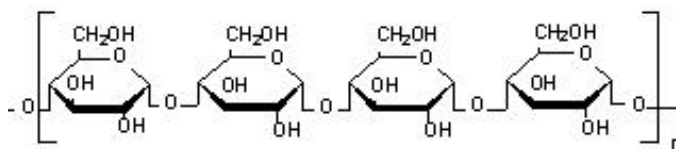
รูปที่ 3.1 สูตรโครงสร้างทางเคมีของพอลิแล็กติกแอซิด

ตารางที่ 3.1 สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิดเกรด 2003D

สมบัติ	หน่วย	มาตรฐานการทดสอบ	
อุณหภูมิการคงรูปทางความร้อน	°C	ASTM E2092	55
ความทนแรงกระแทกแบบไอซอด	J/m	ASTM D256	16
ความยืดสูงสุด ณ จุดขาด	%	ASTM D882	6.0
ความต้านแรงดึง	MPa	ASTM D882	60
อัตราการไหลของมวลขณะหลอมเหลว	g/10mi n	ASTM D1238	6
ความถ่วงจำเพาะ	g/cm ³	ASTM D792	1.24

3.2.2 แป้งมันสำปะหลัง

ยี่ห้อ NEW GRADE จัดทำโดย ไทยวาฟูดโปรดักส์ จำกัด (มหาชน) โดยมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 สูตรโครงสร้างทางเคมีของแป้งมันสำปะหลัง

3.2.3 กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl)

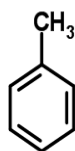
เกรด AR ชื่อทางการค้า QReCTM จัดทำโดย บริษัท ลีอกซเลย์ เทรตติ้ง จำกัด

ตารางที่ 3.2 สมบัติของกรดไฮโดรคลอริก

สมบัติ	หน่วย	HCl
ความบริสุทธิ์	%	≥98.0
ความหนาแน่น ที่ 25°C	g/ml	12
จุดหลอมเหลว	°C	-35
จุดเดือด	°C	57
น้ำหนักโมเลกุล	AMU	36.46

3.2.4 โทลูอิน (Toluene, Phenyl methane)

เกรด ≥98.0% ชื่อจาก บริษัท ฟาโคบิส จำกัด ซึ่งมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 3.3 และมีสมบัติดังตารางที่ 3.3



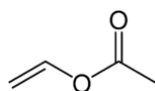
รูปที่ 3.3 สูตรโครงสร้างทางเคมีโทลูอิน

ตารางที่ 3.3 สมบัติของโทลูอิน

สมบัติ	หน่วย	Toluene
น้ำหนักโมเลกุล	AMU	92.14
จุดเดือด	°C	110.6
จุดหลอมเหลว	°C	-93
ความหนาแน่น	g/ml	0.8669
ความบริสุทธิ์	%	≥98.0

3.2.5 ไวนิลแอสซิเตตมอนอเมอร์ (Vinyl acetate monomer)

เกรด 98% บริษัท สตาร์เทค จำกัด ซึ่งมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 3.4 และมีสมบัติดังตารางที่ 3.4



รูปที่ 3.4 สูตรโครงสร้างทางเคมีของไวนิลแอสซิเตตมอนอเมอร์

ตารางที่ 3.4 สมบัติของไวนิลแอสซิเตตมอนอเมอร์

สมบัติ	หน่วย	VAM
น้ำหนักโมเลกุล	g/mol	86.09
จุดเดือด	°C	72-73
ความดันไอ (38°C)	mmHg	15.4
ความหนาแน่น (25 °C)	g/ml	0.932
จุดหลอมเหลว	°C	-93.2
ความบริสุทธิ์	%	98

3.2.6 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium Hydroxide, NaOH)

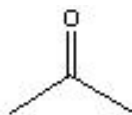
ชื่อทางการค้า โซดาแผดเผา โซดาไฟ คอสติกโซดา (Caustic soda) เกรด AR บริษัท ฟาโคบิส จำกัด โดยมีสมบัติดังตารางที่ 3.5

ตารางที่ 3.5 สมบัติของโซเดียมไฮดรอกไซด์

สมบัติ	หน่วย	NaOH
จุดหลอมเหลว	°C	318
จุดเดือด	°C	1390
น้ำหนักโมเลกุล	g/mol	39.997
ความหนาแน่น	g/ml	2.1
ลักษณะ	-	white solid
ความสามารถในการละลายน้ำ (20°C)	g/100ml	111

3.2.7 แอซีโตน (Acetone)

ชื่อการค้า Dimethyl Ketone เกรด AR บริษัท ฟาโคบิส จำกัด โดยมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 3.5 และมีสมบัติดังตารางที่ 3.6



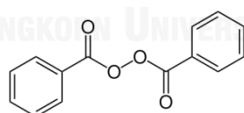
รูปที่ 3.5 สูตรโครงสร้างทางเคมีของแอซีโตน

ตารางที่ 3.6 สมบัติของแอซีโตน

สมบัติ	หน่วย	Acetone
จุดหลอมเหลว	°C	-95
จุดเดือด	°C	56.5
น้ำหนักโมเลกุล	g/mol	58.08
ความหนาแน่น	g/ml	0.79
จุดวาบไฟ (Closed cup)	°C	-20

3.2.8 เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (Benzoyl Peroxide)

บริษัท Panreac จำกัด เป็นผู้ผลิตหรือชื่อการค้า Dimethyl Ketone เกรด AR จำหน่ายโดยบริษัท ฟาโคบิส จำกัด โดยมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 3.6 และมีสมบัติดังตารางที่ 3.7



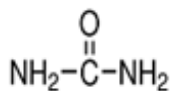
รูปที่ 3.6 สูตรโครงสร้างทางเคมีของเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์

ตารางที่ 3.7 สมบัติของเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์

สมบัติ	หน่วย	BP
จุดเดือด	°C	103
จุดหลอมเหลว	°C	102-105
ความถ่วงจำเพาะ	g/ml	1.334
น้ำหนักโมเลกุล	g/mol	242.23
ความชื้น	%	25

3.2.9 ยูเรีย (Urea)

เกรด purum p.a. บริษัท Fluka จำกัด โดยมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 3.7 และมีสมบัติดังตารางที่ 3.8



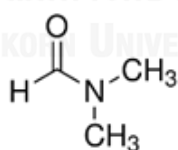
รูปที่ 3.7 สูตรโครงสร้างทางเคมีของยูเรีย

ตารางที่ 3.8 สมบัติของยูเรีย

สมบัติ	หน่วย	Urea
จุดเดือด	°C	สลายตัว
จุดหลอมเหลว	°C	130-132
ความหนาแน่น	g/ml	1.32
น้ำหนักโมเลกุล	g/mol	60.06
ความบริสุทธิ์	vc%	99

3.2.10 ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (Dimethylformamide, DMF)

บริษัทสตาร์เทค เคมีคอล อินดัสเทรียล จำกัด โดยมีสูตรโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 3.8 และมีสมบัติดังตารางที่ 3.9



รูปที่ 3.8 สูตรโครงสร้างทางเคมีของไดเมทิลฟอร์มมาไมด์

ตารางที่ 3.9 สมบัติของไดเมทิลฟอร์มมาไมด์

สมบัติ	หน่วย	DMF
จุดเดือด	°C	153
จุดหลอมเหลว	°C	-61
ความหนาแน่น	g/ml	0.944
น้ำหนักโมเลกุล	g/mol	73.10
จุดวาบไฟ (Closed cup)	°C	58

3.2.11 กาวพอลิไวนิลแอซิเตต (Poly(vinylacetate) latex)

ชื่อทางการค้า PANATEX P-350 บริษัท พัฒนาภัณฑ์เคมีเทคโนโลยี จำกัด เป็นกาวอิมัลชันชนิดเคลือบแข็ง ซึ่งในการทดลองนี้จะนำกาวนี้มาใช้เป็นตัวช่วยผสมพอลิไวนิลแอซิเตตที่สังเคราะห์ได้และมีสมบัติดังตารางที่ 3.10

ตารางที่ 3.10 สมบัติของพอลิไวนิลแอซิเตต

สมบัติ	หน่วย	DMF
จุดเดือด	°C	100
จุดเยือกแข็ง	°C	0
ความถ่วงจำเพาะ	g/cm ³	1.050-1.150
ความดันไอ	mmHg.	~17.5
ความหนืด ที่ 30°C	cps	27000-32000
ความเป็นกรดต่าง		4.0-6.0
ปริมาณเนื้อสาร	%	50

3.2.12 สีย้อมแอคทีฟ (Reactive Dye)

ชื่อทางการค้า Drimarene rubinole X-3LR บริษัท Clariant จำกัด

3.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.3.1 การเตรียมเซลล์ลูโลสไมโครไฟบริลจากชานอ้อย

- ปีกเกอร์ขนาด 50, 100, 500 และ 1000 มิลลิลิตร
- แท่งแม่เหล็กกวนสาร (Magnetic bar) ขนาด 50x8 มิลลิเมตร
- กระจกตวงสาร ขนาด 500 มิลลิลิตร
- เครื่องชั่งทศนิยมสี่ตำแหน่ง ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB204-S/FACT (Greifensee, Switzerland)
- ตู้ดูดควัน
- ช้อนตักสารสแตนเลส เบอร์ 0 ขนาด 30x2 เซนติเมตร
- ขวดลดความดัน (Suction flask) ขนาด 1000 มิลลิลิตร

- กระจกกรอง เบอร์ 1 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 150 มิลลิเมตร
- ป้อนสุญญากาศ ยี่ห้อ GAST รุ่น DOA-P504-BN ของบริษัท IDEX Corporation (MICH, U.S.A.)
- กรวยกระเบื้อง (Buchner funnel) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 เซนติเมตร
- งานเพาะเชื้อ (Petri dish) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15x100 มิลลิเมตร
- ตู้อบสารเคมี ยี่ห้อ Memmert รุ่น D-91107 ของบริษัท Memmert GmbH + Co. KG (Schwabach, German)

3.3.2 อุปกรณ์สำหรับเตรียมเซลล์ไมโครไฟบริลแอซิติค

- ขวดสามคอ
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS7
- อ่างกลีเซอรอล
- Hotplate และเครื่องปั่นกวนผสม

- กรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร

3.3.3 อุปกรณ์วิเคราะห์พอลิเมอร์คอมพอสิต

- เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ของบริษัท Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700 (Madison, Wisconsin)
- เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer, TGA) ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851^e (Columbus, Ohio)
- เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter, DSC) ของบริษัท Netzsch รุ่น 204 F1 Phoenix (Burlington, USA)
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ของบริษัท Joel รุ่น JSM-6480LV (Tokyo, Japan)
- เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) ของบริษัท Bruker รุ่น X8 APEX (Fremont, California)

3.4 ขั้นตอนการวิจัย

3.4.1 การเตรียมเซลล์โลสไมโครไฟบริลจากชานอ้อย

ทำการเตรียมเซลล์โลสไมโครไฟบริลโดยนำเยื่อเซลล์ชานอ้อยที่ผ่านการกำจัดสิ่งสกปรกแล้วมาต้มในน้ำร้อนเพื่อให้เซลล์โลสเกิดการบวมตัว กรองและบีบน้ำออกจากนั้นจึงนำไปแช่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 1 N เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อตัดสายโซ่ของเซลล์โลสให้สั้นลง จากนั้นทำการละลายเยื่อชานอ้อยในสารละลายผสมของโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 7 และยูเรียความเข้มข้นร้อยละ 10 ที่ทำให้เย็นที่อุณหภูมิ 0-5 องศาเซลเซียส ในระหว่างนั้นทำการเตรียมสารละลายแป้งมันสำปะหลังความเข้มข้น 10 กรัม/ลิตร (โดยการหยดโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นสูงลงในแป้งมันสำปะหลังแขวนลอยจนได้เป็นสารละลายใสหนืด) เมื่อชานอ้อยเกิดการละลายสมบูรณ์แล้วจนสังเกตเห็นเป็นเจลใส จึงเติมสารละลายแป้งมันสำปะหลังลงไป ทำการกวนจนได้เป็นของผสมเนื้อเดียวกัน นำของผสมไปเติมลงในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 12 ที่ตวงปริมาตรไว้แล้ว ได้เป็นเซลล์โลสไมโครไฟบริลเกิดขึ้นในรูปของสารแขวนลอย จากนั้นกรองผ่านผ้าทอเนื้อแน่นเพื่อชะเอาเกลือ แป้งและกรดออกจนสมบูรณ์ จนได้เซลล์โลสไมโครไฟบริลในรูปเจล และทำขั้นตอนนี้ซ้ำอีกครั้ง แต่ไม่เติมสารละลายแป้งมันสำปะหลังลงไป ในระหว่างขั้นตอนของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย เพื่อเตรียมเซลล์โลสเปรียบเทียบกับ (control)

3.4.2 การเตรียมเซลล์โลสไมโครไฟบริลแอสิตเตด

ทำการเตรียมเซลล์โลสไมโครไฟบริลแอสิตเตดโดยการนำเซลล์โลสไมโครไฟบริลเจลไปแช่ในแอสิตอนเพื่อกำจัดน้ำออก จากนั้นนำไปใส่ในขวดสามคอพร้อมกับเติมไดเมทิลฟอร์มาไมด์ให้ความร้อนจนถึง 80 องศาเซลเซียส จึงค่อยๆเติมไว้นิลแอสิตเตดมอนอเมอร์กับโซเดียมคาร์บอเนตโดยการทำปฏิกิริยาในระบบปิดที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสต่อไปอีก 2 ชั่วโมง พร้อมกวนไปตลอดเวลา ทำการเตรียมตามอัตราส่วนแต่ละสูตรต่อ 1 โมลเซลล์โลสไมโครไฟบริล (1 mole MFC) ในตารางที่ 3.11 หลังจากทำปฏิกิริยาครบ 2 ชั่วโมง นำเซลล์โลสไมโครไฟบริลแอสิตเตดที่ได้ไปทำให้ค่าพีเอชประมาณ 6-7 โดยการแช่ในแอสิตอน



รูปที่ 3.9 การทำปฏิกิริยาของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต

ตารางที่ 3.11 อัตราส่วนของไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ต่อเซลลูโลสไมโครไฟบริล

สูตร	อัตราส่วนไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ต่อเซลลูโลสไมโครไฟบริล VAM(mol):MFC(mol)	อัตราส่วนไวนิลแอซิเตตต่อโซเดียมคาร์บอเนต VAM(mol):Na ₂ CO ₃ (mol)
MMFC3	3:1	2:1
MMFC4.5	4.5:1	
MMFC6	6:1	
MMFC7.5	7.5:1	
Precipitated microfibril (ไม่เติมแป้ง)	7.5:1	

3.4.3 การสังเคราะห์พอลิไวนิลแอซิเตต

ทำการผสมไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์กับเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ โดยใช้เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ร้อยละ 2 ของไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ จากนั้นทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันในระบบปิดในขวดสามคอ โดยทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นจะได้เป็น

ยางพอลิไวนิลเอซีเตต ละลายเอาอย่างพอลิไวนิลเอซีเตตโดยใช้โทลูอีน แล้วนำสารละลายพอลิไวนิลเอซีเตตไปใช้ในขั้นตอนต่อไป

3.4.4 การผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลเอซีเตตกับพอลิไวนิลเอซีเตต

ขั้นที่ 1. การเตรียมพอลิไวนิลเอซีเตต โดยการนำพอลิไวนิลเอซีเตตที่สังเคราะห์ขึ้นมาผสมกับกาวพอลิไวนิลเอซีเตตทางการค้า เพื่อให้ได้ปริมาณเนื้อสารพอลิไวนิลเอซีเตตตามสูตรที่ต้องการ ดังตารางที่ 3.12 (กรณีสำหรับนำไปใช้ผสมกับเซลลูโลสไมโครไฟบริล) และตารางที่ 3.13 (กรณีสำหรับนำไปใช้ผสมกับเซลลูโลสไมโครไฟบริลเอซีเตต)

ขั้นที่ 2. ทำการผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลหรือเซลลูโลสไมโครไฟบริลเอซีเตตกับกาวพอลิไวนิลเอซีเตตที่เตรียมไว้ในขั้นตอนที่ 1 กวนผสมกันด้วยแท่งแก้วจนสังเกตเห็นว่าเข้ากันดี โดยทำการผสมตามอัตราส่วนต่างๆตามตารางที่ 3.12 และทำตามขั้นตอนก่อนหน้านี้อีกครั้งในกรณีของเซลลูโลสไมโครไฟบริลเอซีเตตตามตารางที่ 3.13

ตารางที่ 3.12 อัตราส่วนของเซลลูโลสไมโครไฟบริลกับพอลิไวนิลเอซีเตต

สูตร	MFC [mol]	PVAc latex + PVAc [mol]
MFC1	1	4.5 + 4.5
MFC2	2	4 + 4
MFC3	3	3.5 + 3.5
MFC4	4	3 + 3
MFC5	5	2.5 + 2.5

ตารางที่ 3.13 อัตราส่วนของเซลลูโลสไมโครไฟบริลเอซีเตตกับพอลิไวนิลเอซีเตต

สูตร	MMFC [mol]	PVAc latex + PVAc [mol]
MMFC1	1	4.5 + 4.5
MMFC2	2	4 + 4
MMFC3	3	3.5 + 3.5
MMFC4	4	3 + 3
MMFC5	5	2.5 + 2.5

หลังจากเตรียมของผสมทั้งหมด เทลงภาชนะจรรองจนกระทั่งของผสมแห้ง แล้วจึงนำของผสมที่ได้ไปวิเคราะห์หาความเข้ากันได้

3.4.5 การเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิตระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดกับเซลลูโลสไมโครไฟบริล แอซิเตต

ขั้นที่ 1. การเตรียมพอลิไวนิลแอซิเตต โดยการนำพอลิไวนิลแอซิเตตที่สังเคราะห์ขึ้นมาผสมกับกาวพอลิไวนิลแอซิเตตทางการค้า เพื่อให้ได้ปริมาณเนื้อสารพอลิไวนิลแอซิเตตตามสูตรที่ต้องการ ดังตารางที่ 3.14 (กรณีสำหรับนำไปใช้ผสมกับเซลลูโลสไมโครไฟบริล) และตารางที่ 3.15 (กรณีสำหรับนำไปใช้ผสมกับเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต)

ขั้นที่ 2 ทำการผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลหรือเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตกับกาวพอลิไวนิลแอซิเตตที่เตรียมไว้ในขั้นตอนก่อนหน้านี้ กวนผสมกันด้วยแท่งแก้วจนสังเกตเห็นว่าเข้ากันได้ โดยทำการผสมตามอัตราส่วนต่างๆตามตารางที่ 3.14 และทำตามขั้นตอนก่อนหน้าอีกครั้งในกรณีของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตตามตารางที่ 3.15

ขั้นที่ 3 นำพอลิแล็กติกแอซิดมาละลายในโทลูอีนก่อน โดยเตรียมตามอัตราส่วนตามตารางที่ 3.14และ3.15 จากนั้นนำของผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิไวนิลแอซิเตตมาผสมกับพอลิแล็กติกแอซิด โดยทำการกวนผสมด้วยแท่งแก้วจนสังเกตเห็นว่าเข้ากันได้ดี โดยทำการผสมตามอัตราส่วนต่างๆ ตามตารางที่ 3.14 และทำตามขั้นตอนก่อนหน้าอีกครั้งในกรณีของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตตามตารางที่ 3.15

ตารางที่ 3.14 อัตราส่วนของพอลิแล็กติกแอซิด เซลลูโลสไมโครไฟบริลและพอลิไวนิลแอซิเตต

สูตร	PLA [mol]	MFC [mol]	PVAc latex + PVAc [mol]
PMFC1	1	4.5	2.25+2.25
PMFC2	2	4	2+2
PMFC3	3	3.5	1.75+1.75
PMFC4	4	3	1.5+1.5
PMFC5	5	2.5	1.25+1.25

ตารางที่ 3.15 อัตราส่วนของพอลิแล็กติกแอซิด เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตและพอลิไวนิลแอซิดเตต

สูตร	PLA [mol]	MMFC [mol]	PVAc latex + PVAc [mol]
PMMFC1	1	4.5	2.25+2.25
PMMFC2	2	4	2+2
PMMFC3	3	3.5	1.75+1.75
PMMFC4	4	3	1.5+1.5
PMMFC5	5	2.5	1.25+1.25

3.4.6 การวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์คอมพอสิต

3.4.5.1 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตต/พอลิแล็กติกแอซิด

ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ของบริษัท Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700 (Madison, Wisconsin) ดังรูปที่ 3.10



รูปที่ 3.10 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

3.4.5.2 วิเคราะห์สัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค และสมบัติทางกายภาพของเส้นใยชานอ้อยและเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์

ด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical Microscope, OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ที่กำลังขยาย 7500 เท่า

3.4.5.3 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เซลลูโลสไมโครไฟเบอร์แอลกอฮอล์/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA) ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851e (Columbus, Ohio) ดังรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.11 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์

3.4.5.4 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์และเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์แอลกอฮอล์

ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) ของบริษัท Bruker รุ่น X8 APEX (Fremont, California) ดังรูปที่ 3.12 โดยใช้ $2\theta = 10^{\circ}$ - 30°



รูปที่ 3.12 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟเฟอเรนเชียลแคลอริมิเตอร์

3.4.5.5 วิเคราะห์พฤติกรรมการบวมตัวและการกระจายในตัวทำละลายโดยเทคนิค

Swelling test

การทดสอบเพื่อวิเคราะห์พฤติกรรมการบวมตัวของตัวอย่างเซลลูโลสไมโครไฟบริลและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด เริ่มจากการชั่งน้ำหนักของตัวอย่างที่แห้งก่อนทำการแช่ในตัวทำละลายซึ่งการทดลองใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย จากนั้นนำตัวอย่างทั้งหมดไปแช่ตัวทำละลายทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำตัวอย่างหลังแช่ในตัวทำละลายไปชั่งน้ำหนักเพื่อนำค่าน้ำหนักที่ได้ไปคำนวณหาค่าอัตราการบวมตัวจากสมการ

$$\text{Swelling (\%)} = \frac{W - W_0}{W_0} \times 100$$

W = น้ำหนักหลังแช่ตัวทำละลาย

W_0 = น้ำหนักก่อนแช่ตัวทำละลาย

3.4.5.6 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนพอลิเมอร์คอมพอลิิตของเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด โดยการวัดค่าอุณหภูมิกลาสแทรนซิชันและอุณหภูมิการหลอมเหลว

ด้วยเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter, DSC) ของบริษัท Netzsch รุ่น 204 F1 Phoenix (Burlington, USA) ดังรูปที่ 3.13 และใช้ภาวะการทดสอบดังตารางที่ 3.16



รูปที่ 3.13 เครื่องดีพีเพอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์

ตารางที่ 3.16 ภาวะการทดสอบด้วยเครื่องดีพีเพอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์

ภาวะการทดสอบ	ช่วงอุณหภูมิ (°C)	อัตราเร็ว (°C/min)
ให้ความร้อน	50 ถึง 200	5
ทำให้เย็นลง	200 ถึง 50	5
ให้ความร้อน	50 ถึง 200	5
ทำให้เย็นลง	200 ถึง 50	5

3.4.5.7 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาและความสามารถในการกระจายตัวของเซลลูโลส ไมโครไฟบริลและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด เซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด

โดยการสังเกตพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ของบริษัท Joel รุ่น JSM-6480LV (Tokyo, Japan) ดังรูปที่ 3.14 ทำการส่องที่ก้ำลึงขยาย 50, 7500 เท่า



รูปที่ 3.14 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

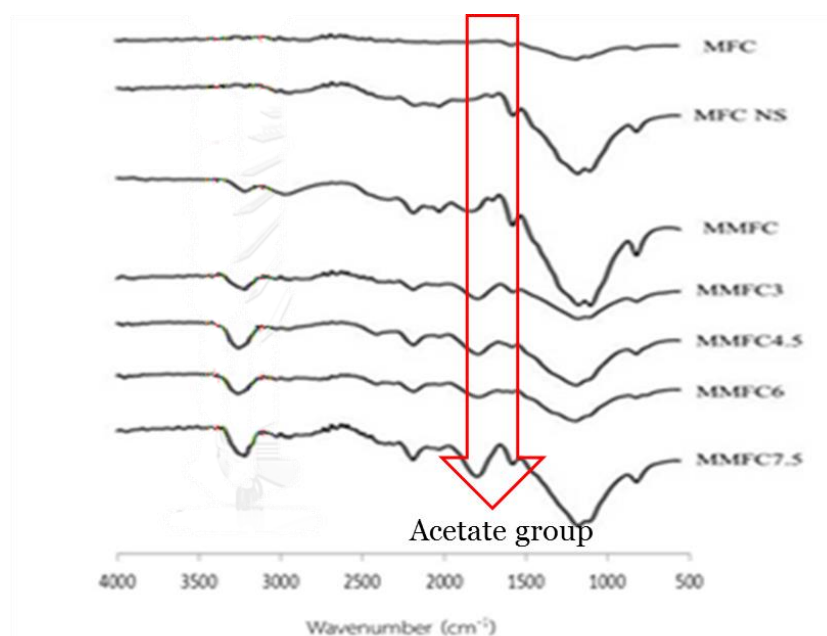
ในงานวิจัยนี้ได้ทำการปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลโดยการนำเซลลูโลสไมโครไฟบริลมาทำปฏิกิริยาอะซิทิเลชัน (Acetylation) โดยใช้ไวนิลอะซิเตตมอนอเมอร์ ซึ่งคาดว่าหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลจะถูกเปลี่ยนให้เป็นหมู่เอซิเตตบางส่วน ทำให้จำนวนหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวเซลลูโลสไมโครไฟบริลลดลง อนุภาคเซลลูโลสไมโครไฟบริลเกาะยึดกันแบบหลวมๆ (Soft agglomeration) เมื่อนำก้อนเซลลูโลสไมโครไฟบริลอะซิเตต (MFC acetate soft agglomerate) ไปผสมในพอลิแล็กติกแอซิด อนุภาคเซลลูโลสไมโครไฟบริลอะซิเตตที่ยึดเกาะกันหลวมๆจะสามารถแยกออกจากกันและเกิดการกระจายในพอลิเมอร์ได้ ซึ่งเซลลูโลสไมโครไฟบริลอะซิเตตสังเคราะห์โดยการปฏิกิริยาที่อัตราส่วนของไวนิลอะซิเตตมอนอเมอร์ 3.0 mol%, 4.5 mol%, 6.0 mol%, และ 7.5 mol% เทียบกับ 1 โมลเซลลูโลสไมโครไฟบริล และทดสอบสมบัติทางกายภาพของเซลลูโลสไมโครไฟบริลอะซิเตต จากนั้นทำการผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลอะซิเตตกับพอลิไวนิลอะซิเตต/พอลิไวนิลแอกอฮอล์ แล้วจึงนำไปผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดในอัตราส่วนต่างๆ เกล็ดแม่แบบกระจก จะได้แผ่นพลาสติกพอลิแล็กติกแอซิดผสมเซลลูโลสไมโครไฟบริลอะซิเตตกับพอลิไวนิลอะซิเตต/พอลิไวนิลแอกอฮอล์ ซึ่งแผ่นพลาสติกจะถูกนำไปทดสอบคุณสมบัติทางความร้อน ลักษณะสัมมนาวิทยา เพื่อทราบอัตราส่วนที่แผ่นพลาสติกมีความเข้ากันได้ดีที่สุด

4.1 วิเคราะห์เซลลูโลสไมโครไฟบริลอะซิเตต

4.1.1 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)

เซลลูโลสไมโครไฟบริลที่สังเคราะห์จากเยื่อชานอ้อย โดยการละลายในสารละลายผสมระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์กับยูเรีย หลังจากนั้นเติมสารละลายแป้งมันสำปะหลัง เพื่อขัดขวางการรวมตัวกันของเซลลูโลส (Anticoagulating agent)) อนุภาคของเซลลูโลสจะมีขนาดเล็กและกระจายอยู่ในสารละลายแป้ง เมื่อแป้งจะถูกย่อยด้วยกรดไฮโดรคลอริกกลายเป็นสารละลายน้ำตาลโมเลกุลต่ำ เหลือเป็นเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่อยู่ในรูปของสารแขวนลอย ซึ่งหากปราศจากสารละลายแป้งเซลลูโลสจะเกิดการรวมตัว (Coagulation) ได้เป็นเซลลูโลสที่มีขนาดใหญ่ (Agglomerate) ที่มีขนาดใหญ่ในระดับเดียวกับไมโครคริสตัลลินเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose) แต่เซลลูโลสไมโครไฟบริลอะซิเตตจะกลับมามีขนาดเป็นโมเลกุลขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากพันธะไฮโดรเจนที่มีแรงยึดเหนี่ยวแข็งแรง จึงทำการปรับปรุงพื้นผิวของไมโครไฟบริลอะซิเตตเพื่อให้สามารถใช้เป็นฟิลเลอร์ในพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆได้ดียิ่งขึ้น โดยการทำปฏิกิริยาอะซิทิเลชัน กับไวนิลอะซิเตตมอนอเมอร์

เพื่อเปลี่ยนหมู่ไฮดรอกซิลให้เป็นหมู่แอซิเตตบางส่วน จึงทำการทดสอบด้วยเทคนิคนี้ เพื่อให้ทราบว่า เซลลูโลสไมโครไฟบริลถูกปรับปรุงพื้นผิวเป็นเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่จำนวนโมลของไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ที่ 3.0 mol%, 4.5 mol%, 6.0 mol%, และ 7.5 mol% เทียบกับ 1 โมลเซลลูโลสไมโครไฟบริล ทำการทดลองโดยการทำการบดละเอียดเซลลูโลสไมโครไฟบริลและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต โดยนำสารตัวอย่างประมาณ 2 มิลลิกรัม จากนั้นเติมเกลือโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วอัดให้เป็นแผ่นบางด้วย Hydraulic press นำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR) เพื่อหาหมู่แอซิเตตที่เกิดขึ้นบนเซลลูโลสไมโครไฟบริล ซึ่งสามารถวิเคราะห์จากกราฟ

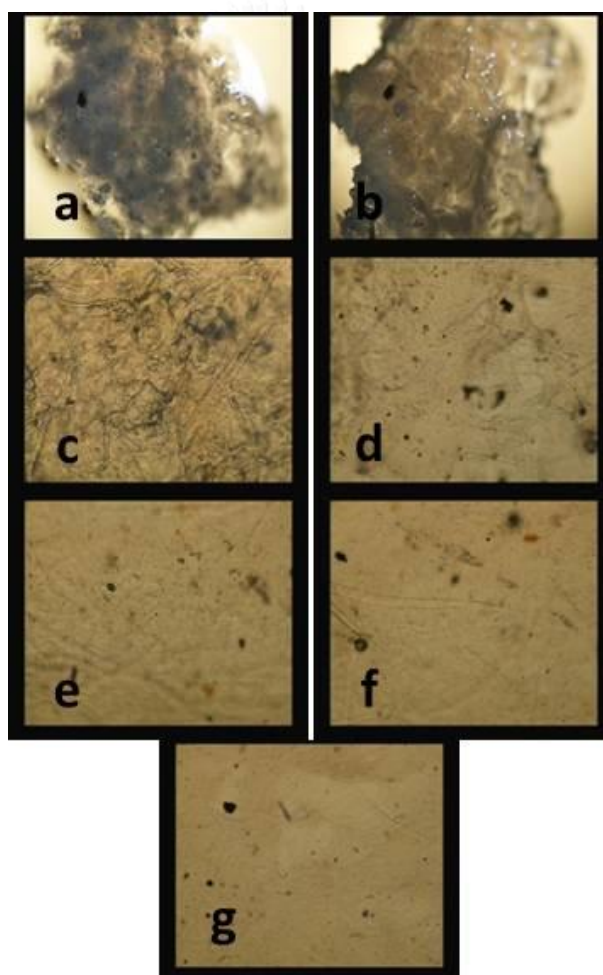


รูปที่ 4.1 พิกการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต

จากรูปที่ 4.1 แสดงพิกการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของเซลลูโลสไมโครไฟบริล ปรากฏว่าที่ความยาวคลื่น $3,400\text{ cm}^{-1}$ แสดงพิกเอกลักษณ์ของการดูดกลืนรังสีของหมู่ O-H และที่ความยาวคลื่น $2,871\text{ cm}^{-1}$ แสดงพิกเอกลักษณ์ของการดูดกลืนรังสีของหมู่ C-H ส่วนพิกการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตนั้น เห็นความแตกต่างได้ชัดเจน แสดงว่าการทำปฏิกิริยาระหว่างไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์กับเซลลูโลสไมโครไฟบริลเกิดขึ้นได้ ซึ่งสามารถสังเกตจากที่ความยาวคลื่น $1,750\text{ cm}^{-1}$ แสดงพิกของหมู่แอซิเตตเอสเทอร์ (acetate ester)[15] ที่เกิดจากปฏิกิริยาแอซิทิเลชันและพิกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของไวนิลแอซิเตตมอนอเมอร์ที่เพิ่มขึ้น

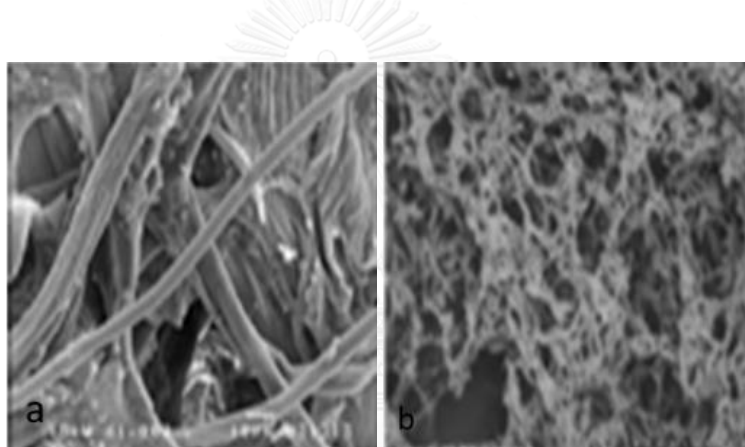
4.1.2 วิเคราะห์สัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค และสมบัติทางกายภาพของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสง (Optical Microscope, OM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสงและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะสามารถสังเกตลักษณะของพื้นผิวภายนอกและลักษณะการบวมตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตได้ โดยนำตัวอย่างเซลลูโลสไมโครไฟบริลไปแช่ในตัวทำละลายโทลูอินเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างมาส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์เชิงแสงที่กำลังขยาย 4 และ 10 เท่า โดยวางตัวอย่างบนกระจกใสแล้วส่องสังเกตพื้นผิวและลักษณะการบวมตัวดังแสดงในรูป 4.2



รูปที่ 4.2 ภาพ OM (a) เซลลูโลสไมโครไฟบริล (b) เซลลูโลสไมโครไฟบริล(ไม่เติมสารละลายแบ่ง) (c) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต (d) ไวนิลแอซิเตต 3 mol% (e) ไวนิลแอซิเตต 4.5 mol% (f) ไวนิลแอซิเตต 6 mol% (g) ไวนิลแอซิเตต 7.5 mol%

จากรูปไมโครสโคปจะสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงของความสามารถในการบวมตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด อย่างชัดเจน จากรูปที่ 4.2a,4.2b แสดงถึงไม่มีการเปลี่ยนแปลงของเซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระที่นำไปแช่ในตัวทำละลายโทลูอีน แต่ในส่วนของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด เกิดการบวมตัวในตัวทำละลายโทลูอีน บ่งชี้ว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดมีสมบัติความไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้น อันเนื่องจากการมีหมู่แอซิเตตเข้าไปอยู่ในโครงสร้าง นอกจากนี้หมู่แอซิเตตเป็นหมู่ที่เกาะกัวจึงทำให้ไมโครไฟบริลแอซิเตดมีความเป็นผลึกลดลง เป็นผลให้การบวมตัวของโทลูอีนเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับเซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระที่เกาะยึดกันด้วยพันธะไฮโดรเจนที่แข็งแรง มีความชอบน้ำสูง (Hydrophilicity) จึงไม่มีการบวมตัวในโทลูอีน การทดสอบการบวมตัวในโทลูอีนนี้ เพื่อแสดงว่าอนุภาคของไมโครไฟบริลแอซิเตด เกาะกลุ่มกันอย่างรวมๆ (Soft agglomerate) ซึ่งคาดว่าจะสามารถกระจายตัวได้ดีเมื่อนำไปผสมในพอลิแล็กติกแอซิด



รูปที่ 4.3 SEM ของ (a) เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระที่ไม่ผสมแป้ง (b) เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระที่ผสมแป้ง

จากการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) กับ Field Emission Microscope, FE-SEM) สัณฐานวิทยาของสารละลายเซลลูโลสที่ไม่ได้ผสมแป้งจากรูปที่ 4.3a เมื่อนำสารละลายมาฉีดลงในอ่างกราด เซลลูโลสจะกลับมาเป็นเส้นใยเหมือนเดิม ส่วนสารละลายเซลลูโลสที่ผสมแป้งจากรูปที่ 4.3b ที่ถ่ายจากเครื่อง FE-SEM ซึ่งสามารถเห็นรายละเอียดได้อย่างชัดเจน แสดงว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ผสมแป้ง มีลักษณะเป็นโครงร่างตาข่ายหรือเป็นเจล เนื่องจาก เซลลูโลสที่ผสมแป้งถูกขัดขวางการรวมตัวกลับเป็นเส้นใยเหมือนเดิม ทำให้การจัดเรียงตัวเมื่อทำการกำจัดแป้งออกไปด้วยปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริก จึงสังเกตเห็นเป็นโครงร่างตาข่าย

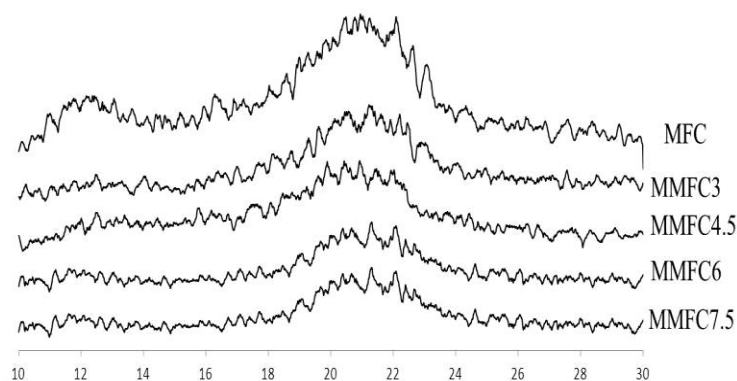
4.1.3 วิเคราะห์สมบัติความเสถียรทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermo gravimetric analysis, TGA)

จากวิเคราะห์สมบัติความเสถียรทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (TGA) เพื่อทดสอบหาอุณหภูมิการสลายตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต เริ่มทำการทดลองที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส จนถึง 800 องศาเซลเซียสด้วยอัตราให้ความร้อนที่ 10 °C/min ภายใต้แก๊สไนโตรเจน 20 mL/min อุณหภูมิการสลายตัวเริ่มต้น (T_{onset}) เริ่มที่ช่วง 300 องศาเซลเซียส[18, 19] จะสังเกตว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิไวนิลแอสซิเตต จะยังคงมีค่า T_{onset} ใกล้เคียงกับเซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระ ส่วนเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต/พอลิไวนิลแอสซิเตต มีค่า T_{onset} ลดลงเนื่องจากเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต/พอลิไวนิลแอสซิเตต สามารถเข้ากันได้ดีกว่าจากจำนวนหมู่แอสซิเตตที่มีมากกว่า ส่วนเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิไวนิลแอสซิเตต ไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนของค่า T_{onset} เนื่องจากความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ทั้งสองตัวยังไม่ดีนัก ซึ่งแสดงค่าตามตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ค่า T_{onset} และ T_{endset} ของเซลลูโลสไมโครไฟบริลและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต

	1 st Decomposition		2 nd Decomposition	
	T_{onset}	T_{onset}	T_{onset}	T_{endset}
MFC	306.79	364.24		
MFC1	317.17	354.64	420.09	481.84
MFC2	313.05	356.84	417.62	479.06
MFC3	314.51	358.33	418.53	478.59
MFC4	306.3	362.95	421.15	466.4
MFC5	304.78	359.56	423.15	465.16
MMFC1	313.38	360.19	420.13	479.72
MMFC2	304.79	354.67	414.96	472.11
MMFC3	286.86	352.47	416.4	468
MMFC4	290.26	352.08	422.02	472.67
MMFC5	277.88	347.92	419.7	465.57

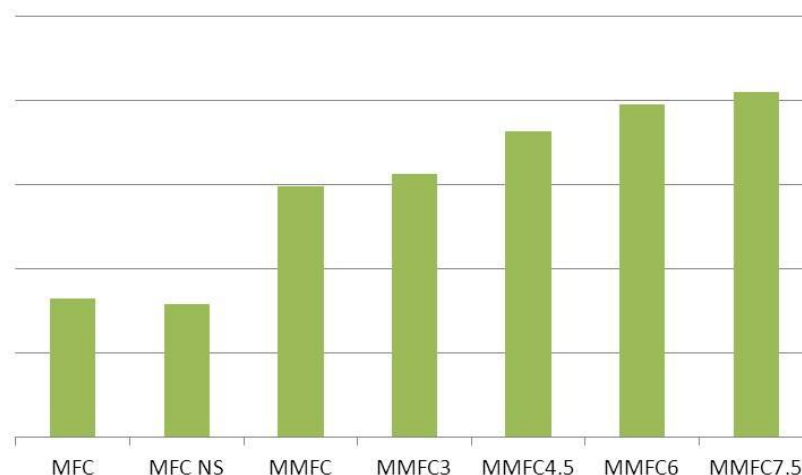
4.1.4 วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray Diffraction, XRD)



รูปที่ 4.4 XRD ของ (a) MFC (b) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต 3 % (MMFC3) (c) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต 4.5 % (MMFC4.5) (d) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต 6 % (MMFC6) (e) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตต 7.5 % (MMFC7.5)

โดยปกติแล้วเซลลูโลสจะแสดงพีกที่มีลักษณะความเป็นผลึกอย่างชัดเจน ในขณะที่เซลลูโลสไมโครไฟบริลเมื่อทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน โดยวิเคราะห์ที่ $2\theta = 10^\circ - 30^\circ$ พบพีกที่สอดคล้องกันของเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่ตำแหน่ง 21.4° [16] ลักษณะความเป็นอสัณฐานของเซลลูโลสไมโครไฟบริลเกิดขึ้นในขั้นตอนการตกตะกอนเซลลูโลสในระบบสารละลายเซลลูโลส/แป้งมันสำปะหลัง เซลลูโลสโมเลกุลจะเรียงได้ไม่ดีเนื่องจากถูกขัดขวางด้วยโมเลกุลของแป้งมันสำปะหลัง ดังนั้นโครงสร้างของเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่ได้จึงมีความเป็นอสัณฐานสูง ในขณะที่เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตตมีความเป็นอสัณฐานอย่างสมบูรณ์ไม่มีความเป็นผลึกหลงเหลือให้ปรากฏ โดยยืนยันจากลักษณะของ XRD diffractogram ที่ไม่ปรากฏพีกให้เห็นเลย แสดงว่าการเกิดปฏิกิริยาแอสซิทิเลชันไม่ได้เกิดบริเวณพื้นผิวเท่านั้นยังเกิดภายในเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วย หมู่แอสซิเตตภายในเซลลูโลสไมโครไฟบริลมีลักษณะเป็นหมู่เกาะที่คอยขัดขวางการเรียงตัวของโมเลกุลเซลลูโลส

4.1.5 วิเคราะห์พฤติกรรมการบวมตัวและการกระจายในตัวทำละลายโดยเทคนิค Swelling test



รูปที่ 4.5 % Swelling ของเซลลูโลสไมโครไฟบริล(MFC),เซลลูโลสไมโครไฟบริล ไม่มีสารละลายแป้ง (MFC NS),เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด 3 %,เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด 4.5 %,เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด 6 %,เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด 7.5 %

การทดสอบเพื่อวิเคราะห์พฤติกรรมการบวมตัวของตัวอย่างเซลลูโลสไมโครไฟบริล เริ่มจากการชั่งน้ำหนักของตัวอย่างที่แห้งก่อนทำการแช่ในตัวทำละลายซึ่งการทดลองใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย จากนั้นนำตัวอย่างทั้งหมดไปแช่ตัวทำละลายทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำตัวอย่างหลังแช่ในตัวทำละลายไปชั่งน้ำหนักเพื่อนำค่าน้ำหนักที่ได้ไปคำนวณหาค่าอัตราการบวมตัวจากสมการ

$$\text{Swelling (\%)} = \frac{W - W_0}{W_0} \times 100$$

W = น้ำหนักหลังแช่ตัวทำละลาย

W_0 = น้ำหนักก่อนแช่ตัวทำละลาย

อัตราการเกิดการบวมตัวแสดงให้เห็นตามรูปที่ 4.5 อัตราการบวมตัวของMFC, MFC NS(เซลลูโลสที่ได้จากสูตรที่ไม่เติมแป้ง (Anticoagulant), MMFC3, MMFC4.5, MMFC6, MMFC7.5 คือ 82.4, 79.1, 149.4, 156.7, 181.8, 197.9, 205.3 ตามลำดับ เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระดูดซึมน้ำได้น้อยกว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด ในส่วนของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสซิเตด

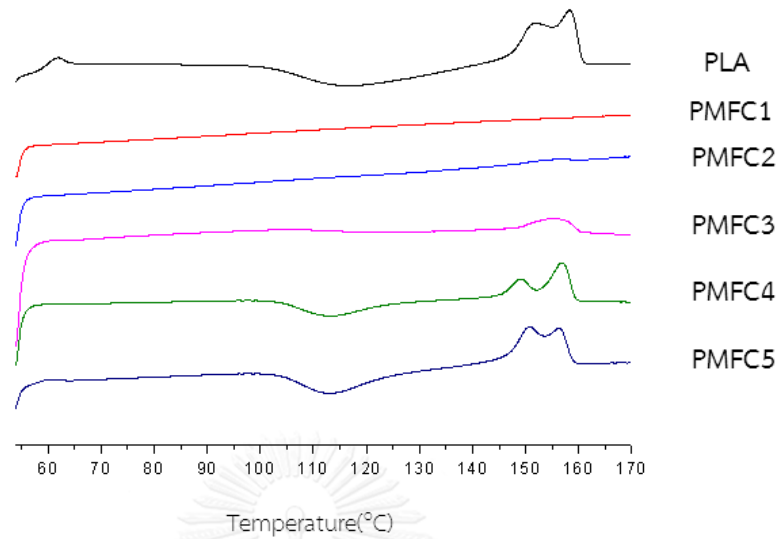
อัตราการบวมน้ำที่เพิ่มขึ้นด้วยความเข้มข้นของไวนิลแอซิเตต (ผลจากความเป็นอสัณฐานเพิ่มขึ้น) ส่งผลให้น้ำสามารถเข้าไปภายในได้มากขึ้น ซึ่งผลของอัตราการบวมตัว สอดคล้องไปกับผลของเทคนิค เอกซ์เรย์ดิฟแฟคชัน

4.2 การวิเคราะห์พอลิเล็กทิกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตและพอลิเล็กทิกแอซิด/ เซลลูโลสไมโครไฟบริล

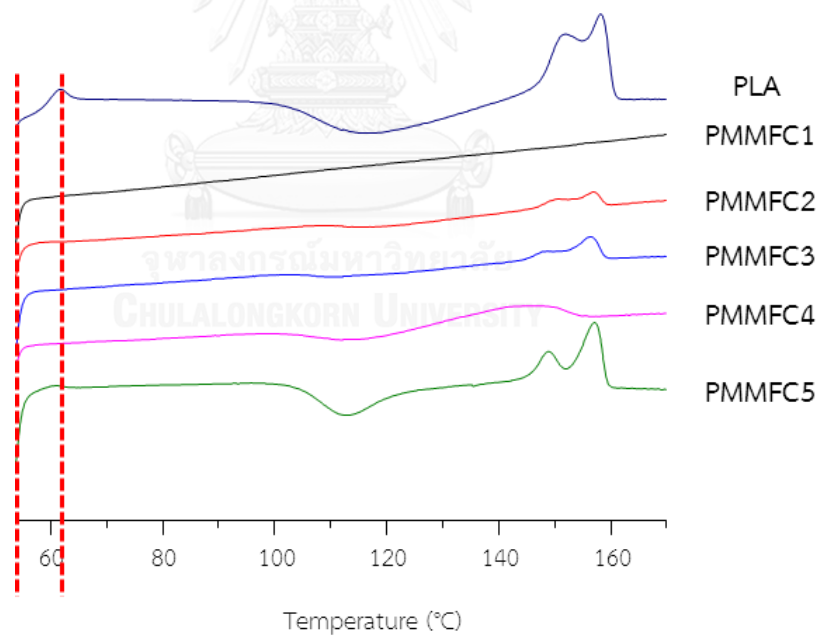
เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตตจากการทดสอบก่อนหน้า ทำให้ทราบสมบัติที่ดีขึ้นของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต เพื่อวิเคราะห์ความสามารถในการเข้ากันได้และความเป็นเนื้อเดียวกันกับพอลิเล็กทิกแอซิดจึงได้ทำการทดสอบสมบัติต่างๆ โดยการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิดกับเซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต ตามอัตราส่วนจากตารางที่ 3.13และ3.14

4.2.1 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลแคลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry, DSC)

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ต้องการทดสอบเพื่อให้ทราบความเข้ากันได้ระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลและพอลิเล็กทิกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต พบว่าพอลิเล็กทิกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลและพอลิเล็กทิกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต ที่อัตราส่วนของพอลิเล็กทิกแอซิดต่อเซลลูโลสไมโครไฟบริล 1:9 กับอัตราส่วนของพอลิเล็กทิกแอซิดต่อเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตต 1:9 ไม่มีการเปลี่ยนแปลงของเส้นกราฟ ส่วนอัตราส่วน 2:8 3:7 4:6และ 5:5 ปรากฏพื้นที่ใต้กราฟซึ่งคือการแสดงอุณหภูมิหลอมเหลว (T_m) จะสังเกตว่าการสลายตัวของบริเวณผลึกและบริเวณอสัณฐานของพอลิเมอร์ที่แตกต่างกันตามอัตราส่วนของพอลิเล็กทิกแอซิดที่เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูป 4.6 และ4.7



รูปที่ 4.6 DSC ของเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดที่อัตราส่วนต่างๆ



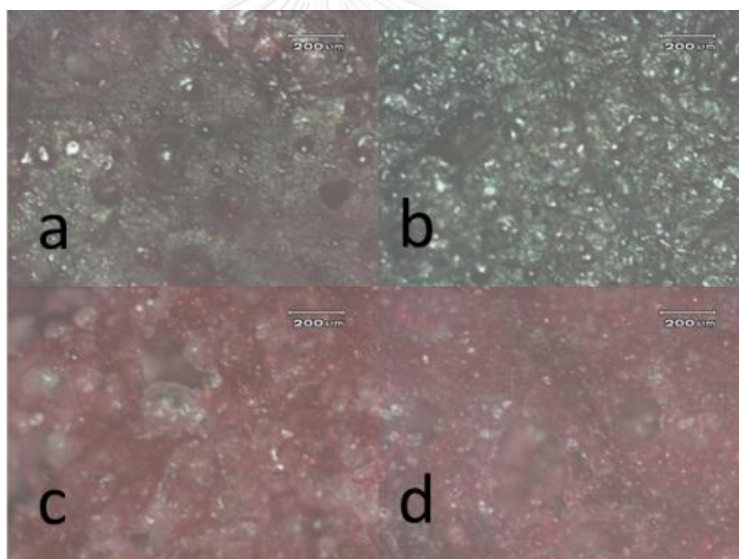
รูปที่ 4.7 DSC ของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิดที่อัตราส่วนต่างๆ

จากการทดสอบ แสดงให้เห็นว่าพอลิแล็กติกแอซิดกับพอลิไวนิลแอซิเตดเกิดอันตรกิริยากัน โดยที่พอลิไวนิลแอซิเตดสามารถกระจายตัวและเข้ากันได้ดีกับพอลิแล็กติกแอซิด

ซึ่งแสดงให้เห็นจากรูปที่ 4.6 และรูปที่ 4.7 จะสังเกตว่าเมื่อมีการเพิ่มอัตราส่วนของพอลิเล็กทิกแอซิด จะเกิดการเพิ่มขึ้นของค่า Tc เห็นได้ชัดทั้งพอลิเล็กทิกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิเล็กทิกแอซิด (PMFC) เพราะว่าพืคมีการเลื่อนแทบจะเท่ากัน ส่วนการเกิดผลึกของพอลิเล็กทิกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตลดลง เนื่องจากเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตลดกระจายตัวได้ดีในพอลิเล็กทิกแอซิดทำให้การเกิดผลึกลดลง ซึ่งแสดงไว้ที่รูปที่ 4.7 [17]

4.2.2 การวิเคราะห์การกระจายตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยการย้อมสี

การวิเคราะห์การกระจายตัวด้วยการย้อมสี โดยการนำสีรีแอคทีฟ (Reactive Dye) ปริมาณ 1 กรัม ละลายในน้ำปริมาณ 250 มิลลิลิตร จากนั้นนำตัวอย่างมาแช่สารละลายสีรีแอคทีฟทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เมื่อครบกำหนดเวลานำตัวอย่างออกจากสีและรอจนกว่าชิ้นตัวอย่างจะแห้งจึงไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์ชนิดเชิงแสงที่กำลังขยาย 10 เท่า



รูปที่ 4.8 OM ของ (a) เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระ, (b) เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตต (c) เซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิเล็กทิกแอซิด, (d) พอลิเล็กทิกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตต

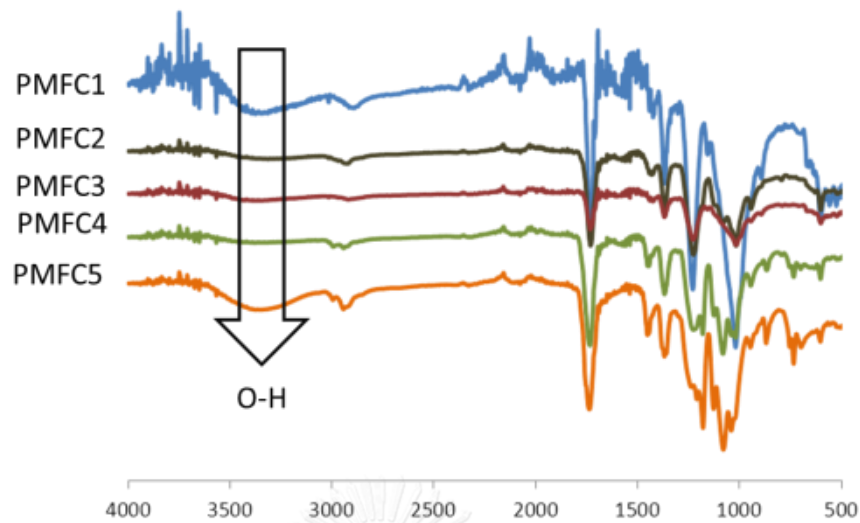
เซลลูโลสมีความสามารถในการดูดติดสีย้อมรีแอคทีฟได้ดี ดังนั้นในการทดลองนี้จึงได้ทำการศึกษาการกระจายตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลโดยอาศัยการสังเกตพฤติกรรมการติดสีย้อมผลที่ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.8 จากรูปที่ 4.8a เซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระมีสมบัติชอบน้ำจึงสามารถดูดสีย้อมเข้าไปหาตัวเอง จะสังเกตได้จากรูปร่างของไมโครไฟบริลอย่าง รูปที่ 4.8b เป็นรูปของผลการย้อมสีเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตต เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตมีสมบัติชอบน้ำลดลง ทำให้สี

ย้อมรีแอคทีฟซึ่งเป็นสีย้อมที่ละลายได้ดีไม่สามารถแพร่เข้าไปติดได้ จึงไม่ปรากฏการติดสีย้อมของ เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด ในขณะที่พอลิแล็กติกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริล กับเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด (รูปที่ 4.8cและ4.8d ตามลำดับ) มีความสามารถในการย้อมติดสีได้ดี แต่ลักษณะการติดสีแตกต่างกันในรูปที่ 4.8C การติดสีจะไม่สม่ำเสมอมีบริเวณเข้ม (อนุภาคของเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่เกาะกลุ่มรวมกัน) และบริเวณที่ไม่ติดสี (บริเวณของพอลิแล็กติกแอซิด) จึงแสดงให้เห็นว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลเกาะกลุ่มรวมกันและกระจายตัวไม่ดีในพอลิแล็กติกแอซิด ส่วนลักษณะการติดสีในรูปที่ 4.8d จะเห็นลักษณะการติดสีที่สม่ำเสมอทั่วทั้งตัวอย่าง นั่นแสดงว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดสามารถกระจายตัวได้ดีและไม่รวมกลุ่มกันในพอลิแล็กติกแอซิด จึงทำให้ย้อมติดสีเกิดขึ้นได้เกือบทั้งหมด

4.2.3 วิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

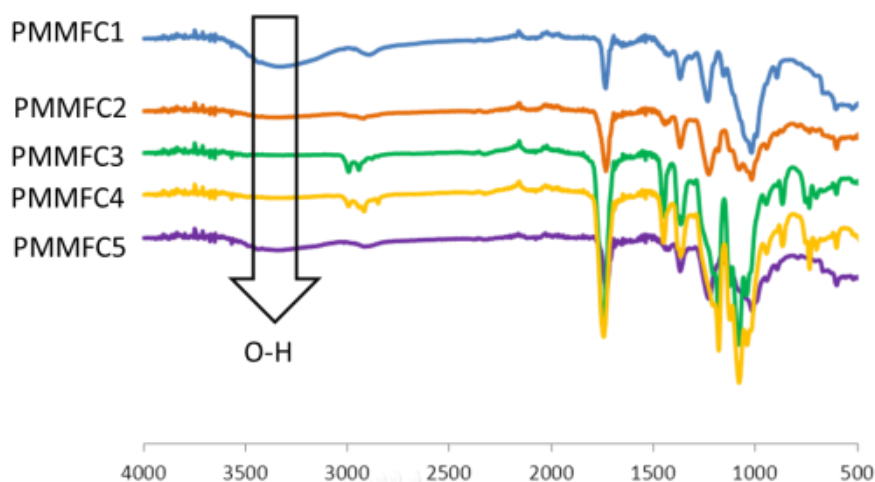
(Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR)

การวิเคราะห์การทำปฏิกิริยาระหว่างเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด สามารถทดสอบด้วยการหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ทำการทดลองโดยการนำชิ้นตัวอย่างเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิดประมาณ 2 มิลลิกรัม จากนั้นเติมเกลือโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วอัดให้เป็นแผ่นบางด้วย Hydraulic press นำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR) เพื่อหาหมู่แอซิเตดที่เกิดขึ้นบนเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด ซึ่งสามารถวิเคราะห์จากรูปที่ 4.9 และรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.9 FTIR ของพอลิแล็กติกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลที่สัดส่วนต่างๆ

เซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด มีความสามารถในการทำอันตรกิริยาระหว่างกันได้แตกต่างกัน ได้แสดงจากรูปที่ 4.9 เซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดมีพีคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดปรากฏที่ประมาณ 3376 cm^{-1} คือพีคแสดงเอกลักษณ์ของการสั่นของพันธะ O-H ซึ่งสังเกตได้ว่า จากอัตราส่วนของพอลิแล็กติกแอซิดกับเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยน้ำหนักจนถึงอัตราส่วน 5:5 (PMFC5) จะเกิดพีคพันธะ O-H ขึ้น ซึ่งแสดงว่าอัตราส่วนนี้จะเหลือหมู่ไฮดรอกซิลของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดบางส่วนที่ไม่ทำอันตรกิริยากับพอลิแล็กติกแอซิด

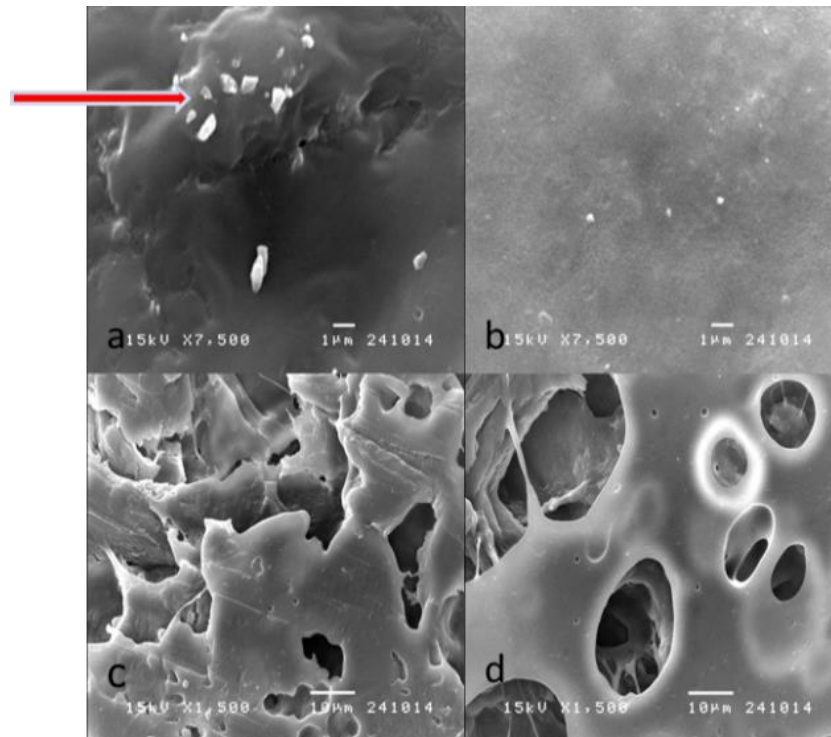


รูปที่ 4.10 FTIR ของพอลิแล็กติกแอซิด/เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดที่สัดส่วนต่างๆ

ส่วนรูปที่ 4.10 แสดงให้เห็นพีคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดปรากฏที่ประมาณ 3372 cm^{-1} ความชัดเจนของพีคน้อยกว่า เนื่องจากเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดเข้ากันได้ดีกับพอลิแล็กติกแอซิด เพราะหมู่แอซิเตดของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดมีโครงสร้างคล้ายกับหมู่เอสเทอร์ของพอลิแล็กติกแอซิด จึงส่งผลทำให้พอลิเมอร์ทั้งสองชนิดเกิดการเข้ากันได้ดี

4.2.4 วิเคราะห์สัณฐานวิทยา ขนาดอนุภาค และสมบัติทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวของชิ้นงาน พบว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลอิสระยังสามารถเห็นอนุภาคของเซลลูโลสไมโครไฟบริล ซึ่งมีลักษณะที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งเซลลูโลสไมโครไฟบริลมีการรวมตัวเป็นก้อน[18] (Agglomerate) ดังแสดงในรูปที่ 4.11a ส่วนเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด จะสังเกตว่าแทบจะไม่พบการรวมตัวกันของอนุภาคเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดและมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันดี เนื่องจากเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดมีความเข้ากันได้ดีกว่า เพราะเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดมีการกระจายตัวที่ดีกว่า ไม่รวมตัวกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.11b



รูปที่ 4.11 SEM ของ(a)เซลลูโลสไมโครไฟบริล,(b)เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสิตเตต,(c)เซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิด,(d)เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสิตเตต/พอลิแล็กติกแอซิด

ในขณะที่เซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสิตเตต/พอลิแล็กติกแอซิด จากรูปที่ 4.11c และ 4.11d ตามลำดับ เซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดมีความเข้ากันได้ดีโดยไม่มีการแยกตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสิตเตตที่บริเวณพื้นผิวและไม่มีการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน แต่ยังคงมีความใสไม่เทียบเท่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสิตเตต/พอลิแล็กติกแอซิดแสดงว่าพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอสิตเตตมีความเป็นไม่ชอบน้ำมากกว่าซึ่งทำให้เข้ากันได้ดีกับพอลิแล็กติกแอซิดที่มีลักษณะความไม่ชอบน้ำเช่นเดียวกันได้ดีกว่า

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการทำการเสริมแรงพอลิแล็กติกแอซิดด้วยการเติมเซลลูโลสไมโครไฟบริลโดยการปรับปรุงพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริล จากผลของการปรับปรุงพื้นผิวโดยการดัดแปรเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วยไวนิลแอซิดเตมอโนเมอร์ ผลของ FTIR แสดงให้เห็นถึงการเกิดหมู่แอซิดเตตเอสเทอร์ขึ้นสังเกตจากความยาวคลื่นที่ 1750 cm^{-1} และมีแนวโน้มที่จะเกิดหมู่แอซิดเตตเอสเทอร์เพิ่มขึ้นตามการเพิ่มอัตราส่วนของไวนิลแอซิดเตมอโนเมอร์ ส่วนผล SEM แสดงให้เห็นถึงเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่เกิดการรวมตัวเป็นเส้นใย แต่สารละลายเซลลูโลสที่มีการผสมแบ่งก่อนตกตะกอนจะได้เซลลูโลสไมโครไฟบริลในรูปเส้นใยที่มีความละเอียดมากกว่า มีลักษณะเป็นโครงร่างตาข่าย และผล OM แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงลักษณะความไม่ชอบน้ำที่เพิ่มขึ้น จากการบวมตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตในโทลูอีน จากผลของ XRD ทำให้ทราบว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลมีความเป็นอสัณฐานมากขึ้น เนื่องจากการเรียงตัวของสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสถูกขัดขวางด้วยโมเลกุลของแบ่ง จึงทำให้เซลลูโลสไมโครไฟบริลที่ได้มีความเป็นผลึกต่ำ และเมื่อเตรียมเป็นเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตพบว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตมีความเป็นอสัณฐานอย่างสมบูรณ์ ซึ่งแสดงว่าการเกิดปฏิกิริยาแอซิดทีเลชันไม่ได้เกิดเฉพาะที่บริเวณพื้นผิวเท่านั้นแต่ยังเกิดภายในโมเลกุลของเซลลูโลสไมโครไฟบริลด้วย ส่วนผลของ Swelling test แสดงให้เห็นอัตราการบวมน้ำที่เพิ่มขึ้นตามปริมาณของไวนิลแอซิดเตต ความสามารถในการบวมตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตเนื่องจากมีความเป็นอสัณฐานมากขึ้นส่งผลให้โมเลกุลน้ำสามารถแทรกสอดเข้าไปในโครงสร้างของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตได้ดีกว่าเมื่อเทียบเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่ยังไม่ผ่านการดัดแปร

จากผลการวิเคราะห์ทำให้สรุปได้ว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตมีความไม่ชอบน้ำเพิ่มขึ้น และมีความเป็นอสัณฐานเพิ่มขึ้นด้วย ทำให้คาดว่าสามารถเข้ากันได้ดีกับพอลิแล็กติกแอซิดโดยอาศัยหมู่แอซิดเตตเป็นตัวช่วยเพิ่มความสามารถให้เกิดการเข้ากันได้

เมื่อวิเคราะห์สมบัติต่างๆของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตตแล้วจึงทำการผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดแล้ววิเคราะห์สมบัติต่างๆได้ดังนี้ ผลการย้อมสีรีแอคทีฟที่สีจะย้อมติดได้ดีกับพอลิเมอร์มีความชอบน้ำสูง ซึ่งเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตต มีความไม่ชอบน้ำลดลง ทำให้การย้อมติดสีไม่ดีเมื่อเทียบกับเซลลูโลสไมโครไฟบริลที่ยังไม่ผ่านการดัดแปร ส่วนเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตต/พอลิแล็กติกแอซิดมีการย้อมติดสีได้ดี แต่เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิดเตต/พอลิแล็กติกแอซิดมีการย้อมติดสีทั่วถึงมากกว่าเนื่องจากเซลลูโลส

ไมโครไฟบริลแอซิเตดมีการกระจายตัวได้ดีในพอลิแล็กติกแอซิด ส่วนผล FTIR แสดงให้เห็นการเกิดพันธะไฮดรอกซิลของพอลิเมอร์ ซึ่งเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดมีพีคของพันธะไฮดรอกซิลที่ชัดเจนกว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด แสดงว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิดมีการกระจายตัวและเข้ากันได้ดีกว่า จากผล SEM จะสังเกตเห็นการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน (Agglomerate) อย่างชัดเจนจากเซลลูโลสไมโครไฟบริล ส่วนเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิดเข้ากันได้ดี ไม่เกิดการรวมตัวกันเป็นก้อน แต่เซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิดมีความใสมากกว่า ซึ่งแสดงว่าพื้นผิวของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดมีความเข้ากันได้ดีกับพอลิแล็กติกแอซิดได้ดี ส่วนผลของ TGA แสดงให้เห็นเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดเข้ากันได้ดีกับพอลิแล็กติกแอซิด และผล DSC มีเปรียบเทียบอัตราส่วนของPMFC5และPMMFC5 จะเห็นว่ามี การเปลี่ยนแปลงค่า Tg ซึ่งเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิดมีค่า Tg ลดลงมากกว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริล/พอลิแล็กติกแอซิดเล็กน้อย ซึ่งแสดงว่าเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิดเกิดอันตรกิริยาต่อกัน ส่งผลค่าTg ของพอลิแล็กติกแอซิดเปลี่ยนตำแหน่งไป และค่าTg ที่ลดลงแสดงว่าพอลิเมอร์ผสมมีความยืดหยุ่นตัวดีขึ้น จากการวิเคราะห์ทำให้สามารถสรุปได้ว่าการเสริมแรงพอลิแล็กติกแอซิดด้วยการเติมเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดที่ทำการปรับปรุงพื้นผิวด้วยการทำปฏิกิริยาเอซิติเลชัน สามารถเป็นพอลิเมอร์ผสมที่เข้ากันได้ดี

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 5.2.1 ศึกษาสมบัติเชิงกลของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด
- 5.2.2 ศึกษาการขึ้นรูปของเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตด/พอลิแล็กติกแอซิด
- 5.2.3 ศึกษาการเสริมแรงด้วยเซลลูโลสไมโครไฟบริลแอซิเตดกับพอลิเมอร์ทางธรรมชาติชนิด

อื่นๆ

รายการอ้างอิง

1. Nampoothiri, K.M., R.N. Nair, and R.P. John, *An overview of the recent developments in polylactide (PLA) research*. Bioresource Technology, 2010. 101: p. 8493-8501.
2. Yu, L., *Biodegradable Polymer Blends and Composites from Renewable Resources*. 2009, New Jersey, USA: John Wiley & Sons.
3. Ren, J., *Biodegradable poly(lactic acid): synthesis, modification, processing and Application*. Lactic acid. 2010, Beijing: Tsinghua University Press.
4. Gupta, A.P. and V. Kurma, *New emerging trends in synthetic biodegradable polymers-Polylactide: A critique*. European polymer journal, 2007. **43**: p. 4053-4074.
5. Lasprilla, A.J.R., et al. *Synthesis and Characterization of Poly (Lactic Acid) for Use in Biomedical Field*. 2011. University city "Zeferino Vaz".
6. Belgacem, M.N. and A. Gandini, *Monomers, Polymers and Composites from Renewable Resources*, ed. 1. 2008, Amsterdam, Netherlands: Elsevier.
7. Jiang, L. and J. Zhang, *Biodegradable and biobased polymer*, in *Applied plastic engineering handbook*. 2012, Elsevier Inc: USA. p. 149-150.
8. Sodergard, A. and M. Stolt, *Properties of lactic acid based polymers and correlation with composition*. Progress in polymer science, 2002. **27**: p. 1123-1163.
9. Anderson, K.S., K.M. Schrek, and E.M.A. Hillmyer, *Toughening polylactide*. Polymer reviews 2008. **48**: p. 85-108.
10. Kalia, S., et al., *Nanofibrillated cellulose: surface modification and potential applications*. Colloid and Polymer Science 2013. **209**(1): p. 5-13.
11. Zhang, J., H. Song, and L. Lin, *Microfibrillated cellulose from bamboo pulp and its properties*. Biomass and Bioenergy, 2012. **39**: p. 78-83.
12. Iwatake, A., M. Nogi, and H. Yano, *Cellulose nanofiber-reinforced polylactic acid*. Composites Science and Technology, 2008. **68**: p. 2103-2106.

13. Cetin, N.S., S. Tingaut, and N. Henry, *Acetylation of Cellulose Nanowhiskers with Vinyl Acetate under Moderate Conditions*. *Macromolecular Bioscience*, 2009. **9**: p. 997–1003.
14. Nakagaito, A., et al., *Production of microfibrillated cellulose (MFC)-reinforced polylactic acid (PLA) nanocomposites from sheets obtained by a papemaking-like process*. *Composites Science and Technology* 2009. **69**: p. 1293-1297.
15. Bulota, M., et al., *Acetylated microfibrillated cellulose as a toughening agent in poly(lactic acid)*. *Journal of Applied Polymer Science*, 2012. **126**(S1): p. E449-E458.
16. Lu, J., T. Wang, and L.T. Drzal, *Preparation and properties of microfibrillated cellulose polyvinyl alcohol composite materials*. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2008. **39**(5): p. 738-746.
17. Gao, J., et al. *Effect of homopolymer poly(vinyl acetate) on compatibility and mechanical properties of poly(propylene carbonate)/poly(lactic acid) blends*. 2012.
18. Pracella, M., et al. *Preparation and characterization of PLA nanocomposites with nanocellulose filled PVAc*. in *ECCM15 - 15TH European conference on composite materials*. 2012. Venice, Italy.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวนิยวัน กิจวรวุฒิ เกิดเมื่อวันที่ 20 มิถุนายน พ.ศ. 2532 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2554 หลังจากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

การเสนอผลงานวิจัยดังนี้

Proceeding (International) Kitvorawuth, N., and Srikulkit, K. Preparation of Microfibrillated Cellulose Acetate From Bagasse. The IUPAC World Polymer Congress MACRO 2014, p. 67, 6-11 July 2014, Chiang Mai International Convention and Exhibition Center (CNICE), Chiang Mai, Thailand.