HYDROPHOBIC-MODIFIED CELLULOSE FIBERS AND CELLULOSE MICROFIBRILS AS REINFORCEMENT FOR BIOCOMPOSITES

Ms. Wilailak Chanklin

A Thesis Submitted in Partial Fulfilment of the Requirements

for the Degree of Master Science

The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University

in Acadamic Partnership with

The University of Michigan, The University of Oklahoma,

Case Western Reserve University and Institut Français du Pétrole

2009

Thesis Title:	Hydrophobic–Modified Cellulose Fibers and Cellulose Microfibrils as Reinforcement for Biocomposites
By:	Wilailak Chanklin
Program:	Petrochemical Technology
Thesis Advisors:	Assoc.Prof. Thirasak Rirksomboon
	Prof. Huining Xiao
	Prof. Frank R. Steward

Accepted by the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, in partial fulfillment of the requirements for the Degree of Master of Science.

..... College Dean

(Asst. Prof. Pomthong Malakul)

Thesis Committee:

.....

(Assoc. Prof. Thirasak Rirksomboon)

.....

(Prof. Huining Xiao)

.....

(Prof. Frank R. Steward)

.....

(Asst. Prof. Boonyarach Kitiyanan)

.....

(Dr. Boonrod Sajjakulnukit)

ABSRACT

5071035063: PETROCHEMICAL TECHNOLOGY PROGRAM

Wilailak Chanklin: Hydrophobic–Modified Cellulose Fibers and Cellulose Microfibrils as Reinforcement for Biocomposites.

Thesis Advisors: Prof. Huining Xiao, Assoc. Prof. Thirasak Rirksomboon, 126 pp

Keywords: Cellulose Fibers, TDI, Octadecanol, Biocomposites

The hydrophobic modification of sulfite cellulose fiber (CF) and cellulose microfibril (CMF) was conducted by grafting 1–Octadecanol (18OH) on the surfaces via covalent coupling agent, Tolylene 2,4–diisocyanate (TDI), which induced the isocyanate functionality onto the fibers surface. The grafting of 18OH onto cellulose fibers was confirmed by FTIR spectra with a peak that present a decreasing of the O–H bond of the grafted fibers. The thermogravimetric analysis (TGA) indicates the amount of grafting yield which is 4.38% and 5.79% for CF-g-TDI/18OH and CMF-g-TDI/18OH, respectively. Moreover, the surface morphology and hydrophobicity of the grafted fibers and the PP–based composites were investigated by scanning electron microscopy (SEM) and static contact angle measurement which resulting in the improvement of the interfacial interaction between cellulose fibers and PP matrix.

บทคัดย่อ

วิไลลักษณ์ จันทร์กลิ่น: วัสดุผสมชีวภาพจากการเปลี่ยนแปลงเส้นใยเซลลูโลส (CF) และเส้นใยเซลลูโลสขนาดเล็ก (CMF) โดยการเสริมแรงด้วยสารที่มีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic-Modified Cellulose Fibers and Cellulose Microfibrils as Reinforcement for Biocomposites) อ. ที่ปรึกษา : ดร.ฮุยหนิง เฉียว และ ผศ.ดร. ธีรศักดิ์ ฤกษ์สมบูรณ์ 126 หน้า

การเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติความไม่ชอบน้ำของเส้นใยเซลลูโลสและเส้นใยเซลลูโลสขนาดเล็กด้วยการกราฟต์สเตียริกแอลกอฮอล์บนผิวของเส้นใย โดยมีทีดีไอเป็นสารเชื่อมในปฏิกิริยาการกราฟต์ เนื่องจากทีดีไอเป็นสารที่มีหมู่ไอโซไซยาเนตซึ่งทำปฏิกิริยาเคมีกับหมู่ไฮดรอกซิลได้ดี เส้นใยที่กราฟต์แล้วถูกพิสูจน์ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์สารด้วยอินฟราเรด พบว่า ค่าสัดส่วนการดูดซับของคลื่นอินฟราเรดของหมู่แอลกอฮอล์นั้นลดลง แสดงให้เห็นว่า การเกิดปฏิกิริยาการกราฟต์ระหว่างเส้นใยและสเตียริกแอลกอฮอล์โดยมีทีดีไอเป็นสารเชื่อมนั้นสามารถพัฒนาความไม่ชอบน้ำของเส้นใยได้ในขณะที่เครื่องมือการวัดน้ำหนักโดยใช้ความร้อนได้แสดงผลผลิตจากการกราฟต์ที่ร้อยละ 4.38 และ 5.79 สำหรับเส้นใยเซลลูโลสและเส้นใยเซลลูโลสขนาดเล็ก นอกจากนั้น ผลการทดสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวของเส้นใยและวัสดุผสมโพลีโพรพิลีนชีวภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็คตรอนแบบส่องกราด พบว่าแรงยึดเหนี่ยวพันธะระหว่างเส้นใยและโพลีโพรพิลีนดีขึ้น สืบเนื่องมาจากการกราฟต์ของสเตียริกแอลกอฮอล์ ในขณะที่ค่าความไม่ชอบน้ำของวัสดุผสมมีค่ามากขึ้น จากการทดสอบด้วยการวัดมุมสัมผัสของวัสดุผสมที่กราฟต์ด้วยสเตียริกแอลกอฮอล์ พบว่า องศาความสัมผัสเพิ่มขึ้นจาก 0 องศาเป็น 136 และ 111 องศา สำหรับเส้นใยเซลลูโลสและเส้นใยเซลลูโลสขนาดเล็กตามลำดับ นั่นคือแรงยึดเหนี่ยวระหว่างพื้นผิวของเส้นใยและโพรลีโพพิลีนนั้นพัฒนาขึ้น

ACKNOWLEDGEMENTS

This thesis work is funded by the Petroleum and Petrochemical College, and the National Center of Excellence for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Thailand.

I would like to thank Dr. Huining Xiao (my supervisor) who has given me a great opportunity to study at the University of New Brunswick, Canada. With his guidance and suggestions during the course of my research, I completed my work successfully.

I also would like to thank Mr. Shuzhao Li (my lovely friend in the group) who has given me a useful and helpful supports. My experiment would not have been done without him.

Thanks to the colleagues in my group for creating a good environmental work and making my work here a lot easier. Our interesting discussions on the various topics were being the good times and beneficial for me.

I am also thankful for being the student and resident under supervisions of Dr. Frank R. Steward (and Jacky) who have helped and taken care of me during my stay in Canada. I had a truly great time with him to discuss in many topics especially about snowing.

I would like to thank Dr. Susan Belfry, Dr. Louise Weaver, Mr. Steven Cogswell, Dr. Qing Lin Huang and Dr. Samiel for their technical supports in SEM, TEM, Light Microscope, TGA, BET, FTIR characterizations. I have received the significant results from their helped.

Special thanks to P'Naid, P'Pit, P'Kate , R'Suporn, R'Justin and all Thai students for their kindness. I have valuable experiences from their friendships. I will never forget our times in every events, trips and parties.

Finally, I would like to thank my family in Thailand for their love and encourage, and for being my honorable consultant. I could not make my life easier without your support. I would like to express my deepest gratitude to you.

TABLE OF CONTENTS

CHAPTER **PAGE**

CHAPTER **PAGE**

LIST OF TABLES

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

FIGURE **PAGE**

ABBREVIATIONS

18OH	1–Octadecanol
CF	Cellulose Fiber
CMF	Cellulose Microfibril
DSC	Differential Scanning Calorimetry
EP	Epichlorohydrin
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
PP	Polypropylene
SEM	Scanning Electron Microscopy
TDI	Tolylene 2,4–diisocyanate (TDI)
TGA	Thermogravimetric Analysis