เซลลูโลสแอโรเจลเตรียมจากเศษเส้นใยฝ้ายโดยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน

นางสาวพิมพ์ชนก เอี่ยมวิถีวนิช

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
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2558

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Cellulose Aerogel Prepared from Cotton Fiber Waste by Freeze/Thaw Cycles

Miss Pimchanok Ieamviteevanich

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Petrochemistry and Polymer Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2015
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	เซลลูโลสแอโรเจลเตรียมจากเศษเส้นใยฝ้ายโดยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน
โดย	นางสาวพิมพ์ชนก เอี่ยมวิถีวนิช
สาขาวิชา	ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.กาวี ศรีกูลกิจ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(รองศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

....ประธานกรรมการ

(ศาสตราจารย์ ดร.ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ)

....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(รองศาสตราจารย์ ดร.กาวี ศรีกูลกิจ)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

....กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อมราวรรณ อินทศิริ)

....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปิยะพร คามภีรภาพพันธ์)

พิมพ์ชนก เอี่ยมวิถีวนิช : เซลลูโลสแอโรเจลเตรียมจากเศษเส้นใยฝ้ายโดยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (Cellulose Aerogel Prepared from Cotton Fiber Waste by Freeze/Thaw Cycles) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. ดร.กาวี ศรีกูลกิจ, 83 หน้า.

โดยปกติแล้วการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลทำได้โดยอาศัยเทคนิคที่ซับซ้อนประกอบด้วยการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งและการทำแห้งด้วยของไหลวิกฤตยิ่งยวด ซึ่งจำเป็นต้องอุปกรณ์ราคาแพงและมีอัตราการผลิตต่ำ นอกจากนี้เซลลูโลสแอโรเจลยังมีสมบัติเชิงกลค่อนข้างต่ำ ซึ่งเป็นข้อจำกัดในการนำไปใช้งาน ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลที่มีขนาดของรูพรุนที่หลากหลายตั้งแต่ นาโนเมตร ถึง ไมโครเมตร โดยใช้วัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน เริ่มจากการนำเศษผ้าฝ้ายที่ผ่านการตัดสายโซ่ด้วยกรดไฮโดรคลอริกไปละลายในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย จากนั้นทำการขึ้นรูปสารละลายเซลลูโลสในแม่พิมพ์อะคริลิกและทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องจนได้เซลลูโลส-เจล ทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายกับน้ำหลายๆรอบ เพื่อให้ได้เซลลูโลสไฮโดรเจล จากนั้นจึงนำเซลลูโลสไฮโดรเจลไปปรับสภาพด้วยกลีเซอรอลเป็นเวลาหลายชั่วโมงก่อนที่จะนำไปทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน สุดท้ายได้เซลลูโลสแอโรเจลที่มีรูพรุนขนาดต่างๆ ในการทดลองนี้พบว่า ความเข้มข้นของสารละลายเซลลูโลส ความเข้มข้นของกลีเซอรอล เวลาของการแช่เยือกแข็ง และจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกันมีบทบาทสำคัญในการควบคุมการหดตัวและความพรุนของเซลลูโลสแอโรเจล

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

สาขาวิชา ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ ลายมือชื่อนิสิต ....

ปีการศึกษา 2558 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก ....

5672255523 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE
KEYWORDS: CELLULOSE / CELLULOSE AEROGEL / FREEZE/THAW CYCLES / COTTON

PIMCHANOK IEAMVITEEVANICH: Cellulose Aerogel Prepared from Cotton Fiber Waste by Freeze/Thaw Cycles. ADVISOR: ASSOC. PROF. KAWEE SRIKULKIT, Ph.D., 83 pp.

Typically, the preparation of cellulose aerogel is achieved using sophisticated techniques including freeze-drying as well as supercritical drying process which are involved with expensive equipment, albeit at low output. In addition, disadvantageous mechanical properties of cellulose aerogel limit applications. In this work, we fabricated cellulose aerogel having a variety of pore sizes ranging from nanometer to micrometer using multiple freeze/thaw cycles method. Firstly, HCl depolymerized cotton fabric waste was dissolved by NaOH/Urea system. Then, cellulose solution was cast onto acrylic mold and thawed to room temperature to obtain cellulose wet gel. Solvent exchange with water was repeatedly carried out to obtain cellulose hydrogel. Thus obtained cellulose hydrogel was treated with glycerol solution for several hours prior to freeze/thaw cycles. Finally, cellulose aerogel with a variety of porosity was achieved. It was found that the concentration of cellulose solution, concentration of glycerol, time of freezing and amount of freeze/thaw cycles played an important role in controlling shrinkage ability and porosity of cellulose aerogel.

Field of Study:	Petrochemistry and Polymer Science	Student's Signature	....
		Advisor's Signature	....
Academic Year:	2015		

CHULALONGKORN UNIVERSITY

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งใจไว้อย่างสมบูรณ์นั้น เนื่องจากการได้รับคำแนะนำด้านวิชาการ และความเอื้อเฟื้อด้านเครื่องมือ อีกทั้งยังได้รับความช่วยเหลือและการแนะแนวทางในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิในด้านต่างๆ เป็นอย่างดี ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบคุณบุคคลและหน่วยงานที่เกี่ยวข้อง ซึ่งมีรายนามดังต่อไปนี้

1. รศ.ดร.กาวี ศรีกูลกิจ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ได้ให้คำแนะนำและแก้ไขปัญหาในการทำวิทยานิพนธ์และการทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

2. ศ.ดร.ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ ที่สละเวลามาเป็นประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

3. ผศ.ดร.อมราวรรณ อินทศิริ และ ผศ.ดร.ปิยะพร คามภีรภาพพันธ์ ที่สละเวลามาเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำและตรวจสอบการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

4. บริษัท ราชาอูชิโน จำกัด ที่อนุเคราะห์เศษผ้าฝ้าย วัสดุตั้งต้นในการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจล

5. ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

6. หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา รุ่นพี่ เพื่อน และรุ่นน้องจากทั้งสาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ และภาควิชาวัสดุศาสตร์ที่ให้การสนันสนุนและกำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์จนสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี อีกทั้งอาจารย์ทุกท่านที่ช่วยให้ความรู้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย....................ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.................... จ
กิตติกรรมประกาศ.................... ฉ
สารบัญ.................... ช
สารบัญตาราง....................ฎ
สารบัญรูป ....ฑ
บทที่ 1 บทนำ 1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ 1
1.2 วัตถุประสงค์ 2
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.................... 2
บทที่ 2 วารสารปริทรรศน์.................... 3
2.1 เซลลูโลส (Cellulose).................... 3
2.1.1 สมบัติต่างๆของเซลลูโลสในธรรมชาติ.................... 4
2.1.2 โครงสร้างทางกายภาพ.................... 5
2.1.2.1 โครงสร้างเส้นใยของเซลลูโลส 6
2.1.2.2 โครงสร้างผลึก.................... 6
2.1.2.3 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส.................... 6
2.1.2.4 มอนอเมอร์ยูนิทของเซลลูโลส.................... 7
2.1.2.5 พันธะไฮโดรเจน.................... 8
2.1.2.6 สมบัติการกระจายตัวของเซลลูโลส.................... 9
2.1.2.7 สมบัติทางกายภาพ.................... 10
2.2 จุลผลึกเซลลูโลส (Microcrystalline Cellulose) 11

หน้า

2.3 ฝ้าย (Cotton).......... 14
2.3.1 โครงสร้างทางกายภาพ 16
2.3.2 โครงสร้างทางเคมี 18
2.3.3 สมบัติทางกายภาพ 19
2.3.4 สมบัติทางเคมี 20
2.3.5 การใช้งาน 21
2.4 แอโรเจล (Aerogel) 22
2.5 เซลลูโลสแอโรเจล (Cellulose Aerogel) 27
2.5.1 การเตรียมเซลลูโลสแอโรเจล 28
2.5.1.1 การละลายเซลลูโลส 28
2.5.1.2 การขึ้นรูป 29
2.5.1.3 การแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย (Solvent Exchange) 29
2.5.1.4 กระบวนการกำจัดของเหลวใน ไฮโดรเจล 30
2.6 การละลายเซลลูโลสในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย 31
2.6.1 กลไกการละลายเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำ 32
2.6.2 สมบัติของสารละลายเซลลูโลสที่ละลายที่อุณหภูมิต่ำ 35
2.7 วัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (Freeze/Thaw Cycles) 35
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 35
บทที่ 3 วิธีการทดลอง 38
3.1. วัสดุและสารเคมี 38
3.2. อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้เตรียมเซลลูโลสแอโรเจล 39
3.3. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ 39
3.4. ขอบเขตการทดลอง 39

หน้า

3.4.1 การเตรียมไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสจากเศษผ้าฝ้ายเหลือทิ้ง 39
3.4.2 การเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลด้วยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน 40
3.4.3 การทดสอบสมบัติของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมได้ 41
3.4.3.1 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) 41
3.4.3.2 การตรวจสอบค่าการหดตัวของชิ้นงาน 42
3.4.3.3 การตรวจสอบความหนาแน่นของชิ้นงาน 42
3.4.3.4 ตรวจสอบสมบัติเชิงกลด้วยเทคนิคการกดอัด (Compression Test) 42
3.4.3.5 วิเคราะห์สมบัติการดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจล 43
3.4.3.6 วิเคราะห์สมบัติความเป็นฉนวนทางความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล 44
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผล 47
4.1 การเตรียมไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสจากเศษผ้าฝ้าย 47
4.2 กลไกการเกิดรูพรุนของเซลลูโลสแอโรเจล 48
4.3 อิทธิพลที่มีผลต่อโครงสร้างของรูพรุน 49
4.3.1 ผลของจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน 49
4.3.2 ผลของเวลาที่ใช้ในการแช่เยือกแข็ง 51
4.3.3 ผลของความเข้มข้นของเซลลูโลส 52
4.3.4 ผลของการปรับสภาพด้วยกลีเซอรอล 52
4.4 อิทธิพลที่มีผลต่อการหดตัวของเซลลูโลสแอโรเจล 53
4.4.1 ผลของจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน 54
4.4.2 ผลของการปรับสภาพด้วยกลีเซอรอล 54
4.5 การทดสอบสมบัติของเซลลูโลสแอโรเจล 55
4.5.1 การทดสอบสมบัติเชิงกล 55

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

หน้า

4.5.2 การทดสอบการดูดซับเสียง 57

4.4.3 การทดสอบสภาพการนำความร้อน 59

บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ 61

5.1 สรุปผลการวิจัย 61

5.2 ข้อเสนอแนะ 62

รายการอ้างอิง 63

ภาคผนวก ก. สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจล 68

ภาคผนวก ข. ปริมาณการหดตัวและค่าความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจล 72

ภาคผนวก ค. ตัวอย่างการคำนวณหาค่าการนำความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล 82

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ 83

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของเซลลูโลส.......... 11

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางเคมีและกายภาพของจุลผลึกเซลลูโลส 13

ตารางที่ 2.3 ระดับการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชั่นของเส้นใยจากธรรมชาติและรีเจนเนอร์เรต-ไฟเบอร์ 14

ตารางที่ 2.4 ส่วนประกอบของเส้นใยฝ้ายดิบ.......... 21

ตารางที่ 4.1 อิทธิพลของจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันที่ส่งผลต่อปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจล.......... 54

ตารางที่ 4.2 อิทธิพลของความเข้มข้นกลีเซอรอลต่อปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจล.......... 55

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าการนำความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่ความเข้มข้นต่างๆ 60

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการนำความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันที่ต่างกัน 60

ตารางที่ ข.1 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 72

ตารางที่ ข.2 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 72

ตารางที่ ข.3 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 73

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

หน้า

ตารางที่ ข.4 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 73

ตารางที่ ข.5 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 74

ตารางที่ ข.6 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 74

ตารางที่ ข.7 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 75

ตารางที่ ข.8 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 75

ตารางที่ ข.9 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 76

ตารางที่ ข.10 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 76

ตารางที่ ข.11 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลาย เซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 77

ตารางที่ ข.12 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง) 77

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

หน้า

ตารางที่ ข.13 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง)........ 78

ตารางที่ ข.14 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง)........ 78

ตารางที่ ข.15 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง)........ 79

ตารางที่ ข.16 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง)........ 79

ตารางที่ ข.17 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 3 ชั่วโมง)........ 80

ตารางที่ ข.18 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 3 ชั่วโมง)........ 80

ตารางที่ ข.19 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 3 ชั่วโมง)........ 81

ตารางที่ ข.20 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 3 ชั่วโมง)........ 81

ตารางที่ ค.1 ข้อมูลที่ได้จากการทดสอบการค่าการนำความร้อน........ 82

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส 4

รูปที่ 2.2 เซลโลไบโอส ยูนิท ที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะ β-1,4-glycosidic 5

รูปที่ 2.3 สูตรโครงสร้างแบบ Fischer และ Haworth ของน้ำตาล D-glucose 7

รูปที่ 2.4 โครงสร้างของหน่วยซ้ำเซลโลไบโอส 7

รูปที่ 2.5 พันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลของเซลลูโลส I หรือ เนทีฟเซลลูโลส 8

รูปที่ 2.6 ดอกฝ้าย 15

รูปที่ 2.7 โครงสร้างทางกายภาพของเส้นฝ้าย(ก.) ตามภาคตัดขวางและ (ข.) ตามความยาว 17

รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางกายภาพของเส้นใยฝ้าย 17

รูปที่ 2.9 เส้นใยฝ้ายดิบจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด 18

รูปที่ 2.10 โครงสร้างทางเคมีของโมเลกุลเซลลูโลส 18

รูปที่ 2.11 แอโรเจล 22

รูปที่ 2.12 จำนวนงานเกี่ยวกับแอโรเจลที่ถูกตีพิมพ์ในแต่ละปีที่ผ่านมา 23

รูปที่ 2.13 โลหะออกไซด์แอโรเจล(Metal oxide aerogel) 25

รูปที่ 2.14 รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์แอโรเจล 26

รูปที่ 2.15เซลลูโลสแอโรเจล 27

รูปที่ 2.16 หลักการแพร่ของสาร 30

รูปที่ 2.17 แผนภาพระหว่างความดันและอุณหภูมิที่ทำให้เกิดของไหลวิกฤติยิ่งยวด 31

รูปที่ 2.18 ผลการวิเคราะห์จาก FT-IR ของน้ำ (a.) และ สารละลาย 7 wt% NaOH / 12 wt% Urea (b.) ที่อุณหภูมิต่างๆ 34

รูปที่ 2.19 ภาพ TEM (ซ้าย) และภาพจำลองโครงสร้างอินคลูชั่น (ขวา) ของเซลลูโลสในตัวทำละลายอัลคาไลน์/ยูเรีย 34

หน้า

รูปที่ 3.1 เครื่อง SEM ของ JEOL รุ่น JSM-6400 41
รูปที่ 3.2 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล Universal Testing Machine รุ่น Instron 5843 43
รูปที่ 3.3 การทำการทดสอบการดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจล 43
รูปที่ 3.4 การทดสอบการดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจล 44
รูปที่ 3.5 ลักษณะการทำการทดสอบความเป็นฉนวนความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล 44
รูปที่ 3.6 การทดสอบความเป็นฉนวนทางความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล 45
รูปที่ 4.1 กลไกการเปลี่ยนรูปของเซลลูโลสไปเป็นไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส 48
รูปที่ 4.2 ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสที่เตรียมได้ 48
รูปที่ 4.3 กลไกการเกิดรูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจล 49
รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน 0 (ก.), 1 (ข.), 2 (ค.), 3 (ง.), 4 (จ.) และ 5 (ฉ.) รอบ 50
รูปที่ 4.5 ภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่ใช้เวลาในการแช่เยือกแข็ง (freezed) เป็นเวลา 1 (ก.), 2 (ข.) และ 3 (ค.) ชั่วโมง 51
รูปที่ 4.6 ภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 (ก.), 6 (ข.) และ 7 (ค.) ชั่วโมง 52
รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายและภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอล ความเข้มข้นร้อยละ 0 (ก.), 10 (ข.), 20 (ค.) และ 30 (ง.) 53
รูปที่ 4.8 กราฟระหว่างความเค้นและความเครียดของการกด (Compression stress-strain curves) ของเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นต่างกัน 56
รูปที่ 4.9 กราฟระหว่างความเค้นและความเครียดของการกด (compression stress-strain curves) ของเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายต่างกัน 57
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความดังของเสียงและระยะห่างที่ทำการวัดค่าความดังของเสียงของเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นต่างๆ 58

หน้า

รูปที่ 4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความดังของเสียงและระยะห่างที่ทำการวัดค่าความดังของเสียงของเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันต่างกัน............ 59

รูปที่ ก.1 ภาพสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (ก.), 10 (ข.), 20 (ค.) และ 30 (ค.) โดยปริมาตร และสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน 3 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง).. 68

รูปที่ ก.2 ภาพสัณฐานของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (ก.), 10 (ข.), 20 (ค.) และ 30 (ค.) โดยปริมาตร และสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน 3 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง)... 69

รูปที่ ก.3 ภาพสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร และสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน 0 (ก.), 1 (ข.), 2 (ค.), 3 (ง.), 4 (จ.) และ 5 (ฉ.) รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง) 70

รูปที่ ก.4 ภาพสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 โดยปริมาตร ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร และสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน 0 (ก.), 1 (ข.), 2 (ค.), 3 (ง.), 4 (จ.) และ 5 (ฉ.) รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง) 71

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

แอโรเจล (aerogel) เป็นวัสดุของแข็งที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนสูง ซึ่งเกิดจากการที่อากาศเข้าไปแทนที่ของเหลวภายในไฮโดรเจล [1] ส่งผลให้แอโรเจลมีความหนาแน่นต่ำ มีน้ำหนักเบา มีพื้นที่ผิวสัมผัสสูง และนำความร้อนได้ต่ำ จึงถูกนำไปใช้งานได้หลากหลาย เช่น เป็นฉนวนความร้อน วัสดุดักจับอนุภาค วัสดุคัดกรองอนุภาค และวัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst supports) [2] แอโรเจลสามารถเตรียมได้ทั้งจากสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ โดยทั่วไปแล้วแอโรเจลที่รู้จักกันดีคือแอโรเจลที่เตรียมจากซิลิกาซึ่งเป็นสารอนินทรีย์ และในส่วนของแอโรเจลที่ได้จากสารอินทรีย์ที่รู้จักกันดีคือแอโรเจลที่เตรียมจากสารรีซอซินอลกับสารฟอร์มัลดีไฮด์ อนุพันธ์ของสารรีซอซินอลและสารฟอร์มัลดีไฮด์ คาร์บอน และเซลลูโลส [3] แต่ในช่วงสิบกว่าปีที่ผ่านมา การเตรียมแอโรเจลจากเซลลูโลสค่อนข้างได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากเซลลูโลสเป็นไบโอพอลิเมอร์ (biopolymer) ที่มีอยู่มากมายหลายชนิดบนโลก มีอยู่ทั้งในเนื้อไม้ ฝ้าย ฟางข้าวและพืชหลายชนิด อีกทั้งเซลลูโลสยังมีสมบัติที่น่าสนใจคือสามารถย่อยสลายได้ (degradability) สามารถนำมาใช้ได้อย่างไม่จำกัด (renewability) มีความแข็งแรงสูง ความหนาแน่นต่ำ และมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพสูง (biocompatibility) แต่โดยทั่วไปแล้วเซลลูโลสละลายในน้ำหรือในตัวทำละลายทั่วไปได้ยาก เนื่องจากเซลลูโลสมีพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) แบบร่างแหทั้งภายในโมเลกุลและระหว่างโมเลกุลที่มีความแข็งแรงสูง ความยาวของสายโซ่โมเลกุลสูง (high degree of polymerization) และมีความเป็นผลึกสูง [4-5] แต่เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการค้นพบตัวทำละลายที่สามารถละลายเซลลูโลสได้โดยตรงเช่น ลิเทียมคลอไรด์/ไดเมทิลแอเซตาไมด์ เอ็น-เมทิลมอร์โฟลีน-เอ็น-ออกไซด์ (NMMO) ไอออนิก-ลิควิด โซเดียมไฮดรอกไซด์/พอลิเอทิลีนไกลคอล และอัลคาไลน์ ไฮดรอกไซด์/ยูเรีย เป็นต้น ทำให้มีการนำเซลลูโลสไปใช้ประโยชน์และพัฒนารูปแบบการนำไปใช้งานมากขึ้นโดยเฉพาะเซลลูโลสแอโรเจล [1-3, 6] ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะนำเศษผ้าฝ้ายใช้แล้ว ซึ่งเป็นของเหลือทิ้งในอุตสาหกรรมสิ่งทอมาใช้ในการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจล และเนื่องจากเศษเส้นใยฝ้ายมีเซลลูโลสอยู่ร้อยละ 94 แต่ไม่สามารถละลายได้ในระบบที่กล่าวมาในข้างต้น เนื่องจากความยาวของสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสสูงมากจึงทำให้การทำการละลายด้วยตัวทำละลายดังกล่าวเป็นไปได้ยาก จำเป็นต้องนำเศษผ้าฝ้ายมาทำการตัดสายโซ่โมเลกุลให้สั้นลงด้วยกรดไฮโดรคลอริก เซลลูโลสที่ผ่านการย่อยด้วยกรดไฮโดรคลอริกจะอยู่ในรูปของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส (cellulose microcrystalline) ซึ่งสามารถละลายได้ในระบบตัวทำละลายได้ง่าย ในงานวิจัยนี้เลือกใช้ตัวทำ

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ผสมยูเรีย เนื่องจากตัวทำละลายในระบบนี้สามารถละลายเซลลูโลสได้ที่อุณหภูมิต่ำ ละลายเซลลูโลสที่มีความเป็นผลึกได้ อีกทั้งยังมีราคาถูกและไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม [7]

เซลลูโลสแอโรเจลได้รับความสนใจอย่างมากในการนำไปใช้งานทางด้านวัสดุดูดซับ (adsorbent) วัสดุฉนวน (ความร้อนและเสียง) และทางด้านวิศวกรรมเนื้อเยื่อ (tissue engineering) [1-3, 5] ในการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลโดยทั่วไปมีขั้นตอนดังนี้ ขั้นแรกนำเอาเซลลูโลสไปกระจายตัวในตัวทำละลาย แล้วนำไปทำปฏิกิริยาในสภาวะที่เหมาะสมต่อการทำละลายของตัวทำละลายแต่ละชนิด เมื่อได้สารละลายเซลลูโลส จากนั้นนำสารละลายเซลลูโลสไปขึ้นรูปในแม่แบบที่เตรียมไว้ แล้วทำการรีเจนเนอเรตเซลลูโลสพร้อมกับทำการกำจัดตัวทำละลายโดยการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายด้วยน้ำ สุดท้ายกำจัดน้ำออกจากไฮโดรเจลด้วยเทคนิคการทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็ง (freeze drying) หรือการทำให้แห้งแบบวิกฤตยิ่งยวด (supercritical drying) ด้วยสารคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ที่อยู่ในรูปของของเหลว

จากที่กล่าวมาในข้างต้น ขอบเขตของโครงการวิจัยนี้คือเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลที่มีรูพรุนขนาดต่างๆ ด้วยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน วัตถุดิบที่นำมาใช้คือเศษผ้าฝ้ายเหลือทิ้ง แช่เศษผ้าฝ้ายด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเพื่อตัดสายโซ่โมเลกุลเซลลูโลสจนได้เป็นไมโครคริสตัลลีน-เซลลูโลส นำไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสมาละลายในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรียที่อุณหภูมิ -18 องศาเซลเซียส จากนั้นนำสารละลายออกมาเทลงในแม่แบบ ปล่อยให้เปลี่ยนสภาพจากสารละลายไปเป็นเจลแข็ง แล้วทำการรีเจเนอเรตเซลลูโลสและทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายโดยใช้น้ำเป็นตัวแลกเปลี่ยนจนกระทั่งกำจัดโซเดียมไฮดรอกไซด์และยูเรียออกอย่างสมบูรณ์ แล้วจึงนำไฮโดรเจล (hydrogel) ไปทำให้แห้งด้วยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกันเพื่อสร้างโครงสร้างรูพรุนถาวร ขนาดของรูพรุนที่ได้จะสัมพันธ์กับจำนวนรอบของวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน และเมื่อได้เซลลูโลสแอโรเจลที่มีรูพรุนขนาดต่างๆแล้วจึงนำไปวิเคราะห์และทดสอบสมบัติต่างๆ ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์

1. เตรียมเซลลูโลสแอโรเจลจากเศษผ้าฝ้ายใช้แล้วด้วยเทคนิควัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน
2. ศึกษาขนาดของรูพรุน และความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมได้
3. ศึกษาสมบัติเชิงกล สมบัติการนำความร้อน และสมบัติการดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมได้

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้เซลลูโลสแอโรเจลที่มีความเป็นรูพรุนสูงและมีสมบัติเชิงกลที่ดี

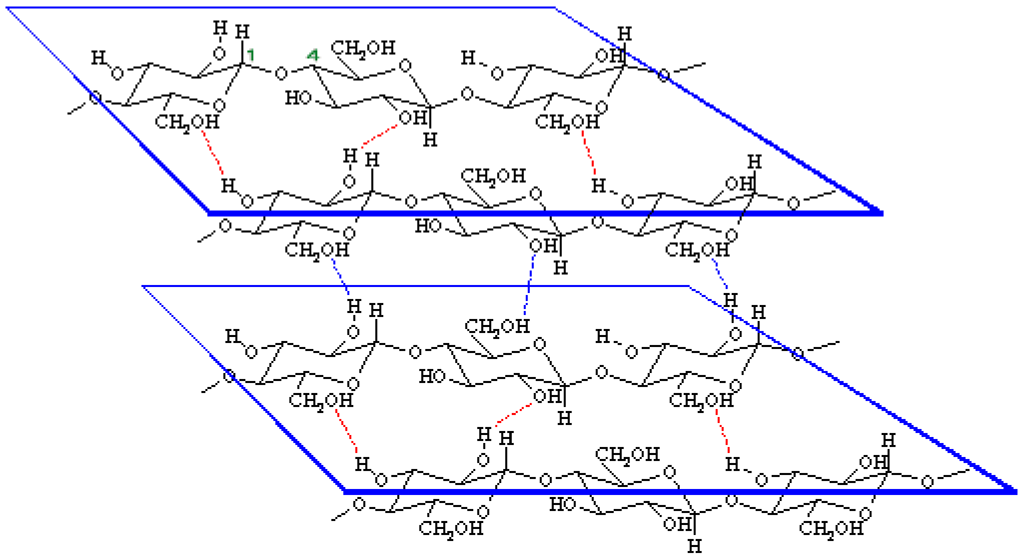
บทที่ 2
วารสารปริทรรศน์

2.1 เซลลูโลส (Cellulose) [8]

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ที่มีมากที่สุดในโลกและพบได้โดยทั่วไปในธรรมชาติ เนื่องจากเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบหลักในผนังเซลล์ของพืชทุกชนิด โดยปริมาณเซลลูโลสในพืชต่างชนิดกันจะมีปริมาณไม่เท่ากัน และนอกจากเซลลูโลสแล้วในพืชทุกชนิดก็ยังมีลิกนินและสารประกอบอื่นอยู่เป็นองค์ประกอบเช่นกัน

เส้นใยธรรมชาติจากพืชทุกชนิดจัดได้ว่าเป็นเส้นใยเซลลูโลส (cellulose fiber) ซึ่งมีองค์ประกอบธาตุหลักๆ คือ คาร์บอนอยู่ร้อยละ 44.4 ไฮโดรเจนร้อยละ 6.2 และออกซิเจนร้อยละ 49.4 ในเส้นใยที่ได้จากพืชทุกชนิดไม่เคยพบว่ามีองค์ประกอบเป็นเซลลูโลสเพียงอย่างเดียว แต่มักจะพบสารประเภทลิกนิน (lignin) เพคติน (pectin) หรือ ขี้ผึ้ง (wax) ปะปนมาอยู่ด้วยเสมอ เซลลูโลสจัดว่าเป็นสารประกอบประเภทพอลิแซคคาไรด์ ซึ่งประกอบด้วยกลูโคส (glucose) เป็นหน่วยย่อยประมาณ 10,000 หน่วยต่อกันเป็นสายโซ่โมเลกุล และมีโครงสร้างทางเคมีคือ poly(β-1-4-D-anhydroglucopyranose) โดยประกอบด้วยหน่วยพื้นฐานที่เรียกกว่า anhydro-d-glucose, $C_6H_{10}O_5$ ซึ่งเกิดจากการกำจัดน้ำออกจากกลูโคสที่ต่อกันเป็นสายโซ่โมเลกุลยาวดังภาพที่ 2.1 โดยแต่ละหน่วยของกลูโคสประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl, -OH) 3 หมู่ ซึ่งคล้ายกับโครงสร้างของน้ำตาลทั่วไป แต่เนื่องจากโมเลกุลที่ต่อกันเป็นสายโซ่ยาวทำให้ไม่สามารถละลายน้ำได้เหมือนกับน้ำตาลทั่วไป โดยโครงสร้างทางเคมีนับว่ามีบทบาทสำคัญในการกำหนดสมบัติของเส้นใยเซลลูโลส หรือจะกล่าวได้ว่าหมู่ไฮดรอกซิลเป็นตัวดูดน้ำทำให้เซลลูโลสมีความสามารถในการดูดความชื้นได้ดี ซึ่งลักษณะการเรียงตัวเป็นสายโซ่โมเลกุลยาวทำให้มีความแข็งแรงสูงตามไปด้วย อีกทั้งยังเป็นจุดที่ทำให้เกิดปฏิกิริยากับกรดอะซิติก (acetic acid) เกิดเป็นเซลลูโลสอะซิเทต (cellulose acetate) ได้ง่าย เนื่องจากเซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิลในโครงสร้างถึง 3 หมู่ จึงทำให้มีโอกาสเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างเซลลูโลสและกรดอะซิติกได้สูง ส่งผลให้แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลเซลลูโลสมีมากขึ้น ประกอบกับการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบของหน่วยซ้ำในโมเลกุล เซลลูโลสจึงทำให้มีค่าความเป็นผลึกสูง ประมาณร้อยละ 60 ถึงร้อยละ 80 อีกทั้งยังมีลักษณะการจัดเรียงตัวเป็นสายโซ่ยาวทำให้เซลลูโลสมีความแข็งแรงสูงตามไปด้วย ในส่วนของโครงสร้างที่ต่อกันของโมเลกุลคาร์บอน-ออกซิเจน-คาร์บอน

(-C-O-C-) เป็นบริเวณที่ถูกทำลายจากปฏิกิริยาออกซิเดชั่นหรือสภาพภูมิอากาศทำให้สายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสขาดออกเป็นส่วนเล็กๆคล้ายน้ำตาลและเกิดการย่อยสลายกลายเป็นอาหารให้แก่พืชและสัตว์ต่อไป



รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส [9]

ความยาวของสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสสามารถตรวจวิเคราะห์ได้ โดยดูจากน้ำหนักโมเลกุลของเซลลูโลสเช่นในกรณีของฝ้ายจะมีน้ำหนักโมเลกุลตั้งแต่ 100,000 ไปจนถึงประมาณ 2 ล้าน ลินิน ป่าน ปอ อาจมีน้ำหนักโมเลกุลสูงถึงประมาณ 6 ล้าน และเยื่อกระดาษมีน้ำหนักโมเลกุลเพียง 4,000 เท่านั้น โดยทั่วไปแล้วน้ำหนักโมเลกุลคำนวณในลักษณะของค่าเฉลี่ยจากหน่วยย่อยที่ซ้ำกัน ทำให้เขียนสูตรทางเคมีทั่วไปของเซลลูโลสได้เป็น $(C_6H_{10}O_5)_n$ โดย ค่า n เป็นค่าระดับของการเกิดพอลิเมอร์ ค่า n มีมากแสดงว่ามีน้ำหนักโมเลกุลสูง

2.1.1 สมบัติต่างๆของเซลลูโลสในธรรมชาติ

ถึงแม้เส้นใยเซลลูโลสในธรรมชาติมีอยู่มากมายหลายชนิดก็ตาม แต่เนื่องจากทุกชนิดมีองค์ประกอบทางเคมีที่มีหน่วยย่อยที่เหมือนกัน ดังนั้นเซลลูโลสทุกชนิดมีสมบัติที่คล้ายกัน

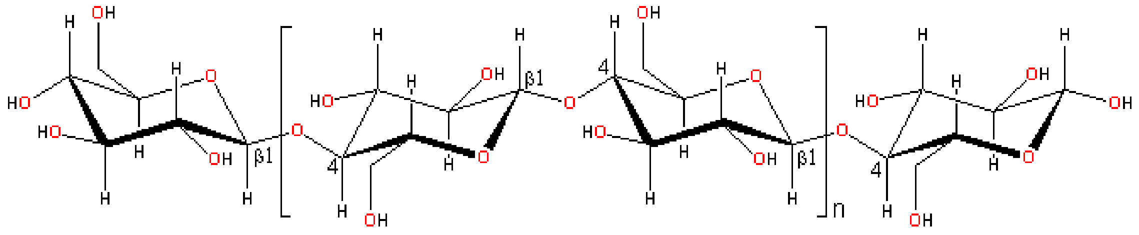
- เซลลูโลสเป็นพอลิแซคคาไรด์ที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะ β-(1, 4) glycoside linkages
- เซลลูโลสเกิดจากการรวมตัวกันของน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวชนิดเดียว
- เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลสูง และมีระดับการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรด์เซชั่นที่สูง (degree of polymerization: DP) อีกด้วย

- เซลลูโลสมีลักษณะเป็นสายโซ่ยาวที่เรียกว่าไมโครไฟบริล (microfibril)
- มีสมบัติเหมือนกันทั้งในไม้เนื้ออ่อน (soft wood) และในไม้เนื้อแข็ง (hard wood)
- เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ที่มีลักษณะเป็นสายโซ่ตรงไม่มีกิ่งแขนง (side chain) ส่งผลให้เซลลูโลสไม่ละลายน้ำ

เซลลูโลสที่พบในธรรมชาติจะจัดเรียงตัวเป็นสายโซ่ยาว เรียกว่าไมโครไฟบริล (microfibril) ไมโครไฟบริลแต่ละสายจะเชื่อมกันด้วยพันธะไฮโดรเจน โดยในเส้นใยธรรมชาติ ไมโครไฟบริลมีการจัดเรียงตัวของโมเลกุลทั้งแบบที่เป็นระเบียบและไม่เป็นระเบียบ โดยบริเวณที่โมเลกุลของเซลลูโลสจัดเรียงตัวกันอย่างมีระเบียบเรียกว่าบริเวณที่เป็นผลึก (crystalline) ซึ่งเป็นบริเวณที่พอลิเมอร์เรียงตัวชิดกันและเรียงตัวขนานกัน ทำให้ช่องว่างระหว่างโมเลกุลมีน้อย ส่งผลให้พันธะเคมีที่ยึดกันระหว่างสายโซ่โมเลกุลเกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น ส่วนบริเวณที่พอลิเมอร์มีการจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบถูกเรียกว่าเป็นส่วนอสัณฐาน (amorphous region) เป็นบริเวณที่พอลิเมอร์เรียงตัวกันอย่างระเกะระกะ สายโซ่พอลิเมอร์มีลักษณะบิดตัวโค้งงอหรือพาดทับบนสายโซ่พอลิเมอร์อีกเส้นทำให้มีที่ว่างระหว่างโมเลกุลมากกว่าแบบที่เป็นระเบียบ ส่งผลให้ให้พันธะเคมีที่จับยึดกันระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์เกิดขึ้นได้น้อยกว่าบริเวณที่เป็นผลึก ส่งผลให้บริเวณที่เป็นอสัณฐานถูกย่อยสลายได้ง่ายกว่าบริเวณที่เป็นผลึก

2.1.2 โครงสร้างทางกายภาพ

จากที่กล่าวมาแล้วในข้างต้น เซลลูโลสเกิดจากการรวมตัวกันของหน่วยซ้ำของเซลโลไบโอสยูนิท (cellobiose unit) และเชื่อมกันด้วยพันธะ β-1,4-glycosidic ดังที่แสดงในรูป 2.2



รูปที่ 2.2 เซลโลไบโอส ยูนิท ที่เชื่อมต่อกันด้วยพันธะ β-1,4-glycosidic [10]

2.1.2.1 โครงสร้างเส้นใยของเซลลูโลส

เซลลูโลสเป็นส่วนประกอบที่มีอยู่ในพืชทุกชนิดบนโลกใบนี้ และมีอยู่ในเส้นใยฝ้ายมากถึงร้อยละ 90 แต่มีเซลลูโลสอยู่ในผนังเซลล์ของไม้บางชนิดมีเซลลูโลสมีเพียงประมาณร้อยละ 45 แต่อย่างไรก็ตามโครงสร้างทางโมเลกุลของเซลลูโลสในฝ้ายและไม้คล้ายกันมาก แต่เซลลูโลสที่อยู่ในเส้นใยฝ้ายเป็นอิสระต่อกัน ในขณะที่เซลลูโลสของไม้จะมีโครงสร้างที่ค่อนข้างเป็นระเบียบเรียงตัวกันเป็น 3 มิติ

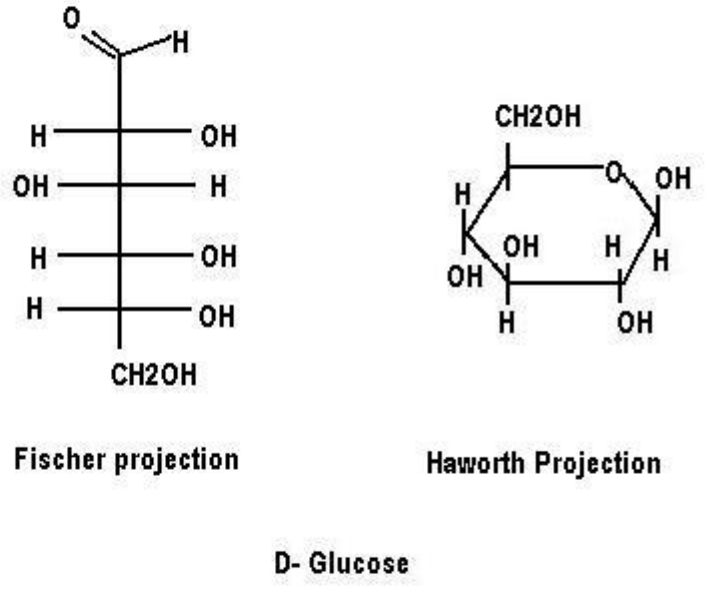
2.1.2.2 โครงสร้างผลึก

โมเลกุลขนาดใหญ่ในเส้นใยเซลลูโลสจะไม่มีความสม่ำเสมอกันตลอดโครงสร้างของเซลลูโลส โดยมีส่วนที่มีน้ำหนักโมเลกุลมากซึ่งเป็นส่วนที่มีความเป็นผลึกสูง และมีส่วนที่มีน้ำหนักโมเลกุลน้อยเป็นส่วนที่มีความเป็นอสัณฐานสูง ปัจจุบันการทดลองหลายๆ การทดลองทำการแปลงผลออกมาโดยใช้แบบจำลองที่มี 2 เฟส (two-phase model) ซึ่งมีแค่สองส่วนคือส่วนที่เป็นอสัณฐานและส่วนที่เป็นผลึก โดยส่วนที่เป็นผลึกสามารถวัดได้จากการวัดการกระจายตัวของรังสีเอ็กซเรย์ หรือสามารถหาได้จากสเปกตรัมที่ได้จากการทดสอบด้วยเครื่องนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์ (NMR)

2.1.2.3 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส

โดยปกติแล้วหน่วยพื้นฐานของเซลลูโลส คือ โมโนแซคคาไรด์ (monosaccharide) D-glucose ซึ่งมีสูตรทางเคมีคือ $C_6H_{12}O_6$ แสดงไว้ในรูปที่ 2.3

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

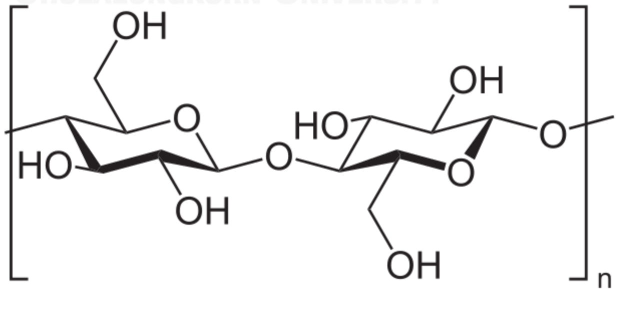


รูปที่ 2.3 สูตรโครงสร้างแบบ Fischer และ Haworth ของน้ำตาล D-glucose [11]

2.1.2.4 มอนอเมอร์ยูนิทของเซลลูโลส

จากที่ได้กล่าวมาแล้วในข้างต้น โมเลกุลของเซลลูโลสเกิดจากโมเลกุลที่เหมือนกันต่อกันเป็นสายโซ่ยาว ซึ่งโมเลกุลเหล่านั้นคือ เซลโลไบโอส (cellobiose) ที่เกิดจากเบต้ากลูโคส 2 โมเลกุลยึดเกาะกันด้วยพันธะ –C-O-C- ดังที่แสดงในรูปที่ 2.4

CHULALONGKORN UNIVERSITY

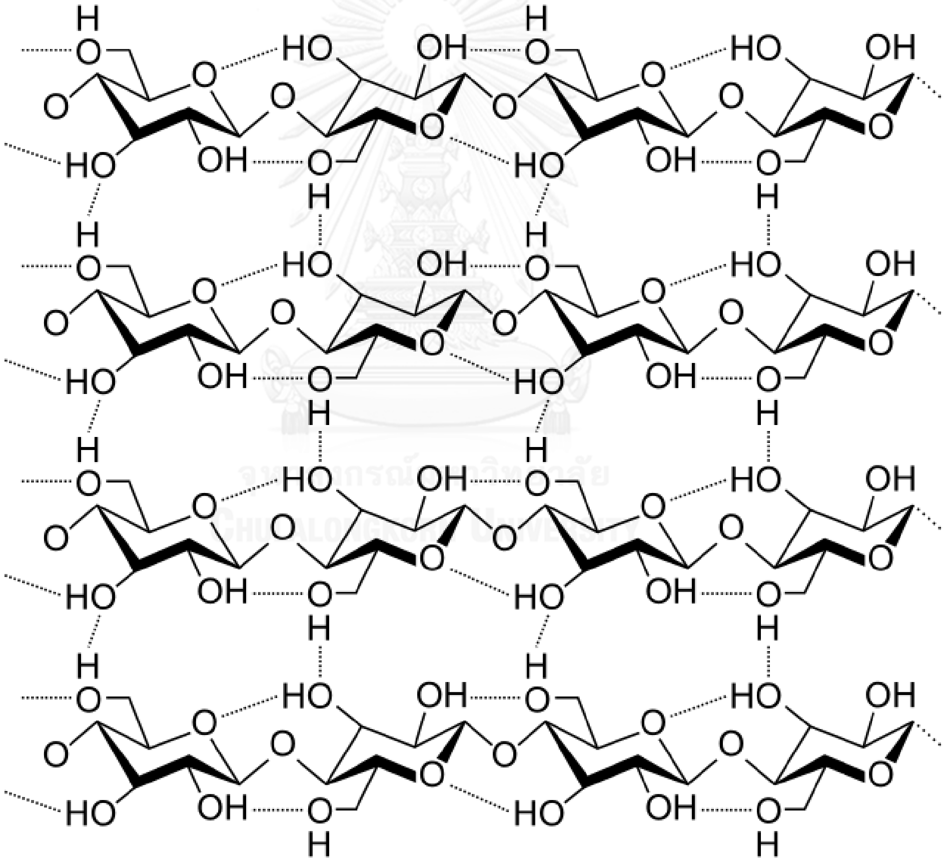


รูปที่ 2.4 โครงสร้างของหน่วยซ้ำเซลโลไบโอส [12]

เซลลูโลสเป็นโฮโมพอลิเมอร์ที่มีลักษณะเป็นเส้นตรงไม่มีกิ่งก้านสาขา โดยได้มาจากการรวมตัวกันของ D-glucopyranose ที่เชื่อมต่อกันด้วนพันธะ β-1,4-glycosidic ซึ่งถูกเรียกว่าแอนไฮโดรกลูโคส ยูนิท (Anhydroglucose unit: AGU)

2.1.2.5 พันธะไฮโดรเจน

พันธะไฮโดรเจนภายในเซลลูโลสมีการจับพันธะกันได้สองรูปแบบ คือ การจับพันธะไฮโดรเจนภายในโมเลกุลและการจับพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุล ในการทดสอบความแข็งแรงของวัสดุซึ่งสามารถบอกได้ว่าภายในโมเลกุลของเซลลูโลส I หรือ เนทีฟเซลลูโลสมีพันธะไฮโดรเจนระหว่าง O-3-II และ O-5’ (2.75 Å ซึ่งใกล้เคียงกับแอนไฮโดรกลูโคส) กับกลูโคสยูนิตที่อยู่ถัดไป ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 พันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลของเซลลูโลส I หรือ เนทีฟเซลลูโลส [13]

2.1.2.6 สมบัติการกระจายตัวของเซลลูโลส [8]

- สมบัติการดูดซับ (Adsorption)

ในเส้นใยเซลลูโลสส่วนใหญ่มีน้ำแทรกอยู่ระหว่างโมเลกุลที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (OH group) และมีการจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบ ซึ่งทำให้เซลลูโลสมีความสามารถที่จะดูดซับน้ำเอาไว้ การดูดซับน้ำในเซลลูโลสมีความสำคัญต่อกระบวนการดูดซับ และเป็นกระบวนการทั่วไปในการผลิตเยื่อกระดาษหรืออุตสาหกรรมเส้นใย

- การพองตัว (Swelling)

การพองตัวของเซลลูโลสด้วยน้ำและสารอื่นๆ จะลดความเป็นผลึกและเพิ่มความสามารถในการเข้าทำปฏิกิริยาเคมี ซึ่งส่งผลให้เกิดการเสื่อมสภาพของเซลลูโลส

การพองตัวของเซลลูโลสสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท คือการพองตัวระหว่างผลึก (inter-crystalline swelling) และการพองตัวภายในผลึก (intra-crystalline swelling) โดยการพองตัวระหว่างผลึกมีสาเหตุมาจากการแทรกตัวของส่วนที่เป็นอสัณฐานอยู่ในระหว่างผลึก ส่วนการพองตัวภายในผลึกเกิดจากการแทรกตัวและการกระจายตัวของส่วนที่เป็นผลึกในโมเลกุลของเซลลูโลส

ความสามารถของสารละลายที่ทำให้เซลลูโลสพองตัว โดยทั่วไปจะเพิ่มขึ้นตามลำดับดังนี้ ตัวทำละลายอินทรีย์< น้ำ < เกลือ < กรด < ด่าง โดยตัวละลายอินทรีย์ที่ทำให้เซลลูโลสเกิดการพองตัวระหว่างผลึกคือ เมทานอล เอทานอล อะนิลีน (aniline) เบนซาลดีไฮด์ (benzaldehyde) และไนโตรเบนซีน (nitrobenzene) แต่อย่างไรก็ตามตัวทำละลายเหล่านี้ไม่สามารถทำให้เซลลูโลสพองตัวได้มากเท่ากับน้ำ เนื่องจากความเป็นขั้วที่ตัวทำละลายอินทรีย์มีความเป็นขั้วน้อยกว่าน้ำ และจากที่กล่าวมาในข้างต้น พบว่าหากสารใดที่มีความเป็นขั้วสูงจะมีความสามารถที่จะทำให้เซลลูโลสพองตัวได้มากกว่าสารที่ไม่มีขั้วหรือมีขั้วต่ำ

สารที่สามารถทำให้เซลลูโลสเกิดการพองตัวมีหลายชนิดได้แก่ สารอัลคาไลน์โดยเฉพาะสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) กรดอนินทรีย์ต่างๆ เช่นกรดซัลฟิวริก กรอไฮโดรคลอริก กรดฟอสฟอริก และสารละลายเกลือโลหะ

- ความสามารถในการละลาย

เนื่องจากเซลลูโลสเป็นสารประกอบพอลิเมอร์ที่มีขั้ว อีกทั้งยังมีลักษณะโครงสร้างภายในเป็นผลึก จึงยากที่จะหาตัวทำละลายที่เหมาะสมในการละลายสารประกอบเซลลูโลส

$$\Delta G_{diss} = \Delta H_{diss} - T\Delta S_{diss}$$

จากทฤษฎีเทอร์โมไดนามิกส์ การเกิดปฏิกิริยาหรือความสามารถในการละลายจะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อพลังงานอิสระ (Gibb free energy, ΔG_{diss}) ของสารละลายจะต้องมีค่าเป็นลบ ถ้าหากค่า ΔG_{diss} มีค่าเป็นบวกหมายความว่าสารนั้นไม่สามารถละลายได้ในตัวทำละลายนั้นๆ อย่างในกรณีเซลลูโลสมีค่า ΔG_{diss} มีค่าเป็นบวกเมื่อทำการละลายในน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์ ซึ่งจะหมายความว่าเซลลูโลสจะไม่ละลายในน้ำและตัวทำละลายอินทรีย์

- การทำให้เสื่อมสภาพ

ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ด้วยกรด ขึ้นอยู่กับส่วนที่เป็นผลึกหรือส่วนที่เป็นอสัณฐาน รวมทั้งความเข้มข้นของกรด ชนิดของกรด และอุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ความว่องไวของเซลลูโลสต่อปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสถูกวิเคราะห์จากความสามารถในการเข้าถึงของสารที่ใช้ในปฏิกิริยา ความสามารถในการเข้าถึงโดยตรงในเชิงกายภาพระหว่างสารที่เข้าทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสเป็นสิ่งแรกที่ต้องคำนึงถึงในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส เนื่องจากเซลลูโลสเป็นสารที่ไม่ละลายน้ำและมีโครงสร้างที่ค่อนข้างซับซ้อน ทำให้การพบกันของสารทั้งสองชนิดจนกระทั่งเกิดปฏิกิริยาของสารและเซลลูโลสนั้นเกิดขึ้นได้จากกระบวนการแพร่เท่านั้น

2.1.2.7 สมบัติทางกายภาพ

จากที่กล่าวมาตลอดในข้างต้น เซลลูโลสในธรรมชาติมีอยู่หลายชนิดแต่ทุกชนิดมีองค์ประกอบทางเคมีเหมือนกัน ส่งผลให้เซลลูโลสในธรรมชาติมีสมบัติที่คล้ายคลึงกัน โดยสมบัติทางกายภาพของเซลลูโลสจะถูกแสดงไว้ในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของเซลลูโลส [8]

สมบัติต่างๆ	ผลการทดสอบ
ความถ่วงจำเพาะ	
ในเฮปเทน	1.540
ในเบนซีน	1.570
ในน้ำ	1.604-1.609
รีเจนเนอร์เรทเซลลูโลส	1.522
ความหนาแน่นเมื่อวัดด้วย X-ray (g/ml)	
ส่วนของผลึก	1.590-1.630
ส่วนของอสัณฐาน	1.48-1.489
ค่าความเป็นผลึกเฉลี่ย (%)	
เนทีฟเซลลูโลส	70
รีเจนเนอร์เรทเซลลูโลส	40
ค่าความร้อนจำเพาะ (J/g °C)	1.22
จุดติดไฟ (°C)	>290
พลังงานความร้อนจากการเผาไหม้ (kJ/g)	17.43
ค่าคงที่ของฉนวนไฟฟ้า	
เยื่อกระดาษแบบแผ่น	2.2-2.6
ส่วนของผลึก	5.7
ค่าความเป็นฉนวน (kV/cm)	$2x10^4$

2.2 จุลผลึกเซลลูโลส (Microcrystalline Cellulose) [8]

จุลผลึกเซลลูโลส (Microcrystalline Cellulose: MCC) เป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติชนิดหนึ่งที่มีชื่อทางเคมีว่า เบต้า-1,4 กลูแคน (β-1,4 glucane) มีสูตรทางเคมีคือ $(C_6H_{10}O_5)_n$ และมีน้ำหนักโมเลกุลประมาณ 36,000 เมื่อ n มีค่าประมาณ 220 จุลผลึกเซลลูโลสไม่ละลายในน้ำ กรดอ่อนและตัวทำละลายอินทรีย์ แต่จะสามารถละลายได้ในโซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งมีความเข้มข้นประมาณ 5 เปอร์เซ็นต์ ดังที่แสดงในตารางที่ 2.2 เมื่อนำไปกระจายตัวในน้ำจะมีค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ประมาณ 5.5 ถึง 7.0

คำว่าไฮโดรเซลลูโลสถูกเรียกครั้งแรกในปี ค.ศ. 1857 จนกระทั่งได้มีการเริ่มนำสารคอลลอยด์ที่ผลิตจากจุลผลึกเซลลูโลสมาใช้ในปี ค.ศ. 1962 โดยจุลผลึกเซลลูโลสนี้สามารถผลิตได้จากกระบวนการสลาย (degradation) หรือการลดขนาดของอนุภาคของเซลลูโลสลงด้วยกรด (กระบวนการไฮโดรไลซิส) โดยในช่วงแรกของการนำจุลผลึกเซลลูโลสมาใช้ ยังไม่ค่อยประสบความสำเร็จมากนัก แต่ในเวลาต่อมาได้เริ่มมีการนำเอาเซลลูโลสจากธรรมชาติมาใช้ให้เกิดประโยชน์ในทางการค้าเพิ่มมากขึ้น อีกทั้งยังมีการเริ่มนำมาใช้กันอย่างกว้างขวางและแพร่หลายมากยิ่งขึ้น

จากคำนิยามของเซลลูโลสพบว่าโครงสร้างของเซลลูโลสประกอบไปด้วยส่วนที่เป็นผลึกและถูกคั่นด้วยส่วนที่เป็นอสัณฐาน โดยในปี ค.ศ. 1877 ได้มีผู้ทำการตรวจวัดพืชผัก แล้วพบว่าทั้งภายในบริเวณส่วนที่เป็นผนังเซลล์ (cell walls) และในบริเวณส่วนที่เป็นเส้นใยประกอบไปด้วยส่วนที่เป็นผลึกและส่วนที่เป็นอสัณฐาน ต่อมาในปี ค.ศ. 1920 ได้มีผู้กล่าวถึงรูปร่างของผลึกในเซลลูโลสบริสุทธิ์โดยพิจารณาถึงองค์ประกอบของเซลลูโลส 5 โมเลกุลหรือเซลโลไบโอสเรียงตัวแบบขนาน ความยาวของผลึกในแกน b คือ 1.03 นาโนเมตร ซึ่งความยาวที่แน่นอนและตรงกันของหน่วยเซลโลไบโอสจะประกอบขึ้นจาก 2 กลุ่มของแอนไฮไดรกลูโคส (anhydroglucose) โดยความยาวของแกน a คือ 0.835 นาโนเมตร ระยะทางที่สั้นเพียงพอที่จะยอมให้หมู่ของ –OH ของสายโซ่ต่างจับกันด้วยพันธะไฮโดรเจนที่แข็งแรง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางเคมีและกายภาพของจุลผลึกเซลลูโลส [8]

คุณสมบัติทางกายภาพและเคมี	ผลการทดลอง
น้ำหนักโมเลกุล	30,000-50,000
ความชื้น (%)	6.5
ตัวทำละลายอินทรีย์ (%)	< 0.05
เถ้า (%)	< 0.05
แคลเซียม (ppm)	< 40
คลอไรด์ (ppm)	< 50
เหล็ก (ppm)	< 10
ทองแดง (ppm)	< 4
การละลายได้ใน	
น้ำ	ไม่ละลายแต่เกิดการกระจายตัว
สารละลายด่างเจือจาง	ละลายได้บางส่วนและเกิดการบวมตัว
สารละลายกรดเจือจาง	ไม่ละลายและไม่ทำปฏิกิริยา
สารละลายอินทรีย์	ไม่ละลายและไม่ทำปฏิกิริยา
น้ำมันต่างๆ	ไม่ละลายและไม่ทำปฏิกิริยา

โดยทั่วไปแล้วเซลลูโลสประกอบด้วยมัดของเส้นใยพอลิเมอร์หรือไฟบริล (fibrin) เป็นจำนวนมากมารวมกัน เมื่อทำการย่อยด้วยการทำลายส่วนที่เป็นส่วนเชื่อมที่ยึดระหว่างผลึกออก จะได้ส่วนที่เป็นผลึกอิสระขนาดเล็ก

กระบวนการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสด้วยกรดเป็นปฏิกิริยาที่ถูกนำมาใช้ในการลดขนาดของเส้นใย โดยกระบวนการไฮโดรไลซิสแบ่งออกได้ 2 ปฏิกิริยาคือปฏิกิริยาเอกพันธ์ (homogenous reaction) และปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ (heterogeneous reaction) โดยปฏิกิริยาเอกพันธ์จะทำให้โครงสร้างของเซลลูโลสทั้งหมดสามารถย่อยสลายได้ ส่วนปฏิกิริยาวิวิธพันธ์ของเซลลูโลสจะเป็นการทำปฏิกิริยากับกรดที่มีความเข้มข้นต่ำ ทำให้เหลือเซลลูโลสบางส่วนไม่สามารถเสื่อมสภาพได้

โครงสร้างผลึกของรีเจนเนอร์เรทเซลลูโลส เมอร์เซอไรส์เซลลูโลสและอัลคาไลท์เซลลูโลสจะมีรูปแบบโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันไป และต่างจากเนทีฟเซลลูโลส ทั้งในเรื่องขนาดและระนาบ

ของผลึกภายในเซลลูโลสโดยขนาดและรูปร่างของผลึกเซลลูโลสมีมากมายหลายขนาดซึ่งขึ้นกับวัสดุธรรมชาติที่ใช้ในการผลิตดังที่แสดงในตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 ระดับการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชั่นของเส้นใยจากธรรมชาติและรีเจนเนอร์เรตไฟเบอร์ [8]

เซลลูโลส	ช่วงระดับการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชั่น
เส้นใยธรรมชาติ	
ป่านและป่านรามี	300-350
ฝ้าย	200-250
เยื่อไม้ที่ไม่ฟอกสี	250-400
เยื่อที่ฟอกสี	200-280
เยื่อไม้ที่ฟอกสี	140-190
เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเมอร์เซอร์ไรส์	70-90
เซลลูโลสที่ผ่านการบด	80-100
รีเจนเนอร์เรตไฟเบอร์	
เส้นด้วย	30-50
ยางเส้น	15-30

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

จุลผลึกเซลลูโลสในทางการค้าที่มีอยู่มากมายหลายชนิดขึ้นอยู่กับการนำไปใช้งาน ตัวอย่างเช่น ในอุตสาหกรรมยานำจุลผลึกเซลลูโลสมาใช้ในการตอกอัดเม็ดยา ซึ่งมีปริมาณการใช้มากกว่า 1,000 ตันต่อปีเลยทีเดียว นอกจากนี้ยังมีการนำเอาไปใช้ในการควบคุม ฮีทช็อค (heat shock) หรือการเจริญเติบโตของผลึกน้ำแข็ง (ice-crystal) ในการแช่แข็งผลไม้

2.3 ฝ้าย (Cotton) [8, 14]

ฝ้ายเป็นเส้นใยเซลลูโลสที่มีความสำคัญและมีการใช้งานอย่างกว้างขวางมากที่สุดในอุตสาหกรรมสิ่งทอ เนื่องจากฝ้ายสามารถนำไปใช้งานได้ค่อนข้างหลากหลายซึ่งอาจจะนำไปใช้แต่ตัวมันเองหรือนำไปผสมกับเส้นใยชนิดอื่นๆก็ได้ ถึงแม้ในปัจจุบันจะมีเส้นใยชนิดใหม่ถูกสังเคราะห์ขึ้นมาใช้อย่างแพร่หลายแล้วก็ตาม แต่ฝ้ายก็ยังคงเป็นเส้นใยที่ถูกนำมาใช้งานในอุตสาหกรรมสิ่งทอมากที่สุดอยู่ดี

รูปที่ 2.6 ดอกฝ้าย [15]

ฝ้ายเป็นพืชใบเลี้ยงคู่ชนิดพุ่มที่มีชื่อทางวิทยาศาสตร์ว่า *Gossypiumspp* แต่ที่นิยมนำมาปลูกเพื่อใช้ในทางการค้าคือ *G. herbaceum L., G. arboretum* และ *G. barbadenes L.* และเมื่อฝ้ายแก่และแห้งจะให้เส้นใยจากเมล็ดและปุยฝ้าย ในขั้นตอนการผลิตเส้นใยฝ้ายนั้นจะนำเมล็ดฝ้าย (สมอฝ้าย) มาผ่านกระบวนการการหีบฝ้ายเพื่อแยกเส้นใยและเมล็ดออกจากกัน ได้ส่วนที่เป็นเส้นใยหรือขนที่มีลักษณะเป็นปุย จากนั้นนำเส้นใยไปอัดเป็นเบล (bale) เพื่อนำไปผ่านกระบวนการปั่นด้ายและผลิตเป็นเส้นด้ายฝ้ายต่อไป โดยเส้นใยที่ได้จะเป็นเส้นใยสั้นๆที่มีความแข็งแรง ทนทาน ดูดซึมความชื้นได้ดี เมื่อนำมาทอเป็นเสื้อผ้าจะทำให้สวมใส่สบาย อีกทั้งยังสามารถระบายอากาศและความร้อนได้ดี ทำให้ฝ้ายถูกนำมาใช้ประโยชน์ได้หลากหลาย และเนื่องจากฝ้ายสามารถเจริญเติบโตได้ในหลายพื้นที่ทั่วโลกเช่น สหรัฐอเมริกา สหภาพโซเวียต สาธารณรัฐประชาชนจีน อินเดีย ตุรกี ปากีสถาน บราซิล และในประเทศไทยก็มีหลายจังหวัดที่นิยมปลูกฝ้ายเพื่อใช้ในการผลิตผ้าพื้นเมือง เช่น จังหวัดเลย นครสวรรค์ ลพบุรี ปราจีนบุรี สุโขทัย จันทบุรี อุทัยธานี เป็นต้น แต่เนื่องจากสิ่งแวดล้อมและสภาพอากาศที่ต่างกันในแต่ละพื้นที่ส่งผลให้เส้นใยฝ้ายที่ได้มาจากแต่ละพื้นที่มีคุณภาพแตกต่างกัน โดยคุณภาพของเส้นใยฝ้ายจะขึ้นอยู่กับความขาว ความยาว ความละเอียด และความแข็งแรงของเส้นใย ซึ่งปกติแล้วเส้นใยยิ่งมีความยาวมากก็ยิ่งให้เส้นใยที่มีความละเอียดและมีความแข็งแรงสูง เส้นใยที่นำไปปั่นเป็นเส้นด้ายจำเป็นต้องมีความยาวที่เหมาะสม

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

2.3.1 โครงสร้างทางกายภาพ

ฝ้ายเป็นเส้นใยสั้น (staple fibres) ที่มีลักษณะภายนอกหยาบและค่อนข้างแบน อีกทั้งยังบิดเป็นเกลียวในทิศทางต่างกันเป็นระยะ แต่มีขนาดที่สม่ำเสมอตลอดเส้นใย ส่วนลักษณะทางภาคตัดขวางจะมีลักษณะคล้ายเมล็ดถั่ว และเมื่อทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์พบว่าเส้นใยฝ้ายจะประกอบด้วย 3 ส่วนคือ เยื่อหุ้มชั้นนอก ผนังเซลล์ และช่องว่างตรงกลาง

- เยื่อหุ้มชั้นนอก (cuticle) เป็นเยื่อหุ้มบางๆที่ทำการหุ้มภายนอกของเส้นใยทั้งหมด ประกอบด้วยขี้ผึ้ง เพกทิน และแร่ธาตุอื่นๆ

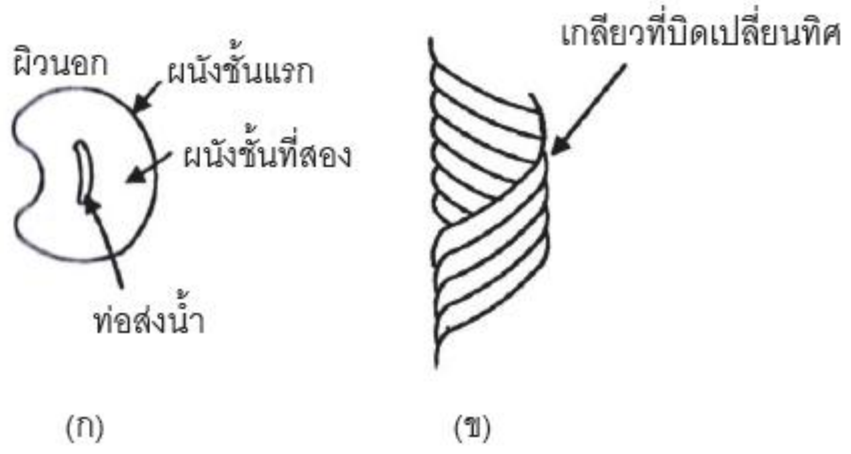
- ผนังเซลล์ (cell wall) ประกอบด้วยผนังชั้นนอก และผนังชั้นใน

ผนังชั้นนอก (primary wall) มีเซลลูโลสซึ่งประกอบด้วยไฟบริล (fibrils) เส้นเล็กๆ ที่ทนต่อกรดและสารเคมีทั่วไป

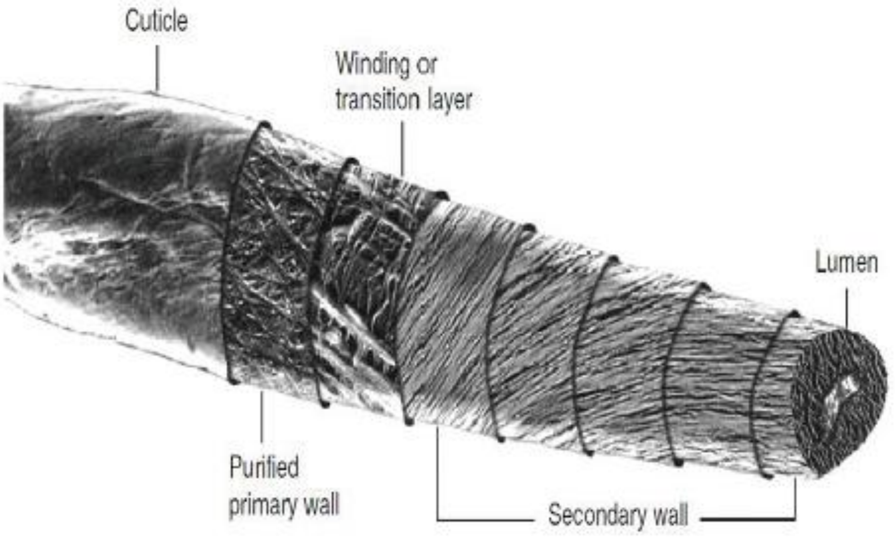
ส่วนผนังชั้นใน (secondary wall) ที่อยู่ติดกับผนังชั้นนอก มีลักษณะเป็นรูปวงแหวนซ้อนกันเป็นชั้นๆ ประกอบด้วยไฟบริลเล็กๆ เรียงตัวอยู่ในวงแหวนแต่ละรอบ ซึ่งมีขนาดไม่เท่ากัน

ผนังชั้นนอกและผนังชั้นใน จะมีเส้นใยเรียงตัวกันเป็นวงแหวนล้อมรอบลูเมน โดยวงแหวนเหล่านี้เป็นส่วนที่แสดงถึงอายุของเส้นใยฝ้าย เส้นใยฝ้ายที่แก่จะมีผนังชั้นในที่หนา

- ลูเมน (lumen) คือช่องว่างตรงกลางภายในเซลล์มีลักษณะเป็นโพรง ใยฝ้ายสดที่อยู่ในเมล็ดฝ้ายจะมีน้ำอยู่ภายในลูเมนส่งผลให้เส้นใยพองตัว เมื่อเมล็ดฝ้ายแตกออก น้ำภายในลูเมนจะระเหยออกมา เกิดเป็นโพรงอากาศตรงช่องว่างลูเมน อากาศภายนอกดันให้โพรงอากาศแฟบลงและส่งผลให้เส้นใยแบนและบิดตัว เมื่อเส้นใยแก่บริเวณลูเมนและช่องเล็กๆในผนังเซลล์ยุบตัวลงทำให้เส้นใยฝ้ายบิดตัวเป็นเกลียวมากขึ้น ซึ่งเป็นผลดีเมื่อนำเส้นใยฝ้ายมาปั่นเป็นเส้นด้าย เมื่อนำเส้นใยฝ้ายไปปั่นจะทำได้ง่ายขึ้นเนื่องจากเกลียวของเส้นใยทำให้เส้นใยยึดเกาะกันได้ดีขึ้น



รูปที่ 2.7 โครงสร้างทางกายภาพของเส้นฝ้าย (ก.) ตามภาคตัดขวางและ (ข.) ตามความยาว [14]

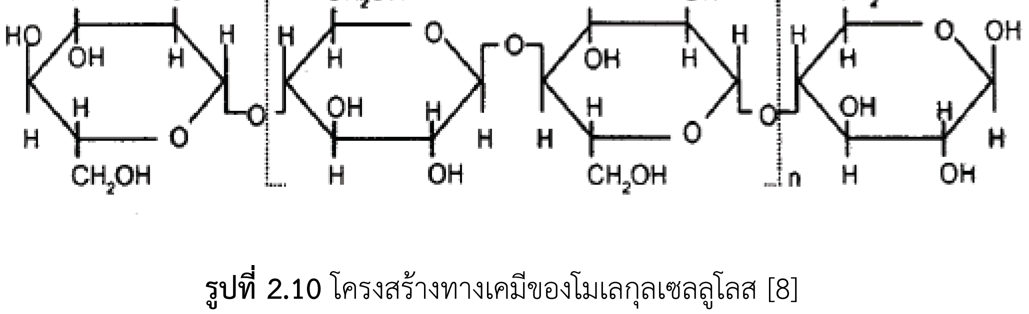


รูปที่ 2.8 โครงสร้างทางกายภาพของเส้นใยฝ้าย [14]

รูปที่ 2.9 เส้นใยฝ้ายดิบจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [14]

2.3.2 โครงสร้างทางเคมี

ฝ้ายจัดเป็นเส้นใยประเภทเซลลูโลส จึงมีองค์ประกอบทางเคมีหลักๆคือ คาร์บอนร้อยละ 44.4 ไฮโดรเจนร้อยละ 6.2 และออกซิเจนร้อยละ 49.4 มีโครงสร้างประกอบด้วยหน่วยขั้นพื้นฐานเรียกว่า anhydro-D-glucose ($C_6H_{10}O_5$) ต่อกันเป็นสายโซ่ยาว ซึ่งในแต่ละหน่วยของกลูโคสจะประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิลทั้งหมด 3 หมู่อยู่ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 2, 3 และ 6 โดยกลูโคสแต่ละหน่วยจะเชื่อมกันเป็นสายโซ่พอลิเมอร์ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 1 และ 4 ของกลูโคสแต่ละหน่วย โดยลักษณะการเรียงตัวเป็นสายโซ่โมเลกุลยาวนี้ทำให้ฝ้ายมีความแข็งแรงสูงตามไปด้วย ในกรณีของฝ้ายมีน้ำหนักโมเลกุลตั้งแต่ 100,000 ไปจนถึง 1-2 ล้าน น้ำหนักโมเลกุล โดยทั่วไปมักคำนวณในลักษณะของค่าเฉลี่ยหน่วยย่อยที่เป็นกลูโคสแล้วคูณด้วยหน่วยย่อยที่ซ้ำกัน ทำให้เขียนสูตรทางเคมีได้เป็น $(C_6H_{10}O_5)_n$ โดย n คือ ค่าระดับชั้นของการเกิดพอลิเมอร์



รูปที่ 2.10 โครงสร้างทางเคมีของโมเลกุลเซลลูโลส [8]

2.3.3 สมบัติทางกายภาพ

ลักษณะภายนอก ฝ้ายจากธรรมชาติมีลักษณะคล้ายหลอดแบนบิดไขว้กันเป็นเกลียว พื้นที่หน้าตัดมีลักษณะคล้ายเม็ดถั่ว โดยส่วนตรงกลางจะเป็นรูที่เกิดจากท่อส่งน้ำตามแกนกลางของเส้นใย ในส่วนของผิวเส้นใยไม่สม่ำเสมอและค่อนข้างทึบแสง

ความยาวเส้นใย เส้นใยแต่ละเส้นมีความยาวอยู่ในช่วง 1/8 – 2 ½ นิ้ว หรือประมาณ 3 - 63 มิลลิเมตร ซึ่งโดยทั่วไปแล้วฝ้ายที่เส้นใยยาวมีความแข็งแรงมากกว่าฝ้ายเส้นใยสั้น

สี ปกติแล้วฝ้ายมีสีขาว แต่บางชนิดอาจจะพบว่าเป็นสีครีมหรือสีน้ำตาล

ความมัน โดยธรรมชาติแล้วฝ้ายมีความมันเงาที่น้อย แต่เมื่อนำฝ้ายไปผ่านกระบวนการเมอร์-เซอไรส์แล้วส่งผลให้มีความมันเงาที่ดีขึ้น

ความแข็งแรง ฝ้ายเป็นเส้นใยที่มีความแข็งแรงปานกลาง มีความทนต่อแรงดึง ณ จุดขาด ประมาณ 3.0 - 5.0 กรัมต่อดีเนียร์ (gram per denier) แต่เมื่อเปียกน้ำแล้วฝ้ายจะมีความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้นอีกประมาณร้อยละ 10 - 20 และถ้าผ่านกระบวนการเมอร์เซอไรส์แล้วความแข็งแรงสูงขึ้น แต่โดยทั่วไปแล้วความแข็งแรงของฝ้ายแปรตามความยาวของเส้นใยที่นำมาตีเกลียวเป็นเส้นด้าย เส้นใยยาวมีจุดสัมผัสและการเกาะกันของเส้นใยมากกว่าเส้นใยสั้น ทำให้มีแรงเสียดทานระหว่างเส้นด้ายมากกว่า ส่งผลให้การทนต่อแรงดึงสูงขึ้นด้วย

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

การยืดตัว เส้นใยฝ้ายมีการยืดตัวที่ดีกว่าลินิน แต่ต่ำกว่าเส้นใยไหมและขนสัตว์ เกลียวฝ้ายที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติทำให้มีการยืดตัวที่ดีและสามารถนำมาปั่นเป็นด้ายได้ง่าย มีความสามารถในการยืดตัวได้ประมาณร้อยละ 3 - 7

การคืนตัวจากแรงอัด ฝ้ายมีความสามารถในการคืนตัวหลังการถูกกดทับได้ต่ำ และเกิดรอยยับได้ง่าย ในปัจจุบันจึงมีการปรับแต่งช่วยลดปัญหาการหดยับให้ลดลงได้หลายวิธี ซึ่งการปรับแต่งนี้ทำให้ฝ้ายมีลักษณะ wrinkle-free ส่งผลให้ฝ้ายหรือผลิตภัณฑ์จากฝ้ายเกิดการหดยับได้ยากมากขึ้น

การดูดความชื้น ที่อุณหภูมิ 21 องศาเซลเซียสและความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 65 ที่เป็นสภาวะมาตรฐานที่ใช้ในการทดลองฝ้ายมีความสามารถในการดูดซึมความชื้นได้สูงถึงร้อยละ 7 - 10

ความร้อน ฝ้ายมีความสามารถในการทนต่อความร้อนได้ดี ซึ่งอุณหภูมิที่นำไปใช้งานในเวลาสั้นๆ อย่างการนำผ้าฝ้ายไปรีด อาจจะสูงถึง 204 - 218 องศาเซลเซียส โดยทั่วไปแล้วฝ้ายเริ่มไหม้และเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำตาลที่อุณหภูมิ 246 องศาเซลเซียสและถูกทำลายเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 246 องศาเซลเซียส

การติดไฟ ฝ้ายติดไฟได้ง่ายและลุกไหม้ได้อย่างรวดเร็ว

ความถ่วงจำเพาะ ประมาณ 1.5

2.3.4 สมบัติทางเคมี

กรด กรดอินทรีย์ เช่น กรดอะซิติก (กรดน้ำส้ม) จะไม่ทำปฏิกิริยากับฝ้าย แต่ถ้าหากเป็นกรดกำมะถัน (กรดซัลฟิวริก) หรือกรดไฮโดรคลอริก สามารถละลายฝ้ายให้กลายเป็นยางเหนียวได้ และเมื่อเกิดการทำปฏิกิริยากับกรดไนตริกทำให้ได้เซลลูโลสไนเตรทที่มีสมบัติเป็นวัตถุระเบิด

ด่าง ฝ้ายทนต่อสารละลายด่างได้ดี แม้แต่ด่างแก่ที่ใช้ในการซักล้างก็ไม่มีผลต่อสมบัติของฝ้าย นอกจากนี้ด่างยังเป็นสารเคมีหลักในกระบวนการเมอร์เซอไรส์ที่ทำให้ฝ้ายมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นอีกด้วย

สารละลายอินทรีย์ ส่วนมากแล้วฝ้ายทนต่อสารละลายอินทรีย์ได้ดีมาก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารซักฟอก โดยทั่วไปแล้วฝ้ายทนต่อสารซักฟอกที่มีความเข้มข้นไม่มากได้ในระยะเวลาสั้นๆ ประกอบกับได้มีการล้างออกด้วยน้ำหลังการซักฟอก ฝ้ายจึงสามารถทำการซักฟอกได้ด้วยสารซักฟอกทั่วไปที่มีขายตามท้องตลาดที่มีฤทธิ์ไม่แรงมากนักได้ แต่ในสารซักฟอกประเภทออกซิไดส์ที่มีฤทธิ์รุนแรง เช่นโปแตสเซียมเปอร์แมงกาเนต และโซเดียมไฮโปคลอไรด์ทำปฏิกิริยากับฝ้ายทำให้ฝ้ายกลายเป็น ออกซีเซลลูโลส (oxycellulose) ที่มีสมบัติความแข็งแรงต่ำกว่าฝ้ายปกติ ขาดง่ายเมื่อเปียกน้ำและเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเหลือง

ราและแมลง ปกติแล้วผ้าฝ้ายเกิดราได้ง่าย เนื่องจากแป้งที่ตกค้างมาจากการลงแป้งในกระบวนการขึ้นรูป ซึ่งเป็นเป็นปัจจัยสำคัญต่อการเจริญเติบโตของรา โดยปัญหานี้สามารถแก้ได้โดยการตกแต่งผ้าฝ้ายภายหลัง สำหรับแมลงก็เป็นปัญหาต่อเนื่องมาจากแป้งที่ตกค้างในฝ้ายมากกว่าเกิดจากเส้นใยฝ้ายเอง

<u>แสง</u> เมื่อฝ้ายโดนแสงแดดมากๆ ทำให้เกิดการออกซิไดส์เกิดเป็นออกซีเซลลูโลสซึ่งจะทำให้ฝ้ายเสื่อมสภาพลง ดังนั้นจึงไม่ควรนำฝ้ายไปใช้งานที่จะต้องถูกแสงแดดโดยตรง

<u>การย้อมสี</u> ฝ้ายสามารถรับสีย้อมได้หลายชนิด ทั้งสีรีแอคทีฟ สีแวต สีไดเรกท์หรือแม้แต่สีเบสิกก็ได้เช่นกัน

<u>ส่วนประกอบของฝ้ายดิบ</u> ในฝ้ายดิบนอกจากจะมีเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบหลักแล้ว ยังมีองค์ประกอบอื่นปะปนอยู่ด้วย ซึ่งองค์ประกอบเหล่านั้นคือขี้ผึ้ง (waxes) ไขมัน (fats) น้ำมัน (oils) เพกทิน (pectin) โปรตีน (proteins) กรดอินทรีย์ (organic acids) แร่ธาตุ (minerals) และสารสี (coloring matter) โดยส่วนประกอบของเส้นใยฝ้ายดิบ แสดงไว้ในตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 ส่วนประกอบของเส้นใยฝ้ายดิบ [14]

องค์ประกอบ	ส่วนประกอบที่สำคัญของเส้นใยฝ้าย (เปอร์เซ็นต์)			ส่วนประกอบที่สำคัญของเยื่อหุ้มชั้นนอก (เปอร์เซ็นต์)
	ค่าทั่วไป	ค่าสูงสุด	ค่าต่ำสุด	
เซลลูโลส	94	88	96	
โปรตีน	1.3	1.1	1.9	30.4
เพกทิน	0.9	0.7	1.2	19.5
ขี้ผึ้งและน้ำมัน	0.6	0.4	1.0	17.4
แร่ธาตุ	1.2	0.7	1.6	6.5
กรดอินทรีย์ชนิดต่างๆ	0.8	0.5	1.0	
น้ำตาล	0.3			
คิวติน				8.7
อื่นๆ	0.9			

2.3.5 การใช้งาน

ฝ้ายมีสมบัติเด่นมากมาย ทั้งด้านความแข็งแรง ความทนทาน และความสามารถในการดูดความชื้น จึงมีการนำฝ้ายไปใช้งานอย่างหลากหลาย นอกจากนี้เส้นใยฝ้ายยังสามารถนำมาปั่นเป็นเส้นด้ายได้แทบทุกความละเอียด และสามารถนำไปทอเป็นผ้าได้ทุกโครงสร้าง ทำให้ผลิตภัณฑ์จากฝ้ายได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายและใช้กันมาตลอด อีกทั้งยังมีผลิตภัณฑ์หลายชนิดที่ยังไม่สามารถ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ใช้เส้นใยชนิดอื่นมาผลิตทดแทนได้ เช่นกางเกงยีนส์ ผ้าปลอกหมอน ผ้าคลุมเตียง เป็นต้น นอกจากนี้ฝ้ายยังสามารถนำไปใช้ผสมร่วมกับเส้นใยชนิดอื่นทั้งเส้นใยธรรมชาติและเส้นใยสังเคราะห์ แต่ที่รู้จักกันอย่างกว้างขวางคือการผสมเส้นใยฝ้ายกับเส้นใยพอลิเอสเทอร์สำหรับการผลิตผ้า T/C ซึ่งเป็นการผสมแบบมาตรฐานระหว่างพอลิเอสเทอร์กับฝ้ายในอัตราส่วน 65 ต่อ 35 ตามลำดับ

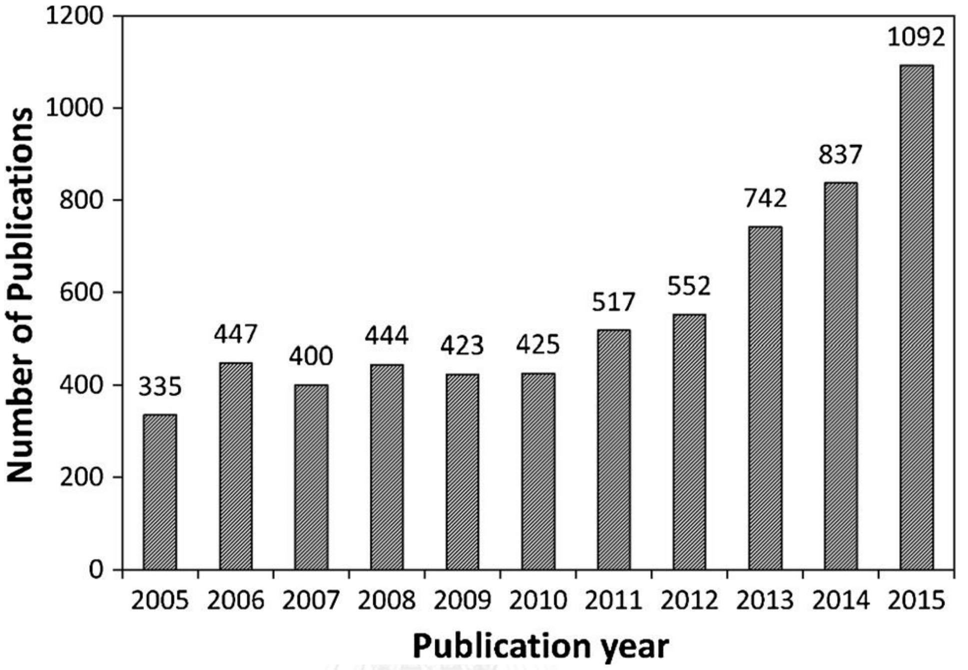
นอกจากนี้ยังสามารถปรับแต่งผ้าฝ้ายเพื่อให้มีสมบัติเหมาะสมกับการใช้งานมากขึ้น โดยการผ่านกระบวนการต่างๆ เช่น กระบวนการชุบด่าง (mercerization) เพื่อทำให้ฝ้ายมีความเหนียว ความมัน และดูดสีย้อมได้ดีขึ้น การปรับแต่งเพื่อให้ผ้าไม่หด โดยวิธีการดึงผ้าตึงเคลื่อนผ่านลูกกลิ้งร้อน (compressive shrinkage) [14]

2.4 แอโรเจล (Aerogel) [16]

รูปที่ 2.11 แอโรเจล [17]

แอโรเจล (aerogel) คือวัสดุของแข็งที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนสูง ที่เกิดจากการที่อากาศเข้าไปแทนที่ของเหลวภายในเจลส่งผลให้แอโรเจลมีความหนาแน่นต่ำ มีน้ำหนักเบา มีความเป็นรูพรุนสูง มีพื้นที่ผิวสัมผัสสูง นำไฟฟ้าได้ต่ำ มีสมบัติเชิงกลสูง และนำความร้อนได้ต่ำ [1] ส่งผลให้แอโรเจลเป็นวัสดุที่มีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในงานที่ในหลายๆ ด้าน แอโรเจลที่มีขนาดรูพรุนในระดับนาโนเมตรและมีน้ำหนักเบาถูกเตรียมได้ครั้งแรกโดย Steven Kistler ในปี ค.ศ. 1931 และในปีหลังจาก

นั้นแอโรเจลก็ได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นในทุกๆปี โดยจะเห็นได้จากผลงานที่ถูกนำมาปีพิมพ์ที่ค่อยๆ สูงขึ้นในแต่ละปี [16] ถูกแสดงไว้ในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 จำนวนงานเกี่ยวกับแอโรเจลที่ถูกตีพิมพ์ในแต่ละปีที่ผ่านมา [16]

ด้วยข้อดีของแอโรเจลที่มากกว่าวัสดุประเภทเดียวกันและความสำเร็จในการนำเอาทรัพยากรธรรมชาติมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมแอโรเจล เมื่อไม่กี่ปีที่ผ่านมาส่งผลให้เกิดงานวิจัยจำนวนมากในด้านวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี อีกทั้งแอโรเจลยังสามารถกำหนดรูปร่างและขนาดให้อยู่ในรูปร่างที่ต้องการได้อย่างหลากหลาย ทั้งในรูปของเม็ดบีทส์ แผ่น หรือแบบรูปทรงสี่เหลี่ยม โดยการขึ้นรูปของเหลวในแม่พิมพ์แบบต่างๆ ก่อนทิ้งไว้ให้เกิดเป็นเจล แล้วทำการกำจัดของเหลวออกจากเจล ในการกำจัดของเหลวออกจากเจลนั้นจะทำได้โดยการแทนที่ของเหลวด้วยอากาศโดยวิธีการทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็ง (freeze/drying) หรือการทำให้แห้งแบบวิกฤตยิ่งยวดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหลว (supercritical CO_2 drying) ซึ่งจะทำให้แอโรเจลมีพื้นที่ผิวสัมผัสสูง โดยทั่วไปแล้วแอโรเจลสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจลแล้วทำให้แห้งด้วยกระบวนการทำให้แห้งแบบวิกฤติยิ่งยวดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหลว

โดยส่วนมากแล้วมักจะทำการศึกษาการนำแอโรเจลไปใช้งานในด้านเป็นอุปกรณ์ตรวจจับอนุภาคของรังสีเชเรนคอฟ (Cherenkov counter) นำไปใช้ประโยชน์ในด้านการบินและอวกาศ อุปกรณ์ด้านเสียง (acoustic devices) ฉนวนกันความร้อน (thermal superinsulation) และเมื่อไม่นานมานี้แอโรเจลได้รับความสนใจในการนำไปใช้งานในด้านเภสัชศาสตร์ เทคโนโลยีทางด้านอาหาร ไบโอเซนเซอร์และการวินิจฉัยโรค เทคโนโลยีชีวภาพ และอื่นๆ อีกมากมาย

ประเภทของแอโรเจลสามารถแบ่งได้หลายแบบ เช่น แบ่งตามลักษณะที่ปรากฏ (เช่น ผง ฟิล์ม หรือ แผ่นชีท) แบ่งตามโครงสร้างของรูพรุน (microporous mesoporousและ mixed porous) หรือ แบ่งตามส่วนประกอบของแอโรเจล แต่โดยทั่วไปแล้วมักจะแบ่งประเภทของแอโรเจลตามส่วนประกอบของแอโรเจล ซึ่งแบ่งได้เป็นสามประเภทคือ แอโรเจลที่เตรียมจากสารอนินทรีย์ (inorganic aerogel) แอโรเจลที่เตรียมจากสารอินทรีย์ (organic aerogel) และแอโรเจลที่เตรียมจากทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ผสมกัน (inorganic-organic hybrid aerogel) [18]

ในทั้งสามประเภท แอโรเจลที่เตรียมจากสารอนินทรีย์มีการศึกษาอย่างกว้างขวางมากที่สุด โดยส่วนมากแอโรเจลประเภทนี้มักถูกเตรียมมาจากสารจำพวก อัลโคออกไซด์ (alkoxide) และแอโรเจลที่มีส่วนประกอบจากโลหะออกไซด์หลายชนิด เช่น ซิลิกอน (silicon, SiO_2) อะลูมิน่า (alumina, Al_2O_3), ไททาเนีย (titania, TiO_2), เซอร์โคเนีย (zirconia, ZrO_2) และสารประกอบออกไซด์อื่นๆ แอโรเจลที่เตรียมจากซิลิกอนหรือซิลิกาแอโรเจล (silica aerogel) เป็นแอโรเจลที่ถูกพบเป็นชนิดแรกและได้มีการศึกษาในสาขาวิชาเคมีอนินทรีย์อย่างกว้างขวาง แอโรเจลชนิดนี้สามารถกำหนดและควบคุมสมบัติซิลิกาแอโรเจลให้มีโครงสร้างรูพรุนอยู่ในระดับนาโนเมตร ทำให้ซิลิกา-แอโรเจลมีความเป็นรูพรุนสูงถึง 90 - 99.8 % มีความหนาแน่นต่ำ (ประมาณ 0.003 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) และมีพื้นที่ผิวสัมผัสสูงถึง 500 - 1200 ตารางเมตรต่อกรัม [19] โดยทั่วไปแล้วซิลิกา-แอโรเจลจะมีขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วง 5 - 100 นาโนเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 20 - 40 นาโนเมตร โดยลักษณะเหล่านี้ของซิลิกาแอโรเจลถูกควบคุมด้วยการกำหนดเงื่อนไขในกระบวนการโซล-เจล (sol-gel) [18] แอโรเจลชนิดนี้มีความเป็นฉนวนความร้อนสูงและเป็นวัสดุดูดซับเสียงที่ดี มีความโปร่งแสงสูง จากสมบัติที่กล่าวมาทั้งหมดซิลิกาแอโรเจลถูกนำไปใช้งานค่อนข้างหลากหลาย แต่โดยทั่วไปแล้วแล้วมักจะถูกนำไปใช้เป็นฉนวนกันความร้อนเสียส่วนใหญ่และอาจจะนำไปเป็นใช้เป็นส่วนประกอบในเสื้อผ้า เช่น เส้นใยซิลิกาแอโรเจลก็ประสบความสำเร็จในการนำไป

เป็นส่วนประกอบในเสื้อผ้าที่ใช้ในอุณหภูมิต่ำ (ใช้สวมใส่ในห้องเย็นที่อุตสาหกรรมอาหาร) ในชุดประดาน้ำ ในชิ้นส่วนเครื่องบินและยานอวกาศ และในชุดดับเพลิง ซึ่งต้องการความต้านทานต่ออุณหภูมิที่ค่อนข้างสูง แต่อย่างไรก็ตามซิลิกาแอโรเจลค่อนข้างเปราะจึงเป็นข้อจำกัดในการนำไปใช้งานบางประเภท

รูปที่ 2.13 โลหะออกไซด์แอโรเจล (Metal oxide aerogel) [20]

รายงานเกี่ยวกับแอโรเจลที่เตรียมจากสารอินทรีย์บริสุทธิ์ ในปีค.ศ. 1987 ได้ทำการสังเคราะห์แอโรเจลจากการละลายพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วยหน่วยย่อยของสารอินทรีย์ที่มีความแตกต่างกัน แล้วทำให้แห้งด้วยเทคนิคการทำให้แห้งแบบวิกฤตยิ่งยวด (supercritical drying) [21] โดยส่วนใหญ่แล้วแอโรเจลชนิดนี้มักจะถูกเตรียมมาจาก รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์ (resorcinol-formaldehyde) และเมลามีน-ฟอร์มาลดีไฮด์ (melamine-formaldehyde) [22-23] ซึ่งแอโรเจลชนิดนี้มีสมบัติคล้ายกันกับแอโรเจลที่เตรียมจากสารอนินทรีย์ แม้ว่าจะมีโครงสร้างที่แตกต่างกันก็ตาม แต่อย่างไรก็ตามผล

จากการสารเริ่มต้นที่ใช้ในการเตรียมต่างกันทำให้แอโรเจลชนิดนี้จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนที่ค่อนข้างเล็ก (ประมาณ 50 นาโนเมตร หรืออาจจะเล็กกว่านั้น) และมีพื้นที่ผิวสัมผัสสูงประมาณ 400 - 1,000 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งทำให้รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์แอโรเจลมีความแข็งและแข็งแรงมากกว่าซิลิกาแอโรเจล แต่แอโรเจลชนิดนี้มีข้อเสียที่สำคัญคือสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์แอโรเจลชนิดนี้มีความเป็นพิษ จึงเป็นข้อจำกัดในการใช้งานบางประเภท [24]

รูปที่ 2.14 รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์แอโรเจล [20]

แอโรเจลที่เตรียมจากทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ผสมกัน (inorganic-organic hybrid aerogel) หรือแอโรเจลคอมโพสิต (aerogel composites) คือวัสดุที่นำเอาสารอินทรีย์ไปรวมไว้ในโครงสร้างของวัสดุเซรามิก ซึ่งสามารถเตรียมได้สองวิธีที่แตกต่างกัน โดยวิธีแรกจะทำการรวมสารที่ต้องการเข้าด้วยกันในระหว่างกระบวนการโซล-เจล ส่วนอีกวิธีคือการใส่สารตัวที่สองหลังจากทำการเตรียมแอโรเจลตัวแรกเสร็จแล้วด้วยกระบวนการดูดซับหรือกระบวนการตกผลึก [16]

สำหรับการใช้งานแอโรเจลในงานด้านที่เกี่ยวข้องกับสิ่งมีชีวิตปัจจัยสำคัญที่ต้องมีคือความสามารถในการเข้ากันทางชีวภาพ (biocompatibility) และความสามารถย่อยสลายได้เองทางชีวภาพ (biodegradability) ซิลิกาแอโรเจลสามารถเข้ากันได้ทางชีวภาพกับสิ่งมีชีวิตแต่ไม่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ และในการสังเคราะห์แอโรเจลจากสารอินทรีย์อย่าง รีโซซินอล-ฟอร์มาลดีไฮด์แอโรเจลก็ต้องใช้สารที่มีความเป็นพิษในการสังเคราะห์ ทำให้แอโรเจลทั้งสองชนิดนี้ไม่สามารถใช้งานในด้านที่ต้องเกี่ยวข้องกับสิ่งมีชีวิตได้ จากแนวคิดที่จะใช้สารอินทรีย์ชนิดอื่นมาเตรียมแอโรเจลที่สามารถนำมาใช้งานด้านชีวภาพหรืองานที่เกี่ยวข้องกับสิ่งมีชีวิต จึงได้นำสารพอลิแซคคาไรด์ (polysaccharides) ซึ่งเป็นสารไบโอพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่เกิดจากการรวมตัวกันของมอโนแซคคาไรด์ที่เป็นชนิดเดียวกัน (homopolysaccharide) หรือต่างชนิดกัน (heteropolysaccharide) เรียงต่อกันด้วยพันธะไกลโคไซด์เป็นสายยาวตั้งแต่ 10 โมเลกุลขึ้นไปจนถึงจำนวนหลายร้อยโมเลกุล เช่น แป้ง เซลลูโลส เพกทิน และกัม (ยางของพืช) เป็นต้น พอลิแซคคาไรด์ที่ได้จากธรรมชาติและสารอนุพันธ์ถูกนำไปใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลายเนื่องจากสารเหล่านี้มีความปลอดภัยในการนำไปใช้งานสูง หาได้ง่ายและมีอยู่มากในธรรมชาติ ไม่เป็นพิษ มีสมบัติทางชีววิทยาที่ดี และสามารถทำการย่อยสลายได้ด้วยเอนไซม์ ทำให้พอลิแซคคาไรด์ถูกนำไปใช้งานได้หลากหลาย[16]

2.5 เซลลูโลสแอโรเจล (Cellulose Aerogel)

รูปที่ 2.15 เซลลูโลสแอโรเจล [25]

จากที่กล่าวมาในข้างต้น แอโรเจลที่เตรียมจากวัสดุธรรมชาติอย่างเซลลูโลสได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องจากตัวของเซลลูโลสแอโรเจลเองมีความปลอดภัยและไม่เป็นพิษ เพราะผลิตมาจากวัสดุธรรมชาติ อีกทั้งยังสามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติอีกด้วย ยิ่งไปกว่านั้นเซลลูโลส-แอโรเจลยังถูกนำไปใช้งานในเป็นวัสดุฉนวนความร้อน ตัวเก็บประจุประสิทธิภาพสูง วัสดุสำหรับเก็บแก๊สในเซลล์พลังงาน (fuel cells) วัสดุที่ใช้กรองอนุภาคขนาดเล็ก นำไปใช้ในงานในระบบการนำส่งยา และอื่นๆอีกมากมาย แอโรเจลที่เตรียมมาจากสารละลายไบโอพอลิเมอร์ (biopolymer) จะสร้างเจลเครือข่ายโดยการกักสารละลายไว้ และสารละลายในโครงข่ายนั้นจะถูกแทนที่ด้วยอากาศโดยปราศจากการพังทลายของโครงข่ายไบโอพอลิเมอร์ [1-3, 5-6]

ในช่วงแรกของการสร้างเซลลูโลสแอโรเจล Kistler (1931) และผู้ร่วมงานได้ทำการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลจากเซลลูโลสและไนโตรเซลลูโลสที่ละลายในสารละลายอินทรีย์ทั่วไป ซึ่งพวกเขาเรียกสิ่งนั้นว่า “jellies” จากนั้นได้ทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย (solvent exchange) และทำให้แห้งใน supercritical propane ซึ่งไม่ทำให้โครงสร้างของรูพรุนยุบตัวหรือเสียหาย [3]

2.5.1 การเตรียมเซลลูโลสแอโรเจล [3]

โดยทั่วไปแล้วหลักการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลจะมีวิธีการหลักๆคือ การละลายเซลลูโลส การขึ้นรูป ทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย (solvent exchange) และสุดท้ายคือกระบวนการกำจัดของเหลวใน wet-gel ซึ่งก็จะทำให้ได้เซลลูโลสแอโรเจล

2.5.1.1 การละลายเซลลูโลส

โดยปกติแล้วเซลลูโลสค่อนข้างที่ละลายในน้ำหรือในตัวทำละลายทั่วไปได้ยาก เนื่องจากเซลลูโลสมีพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) แบบร่างแหทั้งภายในโมเลกุลและระหว่างโมเลกุลมีความแข็งแรงมาก มีความยาวของสายโซ่โมเลกุลสูง (high degree of polymerization) และมีความเป็นผลึกสูง [4-5] แต่เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการค้นพบตัวทำละลายที่สามารถทำการละลายเซลลูโลสได้โดยตรงเช่น ลิเทียมคลอไรด์/ไดเมทิลแอเซตาไมด์, เอ็น-เมทิลมอร์โฟลีน-เอ็น-ออกไซด์ (NMMO), ไอออนิกลิควิด[26], โซเดียมไฮดรอกไซด์/พอลิเอทิลีนไกลคอล [5] และอัลคาไลน์ไฮดรอกไซด์/ยูเรีย [27] เป็นต้น ซึ่งตัวทำละลายแต่ละชนิดจะมีเงื่อนไขในการเกิดปฏิกิริยาที่แตกต่างกันไป บางชนิด

เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูง บางชนิดเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำ บางชนิดจำเป็นต้องมีการควบคุมความดันอีกด้วย

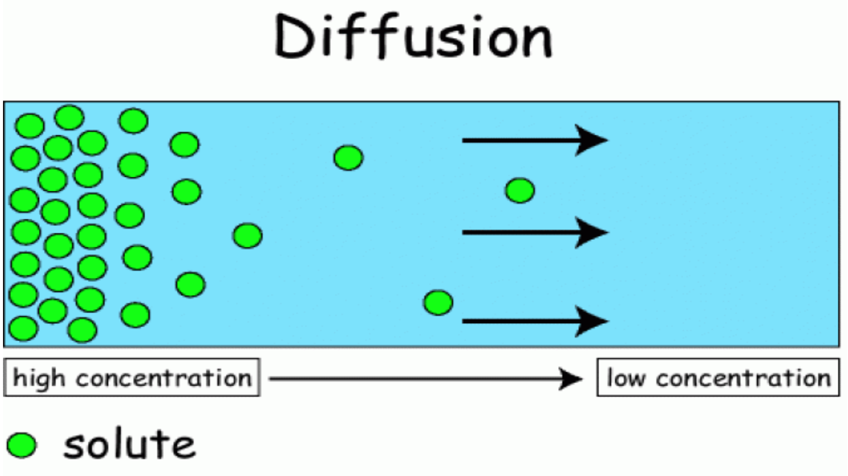
2.5.1.2 การขึ้นรูป

การขึ้นรูปเซลลูโลสแอโรเจลได้หลากหลายรูปแบบ และหลากหลายขนาดขึ้นกับกระบวนการขึ้นรูปที่ใช้ โดยส่วนมากแล้วเซลลูโลสแอโรเจลจะมีลักษณะทรงกระบอก แต่อาจถูกนำไปขึ้นรูปเป็นเม็ดบีทขนาดต่างๆ ขึ้นรูปเป็นฟิล์มหรือเป็นแผ่นก็สามารถทำได้เช่นกัน โดยการขึ้นเซลลูโลส-แอโรเจลในลักษณะต่างๆ ขึ้นอยู่กับกระบวนการขึ้นรูป ซึ่งการขึ้นรูปให้เป็นทรงกระบอกหรือเป็นแผ่น เป็นฟิล์มสามารถกำหนดความหนา ความกว้างและความยาวได้จากแม่แบบที่ใช้ในการขึ้นรูป การขึ้นรูปเป็นเส้นใยสามารถทำได้โดยการฉีดผ่านหัวฉีดขนาดต่างๆ ส่วนการขึ้นรูปเป็นเม็ดบีทสามารถทำได้โดยการหยดสารละลายเซลลูโลสลงในอ่างรีเจนเนอร์เรชั่น หรือ ทำได้โดยการใช้เทคโนโลยีเจคคัตเตอร์ (JetCutter)

2.5.1.3 การแลกเปลี่ยนตัวทำละลาย (Solvent Exchange)

การแลกเปลี่ยนตัวทำละลายเป็นอีกกระบวนการหนึ่งที่ทำให้สารละลายเซลลูโลสที่ได้เกิดการแข็งตัวกลายเป็นเจล โดยในการทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายในครั้งแรกเรียกว่ากระบวนการรีเจนเนอร์เรชั่น (regeneration) หรือก็คือเกิดการรวมตัวกันเป็นโครงสร้างเซลลูโลสขึ้นมาใหม่หลังจากได้มีการทำละลายตัวเซลลูโลสด้วยตัวทำละลายต่างๆที่กล่าวมาในข้างต้น ซึ่งกระบวนการนี้จะทำให้สารละลายเซลลูโลสแข็งตัวกลายเป็นเจล โดยอาศัยหลักการของการแพร่ของสารคือการเคลื่อนที่หรือการกระจายของโมเลกุลของสารจากบริเวณที่มีความเข้มข้นของสารมาก (มีจำนวนโมเลกุลของสารมาก) ไปยังบริเวณที่มีความเข้มข้นของสารน้อย (มีจำนวนโมเลกุลของสารน้อย) [28]

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University



รูปที่ 2.16 หลักการแพร่ของสาร [28]

กระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายจะทำการแลกเปลี่ยนด้วยตัวทำละลาย 1 ชนิด หรือมากกว่านั้นก็ได้ อีกทั้งชนิดของตัวทำละลายยังสามารถใช้ในการควบคุมขนาดของรูพรุนในเซลลูโลสแอโรเจลได้อีกด้วย ซึ่งขนาดของรูพรุนนี้จะขึ้นอยู่กับขนาดของโมเลกุลของตัวทำละลาย แต่การทำขั้นตอนแลกเปลี่ยนตัวทำละลายนี้ บางครั้งอาจทำให้เซลลูโลสเจลหดตัว ดังนั้นจึงควรกำหนดตัวแปรในการทดลองที่เหมาะสม เช่น หากใช้เซลลูโลสที่มีความเข้มข้นมาก จะทำให้การหดตัวหลังกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายลดลง เป็นต้น และเมื่อทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายเรียบร้อยแล้ว และเมื่อเสร็จจากกระบวนการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายแล้วก็ได้ออกมาเป็นไฮโดรเจล (hydrogel)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

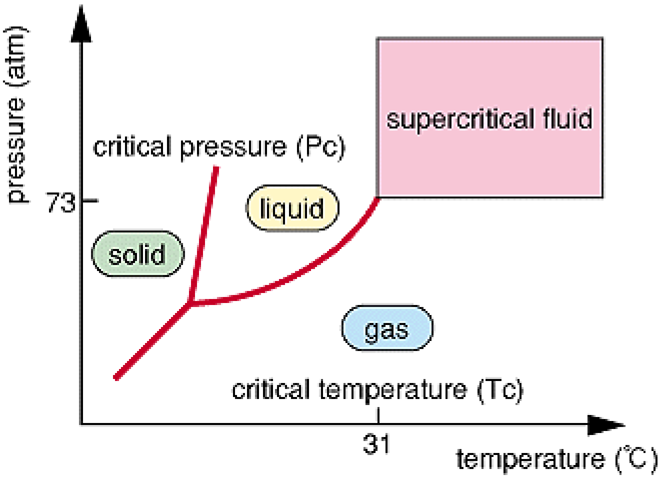
2.5.1.4 กระบวนการกำจัดของเหลวใน ไฮโดรเจล

ถ้าหากปล่อยให้ไฮโดรเจลแห้งด้วยตัวเองที่อุณหภูมิห้อง จะมีแรงดันอากาศจากภายนอกมากระทำให้รูพรุนเกิดการยุบตัวลง ส่งผลให้เกิดวัสดุของแข็งที่ไม่มีรูพรุนแทนที่จะเป็นแอโรเจล จึงจำเป็นต้องใช้เครื่องมือและเทคนิคต่างๆ เข้ามาช่วยกำจัดของเหลวและลดการยุบตัวของรูพรุนในแอโรเจล โดยทั่วไปแล้วการกำจัดของเหลวในไฮโดรเจลจะใช้เทคนิคอยู่ 2 เทคนิคคือ การทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (freeze drying) และการทำให้แห้งด้วยของไหลวิกฤติยิ่งยวด (supercritical drying)

การทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็งหมายถึงการทำแห้งด้วยการแช่เยือกแข็งทำให้น้ำเปลี่ยนสถานะเป็นผลึกน้ำแข็งก่อน แล้วจึงนำมาลดความดันเพื่อให้ผลึกน้ำแข็งระเหิด (sublimation) กลายเป็นไอด้วยการลดความดันให้ต่ำกว่าบรรยากาศปกติขณะเดียวกันก็ต้องทำการควบคุมให้อุณหภูมิต่ำ (ที่

อุณหภูมิเท่ากับหรือต่ำกว่า 0 องศาเซลเซียส น้ำแข็งระเหิดที่ความดันเท่ากับ 4.7 มิลลิเมตรปรอทหรือต่ำกว่า) [29-30]

การทำให้แห้งด้วยของไหลวิกฤติยิ่งยวด หมายถึง การใช้ของไหลวิกฤติยิ่งยวด (supercritical fluid) ในการสกัดสารจากวัตถุดิบที่สนใจ ซึ่งของไหลเกิดจากการเพิ่มความดันและอุณหภูมิเกินจุดวิกฤต (critical point) แสดงลักษณะเป็นของไหลวิกฤติยิ่งยวด



รูปที่ 2.17 แผนภาพระหว่างความดันและอุณหภูมิที่ทำให้เกิดของไหลวิกฤติยิ่งยวด [31]

จากรูปที่ 2.17 เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิถึง Tc และความดันถึง Pc สารจะเปลี่ยนสถานะจากของแข็งของเหลวและแก๊สเป็นของไหลวิกฤติยิ่งยวดส่งผลให้มีความสามารถในการสกัดสารออกจากวัตถุดิบได้ดีเนื่องจากมีสมบัติอยู่ระหว่างของเหลวและแก๊ส คือมีความหนาแน่นเหมือนของเหลว แต่ความหนืดเหมือนแก๊สและสามารถแพร่สู่วัตถุดิบเพื่อดึงสารออกมาขณะทำการสกัดได้ดีเหมือนแก๊ส และสามารถละลายวัตถุดิบได้ดีเหมือนของเหลว [31-32]

2.6 การละลายเซลลูโลสในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย [33]

ในการละลายเซลลูโลสไม่สามารถละลายได้ด้วยตัวทำละลายทั่วไป เนื่องจากมีพันธะไฮโดรเจน (hydrogen bond) แบบร่างแหทั้งภายในโมเลกุลและระหว่างโมเลกุลที่มีความแข็งแรงสูง มีความยาวของสายโซ่โมเลกุลสูง (high degree of polymerization) และมีความเป็นผลึกสูง แต่เมื่อ

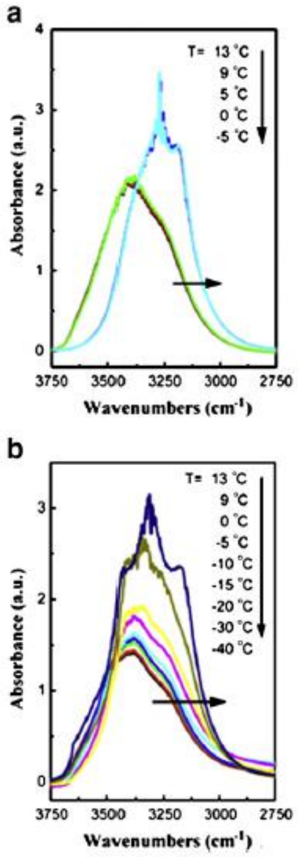
ประมาณ 20 กว่าปีที่ผ่านมาได้มีการค้นพบระบบตัวทำละลายที่สามารถละลายเซลลูโลสได้ เช่น LiCl-*N*,*N*-dimethylacetamide (DMAc), *N*-methylmorpholine-*N*-oxide (NMMO) และ ionic liquids ซึ่งระบบตัวทำละลายเหล่านี้จะละลายเซลลูโลสที่อุณหภูมิสูง แต่เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการพบตัวทำละลายชนิดใหม่ที่มีความสามารถละลายเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำอย่างระบบตัวทำละลายอัลคาไลน์/ยูเรีย (alkali/urea aqueous system) ที่มีอยู่ด้วยกัน 3 ระบบคือ ลิเทียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย(LiOH/urea) โซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย (NaOH/urea) และ โซเดียมไฮดรอกไซด์/ไธโอยูเรีย (NaOH/thiourea) ในการทำละลายเซลลูโลสด้วยตัวทำละลายในระบบนี้จำเป็นจะต้องนำสารตัวทำละลายไปแช่แข็งในช่วงอุณหภูมิ -12 ถึง -5 องศาเซลเซียส แล้วจึงใส่เซลลูโลสลงไปในตัวทำละลายดังกล่าว จึงจะส่งผลให้เซลลูโลสสามารถละลายในเวลาอันรวดเร็ว (ประมาณ 2 นาที) โดยปกติแล้วการละลายพอลิเมอร์จะเกิดจากการแพร่ผ่านของระหว่างตัวทำละลายและพอลิเมอร์ที่ค่อนข้างช้าและใช้เวลานาน (ซึ่งอาจจะจำเป็นต้องใช้ความร้อนเร่งความเร็วของกระบวนการละลาย) ความน่าสนใจของตัวทำละลายในระบบนี้คือการที่ตัวทำละลายระบบนี้สามารถละลายเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำแต่ไม่สามารถละลายได้ที่อุณหภูมิห้องเนื่องจากโครงสร้างเซลลูโลส/อัลคาไลน์/ยูเรียมีเสถียรภาพที่อุณหภูมิต่ำและนำไปสู่การละลายของเซลลูโลสในตัวทำละลาย แต่อย่างไรก็ตามตัวทำละลายในระบบนี้จะละลายได้เพียงเซลลูโลสที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำกว่า 1.2×10^5

2.6.1 กลไกการละลายเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำ

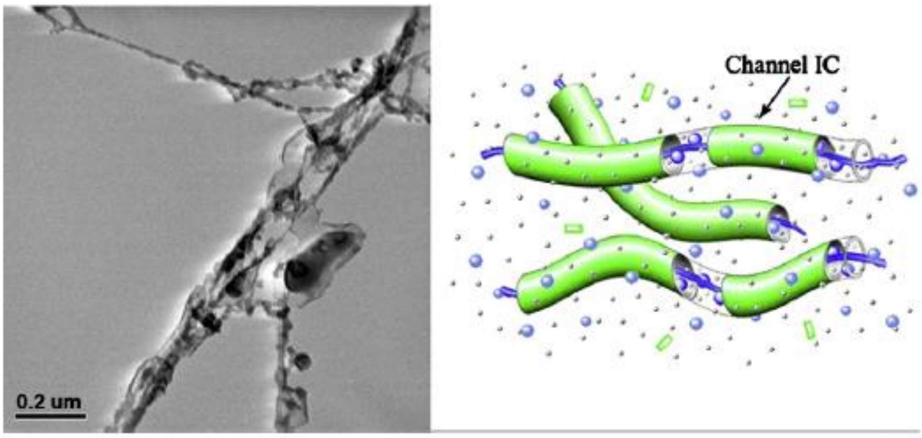
จากที่กล่าวมาในข้างต้น การละลายเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำมีความเกี่ยวข้องกับการสร้างโครงสร้างพันธะไฮโดรเจนใหม่ในระบบตัวทำละลาย ตามมาตรฐานแล้วพฤติกรรมการละลายเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำจะถูกตรวจสอบโดยเครื่องวัดการกระเจิงแสงสถิต (static laser light scattering, SLS) เครื่องวัดการกระเจิงของแสงพลวัต (dynamic laser light scattering, DLS) เครื่องคาร์บอน-นิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโคปี (^{13}C-Nuclear magnetic resonance spectroscopy, ^{13}C-NMR) เครื่องไฮโดรเจนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโคปี (^{1}H-Nuclear magnetic resonance spectroscopy, ^{1}H-NMR) เครื่องไนโตรเจนนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโค-ปี (^{15}N-Nuclear magnetic resonance spectroscopy, ^{15}N-NMR) เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม-อินฟราเรดสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrophotometer, FT-IR) เครื่องวัดการกระเจิงนิวตรอนเป็นมุมเล็ก (small angle neutron scattering, SANS) กล้อง

จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy, TEM) และเครื่องวัดการกระเจิงของรังสีเอกซ์ที่มุมกว้าง (wide-angle X-ray diffraction) ผลการวิเคราะห์จาก FT-IR และ WAXD พบว่าการละลายที่อุณหภูมิต่ำของกลุ่มตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ยูเรีย และน้ำเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการทำละลายต่ำลง ดังที่แสดงในรูปที่ 2.18 ซึ่งยืนยันได้ว่าโซเดียมไฮดรอกไซด์ไฮเดรตจะสามารถดึงดูดสายโซ่เซลลูโลสผ่านการสร้างโครงข่ายพันธะไฮโดรเจนใหม่ที่อุณหภูมิต่ำ แต่ว่ายูเรีย-ไฮเดรตสามารถในการรวมตัวกันเอง (self-assembled) ที่พื้นผิวของพันธะไฮโดรเจนของโซเดียม-ไฮดรอกไซด์เซลลูโลสเกิดเป็นโครงสร้างซับซ้อนอินคลูชั่น (inclusion complex, IC) ยิ่งไปกว่านั้นรูปภาพจาก TEM และ พีคที่ได้จาก WAXD ได้แสดงหลักฐานว่า โครงสร้างซับซ้อนอินคลูชั่นเซลลูโลสที่มีลักษณะคล้ายหนอน (worm-like cellulose inclusion complex) ถูกล้อมด้วยยูเรีย [2] ข้อมูลความเข้มข้นใน WAXD ของเซลลูโลสในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย จะคล้ายกับยูเรียบริสุทธิ์ และพีคของโซเดียมไฮดรอกไซด์และเซลลูโลสจะไม่ปรากฏในข้อมูลนี้ ซึ่งจะชี้ให้เห็นว่าโครงสร้างของเซลลูโลสและโซเดียมไฮดรอกไซด์ไฮเดรตถูกขังไว้ในยูเรียโฮสต์ (urea host) นอกจากนี้ผลจาก SLS และ DLS ชี้ให้เห็นว่าโมเลกุลของเซลลูโลสจำนวนมากที่มีจำนวนการรวมตัวที่จำกัดมีการขยายสายโซ่ของเซลลูโลสในตัวทำละลาย ซึ่งสนับสนุนลักษณะโครงสร้างซับซ้อนอินคลูชั่น จากรูป TEM (รูปที่ 2.19) ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าการละลายเซลลูโลสที่ -12 องศาเซลเซียสเกิดขึ้นตามผลของการรวมตัวกันอย่างรวดเร็วระหว่างสารละลายโมเลกุลขนาดเล็กและเซลลูโลส

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University



รูปที่ 2.18 ผลการวิเคราะห์จาก FT-IR ของน้ำ (a.) และ สารละลาย 7 wt% NaOH / 12 wt% Urea (b.) ที่อุณหภูมิต่างๆ [33]



รูปที่ 2.19 ภาพ TEM (ซ้าย) และภาพจำลองโครงสร้างอินคลูชั่น (ขวา) ของเซลลูโลสในตัวทำละลายอัลคาไลน์/ยูเรีย [33]

2.6.2 สมบัติของสารละลายเซลลูโลสที่ละลายที่อุณหภูมิต่ำ

ในระบบโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย โซเดียมไฮดรอกไซด์และยูเรียไม่เป็นพิษและมีราคาถูก อีกทั้งยังไม่มีการระเหยของสารเคมีในระหว่างการทำละลายเซลลูโลสที่อุณหภูมิต่ำ และสารที่เป็นผลพลอยได้สามารถแยกและนำกลับมาใช้ใหม่ได้

2.7 วัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (Freeze/Thaw Cycles)

วัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกันเป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติที่เกิดขึ้นในฤดูหนาวและฤดูใบไม้ผลิเมื่อเกิดขึ้นหลายๆครั้งจะทำให้เกิดการผุกร่อนในหินและวัสดุที่ต้องพบกับอากาศเหล่านี้ โดยปกติแล้ววัฏจักรเยือกแข็งและละลายจะถูกใช้เป็นการทดสอบการผุกร่อนในวัสดุที่จำเป็นต้องใช้ภายนอกและในหินหรือวัสดุเซรามิก

ในวัฏจักรนี้เมื่อน้ำเกิดการแข็งตัวเป็นของแข็งจะส่งผลให้น้ำขยายตัวเพิ่มขึ้น 9 เปอร์เซ็นต์ของน้ำในวัสดุที่มีความชื้น การขยายตัวของโมเลกุลน้ำส่งผลให้เกิดแรงดันขึ้นในรูพรุนของวัสดุ และถ้าแรงดันนี้เกินกว่าความสามารถในการขยายตัวของวัสดุแล้ว รูพรุนในวัสดุจะเกิดการขยายและวัสดุจะเกิดการแตกในที่สุด และเมื่อเกิดวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกันหลายๆครั้งจะทำให้วัสดุเกิดการขยายตัวและแตกออก เกิดการหลุดลอกของวัสดุ และเกิดการแตกเป็นผง [34-35]

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Gavillon และ Budtova [36] ได้ทำการศึกษาการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลด้วยตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โดยเริ่มจากการนำเซลลูโลสมากระจายตัวในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จากนั้นทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและกำจัดน้ำออกโดยการทำให้แห้งแบบวิกฤตยิ่งยวดด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เหลว (supercritical CO_2) ก็จะได้เซลลูโลสแอโรเจล เมื่อนำเซลลูโลสแอโรเจลที่ได้ไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและทำการวัดพื้นที่ผิวสัมผัสและปริมาตรของรูพรุนด้วยเทคนิคการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนพบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่ได้มีความเป็นรูพรุนสูงกว่าร้อยละ 95 มีขนาดของรูพรุนอยู่ระหว่าง 10 นาโนเมตร ถึง 10 ไมโครเมตร มีพื้นที่ผิวสัมผัสประมาณ 200-300 ตารางเมตรต่อกรัมและมีความหนาแน่นอยู่ในช่วง 0.06 ถึง 0.3 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรซึ่งจากการศึกษาพบว่าสมบัติของแอโรเจลจะขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่างทั้งความยาวของสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสและความเข้มข้นของเซลลูโลส ซึ่งเมื่อความ

ยาวของสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสมากขึ้นจะทำให้แอโรเจลมีพื้นที่ผิวสัมผัสและขนาดของรูพรุนที่มากขึ้น และเมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของเซลลูโลสจาก 3 - 7% พบว่ามีความหนาแน่นอยู่ระหว่าง 0.06 - 0.3 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งความหนาแน่นมากขึ้นเมื่อความเข้มข้นของเซลลูโลสเพิ่มขึ้น

Nguyen และคณะ [37] ได้ทำการสังเคราะห์แอโรเจลจากเศษกระดาษที่ใช้แล้วสำหรับใช้เป็นตัวดูดซับน้ำหรือน้ำมัน และใช้เป็นฉนวนความร้อน โดยเริ่มจากการนำเอาเศษกระดาษที่ใช้แล้วไปกระจายตัวในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ผสมยูเรีย แล้วนำมาทำการรีเจนเนอเรตเซลลูโลสด้วยเอทานอลจากนั้นทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายและทำให้แห้งด้วยเทคนิคการทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็ง จากนั้นนำแอโรเจลที่ได้บางส่วนไปทำการเคลือบด้วยสารเมทิลไตรเมทอกซีไซเลน (MTMS) เพื่อให้แอโรเจลมีลักษณะเป็นวัสดุไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) เมื่อนำแอโรเจลที่ได้ไปทำการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมได้มีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วงระหว่าง 40 - 200 ไมโครเมตร มีค่าความหนาแน่นอยู่ที่ประมาณ 0.04 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และมีค่าความเป็นรูพรุนอยู่ที่ร้อยละ 94.8 เมื่อนำแอโรเจลไปทำการวิเคราะห์หาค่าการดูดซับพบว่าแอโรเจลที่ได้มีสมบัติในการดูดซับที่ค่อนข้างสูง สามารถดูดซับได้ 18 - 20 เท่าของน้ำหนักแห้ง และสามารถทำการกำจัดน้ำออกจากแอโรเจลที่ทำการดูดซับน้ำได้ถึงร้อยละ 99.8 โดยวิธีการบีบน้ำออกจากแอโรเจล เมื่อนำไปทดสอบสมบัติเชิงกลโดยการทดสอบแรงดึงและแรงกดพบว่าแอโรเจลที่ได้มีความสามารถในการต้านทานแรงดึง (tensile strength) ประมาณ 1470 N/m^2 มีค่าความเค้นวิกฤติ (yield strength) ประมาณ 1080 N/m^2 และมีค่าความแข็งแรง (young’s modulus) ประมาณ 11 kPa จากนั้นนำแอโรเจลที่ทำการเคลือบด้วย MTMS ไปทดสอบการดูดซับน้ำมันพบว่าแอโรเจลสามารถดูดซับน้ำมันเครื่องได้ประมาณ 18 เท่าของน้ำหนักแห้ง และสามารถดูดซับน้ำมันสำหรับทำอาหารได้ประมาณ 17.6 เท่าของน้ำหนักแห้ง และสุดท้ายนำไปทำการทดสอบการนำความร้อนด้วยเทคนิค C-ThermTCi Thermal conductivity Analyzer พบว่าแอโรเจลที่ได้มีค่าการนำความร้อนเพียง 0.029-0.032 W/m·K จากการศึกษาพบว่าแอโรเจลที่เตรียมจากเศษกระดาษใช้แล้วมีความสามารถในการดูดซับสูงและเป็นฉนวนความร้อนที่ดี

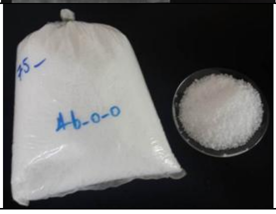
Kwon และคณะ [38] ได้ทำการศึกษาโครงสร้างและสมบัติการดูดซับของ Holocellulose aerogel ที่สังเคราะห์ด้วยสารละลายในระบบตัวทำละลายอัลคาไลน์ไฮดรอกไซด์/ยูเรีย โดย Kwon

และคณะ ได้นำเอาต้นทิวลิปมาใช้เป็นวัสดุตั้งต้นในการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจล โดยนำมาละลายในตัวทำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ผสมกับยูเรียที่อุณหภูมิ -2, -4, -8 และ -10 องศาเซลเซียส แล้วนำไปทำการปั่นแยกเพื่อกำจัดฟองอากาศออกจากสารละลาย ทำให้ได้สารละลายไฮโดรเจล สองชั้น จากนั้นนำสารละลายทั้งสองชั้นมาทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายด้วยน้ำและกำจัดน้ำด้วยเทคโนโลยีการทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็งจากการวิเคราะห์วัดปริมาณพื้นที่ผิวสัมผัสและปริมาณรูพรุนด้วยเทคนิคการดูดซับและคายก๊าซไนโตรเจนพบว่าแอโรเจลที่ได้จากสารละลายชั้นบนของสารละลายที่อุณหภูมิ -2, -4, -8 และ -10 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 205.2, 232.7, 246.2 และ 285.1 ตารางเมตรต่อกรัมตามลำดับ แต่ในสารละลายชั้นล่างที่อุณหภูมิ -2, -4, -8 และ -10 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิวเท่ากับ 154.8, 155.2, 184.8 และ 209.8 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ปริมาณรูพรุนทั้งหมดของแอโรเจลที่ได้จากสารละลายชั้นบนมีปริมาณ 1.04 - 1.17 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัมและแอโรเจลที่ได้จากสารละลายชั้นล่างมีปริมาณ 0.78 - 2.21 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม และแอโรเจลที่ได้ทั้งหมดมีขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วง 73.0 - 285.1 อังสตรอม จากการศึกษาที่กล่าวมาแสดงให้เห็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อสมบัติของแอโรเจล คืออุณหภูมิที่ใช้ในการละลายเซลลูโลสและความเข้มข้นของเซลลูโลส

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

บทที่ 3
วิธีการทดลอง

3.1. วัสดุและสารเคมี

วัสดุและสารเคมี	เกรดและบริษัทที่ผลิต	หมายเหตุ
กลีเซอรีน (Glycerine, $C_3H_8O_3$)	เกรดทางการค้า จากบริษัท รวมเคมี 1986 จำกัด	-
กรดอะซิติก (Acetic acid, CH_3COOH)	เกรด AR จากบริษัท QRëC ประเทศนิวซีแลนด์	-
กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) ความเข้มข้นร้อยละ 37	เกรด AR จากบริษัท QRëC ประเทศนิวซีแลนด์	-
เศษผ้าฝ้ายที่ผ่านการฟอกขาว	ได้รับการอนุเคราะห์จาก บริษัท ราชาอูชิโน จำกัด	
น้ำกรอง	เครื่องกรองน้ำ Pure	
โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) ชนิดเกร็ด	เกรดอุตสาหกรรม	
ยูเรีย (Urea, CH_4N_2O)	เกรดอุตสาหกรรม	

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

3.2. อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้เตรียมเซลลูโลสแอโรเจล

- อุปกรณ์เครื่องแก้ว
- กระดาษวัดค่าความเป็นกรด-ด่าง
- แม่แบบขึ้นรูปพลาสติก (ถาดพลาสติก 28 x 21 x 5 เซนติเมตร)
- เครื่องชั่งทศนิยมสองตำแหน่ง
- เครื่องแช่เยือกแข็ง (Freezer)

3.3. เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) ของ JEOL รุ่น JSM-6400
- เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล Universal Testing Machine ของ Instron รุ่น 5843
- กล่องกระดาษขนาด 11 x 11 x 8 เซนติเมตร
- เครื่องกำเนิดเสียงที่มีระดับความดังเท่ากับ 112 เดซิเบล
- เครื่องวัดระดับเสียง
- กล่องอะคริลิกขนาด 10.5 x 24.3 x 15 เซนติเมตร 2 กล่อง
- เครื่องกำเนิดความร้อนอินฟราเรด (Infrared heater)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

3.4. ขอบเขตการทดลอง

การทดลองแบ่งเป็น 3 ส่วน คือ

3.4.1 การเตรียมไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสจากเศษผ้าฝ้ายเหลือทิ้ง

นำเศษผ้าฝ้ายมาแช่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 10 เป็นเวลา 7 วัน เพื่อทำการย่อยสายโซ่โมเลกุลของเซลลูโลสในบริเวณอสัณฐานออกอย่างสมบูรณ์ จากนั้นทำการล้างเศษผ้าฝ้ายที่ผ่านการย่อยแล้วจนปราศจากกรดตกค้าง จะได้ผงไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส

3.4.2 การเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลด้วยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน

นำไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสที่เตรียมได้ในข้อ 3.4.1 มาละลายในระบบโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย แล้วทำการรีเจนเนอเรชันเซลลูโลสให้อยู่ในรูปเซลลูโลสไฮโดรเจล นำเซลลูโลสไฮโดรเจลมาทำวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกันเพื่อเปลี่ยนเซลลูโลสไฮโดรเจลเป็นเซลลูโลสแอโรเจล โดยมีปัจจัยที่ทำการศึกษาดังต่อไปนี้

1. ความเข้มข้นของไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส ได้แก่ 5, 6 และ 7% โดยน้ำหนักของสารละลายผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรีย [36]

2. ความเข้มข้นของสารละลายกลีเซอรอล ได้แก่ 0, 10, 20 และ 30% โดยปริมาตร

3. จำนวนรอบการทำวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน ได้แก่ 1, 2, 3, 4 และ 5 รอบ

4. เวลาที่ใช้ในการแช่เยือกแข็งแต่ละรอบวัฏจักรเยือกแข็งและลายสลับกัน เป็นเวลา 1, 2 และ 3 ชั่วโมง

ตัวอย่างวิธีการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน มีรายละเอียดดังนี้

เตรียมสารละลายผสมระหว่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 7 โดยน้ำหนัก ยูเรียความเข้มข้นร้อยละ 12 โดยน้ำหนัก และน้ำร้อยละ 81 โดยน้ำหนัก จากนั้นนำไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสที่ร้อยละ 5, 6, และ 7 โดยน้ำหนักสารละลายผสม ไปกระจายตัวในสารละลายดังกล่าวข้างต้น แล้วนำไปลดอุณหภูมิในฟรีซเซอร์ที่อุณหภูมิ –18 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำเซลลูโลสเจลแข็งออกมาตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้เซลลูโลสเจลแข็งหลอมเหลวเป็นของเหลวหนืดที่สามารถเทลงในแม่พิมพ์ ทิ้งสารละลายเซลลูโลสให้เซทตัวเป็นเจลแข็งโดยตั้งทิ้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาประมาณ 24 ชั่วโมง แล้วจึงทำการรีเจนเนอเรตเซลลูโลสและแลกเปลี่ยนตัวทำละลายด้วยน้ำจนกระทั่งกำจัดโซเดียมไฮดรอกไซด์และยูเรียออกจากเซลลูโลสไฮโดรเจลได้อย่างสมบูรณ์ นำไฮโดรเจลที่ได้ไปปรับสภาพใยสารละลายกรดอะซิติกเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อให้ไฮโดรเจลเกิดร่างแหของพันธะไฮโดรเจน ล้างกรดส่วนเกินออกโดยการแช่ในน้ำกรอง แล้วจึงนำเซลลูโลสไฮโดรเจลที่ได้ไปทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลเป็นเวลา 24 ชั่วโมง สุดท้ายนำไฮโดรเจลที่ได้ไปทำวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกันตามจำนวนรอบที่ต้องการศึกษา เพื่อให้ได้เซลลูโลส-แอโรเจลที่มีรูพรุนขนาดต่างๆ

3.4.3 การทดสอบสมบัติของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมได้

3.4.3.1 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจลจากเศษเส้นใยผ้าฝ้ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ JEOL รุ่น JSM-6400LV จากเมือง Tokyo ประเทศญี่ปุ่น ดังแสดงในรูปที่ 3.3 เพื่อตรวจสอบลักษณะของรูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจล โดยตัดชิ้นงานขนาด 0.5 x 0.5 เซนติเมตร ไปติดกับแผ่นติดตัวอย่าง SEM เพื่อตรวจสอบสัณฐานวิทยาและโครงสร้างตาข่ายที่เกิดขึ้นของชิ้นงานแอโรเจล และนำชิ้นงานที่เตรียมไว้ไปทำการฉาบผิวด้วยทองคำ ก่อนจะทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้ศักย์ไฟฟ้า 15 kV และมีกำลังขยาย 10,000 เท่า

รูปที่ 3.1 เครื่อง SEM ของ JEOL รุ่น JSM-6400

3.4.3.2 การตรวจสอบค่าการหดตัวของชิ้นงาน

การตรวจสอบค่าการหดตัวของชิ้นงานเซลลูโลสแอโรเจลด้วยการคำนวณหาร้อยละการหดตัวของชิ้นงาน จากปริมาตร (กว้าง X ยาว X หนา) ของชิ้นงานก่อนทำวัฏจักรเยือกแข็งและละลายและหลังจากทิ้งไว้ให้แห้งหลังจากการทำวัฏจักรเยือกแข็งและละลายแล้ว ซึ่งคำนวณได้ดังนี้

$$\text{ร้อยละการหดตัวของชิ้นงาน} = \frac{\text{ปริมาตรก่อน} - \text{ปริมาตรหลัง}}{\text{ปริมาตรก่อน}} \times 100$$

โดยกำหนดให้ขนาดของชิ้นงานก่อนทำวัฏจักรเยือกแข็งและละลายมีขนาดเท่ากับ 4x10x0.25 เซนติเมตร

3.4.3.3 การตรวจสอบความหนาแน่นของชิ้นงาน

การตรวจสอบค่าความหนาแน่นของชิ้นงานจะทำได้โดยการคำนวณตามสมการดังต่อไปนี้

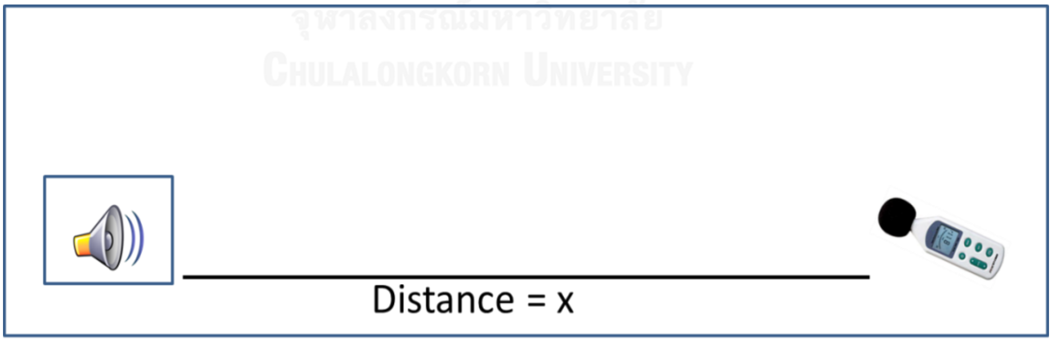
$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{น้ำหนักของชิ้นงานที่แห้งแล้ว}}{\text{ปริมาตรของชิ้นงานที่แห้งแล้ว}}$$

3.4.3.4 ตรวจสอบสมบัติเชิงกลด้วยเทคนิคการกดอัด (Compression Test)

การตรวจสอบสมบัติของเซลลูโลสแอโรเจล โดยเทคนิค compression test ด้วยเครื่อง Universal Testing Machine รุ่น Instron 5843 เพื่อทดสอบหาปริมาณอากาศ (air's volume) ที่มีอยู่ในเซลลูโลสแอโรเจล โดยเตรียมตัวอย่างเป็นลักษณะเป็นลูกบาศก์ที่มีขนาด 10 x 10 x 10 มิลลิเมตร และในการทดสอบสมบัติดังกล่าวจะกำหนดภาวะในการทดสอบคือ มีขนาดของ load cell เท่ากับ 1,000 นิวตัน ทำการกดด้วยอัตราเร็วคงที่เท่ากับ 1 มิลลิเมตรต่อนาที จนกระทั่งมีระยะที่ใช้ในการกดสูงสุดร้อยละ 60 ของความหนาของชิ้นงานเซลลูโลสแอโรเจลที่นำมาวิเคราะห์

รูปที่ 3.2 เครื่องทดสอบสมบัติเชิงกล Universal Testing Machine รุ่น Instron 5843

3.4.3.5 วิเคราะห์สมบัติการดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจล

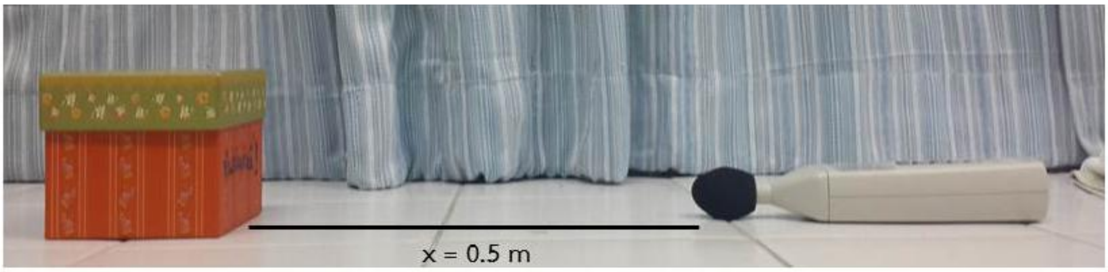


รูปที่ 3.3 การทำการทดสอบการดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจล

ทำการวิเคราะห์การดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจลได้จากขั้นดังต่อไปนี้

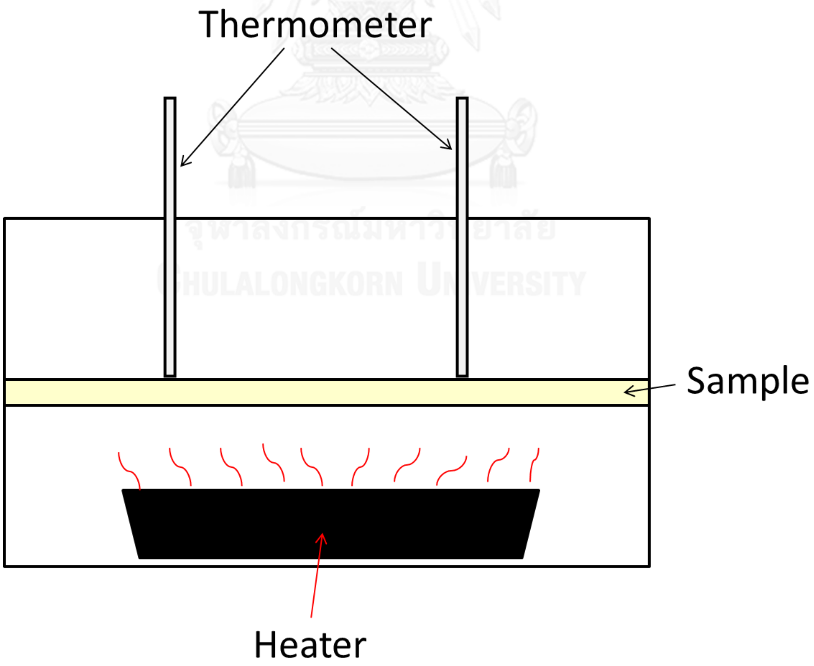
เริ่มจากเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลให้มีขนาดเท่ากับขนาดของด้านทั้ง 6 ด้านของกล่องกระดาษขนาดเล็กเพื่อนำแผ่นบุข้างในกล่อง โดยกำหนดความหนาของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมไว้

จะมีความหนาเท่ากับ 0.3 เซนติเมตร จากนั้นใส่เครื่องกำเนิดเสียงที่มีระดับความดังของเสียงเท่ากับ 112 เดซิเบล เข้าไปในกล่องกระดาษขนาดเล็กที่มีเซลลูโลสแอโรเจลบุรอบกล่องเรียบร้อยแล้ว ต่อมาทำการทดสอบการดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจล โดยใช้เครื่องวัดระดับเสียง (sound level meter) วัดเสียงที่ระยะทาง (distance) 0, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5 และ 4 เมตร



รูปที่ 3.4 การทดสอบการดูดซับเสียงของเซลลูโลสแอโรเจล

3.4.3.6 วิเคราะห์สมบัติความเป็นฉนวนทางความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล



รูปที่ 3.5 ลักษณะการทำการทดสอบความเป็นฉนวนความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล

การทดสอบความเป็นฉนวนความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจลจะสามารถทำได้ตามขั้นตอนต่อไปนี้

เตรียมเซลลูโลสแอโรเจลขนาด 10 x 23.7 ตารางเซนติเมตร โดยเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมมีความหนาเท่ากับ 0.3 เซนติเมตร จากนั้นทำการวิเคราะห์ความเป็นฉนวนความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล โดยวางแผ่นไว้บนกล่องพลาสติกอะคริลิกที่มีเครื่องกำเนิดความร้อนอินฟราเรด (Infrared heater) อยู่ภายในกล่องและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส (250 วัตต์) ทำการครอบกล่องพลาสติกอะคริลิก (ที่มีช่องใส่เทอร์โมมิเตอร์) ไว้ด้านบนแผ่นเซลลูโลสแอโรเจล แล้วใช้เทอร์โมมิเตอร์วัดอุณหภูมิความร้อนและคำนวณค่าสภาพการนำความร้อน ตามสมการด้านล่าง

$$k = QL / A \Delta T$$

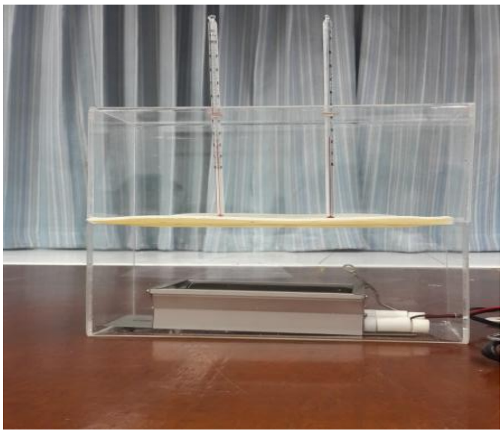
เมื่อ k คือ สภาพนำความร้อน หน่วย วัตต์ต่อเมตร·เคลวิน (W/m·K)

Q คือ ความร้อนที่ไหลผ่านต่อพื้นที่ผิวตัวอย่าง หน่วย วัตต์ (W)

A คือ พื้นที่ที่ความร้อนไหลผ่าน หน่วย ตารางเมตร (m^2)

L คือ ความหนาของชิ้นทดสอบ หน่วย เมตร (m)

ΔT คือ อุณหภูมิที่แตกต่างระหว่างผิววัสดุด้านอุณหภูมิสูงและด้านอุณหภูมิต่ำในหน่วยเคลวิน (K)



รูปที่ 3.6 การทดสอบความเป็นฉนวนทางความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล

บทที่ 4
ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลที่มีรูพรุนขนาดต่างๆ ด้วยเทคนิควัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน วัตถุดิบที่นำมาใช้คือผ้าฝ้ายที่ผ่านการฟอกขาวมาแล้ว เนื่องจากฝ้ายเป็นเซลลูโลสที่มีสายโซ่โมเลกุลยาวทำให้ละลายได้ยาก จึงได้ทำการตัดสายโซ่โมเลกุลของฝ้ายด้วยการแช่ฝ้ายในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก โดยกรดไฮโดรคลอริกทำหน้าที่ย่อยส่วนอสัณฐานของฝ้ายออก เหลือไว้เพียงแต่ส่วนผลึกที่เรียกว่าไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส มีลักษณะเป็นผงสีขาว จากนั้นนำไมโคร-คริสตัลลีนเซลลูโลสมาละลายในตัวทำละลายระบบโซเดียมไฮดรอกไซด์/ยูเรียที่อุณหภูมิ -18 องศาเซลเซียส แล้วนำสารละลายออกมาเทลงในแม่แบบ ปล่อยให้เปลี่ยนสภาพจากสารละลายไปเป็นเจลแข็ง จากนั้นทำการรีเจเนอเรตเซลลูโลสและทำการแลกเปลี่ยนตัวทำละลายด้วยน้ำกลั่น เพื่อกำจัดโซเดียมไฮดรอกไซด์และยูเรียออกอย่างสมบูรณ์ แล้วนำเซลลูโลสไฮโดรเจล (hydrogel) มาทำการสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (freeze/thaw cycles) เพื่อสร้างโครงสร้างรูพรุน ซึ่งปริมาณและขนาดของรูพรุนจะขึ้นอยู่กับจำนวนรอบของวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาอิทธิพลต่างๆ ที่มีผลต่อขนาดของรูพรุน เสถียรภาพของรูพรุน ซึ่งพบว่าขนาดและเสถียรภาพของรูพรุนขึ้นอยู่ปัจจัยหลักๆ ดังนี้ 1. จำนวนรอบของวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน 2. เวลาที่ใช้ในการทำเยือกแข็ง 3. ปริมาณกลีเซลรอลในขั้นตอนของการปรับสภาพ และ 4. ความปริมาณของเซลลูโลสที่ใช้ในการเตรียมแอโรเจล ได้อธิบายในรายละเอียดต่อไป

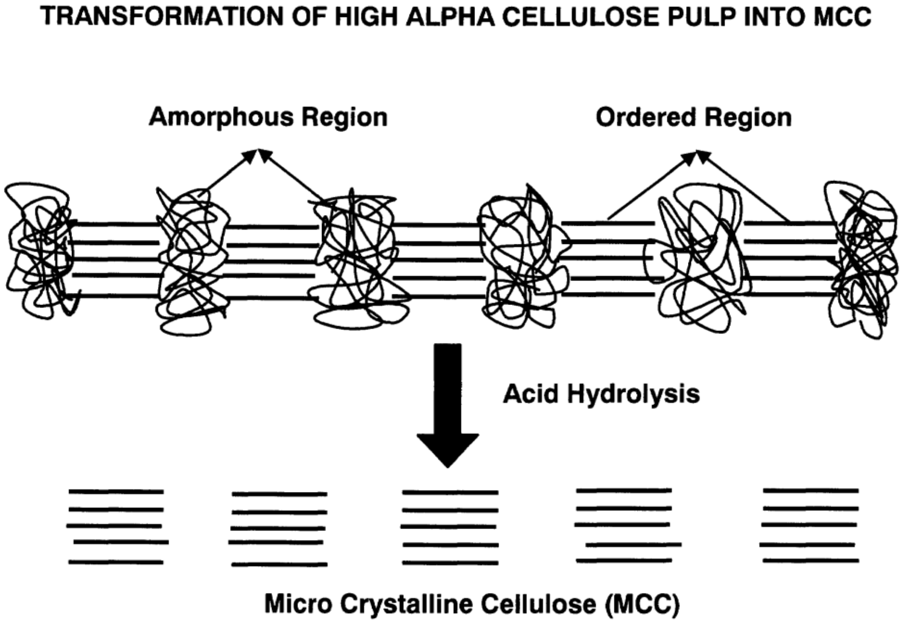
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

4.1 การเตรียมไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสจากเศษผ้าฝ้าย

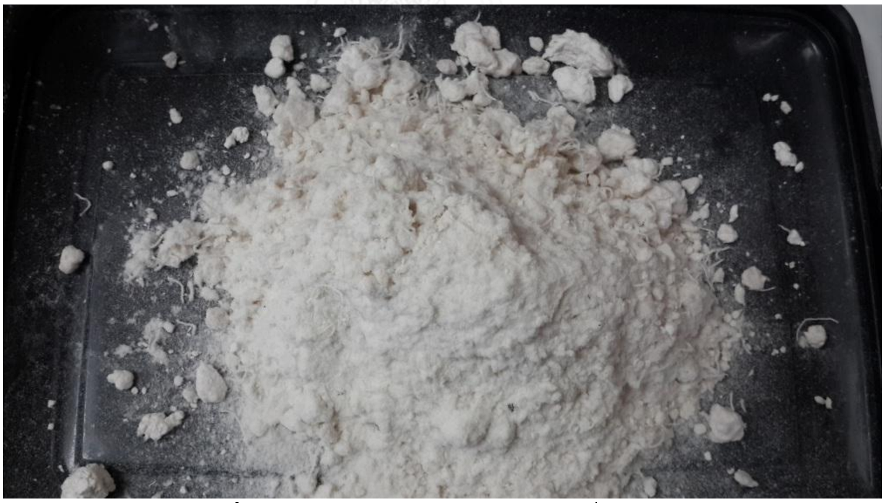
โดยทั่วไปแล้วการเตรียมไมโครคริสตัลลีนจากเซลลูโลสจะทำได้ 2 วิธีคือการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกหรือกรดไฮโดรคลอริก ที่อุณหภูมิสูง เพื่อเร่งให้เกิดปฏิกิริยาได้มากขึ้น และอีกวิธีคือการไฮโดรไลซิสด้วยเบส ซึ่งมักจะใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์หรือปูนขาว ที่อุณหภูมิสูง และจากงานวิจัย [8] พบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายกรดและเบสมากขึ้นจะส่งผลให้ใช้เวลาในการผลิตน้อยลง และความเข้มข้นสูงสุดที่ใช้ในการผลิตคือ 2.5 นอร์มอล ถ้าใช้ความเข้มข้นมากกว่านี้ก็จะไม่เกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นเนื่องจากเซลลูโลสเปลี่ยนเป็นไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสได้อย่างสมบูรณ์แล้วที่สารละลายความเข้มข้น 2.5 นอร์มอล

แต่ในงานวิจัยนี้ได้เตรียมไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสด้วยการไฮโดรไลซิสเซลลูโลสด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นร้อยละ 10 หรือ 3.5 นอร์มอล ของสารละลายทั้งหมด ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 7 วัน พบว่าเซลลูโลสที่แช่ด้วยกรดไฮโดรคลอริกเจือจางความเข้มข้น 3.5 นอร์มอล ผ่านไป

7 วัน ได้เซลลูโลสที่มีลักษณะเป็นผงสีขาวตามที่แสดงไว้ในรูปที่ 4.2 มีปริมาณร้อยละ 20 ของเซลลูโลสทั้งหมด



รูปที่ 4.1 กลไกการเปลี่ยนรูปของเซลลูโลสไปเป็นไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลส [39]



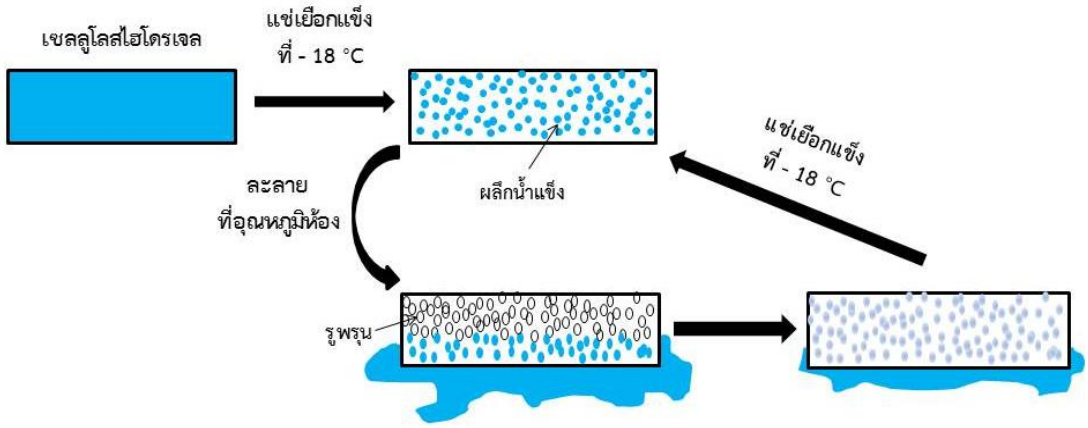
รูปที่ 4.2 ไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสที่เตรียมได้

4.2 กลไกการเกิดรูพรุนของเซลลูโลสแอโรเจล

โดยทั่วไปแล้วกลไกการสร้างรูพรุนของเซลลูโลสแอโรเจลจะสร้างได้ด้วยเทคนิค 2 วิธีคือ การทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็ง (freeze drying) เป็นการทำให้น้ำเปลี่ยนสถานะเป็นผลึกน้ำแข็งก่อน แล้วจึงนำมาลดความดันเพื่อให้ผลึกน้ำแข็งระเหิดกลายเป็นไอ ด้วยการลดความดันให้ต่ำกว่าบรรยากาศปกติ และ การทำให้แห้งด้วยของไหลวิกฤติยิ่งยวด (supercritical drying) เป็นการนำเอา

ของไหลวิกฤตเข้าไปแทนที่น้ำภายในไฮโดรเจลและเมื่อทำการลดความดันลงจะส่งผลให้ของไหลวิกฤติระเหิดออกจากเซลลูโลสแอโรเจล [29-32, 34-35] แต่ทั้งสองวิธีนี้จำเป็นต้องใช้เครื่องมือที่มีราคาแพงและได้เซลลูโลสแอโรเจลออกมาในจำนวนที่น้อย

ในงานวิจัยนี้อาศัยหลักการสร้างรูพรุนของเซลลูโลสแอโรเจล ด้วยกลไกของวัฏจักรสร้างผลึกน้ำแข็งและการละลายของผลึกน้ำแข็ง โดยเริ่มจากนำเซลลูโลสไฮโดรเจลไปแช่เยือกแข็งที่อุณหภูมิ -18 °C ส่งผลให้น้ำภายในไฮโดรเจลแข็งตัวกลายเป็นผลึกน้ำแข็ง เมื่อนำมาละลายที่อุณหภูมิห้องน้ำแข็งในเซลลูโลสแอโรเจลจะละลายไหลออกมา ทำให้เกิดรูพรุนขึ้น การนำไปแช่เยือกแข็งและละลายซ้ำหลายๆ รอบหรือวัฏจักรแช่เยือกแข็งละลายสลับกัน จะทำให้ปริมาณน้ำภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลค่อยๆ ลดลง [40-41] ทำเช่นนี้จนกระทั่งน้ำภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลเหลืออยู่น้อยที่สุดและเมื่อนำมาทิ้งไว้ให้น้ำและความชื้นที่หลงเหลืออยู่ระเหยออกไปก็จะได้เซลลูโลสแอโรเจล



รูปที่ 4.3 กลไกการเกิดรูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจล

Chulalongkorn University

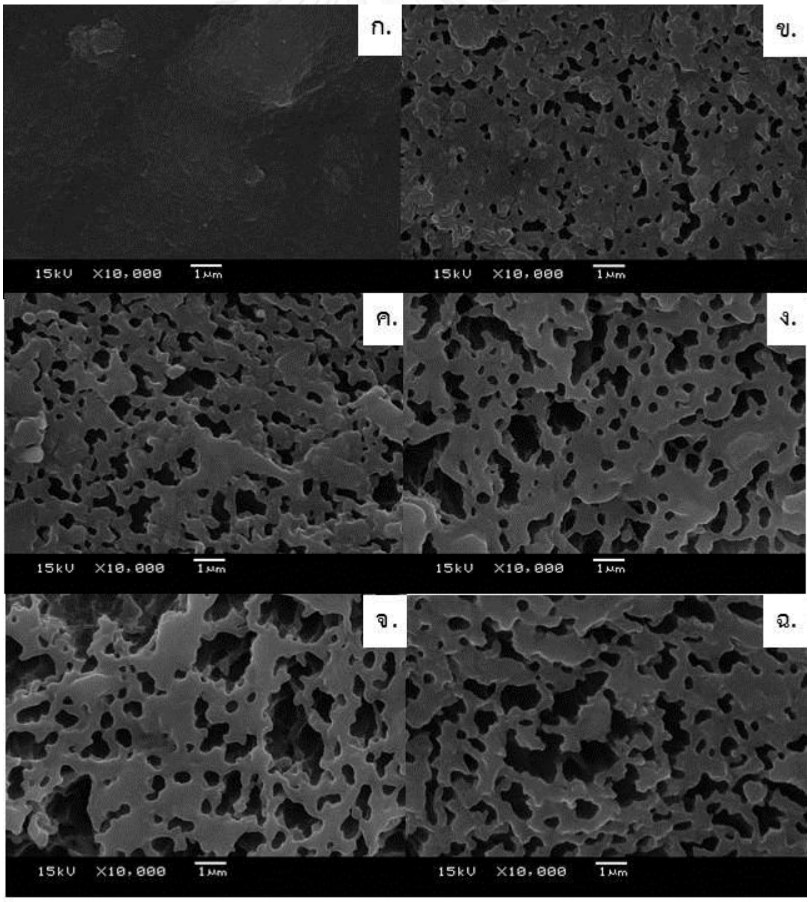
4.3 อิทธิพลที่มีผลต่อโครงสร้างของรูพรุน

4.3.1 ผลของจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน

รูปที่ 4.4 แสดงภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายต่างกัน (ก. 0 รอบ, ข. 1 รอบ, ค. 2 รอบ, ง. 3 รอบ, จ. 4 รอบ และ ฉ. 5 รอบ) และใช่เวลาในการแช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่า เซลลูโลสแอโรเจลที่ไม่มีการทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน (ก.) ไม่มีรูพรุนปรากฏภายในรูปเลย แต่เมื่อเซลลูโลส-แอโรเจลมีการทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน 1 รอบ (ข.) จะมีรูพรุนปรากฏในภาพ โดยรูพรุนที่เห็นจะมีขนาดเล็กและบางส่วนจะมีลักษณะคล้ายแอ่งขนาดเล็กจำนวนเล็กน้อย และเมื่อทำการเพิ่มจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันเป็น 2 รอบ (ค.) รูพรุนที่ปรากฏในภาพจะมีขนาดใหญ่ขึ้น

และรูพรุนที่ได้จะมีลักษณะที่ไม่เป็นทรงกลมแต่จะมีลักษณะคล้ายแอ่งขนาดเล็กๆจำนวนมาก เซลลูโลสแอโรเจล 3 รอบ วัฏจักรแช่เยือกแข็ง/ละลายสลับกัน (ง.) รูพรุนที่ปรากฏรูพรุนขนาดเล็ก และมีรูพรุนที่เป็นแอ่งขนาดใหญ่เกิดขึ้นบางส่วน เซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน 4 รอบ จะปรากฏรูพรุนขนาดเล็กใหญ่จำนวนมากและมีบางส่วนที่เกิดเป็นแอ่งขนาดใหญ่ และเมื่อทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 5 รอบ (ฉ.) ภายในรูปปรากฏรูพรุนที่มีลักษณะแอ่งขนาดเล็กและใหญ่เป็นจำนวนมาก มีรูพรุนขนาดเล็กปรากฏอยู่เล็กน้อย

พบว่าจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันที่มากขึ้นส่งผลให้รูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจลจะมีขนาดใหญ่มากขึ้น โดยปรากฏการณ์ดังกล่าวเกิดได้จาก 2 กรณีคือ น้ำภายในเซลลูโลสแอโรเจลอยู่ใกล้กันเมื่อถูกนำไปแช่เยือกแข็งแล้วน้ำจะเกิดการขยายตัวมาเจอกันทำให้เกิดรูพรุนที่มีลักษณะเป็นแอ่งขนาดเล็ก และการที่น้ำจากการละลายไม่ไหลออกมาจากเซลลูโลสไฮโดรเจล แต่ไหลไปรวมตัวกันผลึกน้ำแข็งที่ยังไม่ละลาย และเมื่อนำไปแช่เยือกแข็งอีกครั้ง รูพรุนก็จะเกิดการขยายและกลายเป็นแอ่งขนาดใหญ่

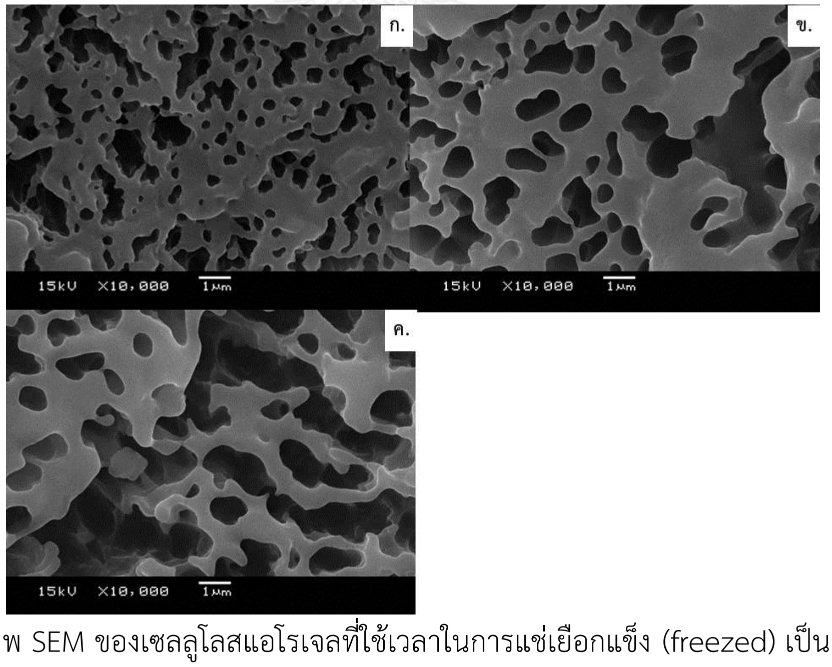


รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน 0 (ก.), 1 (ข.), 2 (ค.), 3 (ง.), 4 (จ.) และ 5 (ฉ.) รอบ

4.3.2 ผลของเวลาที่ใช้ในการแช่เยือกแข็ง

รูปที่ 4.5 แสดงภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 ใช้เวลาแช่เยือกแข็งต่างกัน (ก. 1 ชั่วโมง, ข. 2 ชั่วโมง และ ค. 3 ชั่วโมง) และมีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน 3 รอบ ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า เซลลูโลสแอโรเจลที่ใช้เวลาในการแช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง (ก.) รูพรุนที่ปรากฏในภาพ จะมีลักษณะเกือบจะเป็นทรงกลมและเป็นแอ่งขนาดเล็ก เมื่อใช้เวลาแช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง (ข.) รูพรุนที่ปรากฏจะมีลักษณะเป็นวงรีขนาดใหญ่และมีแอ่งขนาดใหญ่เกิดขึ้น และเมื่อเพิ่มเวลาในการแช่เยือกแข็งมากขึ้นเป็น 3 ชั่วโมง (ค.) จะเห็นได้ว่ารูพรุนมีลักษณะเป็นแอ่งขนาดใหญ่จำนวนมากและมีรูพรุนทรงกลมขนาดใหญ่อยู่บางส่วน

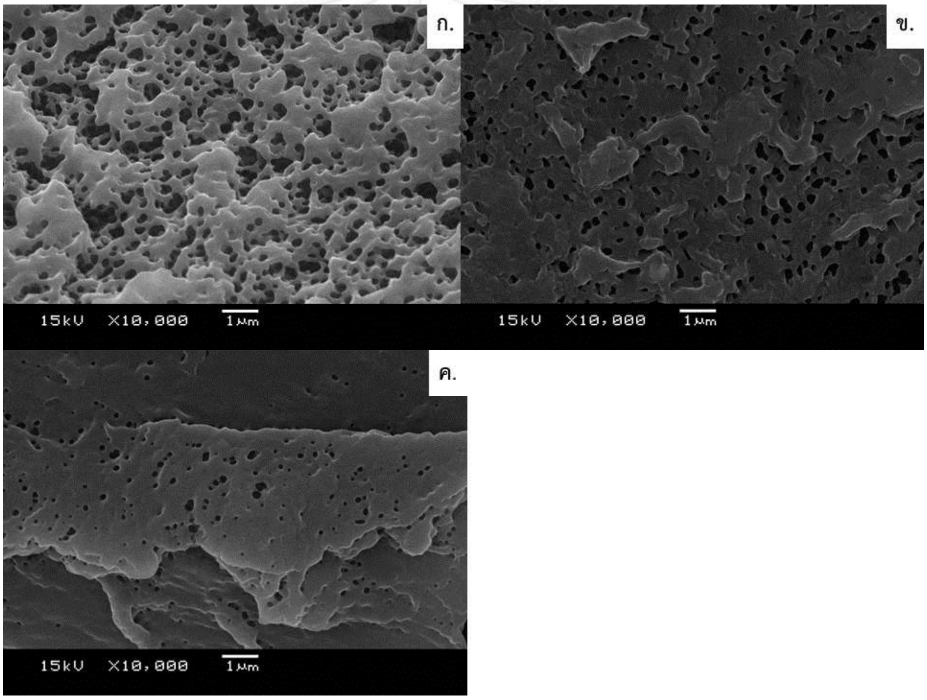
จากภาพ SEM จะเห็นได้ว่า เมื่อเวลาที่ใช้ในการแช่เยือกแข็งมากขึ้น ขนาดของรูพรุนที่ได้จะมีลักษณะเป็นแอ่งขนาดใหญ่มากขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากเวลาที่ใช้ในการแช่เยือกแข็งมาก น้ำภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลจะเปลี่ยนเป็นผลึกน้ำแข็งได้อย่างสมบูรณ์มากขึ้น เมื่อทำการละลายที่อุณหภูมิห้อง ผลึกน้ำแข็งภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลจะละลายออกมาได้น้อย และน้ำบางส่วนจะไหลไปรวมตัวกับผลึกน้ำแข็งที่ยังไม่ละลาย เมื่อทำการแช่เยือกแข็งอีกครั้งผลึกน้ำแข็งภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลก็จะมีขนาดใหญ่ขึ้น ส่วนที่เกิดเป็นรูพรุนทรงกลมขนาดเล็กจะเกิดจากเมื่อทำการละลาย น้ำภายในรูพรุนไหลออกมาจนหมด เกิดเป็นรูพรุนถาวร เมื่อนำไปแช่เยือกแข็งอีกครั้งก็ไม่ส่งผลต่อขนาดของรูพรุน



รูปที่ 4.5 ภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่ใช้เวลาในการแช่เยือกแข็ง (freezed) เป็นเวลา 1 (ก.), 2 (ข.) และ 3 (ค.) ชั่วโมง

4.3.3 ผลของความเข้มข้นของเซลลูโลส

รูปที่ 4.6 แสดงภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสที่มีความเข้มข้นต่างกัน (ก. 5%, ข. 6% และ ค. 7%) ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายจำนวน 3 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง) ที่กำลังขยาย 10,000 เท่า พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 (ก.) มีรูพรุนขนาดใหญ่และเล็กกระจายตัวอยู่เป็นจำนวนมากภายในเซลลูโลสแอโรเจล เมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้นเป็นร้อยละ 6 (ข.) จะมีรูพรุนขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ทั่วทั้งภาพ และที่ความเข้มข้นร้อยละ 7 (ค.) จะเห็นได้ว่าในภาพจะมีรูพรุนขนาดเล็กปรากฏอยู่ในบางพื้นที่ ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเซลลูโลสเพิ่มขึ้น ขนาดและจำนวนของรูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจลลดลง โดยผลที่ได้คล้ายกับรายงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับอิทธิพลของความเข้มข้นของเซลลูโลสที่ต่างกัน [42]

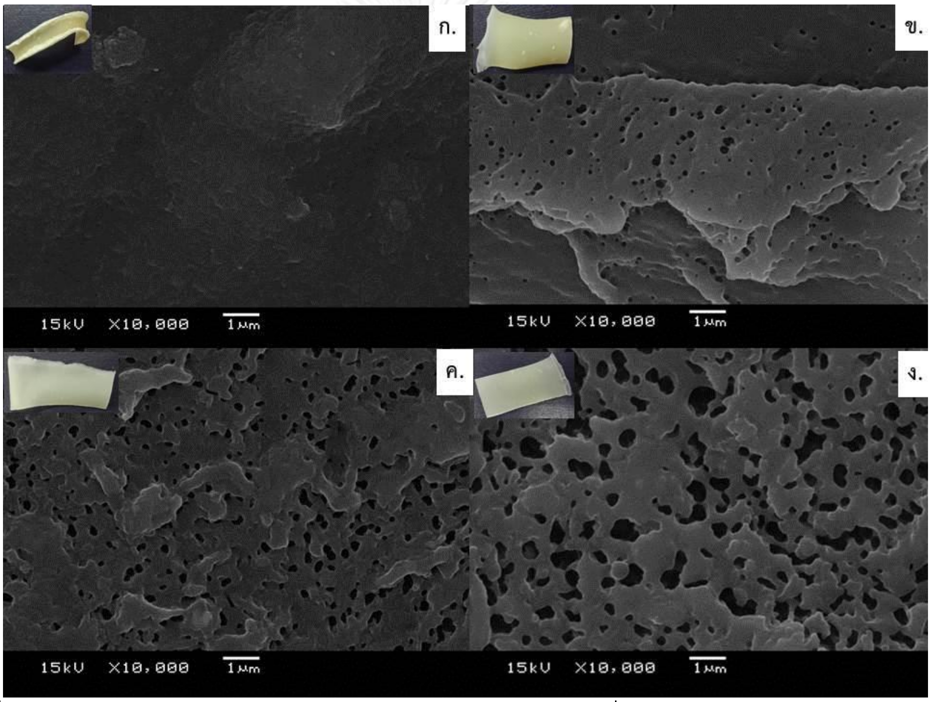


รูปที่ 4.6 ภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 (ก.), 6 (ข.) และ 7 (ค.) ชั่วโมง

4.3.4 ผลของการปรับสภาพด้วยกลีเซอรอล

รูปที่ 4.7 แสดงภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในกลีเซอรอลความเข้มข้น (ก. 0%, ข. 10%, ค. 20% และ ง. 30%) ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 3 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง) ที่กำลังขยาย

10,000 เท่า พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่ไม่ได้ปรับสภาพด้วยสารละลายกลีเซอรอล (ก.) ไม่มีรูพรุนปรากฏอยู่ภายในเซลลูโลสแอโรเจล เมื่อนำเซลลูโลสแอโรเจลไปปรับสภาพในสารละลายความเข้มข้นร้อยละ 10 (ข.) จะมีรูพรุนขนาดเล็กเกิดขึ้นในบางส่วนของเซลลูโลสแอโรเจล เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายกลีเซอรอลเป็นร้อยละ 20 (ค.) จะมีรูพรุนขนาดเล็กปรากฏอยู่จำนวนมากภายในเซลลูโลสแอโรเจล และเมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเซลลูโลสแอโรเจลเป็นร้อยละ 30 (ง.) จะมีรูพรุนทรงกลมขนาดใหญ่และรูพรุนที่มีลักษณะเป็นแอ่งปรากฏอยู่ภายในภาพเป็นจำนวนมาก จะเห็นได้ว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่นำไปปรับสภาพที่สารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นสูงขึ้น จะมีขนาดของรูพรุนที่ใหญ่ขึ้น เป็นผลมาจากการที่กลีเซอรอลจะเข้าไปแทรกตัวอยู่ในเซลลูโลสไฮโดร- เจลแทนที่น้ำมากขึ้น ภายในไฮโดรเจลมีปริมาณน้ำและอัตราการระเหยที่ลดลง การยุบตัวของ รูพรุนลดลง ขนาดของรูพรุนที่ได้จะมีขนาดใหญ่ขึ้น



รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายและภาพ SEM ของเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (ก.), 10 (ข.), 20 (ค.) และ 30 (ง.)

4.4 อิทธิพลที่มีผลต่อการหดตัวของเซลลูโลสแอโรเจล

การหดตัวของเซลลูโลสไฮโดรเจลเนื่องจากการระเหยของน้ำและความชื้นที่หลงเหลืออยู่ภายในไฮโดรเจล เป็นกระบวนการที่ไม่สามารถหลีกเลี่ยงได้ เมื่อน้ำภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลระเหยออกไปส่งผลให้ปริมาตรของเซลลูโลสไฮโดรเจลลดลง จึงเกิดการหดตัวของเซลลูโลสแอโรเจล และ

ปริมาณการหดตัวของเซลลูโลสแอโรเจลจะขึ้นอยู่กับปริมาณน้ำที่เหลืออยู่หลังจากการทำวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน

4.4.1 ผลของจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน

ตารางที่ 4.1 แสดงผลปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลหลังการทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลมีปริมาณการหดตัวสูงเมื่อไม่ได้ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน และมีปริมาณการหดตัวลดลงเมื่อมีจำนวนรอบการทำทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันมากขึ้น ทั้งนี้เนื่องมาจากการทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน ในแต่ละรอบจะมีน้ำบางส่วนไหลออกมาจากไฮโดรเจล จำนวนรอบทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันมากขึ้นจะทำให้ปริมาณน้ำในเซลลูโลสไฮโดรเจลลดลง ปริมาณน้ำที่จะระเหยลดลง ปริมาณการหดตัวลดลงเนื่องจากสูญเสียน้ำของเซลลูโลสแอโรเจลลดลง ส่งผลให้ความหนาแน่นของแอโรเจลลดลง

ตารางที่ 4.1 อิทธิพลของจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันที่ส่งผลต่อปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจล

จำนวนรอบฟรีซ/ธอร์ (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ตร.ซม.)
0	55.48	1.123876
1	44.31	1.11166
2	42.95	1.015834
3	26.08	0.966566
4	26.66	0.921679
5	22.43	0.899101

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

4.4.2 ผลของการปรับสภาพด้วยกลีเซอรอล

เซลลูโลสแอโรเจลที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นต่างกัน แสดงในตารางที่ 4.2 พบว่าปริมาณการหดตัวของเซลลูโลสแอโรเจลลดลงเมื่อความเข้มข้นของสารละลายกลีเซอรอลเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากกลีเซอรอลเข้าไปแทนที่น้ำบางส่วนภายในเซลลูโลสไฮโดรเจล ปริมาณน้ำที่เหลืออยู่ภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลลดลง อีกทั้งกลีเซอรอลยังมีสมบัติในการดูดซับความชื้นส่งผลให้ปริมาณน้ำและอัตราการระเหยของน้ำลดลง การหดตัวของเซลลูโลสแอโรเจลลดลง แต่ความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลจะเพิ่มขึ้น เมื่อความเข้มข้นของกลีเซอรอลเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.2 อิทธิพลของความเข้มข้นกลีเซอรอลต่อปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจล

ความเข้มข้นของกลีเซอรอล (%)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ลบ.ซม.)
0	49.76	0.592113
10	44.44	0.841384
20	39.92	1.051949
30	26.08	0.966566

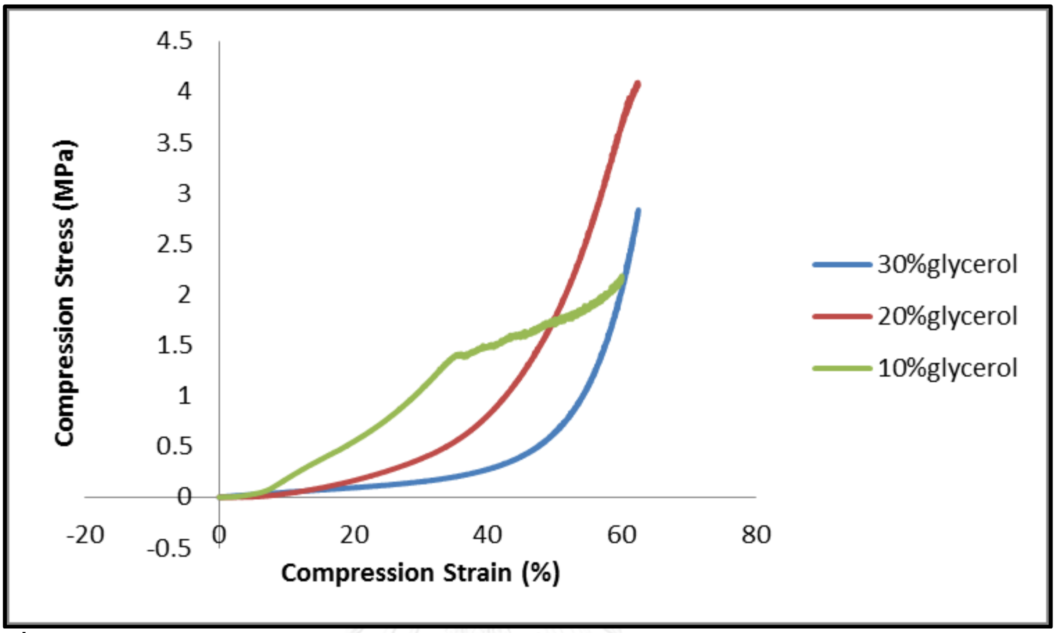
4.5 การทดสอบสมบัติของเซลลูโลสแอโรเจล

4.5.1 การทดสอบสมบัติเชิงกล

รูปที่ 4.8 แสดงสมบัติเชิงกลของเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นร้อยละ 10, 20 และ 30 ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายจำนวน 5 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 2 ชั่วโมง) พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 ที่เปอร์เซ็นต์ความเครียดของการกด (compression strain) 0 – 40% จะมีกราฟเป็นเส้นตรงขนานกับแกน x แต่เมื่อผ่านประมาณ 40% compression strain แล้วกราฟมีความเค้นของการกด (compression stress) ค่อยๆเพิ่มสูงขึ้น และเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วที่ประมาณ 50% compression strain เซลลูโลสแอโรเจลที่ถูกปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 ที่ประมาณ 0 – 35% compression strain ค่า compression stress ค่อยๆ เพิ่มขึ้น และเมื่อผ่าน 35% compression strain ค่า compression stress เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว และเซลลูโลส- แอโรเจลที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 ที่เปอร์เซ็นต์ compression strain 0 – 5% จะมีลักษณะเป็นเส้นตรงขนานกับแกน x ที่ประมาณ 6 – 35% compression strain ค่า compression stress เพิ่มขึ้นสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว และเมื่อผ่าน 35% compression strain แล้วค่า compression เพิ่มขึ้นช้าลงและเริ่มคงที่

จากที่กล่าวมาในข้างต้นจะเห็นได้ว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นต่ำในช่วงแรกมีค่า compression stress เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและเริ่มคงที่ แต่เมื่อความเข้มข้นของสารละลายกลีเซอรอลสูงขึ้นในช่วงแรกค่า compression stress จะต่ำและกราฟจะขนานกับแกน x และค่อยๆ สูงขึ้น จนกระทั่งถึงจุดๆ หนึ่งค่า compression stress จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเป็นผลมาจากเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นสูงมีรูพรุนขนาดใหญ่จำนวนมากภายในเซลลูโลสแอโรเจล ดังที่แสดงในรูปที่ 4.7 ง. ทำให้ภายในเซลลูโลส-แอโรเจลมีอากาศอยู่ภายในค่อนข้างสูง ในช่วงแรกจึงมีค่า compression stress ต่ำและขนานไปกับ

แกน x เมื่อทำการกดจนถึงระยะที่รูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจลอัดตัวกันแน่น ค่า compression stress มีค่าเพิ่มขึ้น

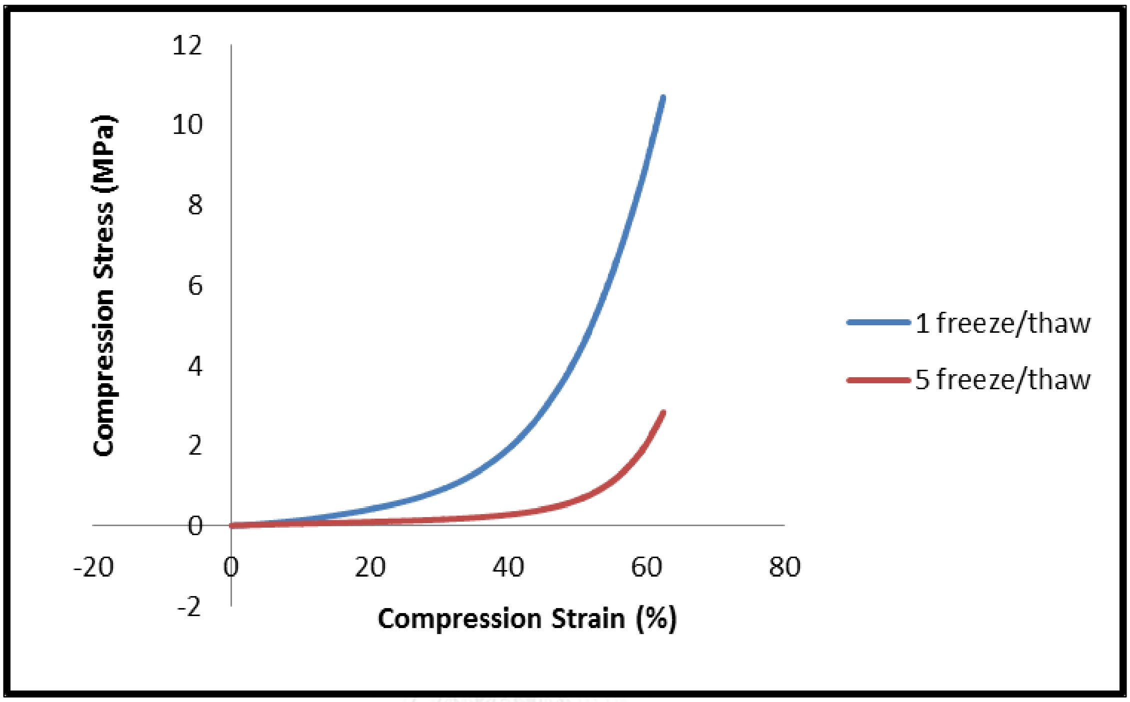


รูปที่ 4.8 กราฟระหว่างความเค้นและความเครียดของการกด (Compression stress-strain curves) ของเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นต่างกัน

รูปที่ 4.9 แสดงสมบัติเชิงกลของเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นร้อยละ 30 ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 1 และ 5 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 2 ชั่วโมง) พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 1 รอบ ในช่วง 0 – 15% compression strain กราฟที่ได้มีลักษณะเป็นเส้นตรงขนานกับแกน x เมื่อผ่าน 15% compression strain ค่า compression stress ค่อยๆเพิ่มขึ้น และเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วที่ประมาณ 45% compression strain ส่วนเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 5 รอบ ในช่วง 0 – 40% compression strain ค่า compression stress จะต่ำและกราฟที่ได้จะมีลักษณะเป็นเส้นตรงขนานกับแกน x เมื่อผ่าน 40% compression strain ค่า compression stress จะค่อยๆเพิ่มขึ้น

จากผลการทดลองที่กล่าวมาในข้างต้น พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันมาก ช่วงกราฟมีลักษณะเป็นเส้นตรงขนานกับแกน x มาก เนื่องจากเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันมาก ภายในมีรุพรุนที่มีลักษณะเป็นแอ่งขนาดใหญ่จำนวนมาก ทำให้ภายในเซลลูโลสแอโรเจลมีอากาศอยู่ภายในค่อนข้างมาก ในช่วงแรกจึงมี

ค่า compression stress ต่ำและขนานไปกับแกน x เมื่อทำการกดจนถึงระยะที่รูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจลอัดตัวกันแน่น ค่า compression stress จะมีค่าเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.9 กราฟระหว่างความเค้นและความเครียดของการกด (compression stress-strain curves) ของเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายต่างกัน

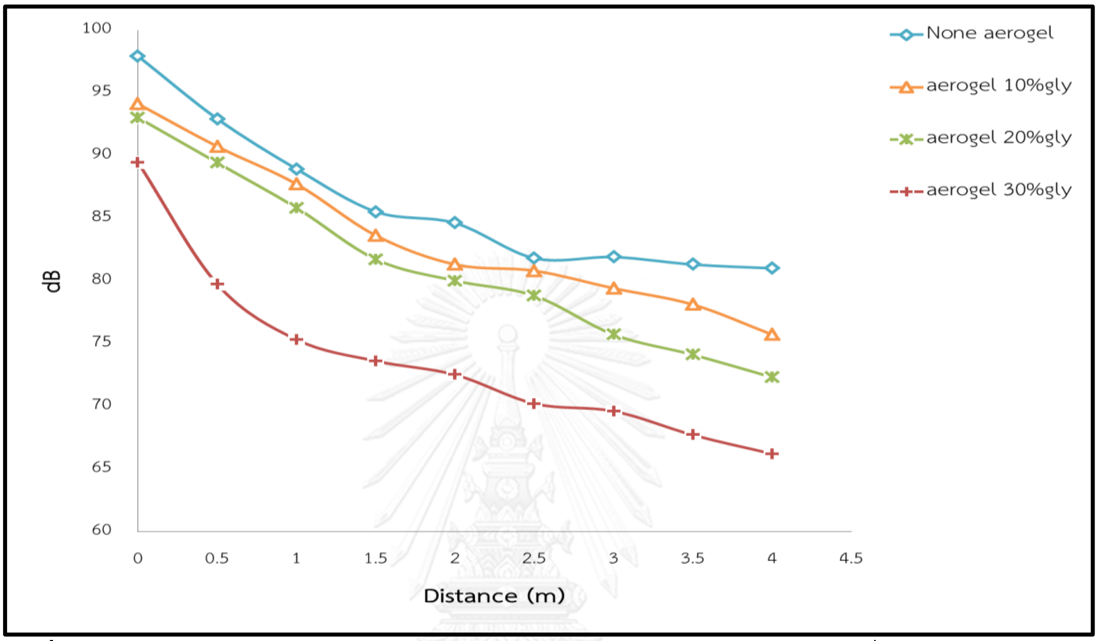
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

4.5.2 การทดสอบการดูดซับเสียง

รูปที่ 4.10 แสดงระดับเสียงที่ส่งผ่านกล่องกระดาษและกล่องกระดาษที่บุด้วยเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายเซลลูโลสที่มีความเข้มข้นร้อยละ 10, 20 และ 30 ที่มีวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 5 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 2 ชั่วโมง) พบว่าระดับเสียงที่ส่งผ่านกล่องกระดาษที่ไม่ได้ทำการบุด้วยเซลลูโลสแอโรเจลจะมีระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมาอยู่ในช่วง 81 - 98 เดซิเบล และมีระดับเสียงที่วัดที่ระยะห่าง 0 เมตรจะมีระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมา 98 เดซิเบล เมื่อทำการบุเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 ระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมาจะอยู่ในช่วง 75 - 94 เดซิเบล และที่ระยะห่าง 0 เมตร เสียงที่ส่งผ่านออกมามีความดังเท่ากับ 94 เดซิเบล เมื่อทำการบุเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นสูงขึ้นเป็นร้อยละ 20 ระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมาจะอยู่ในช่วง 72 - 93 เดซิเบล ซึ่งที่ระยะห่าง 0 เมตร เสียงที่ส่งผ่านออกมามีระดับเสียงเท่ากับ 93 เดซิเบล และที่ความเข้มข้นของสารละลายกลีเซอรอลร้อยละ 30

ระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมาในช่วง 66 - 90 เดซิเบล โดยที่ระยะห่าง 0 เมตร เสียงที่ส่งผ่านออกมาจะมีระดับความดังเท่ากับ 89.4 เดซิเบล

พบว่ากล่องกระดาษที่ทำการบุด้วยเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นสูงจะมีระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมาต่ำ เป็นผลมาจากรูพรุนของเซลลูโลสที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นสูงจะมีรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ ซึ่งจะเห็นได้จากรูปที่ 4.7



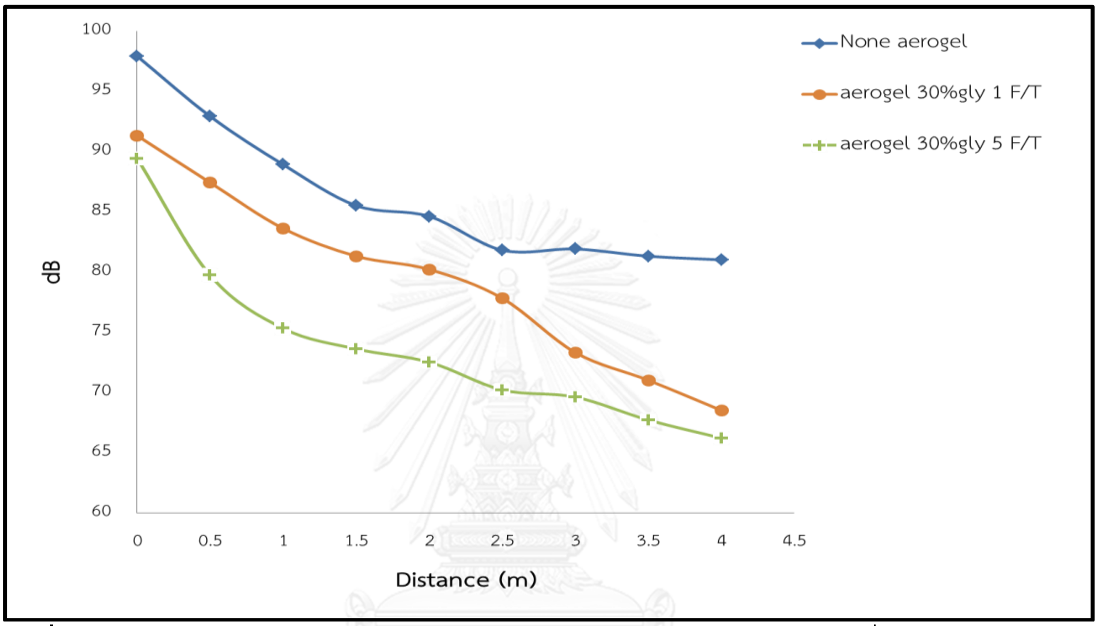
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความดังของเสียงและระยะห่างที่ทำการวัดค่าความดังของเสียงของเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นต่างๆ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

รูปที่ 4.11 แสดงระดับเสียงที่ส่งผ่านกล่องกระดาษและกล่องกระดาษที่บุด้วยเซลลูโลส-แอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายเซลลูโลสที่มีความเข้มข้นร้อยละ 30 ที่มีวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 1 และ 5 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 2 ชั่วโมง) พบว่าระดับเสียงที่ส่งผ่านกล่องกระดาษที่ไม่ได้ทำการบุด้วยเซลลูโลสแอโรเจลจะมีระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมาอยู่ในช่วง 81 - 98 เดซิเบล และมีระดับเสียงที่วัดที่ระยะห่าง 0 เมตร จะมีระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมา 98 เดซิเบล และเมื่อกล่องกระดาษที่ทำการบุด้วยเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำวัฏจักรแช่เยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 1 รอบ ระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมาอยู่ในช่วง 68 - 91 เดซิเบล และที่ระยะห่าง 0 เมตร มีระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมา 91 เดซิเบล เมื่อทำการบุกล่องกระดาษด้วยเซลลูโลสแอโรเจลที่ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกัน 5 รอบ ระดับเสียงที่ส่งผ่าน

ออกมาอยู่ในช่วง 66 - 90 เดซิเบล โดยที่ระยะห่าง 0 เมตร เสียงที่ส่งผ่านออกมามีระดับความดังเท่ากับ 89.4 เดซิเบล

พบว่ากล่องกระดาษที่ทำการบุด้วยเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันมากจะมีระดับเสียงที่ส่งผ่านออกมาต่ำ เป็นผลมาจากรูพรุนของเซลลูโลสที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นสูงจะมีรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ ซึ่งเห็นได้จากรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความดังของเสียงและระยะห่างที่ทำการวัดค่าความดังของเสียงของเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันต่างกัน

4.4.3 การทดสอบสภาพการนำความร้อน

จากตารางที่ 4.3 พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 มีค่าการนำความร้อน 6.88 x 10^{-5} W/m·K เมื่อทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นสูงขึ้นเป็นร้อยละ 20 เซลลูโลสแอโรเจลจะมีค่าการนำความร้อน 6.14 x 10^{-5} W/m·K และที่สารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 เซลลูโลสจะมีค่าการนำความร้อน 5.83 x 10^{-5} W/m·K จะเห็นได้ว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่นำไปปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นสูง ค่าการนำความร้อนต่ำ เป็นผลมาจากรูพรุนของเซลลูโลสที่ทำการปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นสูงจะมีรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ ซึ่งเห็นได้จากรูปที่ 4.7

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าการนำความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลที่ความเข้มข้นต่างๆ

ความเข้มข้นของสารละลายกลีเซอรอล (%)	รอบการทำวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ค่าการนำความร้อน (W/m•K)
10	5	6.88×10^{-5}
20	5	6.14×10^{-5}
30	5	5.83×10^{-5}

จากตารางที่ 4.4 พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่มีวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวน 1รอบ มีค่าการนำความร้อน 6.02×10^{-5} W/m•K และมีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันเพิ่มขึ้นเป็น 5 รอบ เซลลูโลสแอโรเจลมีค่าการนำความร้อน 5.83×10^{-5} W/m•K เห็นได้ว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันมาก ค่าการนำความร้อนต่ำ เป็นผลมาจากรูพรุนของเซลลูโลสที่ทำวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันจำนวนมาก จะมีรูพรุนที่มีขนาดใหญ่จำนวนมาก ซึ่งจะเห็นได้จากรูปที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการนำความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจลที่มีจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็ง/ละลายสลับกันที่ต่างกัน

ความเข้มข้นของสารละลายกลีเซอรอล (%)	รอบการทำวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ค่าการนำความร้อน (W/m•K)
30	1	6.02×10^{-5}
	5	5.83×10^{-5}

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

บทที่ 5
สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียมเซลลูโลสแอโรเจลจากเศษผ้าฝ้ายด้วยวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน แทนการทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็ง (freeze drying) และการทำให้แห้งด้วยของไหลวิกฤติยิ่งยวด (supercritical drying) พบว่าขนาดและเสถียรภาพของรูพรุนขึ้นอยู่ปัจจัยหลักๆ ดังนี้

1. จำนวนรอบของวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน พบว่าเมื่อจำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกันที่มากขึ้น รูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจลจะมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากน้ำจากการละลายไม่ไหลออกมาจากเซลลูโลสไฮโดรเจล แต่ไหลไปรวมตัวกันผลึกน้ำแข็งที่ยังไม่ละลาย และเมื่อนำไปแช่เยือกแข็งอีกครั้ง รูพรุนก็จะเกิดการขยายและกลายเป็นแอ่งขนาดใหญ่เวลาที่ใช้ในการทำเยือกแข็ง

2. เวลาที่ใช้ในการแช่เยือกแข็ง พบว่าเมื่อเวลาที่ใช้ในการแช่เยือกแข็งมากขึ้น ขนาดของรูพรุนที่ได้จะมีลักษณะเป็นแอ่งขนาดใหญ่มากขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากเวลาที่ใช้ในการแช่เยือกแข็งมากน้ำภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลจะเปลี่ยนเป็นผลึกน้ำแข็งได้อย่างสมบูรณ์มากขึ้น เมื่อทำการละลายที่อุณหภูมิห้อง ผลึกน้ำแข็งภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลจะละลายออกมาได้น้อย และน้ำบางส่วนไหลไปรวมตัวกับผลึกน้ำแข็งที่ยังไม่ละลาย เมื่อทำการแช่เยือกแข็งอีกครั้งผลึกน้ำแข็งภายในเซลลูโลส-ไฮโดรเจลมีขนาดใหญ่ขึ้น รูพรุนจึงมีขนาดใหญ่ขึ้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

3. ปริมาณกลีเซลรอลในขั้นตอนของการปรับสภาพ พบว่าเซลลูโลสแอโรเจลที่นำไปปรับสภาพที่สารละลาย กลีเซอรอลที่มีความเข้มข้นสูงขึ้น จะมีขนาดของรูพรุนที่ใหญ่ขึ้น เป็นผลมาจากการที่กลีเซอรอลเข้าไปแทรกตัวอยู่ในเซลลูโลสไฮโดรเจลแทนที่น้ำมากขึ้น ภายในไฮโดรเจลมีปริมาณน้ำและอัตราการระเหยลดลง การยุบตัวของรูพรุนลดลง ขนาดของรูพรุนที่ได้มีขนาดใหญ่ขึ้น

4. ความเข้มข้นของสารละลายเซลลูโลส พบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเซลลูโลสเพิ่มขึ้น ขนาดของรูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจลลดลงและมีจำนวนลดลงเช่นเดียวกัน

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ศึกษาเวลาและสภาวะที่เหมาะสมในการละลายน้ำแข็งภายในเซลลูโลสไฮโดรเจลได้อย่างสมบูรณ์ เพื่อลดการเกิดรูพรุนขนาดใหญ่และทำการควบคุมขนาดรูพรุนให้มีขนาดใกล้เคียงกัน

2. ศึกษาสภาวะในการกดอัด (compress) ที่ทำให้รูพรุนภายในเซลลูโลสแอโรเจลมีขนาดที่ใกล้เคียงกันและอยู่ในระดับนาโนเมตร เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกลของเซลลูโลสแอโรเจล

3. ศึกษาสมบัติการดูดซับของเซลลูโลสแอโรเจล เพื่อนำไปใช้งานในด้านการดูดซับและเป็นแม่แบบในการสร้างวัสดุโลหะที่มีความเป็นรูพรุนสูง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

รายการอ้างอิง

[1] Nakagaito, A. N., Kondo, H. and Takagi, H. Cellulose nanofiber aerogel production and application. *Reinforced Plastic and Composition* **2013**, 1-6.

[2] Cai, J., Kimura, S., Wada, M., Kuga, S. and Zhang, L. Cellulose aerogel from aqueous alkali hydroxide-urea solution. *ChemSusChem* **2008,** (1), 149-154.

[3] Innerlohinger, J., Weber, H. and Kraft, G. , Aerocellulose: aerogels and aerogel-like materials made from cellulose. . *Macromolecular Symposia* **2006,** *244*, 126-135.

[4] Mueller, S., Sapkota, J., Nicharat, A., Zimmermann, T., Tingaut, P., Weder, C. and Foster, E.J. Influence of the nanofiber dimensions on the properties of nanocellulose/poly(vinyl alcohol) aerogels. *Journal of Applied Polymer Science* **2015,** *132*, 41740.

[5] Wan, C., Lu, Y., Cao, J., Sun, Q. and Li, J. Preparation, characterization and oil adsorption properties of cellulose aerogels from four kinds of plant materials via a NaOH/PEG aqueous solution. *Fiber and Polymer* **2015,** *16*, 302-207.

[6] Innerlohinger, J., Weber, H.K. and Kraft, G. Aerocell aerogels from cellulosic materials. *Lenzinger Berichte* **2006,** *86*, 137-143.

[7] Chen, W., Li, Q., Wang, Y., Yi, X., Zeng, J., Yu, H., Liu, Y. and Li, J. Comparative study of aerogels obtained from differently prepared nanocellulose fibers. *ChemSusChem* **2014,** *7*, 154-161.

[8] วิวัฒน์ ตัณฑะพานิชกุล. การผลิตอนุภาค Microcrystalline Cellulose จากเส้นใยฝ้ายเพื่อทดแทนการนำเข้าจากต่างประเทศ. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพมหานคร, 2546.

[9] สถาบันนวัตกรรมและพัฒนากระบวนการเรียนรู้ มหาวิทยาลัยมหิดล คาร์โบไฮเดรตตัวโต. http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/biomolecule/chapter2_4.html (accessed 19 May 2016).

[10] Water Structure and Science. Cellulose. http://www1.lsbu.ac.uk/water/cellulose.html (accessed 20 May 2016).

[11] Wikibook. Structural Biochemistry/Carbohydrates/Monosaccharides. https://en.wikibooks.org/wiki/Structural_Biochemistry/Carbohydrates/Monosaccharides (accessed 19 May 2016).

[12] Wikiwand. Cellulose. http://www.wikiwand.com/de/Cellulose (accessed 20 May 2016).

[13] Wikiwand. เซลลูโลส. http://www.wikiwand.com/th/เซลลูโลส (accessed 20 May 2016).

[14] เบญจมาส ขวัญคง. การกำจัดสิ่งสกปรกบนผ้าฝ้ายด้วยเอนไซม์เซลลูเลสที่มีเพกทิเนส. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, กรุงเทพมหานคร, 2554.

[15] Podulan international Co., L. องค์ความรู้ > ชนิดของเนื้อผ้าเช็ดหน้า : Know about handkerchief fabric. http://www.thailandbusiness.in.th/shop/knowledge-detail.php?id=1853&uid=42947 (accessed 21 May 2016).

[16] Stergar, J., and Maver, U. Review of aerogel-based materials in biomedical applications. *Journal of Sol-Gel Science and Technology* **2016,** *77*, 738-752.

[17] Heather Quinlan. How Aerogels Work. http://science.howstuffworks.com/aerogel4.htm (accessed 23 May 2016).

[18] Brinker, C. and Scherer, GW. *Sol–gel science: the physics and chemistry of sol–gel processing.* Academic Press: Boston, 1990.

[19] Venkataraman, M., Mishra, R., Arumugam, V., Jamshaid, H. and Militky, J. Acoustic properties of aerogel embedded nonwoven fabrics. In *6th International conference on Nanocon 2014*, 2015; pp 24-130.

[20] Aerogel.org. What is Aerogel?. http://www.aerogel.org/?p=3 (accessed 21 May 2016).

[21] Hair, L., Pekala, RW., Stone. RE., Chen, C. and Buckley, SR. Low-density resorcinol formaldehyde aerogels for direct-drive laser inertial confinement fusion-targets. *Journal of Vacuum Science & Technology A* **1988,** *6* (4), 2559-2563.

[22] Pierre, A. and Pajonk, GM. Chemistry of aerogel and thier application. *Chemical Reviews* **2002,** *102* (11), 4243-4266.

[23] Li, N., Zhang, Q., Liu, J., Joo, J., Lee, A., Gan, Y. and Yin, Y. Sol–gel coating of inorganic nanostructures with resorcinol–formaldehyde resin. *Chemical Communications* **2013,** *49* (45), 5135-5137.

[24] Husing, N. and Schubert, U. Aerogels airy materials: chemistry, structure, and properties. *Angewandte Chemie International Edition* **1998,** *37* (1-2), 23-45.

[25] Gizmodo. Scientists Can Make Aerogel From Waste Paper. http://gizmodo.com/scientists-can-make-aerogel-from-waste-paper-1758220500 (accessed 22 May 2016).

[26] Chang, C. and Zhang, L. Cellulose-based hydrogels: present status and application prospects. *Carbohydrate Polymers* **2011,** *84*, 40-53.

[27] Isobe, N., Kimura, S., Wada, M. and Kuga, S. Mechanism of cellulose gelation from aqueous alkali-urea solution. *Carbohydrate Polymers* **2012,** *89*, 1298-1300.

[28] Science News บทความวิทยาศาสตร์. การแพร่ (diffusion). http://www.neutron .rmutphysics.com/science-news/index.php?option=com_content&task=view &id=2637&Itemid=4 (accessed 18 May 2016).

[29] ศูนย์เครือข่ายข้อมูลอาหารครบวงจร, F. N. S. Freeze drying/ การทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง. http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/3133/freeze-drying-การทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (accessed 18 May 2016).

[30] ปัณณธร ภัทรสภาพรกุล, เทคโนโลยีการทำแห้งแบบเยือกแข็ง (ตอนที่ 1). วารสารสมาคมเครื่องทำความเย็นไทย **2547,** *11*, 20-22.

[31] พัชราพร มิญชรัตน์ เทคนิคการสกัดสารด้วยของไหลวิกฤติยิ่งยวด. https://www.l3nr.org/posts /535711 (accessed 18 May 2016).

[32] หัวกรวด เทคนิคการสกัด Supercritical fluid extraction (SFE). http://share.psu.ac.th /blog/sci-discus/22769 (accessed 18 May 2016).

[33] Luo, X. and Zhang, L. New solvents and functional materials prepared from cellulose solutions in alkali/urea aqueous system (review). *Food Research International* **2010,** *52*, 387-400.

[34] Manufacturers, P. A. s. C. Freeze-Thaw Resistance. http://www.cement.org/for-concrete-books-learning/concrete-technology/durability/freeze-thaw-resistance (accessed 2016 may 20).

[35] Laboratory, M. Freeze-Thaw Stability Testing. http://microchemlab.com /cosmetic_freeze_thaw_stability_testing (accessed 2016 may 18).

[36] Gavillon, R. and Budtava, T. Aerocellulose: new highly porous cellulose prepared from cellulose-NaOH aqueous solution. *Biomacromolecules* **2008,** *9*, 269-227.

[37] Nguyen, S. T., Feng, J., Ng, S.K., Wang, J.P.W., Tan, V.B.C. and Duong, H.M. Advanced thermal insulation and adsorption properties of recycled cellulose

aerogels. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspect* **2014,** *445*, 128-134.

[38] Kwon, G., Kim, D., Hwang, J. and Kang, J. Structural properties and adsorption capacity of holocellulose aerogels synthesized from an alkali hydroxide-urea solution. *Journal of the Korean Physical Society* **2014,** *64*, 1470-1473.

[39] Xuan, T. N. and Zheng, T. Surface treatment with texturized microcrystalline cellulose microfibrils for improved paper and paper board. US7037405 B, 2003.

[40] Kelly, B., Murphy, P.,. Prediction of Freeze-thaw Resistance of Concrete. School of Architecture, Landscape and Civil Engineering University College Dublin, 2010.

[41] Charoenrein, S. and Preechathammawong, N. Improving structure of rice starch gel to resist freeze-thaw process by addition of Thai polysaccharides. In *11th International Congress on Engineering and Food*, 2011.

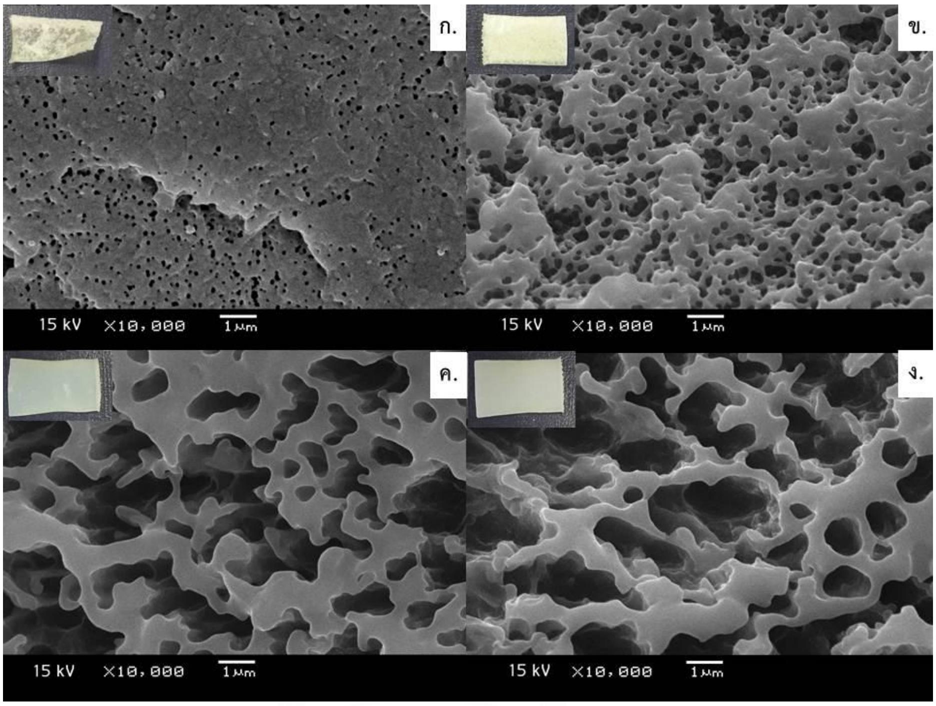
[42] Jin, H., Nishiyama, Y., Wada, M. and Kuga, S. Nanofibrillar cellulose aerogels. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* **2004,** *240* (1-3), 63-67.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ภาคผนวก

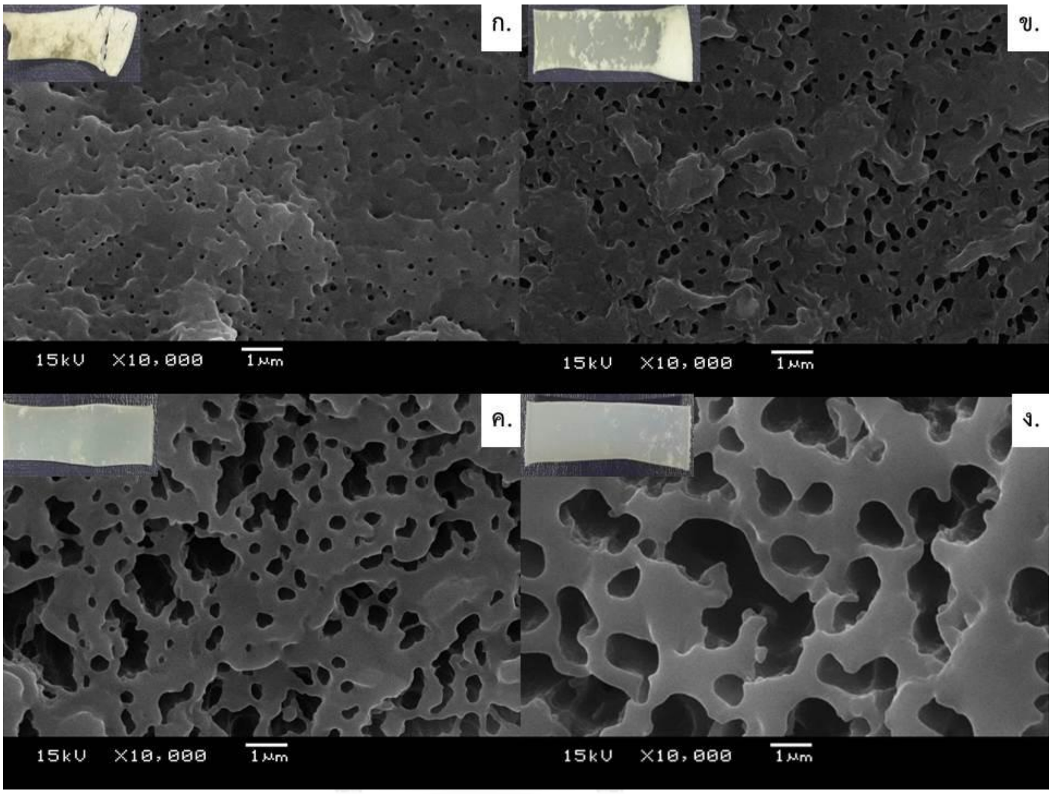
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก.
สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจล



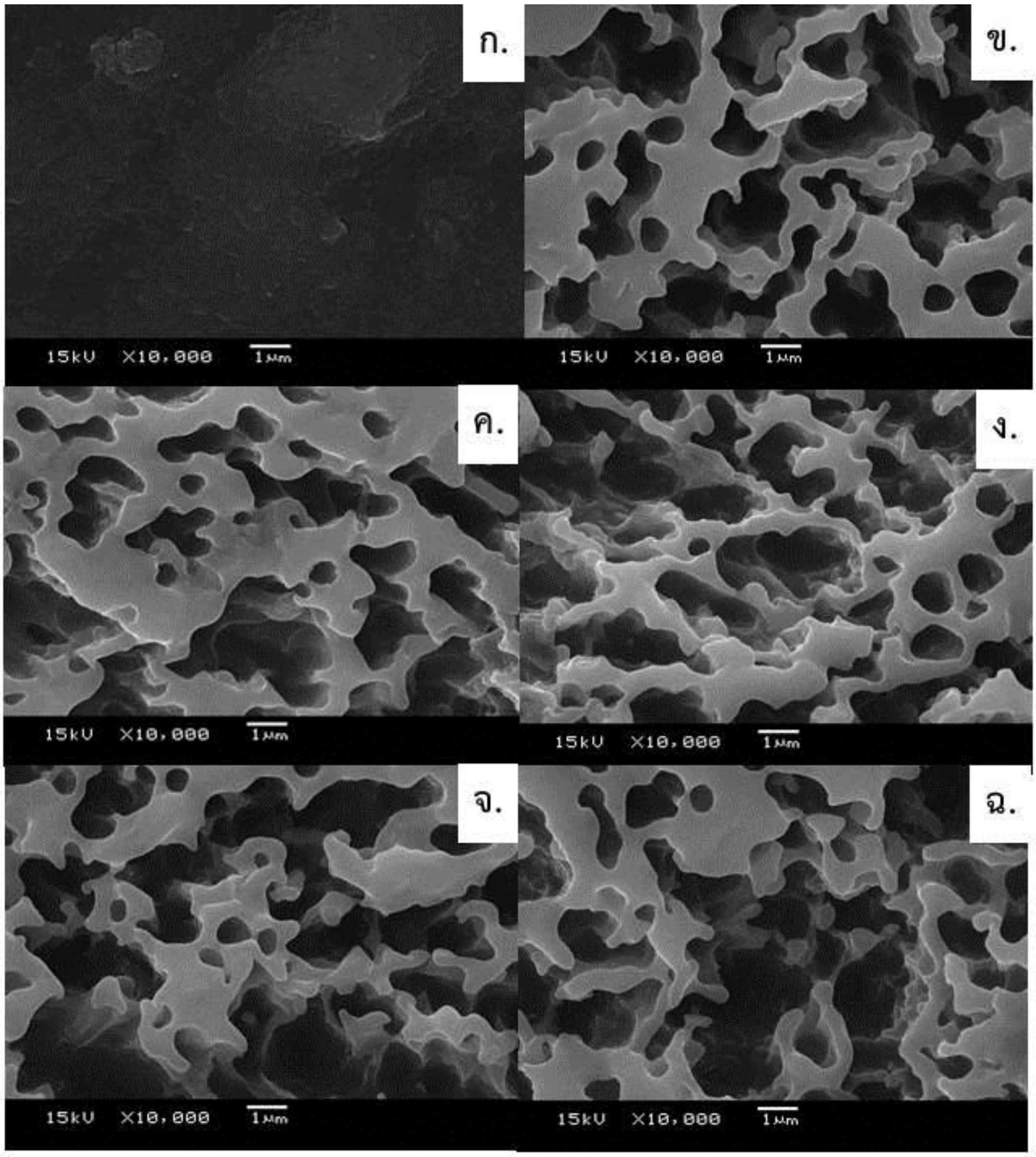
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ ก.1 ภาพสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (ก.), 10 (ข.), 20 (ค.) และ 30 (ค.) โดยปริมาตร และสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน 3 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง)

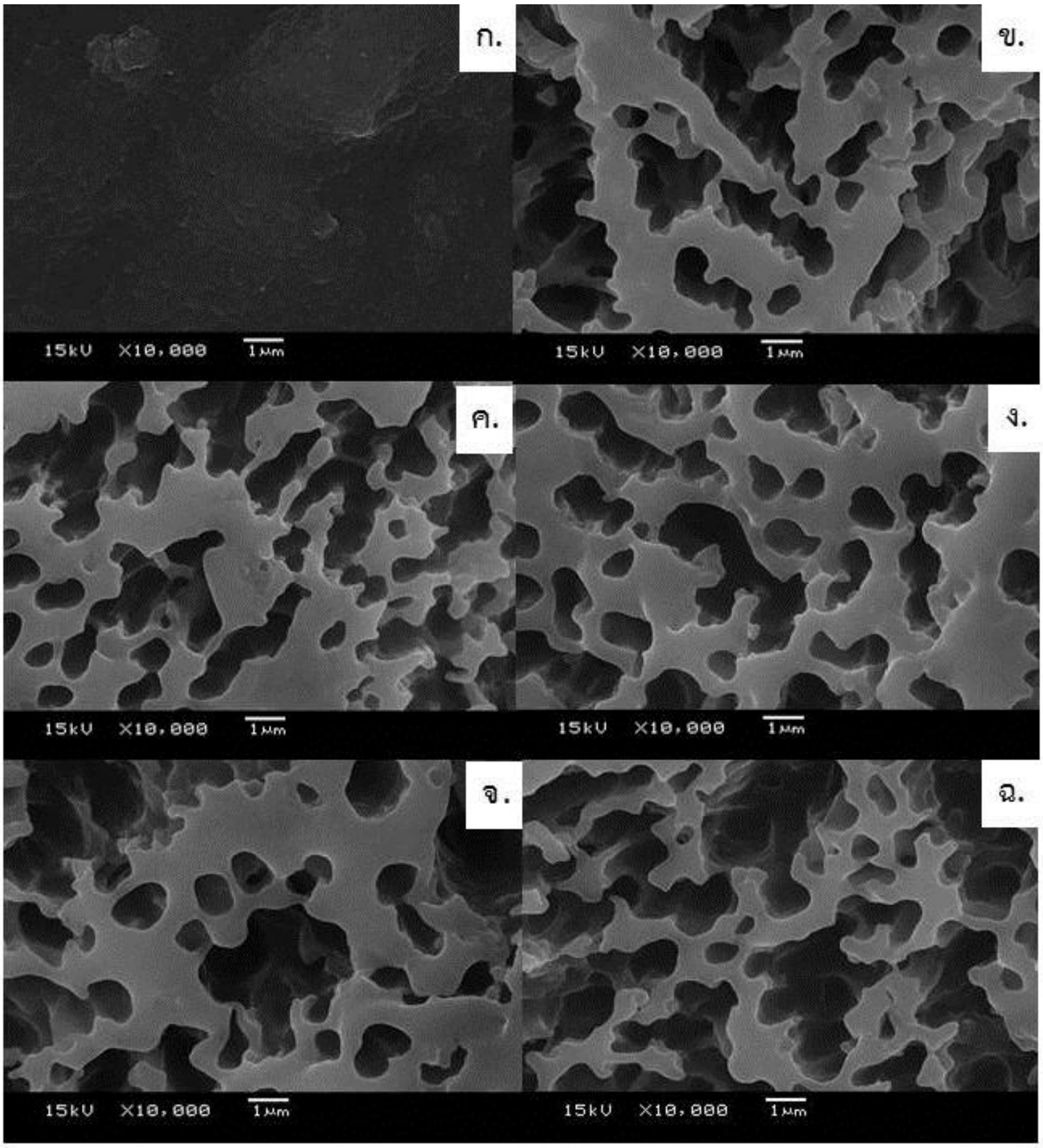


จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ ก.2 ภาพสัณฐานของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 โดยน้ำหนัก ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (ก.), 10 (ข.), 20 (ค.) และ 30 (ค.) โดยปริมาตร และสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน 3 รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง)



รูปที่ ก.3 ภาพสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร และสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน 0 (ก.), 1 (ข.), 2 (ค.), 3 (ง.), 4 (จ.) และ 5 (ฉ.) รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง)



รูปที่ ก.4 ภาพสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 โดยปริมาตร ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยปริมาตร และสร้างรูพรุนด้วยวัฏจักรแช่เยือกแข็งและละลายสลับกัน 0 (ก.), 1 (ข.), 2 (ค.), 3 (ง.), 4 (จ.) และ 5 (ฉ.) รอบ (แช่เยือกแข็งรอบละ 1 ชั่วโมง)

ภาคผนวก ข.

ปริมาณการหดตัวและค่าความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจล

ตารางที่ ข.1 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	78.73737	0.890736
1	73.52727	0.686813
2	68.10019	0.639053
3	66.10714	0.551567
4	66.02222	0.545019
5	62.53369	0.501994

ตารางที่ ข.2 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	66.6625	1.108824
1	65.57493	1.031883
2	64.27543	1.024872
3	62.66667	1.004583
4	61.33861	0.954744
5	60.8	0.765191

ตารางที่ ข.3 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	59.84668	1.296963
1	57.5436	1.141139
2	50.14436	1.09429
3	49.08281	1.058938
4	48.59182	1.026642
5	40.92971	1.008523

ตารางที่ ข.4 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 5 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	43.65371	1.177045
1	43.59504	1.152053
2	43.29468	1.128167
3	42.66815	1.095231
4	42.66815	1.070678
5	38.75354	0.99854

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่ ข.5 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	75.1358	1.315261
1	68.30638	0.824576
2	67.3013	0.756919
3	64.79854	0.728847
4	62.25157	0.670543
5	61.87234	0.665727

ตารางที่ ข.6 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	61.21175	1.269903
1	57.01409	1.208408
2	56.7852	1.13296
3	55.24437	1.038066
4	51.53663	1.025338
5	50.63178	1.025418

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่ ข.7 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	55.85784	1.166266
1	55.71852	1.145329
2	53.47193	1.132432
3	52.2176	1.309445
4	46.86228	1.108231
5	44.09214	0.928484

ตารางที่ ข.8 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 6 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	52.42767	1.16217
1	46.02025	1.160323
2	41.96921	1.147117
3	39.96643	1.126388
4	36.71461	1.111023
5	29.80573	1.093238

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่ ข.9 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	75.86708	0.778283
1	70.59771	0.727412
2	66.47571	0.677408
3	59.80732	0.592113
4	49.55639	0.489487
5	49.41249	0.479083

ตารางที่ ข.10 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	57.23765	1.043075
1	53.37808	0.850417
2	46.30624	0.841384
3	44.44085	0.784383
4	40.23962	0.761385
5	39.82797	0.761385

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่ ข.11 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	40.18588	1.353096
1	46.03275	1.219645
2	42.63598	1.1795
3	39.99236	1.051949
4	38.72347	1.014191
5	33.38077	0.99549

ตารางที่ ข.12 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 1 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	45.4793	1.123876
1	44.30612	1.11166
2	42.94679	1.015834
3	26.0754	0.966566
4	26.6591	0.921679
5	22.42963	0.899101

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่ ข.13 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	73.65766	0.744093
1	57.99295	0.487056
2	54.5987	0.422684
3	53.95556	0.391196
4	53.59326	0.393819
5	51.29122	0.295235

ตารางที่ ข.14 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	71.51959	1.210409
1	48.13101	0.607998
2	45.15856	0.537342
3	48.83214	0.634307
4	42.04364	0.717711
5	40.24838	0.6468

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่ ข.15 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	51.92426	0.927655
1	45.02997	0.876198
2	41.91133	0.905275
3	41.02847	0.829625
4	38.91487	0.850711
5	37.22065	0.831714

ตารางที่ ข.16 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 2 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	52.50972	1.364235
1	48.63751	1.300286
2	34.20947	1.242393
3	20.48579	1.236515
4	19.45138	1.102411
5	18.28109	1.01421

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ตารางที่ ข.17 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 0 (แช่เยือกแข็ง 3 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	77.36467	0.664569
1	63.87607	0.464332
2	56.93384	0.438087
3	47.83941	0.377874
4	40.52974	0.380672
5	37.31142	0.348088

ตารางที่ ข.18 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 10 (แช่เยือกแข็ง 3 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	59.13466	1.159292
1	44.85829	0.823043
2	32.35582	0.731712
3	30.81678	0.699433
4	30.30706	0.642376
5	28.53843	0.602855

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่ ข.19 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 20 (แช่เยือกแข็ง 3 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	52.46591	0.99126
1	46.57966	0.949473
2	40.47724	0.926455
3	30.69077	0.882727
4	29.18549	0.812926
5	22.41304	0.784171

ตารางที่ ข.20 ปริมาณการหดตัวและความหนาแน่นของเซลลูโลสแอโรเจลที่เตรียมจากสารละลายเซลลูโลสความเข้มข้นร้อยละ 7 ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลความเข้มข้นร้อยละ 30 (แช่เยือกแข็ง 3 ชั่วโมง)

จำนวนรอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลายสลับกัน (รอบ)	ปริมาณการหดตัว (%)	ความหนาแน่น (กรัม/ ลบ.ซม.)
0	34.23921	1.248733
1	32.77055	1.045297
2	31.69716	1.03147
3	26.11903	0.975998
4	24.52839	0.827091
5	21.17728	0.754987

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ภาคผนวก ค.
ตัวอย่างการคำนวณหาค่าการนำความร้อนของเซลลูโลสแอโรเจล

ตารางที่ ค.1 ข้อมูลที่ได้จากการทดสอบการค่าการนำความร้อน

ชนิดของเซลลูโลสแอโรเจล	อุณหภูมิสูงเริ่มต้น (T_1, ˚C)	อุณหภูมิสุดท้าย (T_1, ˚C)
10% กลีเซอรอล 1 รอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลาย	80	39.5
10% กลีเซอรอล 5 รอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลาย	80	38.5
20% กลีเซอรอล 1 รอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลาย	80	37
20% กลีเซอรอล 5 รอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลาย	80	33.5
30% กลีเซอรอล 1 รอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลาย	80	32.5
30% กลีเซอรอล 5 รอบวัฏจักรเยือกแข็งและละลาย	80	31

ตัวอย่างการคำนวณ

เซลลูโลสแอโรเจลที่ปรับสภาพในสารละลายกลีเซอรอลร้อยละ 30 และทำวัฏจักรเยือกแข็งและละลาย 5 รอบ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

จากสูตร $$k = \frac{QL}{A\,\Delta T}$$

โดยที่กำหนดให้ k คือ ค่าสภาพการนำความร้อนที่ต้องการจะหา, Q มีค่าเท่ากับ 250 วัตต์, A คือ พื้นที่ที่ความร้อนไหลผ่านมีค่าเท่ากับ 262.5 ตารางเมตร, L คือ ความหนาของชิ้นทดสอบ มีค่าเท่ากับ 0.003 เมตร, ΔT คือ อุณหภูมิที่แตกต่างระหว่างผิววัสดุเท่ากับ T_1 - T_2

เมื่อแทนค่าในสูตร จะได้ว่า $$k = \frac{250\times0.003}{262.5\times(80-31)}$$

$$k = \frac{0.75}{12{,}862.5}$$

$k = 5.83\times 10^{-5}$ วัตต์ต่อเมตร•เคลวิน

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวพิมพ์ชนก เอี่ยมวิถีวนิช เกิดเมื่อวันที่ 2 มิถุนายน พ.ศ. 2535 ที่โรงพยาบาลเลย จังหวัดเลย สำเร็จการศึกษาปริญญาบัณฑิต สาขาวัสดุศาสตร์และนาโนเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ในปี พ.ศ. 2556 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรระดับปริญญามหาบัณฑิต สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2556 จนสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษา 2558

ประสบการณ์นำเสนอผลงาน

1. นำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ในหัวข้อ “Fabrication of Cellulose Aerogel from Cotton Fiber Waste” จัดขึ้นโดย งาน The 10th International Symposium in Science and Technology 2015 วันที่ 31 สิงหาคม – 2 กันยายน พ.ศ. 2558 ที่อาคารเฉลิมราชกุมารี 60 พรรษา (อาคารจามจุรี 10) กรุงเทพมหานคร ประเทศไทย

2. นำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ในหัวข้อ “Development of Cellulose Aerogel from Cotton Fiber Waste” จัดขึ้นโดย งาน The 5th International Conference on Green and Sustainable Innovation (ICGSI 2015) วันที่ 8-10 พฤศจิกายน พ.ศ. 2558 ที่โรงแรมดุสิตธานี พัทยา จังหวัดชลบุรี ประเทศไทย

3. นำเสนอผลงานวิจัยแบบโปสเตอร์ในหัวข้อ “CELLULOSE AEROGEL PREPARED FROM COTTON FIBER WASTE BY MULTIPLE FREEZE/THAW CYCLES” จัดขึ้นโดย งาน The Pure and Applied Chemistry International Conference 2016 (PACCON2016) วันที่ 9-11 กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2559 ที่ศูนย์นิทรรศการและการประชุมไบเทค บางนา กรุงเทพมหานคร ประเทศไทย

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY