



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ทุนวิจัย

กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

รายงานวิจัย

การเตรียมแผ่นเส้นใยเซลลูโลสที่สังเคราะห์  
จากแบคทีเรียโดยมีอนุภาคระดับนาโนเมตรของโลหะเงิน  
และผงแม่เหล็กเพื่อประยุกต์ใช้เป็นวัสดุป้องกันการรบกวน  
จากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

โดย

รัตนา รุจิรวนิช

พฤษภาคม 2555



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ทุนวิจัย

กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

รายงานผลการวิจัย

การเตรียมแผ่นเส้นใยเซลลูโลสที่สังเคราะห์จากแบคทีเรียโดยมีอนุภาคระดับนาโนเมตร  
ของโลหะเงินและผงแม่เหล็กเพื่อประยุกต์ใช้เป็นวัสดุป้องกัน  
การรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

โดย

รัตนา รุจิรวนิช

พฤษภาคม 2555

### กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยชิ้นนี้สำเร็จลุล่วงได้อย่างสมบูรณ์ โดยได้รับความอนุเคราะห์อย่างยิ่งจาก รองศาสตราจารย์ ดร. รัตนา รุจิรวนิช อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ซึ่งได้ให้ความกรุณาในการให้คำปรึกษาแนะนำ ตรวจสอบ แก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ เพื่อให้งานวิจัยนี้ถูกต้อง และมีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ โครงการทุนวิจัย กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช ปีงบประมาณ 2553 ที่สนับสนุน ลงทะเบียน เพื่อศึกษาในระดับปริญญาเอก ตลอดจนค่าใช้จ่ายรายเดือนให้กับผู้วิจัย

ขอขอบพระคุณ โครงการทุนวิจัย กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช ปีงบประมาณ 2553 ที่สนับสนุนทุนวิจัย ให้แก่โครงการวิจัยการเตรียมแผ่นเส้นใยเซลลูโลสที่สังเคราะห์จากแบคทีเรียโดยมีอนุภาคระดับนาโนเมตรของ โลหะเงินและผงแม่เหล็กเพื่อประยุกต์ใช้เป็นวัสดุป้องกันการรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

ขอบพระคุณ วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่สนับสนุนสถานที่ทำวิจัย และ เครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆที่ใช้ในงานวิจัยชิ้นนี้

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัย ขอขอบคุณผู้มีพระคุณทุกท่าน ที่มีส่วนร่วมในงานวิจัยชิ้นนี้ ทั้งที่ออกนามและไม่ออกนามก็ตาม

คณะผู้วิจัย

พฤษภาคม 2555



Scanning Electron Microscopy (SEM) X-ray Diffraction (XRD) และ Energy Dispersive X-ray (EDX) ปริมาณ  
ร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินจะถูกคำนวณโดยอ้างอิงจากผลการทดลองของเทคนิค  
Thermogravimetric analysis (TGA) หลังจากนั้นค่าความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กและ  
สนามไฟฟ้าของเส้นใยแบบทึบที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินจะถูกวิเคราะห์ผ่านเทคนิค  
Vibrating Sample Magnetometry (VSM) และ Two Point Probe Electrometer ตามลำดับ โดยข้อมูล  
ความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กและสนามไฟฟ้าของเส้นใยแบบทึบที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาค  
แม่เหล็กและอนุภาคเงินจะถูกนำไปใช้ในการวิเคราะห์ความสามารถในการประยุกต์ใช้เป็นวัสดุกำบังคลื่น  
แม่เหล็กไฟฟ้าอีกด้วย

เลขหมู่

เลขทะเบียน 015556

วัน, เดือน, ปี 30 ต.ค. 55

**Project Title** Preparation of Bacterial Cellulose Sheets Containing Silver/Magnetic Nanoparticles for Electromagnetic Interference Shielding Application

**Name of the Investigator** Assoc. Prof. Ratana Rujiravanit

**Year** May 2555

### Abstract

Nowadays, the magneto- and electro-active materials have attracted more attention to the researchers because of its wide variety of applications such as actuator, sensor, information storage and electromagnetic shielding. In the present study, the magnetically and electrically responsive bacterial cellulose was successfully prepared by step-wised synthesis of magnetic particles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) and silver particles (Ag) into bacterial cellulose matrix. The magnetic and silver particles were step-wised synthesized into bacterial cellulose matrix by using an ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method. Firstly, bacterial cellulose pellicle was immersed in an aqueous solution containing  $\text{FeCl}_3$  and  $\text{FeSO}_4$ . After bacterial cellulose was treated with ammonia gas, the absorbed  $\text{Fe}^{2+}$  and  $\text{Fe}^{3+}$  ions were precipitated to be  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  particles inside bacterial cellulose. Then the silver particles were synthesized into the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose pellicle by immersing the as-prepared sample in aqueous solution containing of  $\text{AgNO}_3$  and glucose. After the silver ion-saturated sample was treated with ammonia gas, the silver particles were formed inside the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose. The obtained bacterial cellulose pellicles were rinsed with a large amount of distilled water until it was neutral. Finally, the magnetic and silver particle- incorporated

bacterial cellulose were freeze dried and kept in a desiccator. The formation of magnetic and silver particles inside bacterial cellulose matrix was investigated by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), and energy dispersive X-ray (EDX). The percentage loading of each particle in bacterial cellulose matrix were determined by thermogravimetric analysis (TGA). The magnetic field responsive behaviors of the as-prepared samples were studied by vibrating sample magnetometry (VSM) where as the electric field responsive behaviors of the as-prepared samples were studied by two point probe electrometer. Finally, the magnetically and electrically responsive properties of the as-prepared samples were investigated by monitoring the deflection of the as-prepared sample in the presence of an applied magnetic and electric fields.

## สารบัญ

	<u>หน้า</u>
กิตติกรรมประกาศ	ii
บทคัดย่อภาษาไทย	iii
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	v
สารบัญ	vii
รายการตารางประกอบ	ix
รายการภาพประกอบ	x
<u>เรื่อง</u>	
บทนำ	1
การสำรวจแนวความคิดและการวิจัยที่เกี่ยวข้อง	7
อุปกรณ์และสารเคมี	14
เครื่องมือวิเคราะห์	14
วิธีการทดลอง	16
การสังเคราะห์เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส	16
การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กโดยใช้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นแมทริกซ์	17
การสังเคราะห์อนุภาคเงินลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก	18



ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	19
<b>ส่วนที่ 1</b> การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส และการทำให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์	19
<b>ส่วนที่ 2</b> การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กและอนุภาค เงินลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส	23
<b>ส่วนที่ 3</b> การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ทั้งอนุภาคเงินและอนุภาค แม่เหล็กลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส	40
สรุปผลการทดลอง	48
เอกสารอ้างอิง	50
ภาคผนวก	53

รายการตารางประกอบ

<u>ตาราง</u>	<u>หน้า</u>
ตารางที่ 1 ตัวอย่างของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าโดยจำแนกตามช่วงความถี่ของคลื่น	3
ตารางที่ 2 ค่าร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินของตัวอย่างโนแคลล์ สภาวะการทดลอง ค่า Magnetization, ค่า Coercivity และ ค่า Conductivity ของตัวอย่าง โนแคลล์สภาวะการทดลอง	46

## รายการรูปภาพประกอบ

<u>รูปภาพ</u>	<u>หน้า</u>
รูปที่ 1 ช่วงความยาวคลื่น และ ช่วงความถี่ของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าแต่ละชนิด	3
รูปที่ 2 ภาพ TEM เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคในระดับนาโนของโลหะซิลเวอร์	4
รูปที่ 3 กลไกการป้องกันคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าของ Electromagnetic Interference (EMI) Shielding	9
รูปที่ 4 การทำให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a) เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก่อนทำการดัดในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (b) เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส หลังทำการดัดในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	10
รูปที่ 5 โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลส	10
รูปที่ 6 ภาพSEMของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก่อน(x10,000) (a) และหลังผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ (x7,500) (b)	11
รูปที่ 7 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กโดยใช้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นแม่พิมพ์ผ่านกระบวนการ Ammonia gas-enhancing <i>in situ</i> co-precipitation method	18

รายการรูปภาพประกอบ (ต่อ)

<u>รูปภาพ</u>	<u>หน้า</u>
รูปที่ 8 ผลกระทบของปริมาณ Glucose ในอาหารเหลวต่อความสามารถในการผลิตเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสของเชื้อแบคทีเรีย <i>Acetobacter xylinum</i> สายพันธุ์ TISTR 975 โดยใช้เวลาเลี้ยงเชื้อ 5 วัน	20
รูปที่ 9 แผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่แต่ละเวลาในการเลี้ยงเชื้อ (1-7 วัน)	21
รูปที่ 10 เปรียบเทียบความหนาของแผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่แต่ละวันของการเลี้ยงเชื้อ (1-7 วัน)	22
รูปที่ 11 ภาพ SEM โครงสร้างทางจุลภาคของ (a) ผิวหน้า (X5000) และ (b) ภาคตัดขวาง (X2000) ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส	23
รูปที่ 12 เปรียบเทียบสีของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก่อน (a) และหลังเกิดปฏิกิริยา <i>In situ</i> co-precipitation โดยที่ความเข้มข้นของสารละลายเหล็กเริ่มต้นที่ใช้จุ่มเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเท่ากับ 0.01 M (b), 0.05 M (c) และ 0.1M (d) ความล้าดับ	24

รายการรูปภาพประกอบ (ต่อ)

<u>รูปภาพ</u>	<u>หน้า</u>
<p>รูปที่ 13 ภาพ SEM โครงสร้างทางจุลภาคของผิวหน้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กความเข้มข้น 0.01 M (a), 0.05 M (b), 0.1 M (c), 0.5 M (d) และ 1 M (e) ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 40,000 เท่า</p>	26
<p>รูปที่ 14 ภาพ SEM โครงสร้างทางจุลภาคของผิวหน้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กความเข้มข้น 0.01 M (a), 0.025 M (b), 0.05 M (c), 0.075 M (d) และ 0.1 M (e) ตามลำดับ ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า</p>	27
<p>รูปที่ 15 XRD pattern ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a.), เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 1 M (b.), เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลาย <math>AgNO_3</math> ที่ความเข้มข้น 0.1 M (c.), และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 0.5 M และตามด้วยสารละลาย <math>AgNO_3</math> ที่ความเข้มข้น 0.1 (d.) ตามลำดับ</p>	29
<p>รูปที่ 16 TGA Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a.) และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 0.010 M (b.), 0.05 M (c.), 0.10 M (d.), 0.50 M (e.), 1.00 M (e.) ตามลำดับ</p>	31

รายการรูปภาพประกอบ (ต่อ)

<u>รูปภาพ</u>	<u>หน้า</u>
รูปที่ 17 ร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็ก ที่ความเข้มข้น 0.010 M, 0.050 M, 0.100 M, 0.500 M, 1.000 M ตามลำดับ	32
รูปที่ 18 TGA Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a.) และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจาก AgNO <sub>3</sub> ที่ความเข้มข้น 0.010 M (b.), 0.025 M (c.), 0.500 M (d.), 0.075 M (e.), 0.100 M (e.) ตามลำดับ	34
รูปที่ 19 ร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจาก AgNO <sub>3</sub> ที่ความเข้มข้น 0.010 M, 0.025 M, 0.050 M, 0.075 M, 0.100 M ตามลำดับ	35
รูปที่ 20 Magnetic hysteresis loop (a) และ ภาพขยายของ Magnetic hysteresis loop (b) ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 0.01 M, 0.05 M, 0.10 M, 0.50 M และ 1.00 M ตามลำดับ	37
รูปที่ 21 ความสัมพันธ์ ระหว่าง ค่า Magnetization และ ค่า Coercivity กับร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก	38

รายการรูปภาพประกอบ (ต่อ)

<u>รูปภาพ</u>	<u>หน้า</u>
รูปที่ 22 ความสัมพันธ์ ระหว่าง ค่า Conductivity กับร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน	39
รูปที่ 23 TGA Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ ที่ 0.50 M และสารละลาย $\text{AgNO}_3$ ที่ความเข้มข้น 0.01 M, 0.05 M และ 0.1 M ตามลำดับ	41
รูปที่ 24 Magnetic hysteresis loop ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ 0.5 M, เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลาย $\text{AgNO}_3$ ที่ความเข้มข้นคงที่ 0.1 M และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ 0.5 M และสารละลาย $\text{AgNO}_3$ ที่ความเข้มข้น 0.01M, 0.05 M และ 0.1 ตามลำดับ	43
รูปที่ 25 Absorption spectra ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ 0.5 M และสารละลาย $\text{AgNO}_3$ ที่ความเข้มข้น 0.01M, 0.05 M และ 0.1 ตามลำดับ	47

## บทนำ

ในอนาคตอันใกล้ คอมพิวเตอร์และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์จะสามารถทำงานได้ครอบคลุมมากขึ้นและประมวลผลได้รวดเร็วมากขึ้น ส่งผลให้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์เหล่านี้ใกล้ตัวเรามากขึ้นและทัศนคติของผู้บริโภคจะเห็นว่าอุปกรณ์เหล่านี้ปลอดภัย ดังจะเห็นได้จากอายุเฉลี่ยของผู้ใช้งานคอมพิวเตอร์และโทรศัพท์เคลื่อนที่นั้น มีแนวโน้มลดลงทุกปี แต่ก็ยังไม่มียางานวิจัยใดๆ ที่ยืนยันว่า คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากอุปกรณ์เหล่านี้มีความปลอดภัย แต่กลับมียางานว่า คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเหล่านี้ส่งผลกระทบต่อสุขภาพของผู้ใช้งาน เช่น มีงานวิจัยตีพิมพ์ใน International Journal of Occupational and Environmental Health พบว่าคนในชนบทที่ใช้โทรศัพท์มือถือ มีโอกาสเสี่ยงเป็นเนื้องอกในสมองมากกว่าคนในเมือง เพราะว่าการใช้โทรศัพท์ในพื้นที่ห่างไกลทำให้โทรศัพท์ต้องปล่อยคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ในขนาดที่มากกว่าเดิมและยังตั้งเสาสัญญาณในบริเวณใกล้กันอีกด้วย [1]

คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Wave) เป็นผลผลิตที่ไม่พึงประสงค์ของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ระบบและอุปกรณ์สื่อสาร เช่น โทรศัพท์เคลื่อนที่, Wireless Internet, LAN system, อุปกรณ์ Bluetooth และอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ที่ทำงานด้วยศักย์ไฟฟ้า 5 โวลต์ [2, 3] ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเหล่านี้ มีแนวโน้มที่จะรบกวนเครื่องใช้ไฟฟ้าภายในบ้านและส่งผลกระทบต่ออย่างรุนแรงต่อเครื่องคอมพิวเตอร์ [3-8] ซึ่งจะส่งผลกระทบต่ออายุการใช้งานของเครื่องใช้ไฟฟ้างกล่าว

นอกจากนั้น ยังมีความเชื่อว่าคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่แผ่จากอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์อาจมีผลกระทบต่อสุขภาพของผู้ใช้ในระยะยาวอีกด้วย ยกตัวอย่างเช่น นักวิจัยส่วนหนึ่งที่มหาวิทยาลัยฮาร์วาร์ดมีความเชื่อว่า คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่แผ่จากโทรศัพท์เคลื่อนที่มีฤทธิ์ก่อมะเร็ง และอาจส่งผลเปลี่ยนแปลงต่อเซลล์มนุษย์ รวมทั้งเป็นไปได้ว่าการใช้โทรศัพท์เคลื่อนที่นานๆ จะส่งผลกระทบต่อสุขภาพในระยะยาว โดยเสนอให้เด็กวัยรุ่นควรเลี่ยงการใช้โทรศัพท์เคลื่อนที่ โดยเฉพาะกลุ่มวัยรุ่นอายุต่ำกว่า 16 ปี โดยให้เหตุผลว่า ช่วงอายุนี้สมองของพวกเขายัง



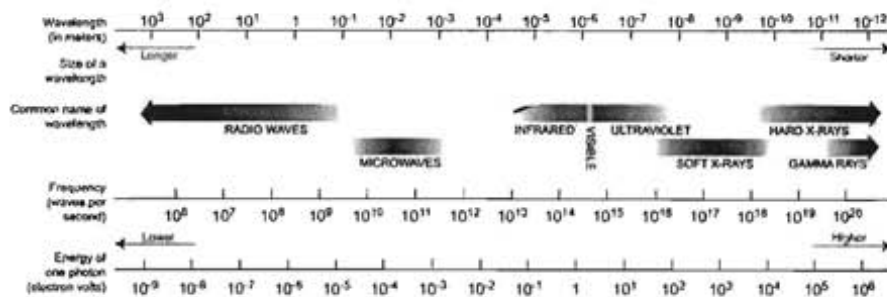
เติบโตพัฒนาไม่เต็มที่ กระแสโลกที่ระดับไมโครวัตต์ที่จะรับผลกระทบจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือพลังงานจากโทรศัพท์เคลื่อนที่ก็ได้ [9]

ความพยายามพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่สามารถประมวลผลได้อย่างรวดเร็วมากขึ้น อาจจะต้องสะดุดลง ถ้ามีรายงานถึงผลกระทบของสนามแม่เหล็กต่อสุขภาพของผู้บริโภค เนื่องจากว่า อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่สามารถประมวลผลได้อย่างรวดเร็วนั้นมีแนวโน้มที่จะแผ่คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในปริมาณที่มากขึ้นและมีรูปแบบที่ซับซ้อนมากยิ่งขึ้น ซึ่งอาจเป็นปัญหาในระยะยาวต่อสุขภาพของผู้บริโภคได้ ฤกษ์แจสำคัญในการพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ควบคู่กับการปกป้องสิทธิของผู้บริโภคคือ การพัฒนาวัสดุป้องกันการรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Interference (EMI) Shielding) ดังนั้น การพัฒนาวัสดุดังกล่าวจึงเป็นทางออกที่จะช่วยให้ผู้บริโภคได้มีโอกาสใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีศักยภาพในการใช้งานสูงขึ้นและมีความเสี่ยงในการใช้งานลดลง

Electromagnetic Interference (EMI) Shielding คือ วัสดุที่สามารถป้องกันการรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า โดยใช้กลไกการสะท้อน หรือ/และ การดูดซับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่แผ่ออกมาจากแหล่งกำเนิด [10] ส่งผลให้ Electromagnetic Interference (EMI) Shielding เป็นวัสดุที่มีความต้องการเพิ่มมากขึ้นทั้งในแง่ของการพัฒนาคุณภาพและในแง่ของปริมาณการใช้ ตามการพัฒนาและการเติบโตของอุตสาหกรรมวัสดุอิเล็กทรอนิกส์และอุปกรณ์คอมพิวเตอร์

คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Wave) เป็นคลื่นที่เกิดจากการทำให้สนามไฟฟ้าหรือสนามแม่เหล็กมีการเปลี่ยนแปลง เมื่อสนามไฟฟ้ามีการเปลี่ยนแปลงจะเหนี่ยวนำให้เกิดสนามแม่เหล็ก หรือถ้าสนามแม่เหล็กมีการเปลี่ยนแปลงก็จะเหนี่ยวนำให้เกิดสนามไฟฟ้า คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าจึงประกอบด้วยทั้งสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็กวางตัวในทิศทางตั้งฉากซึ่งกันและกัน ดังนั้น วัสดุที่สามารถสะท้อน หรือ ดูดซับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าจะต้องสามารถมีปฏิกิริยาต่อทั้งสนามไฟฟ้าและสนามแม่เหล็ก กล่าวคือ วัสดุนั้นจะต้องมีทั้งสมบัติทางแม่เหล็กและสมบัติทางไฟฟ้านั่นเอง [11]

## THE ELECTROMAGNETIC SPECTRUM



รูปที่ 1 ช่วงความยาวคลื่น และ ช่วงความถี่ของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าแต่ละชนิด [9]

ตารางที่ 1 ตัวอย่างของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าโดยจำแนกตามช่วงความถี่ของคลื่น [9]

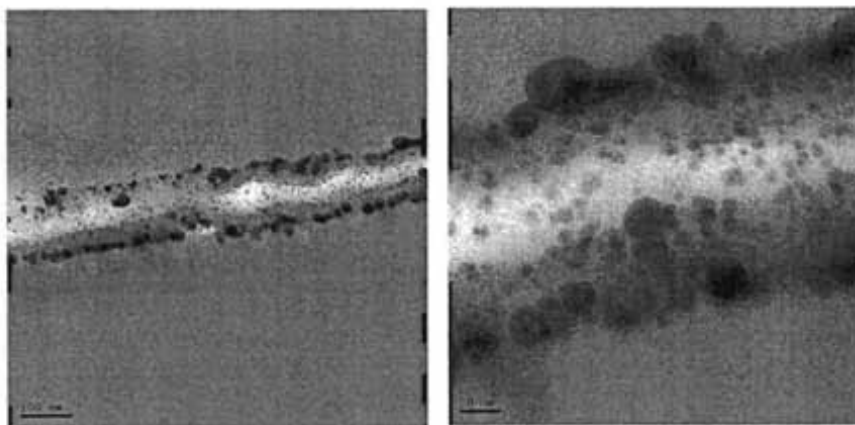
กิจกรรม/ลักษณะ	ช่วงความถี่โดยประมาณ
วิทยุกระจายเสียงระบบ AM, FM	526.5-1606.5 kHz, 87-108 MHz
วิทยุโทรทัศน์	50 – 800 MHz
โทรศัพท์เคลื่อนที่	800 – 1000 MHz, 1800-2000 MHz
เดาโมโคเรเวฟ, Wi-Fi, Bluetooth	2400 – 2500 MHz
รังสีอินฟราเรด	$10^{11} - 10^{14}$ Hz
แสงที่มองเห็น	$10^{14}$ Hz
รังสีอัลตราไวโอเล็ต	$10^{15} - 10^{18}$ Hz
รังสีเอ็กซ์ (X-rays)	$10^{16} - 10^{22}$ Hz
รังสีแกมมา (Gamma-rays)	$10^{19}$ Hz ขึ้นไป

เมื่อกล่าวถึงวัสดุที่มีสมบัติทางไฟฟ้า โลหะเงินเป็นโลหะที่ยอมรับอย่างกว้างขวางว่าเป็นวัสดุที่มีค่าความสามารถในการนำไฟฟ้า (Conductivity) สูงที่สุด อย่างไรก็ตาม โลหะนั้น มีข้อเสียหลายประการ เช่น

น้ำหนักมาก ความหนาแน่นสูง ไม่ทนทานต่อสภาพแวดล้อม ถูกกัดกร่อนได้ง่าย และมีข้อจำกัดในเรื่องของการขึ้นรูปที่ซับซ้อน เป็นต้น

จากความเจริญก้าวหน้าทางเทคโนโลยีในปัจจุบัน จึงทำให้สามารถสังเคราะห์อนุภาคโลหะ Silver ให้มีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางในระดับนาโนเมตร ( $10^9$  m) หรือที่เรียกกันว่า Silver nanoparticles หรือ Silver nanocrystals ซึ่งทำให้พื้นที่ผิวของอนุภาคของ Silver มีเพิ่มมากขึ้น และสมบัติทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ของ Silver nanoparticles เปลี่ยนไป

ในปี 2007 คณะผู้วิจัยได้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ Silver Nanoparticles ให้เกิดขึ้นภายในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส (Bacterial cellulose) [12] ดังแสดงในรูปที่ 2 และจากผลการทดลองแสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่าแบคทีเรียเซลลูโลสนั้นเป็น โครงร่าง (Template) ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาค Silver Nanoparticles เนื่องจากว่า ภายใต้สภาวะในการสังเคราะห์ที่เหมาะสม Silver Nanoparticles ที่เกิดขึ้นมีการกระจายขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางที่แคบ (Narrow distribution) และ Silver Nanoparticles ที่เกิดขึ้นนั้น ยังมีการกระจายอย่างสม่ำเสมอทั่วทั้งภาคตัดขวางของชิ้นงาน



รูปที่ 2 ภาพ TEM เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคในระดับนาโนของโลหะซิลเวอร์

โดยทั่วไปแล้ว Silver Nanoparticles ถูกประยุกต์ใช้ในวัสดุทางการแพทย์ เนื่องจากว่า เมื่อลดขนาดอนุภาคของโลหะเงินจนกระทั่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับนาโนเมตร ( $10^9$ m) Silver Nanoparticles จะแสดงสมบัติในการต้านเชื้อแบคทีเรีย แต่ในงานวิจัยนี้ คณะผู้วิจัยได้สนใจสมบัติทางไฟฟ้าของ Silver Nanoparticles เพื่อปรับปรุงสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุ เพื่อประยุกต์ใช้เป็น Electromagnetic Interference (EMI) Shielding

นอกจากสมบัติทางไฟฟ้าแล้ว การพัฒนา Electromagnetic Interference (EMI) Shielding ยังต้องการสมบัติทางแม่เหล็กควบคู่กันไปด้วย ซึ่งแนวคิดในการเหนี่ยวนำให้เกิดสมบัติทางแม่เหล็กนั้น สามารถทำให้เกิดขึ้นในวัสดุได้โดยการใช้อนุภาคในระดับนาโนเมตรของผงแม่เหล็ก (Magnetic Nanoparticles) เป็นสารเติมแต่ง (Fillers) ให้กับวัสดุ

Magnetic nanoparticles นั้น เริ่มได้รับความสนใจอย่างมากในช่วงปลายทศวรรษที่ 90 เนื่องจาก S. H. Sun และคณะ [13, 14] ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์อนุภาคในระดับนาโนของผงแม่เหล็กที่มีการกระจายขนาดเชิงเดี่ยว (Monodispersed magnetic nanoparticles) เพื่อประยุกต์ใช้เป็น High density magnetic storage media จากสมบัติที่โดดเด่นของ Magnetic nanoparticles

นอกจากนั้น Magnetic nanoparticles ยังถูกประยุกต์ใช้เป็นส่วนประกอบหนึ่งใน วัสดุประเภท Nanocomposite ระหว่าง Magnetic nanoparticles และสารประกอบอินทรีย์ และที่ได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางคือ Nanocomposite ระหว่าง Magnetic nanoparticles และสารประกอบพอลิเมอร์ เนื่องจาก Nanocomposite นั้นจะดึงสมบัติเด่นของวัสดุทั้ง 2 ชนิด ออกมาเสริมกัน (Synergist) เช่น ความยืดหยุ่นและแข็งแรงของพอลิเมอร์ และ สมบัติในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กภายนอกของ Magnetic nanoparticles เกิดขึ้นในวัสดุชนิดเดียวกัน จากสมบัติที่โดดเด่นของ Nanocomposite ระหว่าง Magnetic nanoparticles และสารประกอบพอลิเมอร์ จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้หลากหลาย เช่น Biological separation systems [15], Drug delivery [16], Waste water purification adsorbents [17], Magnetic resonance markers [18] and Different magnetic reprographic methods [19,20] และ External magnetic field-responsive polymers[21]

ในงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะสังเคราะห์ Silver Nanoparticles และ Magnetic Nanoparticles ลงบนแผ่นเส้นใยของแบคทีเรียเซลลูโลส โดยวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้นมานี้จะอยู่ในรูปของวัสดุ Nanocomposite ที่มีสมบัติเด่นสองชนิด คือ สมบัติทางไฟฟ้าจาก Silver Nanoparticles และสมบัติทางแม่เหล็กจาก Magnetic Nanoparticles โดยที่วัสดุทั้ง 2 ชนิดจะถูกสังเคราะห์ลงบนเมตริกซ์ (Matrix) ตัวเดียวกันคือ แบคทีเรียเซลลูโลส จะเห็นได้ว่างานวิจัยนี้ ได้ดึงเอาจุดแข็งของวัสดุแต่ละชนิดมารวมกันเพื่อกำจัด ข้อจำกัดบางประการของวัสดุแต่ละชนิด เช่น การใช้ Silver Nanoparticles ซึ่งเป็นอนุภาคโลหะที่สามารถนำไฟฟ้าได้และมีความสามารถในการป้องกันคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดมาจากแหล่งกำเนิดทางไฟฟ้า (สนามไฟฟ้า) ซึ่งอยู่ในช่วงความถี่สูงได้ดี และ Magnetic nanoparticles ซึ่งเป็นอนุภาคที่แสดงสมบัติทางแม่เหล็กได้และมีความสามารถในการป้องกันคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดมาจากแหล่งกำเนิดทางแม่เหล็ก (สนามแม่เหล็ก) ซึ่งอยู่ในช่วงความถี่ต่ำได้ดี การนำวัสดุสองชนิดนี้มารวมกัน ย่อมก่อให้เกิดการพัฒนา วัสดุป้องกันการรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Interference (EMI) Shielding) ที่มีความสามารถในการป้องกันคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้ในช่วงความถี่ที่กว้างกว่าการเลือกใช้เพียงวัสดุใดวัสดุหนึ่ง ส่งผลให้เกิดองค์ความรู้ใหม่ในด้านของวัสดุ Electromagnetic Interference (EMI) Shielding และจะให้ความกระจ่างในแง่การทำงานของ Magnetic Nanoparticles และ Silver Nanoparticles ที่ว่าเมื่อสังเคราะห์ลงบนเมตริกซ์ตัวเดียวกันแล้ว สมบัติของ Magnetic Nanoparticles และ Silver Nanoparticles ทำงานส่งเสริมหรือหักล้างกันอย่างไรกล่าวคือ เมื่อผสมโลหะที่นำไฟฟ้า (Silver Nanoparticles) และ ออกไซด์ของโลหะ (Magnetic Nanoparticles) แล้วค่าการนำไฟฟ้าโดยรวมของวัสดุเปลี่ยนแปลงไปอย่างไร หรือ เมื่อผสม Magnetic Nanoparticles เข้ากับโลหะที่นำไฟฟ้า (Silver Nanoparticles) แล้ว ค่าความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็ก (Magnetization) โดยรวมของวัสดุเปลี่ยนแปลงไปอย่างไร ซึ่งข้อมูลเหล่านี้จะส่งผลให้เกิดประโยชน์ในเชิงความรู้พื้นฐานเพื่อนำไปใช้ในการพัฒนาวัสดุประเภท Electromagnetic Interference (EMI) Shielding ต่อไป

### การสำรวจแนวความคิดและการวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการเจริญเติบโตอย่างรวดเร็วของเทคโนโลยีอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์โทรคมนาคมและอุปกรณ์คอมพิวเตอร์ ส่งผลให้ความต้องการในการใช้และการพัฒนา วัสดุป้องกันการรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Interference (EMI) Shielding) เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง

โดยทั่วไป วัสดุป้องกันการรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Interference (EMI) Shielding) จะทำงานโดยหลักการ การสะท้อน (Reflection) และ/หรือ การดูดซับ (Absorption) [10] คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

1. การสะท้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เป็น สมบัติเฉพาะตัวของวัสดุที่สามารถสะท้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้ โดยวัสดุที่สามารถสะท้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้นั้น จะต้องมีตัวนำประจุเคลื่อนที่ (Mobile Charge Carrier, เช่น electrons หรือ holes) ที่สามารถทำปฏิกิริยากับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มาตกกระทบได้ ดังนั้น วัสดุที่สามารถสะท้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้ จึงมีแนวโน้มที่จะนำไฟฟ้าได้ อย่างไรก็ตามก็วัสดุที่สามารถแสดงสมบัติสะท้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้นั้น ก็ไม่จำเป็นที่จะต้องมีความเป็นตัวนำไฟฟ้า หรือ Semi-Conductor โดยทั่วไป ค่า Volume Resistivity ของวัสดุที่สามารถสะท้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้จะอยู่ที่ประมาณ  $1 \Omega \text{ cm}$  เท่านั้น

2. การดูดซับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เป็น สมบัติเฉพาะตัวของวัสดุที่สามารถสะท้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้ โดยวัสดุที่สามารถดูดซับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้นั้น จะต้องมีโครงสร้างทางเคมีที่ไม่สมมาตรส่งผลให้เกิดขั้วทางไฟฟ้า (Electric Dipole) และ/หรือ ขั้วทางแม่เหล็ก ซึ่งขั้วทางไฟฟ้าหรือขั้วทางแม่เหล็กที่เกิดขึ้นนี้สามารถทำปฏิกิริยากับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มาตกกระทบได้ ซึ่งขั้วทางไฟฟ้าสามารถทำให้เกิดขึ้นได้โดยใช้  $\text{BaTiO}_3$  หรือ สารที่มีค่า Dielectric Constant สูงๆ เป็นสารเติมแต่ง (Fillers) ในวัสดุ ขั้วทางแม่เหล็กสามารถทำให้เกิดขึ้นได้โดยใช้  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  หรือ สารที่มีค่า Dielectric Constant สูงๆ เป็นสารเติมแต่ง (Fillers) ในวัสดุ

นอกเหนือจากทั้งสองกลไกดังกล่าว ยังมีกลไกการสะท้อนหลายทิศทาง (Multiple Reflections) ที่เกิดขึ้นระหว่างผิวสัมผัส (Interface) ระหว่างวัสดุสองชนิดอีกด้วย โดยกลไกการสะท้อนหลายทิศทางนี้ จะเกิดขึ้นกับวัสดุที่มีพื้นที่ผิวมาก ๆ เช่น โฟม หรือ วัสดุที่มีรูพรุน เป็นต้น [10]

$$A = 3.34 \times F^{0.5} \times t \times \mu \times \sigma \quad \text{---- (1)}$$

โดยที่ A: Electromagnetic absorption (decibel, dB)

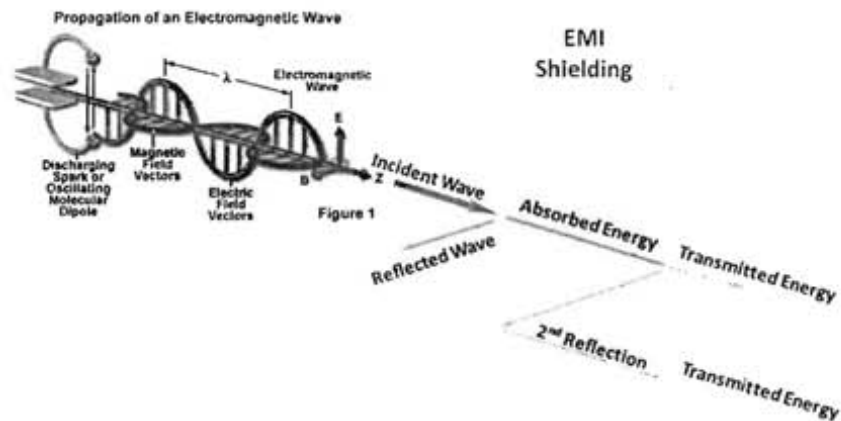
F: Frequency of electromagnetic wave (MHz)

t: Material thickness one thousandths of an inch

$\mu$ : Electrical conductivity relative to copper

$\sigma$ : Relative magnetic permeability (Magnetization)

สมการที่ 1 [22] แสดง ความสัมพันธ์ระหว่าง ค่าความสามารถในการดูดซับคลื่น Electromagnetic กับ สมบัติของวัสดุป้องกันการรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic Interference (EMI) Shielding) ซึ่งจากสมการจะเห็น ได้ชัดเจนว่าตัวแปรสำคัญในการดูดซับคลื่น Electromagnetic นั้นขึ้นอยู่กับ ค่า Electrical conductivity และ ค่า Magnetization ของวัสดุดังกล่าว ดังนั้น วัสดุที่สามารถประยุกต์ใช้เป็น Electromagnetic Interference (EMI) Shielding ได้นั้น จะต้องมิตั้งสมบัติทางแม่เหล็กและสมบัติทางไฟฟ้า [11] ในวัสดุชิ้นเดียวกัน



รูปที่ 3 กลไกการป้องกันคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าของ Electromagnetic Interference (EMI) Shielding

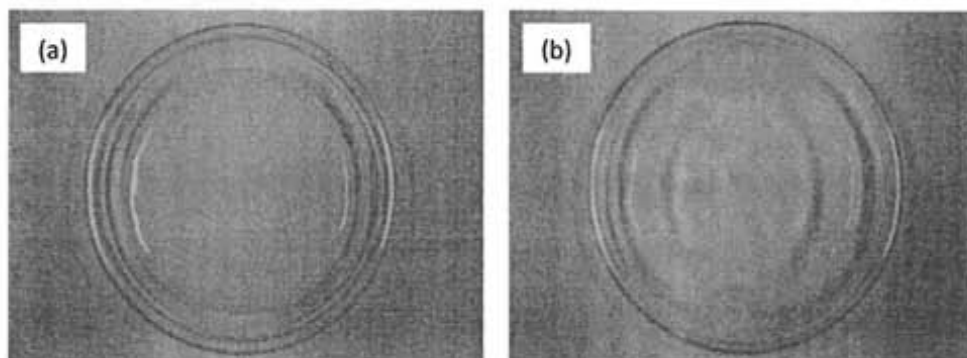
โลหะนับเป็นวัสดุชนิดแรกที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุป้องกันการรบกวนจากคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า เนื่องจากว่าโลหะมีอิเล็กตรอนอิสระ (Free Electron) อยู่ในตัวเอง ส่งผลให้โลหะสามารถสะท้อนคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้ แต่เนื่องจากว่าแผ่นโลหะทั่วไปนั้น จะมีน้ำหนักมากเกินไป ดังนั้นการเคลือบโลหะลงบนวัสดุโดยใช้วิธี Electroplating, Electroless plating หรือ Vacuum deposition [10] จึงถูกนำมาใช้ อย่างไรก็ตามการเคลือบด้วยโลหะก็ยังคงมีข้อจำกัดจากการถูกกัดกร่อนและขีดข่วนจากสิ่งแวดล้อม

จากปัญหาดังกล่าว คณะผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะสังเคราะห์วัสดุ Nanocomposite ที่ประกอบด้วย Magnetic Nanoparticles Silver Nanoparticles โดยใช้แบคทีเรียเซลลูโลสเป็นเมทริกซ์ โดยคาดหมายว่า วัสดุที่เตรียมได้นี้ จะมีทั้งสมบัติทางแม่เหล็กและสมบัติทางไฟฟ้า และสามารถประยุกต์ใช้เป็น Electromagnetic Interference (EMI) Shielding ได้

แบคทีเรียเซลลูโลส (Bacterial Cellulose) เป็นเส้นใยเซลลูโลสที่สามารถสังเคราะห์ได้จากเชื้อแบคทีเรียหลายชนิด (Genus) อาทิเช่น Acetobacter, Achromobacter, Aerobacter, Alcaligenes, Agrobacterium เป็นต้น โดยแบคทีเรียแต่ละชนิดก็จะผลิตเส้นใยเซลลูโลสในรูปแบบที่แตกต่างกันออกไป [23] โดย Aerobacter,

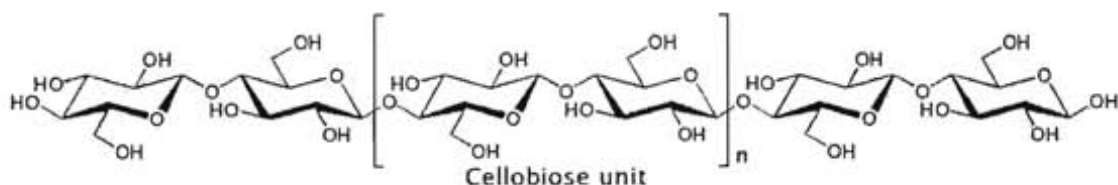


Alcaligenes, Agrobacterium จะผลิตเส้นใยเซลลูโลสในรูป Fibrils ส่วน Acetobacter จะผลิตเส้นใยเซลลูโลสในรูปของแผ่นหนา (Extra Cellular pellicles) (รูปที่ 4) ซึ่งเป็นแบบที่เลือกมาใช้ในงานวิจัยนี้



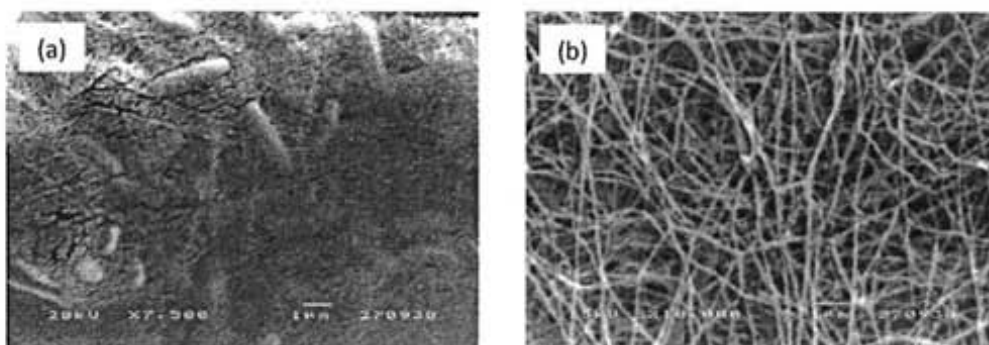
รูปที่ 4 การทำให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a) เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก่อนทำการต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (b) เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสหลังทำการต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

แบคทีเรียเซลลูโลส เป็นผลิตภัณฑ์หนึ่งที่เกิดจากกระบวนการเมตาบอลิซึม (Metabolism) ของแบคทีเรียโดยมี น้ำตาลเป็นสารตั้งต้นที่สำคัญ [24,25] ซึ่งต่างกับเส้นใยเซลลูโลสที่สังเคราะห์จากพืช (Plant Cellulose) ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงของคาร์บอนไดออกไซด์ ( $\text{CO}_2$ ) ไปเป็นเส้นใยเซลลูโลส ถึงแม้ว่า Bacterial cellulose และ Plant cellulose จะมีโครงสร้างทางเคมีที่เหมือนกันคือ Cellobiose units ที่เชื่อมโยงกันด้วย Glycosidic Bonds [26] ตามรูปที่ 5



รูปที่ 5 โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลส

แต่โครงสร้างทางกายภาพของ แบคทีเรียเซลลูโลส และ เซลลูโลสจากพืช นั้นจะมีความแตกต่างกันอย่างมาก กล่าวคือ เส้นใยของแบคทีเรียเซลลูโลส จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กกว่ามากโดยมีขนาดประมาณ 50 -150 นาโนเมตรซึ่งมีลักษณะคล้ายเส้นใยที่ได้จากกระบวนการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิตย์ (Electrospinning)



รูปที่ 6 ภาพSEMของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก่อน(x10,000) (a) และ หลัง (b) ผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ (x7,500)

ในปี 2007 คณะผู้วิจัยได้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ Silver Nanoparticles ให้เกิดขึ้นภายในเส้นใย Bacterial cellulose [10] โดยใช้ Sodium borohydride ( $\text{NaBH}_4$ ) ซึ่งเป็น Reducing agent โดย Sodium borohydride จะรีดิวซ์ Silver ion ( $\text{Ag}^+$ ) ให้กลายเป็น Silver atom หรือ Silver nanoparticles นั้นเอง จึงสามารถกล่าวได้ว่า แบคทีเรียเซลลูโลส นั้น เป็นเมทริกซ์ ที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ Silver nanoparticles

นอกจาก Sodium borohydride ( $\text{NaBH}_4$ ) แล้วยังมีสารประกอบและเทคนิคอื่นๆที่สามารถทำหน้าที่เป็น Reducing agent ได้อีกเช่น

- Polysaccharide method: วิธีนี้จะเตรียม Silver nanoparticles โดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย Polysaccharides เป็น Capping agent เช่น สังเคราะห์ Starch-Silver nanoparticles โดยใช้

Starch เป็น Capping agent และใช้  $\alpha$ -D-glucose เป็น Reducing agent [27] หรือ โนบางกรณี Polysaccharides อาจทำหน้าที่เป็นทั้ง Reducing agent และ Capping agent ในเวลาเดียวกัน เช่น สังเคราะห์ Silver nanoparticles ใน Heparin solution ประจุลบใน Heparin จะทำหน้าที่เป็นทั้ง Reducing agent และ Capping agent ในเวลาเดียวกัน [28]

- Tollen's method: วิธีนี้จะเตรียม Silver nanoparticles ที่สามารถควบคุมขนาดของ Silver nanoparticles ได้ โดยพื้นฐานของ Tollens reaction จะเกี่ยวข้องกับปฏิกิริยา Reduction ของ  $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+(\text{aq})$  โดยหมู่ Aldehyde ดังสมการที่ 2



ซึ่งในการสังเคราะห์ Silver nanoparticles โดยการประยุกต์ใช้ Tollens method สามารถสังเคราะห์โดยที่  $\text{Ag}^+$  ถูกรีดิวซ์โดย Saccharides ในระบบที่มีแอมโมเนีย (Ammonia) ผลที่ได้คือได้ฟิล์มที่ประกอบด้วย Silver nanoparticles ที่มีขนาด 50–200 nm [29, 30]

- Irradiation method: Silver nanoparticles สามารถเตรียมได้จากการฉายรังสีหลายชนิด เช่น laser irradiation [31] Microwave irradiation [32] หรือ Gamma radiation [33] เป็นต้น ซึ่งวิธีการสังเคราะห์ Silver nanoparticles โดยวิธีการฉายรังสีนี้ จะสามารถสังเคราะห์ Silver nanoparticles โดยไม่จำเป็นต้องใช้ Reducing agent [34]

ดังกล่าวไปแล้วว่า นอกจากสมบัติทางด้านไฟฟ้าที่ถูกพัฒนาขึ้นจากการเติม Silver Nanoparticles แล้ว Electromagnetic Interference (EMI) Shielding ยังต้องการสมบัติทางด้านแม่เหล็กอีกด้วย ซึ่งสมบัติดังกล่าวนี้สามารถทำให้เกิดขึ้นได้ โดยการใช้ Magnetic Nanoparticles เป็นส่วนประกอบ

ท่ามกลางวัสดุที่มีคุณสมบัติทางแม่เหล็กหลากหลายชนิด Magnetic nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) เป็นวัสดุที่น่าสนใจมากที่สุด เนื่องจากมีค่า Saturation magnetization สูง (92-100 emu/g) มีค่าความต้านทานทางไฟฟ้าที่ต่ำ

( $1.068 \times 10^{-2} \Omega \text{ cm}$ ) มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) ไม่เป็นพิษต่อร่างกาย ราคาคง และสามารถสังเคราะห์ได้ง่าย

โดยที่สมบัติต่างๆของ Magnetic Nanoparticles นั้น ขึ้นอยู่กับวิธีการในการสังเคราะห์ เนื่องจากวิธีการในการสังเคราะห์นั้น เป็นกุญแจสำคัญในการกำหนด ขนาดและรูปร่างของอนุภาค ขนาดการกระจายตัว ปริมาณผลึก รวมถึงความสามารถในการนำไปใช้งานอีกด้วย วิธีการในการสังเคราะห์หลายวิธีได้ถูกพัฒนาขึ้น เพื่อที่จะให้ได้มาซึ่งการสังเคราะห์ที่สามารถควบคุม ขนาดและรูปร่างของอนุภาค การกระจายตัว ปริมาณผลึก และสมบัติทางแม่เหล็กได้

สำหรับปฏิกิริยาที่ใช้ในการสังเคราะห์ Magnetic Nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) จะเป็นการตกตะกอนของออกไซด์ของเหล็ก ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) ในสภาวะเบส ดังแสดงไว้ในสมการที่ 3 [35]



โดยทั่วไป กระบวนการหลักในการเตรียม Nanocomposite ระหว่าง Magnetic Nanoparticles และสารประกอบพอลิเมอร์ สามารถจำแนกได้ 2 วิธี [36] คือ

1. *Ex situ method*; โดย เริ่มต้นจากการสังเคราะห์อนุภาคในระดับนาโนของผงแม่เหล็กโดยวิธีการตกตะกอนในสภาวะเบสก่อน จากนั้นจึงนำไปกระจายตัวในพอลิเมอร์ ดังนั้นการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในพอลิเมอร์จึงมีความสำคัญมากกับการเตรียมโดยวิธีนี้ จึงเกิดหลายๆเทคนิคเพื่อเพิ่มการกระจายตัวของอนุภาคเช่น Encapsulation of magnetic particles by polymer [37] และ Melt or solution mixture of the polymer, and magnetic particles to form films or fibers [38, 39] เป็นต้น

2. *In situ method*; โดย อนุภาคในระดับนาโนของผงแม่เหล็กจะถูกสังเคราะห์ขึ้นภายในพอลิเมอร์เมทริกซ์ (Polymer matrix) โดยวิธีการตกตะกอนในสภาวะเบส ซึ่งโดยทั่วไปแล้วความสามารถในการยึดเกาะของอนุภาค โลหะกับ chelating group ในพอลิเมอร์เมทริกซ์ จะช่วยให้การเกิดการตกตะกอนของอนุภาคแม่เหล็กได้ดีขึ้น ซึ่งวิธีนี้จะเป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพในการควบคุมลักษณะและการกระจายขนาดของอนุภาคแม่เหล็กได้ดีกว่าวิธีแรก และไม่จำเป็นต้องใช้อุณหภูมิสูงอีกด้วย

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ Magnetic Nanoparticles โดยวิธี *In situ* co-precipitation และ Silver Nanoparticles โดยวิธี Tollen's method ลงบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส โดยคาดหมายว่าวัสดุที่เตรียมได้นั้น จะมีทั้งสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางแม่เหล็ก เพื่อสามารถประยุกต์ใช้เป็น Electromagnetic Interference (EMI) Shielding

### อุปกรณ์และสารเคมี

เชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* (strain T1STR 975) สั่งซื้อจาก ศูนย์จุลินทรีย์ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย, Analytical grade D-glucose anhydrous สั่งซื้อจาก Ajax Finechem, Yeast extract powder สั่งซื้อจาก HiMedia, Analytical grade sodium hydroxide anhydrate pellet สั่งซื้อจาก Aldrich Chemical, Analytical grade glacial acetic acid สั่งซื้อจาก CSL Chemical, Analytical grade iron (III) chloride hexahydrate สั่งซื้อจาก Riedel-deHaën, Analytical grade iron (II) sulphate และ Analytical grade silver nitrate สั่งซื้อจาก Ajax Finechem, และ Aqueous solution of 30% ammonia สั่งซื้อจาก Panreac Química S.A.  $\text{NaBH}_4$  สั่งซื้อจาก CARLO ERBA

### เครื่องมือวิเคราะห์

1. X-ray Diffraction (XRD) : การเกิดขึ้นของอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินในเมทริกซ์ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสสามารถยืนยันได้โดยเทคนิค X-ray diffraction (Rigaku, model Dmax 2002) โดยที่ชั้นทดสอบจะถูกสแกน จาก  $2\theta = 30^\circ$  ถึง  $2\theta = 80^\circ$  ด้วยอัตราการสแกนที่  $10^\circ 2\theta / \text{min}$

2. Scanning Electron Microscope (SEM) : ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินจะทำการวิเคราะห์โดย JEOL/JSM 5200 scanning electron microscope (SEM)
3. Thermal Gravimetric Analysis (TGA) : สมบัติทางความร้อนของแบคทีเรียเซลลูโลส แบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก แบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน และ แบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน จะสามารถถูกวิเคราะห์ได้โดยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA) ซึ่ง สภาวะที่ใช้คือ ใช้อุณหภูมิตั้งแต่ 50-750 °C ที่อัตราการให้ความร้อน 10 °C/min ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน นอกจากนี้ ผลการทดลองจากเทคนิคดังกล่าวยังสามารถบ่งบอกถึงปริมาณของอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินที่ประกอบอยู่ในเมทริกซ์ของแบคทีเรียเซลลูโลสได้อีกด้วย
4. Vibrating Sample Magnetometer (VSM) : ค่าความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก และ แบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน สามารถวิเคราะห์ได้โดยเทคนิค Vibrating sample magnetometer
5. Two Points Probe Conductivity Measurement : ค่าความสามารถในการตอบสนองต่อสนามไฟฟ้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน สามารถวิเคราะห์ได้โดยเทคนิค Two Points Probe Conductivity Measurement
6. แนวโน้มของค่าประสิทธิภาพในการกำจัดกลิ่นแม่เหล็กไฟฟ้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน สามารถวิเคราะห์ได้จากสมการที่ (1) ดังแสดงในส่วน ของ บทนำ

## วิธีการทดลอง

### การสังเคราะห์เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

#### การเตรียมอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลว (Culture Medium)

อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลว สำหรับ เชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* ประกอบด้วย D-Glucose anhydrous 40.0 กรัม และ Yeast extract powder 10.0 กรัม ในน้ำกลั่น 1.0 ลิตร หลังจากนั้น นำไปอบฆ่าเชื้อในหม้ออบความดันที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นเวลา 15 นาที

#### สภาวะที่ใช้ในการเลี้ยงเชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* (Culture Condition)

การกระตุ้นเชื้อแบคทีเรียก่อนทำการเลี้ยงจริง (Pre-inoculum) ทำได้โดย นำ 10 มิลลิลิตร ของ *Acetobacter xylinum* ในอาหารเลี้ยงเชื้อเหลวที่เก็บในสภาวะที่อุณหภูมิต่ำ ไปเลี้ยงต่อใน 100 มิลลิลิตร ของอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวที่อุณหภูมิ 30 °C หลังจากนั้น 24 ชั่วโมง จะสังเกตเห็นแผ่นไฮโดรเจลสีขาวของแบคทีเรียเซลลูโลสที่ผิวน้ำระหว่างอาหารเลี้ยงเชื้อเหลวกับอากาศ หลังจากนั้นทำการกวนหรือเขย่าแผ่นไฮโดรเจลของแบคทีเรียเซลลูโลสเพื่อให้เชื้อแบคทีเรียที่ฝังตัวอยู่ในแผ่นไฮโดรเจลหลุดลงมาอยู่ในอาหารเลี้ยงเชื้อ หลังจากนั้น 10 มิลลิลิตร ของอาหารเลี้ยงเชื้อที่มีเชื้อแบคทีเรียกระจายอยู่ จะถูกนำไปเลี้ยงต่อใน 100 มิลลิลิตร ของอาหารเลี้ยงเชื้อเหลวใหม่ที่อุณหภูมิ 30 °C เป็นเวลา 4 วัน

#### การทำให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (Purification)

การทำให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์สามารถทำได้โดยการนำไปต้มใน 1% w/v ของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จำนวน 2 ครั้งเพื่อกำจัดโปรตีนและเชื้อแบคทีเรียที่ติดค้างอยู่ในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส จากนั้นทำให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นกลาง (Neutralization) โดยการนำเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ผ่านการต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ไปแช่ใน 1.5% w/v ของสารละลาย

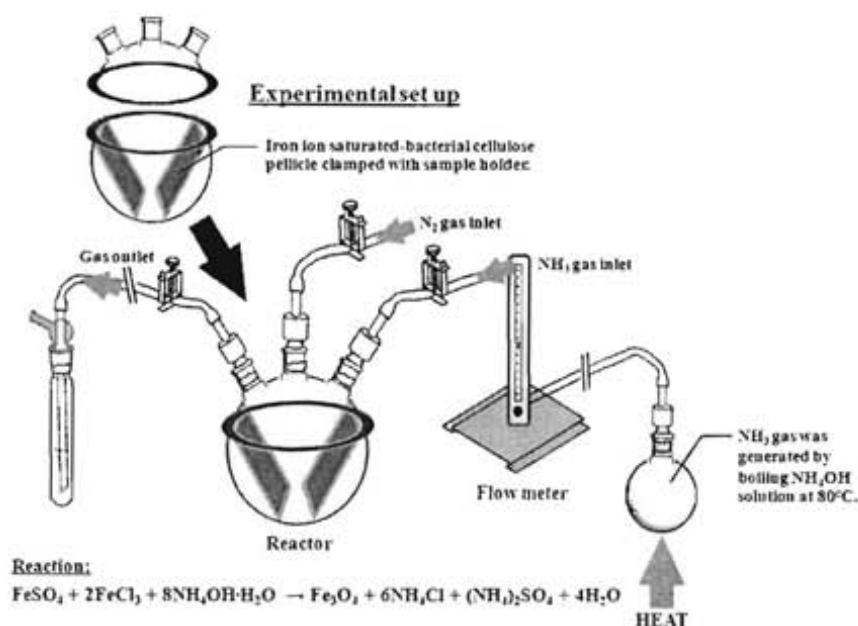
กรดอะซิติก ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นแช่เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ได้ในน้ำกลั่นจนกระทั่งได้เส้นใยเซลลูโลสที่เป็นกลาง ภายหลังจากกระบวนการดังกล่าว แผ่นไฮโดรเจลสีขาวขุ่นของเส้นใยเซลลูโลสก็จะกลายเป็นแผ่นไฮโดรเจลใส หลังจากนั้นเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจะถูกรักษาสภาพโดยแช่ไว้ในน้ำกลั่นเพื่อรอการนำไปใช้ต่อไป

#### การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กโดยใช้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นเมตริกซ์

การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กโดยใช้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นเมตริกซ์ สามารถสังเคราะห์ผ่านการตกตะกอนในสภาวะเบส (*In situ* co-precipitation) ของสารละลายเหล็กโดยนำแผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสไปแช่ใน 0.01 M ของสารละลายเหล็กเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $\text{Fe}^{3+}$ :  $\text{Fe}^{2+}$  เท่ากับ 2:1 แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่นเป็นเวลา 30 วินาที หลังจากนั้นจึงนำไปรมในบรรยากาศของก๊าซแอมโมเนียเป็นเวลา 30 นาที แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งมีค่าความเป็นกรดต่าง (pH) เท่ากับ 7 แผ่นไฮโดรเจลที่ได้จะถูกทำแห้งด้วยเทคนิค Freeze-Drying และเก็บไว้ในตู้ควบคุมความชื้น

การศึกษามลกระทบของปริมาณอนุภาคแม่เหล็กในตัวอย่างต่อสมบัติต่างๆ นั้น ตัวอย่างจะเตรียมโดยวิธีการเช่นเดียวกับกระบวนการข้างต้นแต่เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก โดยเพิ่มเป็น 0.05 M, 0.1 M, 0.5 M และ 1 M ตามลำดับ





รูปที่ 7 การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็ก โดยใช้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นเมตริกซ์ ผ่านกระบวนการ

Ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method

การสังเคราะห์อนุภาคเงินลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก

การสังเคราะห์อนุภาคเงินลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กนั้น สามารถสังเคราะห์ผ่านปฏิกิริยา Reduction ของ  $\text{Ag}^+$  โดยใช้  $\text{NaBH}_4$  เป็น Reducing agent ซึ่งอัตราส่วนระหว่าง  $\text{Ag}^+$  ต่อ  $\text{NaBH}_4$  จะควบคุมให้คงที่ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ  $\text{Ag}^+:\text{NaBH}_4$  เท่ากับ 1:10 เท่านั้น กระบวนการสังเคราะห์ดังกล่าว นั้น เตรียมโดย นำแผ่นแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์แช่ในสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้นคงที่ 0.5 M เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่นเป็นเวลา 30 วินาที หลังจากนั้นจึงนำไปรมในบรรยากาศของก๊าซแอมโมเนียเป็นเวลา 30 นาที แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งมีค่าความเป็นกรดด่าง (pH) เท่ากับ 7 หลังจากนั้นจึงแช่แผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ในสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ความเข้มข้น 0.01 M เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่นเป็นเวลา 30 วินาที หลังจากนั้นจึงนำไปแช่คั่วใน

สารละลาย  $\text{NaBH}_4$  เป็นเวลา 30 นาที แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งมีค่าความเป็นกรดด่าง (pH) เท่ากับ 7 แผ่นไฮโดรเจลที่ได้จะถูกทำแห้งด้วยเทคนิค Freeze-Drying และเก็บไว้ในตู้ควบคุมความชื้น

การศึกษาผลกระทบของปริมาณอนุภาคเงินในตัวอย่างคอสบัตินี้ต่างๆ นั้น ตัวอย่างจะเตรียมโดยวิธีการเช่นเดียวกับกระบวนการข้างต้นแต่เปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  โดยเพิ่มเป็น 0.05 M และ 0.1 M ตามลำดับ

#### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

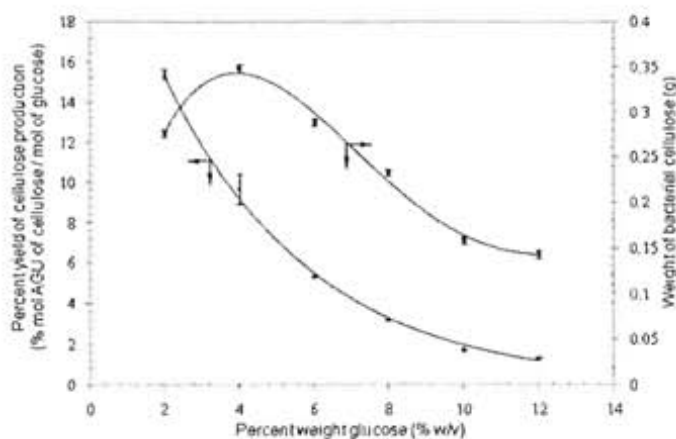
#### ส่วนที่ 1 การศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส และการทำให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์

##### การสังเคราะห์เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

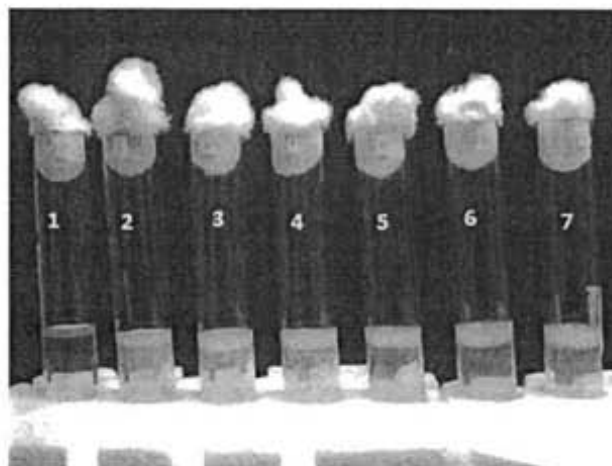
โดยทั่วไปแล้ว เชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* สายพันธุ์ TISTR 975 สามารถเจริญเติบโตได้ดีในอาหารเหลวที่มีน้ำตาลกลูโคสเป็นส่วนประกอบหลัก ภายใต้อุณหภูมิ 30 °C โดยที่ภายในเวลา 3-7 วัน เชื้อแบคทีเรียจะผลิตเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ผิวหน้าระหว่างอาหารเลี้ยงเชื้อเหลวและอากาศ เป็นที่ยอมรับโดยทั่วไปว่าเส้นใยเซลลูโลสที่ถูกผลิตขึ้นมาจากเชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* นั้น จะเป็นตัวช่วยให้เซลล์ของแบคทีเรียลอยขึ้นสู่ผิวหน้าของอาหารเลี้ยงเชื้อเหลวเพื่อไปรับออกซิเจน [40] จากการที่เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสถูกผลิตขึ้นที่พื้นผิวระหว่างอาหารเลี้ยงเชื้อเหลวและอากาศ นักวิทยาศาสตร์จึงเชื่อว่ากลไกการสังเคราะห์เส้นใยเซลลูโลสของเชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* จะต้องประกอบด้วยอาหารคือ Glucose และออกซิเจน ดังนั้นตัวแปรที่มีผลต่อการสังเคราะห์เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก็คือ ปริมาณ Glucose ในอาหารเลี้ยงเชื้อ

จากผลการทดลองในรูปที่ 3 จะเห็นว่าปริมาณ Glucose ที่เหมาะสมที่สุดในการเลี้ยงเชื้อ แบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* สายพันธุ์ TISTR 975 คือที่ 4 %w/v เนื่องจากว่าให้ปริมาณเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสสูงที่สุด คือ 0.35 กรัม และมีประสิทธิภาพในการผลิตเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสอยู่ในระดับที่เหมาะสมคือ 9.68% ดังนั้นที่ 4%w/v ของกลูโคสจึงเป็นปริมาณกลูโคสในอาหารเหลวที่ถูกเลือกและนำไปใช้ในการทดลองต่อไป

เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสนั้น จะเกิดขึ้นจากผิวหนังด้านบนของแผ่นเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่เป็นผิวสัมผัสระหว่างอาหารเลี้ยงเชื้อเหลวและอากาศ ลงไปสู่ด้านล่างดังนั้นเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจึงเติบโตจากผิวสัมผัสอากาศไปสู่ด้านล่าง คราบน้ำมันที่ระบบไม่ถูกรบกวนหรือเขย่า เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจะถูกผลิตขึ้นในลักษณะของแผ่นไฮโดรเจลหนาและจะมีลักษณะรูปร่างเดียวกับภาชนะที่ใช้เลี้ยงเชื้อ โดยที่ความหนาของแผ่นไฮโดรเจล ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจะมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลา ดังรูปที่ 8



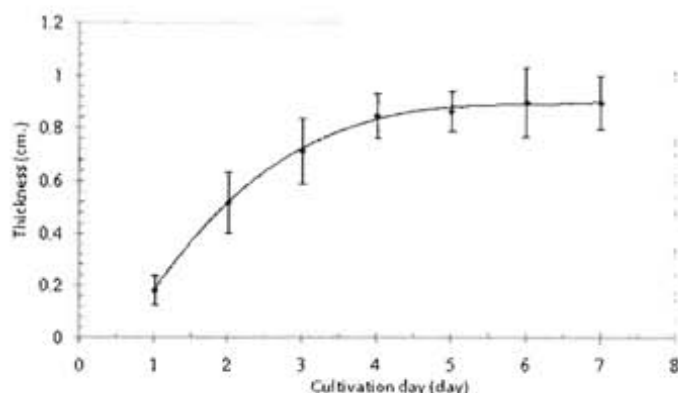
รูปที่ 8 ผลกระทบของปริมาณ Glucose ในอาหารเหลวต่อความสามารถในการผลิตเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสของเชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* สายพันธุ์ TISTR 975 โดยใช้เวลาเลี้ยงเชื้อ 5 วัน



รูปที่ 9 แผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่แต่ละเวลาในการเลี้ยงเชื้อ (1-7 วัน)

โดยที่เวลาที่เหมาะสมในการเลี้ยงเชื้อแบคทีเรียชนิดนี้ ใช้ความหนาของแผ่นแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นเกณฑ์ในการพิจารณา ดังแสดงในรูปที่ 9 และ 10 จะเห็นว่าความหนาของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมิแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วใน 4 วันแรกของการเลี้ยงเชื้อ และหลังจากวันที่ 5 ของการเลี้ยงเชื้อ อัตราการเพิ่มขึ้นของความหนาของแผ่นแบคทีเรียเซลลูโลสจะมีแนวโน้มที่ค่อนข้างคงที่ ดังนั้นเวลาที่เหมาะสมในการเลี้ยงเชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* สายพันธุ์ TISTR 975 คือที่ 4 วัน ซึ่ง ณ เวลา 4 วันจะได้ความหนาของแผ่นไฮโดรเจลเท่ากับ 0.85 cm

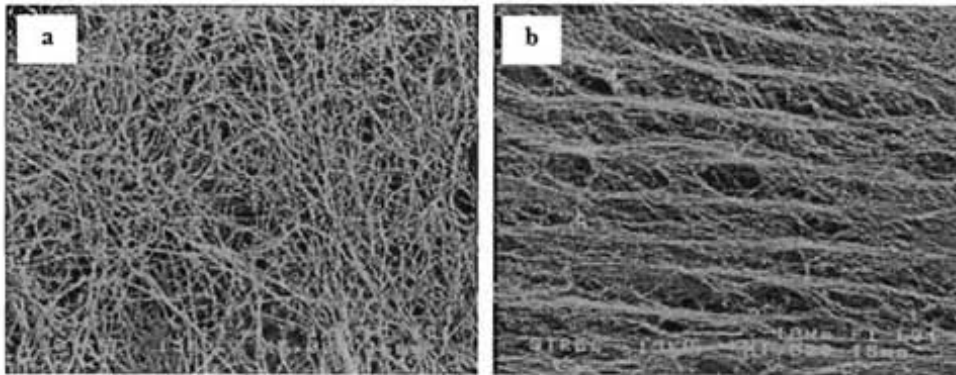
สรุป สภาวะที่เหมาะสมในการเลี้ยงเชื้อ แบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* สายพันธุ์ TISTR 975 คือที่ 4%w/v ของน้ำตาลกลูโคส และใช้เวลาในการเลี้ยง 4 วัน โดยสภาวะนี้จะเป็นสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์แบคทีเรียเซลลูโลสในการทดลองต่อไป



รูปที่ 10 เปรียบเทียบความหนาของแผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่แต่ละวันของการเลี้ยงเชื้อ (1-7 วัน)

#### โครงสร้างทางจุลภาคของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

ภาพ Scanning electron microscope (SEM) โครงสร้างทางจุลภาคของผิวหน้าและภาคตัดขวางของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสแสดงในรูปที่ 11 รูป 11a แสดงโครงสร้างสามมิติที่ไม่มีการถักทอ (3-Dimensional non-woven network) ของเส้นใยในระดับนาโนเมตร โดยที่เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมีเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ  $55.00 \pm 10.54$  nm และ รูป 11b แสดงภาคตัดขวางของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส จะสังเกตเห็นโครงสร้างของเส้นใยที่มีลักษณะเป็นชั้นอย่างสม่ำเสมอและในแต่ละชั้นของเส้นใยจะเชื่อมต่อกันด้วยเส้นใยของแบคทีเรียเซลลูโลส จากโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นชั้นของเส้นใยนี้ จึงสามารถยืนยันถึงกลไกการสังเคราะห์เส้นใยเซลลูโลสของเชื้อแบคทีเรีย ดังที่ได้กล่าวไปแล้วก่อนหน้านี้ว่าเฉพาะเชื้อแบคทีเรียที่อยู่ที่มีสัมผัสกับอากาศเท่านั้นที่สามารถผลิตเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสได้ [41] และการผลิตเส้นใยจะมีแนวโน้มที่ผลิตจากผิวด้านบนของแผ่นเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่เป็นผิวสัมผัสระหว่างอาหารเลี้ยงเชื้อเหลวและอากาศ ลงไปสู่ด้านล่าง



รูปที่ 11 ภาพ SEM โครงสร้างทางจุลภาคของ (a) ฝ้ายหน้า (X5000) และ (b) ฝ้ายคัดขวาง (X2000) ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

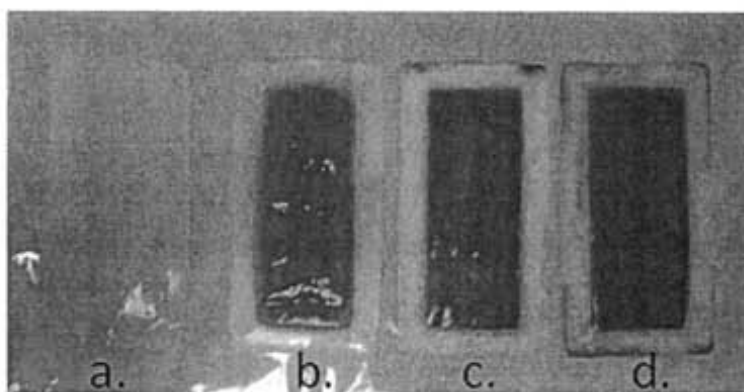
## ส่วนที่ 2 การศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

### การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กโดยใช้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเป็นเมทริกซ์

โครงสร้างทางกายภาพของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจะอยู่ในรูปของโครงสร้างสามมิติที่ไม่มีการอัดทอของเส้นใยในระดับนาโนเมตรและยังประกอบด้วยรูพรุนระหว่างเส้นใยจำนวนมากอีกด้วย ดังนั้นเมื่อจุ่มเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสลงในสารละลายเหล็ก เหล็กไอออน ( $Fe^{2+}$  และ  $Fe^{3+}$ ) จะแพร่เข้าไปภายในรูพรุนของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสและเหล็กไอออนเหล่านั้นจะสร้างพันธะกับพื้นผิวของเส้นใยผ่านแรงดึงดูดระหว่างประจุ (electrostatic interactions) ซึ่งเป็นผลมาจากแรงดึงดูดระหว่างเหล็กไอออนที่มีประจุบวกและหมู่ฟังก์ชันที่มีสมบัติเป็นประจุลบเช่น หมู่ไฮดรอกซิล (-OH) และ พันธะอีเทอร์ (-O-) [42] จากนั้นเหล็กไอออนที่ไม่เกิดพันธะกับเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจะถูกล้างออกด้วยน้ำกลั่น หลังจากนั้นเหล็กไอออนที่ติดอยู่ในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจะถูกทำให้ตกตะกอนเป็นอนุภาคแม่เหล็ก ผ่านการตกตะกอนในสภาวะเบส โดยใช้แก๊สแอมโมเนียเป็นสารเคมีที่เหนี่ยวนำให้เกิดสภาวะเบส จึงเกิดเป็นอนุภาคแม่เหล็กบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสโดยที่สีของ

เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสหลังจากการรวมด้วยบรรยากาศของก๊าซแอมโมเนีย จะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีน้ำตาล สีน้ำตาลเข้ม และสีดำ ดังแสดงในรูปที่ 12

ดังรูปที่ 12 สีของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก เปลี่ยนจากสีขาวไปเป็นสีน้ำตาลเข้มและสีดำ เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก โดยเป็นผลมาจากความแตกต่างของปริมาณของอนุภาคแม่เหล็กภายในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส หลังจากนั้น แผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กจะใช้เป็นเมตริกซ์ในการสังเคราะห์อนุภาคเงินในการทดลองต่อไป



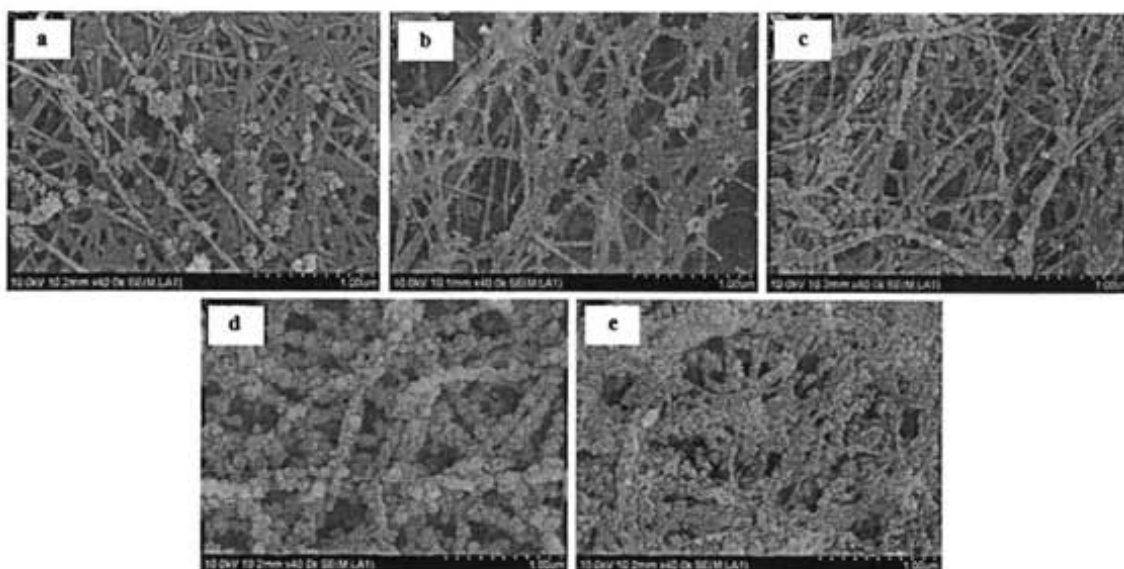
รูปที่ 12 เปรียบเทียบสีของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก่อน (a) และหลังเกิดปฏิกิริยา *In situ* co-precipitation โดยที่ความเข้มข้นของสารละลายเหล็กเริ่มต้นที่ใช้จุ่มเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเท่ากับ 0.01 M (b), 0.05 M (c) และ 0.1M (d) ตามลำดับ

ในการวิเคราะห์เพื่อพิสูจน์เอกลักษณ์เพื่อยืนยันการเกิดขึ้นของอนุภาคแม่เหล็กในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสและทดสอบสมบัติในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กของตัวอย่าง ไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กจะถูกทำแห้งด้วยเทคนิค Freeze-drying และเก็บไว้ในตู้ควบคุมความชื้นแล้วจึงนำไปวิเคราะห์ต่อไป

### โครงสร้างทางจุลภาคของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก

รูปที่ 13 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก จากรูปที่ 8 จะสังเกตเห็นว่า หลังจากทำการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กลงบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส โครงสร้างของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก็ยังคงแสดงโครงสร้างที่เป็นลักษณะเด่นเฉพาะตัว คือมีโครงสร้างเป็นแผ่นเส้นใยสามมิติที่ไม่มีการถักทอ (3-Dimensional non-woven network) ของเส้นใยในระดับนาโนเมตร อย่างไรก็ตาม ที่ความเข้มข้นของสารละลายเหล็กต่ำๆ เช่นที่ 0.01 M, 0.05 M และ 0.1 M นั้น จะสังเกตเห็นว่าการเกิดขึ้นของอนุภาคแม่เหล็กบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส จะเกิดขึ้นแบบไม่ต่อเนื่อง แต่ เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเหล็กเป็น 0.5 M และ 1 M การเกิดขึ้นของอนุภาคแม่เหล็กบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจะมีลักษณะที่ต่อเนื่อง และปกคลุมตลอดทั้งพื้นผิวของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ซึ่งส่งผลให้ เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กที่เตรียมจากสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้นสูงๆ เช่น ที่ความเข้มข้น 0.5 M และ 1 M ดังที่แสดงในรูปที่ 8d และ 8e จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่ขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากการเคลือบของอนุภาคแม่เหล็กบนพื้นผิวเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ในขณะที่เดียวกัน โครงสร้างทางจุลภาคของภาคคัดขวางของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก (ไม่ได้แสดงข้อมูล) ก็แสดงให้เห็นโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นชั้นซ้อนๆ กันของแผ่นแบคทีเรียเซลลูโลสซึ่งเป็น โครงสร้างที่เป็นลักษณะเด่นเฉพาะตัวของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ซึ่ง โครงสร้างที่มีรูพรุนของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กดังกล่าวนี้ จะทำให้สามารถใช้เป็นเมตริกซ์ที่ดีในการสังเคราะห์อนุภาคเงิน ได้อย่างมีประสิทธิภาพ



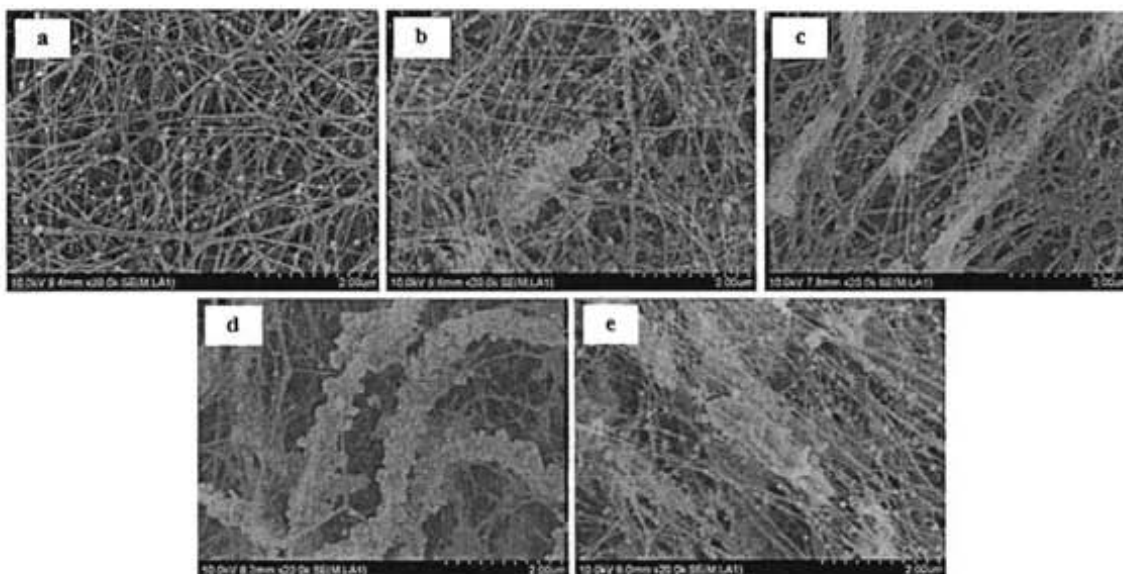


รูปที่ 13 ภาพ SEM โครงสร้างทางจุลภาคของผิวหนังของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กความเข้มข้น 0.01 M (a), 0.05 M (b), 0.1 M (c), 0.5 M (d) และ 1 M (e) ความลำดับ ที่กำลังขยาย 40,000 เท่า

#### โครงสร้างทางจุลภาคของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน

รูปที่ 14 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของพื้นผิวของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน จากรูปที่ 14 จะสังเกตเห็นว่า หลังจากทำการสังเคราะห์อนุภาคเงินลงบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส โครงสร้างของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก็ยังคงแสดงโครงสร้างที่เป็นลักษณะเด่นเฉพาะตัว คือมีโครงสร้างเป็นแผ่นเส้นใยสามมิติที่ไม่มีการถักทอ (3-Dimensional non-woven network) ของเส้นใยในระดับนาโนเมตร อย่างไรก็ตาม ที่ความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ต่างๆ เช่นที่ 0.01 M, 0.025 M และ 0.05 M นั้น จะสังเกตเห็นว่าการเกิดขึ้นของอนุภาคเงินบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส จะเกิดขึ้นแบบไม่ต่อเนื่อง แต่ เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเหล็กเป็น 0.075 M และ 0.1 M การเกิดขึ้นของอนุภาคเงินบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสจะมีลักษณะที่ต่อเนื่อง และปกคลุมตลอดทั้งพื้นผิวของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ซึ่งส่งผลให้ เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กที่เตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นสูงๆ เช่น

ที่ความเข้มข้น 0.5 M และ 1 M มีแนวโน้มที่จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่ขึ้น ดังที่แสดงในรูปที่ 8d และ 8e ซึ่งเป็นผลมาจากการเคลือบของอนุภาคแม่เหล็กบนพื้นผิวเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ในขณะที่เดียวกัน โครงสร้างทางจุลภาคของภาคตัดขวางของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน (ไม่ได้แสดงข้อมูล) ก็แสดงให้เห็น โครงสร้างที่มีลักษณะเป็นชั้นซ้อนๆกันของแผ่นแบคทีเรียเซลลูโลสซึ่งเป็นโครงสร้างที่เป็นลักษณะเด่นเฉพาะตัวของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ซึ่ง โครงสร้างที่มีรูพรุนของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน ส่งผลให้ชิ้นงานดังกล่าว มีแนวโน้มที่จะสามารถใช้เป็นวัสดุดูดซับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า ได้อย่างมีประสิทธิภาพ

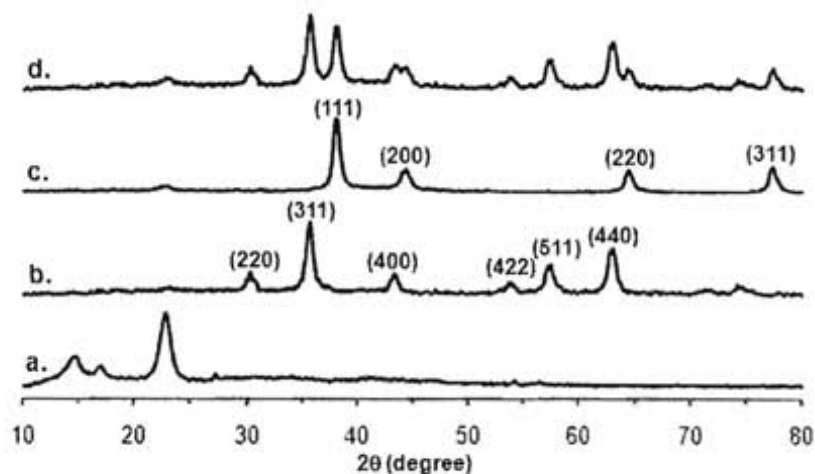


รูปที่ 14 ภาพ SEM โครงสร้างทางจุลภาคของผิวหน้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กความเข้มข้น 0.01 M (a), 0.025 M (b), 0.05 M (c), 0.075 M (d) และ 0.1 M (e) ความลำดับ ที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

### การศึกษาโครงสร้างผลึกของอนุภาคแม่เหล็กในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสโดยใช้เทคนิค X-ray Diffraction (XRD)

เทคนิค X-Ray Diffraction (XRD) เป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของโลหะและใช้เพื่อยืนยันโครงสร้างของอนุภาคของแม่เหล็กและอนุภาคเงินในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส รูปที่ 15 แสดง XRD pattern ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a), เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 1 M (b), เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้น 0.1 M (c), และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 1 M และตามด้วยสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้น 0.1 ตามลำดับ

จาก XRD pattern ในรูปที่ 15a ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ แสดง Broad Diffraction Peaks ที่  $14.60^\circ$ ,  $16.82^\circ$  และ  $22.78^\circ$  ซึ่งเป็น Peaks เอกลักษณะของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ในรูปที่ 15b แสดง XRD pattern ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก โดยที่ XRD pattern ประกอบด้วย 6 peaks หลักของค่า  $2\theta$  ที่  $30.40^\circ$ ,  $35.81^\circ$ ,  $43.53^\circ$ ,  $54.02^\circ$ ,  $57.59^\circ$  และ  $63.25^\circ$  ซึ่งแสดงถึงระนาบ (220), (311), (400), (422), (511) และ (440) โดยทั้ง 6 ระนาบนี้แสดงถึงโครงสร้างผลึกแบบ face centered cubic (fcc) ของอนุภาคแม่เหล็ก [43] ในรูปที่ 15c แสดง XRD pattern ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน โดยที่ XRD pattern ประกอบด้วย 4 peaks หลักของค่า  $2\theta$  ที่  $38.10^\circ$ ,  $44.30^\circ$ ,  $64.4^\circ$  และ  $48.0^\circ$  ซึ่งแสดงถึงระนาบ (111), (200), (220) และ (311) ตามลำดับ [44,45] และในรูปที่ 15d แสดง XRD pattern ของเส้นใยเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน จาก XRD pattern ดังกล่าวจะเห็นได้ว่า Diffraction Peaks เอกลักษณะของทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็กจะปรากฏอยู่ใน XRD pattern ของของเส้นใยเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน



รูปที่ 15 XRD pattern ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a.), เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 1 M (b.), เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้น 0.1 M (c.), และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 0.5 M และควบคุมด้วยสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้น 0.1 (d.) ตามลำดับ

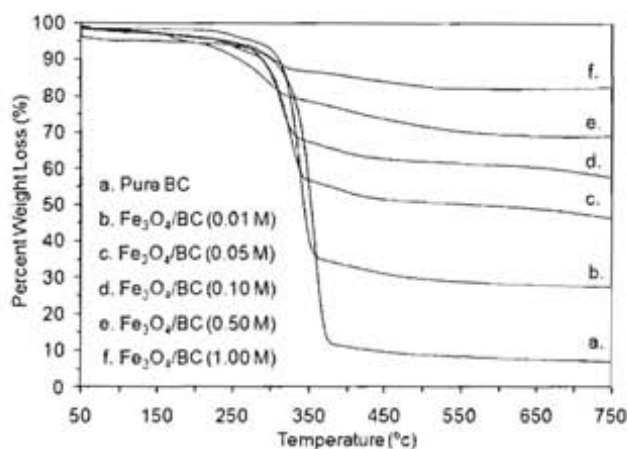
จาก XRD patterns ทั้ง 4 สามารถยืนยันให้เห็นอย่างชัดเจนถึงการเกิดขึ้นของทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ผ่านปฏิกิริยา *In situ* co-precipitation ของเหล็กไอออน ภายใต้บรรยากาศของก๊าซแอมโมเนีย และ ปฏิกิริยา Reduction ของ  $\text{AgNO}_3$  โดยใช้  $\text{NaBH}_4$  เป็น Reducing agent ตามลำดับ

## สมบัติทางความร้อนและการวิเคราะห์หาอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสโดยเทคนิค

### Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

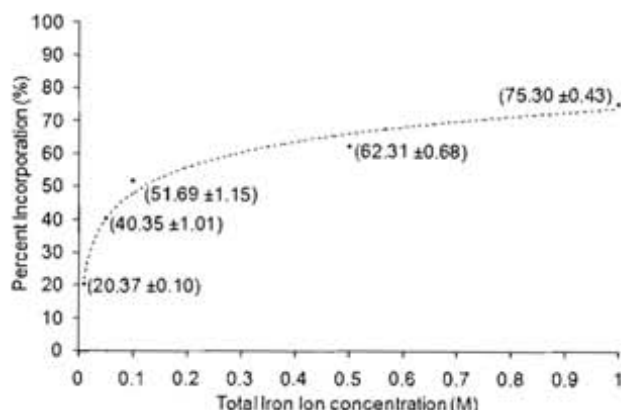
#### สมบัติทางความร้อนและการวิเคราะห์หาอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก

เทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA) เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์หา ความเสถียรภายใต้ความร้อนของวัสดุตัวอย่าง โดยที่ข้อมูลจะถูกรายงานออกมาในรูปของความสัมพันธ์ระหว่าง ร้อยละ โดยน้ำหนักที่หายไปเมื่อได้รับความร้อน ( Percent Weight loss) กับ อุณหภูมิของวัสดุ หรือที่เรียกว่า Thermogram รูปที่ 16 แสดง Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์และเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ที่เตรียมจากสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้นต่างกัน ตั้งแต่ 0.01 M, 0.05 M, 0.10 M, 0.50 M และ 1.00 M ตามลำดับ จาก Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a.) จะสังเกตเห็นว่า ค่า Percent Weight loss มีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ และ จะมีแนวโน้มลดลงอย่างมากในช่วง อุณหภูมิประมาณ 300 °C–400 °C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสสลายตัว [46] หรืออาจกล่าวได้ว่าเป็นช่วงที่เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมีการ Degrade แล้วส่วนที่เหลืออยู่จะเป็นส่วนของธาตุคาร์บอนที่ไม่สลายตัวที่อุณหภูมิดังกล่าว ซึ่ง Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ทั้งหมดมีลักษณะคล้ายกับ Thermogram ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ จึงสามารถสรุปได้ว่า ที่อุณหภูมิประมาณ 300 °C–400 °C แบคทีเรียเซลลูโลสที่เป็นเมทริกซ์ของอนุภาคแม่เหล็กจะสลายตัว ดังนั้น ส่วนที่เหลือจากการสลายตัว ณ ช่วงอุณหภูมิดังกล่าว จึงเป็น ส่วนของธาตุคาร์บอนที่ไม่สลายตัวจากแบคทีเรียเซลลูโลสและอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบอยู่ในแบคทีเรียเซลลูโลส ดังนั้น จากค่า Percent Weight loss ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก จึงสามารถคำนวณค่า ร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสได้จากผลต่างระหว่างค่า Percent Weight loss ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กและค่า Percent Weight loss ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์



รูปที่ 16 TGA Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a.) และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 0.010 M (b.), 0.05 M (c.), 0.10 M (d.), 0.50 M (e.), 1.00 M (f.) ตามลำดับ

จาก Thermograms ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก โดยที่ ค่า Percent Weight Loss ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์มีค่าเท่ากับ  $92.62 \pm 0.33$  % ดังนั้นจึงมีธาตุคาร์บอนที่เหลือจากการสลายตัวเท่ากับ  $7.31 \pm 0.67$  % ในขณะที่ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กที่เตรียมจากสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 0.01 M , 0.05 M, 0.10 M, 0.50 M และ 1.00 M มีค่า Percent Weight Loss เท่ากับ  $72.32 \pm 0.24$ ,  $52.34 \pm 1.35$ ,  $41.00 \pm 1.48$ ,  $30.39 \pm 0.35$  และ  $17.36 \pm 0.11$ % ตามลำดับ



รูปที่ 17 ร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็ก ที่ความเข้มข้น 0.010 M, 0.050 M, 0.100 M, 0.500 M, 1.000 M ตามลำดับ

ซึ่งผลต่างระหว่างค่า Percent Weight Loss ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กและเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ สามารถใช้คำนวณเป็นค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสได้ ดังนี้ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กที่เตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 0.01 M , 0.05 M, 0.10 M, 0.50 M และ 1.00 M มีค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเท่ากับ  $20.37 \pm 0.10\%$ ,  $40.36 \pm 1.01\%$ ,  $51.69 \pm 1.15\%$ ,  $62.31 \pm 0.68\%$  และ  $75.30 \pm 0.43\%$  ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 17

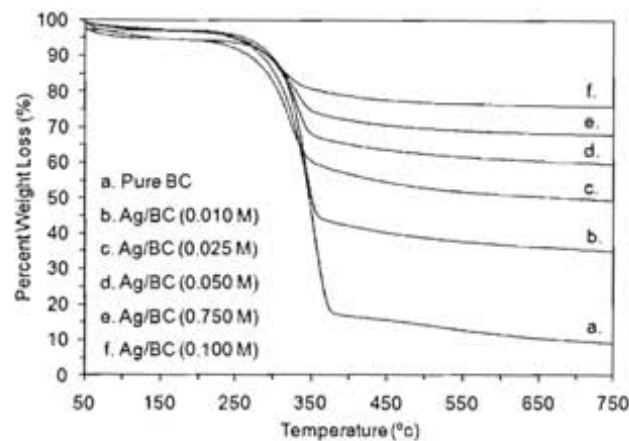
จากรูปที่ 17 จะสังเกตเห็นว่า ค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมิแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างมาก เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเหล็กจาก 0.01 M เป็น 0.05 M และเป็น 0.10 M ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม เมื่อความเข้มข้นของสารละลายเหล็กเพิ่มขึ้นจาก 0.1 M เป็น 0.5 M และ 1.0 M ค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมิแนวโน้มเพิ่มขึ้นไม่มาก และมีแนวโน้มเข้าสู่ค่าสมดุลที่ความเข้มข้นของสารละลายเหล็กมากกว่า 1 M

### สมบัติทางความร้อนและการวิเคราะห์หาอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่

#### ประกอบด้วยอนุภาคเงิน

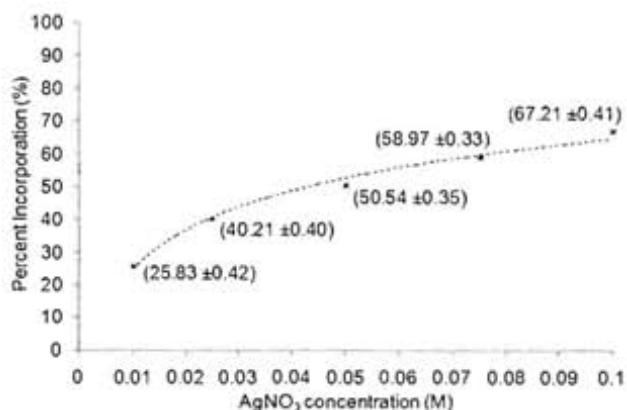
รูปที่ 18 แสดง Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์และเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ที่เตรียมจากสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้นต่างๆกัน ตั้งแต่ 0.01 M, 0.025 M, 0.050 M, 0.075 M และ 0.10 M ตามลำดับ จาก Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ จะสังเกตเห็นว่า ค่า Percent Weight loss มีแนวโน้มลดลงตามการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ และ จะมีแนวโน้มลดลงอย่างมากในช่วงอุณหภูมิประมาณ  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสสลายตัวหรืออาจกล่าวได้ว่าเป็นช่วงที่เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมีการ Degrade แล้วส่วนที่เหลืออยู่จะเป็นส่วนของธาตุคาร์บอนที่ไม่สลายตัวที่อุณหภูมิดังกล่าว ซึ่ง Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงินทั้งหมด มีลักษณะคล้ายกับ Thermogram ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ จึงสามารถสรุปได้ว่า ที่อุณหภูมิประมาณ  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  แบคทีเรียเซลลูโลสที่เป็นเมตริกซ์ของอนุภาคเงินจะสลายตัว ดังนั้น ส่วนที่เหลือจากการสลายตัว ณ ช่วงอุณหภูมิดังกล่าว จึงเป็น ส่วนของธาตุคาร์บอนที่ไม่สลายตัวจากแบคทีเรียเซลลูโลสและอนุภาคเงินที่ประกอบอยู่ในแบคทีเรียเซลลูโลส ดังนั้น จากค่า Percent Weight loss ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน จึงสามารถคำนวณค่า ร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสได้ในทำนองเดียวกันกับการคำนวณร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็ก





รูปที่ 18 TGA Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ (a.) และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจาก AgNO<sub>3</sub> ที่ความเข้มข้น 0.010 M (b.), 0.025 M (c.), 0.500 M (d.), 0.075 M (e.), 0.100 M (e.) ตามลำดับ

ซึ่ง ผลต่างระหว่างค่า Percent Weight Loss ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน และเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ สามารถใช้คำนวณเป็นค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสได้ ดังนี้ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงินที่เตรียมจากสารละลาย AgNO<sub>3</sub> ที่ความเข้มข้น 0.010 M , 0.025 M, 0.050 M, 0.075 M และ 0.100 M มีค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเท่ากับ 28.83 ± 0.42%, 40.21 ± 0.40%, 50.54 ± 0.35%, 58.97 ± 0.33% และ 67.21 ± 0.41% ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 19



รูปที่ 19 ร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจาก  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้น 0.010 M, 0.025 M, 0.050 M, 0.075 M, 0.100 M ตามลำดับ

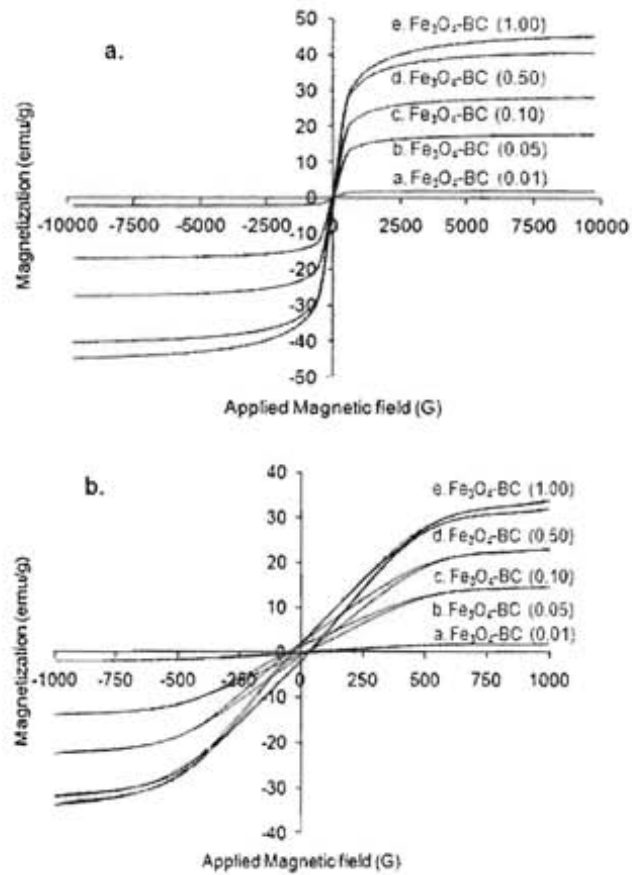
จากรูปที่ 19 จะสังเกตเห็นว่า ค่าร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างมาก เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  จาก 0.010 M เป็น 0.025 M และ เป็น 0.050 M ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม เมื่อความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  เพิ่มขึ้นจาก 0.050 M เป็น 0.075 M และ 0.100 M ค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นไม่มาก และมีแนวโน้มเข้าสู่ค่าสมดุลที่ความเข้มข้นของสารละลายเหล็กมากกว่า 0.100 M

#### การตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก

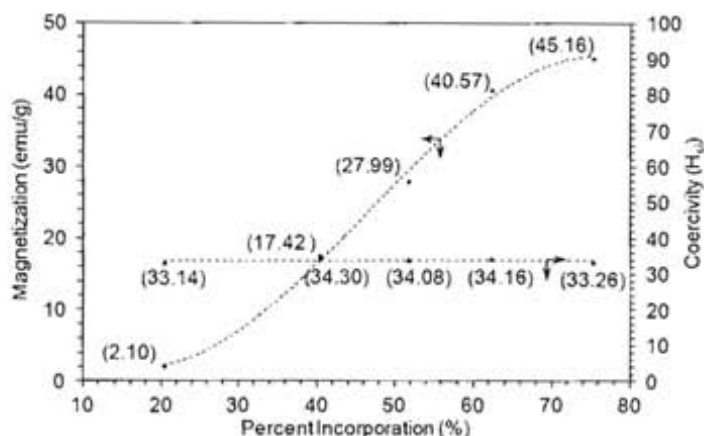
ความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กสามารถวิเคราะห์ได้โดยเทคนิค Vibrating sample magnetometer (VSM) ซึ่งผลที่ได้จะแสดงอยู่ในรูปของ Hysteresis loops ดังแสดงในรูปที่ 8a และ 8b จากรูปที่ 8a จะสังเกตเห็นว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเหล็กจาก 0.01 M เป็น 0.05 M, 0.10 M, 0.50 M และ 0.10 M ค่า Saturated magnetization ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 2.10 emu/g เป็น 17.42 emu/g, 27.99 emu/g, 40.57 emu/g และเป็น 45.16 emu/g ตามลำดับ ซึ่งการเพิ่มขึ้นของค่า Saturated magnetization เมื่อเพิ่มความ

เข้มข้นของสารละลายเหล็กนั้นเป็นผลมาจากการเพิ่มขึ้นของปริมาณอนุภาคแม่เหล็กเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก ดังแสดงในรูปที่ 20a

นอกจากนั้น รูปที่ 19a และ 19b ยังแสดงสมบัติ Superparamagnetic ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งสมบัติดังกล่าวนี้จะแสดงเฉพาะตัวอย่างที่ประกอบด้วยอนุภาคในระดับนาโนเมตรของอนุภาคแม่เหล็กเท่านั้น กล่าวคือ สมบัติ Superparamagnetic ที่แสดงจากวัสดุที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กนั้น จะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคแม่เหล็กที่ประกอบอยู่ในวัสดุดังกล่าวมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางต่ำกว่า 100 nm ซึ่ง ตัวแปรที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติ Superparamagnetic ของวัสดุ นั้น ก็คือ ค่า Coercivity หรือ ค่า Applied Magnetic Field ที่ให้ค่า Magnetization เป็น 0 นั่นคือ วัสดุใดๆก็ตามจะถูกจำแนก ว่า วัสดุดังกล่าวมีสมบัติ Superparamagnetic หรือไม่ ก็ต่อเมื่อ ค่า Coercivity ที่วัดได้มีค่าต่ำกว่า 100 G ซึ่งในกรณีของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กที่เตรียมได้มี ค่า Coercivity ที่วัดได้ อยู่ระหว่าง 33.14 G -34.30 G ดังแสดงในรูปที่ 21 จึงสามารถกล่าวได้ว่า เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กที่เตรียมได้นั้น สามารถแสดงสมบัติเป็น Superparamagnetic ได้ ซึ่งสมบัติดังกล่าวนี้ ทำให้สามารถอ้างอิงได้ว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคแม่เหล็กที่เตรียมได้นั้น อยู่ในระดับนาโนเมตร



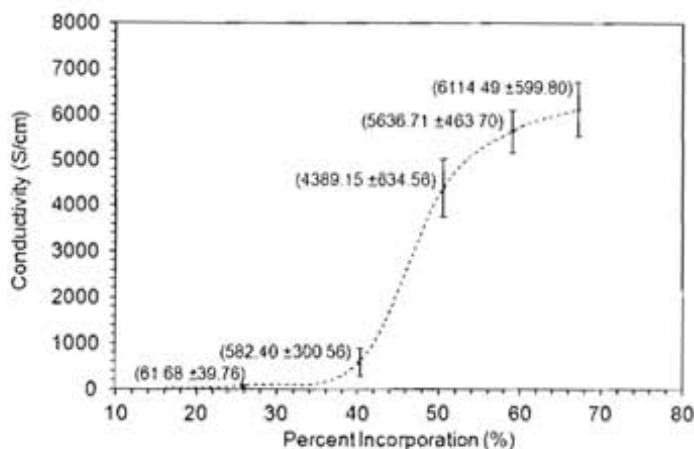
รูปที่ 20 Magnetic hysteresis loop (a) และ ภาพขยายของ Magnetic hysteresis loop (b) ของเส้นใยแบคทีเรีย เซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น 0.01 M, 0.05 M, 0.10 M, 0.50 M และ 1.00 M ตามลำดับ



รูปที่ 21 ความสัมพันธ์ ระหว่าง ค่า Magnetization และ ค่า Coercivity กับร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาค  
องค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก

#### การตอบสนองต่อสนามไฟฟ้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน

ความสามารถในการตอบสนองต่อสนามไฟฟ้าของวัสดุนั้น สามารถวิเคราะห์ได้ผ่านเครื่องมือ Two Point Probe Conductivity Measurement โดยค่าที่วิเคราะห์ได้จะรายงานเป็นค่า Conductivity ซึ่งมีหน่วยเป็น S/cm เนื่องจากว่า เป้าหมายในการประยุกต์ใช้งานคือ การประยุกต์ใช้เป็นวัสดุดูดซับคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า จึงจำเป็นต้องสังเคราะห์ให้วัสดุมีทั้งความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กและความสามารถในการตอบสนองต่อสนามไฟฟ้า ซึ่งความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กนั้นสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดได้โดยใช้อนุภาคแม่เหล็ก และในกรณีของสนามไฟฟ้าสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดได้โดยใช้อนุภาคเงิน โดยทั้ง 2 อนุภาคคืออนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน นั้นจะต้องถูกสังเคราะห์ลงบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส



รูปที่ 22 ความสัมพันธ์ ระหว่าง ค่า Conductivity กับร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน

จากรูปที่ 22 แสดงความสัมพันธ์ ระหว่าง ค่า Conductivity กับร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน จากรูปจะเห็นได้ว่า ค่า Conductivity ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน มีค่าเพิ่มขึ้นจาก  $61.68 \pm 39.76$  S/cm เป็น  $582.40 \pm 300.56$  S/cm,  $4389.15 \pm 634.56$  S/cm,  $5636.71 \pm 463.7$  S/cm และเป็น  $6114.49 \pm 599.80$  S/cm ที่ร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเท่ากับ  $28.83 \pm 0.42\%$ ,  $40.21 \pm 0.40\%$ ,  $50.54 \pm 0.35\%$ ,  $58.97 \pm 0.33\%$  และ  $67.21 \pm 0.41\%$  ตามลำดับ และจะสังเกตเห็นว่า ค่า Conductivity ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงินมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างมาก ในช่วงร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคเงินเท่ากับ 40–60 ซึ่งตามทฤษฎี เรียกช่วงดังกล่าวว่า Percolation Threshold กล่าวคือ ค่าสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างมากเมื่อปริมาณอนุภาคที่ทำหน้าที่นำไฟฟ้ามีปริมาณเพิ่มขึ้นและเริ่มสร้างเป็นเส้นทางผ่านของอิเล็กตรอน เช่น โนกรีฟของอนุภาคเงิน เมื่อมีปริมาณของอนุภาคเงินเพิ่มมากขึ้นอนุภาคดังกล่าวจะถูกสังเคราะห์ขึ้นบนพื้นผิวของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสและจุดที่อนุภาคเงินเริ่มมีการเรียงต่อกันจนเกิดเป็นเส้นทางที่ทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ ซึ่งเมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่ได้ส่งผลให้ค่า Conductivity ของวัสดุดังกล่าวมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างมาก และเมื่อ

ปริมาณของอนุภาคเงิน มีค่ามากกว่าจุดดังกล่าวไปแล้ว ค่า Conductivity ของวัสดุ ก็จะมีแนวโน้มมากขึ้นแต่ไม่มาก เหมือนในช่วง Percolation Threshold

จาก ทฤษฎี Percolation Threshold จะสัมพันธ์กับ ลักษณะทางจุลภาคของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน จากรูปที่ 14 รูป SEM แสดงให้เห็นอย่างชัดเจนว่า เริ่มเกิด Percolation Threshold ที่ร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ ร้อยละ 40 คือเริ่มมีแนวโน้มที่อนุภาคเงินจะจับตัวและสร้างเป็นเส้นทางที่ใช้ในการนำไฟฟ้า ค่า Conductivity ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงินจึงมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างมาก ณ จุด ดังกล่าว นั้นเอง

### ส่วนที่ 3 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็กลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

#### การสังเคราะห์ ทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็กลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

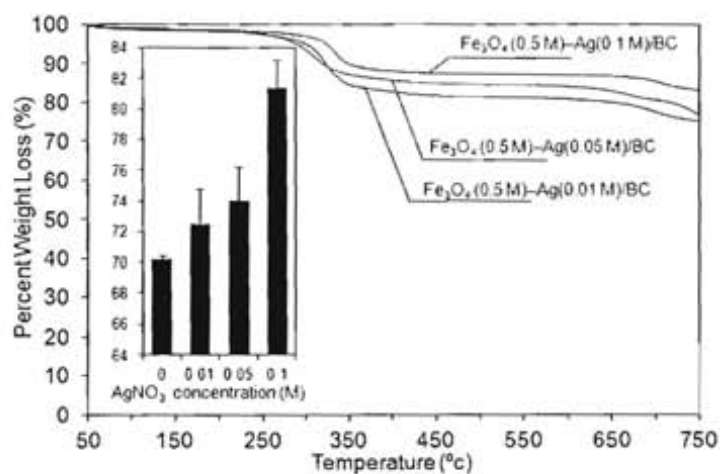
จากผลการทดลองในส่วนที่ 2 สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กคือ ที่ความเข้มข้นของสารละลายเหล็ก 0.5 M เนื่องจากเป็นจุดแรกที่เริ่มเข้าสู่สภาวะสมดุลและมีปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กเท่ากับ  $62.31 \pm 0.68\%$  ซึ่งเมื่อพิจารณาจากที่ว่าง ที่เหลือเพื่อที่จะสังเคราะห์อนุภาคเงินจะเหลือที่ว่างอยู่ประมาณ 40% ซึ่งจะเป็ปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักที่จะเหนี่ยวนำให้เกิด Percolation Threshold ของอนุภาคเงินได้อีกด้วย ดังนั้น สภาวะที่เลือกใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กคือที่ความเข้มข้นของสารละลายเหล็กเท่ากับ 0.5 M หลังจากนั้น แผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กจะทำหน้าที่เป็นเมตริกซ์ในการสังเคราะห์อนุภาคเงินอีกครั้ง โดยความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  จะแปรเปลี่ยนอยู่ในช่วง 0.01M, 0.05 M และ 0.1 M ตามลำดับ ต่อไป และ จากเทคนิค XRD ดังที่ได้กล่าวไปแล้วในส่วนที่ 2 สามารถกล่าวได้ว่าคณะผู้วิจัยประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ทั้ง อนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ดังแสดงใน XRD pattern รูปที่ 15d ซึ่งปรากฏ Diffraction Peaks เอกลักษณะ

ของทั้ง อนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็กอย่างชัดเจน จึงสามารถอ้างอิงได้ว่าลำดับในการสังเคราะห์ดังกล่าว สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสได้อย่างมีประสิทธิภาพ

### สมบัติทางความร้อนและการวิเคราะห์หาอนุภาคองค์ประกอบในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่

#### ประกอบด้วยทั้ง อนุภาคแม่เหล็กอนุภาคเงิน

จากเทคนิคการวิเคราะห์ด้วย TGA จาก TGA thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน จะเห็นว่าตัวอย่างที่เตรียมได้นั้น มีช่วงอุณหภูมิในการสลายตัว อยู่ในช่วงของแบคทีเรียเซลลูโลส คือ ช่วงระหว่าง 300°C–400°C นั่นคือ ณ อุณหภูมิดังกล่าว แบคทีเรียเซลลูโลส ซึ่งทำหน้าที่เป็นเมทริกซ์ได้สลายตัวเป็นธาตุคาร์บอน คงเหลือไว้เพียงอนุภาคแม่เหล็ก อนุภาคเงิน และธาตุคาร์บอน เท่านั้น ดังนั้น จากผลการทดลอง จึงสามารถใช้ข้อมูลดังกล่าวมาคำนวณ ร้อยละโดยน้ำหนักของ อนุภาคที่ประกอบอยู่ในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสได้



รูปที่ 23 TGA Thermograms ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ ที่ 0.50 M และ สารละลาย AgNO<sub>3</sub> ที่ความเข้มข้น 0.01 M, 0.05 M และ 0.1 M ตามลำดับ

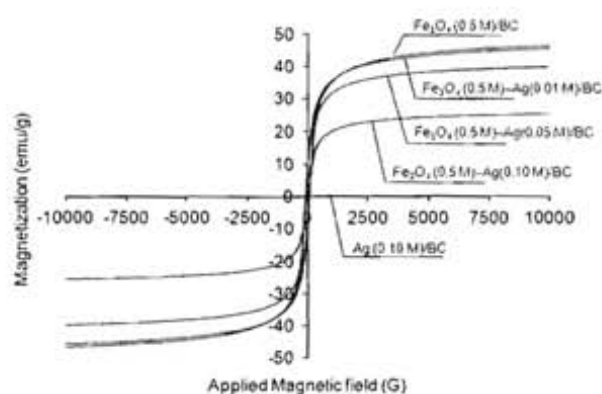


จากรูปที่ 23 พบว่า ร้อยละโดยน้ำหนักของธาตุที่เหลือจากการเผาไหม้ของแต่ละสภาวะมีค่าเท่ากับ  $72.50 \pm 2.24$ ,  $73.97 \pm 2.24$  และ  $81.35 \pm 1.81$  ที่ความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  เท่ากับ 0.01 M, 0.05 M และ 0.1 M ตามลำดับ ซึ่งที่ความเข้มข้นดังกล่าว สามารถคำนวณค่า ร้อยละโดยน้ำหนักของ อนุภาคแม่เหล็ก และ อนุภาคเงิน ได้ดังแสดงในตารางที่ XX จากตารางแสดงให้เห็นว่า ค่าร้อยละโดยน้ำหนักของ อนุภาคเงินมีค่าเพิ่มขึ้นจาก  $3.23 \pm 2.24$  เป็น  $4.70 \pm 2.20$  และเป็น  $12.08 \pm 1.82$  ที่ความเข้มข้นของ  $\text{AgNO}_3$  เท่ากับ 0.01 M, 0.05 M และ 0.1 M ตามลำดับ โดยคำนวณภายใต้สมมุติฐานที่ว่า ค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคเงินมีค่าคงที่ทุกๆ สภาวะการทดลอง จากผลการทดลอง จะเห็นว่า ค่าร้อยละโดยน้ำหนักของ อนุภาคเงินมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ตามความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  นั้นเอง

**การตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน**

รูป 24 แสดง Magnetic Hysteresis loops ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก, เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน ตาราง 2 แสดง สรุปของ ค่า Saturation Magnetization และค่า Coercivity ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก, เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน จากตารางจะเห็นว่า ค่า Saturation Magnetization ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินที่เตรียมจาก ความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  เท่ากับ 0.01 M นั้น มีค่า Saturation Magnetization ใกล้เคียงกัน คือ  $46.75 \text{ emu/g}$  และ  $45.85 \text{ emu/g}$  ตามลำดับ แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ  $\text{AgNO}_3$  จาก 0.01 M เป็น 0.05 M และเป็น 0.1 M ค่า Saturation Magnetization ของ ตัวอย่างมีค่าลดลงจาก  $45.85 \text{ emu/g}$  เป็น  $39.90 \text{ emu/g}$  และเป็น  $25.53 \text{ emu/g}$  ตามลำดับ ซึ่งการลดลงของค่า Saturation Magnetization เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  น่าจะเป็นผลมาจาก เหตุผล 2 ประการ คือ

การที่โลหะเงินซึ่งมีค่า Saturation Magnetization ต่ำ เกิดขึ้นบนพื้นผิวของ อนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งปรากฏการณ์ดังกล่าวอาจส่งผลให้ค่า Saturation Magnetization ของ ระบบโดยรวมมีค่าลดลงได้ นอกจากนั้น การเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นโดยรวมของตัวอย่าง เมื่อมีการเจือปนของอนุภาคเงิน ดังนั้น เมื่อความหนาแน่นของตัวอย่างเพิ่มขึ้น ส่งผลให้น้ำหนักที่ปริมาตรเท่ากัน ของตัวอย่างจึงเพิ่มขึ้น ตามการเพิ่มขึ้นของร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ประกอบอยู่ในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส เมื่อน้ำหนักของตัวอย่างมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ค่า Electromagnetic Unit per Grams of sample (emu/g) จึงมีแนวโน้มลดลงตามลำดับ



**รูปที่ 24** Magnetic hysteresis loop ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ 0.5 M, เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน ซึ่งเตรียมจากสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้นคงที่ 0.1 M และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ 0.5 M และสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้น 0.01M, 0.05 M และ 0.1 ตามลำดับ

นอกจากนั้น เมื่อพิจารณาจาก ค่า Coercivity (E) ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็ก ค่า Coercivity ของตัวอย่างมีค่าอยู่ระหว่าง 25.18-32.62 E ซึ่ง ค่า Coercivity ที่ได้จาก Magnetic Hysteresis loops มีค่าต่ำกว่า 100 E จึงสามารถสรุปได้ว่า ถึงแม้ว่า มีการสังเคราะห์อนุภาคเงินลง

บนพื้นผิวของอนุภาคแม่เหล็ก อนุภาคแม่เหล็กที่เตรียมได้ก็ยังคงมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับนาโนเมตร และยังคงแสดงสมบัติ Superparamagnetic ได้ อย่างมีประสิทธิภาพ

**การตอบสนองต่อสนามไฟฟ้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน**

การตอบสนองของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินเมื่อวิเคราะห์ผ่าน Two Point Probe Conductivity Measurement ค่าที่ได้จะรายงาน ในรูปของค่า Conductivity (S/cm) ตาราง 2 แสดงค่า Conductivity ของ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก, เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน และ เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน จะเห็นว่าเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินมีค่า Conductivity เพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย  $AgNO_3$  ซึ่งเป็นผลมาจากการเพิ่มขึ้นของปริมาณร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคเงินในชั้นตัวอย่าง ส่งผลให้ค่า Conductivity ของชั้นตัวอย่างมีค่าเพิ่มขึ้น นั่นเอง อย่างไรก็ตาม เป็นที่น่าสังเกตว่า ค่าปริมาณร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ประกอบอยู่ในชั้นตัวอย่างนั้น มีเพียง  $4.70 \pm 2.20\%$  ซึ่งถ้าเป็นในกรณีของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน เพียงอย่างเดียวนั้น จำเป็นต้องใช้ปริมาณ ร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคเงินถึงประมาณ 40% จึงจะสามารถเหนี่ยวนำให้เกิดค่า Conductivity ได้ถึงในช่วงของ Percolation Threshold แต่เนื่องจาก ข้อดีของการที่สังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กลงไปบนเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเมทริกซ์ก่อน ส่งผลให้อนุภาคเงินที่สังเคราะห์ตามลงไปนั้น เกิดขึ้นอยู่บนพื้นผิวของอนุภาคแม่เหล็กซึ่งทำให้ ไม่จำเป็นต้องใช้อนุภาคเงินในปริมาณที่มากก็สามารถสร้างเส้นทางในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนได้ จึงสามารถเกิด Percolation Threshold ได้ โดยที่ค่าปริมาณร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ประกอบอยู่ในชั้นตัวอย่างนั้น มีเพียง  $4.70 \pm 2.20\%$  เท่านั้น โดยที่ค่า Conductivity ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน

นั้น มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคเงินที่ประกอบอยู่ในชั้นตัวอย่างมีค่าเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตาราง 2 คือ ค่า Conductivity มีค่าเพิ่มขึ้นจาก  $0.0015 \pm 0.00061$  เป็น  $961.16 \pm 69.51$  และเป็น  $1898.19 \pm 321.84$  เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  จาก 0.01 M เป็น 0.05 M และเป็น 0.1 M ตามลำดับ ซึ่งเป็นผลมาจากการเพิ่มขึ้นของปริมาณอนุภาคเงินที่ประกอบอยู่ในชั้นตัวอย่าง นั่นเอง

จากเทคนิค UV Visible Spectrophotometer สามารถใช้พิจารณาความสามารถในการดูดซับแสงในช่วงความยาวคลื่นระหว่าง UV light ถึง Visible light ของอนุภาคเงินที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งเป็นสมบัติเฉพาะตัวของอนุภาคเงินที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร โดยการดูดซับคลื่นในช่วงความยาวคลื่นดังกล่าว เป็นสมบัติที่เรียกว่า surface plasmon resonance (SPR) ซึ่งเป็นผลมาจากการที่อนุภาคในระดับนาโนเมตรมีอิเล็กตรอนอิสระที่พื้นผิวมาก ส่งผลให้ อนุภาคเงินที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตรสามารถดูดซับคลื่นในช่วงความยาวคลื่นดังกล่าวได้ จากรูปที่ 25 แสดง Absorption spectra ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ 0.5 M และสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้น 0.01M, 0.05 M และ 0.1 ตามลำดับ จะเห็นว่าเกิด Absorption peak ( $\lambda_{\text{max}}$ ) ที่ความยาวคลื่น 484 nm, 529 nm และที่ 556 nm ที่ความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  ที่ความเข้มข้น 0.01M, 0.05 M และ 0.1 ตามลำดับ นอกจากนั้น ความกว้างของ Absorption peak ที่เกิดขึ้นยังสามารถบ่งบอกถึงการกระจายของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคเงินได้อีกด้วย ดังนั้น จาก Absorption spectra ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็ก สามารถสรุปได้ว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอนุภาคของอนุภาคเงินที่เกิดขึ้นในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร นอกจากนั้น เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย  $\text{AgNO}_3$  จาก 0.01 M เป็น 0.05 M และ เป็น 0.10 M การกระจายขนาดของอนุภาคเงินที่สังเคราะห์ได้นั้น มีแนวโน้มกว้างขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเจน ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากการที่มีปริมาณร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคเงินมากขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณมากขึ้น นั่นเอง

ตาราง 2 ค่าร้อยละโดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินของตัวอย่างในแต่ละสภาวะการทดลอง

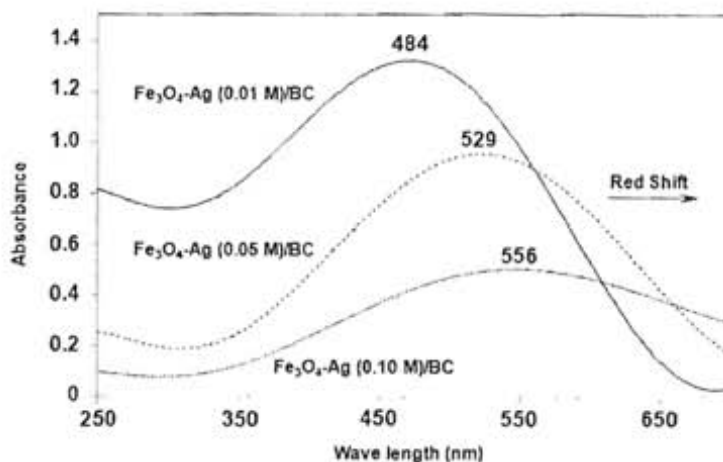
ค่า Magnetization, ค่า Coercivity และ ค่า Conductivity ของตัวอย่างในแต่ละสภาวะการทดลอง

Sample Ref.	Percent Incorporation (%)		Magnetization (emu/g)	Coercivity (E)	Conductivity (S/cm)
	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> particles	Ag particles			
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Ag (0.01 M)/BC*	62.31 ±0.68	3.23 ±2.24	45.85	32.62	0.0015 ±0.00061
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Ag (0.05 M)/BC*	62.31 ±0.68	4.70 ±2.20	39.90	27.67	961.16 ±69.51
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> -Ag (0.10 M)/BC*	62.31 ±0.68	12.08 ±1.82	25.53	25.18	1898.19 ±321.84
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (0.50 M)/BC**	62.31 ±0.68	-	46.75	34.16	0.0016 ±0.00028
Ag (0.10 M)/BC***	-	67.21 ±0.41	0.072	19.99	6114.49 ±599.80

\* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Ag (0.01 M)/BC: แบคทีเรียเซลล์โลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน โดยที่ อนุภาคแม่เหล็กเตรียมผ่านสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้นคงที่ ที่ 0.5 M และ อนุภาคเงินเตรียมผ่านสารละลาย AgNO<sub>3</sub> ที่ความเข้มข้นที่ 0.01 M, 0.05 M และ 0.1 M ตามลำดับ

\*\* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (0.05 M)/BC: แบคทีเรียเซลล์โลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็ก โดยที่ อนุภาคแม่เหล็กเตรียมผ่านสารละลายเหล็กที่ความเข้มข้น ที่ 0.5 M

\*\*\* Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>-Ag (0.01) /BC: แบคทีเรียเซลล์โลสที่ประกอบด้วยอนุภาคเงิน โดยที่ อนุภาคเงินเตรียมผ่านสารละลาย AgNO<sub>3</sub> ที่ความเข้มข้น ที่ 0.1 M



รูปที่ 25 Absorption spectra ของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็ก ซึ่งเตรียมจากสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้นคงที่ 0.5 M และสารละลาย AgNO<sub>3</sub> ที่ความเข้มข้น 0.01M, 0.05 M และ 0.1 ตามลำดับ

วิเคราะห์แนวโน้มของค่าประสิทธิภาพในการกักเก็บแม่เหล็กไฟฟ้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน

จากสมการที่ (1) จะสังเกตเห็นว่า ค่าประสิทธิภาพในการกักเก็บแม่เหล็กไฟฟ้าของวัสดุ นั้น จะขึ้นอยู่กับสมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางแม่เหล็กของวัสดุนั้นๆ กล่าวคือ ค่าประสิทธิภาพในการกักเก็บแม่เหล็กไฟฟ้าของวัสดุของวัสดุจะแปรผันตรงกับ ค่าความสามารถในการนำไฟฟ้า (Conductivity) และ ค่าความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็ก (Magnetization) ดังนั้น จากตารางที่ 2 จะเห็นว่าค่าความสามารถในการนำไฟฟ้า และ ค่าความสามารถในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายเหล็กและสารละลาย AgNO<sub>3</sub> ตามลำดับ ดังนั้น แนวโน้มของค่าประสิทธิภาพในการกักเก็บแม่เหล็กไฟฟ้าของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินนั้น จึงมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณร้อยละ โดยน้ำหนักของอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงิน นั้นเอง ดังนั้น การที่จะสามารถ

เตรียมเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินที่มีประสิทธิภาพในการกำจัดกลิ่นแม่เหล็กไฟฟ้านั้น จำเป็นต้องเลือกสภาวะในการสังเคราะห์ที่สามารถเหนี่ยวนำให้เกิดอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินได้ในปริมาณที่เหมาะสม

### สรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่า ผู้วิจัยประสบความสำเร็จในการเลี้ยงเชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* สายพันธุ์ TIST 975 ซึ่งสามารถผลิตเส้นใยเซลลูโลสบริสุทธิ์ได้ โดยที่เส้นใยเซลลูโลสที่ผลิตได้นั้นมีโครงสร้างอยู่ในรูปของชั้นที่ซ้อนกันอยู่ ของโครงร่างสามมิติที่ไม่มีการดักทอของเส้นใยในระดับนาโนเมตร โดยแต่ละชั้นของโครงร่างจะเชื่อมต่อกันด้วยเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ซึ่ง โครงสร้างในลักษณะนี้จะไม่พบในเส้นใยเซลลูโลสที่ผลิตจากพืช โดยสภาวะที่เหมาะสมในการเลี้ยงเชื้อแบคทีเรีย *Acetobacter xylinum* คือ 4%w/v ของน้ำตาลกลูโคส และใช้เวลาเลี้ยง 4 วัน จากลักษณะเด่นของโครงสร้างทางกายภาพของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส ส่งผลให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสมีพื้นที่ผิวสูงมากและมีค่าความสามารถในการดูดซับในสภาวะเปียกสูง จากลักษณะเด่นดังกล่าว ส่งผลให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสเหมาะที่จะใช้เป็นเมตริกซ์ในการสังเคราะห์อนุภาคเงินและอนุภาคแม่เหล็กได้อย่างดี และจากผลการทดลองสามารถยืนยันได้ว่าผู้วิจัยประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กลงในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส โดยผ่านกระบวนการ *In situ* coprecipitation ของเหล็กไอออน ( $Fe^{2+}$  และ  $Fe^{3+}$ ) ภายใต้บรรยากาศของก๊าซแอมโมเนีย โดยสามารถเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้องและไม่จำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเข้ามาช่วยในการเกิดปฏิกิริยา โดยข้อดีของวิธีการดังกล่าวนี้ สามารถสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็ก โดยที่ยังคงรักษา โครงสร้างที่มีรูพรุนของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสไว้ได้ ซึ่งส่งผลให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กสามารถใช้เป็นเมตริกซ์ที่ดีในการสังเคราะห์อนุภาคเงินต่อไปได้ และเมื่อนำแผ่นไฮโดรเจลของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยอนุภาคแม่เหล็กมาใช้เป็นเมตริกซ์ในการสังเคราะห์อนุภาคเงินต่อไปนั้น จากผลการทดลองสามารถ สรุปได้ว่า การที่มีอนุภาค

แม่เหล็กเป็นส่วนประกอบอยู่ในเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสก่อนที่จะทำการสังเคราะห์อนุภาคเงินนั้น สามารถ  
เหนี่ยวนำให้ค่า Conductivity ของระบบ มีแนวโน้มที่มากกว่าเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์อนุภาคเงินลงในเส้นใย  
แบคทีเรียเซลลูโลสบริสุทธิ์ ที่  $\infty$  ปริมาณร้อยละ โดยน้ำหนักของตัวอย่างมีค่าเท่ากัน ดังนั้นจึงสามารถกล่าวได้ว่า  
ลำดับในการสังเคราะห์ดังกล่าว นั้น เป็นลำดับที่มีประสิทธิภาพในการเหนี่ยวนำให้เกิดทั้งอนุภาคแม่เหล็กและ  
อนุภาคเงิน ซึ่งจะทำให้เส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสที่ประกอบด้วยทั้งอนุภาคแม่เหล็กและอนุภาคเงินที่เตรียมได้  
นั้น มีค่า Magnetization และ ค่า Electrical Conductivity สูง และส่งผลให้ค่าประสิทธิภาพในการกักเก็บ  
แม่เหล็กไฟฟ้าของตัวอย่างที่เตรียมได้นั้น มีค่าสูงไปด้วยนั่นเอง



### เอกสารอ้างอิง

- [1] [http://www.elib-online.com/doctors48/child\\_pet003.html](http://www.elib-online.com/doctors48/child_pet003.html)
- [2] Toru Maeda, Satoshi Sugimoto, Toshio Kagotani, Nobuki Tezuka, Koichiro Inomata (2004) *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **281**, 195–205.
- [3] S.K. Dhawan, N. Singh, S. Venkatachalam (2002) *Synthetic Metals* **129**, 261–267.
- [4] S.M. Abbas, A.K. Dixit, R. Chatterjee, T.C. Goel (2005) *Materials Science and Engineering B* **123**, 167–171.
- [5] C.H. Peng, C.C. Hwang, J. Wan, J.S. Tsai and S.Y. Chen (2005) *Materials Science and Engineering B* **117**, 27–36.
- [6] A.N. Yusoffa, M.H. Abdullah (2004) *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **269**, 271–280.
- [7] M Pardavi-Horvath (2000) *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **215–216**, 171.
- [8] S. Sugimoto, T. Maeda, D. Book, T. Kagotani, K. Inomata, M. Homma, H. Ota, Y. Houjou and R. Sato (2002) *J. Alloy Compd.* **301**, 330–332.
- [9] [http://www.ntc.or.th/index.php?option=com\\_content&task=view&id=3455&Itemid=107](http://www.ntc.or.th/index.php?option=com_content&task=view&id=3455&Itemid=107)
- [10] D.D.L. Chung (2001) *Carbon* **39**, 279–285.
- [11] Juan Carlos Apesteguy, Silvia E. Jacobo (2004) *Physica B* **354**, 224–227.
- [12] Maneerung, T., Tokura, S., & Rujiravanit, R.(2008). *Carbohydrate Polymers*, **72**, 43–51.
- [13] S. Sun, C.B. Murray, D. Weller, L. Folks, A. Moser (2000) *Science* **287**, 1989.
- [14] S. Sun and H. Zeng (2002) *J. Am. Chem. Soc.* **124 (28)**, 8204–8205.
- [15] Dong-Hwang Chen, Shih-Hung Huang (2004) *Process Biochemistry* **39**, 2207–2211.

- [16] T. Neuberger, B. Schöpf, H. Hofmann, M. Hofmann and B. von (2005) *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 293, 483–496.
- [17] Cumbal, L.; Greenleaf, J.; Leun, D.; SenGupta, A. K., (2003) *React Function Polymer*, 54 (1-3), 167-180.
- [18] Petri-Fink A, Chastellain M, Juillerat-Jeanneret L, Ferrari A, Hofmann H (2005) *Biomaterials* 26 (15), 2685-94.
- [19] E. Sourty, D. H. Ryan and R. H. Marchessault (1998) *Chem. Mater.* 10(7), 1755-7.
- [20] Peikov, V.T., K.S. Jeon, and A.M. Lane (1999) *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 193 (1-3), 307-10.
- [21] Shang-Hsiu Hu, Ting-Yu Liu, Chia-Hui Tsai, San-Yuan Chen (2007) *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 310, 2871–2873.
- [22] Anders W. Electroactive Polymer Materials: State of the art review of conductive polymers. Pennsylvania: Technomic publishing company.
- [23] Rainer Jonas and Luiz F. Farah (1998) *Polymer degradation and Stability* 59, 101-106.
- [24] M.Iguchi, S.Yamanaka and A. Budhiono (2000) *Journal of materials science* 35, 261-270
- [25] Sherif M.A.S. Keshk and Kazuhiko Sameshima (2005), *African Journal of Biotechnology* 4, 478-482.
- [26] M. Anne (1997) *Polymer degradation and Stability* 56, 201-210.
- [27] Raveendran P, Fu J, Wallen SL. (2003) *J Am Chem Soc* 125:13940.
- [28] Huang H, Yang X. (2004) *Carbohydr Res* 339, 2627.
- [29] Sato Y, Wang JJ, Batchelder DN, Smith DA. (2003) *Langmuir* 19, 6857.
- [30] L. Kvítek, R. Prucek, A. Panáek, R. Novotný, J. Hrbáč, R. Zboil (2005) *J Mater Chem* 15, 1099.
- [31] Abid JP, Wark AW, Brevet PF, Girault HH. (2002) *Chem Commun* 792.
- [32] Chen J, Wang K, Xin J, Jin Y. (2008) *Mater Chem Phys* 108, 421.

- [33] Long D, Wu G, Chen S. Radiat (2007) *Phys Chem* 76, 1126.
- [34] S. Virender, Y. Ria, L. Yekaterina (2009) *Advances in Colloid and Interface Science* 145, 83–96.
- [35] A.K. Gupta, M. Gupta (2005) *Biomaterials* 26, 3995.
- [36] Selene Sepu'lveda-Guzma'n , Lucia Lara , Odilia Pe'rez-Camacho , Oliverio Rodn'guez-Ferna'ndez , Amelia Olivas , Roberto Escudero (2007) *Polymer* 48, 720-727.
- [37] Xu X, Friedman G, Humfeld KD, Majetich SA, Asher SA. (2002) *Chem Mater* 14(3), 1249-56.
- [38] Wang M, Singh H, Hatton TA, Rutledge GC. (2004) *Polymer* 45(16), 5505-14.
- [39] Govindaraj B, Sastry NV, Venkataraman A. (2004) *J Appl Polym Sci* 93(2), 778-88.
- [40] Vandamme, E. J., De Baets, S., Vanbaelen, A., Joris, K., & De Wulf, P. *Polymer Degradation and Stability* 1997; 59: 93–99.
- [41] Czaja, W., Romanovicz, D. & Brown, M. R. *Cellulose* 2004; 11, 403–411.
- [42] He, J., Kunitake, T., & Nakao, A. *Chemistry of Materials* 2003; 15, 4401–4406.
- [43] Guo, J., Ye, X., Liu, W., Wu, Q., Shen, H., & Shu, K. *Materials Letters* 2009; 63, 1326–1328.
- [44] Jiang, G. H., Wang, L., Chen, T., Yu, H. J., & Wang, J. J. *Journal of Materials Science* 2005; 40, 1681–1683.
- [45] Zhang, J., Liu, K., Dai, Z., Feng, Y., Bao, J., & Mo, X. *Materials Chemistry and Physics* 2006; 100, 106–112.
- [46] Roman, M., & Winter, W. T. *Biomacromolecules* 2004; 5, 1671–1677.

**ภาคผนวก**

**ภาคผนวก :** เอกสารเผยแพร่งานวิจัย ที่ได้รับการตอบรับให้ตีพิมพ์ในวารสารวิทยาศาสตร์ระดับนานาชาติ

**เรื่อง:** Synthesis of magnetic nanoparticle into bacterial cellulose matrix by ammonia  
gas-enhancing in situ co-precipitation method

**ในวารสารชื่อ:** Carbohydrate Polymer

**ฉบับที่:** 86/2011

**Impact factor:** 3.463



## Synthesis of magnetic nanoparticle into bacterial cellulose matrix by ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method

Chaiyapruk Katepetch<sup>a,b</sup>, Ratana Rujiravanit<sup>a,b,\*</sup>

<sup>a</sup> The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand

<sup>b</sup> Center for Petroleum, Petrochemicals, and Advanced Materials, Chulalongkorn University, Bangkok 10330, Thailand

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 30 November 2010

Received in revised form 29 March 2011

Accepted 13 April 2011

Available online 22 April 2011

#### Keywords:

Inorganic–organic hybrid materials

Bacterial cellulose

Magnetic nanoparticles

*In situ* co-precipitation method

Magnetic field responsive cellulose

### ABSTRACT

In this study, magnetically responsive bacterial cellulose sheets were prepared by using an ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method operated in a closed system without oxygen. Instead of using the traditional concentrated liquid basic solutions, ammonia gas was used in the closed system to achieve the homogeneous dispersion of magnetic nanoparticles as evidence by the uniform black color of magnetic nanoparticles across the cross-sectional area of bacterial cellulose sheets. In addition, under the condition without oxygen, the synthesized magnetic would be in the form of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). The formation of magnetic nanoparticles inside bacterial cellulose sheets was investigated by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), and energy dispersive X-ray (EDX). The average particle size of the magnetic nanoparticles was determined by using transmission electron microscopy (TEM) and was found to be in the range of 19.6–38.9 nm. The homogeneous dispersion of magnetic nanoparticles across the cross-sectional area of the bacterial cellulose samples was also evidenced by SEM and TEM images. Moreover, the magnetic field responsive behavior of the magnetic nanoparticle-incorporated bacterial cellulose sheets was investigated by vibrating sample magnetometry (VSM). The saturation magnetization of the magnetic nanoparticle-incorporated bacterial cellulose sheets ranged from 1.92 to 26.20 emu/g at 300 K and ranged from 2.96 to 28.10 emu/g at 100 K.

© 2011 Elsevier Ltd. All rights reserved.

### 1. Introduction

Magnetically responsive materials are specific subsets of smart materials, in which magnetic nanoparticles are embedded in a polymer matrix, which can adaptively change their physical properties due to an external magnetic field (Filipcsei, Csetneki, Szilágyi, & Zrínyi, 2007). Magnetically responsive materials were expected to exhibit interesting magnetic field-dependent mechanical behavior with a wide range of potential applications such as fibers and fabrics for protective clothing for military use (Raymond, Revol, Ryan, & Marchessault, 1994), magnetic filters (Pinchuk, Markova, Gromyko, Markov, & Choi, 1995), sensors (Epstein & Miller, 1996), information storage, static and low frequency magnetic shielding (Dikeakos et al., 2003) and health care or biomedical products (Wang, Singh, Hatton, & Rutledge, 2004). In general, magnetically responsive materials consist of two main compositions which are magnetic nanoparticles and polymer matrix such as magnetic nanoparticles/cellulose (Small & Johnston,

2009), magnetic nanoparticles/poly(acrylonitrile-co-acrylic acid) (Guo et al., 2009), magnetic nanoparticles/poly(vinyl chloride) (Rodriguez-Fernandez, Rodriguez-Calzadiaz, Yanez-Flores, & Montemayor, 2008), magnetic nanoparticles /poly(methyl methacrylate) (Baker, Ismat Shah, & Hasanain, 2004), magnetic nanoparticles /poly(aniline) (Shchukin, Radtchenko, & Sukhorukov, 2003), magnetic nanoparticles /poly(acrylamide) (Starodoubtsev et al., 2003).

Magnetic nanoparticles are nanoparticles of iron oxides. In nature, iron oxides exist in various forms including hematite ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) and magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) (Cornell & Schwertmann, 2003). Hematite is blood-red iron oxide. It is the oldest known iron oxide and often is the end product of the transformation of other forms of iron oxides at ambient conditions (Teja & Koh, 2009). Maghemite is a metastable state of iron oxide. It is formed by weathering or low-temperature oxidation of magnetite (Majewski & Thierry, 2007). Magnetite is a black iron oxide. It exhibits the strongest magnetism of any transition metal oxides (Cornell & Schwertmann, 2003; Majewski & Thierry, 2007). It has been reported that, magnetite exhibits biocompatibility and low toxicity in human body (Kim et al., 2005; Majewski & Thierry, 2007; Tartaj, Morales, Veintemillas-Verdaguer, Gonzalez-Carreno, & Serna, 2003; Tartaj, Morales, Gonzalez-Carreno, Veintemillas-Verdaguer, & Serna, 2005).

\* Corresponding author at: The Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, Soi Chula 12, Phayathai Road, Pathumwan, Bangkok 10330, Thailand. Tel.: +66 2 2184132; fax: +66 2 2154459.

E-mail address: [ratana.r@chula.ac.th](mailto:ratana.r@chula.ac.th) (R. Rujiravanit).

Lower than approximately 100 nm in diameter, particles of ferromagnetic materials, which are materials that exhibit permanent magnetization even with or without magnetic field, no longer exhibit the ferromagnetic behavior which is found in the bulk. Instead, such nanoparticles exhibit superparamagnetic behavior which no longer exhibits a history-dependent behavior or hysteresis (Wang et al., 2004). The superparamagnetic materials are different from permanent magnet in that the magnetic interactions of nanoparticles of iron oxide are induced by external magnetic field while without external magnetic field, nanoparticles of iron oxide no longer show magnetic interaction (Neuberger, Schopf, Hofmann, Hofmann, & Rechenberg, 2005). Accordingly, there are two main requirements for preparing magnetically responsive materials which are the as-synthesized iron oxide particles should be in the form of magnetite and the diameter of the as-synthesized iron oxide particles should be lower than 100 nm (Wang et al., 2004).

Bacterial cellulose belongs to a specific product of primary metabolism of the acetic bacterium such as *Acetobacter xylinum*. Bacterial cellulose is synthesized in the form of fibrous structure which constitutes to be a three-dimensional non-woven network of nanofibers with diameters less than 100 nm, which is much smaller than the diameters of typical plant cellulose bundles (ca. 10 μm). Bacterial cellulose has the same chemical structure as plant cellulose (Czaja, Romanovicz, & Brown, 2004). The presence of inter- and intra-hydrogen bonding in bacterial cellulose results in the never dried-state material or hydrogel having high wet strength (Meftahi et al., 2010). One of the most important features of bacterial cellulose is its chemical purity. Bacterial cellulose is free of lignin and hemicellulose, whereas plant cellulose usually associates with these chemicals. Owing to these unique properties, bacterial cellulose is an interesting material for using in wide range of applications such as paper industrial, headphone membrane, food industrial (Li et al., 2009), biomaterials including temporary skin substitute, artificial blood vessels (Czaja, Young, Kaweck, & Brown, 2007; Kamel, 2007), membrane for pervaporation of water–ethanol binary mixtures (Dubey, Saxena, Singh, Ramana, & Chauhan, 2002) and an applicable matrix for impregnating nanoparticles or nanowires (Hu et al., 2009; Hu, Chen, Zhou, & Wang, 2010; Li et al., 2009; Maneerung, Tokura, & Rujiravanit, 2008; Zhang & Qi, 2005). In addition, bacterial cellulose has unique micro-porous three-dimensional network structure and high specific surface area (Hu et al., 2010). The high specific surface area implies that bacterial cellulose has much more surface hydroxyl and ether groups than plant cellulose. These hydroxyl groups make up of active sites for metal ion adsorption (Li et al., 2009). Moreover, the porous structure of nanofibrous bacterial cellulose provides large amount of sub-micron pores. The precipitated metal nanoparticles are stabilized by the sub-micron pores of the bacterial cellulose, leading to good dispersion of the as-synthesized nanoparticles (Hu et al., 2009). Therefore, bacterial cellulose is considered as a promising matrix for synthesizing of nanoparticles and nanowires such as ZnO nanoparticles (Hu et al., 2010), CdS nanoparticles (Li et al., 2009), silver chloride nanoparticles (Hu et al., 2009), silver nanoparticles (Maneerung et al., 2008) and titania (anatase) nanowires (Zhang & Qi, 2005).

The preparation of magnetically responsive materials based on cellulose and magnetic nanoparticles has been investigated by several approaches. In the past 2 to 3 decades, magnetically responsive cellulose fibers have been prepared by vigorously agitation of cellulose pulp in a concentrated suspension of iron oxide particles such as magnetite particles and maghemite particles, followed by a mild washing step to remove all unbound-magnetic particles. This preparation method is called lumen-loading method (Green, Fox, & Scallan, 1982; Marchessault, Rioux, & Raymond, 1992; Passaretti, Caulfield, & Sobczynski, 1990; Rioux, Ricard, &

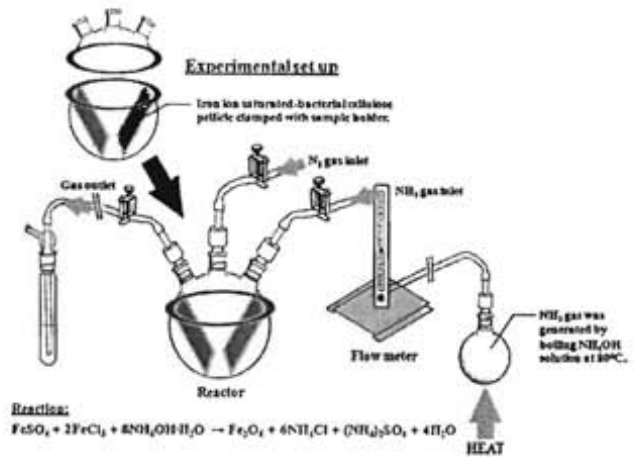


Fig. 1. Schematic diagram of the laboratory set up for preparation of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose pellicle by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method.

Marchessault, 1992). The percentage loading of the iron oxide particles into cellulose pulp was limited by the low diffusion rate of iron oxide particles into cellulose pulp. The as-prepared products from the lumen-loaded method were exhibited the magnetic hysteresis loop being comparable to those observed in the magnetic strip (Raymond et al., 1994). Another approach to prepare magnetically responsive cellulose fibers involves synthesizing of iron oxide particles within the cellulosic matrix itself by vigorously agitation of cellulose pulp in iron ion solution and then iron ions are converted to iron oxide particles within cellulosic matrix by the addition of an excess NaOH solution. This preparation method was called *in situ* co-precipitation method (Marchessault, Richard, & Rioux, 1992; Marchessault, Rioux, et al., 1992). According to the literature, the *in situ* co-precipitation method offers better control of both the magnetic properties and the variety of magnetic particles that are incorporated into the final product than the lumen-loaded method (Small & Johnston, 2009). Sourty, Ryan, and Marchessault (1998) prepared magnetically responsive bacterial cellulose membranes by stepwise dipping process. Bacterial cellulose pellicles were firstly dipped in a solution of  $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ , followed by dipping in a fresh solution of NaOH. The suspension was then heated in a water bath at  $65^\circ C$ , followed by adding hydrogen peroxide. Finally, samples were washed against distilled water. This method was a modification of *in situ* co-precipitation method by dipping bacterial cellulose into the individual reagents rather than immersed in a single container. By this mean the individual reaction was exclusively occurred step by step inside bacterial cellulose. However, this stepwise dipping process still had some drawbacks. The obtained samples showed the un-uniform dispersion of the precipitated nanoparticles across the cross-sectional area of bacterial cellulose. Formation of the darker skin at the surface resulted from the predominant forming of ferrites at the surface of the processed bacterial cellulose. Moreover, the dipping process was done under ambient condition. As a result, the present of oxygen gas in the atmospheric air promotes the formation of maghemite ( $\gamma-Fe_2O_3$ ) and hematite ( $\alpha-Fe_2O_3$ ). These two products exhibit weaker magnetic property than magnetite ( $Fe_3O_4$ ) (Teja & Koh, 2009), resulting in lower saturation magnetization.

In this study, magnetic nanoparticles were synthesized inside the porous structure of bacterial cellulose by using the ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method operated in the closed system as shown in the schematic diagram of the experimental set up (Fig. 1). The utilization of ammonia gas could achieve the homogeneous dispersion of the magnetic nanoparticles across the cross-sectional area of the as-synthesized sample since ammonia

gas more easily penetrates through the porous structure of bacterial cellulose. In addition, the utilization of ammonia gas could slightly increase the pH of the as-synthesized sample. This could eliminate the high local concentration of liquid basic solution at surface of the processed bacterial cellulose which is the cause of predominantly forming of ferrites at the surface of bacterial cellulose. Moreover, the utilization of ammonia gas treatment was conducted in the closed system which could eliminate the oxygen gas by previously flushing with nitrogen gas. In the absence of oxygen gas, the predominant form of magnetic nanoparticles inside bacterial cellulose is magnetite which exhibited the highest saturation magnetization.

## 2. Experiments

### 2.1. Materials

*A. xylinum* (strain TISTR 975), an isolated strain in Thailand, was supplied from the Microbiological Resources Centre, Thailand Institute of Scientific and Technological Research (TISTR). Analytical grade of anhydrous D-glucose was obtained from Ajax Finechem. Bacteriological grade of yeast extract powder was purchased from HiMedia. Analytical grade ferric chloride ( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) and ferrous sulphate ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) were purchased from Riedel-deHaën and Ajax Finechem, respectively. Other chemical reagents used in this study were analytical grade and used without further purification.

### 2.2. Production of bacterial cellulose

The production of the bacterial cellulose pellicles were performed by a partial modification of the method developed by Maneerung et al. (2008).

The pre-inocula for all experiments were prepared by transferring a single colony of *A. xylinum* (strain TISTR 975) into 20 ml of a liquid culture medium, which was composed of 40 g of anhydrous D-glucose, 10 g of yeast extract powder, and 1 l of distilled water. After 24 h of cultivation at 30 °C, 40 ml of the cell suspension was introduced into a container containing 400 ml of a fresh liquid culture medium and then cultivated at 30 °C for 4 days. The obtained bacterial cellulose was purified by boiling in 1% NaOH for 2 h. The boiling step was repeated twice. The purified bacterial cellulose was then treated with 1.5% acetic acid solution for 30 min, and finally washed in a tap water until bacterial cellulose pellicles became neutral. The purified bacterial cellulose was cut into a rectangular shape with 4 cm width and 10 cm length. The porous structure of bacterial cellulose was preserved by immersing into the distilled water and kept into a refrigerator at 4 °C prior to use.

### 2.3. Ammonia gas-enhancing in situ co-precipitation of magnetic nanoparticles into bacterial cellulose pellicles

Magnetic nanoparticles were synthesized into the bacterial cellulose pellicles by immersing the bacterial cellulose pellicles (ca. 99.5% water content) in an aqueous iron salt solution at 60 °C. The aqueous iron salt solution contained  $\text{FeCl}_3$  and  $\text{FeSO}_4$  with the mole ratio of the  $\text{Fe}^{3+}$  to  $\text{Fe}^{2+}$  ions to be fixed at 2:1. The total concentration of aqueous iron ion was varied to be 0.1 M, 0.05 M, and 0.01 M. After immersion of the bacterial cellulose pellicles into the iron salt solution for 1 h, the excess iron, yellowish-brown particles, on the surface of the bacterial cellulose pellicles was rinsed with distilled water. After washing, the iron ion-absorbed bacterial cellulose pellicles were kept inside 500 ml wide-neck round bottom flask (a reaction vessel) and pre-treated with nitrogen gas for 10 min in order to eliminate oxygen gas before further treating with ammonia gas. The volumetric flow rate of ammonia gas was controlled by a flow meter. When ammonia gas was purged into the reaction vessel, the color of iron ion-saturated bacterial cellulose pellicles was

gradually changed. After 30 min of ammonia gas treatment, the as-prepared bacterial celluloses had dark brown color. The obtained bacterial cellulose pellicles were rinsed with a large amount of distilled water until neutral and then sonicated for 20 min in order to remove any loosely bound particles. Finally, the obtained samples were freeze dried and kept in a desiccator.

### 2.4. Characterization

The morphology of the neat and magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets were observed by using a JEOL JSM-5200 scanning electron microscope with inbuilt energy dispersive X-ray analysis (EDX) with operating condition at 15 kV and magnification of 10,000 $\times$ . The formation of magnetic particles was verified by X-ray diffraction (XRD) (Rigaku). The samples were scanned from  $2\theta = 10^\circ$  to  $2\theta = 70^\circ$  at a scanning rate of  $5^\circ 2\theta/\text{min}$ . Thermogravimetric analyser (Perkin Elmer model TGA7) was used to record the thermograms in the temperature range from 50 to 700 °C with a heating rate of 10 °C/min in a flow of nitrogen at 20 ml/min. Transmission electron microscopy (TEM) observations were carried out on a JEOL JEM-2000EX instrument operated at accelerating voltage of 80 kV. The TEM samples were prepared by embedding the freeze dried bacterial cellulose in Spurr resin and performing ultrathin sectioning with a Reichert Ultracut E microtome equipped with a diamond knife. Histograms, average diameters and standard deviations were obtained by sampling 200 metal nanoparticles in TEM images of 100,000 $\times$  magnification.

### 2.5. Vibrating sample magnetometry (VSM)

The responsiveness to the magnetic field of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets was detected by vibrating sample magnetometer. Sample was inserted into a sample holder and vibrated within a magnetic field of up to 10,000 G. The magnetic moments of the as-prepared sample were recorded as a function of applied field at the temperatures of 300 K and 100 K and the results were reported in term of a magnetic hysteresis loop (Jiles, 1991).

### 2.6. Magnetic field responsiveness testing

A rectangular strip (length  $\times$  width  $\times$  thickness = 45  $\times$  5  $\times$  0.04 mm) of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet was placed onto the surface of an aluminum plate with one end fixed by taping it onto the aluminum plate surface. A cylinder shaped permanent magnet was hanged above the test sample. The magnet responsive behavior of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet was recorded by a digital camera. (Wang et al., 2004)

## 3. Results and discussion

For a comparison, the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose pellicles were also prepared by the step-wise dipping process according to the method of Sourty et al. (1998) and digital images of the obtained products are shown in Fig. 2a–c. Briefly, bacterial cellulose pellicles were firstly dipped in an aqueous iron salt solution contained  $\text{FeCl}_3$  and  $\text{FeSO}_4$  with the mole ratio of the  $\text{Fe}^{3+}$  to  $\text{Fe}^{2+}$  ions of 2 to 1, followed by dipping in a fresh solution of 30% ammonia solution. The total concentrations of aqueous iron ion were varied to be 0.01 M (Fig. 2a), 0.05 M (Fig. 2b), and 0.1 M (Fig. 2c). The obtained bacterial cellulose pellicles showed the darker skin at the surface which resulted from the predominant precipitation of magnetic particles at the surface of the bacterial cellulose pellicles. On the other hand, the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose pellicles prepared by

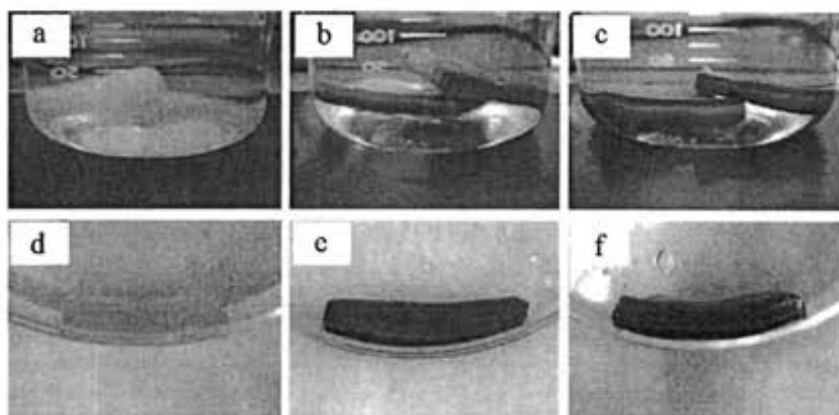


Fig. 2. Magnetic particle-incorporated bacterial cellulose pellicles prepared by stepwise dipping process using 0.01 M (a), 0.05 M (b) and 0.1 M (c) of aqueous iron ion solutions and magnetic particle-incorporated bacterial cellulose pellicles prepared by ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method using 0.01 M (d), 0.05 M (e) and 0.1 M (f) of aqueous iron ion solutions.

ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method had homogeneous dark color of magnetic particles across the cross-sectional area of the sample as shown in Fig. 2d–f. The colors of magnetic particles in the bacterial cellulose pellicles changed from yellow to dark brown and black when the total concentrations of aqueous iron ion were increased from 0.01 M (Fig. 2d) to 0.05 M (Fig. 2e) and 0.1 M (Fig. 2f). The homogeneous dark color across the cross-sectional area of the sample implied the homogeneous dispersion of the precipitated magnetite particles across the cross-section area of bacterial cellulose pellicles.

The use of ammonia gas instead of a concentrated liquid basic solution could improve the homogeneous dispersion of the magnetic particles across the cross-sectional area of the as-synthesized bacterial cellulose pellicles since the ammonia gas is easier to penetrate through the bacterial cellulose pellicles than using concentrated liquid basic solutions. Moreover, ammonia gas could slightly increase pH of the sample and prevent the predominant precipitation of magnetic particles at the surface of bacterial cellulose pellicles.

### 3.1. Ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation of magnetic particles into bacterial cellulose pellicles

The structure of bacterial cellulose pellicles is a three-dimensional nonwoven network consisting of a large amount of microporous. The nanofibrous structure of bacterial cellulose pellicles can serve as a support for incorporating the as-synthesized magnetic particles into bacterial cellulose pellicles. When bacterial cellulose pellicle was immersed in an aqueous iron solution, iron ions ( $\text{Fe}^{2+}$  and  $\text{Fe}^{3+}$ ) could readily penetrate to the inner part of the bacterial cellulose pellicle through its porous structure. After that the bacterial cellulose pellicle was treated with ammonia gas, the absorbed  $\text{Fe}^{2+}$  and  $\text{Fe}^{3+}$  ions were precipitated to be magnetite particles into the bacterial cellulose pellicles. Finally, the lyophilize technique was used to preserve the porous structure of the bacterial cellulose.

XRD was used to examine the crystal structure of the magnetic particles. XRD analysis of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet was performed to determine the chemical state of the iron oxide after being incorporated into the bacterial cellulose. Fig. 3 shows the characteristic diffraction peaks of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet, which was prepared by using 0.1 M aqueous iron ion solution. The XRD pattern composed of six main peaks. The peaks at  $2\theta = 30.40^\circ$ ,  $35.81^\circ$ ,  $43.53^\circ$ ,  $54.02^\circ$ ,  $57.59^\circ$  and  $63.25^\circ$  corresponded to (2 2 0), (3 1 1), (4 0 0), (4 2 2), (5 1 1), and (4 4 0) planes, respectively (Guo

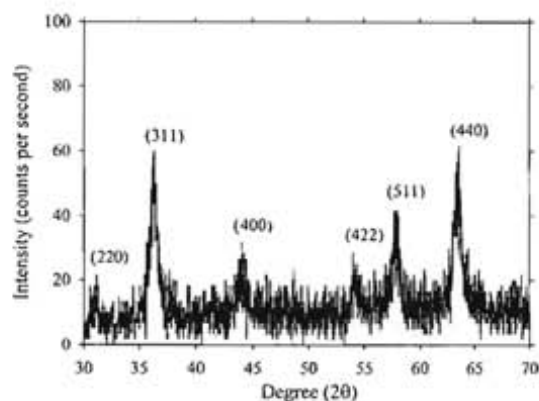


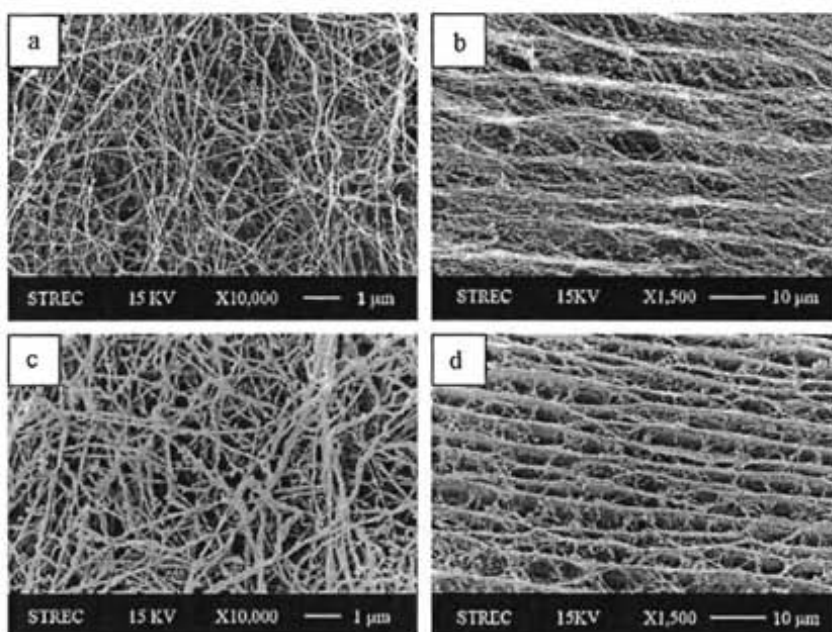
Fig. 3. XRD pattern of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet, prepared by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method operated in a closed system without oxygen using 0.1 M of aqueous iron ion solution.

et al., 2009). These results identified the face-centered cubic (fcc) structure of the magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) incorporated in the bacterial cellulose whereas the iron oxides in bacterial cellulose membranes prepared by step wise-dipping process have been reported to be wurtzite and ferrihydrite (Sourty et al., 1998). In this study, the synthesis of magnetic particles was performed in the closed system without oxygen. Therefore, almost of the as-synthesized magnetic particles were occurred in the form of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). In comparison between magnetite and the other forms of iron oxide such as hematite ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) and maghemite ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), the magnetite form ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) exhibits the strongest magnetism of any transition metal oxides (Cornell & Schwertmann, 2003; Majewski & Thierry, 2007). Additionally, magnetite particles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) exhibit biocompatibility and low toxicity in human body (Kim et al., 2005; Majewski & Thierry, 2007; Tartaj et al., 2003, 2005).

### 3.2. Morphology of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose

The morphology of neat bacterial cellulose and bacterial cellulose incorporated with magnetite particles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) prepared by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method were investigated by SEM analysis. Fig. 4a and c show the surface morphology of neat bacterial cellulose and bacterial cellulose incorporated with magnetite particles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), respectively. Whereas, the cross-sectional morphology of neat bacterial cellulose and bacterial cellulose incorporated with magnetite particles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) are





**Fig. 4.** SEM images of surface (a) and cross-sectional (b) morphology of neat bacterial cellulose at a magnification of 10,000 $\times$  and SEM images of surface (c) and cross-sectional (d) morphology of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet prepared by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method using 0.1 M of aqueous iron ion solution at a magnification of 10,000 $\times$ .

shown in Fig. 4b and d, respectively. The porous structure with three-dimensional non-woven network of nanofibers which are highly un-axially oriented (Fig. 4a and c) was observed on the surface of bacterial cellulose sheet. Whereas the multilayer of bacterial cellulose membranes linked together with the nanofibers was observed in the cross-sectional morphology of bacterial cellulose (Fig. 4b and d). There was no change in three-dimensional network structure of bacterial cellulose after incorporation of magnetic particles by using ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method. It was also found that the use of ammonia gas could prevent the predominant forming of magnetic particles at the surface of the processed bacterial cellulose. In addition, the magnetic particles were precipitated along the fiber surface and throughout the cross-sectional area of the processed bacterial cellulose (Fig. 4c and d). The fiber diameters of the neat bacterial cellulose and the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose were  $55.00 \pm 10.54$  nm and  $111.8 \pm 25.79$  nm, respectively. The increase in the fiber diameter of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose might be due to the coating of magnetic particles along the surface of bacterial cellulose fiber. The magnetic particles exhibit the potential to bond with the surface of bacterial cellulose fiber through hydrogen bonding between the oxygen in the magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) and the hydrogen in the hydroxyl groups present in bacterial cellulose (Small & Johnston, 2009).

### 3.3. Particle size and particle size distribution of magnetic particles incorporated in bacterial cellulose sheets

TEM microscopy was used to determine the particle size and particle size distribution of magnetite particles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) throughout the cross-sections of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets. Fig. 5 shows the TEM micrographs of cross sections of the freeze-dried magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets prepared by ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method using 0.1 M (Fig. 5a), 0.05 M (Fig. 5c) and 0.01 M (Fig. 5e) of aqueous iron ion solutions. Fig. 5a and b show the irregular shapes of the magnetic particles. The mean average particle size ( $d$ ) and standard deviations ( $\sigma$ ) of magnetite particles

( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) prepared by using 0.1 M aqueous iron ion solutions were estimated to be 38.92 and 10.50 nm, respectively. When the concentration of the aqueous iron ion solution was decreased from 0.1 to 0.05 M, the average particle size and particle size distribution ( $\sigma$ ) were decreased to 32.48 and 9.71 nm, respectively (Fig. 5c and d). At the 0.01 M aqueous iron ion solution, the well dispersed and regular shaped magnetite nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) were obtained. The particle size was much smaller ( $d = 19.62$  nm) and the size distribution became narrower ( $\sigma = 7.23$  nm) than those obtained at higher iron concentrations, as shown in Fig. 5e and f. The decrease in the particle size with decreasing concentration of the aqueous iron ion solution has been reported in the literature (Deepa, Palkar, Kurup, & Malik, 2004; Small & Johnston, 2009). Therefore, the particle size and particle size distribution of the magnetic particles could be controlled by adjusting the concentration of the aqueous iron ion solution. Small and Johnston (2009) prepared magnetically responsive cellulose fiber by using the Kraft pulp as a matrix. The average fiber diameter of the Kraft pulp was approximately 20  $\mu\text{m}$ . The particle sizes of magnetic nanoparticle prepared by using the Kraft pulp as a matrix were approximately 100 nm whereas the as synthesized magnetic particle prepared by using bacterial cellulose as a matrix were ranged from 19.62 to 38.92 nm. This revealed the merit of bacterial cellulose as a matrix. Sourty et al. (1998) prepared magnetically responsive bacterial cellulose membrane by using step wise dipping process. The synthesis of magnetic particles was performed by using 0.05 M  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  solution and the dipping process were repeated for 3 cycles. The particle sizes of magnetic particle prepared by the 3-cycles stepwise dipping process were approximately 50 nm whereas in this study, the average particle size of the magnetic particle prepared by ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method were  $32.48 \pm 9.71$  nm. The smaller particle size of magnetic particle resulted in the higher superparamagnetic behavior of the magnetically responsive bacterial cellulose sheets (Cornell & Schwertmann, 2003).

Moreover, the distribution of magnetic particles across the cross-sectional area of bacterial cellulose sheet was investigated by TEM analysis. TEM micrograph of cross sections of the freeze-dried magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet is

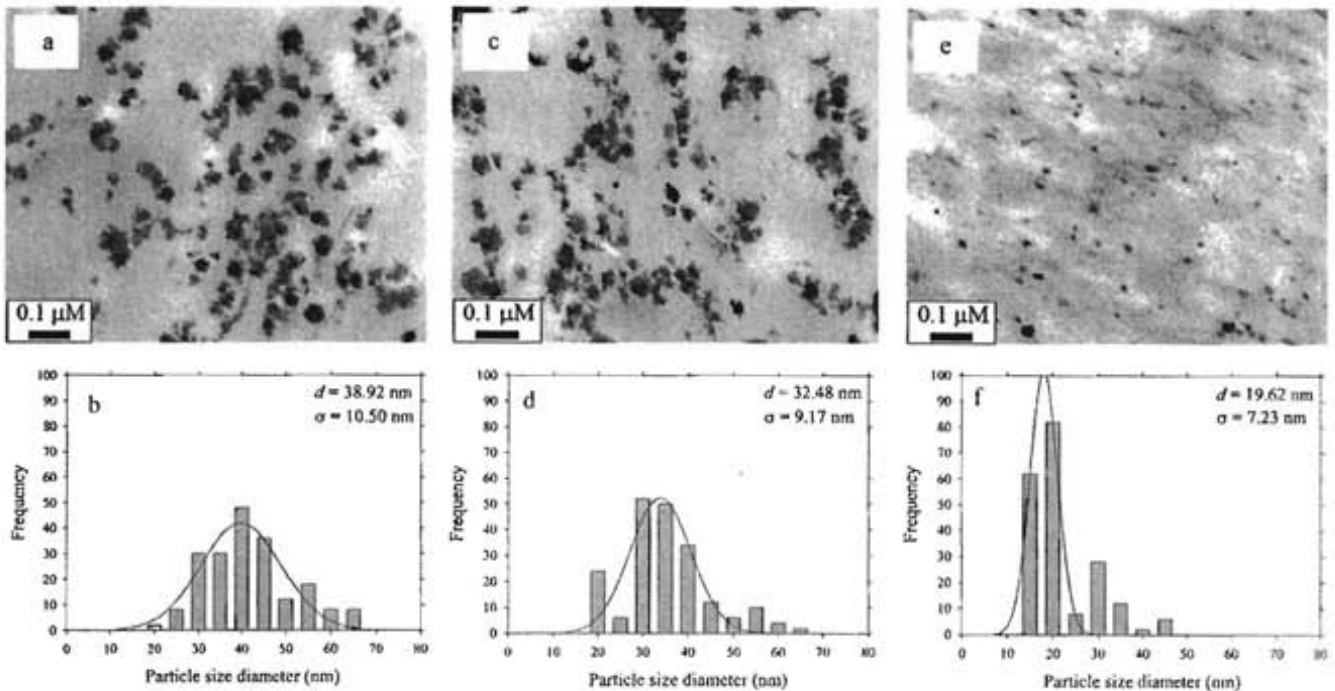


Fig. 5. TEM images and histograms of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet prepared by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method using 0.1 M (a and b), 0.05 M (c and d), and 0.01 M (e and f) of aqueous iron ion solutions.

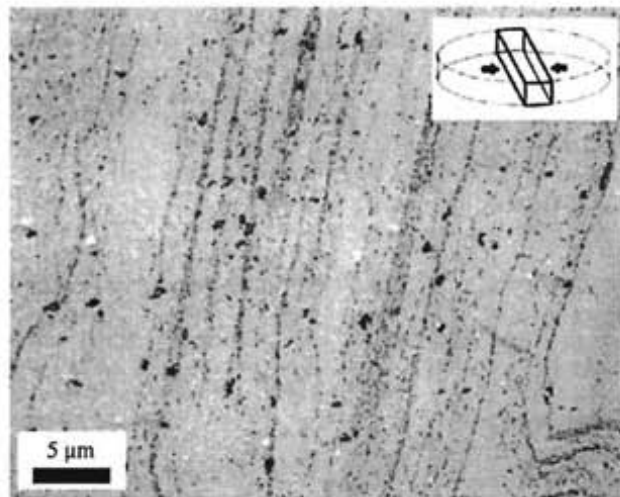


Fig. 6. TEM image of cross-sectional magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet at a magnification of 2500 $\times$ .

shown in Fig. 6. The multilayer of the aligned magnetic particles can be observed. This implied that the magnetic particles were precipitated on the surface of bacterial cellulose fiber. The distance between the layers of the aligned magnetic nanoparticles also corresponded to the distance between the layers of neat bacterial cellulose.

#### 3.4. Magnetically responsive behavior of the freeze-dried magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets

The magnetically responsive behavior of the freeze-dried magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets were determined by using vibrating sample magnetometry (VSM). The hysteresis loops of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets at the temperatures of 300 K and 100 K are shown

in Fig. 7a and b, respectively. Fig. 7c and d show the magnified view of the corresponding loops at the temperatures of 300 K and 100 K, respectively. The dependence of the magnetization ( $M$ ) with the applied magnetic field ( $H$ ) is described by the Langevin equation (Cornell & Schwertmann, 2003):

$$M = M_s \left( \coth y - \frac{1}{y} \right),$$

where  $M_s$  is the saturation magnetization and  $y = mH/k_B T$ . ( $m$  is the average magnetic moment of an individual particle in the sample,  $k_B$  is the Boltzmann constant and  $T$  is temperature).

At the temperature of 300 K, the saturation magnetizations of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets prepared by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method using 0.1 M, 0.05 M and 0.01 M aqueous iron ion solutions were 26.20 emu/g, 15.85 emu/g and 1.92 emu/g, respectively (Fig. 7a). When the temperature was decreased to be 100 K, the saturation magnetizations were increased to be 28.10 emu/g, 17.72 emu/g and 2.96 emu/g for the samples prepared at the conditions of using 0.1 M, 0.05 M, and 0.01 M aqueous iron ion solutions, respectively (Fig. 7b). The increasing of the saturation magnetization with the decreasing of temperature is a typical behavior of magnetic nanoparticles that resulted from the decreasing of thermal energy (Chen & Chen, 2001). In comparison between step wise-dipping process and ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method at the same preparation condition using 0.05 M aqueous iron ion solution, the saturation magnetization of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose membranes prepared by step wise-dipping process was reported to be 3.5 emu/g (Sourty et al., 1998) whereas the saturation magnetization of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose prepared by ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method was 16 emu/g. The large difference in the saturation magnetization between the two preparation methods may result from the difference in percent incorporation of magnetic particles in bacterial cellulose matrix. Weight percent of iron in the sample prepared

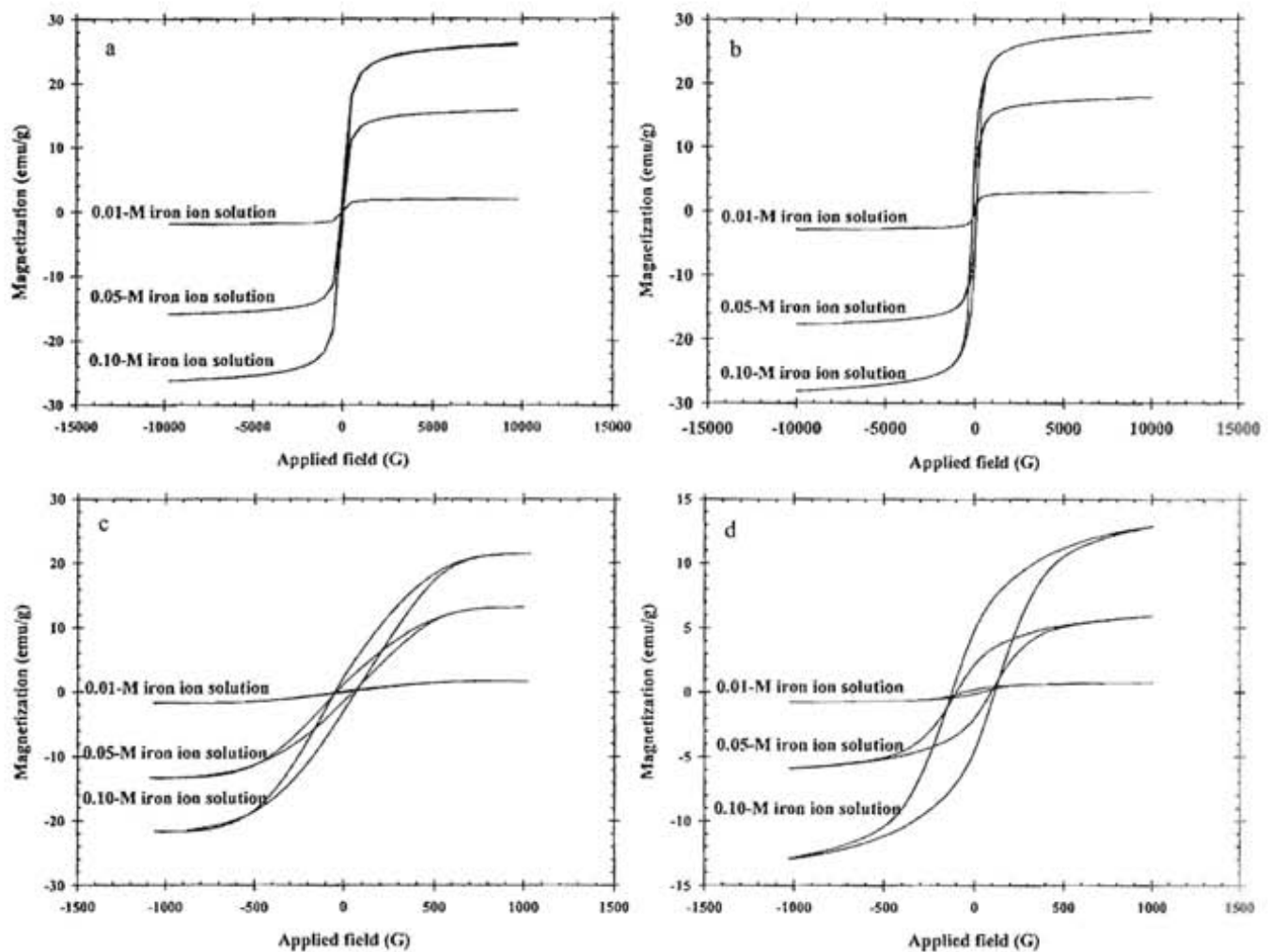


Fig. 7. Magnetic hysteresis loop of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet at the temperature of 300 K (a) and 100 K (b) and magnified view of its hysteresis loop at the temperature of 300 K (c) and 100 K (d).

by step wise-dipping process was 20.91% (Soury et al., 1998) whereas weight percent of iron in the sample prepared by ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method was 47.21% as determined by EDX. The ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method accomplished the greater iron loading ability than the step-wise-dipping process. Regarding to ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method, the maximum saturation magnetization of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet could be elevated to 26.20 emu/g. Guo et al. (2009) prepared electrospun poly(acrylonitrile-co-acrylic acid) nanofibrous composites containing 60 and 44 wt.% of magnetite nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). The average particle size of the magnetite nanoparticles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) was 30 nm. The saturation magnetization of the electrospun poly(acrylonitrile-co-acrylic acid) nanofibrous composites containing magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) was increased from 27.02 emu/g to

30.51 emu/g with increasing percentage loading of magnetite particles ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) from 44 wt.% to 60 wt.%, respectively. According to the method of Ghule, Ghule, Chen, and Ling (2006), the percent incorporation of magnetic particles in the as-prepared bacterial cellulose sheet was determined by using TGA. Table 1 shows the percent incorporation of magnetic particles in the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet prepared by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method using 0.1 M, 0.05 M and 0.01 M aqueous iron ion solutions. When the concentrations of aqueous iron ion solutions were decreased from 0.1 M to 0.05 M and to 0.01 M, the percent incorporation of magnetic particles in the as-prepared samples decreased from 51.69% to 40.36% and to 20.37%, respectively. Therefore, the increasing of saturation magnetizations of the as-prepared magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets with the increasing of the concentrations

Table 1

The percent incorporation of magnetic particle, weight percent of iron content and displacement responding to the magnetic field of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet prepared by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method using 0.1 M, 0.05 M, and 0.01 M aqueous iron ion solution.

Concentration of aqueous iron ion solution (M)	Percent incorporation of magnetic particle (%)	Iron content (wt.%)	Displacement	
			Distance (cm)	Angle (degree)
0.01	20.37 ± 0.10	32.29	6.3	62.7
0.05	40.36 ± 1.01	47.12	5.0	53.9
0.1	51.69 ± 1.15	57.23	2.7	28.6

of aqueous iron ion solutions resulted from the higher amount of the incorporated magnetic particles in bacterial cellulose sheets. Not only the amount of magnetic particles but also the crystal structure of iron oxide affected the saturation magnetization. It is known that the magnetite particle exhibits the strongest magnetism of any transition metal oxides (Cornell & Schwertmann, 2003; Majewski & Thierry, 2007). According to Guardia et al. (2007), the saturation magnetization of magnetic particle-incorporated composite did not depend on the particle size of magnetic particles but it depended on the amount of magnetic particles inside the matrix. Therefore, the requirements for achieving the appreciable magnetic properties are the high percentage loading of magnetic particles and the magnetic particles should be in the form of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Both requirements could be achieved by using the ammonia gas-enhancing *in situ* co-precipitation method.

The magnified view of the hysteresis loops of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet at 300 K and 100 K were shown in Fig. 7c and d, respectively. When the concentration of aqueous iron ion solutions were decreased from 0.1 M to 0.05 M and to 0.01 M, the smaller hysteresis loop, the lower remnant magnetization ( $M_r$ ) and the lower coercive field ( $H_c$ ) were obtained. At the temperature of 300 K, the remnant magnetizations were found to be 2.67 emu/g, 1.42 emu/g, and 0.15 emu/g whereas the coercive fields were found to be 65 G, 40 G and 40 G for the samples prepared at the conditions of using 0.1 M, 0.05 M and 0.01 M aqueous iron ion solutions, respectively. Similar results were also reported in the studies of Guo et al. (2009) and Guardia et al. (2007). It might be concluded that the remnant magnetization and coercive field were decreased with decreasing the particle size of magnetic particles. In order to achieve the superparamagnetic behavior of magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet, the remnant magnetization ( $M_r$ ) and the coercive field ( $H_c$ ) of the as-prepared sample should be as low as possible. By using ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method, the particle sizes of magnetic particles were ranged from 19.62 to 38.92 nm which is the lowest reported value of particle size in comparison with the other preparation methods (Sourty et al., 1998). The ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method is a promising method for preparing of the magnetically responsive bacterial cellulose. At the temperature of 100 K, the remnant magnetizations were found to be 8.43 emu/g, 5.32 emu/g and 0.52 emu/g whereas the coercive fields were found to be 120 G, 98 G and 49 G for the samples prepared at the conditions of using 0.1 M, 0.05 M and 0.01 M aqueous iron ion solutions, respectively. Regarding to these results, it was found that the remnant magnetization ( $M_r$ ) and the coercive field ( $H_c$ ) at the temperature of 100 K were significantly higher than the values at the temperature of 300 K. The explanation might be lined on the magnetic relaxation time. For nanometer scaled-diameter of magnetic particles, the magnetic relaxation time was exponentially increased with decreasing of the temperature (Mcnab, Fox, & Boyle, 1986). At low temperature, when the applied field was reached to zero, the dipole moments of some nanoparticles were still polarized since it required a longer time for relaxing to be zero magnetization. Therefore, a small increment of the remnant magnetization and coercive field were observed at 100 K (Wang et al., 2004).

### 3.5. Magnetic field responsiveness testing

While applying a magnetic field, the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet was deformed by the translational forces experienced by the incorporated magnetic particles. The response of a strip of the freeze-dried magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheet to the magnetic field provided by a laboratory magnet with exhibited the magnetic field at 1000 T. One end of the magnetic particle-incorporated bacte-

rial cellulose strip was fixed to an aluminum plate while the other end was free to move. Without the magnetic field, the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose strip laid flat on the surface of the aluminum plate. When the magnetic field was applied, the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose strip was deformed in the direction of increasing magnetic field. Wang et al. (2004) prepared nanocomposite of PEO/magnetite nonwoven mat and PVA/magnetite nonwoven mat by electrospinning technique. Both nonwoven mats were easily magnetized by an external magnetic field and deflected in the presence of the applied magnetic field. Table 1 shows the iron content and displacement responding to the external magnetic field of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets. The response of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose sheets to the external magnetic field were determined by the displacement distance ( $d$ ) and the displacement angle ( $\theta$ ). For, the sample synthesized by using 0.01 M aqueous iron ion solution, the displacement distance ( $d$ ) and the displacement angle ( $\theta$ ) were 2.7 cm and 28.6°, respectively (Table 1). When the concentrations of aqueous iron ion solution were increased from 0.01 M to 0.05 M and to 0.1 M, the displacement distance ( $d$ ) and the displacement angle ( $\theta$ ) were increased to be 5 cm and 53.9° and to be 6.3 cm and 62.7°, respectively (Table 1). The greater deflection of the magnetic particle-incorporated bacterial cellulose strip with increasing concentrations of aqueous iron ion solution resulted from the larger translational forces of the higher amount of the incorporated magnetic particles in the bacterial cellulose samples.

## 4. Conclusions

In this study, homogeneous dispersion of magnetic nanoparticles in bacterial cellulose matrix was achieved by using ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method operated in a closed system without oxygen. The use of ammonia gas, instead of conventional aqueous basic solutions, could prevent the accumulation of magnetic particles at the surface of bacterial cellulose, resulting in the homogeneous dispersion of the magnetic nanoparticles throughout the bacterial cellulose matrix. Accordingly, the as-prepared magnetic nanoparticles-incorporated bacterial cellulose sheet exhibited the uniform magnetic properties throughout the bacterial cellulose matrix. Moreover, the homogeneous dispersion of the magnetic nanoparticles throughout the bacterial cellulose matrix could enhance the percent incorporation of magnetic nanoparticles into bacterial cellulose samples leading to high and uniform magnetic properties throughout the matrix of bacterial cellulose. Regarding to the uses of bacterial cellulose pellicle and ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method, magnetic particles in the crystal form of magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) were obtained and the diameter of the as-synthesized magnetic particles were ranged in the nanoscale. The average particle sizes of the magnetic nanoparticles were in the range of 20–39 nm. The particle size and particle size distribution of magnetic nanoparticles were controllable by adjusting the concentration of aqueous iron ion solution. The saturation magnetization of the magnetic nanoparticle-incorporated bacterial cellulose sheet ranged from 1.92 to 26.20 emu/g with very low remnant magnetization (0.15–2.67 emu/g) and coercive field (40–65 G) at the room temperature. Moreover, the responsiveness to an externally applied magnetic field of the magnetic nanoparticle-incorporated bacterial cellulose sheet was exhibited by its deflection in the direction of increasing magnetic field. All evidences reveal that the magnetically responsive bacterial cellulose sheet was successfully prepared by ammonia gas-enhanced *in situ* co-precipitation method. Moreover, the preparation method is simple and cost-effective, which may lead to the more development for new applications, such

as microwave absorption devices and enzyme immobilization for biosensor applications. Not only for bacterial cellulose but this preparation method may be used to achieve magnetic properties in other materials such as electro-spun nanofiber mat and other porous materials.

## Acknowledgements

Financial support from the Chulalongkorn University Dutsadi Phiphat Scholarship, the Rachadapisek Somphot Endowment Fund, the Petroleum and Petrochemical College, Chulalongkorn University, and the Center for Petroleum, Petrochemicals and Advanced Materials, Chulalongkorn University, Thailand, is greatly acknowledged.

## References

- Baker, C., Ismat Shah, S., & Hasanain, S. K. (2004). Magnetic behavior of iron and iron-oxide nanoparticle/polymer composites. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 280, 412–418.
- Chen, D., & Chen, Y. (2001). Synthesis of barium ferrite ultrafine particles by coprecipitation in the presence of polyacrylic acid. *Journal of Colloid and Interface Science*, 235, 9–14.
- Cornell, R. M., & Schwertmann, U. (2003). *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses* (2nd ed.). Weinheim: Wiley-VCH.
- Czaja, W. K., Romanovicz, D., & Brown, R. M. (2004). Structural investigations of microbial cellulose produced in stationary and agitated culture. *Cellulose*, 11, 403–411.
- Czaja, W. K., Young, D. J., Kawecki, M., & Brown, R. M. (2007). The future prospects of microbial cellulose in biomedical applications. *Biomacromolecules*, 8, 1–12.
- Deepa, T., Palkar, V. R., Kurup, M. B., & Malik, S. K. (2004). Properties of magnetite nanoparticles synthesized through a novel chemical route. *Materials Letter*, 58, 2692–2694.
- Dikeakos, M., Tung, L. D., Veres, T., Stancu, A., Spinu, L., & Normandin, F. (2003). Fabrication and characterization of tunable magnetic nanocomposite materials. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 734, 315–320.
- Dubey, V., Saxena, C., Singh, L., Ramana, K. V., & Chauhan, R. S. (2002). Pervaporation of binary water–ethanol mixtures through bacterial cellulose membrane. *Separation and Purification Technology*, 27, 163–171.
- Epstein, A. J., & Miller, J. S. (1996). Molecule- and polymer-based magnets, a new frontier. *Synthetic Metals*, 80, 231–237.
- Filipcei, G., Csetneki, I., Szilágyi, A., & Zrínyi, M. (2007). Magnetic field-responsive smart polymer composites. *Advances in Polymer Science*, 206, 137–189.
- Ghule, K., Ghule, A. V., Chen, B., & Ling, Y. (2006). Preparation and characterization of ZnO nanoparticles coated paper and its antibacterial activity study. *Green Chemistry*, 8, 1034–1041.
- Green, H. V., Fox, T. J., & Scallan, A. M. (1982). Lumen loaded paper pulp. *Pulp and Paper Canada*, 83(7), 203–207.
- Guardia, P., Battle-Brugal, B., Roca, A. G., Iglesias, O., Morales, M. P., Serna, C. J., Labarta, A., & Battle, X. (2007). Surfactant effects in magnetite nanoparticles of controlled size. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 316, 756–759.
- Guo, J., Ye, X., Liu, W., Wu, Q., Shen, H., & Shu, K. (2009). Preparation and characterization of poly(acrylonitrile-co-acrylic acid) nanofibrous composites with Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles. *Materials Letters*, 63, 1326–1328.
- Hu, W., Chen, S., Li, X., Shi, S., Shen, W., Zhang, X., & Wang, H. (2009). In situ synthesis of silver chloride nanoparticles into bacterial cellulose membranes. *Materials Science and Engineering C*, 29, 1216–1219.
- Hu, W., Chen, S., Zhou, B., & Wang, H. (2010). Facile synthesis of ZnO nanoparticles based on bacterial cellulose. *Materials Science and Engineering B*, 170, 88–92.
- Jiles, D. (1991). *Introduction to magnetism and magnetic materials*. London: Chapman & Hall/CRC.
- Kamel, S. (2007). Nanotechnology and its applications in lignocellulosic composites, a mini review. *EXPRESS Polymer Letters*, 1, 546–575.
- Kim, J. S., Yoon, T. J., Yu, K. N., Kim, B. G., Park, S. J., Kim, H. W., Lee, K. H., Park, S. B., Lee, J. K., & Cho, M. H. (2005). Toxicity and tissue distribution of magnetic nanoparticles in mice. *Journal of Toxicological Sciences*, 89, 338–347.
- Li, X., Chen, S., Hu, W., Shi, S., Shen, W., Zhang, X., & Wang, H. (2009). In situ synthesis of CdS nanoparticles on bacterial cellulose nanofibers. *Carbohydrate Polymers*, 76, 509–512.
- Marchessault, R. H., Richard, S., & Rioux, P. (1992). In situ synthesis of ferrites in lignocellulosics. *Carbohydrate Research*, 224, 133–139.
- Marchessault, R. H., Rioux, P., & Raymond, L. (1992). Magnetic cellulose fibers and paper: Preparation, processing and properties. *Polymer*, 33(19), 4024–4028.
- Majewski, P., & Thierry, B. (2007). Functionalized magnetite nanoparticles—Synthesis, properties, and bio-applications. *Critical Reviews in Solid State and Materials Science*, 32, 203–215.
- Maneerung, T., Tokura, S., & Rujiravanit, R. (2008). Impregnation of silver nanoparticles into bacterial cellulose for antimicrobial wound dressing. *Carbohydrate Polymers*, 72, 43–51.
- McNab, T. K., Fox, R. A., & Boyle, A. J. F. (1986). Some Magnetic Properties of Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Microcrystals. *Journal of Applied Physics*, 39, 5703–5711.
- Meftahi, A., Khajavi, R., Rashidi, A., Sattari, M., Yazdanshenas, M. E., & Torabi, M. (2010). The effects of cotton gauze coating with microbial cellulose. *Cellulose*, 17, 199–204.
- Neuberger, T., Schopf, B., Hofmann, H., Hofmann, M., & Rechenberg, B. (2005). Superparamagnetic nanoparticles for biomedical applications: Possibilities and limitations of a new drug delivery system. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 293, 483–496.
- Passarelli, J. D., Caulfield, D. F., & Sobczynski, S. F. (1990). *Materials interactions relevant to the pulp, paper and wood industries* San Francisco, CA: Materials Research Society, p. 319.
- Pinchuk, L. S., Markova, L. V., Gromyko, Y. V., Markov, E. M., & Choi, U. S. (1995). Polymeric magnetic fibrous filters. *Journal of Materials Processing Technology*, 55, 345–350.
- Raymond, L., Revol, J. F., Ryan, D. H., & Marchessault, R. H. (1994). In situ synthesis of ferrites in cellulose. *Chemistry of Material*, 6, 249–255.
- Rioux, P., Ricard, S., & Marchessault, R. H. (1992). The preparation of magnetic paper-making fibres. *Journal of Pulp and Paper Science*, 18(1), 39–43.
- Rodriguez-Fernandez, O. S., Rodriguez-Calzadiaz, C. A., Yanez-Flores, I. G., & Montemayor, S. M. (2008). Preparation and characterization of a magneto-polymeric nanocomposite: Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles in a grafted, cross-linked and plasticized poly(vinyl chloride) matrix. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 320, e81–e84.
- Shchukin, D. G., Radtchenko, I. L., & Sukhorukov, G. B. (2003). Micron-scale hollow polyelectrolyte capsules with nanosized magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> inside. *Materials Letters*, 57, 1743–1747.
- Small, A. C., & Johnston, J. H. (2009). Novel hybrid materials of magnetic nanoparticles and cellulose fibers. *Journal of Colloid and Interface Science*, 331, 122–126.
- Sourty, E., Ryan, D. H., & Marchessault, R. H. (1998). Characterization of magnetic membranes based on bacterial and man-made cellulose. *Cellulose*, 5, 5–17.
- Starodoubtsev, S. G., Saenko, E. V., Khokhlov, A. R., Volkov, V. V., Dembo, K. A., Klechkovskaya, V. V., Shtykova, E. V., & Zhanaveskina, I. S. (2003). Poly(acrylamide) gels with embedded magnetite nanoparticles. *Microelectronic Engineering*, 69, 324–329.
- Tartaj, P., Morales, M. P., Gonzalez-Carreño, T., Veintemillas-Verdaguer, S., & Serna, C. J. (2005). Advances in magnetic nanoparticles for biotechnology applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 290–291, 28–34.
- Tartaj, P., Morales, M. D., Veintemillas-Verdaguer, S., Gonzalez-Carreño, T., & Serna, C. J. (2003). The preparation of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 36, R182–R197.
- Teja, A. S., & Koh, P. (2009). Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55, 22–45.
- Wang, M., Singh, H., Hatton, T. A., & Rutledge, G. C. (2004). Field-responsive superparamagnetic composite nanofibers by electrospinning. *Polymer*, 45, 5505–5514.
- Zhang, D., & Qi, L. (2005). Synthesis of mesoporous titania networks consisting of anatase nanowires by templating of bacterial cellulose membranes. *Chemical Communications*, 21, 2735–2737.