

ฟิล์มคาร์บอนจากแบคทีเรียเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนและแบคทีเรียเซลลูโลส/สโอินดีโก



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2564

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CARBON FILMS FROM BACTERIAL CELLULOSE/POLYANILINE AND BACTERIAL  
CELLULOSE/INDIGO DYE



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Science in Petrochemistry and Polymer Science  
Field of Study of Petrochemistry and Polymer Science

FACULTY OF SCIENCE

Chulalongkorn University

Academic Year 2021

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	ฟิล์มคาร์บอนจากแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนและ แบคทีเรียลเซลลูโลส/สีย้อมอินดิโก
โดย	น.ส.ชาติกานต์ เจียมสวัสดิ์
สาขาวิชา	ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.กาวิ ศรีกุลกิจ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชนากร วาสนาเพียรพงศ์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....	คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)	
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์	ประธานกรรมการ
.....	
(ศาสตราจารย์ ดร.ดวงดาว อัจจงค์)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.กาวิ ศรีกุลกิจ)	
.....	อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชนากร วาสนาเพียรพงศ์)	
.....	กรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร.สัมพันธ์ วัชรสินธุ์)	
.....	กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.สิริรัตน์ จารุจินดา)	



# # 6270177923 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEYWORD: SCOPY bacterial cellulose a nitrogen containing carbonyl dye

Chatikan Jiamsawat : CARBON FILMS FROM BACTERIAL CELLULOSE/POLYANILINE AND BACTERIAL CELLULOSE/INDIGO DYE. Advisor: Assoc. Prof. Dr. KAWEE SRIKULKIT Co-advisor: Asst. Prof. Dr. THANAKORN WASANAPIARNPONG

The aim of this research is to prepare carbon films from bacteria cellulose (BC), which is a naturally renewable material. The flame retardant polyaniline (PANI) and indigo dye (DYE) containing nitrogen were added to increase the stability and improve the carbon yield of carbon films. The ratios of BC to PANi and BC to DYE were 1: 0.25, 1: 0.5 and 1:1. The precursor films were then subject to stabilization at 330 °C and carbonization at 800 °C. The result shows that, the carbon films prepared from cellulose bacteria/indigo dye can improve the carbon yield from 2.8% to 22.3% for BC and 1:1 BC/DYE, respectively. In addition, the indigo dye increases the stability of BC. Conversely, the carbon films prepared from cellulose/polyaniline bacteria are brittle and not stable. The precursor films from both substrates undergo carbonization, a clearer carbon structure can be seen. The Raman spectroscopy displays the Raman spectra of D-band and G-band at 1350  $\text{cm}^{-1}$  and 1600  $\text{cm}^{-1}$ , respectively. The XRD diffractogram showed a peak signal at a 1:1 BC/DYE, but no peak signal was observed in the BC/PANi samples at all ratios, indicating that the dye content played a role in inducing the graphitic structure. The effect of carbonyl dye (a nitrogen containing dye) on morphology, carbon yield and electrochemical performance as an organic electrode was revealed.

Field of Study: Petrochemistry and  
Polymer Science

Student's Signature .....

Academic Year: 2021

Advisor's Signature .....

Co-advisor's Signature .....

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีเนื่องจากการได้รับความช่วยเหลือ ความร่วมมือ และได้รับการสนับสนุนเป็นอย่างดีจากบุคคลากรหลายท่าน ข้าพเจ้าในฐานะผู้วิจัยจึงต้องกราบขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาหลัก และอาจารย์ที่ปรึกษาร่วมที่ให้ความกรุณาในการให้คำแนะนำพร้อมทั้งคำปรึกษาตลอดไปจนถึงข้อเสนอแนะที่เป็นประโยชน์จนงานวิจัยนี้สามารถสำเร็จได้อย่างสมบูรณ์ โดยมีรายชื่อดังต่อไปนี้

รองศาสตราจารย์ ดร.กาวิ ศรีกุลกิจ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์

กราบขอบพระคุณศาสตราจารย์ ดร. ดวงดาว อัจจงค์ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ศาสตราจารย์ ดร.สัมฤทธิ์ วัชรสินธุ์ กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และรองศาสตราจารย์ ดร.สิริรัตน์ จารุจินดา กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย ที่ได้สละเวลาอันมีค่าในการเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำในการเขียนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

นอกจากนี้ยังขอขอบคุณคณาจารย์ประจำหลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ให้ความรู้ ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่หลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ เจ้าหน้าที่ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่อำนวยความสะดวกเอื้อเพื่อต่อสถานที่และเครื่องมือวิทยาศาสตร์รวมถึงสารเคมีต่าง ๆ ขอขอบคุณ ศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เอื้อเพื่อให้ใช้เครื่องมือวิทยาศาสตร์ขั้นสูงและให้คำปรึกษาเกี่ยวกับการเตรียมชิ้นงานและการทดสอบตัวอย่าง

ขอขอบคุณเพื่อนนักศึกษาในกลุ่มวิจัยและในหลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ช่วยเหลือและคอยให้คำปรึกษาเกี่ยวกับงานวิจัย ทั้งในเรื่องการจัดหาสารเคมีที่ใช้, การใช้งานเครื่องมือทดสอบและเรื่องอื่น ๆ

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณมารดาและอีกหลายท่านที่มีได้กล่าวถึงใน ณ ที่นี้ คุณงามความดีที่พึงจะได้รับจากการทำงานวิจัยนี้ ผู้จัดทำขอมอบให้บุคคลที่กล่าวมาทั้งหมดทั้งสิ้น

ชาติกานต์ เจียมสวัสดิ์

## สารบัญ

	หน้า
.....	ก
บทคัดย่อภาษาไทย .....	ก
.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ .....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูปภาพ.....	ญ
บทที่ 1 บทนำ .....	1
1.1 มूलเหตุจูงใจ และที่มาของโครงการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ .....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์.....	3
2.1 เส้นใยคาร์บอน (Carbon fiber).....	3
2.1.1 ลักษณะทั่วไปของเส้นใยคาร์บอน .....	3
2.1.2 สมบัติของเส้นใยคาร์บอน .....	3
2.2 กระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอน.....	4
2.2.1 กระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอนจากพอลิอะคลีโรไนไตร .....	4
2.2.2 กระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอนจากเซลลูโลส .....	6
2.3 แบคทีเรียเซลลูโลส (bacterial cellulose).....	7
2.3.1 โครงสร้างและคุณสมบัติของแบคทีเรียเซลลูโลส.....	7

2.3.2 การเตรียมหัวเชื้อแบคทีเรียลเซลลูโลส.....	9
2.3.3 การนำเซลลูโลสจากแบคทีเรียลไปประยุกต์ใช้ในงาน .....	10
2.4 พอลิอะนิลีน (polyaniline, PANi).....	10
2.4.1 การสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์.....	12
2.5 สีอินดิโก (indigoid dye) .....	14
2.5.1 กระบวนการย้อมสี.....	15
2.5.2 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการย้อมสี.....	16
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	17
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย .....	24
3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	24
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง .....	24
3.3 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง .....	26
3.4 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย.....	27
3.5 การตรวจสอบและทดสอบสมบัติต่างๆ .....	29
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง .....	35
4.1 การเตรียมฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโก.....	35
4.1.1 ผลการวิเคราะห์รูปร่างของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโกก่อนกระบวนการคาร์บอนไนเซชันและวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA.....	35
4.1.2 ผลการวิเคราะห์รูปร่าง ขนาดและเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโกหลังผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน .....	36
4.1.3 วิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโก .....	38
4.1.4 ผลการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโก .....	40



4.1.5 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียล เซลลูโลส/สียินดีโก .....	44
4.1.6 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียล เซลลูโลส/สียินดีโก .....	44
4.1.7 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/ สียินดีโก .....	46
4.2 การเตรียมฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน.....	49
4.2.1 ผลการวิเคราะห์รูปร่างของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/ พอลิอะนิลีน .....	49
4.2.2 วิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียล เซลลูโลส/พอลิอะนิลีน .....	50
4.2.3. ผลการตรวจสอบหุ้มฟังก์ชันทางเคมีของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียล เซลลูโลส/พอลิอะนิลีน .....	52
4.2.4 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/ พอลิอะนิลีน .....	56
4.2.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียล เซลลูโลส/พอลิอะนิลีน .....	57
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ.....	58
5.1 สรุปผลการทดลอง .....	58
5.2 ข้อเสนอแนะ .....	59
บรรณานุกรม .....	61
ประวัติผู้เขียน .....	67

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สารรีดิวซ์ของสี่อินดิโก.....	15
ตารางที่ 2.2 ผลลัพธ์ TGA ของเซลลูโลสและเซลลูโลส/สารคาร์บอนไนเซชันที่มีกำมะถัน (ADHP และ ATS).....	19
ตารางที่ 4.1 ขนาดและเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สี่อินดิโก .....	37
ตารางที่ 4.2 ปริมาณ C, H และ N หลังผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน .....	45
ตารางที่ 4.3 ค่าความจุจำเพาะ (specific capacitance) ที่คำนวณจากกราฟ CV .....	47
ตารางที่ 4.4 ค่าความจุจำเพาะ (specific capacitance) และร้อยละการเก็บประจุ capacitance retention (%) ที่คำนวณจากกราฟ GCD .....	48
ตารางที่ 4.5 ปริมาณ C, H และ N หลังผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน .....	57

## สารบัญรูปภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1	โครงสร้างของผลึกแกรไฟต์และทิศทางการคริสตัล .....	4
รูปที่ 2.2	ปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างกระบวนการ stabilization และ carbonization ของเส้นใยคาร์บอนจาก PAN.....	5
รูปที่ 2.3	ปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นระหว่างขั้นตอน stabilization ของเซลลูโลส.....	7
รูปที่ 2.4	โครงสร้างของแบคทีเรียเซลลูโลส.....	8
รูปที่ 2.5	ลักษณะสัณฐานวิทยาของแบคทีเรียเซลลูโลส.....	9
รูปที่ 2.6	โครงสร้างทางเคมีของพอลิอะนิลีนแบบต่างๆ สมบัติทางไฟฟ้า สี การเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ และปฏิกิริยากรด-เบส .....	11
รูปที่ 2.7	แสดงการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์ด้วยวิธีการทางเคมี.....	12
รูปที่ 2.8	แสดงกลไกการย้อมสีอินดิโก.....	15
รูปที่ 2.9	กราฟ TGA (a) BC/diammonium phosphate (I) และ BC (P), (b) BC (P) และ stabilized BC (PS2), (c) BC/diammonium phosphate (I) และ stabilized BC/diammonium phosphate ที่อัตราการร้อน 2 และ 10 °C/นาที (IS2 และ IS10), (d) BC/diammonium phosphate และ BC ที่อัตราการร้อน 2 °C/นาที (IS2 และ PS2).....	18
รูปที่ 2.10	ปริมาณ C, H และ N ของ เซลลูโลส/ADHP และเซลลูโลส/ATS ที่ผ่านการบวนการคาร์บอนไนเซชัน .....	19
รูปที่ 2.11	กราฟรามันของคาร์บอน (a) FDBC carbonized และ (b) PBC carbonized [40] .....	20
รูปที่ 2.12	ภาพ SEM ของ (a) FDBC, (b) FDBC carbonized, (c) PBC carbonized และ (d) PBC activated Carbonized.....	21
รูปที่ 2.13	ภาพ SEM ของ (a) เซลลูโลส, (b) เซลลูโลสคาร์บอนไนซ์, (c) และ (d) เซลลูโลส/พอลิอะนิลีน, (e) และ (f) เซลลูโลส/พอลิอะนิลีนคาร์บอนไนซ์ .....	22
รูปที่ 2.14	กราฟ TGA เซลลูโลส, เซลลูโลส/พอลิอะนิลีน และเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนผ่านการคาร์บอนไนซ์ภายใต้บรรยากาศ (a) และภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน (b).....	23

รูปที่ 3.1	แผนภาพขั้นตอนการเตรียม ทดสอบ และวิเคราะห์คุณลักษณะ .....	26
รูปที่ 3.2	เทอร์โมแกรมช่วงอุณหภูมิของกระบวนการสเทปีไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน .....	28
รูปที่ 3.3	เครื่องวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบทางโครงสร้างเคมีของสารโดยใช้ความยาวคลื่นช่วง .....	29
รูปที่ 3.4	เครื่องวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันฟูเรียร์ทรานสฟอร์มรามาโนสเปกโตรสโคปี .....	30
รูปที่ 3.5	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รุ่น D8 Advance .....	30
รูปที่ 3.6	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM-6480LV .....	31
รูปที่ 3.7	เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ รุ่น LECO 628 Series .....	31
รูปที่ 3.8	ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อน รุ่น STA200 .....	32
รูปที่ 3.9	เครื่องทดสอบสมบัติเคมีไฟฟ้า รุ่น PGSTAT204 .....	34
รูปที่ 4.1	ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดีโก ; (a) ฟิล์ม BC, (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.25, (C) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.5 และ (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 1 .....	35
รูปที่ 4.2	เทอร์โมแกรมอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดีโก .....	36
รูปที่ 4.3	ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดีโกที่ผ่านกระบวนการสเทปีไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ; (a) ฟิล์ม BC, (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.25, (C) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.5 และ (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 1 .....	37
รูปที่ 4.4	สัณฐานวิทยาของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดีโก ; (a) ฟิล์ม BC, (b) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.25, (c) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.5 และ (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 1 .....	38
รูปที่ 4.5	สัณฐานวิทยาของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดีโก ; (a) stabilized BC, (b) carbonized BC และ (c)-(e) stabilized และ carbonized BC/DYE .....	39
รูปที่ 4.6	สเปกตรัม FT-IR ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดีโกที่ผ่านกระบวนการสเทปีไลเซชัน (a) และกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (b) .....	42
รูปที่ 4.7	สเปกตรัม Raman ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดีโกที่ผ่านกระบวนการสเทปีไลเซชัน (a) และกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (b) .....	43

รูปที่ 4.8 XRD ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน.....	44
รูปที่ 4.9 กราฟ CV ที่อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 ถึง 100 mV/s ของ (a) carbonized BC, (b) carbonized BC/DYE 0.25, (c) carbonized BC/DYE 0.5 และ (d) carbonized BC/DYE 1 .....	46
รูปที่ 4.10 ปฏิกริยารีดอกซ์ของ (a) BC และ (b) BC/DYE ที่อิเล็กโทรดคาร์บอน.....	47
รูปที่ 4.11 กราฟ GCD ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 ถึง 10 A/g ของ(a) carbonized BC, (b) carbonized BC/DYE 0.25, (c) carbonized BC/DYE 0.5 และ (d) carbonized BC/DYE 1 .....	48
รูปที่ 4.12 ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน ; (a) ฟิล์ม BC, (d) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 0.25, (C) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 0.5 และ (d) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 1.....	49
รูปที่ 4.13 ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนที่ผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ; (a) ฟิล์ม BC, (d) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 0.25, (C) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 0.5 และ (d) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 1.....	49
รูปที่ 4.14 สัณฐานวิทยาของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน ; (a) ฟิล์ม BC, (b) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 1, (c) stabilized BC, (d) ) stabilized BC/PANi 1 : 1, (e) carbonized BC และ (f) carbonized BC/PANi 1 : 1.....	51
รูปที่ 4.15 สเปกตรัม FT-IR ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนที่ผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน (a) และกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (b).....	53
รูปที่ 4.16 สเปกตรัม Raman ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกที่ผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน (a) และกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (b).....	55
รูปที่ 4.17 XRD ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน .....	56

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 มูลเหตุจูงใจ และที่มาของโครงการวิจัย

เส้นใยคาร์บอนเป็นวัสดุที่เตรียมจากกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) จากวัตถุดิบที่มีคาร์บอนและ/หรือไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ เช่น ลิกโนเซลลูโลส (lignocellulose) เซลลูโลส (cellulose) น้ำมันดิน (coal tar) หรือพอลิอะคริโลไนไตร์ (polyacrylonitrile ; PAN ) ในปัจจุบันแหล่งวัตถุดิบสำคัญสำหรับการผลิตเส้นใยคาร์บอนคือพอลิอะคริโลไนไตร์ ซึ่งมาจากแหล่งปิโตรเคมี ซึ่งมีกระบวนการผลิตที่ซับซ้อนและใช้เครื่องจักรที่มีราคาแพง แต่มีข้อดีคือสามารถขึ้นรูปเป็นเส้นใยฟิลาเมนต์หรืออยู่ในรูปผ้าทอที่มีคามอดูลัสสูงและมีน้ำหนักเบาจึงเหมาะสำหรับนำไปใช้เสริมแรงในรูปของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่มีสมรรถภาพสูง เช่น กันชนรถยนต์ โครงสร้างเกี่ยวกับเครื่องบิน อุปกรณ์การกีฬา และอื่นๆ อีกมากมาย นอกจากนี้ยังดัดแปรเส้นใยคาร์บอนให้มีรูพรุน (activated carbon fiber) มีสมบัติพิเศษคือมีความสามารถในการดูดซับไอหรือมลพิษต่างๆ เข้าไปเก็บไว้ในรูพรุนได้จำนวนมาก และเพิ่มสมบัติทางด้านไฟฟ้าโดยการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิสูงเพื่อเป็นโครงสร้างคาร์บอนให้อยู่ในรูปของกราไฟต์ (graphite) ที่มีสมบัติพิเศษคือ สามารถนำไฟฟ้าได้ จึงได้มีการพัฒนากราไฟต์นำไปใช้เป็นขั้วนำไฟฟ้าในแบตเตอรี่ เป็นต้น ในงานวิจัยนี้สนใจการนำเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสซึ่งเป็นวัตถุดิบจากธรรมชาติมาเตรียมเป็นเส้นใยคาร์บอน ข้อดีของเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสคือเป็นเส้นใยที่สานกันเป็นร่างแหและสามารถอยู่ในรูปของฟิล์มเซลลูโลส

ข้อด้อยของเซลลูโลสเมื่อเทียบกับพอลิอะคริโลไนไตร์คือได้คาร์บอนยิลด์ที่ต่ำกว่า เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาการสลายตัวของเซลลูโลสในระหว่างขั้นตอนคาร์บอนไนเซชัน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเสนอแนวคิดในการเพิ่มเสถียรภาพของเส้นใยคาร์บอนด้วยการโด้บสารที่มีฟอสฟอรัสหรือไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ โดยการปรับสภาพฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลสด้วยการเติมพอลิอะนิลีนและสียอินดิโก และจุ่มแช่ฟิล์มที่ได้ในกรดฟอสฟอริก ได้เป็นฟิล์มตั้งต้น จากนั้นจะนำฟิล์มตั้งต้นไปทำกระบวนการคาร์บอนไนซ์เซชันเพื่อเปลี่ยนให้ฟิล์มทั้งสองเป็นเส้นใยคาร์บอน เพื่อศึกษาผลของตัวโด้บในการรักษาเสถียรภาพของเส้นใยคาร์บอน และ สมบัติทางไฟฟ้าต่อไป

## 1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 ศึกษาการเตรียมฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส โดยการปรับสภาพฟิล์มด้วยการเติมพอลิอะนิลีนและสียอินดิโก

1.2.2 ศึกษาผลของสารหน่วงไฟที่มีต่อฟิล์มคาร์บอนที่ได้ และเปรียบเทียบสมบัติ ลักษณะทางกายภาพ และโครงสร้างของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมได้

## 1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.3.1 เตรียมฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส โดยการเติมสารหน่วงไฟเพื่อเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อน โดยใช้พอลิอะนิลีนและสียอินดิโกในอัตราส่วนของแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนและแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก ที่ 1:1, 1:0.5 และ 1:0.25 โดยผ่านกระบวนการสแตบิไลเซชัน (Stabilization) และกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization)

1.3.2 ศึกษาและเปรียบเทียบผลของสารหน่วงไฟที่มีต่อการรักษาเสถียรภาพของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก และสมบัติของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมได้

## บทที่ 2

### วารสารปริทัศน์

#### 2.1 เส้นใยคาร์บอน (Carbon fiber)

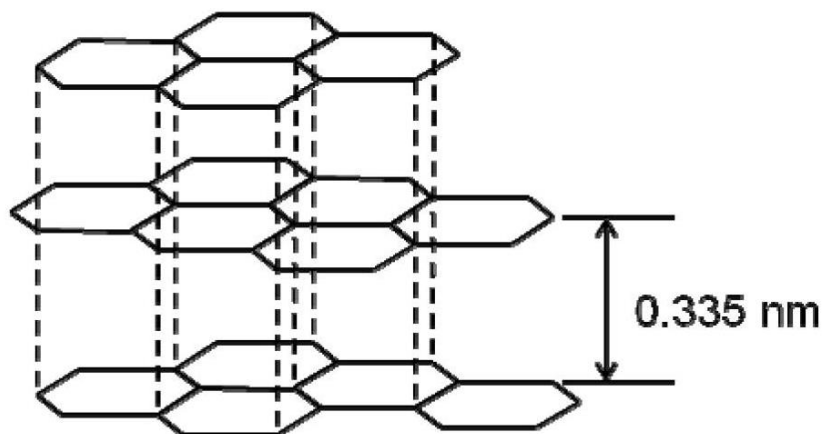
##### 2.1.1 ลักษณะทั่วไปของเส้นใยคาร์บอน

เส้นใยคาร์บอน (carbon fiber) เป็นวัสดุทางวิทยาศาสตร์ที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบร้อยละ 90 ซึ่งเส้นใยคาร์บอนจะมีโครงสร้างแกรไฟต์ที่มีการจัดเรียงโครงสร้างของคาร์บอนภายในอย่างเป็นระเบียบในระดับไมโครเมตรและนาโนเมตร พื้นฐานที่สำคัญของโครงสร้างเส้นใยคาร์บอนเกิดจากการเปลี่ยนโครงสร้างของเซลล์โลสในเส้นใยธรรมชาติให้เป็นคาร์บอนประเภทแกรไฟต์ (graphite) ที่ถือเป็นคาร์บอนไฟเบอร์ประเภทหนึ่งด้วยวิธีการทางความร้อนและทางเคมี โครงสร้างอะตอมคล้ายกับกราไฟท์ประกอบด้วยแผ่นอะตอมของคาร์บอนเรียงกันเป็นรูปหกเหลี่ยม (แผ่นกราฟีน) เรียงเป็นรูปหกเหลี่ยมปกติดังแสดงในรูปที่ 2.1 มักจะใช้ร่วมกับวัสดุอื่นๆ ในรูปแบบคอมโพสิตหรือเป็นวัสดุเสริมแรง [1]

##### 2.1.2 สมบัติของเส้นใยคาร์บอน

เส้นใยคาร์บอนเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติในการรับแรงได้ดี มีความหนาแน่นต่ำ มีความแข็งแรงและทนทานมาก มีน้ำหนักเบา อัตราส่วนของน้ำหนักต่อความแข็งแรงต่ำ ความแข็งและความต้านทานแรงดึงสูง นอกจากนี้คุณสมบัติที่เด่นชัดของคาร์บอนยังพบว่า มีความแข็งแรงต่อแรงดึงในทิศทางที่ตั้งฉาก ทนต่อการขัดถู (abrasion resistance) ทนทานต่อการกระแทก (impact resistance) ทนความร้อนทนต่อการสลายตัวที่อุณหภูมิสูงได้ดีและการขยายตัวทางความร้อนต่ำ มีความทนทานต่อสารเคมี (chemical resistance) และการนำไฟฟ้าที่ดี [2] คุณสมบัติเหล่านี้ทำให้เส้นใยคาร์บอนเป็นที่นิยมอย่างมากในตลาดและมีปริมาณความต้องการสูงในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น การใช้ในการผลิตอุปกรณ์กีฬา อุปกรณ์เกี่ยวกับรถยนต์/รถถัง จนถึงชิ้นส่วนที่ใช้ทำโครงสร้างเกี่ยวกับเครื่องบินและอวกาศ เป็นต้น ในส่วนของข้อเสียของคาร์บอนคือเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงต่อแรงดึงในทิศทางต่ำ และการนำไปใช้ต้องใช้เครื่องมือ [3]





รูปที่ 2.1 โครงสร้างของผลึกแกรไฟต์และทิศทางคริสตัล [3]

## 2.2 กระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอน

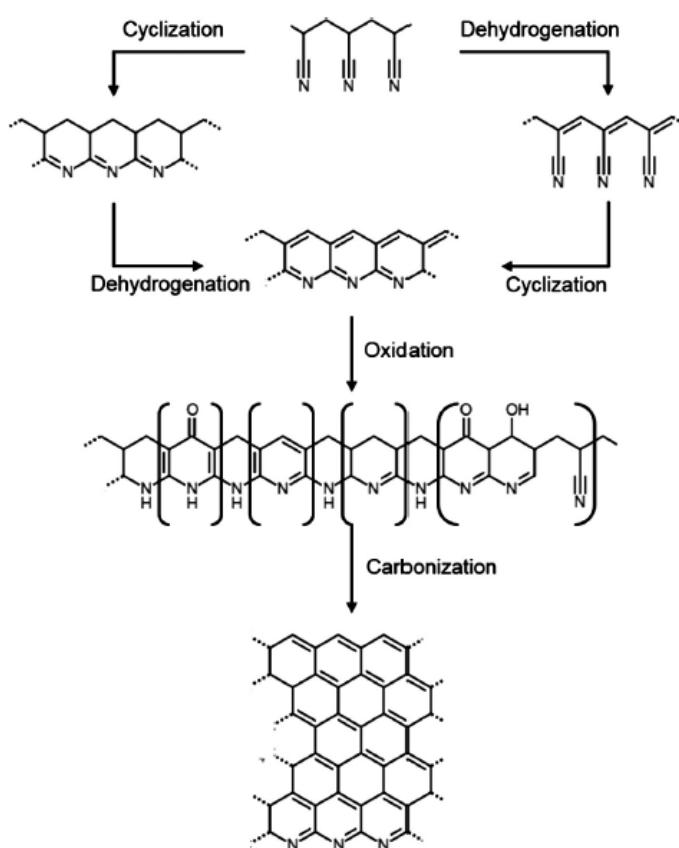
### 2.2.1 กระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอนจากพอลิอะครีโลไนไตร

ปัจจุบันสารตั้งต้นที่นิยมใช้ในการผลิตคาร์บอนคือพอลิอะครีโลไนไตร (polyacrylonitrile ; PAN), เรยอนหรือปิโตรเลียมสนาม (pitch) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตเชิงพาณิชย์ ที่มีการใช้กันอย่างแพร่หลาย อย่างไรก็ตามการเตรียมพอลิอะครีโลไนไตรในปัจจุบันมีราคาแพงเนื่องจากต้นทุนของสารตั้งต้นและกระบวนการผลิต [4] การผลิตคาร์บอนจะต้องผ่านกระบวนการทางความร้อน 2 ขั้นตอน

1. กระบวนการสเตบิไลเซชัน (stabilization) ก่อนที่วัสดุตั้งต้นจะถูกอัดด้วยคาร์บอนจะต้องมีการเปลี่ยนแปลงทางเคมีเพื่อแปลงพันธะอะตอมแบบเส้นตรงกับพันธะแบนด์ที่มีความร้อนมากขึ้นทำได้โดยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 200 - 300 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศ เป็นเวลา 30 - 120 นาที ซึ่งทำให้วัสดุตั้งต้นรับโมเลกุลออกซิเจนจากอากาศและจัดรูปแบบพันธะอะตอมใหม่ ปฏิกิริยาเคมีในกระบวนการเสถียรภาพมีความซับซ้อนและเกี่ยวข้องกับหลายขั้นตอนบางอย่างที่เกิดขึ้นพร้อมๆ กัน ในเชิงพาณิชย์กระบวนการสเตบิไลเซชันใช้อุปกรณ์และเทคนิคที่หลากหลาย ในกระบวนการบางอย่างวัสดุจะถูกดึงผ่านชุดของห้องอุ่น ในส่วนอื่น ๆ วัสดุจะผ่านไปบนลูกกลิ้งร้อนและผ่านวัสดุที่หลวม ๆ ซึ่งถูกระงับโดยการไหลของอากาศร้อน บางกระบวนการใช้อากาศร้อนผสมกับก๊าซบางชนิดที่ช่วยเร่งกระบวนการทางเคมีให้เสถียร [5]

2. กระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) เป็นกระบวนการแยกสลายด้วยความร้อน (pyrolysis) เมื่อวัสดุมีความคงตัวเสถียร วัสดุจะถูกให้ความร้อนสูงที่อุณหภูมิตั้งแต่ 400 องศา

เซลเซียส ถึงประมาณ 3000 องศาเซลเซียส เป็นเวลาหลายนาทีกในเตาเผาที่เต็มไปด้วยส่วนผสมของ แก๊สไนโตรเจนที่ปราศจากออกซิเจน การขาดออกซิเจนช่วยป้องกันวัสดุจากการเผาไหม้ในที่ที่มี อุณหภูมิสูงมาก ความดันก๊าซภายในเตาจะสูงกว่าความดันอากาศภายนอก และภายในเตาเผาต้องทำ การปิดให้สนิทเพื่อไม่ให้มีออกซิเจนเข้าไปได้ โดยในระหว่างการคาร์บอนนั้นวัสดุตั้งต้นจะเริ่ม สูญเสียอะตอมที่ไม่ใช่คาร์บอนรวมทั้งอะตอมของคาร์บอนในรูปของก๊าซต่างๆ ได้แก่ ไอน้ำแอมโมเนีย คาร์บอนมอนอกไซด์คาร์บอนไดออกไซด์ ไฮโดรเจนไนโตรเจน และอื่น ๆ อะตอมของอะตอมที่ไม่ใช่ คาร์บอนจะถูกขับไล่ออกไปอะตอมของอะตอมของคาร์บอนที่เหลือจะสร้างผลึกคาร์บอนที่ผูกแน่น แน่นหนาซึ่งขนานกันมากหรือน้อยขนานไปกับแกนยาวของเส้นใย ดังรูปที่ 2.2 กระบวนการบางส่วน เตาเผาสองเตาที่อุณหภูมิแตกต่างกันสองแห่งถูกนำมาใช้เพื่อควบคุมอัตราการให้ความร้อนได้ดีขึ้นใน ระหว่างการทำคาร์บอนไดออกไซด์ [6]



รูปที่ 2.2 ปฏิกริยาทางเคมีระหว่างกระบวนการ stabilization และ carbonization ของเส้นใย คาร์บอนจาก PAN [6]

## 2.2.2 กระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอนจากเซลลูโลส

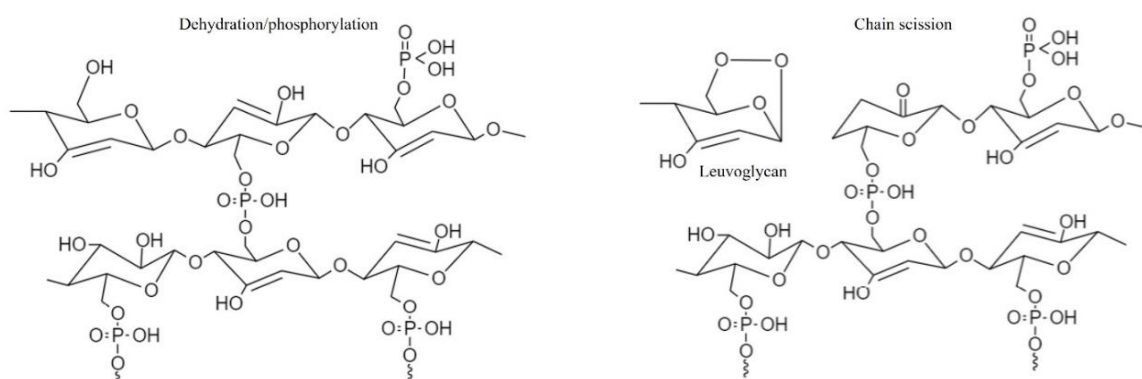
นอกจากสารตั้งต้นจากปิโตรเลียมแล้ว วัสดุหมุนเวียน เช่น เซลลูโลสและลิกนินยังเป็นทางเลือกสำหรับวัสดุเส้นใยคาร์บอน [7] อย่างไรก็ตามในระหว่างกระบวนการทางความร้อนของเซลลูโลสจะเกิดกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) และดีพอลิเมอร์ไรเซชัน (depolymerization) ของเซลลูโลสจะเกิดขึ้นพร้อมกันและส่งผลให้ผลผลิตคาร์บอน (carbon yield) น้อยลงเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ PAN เป็นสารตั้งต้น [8] ซึ่งการเติมสารหน่วงการติดไฟ (flame retardants) เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพมากที่สุดในการเพิ่มผลผลิตคาร์บอนสารหน่วงการติดไฟที่มีฟอสฟอรัสเป็นส่วนประกอบหลักจะทำให้เซลลูโลสมีปริมาณถ่านกัมมันต์ (activated carbon) สูงในระหว่างกระบวนการทางความร้อน ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่ากระบวนการผลิตเส้นใยคาร์บอนจากเซลลูโลสนั้นเกี่ยวข้องกับกระบวนการทางความร้อนแบบ 2 ชั้น

1. กระบวนการสเตบิไลเซชัน (stabilization) ในบรรยากาศ (200 - 250 องศาเซลเซียส) เพื่อลดการสลายตัวของก๊าซโมเลกุลเล็กๆ ภายในเซลลูโลส
2. กระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) ที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศเฉื่อย [9, 10]

ในขั้นตอน stabilization เซลลูโลสจะเกิดปฏิกิริยาหลายอย่างรวมถึงการตัดขาดของสายโซ่ (chain scission) การคายน้ำ (dehydration) ของหน่วยเซลลูโลสและฟอสฟอริเลชัน (phosphorylation) ซึ่งก่อให้เกิดโครงสร้างร่างแห (crosslink) ของเซลลูโลส ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาการตัดขาดของสายโซ่ยังสามารถเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงที่ 400 องศาเซลเซียส ส่งผลให้เกิดเป็นเลโวกลูโคซาน (levoglucosan) ซึ่งสลายตัวที่ขั้นตอนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิสูง ส่งผลให้เกิดการวิวัฒนาการของ  $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $CH_2$  เป็นต้น การให้ความร้อนในขั้นตอนนี้จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงในโครงสร้างเซลลูโลสทั้งทางเคมีและกายภาพทำให้เซลลูโลสมีความเสถียร ซึ่งในขั้นตอนเริ่มต้นของกระบวนการสเตบิไลเซชันจะต้องควบคุมอัตราการให้ความร้อนและคงไว้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิการย่อยสลาย (250 องศาเซลเซียส) นอกจากนี้ในอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะทำให้เกิด depolymerization และ chain scission ของเซลลูโลส ซึ่งทำให้สามารถผลิตสารระเหยที่อุณหภูมิสูงกว่า 400 องศาเซลเซียส ดังนั้นการรักษาอุณหภูมิทางความร้อนเริ่มต้นที่ 250 องศาเซลเซียสเป็นสิ่งสำคัญในการลดการเกิดเลโวกลูโคซานให้เหลือน้อยที่สุดจะส่งผลให้ผลผลิตคาร์บอนสูงขึ้น [10]

ในขั้นตอน carbonization จะเกิดการสูญเสียพันธะเซลลูโลสไกลโคซิดิก (glycosidic bonds) และเกิดการจัดเรียงระนาบใหม่ ทำให้เส้นใยเกิดการหดตัว (ทั้งแกนไฟเบอร์และหน้าตัด) โดยทั่วไป

แล้วเซลลูโลสสามารถเกิดความเสถียรได้โดยใช้กรดฟอสฟอริกเป็นสารหน่วงไฟซึ่งจะช่วยลดอุณหภูมิในการไฟโวลซิสส่งผลให้เกิดการระเหยน้อยที่สุดและจะสามารถปรับปรุงผลผลิตคาร์บอนได้ [11-13]



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาและผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นระหว่างขั้นตอน stabilization ของเซลลูโลส

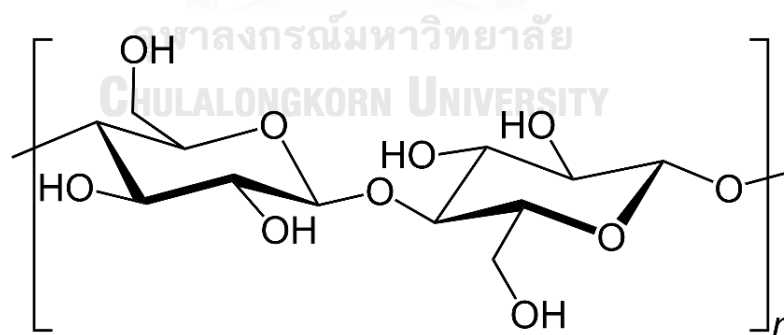
### 2.3 แบคทีเรียเซลลูโลส (bacterial cellulose)

แบคทีเรียเซลลูโลสเกิดจากแบคทีเรียบางชนิดจำพวก *Acetobacter*, *Sarcina ventriculi* และ *Agrobacterium* สังเคราะห์อาหารเลี้ยงเชื้อที่เป็นน้ำตาลแล้วจะพ่นเส้นใยเซลลูโลสออกมาสานกันเป็นตาข่ายได้เป็นเซลลูโลสไฮโดรเจลอุ้มน้ำได้สูง มีความยืดหยุ่น และสามารถขึ้นรูปเป็นฟิล์มได้ ในปัจจุบันมีการคิดค้นหาวิธีการที่หลากหลายที่จะเพิ่มการเจริญเติบโตของเซลลูโลสจากการเพาะเลี้ยงในห้องปฏิบัติการขึ้นเป็นกระบวนการขนาดใหญ่ โดยการควบคุมวิธีการสังเคราะห์เซลลูโลสที่เกิดจากจุลินทรีย์สามารถปรับแต่งให้มีสมบัติที่ต้องการ สโคบี (SCOBY) เป็นชื่อย่อของ symbiotic culture of bacteria and yeast เป็นหัวเชื้อที่ได้จากการหมัก แบคทีเรียที่ผลิตกรดแล็กติก (lactic acid bacteria) แบคทีเรียที่ผลิตกรดอะซิติก (acetic acid bacteria, AAB) และยีสต์ (yeast) สโคบีสามารถสังเคราะห์เซลลูโลสได้จึงเรียกได้อีกว่าเป็นเซลลูโลสสโคบี (cellulose SCOBY) หัวเชื้อสโคบีมีลักษณะเป็นวุ้นเมือก [7] การนำไปใช้ในการสังเคราะห์แบคทีเรียเซลลูโลสจะทำการเตรียมอาหารของเชื้อก่อนที่ประกอบไปด้วย น้ำตาลทราย เปปโทน ยีสต์สกัด บับเฟอร์ (โซเดียมไดฟอสเฟต) หลังจากนั้นจึงเติมหัวเชื้อสโคบีลงไป ทิ้งไว้ไม่ให้สัมผัสกับแสงแดดเป็นเวลา 2 สัปดาห์ก็จะเกิดเป็นแผ่นวุ้นเซลลูโลสบนผิวหน้าของภาชนะที่ใช้ในการสังเคราะห์ [14]

#### 2.3.1 โครงสร้างและคุณสมบัติของแบคทีเรียเซลลูโลส

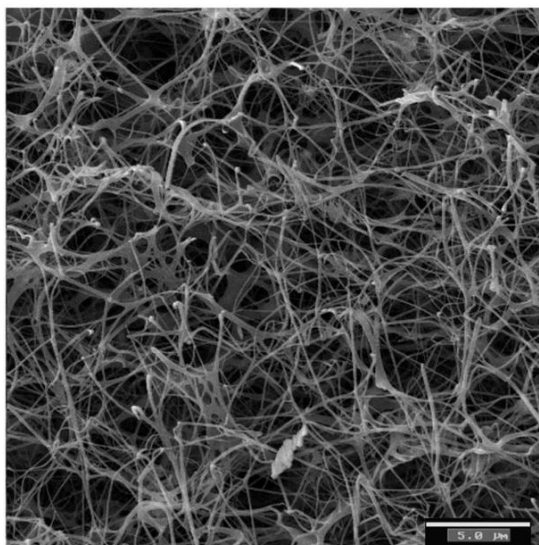
เซลลูโลสจากแบคทีเรีย (bacterial cellulose) เป็นชีววัสดุธรรมชาติที่ได้รับความนิยมสูงและศึกษากันอย่างแพร่หลาย รู้จักกันดีในชื่อ Nata de Coco หรือ วุ้นมะพร้าว ผลิตจาก

แบคทีเรียอะซิโตแบคเตอร์ ไชลินัม (acetobacter xylinum) หรืออีกชื่อหนึ่งเรียกว่า อะซิติกแอซิดแบคทีเรียล (acetic acid bacteria) โครงสร้างประกอบด้วยหน่วยย่อยที่เรียกว่าไมโครไฟบริล [15] ดังภาพที่ 2.4 และมีลักษณะสัณฐานวิทยาดังภาพที่ 2.5 เป็นจีสหนึ่งซึ่งเซลล์มีรูปร่างกลมรีหรือรูปท่อนขนาดกว้าง 0.6 – 0.8 ไมครอน ยาว 1.0 – 3.0 ไมครอน อยู่เดี่ยวๆ เป็นคู่หรือเป็นสายยาว บางชนิดมีรูปร่างไม่แน่นอน เช่น กลม ยาว รูปถ้วย โค้ง หรือแตกสาขา บางชนิดเคลื่อนที่ได้โดยอาศัย peritrichous flagella ไม่สร้างเอนโดสปอร์ (endospore) เซลล์ที่ยังอ่อนอยู่ยอมติดสีแกรมลบ ส่วนเซลล์แก่จะยอมติดสีไม่แน่นอน ลักษณะสำคัญของ acetobacter คือต้องการอากาศ (strict aerobe) ในการเจริญเติบโตสามารถเจริญได้ในช่วงอุณหภูมิ 5 - 42 องศาเซลเซียส มีอุณหภูมิเหมาะสมที่ 30 องศาเซลเซียส และต้องการอาหารที่มีความเป็นกรดต่างระหว่าง 5.4 - 6.3 เส้นใยมีขนาดเล็กมากคือมีหนาประมาณ 3 - 4 นาโนเมตร กว้าง 60 - 80 นาโนเมตร และยาว ประมาณ 180 - 960 นาโนเมตรจากการที่เส้นใยมีขนาดเล็กมาก [16] ดังนั้นจึงทำปฏิกิริยากับสารเคมีต่าง ๆ ได้ดี เส้นใยแบคทีเรียลเซลลูโลสไม่มีเฮมิเซลลูโลส ลิกนิน และเพคตินเจือปนแล้วเส้นใยนี้มีความเป็น hydrophilic สูง อัดน้ำได้ 60 - 700 เท่าของน้ำหนักแห้ง เส้นใยมีลักษณะใส ทนต่อแรงดึงได้ดีกว่าไฟเบอร์สังเคราะห์ โดยมีค้ำยังมอดูลัส (young's modulus) ประมาณ 30,000 เมกะปาสคาล (MPa) ซึ่งสูงกว่า ไฟเบอร์อินทรีย์ประมาณ 4 เท่า เส้นใยทนต่อแรงดึงได้สูงกว่าไฟเบอร์สังเคราะห์ต่างๆ สามารถใช้สารตั้งต้นที่มีราคาถูก หาง่าย สามารถควบคุมคุณสมบัติทางกายภาพได้ตามที่ต้องการ [15, 17]



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของแบคทีเรียลเซลลูโลส

ที่มา : Renewable and Sustainable Energy Reviews 50 (2015) 204–213



รูปที่ 2.5 ลักษณะสัณฐานวิทยาของแบคทีเรียเซลลูโลส

ที่มา : Journal of Functional Biomaterials 3(4) (2012) 864-878

### 2.3.2 การเตรียมหัวเชื้อแบคทีเรียเซลลูโลส

1. เตรียมอาหารเลี้ยงหัวเชื้อ *A. xylinum* TISTR086 ประกอบด้วยน้ำมะพร้าว 1,000 มิลลิลิตร น้ำตาลทราย 50 กรัม กรดอะซิติกเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร 10 มิลลิลิตร ผสมให้เข้ากันทำการปรับค่าพีเอชให้เป็น 4 ด้วยการเติมกรดอะซิติกเข้มข้นร้อยละ 5 โดยปริมาตร นำไปทำให้ปลอดเชื้อโดยหม้อนึ่งความดันไอน้ำ (autoclave) ที่อุณหภูมิ  $121 \pm 1$  องศาเซลเซียส ความดัน 15 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว เป็นเวลา 15 นาทีจากนั้นตั้งทิ้งไว้ให้เย็น นำแอมพู (ampoule) ที่มีเชื้อ *A. xylinum* TISTR086 ใส่ลงในอาหารเลี้ยง ตั้งทิ้งไว้เป็นระยะเวลา 1 สัปดาห์ (สังเกตมีชั้นวุ้นอยู่บริเวณด้านบนของอาหารเลี้ยง) สามารถทำการเพิ่มจำนวนหัวเชื้อและใช้สำหรับการศึกษาได้ [16, 17]

2. เตรียมกากน้ำตาล 200 มิลลิลิตร ที่มีการเจือจางให้มีค่าของแข็งที่ละลายได้ (total soluble solid; TSS) 12 Brix (โดยเจือจางกากน้ำตาลปริมาตร 37 มิลลิลิตรด้วยน้ำกลั่นปริมาตร 163 มิลลิลิตร ซึ่งกากน้ำตาลเริ่มต้น มีค่าของแข็งที่ละลายได้และค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) เท่ากับ 650 Brix และ 6.0 ตามลำดับ) เติมแอมโมเนียมซัลเฟต  $((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4)$  0.5 % (น้ำหนัก/ปริมาตร) นำไปต้มฆ่าเชื้อด้วยความร้อนอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที แล้วปรับค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) ให้ได้ 4.5 ด้วยกรดอะซิติก นำไปใส่ในฟลาสก์ขนาด 500 มิลลิลิตร เติมหัวเชื้อ *A.*

xylum ลงไป 10 เปอร์เซ็นต์ ตั้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 วัน (หัวเชื้อมีความเข้มข้น 107-108 cfu/ml) จะเกิดแผ่นวุ้นที่ผิวหน้า [15, 18]

3. แบคทีเรียเซลลูโลสสามารถเตรียมได้จากการหมัก Nata de coco ด้วยเชื้อแบคทีเรียล นำ Nata de coco เจล (วุ้นมะพร้าว) ที่ได้มาล้างด้วยน้ำกลั่นและทำการปั่นผสมให้เข้ากันโดยใช้เครื่องผสม (blender) จากนั้นเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ลงไป และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาที หลังจากนั้นนำแบคทีเรียล เซลลูโลสที่ได้มาล้างด้วยน้ำกลั่นจนได้ค่าความเป็นกรด-ด่าง (pH) เป็นกลาง (pH≈7) เมื่อเสร็จแล้วจะได้เป็นแบคทีเรียลเซลลูโลสซัสเพนชัน จากนั้นทำการเก็บแบคทีเรียลเซลลูโลสซัสเพนชันในตู้เย็นภายใต้ อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส [14, 18]

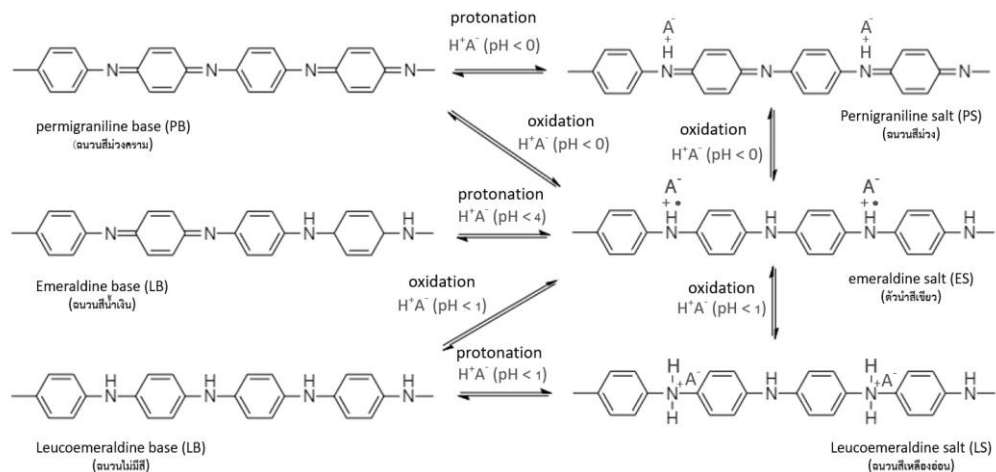
### 2.3.3 การนำเซลลูโลสจากแบคทีเรียลไปประยุกต์ใช้ในงาน

1. นำเซลลูโลสจากแบคทีเรียลผงไปผสมกับฟีนอลเรซินหรือเส้นใยคาร์บอน เพื่อช่วยให้เส้นใยดังกล่าวขึ้นรูปเป็นแผ่นได้ง่ายขึ้น
2. นำเซลลูโลสจากแบคทีเรียลไปเป็นส่วนผสมร่วมกับซีตไพเบอร์คาร์บอนกัมมันต์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการดูดซับสารพิษ
3. นำเซลลูโลสจากแบคทีเรียลไปผลิตเป็นกระดาษลำโพง ซึ่งทำให้ได้คุณภาพของเสียงดีขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้วัสดุชนิดอื่น
4. นำเซลลูโลสจากแบคทีเรียลไปผสมกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เพื่อช่วยให้ไฟเบอร์ผสมที่ได้มีความแข็งแรงและทนทานมากขึ้น สามารถใช้เป็นสารเพิ่มความหนืดและความคงตัวในผลิตภัณฑ์อาหาร ยา และเครื่องสำอาง [18, 19]

## 2.4 พอลิอะนิลีน (polyaniline, PANi)

พอลิอะนิลีน (PANi) เป็นพอลิเมอร์นำไฟฟ้าที่มีการศึกษาและการนำไปใช้ประโยชน์มากที่สุดชนิดหนึ่ง ทั้งนี้เนื่องจากมีคุณสมบัติเด่นคือสังเคราะห์ได้ง่ายทั้งวิธีทางเคมีและเคมีไฟฟ้า ราคาถูก ทนต่อสภาพแวดล้อมได้ดี และมีลักษณะเฉพาะที่พิเศษคือมีโครงสร้างทางเคมีที่หลากหลายถึง 6 แบบที่เกิดจากปฏิกิริยารีดอกซ์และปฏิกิริยากรด-เบส [20] ดังแสดงในรูปที่ 2.6 แต่โครงสร้างที่นำไฟฟ้าได้มีเพียงแบบเดียวเท่านั้น คือเกลือเอมเมอร์ลิติน (emeraldine Salt, ES) ดังนั้นการได้ปฏิกิริยาเกิดได้ทั้งจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของลูโคเอมเมอร์ลิติน (leucoemeraldine) และการเติมโปรตอนให้กับเบสเอมเมอร์ลิติน (emeraldine Base, EB) ด้วยการทำปฏิกิริยากับกรดประเภทโปรโทนิค (protonic Acid) จึงกล่าวได้ว่า พอลิอะนิลีนมีสมบัติทั้งรีดอกซ์สวิตชิงและพีเอชสวิตชิง

(redox switching and pH switching) นอกจากนี้โครงสร้างที่แตกต่างกันยังส่งผลทำให้เกิดสีที่แตกต่างกันอย่างชัดเจนอีกด้วย เช่น เกลือเอ็มเมอร์ลีน (ES) สีเขียว เบสเอ็มเมอร์ลีน (EB) สีนํ้าเงิน ลูโคเอ็มเมอร์ลีนสีเหลืองอ่อน และเพอร์นิกรานิลีนสีม่วง ทำให้มีการนำพอลิอะนิลีนไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ มากมาย [21]



รูปที่ 2.6 โครงสร้างทางเคมีของพอลิอะนิลีนแบบต่างๆ สมบัติทางไฟฟ้า สี การเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ และปฏิกิริยากรด-เบส [21]

อุปสรรคสำคัญในการนำพอลิอะนิลีนไปใช้งานจะเหมือนกับพอลิเมอร์นำไฟฟ้าส่วนใหญ่ คือ กระบวนการขึ้นรูปทำได้ยาก (poor processability) เพราะไม่สามารถหลอมหรือหล่อขึ้นรูป (infusible and unmolding) และไม่ละลายในตัวทำละลายทั่วไป (insoluble) เนื่องจากโครงสร้างหลักของสายโซ่พอลิเมอร์มีพันธะคู่หรือพันธะไพ ( $\pi$ -bond) อยู่มาก ทำให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างสายโซ่ที่แข็งแรงมาก ( $\pi$ - $\pi$  Interaction) [20, 21] เพื่อปรับปรุงคุณสมบัติให้เหมาะสมต่อการนำไปใช้งาน นักวิทยาศาสตร์ได้พยายามพัฒนาวิธีการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์ โดยการเติมหมู่แทนที่ (substituents) ต่างๆบนสายโซ่หลักของพอลิอะนิลีน ตัวอย่างของหมู่แทนที่ที่นิยม ได้แก่ อัลคิล (alkyl, -R) เอริล (aryl, -Ar) อัลคอกซี (alkoxy, -OR) ไฮดรอกซิล (hydroxyl, -OH) อะมิโน (amino, -NH<sub>2</sub>) หรือ ฮาโลเจน (halogens, -X) เป็นต้น กระบวนการนี้สามารถช่วยทำให้พอลิอะนิลีนละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ทั่วไปได้ดียิ่งขึ้น แต่อย่างไรก็ตาม เนื่องจากผลของสเตอริก (steric effect) การเปลี่ยนแปลงดังกล่าวเป็นผลให้พอลิอะนิลีนมีค่าการนำไฟฟ้าและมวลโมเลกุลที่ต่ำ [22]

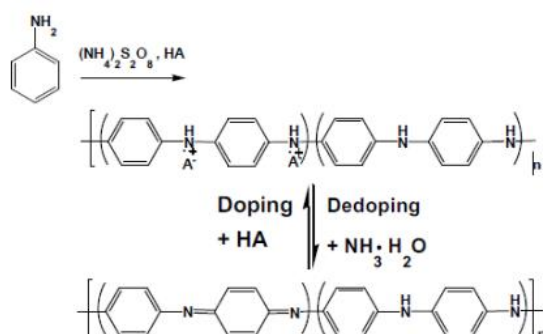


#### 2.4.1 การสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์

การสังเคราะห์พอลิเมอร์เป็นการรวมมอนอเมอร์ซึ่งเป็นโมเลกุลที่เป็นหน่วยย่อยเชื่อมเข้าด้วยกันด้วยพันธะโคเวเลนต์ ในระหว่างกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ หมู่ทางเคมีบางตัวจะหลุดออกจากหน่วยย่อย และได้พอลิเมอร์ที่เกิดจากหน่วยย่อยซ้ำๆกัน [23] การสังเคราะห์พอลิเมอร์นำไฟฟ้าซึ่งรวมพอลิอะนิลีนและอนุพันธ์มีวิธีการสังเคราะห์ที่สำคัญๆ ได้แก่ การสังเคราะห์ทางเคมี (chemical polymerization) การสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical polymerization) การสังเคราะห์โดยใช้แสง (photochemical initiated polymerization) และการสังเคราะห์โดยใช้เอนไซม์เป็นตัวเร่ง (enzyme-catalyzed polymerization) ดังรายละเอียดต่อไปนี้

##### 1. การสังเคราะห์ทางเคมี (chemical polymerization)

การสังเคราะห์ทางเคมีเป็นวิธีการที่ง่ายและสะดวกในการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์ และได้รับความนิยมอย่างมากในการสังเคราะห์พอลิเมอร์เชิงการค้า โดยทั่วไปการสังเคราะห์ทางเคมีสามารถทำได้โดยใช้สารเคมีที่มีคุณสมบัติเป็นตัวออกซิเดนต์ (oxidants) ที่แรงเช่น แอมโมเนียเปอร์ซัลเฟต (ammonium persulfate) เพอร์ริกไอออน (ferric ions) เปอร์แมงกาเนตไอออน (permanganate ions) หรือ ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide) เป็นต้น [22] แอมโมเนียเปอร์ซัลเฟตเป็นตัวออกซิเดนต์ที่ได้รับความนิยมและถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์มากที่สุด โดยทั่วไปพอลิอะนิลีนและอนุพันธ์ไม่ละลายในน้ำแต่ละลายในกรด (HA) เช่น กรดไฮโดรคลอริก (HCl) หรือ กรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) ดังแสดงในภาพที่ 2.7 เพราะฉะนั้นในกระบวนการสังเคราะห์ ไอออนลบ  $HSO_4^-$  หรือ  $SO_4^{2-}$  จะทำหน้าที่เป็นตัวได้ปฏิกิริยากับสายโซ่หลักของพอลิเมอร์ อุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมีอยู่ในช่วง 1-5 องศาเซลเซียสซึ่งจะทำให้ได้พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์ที่มีมวลโมเลกุลอยู่ในช่วง 30,000 – 60,000 กรัมต่อโมล [23, 24]



รูปที่ 2.7 แสดงการสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์ด้วยวิธีการทางเคมี

ที่มา : วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี ปีที่ 14 ฉบับที่ 1 มกราคม – มีนาคม 2555

## 2. การสังเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้า (electrochemical polymerization)

การสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์ด้วยวิธีการทางเคมีไฟฟ้า เป็นวิธีการที่มีประโยชน์อย่างมากในการเตรียมแผ่นฟิล์มที่ติดอยู่บนผิวของขั้วไฟฟ้า (electrode) ข้อดีของวิธีการทางเคมีไฟฟ้า คือ กระบวนการสังเคราะห์ทำได้ง่ายรวดเร็ว สามารถสังเคราะห์ทั้งสภาวะที่มีน้ำและไม่ใช่น้ำเป็นตัวทำละลาย จึงได้รับความนิยมอย่างมากในงานด้านเคมีวิเคราะห์ แต่ข้อเสียของวิธีการทางเคมีไฟฟ้าคือ ต้องการเครื่องมือทางเคมีไฟฟ้า ต้องการขั้วไฟฟ้าใช้งาน (working electrode, WE) ขั้วไฟฟ้าตรงข้าม (counter electrode, CE) และขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode, RE) ขั้วไฟฟ้าใช้งานที่ใช้ต้องเป็นวัสดุที่นำไฟฟ้าได้ เช่น ขั้วกลาสซีคาร์บอน (glassy carbon, GC) ขั้วโลหะทอง (gold, Au) แพลตินัม (platinum, Pt) หรือ ขั้วอินเดียมเจือทินออกไซด์ (indiumdoped tin oxide, ITO) ที่เคลือบบนกระจก รวมทั้งขนาดและรูปร่างของขั้วไฟฟ้าต้องเหมาะสมกับเครื่องมือด้วย โดยทั่วไปมอนอเมอร์อะนิลีนและอนุพันธ์ไม่ละลายในน้ำ แต่ละลายในสารละลายกรด (HA) ซึ่งเกิดจากหมู่อะมิโน ( $-NH_2$ ) ของอะนิลีนและอนุพันธ์ทำปฏิกิริยากับกรดเกิดเป็นเกลือแอมโมเนียม ( $-NH_3^+$ ) เมื่อมีการให้ศักย์ไฟฟ้าที่ประมาณ 0.9 – 1.1 โวลต์มอนอเมอร์อะนิลีนและอนุพันธ์จะถูกออกซิไดซ์ และเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันในที่สุด เนื่องจากสังเคราะห์ในสารละลายกรด พอลิเมอร์ที่ได้จะอยู่ในสภาพที่ถูกเจือและ อยู่ในรูปเกลือแอมเมอรัลดินซึ่งนำไฟฟ้าได้ พร้อมทั้งจะนำไปประยุกต์ใช้งานด้านอื่นๆ เช่น ใช้เป็นขั้วไฟฟ้าใช้งานในงานด้านเซนเซอร์ (sensors) เป็นต้น [23]

## 3. การสังเคราะห์โดยใช้แสง (photochemical initiated polymerization)

การสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์โดยใช้แสงเป็นอีกหนึ่งวิธีการที่กำลังได้รับความสนใจจากนักวิทยาศาสตร์ เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ทางเคมีและเคมีไฟฟ้า การสังเคราะห์โดยใช้แสงมีข้อดีคือ เป็นกระบวนการที่ไม่เป็นภัยต่อสุขภาพของผู้ทดลอง สภาวะการทดลองเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมน้อยกว่าอีกทั้งยังมีต้นทุนในกระบวนการสังเคราะห์ต่ำกว่า [25] การสังเคราะห์โดยใช้แสงเป็นอีกหนึ่งวิธีการที่มีประโยชน์อย่างมากในการเตรียมแผ่นฟิล์มที่ติดอยู่บนผิวของขั้วไฟฟ้า ซึ่งทำได้โดยการฉายแสงลงบนแผ่นฟิล์มที่มี  $[Ru(bipy)_3]^{2+}$  และเมทิลไวโอลोजีน (methylviologen,  $MV^{2+}$ ) เมื่อดูดกลืนแสงที่ 452 นาโนเมตร จะทำให้เกิด  $*[Ru(bipy)_3]^{2+}$  หลังจากนั้น การถ่ายโอนอิเล็กตรอนจาก  $*[Ru(bipy)_3]^{2+}$  ไปยัง  $MV^{2+}$  จะได้  $[Ru(bipy)_3]^{3+}$  ซึ่งเป็นตัวออกซิไดซ์ที่แรงพอจะทำให้เกิดกระบวนการพอลิเมอไรเซชันของพอลิอะนิลีนและอนุพันธ์ได้ นอกจากการใช้  $[Ru(bipy)_3]^{2+}$  แล้วยังมีการนำสารประกอบเชิงซ้อนของโลหะรูทีเนียมตัวอื่นๆ เช่น  $[Ru(phen)_3]^{2+}$  มาใช้ในกระบวนการสังเคราะห์เมื่อไม่นานมานี้ [26] การสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์โดยใช้เอนไซม์ เช่น ฮอร์สเรดิชเปอร์ออกซิเดส (horseradish peroxidase, HRP) สามารถนำมาใช้เป็นตัวเร่งใน

กระบวนการพอลิเมอไรเซชันแทนการใช้ตัวออกซิเดนต์ต่างๆ ถึงแม้วิธีการนี้จะมีประโยชน์ คือ เป็นกระบวนการที่ไม่เป็นภัยต่อสุขภาพของผู้ทดลอง สภาวะการทดลองไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม เช่นเดียวกันกับการสังเคราะห์โดยใช้แสง แต่พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มักจะมีโมเลกุลต่ำและยังมีกิ่งก้านสาขาเป็นจำนวนมาก ดังนั้นการสังเคราะห์โดยใช้เอนไซม์เป็นตัวเร่งจึงไม่เป็นที่นิยมในกลุ่มนักวิทยาศาสตร์ [27, 28]

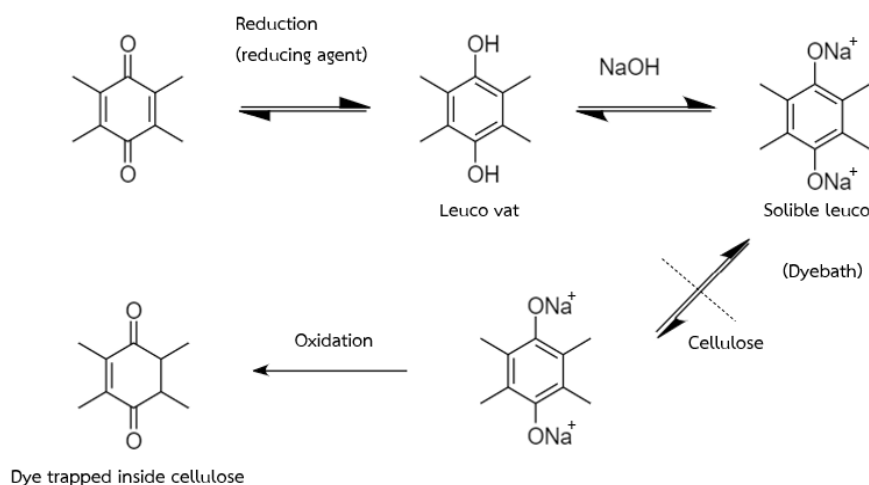
#### 4. การสังเคราะห์โดยใช้เอนไซม์เป็นตัวเร่ง (enzyme-catalyzed polymerization)

เมื่อไม่นานมานี้ การสังเคราะห์พอลิอะนิลีนและอนุพันธ์โดยใช้เอนไซม์ เช่น ฮอร์สเรดิชเปอร์ออกซิเดส (horseradish peroxidase, HRP) สามารถนำมาใช้เป็นตัวเร่งในกระบวนการพอลิเมอไรเซชันแทนการใช้ตัวออกซิเดนต์ต่างๆ ถึงแม้วิธีการนี้จะมีประโยชน์ คือ เป็นกระบวนการที่ไม่เป็นภัยต่อสุขภาพของผู้ทดลอง สภาวะการทดลองไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม เช่นเดียวกันกับการสังเคราะห์โดยใช้แสง แต่พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้มักจะมีโมเลกุลต่ำและยังมีกิ่งก้านสาขาเป็นจำนวนมาก ดังนั้นการสังเคราะห์โดยใช้เอนไซม์เป็นตัวเร่งจึงไม่เป็นที่นิยมในกลุ่มนักวิทยาศาสตร์ [29]

#### 2.5 สีอินดิโก (indigoid dye)

สีอินดิโกเป็นสีย้อมชนิดหนึ่งอาจจะเป็นสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ก็ได้ โดยเป็นที่รู้จักกันในสีย้อมอินทรีย์ที่มีหมู่คาร์บอนิล ( $C=O$ ) มีลักษณะเป็นผลึกหรือผงละเอียด เป็นสีที่มีความเป็นผลึกสูงและส่วนใหญ่มีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบเป็นสีย้อมเส้นใยเซลลูโลสที่มีความคงทนต่อภาวะต่าง ๆ สูงมากซึ่งผิดปกติในคลาสสีย้อมอื่น ๆ ในทางกลับกันมักจะมี ความคงทนต่อการซักดองไม่ดี เว้นแต่จะใช้อย่างระมัดระวัง [30] และสีอินดิโกจะไม่สามารถละลายน้ำแต่จะละลายในตัวทำละลายอินทรีย์ได้ ไม่อาจใช้ย้อมโดยปราศจากการดัดแปลงหรือเปลี่ยนรูปเสียก่อน เมื่อทำการย้อมต้องเตรียมน้ำย้อมให้สีอินดิโกละลายน้ำโดยให้ทำปฏิกิริยากับสารรีดิวซ์และโซเดียมไฮดรอกไซด์ สีอินดิโกเมื่อทำปฏิกิริยากับสารรีดิวซ์จะเปลี่ยนรูปเป็น leuco compound ซึ่งละลายได้ในน้ำที่มีส่วนผสมของด่างอยู่ด้วย จะถูกรีดิวซ์ให้กลายเป็นเกลือจึงซึมเข้าไปในเส้นใยได้ [31] สารรีดิวซ์ของสีอินดิโกจะแสดงดังตารางที่ 2.1 หลังจากนั้นสารประกอบ leuco จะเปลี่ยนกลับมาในรูปเดิมได้เมื่อสัมผัสกับออกซิเจนในอากาศ โดยมีกลไกการย้อมสีอินดิโก แสดงดังรูปที่ 2.8

สีอินดิโกนั้นเหมาะกับการใช้กับเส้นใยเซลลูโลส (เช่น ฝ้าย) โดยใช้ปฏิกิริยารีดอกซ์ตามที่ได้อธิบายไว้ข้างต้น เพราะเนื่องจากต้องใช้โซดาไฟและค่า pH ที่สูงมากในกระบวนการย้อมสี จึงไม่เหมาะกับการใช้ย้อมจำพวกขนสัตว์ เนื่องจากขนสัตว์สามารถละลายได้ในสารละลายโซดาไฟ แต่สามารถที่จะย้อมผ้าขนสัตว์ได้เมื่อใช้สีย้อมในปริมาณน้อยๆ และใช้ที่อุณหภูมิห้อง [32]



รูปที่ 2.8 แสดงกลไกการย้อมสีอินดิโก [30]

ตารางที่ 2.1 สารรีดิวซ์ของสีอินดิโก [30]

สาร	สูตรเคมี
โซเดียมไดไทโอไนท์	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$
เกลือโซเดียมของอะมีนีนซัลฟินิกแอซิด (ไทโอยูเรียไดออกไซด์)	$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$
เกลือโซเดียมของไฮดรอกซีเมทิลซัลฟินิกแอซิด	$\text{NaSO}_2\text{-CH}_2\text{OH}$
เกลือโซเดียมของไฮดรอกซีอะซีโตน	$\text{C}_3\text{H}_4\text{NaO}_2$
โซเดียมโบโรไฮไดรด์	$\text{NaBH}_4$

### 2.5.1 กระบวนการย้อมสี

กระบวนการย้อมสีมีทั้งหมด 3 กระบวนการ ได้แก่ การใช้เป็นเกลือโซเดียมของสารประกอบลิโค-อินดิโก การใช้เป็นแวนิลาแอซิด หรือสารประกอบลิโคแอซิด และการใช้เป็นฟิกเมนต์ [33]

กระบวนการย้อมแบบการใช้เกลือโซเดียมของสารประกอบลิโค-อินดิโก เป็นวิธีที่เก่าแก่ที่สุด และเป็นที่ยอมรับกันมากที่สุด ส่วนอีก 2 วิธี ได้รับความนิยมน้อยกว่าแพร่หลายมากขึ้น [32] สีที่อยู่ในรูปของแวนิลาแอซิดและฟิกเมนต์จะไม่ติดเส้นใย และสามารถแพร่กระจายได้อย่างสม่ำเสมอโดยไม่จับตัวกันเป็นก้อน เมื่อทำให้สีกระจายอย่างสม่ำเสมอจากนั้นจึงรีดิวซ์ให้สีติดซึมเข้าไปภายในและติดเส้นใยให้ได้มากที่สุด และไม่ว่าจะย้อมด้วยวิธีใดก็ตาม จะต้องทำการออกซิไดซ์ให้ตัวสีกลับมาอยู่ในรูปของสีย้อมที่ไม่ละลายน้ำตามเดิม แล้วจากนั้นจึงทำให้ต่างที่คงเหลืออยู่ให้เป็นกลาง ด้วยการล้างหรือต้มและอื่นๆ [32, 34]

เกลือโซเดียมของสารประกอบลิควิด การก่อรูปและการคงทนของสารประกอบลิควิด-อินดิโก ในสารประกอบลิควิด-อินดิโก เตรียมได้โดยปฏิกิริยาของโซดาไฟและไฮโดร ปริมาณสารไฮโดรที่ใช้ ขึ้นอยู่กับกลุ่มคีโตซึ่งสามารถรีดิวซ์ได้ในโครงสร้างของตัวสี แต่เวลาใช้จริงๆ ต้องใช้ให้มากกว่าหลัก ทฤษฎีเพราะให้เกิดสมดุลกับการที่ออกซิเจนในอากาศอาจจะละลายเข้าไปอยู่ในน้ำย้อมได้ เพราะผิวน้ำย้อมต้องสัมผัสกับอากาศตลอดเวลา และยังต้องหมუნหรือคนน้ำย้อมให้เคลื่อนที่อยู่เสมอ ปริมาณโซดาไฟที่ใช้ขึ้นอยู่กับหมู่คีโตที่รีดิวซ์ในตัวสีเช่นเดียวกันแต่ละหมู่ต้องการโซเดียม 1 เท่าสำหรับก่อรูปเป็นเกลือ ปริมาณไฮโดรที่ใช้ก็มีส่วนทำให้ปริมาณโซดาไฟเปลี่ยนแปลง [34, 35]

### 2.5.2 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการย้อมสี

#### 1. อุณหภูมิ (temperature)

การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการย้อมมีผลกระทบต่อกระบวนการย้อม คือ ถ้าอุณหภูมิสูงขึ้นจะมีผลทำให้อัตราเร็วของการย้อมสีเพิ่มขึ้น ลดปริมาณสีที่ถูกดูดซับที่สภาวะสมดุลเนื่องจากส่วนใหญ่การดูดซับเป็นกระบวนการคายความร้อน และทำให้สีซึมกระจายตัวจากส่วนที่ดูดสีไว้มากไปสู่ส่วนที่ดูดสีไว้ได้น้อยทำให้ย้อมสีได้อย่างสม่ำเสมอ [35]

#### 2. สารช่วยย้อมติด (mordant dyeing)

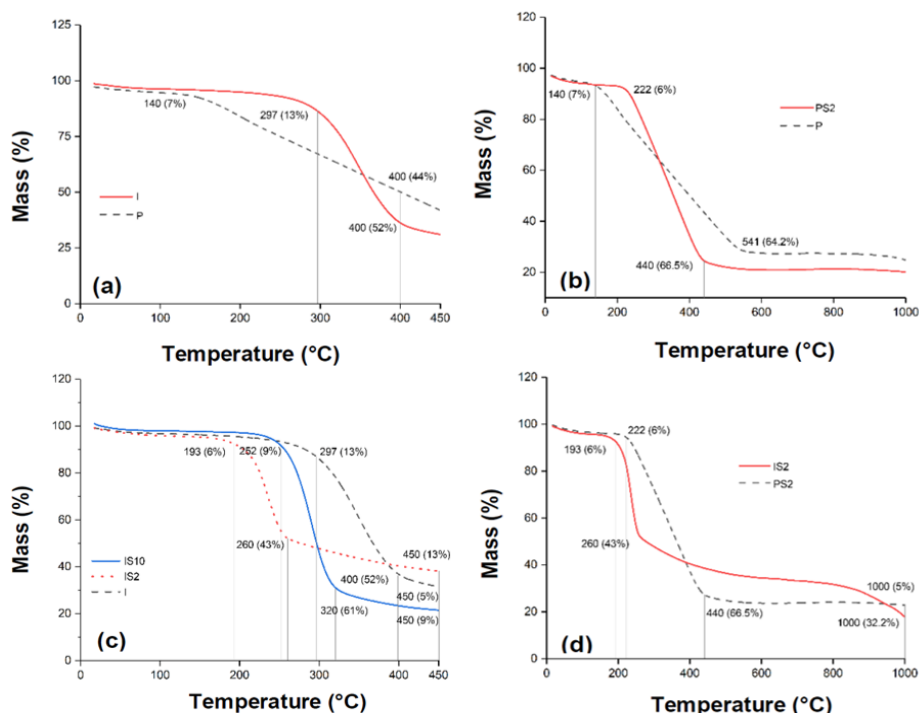
สารช่วยย้อมติดหรือที่เรียกว่า มอร์แดนต์ จะเป็นสารที่ช่วยให้การย้อมติดระหว่างตัวสีกับเส้นใยได้ดียิ่งขึ้น ทำให้สีที่ได้จากการย้อมมีความคงทน สีไม่ตกซีดได้ง่าย

3. ปัจจัยอื่นๆ ภายนอกเช่น คราบหรือสิ่งสกปรกต่างๆ ที่เกาะอยู่บริเวณเส้นใยหรือบริเวณเนื้อผ้า หรือการย้อมอาจจะมาจากร้อยต่างของผ้า เนื่องจากสีย้อมเป็นสีโปร่งแสงถ้าเส้นใยหรือผ้าที่ใช้ย้อมสีมีความเข้มของสีไม่สม่ำเสมอสีที่ย้อมได้ก็จะไม่สม่ำเสมอด้วยเช่นกัน จึงควรใช้ยาฟอกสีปรับสีให้อ่อนลงและมีความสม่ำเสมอแล้วจึงทำการย้อมสี [34-36] สีที่ต้องการระดับการย้อมที่ถูกต้องคือสีจะต้องดูดซึมเข้าไปภายในเส้นใยและติดแต่เพียงรอบนอกของเส้นใยหรือซึมเข้าไปภายในเพียงบริเวณรอบนอกของเส้นใยเท่านั้น ภายในกึ่งกลางยังคงเป็นสีขาวอยู่ เรียกการย้อมแบบนี้ว่าการย้อมแบบวงแหวน (ring dyeing) การย้อมได้ถึงระดับสมดุลหรือไม่ จะสังเกตได้หลายทางด้วยกัน ที่ง่ายที่สุดคือเมื่อย้อมไปนานแล้วน้ำย้อมไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสีที่ติดเส้นใยไม่เปลี่ยนแปลงอาจกล่าวได้ว่าการย้อมสีได้สมดุลแล้ว การย้อมได้เร็วหรือช้าขึ้นเป็นสิ่งที่สำคัญ เพราะถ้าย้อมได้เร็วเกินไปสีจะไม่สม่ำเสมอ แต่ถ้าช้าเกินไปจะเสียเวลาและเชื้อเพลิง รวมทั้งค่าแรงงานที่เพิ่มขึ้น บางครั้งเส้นใยที่แช่น้ำย้อมอยู่นานๆ จะเสื่อมสภาพได้ ดังนั้นเพื่อควบคุมระดับการย้อม ผู้ย้อมต้องควบคุมเวลาให้พอเหมาะหรือเติมสารช่วยย้อมบางชนิด เพื่อให้สีติดเส้นใยได้ในระดับที่ต้องการและในช่วงเวลาที่กำหนด [36, 37]

## 2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปัจจุบันงานวัสดุคาร์บอนเป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมอย่างแพร่หลายเนื่องจากสามารถนำไปใช้เสริมแรงในรูปของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่มีสมรรถภาพสูงและยังมีคุณสมบัติพิเศษอีกมากมาย คือมีความสามารถในการดูดซับไอหรือมลพิษต่างๆ และมีคุณสมบัติที่นำไฟฟ้าได้ แต่เนื่องจากกระบวนการผลิตที่ซับซ้อนและมีต้นทุนในการผลิตที่มีราคาสูง งานวิจัยในปัจจุบันจึงหันมาสนใจแบคทีเรียลเซลลูโลส เซลลูโลส หรือลิกนินเป็นสารตั้งต้นในการผลิตวัสดุคาร์บอน เนื่องจากเป็นป็นทรัพยากรที่มีอยู่มากมาย เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและมียังมีราคาไม่แพงนัก

Rezaei, F และคณะ [38] ศึกษาการใช้แบคทีเรียลเซลลูโลส (BC) เป็นสารตั้งต้นในการผลิตคาร์บอนนาโนไฟเบอร์เนื่องจากมีความบริสุทธิ์และความเป็นผลึกสูง โดยใช้ไดแอมโมเนียมฟอสเฟต (diammonium phosphate ;  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ ) เป็นสารหน่วงการติดไฟเพื่อเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนในระหว่างกระบวนการทางความร้อน และนอกจากนี้ยังมีการตรวจสอบผลของอัตราความร้อนต่อกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน พบว่าแบคทีเรียลเซลลูโลสสามารถใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตวัสดุคาร์บอนได้ และยังพบว่าไดแอมโมเนียมฟอสเฟตสามารถช่วยเสถียรภาพทางความร้อนให้กับแบคทีเรียลเซลลูโลสและยังช่วยเพิ่มปริมาณของคาร์บอนที่เกิดขึ้นได้ ดังรูปที่ 2.9 นอกจากนี้ยังพบว่าการใช้อัตราความร้อนในกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่ต่ำ จะช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนให้กับแบคทีเรียลเซลลูโลสและยังช่วยเพิ่มปริมาณคาร์บอนอีกด้วย



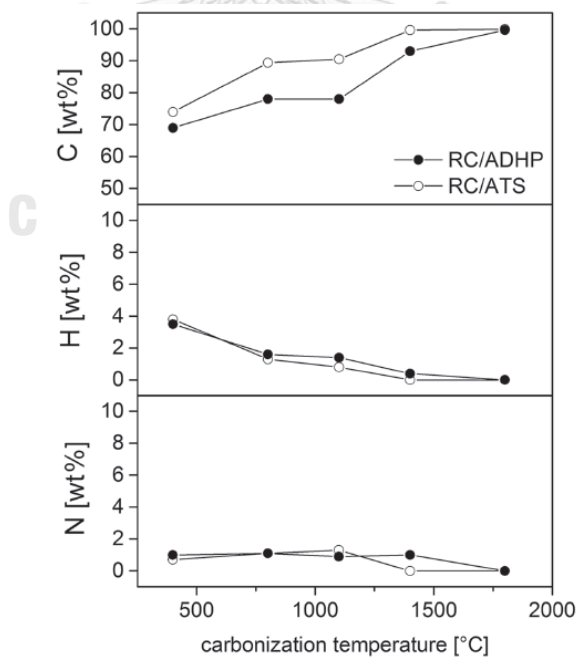
รูปที่ 2.9 กราฟ TGA (a) BC/diammonium phosphate (I) และ BC (P), (b) BC (P) และ stabilized BC (PS2), (c) BC/diammonium phosphate (I) และ stabilized BC/diammonium phosphate ที่อัตราการร้อน 2 และ 10 °C/นาที (IS2 และ IS10), (d) BC/diammonium phosphate และ BC ที่อัตราการร้อน 2 °C/นาที (IS2 และ PS2) [38]

Spörl, J.M. และคณะ [39] ศึกษาการผลิตเส้นใยคาร์บอนจากเซลลูโลส โดยมีการใช้สารคาร์บอนเซชัน (สารหน่วงการติดไฟ) ที่มีกำมะถัน (sulfur) เช่น ammonium dihydrogen phosphate (ADHP), ammonium tosylate (ATS) เพิ่มทำให้ค่าปริมาณคาร์บอนเพิ่มสูงขึ้น โดยที่ใช้อุณหภูมิในกระบวนการคาร์บอนเซชันที่ต่ำกว่า 2000 องศาเซลเซียส จะเห็นว่า residual mass หลังจากผ่าน TGA ที่ 1400 °C เพิ่มขึ้นจาก 17% สำหรับตัวอย่างเซลลูโลส เป็น 38% และ 37% สำหรับตัวอย่างที่เติม ADHP และ ATS ตามลำดับ ดังตารางที่ 2.2 ซึ่งบอกได้ว่าการเติม ADHP และ ATS จะทำหน้าที่เป็นตัวเร่งให้เกิดการ dehydration ของเซลลูโลส ส่งผลให้เซลลูโลสมีความเสถียรและการการเสื่อมสภาพลดน้อยลง และนอกจากนี้อุณหภูมิในกระบวนการคาร์บอนเซชันมีผลต่อปริมาณคาร์บอนที่ได้เป็นอย่างมากเมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของวัสดุคาร์บอนที่เตรียมจากเซลลูโลส/สารคาร์บอนเซชันที่มีกำมะถัน ดังรูปที่ 2.10 พบว่าปริมาณคาร์บอนเพิ่มสูงขึ้นมากกว่าร้อยละ 99 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 1800 °C ในขณะที่ปริมาณ N และ H ลดลงและไม่มีปริมาณฟอสฟอรัสจาก

สารคาร์บอนเซชันที่มีกำมะถันหลงเหลืออยู่ โดยที่อุณหภูมิ 1100 °C ยังคงมีปริมาณฟอสฟอรัสคงอยู่ที่ร้อยละ 2-3 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 2.2 ผลลัพธ์ TGA ของเซลลูโลสและเซลลูโลส/สารคาร์บอนเซชันที่มีกำมะถัน (ADHP และ ATS) [39]

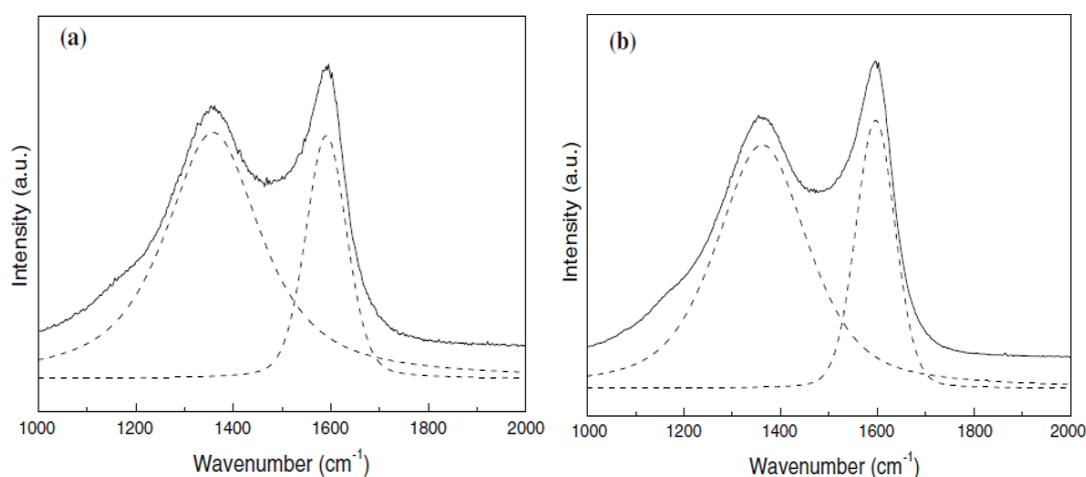
Acronym	Onset T of decomposition (°C)	Residual mass at 1400°C (%)
Untreated	325	17
RC/ADHP1	239	33
RC/ADHP2	224	38
RC/ADHP3	218	34
RC/ATS1	210	32
RC/ATS2	210	37
RC/ATS3	204	35



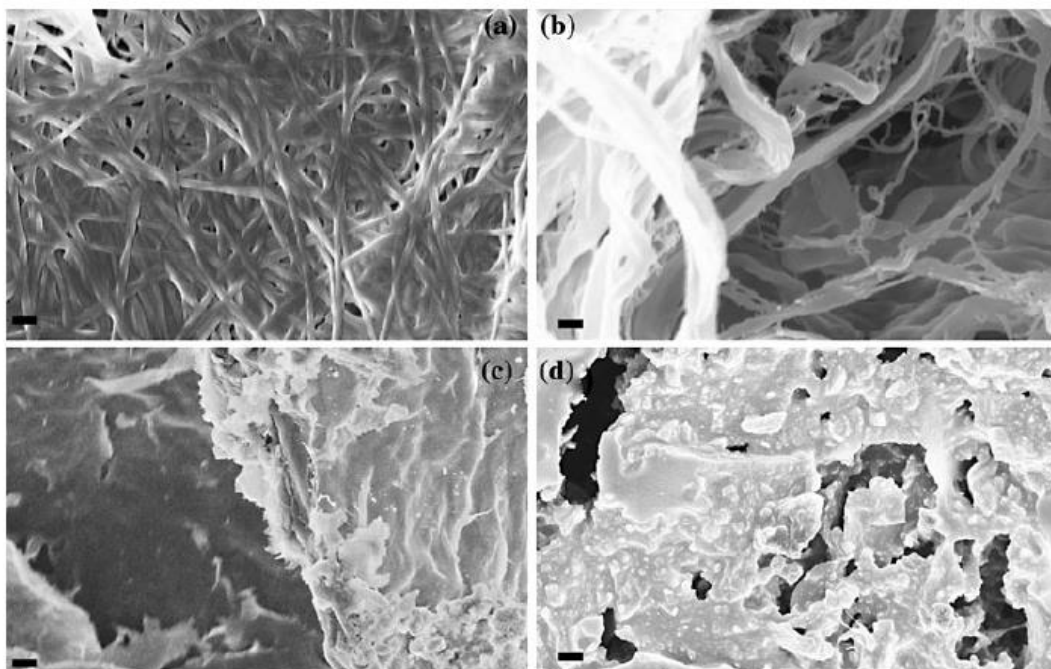
รูปที่ 2.10 ปริมาณ C, H และ N ของ เซลลูโลส/ADHP และเซลลูโลส/ATS ที่ผ่านการบวนการคาร์บอนเซชัน [39]



Lee, K. และคณะ [40] ศึกษาการเตรียมวัสดุคาร์บอนขนาดนาโนจากแบคทีเรียเซลลูโลสที่ผ่านการ freeze-dried (FDBC) และ แบคทีเรียเซลลูโลสแบบแผ่นหนา (PBC) ซึ่งเป็นวัสดุขนาดนาโนและมีความเป็นผลึกที่สูงถึง 90% โดยจะทำการกระตุ้นด้วย  $\text{CO}_2$  ในระหว่างกระบวนการทางความร้อน พบว่าวัสดุคาร์บอนที่ผลิตจาก PBC และ FDBC มีอัตราส่วน  $I_D/I_G$  อยู่ที่ 2.40 และ 2.74 ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.11 ซึ่งเมื่อเทียบกับอัตราส่วน  $I_D/I_G$  ของเส้นใยคาร์บอนในท้องตลาดที่อยู่ที่ 2.27 ซึ่งอัตราส่วนที่ลดลงบ่งชี้ถึงการก่อตัวของกราฟไฟต์คาร์บอน จะเห็นว่า PBC มีประสิทธิภาพในการใช้เป็นวัสดุตั้งต้นในการเตรียมคาร์บอน นอกจากนี้ยังพบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ FDBC carbonized จะเห็นโครงสร้างเป็นเส้นใยคล้ายคาร์บอนนาโนไฟเบอร์ ในขณะที่ PBC carbonized โครงสร้างจะไม่เกิดเป็นรูพรุน พื้นผิวจะเรียบ ไม่เห็นเป็นเส้นใย แต่เมื่อทำ activated carbonized ภายใต้อุณหภูมิ  $\text{CO}_2$  ต่อไป จะทำให้เกิดรูพรุนในตัวอย่าง ดังรูปที่ 2.12

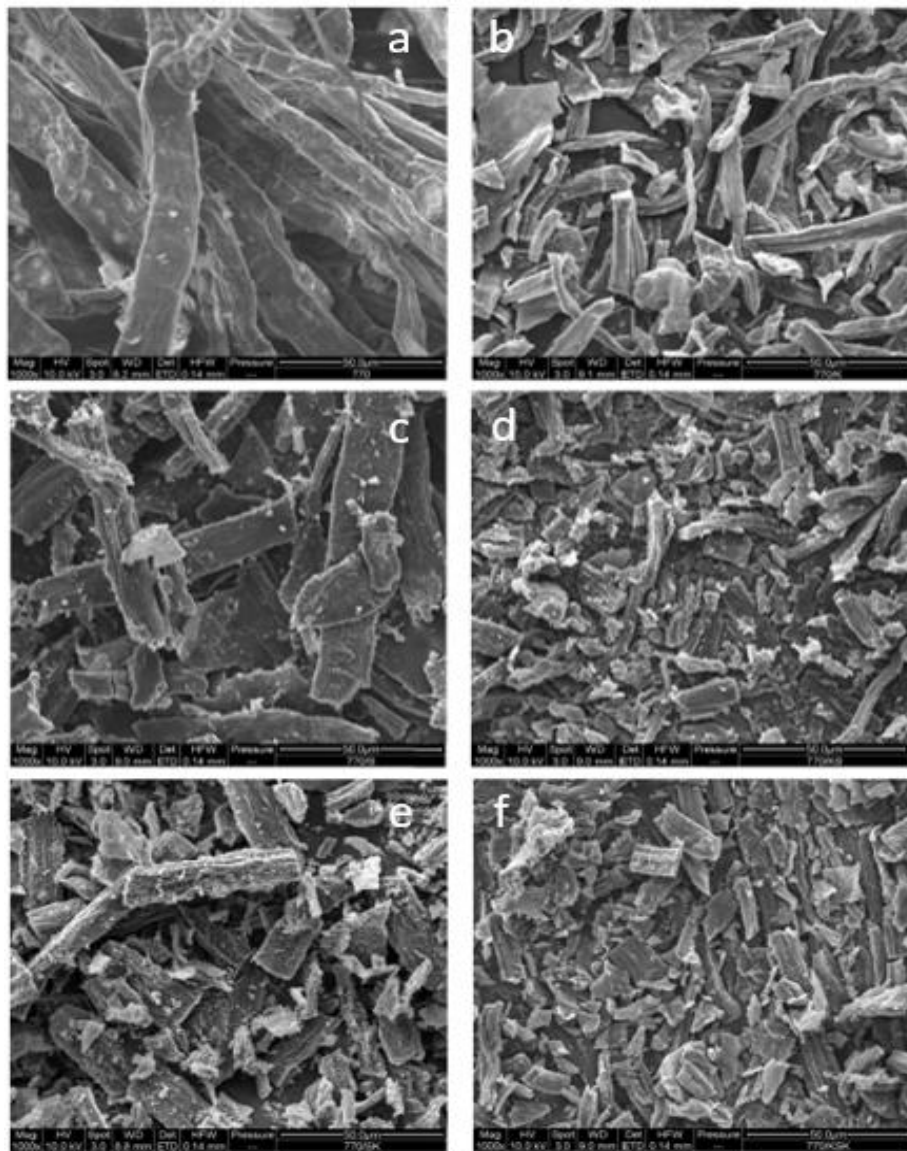


รูปที่ 2.11 กราฟรามันของคาร์บอน (a) FDBC carbonized และ (b) PBC carbonized [40]

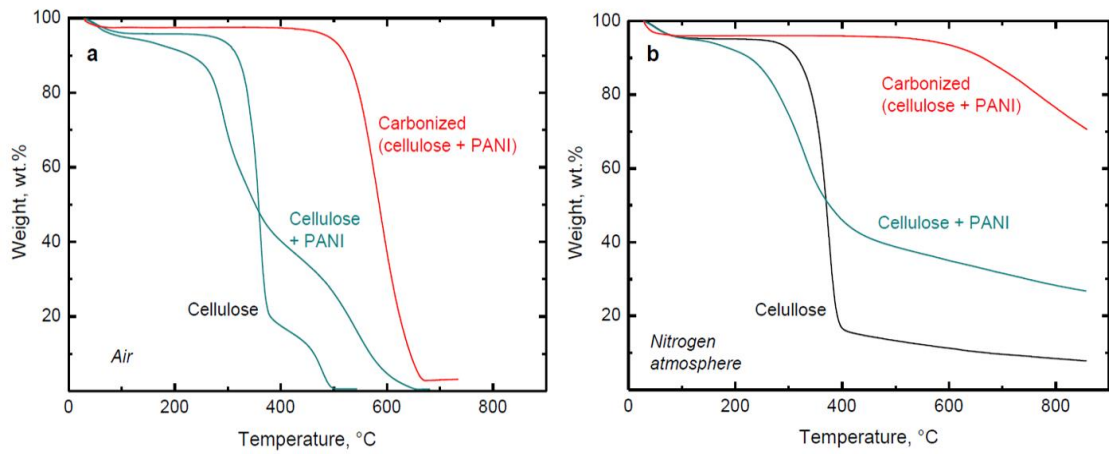


รูปที่ 2.12 ภาพ SEM ของ (a) FDBC, (b) FDBC carbonized, (c) PBC carbonized และ (d) PBC activated Carbonized [40]

Bober, P. และคณะ [41] ได้ทำการศึกษาการเตรียมวัสดุคาร์บอนจากเซลลูโลสที่เคลือบด้วยพอลิอะนิลีนซึ่งมีองค์ประกอบของไนโตรเจนอยู่และทำการกระบวนการคาร์บอนไนเซชันภายใต้บรรยากาศ พบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสหลังจากผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันแล้วจะยังคงเห็นเป็นเส้นใย แต่จะมีขนาดที่สั้นลง มีการแตกหักของเส้นใย ในขณะที่เซลลูโลสที่เคลือบด้วยพอลิอะนิลีนจะเห็นว่าเส้นใยก่อนกระบวนการคาร์บอนไนเซชันจะมีอนุภาคของพอลิอะนิลีนเคลือบปกคลุมอยู่ และเมื่อผ่านกระบวนการทางความร้อนจะไม่มีการเปลี่ยนแปลงใดๆ ยกเว้นมีการหดตัวบางส่วน ดังรูปที่ 2.13 และยังพบว่าเซลลูโลสและเซลลูโลสที่เคลือบด้วยพอลิอะนิลีนจะมีอุณหภูมิการสลายตัวอยู่ที่ช่วง 500-700 องศาเซลเซียส เมื่อให้อุณหภูมิภายใต้บรรยากาศโดยทิ้งสารตกค้างเพียงเล็กน้อย และเมื่อให้อุณหภูมิภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน พบว่าเซลลูโลสที่เคลือบด้วยพอลิอะนิลีนจะมีปริมาณคาร์บอนเพิ่มขึ้นร้อยละ 90 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.13 ภาพ SEM ของ (a) เซลลูโลส, (b) เซลลูโลสคาร์บอนิล, (c) และ (d) เซลลูโลส/พอลิอะครีไนลีน, (e) และ (f) เซลลูโลส/พอลิอะครีไนลีนคาร์บอนิล [41]



รูปที่ 2.14 กราฟ TGA เซลลูโลส, เซลลูโลส/พอลิอะนิลีน และเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนผ่านการคาร์บอนไนซ์ภายใต้บรรยากาศ (a) และภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน (b) [41]



### บทที่ 3

#### วิธีการดำเนินงานวิจัย

##### 3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แบคทีเรียเซลลูโลส (SCOBY bacterial cellulose) เพาะเลี้ยงโดยใช้ kombucha SCOBY starter
2. อะนิลีน (aniline,  $C_6H_5NH_2$ ) ความเข้มข้นร้อยละ 99 โดยปริมาตร สำหรับสังเคราะห์ จากบริษัท ITW Reagents
3. กรดฟอสฟอริก (phosphoric acid,  $H_3PO_4$ ) เกรดวิเคราะห์จากบริษัท Union chemical 1986
4. แอมโมเนียมเพอร์ออกโซไดซัลเฟต (ammonium peroxodisulfate) ความเข้มข้นร้อยละ 98 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท QREC CHEMICAL
5. สีอินดิโก (indigo dye) สี CIBANON OLIVE B01 MD (C.I. Vat Olive B,  $C_{31}H_{15}NO_3$ ) จากบริษัท CIBA
6. โพแทสเซียม ไฮดรอกไซด์ (potassium hydroxide, KOH) ความเข้มข้นร้อยละ 85 โดยปริมาตร เกรดวิเคราะห์ จากบริษัท Ajax Finechem
7. โซเดียมไดไธโอไนต์ (sodium dithionite,  $Na_2S_2O_4$ ) ความเข้มข้นร้อยละ 85 โดยปริมาตร เกรดห้องปฏิบัติการ จากบริษัท KEMAUS
8. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (sodium hydroxide, NaOH)
9. น้ำปราศจากไอออน (deionized water; DI water)

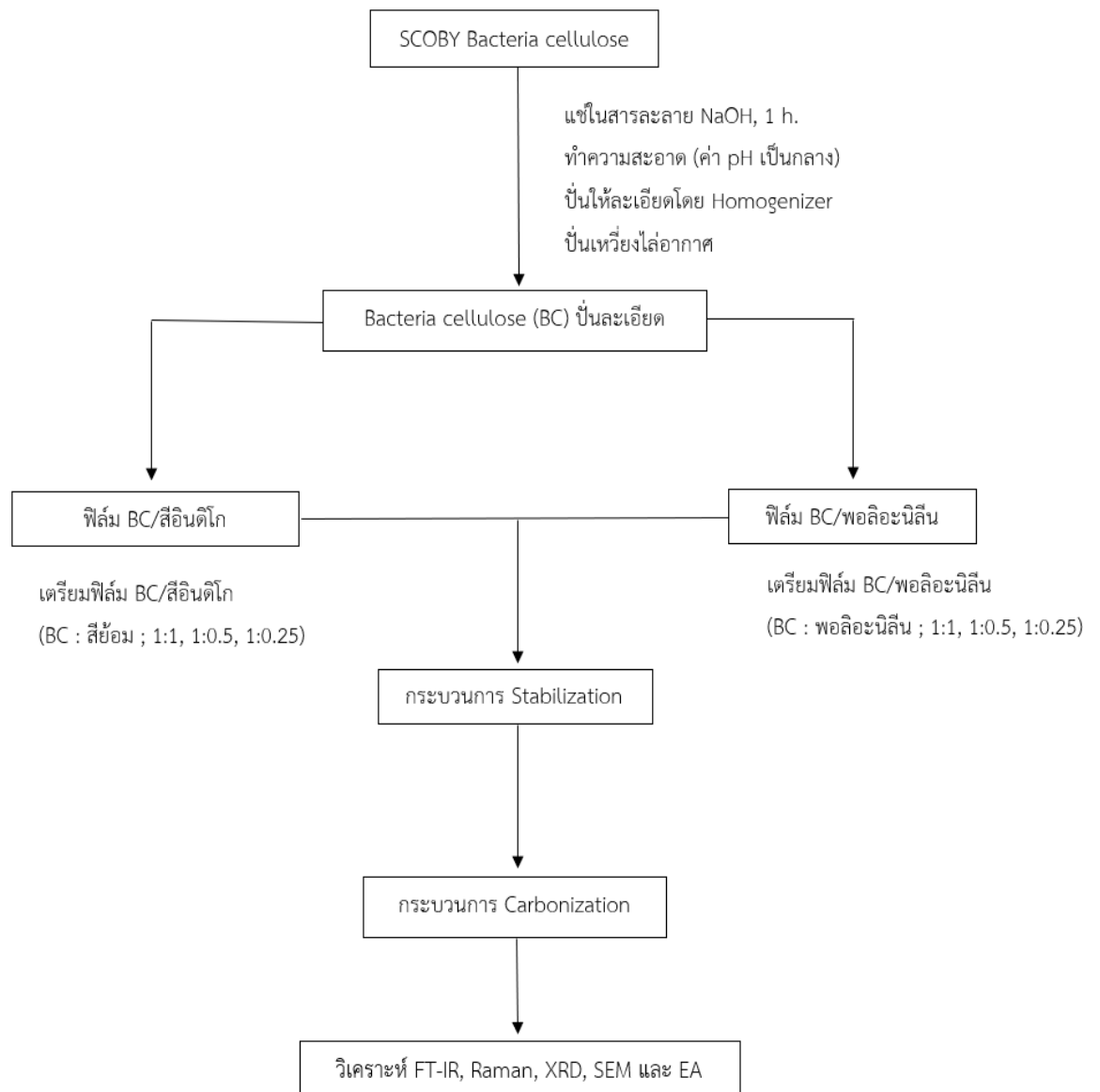
##### 3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. หลอดหยด (dropper)
2. ช้อนตักสาร (spatula)
3. แท่งแก้วคนสาร (stirring rod)
4. หลอดสำหรับเครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge tube) ขนาด 50 มิลลิลิตร
5. ปีกเกอร์ (beaker) ขนาด 50, 100, 250, 1000 มิลลิลิตร
6. เครื่องชั่งน้ำหนัก (balance)
7. เครื่องกวนสารแบบให้ความร้อน (hotplate Stirrer)

8. เครื่องปั่นเหวี่ยงแยกตะกอน (centrifugal machine)
9. จานเพาะเชื้อ (petri dish)
10. เครื่องโฮโมจีไนซ์ (homogenizer)
11. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer, XRD) รุ่น D8 Advance ของบริษัท Bruker ประเทศอังกฤษ
12. เครื่องวิเคราะห์หาองค์ประกอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของสารโดยใช้ความยาวคลื่นช่วงอินฟราเรด (fourier transform infrared spectroscopy, FT-IR) รุ่น Nicolet 6700 บริษัท Thermo Scientific ประเทศเยอรมัน
13. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ((scanning electron microscope, SEM) รุ่น JSM-6480 LV จากบริษัท JEOL
14. เครื่องวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันโครงสร้างคาร์บอนด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มรามานสเปกโตรสโคปี (fourier transform raman spectroscopy) รุ่น Olympus BX41 จากบริษัท Olympus ประเทศญี่ปุ่น
15. เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ (elemental analyzer, EA) รุ่น LECO 628 Series บริษัท LECO ประเทศจีน
16. เครื่องทดสอบเสถียรภาพทางความร้อน (Thermalgravimetric Analysis, TGA) รุ่น STA200 บริษัท Netzsch, ประเทศเยอรมัน
17. เครื่องทดสอบสมบัติเคมีไฟฟ้า (potentiostat/galvanostat instrument) รุ่น PGSTAT204 จากบริษัท Metrohm Autolab B.V. ประเทศเนเธอร์แลนด์
18. เตาเผาความร้อนสูง (chamber Furnace) รุ่น CWF 1200 จากบริษัท Carbolite Gero และรุ่น Hi-Multi 2000 จากบริษัท Fuji Dempa

### 3.3 แผนภูมิขั้นตอนการทดลอง

แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียม ทดสอบ และวิเคราะห์คุณลักษณะของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนและแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีย้อม



รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการเตรียม ทดสอบ และวิเคราะห์คุณลักษณะ

### 3.4 ขั้นตอนดำเนินงานวิจัย

#### 3.4.1. การเตรียมแบคทีเรียลเซลลูโลส

วัตถุดิบที่ใช้คือแบคทีเรียลเซลลูโลสไฮโดรเจล นำแบคทีเรียลเซลลูโลสมาต้มในสารละลาย 0.1 N NaOH เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นล้างทำความสะอาดจนได้ค่า pH เป็นกลาง ทำการปั่นให้ละเอียดโดยใช้ homogenizer ที่ความเร็วรอบ 4000 รอบต่อนาที จนได้เซลลูโลสในรูปสารแขวนลอย จากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อกำจัดเอาฟองอากาศออก ก่อนจะนำไปเตรียมเป็นฟิล์มในขั้นตอนต่อไป

#### 3.4.2 การเตรียมฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน

เตรียมแบคทีเรียลเซลลูโลส : อะนิลีน ในอัตราส่วน 1: 1, 1 : 0.5, 1 : 0.25 โดยทุกสูตรจะชั่งแบคทีเรียลเซลลูโลส 10 กรัม สารละลายอะนิลีนฟอสเฟต (aniline phosphate) เตรียมโดยการหยดสารละลายกรดฟอสฟอริกลงในบีกเกอร์ของหยดน้ำมันอะนิลีน จนกระทั่งได้สารละลายอย่างสมบูรณ์ จึงนำไปผสมกับกับแบคทีเรียลเซลลูโลสที่เตรียมไว้ จากนั้นเติมสารละลายแอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟตที่อัตราส่วนต่ออะนิลีนที่ 1.25 โมล (โดยใช้ที่อุณหภูมิ 0-5 องศาเซลเซียส) พร้อมทั้งกวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน ปฏิกริยาจะดำเนินไปเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นเทแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนลงบนฐานฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส (support) จากนั้นทำการอบแห้งภายในตู้อบเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการล้างสิ่งสกปรกออกจนสมบูรณ์และปล่อยให้แห้งในอากาศ ก่อนเข้าสู่กระบวนการสเตปป์ไลเซชัน และกระบวนการคาร์บอนเซชัน

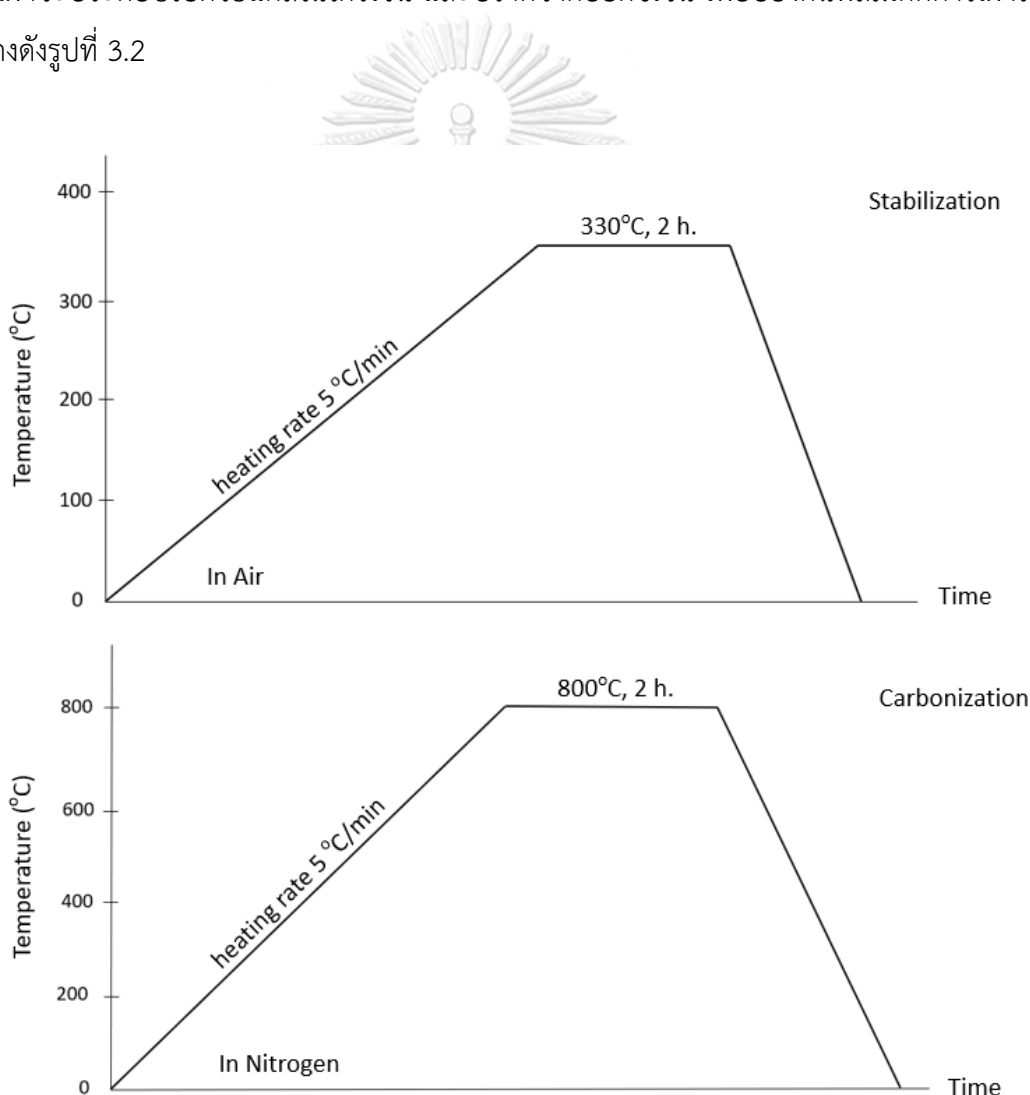
#### 3.4.3. เตรียมฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดิโก

เตรียมแบคทีเรียลเซลลูโลส : สียินดิโก ในอัตราส่วน 1: 1, 1 : 0.5, 1 : 0.25 โดยทุกสูตรจะชั่งแบคทีเรียลเซลลูโลส 10 กรัม เตรียมสารละลายสียินดิโก โดยการผสมสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ลงในสียินดิโกที่กระจายในน้ำ จากนั้นหยดสารละลายโซเดียมไดไทโอไนต์ จนกระทั่งได้สารละลายอย่างสมบูรณ์ และนำไปผสมกับกับแบคทีเรียลเซลลูโลส พร้อมทั้งกวนให้เป็นเนื้อเดียวกัน เทแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดิกลงบนจานเพาะเชื้อ ทำการอบแห้งภายในตู้อบเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำการล้างปรับสภาพให้เป็นกลาง และปล่อยให้แห้งในอากาศ จากนั้นแช่ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดิโก ในสารละลายกรดฟอสฟอริก ร้อยละ 20 โดยน้ำหนักฟิล์ม ก่อนเข้าสู่กระบวนการสเตปป์ไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนเซชัน



### 3.4.4. กระบวนการสแตบิไลเซชัน (stabilization) และกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (carbonization)

ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียินดิโกจะผ่านกระบวนการสแตบิไลเซชันด้วยความร้อน โดยใช้เตาเผาความร้อนสูงภายใต้บรรยากาศที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียส มีอัตราการความร้อนอยู่ที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และคงไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำฟิล์มที่ได้มาเข้ากระบวนการคาร์บอนไนเซชัน โดยจะให้ความร้อนที่เพิ่มสูงขึ้นที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส อัตราความร้อนอยู่ที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และคงไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยที่ภายในเตาเผาจะประกอบไปด้วยแก๊สไนโตรเจน และปราศจากออกซิเจน เพื่อป้องกันฟิล์มเกิดการเผาไหม้ แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เทอร์โมแกรมช่วงอุณหภูมิของกระบวนการสแตบิไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน

### 3.5 การตรวจสอบและทดสอบสมบัติต่างๆ

#### 3.5.1 การวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบทางโครงสร้างเคมีในตัวอย่าง

หมู่ฟังก์ชันของฟิล์มที่ผ่านกระบวนการสเปกโทรสโกปีเลเซอร์ด้วยความร้อนและคาร์บอนไนเซชันถูกวิเคราะห์ผลโดยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) ในช่วงคลื่น  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  โดยขึ้นรูปชิ้นงานทดสอบด้วยการบดผสมสารตัวอย่างกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) จากนั้นเตรียมตัวอย่างด้วยการอัดให้เป็นแผ่น โดยใช้เครื่องอัดแรงดันสูง เพื่อดูลักษณะหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของสารตัวอย่าง



รูปที่ 3.3 เครื่องวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบทางโครงสร้างเคมีของสารโดยใช้ความยาวคลื่นช่วงอินฟราเรด รุ่น Nicolet 6700

#### 3.5.2 วิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบทางโครงสร้างคาร์บอนในตัวอย่าง

หมู่ฟังก์ชันของคาร์บอนของฟิล์มคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนถูกวิเคราะห์โดยฟูเรียร์ทรานสฟอร์มรามานสเปกโทรสโกปี (fourier transform raman spectroscopy) ในช่วงยาวความคลื่น  $2000 - 1000 \text{ cm}^{-1}$  จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Raman Shift กับ Raman Intensity โดยจะพบพีค D-Band คือความผิดปกติหรือข้อบกพร่องภายในโครงสร้างคาร์บอนและ G-Band แสดงถึงการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบของโครงสร้างคาร์บอน โดยนำชิ้นงานทดสอบวางบนกระจกสไลด์ เพื่อดูลักษณะหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอนในชิ้นงานตัวอย่าง



รูปที่ 3.4 เครื่องวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันฟูเรียร์ทรานสฟอร์มรามานสเปกโตรสโคปี  
รุ่น Olympus BX41

### 3.5.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของชิ้นงานตัวอย่าง

ผลึกที่เกิดขึ้นของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมได้ถูกวิเคราะห์ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction; XRD) โดยรังสีเอกซ์ ตั้งแต่มุม 5 ถึง 80 องศา ที่อัตราความเร็ว 5 องศา ต่อนาที โดยใช้รังสีเอกซ์จากทองแดง ( $\text{CuK}\alpha$ )



รูปที่ 3.5 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รุ่น D8 Advance

### 3.5.4 วิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง

ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มคาร์บอนหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนถูกตรวจสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) โดยนำชิ้นงานตัวอย่างตัดเป็นชิ้นพอดีติดบนแท่งทองเหลือง และเคลือบด้วยทองเพื่อให้นำไฟฟ้าได้ดีขึ้น หลังจากนั้นนำเข้าเครื่องเพื่อดูลักษณะสัณฐานวิทยาของชิ้นงานทดสอบ



รูปที่ 3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JSM-6480LV

### 3.5.5 วิเคราะห์องค์ประกอบและปริมาณธาตุ

องค์ประกอบและปริมาณธาตุของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมได้ถูกตรวจสอบโดยใช้เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ (elemental analyzer, EA) โดยนำชิ้นงานตัวอย่างบดเป็นผงละเอียดและนำเข้าเครื่องทดสอบเพื่อดูปริมาณองค์ประกอบของธาตุ



รูปที่ 3.7 เครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ รุ่น LECO 628 Series

### 3.5.6 วิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermalgravimetric Analysis (TGA)

อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนเริ่มต้นของแบคทีเรียเซลลูโลสและแบคทีเรียเซลลูโลสที่เติมสารช่วยในการหน่วงไฟ จะถูกตรวจสอบโดยใช้เครื่องทดสอบเสถียรภาพทางความร้อน (thermalgravimetric analysis, TGA) โดยใช้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 100 - 200 องศาเซลเซียส ที่อัตราการความร้อน 2 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศ และจากนั้นเพิ่มอัตราการความร้อนเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิ 200 - 600 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.8 ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อน รุ่น STA200

### 3.5.7 การวิเคราะห์ความสามารถในการเก็บประจุ

สมบัติการเก็บประจุไฟฟ้าประกอบด้วย 2 เทคนิค คือวิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (cyclic Voltammetry, CV) และเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (galvanostatic charge-discharge, GCD) ด้วยเครื่อง Potentiostat/galvanostat instrument

1. เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมทรี (cyclic voltammetry; CV) โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าในช่วง -0.3 ถึง 0.45 โวลต์ อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 ถึง 100 mV/s เพื่อดูกระแสไฟฟ้าที่เปลี่ยนไปต่อช่วงของศักย์ไฟฟ้า (potential window)

2. เทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (galvanostatic charge-discharge; GCD) โดยกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 ถึง 10 A/g ในช่วงศักย์ไฟฟ้าเดียวกัน เพื่อดูระยะเวลาในการเก็บและคายประจุไฟฟ้าต่อช่วงของศักย์ไฟฟ้าปฏิกิริยาของไฮโดรเจน (hydrogen evolution)

ตัวอย่างจะถูกเตรียมเป็นขั้วอิเล็กโทรดโดยการนำมาผสมกับผงคาร์บอนนำไฟฟ้า (conductive carbon black) และพอลิเทตระฟลูออโรเอทีลีน (PTFE) ในอัตราส่วน 70:20:10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ จากนั้นนำมาบดให้เป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งสามารถใช้เอทานอลในการช่วยผสมทำการปาดสารผสมที่ได้บนโพลีเมติกเจลที่มีขนาดประมาณ 1x2.5 เซนติเมตร ให้มีเนื้อของสารผสมอยู่บนโพลีเมติกเจลบางและเรียบ จากนั้นอบขั้วอิเล็กโทรดที่เตรียมได้ในตู้อบสารที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นจะทำการศึกษาสมบัติการเก็บประจุไฟฟ้าด้วยการทดสอบแบบ 3 อิเล็กโทรด โดยมี platinum plate ที่มีขนาด 1x2 เซนติเมตร เป็นขั้วอิเล็กโทรดกระแส (counter electrode) และ Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (reference electrode) และจะทำการทดสอบในสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้นร้อยละ 3 โมลาร์ ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ โดยการทดสอบด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีจะทำการทดสอบที่ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า 0-0.5 โวลต์ ที่อัตราการสแกน 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 มิลลิโวลต์ต่อวินาที ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (specific capacitance) จะถูกคำนวณจากพื้นที่ใต้กราฟ โดยมีสูตรการคำนวณดังนี้

$$C_S = (\int I dV) / (2V \times m\Delta V)$$

เมื่อ  $C_S$  = ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (F/g)

$I$  = กระแสไฟฟ้า (A)

$V$  = ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า (จาก  $V_a$  ถึง  $V_b$ ) (V)  
= อัตราการสแกน (mV/s)

$m$  = มวลของวัสดุที่ทดสอบ (g)

สำหรับการทดสอบด้วยเทคนิคกลวงออสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จจะทำการทดสอบที่ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า 0-0.45 โวลต์ ที่อัตราการให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1, 3, 5, 7 และ 10 แอมแปร์ต่อกรัม ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (specific capacitance) จะถูกคำนวณจากช่วงดิสชาร์จของกราฟ โดยมีสูตรการคำนวณดังนี้

$$C_S = (I\Delta t) / (m\Delta V)$$

- เมื่อ  $C_S$  = ค่าความจุไฟฟ้าจำเพาะ (F/g)  
 $I$  = ค่ากระแสไฟฟ้าที่ให้ในอัตราคงที่ (A)  
 $t$  = เวลาที่ใช้ในช่วงดิสชาร์จ (s)  
 $\Delta V$  = ช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า (V)  
 $m$  = มวลของวัสดุที่ทดสอบ (g)



CHULALONGKORN UNIVERSITY

รูปที่ 3.9 เครื่องทดสอบสมบัติเคมีไฟฟ้า รุ่น PGSTAT204



## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

#### 4.1 การเตรียมฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก

4.1.1 ผลการวิเคราะห์รูปร่างของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกก่อนกระบวนการคาร์บอนไนเซชันและวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA

รูปร่างลักษณะของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสที่เติมด้วยสียอินดิโกในอัตราส่วน 1 : 1, 1 : 0.5 และ 1 : 0.5 จะแสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก (BC : DYE) ที่เตรียมได้จะมีสีที่เข้มขึ้นตามอัตราส่วนของสียอินดิโกที่เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด

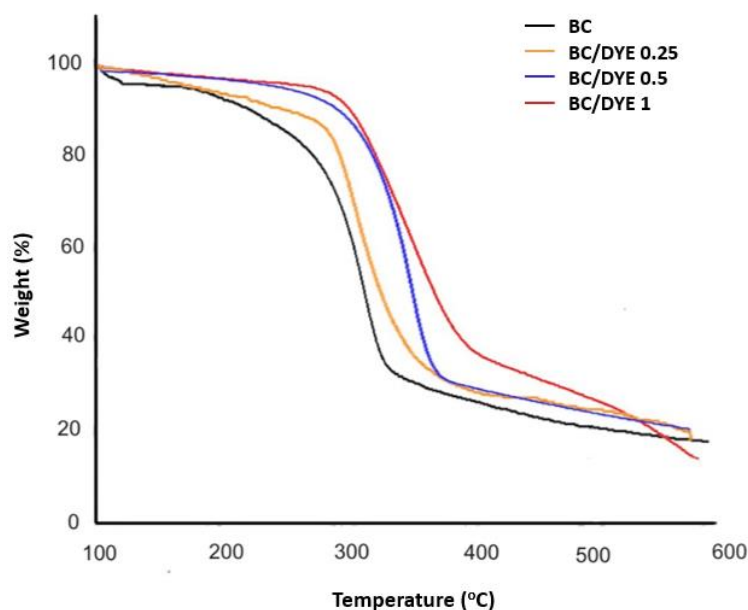


รูปที่ 4.1 ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก ; (a) ฟิล์ม BC, (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.25, (c) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.5 และ (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 1

เพื่อให้ได้อุณหภูมิในกระบวนการสเทปไลเซชันจึงทำการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกในอัตราส่วนที่กล่าวมาข้างต้นจะแสดงดังรูปที่ 4.2 โดยใช้อุณหภูมิเริ่มต้นที่ 100 – 200 องศาเซลเซียส ในอัตราความร้อน 2 องศาเซลเซียสต่อนาที และเพิ่มเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากอุณหภูมิ 200 – 600 องศาเซลเซียส พบว่าตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสจะมีอุณหภูมิการสลายตัวเริ่มต้นอยู่ที่ 280 องศาเซลเซียส ซึ่งเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาการคายน้ำของโครงสร้างหลักของเซลลูโลสและจากปฏิกิริยาฟอสฟอรีเลชัน จากนั้นการสลายตัวของแบคทีเรียลเซลลูโลสจะลดลงอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และในกรณีของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก จะพบว่าอุณหภูมิการสลายตัวเริ่มต้นจะเพิ่มสูงขึ้นตามอัตราส่วนของสียอินดิโก (อัตราส่วนสียอินดิโก 0.25 0.5 และ 1) โดยจะอยู่ที่ 288 300 และ 330 องศาเซลเซียส ตามลำดับ บอกรได้ว่าสียอินดิโกที่มีองค์ประกอบของไนโตรเจนจะ



ช่วยป้องกันการสลายตัวของแบคทีเรียลเซลลูโลสได้ และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นการสลายตัวของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกจะยังคงดำเนินต่อไปเช่นเดียวกับฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสแต่มีอัตราที่ช้ากว่า

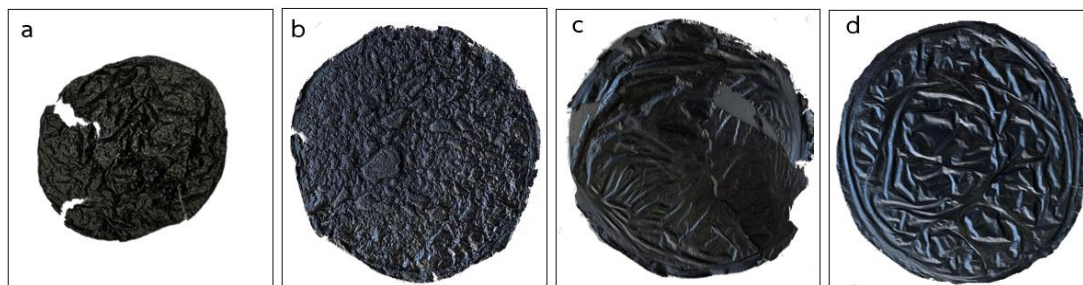


รูปที่ 4.2 เทอร์โมแกรมอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก

4.1.2 ผลการวิเคราะห์รูปร่าง ขนาดและเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกหลังผ่านกระบวนการคาร์บอนเซชัน

ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกหลังผ่านกระบวนการสตีไลเซชัน ที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนเซชัน ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะแสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่าฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส (BC) ที่ผ่านกระบวนการสตีไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนเซชันจะมีลักษณะรูปร่างลักษณะที่ขรุขระ มีริ้วรอย และมีการหดตัวทำให้มีขนาดเล็กลง (รูปที่ 4.3 (a)) ซึ่งเป็นผลมาจากการระเหยของก๊าซเนื่องจากการเสื่อมสภาพของแบคทีเรียลเซลลูโลส ในลักษณะเดียวกันฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก ในอัตราส่วน 1 : 0.25 จะมีลักษณะรูปร่างที่ขรุขระและมีริ้วรอย (รูปที่ 4.3 (b)) แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนปริมาณของสียอินดิโกเป็น 1 : 0.5 และ 1 : 1 ส่งผลให้ฟิล์มมีลักษณะรูปร่างที่เสถียรขึ้น มีพื้นผิวเรียบขึ้น ไม่ขรุขระ ดังรูปที่ 4.3 (c) และ (d) ปริมาณของสียอินดิโกที่เพิ่มขึ้นช่วยยับยั้งการเสื่อมสภาพของแบคทีเรียลเซลลูโลส

เป็นผลมาจากองค์ประกอบของไนโตรเจนในสีย้อมอินดิโกและกรดฟอสฟอรัส ที่ช่วยทำให้ฟิล์มที่ได้มีความเสถียรในการคงรูปมากยิ่งขึ้น



รูปที่ 4.3 ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีย้อมอินดิโกที่ผ่านกระบวนการสตีปิลเซชันและกระบวนการคาร์บอนเซชัน ; (a) ฟิล์ม BC, (b) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.25, (c) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.5 และ (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 1

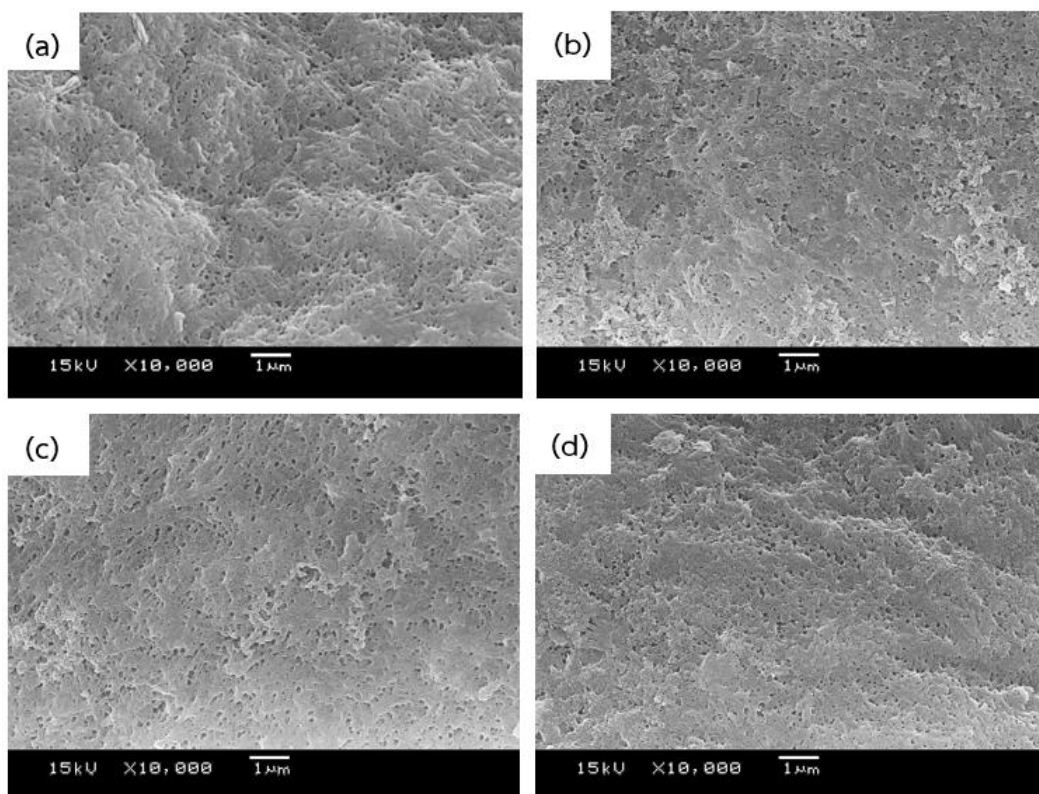
เปอร์เซ็นต์ขนาดและการสูญเสียน้ำหนักของฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีย้อมอินดิโก สรุปไว้ในตารางที่ 4.1 พบว่าเนื่องจากอัตราการให้ความร้อนที่รวดเร็วและอุณหภูมิในกระบวนการสตีปิลเซชันที่ไม่เหมาะสม จึงทำให้ตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสมีเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักที่สูงอยู่ที่ร้อยละ 97 และเมื่อมีการเติมสีย้อมอินดิโกจะทำให้เปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักลดลงอย่างเห็นได้ชัด ตามอัตราส่วนของสีย้อมอินดิโกที่เพิ่มขึ้น จึงยืนยันได้ว่าสีย้อมอินดิโกช่วยเพิ่มความเสถียรทางความร้อนได้

ตารางที่ 4.1 ขนาดและเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักของฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีย้อมอินดิโก

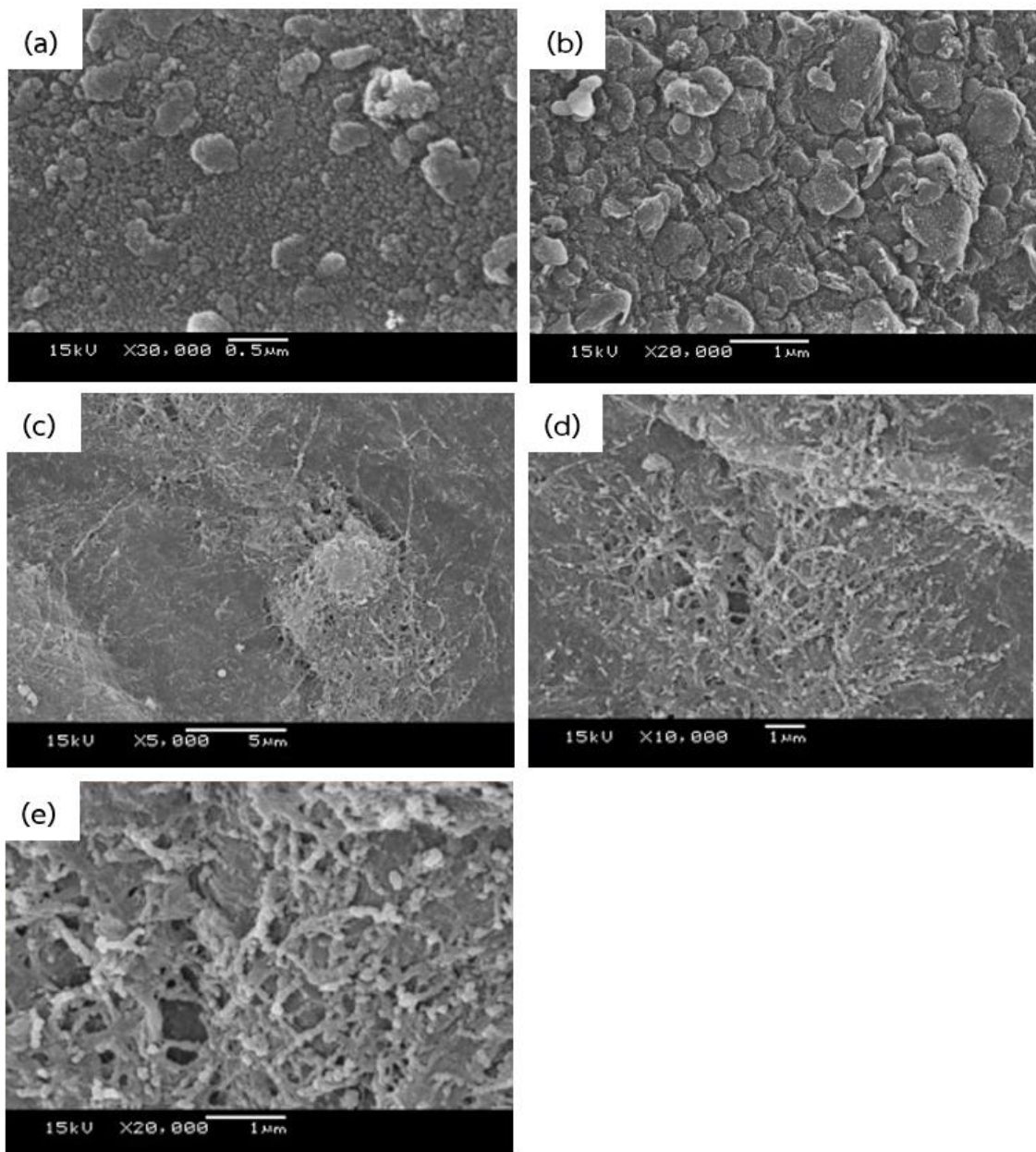
Sample	Weight loss (%)	Dimensional change (%)
	Stabilized/carbonized	Stabilized/carbonized
BC	97.20	56.25
BC : DYE 0.25	79.24	28.75
BC : DYE 0.5	82.14	18.75
BC : DYE 1	77.67	18.75

#### 4.1.3 วิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก

การศึกษาสัณฐานวิทยาระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก จากรูปที่ 4.4 พบว่าก่อนผ่านกระบวนการทางความร้อนฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส (BC) จะเห็นลักษณะโครงสร้างของเส้นใยเซลลูโลสที่ซ้อนทับกันเป็นร่างแหที่หนาแน่น ดังภาพที่ 4.4 (a) และในกรณีของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก (BC : DYE) ในทุกอัตราส่วนจะไม่เห็นโครงสร้างที่เป็นรูพรุนของเส้นใยเนื่องจากสีย้อมได้ปกคลุมอยู่ ดังภาพที่ 4.4 (b)-(d) และเมื่อฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสผ่านกระบวนการสเตบิไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน จะเห็นลักษณะของอนุภาคขนาดต่างๆ และมีพื้นผิวที่ไม่เรียบ ดังรูปที่ 4.5 (a) และ (b) ในขณะที่ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกจะสังเกตเห็นโครงสร้างที่เป็นรูพรุนภายในตัวอย่างหลังจากผ่านกระบวนการทางความร้อนทั้ง 2 ชั้น ดังภาพที่ 4.5 (c)-(e)



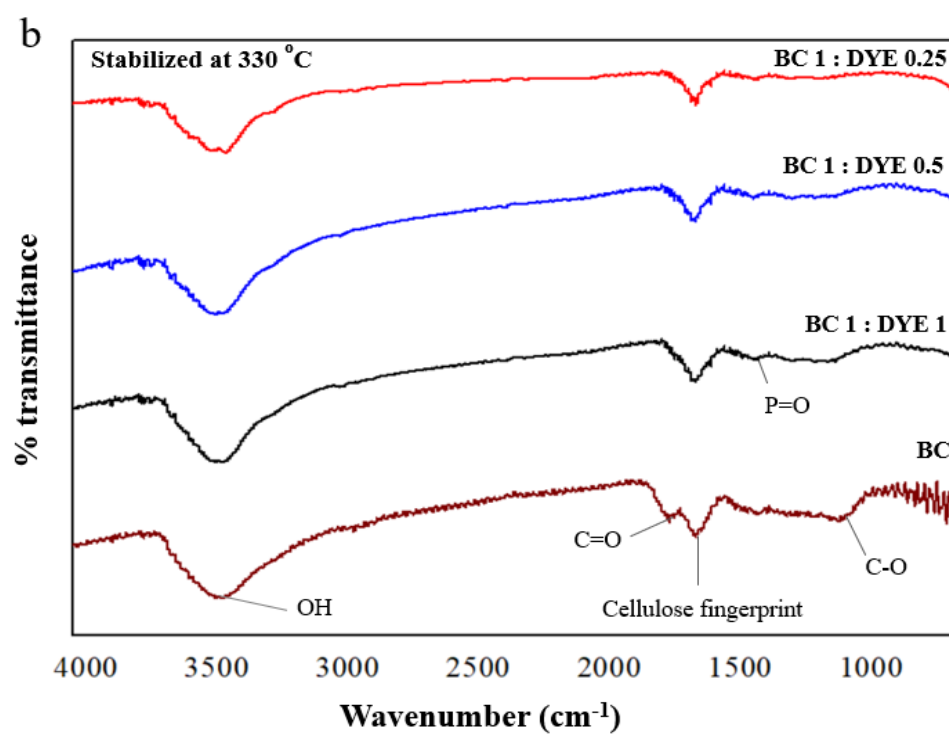
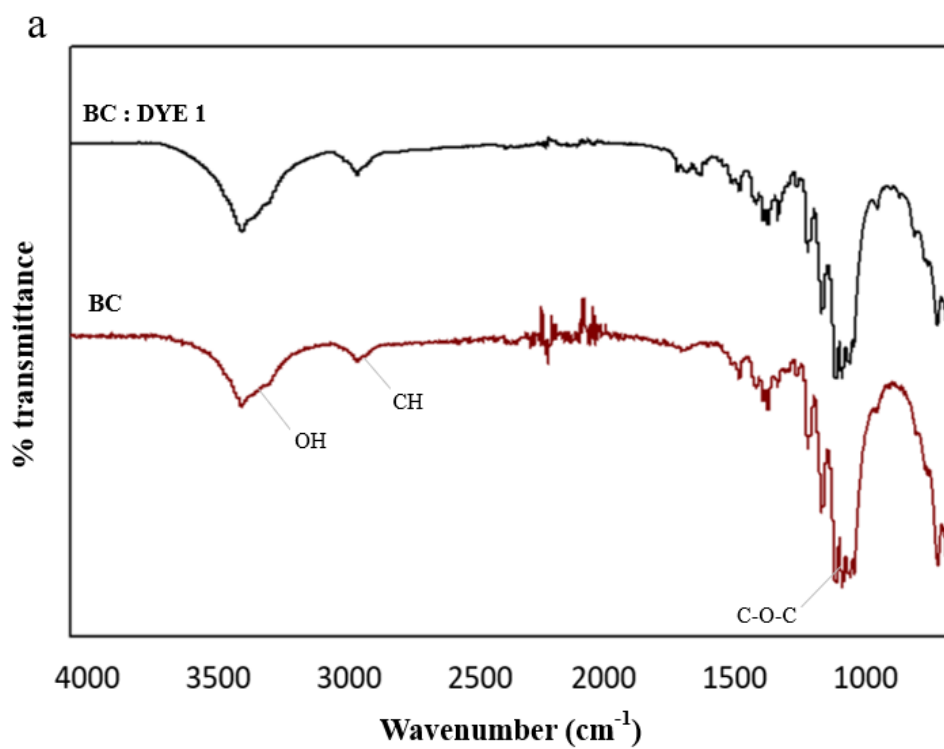
รูปที่ 4.4 สัณฐานวิทยาของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก ; (a) ฟิล์ม BC, (b) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.25, (c) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 0.5 และ (d) ฟิล์ม BC/DYE 1 : 1



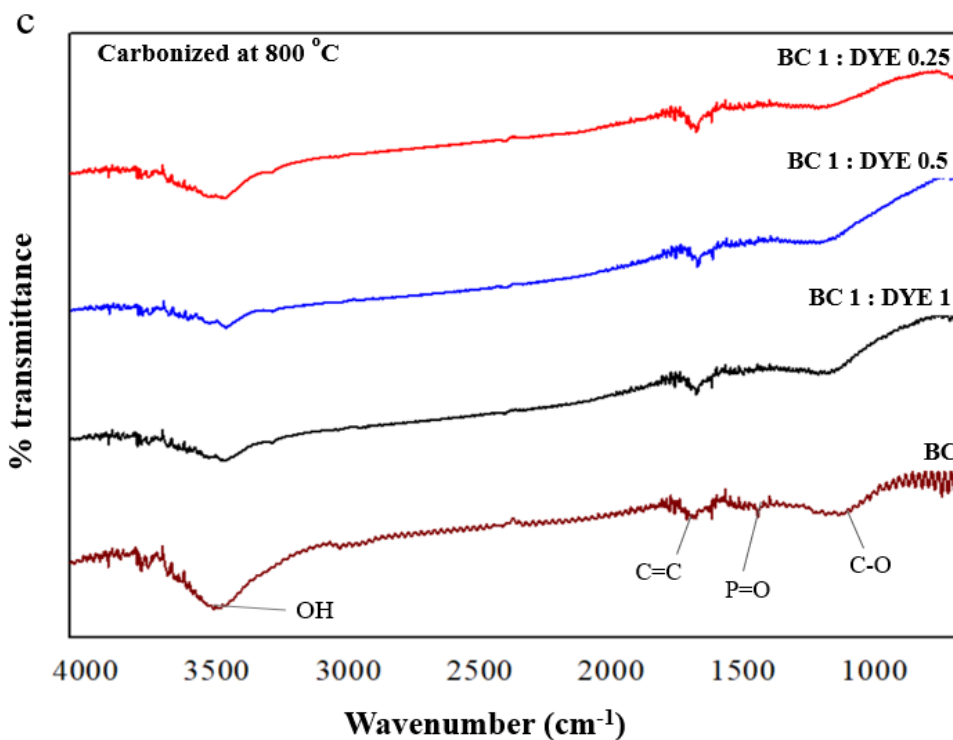
รูปที่ 4.5 สัณฐานวิทยาของฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/สียอินดิโก ; (a) stabilized BC, (b) carbonized BC และ (c)-(e) stabilized และ carbonized BC/DYE

#### 4.1.4 ผลการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโก

การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของฟิล์มที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโกที่ผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน ที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี ตั้งแต่เลขคลื่น  $4000-400\text{ cm}^{-1}$  จากผลการตรวจสอบรูปที่ 4.6 พบว่าสเปกตรัมของ FT-IR ในตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส (BC) ก่อนกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน (รูปที่ 4.6 (a)) พบสัญญาณการดูดกลืนที่บริเวณเลขคลื่น (Wave Number)  $3200-3400\text{ cm}^{-1}$  ซึ่งคือกลุ่มไฮดรอกซิล (O-H) และที่บริเวณเลขคลื่น 2900, 1160, 1110-1060 เป็นการยืดพันธะ (stretching) ของ C-H, C-O-C และ C-O-H ตามลำดับ แสดงถึงโครงสร้างหลักของเซลลูโลส เมื่อตัวอย่างผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชันเกิดการออกซิไดซ์อย่างเห็นได้ชัด โดยจะพบสัญญาณการดูดกลืนที่บริเวณเลขคลื่นที่  $1720\text{ cm}^{-1}$  ของหมู่คาร์บอนิล ซึ่งในกรณีของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโก (BC : DYE) ในทุกอัตราส่วนจะไม่พบกลุ่มของคาร์บอนิล เนื่องจากโครงสร้างของสีย้อมซึ่งมีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบช่วยยับยั้งการออกซิไดซ์และการสลายตัวจากกระบวนการทางความร้อน และในบริเวณ  $1200-1250\text{ cm}^{-1}$  คือกลุ่มฟอสเฟต (P=O) บ่งชี้ว่าปฏิกิริยาออกซิเดชันและฟอสฟอรีเลชัน (phosphorylation) เกิดขึ้นพร้อมกัน ที่บริเวณระหว่าง  $3200-3400\text{ cm}^{-1}$  คือกลุ่มไฮดรอกซิล บวกถึงโครงสร้างหลังของเซลลูโลสไฮดรอกซิลยังคงมีอยู่หลังจากกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน จากนั้นความเข้มของพีคจะลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน บ่งชี้ถึงการสูญเสียกลุ่มฟังก์ชันของเซลลูโลสอันเนื่องมาจากกระบวนการทางความร้อน และที่บริเวณ  $1600\text{ cm}^{-1}$  ความเข้มของพีคเริ่มลดลงหลังผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน หมายถึงเกิดการเปลี่ยนเซลลูโลสเป็นคาร์บอน

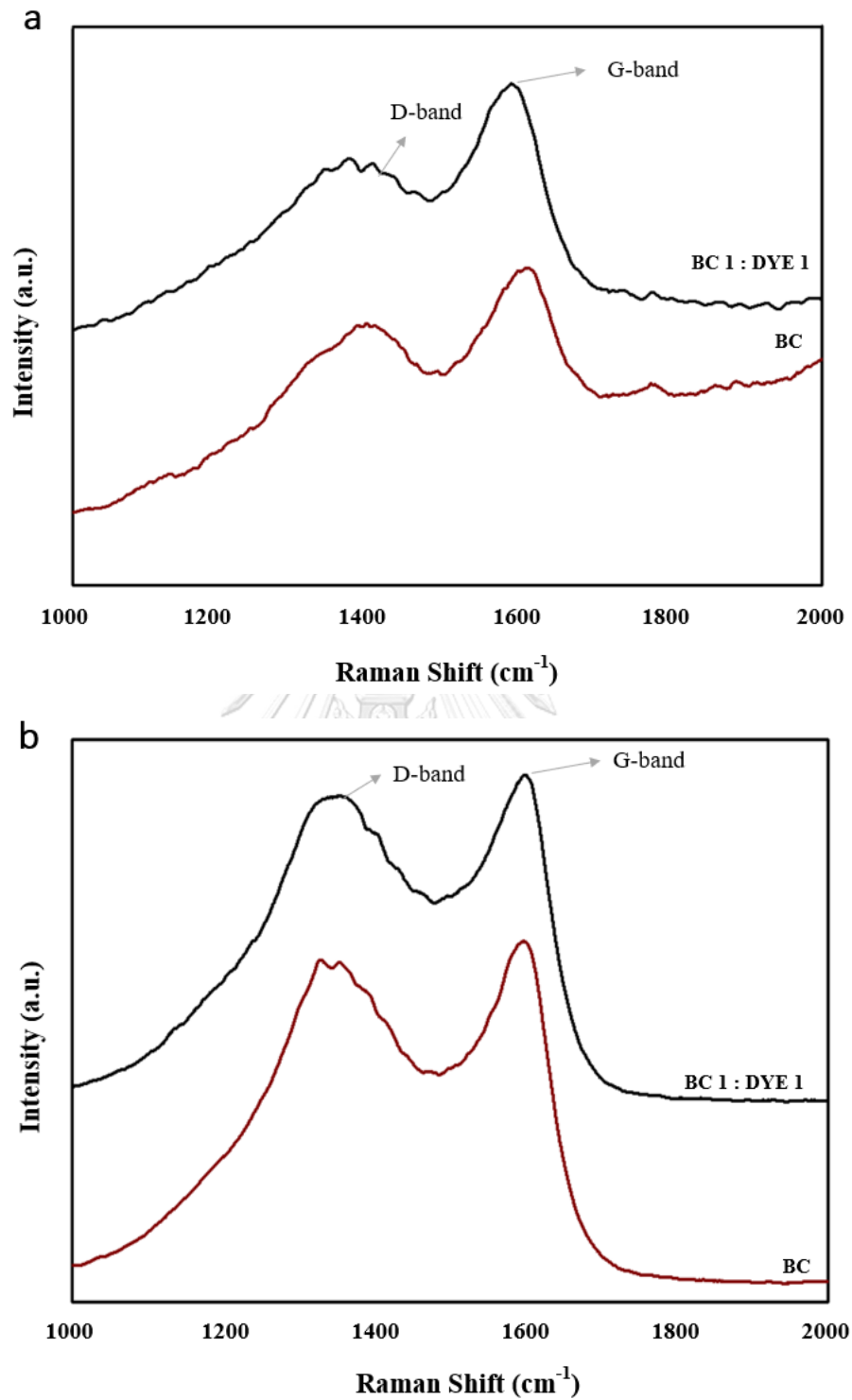






รูปที่ 4.6 สเปกตรัม FT-IR ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก (a), ผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน (b) และกระบวนการคาร์บอนเซชัน (c)

เพื่อยืนยันโครงสร้างคาร์บอนของฟิล์มคาร์บอนจึงทำการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างโดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มมามานสเปกโทรสโคปี ตั้งแต่เลขคลื่น 2000-1000  $\text{cm}^{-1}$  จะแสดงดังรูปที่ 4.7 จะเห็นได้อย่างชัดเจนว่ารามานสเปกตรัมของคาร์บอนที่บริเวณเลขคลื่นที่ 1350  $\text{cm}^{-1}$  และ 1600  $\text{cm}^{-1}$  เป็นตำแหน่งของ D-band (disorder or defected) และ G-band (graphite) ตามลำดับ โดย D band คือความผิดปกติหรือข้อบกพร่องภายในโครงสร้างคาร์บอน ส่วน G band แสดงถึงการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบของโครงสร้างคาร์บอน และเมื่อคำนวณค่า Intensity ratio ( $I_D/I_G$ ) เพื่อบอกถึงลักษณะการจัดเรียงตัวของคาร์บอนจะพบว่า ค่า  $I_D/I_G$  ของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนเซชันอยู่ที่ 1.57 และ 1.48 สำหรับฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก ตามลำดับ ซึ่งอัตราส่วนที่ต่ำกว่าบ่งชี้ถึงการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบที่ดีกว่า บอกได้ว่าสียอินดิโกมีส่วนในการช่วยปรับปรุงการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบของคาร์บอน

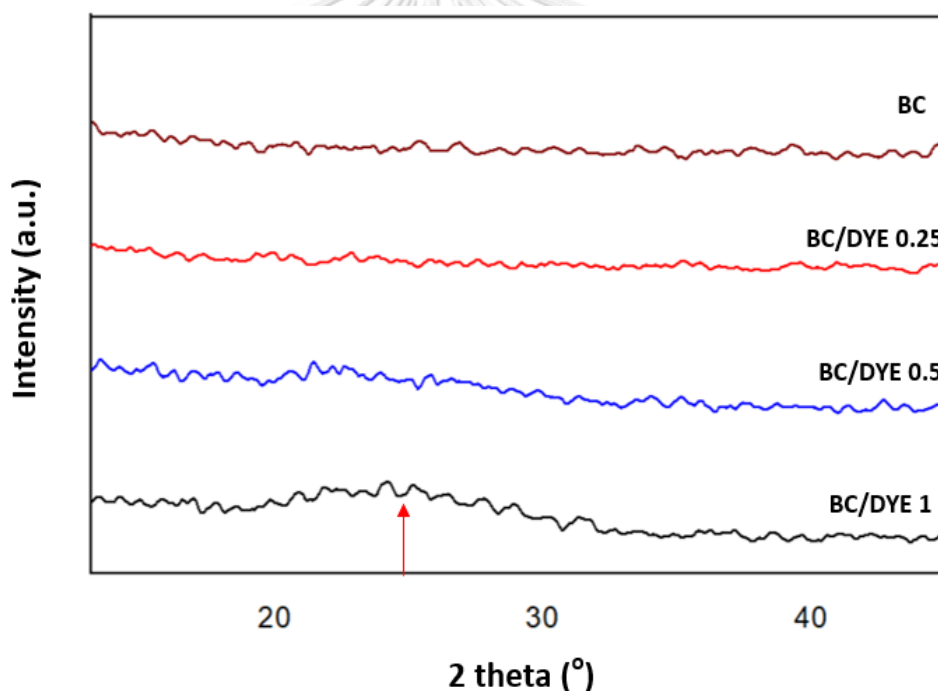


รูปที่ 4.7 สเปกตรัม Raman ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกที่ผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน (a) และกระบวนการคาร์บอนิเซชัน (b)



#### 4.1.5 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกที่ผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน ที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโทรสโคปี โดยการให้รังสีจากทองแดง ( $\text{CuK}\alpha$ ) ดังรูปที่ 4.8 ได้ตรวจสอบตั้งแต่มุมที่ 5 ถึง 80 องศา พบว่าในตัวอย่าง BC ที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนทั้ง 2 ชั้นมาแล้วนั้นไม่มีการเปลี่ยนแปลงหรือมีสัญญาณพีคปรากฏ แต่ในกรณีของตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกเริ่มมีสัญญาณพีคให้เห็นชัดเจนตามอัตราส่วนของสีย้อม ซึ่งสัญญาณพีคจะอยู่ที่มุม  $2\theta$  26 องศา บอกได้ว่าปริมาณสีย้อมมีบทบาทสำคัญในการกระตุ้นให้เกิดโครงสร้างคาร์บอน



รูปที่ 4.8 XRD ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน

#### 4.1.6 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโก

จากการตรวจสอบองค์ประกอบและปริมาณของธาตุภายในตัวอย่างฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกที่ผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน ที่อุณหภูมิ 330 องศา

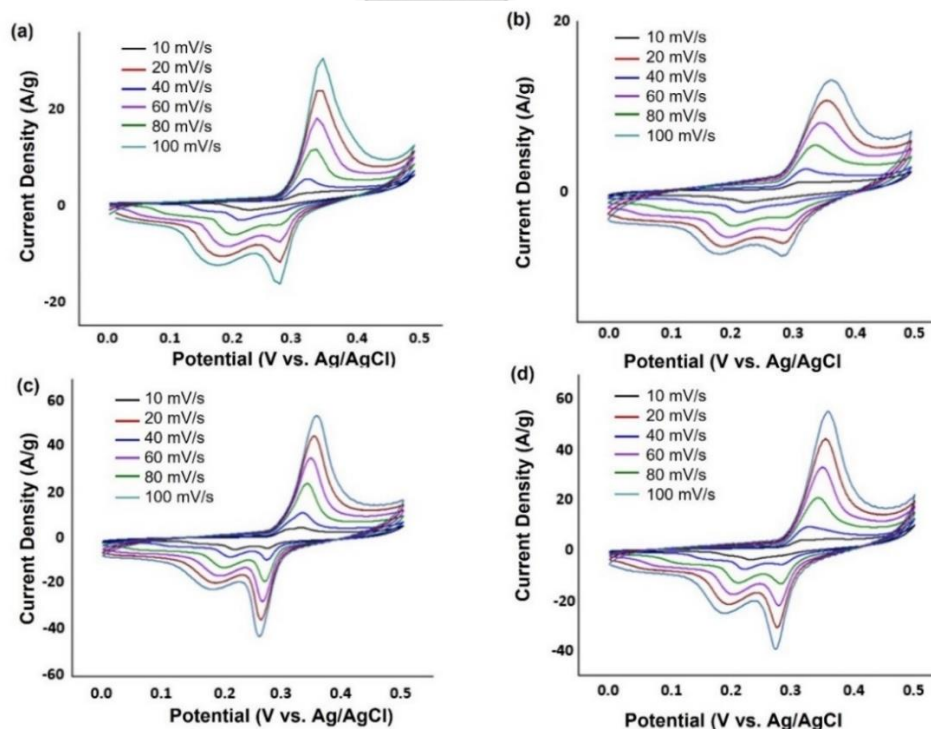
เซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จากตารางที่ 4.2 เห็นได้ว่า ปริมาณองค์ประกอบของธาตุในตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส (BC) หลังผ่านกระบวนการ สเตปไลเซชัน จะมี C อยู่ร้อยละ 56.6, H อยู่ร้อยละ 1.01 และ N อยู่ร้อยละ 2 โดยน้ำหนักและ ปริมาณ C จะเพิ่มสูงขึ้นเมื่อตัวอย่าง BC ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 800 องศา เซลเซียส โดยพบว่ามีปริมาณ C อยู่ร้อยละ 67.8 และในกรณีของตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/ สีอินดิโก (BC : DYE) ในทุกอัตราส่วนเมื่อผ่านกระบวนการสเตปไลเซชันอุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียส จะมีปริมาณของ C ที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับตัวอย่าง BC โดยที่ BC : DYE 0.25 มี C อยู่ร้อยละ 69.5, BC : DYE 0.5 มี C อยู่ร้อยละ 70.6 และ BC : DYE 1 มี C อยู่ร้อยละ 70 และ ปริมาณของ C จะเพิ่มสูงขึ้นเมื่อตัวอย่าง BC : DYE ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน นอกจากนี้ปริมาณของ H และ N ก็จะลดลงเช่นกันเมื่อให้ความร้อนเพิ่มมากขึ้น บอกได้ว่าสีอินดิโกสามารถช่วยป้องกันการสลายตัว จากความร้อนทำให้เกิดคาร์บอนได้อย่างต่อเนื่องและมากกว่าในกระบวนการทางความร้อนแบบ เดียวกันเมื่อเทียบกับตัวอย่าง BC

ตารางที่ 4.2 ปริมาณ C, H และ N หลังผ่านกระบวนการสเตปไลเซชันและกระบวนการ คาร์บอนไนเซชัน

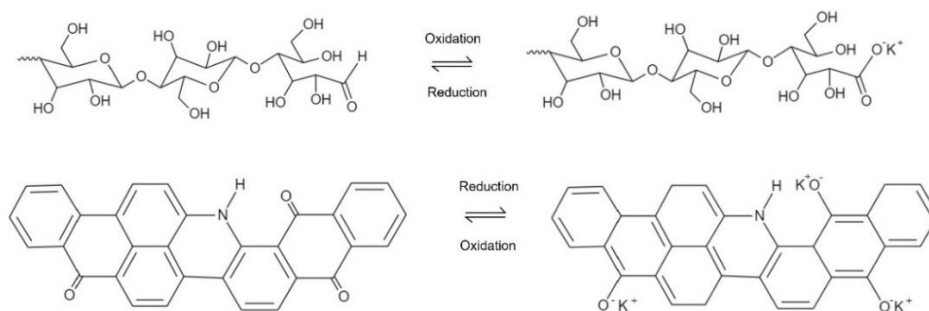
Sample	Elemental analysis (EA) (wt%)					
	Stabilization at 400 °C			Carbonization at 800 °C		
	C	H	N	C	H	N
BC	55.6	1.01	2	67.8	0.7	3.3
BC 1 : Dye 0.25	69.5	1.5	1.55	73.75	0.51	1.5
BC 1 : Dye 0.5	70.6	2.2	2.1	75.21	0.42	1.98
BC 1 : Dye 1	70	2.8	2.02	75.8	0.45	1.92

#### 4.1.7 วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโก

ประสิทธิภาพทางไฟฟ้าเคมีของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโก จะถูกทดสอบสมบัติการเก็บประจุไฟฟ้าด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (cyclic voltammetry, CV) และเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (galvanostatic charge-discharge, GCD) จากเส้นกราฟ CV ในรูปที่ 4.9 แสดงปฏิกิริยาทางไฟฟ้าของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส (รูปที่ 4.9 (a)) และฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สีอินดิโกในแต่ละอัตราส่วน (รูปที่ 4.9 (b)-(d)) ที่อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10, 20, 40, 60, 80 และ 100 mV/s โดยจะเห็นว่าลักษณะของเส้นกราฟคล้ายกันในทุกตัวอย่าง และจากการคำนวณค่าความจุจำเพาะ (specific capacitance) จะแสดงดังตารางที่ 4.3 พบว่าที่อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s ตัวอย่างฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสจะมีค่าความจุจำเพาะอยู่ที่ 100.3 F/g และค่าความจุจำเพาะจะเพิ่มสูงขึ้นตามอัตราส่วนของสีอินดิโกจาก 0.25 0.5 และ 1 โดยมีค่าความจุจำเพาะอยู่ที่ 127.1, 252.7 และ 300.7 F/g ตามลำดับ ประสิทธิภาพความจุจำเพาะจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณสีอินดิโกทำหน้าทีในการเพิ่มค่าความจุจำเพาะจากความสามารถในการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ ดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.9 กราฟ CV ที่อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 ถึง 100 mV/s ของ (a) carbonized BC, (b) carbonized BC/DYE 0.25, (c) carbonized BC/DYE 0.5 และ (d) carbonized BC/DYE 1



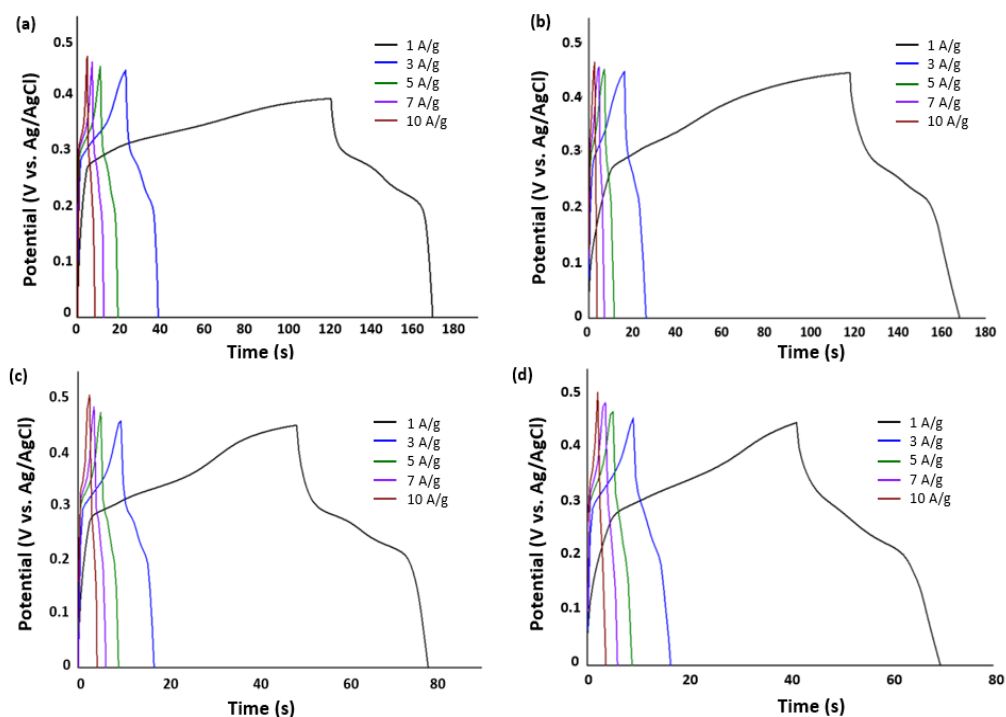
รูปที่ 4.10 ปฏิกิริยารีดอกซ์ของ (a) BC และ (b) BC/DYE ที่อิเล็กโทรดคาร์บอน

ตารางที่ 4.3 ค่าความจุจำเพาะ (specific capacitance) ที่คำนวณจากกราฟ CV

Sample	Specific Capacitance (F/g)					
	10 mV/s	20 mV/s	40 mV/s	60 mV/s	80 mV/s	100 mV/s
BC	100.3	69.85	63.85	64.93	65.35	66.26
BC : DYE 0.25	127.1	116.85	104.8	95.37	87.93	82.14
BC : DYE 0.5	252.7	230.95	201.9	184.8	173.48	165.46
BC : DYE 1	300.7	243.15	205.1	192.3	186.4	182.66

ความสามารถในการเก็บประจุของฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกทำการทดสอบด้วยเทคนิคกัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (galvanostatic charge-discharge, GCD) โดยใช้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 1 A/g, 3 A/g, 5 A/g, 7 A/g และ 10 A/g จากกราฟ GCD ที่แสดงดังรูปที่ 4.11 จะเห็นว่าระยะเวลาในการคายประจุของฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/สียอินดิโกแตกต่างกันอย่างมาก ระยะเวลาในการคายประจุจะลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่อมีอัตราส่วนสียอินดิโกที่เพิ่มขึ้น บ่งชี้ว่าการกักเก็บประจุไฟฟ้าลดลงเมื่อปริมาณสียอินดิโกที่เพิ่มขึ้น และจากการคำนวณค่าความจุจำเพาะ (specific capacitance) โดยใช้เวลาในการคายประจุจะแสดงดังตารางที่ 4.4 ค่าความจุที่คำนวณจากกราฟ GCD จะมีค่าที่น้อยกว่าจากกราฟ CV เสมอ เนื่องจากการคำนวณแบบ GCD จะไม่รวมปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีเกิดขึ้นในระบบ พบว่าค่าความจุจะลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่อมีปริมาณของสียอินดิโกเพิ่มสูงขึ้น โดยที่กระแสไฟฟ้า 1 A/g ตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสจะมีค่าความจุจำเพาะอยู่ที่ 63.85 F/g และลดลงมาเรื่อยๆ ตามอัตราส่วนสียอินดิโกที่ 0.25 0.5 และ 1 โดยมีค่าความจุจำเพาะ 60.43, 14.75 และ 12.72 F/g

ตามลำดับ เนื่องจากสีย้อมจะกระจายไปในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งส่งผลให้สีย้อมเกิดการสูญเสียอิเล็กโทรดและสีย้อมเข้าไปปกคลุมภายในฟิล์มทำให้การส่งผ่านอิเล็กโทรดเกิดได้ไม่ดีเท่ากับตัวอย่างฟิล์มแบบคทีเรียลเซลลูโลส



รูปที่ 4.11 กราฟ GCD ที่กระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1 ถึง 10 A/g ของ (a) carbonized BC, (b) carbonized BC/DYE 0.25, (c) carbonized BC/DYE 0.5 และ (d) carbonized BC/DYE 1

ตารางที่ 4.4 ค่าความจุจำเพาะ (specific capacitance) และร้อยละการเก็บประจุ capacitance retention (%) ที่คำนวณจากกราฟ GCD

Sample	Specific Capacitance ( $F\ g^{-1}$ )					Capacitance Retention (%)				
	1 A/g	3 A/g	5 A/g	7 A/g	10 A/g	1 A/g	3 A/g	5 A/g	7 A/g	10 A/g
BC	63.85	50.97	43.5	38.7	36.3	100	79.8	68.1	60.63	56.8
BC : DYE 0.25	60.43	29.4	22.27	20.57	13.5	100	48.6	36.9	34.04	22.4
B2 : DYE 0.5	14.79	13.4	12.95	12.4	11.2	100	90.5	87.6	83.5	75.5
BC : DYE 1	12.72	11.41	8.98	7.8	7.2	100	89.7	70.6	61.44	56.3

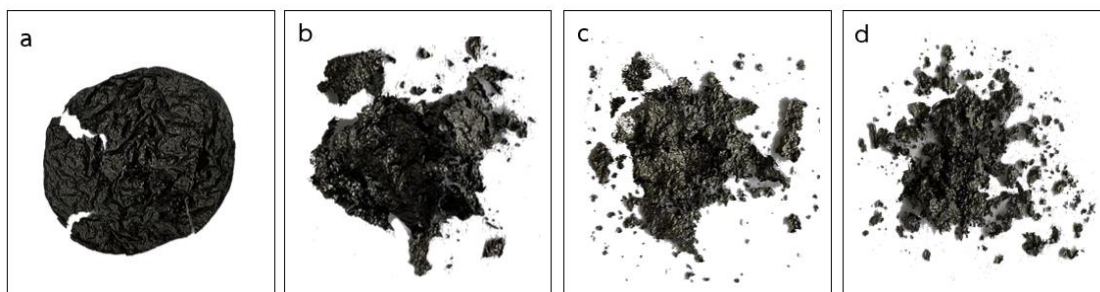
## 4.2 การเตรียมฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน

4.2.1 ผลการวิเคราะห์รูปร่างของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน

รูปร่างลักษณะของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสที่เติมด้วยพอลิอะนิลีนในอัตราส่วน 1 : 1, 1 : 0.5 และ 1 : 0.25 จะแสดงดังรูปที่ 4.12 และฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนที่ผ่านกระบวนการสเตปิลไฮเซชัน ที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนเซชัน ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.13 พบว่าฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนจะมีพื้นผิวที่เรียบแต่เปราะ ไม่คงรูปเนื่องจากมีฐานรองเป็นฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส ทำให้ระหว่างกระบวนการให้ความร้อนเกิดการเสื่อมสภาพของแบคทีเรียลเซลลูโลส



รูปที่ 4.12 ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน ; (a) ฟิล์ม BC, (d) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 0.25, (c) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 0.5 และ (b) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 1

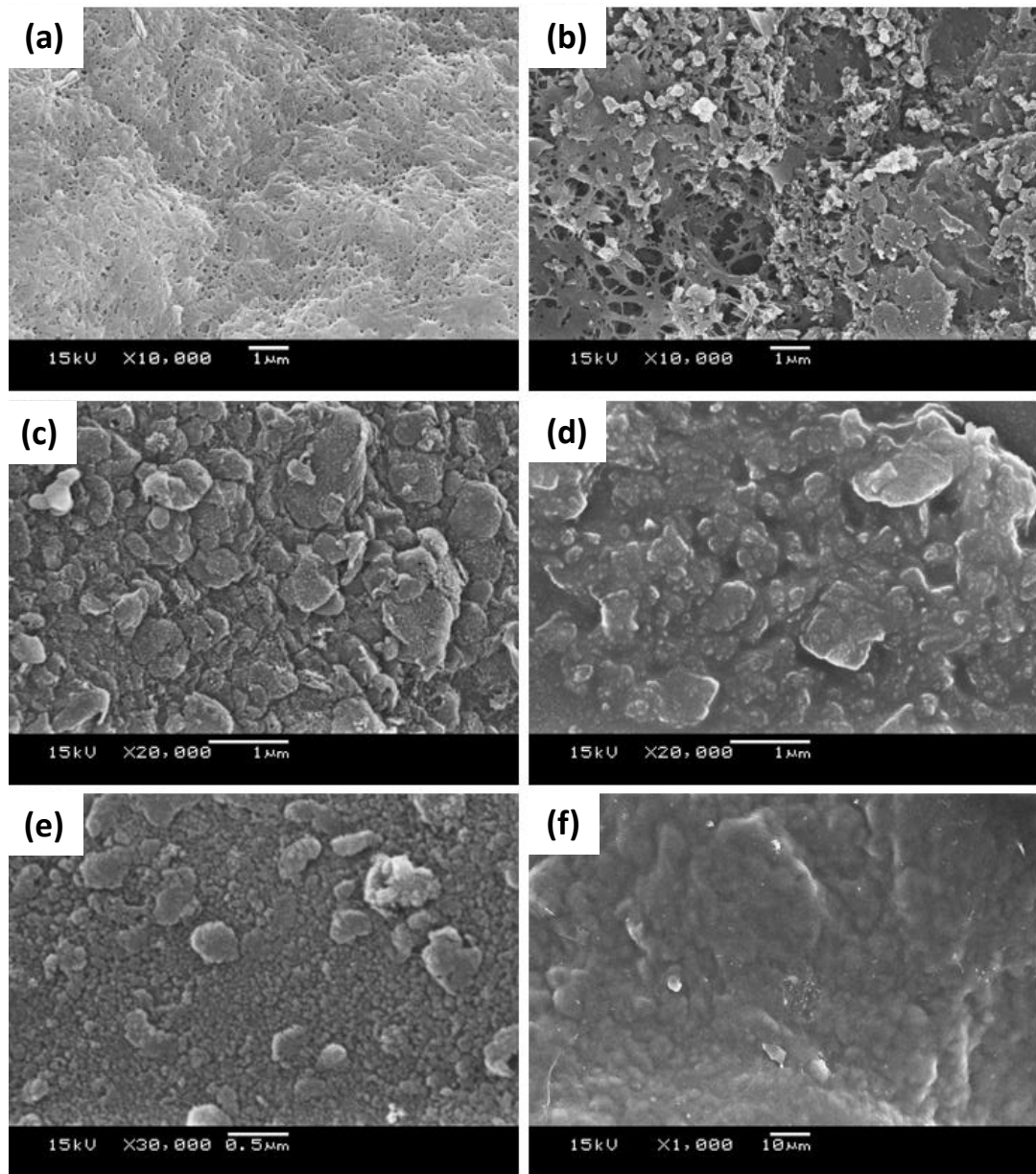


รูปที่ 4.13 ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนที่ผ่านกระบวนการสเตปิลไฮเซชันและกระบวนการคาร์บอนเซชัน ; (a) ฟิล์ม BC, (d) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 0.25, (c) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 0.5 และ (b) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 1

#### 4.2.2 วิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน

การศึกษาสัณฐานวิทยาระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน จากรูปที่ 4.14 พบว่าฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสจะเห็นลักษณะโครงสร้างที่มีรูพรุนของเส้นใยที่หนาแน่น ดังภาพที่ 4.14 (a) แต่ในขณะที่ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนจะมีอนุภาคของพอลิอะนิลีนกระจายปกคลุมเส้นใยอยู่ ดังภาพที่ 4.14 (b) ฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสหลังผ่านกระบวนการสแตปีไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน มีลักษณะของอนุภาคขนาดต่างๆ และมีพื้นผิวที่ไม่เรียบ แสดงดังรูปที่ 4.14 (c) และ (e) เช่นเดียวกับฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนจะเห็นว่าหลังจากผ่านกระบวนการสแตปีไลเซชันที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียส จะเห็นว่าตัวอย่างจะมีพื้นผิวที่ไม่เรียบและเห็นเป็นขนาดของอนุภาคต่างๆกระจายอยู่ภายใน และเมื่อผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะเห็นว่าอนุภาคขนาดต่างๆ เล็กลงและมีพื้นผิวที่เรียบมากยิ่งขึ้น ดังรูปที่ 4.14 (d) และ (f) เนื่องจากการกลายเป็นไอของก๊าซในระหว่างกระบวนการทางความร้อน



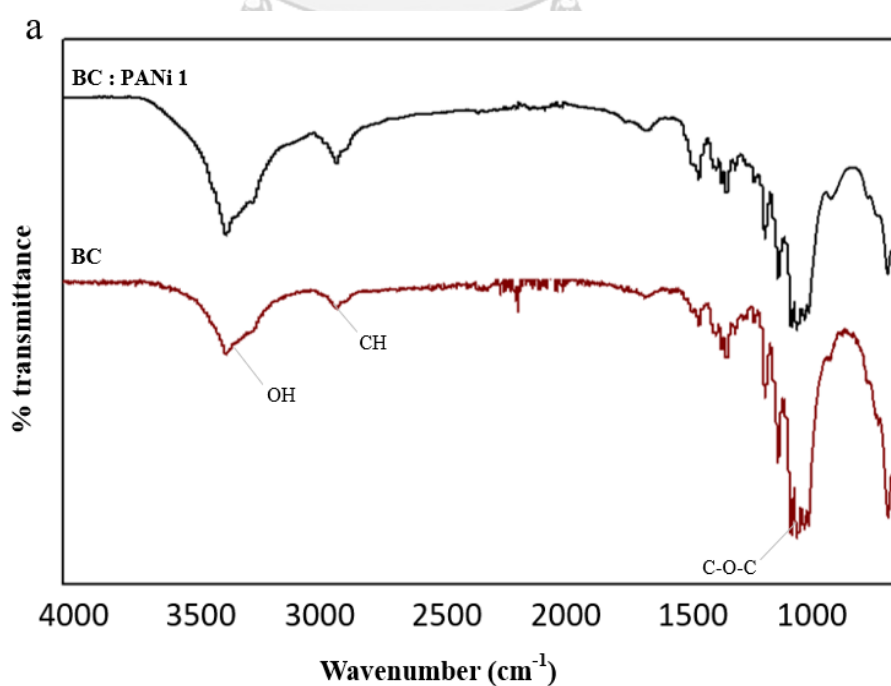


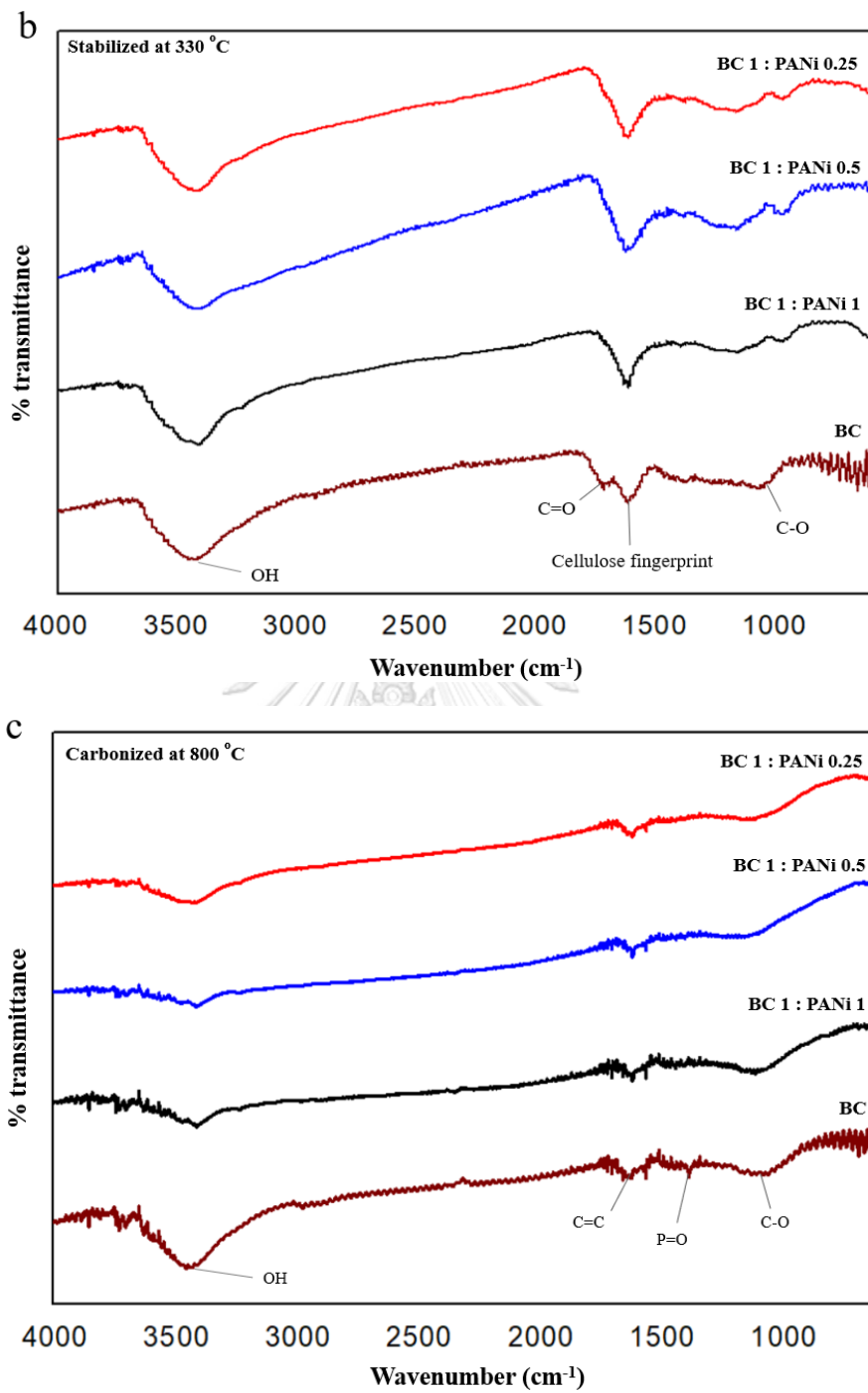
รูปที่ 4.14 สัณฐานวิทยาของฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน;  
 (a) ฟิล์ม BC, (b) ฟิล์ม BC/PANi 1 : 1, (c) stabilized BC, (d) stabilized BC/PANi 1 : 1, (e)  
 carbonized BC และ (f) carbonized BC/PANi 1 : 1



#### 4.2.3. ผลการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน

การตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน ที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี ตั้งแต่เลขคลื่น 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  จากผลการตรวจสอบแสดงรูปที่ 4.15 พบว่าสเปกตรัมของ FT-IR ในตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน (BC : PANi) ทุกอัตราส่วนจะยังคงพบสัญญาณการดูดกลืนที่บริเวณระหว่าง 3200-3400  $\text{cm}^{-1}$  คือกลุ่มไฮดรอกซิล (O-H) บอถึงโครงสร้างหลักของเซลลูโลสไฮดรอกซิลที่มีอยู่หลังจากผ่านกระบวนการสเตปป์ไลเซชัน จากนั้นความเข้มของพีคจะลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันเช่นเดียวกันกับในตัวอย่าง BC : DYE ซึ่งเกิดจากการสูญเสียกลุ่มฟังก์ชันของเซลลูโลสอันเนื่องมาจากกระบวนการทางความร้อนที่สูงขึ้น นอกจากนี้ในกรณีของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนในทุกอัตราส่วนจะไม่พบกลุ่มของหมู่คาร์บอนิล (ที่บริเวณ 1720  $\text{cm}^{-1}$ ) บ่งชี้ว่าโครงสร้างของพอลิอะนิลีนซึ่งมีไนโตรเจนเป็นองค์ประกอบ ช่วยยับยั้งการออกซิไดซ์และการสลายตัวจากกระบวนการทางความร้อนที่บริเวณเลขคลื่น 1600  $\text{cm}^{-1}$  ความเข้มของพีคจะเริ่มลดลงหลังผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน หมายถึงเกิดการเปลี่ยนเซลลูโลสเป็นคาร์บอน

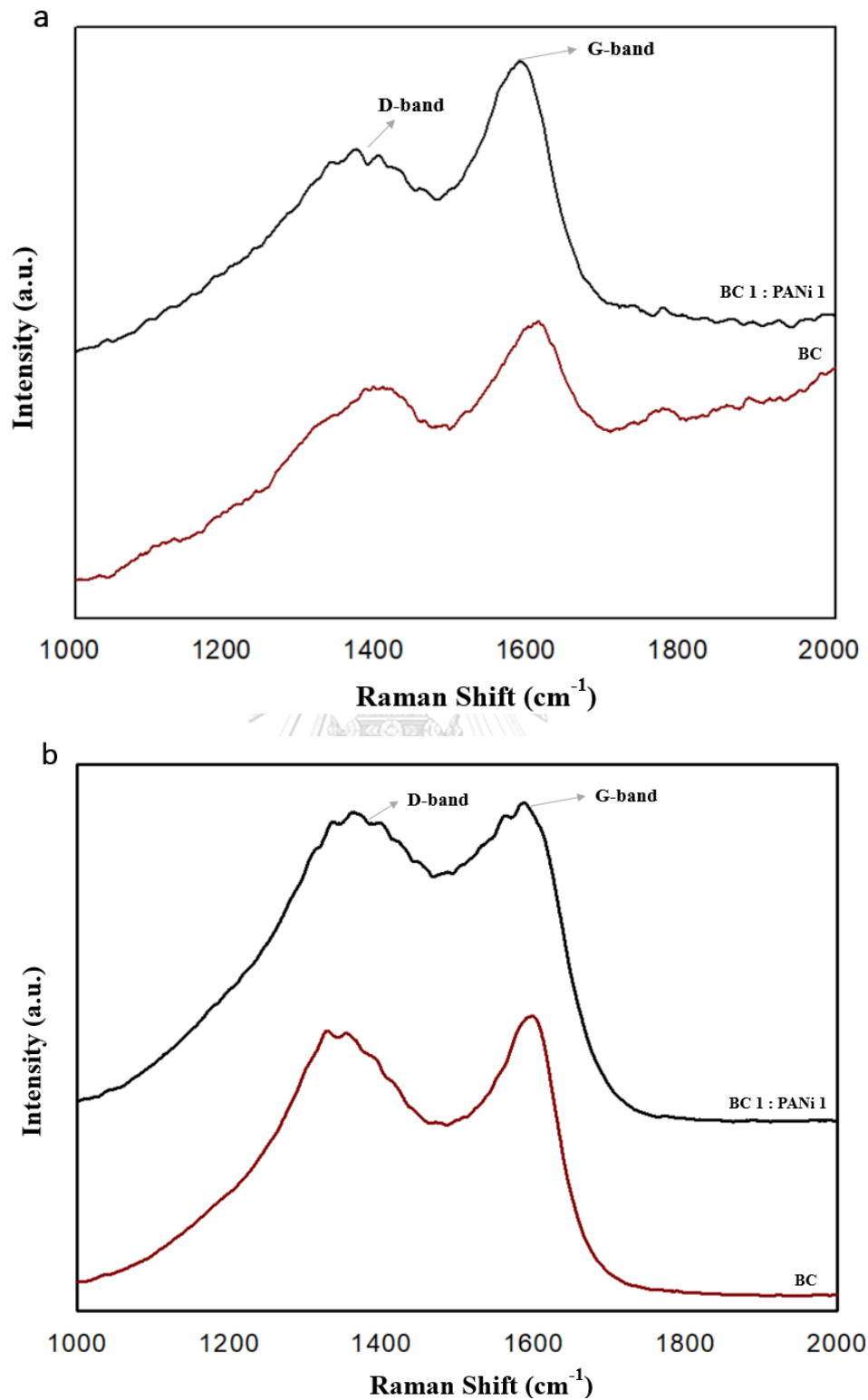




รูปที่ 4.15 สเปกตรัม FT-IR ของฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนที่ผ่านกระบวนการสแตบิไลเซชัน (a) และกระบวนการคาร์บอไนเซชัน (b)

สามารถยืนยันโครงสร้างของคาร์บอนโดยการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างโดยเทคนิคฟูเรียร์  
ทรานสฟอร์มรามาเนสเปกโทรสโคปี ตั้งแต่เลขคลื่น  $2000-1000\text{ cm}^{-1}$  ดังรูปที่ 4.16 พบรามาน  
สเปกตรัมของคาร์บอนที่บริเวณเลขคลื่นที่  $1350\text{ cm}^{-1}$  และ  $1600\text{ cm}^{-1}$  เป็นตำแหน่งของ D-band  
(disorder or defected) และ G-band (graphite) ตามลำดับ โดย D band คือความผิดปกติหรือ  
ข้อบกพร่องภายในโครงสร้างคาร์บอน ส่วน G band แสดงถึงการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบ  
ของโครงสร้างคาร์บอน และเมื่อกำหนดค่า Intensity ratio (ID/IG) เพื่อบอกถึงลักษณะการจัดเรียง  
ตัวของคาร์บอนจะพบว่า ค่า ID/IG ของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันอยู่ที่ 1.57 และ  
1.49 สำหรับฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน ตามลำดับ  
ซึ่งอัตราส่วนที่ต่ำกว่าบอถึงการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบที่ดีกว่า บอกได้ว่าพอลิอะนิลีนมีส่วนใน  
การช่วยปรับปรุงการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบของคาร์บอน

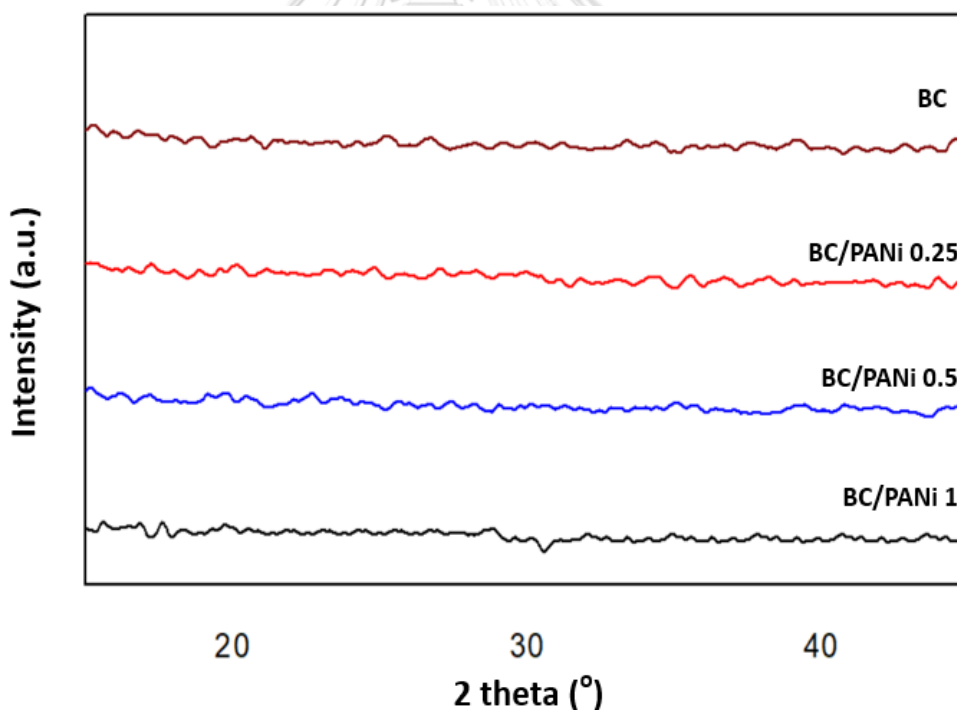




รูปที่ 4.16 สเปกตรัม Raman ของฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/สียอินดิโกที่ผ่านกระบวนการสเตรปโตไมซิน (a) และกระบวนการคาร์บอนเซชัน (b)

#### 4.2.4 ผลวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนที่ผ่านกระบวนการสเตบิไลเซชัน (stabilization) ที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันสเปกโทรสโคปี โดยการให้รังสีจากทองแดง ( $\text{CuK}\alpha$ ) ดังรูปที่ 4.17 ตรวจสอบตั้งแต่มุมที่ 5 ถึง 80 องศา โครงสร้างคาร์บอนกราฟไฟท์ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการ ยิ่งอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการสูงโครงสร้างคาร์บอนที่ได้ก็จะปรากฏชัดเจน ซึ่งในการทดลองนี้ได้ใช้อุณหภูมิคาร์บอนไนเซชันที่ 800 องศาเซลเซียส พบว่าในตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนในทุกอัตราส่วนนั้นไม่มีการเปลี่ยนแปลงหรือมีสัญญาณฟิคปรากฏ



รูปที่ 4.17 XRD ของฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลสและฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนผ่านกระบวนการสเตบิไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน

#### 4.2.4 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน

จากการตรวจสอบองค์ประกอบและปริมาณของธาตุภายในตัวอย่างฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนที่ผ่านกระบวนการสเทปีไลเซชัน ที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส แสดงดังตารางที่ 4.5 พบว่าฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส (BC) ที่ผ่านกระบวนการสเทปีไลเซชันจะมีปริมาณ N อยู่ที่ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ในกรณีของตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียลเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน (BC/PANi) เมื่อปริมาณอัตราส่วนของพอลิอะนิลีนเพิ่มสูงขึ้น (1 : 0.25, 1 : 0.5 และ 1 : 1) ปริมาณ N จะยิ่งเพิ่มสูงขึ้น (ร้อยละ 7.99, 11.26 และ 12.47 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ) ในขณะที่ปริมาณ C ในตัวอย่าง BC จะอยู่ที่ร้อยละ 55.6 โดยน้ำหนัก และจะลดลงอย่างต่อเนื่องในตัวอย่าง BC/PANi จากร้อยละ 43, 41.6 และ 38.67 โดยน้ำหนัก ตามอัตราส่วนของพอลิอะนิลีนเพิ่มขึ้น และเมื่อตัวอย่างผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันปริมาณ C จะเพิ่มสูงขึ้นอยู่ที่ร้อยละ 52.99, 50.02 และ 49.24 โดยน้ำหนัก จะเห็นได้ว่าปริมาณ C ลดลงเมื่อเทียบกับตัวอย่าง BC ที่มีปริมาณ C อยู่ที่ร้อยละ 67.8 โดยน้ำหนักหลังผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน เนื่องจากการเพิ่มขึ้นในส่วนของ N จากพอลิอะนิลีน [38] นอกจากนี้ปริมาณ H จะลดลงอย่างมีนัยสำคัญหลังจากตัวอย่างผ่านกระบวนการสเทปีไลเซชันที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนไนเซชันที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.5 ปริมาณ C, H และ N หลังผ่านกระบวนการสเทปีไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน

Sample	Elemental analysis (EA) (wt%)					
	Stabilization at 400 °C			Carbonization at 800 °C		
	C	H	N	C	H	N
BC	55.6	1.01	2	67.8	0.7	3.3
BC 1 : PANi 0.25	43	1.36	7.99	52.99	0.99	7.28
BC 1 : PANi 0.5	41.6	1.4	11.26	50.02	0.5	9.59
BC 1 : PANi 1	38.67	1.77	12.47	49.24	0.61	11.32

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการศึกษาการเตรียมฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/สียอินดิโกและฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน โดยมีแบคทีเรียเซลลูโลส (bacterial cellulose) เป็นสารตั้งต้นหลักและมีการเติมสียอินดิโกและพอลิอะนิลีน ทำหน้าที่เป็นสารหน่วงไฟเพื่อลดการสลายตัวของเซลลูโลสในระหว่างกระบวนการทางความร้อนและปรับปรุงผลผลิตคาร์บอนโดยอัตราส่วนของแบคทีเรียเซลลูโลสต่อพอลิอะนิลีนและแบคทีเรียเซลลูโลสต่อสียอินดิโกอยู่ที่ 1 : 0.25, 1 : 0.5 และ 1 : 1 โดยผ่านกระบวนการกระบวนการสเตบิไลเซชัน (stabilization) ที่อุณหภูมิ 330 องศาเซลเซียสและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (carbonization) นอกจากนี้ยังเปรียบเทียบสมบัติ ลักษณะทางกายภาพ และโครงสร้างของฟิล์มคาร์บอน ซึ่งสามารถสรุปผลได้ดังนี้

1. ฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลสที่มีการเติมด้วยสียอินดิโกเมื่อผ่านกระบวนการกระบวนการสเตบิไลเซชันและกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน จะมีลักษณะรูปร่างที่เสถียรขึ้น มีการเปลี่ยนของขนาด (การหดตัว) น้อยลงอย่างเห็นได้ชัด มีพื้นผิวเรียบ ตามอัตราส่วนของสีย้อมที่เพิ่มขึ้น ซึ่งบอกได้ว่าสีย้อมอินดิโกที่มีองค์ประกอบของไนโตรเจนและกรดฟอสฟอรัสที่มีการเติมเข้าไปช่วยทำให้ฟิล์มที่ได้มีความเสถียรในการคงรูปมากยิ่งขึ้น ในขณะที่ฟิล์มคาร์บอนจากฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/พอลิอะนิลีน จะมีลักษณะที่เปราะ แตกหักง่ายและไม่สามารถคงรูปได้ เกิดจากการเสื่อมสภาพของเซลลูโลสที่เป็นฐานรอง

2. สีย้อมอินดิโกสามารถช่วยปรับปรุงผลผลิตของคาร์บอนจากแบคทีเรียเซลลูโลสได้ โดยมีการสูญเสียน้ำหนัก (weight loss) ลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อมีการเติมสียอินดิโก โดยการสูญเสียน้ำหนักของแบคทีเรียเซลลูโลสอยู่ที่ร้อยละ 97.20 คิดเป็นผลผลิตคาร์บอนอยู่ที่ร้อยละ 2.8 และเมื่อมีการเติมสียอินดิโกในอัตราส่วน 1 : 1 จะทำให้การสูญเสียน้ำหนักลดลงอยู่ที่ร้อยละ 77.67 (คิดเป็นผลผลิตคาร์บอนอยู่ที่ร้อยละ 22.33)

3. ฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/สียอินดิโกที่ผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชันจะเห็นโครงสร้างของคาร์บอนชัดเจนขึ้นจากการทดสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มมามานสเปกโตรสโคปี สอดคล้องกับผลของการวิเคราะห์โครงสร้างผลึก (XRD) จะเริ่มสังเกตเห็นสัญญาณพีคเมื่ออัตราส่วนของสีย้อมเพิ่มสูงขึ้น (ซึ่งจะมีสัญญาณพีคขึ้นที่อัตราส่วนของสีย้อมอยู่ที่ 1 : 1) แต่ในกรณีของฟิล์มแบคทีเรีย

เซลลูโลส/พอลิอะนิลีน จะไม่พบสัญญาณพีคจากการวิเคราะห์ XRD ในทุกอัตราส่วน บอกได้ว่า ปริมาณสียอินดิโกและอนุหภูมิในกระบวนการมีบทบาทสำคัญในการกระตุ้นให้เกิดโครงสร้างคาร์บอน

4. ประสิทธิภาพทางไฟฟ้าเคมีของฟิล์มคาร์บอนที่เตรียมจากฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/สียอินดิโก ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (CV) พบว่าค่าความจุจำเพาะจะเพิ่มสูงขึ้นตามอัตราส่วนของสียอินดิโก ค่าความจุจำเพาะมากที่สุดอยู่ที่ 300.7 F/g ที่อัตราเร็วการให้ศักย์ไฟฟ้า 10 mV/s (อัตราส่วนของสียอินดิโกอยู่ที่ 1 : 1) และความสามารถในการเก็บประจุที่วิเคราะห์เทคนิค กัลวานอสแตติกชาร์จ-ดิสชาร์จ (GCD) พบว่าระยะเวลาในการคายประจุจะลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่อมี อัตราส่วนสียอินดิโกที่เพิ่มขึ้น บอกได้ว่าการกักเก็บประจุไฟฟ้าลดลงเมื่อปริมาณสียอินดิโกที่เพิ่มขึ้น

จากผลของการศึกษาปริมาณสียอินดิโกสามารถปรับปรุงผลผลิตคาร์บอนและทำหน้าที่เป็นสาร หน่วงไฟ ช่วยยับยั้งการสลายตัวของเซลลูโลสในระหว่างกระบวนการทางความร้อนได้ดีกว่า พอลิอะนิลีน นอกจากนี้ยังช่วยรักษาเสถียรสภาพของฟิล์ม ทำให้ฟิล์มที่ได้มีการคงรูปและมีอัตราการ หดตัวที่น้อยกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มคาร์บอนที่ใช้พอลิอะนิลีนเป็นสารหน่วงไฟ

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ควรขยายผลการศึกษาต่อในเรื่องอนุหภูมิในกระบวนการคาร์บอนโนเซชันมีต่อการกระตุ้น โครงสร้างและปริมาณของคาร์บอน โดยใช้อนุหภูมิที่แตกต่างกัน
2. เพิ่มสารโด้บ (กรดฟอสฟอริก) ในตัวอย่างฟิล์มแบคทีเรียเซลลูโลส/พอลิอะนิลีนก่อนเข้า กระบวนการทางความร้อน
3. ทำการกระตุ้นให้เกิดรูพรุนด้วยเทคนิคต่างๆ เช่น เทคนิคกระตุ้นด้วยเคมี กระตุ้นด้วยแรงดันไอน้ำ





จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
**CHULALONGKORN UNIVERSITY**

## บรรณานุกรม

1. Huang, X., *Fabrication and properties of carbon fibers*. *Materials*, 2009. **2**(4): p. 2369–2403.
2. Okwundu, S.O., Aniekwe, E.U., Nwanno, C.E., *Unlimited potentials of carbon: different structures and uses (a Review)*. *Metallurgical and Materials Engineering*, 2018. **24**(3): p. 145-171.
3. Marsh, H., Rodríguez-Reinoso, F., *Production and reference material*. *Activated Carbon*, 2006: p. 454-508.
4. Bhati, V.S.N., A., Nigam, A., Sharma, C.S., *PAN/(PAN-b-PMMA) derived nanoporous carbon nanofibers loaded on ZnO nanostructures for hydrogen detection*. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2019: p. 299.
5. Deurbergue, A., Oberlin, A., *Stabilization and carbonization of pan-based carbon fibers as related to mechanical properties*. *Carbon*, 1991. **29**(4-5): p. 621-628.
6. Newcomb, B.A., *Processing structure and properties of carbon fibers*. *Composites: Part A : Applied Science and Manufacturing*, 2016. **91**: p. 262–282.
7. Wu, X.S., Dong, X.L., Wang, B.Y., Xia, J.L., Li, W.C., *Revealing the sodium storage behavior of biomass-derived hard carbon by using pure lignin and cellulose as model precursors*. *Renewable Energy*, 2022. **189**: p. 630-638.
8. Guigon, M., Oberlin, A., Desarmot, G., *Microtexture and structure of some high-modulus PAN-based carbon fibers*. *Fibre Science and Technology*, 1989. **20**: p. 177–198.
9. Hayashi, J., Kazehaya, A., Muroyama, K., Watkinson, A.P., *Preparation of activated carbon from lignin by chemical activation*. *Carbon*, 2000. **38**: p. 1873-1878.
10. Wang, W., Sun, Y., Liu, B., Wang, S., Cao, M., *Porous carbon nanofiber webs derived from bacterial cellulose as an anode for high performance lithium ion batteries*. *Carbon*, 2015. **91**: p. 56-65.
11. Dai, B., Shao, X., Ren, Y., Wang, G., Pei, C., Ma, Y., *Electromagnetic performances of composites with promising carbons derived from bacterial cellulose*.

- Materials Letters, 2012. **82**: p. 188-190.
12. Huang, Y., Wang, T., Ji, M., Yang, J., Zhu, C., Sun, D., *Simple preparation of carbonized bacterial cellulose–Pt composite as a high performance electrocatalyst for direct methanol fuel cells (DMFC)*. Materials Letters, 2019. **128**: p. 93-96.
  13. Khamkeaw, A., Jongsomjit, B., Robison, J., Phisalaphong, M., *Activated carbon from bacterial cellulose as an effective adsorbent for removing dye from aqueous solution*. Separation Science and Technology, 2019. **54**: p. 2180-2193.
  14. Laavanya, D., Shirkole, S., *Current challenges, applications and future perspectives of SCOBY cellulose of Kombucha fermentation*. Journal of Cleaner Production, 2021. **295**: p. 126454.
  15. Amarasekara, A.S.W., D., Grady T. L., *A comparison of kombucha SCOBY bacterial cellulose purification methods*. SN Applied Sciences, 2020. **2**(2): p. 240.
  16. Ramirez Tapias, Y.A., Di Monte, M. V., Peltzer, M. A., Salvay, A. G., *Bacterial cellulose films production by Kombucha symbiotic community cultured on different herbal infusions*. Food Chemistry, 2022. **372**: p. 131346.
  17. Mikkelsen, D., Flanagan,, B. M., Dykes, G. A., Gidley, M. J., *Influence of different carbon sources on bacterial cellulose production by gluconacetobacter xylinus strain ATCC 53524*. Journal of Applied Microbiology, 2009, **107**(2): p. 576-583.
  18. Oliver-Ortega, H., Geng, S., Espinach, F. X., Oksman, K., Vilaseca, F., *Bacterial cellulose network from kombucha fermentation impregnated with emulsion-polymerized poly(methyl methacrylate) to form nanocomposite*. Polymers, 2021. **13**(4): p. 664.
  19. Hassan, I.A., Al-Kalifawi, E. J., *Factors Influence on the yield of Bacterial cellulose of kombucha (Khubdat Humza)*. Baghdad Science Journal, 2014. **11**(3): p. 1420-1428.
  20. Beygisangchin, M., Abdul Rashid, S., Shafie, S., Sadrolhosseini, A.R., Lim, H.N., *Preparations, properties, and applications of polyaniline and polyaniline thin films - a review*. Polymers, 2021. **13**(12): p. 2003.

21. Goto, H., *Novel function of polyaniline for biological environments: Cultivation of paramecium in the presence of polyaniline*. IOP Conference Series Materials Science and Engineering, 2014. **54**(1): p. 012024.
22. Djara, R., Holade, Y., Merzouki, A., Masquelez, N., Cot, D., Rebiere, B., Petit, E., Huguet, P., Canaff, C., Morisset, S., *Insights from the physicochemical and electrochemical screening of the potentiality of the chemically synthesized polyaniline*. Journal of The Electrochemical Society, 2020. **167**(6): p. 066503.
23. Beygisangchin, M., Abdul Rashid, S., Shafie, S., Sadrolhosseini, A.R., Lim, H.N., *Preparations, properties, and applications of polyaniline and polyaniline thin films-a review*. Polymers, 2021. **13**(12): p. 2003.
24. De Barros, R.A., De Azevedo, W.M., De Aguiar, F.M., *Photo-induced polymerization of polyaniline*. Materials Characterization, 2003. **50**(2-3): p. 131-134.
25. Woods, E.F., Berl, A.J., Kalow, J.A., *Advances in the synthesis of  $\pi$ -conjugated polymers by photopolymerization*. ChemPhotoChem, 2021. **5**(1): p. 4-11.
26. Mustafin, A.G., Latypova, L. R., Andrianova, A. N., Mullagaliev, I. N., Salikhov, S. M., Salikhov, R. B., & Usmanova, G. S., *Polymerization of new aniline derivatives: synthesis, characterization and application as sensors*. RSC Advances, 2021. **11**(34): p. 21006-21016.
27. Chowdhury, D., Paul, A., & Chattopadhyay, A., *Lithography by simultaneous chemical and photochemical polymerization of aniline at the air-water interface*. The Journal of Physical Chemistry B, 2002. **106**(17): p. 4343-4347.
28. Koyama, F., & Kawai, T. , *Photochemical reaction between diphenylamine and 1,1,1-tribromoethane and photo-induced pattern formation*. Dyes and Pigments, 2013. **98**(3): p. 323-326.
29. Nayak, P.L., *Enzyme-catalyzed polymerization: an opportunity for innovation*. Designed Monomers and Polymers, 1998. **1**(3): p. 259-284.
30. Christie, R., Abel, A., *8 Carbonyl pigments: general principles, Volume 1*. Antraquinonoid Pigments - Color Fundamentals, P. Gerhard, Editor. 2022, De Gruyter. p. 61-68.
31. Buscio, V., Crespi, M., Gutiérrez-Bouzán, C., *A Critical comparison of methods for*

- the analysis of indigo in dyeing liquors and effluents*. *Materials*, 2014. **7**(9): p. 6184-6193.
32. Hunger, K., Hamprecht, R., Miederer, P., Heid, C., Engel, A., Kunde, K., Mennicke, W., & Griffiths, J; , *Dye classes for principal applications*. *Industrial Dyes*, K. Hunger, Editor. 2002, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. p. 113-338.
  33. Zhang, L., Hu, W., Shao, S., *Dye-modified halide perovskite materials*. *Organic Electronics*, 2022. **107**: p. 106545.
  34. Coelho, P.J., Carvalho, L. M., *The unexpected formation of novel carbonyl dyes*. *Dyes and Pigments*, 2008. **78**(2): p. 173-176.
  35. Yang, Z., Shen, W., Chen, Q., Wang, W., *Direct electrochemical reduction and dyeing properties of CI Vat Yellow 1 using carbon felt electrode*. *Dyes and Pigments*, 2021. **184**: p. 108835.
  36. Khatri, M., Ahmed, F., Shaikh, I., QamarKhan, D.N., Khatria, Z., Lee, H.; Kim, I.S., *Dyeing and characterization of regenerated cellulose nanofibers with vat dyes*. *Carbohydrate Polymers*, 2017. **174**: p. 443-449.
  37. Chakraborty, J.N., *10 - Dyeing with solubilised vat dye*. *Fundamentals and Practices in Colouration of Textiles*, 2014. Woodhead Publishing India. p. 125-132.
  38. Rezaei, F.B., R.; Arbab, S.; Sabet E.N., *Bacterial cellulose as a carbon nano-fiber precursor: enhancement of thermal stability and electrical conductivity*. *BioResources*, 2020. **15**(2): p. 3408-3426.
  39. Spörl, J.M.B., R.; Abels, F.; Cwik, T.; Müller, A.; Hermanutz, F.; Buchmeiser, M.R., *Cellulose-derived carbon fibers with improved carbon yield and mechanical properties*. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2017. **302**: p. 170-195.
  40. Lee, K., Qian, H., Tay, FH., Blaker, J. J; Kazarian SG, Bismarck A., *Bacterial cellulose as source for activated nanosized carbon for electric double layer capacitors*. *Journal of Materials Science volume*, 2013. **48**(1): p. 367-376.
  41. Bober, P., Kovárová, J., Pflieger, J., Stejskal, J., Trchov, M., Novák, I., Berek, D., *Twin carbons: The carbonization of cellulose or carbonized cellulose coated with a conducting polymer, polyaniline*. *Carbon*, 2016. **109**: p. 836-842.



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
**CHULALONGKORN UNIVERSITY**



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
**CHULALONGKORN UNIVERSITY**

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ชาติกานต์ เจียมสวัสดิ์
วัน เดือน ปี เกิด	7 กันยายน 2539
สถานที่เกิด	ยะลา
วุฒิการศึกษา	ปริญญาตรี เทคโนโลยีวิศวกรรมพอลิเมอร์ มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าพระนครเหนือ
ที่อยู่ปัจจุบัน	11/3 ม.7 ต.ระวะ อ.ระโนด จ.สงขลา 90140
รางวัลที่ได้รับ	ผลงานจากการนำวิทยานิพนธ์บางส่วนของฉบับนี้ถูกนำเสนอในการประชุม Pure and Applied Chemistry International Conference 2022 (PACCON2022) ณ หอประชุมเจ้าพระยาสุรวงษ์ไวยวัฒน์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จังหวัดกรุงเทพมหานคร ประเทศไทย ระหว่างวันที่ 30 มิถุนายน - 1 กรกฎาคม พ.ศ. 2565 ในหัวข้อ Effect of carbonyl dye on the preparation of carbon from bacterial cellulose