

เซลลูโลสไฟบริลจากต้นยาสูบ สำหรับพอลิแล็กติกแอซิด/เซลลูโลสไฟบริล เบลนด์

นางสาวพิชญาสินี โกมลตรี

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

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

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2558

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CELLULOSE FIBRIL FROM TOBACCO STEM FOR POLY(LACTIC ACID)/CELLULOSE FIBRIL
BLEND

Miss Pitchayasinee Komontree



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

หัวข้อวิทยานิพนธ์	เซลล์โลสไฟบริลจากต้นยาสูบ สำหรับพอลิแล็กติกแอซิด/ เซลล์โลสไฟบริล เบลนด์
โดย	นางสาวพิชญาสินี โกมลตรี
สาขาวิชา	ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร. กาวี ศรีกุลกิจ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	อาจารย์ ดร. กฤษณา ศิริเลิศมกุล

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบริหารธุรกิจ

.....คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร. พลกฤษณ์ แสงวงนิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

.....ประธานกรรมการ
(ศาสตราจารย์ ดร. ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร. กาวี ศรีกุลกิจ)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(อาจารย์ ดร. กฤษณา ศิริเลิศมกุล)

.....กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร. วรวิทย์ โฮვნ)

.....กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ช่วยจุลจิตร)



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

5672038723 : MAJOR PETROCHEMISTRY AND POLYMER SCIENCE

KEYWORDS: CELLULOSE, POLY(LACTIC ACID), POLYMER BLEND, POLY(VINYL ACETATE),
91 FIBRLS

PITCHAYASINEE KOMONTREE: CELLULOSE FIBRIL FROM TOBACCO STEM FOR
POLY(LACTIC ACID)/CELLULOSE FIBRIL BLEND. ADVISOR: ASSOC. PROF.
KAWEE SRIKULKIT, Ph.D., CO-ADVISOR: DR. KRISANA SIRALERTMUKUL, Ph.D.,
pp.

This work presented the preparation of tobacco cellulose fibril and investigation of its dispersibility in poly(lactic acid) in the presence of poly(vinyl acetate) compatibilizer. In this experiment, cellulose fibril was prepared by acid hydrolysis using 75 % (v/v) sulfuric acid at 0 °C for 12 h in the presence of chitosan as an anticoagulant. By this method, cellulose fibril in gel form with particle sizes of 10-15 microns was obtained. XRD result showed that cellulose fibril exhibited high crystallinity. Thus obtained cellulose fibril gel was employed for the preparation of poly(lactic acid)/cellulose fibril blend in the presence of poly(vinyl acetate) compatibilizer. Polymer blends were prepared by solution casting method. Compatibility study between cellulose fibril and poly(lactic acid) was evaluated by SEM, TGA, and DSC. SEM images revealed the homogenous blend without any observation of cellulose fibril in poly(lactic acid) matrix. TGA thermograms presented a single step degradation curve which was indicative of perfect poly(lactic acid)/cellulose fibril blend. In addition, DSC data indicated that cellulose fibril was capable of nucleating poly(lactic acid) by inducing the crystal structure when compared to neat poly(lactic acid). Lastly, XRD diffractograms provided the supportive result that cellulose fibril acted as a nucleating agent for poly(lactic acid) when employed in the presence of poly(vinyl acetate).



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	1
หน้า.....	1
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์.....	4
2.1 พอลิแล็กติกแอซิด (Polylactic acid).....	4
2.1.1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด.....	5
2.1.1.1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากการควบแน่นแบบอะซีโอโทรปิคดีไฮ เดรชัน.....	5
2.1.1.2 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง.....	5
2.1.1.3 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบ ควบแน่นและการใช้สารคู่ควบ.....	5
2.1.2 สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด.....	5
2.1.2.1 สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิดที่ทำให้เหมาะสมต่อการใช้งานด้านบรรจุ ภัณฑ์.....	6
2.1.3 ตัวอย่างกระบวนการขึ้นรูปพอลิแล็กติกแอซิด.....	8

2.1.3.1 การรีดพอลิเอทิลีนทิกแอซิด.....	8
2.1.3.2 Injection molding.....	9
2.1.3.3 Stretch blow molding.....	9
2.1.3.4 การขึ้นรูปเป็นฟิล์มและแผ่น	11
2.1.4 การปรับปรุงสมบัติของพอลิเอทิลีนทิกแอซิด.....	13
2.1.4.1 การทำโคพอลิเมอร์เซชันไรเซชัน	13
2.1.4.2 พลาสติไซเซชัน.....	13
2.1.4.3 การทำพอลิเมอร์ผสม	13
2.2 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์	14
2.3 เซลลูโลส (cellulose).....	15
2.3.1 เซลลูโลสนาโนไฟบริล.....	16
2.3.1.1 การเตรียมเซลลูโลสนาโนไฟบริล.....	16
2.4 พอลิเมอร์ผสม(polymer blend)	17
2.4.1 การผสมพอลิเมอร์	18
2.4.1.1 การผสมกันโดยเกิดปฏิกิริยาเคมี.....	18
1. การเติมบล็อกหรือกราฟต์โคพอลิเมอร์ (Addition of Block or Graft Copolymers).....	18
2. การเติมพอลิเมอร์ที่หมู่ฟังก์ชันหรือส่วนที่ว่องไวต่อการทำปฏิกิริยา (Addition of Functional/Reactive Polymers).....	19
3. การทำให้เกิดปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์เซชันในระหว่างการผสม	19
(In-situ Grafting Polymerization)	19
2.4.1.2 การผสมพอลิเมอร์โดยไม่เกิดปฏิกิริยาเคมี	20

2.4.2 กลไกสภาพเข้ากันได้ (Compatibility Mechanism).....	20
2.5 เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของพอลิเมอร์ผสม	21
2.5.1 XRD	21
2.5.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR)..	22
2.5.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน.....	23
2.5.3.1 เทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลซิส (Thermogravimetric analysis; TGA)...	24
2.5.3.2 ดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเมตรี (Differential scanning calorimetry; DSC).....	25
2.6 ทฤษฎีที่สำคัญและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	26
บทที่ 3 การทดลอง	28
3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง	28
3.1.1 ต้นยาสูบสายพันธุ์เวอร์จิเนียตามรูปที่ 3.1.....	28
3.1.2 เม็ดพลาสติกพอลิเอทิลีนทิกแอซิด	28
3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	28
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	29
3.3 เครื่องมือวิเคราะห์สำหรับการทดลองนี้.....	29
3.4 วิธีการทดลอง.....	29
3.4.1 การสกัดเยื่อเซลลูโลสจากต้นยาสูบ	29
3.4.2 การวิเคราะห์เยื่อเซลลูโลส	32
3.4.3 การเตรียมเซลลูโลสไฟบริล	32
3.4.4 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมของเซลลูโลสไฟบริล/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/พอลิเอทิลีนทิกแอซิด.....	34

3.4.5 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสไฟบริลและพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค XRD	36
3.4.6 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฟบริลและพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค SEM.....	37
3.4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก แอแนลลิซิส (Thermal gravimetric analysis; TGA)	38
3.4.7 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค DSC.....	39
3.4.8 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (FT-IR)	40
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผล.....	41
4.1 สรุปขอบเขตของงานวิจัย	41
4.2 การสกัดเซลลูโลสไฟบริล.....	41
4.2 การเตรียมเซลลูโลสไฟบริล	46
4.2.1 ขนาดของอนุภาคเซลลูโลสไฟบริล	48
4.2.2 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของเซลลูโลสไฟบริลด้วย XRD	49
4.2.3 ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฟบริลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)	50
4.2.4 การทดสอบการบวมตัวของเซลลูโลสไฟบริลด้วยวิธี swelling test.....	51
4.3 การวิเคราะห์พอลิเมอร์ผสม	53
4.2.2 การศึกษาสมบัติสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค SEM	53
4.2.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค TGA.....	55
4.2.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค DSC.....	58
จากผลการศึกษาความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสม และทำการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ความ เป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD เมื่อเปอร์เซ็นต์พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เพิ่มขึ้นจากตัวอย่างที่ 1 ถึงตัวอย่างที่ 4	62

4.2.6 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลไวนิลแอลกอฮอล์/ เซลลูโลสไฟบริลด้วยเทคนิค FT-IR.....	62
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	65
5.1 สรุปผลการทดลอง	65
5.2 ข้อเสนอแนะ	66
รายการอ้างอิง	67
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	91



สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2. 1	สมบัติทางกายภาพของพอลิเล็กทริกแอซิด	12
ตารางที่ 2. 2	สมบัติทั่วไปของพอลิไวนิลแอซิติเตด	14
ตารางที่ 2. 3	ขนาดของเซลลูโลสนาโนไฟบริล	16
ตารางที่ 3. 1	มาตรฐานการทดสอบสมบัติเยื่อเซลลูโลส	32
ตารางที่ 3. 2	สัดส่วนการผสมของพอลิเล็กทริกแอซิด/พอลิไวนิลแอซิติเตด/เซลลูโลสไฟบริล	34
ตารางที่ 4. 1	ค่าการทดสอบสมบัติทางเคมีของเซลลูโลสจากต้นยาสูบ	43
ตารางที่ 4. 2	น้ำหนักของเซลลูโลสไฟบริลเปียกและถูกอบจนแห้งและเปอร์เซ็นต์การบวมตัว	52
ตารางที่ 4. 3	สัดส่วนโดยน้ำหนักและเปอร์เซ็นต์ของส่วนผสมในพอลิเมอร์ผสม	53
ตารางที่ 4. 4	อุณหภูมิการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนของพอลิเมอร์ผสม	57
ตารางที่ 4. 5	สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม	60
ตารางที่ 4. 6	เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสม	61
ตารางที่ 4. 7	ค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค FT-IR ของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ	62
ตารางที่ 4. 1	ค่าการทดสอบสมบัติทางเคมีของเซลลูโลสจากต้นยาสูบ	43
ตารางที่ 4. 2	น้ำหนักของเซลลูโลสไฟบริลเปียกและถูกอบจนแห้งและเปอร์เซ็นต์การบวมตัว	52
ตารางที่ 4. 3	สัดส่วนโดยน้ำหนักและเปอร์เซ็นต์ของส่วนผสมในพอลิเมอร์ผสม	53
ตารางที่ 4. 4	อุณหภูมิการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนของพอลิเมอร์ผสม	57
ตารางที่ 4. 5	สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม	60
ตารางที่ 4. 6	เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสม	61
ตารางที่ 4. 7	ค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค FT-IR ของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ	62

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 1. 1 ปฏิบัติการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด	2
รูปที่ 2. 1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดและการย่อยสลายพอลิแล็กติกแอซิด	4
รูปที่ 2. 2 ปฏิบัติการย่อยสลายพอลิแล็กติกแอซิดโดยน้ำ	6
รูปที่ 2. 3 การย่อยสลายของขดที่ทำมาจากพอลิแล็กติกแอซิด	7
รูปที่ 2. 4 เครื่องรีดแบบสกรูเดี่ยว.....	8
รูปที่ 2. 5 injection molding	9
รูปที่ 2. 6 Injection stretch blow molding ของพอลิแล็กติกแอซิด	10
รูปที่ 2. 7 เครื่องขึ้นรูปแผ่นฟิล์ม	11
รูปที่ 2. 8 โครงสร้างโมเลกุลพอลิไวนิลแอลกอฮอล์	14
รูปที่ 2. 9 โครงสร้างโมเลกุลเซลลูโลส.....	15
รูปที่ 2. 10 ปฏิบัติการผสมระหว่าง พอลิเมทิลเมทาครีเลตและพอลิสไตรีนที่มีการเติมหมู่ไฮดรอกซิล	20
รูปที่ 2. 11 เทอร์โมแกรมทั่วไปที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC.....	25
รูปที่ 3. 1 ต้นยาสูบพันธุ์เวอร์จิเนีย (ชาย) ต้นยาสูบสด (ขวา) ต้นยาสูบที่ผ่านการตากให้แห้ง	28
รูปที่ 3. 2 ขั้นตอนการสกัดเยื่อเซลลูโลสจากต้นยาสูบ.....	31
รูปที่ 3. 3 ขั้นตอนการเตรียมเซลลูโลสไฟบริล.....	33
รูปที่ 3. 4 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสม.....	35
รูปที่ 3. 5 เครื่อง x-ray Diffractometer ของบริษัท Bruker รุ่น X8 APEX (Fremont, California).....	36
รูปที่ 3. 6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท joel รุ่น jsm 6400	37
รูปที่ 3. 7 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer, TGA) ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851° (Columbus, Ohio).....	38
รูปที่ 3. 8 เครื่อง Differential Scanning Calorimeters (DSC) ของบริษัท Perkin Elimer	39

รูปที่ 3. 9 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ของบริษัท Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700 (Madison, Wisconsin)	40
รูปที่ 4. 1 (ซ้าย) ต้นยาสูบที่ผ่านการตากแห้ง (ขวา) เยื่อเซลลูโลสที่สกัดได้.....	41
รูปที่ 4. 2 ภาพ SEM ที่กำลังขยาย 100 แสดงลักษณะเยื่อเซลลูโลส ที่สกัดได้จาก ต้นยาสูบ	42
รูปที่ 4. 3 IR spectrum ของเซลลูโลสจากต้นยาสูบ.....	44
รูปที่ 4. 4 XRD diffractogram ของเยื่อเซลลูโลสจากต้นยาสูบ.....	45
รูปที่ 4. 5 XRD diffractogram ของต้นยาสูบก่อนทำการแยกสกัด	45
รูปที่ 4. 6 เซลลูโลสเจล (ซ้าย) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่ผสมกับไคโตซาน (ขวา) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบผสมกับไคโตซาน.....	47
รูปที่ 4. 7 การกระจายตัวในน้ำของเซลลูโลสไฟบริล (ซ้าย) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยผสมกับไคโตซาน (ขวา) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยไม่ผสมกับไคโตซาน	47
รูปที่ 4. 8 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคเซลลูโลสไฟบริล (A) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบเติมไคโตซาน (B) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่เติมไคโตซาน	48
รูปที่ 4. 9 XRD diffractograms ของ A) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบเติมไคโตซาน B) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่มีไคโตซาน	50
รูปที่ 4. 10 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฟบริลที่กำลังขยาย 500 A) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบผสมไคโตซาน B)เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่ผสมไคโตซาน.....	51

บทที่ 1

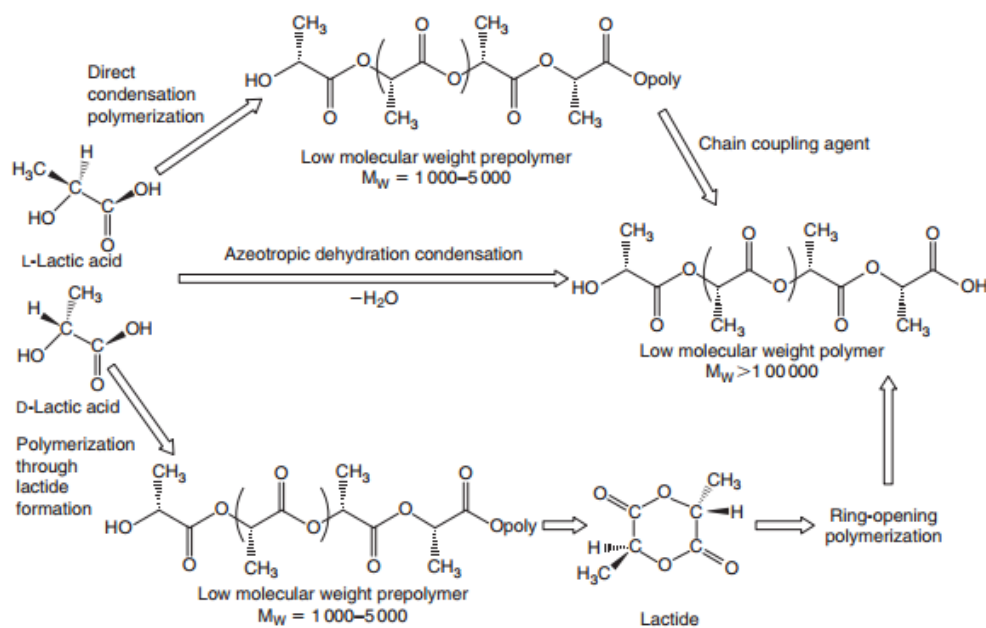
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบัน ผลิตภัณฑ์ที่ผลิตขึ้นจากพลาสติก ซึ่งมีจำนวนมากมายมหาศาล และกำลังเป็นปัญหาทางมลภาวะสำคัญ ทั้งในเรื่องของความเป็นอันตราย เช่น ผลิตภัณฑ์โฟมพลาสติก และในเรื่องของการกำจัดหรือการทำลายพลาสติกสังเคราะห์เหล่านี้ เนื่องจากไม่สามารถย่อยสลายได้ หรือ ใช้เวลาในการย่อยสลายนานหลายสิบปี ทำให้มีงานวิจัยเกิดขึ้นจำนวนมากเพื่อหาทางเลือกในการนำวัสดุอื่นมาใช้แทน ที่สามารถกำจัดหรือย่อยสลายได้ง่ายในธรรมชาติ อาทิ วัสดุจากธรรมชาติ จำพวก แป้งจาก มันสำปะหลัง ข้าวโพด ชานอ้อย เป็นต้น และพลาสติกชีวภาพที่ย่อยสลายได้ (biodegradable plastic) ในกลุ่มเทอร์โมพลาสติก เช่น พอลิแล็กติกแอซิด หรือ พีแอลเอ (Polylactic acid, PLA), พอลิবিวทิลีนซัคซิเนต หรือ พีบีเอส (Polybutylsuccinate, PBS) เป็นต้น

พอลิแล็กติกแอซิด เป็นพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่เป็นที่นิยมในปัจจุบัน ด้วยมีสมบัติที่ดีคือ สามารถย่อยสลายได้ในธรรมชาติ ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม ขึ้นรูปได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าเมื่อเทียบกับพลาสติกสังเคราะห์อื่น สามารถทำให้มีรูปร่างที่หลากหลายได้ นอกจากนี้ยังมีความสามารถในการซึมผ่านของน้ำและอากาศที่ดี พอลิแล็กติกแอซิด สังเคราะห์มาจากกรดแล็กติก ที่ได้จากการหมักแป้ง โดยนำแป้งมาทำการหมักด้วยจุลินทรีย์ได้เป็นกรดแล็กติก (lactic acid) จากนั้นนำแล็กติกมอนอเมอร์ ไปทำปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันดังรูปที่ 1.1 ได้เป็นพอลิแล็กติกแอซิด

พอลิแล็กติกแอซิด มีข้อจำกัด คือ มีลักษณะทางกายภาพที่แข็ง เปราะ สมบัติทนทานต่อความร้อนไม่ตึก จึงทำให้ไม่เหมาะสำหรับการนำมาประยุกต์ใช้งานที่ต้องการความยืดหยุ่นสูง



รูปที่ 1.1 ปฏิกริยาการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด [1, 2]

ด้วยข้อจำกัดในการใช้งานของพอลิแล็กติกแอซิด คือ มีความเปราะ ทำให้ไม่ทนทาน จึงได้มีงานวิจัยที่ทำการปรับปรุงสมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด เพื่อเพิ่มความยืดหยุ่นและทนต่อแรงกระแทกให้กับพอลิแล็กติกแอซิด โดยการผสมกับพอลิเมอร์ชนิดอื่น หรือการเติมสารก่อผลึก (nucleating agent) ชนิดต่างๆ เข้าไป อาทิ อนุภาคเคลย์ (clay) คาร์บอนนาโนทิวบ์ (carbon nanotube) เส้นใยพลาสติกสังเคราะห์ (synthetic fiber) เส้นใยเซลลูโลส (cellulose fiber) และอนุภาควิสเกอร์ (Whisker) เป็นต้น ซึ่งสารตัวเติมที่น่าสนใจตัวหนึ่ง คือ เส้นใยเซลลูโลสขนาดเล็ก เช่น เซลลูโลสไฟบริล (fibril cellulose) ที่มีข้อดีหลายอย่างเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยสังเคราะห์ เช่น มีน้ำหนักเบา ความหนาแน่นต่ำ ราคาถูก มีความเป็นพิษต่ำ และสามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ

ซึ่งในงานวิจัยนี้เลือกเซลลูโลสไฟบริลเพื่อมาปรับปรุงสมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด โดยทำการแยกสกัดเซลลูโลสจากต้นยาสูบและนำมาทำการแปรรูปให้เป็นเซลลูโลสไฟบริลทั้งนี้ต้นยาสูบเป็นวัตถุดิบที่น่าสนใจเนื่องจากประเทศไทยมีการปลูกต้นยาสูบเป็นจำนวนมากเพื่อนำใบยาสูบมาใช้ผลิตบุหรี่ ในขณะที่ส่วนของลำต้นซึ่งมีปริมาณมากกว่า 306,000 ตันต้นสดหรือประมาณ 62,000 ตันต้นแห้งต่อปี เกษตรกรจะกำจัดทิ้งโดยการเผาจึงเป็นการสร้างมลพิษทางอากาศเนื่องจากยังคงมีส่วนของนิโคตินหลงเหลือในลำต้น งานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะนำเซลลูโลสจากต้นยาสูบมาสกัด เพื่อลดขยะและมลพิษจากการปลูกต้นยาสูบ

ดังนั้นงานวิจัยนี้ จึงได้มีการพัฒนาเทคนิคการทำพอลิเมอร์ผสมระหว่าง พอลิแล็กติกแอซิด/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เซลลูโลสไฟบริลจากนั้นทำการวิเคราะห์สมบัติความเข้ากันได้ สมบัติทางความร้อน และสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมที่เตรียมได้ โดยในส่วนของเซลลูโลสไฟบริลได้ทำการแยกสกัดเซลลูโลสจากต้นยาสูบและนำมาแปรรูปเป็นเซลลูโลสไฟบริล เพื่อใช้เป็นสารช่วยเสริมแรงสร้างความยืดหยุ่นให้พอลิแล็กติกแอซิด

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เตรียมเซลลูโลสไฟบริลจากต้นยาสูบ
2. พัฒนาเทคนิคการผสมเซลลูโลสไฟบริลและพอลิแล็กติกแอซิด
3. ศึกษาความเข้ากันได้และสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ผสมที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. สกัดเยื่อเซลลูโลสจากต้นยาสูบ
2. เตรียมเซลลูโลสไฟบริล
3. ผสมเซลลูโลสไฟบริลกับพอลิแล็กติกแอซิดโดยอาศัยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นตัวประสานระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริล
4. วิเคราะห์ความเข้ากันได้ระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริล

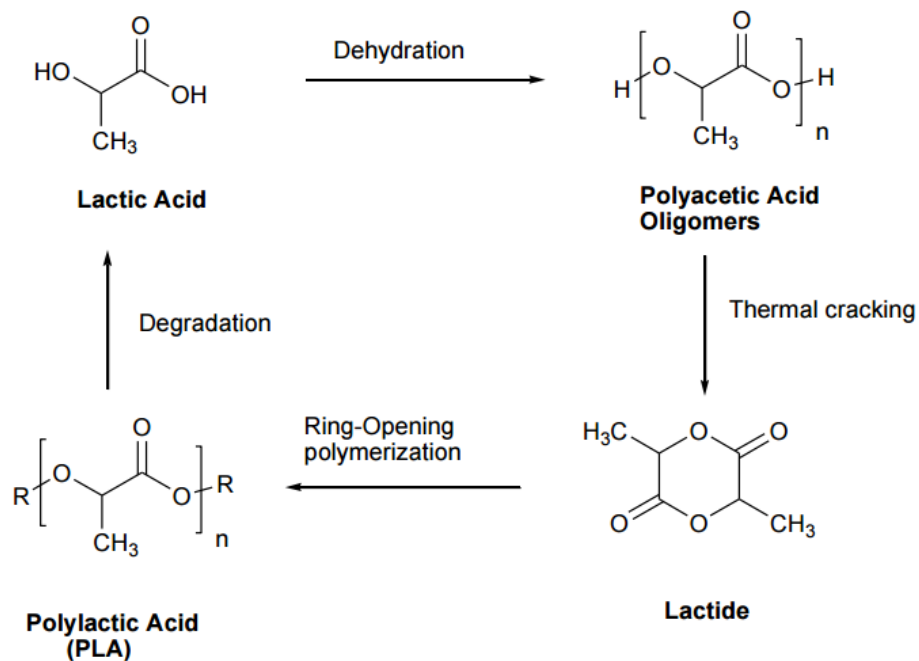
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริลที่มีความเข้ากันได้

บทที่ 2
วารสารปริทัศน์

2.1 พอลิแล็กติกแอซิด (Polylactic acid)

พอลิแล็กติกแอซิดเป็นเทอร์โมพลาสติกกลุ่มไบโอพอลิเมอร์ซึ่งสามารถย่อยสลายเป็นโมเลกุลเล็ก ๆ ได้โดยวิธีการทางธรรมชาติ เช่น ถูกย่อยสลายด้วยน้ำย่อยจากจุลินทรีย์ โมเลกุลเล็ก ๆ ที่เกิดขึ้นจะไม่ใช่พิษต่อสิ่งแวดล้อม เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ น้ำ [1, 3] จัดเป็นอะลิฟาติกไบโอพอลิเมอร์พอลิเอสเทอร์เกิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่นโดยการเปิดวงของกรดแล็กติก กรดแล็กติกเป็นกรดที่ได้จากการหมักสารประกอบคาร์โบไฮเดรต เช่น แป้งข้าวโพด แป้งมันสำปะหลัง น้ำตาล และพอลิแล็กติกแอซิดสามารถถูกไฮเดรชันให้กลับมาเป็นกรดแล็กติกได้ดังรูปที่ 2.1 [4]



รูปที่ 2. 1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดและการย่อยสลายพอลิแล็กติกแอซิด [5]

พอลิแล็กติกแอซิดสามารถสังเคราะห์ได้จากกรดอัลฟาไฮดรอกซี (α -Hydroxy acids) ซึ่งประกอบด้วย 2 ไอโซเมอร์ คือ แอล-แล็กติกแอซิด (L-Lactic acid) และ ดี-แล็กติกแอซิด (D-Lactic acid) ซึ่งเป็นนิแอนซีโอเมอร์

2.1.1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด ทำได้หลายวิธี คือ

2.1.1.1 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากการควบแน่นแบบอะซีโทรปิคดีไฮเดรชัน

การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากการควบแน่นแบบอะซีโทรปิคดีไฮเดรชัน ลดความดันของกรดแล็กติกที่ 130 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดน้ำเป็นเวลา 2 – 3 ชั่วโมง แล้วเติมตัวเร่งและใช้เวลาต่ออีก 30 – 40 ชั่วโมง แต่พอลิเมอร์ที่ได้ไม่มีความบริสุทธิ์เพียงพอ อีกทั้งยังสลายตัวได้ง่ายเหมาะสำหรับเตรียมพอลิเมอร์เพื่อใช้ในงานทางการแพทย์เพื่อปลดปล่อยสารช้าลงจึงจำเป็นต้องทำให้พอลิเมอร์บริสุทธิ์ก่อนนำไปใช้งาน [6]

2.1.1.2 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง

พอลิเมอร์ที่ได้ เรียกว่า พอลิแล็กไทด์ เกิดจากการควบคุมโครงสร้างโดยการแตกวงแล็กไทด์ ด้วยความร้อนและใช้ทินออกโทเอตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วิธีนี้จะได้พอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงและมีความบริสุทธิ์ จึงเหมาะแก่การใช้งานในทางพาณิชย์ อีกทั้งยังสามารถสังเคราะห์ผ่านกระบวนการแบบสารละลายแบบเบาวิ แบบหลอมเหลว แบบแขวนลอยก็ได้ [7]

2.1.1.3 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่นและการใช้สารคู่ควบ

เป็นวิธีที่ง่ายที่สุด โดยนำกรดแล็กติกและใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นตัวลดความดัน ทำให้เกิดน้ำออกมา ไม่สามารถควบคุมการจัดเรียงตัวของโครงสร้างทางเคมีได้และยากที่จะได้น้ำหนักโมเลกุลสูงด้วย แต่การใช้สารคู่ควบเป็นการเพิ่มต้นทุนและยากต่อการผลิต และเกิดการย่อยสลายทางชีวภาพได้ยากขึ้น [6]

2.1.2 สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด

พอลิแล็กติกแอซิดเป็นเทอร์โมพลาสติก พอลิแล็กติกแอซิดมีสมบัติเชิงกลดีหรือไม่ขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุลและสเตอริโอเคมีคัล พอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงสามารถนำมาใช้งานได้ เช่นเดียวกับพอลิเมอร์จากอุตสาหกรรมปิโตรเลียม สามารถนำไปใช้เป็นผลิตภัณฑ์บรรจุอาหารได้ เช่นเดียวกับพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (PET) เนื่องจากมีสมบัติการป้องกันการซึมผ่านของกลิ่นได้ดี แต่พอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำจะมีความเปราะ อีกทั้งพอลิแล็กติกแอซิดยังมีสมบัติของ

ความไม่ชอบน้ำ แต่เมื่อลดน้ำหนักโมเลกุลลงสมบัติความไม่ชอบน้ำจะลดลงไป แต่จะมีความแข็งเพราะเพิ่มขึ้น อีกทั้งพอลิเล็กติกแอซิดค่อนข้างมีราคาแพงจึงมีการปรับปรุงสมบัติและต้องการลดต้นทุนการผลิต [8]

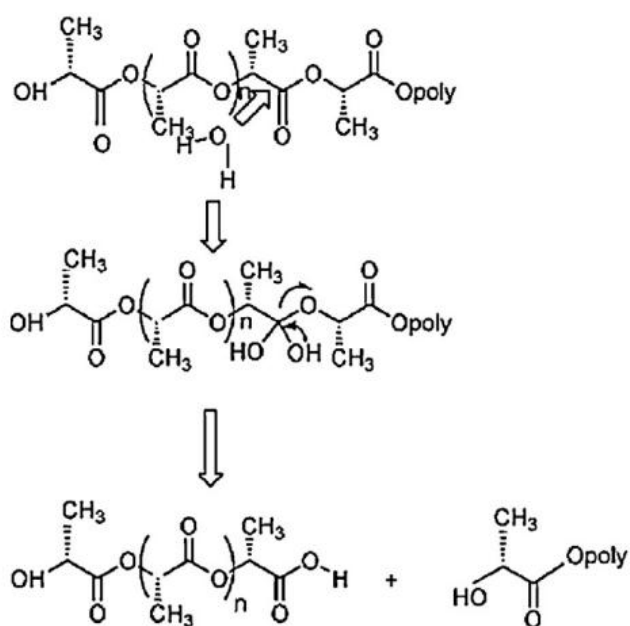
2.1.2.1 สมบัติของพอลิเล็กติกแอซิดที่ทำให้เหมาะสมต่อการใช้งานด้านบรรจุภัณฑ์

1. สมบัติด้านความโปร่งแสง: แสงสามารถส่องผ่านได้ดีกว่าพอลิเอทิลีนเทรฟทาเลต และพอลิสไตรีน

2. การย่อยสลาย: กระบวนการการย่อยสลายพอลิเล็กติกแอซิดมี 2 ขั้นตอน คือ การย่อยสลายด้วยน้ำและการย่อยสลายด้วยเอนไซม์ การย่อยสลายด้วยน้ำเริ่มจากการแพร่ของน้ำเข้าสู่พอลิเมอร์แล้วน้ำจะเข้าไปจับหมู่เอสเทอร์ในโมเลกุลของพอลิเมอร์โดยการจับกันจะจับแบบสุ่ม ดังรูปที่

2.2

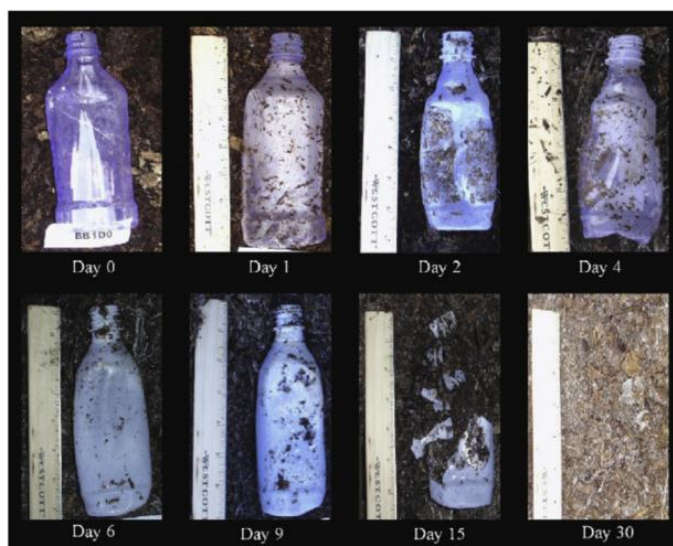
a.



รูปที่ 2.2 ปฏิกิริยาการย่อยสลายพอลิเล็กติกแอซิดโดยน้ำ

การแยกหมู่เอสเทอร์ในพอลิเล็กติกแอซิดโดยเอนไซม์จากแบคทีเรียและฟังไจ จะเกิดปฏิกิริยารีดักชันในสายของพอลิเล็กติกแอซิดจะได้กรดเล็กติก ซึ่งสามารถเปลี่ยนเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ น้ำและฮิว่มส์ในดินได้ โดยการเกิดขั้นตอนการย่อยสลายด้วยน้ำจะเกิดภายใน

โมเลกุลของพอลิแล็กติกแอซิด และขั้นตอนที่สองการย่อยสลายด้วยจุลินทรีย์จะเกิดที่พอลิเมอร์ส่วนผิว [9]



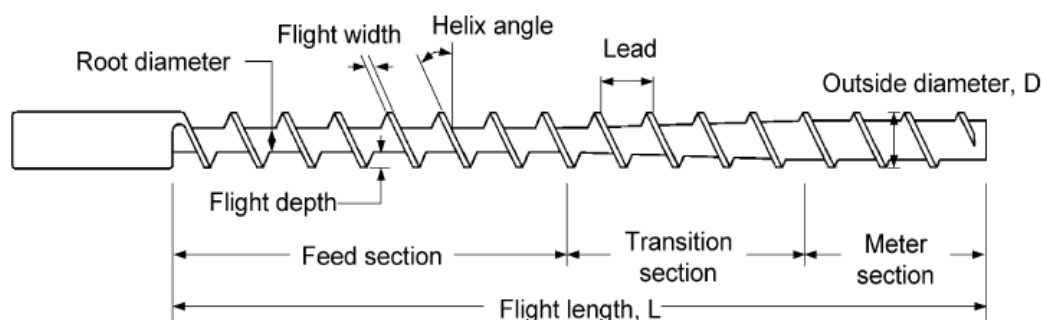
รูปที่ 2. 3 การย่อยสลายของขวดที่ทำมาจากพอลิแล็กติกแอซิด [10]

3. คุณสมบัติทางชีววิทยา: ผลของกระบวนการย่อยสลายพอลิแล็กติกแอซิดเป็นดังรูปที่ 2.3 ซึ่งการย่อยสลายพอลิแล็กติกแอซิดจะได้สารที่ไม่มีความเป็นพิษ พอลิแล็กติกแอซิดจึงมีความเหมาะสมที่จะนำไปใช้ในทางอาหารและยา การปลูกถ่ายอวัยวะในร่างกายมนุษย์และยังทำเป็นตัวนำส่งยา การไฮโดรไลซิสภายในสิ่งมีชีวิตขึ้นอยู่กับรูปร่างของพอลิเมอร์และอุณหภูมิ ความเข้มข้นของตัวเร่งปฏิกิริยา น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ [11]

พอลิแล็กติกแอซิดมีราคาถูกและกำลังได้รับความนิยมเพื่อนำมาใช้แทนพอลิเมอร์จากปิโตรเลียม [12] โดยส่วนใหญ่นิยมนำมาใช้เป็นบรรจุภัณฑ์เนื่องจากสมบัติทางเคมีและปัจจัยด้านชีววิทยา เนื่องจากในปัจจุบันต้องการวัสดุที่หลีกเลี่ยงความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม และลดการสร้างขยะ [13]

2.1.3 ตัวอย่างกระบวนการขึ้นรูปพอลิเล็กทิกแอซิด

2.1.3.1 การรีดพอลิเล็กทิกแอซิด กระบวนการรีดเป็นกระบวนการสำคัญสำหรับการทำให้พอลิเล็กทิกแอซิดหลอมเหลวโดยเครื่องรีดสามารถขึ้นรูปพอลิเล็กทิกแอซิดแบบฉีดยุติ แบบฟิล์มได้



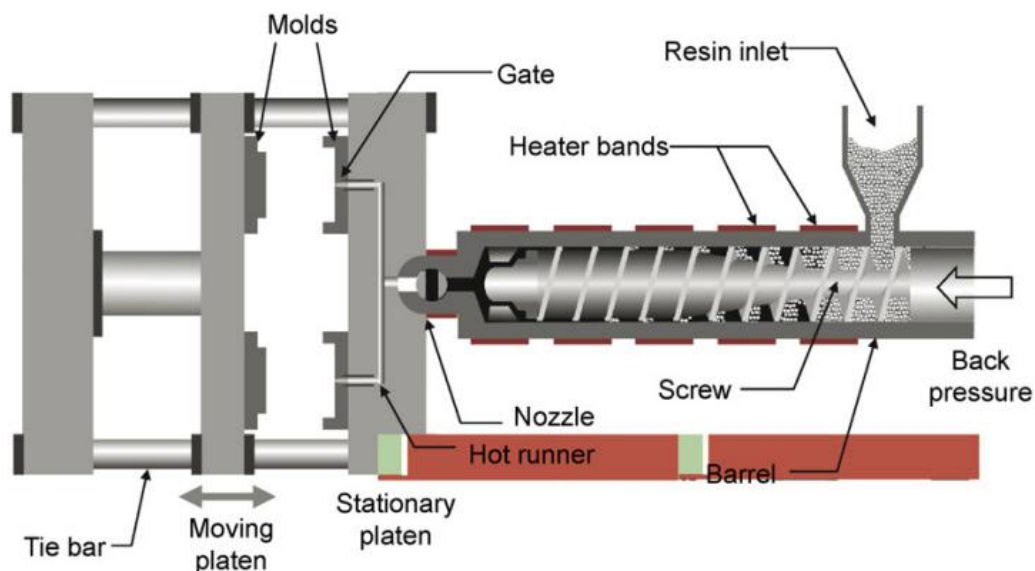
รูปที่ 2.4 เครื่องรีดแบบสกรูเดี่ยว

จากรูปที่ 2.4 เครื่องรีดแบบสกรูเดี่ยวมีส่วนประกอบสำคัญ 3 ส่วน คือ 1) ส่วนของการเติมพอลิเมอร์ เป็นส่วนที่ทำหน้าที่เหมือนสว่านโดนเติมเม็ดพอลิเมอร์เข้าเครื่องที่ส่วนนี้แล้วเครื่องจะส่งเม็ดพอลิเมอร์เข้าสู่สกรู 2) ส่วนของการเปลี่ยนรูปพอลิเมอร์โดยส่วนนี้จะทำหน้าที่บีบอัดเม็ดพอลิเมอร์หรือทำให้พอลิเมอร์หลอมเหลว ส่วนนี้จะอาศัยแรงเสียดทานและเพิ่มการสัมผัสระหว่างเม็ดพอลิเมอร์กับเครื่องรีด 3) ส่วนของการควบคุม ส่วนนี้จะทำหน้าที่เหมือนปั๊มควบคุมปริมาณของพอลิเมอร์ที่หลอมให้ได้ตามต้องการ

อัตราส่วนของความยาวสกรูต่อเส้นผ่านศูนย์กลางสกรูจะเป็นตัวกำหนดแรงเฉือนและเวลาที่ใช้เพื่อการหลอมพอลิเมอร์ สกรูที่มีอัตราส่วนของความยาวสกรูต่อเส้นผ่านศูนย์กลางสกรูสูงจะมีแรงเฉือนที่มากกว่า การผสมพอลิเมอร์จะเข้ากันได้ดีกว่า และเวลาที่ใช้เพื่อการหลอมตัวของพอลิเมอร์จะสูงกว่า สำหรับการผสมพอลิเล็กทิกแอซิดเกรดการค้านิยมใช้อัตราส่วนของความยาวสกรูต่อเส้นผ่านศูนย์กลางสกรู 24 – 30 [14]

พลังงานความร้อนที่ใช้เพื่อการทำพอลิเมอร์หลอมเหลวเกิดจากเครื่องทำความร้อนภายในเครื่องรีดและแรงเสียดทานที่เกิดขึ้นระหว่างพลาสติกกับสกรูและตัวเครื่องซึ่งความร้อนที่ใช้ต้องมากกว่าจุดหลอมเหลวของพอลิเล็กทิกแอซิด (มากกว่า 170 – 180 องศาเซลเซียส) โดยส่วนใหญ่มากใช้ความร้อนที่ 200 – 210 องศาเซลเซียส [15]

2.1.3.2 Injection molding



รูปที่ 2. 5 injection molding

เป็นวิธีการที่นิยมใช้มากที่สุด จะมีเครื่องรีดสำหรับทำให้พอลิเมอร์หลอมเหลวเครื่องนี้จะมีสกรูที่ถูกออกแบบมาเพื่อให้มีแรงดันมากพอช่วยในการฉีดพอลิเมอร์โดยส่วนของสกรูจะทำให้พอลิเมอร์หลอมเหลวก่อนทำการฉีดพอลิเมอร์ ส่วนที่ทำหน้าที่ฉีดพอลิเมอร์จะมีความร้อนสูงลูกสูบจะช่วยในการฉีดพอลิเมอร์

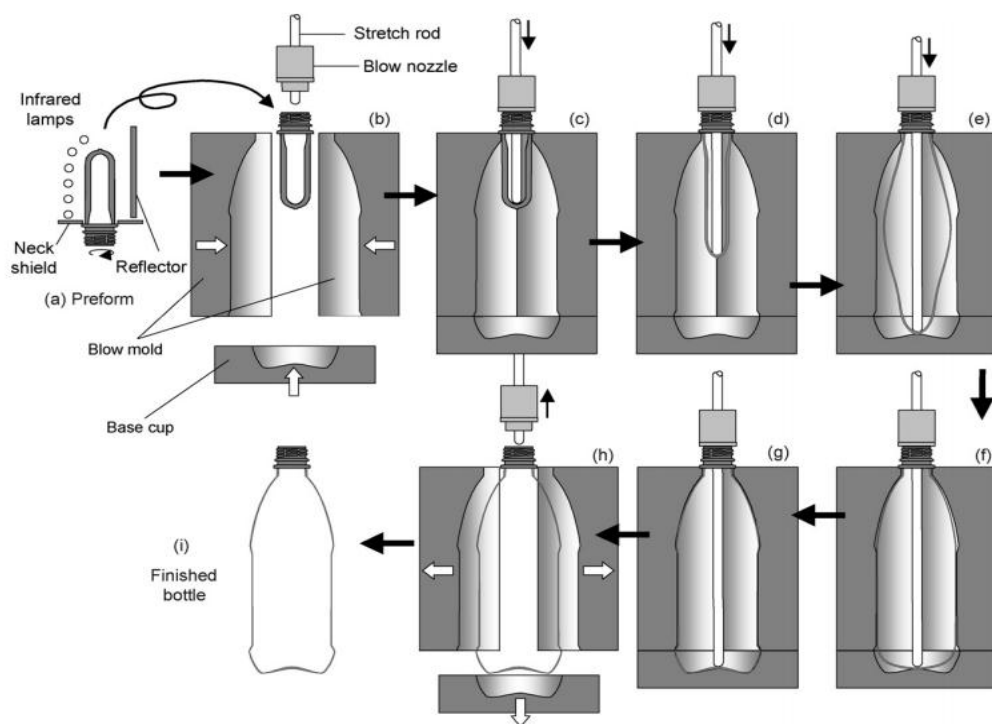
สำหรับพอลิเล็กติกแอสิตความเปราะมีผลต่อการเลือกอุณหภูมิให้เหนือกว่าอุณหภูมิสภาพแก้ว (Glass transition temperature; T_g) ประมาณ 25 องศาเซลเซียส [16]

2.1.3.3 Stretch blow molding

ผู้บริโภคในปัจจุบันให้ความสนใจกับสิ่งแวดล้อมมากขึ้น ในอุตสาหกรรมอาหารจะให้ความสนใจในพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้เองมาแทนที่พอลิเมอร์ที่ไม่สามารถย่อยสลายได้ พอลิเล็กติกแอสิตได้รับความสนใจที่จะนำมาใช้ในอุตสาหกรรมเครื่องดื่ม ขวดที่ทำมาจากพอลิเล็กติกแอสิตจะใช้เทคนิค injection stretch blow molding [17]

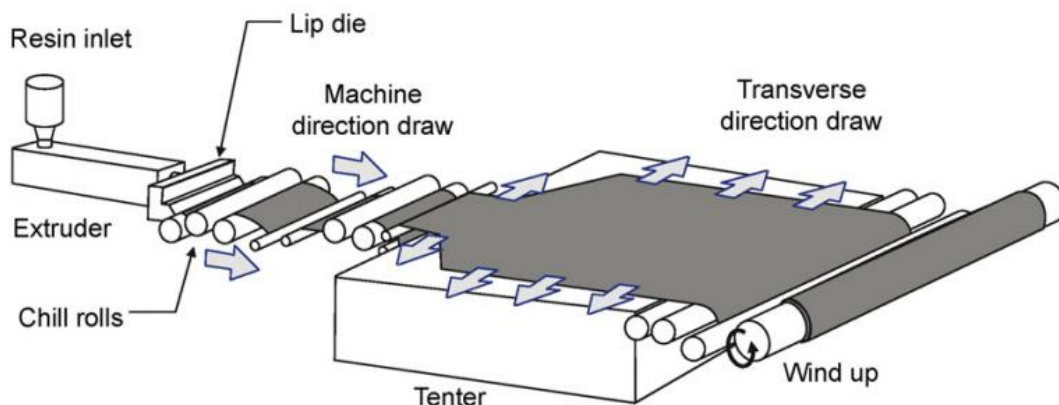
วิธีการนี้จะลดความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ทำให้มีผลต่อสมบัติทางกายภาพซึ่งช่วยลดความเปราะของพอลิเมอร์ [18]

รูปที่ 2.7 a กระบวนการทำขวดจากพอลิเอทิลีนแอสิด โดยเริ่มต้นจะทำการฉีดขึ้นรูปจะให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 85 – 110 องศาเซลเซียส จากนั้นฉีดเข้าแม่พิมพ์ตามรูปที่ 2.7 b จากนั้นรูปที่ 2.6 c ถึง e จะใส่อากาศเข้าไปโดยให้ความดันประมาณ 0.5 ถึง 2 เมกะพาสคัล จะทำให้ได้ขวดตามแม่พิมพ์ รูปที่ g และ f เป็นขั้นตอนของการให้ความเย็นกับขวด ก่อนที่จะนำออกจากแม่พิมพ์ อุณหภูมิสำหรับการพอลิเอทิลีนแอสิด 35 องศาเซลเซียส [19]



รูปที่ 2. 6 Injection stretch blow molding ของพอลิเอทิลีนแอสิด

2.1.3.4 การขึ้นรูปเป็นฟิล์มและแผ่น



รูปที่ 2. 7 เครื่องขึ้นรูปแผ่นฟิล์ม

เนื่องจากพอลิเอทิลีนแอซิดตอบสนองได้ไวต่ออุณหภูมิจึงหลีกเลี่ยงการใช้อุณหภูมิที่ทำให้พอลิเอทิลีนแอซิดเกิดการเสถียรภาพอุณหภูมิที่ใช้ในส่วนของการใส่พอลิเอทิลีนแอซิดเข้าเครื่องขึ้นรูปฟิล์มจะประมาณ 160 ถึง 175 องศาเซลเซียส [20] จากนั้นจะฉีดพอลิเมอร์ส่วนขึ้นรูปฟิล์มซึ่งใช้หลอด 3 แท่งในการรีดฟิล์มพอลิเอทิลีนแอซิดในส่วนนี้จะใช้อุณหภูมิ 25 ถึง 50 องศาเซลเซียส [21] แล้วทำให้ฟิล์มขยายขนาดเพื่อให้ได้ฟิล์มตามต้องการโดยการทำให้เครื่องส่ายไป ฟิล์มพอลิเอทิลีนแอซิดที่ได้จะมีสมบัติเหมือนฟิล์มพอลิโพรพิลีน

แต่พอลิเอทิลีนแอซิดยังมีข้อจำกัดในการใช้งาน เนื่องจากมีสมบัติบางอย่างที่ด้อย เช่น มีความไม่ชอบน้ำ มีอัตราการสลายตัวช้าเมื่อเทียบกับพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติชนิดอื่นๆ มีความเหนียวต่ำ ไม่มีหมู่ข้างเคียงที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งสมบัติทั่วไปของพอลิเอทิลีนแอซิดดังแสดงไว้ในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2. 1 สมบัติทางกายภาพของพอลิเล็กทิกแอซิด

สมบัติ	ปริมาณ
น้ำหนักโมเลกุล (Kg/mol)	100 – 300
อุณหภูมิหลอมเหลว (°C)	130 - 215
อุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (Tg,°C))	55 – 70
พลังงานความร้อนของการหลอมเหลว ΔH_m (J/m)	8.1 – 93.1
อุณหภูมิการสลายตัว	500 – 600
พารามิเตอร์การละลาย	19 – 20.5
ความหนาแน่น (kg/m ³)	1.25
ดรชนีการหลอมไหล (g/10min)	2 – 20
ความสามารถในการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์ (fmol m ⁻¹ s ⁻¹ Pa ⁻¹)	4.25 และ 23.2
ความต้านแรงดึง (GPa)	1.9 – 4.1
ความแข็งแรง ณ จุดคราก (MPa)	70/53
ความต้านทานแรงดัดโค้ง(MPa)	119/88
ความยืดสูงสุด ณ จุดขาด (%)	100 - 180

จากเหตุผลที่กล่าวมาทำให้พอลิเล็กทิกแอซิดถูกนำมาใช้งานแทนพอลิเมอร์จากอุตสาหกรรมปิโตรเลียมได้ แต่พอลิเล็กทิกแอซิดยังคงข้อจำกัดในการใช้งาน เช่น มีความเปราะสูงทำให้ขึ้นรูปเป็นฟิล์ม เป็นแผ่น หรือฉีดขึ้นรูปได้ยาก ใช้งานที่ต้องการทนแรงกระแทกได้ไม่ดี [22] ความเป็นผลึกต่ำทำให้มีข้อจำกัดในสมบัติด้านการทนอุณหภูมิอีกทั้งยังมีอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่สูงจึงทำให้ไม่เหมาะที่จะนำไปทำบรรจุภัณฑ์ที่ต้องใช้กับความร้อน เช่น บรรจุภัณฑ์อาหาร อีกทั้งแก๊สบางชนิดยังซึมผ่านได้ดี เช่น ออกซิเจน คาร์บอนไดออกไซด์ จึงทำให้แก๊สเหล่านี้สามารถเกิดปฏิกิริยากับอาหารได้ [23] ดังนั้น จึงมีการศึกษาเพื่อทำการปรับปรุงสมบัติเหล่านี้ได้โดยการเติมสารเติมแต่ง

2.1.4 การปรับปรุงสมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด

ทำได้ 3 วิธี คือ การทำโคพอลิเมอร์ไรเซชัน การพลาสติกไซเซชัน และการทำพอลิเมอร์ผสม

2.1.4.1 การทำโคพอลิเมอร์ไรเซชันไรเซชัน

การทำโคพอลิเมอร์ไรเซชันของพอลิแล็กติกแอซิด สามารถทำได้หลายวิธี เช่น กระบวนการพอลิเมอร์ไรเซชันแบบควบแน่น คือ การทำโคพอลิเมอร์ไรเซชันระหว่างแล็กติกแอซิดและมอนอเมอร์อื่น ได้โคพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักเบา กระบวนการโคพอลิเมอร์ไรเซชันแบบเปิดวง มอนอเมอร์เชิงเส้นหรือเฮดเทอโรไซคลิกมอนอเมอร์ เช่น คาโพรแลคโตน การทำกราฟต์พอลิเมอร์ชนิดอื่นกับพอลิแล็กติกแอซิดช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดกับพอลิเมอร์อื่น ทำให้มีสมบัติเชิงกลสมบัติทางความร้อนและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์แบบกราฟต์ดีกว่าโคพอลิเมอร์ไรเซชันแบบอื่นๆ กระบวนการโคพอลิเมอร์จะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลด้านความเหนียวและความสามารถในการขึ้นรูปตีขึ้น [10]

2.1.4.2 พลาสติกไซเซชัน

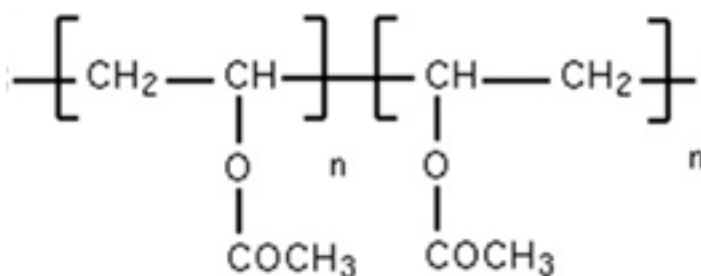
การทำพลาสติกไซเซชันจะทำให้พอลิแล็กติกแอซิดมีความยืดหยุ่นดีขึ้น อย่างไรก็ตามประสิทธิภาพของพลาสติกไซเซอร์จะลดลง เนื่องจากความเป็นผลึกของพอลิแล็กติกแอซิดจะทำให้ความเข้ากันได้ระหว่างพลาสติกไซเซอร์กับพอลิแล็กติกแอซิดลดลง แก้ไขโดยทำให้อุณหภูมิกลาสทรานซิชันของพอลิแล็กติกแอซิดต่ำลงซึ่งนำไปทำปฏิกิริยากับสารกลุ่มซิเตต และมาเลเอตจะทำให้อุณหภูมิกลาสทรานซิชันลดลงและสมบัติเชิงกลดีขึ้น [24]

2.1.4.3 การทำพอลิเมอร์ผสม

เป็นวิธีการที่ง่ายที่สุดในการปรับปรุงสมบัติของพอลิเมอร์ เช่น ทำการพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดกับไคโตซาน แป้งและเซลลูโลส จะช่วยปรับปรุงสมบัติด้านความยืดหยุ่น ความเหนียวและช่วยลดต้นทุนการผลิตโดยที่สามารถรักษาสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อนและความสามารถในการสลายตัวได้ทางชีวภาพของพอลิเมอร์ไว้ได้ แต่การผสมพอลิแล็กติกแอซิดกับพอลิเมอร์อื่นๆ หากผสมกันไม่ดีจะทำให้สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิดลดลง ดังนั้นจึงพิจารณาความเข้ากันได้และความสามารถในการยึดเกาะของพอลิเมอร์ผสม วิธีการหนึ่งในการทำการผสม คือ การสังเคราะห์พอลิเมอร์แบบบล็อก เพื่อช่วยสภาพเข้ากันได้กับพอลิแล็กติกแอซิด และปรับปรุงสมบัติได้ดีขึ้น การปรับปรุงความสามารถในการยึดติดระหว่างเฟสด้วยการทำคอมแพททิบิไรเซชันด้วย

การเติมสารช่วยผสม จะทำให้ความแข็งแรงอีลาสติก ความเค้น ณ จุดคราก และความเค้น ณ จุดแตกหักลดลงแต่จะทำให้การยืดตัว ณ จุดขาดเพิ่มขึ้น [25]

2.2 พอลิไวนิลแอซีเตต



รูปที่ 2. 8 โครงสร้างโมเลกุลพอลิไวนิลแอซีเตต[26]

พอลิไวนิลแอซีเตตเป็นพลาสติกประเภทเทอร์โมพลาสติก มอนอเมอร์ คือ ไวนิลแอซีเตต สมบัติทั่วไปเป็นดังนี้

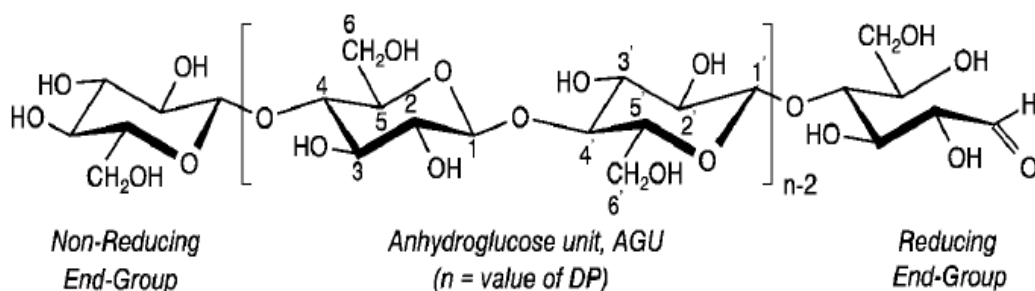
ตารางที่ 2. 2 สมบัติทั่วไปของพอลิไวนิลแอซีเตต

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

มีการนำพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ไปใช้งานมากมาย เช่น นำมาทำกาว ใช้ในงานเคลือบผิวไม้ หรือใช้ในอุตสาหกรรมเส้นใย เป็นสารเชื่อมประสาน โดยนิยมใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์ หรือใช้งานในวัสดุก่อสร้าง

2.3 เซลลูโลส (cellulose)

เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์แบบโฮโมพอลิเมอร์เส้นตรง มีกลูโคสเป็นมอนอเมอร์ เซลลูโลสเกิดจากกลูโคส 10,000 ถึง 15,000 โมเลกุลต่อกันด้วยพันธะโคเวเลนต์มีออกซิเจนหนึ่งอะตอมอยู่ระหว่างโมเลกุลกลูโคส 2 โมเลกุล เรียกพันธะระหว่างกลูโคส 2 โมเลกุลว่า พันธะไกลโคไซด์ิก โดยพันธะไกลโคไซด์ิกต่อระหว่างคาร์บอนตำแหน่งที่ 1 ของกลูโคสโมเลกุลแรกกับคาร์บอนตำแหน่งที่ 4 ของกลูโคสโมเลกุลถัดไป เซลลูโลสไม่สามารถละลายน้ำได้หรือในตัวทำละลายอินทรีย์ [27] เซลลูโลสที่แยกได้จากธรรมชาติจะเป็นเส้นใยสั้นๆ [28] ไมโครไฟบริลเซลลูโลสจะมีขนาด 2 ถึง 20 ไมโครเมตรขึ้นอยู่กับแหล่งที่พบ เซลลูโลสจะพบในพืชและแบคทีเรีย



รูปที่ 2. 9 โครงสร้างโมเลกุลเซลลูโลส [29]

แหล่งที่พบเซลลูโลสได้แก่ 1) ไม้ เซลลูโลสที่พบในไม้จะมีความแข็งแรงมากเหมาะแก่การนำไปใช้ในอุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมบรรจุภัณฑ์ 2) พืช เหมาะแก่การใช้งานในอุตสาหกรรมสิ่งทอ 3) สัตว์ทะเล เซลลูโลสจะรวมตัวอยู่ในโปรตีนเส้นใยเซลลูโลสที่ได้จะมีขนาดเล็กเมื่อเทียบกับแหล่งอื่นๆ [30] 4) สาหร่าย เซลลูโลสจะอยู่ที่ผนังเซลล์ของสาหร่าย [31] 5) แบคทีเรีย

การแยกสกัดเซลลูโลส เนื่องจากเซลลูโลสไม่สามารถละลายได้ในน้ำและในตัวทำละลายอินทรีย์ทำให้ไม่สามารถแยกเซลลูโลสได้ด้วยตัวทำละลายในทางอุตสาหกรรมนิยมใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ [32]

2.3.1 เซลลูโลสนาโนไฟบริล

เซลลูโลสนาโนไฟบริล คือ เซลลูโลสที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางด้านใดด้านหนึ่งเท่ากับ 1 ถึง 100 นาโนเมตร วิธีการเตรียมเซลลูโลสนาโนไฟบริลสามารถเตรียมได้จากกรดหรือวิธีเชิงกล ขนาดของเซลลูโลสที่ได้ขึ้นอยู่กับแหล่งที่มาชนิดของเซลลูโลสตามขนาดเป็นดังนี้

ตารางที่ 2. 3 ขนาดของเซลลูโลสนาโนไฟบริล [33]

โครงสร้างเซลลูโลส	ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (นาโนเมตร)	ความยาว (นาโนเมตร)	อัตราส่วนความ กว้างต่อความยาว
เซลลูโลสไมโครไฟบริล	10 – 40	>1000	100 – 150
เซลลูโลสนาโนวิสเกอร์	2 – 20	100 – 600	10 – 100
เซลลูโลสไมโคร คริสตัลไลน์	>1000	>1000	~ 1

คุณสมบัติของเซลลูโลสนาโนไฟบริล ได้แก่ มีเส้นผ่านศูนย์กลางแนวใดแนวหนึ่งอยู่ในระดับนาโน มีความหนาแน่นต่ำและมีสมบัติเชิงกลด้านความแข็งแรงที่ดี เซลลูโลสนาโนไฟบริลนำไปใช้ประโยชน์ได้ ดังนี้ เป็นสารเติมแต่งในอุตสาหกรรมกระดาษ นาโนคอมโพสิต เป็นสารที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีในอุตสาหกรรมสิ่งทอ เป็นต้น

2.3.1.1 การเตรียมเซลลูโลสนาโนไฟบริล

1. วิธีการเชิงกล

การเตรียมเซลลูโลสตามวิธีการเชิงกล ใช้เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ความดันสูง โดยเตรียมเซลลูโลสให้กระจายตัวอยู่ในน้ำ เป็นวิธีการที่นิยมใช้ในงานอุตสาหกรรม เครื่องโฮโมจีไนเซอร์มีลักษณะเป็นแผ่นกลมๆ ประกบกันสองแผ่น เมื่อต้องการจะบดเซลลูโลสให้เป็นเซลลูโลสนาโนไฟบริล ทำโดยการฉีดเซลลูโลสด้วยความดันสูงเข้าไปอยู่ที่ช่องว่างระหว่างแผ่น 2 แผ่น การหมุนทำให้เกิดแรงเฉือนสามารถบดให้เซลลูโลสไฟบริลมีขนาดเล็กลงได้ การปรับปรุงขนาดเซลลูโลสไฟบริลด้วยวิธีการเชิงกลเป็นการเปลี่ยนแปลงแบบไม่ผันกลับซึ่งส่งผลต่อสมบัติทางสัณฐานวิทยาและขนาดของเส้นใยเซลลูโลสที่เตรียมได้ อีกทั้งยังช่วยลดน้ำหนักและความเป็นผลึกของเซลลูโลสไฟบริลอีกด้วย เซลลูโลสนาโนไฟบริลที่เตรียมได้มีขนาด 20 – 100 นาโนเมตรซึ่งการเตรียมการทำซ้ำๆ ประมาณ 7 รอบ [34]

2. การเตรียมเซลลูโลสนาโนไฟบริลด้วยปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสด้วยกรด

เซลลูโลสนาโนไฟบริลเตรียมโดยปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสด้วยกรดซัลฟิวริกแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นจนพีเอชเป็นกลางจากนั้นนำไปเหวี่ยงด้วยความเร็วรอบ 6000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 10 นาที แล้วแยกเซลลูโลสออกจากน้ำ [35]

3. การเตรียมเซลลูโลสนาโนไฟบริลด้วยไอน้ำ

ใช้ไอน้ำที่มีความดันสูงเพื่อทำให้เซลลูโลสแตกตัวโดยใช้เวลาเพียงสั้นๆซึ่งเป็นการใช้ปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสด้วยน้ำซึ่งอาศัยความดันช่วย พันธะที่สามารถถูกทำลายได้โดยวิธีการนี้ ได้แก่ พันธะไกลโคซิดิกในสายคาร์โบไฮเดรต พันธะปีต้าอีเทอร์ของลิกนิน แรงยึดระหว่างลิกนินกับคาร์โบไฮเดรต อีกทั้งยังช่วยในการปรับปรุงสมบัติของลิกนินและคาร์โบไฮเดรต เปอร์เซ็นต์ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ด้วยวิธีนี้จะมีความสูงมาก [36]

4. อัลตราโซนิเคต

ทำการแยกลิกนินออกก่อนด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่ 75 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมงและทำซ้ำ 5 ครั้ง จนกระทั่งเซลลูโลสที่ได้มีสีขาวจากนั้นนำตัวอย่างมาทำปฏิกิริยากับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 3 เปอร์เซ็นต์โดยมวลที่ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงแล้วทำปฏิกิริยาต่อด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ 6 เปอร์เซ็นต์โดยมวลที่ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นจนพีเอชของสารละลายที่เตรียมเป็นกลาง แล้วนำไปโซนิเคตในเครื่องอัลตราโซนิคด้วยความถี่ 20 – 25 เฮอร์ตแล้วนำไปแช่ในน้ำแข็ง [37]

2.4 พอลิเมอร์ผสม(polymer blend)

พอลิเมอร์ผสมเป็นกระบวนการปรับปรุงสมบัติพอลิเมอร์ โดยการนำเอาสมบัติที่ดีของพอลิเมอร์แต่ละชนิดมารวมกัน โดยการนำพอลิเมอร์ 2 ชนิดหรือมากกว่ามาผสมเป็นเนื้อเดียวกัน (blending) โดยที่ในการผสมพอลิเมอร์ดังกล่าวจะต้องอยู่ในสภาพของเหลวไม่ว่าจะเป็นสารละลาย (solution) หรือ สารหลอมเหลว (molten) ด้วยกระบวนการต่างๆ เช่น การฉีดขึ้นรูป, การผสมแบบหลอม, การผสมด้วยตัวทำละลาย [38] พอลิเมอร์ผสมสามารถช่วยพัฒนาสมบัติเชิงกล สมบัติทางกายภาพการทนแรงกระแทกของพอลิเมอร์ โดยส่วนใหญ่การปรับปรุงสมบัติพอลิเมอร์จะเน้นปรับปรุงสมบัติด้านความเหนียวของพอลิเมอร์ที่เปราะ โดยการเติมพอลิเมอร์ที่มีความยืดหยุ่นกว่าพอลิเมอร์ที่ต้องการปรับปรุงร้อยละ 10 ถึง 20 ในการนำพอลิเมอร์มาผสมกัน ต้องพิจารณาโครงสร้างโมเลกุลขององค์ประกอบที่นำมาผสมกัน พอลิเมอร์ผสมเหมาะในการนำมาพัฒนาสมบัติของพอลิเมอร์

เนื่องจากมีต้นทุนที่ต่ำและนอกจากนี้ไม่ทำให้สมบัติของพอลิเมอร์เปลี่ยนไป [39] เนื่องจากโครงสร้างโมเลกุลมีผลต่อความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ หากพอลิเมอร์ผสมเข้าได้ไม่ดีจะทำให้สมบัติของพอลิเมอร์ผสมที่ได้แย่ลงกว่าก่อนผสม [40] แต่การผสมเข้าเป็นเนื้อเดียวกันของพอลิเมอร์ต่างชนิดกันนั้นกระทำให้สมบูรณ์ได้ยาก จึงมักพบว่าในพอลิเมอร์ผสมจะมีพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งจะกระจายอยู่ในเนื้อหรือ เมทริกซ์ที่ต่อเนื่อง (continuous matrix) ของพอลิเมอร์อีกชนิดหนึ่งเสมอ แต่ทั้งนี้การกระจายตัวดังกล่าวควรต้องเป็นไปอย่างสม่ำเสมอ เพื่อไม่ทำให้เกิดเป็นข้อบกพร่อง (defects) และทำให้สมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมต่ำกว่าของพอลิเมอร์บริสุทธิ์ได้

ในการเตรียมพอลิเมอร์ผสม จึงต้องพิจารณาถึงสมบัติความเข้ากันได้ (compatibility) ด้วยมีปัจจัยที่ส่งผลต่อสมบัติความเข้ากันได้ เช่น โครงสร้างสายโซ่โมเลกุลที่ต่างกันทำให้ไม่สามารถกระจายตัวอย่างอิสระและปัจจัยทางพลังงาน (energy factor) ของพอลิเมอร์แต่ละชนิดที่ต่างกัน เช่น การดูดกลืนพลังงานความร้อน

2.4.1 การผสมพอลิเมอร์มี 2 แบบ คือ

2.4.1.1 การผสมกันโดยเกิดปฏิกิริยาเคมี พอลิเมอร์สองชนิดที่จะนำมาผสมต้องมีหมู่ฟังก์ชันที่สามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีได้ระหว่างพื้นผิวของพอลิเมอร์ 2 ชนิดเกิดเป็นพอลิเมอร์ผสม ตัวอย่างรูปแบบของการผสมด้วยการทำปฏิกิริยามีดังนี้

1. การเติมบล็อกหรือกราฟต์โคพอลิเมอร์ (Addition of Block or Graft Copolymers)

เป็นเทคนิคหนึ่งที่มีความนิยมในการผสมเพื่อเพิ่มความสามารถในการเข้ากันได้ บล็อกโคพอลิเมอร์จะได้รับความนิยมมากกว่ากราฟต์โคพอลิเมอร์ โดยเฉพาะบล็อกโคพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วยบล็อกของพอลิเมอร์ที่เหมือนกันกับพอลิเมอร์แต่ละชนิดที่ นำมาผสมกัน โดยโคพอลิเมอร์ที่ใช้ต้องมีโครงสร้างทางเคมีและน้ำหนักโมเลกุลที่เหมาะสม ที่จะไปอยู่ระหว่างเฟสของพอลิเมอร์แต่ละชนิด โครงสร้างทางเคมีและน้ำหนักโมเลกุลของโคพอลิเมอร์จะมีผลอย่างมากต่อประสิทธิภาพของการเป็นสารช่วยผสม

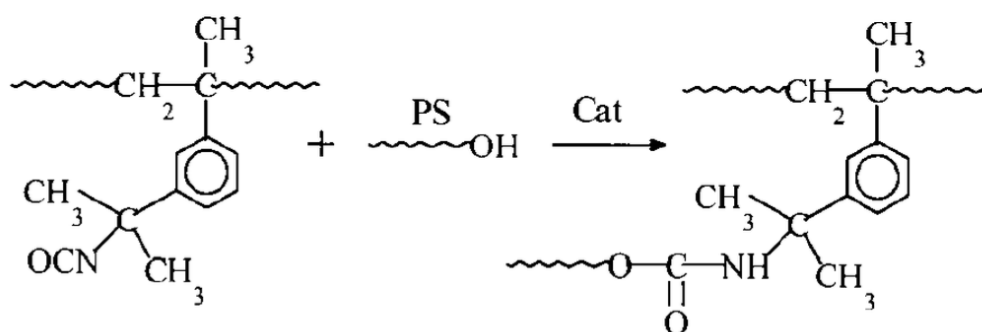
2. การเติมพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันหรือส่วนที่ว่องไวต่อการทำปฏิกิริยา (Addition of Functional/Reactive Polymers)

การเติมพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันเพื่อทำหน้าที่เป็นสารช่วยผสม เป็นการนำพอลิเมอร์ชนิดใดชนิดหนึ่งที่จะทำการผสมมาดัดแปรให้มีหมู่ฟังก์ชัน หรือส่วนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา โดยหมู่ฟังก์ชันดังกล่าวต้องสามารถเกิดปฏิกิริยาหรือมีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล เช่น พันธะไฮโดรเจนกับพอลิเมอร์ชนิดที่สองได้ กระบวนการดัดแปรพอลิเมอร์ให้มีหมู่ฟังก์ชันสามารถทำได้ในเครื่องปฏิกรณ์หรือโดยผ่านกระบวนการอัดรีด

3. การทำให้เกิดปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์ไรเซชันในระหว่างการผสม (In-situ Grafting Polymerization)

การทำให้เกิดปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์ไรเซชันในระหว่างการผสม หรือ reactive blending เป็นวิธีใหม่ที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์ให้เข้ากันได้ โดยต่างจากวิธีอื่นๆ คือ องค์ประกอบที่ทำการผสมจะถูกนำมาดัดแปรเพื่อให้เกิดปฏิกิริยากับพอลิเมอร์อีกชนิดหนึ่งได้ โดยไม่จำเป็นต้องเติมสารช่วยผสม

โดยทั้งนี้ปัจจัยที่มีผลต่อความเข้ากันได้ของการผสมพอลิเมอร์ด้วยเทคนิคทางเคมี ประกอบด้วย ได้แก่ น้ำหนักโมเลกุลพอลิเมอร์ โครงสร้างโมเลกุลหมู่ฟังก์ชันและจำนวนหมู่ฟังก์ชันต่อสายพอลิเมอร์ สัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมและความเร็วในการเกิดปฏิกิริยา ตัวอย่างการเกิดพอลิเมอร์ผสมโดยปฏิกิริยาเคมี



รูปที่ 2. 10 ปฏิกิริยาการผสมระหว่าง พอลิเมทิลเมทาครีเลตและพอลิสไตรีนที่มีการเติมหมู่ไฮดรอกซิล

จากรูปที่ 2.10 เนื่องจากพอลิสไตรีนไม่มีหมู่ฟังก์ชันจึงไม่สามารถเกิดการผสมแบบปฏิกิริยาเคมีได้ จึงมีการปรับปรุงโครงสร้างโมเลกุลด้วยการเติมหมู่ไฮดรอกซิลที่ปลายสายของพอลิสไตรีน จึงสามารถทำปฏิกิริยากับหมู่ฟังก์ชันของพอลิเมทิลเมทาครีเลตได้ [41]

2.4.1.2 การผสมพอลิเมอร์โดยไม่เกิดปฏิกิริยาเคมี วิธีนี้จะใช้เครื่องมือสำหรับการผสม เช่น ใช้เครื่องบดลูกกลิ้ง ใช้เครื่องอัดรีด ซึ่งเครื่องมือดังกล่าวใช้แรงเฉือนช่วยในการผสมพอลิเมอร์ แรงเฉือนที่เพิ่มมากขึ้นจะทำให้การผสมของพอลิเมอร์เข้ากันได้ดีขึ้น

2.4.2 กลไกสภาพเข้ากันได้ (Compatibility Mechanism) ของพอลิเมอร์ผสม โดยทั่วไปจะพบว่าพอลิเมอร์ผสมมีสมบัติเชิงกลที่ค่อนข้างต่ำ ทั้งนี้เนื่องจากแรงดึงดูระหว่างผิวสัมผัสที่ต่ำและความเค้นสะสม (stress concentration) ระหว่างผิวสัมผัส (interface) จึงนิยมใช้สารช่วยผสมหรือการทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีในระหว่างการผสม (in-situ chemical reaction) เพื่อปรับปรุงแรงดึงดูระหว่างผิวสัมผัสของพอลิเมอร์ผสมให้ดีขึ้น เพื่อให้ได้โครงสร้างสัณฐานวิทยาและสมบัติของพอลิเมอร์ผสมที่เหมาะสม ทั้งนี้เทคนิคการผสมหรือวิธีการผสม (Method of Compatibility) จะเป็นขั้นตอนสำคัญและบ่งชี้ถึงสมบัติของพอลิเมอร์ผสมที่ได้ ซึ่งวิธีการหรือเทคนิคที่ใช้ในการผสมมีหลายวิธี ขึ้นกับผู้ผลิตเป็นหลัก โดยจะพิจารณาจากต้นทุนเป็นสำคัญ

การพิจารณาจากสภาพการผสมที่เข้ากันได้ทางเทอร์โมไดนามิกส์ ขึ้นการสมการสมดุลเอนทาลปีและเอนโทรปีของการผสมซึ่งมีผลต่อค่าพลังงานเสรีของการผสม ดังสมการนี้

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

โดยที่ ΔG = การเปลี่ยนแปลงค่าพลังงานเสรีของการผสม

ΔH = การเปลี่ยนแปลงเอนทาลปีของการผสม

ΔS = การเปลี่ยนแปลงของเอนโทรปีของการผสม

T = อุณหภูมิ (K)

2.5 เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของพอลิเมอร์ผสม

2.5.1 XRD

รังสีเอกซ์เป็นสเปกตรัมของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าช่วงหนึ่ง มีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.1 – 1 อังสตรอม หรือ 0.01 – 10 นาโนเมตร แต่สำหรับรังสีเอกซ์ที่ใช้ในทางเคมีวิเคราะห์จะมีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.07 – 0.2 นาโนเมตร การศึกษาอันตรกิริยาระหว่างรังสีเอกซ์กับสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น เกิดการเปล่งแสงบางชนิด การดูดกลืน การกระเจิงหรือเกิดการเลี้ยวเบน

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X – Ray diffraction)

เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึก โดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ลำแสงเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นแบบเดียวกันถ้าอะตอมในผลึกอยู่กันอย่างเป็นระเบียบและห่างเท่าๆ กัน การเลี้ยวเบนนี้มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนด้วยเกรตติงแบบสะท้อน สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับ 2 ประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีที่เลี้ยวเบนและเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เมื่อคลื่นแสงเกิดอินเทอร์เฟอเรนซ์แบบเสริมที่มุม θ ได้เป็น

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

สมการนี้ เรียกว่า Bragg equation

โดย	d	คือ	ระยะห่างของชั้นระหว่างผลึก
	n	คือ	ตัวเลขจำนวนเต็ม
	λ	คือ	ความยาวคลื่นแสง ($\lambda = A^\circ$)
	θ	คือ	มุมที่รังสีเอกซ์ตกกระทบผิวของผลึก

หลอดรังสีเอกซ์ ได้แก่ หลอดรังสีเอกซ์ที่ทำด้วยธาตุ Cr, Rh, Mo, W และ Au ลักษณะเฉพาะของรังสีเอกซ์สเปกตรัม ประกอบด้วยสเปกตรัม 2 ชนิด ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุที่ใช้ทำแอโนด คือ สเปกตรัมที่เป็นแถบแบบต่อเนื่องเกิดจากอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงถูกลดพลังงานหรือลดความเร็วลงด้วยการชนกันระหว่างอิเล็กตรอนเองหรือชนกับอิเล็กตรอนในวัตถุ ทำให้เปล่งรังสีออกมา กับสเปกตรัมที่เป็นเส้นทับอยู่บนแถบสเปกตรัมซึ่งมีลักษณะเฉพาะของธาตุแต่ละชนิด

2.5.2 การวิเคราะห์และตรวจสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม

อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FT-IR)

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่พัฒนามาจากเครื่อง IR spectrometer เพื่อให้ทำงานได้ง่ายและรวดเร็วขึ้น มีความสามารถในการแยกสูงและมีความไวสูง สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ในปริมาณน้อยๆ แหล่งกำเนิดคลื่น FT-IR spectrometer เป็นแท่งเซรามิกที่เผาด้วยขดลวดความถี่ร้อน ทำให้เกิดรังสีอินฟราเรด ไปสู่กระจกเงาที่ทำหน้าที่สะท้อนคลื่นแสงสู่ตัวแยกคลื่นแสงเพื่อแยกคลื่นแสงออกเป็น 2 ส่วนเท่าๆ กัน โดยคลื่นแสงส่วนหนึ่งจะทะลุออกไป และอีกส่วนหนึ่งจะสะท้อนกลับสู่กระจกเงาที่เคลื่อนที่ได้ โดยมีแสงเลเซอร์ปรับระยะการเคลื่อนที่ของกระจกให้ส่องไปยังตัวอย่างได้ ซึ่งเรียกขานนี้ว่า The Michelson Interferometer คลื่นรังสีอินฟราเรดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้อยู่ระหว่างย่านแสงที่มองเห็นได้กับย่านไมโครเวฟ คลื่นอินฟราเรดที่ใช้ประโยชน์จะเป็นช่วงคลื่นอินฟราเรดช่วงกลาง (middle IR) ซึ่งมีเลขคลื่น $4,000 - 400 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งมีความถี่ตรงกับความถี่ของการสั่นพันธะโคเวเลนต์ในโมเลกุลของสาร เมื่อสารตัวอย่าง

ได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่เหมาะสมกับการเกิดการสั่นหรือการหมุนของพันธะในโมเลกุล สาร ทำให้เกิดการเปลี่ยนโมเมนต์ขั้วคู่ของโมเลกุลทำให้โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสง แล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมาแสดงผลเป็นความสัมพันธ์ของความถี่หรือเลขคลื่นกับการส่งผ่านของแสง เรียกว่า อินฟราเรดสเปกตรัม

การใช้เครื่อง FT-IR spectrometer วิเคราะห์ตัวอย่างใช้เวลาอย่างมากและไม่สิ้นเปลือง สารเคมี จึงนิยมนำมาใช้ประโยชน์ในด้านการวิเคราะห์เพื่อการตรวจสอบในเชิงคุณภาพ หรือเพื่อการยืนยันสูตรโครงสร้างของสารตัวอย่าง โดยเปรียบเทียบกับอินฟราเรดสเปกตรัมของสารตัวอย่าง ถ้าตรงกันแสดงว่าเป็นสารชนิดเดียวกัน

2.5.3 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

คุณสมบัติของพอลิเมอร์ส่วนใหญ่แสดงออกมาเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิเกิดขึ้น ซึ่งจะ ทำให้ใช้ชนิดและภาวะที่เหมาะสมต่อการผลิตและขึ้นรูปพอลิเมอร์ นอกจากนี้ยังมีผลโดยตรงต่อการ ตรวจสอบสมบัติพอลิเมอร์ทางกายภาพและทางเชิงกล สมบัติซึ่งเปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิของพอลิเมอร์นี้ขึ้นอยู่กับ การเปลี่ยนแปลงหนึ่งในสองจุดหลักที่ภาวะทรานสิชัน สำหรับพอลิเมอร์ผลึก จุดเปลี่ยนแปลงที่สำคัญที่สุดในภาวะทรานสิชัน คือ อุณหภูมิหลอมเหลวของโครงสร้างผลึก (melting temperature; T_m) แต่สำหรับพอลิเมอร์ที่ไม่มีโครงสร้างผลึกหรือพอลิเมอร์อสัณฐานสมบัติการเปลี่ยนแปลงพอลิเมอร์จะเปลี่ยนแปลงตาม T_g

สมบัติทางความร้อนที่มีผลต่อพฤติกรรมของพอลิเมอร์

การตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนของพอลิเมอร์สมบัติหลัก คือ T_g ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่พอลิเมอร์แสดงสมบัติคล้ายแก้ว (glassy) และสมบัติคล้ายยาง (rubbery) ใช้ได้เฉพาะพอลิเมอร์ที่ไม่มีโครงสร้างผลึกเท่านั้น สำหรับพอลิเมอร์ที่มีโครงสร้างผลึกอาจมีการเปลี่ยนแปลงสมบัติของพอลิเมอร์เกิดขึ้นที่ภาวะคล้ายแก้วเช่นกัน แต่เพื่อให้เข้าใจง่ายขึ้นพฤติกรรมที่แสดงออกมาเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงความร้อนที่ภาวะคล้ายแก้ว หรือกล่าวได้ว่าพฤติกรรมที่แสดงออกมาเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงความร้อนที่ภาวะคล้ายแก้วนั้นจะกล่าวถึงเฉพาะพอลิเมอร์อสัณฐานเท่านั้น

เมื่ออุณหภูมิเปลี่ยนแปลง จะส่งผลต่อการเคลื่อนไหวภายในโมเลกุลของพอลิเมอร์ เมื่ออุณหภูมิระบบต่ำมากสายโซ่พอลิเมอร์เคลื่อนไหวได้เพียงเล็กน้อยเท่านั้น และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิระบบขึ้นจะทำให้อะตอมเกิดการสั่นมากขึ้น เมื่อถึงภาวะคล้ายแก้วการสั่นของโมเลกุลจะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ ทำให้โมเลกุลของพอลิเมอร์เคลื่อนที่ได้อย่างอิสระทำให้มีลักษณะคล้ายยาง ที่อุณหภูมิสูงกว่า T_g พอลิเมอร์สามารถเคลื่อนไหวได้ทั้งจากการหมุน การสั่นและการแพร่ ผลของโครงสร้างของ

ต่อ Tg พื้นฐานที่ใช้ในการพิจารณาผลกระทบดังกล่าว ได้แก่ อุณหภูมิที่เข้าใกล้ Tg โมเลกุลของพอลิเมอร์จะมีการรวมตัวของกลุ่มอะตอมซึ่งมีขนาดใหญ่กว่ามอนอเมอร์ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นการเคลื่อนที่ของอะตอมจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ปัจจัยที่มีผลต่อการเคลื่อนที่ของสายโซ่ภายในโมเลกุลจะมีอิทธิพลต่อ Tg ตัวอย่าง ได้แก่ โครงสร้างจุลภาคในสายโซ่โมเลกุล โครงสร้างทางเคมี การมีกิ่งของพอลิเมอร์มีผลต่อการเพิ่มปริมาตรอิสระในการจัดเรียงตัวของพอลิเมอร์ การเชื่อมขวาง และการเติมสารที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำลงไปในพอลิเมอร์ ความแข็งแรงของสายโซ่ ความพองตัว ความสามารถในการละลาย ความสามารถในการยืดหยุ่นของสายโซ่ข้างเคียงและความมีขั้วของสายโซ่

อุณหภูมิการหลอมเหลวผลึกใช้แสดงภาวะทรานสิชันทางความร้อนการเปลี่ยนแปลงสมบัติของพอลิเมอร์ที่ Tm จะเกิดขึ้นอย่างเด่นชัดมากเมื่อเทียบกับที่ Tg โดยเฉพาะอย่างยิ่งในพอลิเมอร์ที่มีความเป็นผลึกสูง

การเปลี่ยนแปลงความร้อนของการหลอมเหลว การเปลี่ยนแปลงค่าความจุความร้อน การเปลี่ยนแปลงปริมาตร การเปลี่ยนแปลงความหนาแน่น การเปลี่ยนแปลงค่าดัชนีการหักเห การเปลี่ยนแปลงการหักเหสองแนว และความโปร่งแสงสามารถตรวจวัดได้โดย Tm

ความแน่นอนของ Tm ของผลึกขึ้นอยู่กับขนาดและความสมบูรณ์ของผลึก พอลิเมอร์ซึ่งประกอบด้วยโครงสร้างผลึกที่มีขนาดใหญ่กว่าและมีความสมบูรณ์ของผลึกมากกว่าจะมี Tm สูงกว่า โดยเทคนิคการวิเคราะห์ความร้อนที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ได้แก่ TGA และ DSC

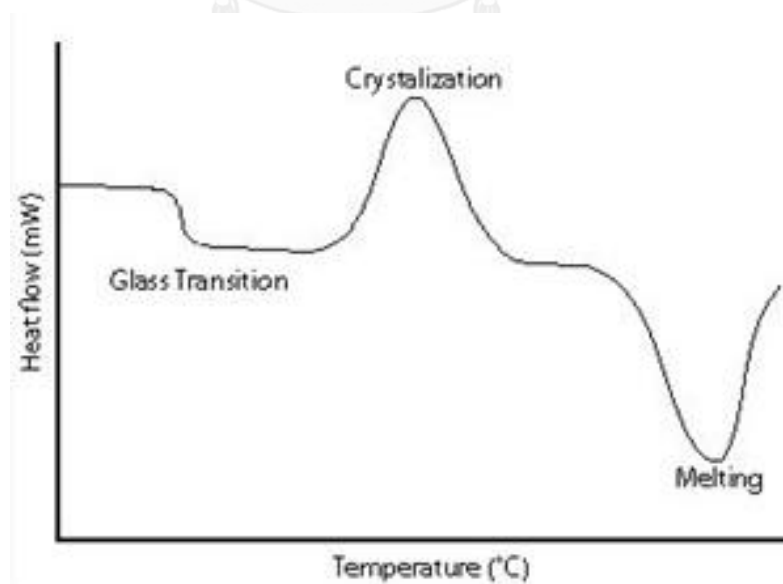
2.5.3.1 เทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลซิส (Thermogravimetric analysis; TGA)

TGA เป็นการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงมวลของสาร เป็นวิธีเบื้องต้นในการวิเคราะห์ความเสถียรของพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อนโดยใช้การวัดน้ำหนักตลอดเวลาด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง ในระหว่างการวิเคราะห์ข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็นเทอร์โมแกรมที่แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักตัวอย่างและอุณหภูมิ การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกของการวิเคราะห์หรือที่อุณหภูมิต่ำจะเกิดการระเหยของน้ำหรือตัวทำละลาย ส่วนที่อุณหภูมิสูงจะเกิดการสลายตัวของพอลิเมอร์ เทคนิคนี้ทำให้ทราบเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิเมอร์ นอกจากนี้ยังใช้วิเคราะห์สารที่ระเหยหรือสารเติมแต่งในพอลิเมอร์อีกด้วย

2.5.3.2 ดีฟเฟอเรนเชียลสแกนิงคาลอริเมทรี (Differential scanning calorimetry; DSC)

เป็นการวัดความแตกต่างของพลังงานหรือการไหลของความร้อนระหว่างสารตัวอย่างกับสารอ้างอิง เป็นเทคนิคที่บอกทั้งขนาดและทิศทางของการเปลี่ยนแปลงความร้อนในระบบที่สัมพันธ์กับปรากฏการณ์ต่างๆ ซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพหรือการเปลี่ยนแปลงทางเคมีเมื่อวัสดุเปลี่ยนแปลงความร้อน การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงความร้อนของสารตัวอย่างโดย DSC เช่น การวัดการเปลี่ยนแปลงพลังงานของสารตัวอย่างเมื่อมีการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิ

การทำงานของเครื่อง DSC มีถาด 2 ถาด โดยถาดแรกเป็นถาดบรรจุสารตัวอย่าง ถาดที่สองเป็นถาดเปล่าซึ่งเป็นถาดอ้างอิง นำไปวางบนอุปกรณ์ให้ความร้อน เครื่อง DSC จะควบคุมให้อุณหภูมิของถาดทั้งสองคงที่ แต่อัตราการเพิ่มความร้อนจะไม่เท่ากัน เนื่องจาก ถาดทั้งสองมีความแตกต่างกัน นั่นคือ ถาดตัวอย่างมีสารในปริมาณมากกว่าถาดอ้างอิงดังนั้นจึงต้องให้ความร้อนกับถาดตัวอย่างมากกว่าถาดอ้างอิงเพื่อให้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากัน ข้อมูลที่ได้จาก DSC เป็นกราฟ โดยมีแกน X เป็นค่าอุณหภูมิและมีแกน Y เป็นค่าของความแตกต่างของปริมาณความร้อนพลังงานที่ให้กับสารตัวอย่างมีความสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีของสารตัวอย่าง เมื่อสารตัวอย่างดูดพลังงาน เรียก เอนทัลปีมีการเปลี่ยนแปลงแบบดูดความร้อน (endothermic) และเมื่อสารตัวอย่างคายความร้อน เรียก เอนทัลปีมีการเปลี่ยนแปลงแบบคายความร้อน (exothermic)



รูปที่ 2. 11 เทอร์โมแกรมทั่วไปที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC

2.6 ทฤษฎีที่สำคัญและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Abdukhani และคณะ [42] ได้ทำการศึกษาการเตรียมเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์เพื่อเป็นสารเสริมแรงในพอลิแล็กติกแอซิด เมื่อวิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดย Scanning electron microscopy (SEM) พบว่า พื้นผิวของพอลิแล็กติกแอซิดมีความขรุขระเพิ่มมากขึ้นเมื่อเติมเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์เพิ่มมากขึ้น เนื่องจากความเข้ากันได้ของพอลิแล็กติกแอซิดและเซลล์โลสจะลดลงเมื่อเติมเซลล์โลสในสัดส่วนที่สูงในพอลิแล็กติกแอซิด จากการศึกษาสมบัติเชิงกลพบว่าเมื่อเพิ่มเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์จะทำให้ค่าความแข็งแรงและค่ายังสัมมอดูลัสยืดหยุ่นเพิ่มขึ้น ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัวจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์จนถึง 3% โดยน้ำหนัก แต่เมื่อเพิ่มเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์จนถึง 5% โดยน้ำหนัก ค่าเปอร์เซ็นต์การยืดตัวจะลดลงเนื่องจากเมื่อมีเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์เพิ่มขึ้นพอลิแล็กติกแอซิดจะมีความเปราะเพิ่มขึ้น ปัจจัยที่มีผลต่อสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตมี 6 ปัจจัย ดังนี้ 1. แรงยึดเหนี่ยวระหว่างพอลิเมอร์กับสารเติมแต่ง 2. ความเค้นของสารเติมแต่ง 3. สัดส่วนโดยปริมาตรของสารเติมแต่ง 4. สัดส่วนของสารเติมแต่งต่อพอลิเมอร์ 5. ตำแหน่งของสารเติมแต่ง 6. ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ การเพิ่มเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์มีผลให้สมบัติเชิงกลเพิ่มขึ้นโดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อเติมเพียงเล็กน้อย แต่เมื่อเติมเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์ไปเพิ่มขึ้นเซลล์โลสจะเกิดการรวมตัวกันเอง การศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยใช้ Differential scanning calorimeter (DSC) อุณหภูมิกลาสรานซิชั่นจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์ ค่าเอนทัลปีของการรวมตัวจะลดลงเมื่อเพิ่มเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์ การซึมผ่านของน้ำผ่านวัสดุคอมพอสิตที่มีการเติมเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์ 1 ถึง 3 % โดยน้ำหนักให้ผลไม่แตกต่างกันแต่เมื่อเพิ่มเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์จนถึง 5% โดยน้ำหนักจะพบการซึมผ่านของน้ำเพิ่มมากขึ้น

Jonoobi และคณะ [8] ได้ศึกษาวิจัยเกี่ยวกับสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตของพอลิแล็กติกแอซิดที่มีเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์เป็นสารเสริมแรงในที่เตรียมโดยเครื่องอัดรีดแบบเกลียวคู่ วิเคราะห์สัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM พบว่าพื้นผิวของคอมพอสิตที่มีการเติมเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์ลงไปจะมีพื้นผิวที่ขรุขระมากขึ้น เซลล์โลสนาโนไฟเบอร์จะกระจายตัวในพอลิแล็กติกแอซิดได้ดีเมื่อมีการเติมเซลล์โลสในสัดส่วนต่างๆ จากการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าค่ายังสัมมอดูลัสและค่าความทนแรงดึงจะเพิ่มขึ้นเมื่อเติมเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์เพิ่มขึ้น แต่ค่าความเครียดสูงสุดจะมีค่าลดลง การวิเคราะห์สมบัติเชิงกลพบว่าค่ามอดูลัสจะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์ ค่าแทนเจนต์ (Tan δ) สูงสุดจะมีค่าที่อุณหภูมิสูงขึ้นเมื่อมีการเติมเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์เพิ่มขึ้น จากการทดสอบความโปร่งใสของฟิล์มพบว่าแสงสามารถส่องผ่านฟิล์มได้ดี แต่จะมองเห็นจุดสีขาวของเซลล์โลสที่เติมได้ชัดเจน จากการศึกษาพบว่าเซลล์โลสนาโนไฟเบอร์ช่วยในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ได้

Suryanegara และคณะ [43] ศึกษาผลของความเป็นผลึกของพอลิแล็กติกแอซิดที่มีต่อสมบัติทางความร้อนและสมบัติเชิงกลของพอลิแล็กติกแอซิดที่มีไมโครไฟบริลเซลลูโลสเป็นสารเสริมแรง จากการทดลองพบว่าพอลิแล็กติกแอซิดที่เป็นอสัณฐานมีค่ายังสัมมอดูลัสและความแข็งแรงเพิ่มขึ้นเมื่อเติมไมโครไฟบริลเซลลูโลสมากขึ้นแต่ความเครียดที่จุดแตกหักจะลดลง โดยพบว่าพอลิแล็กติกแอซิดที่เป็นผลึกทนความร้อนได้ดีกว่าพอลิแล็กติกแอซิดอสัณฐาน จากการทดสอบสมบัติเชิงกลไดนามิก (Dynamic Mechanical Analysis) พบว่าเมื่อเติมไมโครไฟบริลเซลลูโลสเพิ่มขึ้นในพอลิแล็กติกแอซิดอสัณฐาน ส่งผลให้ค่ามอดูลัสสะสมเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามการเติมในพอลิแล็กติกแอซิดผลึกไม่ทำให้ค่ามอดูลัสสะสมเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญ

Frone และคณะ [44] ได้ทำการศึกษาสัณฐานวิทยาและสมบัติทางความร้อนของพอลิแล็กติกแอซิดที่มีเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์เป็นสารตัวเติม ผู้วิจัยได้เซลลูโลสนาโนไฟเบอร์โดยปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสไมโครคริสตัลลีนเซลลูโลสด้วยกรด และเปรียบเทียบกับเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วยอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลน (aminopropyltriethoxysilane) ในการนำไปใช้เป็นสารเสริมแรงในพอลิแล็กติกแอซิด และศึกษาสัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค Atomic Force Microscopy (AFM) จากการวิเคราะห์พบว่าเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ที่ผ่านการตัดแปรทางเคมีด้วยอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลนกระจายตัวในพอลิแล็กติกแอซิดได้ดีกว่าเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ที่ไม่ได้ตัดแปร การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนโดยใช้ DSC พบว่าเทอร์โมแกรมของพอลิแล็กติกแอซิดที่มีการเติมเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์จะปรากฏพีกที่มีความกว้างและที่อุณหภูมิต่ำกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิแล็กติกแอซิดแสดงว่าพอลิแล็กติกแอซิดเกิดผลึกได้เร็วขึ้นเมื่อมีการเติมเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ แสดงให้เห็นว่าเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ทำหน้าที่เป็นสารก่อผลึกให้กับพอลิแล็กติกแอซิด แต่เมื่อวิเคราะห์เทอร์โมแกรมของพอลิแล็กติกแอซิดที่ผสมเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ที่ผ่านการตัดแปรด้วยอะมิโนโพรพิลไตรเอทอกซีไซเลนพบว่าเทอร์โมแกรมที่ได้มีลักษณะแหลมขึ้นและจุดสูงสุดของเทอร์โมแกรมปรากฏที่อุณหภูมิสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับพอลิแล็กติกแอซิดที่ผสมกับเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ แสดงว่าการตัดแปรทางเคมีมีผลทำให้เซลลูโลสนาโนไฟเบอร์สร้างแรงยึดเหนี่ยวกับพอลิแล็กติกแอซิดได้มากขึ้น

บทที่ 3 การทดลอง

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 ต้นยาสูบสายพันธุ์เวอร์จิเนียตามรูปที่ 3.1 จากแปลงเพาะปลูกในจังหวัดเชียงใหม่



รูปที่ 3. 1 ต้นยาสูบพันธุ์เวอร์จิเนีย (ซ้าย) ต้นยาสูบสด (ขวา) ต้นยาสูบที่ผ่านการตากให้แห้ง

3.1.2 เม็ดพลาสติกพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นสูง (HDPE) ชื่อทางการค้า Ingeo™ เกรด 2003D บริษัท พีซี โพลีเมอร์ส มาร์เกตติ้ง จำกัด (ประเทศไทย)

3.1.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่ เอทานอล (ethanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) เกรดการค้า บริษัท อิตัลมาร์ (ประเทศไทย) จำกัด, เมทานอล เกรด การค้า บริษัท อิตัลมาร์ (ประเทศไทย) จำกัด, โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้นร้อยละ 50 โดยมวล เกรด การค้า บริษัทอิตัล มาร์ (ประเทศไทย) จำกัด, โซเดียมไฮโปคลอไรท์ (NaOCl) เข้มข้นร้อยละ 10 โดยมวล เกรด การค้า บริษัทอิตัล มาร์ (ประเทศไทย) จำกัด, ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เข้มข้นร้อยละ 30 โดยมวล เกรด การค้า บริษัทอิตัล มาร์ (ประเทศไทย) จำกัด, กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เข้มข้นร้อยละ 98 โดยมวล เกรด AR บริษัท ล็อกซ์เลย์ เทคดิง จำกัด, ไคลอโรฟอร์ม (CH_2Cl_2) เกรด AR บริษัท ฟาโคบิส จำกัด พอลิไวนิลแอสีเตตลาเท็กซ์ (Poly(vinyl acetate), PVAc, 50 wt%) ชื่อทางการค้า PANATEX P-350 บริษัท พัฒนาภัณฑ์เคมีเทค จำกัด

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่ ปีกเกอร์(ขนาด 3,000, 1,000, 500 มิลลิลิตร), แท่งแก้วคนสาร, เครื่องกวนสารละลายที่สามารถให้ความร้อนได้, ตะกร้าพลาสติก, ถังพลาสติกขนาด 20 ลิตร, กะละมังพลาสติก(ขนาดกลาง, ขนาดเล็ก), ผ้าขาวบาง, เทอร์โมมิเตอร์, เครื่องปั่นกวนเชิงกลชนิดรอบความเร็วสูง, เครื่องชั่ง, ตู้ดูดควัน, เครื่องบด, ป้อนกรองสารระบบสุญญากาศ, กระจกกรอง, จานเพาะเชื้อ

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์สำหรับการทดลองนี้ ได้แก่

- เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) บริษัท Jeol รุ่น JSM 6400 ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD) ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ของบริษัท Bruker รุ่น X8 APEX (Fremont, California)
- เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer, TGA) ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851° (Columbus, Ohio) ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ของบริษัท Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700 (Madison, Wisconsin) ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
- เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter, DSC) บริษัท Netzsch-Geratebau GmbH รุ่น DSC 204 F1

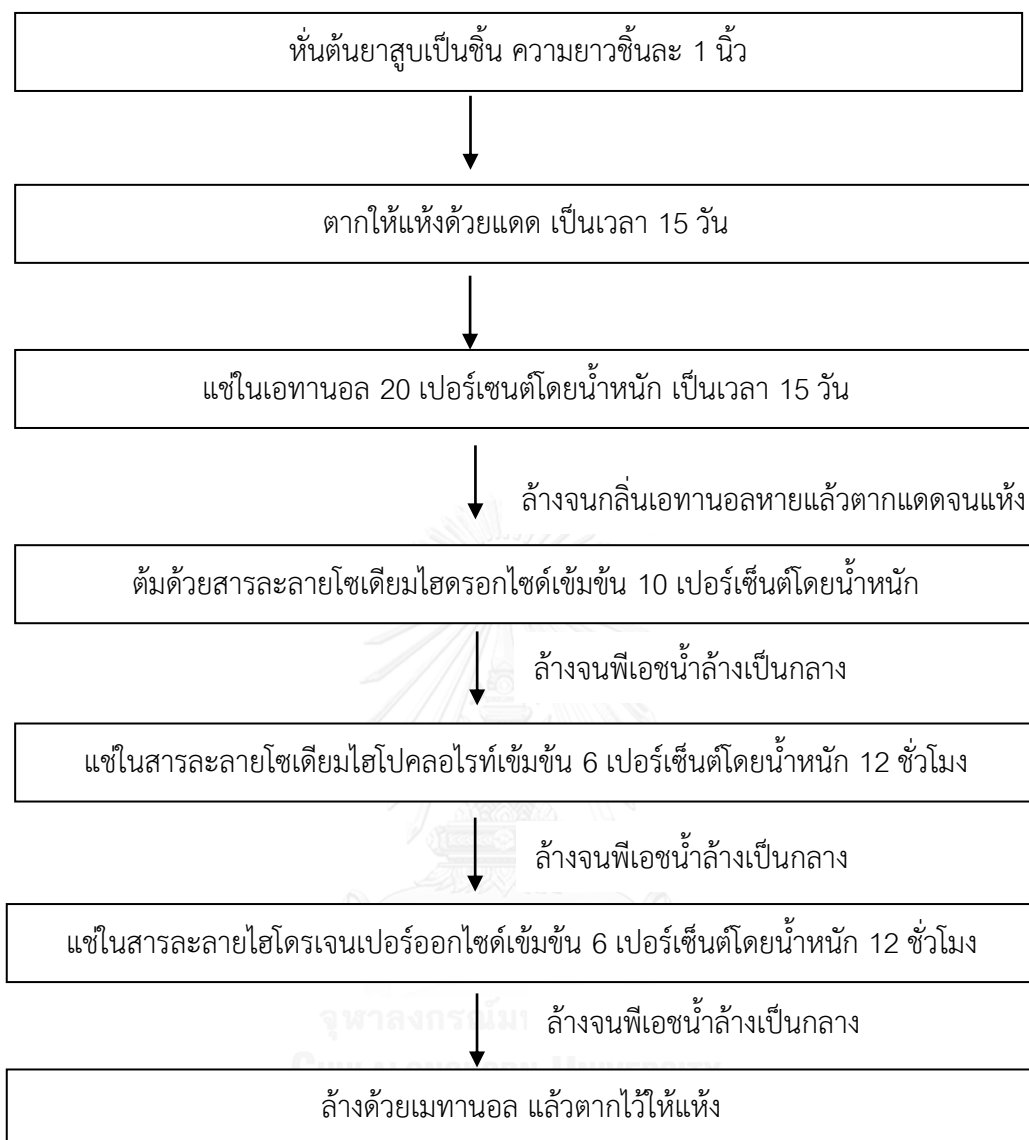
3.4 วิธีการทดลอง

3.4.1 การสกัดเยื่อเซลลูโลสจากต้นยาสูบ

นำต้นยาสูบมาสับเป็นชิ้นๆ ให้มีความยาวประมาณ 1-2 นิ้ว นำไปตากแดดจนแห้ง(ประมาณ 10-15 วัน) แล้วนำมาแช่ในเอทานอลเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเพื่อกำจัดสิ่งสกปรก เติสารละลายเอทานอลให้ท่วมต้นยาสูบเป็นเวลา 15 วัน จากนั้นล้างออกด้วยน้ำจนแล้วนำไปตากแดดจนแห้ง ทำการกำจัดลิกนินด้วยการต้มกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นร้อยละ 15 โดยน้ำหนัก ในสัดส่วน ต้นยาสูบแห้ง 150 กรัมต่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 3000 มิลลิลิตรที่อุณหภูมิ ประมาณ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงหลังเกิดฟองอากาศฟองแรกขึ้น จากนั้นนำ

เยื่อยาสูบที่ได้ไปล้างทำความสะอาดจนหมดความเป็นต่าง แล้วนำเยื่อไปทำการฟอกขาวด้วย สารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์เข้มข้น 6 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยการแช่เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้ว ล้างจนกระทั่งพีเอชของน้ำล้างเป็นกลาง แล้วนำเยื่อเซลลูโลสไปฟอกขาวอีกครั้งในสารละลาย ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้นร้อยละ 10 โดยน้ำหนักเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นล้างทำความสะอาดด้วยน้ำจนพีเอชของน้ำล้างเป็นกลาง ทำการแลกเปลี่ยนน้ำออกจากเยื่อฟอกขาวด้วยการแช่ใน เมทานอล 2 ครั้ง กรองแยกเยื่อเซลลูโลส นำไปทำแห้งต่อโดยการทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 12 ชั่วโมง -ขั้นตอนการทดลองเป็นดังรูปที่ 3.2





รูปที่ 3. 2 ขั้นตอนการสกัดเยื่อเซลลูโลสจากต้นยาสูบ

3.4.2 การวิเคราะห์เยื่อเซลลูโลส

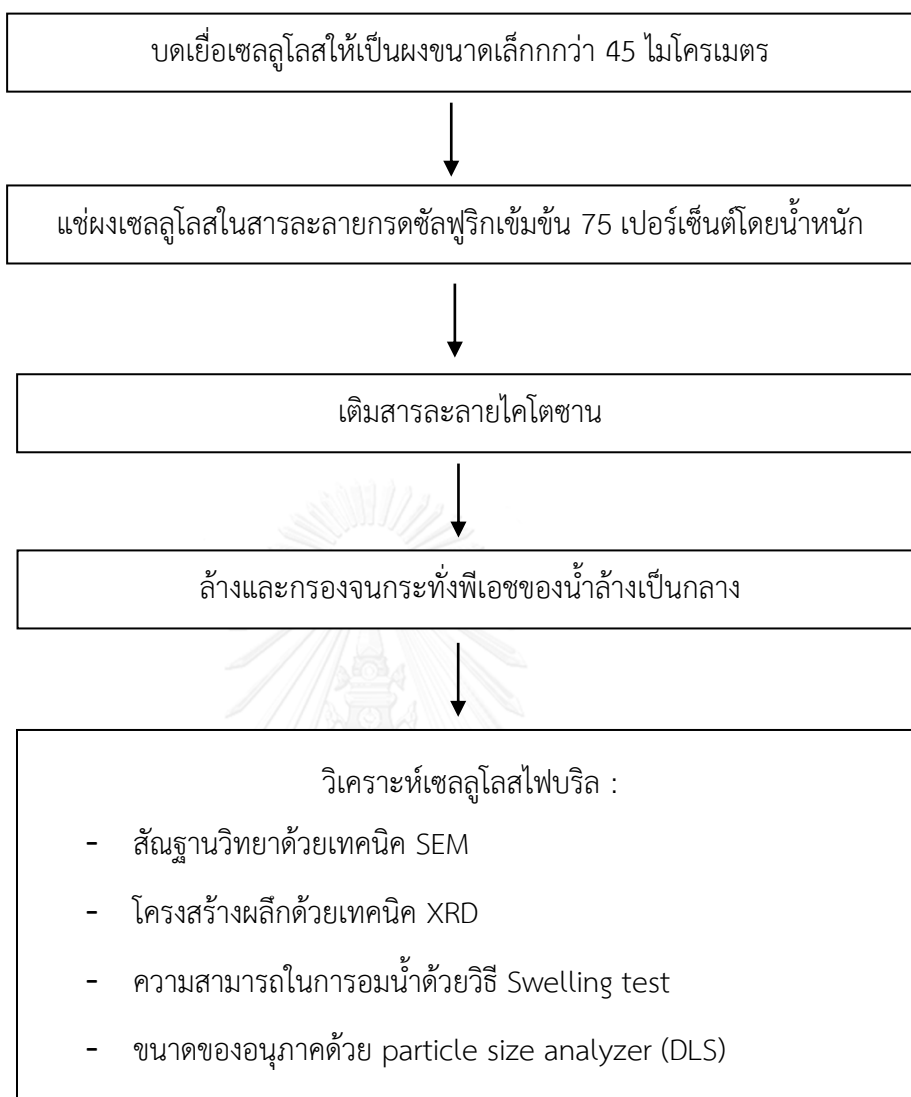
วิธีการเตรียมและทดสอบสมบัติเคมีของเยื่อเซลลูโลสตามมาตรฐานการทดสอบ TAPPI (Technical Association of The Pulp and Paper Industry) ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 มาตรฐานการทดสอบสมบัติเยื่อเซลลูโลส

การทดสอบ	มาตรฐาน
การเตรียมตัวอย่างเยื่อจากวัตุดิบ	TAPPI T264 Om-88
การหาค่าการละลายในน้ำร้อน(hot water solubility)	APPITA P4 M-61
การหาค่าการละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1% NaOH solubility)	APPITA P5 M-61
การหาค่าการละลายในแอลกอฮอล์และเบนซีน (Alcohol-benzene solubility)	APPITA P7 M-70
การหาปริมาณโฮโลเซลลูโลส (Holo-cellulose)	TAPPI 9M-54
การหาปริมาณ แอลฟาเซลลูโลส(Alpha-cellulose)	TAPPI T203 om-93

3.4.3 การเตรียมเซลลูโลสไฟบริล

ขั้นตอนการเตรียมเซลลูโลสไฟบริลเป็นดังรูปที่ 3.3 บดเซลลูโลสให้มีขนาดเล็กกว่า 45 ไมโครเมตร โดยใช้ตะแกรงคัดขนาด 45 ไมครอน ของบริษัท Endeceotts Ltd. (London, England) นำเยื่อเซลลูโลส 10 กรัม มาย่อยด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกความเข้มข้นร้อยละ 75 โดยน้ำหนัก 90 กรัม ที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จนได้เป็นเซลลูโลสเจล เติมสารละลายไคโตซาน (1 wt% ในสารละลายกรดอะซิติกความเข้มข้น 1 % v/v) 100 กรัม ลงไปในเซลลูโลสเจล กวนให้เป็นเนื้อเดียวกันเพื่อให้เซลลูโลสไฟบริล กระจายตัวอยู่สารละลายไคโตซาน หลังจากนั้นปรับพีเอชของเซลลูโลสเจล/ไคโตซานให้เป็นกลางโดยการชะล้างด้วยน้ำกลั่น ทำการกรองเพื่อล้างเอากรดออกจากเซลลูโลสเจลอย่างสมบูรณ์



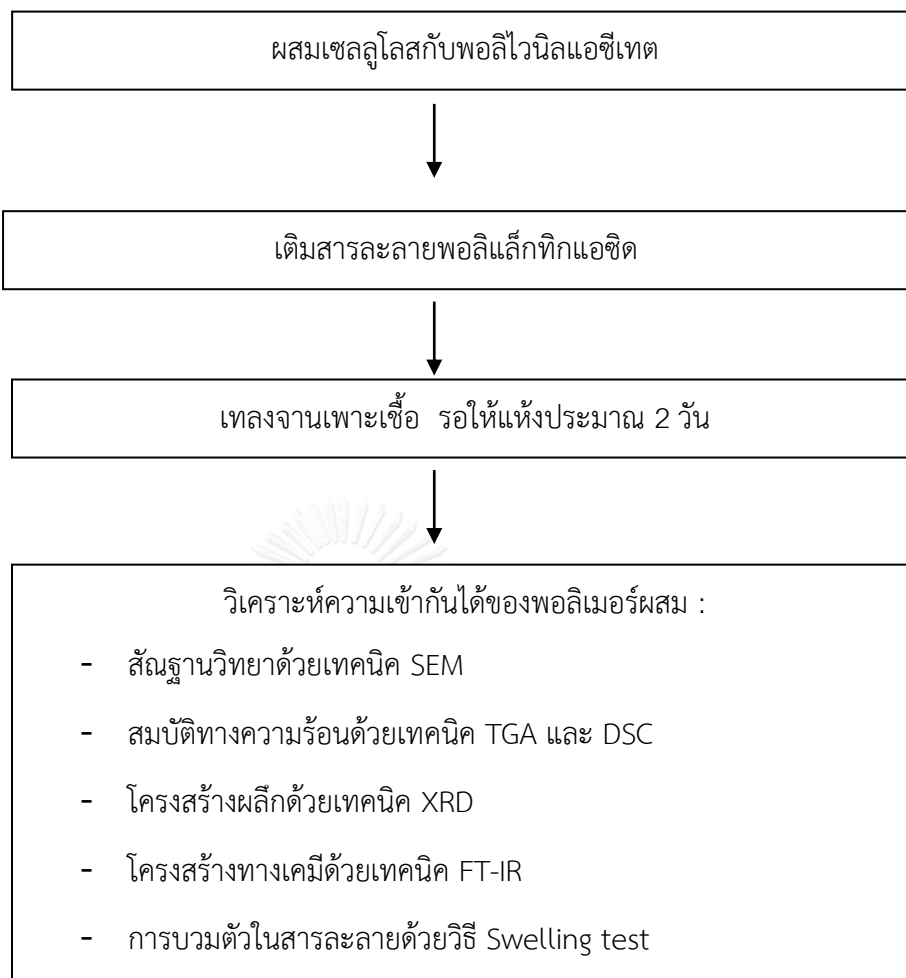
รูปที่ 3.3 ขั้นตอนการเตรียมเซลลูโลสไฟบริล

3.4.4 การเตรียมพอลิเมอร์ผสมของเซลลูโลสไฟบริล/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/พอลิแล็กติกแอซิด

ผสมเซลลูโลสกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และพอลิแล็กติกแอซิดในสัดส่วนที่เท่ากัน เติมน้ำละลายพอลิแล็กติกแอซิด (เตรียมโดยละลายพอลิแล็กติกแอซิดในไดคลอโรมีเทน) คนของผสมจนเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำไปเทลงในจานเพาะเชื้อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 150 มิลลิเมตร ทิ้งพอลิเมอร์ผสมให้แห้งเป็นเวลา 2 วัน โดยสัดส่วนของเซลลูโลสไฟบริล/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/พอลิแล็กติกแอซิด เป็นไปตามตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3. 2 สัดส่วนการผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เซลลูโลสไฟบริล

สูตร	พอลิแล็กติกแอซิด (กรัม)	พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (กรัม)	เซลลูโลสไฟบริล (กรัม)
1	200	25	100
2	200	50	100
3	200	75	100
4	200	100	100
5	150	100	100
6	100	100	100



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Chulalongkorn University

รูปที่ 3. 4 ขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ผสม

3.4.5 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเซลลูโลสไฟบริลและพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค XRD

วิเคราะห์ความเป็นผลึกของเซลลูโลสไฟบริลและพอลิเมอร์ผสมด้วยเครื่อง XRD บริษัท Bruker รุ่น x8 APEX (Fremont, California) ดังแสดงในรูปที่ 3.5 โดยเครื่องเริ่มทำการวัดที่มุม 2θ ตั้งแต่ องศา 2 ถึง 40 องศา คำนวณระยะห่างระหว่างระนาบ 001 (d001) ของมอนต์มอริลโลไนต์ จากสมการของแบรกก์ (Bragg's equation) ดังนี้

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (1)$$

โดย	d	คือ	ระยะห่างของชั้นระหว่างผลึก
	n	คือ	ตัวเลขจำนวนเต็ม
	λ	คือ	ความยาวคลื่นแสง ($\lambda = \text{Å}$)
	θ	คือ	มุมที่รังสีเอกซ์ตกกระทบบนผิวของผลึก



รูปที่ 3. 5 เครื่อง x-ray Diffractometer ของบริษัท Bruker รุ่น X8 APEX (Fremont, California)

3.4.6 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฟบริลและพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค SEM

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสนาโนไฟบริลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยาย 200, 1,000 และ 5,000 เท่า บริษัท Jeol รุ่น JSM 6400 ดังแสดงในรูปที่ 3.6



รูปที่ 3. 6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด บริษัท jeol รุ่น jsm 6400

3.4.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิส (Thermal gravimetric analysis; TGA)

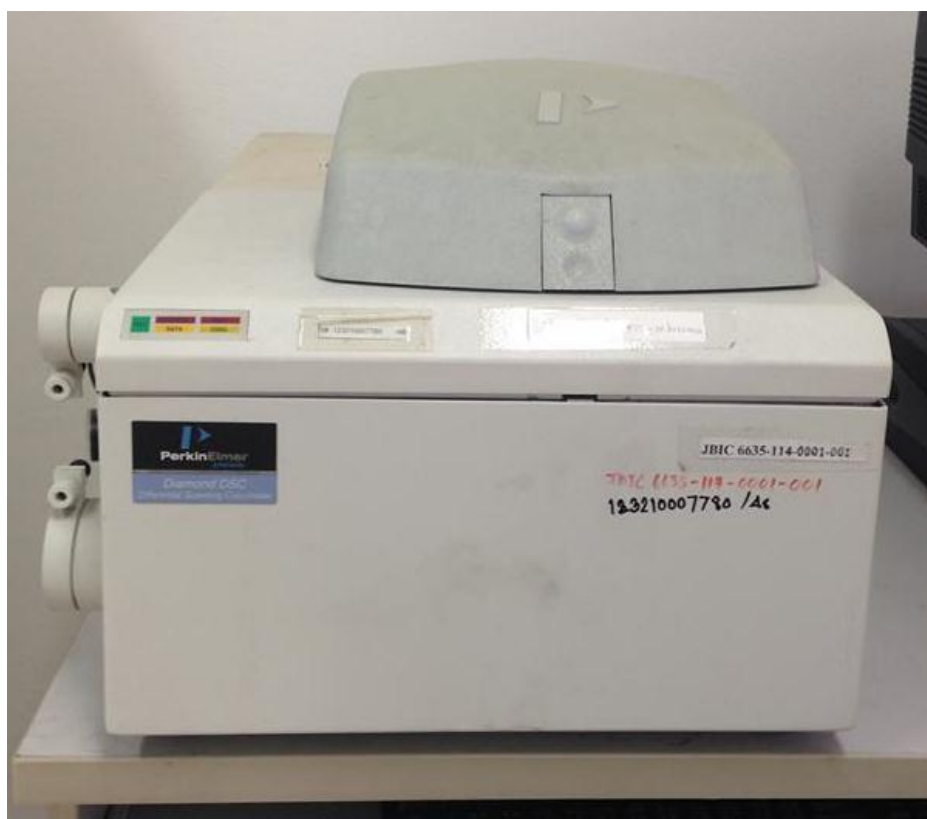
วิเคราะห์สเถียรภาพทางความร้อนโดยวิเคราะห์จากอุณหภูมิการสลายตัวด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลซิสของบริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851^o (Columbus, Ohio) ดังแสดงในรูปที่ 3.7 โดยนำตัวอย่างที่ต้องการทดสอบมาชั่งน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัม ใส่ในถาดอะลูมิเนียมนำไปวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ 50 ถึง 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส/นาที ทำการทดสอบภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน 10 มิลลิลิตร/นาที



รูปที่ 3. 7 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนาไลเซอร์ (Thermogravimetric analyzer, TGA) ของบริษัท Mettler Toledo รุ่น TGA/SDTA851^o (Columbus, Ohio)

3.4.7 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค DSC

การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค DSC ด้วยเครื่อง Differential Scanning Calorimeters (DSC) ดังแสดงในรูปที่ 3.8 โดยนำตัวอย่างที่ต้องการทดสอบซึ่งน้ำหนักประมาณ 10 มิลลิกรัมใส่ในภาคนำไปวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิ 50 ถึง 200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที



รูปที่ 3. 8 เครื่อง Differential Scanning Calorimeters (DSC) ของบริษัท Perkin Elimer

3.4.8 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (FT-IR)

ศึกษาหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค (FT-IR) ของบริษัท Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700 (Madison, Wisconsin) ดังแสดงในรูปที่ 3.9 โดยนำสารตัวอย่างมาพิจารณาสเปกตรัมที่เกิดจากหมู่ฟังก์ชันต่างๆ ซึ่งสามารถบอกถึงโครงสร้างทางเคมีของสารได้



รูปที่ 3. 9 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Fourier transform infrared spectroscopy, FTIR) ของบริษัท Thermo Scientific รุ่น Nicolet 6700 (Madison, Wisconsin)

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

4.1 สรุปขอบเขตของงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสกัดเซลลูโลสจากต้นยาสูบโดยนำต้นยาสูบดิบซึ่งมีความชื้นประมาณ 80 เปอร์เซ็นต์ มาตากแดดให้แห้งเป็นเวลา 15 วัน จากนั้นนำมาสับและบดลดขนาดแล้วนำมาต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อกำจัดไขมัน โปรตีนและสิ่งสกปรกออก แล้วทำการพอกเยื่อในสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์เป็นเวลา 1 คืน เพื่อกำจัดลิกนิน จึงได้เยื่อเซลลูโลสสีขาวนวลที่สะอาด จากนั้นทำการเตรียมเซลลูโลสไฟบริลโดยการย่อยเยื่อเซลลูโลสด้วยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสโดยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น แล้วนำเซลลูโลสไฟบริลไปเตรียมพอลิเมอร์ผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดโดยใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารช่วยผสมโดยใช้เทคนิคการละลาย นำพอลิเมอร์ผสมที่ได้ไปวิเคราะห์ความเข้ากันได้ ด้วยเทคนิคทางความร้อนและสัณฐานวิทยา

4.2 การสกัดเซลลูโลสไฟบริล

วัสดุที่ใช้คือต้นยาสูบ ดังรูปที่ 4.1 เมื่อผ่านการสกัดจนได้เยื่อเซลลูโลสแล้วจะมีลักษณะดังรูป 4.1 ขวา เห็นเป็นเยื่อสีขาวชัดเจน เมื่อนำไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดจะเห็นเป็นเส้นดังรูปที่ 4.2 %yield ของเซลลูโลสที่สกัดได้เท่ากับ 17.310 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 4. 1 (ซ้าย) ต้นยาสูบที่ผ่านการตากแห้ง (ขวา) เยื่อเซลลูโลสที่สกัดได้

เยื่อเซลลูโลสที่สกัดจากต้นยาสูบโดยต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แล้วทำการฟอก เยื่อโดยสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรท์ลักษณะทางกายภาพของเยื่อเซลลูโลสที่สกัดได้แล้วผ่านการ ฟอก เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าจะมีลักษณะเป็นเส้นใยสีขาว บางส่วนจะจับกันเป็นก้อน(bundle) แข็ง เนื่องจากในโมเลกุลของเซลลูโลสมีหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ทำให้เกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่าง เส้นใย เมื่อสัมผัสจะรู้สึกแข็งกระด้าง

นำเยื่อเซลลูโลสที่แยกสกัดได้ ได้นำไปทำการวิเคราะห์ลักษณะเส้นใยด้วยกล้องจุลทรรศน์ กำลังขยายสูง SEM (Scanning Electron Microscopy) ที่กำลังขยาย 100 เท่า พบลักษณะเส้นใย ดังแสดงในรูปที่ 4.2 เส้นใยจะมีลักษณะแบน และมีความยาวคล้ายเชือก มีภาคตัดขวางในระดับ ไมครอน ซึ่งเกิดจากการรวมกันของเซลลูโลสไฟบริล



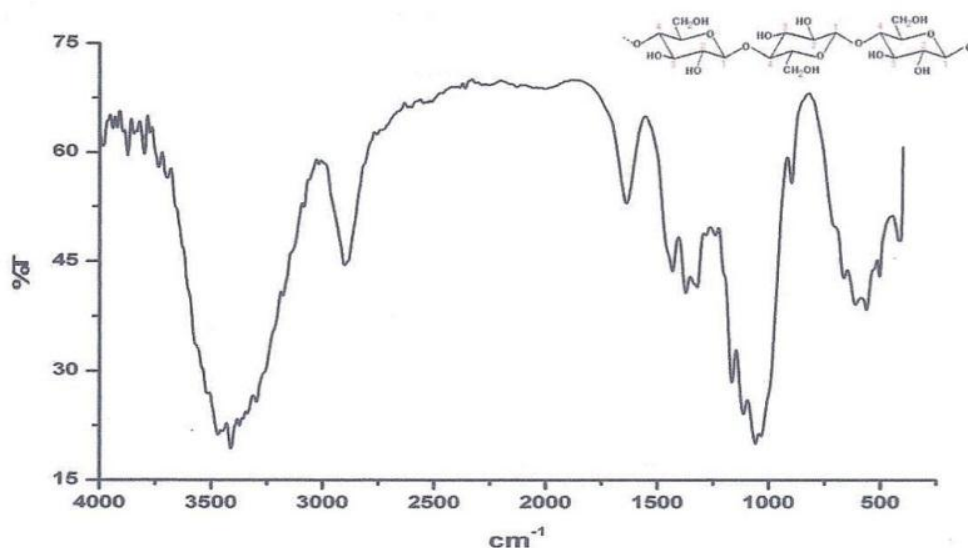
รูปที่ 4.2 ภาพ SEM ที่กำลังขยาย 100 แสดงลักษณะเยื่อเซลลูโลส ที่สกัดได้จาก ต้นยาสูบ

จากการวิเคราะห์หาค่าองค์ประกอบทางเคมีตามมาตรฐานการทดสอบเยื่อเซลลูโลส (TAPPI) ได้ข้อมูลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ค่าการทดสอบสมบัติทางเคมีของเซลลูโลสจากต้นยาสูบ

ค่าการทดสอบทางเคมี	ร้อยละ(%)	วิธีการทดสอบ
ค่าการละลายในน้ำร้อน(hot water solubility)	20.20	APPITA P4 M-61
ค่าการละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1% NaOH solubility)	43.24	APPITA P5 M-61
การละลายในแอลกอฮอล์และเบนซีน (Alcohol-benzene solubility)	7.15	APPITA P7 M-70
โฮโลเซลลูโลส (Holo-cellulose)	68.75	TAPPI 9M-54
แอลฟาเซลลูโลส(Alpha-cellulose)	38.40	TAPPI T203 om-93

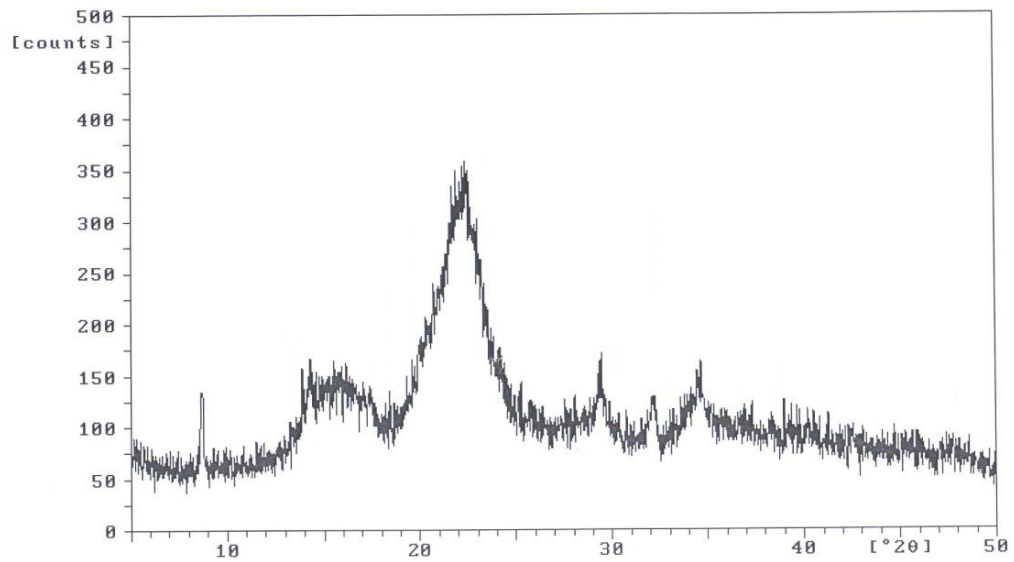
เมื่อได้ทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ โครงสร้างของเซลลูโลส ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักที่มีในเยื่อ โดยเทคนิค IR (infrared spectroscopy) และ XRD (X-ray Diffractometry) ได้ข้อมูลดังแสดงในรูปที่ 4.3, 4.4 และ 4.5 ตามลำดับ โดยจาก XRD pattern แสดงให้เห็นความเป็นผลึกของเซลลูโลส เมื่อเทียบกับวัตถุดิบก่อนทำการแยกสกัด



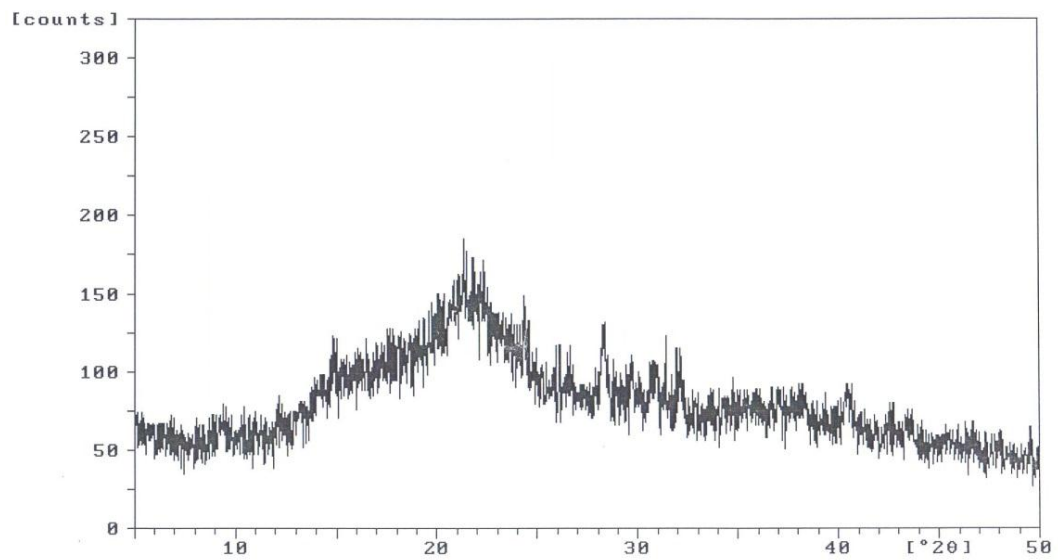
รูปที่ 4. 3 IR spectrum ของเซลลูโลสจากต้นยาสูบ

จากรูปที่ 4.3 เซลลูโลสจากต้นยาสูบ แสดงพิคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของเซลลูโลสทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ด้วย ATR โหมด ที่ความยาวคลื่น $3,400\text{ cm}^{-1}$ แสดงพิคเอกลักษณ์ของการดูดกลืนรังสีหมู่ -OH และความยาวคลื่นที่ $2,871\text{ cm}^{-1}$ แสดงพิคเอกลักษณ์การดูดกลืนรังสี C-H พิคเอกลักษณ์การดูดกลืนรังสี C-O และดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ $1300 - 1100\text{ cm}^{-1}$ พิคแสดงเอกลักษณ์การดูดกลืนรังสีที่ 2900 cm^{-1} แสดงเอกลักษณ์ของ CH cm^{-1} รังสีอินฟราเรดแสดงการดูดกลืนที่ $1640 - 1635\text{ cm}^{-1}$ เป็นเอกลักษณ์การดูดกลืนรังสีที่ C=O

รูปที่ 4.4 แสดงดิฟแฟรคโตรแกรมของเยื่อเซลลูโลส ซึ่งพบพิคผลึกของเซลลูโลสที่ตำแหน่ง $2\theta = 15^\circ$ และ 22° ซึ่งเป็นผลึกของเซลลูโลส หรือผลึกเซลลูโลสที่สกัดจากแอลฟาเซลลูโลสซึ่งเป็นผลึกเซลลูโลสที่พบในเยื่อไม้ ความสูงพิคแสดงให้เห็นว่าเยื่อเซลลูโลสมีความบริสุทธิ์สูง อันเนื่องมาจากการกำจัดสิ่งสกปรก เช่น ไชมัน โปรตีน เฮมิเซลลูโลส และ ลิกนินออกไปได้อย่างสมบูรณ์ โดยไชมันและโปรตีนจะถูกกำจัดออกไปในขั้นตอนการต้มด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ ในขั้นตอนนี้ไชมันจะแตกตัวโดยปฏิกิริยา saponification ในขณะที่โปรตีนซึ่งมีสัดส่วนที่น้อยกว่าจะเกิดการ denature ในภาวะต่างกลายเป็นสารละลายและถูกกำจัดออกไปในขั้นตอนการล้างทำความสะอาด ในขณะที่สารสี (colorants) และ ลิกนินจะถูกกำจัดออกด้วยปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยไฮโปคลอไรท์ ผลจึงได้เยื่อเซลลูโลสที่มีสีขาว และมีปริมาณผลึกสูง



รูปที่ 4. 4 XRD diffractogram ของเยื่อเซลลูโลสจากต้นยาสูบ



รูปที่ 4. 5 XRD diffractogram ของต้นยาสูบก่อนทำการแยกสกัด

เมื่อเทียบกับดิฟแฟรคโตรแกรมของต้นยาสูบ รูปที่ 4.5 พบว่ามีความแตกต่างกันอย่างชัดเจน ดิฟแฟรคโตรแกรมของต้นยาสูบแสดงลักษณะของอสัณฐาน (amorphous) เนื่องจากมีสิ่งสกปรกปะปนอยู่ ซึ่งสิ่งสกปรกเหล่านี้ไม่มีความเป็นผลึก ดังนั้นจึงทำให้พบว่าดิฟแฟรคโตรแกรมของต้นยาสูบมีลักษณะพีคเดี่ยวและฐานพีคกว้าง (broad peak with low intensity) [45]

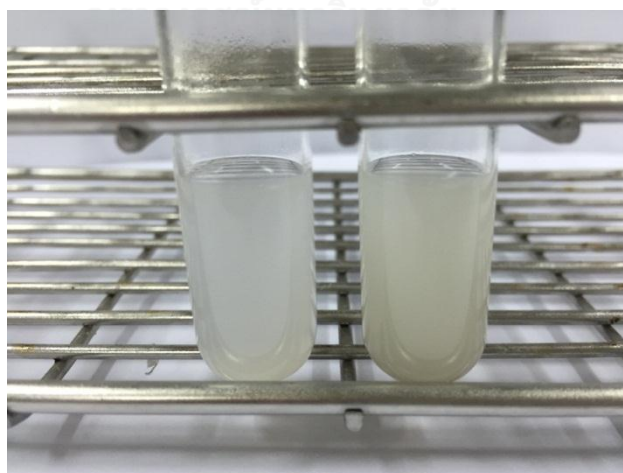
4.2 การเตรียมเซลลูโลสไฟบริล

ทำการเตรียมเซลลูโลสไฟบริลด้วยการนำเยื่อเซลลูโลสที่สกัดได้มาแช่ในกรดกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 75% ในอุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส โดยปกติแล้วเซลลูโลสจะถูกทำลายเมื่อแช่ในสารละลายกรดอนินทรีย์ ที่อุณหภูมิสูง เซลลูโลสจะเกิดการไหม้เป็นสีน้ำตาลดำ เพื่อควบคุมปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสจึงต้องควบคุมการแช่กรดซัลฟิวริกที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส ซึ่งสิ่งที่เกิดขึ้นคือส่วนบริเวณอสัณฐานของเยื่อเซลลูโลสจะถูกกรดซัลฟิวริกย่อยสลายออกไป หรือเกิด depolymerization โดยจะคงเหลือไว้เฉพาะส่วนที่เป็นเซลลูโลสไฟบริล ที่มีขนาดเล็กมากๆ สานกันเป็นร่างแห ดังนั้นเซลลูโลสไฟบริลจึงปรากฏเห็นในรูปเซลลูโลสเจล (cellulose gel) มีความสามารถในการดูดอมน้ำสูง และจะเกิดการเกาะกลุ่มกันเอง (agglomeration) เพื่อให้เซลลูโลสไฟบริลไม่เกาะกลุ่มรวมตัวกัน จึงต้องเติมสารช่วยกระจายตัว (stabilizing agent) ในที่นี้จะใช้ไคโตซานซึ่งละลายในภาวะพีเอชเป็นกรด ไคโตซานเป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติ ละลายในสารละลายกรดและมีความหนืดสูง จึงทำหน้าที่ป้องกันไม่ให้เซลลูโลสไฟบริลเกาะรวมตัวกัน ประโยชน์อีกอย่างหนึ่งของไคโตซานคือ ทำให้กรองเซลลูโลสไฟบริลได้ง่ายขึ้น ทั้งนี้เพราะเซลลูโลสไฟบริลในรูปอิสระชอบสานกันเป็นร่างแหอยู่ในรูปเจลอมน้ำ การกำจัดกรดซัลฟิวริกออกจากเจลจึงใช้เวลานานและเป็นงานที่ต้องอาศัยความอดทนสูง ซึ่งแตกต่างจากการเตรียมไคโตซาน ที่เซลลูโลสไฟบริลจะกระจายตัวอยู่ในสารละลายไคโตซานและไม่ได้อยู่ในรูปเซลลูโลสเจล เมื่อทำการกรองและชะล้าง จะสามารถกำจัดกรดซัลฟิวริกได้รวดเร็ว ใช้เวลาในการชะล้างสั้นลง ทำให้ช่วยเวลาในการเตรียมเซลลูโลสไฟบริลสั้นลงและมีความสะดวกมากขึ้น โดยในงานวิจัยได้นำไคโตซานไปละลายในสารละลายกรดอะซิติกเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักในปริมาตรเท่ากับปริมาตรเซลลูโลสไฟบริล ปริมาณไคโตซานที่ใช้คิดเป็น 10 เปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักเซลลูโลส ผสมสารละลายไคโตซานและเซลลูโลสไฟบริลใช้ในอัตราส่วน 1 : 1 โดยปริมาตร กวนให้เข้ากัน แล้วทำการชะล้างด้วยน้ำกลั่นจนได้พีเอชเป็นกลาง นำเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมได้ไปทำให้แห้งด้วยกระบวนการ freeze dry และคัดแยกขนาดอนุภาคโดยใช้ตะแกรงคัดแยกขนาด 45 ไมครอน และคำนวณยี่สิบได้ร้อยละ 68 จากรูปที่ 4.6 เปรียบเทียบลักษณะของเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยใช้ไคโตซานจะมีความหนืดและจับตัวกันเป็นเนื้อเดียวกันมากกว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยไม่เติมไคโตซาน



รูปที่ 4. 6 เซลลูโลสเจล (ซ้าย) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่ผสมกับไคโตซาน (ขวา) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบผสมกับไคโตซาน

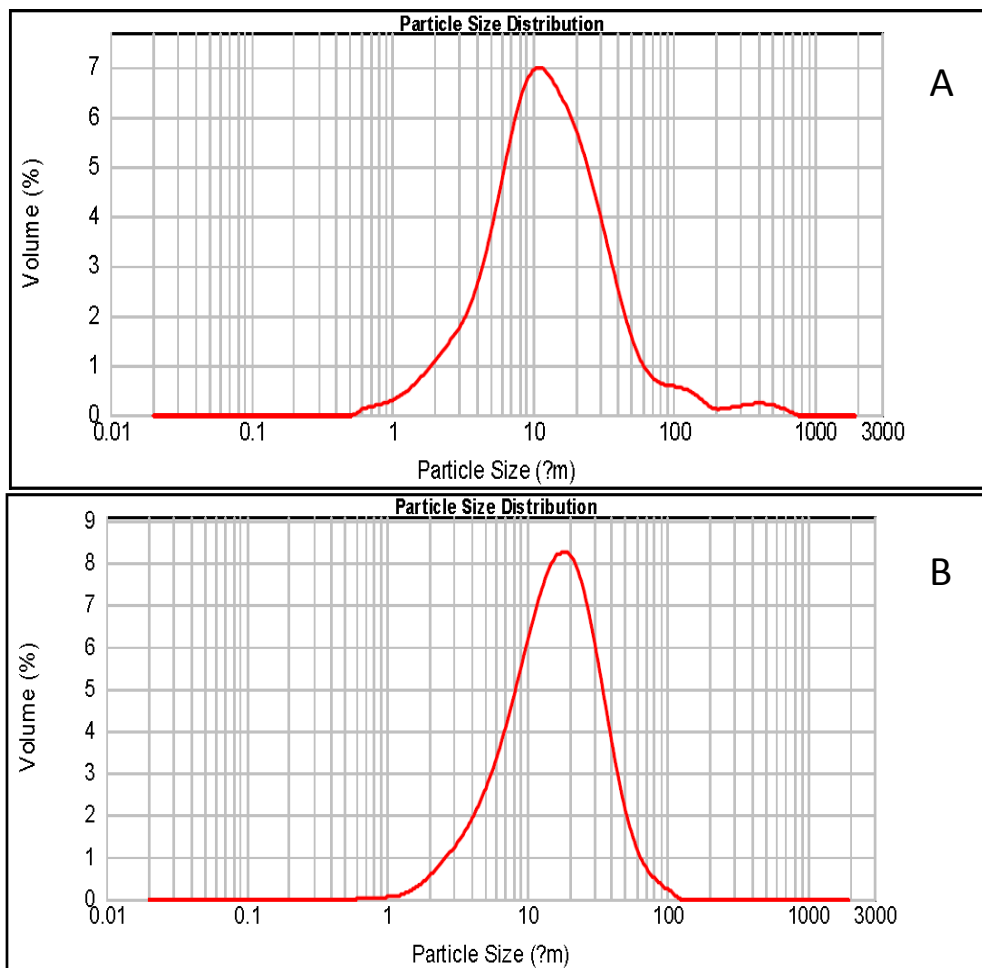
จากนั้นทำการศึกษาการกระจายของเซลล์ไฟบริลในน้ำกลั่น นำเซลล์ไฟบริลที่เตรียมได้ไปกระจายตัว แล้ววางทิ้งไว้ จนกระทั่งมีการตกตะกอนเซลล์ไฟบริล จากผลการศึกษาเป็นไปตามรูปที่ 4.7



รูปที่ 4. 7 การกระจายตัวในน้ำของเซลล์ไฟบริล (ซ้าย) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยผสมกับไคโตซาน (ขวา) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยไม่ผสมกับไคโตซาน

จากการศึกษาการกระจายตัวในน้ำกลั่นของเซลลูโลสไฟบริลพบว่า เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบที่มีโคโคซานมีลักษณะโปร่งแสงมากกว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่เติมโคโคซาน ทั้งนี้เนื่องจากเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบเติมโคโคซานอยู่ในรูปไฟบริลอิสระ ในขณะที่เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่เติมโคโคซานจะเกิดการเกาะกลุ่มรวมกัน จึงมีลักษณะทึบแสงและหนาแน่นกว่าเมื่อนำไปทดสอบการกระจายตัวในน้ำ ดังปรากฏเห็นในรูปที่ 4.7

4.2.1 ขนาดของอนุภาคเซลลูโลสไฟบริล



รูปที่ 4. 8 การกระจายตัวของขนาดอนุภาคเซลลูโลสไฟบริล (A) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบเติมโคโคซาน (B) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่เติมโคโคซาน

การกระจายขนาดอนุภาคเซลลูโลสไฟบริลที่ได้ผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.8 จะพบว่าช่วงการกระจายตัวของอนุภาคมีเพียงแค่วงเดียวเท่านั้น ช่วงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคอยู่ระหว่าง 1 – 100 ไมโครเมตรเท่านั้น

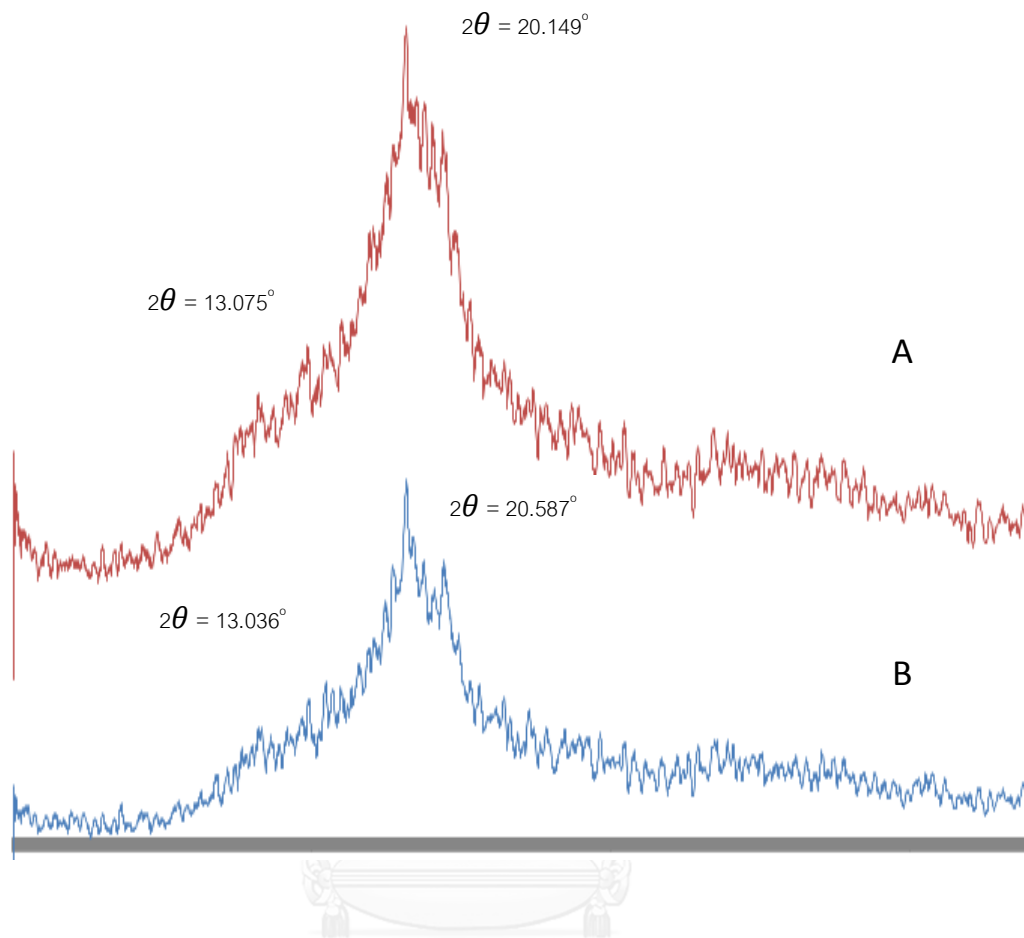
ค่าขนาดอนุภาคของเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบที่เติมโคโตซาน $d(0.1)$ เท่ากับ 3.701 ไมโครเมตร, $d(0.5)$ เท่ากับ 12.227 ไมโครเมตร, $d(0.9)$ 40.189 ไมโครเมตร

ค่าขนาดอนุภาคเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบที่ไม่เติมโคโตซาน $d(0.1)$ เท่ากับ 5.163 ไมโครเมตร, $d(0.5)$ เท่ากับ 15.810 ไมโครเมตร, $d(0.9)$ 37.732 ไมโครเมตร

จากผลการวิเคราะห์พบว่าขนาดอนุภาคที่เตรียมในระบบที่เติมโคโตซานจะมีขนาดเล็กกว่าระบบที่เติมโดยไม่ผสมกับโคโตซาน

4.2.2 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของเซลลูโลสไฟบริลด้วย XRD

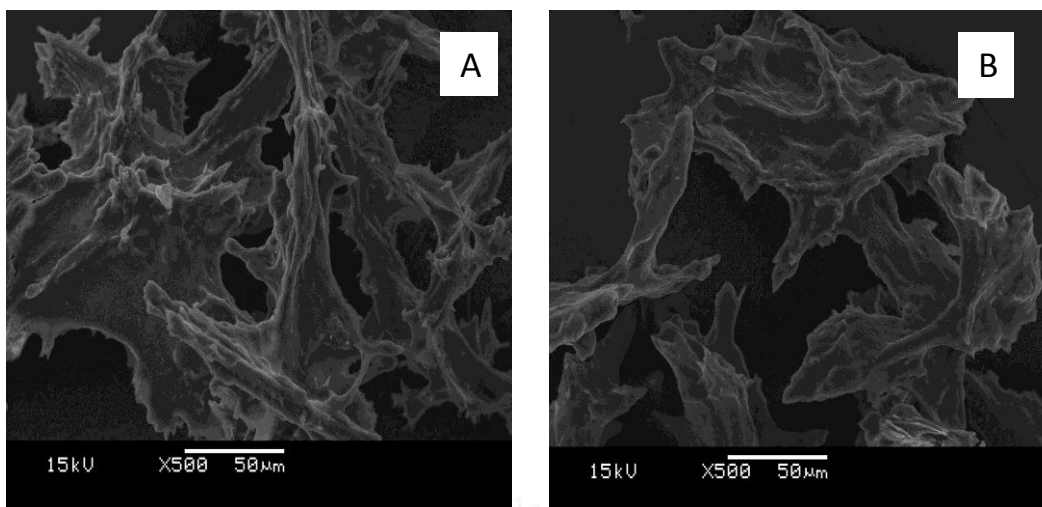
ผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของเซลลูโลสไฟบริลด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 4.9 โดยปกติแล้วเซลลูโลสจะแสดงพีกที่มีลักษณะเป็นผลึกอย่างชัดเจนเมื่อทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟคชันเมื่อทำการวิเคราะห์ที่ $2\theta = 0 - 50$ องศา โดยเซลลูโลสไฟบริลที่นำมาทำการวิเคราะห์จะมีพีกแสดงถึงโครงสร้างผลึกของเซลลูโลส ที่ตำแหน่งพีก 2θ 13.075 และ 20.149 องศา สำหรับเซลลูโลสไฟบริลที่ผ่านการเตรียมในระบบไม่มีโคโตซานและ ชั้นที่ 13.036 และ 20.587 องศา จากพีกจะเห็นว่าพีก A มีความสูงมากกว่าพีก B แสดงว่า กราฟ A มีความเป็นสัดส่วนของความเป็นผลึกมากกว่า แสดงว่ามีความเป็นผลึกของนาโนวิสเกอร์สูงกว่า เนื่องจากการโคโตซานซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่มีความเป็นผลึกสูงกว่าเซลลูโลสจะเหนี่ยวนำทำให้เซลลูโลสเกิดการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบคล้ายกับโคโตซาน ผลที่ได้จึงพบว่าเซลลูโลสไฟบริลที่ได้จากระบบเติมโคโตซานมีความเป็นผลึกสูงกว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่มีโคโตซานที่พบว่ามีความเป็นผลึกสูงมากกว่าโดยสังเกตจากความสูงและฐานของพีกที่มีลักษณะเตี้ยกว่าและมีฐานของพีกกว้างกว่า



รูปที่ 4. 9 XRD diffractograms ของ A) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบเดิมโคโตซาน
B) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่มีโคโตซาน

4.2.3 ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฟบริลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

จากการศึกษาสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฟบริลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 500 เท่า เพื่อสังเกตลักษณะพื้นผิวภายนอกของเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมได้ โดยนำตัวอย่างเซลลูโลสไฟบริลในรูปเจลไปทำแห้งโดยใช้วิธี freeze dry แล้วนำผงเซลลูโลสไฟบริลไปวิเคราะห์สัณฐานด้วยเทคนิค SEM ผลที่ได้เป็นดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4. 10 ภาพ SEM แสดงสัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฟบริลที่กำลังขยาย 500 A) เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบผสมโคโคซาน B)เซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่ผสมโคโคซาน

สัณฐานวิทยาของเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมได้แสดงในรูปที่ 4.10 เซลลูโลสไฟบริลเมื่อแห้งจะจับตัวกันเป็นแผ่นดังรูป ซึ่งเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยทั้งสองวิธี เมื่อทำให้แห้งแล้วแทบไม่มีความแตกต่างกัน คือมีลักษณะเป็นแผ่นแข็งขนาดในระดับ มากกว่า 100 ไมครอน เซลลูโลสไฟบริลที่แห้งตัวแล้วจะไม่สามารถทำให้แยกออกจากกันเนื่องจากเซลลูโลสไฟบริลยึดเกาะกันอย่างเหนียวแน่นด้วยพันธะไฮโดรเจน ดังนั้นจึงต้องเก็บเซลลูโลสไฟบริลในรูปเจล และนำเซลลูโลสไฟบริลในรูปเจลไปใช้ผสมกับพอลิแล็กติกแอซิด

4.2.4 การทดสอบการบวมตัวของเซลลูโลสไฟบริลด้วยวิธี swelling test

การทดสอบการบวมตัวของเซลลูโลสไฟบริล เริ่มจากการชั่งน้ำหนักเซลลูโลสไฟบริลในรูปผงแห้ง แล้วทำการแช่ในตัวทำละลายซึ่งเป็นน้ำแล้วบ่มกวนทิ้งไว้ 24 ชั่วโมงจากนั้นนำไปปั่นเหวี่ยงด้วยความเร็วรอบ 30 เฮิร์ตเป็นเวลา 20 นาที แล้วนำมาอบที่ 105 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงจากนั้นหาร้อยละการบวมน้ำตามสมการ

$$\%swelling = \frac{W_w - W_d}{W_d} \times 100$$

โดย W_w คือ น้ำหนักของ เซลลูโลสไฟบริลเปียก

W_d คือ น้ำหนักของเซลลูโลสไฟบริลหลังทำการอบ

หลังจากทำการทดลองและคำนวณตามสมการข้างต้นแล้วผลการทดสอบการบวมตัวในตัวทำละลายเป็นไปตามตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4. 2 น้ำหนักของเซลลูโลสไฟบริลเปียกและถูกอบจนแห้งและเปอร์เซ็นต์การบวมตัว

ตัวอย่าง	W_w	W_d	การบวมตัว(%)
เซลลูโลสไฟบริลในระบบเต็ม ไคโตซาน	12.30	1.69	627.81
เซลลูโลสไฟบริลในระบบไม่ เต็มไคโตซาน	12.42	1.72	622.09

ดังตารางที่ 4.2 อัตราการบวมตัวของเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบผสมไคโตซานและไม่ผสมไคโตซานเป็น 627.81% และ 622.09% ซึ่งที่ว่าการบวมตัวของเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยการเติมไคโตซานมีค่าสูงกว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยไม่เติมไคโตซานเล็กน้อย ซึ่งไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ทั้งนี้การบวมตัวของเซลลูโลสไฟบริลเป็นสมบัติ bulk property ซึ่งไม่สัมพันธ์กับการรวมกลุ่มกันของอนุภาคเซลลูโลสไฟบริล เซลลูโลสไฟบริลมีลักษณะคล้ายเข็มเล็กๆที่สานตัวกันเป็นร่างแห ซึ่งโครงสร้างร่างแหเหล่านี้ทำหน้าที่กักเก็บน้ำไว้ในตัวเองได้ดี จึงทำให้ค่าร้อยละการอมน้ำของเซลลูโลสไฟบริลเพิ่มขึ้นประมาณ 6 เท่าเมื่อเทียบเส้นใยเซลลูโลสที่สามารถอมน้ำไว้ได้เพียง 2 เท่าของน้ำหนักเท่านั้น

4.3 การวิเคราะห์พอลิเมอร์ผสม

หลังจากเตรียมเซลลูโลสไฟบริลและทำการวิเคราะห์สมบัติแล้ว นำเซลลูโลสไฟบริลที่ได้มาผสมกับพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ แล้วนำมาเตรียมพอลิเมอร์ผสมตามอัตราส่วนที่แสดงดังตารางที่ 3.4 โดยสูตรพอลิเมอร์ผสมเป็นดังนี้

ตารางที่ 4.3 สัดส่วนโดยน้ำหนักและเปอร์เซ็นต์ของส่วนผสมในพอลิเมอร์ผสม

PLA:PVAc:cellulose fibril (by ratio)	พอลิแล็กติกแอซิด (%)	พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (%)	เซลลูโลสไฟบริล (%)
8:1:4	61.54	7.69	30.77
4:1:2	57.14	14.28	28.57
8:3:4	53.33	20.00	26.67
2:1:1	50.00	25.00	25.00
3:2:2	42.86	28.57	28.57
1:1:1	33.33	33.33	33.33

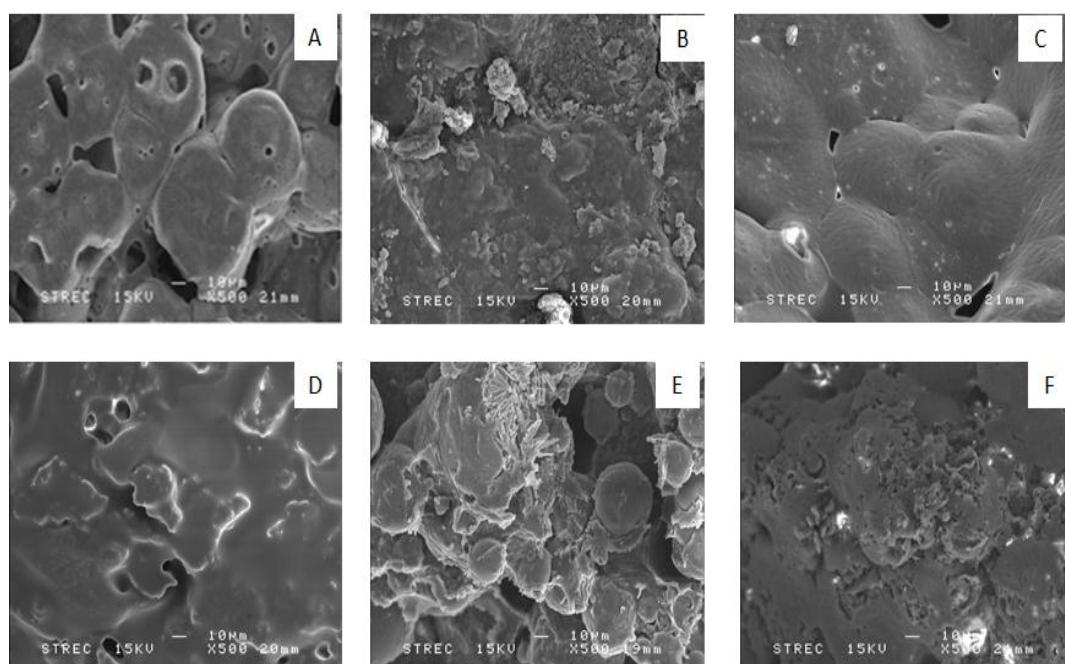
4.2.2 การศึกษาสมบัติสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค SEM

จากรูปที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค SEM ภาพ A ถึง ภาพ D การเตรียมพอลิเมอร์ผสมโดยเพิ่มปริมาณของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ จากรูป A, B, C, D น้ำหนักของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็น 25, 50, 75, 100 กรัมตามรูปตาม เมื่อเพิ่มปริมาณของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ถือว่าเป็นการเพิ่มปริมาณเมทริกซ์จะพบว่าเมื่อปริมาณของเมทริกซ์เพิ่มขึ้นจะทำให้รอยแยกในพอลิเมอร์ผสมลดลง เนื่องมาจากความเข้ากันได้ระหว่างเซลลูโลสไฟบริลและเมทริกซ์เข้ากันได้ดีทำให้เซลลูโลสพยายามสร้างแรงยึดเหนี่ยวกับเมทริกซ์ ดังนั้นเมื่อมีปริมาณเมทริกซ์ที่ลดลงทำให้เซลลูโลสดึงโมเลกุลเมทริกซ์มาใกล้มากขึ้นจนทำให้เกิดรอยแยกเพิ่มขึ้น

จากรูปที่ 4.11 จากภาพ D ถึง F แสดงสัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค SEM เมื่อลดปริมาณของพอลิแล็กติกแอซิดจากภาพ D, E, F ปริมาณพอลิแล็กติกแอซิดเป็น 200, 150, 100 กรัม ตามลำดับ พบว่าเมื่อลดปริมาณของพอลิแล็กติกแอซิดลงรอยแยกของพอลิเมอร์ผสมจะมี

เพิ่มขึ้น เนื่องจากพอลิแล็กติกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริลมีความเข้ากันได้ ดังนั้นเมื่อปริมาณของพอลิแล็กติกแอซิดลดลงซึ่งถือเป็นการลดปริมาณของเมทริกซ์ดังนั้นเมื่อปริมาณเมทริกซ์ลดลงทำให้เซลลูโลสไฟบริลสร้างแรงยึดเหนี่ยวเมื่อดึงเมทริกซ์เข้าไปใกล้โมเลกุลของเซลลูโลสไฟบริล แต่เมื่อปริมาณเมทริกซ์ลดลงจะทำให้เมื่อเซลลูโลสไฟบริลดึงเมทริกซ์เข้าไปใกล้โมเลกุลจึงเกิดรอยแยกได้เพิ่มขึ้น

เมื่อวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาถือว่าพอลิเมอร์ผสมในทุกๆสูตรเป็นเนื้อเดียวกัน

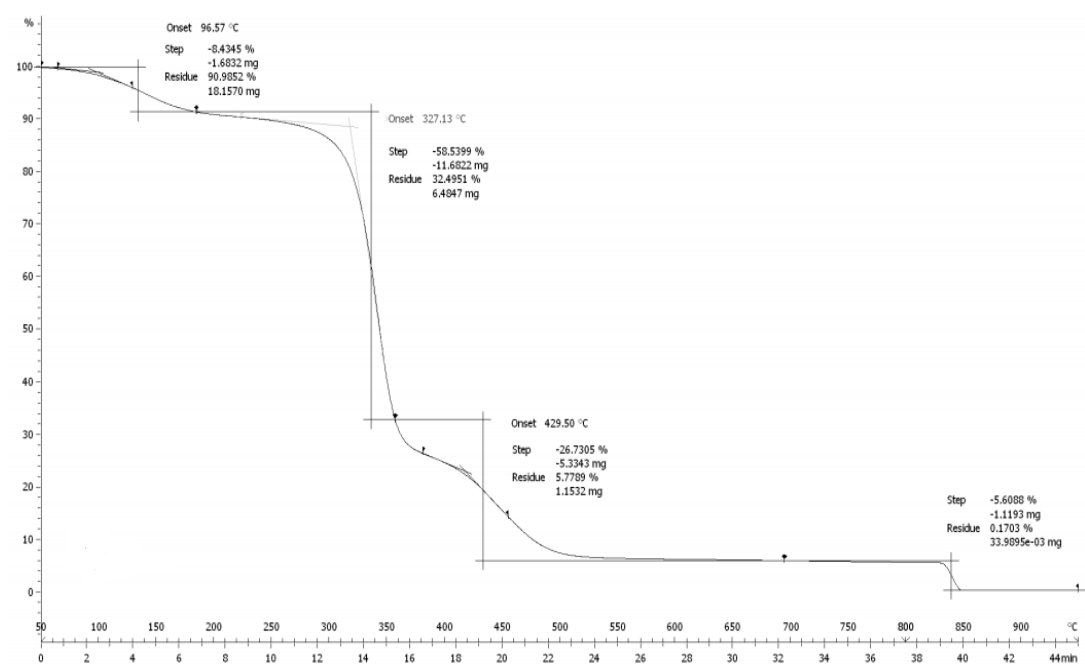


CHULALONGKORN UNIVERSITY

รูปที่ 4. 11 สัณฐานวิทยาของพอลิเมอร์ผสมที่กำลังขยาย 500 เท่า สัดส่วน PLA:PVAc:fibril cellulose A) 8:1:4 B) 4:1:2 C) 8:3:4 D) 2:1:1 E) 3:2:2 F) 1:1:1

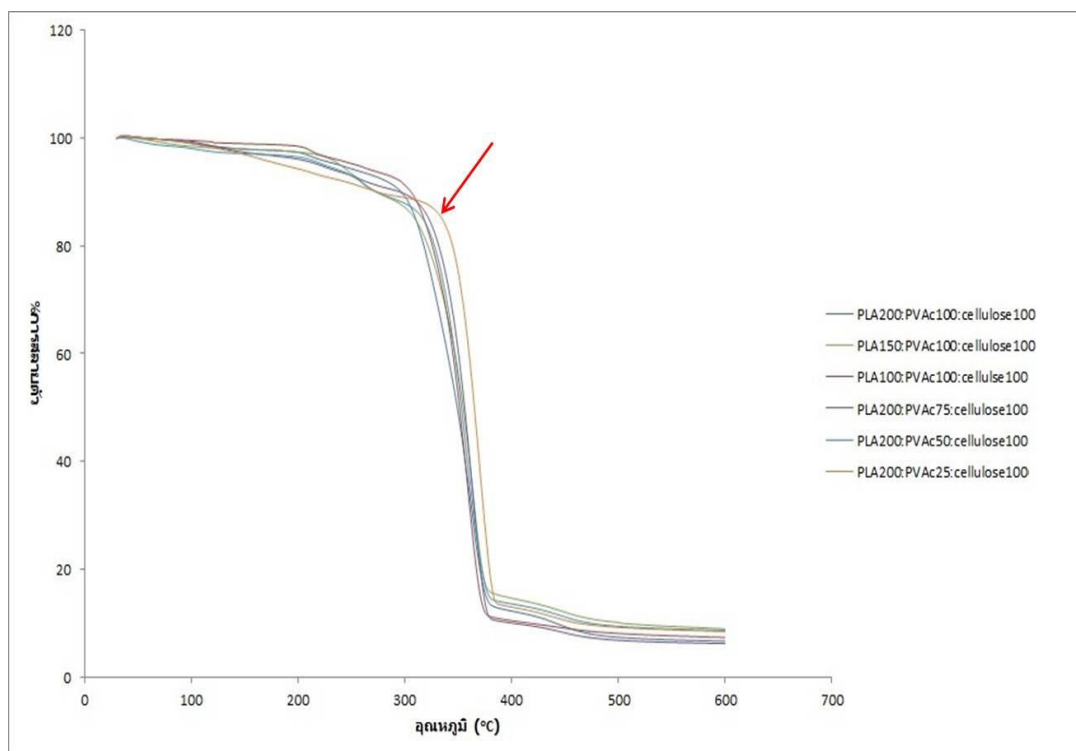
4.2.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค TGA

จากรูปที่ 4.12 แสดงการวิเคราะห์พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริลซึ่งยังไม่มีส่วนผสมโวนิลแอซีเทตด้วยเทคนิค TGA พบว่ามีช่วง %การลดลงของน้ำหนักขึ้นได้ 2 ช่วง แสดงว่าเมื่อผสมพอลิเล็กทิกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริลไม่สามารถผสมเข้ากันได้



รูปที่ 4. 12 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิดและเซลลูโลสด้วยเทคนิค TGA

และเมื่อทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิด พอลิโวนิลแอซีเทตและเซลลูโลสไฟบริลผลการทดลองที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.13



รูปที่ 4. 13 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค TGA

สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิด พอลิไวนิลแอลกอฮอล์และเซลลูโลสไฟบริล ตารางที่ 4.4 พอลิแล็กติกแอซิดมีอุณหภูมิการสลายตัวที่ 361.29 °C เซลลูโลสมีอุณหภูมิการสลายตัวที่ 230 °C และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีอุณหภูมิการสลายตัวในช่วง 331.1 °C [46] จากรูปที่ 4.13 พอลิเมอร์ผสม จะมีอุณหภูมิการสลายตัวที่อยู่ระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และเซลลูโลสไฟบริล ซึ่งเป็นหลักฐานยืนยันได้ว่าพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และเซลลูโลสไฟบริลสามารถผสมเข้ากันได้ เนื่องจากช่วงอุณหภูมิการสลายตัวอยู่ระหว่างพอลิเมอร์พอลิเมอร์ทั้งสามชนิดโดยคิดค่าเฉลี่ยโดยน้ำหนักอีกทั้งมีอุณหภูมิการสลายตัวเพียงแค่จุดเดียวเท่านั้น ดังนั้นการเติมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ลงในพอลิเมอร์ผสมจะทำให้ความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมดีขึ้น

จากกราฟพบว่า ผลการศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม ในอัตราส่วนพอลิแล็กติกแอซิด200:พอลิไวนิลแอลกอฮอล์25:เซลลูโลสไฟบริล100(ดังลูกศรชี้) มีสมบัติการคงตัวต่อความร้อนดีที่สุดโดยกราฟมีอุณหภูมิสูงที่สุด พอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีสมบัติเป็นยางจึงทำให้เมื่อเติมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ในสัดส่วนที่มากพอลิเมอร์ผสมที่ได้จึงมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ต่ำลง

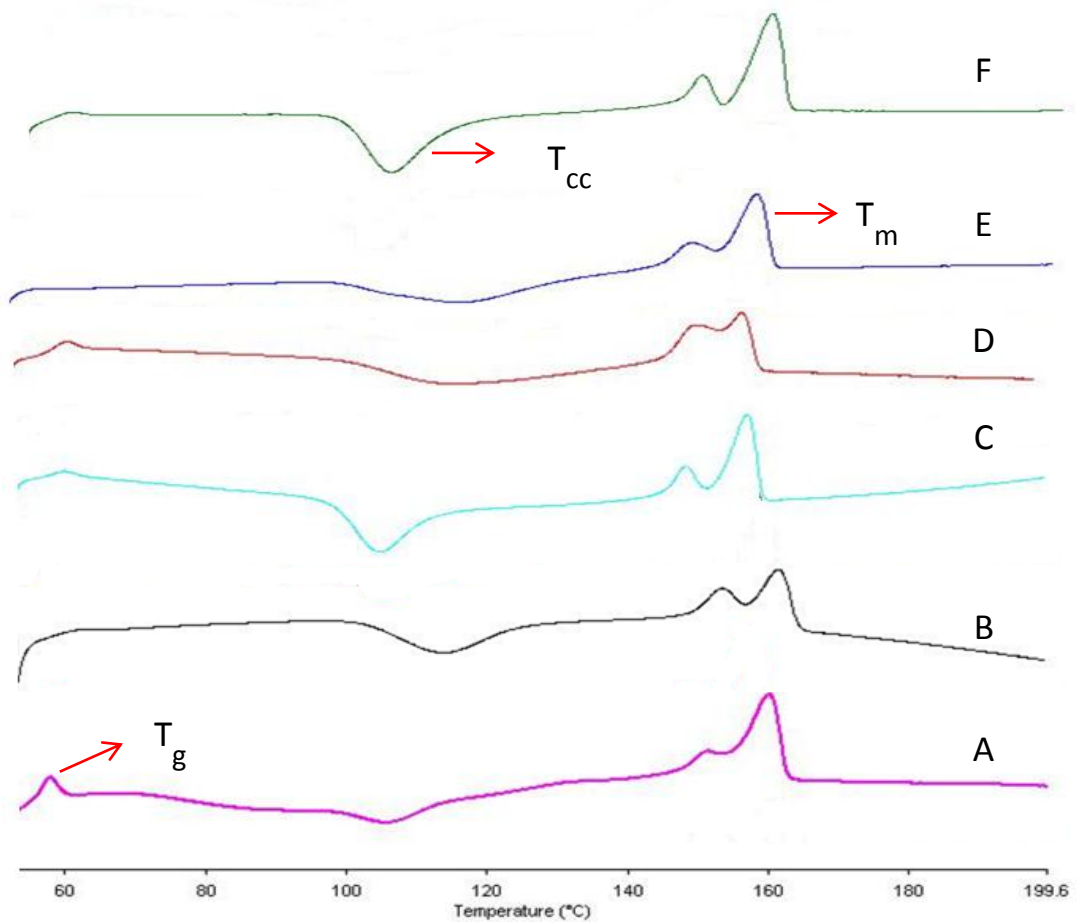
ตารางที่ 4. 4 อุณหภูมิการสลายตัวเมื่อได้รับความร้อนของพอลิเมอร์ผสม

PLA:PVAc:cellulose	อุณหภูมิที่เริ่ม สลายตัว (T_{onset} , °C)	อุณหภูมิการสลายตัว (T_d , °C)	% แก้วถ่านที่เหลือที่ 600 °C
8:1:4	340.34	363.56	8.4307
4:1:2	322.11	350.33	8.6502
8:3:4	329.76	356.61	6.2005
2:1:1	314.12	354.78	6.6355
3:2:2	323.49	357.35	8.9605
1:1:1	319.83	353.17	7.3208



4.2.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค DSC

การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC ต้องการทดสอบเพื่อให้ทราบความเข้ากันได้ระหว่างพอลิแลกติกแอซิด/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เซลลูโลสไฟบริล ผลการศึกษาเป็นไปตามรูปที่ 4.14



รูปที่ 4. 14 DSC ของพอลิเมอร์ผสม PLA:PVA:cellulose (A) 200:25:100 (B) 200:50:100 (C) 200:75:100 (D) 200:100:100 (E) 150:100:100 (F) 100:100:100

จากรูปที่ 4.14 ผลของ DSC เทอร์โมแกรมแสดง(เส้นจุดความร้อน) DSC เทอร์โมแกรมของ A แสดง Tg ที่ชัดเจนเนื่องจากมีส่วนส่วนของพอลิเล็กทิกแอซิดมากที่สุด โดยค่า Tg ที่ปรากฏเป็นค่า Tg ของ PLA ซึ่งพิกปรากฏในอุณหภูมิ 61 °C ดังนั้น Tg ของพอลิเมอร์ผสมขึ้นกับสัดส่วนของพอลิเล็กทิกแอซิด ความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมสามารถวิเคราะห์ได้โดยการติดตาม Tg พอลิเมอร์องค์ประกอบแต่ละชนิด ซึ่งสำหรับพอลิเมอร์ผสมที่สามารถเข้ากันได้ดีจะมีค่าของ Tg เพียงแค่อุณหภูมิเดียว ซึ่งจากการทดสอบสมบัติของพอลิเมอร์ผสมทั้ง 6 ตัวอย่าง พบว่าแสดงค่าอุณหภูมิ Tg ในตัวอย่างที่มีการเติมพอลิเล็กทิกแอซิดในปริมาณมากและพบค่าอุณหภูมิ Tg เพียงแค่ค่าเดียวเท่านั้น

พื้นที่ใต้กราฟของการแสดงอุณหภูมิของการหลอมเหลว (Tm) จะสังเกตว่าการสลายตัวแยกเป็นสองพีกของบริเวณผลึกและบริเวณอสัณฐานพอลิเมอร์ที่แตกต่างกันตามอัตราส่วนของพอลิเมอร์ผสม ซึ่งพีกที่เกิดขึ้นในตำแหน่งที่อุณหภูมิสูงกว่าจะแสดงถึงการหลอมผลึกที่มีความสมบูรณ์และผลึกที่เกิดขึ้นเพิ่มในขั้นตอนของการให้ความร้อน

นำค่าความร้อนของสารสลายตัวมาคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกได้ดังสมการ

$$\%X_c = \frac{\Delta H_f}{\Delta H_f^\circ} \times 100$$

โดย ΔH_f คือ ค่าเอนทัลปีของการสลายตัวและ ΔH_f° คือ เอนทัลปีของการสลายตัวของพอลิเล็กทิกแอซิดที่มีความเป็นผลึก 100 เปอร์เซ็นต์(เท่ากับพอลิเล็กทิกแอซิด $\Delta H_f^\circ = 93 \text{ J/g}$) ค่า $\%X_c$ ที่คำนวณได้ และค่า Tg, Tm, ΔH_f ที่ได้จากการนำตัวอย่างมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC แสดงดังตารางที่ 4.5

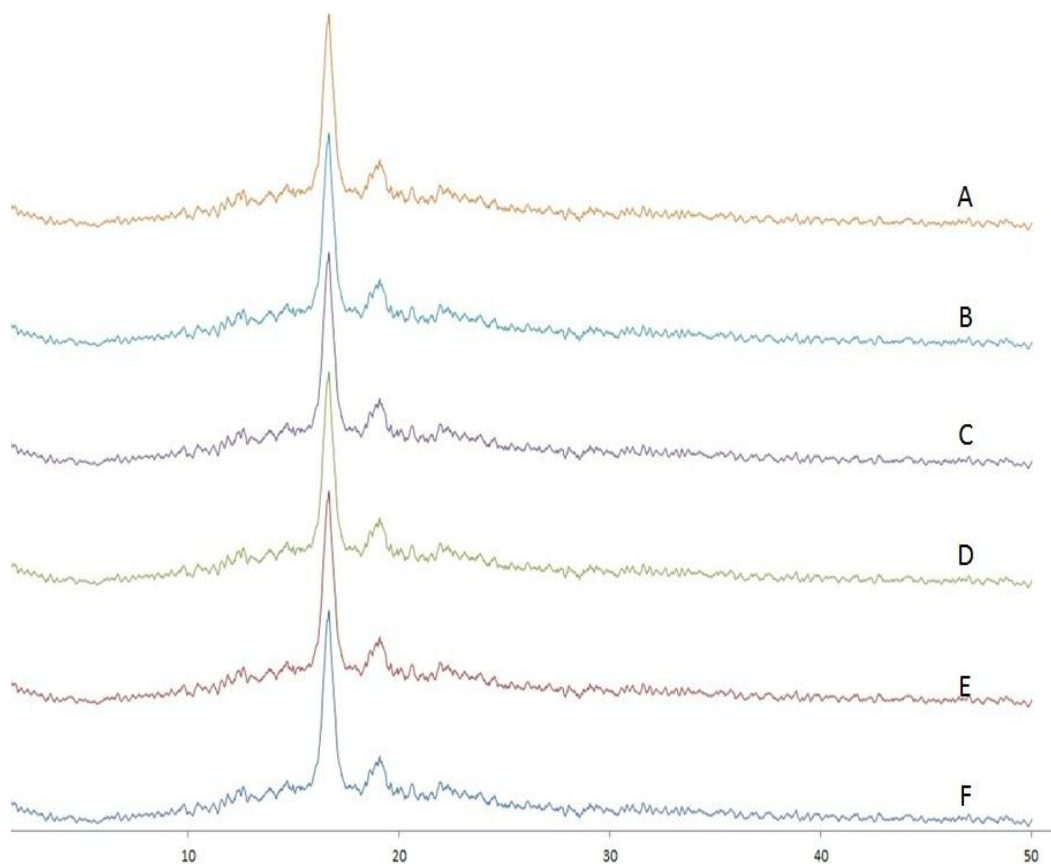
ตารางที่ 4. 5 สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสม

ตัวอย่าง	PLA:PVAc:cellulose fibril	T_m (°C)	T_{cc} (°C)	ΔH_m	% X_c
1	8:1:4	160.5	106.1	7.91	8.50
2	8:2:4	160.9	-	17.6	18.9
3	8:3:4	156.8	105.0	31.4	33.8
4	8:4:4	167.6	-	18.8	20.2
5	6:4:4	158.1	-	20.0	21.5
6	1:1:1	104.7	157.3	32.9	35.4

จากตารางที่ 4.5 พบว่าค่าความเป็นผลึก ของพอลิเมอร์ผสมจากตัวอย่างที่ 1 ถึง 4 เมื่อเปอร์เซ็นต์โดยมวลของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เพิ่มขึ้นความเป็นผลึกจะเพิ่มขึ้น เมื่อสัดส่วนของพอลิแล็กติกแอซิดลดลงจากตัวอย่างที่ 4 ถึงตัวอย่างที่ 6 พบว่าความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสมจะลดลงเมื่อสัดส่วนของพอลิแล็กติกแอซิดเพิ่มขึ้น

4.2.5 การศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD

นำตัวอย่างพอลิเมอร์ผสมไปวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่า ผลการวิเคราะห์เป็นดังรูปที่ 4.15 พิกซ์สูงสุดในช่วง $2\theta = 16$ ถึง 17 องศา และมีพิกซ์ขนาดเล็กในช่วง $2\theta = 18 - 19$ องศา ซึ่งเป็นพิกซ์ของพอลิแล็กติกแอซิด [43] โดยปกติแล้วพอลิแล็กติกแอซิดจะมีผลึกที่ไม่ชัดเจน แต่เนื่องจากการเติมเซลลูโลสนาโนไฟบริลทำให้พอลิแล็กติกแอซิดมีความเป็นผลึกสูงขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ T_m ด้วยเทคนิค DSC



รูปที่ 4. 15 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค XRD อัตราส่วน
PLA:PVAc:cellulose fibril (A) 8:1:4 (B) 4:1:2 (C) 8:3:4 (D) 2:1:1 (E) 3:2:2 (F) 1:1:1

ตารางที่ 4. 6 เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสม

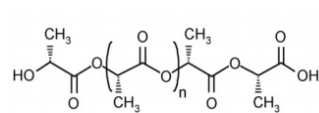
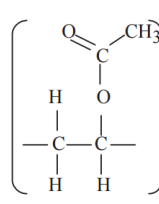
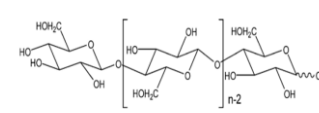
ตัวอย่าง	PLA:PVAc:cellulose fibril	% crystallinity
1	8:1:4	31.92
2	8:2:4	33.13
3	8:3:4	27.14
4	8:4:4	29.92
5	6:4:4	32.21
6	1:1:1	36.87

จากผลการศึกษาความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสม และทำการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD เมื่อเปอร์เซ็นต์พอลิไวนิลแอสซิเตตเพิ่มขึ้นจากตัวอย่างที่ 1 ถึงตัวอย่างที่ 4

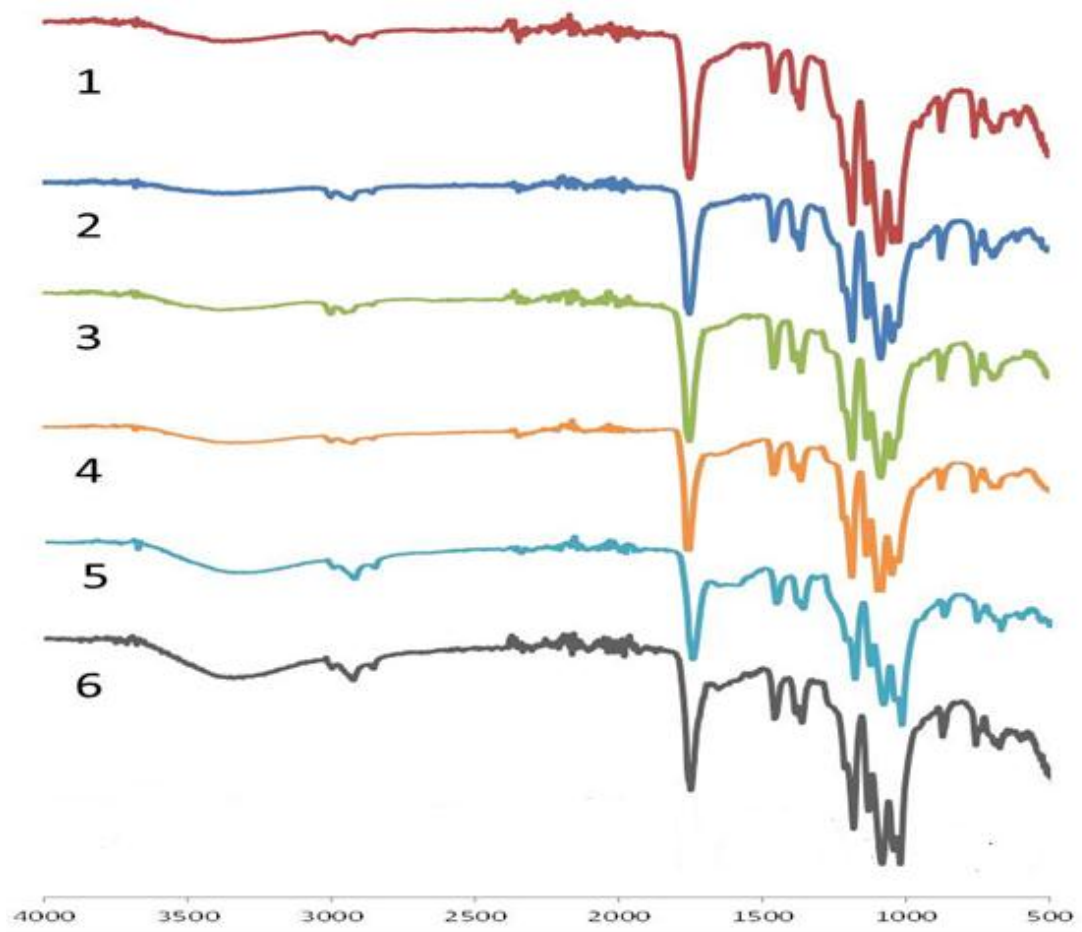
4.2.6 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของพอลิเมอร์ผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิไวนิลแอสซิเตต/เซลลูโลสไฟบริลด้วยเทคนิค FT-IR

การวิเคราะห์อันตรกิริยาระหว่างพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิไวนิลแอสซิเตต/เซลลูโลสไฟบริลสามารถทดสอบด้วยการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FTIR) นำตัวอย่างแผ่นพอลิเมอร์ผสมประมาณ 5 กรัมไปวางบนเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี โดยหมู่ฟังก์ชันที่มีในพอลิเมอร์ทั้ง 3 ชนิดเป็นไปดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 ค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค FT-IR ของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ

โครงสร้างโมเลกุล	หมู่ฟังก์ชัน	พิกัด(cm^{-1})
<p>พอลิแล็กติกแอซิด</p> 	C=O	1735
	C-H	2800 – 3000
	C-O-C	1070
	(C=O)-O-	1070
	-OH	3700 - 3100
	-CH ₃	1550 - 1300
<p>พอลิไวนิลแอสซิเตต</p> 	-CH ₃ , -CH ₂ -	3000 – 2800
	(C=O)-O-	1070
<p>เซลลูโลส</p> 	-OH	3700 - 3100
	-CH	3000 – 2800
	C-O-C	1300 – 1000
	C-OH	1300 - 1000

ทำการวิเคราะห์พอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เซลลูโลสไฟบริล ทดสอบหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ทำการทดลองโดยนำแผ่นตัวอย่างแผ่นพอลิเมอร์ผสมไปวางบนเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี ผลของสเปกตรัมของพอลิเมอร์ผสมเป็นดังแสดงในรูปที่ 4.16



รูปที่ 4. 16 แสดง FT-IR สเปกตรัมของพอลิเมอร์ผสมอัตราส่วน PLA:PVAc:cellulose fibril

(1) 8:1:4 (2) 4:1:2 (3) 8:3:4 (4)2:1:1 (5)3:2:2 (6) 1:1:1

จากรูปที่ 4.16 พีกที่ปรากฏดูดกลืนรังสีที่ตำแหน่ง 3500 cm^{-1} แสดงเอกลักษณ์ของหมู่ –OH จากกราฟที่ 1 ถึงกราฟที่ 4 เป็นการลดลงของปริมาณพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ลดลงของพีกนี้

เนื่องจากหมู่ $-OH$ มาจากโครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลสไฟบริล ดังนั้นการลดลงของหมู่นี้แสดงว่าหมู่นี้มีการสร้างแรงยึดเหนี่ยวกับโมเลกุลอื่น ดังนั้นการเพิ่มปริมาณของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์จะทำให้เซลลูโลสไฟบริลสร้างแรงยึดเหนี่ยวกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ได้มากขึ้น อีกทั้งการลดลงของพอลิเล็กทริกแอซิดในตัวอย่างที่ 4 ถึง 6 เนื่องจากการลดลงของพอลิเล็กทริกแอซิดทำให้แรงยึดเหนี่ยวระหว่างพอลิเล็กทริกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริลลดลงทำให้มีปริมาณเซลลูโลสไฟบริลเหลือจึงปรากฏหมู่ $-OH$ ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันหลักในเซลลูโลสไฟบริลชัดเจนขึ้น พีคที่ปรากฏดูดกลืนรังสีที่ตำแหน่ง $3000 - 2800 \text{ cm}^{-1}$ แสดงเอกลักษณ์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ $-CH$ ซึ่งปรากฏในทุกๆ ตัวอย่างของพอลิเมอร์ผสม แต่จะแสดงชัดเจนในพีคที่ 5, 6 ซึ่งมีปริมาณของพอลิเล็กทริกแอซิดลดลง พีคที่ปรากฏดูดกลืนรังสีที่ตำแหน่ง 1735 cm^{-1} แสดงเอกลักษณ์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ $C=O$ ซึ่งจะปรากฏอย่างชัดเจนในทุกๆ พีค และพีคที่ปรากฏดูดกลืนรังสีที่ตำแหน่ง $1300 - 1000 \text{ cm}^{-1}$ แสดงเอกลักษณ์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ $C-O-C$ ซึ่งแสดงชัดในทุกๆ พีค



บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการเตรียมเซลลูโลสไฟบริลด้วยการผสมไคโตซาน และนำเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมได้มาเตรียมพอลิเมอร์ผสมศึกษาความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสม ผลการทดลองเป็นดังนี้

5.1.1 การสกัดเซลลูโลสจากต้นยาสูบด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์บริสุทธิ์ที่สูงเนื่องจากผลึกที่ได้เมื่อเทียบกับผลึกของต้นยาสูบหลังจากทำการวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD แล้ว มีพีคที่แหลมและแคบกว่าเนื่องจากเซลลูโลสที่สกัดได้ไม่มีลินินมารบกวนความเป็นผลึก

5.1.2 การเตรียมเซลลูโลสไฟบริลโดยการนำเซลลูโลสมาทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับกรดซัลฟิวริกแล้วทำการเปรียบเทียบผลเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมได้ด้วยการเติมไคโตซานและไม่เติมไคโตซาน ซึ่งจะนำไคโตซานไปกระจายตัวในกรดแอซิดิกแล้วผสมกับเซลลูโลสไฟบริลด้วยสัดส่วนน้ำหนักหนึ่งต่อหนึ่ง เมื่อทำการศึกษาสมบัติของเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมได้ วัดขนาดเซลลูโลสไฟบริลด้วยการนำเซลลูโลสไฟบริลไปกระจายตัวในน้ำแล้ววัดขนาดวัดเครื่องวัดขนาดอนุภาคพบว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบเติมไคโตซานจะมีขนาดเล็กกว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่เติมไคโตซาน เนื่องจากเซลลูโลสไฟบริลสร้างอันตรกิริยากับไคโตซานโดยหมู่ไฮดรอกซิลในโมเลกุลของเซลลูโลสไฟบริลและหมู่อะมิโนในไคโตซาน เมื่อไคโตซานและเซลลูโลสไฟบริลมีการสร้างแรงยึดเหนี่ยวกันทำให้เซลลูโลสไฟบริลลดการเกาะกลุ่มกันและกระจายตัวได้ดีขึ้นเมื่อนำไปทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับกรดซัลฟิวริกทำให้กรดซัลฟิวริกเข้าทำปฏิกิริยากับเซลลูโลสไฟบริลได้ดีขึ้นเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมได้จึงมีขนาดเล็กลงเมื่อมีการเติมไคโตซาน และเมื่อทำการศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD ของเซลลูโลสไฟบริลเพื่อยืนยันว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เติมไคโตซานทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกได้ดีขึ้น ซึ่งจากการวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบเติมไคโตซานมีความเป็นผลึกที่มากกว่า กราฟ XRD ที่ได้จึงมีความแหลมของพีคมากกว่าอีกทั้งยังสอดคล้องกับการผลการวิเคราะห์การกระจายตัวในน้ำโดยนำเซลลูโลสไฟบริลที่ได้ไปโซนิคแล้ววางทิ้งไว้สังเกตการตกตะกอน พบว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมโดยการเติมไคโตซานจะตกตะกอนก่อนเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมในระบบไม่เติมไคโตซานซึ่งเป็นการยืนยันว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เติมไคโตซานมีความเป็นผลึกสูงกว่านั่นเอง อีกทั้งเมื่อทำการศึกษาการบวมตัวในน้ำพบว่าเซลลูโลสไฟบริลที่เตรียมมีการบวมตัวที่ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ผลการทดลองทั้งหมดสามารถยืนยันได้ว่าเซลลูโลส

ไฟบริลที่เตรียมได้โดยการเติมโคโคซานจะสามารถกระจายตัวได้ดีกว่าเมื่อนำมาทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟิวริกจะสามารถทำปฏิกิริยาได้ดีกว่า

5.1.3 ทำการเตรียมพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิดพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และเซลลูโลสไฟบริล โดยนำเซลลูโลสไฟบริลเจลที่เตรียมได้มาผสมกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์แล้วคนจนมีความเข้ากันได้ จากนั้นนำมาผสมกับพอลิเล็กทิกแอซิดที่ละลายในไดคลอโรมีเทนจนเข้ากันได้อีกทั้งแล้วเทพอลิเมอร์ผสมที่เตรียมได้มาลงในจานเพราะเชื้อทิ้งไว้จนแห้งแล้วนำไปวิเคราะห์ความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมโดยนำพอลิเมอร์ผสมที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์ฐานานิวทราด้วยเทคนิค SEM พบว่าพอลิเมอร์ผสมที่เตรียมได้หลอมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค TGA เปรียบเทียบระหว่างพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิดกับเซลลูโลสไฟบริล พบว่าเมื่อวิเคราะห์อุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริลมีอุณหภูมิการสลายตัว 2 ช่วง ซึ่งเป็นของพอลิเล็กทิกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริลแสดงว่าพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริลไม่ผสมเป็นเนื้อเดียวกัน แต่สำหรับพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิด/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เซลลูโลสไฟบริลพบว่าอุณหภูมิการสลายตัวเพียงแค่ 1 ช่วงเท่านั้น ดังนั้นพอลิเมอร์ผสมที่เตรียมได้มีสมบัติการทนความร้อนที่ดีขึ้นอีกทั้งพอลิเมอร์ผสมยังเป็นเนื้อเดียวกัน และเมื่อวิเคราะห์การทนความร้อนจากผลการทดสอบแสดงว่าพอลิเมอร์ผสมที่เตรียมในสัดส่วน พอลิเล็กทิกแอซิด:พอลิไวนิลแอลกอฮอล์:เซลลูโลสไฟบริล ในอัตราส่วน 200:25:100 ซึ่งเป็นตัวอย่างที่มีอัตราส่วนของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์น้อยที่สุดมีค่าสมบัติการทนต่อความร้อนที่ดีที่สุด ดังนั้นพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ทำให้สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมลดลงเนื่องจากพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีสมบัติเป็นยางจึงทำให้พอลิเมอร์ผสมมีค่าการทนความร้อนลดลงเมื่อมีการพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่เพิ่มขึ้น อีกทั้งยังสามารถยืนยันความเป็นลิกของพอลิเมอร์ผสมได้จากเทคนิค XRD พบว่าพีคที่ได้ปรากฏ 2θ ในช่วง 16 – 19 องศา ซึ่งเป็นพีคของพอลิเล็กทิกแอซิดแต่ไม่แสดงพีคของเซลลูโลส แสดงว่าเซลลูโลสและพอลิเล็กทิกแอซิดที่เตรียมได้มีความเข้ากันได้ อีกทั้งเซลลูโลสที่ยังช่วยทำให้พอลิเล็กทิกแอซิดมีความเป็นผลึกที่สูงขึ้นซึ่งผลการวิเคราะห์แสดงพีค 2 พีค และสอดคล้องกับการทดสอบอุณหภูมิการหลอมเหลว จากเทคนิค DSC พบว่า พีค Tm ใน DSC 2 พีคเช่นกัน

5.2 ข้อเสนอแนะ

ทดสอบสมบัติเชิงกลของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิเล็กทิกแอซิดและเซลลูโลสไฟบริล ว่าได้ผลการทดลองสอดคล้องกับผลการทดสอบสมบัติความเข้ากันได้หรือไม่

รายการอ้างอิง

- [1] Rasal, R.M., Janorkar, A.V., and Hirt, D.E. Poly (lactic acid) modifications. Progress in polymer science 35(3) (2010): 338-356.
- [2] Drumright, R.E., Gruber, P.R., and Henton, D.E. Polylactic acid technology. Advanced materials 12(23) (2000): 1841-1846.
- [3] Martin, O. and Averous, L. Poly (lactic acid): plasticization and properties of biodegradable multiphase systems. Polymer 42(14) (2001): 6209-6219.
- [4] Achmad, F., Yamane, K., Quan, S., and Kokuğan, T. Synthesis of polylactic acid by direct polycondensation under vacuum without catalysts, solvents and initiators. Chemical Engineering Journal 151(1) (2009): 342-350.
- [5] Mehta, R., Kumar, V., Bhunia, H., and Upadhyay, S. Synthesis of poly (lactic acid): a review. Journal of Macromolecular Science, Part C: Polymer Reviews 45(4) (2005): 325-349.
- [6] Lasprilla, A.J., Martinez, G.A., Lunelli, B.H., Jardini, A.L., and Maciel Filho, R. Poly-lactic acid synthesis for application in biomedical devices—A review. Biotechnology advances 30(1) (2012): 321-328.
- [7] Tian, D., Dubois, P., Grandfils, C., and Jérôme, R. Ring-opening polymerization of 1, 4, 8-trioxaspiro [4.6]-9-undecanone: A new route to aliphatic polyesters bearing functional pendent groups. Macromolecules 30(3) (1997): 406-409.
- [8] Jonoobi, M., Harun, J., Mathew, A.P., and Oksman, K. Mechanical properties of cellulose nanofiber (CNF) reinforced polylactic acid (PLA) prepared by twin screw extrusion. Composites Science and Technology 70(12) (2010): 1742-1747.
- [9] Jackanicz, T.M., Nash, H.A., Wise, D.L., and Gregory, J.B. Polylactic acid as a biodegradable carrier for contraceptive steroids. Contraception 8(3) (1973): 227-234.
- [10] Cutright, D.E., Perez, B., Beasley, J.D., Larson, W.J., and Posey, W.R. Degradation rates of polymers and copolymers of polylactic and polyglycolic acids. Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology 37(1) (1974): 142-152.

- [11] Smith, A. Evaluation of poly (lactic acid) as a biodegradable drug delivery system for parenteral administration. International journal of pharmaceutics 30(2) (1986): 215-220.
- [12] Gilding, D. and Reed, A. Biodegradable polymers for use in surgery— polyglycolic/poly (actic acid) homo-and copolymers: 1. Polymer 20(12) (1979): 1459-1464.
- [13] Jin, T. and Zhang, H. Biodegradable polylactic acid polymer with nisin for use in antimicrobial food packaging. Journal of Food Science 73(3) (2008): M127-M134.
- [14] Vink, E.T., et al. The sustainability of NatureWorks™ polylactide polymers and Ingeo™ polylactide fibers: an update of the future. Macromolecular bioscience 4(6) (2004): 551-564.
- [15] Liu, S.-J. and Chen, Y.-S. The manufacturing of thermoplastic composite parts by water-assisted injection-molding technology. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 35(2) (2004): 171-180.
- [16] Advani, S.G. and Sozer, E.M. Process modeling in composites manufacturing. Vol. 59: CRC Press, 2010.
- [17] Auras, R.A., Harte, B., Selke, S., and Hernandez, R. Mechanical, physical, and barrier properties of poly (lactide) films. Journal of Plastic Film and Sheeting 19(2) (2003): 123-135.
- [18] Cink, K., Bopp, R., and Sikkema, K. Injection stretch blow molding process using polylactide resins. 2005, Google Patents.
- [19] Vink, E.T., Rabago, K.R., Glassner, D.A., and Gruber, P.R. Applications of life cycle assessment to NatureWorks™ polylactide (PLA) production. Polymer degradation and stability 80(3) (2003): 403-419.
- [20] Henton, D.E., Gruber, P., Lunt, J., and Randall, J. Polylactic acid technology. Natural Fibers, Biopolymers, and Biocomposites, Taylor & Francis, Boca Raton, FL (2005): 527-577.
- [21] Auras, R.A., Lim, L.-T., Selke, S.E., and Tsuji, H. Poly (lactic acid): synthesis, structures, properties, processing, and applications. Vol. 10: John Wiley & Sons, 2011.

- [22] Sin, L.T., Rahmat, A.R., and Rahman, W.A. Polylactic acid: PLA biopolymer technology and applications. William Andrew, 2012.
- [23] Rhim, J.-W., Lee, J.H., and Ng, P.K. Mechanical and barrier properties of biodegradable soy protein isolate-based films coated with polylactic acid. LWT-Food Science and Technology 40(2) (2007): 232-238.
- [24] Taib, R.M., Ramarad, S., Ishak, Z.A.M., and Todo, M. Properties of kenaf fiber/polylactic acid biocomposites plasticized with polyethylene glycol. Polymer composites 31(7) (2010): 1213-1222.
- [25] Elmendorp, J.J. A study on polymer blending microrheology. Polymer Engineering & Science 26(6) (1986): 418-426.
- [26] De Rodriguez, N.L.G., Thielemans, W., and Dufresne, A. Sisal cellulose whiskers reinforced polyvinyl acetate nanocomposites. Cellulose 13(3) (2006): 261-270.
- [27] O'SULLIVAN, A.C. Cellulose: the structure slowly unravels. Cellulose 4(3) (1997): 173-207.
- [28] Siró, I. and Plackett, D. Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: a review. Cellulose 17(3) (2010): 459-494.
- [29] Zhbankov, R., Firsov, S., Buslov, D., Nikonenko, N., Marchewka, M., and Ratajczak, H. Structural physico-chemistry of cellulose macromolecules. Vibrational spectra and structure of cellulose. Journal of molecular structure 614(1) (2002): 117-125.
- [30] Morán, J.I., Alvarez, V.A., Cyras, V.P., and Vázquez, A. Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. Cellulose 15(1) (2008): 149-159.
- [31] Edgar, R.C. Extraction of cellulose. 1926, Google Patents.
- [32] Pasquini, D., de Moraes Teixeira, E., da Silva Curvelo, A.A., Belgacem, M.N., and Dufresne, A. Extraction of cellulose whiskers from cassava bagasse and their applications as reinforcing agent in natural rubber. Industrial Crops and products 32(3) (2010): 486-490.
- [33] Klemm, D., Heublein, B., Fink, H.P., and Bohn, A. Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material. Angewandte Chemie International Edition 44(22) (2005): 3358-3393.

- [34] Pallesen, B.E. The quality of combine-harvested fibre flax for industrial purposes depends on the degree of retting. Industrial Crops and products 5(1) (1996): 65-78.
- [35] Lee, S.-Y., Chun, S.-J., Kang, I.-A., and Park, J.-Y. Preparation of cellulose nanofibrils by high-pressure homogenizer and cellulose-based composite films. Journal of Industrial and Engineering Chemistry 15(1) (2009): 50-55.
- [36] Kaushik, A., Singh, M., and Verma, G. Green nanocomposites based on thermoplastic starch and steam exploded cellulose nanofibrils from wheat straw. Carbohydrate Polymers 82(2) (2010): 337-345.
- [37] Chen, W., Yu, H., Liu, Y., Chen, P., Zhang, M., and Hai, Y. Individualization of cellulose nanofibers from wood using high-intensity ultrasonication combined with chemical pretreatments. Carbohydrate Polymers 83(4) (2011): 1804-1811.
- [38] Yu, L., Dean, K., and Li, L. Polymer blends and composites from renewable resources. Progress in polymer science 31(6) (2006): 576-602.
- [39] Gajria, A.M., Dave, V., Gross, R.A., and McCarthy, S.P. Miscibility and biodegradability of blends of poly (lactic acid) and poly (vinyl acetate). Polymer 37(3) (1996): 437-444.
- [40] Södergård, A. and Stolt, M. Properties of lactic acid based polymers and their correlation with composition. Progress in polymer science 27(6) (2002): 1123-1163.
- [41] Unalan, I.U., Cerri, G., Marcuzzo, E., Cozzolino, C.A., and Farris, S. Nanocomposite films and coatings using inorganic nanobuilding blocks (NBB): current applications and future opportunities in the food packaging sector. RSC advances 4(56) (2014): 29393-29428.
- [42] Abdulkhani, A., Hosseinzadeh, J., Ashori, A., Dadashi, S., and Takzare, Z. Preparation and characterization of modified cellulose nanofibers reinforced polylactic acid nanocomposite. Polymer Testing 35 (2014): 73-79.
- [43] Suryanegara, L., Nakagaito, A.N., and Yano, H. The effect of crystallization of PLA on the thermal and mechanical properties of microfibrillated cellulose-reinforced PLA composites. Composites Science and Technology 69(7) (2009): 1187-1192.

- [44] Frone, A.N., Berlioz, S., Chailan, J.-F., and Panaitescu, D.M. Morphology and thermal properties of PLA–cellulose nanofibers composites. Carbohydrate Polymers 91(1) (2013): 377-384.
- [45] Shogren, R.L., Peterson, S.C., Evans, K.O., and Kenar, J.A. Preparation and characterization of cellulose gels from corn cobs. Carbohydrate Polymers 86(3) (2011): 1351-1357.
- [46] Shi, Q., Zhou, C., Yue, Y., Guo, W., Wu, Y., and Wu, Q. Mechanical properties and in vitro degradation of electrospun bio-nanocomposite mats from PLA and cellulose nanocrystals. Carbohydrate Polymers 90(1) (2012): 301-308.
- [47] Sun, J., Yu, H., Zhuang, X., Chen, X., and Jing, X. Crystallization behavior of asymmetric PLLA/PDLA blends. The Journal of Physical Chemistry B 115(12) (2011): 2864-2869.





ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก

ภาคผนวก ก การวิเคราะห์สมบัติของเยื่อเซลลูโลสจากต้นยาสูบ ตามมาตรฐาน TAPPI (Technical Association of The Pulp and Paper Industry)

มาตรฐานการทดสอบ
1. APPITA P4 M-61 การหาค่าการละลายในน้ำร้อน(hot water solubility)
2. APPITA P5 M-61 การหาค่าการละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1% NaOH solubility)
3. APPITA P7 M-70 การหาค่าการละลายในแอลกอฮอล์และเบนซีน (Alcohol-benzene solubility)
4. TAPPI 9M-54 การหาปริมาณโฮโลเซลลูโลส (Holo-cellulose)
5. TAPPI T203 om-93 การหาปริมาณ แอลฟาเซลลูโลส(Alpha-cellulose)

ภาคผนวก ก-1 การวิเคราะห์ปริมาณความชื้น (Moisture Content)

ชั่งน้ำหนักตัวอย่างไม้จากการเตรียมข้างบนประมาณ 1 กรัม(A) ในขวดชั่งสาร (*Weighing bottle*) นำเข้าตู้อบเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ตั้งอุณหภูมิในการอบไว้ที่ $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ หลังจากนั้น นำออกไปทำให้เย็นใน ตู้ดูความชื้น (dessicator) ชั่งน้ำหนักจนกระทั่งได้น้ำหนักที่คงที่ (B)

คำนวณเปอร์เซ็นต์ความชื้นในไม้ได้จากสูตร

$$\% \text{ moisture content} = [(A-B) \times 100] / B$$

ภาคผนวก ก-2 การหาปริมาณสารแทรกที่ละลายในตัวทำละลายอินทรีย์เอทานอล-เบนซีน
วิเคราะห์ตาม TAPPI T204 Om-88

1. ชั่งตัวอย่างที่เตรียมไว้ ประมาณ 3 กรัมแล้วใส่ลงไปใน อุปกรณ์กรอง (extraction thimble)
2. ตวงสารละลายผสมของเอทานอล/เบนซีน (อัตราส่วน 1:2 โดยปริมาตร) จำนวน 200 มล ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 มล
3. ทำการสกัดด้วย soxhlet apparatus ควบคุมอุณหภูมิและจุดเดือดของสารละลาย และใช้เวลาสกัดประมาณ 4-5 ชั่วโมง
4. นำสารละลายที่ได้จากการสกัดไประเหย ให้เหลือปริมาตรประมาณ 20-25 ml โดยเครื่อง rotary evaporator แล้วเทใส่ปิកเกอร์ ที่รู้น้ำหนักแล้วนำไประเหยใน oven ซึ่งตั้งอุณหภูมิไว้ที่ $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ จนกระทั่งแห้ง แล้วนำออกมาทำให้เย็นในตู้ดูดความชื้น (dessicator) แล้วชั่งน้ำหนักของสารที่เหลือรวมกับน้ำหนักของปิกเกอร์
5. ทำ blank หรือการทดลองเปรียบเทียบโดยการนำสารตัวทำละลายเอทานอล/เบนซีน 200 มล ไประเหยให้แห้งโดยทำการทดลองต่างๆเหมือนกับการทดลองข้อ 4
6. คำนวณหาเปอร์เซ็นต์สารแทรกที่ละลายในตัวทำละลายจากสูตร

$$\text{สารแทรก} = [(W_e - W_b) / W_p] \times 100$$

เมื่อ W_e คือ น้ำหนักแห้งเป็นกรัมของสารที่ถูกสกัด

W_b คือ น้ำหนักแห้งเป็นกรัมของ blank

W_p คือ น้ำหนักแห้งเป็นกรัมของตัวอย่างไม้ที่ใช้ทดลอง

ภาคผนวก ก-3 การหาปริมาณไฮโดรเซลลูโลสโดยวิธี acid chlorite ด้วยวิธีของ Browing ใน method of wood chemistry มีขั้นตอนการทดลองดังนี้

1. ชั่งน้ำหนักแห้งของตัวอย่างไม้ที่ปราศจากสารแทรกประมาณ 3 กรัม ใส่ลงในขวดก้นกลมขนาด 250 ml
2. เติมน้ำกลั่น 160 ml , กรดอะซิติก 0.5 ml และโซเดียมคลอไรด์ 1.5 ± 0.1 กรัม ตามลำดับลงในขวดก้นกลมและทำการทดลองในตู้ดูดควัน
3. นำขวดก้นกลมไปตั้งใน water bath ที่มีอุณหภูมิประมาณ $70-80^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมงโดยเขย่าขวดอย่างสม่ำเสมอ
4. หลังจากครบ 1 ชั่วโมง เติมกรดอะซิติก 0.5 ml ตามด้วย โซเดียมคลอไรด์ 1.5 กรัม ลงในสารละลายที่ยังร้อนอยู่แล้วเขย่าขวด
5. หลังจากครบ 2 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง ให้ปฏิบัติตามข้อ 4 เมื่อครบชั่วโมง
6. นำขวดก้นกลมมาวางในอ่างน้ำแข็งจนกระทั่งสารละลายในขวดมีอุณหภูมิต่ำกว่า 10°C แล้วนำสารละลายมากรองผ่าน sinter glass crucible เบอร์ 3 ล้างด้วยน้ำเย็น และอะซิโตนหลังจากนั้นนำไปอบให้แห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ หลังจากอบแล้วนำมาชั่งน้ำหนัก และเก็บตัวอย่างไว้วิเคราะห์หาปริมาณแอลฟาเซลลูโลสต่อไป
7. คำนวณหาปริมาณไฮโดรเซลลูโลสจาก

$$\% \text{ไฮโดรเซลลูโลส} = \frac{\text{น้ำหนักแห้งของไฮโดรเซลลูโลสหลังการอบ}}{\text{น้ำหนักแห้งของตัวอย่างไม้}} \times 100$$

ภาคผนวก ก-4 การหาปริมาณแอลฟาเซลลูโลส วิเคราะห์ตาม TAPPI T203 om-88 มีขั้นตอนการทดลองดังนี้

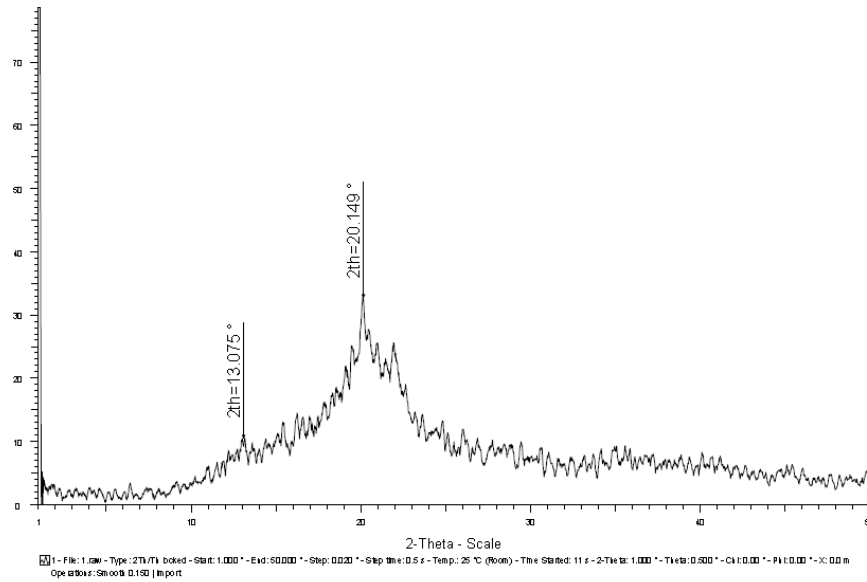
1. ชั่งตัวอย่างจากการวิเคราะห์ % โฮโลเซลลูโลสประมาณ 1.5 ± 0.1 กรัม ใส่ลงในปีกเกอร์ขนาด 400 ml เติมน้ำละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5% ปริมาตร 75 ml ลงไป ปรับอุณหภูมิของสารละลายให้อยู่ที่ปริมาณ $2.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$
2. คนสารละลายด้วยเครื่องกวนจนกระทั่งเยื่อกระจายอย่างสมบูรณ์
3. ล้างเครื่องกวนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5% ปริมาตร 2.5 ml (ปริมาตรรวมของสารละลายเท่ากับ 100 ml)คนสารละลายด้วยแท่งแก้วนำไปแช่ในอ่างน้ำตามที่ควบคุมอุณหภูมิ $2.5 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 30 นาที
4. เติมน้ำกลั่นลงในสารละลายปริมาตร 100 ml แล้วคนด้วยแท่งแก้ว ที่งไว้อีก 30 นาที
5. กรองสารละลายโดยใช้ sinter crucible เบอร์ 3
6. ล้างเยื่อที่เหลือด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งเป็นกลางและ 10% กรดอะซิติก ปริมาตร 40 ml นำไปอบแห้งที่ 105°C ในเตาอบ
7. คำนวณหา%แอลฟาเซลลูโลสจาก

$$\% \text{แอลฟาเซลลูโลส} = \frac{\text{น้ำหนักแอลฟาเซลลูโลส}}{\text{น้ำหนักตัวอย่าง}} \times 100$$

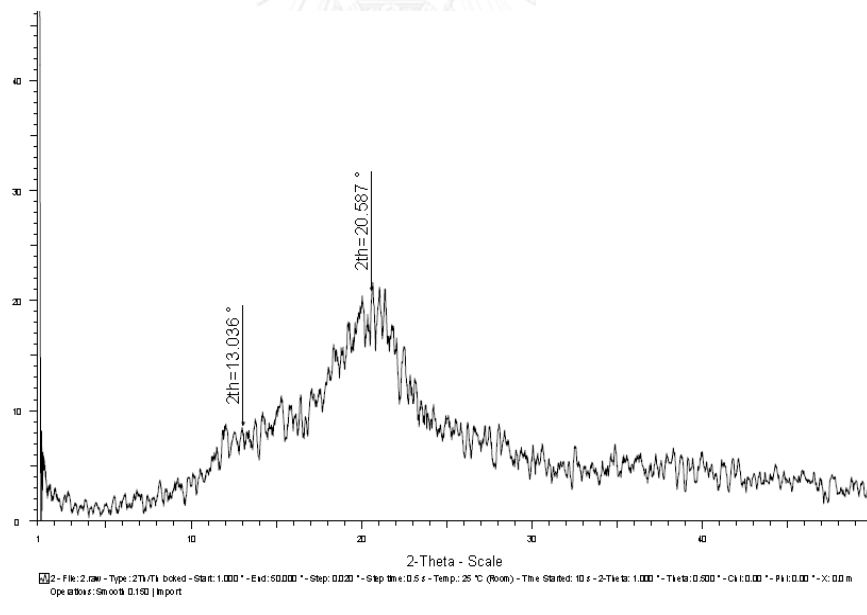
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ข

ภาคผนวก ข-1 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของเซลลูโลสไฟบริลด้วยเทคนิค XRD

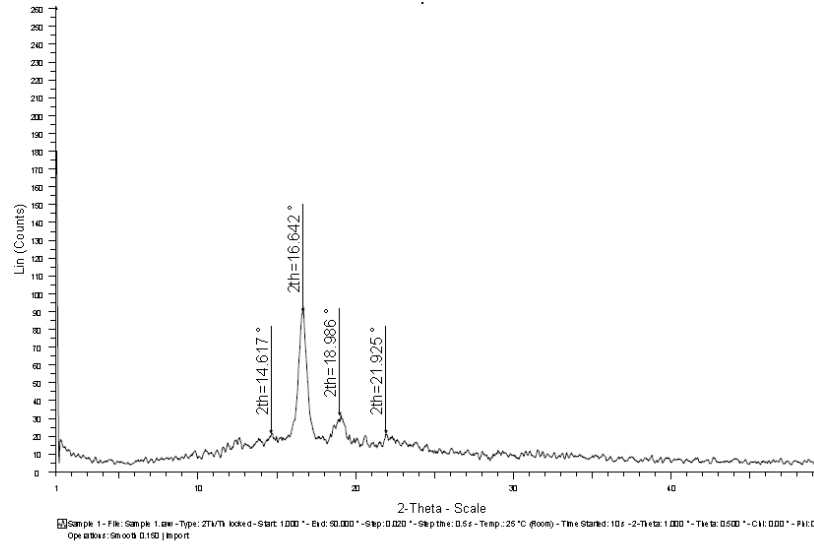


รูปที่ ข-1 ผลการศึกษาความเป็นผลึกของเซลลูโลสที่เตรียมโดยไม่ผสมโคโตซานด้วยเทคนิค XRD

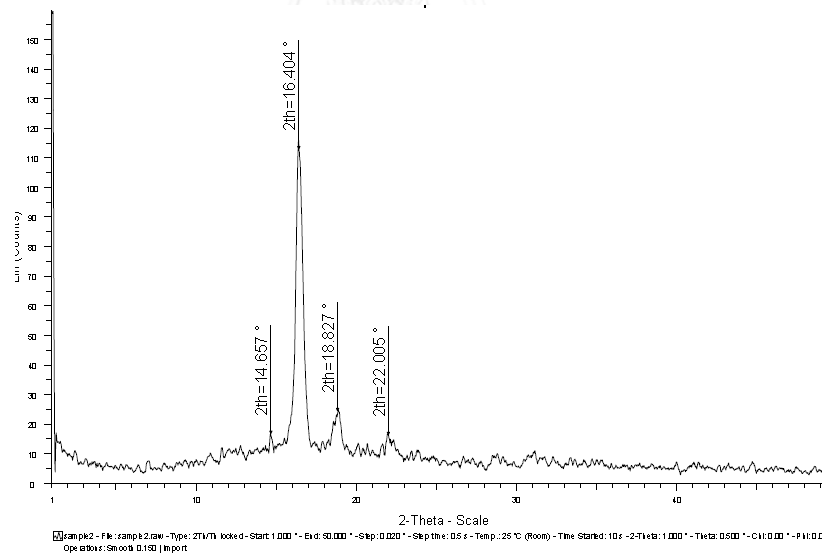


รูปที่ ข-2 ผลการศึกษาความเป็นผลึกของเซลลูโลสที่เตรียมโดยผสมโคโตซานด้วยเทคนิค XRD

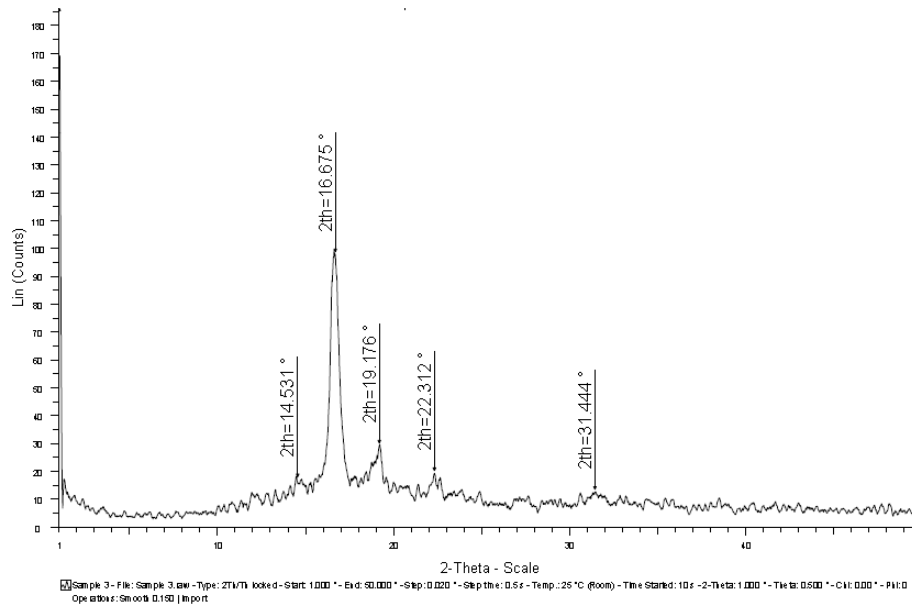
ภาคผนวก ข-2 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกพอลิเมอร์ผสมด้วยเทคนิค XRD



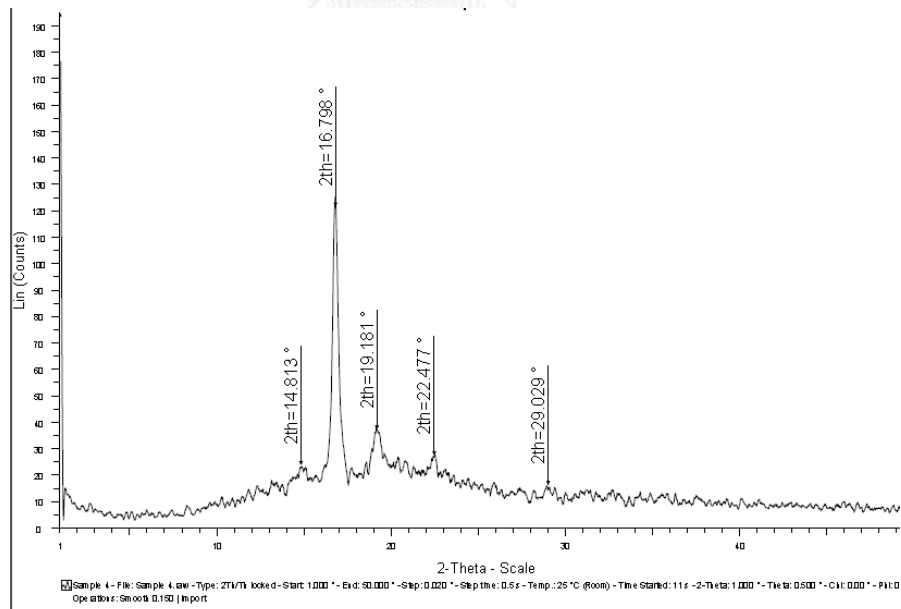
รูปที่ ข-3 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน
PLA200:PVAc100:cellulose100ด้วยเทคนิค XRD



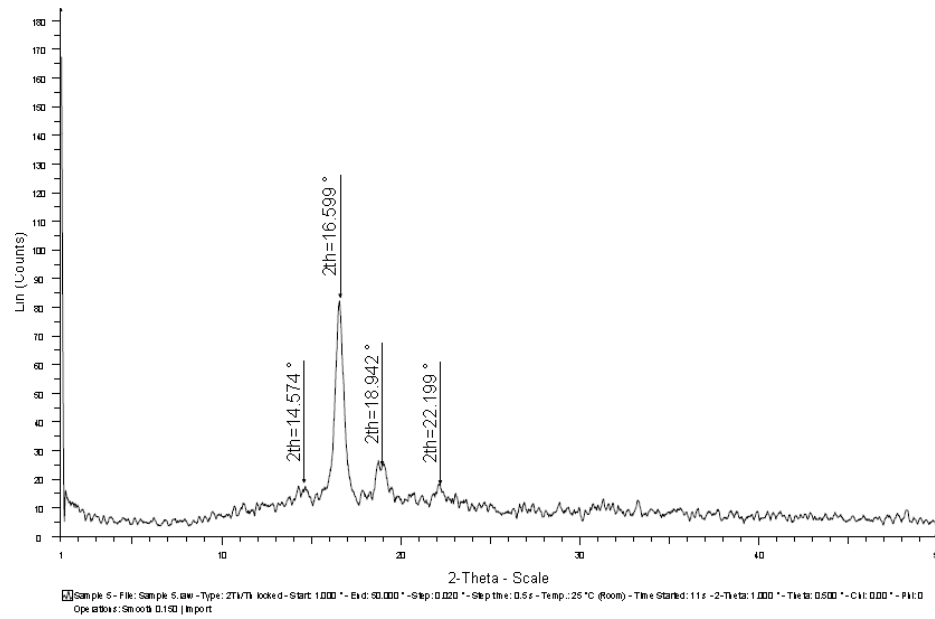
รูปที่ ข-4 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน
PLA150:PVAc100:cellulose100ด้วยเทคนิค XRD



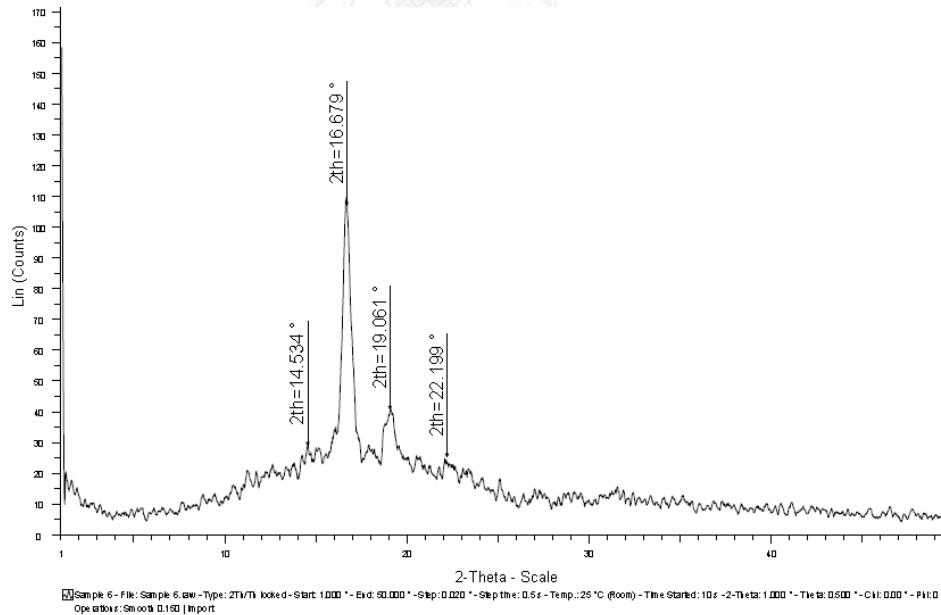
รูปที่ ข-5 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน
PLA100:PVAc100:cellulose100ด้วยเทคนิค XRD



รูปที่ ข-6 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน
PLA200:PVAc75:cellulose100ด้วยเทคนิค XRD



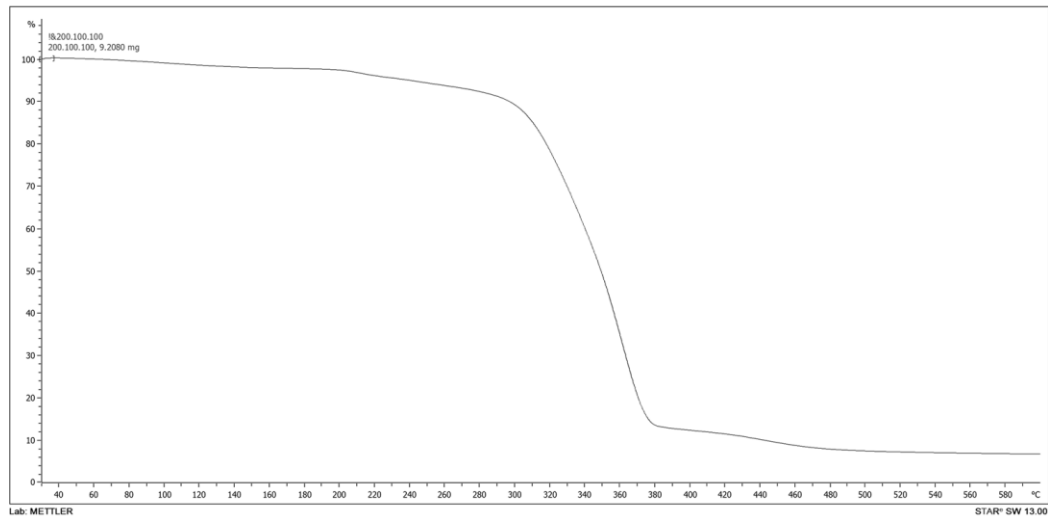
รูปที่ ข-7 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน
PLA200:PVAc50:cellulose100 ด้วยเทคนิค XRD



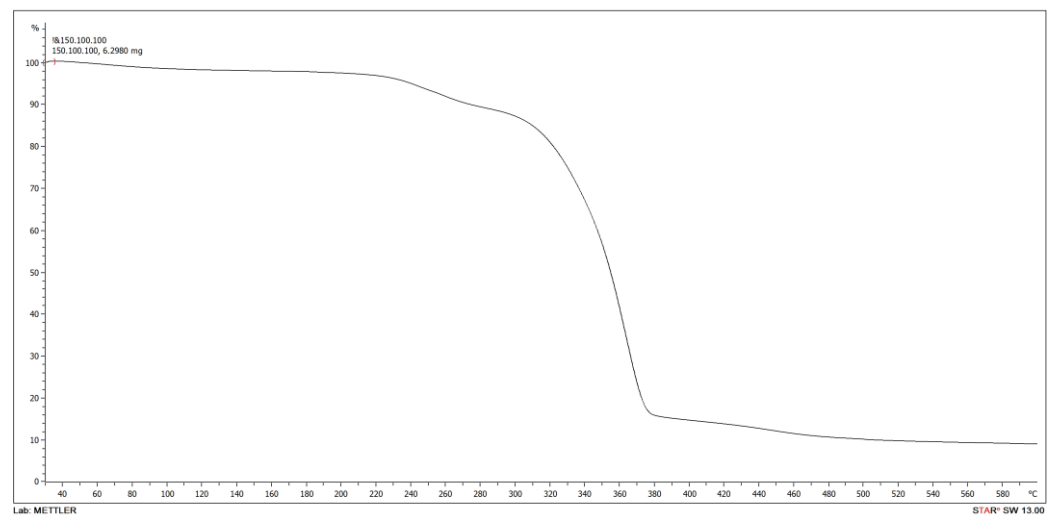
รูปที่ ข-8 การวิเคราะห์ความเป็นผลึกของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน
PLA200:PVAc25:cellulose100 ด้วยเทคนิค XRD

ภาคผนวก ค

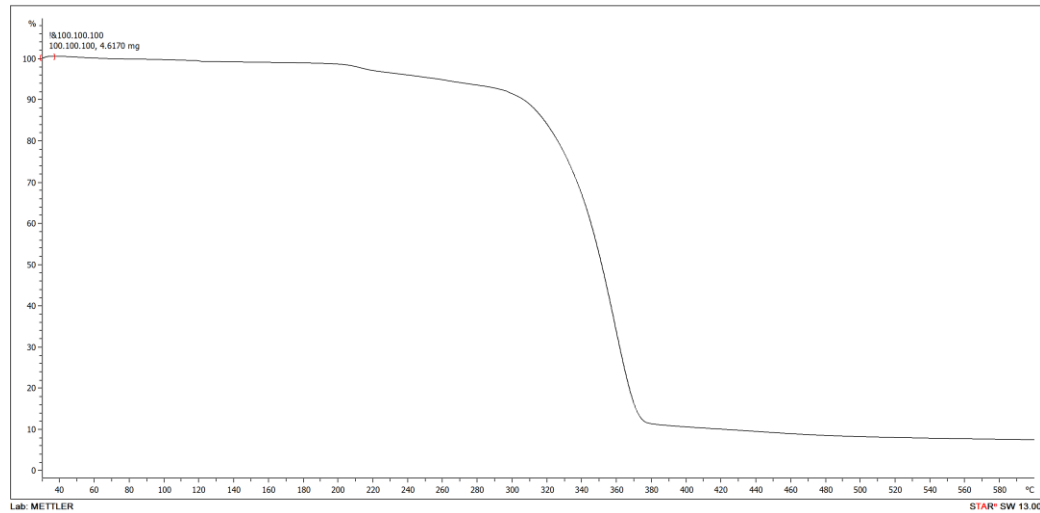
ภาคผนวก ค.1 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิไวนิลแอลกอฮอล์/เซลลูโลสนาโนไฟบริลด้วยเทคนิค TGA และ DSC



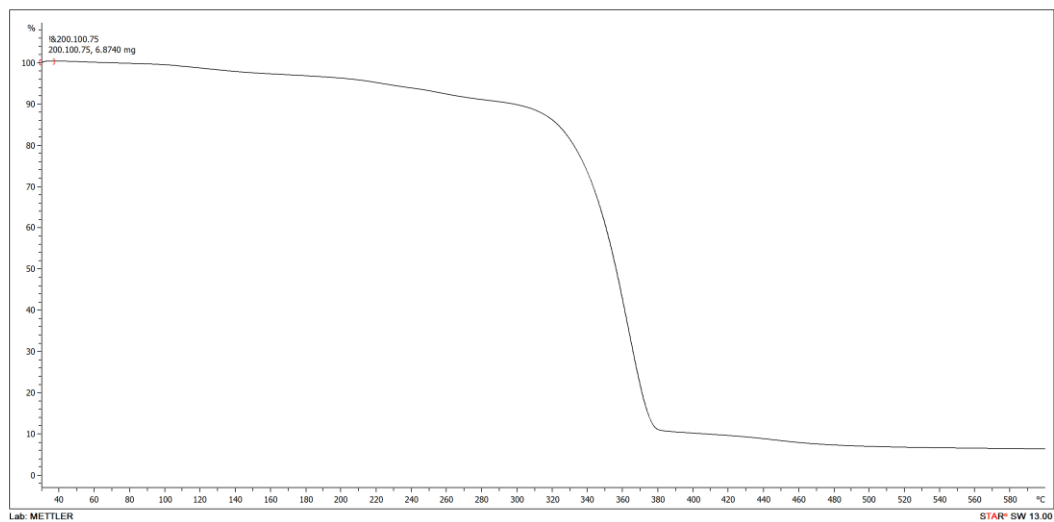
รูปที่ ค-1 TG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc100:cellulose100



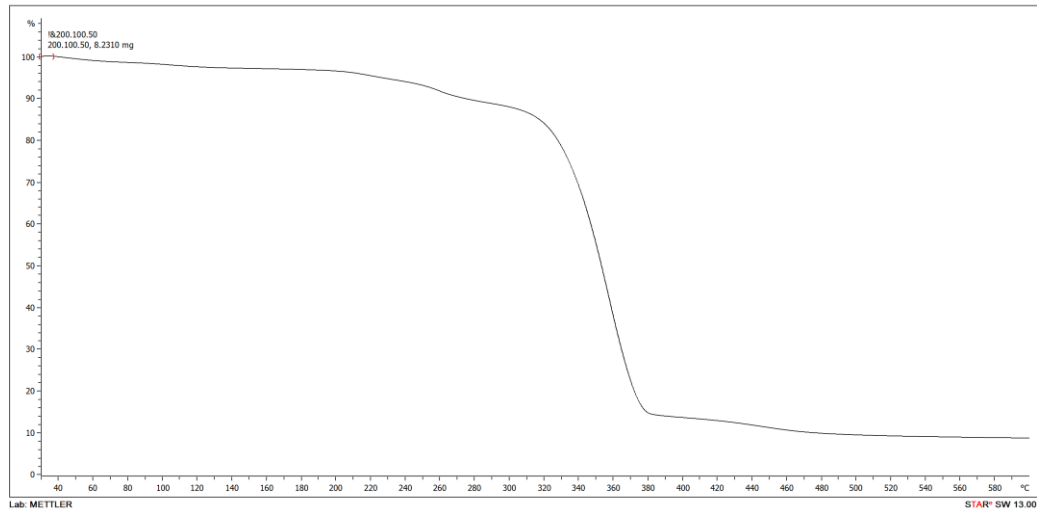
รูปที่ ค-2 TG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA150:PVAc100:cellulose100



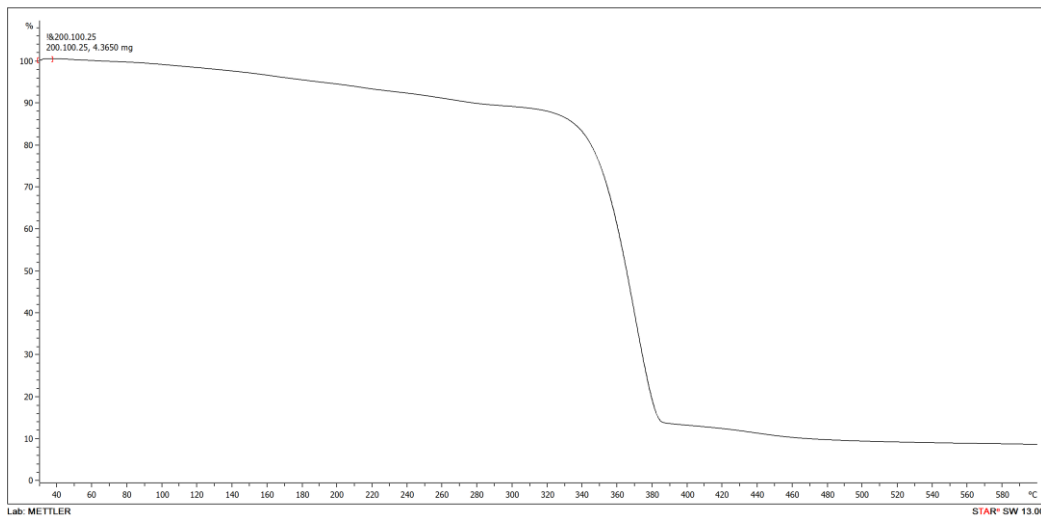
รูปที่ ค-3 TG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA100:PVAc100:cellulose100



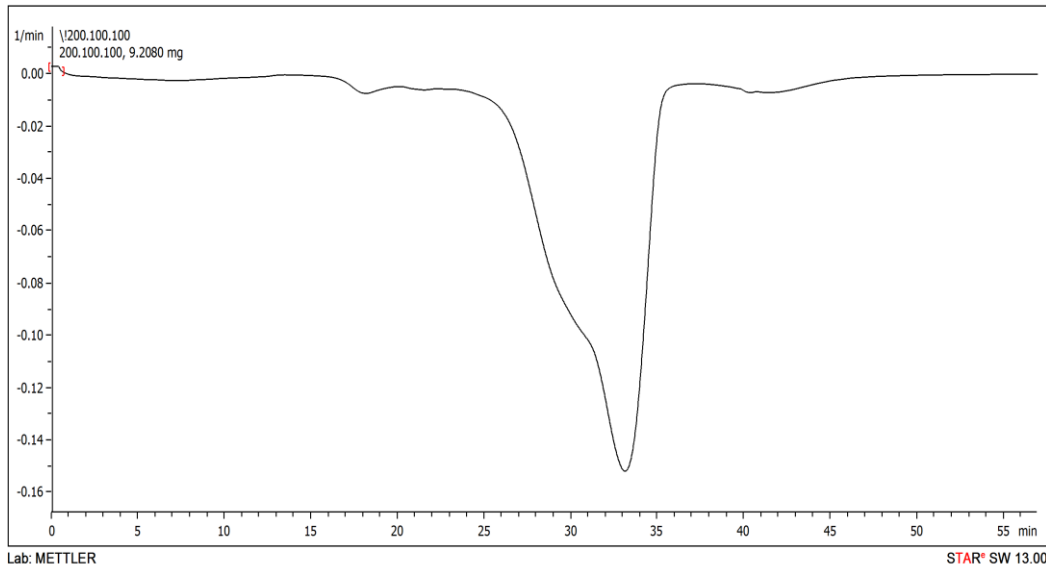
รูปที่ ค-4 TG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc75:cellulose100



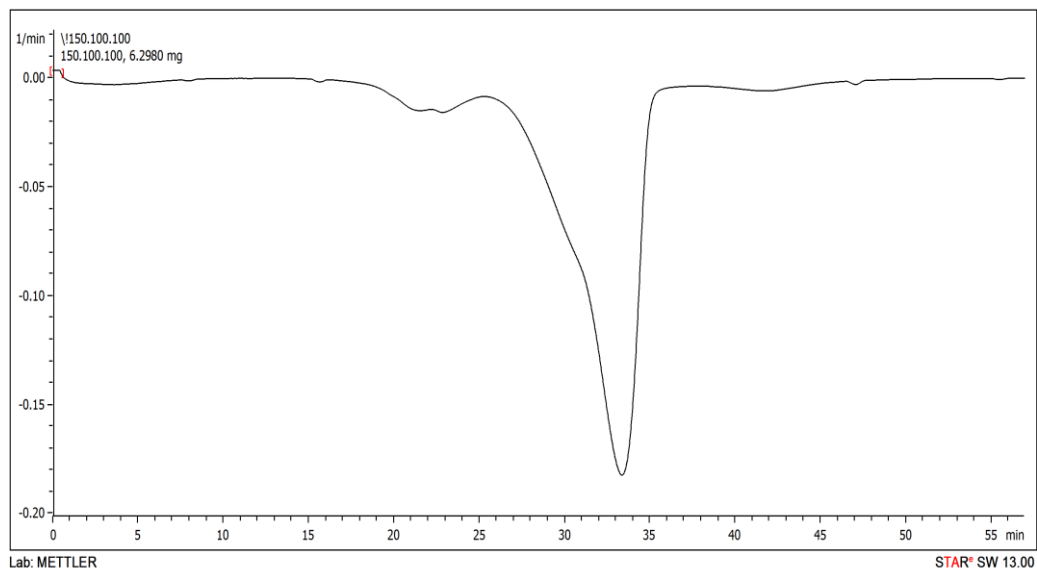
รูปที่ ค-5 TG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc50:cellulose100



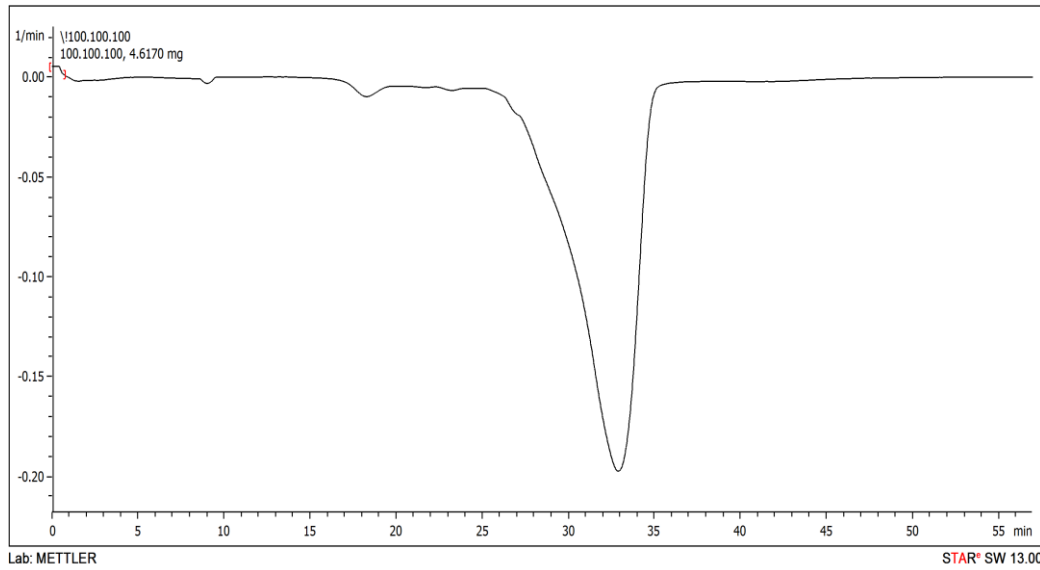
รูปที่ ค-6 TG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc25:cellulose100



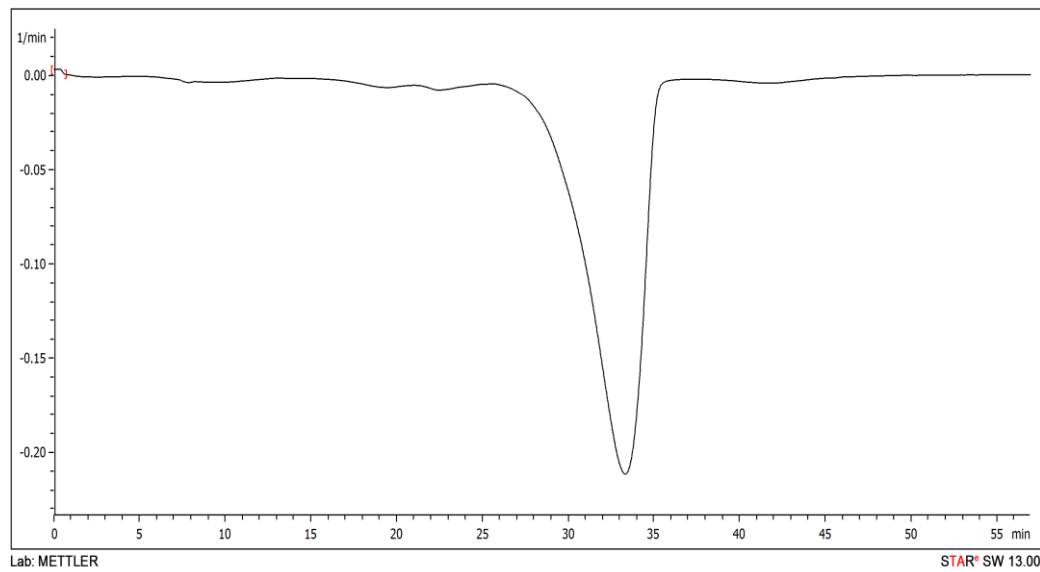
รูปที่ ค-7 DTG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc100:cellulose100



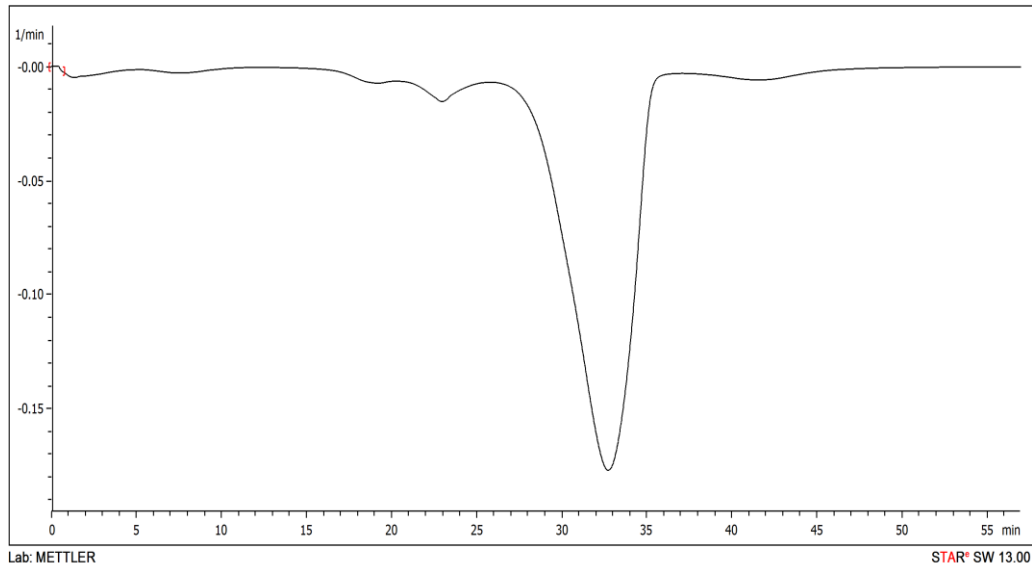
รูปที่ ค-8 DTG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA150:PVAc100:cellulose100



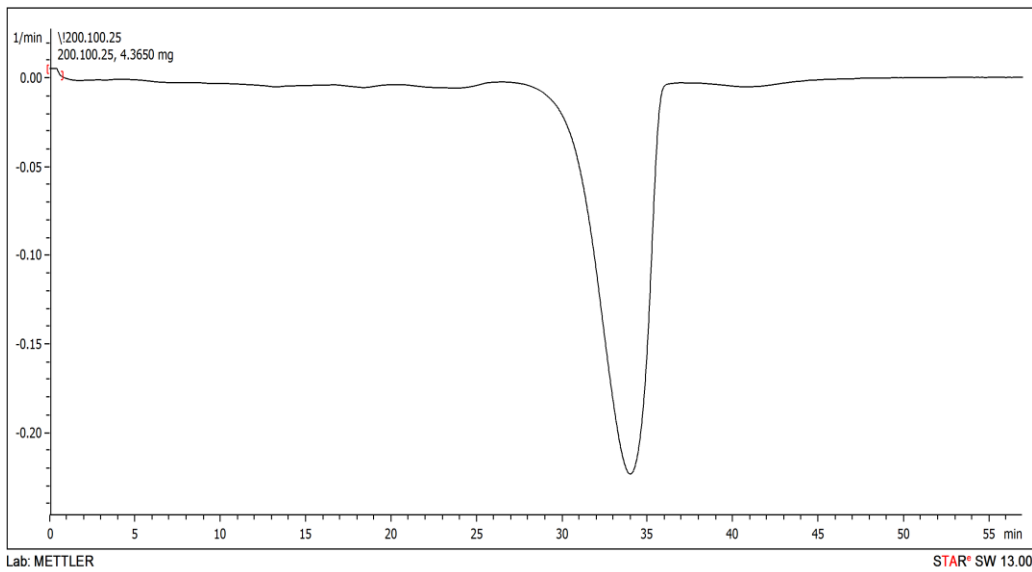
รูปที่ ค-9 DTG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA100:PVAc100:cellulose100



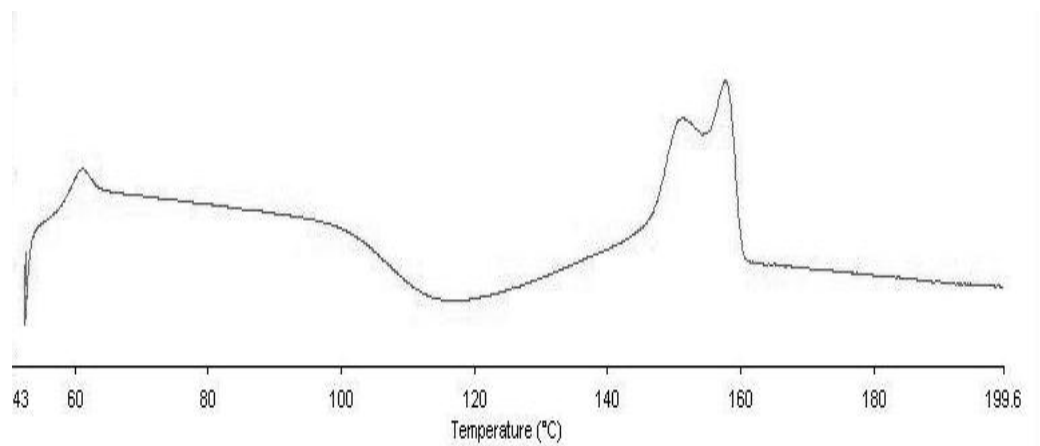
รูปที่ ค-10 DTG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc75:cellulose100



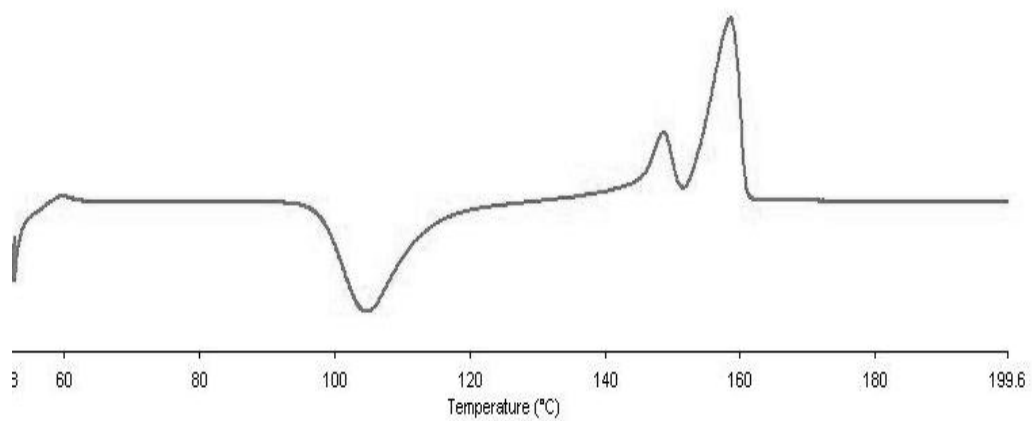
รูปที่ ค-11 DTG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc50:cellulose100



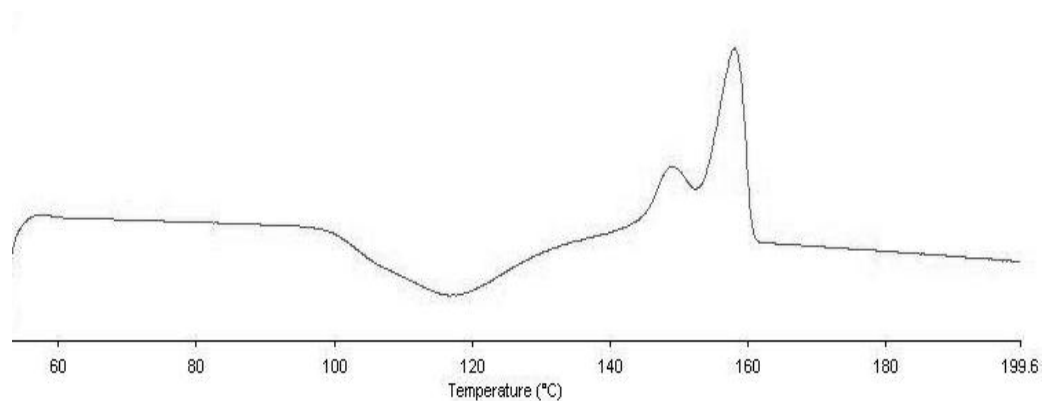
รูปที่ ค-12 DTG เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc25:cellulose100



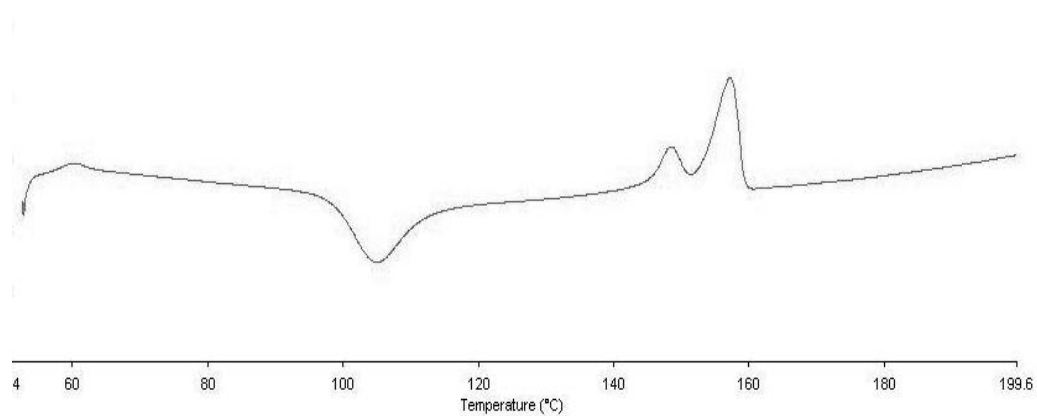
รูปที่ ค-13 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc100:cellulose100



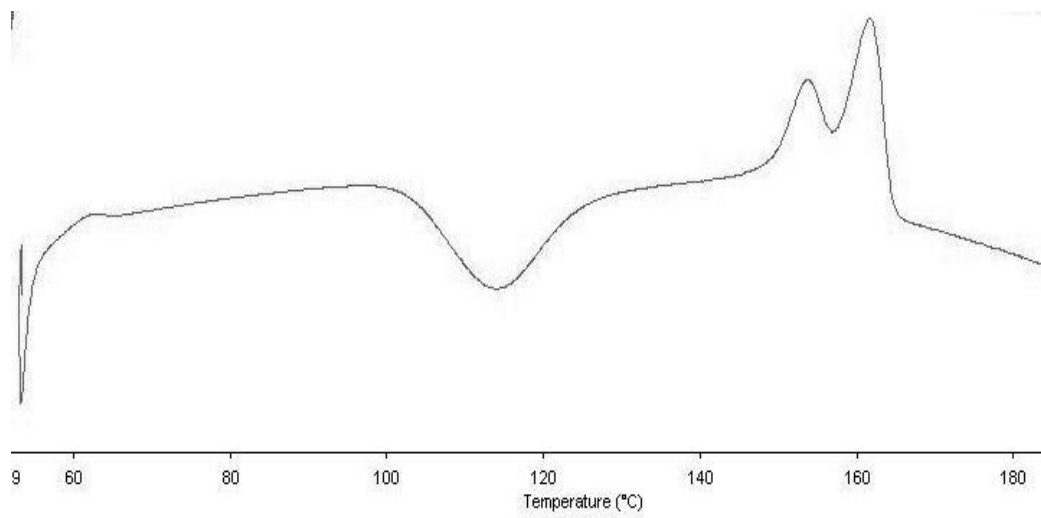
รูปที่ ค-14 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA150:PVAc100:cellulose100



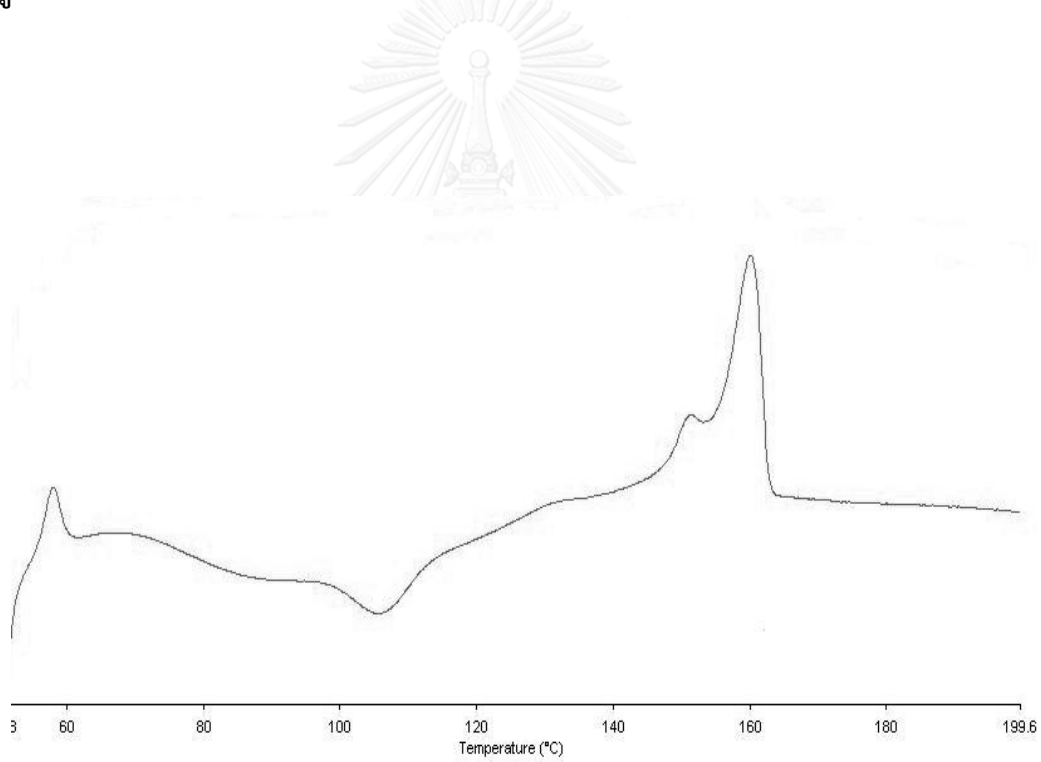
รูปที่ ค-15 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA100:PVAc100:cellulose100



รูปที่ ค-16 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc75:cellulose100



รูปที่ ค-17 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc50:cellulose100



รูปที่ ค-18 DSC เทอร์โมแกรมของพอลิเมอร์ผสมในอัตราส่วน PLA200:PVAc25:cellulose100



