



โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเพิ่มประสบการณ์

ชื่อโครงการ เส้นใยจากพอลิเมอร์ผสมพีแอลเอ/พีบีเอสเสริมแรงด้วยแกรฟีนสำหรับงาน
ต้านไฟฟ้าสถิตย์

PLA/PBS blend fiber reinforced with grapheme for anti-static
application

ชื่อนิสิต นายกนกพันธุ์ พานิชสมบัติ 5833201423

นายวิศวชิต ปานบางพงศ์ 5833262723

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

แขนงวิชาพอลิเมอร์และสิ่งทอ

ปีการศึกษา 2561

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของโครงการทางวิชาการที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของโครงการทางวิชาการที่ส่งผ่านทางคณะที่สังกัด

The abstract and full text of senior projects in Chulalongkorn University Intellectual Repository(CUIR)

are the senior project authors' files submitted through the faculty.

โครงการวิจัยระดับปริญญาตรี

เรื่อง

เส้นใยจากพอลิเมอร์ผสมพีแอลเอ/พีบีเอสเสริมแรงด้วยแกรฟีนสำหรับงานด้านไฟฟ้าสถิตย์

เสนอ

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

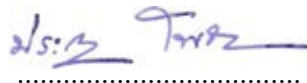
ตามระเบียบการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

นายกนกพันธุ์ พานิชสมบัติ 5833201423

นายวิศวชิต ปานบางพงส์ 5833262723

อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ ศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โปธิยะราช

อนุมัติโดย



(ศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โปธิยะราช)

อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

ปีการศึกษา 2561

หัวข้องานวิจัย	เส้นใยจากพอลิเมอร์ผสมพีแอลเอ/พีบีเอสเสริมแรงด้วยแกรฟีนสำหรับงานด้านไฟฟ้าสถิต
โดย	นายกนกพันธุ์ พานิชสมบัติ นายวิศวิท ปานบางพงศ์
สาขาวิชา	พอลิเมอร์และสิ่งทอ
อาจารย์ที่ปรึกษา	ศาสตราจารย์ ดร. ประณัฐ โปธิยะราช
ปีการศึกษา	2561

บทคัดย่อ

ปัจจุบันอุตสาหกรรมสิ่งทอมีความพยายามที่จะปรับปรุง พัฒนาผลิตภัณฑ์สิ่งทอให้ประสิทธิภาพที่ดียิ่งขึ้น สามารถนำไปใช้งานได้หลากหลายเพื่อเพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์ และยังคงคำนึงถึงความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม และเส้นใยยังคงมีสมบัติที่ดี มีความแข็งแรง ยืดหยุ่น รวมถึงการตอบสนองต่อการใช้งานเฉพาะด้าน อาทิ สิ่งทอที่ช่วยลดการเกิดไฟฟ้าสถิต ซึ่งเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อสมบัติโดยรวมของผลิตภัณฑ์สิ่งทอเมื่อถูกนำไปใช้งาน ผู้วิจัยจึงสนใจที่จะนำพลาสติกชีวภาพ (bioplastic) ได้แก่ พอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) และพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS) มาผลิตเป็นเส้นใยผสม เนื่องจากในปัจจุบันแนวโน้มความสนใจของผู้ใช้ให้ความสำคัญกับวัสดุที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม โดยการปรับปรุงสมบัติด้านความแข็งแรง เสถียรภาพทางความร้อน รวมถึงสมบัติด้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิต งานวิจัยนี้ได้ศึกษาอัตราส่วนระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต (100:0, 95:5, 90:10, 80:20) และศึกษาปริมาณการเติมแกรฟีนในพอลิเมอร์ผสม (ร้อยละ 0.5, 1.0, 1.5, 2.0) พบว่าที่อัตราส่วนพอลิเมอร์ผสมที่ 90:10 มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสม พบอนุภาคของพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตกระจายตัวในพอลิแล็กติกแอซิด มีขนาดที่ใกล้เคียงกันและกระจายตัวกันอย่างสม่ำเสมอ และเมื่อเติมแกรฟีนพบว่าที่ปริมาณร้อยละ 0.5 มีความทนแรงดึง ประกอบกับร้อยละการยืดตัวที่ดี เนื่องจากเป็นอัตราส่วนที่แกรฟีนสามารถกระจายตัวในเมทริกซ์ได้ดีและมีส่วนช่วยในการเหนี่ยวนำให้เกิดผลึก นอกจากนี้ปริมาณแกรฟีนที่เพิ่มขึ้นจะทำให้มีอนุภาครสลายตัวสูงขึ้น และสมบัติทางไฟฟ้าดีขึ้นเมื่อเทียบกับเส้นใยพอลิเมอร์ผสมที่ไม่มีการเติมแกรฟีน

Title	PLA/PBS blend fiber reinforced with graphene for anti-static application.
Authors	Kanokpun Panichsombat Wisawachit Panbangpong
Department	Materials Science
Advisor	Professor Dr.Pranut Potiyaraj
Academic Year	2018

Abstract

Textile industries effort to develop textile products for better performance in order to increase value of textiles and also consider about eco-friendly products. The fibers should be strength, flexible and other properties such as anti-static properties. This research aims to use biopolymer as poly(lactic acid) (PLA) and poly(butylene succinate) (PBS) blended for eco-friendly fibers in various PLA:PBS ratios (100:0, 95:5, 90:10, 85:15 and 80:20). The blend fibers were mixed with grapheme particles in various ratios (0.5, 1.0, 1.5 and 2.0 wt.%) for improve mechanical, thermal and electrical properties. The results showed the optimal ratio of PLA:PBS is 90:10 which have high mechanical properties because PBS is well distributions and disperses in PLA matrix. The PLA/PBS blends filled with graphene 0.5 wt.% have high tensile strength more than neat.PLA/PBS because graphene is well disperse in polymer matrix and induce the polymer chains to rearrange for crystallization. Moreover, the increased amount of graphene also increase thermal and electrical properties.

กิตติกรรมประกาศ

โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการเรียนการสอนในระดับปริญญาตรีของภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ซึ่งงานวิจัยนี้จะไม่สำเร็จลงได้ด้วยดี หากมิได้รับความร่วมมือ และความช่วยเหลือจากหลาย ๆ ฝ่าย ดังนั้นผู้วิจัยจึงใคร่ขอขอบคุณบุคคล และหน่วยงานที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

1. ศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โปธิยะราช อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่มอบโอกาสให้ผู้วิจัย รวมถึงให้ความรู้ คำปรึกษา คำแนะนำ และสนับสนุนในการจัดหาอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัย ตลอดจนเอาใจใส่ และสละเวลาในการตรวจสอบ แก้ไขโครงการนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์เป็นอย่างดีมาโดยตลอด

2. นายณัฐพงศ์ ภูมิผิว นิสิตปริญญาโทมหาบัณฑิต ประจำปีการศึกษา 2561 ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ผู้ให้คำแนะนำและช่วยเหลือในการทำวิจัยครั้งนี้

3. ผศ.พรพรรณราย รักษาการ อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ และเครื่องมือในการทำโครงการวิจัย

4. อ.ดร.นที ศรีสวัสดิ์ อาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมีสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ และเครื่องมือในการทำโครงการวิจัย

5. บุคลากรภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่อำนวยความสะดวกในการใช้สถานที่ และเครื่องมือตลอดทั้งการทำโครงการวิจัยนี้

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณบิดา มารดา รุ่นพี่ เพื่อน และรุ่นน้องที่ให้ความสนใจในการทำโครงการวิจัยนี้

สารบัญ

บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญตาราง	ช
สารบัญรูปภาพ	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 คำนิยามและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	3
2.1.1 พอลิเมอร์ชีวภาพ (biodegradable polymer).....	3
2.1.2 เส้นใย และวิธีการขึ้นรูปเส้นใย.....	6
2.1.3 หลักการการเกิดไฟฟ้าสถิต และวิธีการต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตบนเส้นใย.....	7
2.1.4 แกรฟีน (graphene) และวิธีการสังเคราะห์แกรฟีน	9
2.1.5 พอลิเมอร์ผสม (polymer blend)[21,22].....	12
2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องและแนวทางการพัฒนางานวิจัย.....	15
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน.....	22
3.1 สารเคมี และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	22
3.1.1 สารเคมี.....	22
3.1.2 เครื่องมือ.....	22
3.2 ขั้นตอนการทดลอง.....	23
3.2.1 การเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ (graphite oxide).....	23
3.2.2 การเตรียมแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide).....	23
3.2.3 การเตรียมแกรฟีน (graphene) จากแกรฟีนออกไซด์.....	23

3.2.4	การเตรียมเส้นใยพลาสติกผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต.....	23
3.2.5	การเตรียมมาสเตอร์แบชของพลาสติกผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัค-ซิเนตกับแกรฟีน 24	
3.2.6	การเตรียมเส้นใยผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต/แกรฟีน.....	24
3.3	การทดสอบและวิเคราะห์สมบัติ	24
3.4	ตารางการดำเนินงาน.....	26
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....		27
4.1	สมบัติแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีน.....	27
4.1.1	การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier-transform infrared spectrometer, FT-IR).....	27
4.1.2	การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน(X-ray diffraction, XRD).....	28
4.2	สมบัติของเส้นใยพลาสติกผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต.....	29
4.2.1	การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง (tensile strength)	29
4.2.2	การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM).....	30
4.2.3	การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน โดยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนจากมวลที่เปลี่ยนแปลง (Thermogravimetric analyzer, TGA).....	31
4.2.4	การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential- scanning calorimetry, DSC).....	32
4.3	สมบัติของเส้นใยผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต/แกรฟีน	34
4.3.1	การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง (tensile strength).....	34
4.3.2	การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM).....	36
4.3.3	การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนโดยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนจากมวลที่เปลี่ยนแปลง (Thermogravimetric analyzer, TGA).....	37

4.3.4	การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential- scanning calorimetry, DSC).....	38
4.3.5	การทดสอบวัดค่าการนำไฟฟ้า.....	40
บทที่ 5	สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	41
5.1	สรุปผลการทดลอง.....	41
5.2	ข้อเสนอแนะ.....	41
	เอกสารอ้างอิง	42
	ภาคผนวก	45

สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางความร้อนของ PLA และ PLA-GR nanocomposites	15
ตารางที่ 2.2 สมบัติเชิงกลของ PBS/GNS	17
ตารางที่ 2.3 จุดหลอมเหลวและปริมาณผลึกของ PBS/GNS	18
ตารางที่ 2.4 สมบัติทางกายภาพของ PLA และ PLA/EBH	19
ตารางที่ 2.5 สมบัติทางความร้อนของ PLA เมื่อทำการผสม PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ	19
ตารางที่ 2.6 สมบัติทางความร้อนของ PBS เมื่อทำการผสมกับ PLA ในอัตราส่วนต่าง ๆ	20
ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินงานวิจัยในช่วงเวลาปี 2561 ถึง 2562	26
ตารางที่ 4.1 อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต	32
ตารางที่ 4.2 อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก และปริมาณผลึกของเส้นใยพอลิเมอร์ผสม PLA:PBS	33
ตารางที่ 4.3 อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีน	38
ตารางที่ 4.4 อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก และปริมาณผลึกของเส้นใยพอลิเมอร์ผสม PLA:PBS	39

สารบัญรูปภาพ

รูปที่ 2.1 ปฏิกริยาการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากกรดแล็กติก	4
รูปที่ 2.2 โครงสร้างของกรดแล็กติก	5
รูปที่ 2.3 ปฏิกริยาการสังเคราะห์พอลิবিวทิลีนซึกซิเนต	5
รูปที่ 2.4 การขึ้นรูปเส้นใยด้วยวิธี melt spinning, dry spinning และ wet spinning	7
รูปที่ 2.5 โครงสร้างเครือข่ายของอะตอมคาร์บอนในแกรไฟต์และแกรไฟิน	9
รูปที่ 2.6 หลักการสังเคราะห์แกรไฟินทางเคมี	11
รูปที่ 2.7 DSC second heating thermographs ของ PLA และ PLA-GR nanocomposites ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min	15
รูปที่ 2.8 TGA, DTG ของ PLA และ PLA-GR	16
รูปที่ 2.9 รูปแบบ XRD ของ GNS, GO powders, PBS/GNS-2.0 composites และ pure PBS	16
รูปที่ 2.10 จุดหลอมเหลวของ PBS/GNS จาก DSC curves	17
รูปที่ 2.11 TGA, DTG thermograms ของ GO, GNS, PBS และ PBS/GNS	18
รูปที่ 2.12 มอดุลัสดึงและความทนแรงดึงของเส้นใย PLA เส้นใย PBS และเส้นใยผสมระหว่าง PLA และ PBA	20
รูปที่ 2.13 ภาพจาก SEM (a) 80:20 blends (b) 90:10 blends and (c) 95:5 blends	21
รูปที่ 4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคแกรไฟต์ แกรไฟินออกไซด์ และแกรไฟิน	27
รูปที่ 4.2 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรไฟิน	28
รูปที่ 4.3 แรงดึงสูงสุดของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมPLA/PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ	29
รูปที่ 4.4 ความยืดสูงสุดของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมPLA/PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ	30
รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบริเวณพื้นที่หน้าตัดของพอลิเมอร์ผสม PLA:PBS ในอัตราส่วน (A)100:0 (B)95:5 (C)90:10 (D)85:15 (E)80:20 ที่กำลังขยาย5000เท่า	30
รูปที่ 4.6 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิবিวทิลีนซึกซิเนต	31
รูปที่ 4.7 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิবিวทิลีนซึกซิเนต ในอัตราส่วนต่าง ๆ ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2	33
รูปที่ 4.8 แรงดึงสูงสุดของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมPLA/PBS ที่มีการเติมแกรไฟินในอัตราส่วนต่าง ๆ	34
รูปที่ 4.9 ความยืดสูงสุดของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมPLA/PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ	35
รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบริเวณพื้นที่หน้าตัดของพอลิเมอร์ผสม PLA/PBS ที่มีการเติมแกรไฟินในอัตราส่วน 0.5wt.% - 2.0wt.% ที่กำลังขยาย5000เท่า	36

รูปที่ 4.11 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ที่มีการเติมแกรฟีนที่ปริมาณต่างๆ	37
รูปที่ 4.12 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติม	38
รูปที่ 4.13 ค่าความต้านทานการนำไฟฟ้าของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มี การเติมแกรฟีนที่ปริมาณต่าง ๆ	40

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

ปัจจุบันอุตสาหกรรมสิ่งทอมีความพยายามที่จะปรับปรุง พัฒนาผลิตภัณฑ์สิ่งทอให้ประสิทธิภาพที่ดียิ่งขึ้น สามารถนำไปใช้งานได้หลายเพื่อเพิ่มมูลค่าทางการค้าให้กับผลิตภัณฑ์ และยังคำนึงถึงความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ทั้งมีการผลิตเส้นใยให้มีสมบัติที่ดี มีความแข็งแรง ยืดหยุ่นและตอบสนองต่อการใช้งาน ซึ่งสมบัติของเส้นใยเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อสมบัติโดยรวมของผลิตภัณฑ์สิ่งทอเมื่อถูกนำไปใช้งาน นักวิจัยได้พัฒนาสมบัติของเส้นใยให้มีความเหมาะสมต่อการใช้งานที่หลากหลายหรือมีความสามารถจำเพาะ อาทิสมบัติทนวงไฟ สมบัติสะท้อนน้ำ สมบัติป้องกันรังสียูวี และสมบัติต้านการเกิดไฟฟ้าสถิต ซึ่งสมบัติต้านการเกิดไฟฟ้าสถิตนี้มีความสำคัญอย่างยิ่งต่ออุตสาหกรรมการผลิตอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากการเกิดไฟฟ้าสถิตอาจส่งผลให้เกิดความเสียหายต่ออุปกรณ์หรือวงจรไฟฟ้าอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ได้ อีกทั้งบุคลากรภายในโรงงานอุตสาหกรรมชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ที่มีความละเอียด เช่น อุตสาหกรรมฮาร์ดดิสก์ พึงต้องมีความใส่ใจเกี่ยวกับฝุ่นละอองเป็นอย่างมาก ผลิตภัณฑ์สิ่งทอสำหรับสวมใส่ที่สามารถต้านการเกิดไฟฟ้าสถิตนั้นจะสามารถป้องกันการเกาะของฝุ่นละอองบนผลิตภัณฑ์สิ่งทอนั้นได้ การเกิดไฟฟ้าสถิตบนผลิตภัณฑ์สิ่งทอเกิดขึ้นจากการที่เส้นใยซึ่งส่วนใหญ่เป็นวัสดุจำพวกพอลิเมอร์ ซึ่งมีความสามารถในการถ่ายเทประจุที่เกิดบนพื้นผิวได้ไม่ดีนัก ประจุเหล่านี้จึงรวมกันเป็นกลุ่ม ๆ หากเกิดขึ้นมาก ก็จะทำให้เกิดเป็นประกายไฟได้ แต่หากเกิดขึ้นไม่มากก็อาจดึงดูดฝุ่นเข้ามาเกาะที่ผิวของเส้นใย ด้วยปัญหาดังกล่าว คณะผู้วิจัยมีความสนใจที่จะพัฒนาเส้นใยที่มีสมบัติต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิต เพื่อนำไปผลิตสิ่งทอสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมที่มีความจำเป็นดังที่ได้กล่าวมาแล้ว

จากหลายงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง คณะผู้วิจัยพบว่าปัญหาส่วนใหญ่เกิดมาจากผลิตภัณฑ์สิ่งทอนั้นมีความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ต่ำ เนื่องจากเส้นใยส่วนใหญ่เป็นสารประกอบประเภทพอลิเมอร์ที่มีความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ต่ำ ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะใช้อนุภาคแกรฟีน (graphene) ซึ่งเป็นอีกรูปหนึ่งของคาร์บอน (carbon) มีลักษณะโครงสร้างเป็นโครงร่างตาข่าย 2 มิติของแผ่นโมเลกุลขนาดใหญ่ที่มีความหนาเพียงหนึ่งอะตอมซึ่งเป็นโครงสร้างที่มีความสามารถสนับสนุนการถ่ายเทอิเล็กตรอน เนื่องจากมีโครงสร้างการจัดเรียงตัวของพันธะคู่สลับพันธะเดี่ยว (conjugated bond) อีกทั้งโครงสร้างลักษณะนี้ยังมีความสามารถในการเสริมแรงในแนวระนาบอีกด้วย นอกจากนี้คณะผู้วิจัยได้ให้ความสำคัญกับปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมเนื่องจากในปัจจุบันปัญหาขยะพลาสติกสะสม

ถือได้ว่าเป็นปัญหาใหญ่ที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก ซึ่งหนึ่งในนั้นเกิดมาจากการใช้พลาสติกที่ไม่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ (non-biodegradable plastic) ซึ่งในผลิตภัณฑ์สิ่งทอก็มีการใช้พลาสติกเหล่านี้มาผลิตเป็นเส้นใยจำนวนมาก อาทิ โพลีโพรพิลีน (polypropylene, PP) โพลีเอทิลีนเทเรฟทาเลต (poly(ethylene terephthalate), PET) เป็นต้น ผู้วิจัยจึงสนใจที่จะนำพลาสติกชีวภาพ (bioplastic) มาผลิตเป็นเส้นใย เนื่องจากในปัจจุบันแนวโน้มความสนใจของผู้ใช้ให้ความสำคัญกับวัสดุที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สังเคราะห์จากวัตถุดิบที่สามารถสร้างใหม่ทดแทนได้ (renewable resource) รวมทั้งสามารถย่อยสลายได้โดยอาศัยจุลินทรีย์หรือแบคทีเรียในธรรมชาติ (biodegradable) โพลีเมอร์ชีวภาพที่กำลังได้รับความสนใจอยู่ในปัจจุบัน ได้แก่ โพลีแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) และโพลิบิวทีลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS) PLA มีแม้จะมีความแข็งแรงสูง เหมาะสมแก่การนำมาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์สิ่งทอ แต่เนื่องจากมีสมบัติแข็งเปราะ เพราะมีอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน (glass transition temperature, T_g) สูง ผู้วิจัยจึงมีแนวคิดที่จะปรับปรุง PLA ให้มีความแข็งแรงลดน้อยลง โดยการผสมกับ PBS ซึ่งคาดว่าจะช่วยปรับปรุงโพลีเมอร์ผสมให้มีสมบัติเหมาะสมกับการใช้งานเป็นเส้นใยได้ดียิ่งขึ้น นอกจากนี้จะมีการเติมแกรฟีนลงไป ในโพลีเมอร์ผสม แล้วขึ้นรูปเป็นเส้นใย โดยคาดว่าจะได้เส้นใยที่มีความแข็งแรงและสมบัติต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตเหมาะสมกับการใช้งาน

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 พัฒนารววิธีการเตรียมเส้นใยจากโพลีเมอร์ผสมระหว่าง PLA และ PBS และใช้ graphene เป็นสารตัวเติม
- 1.2.2 ศึกษาสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และสมบัติทางไฟฟ้าของเส้นใยคอมโพสิตที่ได้จากการเตรียม

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

วิวัฒนาการของอุตสาหกรรมสิ่งทอมีความก้าวหน้าทางเทคโนโลยีเป็นอย่างมาก มีการผลิตสิ่งทอจากเส้นใยที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติให้เหมาะแก่การนำไปใช้ที่สภาวะต่าง ๆ เช่น สมบัติการต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิต ซึ่งเป็นประโยชน์ในด้านอุตสาหกรรมเครื่องใช้อิเล็กทรอนิกส์ และสารเคลือบผิวเป็นอย่างมาก ซึ่งการผลิตสิ่งทอนั้นสามารถทำได้จากเส้นใยหลากหลายชนิด ปัจจุบันมีการรณรงค์ด้านสิ่งแวดล้อมมากขึ้น จึงทำให้พอลิเมอร์ชีวภาพได้เข้ามามีบทบาทในด้านอุตสาหกรรมพลาสติกและสิ่งทอมากขึ้น ซึ่งพอลิเมอร์ชีวภาพที่ได้รับความสนใจจากอุตสาหกรรมในปัจจุบันเป็นอย่างมาก คือ พอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) และ พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS) เนื่องจากพอลิเมอร์ทั้ง 2 ชนิดนี้ค่อนข้างตอบสนองต่อความต้องการทั้งในด้านการใช้งาน และด้านสิ่งแวดล้อม โดยทฤษฎีที่เกี่ยวกับพอลิเมอร์ชีวภาพทั้ง 2 ชนิดนี้ นิยามของเส้นใยและวิธีการขึ้นรูปเส้นใย หลักการเกิดไฟฟ้าสถิตและสมบัติการต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตของเส้นใย แกรฟีน (graphene) วิธีการสังเคราะห์แกรฟีน และการทำพอลิเมอร์ผสม (polymer blend) มีดังนี้

2.1 คำนิยามและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

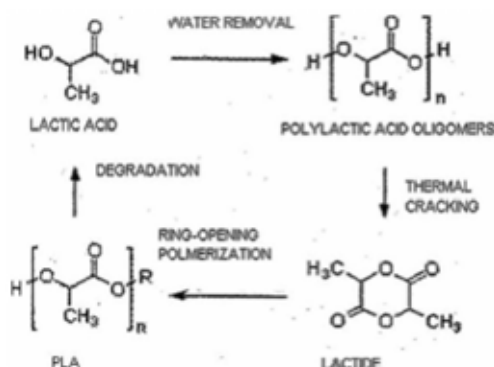
2.1.1 พอลิเมอร์ชีวภาพ (biodegradable polymer)

คือ พอลิเมอร์ที่ได้มาจากธรรมชาติ หรือได้จากการสังเคราะห์มอนอเมอร์ชีวภาพ และสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพโดยการทำงานของจุลินทรีย์ภายใต้สภาวะที่เหมาะสม

- พอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA)[1,2]

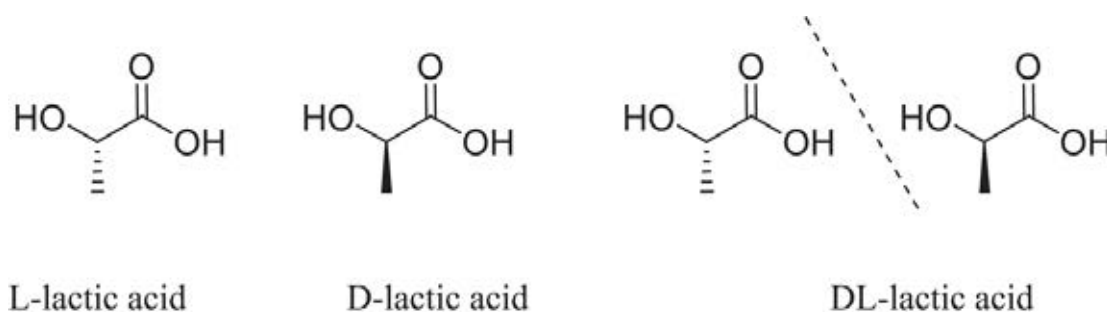
PLA เป็นพอลิเมอร์ชนิดหนึ่งที่เข้ามามีบทบาทสำคัญต่อวงการวัสดุมาเป็นเวลายาวนาน เนื่องจากปัญหาราคาที่สูงขึ้นของผลิตภัณฑ์จากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี และปัญหาด้านมลพิษทางสิ่งแวดล้อมอันเนื่องมาจากการใช้วัสดุที่ไม่สามารถย่อยสลายได้ โดย PLA เป็นพอลิเมอร์ชีวภาพที่สามารถสังเคราะห์ได้จากกรดแล็กติก (lactic acid) ดังแสดงในรูปที่ 2.1 ซึ่งได้มาจากการทำปฏิกิริยาการหมัก (fermentation) ระหว่างจุลินทรีย์กับแป้งหรือน้ำตาลจากพืช อาทิเช่น ข้าวโพด ข้าว กล้วย เป็นต้น PLA จัดอยู่ในกลุ่มพอลิเอสเตอร์ที่มีสายโซ่ตรง (aliphatic polyester) ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่ไม่ได้มาจากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี อีกทั้งยังสามารถย่อยสลายได้ด้วยวิธีการฝังกลบในระยะสั้นกว่าพอลิเมอร์ที่ผลิตด้วยวัตถุดิบจากแหล่งปิโตรเลียม จากการที่ PLA สังเคราะห์ได้จากพืช ทำให้ไม่มีความเป็นพิษต่อเนื้อเยื่อของสิ่งมีชีวิต และยังเข้ากันได้ดีกับพอลิเมอร์ชีวภาพชนิดอื่น ในอดีตจึงมีการนำ PLA มาใช้ในการแพทย์เป็นส่วนใหญ่ด้วยว่ามีสมบัติตั้งที่กล่าวมาข้างต้น แต่เนื่องจาก PLA มีต้นทุนการผลิตสูง หาได้ยาก และมีน้ำหนักโมเลกุลที่ต่ำทำให้สมบัติเชิงกลค่อนข้างต่ำ แต่ต่อมาได้มีการคิดค้นวิธีสังเคราะห์ที่สามารถควบคุมและปรับปรุงให้มีน้ำหนักโมเลกุลที่มากขึ้นทำให้มีสมบัติเชิงกลเพิ่มขึ้น

นอกจากนี้แล้วยังง่ายต่อการผลิตและการขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์รูปแบบต่าง ๆ จึงทำให้พอลิเมอร์ชนิดนี้เริ่มมีการนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน โดยรูปแบบที่นิยมมากที่สุดรูปแบบหนึ่ง คือ การนำมาฉีดขึ้นรูปเป็นเส้นใย



รูปที่ 2.1 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดจากกรดแล็กติก[2]

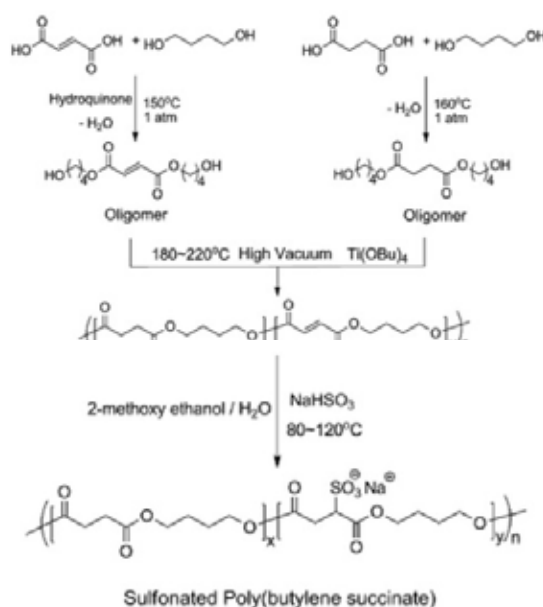
PLA สังเคราะห์ขึ้นจาก กรดอัลฟาไฮดรอกซี (α -hydroxy acids) หรือมอนอเมอร์ คือ กรดแล็กติก หรือมีชื่อทางเคมีคือ 2-ไฮดรอกซี โพรพิโอนิกแอซิด (2-hydroxy propionic acid) กรดแล็กติกมีไอโซเมอร์สองรูปแบบ คือ แบบ D และ L ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ซึ่งเป็นอีแนนทิโอเมอร์ (enantiomer) ที่มีความว่องไวต่อแสง (optical- active) ต่างกัน หรืออาจพบอยู่ในรูปของผสมระหว่าง D และ L - isomer เรียกว่า ของผสมราซิมิก (racemic mixture, อัตราส่วน = 1:1 เขียนแทนด้วย DL) หรือสารประกอบมีโซ (meso-compound) ซึ่งไม่มีสมบัติบิดระนาบแสงโพลาไรซ์ (optically inactive) ปัจจุบันการผลิตกรดแล็กติกอาศัยปฏิกิริยาการหมักเป็นหลักจึงได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์เชิงแสง (optical purity) ที่ดี ซึ่งมีผลต่อสมบัติของ PLA คือ สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และสมบัติด้านการผ่านของก๊าซ และของเหลว โดย PLA ที่มี L-isomer มากกว่าร้อยละ 90 มีแนวโน้มที่จะเป็นพอลิเมอร์กึ่งผลึก (semi-crystalline polymer) ในขณะที่ D-isomer จะเป็นส่วนที่เป็นพอลิเมอร์อสัณฐาน (amorphous) ซึ่งอัตราส่วนของ L-isomer ที่ลดลง จะส่งผลให้มีระดับของความเป็นผลึก อุณหภูมิหลอมผลึก (crystalline melting temperature, T_m) และอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (glass transition temperature, T_g) ลดลงตามไปด้วย โดยเมื่อเปรียบเทียบ PLA กับพอลิเมอร์ที่ผลิตได้จากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เช่น พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (poly(ethyleneterephthalate), PET) และพอลิสไตรีน (polystyrene, PS) พบว่ามีสมบัติเชิงกล และสมบัติทางกายภาพคือ มีลักษณะทางกายภาพที่ใส มีความแข็ง แต่เปราะใกล้เคียงกัน จึงนิยมนำมาปรับปรุงสมบัติโดยการทำเป็นพอลิเมอร์ผสม (polymer blend) กับพอลิเมอร์ชีวภาพชนิดอื่น ๆ เพื่อปรับปรุงสมบัติให้เหมาะสมตามการนำไปใช้งาน และยังคงสมบัติการย่อยสลายด้วยวิธีทางชีวภาพไว้



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของกรดแล็กติก[3]

- พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS)[4,5]

PBS เป็นพอลิเมอร์ชีวภาพอีกหนึ่งชนิดที่เข้ามามีบทบาทในอุตสาหกรรมของผลิตภัณฑ์จากพอลิเมอร์ชีวภาพ เนื่องจากความสามารถในการย่อยสลายทางชีวภาพได้ โดย PBS เป็นพอลิเมอร์ชีวภาพที่จัดอยู่ในกลุ่มพอลิเอสเทอร์ที่มีสายโซ่ตรงเช่นเดียวกับ PLA โดยสังเคราะห์ได้จากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างบิวเทนไดออล (butanediol) กับกรดซัคซินิก (succinic acid) ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ซึ่งในอดีตมอนอเมอร์ทั้งสองชนิดนี้สามารถผลิตได้จากวัตถุดิบจากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี แต่เนื่องด้วยปัญหาด้านราคาที่สูงขึ้น และมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมของวัตถุดิบจากแหล่งปิโตรเคมี ทำให้มีการพัฒนาการผลิตพลาสติกชีวภาพ โดยมีการปรับเปลี่ยนวิธีการสังเคราะห์มอนอเมอร์ทั้งสองชนิดของ PBS ซึ่งได้จากปฏิกิริยาการหมักแป้งหรือน้ำตาลจากพืชกับแบคทีเรียหรือจุลินทรีย์คล้ายกับกรดแล็กติก



รูปที่ 2.3 ปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต[6]

จากโครงสร้างที่เป็นพอลิเอสเตอร์สายโซ่ตรง ทำให้ PBS มีความเป็นผลึกสูง จึงส่งผลให้สามารถทนความร้อนได้สูง ซึ่งทำให้ง่ายต่อการขึ้นรูปเหมือนเทอร์โมพลาสติกทั่วไป และมีสมบัติเชิงกลคล้ายกับพอลิเอทิลีน (polyethylene, PE) และมีความแข็งแรงมากกว่า PLA จึงนิยมนำมาทำเป็นพอลิเมอร์ผสมกับ PLA เพื่อเพิ่มสมบัติเชิงกล โดยเฉพาะสมบัติการทนแรงดึง และยังเป็นการผลิตโดยมักนำมามาขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์เส้นใย เนื่องจากสมบัติความยืดหยุ่นและความเหนียวสูงของ PBS จะช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับเส้นใยมากกว่าการใช้ PLA เพียงชนิดเดียว สำหรับการย่อยสลายของ PBS นั้นจะเกิดผ่านกระบวนการสลายตัวด้วยน้ำ (hydro-biodegradable) โดยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่บริเวณพันธะเอสเตอร์ ซึ่งจะทำให้น้ำหนักโมเลกุลลดลงเนื่องจากขนาดของสายโซ่เล็กลง จากนั้นจะย่อยสลายด้วยจุลินทรีย์ต่าง ๆ โดย PBS จะมีอัตราการย่อยสลายเร็วกว่า PLA เนื่องจากโครงสร้างที่มีความเป็นโซ่ตรงมากกว่า PLA ที่มีส่วนของโครงสร้างกิ่งก้านปริมาณมากกว่า

2.1.2 เส้นใย และวิธีการขึ้นรูปเส้นใย

- นิยามของวัสดุประเภทเส้นใย

เส้นใยหมายถึงวัสดุหรือสารใด ๆ ทั้งที่เกิดจากธรรมชาติและมนุษย์สร้างขึ้น ที่มีอัตราส่วนระหว่างความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับหรือมากกว่า 100 สามารถขึ้นรูปเป็นผ้าได้ และต้องเป็นองค์ประกอบที่เล็กที่สุดของผ้า ไม่สามารถแยกย่อยในเชิงกลได้อีก ซึ่งสามารถจำแนกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ คือ เส้นใยธรรมชาติ (natural fiber) และเส้นใยประดิษฐ์ (man-made fiber)[7]

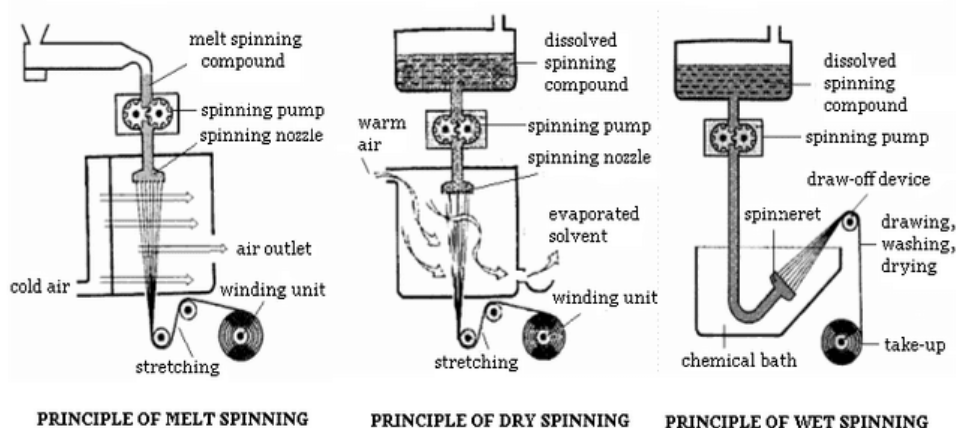
- วิธีการขึ้นรูปเส้นใยสังเคราะห์[8]

เส้นใยสังเคราะห์ประเภทเทอร์โมพลาสติกสามารถจำแนกวิธีการขึ้นรูปออกเป็น 3 วิธีดังแสดงในรูปที่ 2.4 ได้แก่

1) wet spinning เป็นวิธีการขึ้นรูปหนึ่งที่เหมาะที่สุด โดยจะนำพอลิเมอร์ที่สามารถละลายในตัวทำละลายได้มาทำเป็นสารละลายพอลิเมอร์ แล้วอัดผ่านหัวฉีดเส้นใยซึ่งติดตั้งอยู่ในอ่างสารเคมี เพื่อให้พอลิเมอร์ที่ถูกฉีดออกมาเกิดการตกตะกอนและแข็งตัวกลายเป็นเส้นใย

2) dry spinning เป็นวิธีการขึ้นรูปที่คล้ายกับ wet spinning โดยจะใช้สารละลายพอลิเมอร์ที่ละลายในตัวทำละลายที่สามารถระเหยได้ อัดผ่านหัวฉีดเส้นใยที่ติดตั้งอยู่กับเครื่องเป่าลมร้อน เมื่อสารละลายพอลิเมอร์ถูกฉีดออกมาผ่านลมร้อน จะทำให้ตัวทำละลายเกิดการระเหยออก จึงจะเกิดการแข็งตัวของพอลิเมอร์กลายเป็นเส้นใยดังที่ผ่านหัวฉีดเส้นใยออกมา

3) melt spinning เป็นวิธีการขึ้นรูปที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในปัจจุบัน โดยการนำพอลิเมอร์ที่ต้องการขึ้นรูปมาให้ความร้อนเพื่อให้เกิดการหลอม แล้วอัดพอลิเมอร์หลอมผ่านหัวฉีดเส้นใย (spinneret) โดยให้เส้นใยที่ได้ผ่านอากาศที่อุณหภูมิต่ำหรือน้ำ เพื่อให้เกิดการเย็นตัวและสามารถคงรูปเป็นเส้นใย



รูปที่ 2.4 การขึ้นรูปเส้นใยด้วยวิธี melt spinning, dry spinning และ wet spinning[9]

2.1.3 หลักการการเกิดไฟฟ้าสถิต และวิธีการต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตบนเส้นใย

- หลักการการเกิดไฟฟ้าสถิตบนเส้นใย

การเกิดไฟฟ้าสถิตบนเส้นใยนั้นเกิดขึ้นเมื่อมีการสะสมประจุที่จุดหนึ่ง และไม่มี การถ่ายเทประจุไปยังบริเวณอื่น จึงเกิดปรากฏการณ์ไฟฟ้าสถิตขึ้น เนื่องจากพอลิเมอร์ส่วนใหญ่มีสมบัติการนำไฟฟ้าที่ต่ำ ทำให้เมื่อมีประจุเกิดขึ้นที่พื้นผิว ประจุนั้นจะไม่สามารถเคลื่อนที่ไปยังตำแหน่งอื่นได้ จึงเกิดไฟฟ้าสถิตได้ง่าย

- วิธีการต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตบนเส้นใย[10]

การป้องกันหรือลดการเกิดไฟฟ้าสถิตบนเส้นใยนั้นสามารถทำได้โดยการทำให้เกิดการถ่ายเทประจุบนพื้นผิวของเส้นใยจากจุดหนึ่งไปยังอีกจุดหนึ่ง ซึ่งมีหลากหลายวิธีดังต่อไปนี้

1) การควบคุมความชื้น (moisture control) เส้นใยแต่ละชนิดมีสมบัติในการดูดความชื้นที่แตกต่างกัน ดังนั้นเราจึงสามารถควบคุมไฟฟ้าสถิตได้โดยการควบคุมปริมาณของความชื้นสัมพัทธ์ในบริเวณที่ใช้งาน เพราะถ้าเส้นใยแห้ง มีความชื้นต่ำจะทำให้สมบัติการต้านไฟฟ้าสถิตค่อนข้างต่ำ แต่เมื่อความชื้นสัมพัทธ์เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้เส้นใยมีความชื้นสูง ทำให้สมบัติการต้านทานไฟฟ้าสถิตสูงขึ้น เนื่องจากการลดการสะสมของประจุไฟฟ้าสถิต

2) สารต้านการเกิดไฟฟ้าสถิต (antistatic agent) ปัญหาที่พบในเส้นใยสังเคราะห์คือพอลิเมอร์มีโครงสร้างไม่ชอบน้ำ (hydrophobic structure) ส่งผลให้มีสมบัติการดูดความชื้นต่ำ จึงทำให้การนำไฟฟ้าต่ำ เป็นเหตุให้สามารถเกิดไฟฟ้าสถิตได้ง่าย สารต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตมีหน้าที่ต้านการสะสมประจุบนพื้นผิวเส้นใยเมื่อเกิดแรงเสียดทานกับผิววัสดุอื่น โดยสารต้านการเกิดไฟฟ้าสถิตจะมีหมู่ชอบน้ำ (hydrophilic) และหมู่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) อยู่ภายในโครงสร้างโมเลกุล ซึ่งหมู่-

ชอบน้ำจะมีการจัดเรียงตัวไปในทิศทางที่สัมผัสกับอากาศเพื่อช่วยลดซับความชื้น ทำให้มีสมบัติด้านการสร้างประจุไฟฟ้าสถิต [11] สารต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตสามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่

สารต้านการเกิดไฟฟ้าสถิตแบบไม่คงทน (nondurable antistatic) คือ ทำหน้าที่เป็นสารเติมแต่งภายนอก สามารถละลายได้ในตัวทำละลายที่เหมาะสมและไม่คงทนต่อการซักล้างจะถูกนำมาใช้งานโดยการพ่นหรือเคลือบลงบนเส้นใย

สารต้านการเกิดไฟฟ้าสถิตแบบคงทน (durable antistatic) คือ ทำหน้าที่เป็นสารเติมแต่งภายใน ถูกเติมลงในขั้นตอนการผสมก่อนนำมาฉีดเป็นเส้นใย ทำให้กระจายไปทั่วเส้นใยและมีความคงทนต่อการซักล้าง

3) การใช้เส้นใยนำไฟฟ้า (conductive fiber) เป็นการนำตัวนำไฟฟ้าที่ดี เช่น โลหะและแกรไฟต์มาผสมลงในเส้นใย เพื่อให้เส้นใยมีสมบัติการนำไฟฟ้าที่ดี ข้อดีของการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตด้วยวิธีนี้ คือ เส้นใยมีสมบัติคงทน เนื่องจากเป็นการปรับปรุงโครงสร้างของเส้นใยโดยตรง และการใส่แกรไฟต์ลงไปภายในโครงสร้างนั้นจะช่วยให้เส้นใยมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น แต่มีข้อเสีย คือ เมื่อนำไปผลิตเป็นสิ่งทอ ผลิตภัณฑ์จะมีลักษณะเป็นสีดำหรือสีของโลหะที่ใส่ แม้จะใช้เป็นส่วนผสมในอัตราส่วนเล็กน้อย

4) การตัดแปรพอลิเมอร์ (polymer modification) เป็นการเคลือบผิวเส้นใยด้วยโลหะ เช่น เงิน หรือแกรไฟต์ การเคลือบผิวในลักษณะนี้มีข้อเสีย คือ อาจเกิดการสึกกร่อนจากการใช้งานและการทำความสะอาดได้

5) การใช้สารหล่อลื่นในเส้นใย (fiber lubricant) สามารถป้องกันการสะสมของประจุไฟฟ้าสถิตและลดแรงเสียดทานโดยใช้สารหล่อลื่น ทำให้อัตราการสะสมของประจุลดลงและเพิ่มอัตราการกระจายตัวของประจุ

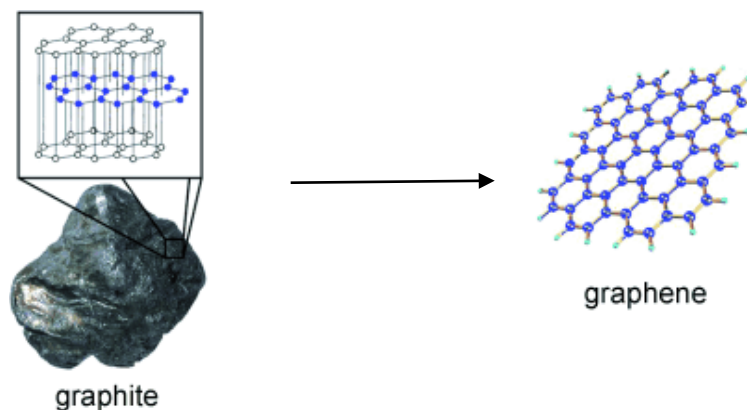
6) การทำเส้นใยผสม (blended fiber) เป็นการผสมเส้นใยที่มีประจุตรงข้ามกัน เพื่อให้มีสมบัติในการต้านทานไฟฟ้าสถิต แต่มีข้อจำกัดคือเราไม่สามารถกำหนดสัดส่วนที่แน่นอนของวัสดุแต่ละชนิดและความแน่นอนของกระบวนการผลิตได้

7) การใช้อนุภาคระดับนาโน (nano finishes) มีการนำอนุภาคระดับนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์, ซิงออกไซด์ มาใช้ในเส้นใยสังเคราะห์เพื่อลดประจุไฟฟ้าสถิต โดยสามารถทำได้ 3 รูปแบบ คือ การผสมลงในเส้นใยตั้งแต่กระบวนการผลิต การเคลือบอนุภาคนาโนลงบนผิวเส้นใย และการเคลือบอนุภาคนาโนลงบนสิ่งทอ

2.1.4 แกรฟีน (graphene) และวิธีการสังเคราะห์แกรฟีน

- โครงสร้างของแกรฟีน

แกรฟีน คือ ชั้นหนึ่งของอะตอมคาร์บอนที่เรียงตัวต่อกันเป็นโครงสร้างรูปหกเหลี่ยม ด้วยพันธะโคเวเลนต์ที่มีความแข็งแรงและเชื่อมต่อกันเป็นโครงร่างที่มีลักษณะคล้ายรังผึ้ง มีความหนาเพียงแค่อะตอมเดียว ถ้านำมาวางซ้อนกันหลายชั้นจะได้เป็นแกรไฟต์ ขณะเดียวกันแกรฟีนยังมีสมบัติการนำไฟฟ้าที่ดี เนื่องจากการส่งผ่านอิเล็กตรอนเป็นไปได้อย่างรวดเร็ว ดังแสดงในรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 โครงสร้างเครือข่ายของอะตอมคาร์บอนในแกรไฟต์และแกรฟีน[12]

การแยกชั้นแกรไฟต์ในเบื้องต้นสามารถทำได้ด้วยเทคนิค micromechanical cleavage เป็นการนำสก็อตเทปทาบบนแกรไฟต์แล้วดึงออก จากนั้นนำไปทาบบนสก็อตเทปอีกอันแล้วดึงออก ทำแบบนี้ไปเรื่อยๆจนกระทั่งได้แผ่นที่บางที่สุดแค่อะตอมเดียว วิธีนี้จะทำให้ได้แกรฟีนในปริมาณน้อย ทำให้ในการสังเคราะห์แกรฟีนที่ต้องการปริมาณมาก นิยมใช้วิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีทางเคมี[12]

- วิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีทางเคมี

หลักการสังเคราะห์แกรฟีนทางเคมี[13] แสดงในรูปที่ 2.6 คือ เริ่มต้นด้วยการใช้กรดแก่หรือสารออกซิไดซ์มาทำการออกซิไดซ์ (oxidize) แกรไฟต์ได้เป็น “แกรไฟต์ออกไซด์” (graphite oxide) ซึ่งกลุ่มของออกไซด์ ไฮดรอกซิล คาร์บอกซิลิกและคาร์บอนิลจะเข้าไปแทรกและเกาะบนระนาบของพื้นผิวในแต่ละชั้นของแกรไฟต์ ทำให้แต่ละชั้นของแกรไฟต์มีขนาดกว้างขึ้นและลดแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der waals force) ระหว่างชั้น หากแกรไฟต์ออกไซด์ดังกล่าวถูกระตุ้นด้วยแรงเพียงเล็กน้อย เช่น การใช้คลื่นความถี่สูง (sonication) ก็สามารถหลุดออกมาเป็น “แกรฟีนออกไซด์” (graphene-oxide, GO) ซึ่งมีสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic) มากขึ้นละลายได้ดีในน้ำ แต่ไม่มีสมบัติการนำไฟฟ้า โดยสามารถกรองและกระจายตัวได้ดีบนวัสดุรองรับ ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยารีดิวซ์ด้วยสารรีดิวซ์แทนซ์

(reductants agent) เช่น ไฮโดรราซินไฮเดรต ปัจจุบันมีการค้นพบสารรีดักแทนซ์ชนิดอื่นมาใช้แทน เนื่องจากความเป็นพิษของไฮโดรราซินไฮเดรต ซึ่งมีอันตรายต่อสิ่งมีชีวิต จากงานวิจัยของ De-Silva และคณะ[14] พบว่าการใช้ไฮโดรราซินเป็นสารรีดักแทนซ์ ในการเปลี่ยน GO เป็น rGO จะมีผลเป็นอันตรายกับสิ่งมีชีวิตและสิ่งแวดล้อม จึงได้มีการใช้สารรีดักแทนซ์ที่มีความปลอดภัย (green reductants) โดยที่ผ่านมาพบว่ามีสารที่สามารถใช้ป็นสารรีดักแทนซ์แทนไฮโดรราซิน 6 ชนิด ได้แก่

1) กรดอินทรีย์ (organic acids) เช่น การใช้น้ำมะนาว ผลคือทำให้ rGO ที่ได้มีค่าการนำไฟฟ้าที่ดี

2) สารสกัดจากพืช (plant extracts) เช่น การใช้ชาเขียว น้ำแครอท น้ำมะพร้าว น้ำทับทิม อย่างไรก็ตามการใช้สารสกัดจากพืชยังไม่เป็นที่นิยม เนื่องจากการรวมตัวของโมเลกุลอินทรีย์ที่มีขนาดใหญ่จะส่งผลเสียต่อการนำไฟฟ้า

3) จุลินทรีย์ (microorganisms) เช่น การใช้แบคทีเรียและยีสต์ โดยทำให้ rGO ที่ได้มีการนำไฟฟ้าที่ดี แต่ไม่นิยมเนื่องจากจุลินทรีย์ที่ใช้มีราคาแพงและต้องมีความจำเพาะต่อการใช้งาน

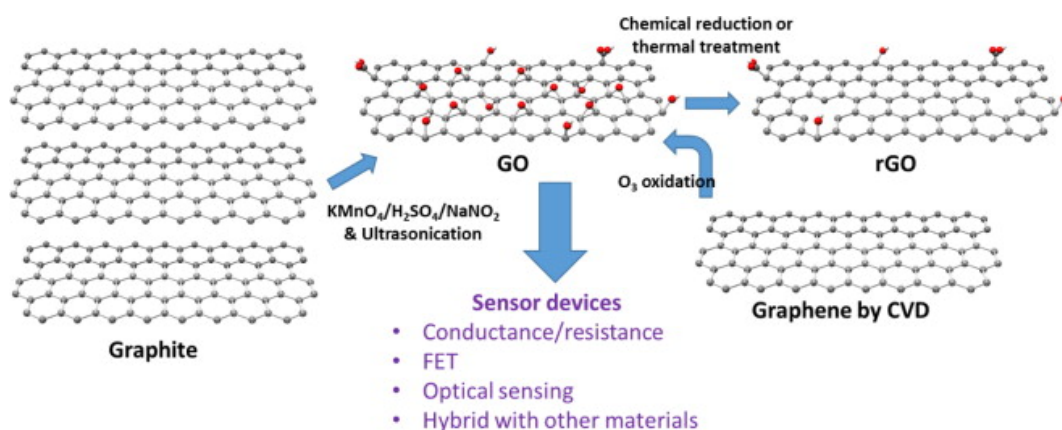
4) น้ำตาล (sugar) มีความสามารถในการเป็นสารรีดิวซ์และเป็นสารรักษาเสถียรภาพ ทำให้ rGO ที่ได้มีความเสถียรมากขึ้น

5) โปรตีนและกรดอะมิโน (proteins and amino acids) มีการใช้กรดอะมิโนคือ L-cysteine หรือการใช้โปรตีนคือ albumin แต่การใช้กรดอะมิโนและโปรตีนไม่เป็นที่นิยม เนื่องจากมีความไวต่อสภาพแวดล้อมในการทำปฏิกิริยา ต้องควบคุมอุณหภูมิและค่า pH ให้เหมาะสม

6) กรดแอสคอร์บิก (ascorbic acid) ซึ่งสามารถพบได้ในวิตามินซี ซึ่งการใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดักแทนซ์นอกจากจะมีความปลอดภัยแล้ว ยังมีราคาถูกและยังทำให้ rGO มีความเสถียรในน้ำมากกว่าการใช้ไฮโดรราซิน

และจากงานวิจัยของ Zhang และคณะ [15] ได้มีการใช้โซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรต (Sodium acetate trihydrate) มาเป็นสารรีดักแทนซ์สำหรับ GO โดยปฏิกิริยารีดักชัน GO สามารถสังเกตได้จากการเปลี่ยนสีของการกระจายตัวของ GO ซึ่งมีการเปลี่ยนสีจากสีน้ำตาลเหลืองเป็นสีดำเมื่อผ่านไป 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 95°C การใช้โซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรตจึงเป็นอีกวิธีที่มีความนิยมเนื่องจากมี ข้อดีคือ เป็นสารที่มีความปลอดภัยเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สามารถละลายน้ำได้ง่ายและเป็นสารที่หาได้ง่าย มีราคาถูก

ซึ่งเมื่อทำการรีดิวซ์ด้วยสารรีดักแทนซ์แล้ว จะทำให้ได้เป็น “รีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์” (reduced graphene oxide, rGO) ที่มีโครงสร้างใกล้เคียงกับแกรฟีน จึงทำให้ได้สมบัติสภาพนำไฟฟ้ากลับมา



รูปที่ 2.6 หลักการสังเคราะห์แกรฟีนทางเคมี[16]

โดยทั่วไปเทคนิคการสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธีทางเคมีนิยมแบ่งออกเป็น 3 แนวทางดังนี้

1) Brodie's method เป็นเทคนิคหนึ่งในการสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธีทางเคมี โดยการเติมสารละลายโพแทสเซียมคลอเรต (KClO_3) ลงในแกรไฟต์ที่อยู่ในลักษณะของเหลวข้น (paste) ภายใต้บรรยากาศกรดไนตริก (HNO_3)[17]

2) Staud's method ในวิธีนี้จะมี 2 ขั้นตอน โดยในขั้นแรกนำแกรไฟต์ไปทำปฏิกิริยากับของผสมระหว่างกรดซัลฟิวริกเข้มข้น (H_2SO_4) และไอระเหยของกรดไนตริก (HNO_3) และในขั้นที่สองนำแกรไฟต์ที่ได้จากขั้นตอนก่อนหน้าไปทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) กับสารละลายโพแทสเซียมคลอเรต (KClO_3)[18]

3) Hummer's method โดยวิธีนี้จะลดการปล่อยก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_2) และไดไนโตรเจนเตตระไซด์ (N_2O_4) โดยเตรียมกรดไนตริก (HNO_3) ผ่านปฏิกิริยาระหว่างใช้กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) เข้มข้น 98% กับโซเดียมไนเตรต (NaNO_3) และใช้โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4) เป็นตัวออกซิไดซ์แทนโพแทสเซียมคลอเรต (KClO_4) ที่สามารถเกิดระเบิดได้ และใช้ผงแกรไฟต์เป็นสารเริ่มต้น ทำให้มีข้อได้เปรียบกว่าสองวิธีแรก โดยแกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์จะมีสีน้ำตาลอมเหลืองอยู่ในรูปของสารละลายหรือสามารถนำมากรองได้ทันทีหลังจากทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน และหากนำสารละลายดังกล่าวมาให้คลื่นความถี่สูงจะได้สารละลายแกรฟีนออกไซด์[19]

แต่ในปัจจุบันมีการค้นพบว่า แกรฟีนออกไซด์แบบชั้น (few-layered graphene oxide, FGO) มีสมบัติที่ดีกว่าแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide, GO) ในด้านสภาพนำไฟฟ้า ซึ่งผลดังกล่าวสามารถยืนยันได้จากงานวิจัยของ Zhang และคณะ[20] ที่ทำการควบคุมการสังเคราะห์ FGO ด้วยการควบคุมกระบวนการออกซิเดชันและกระบวนการหลุดออกเป็นแผ่น (exfoliation) ของผงแกรไฟต์ โดยปัจจัยหลักในการควบคุม คือ ระยะเวลาของกระบวนการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและ

ปริมาณสารที่เป็นตัวออกซิไดซ์และเมื่อนำ FGO และ GO มาเปรียบเทียบกัน พบว่า FGO สามารถกระจายตัวในน้ำและในไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (dimethylformamide) ได้มากกว่า GO อีกทั้งฟิล์มที่เตรียมได้จาก FGO จะมีสภาพการนำไฟฟ้าดีกว่าฟิล์มของ GO เนื่องมาจากการที่ FGO มีหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ น้อยกว่า GO

2.1.5 พอลิเมอร์ผสม (polymer blend)[21,22]

คือ วัสดุที่ประกอบด้วยพอลิเมอร์มากกว่า 1 ชนิดที่ผสมกัน โดยการทำให้พอลิเมอร์ผสมนั้นสามารถทำได้โดยการนำพอลิเมอร์มากกว่า 1 ชนิดที่อยู่ในสถานะของไหล ได้แก่ สารละลาย (solution) หรือสารหลอมเหลว (molten) มาผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน (blending) ได้เป็นพอลิเมอร์ผสม (polymer blend) เพื่อให้ได้วัสดุใหม่ที่มีสมบัติที่ดีของพอลิเมอร์แต่ละชนิดที่ผสมกันตามความเหมาะสมต่อการใช้งาน โดยทั่วไปแล้วแบ่งออกเป็น 5 ประเภท ดังนี้

- 1) พอลิเมอร์ผสมของเทอร์โมพลาสติก-เทอร์โมพลาสติก (thermoplastic-thermoplastic blends)
- 2) พอลิเมอร์ผสมของเทอร์โมพลาสติก-ยาง (thermoplastic-rubber blends)
- 3) พอลิเมอร์ผสมของเทอร์โมพลาสติก-เทอร์โมเซต (thermoplastic-thermoset blends)
- 4) พอลิเมอร์ผสมของยาง-เทอร์โมเซต (rubber-thermoset blends)
- 5) พอลิเมอร์ผสมของพอลิเมอร์-สารเสริมแรง (polymer-filler blends)

การทำพอลิเมอร์ผสมนั้นจำเป็นต้องพิจารณาถึงสภาพเข้ากันได้ (compatibility) ของพอลิเมอร์ที่นำมาผสม เนื่องจากโดยธรรมชาติพอลิเมอร์ต่างชนิดกันนั้นมีการผสมเป็นเนื้อเดียวกันได้ยาก โดยหากพอลิเมอร์ผสมไม่เป็นเนื้อเดียวกันจะเกิดเป็นข้อบกพร่อง (defect) ของชิ้นงาน และจะส่งผลทำให้มีสมบัติเชิงกลที่ต่ำ ซึ่งพบว่าเมื่อพอลิเมอร์อยู่ในสถานะของแข็ง พอลิเมอร์ชนิดหนึ่งจะกระจายอยู่ในเนื้อหรือเมทริกซ์ที่ต่อเนื่อง (continuous matrix) ของพอลิเมอร์อีกชนิดหนึ่งโดยจะการกระจายตัวที่ดีจะขึ้นอยู่กับสภาพเข้ากันได้ นอกจากนี้ยังมีปัจจัยทางพลังงาน (energy factor) กล่าวคือ พลังงานที่ใช้ในการผสมผสานโมเลกุลหรือสายโซ่ของพอลิเมอร์ เช่น การดูดกลืนพลังงานความร้อนของพอลิเมอร์แต่ละชนิด ควรมีค่าใกล้เคียงกัน โดยพอลิเมอร์ผสมส่วนใหญ่ มักมีสมบัติเชิงกลค่อนข้างต่ำเนื่องจากแรงดึงดูดระหว่างผิวสัมผัสที่ต่ำและความเค้นสะสม (stress concentration) จากดีสเพอร์สในเมทริกซ์ จึงต้องมีการใช้สารช่วยผสมหรือการทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างผสม (in-situ chemical reaction) เพื่อปรับปรุงแรงดึงดูดระหว่างผิวสัมผัสของพอลิเมอร์ผสม ซึ่งส่งผลให้ได้โครงสร้างพื้นฐานวิทยาและสมบัติของพอลิเมอร์ผสมที่เหมาะสมตามความต้องการ

- วิธีการผสมเพื่อความเข้ากันได้ (method of compatibilization)

การทำให้พอลิเมอร์ผสมมีความสามารถในการเข้ากันได้ เพื่อให้ได้พอลิเมอร์ผสมที่มีสมบัติตามต้องการนั้นมียุ่ด้วยกันหลายวิธี ซึ่งขึ้นอยู่กับวิธีการเลือกใช้งานของผู้ผลิต โดยมักพิจารณาจากต้นทุนการผลิต ตามเทคนิคดังต่อไปนี้

1) การพิจารณาสภาพผสมเข้ากันได้ทางเทอร์โมไดนามิกส์ (thermodynamic miscibility) ความสามารถในการเข้ากันได้ทางเทอร์โมไดนามิกส์เป็นหลักการที่ได้มีการนำไปใช้ประโยชน์ในกระบวนการผลิตทางการค้า โดยหลักการดังกล่าวนี้ขึ้นอยู่กับสมดุลระหว่างเอนทัลปีและเอนโทรปีของการผสมที่มีต่อพลังงานเสรีของการผสม (free energy of mixing) การเปลี่ยนแปลงพลังงานเสรีของการผสมสามารถแสดงได้ดังสมการ

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

โดยที่

$$\Delta G = \text{การเปลี่ยนแปลงพลังงานเสรีของการผสม}$$

$$\Delta H = \text{การเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีของการผสม}$$

$$\Delta S = \text{การเปลี่ยนแปลงเอนโทรปีของการผสม}$$

$$T = \text{อุณหภูมิ (K)}$$

2) การเติมบล็อกหรือกราฟต์โคพอลิเมอร์ (addition of block or graft copolymers) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ได้รับคานิยมในการผสมเพื่อเพิ่มความสามารถในการเข้ากันได้ บล็อกโคพอลิเมอร์จะได้รับความนิยมมากกว่ากราฟต์โคพอลิเมอร์ โดยเฉพาะบล็อกโคพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วยบล็อกของพอลิเมอร์ที่เหมือนกันกับพอลิเมอร์แต่ละชนิดที่นำมาผสมกัน โดยโคพอลิเมอร์ที่ใช้ต้องมีโครงสร้างทางเคมีและน้ำหนักโมเลกุลที่เหมาะสมที่จะไปอยู่ ระหว่างเฟสของพอลิเมอร์แต่ละชนิดโครงสร้างทางเคมีและน้ำหนักโมเลกุลของโคพอลิเมอร์จะมีผลอย่างมากต่อประสิทธิภาพของการเป็นสารช่วยผสม จากการตรวจสอบประสิทธิภาพของสารช่วยผสม โดยการทดสอบสมบัติความทนแรงดึง สามารถสรุปผลได้ดังนี้

- 2.1) บล็อกโคพอลิเมอร์มีประสิทธิภาพมากกว่ากราฟต์โคพอลิเมอร์
- 2.2) ไคบล็อกโคพอลิเมอร์มีประสิทธิภาพมากกว่าไตรบล็อกโคพอลิเมอร์
- 2.3) ไคบล็อกโคพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วยบล็อกที่มีความยาวลดหลั่นลงมามีประสิทธิภาพสูงกว่าไคบล็อกโคพอลิเมอร์ที่ประกอบด้วยบล็อกที่มีความยาวเท่ากัน

3) การเติมพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันหรือส่วนที่ว่องไวต่อการทำปฏิกิริยา (addition of functional/reactive polymers) เป็นการเติมพอลิเมอร์ที่มีหมู่ฟังก์ชันเพื่อทำหน้าที่เป็นสารช่วยผสม บ่อยครั้งเป็นการนำพอลิเมอร์ชนิดใดชนิดหนึ่งที่จะทำการผสมมาดัดแปรให้มีหมู่ฟังก์ชัน หรือส่วนที่ว่องไวต่อปฏิกิริยา โดยหมู่ฟังก์ชันดังกล่าว ต้องสามารถเกิดปฏิกิริยาหรือมีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล

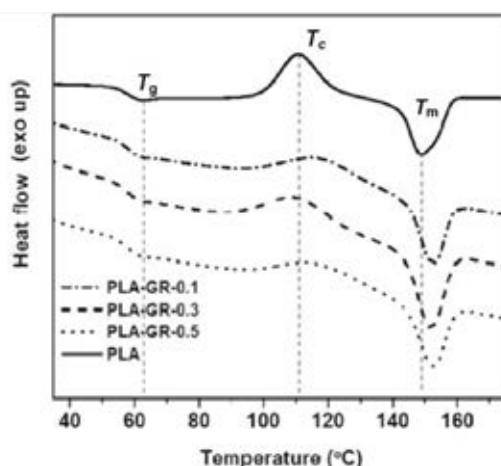
เช่น พันธะไอออนิกกับพอลิเมอร์ชนิดที่สองได้ กระบวนการตัดแปรรพอลิเมอร์ให้มีหมู่ฟังก์ชันสามารถทำได้ในเครื่องปฏิกรณ์หรือโดยผ่านกระบวนการอัดรีด อาทิเช่น มาเลอิกแอนไฮไดรด์ที่กราฟต์บนสายโซ่ของพอลิโอเลฟิน โดยหมู่คาร์บอกซิลิกของมาเลอิกแอนไฮไดรด์มีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาเคมีกับหมู่อะมิโนของพอลิเอไมด์ได้ ทั้งนี้พอลิโอเลฟินกราฟต์มาเลอิกแอนไฮไดรด์จัดเป็นสารช่วยผสมที่ได้รับความนิยมในทางการค้าและมีราคาไม่แพงนัก

4) การทำให้เกิดปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์โรเซชันในระหว่างการผสม (in-situ grafting polymerization) การทำให้เกิดปฏิกิริยากราฟต์โคพอลิเมอร์หรือพอลิเมอร์โรเซชันในระหว่างการผสม หรือ reactive blending เป็นวิธีใหม่ที่ใช้ในการผสมพอลิเมอร์ให้เข้ากันได้ โดยต่างจากวิธีอื่น ๆ คือ องค์ประกอบที่ทำการผสมจะถูกนำมาตัดแปรรพเพื่อให้เกิดปฏิกิริยากับพอลิเมอร์อีกชนิดหนึ่งได้ โดยไม่จำเป็นต้องเติมสารช่วยผสม อาทิเช่น การผสมระหว่างพอลิคาร์บอนเนตกับพอลิเอสเทอร์ แม้ว่าในบางครั้งการผสมแบบไม่ต่อเนื่องสามารถนำมาใช้กับการผสมแบบ reactive blending ได้ แต่การใช้กระบวนการผสมแบบต่อเนื่อง เช่น การอัดรีดแบบสกรูเดี่ยว (single-screw extruder) และการอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin-screw extruder) ก็ได้รับความนิยมเช่นเดียวกัน เพราะกระบวนการดังกล่าวสามารถควบคุมอุณหภูมิ และสิ่งที่ไม่ต้องการจาก ดำเนินไปของปฏิกิริยาได้ดีกว่ากลไกในการเกิดปฏิกิริยาในการผสม อาจจะมีได้ดังนี้

- 4.1) เกิดกราฟต์หรือบล็อกโคพอลิเมอร์ จากการเกิดปฏิกิริยาเคมีระหว่างหมู่ที่ว่องไวในพอลิเมอร์ ซึ่งอาจกระตุ้นได้โดยการเติมตัวริเริ่ม (initiator) ในระหว่างการผสม
- 4.2) เกิดบล็อกโคพอลิเมอร์จากปฏิกิริยาการแลกเปลี่ยน (interchange reaction) ที่สายโซ่โมเลกุลหลักของพอลิเมอร์แต่ละชนิดที่นำมาผสมกัน ซึ่งส่วนใหญ่จะเกิดกับพอลิเมอร์ชนิดควบแน่น
- 4.3) เกิดการขาดและรวมกันใหม่ของแต่ละโมเลกุล เพื่อสร้างบล็อกหรือกราฟต์โคพอลิเมอร์ โดยกระบวนการดังกล่าวจะเกิดภายใต้ภาวะที่แรงเฉือนสูง
- 4.4) ส่งเสริมให้เกิดปฏิกิริยาโดยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst)

2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องและแนวทางการพัฒนางานวิจัย

จากงานวิจัยของ Valapa และคณะ[23] ซึ่งได้ทำการทดสอบอิทธิพลของแกรฟีนต่อการสลายตัวด้วยความร้อนของพอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) ผสมกับแกรฟีน (Graphene, GR) โดยได้มีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของแกรฟีนที่ผสมลงไป เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของ PLA เมื่อนำมาผสมกับ แกรฟีน จากการใช้เทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) เพื่อศึกษาอุณหภูมิกลาสทรานสิชัน (glass transition temperature, T_g), อุณหภูมิหลอมผลึก (melting point temperature, T_m), การเกิดผลึก ของ PLA และ PLA ผสมกับแกรฟีนที่อัตราส่วนต่างๆ ทั้งหมด 4 ตัวอย่าง พบว่าค่า T_g ของทั้ง 4 ตัวอย่างไม่ได้มีความแตกต่างอย่างมีนัยสำคัญ ดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 DSC second heating thermographs ของ PLA และ PLA-GR nanocomposites ที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5°C/min[23]

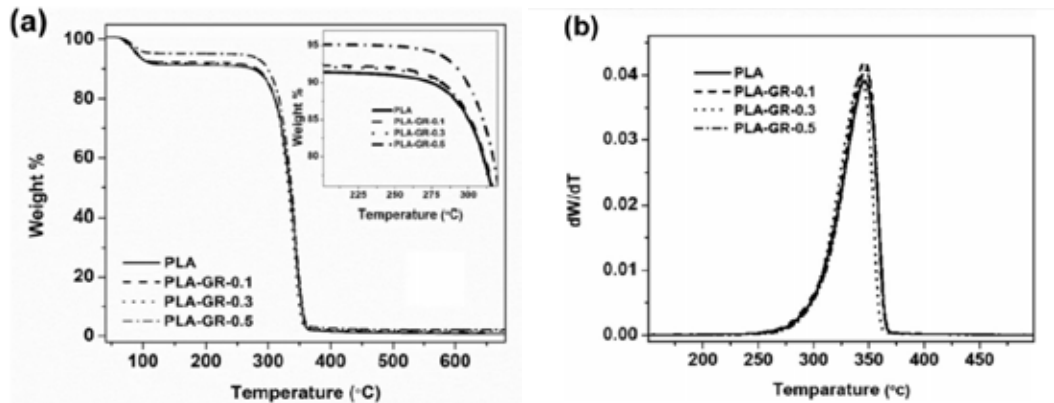
จากตารางที่ 2.1 พบว่า T_m ของ PLA ที่ผสม GR มีค่าเพิ่มขึ้นประมาณ 3-4 °C แสดงว่าเสถียรภาพทางความร้อนของ PLA มีมากขึ้นหลังจากการผสม GR

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางความร้อนของ PLA และ PLA-GR nanocomposites[23]

Sample name	T_g (°C)	T_{cc} (°C)	T_m (°C)	T_{mc} (°C)	ΔH_{cc} (J/g)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)
PLA	62	110	148	–	16.14	27.2	12
PLA-GR-0.1	63	114	152	100	8.07	25.4	18.5
PLA-GR-0.3	64	113	152.8	101	9.8	27.8	19.2
PLA-GR-0.5	64	110	152.6	101	6.84	23.3	17.5

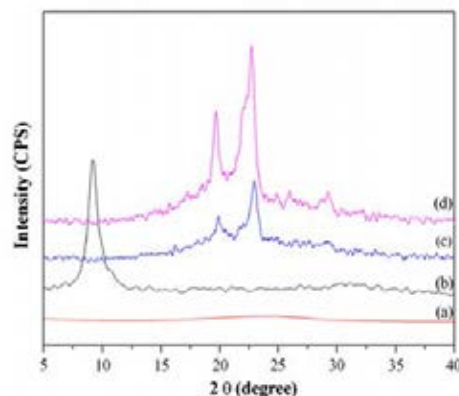
T_g = Glass transition temperature, T_{cc} = Cold crystallization temperature, T_m = Melting temperature, T_{mc} = Melt crystallization temperature, ΔH_{cc} = Enthalpy of cold crystallization, ΔH_m = Enthalpy of melting, X_c = crystallinity (%)

จากการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุต่อความร้อนด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) พบว่า เสถียรภาพทางความร้อนของ PLA จะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ GR เพิ่มมากขึ้น ดังรูปที่ 2.8(a) และสามารถหาอุณหภูมิที่เกิดการสลายตัวสูงสุด (T_{max}) ได้จากอนุพันธ์อันดับที่หนึ่งของกราฟ TGA ทำให้ได้กราฟ Derivative Thermogravimetry (DTG) ดังรูปที่ 2.8(b) ซึ่งพบว่าพบว่ามีปริมาณของ GR เพิ่มขึ้นจะทำให้อัตราการสลายตัวด้วยความร้อนเพิ่มมากขึ้น



รูปที่ 2.8 (a) TGA (b) DTG ของ PLA และ PLA-GR[23]

จากงานวิจัยของ Wang และคณะ[24] ซึ่งได้ทดสอบลักษณะสัณฐานวิทยา สมบัติเชิงกล สมบัติ-ทางความร้อน ของพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS) ผสมกับแกรฟีนนาโนชีท (graphene nanosheets, GNS) โดยในงานวิจัยนี้ทำการทดสอบตัวอย่างผสม 4 ตัวอย่าง ซึ่งมีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของ GNS เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของ PBS เมื่อนำมาผสมกับ GNS จากรูปที่ 2.9 รูปแบบกราฟ XRD ของ PBS/GNS-2.0 มีความสูงของพีกต่ำกว่า PBS บริสุทธิ์ แสดงให้เห็นว่าเมื่อมีปริมาณของ GNS 2.0 wt% อนุภาคของ GNS จะเกิดการรวมตัวกัน เป็นการขัดขวางการเกิดผลึกใน PBS ทำให้ปริมาณผลึกใน PBS/GNS-2.0 มีค่าน้อยกว่าใน PBS บริสุทธิ์



รูปที่ 2.9 รูปแบบ XRD ของ a) GNS, b) GO powders, c) PBS/GNS-2.0 composites and d) pure PBS[24]

จากตารางที่ 2.2 เมื่อผสม GNS ตั้งแต่ 0.5 ถึง 2 wt% พบว่าเมื่อปริมาณของ GNS เพิ่มขึ้น จะทำให้ตัวอย่างที่ทำการทดสอบมีสมบัติทนแรงดึงสูงขึ้น ร้อยละของระยะยืดก่อนการแตกหักสูงขึ้น การนำไฟฟ้าสูงขึ้น นอกจากนี้ยังสามารถตรวจสอบปริมาณผลึก (crystallinity) และอุณหภูมิหลอมผลึก (melting temperature, T_m) โดยการใช้เทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC)

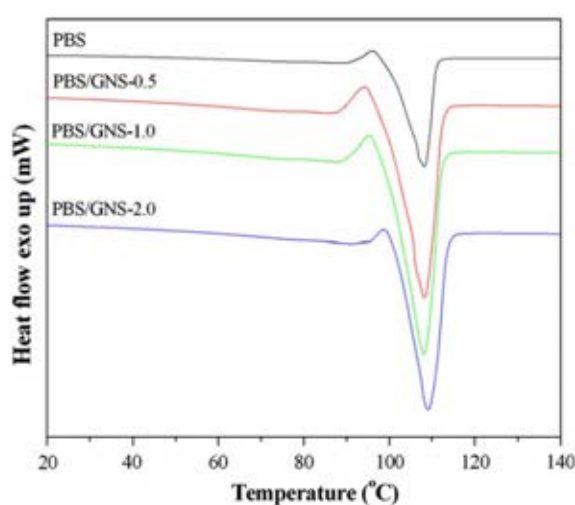
$$\chi_c(\%) = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_0} \times 100\%$$

สูตรที่ใช้ในการหาปริมาณผลึก โดย ΔH_m คือ เอนทาลปีของการหลอมเหลว และ ΔH_0 คือ เอนทาลปีของ PBS บริสุทธิ์ (200 J/g)

ตารางที่ 2.2 สมบัติเชิงกลของ PBS/GNS[24]

Samples	GNS (wt%)	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Conductivity ($S\ cm^{-1}$)
PBS	0	30.8	17.9	2.50×10^{-12}
PBS/GNS-0.5	0.5	34.3	18.5	1.36×10^{-11}
PBS/GNS-1.0	1.0	36.4	18.5	2.61×10^{-9}
PBS/GNS-2.0	2.0	37.2	19.0	2.08×10^{-7}

จากรูปที่ 2.10 และตารางที่ 2.3 พบว่าจุดหลอมเหลวของทั้ง 4 ตัวอย่างมีค่าใกล้เคียงกัน และเมื่อนำค่า ΔH_m ที่ได้จากเทคนิค DSC มาแทนค่าในสูตรหาปริมาณผลึก จะได้ว่าเมื่อปริมาณของ GNS เพิ่มขึ้น จะทำให้ปริมาณผลึกลดลง แต่อย่างไรก็ตามการเปลี่ยนแปลงปริมาณผลึกของวัสดุผสม PBS/GNS ข้างต้น จะไม่ส่งผลต่อสมบัติเชิงกล เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงปริมาณผลึกเพียงเล็กน้อย

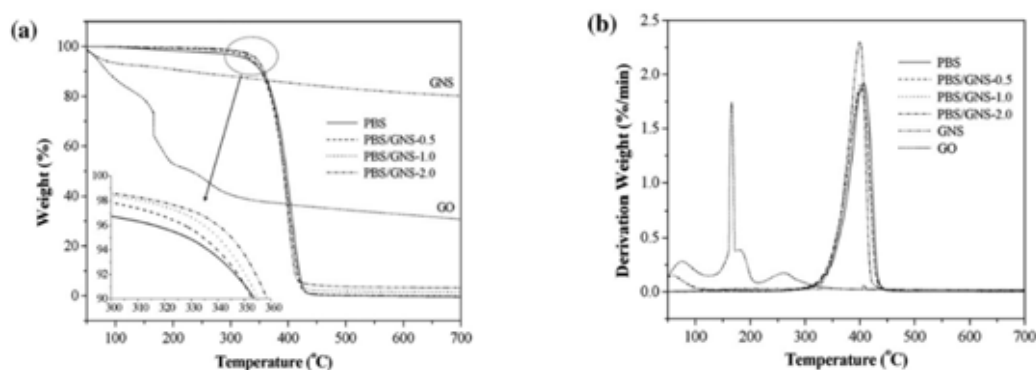


รูปที่ 2.10 จุดหลอมเหลวของ PBS/GNS จาก DSC curves[24]

ตารางที่ 2.3 จุดหลอมเหลวและปริมาณผลึกของ PBS/GNS[24]

Samples	T_m ($^{\circ}\text{C}$)	ΔH_m (J/g)	X_c (%)
PBS	108.1	92.7	46.4
PBS/GNS-0.5	108.3	91.5	45.8
PBS/GNS-1.0	108.3	87.5	43.8
PBS/GNS-2.0	109.2	85.8	42.9

จากการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุต่อความร้อนด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) พบว่า GNS มีเสถียรภาพทางความร้อนค่อนข้างสูง เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงร้อยละของมวลมีค่าลดลงอย่างช้า ๆ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น ทำให้เมื่อผสม GNS จะทำให้วัสดุผสม PBS/GNS มีเสถียรภาพทางความร้อนเพิ่มตามปริมาณของ GNS ดังรูปที่ 2.11(a) และรูปที่ 2.11(b) เป็นเทคนิค Derivative Thermogravimetry (DTG) คือ อนุพันธ์การเปลี่ยนแปลงของมวลเทียบกับอุณหภูมิ พบว่าปริมาณ GNS ที่เพิ่มขึ้นทำให้อัตราการสลายตัวด้วยความร้อนที่อุณหภูมิเดียวกันมีค่าสูงขึ้น



รูปที่ 2.11 (a) TGA (b) DTG thermograms ของ GO, GNS, PBS, PBS/GNS[24]

จากงานวิจัยของ Tang และคณะ[25] ได้ทำการศึกษาพฤติกรรมการเกิดผลึกของ PLA โดยมีการเติม ethylenebishydroxystearamide (EBH) เป็นสารก่อผลึก กำหนดอัตราส่วน PLA:EBH คือ 99:1 และนำชิ้นงานตัวอย่างไปอบที่ 105°C ซึ่งมีการนำไปอบที่เวลาต่างๆ แล้วนำชิ้นงานตัวอย่างไปทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่า เมื่อเพิ่มเวลาในการอบจะทำให้ชิ้นงานตัวอย่างมีค่ามอดูลัสยืดหยุ่นมีค่าสูงขึ้น จึงสรุปได้ว่าเมื่อมีการเติมสารก่อผลึกและเพิ่มเวลาในการอบจะมีผลทำให้สมบัติเชิงกลดีขึ้น

ตารางที่ 2.4 สมบัติทางกายภาพของ PLA และ PLA/EBH[25]

The Physical Properties of PLA and PLA/EBH

PLA/EBH (99 : 1)	Notched Izod Impact(KJ/m ²)	Young's Modulus (MPa)
Neat PLA (Annealed 600 s)	1.4 ± 0.38	3400 ± 72
PLA/EBH (Annealed 60 s)	2.5 ± 0.08	3500 ± 62
PLA/EBH (Annealed 120 s)	2.9 ± 0.07	3500 ± 94
PLA/EBH (Annealed 300 s)	2.9 ± 0.03	3500 ± 165
PLA/EBH (Annealed 600 s)	2.5 ± 0.25	3900 ± 62
PLA/EBH (Annealed 1200 s)	2.6 ± 0.16	3900 ± 171

จากงานวิจัยของ Jompang และคณะ[26] ได้ทำการทดลองโดยการนำ PLA และ PBS มาทำเป็นพอลิเมอร์ผสม แล้วนำมาทำการขึ้นรูปเป็นเส้นใย เพื่อศึกษาสมบัติทางความร้อน (thermal properties) สัณฐานวิทยา (morphology) และสมบัติการเชิงกล (tensile properties) โดยจากการทดสอบสมบัติทางความร้อนได้มีด้วยเทคนิค differential scanning calorimeter (DSC) เพื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิหลอมผลึก (melting point temperature, T_m) อุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) และปริมาณผลึก (crystallinity) ของ PLA, PBS และ PLA/PBS blends ได้ดังต่อไปนี้จากตารางที่ 2.5 และ 2.6 พบว่า PLA ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่มีความเป็นผลึกต่ำ เมื่อทำการผสมกับ PBS แล้ว จะมีผลทำให้เกิดผลึกภายในโครงสร้างได้มากยิ่งขึ้น ในทางกลับกัน PBS ที่ผสมกับ PLA จะมีการเกิดผลึกได้น้อยลง เนื่องจาก PLA จะเข้าไปยับยั้งการเกิดผลึกภายในโครงสร้าง

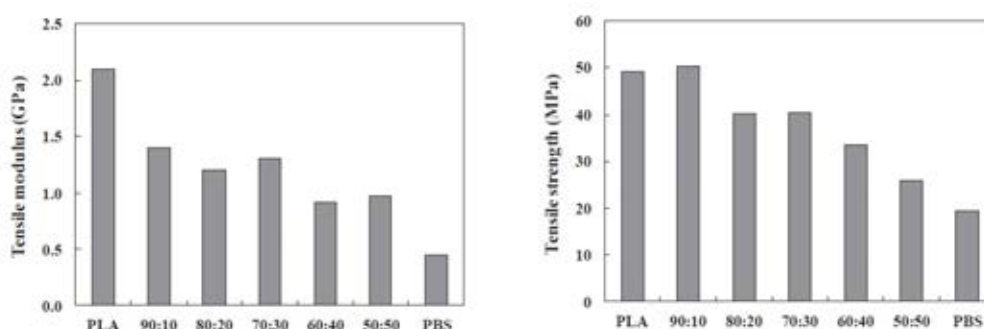
ตารางที่ 2.5 สมบัติทางความร้อนของ PLA เมื่อทำการผสม PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ[26]

PLA:PBS blend	PLA		
	T_m (°C)	T_c (°C)	Crystallinity (%)
Neat PLA	171.5	92.8	407
90:10	172.2	90.9	42.6
80:20	170.6	88.7	45.2
70:30	169.4	88.7	47.4
60:40	170.0	87	40.5
50:50	169.3, 173.3	89	50.8

ตารางที่ 2.6 สมบัติทางความร้อนของ PBS เมื่อทำการผสมกับ PLA ในอัตราส่วนต่าง ๆ [26]

PLA:PBS blend	PBS		
	T_m (°C)	T_c (°C)	Crystallinity (%)
100:0	-	-	-
90:10	111.1	-	49.3
80:20	111.8	-	
70:30	110.7	66.1	56.1
60:40	112.4	68.2	58.2
50:50	112.5	67.8	53.7
0:100	113.0	68.3	63.8

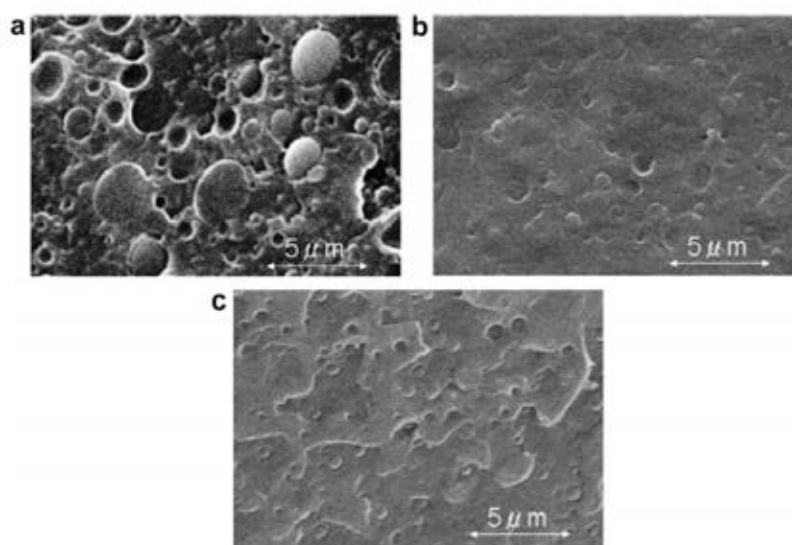
จากการศึกษาและทดสอบสมบัติเชิงกลของเส้นใยผสมระหว่าง PLA กับ PBS พบว่า เมื่อนำไปทดสอบด้านแรงดึง (tensile testing) โดย PLA มีสมบัติการทนแรงดึงที่ดีเนื่องจากไม่มีความยืดหยุ่นทำให้เมื่อคำนวณ ค่ามอดุลัสดึง และความทนแรงดึงจึงมีค่าค่อนข้างสูง แต่ PBS มีสมบัติทั่วไป คือ มีความเหนียวทำให้เกิดการยืดตัวเมื่อได้รับแรงดึงค่อนข้างมาก ทำให้มีค่ามอดุลัสดึง และความทนแรงดึงค่อนข้างต่ำ จากรูปที่ 2.12 พบว่า เมื่อนำพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดมาผสมกัน จะทำให้ค่ามอดุลัสลดลงจากเส้นใย PLA อย่างมาก เนื่องจาก PBS ทำให้เส้นใยมีความเปราะลดลงและมีความเหนียวมากขึ้น ทำให้ความสามารถในการคงรูปเมื่อได้รับแรงดึงลดลงเช่นกัน มีผลทำให้เกิดการเสียรูปได้ง่ายเมื่อได้รับแรงดึง และจากรูปที่ 2.12 พบว่าเมื่อนำพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดมาผสมกัน โดยที่มี PBS ไม่เกินร้อยละ 30 ของน้ำหนักโดยรวม จะทำให้เส้นใยที่ได้มีสมบัติเชิงกลที่ลดลงเพียงเล็กน้อย แต่จะเพิ่มสมบัติด้านความเหนียว และลดความเปราะแก่เส้นใยที่มีเพียง PLA ได้ค่อนข้างมาก จึงทำให้เส้นใยทนแรงดึงก่อนเกิดการฉีกขาดได้มากยิ่งขึ้น



รูปที่ 2.12 มอดุลัสดึงและความทนแรงดึงของเส้นใย PLA เส้นใย PBS และเส้นใยผสมระหว่าง PLA และ PBA [26]

จากงานวิจัยของ Yokohara และ Yamaguchi [27] ได้ทำการทดลองนำ PLA และ PBS มาทำเป็นพอลิเมอร์ผสม จากนั้นนำมาวิเคราะห์โครงสร้างทางสัณฐานวิทยา และความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์

ทั้งสองที่ทำเป็นพอลิเมอร์ผสมด้วยอัตราส่วนของ PLA และ PBS ที่ 80:20, 90:10 และ 95:5 ด้วยเทคนิค scanning electron microscope (SEM) พบว่า PBS มีการกระจายตัวในเมทริกซ์ของ PLA ได้ดีที่อัตราส่วน 95:5 และ 90:10 แต่เมื่อมีการเพิ่มอัตราส่วนของ PBS แล้วพบว่า จะมีการกระจายตัวใน PLA ได้ต่ำลง และมีการจับตัวกันเองสูงขึ้นดังแสดงในรูปที่ 2.13 สังเกตได้จากขนาดของอนุภาค PBS ที่อัตราส่วน 80:20, 90:10 และ 95:5 จะมีรัศมีของอนุภาคประมาณ 0.98, 0.52 และ 0.27 μm ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าพอลิเมอร์ทั้งสองมีความเข้ากันได้ต่ำลงเมื่อมีการเพิ่มอัตราส่วนของ PBS ในพอลิเมอร์ผสม



รูปที่ 2.13 ภาพจาก SEM (a) 80:20 blends (b) 90:10 blends and (c) 95:5 blends[27]

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

3.1 สารเคมี และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมี

1. ผงแกรไฟต์ (graphite) ขนาด <20 ไมครอน จากบริษัท Sigma-Aldrich
2. โซเดียมไนเตรต (NaNO_3)
3. สารละลายกรดกรดซัลฟิวริก (conc. H_2SO_4)
4. โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4)
5. ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เข้มข้น 30%
6. กรดแอสคอร์บิก (L-ascorbic acid)
7. อะซิโตน (CH_3COCH_3)
8. Deionized Water
9. พอลิแล็กติกแอซิด (PLA, $(\text{C}_3\text{H}_4\text{O}_2)_n$) เกรด 4043D จากบริษัท BC Polymers Marketing
10. พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต (PBS, $(\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_4)_n$) เกรด FZ91PD จากบริษัท PTTMCC Biochem
11. คลอโรฟอร์ม (CHCl_3)
12. เมทานอล (CH_3OH)

3.1.2 เครื่องมือ

1. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์
(Fourier transform infrared spectrometer, FT-TR)
2. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffractometer, XRD)
3. เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน
(Thermogravimetric analyzer, TGA)
4. เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimeter, DSC)
5. เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล (Universal testing machine)
6. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)
7. เครื่องพีโคแอมมิเตอร์ (Picoam meter)
8. เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin screw extruder)
9. เครื่องอัดรีดแบบสกรูเดี่ยว (single screw extruder)

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.2.1 การเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ (graphite oxide)

ผสมผงแกรไฟต์ 10 กรัม และโซเดียมไนเตรต (NaNO_3) 5 กรัม ในสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ($\text{conc. H}_2\text{SO}_4$) ปริมาตร 250 มิลลิลิตร โดยควบคุมอุณหภูมิของสารผสมไม่ให้เกิน 20 องศาเซลเซียส ด้วยอ่างน้ำแข็ง เติมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4) 30 กรัมลงในสารผสมอย่างช้าๆ กวนด้วยเครื่องกวนสารแบบใบกวน (Mechanical stirrer) อย่างต่อเนื่องเป็นระยะเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำน้ำแข็งหล่อเย็นออกแล้วเทสารผสมลงใน DI water ปริมาตร 400 มิลลิลิตรอย่างช้า ๆ และกวนอย่างต่อเนื่องจนสารผสมเย็นลงใกล้เคียงอุณหภูมิห้อง เติมสารละลายไฮโดรเปอร์ออกไซด์ ความเข้มข้นร้อยละ 30 จนกระทั่งไม่สังเกตเห็นฟอง จากนั้นนำไปปรับ pH ให้เป็นกลางด้วยน้ำกลั่น โดยใช้วิธีการปั่นเหวี่ยง นำตะกอนแกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง

3.2.2 การเตรียมแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide)

นำแกรไฟต์ออกไซด์ที่กระจายตัวใน DI water ในอัตราส่วน 1 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร แล้วไปเข้าเครื่องสั่นความถี่สูง (ultrasonic) เป็นเวลา 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จะได้เป็นแกรฟีนออกไซด์ที่กระจายตัวในน้ำ

3.2.3 การเตรียมแกรฟีน (graphene) จากแกรฟีนออกไซด์

เติมกรดแอสคอร์บิก 10 กรัมในสารละลายแกรฟีนออกไซด์ (อัตราส่วน 1 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร) ปริมาตร 1 ลิตร กวนอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะได้เป็นแกรฟีนกระจายอยู่ในน้ำ จากนั้นเปลี่ยนตัวทำละลายจาก DI water เป็นคลอโรฟอร์มด้วยวิธีการปั่นเหวี่ยง โดยแยกชั้นน้ำกับแกรฟีน แล้วกำจัดน้ำออก และปรับสภาพแกรฟีนด้วยอะซิโตน 2-3 ครั้ง ก่อนใส่คลอโรฟอร์ม

3.2.4 การเตรียมเส้นใยพลาสติกผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต

นำเม็ดพลาสติกพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต มาผสมกันด้วยเครื่องอัดรีดแบบกรวยคู่ (twin-screw extruder) แล้วตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก โดยกำหนดสัดส่วนระหว่างพอลิแล็กติกแอซิด และพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตเท่ากับ 100:0 ,95:5 ,90:10 ,80:20 และ 0:100

นำเม็ดพอลิเมอร์ผสมที่ได้ไปขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูเดี่ยว (single screw extruder) พบว่า เมื่อนำพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดมาผสมกัน จะทำให้ค่ามอดุลัสลดลงจากเส้นใย PLA อย่างมากเนื่องจาก PBS ทำให้เส้นใยมีความเปราะลดลงและมีความเหนียวมากขึ้นนำเส้นใยที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกลเพื่อหาสัดส่วนที่เหมาะสมที่สุด

3.2.5 การเตรียมมาตรฐานแบบของพลาสติกผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต-ซิแนตกับแกรฟีน

ละลายเม็ดพอลิเมอร์ผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตในอัตราส่วนที่มีสมบัติด้านทางกายภาพที่เหมาะสม ด้วยคลอโรฟอร์ม หลังจากนั้นเติมแกรฟีนในอัตราส่วนพอลิเมอร์ผสมต่อแกรฟีนเท่ากับ 90:10 กวนอย่างต่อเนื่องด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสั่นด้วยความถี่สูงที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง นำสารผสมมาตกตะกอนโดยการหยดลงในสารละลายเมทานอล จากนั้นนำมากรองด้วยเครื่องกรองดูด แล้วจึงนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.2.6 การเตรียมเส้นใยผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต/แกรฟีน

นำมาตรฐานแบบของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต/แกรฟีน มาผสมกับเม็ดพอลิเมอร์ผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ เพื่อให้ได้อัตราส่วนของแกรฟีนต่อพอลิเมอร์ผสมเท่ากับร้อยละ 0.5 ,1.0 ,1.5 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ด้วยเครื่องอัดรีดแบบเกียร์คู่ (twin-screw extruder) แล้วตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก แล้วนำไปขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยวิธีการปั่นแบบหลอมละลาย (melt spinning) และนำเส้นใยที่ได้ไปทดสอบสมบัติต่าง ๆ

3.3 การทดสอบและวิเคราะห์สมบัติ

3.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier-transform infrared spectrometer, FT-IR) เพื่อใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีน เป็นการเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันในช่วงเลขคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$

- 3.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction, XRD) วิเคราะห์แกรไฟต์และแกรไฟิน โดยสังเกตมุมหักเหของรังสีเอกซ์ที่เปลี่ยนแปลง และระยะห่างระหว่างระนาบ
- 3.3.3 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน โดยเทคนิคสังเกตการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร โดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric analyzer, TGA) วิเคราะห์เส้นใยผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ก่อนและหลังเติมแกรไฟินในอัตราส่วนต่างๆ
- 3.3.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential scanning calorimetry, DSC) วิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนและปริมาณผลึกของเส้นใยผสม PLA/PBS ก่อนและหลังเติมแกรไฟินในอัตราส่วนต่างๆ
- 3.3.5 การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของวัสดุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) วิเคราะห์ความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต และเส้นใยคอมโพสิตแกรไฟินในอัตราส่วนต่างๆ
- 3.3.6 การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง (tensile strength) ของเส้นใยคอมโพสิตตามมาตรฐาน ASTM D3822
- 3.3.7 วัดค่าการนำไฟฟ้าของเส้นใยคอมโพสิตที่มีการเติมแกรไฟิน โดยใช้เครื่องพีโคแอมมิเตอร์

3.4 ตารางดำเนินงาน

การดำเนินงานวิจัยจะดำเนินงานในช่วงปี 2561 ถึง 2562 โดยจะดำเนินงานวิจัยดังในตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินงานวิจัยในช่วงเวลาปี 2561 ถึง 2562

	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.
1. สืบค้นข้อมูล และเตรียมสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง									
2. เตรียมและทดสอบสมบัติของแกรฟีน									
3. เตรียมและทดสอบสมบัติของเส้นใยพอลิเมอร์ผสม PLA/PBS									
4. เตรียมแม่พิมพ์แบบชของ PLA/PBS/แกรฟีน									
5. ขึ้นรูปและทดสอบสมบัติของเส้นใยผสม PLA/PBS/แกรฟีน									
6. วิเคราะห์ผลการทดลอง									
7. ตรวจสอบความเรียบร้อยของงานวิจัย									

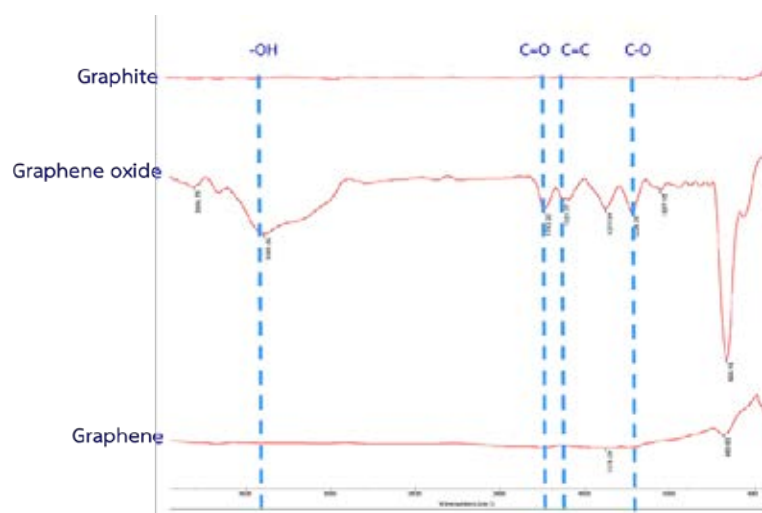
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 สมบัติแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีน

4.1.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier-transform infrared spectrometer, FT-IR)

หมู่ฟังก์ชันของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีน ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์-ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปีดังแสดงในรูป 4.1 สเปกตรัมของแกรไฟต์มีลักษณะแบนราบและไม่ปรากฏการสั่นของหมู่ฟังก์ชันเคมี เนื่องจากโครงสร้างของแกรไฟต์ประกอบด้วยอะตอมของคาร์บอนที่เชื่อมกันด้วยพันธะโคเวเลนต์เพียงอย่างเดียว จึงไม่ปรากฏการสั่นของหมู่ฟังก์ชันใด ๆ



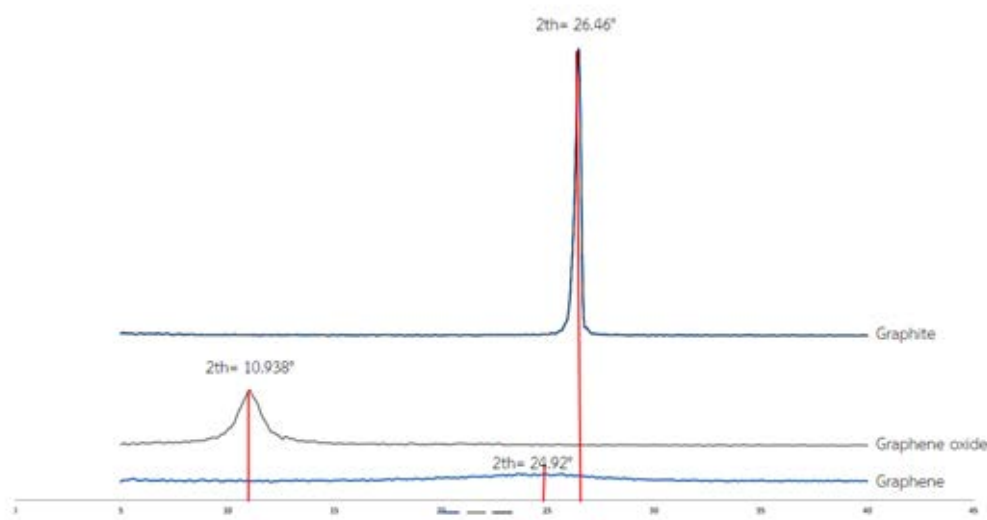
รูปที่ 4.1 อินฟราเรดสเปกตรัมของอนุภาคแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีน

หลังจากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันแกรไฟต์ด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต ในอัตราส่วนแกรไฟต์ต่อโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตคือ 1:3 ในสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 20 องศาเซลเซียส จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีบริเวณพื้นผิวของอนุภาคแกรไฟต์จากพันธะคู่ของอะตอมคาร์บอนให้กลายเป็นคาร์บอนที่มีหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ โดยสเปกตรัมของแกรฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ปรากฏการสั่นที่ตำแหน่ง 3389 cm^{-1} , 1742 cm^{-1} , 1631 cm^{-1} , 1224 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งเทียบเคียงกับความถี่การสั่นของหมู่ไฮดรอกซิล (C-OH) หมู่คาร์บอนิล (C=O) หมู่คาร์บอกซิลิก (-(C=O)-OH) และหมู่อีพอกไซด์ (C-O-C) ตามลำดับ นอกจากนี้ยังปรากฏพีกกว้างที่ตำแหน่ง 1631 cm^{-1} ซึ่งตรงกับลักษณะการสั่นของ sp^2 ของอะตอมคาร์บอนหรืออะตอมคาร์บอนที่เกิดพันธะคู่กับอะตอมคาร์บอนใกล้เคียง (C=C-) ซึ่งจากผลของสเปกตรัมที่ได้ ยืนยันการมีอยู่ของหมู่ฟังก์ชันออกซิเจนบนคาร์บอนอะตอมของแกรฟีนออกไซด์สเปกตรัมของแกรฟีน

หลังจากการทำปฏิกิริยารีดักชันของแกรไฟีนออกไซด์ โดยกรดแอสคอร์บิก พบว่าไม่ปรากฏพีกที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ พบว่าไม่ปรากฏพีกที่แสดงถึงหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ แสดงให้เห็นได้อย่างชัดเจนถึงการเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่สามารถกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบจากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันออกไปได้ และสามารถคืนโครงสร้างทางเคมีก่อนการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันได้

4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction, XRD)

จากรูปที่ 4.2 อนุภาคแกรไฟต์ปรากฏพีกการหักเหของรังสีเอ็กซ์ที่มุมของการเลี้ยวเบน (2θ) ที่ตำแหน่ง 26.46° เมื่อนำมาเข้าสมการของแบรกก์ (Bragg's equation; $n\lambda = 2d\sin\theta$) ที่แสดงให้เห็นค่าระยะห่างระหว่างชั้นอนุภาค (D-spacing) จะแปรผกผันกับค่า θ จะมีระยะห่างระหว่างชั้นอนุภาค 0.34 นาโนเมตร หลังจากผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันและทำการสั่นด้วยคลื่นความถี่สูงจนได้เป็นแกรไฟีนออกไซด์ พบว่าพีกมีการเลื่อนตำแหน่งของการเลี้ยวเบน (2θ) ที่ตำแหน่ง 10.938° และมีระยะห่างระหว่างชั้นประมาณ 0.81 นาโนเมตร ซึ่งระยะห่างระหว่างชั้นที่มากขึ้นเกิดจากการที่มีหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ เข้าไปแทรกระหว่างชั้นระนาบของคาร์บอน ทำให้ระยะห่างระหว่างระนาบของแกรไฟต์เพิ่มมากขึ้น ช่วยลดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างระนาบของคาร์บอน ทำให้แกรไฟต์สามารถแยกออกจากกันได้อย่างอิสระเมื่อให้ความถี่สูงโดยมีน้ำเป็นตัวกลาง



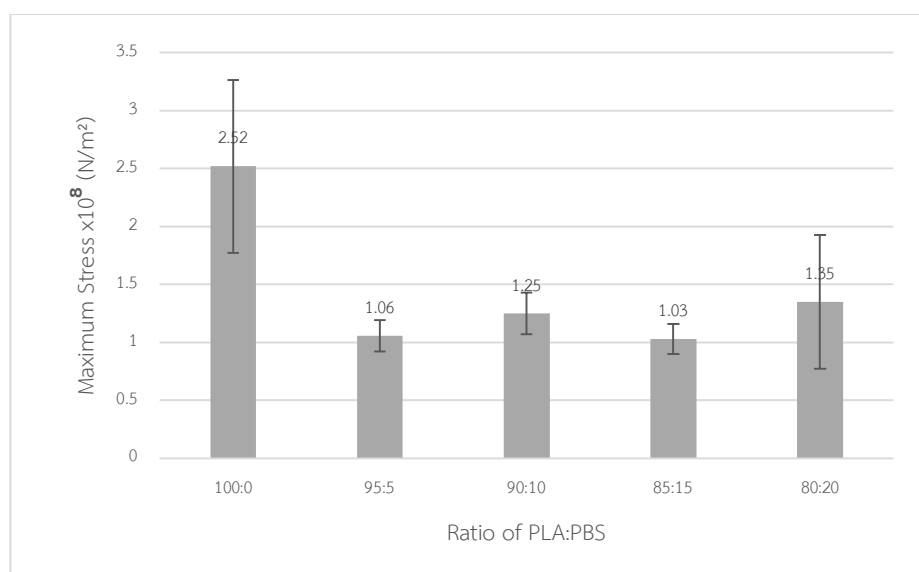
รูปที่ 4.2 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรไฟีน

เมื่อทำปฏิกิริยารีดักชันของแกรไฟีนออกไซด์ด้วยกรดแอสคอร์บิก พบว่ามุมของการเลี้ยวเบนของแกรไฟีนเลื่อนตำแหน่งมาที่มุม 24.92° คำนวณระยะห่างระหว่างระนาบชั้นได้ 0.36

นาโนเมตร โดยระยะห่างระหว่างชั้นที่มีค่าลดลงเป็นผลมาจากการกำจัดของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจน เป็นองค์ประกอบด้วยกรดแอล-แอสคอร์บิก ทำให้ชั้นของอะตอมคาร์บอนมีระยะห่างระหว่างอะตอมลดลง แต่จะเห็นได้ว่าความเข้มข้นพิกมีความเข้มข้นต่ำและมีความกว้าง แสดงให้เห็นถึงความไม่เป็นระเบียบของโครงสร้างสร้างแกรฟีนเป็นผลมาจากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน การสั่นด้วยความถี่และปฏิกิริยารีดักชันสามารถทำลายโครงสร้างความเป็นระเบียบของแกรไฟต์ และเกิดการกลับมาซ้อนทับกัน (restacking) เพียงเล็กน้อยเท่านั้น

4.2 สมบัติของเส้นใยพลาสติกผสมของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต

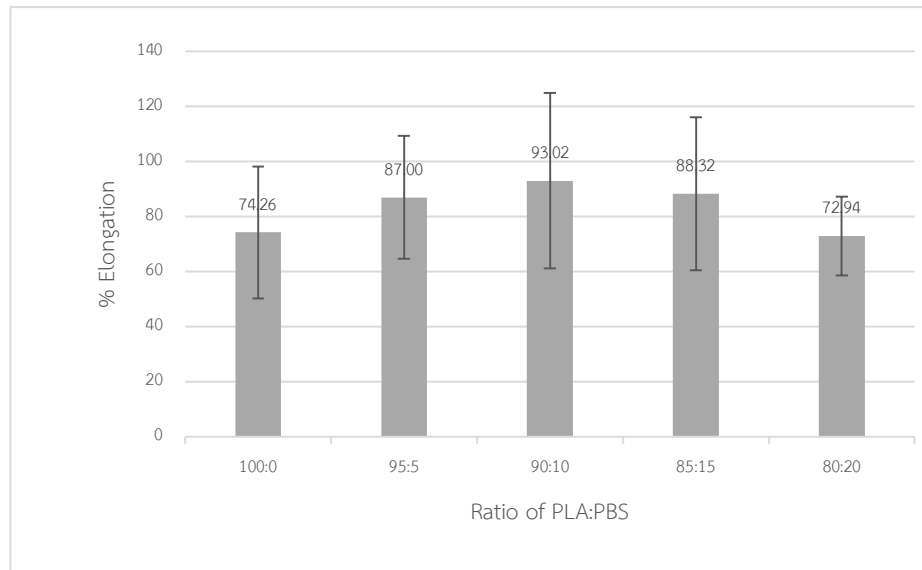
4.2.1 การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง (tensile strength)



รูปที่ 4.3 แรงดึงสูงสุดของเส้นใยพอลิเมอร์ผสม PLA/PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ

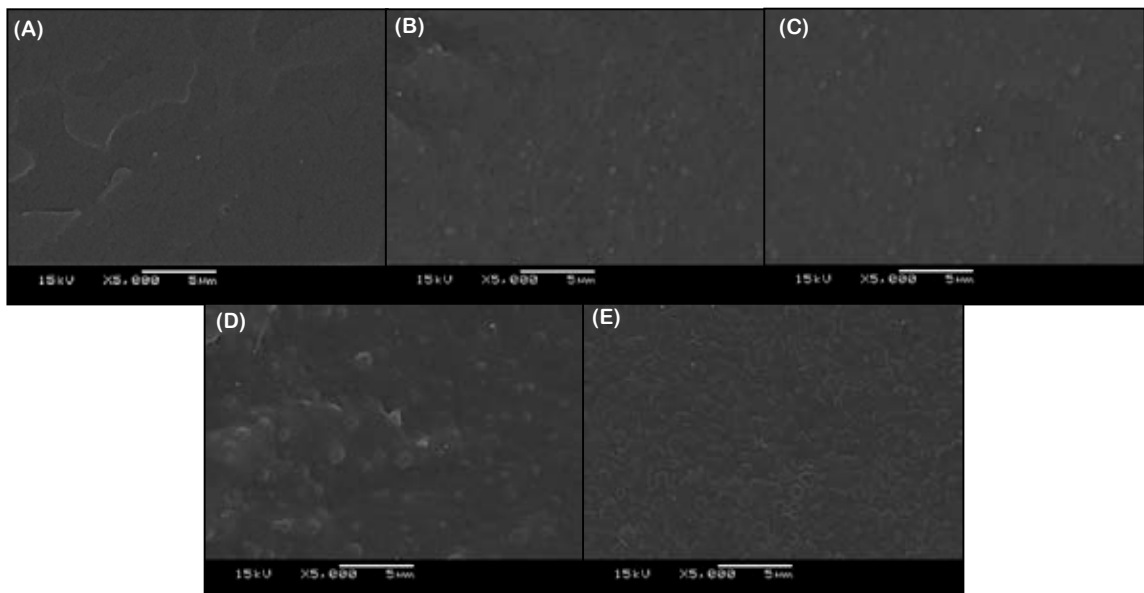
จากการทดสอบสมบัติการทนแรงดึงของเส้นใย PLA ผสม PBS เมื่อเปรียบค่าความทนแรงดึงของเส้นใยแต่ละอัตราส่วน (รูปที่ 4.3) พบว่าเมื่อผสม PBS ลงใน PLA จะทำให้เส้นใยมีความทนแรงดึงลดลงอย่างเห็นได้ชัดเจน เนื่องจากความไม่เข้ากันของ PLA และ PBS โดยแต่ละอัตราส่วนมีค่าการทนแรงดึงที่ค่อนข้างใกล้เคียงกัน แต่จะมีความแตกต่างเล็กน้อย ซึ่งมีสาเหตุมาจากขนาดของ PBS ที่เกิดการรวมกลุ่มกัน โดยปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนักมีความทนแรงดึงลดลง เนื่องจากปริมาณของ PBS ที่น้อยเกินไป แต่เพิ่มสัดส่วนของ PBS เป็นร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ความทนแรงดึงมีค่าเพิ่มขึ้น ด้วยการที่ PBS มีปริมาณมากขึ้น จึงช่วยเสริมให้ค่าความทนแรงดึงสูงขึ้น แต่เมื่อสัดส่วนของ PBS สูงกว่าร้อยละ 10 โดยน้ำหนักสมบัติการทนแรงดึงมีแนวโน้มที่ต่ำลงเนื่องจากเกิดการจับกลุ่มรวมกันของ PBS เมื่อปริมาณเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดการแยกเฟสกันของ PLA และ PBS สอดคล้องกับค่าร้อยละการยืดตัวของเส้นใยแต่ละอัตราส่วน (รูปที่ 4.4) โดยอัตราส่วนที่มีการเติม PBS จะทำให้มี

ค่าร้อยละการยืดตัวที่เพิ่มขึ้น แต่ที่อัตราส่วนมากกว่าร้อยละ 10 โดยน้ำหนักจะทำให้ค่าร้อยละการยืดตัวของเส้นใยลดลง ส่งผลให้มีความยืดหยุ่นที่ต่ำลง



รูปที่ 4.4 ความยืดสูงสุดของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมPLA/PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ

4.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

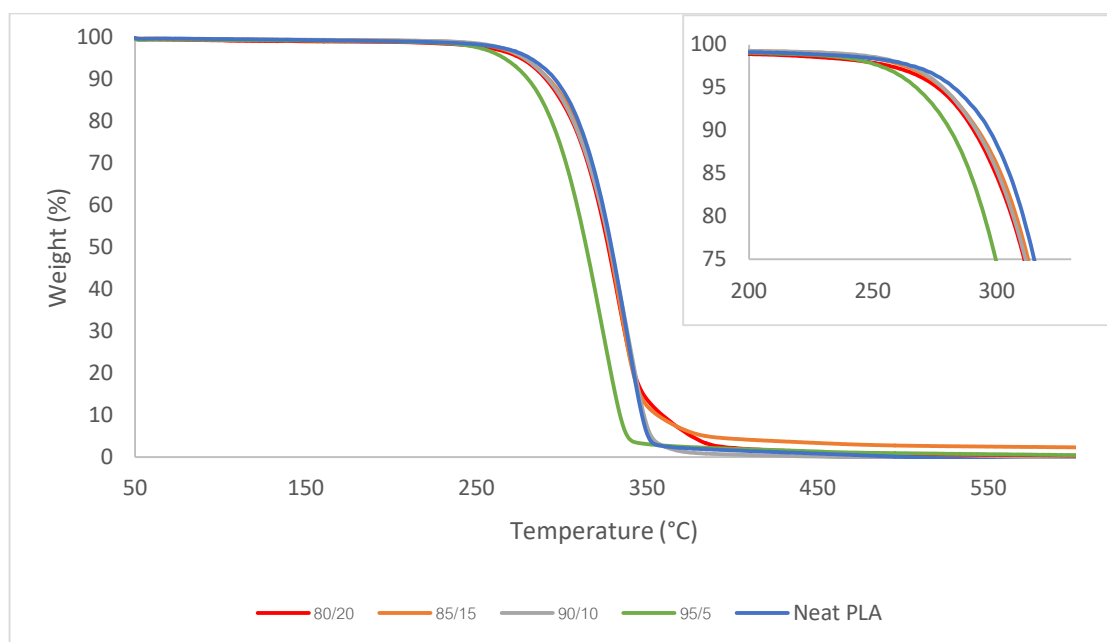


รูปที่ 4.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบริเวณพื้นที่หน้าตัดของพอลิเมอร์ผสมPLA:PBS ในอัตราส่วน (A)100:0 (B)95:5 (C)90:10 (D)85:15 (E)80:20 ที่กำลังขยาย5000เท่า จากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบริเวณพื้นที่หน้าตัดของพอลิเมอร์ผสม PLA:PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ ที่กำลังขยาย 5000 เท่า พบว่าเมื่อผสม PBS ลงใน PLA

ปรากฏเฟสที่แยกกันอย่างชัดเจนอันเนื่องมาจากความไม่เข้ากันของ PLA และ PBS เนื่องด้วยความแตกต่างของสมบัติทางความร้อนของพอลิเมอร์ทั้งสอง นอกจากนี้อัตราส่วน 95:5 มีปริมาณ PBS น้อย ส่งผลให้ขนาดของอนุภาค PBS เล็ก จึงทำให้ให้เกิดการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอ จึงลดค่าการทนแรงดึงของเส้นใย และมีค่าร้อยละการยืดตัวเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย ในขณะที่อัตราส่วน 90:10 ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี เนื่องจากอนุภาคของ PBS ที่กระจายตัวใน PLA มีขนาดที่ใกล้เคียงกันและกระจายตัวกันอย่างสม่ำเสมอ และเมื่อที่อัตราส่วนของ PBS เพิ่มขึ้น จะเห็นได้ว่าเฟสของ PBS มีขนาดใหญ่ขึ้น และจับกลุ่มรวมกันมากขึ้น เกิดการแบ่งเฟสระหว่าง PLA กับ PBS อย่างเห็นได้ชัดเจน ส่งผลให้ค่าร้อยละการยืดตัวมีแนวโน้มต่ำลง

4.2.3 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน โดยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนจากมวลที่เปลี่ยนแปลง (Thermogravimetric analyzer, TGA)

รูปที่ 4.6 แสดงการสลายตัวของของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซึกซิเนต ในอัตราส่วน 100:0, 95:5, 90:10, 85:15 และ 80:20 โดยนำเส้นใยมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน ในช่วงอุณหภูมิ 50 ถึง 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน และผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยตัวอย่าง อุณหภูมิเริ่มสลายตัว (T_{onset}) และอุณหภูมิการสลายตัวสูงสุด (T_{endset}) ดังแสดงในตารางที่ 4.1



รูปที่ 4.6 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซึกซิเนต
จากรูปที่ 4.6 พบว่าอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซึกซิเนตในอัตราส่วนต่างๆ มีค่าประมาณ 300 องศาเซลเซียส โดยไม่มีความแตกต่างจากพอลิแล็กติก-

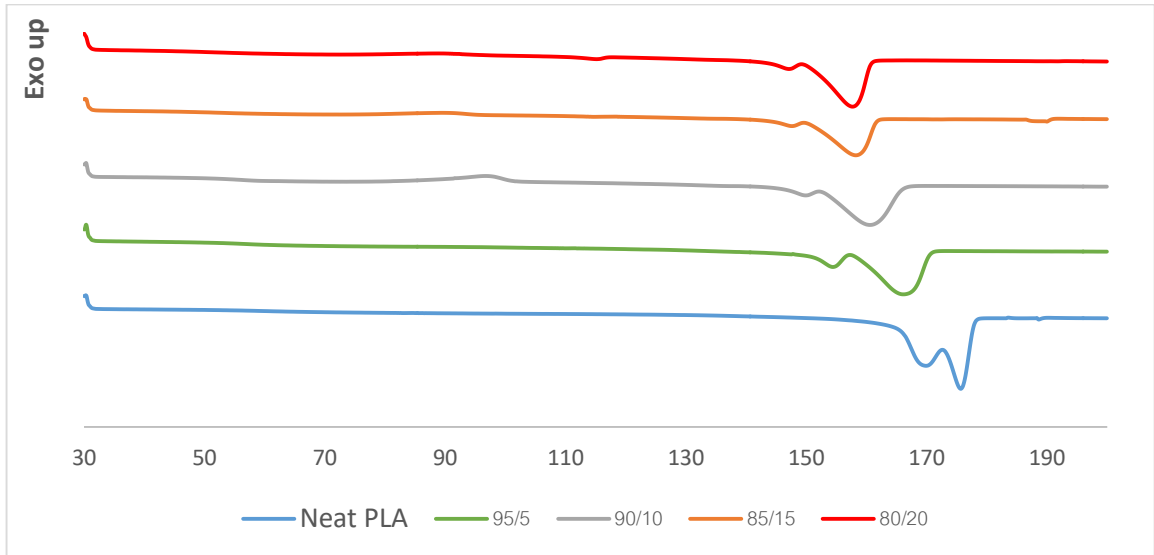
แอซิดบริสุทธ์ อย่างมีนัยสำคัญ แต่การเติมพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก พบว่ามีอุณหภูมิเริ่มต้นในการสลายตัวมีค่าต่ำกว่าอัตราส่วนอื่นๆ เนื่องจากปริมาณของพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตมีน้อยมากจึงส่งผลให้พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตเกิดการจับกลุ่มกันและไม่กระจายตัวในพอลิแล็กติกแอซิด แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มขึ้นของปริมาณพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวของเส้นใย เนื่องจากมีปริมาณของพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่น้อยมากเมื่อเทียบกับพอลิแล็กติกแอซิด

ตารางที่ 4.1 อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต

PLA/PBS	Tonset (°C)	Tendset (°C)
Neat PLA	309.6	351.3
95:5	290.9	338.6
90:10	303.6	353.4
85:15	306.1	348.7
80:20	305.6	350.5

4.2.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential-scanning calorimetry, DSC)

รูปที่ 4.7 แสดงพฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ในอัตราส่วน 100:0, 95:5, 90:10, 85:15 และ 80:20 พบว่าเมื่อทำการเติมพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต จะส่งผลให้อุณหภูมิการหลอมผลึกและอุณหภูมิกลาสทรานซิชันมีค่าลดลงเมื่อเทียบกับพอลิแล็กติกแอซิดบริสุทธิ์ เนื่องจากพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตมีอุณหภูมิการหลอมผลึกและอุณหภูมิกลาสทรานซิชันน้อยกว่าพอลิแล็กติกแอซิดมาก จากผลการทดลองจึงสรุปว่าเมื่อปริมาณของพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตมีปริมาณเพิ่มขึ้น จะส่งผลให้อุณหภูมิการหลอมผลึกและอุณหภูมิกลาสทรานซิชันมีค่าลดลง ซึ่งหมายถึงพอลิเมอร์ผสมจะมีความยืดหยุ่นเพิ่มมากขึ้นและพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตจะไปขัดขวางการเกิดผลึกของพอลิแล็กติกแอซิด



รูปที่ 4.7 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ในอัตราส่วนต่างๆ ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2

จากตารางที่ 4.2 แสดงระดับความเป็นผลึก (degree of crystallinity, X_c) ของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ในอัตราส่วนต่างๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC โดยนำผลที่ได้จากการให้ความร้อนครั้งที่ 1 ไปคำนวณหาระดับความเป็นผลึกของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต โดยสามารถคำนวณได้จากสมการดังนี้

$$X_c(\%) = [(\Delta H_m(\text{PLA}) \times W_{\text{PLA}}) + (\Delta H_m(\text{PBS}) \times W_{\text{PBS}})] - \Delta H_{cc} / [(\Delta H_0(\text{PLA}) \times W_{\text{PLA}}) + (\Delta H_0(\text{PBS}) \times W_{\text{PBS}})]$$

โดย ΔH_m คือ เอนทาลปีของการหลอมเหลว

ΔH_0 คือ เอนทาลปีของ PBS บริสุทธิ์ (200 J/g) และ เอนทาลปีของ PLA บริสุทธิ์ (93 J/g)

W คือ อัตราส่วนของพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตในวัสดุเชิงประกอบ

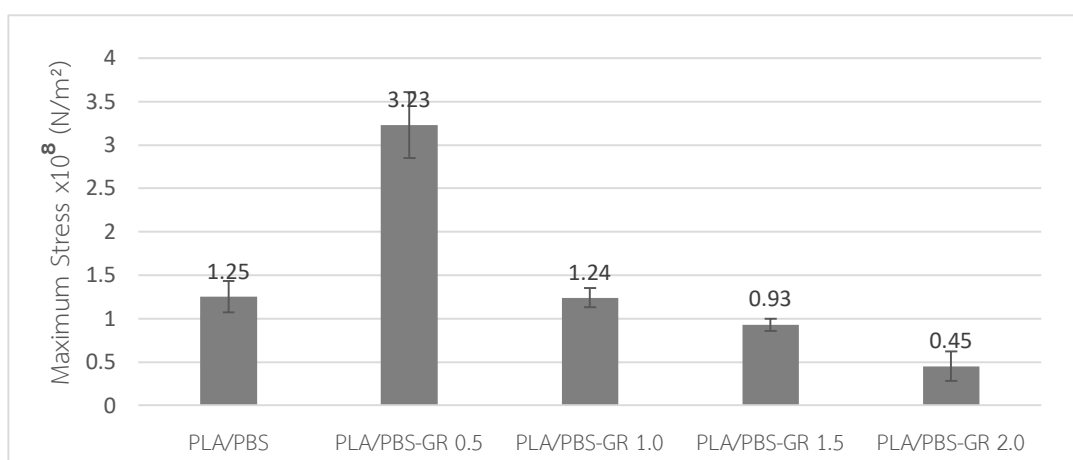
ตารางที่ 4.2 อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก และปริมาณผลึกของเส้นใยพอลิเมอร์ผสม PLA:PBS

PLA/PBS	T_m (°C)	T_g (°C)	T_{cc} (°C)	% X_c
Neat PLA	175.7	63.5	85.6	33.26
95:5	166.1	62.3	99.7	12.42
90:10	160.4	58.9	90.8	18.19
85:15	158.2	60.5	90.5	10.19
80:20	157.7	58.2	89.9	10.24

จากตารางแสดงความเป็นผลึก พบว่าการเติมพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตร้อยละ 10 จะช่วยเหนี่ยวนำให้พอลิแล็กติกแอซิด เกิดผลึกได้มากกว่าในอัตราส่วนอื่น ๆ และสอดคล้องกับสมบัติเชิงกลที่มีสมบัติความทนแรงดึงและการยืดตัวที่สูงขึ้น นอกจากนี้ลักษณะทางสัณฐานวิทยายังพบว่าพอลิบิวทีลีนซัคซิเนตมีการกระจายตัวที่ดีในเฟสของพอลิแล็กติกแอซิด จึงได้ว่าเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ในอัตราส่วน 90:10 มีความเหมาะสมที่จะนำพัฒนาต่อโดยการเติมแกรฟีนต่อไป

4.3 สมบัติของเส้นใยผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต/แกรฟีน

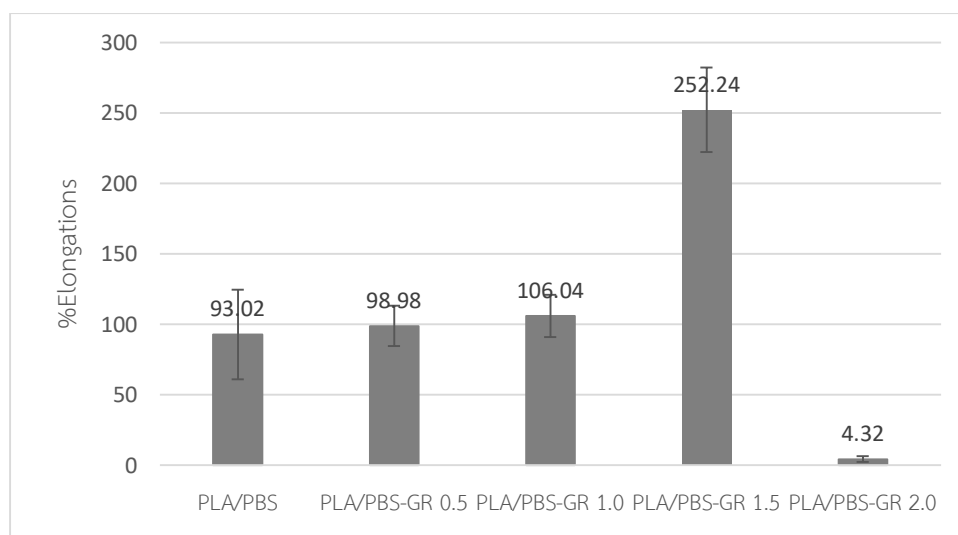
4.3.1 การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง (tensile strength)



รูปที่ 4.8 แรงดึงสูงสุดของเส้นใยพอลิเมอร์ผสม PLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนในอัตราส่วนต่าง ๆ

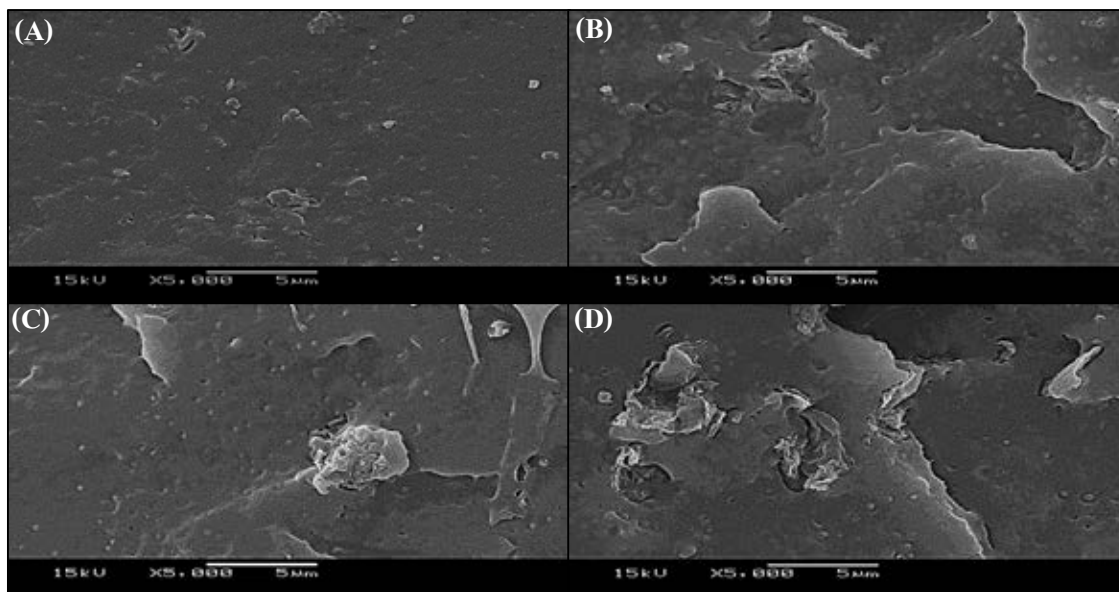
จากการทดสอบการทนแรงดึงของเส้นใยพอลิเมอร์ PLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนในอัตราส่วนต่าง ๆ (รูปที่ 4.8) พบว่า การเติมแกรฟีนในปริมาณร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนักมีค่าการทนแรงดึงสูงกว่าเส้นใยคอมพอสิตที่ไม่มีแกรฟีน แสดงให้เห็นว่าอนุภาคแกรฟีนที่สังเคราะห์ได้สามารถเสริมแรงให้กับเส้นใยคอมพอสิตได้โดยมีค่าความทนแรงดึงเพิ่มขึ้นมากกว่าสองเท่า อย่างไรก็ตามเมื่อเพิ่มปริมาณแกรฟีนเป็นร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก พบว่าค่าการทนแรงดึงมีแนวโน้มที่จะลดต่ำลง เนื่องจากอนุภาคของแกรฟีนเกิดการจับกลุ่มกันจนมีขนาดใหญ่ ทำให้ไปขัดขวางการจัดเรียงตัวของ PLA และ PBS ขณะได้แรงดึง ส่งผลให้ค่าการทนแรงดึงลดลง นอกจากนี้เมื่อเติมแกรฟีนในปริมาณมากกว่าร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก พบว่า เส้นใยที่ถูกฉีดผ่านหัวฉีดจะไม่สามารถดึงเพื่อม้วนเก็บได้อย่างต่อเนื่อง ทั้งนี้เนื่องจากการจับกลุ่มของอนุภาคแกรฟีนมีขนาดใหญ่จนขัดขวางการไหลของพอลิเมอร์หลอมเหลวขณะอัดผ่านหัวฉีดเส้นใย (spinneret die) ทำให้พอลิเมอร์ไหลได้ไม่ต่อเนื่อง ทำให้เส้นใยขาดออกขณะขึ้นรูปไม่สามารถขึ้นรูปเป็นเส้นใยยาวต่อเนื่องได้ และยังทำให้เกิดการกระจายตัวของแกรฟีนได้ไม่สม่ำเสมอในอีกทางหนึ่ง โดยจากกราฟแสดงความยืดสูงสุดของเส้นใย

พอลิเมอร์ผสมPLA/PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ (รูปที่ 4.9) การเติมแกรฟีนในอัตราส่วนร้อยละ 0.5 และ 1.0 โดยน้ำหนักมีผลช่วยเพิ่มค่าร้อยละการยืดตัวของเส้นใยได้เล็กน้อย แต่ในอัตราส่วนร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก พบว่ามีค่าร้อยละการยืดตัวสูงขึ้นเป็นอย่างมาก เนื่องจากแกรฟีนที่จับกลุ่มกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ ทำให้เกิดการแบ่งเฟสของ PLA และ PBS เมื่อถูกดึงในขั้นตอนม้วนเก็บจะมีส่วนที่ยืดตัวได้ดีของ PBS ถูกดึงยึด และส่วนที่มีสมบัติแข็งแรงของ PLA เกิดการขาด เส้นใยจึงม้วนเก็บได้ไม่ต่อเนื่อง เมื่อนำเส้นใยที่สมบูรณ์บางส่วนมาทดสอบสมบัติการทนแรงดึง ส่วนของ PBS จึงทำให้เส้นใยมีการยืดตัวสูง แต่ด้วยความสามารถรับแรงในการดึงได้ต่ำของ PBS ทำให้ค่าการทนแรงดึงลดลง และในอัตราส่วนร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก เกิดการรวมกลุ่มของอนุภาค แกรฟีนมากจนทำให้ เส้นใยที่ได้มีสมบัติแข็งแรง จึงเกิดการขาดทันทีเมื่อได้รับแรงดึงเพียงเล็กน้อย



รูปที่ 4.9 ความยืดสูงสุดของเส้นใยพอลิเมอร์ผสมPLA/PBS ในอัตราส่วนต่าง ๆ

4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

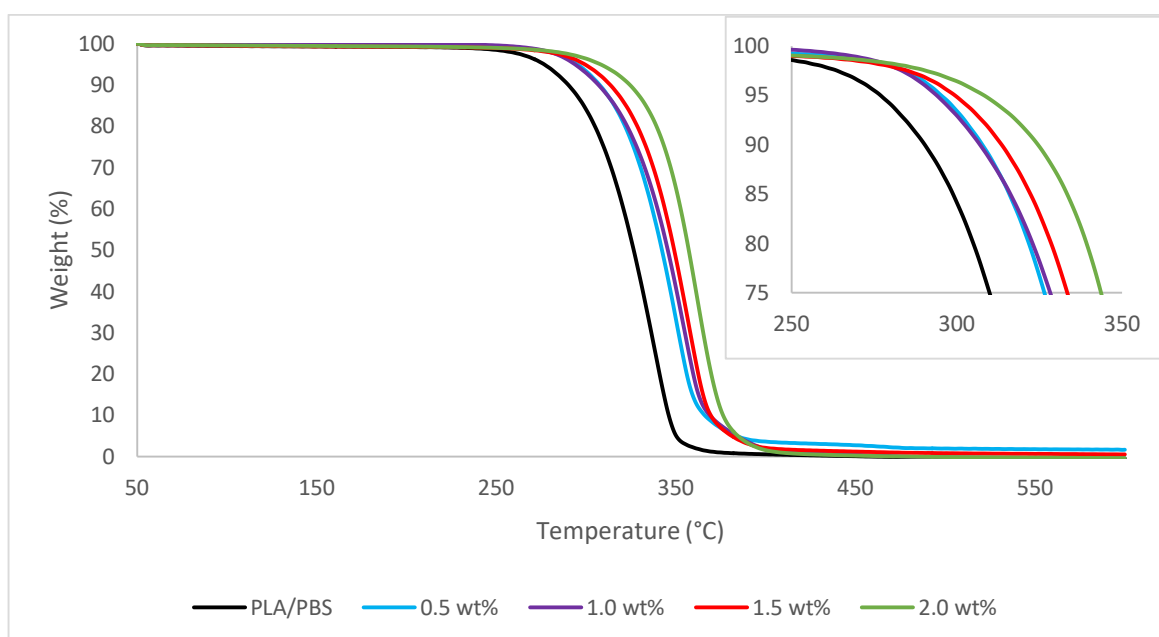


รูปที่ 4.10 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบริเวณพื้นที่หน้าตัดของพอลิเมอร์ผสม PLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนในอัตราส่วน (A) 0.5wt.% (B) 1.0wt.% (C) 1.5wt.% (D) 2.0wt.% ที่กำลังขยาย 5000 เท่า

จากภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดบริเวณพื้นที่หน้าตัดของพอลิเมอร์ผสม PLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนที่กำลังขยาย 5000 เท่า พบว่าที่อัตราส่วนแกรฟีนร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนักอนุภาคแกรฟีนจะมีขนาดเล็กและสามารถกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์ผสม ทำให้สามารถแสดงสมบัติการเสริมแรงให้กับเส้นใยได้ แต่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเป็นร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก อนุภาคแกรฟีนมีการจับตัวรวมกันในขนาดที่ใหญ่ขึ้น และยังส่งผลให้เฟสของ PLA และ PBS เริ่มมีการเกิดการแบ่งเฟสกันมากขึ้น และเมื่อเพิ่มแกรฟีนเป็นร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก พบว่ามีการรวมกลุ่มกันมากขึ้น เกิดการแบ่งเฟสของพอลิเมอร์ด้วยอนุภาคแกรฟีน โดย PBS ที่มีความเข้ากันได้ที่ค่อนข้างดีกว่าเกิดการรวมกับแกรฟีน จึงทำให้เส้นใยในอัตราส่วนนี้เกิดการยึดตัวได้มาก และเมื่อเติมแกรฟีนในอัตราส่วนร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก จะเห็นได้ว่า อนุภาคของแกรฟีนที่เกิดการรวมกลุ่มซ้อนทับกันจนเกิดโพรงขนาดเล็กที่พอลิเมอร์ไม่สามารถเข้าไปแทนที่ได้ เมื่อให้แรงในการดึงยึดจะเกิดการแตกหักที่บริเวณดังกล่าว เนื่องจากพื้นที่ในการรับแรงของเส้นใยน้อยลงและพอลิเมอร์ไม่สามารถส่งถ่ายแรงไปยังอนุภาคแกรฟีนที่แข็งแรงกว่าได้ ทำให้เส้นใยเกิดการขาดได้ง่ายเมื่อได้รับแรงดึงเพียงเล็กน้อย

4.3.3 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนโดยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนจากมวลที่เปลี่ยนแปลง (Thermogravimetric analyzer, TGA)

รูปที่ 4.11 แสดงการสลายตัวของของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีน ในปริมาณร้อยละ 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 โดยน้ำหนัก มาวิเคราะห์ด้วยเทคนิควิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน ในช่วงอุณหภูมิ 50-600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน และผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยตัวอย่าง อุณหภูมิเริ่มสลายตัว (T_{onset}) และอุณหภูมิที่ จุดยอด (T_p) ดังแสดงในตารางที่ 4.



รูปที่ 4.11 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีนที่ปริมาณต่างๆ

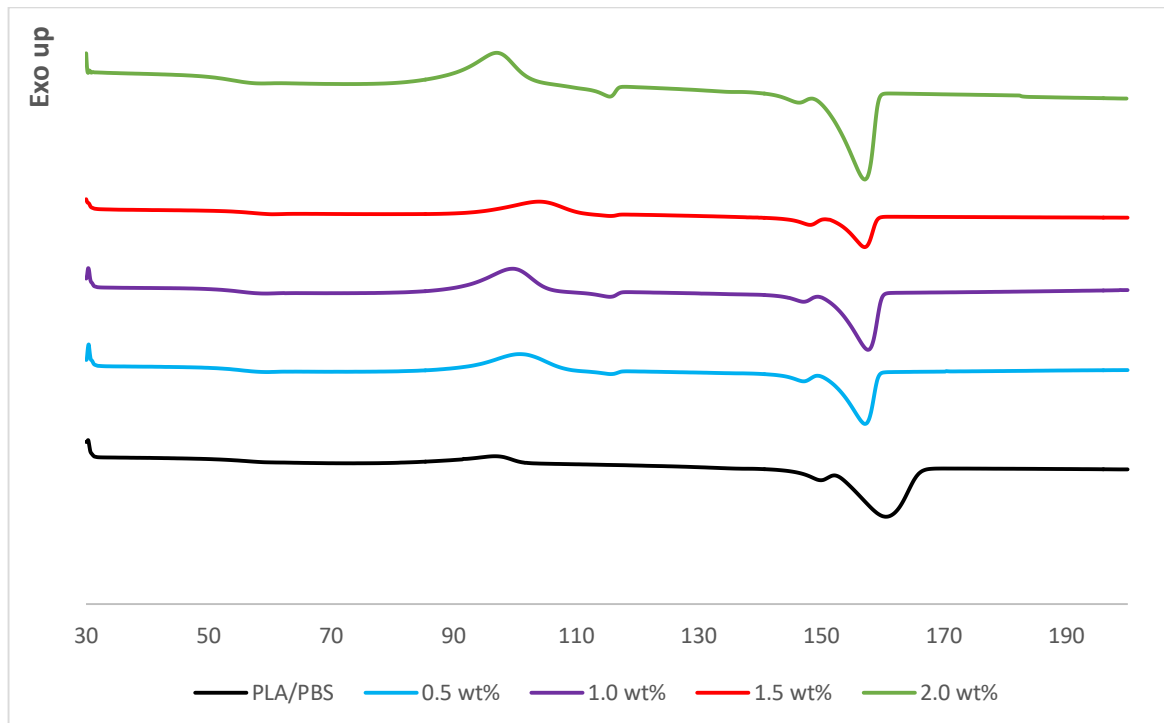
จากรูปที่ 4.11 พบว่าอุณหภูมิในการเริ่มสลายตัวของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีนจะมีอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวที่สูงขึ้น เนื่องจากอนุภาคแกรฟีนประกอบด้วยระนาบวงคาร์บอนที่มีเสถียรภาพทางความร้อนที่สูง ทำหน้าที่เป็นขอบเขตป้องกันความร้อนและก๊าซออกซิเจนเข้าทำปฏิกิริยาการสลายตัวกับพอลิเมอร์ได้ ส่งผลให้ซึ่งเห็นได้ชัดว่าเมื่อปริมาณของแกรฟีนเพิ่มขึ้น จะทำให้เส้นใยมีแนวโน้มของเสถียรภาพทางความร้อนที่สูงขึ้น

ตารางที่ 4.3 อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีน

Sample name	T _{onset} (°C)	T ₅₀ (°C)
PLA/PBS-GR 0.5	322.9	350.3
PLA/PBS-GR 1.0	324.7	355.0
PLA/PBS-GR 1.5	328.9	357.3
PLA/PBS-GR 2.0	339.4	362.0

4.3.4 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential-scanning calorimetry, DSC)

รูปที่ 4.12 แสดงพฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีนในปริมาณร้อยละ 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 โดยน้ำหนัก จากผลการทดลองพบว่าปริมาณการเติมแกรฟีนไม่ส่งผลให้อุณหภูมิการหลอมผลึกและอุณหภูมิกลาสรานซึ้นของพอลิเมอร์ผสมอย่างมีนัยสำคัญและยังพบว่าปริมาณของแกรฟีนที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลทำให้ช่วงการเกิดผลึกในเส้นใย สังเกตได้จากความเข้มของพีกของการเกิดผลึกที่ไม่สมบูรณ์มีค่าสูงขึ้น



รูปที่ 4.12 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีนที่ปริมาณต่างๆ ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2

จากตารางที่ 4.4 แสดงระดับความเป็นผลึก (degree of crystallinity, X_c) ของเส้นใยพอลิแล็กติก-แอซิด/พอลิบิวทีลีนซึกซิเนตที่มีการเติมแกรฟีนในปริมาณร้อยละ 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC แล้วนำผลที่ได้จากการให้ความร้อนครั้งที่ 1 ไปคำนวณหา ระดับความเป็นผลึกของเส้นใยพอลิแล็กติก-แอซิด/พอลิบิวทีลีนซึกซิเนต

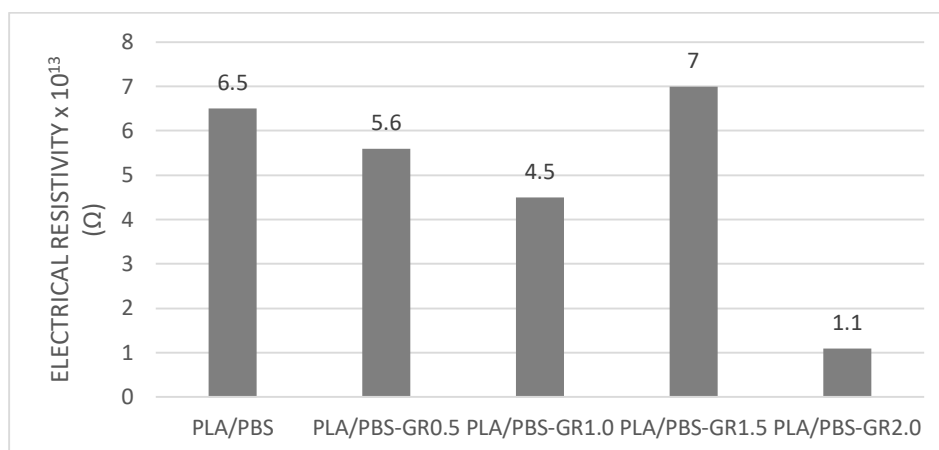
ตารางที่ 4.4 อุณหภูมิหลอมเหลวผลึก และปริมาณผลึกของเส้นใยพอลิเมอร์ผสม PLA:PBS

Sample name	$T_m(^{\circ}\text{C})$	$T_g(^{\circ}\text{C})$	$T_{cc}(^{\circ}\text{C})$	% X_c
PLA/PBS (90:10)	160.4	58.9	96.9	18.19
PLA/PBS-GR 0.5	157.1	58.3	100.7	20.81
PLA/PBS-GR 1.0	157.5	58.2	99.6	10.66
PLA/PBS-GR 1.5	157	59.9	97.25	1.86
PLA/PBS-GR 2.0	157.1	57.5	97.15	3.70

จากตารางแสดงให้เห็นว่าการเติมแกรฟีนในปริมาณร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก จะช่วยเหนี่ยวนำให้เส้นใยเกิดผลึกได้มากกว่าในอัตราส่วนอื่นๆ ซึ่งสอดคล้องกับสมบัติเชิงกลที่มีค่าการทนแรงดึงสูงขึ้น และลักษณะทางสัณฐานวิทยาจึงสรุปได้ว่าเส้นใยพอลิแล็กติก-แอซิด/พอลิบิวทีลีนซึกซิเนตที่เติมแกรฟีนร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก มีความเหมาะสมที่จะนำไปขึ้นรูปเป็นเส้นใย

4.3.5 การทดสอบวัดค่าการนำไฟฟ้า

จากการวิเคราะห์สมบัติการนำไฟฟ้าของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีนในปริมาณร้อยละ 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ทำการวัดด้วยเครื่องทดสอบไฟฟ้าโพเทนชิโอมิเตอร์ดังแสดงในรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 ค่าความต้านทานการนำไฟฟ้าของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีนที่ปริมาณต่างๆ

จากผลการทดลองที่แสดงในรูปที่ 4.13 พบว่าค่าความต้านทานไฟฟ้าของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนตที่มีการเติมแกรฟีน มีค่าลดลงเมื่อปริมาณของแกรฟีนมีปริมาณเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อเติมแกรฟีนร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก พบว่ามีค่าความต้านทานไฟฟ้าใกล้เคียงกับเส้นใยในสูตรที่ไม่มีการเติมแกรฟีน ซึ่งมีสาเหตุมาจากเส้นใยที่ขึ้นรูปได้มีความไม่ต่อเนื่องของอนุภาคแกรฟีน สังเกตได้จากสีของเส้นใยที่มีความไม่สม่ำเสมอเพราะเกิดการแยกเฟสในขณะที่ม้วนเก็บ ทำให้ในการเติมแกรฟีนร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก จึงมีค่าความต้านทานที่สูง และในสูตรที่เติมแกรฟีนร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก เป็นสูตรที่มีค่าความต้านทานต่ำที่สุด เนื่องจากมีปริมาณแกรฟีนมากที่สุด ซึ่งอนุภาคแกรฟีนมีสมบัติการนำไฟฟ้าที่ดีจากโครงสร้างของแกรฟีนที่ประกอบด้วยวงแหวนหกเหลี่ยมของอะตอมคาร์บอนชั้นเดียว จากลักษณะของโครงสร้างดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ดีขึ้น

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อที่จะพัฒนาวิธีการเตรียมเส้นใยจากพอลิเมอร์ผสมระหว่างพอลิแล็กติก-แอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต โดยมีแกรฟีนเป็นสารตัวเติม และเพื่อศึกษาผลของการเติมแกรฟีนต่อสมบัติเชิงกล ลักษณะทางสัณฐานวิทยา สมบัติทางความร้อน และสมบัติทางไฟฟ้าของเส้นใยคอมโพสิตที่เตรียมขึ้น โดยการเตรียมแกรฟีนขึ้นเองจากผงกราไฟต์ด้วยเทคนิคที่ดัดแปลงจากวิธีการของฮัมเมอร์ รวมทั้งใช้ตัวรีดิวซ์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมได้แก่กรดแอสคอร์บิก แล้วจึงนำแกรฟีนที่ได้มาเตรียมเป็นมาสเตอร์แบตช์ โดยใช้เทคนิคการตกตะกอนร่วม ก่อนนำไปผสมพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต ด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลวที่ปริมาณร้อยละ 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 โดยน้ำหนัก ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ แล้วจึงนำไปขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยวิธีแบบปั่นหลอม โดยอัตราส่วนของพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต 90:10 มีความเหมาะสมต่อการนำมาพัฒนาต่อยอดการเตรียมเป็นเส้นใยคอมโพสิตกับอนุภาคแกรฟีน การเติมแกรฟีนปริมาณต่ำกว่าร้อยละ 1.0 สามารถขึ้นรูปเป็นเส้นใยต่อเนื่องได้ โดยที่ปริมาณการเติมแกรฟีนร้อยละ 0.5 มีค่าการทนแรงดึงสูงขึ้นมากกว่าสองเท่าจากเดิม โดยแกรฟีนที่เติมไม่ส่งผลต่อพฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใย นอกจากนี้การแกรฟีนสามารถปรับสมบัติการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยและความสามารถในการต้านทานการเกิดไฟฟ้าสถิตได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 5.2.1. สามารถปรับปรุงวิธีการเตรียมแกรฟีนมาสเตอร์แบตช์ด้วยวิธีการแบบใหม่ เช่น ตกตะกอนร่วมกับพอลิเมอร์ชนิดใดชนิดหนึ่งที่มีความเข้ากันได้ดีมากกว่าก่อนการผสม
- 5.2.2. ศึกษาวิธีการเตรียมเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต แบบอื่นเพื่อให้ให้มีการกระจายตัวของอนุภาคแกรฟีนที่ดีขึ้น สามารถม้วนเก็บด้วยความเร็วได้อย่างต่อเนื่อง

เอกสารอ้างอิง

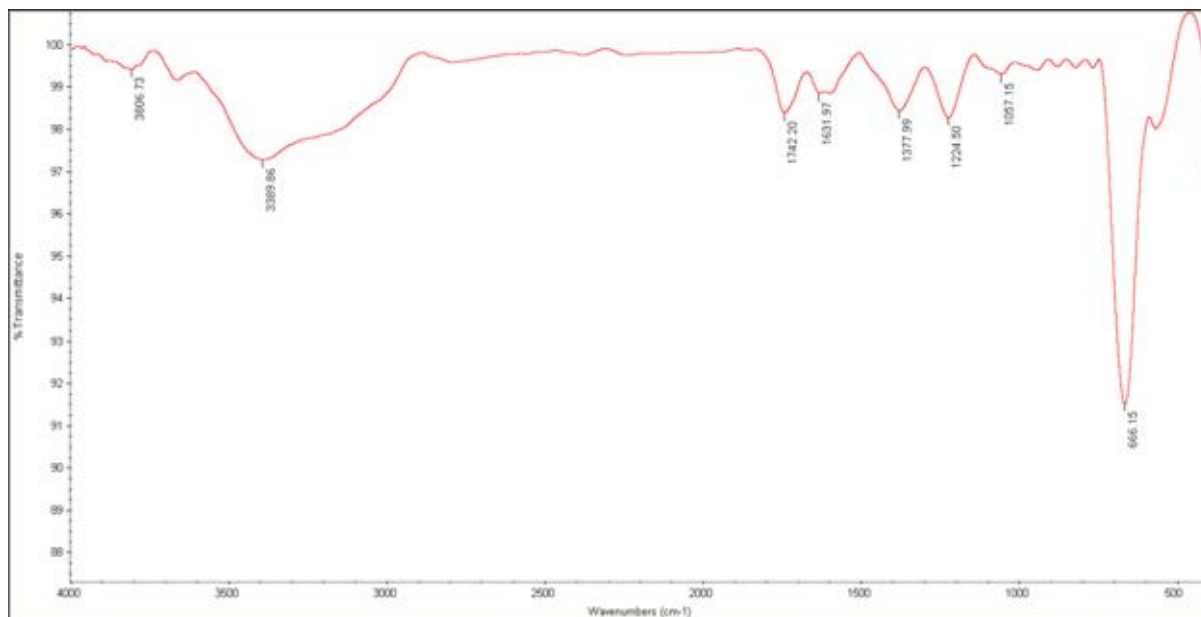
- [1] Rasal RM, Janorkar AV and Hirt DE. Poly(lactic acid) modifications. Progress in Polymer Science. 2010;35: 338-356.
- [2] Mehta R, Kumar V, Bhunia H and Upadhyay SN. Synthesis of Poly(lactic): A Review. Journal of Macromolecular Science. 2005;45:325-349 .
- [3] อมรรัตน์ เลิศวรสิริกุล. พอลิแลกติกแอซิด : พอลิเอสเทอร์ จากทรัพยากรที่สร้างทดแทนใหม่ได้. วิศวกรรมสารมก. 2554;77:99-110 .
- [4] กรภัทร สมแสง. “อุตสาหกรรมพลาสติกชีวภาพ” (ออนไลน์). สืบค้นวันที่ 22 มีนาคม 2561. แหล่งที่มา: <http://www.nia.or.th/innolinks/page.php?issue=200903§ion=6>
- [5] สถาบันพลาสติก สนับสนุนโดยสำนักงานเศรษฐกิจอุตสาหกรรม กระทรวงอุตสาหกรรม. “คลังความรู้ Bio Plastics: พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (POLYBUTYLENE SUCCINATE)” (ออนไลน์). สืบค้นวันที่ 25 มีนาคม 2561. แหล่งที่มา: <http://asp.plastics.or.th:8001/ArticleKnowledgeListDetail.aspx?id=22>
- [6] Wu S, Zheng L, Li C, Huo S, Xiao Y, Guan G and Zhu W. A facile and versatile strategy to efficiently synthesize sulfonated poly(butylene succinate) self-assembly behavior and biocompatibility. Polymer Chemistry. 2015;6:1495-1501 .
- [7] ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC). “ความรู้และเทคโนโลยีสิ่งทอ” (ออนไลน์). สืบค้นวันที่ 22 มีนาคม 2561. แหล่งที่มา: <http://www2.mtec.or.th/th/research/textile>
- [8] Amber Ratliff, Joseph Palazzolo, Henry Chen and Jackie Priestley. “Fiber Spinning” (ออนไลน์). สืบค้นวันที่ 22 มีนาคม 2561. แหล่งที่มา: <http://encyclopedia.che.engin.umich.edu/Pages/PolymerProcessing/FiberSpinning>
- [9] Mazharul Islam Kiron. “Introduction of Synthetic Fiber: Production Process of Different Synthetic Fibers” (ออนไลน์). สืบค้นวันที่ 22 มีนาคม 2561. แหล่งที่มา: http://textilelearner.blogspot.com/2011/03/production-process-of-synthetic-fiber_9386.html
- [10] Choudhury AKR. Antistatic and soil release finishes. Principles of Textile Finishing. 2017:285-318.
- [11] Teli MD. Finishing of carpets for value addition. Advances in Carpet Manufacture. 2017:175-211.
- [12] ดร.ศิริกาญจน์ วิเศษสุวรรณภูมิ. แกร์ฟิน วัสดุ 2 มิติ เพื่ออนาคต. ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ. 2560:66-70.

- [13] Shin D, Bae S, Yan C, Kang J, Ryu J, Ahn JH and Hong BH. Synthesis and applications of graphene electrodes. *Carbon Letters*. 2012;13:1-16 .
- [14] De Silva KKH, Huang HH , Joshi RK, Yoshimura M. Chemical reduction of graphene oxide using green reductants. *Carbon*. 2017;119:190-199 .
- [15] Zhang X, Li K, Lu J, Fu Q and Chu Y. Graphene nanosheets synthesis via chemical reduction of graphene oxide using sodium acetate trihydrate solution. *Synthetic Metals*. 2014;193:132-138.
- [16] Toda K, Furue R and Hayami S. Recent progress in applications of graphene oxide for gas sensing : A review. *Analytical Chimica Acta*. 2015;878:43-53.
- [17] Jeong HK, Lee YP, Lahaye R, Park MH, An KH, Kim IJ, Yang CW, Park CY, Ruoff RS and Lee YH. Evidence of graphitic AB Stacking Order of Graphite Oxide. *J. Am. Chem. Soc.* 2008;130:1362-1366.
- [18] Lomeda JR, Doyle CD, Kosynkin DV, Hwang WF and Tour JM. Diazonium functionalization of surfactant-wrapped chemically converted graphene sheets. *J. Am. Chem. Soc.* 2008;130:16201-16206 .
- [19] Shamaila, Sajjad AKL and Iqbal A. Modifications in development of graphene oxide synthetic routes. *Chemical Engineering Journal*. 2016;294:458-477.
- [20] Zhang L, Li X, Huang Y, Ma Y, Wan X and Chen Y. Controlled synthesis of few-layered graphene sheets on a large scale using chemical exfoliation. *Carbon*. 2010;48:2367-2371.
- [21] Parameswarapillai J, Thomas S and Grohens Y. Polymer Blends: State of the Art, New Challenges and Opportunities. *Characterization of Polymer Blends: Miscibility, Morphology and Interfaces*. 2015:1-5.
- [22] สมจิตต์ ตั้งชัยวัฒนา. “พอลิเมอร์ผสม (Polymer Blend)” (ออนไลน์). สืบค้นวันที่ 25 มีนาคม 2561. แหล่งที่มา:
http://www.dss.go.th/images/st-article/cp_5_2548_polymer_blend.pdf
- [23] Valapa R, Hussain S, Iyer PK, Pugazhenth G and Katiyar V. Influence of graphene on thermal degradation and crystallization kinetics behavior of poly(lactic acid). *Journal of Polymer Research*. 2015;22:175-189
- [24] Wang X, Yang H, Song L, Hu Y, Xing W and Lu H. Morphology, mechanical and thermal properties of graphene reinforced poly(butylene succinate) nanocomposites. *Composites Science and Technology*. 2011;72:1-6.

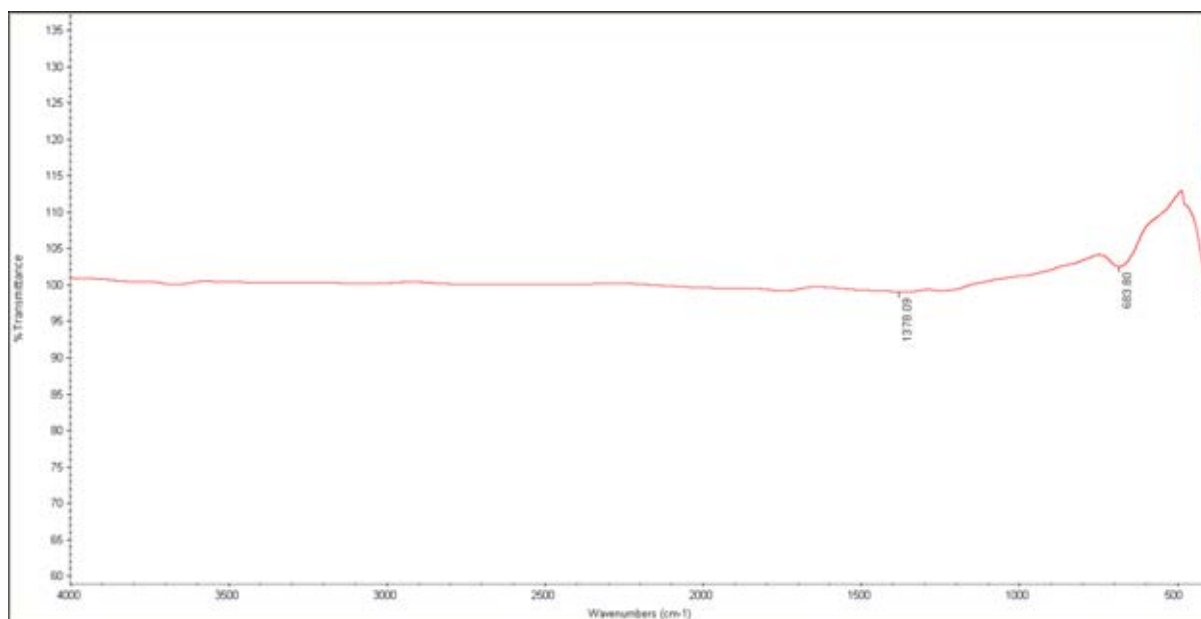
- [25] Tang Z, Zhang C, Liu X and Zhu J. The Crystallization Behavior and Mechanical Properties of Polylactic Acid in the Presence of a Crystal Nucleating Agent. Wiley Online Library, 2011
- [26] Jompang L, Thumsorn S, Wong-On J, Surin P, Apawet C, Chaichalermwong T, Kaabbuathong N, O-Charoen N and Srisawat N. Poly(lactic acid) and Poly(butylene succinate) Blend Fibers Prepared by Melt Spinning Technique. Energy Procedia. 2013;34:493-499.
- [27] Yokohara T and Yamaguchi M. Structure and properties for biomass-based polyester blends of PLA and PBS. European Polymer Journal, 2008;44:677-685

ภาคผนวก

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์

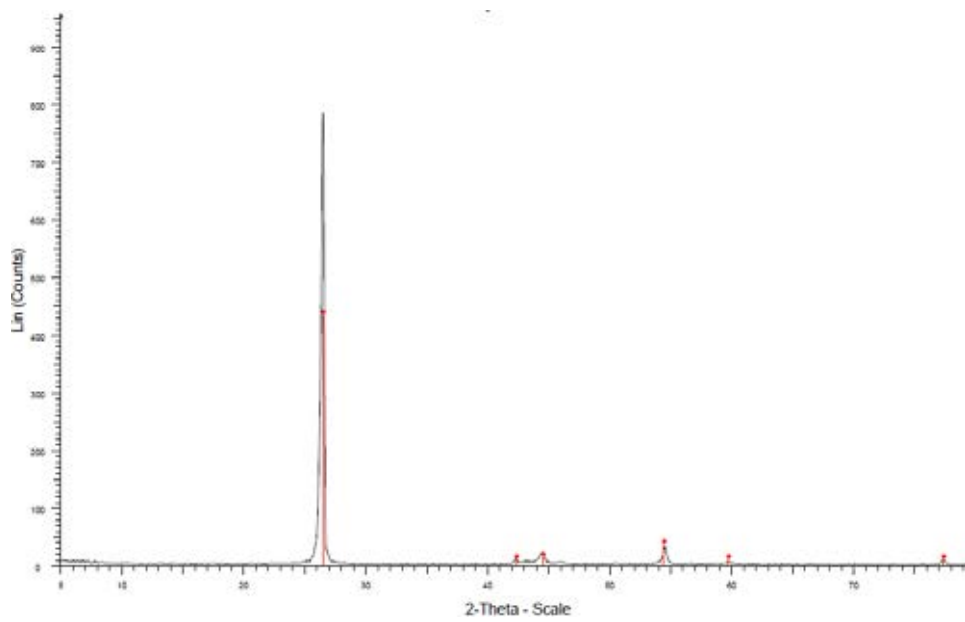


รูปที่1 อินฟราเรดสเปกตรัมของแกรฟีนออกไซด์

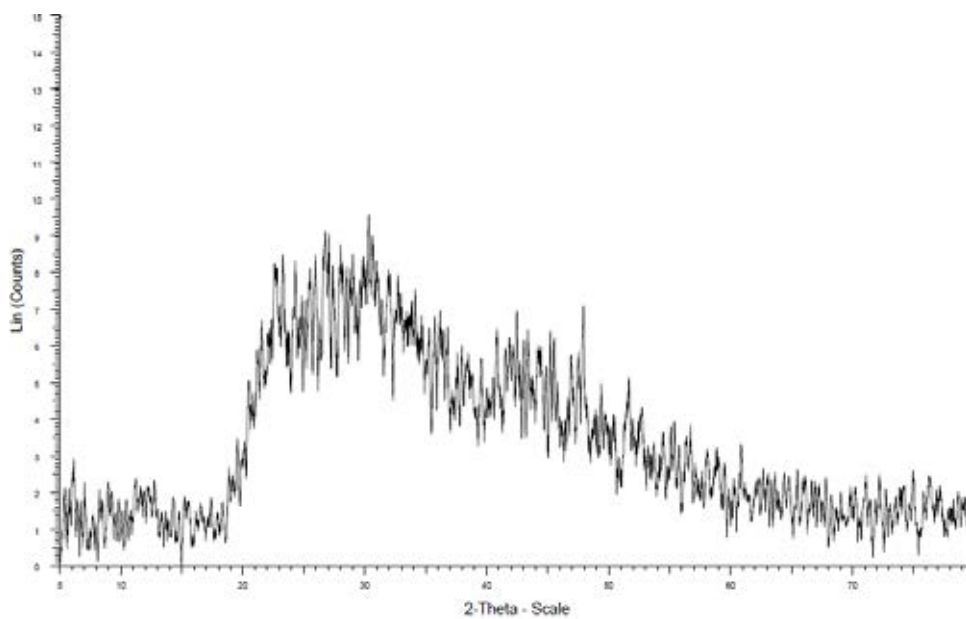


รูปที่2 อินฟราเรดสเปกตรัมของแกรฟีน

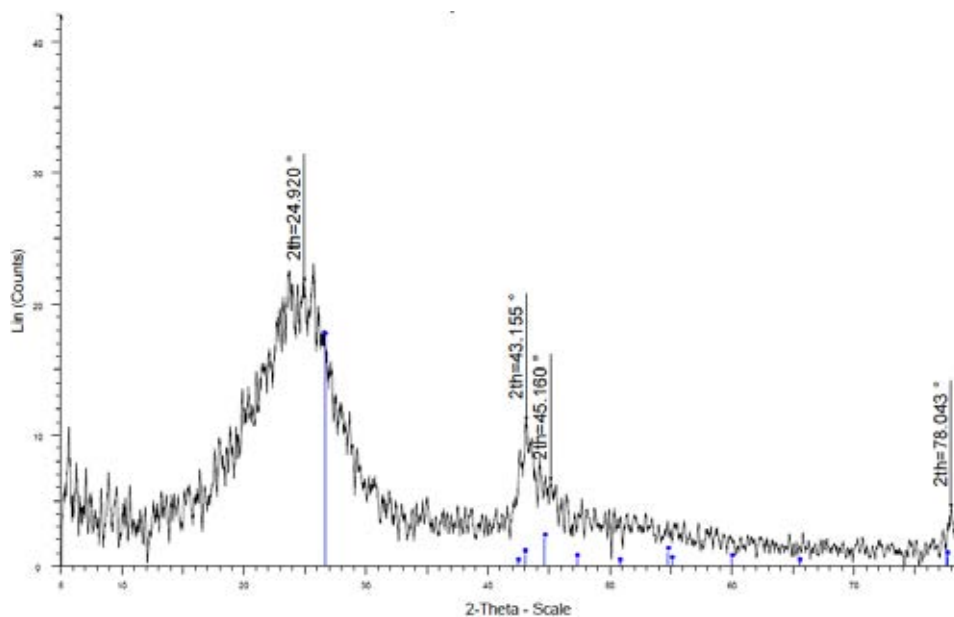
การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบตัวอย่างด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน



รูปที่3 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแกรไฟต์



รูปที่4 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแกรไฟต์ออกไซด์



รูปที่ 5 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแกรไฟต์

ตัวอย่างการคำนวณหาระยะห่างระหว่างชั้นอนุภาคของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรไฟิน

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

โดย d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก

n คือ เลขจำนวนเต็ม

θ คือ มุมที่รังสีตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กระทำกับระนาบของผลึก

λ คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ที่ใช้

ดังนั้น $d = (1 \times 1.541) / (2 \times \sin 13.23^\circ) = 0.34 \text{ nm}$

การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง

ตารางที่1 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA บริสุทธิ์

Sample	Maximum Load (cN)	% Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
1	1.95	96.6	2.204
2	2.13	91.4	2.407
3	1.54	75.28	1.740
4	3.64	61.47	4.113
5	2.05	56.16	2.317
6	2.08	51.6	2.351
Mean	2.231667	72.085	2.522
SD	0.659227	17.17644	0.744806

ตารางที่2 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 95:5

Sample	Maximum Load (cN)	% Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
1	5.06	59.9	1.290
2	3.32	81.8	0.850
3	4.33	104.8	1.100
4	4.19	126.4	1.070
5	4.31	78.7	1.100
6	3.76	70.4	0.960
Mean	4.161667	87	1.061667
SD	0.536638	22.2676896	0.135575

ตารางที่3 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 90:10

Sample	Maximum Load (cN)	%Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
1	1.85	111.71	1.211
2	2.19	119.475	1.433
3	1.45	137.66	0.948
4	1.80	48.401	1.178
5	1.90	66.555	1.243
6	2.29	74.29	1.499
Mean	1.913333	93.01517	1.252
SD	0.273902	31.84331	0.179548

ตารางที่4 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 85:15

Sample	Maximum Load (cN)	%Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
10	1.72	148.55	1.036
7	1.66	83.87	1.000
11	1.47	82.60	0.886
15	1.68	78.48	1.012
4	2.16	73.32	1.301
13	1.55	63.08	0.934
Mean	1.706667	88.31667	1.028167
SD	0.21952	27.80605	0.132056

ตารางที่5 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 80:20

Sample	Maximum Load (cN)	%Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
14	2.64	97.20	1.497
2	1.66	79.43	0.942
5	1.51	77.73	0.856
4	4.30	71.13	2.439
7	1.37	56.36	0.777
11	2.82	55.80	1.600
Mean	2.383333	72.94167	1.351833
SD	1.020044	14.29198	0.578625

ตารางที่ 6 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรไฟีนร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก

Sample	Maximum Load (cN)	%Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
1	6.92	108.12	3.203
2	6.78	113.82	3.139
3	6.23	94.20	2.884
4	6.88	96.48	3.185
5	6.42	86.06	2.972
6	7.12	84.91	3.296
7	7.91	106.00	3.662
8	9.45	120.34	4.375
9	6.42	81.68	2.972
10	6.83	100.76	3.162
11	7.22	98.50	3.343
12	6.94	98.63	3.213
13	6.04	91.77	2.796
14	7.41	129.29	3.431
15	6.24	74.17	2.889
Mean	6.987333333	98.982	3.2348
SD	0.813457368	14.3580696	0.376674785

ตารางที่ 7 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก

Sample	Maximum Load (cN)	%Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
1	5.10	118.60	1.266
2	5.05	107.00	1.253
3	5.33	99.25	1.323
4	5.60	117.76	1.390
5	4.84	96.91	1.201
6	4.83	102.40	1.199
7	4.69	88.86	1.164
8	5.11	125.78	1.268
9	5.44	112.00	1.350
10	4.33	103.60	1.074
11	4.14	116.51	1.027
12	5.45	74.44	1.352
13	5.48	131.80	1.360
14	5.11	110.40	1.268
15	4.46	85.29	1.107
Mean	4.997333333	106.04	1.240133
SD	0.429161456	15.02524542	0.106595

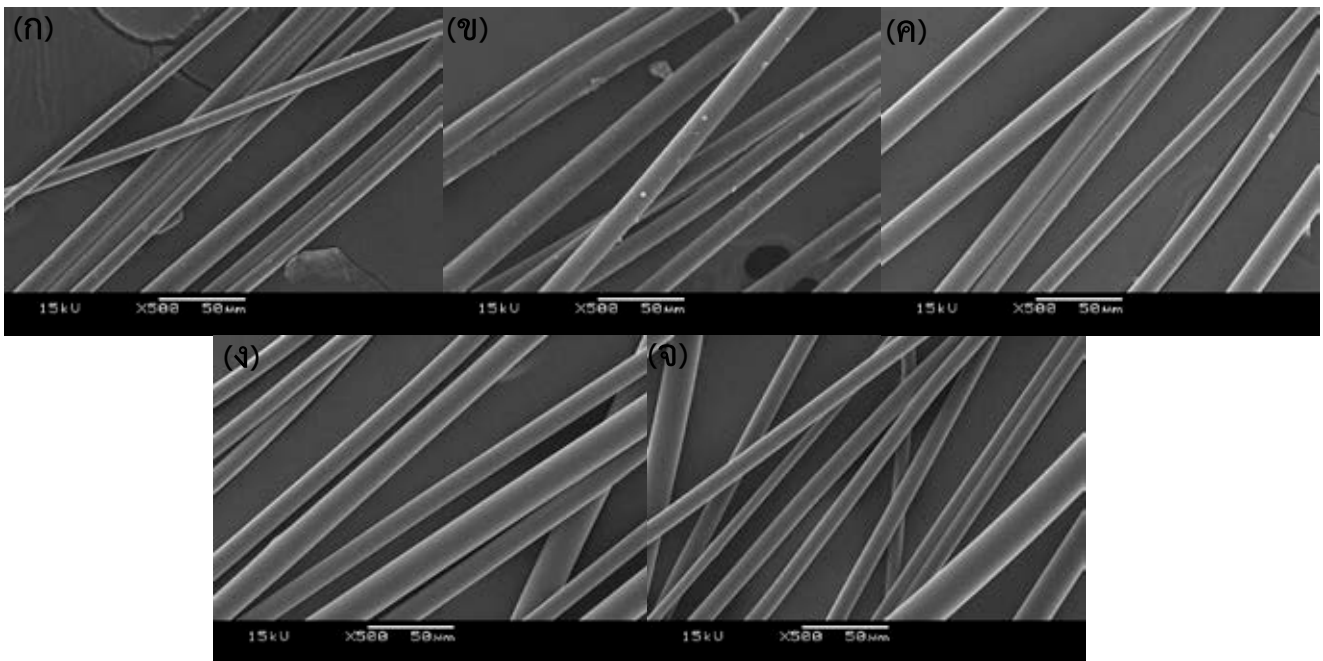
ตารางที่ 8 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรไฟีนร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก

Sample	Maximum Load (cN)	%Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
1	14.42	238.48	0.79
2	16.97	264.80	0.93
3	15.86	289.36	0.87
4	17.13	259.84	0.94
5	17.52	242.35	0.96
6	17.45	253.60	0.96
7	17.92	307.98	0.98
8	18.80	187.40	1.03
9	17.37	300.29	0.95
10	14.86	245.42	0.82
11	16.99	221.06	0.93
12	19.15	262.70	1.05
13	17.46	243.42	0.96
14	17.11	243.51	0.94
15	14.62	223.45	0.80
Mean	16.90866667	252.244	0.9273333333
SD	1.357330059	30.12570172	0.074069037

ตารางที่9 สมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก

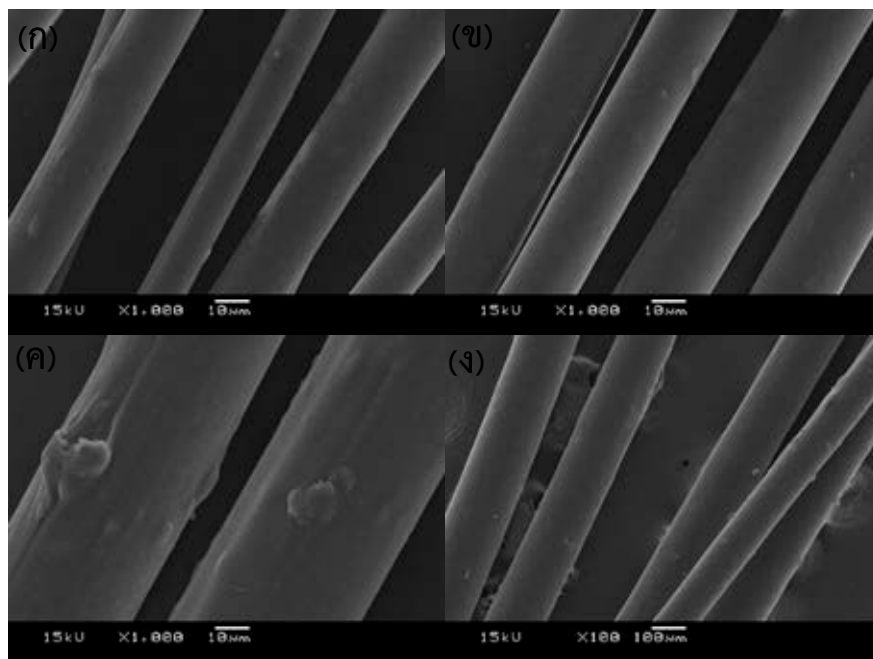
Sample	Maximum Load (cN)	%Elongations	Maximum Stress x10 ⁸ (N/m ²)
1	81.67	3.20	0.42
2	83.07	2.20	0.43
3	63.92	4.80	0.33
4	183.36	3.80	0.94
5	119.94	5.20	0.62
6	135.50	2.60	0.70
7	76.20	2.40	0.39
8	82.41	2.60	0.42
9	70.49	3.34	0.36
10	65.22	10.40	0.33
11	62.09	5.00	0.32
12	86.50	6.20	0.44
13	66.43	4.60	0.34
14	84.74	2.60	0.43
15	62.27	5.82	0.32
Mean	88.254	4.317333333	0.452666667
SD	32.47636655	2.062967011	0.167430251

การหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย



รูปที่6 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยPLA:PBS ในอัตราส่วน

(ก)100:0 (ข)95:5 (ค)90:10 (ง)85:15 (จ)80:20



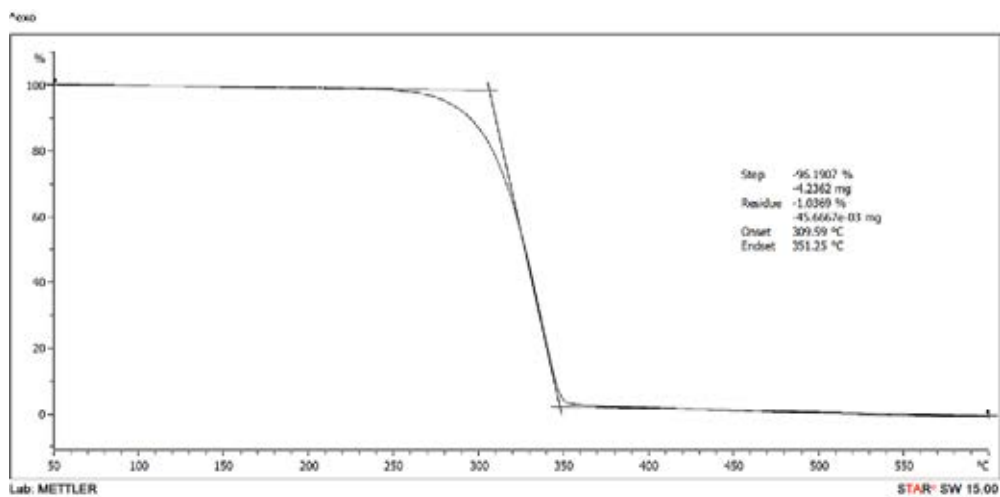
รูปที่7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเส้นใยPLA:PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ (ก)

0.5 (ข)1.0 (ค)1.5 (ง)2.0 โดยน้ำหนัก

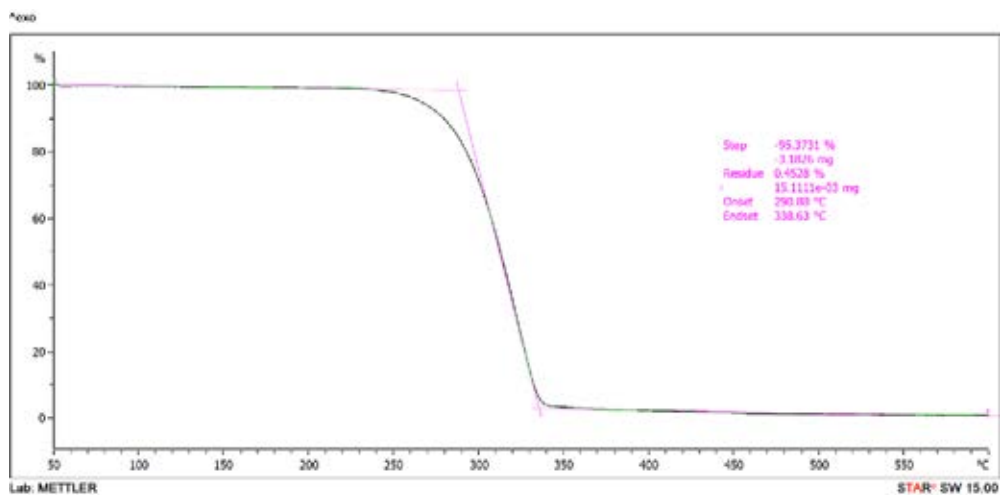
ตารางที่10 ขนาดพื้นที่หน้าตัดของเส้นใยในสูตรต่างๆ

ตัวอย่าง	พื้นที่หน้าตัด (m ²)
neat PLA	9.38×10^{-11}
PLA/PBS 95:5	3.92×10^{-10}
PLA/PBS 90:10	1.53×10^{-10}
PLA/PBS 85:15	1.66×10^{-10}
PLA/PBS 80:20	1.92×10^{-10}
PLA/PBS-GR0.5	2.16×10^{-10}
PLA/PBS-GR1.0	4.03×10^{-10}
PLA/PBS-GR1.5	1.82×10^{-9}
PLA/PBS-GR2.0	1.95×10^{-8}

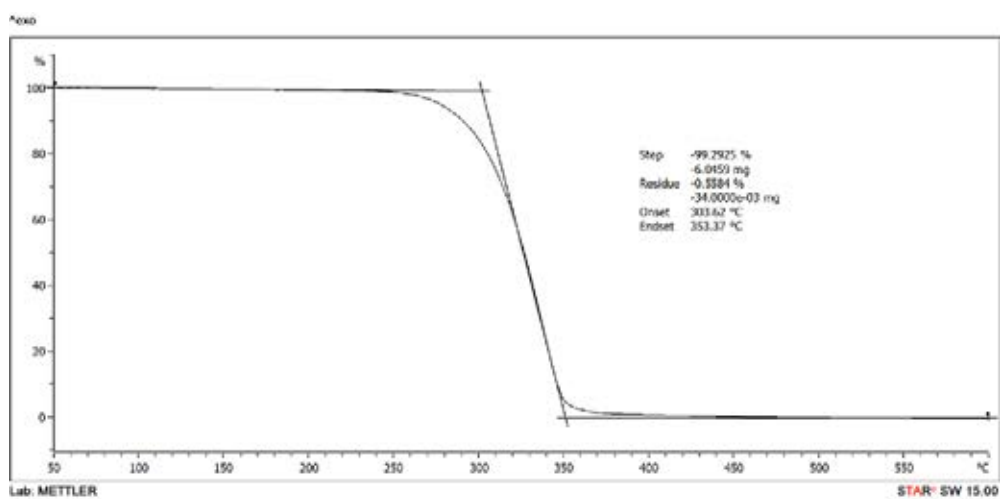
การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน โดยเทคนิควิเคราะห์ทางความร้อนจากมวลที่เปลี่ยนแปลง



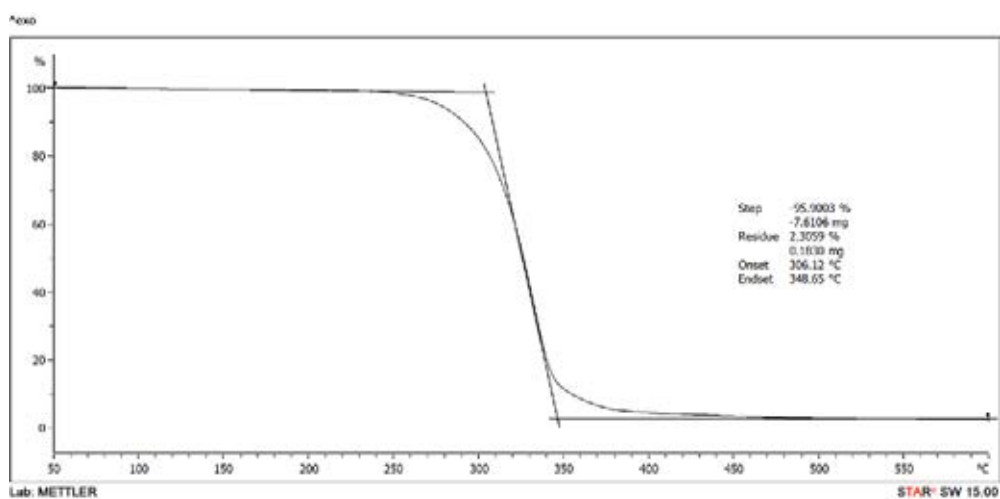
รูปที่8 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLAบริสุทธิ์



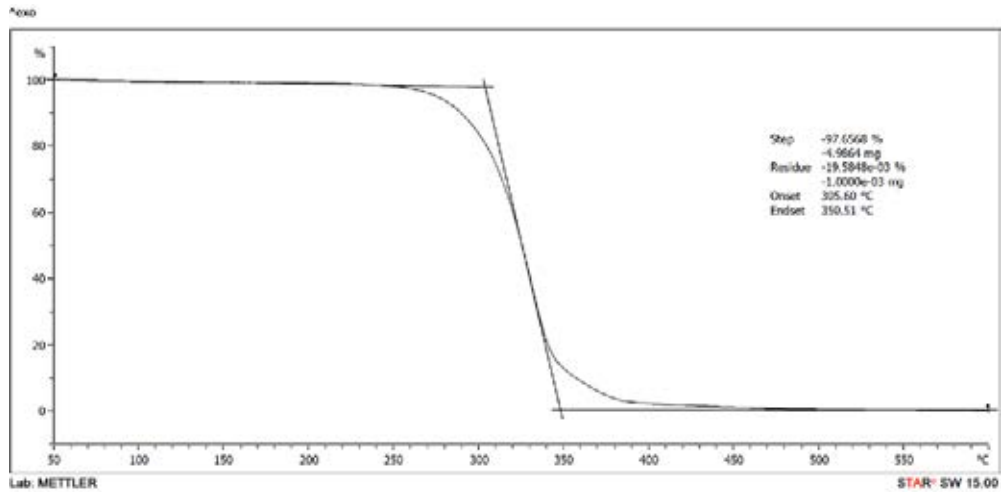
รูปที่9 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 95:5



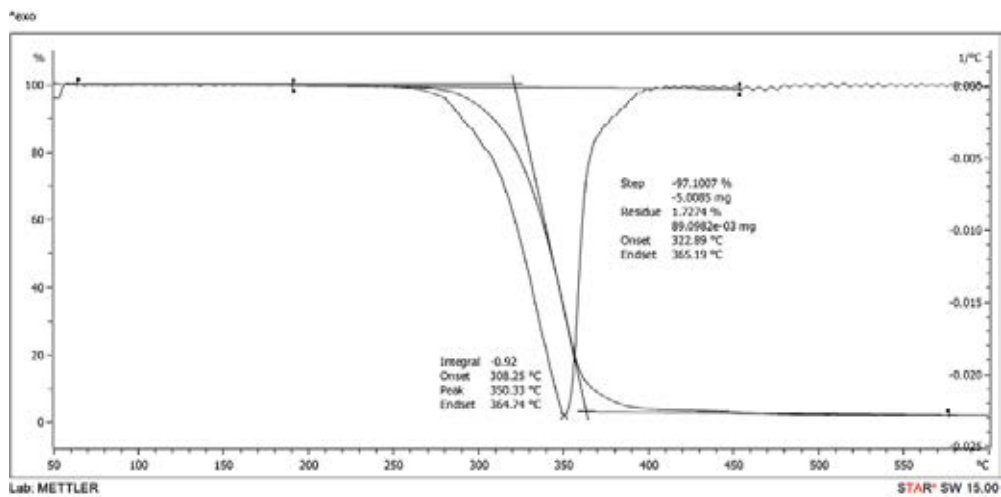
รูปที่10 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 90:10



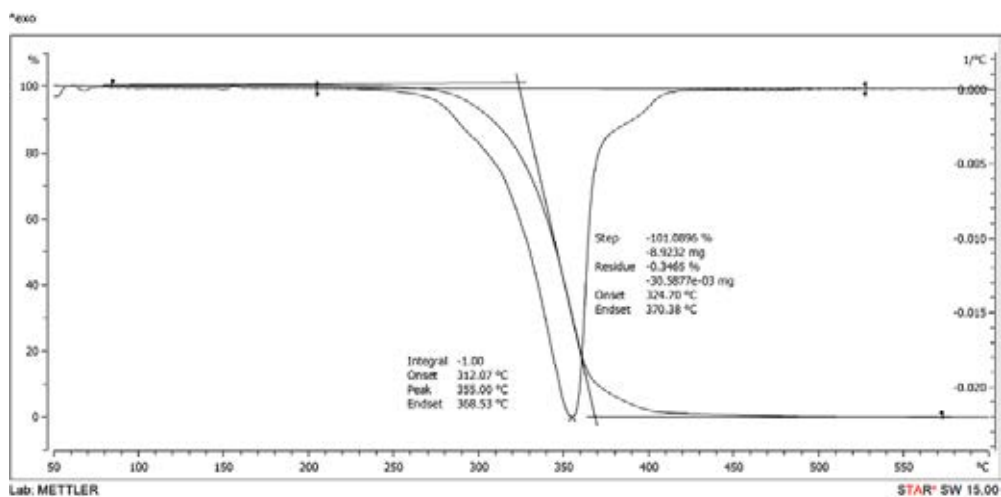
รูปที่11 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 85:15



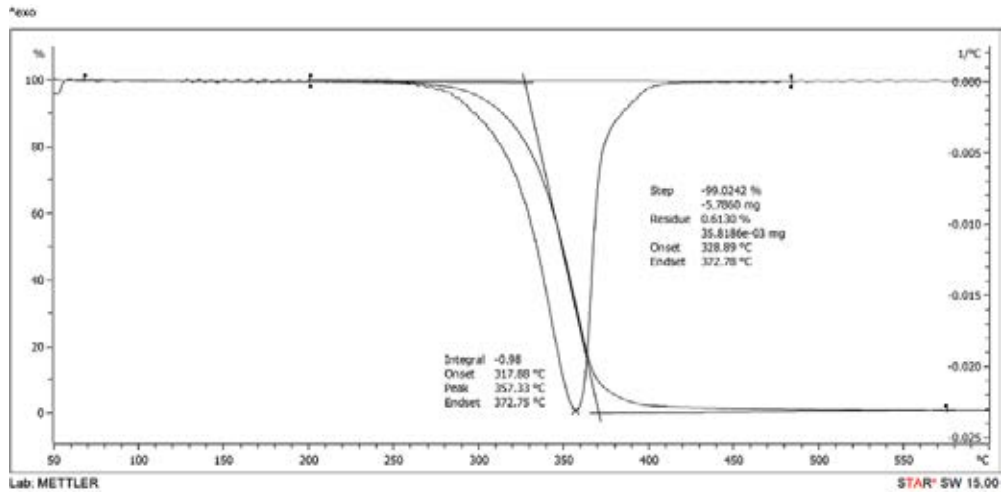
รูปที่12 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 80:20



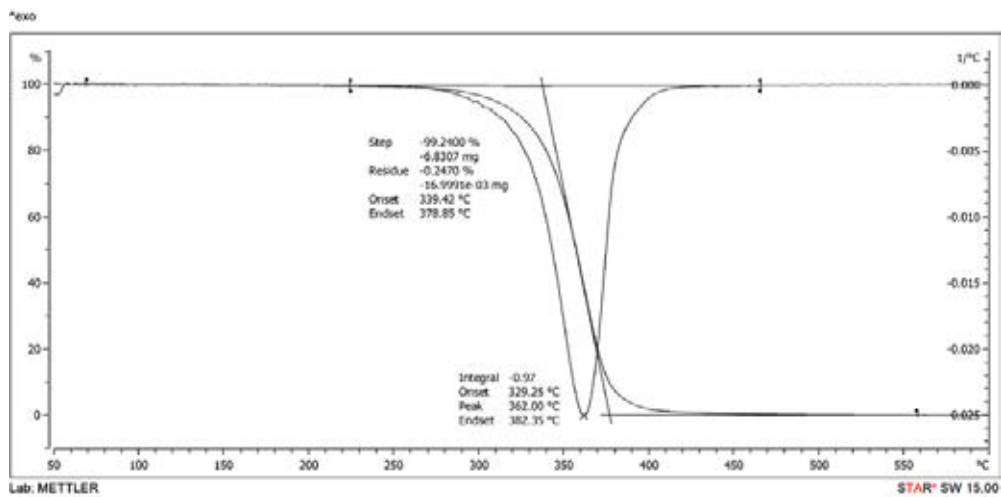
รูปที่13 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก



รูปที่14 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก

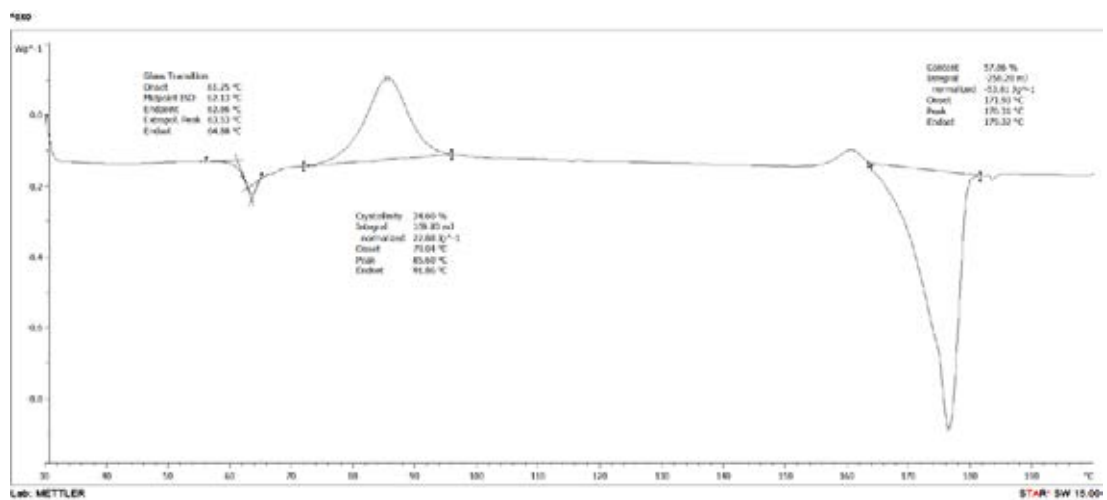


รูปที่15 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนัก

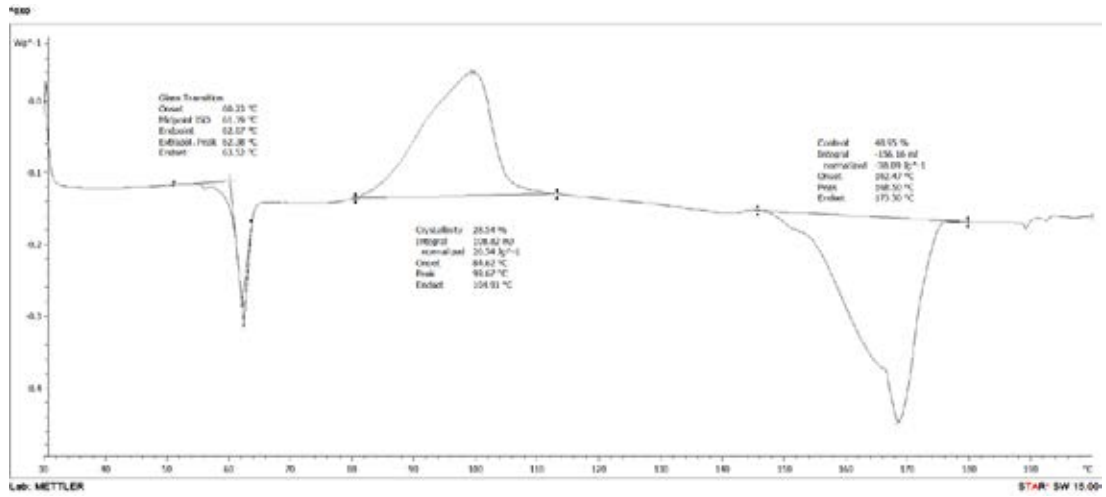


รูปที่16 พฤติกรรมการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 2.0 โดยน้ำหนัก

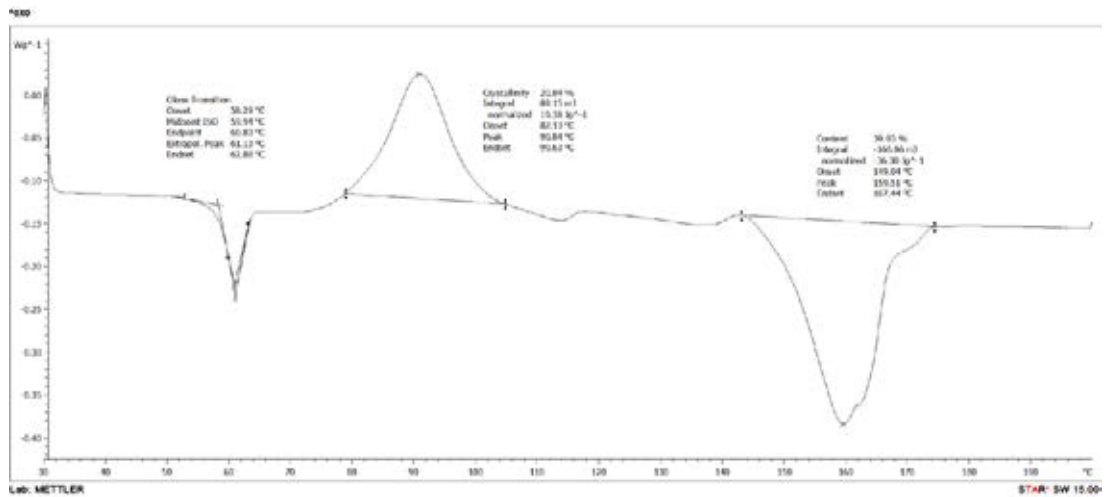
การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์



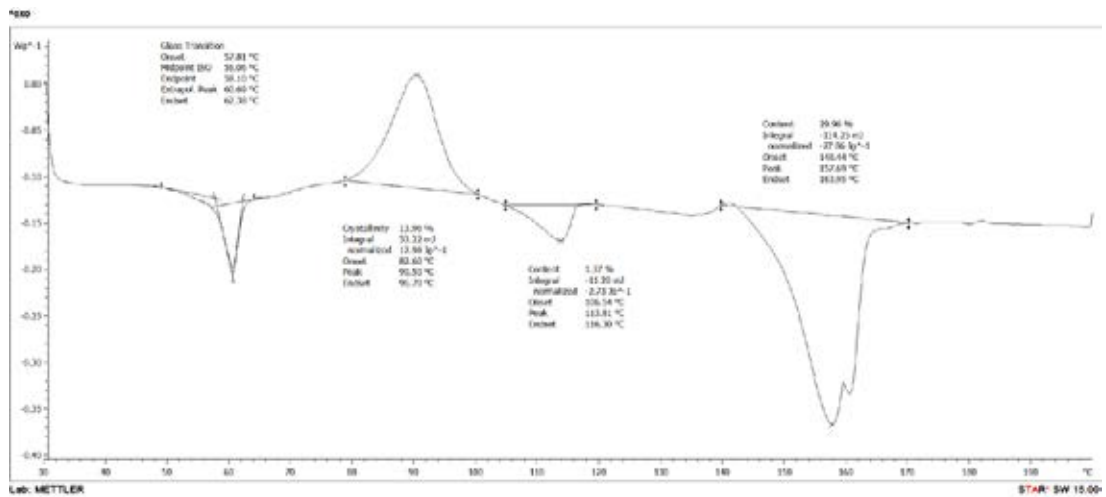
รูปที่17 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA บริสุทธิ์ ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



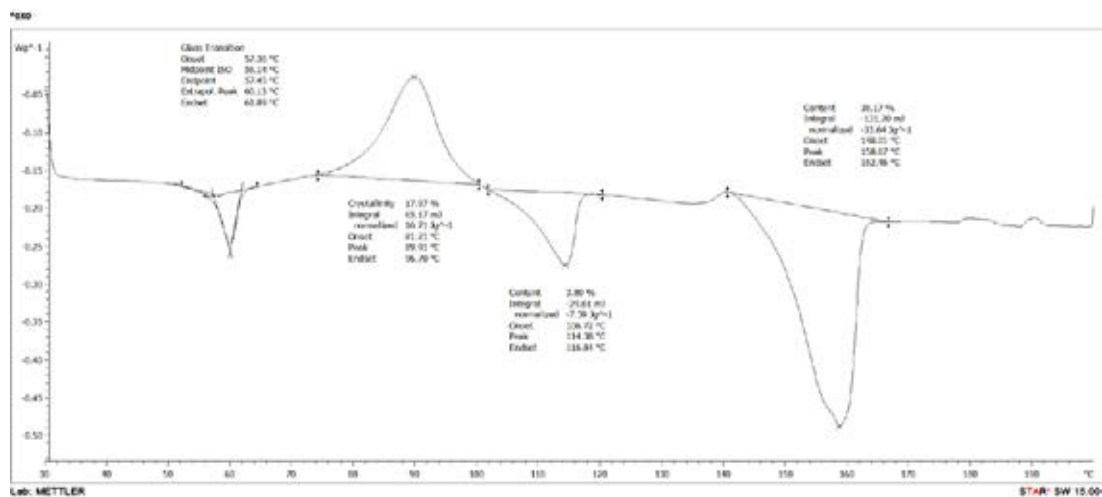
รูปที่18 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 95:5 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



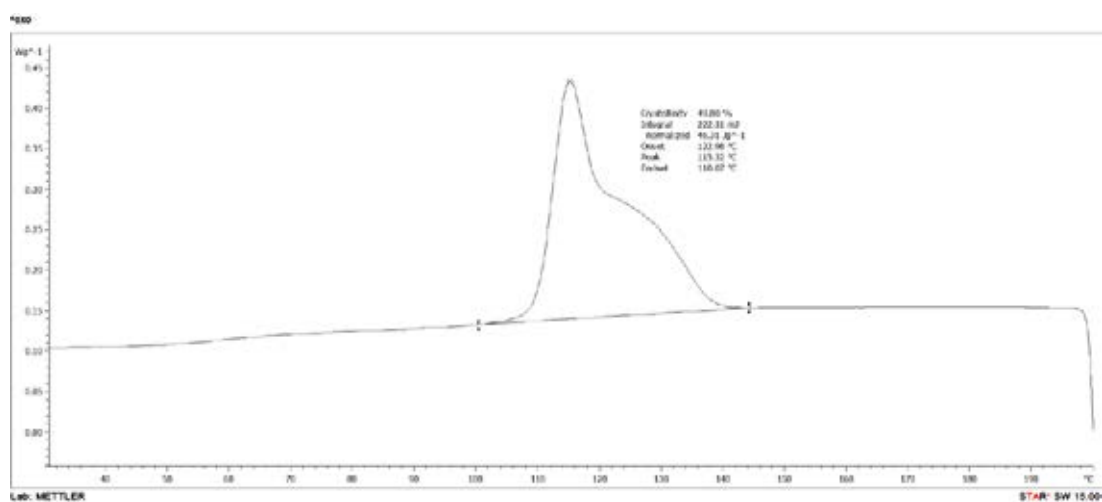
รูปที่19 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 90:10 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



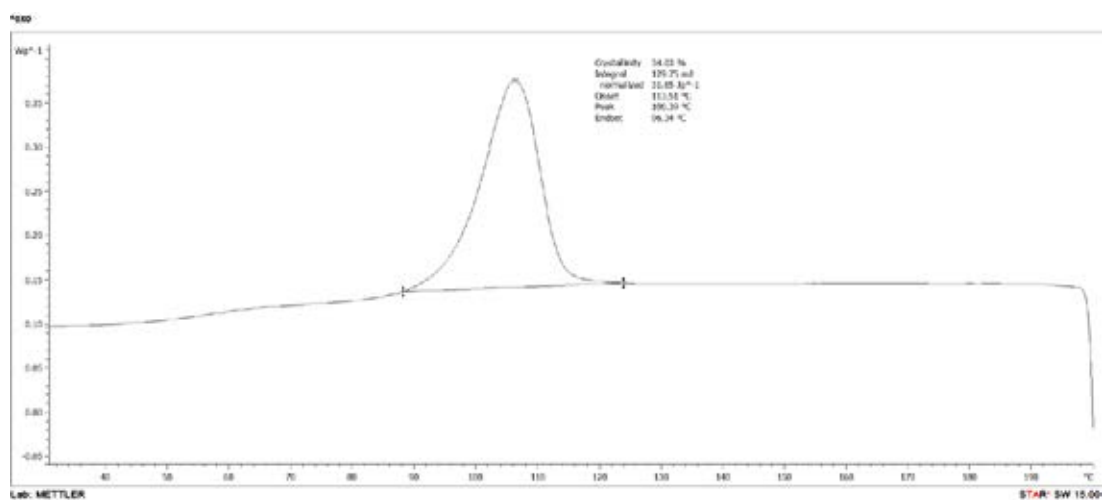
รูปที่20 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 85:15 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



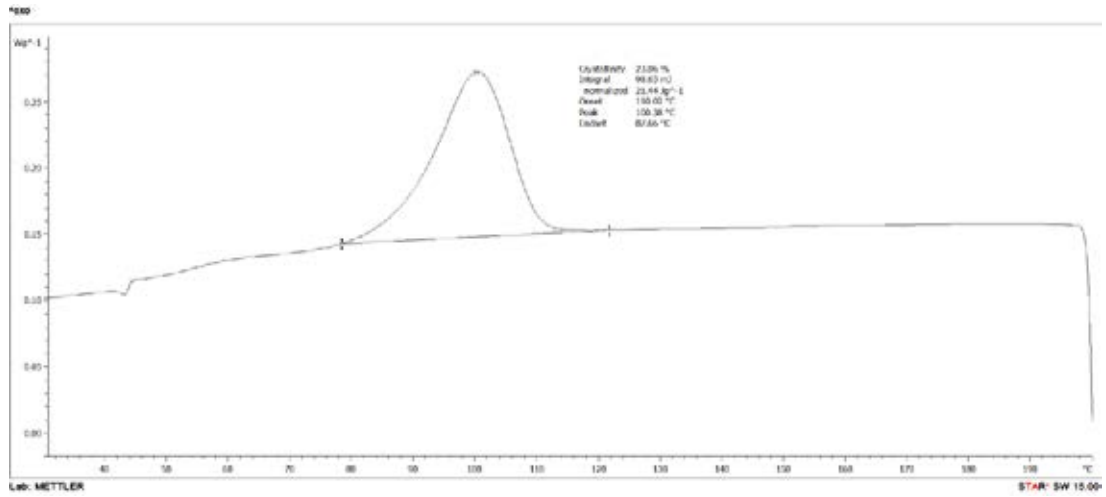
รูปที่21 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 80:20 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



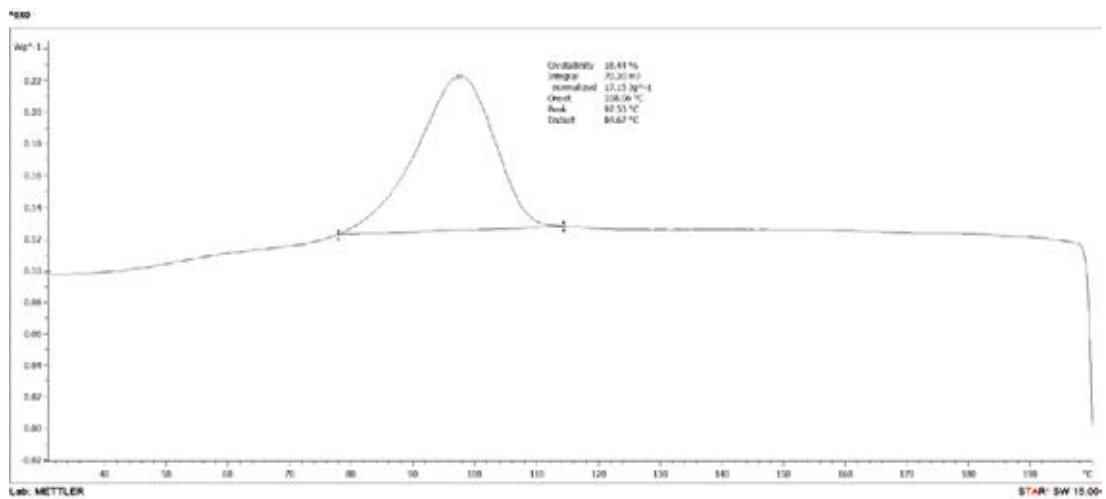
รูปที่22 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA บริสุทธิ์ ระหว่างการเย็นตัว



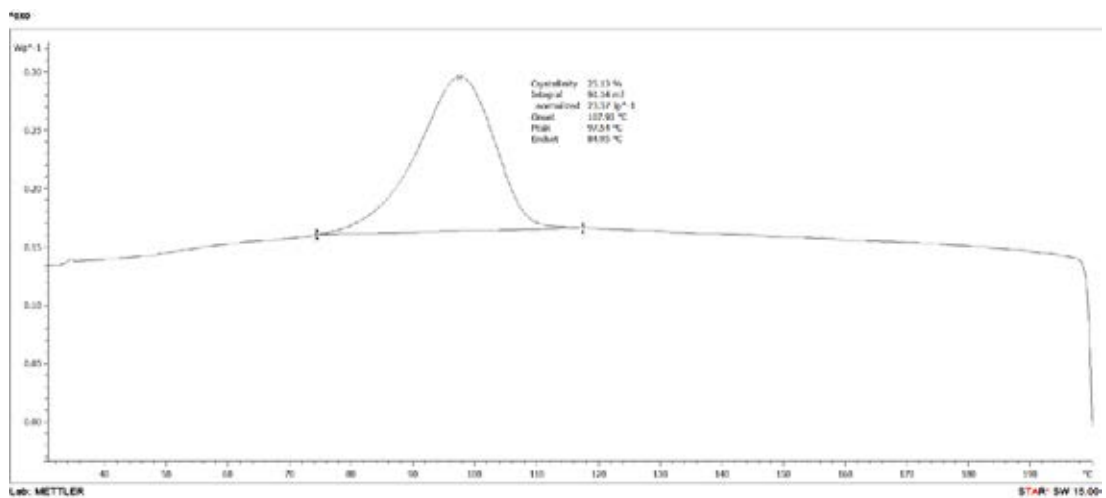
รูปที่23 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 95:5 ระหว่างการเย็นตัว



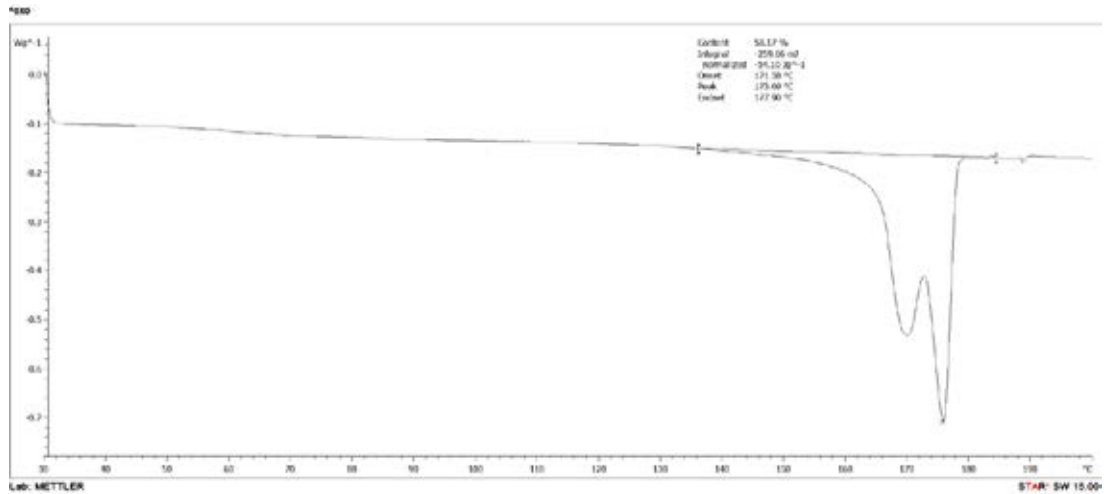
รูปที่24 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 90:10 ระหว่างการเย็นตัว



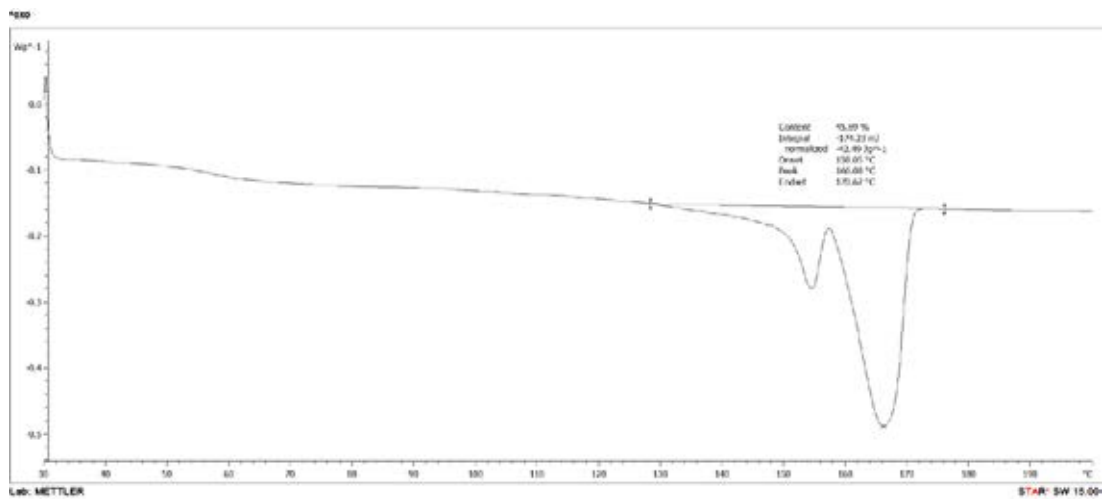
รูปที่25 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 85:15 ระหว่างการเย็นตัว



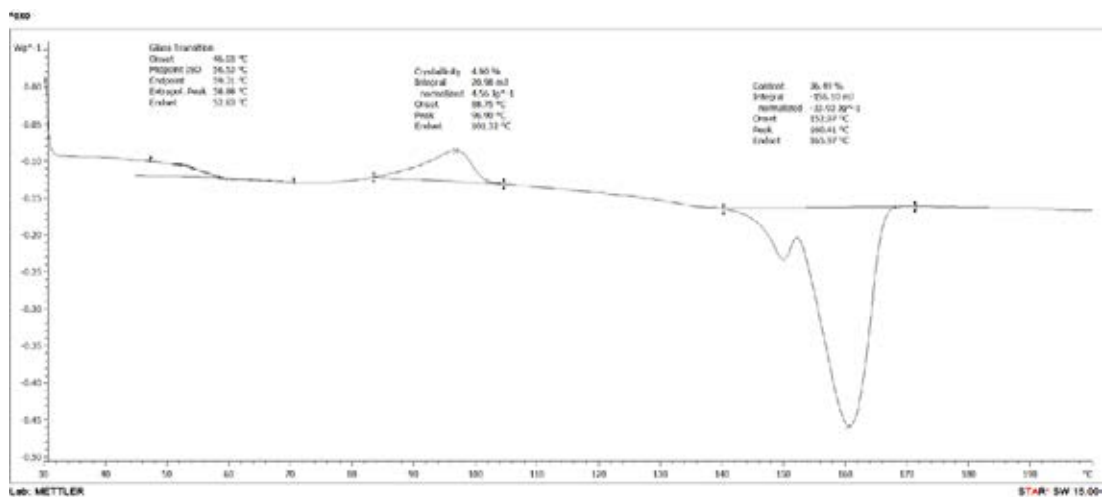
รูปที่26 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 80:20 ระหว่างการเย็นตัว



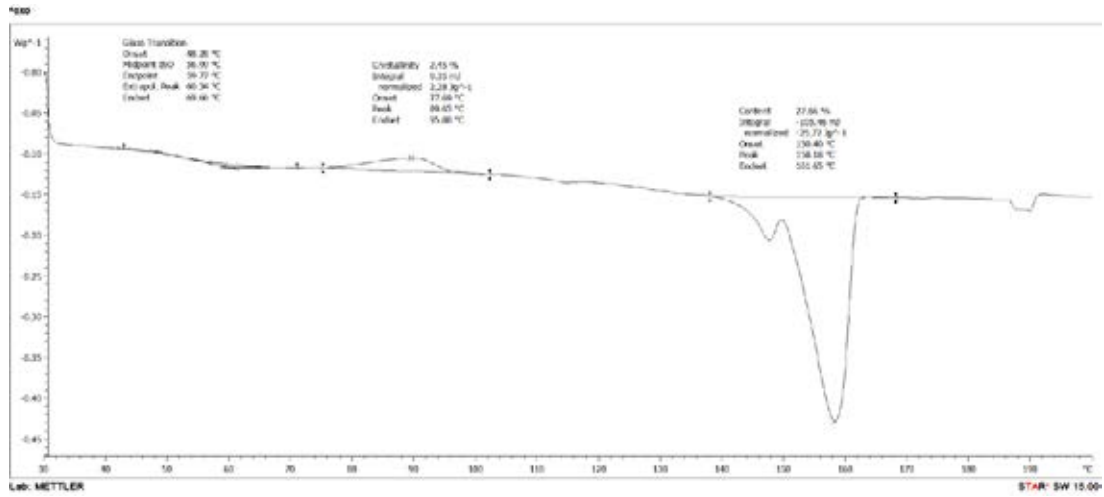
รูปที่27 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA บริสุทธิ์ ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2



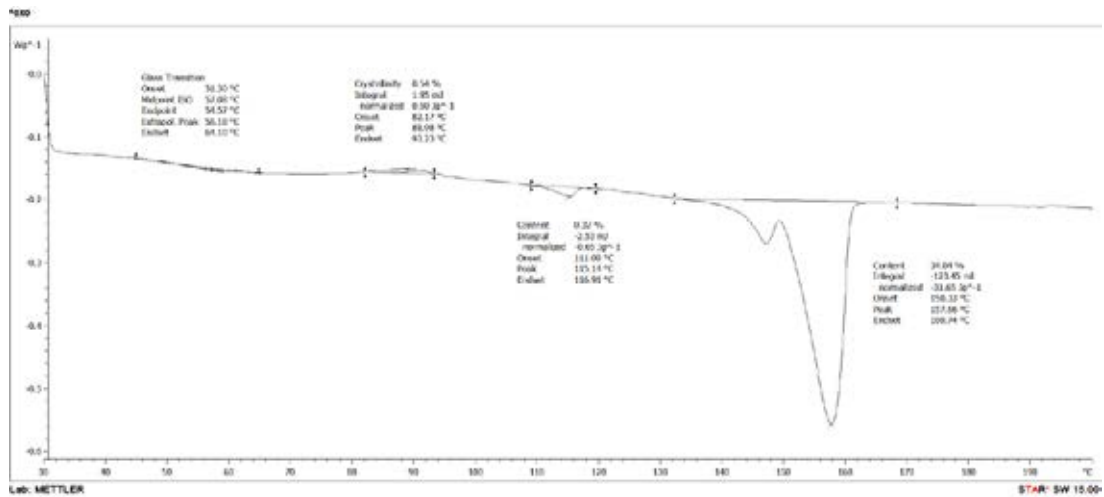
รูปที่28 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 95:5 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2



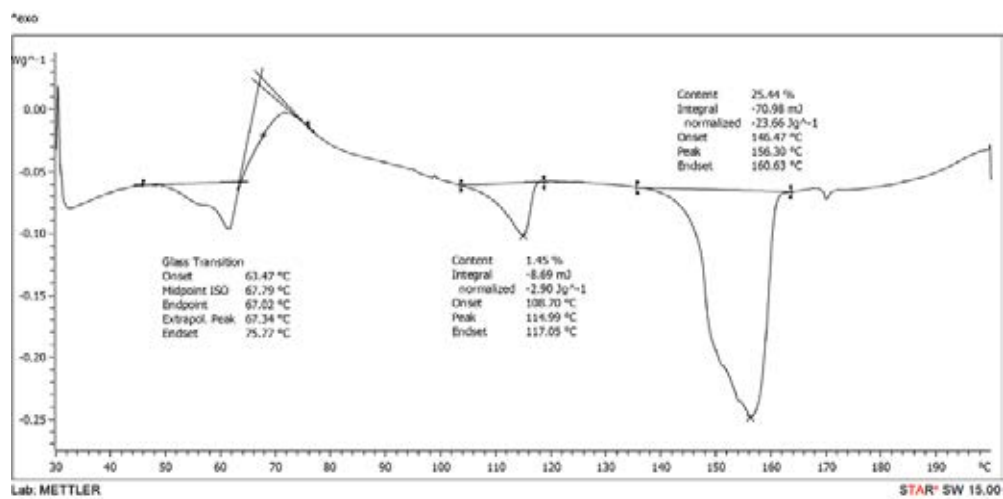
รูปที่29 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 90:10 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2



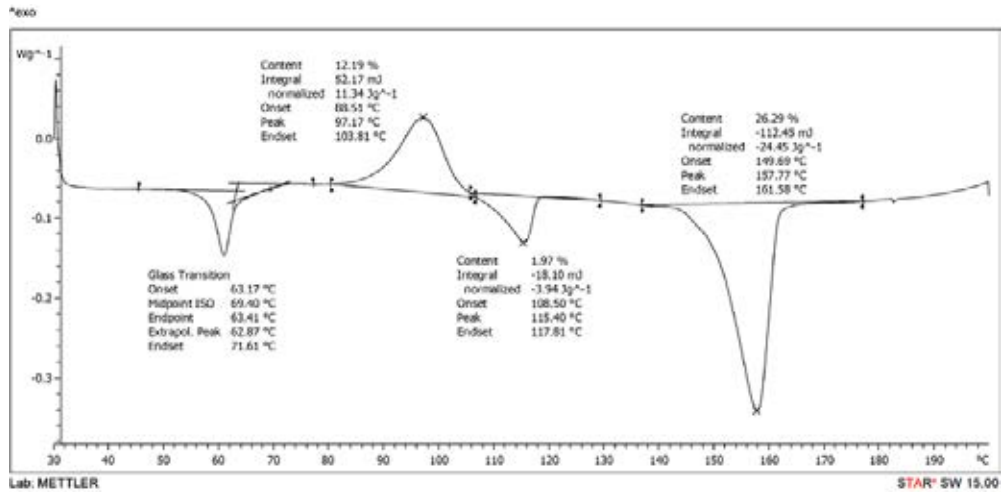
รูปที่30 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 85:15 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2



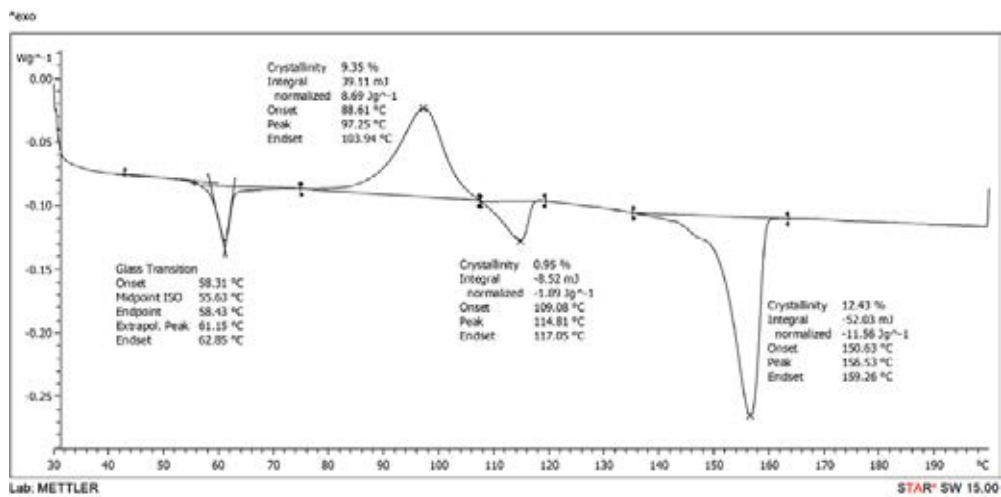
รูปที่31 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS อัตราส่วน 80:20 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2



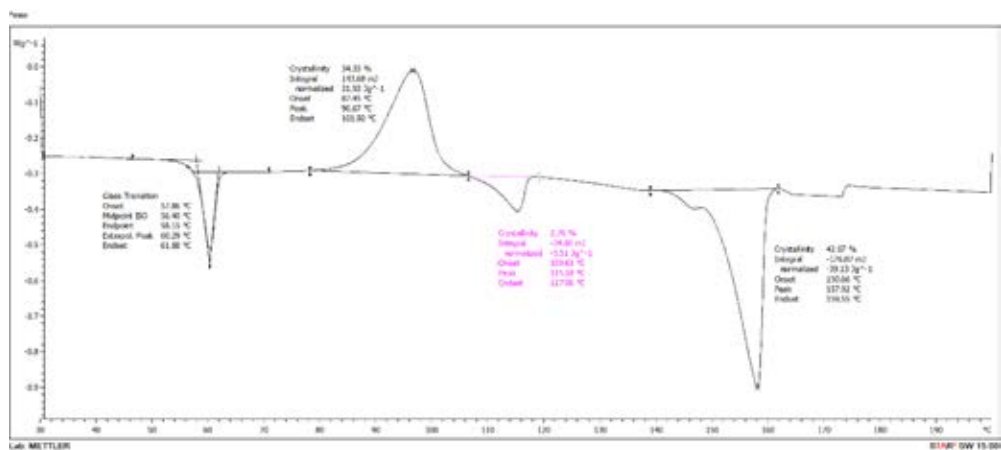
รูปที่32 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ0.5 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



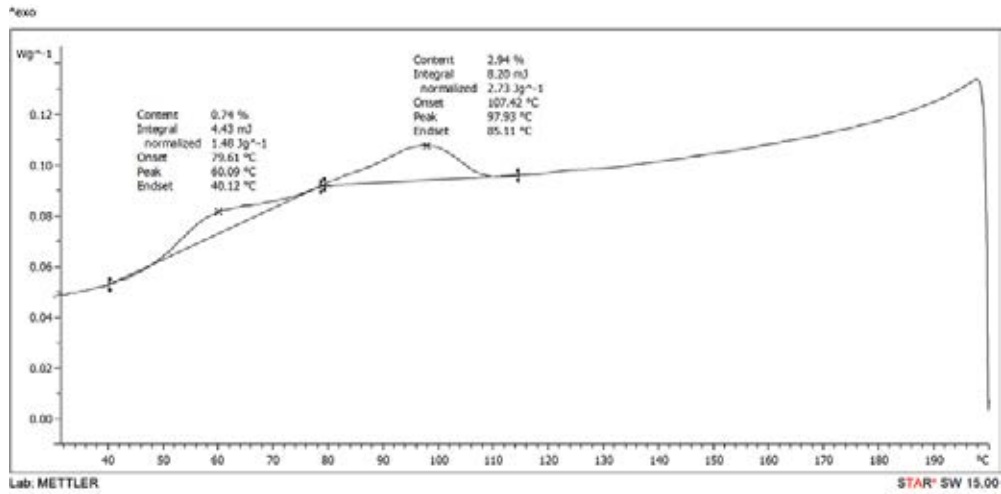
รูปที่33 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ1.0 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



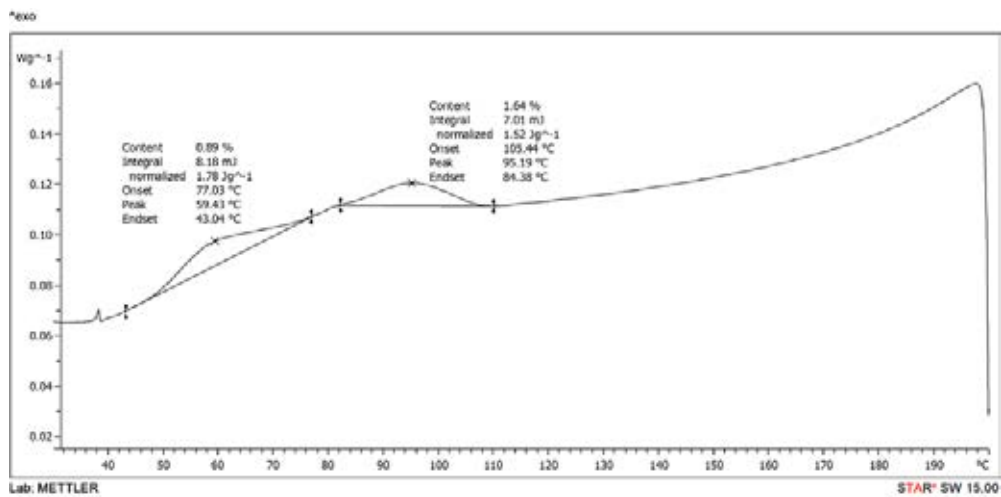
รูปที่34 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ1.5 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



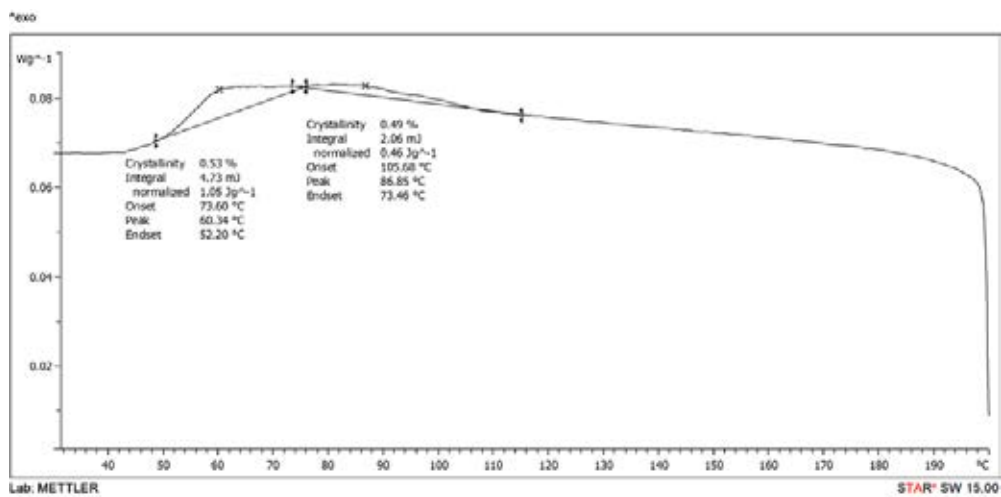
รูปที่35 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ2.0 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 1



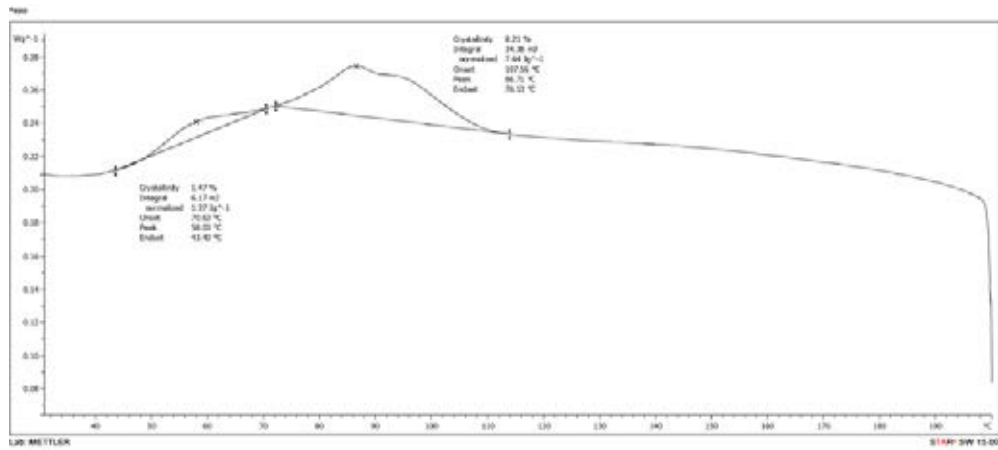
รูปที่36 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 0.5 ระหว่างการเย็นตัว



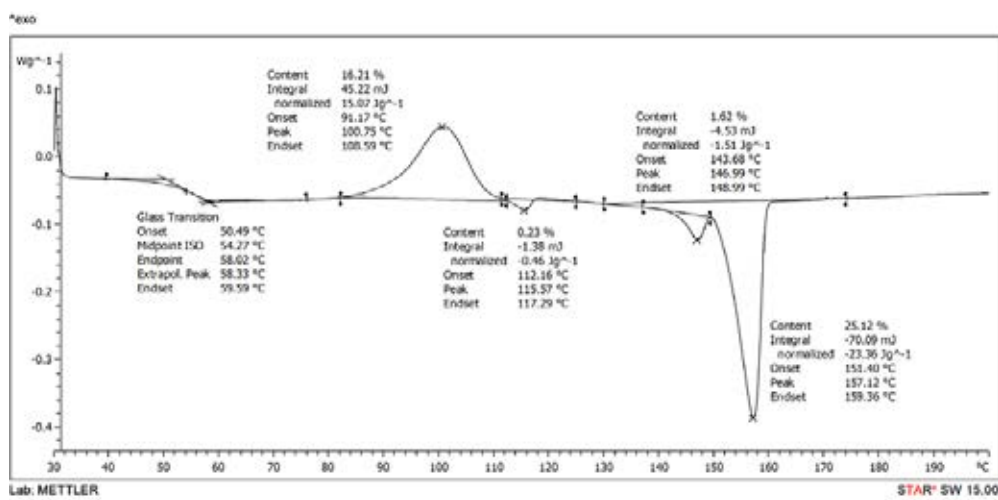
รูปที่37 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 1.0 ระหว่างการเย็นตัว



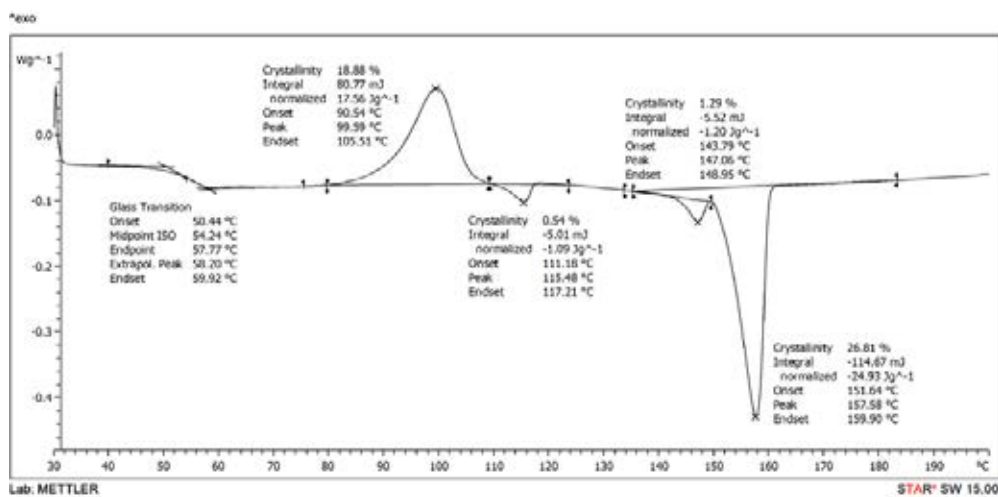
รูปที่38 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 1.5 ระหว่างการเย็นตัว



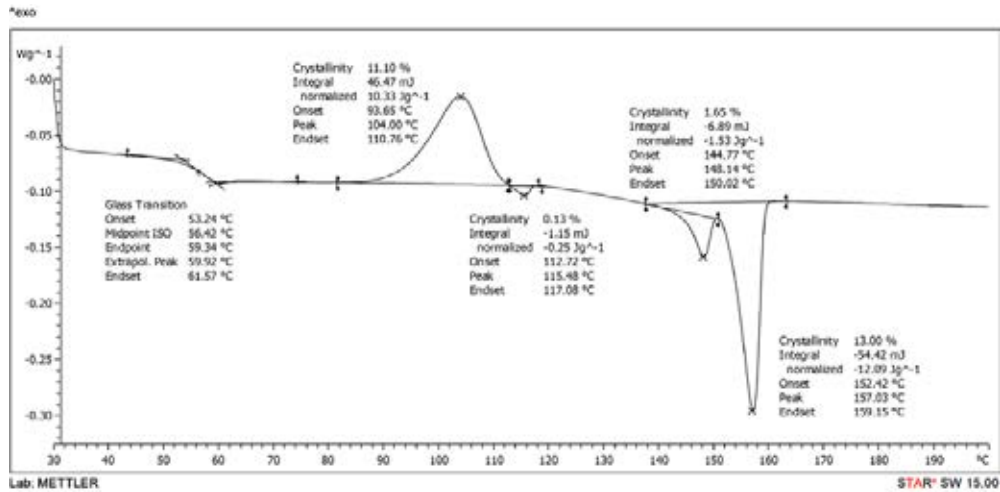
รูปที่39 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 2.0 ระหว่างการเย็นตัว



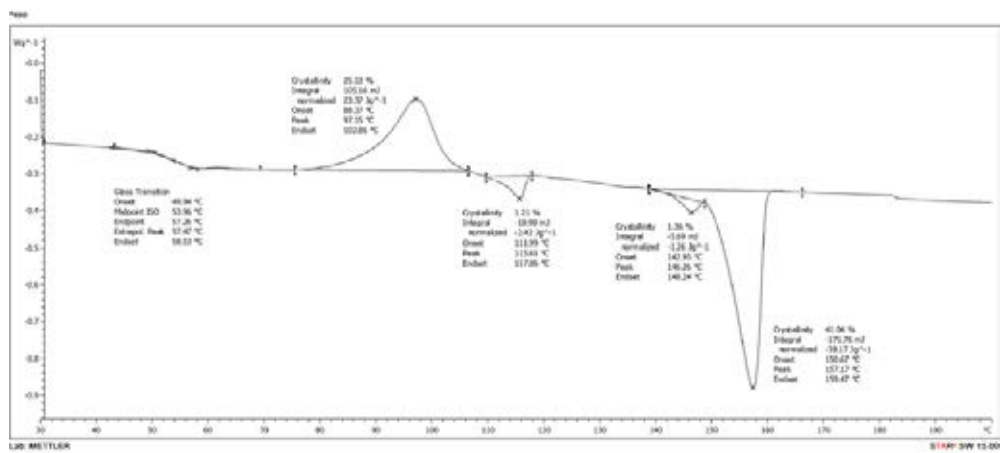
รูปที่40 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ0.5 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2



รูปที่41 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ1.0 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2



รูปที่42พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ1.5 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2



รูปที่43พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยPLA/PBS ที่เติมแกรฟีนร้อยละ2.0 ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2

ตัวอย่างการคำนวณหาระดับความเป็นผลึกของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด/พอลิบิวทีลีนซึกซิเนตที่มีการเติมแกรฟีนร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก โดยสามารถคำนวณได้จากสมการดังนี้

$$X_c(\%) = [(\Delta H_m(\text{PLA}) \times W_{\text{PLA}}) + (\Delta H_m(\text{PBS}) \times W_{\text{PBS}})] - \Delta H_{cc} / [(\Delta H_0(\text{PLA}) \times W_{\text{PLA}}) + (\Delta H_0(\text{PBS}) \times W_{\text{PBS}})]$$

โดย ΔH_m คือ เอนทาลปีของการหลอมเหลว

ΔH_0 คือ เอนทาลปีของ PBS บริสุทธิ์ (200 J/g) และ เอนทาลปีของ PLA บริสุทธิ์ (93 J/g)

W คือ อัตราส่วนของพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทีลีนซึกซิเนตในวัสดุเชิงประกอบ

$$\text{ดังนั้น } X_c = [(0.9 \times 23.66) + (0.1 \times 2.9) / (93 \times 0.9) + (200 \times 0.1)] \times 100 = 20.81\%$$

การทดสอบวัดค่าการนำไฟฟ้า

ตารางที่11 ค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้ที่มีความต่างศักย์ต่างๆ

ตัวอย่างทดสอบ	ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)					ค่าความต้านทาน(Ω)
	100 V	200 V	300 V	400 V	500 V	
PLA/PBS	0.011	0.012	0.013	0.015	0.017	6.5×10^{13}
PLA/PBS-GR0.5	0.039	0.043	0.044	0.045	0.045	5.6×10^{13}
PLA/PBS-GR1.0	0.032	0.035	0.037	0.039	0.041	4.5×10^{13}
PLA/PBS-GR1.5	0.03	0.032	0.033	0.034	0.036	7×10^{13}
PLA/PBS-GR2.0	0.006	0.006	0.012	0.023	0.032	1.1×10^{13}

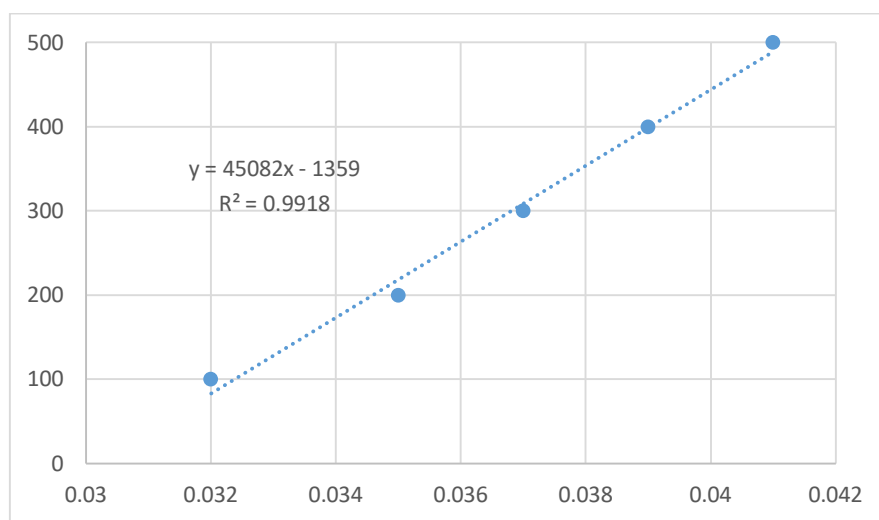
ตัวอย่างการคำนวณค่าความต้านทานไฟฟ้าของเส้นใย PLA/PBS ที่มีการเติมแกรฟีน ร้อยละ 1.0 โดยน้ำหนัก

กำหนดให้ แกน x = ค่ากระแสไฟฟ้า (nA)

แกน y = ค่าความต่างศักย์ (V)

ความชัน = ค่าความต้านทาน (Ω)

ดังนั้น $R = [(45082 \times 0.041) - 1359] - [(45082 \times 0.032) - 1359] / 0.041 - 0.032 = 4.5 \times 10^{13}$



รูปที่ 44 ความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและค่าความต่างศักย์