



การพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส



โดย  
นายณัชชา ก๊กเครือ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2560

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

การพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารพอลิโพรพิลีนชนิดซิเน็ตที่เคลือบผิวด้วยฟลักไมโคร  
เซลลูโลส



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต  
ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ  
บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร  
ปีการศึกษา 2560  
ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

DEVELOPMENT OF FOOD PACKAGING FILMS FROM  
POLY(BUTYLENE SUCCINATE) COATING WITH MICROCRYSTALLINE  
CELLULOSE



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for Master of Engineering (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Department of MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

Graduate School, Silpakorn University

Academic Year 2017

Copyright of Graduate School, Silpakorn University

หัวข้อ การพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เคลือบผิว  
ด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส

โดย ณิชชา ก๊กเครือ

สาขาวิชา วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผนก ก แบบ ก 2 ระดับปริญญา  
มหาบัณฑิต

อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก รองศาสตราจารย์ ดร. ณิชฎาญจน์ หงส์ศรีพันธ์

---

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ได้รับพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา  
ตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

..... คุณบดีบัณฑิตวิทยาลัย  
(รองศาสตราจารย์ ดร.จุไรรัตน์ นันทานิช)

พิจารณาเห็นชอบโดย

..... ประธานกรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. บุศรินทร์ เข้มพะบุตร )

..... อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก  
(รองศาสตราจารย์ ดร. ณิชฎาญจน์ หงส์ศรีพันธ์ )

..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. จันทร์ฉาย ทองปั้น )

..... ผู้ทรงคุณวุฒิภายนอก  
(รองศาสตราจารย์ ดร. จุฑารัตน์ ปรัชญาวารากร )

58402203 : วิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโท

คำสำคัญ : สมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส, สมบัติการต้านทานแบคทีเรีย, ผลึกไมโครเซลลูโลส, พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต, การเคลือบผิว

นาย ณัชชา ก๊กเครือ: การพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : รองศาสตราจารย์ ดร. ณัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์

งานวิจัยมีจุดประสงค์เพื่อพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ซึ่งเตรียมจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตให้มีสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สที่ดีขึ้น โดยการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงความเข้ากันได้กับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนแตกต่างกัน 3 ชนิดคือ MTS, ATS และ GPS ซึ่งแต่ละชนิดจะมีปริมาณการปรับปรุงคือ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส จากการศึกษาพบว่าผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงกระจายตัวได้ดีในสารละลายที่มีความไม่ชอบน้ำ จากการศึกษาฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงพบว่าผลึกไมโครเซลลูโลสยึดเกาะได้ดีกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และเกิดเป็นชั้นของผลึกไมโครเซลลูโลสแทรกอยู่ภายในชั้นของสารเคลือบ ด้วยเหตุนี้ฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงจึงมีสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และคาร์บอนไดออกไซด์ที่ดีขึ้น ทั้งนี้เทคนิคการปรับปรุงสมบัติการซึมผ่านของแก๊สด้วยการเคลือบผิวไม่ส่งผลเสียต่อสมบัติเชิงกล และเสถียรภาพทางความร้อน ฟิล์มตัวอย่างที่มีสมบัติเหมาะสมที่สุดสำหรับการพัฒนาเป็นฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารคือฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วย GPS ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นอกจากนี้งานวิจัยยังมีจุดประสงค์เพื่อพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารให้มีสมบัติต้านทานแบคทีเรีย โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมที่มีปริมาณแตกต่างกันคือ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ จากการศึกษาพบว่าฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงสามารถต้านทานแบคทีเรียชนิด *E.coli* และ *S.aureus* ได้ โดยปริมาณการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยน้ำมันหอมระเหยเท่ากับ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักสามารถต้านทานแบคทีเรียทั้ง 2 ชนิดได้ดีที่สุด ทั้งนี้การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียด้วยเทคนิคการเคลือบผิวฟิล์มด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยไม่ส่งผลเสียต่อสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส สมบัติเชิงกล และเสถียรภาพทางความร้อน

58402203 : Major (POLYMER SCIENCE AND ENGINEERING)

Keyword : GAS BARRIER PROPERTIES, ANTIBACTERIAL PROPERTIES, MICROCRYSTALLINE CELLULOSE, POLY(BUTYLENE SUCCINATE), COATING

MR. NATCHA KOKRUE : DEVELOPMENT OF FOOD PACKAGING FILMS FROM POLY(BUTYLENE SUCCINATE) COATING WITH MICROCRYSTALLINE CELLULOSE THESIS ADVISOR : ASSOCIATE PROFESSOR NATTAKARN HONGSRIPHAN, D.Eng.

The objective of this work was to develop gas barrier properties of food packaging films which were biodegradable polymer. The food packaging films were prepared from poly(butylene succinate); PBS films coated with microcrystalline cellulose (MCC). The interfacial adhesion between MCC and PBS was improved by modification MCC with silane coupling agent (Silane). Three types of silane used to modify MCC were MTS, ATS and GPS. Each type of silane used to modification MCC were varied 1 and 3 %wt. of MCC. The results showed that the presence of silane on the MCC surface favored the dispersion of MCC in hydrophobic solution. The results showed that modified MCC had good compatibility with PBS and could be dispersed well in coating layer. Therefore, the PBS films coated with modified MCC had good gas barrier properties. However, gas barrier properties improvement by coating with MCC did not have impact on mechanical and thermal properties. The suitable coated film to prepare food packaging films was coated film with modified MCC by GPS at 3 %wt. Furthermore, the object of this work was to develop antibacterial properties of food packaging films. The food packaging films were prepared from PBS films coated with MCC which modified by addition of Lemongrass essential oils (LEOs). The content of LEOs used to modification MCC were varied 1, 3 and 5 %wt. of coating solution. The results showed that modified MCC had good antibacterial properties (against *E.coli* and *S.aureus*). The suitable coated film to improve antibacterial properties was coated film with modified MCC by LEOs at 5 %wt. However, antibacterial properties improvement by addition LEOs into MCC did not have impact on gas barrier, mechanical and thermal properties.

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยการช่วยเหลือจากหลายๆฝ่าย โดยข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณรองศาสตราจารย์ ดร. ญัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์ ผู้ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. จันทรฉาย ทองปิ่น ผู้ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม สำหรับการให้คำปรึกษางานวิจัย การชี้แนะแนวทางการวิจัย การวิเคราะห์ผลการทดลองที่ได้จากการวิจัย ตลอดจนการตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่องของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้อย่างละเอียด

ข้าพเจ้าขอกราบขอบพระคุณคณาจารย์ทุกท่านที่เคยให้การอบรมสั่งสอน และให้ความรู้ขอขอบคุณภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร สำหรับการสนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์เครื่องมือวิเคราะห์ ขอขอบคุณคุณพินิจเจียนระลึก ผู้ซึ่งเป็นนักวิทยาศาสตร์ประจำภาควิชาฯ สำหรับคำแนะนำ และการอำนวยความสะดวกด้านการจัดหาวัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่สำนักงานภาควิชาฯ สำหรับการอำนวยความสะดวกในการติดต่อประสานงานในทุกๆด้านจนกระทั่งวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์

ข้าพเจ้าขอขอบคุณบริษัท พีทีที เอ็มซีซี ไซโอเคม จำกัด (ประเทศไทย) สำหรับความอนุเคราะห์เมื่อดonasติกพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และขอขอบคุณศูนย์ความเป็นเลิศด้านเทคโนโลยีปิโตรเคมีและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับทุนสนับสนุนงานวิจัย

ข้าพเจ้าขอขอบคุณภาควิชาเทคโนโลยีชีวภาพ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร สำหรับการสนับสนุนด้านสถานที่ อุปกรณ์เครื่องมือต่างๆที่ใช้สำหรับการสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย ขอขอบพระคุณคุณทิพาภรณ์ ทรัพย์สมบูรณ์ นักวิทยาศาสตร์ชำนาญการประจำภาควิชาเทคโนโลยีชีวภาพ สำหรับการให้คำปรึกษา การแนะนำ การให้ความรู้เบื้องต้น และการให้ความช่วยเหลือในการทดสอบสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

ข้าพเจ้าขอขอบคุณเพื่อนๆปริญญาโท สำหรับความรู้ในการใช้งานเครื่องมือ คำแนะนำในการใช้โปรแกรมคอมพิวเตอร์ที่ใช้สำหรับการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ตลอดจนมิตรภาพ และกำลังใจที่ดี

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณคุณแม่เสาวนีย์ ก๊กเครือ และคุณจิราภรณ์ รัตนวิเศษ รวมถึงทุกๆคนในครอบครัวที่ได้อบรมเลี้ยงดู สั่งสอน และให้กำลังใจกับข้าพเจ้ามาโดยตลอด

ณัชชา ก๊กเครือ

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฐ
สารบัญรูปภาพ.....	ณ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	3
1.3 แนวคิดการดำเนินงานวิจัย.....	3
1.4 ขอบเขตของงานวิจัย.....	4
1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	5
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากผลงานวิจัย.....	5
บทที่ 2 ความรู้ทั่วไป บทความและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ.....	6
2.1.1 ประเภทของพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ.....	7
2.1.2 การทดสอบเพื่อยืนยันความเป็นพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ.....	7
2.2 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS).....	8
2.2.1 กระบวนการผลิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต.....	9
2.2.2 สมบัติของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต.....	10
2.2.3 การประยุกต์ใช้พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต.....	10



2.2.4	แนวโน้มการผลิตพอลิพิวทีลีนซัคซินเนตในอนาคต.....	10
2.3	ผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) .....	11
2.3.1	เซลลูโลส (Cellulose) .....	11
2.3.2	ผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) .....	12
2.4	สารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Silane coupling agent; Silane).....	12
2.4.1	ชนิดของสารเชื่อมประสานซิลเลน.....	12
2.4.2	กลไกการเชื่อมโยงของสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน .....	14
2.5	น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs).....	16
2.5.1	สารต้านเชื้อแบคทีเรีย (Antibacterial agent) .....	16
2.5.2	กลไกการออกฤทธิ์ต้านทาน การยับยั้ง และการทำลายแบคทีเรีย .....	16
2.5.3	น้ำมันหอมระเหย (Essential oils).....	17
2.5.4	กระบวนการผลิตน้ำมันหอมระเหย.....	17
2.5.5	น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs).....	18
2.5.6	ลักษณะและคุณสมบัติของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม .....	20
2.5.7	การยับยั้งแบคทีเรียของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม .....	20
2.6	แบคทีเรีย .....	20
2.6.1	โครงสร้างของแบคทีเรีย.....	21
2.6.2	ชนิดของแบคทีเรีย .....	22
2.6.3	แบคทีเรียที่มีผลต่อการเสื่อมเสียคุณภาพของอาหาร .....	22
2.7	การทบทวนวรรณกรรม .....	23
บทที่ 3	วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	35
3.1	วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย .....	35
3.2	เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย .....	36
3.2.1	เครื่องมือเตรียมสารเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย.....	36

3.2.2 เครื่องมือขึ้นรูปที่ใช้ในงานวิจัย .....	39
3.2.3 เครื่องมือวิเคราะห์และทดสอบที่ใช้ในงานวิจัย.....	40
3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย .....	46
3.3.1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส.....	46
<u>ขั้นตอนที่ 1</u> การปรับปรุงฟลักไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอนย่อยดังนี้.....	48
<u>ขั้นตอนที่ 2</u> การปรับปรุงฟลักไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Treated MCC by silane) ด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลักไมโครเซลลูโลส ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอนย่อยดังนี้ .....	49
<u>ขั้นตอนที่ 3</u> การเตรียมสารเคลือบฟลักไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Treated MCC) ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อยดังนี้.....	50
<u>ขั้นตอนที่ 4</u> การเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยสารเคลือบฟลักไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนย่อยดังนี้ .....	51
<u>ขั้นตอนที่ 5</u> การศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบฟลักไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coated PBS film) ซึ่งสามารถแบ่งการทดสอบเป็น 6 การทดสอบดังนี้ .....	52
3.3.2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย.....	55
<u>ขั้นตอนที่ 1</u> การปรับปรุงฟลักไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Silane coupling agent; Silane) และสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) ตามสูตรที่ทำให้ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสมีสมบัติที่เหมาะสมที่สุดสำหรับเตรียมฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ซึ่งได้จากการวิเคราะห์ข้อมูลในส่วนที่ 1 .....	57

	<u>ขั้นตอนที่ 2</u> การเจือน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมลงในสารเคลือบฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อยดังนี้ .....	57
	<u>ขั้นตอนที่ 3</u> การเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม (Lemongrass-coating solution) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อยดังนี้ .....	57
	<u>ขั้นตอนที่ 4</u> การศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม (Lemongrass-coated PBS films) ซึ่งสามารถแบ่งการทดสอบเป็น 6 การทดสอบดังนี้.....	58
บทที่ 4	ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	67
4.1	ส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส.....	67
4.1.1	การศึกษาโครงสร้างทางเคมี เพื่อยืนยันการเกาะติดของสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนบนฟลิกไมโครเซลลูโลสด้วยเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy (FTIR).....	67
4.1.2	การศึกษาโครงสร้างทางเคมี เพื่อยืนยันการเกาะติดของสารลดแรงตึงผิวบนฟลิกไมโครเซลลูโลสด้วยเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy (FTIR) ..	73
4.1.3	การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง.....	76
4.1.4	การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงส่วนที่ 1 พื้นผิวของฟิล์มตัวอย่าง (Surface section) .....	80
4.1.5	การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงส่วนที่ 2 ภาคตัดขวางของฟิล์มตัวอย่าง (Transverse cross section) .....	84
4.1.6	การศึกษาความเป็นผลึกของฟลิกไมโครเซลลูโลสในชั้นเคลือบผิวฟิล์มด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis (XRD) .....	87

4.1.7 การศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และคาร์บอนไดออกไซด์ (Gas permeability test) .....	90
4.1.8 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตามมาตรฐาน ASTM D882.....	96
4.1.9 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938 .....	101
4.1.10 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability) ด้วยเทคนิค Thermo Gravimetric Analysis (TGA).....	104
4.2 ส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย.....	106
4.2.1 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม ส่วนที่ 1 พื้นผิวของฟิล์มตัวอย่าง (Surface section).....	106
4.2.2 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม ส่วนที่ 2 ภาควัดขวางของฟิล์มตัวอย่าง (Transverse cross section).....	109
4.2.3 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability) ด้วยเทคนิค Thermo Gravimetric Analysis (TGA) .....	111
4.2.4 การศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรีย (Antibacterial activity test) ด้วยเทคนิคการน้บเชื้อแบคทีเรีย (Dynamic shake flask test) ตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM E2149	
113	
4.2.5 การศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และแก๊ส คาร์บอนไดออกไซด์ (Gas permeability test) .....	117
4.2.6 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตามมาตรฐาน ASTM D882.....	119
4.2.7 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938 .....	121
บทที่ 5      สรุปลผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ .....	124

5.1	สรุปผลการวิจัย.....	124
5.2	ข้อเสนอแนะ.....	126
	ภาคผนวก.....	127
	ภาคผนวก ก การคำนวณ.....	128
	ก-1 การคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index; CI) ของฟิล์มตัวอย่างที่ได้รับ การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส.....	129
	ก-2 การคำนวณปริมาณของเชื้อแบคทีเรียที่มีเหลืออยู่ในรูปแบบโคโลนีต่อมิลลิลิตร (CFU/ml) และการคำนวณร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียภายหลังการทดสอบ (%Reduction).....	130
	ภาคผนวก ข การนำเสนอผลงานวิจัย.....	132
	ข-1 การประชุมวิชาการ 6th International Conference on Biodegradable Polymers .....	133
	ข-2 การประชุมวิชาการ 1st Materials Research Society of Thailand International Conference.....	136
	รายการอ้างอิง.....	150
	ประวัติผู้เขียน.....	154



## สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2-1 ชนิดของสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่ใช้กับวัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์กับเส้นใยธรรมชาติ.....	13
ตารางที่ 2-2 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม .....	19
ตารางที่ 2-3 ผลการศึกษาสมบัติการซึมผ่านแก๊สของฟิล์ม PBS และ PBSA.....	23
ตารางที่ 2-4 ผลการศึกษาสมบัติการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของวัสดุคอมพอสิต PLA/CNC .....	24
ตารางที่ 2-5 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมพอสิตเส้นใยปอกระเจากับพอลิเอสเตอร์ .....	25
ตารางที่ 2-6 โครงสร้างทางเคมีของสารเชื่อมประสานอะมิโนไฮเลน (Aminosilane coupling agent; Aminosilane).....	25
ตารางที่ 2-7 ผลการศึกษาด้วยเทคนิค XPS ของ CNC ที่ได้รับ และไม่รับการปรับปรุงด้วย HDTMA .....	30
ตารางที่ 2-8 ดัชนีชี้วัดการต้านทานแบคทีเรียของฟิล์มเจลลาตินที่ได้รับการเติม BO และ LO.....	34
ตารางที่ 3-1 โครงสร้างทางเคมีของสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลน และสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในงานวิจัย .....	36
ตารางที่ 3-2 ค่ามาตรฐานแมคฟาลแลนด์ (McFarland standard) .....	61
ตารางที่ 3-3 ความเข้มข้นของแบคทีเรียต่อการเจือจางแต่ละครั้ง.....	64
ตารางที่ 4-1 เลขคลื่น และหมู่ฟังก์ชันที่บ่งชี้ถึงพันธะที่พบในผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนและสารลดแรงตึงผิว.....	68
ตารางที่ 4-2 คำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊สขั้นตอนที่ 1 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลน .....	69
ตารางที่ 4-3 คำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊สขั้นตอนที่ 2 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนด้วยสารลดแรงตึงผิว.....	74

ตารางที่ 4-4 ค่าการดูดกลืนแสงของสารแขวนลอยของผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงในสารละลายเตระไฮโดรฟูแรน โดยศึกษาที่ความยาวคลื่น 737 นาโนเมตร .....	79
ตารางที่ 4-5 คำอธิบายตัวย่อที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊สชั้นตอนที่ 5 การศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง .....	81
ตารางที่ 4-6 ความหนาเฉลี่ยของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส .....	86
ตารางที่ 4-7 ค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index) ของฟิล์มตัวอย่างที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส.....	89
ตารางที่ 4-8 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส.....	91
ตารางที่ 4-9 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส.....	96
ตารางที่ 4-10 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส.....	101
ตารางที่ 4-11 ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส .....	104
ตารางที่ 4-12 คำอธิบายตัวย่อที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย	107
ตารางที่ 4-13 ความหนาเฉลี่ยของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย .....	110
ตารางที่ 4-14 ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย .....	111
ตารางที่ 4-15 แสดงผลการศึกษาสมบัติการต้านทานแบคทีเรียชนิด <i>E.coli</i> และ <i>S.aureus</i> ของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย .....	113
ตารางที่ 4-16 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย.....	117

ตารางที่ 4-17 แสดงผลการศึกษาระดับเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิ  
เนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย..... 119

ตารางที่ 4-18 ผลการศึกษาระดับเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิไวนิลซัคซิเนตที่  
ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย ..... 122





## สารบัญรูปภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2-1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต.....	8
ภาพที่ 2-2 กระบวนการผลิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจากผลิตภัณฑ์ทางปิโตรเคมี .....	9
ภาพที่ 2-3 กระบวนการผลิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจากผลิตภัณฑ์ทางธรรมชาติ.....	9
ภาพที่ 2-4 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส.....	11
ภาพที่ 2-5 ปฏิกริยาการเชื่อมโยงระหว่างสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนกับเส้นใยธรรมชาติ.....	15
ภาพที่ 2-6 โครงสร้างทางเคมีของสารประกอบหลักของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม .....	19
ภาพที่ 2-7 โครงสร้างเซลล์ของแบคทีเรีย.....	21
ภาพที่ 2-8 โครงสร้างทางเคมีของ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS).....	24
ภาพที่ 2-9 อิทธิพลของชนิด และปริมาณ Aminosilane ต่อค่า Tensile strength .....	26
ภาพที่ 2-10 ภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอสิต RSF-PBS ที่ถูกปรับปรุงด้วยสารเชื่อม ประสานอะมิโนไฮเลนแตกต่างกัน (a) AEAPTES (b) APTES (c) AEAPTMES และ (d) APTMES. 27	
ภาพที่ 2-11 โครงสร้างทางเคมีของ (a) Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) และ (b) Vinyltriethoxysilane (VTES).....	27
ภาพที่ 2-12 อิทธิพลของชนิด และปริมาณ Silane ต่อค่า Tensile modulus .....	28
ภาพที่ 2-13 อิทธิพลของชนิด และปริมาณ Silane ต่อค่า Impact strength.....	28
ภาพที่ 2-14 ภาพ SEM ของวัสดุคอมพอสิต (a) ไม่ปรับปรุง และที่ปรับปรุงด้วย .....	29
ภาพที่ 2-15 โครงสร้างทางเคมีของ HDTMA .....	29
ภาพที่ 2-16 ผลการศึกษาด้วยเทคนิค FTIR ของ CNC ทั้งที่ได้รับ และไม่รับการปรับปรุงด้วย HDTMA .....	30
ภาพที่ 2-17 ผลการศึกษาด้วยเทคนิค XPS ของ CNC ทั้งที่ได้รับการปรับปรุงด้วย 1.4 mmol/g HDTMA (a) Three C 1s components และ (b) Four C 1s components .....	31

ภาพที่ 2-18 ผลการศึกษาด้วยเทคนิค AFM ของ CNC (a) ที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย HDTMA ปริมาณ (b) 0.35 mmol/g ที่ 2 ชั่วโมงและ (c) 1.4 mmol/g ที่ 4 ชั่วโมง. 32	
ภาพที่ 2-19 ผลการศึกษาการกระจายตัวของ CNC ใน (a) น้ำ และ (b) THF เมื่อ (A) ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย HDTMA ปริมาณ (B) 0.35 mmol/g ที่ 2 ชั่วโมง (C) 0.35 mmol/g ที่ 4 ชั่วโมง (D) 1.4 mmol/g ที่ 2 ชั่วโมงและ (E) 1.4 mmol/g ที่ 4 ชั่วโมง..... 33	
ภาพที่ 3-1 เครื่องวัดค่าความเป็นกรดต่างที่ใช้ในงานวิจัย ..... 36	
ภาพที่ 3-2 เครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อนที่ใช้ในงานวิจัย ..... 37	
ภาพที่ 3-3 เครื่องกำเนิดคลื่นเสียงความถี่สูงที่ใช้ในงานวิจัย ..... 37	
ภาพที่ 3-4 เครื่องปั่นเหวี่ยงที่ใช้ในงานวิจัย..... 38	
ภาพที่ 3-5 เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งที่ใช้ในงานวิจัย ..... 38	
ภาพที่ 3-6 เครื่องหล่ออัดรีดแผ่นฟิล์มที่ใช้ในงานวิจัย ..... 39	
ภาพที่ 3-7 อุปกรณ์เคลือบฟิล์มที่ใช้ในงานวิจัย ..... 39	
ภาพที่ 3-8 เครื่องมือสำหรับการศึกษาค่าความชุ่มชื้นที่ใช้ในงานวิจัย ..... 40	
ภาพที่ 3-9 เครื่องมือสำหรับการศึกษาโครงสร้างทางเคมีที่ใช้ในงานวิจัย ..... 40	
ภาพที่ 3-10 เครื่องมือสำหรับการศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis ที่ใช้ในงานวิจัย [19]..... 41	
ภาพที่ 3-11 เครื่องมือสำหรับการศึกษาสมบัติเชิงกลที่ใช้ในงานวิจัย ..... 41	
ภาพที่ 3-12 เครื่องมือสำหรับการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนที่ใช้ในงานวิจัย..... 42	
ภาพที่ 3-13 เครื่องมือสำหรับการศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สที่ใช้ในงานวิจัย ..... 42	
ภาพที่ 3-14 เครื่องมือสำหรับการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่ใช้ในงานวิจัย..... 43	
ภาพที่ 3-15 หม้อนึ่งอัดไอน้ำที่ใช้ในงานวิจัย ..... 43	
ภาพที่ 3-16 เครื่องฆ่าเชื้อด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตที่ใช้ในงานวิจัย ..... 44	
ภาพที่ 3-17 เครื่องเขย่าสาร (Vortex Mixer) ที่ใช้ในงานวิจัย ..... 44	
ภาพที่ 3-18 ตู้บ่มเชื้อที่ใช้ในงานวิจัย..... 45	

ภาพที่ 3-19 แผนผังขั้นตอนการดำเนินงานส่วนการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส	47
.....	
ภาพที่ 3-20 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน	48
ภาพที่ 3-21 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Treated MCC by silane) ด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant)	49
.....	
ภาพที่ 3-22 การเตรียมสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Treated MCC)	50
.....	
ภาพที่ 3-23 การเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัดซินेटด้วยสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution)	51
.....	
ภาพที่ 3-24 ตัวอย่างสำหรับการทดสอบสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊ส	54
.....	
ภาพที่ 3-25 ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D882	54
.....	
ภาพที่ 3-26 ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D1938	55
.....	
ภาพที่ 3-27 แผนผังขั้นตอนการดำเนินงานส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย	56
.....	
ภาพที่ 3-28 การเจือน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมลงในสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution)	57
.....	
ภาพที่ 3-29 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็ง (Nutrient Agar)	59
.....	
ภาพที่ 3-30 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งในจานเพาะเชื้อพลาสติก (Plastic Petri dish)	59
.....	
ภาพที่ 3-31 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลว (Nutrient Broth)	60
.....	
ภาพที่ 3-32 การเทียบมาตรฐานแมคฟาแลนด์ (McFarland standard)	62
.....	
ภาพที่ 3-33 การฆ่าเชื้อฟิล์มตัวอย่างด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet light)	62
.....	
ภาพที่ 3-34 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวพร้อมฟิล์มตัวอย่างและเชื้อแบคทีเรีย	63
.....	
ภาพที่ 3-35 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวพร้อมฟิล์มตัวอย่างและเชื้อแบคทีเรียในตู้บ่มเชื้อ	64
.....	
ภาพที่ 4-1 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย MTS ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส	70
.....	
ภาพที่ 4-2 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย ATS ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส	71
.....	

ภาพที่ 4-3 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย GPS ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส..... 72

ภาพที่ 4-4 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย MTS และสารลดแรงตึงผิว ..... 75

ภาพที่ 4-5 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย ATS และสารลดแรงตึงผิว ..... 75

ภาพที่ 4-6 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย GPS และสารลดแรงตึงผิว ..... 76

ภาพที่ 4-7 การกระจายตัวของ (a) MCC (b) 1MTS-CTAB (c) 3MTS-CTAB (d) 1ATS-CTAB (e) 3ATS-CTAB (f) 1GPS-CTAB และ (g) 3GPS-CTAB ในน้ำกลั่น..... 77

ภาพที่ 4-8 การกระจายตัวของ (a) MCC (b) 1MTS-CTAB (c) 3MTS-CTAB (d) 1ATS-CTAB (e) 3ATS-CTAB (f) 1GPS-CTAB และ (g) 3GPS-CTAB ในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน ..... 77

ภาพที่ 4-9 ค่าการดูดกลืนแสงของสารแขวนลอยของผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน โดยศึกษาที่ความยาวคลื่น 737 นาโนเมตร ..... 78

ภาพที่ 4-10 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวฟิล์ม (a) PBS (b) PBS Modified (c) MCC Modified (d) 1MTS Modified (e) 3MTS Modified (f) 1ATS Modified (g) 3ATS Modified (h) 1GPS Modified และ (i) 3GPS Modified ..... 82

ภาพที่ 4-11 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์ม (a) PBS (b) PBS Modified (c) MCC Modified (d) 1MTS Modified (e) 3MTS Modified (f) 1ATS Modified (g) 3ATS Modified (h) 1GPS Modified และ (i) 3GPS Modified ..... 85

ภาพที่ 4-12 การศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis ของฟิล์ม พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ..... 88

ภาพที่ 4-13 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ..... 92

ภาพที่ 4-14 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ..... 94

ภาพที่ 4-15 ค่าความทนแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส .....	97
ภาพที่ 4-16 ค่าระยะยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) ของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส .....	98
ภาพที่ 4-17 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส.....	102
ภาพที่ 4-18 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวฟิล์ม (a) 0LEOs (b) 1LEOs (c) 3LEOs และ (d) 5LEOs .....	108
ภาพที่ 4-19 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์ม (a) 0LEOs (b) 1LEOs (c) 3LEOs และ (d) 5LEOs .....	109
ภาพที่ 4-20 ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย .....	111
ภาพที่ 4-21 ปริมาณแบคทีเรีย <i>E.coli</i> ที่มีชีวิตอยู่ภายหลังการทดสอบการต้านเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย .....	114
ภาพที่ 4-22 ปริมาณแบคทีเรีย <i>S.aureus</i> ที่มีชีวิตอยู่ภายหลังการทดสอบการต้านเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย.....	115
ภาพที่ 4-23 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย .....	117
ภาพที่ 4-24 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย.....	118
ภาพที่ 4-25 ค่าความทนแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย .....	120
ภาพที่ 4-26 ค่าระยะยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) ของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย.....	120
ภาพที่ 4-27 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย .....	122

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

อาหารเป็นหนึ่งในปัจจัย 4 ที่สำคัญต่อการดำรงชีวิต เมื่อมีอาหาร ทำให้เราจำเป็นต้องใช้ภาชนะสำหรับบรรจุอาหาร ซึ่งบรรจุภัณฑ์ทางด้านอาหารส่วนใหญ่ถูกผลิตขึ้นจากพลาสติก เนื่องจากพลาสติกเป็นวัสดุที่มีสมบัติเหมาะสมหลายประการและมีราคาต้นทุนต่ำ พลาสติกที่อุตสาหกรรมนิยมใช้ผลิตบรรจุภัณฑ์ทางด้านอาหารคือ พลาสติกในกลุ่มพอลิโอเลฟินส์ (Polyolefin) และพอลิเอทิลีน เทเรฟทาเลต (Poly(ethylene terephthalate); PET) เป็นต้น ปัญหาที่เกิดขึ้นจากการใช้งานวัสดุเหล่านี้คือ เมื่อบรรจุภัณฑ์จากพลาสติกผ่านการใช้งานจะถูกทิ้งกลายเป็นขยะพลาสติกซึ่งใช้ระยะเวลาอันยาวนานในกระบวนการย่อยสลาย ส่งผลให้เกิดการสะสมของขยะและการปนเปื้อนในสิ่งแวดล้อมจนเป็นมลพิษทางด้านสิ่งแวดล้อม ถึงแม้จะมีการแก้ปัญหาด้วยการนำบรรจุภัณฑ์พลาสติกเหล่านี้กลับมาใช้ซ้ำ (Recycle) แต่กระบวนการมีความยุ่งยาก และไม่เหมาะสมในเชิงเศรษฐศาสตร์ ด้วยเหตุนี้การใช้พลาสติกที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Biodegradable plastics) มาใช้แทนจึงเป็นการแก้ปัญหาที่ดีกว่า มีความยั่งยืน และเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม พลาสติกที่ย่อยสลายได้ทางชีวภาพคือ พลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติภายใต้สภาวะที่เหมาะสม เช่น ย่อยสลายได้ด้วยจุลินทรีย์ เกิดเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ น้ำ และสารประกอบอินทรีย์รวมอยู่กับดินในธรรมชาติ และย้อนกลับมาเป็นวัตถุดิบสำคัญในกระบวนการเจริญเติบโตของพืช ซึ่งเป็นวัฏจักรของธรรมชาติอย่างครบวงจร [1]

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) เป็นพอลิเมอร์ย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่จัดอยู่ในกลุ่มพอลิเอสเทอร์สายโซ่ตรง (Aliphatic polyester) เป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติคล้ายกับพอลิเมอร์ในกลุ่มโอเลฟินส์ กล่าวคือมีความยืดหยุ่นสูง ด้านทานแรงกระแทกได้ดี ทนต่อสารเคมีและความร้อน สามารถขึ้นรูปได้ง่ายด้วยกระบวนการผลิตพลาสติกทั่วไปเช่น การเป่าฟิล์ม (Blown film extrusion) และการฉีด (Injection molding) บรรจุภัณฑ์เป็นต้น ในอดีตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผลิตจากวัตถุดิบปิโตรเลียม (Petroleum-based) เท่านั้น แต่ในปัจจุบันสามารถผลิตได้จากวัตถุดิบมวลชีวภาพ (Bio-based) สำหรับประเทศไทยได้มีการจัดตั้งโรงงานผลิตเม็ดพลาสติกชีวภาพชนิดพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในเชิงพาณิชย์ภายใต้เครื่องหมายทางการค้า BioPBS จากการร่วมลงทุนกันของบริษัท ปตท. จำกัด (มหาชน) และบริษัท มิตรชูปิชิ เคมิคอล คอร์ปอเรชัน (MCC) ประเทศญี่ปุ่น ซึ่งเป็นโรงงานแห่งแรกของโลกที่ใช้วัตถุดิบจากธรรมชาติในกระบวนการผลิต จากการร่วมลงทุนนี้ถือเป็นการสนับสนุนการใช้เม็ดพลาสติกชีวภาพ โดยเฉพาะเม็ดพลาสติกพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เพื่อทดแทนการใช้เม็ดพลาสติกทั่วไปที่ไม่สามารถย่อยสลายได้ (Non-degradable plastics) ในอนาคตจึงมีความเป็นไปได้สูงที่พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจะเป็นวัตถุดิบหลักสำหรับผลิตภัณฑ์ทางด้านบรรจุภัณฑ์ อย่างไรก็ตาม

ตามสมบัติของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบางประการยังไม่เหมาะสมสำหรับฟิล์มบรรจุภัณฑ์ทางด้านอาหาร โดยเฉพาะสมบัติด้านการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส (Gas barrier properties) ที่มีค่าต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต-โค-อะดิเพท (Poly(butylene succinate-co-adipate); PBSA) และฟิล์มพอลิแลคติกแอซิด (Polylactic acid; PLA) [2] ด้วยเหตุนี้ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะนำพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมาทำการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส โดยการเคลือบผิว ด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) ซึ่งเป็นอนุภาคที่สามารถย่อยสลายได้ในธรรมชาติ เกิดจากการกำจัดส่วนที่ไม่เป็นผลึก (Amorphous) ของเส้นใยแอลฟาเซลลูโลส (Alpha cellulose) ที่ได้จากพืช เป็นอนุภาคที่มีความเป็นผลึกสูงจึงสามารถช่วยปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สได้ [3] นอกจากนี้การเติมผลึกไมโครเซลลูโลสยังอาจช่วยปรับปรุงสมบัติการต้านทานการฉีกขาด (Tear resistance) ได้อีกด้วย โดยการปรับปรุงดังกล่าวข้างต้นจะไม่ส่งผลกระทบต่อสมบัติเชิงกลของ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เนื่องจากกระบวนการเคลือบผิวเป็นการปรับปรุงบริเวณพื้นผิวของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเท่านั้นจึงไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีภายในเนื้อพอลิเมอร์ (Bulk polymer)

ผลึกไมโครเซลลูโลสเป็นสารที่มีความเป็นขั้วสูง หรือมีสมบัติชอบน้ำ (Hydrophilic) ส่งผลให้เกิดการยึดเกาะกับพอลิเมอร์ส่วนใหญ่ซึ่งไม่มีขั้ว หรือมีสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ได้ไม่ดีนัก ด้วยเหตุนี้ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะปรับปรุงพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสให้มีความเป็นขั้วที่ลดลง โดยการเปลี่ยนแปลงหมู่ฟังก์ชัน (Functionalized) ของผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Silane coupling agents; Silane) ซึ่งเป็นสารที่มีหมู่ฟังก์ชัน 2 หมู่แตกต่างกันอยู่ที่ปลายแต่ละด้านของโครงสร้าง หมู่ฟังก์ชันด้านหนึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) บนผลึกไมโครเซลลูโลส ส่วนอีกด้านหนึ่งสามารถเกิดแรงยึดเหนี่ยวพอลิเมอร์ได้ สารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนมีโครงสร้างที่หลากหลาย แตกต่างกันที่หมู่ปลายทั้งสอง จึงทำให้มีความจำเพาะเจาะจงในการใช้งาน สำหรับสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนที่นิยมใช้เช่น Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS) [4], Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) [5] และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) [6] เป็นต้น ดังนั้นการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนจึงสามารถช่วยให้เกิดการยึดเกาะระหว่างผลึกไมโครเซลลูโลสกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีขึ้น

บรรจุภัณฑ์ทางด้านอาหารถูกผลิตขึ้นด้วยจุดประสงค์หลักคือเพื่อบรรจุและเก็บรักษาอาหารให้มีอายุยาวนานขึ้น ซึ่งสาเหตุสำคัญของการเสื่อมสภาพ และการเน่าเสียของอาหารคือ การเกิดและเจริญเติบโตของแบคทีเรียที่ปนเปื้อนมากับอาหารเช่น *Escherichia coli* (*E.coli*) และ *Staphylococcus aureus* (*S.aureus*) เป็นต้น เมื่ออาหารเหล่านี้เกิดการเน่าเสียในระหว่างการกระบวนการเก็บจะส่งผลให้เกิดการสูญเสียต้นทุนทั้งในระดับครัวเรือน และในระดับอุตสาหกรรม

ด้วยเหตุนี้ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารให้มีสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย (Antibacterial properties) โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs) ลงในชั้นเคลือบของฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารที่ผู้วิจัยศึกษา ซึ่งน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมเป็นสารที่มีคุณสมบัติยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรีย จึงช่วยชะลอการเน่าเสียของอาหาร ทำให้สามารถเก็บรักษาได้ยาวนานขึ้น และน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมเป็นสารที่ผลิตขึ้นจากธรรมชาติด้วยกระบวนการสกัดจากต้นตะไคร้ (*Cymbopogon citratus*) จึงมีความปลอดภัยต่อผู้บริโภค [7] นอกจากนี้การเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมลงในชั้นเคลือบเพื่อต้องการให้น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมสามารถสัมผัสกับแบคทีเรียได้โดยตรง ซึ่งจะช่วยให้มีประสิทธิภาพในการต้านทานแบคทีเรียมากกว่าการเติมลงในเนื้อพอลิเมอร์

งานวิจัยนี้เป็นงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์ทางด้านอาหารที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ซึ่งเตรียมจากพอลิবিวทีลีนซัคซิเนตให้มีสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สที่เพิ่มขึ้น โดยการเคลือบด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงความเข้ากันได้กับพอลิবিวทีลีนซัคซิเนตด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนแตกต่างกัน 3 ชนิดคือ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) อีกทั้งพัฒนาให้ฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารมีสมบัติต้านทานแบคทีเรีย โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมที่ปริมาณการเติมแตกต่างกัน เพื่อเป็นแนวทางประยุกต์ใช้ในด้านบรรจุภัณฑ์อาหาร ตลอดจนการผลิตเพื่อใช้งานในชีวิตประจำวัน

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษาการเตรียมฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารย่อยสลายได้ที่มีสมบัติต้านทานการซึมผ่านของแก๊สจากพอลิবিวทีลีนซัคซิเนตที่เคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส

1.2.2 เพื่อศึกษาผลของชนิด และปริมาณสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการยึดเกาะของผลึกไมโครเซลลูโลสกับพอลิবিวทีลีนซัคซิเนต

1.2.3 เพื่อศึกษาโครงสร้างทางเคมี สมบัติเชิงกล เสถียรภาพทางความร้อน สมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส แรงตึงผิว และลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มพอลิবিวทีลีนซัคซิเนตที่เคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส

1.2.4 เพื่อศึกษาผลของปริมาณน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการต้านทานแบคทีเรียชนิด *Escherichia coli* และ *Staphylococcus aureus*

## 1.3 แนวคิดการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยมีจุดมุ่งหมายที่จะพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์ทางด้านอาหารที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากพอลิবিวทีลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ให้มีสมบัติการต้านทานการซึม



ผ่านของแก๊สที่ดีขึ้น โดยการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) อย่างไรก็ตามการยึดเกาะระหว่างผลึกไมโครเซลลูโลสกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตไม่ดัดนัก เนื่องจากความแตกต่างกันในเรื่องของความเป็นขั้ว ดังนั้นจึงควรปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสโดยการเปลี่ยนแปลงหมู่ฟังก์ชันบนผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Silane coupling agents; Silane) นอกจากนี้ยังพัฒนาบรรจุภัณฑ์อาหารให้มีสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs) โดยงานวิจัยนี้แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ส่วนหลักดังนี้

ส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส โดยการเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งแบบไม่ปรับปรุงและปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนแตกต่างกัน 3 ชนิดคือMethacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ซึ่งแต่ละชนิดจะมีการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเป็น 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส แล้วนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมี สมบัติเชิงกล เสถียรภาพทางความร้อน สมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส และลักษณะทางสัณฐานวิทยา

ส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมลงในฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสในปริมาณแตกต่างกัน คือ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม แล้วนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมี สมบัติเชิงกล เสถียรภาพทางความร้อน สมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

#### 1.4 ขอบเขตของงานวิจัย

1.4.1. พอลิเมอร์ย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่ใช้ในงานวิจัยคือ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ชื่อทางการค้า BioPBS เกรด FZ91PM ผลิตขึ้นโดยบริษัท PTT MCC Biochem company Limited ประเทศไทย

1.4.2. สารปรับปรุงการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สคือ ผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC)

1.4.3. สารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Silane coupling agent; Silane) ที่ใช้ในงานวิจัย 3 ชนิดคือ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) แต่ละชนิดมีปริมาณการเติม 2 ค่าคือ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส

1.4.4 สารต้านทานแบคทีเรียที่ใช้ในงานวิจัยคือ น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemon grass essential oils; LEOs) มีปริมาณการเติม 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม

## 1.5 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

1.5.1 การศึกษาค้นคว้าข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยจากเอกสาร และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.5.2 การออกแบบวิธีการทดลอง และวางแผนการดำเนินงานวิจัย

1.5.3 การจัดซื้อสารเคมีและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องสำหรับงานวิจัย

1.5.4 การดำเนินงานวิจัยตามแผนการดำเนินงานวิจัยซึ่งแบ่งออกเป็น 2 ส่วนดังนี้

ส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส โดยเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) ทั้งที่ได้รับ และไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Silane coupling agent; Silane) แตกต่างกัน 3 ชนิด คือ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ซึ่งแต่ละชนิดจะมีการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเป็น 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส

ส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมลงในฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยปริมาณแตกต่างกันคือ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส

1.5.5 การวิเคราะห์ และสรุปผลการวิจัย

1.5.6 การนำเสนอส่วนหนึ่งของงานวิจัยในการประชุมระดับนานาชาติ

1.5.7 การจัดทำรายงานผลการวิจัย

1.5.8 การสอบโครงการวิจัย

## 1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากผลงานวิจัย

1.6.1 สามารถเตรียมฟิล์มย่อยสลายได้ที่มีสมบัติต้านทานการซึมผ่านของแก๊สจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสได้

1.6.2 สามารถหาชนิด และปริมาณการเติมสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนที่ปรับปรุงความสามารถในการยึดเกาะระหว่างผลึกไมโครเซลลูโลสกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้เหมาะสมที่สุด

1.6.3 สามารถหาปริมาณการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมที่ปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียของฟิล์มได้เหมาะสมที่สุด

## บทที่ 2

### ความรู้ทั่วไป บทความและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (Biodegradable plastics) คือพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ด้วยได้ด้วยเอนไซม์ หรือจุลินทรีย์ที่มีอยู่ในธรรมชาติ โดยให้ผลิตภัณฑ์จากการย่อยสลายเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ น้ำ และสารประกอบอินทรีย์ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่สำคัญสำหรับการดำรงชีวิตและการเจริญเติบโตของพืช พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพสามารถผลิตได้จากวัตถุดิบ 2 ประเภทคือปิโตรเลียม (Petroleum-base) ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่ไม่สามารถหาทดแทนใหม่ได้ (Non-renewable resources) และชีวมวล (Bio-base) ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่สามารถหาทดแทนใหม่ได้ (Renewable resources) โดยการผลิตพลาสติกย่อยสลายได้จากชีวมวลคือการผลิตพลาสติกย่อยสลายได้จากผลผลิตทางการเกษตรที่มีแป้ง หรือเซลลูโลส (Cellulose) เป็นส่วนประกอบหลักเช่น ข้าว ข้าวโพด อ้อย และมันสำปะหลัง เป็นต้น ดังนั้นเมื่อมนุษย์ใช้ผลิตภัณฑ์ที่ผลิตขึ้นจากพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพแล้วก็จะกลายเป็นขยะ แต่เป็นขยะที่มีคุณสมบัติที่ดีกว่าขยะจากผลิตภัณฑ์พลาสติกทั่วไปที่ไม่สามารถย่อยสลายได้ (Non-degradable plastics) กล่าวคือขยะเหล่านี้จะสามารถย่อยสลายได้ในธรรมชาติที่มีสภาพแวดล้อมที่เหมาะสมเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่เป็นประโยชน์ต่อการดำรงชีวิตของพืชที่เป็นวัตถุดิบสำหรับผลิตพลาสติกย่อยสลายได้ จึงเกิดเป็นวัฏจักรของพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่มีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อม [1, 6, 8]

จากการตระหนักถึงปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อม โดยเฉพาะเรื่องวัตถุดิบปิโตรเลียมที่กำลังลดลงอย่างต่อเนื่อง และมลพิษจากขยะที่ไม่สามารถย่อยสลายได้ ทำให้หลายๆประเทศ รวมถึงประเทศไทยหันมาสนใจผลิตภัณฑ์จากพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพมากขึ้น สังเกตได้จากผลิตภัณฑ์จากพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆ [9] เช่น

- การใช้งานทางด้านบรรจุภัณฑ์: วัสดุที่ใช้สำหรับบรรจุสิ่งของ และอาหาร ช่วยให้อาหารมีความปลอดภัยต่อผู้บริโภค ชะลอการเน่าเสีย สามารถย่อยสลายไปพร้อมกับเศษอาหาร ภายหลังจากใช้งานตัวอย่างผลิตภัณฑ์เช่น จาน ช้อน-ส้อม หลอด แก้วน้ำชนิดใช้แล้วทิ้ง ฟิล์ม ถุง ขวด กระปุกสำหรับบรรจุสิ่งของ และอาหาร เป็นต้น

- การใช้งานทางการเกษตร: วัสดุที่ช่วย และป้องกันปัญหาในการเจริญเติบโตของพืช สามารถย่อยสลายกลายเป็นอาหารแก่พืชได้ภายหลังจากใช้งานตัวอย่างผลิตภัณฑ์เช่น ฟิล์มคลุมดิน ถุง และกระถางใส่ต้นไม้ เป็นต้น

- การใช้งานทางด้านการแพทย์: วัสดุที่สามารถเข้ากับเนื้อเยื่อของมนุษย์ได้ ช่วยให้การรักษาเป็นไปอย่างรวดเร็ว และสามารถย่อยสลายกลายเป็นอาหารแก่เซลล์ได้ภายหลังการใช้งานตัวอย่างผลิตภัณฑ์เช่น ผิวน้ำ และกระดูกเทียม ไหมละลาย แผ่นตามกระดูก ยา เป็นต้น

- การใช้งานทางด้านอื่นๆ: เป็นวัสดุที่ใช้สำหรับการตกแต่งทั้งภายใน และภายนอก ตัวอย่างผลิตภัณฑ์เช่น เส้นใยสำหรับผลิตเสื้อผ้า ชิ้นส่วนอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และรถยนต์ เป็นต้น

### 2.1.1 ประเภทของพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพสามารถแบ่งตามแหล่งกำเนิดวัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตได้ 2 ประเภทคือ [10]

- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่ผลิตจากผลิตภัณฑ์ปิโตรเคมี (Petroleum-based biodegradable plastics) เช่นน้ำมันดิบ แก๊สธรรมชาติ และถ่านหิน เป็นต้น ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่ไม่สามารถหาทดแทนใหม่ได้ (Non-renewable resources) ตัวอย่างพลาสติกในกลุ่มนี้ได้แก่ พอลิบิวทิลีนอะดิเพตโคเทเรพทาเลท (Polybutylene adipate-co-terephthalate; PBAT) และพอลิคาโพรแลคโตน (Polycaprolactone; PCL) เป็นต้น

- พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่ผลิตจากวัตถุดิบมวลชีวภาพ (bio-based biodegradable plastics) ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่สามารถหาทดแทนใหม่ได้ (Renewable resources) วัตถุดิบมวลชีวภาพคือผลผลิตทางการเกษตรที่มีแป้ง และน้ำตาลเป็นส่วนประกอบเช่น ข้าว ข้าวโพด มันฝรั่ง มันสำปะหลัง อ้อย และปาล์ม เป็นต้น นอกจากนี้อาจหมายถึงผลผลิตจากอุตสาหกรรมโคนม เช่น นม และหางนม เป็นต้น ซึ่งวัตถุดิบชีวมวลจะถูกนำมาเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของน้ำตาล และมอนอเมอร์ (Monomer) เช่นกรดแลคติก (Lactic acid) และกรดซัคซินิก (Succinic acid) เป็นต้น ก่อนจะถูกนำมาผ่านกระบวนการสังเคราะห์ให้เป็นพอลิเมอร์ ตัวอย่างพลาสติกในกลุ่มนี้ได้แก่ พอลิแลคติกแอซิด (Polylactic acid; PLA) พอลิไฮดรอกซีอัลคานอเอต (Polyhydroxyalkanoate; PHA) และพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) เป็นต้น

### 2.1.2 การทดสอบเพื่อยืนยันความเป็นพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

การจัดพลาสติกทั่วไปให้อยู่ในกลุ่มของพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพจะต้องมีการนำพลาสติกมาผ่านกระบวนการทดสอบการสลายตัวทางชีวภาพซึ่งมี 4 ขั้นตอนดังนี้

2.1.2.1 การศึกษาสมบัติทางเคมี พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพจะต้องไม่มีส่วนประกอบของโลหะหนักเกินร้อยละ 1 หรือสารประกอบตัวเติมอื่นที่ไม่สามารถย่อยสลายได้รวมกันเกินร้อยละ 5

2.1.2.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้าง และการย่อยสลายกลายเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide; CO<sub>2</sub>) และน้ำ

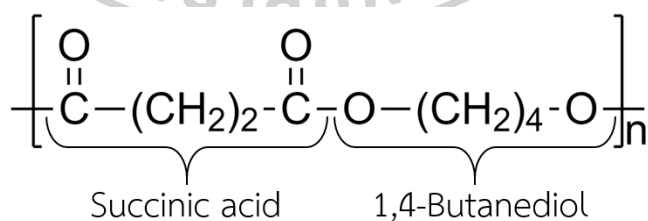
2.1.2.3 การศึกษาการย่อยสลายในสภาวะควบคุมเสมือนการย่อยสลายตามธรรมชาติ

2.1.2.4 การศึกษาความเป็นพิษของอินทรีย์วัตถุ (ดิน) ภายหลังจากกระบวนการย่อยสลาย โดยการศึกษาจากการเจริญเติบโตของพืช และไส้เดือนที่อาศัยอยู่ในดิน

ตัวอย่างมาตรฐานการทดสอบการสลายตัวทางชีวภาพคือ การทดสอบตามมาตรฐาน American Society for Testing and Materials (ASTM) 5338 ซึ่งมีข้อกำหนดดังนี้ พลาสติกที่ประกอบด้วยพอลิเมอร์เพียงชนิดเดียวจะต้องมีความสามารถในการย่อยสลายอย่างน้อย 60% และเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นโมเลกุลขนาดเล็กเช่น แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ น้ำ สารประกอบอินทรีย์ สารชีวมวล เป็นต้น ภายใต้อุณหภูมิการย่อยสลายด้วยจุลินทรีย์แบบใช้ออกซิเจนภายในระยะเวลา 6 เดือน สำหรับกรณีพลาสติกที่ประกอบด้วยพอลิเมอร์มากกว่า 1 ชนิดจะต้องมีความสามารถในการย่อยสลายอย่างน้อย 90% และเกิดผลิตภัณฑ์ที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในการปรับสภาพดิน ต้องไม่มีส่วนประกอบของสารที่มีความเป็นพิษต่อพืช และสัตว์ จึงจะสามารถจัดพลาสติกที่ผ่านกระบวนการทดสอบดังกล่าวเข้าอยู่ในกลุ่มของพลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

## 2.2 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS)

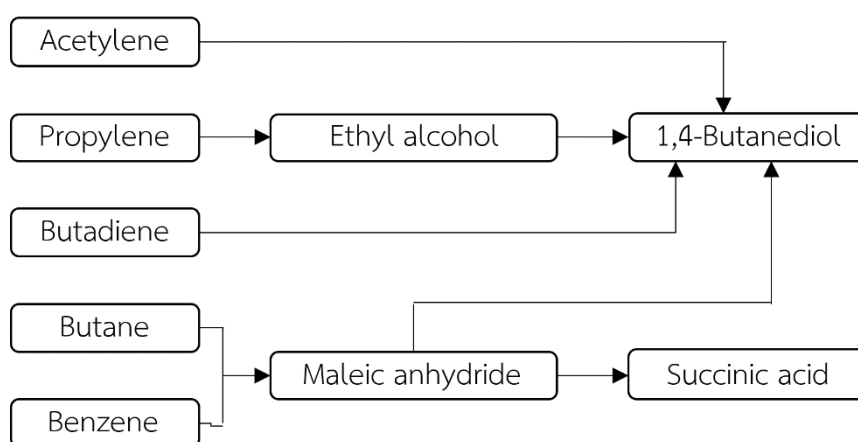
พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นพอลิเอสเตอร์สังเคราะห์ที่มีโครงสร้างเป็นสายโซ่ตรง (Aliphatic polyester) ดังแสดงในภาพที่ 2-1 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ มีสมบัติคล้ายกับพอลิเอทิลีนเทเรพธาลเตต (Poly(ethylene terephthalate); PET) สามารถขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ได้ง่ายด้วยกระบวนการขึ้นรูปที่ใช้กับพลาสติกทั่วไป สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลายเช่น ฟิล์มคลุมดิน ถังหรือฟิล์มที่เป็นบรรจุภัณฑ์ผลิตภัณฑ์อนามัยที่ใช้แล้วทิ้ง เป็นต้น นอกจากนี้ยังนิยมนำพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมาผสมกับพอลิเมอร์ชนิดอื่นเพื่อปรับปรุงสมบัติให้เหมาะสมกับการนำไปใช้งานมากขึ้นเช่น การผสมกับเทอร์โมพลาสติกสตาร์ช (Thermoplastic starch) และพอลิเมอร์ร่วมของอะดิเปต (Adipate copolymer) เป็นต้น [11]



ภาพที่ 2-1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

### 2.2.1 กระบวนการผลิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตสามารถสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาควบแน่นระหว่างกรดซัคซินิก (Succinic acid) และ 1,4-บิวเทนไดออล (1,4-Butanediol) ซึ่งในอดีตนอเมอร์ (Monomers) ทั้งสองเตรียมได้จากผลิตภัณฑ์ทางปิโตรเคมี โดยการนำก๊าซบิวเทนมาเปลี่ยนให้เป็นมาเลอิกแอนไฮไดรด์ (Maleic anhydride) จากนั้นเปลี่ยนให้เป็นกรดซัคซินิก และ 1,4-บิวเทนไดออลที่อุณหภูมิสูงกว่า 100 °C และมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเช่น Tetra-n-butyl-titanate และ Tetra-isopropyl titanate การเตรียมแสดงดังภาพที่ 2-2 [8]



ภาพที่ 2-2 กระบวนการผลิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจากผลิตภัณฑ์ทางปิโตรเคมี

สำหรับในปัจจุบันนอเมอร์ทั้งสองสามารถเตรียมได้จากผลิตภัณฑ์ทางธรรมชาติที่ปลูกทดแทนใหม่ได้ โดยผ่านกระบวนการหมักแบบไม่ใช้ออกซิเจนของแบคทีเรียเช่น *Actinobacillus-succinognes* และ *Anarobiospirillumsuccinicproducingens* จะได้กรดซัคซินิกจากนั้นเปลี่ยนให้เป็นมาเลอิกแอนไฮไดรด์ และ 1,4-บิวเทนไดออล ตามลำดับ กระบวนการเตรียมแสดงดังภาพที่ 2-3 [11]



ภาพที่ 2-3 กระบวนการผลิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจากผลิตภัณฑ์ทางธรรมชาติ

## 2.2.2 สมบัติของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นเทอร์โมพลาสติกกึ่งผลึกสีขาวมีความหนาแน่น  $1.23 \text{ g/cm}^3$  ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับพอลิแลคติกแอซิด (Polylactic acid; PLA) มีอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพคล้ายแก้ว (Glass transition temperature) อยู่ในช่วง  $-33$  ถึง  $-37 \text{ }^\circ\text{C}$  มีอุณหภูมิหลอมเหลว (Melting temperature) อยู่ในช่วง  $112$  ถึง  $116 \text{ }^\circ\text{C}$  และอุณหภูมิการสลายตัว (Decomposition temperature) ประมาณ  $353 \text{ }^\circ\text{C}$  โดยทั่วไปพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตทนความร้อนได้ถึง  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  โดยไม่เสียสภาพสามารถขึ้นรูปได้ง่ายด้วยกระบวนการผลิตพลาสติกทั่วไปเช่น การเป่าฟิล์ม (Blown film extrusion) และการฉีด (Injection moulding) บรรจุภัณฑ์ เป็นต้น พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นพอลิเมอร์ที่มีความยืดหยุ่นสูง ต้านทานแรงกระแทกได้ดี ทนต่อสารเคมี และสามารถย่อยสลายได้

สำหรับกระบวนการย่อยสลายของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเริ่มต้นจากการเกิดปฏิกิริยาการสลายด้วยน้ำ (Hydrolysis) บริเวณพันธะเอสเทอร์ (Ester bonds) ส่งผลให้สายโซ่พอลิเมอร์สั้นลงจากนั้นจึงเกิดกระบวนการย่อยสลายด้วยจุลินทรีย์ มีงานวิจัยระบุว่าแผ่นฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีความหนา  $40 \text{ }\mu\text{m}$  เกิดการย่อยสลายในดินที่ใช้เพาะปลูกทั่วไปได้ถึงร้อยละ 50 ภายในระยะเวลา 1 เดือน [8]

## 2.2.3 การประยุกต์ใช้พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจัดว่าเป็นพอลิเมอร์ที่ยืดหยุ่น และแข็งแรงพอสมควรสามารถนำไปใช้แทนพอลิโพรพิลีน (Polypropylene; PP), พอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (Polyethylene terephthalate; PET), และพอลิโอเลฟินส์ (Polyolefin) ได้โดยเฉพาะพอลิเอทิลีนความหนาแน่นต่ำ (Low density polyethylene; LDPE), พอลิเอทิลีนความหนาแน่นสูง (High density polyethylene; HDPE), พอลิสไตรีน (Polystyrene; PS) และพอลิแลคติกแอซิด (Polylactic acid; PLA) นอกจากนี้พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตถูกนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆเช่น หลอดฉีดยา ฟิล์มบรรจุอาหาร ขวดน้ำ ผลิตภัณฑ์อนามัย เบาะโพน ฟิล์มคลุมดิน กระถางต้นไม้ สารเสริมสร้างพลาสติกแบบ Non-migrating สำหรับพอลิไวนิลคลอไรด์ (Polyvinylchloride; PVC) และพอลิเมอร์ย่อยสลายได้ทางชีวภาพประเภทอื่นๆ วัสดุห่อหุ้ม และปลดปล่อยยาฆ่าแมลง ยากำจัดวัชพืช หรือปุ๋ย รวมไปถึงวัสดุที่ใช้ในงานทางด้านวิศวกรรมต่างๆเช่น ส่วนประกอบ และชิ้นส่วนตกแต่งภายในยานยนต์ [8]

## 2.2.4 แนวโน้มการผลิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในอนาคต

เนื่องจากความตระหนักถึงความสำคัญของการแสวงหาพลังงานทดแทนที่ยั่งยืน และมีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมจึงก่อให้เกิดการร่วมมือกันของ 2 บริษัทยักษ์ใหญ่แห่งวงการอุตสาหกรรมคือ บริษัท ปตท. จำกัด (มหาชน) (PTT) ประเทศไทย และบริษัท มิตรชูบิชิ เคมิคอล คอร์ปอเรชั่น จำกัด (MCC) ประเทศญี่ปุ่น ได้ร่วมกันก่อตั้งบริษัท PTT MCC BioChem ถือหุ้นโดย บมจ. ปตท. (PTT)

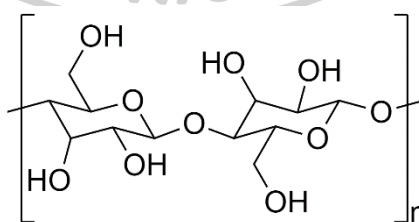
และบริษัท มิตซูบิชิ เคมิคอล คอร์ปอเรชั่น จำกัด (MCC) ในสัดส่วน 50:50 เป้าหมายเพื่อการพัฒนาและสร้างโรงงานผลิตสารตั้งต้น Bio-succinic acid (BSA) และโรงงานผลิตเม็ดพลาสติกชีวภาพชนิดพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตโดยใช้น้ำตาลเป็นวัตถุดิบตั้งต้น ซึ่งถือได้ว่าเป็นโรงงานที่ดำเนินการผลิตเม็ดพลาสติกชีวภาพชนิดพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจากวัตถุดิบที่มาจากพืช (Bio-base PBS) และสามารถย่อยสลายได้ในธรรมชาติ (Biodegradable PBS) เป็นรายแรกของโลก สอดคล้องกับแนวทางการอนุรักษ์พลังงาน และการแก้ปัญหาโลกร้อนที่แต่ละประเทศกำลังให้ความสำคัญเพื่อให้การดำรงชีวิตของมนุษย์เป็นไปอย่างยั่งยืน [1]

## 2.3 ผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC)

### 2.3.1 เซลลูโลส (Cellulose)

เซลลูโลสเป็นพอลิแซคคาไรด์ (Polysaccharide) ที่มีโครงสร้างเป็นสายโซ่ตรง มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ประกอบด้วยหน่วยซ้ำของเบต้า-D-กลูโคไพราโนส ( $\beta$ -D-glucopyranose) หรือดี-แอนไฮโดรกลูโคไพราโนส (D-anhydroglucopyranose) ต่อกันเป็นสายโซ่โมเลกุลใหญ่ที่คาร์บอนตำแหน่งที่ 1 และ 4 ของโมเลกุลด้วยพันธะไกลโคซิดิก ( $\beta$ -1,4-glycosidic linkage) โดยแต่ละหน่วยซ้ำประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) 3 หมู่ เซลลูโลสมีโครงสร้างแบบยืดเป็นเส้น (Extended conformation structure) ดังภาพที่ 2-4 ในธรรมชาติเส้นใยเซลลูโลสประมาณ 40 – 60 สายจะอยู่รวมกันเป็นมัดเส้นใย (Bundle) โดยมีพันธะไฮโดรเจน (Hydrogen bond) เป็นแรงยึดเหนี่ยวระหว่างสายโซ่ ซึ่งโดยทั่วไปเส้นใยในธรรมชาติจะมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ ก่อให้เกิดบริเวณที่เป็นผลึกปะปนกับส่วนที่ไม่เป็นผลึก หรืออสัณฐาน [12]

เซลลูโลสมีสมบัติไม่ละลายน้ำ สารละลายต่าง และตัวทำละลายอินทรีย์ สามารถเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) กับกรดได้ ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลสจะเป็นตัวกำหนดสมบัติทางกายภาพ และทางเคมีของเส้นใย



ภาพที่ 2-4 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส



### 2.3.2 ผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC)

ผลึกไมโครเซลลูโลสเป็นอนุพันธ์ของเซลลูโลสซึ่งเกิดจากกระบวนการดีพอลิเมอร์ไรเซชัน (Depolymerization) ของเซลลูโลสทำให้สายโซ่พอลิเมอร์สั้นลง โดยการดีพอลิเมอร์ไรเซชันดังกล่าวเป็นการกำจัดส่วนที่ไม่เป็นผลึกของเส้นใยแอลฟาเซลลูโลส (Alpha cellulose) ที่ได้จากพืช ผลึกไมโครเซลลูโลสมีสูตรโครงสร้างทางเคมีเช่นเดียวกับเซลลูโลสดังภาพที่ 2-4 แต่มีขนาดโมเลกุลที่เล็กกว่า ( $n=200$ ) น้ำหนักโมเลกุลประมาณ 36,000 มีลักษณะเป็นผลึกผงสีขาวละเอียด ไม่ละลายน้ำ สารละลายต่าง และตัวทำละลายอินทรีย์ ผลึกไมโครเซลลูโลสถูกนำไปใช้ประโยชน์ในหลากหลายด้าน เช่น พอลิเมอร์ สิ่งทอ กระดาษ เซรามิก กาว สี เครื่องสำอาง อาหาร และยา เป็นต้น [3]

### 2.4 สารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Silane coupling agent; Silane)

สารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนเป็นสารที่มีโครงสร้างทางเคมีโดยทั่วไปดังสมการที่ 2-1 ซึ่งประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันสองหมู่จึงช่วยให้เกิดการประสานกันได้ระหว่างเฟส (Phase) สองเฟสที่มีความไม่เข้ากันตัวอย่างเช่น การเชื่อมประสานระหว่างพอลิเมอร์เมทริกซ์ (Polymer matrix) ซึ่งมีความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) กับเส้นใยธรรมชาติที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl groups) ซึ่งมีความชอบน้ำ (Hydrophilic) และการเชื่อมประสานระหว่างพอลิเมอร์เมทริกซ์กับสารอินทรีย์ [13]



เมื่อ	R	คือ อัลคอกซี (Alkoxy)
	X	คือ หมู่ฟังก์ชันอินทรีย์ (Organofunctionality)
	R'	คือ สะพานอัลคิล (Alkyl bridge) ที่เชื่อมระหว่างอะตอมซิลิคอน (Silicon atoms) กับหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์

#### 2.4.1 ชนิดของสารเชื่อมประสานซิลเลน

ความเข้ากันได้ระหว่างสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ขึ้นอยู่กับหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์เช่น หมู่อัลคิลที่ไม่ว่องไว (Non-reactive alkyl groups) จะช่วยเพิ่มความเข้ากันได้กับพอลิเมอร์เมทริกซ์ที่ไม่มีขั้ว อย่างไรก็ตามหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์ที่มีความว่องไวจะสามารถเกิดการสร้างพันธะโควาเลนต์ (Covalent bonds) ซึ่งเปรียบเสมือนเป็นความเข้ากันได้ทางกายภาพกับพอลิเมอร์เมทริกซ์เช่น หมู่ไวนิล (Vinyl groups) หมู่อะคริลิล (Acrylyl groups) หมู่เมทาคริลอกซี (Methacryloxy groups) ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้กับพอลิเอสเตอร์ (Polyester) ชนิดไม่อิ่มตัว หรือพอลิโอเลฟินส์ชนิดเชื่อมขวาง (Crosslink polyolefin) หมู่อะมิโน (Amino groups) ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้กับอีพอกซีเรซิน (Epoxy resin) หรือพอลิเอไมด์ (Polyamide) นอกจากนี้ยังมีสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนที่มีหมู่ฟังก์ชันอินทรีย์ชนิดอื่น ๆ ที่ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้ในระบบต่างๆดังตารางที่ 2-1 [13]

**ตารางที่ 2-1** ชนิดของสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่ใช้กับวัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิเมอร์กับเส้นใยธรรมชาติ

Structure	Functionality	Abbreviation	Target matrix
$(\text{RO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}_2^{\text{a}}$	Amino	APS	Epoxy Polyethylene Butyl rubber Polyacrylate Polyvinylchloride
$(\text{RO})_3\text{Si}-\text{CH}=\text{CH}_2$	Vinyl	VTS	Polyethylene Polypropylene Polyacrylate
$(\text{RO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{OOC}(\text{CH}_3)\text{C}=\text{CH}_2$	Methacryl	MPS	Polyethylene Polyester
$(\text{RO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{SH}$	Mercapto	MRPS	Natural rubber Polyvinylchloride
$(\text{RO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{CH}_2\text{CHCH}_2\text{O}$	Glycidoxy	GPS	Epoxy Butyl rubber Polysulfide
$\text{R}_2-\text{Si}-\text{Cl}_2$	Chlorine	DCS	Polyethylene Polyvinylchloride
VTS grafted plastics	Vinyl	VSP VSPE	Polypropylene Polyethylene
$(\text{RO})_3-\text{Si}-\text{R}^{\text{b}}-\text{N}_3$	Azide	ATS	Polypropylene Polyethylene Polystyrene
$(\text{RO})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$	Alkyl	HDS	Polyethylene Natural rubber

Note: "a" is R: -methyl or ethyl and "b" is R':  $-\text{C}_6\text{H}_4-\text{SO}_2-$

## 2.4.2 กลไกการเชื่อมโยงของสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน

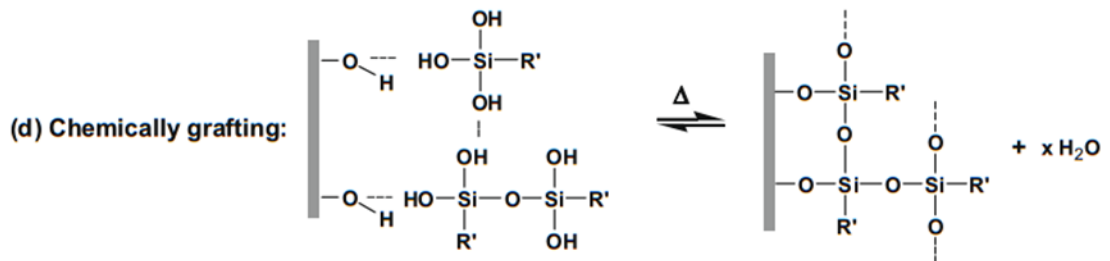
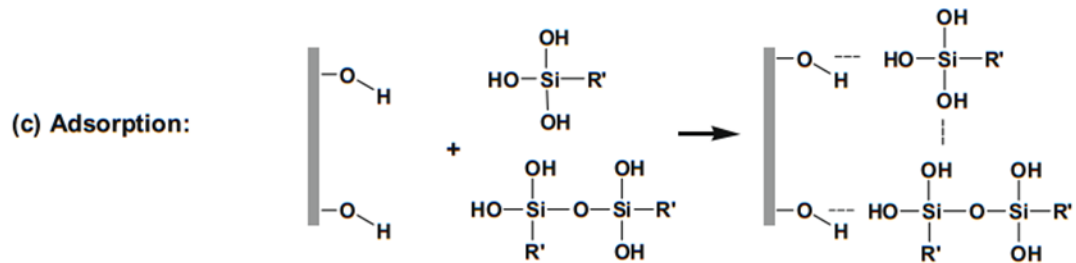
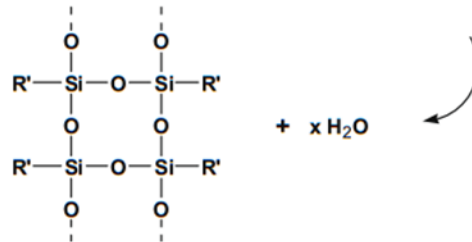
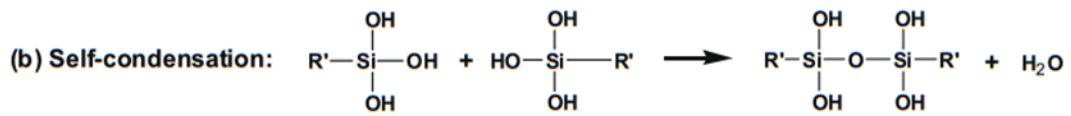
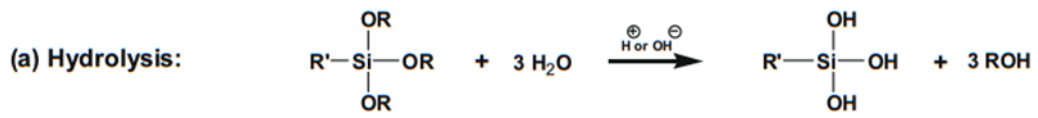
ปฏิกิริยาการเชื่อมโยงที่เกิดขึ้นระหว่างสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนกับเส้นใยธรรมชาติ เกิดขึ้นดังภาพที่ 2-5 [13]

4.4.2.1 การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis): สารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยน้ำ และตัวเร่งปฏิกิริยาเช่น กรด หรือเบส เกิดเป็นหมู่ซิลานอล (Silanol groups) และแอลกอฮอล์ (Alcohol) ดังภาพที่ 2-5(a)

4.4.2.2 การเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นด้วยตัวเอง (Self-condensation): ในระหว่างกระบวนการไฮโดรไลซิสจะเกิดกระบวนการควบแน่นขึ้นพร้อมกันดังภาพที่ 2-5(b) ซึ่งกระบวนการนี้จะต้องถูกควบคุมให้เกิดขึ้นน้อยที่สุดเพื่อให้มีหมู่ซิลานอลอิสระ (Reactive silanol) ที่พร้อมจะเกิดปฏิกิริยาการดูดซับต่อไป สำหรับการควบคุมอัตราการเกิดกระบวนการควบแน่นทำได้โดยการปรับค่าความเป็นกรดต่าง (pH) ของสารละลาย ถ้าสารละลายอยู่ในสภาวะที่เป็นกรดจะช่วยเร่งปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส และหน่วงปฏิกิริยาการควบแน่น

4.4.2.3 การดูดซับ (Adsorption): การดูดซับซิลานอลอิสระ หรือโอลิโกเมอร์ (Oligomer) จะเป็นการดูดซับทางกายภาพกับหมู่ไฮดรอกซิลบนเส้นใยธรรมชาติ โดยเกิดพันธะไฮโดรเจนดังภาพที่ 2-5(c)

4.4.2.4 การกราฟ (Chemically grafting): เมื่อระบบได้รับความร้อนพันธะไฮโดรเจนจะเปลี่ยนเป็นพันธะโควาเลนต์ (-Si-O-C-) และเกิดการปลดปล่อยน้ำดังภาพที่ 2-5(d) แต่พันธะ -Si-O-C- ไม่เสถียรในระหว่างการไฮโดรไลซิสจึงเกิดการผันกลับได้เมื่อดึงน้ำออกจากระบบในขณะที่ยุณหภูมิสูง



ภาพที่ 2-5 ปฏิกิริยาการเชื่อมโยงระหว่างสารเชื่อมประสานชนิดซิลิโคนกับเส้นใยธรรมชาติ

## 2.5 น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs)

### 2.5.1 สารต้านเชื้อแบคทีเรีย (Antibacterial agent)

สารต้านเชื้อแบคทีเรียคือสารกันเสีย (Preservatives) ชนิดหนึ่งที่มีความสามารถในการยับยั้งการเจริญเติบโต หรือทำลายแบคทีเรียชนิดที่ก่อให้เกิดโรค และแบคทีเรียชนิดที่ทำให้เกิดการเสื่อมเสียของอาหาร ซึ่งทำให้การเติมสารต้านเชื้อแบคทีเรียลงในผลิตภัณฑ์อาหารสามารถช่วยชะลอการเน่าเสีย หรือยืดอายุการเก็บรักษาของอาหารได้ สารต้านเชื้อแบคทีเรียแต่ละชนิดมีประสิทธิภาพในการยับยั้งแบคทีเรียที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับกลไกการทำงานของสารประกอบทางเคมีที่อยู่ภายในสารต้านเชื้อแบคทีเรีย และสรีรวิทยาของแบคทีเรียแต่ละชนิด [12]

### 2.5.2 กลไกการออกฤทธิ์ต้านทาน การยับยั้ง และการทำลายแบคทีเรีย

กระบวนการยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรียสามารถทำได้ด้วยการทำลายส่วนต่างๆ ของเซลล์ภายในแบคทีเรียซึ่งมีหลากหลายวิธีดังนี้ [12]

2.5.2.1 การทำลายที่ผนังเซลล์ หรือการยับยั้งการสร้างผนังเซลล์ ผนังเซลล์ของแบคทีเรีย (Cell wall) คือโครงสร้างที่ทำให้เซลล์ของแบคทีเรียคงรูปอยู่ได้ โดยปฏิกิริยาของสารต้านแบคทีเรียที่เกิดขึ้นที่ผนังของแบคทีเรียจะส่งผลให้เกิดการย่อยสลายไขมันที่อยู่ภายในผนังเซลล์ทำให้เซลล์ส่งผลให้ผนังเซลล์เกิดการฉีกขาด ส่วนประกอบต่างๆ ภายในเซลล์แบคทีเรียรั่วไหลออกจากเซลล์แบคทีเรียทำให้แบคทีเรียตายได้ หรือสารต้านเชื้อแบคทีเรียบางชนิดสามารถเข้าสู่ภายในเซลล์ของแบคทีเรียแล้วทำปฏิกิริยากับไซโทพลาซึม (Cytoplasm) ส่งผลให้ไซโทพลาซึมเกิดการตกตะกอน (Coagulate)

2.5.2.2 การเปลี่ยนแปลงสมบัติของเยื่อหุ้มเซลล์ที่ยอมให้สารผ่าน (Cell permeability) เยื่อหุ้มเซลล์มีสมบัติการยอมให้สารอาหารผ่านเข้าสู่เซลล์ ปฏิกิริยาของสารต้านแบคทีเรียที่เกิดขึ้นต่อเยื่อหุ้มเซลล์แบคทีเรียทำให้สมบัติการให้สารอาหารผ่านเข้าสู่เซลล์เปลี่ยนแปลงไปส่งผลให้เซลล์ขาดอาหาร และหยุดการเจริญเติบโต

2.5.2.3 การเปลี่ยนแปลงสภาพของโปรตีน และกรดนิวคลีอิก (Nucleic acid) ในธรรมชาติเซลล์ที่มีชีวิตจะต้องมีโปรตีน และกรดนิวคลีอิกอยู่ใน ภายใน ถ้ามีสารเคมี หรือสภาวะใดที่ทำให้โปรตีน และกรดนิวคลีอิกเกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพ (Denature) จะส่งผลให้เซลล์ถูกทำลายเช่น สภาวะอุณหภูมิสูง หรือสารเคมีที่ทำให้โปรตีน และกรดนิวคลีอิกเกิดการจับตัวกันเป็นก้อนแข็งที่ไม่สามารถแปรสภาพกลับได้

2.5.2.4. การยับยั้งการทำงานของเอนไซม์ กระบวนการเมแทบอลิซึมภายในเซลล์ต้องอาศัยเอนไซม์บางชนิดที่จะช่วยให้เกิดปฏิกิริยา ดังนั้นถ้ามีสารที่ยับยั้งเอนไซม์ (Enzyme inhibitor) ก็

จะมีผลต่อกระบวนการต่างๆ เช่น กระบวนการไกลโคลิซิส (Glycolysis) วัฏจักรเครปส์ (Kreb's cycle) และระบบไซโตโครม (Cytochrome system) สารที่ยั้งเอนไซม์ได้แก่ ไซยาไนด์ (Cyanide) และฟลูออไรด์ (Fluoride) เป็นต้น สารที่เป็นออกซิไดซิงเอเจนต์ (Oxidizing agent) อย่างแรงเช่น ฮาโลเจน และไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ อาจไปทำลายองค์ประกอบของเซลล์จนเซลล์ไม่สามารถทำหน้าที่ตามปกติ เช่น เกิดการรวมตัวกับหมู่ซัลไฟไฮดริล (Sulfhydryl) ของเอนไซม์ในเซลล์ นอกจากนี้ ยังมีไอออนของโลหะเช่น เงิน ทองแดง และปรอท ซึ่งจะไปรวมตัวกับหมู่ซัลไฟไฮดริลของเอนไซม์หรือโปรตีน ซึ่งจะส่งผลให้เซลล์ถูกทำลาย

2.5.2.5 ป้องกันการสร้างเมแทบอลิต์ (Antimetabolites) เมแทบอลิต์เป็นสารที่จำเป็นสำหรับกระบวนการเมแทบอลิซึมของแบคทีเรีย เช่น การสังเคราะห์กรดโฟลิก (Folic acid) จำเป็นต้องใช้กรดพาราอะมิโนเบนโซอิก (*p*-aminobenzoic acid) ซึ่งเป็นสารที่มีโครงสร้างคล้ายกับซัลฟานิลาไมด์ (Sulfanilamide) ดังนั้นการใช้ซัลฟานิลาไมด์เข้าแย่งทำปฏิกิริยาแทนที่กรดพาราอะมิโนเบนโซอิก ทำให้การสังเคราะห์กรดโฟลิกหยุดชะงัก ดังนั้นการใช้สารเคมีที่มีโครงสร้างคล้ายคลึงกับสารเมแทบอลิต์เพื่อไปยับยั้งเมแทบอลิซึมของเซลล์จึงช่วยทำลายแบคทีเรียได้

2.5.2.6 การยับยั้งการสังเคราะห์กรดนิวคลีอิก (Nucleic acid) สารบางชนิดมีผลในการยับยั้งการสังเคราะห์ DNA และ RNA โดยสารนั้นจะไปขัดขวางการสร้างหน่วยพื้นฐานของกรดนิวคลีอิก และการรวมตัวของนิวคลีโอไทด์ (Nucleotide) เข้าเป็นกรดนิวคลีอิก ซึ่งมีผลต่อการสังเคราะห์โปรตีนของเซลล์ทำให้กระบวนการเมแทบอลิซึมผิดปกติ ดังนั้นเซลล์จึงถูกทำลาย

### 2.5.3 น้ำมันหอมระเหย (Essential oils)

น้ำมันหอมระเหยเป็นสารอินทรีย์ที่สามารถสกัดได้จากน้ำมันซึ่งพืชสมุนไพรสร้างขึ้นเพื่อควบคุมการเจริญเติบโต โดยมักพบน้ำมันเหล่านี้ในส่วนต่างๆ ของพืชสมุนไพร เช่น เมล็ด ดอก ใบ ผล เปลือก ลำต้น ราก และเหง้า เป็นต้น น้ำมันหอมระเหยมีส่วนประกอบทางเคมีที่สำคัญต่อการต้านทาน ยับยั้ง และทำลายเซลล์แบคทีเรียที่เรียดังนี้ สารประกอบฟีนอล (Phenol) เช่น ยูจีนอล (Eugenol) และไทมอล (Thymol) สารประกอบแอลดีไฮด์ (Aldehyde) เช่น โทรเนลลาล (Tronellal) สารประกอบแอลกอฮอล์ (Alcohol) เช่น จีรานีโอล (Geraniol) และเมนทอล (Menthol) สารประกอบเอสเทอร์ (Ester) เช่น เมทิลซาลิไซเลต (Methylsalicylate) และสารประกอบคีโตน (Ketone) เช่น คาร์วอน (Carvone) [12]

### 2.5.4 กระบวนการผลิตน้ำมันหอมระเหย

การสกัดน้ำมันหอมระเหยจากพืชที่ให้กลิ่นหอมมีมาตั้งแต่ในอดีต โดยการนำดอกไม้ที่มีกลิ่นหอมมาทำการแช่น้ำทิ้งไว้เป็นระยะเวลาหนึ่ง ซึ่งจะทำให้ น้ำที่ผ่านการแช่ดังกล่าวมีกลิ่นหอมเพื่อนำไปใช้สำหรับการอุปโภคและบริโภค ในปัจจุบันได้มีการค้นพบเทคโนโลยีการสกัดน้ำมันหอมระเหยขึ้นหลายวิธี ซึ่งแบ่งออกได้ดังนี้

2.5.4.1 การกลั่นโดยใช้ไอน้ำ (Water Distillation): วิธีนี้เป็นการต้มน้ำไปพร้อมกับพืชที่มีกลิ่นหอม เมื่อน้ำเดือดจะเกิดเป็นไอน้ำปนกับไอของน้ำมันหอมระเหยออกมา จากนั้นนำไอน้ำที่ได้ไปผ่านกระบวนการควบแน่นก็จะได้ของเหลวคือน้ำ และน้ำมันหอมระเหยแยกชั้นกัน ข้อดีของวิธีนี้คือสามารถผลิตน้ำมันหอมระเหยที่มีความบริสุทธิ์สูง

2.5.4.2 การกลั่นโดยใช้ไอน้ำ (Steam Distillation): วิธีนี้เป็นการต้มน้ำจนกลายเป็นไอเพื่อให้ไอน้ำเป็นตัวพาน้ำมันหอมระเหยออกมาจากพืช ดังนั้นวิธีนี้จึงมีความคล้ายกับการกลั่นโดยใช้ไอน้ำ แต่แตกต่างกันที่วิธีการกลั่นโดยใช้ไอน้ำนั้นน้ำไม่ได้สัมผัสกับพืชโดยตรง อีกทั้งไม่ทำให้พืชขุ่ยใกล้เตามากเกินส่งผลให้เกิดการไหม้ และสูญเสียคุณภาพของน้ำมันหอมระเหย

2.5.4.3 การสกัดโดยใช้ตัวทำละลาย (Solvent extraction): วิธีนี้นิยมใช้กับพืชที่มีสารระเหยที่ไม่เสถียรต่อความร้อน ส่งผลให้เกิดการสลายตัว ดังนั้นจึงใช้ตัวทำละลายเช่น เฮกเซน (Hexane) และน้ำมันในการสกัดน้ำมันหอมระเหยออกมา ก่อนจะนำไปผ่านกระบวนการแยกตัวทำละลายด้วยกระบวนการระเหยที่อุณหภูมิ และความดันต่ำ ข้อดีของวิธีนี้คือสามารถคงคุณภาพของน้ำมันหอมระเหยไว้ เนื่องจากกระบวนการสกัดที่ไม่ผ่านความร้อน

2.5.4.4 การกดอัดเย็น หรือการบีบเย็น (Cold pressed): วิธีนี้นิยมใช้กับเปลือกของผลไม้เช่น ส้ม มะนาว และมะกรูด เป็นต้น โดยการกดอัดด้วยแท่นไฮดรอลิก (Hydraulic) ทำให้เซลล์ของพืชเกิดการแตกตัวและให้น้ำมันหอมระเหยออกมา

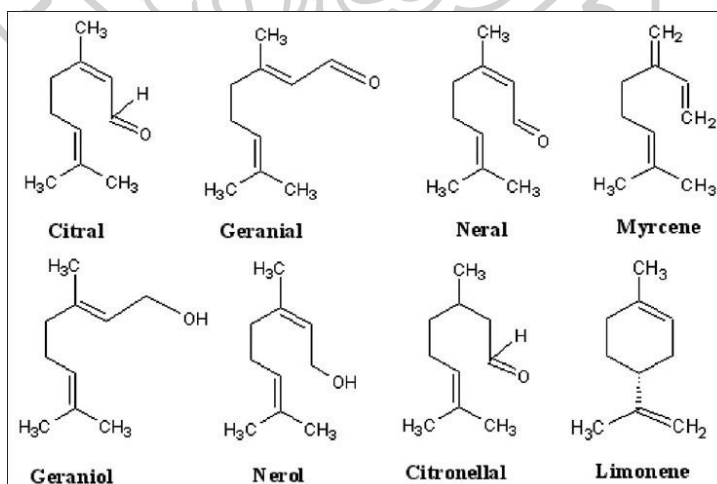
2.5.4.5 การสกัดโดยใช้คาร์บอนไดออกไซด์เหลว (SFE-CO<sub>2</sub>): วิธีนี้เป็นเทคโนโลยีใหม่ที่รวบรวมข้อดีของการกลั่นด้วยไอน้ำ และการสกัดด้วยตัวทำละลายไว้ด้วยกัน ดังนั้นวิธีนี้จึงเป็นวิธีการผลิตน้ำมันหอมระเหยที่ให้ความบริสุทธิ์สูง และคงคุณภาพไว้ แต่ข้อเสียของวิธีนี้คือต้นทุนการผลิตสูง

## 2.5.5 น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs)

น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมเป็นสารอินทรีย์ที่ถูกสังเคราะห์ แล้วกักเก็บไว้ในส่วนใบของต้นตะไคร้หอม (*Cymbopogon citratus*) ซึ่งเป็นพืชในท้องถิ่นของประเทศไทย น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมประกอบด้วยสารเคมีที่สำคัญเช่น ซิตราล (Citral), ซิโตรเนลลาล (Citronellal), เทอพิโนลิน (Terpinolene) และสารอื่นๆ ดังตารางที่ 2-2 [14] คุณภาพของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมขึ้นอยู่กับปริมาณของสารซิตราล (Citral) โดยทั่วไปจะมีปริมาณเท่ากับ 65-80% สารซิตราลเป็นสารผสมของอัลดีไฮด์ (Aldehyde) 2 ชนิดที่เป็นสเตอริโอไอโซเมอร์ (Stereoisomer) กันนั้นคือ เจอราโนอล (Geraniol;  $\alpha$ -citral) และนัโรล (Neral;  $\beta$ -citral) มีโครงสร้างดังภาพที่ 2-6 [14] สารทั้งสองชนิดเป็นสารที่มีลักษณะกลิ่นที่สำคัญซึ่งให้กลิ่นคล้ายเลมอน (Lemon)

ตารางที่ 2-2 องค์ประกอบทางเคมีของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

Essential oil composition	Percentage of components
Citral $\alpha$	40.80
Citral $\beta$	32.00
Nerol	4.18
Geraniol	3.04
Citronellal	2.10
Terpinolene	1.23
Geranyl acetate	0.83
Myrcene	0.72
Terpinol	0.45
Methylheptenone	0.20
Borneol	0.10-0.40
Linalyl acetate	0.10
$\alpha$ Pinene	0.07
$\beta$ Pinene	0.04
Limonene	Traces
Linalool	Traces
$\beta$ -caryophyllene	Traces



ภาพที่ 2-6 โครงสร้างทางเคมีของสารประกอบหลักของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม



### 2.5.6 ลักษณะและคุณสมบัติของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมมีลักษณะเป็นของเหลวใสสีเหลืองอ่อน มีจุดเดือดประมาณ 224 องศาเซลเซียส ความดันไอประมาณ 0.07 มิลลิเมตรปรอท (mmHg) มีกลิ่นหอมสดชื่นคล้ายมะนาว มีสมบัติในด้านการฆ่าเชื้อจุลินทรีย์ และแบคทีเรีย นอกจากนี้ยังช่วยกระตุ้นการทำงานของระบบต่างๆภายในร่างกาย สำหรับการใช้น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้มีอยู่ด้วยกันหลายด้านดังนี้

2.5.2.1 การใช้งานทางด้านการแพทย์: น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้มีสรรพคุณเป็นยา รักษาโรคแผลในช่องปาก ขับลมในกระเพาะ ลำไส้ และแก้ท้องอืดท้องเฟ้อ

2.5.2.2 การใช้งานทางด้านการเกษตร: น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมมีคุณสมบัติป้องกัน และฆ่าด้วงถั่วเขียว (*Callosobruchus maculatus*) และเชื้อรา *Aspergillus flavus*

### 2.5.7 การยับยั้งแบคทีเรียของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

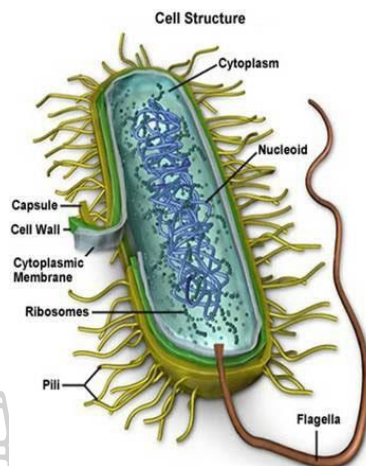
น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติของเยื่อหุ้มเซลล์ซึ่งควบคุมการซึมผ่าน โดยการกระทำกับฟอสโฟลิพิด (Phospholipid) หรือเอนไซม์ที่อยู่ภายในเยื่อหุ้มเซลล์ ส่งผลให้สมบัติการเลือกผ่านของเยื่อหุ้มเซลล์เปลี่ยนแปลงไปจึงทำให้เกิดการรั่วไหลของไซโทพลาซึม (Cytoplasm) จนกระทั่งส่งผลให้เซลล์ตายในที่สุด [7]

## 2.6 แบคทีเรีย

แบคทีเรียเป็นสิ่งมีชีวิตขนาดเล็กที่เป็นเซลล์แบบโพรคาริโอต (Prokariotic cell) มีลักษณะเป็นเซลล์เดี่ยว (Unicellular) ไม่สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่า มีขนาดเล็กประมาณ 0.3 - 2 ไมโครเมตร ต้องดูด้วยกล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 1000 เท่าจึงจะเห็นได้ชัด รูปร่างของแบคทีเรียโดยทั่วไปมี 3 แบบคือ รูปกลม (Coccus) รูปแท่ง (Bacillus) และรูปเกลียว (Spiral) แบคทีเรียเมื่ออยู่รวมกันเป็นจำนวนมากจะเรียกว่า โคลนีย์ (Colony) ซึ่งสามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า นอกจากนี้ยังมีแบคทีเรียอีกกลุ่มที่ถูกเรียกว่า แอคติโนมัยซีท (Actinomycetes) ซึ่งเป็นกลุ่มแบคทีเรียที่มีลักษณะเป็นเส้นใยคล้ายเชื้อราสามารถเกิดการแตกแขนง และ/หรือแตกหักของเส้นใย เพื่อสร้างสปอร์แบบไม่อาศัยเพศด้วย โดยทั่วไปแบคทีเรียสามารถพบได้ทั้งในดิน น้ำ อากาศ พืช สัตว์ และคน ปัจจุบัน (ค.ศ. 2013) มีแบคทีเรียที่ถูกค้นพบ และรายงานอย่างเป็นทางการ (Validly published) แล้วทั้งสิ้น 10,599 ชนิด [15]

## 2.6.1 โครงสร้างของแบคทีเรีย

โครงสร้างของแบคทีเรียโดยทั่วไปเป็นดังภาพที่ 2-7 [16] ซึ่งมีส่วนประกอบต่างๆดังนี้



ภาพที่ 2-7 โครงสร้างเซลล์ของแบคทีเรีย

2.6.1.1 เยื่อหุ้มเซลล์ (Cytoplasmic membrane) มีลักษณะเป็นเยื่อ 2 ชั้นคือเยื่อชั้นแรกเป็นส่วนใหญ่ที่ไม่ละลายน้ำ (Hydrophobic) และเยื่อชั้นที่สองเป็นส่วนใหญ่ที่ละลายน้ำ (Hydrophilic) ประกอบด้วยฟอสโฟลิพิด (Phospholipid) 20-30% โปรตีน (Protein) 50-70% และคาร์โบไฮเดรต (Carbohydrate) เล็กน้อย โดยที่ส่วนของฟอสโฟลิพิด และโปรตีนมีการเคลื่อนไหวไปมาได้ (Fluidity)

2.6.1.2 ของเหลวภายในเซลล์ (Cytoplasmic matrix) มีลักษณะเป็นวุ้นที่ประกอบด้วยน้ำ ประจุสารอนินทรีย์ ตัวกลางต่างๆของกระบวนการเมแทบอลิซึม (Metabolism) DNA granule และไรโบโซม (Ribosomes)

2.6.1.3 ไรโบโซม (Ribosomes) มีลักษณะเป็นเม็ดเล็กๆขนาด 15-20 nm กระจายทั่วไปอย่างอิสระภายในเซลล์ โดยไรโบโซมประกอบด้วย RNA 60-90% และโปรตีน 10-40%

2.6.1.4 นิวคลีออยด์ (Nucleoid) ประกอบด้วย DNA เส้นเดี่ยวหรือคู่ซึ่งมีปลายสองข้างเชื่อมต่อกันจนความยาวประมาณ 500 เท่าของเซลล์ DNA

2.6.1.5 ผนังเซลล์ (Cell wall) เป็นส่วนประกอบของเซลล์ที่อยู่ระหว่างแคปซูล (Capsules) และเยื่อหุ้มเซลล์ของแบคทีเรียทุกชนิด ยกเว้นแบคทีเรียชนิดมัคโคพลาสมา (Mycoplasma) ผนังเซลล์มีหน้าที่ช่วยให้เซลล์คงรูปได้ นอกจากนี้ยังช่วยป้องกัน และรักษาความดันภายในเซลล์

2.6.1.6 แคปซูล (Capsules) มีลักษณะเป็นวุ้น รูปร่างไม่แน่นอน ไม่ติดสีแกรม และความหนาแตกต่างกันตามชนิดแบคทีเรีย

2.6.1.7 พิลไล (Pili) คือส่วนช่วยในการสืบพันธุ์แบบอาศัยเพศในแบคทีเรียโดยอาศัย F-pili (Sex pili) ทำหน้าที่เป็นทางผ่านของสารพันธุกรรมจากเซลล์ผู้ให้ (Donor) ไปสู่เซลล์ผู้รับ

(Receptor) พิไลมีคุณสมบัติเป็น Antigen fimbriae กล่าวคือมีลักษณะเป็นขนละเอียดเล็กๆ จำนวนมากช่วยให้แบคทีเรียสามารถเกาะติดกับผิวได้ดี

2.6.1.8 แฟลเจลลัม (Flagella) มีลักษณะเป็นเส้นยาวคล้ายเส้นด้ายความยาวประมาณ 1-70  $\mu\text{m}$  ยื่นออกมาจากผนังเซลล์มักพบในแบคทีเรียรูปทรงเกลียว (Spiral bacterial)

## 2.6.2 ชนิดของแบคทีเรีย

แบคทีเรียมีอยู่ด้วยกันหลายชนิดสามารถแบ่งตามการย้อมติดสีแกรม (Gram's stain) ได้ดังนี้

2.6.2.1 แบคทีเรียแกรมลบ (Gram negative eubacteria) เป็นแบคทีเรียที่ย้อมติดสีแดงของซัลฟานินโอ (Safranin O) เนื่องจากประกอบด้วยชั้นของสารประกอบไขมัน และคาร์โบไฮเดรต (Lipopolysaccharides) จึงทำให้ไม่สามารถย้อมติดสีม่วงของคริสตัลไวโอเลต (Crystal violet) แบคทีเรียกลุ่มนี้มีหลายชนิดที่สำคัญเช่น *Escherichia coli* (*E.coli*), *Klebsiella pneumonia* (*K.pneumoniae*) และ *Pseudomonas aeruginosa* (*P.aeruginosa*) เป็นต้น

2.6.2.2 แบคทีเรียแกรมบวก (Gram positive eubacteria) เป็นแบคทีเรียที่มีผนังเซลล์หนา ประกอบด้วยเปปทิโดไกลแคน (Peptidoglycan) แต่ไม่มีเยื่อสารประกอบไขมัน และคาร์โบไฮเดรตหุ้มภายนอกเหมือนแบคทีเรียแกรมลบ จึงย้อมติดสีม่วงของคริสตัลไวโอเลต แบคทีเรียกลุ่มนี้มีหลายชนิดที่สำคัญ เช่น *Staphylococcus aureus* (*S.aureus*), *Bacillus cereus* (*B.cereus*) และ *Bacillus subtilis* (*B.Subtilis*) เป็นต้น

## 2.6.3 แบคทีเรียที่มีผลต่อการเสื่อมเสียคุณภาพของอาหาร

การปนเปื้อนของแบคทีเรียในอาหารทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของอาหารหลายลักษณะได้แก่ การเปลี่ยนแปลงของสี กลิ่น และรสชาติที่ผิดปกติ เนื้อสัมผัสของอาหารเปลี่ยนแปลงไป เช่นมีเมือก มีฟองจากการสะสมของแก๊ส หรือความขุ่นของอาหาร เป็นต้น นอกจากนี้การปนเปื้อนของแบคทีเรียในอาหารยังส่งผลให้เกิดอันตรายต่อผู้บริโภคขึ้นอยู่กับชนิดของแบคทีเรียที่ผู้บริโภคได้รับเข้าสู่ร่างกาย โดยแบคทีเรียที่มีผลต่อการเสื่อมเสียคุณภาพของอาหารได้แก่ [12, 17]

2.6.3.1 เอสเชอริเชีย โคลิ หรืออีโคไล (*Escherichia coli*; *E.coli*) เป็นแบคทีเรียแกรมลบ (Gram negative eubacteria) มีลักษณะรูปร่างเป็นแท่ง ส่วนปลายมน สามารถพบได้ภายในลำไส้เล็กตอนปลาย และลำไส้ใหญ่ของมนุษย์ และสัตว์เลือดอุ่นเกือบทุกชนิด สามารถแพร่กระจายได้จากการปนเปื้อนของเชื้อมาที่บ่ออุจจาระลงสู่แหล่งน้ำและดิน

2.6.3.2 สแตฟิโลคอคคัส ออเรียส หรือเอสออเรียส (*Staphylococcus aureus*; *S.aureus*) เป็นแบคทีเรียแกรมบวก (Gram positive eubacteria) มีลักษณะรูปร่างกลมเรียงตัวคล้ายพวงองุ่น แต่สามารถพบเป็นเซลล์เดี่ยว เซลล์คู่ หรือเป็นสายสั้นๆได้ แบคทีเรียเอสออเรียสสามารถ

รถเจริญเติบโตได้ดีที่อุณหภูมิ 7 – 48 °C และในสภาวะที่มีความเข้มข้นของเกลือสูง ดังนั้นสามารถเจริญเติบโตอย่างรวดเร็วบนอาหารที่ถูกทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง แบคทีเรียเอสออเรียสสามารถผลิตสารที่มีความเป็นพิษเมื่ออยู่ที่อุณหภูมิ 20 – 37 °C สามารถพบได้ภายในจุก คอ และมือของมนุษย์ นอกจากนี้สามารถพบได้ในนมที่ไม่ผ่านกระบวนการพาสเจอร์ไรส์ (Pasteurization)

## 2.7 การทบทวนวรรณกรรม

งานวิจัยของ Valentina Siracusa และคณะ [2] ได้ทำการศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊สของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) และพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต-โค-อะดิเพต (Poly(butylene succinate-co-adipate); PBSA) โดยพิจารณาจากค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊ส (Gas Transmission Rate; GTR) ดังตารางที่ 2-3 [2]

ตารางที่ 2-3 ผลการศึกษาสมบัติการซึมผ่านแก๊สของฟิล์ม PBS และ PBSA

Sample/Permeability parameter	PBS	PBSA	PLA
O <sub>2</sub>			
GTR (cm <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> d bar)	281.00±0.00	131.93±4.20	487.67±2.52
S (cm <sup>3</sup> /cm <sup>2</sup> bar)	4.48×10 <sup>-3</sup> ±2.76×10 <sup>-3</sup>	N.A.	
D (cm <sup>2</sup> /s)	6.74×10 <sup>-7</sup> ±9.87×10 <sup>-8</sup>	N.A.	
t <sub>L</sub> (s)	52.67±7.85	N.A.	
CO <sub>2</sub>			
GTR (cm <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> d bar)	2866.66±20.55	469.47±1.58	1201.00±1.73
S (cm <sup>3</sup> /cm <sup>2</sup> bar)	1.1±0.06	N.A.	
D (cm <sup>2</sup> /s)	4.34×10 <sup>-8</sup> ±1.22×10 <sup>-9</sup>	N.A.	
t <sub>L</sub> (s)	808.00±22.23	N.A.	
Thickness (µm)	144.6±72.10	339.0±33.61	
Selectivity ratio (CO <sub>2</sub> /O <sub>2</sub> )	10.20	3.56	

N.A.: Not Analyzed

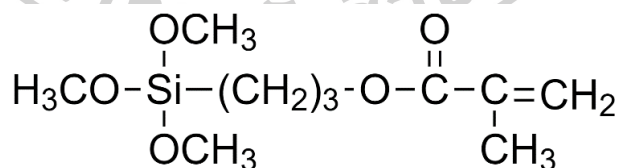
พบว่า การต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (GTR: 281.00 cm<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> d bar) ต่ำกว่าฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต-โค-อะดิเพต (GTR: 131.93 cm<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> d bar) และการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (GTR: 2,866.66 cm<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> d bar) ต่ำกว่าฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต-โค-อะดิเพต (GTR: 469.47 cm<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> d bar) และฟิล์มพอลิแลคติกแอซิด (Polylactic acid; PLA, GTR: 1201.00 cm<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> d bar)

งานวิจัยของ E. Fortunati และคณะ [3] ได้ทำการศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของฟิล์มคอมพอสิตระหว่างพอลิแลคติกแอซิด (Polylactic acid; PLA) กับผลึกนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanocrystalline; CNC) โดยพิจารณาจากค่าอัตราการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน (Oxygen Transmission Rate; OTR) ดังตารางที่ 2-4 [3] พบว่าค่า OTR ของฟิล์มพอลิแลคติกแอซิด และฟิล์มคอมพอสิตระหว่างพอลิแลคติกแอซิดกับผลึกนาโนเซลลูโลส (PLA/CNC) ที่ปริมาณการเติม 1 และ 5 wt% ซึ่งมีค่าที่ลดลง 30.5, 27.8 และ 17.4  $\text{cm}^3 \text{mm m}^{-2} \text{day}^{-1}$  ตามลำดับ จึงสรุปได้ว่า ผลึกนาโนเซลลูโลสสามารถช่วยต้านทานการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนได้ และปริมาณการเติมผลึกนาโนเซลลูโลสที่มากขึ้นส่งผลให้ฟิล์มคอมพอสิตระหว่างพอลิแลคติกแอซิดกับผลึกนาโนเซลลูโลสมีสมบัติต้านทานการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนที่สูงขึ้นด้วย

ตารางที่ 2-4 ผลการศึกษาสมบัติการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของวัสดุคอมพอสิต PLA/CNC

Sample	OTR ( $\text{cm}^3 \text{mm m}^{-2} \text{day}^{-1}$ )	Reduction in OTR (%)
PLA	30.5±1.0	
PLA/1CNC	27.8±0.1	9
PLA/1s-CNC	22.7±1.1	26
PLA/5CNC	17.4±1.4	43
PLA/5s-CNC	15.8±0.6	48

งานวิจัยของ Kutlay Sever และคณะ [4] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงเส้นใยปอกระเจา (Jute fabric) เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับพอลิเอสเตอร์ (Polyester) ด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน (Silane coupling agent; Silane) ชนิด Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS) ซึ่งมีโครงสร้างดังภาพที่ 2-8



ภาพที่ 2-8 โครงสร้างทางเคมีของ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS)

**ตารางที่ 2-5** ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมพอสิตเส้นใยปอกระเจากับพอลิเอสเตอร์

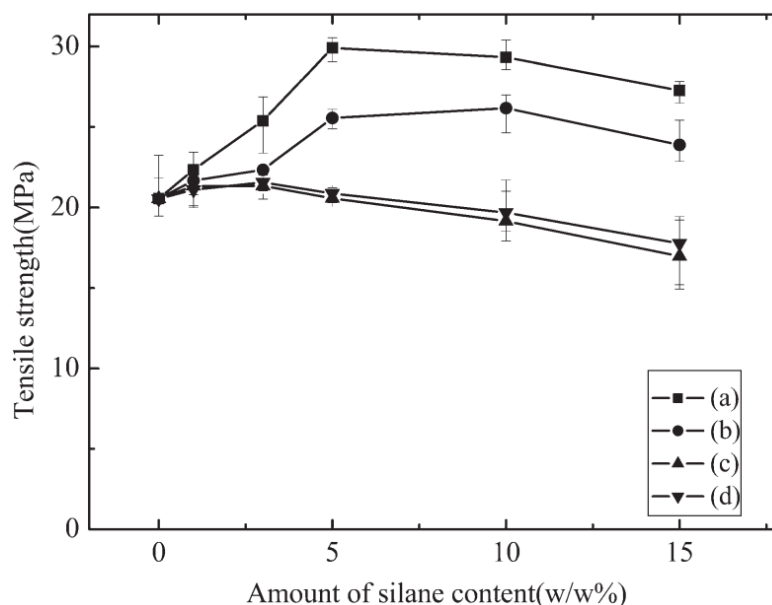
Composite	Fiber volume fraction Vf (%)	Tensile modulus (GPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Flexure modulus (GPa)	Flexure strength (MPa)	ILSS (MPa)
JP	38.2±1.6	4.35±0.18	47.64±2.16	1.18±0.06	3.54±0.21	63.71±3.16	8.91±1.31
AJP	34.2±1.8	5.57±0.23	49.55±2.03	1.28±0.08	3.99±0.31	62.25±2.16	9.92±1.51
AJP-0.1%S	36.5±1.8	6.29±0.31	65.56±3.20	1.78±0.15	5.13±0.37	74.76±2.67	14.67±1.62
AJP-0.3%S	35.7±1.5	6.30±0.22	74.59±3.71	1.95±0.17	5.93±0.34	81.54±2.54	16.77±1.66
AJP-0.5%S	36.6±1.2	6.12±0.24	54.68±2.41	1.39±0.09	4.56±0.39	68.77±1.78	11.54±1.57

โดยพิจารณาจากสมบัติเชิงกลดังตารางที่ 2-5 [4] พบว่าปริมาณการปรับปรุงเส้นใยปอกระเจา ด้วย MPS เท่ากับ 0.3 wt% ส่งผลให้ค่า Tensile, Flexural และ Interlaminar shear strength มีค่าสูงที่สุด และสูงกว่าระบบคอมพอสิตที่ไม่ได้รับการปรับปรุงเส้นใย 40, 30 และ 55% ตามลำดับ จึงสรุปได้ว่า MPS สามารถช่วยปรับปรุงเส้นใยปอกระเจาให้เข้ากับพอลิเอสเตอร์ได้

งานวิจัยของ Yang Zhao และคณะ [5] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงเส้นใยฟางข้าว (Rice straw fiber; RSF) เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ด้วยการปรับปรุงเส้นใยฟางข้าวด้วยสารเชื่อมประสานอะมิโนไซเลน (Aminosilane coupling agent; Aminosilane) ที่มีความแตกต่างกัน 4 ชนิดดังตารางที่ 2-6 [5]

**ตารางที่ 2-6** โครงสร้างทางเคมีของสารเชื่อมประสานอะมิโนไซเลน (Aminosilane coupling agent; Aminosilane)

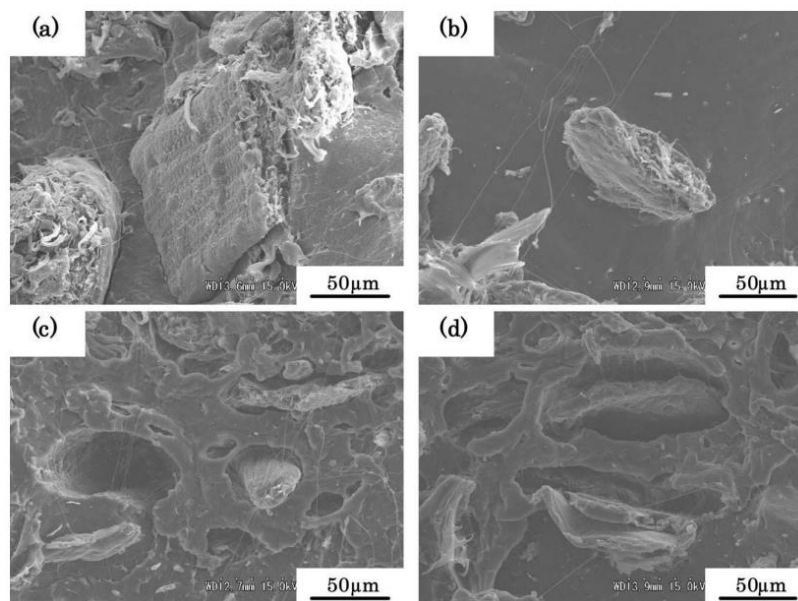
Silane	Chemical names	Chemical structures
AEAPTES	3-(2-Aminoethylaminopropyl)triethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{OC}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O}-\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{N}(\text{H})-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}_2 \\   \\ \text{OC}_2\text{H}_5 \end{array}$
AEAPTMS	3-(2-Aminoethylaminopropyl)trimethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{OCH}_3 \\   \\ \text{H}_3\text{CO}-\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{N}(\text{H})-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}_2 \\   \\ \text{OCH}_3 \end{array}$
APTES	3-Aminopropyltriethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{OC}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O}-\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}_2 \\   \\ \text{OC}_2\text{H}_5 \end{array}$
APTMS	3-Aminopropyltrimethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{OCH}_3 \\   \\ \text{H}_3\text{CO}-\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}_2 \\   \\ \text{OCH}_3 \end{array}$



ภาพที่ 2-9 อิทธิพลของชนิด และปริมาณ Aminosilane ต่อค่า Tensile strength

(a) AEAPTES (b) APTES (c) AEAPTMES และ (d) APTMES

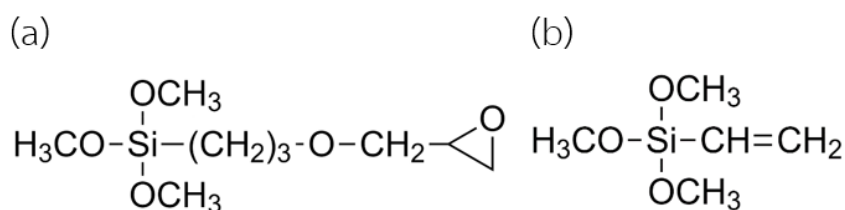
โดยพิจารณาจากสมบัติเชิงกลภาพที่ 2-9 [5] พบว่าระบบคอมพอสิตระหว่างเส้นใยพวงข้าวกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (RSF-PBS) สัดส่วนการผสม 30/70 w/w) ที่ได้รับการปรับปรุงเส้นใยพวงข้าวด้วย AEAPTES ส่งผลให้ค่า Tensile strength มีค่าสูงกว่าการปรับปรุงเส้นใยพวงข้าวด้วย APTES, APTMES และ AEAPTMES ตามลำดับ นอกจากนี้ปริมาณการเติม AEAPTES เท่ากับ 5 wt% ยังให้ค่า Tensile strength สูงที่สุด ทั้งนี้สอดคล้องกับผลที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ดังภาพที่ 2-10 [5]



ภาพที่ 2-10 ภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยาของวัสดุคอมพอลิเมอร์ RSF-PBS ที่ถูกปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานอะมิโนไฮโดรเจนแตกต่างกัน (a) AEAPTES (b) APTES (c) AEAPTMS และ (d) APTMES

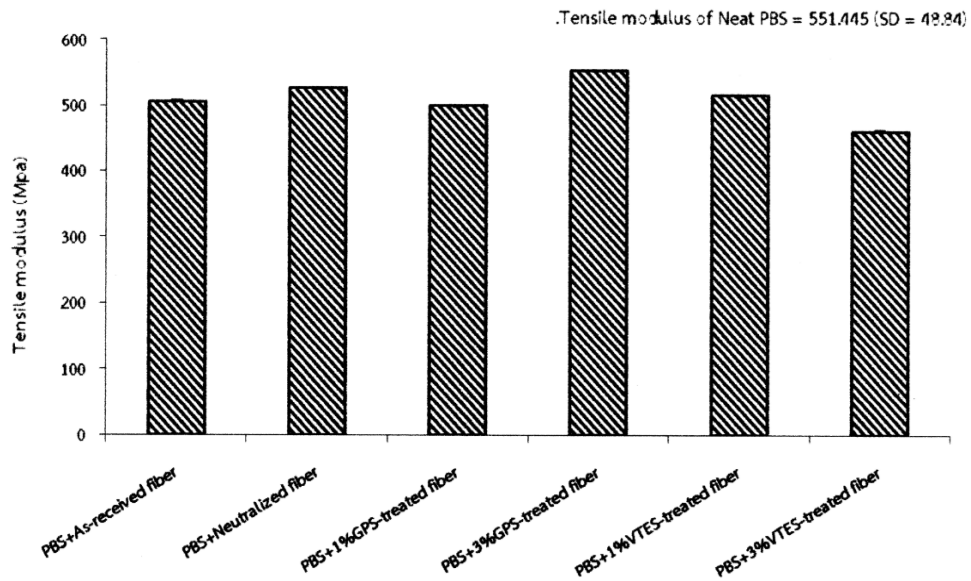
พบว่าระบบคอมพอลิเมอร์ระหว่างเส้นใยพางข้าวกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงเส้นใยพางข้าวด้วย AEAPTES ปริมาณ 5 wt% มีลักษณะบริเวณพื้นผิวสัมผัสระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตกับเส้นใยพางข้าวที่ราบเรียบไม่ปรากฏช่องว่าง (Void) ระหว่างเฟส จึงสรุปได้ว่า AEAPTES สามารถช่วยปรับปรุงเส้นใยพางข้าวให้สามารถยึดเกาะกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีขึ้น

งานวิจัยของคุณธีรวัฒน์ หาญสกุลและคณะ [6] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงเส้นใยยูคาลิปตัส (Eucalyptus fibers) เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ด้วยสารเชื่อมประสานไฮโดรเจน (Silane coupling agent; Silane) แตกต่างกัน 2 ชนิดคือ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) และ Vinyltriethoxysilane (VTES) ซึ่งมีโครงสร้างดังภาพที่ 2-11

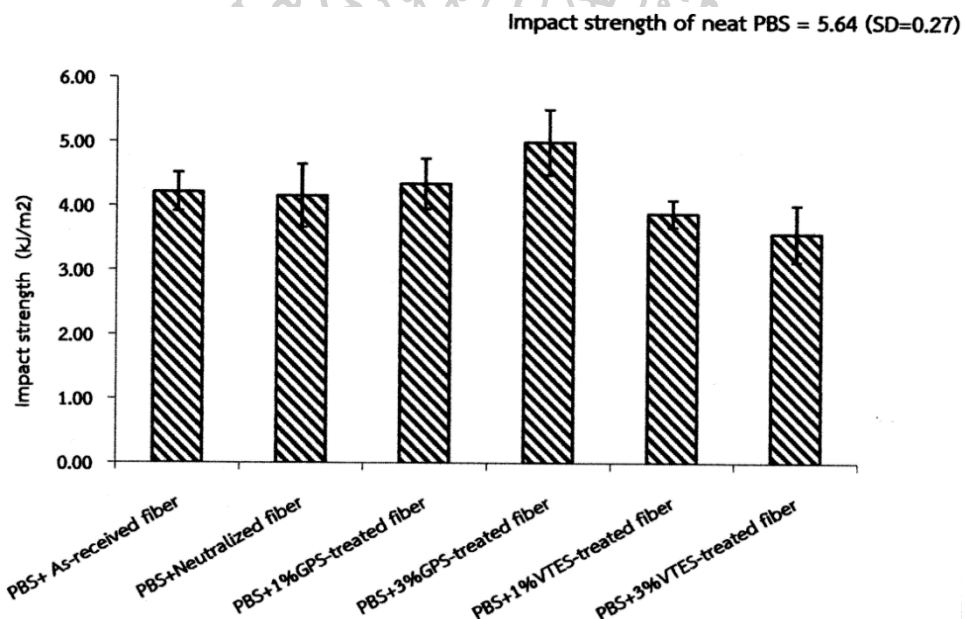


ภาพที่ 2-11 โครงสร้างทางเคมีของ (a) Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) และ (b) Vinyltriethoxysilane (VTES)



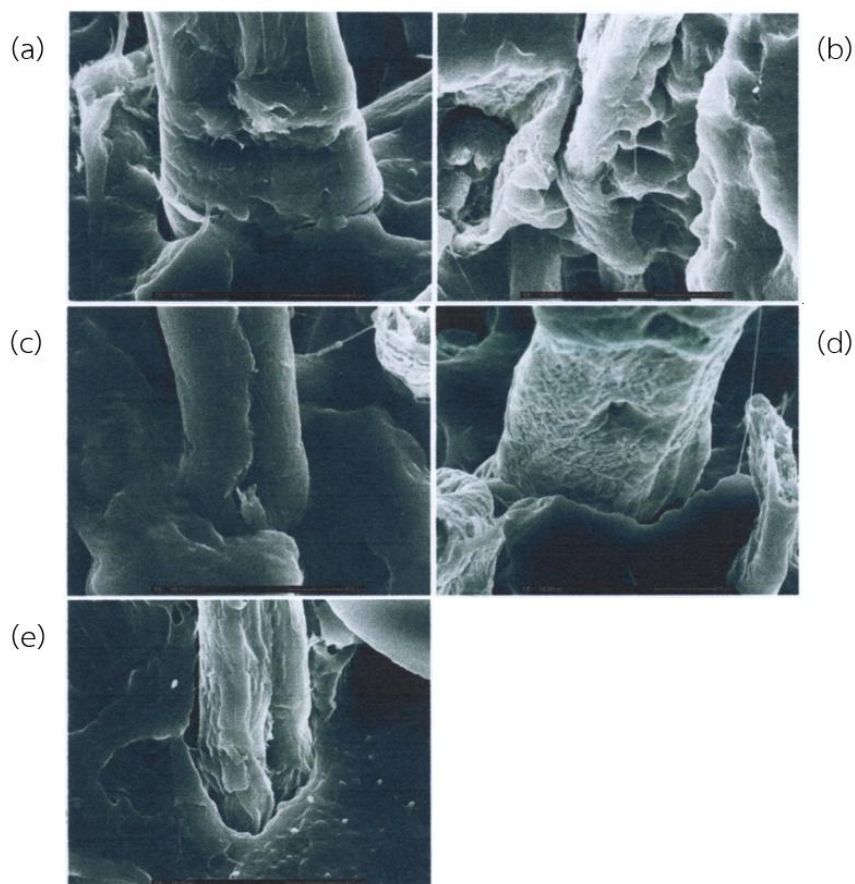


ภาพที่ 2-12 อิทธิพลของชนิด และปริมาณ Silane ต่อค่า Tensile modulus



ภาพที่ 2-13 อิทธิพลของชนิด และปริมาณ Silane ต่อค่า Impact strength

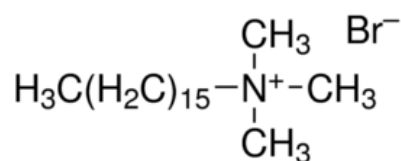
โดยพิจารณาจากสมบัติเชิงกลดังภาพที่ 2-12 [6] และ 2-13 [6] พบว่าระบบคอมพอสิตระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตกับเส้นใยยูคาลิปตัสที่ได้รับการปรับปรุงเส้นใยด้วย GPS ปริมาณ 3 wt% มีค่า Tensile modulus และ Impact strength สูงที่สุด และมีค่าสูงกว่าระบบคอมพอสิตที่ไม่ได้รับการปรับปรุงเส้นใย และระบบคอมพอสิตที่ได้รับการปรับปรุงเส้นใยด้วย VTES ทั้งนี้สอดคล้องกับผลที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microcopy (SEM) ดังภาพที่ 2-14 [6]



ภาพที่ 2-14 ภาพ SEM ของวัสดุคอมพอสิต (a) ไม่ปรับปรุง และที่ถูกปรับปรุงด้วย (b) GPS 1 wt% (c) GPS 3 wt% (d) VTES 1 wt% และ (e) VTES 3 wt%

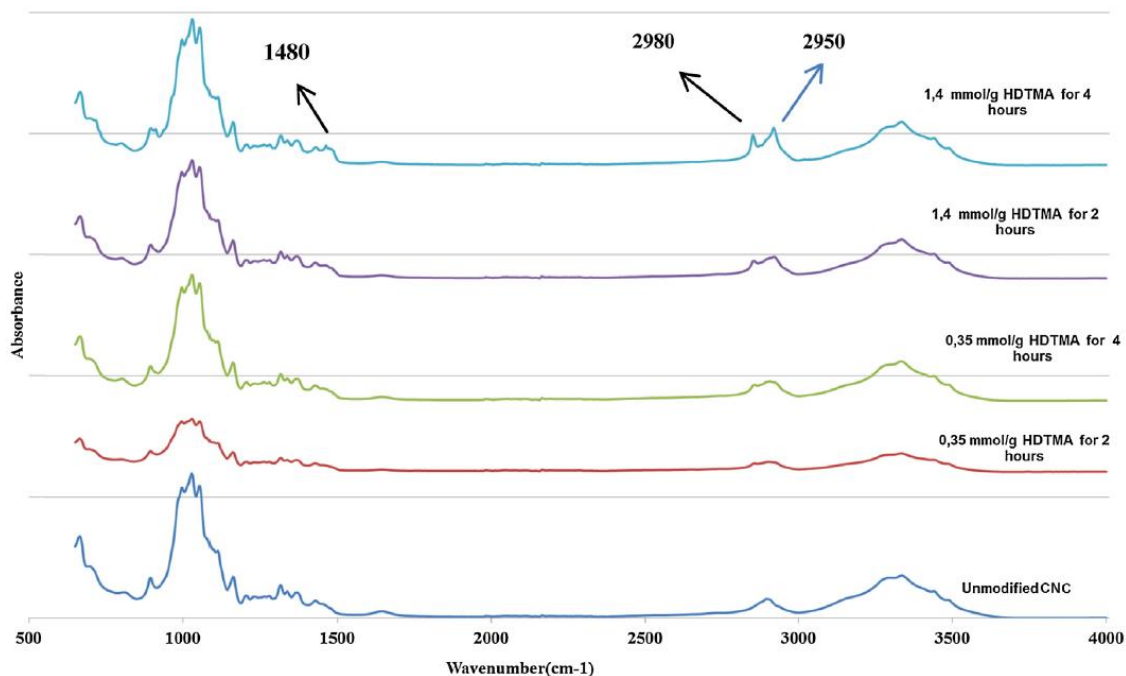
พบว่าระบบคอมพอสิตระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตกับเส้นใยยูคาลิปตัสที่ได้รับการปรับปรุงเส้นใยด้วย GPS ปริมาณ 3 wt% มีลักษณะที่ไม่ปรากฏการดึงรูออกมา (Pull-out) จึงสรุปได้ว่า GPS สามารถช่วยปรับปรุงการยึดเกาะระหว่างเส้นใยยูคาลิปตัสกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้

งานวิจัยของ Alireza Kaboorani และคณะ [18] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของผลึกนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanocrystalline; CNC) ด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดแคทไอออน (Cationic surfactant; Hexadecyltrimethylammoniumbromide (HDTMA)) ซึ่งมีโครงสร้างดังภาพที่ 2-15 [18]



ภาพที่ 2-15 โครงสร้างทางเคมีของ HDTMA

จากการศึกษาโครงสร้างทางเคมีที่บริเวณพื้นผิวก่อน และหลังการปรับปรุงด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) ได้ผลการทดลองดังภาพที่ 2-16 [18]



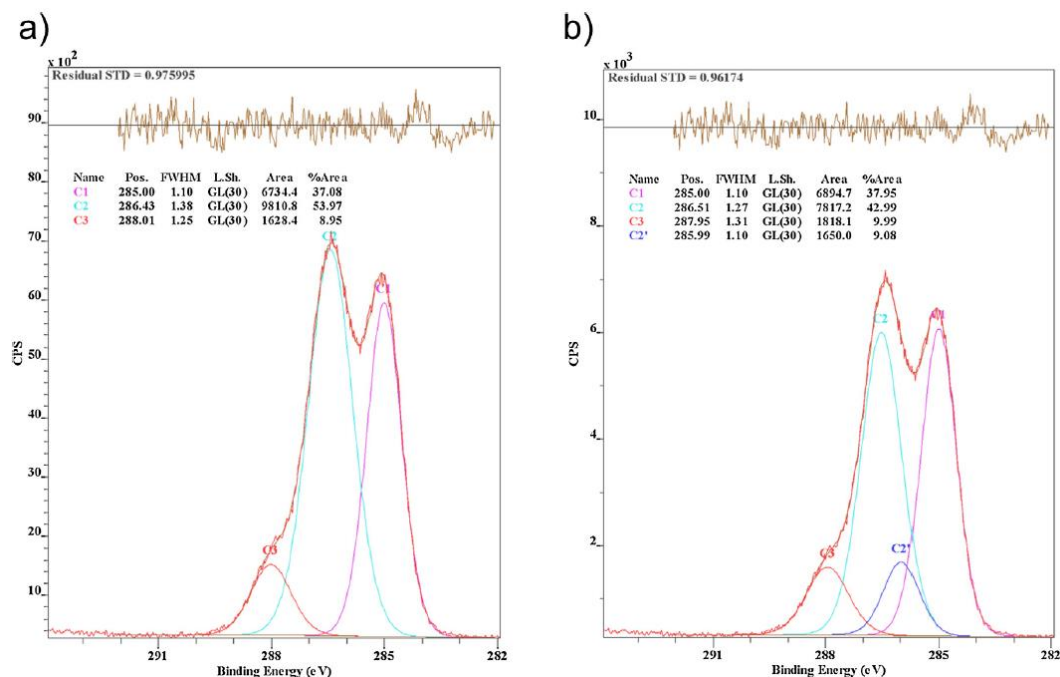
ภาพที่ 2-16 ผลการศึกษาด้วยเทคนิค FTIR ของ CNC ทั้งที่ได้รับ และไม่รับการปรับปรุงด้วย HDTMA

พบว่าผลิกานาโนเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดแคทไอออนปรากฏพีคซึ่งบ่งบอกถึงหมู่  $\text{CH}_2$  และ  $\text{CH}_3$  (พีค  $2980\text{-}2950\text{ cm}^{-1}$ : C-H stretching และ  $1480\text{ cm}^{-1}$ :  $-\text{CH}_2$  rocking) ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบด้วยเทคนิค X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ดังตารางที่ 2-7 [18] เมื่อ C1: C-C, C-H C2: C-O C3: C=O หรือ O-C-O และ C4: O-C=O

ตารางที่ 2-7 ผลการศึกษาด้วยเทคนิค XPS ของ CNC ที่ได้รับ และไม่รับการปรับปรุงด้วย HDTMA

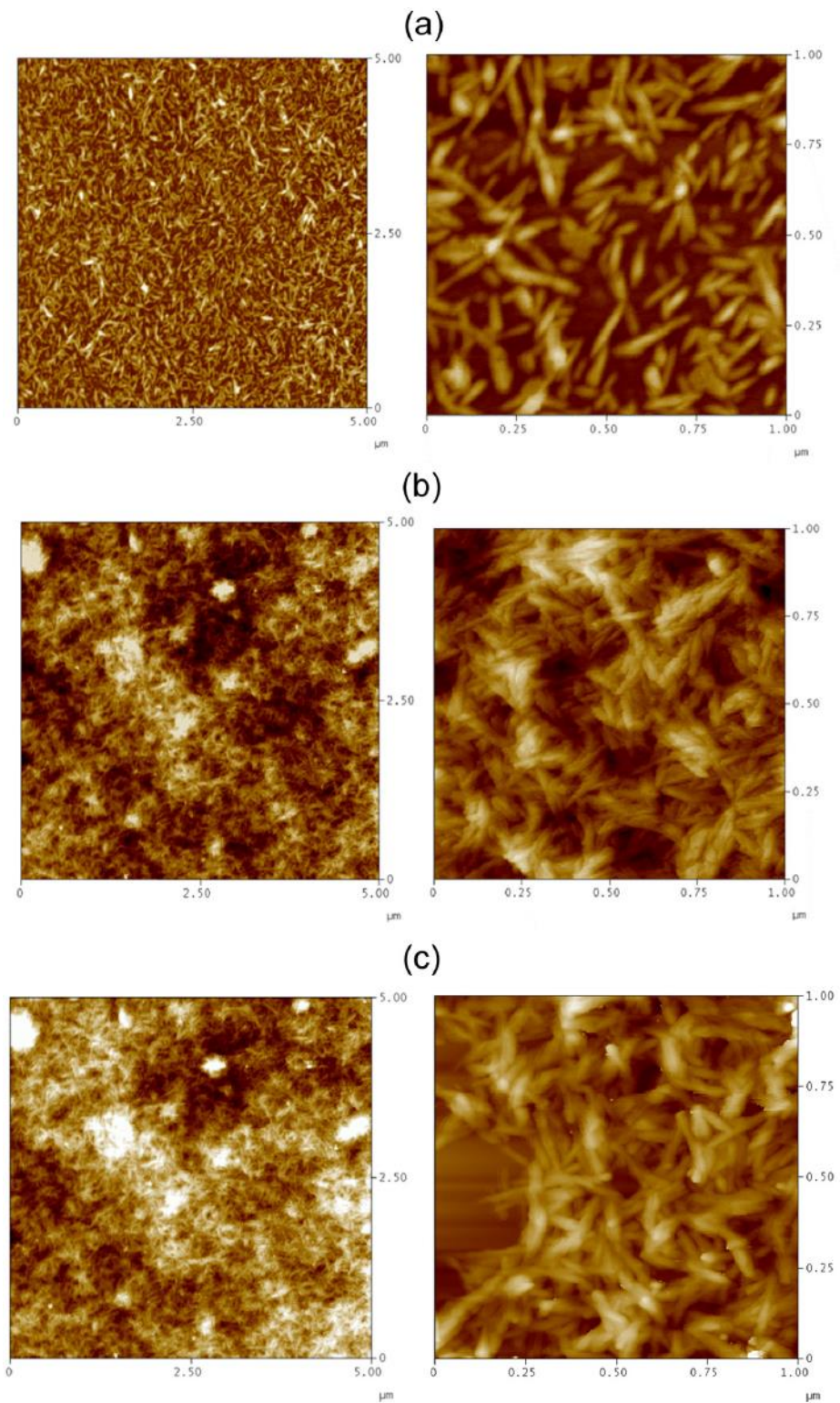
Component	Unmodified CNC	CNC mod. 0.35 mmol/g - 2h	CNC mod. 0.35 mmol/g - 4h	CNC mod. 1.4 mmol/g - 2h	CNC mod. 1.4 mmol/g - 4h
C1	5.02	14.48	16.08	54.97	37.08
C2	70.97	60.40	65.16	35.49	53.97
C3	22.78	20.81	18.25	9.53	8.95
C4	1.24	4.30	0.51	0.00	0.00

กล่าวคือ C-C และ C-H ปรากฏเพิ่มขึ้นเมื่อผลึกนาโนเซลลูโลสได้รับการปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดแคทไอออนในปริมาณที่มากขึ้น เมื่อทำการศึกษาแบบ Four C 1s components ในกรณีผลึกนาโนเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง ได้ผลการทดลองดังภาพที่ 2-17 **ผิดพลาด! ไม่พบแหล่งอ้างอิง(b)** [18] พบว่ามีการปรากฏ C2' ซึ่งบ่งบอกถึง C-N (Quaternary ammonium)

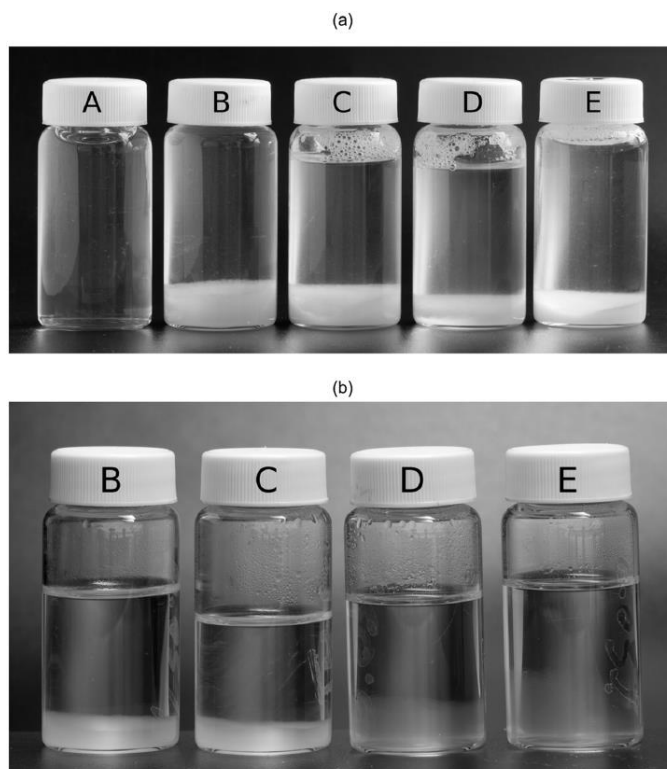


ภาพที่ 2-17 ผลการศึกษาด้วยเทคนิค XPS ของ CNC ที่ได้รับการปรับปรุงด้วย 1.4 mmol/g HDTMA (a) Three C 1s components และ (b) Four C 1s components

ทั้งนี้ยังสอดคล้องกับผลการทดสอบด้วยเทคนิค  $^{13}\text{C}$  Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR) อีกด้วย ดังนั้นการทำปฏิกิริยากันระหว่างผลึกนาโนเซลลูโลสและสารลดแรงตึงผิวชนิดแคทไอออนส่งผลให้เกิดหมู่ฟังก์ชันใหม่คือ  $\text{CH}_3$ ,  $\text{CH}_2$  และ Quaternary ammonium บนพื้นผิวของผลึกนาโนเซลลูโลสส่งผลให้ผลึกนาโนเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงสามารถกระจายตัวได้ดีในสารละลายอินทรีย์ที่ไม่มีขั้วอย่างเช่น สารเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran; THF) ดังผลการทดสอบด้วยเทคนิค Atomic Force Microscopy (AFM) ภาพที่ 2-18 [18] และสามารถเห็นผลการกระจายตัวของผลึกนาโนเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดแคทไอออนได้อย่างชัดเจนขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับภาพถ่ายดังภาพที่ 2-19 [18] จึงสรุปได้ว่าสารลดแรงตึงผิวชนิดแคทไอออนสามารถปรับปรุงผลึกนาโนเซลลูโลสให้สามารถกระจายตัวได้ในสารละลายอินทรีย์ที่ไม่มีขั้ว โดยสภาวะที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการปรับปรุงคือสภาวะที่ใช้ปริมาณสารลดแรงตึงผิวชนิดแคทไอออนเท่ากับ 1.4 mmol/g และใช้เวลาในการปรับปรุง 4 ชั่วโมง



ภาพที่ 2-18 ผลการศึกษาด้วยเทคนิค AFM ของ CNC (a) ที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย HDTMA ปริมาณ (b) 0.35 mmol/g ที่ 2 ชั่วโมงและ (c) 1.4 mmol/g ที่ 4 ชั่วโมง



ภาพที่ 2-19 ผลการศึกษาการกระจายตัวของ CNC ใน (a) น้ำ และ (b) THF เมื่อ (A) ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย HDTMA ปริมาณ (B) 0.35 mmol/g ที่ 2 ชั่วโมง (C) 0.35 mmol/g ที่ 4 ชั่วโมง (D) 1.4 mmol/g ที่ 2 ชั่วโมงและ (E) 1.4 mmol/g ที่ 4 ชั่วโมง

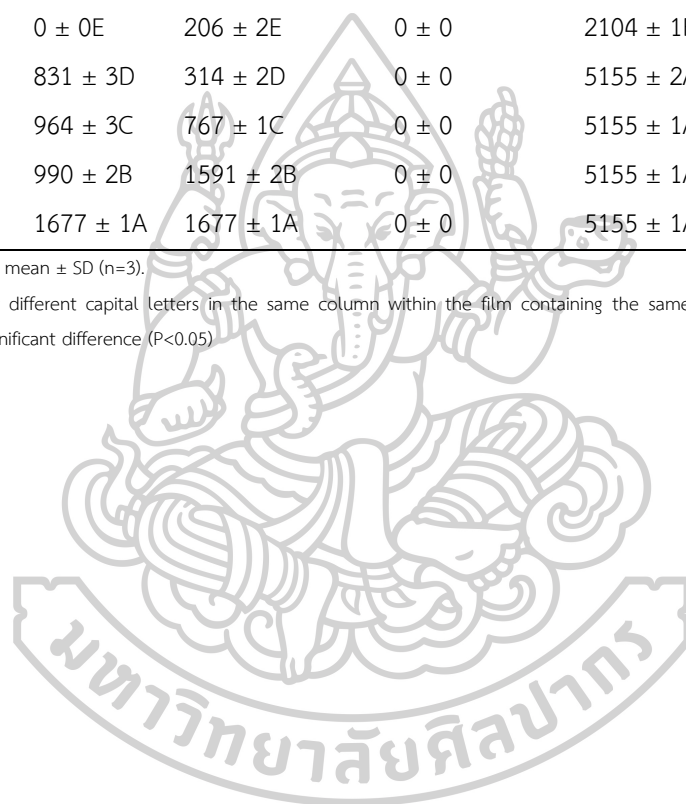
งานวิจัยของ Mehraj Ahmad และคณะ [7] ได้ทำการศึกษาสมบัติการต้านทานแบคทีเรียของฟิล์มเจลาติน (Gelatin) ที่เตรียมจากหนังของปลาวัวทางตัด (Unicorn leatherjacket skin) พร้อมทั้งมีการเติมน้ำมันหอมระเหย 2 ชนิดแตกต่างกันคือ น้ำมันหอมระเหยจากมะกรูด (Bergamot oil; BO) และจากตะไคร้หอม (Lemongrass oil; LO) โดยนำฟิล์มที่เตรียมได้มาทำการทดสอบการต้านทานแบคทีเรีย 5 ชนิดคือ *E.coli*, *S.typhimurium*, *P.aeruginosa*, *S.aureus* และ *L.monocytogenes* ได้ผลการทดสอบดังตารางที่ 2-8 [7] พบว่าฟิล์มเจลาตินที่ได้รับการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมสามารถยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย *E.coli*, *S.typhimurium*, *S.aureus* และ *L.monocytogenes* แต่สำหรับฟิล์มเจลาตินที่ได้รับการเติมน้ำมันหอมระเหยจากมะกรูดสามารถยับยั้งการเติบโตของแบคทีเรีย *S.aureus* และ *L.monocytogenes* เท่านั้น อย่างไรก็ตามฟิล์มเจลาตินที่ได้รับการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมหรือน้ำมันหอมระเหยจากมะกรูดไม่สามารถยับยั้งการเจริญเติบโตของแบคทีเรีย *P.aeruginosa* ได้ นอกจากนี้การเติมน้ำมันหอมระเหยในปริมาณที่เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้สามารถต้านทานแบคทีเรียได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้นด้วย จึงสามารถสรุปได้ว่าน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมสามารถต้านทานแบคทีเรียได้

ตารางที่ 2-8 ดัชนีชี้วัดการต้านทานแบคทีเรียของฟิล์มเจลลาตินที่ได้รับการเติม BO และ LO

Film samples	<i>E.coli</i>	<i>S.typhimurium</i>	<i>P.aeruginosa</i>	<i>S.aureus</i>	<i>L.monocytogenes</i>
Control	0 ± 0E	0 ± 0F	0 ± 0	0 ± 0fC	0 ± 0eE
5%BO	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	967 ± 0e	0 ± 0e
10%BO	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	1089 ± 1d	405 ± 2d
15%BO	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	1217 ± 1c	442 ± 2c
20%BO	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	1351 ± 1b	563 ± 1b
25%BO	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	2355 ± 1a	820 ± 5a
5%LO	0 ± 0E	206 ± 2E	0 ± 0	2104 ± 1B	1163 ± 1D
10%LO	831 ± 3D	314 ± 2D	0 ± 0	5155 ± 2A	1210 ± 2C
15%LO	964 ± 3C	767 ± 1C	0 ± 0	5155 ± 1A	3044 ± 1B
20%LO	990 ± 2B	1591 ± 2B	0 ± 0	5155 ± 1A	5155 ± 2A
25%LO	1677 ± 1A	1677 ± 1A	0 ± 0	5155 ± 1A	5156 ± 2A

Values are given as mean ± SD (n=3).

Different letters or different capital letters in the same column within the film containing the same essential oil together with the control indicate significant difference (P<0.05)



### บทที่ 3

#### วิธีการดำเนินงานวิจัย

##### 3.1 วัสดุและสารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.1.1 พอลิเมอร์ย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่ใช้ในงานวิจัยคือ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Polybutylene succinate; PBS) ชื่อทางการค้า BioPBS เกรด FZ91PM ผลิตขึ้นโดยบริษัท พีทีที เอ็มซีซี ไบโอเคม จำกัด (PTT MCC BIOCHEM Company Limited) ประเทศไทย

3.1.2 สารปรับปรุงการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สคือ ผลิตไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) ชื่อทางการค้า Avicel®PH-101 ผลิตขึ้นโดยบริษัท เอฟเอ็มซี เคมีคัล จำกัด (FMC Chemical Company Limited) ประเทศไทย

3.1.3 สารเชื่อมประสานชนิดซิลาน (Silane coupling agent; Silane) ที่ใช้ในงานวิจัยมีทั้งหมด 3 ชนิดคือ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) แต่ละชนิดมีปริมาณการเติม 2 ค่าคือ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลิตไมโครเซลลูโลส ผลิตขึ้นโดยบริษัท ซิกมา-อัลดริช จำกัด (SIGMA-ALDRICH Company Limited) ประเทศไทย

3.1.4 สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) ที่ใช้ในงานวิจัยคือ Hexadecyltrimethylammoniumbromide (CTAB) ผลิตขึ้นโดยบริษัท ซิกมา-อัลดริช จำกัด (SIGMA-ALDRICH Company Limited) ประเทศไทย

3.1.5 สารต้านทานแบคทีเรียที่ใช้ในงานวิจัยคือ น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemon grass essential oils; LEOs) มีปริมาณการเติม 3 ค่าคือ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม ผลิตขึ้นโดยบริษัท เคมีภัณฑ์ คอร์ปอเรชั่น จำกัด (CHEMIPAN CORPORATION Company Limited) ประเทศไทย



ตารางที่ 3-1 โครงสร้างทางเคมีของสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน และสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในงานวิจัย

Name	Chemical names	Chemical structures
MTS	Methacryloxypropyltrimethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{OCH}_3 \qquad \text{O} \\   \qquad \qquad    \\ \text{H}_3\text{CO}-\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{C}-\text{C}=\text{CH}_2 \\   \qquad \qquad   \\ \text{OCH}_3 \qquad \text{CH}_3 \end{array}$
ATS	Aminopropyltrimethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{OC}_2\text{H}_5 \\   \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O}-\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}_2 \\   \\ \text{OC}_2\text{H}_5 \end{array}$
GPS	Glycidoxypropyltrimethoxysilane	$\begin{array}{c} \text{OCH}_3 \\   \\ \text{H}_3\text{CO}-\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{O}-\text{CH}_2-\triangle \\   \\ \text{OCH}_3 \end{array}$
CTAB	Hexadecyltrimethylammoniumbromide	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{Br}^- \\   \\ \text{H}_3\text{C}(\text{H}_2\text{C})_{15}-\text{N}^+-\text{CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$

### 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

#### 3.2.1 เครื่องมือเตรียมสารเคลือบที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1.1 เครื่องวัดค่าความเป็นกรดต่าง (pH meter) รุ่น SevenCompact™ pH/Ion S220 ผลิตขึ้นโดยบริษัท เมทเลอร์-โทเลโด จำกัด (METTLER-TOLEDO Company Limited) ประเทศสวิตเซอร์แลนด์



ภาพที่ 3-1 เครื่องวัดค่าความเป็นกรดต่างที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1.2 เครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน (Hotplate and Magnetic Stirrer) รุ่น C-MAG HS7 ผลิตขึ้นโดยบริษัท IKA ประเทศเยอรมัน



ภาพที่ 3-2 เครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อนที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1.3 เครื่องกำเนิดคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic processor) รุ่น VC 750 ผลิตขึ้นโดยบริษัท Sonics & Materials ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 3-3 เครื่องกำเนิดคลื่นเสียงความถี่สูงที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1.4 เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge) รุ่น Z206A ผลิตขึ้นโดยบริษัท Hermle ประเทศเยอรมัน



ภาพที่ 3-4 เครื่องปั่นเหวี่ยงที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1.5 เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze drying) รุ่น Labconco Freezone 2.5L System ผลิตขึ้นโดยบริษัท Labconco ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 3-5 เครื่องทำแห้งแบบแช่เยือกแข็งที่ใช้ในงานวิจัย

### 3.2.2 เครื่องมือขั้นรูปที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.2.1 เครื่องหล่ออัดรีดแผ่นฟิล์ม (Cast film extruder) โดยตัวเครื่องแบ่งออกเป็นสองส่วน ส่วนแรกคือส่วนการอัดรีดพลาสติก (Extruder) รุ่น LBE20-30/P ผลิตขึ้นโดยบริษัท แล็บเทค เอนจิเนียริง จำกัด (LABTECH ENGINEERING Company Limited) ประเทศไทย ส่วนที่สองคือส่วนการจัดเก็บฟิล์ม และการหล่อเย็น (Chill-roll assembly) รุ่น LBCR-150 ผลิตขึ้นโดยบริษัท แล็บเทค เอนจิเนียริง จำกัด (LABTECH ENGINEERING Company Limited) ประเทศไทย



ภาพที่ 3-6 เครื่องหล่ออัดรีดแผ่นฟิล์มที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.2.2 อุปกรณ์เคลือบฟิล์ม (Prismatic film applicator) รุ่น VF 2162 ผลิตขึ้นโดยบริษัท แอสโตร อินสตรูเมนต์ จำกัด (ASTRO INSTRUMENT Company Limited) ประเทศไทย



ภาพที่ 3-7 อุปกรณ์เคลือบฟิล์มที่ใช้ในงานวิจัย

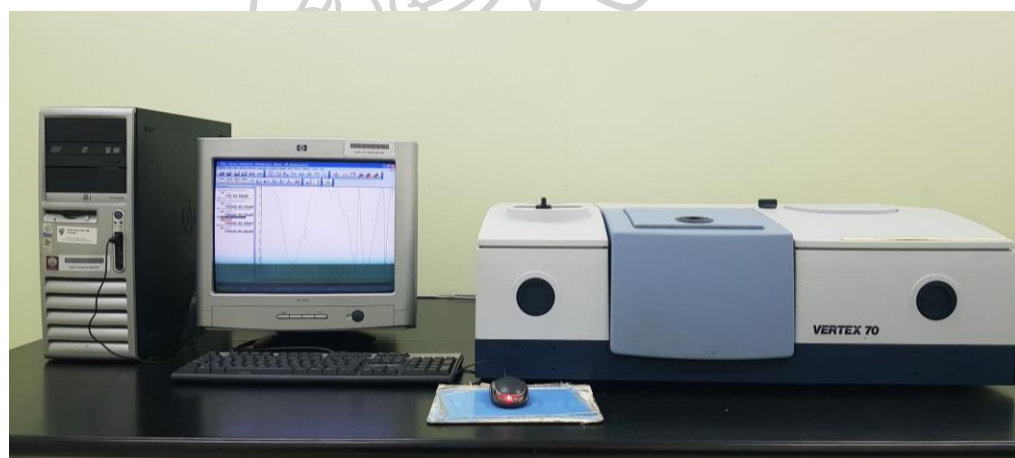
### 3.2.3 เครื่องมือวิเคราะห์และทดสอบที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.3.1 เครื่องมือสำหรับการศึกษาค่าความขุ่นด้วยเทคนิค UV-Visible spectroscopy รุ่น V530 ผลิตขึ้นโดยบริษัท Jasco ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 3-8 เครื่องมือสำหรับการศึกษาค่าความขุ่นที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.3.2 เครื่องมือสำหรับการศึกษาโครงสร้างทางเคมี (Fourier-Transform Infrared Spectroscopy; FTIR) รุ่น Vertex 70 ผลิตขึ้นโดยบริษัท BRUKER ประเทศเยอรมนี



ภาพที่ 3-9 เครื่องมือสำหรับการศึกษาโครงสร้างทางเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.3.3 เครื่องมือสำหรับการศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis (XRD) รุ่น Rigaku TTRAX III ผลิตขึ้นโดยบริษัท RIGAKU AMERICANS CORPORATION ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 3-10 เครื่องมือสำหรับการศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis ที่ใช้ในงานวิจัย [19]

3.2.3.4 เครื่องมือสำหรับการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตามมาตรฐาน ASTM D882 และด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938 หรือเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลทั่วไป (Universal Testing Machine; UTM) รุ่น Instron 3366 ผลิตขึ้นโดยบริษัท อินสตรอน จำกัด (INSTRON ENGINEERING Company Limited) ประเทศไทย



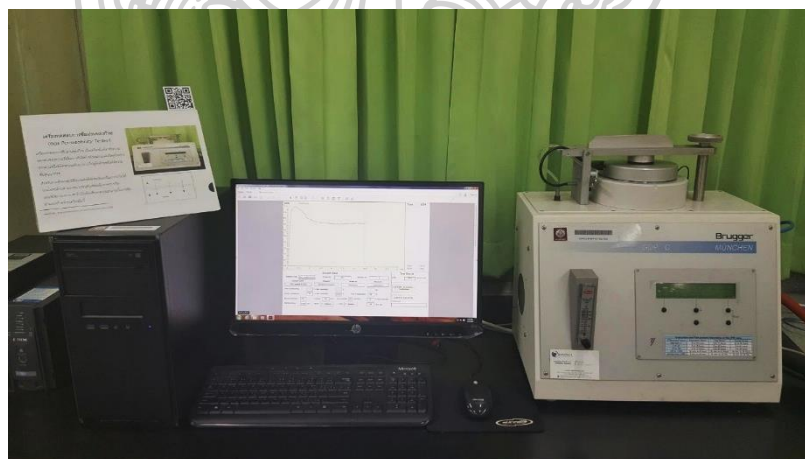
ภาพที่ 3-11 เครื่องมือสำหรับการศึกษาสมบัติเชิงกลที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.3.5 เครื่องมือสำหรับการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อน (Thermo Gravimetric Analyzer; TGA) รุ่น METTLER TOLEDO STARe System TGA/DSC 1 Module ผลิตขึ้นโดยบริษัท เมทเลอร์-โทเลโด จำกัด (METTLER-TOLEDO Company Limited) ประเทศสวิตเซอร์แลนด์



ภาพที่ 3-12 เครื่องมือสำหรับการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.3.6 เครื่องมือสำหรับการศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์ (Gas permeability tester) รุ่น GDP-C ผลิตขึ้นโดยบริษัท BRUGGER ประเทศเยอรมนี



ภาพที่ 3-13 เครื่องมือสำหรับการศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.3.7 เครื่องมือสำหรับการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Scanning Electron Microscope; SEM) รุ่น Tabletop Microscope TM3030 ผลิตขึ้นโดยบริษัท ฮิตาชิ (HITACHI Company) ประเทศญี่ปุ่น



ภาพที่ 3-14 เครื่องมือสำหรับการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.3.8 เครื่องมือสำหรับศึกษาสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียประกอบด้วยเครื่องมือ 5 เครื่องมือดังนี้

- หม้อนึ่งอัดไอน้ำ (Autoclave) รุ่น SX-700 ผลิตขึ้นโดยบริษัท TOMY ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 3-15 หม้อนึ่งอัดไอน้ำที่ใช้ในงานวิจัย



- เครื่องฆ่าเชื้อด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet light) รุ่น Class II Type A/B3 ผลิตขึ้นโดยบริษัท NUAIRE ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 3-16 เครื่องฆ่าเชื้อด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตที่ใช้ในงานวิจัย

- เครื่องเขย่าสาร (Vortex mixer) รุ่น G560E Vortex Mixer Genie 2 ผลิตขึ้นโดยบริษัท Scientific Industries ประเทศสหรัฐอเมริกา



ภาพที่ 3-17 เครื่องเขย่าสาร (Vortex Mixer) ที่ใช้ในงานวิจัย

- ตู้บ่มเชื้อ (Incubator) ผลิตขึ้นโดยบริษัท memmert ประเทศเยอรมนี



ภาพที่ 3-18 ตู้บ่มเชื้อที่ใช้ในงานวิจัย



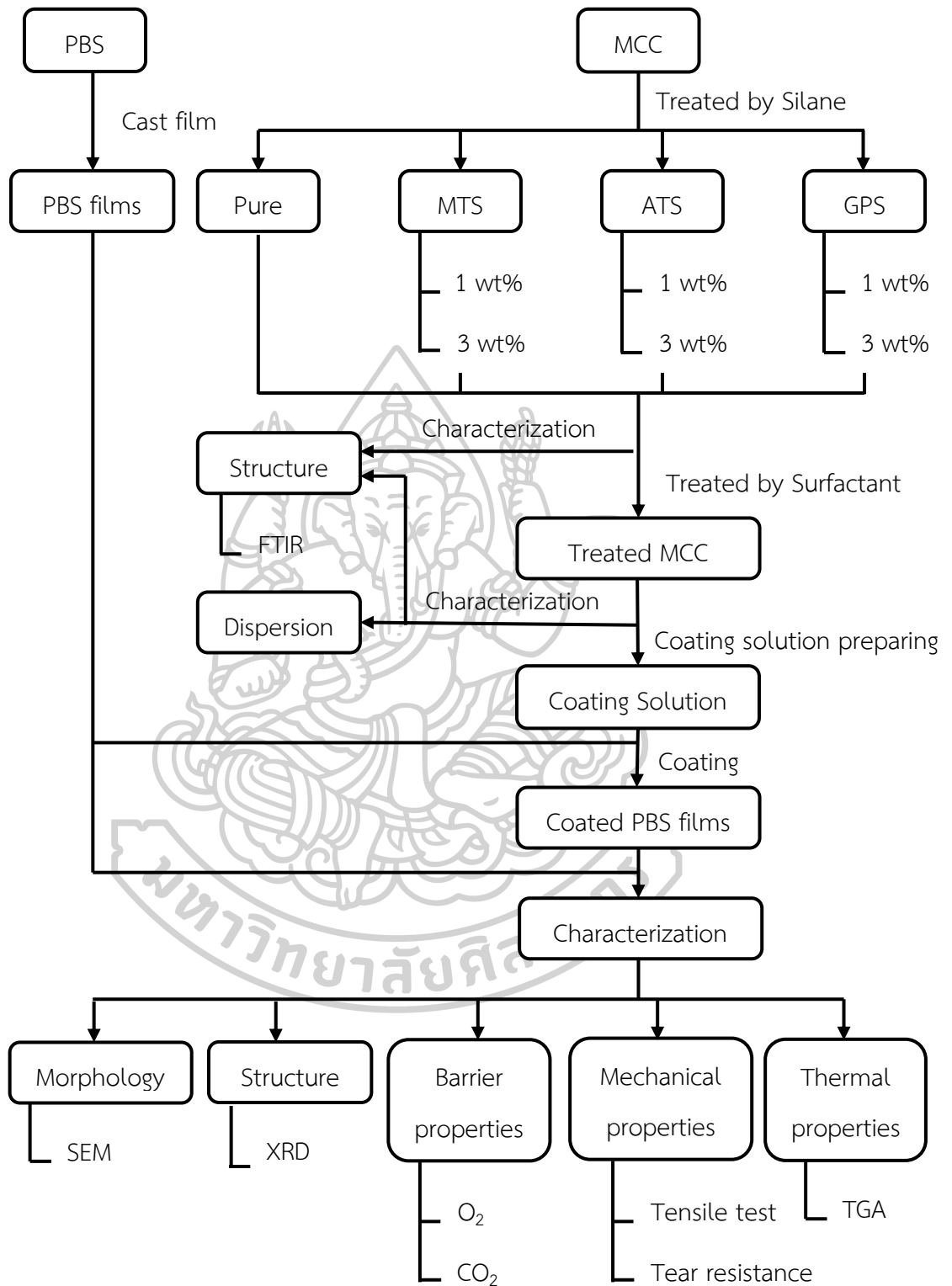
### 3.3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

การดำเนินงานวิจัยตามแผนการดำเนินงานวิจัยแบ่งออกเป็น 2 ส่วนดังนี้

#### 3.3.1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

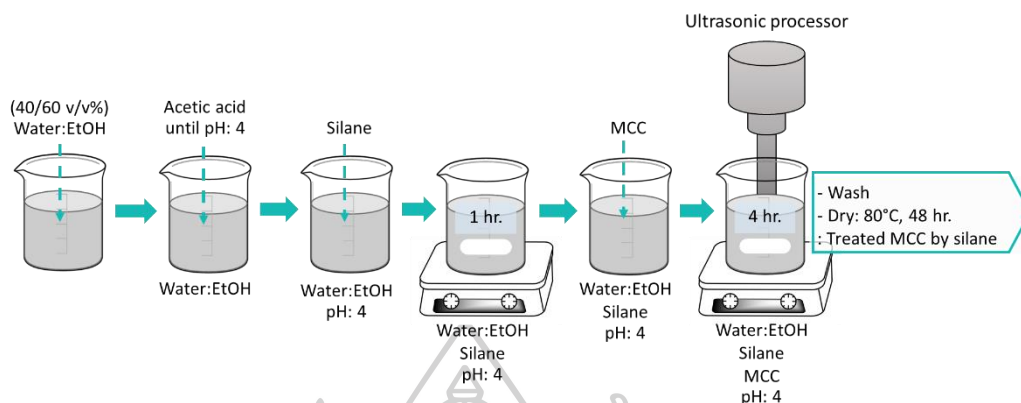
การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) โดยเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) ทั้งที่ได้รับความและไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Silane coupling agent; Silane) แตกต่างกัน 3 ชนิดคือ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ซึ่งแต่ละชนิดจะมีการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเป็น 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส โดยส่วนที่ 1 สามารถแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอนดังนี้





ภาพที่ 3-19 แผนผังขั้นตอนการดำเนินงานส่วนการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

ขั้นตอนที่ 1 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอนย่อยดังนี้

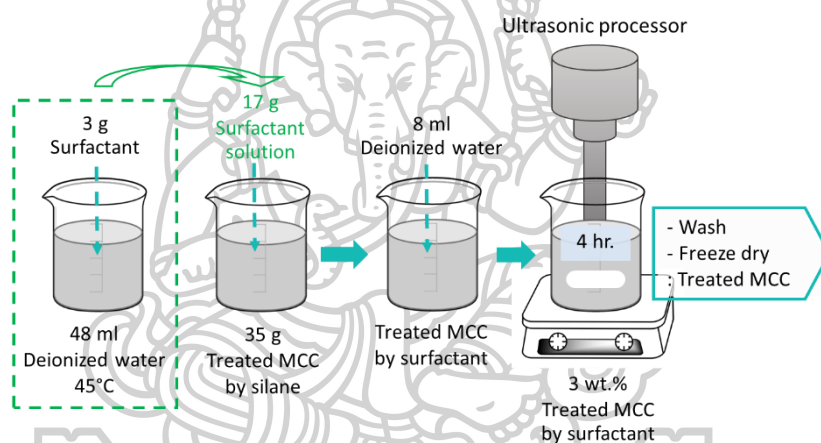


ภาพที่ 3-20 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลน

- นำผลึกไมโครเซลลูโลสมาผ่านการอบเพื่อกำจัดความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- เตรียมสารละลายที่มีอัตราส่วนของน้ำกลั่นต่อเอทานอล (Ethanol) เท่ากับ 40:60 สัดส่วนโดยปริมาตร จากนั้นเติมกรดอะซิติก (Acetic acid) จนกระทั่งสารละลายที่เตรียมได้มีค่าความเป็นกรดต่าง (pH) เท่ากับ 4 โดยการวัดด้วยเครื่องวัดค่าความเป็นกรดต่าง (pH meter) และเติมสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนแตกต่างกัน 3 ชนิดคือ Methacryloxypropyltrimethoxysilane, Aminopropyltrimethoxysilane และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane ซึ่งแต่ละชนิดจะมีการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเป็น 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส แล้วทำการกวนด้วยเครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน (Hotplate and Magnetic Stirrer) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทำการเติมผลึกไมโครเซลลูโลสพร้อมทำการกวน พร้อมทำให้กระจายตัวด้วยเครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน และเครื่องกำเนิดคลื่นเสียงความถี่สูง (Ultrasonic processor) เป็นเวลา 4 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จะได้ผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลน (Treated MCC by silane)
- ทำการล้างสารที่เตรียมได้ด้วยน้ำกลั่น แล้วนำไปทำให้แห้งโดยการอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 48 ชั่วโมง
- ทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมี เพื่อยืนยันการเกาะติดของสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนบนผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy (FTIR) โดยทำการเตรียมตัวอย่างอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ได้รับ และไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่ผ่านกระบวนการอบเพื่อกำจัดความชื้นที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 12 ชั่วโมง มาทำการบดให้อนุภาคมีความละเอียด และผสมเข้ากับโพแทสเซียมโบร

ไมด์ (Potassium bromide; KBr) ด้วยโกร่งบดสาร ซึ่งสัดส่วนการผสมระหว่างอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนกับโพแทสเซียมโบรไมด์เท่ากับ 9:1 จากนั้นนำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปทำการอัดให้เป็นแผ่นกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตรด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก (Hydraulic) ที่ความดันเท่ากับ 10,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว (Pound per Square Inch; PSI) แล้วนำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมีภายใต้สภาวะดังนี้ ช่วงเลขคลื่นสำหรับการทดสอบเท่ากับ 4,000-400 หนึ่งต่อเซนติเมตร ( $\text{cm}^{-1}$ ) ความละเอียด (Resolution) เท่ากับ 4 หนึ่งต่อเซนติเมตร และจำนวนครั้งการทดสอบเท่ากับ 32 ครั้ง

ขั้นตอนที่ 2 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Treated MCC by silane) ด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอนย่อยดังนี้



ภาพที่ 3-21 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Treated MCC by silane) ด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant)

1. เตรียมสารละลาย Hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB) ที่มีความเข้มข้น 62.5 กรัมต่อลิตร โดยการละลาย Hexadecyltrimethylammonium bromide ปริมาณ 3 กรัมลงในน้ำที่ปราศจากไอออน (Deionized water) 48 มิลลิลิตรที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส

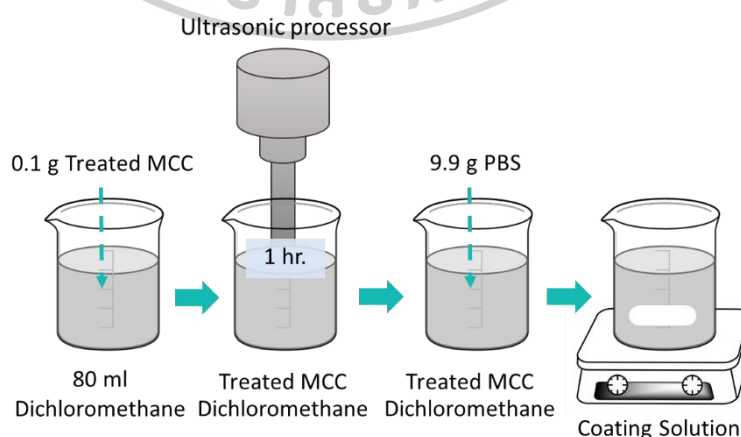
2. หยดสารละลาย Hexadecyltrimethylammonium bromide ปริมาณ 17 มิลลิลิตร ลงบนผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนแล้วปริมาณ 35 กรัม จากนั้นเติมน้ำที่ปราศจากไอออนปริมาณ 8 มิลลิลิตร ทำการกวน พร้อมทำให้กระจายตัวด้วยเครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อน และเครื่องกำเนิดคลื่นเสียงความถี่สูงเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

3. นำสารที่เตรียมได้ไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge) เพื่อแยกน้ำออกจากผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง โดยใช้ความเร็วรอบในการปั่นเหวี่ยง 4,000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 15 นาที แล้วนำไปผ่านกระบวนการทำแห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze drying) ที่ (-40) องศาเซลเซียส ความดัน 2 มิลลิบาร์ จนกระทั่งน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงคงที่ จะได้ผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Treated MCC)

4. ทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมี เพื่อยืนยันการเกาะติดของสารลดแรงตึงผิวบนผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy (FTIR)

5. การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง โดยทำการเตรียมตัวอย่างอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ได้รับ และไม่ได้รับการปรับปรุงปริมาณเท่ากับ 0.1 กรัม มาทำการกระจายตัวในสายละลายปริมาตร 20 มิลลิลิตรที่มีความแตกต่างกัน 2 ชนิดคือน้ำกลั่นซึ่งเป็นตัวแทนของสารที่มีความเป็นขี้ และสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran; THF) ซึ่งเป็นตัวแทนของสารที่ไม่มีความเป็นขี้ โดยมีการทำให้อนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ได้รับและไม่ได้รับการปรับปรุงมีการกระจายตัวด้วยเครื่องกำเนิดคลื่นเสียงความถี่สูงเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้สถานะแอมพลิจูด (Amplitude) เท่ากับ 20 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นนำสารที่เตรียมได้ใส่ขวดไวแอล (Vials) ปิดฝาแล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมงก่อนที่จะทำการสังเกตพร้อมทั้งบันทึกผลด้วยการบันทึกภาพนิ่ง และทำการวิเคราะห์ความสามารถในการกระจายตัวด้วยเครื่องมือสำหรับการศึกษาค่าความขุ่นด้วยเทคนิค UV-Visible spectroscopy ที่ความยาวคลื่น (Wavelength) เท่ากับ 737 นาโนเมตร โดยทำการวัดค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance)

ขั้นตอนที่ 3 การเตรียมสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Treated MCC) ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อยดังนี้

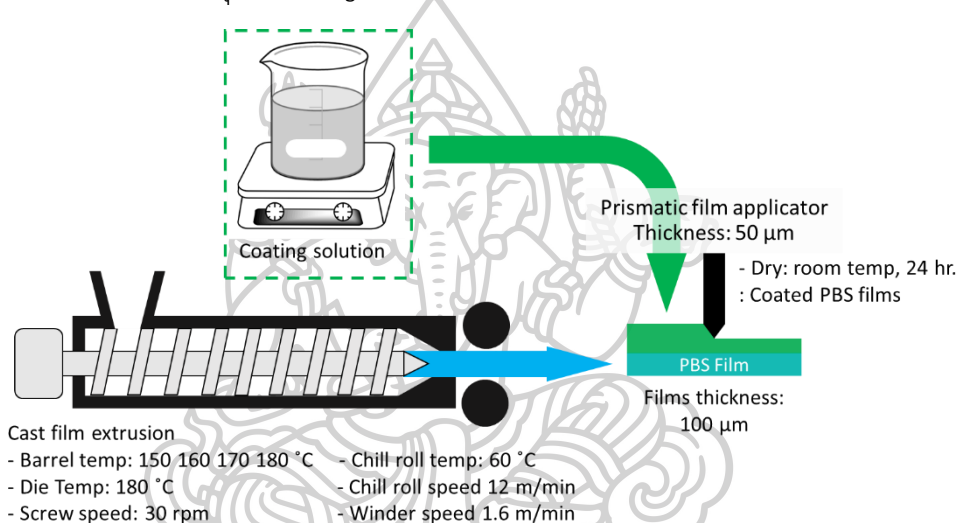


ภาพที่ 3-22 การเตรียมสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Treated MCC)

1. นำพอลิไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 0.1 กรัมมากระจายตัวในสารไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane) ปริมาตรเท่ากับ 80 มิลลิลิตรด้วยเครื่องกำเนิดคลื่นเสียงความถี่สูง เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง

2. นำพอลิวิทิลีนซัคซิเนตปริมาณ 9.9 กรัม มาละลายในสารแขวนลอยพอลิไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยเครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อนจนกระทั่งพอลิวิทิลีนซัคซิเนตละลายหมด จะได้สารเคลือบพอลิไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution)

ขั้นตอนที่ 4 การเคลือบผิวฟิล์มพอลิวิทิลีนซัคซิเนตด้วยสารเคลือบพอลิไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนย่อยดังนี้



ภาพที่ 3-23 การเคลือบผิวฟิล์มพอลิวิทิลีนซัคซิเนตด้วยสารเคลือบพอลิไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution)

1. นำเม็ดพอลิวิทิลีนซัคซิเนตมาทำการอบเพื่อกำจัดความชื้นในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากนั้นนำเม็ดพอลิวิทิลีนซัคซิเนตที่เตรียมได้ไปขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มบางด้วยกระบวนการหล่ออัดรีดแผ่นฟิล์ม (Cast film extrusion) โดยช่วงอุณหภูมิของกระบอกหลอมเท่ากับ 150 160 170 180 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิที่หัวตาย (Die) ที่มีลักษณะเป็นรูปตัวทีเท่ากับ 180 °C ความเร็วในการหมุนของสกรูเท่ากับ 30 รอบต่อนาที อุณหภูมิของลูกกลิ้งเย็น (Chill roll) เท่ากับ 60 องศาเซลเซียส ความเร็วในการหมุนของลูกกลิ้งเย็น 12 เมตรต่อนาที และความเร็วในการหมุนลูกกลิ้งม้วนเก็บเท่ากับ 1.6 เมตรต่อนาที ซึ่งจะได้ฟิล์มพอลิวิทิลีนซัคซิเนตที่มีความหนาประมาณ 100 ไมโครเมตร



2. ทำการหดยดสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงลงบนแผ่นฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตจากนั้นใช้อุปกรณ์เคลือบฟิล์ม (Prismatic film applicator) เคลือบสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงให้ทั่วฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนต เพื่อจำลองการเคลือบผิวด้วยวิธี Doctor blade coating โดยความหนาของอุปกรณ์เคลือบฟิล์มที่ใช้มีค่าเท่ากับ 50 ไมโครเมตร

3. นำแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้มากำจัดสารไดคลอโรมีเทนด้วยการทิ้งให้สารไดคลอโร มีเทนระเหยที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิว ด้วยสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coated PBS film)

ขั้นตอนที่ 5 การศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coated PBS film) ซึ่งสามารถแบ่งการทดสอบเป็น 6 การทดสอบดังนี้

1. การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง 2 ส่วนดังนี้ ส่วนที่ 1 พื้นผิวของฟิล์มตัวอย่าง (Surface section) โดยทำการเตรียมตัวอย่างฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงขนาด  $0.5 \times 0.5$  ตารางเซนติเมตร จะได้ชิ้นงานตัวอย่างแบบพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่าง ส่วนที่ 2 ภาคตัดขวางของฟิล์มตัวอย่าง (Transverse cross section) โดยทำการเตรียมตัวอย่างฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงมาผ่านการหักชิ้นงานภายใต้สภาวะเย็นยิ่งยวด (Cryogenic fracture) ด้วยไนโตรเจนเหลว (Liquid nitrogen) ซึ่งฟิล์มตัวอย่างจะถูกนำมาแช่ในไนโตรเจนเหลวเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำชิ้นงานตัวอย่างมาทำการหักทันทีในทิศทางตั้งฉากกับแนวฉีดของเครื่องหล่ออัดรีดแผ่นฟิล์ม (Cross machine direction; CD) จะได้ชิ้นงานตัวอย่างแบบภาคตัดขวางของฟิล์ม จากนั้นนำตัวอย่างที่เตรียมได้ทั้งแบบพื้นผิวฟิล์ม และแบบภาคตัดขวางของฟิล์มตัวอย่างมาทำการติดลงบนแท่นสำหรับทดสอบ (Specimen stubs) แล้วนำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปเคลือบแพลทินัม (Platinum) ด้วยเครื่องเคลือบผิว (Sputtering) เพื่อป้องกันการสะสมอิเล็กตรอน (Electron) บนชิ้นงานตัวอย่าง จากนั้นนำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) ภายใต้สภาวะค่าแรงต่างศักย์ไฟฟ้า (Acceleration voltage) เท่ากับ 15 กิโลโวลต์ ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นรูปภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยา สำหรับการวัดค่าความหนาของชั้นเคลือบฟิล์มตัวอย่างที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สสามารถทำได้โดยการใช้โปรแกรม image J เพื่อวัดและคำนวณหาค่าความหนาเฉลี่ยของชั้นเคลือบฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุง

2. การศึกษาความเป็นผลึกของผลึกไมโครเซลลูโลสในชั้นเคลือบผิวฟิล์มด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis (XRD) โดยทำการเตรียมตัวอย่างฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงขนาด 5.08×5.08 ตารางเซนติเมตร (2×2 ตารางนิ้ว) แล้วนำไปทำการทดสอบภายใต้สภาวะดังนี้ ช่วงองศาสำหรับการทดสอบเท่ากับ 5–40 องศา อัตราเร็วในการทดสอบ (Count time) เท่ากับ 4.8 องศาต่อนาที ปริมาณกระแสไฟฟ้า (Current) เท่ากับ 300 มิลลิแอมแปร์ และค่าความต่างศักย์ (Voltage) เท่ากับ 3 กิโลโวลต์ ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มพิก (Intensity) กับค่ามุมขององศาเลี้ยวเบน (2θ) พร้อมทั้งค่าระยะห่างระหว่างชั้นของอนุภาค (D-spacing) สำหรับการคำนวณหาค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index; CI) ของฟิล์มตัวอย่างที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สสามารถทำการคำนวณได้ดังสมการที่ 3-1 โดยพิก (Peak) ที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์หาค่าดัชนีความเป็นผลึกคือพิกที่มีตำแหน่ง 2Theta (2θ) เท่ากับ 19.79, 21.99 และ 22.73 องศา

$$CI (\%) = \frac{\text{Area under crystalline peaks}}{\text{Area under amorphous and crystalline peaks}} \times 100 \quad \text{สมการที่ 3-1}$$

เมื่อ	Crystallinity index (CI)	คือดัชนีความเป็นผลึก
	Area under crystalline peaks	คือพื้นที่ใต้พิกบริเวณที่แสดงความเป็นผลึก
	Area under amorphous and crystalline peaks	คือพื้นที่ใต้พิกบริเวณที่แสดงทั้งความเป็นอสัณฐานและความเป็นผลึก

3. การศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และคาร์บอนไดออกไซด์ (Gas permeability test) โดยทำการเตรียมตัวอย่างฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงขนาด 5.08×5.08 ตารางเซนติเมตร (2×2 ตารางนิ้ว) มาทำการติดกับแผ่นอลูมิเนียมพอยล์ที่มีพื้นที่เป็นวงกลมสำหรับการทดสอบขนาด 5.064 ตารางเซนติเมตร ดังภาพที่ 3-23 แล้วนำไปทำการทดสอบการต้านทานการซึมผ่านแก๊สภายใต้สภาวะดังนี้ ระยะเวลาสำหรับการทำให้เครื่องเป็นสุญญากาศเท่ากับ 15 ชั่วโมง อัตราการปล่อยแก๊สที่ใช้สำหรับการทดสอบเท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที อุณหภูมิขณะทดสอบเท่ากับ 23 องศาเซลเซียส และเปอร์เซ็นต์ความชื้นสัมพัทธ์ (Relative humidity, RH) เท่ากับ 50 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการซึมผ่านแก๊ส (Gas Transmission Rate; GTR) กับเวลา พร้อมทั้งค่าการซึมผ่านของแก๊สเฉลี่ย ณ เวลาที่สนใจ



ภาพที่ 3-24 ตัวอย่างสำหรับการทดสอบสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊ส

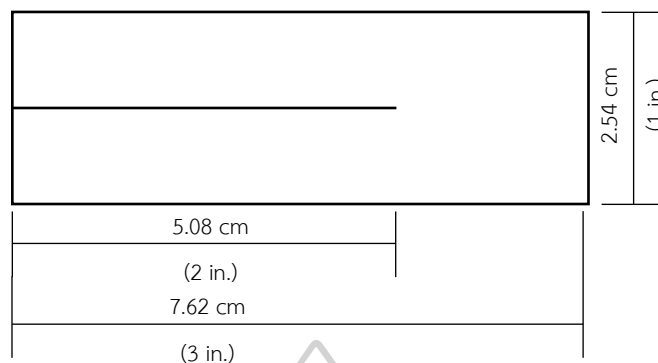
4. การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตามมาตรฐาน ASTM D882 โดยทำการเตรียมตัวอย่างฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงขนาดความกว้างเท่ากับ 2.54 เซนติเมตร (1 นิ้ว) ความยาวเท่ากับ 15.24 เซนติเมตร (6 นิ้ว) ดังภาพที่ 3-24 แล้วนำไปทำการทดสอบการดึงยึดภายใต้สภาวะดึงนี้ อัตราการดึงยึดเท่ากับ 12.5 มิลลิเมตรต่อนาที ซึ่งใช้อุปกรณ์ในการวัดค่า (Load cell) ขนาด 5 กิโลนิวตัน และจำนวนตัวอย่างสำหรับการทดสอบเท่ากับ 10 ตัวอย่าง ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเค้น (Stress) กับค่าความเครียด (Strain) พร้อมทั้งค่าความต้านทานการดึงยึด (Tensile strength) และค่าการยืดตัว ณ จุดขาด (Elongation at break)



ภาพที่ 3-25 ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D882

5. การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938 โดยทำการเตรียมตัวอย่างฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงขนาดความกว้างเท่ากับ 2.54 เซนติเมตร (1 นิ้ว) ความยาวเท่ากับ 7.62 เซนติเมตร (3 นิ้ว) พร้อมทั้งตัดแบ่งชิ้นงานตามแนวยาวเท่ากับ 5.08 เซนติเมตร (2 นิ้ว) บริเวณกึ่งกลางของชิ้นงานด้านกว้าง ดังภาพที่ 3-25 แล้วนำไปทำการทดสอบการต้านทานการฉีกขาดภายใต้สภาวะดึงนี้ อัตราการดึงยึดเท่ากับ 250 มิลลิเมตรต่อนาที ซึ่งใช้อุปกรณ์ในการวัดค่า (Load cell) ขนาด 5 กิโลนิวตัน และจำนวนตัวอย่างสำหรับการทดสอบเท่ากับ 10

ตัวอย่าง ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเค้น (Stress) กับค่าความเครียด (Strain)

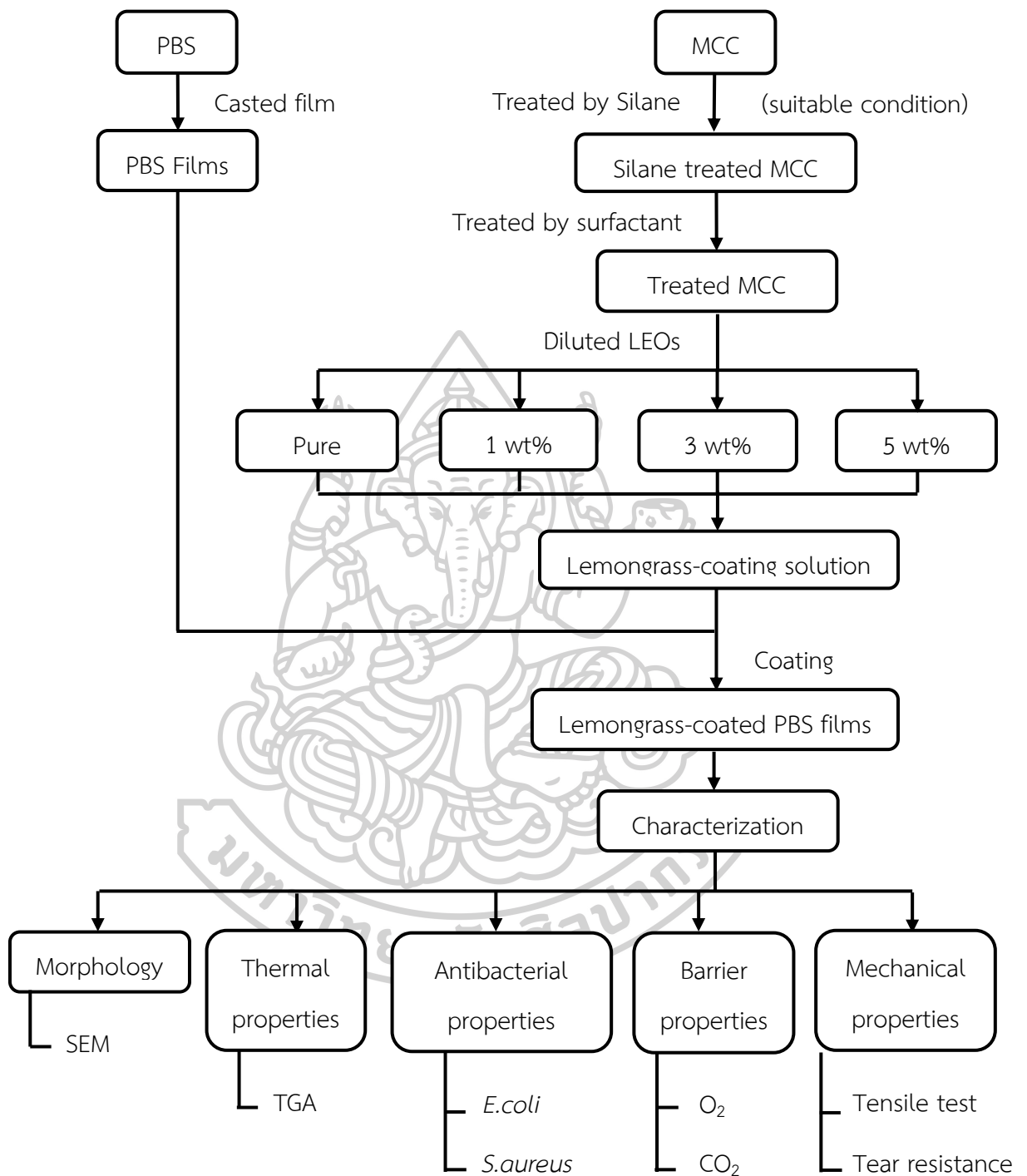


ภาพที่ 3-26 ตัวอย่างการเตรียมชิ้นงานตามมาตรฐาน ASTM D1938

6. การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermo Gravimetric Analysis (TGA) โดยทำการเตรียมตัวอย่างฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 6–7 มิลลิกรัมใส่ลงในเบ้าหลอมเซรามิก (Ceramic crucible) แล้วนำไปทำการทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนภายใต้สภาวะดังนี้ ช่วงอุณหภูมิสำหรับการทดสอบเท่ากับ 50–600 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และสภาวะบรรยากาศก๊าซไนโตรเจน (Nitrogen) ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักของสารตัวอย่าง (Weight) กับอุณหภูมิ พร้อมทั้งอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวทางความร้อน (Onset degradation temperature;  $T_{\text{onset}}$ ) อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อน (Degradation temperature;  $T_d$ ) และปริมาณเถ้าที่เหลือจากการสลายตัวทางความร้อน (Residue)

### 3.3.2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

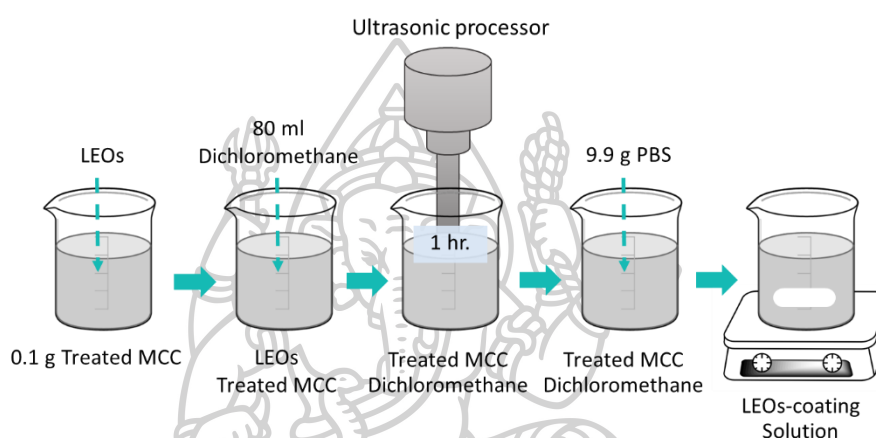
การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs) ลงในฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) ที่มีสมบัติที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมเป็นฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ซึ่งปริมาณน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้ที่เติมในงานวิจัยมีปริมาณแตกต่างกัน 3 ปริมาณคือ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม โดยส่วนที่ 2 สามารถแบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอนย่อยดังนี้



ภาพที่ 3-27 แผนผังขั้นตอนการดำเนินงานส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

ขั้นตอนที่ 1 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Silane coupling agent; Silane) และสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) ตามสูตรที่ทำให้ฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสมีสมบัติที่เหมาะสมที่สุดสำหรับเตรียม ฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ซึ่งได้จากการวิเคราะห์ข้อมูลใน ส่วนที่ 1

ขั้นตอนที่ 2 การเจือน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมลงในสารเคลือบผลึกไมโคร เซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อยดังนี้



**ภาพที่ 3-28** การเจือน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมลงในสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution)

1. การเตรียมสารละลายผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Treated MCC) ปริมาณ 0.1 กรัมมาทำการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ซึ่งมีปริมาณการเติมแตกต่างกัน 3 ปริมาณคือ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ จากนั้นนำสารที่เตรียมได้มาทำการกระจายตัวในสารละลายสารไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane) ปริมาตรเท่ากับ 80 มิลลิลิตรด้วย เครื่องกำเนิดคลื่นความถี่สูง (Ultrasonic processor) เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง

2. นำพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตปริมาณ 9.9 กรัม มาละลายในสารแขวนลอยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยเครื่องกวนสารละลายพร้อมเตาให้ความร้อนจนกระทั่งพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตละลายหมด จะได้สารเคลือบตะไคร้หอม (LEOs-coating solution)

ขั้นตอนที่ 3 การเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม (Lemongrass-coating solution) ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อยดังนี้

1. ทำการหยดสารเคลือบตะไคร้หอมลงบนแผ่นฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจากนั้นใช้อุปกรณ์เคลือบฟิล์ม (Prismatic film applicator) เคลี่ยสารเคลือบตะไคร้หอมให้ทั่วฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เพื่อจำลองการเคลือบผิวด้วยวิธี Doctor blade coating

2. นำแผ่นฟิล์มที่เตรียมได้มากำจัดสารไดคลอโรมีเทนด้วยการทิ้งให้สารไดคลอโรมีเทนระเหยที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม (Lemongrass-coated PBS films)

ขั้นตอนที่ 4 การศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม (Lemongrass-coated PBS films) ซึ่งสามารถแบ่งการทดสอบเป็น 6 การทดสอบดังนี้

1. การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม 2 ส่วนดังนี้ ส่วนที่ 1 พื้นผิวของฟิล์มตัวอย่าง (Surface section) และส่วนที่ 2 ภาคตัดขวางของฟิล์มตัวอย่าง (Transverse cross section) ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) ภายใต้สภาวะค่าแรงดันศักย์ไฟฟ้า (Acceleration voltage) เท่ากับ 15 กิโลโวลต์ ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นรูปภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยา

2. การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermo Gravimetric Analysis (TGA) ด้วยเครื่องทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนภายใต้สภาวะดังนี้ ช่วงอุณหภูมิสำหรับการทดสอบเท่ากับ 50–600 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และสภาวะบรรยากาศก๊าซไนโตรเจน (Nitrogen) ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักของสารตัวอย่าง (Weight) กับอุณหภูมิ พร้อมทั้งอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวทางความร้อน (Onset degradation temperature;  $T_{onset}$ ) อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อน (Degradation temperature;  $T_d$ ) และปริมาณเถ้าที่เหลือจากการสลายตัวทางความร้อน (Residue)

3. การศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรีย (Antibacterial activity test) ด้วยเทคนิคการนับเชื้อแบคทีเรีย (Dynamic shake flask test) ตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM E2149 โดยแบคทีเรียที่ใช้ในงานวิจัยประกอบด้วยแบคทีเรีย 2 ชนิดคือ *Escherichia coli* (*E.coli*) ซึ่งเป็นตัวแทนของแบคทีเรียแกรมลบ (Gram negative eubacteria) และ *Staphylococcus aureus* (*S.aureus*) ซึ่งเป็นตัวแทนของแบคทีเรียแกรมบวก (Gram positive eubacteria) โดยสามารถแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอนย่อยดังนี้

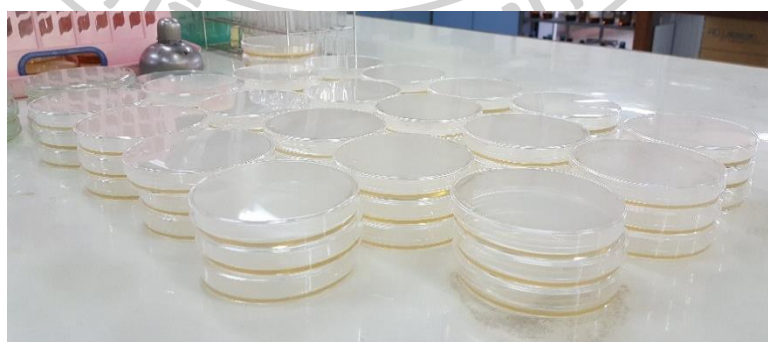
- ขั้นตอนการเตรียมอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็ง (Nutrient Agar) สามารถทำได้โดยการละลายอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งปริมาณเท่ากับ 28 กรัมลงในน้ำกลั่นปริมาตรเท่ากับ 1000 มิลลิลิตร ซึ่งการละลายอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งจะทำโดยใช้ปีกเกอร์ (Beaker) และแท่งแก้วคนสาร (Stirring Rod) จากนั้นเทอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งลงในขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask) พร้อมทั้ง

ทำการปิดปากขวดรูปชมพู่ด้วยสำลี และปิดทับอีกครั้งด้วยอลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminum foil) ก่อนนำไปทำการฆ่าเชื้อ (Sterilization) ด้วยหม้อนึ่งอัตโนมัติ (Autoclave) ที่อุณหภูมิเท่ากับ 121 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาเท่ากับ 15 นาที



ภาพที่ 3-29 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็ง (Nutrient Agar)

จากนั้นรื้อให้อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งมีอุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียส จึงทำการเทอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งลงบนจานเพาะเชื้อพลาสติก (Plastic Petri dish) พร้อมทั้งทำการเขย่าจานเพาะเชื้อพลาสติกเบาๆ เพื่อให้อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งกระจายตัวทั่วทั้งจานเพาะเชื้อพลาสติก ตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเพื่อให้อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งเกิดการแข็งตัว แล้วนำไปเก็บในตู้เย็นที่อุณหภูมิ 18 องศาเซลเซียสจนกว่าจะใช้งาน ข้อควรระวัง ก่อนทำการเปิด-ปิดปากขวดรูปชมพู่ จะต้องทำการลนไฟที่ปากขวดรูปชมพู่ทุกครั้ง และขณะทำการเทอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งลงบนจานเพาะเชื้อพลาสติกไม่ควรเปิดฝาจานเพาะเชื้อพลาสติกมากเกินไปเพื่อป้องกันการปนเปื้อน



ภาพที่ 3-30 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งในจานเพาะเชื้อพลาสติก (Plastic Petri dish)

- ขั้นตอนการเตรียมอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลว (Nutrient Broth) สามารถทำได้โดยการละลายอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวปริมาณเท่ากับ 13 กรัมลงในน้ำกลั่นปริมาตรเท่ากับ 1000 มิลลิลิตร ซึ่งการละลายอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวจะทำโดยใช้ปีกเกอร์ และแท่งแก้วคนสาร จากนั้นเท



แบ่งอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวลงในขวดรูปชมพู่ปริมาณขวดละ 50 มิลลิลิตร พร้อมทั้งทำการปิดปากขวดรูปชมพู่ด้วยสำลี และปิดทับอีกครั้งด้วยอลูมิเนียมฟอยล์ นอกจากนี้ต้องทำการแบ่งอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวใส่ในหลอดทดลอง (Test tube) เพื่อเตรียมไว้สำหรับขั้นตอนการเตรียมเชื้อแบคทีเรียสำหรับการทดสอบ โดยใช้วิธีการปิเปตต์ (Pipette) อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวลงในหลอดทดลอง ปริมาตรหลอดละ 5 มิลลิลิตร พร้อมทั้งทำการปิดฝาหลอดทดลองด้วยฝาปิดหลอดทดลอง (Test tube cap) ก่อนนำไปทำการฆ่าเชื้อด้วยหม้อนึ่งอัดไอน้ำที่อุณหภูมิเท่ากับ 121 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาเท่ากับ 15 นาที จากนั้นนำอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวที่อยู่ในขวดรูปชมพู่ไปเก็บที่อุณหภูมิห้อง สำหรับอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวที่อยู่ในหลอดทดลองให้นำไปเก็บในตู้เย็นที่อุณหภูมิ 18 องศาเซลเซียสจนกว่าจะใช้งาน



ภาพที่ 3-31 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลว (Nutrient Broth)

- ขั้นตอนการเตรียมสารละลายเจือจางเชื้อแบคทีเรีย ซึ่งสารละลายเจือจางเชื้อแบคทีเรียคือสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (Sodium chloride; NaCl) ที่มีความเข้มข้น 0.85 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก สามารถทำได้โดยการละลายโซเดียมคลอไรด์ลงในน้ำกลั่น ซึ่งการละลายโซเดียมคลอไรด์จะทำโดยใช้ปิเกตอร์ และแท่งแก้วคนสาร จากนั้นทำการปิเปตต์สารละลายเจือจางเชื้อแบคทีเรียแบ่งใส่หลอดทดลองปริมาตรหลอดละ 4.5 มิลลิลิตร พร้อมทั้งทำการปิดฝาหลอดทดลองด้วยฝาปิดหลอดทดลอง (Test tube cap) ก่อนนำไปทำการฆ่าเชื้อด้วยหม้อนึ่งอัดไอน้ำที่อุณหภูมิเท่ากับ 121 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลาเท่ากับ 15 นาที จากนั้นนำไปเก็บในตู้เย็นที่อุณหภูมิ 18 องศาเซลเซียสจนกว่าจะใช้งาน

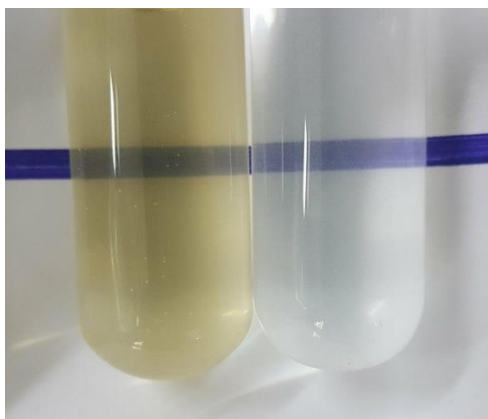
- ขั้นตอนการเตรียมเชื้อแบคทีเรียสำหรับการทดสอบ คือขั้นตอนการเพาะเลี้ยงเชื้อแบคทีเรียให้มีปริมาณตามที่ต้องการ โดยในงานวิจัยนี้ต้องการปริมาณของเชื้อแบคทีเรียประมาณ  $3.0 \times 10^8$  จำนวนโคโลนีของแบคทีเรีย (Colony forming unit; CFU) ต่อมิลลิลิตร ซึ่งวิธีสำหรับเทียบปริมาณแบคทีเรียเริ่มต้นที่ใช้ในงานวิจัยคือวิธีเทียบมาตรฐานแมคฟาแลนด์ (McFarland standard)

ขั้นตอนการเตรียมเชื้อแบคทีเรียสำหรับการทดสอบสามารถทำได้โดยการเคลื่อนย้ายเชื้อแบคทีเรียจากจานเลี้ยงเชื้อแบคทีเรียเข้มข้น (Streak plate) ไปสู่อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวที่ได้เตรียมไว้ในหลอดทดลอง ซึ่งการเคลื่อนย้ายเชื้อแบคทีเรียสามารถทำได้โดยการนำห่วงเช็ยเชื้อ (Inoculating loop) มาทำการลนไฟให้ร้อนแดง ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ก่อนนำห่วงเช็ยเชื้อไปทำการเช็ยเชื้อแบคทีเรียจากจานเลี้ยงเชื้อแบคทีเรียเข้มข้น แล้วนำไปจุ่มในอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวที่เตรียมไว้ในหลอดทดลอง ก่อนนำเชื้อแบคทีเรียที่เตรียมได้ไปทำการบ่มในตู้บ่มที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงทำการนับปริมาณเชื้อแบคทีเรียเริ่มต้น พร้อมทั้งปรับปริมาณเชื้อแบคทีเรียจนกระทั่งได้ปริมาณของเชื้อแบคทีเรียตามต้องการ ข้อควรระวัง ก่อนทำการเปิด-ปิดปากของหลอดทดลองจะต้องทำการลนไฟที่ปากของหลอดทดลองทุกครั้งเพื่อป้องกันการปนเปื้อน

- ขั้นตอนการเทียบมาตรฐานแมคฟาแลนด์ (McFarland standard) คือการเทียบหาปริมาณแบคทีเรียโดยอาศัยการเทียบความขุ่น-ใสกับสารละลายมาตรฐาน ซึ่งสารละลายมาตรฐานตามวิธีแมคฟาแลนด์คือสารละลายผสมระหว่างแบเรียมคลอไรด์ (Barium chloride;  $BaCl_2$ ) กับกรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid;  $H_2SO_4$ ) ดังตารางที่ 3-2 โดยงานวิจัยนี้ต้องการปริมาณของเชื้อแบคทีเรียประมาณ  $3.0 \times 10^8$  จำนวนโคโลนีของแบคทีเรียต่อมิลลิลิตรจึงทำการเตรียมสารละลายมาตรฐานตามวิธีแมคฟาแลนด์ระดับที่ 1 นั่นคือการเตรียมสารผสมระหว่างแบเรียมคลอไรด์เข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ปริมาตร 0.1 มิลลิลิตรกับกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ปริมาตร 9.9 มิลลิลิตรลงในหลอดทดลอง จากนั้นนำไปทำการเปรียบเทียบความขุ่น-ใสกับแบคทีเรียที่เตรียมได้ดังภาพที่ 3-31

ตารางที่ 3-2 ค่ามาตรฐานแมคฟาแลนด์ (McFarland standard)

McFarland scale	1% $BaCl_2$ (ml)	1% $H_2SO_4$ (ml)	Bacterial (CFU/ml)
1	0.1	9.9	$3.0 \times 10^8$
2	0.2	9.8	$6.0 \times 10^8$
3	0.3	9.7	$9.0 \times 10^8$
4	0.4	9.6	$12.0 \times 10^8$
5	0.5	9.5	$15.0 \times 10^8$
6	0.6	9.4	$18.0 \times 10^8$
7	0.7	9.3	$21.0 \times 10^8$
8	0.8	9.2	$24.0 \times 10^8$
9	0.9	9.1	$27.0 \times 10^8$
10	1.0	9.0	$30.0 \times 10^8$



ภาพที่ 3-32 การเทียบมาตรฐานแมคฟาแลนด์ (McFarland standard)

- ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างสำหรับการทดสอบการต้านเชื้อแบคทีเรีย สามารถทำได้โดยการตัดฟิล์มพอลิไวนิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงขนาดเท่ากับ 1x1 ตารางเซนติเมตร น้ำหนักฟิล์มตัวอย่าง 3 มิลลิกรัม จากนั้นนำตัวอย่างฟิล์มที่เตรียมได้ใส่ลงในจานเพาะเลี้ยงเชื้อพลาสติก ก่อนนำไปทำการฆ่าเชื้อด้วยแสงอัลตราไวโอเลต (Ultraviolet light) ดังภาพที่ 3-32 เป็นระยะเวลา 20 นาที จากนั้นทำการกลับด้านของจานเพาะเลี้ยงเชื้อพลาสติกที่ใส่ฟิล์มตัวอย่าง แล้วทำการฆ่าเชื้อด้วยแสงอัลตราไวโอเลตอีกครั้ง เป็นระยะเวลา 20 นาที



ภาพที่ 3-33 การฆ่าเชื้อฟิล์มตัวอย่างด้วยแสงอัลตราไวโอเลต (Ultraviolet light)

- ขั้นตอนการนำฟิล์มตัวอย่างใส่ลงในอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวสามารถทำได้ โดยการนำฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงซึ่งผ่านการฆ่าเชื้อเรียบร้อยแล้วมาใส่ลงในอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวที่อยู่ในขวดรูปชมพู่ โดยการใช้คีบ (Forceps) ในการใส่ตัวอย่างลงในขวดรูปชมพู่ ข้อควรระวัง ก่อนทำการเปิด-ปิดปากขวดรูปชมพู่จะต้องทำการลนไฟที่ปากขวดรูปชมพู่ทุกครั้ง และก่อนทำการใช้คีบจะต้องทำการจุ่มคีบลงในแอลกอฮอล์ (Alcohol) ก่อนนำไปทำการลนไฟทุกครั้งเพื่อป้องกันการปนเปื้อน

- ขั้นตอนการนำเชื้อแบคทีเรียใส่ลงในอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวสามารถทำได้ โดยการปิเปตต์เชื้อแบคทีเรียที่เตรียมได้ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ที่บรรจุอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลว และฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาตร 200 ไมโครลิตร จากนั้นทำการเขย่าขวดรูปชมพู่ที่เตรียมได้ก่อนนำไปทำการบ่มเชื้อในตู้บ่มเชื้อ (Incubator) ที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียสเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ข้อควรระวัง ก่อนทำการเปิด-ปิดปากขวดรูปชมพู่จะต้องทำการลนไฟที่ปากขวดรูปชมพู่ทุกครั้ง และก่อนทำการเปิด-ปิดปากของหลอดทดลองจะต้องทำการลนไฟที่ปากของหลอดทดลองทุกครั้งเพื่อป้องกันการปนเปื้อน



ภาพที่ 3-34 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวพร้อมฟิล์มตัวอย่างและเชื้อแบคทีเรีย



ภาพที่ 3-35 อาหารเลี้ยงเชื้อชนิดเหลวพร้อมฟิล์มตัวอย่างและเชื้อแบคทีเรียในตู้บ่มเชื้อ

- ขั้นตอนการเจือจางเชื้อแบคทีเรียคือการเจือจางเชื้อแบคทีเรียให้มีความเข้มข้นลดลงครั้งละ 10 เท่า (Ten-fold serial dilution) ซึ่งสามารถทำได้โดยการปิเปตต์เชื้อแบคทีเรียจากขวดรูปชมพู่ที่ผ่านการบ่นเชื้อเรียบร้อยแล้วลงในสารละลายเจือจางเชื้อแบคทีเรียหลอดที่ 1 ปริมาตร 500 ไมโครลิตร ทำการเขย่าสารละลายเจือจางเชื้อแบคทีเรียที่เตรียมได้ด้วยเครื่องเขย่าสาร (Vortex mixer) จากนั้นทำการปิเปตต์สารละลายเจือจางเชื้อแบคทีเรียหลอดที่ 1 ลงในสารละลายเจือจางแบคทีเรียหลอดที่ 2 ปริมาตร 500 ไมโครลิตร ทำการเจือจางเชื้อแบคทีเรียซ้ำจนกว่าจะได้ความเข้มข้นของเชื้อแบคทีเรียตามความต้องการ ซึ่งการเจือจางเชื้อแบคทีเรียแต่ละครั้งจะได้ความเข้มข้นของเชื้อแบคทีเรียดังตารางที่ 3-3 ข้อควรระวังก่อนทำการเปิด-ปิดปากขวดรูปชมพู่จะต้องทำการลนไฟที่ปากขวดรูปชมพู่ทุกครั้ง และก่อนทำการเปิด-ปิดปากของหลอดทดลองจะต้องทำการลนไฟที่ปากของหลอดทดลองทุกครั้งเพื่อป้องกันการปนเปื้อน

ตารางที่ 3-3 ความเข้มข้นของแบคทีเรียต่อการเจือจางแต่ละครั้ง

Number of diluent	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Concentration of bacterial (CFU/ml)	$10^{-1}$	$10^{-2}$	$10^{-3}$	$10^{-4}$	$10^{-5}$	$10^{-6}$	$10^{-7}$	$10^{-8}$	$10^{-9}$
Dilution factor	10	$10^2$	$10^3$	$10^4$	$10^5$	$10^6$	$10^7$	$10^8$	$10^9$

- ขั้นตอนการหยดเชื้อแบคทีเรียลงบนอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็ง สามารถทำได้ โดยการนำเชื้อแบคทีเรียที่ผ่านการเจือจางตามที่ต้องการมาทำการปิเปตต์ปริมาตร 10 ไมโครลิตร แล้วนำมาทำการหยดลงบนอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งที่อยู่ในจานเพาะเชื้อพลาสติก จำนวนจานละ 20 หยด ก่อนนำไปทำการบ่มเชื้อในตู้บ่มเชื้อที่อุณหภูมิ 37 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ข้อควรระวัง ก่อนทำการเปิด-ปิดปากของหลอดทดลองจะต้องทำการลนไฟที่ปากของหลอดทดลองทุกครั้ง และขณะทำการหยดเชื้อแบคทีเรียลงบนอาหารเลี้ยงเชื้อชนิดแข็งไม่ควรเปิดฝาจานเพาะเชื้อพลาสติกมากเกินไปเพื่อป้องกันการปนเปื้อน

- ขั้นตอนการนับเชื้อแบคทีเรียคือขั้นตอนการตรวจสอบจำนวนโคโลนี (Colony) ของเชื้อแบคทีเรียที่มีชีวิตอยู่บนจานเพาะเชื้อ จากนั้นทำการคำนวณปริมาณของเชื้อแบคทีเรียที่มีเหลืออยู่ในรูปแบบโคโลนีต่อมิลลิลิตร (CFU/ml) ดังสมการที่ 3-2 และทำการคำนวณร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียภายหลังการทดสอบ (%Reduction) ดังสมการที่ 3-3

$$\text{CFU/ml} = \frac{\text{Number of colony} \times \text{Dilution factor}}{\text{Volume transferred to plate (ml)}} \quad \text{สมการที่ 3-2}$$

เมื่อ CFU/ml คือปริมาณของเชื้อแบคทีเรียที่มีเหลืออยู่ในรูปแบบโคโลนีต่อมิลลิลิตร

Number of colony คือจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่มีชีวิตอยู่บนจานเพาะเชื้อ

Volume transferred to plate คือปริมาตรของแบคทีเรียที่นำมาเลี้ยงบนอาหารเลี้ยงเชื้อ (มิลลิลิตร)

$$\% \text{Reduction} = \frac{(\text{CFU/ml of control}) - (\text{CFU/ml of sample})}{(\text{CFU/ml of control})} \times 100 \quad \text{สมการที่ 3-3}$$

เมื่อ %Reduction คือร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียภายหลังการทดสอบ

CFU/ml of control คือจำนวนโคโลนีของเชื้อแบคทีเรียต่อมิลลิลิตรของฟิล์มตัวอย่างที่ไม่ได้รับการเคลือบผิวด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

CFU/ml of Sample คือจำนวนโคโลนีของเชื้อแบคทีเรียต่อมิลลิลิตรของฟิล์มตัวอย่างที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

4. การศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Gas permeability test) ด้วยเครื่องทดสอบการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สภายใต้สภาวะดังนี้ ระยะเวลาสำหรับการทำให้เครื่องเป็นสุญญากาศเท่ากับ 15 ชั่วโมง อัตราการปล่อยแก๊สที่ใช้สำหรับการทดสอบเท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที อุณหภูมิขณะทดสอบเท่ากับ 23 องศาเซลเซียส และเปอร์เซ็นต์ความชื้นสัมพัทธ์ (Relative humidity, RH) เท่ากับ 50 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการซึมผ่านแก๊ส (Gas Transmission Rate; GTR) กับเวลา พร้อมทั้งค่าการซึมผ่านของแก๊สเฉลี่ย ณ เวลาที่สนใจ

5. การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตามมาตรฐาน ASTM D882 ด้วยเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลทั่วไป (Universal Testing Machine; UTM) ภายใต้สภาวะดังนี้ อัตราการดึงยึดเท่ากับ 12.5 มิลลิเมตรต่อนาที ซึ่งใช้อุปกรณ์ในการวัดค่า (Load cell) ขนาด 5 กิโลนิวตัน และจำนวนตัวอย่างสำหรับการทดสอบเท่ากับ 10 ตัวอย่าง ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเค้น (Stress) กับค่าความเครียด (Strain) พร้อมทั้งค่าความต้านทานการดึงยึด (Tensile strength) และค่าการยืดตัว ณ จุดขาด (Elongation at break)

6. การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938 ด้วยเครื่องทดสอบสมบัติเชิงกลทั่วไปภายใต้สภาวะดังนี้ อัตราการดึงยึดเท่ากับ 250 มิลลิเมตรต่อนาที ซึ่งใช้อุปกรณ์ในการวัดค่า (Load cell) ขนาด 5 กิโลนิวตัน และจำนวนตัวอย่างสำหรับการทดสอบเท่ากับ 10 ตัวอย่าง ซึ่งจะได้ข้อมูลจากการทดสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเค้น (Stress) กับค่าความเครียด (Strain)

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

งานวิจัยมีจุดมุ่งหมายที่จะพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์ทางด้านอาหารที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ให้มีสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สที่ดีขึ้น โดยการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) อย่างไรก็ตามการยึดเกาะระหว่างผลึกไมโครเซลลูโลสกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตไม่ดีนัก เนื่องจากความแตกต่างกันในเรื่องของความเป็นขั้ว ดังนั้นจึงควรปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสโดยการเปลี่ยนแปลงหมู่ฟังก์ชันบนผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Silane coupling agents; Silane) นอกจากนี้ยังพัฒนาบรรจุภัณฑ์อาหารให้มีสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs) โดยงานวิจัยนี้แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ส่วนหลักดังนี้

#### 4.1 ส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊สสามารถทำได้โดยการเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) ทั้งที่ได้รับความและไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Silane coupling agent; Silane) แตกต่างกัน 3 ชนิดคือ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ซึ่งแต่ละชนิดจะมีการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเป็น 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส

##### 4.1.1 การศึกษาโครงสร้างทางเคมี เพื่อยืนยันการเกาะติดของสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนบนผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy (FTIR)

เมื่อผ่านการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สขั้นตอนที่ 1 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน จะทำการศึกษาโครงสร้างของผลึกไมโครเซลลูโลสที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Silane coupling agent; Silane) โดยพิจารณาจากการสั่นของพันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการพบพอลิไซลอกเซน (Polysiloxanes) บนพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลส และพันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการเกิดปฏิกริยาระหว่างสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนกับผลึกไมโครเซลลูโลสดังตารางที่ 4-1



ตารางที่ 4-1 เลขคลื่น และหมู่ฟังก์ชันที่บ่งชี้ถึงพันธะที่พบในผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนและสารลดแรงตึงผิว

Functional group	Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )
C-H Stretching	2980-2950
-CH <sub>2</sub> Stretching	2900
C=O Stretching	1700
C=C Stretching	1630
-CH <sub>2</sub> rocking	1480
C-N Stretching	1230-1020
-Si-O-Si- or -Si-O-C- Asymmetric stretching	1150
-Si-C Symmetric stretching	765
-Si-O-Si- Symmetric stretching	700

การสั่นของพันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการพบพอลิซิลอกเซน (Polysiloxanes) บนพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลส และพันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนกับผลึกไมโครเซลลูโลสได้แก่ การสั่นแบบยืดและไม่สมมาตรของพันธะระหว่างซิลิคอน (Silicon; Si) -ออกซิเจน (Oxygen; O) -ซิลิคอน (Si-O-Si asymmetric stretching) หรือพันธะระหว่างซิลิคอน-ออกซิเจน-คาร์บอน (Carbon; C) (-Si-O-C- asymmetric stretching) ซึ่งเลขคลื่น (Wavenumber) ที่บ่งบอกถึงพันธะดังกล่าวคือ 1150 ต่อเซนติเมตร การสั่นแบบยืดและสมมาตรของพันธะระหว่างซิลิคอนกับคาร์บอน (-Si-C- symmetric stretching) ซึ่งเลขคลื่นที่บ่งบอกถึงพันธะดังกล่าวคือ 765 ต่อเซนติเมตร และการสั่นแบบยืดและสมมาตรของพันธะระหว่างซิลิคอน-ออกซิเจน-ซิลิคอน (-Si-O-Si- symmetric stretching) ซึ่งเลขคลื่นที่บ่งบอกถึงพันธะดังกล่าวคือ 700 ต่อเซนติเมตร

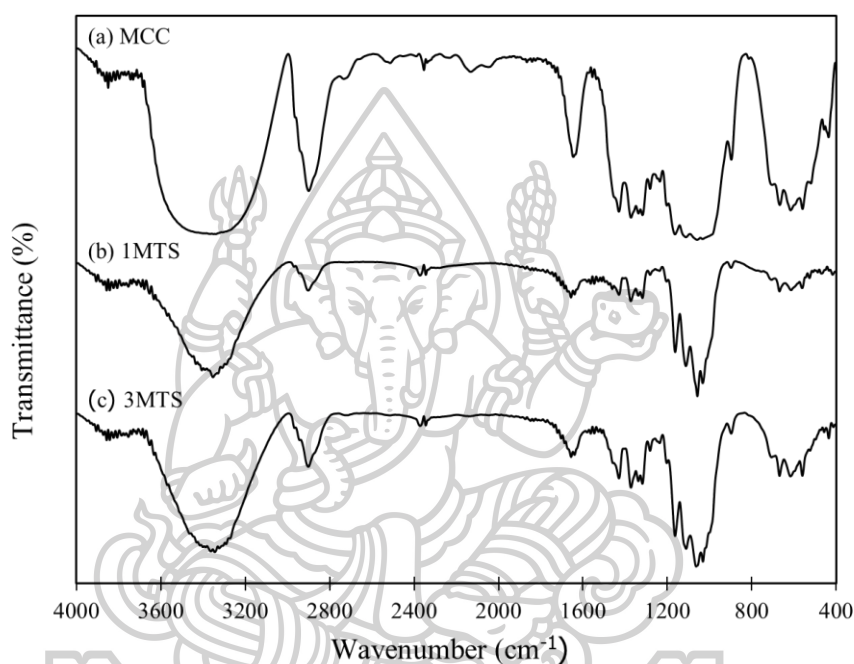
เพื่อช่วยให้ผู้ที่สนใจศึกษางานวิจัยนี้เข้าใจตัวอย่างที่ผู้วิจัยใช้มากขึ้น ผู้วิจัยจึงได้จัดทำตารางคำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊ส ขั้นตอนที่ 1 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนดังตารางที่ 4-2

**ตารางที่ 4-2** คำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊ส ขั้นตอนที่ 1 การปรับปรุงฟลิกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน

ตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัย	คำอธิบาย
MCC	ฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง
1MTS	ฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส
3MTS	ฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส
1ATS	ฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส
3ATS	ฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส
1GPS	ฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส
3GPS	ฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส

การศึกษาสเปกตรัมจากเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy ของฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ดังภาพที่ 4-1, 4-2 และ 4-3 ตามลำดับ พบการดูดกลืนรังสีที่เลขคลื่น 1160 ต่อเซนติเมตร ซึ่งบ่งบอกถึงการสั่นแบบยืดและไม่สมมาตรของพันธะระหว่างซิลิคอน-ออกซิเจน-ซิลิคอน (Si-O-Si asymmetric stretching) หรือพันธะระหว่างซิลิคอน-ออกซิเจน-คาร์บอน (-Si-O-C- asymmetric stretching) นอกจากนี้ยังพบเลขคลื่น 705 ต่อเซนติเมตร ซึ่งบ่งบอกถึงการสั่นแบบยืดและสมมาตรของพันธะระหว่างซิลิคอน-ออกซิเจน-ซิลิคอน (-Si-O-Si- symmetric stretching) จึงเป็นการยืนยันถึงความประสบความสำเร็จในการปรับปรุงฟลิกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลนทั้ง 3 ชนิด ซึ่งคล้ายกับงานวิจัยของ Kutlay Sever และคณะ [4] ซึ่งได้ทำการศึกษาการปรับปรุงเส้นใยปอกระเจา (Jute fabric) เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับพอลิเอสเตอร์ (Polyester) ด้วยสารเชื่อมประสานซิลเลน (Silane coupling agent) ชนิด Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS) คล้ายกับงานวิจัยของ Yang Zhao และคณะ [5] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงเส้นใยฟางข้าว (Rice straw fiber; RSF) เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนต

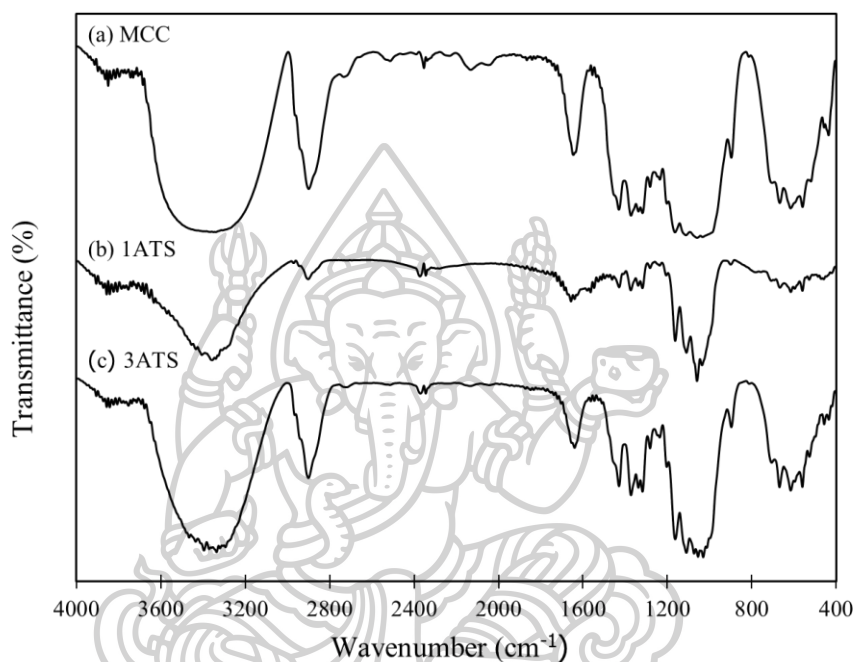
(Poly(butylene succinate); PBS) ด้วยการปรับปรุงเส้นใยฝางข้าวด้วยสารเชื่อมประสานอะมิโนไซเลน (Aminosilane coupling agent; Aminosilane) และคล้ายกับงานวิจัยของคุณธีรวัฒน์ หาญสกุลและคณะ [6] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงเส้นใยยูคาลิปตัส (Eucalyptus fibers) เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน (Silane coupling agent) แตกต่างกัน 2 ชนิดคือ Glycidoxypopyltrimethoxysilane (GPS) และ Vinyltriethoxysilane (VTES)



ภาพที่ 4-1 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย MTS ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส

พันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการยึดเกาะของ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS) บนพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสคือการสั่นแบบยืดของพันธะคู่ระหว่างคาร์บอนกับออกซิเจน (C=O stretching) และการสั่นแบบยืดของพันธะคู่ระหว่างคาร์บอนกับคาร์บอน (C=C stretching) ซึ่งปรากฏที่เลขคลื่น 1700 และ 1630 ต่อเซนติเมตรตามลำดับ การศึกษาสเปกตรัมจากเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy ของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ดังภาพที่ 4-1 พบการดูดกลืนรังสีที่เลขคลื่น 1655 ต่อเซนติเมตร ซึ่งเป็นการยืนยันถึงความประสบความสำเร็จในการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ซึ่งคล้ายกับงานวิจัยของ Kutlay Sever และคณะ [4] ซึ่งได้ทำการศึกษาการปรับปรุงเส้นใยปอกระเจา (Jute fabric) เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับพอลิเอสเตอร์ (Polyester) ด้วยสารเชื่อมประสานไซเลน (Silane coupling agent) ชนิด

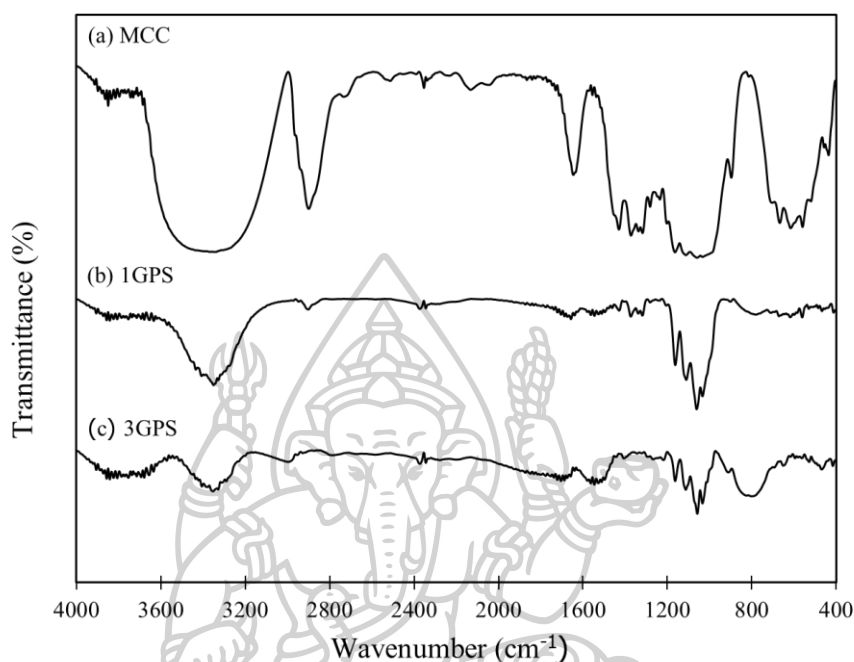
Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS) นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ที่เพิ่มขึ้นจาก 1 เป็น 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสส่งผลให้เกิดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Infrared radiation) เพิ่มขึ้นที่เลขคลื่น 1655 ต่อเซนติเมตร ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดการยึดเกาะของ Methacryloxypropyltrimethoxysilane บนพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสที่เพิ่มมากขึ้น



ภาพที่ 4-2 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย ATS ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส

พันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการยึดเกาะของ Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) บนพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสคือการสั่นแบบยืดของหมู่ฟังก์ชัน  $\text{CH}_2$  ของอัลเคน (Alkane) ( $-\text{CH}_2$  stretching) ซึ่งปรากฏที่เลขคลื่น 2900 ต่อเซนติเมตร การศึกษาสเปกตรัมจากเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy ของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ดังภาพที่ 4-2 พบการดูดกลืนรังสีที่เลขคลื่น 2902 ต่อเซนติเมตร ซึ่งเป็นการยืนยันถึงความสำเร็จในการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ซึ่งคล้ายกับงานวิจัยของ Yang Zhao และคณะ [5] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงเส้นใยฟางข้าว (Rice straw fiber; RSF) เพื่อเพิ่มความสามารถในการยึดเกาะกับพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ด้วยการปรับปรุงเส้นใยฟางข้าวด้วยสารเชื่อมประสานอะมิโนไซเลน (Aminosilane coupling agent; Aminosilane) นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ที่เพิ่มขึ้นจาก

1 เป็น 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสส่งผลให้เกิดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเพิ่มขึ้นที่เลขคลื่น 2902 ต่อเซนติเมตร ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดการยึดเกาะของ Aminopropyl-trimethoxysilane บนพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสที่เพิ่มมากขึ้น



ภาพที่ 4-3 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย GPS ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส

การศึกษาสเปกตรัมจากเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy ของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ดังภาพที่ 4-3 เนื่องจากพันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการยึดเกาะของ Glycidoxypropyltrimethoxysilane บนพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสคือพันธะที่พบบนผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง ดังนั้นจึงไม่สามารถยืนยันความสำเร็จในการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ได้ด้วยการพิจารณาจากการสั่นของหมู่ฟังก์ชันของ Glycidoxypropyltrimethoxysilane แต่ทั้งนี้สามารถยืนยันการยึดเกาะของ Glycidoxypropyltrimethoxysilane ได้จากการการสั่นของพันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการพบพอลิไซลอกเซน (Polysiloxanes) บนพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลส และพันธะที่ใช้สำหรับการยืนยันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนกับผลึกไมโครเซลลูโลสดังที่ได้กล่าวไปข้างต้น

#### 4.1.2 การศึกษาโครงสร้างทางเคมี เพื่อยืนยันการเกาะติดของสารลดแรงตึงผิวบนผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy (FTIR)

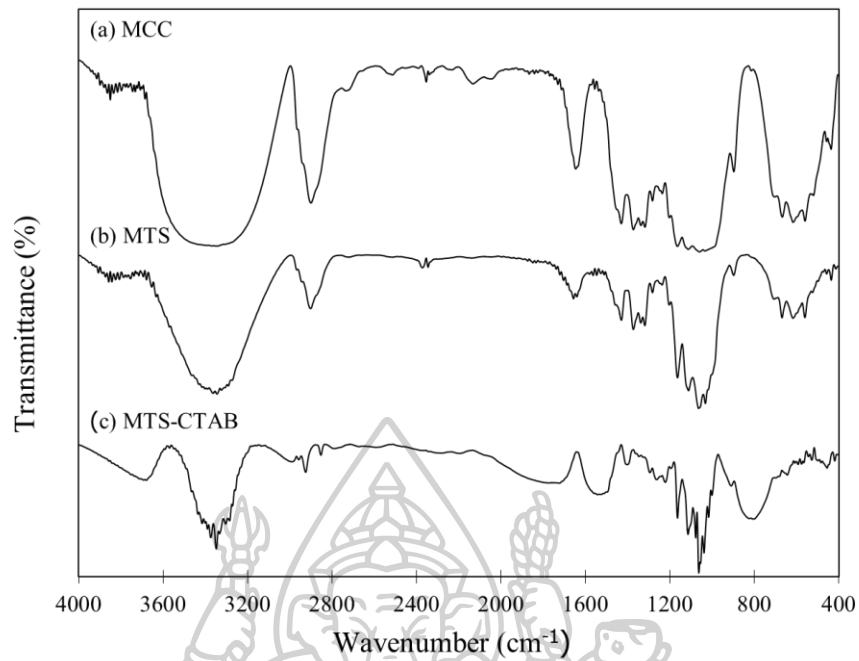
เมื่อผ่านการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สขั้นตอนที่ 2 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Treated MCC by silane) ด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) จะทำการศึกษาโครงสร้างของผลึกไมโครเซลลูโลสที่เปลี่ยนแปลงไปภายหลังจากการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) โดยพิจารณาจากการสั่นแบบยืดของพันธะระหว่างคาร์บอนกับไฮโดรเจน (Hydrogen) (C-H stretching) และการสั่นแบบโยกของหมู่ฟังก์ชัน  $\text{CH}_2$  ของหมู่อัลเคน ( $-\text{CH}_2$  rocking) ซึ่งปรากฏที่เลขคลื่น 2890 และ 1480 ต่อเซนติเมตรตามลำดับ ดังตารางที่ 4-1

เพื่อช่วยให้ผู้ที่สนใจศึกษางานวิจัยนี้เข้าใจตัวอย่างที่ผู้วิจัยใช้มากขึ้น ผู้วิจัยจึงได้จัดทำตารางคำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊สขั้นตอนที่ 2 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนดังตารางที่ 4-3

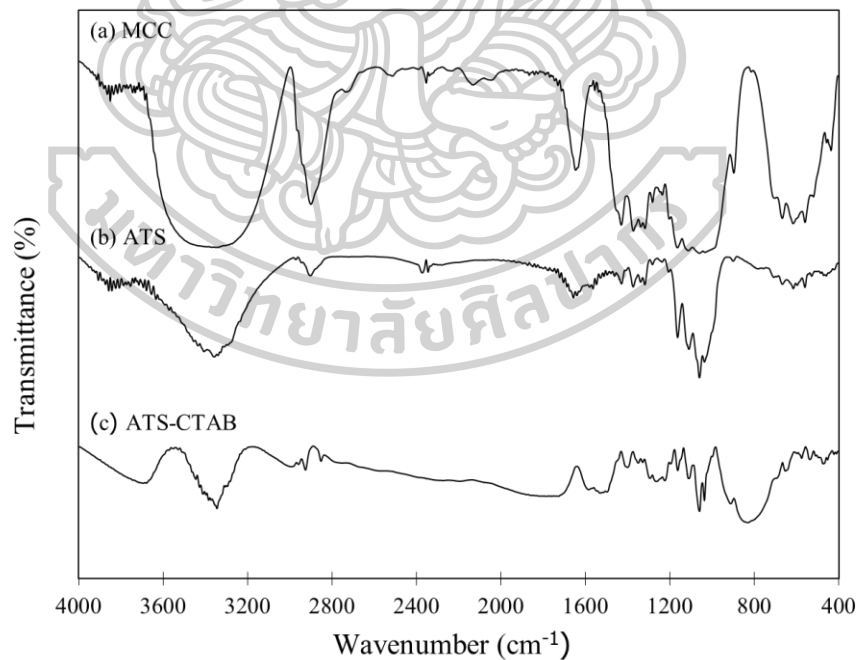
การศึกษาสเปกตรัมจากเทคนิค Fourier Transformation Infrared Spectroscopy ของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิวดังภาพที่ 4-4, 4-5 และ 4-6 พบการดูดกลืนรังสีที่เลขคลื่น 2983 และ 1490 ต่อเซนติเมตร ซึ่งเป็นการยืนยันถึงความประสบความสำเร็จในการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารลดแรงตึงผิว ซึ่งคล้ายกับงานวิจัยของ Alireza Kaboorani และคณะ [18] ได้ทำการศึกษาการปรับปรุงพื้นผิวของผลึกนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanocrystalline; CNC) ด้วยสารลดแรงตึงผิวชนิดแคทไอออน (Cationic surfactant; Hexadecyl trimethyl ammonium bromide (HDTMA))

**ตารางที่ 4-3** คำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊ส ชั้นตอนที่ 2 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนด้วยสารลดแรงตึงผิว

ตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัย	คำอธิบาย
1MTS-CTAB	ผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
3MTS-CTAB	ผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
1ATS-CTAB	ผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
3ATS-CTAB	ผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
1GPS-CTAB	ผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
3GPS-CTAB	ผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว

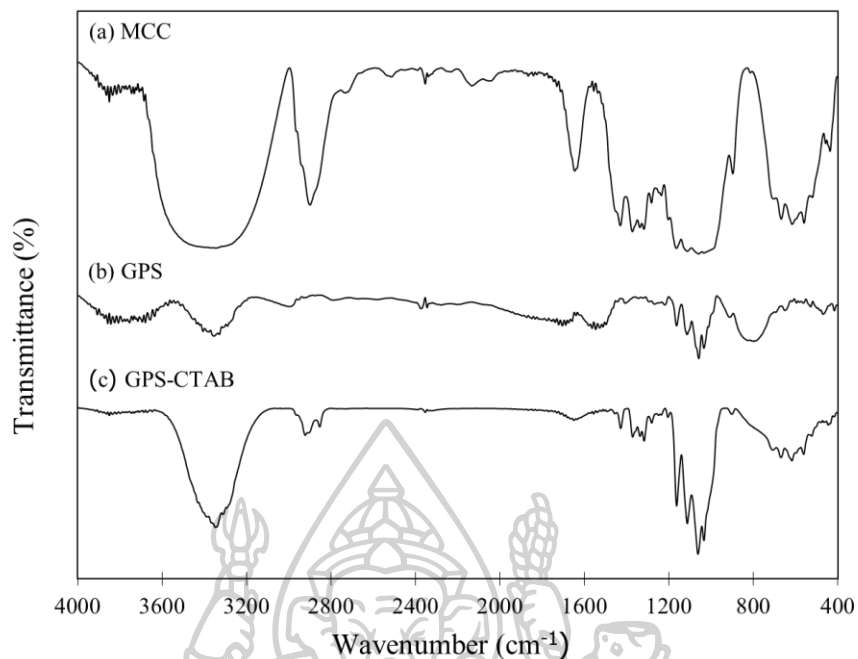


ภาพที่ 4-4 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย MTS และสารลดแรงตึงผิว



ภาพที่ 4-5 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย ATS และสารลดแรงตึงผิว

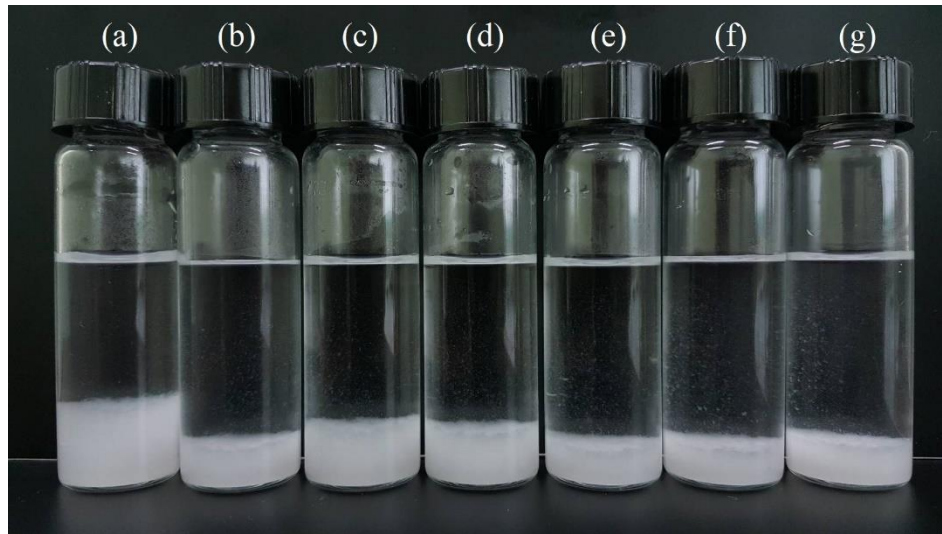




ภาพที่ 4-6 สเปกตรัม FTIR ของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงด้วย GPS และสารลดแรงตึงผิว

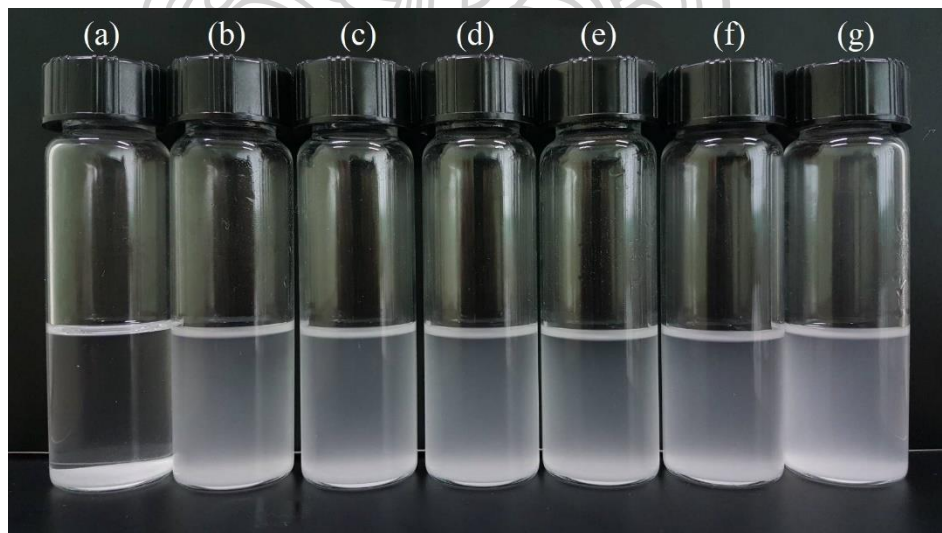
#### 4.1.3 การศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง

เมื่อผ่านการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สขั้นตอนที่ 2 การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Treated MCC by silane) ด้วยสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) จะทำการศึกษาความสามารถในการกระจายตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงในน้ำกลั่น และในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran; THF) แสดงดังภาพที่ 4-7 และ 4-8 ตามลำดับ



ภาพที่ 4-7 การกระจายตัวของ (a) MCC (b) 1MTS-CTAB (c) 3MTS-CTAB (d) 1ATS-CTAB (e) 3ATS-CTAB (f) 1GPS-CTAB และ (g) 3GPS-CTAB ในน้ำกลั่น

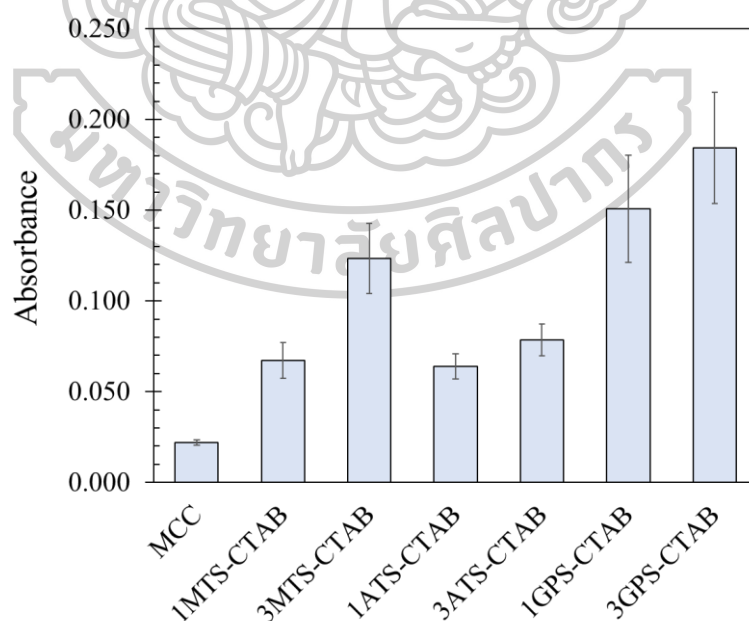
การกระจายตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงในน้ำกลั่นถูกใช้เพื่อเป็นตัวแทนการกระจายตัวของอนุภาคในสารละลายที่มีขี้ จากการศึกษาทดลองพบว่าอนุภาคของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงสามารถกระจายตัวในน้ำกลั่นได้ดีกว่าอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง



ภาพที่ 4-8 การกระจายตัวของ (a) MCC (b) 1MTS-CTAB (c) 3MTS-CTAB (d) 1ATS-CTAB (e) 3ATS-CTAB (f) 1GPS-CTAB และ (g) 3GPS-CTAB ในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน

การกระจายตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับการปรับปรุง และได้รับการปรับปรุงในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรนถูกใช้เพื่อเป็นตัวแทนการกระจายตัวของอนุภาคในสารละลายที่ไม่มีขั้ว จากการทดลองพบว่าอนุภาคของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงไม่สามารถกระจายตัวอยู่ในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรนได้ และยังตกตะกอนในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรนด้วย สำหรับความสามารถในการกระจายตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรนพบว่าอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนทั้ง 3 ชนิดสามารถกระจายตัวได้ดีกว่าอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง จึงสามารถสรุปได้ว่าการศึกษาความสามารถในการกระจายตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสบ่งบอกถึงการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน และสารลดแรงตึงผิวสามารถเปลี่ยนแปลงอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่มีความชอบน้ำ (Hydrophilic particle) ให้เป็นอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ความชอบน้ำ (Hydrophobic particle) มากขึ้นได้

การวิเคราะห์ความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาคสามารถทำได้โดยการวัดค่าการดูดกลืนแสง เนื่องจากอนุภาคที่สามารถกระจายตัวได้ดีจะส่งผลให้สารละลายมีความขุ่น เมื่อทำการวัดค่าการดูดกลืนแสงจึงปรากฏค่าการดูดกลืนแสงที่มากกว่าอนุภาคที่ไม่สามารถกระจายตัวได้ โดยการวิเคราะห์ความสามารถในการกระจายตัวด้วยเครื่องมือสำหรับการศึกษาค่าความขุ่นด้วยเทคนิค UV-Visible spectroscopy แสดงดังภาพที่ 4-9 และตารางที่ 4-4



ภาพที่ 4-9 ค่าการดูดกลืนแสงของสารแขวนลอยของผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงในสารละลายเตตระไฮโดรฟูแรน โดยศึกษาที่ความยาวคลื่น 737 นาโนเมตร

**ตารางที่ 4-4** ค่าการดูดกลืนแสงของสารแขวนลอยของผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงในสารละลายเตระไฮโดรฟูแรน โดยศึกษาที่ความยาวคลื่น 737 นาโนเมตร

Sample	Absorbance
MCC	0.022±0.001
1MTS-CTAB	0.067±0.010
3MTS-CTAB	0.124±0.019
1ATS-CTAB	0.064±0.007
3ATS-CTAB	0.078±0.009
1GPS-CTAB	0.151±0.030
3GPS-CTAB	0.184±0.031

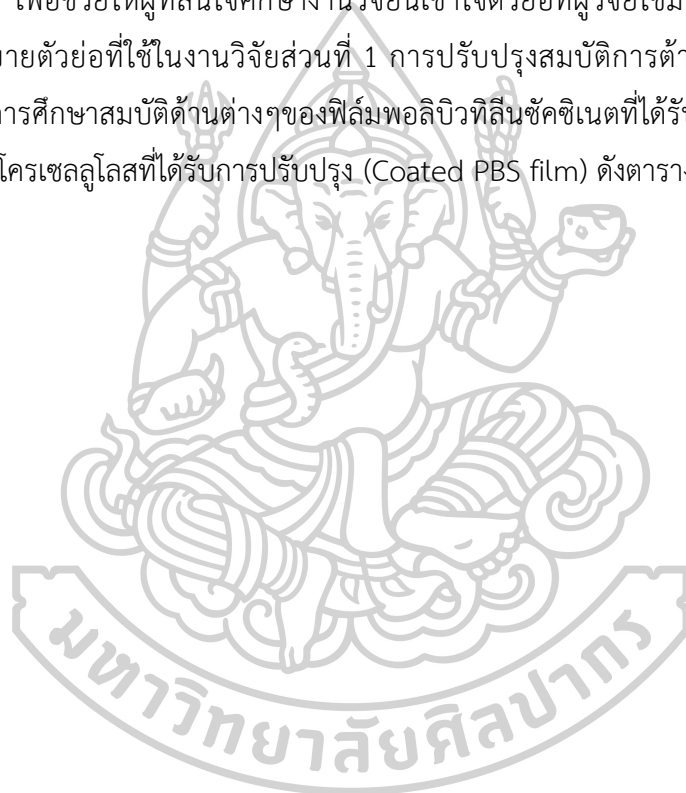
พิจารณาความสามารถในการกระจายตัวของอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC) พบว่ามีค่าการดูดกลืนแสงที่น้อยกว่าผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง ทั้งนี้ความสามารถในการกระจายตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสขึ้นอยู่กับชนิดของสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่ใช้สำหรับการปรับปรุง กล่าวคือผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS-CTAB) สามารถกระจายตัวได้ดีกว่าผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS-CTAB) และผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane (ATS-CTAB) ตามลำดับ นอกจากนี้การปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้ผลึกไมโครเซลลูโลสมีความสามารถในการกระจายตัวได้มากขึ้นด้วย ดังนั้นผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว (3GPS-CTAB) มีความสามารถในการกระจายตัวในสารละลายที่ไม่มีขั้วได้ดีที่สุด

เมื่อผ่านการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สชั้นตอนที่ 3 การเตรียมสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Treated MCC) ชั้นตอนที่ 4 การเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coating solution) จะทำการศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coated PBS film)

#### 4.1.4 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงส่วนที่ 1 พื้นผิวของฟิล์มตัวอย่าง (Surface section)

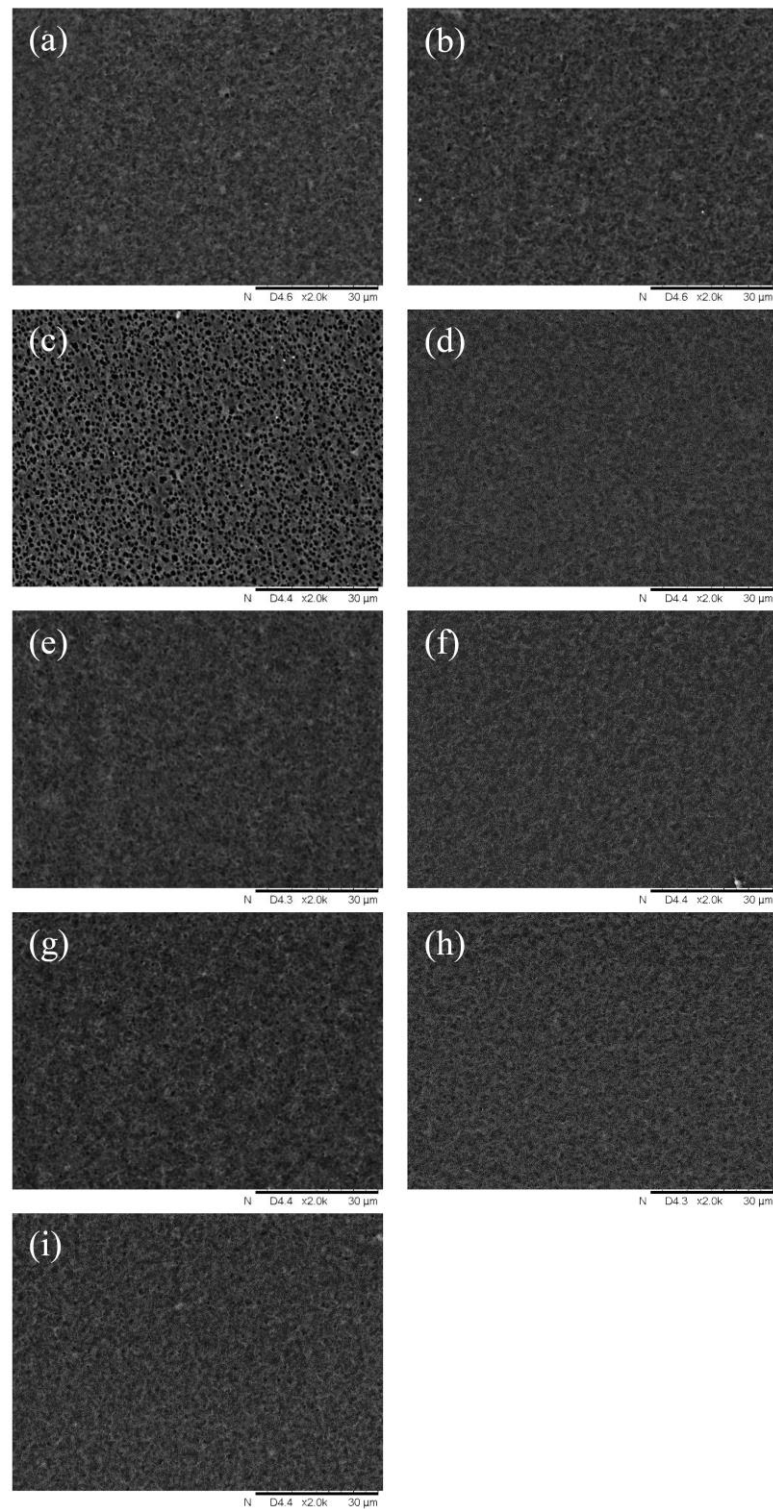
การศึกษาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy เพื่อวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงแสดงดังภาพที่ 4-10

เพื่อช่วยให้ผู้ที่สนใจศึกษางานวิจัยนี้เข้าใจตัวอย่างที่ผู้วิจัยใช้มากขึ้น ผู้วิจัยจึงได้จัดทำตารางคำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊ส ชั้นตอนที่ 5 การศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง (Coated PBS film) ดังตารางที่ 4-5



**ตารางที่ 4-5** คำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊ส ชั้นตอนที่ 5 การศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง

ตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัย	คำอธิบาย
PBS	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนต
PBS Modified	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไบวทีลีนซัคซิเนต
MCC Modified	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง
1MTS Modified	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
3MTS Modified	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
1ATS Modified	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
3ATS Modified	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
1GPS Modified	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
3GPS Modified	ฟิล์มพอลิไบวทีลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว



ภาพที่ 4-10 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวฟิล์ม (a) PBS (b) PBS Modified (c) MCC Modified (d) 1MTS Modified (e) 3MTS Modified (f) 1ATS Modified (g) 3ATS Modified (h) 1GPS Modified และ (i) 3GPS Modified

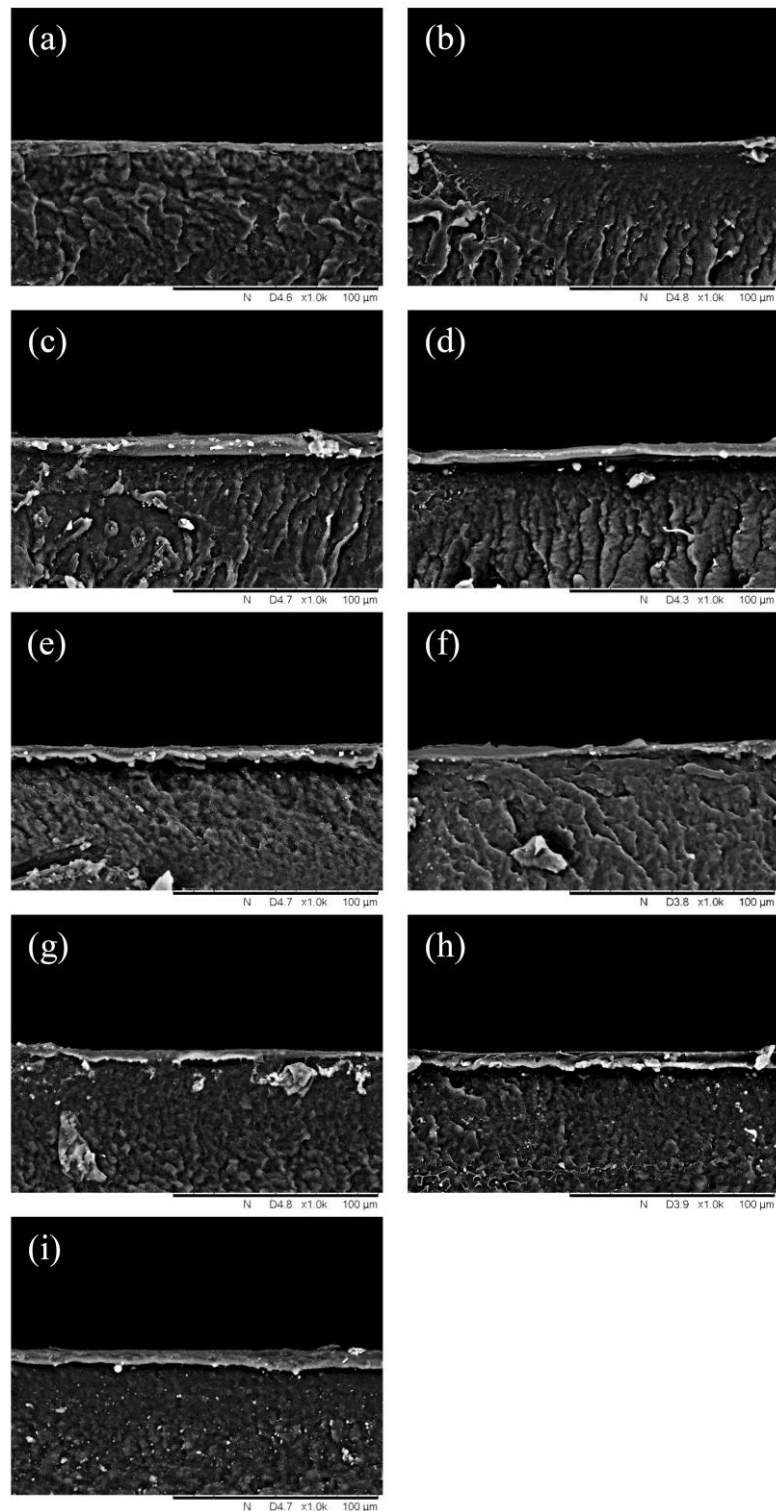
พิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) ดังภาพที่ 4-10a และฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ดังภาพที่ 4-10b พบว่าบริเวณพื้นผิวมีลักษณะเรียบ และไม่ปรากฏรอยแตก นอกจากนี้บริเวณพื้นผิวฟิล์มยังพบรูพรุนขนาดเล็กบนพื้นผิวบางส่วน โดยรูพรุนดังกล่าวคาดว่าจะเกิดจากฟองอากาศที่อยู่ในสารเคลือบผิว ส่งผลให้เมื่อสารละลายระเหยจนหมดจึงเกิดรูพรุนขึ้น พิจารณาผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลส (MCC Modified) ดังภาพที่ 4-10c พบว่าบริเวณพื้นผิวฟิล์มมีลักษณะหยาบอย่างชัดเจน และปรากฏรูพรุนขนาดใหญ่จำนวนมากอยู่บนพื้นผิว โดยลักษณะดังกล่าวบ่งบอกถึงความไม่เข้ากันของฟลิกไมโครเซลลูโลสซึ่งเป็นอนุภาคที่มีความชอบน้ำ (Hydrophilic) กับเนื้อของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตซึ่งเป็นเนื้อพอลิเมอร์ที่มีความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ส่งผลให้อนุภาคฟลิกไมโครเซลลูโลสเกิดการรวมตัวกันภายหลังการระเหยของสารละลาย อย่างไรก็ตามฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสไม่เกิดการแตกบริเวณพื้นผิว และไม่เกิดการหลุดของอนุภาคฟลิกไมโครเซลลูโลสออกจากเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต พิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลสและสารลดแรงตึงผิว (ภาพที่ 4-10d และ 4-10e) ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว (ภาพที่ 4-10f และ 4-10g) และฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว (ภาพที่ 4-10h และ 4-10i) พบว่าบริเวณพื้นผิวฟิล์มมีลักษณะเรียบ นอกจากนี้พบรูพรุนขนาดเล็กบางส่วนบนพื้นผิว แต่อย่างไรก็ตามไม่พบการหลุดของอนุภาคฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงออกจากเนื้อของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าการปรับปรุงพื้นผิวของฟลิกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลน และสารลดแรงตึงผิวสามารถช่วยให้เกิดแรงยึดเหนี่ยวบริเวณพื้นผิวที่ติระหว่างฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต



#### 4.1.5 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงส่วนที่ 2 ภาคตัดขวางของฟิล์มตัวอย่าง (Transverse cross section)

การศึกษาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy เพื่อวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และความหนาของผิวฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส ภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยาของภาคตัดขวางฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงแสดงดังภาพที่ 4-11 และตารางที่ 4-6

พิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) ดังภาพที่ 4-11a แสดงให้เห็นลักษณะการแตกหักแบบเหนียว (Ductile failure) ของเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตภายใต้สภาวะเย็นยิ่งยวด (Cryogenic) พิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ดังภาพที่ 4-11b ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) ดังภาพที่ 4-11c และฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว (ภาพที่ 4-11d และ 4-11e) ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว (ภาพที่ 4-11f และ 4-11g) และฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว (ภาพที่ 4-11h และ 4-11i) พบการแบ่งพื้นที่เป็น 2 บริเวณอย่างชัดเจนคือ บริเวณชั้นของสารเคลือบผิว (Coating layer) และบริเวณเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Substrate) โดยบริเวณที่มีความหยาบคือ ส่วนของเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตซึ่งเกิดจากการแตกหักแบบเหนียว



ภาพที่ 4-11 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์ม (a) PBS (b) PBS Modified (c) MCC Modified (d) 1MTS Modified (e) 3MTS Modified (f) 1ATS Modified (g) 3ATS Modified (h) 1GPS Modified และ (i) 3GPS Modified

พิจารณาชั้นสารเคลือบของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวฟิล์มด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) ปรากฏการรวมกลุ่มกันของอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสเป็นอนุภาคขนาดใหญ่อยู่ภายในเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (ชั้นเคลือบฟิล์ม)

พิจารณาชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane, Aminopropyltrimethoxysilane และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสปรากฏอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงมีการกระจายตัวที่ดี โดยมีการกระจายตัวเป็นชั้นบางๆอยู่ภายในเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (ชั้นเคลือบฟิล์ม) ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าการปรับปรุงพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลน และ สารลดแรงตึงผิวสามารถช่วยให้ผลึกไมโครเซลลูโลสเข้ากันได้กับเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีกว่าเมื่อทำการเปรียบเทียบกับผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง นอกจากนี้ในบางฟิล์มตัวอย่างเช่นฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสพบการเกิดผลึกไมโครเซลลูโลสแบบไม่ทั่วทั้งชั้นเคลือบฟิล์ม กล่าวคือพบรอยต่อของเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่อยู่ภายในชั้นของสารเคลือบฟิล์มกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่อยู่ภายในเนื้อฟิล์ม โดยไม่มีการแทรกตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสระหว่างกลาง

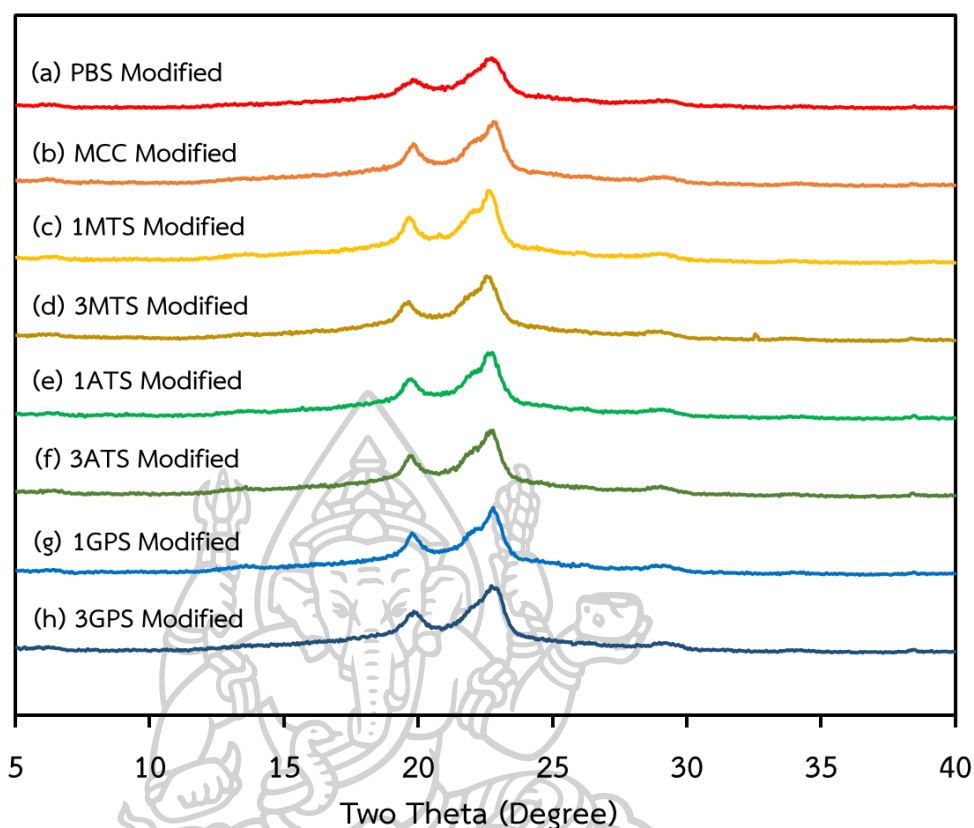
**ตารางที่ 4-6** ความหนาเฉลี่ยของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

Sample	Average coating thickness ( $\mu\text{m}$ )
PBS	0.000 $\pm$ 0.000
PBS Modified	7.422 $\pm$ 0.789
MCC Modified	8.739 $\pm$ 0.627
1MTS Modified	6.252 $\pm$ 0.496
3MTS Modified	8.154 $\pm$ 0.854
1ATS Modified	7.057 $\pm$ 0.885
3ATS Modified	6.454 $\pm$ 1.054
1GPS Modified	8.044 $\pm$ 0.383
3GPS Modified	8.560 $\pm$ 1.172

พิจารณาความหนาของชั้นสารเคลือบฟิล์มตัวอย่างที่เตรียมได้จากการเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ได้รับและไม่ได้รับการปรับปรุง ซึ่งให้ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 4-6 พบว่าความหนาของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) มีค่าเท่ากับ  $7.422 \pm 0.789$  ไมโครเมตร สำหรับความหนาของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) มีค่าเท่ากับ  $8.739 \pm 0.627$  ไมโครเมตร สำหรับความหนาของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane, Aminopropyltrimethoxysilane และ Glycidoxypyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสมีค่าเท่ากับ  $0.496 \pm 6.252$  (1MTS Modified),  $8.154 \pm 0.854$  (3MTS Modified),  $7.057 \pm 0.885$  (1ATS Modified),  $6.454 \pm 1.054$  (3ATS Modified),  $8.044 \pm 0.383$  (1GPS Modified) และ  $8.560 \pm 1.172$  (3GPS Modified) ไมโครเมตรตามลำดับ หรือกล่าวคือความหนาของชั้นเคลือบฟิล์มที่สามารถเตรียมได้มีค่าอยู่ในช่วง 6.252-8.739 ไมโครเมตร

#### 4.1.6 การศึกษาความเป็นผลึกของผลึกไมโครเซลลูโลสในชั้นเคลือบผิวฟิล์มด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis (XRD)

การศึกษาความเป็นผลึกของผลึกไมโครเซลลูโลสในชั้นเคลือบผิวฟิล์มด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis เพื่อบ่งบอกโครงสร้างของผลึกไมโครเซลลูโลสของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงแสดงดังภาพที่ 4-12 และตารางที่ 4-7



ภาพที่ 4-12 การศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis ของฟิล์ม

พอลิไวนิลิดีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

พิจารณาการศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis ของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไวนิลิดีนซัคซิเนต (PBS Modified) พบว่าโครงสร้างผลึกของพอลิไวนิลิดีนซัคซิเนต ซึ่งส่งผลให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray radiation) จนปรากฏพีกเอกลักษณ์ขึ้น 4 ตำแหน่งคือ ตำแหน่ง 2Theta ( $2\theta$ ) เท่ากับ 19.79, 21.99, 22.73 และ 29.47 องศา โดยตำแหน่ง 2Theta ( $2\theta$ ) เท่ากับ 19.79 องศา [20] บ่งบอกถึงระนาบผลึกของพอลิไวนิลิดีนซัคซิเนตที่ (020) ตำแหน่ง 2Theta เท่ากับ 21.99 องศา บ่งบอกถึงระนาบผลึกของพอลิไวนิลิดีนซัคซิเนตที่ (021) และตำแหน่ง 2Theta เท่ากับ 22.73 องศา บ่งบอกถึงระนาบผลึกของพอลิไวนิลิดีนซัคซิเนตที่ (110) ซึ่งคล้ายกับงานวิจัยของคุณอลงกรณ์ โพธิ์พินนา [21] ซึ่งได้ทำการศึกษาความเป็นผลึกที่เปลี่ยนแปลงไปของพอลิเมอร์เบลนด์ระหว่างพอลิไวนิลิดีนซัคซิเนตและเส้นใยสังเคราะห์ขนาดเส้นที่ได้รับการเติมสารเพิ่มความเข้ากันได้ และงานวิจัยของ Xuzhen Zhang และคณะ [22] ซึ่งได้ทำการศึกษาความเป็นผลึกของพอลิเมอร์คอมพอสิต (Composite) ระหว่างพอลิไวนิลิดีนซัคซิเนตกับผลึกนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanocrystals)

พิจารณาการศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงพบพีคเอกลักษณ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เมื่อรังสีกระทบกับโครงสร้างของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต กล่าวคือพบพีคปรากฏขึ้นที่ตำแหน่ง 2Theta เท่ากับ  $19.75 \pm 0.07$ ,  $21.96 \pm 0.09$ ,  $22.70 \pm 0.08$  และ  $29.04 \pm 0.15$  องศา จากการศึกษาของงานวิจัยของ Lau Kia Kian และคณะ [23] ซึ่งได้ทำการศึกษาการเตรียม และการพิสูจน์เอกลักษณ์ของผลึกนาโนเซลลูโลสที่เตรียมจากผลึกไมโครเซลลูโลสที่มาจากต้นกระเจียว พบว่าการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เมื่อกระทบกับโครงสร้างของผลึกเซลลูโลสชนิด Cellulose I จะปรากฏพีคเอกลักษณ์ขึ้น 3 ตำแหน่งคือ ตำแหน่ง 2Theta เท่ากับ 16.10 องศาซึ่งบ่งบอกถึงระนาบของผลึกเซลลูโลสที่ (110) ตำแหน่ง 2Theta เท่ากับ 22.80 องศาซึ่งบ่งบอกถึงระนาบของผลึกเซลลูโลสที่ (200) และตำแหน่ง 2Theta เท่ากับ 34.90 องศาซึ่งบ่งบอกถึงระนาบของผลึกเซลลูโลสที่ (004) ซึ่งจากการศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงพบลักษณะของพีคมีการเปลี่ยนแปลงบริเวณตำแหน่ง 2Theta เท่ากับ  $34.19 \pm 0.12$  องศา ซึ่งเป็นพีคเอกลักษณ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เมื่อรังสีกระทบกับโครงสร้างของผลึกเซลลูโลสชนิด Cellulose I ที่ระนาบ (004) ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากภายในชั้นเคลือบมีการแทรกตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสอยู่ แต่การปรากฏพีคเอกลักษณ์ดังกล่าวมีความไม่ชัดเจนเนื่องจากผลึกไมโครเซลลูโลสที่ถูกเติมลงไปไนชั้นเคลือบมีปริมาณที่น้อย

**ตารางที่ 4-7** ค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index) ของฟิล์มตัวอย่างที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

Sample	Crystallinity Index (%)
PBS Modified	69.06
MCC Modified	70.22
1MTS Modified	69.11
3MTS Modified	69.60
1ATS Modified	69.99
3ATS Modified	68.44
1GPS Modified	66.69
3GPS Modified	67.29

พิจารณาค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ได้รับการเคลือบผิวฟิล์มด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงดังตารางที่ 4-6 พบว่า ค่าดัชนีความเป็นผลึกของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) มีค่าเท่ากับ 70.22 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งใกล้เคียงกับดัชนีความเป็นผลึกของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ซึ่งมีค่าเท่ากับ 69.06 เปอร์เซ็นต์ แสดงให้เห็นว่าการเติมผลึกไมโครเซลลูโลสลงในสารเคลือบไม่ส่งผลต่อความเป็นผลึกของแผ่นฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พิจารณาค่าดัชนีความเป็นผลึกของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงมีค่าอยู่ในช่วง 66.69-69.99 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับดัชนีความเป็นผลึกของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) ซึ่งมีค่าเท่ากับ 70.22 เปอร์เซ็นต์ จึงเป็นการยืนยันว่าการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Silane coupling agent) และสารลดแรงตึงผิวไม่ส่งผลต่อความเป็นผลึกของทั้งพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และผลึกไมโครเซลลูโลส

#### 4.1.7 การศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และคาร์บอนไดออกไซด์ (Gas permeability test)

การศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สเป็นการศึกษาเกี่ยวกับความสามารถในการแพร่ของแก๊สออกซิเจน (Oxygen) และคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide) ผ่านฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุง ซึ่งผลการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสมีผลต่อสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สดังตารางที่ 4-8, ภาพที่ 4-13 และ 4-14

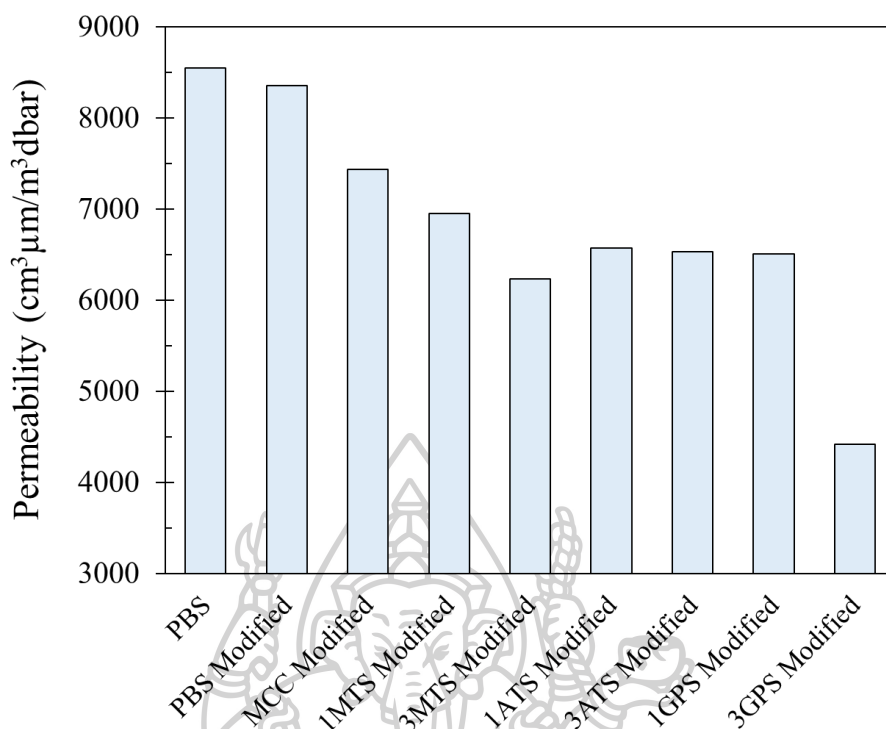
**ตารางที่ 4-8** ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

Sample	Oxygen		Carbon dioxide	
	Permeability (cm <sup>3</sup> μm/m <sup>3</sup> dbar)	Reduction (%)	Permeability (cm <sup>3</sup> μm/m <sup>3</sup> dbar)	Reduction (%)
PBS	8,549.07	0.00	102,356.80	0.00
PBS Modified	8,352.00	2.31 <sup>a</sup>	80,134.00	21.71 <sup>a</sup>
MCC Modified	7,431.71	11.02 <sup>b</sup>	78,429.44	2.13 <sup>b</sup>
1MTS Modified	6,947.60	16.82 <sup>b</sup>	73,770.20	7.94 <sup>b</sup>
3MTS Modified	6,236.16	25.33 <sup>b</sup>	63,326.24	20.97 <sup>b</sup>
1ATS Modified	6,574.08	21.29 <sup>b</sup>	76,303.52	4.78 <sup>b</sup>
3ATS Modified	6,529.60	21.82 <sup>b</sup>	75,614.00	5.64 <sup>b</sup>
1GPS Modified	6,506.82	22.09 <sup>b</sup>	64,024.80	20.10 <sup>b</sup>
3GPS Modified	4,416.96	47.11 <sup>b</sup>	62,964.00	21.43 <sup>b</sup>

Note: "a" compare with PBS and "b" compare with PBS Modified

พิจารณาสมบัติการซึมผ่านแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) พบว่าการแพร่ผ่านของโมเลกุลแก๊สลดลงเท่ากับ 2.31 เปอร์เซ็นต์สำหรับแก๊สออกซิเจน และลดลงเท่ากับ 21.71 เปอร์เซ็นต์สำหรับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) เนื่องจากความหนาของฟิล์มที่เพิ่มขึ้นจากการเคลือบผิวฟิล์มด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตซึ่งส่งผลต่อระยะทางในการเคลื่อนที่ของโมเลกุลแก๊สผ่านเนื้อฟิล์มมีความยาวนานมากขึ้น

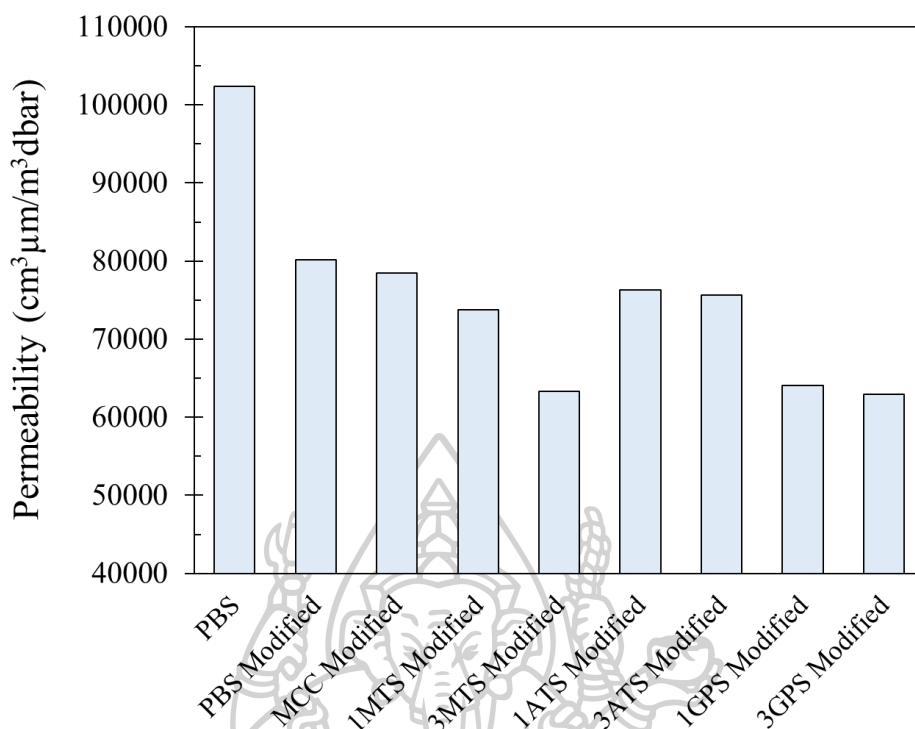




ภาพที่ 4-13 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นซึ่งได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

พิจารณาสมบัติการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นซึ่งได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) พบว่าการแพร่ผ่านของโมเลกุลแก๊สออกซิเจนลดลงเท่ากับ 11.02 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นซึ่งได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้น (PBS Modified) อย่างไรก็ตามการลดลงของการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนขึ้นอยู่กับชนิดของสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่ถูกนำมาปรับปรุงฟลักไมโครเซลลูโลส โดยการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นซึ่งได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของฟลักไมโครเซลลูโลสลดลงเท่ากับ 16.82 (1MTS Modified), 21.29 (1ATS Modified) และ 22.09 (1GPS Modified) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นซึ่งได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้น (PBS Modified) การลดลงของการซึมผ่านแก๊สแสดงถึงการเพิ่มขึ้นของสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊สซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยผลการกระจายตัวของฟลักไมโครเซลลูโลสในเนื้อพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้น กล่าวคือฟลักไมโครเซลลูโลสเมื่อกระจายตัวได้ดีอยู่ในเนื้อพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นจะส่งผลให้ฟลักไมโครเซลลูโลสสามารถขัดขวางการเคลื่อนที่ของโมเลกุลแก๊สได้ ส่งผลให้โมเลกุลแก๊สต้องเปลี่ยนเส้นทางการเคลื่อนที่ ซึ่งทำให้ใช้ระยะทาง และ

ระยะเวลายาวนานมากขึ้นเพื่อเคลื่อนที่ผ่านฟิล์ม เพราะฉะนั้นการกระจายตัวที่ดีของผลึกไมโครเซลลูโลสจึงส่งผลให้ฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวสามารถต้านทานการซึมผ่านแก๊สได้ดีขึ้น จากผลการทดลองพบว่าผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane มีการกระจายตัวที่ดีกว่าผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane และ Aminopropyltrimethoxysilane ทั้งนี้ผลการศึกษากการกระจายตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสสามารถยืนยันได้ด้วยการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) นอกจากนี้การซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนยังขึ้นกับปริมาณสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนที่ใช้สำหรับการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลส โดยการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane, Aminopropyltrimethoxysilane และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส ลดลงมากขึ้นจาก 16.82 (1MTS Modified), 21.29 (1ATS Modified) และ 22.09 (1GPS Modified) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เป็น 25.33 (3MTS Modified), 21.82 (3ATS Modified) และ 41.11 (3GPS Modified) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane, Aminopropyltrimethoxysilane และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส ทั้งนี้การลดลงของการซึมผ่านแก๊สเป็นการเทียบข้อมูลกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ดังนั้นปริมาณสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนที่ใช้สำหรับการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสเท่ากับ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส ส่งผลให้ผลึกไมโครเซลลูโลสกระจายตัวในเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีกว่าปริมาณสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลส 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส จากการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวทำให้สรุปได้ว่าฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส (3GPS Modified) มีการกระจายตัวของผลึกไมโครเซลลูโลสที่ดีที่สุดจึงส่งผลให้ฟิล์มตัวอย่างที่เตรียมได้มีความสามารถในการต้านทานการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนดีที่สุด



ภาพที่ 4-14 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

พิจารณาสมบัติการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง พบว่ามีผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เช่นเดียวกับการซึมผ่านแก๊สออกซิเจน โดยการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลส (MCC Modified) ลดลงเท่ากับ 2.13 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้น (PBS Modified) อย่างไรก็ตามการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวขึ้นอยู่กับชนิดของสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่ใช้สำหรับปรับปรุงฟลักไมโครเซลลูโลส โดยฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane (ATS), Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลักไมโครเซลลูโลสลดลงเท่ากับ 4.78 (1ATS Modified), 7.94 (1MTS Modified) และ 20.10 (1GPS Modified) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เมื่อเทียบกับฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้น (PBS Modified) นอกจากนี้การซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นที่ได้รับการเคลือบผิวยังขึ้นอยู่กับปริมาณสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนที่ใช้สำหรับการปรับปรุงฟลักไมโครเซลลูโลส โดยการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิอิมิดที่สังเคราะห์ขึ้นที่ได้รับการเคลือบ

ผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ผ่านการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane, Methacryloxypropyltrimethoxysilane และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส ลดลงมากขึ้นจาก 4.78 (1ATS Modified), 7.94 (1MTS Modified) และ 20.10 (1GPS Modified) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เป็น 5.64 (3ATS Modified), 20.97 (3MTS Modified) และ 21.43 (3GPS Modified) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบกับ การเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane, Methacryloxypropyltrimethoxysilane และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส ทั้งนี้การลดลงของการซึมผ่านแก๊สเป็นการเทียบข้อมูลกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ดังนั้นปริมาณสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนที่ใช้สำหรับการปรับปรุงฟลิกไมโครเซลลูโลสเท่ากับ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส ส่งผลให้ฟลิกไมโครเซลลูโลสกระจายตัวในเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีกว่าปริมาณสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุงฟลิกไมโครเซลลูโลส 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส จากการศึกษาการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวทำให้สรุปได้ว่าฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส (3GPS Modified) มีการกระจายตัวของฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ดีที่สุดจึงส่งผลให้ฟิล์มตัวอย่างที่เตรียมได้มีความสามารถในการต้านทานการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่ดีที่สุด

จากการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงประสบความสำเร็จในการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สได้ โดยฟิล์มที่มีความเหมาะสมสำหรับการต้านทานการซึมผ่านแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์มากที่สุดคือ ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส (3GPS Modified) ทั้งนี้ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์สอดคล้องกับผลการศึกษาการดูดกลืนแสงของอนุภาคฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส (3GPS Modified) ที่มีค่ามากที่สุด

#### 4.1.8 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตามมาตรฐาน ASTM D882

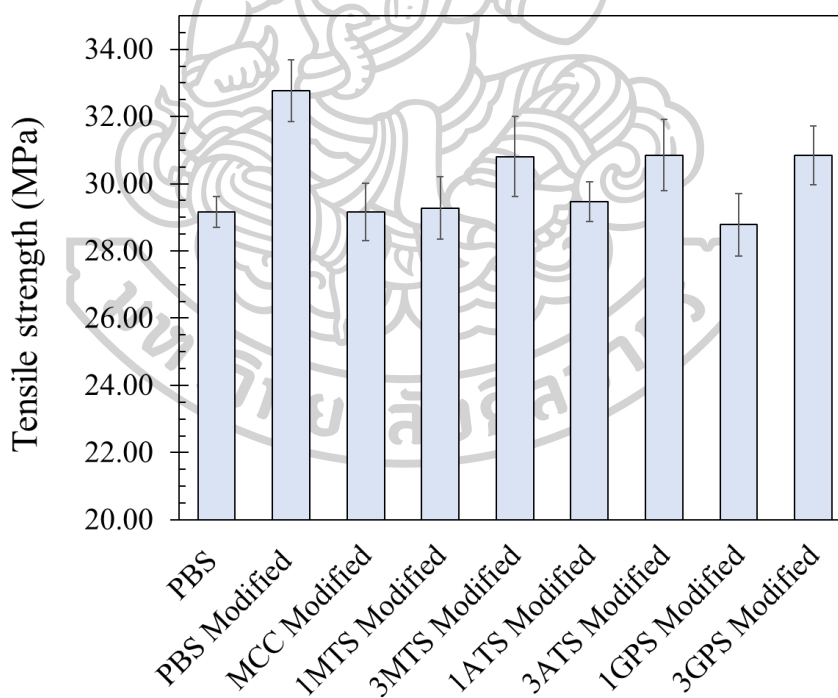
การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตามมาตรฐาน ASTM D882 ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุง แสดงดังตารางที่ 4-9 ภาพที่ 4-15 และ 4-16

**ตารางที่ 4-9** ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

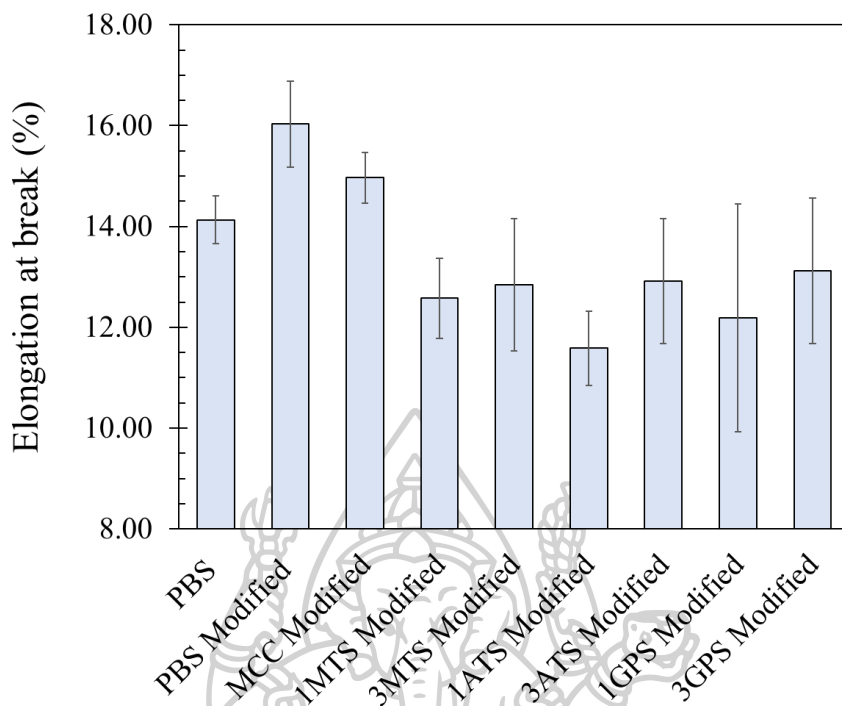
Sample	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
PBS	29.16±0.45	14.13±0.48
PBS Modified	32.77±0.92	16.03±0.85
MCC Modified	29.16±0.86	14.97±0.51
1MTS Modified	29.28±0.92	12.58±0.79
3MTS Modified	30.80±1.19	12.85±1.31
1ATS Modified	29.47±0.59	11.58±0.74
3ATS Modified	30.85±1.06	12.92±1.24
1GPS Modified	28.78±0.92	12.19±2.26
3GPS Modified	30.84±0.88	13.12±1.44

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) เปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) พบว่าการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตส่งผลต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึด กล่าวคือค่าความทนแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 29.16±0.45 เมกะปาสคาล เป็น 32.77±0.92 เมกะปาสคาล สำหรับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) เนื่องจากภายหลังขั้นตอนการเคลือบผิวฟิล์มด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจะมีการปล่อยให้สารละลายไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane) ระเหยที่อุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง โดยขั้นตอนนี้อาจส่งผลให้พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ถูกเคลือบลงบนผิวฟิล์มเกิดการคลายสายโซ่ ส่งผลให้ส่วนที่มีความเป็นผลึก (Crystalline) บางส่วนจัดเรียงตัวใหม่เกิดเป็นส่วนอสัณฐาน (Amorphous) ซึ่งเมื่อให้แรงดึงฟิล์มพอลิ

บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ในระหว่างการพัฒนาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยืดส่งผลให้สายโซ่ส่วนที่มีความเป็นอสัณฐานของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกอีกครั้ง (Stress induced crystallization) และส่งผลให้ต้องใช้แรงที่สูงขึ้นเพื่อทำการดึงฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) จนกระทั่งฟิล์มขาดออกจากกัน ซึ่งคล้ายกับงานวิจัยของคุณอลงกรณ์ โพธิ์พันทนา [21] ซึ่งได้ทำการศึกษาความเป็นผลึกที่เปลี่ยนแปลงไปของพอลิเมอร์เบลนดระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและเส้นใยสังเคราะห์ขนาดเส้นที่ได้รับการเติมสารเพิ่มความเข้ากันได้ และงานวิจัยของ Xuzhen Zhang และคณะ [22] ซึ่งได้ทำการศึกษาความเป็นผลึกของพอลิเมอร์คอมพอสิต (Composite) ระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตกับผลึกนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanocrystals) สำหรับค่าระยะยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) มีค่าเพิ่มขึ้นจาก  $14.13 \pm 0.48$  เปอร์เซ็นต์ เป็น  $16.03 \pm 0.85$  เปอร์เซ็นต์ สำหรับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) เนื่องจากการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นการเพิ่มเนื้อพอลิเมอร์ส่งผลให้ฟิล์มตัวอย่างมีเนื้อพอลิเมอร์มากขึ้นสำหรับการดึงยืด



ภาพที่ 4-15 ค่าความทนแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการฉีกผ่านของแก๊ส



ภาพที่ 4-16 ค่าระยะยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) ของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) เปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PBS Modified) พบว่าการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงส่งผลเสียต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึด กล่าวคือค่าความทนแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PBS Modified) มีค่าลดลงจาก  $32.77 \pm 0.92$  เมกะปาสคาล เป็น  $29.16 \pm 0.86$  เมกะปาสคาล สำหรับฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) สำหรับค่าระยะยืด ณ จุดขาดของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PBS Modified) มีค่าลดลงจาก  $16.03 \pm 0.85$  เปอร์เซ็นต์ เป็น  $14.97 \pm 0.51$  เปอร์เซ็นต์ สำหรับฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) เนื่องจากผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงมีแรงยึดเหนี่ยวบริเวณพื้นผิว (Interfacial adhesion) ระหว่างผลึกไมโครเซลลูโลสกับเนื้อพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ไม่ดี ซึ่งบริเวณรอยต่อดังกล่าวจะส่งผลให้เกิดจุดรวมความเค้น (Stress concentration) เมื่อฟิล์มตัวอย่างได้รับแรงจากการทดสอบการดึงยึด

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) พบว่าการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงไม่ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดอย่างเห็นได้ชัด กล่าวคือค่าความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) มีการเปลี่ยนแปลงลดลงจาก  $32.77 \pm 0.92$  เมกะปาสคาล เป็น  $28.78 \pm 0.92$  (1GPS Modified),  $29.28 \pm 0.92$  (1MTS Modified) และ  $29.47 \pm 0.59$  (1ATS Modified) เมกะปาสคาล สำหรับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane, Methacryloxypropyltrimethoxysilane และ Aminopropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสตามลำดับ เนื่องจากผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงมีแรงยึดเหนี่ยวบริเวณพื้นผิวระหว่างผลึกไมโครเซลลูโลสกับเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ดี แต่ไม่สามารถส่งผลดีต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดอย่างเห็นได้ชัดเนื่องจากเทคนิคการเคลือบผิวฟิล์มเป็นเทคนิคที่ส่งผลกระทบต่อเปลี่ยนแปลงบริเวณพื้นผิวของฟิล์มเท่านั้นไม่ส่งผลต่อเนื้อของพอลิเมอร์ที่ได้รับการเคลือบผิว สำหรับค่าระยะยืด ณ จุดขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) มีการเปลี่ยนแปลงลดลงเล็กน้อยจาก  $16.03 \pm 0.85$  เปอร์เซ็นต์ เป็น  $11.58 \pm 0.74$  (1ATS Modified),  $12.19 \pm 2.26$  (1GPS Modified) และ  $12.58 \pm 0.79$  (1MTS Modified) เปอร์เซ็นต์ สำหรับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane, Glycidoxypropyltrimethoxysilane และ Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสตามลำดับ เนื่องจากการผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงสามารถยึดเกาะกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีจึงส่งผลให้มีส่วนที่มีความแข็งเกร็ง (Rigidity) เพิ่มขึ้น

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส พบว่าการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณแตกต่างกันส่งผลดีต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึด กล่าวคือค่าความทนแรงดึงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลสมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยจาก  $28.78 \pm 0.92$  (1GPS Modified),  $29.28 \pm 0.92$  (1MTS Modified) และ  $29.47 \pm 0.59$  (1ATS Modified) เมกะปาสคาล เป็น  $30.84 \pm 0.88$  (3GPS Modified),



30.80±1.19 (3MTS Modified) และ 30.85±1.06 (3ATS Modified) เมกะปาสคาล สำหรับฟิล์มพอลิ บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส เนื่องจากฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงใน ปริมาณที่เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้ฟลิกไมโครเซลลูโลสสามารถกระจายตัวได้ดีขึ้น และมีแรงยึดเหนี่ยวบริเวณ พื้นผิวที่ติดระหว่างฟลิกไมโครเซลลูโลสกับเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มมากขึ้น แต่ทั้งนี้การปรับปรุง ดังกล่าวไม่ปรากฏผลการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจนเนื่องจากเทคนิคการเคลือบผิวฟิล์มเป็นเทคนิคที่ส่งผล ต่อการเปลี่ยนแปลงบริเวณพื้นผิวของฟิล์มเท่านั้นไม่ส่งผลต่อเนื้อของพอลิเมอร์ที่ได้รับการเคลือบผิว สำหรับค่าระยะยึด ผน จุดขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโคร เซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลสมีการ เปลี่ยนแปลงเพิ่มขึ้นเล็กน้อยอย่างไม่มีนัยสำคัญจาก 11.58±0.74 (1ATS Modified), 12.19±2.26 (1GPS Modified) และ 12.58±0.79 (1MTS Modified) เปอร์เซ็นต์ เป็น 12.92±1.24 (3ATS Modified), 13.12±1.44 (3GPS Modified) และ 12.85±1.31 (1MTS Modified) เปอร์เซ็นต์ สำหรับ ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิ เนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซ เลนแตกต่างกัน พบว่าผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดทั้งค่าความทนแรงดึง และ ค่าระยะยึด ผน จุดขาดของฟิล์มตัวอย่างให้ผลการทดลองที่แตกต่างกันอย่างไม่มีนัยสำคัญ

จากการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดสามารถยืนยันการปรับปรุงฟลิก ไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Silane coupling agent) และสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) สามารถปรับปรุงความสามารถในการยึดเกาะระหว่างฟลิกไมโครเซลลูโลสกับพอลิบิว ทิลีนซัคซิเนตได้

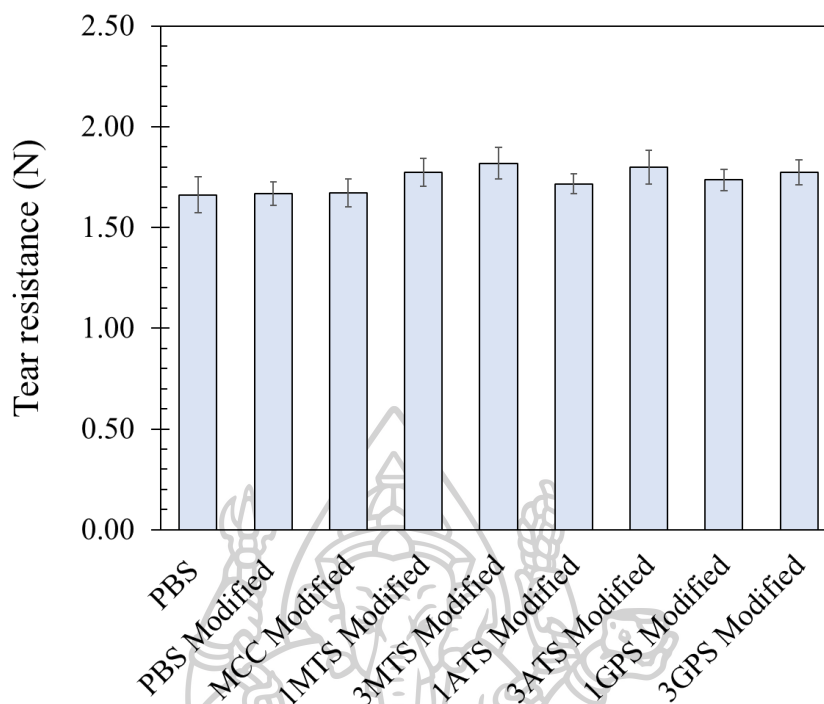
#### 4.1.9 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938

การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938 คือการวัดแรงที่ใช้แก่งานตัวอย่างขณะทำการทดสอบการฉีกขาด ซึ่งสมบัติการต้านทานการฉีกขาดเป็นสมบัติที่มีความสำคัญสำหรับบรรจุภัณฑ์ การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิเอทิลีนซีซีเน็ต ฟิล์มพอลิเอทิลีนซีซีเน็ตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิเอทิลีนซีซีเน็ต ฟิล์มพอลิเอทิลีนซีซีเน็ตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุง แสดงดังตารางที่ 4-10 และภาพที่ 4-17

**ตารางที่ 4-10** ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิเอทิลีนซีซีเน็ตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

Sample	Tear resistance (N)
PBS	1.66±0.09
PBS Modified	1.67±0.06
MCC Modified	1.67±0.07
1MTS Modified	1.77±0.07
3MTS Modified	1.82±0.08
1ATS Modified	1.72±0.05
3ATS Modified	1.80±0.09
1GPS Modified	1.74±0.05
3GPS Modified	1.77±0.06

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิเอทิลีนซีซีเน็ตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิเอทิลีนซีซีเน็ต (PBS Modified) เปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิเอทิลีนซีซีเน็ต (PBS) พบว่าการเคลือบผิวด้วยพอลิเอทิลีนซีซีเน็ตส่งผลต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดเล็กน้อยอย่างไม่มีนัยสำคัญ กล่าวคือค่าแรงที่ใช้สำหรับการทดสอบการฉีกขาดเฉลี่ยของฟิล์มพอลิเอทิลีนซีซีเน็ต (PBS) มีค่าเปลี่ยนแปลงจาก 1.66±0.09 นิวตัน เป็น 1.67±0.06 นิวตัน สำหรับฟิล์มพอลิเอทิลีนซีซีเน็ตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิเอทิลีนซีซีเน็ต (PBS Modified) เนื่องจากการให้แรงสำหรับทดสอบการฉีกขาดกับเนื้อพอลิเอทิลีนซีซีเน็ตเช่นเดียวกัน



ภาพที่ 4-17 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) เปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PBS Modified) พบว่าการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงไม่ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาด กล่าวคือค่าแรงที่ใช้สำหรับการทดสอบการฉีกขาดเฉลี่ยของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PBS Modified) มีค่าเท่ากับค่าแรงที่ใช้สำหรับการทดสอบการฉีกขาดเฉลี่ยของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) ที่ 1.67 นิวตัน เนื่องจากผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงมีการกระจายตัวที่ไม่ดี อีกทั้งยังเกิดการเกาะกลุ่มกันของผลึกไมโครเซลลูโลสเป็นกลุ่มก้อนขนาดเล็กในเนื้อพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ ซึ่งส่งผลให้แรงที่ใช้สำหรับการต้านทานการฉีกขาดเกิดขึ้นมาจากการยึดเหนี่ยวกันของเนื้อพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์เท่านั้น

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ (PBS Modified) พบว่าการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงส่งผลต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาด

กล่าวคือค่าแรงที่ใช้สำหรับการทดสอบการฉีกขาดเฉลี่ยของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) มีการเปลี่ยนแปลงเพิ่มขึ้นจาก  $1.67 \pm 0.06$  นิวตัน เป็น  $1.72 \pm 0.05$  (1ATS Modified),  $1.74 \pm 0.05$  (1GPS Modified) และ  $1.77 \pm 0.07$  (1MTS Modified) นิวตัน สำหรับฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Aminopropyltrimethoxysilane, Glycidoxypopyltrimethoxysilane และ Methacryloxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลสตามลำดับ เนื่องจากฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงมีแรงยึดเหนี่ยวบริเวณพื้นผิวระหว่างฟลิกไมโครเซลลูโลสกับเนื้อพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ดี และมีการกระจายตัวของฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ดี ซึ่งการมีฟลิกไมโครเซลลูโลสกระจายตัวอยู่ในชั้นเคลือบจะส่งผลต่อให้เกิดแรงต้านทานการฉีกขาดที่ดีขึ้น

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลสเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส พบว่าการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณเพิ่มขึ้นส่งผลดีต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาด กล่าวคือค่าแรงที่ใช้สำหรับทดสอบการฉีกขาดเฉลี่ยของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลสมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยจาก  $1.72 \pm 0.05$  (1ATS Modified),  $1.74 \pm 0.05$  (1GPS Modified) และ  $1.77 \pm 0.07$  (1MTS Modified) นิวตันเป็น  $1.80 \pm 0.09$  (3ATS Modified),  $1.77 \pm 0.06$  (3GPS Modified) และ  $1.82 \pm 0.08$  (3MTS Modified) นิวตัน สำหรับฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส เนื่องจากฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงในปริมาณที่เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้ฟลิกไมโครเซลลูโลสสามารถกระจายตัวได้ดีขึ้น และมีแรงยึดเหนี่ยวบริเวณพื้นผิวที่ระหว่างฟลิกไมโครเซลลูโลสกับเนื้อพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มมากขึ้น ซึ่งการมีฟลิกไมโครเซลลูโลสกระจายตัวอยู่ในชั้นเคลือบจะส่งผลต่อให้เกิดแรงต้านทานการฉีกขาดที่ดีขึ้น

จากการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดสามารถยืนยันการปรับปรุงฟลิกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไซเลน (Silane coupling agent) และสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) สามารถปรับปรุงความสามารถในการยึดเกาะระหว่างฟลิกไมโครเซลลูโลสกับพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตได้

#### 4.1.10 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability) ด้วยเทคนิค Thermo Gravimetric Analysis (TGA)

การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) ฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุง แสดงดังตารางที่ 4-11

**ตารางที่ 4-11** ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

Sample	T <sub>onset</sub> (°C)	T <sub>d</sub> (°C)	Residue (%)
PBS	374.26	403.19	0.17
PBS Modified	372.89	400.77	0.46
MCC Modified	372.22	401.27	1.94
1MTS Modified	373.21	402.01	1.37
3MTS Modified	373.40	401.22	2.16
1ATS Modified	373.74	401.88	0.89
3ATS Modified	373.55	401.05	2.12
1GPS Modified	372.41	401.02	1.75
3GPS Modified	373.66	401.23	2.16

พิจารณาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified) ฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุง (MCC Modified) และฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงพบว่า การเคลือบผิวฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงปรากฏอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อน (Degradation temperature; T<sub>d</sub>) เพียงค่าเดียวและอยู่ในช่วง 400.77-402.01 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อทำการเปรียบเทียบกับอุณหภูมิการสลายตัวของฟิล์มพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) ซึ่งมีค่าเท่ากับ 403.19 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนต เช่นเดียวกันกับงานวิจัยของคุณอลงกรณ์ โพธิ์พินนา [21] ซึ่งได้ทำการศึกษาความเป็นผลึกที่เปลี่ยนแปลงไปของพอลิเมอร์ระหว่างพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนตและเส้นใยสังเคราะห์ขนาดเส้นที่ ได้รับการเติมสารเพิ่มความเข้ากันได้ และคุณสมบัติ สุนทรเต็ม [10] ซึ่งได้ทำการศึกษาการปรับปรุงความเข้ากันได้ของวัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิแลคติกแอซิดกับพอลิไบิวทิลีนซัคซิเนต นอกจากนี้ยัง

แสดงให้เห็นถึงการเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง ส่งผลเสียต่อเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเล็กน้อย เนื่องจากขั้นตอนการเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงประกอบด้วยการปล่อยให้สารละลายไดคลอโรมีเทน (Dichloromethane) ระเหยที่อุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ซึ่งอาจส่งผลให้พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ถูกเคลือบลงบนผิวฟิล์มเกิดผลึกตกลง กล่าวคือส่งผลให้สายโซ่พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตส่วนที่มีความเป็นผลึก (Crystalline) เกิดการคลายสายโซ่และกลายเป็นส่วนที่มีความเป็นอสัณฐาน (Amorphous) ซึ่งส่วนของสายโซ่ที่มีความเป็นอสัณฐานจะสามารถตอบสนอง และสลายตัวได้ดีกว่าเมื่อสายโซ่ได้รับความร้อน

พิจารณาอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวทางความร้อน (Onset degradation temperature;  $T_{onset}$ ) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับและได้รับการปรับปรุง พบว่าอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวปรากฏค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) ซึ่งให้ผลเป็นแนวโน้มไปในทางเดียวกันกับอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อน

พิจารณาปริมาณเถ้าที่เหลือจากการสลายตัวทางความร้อน (Residue) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุง พบว่ามีปริมาณเถ้าที่เหลือจากการสลายตัวทางความร้อนมีค่าอยู่ในช่วง 0.89-2.16 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งขึ้นอยู่กับปริมาณของสารเชื่อมประสานชนิดไซเลนที่ใช้ในการปรับปรุง และสอดคล้องกับความหนาที่เพิ่มขึ้นภายหลังการเคลือบผิวฟิล์มด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณเถ้าที่เหลือจากการสลายตัวทางความร้อนมีค่ามากกว่าฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS) และฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (PBS Modified)

จากการศึกษาส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านแก๊สของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต พบว่าฟิล์มที่ให้ผลการทดสอบเหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารต้านทานการซึมผ่านของแก๊สคือฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส (3GPS Modified) ซึ่งฟิล์มตัวอย่างที่ถูกเตรียมตามสภาวะดังกล่าวจะถูกนำไปทำการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียในส่วนที่ 2 ต่อไป

## 4.2 ส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียสามารถทำได้โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs) ลงในฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ที่เคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) ที่มีสมบัติที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมเป็นฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ซึ่งปริมาณน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมที่เติมในงานวิจัยมีปริมาณแตกต่างกัน 3 ปริมาณคือ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม โดยเมื่อผ่านขั้นตอนการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียแล้วจะนำฟิล์มตัวอย่างที่เตรียมได้มาทำการศึกษาสมบัติด้านต่างๆของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass-coated PBS films)

### 4.2.1 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอมส่วนที่ 1 พื้นผิวของฟิล์มตัวอย่าง (Surface section)

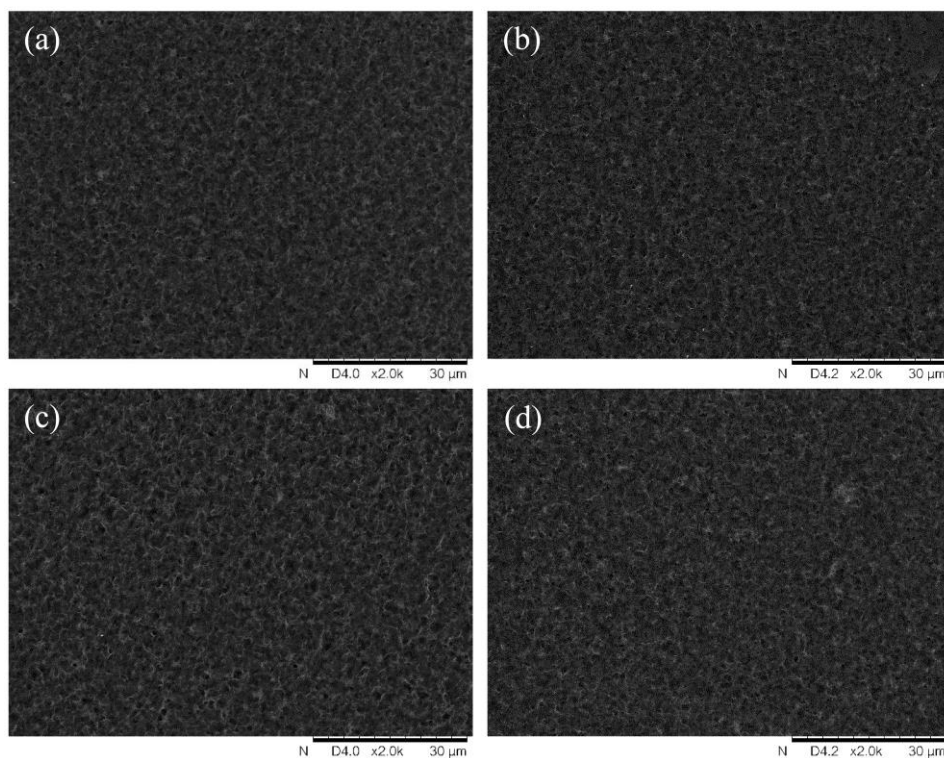
การศึกษาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy เพื่อวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมแสดงดังภาพที่ 4-18

เพื่อช่วยให้ผู้ที่สนใจศึกษางานวิจัยนี้เข้าใจตัวอย่างที่ผู้วิจัยใช้มากขึ้น ผู้วิจัยจึงได้จัดทำตารางขึ้นเพื่ออธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียดังตารางที่ 4-12

**ตารางที่ 4-12** คำอธิบายตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัยส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

ตัวอย่างที่ใช้ในงานวิจัย	คำอธิบาย
0LEOs	ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส และสารลดแรงตึงผิว
1LEOs	ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส สารลดแรงตึงผิว และน้ำมันหอมจากตะไคร้หอมปริมาณคือ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม
3LEOs	ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส สารลดแรงตึงผิว และน้ำมันหอมจากตะไคร้หอมปริมาณคือ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม
5LEOs	ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของฟลิกไมโครเซลลูโลส สารลดแรงตึงผิว และน้ำมันหอมจากตะไคร้หอมปริมาณคือ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม





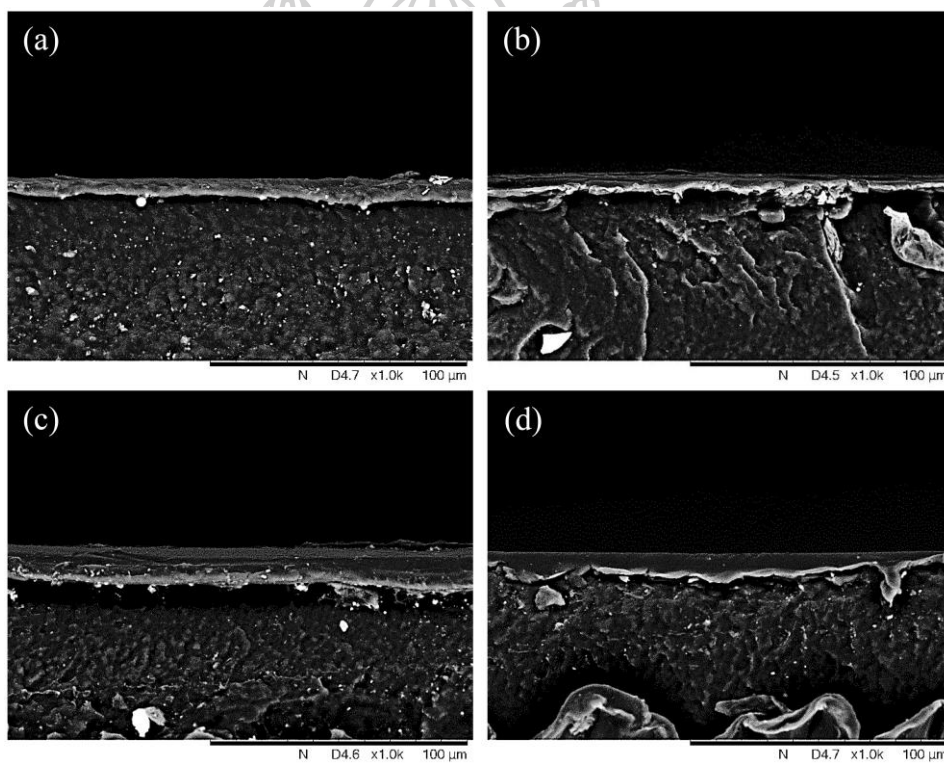
ภาพที่ 4-18 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวฟิล์ม

(a) 0LEOs (b) 1LEOs (c) 3LEOs และ (d) 5LEOs

พิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวฟิล์มพอลิ(bi-vinylidene fluoride) ที่ได้รับการเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (0LEOs) พบว่าบริเวณพื้นผิวฟิล์มมีลักษณะเรียบ นอกจากนี้พบรูพรุนขนาดเล็กบางส่วนบนพื้นผิวฟิล์ม แต่อย่างไรก็ตามไม่พบการหลุดของอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงออกจากเนื้อของพอลิ(bi-vinylidene fluoride) ทั้งนี้ผลการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณพื้นผิวฟิล์มพอลิ(bi-vinylidene fluoride) ที่ได้รับการเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (0LEOs) มีลักษณะคล้ายกับฟิล์มพอลิ(bi-vinylidene fluoride) ที่ได้รับการเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม จึงสามารถสรุปได้ว่าการปรับปรุงพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมไม่ส่งผลต่อแรงยึดเหนี่ยวบริเวณพื้นผิวระหว่างผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงกับฟิล์มพอลิ(bi-vinylidene fluoride)

#### 4.2.2 การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอมส่วนที่ 2 ภาคตัดขวางของฟิล์มตัวอย่าง (Transverse cross section)

การศึกษาด้วยเทคนิค Scanning Electron Microscopy เพื่อวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และความหนาของผิวฟิล์มที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยสารเคลือบตะไคร้หอม ภาพลักษณะทางสัณฐานวิทยาของภาคตัดขวางฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมแสดงดังภาพที่ 4-19 และตารางที่ 4-13



ภาพที่ 4-19 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์ม

(a) 0LEOs (b) 1LEOs (c) 3LEOs และ (d) 5LEOs

พิจารณาลักษณะทางสัณฐานวิทยาบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม พบการแบ่งพื้นที่เป็น 2 บริเวณอย่างชัดเจนคือ บริเวณชั้นของสารเคลือบผิว (Coating layer) และบริเวณเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Substrate) โดยบริเวณที่มีความหยาบคือ ส่วนของเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตซึ่งเกิดจากการแตกหักแบบเหนียวภายใต้สภาวะเย็นยิ่งยวด (Cryogenic) นอกจากนี้ยังพบว่าอนุภาคผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงมีการกระจายตัวที่ดี โดยมีการกระจายตัวเป็นชั้นบางๆอยู่ภายในเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่าการปรับปรุงพื้นผิวของผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมไม่ส่งผลต่อความเข้ากันได้ระหว่างเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตกับผลึกไมโครเซลลูโลส

**ตารางที่ 4-13** ความหนาเฉลี่ยของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

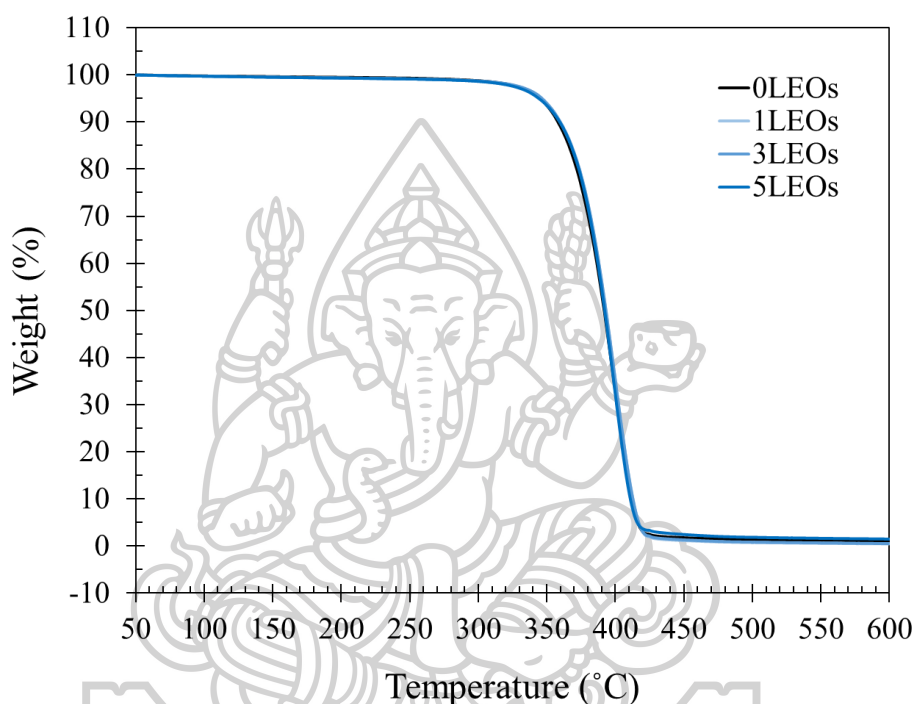
Sample	Average coating thickness ( $\mu\text{m}$ )
0LEOs	$8.560 \pm 1.172$
1LEOs	$7.422 \pm 0.857$
3LEOs	$10.969 \pm 1.127$
5LEOs	$9.324 \pm 1.224$

พิจารณาความหนาของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (0LEOs) มีค่าเท่ากับ  $8.560 \pm 1.172$  ไมโครเมตร สำหรับความหนาของชั้นสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์มมีค่าเท่ากับ  $7.422 \pm 0.857$  (1LEOs),  $10.969 \pm 1.127$  (3LEOs) และ  $9.324 \pm 1.224$  (5LEOs) ไมโครเมตร ตามลำดับ

### 4.2.3 การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability) ด้วยเทคนิค

#### Thermo Gravimetric Analysis (TGA)

การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวผลิตภัณฑ์ไมโครเซลล์ูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมแสดงดังภาพที่ 4-20 และตารางที่ 4-14



ภาพที่ 4-20 ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

ตารางที่ 4-14 ผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

Sample	$T_{onset}$ (°C)	$T_d$ (°C)	Residue (%)
0LEOs	371.66	400.89	1.39
1LEOs	372.88	401.27	0.75
3LEOs	373.42	401.74	0.83
5LEOs	373.39	400.69	1.86

พิจารณาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม พบว่าการเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมทั้งที่ปริมาณ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ ปรากฏอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อน (Degradation temperature; Td) เพียงค่าเดียว และอยู่ในช่วง 400.69-401.74 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับอุณหภูมิการสลายตัวของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (OLEOs) ซึ่งมีค่าเท่ากับ 400.89 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เช่นเดียวกันกับงานวิจัยของคุณอลงกรณ์ โพธิ์พันทนา [21] ซึ่งได้ทำการศึกษาความเป็นผลึกที่เปลี่ยนแปลงไปของพอลิเมอร์เบลนดระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและเส้นใยสังเคราะห์ขนาดเส้นที่ ได้รับการเติมสารเพิ่มความเข้ากันได้ และคุณสมบัติทางสัณฐานเพิ่มเติม [10] ซึ่งได้ทำการศึกษาการปรับปรุงความเข้ากันได้ของวัสดุคอมพอสิตระหว่างพอลิแลคติกแอซิดกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต นอกจากนี้ยังแสดงให้เห็นถึงการเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

จากงานวิจัยของ Mehraj Ahmad และคณะ [7] ได้ทำการศึกษาสมบัติการต้านทานแบคทีเรียของฟิล์มเจลาติน (Gelatin) ที่เตรียมจากหนังของปลาวัวทางตัด (Unicorn leatherjacket skin) พร้อมทั้งมีการเติมน้ำมันหอมระเหย 2 ชนิดแตกต่างกันคือ น้ำมันหอมระเหยจากมะกรูด (Bergamot oil; BO) และจากตะไคร้หอม (Lemongrass oil; LO) พบว่าอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมมีค่าเท่ากับ 224 องศาเซลเซียส เมื่อทำการพิจารณาผลการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมพบว่าไม่ปรากฏการสลายตัวทางความร้อนที่อุณหภูมิดังกล่าว เนื่องจากการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยน้ำมันหอมระเหยในปริมาณน้อย และจากขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างฟิล์มเพื่อทำการทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทคนิค Thermo Gravimetric Analysis จึงส่งผลให้ไม่ปรากฏการสลายตัวทางความร้อนของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมอย่างชัดเจน

พิจารณาอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวทางความร้อน (Onset degradation temperature; T<sub>onset</sub>) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม พบว่าอุณหภูมิเริ่มต้นการสลายตัวปรากฏค่าอยู่ในช่วง 371.66-373.42 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นการยืนยันถึงการเคลือบผิวฟิล์ม

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พิจารณาปริมาณเถ้าที่เหลือจากการสลายตัวทางความร้อน (Residue) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม พบว่ามีปริมาณเถ้าที่เหลือจากการสลายตัวทางความร้อนมีค่าอยู่ในช่วง 0.75-1.86 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากสารเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตประกอบด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดไฮเลนปริมาณเท่ากัน

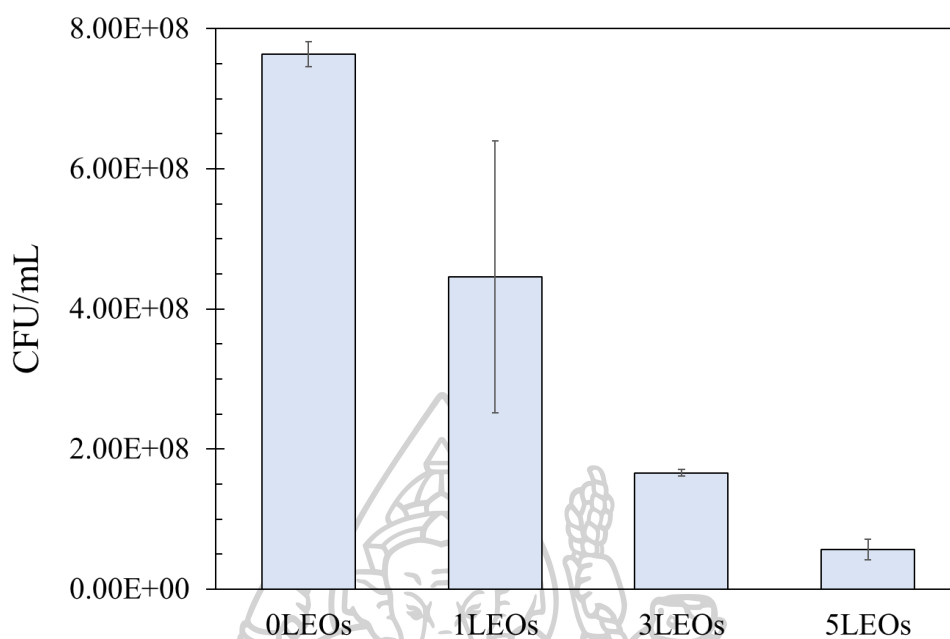
#### 4.2.4 การศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรีย (Antibacterial activity test) ด้วยเทคนิคการนับเชื้อแบคทีเรีย (Dynamic shake flask test) ตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM E2149

การศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรียด้วยเทคนิคการนับเชื้อตามมาตรฐานการทดสอบ ASTM E2149 ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมแสดงดังตารางที่ 4-15 ภาพที่ 4-21 และ 4-22

ตารางที่ 4-15 แสดงผลการศึกษาสมบัติการต้านทานแบคทีเรียชนิด *E.coli* และ *S.aureus* ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

Sample	<i>E.coli</i>			<i>S.aureus</i>		
	CFU/ml	SD	Reduction (%)	CFU/ml	SD	Reduction (%)
0LEOs	7.64E+08	1.80E+07	0.00	4.0E+08	1.13E+08	0.00
1LEOs	4.5E+08	1.94E+08	41.62 <sup>a</sup>	3.0E+07	8.77E+04	90.31 <sup>a</sup>
3LEOs	1.7E+08	4.79E+06	78.25 <sup>a</sup>	2.0E+07	1.17E+06	93.26 <sup>a</sup>
5LEOs	5.7E+07	1.47E+07	92.54 <sup>a</sup>	6.0E+06	3.40E+06	98.36 <sup>a</sup>

Note: "a" compare with 0LEOs

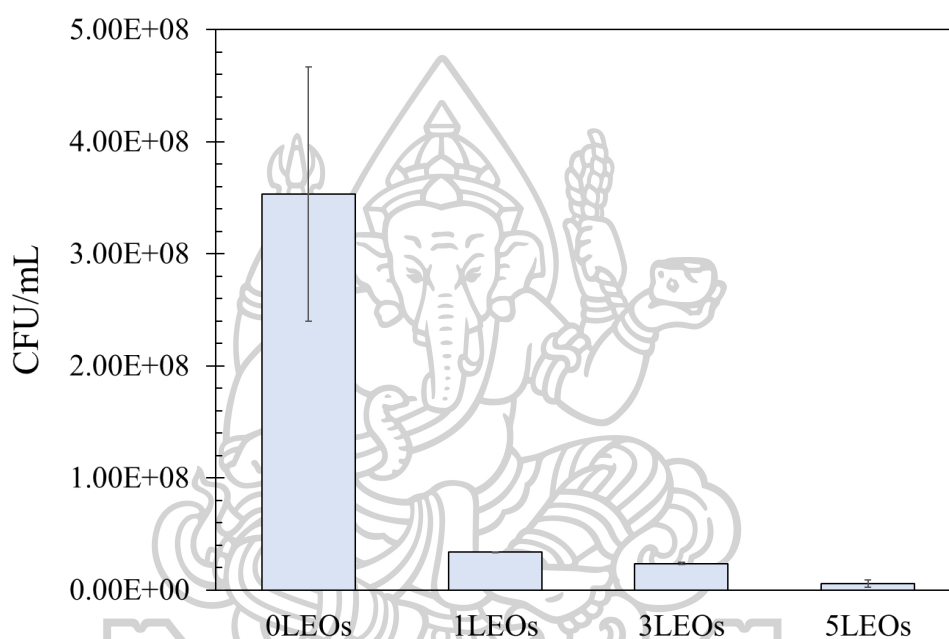


ภาพที่ 4-21 ปริมาณแบคทีเรีย *E. coli* ที่มีชีวิตอยู่ภายหลังจากทดสอบการต้านเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มพอลิวินิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

พิจารณาความสามารถในการต้านทานแบคทีเรียชนิด *Escherichia coli* (*E. coli*) ซึ่งเป็นตัวแทนของแบคทีเรียแกรมลบ (Gram negative eubacteria) ของฟิล์มพอลิวินิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (OLEOs) ซึ่งเป็นตัวอย่างควบคุมสำหรับการศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรีย (Control) พบว่ามีจำนวนแบคทีเรียชนิด *E. coli* เท่ากับ  $7.64 \times 10^8$  จำนวนโคโลนีของแบคทีเรียต่อมิลลิลิตร

พิจารณาความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *E. coli* ของฟิล์มพอลิวินิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ (1LEOs) พบว่าปริมาณแบคทีเรียชนิด *E. coli* ที่เหลืออยู่ภายหลังจากทดสอบสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียมีปริมาณที่ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิวินิลิดีนฟลูออไรด์ที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (OLEOs) โดยสามารถคิดเป็นเปอร์เซ็นต์การต้านทานแบคทีเรียได้เท่ากับ 41.62 เปอร์เซ็นต์ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติของเยื่อหุ้มเซลล์ของแบคทีเรียซึ่งเป็นส่วนของเซลล์ที่ทำหน้าที่ควบคุมการซึมผ่าน โดยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมจะเกิดปฏิกิริยากับฟอสโฟลิพิด (Phospholipid) หรือเอนไซม์ที่อยู่ภายในเยื่อหุ้มเซลล์ ส่งผลให้สมบัติการเลือกผ่านของเยื่อหุ้มเซลล์เกิดการเปลี่ยนแปลงไปจึงทำให้

เกิดการรั่วไหลของไซโทพลาซึม (Cytoplasm) จนกระทั่งส่งผลให้เซลล์แบคทีเรียตายในที่สุด [7] นอกจากนี้ยังพบอีกว่าปริมาณการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมที่เพิ่มขึ้นผลต่อสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *E. coli* ให้มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย กล่าวคือเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *E. coli* ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการด้วยเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1 (1LEOs), 3 (3LEOs) และ 5 (5LEOs) เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ มีค่าเพิ่มขึ้นเป็นค่าเท่ากับ 41.62, 78.25 และ 92.54 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ



ภาพที่ 4-22 ปริมาณแบคทีเรีย *S. aureus* ที่มีชีวิตอยู่ภายหลังจากทดสอบการต้านเชื้อแบคทีเรียของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

พิจารณาความสามารถในการต้านทานแบคทีเรียชนิด *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) ซึ่งเป็นตัวแทนของแบคทีเรียแกรมบวก (Gram positive eubacteria) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (0LEOs) ซึ่งเป็นตัวอย่างความคุมสำหรับการศึกษาสมบัติการต้านแบคทีเรีย (Control) พบว่ามีจำนวนแบคทีเรียชนิด *S. aureus* เท่ากับ  $4.0 \times 10^8$  จำนวนโคโลนีของแบคทีเรียต่อมิลลิลิตร



พิจารณาความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *S.aureus* ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการด้วยเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ (1LEOs) พบว่าปริมาณแบคทีเรียชนิด *S.aureus* ที่เหลืออยู่ภายหลังการทดสอบสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียมีปริมาณที่ลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสที่ไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (0LEOs) โดยสามารถคิดเป็นเปอร์เซ็นต์การต้านทานแบคทีเรียได้เท่ากับ 90.31 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้ยังพบอีกว่าปริมาณการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมที่เพิ่มขึ้นผลต่อสมบัติการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *S.aureus* ให้มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย กล่าวคือ เปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *S.aureus* ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการด้วยเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1 (1LEOs), 3 (3LEOs) และ 5 (5LEOs) เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ มีค่าเพิ่มขึ้นเป็นค่าเท่ากับ 90.31, 93.26 และ 98.36 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ

พิจารณาความสามารถในการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *E.coli* เปรียบเทียบกับแบคทีเรียชนิด *S.aureus* ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการด้วยเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมพบว่าเปอร์เซ็นต์การต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *S.aureus* ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการด้วยเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมมีค่าอยู่ในช่วง 90-99 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมีประสิทธิภาพมากกว่าการต้านเชื้อแบคทีเรียชนิด *E.coli* ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการด้วยเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมมีค่าอยู่ในช่วง 41-93 เปอร์เซ็นต์ ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากผนังเซลล์แบคทีเรียทั้งสองชนิดมีความแตกต่างกัน กล่าวคือแบคทีเรียชนิด *E.coli* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมลบจะมีผนังเซลล์ที่มีความซับซ้อนมากกว่าแบคทีเรียชนิด *S.aureus* ซึ่งเป็นแบคทีเรียแกรมบวก โดยโครงสร้างของผนังเซลล์ที่ซับซ้อนนี้ส่งผลต่อประสิทธิภาพในการต้านเชื้อแบคทีเรียให้มีค่าลดลง ซึ่งคล้ายกับงานวิจัยของคุณเอกพิสิษฐ์ โชคอุทัยกุลและคณะ [12] ซึ่งได้ทำการศึกษาการเติมน้ำมันหอมระเหยจากพลูกลงในแผ่นผสมระหว่างแป้งมันสำปะหลังกับไคโตซานที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

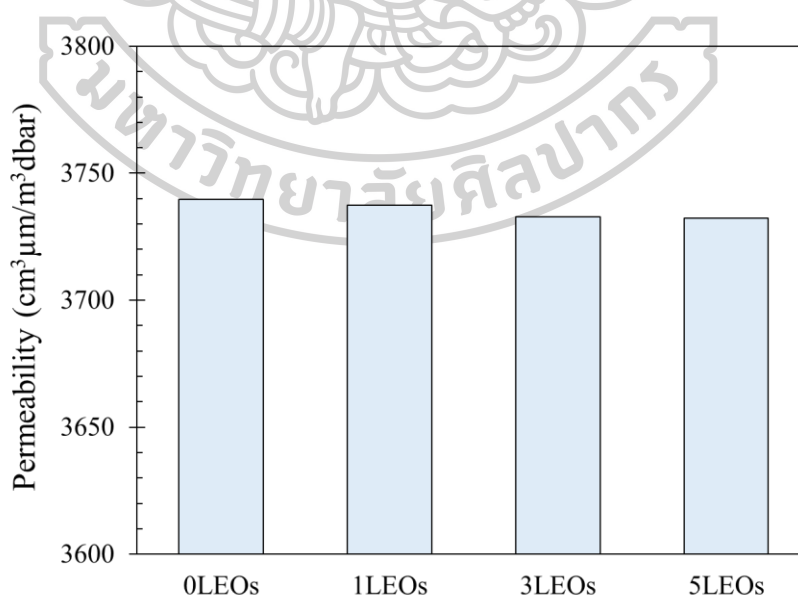
#### 4.2.5 การศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Gas permeability test)

การศึกษาสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สเป็นการศึกษาเกี่ยวกับความสามารถในการแพร่ของแก๊สออกซิเจน (Oxygen) และคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide) ผ่านฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม ซึ่งผลการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสมีผลต่อสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สดังตารางที่ 4-16 ภาพที่ 4-23 และ 4-24

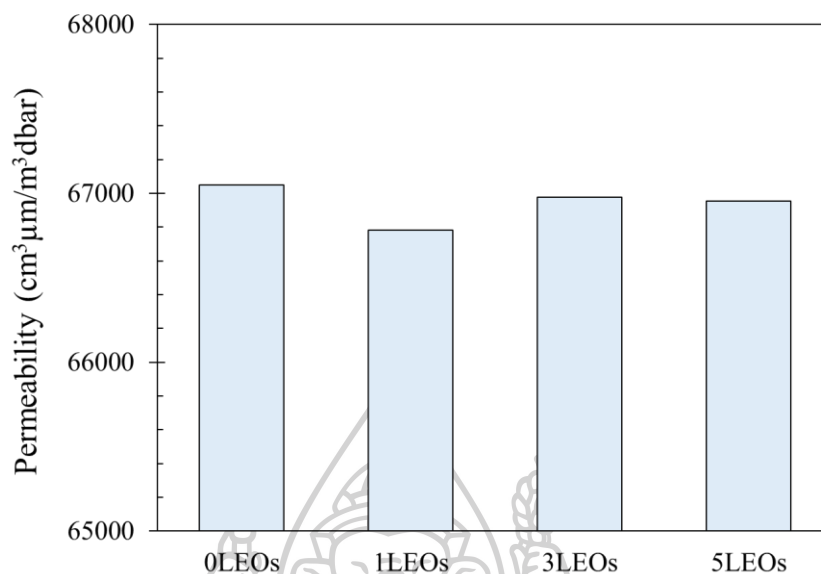
**ตารางที่ 4-16** ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบบคทีเรีย

Sample	Oxygen		Carbon dioxide	
	Permeability ( $\text{cm}^3\mu\text{m}/\text{m}^3\text{dbar}$ )	Reduction (%)	Permeability ( $\text{cm}^3\mu\text{m}/\text{m}^3\text{dbar}$ )	Reduction (%)
0LEOs	3,739.80	0.00	67,051.20	0.00
1LEOs	3,737.50	0.06 <sup>a</sup>	66,782.80	0.40 <sup>a</sup>
3LEOs	3,732.90	0.18 <sup>a</sup>	66,978.00	0.11 <sup>a</sup>
5LEOs	3,732.36	0.20 <sup>a</sup>	66,952.96	0.15 <sup>a</sup>

Note: "a" compare with 0LEOs



**ภาพที่ 4-23** ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สออกซิเจนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบบคทีเรีย



ภาพที่ 4-24 ผลการศึกษาการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

พิจารณาสมบัติการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1 (1LEOs), 3 (3LEOs) และ 5 (5LEOs) เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ พบว่าการแพร่ผ่านของโมเลกุลแก๊สออกซิเจนลดลงเล็กน้อยเท่ากับ 0.06 (1LEOs), 0.18 (3LEOs) และ 0.20 (5LEOs) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับสำหรับแก๊สออกซิเจน และลดลงเล็กน้อยอย่างไม่มีนัยสำคัญ กล่าวคือลดลงเท่ากับ 0.40 (1LEOs), 0.11 (3LEOs) และ 0.15 (5LEOs) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับสำหรับแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เมื่อทำการเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุง (0LEOs) เนื่องจากโครงสร้างของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมซึ่งประกอบด้วยสารเคมีที่สำคัญเช่น ซิทราล (Citral), ซิโตรเนลลาล (Citronellal), เทอพิโนริน (Terpinolene) และสารอื่นๆ ดังตารางที่ 2-2 และมีโครงสร้างดังภาพที่ 2-6 จากโครงสร้างจะพบว่าน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมมีโครงสร้างคล้ายกับโครงสร้างของไขมันซึ่งมีความเป็นขี้้นน้อย หรือมีความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) ที่สูงจึงทำให้น้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมทำหน้าที่เสมือนกับเป็นสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) โดยจะมีผลให้ผลึกไมโครเซลลูโลสสามารถกระจายตัวในเนื้อพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตได้ดีขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มตัวอย่างมีสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สที่ดีขึ้น นอกจากนี้พบว่าโครงสร้างของน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมเป็นสารโมเลกุลใหญ่จึงไม่สามารถเข้าไปแทรกตัวอยู่ในบริเวณที่มีความเป็นผลึกสูงได้ แต่สามารถแทรกตัวอยู่ในบริเวณที่มีความเป็นอสัณฐาน (Amorphous) ได้ดีกว่า ซึ่งการแทรกตัวของน้ำมันหอม

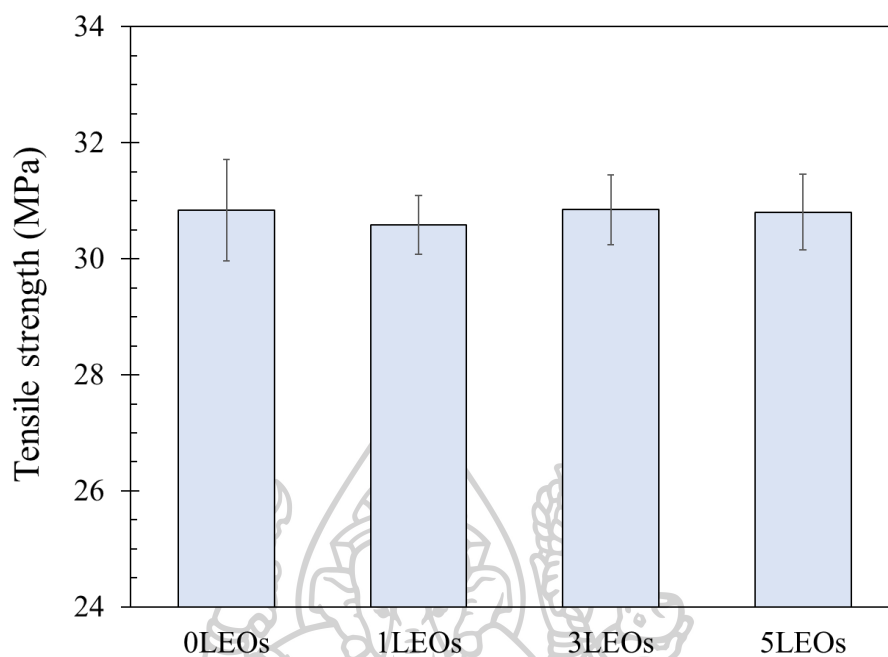
ระเหยจากตะไคร้หอมบริเวณอสังฐานนี้จะช่วยขัดขวาง และเพิ่มระยะทางสำหรับการเดินทางของ โมเลกุลแก๊สให้มากขึ้น ส่งผลให้ฟิล์มตัวอย่างมีสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สที่ดีขึ้น ซึ่งคล้าย กับงานวิจัยของคุณเอกพิสิษฐ์ โชคอุทัยกุลและคณะ [12] ซึ่งได้ทำการศึกษาการเติมน้ำมันหอมระเหย กานพลูลงในแผ่นผสมระหว่างแป้งมันสำปะหลังกับโคโคซานที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลส

#### 4.2.6 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตาม มาตรฐาน ASTM D882

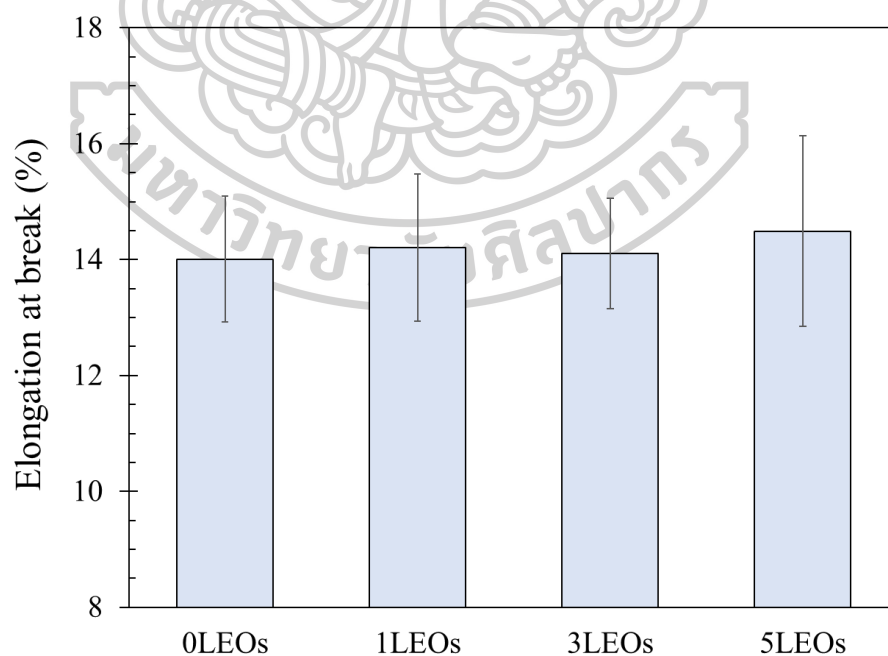
การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดด้วยเทคนิค Tensile ตามมาตรฐาน ASTM D882 ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมแสดงดังตารางที่ 4-17 ภาพที่ 4-25 และ 4-26

**ตารางที่ 4-17** แสดงผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิ เนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

Sample	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
0LEOs	30.84±0.88	14.01±1.09
1LEOs	30.58±0.51	14.20±1.27
3LEOs	30.85±0.60	14.10±0.96
5LEOs	30.80±0.65	14.49±1.64



ภาพที่ 4-25 ค่าความตึงแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย



ภาพที่ 4-26 ค่าระยะยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

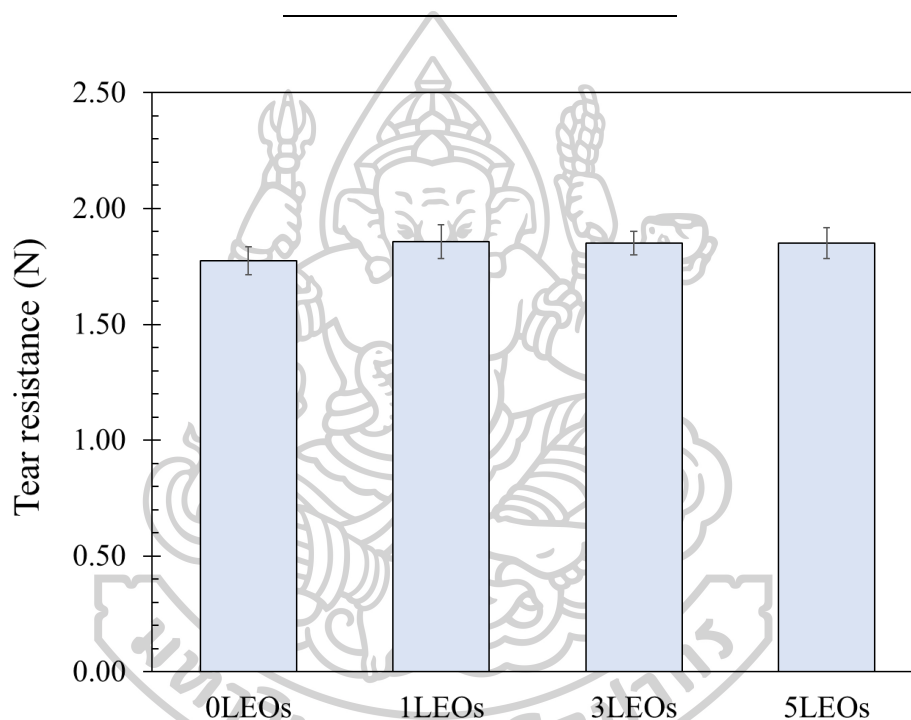
พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1 (1LEOs), 3 (3LEOs) และ 5 (5LEOs) เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ พบว่าการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมไม่ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึดอย่างมีนัยสำคัญ กล่าวคือค่าความทนแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (0LEOs) มีค่าเปลี่ยนแปลงจาก  $30.84 \pm 0.88$  เมกะปาสคาลเป็น  $30.58 \pm 0.51$  (1LEOs),  $30.85 \pm 0.60$  (3LEOs) และ  $30.80 \pm 0.65$  (5LEOs) เมกะปาสคาลตามลำดับ และค่าระยะยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) ของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (0LEOs) มีค่าเปลี่ยนแปลงจาก  $14.01 \pm 1.09$  เปอร์เซ็นต์เป็น  $14.20 \pm 1.27$  (1LEOs),  $14.10 \pm 0.96$  (3LEOs) และ  $14.49 \pm 1.64$  (5LEOs) เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เมื่อทำการเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ เนื่องจากเทคนิคการเคลือบผิวฟิล์มเป็นเทคนิคที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงบริเวณพื้นผิวของฟิล์มเท่านั้นไม่ส่งผลต่อเนื้อของพอลิเมอร์ที่ได้รับการเคลือบผิว

#### 4.2.7 การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938

การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดด้วยเทคนิค Tear resistance ตามมาตรฐาน ASTM D1938 คือการวัดแรงที่ใช้แก้มันงานตัวอย่างขณะทำการทดสอบการฉีกขาด ซึ่งสมบัติการต้านทานการฉีกขาดเป็นสมบัติที่มีความสำคัญสำหรับบรรจุภัณฑ์ การศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสทั้งที่ไม่ได้รับ และได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมแสดงดังตารางที่ 4-18 และภาพที่ 4-27

ตารางที่ 4-18 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

Sample	Tear resistance (N)
0LEOs	1.77±0.06
1LEOs	1.86±0.07
3LEOs	1.85±0.05
5LEOs	1.85±0.07



ภาพที่ 4-27 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย

พิจารณาการศึกษาสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (0LEOs) พบว่าการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมส่งผลต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาดเล็กน้อยอย่างไม่มีนัยสำคัญ กล่าวคือค่าแรงที่ใช้สำหรับการทดสอบการฉีกขาดเฉลี่ยของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลิกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการ

ปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (OLEOs) มีค่าเพิ่มขึ้นจาก  $1.77 \pm 0.06$  นิวตัน เป็น  $1.86 \pm 0.07$  (1LEOs),  $1.85 \pm 0.05$  (3LEOs) และ  $1.85 \pm 0.07$  (5LEOs) นิวตัน ตามลำดับ สำหรับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ ดังนั้นการปรับปรุงฟลักไมโครเซลลูโลสด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมไม่ส่งผลต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาด

จากการศึกษาส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต พบว่าฟิล์มที่ให้ผลการทดสอบเหมาะสมที่สุดสำหรับการเตรียมฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารต้านทานแบคทีเรียคือฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยฟลักไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ (5LEOs)





## บทที่ 5

### สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

#### 5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยมีจุดประสงค์ที่จะพัฒนาฟิล์มบรรจุภัณฑ์ทางด้านอาหารที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate); PBS) ให้มีสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สที่ดีขึ้น โดยการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose; MCC) อย่างไรก็ตามการยึดเกาะระหว่างผลึกไมโครเซลลูโลสกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตไม่ดีนัก เนื่องจากความแตกต่างกันในเรื่องของความเป็นขั้ว ดังนั้นจึงทำปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสโดยการเปลี่ยนแปลงหมู่ฟังก์ชัน (Functional group) บนผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน (Silane coupling agents; Silane) นอกจากนี้ยังพัฒนาบรรจุภัณฑ์อาหารให้มีสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (Lemongrass essential oils; LEOs) โดยงานวิจัยนี้แบ่งการศึกษาออกเป็น 2 ส่วนหลักดังนี้

ส่วนที่ 1 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส โดยการเคลือบฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสทั้งแบบไม่ปรับปรุงและปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิดซิลเลน แตกต่างกัน 3 ชนิดคือ Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ซึ่งแต่ละชนิดจะมีการปรับเปลี่ยนปริมาณการเติมเป็น 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส แล้วนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมี สมบัติเชิงกล เสถียรภาพทางความร้อน สมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส และลักษณะทางสัณฐานวิทยา ซึ่งจากการศึกษาพบว่าผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิด Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส พร้อมทั้งปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิว สามารถกระจายตัวได้ดีในสารละลายที่มีความไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) หรือสามารถกระจายตัวได้ดีในสารที่มีความเป็นขั้วต่ำเช่นพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ซึ่งเมื่อทำการเคลือบสารเคลือบที่มีส่วนผสมของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และผลึกไมโครเซลลูโลสที่ได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานชนิด Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxypropyltrimethoxysilane (GPS) ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส พร้อมทั้งปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิว ส่งผลให้ผลึกไมโครเซลลูโลสสามารถยึดเกาะได้ดีกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต พร้อมทั้งเกิดการก่อตัวเป็นชั้นของผลึกไมโครเซลลูโลสแทรกอยู่ภายในชั้นของสารเคลือบฟิล์มได้ ด้วยเหตุนี้จึงส่งผลให้ฟิล์มที่

ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยสารเชื่อมประสานไซเลนชนิด Methacryloxy-propyltrimethoxysilane (MTS), Aminopropyltrimethoxysilane (ATS) และ Glycidoxy-propyltrimethoxysilane (GPS) ปริมาณ 1 และ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส พร้อมทั้งปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิว มีสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน (Oxygen) และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide) ที่ดีขึ้นเมื่อทำการเปรียบเทียบกับฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ทั้งนี้การใช้เทคนิคการปรับปรุงสมบัติการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยการเคลือบผิวฟิล์มไม่ส่งผลเสียต่อสมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึด สมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาด และเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต โดยฟิล์มตัวอย่างที่มีสัดส่วนการเตรียมที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการพัฒนาเป็นฟิล์มบรรจุภัณฑ์อาหารด้านการซึมผ่านของแก๊สคือ ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วย Glycidoxypropyltrimethoxysilane ปริมาณ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผลึกไมโครเซลลูโลส พร้อมทั้งปรับปรุงด้วยสารลดแรงตึงผิว (3GPS Modified) ซึ่งฟิล์มตัวอย่างดังกล่าวได้ถูกนำไปทำการปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียในส่วนที่ 2 ต่อไป

ส่วนที่ 2 การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย โดยการเติมน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมลงในฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสในปริมาณแตกต่างกันคือ 1, 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบฟิล์ม แล้วนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปทำการศึกษาโครงสร้างทางเคมี สมบัติเชิงกล เสถียรภาพทางความร้อน สมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และสมบัติการต้านทานแบคทีเรีย จากการศึกษาพบว่าฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมสามารถต้านทานแบคทีเรียชนิด *Escherichia coli* (*E.coli*) และแบคทีเรียชนิด *Staphylococcus aureus* (*S.aureus*) ได้ โดยปริมาณการปรับปรุงผลึกไมโครเซลลูโลสด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมเท่ากับ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบสามารถต้านทานแบคทีเรียทั้ง 2 ชนิดได้ดีที่สุด ทั้งนี้การปรับปรุงสมบัติการต้านทานแบคทีเรียด้วยเทคนิคการเคลือบผิวฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมไม่ส่งผลเสียต่อสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจน สมบัติด้านการต้านทานการซึมผ่านแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ สมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการดึงยึด สมบัติเชิงกลด้านการต้านทานการฉีกขาด และเสถียรภาพทางความร้อนของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

ในระหว่างทำการเคลือบผิวฟิล์ม ผู้วิจัยสังเกตว่าสารเคลือบที่ผู้วิจัยเตรียมได้สามารถขึ้นรูปเป็นแผ่นฟิล์มได้แม้ไม่มีวัสดุสำหรับยึดเกาะ (Substate) ด้วยเหตุนี้ผู้วิจัยจึงอยากเสนอแนวคิดให้มีการศึกษา และพัฒนาสารเคลือบฟิล์มที่ผู้วิจัยได้ทำการศึกษาขึ้นจนสามารถนำไปทำการเคลือบผิวบนผลไม้มันที่มีการลอกเปลือกก่อนการรับประทานได้







ภาคผนวก ก  
การคำนวณ

ก-1 การคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index; CI) ของฟิล์มตัวอย่างที่  
ได้รับการปรับปรุงสมบัติการต้านทานการซึมผ่านของแก๊ส

สมการที่ใช้สำหรับการคำนวณ

$$CI (\%) = \frac{\text{Area under crystalline peaks}}{\text{Area under amorphous and crystalline peaks}} \times 100$$

เมื่อ Crystallinity index (CI)	คือดัชนีความเป็นผลึก
Area under crystalline peaks	คือพื้นที่ใต้พีคบริเวณที่แสดงความเป็นผลึก
Area under amorphous and crystalline peaks	คือพื้นที่ใต้พีคบริเวณที่แสดงทั้งความเป็นอสัณฐานและความเป็นผลึก

ตัวอย่างการคำนวณ

จากการศึกษาความเป็นผลึกด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction Analysis (XRD) ของฟิล์มพอลิ  
บิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งไม่ได้รับการปรับปรุง MCC  
Modified) พบว่าพีค (Peak) ที่แสดงความเป็นผลึกคือพีคที่มีตำแหน่ง 2Theta (2θ) เท่ากับ 19.79,  
21.99 และ 22.73 องศา และพื้นที่ใต้พีคบริเวณที่แสดงทั้งความเป็นอสัณฐาน และความเป็นผลึกมีค่า  
เท่ากับ 2635.90 และพื้นที่ใต้พีคบริเวณที่แสดงความเป็นอสัณฐาน (Amorphous) มีค่าเท่ากับ  
784.93

วิธีคำนวณ

$$CI (\%) = \frac{\text{Area under crystalline peaks}}{\text{Area under amorphous and crystalline peaks}} \times 100$$

$$CI (\%) = \frac{2635.9 - 784.93}{2635.90} \times 100$$

$$CI (\%) = 0.70 \times 100$$

$$CI (\%) = 70\%$$

ก-2 การคำนวณปริมาณของเชื้อแบคทีเรียที่มีเหลืออยู่ในรูปแบบโคโลนีต่อมิลลิลิตร (CFU/ml) และการคำนวณร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียภายหลังการทดสอบ (%Reduction)

สมการที่ใช้สำหรับการคำนวณ

$$\text{CFU/ml} = \frac{\text{Number of colony} \times \text{Dilution factor}}{\text{Volume transferred to plate (ml)}}$$

เมื่อ CFU/ml	คือปริมาณของเชื้อแบคทีเรียที่มีเหลืออยู่ในรูปแบบโคโลนีต่อมิลลิลิตร
Number of colony	คือจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียที่มีชีวิตอยู่บนจานเพาะเชื้อ
Volume transferred to plate	คือปริมาตรของแบคทีเรียที่นำมาเลี้ยงบนอาหารเลี้ยงเชื้อ (มิลลิลิตร)

$$\% \text{Reduction} = \frac{(\text{CFU/ml of control}) - (\text{CFU/ml of sample})}{(\text{CFU/ml of control})} \times 100$$

เมื่อ %Reduction	คือร้อยละการลดลงของเชื้อแบคทีเรียภายหลังการทดสอบ
CFU/ml of control	คือจำนวนโคโลนีของเชื้อแบคทีเรียต่อมิลลิลิตรของฟิล์มตัวอย่างที่ไม่ได้รับการเคลือบผิวด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม
CFU/ml of Sample	คือจำนวนโคโลนีของเชื้อแบคทีเรียต่อมิลลิลิตรของฟิล์มตัวอย่างที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม

ตัวอย่างการคำนวณ

ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยผลึกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ (5LEOs) เมื่อได้รับการทดสอบสมบัติการต้านทานเชื้อแบคทีเรียชนิด *S.aureus* ที่ระดับการเจือจางเชื้อแบคทีเรีย (Dilution factor) เท่ากับ  $10^5$  และปริมาตรอาหารเลี้ยงเชื้อแบคทีเรียชนิดเหลว (Nutrient Broth; NB) เท่ากับ 0.090 มิลลิลิตร พบว่าสามารถนับจำนวนโคโลนีของแบคทีเรียได้เท่ากับ 2.167 โคโนนี

วิธีคำนวณ

$$\text{CFU/ml} = \frac{2.167 \times 10^5}{0.090}$$

$$\text{CFU/ml} = 2.41 \times 10^5 \quad \text{CFU/ml}$$

จากการทดสอบสมบัติการต้านทานเชื้อแบคทีเรียชนิด *S.aureus* พบว่าปริมาณของเชื้อแบคทีเรียที่มีเหลืออยู่ในรูปแบบโคโลนีต่อมิลลิลิตรเฉลี่ยของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยเปลือกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอม (OLEOs) มีค่าเท่ากับ  $1.13 \times 10^8$  โคโลนีต่อมิลลิลิตร และสำหรับปริมาณของเชื้อแบคทีเรียที่มีเหลืออยู่ในรูปแบบโคโลนีต่อมิลลิลิตรเฉลี่ยของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ได้รับการเคลือบผิวด้วยเปลือกไมโครเซลลูโลสซึ่งได้รับการปรับปรุงด้วยน้ำมันหอมระเหยจากตะไคร้หอมปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของสารเคลือบ (5LEOs) มีค่าเท่ากับ  $3.40 \times 10^6$  โคโลนีต่อมิลลิลิตร

วิธีคำนวณ                      %Reduction =  $\frac{1.13 \times 10^8 - 3.40 \times 10^6}{1.13 \times 10^8} \times 100$

%Reduction =  $0.98 \times 100$

%Reduction = 98%

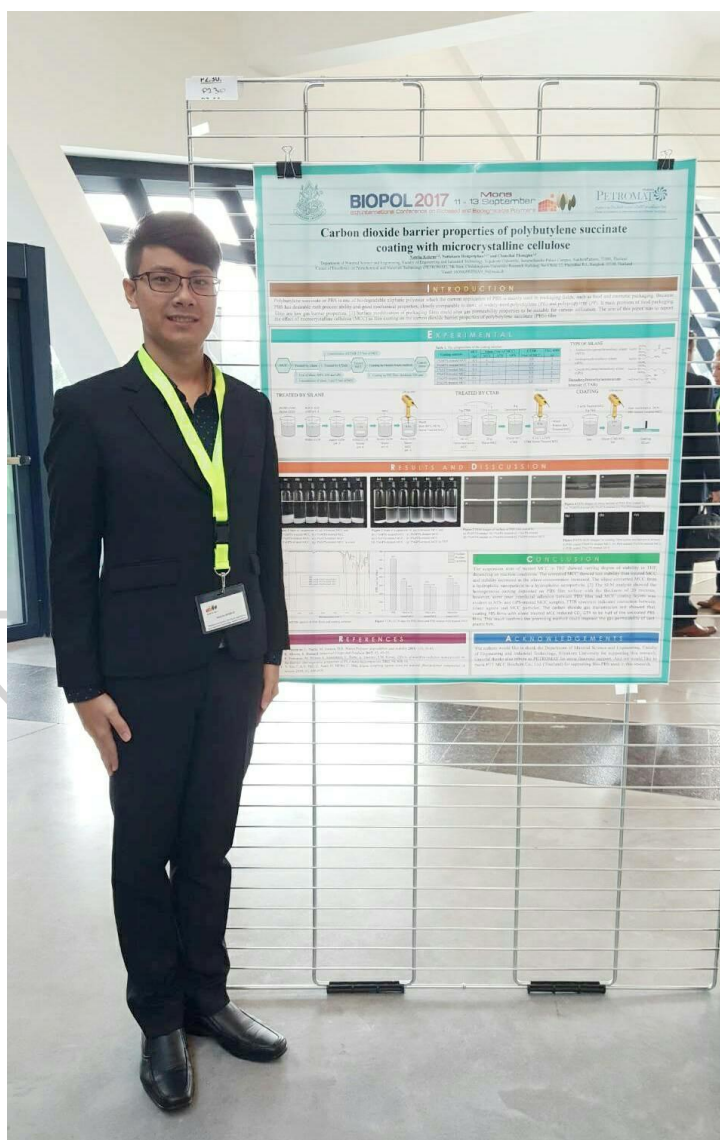






## ข-1 การประชุมวิชาการ 6th International Conference on Biodegradable Polymers

การประชุมวิชาการ 6th International Conference on Biodegradable Polymers ในช่วงวันที่ 11-13 กันยายน พ.ศ.2560 ซึ่งจัดขึ้น ณ เมือง Mons ประเทศ Belgium ในหัวข้อเรื่อง Carbon dioxide barrier properties of polybutylene succinate coating with microcrystalline cellulose





## CARBON DIOXIDE BARRIER PROPERTIES OF POLYBUTYLENE SUCCINATE COATING WITH MICROCRYSTALLINE CELLULOSE

**Natcha Kokrue<sup>1,2</sup>, Nattakarn Hongsriphan<sup>1,2,\*</sup> and Chanchai Thongpin<sup>1,2</sup>**

<sup>1</sup>Department of Material Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Sanamchandra Palace Campus, NakhonPathom, 73000, Thailand

<sup>2</sup>Center of Excellence on Petrochemical and Materials Technology (PETROMAT), 7th floor, Chulalongkorn University Research Building, Soi Chula 12, Phayathai Rd., Bangkok 10330, Thailand

\*Email: HONGSRIPHAN\_N@su.ac.th

### Introduction

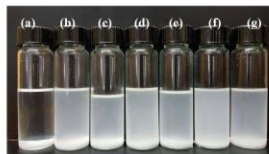
Polybutylene succinate or PBS is one of biodegradable aliphatic polyester which the current application of PBS is mainly used in packaging fields, such as food and cosmetic packaging. Because PBS has desirable melt process ability and good mechanical properties, closely comparable to those of widely-used polyethylene (PE) and polypropylene (PP). Its main problem of food packaging films are low gas barrier properties. [1] Surface modification of packaging films could alter gas permeability properties to be suitable for various utilization. The aim of this paper is to report the effect of microcrystalline cellulose (MCC) as film coating on the carbon dioxide barrier properties of polybutylene succinate (PBS) film

### Material and Method

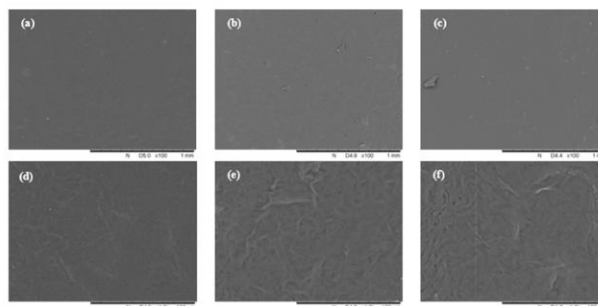
Polybutylene succinate (PBS) used in this research was PBS FZ71PM manufactured by PTT MCC biochem company limited Thailand. Microcrystalline cellulose (MCC) was Avicel®PH-101 manufactured by FMC corporation which supplied by Sigma-aldrich corporation. Three types of silane coupling agent; Methacryloxypropyltrimethoxy silane (MTS), 3-Aminopropyltrimethoxy silane (ATS) and Glycidylpropyltrimethoxy silane (GPS) were supplied by Sigma-aldrich corporation. Hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB) was supplied by Sigma-aldrich corporation. Polyethylene glycol (PEG) used in this study was PEG 6000 which was provided by Merck KGaA. PBS films were prepared by extrusion casting with extrusion cast film machine (Labtech engineering, Thailand). MCC coating solution was prepared by dispersion 2 % by weight of MCC in PEG and Tetrahydrofuran (THF) with sonication for 1 hr. Then the coating mixture was applied on PBS film surface using doctor blade method. The interfacial adhesion between MCC and PBS film, was improved by treatment MCC with silane coupling agent. Silane-treated MCC was prepared by 1 or 3 % by weight of silane was dissolved in mixed solvent deionized water: ethanol (40:60 % v/v) at pH 4 with continuous stirring for 1 hr. The MCC was dispersed in silane containing mixture by stirring and simultaneously ultrasonicate for 4 hr. and then dried at 80 °C for 48 hr. After silane treatment, Silane-treated MCC was consequently treated with Hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB) solution which CTAB solution was prepared dissolution of 6.25 % by weight of CTAB in deionized water at 45 °C. The CTAB solution was added slowly to silane-treated MCC suspension with continuous stirring and subsequently sonicating for 4 hr. At the end of each reaction, the CTAB-treated MCC was filtered, before being centrifuged. To dry the CTAB-treated MCC, samples were freeze-dried. The surface morphology, thickness, interfacial adhesion of coated films were characterized by SEM. The coating layers were characterized by FTIR for functional groups investigation. The carbon dioxide gas transmission rate (CO<sub>2</sub>-GTR) of coated samples was determined and compared.

### Result and Discussion

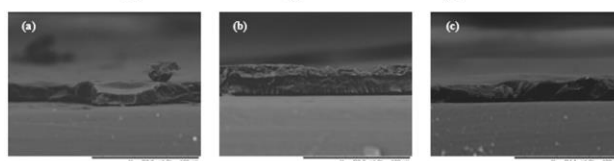
The suspension state of treated MCC in THF showed varying degree of stability in THF, depending on reaction conditions. The untreated MCC showed less stability than treated MCC and stability increased as the silane concentration increased. The silane can convert MCC from a hydrophilic nanoparticle to a hydrophobic nanoparticle. [2] The SEM analysis shows the homogeneous coating deposited on PBS film surface with thickness of 20 μm, however, some poor interfacial adhesion between PBS film and MCC coating layers was evident in ATS- and GPS-treated MCC samples.



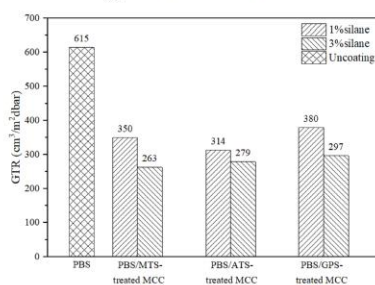
**Figure 1** State of suspension of (a) Untreated (b) 1%MTS-treated (c) 3%MTS-treated (d) 1%ATS-treated (e) 3%ATS-treated (f) 1%GPS-treated (g) 3%GPS-treated MCC in THF



**Figure 2** SEM images of surface of PBS film coated by (a) 1%MTS-treated (b) 1%ATS-treated (c) 1%GPS-treated (d) 3%MTS-treated (e) 3%ATS-treated (f) 3%GPS-treated MCC



**Figure 3** SEM images of cross section of PBS film coated by (a) 3%MTS-treated (b) 3%ATS-treated (c) 3%GPS-treated MCC



**Figure 4** CO<sub>2</sub>-GTR data for PBS films and PBS coated with treated-MCC

The carbon dioxide gas transmission test shows that coating PBS films with silane treated MCC reduced CO<sub>2</sub>-GTR to be half of the uncoated PBS films. This result confirms the promising method to improve the gas permeability of cast plastic film.

#### References

1. S. Valentina; L. Nadia; M. Andrea; D.R. Marco *Polymer degradation and stability* **2015**, 119, 35-45
2. K. Alireza; R. Bernard *Industrial Crops and Products* **2015**, 65, 45-55

ข-2 การประชุมวิชาการ 1st Materials Research Society of Thailand International Conference

การประชุมวิชาการ 1st Materials Research Society of Thailand International Conference ในช่วงวันที่ 31 ตุลาคม พ.ศ.2560 – 3 พฤศจิกายน พ.ศ.2560 ซึ่งจัดขึ้น ณ เมืองเชียงใหม่ ประเทศไทย ในหัวข้อเรื่อง Gas barrier properties of poly(butylene succinate) coating with microcrystalline cellulose



วิทยาลัยค

**The First Materials Research Society  
of Thailand International Conference  
(1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)**

**E - PROCEEDING BOOK**



**Convention Center, The Empress Hotel, Chiang Mai, Thailand  
October 31<sup>st</sup> - November 3<sup>rd</sup>, 2017**

**Organized by :**



**Co - Organized by :**



The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
(1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
October 31 – November 3, 2017  
The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand

## Gas barrier properties of poly(butylene succinate) coating with modified microcrystalline cellulose

Natcha Kokrue<sup>1,a</sup>, Nattakarn Hongsrphan<sup>1,b\*</sup> and Chanchai Thongpin<sup>1,c</sup>

<sup>1</sup> Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University, Sanamchandra Palace Campus, Nakhon Pathom, 73000, Thailand

\*Corresponding Author's E-mail: <sup>a</sup> NATCHA\_KOKRUE@hotmail.com, <sup>b</sup> HONGSRIPHAN\_N@su.ac.th, <sup>c</sup> THONGPIN\_C@su.ac.th

**Keywords:** Gas barrier properties; Microcrystalline cellulose; Poly(butylene succinate); Coating

### Abstract

Polybutylene succinate (PBS) is one of biodegradable aliphatic polyester which the current application of PBS is mainly used in packaging fields such as food and cosmetic packaging. Surface modification of packaging films could alter gas permeability properties to be suitable for various utilization. The aim of this paper was to report effect of microcrystalline cellulose (MCC) being coating layer on the gas barrier properties of PBS film prepared by extrusion casting. MCC coating solution was prepared by 1 wt% of MCC dispersed in PBS and Dichloromethane, the suspensions were exposed to sonication for 1 hr and stirred until PBS were dissolved. The interfacial adhesion between MCC and PBS was improved by modification MCC with silane coupling agent (silane). Three types of silane used to modify MCC were Methacryloxypropyl- trimethoxy silane (MTS), Aminopropyltrimethoxy silane (ATS) and Glycidylloxypropyltrimethoxy silane (GPS). After silane modification, MCC was also consequently modified with Hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB). Then the coating mixture was applied on PBS film surface using doctor blade method. The modified MCC were characterized by FTIR for functional groups. Surface morphology, thickness and interfacial adhesion of coated films were characterized by SEM. Carbon dioxide and oxygen gas transmission rate (GTR) of coated sample were determined and compared. The results showed that the presence of silane on the MCC surface favored the dispersion of MCC in coating solution. SEM analysis showed the homogeneous coating deposited on PBS film surface with the thickness of 15±1 µm. GTR analysis showed the coated PBS with MCC reduced GTR values of 10-30% depending on types of silane used to modify MCC. Mechanical properties of coated films were slightly improved, while the coating layer did not have impact on thermal properties of the coated films.

### Introduction

One of the main interesting research topics currently in the academics and industrial areas of material research is Green materials derived from natural resource and degraded in natural. This emphasizes how people in the world is concerned about plastic waste pollution. Polybutylene succinate or PBS is one of biodegradable aliphatic polyester which the current application of PBS is mainly used in packaging fields such as food and cosmetic packaging. In Thailand, PTT MCC Biochem (Thailand) has produced bio-based polybutylene succinate (PBS) from renewable resources. However, some drawbacks of PBS such as low tear resistance and low gas barrier properties reduce their varieties of use in food packaging. The addition micro- or nanomaterials could be considered an alternative to improve such problems. [1,2] The use of cellulose nanocrystals could improve gas barrier properties and fully degradation while it is renewable. [1] Nevertheless, cellulose nanocrystals are not commercially available because of low yield production. Microcrystalline cellulose (MCC) is commercially available which could be used to improve gas barrier properties similarly to those of nanocrystal forms. In this study, extrusion casting PBS films were surface coated by MCC particles in order to improve oxygen and carbon dioxide permeability. The coating technique was chosen because it improved gas barrier property but it would have little effect on film integrity. Due to hydrophilicity of MCC with strong hydrogen bonding, it was unlikely to obtain good adhesion on hydrophobic PBS surface. MCC particles needed to be chemically converted from hydrophilic to be more hydrophobic. [3] This could be done by modifying MCC particles with silane, which three types of silane were used to modify MCC particles and compared effectiveness on film property improvement.

### Experimental

**Material.** Polybutylene succinate (PBS) grade used in this study was FZ71PM (density of 1.26 g/mm<sup>3</sup>, MFR of 22 (190°C, 2.16 kg)) kindly supplied by PTT MCC Biochem company limited, Thailand. Microcrystalline cellulose (MCC) was Avicel®PH-101 (particle size of about 50 µm) manufactured by FMC Corporation, USA and supplied by Sigma-Aldrich Corporation, Singapore. Three types of silane coupling agent (Table 1);  $\gamma$ -Methacryloxypropyltrimethoxy silane (MTS), 3-Aminopropyltrimethoxy silane (ATS) and 3-Glycidyloxypropyltrimethoxy silane (GPS), were supplied by Sigma-Aldrich Corporation. Hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB) used as a surfactant for compatibility between PBS and MCC supplied by Sigma-Aldrich Corporation, Singapore.

**Table 1 :** Silane coupling agents and surfactant used in this work.

Name	Structure
$\gamma$ -Methacryloxypropyltrimethoxy silane (MTS)	
3-Aminopropyltrimethoxy silane (ATS)	
3-Glycidyloxypropyltrimethoxy silane (GPS)	
Hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB)	

**Surface modification of microcrystalline cellulose (MCC).** Surface modification of MCC was carried out in two steps. The first step was silane modification, which MCC was modified by three different types of silane coupling agent;  $\gamma$ -Methacryloxypropyltrimethoxy silane (MTS), 3-Amino propyltrimethoxy silane (ATS) and 3-Glycidyloxypropyltrimethoxy silane (GPS). The second step was surfactant modification using Hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB).

**Silane modification.** To prepare silane solution, silane coupling agent (3% by weight of MCC) was dissolved in mixed solvent deionized water: ethanol (40:60 % v/v) at pH 4 with continuous stirring for 1 hr. The MCC was dispersed in silane solution by stirring and simultaneously ultra-sonicating for 4 hr. and then dried at 80°C for 48 hr.

**Surfactant modification.** To prepare surfactant solution, CTAB (6.25 % by weight of MCC) was dissolved in deionized heated water at 45°C. The CTAB solution was added slowly to modify MCC by silane suspension with continuous stirring and subsequently sonicating for 4 hr. At the end of each reaction, Modified MCC was filtered before being centrifuged. To dry the modified MCC, samples were freeze-dried.



The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
(1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
October 31 – November 3, 2017  
The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand

**Preparation polybutylene succinate (PBS) films.** PBS pellets were dried in an air-circulating oven at 60°C for 4 hr. before processing and extended with cast film extruder (Labtech Engineering, Thailand). The barrel temperatures of cast film extruder were 150-180°C with a screw speed of 30 rpm. The die and chill roll temperature of cast film extruder were set at 180°C and 60°C respectively. The thickness of PBS films was controlled about 100±5 µm.

**Preparation coated films.** To prepare coating solution, MCC (1% by weight of PBS) was dispersed in Dichloromethane with ultrasonication for 1 hr. The PBS pellets were dissolved in MCC solution with continuous stirring for 2 hr. Then the coating mixture was applied on PBS film surface using doctor blade method and then dried at room temperature for 24 hr.

### Characterization

**Fourier transforms infrared spectroscopy (FTIR) of unmodified, modified MCC and coated films.** FTIR was used to examine possible changes in the chemical structure of MCC. Infrared spectra of the unmodified, modified MCC by silanes and modified MCC by surfactant were obtained using FTIR spectrometer (Bruker Vertex 70, Germany). The infrared spectra were collected with a resolution of 4 cm<sup>-1</sup> and averaging 32 scans in 4000-400 cm<sup>-1</sup> wave number range.

**Dispersion characteristics of MCC.** The modification effects on dispensability of MCC in polar solvent and nonpolar solvents were examined by dispersed samples of unmodified and modified MCC in water and THF by ultrasonication for 1 hr. The sonication (Sonics vibra-cell VC 750, America) was carried out using 20% amplitude. The samples were then allowed to stand at room temperature for 1 day before observation and photographing.

**Scanning electron microscopy (SEM) of coated films.** The surface and cross section morphology of coated films were characterized by SEM (Hitachi TM3030, Japan) with acceleration voltage of 15 kV. The cross-section specimens were prepared by frozen in liquid nitrogen for 1 hr. and then were fractured.

**Gas permeability analysis of coated films.** Oxygen and carbon dioxide permeability of coated films were determined by using Gas Permeability Tester (Bruggler GDP-C, Germany). Gas permeability measurements were conducted at 23°C and 50 %RH by placing coating surface of multilayer films to the gas rich side. The coated film thickness was measured using micrometer (Teclock, Japan) to ± 2.0 µm.

**Thermal gravimetric analysis (TGA) of coated films.** The thermal stability of coated films was investigated by TGA (Mettler Toledo, Switzerland). The weight of the coated films was approximately 7 mg and they were heated from 50 to 600°C at a heating rate of 10°C/min. Nitrogen gas was used to protect the coated films from oxidation.

**Mechanical properties of coated films.** The tensile strength, Young's modulus and elongation at break of coated films were measured by universal testing machine (UTM; Instron 3300, USA) according to ASTM D882. Analyses were carried out with a 5 kN load cell and the speed used was 12.5 mm/min. Result were the average of 10 specimens of each material.

### Results and discussion

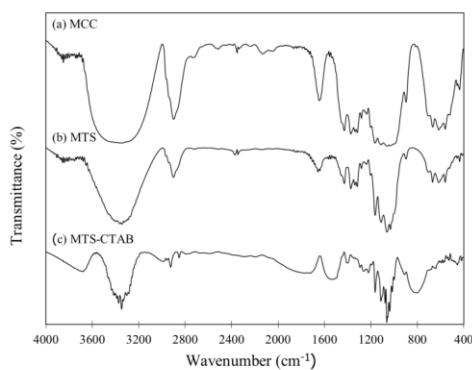
Table 2 presents thickness of PBS films and MCC coated PBS films, and coating thickness of MCC layer for each silane type. It is seen that the coating thickness was about 15 µm for MCC coated PBS films. The coating thickness was thicker when using silane to modify MCC particles. This implied that MCC particles dispersed better in coating solution after modified by silane. MCC particles could spread more evenly on film surface, while they agglomerated during the evaporation of solvent in the PBS film coated with unmodified MCC.

The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
 (1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
 October 31 – November 3, 2017  
 The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand

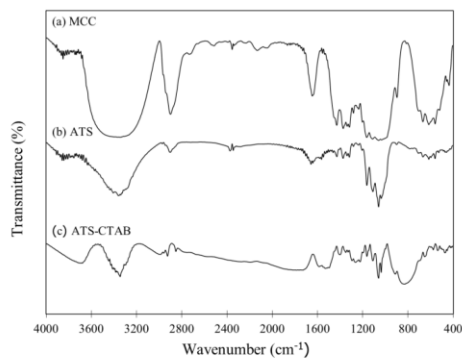
**Table 2 :** Thickness of PBS and MCC coated PBS films and coating thickness of MCC layers.

Sample code	Coated film thickness ( $\mu\text{m}$ )	Coating thickness ( $\mu\text{m}$ )
PBS	100.0	
PBS coated PBS	115.0 $\pm$ 0.6	15.0 $\pm$ 0.6
PBS coated MCC	115.6 $\pm$ 0.5	15.6 $\pm$ 0.5
PBS coated MTS	116.2 $\pm$ 1.2	16.2 $\pm$ 1.2
PBS coated ATS	116.3 $\pm$ 0.7	16.3 $\pm$ 0.7
PBS coated GPS	117.5 $\pm$ 0.8	17.5 $\pm$ 0.8

**FTIR analysis.** FTIR analysis can be used to identify structural changes occurred due to modification of MCC by silane and surfactant. FTIR spectra of the MCC modified by MTS, ATS and GPS are shown in Fig. 1, Fig. 2 and Fig. 3 respectively.

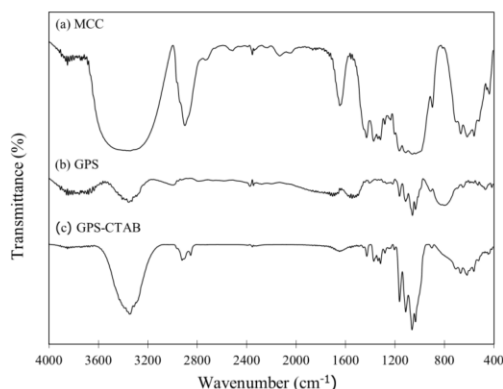


**Fig 1.** FTIR spectra of unmodified and modified MCC by MTS and surfactant.



**Fig 2.** FTIR spectra of unmodified and modified MCC by ATS and surfactant.

The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
 (1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
 October 31 – November 3, 2017  
 The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand



**Fig 3.** FTIR spectra of unmodified and modified MCC by GPS and surfactant.

**Table 3 :** Position and assignment of characteristic bands of unmodified and modified MCC by silane and surfactant.

Functional Group	Wavenumber (cm <sup>-1</sup> )
C-H Stretching	2980-2950
-CH <sub>2</sub> Stretching	2900
C=O Stretching	1700
C=C Stretching	1630
-CH <sub>2</sub> rocking	1480
C-N Stretching	1230-1020
-Si-O-Si- or -Si-O-C- Asymmetric stretching	1150
-Si-C Symmetric stretching	765
-Si-O-Si- Symmetric stretching	700

The characteristic absorption band at 765 cm<sup>-1</sup> corresponds to the -Si-C- symmetric stretching band and that around 700 cm<sup>-1</sup> to the -Si-O-Si- symmetric stretching. The band around 1150 cm<sup>-1</sup> corresponds to the asymmetric stretching of the -Si-O-Si- and/or to the -Si-O-C- bond. The former bond is used for indication of the polysiloxanes deposited on MCC particles. Moreover, the former bond is used for confirmation of condensation reaction between the silane and the MCC particles. [4] The presence of absorption band around 705 and 1160 cm<sup>-1</sup> further confirms successful modification of MCC by silane.

FTIR spectra of the MCC modified by MTS are shown in Fig. 1. The characteristic absorption band at 1700 cm<sup>-1</sup> corresponds to the C=O stretching and that around 1630 cm<sup>-1</sup> to the C=C stretching. The former bond is used for indication of the MTS deposited on MCC. [5] The presence of absorption band around 1655 cm<sup>-1</sup> further confirms successfully modified MCC by MTS.

FTIR spectra of the MCC modified by ATS are shown in Fig. 2. The characteristic absorption band at 2900 cm<sup>-1</sup> corresponds to the -CH<sub>2</sub> stretching. The former bond used for indication of ATS deposited on MCC. [6] The presence of absorption band around 2902 cm<sup>-1</sup> further confirm successfully modified MCC by ATS.

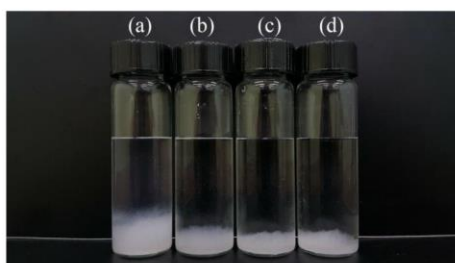
FTIR spectra of the MCC modified by GPS are shown in Fig. 3. The characteristic absorption band of GPS same the band of MCC. So, this result cannot clearly indicate to successfully modified MCC by GPS.

The characteristic absorption band at 2980 cm<sup>-1</sup> corresponds to the -CH stretching and weak absorption band at 1480 cm<sup>-1</sup> to the -CH<sub>2</sub> rocking. The former bond used for indication of the surfactant deposited on MCC.

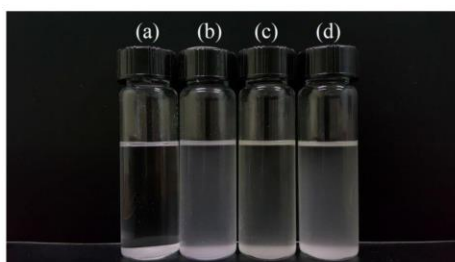
The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
 (1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
 October 31 – November 3, 2017  
 The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand

[3] The presence of absorption band around 2983 and 1490  $\text{cm}^{-1}$  further confirms successfully modified MCC by surfactant.

**Dispersion characteristics of MCC.** The state of suspension of unmodified and silane modified MCC in water is shown in Fig. 4 and in THF is shown in Fig. 5. Water was used to represent polar solvent for particle suspension. The results showed unmodified MCC particles were able to suspend in water more than silane modified MCC ones. This implied that silane modified MCC particles became more hydrophobic than unmodified ones. On the other hand, Tetrahydrofuran (THF) was used to represent non-polar solvent for particle suspension. It was clear that the unmodified MCC particles did not suspend in THF and precipitated eventually. The suspension state of silane modified MCC particles in THF showed varying degree of stability depending on type of silane. The modified MCC by MTS and GPS were higher stable suspension in non-polar solvent than the modified MCC by ATS. The results of dispersion of unmodified and modified MCC indicated that silane and surfactant converted MCC particles from a hydrophilic particle to a hydrophobic particle. [3]

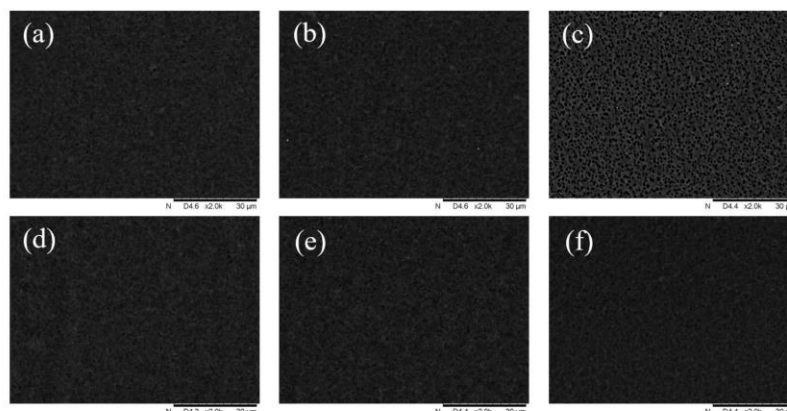


**Fig. 4** State of suspension of (a) unmodified MCC and modified MCC by (b) MTS, (c) ATS, (d) GPS in water.



**Fig 5.** State of suspension of (a) unmodified MCC and modified MCC by (b) MTS, (c) ATS, (d) GPS in THF.

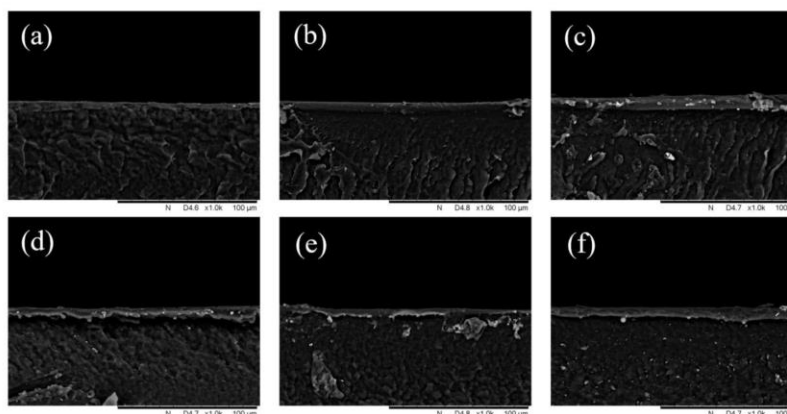
**Scanning electron microscopy (SEM) of coated films.** The SEM was used to characterize morphology, surface roughness and thickness of the coated films. The SEM images of coating layer surfaces were shown in Fig. 6. The cross-section area of coated films was shown in Fig. 7.



**Fig 6.** SEM images of coating layer surfaces (a) PBS, (b) PBS coated PBS, (c) PBS coated MCC, (d) PBS coated MTS, (e) PBS coated ATS, and (f) PBS coated GPS.

The SEM images of PBS film surface (Fig. 6a) and PBS film surface coated with PBS layer (Fig. 6b) show similar smooth surface without cracks. Some small pores were present on surface which might result from air bubbles inside the coating solution. In contrast, the SEM image of PBS film surface coated with unmodified MCC (Fig. 6c) was clearly rough surface. There were relatively bigger pores that were related to poor compatibility between unmodified MCC (hydrophilic) and PBS matrix (hydrophobic) causing MCC particles to be agglomerated after solvent evaporation. However, the PBS film coated with unmodified MCC did not crack and some unmodified MCC particles were pulled out from the PBS matrix. [7]

The SEM images of PBS film surfaces coated with modified MCC by MTS (Fig. 6d), ATS (Fig. 6e) and GPS (Fig. 6f) showed smooth surface without cracks, however, there were some small pores on surfaces. The silane modified MCC particles were embedded rather than be pulled out from the PBS matrix. This indicated strong interfacial adhesion between the silane modified MCC and PBS matrix. [7]

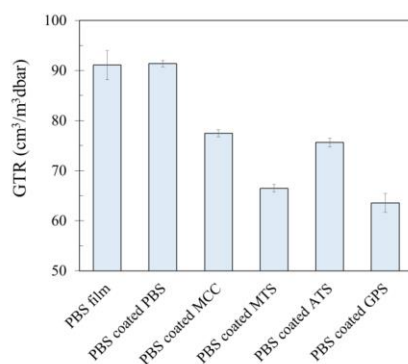


**Fig 7.** SEM images of cross-sectional coated films (a) PBS, (b) PBS coated PBS, (c) PBS coated MCC, (d) PBS coated MTS, (e) PBS coated ATS, and (f) PBS coated GPS.

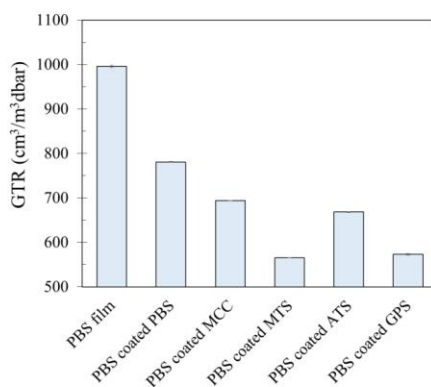
The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
 (1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
 October 31 – November 3, 2017  
 The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand

The SEM image of cross-sectional PBS film (Fig.7a) showed ductile failure of PBS matrix when it was cryogenic fracture. The SEM images of cross-sectional PBS film coated with PBS (Fig.7b), unmodified MCC (Fig. 7c), modified MCC by MTS (Fig.7d), ATS (Fig.7e) and GPS (Fig.7f) showed two clearly different areas corresponding to the coating layer and PBS substrate. The PBS substrate displayed rough surface indicating ductile failure similarly to PBS film. The thickness of PBS coating layer was about 10  $\mu\text{m}$ . The thickness of unmodified MCC coating layer was about 15  $\mu\text{m}$ , and there was the presence of unmodified MCC agglomerated into bigger particles. The thickness of modified MCC by MTS, ATS and GPS coating layer were about 15  $\mu\text{m}$  and the presence of modified MCC was better dispersed into thin layers covering the PBS film surfaces. This confirmed that the silane modified MCC was higher compatible with PBS matrix than unmodified MCC. [8]

**Gas permeability analysis of coated films.** The gas permeability analysis was used to evaluate of oxygen and carbon dioxide properties of coated films. The effect of unmodified and modified MCC by silane and surfactant on the barrier property of coated films was also investigated.



**Fig. 8.** The oxygen transmission rate ( $\text{O}_2$ -GTR) for PBS film and coated films.



**Fig. 9** The carbon dioxide transmission rate ( $\text{CO}_2$ -GTR) for PBS film and coated films.

The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
(1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
October 31 – November 3, 2017  
The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand

**Table 4 :** The oxygen (O<sub>2</sub>-GTR) and carbon dioxide (CO<sub>2</sub>-GTR) transmission rate for PBS film and coated films.

Sample	Oxygen		Carbon dioxide	
	GTR (cm <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> dbar)	Reduction (%)	GTR (cm <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> dbar)	Reduction (%)
PBS	91.08±2.92	-	995.60±7.26	-
PBS coated PBS	91.36±0.67	-	781.00±3.95	-
PBS coated MCC	77.48±0.69	15.19	693.80±6.55	11.17
PBS coated MTS	66.48±0.72	27.23	565.20±1.98	27.63
PBS coated ATS	75.62±0.88	17.23	668.40±5.79	14.42
PBS coated GPS	63.56±1.88	30.43	572.80±1.24	26.66

**Oxygen barrier properties.** Oxygen barrier property improvements obtained by the MCC coating layer on PBS film surface were shown in Fig. 8 and Table 4. The crystalline celluloses have high oxygen barrier property when using crystalline cellulose compounded with polymer such as polylactic acid (PLA). [1] Table 4 shows that GTR(O<sub>2</sub>) of PBS film coated with unmodified MCC was reduced by 15.19% compared to PBS film or the PBS film coated with PBS layer. Moreover, decreasing of oxygen permeation depended on types of silane used for MCC modification. The oxygen permeability of modified MCC coated films decreased by 17.23%, 27.23% and 30.48% for PBS films coated with modified MCC by ATS, MTS and GPS, respectively. Increasing oxygen barrier of the MCC layers could be explained by the result of MCC dispersion in the PBS layer. The MCC are microcrystalline which have good gas impermeability. Thus, the MCC particles interrupt the movement of gas permeating and force the gas molecules to travel tortuously resulting in longer permeation direction. Considering from the results, MCC dispersion depended on type of silane that used to modify MCC. In this study, the MCC modified by GPS would provide higher MCC dispersion than MCC modified by MTS and ATS, respectively. These results were conformable with SEM. [2]

**Carbon dioxide barrier properties.** Carbon dioxide barrier property improvements obtained by the MCC coating layer on PBS film surface were shown in Fig. 9 and Table 4. It is seen that GTR (CO<sub>2</sub>) of PBS was much higher than GTR(O<sub>2</sub>). From Table 4, it shows that GTR (CO<sub>2</sub>) of PBS film coated with unmodified MCC was reduced by 11.17% compared to PBS film coated with PBS layer. Similarly, decreasing of carbon dioxide permeation was observed to be depended with types of silane used for MCC modification. The carbon dioxide permeability of modified MCC coated films decreased by 14.42%, 26.66% and 27.63% for PBS films coated with modified MCC by ATS, GPS and MTS, respectively.

**Thermal gravimetric analysis (TGA) of coated films.** The thermal gravimetric analysis of PBS film and coated films is presented in Table 5. The coated films with MCC modified with all types of silane showed a single degradation temperature (T<sub>d</sub>) at 401.29±0.21 °C, which was similar to the PBS film. This implied that the coating layer did not have impact on thermal properties of the coated films. However, the onset degradation temperature (T<sub>on set</sub>) was slightly decreased for the PBS coated with PBS and unmodified MCC. This might result from the impact of using solvent by the coating method. The coated films show residue about 1.9-2.2 % which can be referred as MCC content. [9]

**Table 5 :** Thermal stability parameters of PBS film and MCC coated films.

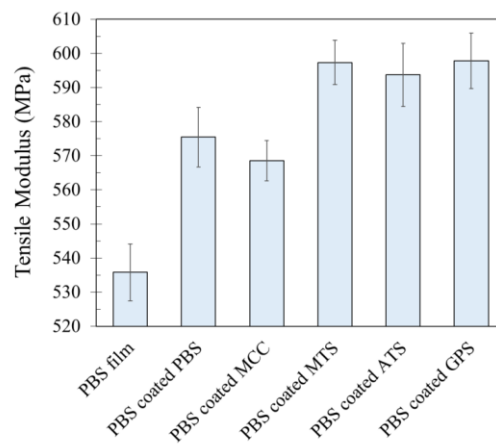
Sample	T <sub>on set</sub> (°C)	T <sub>d</sub> (°C)	Residue (%)
PBS film	373.08	401.67	2.21
PBS coated PBS	371.92	401.31	1.93
PBS coated MCC	372.22	401.27	1.94
PBS coated MTS	373.40	401.22	2.16
PBS coated ATS	373.55	401.05	2.12
PBS coated GPS	373.66	401.23	2.16

The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
 (1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
 October 31 – November 3, 2017  
 The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand

**Mechanical properties of coated films.** The Young's modulus, tensile strength and elongation at break of PBS film and coated films are presented in Fig. 10, Fig. 11, and Fig. 12, respectively. Table 6 summarizes the mechanical testing data. The MCC particles in coating layer slightly improve tensile properties of PBS films because these coating layers reinforced the film substrate by the more rigidity material.

**Table 6 :** Tensile properties of PBS film and MCC coated films.

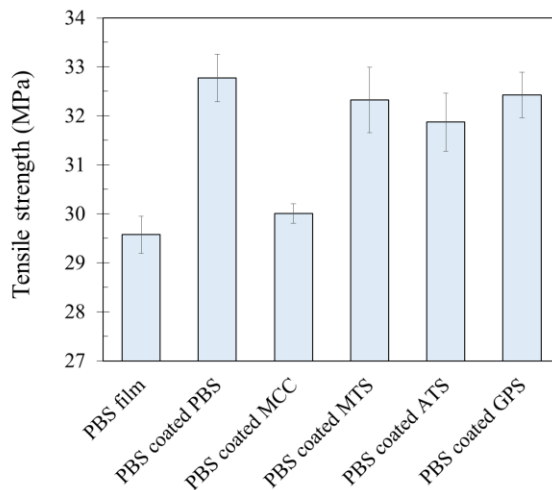
Samples	Young's modulus (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)
PBS film	535.82±8.35	29.58±0.38	13.80±0.46
PBS coated PBS	575.45±8.72	32.77±0.49	15.99±1.01
PBS coated MCC	568.48±5.89	30.01±0.20	14.42±1.03
PBS coated MTS	597.33±6.53	32.32±0.67	14.11±0.87
PBS coated ATS	593.68±9.26	31.87±0.59	14.32±1.64
PBS coated GPS	597.75±8.15	32.42±0.47	13.53±1.55



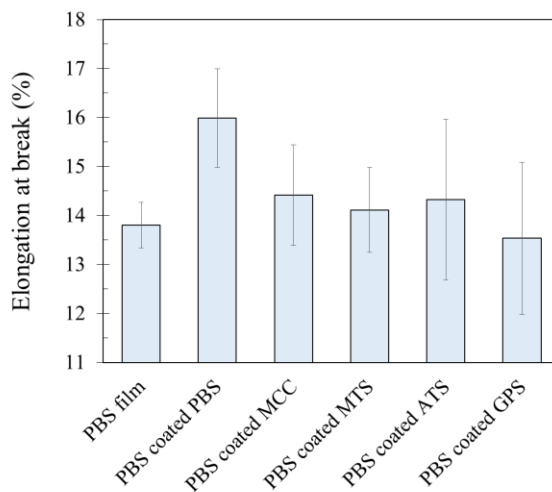
**Fig 10.** Young's modulus of PBS film and coated films.



The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
 (1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
 October 31 – November 3, 2017  
 The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand



**Fig 11.** Tensile strength of PBS film and coated films.



**Fig 12.** Elongation at break of PBS film and coated films.

Mechanical properties of PBS film coated with unmodified and modified MCC were compared with PBS film coated with PBS layer. The incorporation of unmodified MCC had a negative effect on the Young's modulus and tensile strength of coated films. More precisely the Young's modulus of PBS film coated with PBS

The First Materials Research Society of Thailand International Conference  
 (1<sup>st</sup> MRS Thailand International Conference)  
 October 31 – November 3, 2017  
 The Empress Convention Center, Chiang Mai, Thailand

layer decreased from 575.45 MPa to 568.48 MPa for PBS film coated unmodified MCC. And, the tensile strength decreased from 32.77 MPa for PBS film coated with PBS layer to 30.01 MPa for PBS film coated with unmodified MCC. Such behavior was due to the poor interfacial adhesion between unmodified MCC particles and PBS matrix. On the other hand, the PBS films coated with modified MCC had a positive effect on the Young's modulus of coated films but had a negative effect on film's elongation at break. It was found that the Young's modulus of PBS film coated with PBS layer increased from 575.45 MPa to 597.33, 593.68 and 597.75 MPa for PBS film coated modified MCC by MTS, ATS and GPS, respectively. The elongation at break slightly decreased from 15.99% for PBS film coated with PBS layer to 14.11, 14.32 and 13.53% for PBS film coated with modified MCC by MTS, ATS and GPS, respectively. Such behavior was due to good interfacial adhesion between modified MCC particles and PBS matrix. Therefore, this result could be concluded that the modification of MCC improved the interfacial adhesion which led to increasing of the Young's modulus and tensile strength but reduced the elongation at break of coated film. [10]

### Summary

FTIR spectrum indicated interaction between silane agents and MCC particles. The suspension state of modified MCC in THF showed varying degree of stability in non-polar solvent, depending on types of silane used to modify MCC particles. The MCC modified by MTS and GPS were higher stable suspension than MCC modified by ATS. The silane converted MCC particles from a hydrophilic particle to a hydrophobic particle. The SEM analysis showed the homogeneous coating deposited on PBS film surface with the thickness of 15±1 µm. The interfacial adhesion between PBS film and MCC coating layer were good. The oxygen and carbon dioxide gas transmission test showed that coating PBS films with modified MCC reduced GTR to be 10-30 % of the PBS film coated with PBS. Mechanical properties of coated films were slightly improved due to reinforcing effect of rigid coating material. TGA results showed that the coating layer did not have impact on thermal properties of the coated films. From the testing results, it confirmed that MCC coating layers were a promising method that could improve the gas permeability of PBS casting films.

### References

- [1] E. Fortunati, M. Peltzer, I. Armentano, L. Torre, A. Jimenez, J.M. Kenny, Effects of modified cellulose nanocrystals on the barrier and migration properties of PLA nano-biocomposites, *Carbohydrate Polymers*. 90 (2012) 948-956.
- [2] O. Ozcalik, F. Tihminlioglu, Barrier properties of corn zein nanocomposite coated polypropylene films for food packaging applications, *Journal of Food Engineering*. 114 (2013) 505-513.
- [3] A. Kaboorani, B. Riedl, Surface modification of cellulose nanocrystals (CNC) by a cationic surfactant, *Industrial Crops and Products*. 65 (2015) 45-55.
- [4] L.A. Pothan, S. Thomas, G. Groeninckx, The role of fibre/matrix interactions on the dynamic mechanical properties of chemically modified banana fibre/polyester composites, *Composites: Part A*. 37 (2006) 1260-1269.
- [5] M. Abdelmouleh, S. Boufi, M.N. Belgacem, A. Dufresne, Shot natural-fibre reinforced polyethylene and natural rubber composites: Effect of silane coupling agents and fibres loading, *Composites Science and Technology*. 67 (2007) 1627-1639.
- [6] H. He, J. Duchet, J. Galy, J-F. Gerard, Grafting of swelling clay materials with 3-aminopropyltriethoxysilane, *Journal of Colloid and Interface Science*. 288 (2005) 171-176.
- [7] C.C.S. Coelho, M.A. Cerqueira, R.N. Pereira, L.M. Pastrana, O. Freitas-Silva, A.A. Vicente, L.M.C. Cabral, J.A. Teixeira, Effect of moderate electric fields in the properties of starch and chitosan films reinforced with microcrystalline cellulose, *Carbohydrate Polymers*. 174 (2017) 1181-1191.
- [8] A. Chih, A. Anson-Casaos, J.A. Puertolas, Frictional and mechanical behavior of graphene/UHMWPE composite coatings, *Tribology International*. 116 (2017) 295-302.
- [9] K. Suchao-in, P. Koombhongse, S. Chirachanchai, Starch grafted poly(butylene succinate) via conjugation reaction and its role on enhancing the compatibility, *Carbohydrate Polymers*. 102 (2017) 95-102.
- [10] S. Deng, S. Binauld, G. Mangiante, J.M. Frances, A. Charlot, J. Bernard, X. Zhou, E. Fleury, Microcrystalline cellulose as reinforcing agent in silicone elastomers, *Carbohydrate Polymers*. 151 (2016) 899-906.

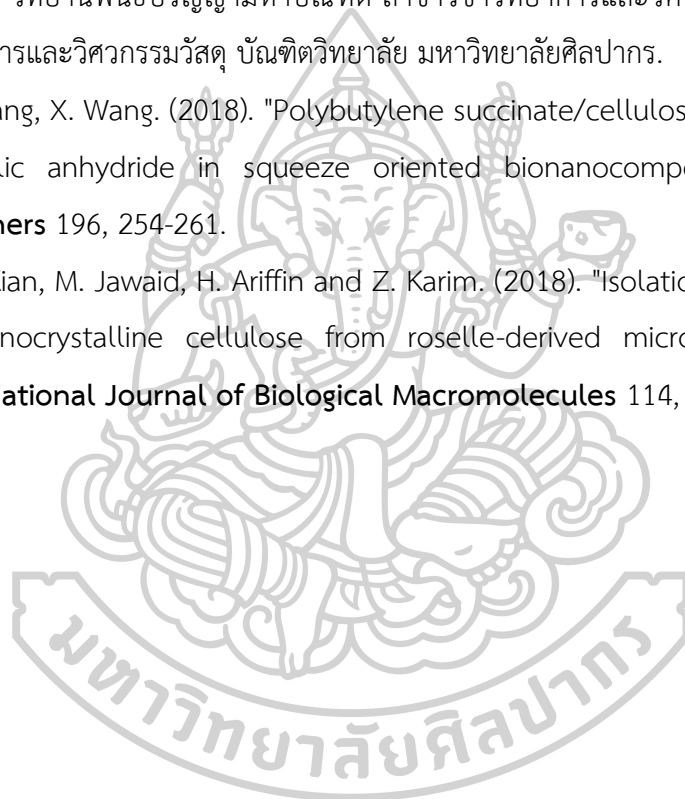
## รายการอ้างอิง

- [1] กองบรรณาธิการวารสารวิชาการ สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี (ไทย-ญี่ปุ่น). (2554). "PTT ผนึกกำลัง MCC พัฒนาอุตสาหกรรมพลาสติกชีวภาพในประเทศไทย." **Technology Promotion** 219, 82-85.
- [2] Valentina Siracusa, Nadia Lotti, Andrea Munari and Marco Dalla Rosa. (2015). " Poly(butylene succinate) and poly(butylene succinate-co-adipate) for food packaging applications: Gas barrier properties after stressed treatments." **Polymer Degradation and Stability** 119, 35-45.
- [3] E. Fortunati, M. Peltzer, I. Armentano, L. Torre, A. Jimenez and J. M. Kenny. (2012). "Effects of modified cellulose nanocrystals on the barrier and migration properties of PLA nano-biocomposites." **Carbohydrate Polymers** 90, 2: 948-56.
- [4] Kutlay Sever, Mehmet Sarikanat, Yoldaş Seki, Gökhan Erkan and Ümit Halis Erdoğan. (2010). "The Mechanical Properties of  $\gamma$ -Methacryloxypropyltrimethoxy silane-treated Jute/Polyester Composites." **Journal of Composite Materials** 44, 15: 1913-1924.
- [5] Yang Zhao, Jianhui Qiu, Huixia Feng and Min Zhang. (2012). " The interfacial modification of rice straw fiber reinforced poly(butylene succinate) composites: Effect of aminosilane with different alkoxy groups." **Journal of Applied Polymer Science** 125, 4: 3211-3220.
- [6] อีรวัดณ์ หาญสกุล, พลภัทร ศิริวัน, วรท รักศีล และ ผศ.ดร. อนุรักษ์กาญจน์ หงส์ศรีพันธ์. (2555). "ผลของการปรับปรุงเส้นใยที่มีผลต่อสมบัติของวัสดุคอมโพสิตระหว่างพอลิবিທີลีนซักซีเนตและเส้นใยยูคาลิปตัส." *ปริญญานิพนธ์ สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร.*
- [7] Mehraj Ahmad, Soottawat Benjakul, Thummanoon Prodpran and Tri Winarni Agustini. (2012). "Physico-mechanical and antimicrobial properties of gelatin film from the skin of unicorn leatherjacket incorporated with essential oils." **Food Hydrocolloids** 28, 1: 189-199.
- [8] พรวัลย์ ปานสมบัติ, ชุตินันท์ จีวรรักษา, ชัยวัฒน์ พงษ์พาลี และ ผศ.ดร.อนุรักษ์กาญจน์ หงส์ศรีพันธ์. (2555). "ผลของการปรับปรุงเส้นใยที่มีผลต่อสมบัติของวัสดุคอมโพสิตระหว่างพอลิবিທີลีนซักซี

- เน็ตและซีลื้อยไม้แดง." ปริญญาณิพนธ์ สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ ภาควิชา  
วิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร.
- [9] กองบรรณาธิการ. (2013). "ไบโอพลาสติกพอลิเมอร์แห่งอนาคต." **Plastics Foresight** 8, 22-34.
- [10] ศศิพงศ์ สุนทรเต็ม, ผศ.ดร.ณัฐวุฒิ ชัยยุตต์. (2555). "การเตรียมวัสดุคอมโพสิตความเข้ากันได้และสมบัติของนาโนซิลเวอร์ พอลิแลกติกแอซิด/พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต." วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร.
- [11] กองบรรณาธิการ. (2010). "พลาสติกย่อยสลายทางชีวภาพทางเลือกใหม่ใส่ใจสิ่งแวดล้อม." **Polymers' place** 10, 6-7.
- [12] เอกพิสิษฐ์ โชคอุทัยกุล, ผศ.ดร.ณัฐวุฒิ ชัยยุตต์. (2557). "แผ่นผสมระหว่างแป้งมันสำปะหลังกับไคโตซานที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสโดยมีน้ำมันหอมระเหยเป็นสารต้านเชื้อแบคทีเรีย." วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร.
- [13] Yanjun Xie, Callum A. S. Hill, Zefang Xiao, Holger Militz and Carsten Mai. (2010). "Silane coupling agents used for natural fiber/polymer composites: A review." **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing** 41, 7: 806-819.
- [14] G. Shah, R. Shri, V. Panchal, N. Sharma, B. Singh and A. S. Mann. (2011). "Scientific basis for the therapeutic use of Cymbopogon citratus, stapf (Lemon grass)." **Journal of Advanced Pharmaceutical Technology & Research** 2, 1: 3-8.
- [15] สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ. จุลินทรีย์ แบคทีเรีย ยีสต์. เข้าถึงเมื่อ 24 กรกฎาคม 2559. เข้าถึงได้จาก [www.nstda.or.th/nstda-r-and-d/17065-bacteria-yeast](http://www.nstda.or.th/nstda-r-and-d/17065-bacteria-yeast)
- [16] นางสาวสิรพร วรพันธุ์. โครงสร้างของแบคทีเรีย. เข้าถึงเมื่อ 24 กรกฎาคม 2559. เข้าถึงได้จาก [www.sites.google.com/site/miiwbio/baekhthireiy/khorngsrang-khxng-baekhthireiy](http://www.sites.google.com/site/miiwbio/baekhthireiy/khorngsrang-khxng-baekhthireiy).
- [17] เอกพิสิษฐ์ โชคอุทัยกุล ผศ.ดร.ณัฐวุฒิ ชัยยุตต์. (2557). "แผ่นผสมระหว่างแป้งมันสำปะหลังกับไคโตซานที่เสริมแรงด้วยเส้นใยแบคทีเรียเซลลูโลสโดยมีน้ำมันหอมระเหยเป็นสารต้านเชื้อแบคทีเรีย." มหาวิทยาลัยศิลปากร.
- [18] Alireza Kaboorani, Bernard Riedl. (2015). "Surface modification of cellulose nanocrystals (CNC) by a cationic surfactant." **Industrial Crops and Products** 65, 45-55.
- [19] Rigaku. XRD diffractometer. เข้าถึงเมื่อ 12 กุมภาพันธ์ 2561. เข้าถึงได้จาก

<https://www.rigaku.com/en/products/xrd/ttrax>

- [20] Christian Coelho, Mohammed Hennous, Vincent Verney and Fabrice Leroux. (2012). "Functionalisation of polybutylene succinate nanocomposites: from structure to reinforcement of UV-absorbing and mechanical properties." **RSC Advances** 2, 12:
- [21] อลงกรณ์ โพธิ์พันทนา, ผศ.ดร.ณัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์. (2557). "การศึกษาเปรียบเทียบพอลิเมอร์ เบลนด์ระหว่างพอลิবিวทิลีนซัคซิเนตและเส้นใยสังเคราะห์ขนาดสั้นที่มีการเติมสารเพิ่มความเข้ากันได้." วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาการและวิศวกรรมพอลิเมอร์ ภาควิชา วิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร.
- [22] X. Zhang, X. Wang. (2018). "Polybutylene succinate/cellulose nanocrystals: Role of phthalic anhydride in squeeze oriented bionanocomposites." **Carbohydrate Polymers** 196, 254-261.
- [23] L. K. Kian, M. Jawaid, H. Ariffin and Z. Karim. (2018). "Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from roselle-derived microcrystalline cellulose." **International Journal of Biological Macromolecules** 114, 54-63.





## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายณัชชา ก๊กเครือ
วัน เดือน ปี เกิด	15 เมษายน 2536
สถานที่เกิด	จังหวัดราชบุรี
วุฒิการศึกษา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วศ.บ.) ปีโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์
ที่อยู่ปัจจุบัน	20 หมู่ 1 ตำบลดอนกระเบื้อง อำเภอบ้านโป่ง จังหวัดราชบุรี 70110
ผลงานตีพิมพ์	Natcha Kokrue, Nattakarn Hongsriphan and Chanchai Thongpin. “Carbon dioxide barrier properties of polybutylene succinate coating with microcrystalline cellulose.” Proceedings in the 6th International Conference on Biodegradable Polymers, Mons, Belgium, September 11-13, 2017 Natcha Kokrue, Nattakarn Hongsriphan and Chanchai Thongpin. “Gas barrier properties of poly(butylene succinate) coating with microcrystalline cellulose.” Proceedings in the 1st Materials Research Society of Thailand International Conference, Chiang Mai, Thailand, October 31-November 3, 2017
รางวัลที่ได้รับ	ทุนผู้ช่วยผู้วิจัย จากศูนย์ความเป็นเลิศด้านเทคโนโลยีปิโตรเคมีและวัสดุ ในปี พ.ศ. 2558-2560 และทุนการศึกษา และทุนนักศึกษาผู้ช่วยสอนจาก ภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยี อุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร ในปีพ.ศ. 2558-2560