



การเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าวและการเตรียมฟิล์มคอมโพสิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์



โดย

นางสาวบุศรินทร์ ทวีคุณ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีศึกษา แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญามหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2562

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

การเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าวและการเตรียมฟิล์มคอมโพสิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเคมีศึกษา แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโทมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

ปีการศึกษา 2562

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร

PREPARATION OF NANOFIBERS FORM RICE STRAW AND THEIR COMPOSITE  
POLY (VINYL ALCOHOL) FILMS



By  
MISS Butsarin THAWEEKOON

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for Master of Science (CHEMICAL STUDIES)  
Department of CHEMISTRY  
Graduate School, Silpakorn University  
Academic Year 2019  
Copyright of Graduate School, Silpakorn University

หัวข้อ	การเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าวและการเตรียมฟิล์มคอมโพสิต พอลิไวนิลแอลกอฮอล์
โดย	บุศรินทร์ ทวีคุณ
สาขาวิชา	เคมีศึกษา แผนก ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโท
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชีวีตา สุวรรณชวลิต

---

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ได้รับพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา  
ตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

.....คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย  
(รองศาสตราจารย์ ดร.จุไรรัตน์ นันทานิช)

พิจารณาเห็นชอบโดย

.....ประธานกรรมการ  
(อาจารย์ ดร.กุลทัศน์ สุวัฒน์พิพัฒน์)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชีวีตา สุวรรณชวลิต)

.....อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธินี เกิดเทพ)

.....ผู้ทรงคุณวุฒิภายนอก  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปานไพลิน สีหาราช )

59301203 : เคมีศึกษา แผน ก แบบ ก 2 ระดับปริญญาโทบัณฑิต

คำสำคัญ : เซลลูโลส, ฟางข้าว, นาโนไฟเบอร์, फिल्मคอมโพสิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

นางสาว บุศรินทร์ ทวีคุณ: การเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าวและการเตรียมฟิล์มคอมโพสิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ชีวีตา สุวรรณชวลิต

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าวโดยผ่านปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก ร่วมกับกระบวนการเชิงกล โดยทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าว ดังนี้ ความเร็วรอบของการปั่นเส้นใย (1000 rpm, 1300 rpm และ 1600 rpm) อุณหภูมิที่ใช้ในการปรับสภาพ (45 °C, 60 °C, 80 °C) และระยะเวลาในการไฮโดรไลซิส (45 นาที, 90 นาที, 120 นาที) และศึกษาโครงสร้างและสัณฐานของเส้นใยเซลลูโลสถูกศึกษาโดยใช้เทคนิค Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-Ray Diffraction (XRD) และ Scanning Electron Microscope (SEM) พบว่าการใช้กระบวนการทางเคมีร่วมกับกระบวนการเชิงกล สามารถกำจัดเฮมิเซลลูโลส และลิกนินได้ดี เส้นใยที่ได้จะมีขนาดทั้งที่เป็นไมโครเมตรและนาโนเมตรปนกัน นอกจากนี้เส้นใยที่ได้มีลักษณะเป็นร่างแห นอกจากนี้ยังมีผลจาก ATR-FTIR และ XRD ช่วยยืนยันว่าได้เซลลูโลสที่ค่อนข้างบริสุทธิ์ จากผล SEM พบว่าเส้นใยที่ได้มีลักษณะเป็นเส้นใยร่างแหขนาดเล็กระดับนาโนเมตร สำหรับการเตรียมฟิล์มคอมโพสิตพบว่าเมื่อเปรียบเทียบระหว่างฟิล์ม PVA กับฟิล์มคอมโพสิตที่มีการผสมเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเชิงกลและเชิงเคมี นาโนเซลลูโลสกระจายตัวได้ดีในเมทริกซ์ของ PVA ได้ดี จากสมบัติเชิงกลของฟิล์มคอมโพสิต ทำให้พบว่าความเร็วรอบในการปั่นเส้นใยที่ 1600 rpm ที่มีปริมาณเส้นใย 1 phr ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ในการทำ hydrolysis ที่เหมาะสมคือ 120 นาที มีความแข็งแรงมากที่สุด นอกจากนี้ยังมีการทดสอบสมบัติทางความร้อนและการซึมผ่านไอน้ำของฟิล์มคอมโพสิต ได้ทำการศึกษาในงานวิจัยนี้ด้วย

59301203 : Major (CHEMICAL STUDIES)

Keyword : CELLULOSE, RICE STRAW, NANOFIBER, COMPOSITE POLY (VINYL ALCOHOL) FILMS

MISS BUTSARIN THAWEEKOON : PREPARATION OF NANOFIBERS FORM RICE STRAW AND THEIR COMPOSITE POLY (VINYL ALCOHOL) FILMS THESIS ADVISOR : ASSISTANT PROFESSOR DR. CHEEWITA SUWANCHAWALIT, Ph.D.

In this research, nanocellulose was isolated from rice straw by  $H_2SO_4$  hydrolysis and mechanical treatments. The optimal condition for prepared nanocellulose were varying the speed of homogenized (1000, 1300 and 1600 rpm), acid hydrolysis temperatures (45 °C, 60 °C, 80 °C) and acid hydrolysis time (45 min, 90 min, 120 min). The structure, chemical composition and morphology of the obtained cellulose fiber were studied by using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The FTIR and SEM results showed the removal of hemicellulose and lignin from the rice straw fibers. The XRD results of the treated fibers showed the improvement of crystallinity. The SEM results showed nano cellulose fibers with the width distribution around on the range of 50-60 nm. For prepared nanocomposites consist of nanofiber cellulose (NCFs) isolated from rice straw and polyvinyl alcohol (PVA) were prepared by solution casting. The structure and morphologies of nanocomposites were characterized using XRD and SEM technique. The mechanical properties results found that PVA/1600 rpm with 1 phr (hydrolysis temperatures = 45 °C and acid hydrolysis time = 45 min) nanocomposite has a great strength in this studie. Moreover, the thermal property and water permeability were investigated in this research.

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยความช่วยเหลือจากบุคคลหลายท่าน ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชิวิตา สุวรรณขวลิต อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธินี เกิดเทพ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม เป็นอย่างสูงสำหรับคำแนะนำ การชี้แนะ แนวทางในการดำเนินงาน ค่าใช้จ่ายในการดำเนินงานและแนวทางสำหรับการแก้ไขปัญหาในงานวิจัย เสมอมา ทำให้สามารถดำเนินงานวิจัยได้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่วางไว้ ขอขอบพระคุณอาจารย์ ดร.กุลทัศน์ สุวัฒน์พิพัฒน์ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รวมไปถึงผู้ทรงคุณวุฒิภายนอก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปานไพลิน สีหาราช และกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน

ขอขอบพระคุณเหล่าคณาจารย์ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ทุกท่านที่ไม่ได้กล่าวถึงในที่นี้ ซึ่งช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาและประสบการณ์ให้แก่ข้าพเจ้า และขอขอบพระคุณ ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่ได้ให้การสนับสนุนทั้งด้านทุนวิจัย สารเคมี อุปกรณ์ และเครื่องมือต่าง ๆ รวมทั้งเจ้าหน้าที่ประจำห้องปฏิบัติการของภาควิชาเคมีทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัยครั้งนี้ รวมถึงภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่เอื้อเฟื้ออุปกรณ์ สถานที่และอำนวยความสะดวกสำหรับการใช้เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณครอบครัวของข้าพเจ้าที่เป็นกำลังใจให้เสมอมา

บุศรินทร์ ทวีคุณ

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 สมมติฐานของงานวิจัย.....	3
1.4 ขอบเขตการวิจัย.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 เซลลูลอส.....	4
2.2 การปรับสภาพของเส้นใย.....	6
2.3 พอลิเมอร์คอมโพสิต.....	10
2.4 ทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	12
บทที่ 3 เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี และวิธีการดำเนินงานวิจัย.....	23
3.1 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย.....	23
3.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	24
3.3 สารเคมีที่ช่วยในงานวิจัย.....	24
3.4 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	25



3.4.1	ศึกษาสภาวะในการเตรียมนาโนเซลลูโลสด้วยวิธีไฮโดรไลซิสไมโครไฟเบอร์จากฟางข้าวด้วย $H_2SO_4$ ร่วมกับกระบวนการเชิงกล.....	26
3.4.1.1	การศึกษาความเร็วรอบของการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง (Homoginization).....	26
3.4.1.2	การศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการปรับสภาพ (45 °C, 60°C และ 80°C).....	27
3.4.1.3	การศึกษาระยะเวลาในการปรับสภาพ (45 นาที, 90 นาที และ 120 นาที).....	27
3.4.2	ศึกษาสภาวะในการเตรียมฟิล์มนาโนเซลลูโลสพอลิไวนิลแอลกอฮอล์คอมโพสิต .....	27
3.4.3	ศึกษาคุณลักษณะของเส้นใยและฟิล์มคอมโพสิตที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ .....	29
3.4.4	ศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์.....	29
บทที่ 4	ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง .....	31
4.1	โครงสร้างระดับจุลภาคของเส้นใยฟางข้าวที่ผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด $H_2SO_4$ ร่วมกับกระบวนการเชิงกล .....	31
4.1.1	ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยฟางข้าวที่ผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด $H_2SO_4$ ร่วมกับกระบวนการเชิงกล.....	31
4.1.1.1	การศึกษาความเร็วรอบของการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง (Homoginization).....	31
4.1.1.2	การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส.....	32
4.1.1.3	การศึกษาระยะเวลาในการปรับสภาพ (45 นาที, 90 นาที และ 120 นาที).....	32
4.1.2	การศึกษาโครงสร้างของเส้นใยด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน .....	35
4.1.3	การศึกษาหมู่ฟังก์ชันของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการทางเคมี .....	36
4.2	ผลของการศึกษาสภาวะในการเตรียมฟิล์มนาโนเซลลูโลสพอลิไวนิลแอลกอฮอล์คอมโพสิต ..	37
4.2.1	ลักษณะทางกายภาพทั่วไป.....	37
4.2.2	ปริมาณของนาโนเซลลูโลสที่ 0, 1, 3, 5 และ 7 phr.....	45
4.2.2.1	ผลของกระบวนการเชิงกลหรือความเร็วรอบ.....	45
4.2.2.2	ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรไลซิสร่วมกับกระบวนการเชิงกล .....	49

4.2.2.3 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิสร่วมกับกระบวนการเชิงกลและ อุณหภูมิที่เหมาะสม.....	57
4.2.3 สัณฐานวิทยาของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิต.....	62
4.2.4 สมบัติทางความร้อน.....	65
4.2.5 การซึมผ่านของไอน้ำในฟิล์มคอมโพสิต.....	68
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	70
รายการอ้างอิง.....	72
ภาคผนวก.....	75
ผลงานเสนอทางวิชาการ.....	76
ประวัติผู้เขียน.....	85



## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1	แสดงคุณสมบัติเชิงกลเมื่อพิจารณาจากค่า Yong's modulus (Er) ..... 13
ตารางที่ 2	คุณสมบัติเชิงกลและคุณสมบัติทางความร้อนของคอมโพสิตตัวอย่าง จากสูตรที่แตกต่างกัน ..... 14
ตารางที่ 3	อัตราส่วนการขึ้นรูปฟิล์มคอมโพสิตระหว่างสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ และเส้นใยตัวอย่าง..... 28
ตารางที่ 4	แสดงเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก (Crystallinity index ; Cri) ของเส้นใย ที่ผ่านการไฮโดรไลซิสที่เวลาต่าง ๆ..... 36
ตารางที่ 5	ภาพถ่าย SEM ของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิต ..... 63
ตารางที่ 6	สมบัติทางความร้อนของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตที่ถูกลวิเคราะห์ ด้วยเทคนิค DSC..... 66
ตารางที่ 7	สมบัติการทนความร้อนของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตที่ถูกลวิเคราะห์ ด้วยเทคนิค TGA..... 67
ตารางที่ 8	การซึมผ่านไอน้ำ Water vapor permeability (WVP) ของตัวอย่าง ฟิล์มคอมโพสิตในสูตรต่าง ๆ..... 69

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1 ตัวอย่างฟางข้าว .....	1
รูปที่ 2 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส .....	4
รูปที่ 3 โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลส .....	4
รูปที่ 4 แสดงโครงสร้างทางเคมีของเฮมิเซลลูโลส .....	5
รูปที่ 5 แสดงโครงสร้างทางเคมีของลิกนิน .....	5
รูปที่ 6 ปฏิกิริยาระหว่างลิกนินและโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	6
รูปที่ 7 ปฏิกิริยาการปรับสภาพเส้นใยเซลลูโลสด้วย NaOH .....	7
รูปที่ 8 ปฏิกิริยาระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับเซลลูโลส.....	9
รูปที่ 9 กลไกการตัดพันธะ 1,4-Glycosidic ระหว่างแต่ละ monomer ของ cellulose ด้วยวิธีไฮโดรไลซิส .....	10
รูปที่ 10 โครงสร้างของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์.....	12
รูปที่ 11 กราฟแสดงส่องผ่านของแสงกับปริมาณของนาโนไฟเบอร์ที่เติม (บน) เปรียบเทียบการวัดความใสของฟิล์มที่มีการเติมนาโนไฟเบอร์ที่ปริมาณต่างกันเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า (ล่าง).....	13
รูปที่ 12 ภาพ TEM แสดงขนาดของเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ .....	14
รูปที่ 13 ภาพถ่าย (a) ข้าวโพด, (b) ชั่งข้าวโพดก่อน, (c) ชั่งข้าวโพดก่อนและ (d) ข้าวโพดหลังทำให้บริสุทธิ์ .....	15
รูปที่ 14 ภาพ AFM แสดงขนาดนาโนไฟเบอร์ที่เตรียมได้(บน) เปรียบเทียบคุณสมบัติเชิงกลที่ได้จากคอมโพสิตที่เตรียมได้ (ล่าง) .....	16
รูปที่ 15 ภาพของแกลบ (a) แกลบที่ไม่ได้ปรับสภาพ, (b) แกลบที่ปรับสภาพด้วยต่าง และ (c) แกลบฟอกขาว .....	17
รูปที่ 16 ภาพ TEM ของนาโนเซลลูโลสที่ได้.....	17
รูปที่ 17 ขนาดของนาโนไฟเบอร์ที่เตรียมได้จากการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก.....	18

รูปที่ 18	คุณสมบัติเชิงกลของคอมโพสิต (บน) และความทนต่อความร้อนของคอมโพสิต (ล่าง).....	19
รูปที่ 19	ความทนต่อความร้อนของคอมโพสิตที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรโบรมิก 1.5 M และ 2.5 M.....	20
รูปที่ 20	ค่า tensile strength และความต้านทานการซึมผ่านของน้ำ.....	21
รูปที่ 21	Mechanical properties ของคอมโพสิตตัวอย่าง .....	22
รูปที่ 22	ความสามารถในการต้านทานการซึมผ่านของน้ำ.....	22
รูปที่ 23	การไฮโดรไลซิสไมโครไฟเบอร์ด้วยกรดซัลฟิวริก.....	26
รูปที่ 24	ตัวอย่างฟิล์มคอมโพสิตที่เตรียมได้ด้วยวิธี solution casting.....	28
รูปที่ 25	SEM ของเส้นใยที่มีการปั่นเส้นใยที่ความเร็วรอบที่ต่างกัน a) MFC, b) 1000, c) 1300 และ d) 1600 rpm.....	31
รูปที่ 26	SEM ของเส้นใยที่ไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิต่างกัน a) 45, b) 60 และ c) 80 องศาเซลเซียส.....	33
รูปที่ 27	SEM ของเส้นใยที่ไฮโดรไลซิสที่เวลาต่างกัน a) 45, b) 90 และ c) 120 นาที.....	34
รูปที่ 28	XRD ของเส้นใยที่สภาวะต่าง ๆ.....	35
รูปที่ 29	FT-IR ของเส้นใยที่สภาวะต่าง ๆ.....	37
รูปที่ 30	ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และ MFC ที่ a) 0, b) 1, c) 3, d) 5 และ e) 7 phr.....	38
รูปที่ 31	แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1000 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr.....	40
รูปที่ 32	แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1300 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr.....	40

รูปที่ 33	แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr.....	41
รูปที่ 34	แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 60 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr.....	41
รูปที่ 35	แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 80 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr.....	42
รูปที่ 36	แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr.....	42
รูปที่ 37	แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 90 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr.....	43
รูปที่ 38	แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 120 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr.....	43
รูปที่ 39	ร้อยละการส่องผ่านของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตที่เตรียมด้วยการผสมนาโนเซลลูโลสที่ภาวะที่แตกต่างกัน โดยใช้เวลาในการใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดยที่ 45 min, 90 min และ 120 min คือสภาวะที่เตรียมด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส สำหรับการปรับ.....	44
รูปที่ 40	ภาพแสดงค่า Tensile strength ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ a) 1000, b) 1300 และ c) 1600 rpm ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr.....	46
รูปที่ 41	ภาพแสดงค่า Elongation at break ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ a) 1000, b) 1300 และ c) 1600 rpm ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr.....	48
รูปที่ 42	ภาพแสดงค่า Young's Modulusของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ a) 1000, b) 1300 และ c) 1600 rpm ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr.....	49

รูปที่ 43	แผนภาพแสดงค่า Tensile strength ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่อุณหภูมิ a) MFC, b) 45 °C, c) 60 °C และ d) 80 °C ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr .....	52
รูปที่ 44	แผนภาพแสดงค่า Elongation at break ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่อุณหภูมิ a) MFC, b) 45 °C, c) 60 °C และ d) 80 °C ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr .....	54
รูปที่ 45	แผนภาพแสดงค่า Young's modulus ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่อุณหภูมิ a) MFC, b) 45 °C, c) 60 °C และ d) 80 °C ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr .....	56
รูปที่ 46	แผนภาพแสดงค่า Tensile strength ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา a) 45 นาที, b) 90 นาที และ c) 120 นาที ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr .....	59
รูปที่ 47	แผนภาพแสดงค่า Elongation at break ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา a) 45 นาที, b) 90 นาที และ c) 120 นาที ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr .....	60
รูปที่ 48	แผนภาพแสดงค่า Young's modulus ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา a) 45 นาที, b) 90 นาที และ c) 120 นาที ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr .....	62
รูปที่ 49	สเปกตรัม XRD ของ (a) फिल्म PVA และ (b) फिल्मคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลสปริมาณ 1 phr ที่เตรียมจากสภาวะการปั่นด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ที่ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา 120 นาที.....	65
รูปที่ 50	TGA thermogram ของเส้นใยที่ได้จากสภาวะต่างๆ .....	68



## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

##### 1.1.1 มลพิษทางสิ่งแวดล้อม

ในปัจจุบันประชากรโลกมีจำนวนเพิ่มขึ้น จึงทำให้อุตสาหกรรมต่าง ๆ เติบโตอย่างรวดเร็ว หนึ่งในนั้นคืออุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับพอลิเมอร์สังเคราะห์จากปิโตรเคมีที่มีการผลิตขึ้นมาหลากหลายรูปแบบ เช่น ยางสังเคราะห์ เส้นใยสังเคราะห์ โดยเฉพาะผลิตภัณฑ์จำพวกพลาสติก ไม่ว่าจะเป็นวัสดุอุปกรณ์ต่าง ๆ จากพลาสติก บรรจุภัณฑ์พลาสติก เป็นต้น ดังนั้นผลที่ตามมาคือเกิดขยะจากพลาสติกเหล่านี้เป็นจำนวนมาก เนื่องจากพลาสติกที่เป็นผลิตภัณฑ์จากปิโตรเคมีนี้ต้องใช้เวลาในการย่อยสลายนาน เป็นเหตุให้เกิดมลพิษทางสิ่งแวดล้อมอย่างต่อเนื่อง ซึ่งมนุษย์มีความตระหนักต่อปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อมเหล่านี้ จึงสนใจที่จะนำพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ (biodegradable plastic) มาพัฒนาเพื่อให้ใช้งานได้อย่างกว้างขวางมากยิ่งขึ้น ตัวอย่างเช่น พอลิแลคติกแอซิด (Polylactic acid, PLA) พอลิไฮดรอกซีบิวทีเรต (Polyhydroxybutyrate, PHB) พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Polybutylene succinate, PBS) และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA) แต่พลาสติกชีวภาพนี้ยังมีข้อจำกัด คือ มีความเปราะและฉีกขาดได้ง่าย อีกทั้งประเทศไทยเป็นประเทศที่ประกอบอาชีพหลักคือการทำเกษตรกรรม โดยส่วนมากเป็นการทำนาข้าว ดังนั้นภายหลังจากเก็บเกี่ยวผลผลิต จะทำให้มีฟางข้าวเหลือใช้ที่เป็นของเสียจากการเกษตรจำนวนมาก ดังนั้นเราจึงมีแนวคิดที่จะนำฟางข้าวมาใช้ให้เกิดประโยชน์ เพื่อเป็นการเพิ่มมูลค่าให้แก่ฟางข้าว และช่วยลดปัญหาขยะได้อีกด้วย



รูปที่ 1 ตัวอย่างฟางข้าว



จากที่กล่าวมาข้างต้น จึงมีแนวคิดที่จะนำเส้นใยจากฟางข้าวมาใช้ประโยชน์ ในด้านการเสริมแรงให้กับพอลิเมอร์คอมโพสิต นอกจากนี้เส้นใยธรรมชาตินั้นสามารถหาได้ง่าย ราคาถูก และมีความหนาแน่นต่ำ ส่งผลให้คอมโพสิตที่ได้มีน้ำหนักเบา ช่วยให้คอมโพสิตมีความแข็งแรงมากขึ้นและสามารถย่อยสลายทางชีวภาพได้ง่ายขึ้น ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้เลือกพอลิเมอร์เป็น พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เนื่องจากเป็นพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ง่ายที่นิยมใช้งาน อีกทั้งคอมโพสิตที่ได้ จากการพอลิไวนิลแอลกอฮอล์นั้นจะมีความใสอีกด้วย นอกจากนี้ยังได้ทำการสกัดเส้นใยเซลลูโลสให้เป็นเส้นใยที่มีขนาดเล็กไปจนถึงระดับนาโนเมตรซึ่งจะช่วยให้ความเข้ากันได้ระหว่างเส้นใยเซลลูโลสกับพอลิเมอร์เมทริกซ์นั้นจะช่วยเพิ่มความแข็งแรงให้กับพอลิเมอร์คอมโพสิตได้ดีขึ้น และยังคง ความใสของคอมโพสิตที่ได้

ดังนั้นจึงต้องมีกระบวนการลดขนาดของเส้นใยธรรมชาติลง เพื่อให้สามารถรวมตัวกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ได้ดีขึ้น เพื่อให้สมบัติเชิงกลของคอมโพสิตที่ได้นั้นดียิ่งขึ้น โดยก่อนทำการลดขนาดของเส้นใยต้องทำการปรับสภาพเส้นใยเพื่อกำจัดลิกนิน และเฮมิเซลลูโลสออก ซึ่งจะได้เป็นไมโครไฟเบอร์ (microfibril cellulose, MFC) จากนั้นจึงอาศัยกระบวนการเชิงกล ได้แก่ การปั่นกวานที่ความเร็วรอบสูง และกระบวนการทางเคมี ได้แก่ การไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก (sulfuric acid,  $H_2SO_4$ ) ซึ่งคาดว่าเส้นใยที่ผ่านการลดขนาดลงจะมีขนาดของเส้นใยอยู่ในระดับนาโนเมตร และมีขนาดที่เหมาะสมสำหรับการนำไปใช้เสริมแรงในพอลิเมอร์เมทริกซ์ชนิดต่าง ๆ งานวิจัยนี้จึงสนใจศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าว โดยอาศัยกระบวนการทางเคมี คือ การไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก ร่วมกับกระบวนการเชิงกล

## 1.2 วัตถุประสงค์

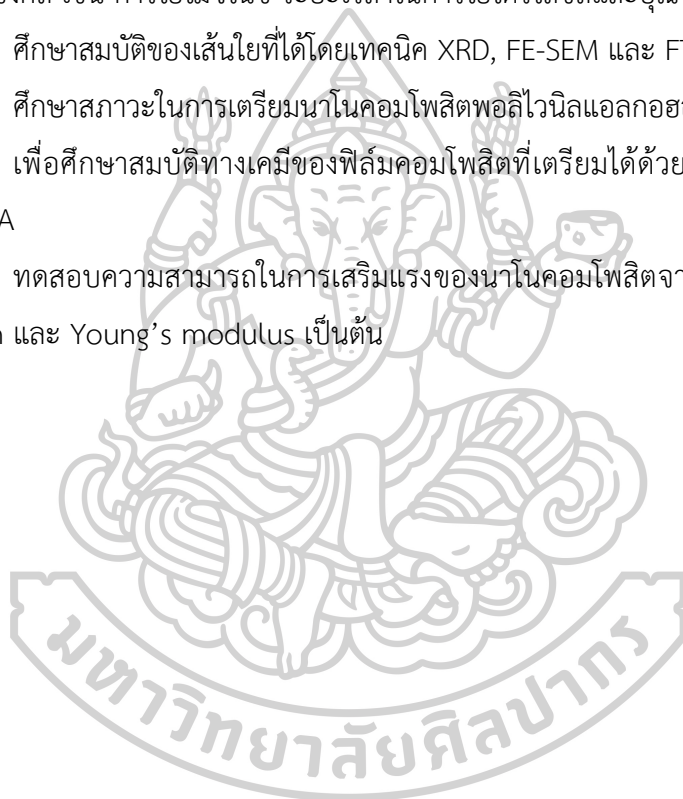
1. เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าวโดยการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก ( $H_2SO_4$ ) ร่วมกับกระบวนการเชิงกล
2. เพื่อศึกษาสมบัติทางเคมีของนาโนไฟเบอร์ที่เตรียมได้
3. ศึกษาสภาวะในการเตรียมนาโนคอมโพสิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ฟิล์ม
4. เพื่อศึกษาสมบัติทางเคมีของนาโนไฟเบอร์ที่เตรียมได้และฟิล์มคอมโพสิตที่เตรียมได้
5. เพื่อศึกษาสมบัติเชิงกล เช่น ค่าความทนต่อแรงดึง (tensile strength) เปอร์เซ็นต์การยืดตัว (%elongation) และค่าความแข็ง (Young's modulus) ของนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าวผสมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

### 1.3 สมมติฐานของงานวิจัย

เส้นใยจากฟางข้าวที่ผ่านการลดขนาดลงด้วยกระบวนการเชิงกลและกระบวนการเชิงเคมีโดยวิธีไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกแล้วจะมีขนาดลดลงกลายเป็นนาโนไฟเบอร์และสามารถทำหน้าที่เป็นสารเสริมแรงให้กับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ได้ดีกว่าเส้นใยไมโครไฟเบอร์

### 1.4 ขอบเขตการวิจัย

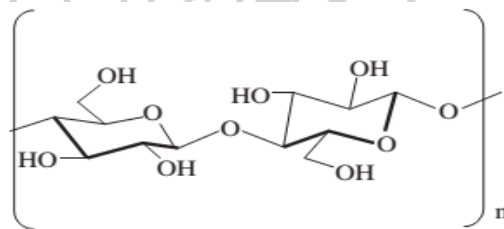
1. ทำการศึกษาขั้นตอนและสถานะในการเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าวด้วยกระบวนการเชิงกล เช่น การโฮมจีไนซ์ ระยะเวลาในการไฮโดรไลซิสและอุณหภูมิในการไฮโดรไลซิส
2. ศึกษาสมบัติของเส้นใยที่ได้โดยเทคนิค XRD, FE-SEM และ FTIR
3. ศึกษาสถานะในการเตรียมนาโนคอมโพสิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ฟิล์ม
4. เพื่อศึกษาสมบัติทางเคมีของฟิล์มคอมโพสิตที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค XRD, FE-SEM, FTIR และ TGA
5. ทดสอบความสามารถในการเสริมแรงของนาโนคอมโพสิตจากค่า tensile strength, %elongation และ Young's modulus เป็นต้น



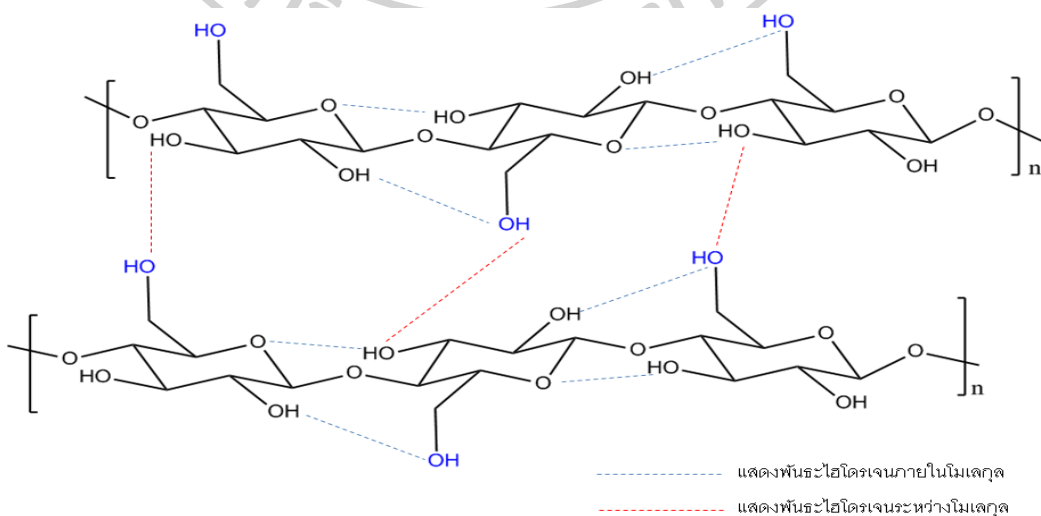
## บทที่ 2 ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

### 2.1 เซลลูโลส

เซลลูโลส (Cellulose) เป็นองค์ประกอบหลักของเนื้อเยื่อไม้ในพืชโดยมีคุณสมบัติที่แข็งแรงมั่นคงและมีโครงสร้างเส้นใยที่เสถียร โดยเป็นสารประกอบพอลิแซคคาไรด์ (Polysaccharides) สายตรงที่ประกอบด้วยมอนอเมอร์คือ กลูโคส ( $C_6H_{12}O_5$ )<sub>n</sub> เชื่อมต่อกันด้วยพันธะเบต้า-1,4-ไกลโคไซด์ิก ( $\beta$ -1,4-glycosidic bond) ประกอบด้วยหน่วยย่อยประมาณ 1,000-10,000 โมเลกุล ในแต่ละหน่วยซ้ำจะพบหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) 3 หมู่ทำให้เกิดพันธะไฮโดรเจนภายในโมเลกุล และอีก 1 หมู่ ที่เหลือทำพันธะกับโมเลกุลข้างเคียง [1] โครงสร้างของเซลลูโลสมีความเป็นผลึกสูง มีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ มีอุณหภูมิหลอมตัวสูงจึงมักสลายตัวก่อนถึงอุณหภูมิหลอมตัว มีความสามารถในการละลายต่ำ

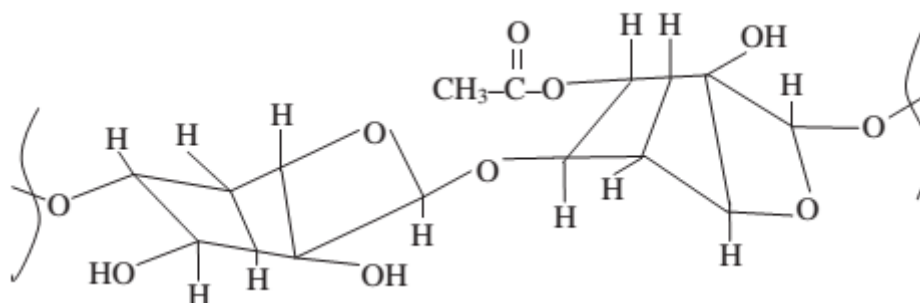


รูปที่ 2 โครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส [2]



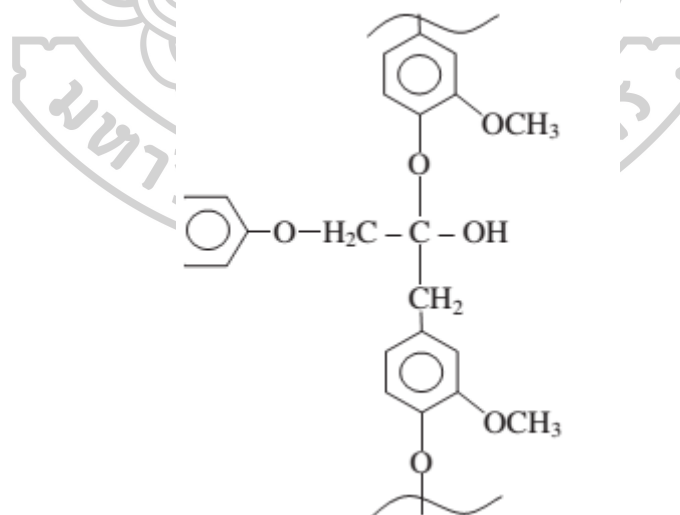
รูปที่ 3 โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยเซลลูโลส [3]

เฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) มีโครงสร้างและองค์ประกอบคล้ายเซลลูโลส แต่เฮมิเซลลูโลสประกอบไปด้วยน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยวหลายชนิด เช่น กลูโคส กาแลกโตส แมนโนส ไซโลส และอะราบิโนส ดังรูปที่ 4 ลักษณะโครงสร้างของเฮมิเซลลูโลสนั้นเป็นโซ่ที่มีกิ่งมากมาย ดังนั้นจึงมักมีลักษณะเป็นอสัณฐานและมีน้ำหนักเบากว่าเซลลูโลส 10-100 เท่า ซึ่งโครงสร้างของเฮมิเซลลูโลสในพืชแต่ละชนิดจะแตกต่างกัน



รูปที่ 4 แสดงโครงสร้างทางเคมีของเฮมิเซลลูโลส

ลิกนิน (Lignin) เป็นสารที่เกิดการรวมตัวอยู่ในเนื้อเยื่อไม้ มีองค์ประกอบที่ไม่แน่นอน มีสารอะโรมาติกเป็นแกนกลาง มีลักษณะเป็นอสัณฐาน ดังรูปที่ 5 [4] และมีน้ำหนักโมเลกุลสูง ไม่ละลายน้ำ ไม่ยืดหยุ่น มีความแข็งแรงทนทาน

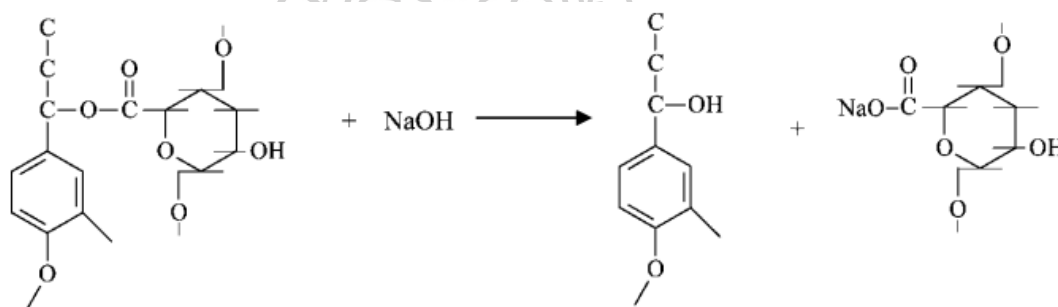


รูปที่ 5 แสดงโครงสร้างทางเคมีของลิกนิน [2]

## 2.2 การปรับสภาพของเส้นใย

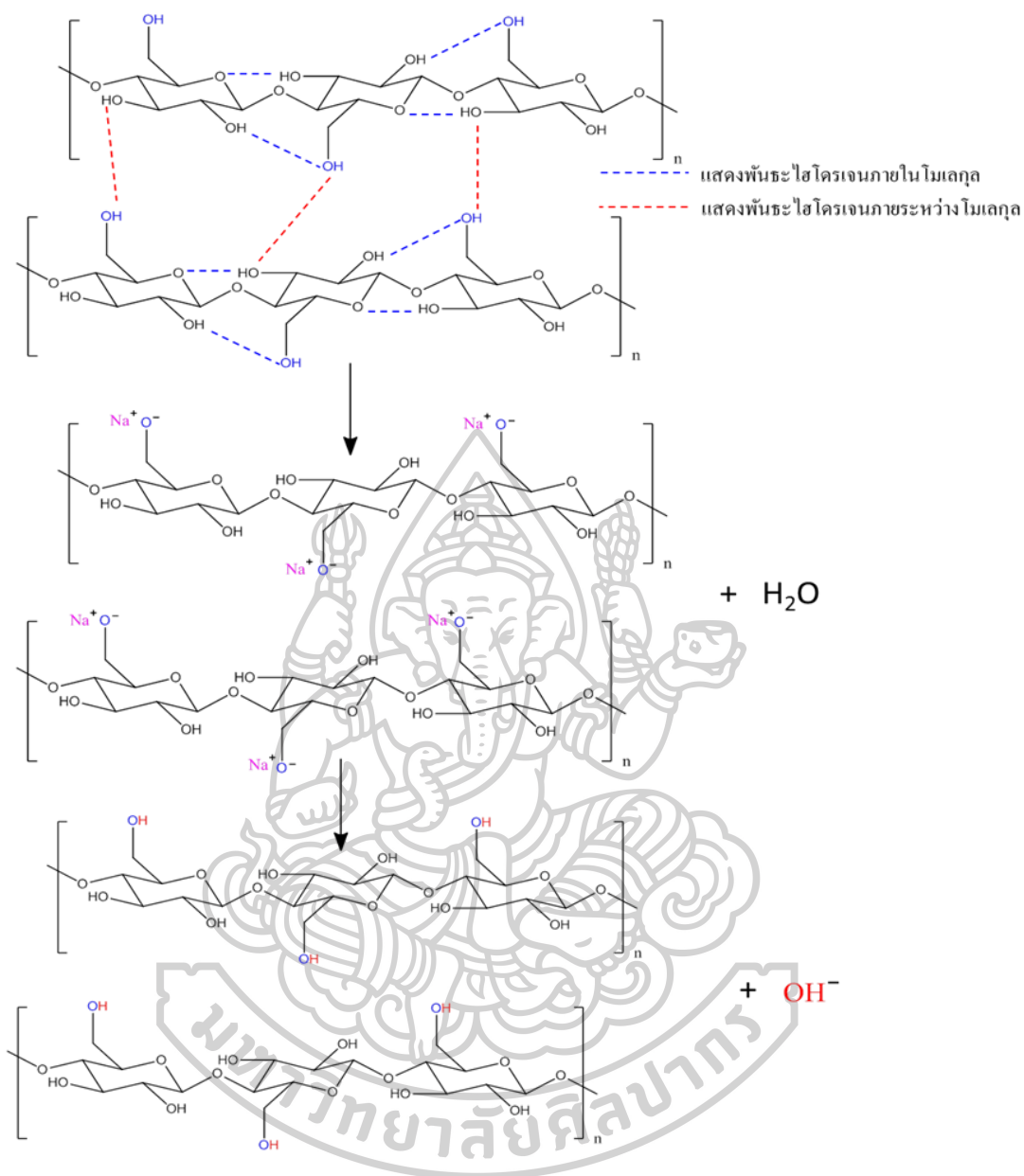
### 2.2.1 การปรับสภาพเส้นใยด้วยด่าง

การปรับสภาพเส้นใยด้วยด่างมักใช้ NaOH ซึ่งช่วยปรับสภาพเส้นใยธรรมชาติ โดยการกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลส ซึ่งมีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน (amorphous) ทำหน้าที่ยึดเกาะ เซลลูโลสมีโครงสร้างเป็นผลึกไว้ นอกจากนี้ยังทำลายพันธะระหว่างโมเลกุลของเซลลูโลสช่วยให้เส้นใยกระจายตัวดีขึ้น โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นคือโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่หมู่เอสเตอร์ (ดังรูป 4) ในโมเลกุลของลิกนินทำให้โครงสร้างมีขนาดเล็กลง และหมู่ฟังก์ชันถูกเปลี่ยนไปเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) และคาร์บอกซิล (carboxyl group) ซึ่งละลายน้ำได้ดีขึ้น และเข้าทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่หมู่ไฮดรอกซิลระหว่างโมเลกุลของเฮมิเซลลูโลส และเซลลูโลส ทำให้เฮมิเซลลูโลสละลายออกมาและเส้นใยเซลลูโลสกระจายตัวออก [3] ดังรูปที่ 6



รูปที่ 6 ปฏิกิริยาระหว่างลิกนินและโซเดียมไฮดรอกไซด์ [4]





รูปที่ 7 ปฏิบัติการปรับปรุงสภาพเส้นใยเซลลูโลสด้วย NaOH [5]

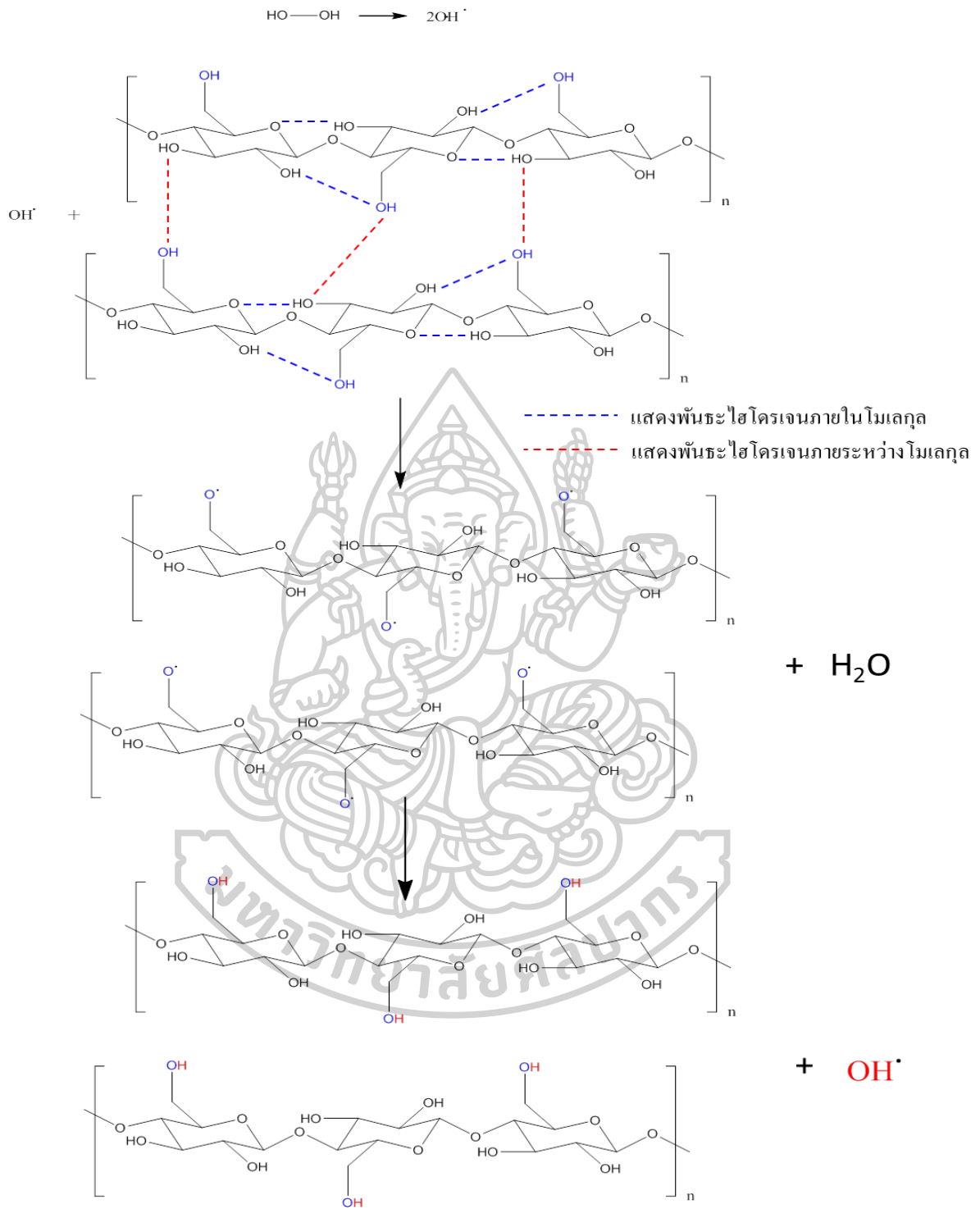
### 2.2.2 การปรับปรุงสภาพเส้นใยด้วยไฮดรอกซิลเปอร์ออกไซด์

พบว่าไฮดรอกซิลเปอร์ออกไซด์สลายตัวเป็นอนุมูลอิสระ (hydroxyl free radical, OH<sup>•</sup>) เริ่มต้นและเกิด radical reactions กับหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ระหว่างโมเลกุลเซลลูโลสเป็นการทำลายพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลของเส้นใยทำให้เส้นใยกระจายตัวดีขึ้น จากนั้น radical จะเข้าทำปฏิกิริยากับน้ำ และกลับมาเป็นหมู่ไฮดรอกซิลอีกครั้งเส้นใย โดยสามารถทำลายพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลได้แล้ว

### 2.2.3 การเตรียมนาโนไฟเบอร์วิธีไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก

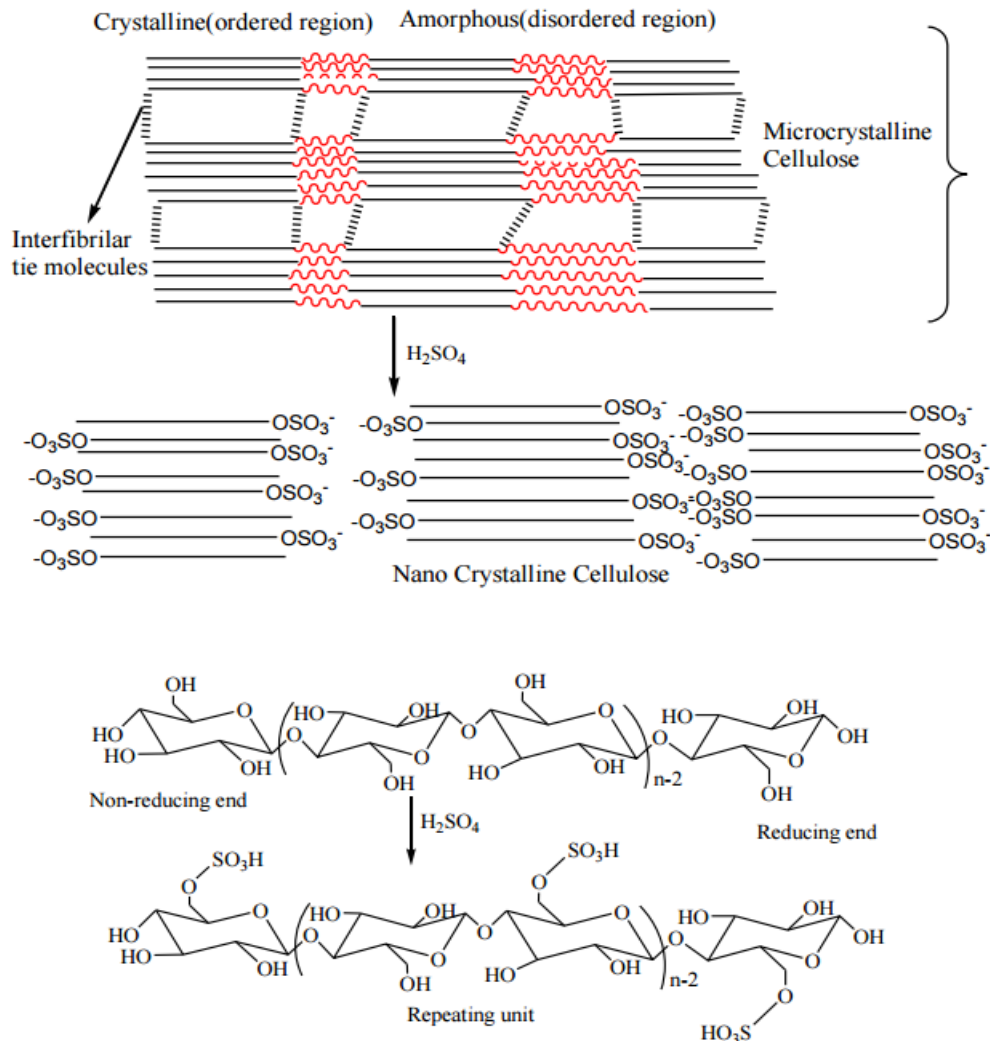
กลไกการเตรียมเส้นใยเซลลูโลสให้มีขนาดเล็กลงด้วยวิธีไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกเข้มข้น เกิดขึ้นได้โดยไฮโดรเนียมไอออน ( $H_3O^+$ ) จากกรดจะเข้าไปทำการตัดพันธะ 1,4 - glycosidic ระหว่างเส้นใยเซลลูโลส ทำให้เส้นใยมีขนาดสั้นลง หลังจากนั้นทำการปรับ pH ให้เป็นกลางเพื่อกำจัดไฮโดรเนียมไอออนออก ดังรูปที่ 8





รูปที่ 8 ปฏิกริยาระหว่างไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์กับเซลลูโลส [6]





รูปที่ 9 กลไกการตัดพันธะ 1,4-Glycosidic ระหว่างแต่ละ monomer ของ cellulose ด้วยวิธีไฮโดรไลซิส [7]

### 2.3 พอลิเมอร์คอมโพสิต

พอลิเมอร์คอมโพสิตจะมีองค์ประกอบด้วยกัน 2 ส่วนหลัก ได้แก่ สารเสริมแรง (reinforcement) และเมทริกซ์ (matrix) โดยส่วนเสริมแรง คือ ส่วนที่เป็นโครงสร้างที่ให้ความแข็งแรงแก่วัสดุเชิงประกอบ ทำให้วัสดุเชิงประกอบมีความแข็งแรงและค่ามอดูลัสสูง เช่น เส้นใยแก้ว (glass fibers) เส้นใยคาร์บอน (carbon fibers) เส้นใยเคพลาร์ (kevlar fiber) เป็นต้น ส่วนเมทริกซ์ (matrix) จะเป็นวัสดุที่ทำหน้าที่ยึดส่วนเสริมแรงเข้าด้วยกันให้อยู่ในตำแหน่งและการเรียงตัวที่กำหนด โดยจะล้อมรอบและปกป้องส่วนเสริมแรงจากการเสียหายเนื่องจากสิ่งแวดล้อม เช่น อุณหภูมิ ความชื้น เป็นต้น มักมีความแข็งแรงและค่ามอดูลัสน้อยกว่าส่วนเสริมแรง เมทริกซ์เป็นองค์ประกอบที่

มีความต่อเนื่อง (continous phase) จะทำหน้าที่เป็นตัวกลางถ่ายเทแรงที่ได้รับ (load transfer medium) ไปสู่ส่วนเสริมแรง โดยในงานวิจัยนี้เลือกใช้ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly(vinyl alcohol)) เป็นเมทริกซ์ และใช้เส้นใยเซลลูโลสเป็นสารเสริมแรง

หน้าที่ของเส้นใยและเมทริกซ์ (Fiber and matrix)

หน้าที่หลักของเส้นใย

- เส้นใยมีมอดุลัส (modulus) สูง จึงมีความสามารถในการต้านทานต่อการเปลี่ยนรูปร่างได้ดีทำให้เมื่อมีแรงกระทำภายนอกต่อชิ้นงานจะเกิดการส่งผ่านแรงกระทำจากเมทริกซ์สู่เส้นใยและแรงกระทำต่อชิ้นจะกระจายอยู่ในเฟสเส้นใย
- เสริมความแข็งแรง การทนทานต่อแรงกระทำ เพิ่มความเสถียรของรูปร่างและความร้อนให้แก่เมทริกซ์ เนื่องจากเส้นใยเซลลูโลสมีความเสถียรทางความร้อนมากกว่าพอลิเมอร์เมทริกซ์ทั่วไปจึงช่วยเสริมความเสถียรทางความร้อนให้แก่เมทริกซ์ได้
- ทำให้เมทริกซ์มีความเป็นฉนวนดีขึ้น ทั้งนี้ขึ้นกับการเลือกใช้เส้นใยที่เหมาะสม

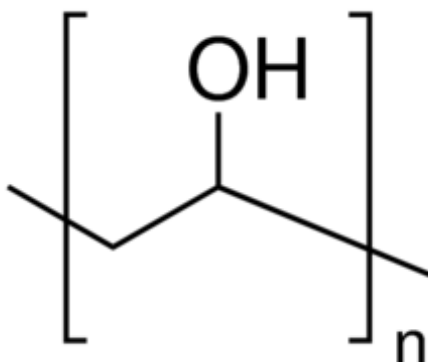
หน้าที่ของเมทริกซ์

- เมทริกซ์ช่วยยึดและเชื่อมโยงเส้นใยเข้าด้วยกัน และช่วยส่งต่อแรงที่กระทำต่อชิ้นงานให้แก่เส้นใย
- มีการทนทานต่อแรงกระแทกและความเหนียว ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของพอลิเมอร์ที่ใช้
- ป้องกันเส้นใยจากการกัดกร่อนด้วยสารเคมี เช่น กรด-ด่าง

### 2.3.1 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly(vinyl alcohol), PVA)

เป็นพอลิเมอร์สังเคราะห์ที่ไม่มีสารพิษ ไม่มีกลิ่น และละลายน้ำได้ มีโครงสร้างทางเคมีดังรูปที่ 10 โดยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีคุณสมบัติการก่อฟิล์ม การละลายของเหลว และการยึดติดที่ยอดเยี่ยม อีกทั้งยังทนการกัดกร่อนของน้ำมัน น้ำมันหล่อลื่นชนิดหนา และตัวทำละลายได้ดี มีความเค้นแรงดึงและความยืดหยุ่นสูง สามารถย่อยสลายได้หมดอย่างรวดเร็วด้วยวิธีทางชีวภาพ

พอลิไวนิลแอลกอฮอล์สามารถประยุกต์ใช้ได้หลากหลายในอุตสาหกรรมอาหาร ใช้เป็นสารเกาะยึดและการเคลือบผิว โดยใช้เป็นฟิล์มเคลือบผิวในงานสำหรับการป้องกันความชื้นและสำหรับการเคลือบตัวเม็ดยา พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ถูกพัฒนาเป็นตัวเคลือบผลิตภัณฑ์เสริมอาหารเพื่อป้องกัน ความชื้น ก๊าซออกซิเจนและองค์ประกอบอื่น ๆ ในสิ่งแวดล้อม



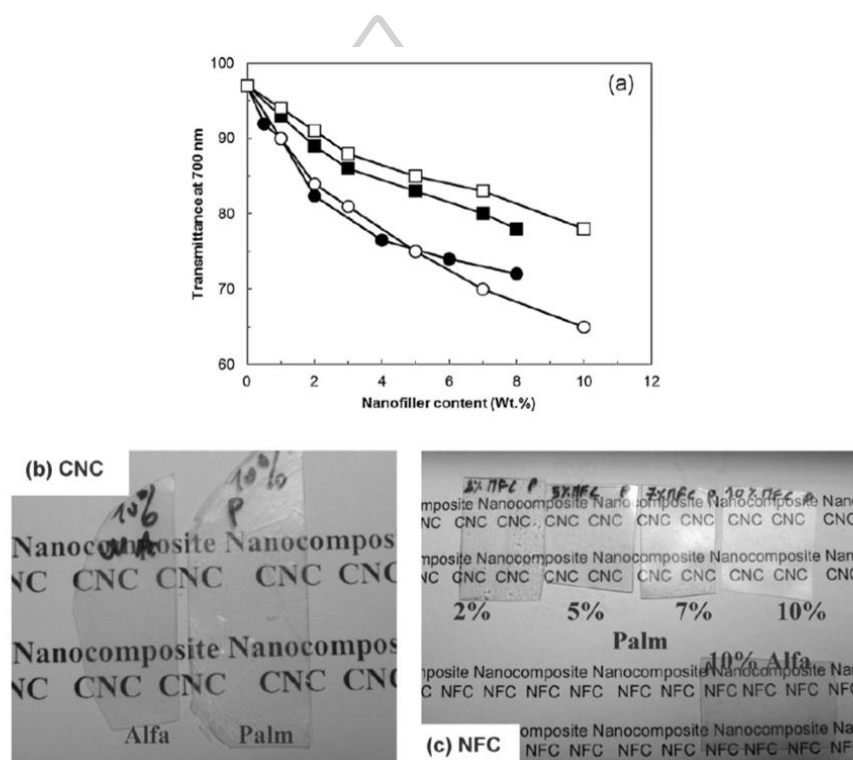
รูปที่ 10 โครงสร้างของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ [8]

#### 2.4 ทบทวนวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Sami Boufi et al. (2013) ได้ทำการเตรียมเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ 2 แบบ คือนาโนคริสตัล (cellulose nanocrystals, CNC) และเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ (nanofibrillated cellulose, NFC) จากพืชในตระกูลปาล์มสองชนิด ได้แก่ ชนิด alfa palm และ ชนิด rachis palm เพื่อนำไปใช้เป็นสารเสริมแรงในพอลิเมอร์คอมโพสิตนาโนไฟเบอร์ทั้ง 2 แบบนั้น มีรูปร่างเป็นแท่ง โดยมีขนาดที่แตกต่างกัน ซึ่ง CNC ที่ได้จากพืชชนิด alfa palm มีความกว้างเฉลี่ย 15-25 nm มีความยาวเฉลี่ย 150-250 nm และพืชชนิด rachis palm มีความกว้างเฉลี่ย 5-10 nm มีความยาวเฉลี่ย 150-350 nm เมื่อคิดเป็น aspect ratio ของ CNC ที่ได้จากปาล์มสองชนิดเป็น 10-15 nm และ 35-40 nm ตามลำดับ ส่วน NFC ที่ได้จากพืชชนิด alfa palm มีความกว้างเฉลี่ย 20-50 nm และพืชชนิด rachis palm มีความกว้างเฉลี่ย 10-20 nm และทั้งสองชนิดมีความยาวเฉลี่ย 200-1000 nm เมื่อคิดเป็น aspect ratio ของ NFC ที่ได้จากปาล์มสองชนิดเป็น 10-20 nm และ 20-50 nm ตามลำดับ หลังจากนั้นนำนาโนไฟเบอร์ที่ได้ไปผสมกับพอลิเมอร์ขึ้นรูปเป็นคอมโพสิตด้วยวิธี solution casting หลังจากนั้นนำไปทดสอบคุณสมบัติเชิงกลและความใสของฟิล์มคอมโพสิต ซึ่งผลการทดสอบคุณสมบัติเชิงกลพบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่เติมนาโนไฟเบอร์แบบ NFC มีความแข็งแรงมากที่สุด ดังตารางและความใสของฟิล์มคอมโพสิตที่ความหนา 700 nm พบว่ายังมีปริมาณนาโนไฟเบอร์มากยิ่งขึ้นทำให้ความใสลดลง ดังรูปที่ 11 [9]

ตารางที่ 1 แสดงคุณสมบัติเชิงกลเมื่อพิจารณาจากค่า Yong's modulus ( $E_r$ ) [9]

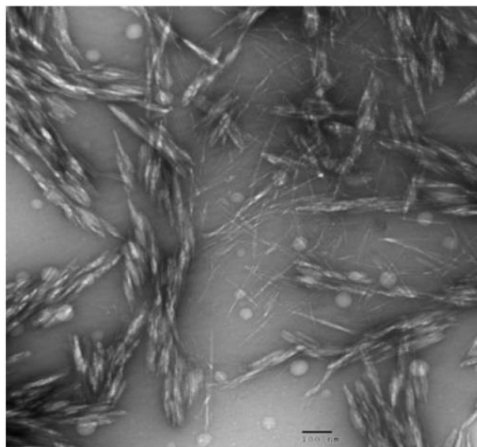
Plant	$b$	$\phi_p$ [vol%]	$R^2$	$E_r$ [GPa]
NFC-palm	0.59	0.45	0.996	14.0
CNC-palm	0.55	1.3	0.995	6.0
NFC-alfa	0.65	0.9	0.997	8.5
CNC-alfa	0.6	2.8	0.997	3.9



รูปที่ 11 กราฟแสดงส่องผ่านของแสงกับปริมาณของนาโนไฟเบอร์ที่เติม(บน) เปรียบเทียบการวัดความใสของฟิล์มที่มีการเติมนาโนไฟเบอร์ที่ปริมาณต่างกันเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า (ล่าง) [9]

Henriette M.C. Azeredo et al. (2010) ได้ทำการศึกษาผลของการเติมเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ (Cellulose nanofiber, CNF) และสารเพิ่มความยืดหยุ่นที่ปริมาณที่แตกต่างกันผสมกับไคโตซาน เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของคุณสมบัติเชิงกล คุณสมบัติความเป็นเยื่อเลือกผ่านไอน้ำ และความคงทนต่อความร้อน โดยทำการหาสูตรที่เหมาะสมที่สุด เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในเชิงอุตสาหกรรมอาหารต่อไป ซึ่งพบว่า สูตรที่มีความแข็งและความคงทนต่อความร้อนมากที่สุดคือสูตร

ที่มีการเติมเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ 15 wt% และสารเพิ่มความยืดหยุ่น 18 wt% ดังนั้นจึงเหมาะสมสำหรับการนำไปใช้งานที่มีความต้องการความคงทนของชิ้นงานมาก [10]



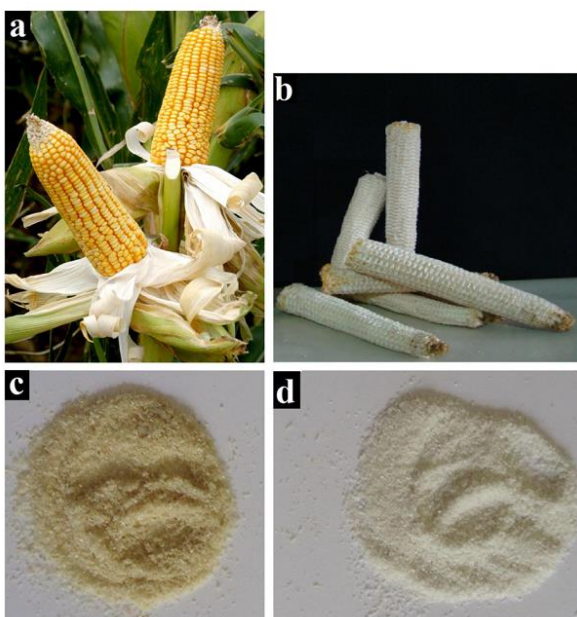
รูปที่ 12 ภาพ TEM แสดงขนาดของเซลลูโลสนาโนไฟเบอร์

ตารางที่ 2 คุณสมบัติเชิงกลและคุณสมบัติทางความร้อนของคอมโพสิตตัวอย่างจากสูตรที่แตกต่างกัน

Run	TS (MPa)	EB (%)	YM (MPa)	WVP (g mm/kPa/day/m <sup>2</sup> )	T <sub>g</sub> (°C)
Control	47.68	7.89	1304.32	17.29	130.1
1	47.51	6.28	1462	15.82	128.7
2	33.03	26.97	817.95	18.10	125.3
3	55.64	5.42	1632.83	12.91	136.7
4	37.62	24.28	970.48	15.82	133.3
5	57.45	7.63	1627.67	14.11	135.9
6	28.01	34.60	734.23	19.63	126.9
7	45.97	15.63	1272.33	17.88	127
8	53.73	7.91	1428	12.22	138.1
9	52.34	8.20	1436.83	12.84	131
10	52.10	7.69	1379.58	12.98	130.2
11	55.53	8.03	1424.03	12.91	132.5

TS = tensile strength; EB = elongation at break; YM = Young's modulus; WVP = water vapor permeability; T<sub>g</sub> = glass transition temperature.

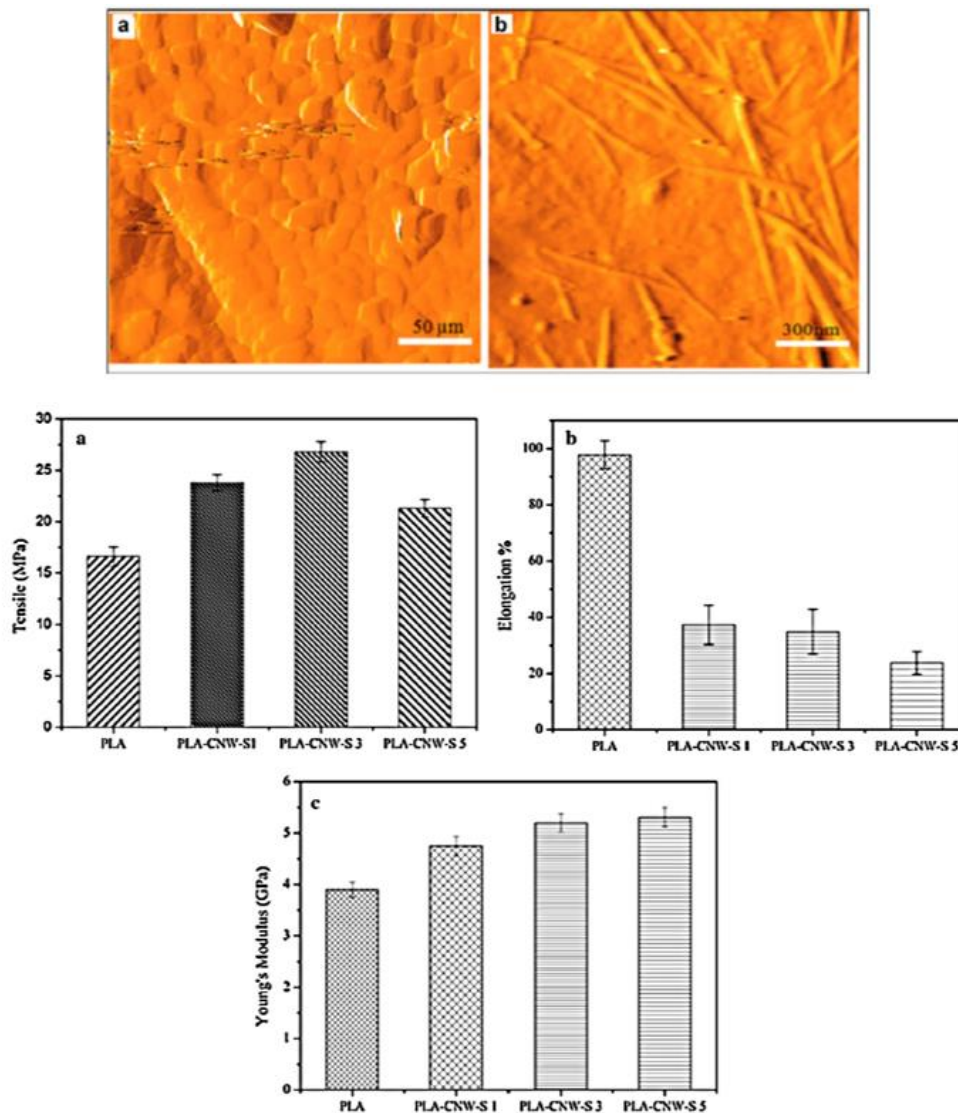
Daniel Pasquini et al. (2013) ได้นำเอาซังข้าวโพดซึ่งเป็นผลพลอยได้จากการผลิตข้าวโพด มาทำการสกัดและศึกษาสมบัติของเซลลูโลสที่สกัดได้ดังรูปที่ 13 เพื่อนำมาใช้เป็นสารเสริมแรงให้กับวัสดุนาโนคอมโพสิต โดยทำการผสมนาโนเซลลูโลสที่ได้จากเวลาในการเกิดไฮโดรไลซิสที่เวลาต่างกันคือ 30, 45 และ 60 นาที เข้ากับ polyvinyl alcohol (PVA) ซึ่งทำหน้าที่เป็นพอลิเมอร์เมทริกซ์ พบว่าสามารถเพิ่มค่า tensile strength ให้กับ PVA ได้ และสภาวะที่เหมาะสมที่สุดของเวลาในการไฮโดรไลซิสคือ 60 นาที [11]



รูปที่ 13 ภาพถ่าย (a) ข้าวโพด, (b) ชั่งข้าวโพดก่อน, (c) ชั่งข้าวโพดก่อนและ (d) ข้าวโพดหลังทำให้บริสุทธิ์ [11]

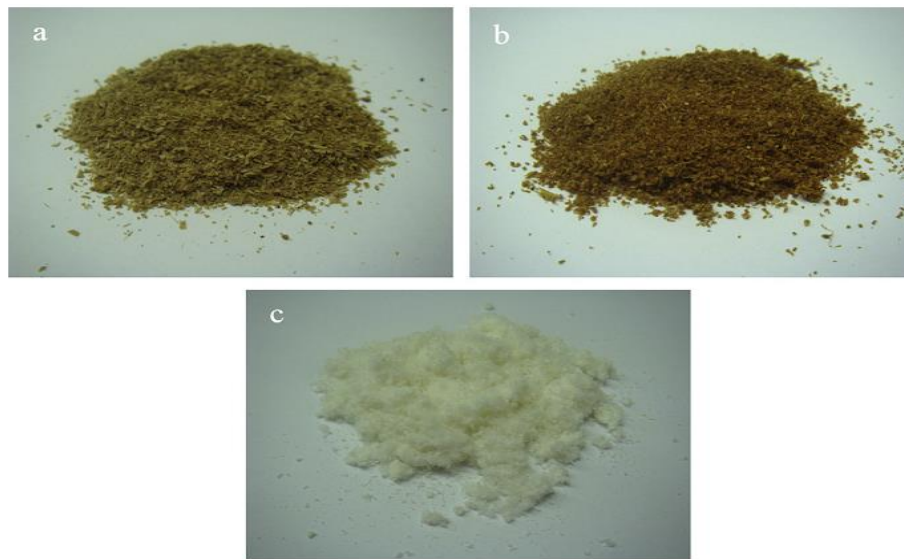
M.K. Mohamad Haafiz et al. (2016) ได้ทำการเตรียมฟิล์มพอลิแลคติกแอซิดโดยใช้นาโนไฟเบอร์ในการเสริมแรง ซึ่งเตรียมนาโนไฟเบอร์ได้จากต้นปาล์มน้ำมัน โดยเริ่มจากการสกัดไมโครไฟเบอร์เซลลูโลสออกมา ก่อนนั้นทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 64% พบว่าวิธีการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 64% ทำให้ได้เส้นใยขนาดนาโนที่มีลักษณะเป็นแท่งซึ่งยืนยันได้จากเทคนิค Atomic force microscopy (AFM) ดังรูปที่ 14 (บน) หลังจากนั้นนำนาโนไฟเบอร์ที่ได้ไปผสมกับพอลิแลคติกแอซิดเพื่อขึ้นรูปเป็นฟิล์มคอมโพสิตที่ความเข้มข้น 1, 3 และ 5 phr แล้วนำฟิล์มคอมโพสิตที่ได้ไปทดสอบคุณสมบัติเชิงกลและคุณสมบัติเชิงความร้อน จากผลการทดสอบพบว่าที่ความเข้มข้น 3 phr ให้ค่า tensile strength เพิ่มขึ้น 61 % และมีค่า Young's modulus เพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงสรุปได้ว่ามีคุณสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุด ดังรูปที่ 14 (ล่าง) ส่วนคุณสมบัติเชิงความร้อนจะทดสอบด้วยเทคนิค Differential scanning calorimetric (DSC) ซึ่งพบว่าเมื่อปริมาณนาโนไฟเบอร์ยิ่งมาก คอมโพสิตจะยิ่งมีความเสถียรเชิงความร้อนเพิ่มขึ้น [12]



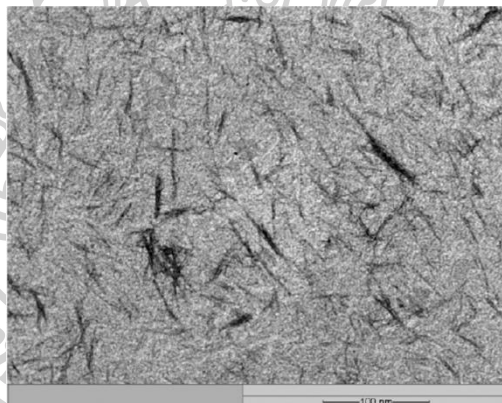


รูปที่ 14 ภาพ AFM แสดงขนาดนาโนไฟเบอร์ที่เตรียมได้(บน) เปรียบเทียบคุณสมบัติเชิงกลที่ได้จากคอมโพสิตที่เตรียมได้ (ล่าง) [12]

Ishak Ahmad et al. (2012) ทำการเตรียมเซลลูโลสและนาโนเซลลูโลสจากแกลบโดยใช้ต่างในการกำจัดเฮมิเซลลูโลสและลิกนิน จากนั้นจึงฟอกขาวโดยใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ดังรูปที่ 15 ซึ่งพบว่าหลังจากการปรับสภาพด้วยเคมีทำให้ความเป็นเซลลูโลสเพิ่มขึ้นจาก 31% ไปเป็น 96% ค่าความเป็นผลึกก็เพิ่มขึ้นจาก 46.8% ไปเป็น 59.0% และมีเส้นผ่านศูนย์กลางจาก 170 ไปเป็น 7 ไมโครเมตร และเซลลูโลสที่ได้มีความเสถียรทางความร้อนที่ดีขึ้นแต่สำหรับนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้พบว่ากลับมีค่าความเสถียรทางความร้อนที่ลดลงซึ่งคาดว่ามาจากการปรับสภาพด้วยกรดซัลฟิวริก ทำให้ที่ผิวของโนเซลลูโลสเกิดปฏิกิริยา sulfation ที่หมู่ไฮดรอกซิล โดยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ระหว่าง 10-15 นาโนเมตรดังรูปที่ 16 [13]



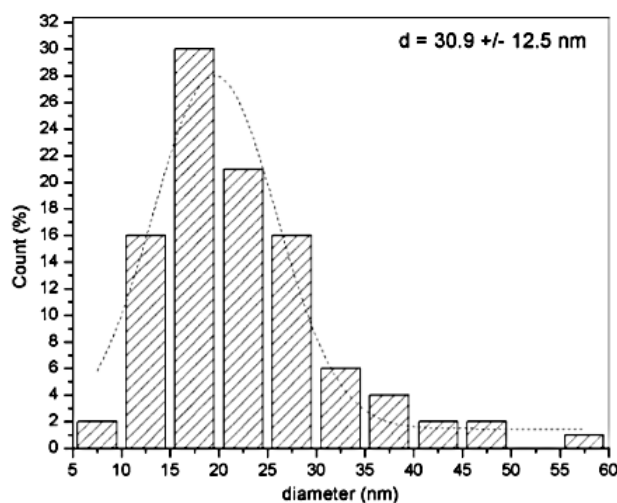
รูปที่ 15 ภาพของแกลบ (a) แกลบที่ไม่ได้ปรับสภาพ, (b) แกลบที่ปรับสภาพด้วยต่าง และ (c) แกลบฟอกขาว



รูปที่ 16 ภาพ TEM ของนาโนเซลลูโลสที่ได้ [13]

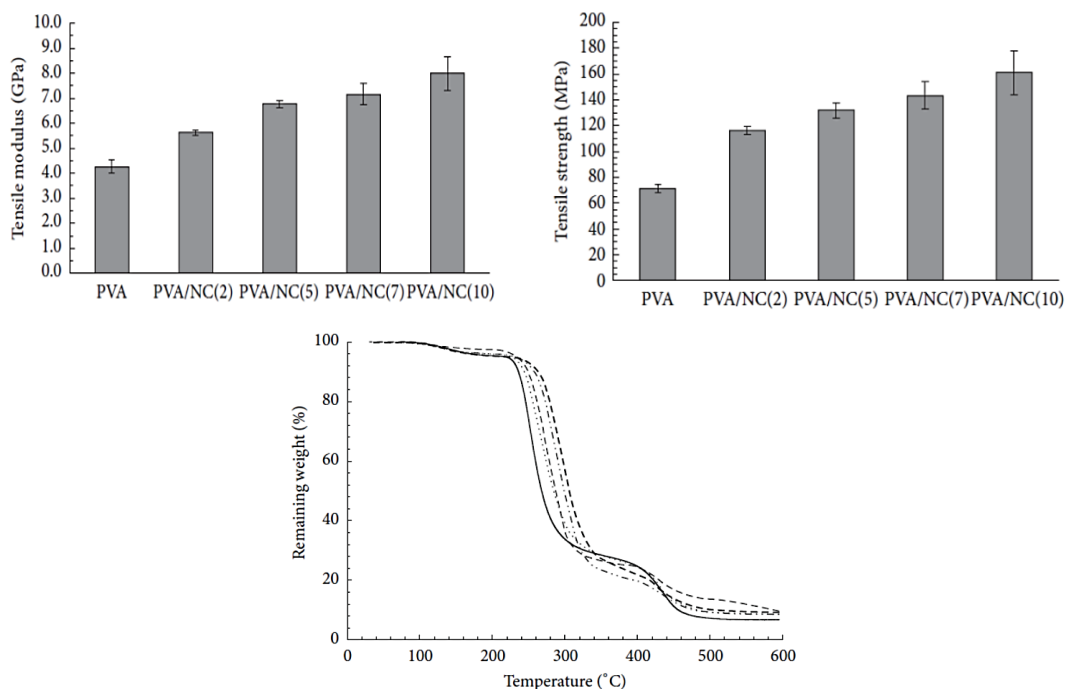
Juan I. Morán et al. (2008) ได้ทำการศึกษาสภาวะที่ใช้ในการสกัดนาโนเซลลูโลส จากป่านศรนารายณ์ด้วยกระบวนการทางเคมี เช่น hydrolysis, chlorination และ alkali treatment โดยขั้นแรกเป็นการสกัดด้วยกระบวนการ chlorination และ alkali treatment จะทำให้ได้ไมโครไฟเบอร์ออกมา จากนั้นทำไปทำการไฮโดรไลซิสความเข้มข้น 60 % ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าได้นาโนไฟเบอร์ที่มีขนาด  $30.9 \pm 12.5$  นาโนเมตร ดังรูปที่ 17





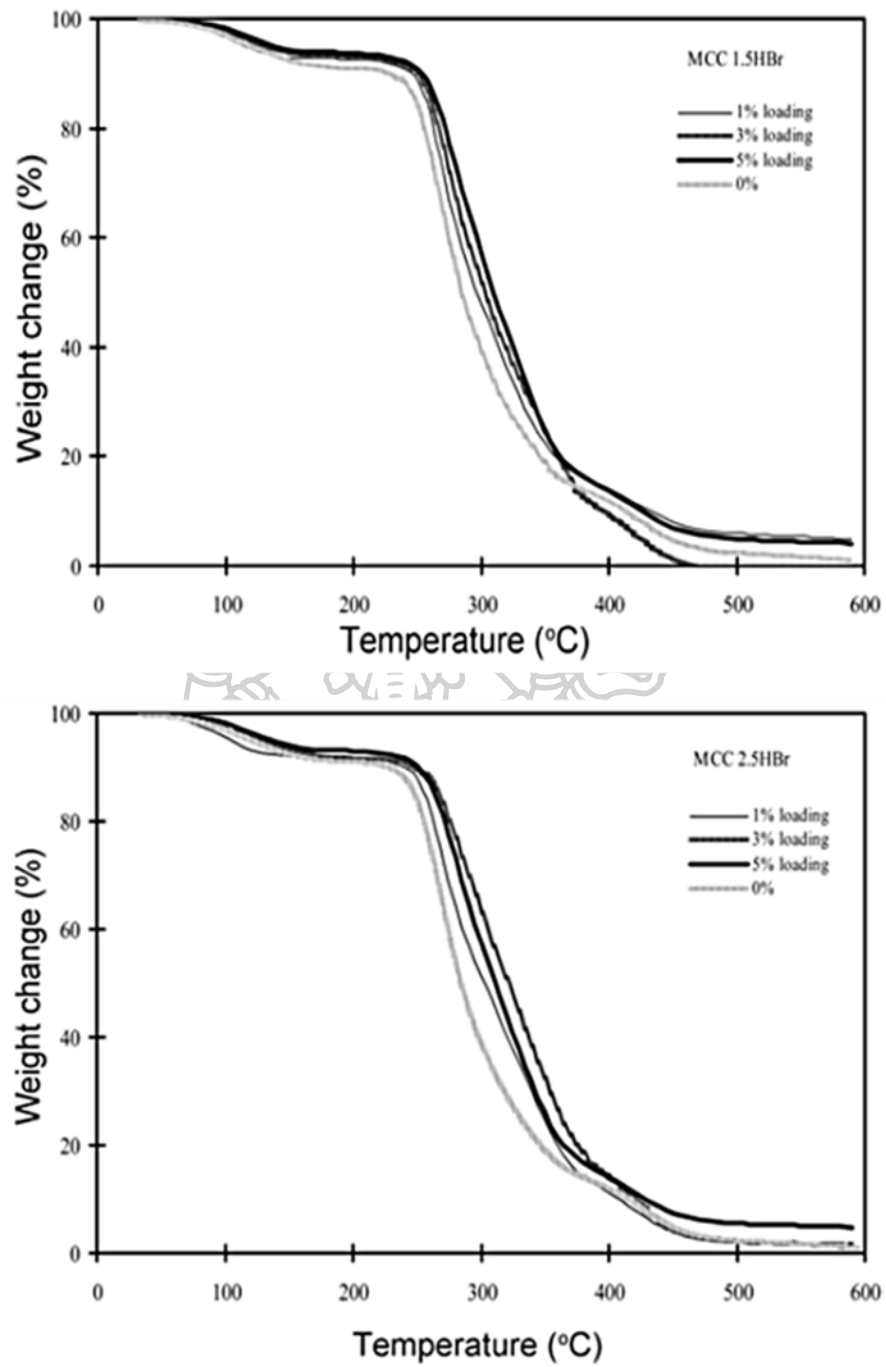
รูปที่ 17 ขนาดของนาโนไฟเบอร์ที่เตรียมได้จากการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก

Adel Ramezani Kakroodi et al. (2014) สนใจการเสริมแรงในพอลิไวนิลแอลกอฮอล์โดยใช้เซลลูโลสนาโนไฟเบอร์ที่สกัดได้จากว่านหางจระเข้ในรูปแบบของสารละลายที่มีนาโนไฟเบอร์กระจายตัวอยู่ โดยทำการผสมนาโนไฟเบอร์ที่ความเข้มข้น 0, 2, 5, 7 และ 10 wt% กับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ จากนั้นนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงกลและคุณสมบัติทางความร้อน ซึ่งจากผลการทดสอบพบว่า ที่ความเข้มข้นของนาโนไฟเบอร์ยิ่งมากจะให้ค่า tensile strength และ Young's modulus เพิ่มขึ้นตามไปด้วย โดยนาโนไฟเบอร์ที่ความเข้มข้น 10 wt% มีค่า tensile strength และ Young's modulus เพิ่มขึ้นเป็น 125% และ 88% ตามลำดับ เนื่องจากนาโนไฟเบอร์ที่เติมเข้าไปนั้นมีการกระจายตัวได้ดีในพอลิเมอร์เมทริกซ์ จึงทำให้คุณสมบัติเชิงกลที่ได้มีค่าเพิ่มมากขึ้นตามไปด้วยดังรูปที่ 18 (บน) นอกจากนี้ผลการทดสอบความเสถียรเชิงความร้อนด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) พบว่ายิ่งปริมาณนาโนไฟเบอร์สูง ๆ จะทำให้อุณหภูมิที่คอมโพสิตใช้ในการสลายตัวนั้นมีค่าเพิ่มขึ้นดังรูปที่ 18 (ล่าง) แสดงให้เห็นว่านาโนไฟเบอร์ที่เติมเข้าไปนี้ยังช่วยเพิ่มความทนต่อความร้อนได้ดีมากขึ้นด้วย [14]



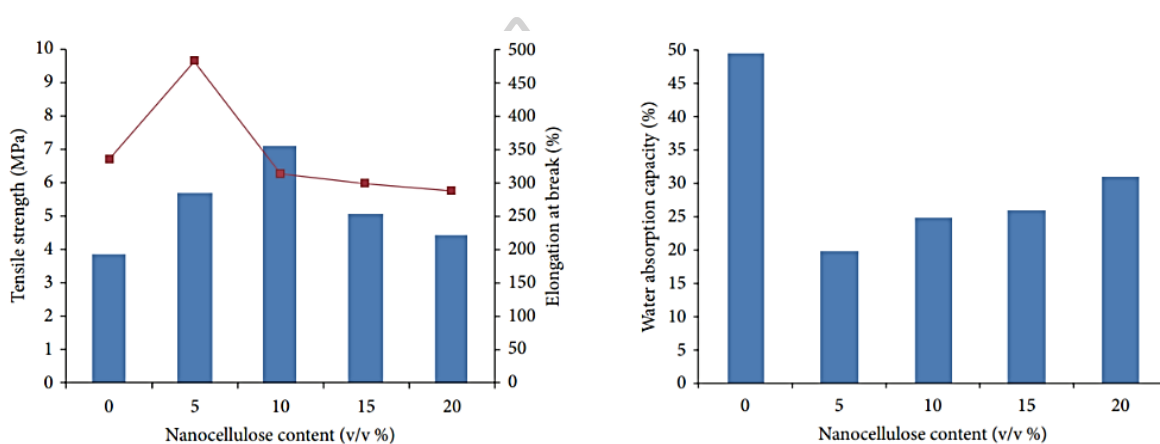
รูปที่ 18 คุณสมบัติเชิงกลของคอมโพสิต (บน) และความทนต่อความร้อนของคอมโพสิต (ล่าง) [15]

Sun-Young Lee et al. (2009) ได้สนใจการเตรียมนาโนเซลลูโลสด้วยวิธีการไฮโดรไลซิสด้วยกรดไฮโดรโบรมิกที่ความเข้มข้น 1.5 และ 2.5 M จากนั้นนำนาโนเซลลูโลสที่ได้ไปผสมขึ้นรูปเป็นคอมโพสิตกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ด้วยวิธีการ casting นอกจากนี้ยังทำการศึกษาความเข้มข้นของนาโนเซลลูโลสที่เติมลงไป เพื่อหาปริมาณที่เหมาะสมที่ให้คุณสมบัติเชิงกลและคุณสมบัติทางความร้อนที่ดีที่สุด จากผลการวิเคราะห์พบว่า ที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรโบรมิก 2.5 M และนาโนเซลลูโลส 1 wt% ให้ค่า tensile strength ที่สูงที่สุด คือ 79 MPa และจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) พบว่ายิ่งปริมาณนาโนเซลลูโลสเพิ่ม อุณหภูมิที่คอมโพสิตใช้ในการสลายตัวก็จะมีค่าเพิ่มขึ้นทั้งที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดร-โบรมิก 1.5 และ 2.5 M ดังรูปที่ 19 [16]



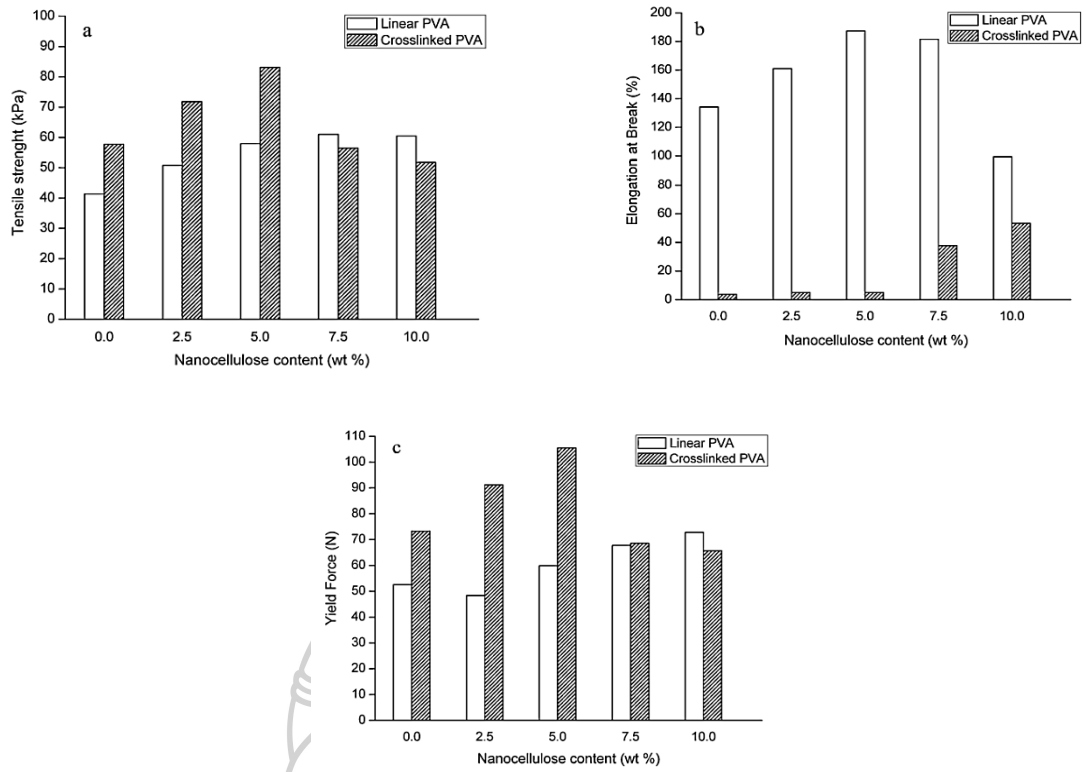
รูปที่ 19 ความทนต่อความร้อนของคอมโพสิตที่ความเข้มข้นของกรดไฮโดรโบรมิก 1.5 M และ 2.5 M [16]

N. S. Lani et al. (2014) ได้ทำการสกัดนาโนเซลลูโลสจากต้นปาล์ม เพื่อนำไปใช้เป็นสารเสริมแรงในฟิล์มพอลิเมอร์เบลนระหว่างพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และแป้ง โดยนาโนเซลลูโลสที่ได้มีขนาดระหว่าง 4-15 nm และมีการหาปริมาณนาโนเซลลูโลสที่เหมาะสมที่ให้คุณสมบัติเชิงกลสูงสุด ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าที่ปริมาณนาโนเซลลูโลสที่ 10% ให้ค่า tensile strength สูงที่สุดคือ 7 MPa นาโนเซลลูโลสที่เติมไปนั้นนอกจากจะช่วยเพิ่มคุณสมบัติเชิงกลแล้วยังช่วยต้านทานการซึมผ่านของไอน้ำได้อีกด้วยดังรูปที่ 20 [17]

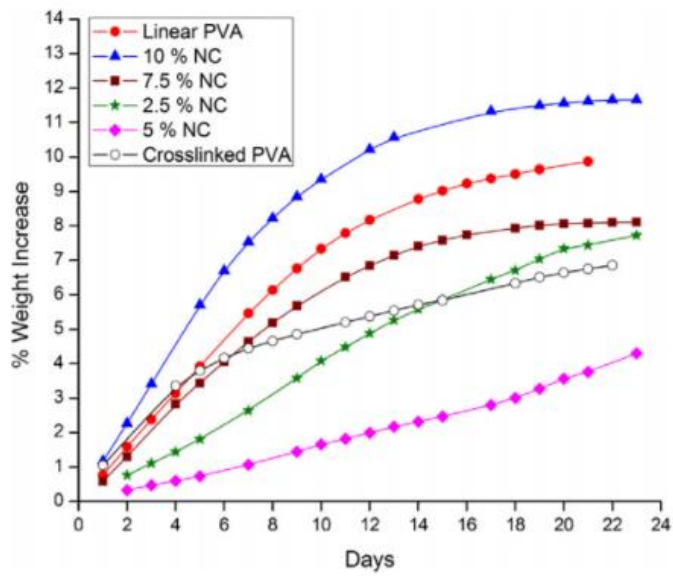


รูปที่ 20 ค่า tensile strength และความต้านทานการซึมผ่านของน้ำ [17]

Arup Mandal et al. (2014) ได้ทำการศึกษาคุณสมบัติเชิงกล คุณสมบัติการซึมผ่านของไอน้ำ และคุณสมบัติเชิงความร้อนของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ชนิดเส้นตรงและชนิดร่างแหที่มีการผสมกับนาโนเซลลูโลส จากผลการทดลองที่ปริมาณนาโนเซลลูโลส 5% มีคุณสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดทั้ง tensile strength, Young's modulus และ %elongation สำหรับทั้งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ชนิดเส้นตรงและชนิดร่างแหดังรูปที่ 21 และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ชนิดร่างแหที่มีปริมาณนาโนเซลลูโลส 10% มีความต้านทานการซึมผ่านของไอน้ำมากที่สุดดังรูปที่ 22 ส่วนคุณสมบัติเชิงความร้อนนั้นพบว่าที่ปริมาณนาโนเซลลูโลส 10% มีความทนต่อความร้อนมากที่สุดทั้งพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ชนิดเส้นตรงและชนิดร่างแหซึ่งยืนยันได้จากผลของกราฟจากเทคนิค Thermogravimetric Analysis (TGA) [18]



รูปที่ 21 Mechanical properties ของคอมโพสิตตัวอย่าง



รูปที่ 22 ความสามารถในการต้านทานการซึมผ่านของน้ำ [18]

### บทที่ 3

#### เครื่องมือ วัสดุอุปกรณ์ สารเคมี และวิธีการดำเนินงานวิจัย

##### 3.1 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

- เกจวัดความหนาแบบดิจิทัล (Thickness gauge) (ยี่ห้อ Mitutoyo รุ่น M-547-400S, ญี่ปุ่น)
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน (Field emission scanning electron microscope, FESEM) (ยี่ห้อ TESCAN รุ่น MIRA3, สาธารณรัฐเช็ก)
- เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติทางความร้อน (Thermogravimetric analysis, TGA)
- เครื่องปั่นความเร็วสูง (Homoginizer)
- เครื่องวัดค่าความต่างความร้อนของสาร (Differential scanning calorimeter, DSC)
- เครื่องวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (Fourier transform infrared spectroscopy, ATR-FTIR) (ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum 100, สหรัฐอเมริกา)
- เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD) (ยี่ห้อ Rigaku รุ่น MiniflexII, สหรัฐอเมริกา)
- เครื่องวัดค่าการดูดกลืนแสง (UV-Vis spectrophotometer) (ยี่ห้อ Biochrom รุ่น EZ Read 2000 Microplate Reader, อังกฤษ)
- เครื่องวัดคุณสมบัติเชิงกล (Narin testing)
- เครื่องกวนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) (ยี่ห้อ Diligent รุ่น ST-EC, ไทย)
- เครื่องกวนแม่เหล็ก พร้อมควบคุมอุณหภูมิ (Hot plate stirrer) (ยี่ห้อ IKA รุ่น C-MAG HS7, สาธารณรัฐประชาชนจีน)
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ และความชื้น (Hydrostatic head tester) (ยี่ห้อ Gotech รุ่น GT-7005-R, สาธารณรัฐประชาชนจีน)
- เครื่องชั่งน้ำหนัก แบบ Analytical 4 ตำแหน่ง (Analytical balance) (ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น AB 204, สวิตเซอร์แลนด์)
- เครื่องชั่งน้ำหนัก แบบ Top loading 2 ตำแหน่ง (Top loading balance) (ยี่ห้อ Mettler Toledo รุ่น PB 1502, สวิตเซอร์แลนด์)
- เครื่องเหวี่ยงตกตะกอน (Centrifuge) (ยี่ห้อ Hettich รุ่น Rotina 380R, เยอรมันนี)
- ตู้อบ (Oven) (ยี่ห้อ Memmert, อังกฤษ)

### 3.2 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

- กระจกนาฬิกา (Watch glass)
- กระจกบอกล้าง (Wash bottle)
- กระจกบอกรวง (Measuring cylinder)
- กระจกเป่าวัดอุณหภูมิ (Thermometer)
- ขวดก้นกลม (Round-bottom flask)
- ขาตั้ง (Metal stand)
- จานเพาะเชื้อ (Petri dish)
- โถดูดความชื้น (Desiccator)
- แท่งแก้วคนสาร (Stirring rod)
- แท่งคนแม่เหล็ก (Magnetic bar)
- ปีกเกอร์ (Beaker)
- ปิเปต (Pipette)
- ลูกยางสำหรับปิเปต (Pipette bulb)
- หลอดหยด (Pasteur pipette)
- เครื่องปั่นน้ำผลไม้
- ซ้อนตักสาร
- ตะแกรงกรอง
- ถังสำหรับไดอะไลซิส

### 3.3 สารเคมีที่ช่วยในงานวิจัย

- ฟางข้าว
- Sodium hydroxide (NaOH) (CARLO ERBA)
- Hydrogen peroxide (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, บริษัท ไทยเปอร์ออกไซด์ จำกัด)
- Sulfuric acid (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) (Ajax Finechem Pty Ltd.)
- Ethanol 95 % (v/v) (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH) (โรงงานสุรา กรมสรรพสามิต)
- น้ำกลั่น (Distilled water)



### 3.4 วิธีการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้แบ่งการทดลองออกเป็น 4 ส่วน ได้แก่

**ส่วนที่ 1** ศึกษาสภาวะในการเตรียมนาโนเซลลูโลสด้วยวิธีไฮโดรไลซิสไมโครไฟเบอร์จาก ฟางข้าวด้วย  $H_2SO_4$  ร่วมกับกระบวนการเชิงกล ได้แก่

ความเร็วรอบของการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง (Homogenization) (1000, 1300, 1600 rpm)

อุณหภูมิที่ใช้ในการปรับสภาพ (45 °C, 60 °C, 80 °C)

ระยะเวลาในการปรับสภาพ (45 นาที, 90 นาที, 120 นาที)

**ส่วนที่ 2** ศึกษาสภาวะในการเตรียมฟิล์มนาโนเซลลูโลสพอลิไวนิลแอลกอฮอล์คอมโพสิต ปริมาณของนาโนเซลลูโลสที่ 0, 1, 3, 5 และ 7 wt%

**ส่วนที่ 3** ศึกษาคุณลักษณะของเส้นใยและฟิล์มคอมโพสิตที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ เช่น

Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM)

X-Ray diffractometry (XRD)

Fourier-transformed Infrared Spectrophotometry (FT-IR)

Differential scanning calorimeter (DSC)

Thermogravimetric analysis (TGA)

**ส่วนที่ 4** ศึกษาสมบัติของฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

- สมบัติเชิงกลโดยรายงานค่าเป็น Tensile Strength, % Elongation และ Tensile modulus
- สันฐานวิทยาจากเทคนิค FE-SEM และ XRD
- สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC และ TGA
- สมบัติการซึมผ่านไอน้ำ



### 3.4.1 ศึกษาสถานะในการเตรียมนาโนเซลลูโลสด้วยวิธีไฮโดรไลซิสไมโครไฟเบอร์จากฟางข้าวด้วย $H_2SO_4$ ร่วมกับกระบวนการเชิงกล

#### 3.4.1.1 การศึกษาความเร็วรอบของการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง (Homogenization)

เริ่มจากนำฟางข้าวมาทำความสะอาด โดยการล้างด้วยน้ำสะอาด ตามด้วยน้ำอุ่นอุณหภูมิประมาณ 60 องศาเซลเซียส อบแห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส แล้วนำฟางข้าวมาตัดให้สั้นลง จากนั้นนำไปปรับสภาพด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ (%w/w) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตามด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ (%w/v) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (Kanokwan 2015) [19] เราจะได้ไมโครไฟเบอร์เซลลูโลสออกมา จากนั้นนำไมโครไฟเบอร์เซลลูโลสที่ได้มาปั่นด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง โดยกำหนดความเร็วรอบที่ 1000, 1300 และ 1600 rpm หลังจากนั้นนำเส้นใยไมโครไฟเบอร์เซลลูโลสที่ได้จากการปั่นด้วยความเร็วรอบที่ต่างกันมาทำการไฮโดรไลซิสในอ่างน้ำแข็งด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 64 เปอร์เซ็นต์ (%w/v) ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที แล้วทำการไดอะไลซิสเพื่อให้เส้นใยที่ได้เป็นกลาง จากนั้นนำไปเข้าเครื่องเหวี่ยงที่ 10000 rpm และเก็บเส้นใยตัวอย่างที่ได้ และนำเส้นใยตัวอย่างที่ได้ไปขึ้นเป็นฟิล์มคอมโพสิต เพื่อหาความเร็วรอบที่เหมาะสมสำหรับการนำไปศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาต่อไป



รูปที่ 23 การไฮโดรไลซิสไมโครไฟเบอร์ด้วยกรดซัลฟิวริก

### 3.4.1.2 การศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการปรับสภาพ (45 °C, 60°C และ 80°C)

นำไมโครไฟเบอร์เซลลูโลสที่ได้มาปั่นด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง โดยกำหนดความเร็วรอบที่ 1600 rpm หลังจากนั้นนำเส้นใยไมโครไฟเบอร์เซลลูโลสที่ได้จากการปั่น ด้วยความเร็วรอบที่ต่างกันมาทำการไฮโดรไลซิสในอ่างน้ำแข็งด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 64 เปอร์เซ็นต์ (%w/v) ที่อุณหภูมิ 45, 60 และ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที แล้วทำการ ไดอะไลซิสเพื่อให้เส้นใยที่ได้เป็นกลาง จากนั้นนำไปเข้าเครื่องเหวี่ยงที่ 10000 rpm และเก็บเส้นใย ตัวอย่างที่ได้ และนำเส้นใยตัวอย่างที่ได้ไปขึ้นเป็นฟิล์มคอมโพสิต เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการไฮโดรไลซิส

### 3.4.1.3 การศึกษาระยะเวลาในการปรับสภาพ (45 นาที, 90 นาที และ 120 นาที)

นำไมโครไฟเบอร์เซลลูโลสที่ได้มาปั่นด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง โดยกำหนดความเร็วรอบที่ 1600 rpm หลังจากนั้นนำเส้นใยไมโครไฟเบอร์เซลลูโลสที่ได้จากการปั่น ด้วยความเร็วรอบที่ต่างกันมาทำการไฮโดรไลซิสในอ่างน้ำแข็งด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 64 เปอร์เซ็นต์ (%w/v) ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45, 90 และ 120 นาที แล้วทำการ ไดอะไลซิสเพื่อให้เส้นใยที่ได้เป็นกลาง จากนั้นนำไปเข้าเครื่องเหวี่ยงที่ 10000 rpm และเก็บเส้นใย ตัวอย่างที่ได้ และนำเส้นใยตัวอย่างที่ได้ไปขึ้นเป็นฟิล์มคอมโพสิตเพื่อหาเวลาที่เหมาะสมสำหรับการไฮโดรไลซิส

### 3.4.2 ศึกษาสถานะในการเตรียมฟิล์มนาโนเซลลูโลสพอลิไวนิลแอลกอฮอล์คอมโพสิต

เริ่มจากการเตรียมสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ โดยการละลายผงพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ 5 กรัม ในน้ำอุ่น 95 กรัม จากนั้นคนสารละลายจนได้ สารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกันเก็บไว้เป็น stock solution ของสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ สำหรับการขึ้นรูปฟิล์มคอมโพสิตเราจะใช้วิธี solution casting โดยทำการผสมเส้นใยตัวอย่างที่ได้กับ สารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ ดังตาราง

ตารางที่ 3 อัตราส่วนการขึ้นรูปฟิล์มคอมโพสิตระหว่างสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และเส้นใย  
ตัวอย่าง

ปริมาณเส้นใยตัวอย่าง (phr)*	น้ำหนักเส้นใยตัวอย่างที่เติม (g)
0	0
1	0.015
3	0.045
5	0.075
7	0.105

\*โดยคิดจากอัตราส่วนสำหรับ 3 แผ่นต่อการขึ้นรูปหนึ่งครั้ง

เมื่อผสมสารละลายพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และเส้นใยตัวอย่างแล้วจะทำการกวนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงทำการเทสารละลายที่ได้ลงจานเพาะเชื้อพลาสติก แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำฟิล์มคอมโพสิตที่ได้ไปทดสอบคุณสมบัติเชิงกล เพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมสำหรับการเสริมแรงในฟิล์มคอมโพสิต



รูปที่ 24 ตัวอย่างฟิล์มคอมโพสิตที่เตรียมได้ด้วยวิธี solution casting

### 3.4.3 ศึกษาคุณลักษณะของเส้นใยและฟิล์มคอมโพสิตที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคต่าง ๆ

#### Scanning electron microscopy (SEM; TESCAN รุ่น MIRA3)

เพื่อศึกษาผิวของเส้นใยจากฟางข้าวที่เตรียมที่สภาวะต่าง ๆ รวมทั้งนาโนคอมโพสิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ฟิล์มที่เตรียมที่สภาวะต่าง ๆ มาตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน

#### X-ray diffractometry (XRD; Rigaku, MiniflexII)

เพื่อศึกษาค่าความเป็นผลึกของเส้นใยจากฟางข้าวที่เตรียมที่สภาวะต่าง ๆ รวมทั้งนาโนคอมโพสิตพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ฟิล์ม

#### Fourier-transformed Infrared Spectrophotometry

#### (FT-IR; Perkin Elmer, Spectrum 100)

ใช้ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของเส้นใยจากฟางข้าวที่เตรียมที่สภาวะต่าง ๆ

### 3.4.4 ศึกษาสมบัติเชิงกลของฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์

เพื่อศึกษาค่าความทนต่อแรงดึง (tensile strength) ค่าความทนต่อการเปลี่ยนรูป (modulus strength) และเปอร์เซ็นต์การยืดตัว (% elongation) ด้วยมาตรฐาน ASTM D882

สำหรับการทดสอบสมบัติของฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีดังนี้

การทดสอบสมบัติเชิงกลโดยรายงานค่าเป็น Tensile Strength, % Elongation และ Tensile modulus

สัณฐานวิทยาจากเทคนิค SEM ในการศึกษาสัณฐานวิทยาและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวด้วยเทคนิคสแกนนิ่งอิเล็กตรอนไมโครสโคปี (Scanning electron microscopy : SEM) ใช้เครื่องมือของบริษัท Hitachi รุ่น TM 3030

สมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC เพื่อตรวจสอบสถานะทางความร้อนและความเข้ากันได้ของพอลิเมอร์ผสมโดยจะทำการเตรียมชิ้นตัวอย่างที่มีน้ำหนักอยู่ในช่วง 3.0 - 10.0 mg ทำการศึกษาในโหมด ให้ความร้อน-ทำให้เย็นตัว-ให้ความร้อน (Temperature scan) ใช้อัตราเร็วในการให้ความร้อน 10 °C/min โดยใช้อุณหภูมิอยู่ในช่วง (-50) – 280 องศาเซลเซียส และในการศึกษาเสถียรภาพทางความร้อน (Thermal stability) จะเป็นศึกษาการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ด้วยเทคนิคเทอร์โมลกราวิเมตริกอนาไลซิส (Thermal gravimetric analysis

(TGA) ของบริษัท PerkinElmer รุ่น Pyris 1 TGA โดยเตรียมผงสีเลคประมาณ 9-10 มิลลิกรัม โดยอัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 °C/min และช่วงของอุณหภูมิที่ใช้ คือ 45-600 °C

สำหรับการศึกษาสมบัติการซึมผ่านไอน้ำ Water vapor permeability (WVP) ใช้วิธีตามมาตรฐาน ASTM E96-80 โดยใช้ซิลิกาเจลอบแห้ง (0 %RH) เป็นตัวดูดความชื้น ใส่ในถ้วยอลูมิเนียมสำหรับทดสอบการกั้นผ่านไอน้ำ จากนั้นนำตัวอย่างฟิล์มปิดทับบนปากถ้วยแล้วปิดฝาและปิดสกรูให้แน่นเพื่อป้องกันรอยรั่วทำการเติมน้ำเทียบพาราฟิน นำถ้วยทดสอบไปชั่งน้ำหนักอย่างละเอียด แล้วนำไปบ่มในตู้ควบคุมอุณหภูมิและความชื้นสัมพัทธ์ โดยใช้อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ความชื้นสัมพัทธ์เท่ากับ 90.26 เปอร์เซ็นต์ บันทึกการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักถ้วยทดสอบทุก 24 ชั่วโมง เป็นเวลา 16 วัน จากนั้นนำมาเขียนกราฟระหว่างน้ำหนัก (แกน y) กับ เวลา (แกน x) จากนั้นคำนวณหาความชันของกราฟ แล้วนำค่าความชันที่ได้มาคำนวณค่าการกั้นผ่านไอน้ำ (WVP) ตามสูตร

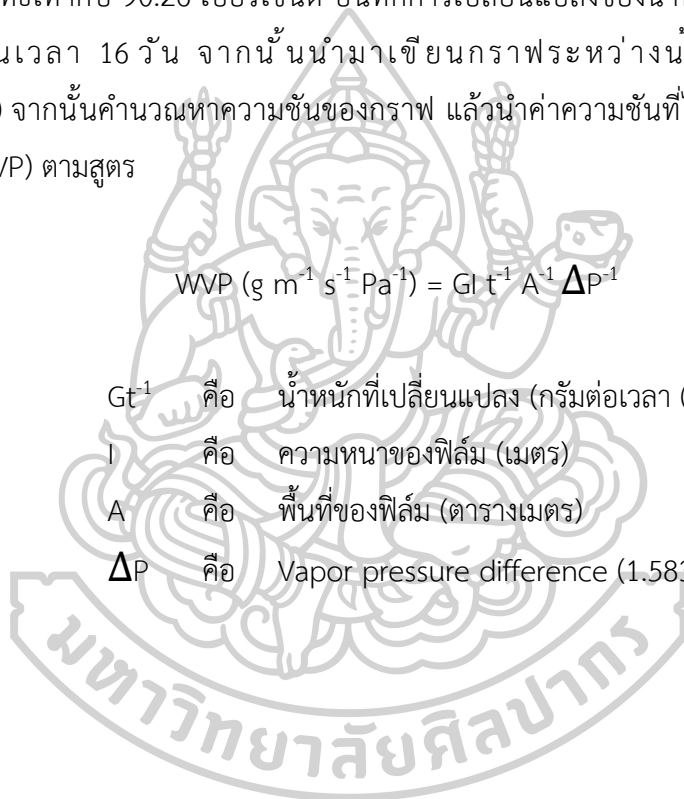
$$WVP \text{ (g m}^{-1} \text{ s}^{-1} \text{ Pa}^{-1}) = Gt^{-1} A^{-1} \Delta P^{-1}$$

$Gt^{-1}$  คือ น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง (กรัมต่อเวลา (วินาที))

$l$  คือ ความหนาของฟิล์ม (เมตร)

$A$  คือ พื้นที่ของฟิล์ม (ตารางเมตร)

$\Delta P$  คือ Vapor pressure difference ( $1.583 \times 10^3$  Pa)





## บทที่ 4

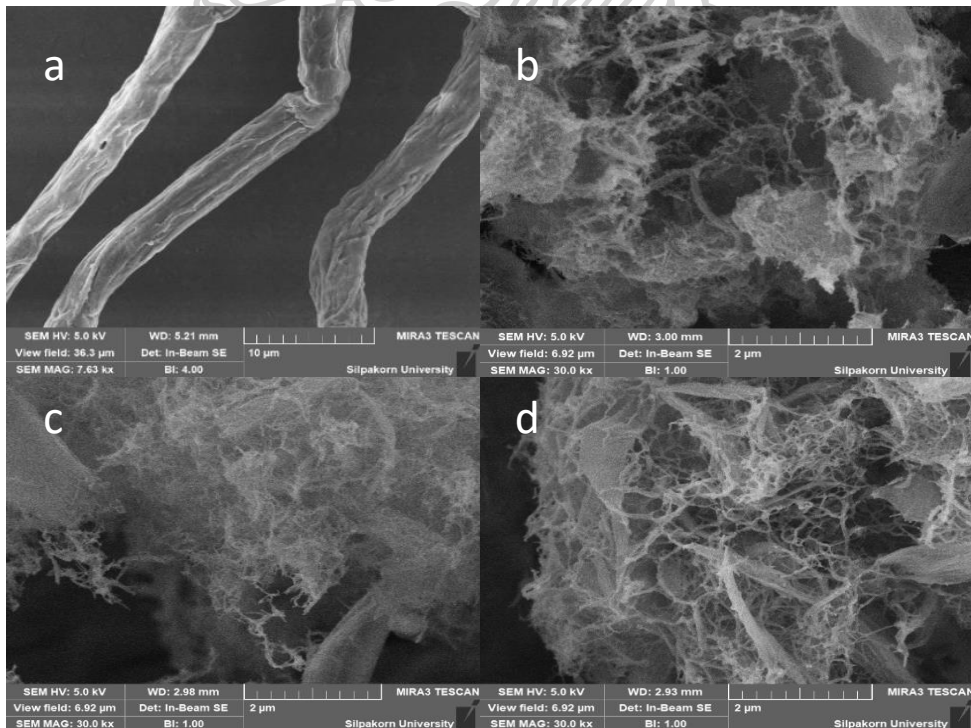
### ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

#### 4.1 โครงสร้างระดับจุลภาคของเส้นใยฟางข้าวที่ผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด $H_2SO_4$ ร่วมกับกระบวนการเชิงกล

##### 4.1.1 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยฟางข้าวที่ผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด $H_2SO_4$ ร่วมกับกระบวนการเชิงกล

##### 4.1.1.1 การศึกษาความเร็วรอบของการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง (Homogenization)

เมื่อนำฟางข้าวมาปรับสภาพด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 5 เปอร์เซ็นต์ (%w/w) ตามด้วยสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น 30 เปอร์เซ็นต์ (%w/v) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้เส้นใยไมโครไฟเบอร์ เซลลูโลส ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ประมาณ 5 ไมโครเมตร ( $\mu m$ ) ดังรูปที่ 25 a)



รูปที่ 25 SEM ของเส้นใยที่มีการปั่นเส้นใยที่ความเร็วรอบที่ต่างกัน a) MFC, b) 1000, c) 1300 และ d) 1600 rpm

ผลจากศึกษาผลของกระบวนการเชิงกลด้วยการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูงที่ 1000, 1300 และ 1600 rpm เมื่อนำเส้นใยที่ได้จากการปั่นมาทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกความเข้มข้น 64 เปอร์เซ็นต์ (%w/v) ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 45 นาที พบว่าเส้นใยที่มีการปั่นด้วยความเร็วรอบที่แตกต่างกันให้ลักษณะของเส้นใยที่ต่างกัน และเส้นใยที่ได้จะมีขนาดทั้งที่เป็นไมโครเมตรและนาโนเมตรปนกัน จากผล SEM จะเห็นว่าที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ให้ปริมาณของนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสมากที่สุด ในขณะที่ความเร็วรอบ 1300 rpm และ 1000 rpm ให้ปริมาณของนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสลดลง ดังแสดงในรูปที่ 25 b)- d) เนื่องจากเมื่อนำเส้นใยไปปั่นด้วยความเร็วรอบสูงนั้นจะช่วยทำให้เส้นใยไมโครไฟบริลเซลลูโลสมีขนาดที่สั้นลง สาเหตุมาจากขณะปั่นด้วยความเร็วรอบสูงนั้นแรงปั่นด้วยความเร็วรอบที่เพิ่มขึ้นจะทำให้เส้นใยโดนแรงเฉือนที่มากขึ้น จึงเป็นสาเหตุให้เส้นใยไมโครไฟบริลตั้งต้นมีขนาดสั้นลง เมื่อนำมาไฮโดรไลซิสด้วยกรด จึงพบว่าที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ให้ปริมาณเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสที่มากกว่าที่ความเร็วรอบ 1000 และ 1300 rpm ดังนั้นเราจึงเลือกความเร็วรอบที่ 1600 rpm มาศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาต่อไป

#### 4.1.1.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส

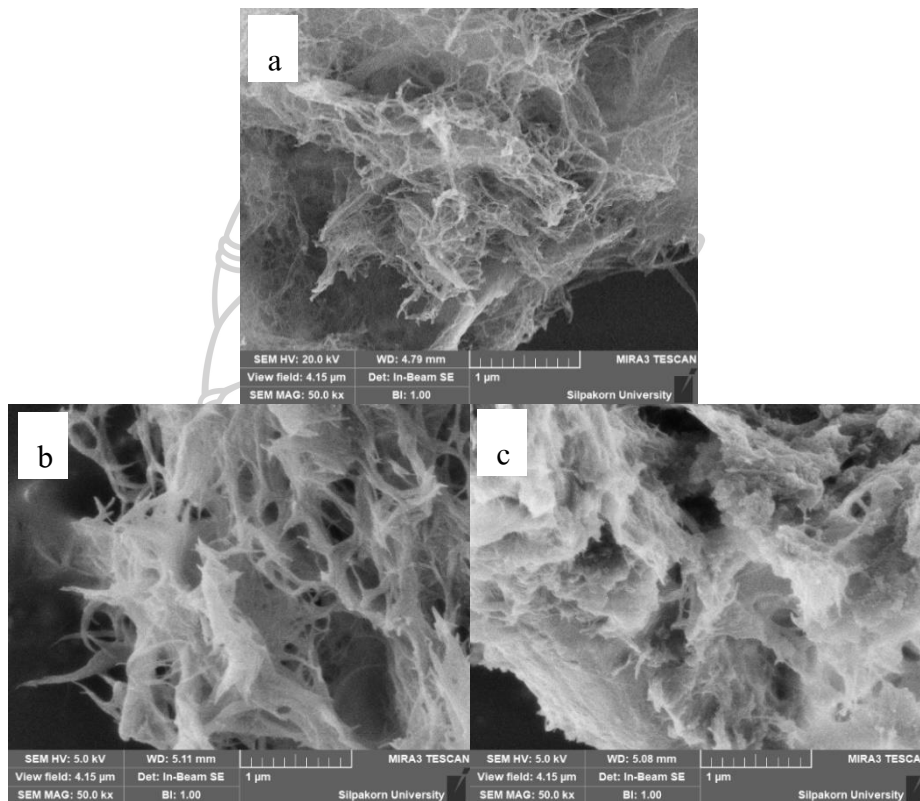
จากการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส 45, 60 และ 80 องศาเซลเซียส โดยกำหนดระยะเวลาในการไฮโดรไลซิส 45 นาที พบว่า อุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการไฮโดรไลซิสคือที่ 45 องศาเซลเซียส จะให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเล็ก ลักษณะของเส้นใยเป็นร่างแห แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นที่ 60 องศาเซลเซียส จะทำให้เส้นใยที่ทำการไฮโดรไลซิสเกิดการเสียสภาพกลายเป็นเส้นใยที่มีลักษณะสั้น ๆ และที่อุณหภูมิสูงขึ้นที่ 80 องศาเซลเซียส จะทำให้เส้นใยเกิดการเสียสภาพมีลักษณะกลายเป็นกลุ่มก้อน เนื่องจากเป็นวิธีการไฮโดรไลซิสด้วยกรด เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นอาจเป็นการเร่งให้กรดทำปฏิกิริยาอย่างรุนแรง อาจทำให้กรดไม่เพียงแต่สลายพันธะไฮโดรเจนที่ยึดระหว่างไมโครไฟบริลแต่ละสายและส่วนที่เป็นอสัณฐาน แต่ยังเป็นการทำลายเซลลูโลสส่วนที่เป็นผลึกด้วย จึงทำให้เกิดการเกาะกลุ่ม กระจายตัวได้ไม่ดี ดังนั้นเราจึงเลือกอุณหภูมิในการไฮโดรไลซิสที่ 45 องศาเซลเซียส มาศึกษาผลของเวลาต่อไป

#### 4.1.1.3 การศึกษาระยะเวลาในการปรับสภาพ (45 นาที, 90 นาที และ 120 นาที)

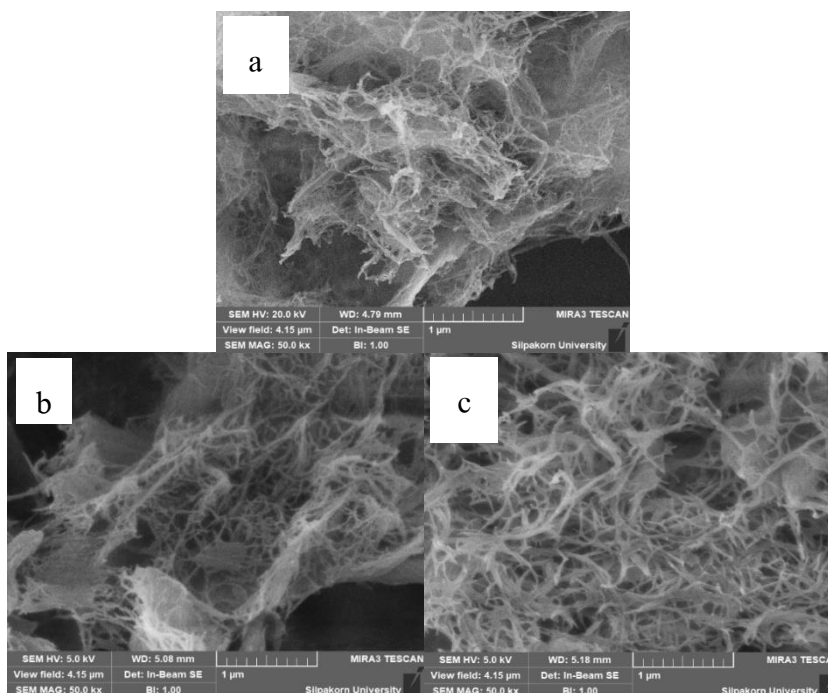
จากการศึกษาผลของระยะเวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิสที่ 45, 90 และ 120 นาที โดยกำหนดอุณหภูมิในการไฮโดรไลซิส 45 องศาเซลเซียส พบว่า ที่ระยะเวลา 120 นาที ให้ปริมาณเส้นใยที่มีขนาดเล็กมากที่สุด ซึ่งเส้นใยที่ได้มีลักษณะเป็นเส้นใยร่างแหขนาดเล็ก ในขณะที่



ระยะเวลา 45 และ 90 นาที พบว่าเส้นใยที่ได้ส่วนมากยังมีขนาดใหญ่และเป็นแผ่น เนื่องมาจากมีเวลาในการไฮโดรไลซิสเพิ่มขึ้น จะช่วยกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสได้มากขึ้น อีกทั้งยังช่วยให้การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้น ดังนั้นที่เวลาการไฮโดรไลซิส 120 นาที จึงให้ปริมาณเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสที่มีลักษณะเป็นร่างแหขนาดเล็กมากกว่าที่เวลาการไฮโดรไลซิส 45 และ 90 นาที เราจึงเลือกสภาวะเวลาในการไฮโดรไลซิสที่ 120 นาที มาเตรียมเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสเพื่อทำการศึกษาต่อ



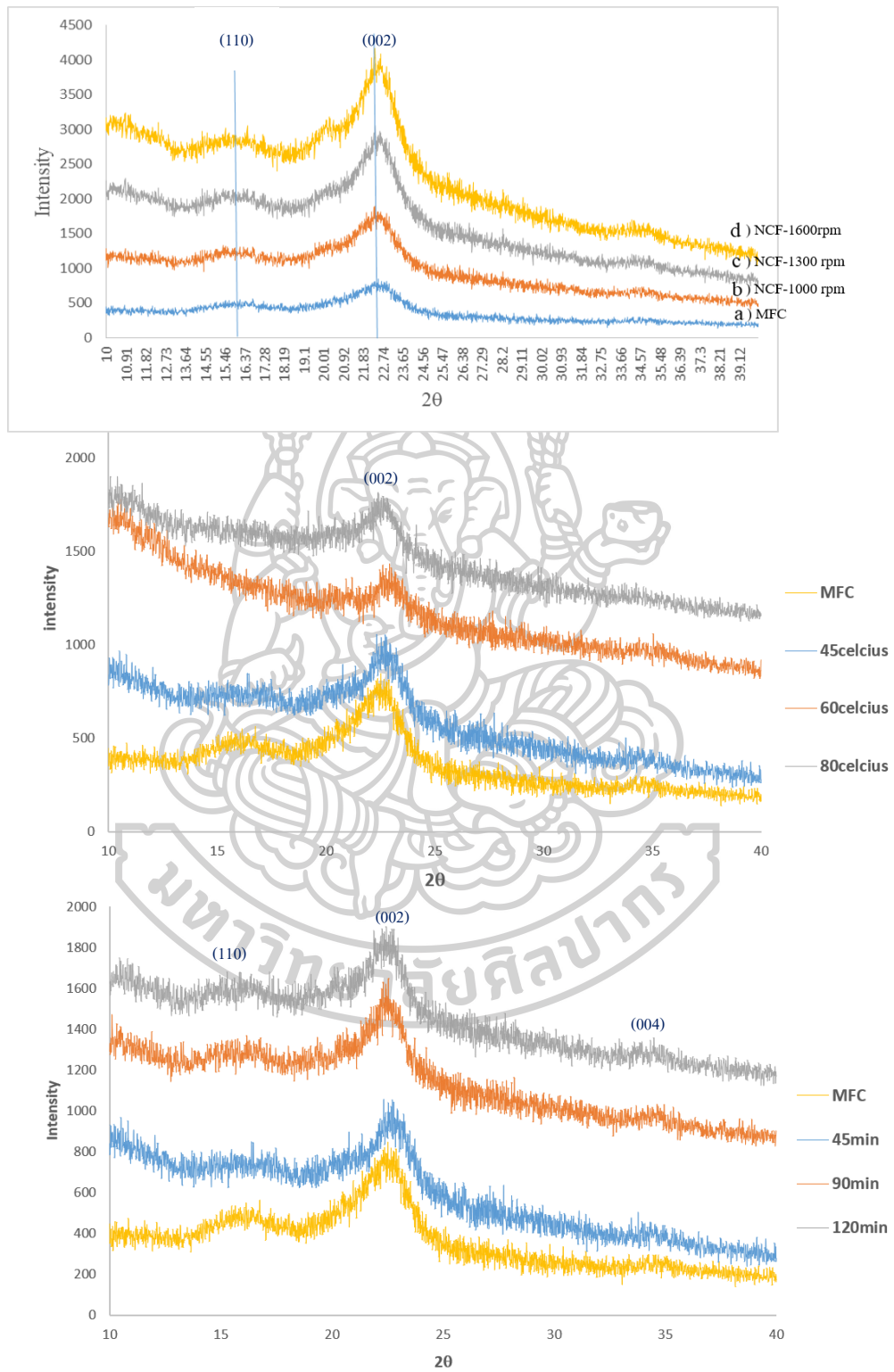
รูปที่ 26 SEM ของเส้นใยที่ไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิต่างกัน a) 45, b) 60 และ c) 80 องศาเซลเซียส



รูปที่ 27 SEM ของเส้นใยที่ไฮโดรไลซิสที่เวลาต่างกัน a) 45, b) 90 และ c) 120 นาที

จากสภาวะการเตรียมเส้นใย พบว่าเมื่อนำเส้นใยไปปั่นด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ช่วยทำให้เส้นใยไมโครไฟบริลเซลลูโลสมีขนาดที่สั้นลง สาเหตุมาจากขณะที่ปั่นด้วยความเร็วรอบสูงนั้นแรงปั่นด้วยความเร็วรอบที่เพิ่มขึ้นจะทำให้เส้นใยโดนแรงเฉือนที่มากขึ้น จึงทำให้เส้นใยไมโครไฟบริลเซลลูโลสตั้งต้นมีขนาดสั้นลง เมื่อนำมาไฮโดรไลซิสด้วยกรดทำให้กรดเข้าทำปฏิกิริยาได้ดีมากขึ้น โดยกำจัดส่วนที่เป็นอสัณฐาน เช่น ลิกนินหรือเฮมิเซลลูโลสออกไปได้ และยังช่วยให้กรดเข้าไปสลายพันธะไฮโดรเจนที่ยึดระหว่างเส้นใยไมโครไฟบริลแต่ละสาย โดยพบว่าอุณหภูมิการไฮโดรไลซิสที่เวลา 45 นาที ให้ลักษณะเส้นใยนาโนไฟเบอร์ที่เป็นร่างแห มีการกระจายตัวดี และที่เวลาการไฮโดรไลซิส 120 นาทีให้ปริมาณเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสที่มากที่สุด

#### 4.1.2 การศึกษาโครงสร้างของเส้นใยด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน



รูปที่ 28 XRD ของเส้นใยที่สภาวะต่าง ๆ

จากการศึกษาโครงสร้างของเส้นใยจากฟางข้าวที่สภาวะต่าง ๆ ด้วยเทคนิค XRD พบพิกที่แสดงความเป็นผลึกมีค่า  $2\theta$  อยู่ที่ประมาณ  $22^\circ$  หรือระนาบ 002 และพิกที่แสดงถึงลักษณะที่เป็นอสัณฐานมีค่า  $2\theta$  อยู่ที่ประมาณ  $16^\circ$  หรือระนาบ 101 ซึ่งผลที่ได้จาก XRD แสดงให้เห็นว่าพิกที่แสดงความเป็นผลึกมีความสูงขึ้นเมื่อเส้นใยผ่านการปรับสภาพด้วยกรดซัลฟิวริก อีกทั้งที่เวลา 120 นาที ยังพบพิกเล็กๆ ที่  $2\theta$  อยู่ที่ประมาณ  $35^\circ$  หรือระนาบ 004 [20] แสดงให้เห็นว่าหลังจากทำการไฮโดรลisis สามารถกำจัดส่วนที่เป็นอสัณฐาน เช่น ลิกนินหรือเฮมิเซลลูโลสออกไปได้ และเมื่อให้เวลาให้การเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส 120 นาที จะช่วยเพิ่มความเป็นผลึกได้มากกว่าที่เวลา 45 และ 90 นาที โดยเมื่อเปรียบเทียบเปอร์เซ็นต์การเป็นผลึกจะเห็นได้ชัดว่า ที่ 120 นาที ให้เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกที่สูงที่สุดคือ 25.70% โดยคิดเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกได้ดังนี้

$$Crl (\%) = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100$$

โดย  $I_{002}$  คือค่าความเข้มสูงสุดที่ระนาบ 002 ซึ่งแสดงถึงส่วนที่เป็นผลึก และ  $I_{am}$  คือค่าความเข้มที่ระนาบ 101 ซึ่งแทนส่วนที่เป็นอสัณฐาน

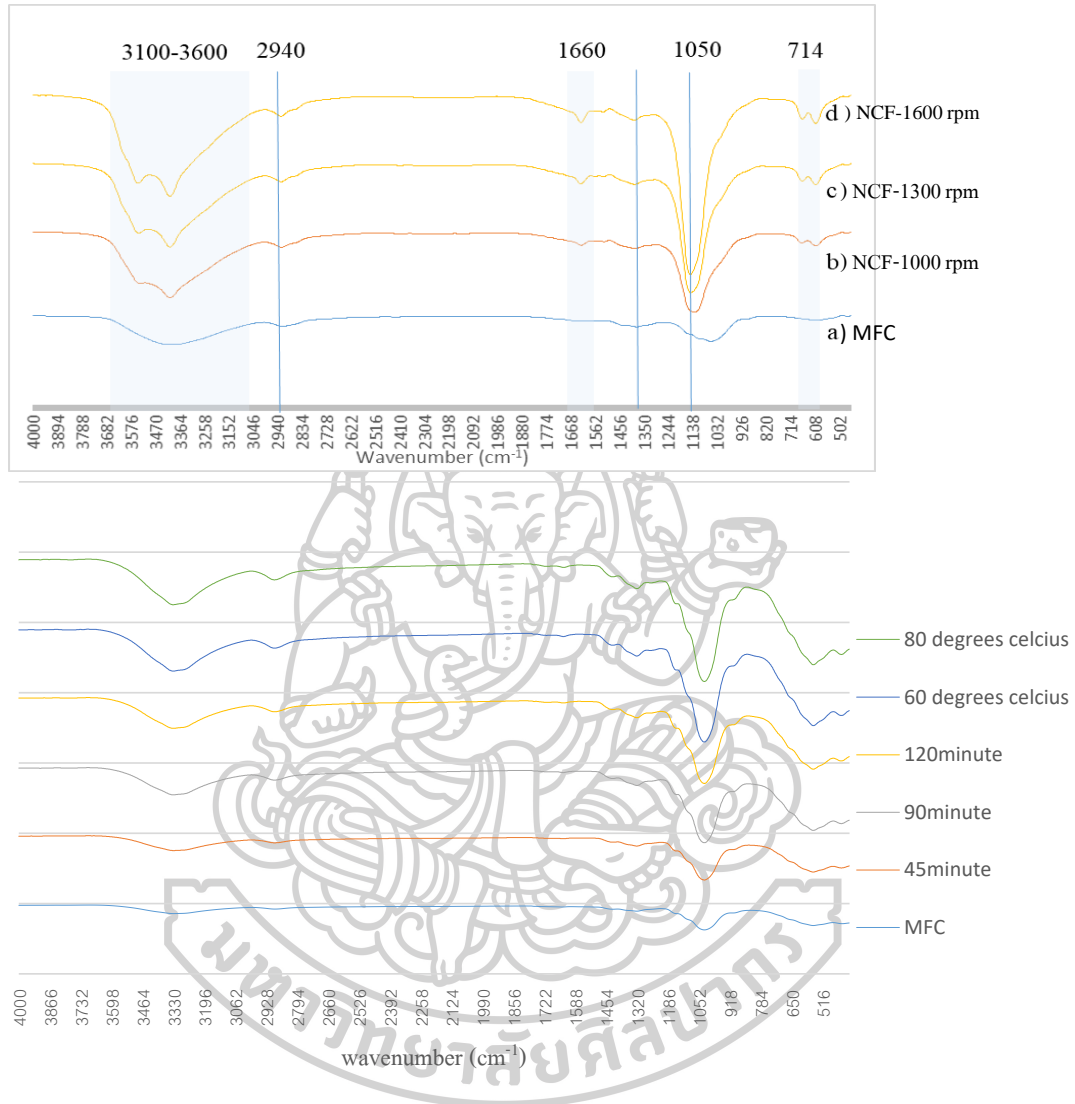
ตารางที่ 4 แสดงเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก (Crystallinity index ; Crl) ของเส้นใยที่ผ่านการไฮโดรไลซิสที่เวลาต่าง ๆ

เส้นใยที่ผ่านการไฮโดรไลซิสที่เวลา(นาที)	Crystallinity index (%)
45	19.87
90	24.90
120	25.70

#### 4.1.3 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการทางเคมี

จากการศึกษาเส้นใยจากฟางข้าวที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกแล้วปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง ด้วยเทคนิค ATR-FTIR (รูปที่ 29) ทั้งฟางข้าวที่ผ่านการปรับสภาพปรากฏพิกที่  $3336 \text{ cm}^{-1}$  จากการสั่นของพันธะ O-H stretching ซึ่งแสดงถึงเส้นใยมีเซลลูโลสและลิกนิน ที่พิก  $1732 \text{ cm}^{-1}$  พบพิก Aliphatic ester ในลิกนิน/เฮมิเซลลูโลส และที่พิก  $1520 \text{ cm}^{-1}$  แสดงถึงการสั่นของพันธะ C=C stretching ในโครงสร้าง aromatic ซึ่งพบในลิกนิน ดังนั้นที่พิก  $1732 \text{ cm}^{-1}$  และ  $1520 \text{ cm}^{-1}$  จึงยืนยันได้ว่าเฮมิเซลลูโลสและลิกนินได้ถูกกำจัดออกไปหลังจากเส้นใยผ่านการปรับสภาพ นอกจากนี้พบว่าสำหรับเส้นใยที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรด ให้พิกของ C-O bending ที่มีความเข้มสูงขึ้น เมื่อเทียบกับเส้นใยที่ไม่ได้ผ่านการไฮโดรไลซิส แสดงให้เห็นว่าเมื่อผ่าน

การไฮโดรไลซิสแล้วเกิดการสลายพันธะไฮโดรเจนระหว่างสายไมโครไฟบริลเซลลูโลสและสลายส่วนที่เป็นอสัณฐานออกไป



รูปที่ 29 FT-IR ของเส้นใยที่สภาวะต่าง ๆ

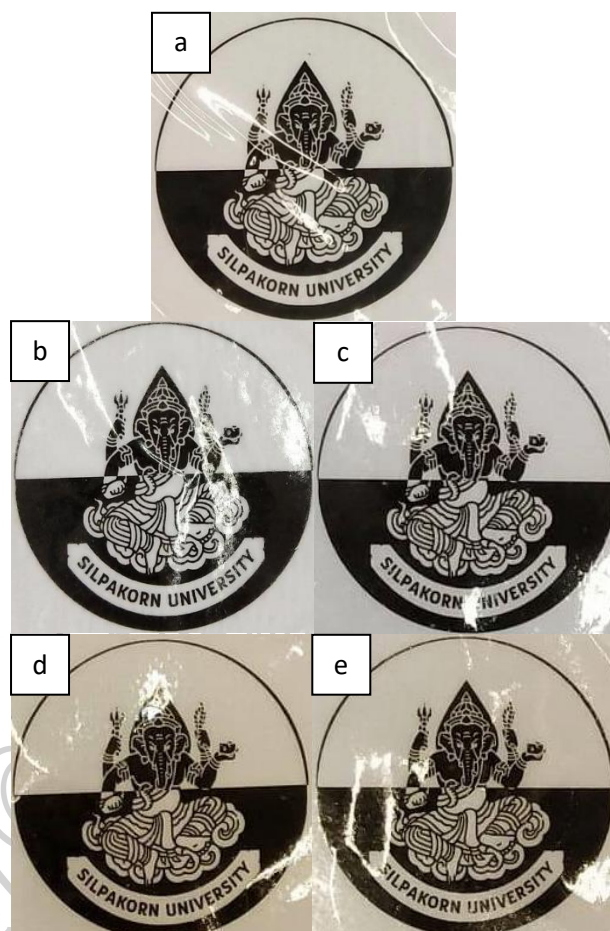
## 4.2 ผลของการศึกษาสภาวะในการเตรียมฟิล์มนาโนเซลลูโลสพอลิไวนิลแอลกอฮอล์คอมโพสิต

### 4.2.1 ลักษณะทางกายภาพทั่วไป

จากรูปแสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิต พบว่าทั้ง PVA และแต่ละปริมาณของเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการเชิงกลและเชิงเคมีที่ผสมลงไปปริมาณที่แตกต่างกัน 1, 3, 5 และ 7 phr พบว่า ฟิล์มคอมโพสิตที่ผสมกับเส้นใยเหล่านี้มีลักษณะใส โปร่งแสง ไม่มีจุดเล็กสีขาว ความกระจายตัวได้ดีในเมทริกซ์ของ PVA แต่สำหรับฟิล์มคอมโพสิตที่ผ่าน



กระบวนการ acid hydrolysis ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสนั้นจะให้ฟิล์มสีน้ำตาลอ่อนไปจนถึงน้ำตาลเข้ม ขึ้นอยู่กับปริมาณเส้นใยที่เติมลง ดังรูปที่ 35



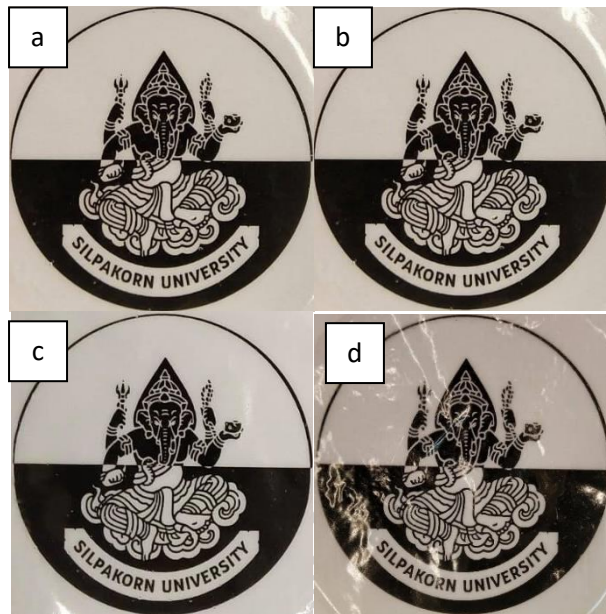
รูปที่ 30 ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และ MFC ที่ a) 0, b) 1, c) 3, d) 5 และ e) 7 phr

จากรูปแสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตพบว่า ทั้ง PVA และแต่ละปริมาณของเส้นใยเซลลูโลสที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการเชิงกลและเชิงเคมีที่ผสมลงไป ใน PVA นั้น มีลักษณะใสและโปร่งแสง แต่เมื่อเมื่อปริมาณเส้นใยเซลลูโลสเพิ่มขึ้น จะเห็นบางบริเวณเป็นจุดสีขาวเล็ก ๆ ชัดขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างฟิล์ม PVA กับฟิล์มคอมโพสิตที่มีการผสมเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเชิงกลและเชิงเคมี ด้วยวิธี homogenization และ acid hydrolysis ที่สภาวะต่าง ๆ ดังนี้

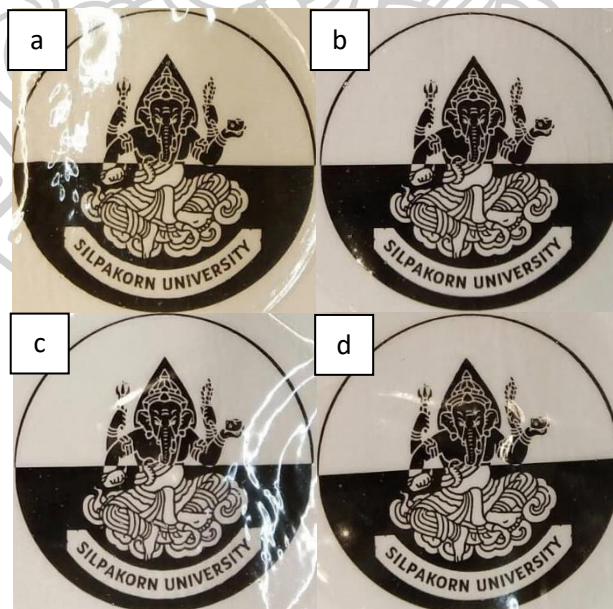
- เส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1000 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที
- เส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1300 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที
- เส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที
- เส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 60 องศาเซลเซียส 45 นาที
- เส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 80 องศาเซลเซียส 45 นาที
- เส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 60 นาที
- เส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 120 นาที

จากลักษณะทางกายภาพของฟิล์มที่มีการเติมเส้นใยโดยเส้นใยที่ผ่านจากการเตรียมด้วยสภาวะต่าง ๆ ที่มีปริมาณที่แตกต่างกัน 1, 3, 5 และ 7 phr แสดงดังรูปที่ 30 ถึง 35 พบว่า ฟิล์มคอมโพสิตที่ผสมกับเส้นใยเหล่านี้ส่วนใหญ่มีลักษณะใส โปร่งแสง ไม่มีจุดเล็กสีขาว โดยทั่วไปพบว่าเมื่อเติมเส้นใยในปริมาณที่มากขึ้นจะทำให้ฟิล์มมีความใสลดลงของกลับค่าร้อยละการส่องผ่านของแสง ดังรูปที่ 39 แต่สำหรับฟิล์มคอมโพสิตที่ผ่านกระบวนการ acid hydrolysis ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสนั้นจะให้ฟิล์มสีน้ำตาลอ่อนไปจนถึงน้ำตาลเข้ม ขึ้นอยู่กับปริมาณเส้นใยที่เติมลงไป เนื่องจากลักษณะของเส้นใยเป็นสีน้ำตาล โดยเฉพาะ เส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 80 องศาเซลเซียส 45 นาที ดังรูปที่ 35





รูปที่ 31 แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1000 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr



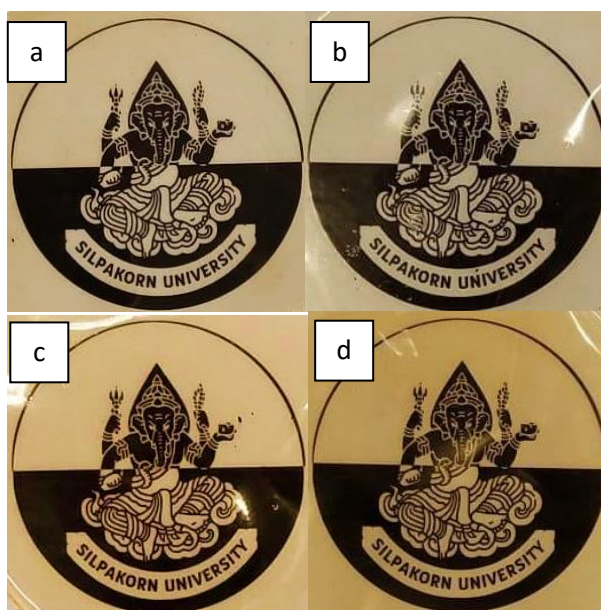
รูปที่ 32 แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1300 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr



รูปที่ 33 แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr



รูปที่ 34 แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 60 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr



รูปที่ 35 แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 80 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr

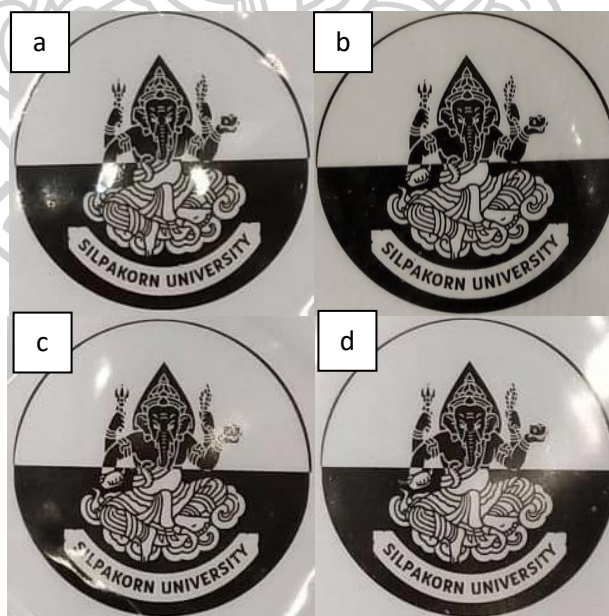


รูปที่ 36 แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 45 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr



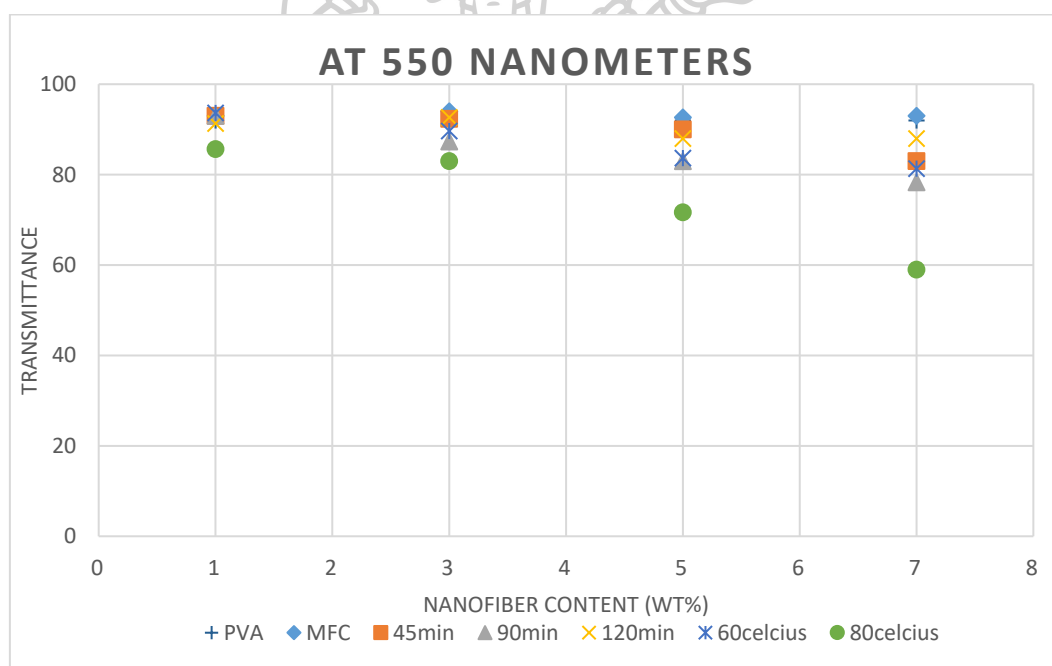


รูปที่ 37 แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 90 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr



รูปที่ 38 แสดงลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตระหว่าง PVA และเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ 1600 rpm และ acid hydrolysis ที่ 45 องศาเซลเซียส 120 นาที ที่ a) 1, b) 3, c) 5 และ d) 7 phr

ค่าความใสของฟิล์มจะถูกวัดด้วยร้อยละการส่องผ่านที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร เป็นความยาวคลื่นแสงที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตา แสดงดัง รูปที่ 39 ฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตที่ถูกเตรียมด้วยการผสมนาโนเซลลูโลสที่ภาวะที่แตกต่างกัน โดยใช้เวลาในการใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกัน พบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่มีการเติมเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสที่มาจากสภาวะการเตรียมที่การปั่นเส้นใยไมโครไฟบริลเซลลูโลส 1600 rpm อุณหภูมิการไฮโดรไลซิสที่ 45 องศาเซลเซียส ระยะเวลาการไฮโดรไลซิส 120 นาที ที่ปริมาณเส้นใย 1 phr ให้ค่าร้อยละการส่องผ่านของแสงใกล้เคียงกับฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสที่ได้จากการเตรียมด้วยสภาวะนี้ มีความเข้ากันได้ดีกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เมทริกซ์ และพบว่าเมื่อปริมาณเส้นใยเพิ่มขึ้น จะมีค่าร้อยละการส่องผ่านของแสงลดลง สอดคล้องกับลักษณะทางกายภาพที่ชี้ให้เห็นว่ามีความขุ่นเพิ่มขึ้น นอกจากนี้สำหรับฟิล์มคอมโพสิตที่ได้จากการผสมเส้นใยที่สภาวะการเตรียมที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ให้ค่าร้อยละการส่องผ่านของแสงที่น้อยที่สุด เนื่องจากฟิล์มที่ได้มีลักษณะเป็นสีน้ำตาลเข้ม



รูปที่ 39 ร้อยละการส่องผ่านของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตที่ถูกเตรียมด้วยการผสมนาโนเซลลูโลสที่ภาวะที่แตกต่างกัน โดยใช้เวลาในการใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกัน โดยที่ 45 min, 90 min และ 120 min คือสภาวะที่เตรียมด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส สำหรับการปรับ

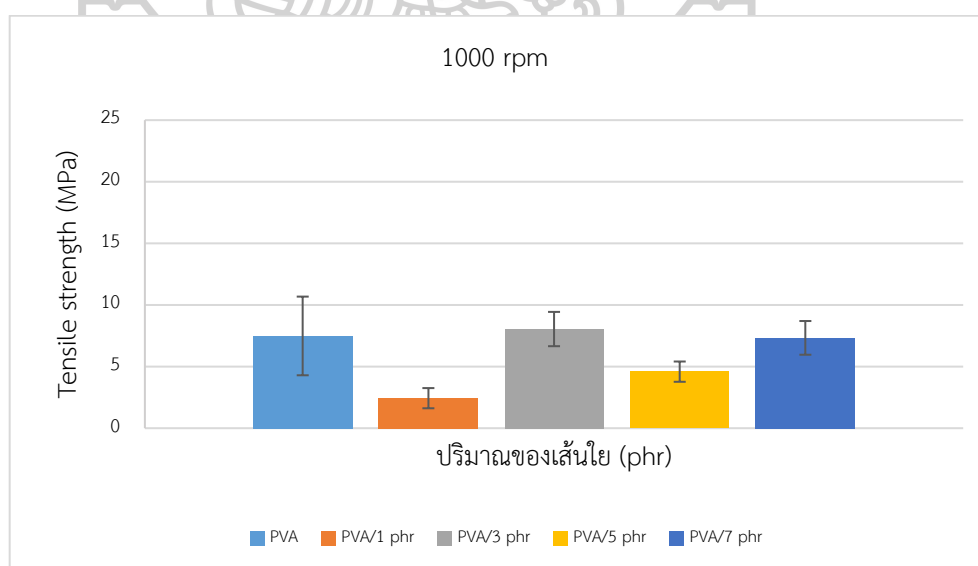
#### 4.2.2 ปริมาณของนาโนเซลลูโลสที่ 0, 1, 3, 5 และ 7 phr

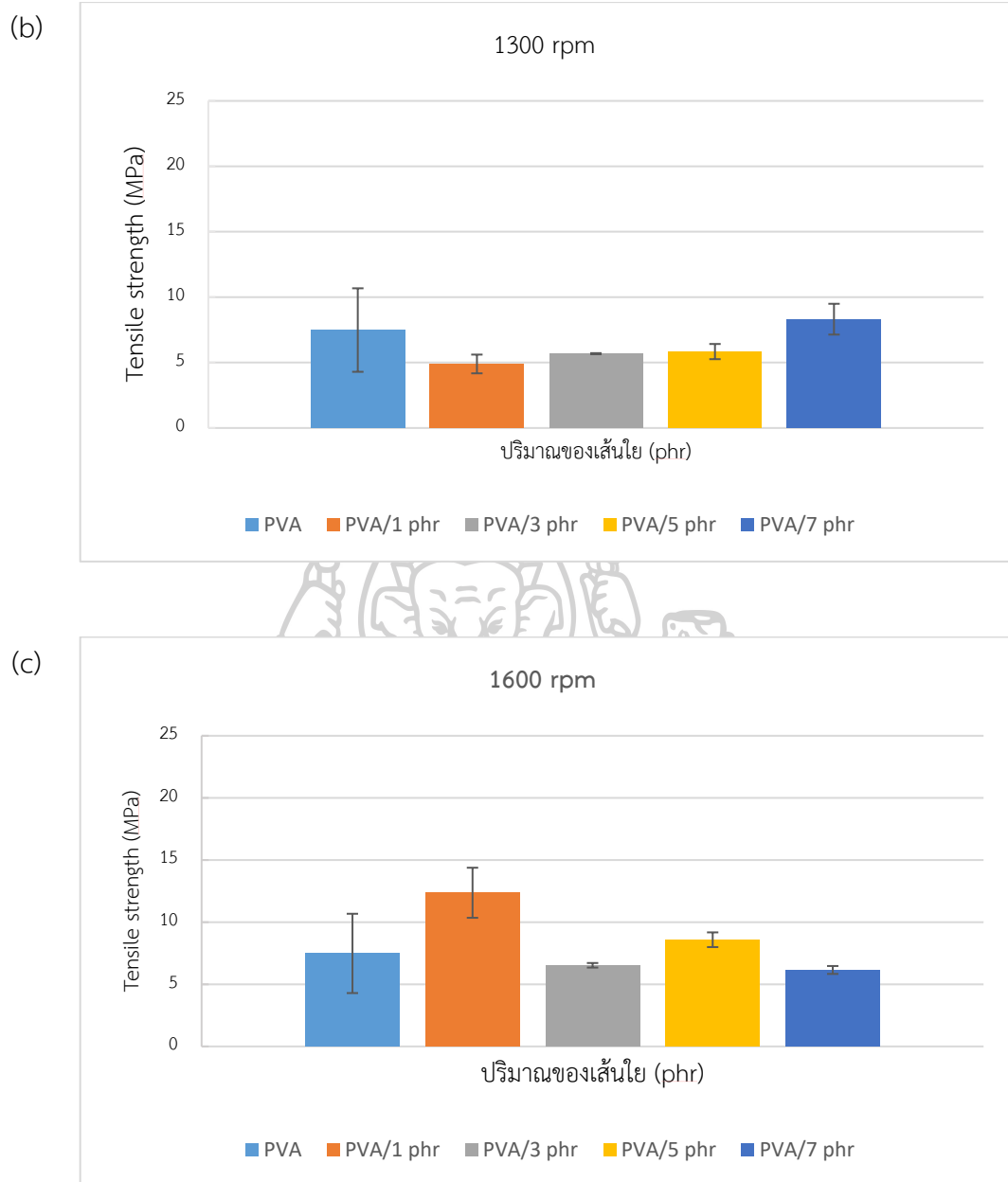
ฟิล์มคอมโพสิตที่มีปริมาณของนาโนเซลลูโลสที่ต่างกันถูกนำมาทดสอบสมบัติเชิงกลโดยแสดงผลดังหัวข้อ 4.2.2.1

##### 4.2.2.1 ผลของกระบวนการเชิงกลหรือความเร็วรอบ

จากผลการทดสอบคุณสมบัติเชิงกลของฟิล์มคอมโพสิตที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยวิธีหล่อจากสารละลายที่มีปริมาณของนาโนเซลลูโลสที่ต่างกัน และนาโนเซลลูโลสมาจากการเตรียม โดยควบคุม 45 องศาเซลเซียสและใช้เวลา 45 นาทีในการทำ hydrolysis ภายใต้กรดซัลฟิวริก และใช้ความเร็วรอบในการปั่นที่ต่างกัน ได้แก่ 1000 1300 และ 1600 rpm แสดงดังรูปที่ 40 พบว่าที่ความเร็วรอบในการปั่นเส้นใยที่ 1600 rpm ที่มีปริมาณเส้นใย 1 phr ให้ค่าการทนแรงดึง ณ จุดขาด (Tensile strength at break) ที่สูงที่สุดคือ 12.5 MPa ซึ่งผลทางสัญฐานวิทยาของเส้นใยที่ปั่นที่ความเร็วรอบต่างกัน พบว่าที่ความเร็ว 1600 rpm เมื่อผ่านการไฮโดรไลซิสให้เส้นใยส่วนมากเป็นเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสที่เป็นร่างแห จึงทำให้ค่าการทนแรงดึง ณ จุดขาด เพิ่มมากขึ้นเมื่อเทียบกับความเร็วรอบ 1000 และ 1300 rpm และมีค่าความทนต่อการเปลี่ยนรูป (Young's modulus) เพิ่มขึ้นด้วยเช่นกัน ส่วนค่า Elongation at break ที่มากที่สุดเมื่อเติมนานาโนเซลลูโลสลงไป 1 phr มีค่าประมาณ 60% ดังรูปที่ 41 เมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่ได้ผสมเส้นใยลงไป ดังนั้นเราจึงเลือกความเร็วรอบที่ใช้ในการปั่นเส้นใยที่ 1600 rpm มาทำการศึกษาผลของอุณหภูมิและเวลาต่อไป

(a)

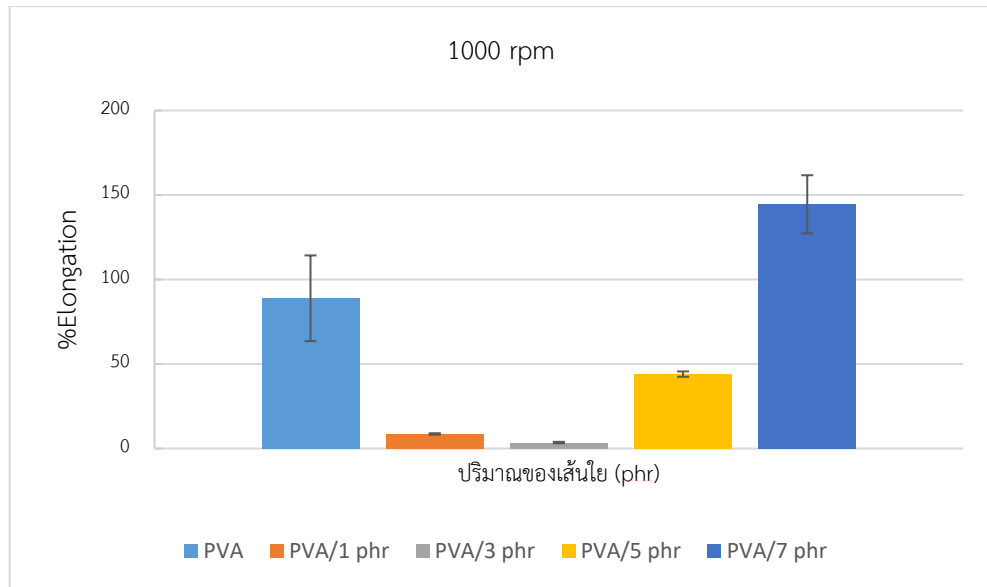




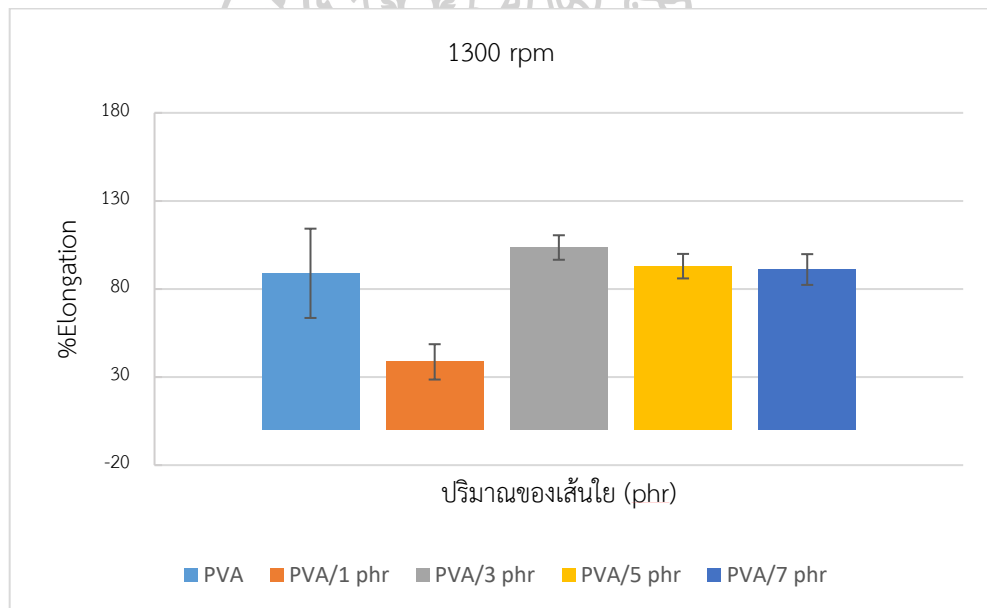
รูปที่ 40 ภาพแสดงค่า Tensile strength ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ a) 1000, b) 1300 และ c) 1600 rpm ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr

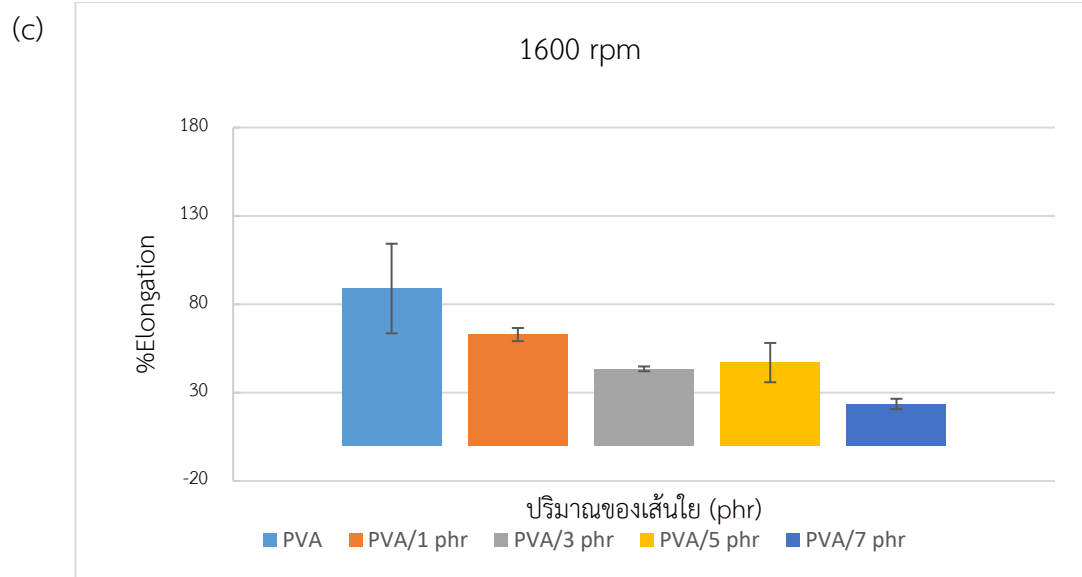


(a)

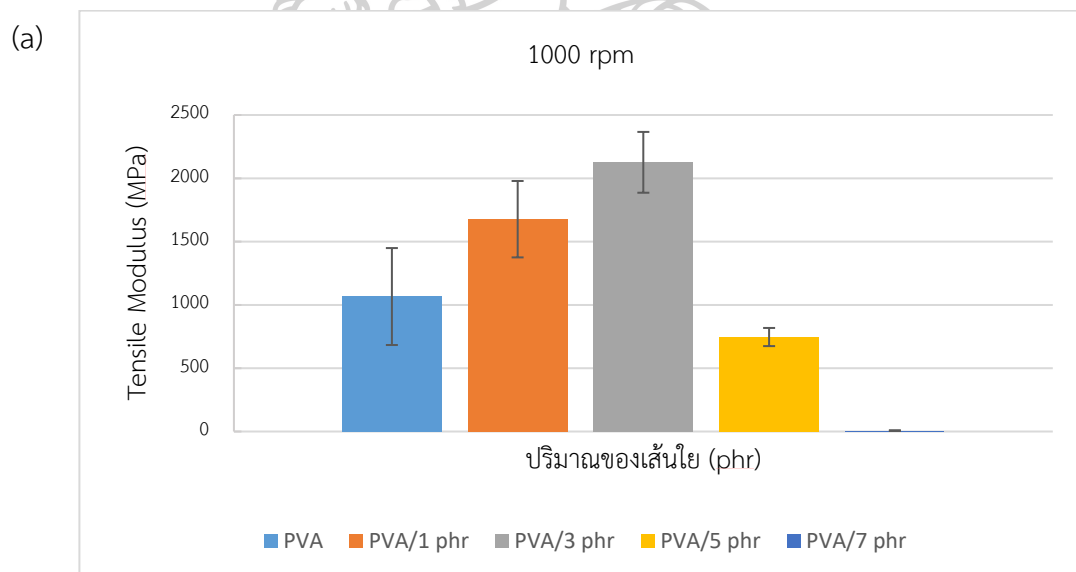


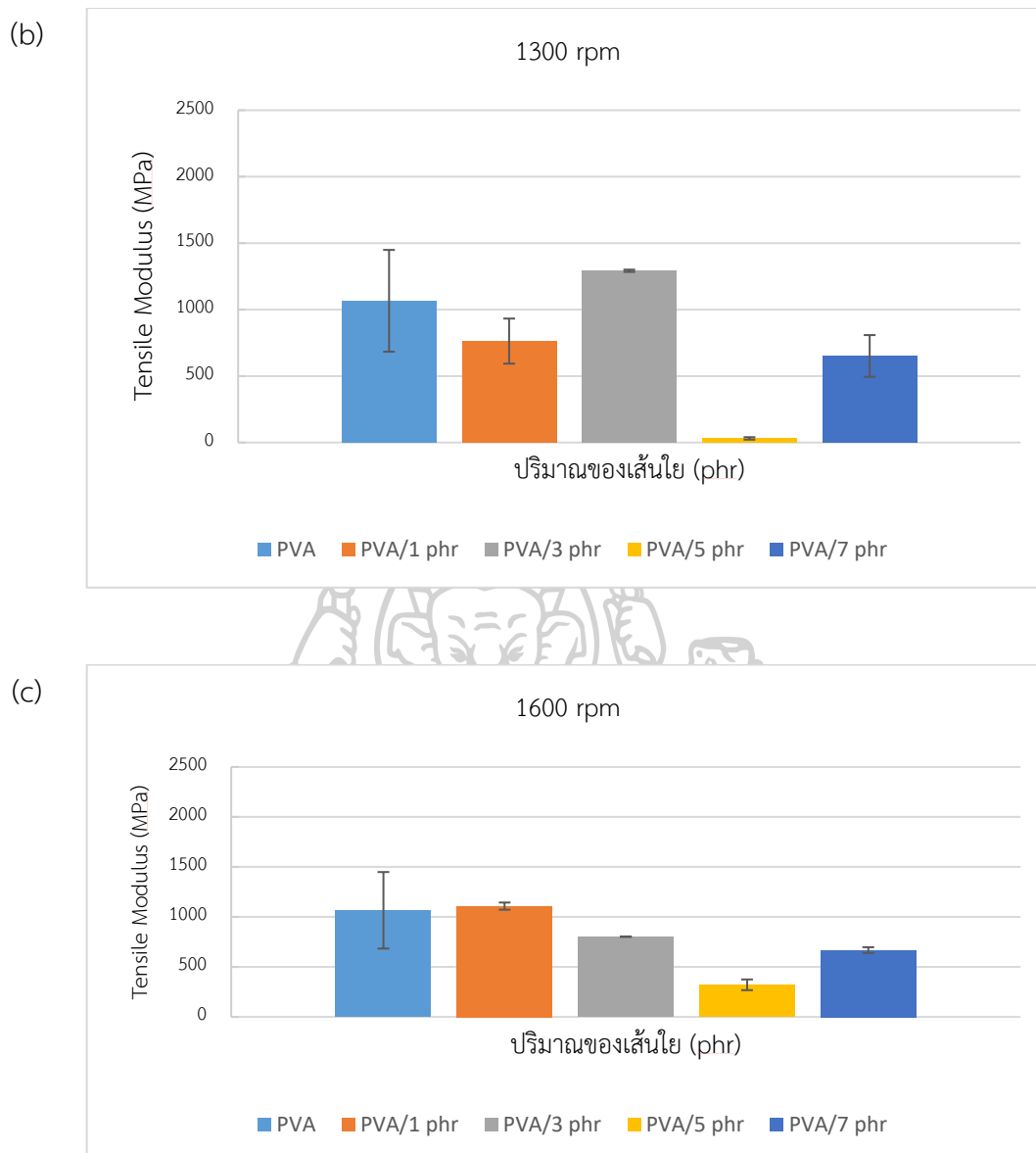
(b)





รูปที่ 41 ภาพแสดงค่า Elongation at break ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ a) 1000, b) 1300 และ c) 1600 rpm ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr





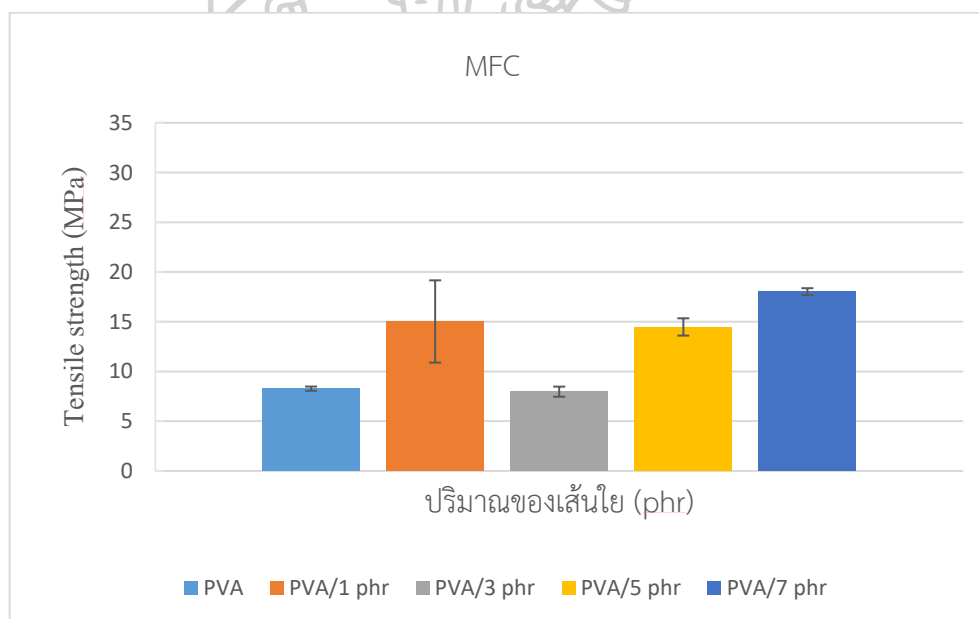
รูปที่ 42 ภาพแสดงค่า Young's Modulus ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ a) 1000, b) 1300 และ c) 1600 rpm ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr

#### 4.2.2.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการไฮโดรไลซิสร่วมกับกระบวนการเชิงกล

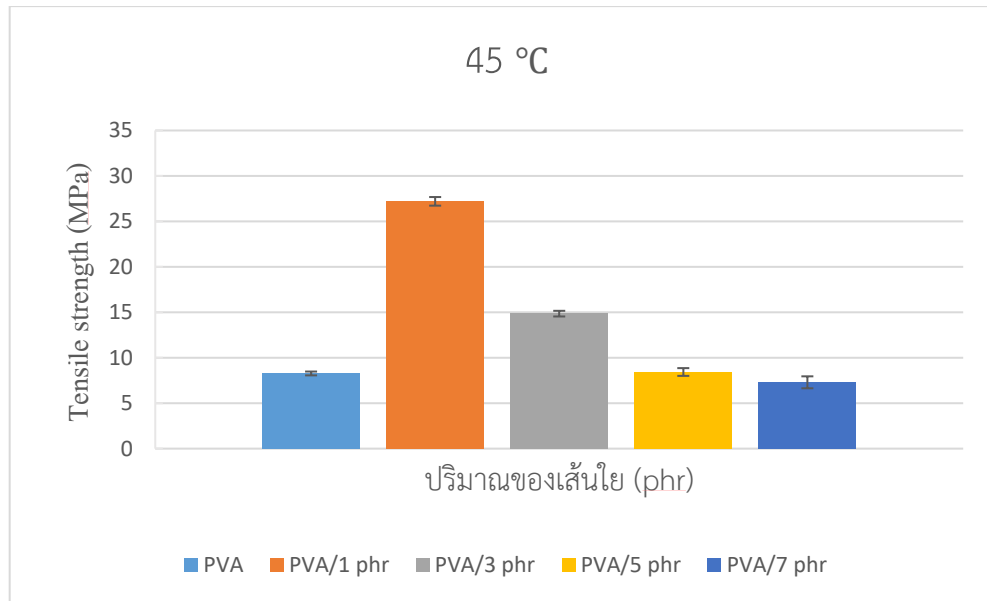
จากรูปที่ 43 ถึง รูปที่ 45 เป็นผลการทดสอบคุณสมบัติเชิงกลของฟิล์มคอมโพสิตที่ได้จากการขึ้นรูปด้วยวิธีหล่อจากสารละลายโดยผสมระหว่างเส้นใยที่เตรียมจากความเร็วรอบที่ใช้ในการปั่นเส้นใยที่ 1600 rpm โดยควบคุมเวลาที่ใช้ในการทำ hydrolysis ภายใต้อุณหภูมิที่ต่างกัน ได้แก่ 45, 60 และ 75 องศาเซลเซียส

และ 80 องศาเซลเซียส โดยใส่ลงไปโพลีเมอร์เป็นปริมาณที่แตกต่างกันคือ 1, 3, 5 และ 7 phr และ ซึ่งทำการทดลองเทียบกับพอลิเมอร์ที่มีเซลลูโลสโดยไม่ผ่านสภาวะการเตรียมโดยใช้ความเร็วรอบและ อุณหภูมิ (หรือ MFC ดังรูปที่ 43 ถึง รูปที่ 45 a) พบว่าที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ปริมาณเส้นใย 1 phr ให้ค่า tensile strength ที่สูงที่สุดคือ 27 MPa เนื่องจากลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใย พบว่า เส้นใยที่ผ่านการไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ให้ลักษณะเส้นใยที่เป็นร่างแหขนาดเล็ก กระจายตัวได้ดีเมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และที่ 80 องศาเซลเซียส ซึ่งให้เส้นใยที่มีลักษณะจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อน ดังนั้นจึงทำให้เส้นใยที่ได้จากสภาวะการเตรียมที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ให้ค่าความทนต่อแรงดึง ณ จุดขาด มากที่สุดและมากที่สุดเมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่ได้ผสมเส้นใยลงไป เมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่ได้ผสมเส้นใยไปและที่ปริมาณเส้นใยที่ 3, 5 และ 7 phr สำหรับค่า Elongation at break มีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นในทุกๆ สภาวะและค่าโมดูลัสที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส ปริมาณเส้นใย 1 phr มีค่ามากที่สุด จึงดังนั้นจึงเลือกอุณหภูมิที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลส

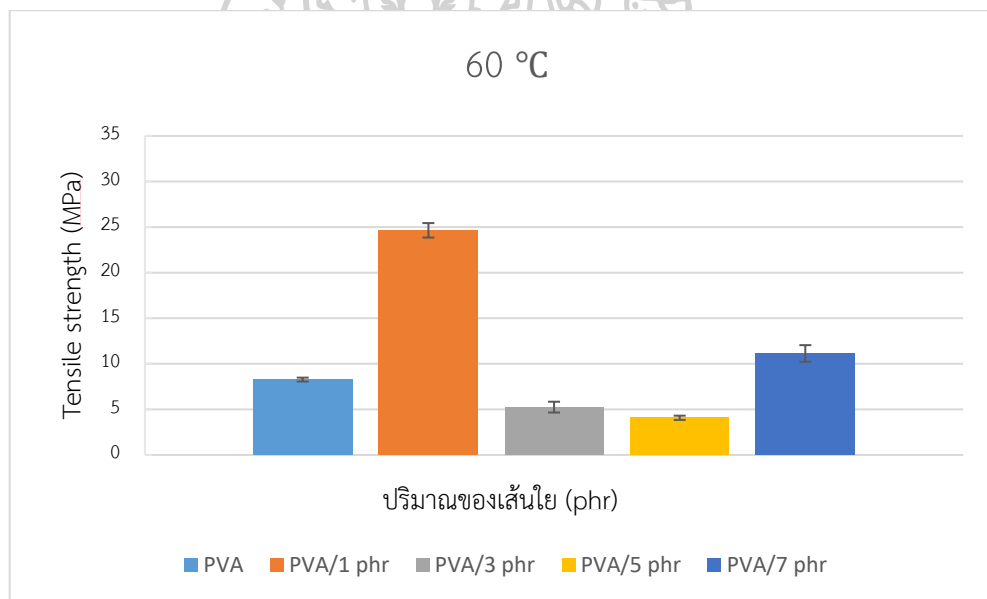
(a)

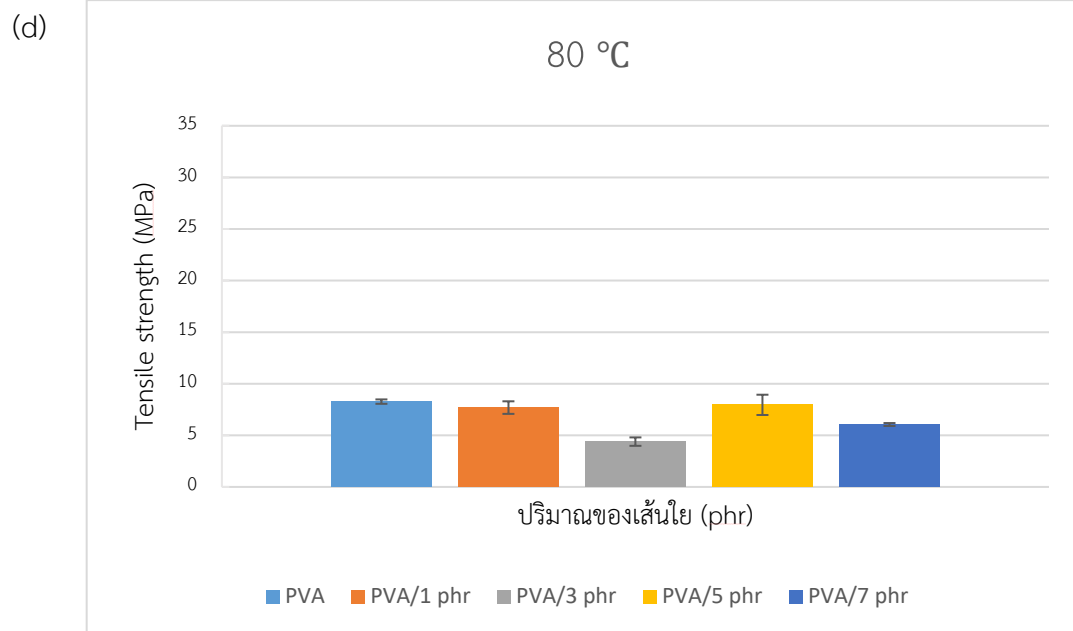


(b)

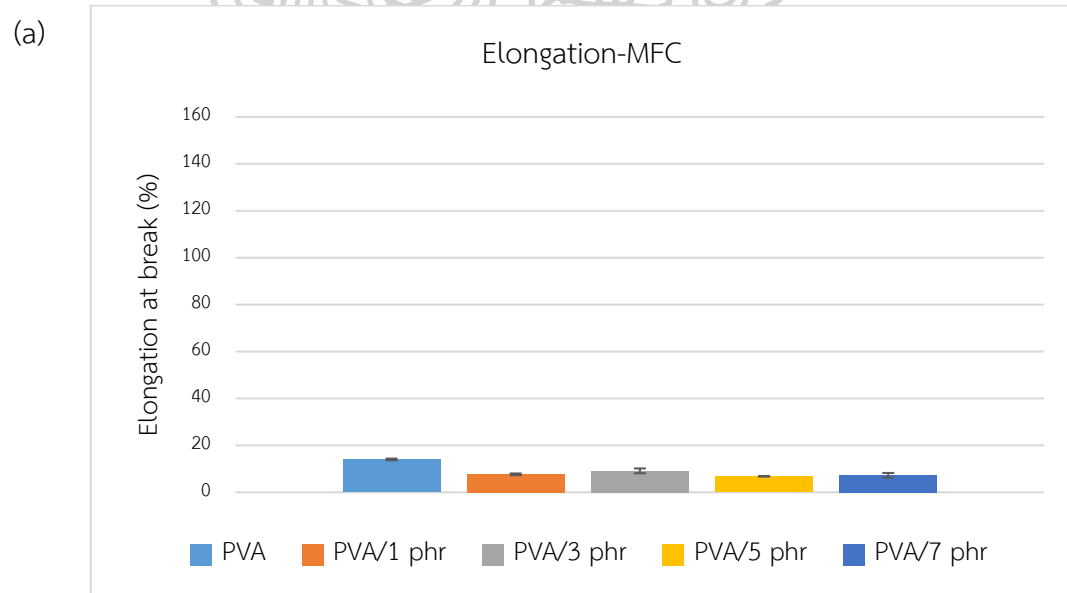


(c)

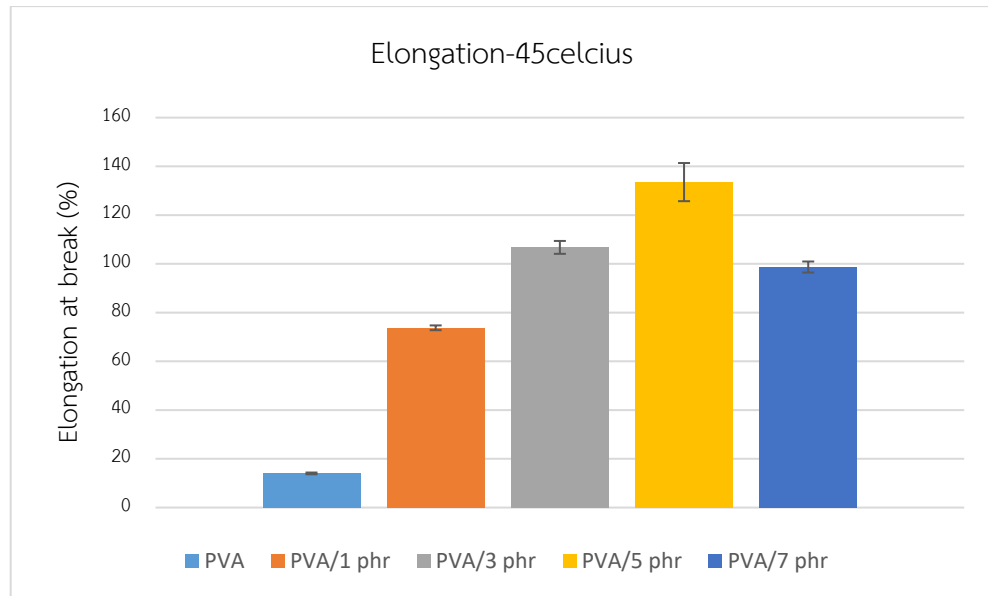




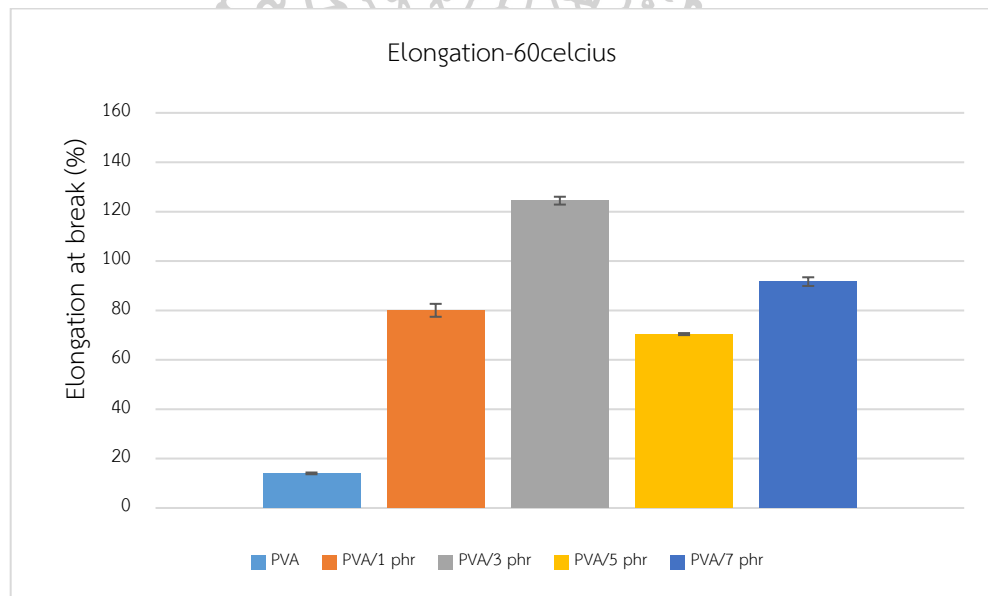
รูปที่ 43 แผนภาพแสดงค่า Tensile strength ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่อุณหภูมิ a) MFC, b) 45 °C, c) 60 °C และ d) 80 °C ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr



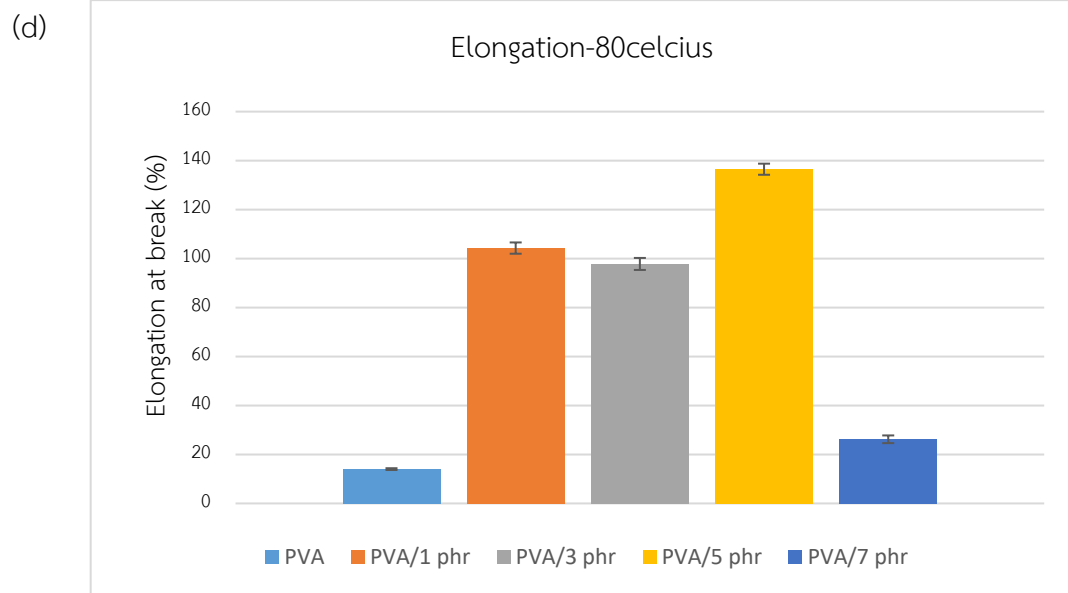
(b)



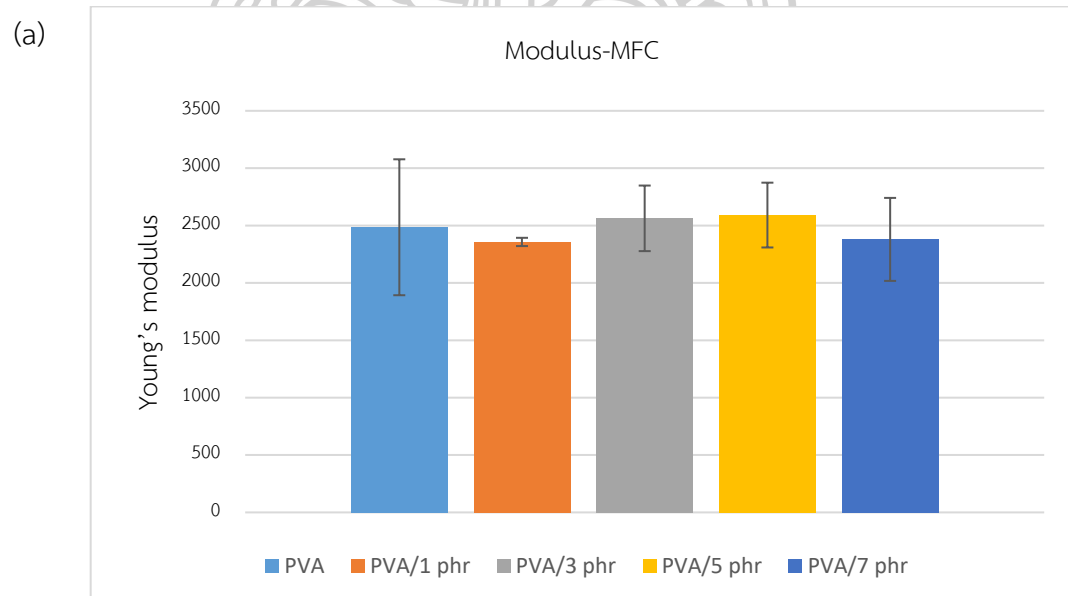
(c)



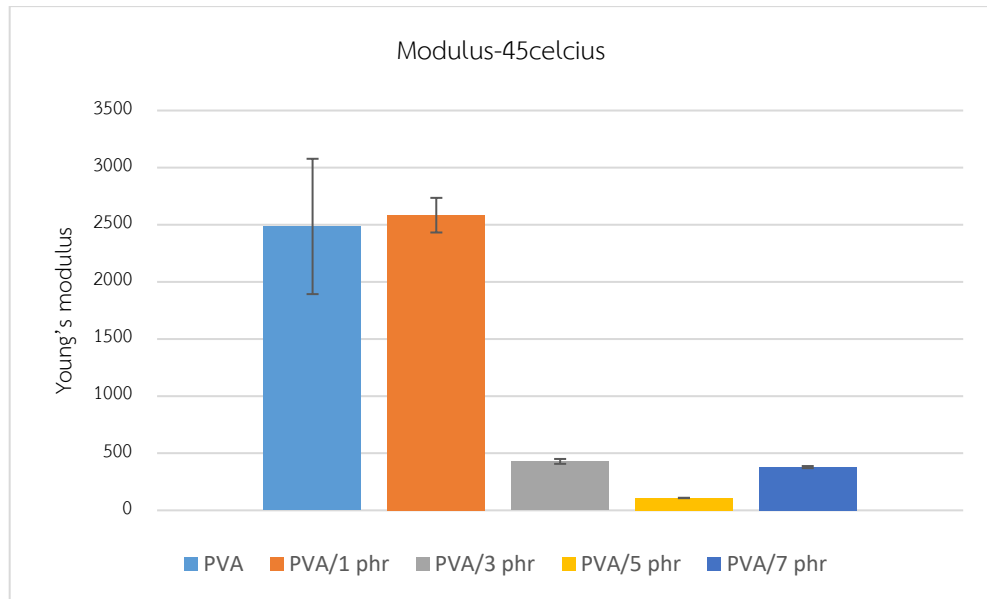




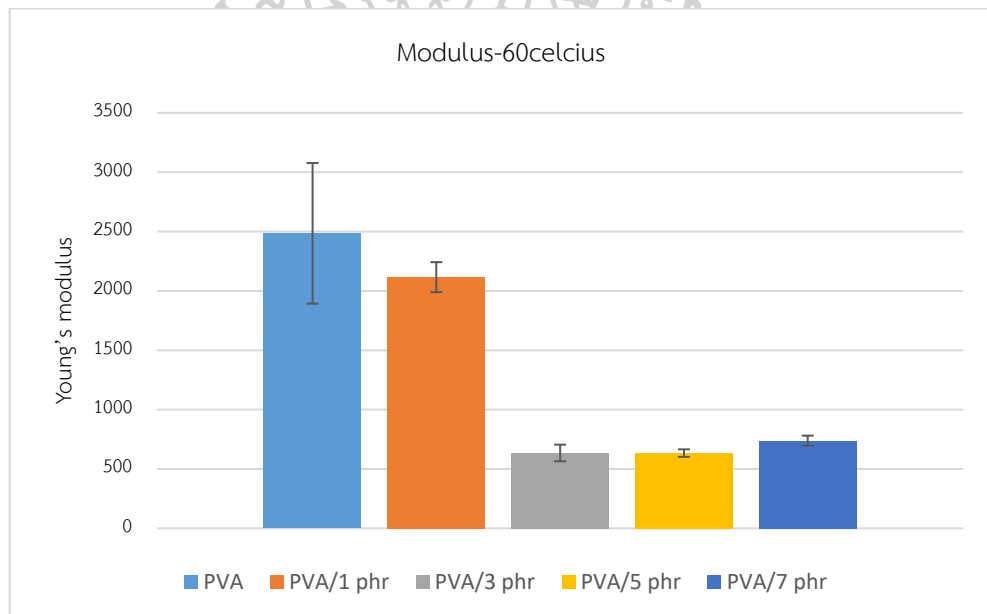
รูปที่ 44 แผนภาพแสดงค่า Elongation at break ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่อุณหภูมิ a) MFC, b) 45 °C, c) 60 °C และ d) 80 °C ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr

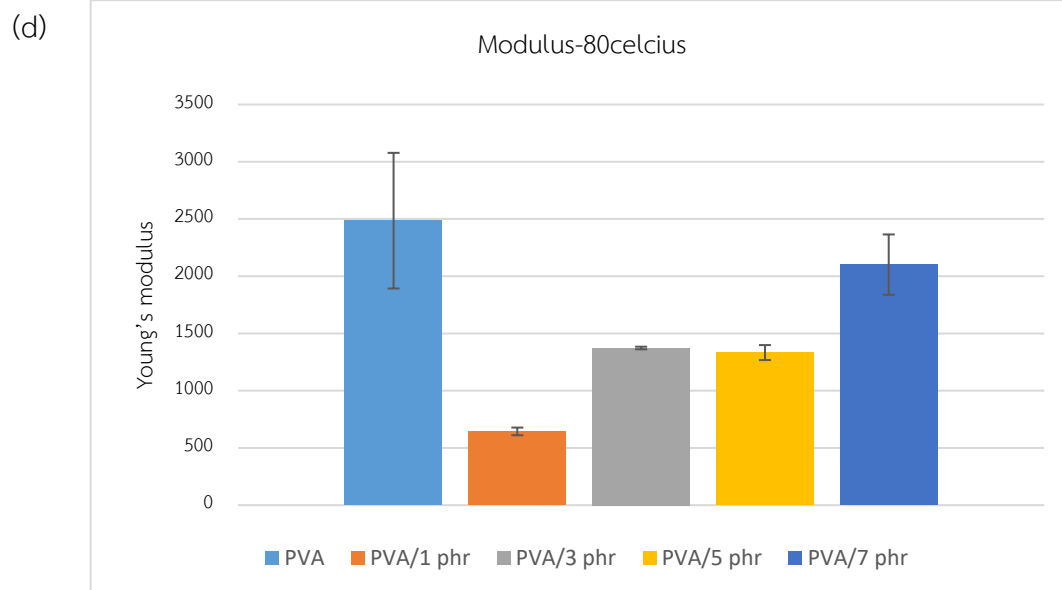


(b)

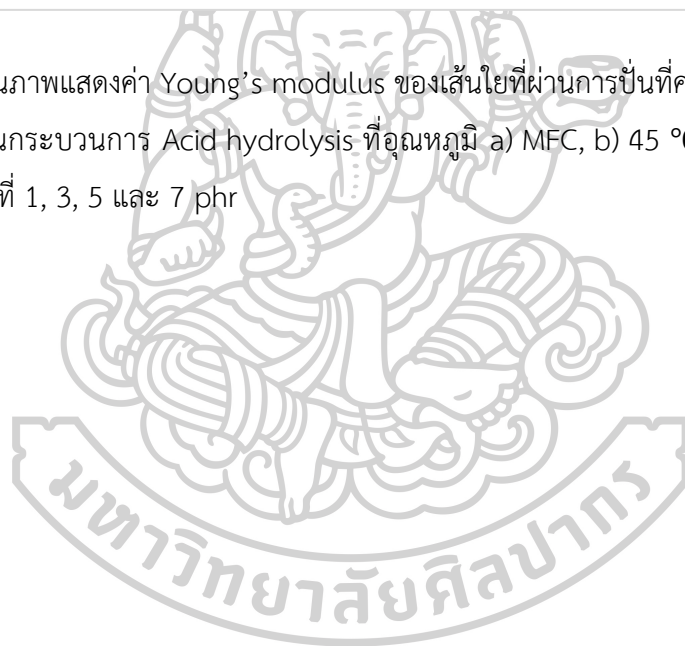


(c)





รูปที่ 45 แผนภาพแสดงค่า Young's modulus ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่อุณหภูมิ a) MFC, b) 45 °C, c) 60 °C และ d) 80 °C ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr



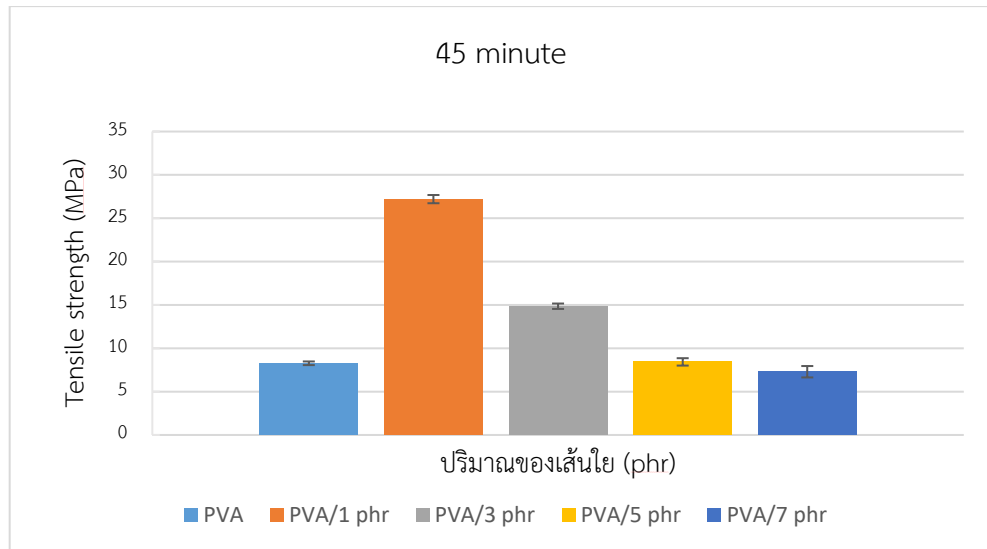
#### 4.2.2.3 ผลของระยะเวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิสร่วมกับกระบวนการเชิงกลและอุณหภูมิที่เหมาะสม

ระยะเวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิสร่วมกับกระบวนการเชิงกลและอุณหภูมิที่เหมาะสมมีการเตรียมนาโนเซลลูโลสถูกนำมาวิเคราะห์สมบัติเชิงกลที่มีต่อพอลิเมอร์คอมโพสิต

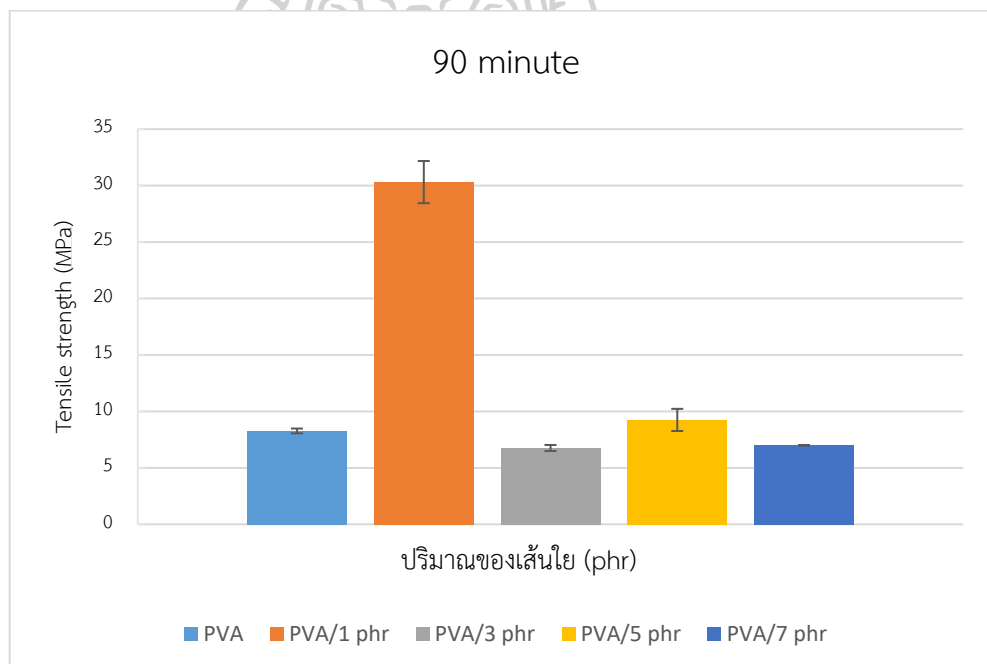
เส้นใยที่ผ่านการปั่นกวนด้วยความเร็วรอบ 1,600 rpm ซึ่งเป็นการปั่นกวนที่เหมาะสม ดังผลในหัวข้อ 4.2.2.1 โดยใช้อุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรไลซิส เท่ากับ 45 องศาเซลเซียส ดังผลในหัวข้อ 4.2.2.2 โดยจะศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการ Acid hydrolysis ที่แตกต่างกัน คือ 45 นาที 90 นาที และ 120 นาที ซึ่งนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้ถูกนำมาผสมลงในพอลิเมอร์ในปริมาณที่แตกต่างกัน ได้แก่ 1, 3, 5 และ 7 phr

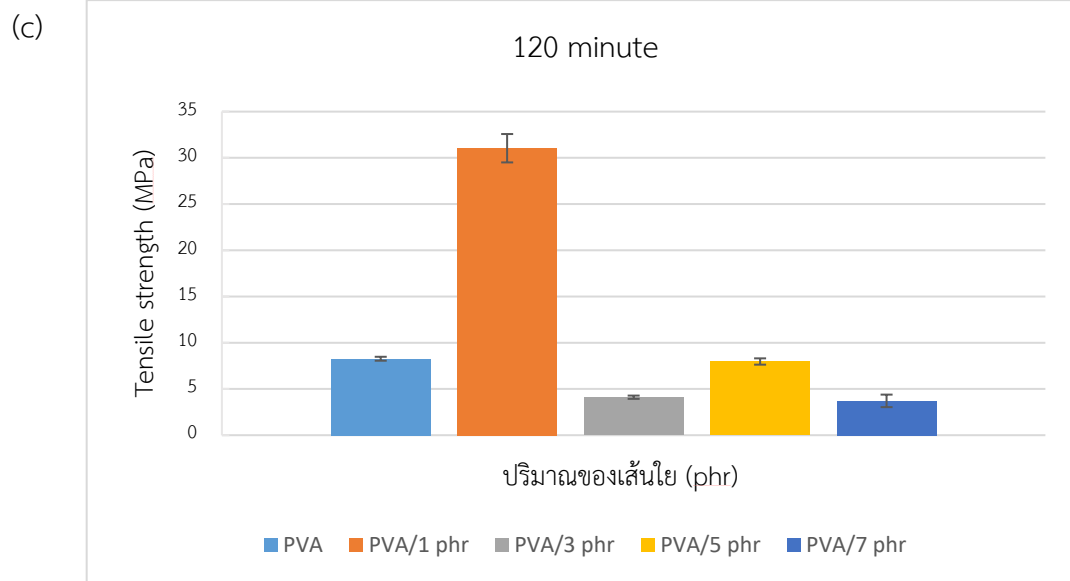
เมื่อนำไปทดสอบสมบัติเชิงกล แสดงผลดังรูปที่ 46 ถึง รูปที่ 48 พบว่าที่ระยะเวลา 120 นาที ปริมาณเส้นใย 1 phr ให้ค่าความทนแรงดึง ณ จุดขาด (Tensile strength at break) ที่สูงที่สุดคือ 34 MPa เมื่อเทียบกับฟิล์มที่ไม่ได้ผสมเส้นใยลงไปและที่ปริมาณเส้นใยที่ 3, 5 และ 7 phr เช่นเดียวกับกับค่า Young's modulus ฟิล์มคอมโพสิตที่เติมเส้นใยที่ใช้เวลาในการ Acid hydrolysis 120 นาทีมีค่ามากกว่าสถานะอื่น ๆ ส่วนค่า Elongation at break ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิส เท่ากับ 120 นาที ที่ปริมาณเส้นใย 1 phr ยังคงให้ค่าที่มากกว่าฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ได้เติมเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสลงไป (Elongation at break มีค่าสูงที่สุดเมื่อเติมลงไป 5 phr โดยมีค่าประมาณ 150%) นอกจากนี้ยังพบว่าค่าความทนแรงดึง ณ จุดขาด ที่เวลาการไฮโดรไลซิส 90 นาที ให้ค่าความทนแรงดึง ณ จุดขาด ที่ใกล้เคียงกับ 120 นาที แต่เนื่องจากผลทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยพบว่า ที่เวลา 120 นาที ให้ปริมาณเส้นใยนาโนไฟเบอร์ที่มากกว่าที่เวลา 90 นาที อีกทั้งผลจากค่าร้อยละของการส่องผ่านพบว่า ที่ 120 นาที ให้ค่าร้อยละการส่องผ่านที่ใกล้เคียงกับฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเส้นใยที่ผ่านการไฮโดรไลซิสที่ 120 นาที มีความเข้ากันได้ดีกับเมทริกซ์มากกว่าที่เวลาการไฮโดรไลซิสที่ 90 นาที ดังนั้นจึงเลือกเวลาที่เหมาะสมในการไฮโดรไลซิสเท่ากับ 120 นาที และเมื่อเพิ่มปริมาณเส้นใยที่เติมลงไปจนถึง 7 phr พบว่าค่าความทนแรงดึง ณ จุดขาด มีค่าลดลงอาจเนื่องมาจากปริมาณเส้นใยที่เติมลงไปเกิดการเกาะกลุ่มกันเอง หรือเนื่องจากตัวพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ทำหน้าที่เป็นตัวรับแรงโดยตรง ดังนั้นเมื่อเติมเส้นใยลงไปปริมาณที่มากเกินไป ปริมาณพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ผสมกับเส้นใยเป็นฟิล์มคอมโพสิตจึงลดลง อาจทำให้ประสิทธิภาพในการถ่ายแรงดึงระหว่างพอลิเมอร์และเส้นใยลดลง จึงเป็นเหตุให้เมื่อเพิ่มปริมาณเส้นใยแล้วค่าความทนแรงดึง ณ จุดขาด มีค่าลดลง

(a)

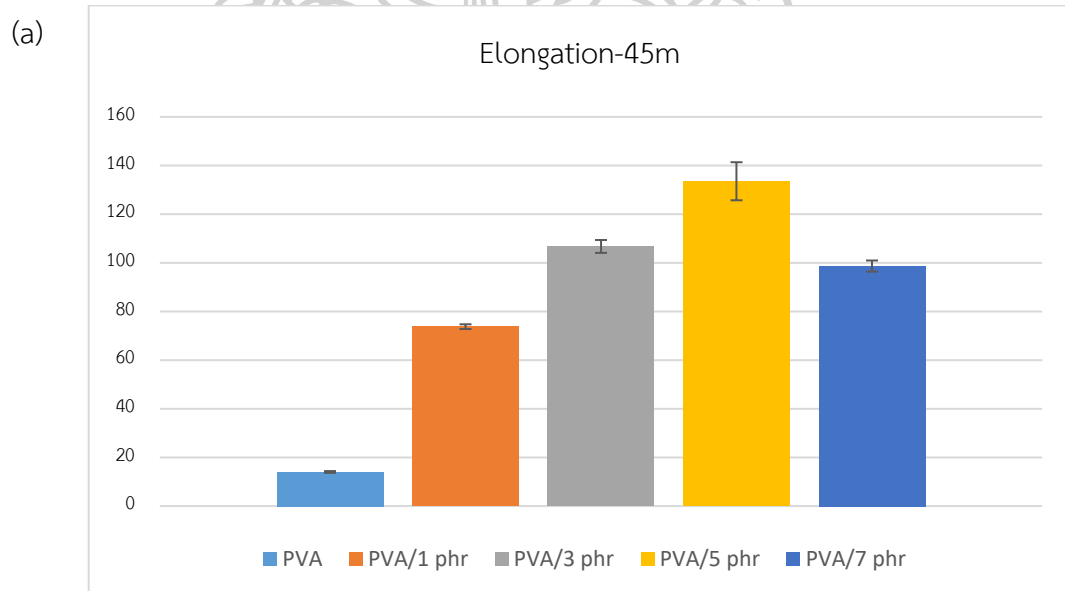


(b)

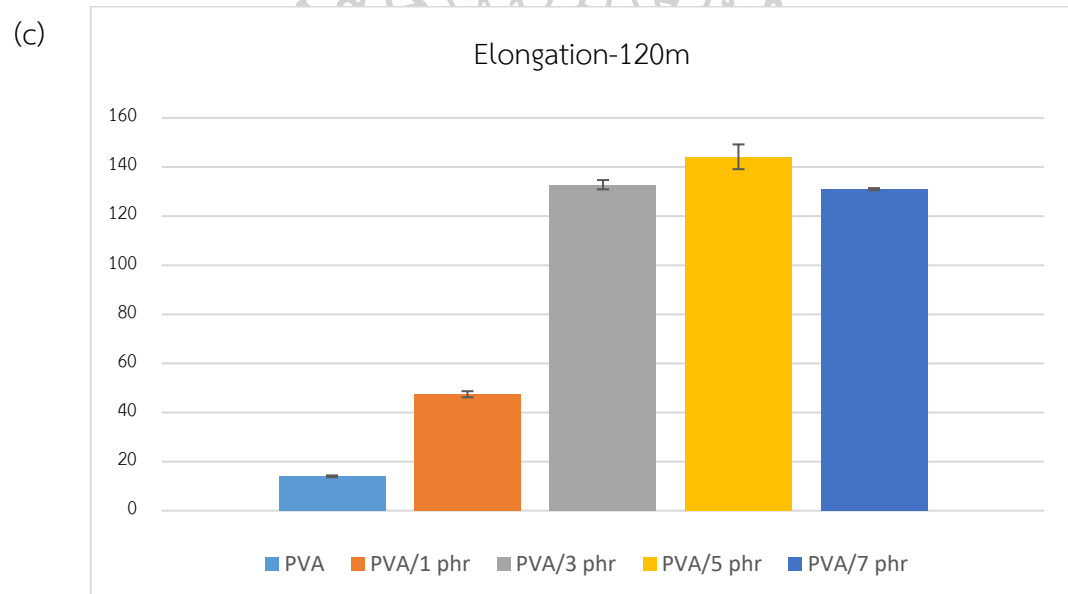
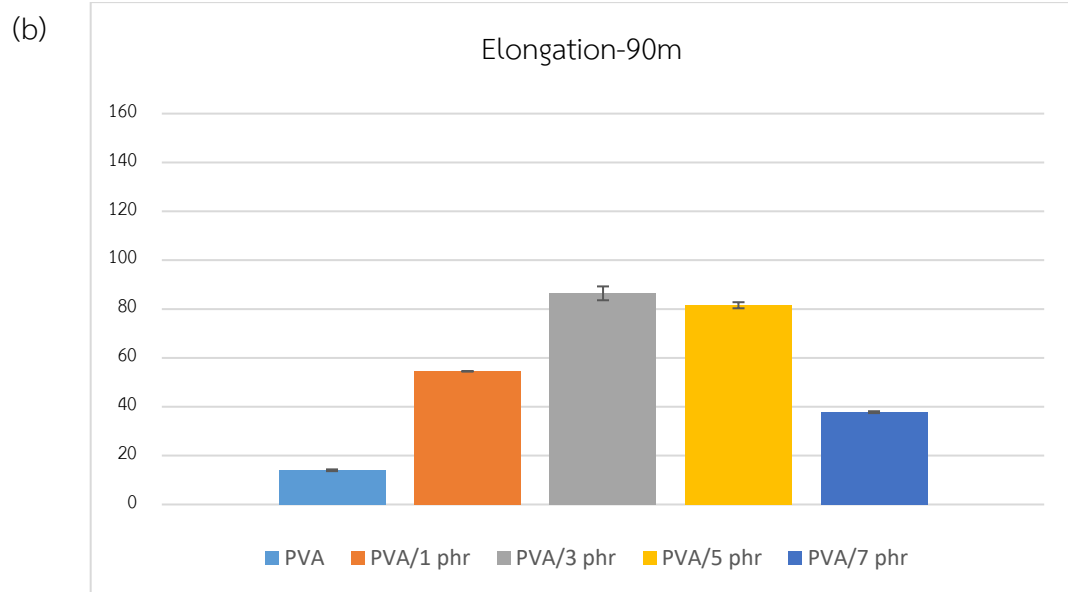




รูปที่ 46 แผนภาพแสดงค่า Tensile strength ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา a) 45 นาที, b) 90 นาที และ c) 120 นาที ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr

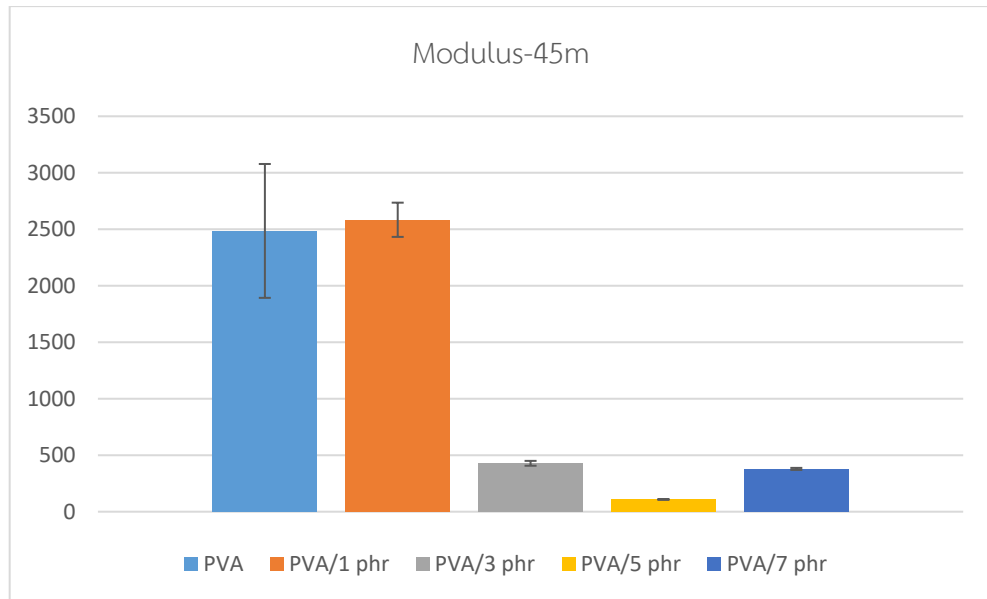




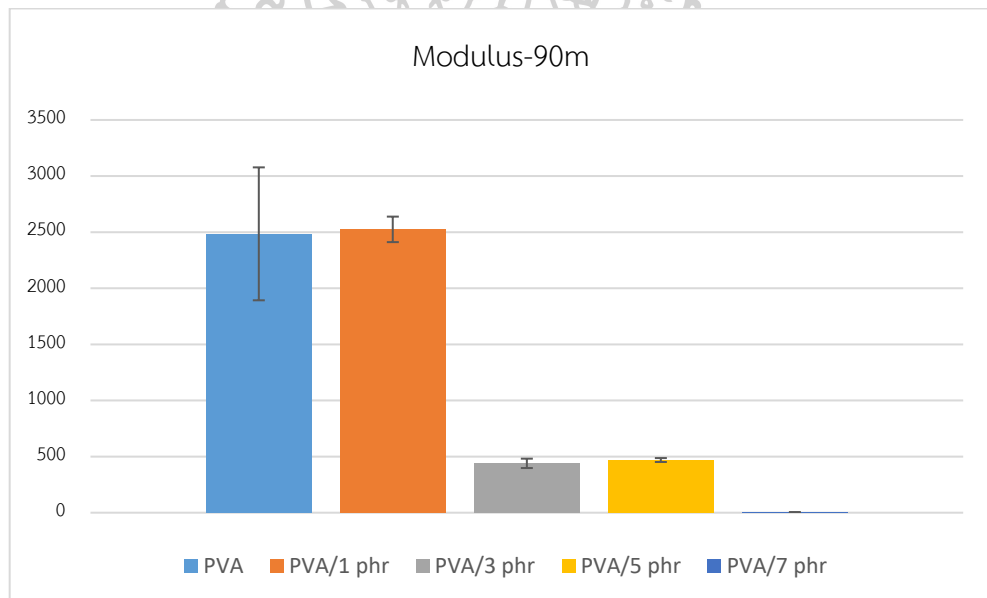


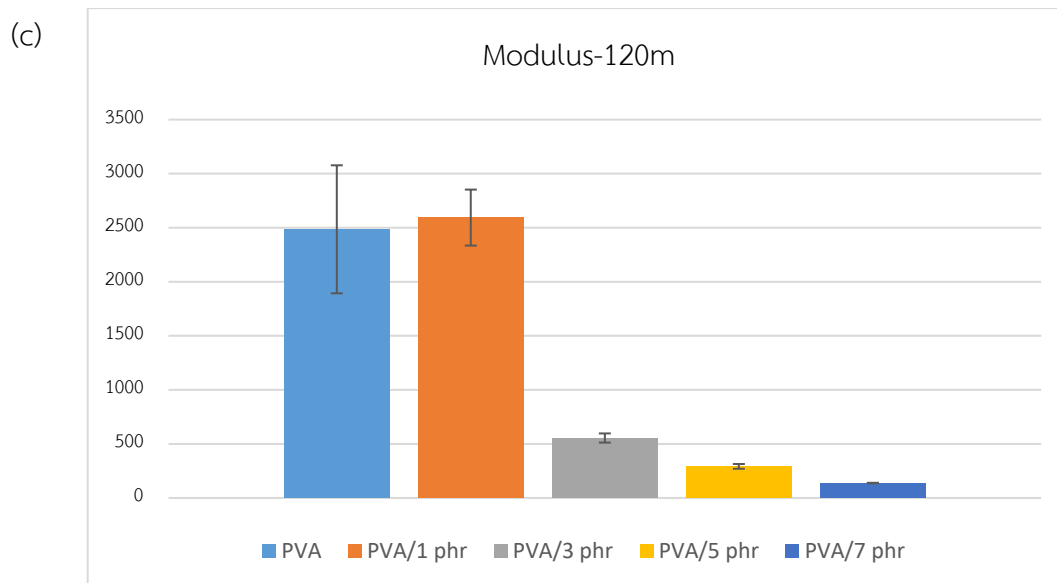
รูปที่ 47 แผนภาพแสดงค่า Elongation at break ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา a) 45 นาที, b) 90 นาที และ c) 120 นาที ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr

(a)



(b)





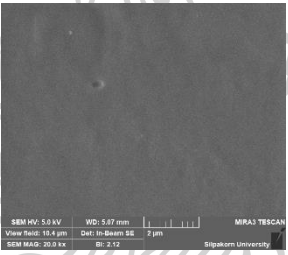
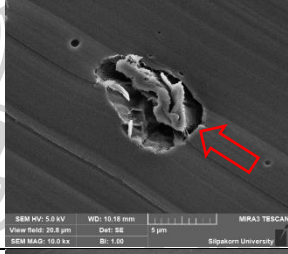
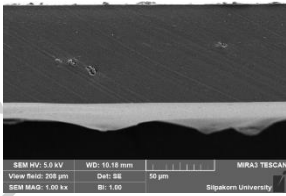
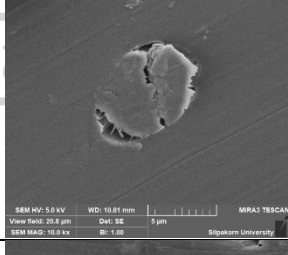
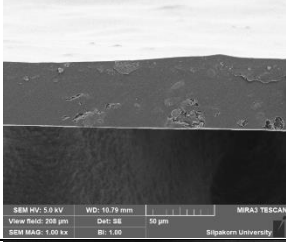
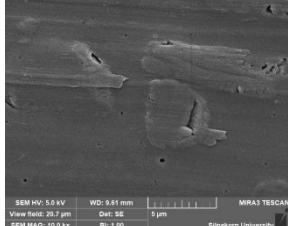
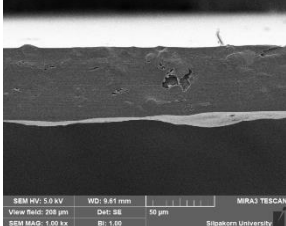
รูปที่ 48 แผนภาพแสดงค่า Young's modulus ของเส้นใยที่ผ่านการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา a) 45 นาที, b) 90 นาที และ c) 120 นาที ที่ 1, 3, 5 และ 7 phr

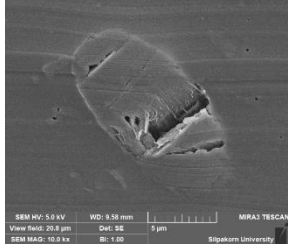

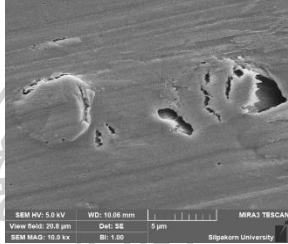
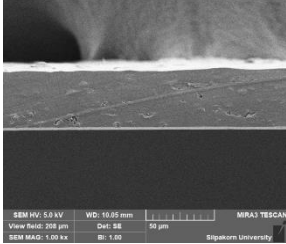
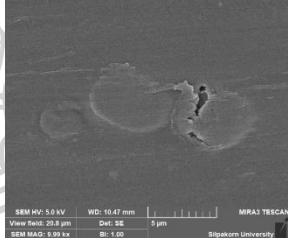
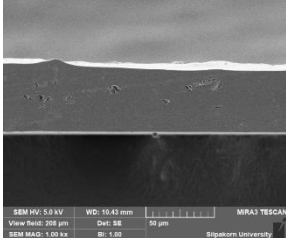
#### 4.2.3 สันฐานวิทยาของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิต

สันฐานวิทยาของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิต ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM และ XRD ภาพถ่าย SEM แสดงดังตารางที่ 5 และสเปกตรัม XRD แสดงรูปที่ 49 จากภาพถ่าย SEM พบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลส MFC มีลักษณะการแยกออกจากเมทริกซ์ของฟิล์มค่อนข้างชัดเจนสังเกตได้จากบริเวณที่มีลูกศรชี้ เมื่อเทียบกับฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสที่สภาวะอื่น ๆ ทั้งนี้เนื่องมาจากนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสที่เตรียมได้จากสภาวะต่าง ๆ นั้นมีอนุภาคที่เล็กลงมากกว่า MFC ซึ่งสอดคล้องกับผล SEM ของนาโนไฟเบอร์เซลลูโลส หัวข้อ 4.1.1 และสาเหตุที่ทำให้ช่องว่างระหว่างเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เมทริกซ์หายไปคือ เมื่อนำเส้นใย MFC ไปไฮโดรไลซิสเป็นการเพิ่มความมีขั้วของเส้นใย เพราะหมู่ไฮดรอกซิล (OH group) เพิ่มขึ้น ดังนั้นเมื่อนำไปผสมขึ้นรูปเป็นฟิล์มคอมโพสิตกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่มาก จึงทำให้เกิดแรงกระทำระหว่างเส้นใยกับเมทริกซ์เป็นแรงพันธะไฮโดรเจนเป็นหลัก ซึ่งเป็นแรงกระทำที่แข็งแรง ดังนั้นจึงทำให้เส้นใยกับเมทริกซ์เข้ากันได้มากยิ่งขึ้น ช่องว่างที่เคยเกิดขึ้นจึงหายไป

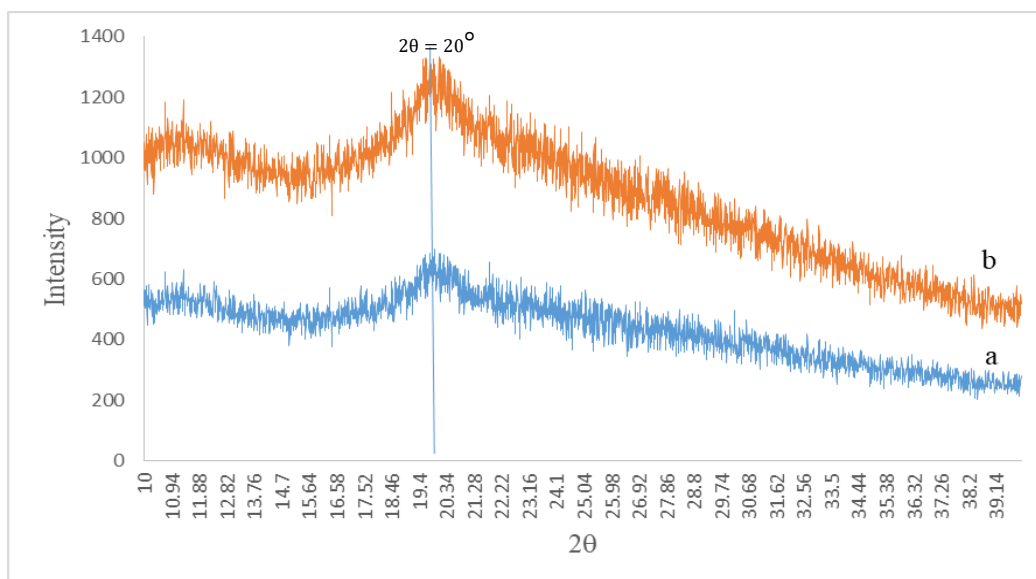
นอกจากนี้ผลทางสัณฐานวิทยาข้างของฟิล์มคอมโพสิตยังช่วยบอกถึงความสามารถในการกระจายตัวได้ดีของเส้นใยนาโนไฟเบอร์เซลลูโลสในพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เมทริกซ์ เนื่องจากวิธีที่ใช้ในการขึ้นรูปเป็นฟิล์มคอมโพสิตเป็นวิธี solution casting ซึ่งหากเส้นใยกระจายตัวได้ไม่ดีจะทำให้เกิดการรวมกลุ่มของเส้นใยอยู่ที่บริเวณใดบริเวณหนึ่ง แต่จากผลที่ได้พบว่าเส้นใยมีการกระจายตัวไปตามบริเวณต่าง ๆ ของคอมโพสิต สังเกตได้จากบนพื้นผิวของฟิล์มจะพบจุดเล็ก ๆ กระจายตัวทั่วในเมทริกซ์พอลิไวนิลแอลกอฮอล์

ตารางที่ 5 ภาพถ่าย SEM ของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิต

ฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลส 1 phr	กำลังขยาย 10k	กำลังขยาย 1k
PVA		-
MFC		
45min/45celcius		
90min/45celcius		

ฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลส 1 phr	กำลังขยาย 10k	กำลังขยาย 1k
120min/45celcius		
45min/60celcius		
45min/80celcius		

เมื่อนำฟิล์ม PVA และฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลสที่เหมาะสมโดยมีปริมาณ 1 phr ที่เตรียมจากสถานะการปั่นด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ที่ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา 120 นาที วิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่านาโนเซลลูโลสมีการกระจายตัวใน PVA ได้ดีโดยไม่พบพีดเอกลักษณ์ของเซลลูโลสเนื่องมาจากปริมาณเส้นใยที่น้อยซึ่งอาจเกิดการซ้อนทับของพีด PVA



รูปที่ 49 สเปกตรัม XRD ของ (a) พิล์ม PVA และ (b) พิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลสปริมาณ 1 phr ที่เตรียมจากสภาวะการปั่นด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ที่ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา 120 นาที

#### 4.2.4 สมบัติทางความร้อน

สมบัติทางความร้อนของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC และความเสถียรทางความร้อนถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ซึ่งผลการทดสอบด้วยเทคนิค DSC แสดงในตารางที่ 6 แสดงการทดสอบด้วยการสแกนความร้อน (Heating scan) ครั้งที่ 1 (1<sup>st</sup>) และครั้งที่ 2 (2<sup>nd</sup>) พบว่าการเติมนาโนเซลลูโลสลงใน PVA ส่งผลให้มีอุณหภูมิการเกิดผลึก (Crystallization temperature,  $T_c$ ) ของ PVA ลดลง โดยที่อุณหภูมิการหลอมผลึกมีค่าลดลง (Melting temperature,  $T_m$ ) และค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้วที่ลดลงเล็กน้อย แต่พบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่เติมเส้นใยที่ได้จากการเตรียมที่สภาวะการปั่นเส้นใยที่ 1600 rpm ไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 นาที มีค่า  $T_m$  เพิ่มขึ้นและมีค่ามากที่สุด ซึ่งแสดงให้เห็นว่าฟิล์มคอมโพสิตนี้มีผลึกขนาดใหญ่เกิดขึ้น และผลึกนี้มีการจัดเรียงตัวกันแน่น จึงเป็นสาเหตุให้ฟิล์มคอมโพสิตที่ได้ ให้ค่าความทนต่อแรงดึง ณ จุดขาดมากที่สุด นอกจากนี้ค่า  $T_c$  ลดลง เมื่อมีการเติมเส้นใยนาโนไฟเบอร์ลงไป แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนไฟเบอร์ที่เติมลงไปช่วยเหนี่ยวนำให้ PVA เกิดผลึกได้เร็วขึ้น ค่า  $T_c$  จึงมีค่าลดลง



ตารางที่ 6 สมบัติทางความร้อนของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตที่ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DSC

ฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิต	1 <sup>st</sup> scan		2 <sup>nd</sup> scan
	T <sub>c</sub> (°C)	T <sub>m</sub> (°C)	T <sub>g</sub> (°C)
Microfibril cellulose (MFC)	-	-	-
Pure PVA	157.05	179.95	65.29
MFC/PVA	155.85	169.23	65.08
45min/PVA-1 phr	152.19	163.88	65.24
90min/PVA-1 phr	155.04	170.75	65.41
120min/PVA-1 phr	156.32	187.93	61.85
120min/PVA-3 phr	150.15	159.33	59.13
120min/PVA-5 phr	150.32	171.36	62.62
120min/PVA-7 phr	156.19	169.21	62.75

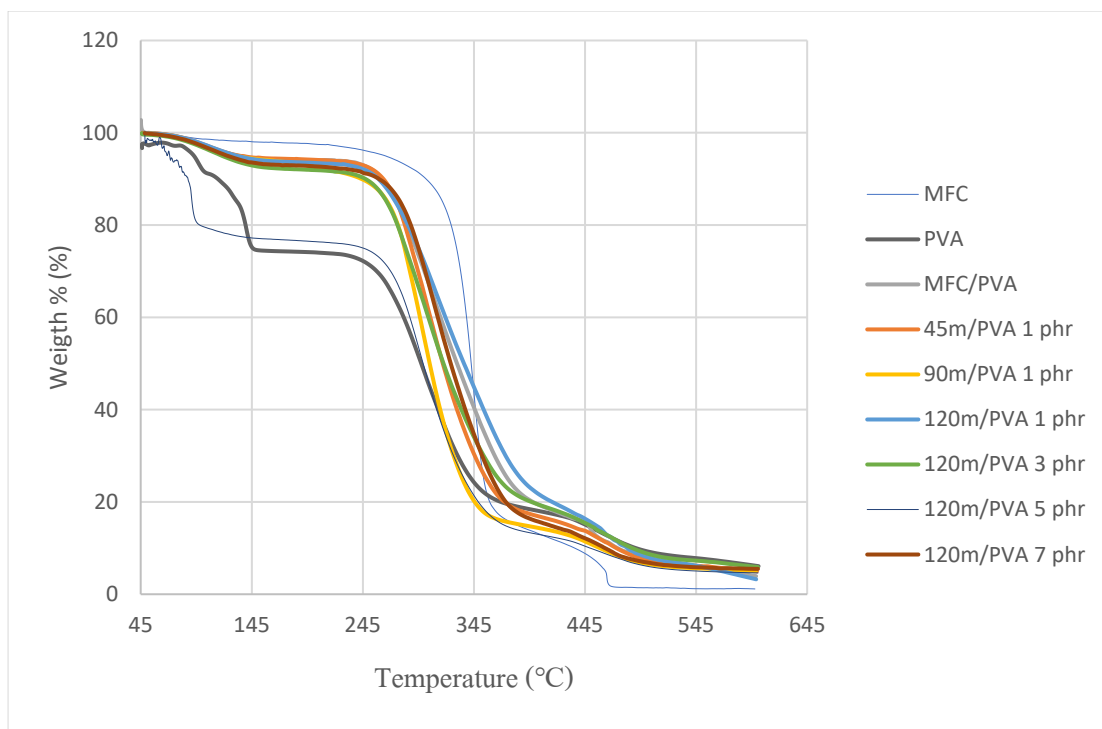
สมบัติการทนความร้อนของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตที่ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA แสดงดังตารางที่ 7 ช่วงอุณหภูมิการสลายตัวช่วงที่ 1 (Degradation temperature range 1, T<sub>d1</sub>) ช่วงอุณหภูมิการสลายตัวช่วงที่ 2 (Degradation temperature range 2, T<sub>d2</sub>) อุณหภูมิการสลายตัวสูงสุด (Maximum degradation temperature, T<sub>dmax</sub>) และ% char

โดยทั่วไปพบว่าการเติมนาโนเซลลูโลสลงไปส่งผลให้อุณหภูมิการสลายตัวเพิ่มขึ้นทั้งในช่วงการสลายตัวที่ 1 (T<sub>d1</sub>) และที่ 2 (T<sub>d2</sub>) โดยเมื่อเพิ่มปริมาณนาโนเซลลูโลสจะพบ % char มากขึ้นทั้งนี้เนื่องจาก นาโนเซลลูโลสทำหน้าที่เป็นฉนวนกันความร้อนให้กับเมทริกซ์ PVA

ตารางที่ 7 สมบัติการทนความร้อนของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตที่ถูกรวบรวมด้วยเทคนิค TGA

ฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิต	T <sub>d1</sub>	T <sub>d2</sub>	T <sub>dmax</sub>	% char
Microfibril cellulose (MFC)	221-401	423-487	344.65	3.3
Pure PVA	208-417	473-509	306.20	0
MFC/PVA (MFC 1 phr)	209-420	423-503	312.76	8
45min/PVA-1 phr	221-435	440-540	304.42	10
90min/PVA-1 phr	298-400	401-534	298.56	13.3
120min/PVA-1 phr	209-423	425-550	312.28	14.6
120min/PVA-3 phr	219-415	420-509	308.54	8.7
120min/PVA-5 phr	229-425	430-528	316.55	8.7
120min/PVA-7 phr	228-425	440-524	319.58	13.8

การศึกษาเสถียรภาพทางความร้อนขององค์ประกอบในฟิล์มคอมโพสิตด้วยเทคนิค TGA แสดงในภาพที่ 50 ผลการทดลองพบว่าการสลายตัวสามขั้น โดยการสลายตัวทางความร้อนขั้นที่หนึ่งอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 50-100 องศาเซลเซียส โดยเป็นการ ระเหยของน้ำ การสลายตัวทางความร้อนช่วงที่สอง อยู่ในช่วง อุณหภูมิ 250-290 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงถึงการสลายตัวของเฮมิเซลลูโลส และการสลายตัวทางความร้อนช่วงที่สามอยู่ในช่วง อุณหภูมิ 300-420 องศาเซลเซียส เป็นการสลายตัวทางความร้อนของ เซลลูโลสและลิกนิน ซึ่ง เซลลูโลสจะอยู่ในช่วง 250-350 องศาเซลเซียส[21]



รูปที่ 50 TGA thermogram ของเส้นใยที่ได้จากสภาวะต่าง ๆ

#### 4.2.5 การซึมผ่านของไอน้ำในฟิล์มคอมโพสิต

ฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบที่เหมาะสมโดยมีนาโนเซลลูโลสปริมาณ 1 phr ที่เตรียมจากสภาวะการปั่นด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ที่ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา 120 นาที ผลแสดงดังตารางที่ 8 โดยพบว่าการเติมนาโนเซลลูโลสลงไปทำให้การซึมผ่านลดลง ทั้งนี้เนื่องจากฟิล์มคอมโพสิตที่สภาวะนี้ เกิดผลึกขนาดใหญ่ อีกทั้งมีนาโนเซลลูโลสที่เติมลงไปทำให้ไปกั้นการแพร่ของไอน้ำ จึงเป็นผลทำให้การซึมผ่านของไอน้ำมีค่าลดลง ซึ่งผลของการซึมผ่านของไอน้ำที่ลดลงนี้มีประโยชน์และน่าสนใจ เมื่อมองในแง่ของการนำฟิล์มคอมโพสิตไปใช้ประโยชน์ทางด้านบรรจุภัณฑ์อาหาร เนื่องจากการที่ฟิล์มคอมโพสิตสามารถขวางกั้นการซึมผ่านของไอน้ำจากภายนอกไม่ให้เข้าสู่ภายในจะช่วยคงสภาพของผลิตภัณฑ์ ไม่ให้ผลิตภัณฑ์เกิดความชื้นซึ่งทำให้ผลิตภัณฑ์เกิดความเสียหายได้

ตารางที่ 8 การซึมผ่านไอน้ำ Water vapor permeability (WVP) ของตัวอย่างฟิล์มคอมโพสิตใน  
สูตรต่าง ๆ

ฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิต	WVP (g.m/m <sup>2</sup> .day.mmHg)	WVP (g.m/m <sup>2</sup> .sPa) or g/m <sup>2</sup> .sPa
PVA	$1.80 \times 10^{-5}$	$3.75 \times 10^{-12}$
120min/PVA-1 phr	$6.20 \times 10^{-6}$	$1.29 \times 10^{-12}$



## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้สนใจกระบวนการลดขนาดของเส้นใยฟางข้าว เพื่อให้สามารถรวมตัวกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ได้ดีขึ้น เพื่อให้สมบัติเชิงกลของคอมโพสิตที่ได้นั้นดียิ่งขึ้น โดยก่อนทำการลดขนาดของเส้นใยต้องทำการปรับสภาพเส้นใยเพื่อกำจัดลิกนิน และเฮมิเซลลูโลสออก ซึ่งจะได้เป็นไมโครไฟเบอร์ (microfibril cellulose, MFC) จากนั้นจึงอาศัยกระบวนการเชิงกล ได้แก่ การปั่นกวนที่ความเร็วรอบสูง และกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก (sulfuric acid,  $H_2SO_4$ ) ซึ่งช่วยให้ได้เส้นใยขนาดลงจะมีขนาดของเส้นใยอยู่ในระดับนาโนเมตร และสามารถนำไปใช้เสริมแรงในพอลิเมอร์เมทริกซ์ชนิดต่าง ๆ ได้

สำหรับการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าว โดยอาศัยกระบวนการทางเคมี คือ การไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟูริก ร่วมกับกระบวนการเชิงกล ได้แก่

- ความเร็วรอบของการปั่นเส้นใยด้วยเครื่องปั่นความเร็วรอบสูง (1000 rpm, 1300 rpm และ 1600 rpm)
- อุณหภูมิที่ใช้ในการปรับสภาพ (45 °C, 60 °C, 80 °C)
- ระยะเวลาในการปรับสภาพ (45 นาที, 90 นาที, 120 นาที)

พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมนาโนไฟเบอร์จากฟางข้าว คือ การใช้กระบวนการทางเคมีร่วมกับกระบวนการเชิงกล สามารถกำจัดเฮมิเซลลูโลส และลิกนินได้ดี เส้นใยที่ได้จะมีขนาดทั้งที่เป็นไมโครเมตรและนาโนเมตรปนกัน นอกจากนี้เส้นใยที่ได้มีมีลักษณะเป็นร่างแห นอกจากนี้ยังมีผลจาก ATR-FTIR และ XRD ช่วยยืนยันว่าได้เซลลูโลสที่ค่อนข้างบริสุทธิ์

จากการเตรียมฟิล์มคอมโพสิตพบว่าเมื่อเปรียบเทียบระหว่างฟิล์ม PVA กับฟิล์มคอมโพสิตที่มีการผสมเส้นใยเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการเชิงกลและเชิงเคมี ความกระจายตัวได้ดีในเมทริกซ์ของ PVA เมื่อปริมาณเส้นใยเซลลูโลสเพิ่มขึ้นจะเห็นบางบริเวณเป็นจุดสีขาวเล็ก ๆ ชัดขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่าร้อยละการส่องผ่านที่มีค่าลดลง จากสมบัติเชิงกลของฟิล์มคอมโพสิตทำให้พบว่าความเร็วรอบในการปั่นเส้นใยที่ 1600 rpm ที่มีปริมาณเส้นใย 1 phr ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียสในการทำ hydrolysis และ เหมาะสมที่เหมาะสมคือ 120 นาที โดยจากสัญญาณวิทยาของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตพบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลส MFC มีลักษณะการแยกออกจากเมทริกซ์ของฟิล์มค่อนข้างชัดเจนเมื่อเทียบกับฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลสที่สภาวะอื่น ๆ ทั้งนี้เนื่องมาจากนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้จากสภาวะต่าง ๆ นั้นมีอนุภาคที่เล็กลงมากกว่า MFC

ซึ่งสอดคล้องกับผล SEM ของนาโนเซลลูโลส จากสเปกตรัม XRD เมื่อนำฟิล์ม PVA และฟิล์มคอมโพสิตที่มีองค์ประกอบของนาโนเซลลูโลสที่เหมาะสมโดยมีปริมาณ 1 phr ที่เตรียมจากสภาวะการปั่นด้วยความเร็วรอบ 1600 rpm ที่ผ่านกระบวนการ Acid hydrolysis ที่เวลา 120 นาที พบว่านาโนเซลลูโลสมีการกระจายตัวใน PVA ได้ดีโดยไม่พบฟิสิกเอกลักษณ์ของเซลลูโลสเนื่องมาจากปริมาณเส้นใยที่น้อยซึ่งอาจเกิดการซ้อนทับของฟิสิก PVA จากสมบัติทางความร้อนของฟิล์มและฟิล์มคอมโพสิตชี้ให้เห็นว่านาโนเซลลูโลสช่วยเพิ่มการเป็นผลึกของ PVA และนาโนเซลลูโลสทำหน้าที่เป็นฉนวนกันความร้อนให้กับเมทริกซ์ PVA นอกจากนี้พบว่า การเติมนาโนเซลลูโลสลงไปทำให้การซึมผ่านลดลง ทั้งนี้เนื่องจากนาโนเซลลูโลสที่เติมลงไปทำให้ไปกั้นการแพร่ของไอน้ำ ผู้วิจัยถือว่าประสบความสำเร็จในงานวิจัยนี้ โดยพบว่าฟิล์มคอมโพสิตที่ได้จากการเติมเส้นใยนาโนไฟเบอร์จากสภาวะการเตรียมเส้นใยด้วยการปั่นที่ความเร็วรอบ 1600 rpm ไฮโดรไลซิสที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 นาที ให้ค่าความทนต่อแรงดึง ณ จุดขาดที่มากที่สุด ฟิล์มคอมโพสิตที่ได้มีความทนทานแข็งแรง สีสมีเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีขึ้นและสามารถกั้นการซึมผ่านของไอน้ำได้ จากคุณสมบัติเหล่านี้ อาจสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ เช่น นำไปใช้เป็นบรรจุภัณฑ์สำหรับอาหาร หรืออาจนำไปเป็นแนวทางสำหรับพัฒนา คิดค้นต่อยอดการนำไปใช้ประโยชน์ทางด้านอื่น ๆ ที่มีความเหมาะสมกับการใช้งานได้หลากหลายมากขึ้น





## รายการอ้างอิง

- [1] Leonard, Y. M., & Martin, P. A. (2002). Chemical modification of hemp, sisal, jute and kapok fibres by alkalisation. **Appl Polym Sci** **12**: 22–34.
- [2] Bledzki, A. K., & Gassan, J. (1999). Composites reinforced with cellulose based fibres. **Prog Polym Sci** **24**(2): 221–74.
- [3] John, M. J., & Anandjiwala, R. D. (2008). Recent developments in chemical modification and characterization of natural fibre-reinforced composites. **Polym Compos** **29**(2): 187–207.
- [4] Saheb, D. N., & Jog, J. P. (1999). Natural fibre polymer composites: a review. **Adv Polym Tech** **18**(4): 351–63.
- [5] Wang, B., Panigrahi, S., Tabil, L., & Crerar, W. (2007). Pre-treatment of flax fibres for use in rotationally molded biocomposites. **J Reinf Plast Compos** **26**(5): 447–63
- [6] Sreekala, M. S., Kumaran, M. G., Joseph, S., & Jacob, M. (2000). Oil palm fibers reinforced phenol formaldehyde composites: influence of fibers surface modifications on the mechanical performance. **Appl Compos Mater** **7**(5–6): 295–329.
- [7] Yeng-Fong Shih. (2007). Mechanical and thermal properties of waste water bamboo husk fiber reinforced epoxy composites. **Mate. Sci. and Eng. A** **445 – 446** : 289–295.
- [8] **poly(vinyl alcohol) structure** [online]. From <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/aldrich>.
- [9] Sami, B., Hamid, K., & Alain, D. (2013). Mechanical performance and transparency of nanocellulose reinforced polymer nanocomposites. **Macromol. Mater. Eng.**: 1-9.
- [10] Henriette, M. C. A., Luiz Henrique, C. M, Roberto, J. A. B., Gino Ceotio, F., Maxmiliano, L. M., Delilah, W., & Tara, H. M. (2010). Nanocellulose reinforced chitosan composite films as affected by nanofiller loading and plasticizer content. **J. FoodSci. Technol.** **75**: N1-N7.

- [11] Hudson, A. S., Wilson Pires, F. N., Noélio, O. D., & Daniel, P. (2013). Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from corncob for application as reinforcing agent in nanocomposites. **Ind. Crops and Products**. **44**: 427– 436.
- [12] Mohamad Haafiz, M. K., Hassan, A., Abdul Khalil, H. P. S., Nurul, M. R., Fazita, M. R., Saiful Islam, Md., Inuwa, I. M., Marlina, M. M., & Hazwan Hussin, M. (2016). Exploring the effect of cellulose nanowhiskers isolated from oil palmbiomass on polylactic acid properties. **Int. J. Biol. Macromol.** **85**: 370-378.
- [13] Johar, N., Ahmad, I., & Dufresne, A. (2012). Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. **Ind. Crops and Products**. **37**: 93-99.
- [14] Juan, I. M., Vera, A. A., Viviana, P. C., & Analia, V. (2008). Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. **Cellulose**. **15**: 149-159.
- [15] Kakroodi, A. R., Cheng, S., Sain, M., & Asiri, A. (2014). Mechanical, Thermal, and Morphological Properties of Nanocomposites Based on Polyvinyl Alcohol and Cellulose Nanofiber from Aloe vera Rind. **J. Nanomater.**: 1-7.
- [16] Lee, S. Y., Mohan, D. J., Kang, I. A., Doh, G. H., Lee, S., & Han, S. O. (2009). Nanocellulose Reinforced PVA Composite Films: Effects of Acid Treatment and Filler Loading. **Fibers Polym.** **10**: 77-82.
- [17] Lani, N. S., Ngadi, N., Johari, A., & Jusoh, M. (2014). Isolation, Characterization, and Application of Nanocellulose from Oil Palm Empty Fruit Bunch Fiber as Nanocomposites. **J. Nanomater.**: 1-9.
- [18] Mandal, A., & Chakrabarty, D. (2014). Studies on the mechanical, thermal, morphological and barrier properties of nanocomposites based on poly(vinyl alcohol) and nanocellulose from sugarcane bagasse. **J. Ind. Eng. Chem.** **20**: 462-473.
- [19] Kanokwan, M. (2015). The Silane Treatment on The Surface Of Cellulose Fiber From Ricestraw As A Reinforced Material In Epoxy Resin. Chemical Studies, Chemistry, Silpakorn University. **Master of Science Program**.
- [20] Kittiya, P., Kanoktip, B., & Wanichaya, M. (2018). Extraction and characterization of nanocellulose from sugarcane bagasse by ball-milling-assisted acid hydrolysis. **AIP conference Proceedings**. 02005-1 – 02005-7.

- [21] Jirachaya, P. (2014). A study of mechanical, thermal and physical properties of cattail fibers reinforced poly (lactic acid). Polymer Science and Engineering, Silpakorn University. **Master of Engineering Program.**





ภาคผนวก

## ผลงานเสนอทางวิชาการ

The 44th Congress on Science and Technology of Thailand (STT 44)

หัวข้อ "วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีในยุคพลิกผัน" (Science and Technology in Disruptive Era)

วันที่ 29 - 31 ตุลาคม 2561

ณ ห้องแกรนด์ฮอลล์ 201 - 203 ศูนย์นิทรรศการและการประชุมไบเทค บางนา, กรุงเทพมหานคร

หัวข้อ: PREPARATION OF NANOFIBER CELLULOSE/POLY(VINYL ALCOHOL) FILMS AND THEIR PROPERTIES

**THE 44<sup>th</sup> CONGRESS ON SCIENCE AND TECHNOLOGY OF THAILAND**  
 การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 44 (วทท44)  
 "Science and Technology in the Disruptive Era"  
 "วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีในยุคพลิกผัน"  
 29-31 October 2018 Bangkok International Trade & Exhibition Center (BITEC), Thailand

**OPENING SESSION**  
 Keynote Lecture  
 Her Royal Highness  
 Princess Maha Chakri Sirindhorn  
 Celebrating the 25<sup>th</sup> year of HRH visit to Antarctica

**SCIENTIFIC SESSIONS**

A: AGRICULTURAL SCIENCE / BIOTECHNOLOGY  
 B: BIOLOGICAL SCIENCE  
 Biochemistry / Microbiology / Molecular biology /  
 Biomedical science / Biodiversity  
 C: CHEMISTRY  
 Analytical Chemistry / Inorganic Chemistry /  
 Organic & Medicinal Chemistry /  
 Physical & Theoretical Chemistry  
 D: POLYMER & MATERIALS SCIENCE /  
 NANOTECHNOLOGY  
 E: ENERGY / ENVIRONMENTAL & EARTH SCIENCE  
 F: PHYSICS / APPLIED PHYSICS  
 G: MATHEMATICS / STATISTICS / COMPUTER SCIENCE  
 H: FOOD SCIENCE & TECHNOLOGY

**IMPORTANT DATES**

Submission of abstract / full paper: 1 May - 15 July 2018  
 Announcement of interim decision: by 31 July 2018  
 Return of abstract / paper corrections: by 15 August 2018  
 Announcement of final decision: by 31 August 2018  
 Early registration: Until 15 July 2018  
 Registration cancellation: by 15 August 2018  
 The Congress: 29 - 31 October 2018  
 OPENING SESSION Keynote lecture by HRH. Princess Maha Chakri Sirindhorn: 29 Oct 2018, 9-11 a.m.

**SPECIAL SESSIONS**

SP1: POLAR RESEARCH  
 SP2: DISRUPTIVE TECHNOLOGY  
 SP3: MANGOSTEEN FORUM  
 SP4: CRYSTALLOGRAPHY

**PLENARY SPEAKERS**

**Dr. Yang Huigen**  
 Executive Director  
 Polar Research Institute of China  
 To be confirmed

**Dr. Branimir Jovanovic**  
 Director  
 Nikola Tesla Museum

2018 Thailand  
 Outstanding Scientist

Organized by : The Science Society of Thailand under the Patronage of His Majesty the King  
 STT44  
 http://www.scisoc.or.th/stt







## D\_020\_Pf: PREPARATION OF NANOFIBER CELLULOSE/POLY(VINYL ALCOHOL) FILMS AND THEIR PROPERTIES

Butsarin Thaweekoon,<sup>1</sup> Sutinee Girdthep,<sup>1</sup> Cheewita Suwanchawalit,<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Department of Chemistry, Faculty of Science, Silpakorn University, Sanam Chandra Palace Campus, Nakornpathom, Thailand 73000

\*e-mail: suwanchawalit\_c@su.ac.th

**Abstract:** The objective of this work was to prepared nanocomposites consist of nanofiber cellulose (NCFs) isolated from rice straw and polyvinyl alcohol (PVA). The nanofiber cellulose was prepared by chemical and mechanical treatment. Nanocomposite films were prepared by solution casting. The morphology and size of nanofiber cellulose were study by using Scanning electron microscopy (SEM) techniques. The SEM results showed uniform rod structure of fibers with the width distribution around on the range of 50-60 nm and serveral 4  $\mu\text{m}$  in the length. The structure and functional group of NCFs and nanocomposites were characterized using XRD and FTIR technique. Moreover, the obtained cellulose nanofibers have great aspect ratio and high potential in reinforcement. The mechanical properties results found that PVA/1300 rpm nanocomposite has a great strength in this study.

**Introduction:** In recent years, the use of natural fibers as a reinforcement in composites has attracted much attention due to the environmental concerns particularly plastic waste. Among the natural fibers, cellulose is the most abundant, renewable and biodegradable natural polymer in the world<sup>1</sup>. In Thailand, rice straw is an abundant cellulosic by-product from crop production thus for developing countries, these large quantities of fibrous crop residues are currently under-utilized either as raw material for paper making, or as potential animal feed sources. We attempt to reduce the adverse impact on the environment and to use this renewable biomass to produce various chemicals, the development of effective technologies for utilization of straw is considered to be both important and significant. Rice straw is mainly composed of cell walls in which cellulose is one of the main components. The cellulose chains bind together by hydrogen bonds to form microfibrils of the cell walls. There are many extraction methods on the nanocellulose fiber such as steam explosion treatment, high pressure homogenization, ultrasonic technique, acid-/alkaline- hydrolysis and enzyme-assisted hydrolysis<sup>2,3,4,5</sup>. It is necessary to develop a cheap, efficient and environmental friendly extraction technique for industrialization of rice straw. However, such straw is considered to be agricultural waste in developed countries since it cannot be converted into valuable products because of in Thailand is mainly occupied by agriculture and farming. Poly(vinyl alcohol) (PVA) is a water soluble synthetic polymer and has excellent film forming and emulsifying properties. It has also high tensile strength and flexibility. Many papers were published on PVA-based nanocomposites. Xu et al. (2018) reported nanocomposite based on nanofibril from rice straw cellulose and PVA by high ultra-sonication and solution casting. Their showed improved tensile strength as the nanofibril content increased and great thermal stability<sup>6</sup>. Cho et al. (2011) reported the mechanical and thermal properties of poly(vinyl alcohol) (PVA) nanocomposites reinforced with nanocelluloses isolated by the sulfuric acid hydrolysis using commercial microcrystalline cellulose (MCC). The tensile modulus and strength of the nanocomposites and thermal stability were improved with an increase in the nanocellulose content<sup>7</sup>. Although many works have been done on the nanocellulose reinforced polymer nanocomposites, there was a great variation for the method of its reinforcement effect. Thus, this work investigated developed the method that simple and easy to prepared the nanocomposite and improve mechanical properties of PVA-based nanocomposites reinforced with the nanofiber cellulose to maximize the utilization of the nanocellulose isolated from the MCC by acid hydrolysis and theirs reinforcement application in poly(vinyl alcohol) films. The chemical structure, morphology of nanofiber cellulose and nannocomposites were investigated

by using Scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared (FTIR) and mechanical properties were investigated by tensile testing.

#### **Methodology:**

*Preparation of nanofiber cellulose:* The microfibril cellulose (MFCs) was extracted from the rice straw by alkali and hydrogen peroxide treatment. The microfibril cellulose was hydrolyzed using acid hydrolysis (64% sulfuric acid,  $H_2SO_4$ ) varying the speed of homogenized with 1000, 1300 and 1600 rpm for 45 minutes at 45 °C. Then stop reaction with distilled water and dialysis until pH 7 was reached after that the nanofiber cellulose was collected and dispersed in ethanol solution.

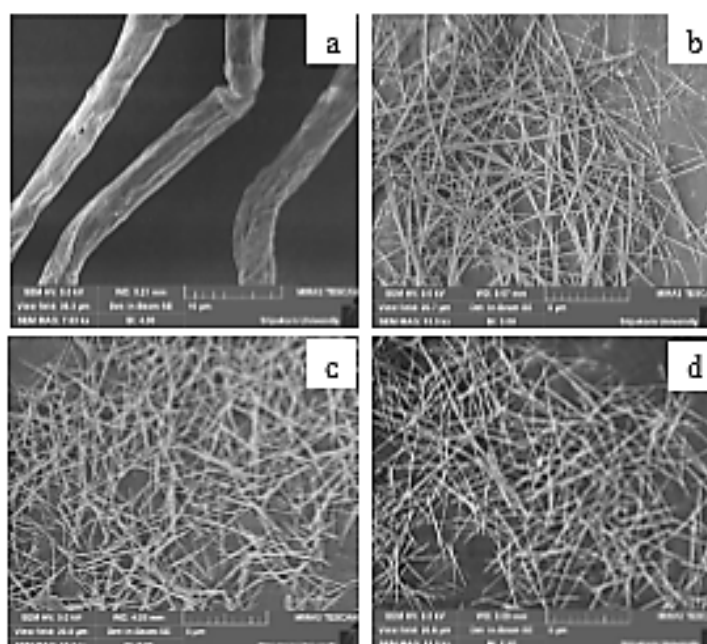
*Preparation of nanofiber cellulose-PVA composites:* Nanocomposites were prepared by solution casting. Aqueous solutions of PVA were prepared and the corresponding amounts of NFCs dispersions were added to obtain nanofiber cellulose. Each condition composed of 4% (w/w), and used total PVA concentrations constant at 5%. The resulting suspensions were kept under vigorous mechanical stirring at room temperature for 60 min. The mixtures were poured into the petri dish and evaporated at 80 °C for 4 h.

*Characterizations:* Scanning electron microscope (SEM) analysis. The observation of morphology of nanofiber cellulose of each condition was carried out on a scanning electron microscope, SEM (TESCAN, MIRA3). The samples were dropped on aluminum foil and dried in oven and sputter-coated with a thin layer of gold prior to observation.

X-ray diffraction (XRD) analysis. X-ray diffraction samples were analyzed between  $2\theta = 10-40^\circ$  with step increment of  $2\theta = 0.01^\circ$  in a Rigaku Miniflex II using a Cu K $\alpha$  radiation at 30 kV and 15 mA.

Fourier transfer infrared spectroscopy (FTIR) analysis. FTIR spectra were recorded using a PerkinElmer (Spectrum 100). The spectra were recorded in KBr and attenuated total reflection (ATR) mode for nanofiber cellulose and nanofiber cellulose-PVA composites of each condition, respectively.

**Results and discussion:** Generally, microfibrillated cellulose (MFC) is typically used for extracted nanofibers using homogenizer assisted acid hydrolysis at 45 °C to produce the nanofiber cellulose. The cellulose fibrils are composed of crystalline and amorphous regions. The purification of cellulose fibers from these regions, and consequently decreased diameter of fiber to nanoscale. Nanosized cellulose caused an increase in the reinforcement properties owing to increasing aspect ratio, and surface area of cellulose. Morphology of nanofibers cellulose that removed lignocellulose and hemicellulose by creating structural internal tensions caused to destruct hydrogen bonds between the cellulose microfibrils were investigated by using Scanning electron microscope. From SEM results of the nanofiber cellulose varying speed of homogenizer (1000 rpm, 1300 rpm and 1600 rpm) were shown in **Figure 1**. SEM results observed that on the surface of a single nanosize fiber, there were consist of individualized nanofiber. The obtained fibers were produced by chemical and mechanical method to isolate nanofiber cellulose. The initial microfibril cellulose (MFCs) are observed in **Figure 1a**, most cellulose filaments have rod-like structure, only a small part of them appear the micro-size morphology. However, the NCFs obtained when treated with acid hydrolysis and varying speed of homogenized showed uniform rod-like structure with width of around 50-60 nm and 2-4  $\mu$ m in length depends on speed of homogenized. The calculated aspect ratio of obtained nanocellulose fiber with all condition were shown in **Table 1**. From **Table 1**, NCF with low homogenized has high aspect ratio than NCF with high homogenized. In **Figure 1b-1e** shows that length of nanocellulose fiber decreased when speed of homogenized increased. Interesting in **Figure 1c**, at 1300 rpm, the nanocellulose fibers are long, slender and sharp white other condition have cut edge.



**Figure 1.** SEM images: a) microfibril cellulose (MFC), b) homogenized 1000 rpm-cellulose, c) homogenized 1300 rpm-cellulose and d) homogenized 1300 rpm-cellulose

**Table 1.** The size and aspect ratio of the obtained nanofiber cellulose.

Cellulose structure	Diameter (average, nm)	Length (average, $\mu\text{m}$ )	Aspect ratio (L/d)
Microfibril cellulose	1100	8.4	7
NCF-1000 rpm	55	4.8	87
NCF-1300 rpm	54	3.1	57
NCF-1600 rpm	60	2.8	47

**Figure 2.** showed the X-ray diffraction patterns of rice straw (MFCs), NCFs with varying speed of homogenizer. It can be seen that the positions of the diffraction peaks of NCFs from rice straw, two diffraction peaks appear at  $16.1^\circ$  and  $22.4^\circ$  corresponding to (110) and (200) crystal face, which is a crystal structure of cellulose type I. This demonstrate that the crystal structure of NCFs have not been changed during the whole preparation<sup>8,9,12</sup>, but the crystallinity increased when the decreased size of fibers.



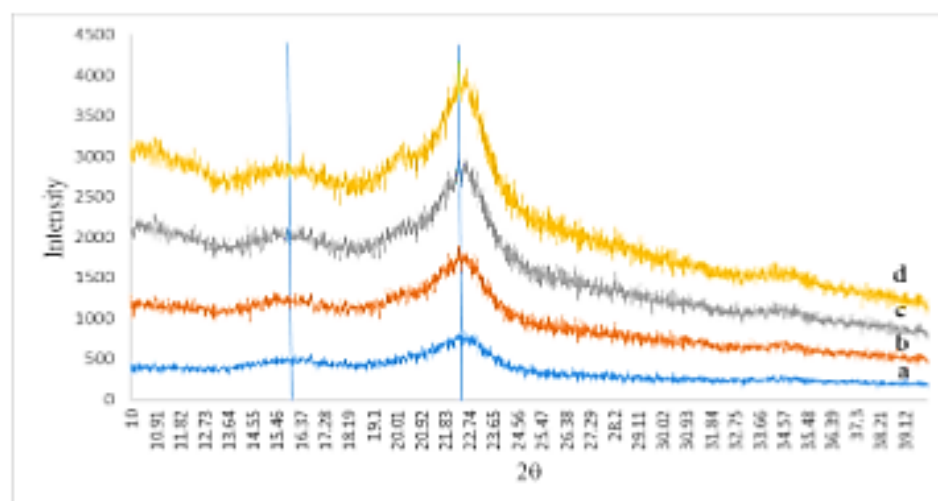


Figure 2. XRD pattern: a) microfibril cellulose, b) NCF-1000 rpm, c) NCF-1300 rpm and d) NCF-1600rpm

The FTIR spectra of nanofiber with varying speed of homogenized was illustrated in Figure 3. The dominant spectral bands at 3100–3600 and 1100  $\text{cm}^{-1}$  were corresponding to stretching vibrations of O-H and C-O ether groups. The spectral bands observed in all NCFs spectra in the region of 1600–1668  $\text{cm}^{-1}$  are due to O-H bending of adsorbed water. All these spectra were developed after the same carefully drying process, however the water adsorbed in the cellulose molecules is very difficult to extract due to the cellulose–water interaction. The peaks in the region of 2900–2950  $\text{cm}^{-1}$  are results of antisymmetric and symmetric vibration of  $\text{CH}_2$  groups. Other peaks observed at 1350  $\text{cm}^{-1}$  represents C-H bending, and the peak between 610–700  $\text{cm}^{-1}$  were explained as the functional group of S-O. So, the FTIR spectra can confirm that the nanocellulose remain cellulose<sup>9</sup>.

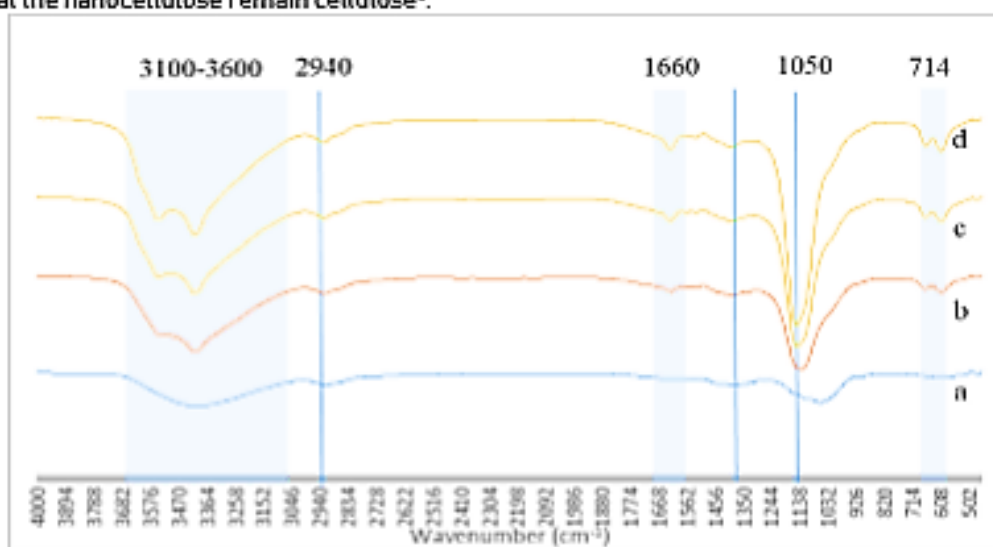


Figure 3. FTIR spectra of fiber: a) MFC, b) NCF-1000 rpm, c) NCF-1300 rpm, and d) NCF-1600 rpm

Transparency analysis of NCF/PVA nanocomposites with varying NCF from different speed of homogenized is illustrated in Figure 4. The constancy in light transparency over most samples indicates that the NFC could be well dispersed within the PVA matrices.



Figure 4. Digital images: a) pure PVA, b) PVA/MFC, c) PVA/1000 rpm, d) PVA/1300 rpm, and e) PVA/1600 rpm

The FTIR spectra of pure PVA and NCF/PVA nanocomposites with speed of homogenized is illustrated in Figure 5. From Figure 5, showed the most characteristic bands of PVA and their respective assignment. All major peaks related to hydroxyl groups were observed. The large bands observed between  $3550$  and  $3100$   $\text{cm}^{-1}$  were linked to the stretching O-H from the intermolecular and intra-molecular hydrogen bonds (region (I) in Figure 5.). The vibrational band observed between  $2880$  and  $2990$   $\text{cm}^{-1}$  refers to the stretching C-H from alkyl groups (region (II) in Figure 5.). Other peaks observed at  $1350$   $\text{cm}^{-1}$  represents C-H bending and at  $1100$  correspond to C-O stretching. However, the FTIR spectra between pure PVA and NCF/PVA nanocomposites may be not clear this might be because of a few of NCF<sup>11</sup>.

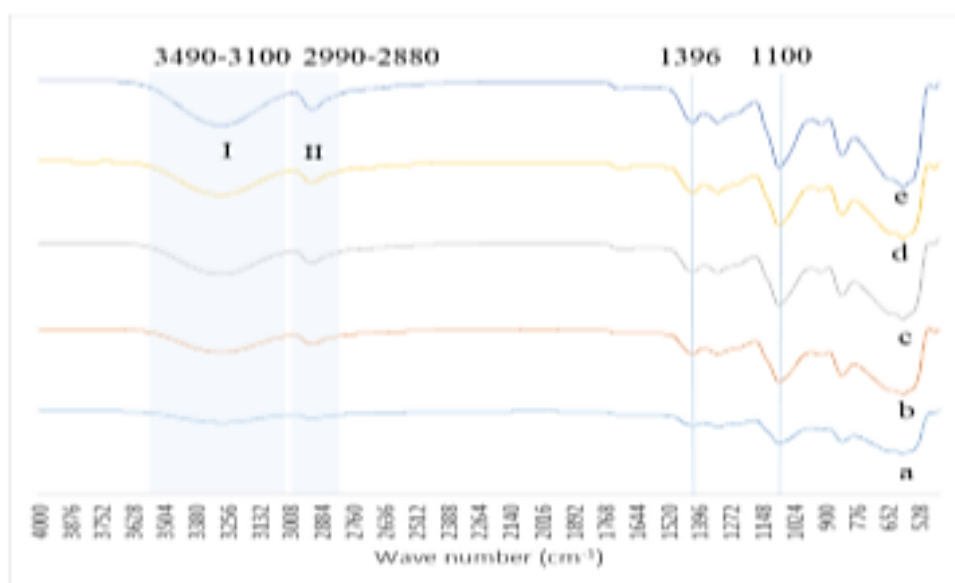
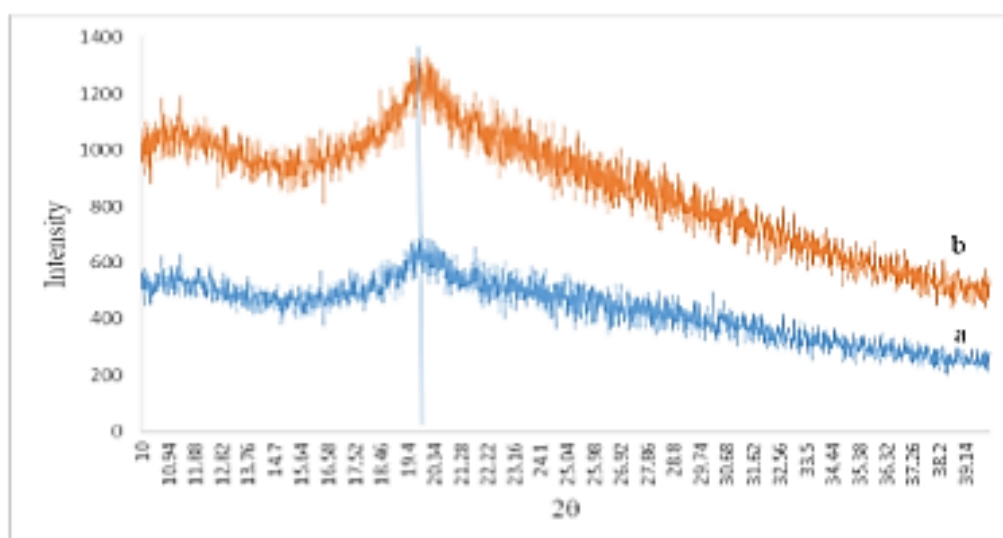


Figure 5. FTIR spectra of nanocomposite: a) pure PVA, b) PVA/1000rpm, c) PVA/1300rpm, d) PVA/1600rpm and e) PVA/MFC

Figure 6, showed the XRD patterns of nanocomposites. The linear PVA and its composites with nanocellulose were all characterized by a peak at  $2\theta$  value of  $19.6^\circ$ , the single scattering peak characteristic of PVA. The peak for the composite with 4 wt% of nanocellulose was slightly increase intensity at  $19.6^\circ$  more than pure PVA demonstrated that the crystallinity of the nanocomposite higher than PVA<sup>10</sup>.



**Figure 6.** XRD pattern of nanocomposite: a) pure PVA and b) PVA/1300rpm

From **Figure 7**, showed the mechanical properties of (1) pure PVA, (2) MFC/PVA, (3) 1000 rpm/PVA, (4) 1300 rpm/PVA and (5) 1600 rpm/PVA. Tensile properties of the nanocomposites reinforced by the nanocellulose of 4 wt% loading are shown in **Figure 7**. For the reinforcement we considered two type of value, tensile strength and Young's modulus. The optimize tensile strength and modulus at 4 wt% nanocellulose fiber were produced by using speed of homogenize 1300 rpm with 64%  $H_2SO_4$  acid hydrolysis at 45 minutes and 45 °C, increasing tensile strength and Young's modulus upto 50 % and 116 % respectively. The speed of 1300 rpm condition gave the high tensile strength and Young's modulus because the shape and aspect ratios of nanocellulose fiber as shown in SEM results. When considering the SEM results, it found that the fiber had long and slender with a uniformity in shape. Moreover it was more polarity after homogenized and hydrolysis which lead to improve hydrogen bonding interaction between the fiber and polymer matrix. In addition, the large shape of fiber with a micro-size structure suggested the defect point in polymer matrix with a decreasing of tensile strength and Young's modulus. On the basis of tensile testing, the shape of fiber with a nano-size might be dispersed in PVA matrix than the large microfibril cellulose. Therefore, the good interaction between microfibril and PVA also found in nano shape of microfibril cellulose which related to the mechanical properties improvement.

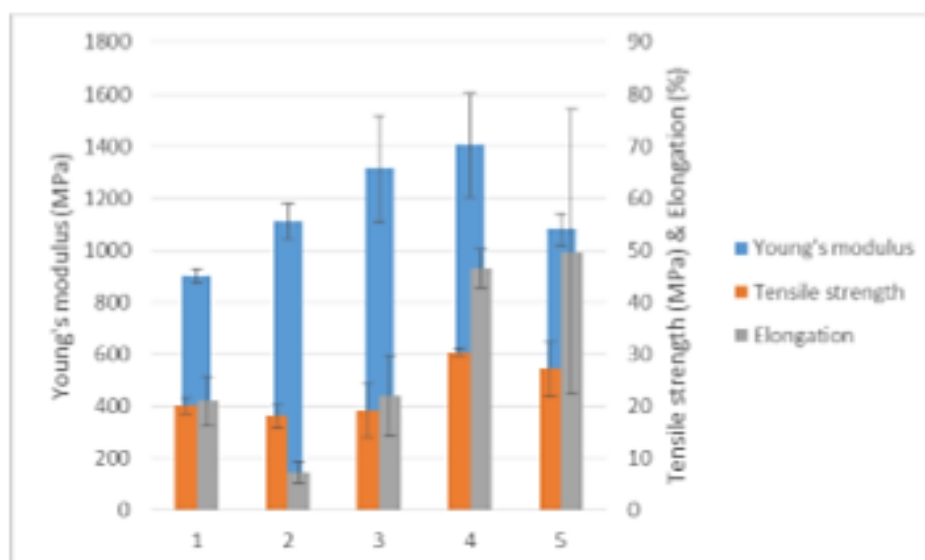


Figure 7. Mechanical properties: 1) pure PVA, 2) PVA/MFC, 3) PVA/1000 rpm, 4) PVA/1300 rpm and 5) PVA/1600 rpm

**Conclusion:** In the present work, nanocellulose fiber were successfully isolated from rice straw via chemical and mechanical treatments. The complete extract of nanocellulose fiber was carried out via homogenize with low power (1300 rpm) and acid hydrolysis. Chemical structure and morphologies of the nanocellulose fiber and nanocomposite were investigated by XRD, FTIR, SEM techniques. The PVA/1300 rpm nanocomposite has a great tensile strength and Young's modulus. Experimental results show the evidences extract nanocellulose fiber and thus making nanocellulose fiber as a reinforcement for use in poly(vinyl alcohol) or other polymer. (Leave a blank line between sections.)

#### References:

1. Nasri NB, Behzad T, Bagheri RJ. *Appl. Polym. Sci.* 2014;40063:1-7
2. Chakraborty A, Sain M, Kortschot M. *Holzforchung.* 2006;60:53-58
3. Nakagaito AN, Yano H. *Appl. Phys. A.* 2004;78:547-552
4. Hafraoui SE, Nishiyama Y, Putaux JL, Heux L, Dubreuil F, Rochas C. *Biomacromolecules.* 2008;9:57-65
5. Bondeson D, Mathew A, Oksman K. *Cellulose.* 2006;13:171-180
6. Xu K, Liu C, Kang K, Zheng Z, Wang S, Tang Z, Yang W. *Compos. Sci. Technol.* 2018;154:8-17
7. Cho MJ, Park BD. *J. Ind. Eng. Chem.* 2011;17:36-40
8. Mandal A, Chakraborty D. *J. Ind. Eng. Chem.* 2014;20:462-473
9. Tang Y, Yang S, Zhang N, Zhang J. *Cellulose.* 2013
10. Soni B, Hassan EB, Mahmoud B. *Carbohydr. Polym.* 2015;134:581-589

**Acknowledgements:** We would like to thanks Graduate school, Silpakorn University and Department of Chemistry, Faculty of Science, Silpakorn University for financial support.



## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	บุศรินทร์ ทวีคุณ
วัน เดือน ปี เกิด	1 ตุลาคม 2536
สถานที่เกิด	โรงพยาบาลสามพราน
ที่อยู่ปัจจุบัน	156/11 ม.6 ต.คลองใหม่ อ.สามพราน จ.นครปฐม 73110

