

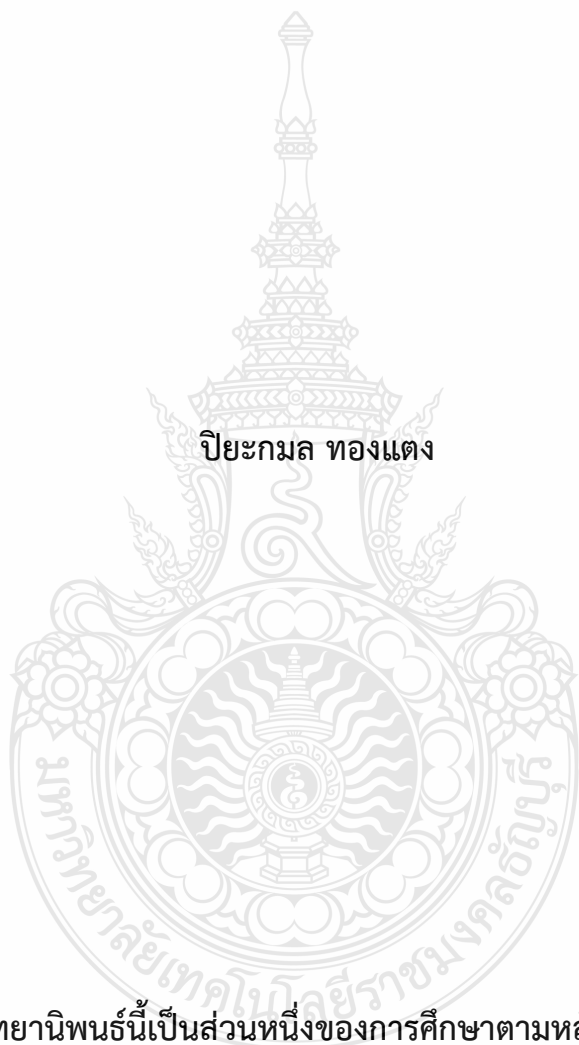
วัสดุคอมโพสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไมโครเซลลูโลสจาก
กากทะลายปาล์มที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

POLYBUTYLENE SUCCINATE BIOCOMPOSITE MATERIALS
REINFORCED WITH CELLULOSE MICROFIBERS FROM
PALM BUNCHES PRODUCED BY HYDROTHERMAL PROCESS

ปิยะกมล ทองแดง

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ปีการศึกษา 2563
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

วัสดุคอมโพสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไมโคร
เซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล




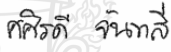
ปิยะกมล ทองแดง


วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ปีการศึกษา 2563
ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

หัวข้อวิทยานิพนธ์ วัสดุคอมโพสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไมโครเซลลูโลส
จากกากทะลายปาล์มที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล
Polybutylene Succinate Biocomposite Materials Reinforced with Cellulose
Microfibers from Palm Bunches Produced by Hydrothermal Process
ชื่อ - นามสกุล นายปิยะกมล ทองแดง
สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี
อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์วีราภรณ์ ผิวสอาด, D.Eng.
ปีการศึกษา 2563

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



..... ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ประกอบ กิจไชยา, Ph.D.)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ศศิธรดี จันทสี, วศ.ด.)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ชัยภพ ศิระวรกุล, วศ.ด.)


..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์วีราภรณ์ ผิวสอาด, D.Eng.)

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี อนุมัติวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็น
ส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต


..... คณบดีคณะวิศวกรรมศาสตร์
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ศิวกร อ่างทอง, Ph.D.)
วันที่ 22 เดือน มีนาคม พ.ศ. 2564

หัวข้อวิทยานิพนธ์	วัสดุคอมโพสิตพอลิไบวทิลีนซัคซิเนตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล
ชื่อ-นามสกุล	นายปิยะกมล ทองแดง
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์วีราภรณ์ ผิวสอาด, D.Eng.
ปีการศึกษา	2563

บทคัดย่อ

ปาล์มน้ำมันเป็นพืชเศรษฐกิจของประเทศไทยที่มีบทบาทสำคัญในธุรกิจน้ำมันพืช ในอุตสาหกรรมการผลิตน้ำมันพืชมีวัสดุเหลือทิ้งจำนวนมากประกอบด้วยกากทะเลลายปาล์ม ซึ่งมีเซลลูโลสเป็นส่วนประกอบหลัก ดังนั้น การใช้ประโยชน์จากเป็นวัสดุเหลือทิ้งจากกระบวนการผลิตน้ำมันปาล์มจึงมีความสำคัญต่อสิ่งแวดล้อมและเป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้กับวัสดุเหลือทิ้ง

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลส (CMF) จากกากทะเลลายปาล์มเพื่อให้เป็นสารเสริมแรงให้กับพอลิเมอร์ย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ซึ่งกระบวนการผลิต CMF ประกอบด้วย 3 ขั้นตอนคือ กระบวนการฟอกสี กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ และปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรด ในงานวิจัยนี้กระบวนการปรับสภาพด้วยอัลคาไลน์ประยุกต์ใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลด้วยสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ความเข้มข้นร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ศึกษาผลของเวลาของปฏิกิริยาที่ 6, 12, 18 และ 24 ชั่วโมง และปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) ความเข้มข้นร้อยละ 32 ได้ CMF จากนั้นเตรียมวัสดุคอมโพสิตพอลิไบวทิลีนซัคซิเนตเสริมแรงด้วย CMF จากกากทะเลลายปาล์ม โดยศึกษาผลของปริมาณการเติม CMF ที่ร้อยละ 1, 3 และ 5 โดยน้ำหนัก ต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมโพสิต

จากการวิเคราะห์สมบัติของ CMF ด้วยเทคนิค FT-IR พบว่ากระบวนการอัลคาไลน์ด้วยไฮโดรเทอร์มอลสามารถกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสได้ดีขึ้นเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น การวิเคราะห์ด้วย XRD พบว่าค่าดัชนีผลึกของ CMF เพิ่มขึ้นจาก 68.57 เป็น 84.68 % ที่ 24 ชั่วโมง ผลจากการวิเคราะห์โครงสร้างมหภาคด้วย SEM ยืนยัน CMF ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2-6 ไมโครเมตร และการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกส่งผลให้ขนาดของเส้นใยเล็กลงและมีความเป็นผลึกเพิ่มมากขึ้น และการศึกษาการเตรียมวัสดุคอมโพสิตเสริมแรงด้วย CMF ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก มีสมบัติทางความร้อนและสมบัติเชิงกลที่สูงขึ้น

คำสำคัญ : เส้นใยไมโครเซลลูโลส กากทะเลลายปาล์ม กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

Thesis Title	Polybutylene Succinate Biocomposite Materials Reinforced with Cellulose Microfibers from Palm Bunches Produced by Hydrothermal Process
Name-Surname	Mr. Piyakamon Thongtang
Program	Chemical Engineering
Thesis Advisor	Assistant Professor Weraporn Pivsa-Art, D.Eng.
Academic Years	2020

ABSTRACT

Oil palm is an important economic crop of Thailand, especially for vegetable oil manufacturing. Inevitably, there are a plenty of empty fruit bunches (EFB) left over as a waste material from the manufacturing process. Oil palm EFB contains cellulose as its main component. Utilization of the palm oil waste; therefore, is not only important to the environment but can add value to wastes from the manufacturing process.

This research focused on the preparation of cellulose microfibers (CMF) from oil palm EFB. The CMF, then, can be used as a reinforcement material for biodegradable polymers. The CMF production comprises 3 steps: bleaching, alkaline treatment, and acid hydrolysis. The alkaline treatment process, in particular, was carried out using a hydrothermal process with 5 wt% potassium hydroxide (KOH) solution, at 90 °C. The effect of reaction times of 6, 12, 18 and 24 hours, and the acid hydrolysis was conducted using 32% H₂SO₄ to produce CMF. The CMF, afterwards, was used as reinforcement material for polybutylene succinate (PBS) composites. The effect of CMF contents at 1%, 3%, and 5% in the PBS matrix on physical and mechanical properties of the composite was investigated.

The characterization of CMF using FT-IR analysis confirmed that the hydrothermal alkaline treatment could remove hemicellulose more effectively when the reaction time increased. The XRD analysis showed that crystalline index of CMFs increased from 68.57% to 84.68 % at the reaction time of 24 hours. The morphology study using SEM confirmed revealed that a diameter size of 2-6 μm. and the acid hydrolysis using H₂SO₄ resulted in the reduction of fiber size, and the increase of crystalline index. The biocomposites of PBS reinforced with 1 wt% CMF revealed a higher thermal and mechanical properties.

Keywords: cellulose microfibers, hydrothermal process, biocomposites

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่งจากบุคคลและองค์กรต่างๆ ดังนี้

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วีราภรณ์ ผิวสอาด ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่ให้คำปรึกษา ข้อเสนอแนะและแนวทางในการแก้ปัญหาต่าง ๆ จนสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สมหมาย ผิวสอาด ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาร่วมวิทยานิพนธ์ที่ให้คำปรึกษา ข้อเสนอแนะและแนวทางในการแก้ปัญหาต่าง ๆ จนสำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ประกอบ กิจไชยา ประธานกรรมการสอบผู้ทรงคุณวุฒิจากภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ชัยภพ ศิระวรกุล และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศศิธรดี จันทสี กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ซึ่งเป็นอาจารย์ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ได้ให้ความกรุณาในการแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ของงานวิจัย และเสียสละเวลาในการเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ รุ่นพี่นักศึกษาปริญญาเอก ที่ให้คำปรึกษาและแนวทางในการแก้ปัญหาต่างๆ

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมี และเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ทุกท่านที่อำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องทดสอบและสถานที่ในการดำเนินโครงการ

ขอขอบพระคุณ บิดาและมารดา ที่คอยช่วยเหลือเป็นกำลังใจและสนับสนุนจนกระทั่งสำเร็จการศึกษา

สุดท้ายนี้ผู้วิจัยหวังเป็นอย่างยิ่งว่า วิทยานิพนธ์เล่มนี้จะเป็นประโยชน์ต่อผู้ที่สนใจ หากวิทยานิพนธ์นี้ขาดตกบกพร่อง หรือไม่สมบูรณ์ประการใด ผู้วิจัยขอกราบอภัยมา ณ ที่นี้ด้วย

ปิยะกมล ทองแดง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	(3)
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	(4)
กิตติกรรมประกาศ.....	(5)
สารบัญ.....	(6)
สารบัญตาราง.....	(9)
สารบัญรูป.....	(10)
บทที่ 1 บทนำ.....	13
1.1 ความมาและความสำคัญ.....	13
1.2 วัตถุประสงค์.....	15
1.3 ขอบเขต.....	15
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	16
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	17
2.1 เซลลูโลส (Cellulose).....	17
2.2 นาโนเซลลูโลส(Nanoellulose).....	19
2.3 วัสดุเศษเหลือจากอุตสาหกรรมปาล์มน้ำมัน.....	25
2.4 การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal synthesis).....	28
2.5 การไฮโดรไลซิส (Hydrolysis).....	30
2.6 วัสดุคอมโพสิต (Composite material)	34
2.7 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Polybutylene succinate, PBS).....	39
2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	41
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน.....	47
3.1 แผนการดำเนินงาน.....	47
3.2 วัตถุประสงค์และสารเคมี.....	49
3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือ.....	50
3.4 วิธีการดำเนินงาน.....	51

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลและการวิเคราะห์ผลการดำเนินงาน.....	55
4.1 ผลการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์ม.....	55
4.1.1 ผลการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของกากทะลายปาล์ม.....	55
4.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจาก กากทะลายปาล์มด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปค โตรเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR).	57
4.1.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเส้นใยไมโครเซลลูโลสด้วย เทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตเมทรี (X-ray Diffractometry, XRD)...	60
4.1.4 ผลลักษณะสัณฐานวิทยาเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลาย ปาล์ม.....	62
4.2 การเตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลส จากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง.....	67
4.2.1 ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีน ซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสาร เสริมแรง.....	67
4.2.2 ผลการวิเคราะห์การทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงของวัสดุ คอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจาก กากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีของ สารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) (UV-Vis spectrophotometer).....	68
4.2.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวท ิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็น สารเสริมแรงด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตร มิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR).....	69

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.4 ผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD).....	70
4.2.5 ผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเทอร์โมกราฟีเมตริกอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA).....	72
4.2.6 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC).....	73
4.2.7 ผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง.....	76
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	79
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	79
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	81
บรรณานุกรม.....	82
ภาคผนวก.....	89
ประวัติผู้เขียน.....	130

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบของลิกโนเซลลูโลสในสารชีวมวล.....	19
ตารางที่ 2.2 องค์ประกอบของกากทะเลลายปาล์ม.....	27
ตารางที่ 2.3 แสดงสมบัติโดยทั่วไปของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต.....	41
ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินงานของโครงการ.....	49
ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงสภาวะการทดสอบเครื่องดีฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC).....	54
ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปคโตรเมทรี.....	59
ตารางที่ 4.2 ค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index, CrI) ของกากทะเลลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ.....	61
ตารางที่ 4.3 แสดงผลสมบัติทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคดีฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี.....	75



สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1	ลักษณะการจัดเรียงตัวของโมเลกุลกลูโคสในเซลลูโลส..... 18
รูปที่ 2.2	ภาพการจำลองเส้นใย (elementary fibrils)..... 20
รูปที่ 2.3	องค์ประกอบของไมโครไฟบริลที่อยู่ภายในเส้นใย..... 20
รูปที่ 2.4	การแบ่งประเภทของนาโนเซลลูโลส..... 21
รูปที่ 2.5	ความแตกต่างระหว่าง CNC และ CNF..... 22
รูปที่ 2.6	ความแตกต่างระหว่าง CNC และ CNF..... 23
รูปที่ 2.7	กากทะเลลายปาล์ม..... 27
รูปที่ 2.8	การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล..... 28
รูปที่ 2.9	กลไกการย่อยโครงสร้างของแป้งด้วยกรด..... 32
รูปที่ 2.10	กลไกการย่อยโครงสร้างของแป้งด้วยกรด..... 33
รูปที่ 2.11	การย่อยสลายโมเลกุลของเซลลูโลสด้วยต่าง..... 33
รูปที่ 2.12	แสดงตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ทำมาจากเทอร์โมพลาสติก..... 35
รูปที่ 2.13	แสดงตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ทำมาจากเทอร์โมเซต..... 36
รูปที่ 2.14	แสดงลักษณะและการจัดเรียงตัวของส่วนเสริมแรง (Reinforcement) ในวัสดุคอมโพสิต..... 37
รูปที่ 2.15	แสดงรูปแบบการจัดเรียงตัวของส่วนเสริมแรงภายในวัสดุคอมโพสิตแต่ละประเภททั้งในแบบเส้นใยสั้นและแบบเส้นใยยาว..... 38
รูปที่ 2.16	กระบวนการเตรียมมอนอเมอร์ตั้งต้นจากกระบวนการหมักวัตถุดิบจากธรรมชาติ..... 39
รูปที่ 2.17	การเตรียมโพลิโกลิเมอร์ของ PBS..... 39
รูปที่ 2.18	การ trans-esterification ของ PBS oligomer..... 40
รูปที่ 2.19	ตัวอย่างการนำไปใช้ของเรซิน PBS..... 40
รูปที่ 4.1	กากทะเลลายปาล์ม..... 55
รูปที่ 4.2	เส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่างๆ (ก) 6 ชั่วโมง (ข) 12 ชั่วโมง (ค) 18 ชั่วโมง (ง) 24 ชั่วโมง..... 56

สารบัญรูป (ต่อ)

		หน้า
รูปที่ 4.3	เส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลา 24 ชั่วโมง และไฮโดรไลซิสด้วยกรดร้อยละ 32 โดยน้ำหนัก.....	57
รูปที่ 4.4	อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ.....	57
รูปที่ 4.5	อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด.....	58
รูปที่ 4.6	XRD pattern ของเส้นใยกากทะเลลายปาล์มจากกระบวนการอัลคาไลน์ ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ.....	60
รูปที่ 4.7	XRD pattern ของเส้นใยกากทะเลลายปาล์มจากกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลกับกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด.....	60
รูปที่ 4.8	ลักษณะสัณฐานวิทยาของกากทะเลลายปาล์ม.....	62
รูปที่ 4.9	ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลา (ก) 6 ชั่วโมง (ข) 12 ชั่วโมง (ค) 18 ชั่วโมง (ง) 24 ชั่วโมง และ (จ) ไฮโดรเทอร์มอล 24 ชั่วโมง ไฮโดรไลซิสด้วยกรดร้อยละ 32 โดยน้ำหนัก.....	63
รูปที่ 4.10	แสดงกราฟฮิสโตแกรมของเส้นผ่านศูนย์กลางของกระบวนการผลิตเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล (ก) 6 ชั่วโมง (ข) 12 ชั่วโมง (ค) 18 ชั่วโมง (ง) 24 ชั่วโมง และ (จ) ไฮโดรเทอร์มอล 24 ชั่วโมง ไฮโดรไลซิสด้วยกรดร้อยละ 32 โดยน้ำหนัก.....	64
รูปที่ 4.11	ผลการเตรียมฟิล์มคอมโพสิต (ก) ฟิล์มพอลิবিวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ และฟิล์มคอมโพสิตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่อัตราส่วนต่างๆ (ข) 1 wt% (ค) 3 wt% และ (ง) 5 wt%.....	67
รูปที่ 4.12	แสดงผลการทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิবিวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) (UV-Vis spectrophotometer).....	68

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.13 แสดงผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซักซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ.....	69
รูปที่ 4.14 แสดงผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซักซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ.....	71
รูปที่ 4.15 แสดงผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซักซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่อัตราส่วนต่าง.....	72
รูปที่ 4.16 เทอร์โมแกรมของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซักซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ.....	74
รูปที่ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซักซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง.....	76



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ปาล์มน้ำมัน เป็นพืชที่เหมาะสมกับสภาพอากาศร้อนชื้นจึงเจริญเติบโตได้ดีในภาคใต้ของประเทศไทยบริเวณพื้นที่ที่ปลูกมากที่สุด คือ จังหวัดกระบี่ สุราษฎร์ธานี ชุมพร สตูล และตรัง โดยที่การบริโภคโดยตรงในรูปน้ำมันพืชสำหรับปรุงอาหารประมาณร้อยละ 65 ของการผลิตทั้งหมดและอีกประมาณร้อยละ 35 จะใช้ในอุตสาหกรรมต่าง ๆ คาดว่ามีความต้องการใช้น้ำมันปาล์มดิบ ประมาณ 530,000 ตัน และมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามลำดับ และอยู่ในอัตราเพิ่มที่สูง เนื่องจากน้ำมันปาล์มเป็นน้ำมันพืชที่ราคาถูกกว่าน้ำมันพืชชนิดอื่น ๆ และสามารถใช้อย่างหลากหลายทั้งอุตสาหกรรมบริโภคและอุปโภค จึงได้มีการนำน้ำมันปาล์มไปใช้ทดแทนน้ำมันพืชชนิดอื่น ๆ ที่ใช้ทดแทนกันได้ [1] แต่จากกระบวนการสกัดปาล์มน้ำมันพบว่า วัตถุดิบทะเลลายปาล์มสด 1,000 กิโลกรัม จะให้น้ำมันประมาณ 200 กิโลกรัม ทะลายเปล่าประมาณ 220 กิโลกรัม เมล็ดในประมาณ 50 กิโลกรัม กะลาประมาณ 55 กิโลกรัม กากตะกอนและน้ำประมาณ 475 กิโลกรัม จะเห็นว่าในกระบวนการสกัดปาล์มน้ำมันมีส่วนที่เหลือจากกระบวนการการสกัดน้ำมันมากกว่าส่วนที่นำไปใช้ [2] ซึ่งของเสียที่เกิดขึ้นสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ทั้งหมด (Zero waste) เช่น ทะลายปาล์มเปล่า เส้นใย กะลา สามารถนำไปเป็นเชื้อเพลิงหม้อไอน้ำ น้ำเสียนำมาผลิตแก๊สชีวภาพเพื่อผลิตกระแสไฟฟ้า และกากตะกอนน้ำมันนำมาผลิตเป็นปุ๋ยอินทรีย์ [3] แต่ต้องการนำวัสดุเหลือเหล่านี้มาใช้เป็นประโยชน์เพิ่มเติม และเพื่อที่จะใช้เป็นการเสนอแนวทางในการสร้างมูลค่าเพิ่มให้กับอุตสาหกรรมการผลิตน้ำมันปาล์มได้

งานวิจัยเกี่ยวกับการเตรียมไมโครเซลลูโลสได้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง โดยมีการนำเอาเส้นใยประเภทอื่น ๆ มาใช้ไม่ว่าจะเป็นวัสดุจากการเกษตร เช่น เปลือกผลไม้ ไม้ไผ่ เป็นต้น รวมทั้งมีการพัฒนากระบวนการผลิต ให้มีความ ทนสมัย ง่าย และเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมมากขึ้น เช่น ลดการใช้พลังงานหรือลดการใช้สารเคมีรุนแรงโดยการใช้เอนไซม์เซลลูเลส (Cellulase) ร่วมในการสกัด โดยทั่วไปกระบวนการเตรียมนาโน เซลลูโลสแบ่งได้ 2 วิธี ได้แก่ (1) วิธีแบบบนลงล่าง (Top-down method) และ (2) วิธีแบบล่างขึ้นบน (Bottom-up method) ซึ่งวิธีแบบบนลงล่างนั้นจะเป็นการใช้เอนไซม์ หรือสารเคมีในการสกัดแยกสารอื่นที่ไม่ใช่เซลลูโลสออกไป เช่น โปรตีน ไขมัน และลิกนิน เป็นต้น แล้วนำเซลลูโลสสกัดที่ได้มาแยกเส้นใยโดยใช้แรงกล เช่น การใช้ เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ (Homogenizer) เป็นต้น ส่วนวิธีแบบล่างขึ้นบนนั้น จะเป็นการผลิต เซลลูโลสจากกลูโคส โดยแบคทีเรียจำพวก Acetobacter, Agrobacterium, Pseudomonas, Rhizobium, และ Alcaligenes¹⁰ หากจะแบ่งตามวิธีการสกัดและลักษณะ ทางสัณฐานวิทยา (Morphology) สามารถแบ่ง นาโนเซลลูโลสเป็น 2 ชนิด ได้แก่ 1. เซลลูโลส

นาโนคริสตัล หรือ ผลึกนาโน เซลลูโลส (Cellulose nanocrystals, CNCs) หรือ Nanocrystalline cellulose (NCC) หรือ Cellulose nanowiskers (CNWs) และ 2. เซลลูโลสนาโนไฟบริล (Cellulose nanofibril, CNFs) หรือ Nanofibrillated cellulose (NFC) หรือ Microfibrillated cellulose (MFC) นาโนเซลลูโลสเป็นวัสดุทางชีวภาพที่มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) มีคุณสมบัติหลากหลาย และที่สำคัญนาโนเซลลูโลสสามารถย่อยสลายได้โดยกระบวนการทางชีวภาพ (Biodegradability) ทำให้นาโนเซลลูโลสถูกนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอย่างกว้างขวาง เกิดเป็นแรงกระตุ้นทั้งภาคการศึกษา และอุตสาหกรรมที่ให้ความสนใจในการคิดค้น และพัฒนากระบวนการผลิต ปรับปรุงคุณภาพ และหาวิธีการประยุกต์ใช้เซลลูโลส และอนุพันธ์ ของเซลลูโลสในรูปแบบมีจำนวนเพิ่มขึ้นในรอบทศวรรษที่ผ่านมา [4]

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal process) เป็นกระบวนการสังเคราะห์ผลึกของวัสดุเนื้อสารภายใต้การเกิดปฏิกิริยาของสารละลายในน้ำ ซึ่งการจะเกิดปฏิกิริยาเคมีได้นั้น กระบวนการดังกล่าวต้องเกิดขึ้นภายใต้ความดันและอุณหภูมิที่เหมาะสม จากนั้นจะเกิดการสร้างผลึกของวัสดุขึ้นมาซึ่งจะขึ้นอยู่กับสมบัติเฉพาะตัวหรือสมบัติทางโครงสร้างและพฤติกรรมของวัสดุเหล่านั้น โดยกระบวนการนี้จะดำเนินอย่างต่อเนื่องด้วยการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีของสารละลายภายใต้ภาวะที่อุณหภูมิและความดันสูงตามสภาวะที่เหมาะสม [5]

วัสดุคอมโพสิต เป็นการรวมวัสดุมากกว่า 2 ประเภทเข้าด้วยกัน คือ เนื้อหลัก (matrix) และ วัสดุเสริมแรง (reinforcement) วัสดุที่เป็นเนื้อหลักจะช่วยทำให้วัสดุเสริมแรงอยู่ในรูปร่างที่กำหนด ขณะที่วัสดุเสริมแรงที่กระจายตัวอยู่ในเนื้อหลักจะช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุเนื้อหลัก ให้สูงขึ้น ลักษณะของวัสดุเสริมแรงอาจจะเป็นเส้น ก้อน หรืออนุภาค

พอลิบิวทีลีนซัคซิเนต (Polybutylene succinate: PBS) เป็นพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยปฏิกิริยา Condensation polymerization ระหว่างกรดซัคซิินิก และ 1,4-บิวเทนไดออล มีโครงสร้างเป็นเส้นตรง ลักษณะทางกายภาพเป็นเรซินสีขาวขุ่น มีความยืดหยุ่น (Flexibility) และความสามารถในการขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์สูง รวมทั้งยังมีสมบัติเชิงกลและสมบัติทางความร้อน ที่ดีกว่า พอลิแลคติก (Poly-Lactic Acid: PLA) [6]

ในงานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรจากกระบวนการผลิตน้ำมันปาล์มของบริษัทสุขสมบูรณ์ ตำบลห้างสูง อำเภอหนองใหญ่ จังหวัดชลบุรี ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลร่วมกับกระบวนการปรับสภาพทางเคมี ทำการศึกษาผลของเวลาที่มีต่อการสังเคราะห์เส้นใยไมโครเซลลูโลส และศึกษาสมบัติทางเคมีและสมบัติกายภาพของเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่เตรียมได้ จากนั้นทำการเตรียมวัสดุคอมโพสิตโดยใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสเติมใน

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเพิ่มใช้เป็นสารเสริมแรง และศึกษาสมบัติทางเคมีและสมบัติกายภาพของวัสดุคอมโพสิตที่เตรียมได้

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 เพื่อศึกษาการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

1.2.2 เพื่อศึกษาสมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียมได้

1.2.3 เพื่อศึกษาการเตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

1.2.4 เพื่อศึกษาสมบัติทางเคมี สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางความร้อน และสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์ม

1.3 ขอบเขต

1.3.1 ศึกษาการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์ม มีขั้นตอนดังนี้

1) กระบวนการฟอกสี (Bleaching treatment) ด้วยโซเดียมคลอไรท์ร่วมกับกรดอะซิติก

2) กระบวนการอัลคาไลน์ (Alkali process) ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ในงานวิจัยศึกษาผลของเวลา ได้แก่ 6, 12, 18 และ 24 h.

3) กระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด (Acid hydrolysis treatment) โดยใช้กรดซัลฟูริกความเข้มข้นที่ 32 wt%

1.3.2 ทดสอบสมบัติต่างๆ ของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียมได้

1) ทดสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)

2) ทดสอบความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

3) ทดสอบลักษณะสัญญาณวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

1.3.3 ศึกษาการเตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

1) ศึกษาผลของปริมาณการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มที่ 1, 3 และ 5 wt%

2) ทำการขึ้นรูปด้วยกระบวนการหล่อ (Cast film)

1.3.4 ทดสอบสมบัติต่างๆ ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

1) การทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) (UV-Vis spectrophotometer)

2) ทดสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)

3) ทดสอบความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

4) ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทอร์โมกราฟีเมตริกอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA)

5) ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

6) ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์ม

1.4.2 ได้เส้นใยไมโครเซลลูโลสที่สามารถเตรียมได้จากกากทะลายปาล์มด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal process)

1.4.3 ได้สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

1.4.4 เพิ่มมูลค่าให้กับวัสดุเหลือใช้ของกระบวนการผลิตน้ำมันพืชจากปาล์มน้ำมัน

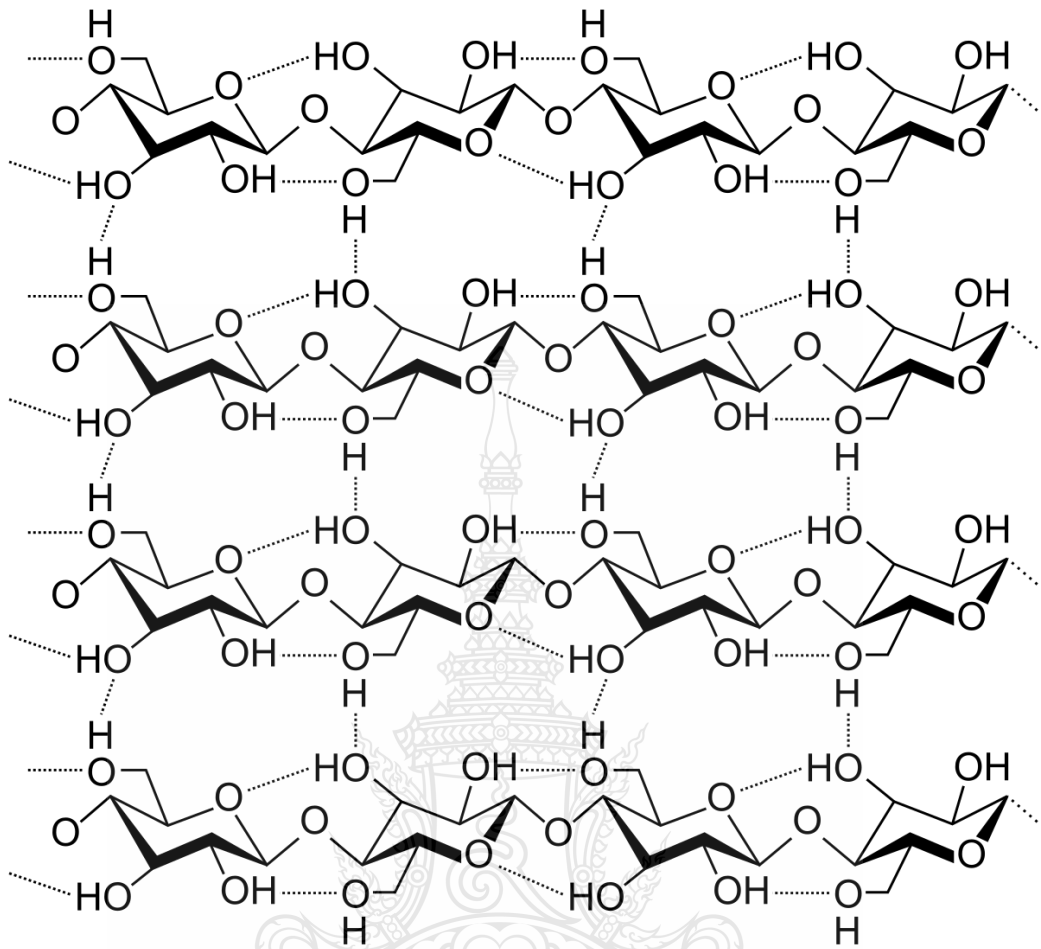
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การจัดการกับเศษวัสดุเหลือทิ้งในกระบวนการผลิตของอุตสาหกรรมการผลิตน้ำมันพืช ถือเป็นสิ่งสำคัญที่ต้องคำนึงถึง โดยการจัดการสามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น การกำจัด การเพิ่มมูลค่า ซึ่งในกระบวนการผลิตน้ำมันปาล์มนั้น เศษวัสดุเหลือทิ้งคือ กากทะเลลายปาล์ม ส่วนใหญ่ เป็นการเพิ่มมูลค่าได้น้อย งานวิจัยนี้ได้สนใจในการศึกษาการเตรียมนาเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เพื่อเป็นแนวทางในการจัดการกับกากทะเลลายปาล์ม และแนวทางเพิ่มประสิทธิภาพและมูลค่าให้กับทะเลลายปาล์มโดยการศึกษาอ้างอิงจากทฤษฎีและ งานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังนี้

2.1 เซลลูโลส

เซลลูโลส (Cellulose) มีสูตรโมเลกุลคือ $(C_6H_{10}O_5)_n$ เซลลูโลสเป็นพอลิเมอร์ชีวภาพ (Biopolymer) ที่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ ประกอบด้วยสารคาร์โบไฮเดรต (Carbohydrate) ประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) ชนิดโฮโมพอลิแซ็กคาไรด์ (Homopolysaccharide) ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง สำหรับโครงสร้างของเซลลูโลสประกอบด้วยโมเลกุลของกลูโคส (Glucose) ที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) เป็นหมู่หลักมาเรียงต่อกันด้วยพันธะไกลโคไซด์ (Glycosidic bond) ที่ตำแหน่งปีต้า-1,4 (β 1-4 glycosidic bond) ได้เป็นสายยาวที่ประกอบด้วยโมเลกุลของกลูโคสกว่า 1,000 - 10,000 โมเลกุล ที่มีการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ แสดงดังรูปที่ 1 โดยเซลลูโลสจะมีหน่วยซ้ำที่เรียกว่า เซลโลไบโอส (Celllobiose) และทุก ๆ หน่วยที่สองของกลูโคสที่ต่อกันในโมเลกุลของเซลลูโลสจะสามารถหมุนได้ $180^\circ C$ เกิดเป็นพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่ไฮดรอกซิลในโมเลกุลกลูโคส ทำให้เซลลูโลสมีความแข็งแรง มีอุณหภูมิการหลอมตัวสูง และไม่สามารถละลายได้ในสารละลายอินทรีย์ทั่วไป



รูปที่ 2.1 ลักษณะการจัดเรียงตัวของโมเลกุลกลูโคสในเซลลูโลส

ที่มา : <http://th.wikipedia.org/wiki/เซลลูโลส>

เซลลูโลสเป็นองค์ประกอบที่สามารถพบได้ในเซลล์พืชและแบคทีเรีย สำหรับผนังเซลล์พืช (Plant cell wall structure) เช่น ฝัก ผลไม้ เมล็ดธัญพืช หรือเส้นใยพืช (Vegetable fibers) จะประกอบด้วยโครงสร้าง พอลิเมอร์ 3 ชนิดคือ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน หรือที่เรียกว่าลิกโนเซลลูโลส (Lignocellulose) โดยปริมาณเซลลูโลสในพืชนอกจากจะขึ้นอยู่กับการเจริญเติบโตและสายพันธุ์ของพืชแล้ว ยังขึ้นอยู่กับชนิดพืช เช่น ฟางข้าว ชานอ้อย ชังข้าวโพด ต้นมันสำปะหลัง จะมีปริมาณของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลสและลิกนินที่แตกต่างกัน แสดงดังตารางที่ 2.1 โดยเซลลูโลสมักอยู่รวมกับเฮมิเซลลูโลส และเพกทิน เพื่อทำหน้าที่เสริมสร้างโครงสร้างของลำต้นและกิ่งก้านพืชให้มีความแข็งแรงมากขึ้น นอกจากนี้เซลลูโลสจัดเป็นเส้นใยอาหาร (Dietary fiber) ชนิดที่ไม่ละลายในน้ำ และไม่สามารถย่อยได้ด้วยเอนไซม์ในระบบทางเดินอาหารของมนุษย์และสัตว์กระเพาะเดี่ยว [7]

ตารางที่ 2.1 องค์ประกอบของลิกโนเซลลูโลสในสารชีวมวล

ชีวมวล	ส่วนประกอบของลิกโนเซลลูโลสภายในพืช (%)		
	เซลลูโลส	เฮมิเซลลูโลส	ลิกนิน
ฟางข้าว	32.1	24.0	12.5
ฟางข้าวสาลี	30.5	28.4	18.0
ชานอ้อย	33.4	30.0	18.9
ซังข้าวโพด	45.0	35.0	15.0
ต้นปาล์ม	37.14	30.59	22.32
ต้นมันสำปะหลัง	32.2	13.85	26.96

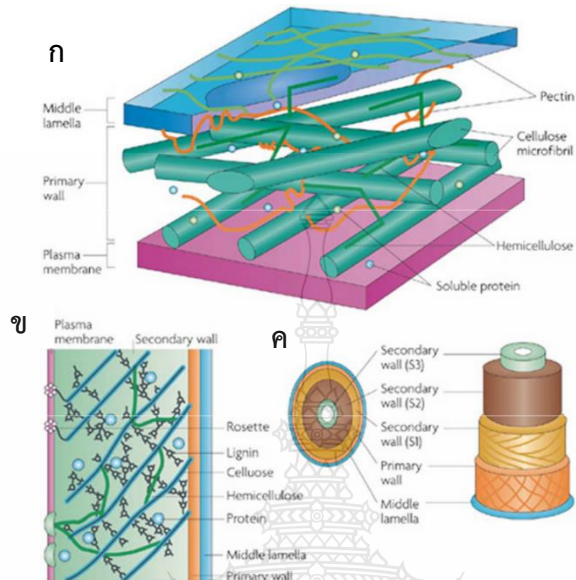
ที่มา : มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ, รายละเอียดข้อมูลสารเคมีชีวภาพประเภทเซลลูโลส (Cellulose)

2.2 นาโนเซลลูโลส

2.2.1 ลักษณะทั่วไปของนาโนเซลลูโลส

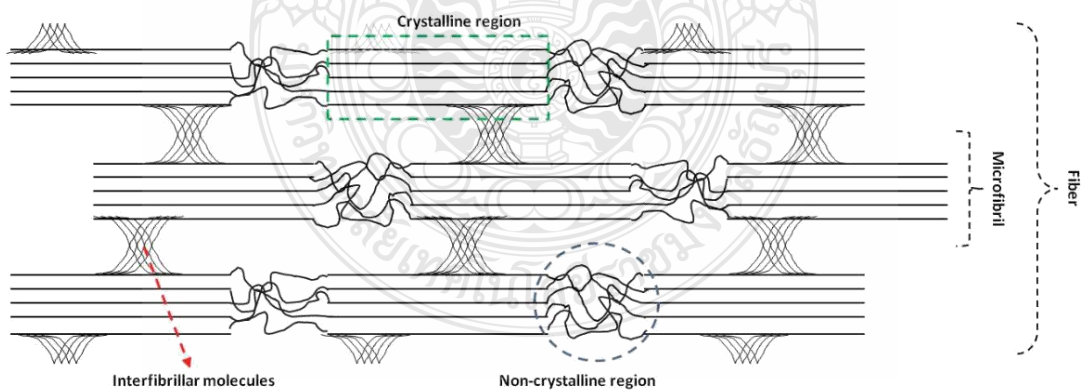
เส้นใยพืชจัดเป็นเส้นใยที่พบเห็นได้ง่าย เช่น ใบไม้ผลไม้ลำต้น ที่ประกอบขึ้นจากเส้นใยเล็กๆ (Elementary fibrils) ที่ยึดประสานกันอยู่ด้วยคาร์โบไฮเดรตชนิดหนึ่งเรียกว่า เพคติน (Pectinous gums) ที่พบอยู่มากทั้งในส่วนผนังเซลล์ปฐมภูมิ (Primary wall) และ มิตติลลาเมลลา (Middle lamella) ซึ่งเป็นส่วนที่เป็นผนังร่วมของเซลล์สองเซลล์ที่อยู่ติดกันในระหว่างที่พืชเจริญเติบโต ผนังเซลล์ปฐมภูมิจะเติบโตและเมื่อหยุดการเจริญเติบโต ไซโตพลาสซึม (Cytoplasm) ที่อยู่ภายในเนื้อเยื่อ sclerenchyma จะแห้ง ทำให้ผนังเซลล์เริ่มหนาขึ้นโดยการเพิ่มขึ้นของ ผนังเซลล์ทุติยภูมิที่หนาและแข็ง ซึ่งเกิดขึ้นภายในของผนังเซลล์ปฐมภูมิและสร้างเส้นใยเซลลูโลส ผนังเซลล์ ทุติยภูมิจะเกิดขึ้นจากการทับถมต่อเนื่องของชั้นเซลลูโลส ซึ่งแบ่งออกเป็นสามชั้นย่อย (S1, S2 และ S3) ชั้นที่อยู่ตรงกลางเป็นชั้นที่สำคัญที่สุด เพราะมีผลต่อสมบัติทางกายภาพของเส้นใย ประกอบด้วยไมโครไฟบริล (Microfibrils) ที่จัดเรียงตัวกันเป็นมัด เส้นผ่าศูนย์กลางของไมโครไฟบริล อยู่ระหว่าง 10 - 30 นาโนเมตร ลักษณะที่สำคัญของโครงสร้างผนังเซลล์ทุติยภูมิคือ มุมของการจัดเรียงตัวของเซลลูโลสไมโครไฟบริล (Cellulose microfibrils) กับทิศทางหลักของเส้นใย ในความเป็นจริงแต่ละชั้นย่อยทั้งสามชั้นของเส้นใยมีการเรียงตัวที่แตกต่างกัน ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของเส้นใยแต่ละชนิด และจากความหนาของผนังเซลล์ทุติยภูมิทำให้ช่องว่างระหว่างเซลล์หรือลูเมน (Lumen) มีขนาดเล็กกลวง (ดังรูปที่ 2.2 และ 2.3) ผนังของเซลล์พืช (ทั้งส่วนของผนังเซลล์ปฐมภูมิและผนังเซลล์ทุติยภูมิ) จัดเป็นวัสดุผสม

(Composite) ประกอบด้วยเส้นใยเซลลูโลสไฟบริล (Cellulose fibrils) ผังตัวอยู่ในเนื้อ (Matrix) ที่เป็น ลิกนิน (Lignin) และเฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) [8]



รูปที่ 2.2 ภาพการจำลองเส้นใย (Elementary fibrils) โดย ก) ผนังเซลล์ที่มีไมโครไฟบริลเซลลูโลสเฮมิเซลลูโลส เพคติน ลิกนิน และโปรตีน ข) เอนไซม์เซลลูโลส synthase ที่อยู่ในรูปของดอกกุหลาบเชิงซ้อน (Rosette) ค) lignification เกิดขึ้นในผนังเซลล์

ที่มา : www.nature.com/nrg/journal/v9/n6/full/nrg2336.html

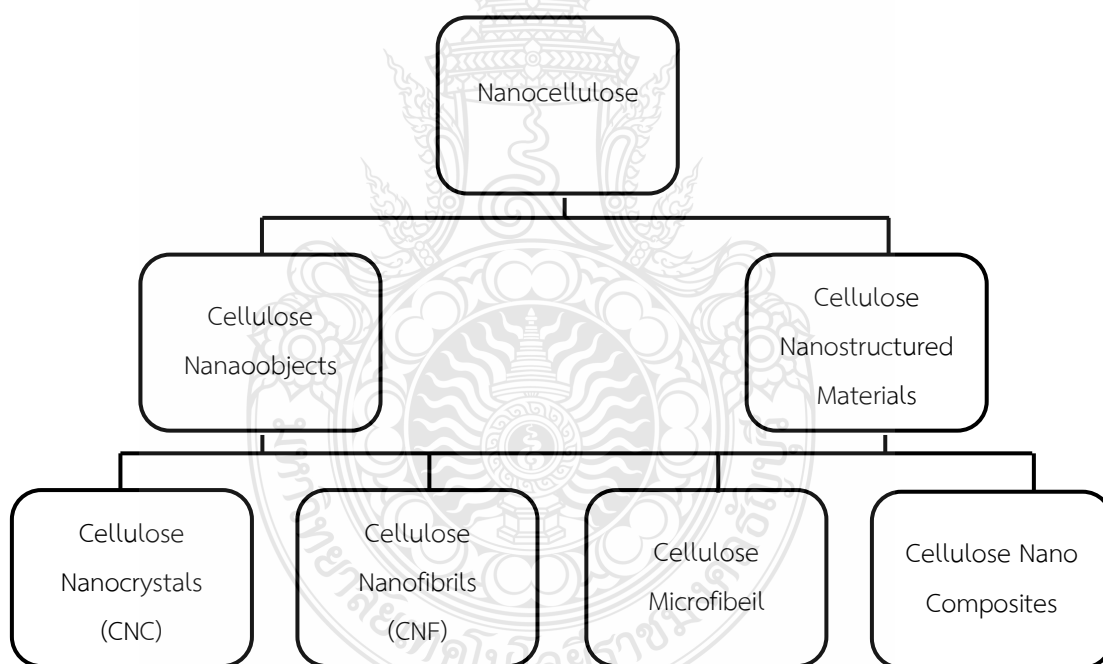


รูปที่ 2.3 องค์ประกอบของไมโครไฟบริลที่อยู่ภายในเส้นใย

ที่มา : <https://www.intechopen.com/books/cellulose-fundamental-aspects-and-currenttrends/crystalline-nanocellulose-preparation-modification-and-properties>

2.2.2 ประเภทของนาโนเซลลูโลส

นาโนเซลลูโลสเป็นเส้นใยเซลลูโลสที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 10 – 200 นาโนเมตร ซึ่งนาโนเซลลูโลสหรือเป็นที่รู้จักในชื่อ นาโนคริสตัลวิสเกอร์ (Whiskers) นาโนไฟบริล หรือ นาโนไฟเบอร์ นาโนเซลลูโลสจัดแบ่งเป็น 2 ชนิดหลัก คือ cellulose nanocrystal (CNC) และ cellulose microfibrils (CMFs) หรือที่รู้จักในชื่อ cellulose nanofibrils (CNFs) ดังที่ Habibi และคณะ, 2010 ระบุไว้ หรือในกรณีตามหลักของ TAPPI (Technical Association of the Pulp and Paper Industry) (2011) ได้มีการแบ่งนาโนเซลลูโลสออกเป็น 2 ประเภทใหญ่ (รูปที่ 2.4) คือ แบ่งตามประเภทและตามโครงสร้าง ในแต่ละวิธียังสามารถแบ่งแยกย่อยได้อีก 2 แบบ เพื่อให้ง่ายต่อการจดจำ โดยนาโนเซลลูโลสสามารถสกัดได้จากผนังเซลล์ของวัตถุดิบลิกโนเซลลูโลส (Lignocellulosic materials) ด้วยวิธีต่าง ๆ เช่น วิธีเชิงกล (Mechanical) วิธีเคมีเชิงกล (Chemo - mechanical) และ เทคนิคเอนไซม์ (Enzymatic techniques) เป็นต้น [9]



รูปที่ 2.4 การแบ่งประเภทของนาโนเซลลูโลส

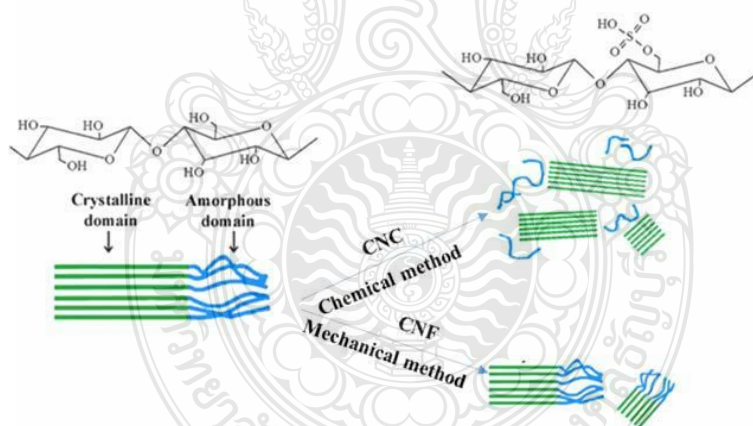
ที่มา : Ashok K.B, (2015), Energy Efficient Manufacturing of Nanocellulose by Chemo- and Bio-Mechanical Processes: A Review

การแบ่งประเภทของนาโนเซลลูโลสตาม TAPPI สามารถแบ่งได้ดังนี้

1. Cellulose nanoobjects เป็นการแบ่งนาโนเซลลูโลสตามวิธีการผลิต โดยแบ่งเป็น 2 แบบ คือ cellulose nanocrystals (CNC) และ cellulose nanofibrils (CNF) [10,11] จากรูปที่ 2.5 และ 2.6 บ่งบอกถึงความแตกต่างระหว่าง cellulose nanocrystals (CNC) และ cellulose nanofibrils (CNF)

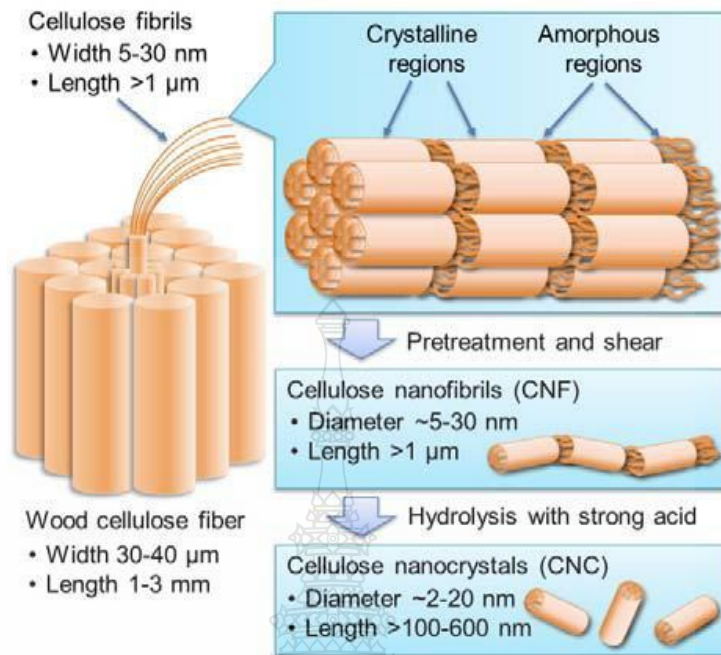
- Cellulose nanocrystals (CNC) เป็นเซลลูโลสที่ได้จากการใช้สารเคมีเข้าทำปฏิกิริยาเพื่อที่จะทำการตัดสายโซ่โมเลกุลระหว่างโครงสร้างที่เป็นผลึก (Crystals) และโครงสร้างที่เป็นอสัณฐาน (Amorphous) โดยสารเคมีที่ใช้จะเป็นเอนไซม์กรดหรือต่าง เช่น กรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) โซเดียมไฮดรอกไซด์ NaOH เป็นต้น CNC จะมี ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2 - 20 นาโนเมตร ความยาวของเซลลูโลสมากกว่า 100 - 600 นาโนเมตร

- Cellulose nanofibrils หรือ Cellulose nanofibrils, nanofibrillar cellulose, nanofibrillated cellulose, microfibrillar cellulose, microfibrillated cellulose เป็นต้น ซึ่ง CNF เป็นนาโนเซลลูโลสที่เกิดจากการอาศัยปฏิกิริยาเชิงกล (Mechanical method) ในการทำให้โครงสร้างเกิดการแตกหักระหว่างโครงสร้างที่เป็นผลึกกับผลึกทำให้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของ CNF อยู่ที่ 5 - 30 นาโนเมตร ความยาวของเซลลูโลสมากกว่า 1 ไมโครเมตร



รูปที่ 2.5 ความแตกต่างระหว่าง CNC และ CNF

ที่มา : Rahimi Kord Sofla M, (2016), A comparison of cellulose nanocrystals and cellulose nanofibres extracted from bagasse using acid and ball milling methods



รูปที่ 2.6 ความแตกต่างระหว่าง CNC และ CNF

ที่มา : <http://www.tut.fi/en/about-tut/news-and-events/X157407C4>

2. Cellulose nano-structured materials เป็นการแบ่งนาโนเซลลูโลสตามสมบัติของวัสดุ

- Cellulose microfibril (CMF) หรือ มีชื่อเรียกอีก ชื่อ ว่า cellulose nanofibrils (CNF) ซึ่งโครงสร้างของ CMF เกิดจากการรวมตัวของไฟบริลแบบปฐมภูมิ (Elementary fibrils) จำนวนมาก โดยเซลลูโลสไมโครไฟบริลมีสมบัติเชิงกลที่ดีเยี่ยมโดยมีค่ายังโมดูลัส (Young's Modulus) สูง 138 GPa และมีความต้านทานแรงดึงสูงถึง 2 GPa และมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายความร้อนที่ต่ำมาก [12]

- Cellulose nanocomposites เป็นการนำเอานาโนเซลลูโลสมาทำปฏิกิริยาร่วมกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ (Polymer matrix) ด้วยการเอ็กซ์ทรูด ทำแผ่นเรียบ (Casting) เป็นต้น เพื่อการปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุ

2.2.3 การเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลส

การสกัดเซลลูโลสจำเป็นต้องอาศัยกระบวนการสกัดหลายขั้นตอนโดยเริ่มจากการสกัดสารมีสีออกจากพืชที่นำมาสังเคราะห์ จากนั้นต้องผ่านกระบวนการฟอกสีที่เรียกว่า bleaching

โดยอาศัยปฏิกิริยาออกซิเดชัน (Oxidation) ในการฟอก เพื่อกำจัดสารจำพวกลิกนินซึ่งเป็นส่วนประกอบสำคัญส่วนหนึ่งในพืชที่มีผลขัดขวางกระบวนการย่อยขนาดหลังจากฟอกสีแล้วจะนำมาผ่านกระบวนการย่อยขนาดเพื่อให้ได้เซลลูโลสขนาดเล็กที่เรียกว่า เซลลูโลสไมโครคริสตัล

ขั้นตอนการสกัดเซลลูโลสแบ่งเป็น 2 ขั้นตอนหลัก คือ

1. ขั้นตอนเชิงกล (Mechanical process)
2. ขั้นตอนทางเคมี (Chemical process)

ขั้นตอนเชิงกลจะทำโดยวิธีการตัดหรือบดเพื่อย่อยขนาดของเนื้อไม้ (Pulp) ให้มีขนาดเล็กลง จากนั้นจะทำการสกัดเซลลูโลสโดยใช้ขั้นตอนทางเคมีซึ่งทำได้หลายวิธีดังนี้

1. อาศัยเอนไซม์ในการย่อย
2. อาศัยการเกิดปฏิกิริยา hydrolysis ซึ่งแบ่งออกเป็น acid hydrolysis และ

basic hydrolysis

โดยทั่วไปกระบวนการเตรียมไมโครและนาโนเซลลูโลสแบ่งได้ 2 วิธี ได้แก่ วิธีแบบ Top-down และ วิธีแบบ Bottom-up ซึ่งวิธีแบบ Top-down จะเป็นการใช้เอนไซม์ หรือสารเคมี ในการสกัดแยกสารอื่นที่ไม่ใช่เซลลูโลสออกไป เช่น โปรตีน ไขมัน และลิกนิน เป็นต้น นาโนเซลลูโลส สกัดที่ได้มาแยกเส้นใยโดยใช้แรงกล เช่น การใช้เครื่องโฮโมจีไนเซอร์ (Homogenizer) เป็นต้น ส่วนวิธีแบบ Bottom-up จะเป็นการผลิต เซลลูโลสจากกลูโคสโดยแบคทีเรียจำพวก แอซิโตแบคเตอร์ (Acetobacter), อโกรแบคทีเรีย (Agrobacterium), สกลูซูดอโมนาส (Pseudomonas), ไรโซเบียม (Rhizobium), และ อัลคาลิเจเนส (Alcaligenes) เป็นต้น [12]

แบ่งตามวิธีการสกัด และลักษณะทางสัณฐานวิทยา (Morphology) สามารถแบ่งนาโนเซลลูโลสเป็น 2 ชนิด ได้แก่

- เซลลูโลสนาโนคริสตัล หรือ ผลึกนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanocrystals ; CNCs) หรือ Nanocrystalline cellulose (NCC) หรือ และเซลลูโลสไมโครคริสตัล (Cellulose microcrystals ; CMCs) หรือจุลผลึกเซลลูโลส (Microcrystalline cellulose ; MCC) มีวิธีการสกัดโดยใช้สารเคมีประเภทกรด เช่น กรดซัลฟูริก (Sulfuric acid) กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid) เป็นต้น แต่จากงานวิจัยพบว่า กรดซัลฟูริกมีประสิทธิภาพในการสกัดดีที่สุด โดยกรดจะเข้าไปทำปฏิกิริยาตรงส่วนออสันฐาน เพื่อให้คงเหลือแต่ส่วนผลึก จึงทำให้อัตราส่วนลักษณะ (Aspect ratio) ต่ำ เซลลูโลสนาโนคริสตัลหรือผลึกนาโนเซลลูโลส มีเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยระหว่าง 4 - 25 นาโนเมตร และมีความยาวเฉลี่ยระหว่าง 100 - 1000 นาโนเมตร และจุลผลึกเซลลูโลส มีขนาดขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 20 - 120 ไมครอน โดยความยาวขึ้นอยู่กับชนิดของพืชที่นำมาเป็นวัตถุดิบตั้งต้น ลักษณะของผลึกที่ได้นั้นจะมี

รูปทรงคล้ายเข็ม (Needle shape) และมีประจุลบ จึงเกิดแรงผลักทางไฟฟ้าสถิตย์ (Electrostatic repulsion) ซึ่งช่วยในเรื่องการป้องกันการรวมตัวกันของผลึกทำให้ระบบมีความเสถียร [12]

- เซลลูโลสนาโนไฟบริล (Cellulose nanofibril, CNFs) หรือ Nanofibrillated cellulose (NFC) หรือ เซลลูโลสไมโครไฟบริล Microfibrillated cellulose (MFC) มีวิธีการสกัดเซลลูโลสโดยใช้สารเคมีประเภทต่าง เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide) แล้วนำมาแยกเส้นใยออกจากกันโดยใช้แรงกลซึ่งทำให้เกิดแรงเฉือนภายใต้ความดันสูง เส้นใยจึงเกิดการแยกตัวและเกิดการสร้างโครงร่างแหสามมิติ (3D-network structure) จากเส้นใย ซึ่งมีความสามารถในการอุ้มน้ำเป็นปริมาณมาก และมีอัตราส่วนลักษณะ (Aspect ratio) สูง เซลลูโลสนาโนไฟบริลนั้นมีทั้งส่วนที่เป็นผลึก และอสัณฐาน มีขนาดความยาวในระดับไมโครเมตร ส่วนเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยระหว่าง 10 - 100 นาโนเมตร ขึ้นอยู่กับชนิดของพืชที่นำมาเป็นวัตถุดิบตั้งต้นเช่นกัน มีการค้นพบว่าการใช้กลุ่มเอนไซม์เซลลูเลส ได้แก่ Cellobiohydrolase และ Endoglucanase ร่วมกันจะช่วยลดการใช้พลังงานในขั้นตอนการใช้เครื่องโฮโมจีไนซ์เซอร์ หรือลดจำนวนรอบในการผ่านเครื่องโฮโมจีไนซ์เซอร์ลง เนื่องจากเอนไซม์นี้จะเข้าไปทำปฏิกิริยาในส่วนของผลึก และช่วยทำให้เกิดความไม่เป็นระเบียบของโครงสร้างเซลลูโลส เซลลูโลสนาโนไฟบริลนั้นมีประจุลบเช่นกัน จึงเกิดเป็นแรงผลักทางไฟฟ้าสถิตย์ (Electrostatic repulsion) ซึ่งช่วยในเรื่องการป้องกันการรวมตัวกันของเส้นใยทำให้ระบบมีความเสถียร [12]

2.2.4 การใช้งานเส้นใยไมโครและนาโนเซลลูโลส

เซลลูโลสยังสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในด้านอื่น ๆ อีก เช่น ด้านการแพทย์ ด้านวัสดุบรรจุภัณฑ์ และด้านเครื่องสำอาง เป็นต้น เนื่องจากข้อดีคือ มีความยืดหยุ่น แข็งแรง และโปร่งแสง พร้อมสามารถป้องกันความชื้นได้ดีขึ้น จากที่ได้กล่าวไปเบื้องต้นว่า นาโน เซลลูโลสนั้นเป็นวัสดุทางชีวภาพที่มีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ (Biocompatibility) มีคุณสมบัติหลากหลาย และที่สำคัญนาโนเซลลูโลสสามารถย่อยสลายได้โดยกระบวนการทางชีวภาพ (Biodegradability) ทำให้นาโนเซลลูโลสถูกนำมาประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมอย่างกว้างขวาง

2.3 วัสดุเศษเหลือจากอุตสาหกรรมปาล์มน้ำมัน

กระบวนการสกัดน้ำมันปาล์มมีวัสดุเศษเหลือในรูปของแข็งได้แก่ ทะลายปาล์มเปล่า (Oil palm empty fruit bunches) เส้นใยปาล์ม (Palm pericarp fiber) กากเนื้อผลปาล์ม (Palm kernel cake) กะลาปาล์ม (Palm shell) กากตะกอนสลัดจ์ (Sludge) และของเหลว คือ น้ำทิ้ง (Palm oil mill effluent, POME) องค์ประกอบและการนำไปใช้ประโยชน์จากวัสดุเศษเหลือของโรงงานสกัดน้ำมันปาล์มจากกระบวนการสกัดน้ำมันปาล์มก่อให้เกิดวัสดุเศษเหลือจำนวนมาก ได้แก่

1. เส้นใยปาล์ม (Palm pericarp fiber) เป็นส่วนเปลือกนอกของผลปาล์มใช้เป็นเชื้อเพลิงให้กับหม้อไอน้ำทั้งยังสามารถนำไปใช้เป็นอาหารของสัตว์เคี้ยวเอื้องได้ โดยใช้ในระดับ 10 - 20 ถ้าใช้ใน ระดับที่สูง (40 - 60) จะทำให้การกินและการย่อยได้ของสัตว์ลดลง
2. กากเนื้อผลปาล์ม (Palm fennel cake) เป็นกากที่ได้จากการสกัดน้ำมันจากเนื้อเมล็ดใน ปาล์มเป็นอาหารที่เหมาะสมสำหรับสัตว์เคี้ยวเอื้องโดยเฉพาะโคนมและไก่
3. กากเมล็ดปาล์มน้ำมัน (Oil palm seed meal) เป็นกากที่ได้จากการสกัดน้ำมันของเมล็ดปาล์มซึ่งมีน้ำหนักประมาณ 6 % ของผลปาล์มสดและมีน้ำมันอยู่สูงถึง 51 % (w/w) ทำให้กากเมล็ดปาล์มน้ำมันมีทั้งกะลาและเนื้อเมล็ดรวมกันใช้เป็นอาหารของไก่กระทางได้ดี
4. กากปาล์มน้ำมัน (Oil palm meal) หรือกากปาล์ม (Palm cake) เป็นกากที่เหลือจากการสกัดน้ำมันของปาล์มทั้งผล ประกอบด้วยเปลือกนอกกะลาและเนื้อในของเมล็ดสามารถผสมในอัตรา 50 สำหรับเลี้ยงโคขุน หรือ 10 - 30 สำหรับเลี้ยงสัตว์กระเพาะรวม เช่น วัว ควาย นอกจากการใช้เป็นอาหารสัตว์กากปาล์มน้ำมันยังใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (substrate) ในการเลี้ยงเชื้อ
5. ทะลายเปล่า (Oil palm empty fruit bunch: OPEFB) เป็นส่วนของทะลายที่สลัดผลปาล์มออกหมดแล้วซึ่งในอดีตทะลายปาล์มเปล่านั้นก่อให้เกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมมากเนื่องจากเป็นที่วางไข่ของตัวแรวด์ ซึ่งเป็นแมลงที่กัดกินยอดปาล์มและมะพร้าว ดังนั้นโรงงานจะต้องเผาทะลายเปล่าซึ่งทำได้ยากเนื่องจากมีความชื้นสูง แต่ปัจจุบันได้ใช้ทะลายเปล่าเป็นวัสดุในการเพาะเห็ด แต่ยังสามารถนำไปใช้ประโยชน์และเพิ่มมูลค่าได้มากกว่าการเพาะเห็ด เนื่องจากในส่วนแกนของทะลายปาล์มเปล่านั้นมีเส้นใยที่เหนียวสามารถนำมาใช้ทดแทนเส้นใยจากเปลือกมะพร้าวได้ นอกจากนั้นทะลายเปล่ายังมีปริมาณธาตุอาหารสูง (ไนโตรเจน 1 % ฟอสฟอรัส 0.7 % และโพแทสเซียม 39 %) ซึ่งสามารถนำไปเป็นวัสดุในการผลิตปุ๋ยหมักที่มีคุณภาพได้ ในต่างประเทศมักจะนิยมใช้ทะลายเปล่าคลุมดินในสวนปาล์ม น้ำมันเพราะทะลายเปล่านั้นเป็นแหล่งของอินทรีย์วัตถุที่สำคัญเมื่อสลายตัวแล้วปลดปล่อยธาตุอาหารหมุนเวียนกลับคืนสู่ดิน จึงสามารถใช้ทดแทนธาตุอาหารจากปุ๋ยเคมีหรือ ใช้ร่วมกับปุ๋ยเคมีก็ได้ ให้ดินมีคุณสมบัติทางกายภาพที่ดีขึ้น อีกทั้งยังช่วยปรับโครงสร้างดินทำให้เกาะติดกันเป็นเม็ดดิน ช่วยเพิ่มความจุความชื้นที่เป็นประโยชน์ต่อพืชอีกทั้งยังช่วยในเรื่องปรับปรุง คุณสมบัติทางเคมีให้ดีขึ้นคือทำให้ pH ของดินเพิ่มขึ้น ส่งเสริมให้ดินมีสภาพแวดล้อมที่เหมาะสมแก่การเจริญเติบโตและยังทำให้ผลผลิตของปาล์มน้ำมันเพิ่มขึ้นอีกด้วย นอกจากนี้ทะลายปาล์มเปล่าที่เป็นวัสดุที่เหลือจากกระบวนการผลิตปาล์ม น้ำมัน ยังประกอบด้วย กลูโคส ไซโลส ลิกนิน เถ้า และอื่น ๆ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2 เนื่องจากในทะลายปาล์มเปล่านั้นจะมีไซโลสและกลูโคสเป็นองค์ประกอบ ซึ่งมีประโยชน์อย่างมากในโรงงานอุตสาหกรรม โดยไซโลสจากทะลายปาล์มเปล่า เป็นองค์ประกอบของเฮมิเซลลูโลสในรูปของไซแลน (Xylan) ซึ่งจะพบมากในเปลือกของผักและผลไม้ นิยมนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ไซลิตอล

ซึ่งมีลักษณะเป็นผลึกสีขาวและมีรส หวานคล้ายกับน้ำตาลทรายแต่จะให้พลังงานต่ำกว่า โดยไซลิทอล จะถูกนำมาใช้ในอุตสาหกรรม ด้านอาหาร ยา และเครื่องสำอางนอกจากนี้ทะเลสาบปาล์มยังประกอบด้วย ซึ่งสามารถนำไปใช้ ประโยชน์ได้ในทางอุตสาหกรรม เช่น ไซโลสสามารถนำไปผลิตเป็นไซลิทอลได้ [13]

ตารางที่ 2.2 องค์ประกอบของกากทะเลสาบปาล์ม

องค์ประกอบของกากทะเลสาบปาล์ม	ปริมาณ (%)
กนูแคน	42.85
ไซแลน	24.01
ลิกนิน	11.70
เถ้า	0.52
อื่นๆ	20.92

ที่มา : <http://www.em-group.co.th/Technology Biomass.html>

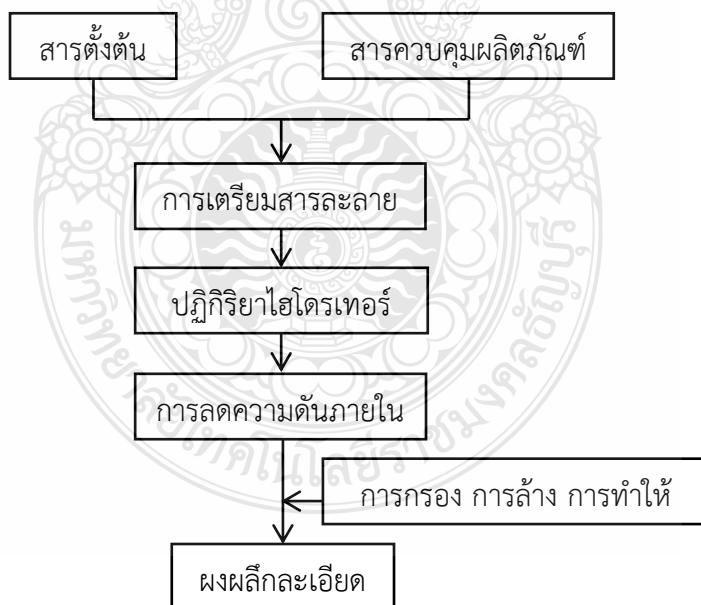


รูปที่ 2.7 กากทะเลสาบปาล์ม

ที่มา : <http://www.em-group.co.th/Technology Biomass.html>

2.4 การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal synthesis)

การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เป็นกระบวนการที่สารละลายหรือสารแขวนลอยของสารตั้งต้นในน้ำ เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงในภาชนะภายใต้ความดันเป็นการสังเคราะห์ทางเคมีของผลึก หรือผงเซรามิกออกไซด์ที่ปราศจากน้ำที่แตกต่างจากกระบวนการอื่น ๆ เช่น โซล-เจล หรือการตกตะกอนร่วม โดยอาศัยอุณหภูมิและความดันในการเกิดปฏิกิริยาดังแสดงในรูปที่ 2.8 อุณหภูมิที่ใช้อยู่ระหว่าง 100 °C จนถึง อุณหภูมิวิกฤต ที่ 375 °C และความดันสูงถึง 15 MPa สภาวะจำเพาะที่ใช้ในการรักษาเฟสของสารละลายให้เกิดการเคลื่อนย้ายมวล เพื่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงผลโดยรวมของความดันและอุณหภูมิสามารถลดพลังงานอิสระสำหรับการเกิดเฟสที่เสถียรได้ที่ความดันปกติ กลไกของกระบวนการเกิดอนุภาคเซรามิกออกไซด์อธิบายได้เป็นกระบวนการละลายและการตกตะกอน หรือกระบวนการเปลี่ยนแปลงภายใน (in-situ) กลไกของการละลายและการตกตะกอนเกิดขึ้นเมื่ออนุภาคของสารตั้งต้นซึ่งเป็นออกไซด์ ไฮดรอกไซด์หรือองค์ประกอบของออกไซด์สามารถละลายเข้าสู่สารละลายเกิดเป็นสารละลายอิมัลชัน เกิดเป็นปฏิกิริยาภายใต้สภาวะดังกล่าวข้างต้น และตกตะกอนเป็นอนุภาคของผลิตภัณฑ์ แรงกระตุ้นที่ทำให้เกิดปฏิกิริยามาจากความแตกต่างของการละลายได้ระหว่างเฟสออกไซด์และ สารตั้งต้นที่ละลายได้น้อยที่สุดหรือสารอินทรีย์มีเดียท [5,14]



รูปที่ 2.8 การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

ที่มา : Jaturong Jitputti, (2007). Synthesis and photocatalytic activity for water-splitting reaction of nanocrystalline mesoporous titania prepared by hydrothermal method

ข้อได้เปรียบของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล สามารถสรุปได้ดังนี้

1. กระบวนการนี้ใช้สารตั้งต้นที่มีราคาไม่แพง ได้แก่ ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ คลอไรด์ แอซีเตต และไนเตรตหรืออาจจะแอลกอฮอล์ ในบางกรณี

2. สารตั้งต้นที่ระเหยที่อุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยาสามารถควบคุมระหว่างกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เพื่อรักษาปริมาณสัมพันธ์ (Stoichiometry) ของปฏิกิริยาเกิดเป็นผงเฟอร์ไรต์เล็ก ทริกหลายองค์ประกอบ ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้

3. กระบวนการนี้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300 °C ในกรณีที่เพปลอนเป็นสถานะบรรจุสาร ภายในจะใช้อุณหภูมิไม่เกิน 250 °C ซึ่งเป็นจุดหลอมเหลวของเพปลอน การใช้อุณหภูมิไม่สูงมากนัก ภายใต้อุณหภูมิจะพอเพียงที่สลายตัวสารตั้งต้นที่เสถียรและป้องกันการรวมตัวกันของสาร ผลิตภัณฑ์ซึ่งมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง โดยปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (Solid-state)

4. กระบวนการนี้สามารถผลิตอนุภาคสารละลายของแข็ง (Solid solution) ที่ควบคุมการกระจายของขนาดสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบทางเคมีที่ซับซ้อน เช่น การสังเคราะห์ผงเซรามิกเพอโรฟสไกต์ (ABO_3) ที่เจือด้วยโลหะหลายชนิด ได้ขนาดไมโครเมตร หรือนาโนเมตร โดย ควบคุมกระบวนการเกิดนิวเคลียส และการเติบโต

5. ผงเซรามิกที่ผลิตด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลไม่ต้องผ่านขั้นตอนพรีเซนเตอริงหรือการเผาแคลไซน์กระบวนการนี้มีความสำคัญต่อการสังเคราะห์ผงเลดเซอร์โคเนตไทเทเนต (PZT) ที่มีความบริสุทธิ์สูงและ องค์ประกอบที่แน่นอน เพราะเลดออกไซด์ (PbO) ระเหยที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 °C และระเหยได้มากขึ้นที่อุณหภูมิ การเผาแคลไซน์และซินเตอร์ตามปกติ

6. การสังเคราะห์กระทำภายในระบบปิดซึ่งสารเคมีสามารถนำกลับมาใช้ได้ จึงเป็นกระบวนการที่ไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม

7. กระบวนการนี้สามารถขยายกำลังผลิตสู่ระบบอุตสาหกรรมในราคาที่ดินทุนต่ำ ผงเซรามิกมีคุณภาพและความบริสุทธิ์สูงเหมือนเดิม

ข้อด้อยของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ได้แก่

1. เครื่องมือราคาค่อนข้างแพง
2. มีข้อควรระวังเกี่ยวกับกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับความดันสูง
3. การสึกกร่อนของเครื่องมือที่เกิดจากกรดหรือเบสที่เป็นมิเนอรัลไลเซอร์

2.5 การไฮโดรไลซิส (Hydrolysis)

การไฮโดรไลซิสเป็นการย่อยสลายพอลิเมอร์ของน้ำตาล หรือโมโนแซ็กคาไรด์ให้สั้นลงสามารถทำได้ 2 วิธี โดยวิธีแรกคือ การไฮโดรไลซิสด้วยสารเคมี ซึ่งสามารถแบ่งได้เป็นการไฮโดรไลซิสด้วยกรดและด่าง ได้มีงานวิจัยที่ทำการเปรียบเทียบปริมาณของเอทานอลที่ได้จากการไฮโดรไลซิสด้วยกรดและด่างพบว่า ปริมาณของเอทานอลที่ได้จากการไฮโดรไลซิสด้วยกรดนั้นจะมีปริมาณที่สูงกว่าไฮโดรไลซิสด้วยด่างประมาณ 3 เท่า และยังพบว่ามีการใช้ต่างเป็นสารเคมีที่ในการปรับสภาพวัตถุดิบมากกว่า อีกทั้งในงานวิจัยส่วนมากนิยมใช้กรดในการไฮโดรไลซิส เนื่องจากทำได้ง่ายและเวลาที่ใช้ทำปฏิกิริยาสั้นและพบว่าการใช้ต่างในการไฮโดรไลซิสเป็นที่ยอมรับในการใช้กำจัดลิกนินออก ช่วยการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของลิกนินและการเพิ่มพื้นที่ผิวในการเข้าทำปฏิกิริยา วิธีที่สองคือ การไฮโดรไลซิสด้วยเอนไซม์ [13]

กระบวนการย่อย (Hydrolysis) เนื่องจากทะเลาะปาล์มเปล่ามีสารพวกเซลลูโลส [13] และเฮมิเซลลูโลสซึ่งเป็นโพลีแซ็กคาไรด์เป็นองค์ประกอบอยู่ ดังนั้นเมื่อนำมาทำการย่อยสลายจะได้น้ำตาลออกมาโดยถ้าทำการย่อยสลายเซลลูโลสอย่างสมบูรณ์จะได้ผลิตภัณฑ์ชนิดเดียวกันคือ กลูโคส แต่ถ้าการย่อยสลายเกิดไม่สมบูรณ์จะได้ทั้งกลูโคส เซลโลไบโอส (Cellobiose) และพวกโอลิโกแซ็กคาไรด์ (Oligosaccharide) ปนกัน ส่วนเฮมิเซลลูโลสเมื่อย่อยสลายก็จะได้น้ำตาลหลายชนิดปนกันขึ้นกับโครงสร้างของน้ำตาลในเฮมิเซลลูโลส การย่อยสลายนั้นสามารถทำได้ด้วยใหญ่ ๆ คือ

2.5.1 การย่อยสลายด้วยสารเคมี (Chemical Hydrolysis)

การย่อยสลายด้วยกรดหรือด่างโดยจะไปทำลายพันธะไกลโคซิดิกระหว่างคาร์บอนอะตอมตำแหน่งที่ 1 กับออกซิเจน ส่วนใหญ่การย่อยสลายแบบนี้ต้องการสภาวะที่รุนแรง

1) การย่อยสลายด้วยกรด (Acid Hydrolysis) อาจแบ่งได้เป็น 2 กระบวนการ คือ

1.1) Homogenous process เป็นกระบวนการที่ใช้กรดแก่ เช่น กรดไฮโดรคลอริกหรือกรดซัลฟูริกเข้มข้น ผลิตภัณฑ์ที่ได้ส่วนใหญ่เป็นน้ำตาลกลูโคส แต่ข้อเสียคือ จะต้องมีการแยกกรดออกจากน้ำตาลก่อนนำไปใช้และน้ำกรดกลับมาใช้ใหม่ (Recycle) รวมทั้งปัญหาการสูญเสียกรดไปกับส่วนที่ไม่ถูกย่อยสลาย และการผุกร่อนของเครื่องมือจากการใช้กรดแก่

1.2) Heterogenous process เป็นกระบวนการที่ใช้กรดอ่อนแต่ต้องใช้อุณหภูมิสูงกว่า 180 °C ผลการย่อยคือ เซลลูโลสยังมีโครงสร้างเป็นเส้นใยอยู่ (Fibrous structure) วิธีการนี้จะไม่สามารถนำกรดกลับมาใช้ใหม่ แต่จะถูกทำให้เป็นกลางด้วยปูนขาว หรือแคลเซียมคาร์บอเนต

การย่อยด้วยกรด ในการย่อยแบ่งด้วยกรด Hydroxonium ion (H_3O^+) จะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนใน α (1,4) glycosidic bond ในขั้นตอนต่อไป อิเล็กตรอนใน carbon-oxygen bond จะย้ายไปที่ oxygen atom เกิดสภาวะที่ไม่เสถียร เกิด high-energy carbocation intermediate

ต่อจากนั้นทำปฏิกิริยากับน้ำ เกิด hydroxly group อีกครั้งหนึ่ง ดังรูป 2.9

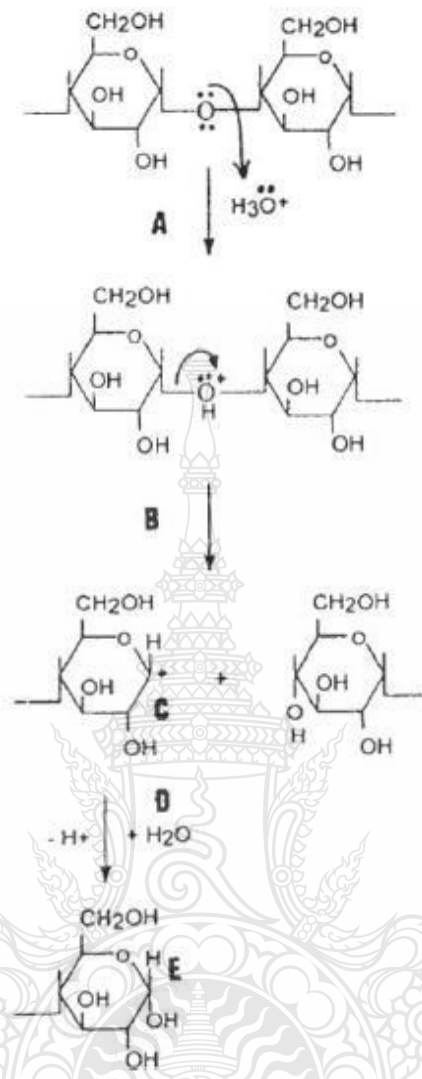
การย่อยโครงสร้างของผนังพืชด้วยกรด การย่อยสลายพันธะ Glycosidic linkages ในคาร์โบไฮเดรตด้วยกรดได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำตาล ซึ่งการย่อยเป็นการแตกออกของพันธะ glucosidic พร้อมกับการเติม โมเลกุลของน้ำไปยังโมเลกุล 2 ส่วนคือ ส่วนที่รับ H^+ และอีกส่วนหนึ่งรับ OH^-

ปฏิกิริยาของกรดในการย่อยจะประกอบด้วย

- 1) การกระจายจากตัวของโปรตอนไปยังส่วนที่เป็น lignocellulosic matrix
- 2) ออกซิเจนให้โปรตอนไปยังพันธะไซคลิกอีเทอร์ (Cyclic ether) ระหว่าง sugar monomers แต่ละตัว
- 3) ทำลายพันธะอีเทอร์
- 4) สร้างคาร์บอนเพื่อเป็นสารมัธยันตร์ (Intermediate)
- 5) คาร์บอนถูกละลายด้วยน้ำ
- 6) โปรตอนจะถูกสร้างขึ้นมาใหม่เพื่อสร้างพันธะอีเทอร์ได้เป็น sugar monomer, oligomer หรือ polymer ขึ้นกับตำแหน่งของพันธะอีเทอร์
- 7) การเข้าทำปฏิกิริยาจะขึ้นกับรูปร่าง และขนาดของวัตถุดิบ

กรดที่นิยมใช้ในการย่อย คือ กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) กรดไฮโดรคลอริก (HCl) กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) กรดอะซิติก (CH_3COOH) ปริมาณน้ำตาลที่ได้จะขึ้นกับชนิดของวัตถุดิบ เวลาอุณหภูมิ และความเข้มข้นของกรดที่ใช้ โดยความเข้มข้นของกรดมีผลต่อปริมาณน้ำตาลที่ได้ในขณะที่อุณหภูมิมีอิทธิพลอย่างมากต่อการเกิดขึ้นของผลิตภัณฑ์ชนิดอื่นโดยที่น้ำตาลเพนโตสนั้นจะเกิดปฏิกิริยาต่อไปได้เป็น furfural และ 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) เกิดจากน้ำตาลเฮกโซส ปริมาณของ furfural และ 5-HMF ที่เกิดขึ้นก็ขึ้นอยู่กับสถานะที่ใช้ในการย่อยด้วย

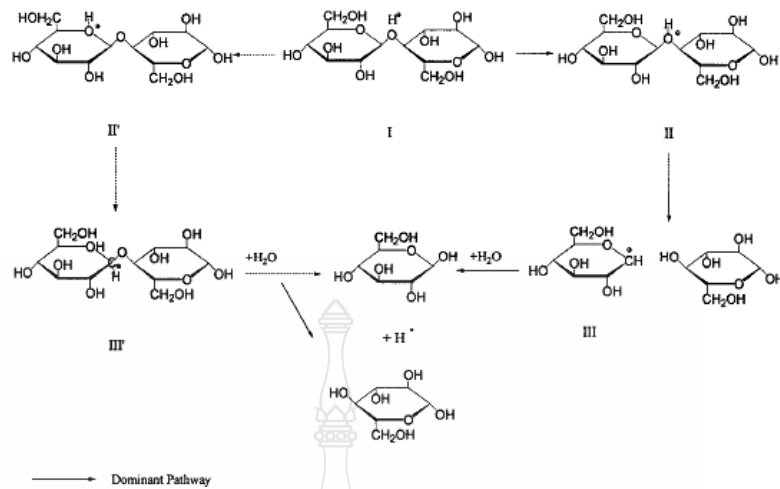
ข้อดีของวิธีการ Diluted acid hydrolysis ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีที่ใช้เอนไซม์ คือ ประหยัดและสะดวกกว่า เนื่องจากขั้นตอนการย่อยด้วยเอนไซม์นั้นอาจมีขั้นตอนการปรับสภาพ (Pretreatment) ซึ่งต้องใช้เวลาในการ breakdown วัตถุดิบให้กลายเป็นน้ำตาล วิธีการ diluted-acid hydrolysis ใช้ปริมาณกรดเพียงเล็กน้อย และยังมีราคาที่ถูกกว่าเอนไซม์ อีกทั้งเวลาในการย่อยสั้นกว่า



รูปที่ 2.9 กลไกการย่อยโครงสร้างของแป้งด้วยกรด
ที่มา : กนก รัตนะกนกชัย, (2543), Biodegradation of cellulose and pectin substances

การย่อยเซลลูโลสด้วยกรดเป็นปฏิกิริยาเรียกว่า Heterogeneous reaction ซึ่งอาศัยปัจจัยทางกายภาพเช่นเดียวกับปฏิกิริยาการย่อยสลายด้วยสารเคมีทั่ว ๆ ไป กลไก acid hydrolysis ของเซลลูโลส (การย่อยสลาย β 1-4 glycosidic bond)

ปฏิกิริยา Acid-hydrolysis เริ่มต้นจากการย่อยสลายที่ glycosidic oxygen linkage ของน้ำตาล 2 โมเลกุลทำให้เกิดการสลายของพันธะ C-O conjugate เกิดเป็น cyclic carbonium ion และเมื่อมีน้ำเกิดขึ้นใน ปฏิกิริยา fire suger และ proton จะถูกปล่อยออกมาการเกิด intermediate carbonium ion จะเกิดขึ้นที่บริเวณตอนปลายมากกว่าตอนกลางของสาย polysaccharide ดังรูป 2.10

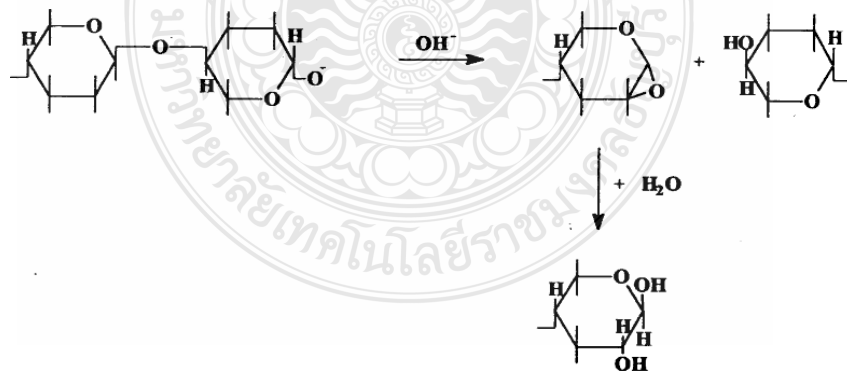


รูปที่ 2.10 กลไกการย่อยโครงสร้างของแป้งด้วยกรด

ที่มา : กนก รัตน์กนกชัย, (2543), Biodegradation of cellulose and pectin substances

การย่อยสลายด้วยด่าง (Alkaline Hydrolysis)

สารเคมีที่มีนิยมใช้ คือ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เจือจาง เอทิลีนไดอะมีน และแอมโมเนีย เป็นต้น จะมีผลทำให้สายของโพลีแซคคาไรด์สั้นลง โดยปฏิกิริยานี้เกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิสูงประมาณ 160 – 180 °C และต้องการออกซิเจนในปริมาณเล็กน้อยซึ่งใช้ในการย่อยสลายเอมิเซลลูโลส (นุจรีย์ เตร์ตัน, 2555) [13] ดังรูป 2.11



รูปที่ 2.11 การย่อยสลายโมเลกุลของเซลลูโลสด้วยด่าง

ที่มา : Reilly, (1980), Structure and Function of Myothecium verrucaria for Fuel and Chemicals

2.6 วัสดุคอมโพสิต (Composite material)

วัสดุคอมโพสิตหมายถึงการนำวัสดุตั้งแต่ 2 ชนิดที่มีพื้นฐานสมบัติเชิงเคมีและฟิสิกส์ที่ต่างกันมาผสมกันแล้วทำให้วัสดุที่ได้มีโครงสร้างใหม่ที่มีสมบัติดีขึ้น โดยยังคงสามารถแยกวัฏภาค (Phase) ของวัสดุแต่ละประเภทในเนื้อวัสดุคอมโพสิตได้ ซึ่งวัสดุคอมโพสิตจะ ประกอบด้วย 2 ส่วนหลักคือ ส่วนเมตริกซ์ (Matrix) และส่วนเสริมแรง (Reinforcement) [15-17]

2.6.1 ส่วนเมตริกซ์ (Matrix)

ส่วนเมตริกซ์เป็นส่วนที่ช่วยห่อหุ้มและยึดส่วนเสริมแรงเข้าด้วยกัน เพื่อให้ส่วนเสริมแรงอยู่ในตำแหน่งคงที่และมีการจัดเรียงตัวตามที่กำหนด โดยทั่วไปเมตริกซ์มักจะมีคุณสมบัติเหนียวสูง แต่มีความแข็งแรงและมีโมดูลัสที่ต่ำกว่าส่วนเสริมแรง หน้าที่ของเมตริกซ์ในวัสดุคอมโพสิต คือ ช่วยรักษาความเสถียรของรูปร่างและขนาด รักษาการกระจายตัวของส่วนเสริมแรง ทำให้วัสดุคอมโพสิตสามารถทนต่อการเสียดสภาพภายใต้อุณหภูมิหรือแรงกระทำได้ในระดับหนึ่ง และช่วยปกป้องส่วนเสริมแรงจากการเสียดสภาพจากสิ่งแวดล้อมได้ ในปัจจุบันเมตริกซ์ที่นิยมใช้ส่วนมาก ได้แก่ พอลิเมอร์ โลหะ และเซรามิก เป็นต้น สำหรับพอลิเมอร์ที่นิยมใช้เป็นเมตริกซ์ สามารถแบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือ เทอร์โมพลาสติก (Thermoplastic) และเทอร์โมเซต (Thermoset)

เทอร์โมพลาสติก (Thermoplastic) [18] หรือเรซิน เป็นพลาสติกที่ใช้กันอย่างแพร่หลายมีคุณสมบัติที่เมื่อได้รับความร้อนจะอ่อนตัวลงจนสามารถเปลี่ยนรูปร่าง และเมื่อได้รับความเย็นจะแข็งตัวคงรูปไว้ได้ เทอร์โมพลาสติกมักมีโครงสร้างโมเลกุลเป็นสายโซ่ตรงยาว มีการเชื่อมต่อระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์น้อยมากจึงสามารถ เกิดการหลอมเหลวได้ หรือเมื่อผ่านการอัดด้วยแรงสูงก็ยังไม่ทำลายโครงสร้างเดิมทำให้สามารถนำกลับมาหลอมเพื่อใช้ใหม่ได้โดยที่สมบัติไม่เปลี่ยนแปลง ดังตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่แสดงในรูปที่ 2.12 สำหรับเทอร์โมพลาสติกที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายทั่วไป เช่น พอลิเอทิลีน (Polyethylene, PE) พอลิโพรพิลีน (Polypropylene, PP) พอลิสไตรีน (Polystyrene, PS) และพอลิไวนิลคลอไรด์ (Polyvinylchloride, PVC) เป็นต้น [19]



รูปที่ 2.12 แสดงตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ทำมาจากเทอร์โมพลาสติก

ที่มา : <http://www.ferret.com.au/articles/infocus /recycling-the-unrecyclable-a-new-class-of-thermoset-plastics-n2514349>

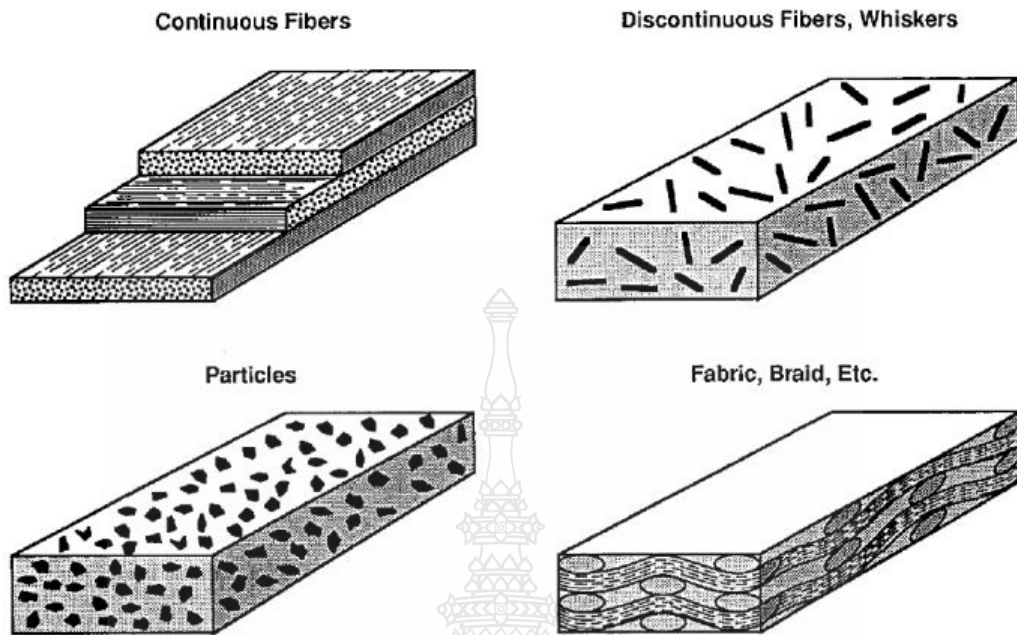
เทอร์โมเซตพลาสติก (Thermoset plastic) [20] เป็นพลาสติกที่มีความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิและมักทนปฏิกิริยาเคมีได้ดีมีความคงรูปหลังผ่านกระบวนการทางความร้อนหรือแรงดันเพียงครั้งเดียว เมื่อเย็นตัวลงจะมีความแข็งมาก ไม่เกิดการอ่อนตัวอีกและไม่สามารถเปลี่ยนแปลงรูปร่างอีกได้เมื่อให้ความร้อนซึ่งต่างจากเทอร์โมพลาสติก แต่ถ้าให้อุณหภูมิสูงเกินไปก็จะเกิดการแตกและไหม้สลายไป เทอร์โมเซตพลาสติกมักจะมีโมเลกุลจะเชื่อมโยงกันเป็นร่างแหจับกันแน่น มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่แข็งแรงมาก จึงทำให้ไม่สามารถนำมาหลอมเหลวใหม่ได้ การขึ้นรูปพลาสติกชนิดนี้ให้เป็นรูปลักษณะต่าง ๆ โดยการทำให้อยู่ในรูปของเหลวที่มีความหนืดต่ำที่สามารถไหลไปตามแบบหรือแม่พิมพ์ได้ จากนั้นเรซินจะถูกบ่มโดยการให้ความร้อนหรือเกิดปฏิกิริยาเคมีทำให้เกิดการเชื่อมต่อกันระหว่างสายโซ่ ทำให้แข็งตัวคงรูปร่างไว้ได้ ดังตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่แสดงในรูปที่ 2.13 เทอร์โมเซตพลาสติกที่นิยมกันใช้อย่างแพร่หลายมีหลายชนิด เช่น เรซินอีพอกซี (Epoxy resins) พอลิยูรีเทน (Polyurethane) และพอลิเอสเทอร์ชนิดไม่อิ่มตัว (Unsaturated Polyester) เป็นต้น[21]



รูปที่ 2.13 แสดงตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ทำมาจากเทอร์โมเซต
ที่มา : <https://plasticsrecycling.org/beyond-bottles>

2.6.2 ส่วนเสริมแรง (Reinforcement)

ส่วนเสริมแรงเป็นส่วนที่ทำหน้าที่เพิ่มความแข็งแรงให้กับวัสดุคอมโพสิต โดยทั่วไป มักจะมีความแข็งแรงและมีค่าโมดูลัสที่สูงมากกว่าส่วนเมตริกซ์ เป็นส่วนรับแรงหลักของวัสดุคอมโพสิตที่ส่งผ่านมาจากเมตริกซ์ ประสิทธิภาพของส่วนเสริมแรงนั้นขึ้นอยู่กับขนาดและรูปร่างของสารเสริมแรง เป็นส่วนสำคัญ สารที่ใช้เสริมแรงอาจมีลักษณะและรูปร่างได้หลายแบบ เช่น แผ่นเส้นใย อนุภาคขนาดเล็ก และเส้นใย เป็นต้น ดังเช่นแสดงในรูปที่ 2.14 ส่วนเสริมแรงที่นิยมใช้ส่วนใหญ่จะมีลักษณะเป็นเส้นใย (Fiber) โดยอาจเป็นเส้นใยยาวต่อเนื่อง หรือเส้นใยสั้นก็ได้ตัวอย่างเส้นใยที่นิยมใช้ในวัสดุคอมโพสิต เช่น เส้นใยแก้ว (Glass fiber) เส้นใยคาร์บอน (Carbon fiber) เส้นใยอะรามิด (Aramid fiber) และเส้นใยธรรมชาติ (Natural fiber) เป็นต้น โดยมากเส้นใยที่จะนำมาใช้เป็นส่วนเสริมแรงในวัสดุคอมโพสิตควรมีคุณสมบัติดังนี้ คือ มีขนาดและลักษณะพื้นผิวของเส้นใยที่สม่ำเสมอ มีค่าโมดูลัสสูง มีความแข็งแรงสูง และไม่เกิดการเสียดสภาพไปในระหว่างกระบวนการขึ้นรูป[16]



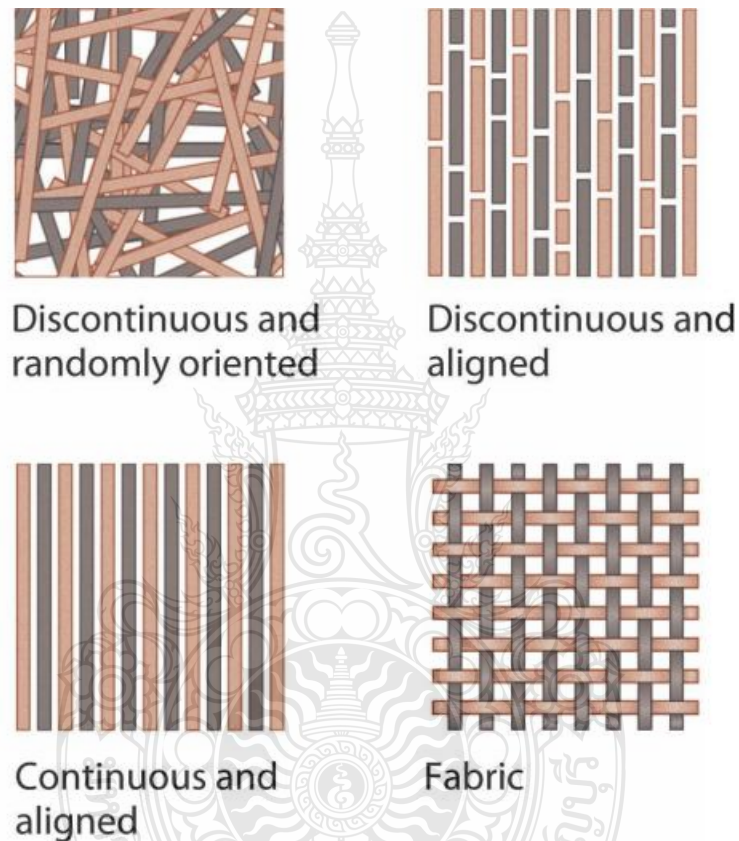
รูปที่ 2.14 แสดงลักษณะและการจัดเรียงตัวของส่วนเสริมแรง (Reinforcement) ในวัสดุคอมโพสิต
ที่มา : Myer Kutz, (2002), Handbook of materials selection. New York: John Wiley & Sons.

ความยาวของเส้นใยในการเสริมแรงวัสดุคอมโพสิต ส่งผลต่อการกระจายตัวของความเค้นและความเครียดบนปลายเส้นใย กล่าวคือเมื่อความยาวของเส้นใยเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้บริเวณปลายเส้นใยมีความเค้นและความเครียดลดลง ทำให้เส้นใยทำหน้าที่เป็นส่วนรับแรงที่ส่งผ่านมาจากเมตริกซ์โดยผ่านทางผิวหน้าสัมผัสระหว่างเมตริกซ์และเส้นใยได้ดี ดังนั้นจึงต้องทำให้มีการยึดเกาะระหว่างเมตริกซ์และเส้นใยดีเพื่อเพิ่มความแข็งแรงของวัสดุคอมโพสิต การยึดเกาะกันระหว่างเมตริกซ์และเส้นใยจึงเป็นปัจจัยสำคัญในการกำหนดคุณสมบัติของวัสดุคอมโพสิต โดยวัสดุแต่ละประเภทจะมีกลไกและความสามารถในการยึดติดที่แตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับลักษณะของเส้นใยและเมตริกซ์ที่นำมาใช้

2.6.3 ประเภทของวัสดุคอมโพสิต

วัสดุคอมโพสิตสามารถจำแนกแบ่งได้เป็นประเภทต่าง ๆ โดยอาจจำแนกตามประเภทของเมตริกซ์การจัดเรียงของเส้นใย และประเภทของสารเสริมแรง โดยเราสามารถแบ่งวัสดุคอมโพสิตออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ตามชนิดของเส้นใยได้ดังนี้คือวัสดุคอมโพสิตชนิดเส้นใยสั้น (Discontinuous or short-fiber system) ซึ่งมีทั้งแบบจัดเรียงในทิศทางเดียวกัน (Unidirectional) และจัดเรียงแบบสุ่ม (Random) และวัสดุคอมโพสิตชนิดเส้นใยยาว (Continuous or long-fiber system) ที่อาจจัดเรียงในทิศทางเดียวกัน (Unidirectional) และตัดกันเป็นผ้า (Fabric) ดังแสดงในรูปที่ 2.15 สำหรับวัสดุ

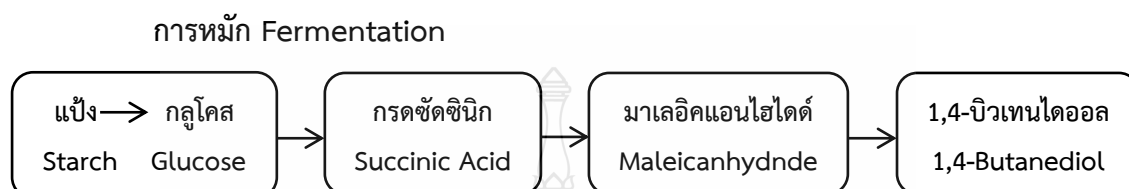
คอมโพสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยยาวจะสามารถควบคุมการจัดเรียงตัวของเส้นใยได้ง่าย ทำให้สามารถคาดเดาค่าคุณสมบัติของวัสดุคอมโพสิต เช่น ความแข็งเกร็ง (Stiffness) และความแข็งแรง (Strength) ได้ แต่ในทางตรงกันข้ามเมื่อใช้เส้นใยสั้นในวัสดุคอมโพสิตจะไม่สามารถควบคุมการจัดเรียงตัวของเส้นใยได้ สมบูรณ์จึงคาดเดาสมบัติของวัสดุคอมโพสิตได้ยาก และสมบัติของวัสดุคอมโพสิตในแต่ละจุดอาจมีความแตกต่างกันด้วย [22]



รูปที่ 2.15 แสดงรูปแบบการจัดเรียงตัวของส่วนเสริมแรงภายในวัสดุคอมโพสิตแต่ละประเภททั้งในแบบเส้นใยสั้นและแบบเส้นใยยาว
ที่มา : Bruce A. Averil, (2012), <http://2012books.lardbucket.org/books/principles-of-general-chemistryv1.0/index.html>

2.7 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Polybutylene succinate, PBS)

พอลิบิวทิลีนเป็นพอลิเอสเทอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยปฏิกิริยาการควบแน่น (Condensation polymerization) ระหว่างกรดซัคซินิกและ 1,4-บิวเทนไดออล ซึ่งมอนอเมอร์ทั้งสองชนิดนี้เป็นผลิตภัณฑ์ที่สามารถผลิตขึ้นได้จากทั้งแหล่งปิโตรเคมีหรืออาศัยวัตถุดิบจากธรรมชาติ



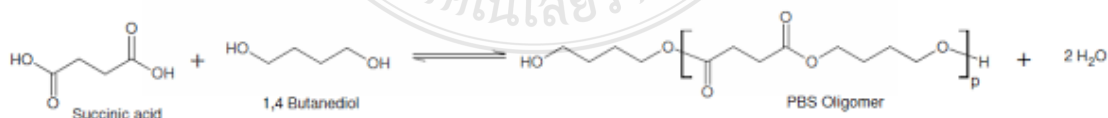
รูปที่ 2.16 กระบวนการเตรียมมอนอเมอร์ตั้งต้นจากกระบวนการหมักวัตถุดิบจากธรรมชาติ

ที่มา : เข้าถึงได้จาก https://packaging.oie.go.th/new/admin_control_new

PBS มีชื่อทางการค้า ได้แก่ Bionolle ผลิตโดยบริษัท Showa Denko และ GsPLA ผลิตโดยบริษัท Mitsubishi Chemical หน่วยซ้ำของ PBS คือ $C_8H_{12}O_4$ และสามารถสังเคราะห์ได้โดยอาศัย 2 แนวทางหลัก ได้แก่

1. กระบวนการ trans-esterification โดยอาศัยซัคซิเนตไดเอสเทอร์ (Succinate diesters) เป็นมอนอเมอร์
2. กระบวนการ direct esterification โดยอาศัยกรดซัคซินิกและ 1,4-บิวเทนไดออล ตามที่ได้กล่าวไปข้างต้น ซึ่งเป็น วิธีทั่วไปที่ใช้ในการผลิตเรซิน PBS ที่ประกอบด้วย 2 ขั้นตอนย่อยดังต่อไปนี้

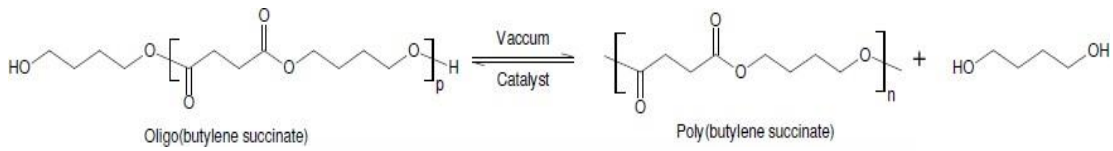
2.1 การเตรียมโอลิโกเมอร์ของ PBS (PBS oligomers) โดยการเติม 1,4-บิวเทนไดออลมากเกินไปในการทำปฏิกิริยากับไดแอซิด (กรดซัคซินิก) และกำจัดน้ำออกจากระบบเพื่อเร่งปฏิกิริยาในการสร้างโอลิโกเมอร์



รูปที่ 2.17 การเตรียมโอลิโกเมอร์ของ PBS

ที่มา : https://en.wikipedia.org/wiki/Polybutylene_succinate

2.2 การ trans-esterification ของ PBS oligomer ภายใต้สภาวะสุญญากาศ เพื่อให้ได้ PBS ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง ซึ่งในขั้นตอนนี้อาจจำเป็นต้องอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) อาทิเช่น อนุพันธ์ของไทเทเนียม เซอโคเนียม สังกะสี หรือเจอร์เมเนียม เป็นต้น



รูปที่ 2.18 การ trans-esterification ของ PBS oligomer

ที่มา : https://en.wikipedia.org/wiki/Polybutylene_succinate

PBS เป็นพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้ทางธรรมชาติให้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ จึงเป็นอีกหนึ่งพลาสติกทางเลือก การนำ PBS ไปใช้กำลังขยายขอบเขตทั้งในทางบรรจุภัณฑ์ และกลุ่มผลิตภัณฑ์แบบใช้ครั้งเดียวแล้วทิ้ง (Disposal items) เช่น ฟิล์มทางการเกษตร วัสดุทางวิศวกรรม วัสดุทางการแพทย์ เป็นต้น



รูปที่ 2.19 ตัวอย่างการนำไปใช้ของเรซิน PBS

ที่มา : เข้าถึงได้จาก https://packaging.oie.go.th/new/admin_control_new

โดยบรรจุภัณฑ์จาก PBS มีทั้งในรูปแบบของฟิล์ม ถุง หรือกล่อง ทั้งสำหรับอาหารและเครื่องสำอาง นอกจากนี้ในปัจจุบันนี้ PBS ได้ถูกพัฒนาไปใช้ทางการเกษตรทั้งในรูปแบบของฟิล์มและวัสดุที่ควบคุมการปลดปล่อยปุ๋ยและยาฆ่าแมลง รวมไปถึงการขึ้นรูป PBS เป็นตาข่ายที่ใช้ประโยชน์ทางการประมง [23]

ตารางที่ 2.3 แสดงสมบัติโดยทั่วไปของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

สมบัติของพอลิเมอร์	พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต
โครงสร้างของพอลิเมอร์	พอลิเอสเทอร์สายโซ่ตรง
สมบัติทางกายภาพ	
ความหนาแน่น (กรัม/มล.)	1.23
สมบัติเชิงกล	
ความต้านทานแรงดึงที่จุดคราก (MPa)	62
ร้อยละการยืดตัวที่จุดคราก	710
มอดูลัสแรงกด (MPa)	470
สมบัติทางความร้อน	
HDT (°C)	97
อุณหภูมิการหลอม (°C)	90 – 120
อุณหภูมิคล้ายแก้ว (°C)	-45 ถึง -10

2.8 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Zaban และคณะ (2000) [24] ได้ศึกษาเรื่องผลของการสังเคราะห์คอลลอยด์ไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลโดยได้ศึกษาอิทธิพลของการใช้กรดไนตริกและกรดแอสติคระหว่างการสังเคราะห์ ซึ่งมีผลกระทบต่อโครงสร้างผลึกคอลลอยด์รวมทั้งการศึกษาเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแบบดาร์คฟิลด์ (Dark-field TEM) โครงสร้างพื้นผิวที่แตกต่างกัน มีผลต่อประสิทธิภาพ ของเซลล์แสงอาทิตย์กระตุ้นด้วยสี จากผลการศึกษาโครงสร้างพบว่า ไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณอนาเทส (Anatase) 92.6 % และบรูคไคท์ (Brookite) 7.4 % เมื่อใช้กรดอะซิติก (Acetic Acid) พบว่าปริมาณอนาเทส 93.2 % และ บรูคไคท์ 6.8 % ค่าเฉลี่ยของอนุภาคไม่แตกต่างกันมากมี ค่าประมาณ 12 - 13 nm

Jaturong และคณะ (2007) [25] ได้ศึกษาเรื่อง การสังเคราะห์และการการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง สำหรับปฏิกิริยาการแยกน้ำของไททาเนียมที่มีโมเลกุลแบบนาโนคริสตัลไลน์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งผลึกนาโน Mesoporous TiO_2 เป็นการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้ Titanium butoxide เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ แล้วนำมาวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพ ด้วย XRD, SEM, TEM ซึ่ง TiO_2 ที่มีโครงสร้างของเฟสอนาเทส (Anatase) มีขนาดประมาณ 8 nm อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์ไททาเนียมให้มีพื้นที่ผิวที่มีขนาดกระจายออกไปทั่ว ๆ โดย

เฉลี่ยขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ 215 m²/g ความไวของปฏิกิริยาเชิงแสงจาก TiO₂ ทำให้เกิดแก๊สไฮโดรเจนด้วยปฏิกิริยาการ แยกน้ำ TiO₂ เมื่อนำมาเพิ่มอุณหภูมิที่สูงพอสมควรจะเหมาะสมกับการเกิดปฏิกิริยาเชิงแสง จากการศึกษาพบว่า TiO₂ ที่มีโครงสร้างของเฟสอนาเทส (Anatase) สามารถถูกกระตุ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาเชิงแสงได้ดีที่สุดจึงเกิดแก๊สไฮโดรเจนในปริมาณที่มากและอุณหภูมิมิมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาการแยกน้ำ

Manisara Peesan และคณะ (2007) [26] ได้ศึกษาเกี่ยวกับฟิล์มผสมของเฮกซะโนอิล ไคโตซาน (Hexanoyl chitosan, H-chitosan) และพอลิแลคติกแอซิด (Poly(lactic acid), PLA) ถูกหล่อจากสารละลายผสมที่สอดคล้องกันในคลอโรฟอร์ม ไคคลอโรมีเทนหรือเตตระไฮโดรฟูริง พฤติกรรมสลายตัวด้วยความร้อนของฟิล์มผสมที่เตรียมได้นั้นอยู่ในระดับปานกลางถึงองค์ประกอบที่บริสุทธิ์ และไม่มีผลกระทบอย่างมีนัยสำคัญจากประเภทของตัวทำละลายหล่อ แผ่นฟิล์มผสมผสานทั้งหมดแสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนสถานะแก้วขึ้นอยู่กั้องค์ประกอบหนึ่ง แต่ผลที่ได้แสดงให้เห็นถึงความเข้ากันได้บางส่วนของส่วนประกอบในเฟสพื้นฐานที่เนื้อของ H-chitosan ต่ำ ตามที่เปิดเผยโดยเทคนิคการกักความร้อนด้วยตัวทำละลาย แผ่นฟิล์มผสมที่เตรียมได้จากสารละลายผสมในคลอโรฟอร์มและไคคลอโรมีเทนพบการแยกเฟสขององค์ประกอบทั้งสองอย่างกว้างขวางด้วยเฟสเล็กน้อยที่สร้างในโดเมนที่ไม่ต่อเนื่องตลอดทั้งเมทริกซ์ ทั้งการวิเคราะห์ความร้อนและเอ็กซ์เรย์แสดงให้เห็นว่าระดับความเป็นผลึกของส่วนประกอบของพอลิแลคติกแอซิดในการผสมลดลงแบบซ้ำซาก โดยการเลือกตัวทำละลายและการเพิ่มปริมาณของ H-chitosan ของการหล่อไม่มีผลต่อโครงสร้างของผลึกพอลิแลคติกแอซิด

Atsuhiko Iwatake และคณะ (2008) [27] ศึกษาการเสริมแรงด้วยเส้นใยนาโนเซลลูโลสของพอลิแลคติกแอซิด ขั้นตอนการผลิตเพื่อให้เกิดการกระจายตัวของเซลลูโลสนาโนไฟบริลอย่างสม่ำเสมอในสารประกอบ PLA ทำการศึกษาและวิเคราะห์คุณสมบัติเชิงกลและสมบัติทางเทอร์โมไดนามิกส์ของแผ่นวัสดุหลังจากผ่านกระบวนการให้ความร้อน นอกจากนี้ยังใช้เส้นใยจากไม้ที่เรียกว่าเยื่อใยยาวเคมีฟอก (Needle Bleached Kraft Pulp : NBKP) ที่ผ่านการขัดเกลมาแล้วเพื่อศึกษาผลของรูปร่างหน้าตาของฟิลเลอร์ เมื่อเซลลูโลสนาโนไฟบริลผสมกับ PLA โดยใช้ตัวทำละลายอินทรีย์และส่วนผสมได้ถูกผสมให้เข้ากันหลังการกำจัดตัวทำละลาย พบว่าเซลลูโลสนาโนไฟบริลจึงเกิดการกระจายอย่างตัวอย่างสม่ำเสมอใน PLA และการเพิ่มเซลลูโลสนาโนไฟบริล ส่งผลให้ค่า Young's Modulus และความต้านทานแรงดึงของ PLA 40 % และ 25 % ตามลำดับ ในขณะที่ NBKP ความเค้นลดลง 30 % และลดความแข็งแรง 15 % ที่เส้นใยที่มีส่วนผสมของเส้นใย 5 wt %

Martha Merchan และคณะ (2010) [28] ได้ศึกษาพอลิไวนิลคลอไรด์เกรดทางการแพทย์ ถูกดัดแปลงด้วยโซเดียมแอมพิซิลลินในช่วงความเข้มข้น 0 - 5 wt % โดยเทคนิคการหล่อตัวทำละลายโดยใช้ cyclohexanone และ N, N-dimethylformamide ทดสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แสง

การทดสอบแรงดึง และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด นอกจากนี้การทดสอบฤทธิ์ต้านเชื้อแบคทีเรียในหลอดทดลองกับแบคทีเรียแกรมลบ (Gram-negative) และแบคทีเรียแกรมบวก (Gram-positive) ถูกกำหนดโดยการทดสอบการแพร่ของฟิล์ม ทำการทดลองยาปฏิชีวนะในน้ำกลั่นและสรีรวิทยาในน้ำเกลือซึ่งถูกตรวจสอบโดย UV-vis spectroscopy ผลการวิจัยพบว่าบทบาทที่สำคัญของตัวทำละลายในด้านสัณฐานวิทยา การต้านเชื้อแบคทีเรีย และการปล่อยลักษณะเฉพาะของ ampicillin นอกจากนี้ยังใช้แบบจำลองทางคณิตศาสตร์กับข้อมูลที่ได้จากการศึกษาวิจัยเพื่อระบุลักษณะจลนพลศาสตร์การปลดปล่อยของแอมพิซิลลินจากระบบพอลิไวนิลคลอไรด์ – ยาปฏิชีวนะ

Yoko Okahisa และคณะ (2011) [29] ศึกษาผลของการดึงลิกนินออกในกระบวนการผลิตนาโนเซลลูโลส เพื่อผลิตแผ่นฟิล์มใสนาโนคอมโพสิต โดยขั้นตอนการผลิตเยื่อกระดาษก่อนที่จะนำไปทำเป็นเส้นใยระดับนาโน จำเป็นต้องปรับสภาพด้วยโซเดียมคลอไรด์ (NaClO_2) เพื่อที่จะกำจัดลิกนินออกในงานวิจัยศึกษาการดึงลิกนินออกจากไม้ที่มีลิกนิน (ไม้เนื้อแข็งเต็บโตเต็มที่แล้วอายุ 2 ปี) และไม้ที่ไม่มีลิกนิน (ไม้เนื้ออ่อนที่เต็บโตยังไม่เต็ม) พบว่าการใช้โซเดียมคลอไรด์ ในการทำบริสุทธิ์อาจทำให้เส้นใยเซลลูโลสเสื่อมลงเนื่องจากเราพบว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาและคุณสมบัติต่าง ๆ ของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่สกัดได้จากส่วนของไม้ที่ไม่มีประโยชน์ นอกจากนี้ในการทำนาโนคอมโพสิตจากไม้เนื้ออ่อนมีค่าการส่องผ่านแสงในช่วงความยาวคลื่นที่ต่ำกว่า

M.K. Mohamad Haafiza และคณะ (2013) [30] ศึกษาการเตรียมจุลผลึกเซลลูโลสจากกากทะเลสาบปาล์ม (OPEFB) กำจัดคลอรีนของเยื่อไม้ (TCF) โดยกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด และการฟอกสี (TCF) ทำการใช้ ออกซิเจน-โอโซน-ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วย FT-IR แสดงให้เห็นว่าการทำไฮโดรไลซิสด้วยกรดไม่ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างทางเคมีของเซลลูโลส ลักษณะสัณฐานวิทยาของจุลผลึกเซลลูโลส ถูกตรวจสอบโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (SEM) แสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างที่กะทัดรัดและพื้นที่ผิวขรุขระ นอกจากนี้ภาพพื้นผิวจากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) บอกลักษณะความเป็นทรงกลม การวิเคราะห์ XRD แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์จุลผลึกเซลลูโลสมีเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึก 87 % โดยจุลผลึกเซลลูโลสที่ได้จากกากทะเลสาบปาล์มแสดงให้เห็นว่ามีคุณสมบัติความเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีและมีศักยภาพสำหรับการประยุกต์ใช้ที่หลากหลาย เช่น กรีนนาโนคอมโพสิตที่เสริมแรงด้วยจุลผลึกเซลลูโลส เป็นวัสดุและเวชภัณฑ์

Ali Abdulkhani และคณะ (2014) [31] นาโนคอมโพสิต PLA/CNF ถูกเตรียมโดยใช้วิธีการหล่อตัวทำละลายโดยมีเป้าหมายเพื่อสร้างนาโนคอมโพสิตที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม SEM พบว่ามีการกระจายตัวของอนุภาคนาโนอย่างสม่ำเสมอในเมทริกซ์โพลีเมอร์ที่ CNF ต่ำ (1 และ 3 wt%) แต่ที่ CNF สูง (5 wt%) CNF ก็จะรวมตัวกันได้ง่าย สิ่งนี้ทำให้คุณสมบัติเชิงกลของนาโนคอมโพสิตลดลง ความต้านแรงดึง (TS) และโมดูลัสยืดหยุ่น (EM) ของนาโนคอมโพสิตที่มี CNF 1 wt% ไม่ได้แสดงการเปลี่ยนแปลง

อย่างมีนัยสำคัญ เปอร์เซ็นต์การยึดตัว (E) เพิ่มขึ้นมากกว่า 60% TS, EM และ E เปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญกับนาโนคอมโพสิตที่มี CNF 3 และ 5 wt% ยิ่งไปกว่านั้นการวางแนวนาโนไฟเบอร์เกิดขึ้นอย่างมีประสิทธิภาพในเมทริกซ์ PLA ผลการเสริมแรงของนาโนคอมโพสิต PLA/CNF ทำให้อุณหภูมิคล้ายแก้วและอุณหภูมิหลอมละลายเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

N.Rambabu และคณะ (2016) [32] ศึกษาการผลิตเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากชีวมวลของโคสนันสน โดยศึกษากระบวนการปรับสภาพทางเคมีและสมบัติเชิงกลของฟิล์มนาโนเซลลูโลส พบว่าฟิล์มผสมเส้นใยเซลลูโลส มีค่าการต้านทานแรงดึงและโมดูลัสสูงชัน และมีการศึกษาสมบัติต่าง ๆ ของเส้นใยเซลลูโลสได้แก่ องค์ประกอบทางเคมี ลักษณะทางสัณฐานวิทยา ผลึกและสมบัติทางความร้อนโดยใช้ HPLC, FTIR, SEM, ESEM, XRD และ TGA พบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียม คือ NaOH ที่ความเข้มข้น 4 wt% และสารละลายโซเดียมคลอไรด์ที่ความเข้มข้น 5 wt % จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของเส้นใยพบว่ามีเซลลูโลส 89 % เฮมิเซลลูโลส 4 % และลิกนิน 6 % และเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้ มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ระหว่าง 5 ถึง 25 นาโนเมตร มีดัชนีผลึกสูงถึง 70 % และเสถียรภาพทางความร้อนที่ดีขึ้นของเส้นใยนาโน แสดงว่าเหมาะสมสำหรับการผลิตคอมพอสิตชีวภาพระดับนาโน

Loo Yu Xiang และคณะ (2016) [33] ศึกษาการเตรียมผลึกไมโครเซลลูโลส (MCC) ที่สกัดจากกากผลปาล์มเปล่า (EFB) ก้านและดอก วิเคราะห์ลักษณะทางเคมีฟิสิกส์และวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ซึ่งเส้นใยก้านมีปริมาณเซลลูโลสสูงที่สุด (42.43 %) รองลงมาคือ EFB (32.33 %) และดอก (18.83 %) ตามลำดับ นอกจากนั้นยังพบว่าปริมาณลิกนินและน้ำมันของก้านดิบมีค่าน้อยที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับ EFB ซึ่งการวิเคราะห์ SEM แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงที่สำคัญเกี่ยวกับสัณฐานวิทยาพื้นผิวของเส้นใยตลอดกระบวนการสกัด การวิเคราะห์ FTIR แสดงให้เห็นว่าพีคของเฮมิเซลลูโลสและลิกนินนั้นไม่มีอยู่ใน MCC ที่สกัด เปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกของ MCC ที่สกัดได้จาก EFB (82.5 %), ก้าน (82.2 %) และ ดอก (86.5 %) เมื่อเทียบกับ MCC เกรดการค้า (81.9 %) ผลการวิจัยพบว่าเส้นใยก้านมีความเหมาะสมมากกว่าสำหรับการผลิต MCC โดยการศึกษาพฤติกรรมกลไกการไหล แสดงให้เห็นถึงค่าความหนืดที่ไม่มีแตกต่างระหว่าง MCC เกรดการค้าและก้าน ในขณะที่งานการสร้างแบบจำลองแสดงให้เห็นถึงความสามารถในการจำลองการเปลี่ยนแปลงรูปร่างที่ซับซ้อนของส่วนผสมระหว่าง MCC-hydrogel ต่ออาหาร

M.K. Mohamad Haafiz และคณะ (2016) [34] ได้ศึกษาเตรียมเซลลูโลสนาโนวิสเกอร์ (Cellulose nanowhisker, CNW) เพื่อเสริมแรงให้กับพอลิแลคติกแอซิด (Poly(lactic acid), PLA) ด้วยเทคนิคการหล่อสารละลาย โดย CNW ถูกแยกครั้งแรกออกจากเซลลูโลสไมโครคริสตอลพวงผลปาล์มน้ำมันเปล่า โดยใช้ 64 % H_2SO_4 และถูกกำหนดให้เป็น CNW-S กล้องจุลทรรศน์แบบออปติคัลแสดงให้เห็นว่าอนุภาคขนาดใหญ่ของ OPEFB-MCC ถูกทำลายลงโดยกระบวนการไฮโดรไลซิส

กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมยืนยันว่า CNW-S ที่ได้รับนั้นอยู่ในขนาดนาโนสเกลและปรากฏในลักษณะคล้ายแท่งเดี่ยว CNW-S ที่ได้นั้นถูกรวมเข้ากับ PLA ที่ 1, 3 และ 5 wt % เรซินสำหรับการผลิตนาโนคอมโพสิต PLA-CNW-S จากนั้นนาโนคอมโพสิตที่สังเคราะห์ขึ้นมานั้นจะถูกอธิบายคุณลักษณะของคุณสมบัติแรงดึงและเสถียรภาพทางความร้อนเป็นที่น่าสนใจว่าการรวม 3 phr / CNW-S ใน PLA ช่วยเพิ่มความต้านทานแรงดึงได้ถึง 61 % นอกจากนี้การโหลด CNW-S ยังแสดงให้เห็นถึงผลกระทบทางบวกต่อค่าโมดูลัสยังของ PLA หากแต่การยืดตัวที่จุดขาด (Elongation at break, Eb) ของนาโนคอมโพสิตนั้นลดลงเมื่อเติม CNW-S กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิล์มคาร์บอนและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแสดงให้เห็นว่า CNW-S กระจายตัวได้ดีใน PLA ที่การบรรจุตัวเต็มที่ต่ำกว่าก่อนที่จะเริ่มจับตัวเป็นก้อนที่การบรรจุทุก CNW-S ที่สูงกว่า (5 phr) การวิเคราะห์ DSC ของนาโนคอมโพสิตที่ได้รับพบว่าค่า T_g , T_{cc} และ T_m ของ PLA ได้รับการปรับปรุงเมื่อโหลด CNW-S อย่างไรก็ตามจากการวิเคราะห์ TGA พบว่าการเพิ่มขึ้นของ CNW-S ใน PLA นั้นส่งผลต่อเสถียรภาพทางความร้อน (T_{10} , T_{50} และ T_{max}) ของนาโนคอมโพสิตลดลงเป็นเส้นตรงเมื่อโหลด CNW-S

R.Z. Khoo และคณะ (2016) [35] ในงานวิจัยนี้ CNC ถูกสังเคราะห์โดยการไฮโดรไลซิสด้วยกรด จากไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสผง (MCC) และยังมีเตรียมนาโนคอมโพสิต PLA/CNC โดยใช้เทคนิคการหล่อด้วยสารละลาย การศึกษา EFTEM แสดงให้เห็นว่า CNC มีโครงสร้างคล้ายเข็ม (กว้างประมาณ 10-20 นาโนเมตรและยาว 250-300 นาโนเมตร) การวิเคราะห์ DSC แสดงให้เห็นว่า CNC (สูงถึง 5wt%) สามารถทำหน้าที่เป็นตัวแทน nucleating agent สำหรับ PLA การวิเคราะห์ TGA แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิการสลายตัวของนาโนคอมโพสิต PLA / CNC สูงกว่าของ PLA บริสุทธิ์

Jiulong Xie และคณะ (2016) [36] เส้นใยนาโนเซลลูโลสสามารถแยกได้สำเร็จจากไม้ไผ่โดยการทำให้เป็นของเหลวด้วยไมโครเวฟร่วมกับกระบวนการทางเคมีและกระบวนการอัลตราโซนิก การทำให้เป็นของเหลวด้วยไมโครเวฟสามารถกำจัดลิกนินในไม้ไผ่ได้เกือบทั้งหมดและได้ปริมาณเซลลูโลสสูงภายใน 7 นาที และสามารถทำให้เซลลูโลสบริสุทธิ์ได้อย่างง่ายดายโดยกระบวนการทางเคมีในภายหลัง ผลการวิเคราะห์ SEM และ FTIR และ X-ray spectra แสดงให้เห็นว่าการรวมกันของการทำให้เป็นของเหลวด้วยไมโครเวฟและกระบวนการทางเคมีมีประสิทธิภาพ สามารถกำจัดสารประกอบที่ไม่ใช่เซลลูโลส Ultrasonication ถูกนำมาใช้เพื่อแยก nanofibrils ออกจากสิ่งตกค้างเพื่อแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลส ภาพ TEM ยืนยันการมีอยู่ของ fibrils จากการวิเคราะห์ TGA พบว่าเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่แยกได้ด้วยเทคนิคใหม่นี้มีเสถียรภาพทางความร้อนสูงซึ่งบ่งชี้ว่าเส้นใยนาโนที่แยกได้สามารถนำไปใช้เป็นองค์ประกอบเสริมแรงในวัสดุชีวภาพได้

Hyo Won Kwak และคณะ (2018) [37] นาโนเซลลูโลสได้รับความสนใจในฐานะวัสดุเสริมแรงที่ดีที่สุดเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติทางกายภาพที่บกพร่องของโพลีจากเมอร์ธรรมชาติ ในการศึกษา

ในปัจจุบันได้มีการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้จากไม้ไผ่ (B-CNFs) และใช้เป็นตัวเสริมแรงในการปรับปรุงคุณสมบัติเชิงกลของฟิล์มเซริซิน B-CNF ได้กระจายตัวอย่างดีในเมทริกซ์เซริซินกลีเซอรอลพลาสติคโดยไม่มีการรวมตัวกันเมื่อโหลด B-CNF 10 wt% ในขณะที่เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่รวมตัวกันปรากฏขึ้นหลังจากการโหลด B-CNF 20 wt% การกระจายอย่างสม่ำเสมอของ B-CNF ไม่เพียงแต่ปรับปรุงคุณสมบัติของฟิล์มเซริซิน แต่ยังส่งผลต่อคุณสมบัติที่ชอบน้ำของฟิล์มไบโอนาโนคอมโพสิตด้วยการค้นพบนี้สนับสนุนการใช้ฟิล์มเซริซินเสริมแรงด้วย B-CNF ในบรรจุภัณฑ์อาหาร วัสดุจัดส่งยาและวัสดุปิดแผล วัสดุติบพอลิเมอร์ธรรมชาติที่ได้มีประสิทธิภาพและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม

Shaoping Qian และคณะ (2018) [38] งานวิจัยนี้เพื่อปรับปรุงสมบัติเชิงกลและความร้อนของการหล่อคอมโพสิต PLA โดยใช้ไฟเบอร์เซลลูโลสนาโนวิสเกอร์ (BCNW) เป็นสารเสริมแรงที่ BCNW ต่างๆกัน (0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 และ 4.0 wt%) ผลการวิจัยพบว่าโมดูลัสแรงดึงสูงสุดและการยืดตัวที่จุดแตก 427.72 ± 19.32 MPa และ $22.27 \pm 3.50\%$ อยู่ที่ 2.5 wt% และ 1.0 wt% ตามลำดับ มีการสังเกตทั้งความเป็นเนื้อเดียวกันและผลึกที่ซับซ้อน การเพิ่ม BCNW ส่งผลให้ขนาดผลึกของวัสดุผสม PLA / BCNW เพิ่มขึ้นอย่างน่าทึ่ง ความเป็นผลึกที่ใหญ่ที่สุดคือ $30.7 \pm 0.9\%$ โดยมี BCNW 2.5 wt%



บทที่ 3

วิธีการดำเนินงาน

3.1 แผนการดำเนินงาน

- 3.1.1 ศึกษาข้อมูลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง
- 3.1.2 รวบรวมและวางแผนการดำเนินงาน
- 3.1.3 จัดเตรียมวัสดุ อุปกรณ์ และเครื่องมือต่าง ๆ
- 3.1.4 ศึกษาการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์ม มีขั้นตอนดังนี้
 - 1) กระบวนการฟอกสี (Bleaching treatment) ด้วยการใช้โซเดียมคลอไรท์ร่วมกับกรดอะซิติก
 - 2) กระบวนการอัลคาไลน์ (Alkali process) ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ในงานวิจัยศึกษาผลของเวลา ได้แก่ 6, 12, 18 และ 24 h.
 - 3) กระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด (Acid hydrolysis treatment) ใช้กรดซัลฟูริก ที่ความเข้มข้น 32 wt%
- 3.1.5 ทดสอบสมบัติต่างๆของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียมได้
 - 1) ทดสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)
 - 2) ทดสอบความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)
 - 3) ทดสอบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)
- 3.1.6 ศึกษาการเตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง
 - 1) ศึกษาผลของปริมาณการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่ 1, 3 และ 5 wt%
 - 2) ทำการขึ้นรูปด้วยกระบวนการหล่อ (Cast film)
- 3.1.7 ทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง
 - 1) ทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) (UV-Vis spectrophotometer)

- 2) ทดสอบโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)
- 3) ทดสอบความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)
- 4) ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทอร์โมกราฟีเมตริกอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA)
- 5) ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)
- 6) ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength)

3.1.8 รวบรวมและวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.1.9 สรุปผลการทดลอง



ตารางที่ 3.1 แผนการดำเนินงานของโครงการ

ลำดับ	ขั้นตอนการดำเนินงาน	2562				2563		2564
		ม.ค.- มี.ค.	เม.ย.- ส.ค.	ก.ย.- ต.ค.	พ.ย.- ธ.ค.	ม.ค.- เม.ย.	พ.ค.- ธ.ค.	ม.ค.- มี.ค.
1	ค้นคว้าข้อมูลงานวิจัยและ ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง	=====						
2	วางแผนการดำเนินงาน	=====						
3	เตรียมวัตถุดิบ/วัสดุอุปกรณ์	=====						
4	เตรียมเซลล์โลสไมโครไฟเบอร์ จากกากทะเลลายปาล์ม		=====					
5	ทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของ เซลล์โลสไมโครไฟเบอร์			=====				
6	ขึ้นรูปวัสดุคอมโพสิต PBS/ เซลล์โลสไมโครไฟเบอร์				=====			
7	ทดสอบสมบัติต่าง ๆ ของวัสดุ คอมโพสิต					=====		
8	สรุปและวิเคราะห์ผลการ ทดลอง						=====	
9	จัดทำรูปเล่มวิทยานิพนธ์							=====

----- แสดงแผนการดำเนินงาน

===== แสดงการดำเนินงานจริง

3.2 วัตถุดิบและสารเคมี

- 3.2.1 กากทะเลลายปาล์ม จากบริษัท สุขสมบูรณ์น้ำมันปาล์ม จำกัด
- 3.2.2 กรดอะซิติก (Acetic acid, $C_2H_4O_2$) บริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
- 3.2.3 โซเดียมคลอไรท์ (Sodium chlorite, $NaClO_2$) บริษัท Ajax Finechem
- 3.2.4 โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (Potassium hydroxide, KOH) บริษัท KemAus
- 3.2.5 กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, H_2SO_4) บริษัท Merck ประเทศเยอรมัน
- 3.2.6 เม็ดพลาสติก PBS (FZ91PD) บริษัท Mitsubishi Chemical Corporation

3.2.7 คลอโรฟอร์ม Chloroform, CHCl_3) บริษัท RCI Labscan®

3.2.8 อะซิโตน (acetone, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) บริษัท Merck ประเทศเยอรมัน

3.3 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.3.1 เครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอมอล (Alkaline treatment-The Teflon lined stainless steel autoclave hydrothermal reactor) ยี่ห้อ Buchiglasuster รุ่น cc075 (ประเทศสหรัฐอเมริกา)

3.3.2 เครื่องให้ความร้อนแบบกวน (Hot plate stirrer)

3.3.3 เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)

3.3.4 เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centifuge)

3.3.5 ตู้อบอุณหภูมิสูง (Drying oven)

3.3.6 เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง ยี่ห้อ SARTORIUS รุ่น BP2215

3.3.7 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR) ยี่ห้อ Thermo scientific รุ่น Nicolet is5 (ประเทศญี่ปุ่น)

3.3.8 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD) X-ray diffractometer ยี่ห้อ PANalytical X'Pert-Pro รุ่น PW-3040/60 (ประเทศญี่ปุ่น)

3.3.9 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5410LV (ประเทศญี่ปุ่น)

3.3.10 เครื่องเทอร์โมกราฟีเมตริกอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น TGA4000 (ประเทศสหรัฐอเมริกา)

3.3.11 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น DSC800 (ประเทศเยอรมัน)

3.3.12 เครื่องทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ยี่ห้อ Instron รุ่น ASTM D 882-07

3.3.13 เครื่องทำให้แห้งแบบแช่เยือกแข็ง (Freeze drying)

3.3.14 เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรมิเตอร์ (UV-Vis spectrophotometer) ยี่ห้อ Thermo fisher scientific รุ่น EVO-600 PC (ประเทศสหรัฐอเมริกา)

3.4 วิธีการดำเนินงาน

3.4.1 การเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลส มีขั้นตอนดังนี้

1) กระบวนการฟอกสี (Bleaching process)

นำกากทะเลายปาล์มที่ผ่านการบดละเอียดอบแห้งแล้วจำนวน 10 g. ใส่ขวดรูปชมพู่ขนาด 1,000 ml. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 300 ml. หลังจากนั้นเติมโซเดียมคลอไรด์ 12 g. และเติมกรดอะซิติก 2 ml. แล้วจึงทำการกวนพร้อมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 75 °C เป็นเวลา 1 h. ทำการเติมโซเดียมคลอไรด์ 12 g. และเติมกรดอะซิติก 2 ml. ซ้ำทุก ๆ 1 h. จนครบ 3 ครั้ง จากนั้นทำการกรองกากทะเลายปาล์มเพื่อนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป

2) กระบวนการอัลคาไลน์ (Alkaline process)

นำตัวอย่างที่ได้จากการกรองในข้อที่ 2 แซ่ด้วย โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 5 wt% ปริมาตร 240 ml เป็นเวลา 24 h. นำตัวอย่างใส่เครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 90 °C เป็นเวลา 6 h. จากนั้นนำมากรองและล้างด้วยน้ำกลั่นจนค่า pH เป็นกลาง
หมายเหตุ: 1. ทำการทดลองเช่นเดิม แต่เปลี่ยนเวลาในการทดลองด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลเป็น 12, 18 และ 24 h.

3) กระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด (Acid hydrolysis process)

นำของแข็งที่ได้จากการกรองในข้อที่ 2 (ทั้ง 2 แบบ) มาเติมกรดซัลฟูริกที่ความเข้มข้น 32 wt% ปริมาตร 100 ml. แล้วทำการกวนที่อุณหภูมิ 45 °C เป็นเวลา 45 min. จากนั้นนำมาเติมน้ำกลั่นเพื่อหยุดปฏิกิริยาแล้วทำไปปั่นเหวี่ยงเพื่อแยกสารละลายกรดออกที่ความเร็วรอบ 4000 rpm. เป็นเวลา 50 min. นำของแข็งเซลลูโลสที่ได้ไปปรับสภาพให้เป็นกลางด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 1 wt% จนเป็นกลาง

4) การทำเส้นใยไมโครเซลลูโลสให้แห้งเป็นผงโดยเครื่องทำแห้งแบบแช่เยือก

นำเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ได้จากข้อที่ 2 ใส่จานเพาะเชื้อและนำเข้าเครื่องทำแห้งแบบ แช่เยือกแข็งโดยตั้งสภาวะทำงานของเครื่องที่อุณหภูมิ -30 °C เป็นเวลา 29 h. หลังจากนั้นนำเส้นใยไมโครเซลลูโลสแห้งไปทำการวิเคราะห์คุณสมบัติต่าง ๆ ต่อไป

3.4.2 กาทดสอบสมบัติต่างๆ ได้แก่

1) การวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)

นำตัวอย่างเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่แห้งวางบนหัวคริสตัลหลังจากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ที่ความยาวคลื่น 400 - 4,000 cm^{-1}

2) การศึกษาความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer, XRD)

นำตัวอย่างเส้นใยไมโครเซลลูโลสมาบดให้ละเอียด นำไปวางบนแผ่นเซลล์ (แผ่นกระจก) ขนาด 1 x 1 นิ้ว ทำการปรับผิวหน้าตัวอย่างให้เรียบ จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วย Cu K α radiation ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) ซึ่งแรงดันไฟฟ้าที่ใช้เป็น 40 kV และกระแสที่ใช้ 30 mA ช่วงของการวิเคราะห์สแกนที่ 2θ จาก 5 - 80 องศา ผลที่ได้นำมาคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index, CrI) ซึ่งสามารถคำนวณด้วยสมการ 3.1

$$CrI(\%) = \frac{I_C}{I_C + I_{AM}} \times 100 \quad (3.1)$$

โดย I_C คือ ค่าความเข้มสูงสุดที่ระนาบ 002 ซึ่งแสดงถึงส่วนที่เป็นผลึก

I_{AM} คือ ค่าความเข้มที่ระนาบ -111 และ -231 ซึ่งแทนส่วนที่เป็นอสัณฐาน

3) ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

นำตัวอย่างเส้นใยไมโครเซลลูโลสมาบดให้ละเอียด และนำมาโรยบนเทปกาวคาร์บอนแล้ววางบนแท่นวางชิ้นงานทองเหลือง จากนั้นนำไปเคลือบด้วยทองและทดสอบภายใต้สภาวะสุญญากาศ ด้วยกระแสไฟฟ้า 15 กิโลโวลต์ ทำการเลือกภาพบริเวณที่ต้องการและถ่ายภาพ

3.4.3 การเตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซีคซีเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

1) เตรียมฟิล์มพอลิบิวทิลีนซีคซีเนตบริสุทธิ์

นำเม็ด PBS 1 g. ละลายในคลอโรฟอร์ม 10 ml. ที่อุณหภูมิห้องและกวนเป็นเวลา 4 h. จนละลายจนหมดและเทลงแม่พิมพ์แก้วที่สะอาด ปล่อยให้แห้งเพื่อให้ตัวทำละลายระเหยที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 h. จะได้แผ่นฟิล์ม PBS บริสุทธิ์

2) เตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซีคซีเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

นำเม็ด PBS 1 g. ละลายในคลอโรฟอร์ม 10 ml. ที่อุณหภูมิห้องและกวนเป็นเวลา 4 h. จนละลายจนหมด จากนั้นเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียมได้ในปริมาณที่แตกต่างกัน คือ 1, 3 และ 5 wt % กวนจนเข้าเป็นเนื้อเดียวกันที่อุณหภูมิห้องประมาณ 20 h. และเทลงแม่พิมพ์แก้วที่สะอาด ปล่อยให้แห้งเพื่อให้ตัวทำละลายระเหยที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 h.

3.4.4 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง (PBS-CMF)

1) การทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) (UV-Vis spectrophotometer)

การเตรียมตัวอย่างทดสอบ

ทำการตัดวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ต้องการทดสอบให้มีขนาดพอดีกับภาชนะใส่ตัวอย่างโดยมีความกว้าง 1 cm. และความยาว 3 cm.

สภาวะการทดสอบ

ทำการทดสอบวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงโดยติดส่วนที่วัดขนาดและตัดไว้เข้ากับรูที่แสงส่องผ่านแล้วทำการทดสอบ

2) ศึกษาโครงสร้างทางเคมีด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)

นำตัวอย่างวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงวางบนหัวคริสตัลหลังจากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง FT-IR ที่ความยาวคลื่น 400 - 4,000 cm^{-1}

3) ศึกษาความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)

นำตัวอย่างวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงวางบนแผ่นเซลล์ (แผ่นกระจก) ขนาด 1 x 1 นิ้ว ปรับผิวหน้าให้เรียบ จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วย $\text{Cu K}\alpha$ radiation ($\lambda = 1.54 \text{ \AA}$) ซึ่งแรงดันไฟฟ้าที่ใช้เป็น 40 kV และกระแสที่ใช้ 30 mA ช่วงของการวิเคราะห์สแกนที่ 2θ จาก 5 - 80 องศา

4) ทดสอบเสถียรภาพทางความร้อนด้วยเทอร์โมกราฟีเมตริกอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA)

การเตรียมตัวอย่างทดสอบ

ทำการชั่งน้ำหนักวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ต้องการทดสอบโดยให้มีน้ำหนักประมาณ 5 - 10 mg. บรรจุสารตัวอย่างลงในภาชนะบรรจุสารตัวอย่าง (Pan) แล้วทำการทดสอบ

สภาวะการทดสอบ

ทำการทดสอบโดยให้ความร้อนกับตัวอย่างที่อุณหภูมิ 30 °C ถึง 600 °C โดยอัตราการให้ความร้อนกับตัวอย่างเป็น 10 °C/min ภายใต้อัตราการไหลของแก๊ส Nitrogen

5) ทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

การเตรียมตัวอย่างทดสอบ

ทำการชั่งน้ำหนักวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ต้องการทดสอบให้มีน้ำหนักประมาณ 5 - 10 mg. บรรจุลงในภาชนะบรรจุสารตัวอย่าง (Pan) จากนั้นทำการอัดแน่นด้วยเครื่องพิมพ์จนอากาศไม่สามารถเข้าไปได้ แล้วทำการทดสอบเปรียบเทียบกับภาชนะมาตรฐาน

สภาวะการทดสอบ

ทำการทดสอบภายใต้อัตราการไหลของแก๊ส Nitrogen ดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ตารางแสดงสภาวะการทดสอบเครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)

Step 1:	Heat	20 to 200 °C	heating rate	10 °C/min
Step 2:	Isothermal	200 °C	hold	3 min
Step 3:	cool	200 to 20 °C	heating rate	10 °C/min
Step 4:	Isothermal	20 °C	hold	3 min
Step 5:	Heat	20 to 200 °C	heating rate	10 °C/min

รักษาอุณหภูมิที่ 200 °C เป็นเวลา 3 min. เพื่อกำจัด Thermal history

6) ทดสอบสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength)

การเตรียมตัวอย่างทดสอบ

ทำการตัดวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ต้องการทดสอบให้มีขนาดกว้าง 3 cm. และยาว 10 cm.

สภาวะการทดสอบ

ทำการทดสอบวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงโดยใช้ Pneumatic Grip ในการจับชิ้นงาน โดยตั้งค่าอัตรา Preload 1 mm/min อัตราความเครียดเริ่มต้น 10 mm/mm.min

บทที่ 4

ผลและการวิเคราะห์ผลการดำเนินงาน

การเตรียมวัสดุคอมโพสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน โดยขั้นตอนที่หนึ่งเริ่มจากการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์ม ซึ่งจะประกอบกระบวนการฟอกสีกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลและกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด ทำการศึกษาสมบัติต่าง ๆ คือ สมบัติทางกายภาพ และสมบัติทางเคมี ขั้นตอนที่สองเป็นการเตรียมวัสดุคอมโพสิตโดยนำพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผสมกับเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียมได้ที่อัตราส่วน 1 3 และ 5 wt % จากนั้นทำการศึกษาสมบัติต่าง ๆ คือ สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางเคมี สมบัติทางความร้อน และสมบัติเชิงกลแสดงผลการวิเคราะห์ดังนี้

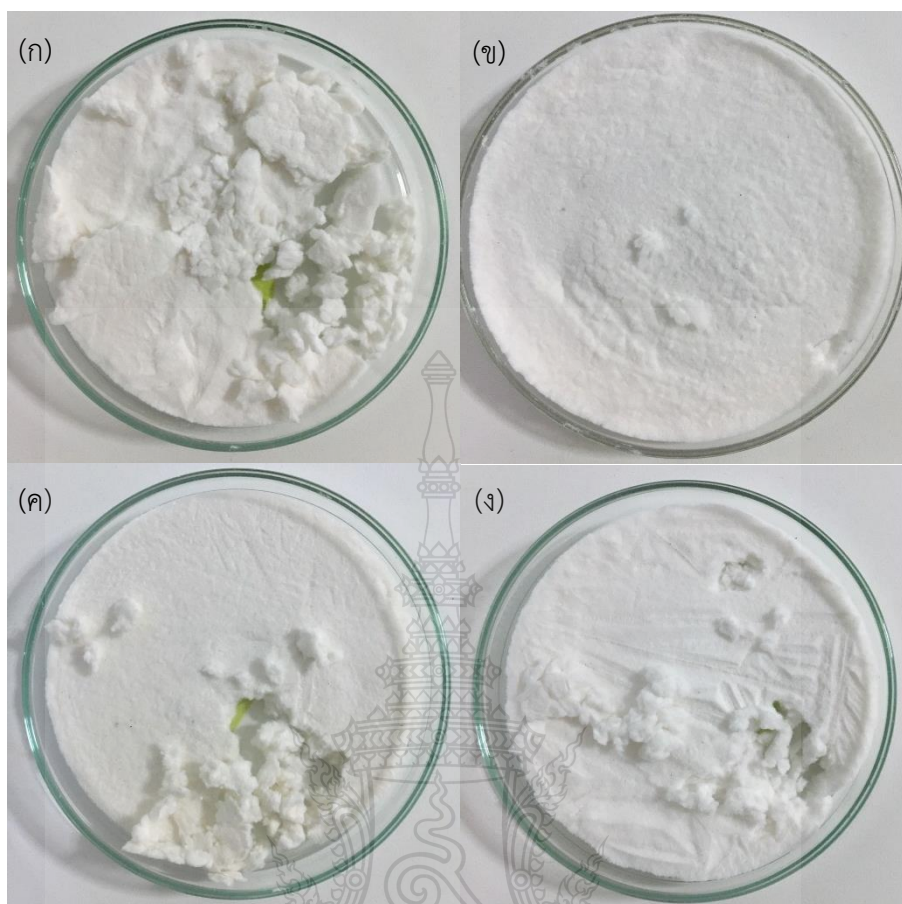
4.1 ผลการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์ม

4.1.1 ผลการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพของกากทะเลลายปาล์ม



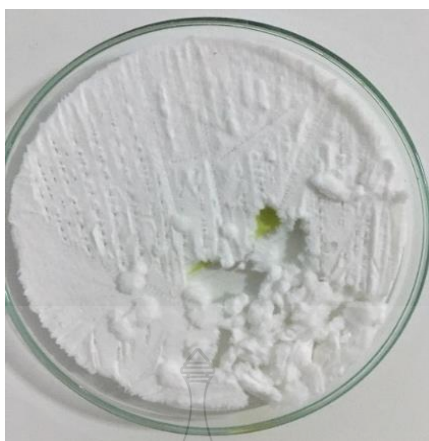
รูปที่ 4.1 กากทะเลลายปาล์ม

กากทะเลลายปาล์มจากบริษัท สุขสมบูรณ์ ที่เป็นวัตถุดิบหลัก รูปที่ 4.1 แสดงให้เห็นเส้นใยสีน้ำตาลเข้มที่มีความแข็ง มีดินและสิ่งสกปรกเจือปนอยู่ระหว่างเส้นใยเป็นจำนวนมาก จากการนำกากทะเลลายปาล์มมาอบและบดให้ละเอียด เมื่อนำไปผ่านกระบวนการฟอกสี และศึกษาผลของเวลาในการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสด้วยกระบวนการอัลคาไลน์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาการทดลองต่าง ๆ ได้แก่ 6, 12, 18 และ 24 h. และใช้สารละลายโพแทสเซียมไดออกไซด์ 5 wt% ได้เส้นใยไมโครเซลลูโลสดังรูปที่ 4.2



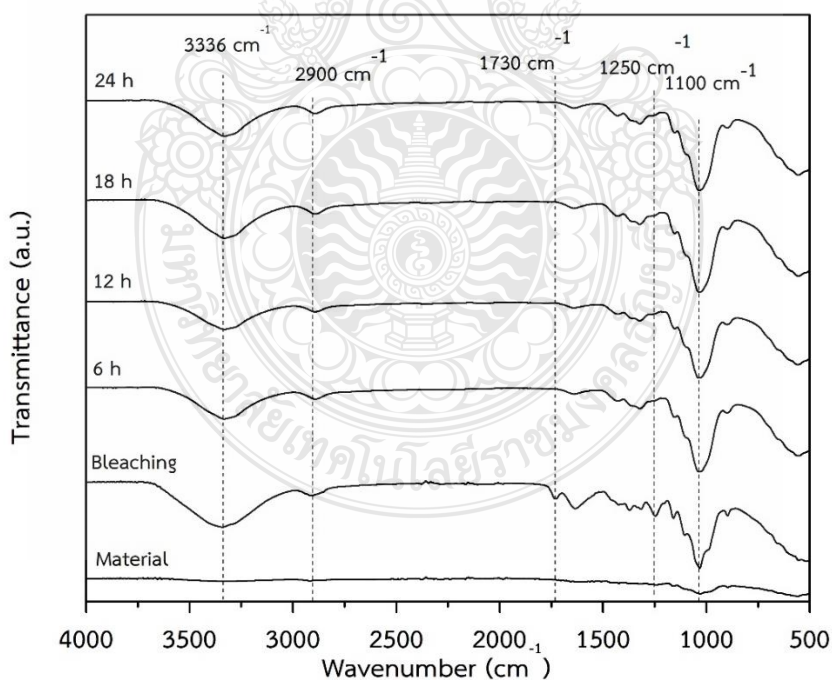
รูปที่ 4.2 เส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล ที่เวลาต่าง ๆ (ก) 6 h. (ข) 12 h. (ค) 18 h. (ง) 24 h.

จากรูป 4.2 แสดงให้เห็นว่ากระบวนการอัลคาไลน์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลสามารถลดขนาดของเส้นใยจากทะเลสาบปาล์มให้มีขนาดเล็กลงได้จนไม่สามารถมองเห็นเป็นเส้นใยได้ด้วยตาเปล่า เส้นใยที่ได้มีสีเปลี่ยนไปจากสีน้ำตาลเข้มเป็นสีขาวอมเหลือง และเมื่อเพิ่มเวลาในการอัลคาไลน์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลจะส่งผลให้เส้นใยที่ได้มีความขาวเพิ่มมากขึ้น โดยที่ลักษณะเส้นใยที่ได้มีการเกาะกลุ่มกันน้อยลงและขาวมากที่สุดที่เวลา 24 h. จากนั้นเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลา 24 h. มาทำการลดขนาดเส้นใยด้วยกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt% ดังรูป 4.3 พบว่าหลังจากผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดแล้วเส้นใยที่ได้มีสีขาวบริสุทธิ์ และลักษณะเส้นใยที่ได้มีการเกาะกลุ่มกันน้อยลง มีช่องว่างระหว่างเส้นใยมากขึ้น อาจสันนิษฐานได้ว่าเมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสแล้วเส้นใยที่ได้มีขนาดเล็กลงมากขึ้น



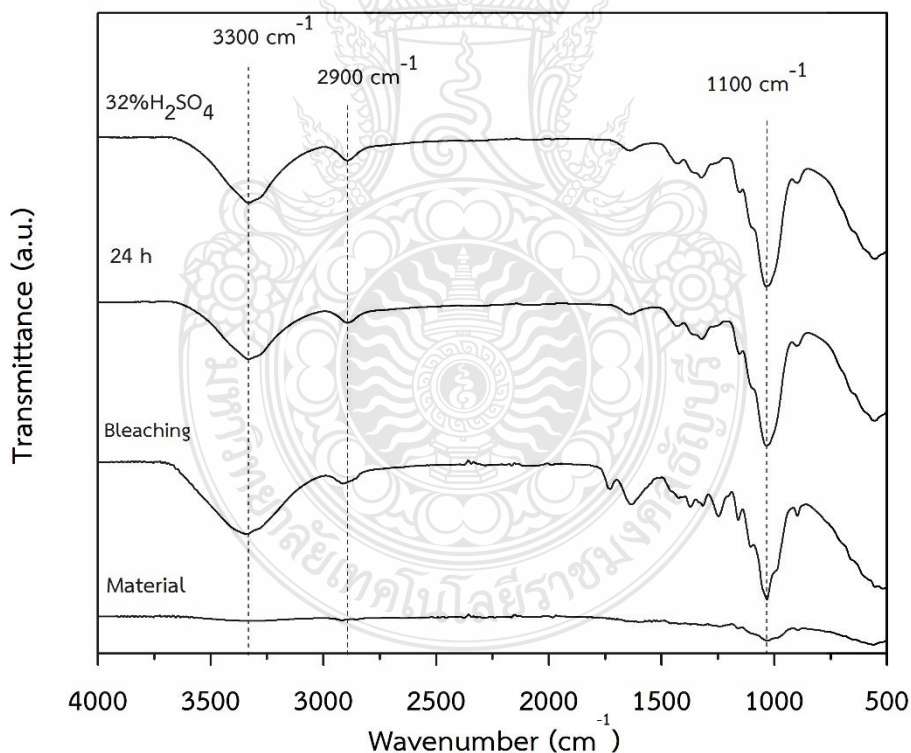
รูปที่ 4.3 เส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล ที่เวลา 24 h. และไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt%

4.1.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลาะลายปาล์ม ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรเมทรี (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)



รูปที่ 4.4 อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลาะลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ

ผลการศึกษากการเตรียมกากทะเลลายปาล์มด้วยกระบวนการฟอกสี (Bleaching Process) และกระบวนการอัลคาไลน์ (Alkali Process) ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาในการทดลองต่างๆ เพื่อกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสนั้น แล้วนำมาวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิค ATR-FTIR ดังรูปที่ 4.4 พบว่ากากทะเลลายปาล์มก่อนที่จะผ่านการเตรียม กากทะเลลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการฟอกสี รวมถึงกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล ปรากฏ พีคที่ 3336 และ 2900 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากการสั่นของพันธะ O-H Stretching และ C-H Stretching แสดงถึงโครงสร้างมีเส้นใยเซลลูโลส พีคที่ตำแหน่ง 1250 cm^{-1} แสดงตำแหน่งของลิกนิน และ 1730 cm^{-1} แสดงตำแหน่งของเฮมิเซลลูโลส [39-41] พบว่าพีคตำแหน่งนี้ค่อยๆหายไปหลังจากทะเลลายปาล์มผ่านการปรับสภาพกระบวนการอัลคาไลน์ (Alkali Process) ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลเนื่องจากการทำปฏิกิริยาภายใต้โพแทสเซียมไดออกไซด์ ความร้อนและความดันนั้นสามารถกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสออกไปได้ และเวลาที่เพิ่มขึ้นในกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล ยังแสดงให้เห็นว่า ที่เวลา 24 h. สามารถกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสได้ทั้งหมด



รูปที่ 4.5 อินฟราเรดสเปกตรัมของไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลและกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด

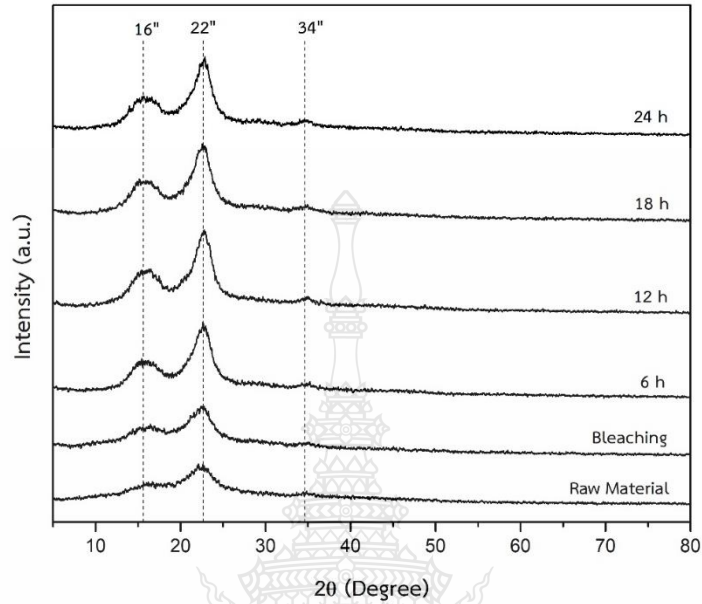
จากผลการปรับสภาพกระบวนการอัลคาไลน์ (Alkali Process) ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล ที่เวลา 24 h. นำมาผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด แสดงผลดังรูป 4.5 พบว่า พีคที่ 1100 cm^{-1} มีความลึกมากขึ้นแสดงให้เห็นการมีอยู่ของเซลลูโลสเด่นชัดมากขึ้น

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตร-เมทรี

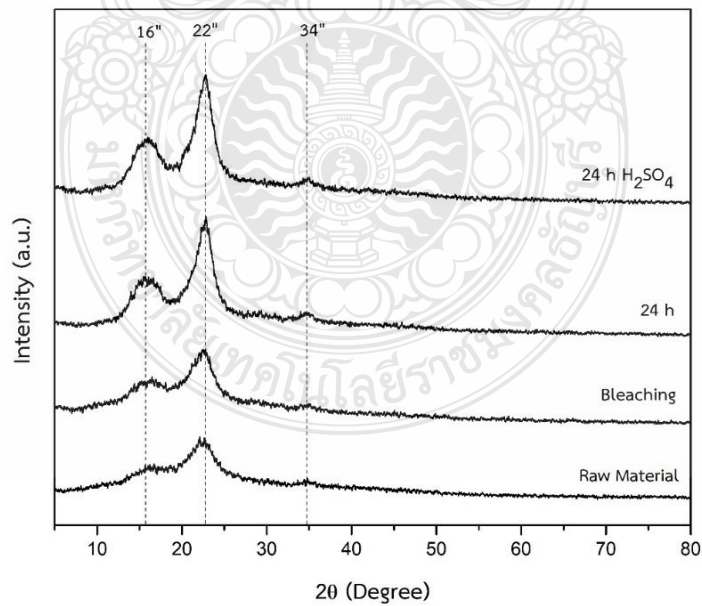
ตำแหน่ง (cm^{-1})	หมู่ฟังก์ชัน
3400 - 3500	-OH stretching
2900	CH_2 groups
1645	Water
1425	C_6 (aromatic ring) group
1100	C-O-C stretching
896	C-H (anomeric vibration)

จากรูปที่ 4.4 และ 4.5 สามารถวิเคราะห์และสรุปหมู่ฟังก์ชันได้ดังตารางที่ 4.1 ตำแหน่งที่ $3400 - 3500\text{ cm}^{-1}$ เกิดจากการสั่นของหมู่ -OH ตำแหน่ง 2900 เกิดจากการสั่นของ CH_2 [41-43] ตำแหน่ง 1645 cm^{-1} บ่งบอกถึงการดูดซับน้ำ ซึ่งเกิดจากการหมุน (Bending) ของโมเลกุลน้ำระหว่างจับกับโมเลกุลของเซลลูโลส [41, 44] ตำแหน่ง 1425 cm^{-1} เกี่ยวข้องกับโมเลกุลของไฮโดรเจนในโครงสร้างอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอน (C_6) [45] ตำแหน่ง 1100 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของ C-O-C stretching และที่ตำแหน่ง 896 cm^{-1} เกี่ยวข้องกับการสั่นของ C-H ในโมเลกุล β -glucosides (anomeric vibration) [39, 46] เป็นเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการฟอกสี (Bleaching Process) และกระบวนการอัลคาไลน์ (Alkali Process) ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาในการทดลองต่าง ๆ ได้แก่ 6, 12, 18 และ 24 h. พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้น พีคตำแหน่ง 1100 cm^{-1} มีความชัดเจนมากขึ้น ซึ่งเกิดจากการสั่นของพันธะ C-O-C stretching กล่าวคือกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลโดยการศึกษาผลของเวลาที่เพิ่มขึ้น สามารถกำจัดสิ่งเจือปน หรือองค์ประกอบอื่น ๆ ของกากทะเลาปาล์มได้มากขึ้น เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น [47] และการลดขนาดของเส้นใยที่ได้จากการกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลด้วยกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดยังทำให้พีคตำแหน่ง 1100 cm^{-1} มีความชัดเจนมากขึ้น และสามารถกำจัดสิ่งเจือปน หรือองค์ประกอบอื่น ๆ ได้ดียิ่งขึ้น

4.1.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเส้นใยไมโครเซลลูโลสด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโตเมทรี (X-ray Diffractometry, XRD)



รูปที่ 4.6 XRD pattern ของเส้นใยจากทะเลสาบปาล์มจากกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ



รูปที่ 4.7 XRD pattern ของเส้นใยจากทะเลสาบปาล์มจากกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลกับกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด

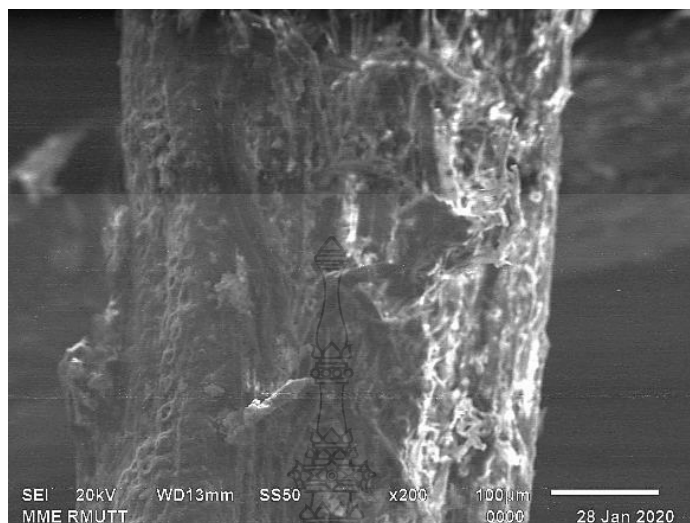
จากรูปที่ 4.6 และ 4.7 แสดง XRD pattern ของผลึกที่ค่า 2θ อยู่ที่ประมาณ 22° (002) และ พีคที่แสดงถึงลักษณะที่เป็นออสัณฐานมีค่า 2θ อยู่ที่ประมาณ 16° (-111) และ 32° (-231) ตามลำดับ จากผล XRD pattern นำมาคำนวณค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index, CrI) ด้วยสมการ 3.1 [48], [49] แสดงผลดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index, CrI) ของกากทะเลลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล	ค่าดัชนีความเป็นผลึก (%)
raw material	68.57
bleaching	73.45
6 h	76.01
12 h	79.39
18 h	81.17
24 h	84.68
24 h : acid hydrolysis 32%	87.63

โดยทั่วไปเซลลูโลสประกอบด้วยโครงสร้างที่เป็นผลึกและออสัณฐาน [50] โดยการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสด้วยกระบวนการฟอกสีและกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่างๆ นั้น ส่งผลให้ค่าดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index ; CrI) สูงขึ้นเมื่อเทียบกับกากทะเลลายปาล์มที่ยังไม่ได้ผ่านกระบวนการปรับสภาพและลดขนาด ดังตารางที่ 4.2 เนื่องจากกระบวนการฟอกสีด้วยโซเดียมคลอไรด์ร่วมกับกรดนั้นเป็นการกำจัดลิกนิน และกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลสามารถกำจัดเฮมิเซลลูโลสออกไป ทำให้เกิดการจัดเรียงโครงสร้างใหม่ของส่วนออสัณฐานในเซลลูโลส ส่งผลทำให้ค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงขึ้น [51] และเมื่อเพิ่มเวลาของกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล จาก 6, 12, 18 และ 24 h. พบว่าค่าดัชนีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นเป็น 76.01, 79.39, 81.17 และ 84.68 % ตามลำดับ และเมื่อนำเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ 24 h. มาผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดพบว่าค่าดัชนีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นจาก 84.68 เป็น 87.63 % เนื่องจากกระบวนการไฮโดรไลซิสนั้นนอกจากจะช่วยลดขนาดแล้ว ยังช่วยตัดส่วนที่ไม่เป็นผลึกออกส่งผลให้ค่าความเป็นผลึกที่แสดงออกมามีค่าเพิ่มขึ้น

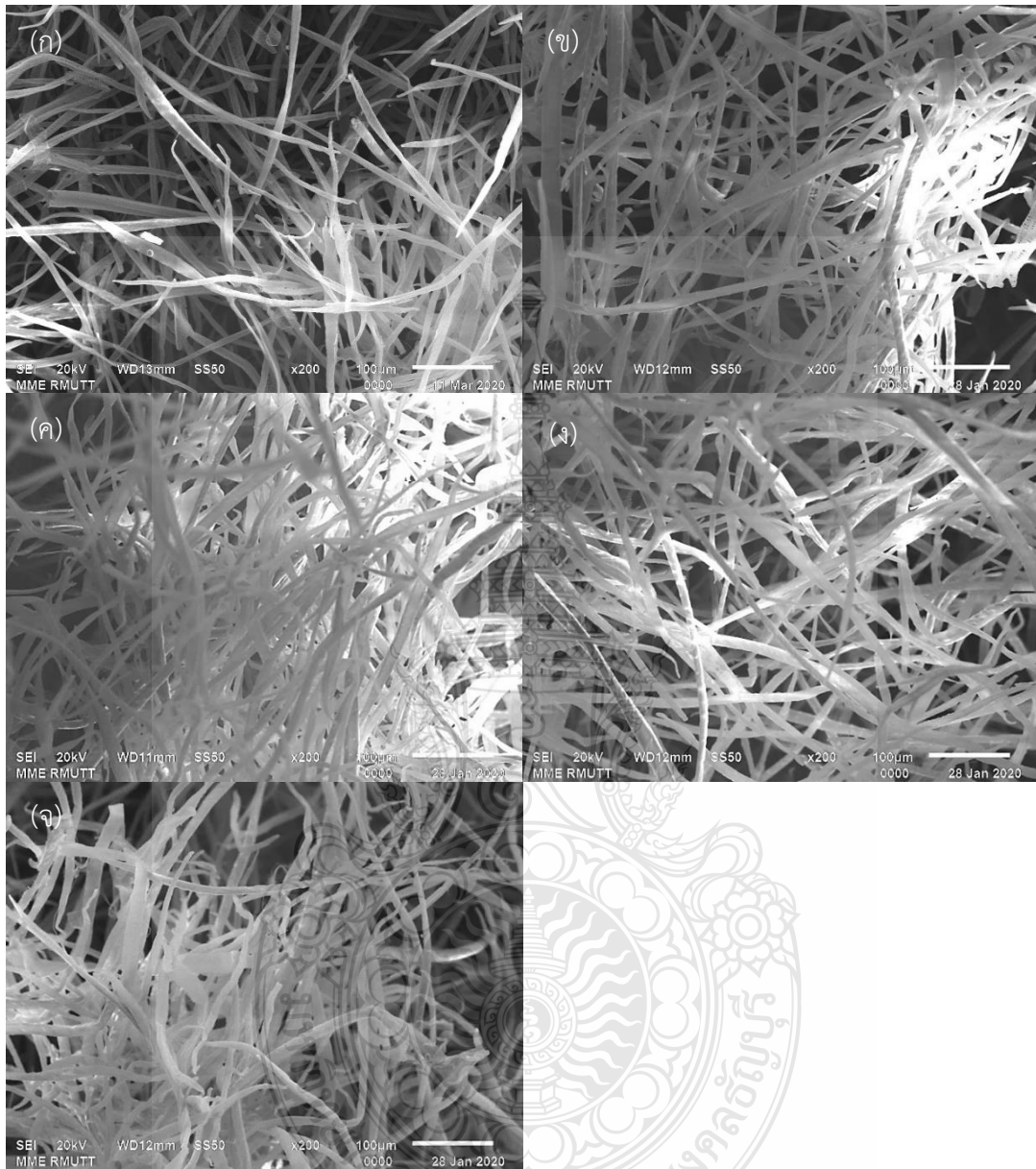
4.1.4 ผลลักษณะสัณฐานวิทยาเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์ม



รูปที่ 4.8 ลักษณะสัณฐานวิทยาของกากทะเลลายปาล์ม

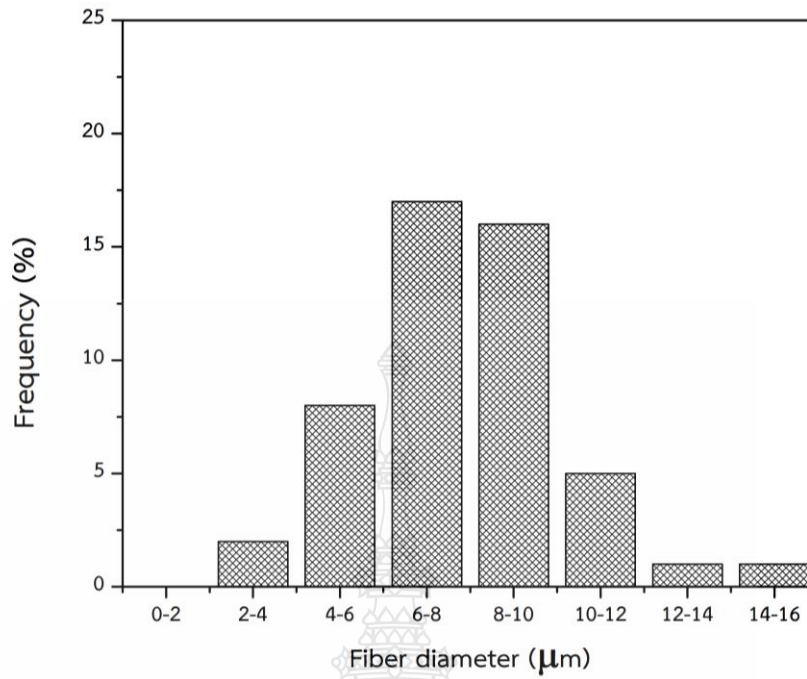
จากรูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาของกากทะเลลายปาล์มก่อนผ่านกระบวนการฟอกสีและกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่ากากทะเลลายปาล์มมีลักษณะเป็นเส้นใยยาวต่อเนื่องผิวขรุขระ และมีสิ่งสกปรกเกาะติดเส้นใยเป็นจำนวนมาก

จากรูปที่ 4.9 เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการฟอกสีและผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่างๆ ได้แก่ 6, 12, 18 และ 24 h. พบว่าเส้นใยมีขนาดเล็กลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับกากทะเลลายปาล์มที่ยังไม่ผ่านกระบวนการปรับสภาพและลดขนาด ลักษณะเส้นใยเป็นเส้นยาวแบบต่อเนื่อง เส้นใยมีการกระจายตัวแยกจากกันไม่จับตัวเป็นกลุ่มก้อน เนื่องจากกระบวนการฟอกสีด้วยโซเดียมคลอไรท์ร่วมกับกรดนั้นเป็นการกำจัดลิกนิน และกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลสามารถกำจัดเฮมิเซลลูโลสออกไป ทำให้เส้นใยมีขนาดเล็กลง [51] เมื่อเวลาในการทดลองด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลเพิ่มขึ้น ขนาดของเส้นใยมีการกระจายตัวมากขึ้น [47] และรูปที่ 4.9 (จ) ไฮโดรเทอร์มอล 24 h. ไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt% แสดงให้เห็นว่าการลดขนาดด้วยการไฮโดรไลซิสส่งผลให้เส้นใยที่ได้มีการกระจายตัวที่ดีขึ้น และลักษณะเส้นใยที่ได้มีขนาดสั้นลงและเล็กลงมากขึ้น

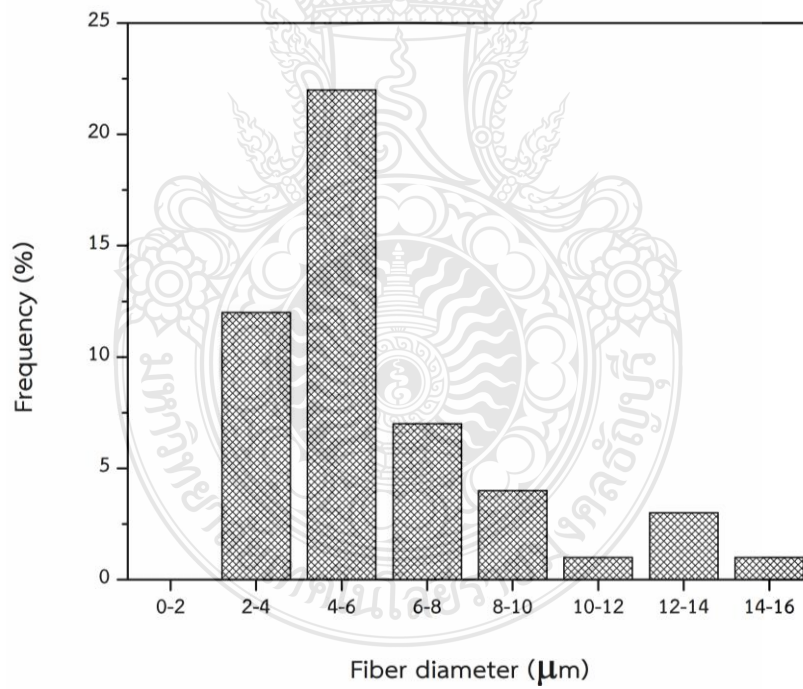


รูปที่ 4.9 ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มที่ผ่านกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลา (ก) 6 h. (ข) 12 h. (ค) 18 h. และ (ง) 24 h. และ (จ) ไฮโดรเทอร์มอล 24 h. ไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt%

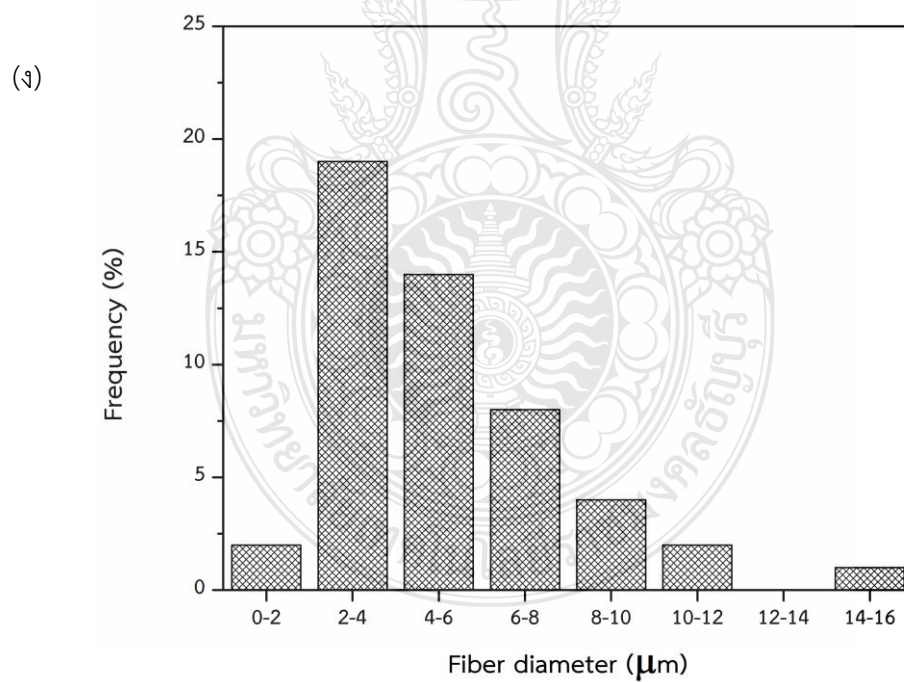
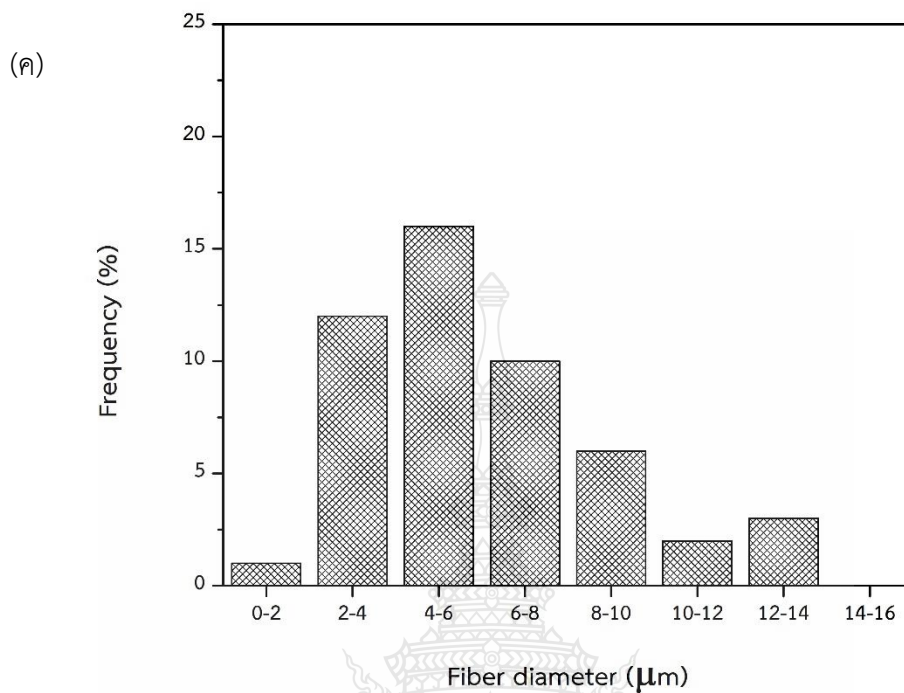
(ก)



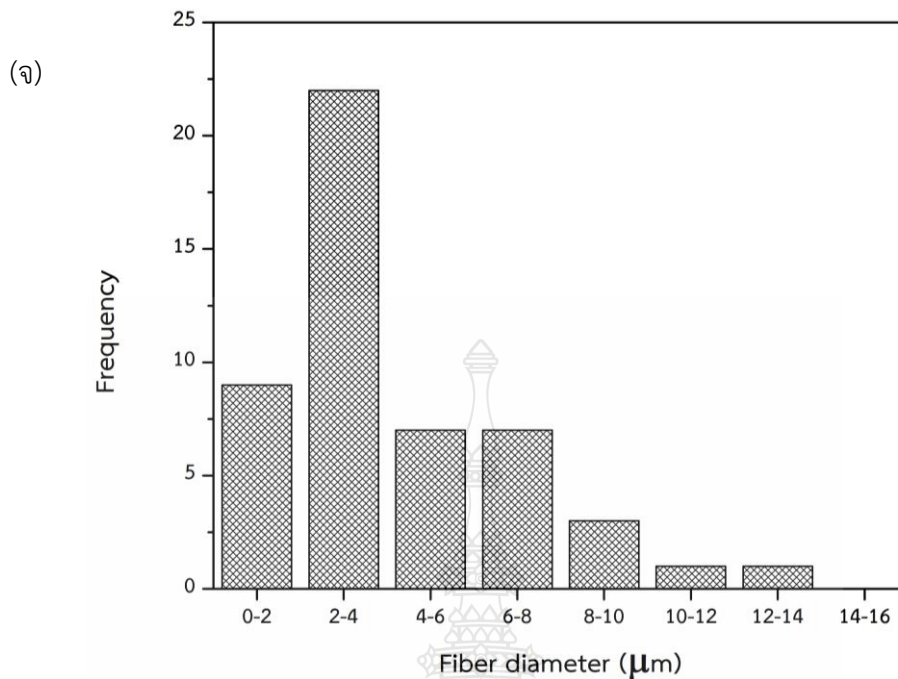
(ข)



รูปที่ 4.10 กราฟฮิสโตแกรมของเส้นผ่านศูนย์กลางของกระบวนการผลิตเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล (ก) 6 h. (ข) 12 h. (ค) 18 h. (ง) 24 h. และ (จ) ไฮโดรเทอร์มอล 24 h. ไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt%



รูปที่ 4.10 กราฟฮิสโตแกรมของเส้นผ่านศูนย์กลางของกระบวนการผลิตเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล (ก) 6 h. (ข) 12 h. (ค) 18 h. (ง) 24 h. และ (จ) ไฮโดรเทอร์มอล 24 h. ไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt% (ต่อ)

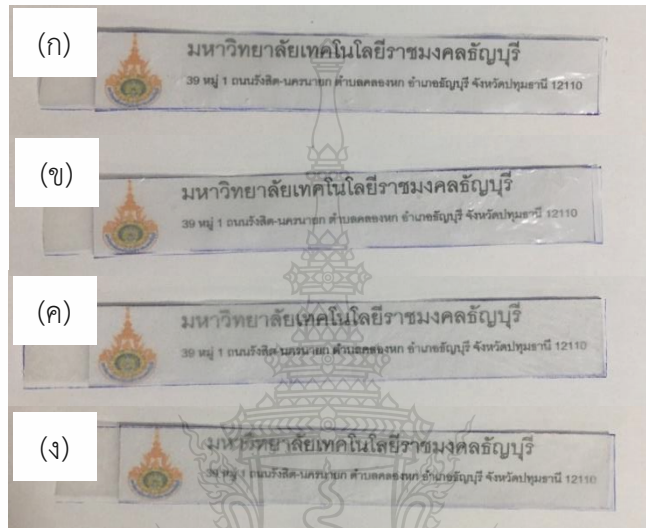


รูปที่ 4.10 กราฟฮิสโตแกรมของเส้นผ่านศูนย์กลางของกระบวนการผลิตเซลลูโลสไมโครไฟเบอร์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล (ก) 6 h. (ข) 12 h. (ค) 18 h. (ง) 24 h. และ (จ) ไฮโดรเทอร์มอล 24 h. ไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt% (ต่อ)

จากรูปที่ 4.10 แสดงการกระจายตัวของเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไมโครเซลลูโลสด้วยกระบวนการใช้เครื่องปฏิกรณ์ความร้อนที่อุณหภูมิ 6, 12, 18 และ 24 h. และ 24 h. ไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt% พบว่าที่ (ก) 6 h. เส้นใยโดยส่วนมากจะอยู่ในช่วง 6 - 10 ไมโครเมตร (ข) 12 h. เส้นใยโดยส่วนมากจะอยู่ในช่วง 2 - 8 ไมโครเมตร (ค) 18 h. เส้นใยโดยส่วนมากจะอยู่ในช่วง 2 - 8 ไมโครเมตร และ (ง) 24 h. เส้นใยโดยส่วนมากจะอยู่ในช่วง 2 - 6 ไมโครเมตร ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเมื่อใช้เวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลมากขึ้นจะทำให้ขนาดของเส้นใยเล็กลงและขนาดเส้นใยมีการกระจายตัวมากขึ้นในช่วง 0.1 - 6 ไมโครเมตร และ (จ) ไฮโดรเทอร์มอล 24 h. และไฮโดรไลซิสด้วยกรด 32 wt% เส้นใยโดยส่วนมากจะอยู่ในช่วง 0.1 - 4 ไมโครเมตร แสดงให้เห็นว่าเส้นใยมีขนาดเล็กและมีช่วงการกระจายตัวของเส้นใยที่ดีขึ้นเมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดแล้ว

4.2 การเตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

4.2.1 ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

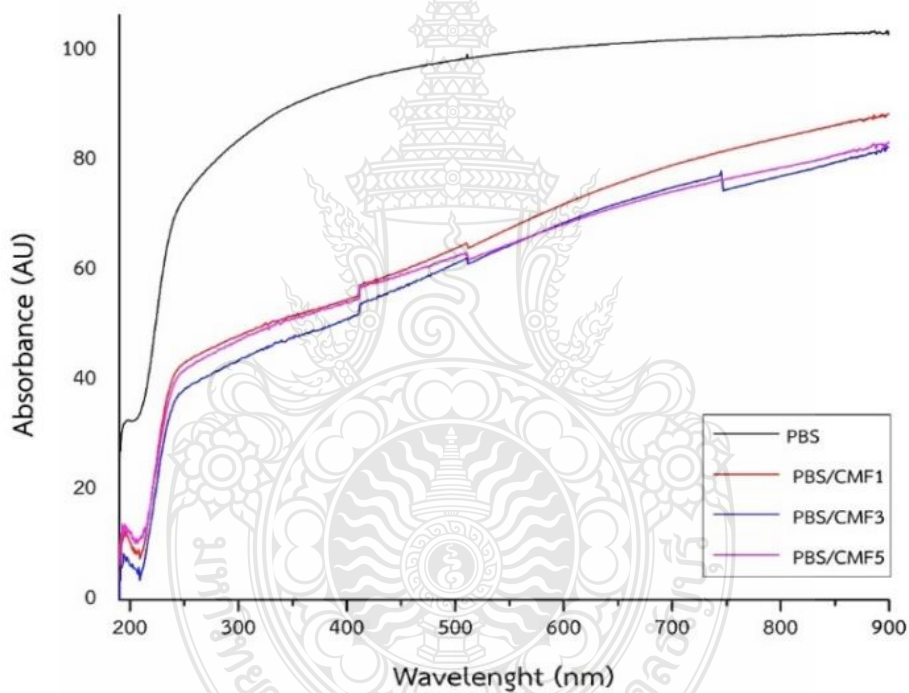


รูปที่ 4.11 ผลการเตรียมฟิล์มคอมโพสิต (ก) ฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ และฟิล์มคอมโพสิตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่อัตราส่วนต่าง ๆ กันคือ (ข) 1 Wt % (ค) 3 wt % และ (ง) 5 wt %

เมื่อเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลส (Cellulose microfibril, CMF) จากกากทะลายปาล์มด้วยกระบวนการต่าง ๆ ได้แก่ กระบวนการฟอกสี กระบวนการอัลคาไลน์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาการทดลองต่าง ๆ ได้แก่ 6, 12, 18 และ 24 h. ด้วยสารละลายโพแทสเซียมไดออกไซด์ 5 wt% และกระบวนการไฮโดรไลซิส และนำผลที่ดีที่สุดจากขั้นตอนการเตรียมไมโครเซลลูโลสคือ อัลคาไลน์โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลที่เวลา 24 h. และไฮโดรไลซิส 32 wt% จากนั้นนำมาเตรียมแผ่นฟิล์มคอมโพสิตด้วยกระบวนการหล่อขึ้นรูปโดยการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มในพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (Poly(butylene succinate), PBS) ที่ปริมาณ 1, 3 และ 5 wt % ผลการเตรียมฟิล์มคอมโพสิตแสดงจากรูป 4.11 พบว่า (ก) ผลการเตรียมฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ พบว่าลักษณะของชิ้นงานที่ได้มีสีขาวค่อนข้างขุ่น แต่ยังสามารถมองเห็นตัวหนังสือและภาพได้ชัดเจน และฟิล์มคอมโพสิตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่อัตราส่วน

ต่าง ๆ คือ (ข) 1 wt % (ค) 3 wt % และ (ง) 5 wt % ตามลำดับ เมื่อเพิ่มปริมาณของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เป็นสารเสริมแรงที่อัตราส่วนต่าง ๆ ในการเตรียมฟิล์มคอมโพสิตพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนตแล้วจะทำให้ฟิล์มคอมโพสิตที่ได้มีลักษณะเป็นสีขาวขุ่นเพิ่มมากขึ้น ทำให้ความสามารถในการมองเห็นตัวหนังสือและภาพลดลงตามลำดับการเพิ่มปริมาณเซลลูโลส ดังนั้นเมื่อปริมาณเซลลูโลสเพิ่มขึ้นจะทำให้ลักษณะทางกายภาพของฟิล์มคอมโพสิตที่ได้ขุ่นขึ้น

4.2.2 ผลการวิเคราะห์การทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) (UV-Vis spectrophotometer)

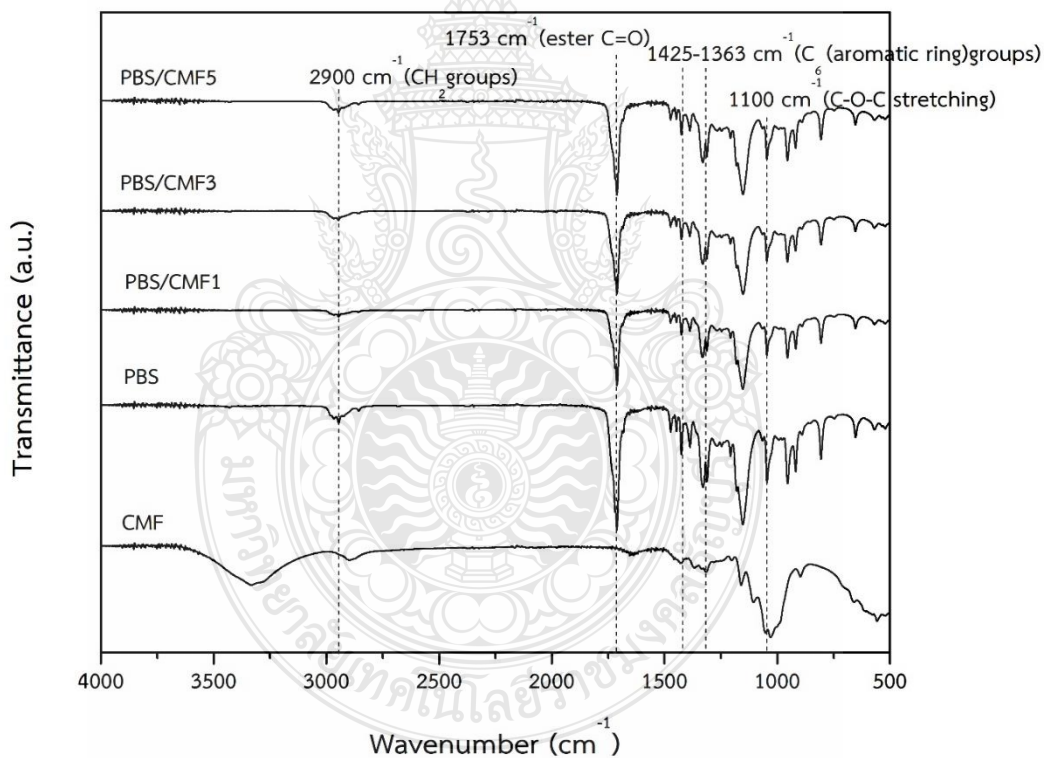


รูปที่ 4.12 ผลการทดสอบสมบัติการส่องผ่านแสงของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีของสารที่อยู่ในช่วง Ultra violet (UV) และ Visible (VIS) (UV-Vis spectrophotometer)

จากรูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นสมบัติการส่องผ่านแสงของฟิล์มพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนตและฟิล์มวัสดุคอมโพสิตจากพอลิ-บิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสาร

เสริมแรง 1, 3 และ 5 wt% ความโปร่งใสเชิงแสงและลักษณะที่ปรากฏของสเปกตรัมแสงที่มองเห็น (550 นาโนเมตร) คือ 95 %, 68 %, 60 % และ 60 % ตามลำดับ [52] ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสลงในพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตนั้นการส่องผ่านแสงของฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจะลดลงเป็นอย่างมาก เพราะไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มมีลักษณะที่เป็นผลึกมากกว่าพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีและผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกที่เมื่อเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสลงในพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตแล้วจะส่งผลให้สายโซ่ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตถูกขัดขวาง ทำให้มีส่วนของความเป็นอสัณฐานที่เพิ่มขึ้น และความเป็นผลึกที่ลดลง

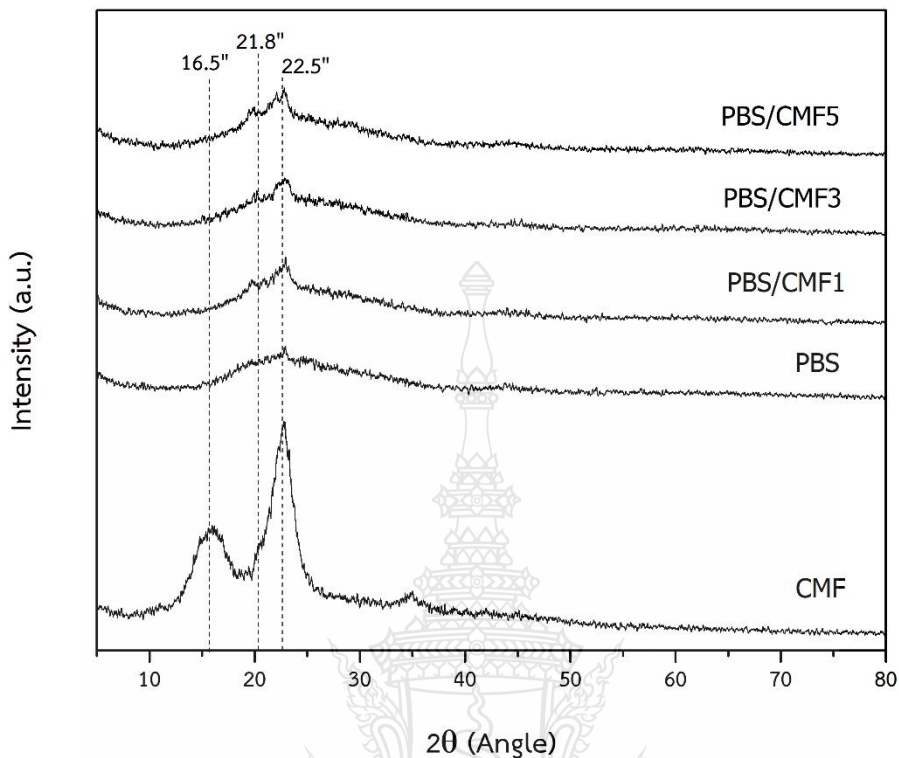
4.2.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer, FT-IR)



รูปที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ

รูปที่ 4.13 แสดงให้เห็นว่าพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต(Poly(butylene succinate), PBS) และวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลส(Cellulose microfibril, CMF) จากกากทะเลสาบปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ แสดงลักษณะพีคที่คล้ายกันหลายจุด แต่พีค $1,753\text{ cm}^{-1}$ ที่มีลักษณะเป็นกลุ่มเอสเทอร์ $\text{C}=\text{O}$ [53] ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าปฏิกิริยาระหว่างเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลสาบปาล์มและเมทริกซ์พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต อาจจะส่งผลกระทบต่อการกระจายตัวของกลุ่มเอสเทอร์ในพื้นที่ผลึกและอสัณฐานของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลสาบปาล์มเป็นสารเสริมแรง ส่วนใหญ่ $\text{C}=\text{O}$ เป็นส่วนประกอบที่เป็นอสัณฐานและอิสระอยู่ในพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ การเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลสาบปาล์มในปริมาณที่มากขึ้นในเมทริกซ์จะจำกัดการเคลื่อนที่ของโซ่พอลิเมอร์ซึ่งนำไปสู่การลดลงของอัตราส่วนของ $\text{C}=\text{O}$ ในวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลสาบปาล์มเป็นสารเสริมแรง ซึ่งสามารถสังเกตได้จากรูป 4.13 ที่พีค $1,753$ 1363 และ 1100 cm^{-1} ที่เมื่อเพิ่มปริมาณเซลลูโลสจาก 1 (PBS/CMF1) เป็น 3 (PBS/CMF3) และ 5 (PBS/CMF5) wt% ตามลำดับแล้ว พีคที่ปรากฏให้เห็นนั้นสั้นลงตามลำดับ จากการเพิ่มปริมาณเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลสาบปาล์มที่จำกัดการเคลื่อนที่ของส่วนประกอบ $\text{C}=\text{O}$ ในพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตนั้นอาจจะส่งผลให้ความเป็นผลึกลดลง และเนื่องจากการเติมปริมาณเซลลูโลสที่น้อยมาก ๆ อาจไม่ส่งผลใด ๆ กับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีองค์ประกอบทางเคมีคล้ายกัน สามารถยืนยันเรื่องความเป็นผลึกได้ด้วยผลจากการวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์

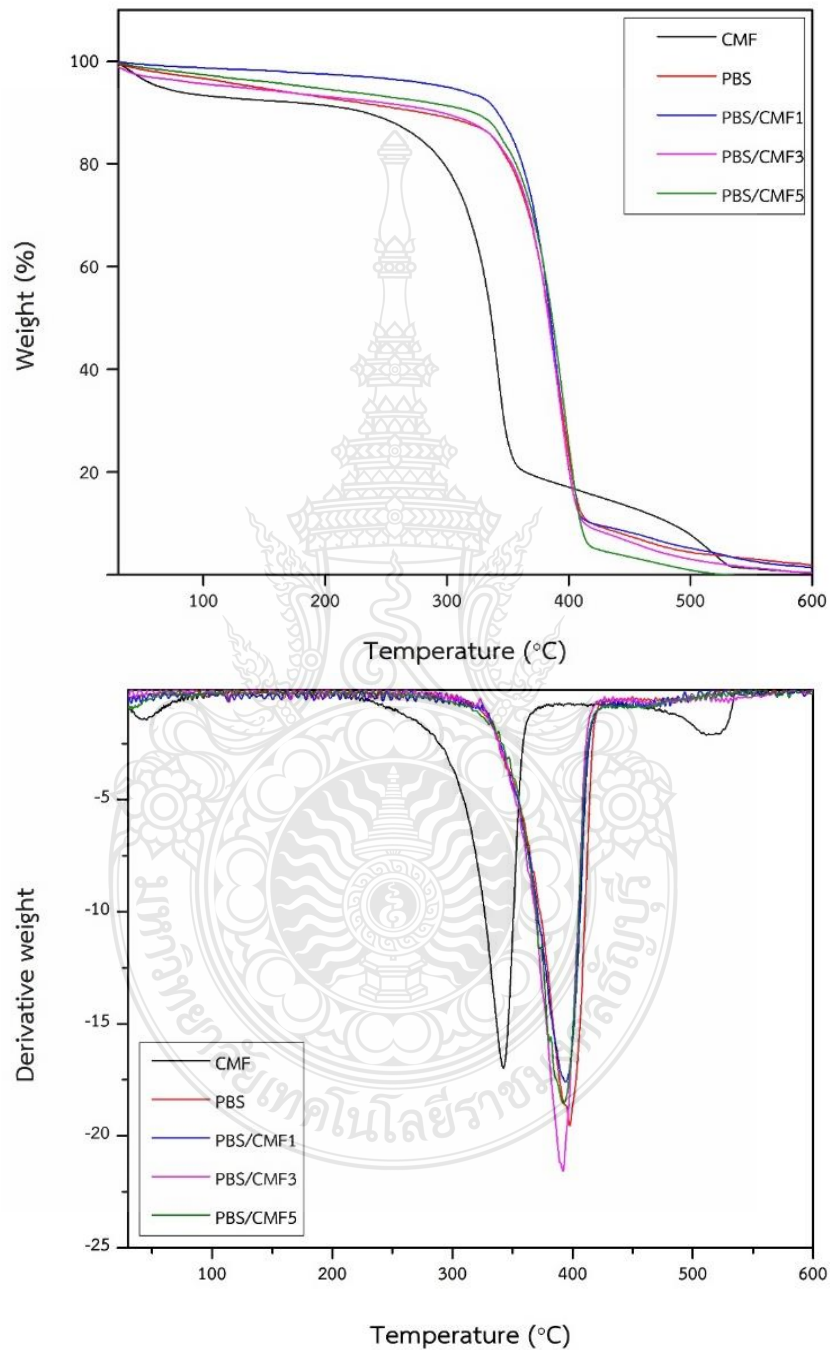
4.2.4 ผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลสาบปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD)



รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากกะลาปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ

จากรูปที่ 4.14 แสดงให้เห็นว่าพีคที่ 16.5° ของเส้นใยไมโครเซลลูโลสถูกกำหนดให้เป็นอสัณฐาน (Amorphous) [53] และพีคที่ 22.5° เป็นผลึก (Crystalline) สำหรับวัสดุคอมโพสิตจากพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากกะลาปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ แสดงจุดยอดพีคใหม่ซึ่งถูกกำหนดโดยลักษณะพีคของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากกะลาปาล์มแสดงให้เห็นว่าเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากกะลาปาล์มถูกไหลเข้าสู่เมทริกซ์พอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ได้สำเร็จ โดยพีคที่ 21.8° แสดงถึงการมีอยู่ของเส้นใยไมโครเซลลูโลสในเมทริกซ์ PBS จากตำแหน่งของจุดสูงสุดที่ 22.5° แสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงในส่วนของผลึก (Crystalline) น้อยมากซึ่งหมายความว่า การเพิ่มขึ้นของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากกะลาปาล์มที่ปริมาณต่าง ๆ แทบที่จะไม่ได้เปลี่ยนโครงสร้างผลึกของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิไวนิลิดีนฟลูออไรด์ และเมื่อเพิ่มปริมาณเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากกะลาปาล์มในปริมาณที่เพิ่มสูงขึ้น ยังส่งผลให้ยอดพีคที่ 21.8° และ 22.5° ของวัสดุคอมโพสิตมีค่าเพิ่มสูงขึ้น

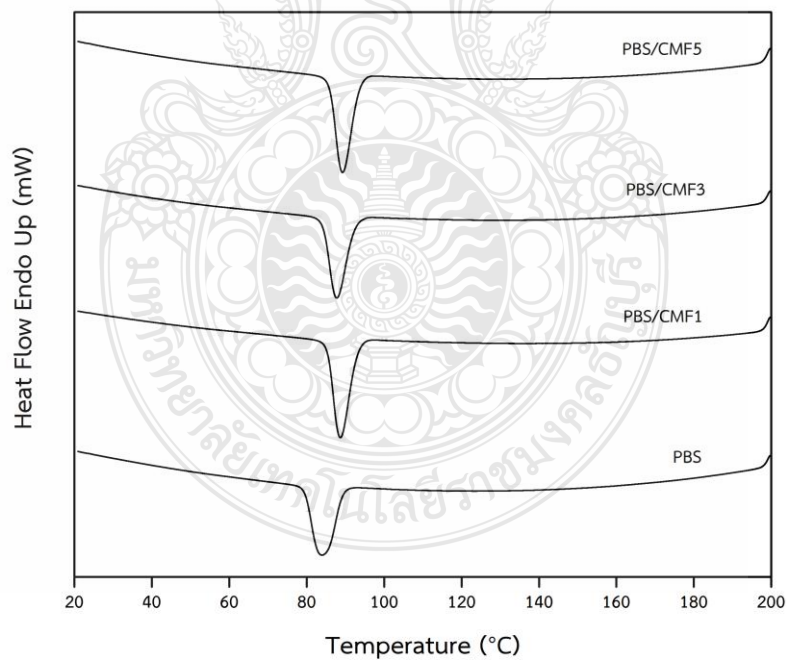
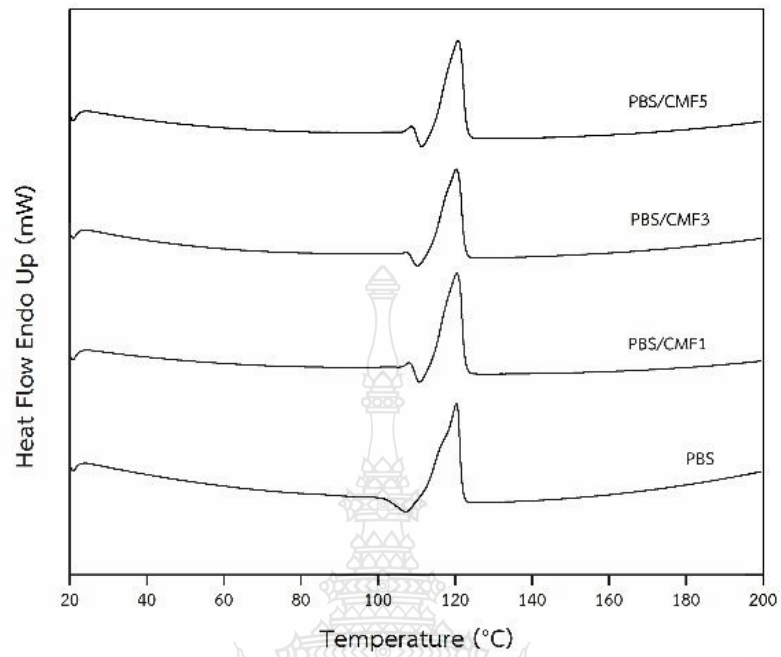
4.2.5 ผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซักซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเทอร์โมกราฟีเมตริกอนาไลซิส (Thermogravimetric Analysis, TGA)



รูปที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซักซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่อัตราส่วนต่าง ๆ

รูปที่ 4.15 เทอร์โมแกรมแสดงเสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่อัตราส่วนต่าง ๆ พบว่าการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มที่ปริมาณต่าง ๆ ส่งผลให้อุณหภูมิในการสลายตัวของวัสดุคอมโพสิตมีค่าเพิ่มสูงขึ้น การยับยั้งของอุณหภูมิการสลายตัวที่มีค่าสูงขึ้นแสดงให้เห็นว่าปฏิสัมพันธ์ระหว่างฟิลเลอร์กับเมทริกซ์พอลิเมอร์ดีขึ้น [54] จากเส้นโค้ง TGA และ DTG (รูปที่ 4.15) การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิในการสลายตัวของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่อัตราส่วนต่าง ๆ อาจเนื่องมาจากเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่มีความเป็นผลึกในปริมาณที่สูง มีคุณสมบัติทนต่อความร้อน เมื่อรวมเข้ากับเมทริกซ์พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจะช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ให้เพิ่มสูงขึ้น โดยการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ 1 wt % มีผลทำให้อุณหภูมิเสถียรภาพทางความร้อนเพิ่มสูงขึ้นมากกว่าพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ แต่เมื่อเพิ่มปริมาณเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็น 3 และ 5 wt % ส่งผลให้เสถียรภาพทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตลดลงมาใกล้เคียงกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์เนื่องจากการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มในปริมาณที่เพิ่มสูงขึ้นจะทำให้เกิดการรวมตัวกันเป็นกระจุก (Accumulation) [34,37] ของเส้นใยที่อยู่ในวัสดุคอมโพสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ส่งผลทำให้สายโซ่ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตถูกขัดขวางและเกิดการรวมตัวกันที่ไม่ดีของส่วนเมทริกซ์และส่วนเสริมแรง ทำให้อุณหภูมิในการสลายตัวของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงมีค่าลดลง

4.2.6 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงด้วยเทคนิคดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (Differential Scanning Calorimeter, DSC)



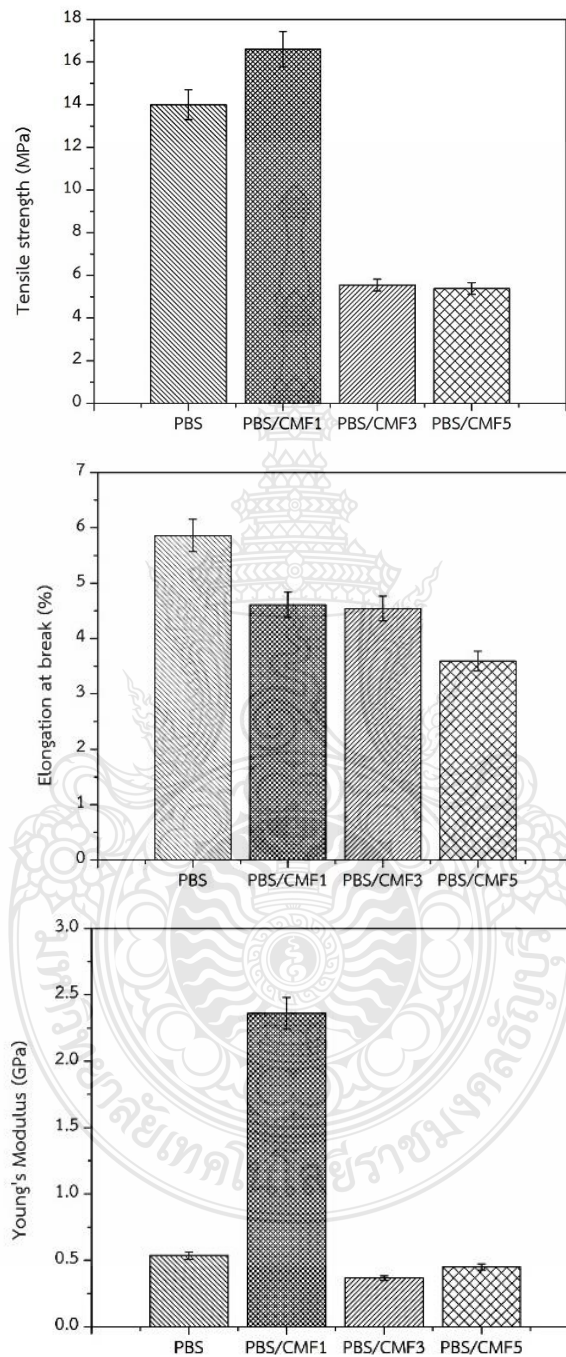
รูปที่ 4.16 เทอร์โมแกรมของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิวิทาลินซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ

ตารางที่ 4.3 ผลสมบัติทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคดีพีเพอร์เรนเซียลสแกนนิ่งแคลอริเมทรี

Sample	T_m (°C)	T_c (°C)	ΔH_m (J/g)	ΔH_c (J/g)	X_c (%)
PBS	120.35	83.94	69.63	57.98	63.12
PBS/CMF1	120.37	88.63	62.47	57.90	56.63
PBS/CMF3	120.28	88.75	59.24	55.30	53.70
PBS/CMF5	120.72	89.17	57.59	55.54	52.21

จากรูปที่ 4.16 เทอร์โมแกรมและตารางที่ 4.3 แสดงสมบัติทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ พบว่าการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงในวัสดุคอมโพสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิการหลอมเหลวเมื่อเทียบกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ แต่ส่งผลต่ออุณหภูมิการเกิดผลึก เพราะเมื่อเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มที่ใช้เป็นสารเสริมแรงในปริมาณที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้อุณหภูมิในการเกิดผลึกของวัสดุคอมโพสิตนั้นสูงขึ้น โดยที่อุณหภูมิในการเกิดผลึกที่เพิ่มสูงขึ้นจะทำให้ความเป็นผลึกของวัสดุคอมโพสิตมีค่าลดลงเป็น 56.63 53.70 และ 52.21 % ตามลำดับ เมื่อเทียบกับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ที่ 63.12 % จะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มปริมาณไมโครเซลลูโลสค่าความเป็นผลึกลดลงเป็นอย่างมาก เนื่องจากเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มที่เติมลงในวัสดุคอมโพสิตได้ขัดขวางการเกิดผลึกขณะที่พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตกำลังเย็นตัวลง [55] สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ความเป็นผลึกและผลการวิเคราะห์เสถียรภาพทางความร้อนที่เมื่อเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสลงไป ในพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตแล้วจะทำให้เกิดการรวมตัวกันเป็นกระจุก (Accumulation) [34,37] ของเส้นใยที่อยู่ในวัสดุคอมโพสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ส่งผลให้สายโซ่ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตถูกขัดขวางทำให้มีส่วนของความเป็นอสัณฐานที่เพิ่มขึ้น และความเป็นผลึกที่ลดลง แต่อาจส่งผลให้วัสดุคอมโพสิตที่เติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มที่ปริมาณต่าง ๆ มีความยืดหยุ่นสูงขึ้นได้

4.2.7 ผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง



รูปที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

รูปที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง พบว่าผลกระทบของการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสต่อคุณสมบัติแรงดึงของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์เกิดขึ้นทั้งในด้านความต้านทานแรงดึงและการยืดตัวเมื่อขาด โดยที่ความต้านทานแรงดึงของวัสดุคอมโพสิตได้รับการปรับปรุงด้วยการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ 1 wt % ก่อนที่จะลดลงเมื่อเติมปริมาณเส้นใยไมโครเซลลูโลสสูงขึ้น การปรับปรุงนี้เป็นผลมาจากการกระจายตัวและความแข็งแรงที่ีระหว่างฟิลเลอร์และเมทริกซ์โพลีเมอร์ ดังนั้นปฏิสัมพันธ์ของฟิลเลอร์ – เมทริกซ์จึงทำให้เกิดการยึดเกาะระหว่างเส้นใยไมโครเซลลูโลสและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ความเครียดจะถูกถ่ายโอนไปยังฟิลเลอร์ซึ่งจะปรับปรุงความต้านทานต่อแรงดึง ส่งผลให้มีประสิทธิภาพเพิ่มมากขึ้น [34] สำหรับตัวอย่างที่เติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสมากกว่า 3 wt% ความต้านทานต่อแรงดึงของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงลดลงถึง 70 % ความต้านทานแรงดึงที่ลดลงนี้เกิดจากการรวมตัวกันเป็นกระจุก (Accumulation) [34,37] ของเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่อยู่ในวัสดุคอมโพสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต การรวมตัวเป็นวัสดุคอมโพสิตสามารถเป็นจุดรวมศูนย์ความเค้นและลดปฏิสัมพันธ์ของพื้นที่ผิวระหว่างเส้นใยไมโครเซลลูโลสและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตซึ่งนำไปสู่การลดความต้านทานต่อแรงดึง ความแข็งแรงของวัสดุคอมโพสิต

ในทางกลับกันการยืดตัวเมื่อขาด (Elongation at break, E_b) ของวัสดุคอมโพสิตลดลงอย่างมากเมื่อเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสในเมทริกซ์พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ดังรูปที่ 4.17 และค่า Elongation at break มีค่าลดลงเรื่อย ๆ เมื่อปริมาณการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสเพิ่มขึ้น จะทำให้พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเปราะมากขึ้น โดยที่เส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ถูกเติมจะเข้าไปจำกัดการเคลื่อนที่ของโซ่ปล้องของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตในระหว่างการทดสอบแรงดึง นอกจากนี้ยังได้รับผลกระทบจากสัดส่วนของการกระจายตัวของเส้นใยไมโครเซลลูโลสและปฏิสัมพันธ์ระหว่างฟิลเลอร์และเมทริกซ์ที่เมื่อเพิ่มปริมาณฟิลเลอร์ในปริมาณที่เพิ่มสูงขึ้นจะส่งผลให้เกิดการรวมตัวกันเป็นกระจุก (Accumulation) ของเส้นใยไมโครเซลลูโลสได้ง่ายขึ้น

โมดูลัสของยัง (Young's modulus) ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มที่ 1 wt% ดังรูปที่ 4.17 ซึ่งการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มให้ผลดีต่อวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง การเพิ่มขึ้นของโมดูลัสของยัง (Young's modulus) เมื่อโหลดฟิลเลอร์เพิ่มขึ้นสามารถอธิบายได้จากผลการแข็งตัวที่เพิ่มขึ้นจากฟิลเลอร์ซึ่งเป็นลักษณะทั่วไปของฟิลเลอร์ / โพลีเมอร์คอมโพสิต นอกจากนี้ดัชนีความเป็นผลึกที่สูงของเส้นใยไมโครเซลลูโลสยังเป็นสาเหตุที่ทำให้ Young's modulus

เพิ่มขึ้น แต่ค่า Young's modulus จะลดลงเมื่อปริมาณเส้นใยไมโครเซลลูโลสมากกว่า 1 wt% เนื่องจากได้รับผลกระทบจากสัดส่วนของการกระจายตัวของเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ไม่สม่ำเสมอจึงทำให้ได้ปฏิสัมพันธ์ระหว่างฟิลเลอร์และเมทริกซ์ที่ไม่ดี [34] และนอกจากนี้ การรวมตัวกันเป็นกระจุก (Accumulation) [34,37] จากการเติมปริมาณเซลลูโลสที่มากกว่า 1 wt% ยังส่งผลให้การจัดเรียงตัวของพอลิบิวทิลีนซีซีเนตในวัสดุคอมโพสิตถูกขัดขวางจึงส่งผลให้โมดูลัสของยัง (Young's modulus) มีค่าลดลง



บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

ผลการศึกษาการเตรียมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์ม ด้วยกระบวนการฟอกสี และกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ จากนั้นเตรียมวัสดุคอมโพสิตระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่เติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มที่เตรียมได้เป็นสารเสริมแรงโดยขึ้นรูปด้วยกระบวนการขึ้นรูปด้วยการหล่อและทำการศึกษาสมบัติต่าง ๆ ซึ่งสามารถสรุปการทดลองได้ดังนี้

5.1 สรุปผลการทดลอง

5.1.1 เส้นใยไมโครเซลลูโลสสามารถเตรียมได้จากกระบวนการฟอกสีด้วยโซเดียมคลอไรท์ ร่วมกับกรด และกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 90 °C ร่วมกับโพแทสเซียมไดออกไซด์ 5 wt% ที่เวลา 6, 12, 18 และ 24 h.

สมบัติทางกายภาพ แสดงลักษณะเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่เตรียมได้มีสีขาว ลักษณะเส้นใยมีขนาดเล็กมากเมื่อสังเกตด้วยตาเปล่า และจากการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของกากทะลายปาล์มพบว่าเส้นใยมีขนาดเล็กกลองอย่างเห็นได้ชัด เนื่องจากลิกนินและเฮมิเซลลูโลสถูกกำจัดออกไป และเมื่อเพิ่มเวลาในกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลรวมถึงการทำไฮโดรไลซิสส่งผลให้ลักษณะสัณฐานวิทยาของเส้นใยไมโครเซลลูโลสมีขนาดเล็กกลอง และมีการกระจายตัวมากขึ้นในช่วง 0.1 - 4 ไมโครเมตร

สมบัติทางเคมี จากอินฟราเรดสเปกตรัมแสดงให้เห็นว่ากระบวนการฟอกสี และกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลสามารถกำจัดลิกนินและเฮมิเซลลูโลสได้ และเมื่อเพิ่มเวลาของกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลร่วมกับกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด พบการสั่นของพันธะ C-O-C stretching ที่บ่งบอกถึงการมีอยู่ของเซลลูโลสที่ชัดเจนขึ้น ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกพบว่าเมื่อเพิ่มเวลาของกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล ค่าดัชนีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นเป็น 76.01, 79.39, 81.17 และ 84.68 % ตามลำดับ เนื่องจากลิกนินและเฮมิเซลลูโลสที่ถูกกำจัดออกไป ทำให้เกิดการจัดเรียงโครงสร้างใหม่ของส่วนอสัณฐานในเซลลูโลส ทำให้ค่าดัชนีความเป็นผลึกสูงขึ้นและเมื่อนำเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ได้จาก

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่ 24 h. มาผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดพบว่าค่าดัชนีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นจาก 84.68 เป็น 87.63 %

5.1.2 ผลการศึกษาการเตรียมวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เตรียม (1, 3 และ 5 wt%) ได้จากกระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอล 24 h. และผ่านการลดขนาดด้วยกระบวนการไฮโดรไลซิสเป็นสารเสริมแรง

สมบัติทางกายภาพ แสดงลักษณะของชิ้นงานที่ได้มีสีขาวค่อนข้างขุ่น เมื่อเพิ่มปริมาณของเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มส่งผลให้ฟิล์มคอมโพสิตที่ได้มีลักษณะขุ่นเพิ่มมากขึ้น การส่องผ่านของแสงลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณของเส้นใยไมโครเซลลูโลส

สมบัติทางเคมี ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีพบว่าการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มลงในเมทริกซ์พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตไม่ส่งผลกระทบต่อ ๑ ต่อวัสดุคอมโพสิตที่เตรียมได้ เนื่องจากปริมาณการเติมที่น้อยมาก ๑

สมบัติทางความร้อน การเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ 1 wt% ส่งผลให้อุณหภูมิในการสลายตัวของวัสดุคอมโพสิตมีค่าเพิ่มขึ้น อาจเนื่องมาจากเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่มีความเป็นผลึกในปริมาณที่สูง มีคุณสมบัติทนต่อความร้อน เมื่อรวมเข้ากับเมทริกซ์ PBS จะช่วยเพิ่มเสถียรภาพทางความร้อนของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ให้เพิ่มสูงขึ้น สมบัติทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิต เมื่อเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสในปริมาณที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้อุณหภูมิในการเกิดผลึกของวัสดุคอมโพสิตนั้นสูงขึ้น โดยจะทำให้ความเป็นผลึกของวัสดุคอมโพสิตมีค่าลดลงตามลำดับ เนื่องจากเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มที่เติมลงในวัสดุคอมโพสิตได้ขัดขวางการเกิดผลึกขณะที่พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตกำลังเย็นตัวลง

สมบัติเชิงกล ผลการวิเคราะห์ความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ได้รับการปรับปรุงด้วยการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ 1 wt% การปรับปรุงนี้เป็นผลมาจากการกระจายตัวและความแข็งแรงที่ดีระหว่างฟิลเลอร์และโพลีเมอร์เมทริกซ์ ความเครียดจะถูกถ่ายโอนไปยังฟิลเลอร์ซึ่งปรับปรุงความต้านทานแรงดึงส่งผลให้มีประสิทธิภาพเพิ่มมากขึ้น ก่อนที่จะลดลงเมื่อเติมปริมาณเส้นใยไมโครเซลลูโลสสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการรวมตัวกันเป็นกระจุก (Accumulation) ของเส้นใยไมโครเซลลูโลส ค่า Elongation at break มีค่าลดลง เพราะเมื่อเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสเพิ่มขึ้นพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตจะเปราะมากขึ้น โมดูลัสของยัง (Young's modulus) มีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ 1 wt% เนื่องจากการแข็งตัวที่เพิ่มขึ้นจากฟิลเลอร์ซึ่งเป็นลักษณะทั่วไปของฟิลเลอร์ / พอลิเมอร์คอมโพสิต นอกจากนี้ดัชนีความเป็นผลึกที่สูงของเส้นใยไมโครเซลลูโลสยังเป็นสาเหตุที่ทำให้โมดูลัส

ของยัง (Young's modulus) สูงขึ้น ดังนั้นการเติมเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ 1 wt% จะช่วยปรับปรุงให้สมบัติทางความร้อน และสมบัติเชิงกลมีคุณสมบัติที่สูงขึ้น

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ศึกษาการผลิตบรรจุภัณฑ์จากวัสดุคอมโพสิตที่ใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์ม เป็นสารเสริมแรง

5.2.2 ศึกษาการย่อยสลายทางชีวภาพของวัสดุคอมโพสิตที่เตรียมได้ เมื่อใช้พอลิเอทิลีนซี-ซีเนตซึ่งเป็นพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพที่เติมเส้นใยธรรมชาติอย่างเส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง



บรรณานุกรม

- [1] ภาคใต้พันธุ์ปาล์ม. การปลูกปาล์มน้ำมัน. สืบค้นจาก http://paktaipunpalm.com/main/index.php?option=com_content&view=article&id=7&Itemid=8
- [2] ธีระพงศ์ จันทนิยม และอัจฉรา เฟื่องหนู. คณะทรัพยากรธรรมชาติ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. การผลิตปุ๋ยหมักจากวัสดุเศษเหลือในโรงงานสกัดน้ำมันปาล์ม. สืบค้นจาก http://www.yangpalm.com/2017/05/blog-post_15.html
- [3] คลังข้อมูลสารสนเทศระดับภูมิภาค (ภาคใต้) สำนักงานพัฒนาการวิจัยการเกษตร. ปาล์มน้ำมัน Oil palm. สืบค้นจาก <http://www.arda.or.th/kasetinfo/south/palm/used/01-02.php>
- [4] ธีรณัฐสิน วิญญูประสิทธิ์ ยุราพร สหัสกุล และน้ำผึ้ง รุ่งเรือง (2560). วารสารพิษวิทยาไทย. นาโนเซลลูโลส : การประยุกต์ใช้ในอาหารและความปลอดภัยอาหาร (น. 69-71).
- [5] Rehspringer J.L., Poix P. and Bernier J.C. (1986). J. Non, Cryst Solids. Vol. 82 : **Synthesis of glass precursor BaOTiO₂.nH₂O by gel processing** (pp. 286-292).
- [6] Material selection e-library. พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (POLYBUTYLENE SUCCINATE : PBS). สืบค้นจาก <http://asp.plastics.or.th:8001/ArticleKnowledgeListDetail.aspx?id=60>
- [7] เซลลูโลส (Cellulose) มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ. โครงการเพิ่มศักยภาพฐานข้อมูลอุตสาหกรรมฐานชีวภาพ. 32 **รายละเอียดข้อมูลสารเคมีชีวภาพประเภทเซลลูโลส (Cellulose)** (น. 1-2).
- [8] การผลิตเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากไม้ยางพารา. **ลักษณะทั่วไปของนาโนเซลลูโลส**. สืบค้นจาก http://rubber.oie.go.th/box/ELib_Document/3792
- [9] Rahimi Kord Sofla M., Brown R.J., Tsuzuki T. and Rainey T.J. (2016). Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology. vol. 7 : **A comparison of cellulose nanocrystals and cellulose nanofibres extracted from bagasse using acid and ball milling methods** (pp. 3).
- [10] Tuukkanen S., Rajala S. (2018). Organic and Inorganic Materials and Applications. **Nanocellulose as a Piezoelectric Material** (pp. 2).
- [11] Shashi D.B. (2011). Science and Culture, vol. 77 (11–12) : **BIODEGRADABLE POLYMER: THE PROMISES AND THE PROBLEMS** (pp. 466-470).

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [12] ฉัญฉุณลิน วิญญูประสิทธิ์ และคณะ (2560). วารสารพิษวิทยาไทย. **นาโนเซลลูโลส : การประยุกต์ใช้ในอาหารและความปลอดภัยอาหาร**. สถาบันโภชนาการ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหิดล.
- [13] ปิยะนุช เปี้ยคง (2557). วิทยานิพนธ์มหาบัณฑิต. **การศึกษาการผลิตไฮโดรเจลจากทะเลสาบปาล์มเปล่า**. ภาควิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์.
- [14] Carp, O., Huisman, C.L. and Roller, A. (2004). Prog.Solid State Chem. Vpl. 32 : **Photoinduced reactivity of titanium dioxide** (pp.33-177).
- [15] Robert M. Jones. (1999). New York : Taylor & Francis. 2th ed. **Mechanics of composite materials**.
- [16] Myer Kutz. (2002). New York : John Wiley & Sons. **Handbook of materials selection**.
- [17] ณัฐินี โล่พัฒนานนท์ (2552). โรงพิมพ์ปัตตานีการช่าง. **พอลิเมอร์เชิงประกอบ : ความรู้พื้นฐานและสมบัติ**. ปัตตานี.
- [18] PlasticsEurope. (2004). **Thermoplastics**. Accessed June 23. สืบค้นจาก <http://www.plasticseurope.org/what-is-plastic/types-of-plastics11148/thermoplastics.aspx>
- [19] Qipeng Guo. (2014). **Recycling the 'unrecyclable': a new class of thermoset plastics**. Accessed June 23. สืบค้นจาก <http://www.ferret.com.au/articles/infocus/recycling-the-unrecyclable-a-new-class-of-thermoset-plastics-n2514349>
- [20] PlasticsEurope. (2004). **Thermosets**. สืบค้นจาก <http://www.plasticseurope.org/what-is-plastic/types-of-plastics11148/thermosets.aspx>
- [21] **ประเภทของพลาสติก**. (2552). สืบค้นจาก <http://containerplast.tarad.com/article?id=27999&lang=th>
- [22] Bruce A. Averill and Patricia Eldredge. (2012). **Principles of General Chemistry**. สืบค้นจาก <http://2012books.lardbucket.org/books/principles-of-general-chemistryv1.0/index.html>

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [23] PACKAGING INDUSTRIAL INTELLIGENCE UNIT. **พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต Polybutylene succinate (PBS)**. สืบค้นจาก https://packaging.oie.go.th/new/admin_control_new
- [24] A. Zaban, S.T. Aruna, S. Tirouh, B.A. Gregg and Y. Mastai (2000). J. Phys. Chem. Vol. 104 : **The effect the preparation condition of TiO₂ colloids on their surface structure** (pp. 4130-4133).
- [25] Jaturong Jitputti, Sorapong Pavasupree, Yoshikazu Suzuki and Susumu Yoshikawa (May 2007). Journal of Solid State Chemistry. Vol. 180 : **Synthesis and photocatalytic activity for water-splitting reaction of nanocrystalline mesoporous titania prepared by hydrothermal method** (pp. 1743-1749).
- [26] Manisara Peesan, Pitt Supaphol and Ratana Rujiravanit (2007). Journal of Applied Polymer Science. Vol. 105 : **Effect of Casting Solvent on Characteristics of Hexanoyl Chitosan/Polylactide Blend Films** (pp. 1844–1852).
- [27] Atsuhiko Iwatake, Masaya Nogi and Hiroyuki Yano (2008). Composites Science and Technology. Vol. 68 : **Cellulose nanofiber-reinforced polylactic acid** (pp. 2103-2106).
- [28] Martha Merchan, Jana Sedlarikova and Vladimir Sedlarik (2010). Journal of Applied Polymer Science. Vol. 118 : **Antibacterial Polyvinyl Chloride/Antibiotic Films: The Effect of Solvent on Morphology, Antibacterial Activity, and Release Kinetics** (pp. 2369–2378).
- [29] Yoko Okahisa, Kentaro Abe, Masaya Nogi, A. N. Nakagaito, Takeshi Nakatani and Hiroyuki Yano (July 2011). Composites Science and Technology Vol. 71 : **Effects of delignification in the production of plant-based cellulose nanofibers for optically transparent nanocomposites** (pp. 1342-1347).
- [30] M.K. Mohamad Haafiz, S.J. Eichhorn, Azman Hassan and M. Jawaid (2013). Carbohydrate Polymers. vol. 93 : **Isolation and characterization of micro-crystalline cellulose from oil palm biomass residue** (pp. 628-634).

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [31] Ali Abdulkhani, Jaber Hosseinzadeh, Alireza Ashori, Saeed Dadashi and Zahra Takzare (2014). Polymer Testing. Vol. 35 : **Preparation and characterization of modified cellulose nanofibers reinforced polylactic acid nanocomposite** (pp. 73-79).
- [32] N. Rambabu S. Panthapulakkal, M. Sain and A.K. Dalai (May 2016). Industrial Crops and Products. Vol. 83 : **Production of nanocellulose fibers from pinecone biomass : Evaluation and optimization of chemical and mechanical treatment conditions on mechanical properties of nanocellulose films** (pp. 746-754).
- [33] Loo Yu Xiang, Mohd Afandi, P. Mohammed and Azhari Samsu Baharuddin (2016). Carbohydrate Polymers. Vol. 148 : **Characterisation of microcrystalline cellulose from oil palm fibres for food applications** (pp. 11-20).
- [34] M.K. Mohamad Haafiz, Azman Hassanb, H.P.S. Abdul Khalil and M.R. Nurul Fazita (April 2016). International Journal of Biological Macromolecules. Vol. 85 : **Exploring the effect of cellulose nanowhiskers isolated from oil palm biomass on polylactic acid properties** (pp. 370-378).
- [35] R.Z. Khoo, H. Ismail and W.S. Chow (2016). Procedia Chemistry. Vol. 19 : **Thermal and Morphological Properties of Poly (lactic acid)/Nanocellulose Nanocomposites** (pp. 788 – 794).
- [36] Jiulong Xie, Chung-Yun Hse, Cornelis F. De Hoop, Tingxing Hu, Jinqiu Qi and Todd F. Shupe (2016). Carbohydrate Polymers. Vol. 151 : **Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication** (pp. 725-734).
- [37] Hyo Won Kwak, Hohyun Lee, Min Eui Lee and Hyoung-Joon Jin (2018). Journal of Cleaner Production. Vol. 200 : **Facile and green fabrication of silk sericin films reinforced with bamboo-derived cellulose nanofibrils** (pp.1034-1042).

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [38] Shaoping Qian, Huanhuan Zhang, Wenchao Yao and Kuichuan Sheng (2018). Composites Part B. Vol. 133 : **Effects of bamboo cellulose nanowhisker content on the morphology, crystallization, mechanical, and thermal properties of PLA matrix biocomposites** (pp. 203-209).
- [39] Alemdar A. and Sain M. (2008). Bioresource Technology. Vol. 99 : **Isolation and characterization of nanofibres from agricultural residues-wheat straw and soy hulls** (pp. 1664-1671).
- [40] Nuruddin M., Chowdhury A., Haque S.A., Rahman M., Farhad S.F. and Sarwar Jahan M. (2011). Cellulose Chemical and Technology. Vol. 45 : **Extraction and characterization of cellulose microfibrils from agricultural wastes in an integrated biorefinery initiative** (pp. 347-354).
- [41] Rosa S.M.L., Rehman N., DeMiranda M.I.G., Nachtigall S.M.B. and Bica C.L.D. (2012). Carbohydrate Polymers. Vol. 87 : **Chlorine-free extraction of cellulose from rice husk and whisker isolation** (pp. 1131-1138).
- [42] Jahan M.S., Saeed A., He Z. and Ni Y. (2011). Cellulose. Vol. 18 : **Jute as raw material for the preparation of micro-crystalline cellulose** (pp. 451-459).
- [43] Satyamurthy P., Jain P., Balasubramanya R.H. and Vigneshwaran N. (2011). Carbohydrate Polymers. Vol. 83 : **Preparation and characterization of cellulose nanowhiskers from cotton fibres by controlled microbial hydrolysis** (pp. 122-129).
- [44] Johar N., Ahmad I. and Dufresne A. (2012). Industrial Crops and Products. Vol. 37 : **Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk** (pp. 93-99).
- [45] Kumar V., Maria DeLa L. R. M. and Yang, D. (2012). International Journal of Pharmaceutics. Vol. 235 : **Preparation, characterization and tableting properties of a new cellulose-based pharmaceutical aid** (pp. 129-140).

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [46] Fahma F., Iwamoto S., Hori N., Iwata T. and Takemura A. (2010). Cellulose. Vol. 17 : **Isolation preparation and characterization of nanofibers from oil palm empty-fruit-bunch (OPEFB)** (pp. 977-985).
- [47] กนกวรรณ มหารัชมงคล (2558). วิทยานิพนธ์มหาบัณฑิต. การดัดแปลงพื้นที่ผิวเส้นใยเซลลูโลสจากฟางข้าวด้วยไซเลนเพื่อใช้เป็นสารเสริมแรงในอีพอกซีเรซิน. ภาควิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยศิลปากร (น. 41 และ 52).
- [48] Rasha M.S. et.al. (2012). Carbohydrate Polymers. **Extraction of cellulose nanocrystals from mengkuang leaves (Panda- nus tectorius)** (pp. 772-779).
- [49] Nurain J., Ishak A. and Alain D. (2012). Ind. Crops and Products. Vol. 37 : **Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk** (93-99).
- [50] Klemm D., Heublein B., Fink H.P. and Bohn A. (2005). Angewandte Chemie International. Edition. 44 : **Cellulose: Fascinating biopolymer and sustainable raw material** (pp. 3358-3393).
- [51] Li R., Fei J., Cai Y., Li Y., Feng J. and Yao J. (2009). Carbohydrate Polymers. Vol. 76 : **Cellulose whisker extracted from mulberry : A novel biomass production** (pp. 94-99).
- [52] N. Herrera, A. P. Mathew, and K. Oksman (2015). Compos. Sci. Technol. Vol. 106 : **Plasticized polylactic acid/cellulose nanocomposites prepared using melt-extrusion and liquid feeding : Mechanical, thermal and optical properties** (pp. 149-155).
- [53] Hou Yong Yu, Heng Zhang, Mei-Li Song, Ying Zhou, Juming Yao and Qing-Qing Ni (2017). ACS Applied Materials & Interfaces. **From Cellulose Nanospheres, Nanorods to Nanofibers : Various Aspect Ratio Induced Nucleation/ Reinforcing Effects on Polylactic Acid for Robust-Barrier Food Packaging** (pp. 43920-43938).

บรรณานุกรม (ต่อ)

- [54] M.K. Mohamad Haafiz, Azman Hassan, Reza Arjmandi, Zainoha Zakaria, M.M. Marliana, Muhammad I. Syakir and M.R. Nurul Fazita (2016). Polymers & Polymer Composites. Vol. 24 : **Microcrystalline Cellulose From Oil Palm Empty Fruit Bunches as Filler in Polylactic Acid** (pp. 9).
- [55] ทิพย์ธิดา อัครกะประสา และ ยศฐา ศรีเทพ (2562). วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ปีที่ 21 ฉบับที่ 1. ผลของพอลิบิวทิลีนอะดิเพท-โค-เทเรฟทาเลทต่อคุณสมบัติเส้นใยพอลิแล็คไทด์ด้วยกระบวนการอิเล็กทรอนิกส์สปินนิ่ง. มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี.





ภาคผนวก ก

การคำนวณเปอร์เซ็นต์ความเป็นความผลึก

ตารางที่ ก.1 พื้นที่ใต้กราฟที่คำนวณได้จาก XRD Pattern ของกากทะเลสาบปาล์ม

กระบวนการแปรรูปกากทะเลสาบปาล์ม	ตำแหน่งพีค		
	1	2	3
วัตถุดิบหลัก	377.74	876.46	23.85
กระบวนการฟอกสี	77.66	289.52	26.95
กระบวนการ 6 ชั่วโมง	235.68	787.13	12.82
อัลคาไลน์ด้วยเครื่อง	211.05	887.58	19.36
ปฏิกรณ์แบบ	200.20	916.90	12.40
ไฮโดรเทอร์มอล	144.55	862.50	11.39
กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล 24 ชั่วโมง และไฮโดรไลซิสด้วยกรด	113.85	925.31	16.71

ตารางที่ ก.2 แสดงผลการคำนวณดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index ; CrI) จากผล XRD ด้วยวิธีการหาพื้นที่ใต้กราฟ

กระบวนการแปรรูปกากทะเลสาบปาล์ม	ตำแหน่งพีค		CrI (%)
	ผลึก	อสัณฐาน	
วัตถุดิบหลัก	876.46	401.60	68.57
กระบวนการฟอกสี	289.52	104.62	73.45
กระบวนการ 6 ชั่วโมง	787.13	248.50	76.00
อัลคาไลน์ด้วยเครื่อง	887.58	230.41	79.39
ปฏิกรณ์แบบ	916.90	212.60	81.17
ไฮโดรเทอร์มอล	862.50	155.94	84.68
กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล 24 ชั่วโมง และไฮโดรไลซิสด้วยกรด	925.31	130.56	87.63

สามารถคำนวณร้อยละความเป็นผลึกได้จากสมการของ (Rosa, Rehman, De Miranda, Nachtigall and Bica, 2012) ดังสมการนี้ [32], [33]

$$\% Crystallinity = \frac{Area_{crystalline}}{Area_{crystalline} + amorphous} \times 100\%$$



ภาคผนวก ข

การคำนวณเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไมโครเซลลูโลส



ตารางที่ ข.1 ผลการวิเคราะห์เส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ได้จากการวิเคราะห์ลักษณะ
 สัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ผ่านกระบวนการฟอกสี
 กระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ และผ่าน
 กระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด

จำนวน (เส้น)	ขนาดของเส้นใยไมโครเซลลูโลส (ไมโครเมตร)				
	6 ชั่วโมง	12 ชั่วโมง	18 ชั่วโมง	24 ชั่วโมง	24 ชั่วโมง ไฮโดรไลซิสด้วยกรด
1	8.04	6.08	12.54	16.81	6.16
2	11.02	4.11	5.77	5.42	2.46
3	9.30	3.94	8.71	7.39	2.90
4	8.96	4.53	5.77	11.57	4.10
5	14.17	4.32	11.21	8.74	6.31
6	9.49	3.44	6.41	4.51	12.19
7	8.68	3.82	8.19	4.03	6.31
8	7.62	5.14	6.93	3.36	6.16
9	7.79	5.27	6.45	6.72	5.89
10	3.34	3.63	4.08	8.10	5.52
11	5.38	8.24	2.72	4.25	4.38
12	9.09	10.68	5.85	4.51	7.40
13	4.72	12.45	3.96	4.89	3.42
14	8.02	3.63	4.56	7.24	3.68
15	6.68	4.11	5.31	8.21	3.99
16	3.34	12.82	8.22	3.92	8.93
17	9.86	4.32	8.19	6.20	5.47
18	8.04	5.40	3.46	5.54	3.68
19	6.97	6.08	8.27	5.12	6.31
20	7.47	3.02	6.41	11.09	9.58

ตารางที่ ข.1 (ต่อ) ผลการวิเคราะห์เส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ได้จากการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบบส่องกราดที่ผ่านกระบวนการฟอกสี กระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ และผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด

จำนวน (เส้น)	ขนาดของเส้นใยไมโครเซลลูโลส (ไมโครเมตร)				
	6 ชั่วโมง	12 ชั่วโมง	18 ชั่วโมง	24 ชั่วโมง	24 ชั่วโมง ไฮโดรไลซิสด้วยกรด
21	7.79	2.78	12.78	6.62	3.06
22	10.22	4.11	9.54	6.20	2.74
23	8.07	5.44	5.85	3.43	2.74
24	10.37	4.77	11.58	3.92	1.53
25	6.16	5.44	5.48	2.77	3.42
26	7.10	2.86	7.23	4.03	3.49
27	8.26	3.37	3.96	5.54	3.49
28	6.68	3.63	4.90	2.69	3.06
29	7.62	4.91	5.48	3.92	4.93
30	6.88	6.22	4.81	9.14	2.82
31	5.74	15.55	2.15	6.20	2.46
32	8.04	4.91	3.66	3.36	2.82
33	9.30	5.57	3.84	1.50	1.53
34	12.55	7.55	2.45	4.09	2.46
35	6.34	9.06	3.04	2.77	3.68
36	10.44	4.87	4.76	2.85	1.93
37	6.16	3.94	3.04	2.69	0.68
38	7.62	5.40	6.41	11.09	9.58
39	9.49	4.32	6.80	3.36	3.06
40	5.74	6.22	1.36	3.36	6.20

ตารางที่ ข.1 (ต่อ) ผลการวิเคราะห์เส้นผ่านศูนย์กลางเส้นใยไมโครเซลลูโลสที่ได้จากการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ผ่านกระบวนการฟอกสี กระบวนการอัลคาไลน์ด้วยเครื่องปฏิกรณ์แบบไฮโดรเทอร์มอลที่เวลาต่าง ๆ และผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรด

จำนวน (เส้น)	ขนาดของเส้นใยไมโครเซลลูโลส (ไมโครเมตร)				
	6 ชั่วโมง	12 ชั่วโมง	18 ชั่วโมง	24 ชั่วโมง	24 ชั่วโมง ไฮโดรไลซิสด้วยกรด
41	7.22	9.09	3.96	4.75	9.13
42	5.38	4.87	5.48	3.92	0.68
43	9.09	7.55	6.12	5.78	1.53
44	5.71	3.02	7.75	4.30	0.91
45	6.71	4.87	4.90	3.36	2.88
46	11.06	5.44	7.75	1.50	3.49
47	8.96	5.40	7.60	2.01	0.68
48	5.38	9.41	5.48	2.42	2.05
49	9.45	6.75	3.40	6.76	0.68
50	5.38	12.83	13.13	3.36	11.64



ภาคผนวก ค

การคำนวณผลสมบัติทางความร้อน

ตารางที่ ค.1 แสดงผลสมบัติทางความร้อนของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิবিวทีลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลสจากกากทะเลลายปาล์มเป็นสารเสริมแรงที่ปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคดีฟเฟอร์เรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริเมตรี

Sample	T _m (°C)	T _c (°C)	ΔH _m (J/g)	ΔH _c (J/g)
PBS	120.35	83.94	69.63	57.98
PBS/CMF1	120.37	88.63	62.47	57.90
PBS/CMF3	120.28	87.75	59.24	55.30
PBS/CMF5	120.72	89.17	57.59	55.54

ตารางที่ ค.1 แสดงการคำนวณเปอร์เซ็นต์การเกิดผลึกของพอลิเมอร์(percent of crystallinity, % X_c)

Sample	ΔH _m (J/g)	ΔH _c (J/g)	X _c (%)
PBS	69.63	57.98	10.56
PBS/CMF1	62.47	57.90	4.14
PBS/CMF3	59.24	55.30	3.57
PBS/CMF5	57.59	55.54	1.85

เปอร์เซ็นต์การเกิดผลึกของพอลิเมอร์ (Percent of crystallinity, % X_c) หาได้จากสมการ

$$\% X_c = \left(\frac{\Delta H_m - \Delta H_c}{\Delta H_f} \right) \times 100\%$$

โดยที่ ΔH_m คือ พลังงานที่ใช้ในการสลายผลึก (Heat of fusion (J/g))

ΔH_c คือ พลังงานที่ใช้ในการเกิดผลึก (Heat of crystallization (J/g))

ΔH_f คือ พลังงานที่ใช้ในการสลายผลึกที่เกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ (Heat of fusion for the completely crystalline polymer (J/g)) 53 เมื่อ ΔH_f ของ PBS เท่ากับ 110.3 J/g

ภาคผนวก ง

ข้อมูลคุณสมบัติความต้านทานต่อแรงดึง



ตารางที่ ง.1 ข้อมูลดิบผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของพอลิ-
บิวทิลีนซัคซิเนต

Sample	Tensile strength (MPa)	Elongation at Break (%)	Modulus Young's (MPa)
1	19.52	6.16	753.88
2	19.83	6.65	661.78
3	12.96	3.50	539.77
4	22.39	7.23	659.23
5	24.87	5.22	928.00
6	10.91	3.82	40.12
7	6.60	9.00	243.37
8	10.77	7.07	440.69
9	11.80	6.57	530.07
10	10.27	3.33	555.36

ตารางที่ ง.2 ข้อมูลดิบผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของวัสดุ
คอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลส 1 wt% จากกากทะเล
ปาล์มเป็นสารเสริมแรง

Sample	Tensile strength (MPa)	Elongation at Break (%)	Modulus Young's (MPa)
1	28.43	4.97	2,707.30
2	52.99	5.07	3,413.00
3	5.88	2.73	902.16
4	7.98	2.00	603.08
5	19.21	2.74	2,462.40
6	6.87	1.83	481.48
7	6.17	3.97	279.57
8	2.49	2.49	388.00
9	7.03	5.33	407.51
10	10.74	3.07	481.79

ตารางที่ ง.3 ข้อมูลดิบผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลส 3 wt% จากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

Sample	Tensile strength (MPa)	Elongation at Break (%)	Modulus Young's (MPa)
1	4.48	3.88	245.54
2	5.14	3.74	255.80
3	4.02	2.91	282.83
4	3.09	2.32	231.60
5	7.73	4.12	306.90
6	3.86	3.14	525.08
7	3.62	2.49	404.77
8	7.61	3.24	402.14
9	5.65	3.34	403.00
10	7.94	3.73	555.14

ตารางที่ ง.4 ข้อมูลดิบผลการวิเคราะห์สมบัติความต้านทานต่อแรงดึง (Tensile Strength) ของวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่ใช้เส้นใยไมโครเซลลูโลส 5 wt% จากกากทะลายปาล์มเป็นสารเสริมแรง

Sample	Tensile strength (MPa)	Elongation at Break (%)	Modulus Young's (MPa)
1	5.45	2.91	439.69
2	3.09	2.99	254.96
3	4.05	2.91	345.97
4	3.95	2.94	283.68
5	3.83	3.16	266.73
6	6.46	2.79	326.52
7	4.12	2.66	418.83
8	2.16	2.49	365.21
9	4.86	2.66	431.76
10	3.83	3.57	368.02

ภาคผนวก จ

ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่





14 April 2021

Dear **Mr. Piyakamon Thongtang**

On behalf of The 5th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology (SmartMat@2020) organizing committee, I am pleased to inform you that your manuscript has been accepted for publication in the proceeding/journal designated below. The details of your manuscript are as follows:

Manuscript title: **POLY(BUTYLENE SUCCINATE) BIOCOMPOSITE MATERIAL REINFORCED WITH CELLULOSE MICROFIBERS FROM PALM BUNCH PRODUCED BY A HYDROTHERMAL PROCESS**

Proceeding/Journal : **SmartMat@2020 Conference E-Proceedings**

Please kindly be reminded that your accepted manuscript will be transferred to the production department of the respective proceeding/journal. The publication date is estimated to be around December 2021 but the actual date will depend on the processing schedule of each proceeding/journal.

Sincerely yours,

A handwritten signature in blue ink that reads "Rattikom Yimnirun".

(Professor Dr.Rattikom Yimnirun)
Chairman of Organizing Committee
School of Energy Science and Engineering (ESE)
Vidyasirimedhi Institute of Science and Technology





**The 5th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology
(SmartMat@2020)**

Certificate of Oral Presentation

presented to

Piyakamon Thongtang

**Title: POLY(BUTYLENE SUCCINATE) BIOCOMPOSITE MATERIAL REINFORCED
WITH CELLULOSE MICROFIBERS FROM PALM BUNCH PRODUCED BY A
HYDROTHERMAL PROCESS**

December 1st – 4th 2020

Rattikorn Yimvirun

**(Professor Dr.Rattikorn Yimvirun)
Chairman of Organizing Committee**

**Acceptance and Invitation Letter****6 October 2020****Dear Mr. Piyakamon Thongtang**

On behalf of The 5th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology (SmartMat@2020) organizing committee, I am pleased to inform that your abstract has been accepted for the presentation at the SmartMat@2020, which will be held at NongNooch Pattaya Garden & Resort, Pattaya, Thailand during December 1st - 4th, 2020. We take this opportunity to invite you to attend SmartMat@-2020 and give the presentation of your research, as detailed below

Paper title: **POLY(BUTYLENE SUCCINATE) BIOCOSMITE MATERIAL REINFORCED WITH CELLULOSE MICROFIBERS FROM PALM BUNCH PRODUCED BY A HYDROTHERMAL PROCESS**

Type of presentation: **Oral**

Abstract ID: **S6_O16**

Session : **Advanced Composites and Construction Materials**

For more information, please visit our website at <https://smartmat-2020.com/index.php> (<https://smartmat-2020.com/index.php>)

If you have further inquiries, please contact us at email: smartmat.thailand@gmail.com

We are looking forward to meeting you in Pattaya, Thailand.

Sincerely yours,

(Professor Dr.Rattikorn Yimnirun)
Chairman of Organizing Committee
School of Energy Science and Engineering (ESE)
Vidyasirimedhi Institute of Science and Technology

**The 5th International Conference
on Smart Materials and Nanotechnology**

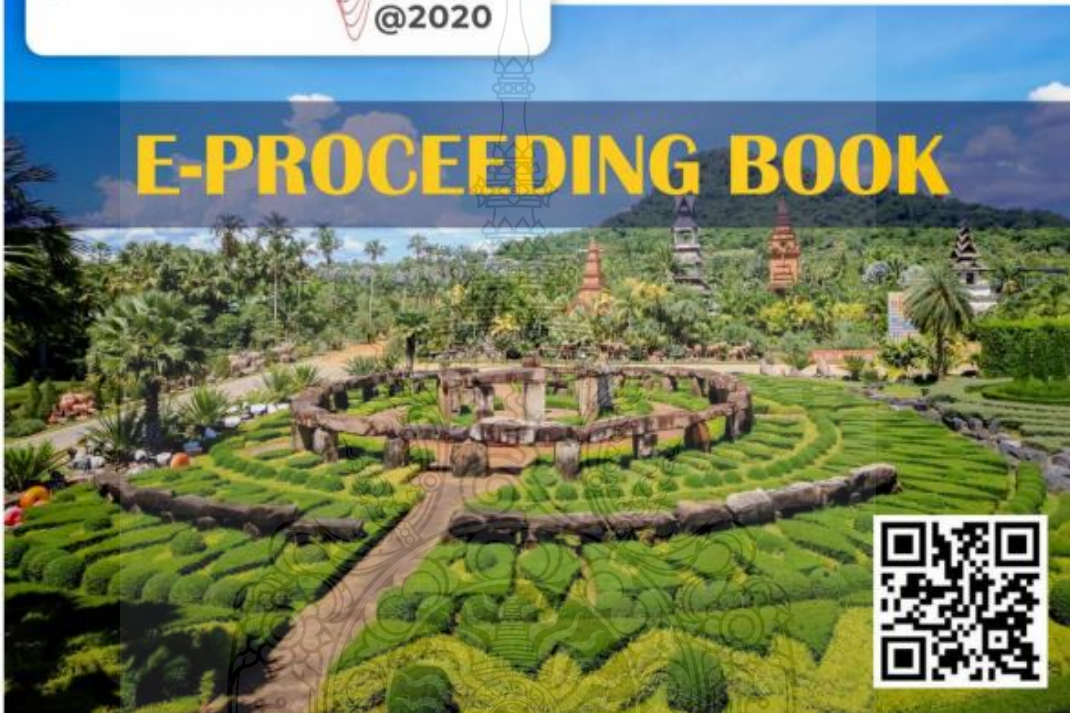
1st - 4th December 2020, Pattaya, Thailand

@Nongnooch Garden, Pattaya



i-STEM

E-PROCEEDING BOOK



Co-Host:



Co-Organizer:

Professor Emeritus.com

Sponsor:



Website: www.smartmat-2020.com

E-mail: smartmat.thailand@gmail.com

ISBN (e-book) :978-616-582-261-9

Welcome to The 5th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology (SmartMat@2020)

On behalf of the organizing committee of The 5th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology (SmartMat@2020), we are delighted to welcome you to this important scientific event from December 1st – 4th, 2020. SmartMat@2020 aims to bring together leading scientists, researchers, and research scholars to exchange and share their experiences and research results in the field of functional materials and nanotechnology. You will walk away with new perspectives, concrete ways to shape a better future and a brand-new group of collaborators.

The SmartMat Conference Series was initiated in 2004 as one of the very first international conferences held in Thailand. The First SmartMat Conference, called SmartMat 2004, was held in Chiang Mai, Thailand on December 1-3, 2004. Four years later, The Second SmartMat Conference (SmartMat-2008) was organized and held again in Chiang Mai, Thailand on April 22-25, 2008. With the success of the first two in the series, the next two SmartMat Conferences were then held as a crucial part of the main two international conferences, i.e. The 8th Asian Meeting on Ferroelectrics (AMF-8) on December 9-14, 2012 (Pattaya, Thailand), and The 5th Thailand International Nanotechnology Conference (NanoThailand-2016) on November 27-29, 2016 (Nakhon Ratchasima, Thailand). It is noticed that this conference series is successfully organized for every 4 years. Now, SmartMat@2020 Conference, identified as the fifth in this very successful SmartMat Conference Series, is co-organized by ACerS-Thailand Chapter and i-STEM on December 1st – 4th, 2020 in Nongnooch Pattaya Garden and Resort, Thailand.

Due to a difficult travel situation in this uncertain COVID-19, SmartMat@2020 is then organized in a hybrid format, in which international participants (with travel difficulties) can present and attend the Conference via On-line Platform and the domestic participants still attend the Conference on site. This way both groups of participants can still enjoy the benefits of attending an international conference in COVID-19 situation. Amidst this COVID-19, SmartMat@ still attracts more than 600 on-site participants and 25 online participants. There are more than 30 plenary, keynote, and invited speakers, some presenting their work via online system. There are also more than 250 contributed talks, and 259 poster presentations at SmartMat@2020. We are also very grateful to the kind support of our 12 co-hosts and 4 sponsors to make this event affordable for our participants.

Therefore, I would again like to express my sincerest gratitude to all of you for your contribution and participation at this important scientific event from December 1st – 4th, 2020 both on-line and on-site in Nongnooch Pattaya Garden and Resort, THAILAND.

Sincerely yours



Prof. Dr. Rattikorn Yimnirun
Chairman of ACerS Thailand-Chapter and Chairman of The Organizing Committee
The 5th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology (SmartMat@2020)

(1)

Committee

General Chairman

Prof. Dr. Rattikorn Yimnirun
Chairman of ACerS Thailand-Chapter
Vidyasirimedhi Institute of Science and Technology (VISTEC), Thailand

International Advisory Board

1. Prof. Dr. Tatsuki Ohji
President, The American Ceramic Society (ACerS)
Fellow, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Japan.
2. Dr. Dana Goski
President-elect, The American Ceramic Society (ACerS) Allied Mineral Products, Inc. USA
3. Prof. Dr. Amar S. Bhalla; The University of Texas at San Antonio, USA
4. Mr. Mark Mecklenborg; Executive Director, The American Ceramic Society (ACerS)
5. Prof. Dr. Yoshiyuki Kawazoe; Tohoku University, JAPAN
6. Prof. Hiroyuki Odagawa; National Institute of Technology, Kumamoto College, Japan
7. Dr. Sang-Goo Lee; IBULE Photonics, Korea
8. Prof. Dr. Kenji Uchino; Penn State University, USA
9. Prof. Dr. Hyungsun Kim; Inha University, Korea (Immediate Past President of K-MRS)
10. Prof. Dr. Wookwang Jung; Kookmin University, Korea (President of K-MRS)
11. Prof. Dr. Tokashi Goto; Tohoku University, Japan
12. Prof. Dr. Santi Meansiri; President of MRS-Thailand, Thailand
13. Prof. Dr. Roy Chantrell; University of York, UK
14. Dr. Robert Lamberton; Seagate technology
15. Prof. Dr. Takeshi Yanagida; The University of Tokyo, Japan
16. Prof. Dr. Gang Meng; Chinese Academy of Sciences, China
17. Prof. Dr. Ahmad Safari; Rutgers University, USA
18. Prof. Dr. Xiaoli Tan; Iowa State University, USA
19. Dr. Marco Deluca; Materials Center Leoben Forschung GmbH (MCL)
20. Prof. Dr. Dae-Yong Jeong; Inha University, KOREA
21. Prof. Dr. Jürgen Rödel; Technische Universität Darmstadt, Germany.
22. Dr. Yao Kui; IMRE Singapore
23. Prof. Dr. Steven Tidrow; Alfred University, USA
24. Dr. Yao Kui; IMRE Singapore
25. Prof. Dr. Steven Tidrow; Alfred University, USA
26. Prof. Dr. Susan Trolier-McKinstry; Penn State University, USA
27. Prof. Dr. Jose Antonio Eiras; Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)
28. Prof. Dr. Gianluca Ciatta; SIRIUS L'Orme des Marisiers, France

Executive Advisory Committee

1. Prof. Dr. Jumras Limtrakul
President of Vidyasirimedhi Institute of Science and Technology (VISTEC), Thailand
2. Prof. Dr. Pramoch Rangsunvigit
Director of the Center of Excellence on Petrochemical and Materials Technology,
Chulalongkorn University, THAILAND
3. Prof. Dr. Sukit Limpijumnong
Director of The Institute for the Promotion of Teaching Science and Technology
(IPST), THAILAND
4. Prof. Dr. Tawee Tunkasiri
Chiang Mai University, THAILAND
5. Prof. Dr. Pichet Limsuwan
King Mongkut's University of Technology Thonburi, THAILAND
6. Assoc. Prof. Dr. Saroj Rujirawat
Director, Synchrotron Light Research Institute (Public Organization), THAILAND
7. Dr. Wanee Chinsirikul
Executive Director of National Nanotechnology Center (NANOTEC), National Science
and Technology Development Agency (NSTDA), THAILAND
8. Dr. Julathep Kajornchaiyakul; Executive Director of National Metal and Materials
Technology Center (MTEC), National Science and Technology Development Agency
(NSTDA), THAILAND
9. Dr. Somnuk Sirisoonthorn
National Metal and Materials Technology Center (MTEC), National Science and
Technology Development Agency (NSTDA), THAILAND
10. Asst. Prof. Dr. Sommai Pivsa-Art
President of Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT), Thailand
11. Assoc. Prof. Dr. Parin Chaivisuthangkura
Dean of Faculty of Science, Srinakharinwirot University, THAILAND
12. Mr. Roong Sivaratana
Senior Industrial Advisor, The College of Advanced Manufacturing Innovation (AMI), KMITL
13. Dr. Robert Lamberton
Senior Engineering director Seagate technology
14. Assoc. Prof. Dr. Sumrit Mopoung
Dean of Faculty of Science, Naresuan University, THAILAND
15. Assoc. Prof. Dr. Chayan Boonyarak
Dean of Faculty of Science, University of Phayao



Organizing Committee

1. Prof. Dr. Rattikorn Yimnirun; VISTEC
2. Prof. Dr. Naratip Vittayakorn; KMITL
3. Assoc. Prof. Dr. Jakrapong Kaewkhao; NPRU
4. Assoc. Prof. Dr. Hathaikarn Manuspiya; CU
5. Assoc. Prof. Dr. Sirthan Jiemsirilers; CU
6. Asst. Prof. Dr. Thanapong Sareein; RMUTP
7. Dr. Natthapong Wongdamnern; RMUSB

Academic Committee

1. Prof. Dr. Rattikorn Yimnirun; VISTEC
2. Prof. Dr. Naratip Vittayakorn; KMITL
3. Assoc. Prof. Dr. Jakrapong Kaewkhao; NPRU
4. Assoc. Prof. Dr. Anucha Watcharapasorn; CMU
5. Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa; KMITL
6. Assoc. Prof. Dr. Hathaikarn Manuspiya; CU
7. Dr. Taras Kolodiaznyi; Huawei Technologies Japan
8. Prof. Dr. Deayong Jeong; Inha University, Korea
9. Prof. Dr. Sun Kon Lee; Inha University, Korea
10. Prof. Dr. Jungho Ryu; Yeungnam University, Korea
11. Dr. Adisorn Tuantranont; NSD-NSTDA, Thailand
12. Dr. Robert Lamberton; Seagate technology
13. Prof. Dr. Roy Chantrell; University of York, UK
14. Assoc. Prof. Dr. Kazuki Nagashima; The University of Tokyo, Japan
15. Prof. Dr. Gang Meng; Chinese Academy of Sciences, China
16. Prof. Dr. Ahmad Safari; Rutgers University, USA
17. Prof. Dr. Xiaoli Tan; Iowa State University, USA
18. Prof. Dr. Wook Jo; Ulsan National Institute of Science and Technology, Korea
19. Prof. Dr. Hajime Nagata; Tokyo University of Science, Japan

Local Organizing Committee

1. Prof. Dr. Rattikorn Yimnirun; VISTEC
2. Prof. Dr. Naratip Vittayakorn; KMITL
3. Prof. Dr. Tosawat Seetawan; SNRU
4. Prof. Dr. Arnon Chaipanich; CMU
5. Assoc. Prof. Dr. Jakrapong Kaewkhao; NPRU
6. Assoc. Prof. Dr. Anucha Watcharapasorn; CMU
7. Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa; KMITL
8. Assoc. Prof. Dr. Hathaikarn Manuspiya; CU
9. Assoc. Prof. Dr. Sukanda Jiansirisomboon; SUT
10. Assoc. Prof. Dr. Oratai Jongprateep; KU
11. Assoc. Prof. Dr. Narong Sangwaranatee; SSRU
12. Assoc. Prof. Dr. Anurak Prasatkhetragarn; UP
13. Assoc. Prof. Dr. Tawat Suriwong; NU
14. Assoc. Prof. Dr. Sirithan Jiemsirilers; CU
15. Assoc. Prof. Dr. Theerachai Bongkarn; NU
16. Assoc. Prof. Dr. Phanwadee Chureemart; MSU
17. Assoc. Prof. Dr. Natthapong Phinichka; SWU
18. Asst. Prof. Dr. Winita Punyodom; CMU
19. Asst. Prof. Dr. Jessada Chureemart; MSU
20. Asst. Prof. Dr. Muangjai Unruan; RMUTI
21. Asst. Prof. Dr. Sasipohn Prasertpalicha; NU
22. Asst. Prof. Dr. Sukasem Watcharamaisakul; SUT
23. Asst. Prof. Dr. Dujreutai Pongkao Kashima; CU
24. Asst. Prof. Dr. Thanapong Sareein; RMUTP
25. Asst. Prof. Dr. Pornsuda Bomlai; PSU
26. Asst. Prof. Dr. Sorapong Pavasupree; RMUTT
27. Asst. Prof. Dr. Anocha Munkpakdee; SWU
28. Asst. Prof. Dr. Akarin Boonsombuth; SWU
29. Asst. Prof. Dr. Panitan Wanakamol; SWU
30. Asst. Prof. Dr. Supitcha Supansomboon; SWU
31. Asst. Prof. Dr. Waraporn Piyawit; SUT
32. Asst. Prof. Dr. Chaiyasit Banjongprasert; CMU
33. Dr. Supinya Wongsriruksa; SWU
34. Dr. Phakkhananan Pakawanit; SLRI
35. Dr. Narit Triamnak; SU
36. Dr. Duangduen Atong; MTEC
37. Dr. Pitak Laoratanakul; MTEC
38. Dr. Saichon Sriphan; KMUTT
39. Dr. Natthapong Wongdamnern; RMUSB
40. Dr. Pinit Kidkhunthod; SLRI
41. Dr. Thitirat Charoonsuk; SWU
42. Dr. Satana Pongampai; KMITL 6
43. Dr. Mati Horprathum; NECTEC
44. Dr. Sukrit Sucharitakul; CMU
45. Dr. Reungruthai Sirirak; UP
46. Dr. Arrak Klinbumrung; UP

(5)

47. Dr. Chakkaphan Wattanawikkam; RMUTT
48. Dr. Atipong Bootchanont; RMUTT
49. Dr. Sukunthakan Ngernbamrung; MTEC
50. Dr. Supagorn Rugmai; SLRI
51. Dr. Narong Chanlek; SLRI
52. Dr. Jaru Jutimoosik; NU
53. Dr. Noppadon Nuntawong; NECTEC
54. Dr. Asmar Sathukarn; NECTEC
55. Dr. Tossaporn Lertvanithphol; NECTEC



Session Chairs/Co-Chairs

1. Advanced Functional, Optical and Energy Materials

- o Chair: Prof. Dr. Naratip Vittayakorn; KMITL
- o Co-chair: Assoc. Prof. Dr. Anucha Watcharapasorn; CMU
- o Co-chair: Dr. Thitirat Charoonsuk; SWU
- o Co-chair: Dr. Noppadon Nuntawong; NECTEC
- o Co-chair: Dr. Saichon Sriphan; KMUTT

2. Nanomaterials, Catalyst, Surface Science and Thin Film Technology

- o Chair: Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa; KMITL
- o Co-chair: Prof. Dr. Tosawat Seetawan; SNRU
- o Co-chair: Assoc. Prof. Dr. Anurak Prasatkhetragarn; UP
- o Co-chair: Dr. Mati Horprathum; NECTEC

3. Ceramic and Glass Technology

- o Chair: Assoc. Prof. Dr. Jakrapong Kaewkhao; NPRU
- o Co-Chair: Assoc. Prof. Dr. Sirithan Jiemsirilers; CU
- o Co-Chair: Asst. Prof. Dr. Sukasem Watcharamaisakul; SUT
- o Co-Chair: Asst. Prof. Dr. Dujreutai Pongkao Kashima; CU

4. Applied Polymer materials and Biomaterials

- o Chair: Prof. Dr. Pramoch Rangsunvigit; CU
- o Co-Chair: Dr. Narit Triamnak; SU
- o Co-Chair: Dr. Duangduen Atong; MTEC
- o Co-Chair: Asst. Prof. Dr. Supakij Suttiruengwong; SU

5. Metal, Alloy, Materials Processing and Corrosion

- o Chair: Assoc. Prof. Dr. Sukanda Jiansirisomboon; SUT
- o Co-Chair: Assoc. Prof. Dr. Oratai Jongprateep; KU
- o Co-Chair: Asst. Prof. Dr. Thanapong Sareein; RMUTP

6. Advanced Composites and Construction Materials

- o Chair: Prof. Dr. Arnon Chaipanich; CMU
- o Co-Chair: Dr. Pitak Laoratanakul; MTEC
- o Co-Chair: Assoc. Prof. Dr. Hathaikarn Manuspiya; CU

7. Condensed Matter and Computational Materials Science

- o Chair: Prof. Dr. Sukit Limpijumnong; IPST
- o Co-chair: Assoc. Prof. Dr. Panwadee Chureemart; MSU
- o Co-chair: Assoc. Prof. Dr. Narong Sangwaranatec; SSRU
- o Co-chair: Asst. Prof. Dr. Jessada Chureemart; MSU

8. Instrumentation and Advanced Materials Characterization

- o Chair: Dr. Supagorn Rugmai; SLRI
- o Co-Chair: Dr. Natthapong Wongdamnern; RMUSB
- o Co-Chair: Dr. Pinit Kidkhunthod; SLRI
- o Co-Chair: Dr. Narong Chanlek; SLRI

Acknowledgement

Thank you to our plenary, Keynote and Invited speakers

We wish to acknowledge Prof. Shunjun Zhang, Dr. Adisorn Tuantranont, and Dr. Robert Lamberton for their plenary presentation on SmartMat@2020.

We wish to thank Prof. Dr. Jungho Ryu, Assoc. Prof. Dr. Hiroki Akasaka, Prof. Dr. Hajime Nagata, Prof. Dr. Mohini Sanin, Prof. Dr. Sun Kon Lee, Prof. Dr. Yoshiyuki Kawazoe and Prof. Dr. Christopher Chantler for their presentations as keynote speakers.

We also would like to acknowledge our invited speakers, Prof. Dr. Yuji Noguchi, Assoc. Prof. Dr. Sookhet Pojprapai, Dr. Pichaya Pattanasattayavong, Assoc. Prof. Dr. Atsuko Kosuga, Prof. Dr. DaeYong JEONG, Asst. Prof. Dr. Pattaraporn Kim-Lohsoontorn, Assoc. Prof. Dr. Chaikarn Liewhiran, Prof. Dr. Wook Jo, Prof. Dr. Sedat Alkoy, Prof. Dr. Hong Koo Kim, Dr. Macro Deluca, Dr. Sasitorn Srisawadi, Assoc. Prof. Dr. Sirirat Tubsungnoen Rattanachan, Prof. Dr. Thanyalak Chaisuwan, and Assoc. Prof. Dr. Boonrat Lohwongwatana, for their great contributions at this SmartMat@2020.

Thank you to Academic Committee, Session Chairs and Presenters.

Our biggest thanks go to the more than 500 peoples who contribute their time, knowledge and expertise as academic committee members, session chairs and presenters for SmartMat@2020 conference. The names and contributions appear in the body of this program.

Thank you to our staff and volunteers.

We would like to express our sincerest appreciation to our dedicated on-site staff and volunteers for their assistance with pre-conference preparations and support during the conference. Thank you so very much indeed.



Co-Host



We would like to thank our co-host for contributing funds and services to SMARTMAT@2020. These contributions allow us to keep registration fees as low as possible.

THANK YOU!

Sponsors and Partner



We would like to thank our sponsors and partners for contributing funds and services to SMARTMAT@2020. These contributions allow us to keep registration fees as low as possible.

THANK YOU!



(10)



The 5th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology (SmartMat@2020)

ISBN (e-book) : 978-616-582-261-9

Editor-in-Chief

Prof. Dr. Rattikorn Yimnirun
Chairman of ACerS Thailand-Chapter
Vidyasirimedhi Institute of Science and Technology (VISTEC), Thailand

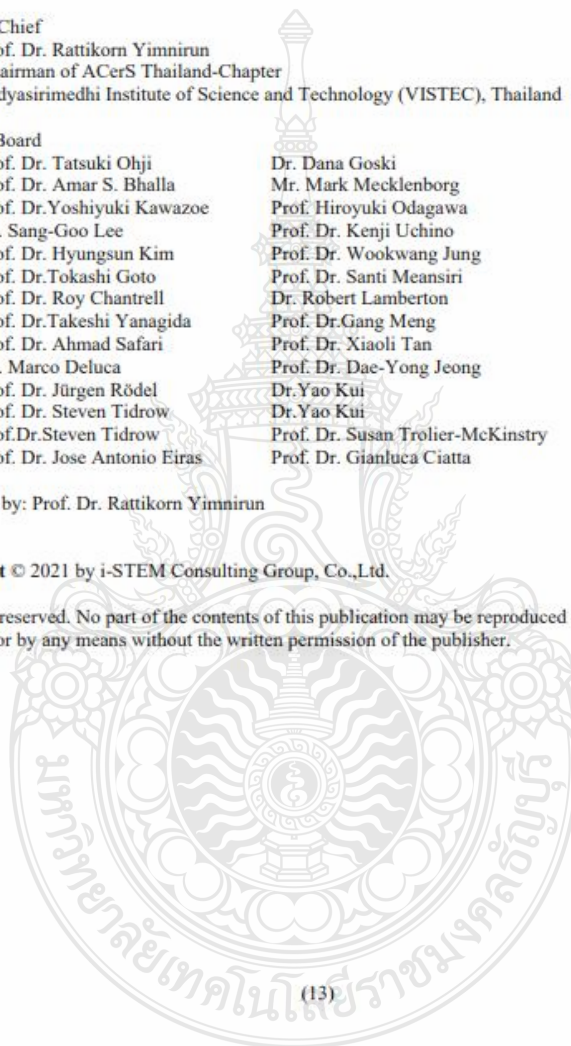
Editorial Board

Prof. Dr. Tatsuki Ohji	Dr. Dana Goski
Prof. Dr. Amar S. Bhalla	Mr. Mark Mecklenborg
Prof. Dr. Yoshiyuki Kawazoe	Prof. Hiroyuki Odagawa
Dr. Sang-Goo Lee	Prof. Dr. Kenji Uchino
Prof. Dr. Hyungsun Kim	Prof. Dr. Wookwang Jung
Prof. Dr. Tokashi Goto	Prof. Dr. Santi Meansiri
Prof. Dr. Roy Chantrell	Dr. Robert Lamberton
Prof. Dr. Takeshi Yanagida	Prof. Dr. Gang Meng
Prof. Dr. Ahmad Safari	Prof. Dr. Xiaoli Tan
Dr. Marco Deluca	Prof. Dr. Dae-Yong Jeong
Prof. Dr. Jürgen Rödel	Dr. Yao Kui
Prof. Dr. Steven Tidrow	Dr. Yao Kui
Prof. Dr. Steven Tidrow	Prof. Dr. Susan Trolrier-McKinstry
Prof. Dr. Jose Antonio Eiras	Prof. Dr. Gianluca Ciatta

Published by: Prof. Dr. Rattikorn Yimnirun

Copyright © 2021 by i-STEM Consulting Group, Co., Ltd.

All rights reserved. No part of the contents of this publication may be reproduced or transmitted in any form or by any means without the written permission of the publisher.



Welcome to The 5 th International Conference on Smart Materials and Nanotechnology	(1)
Committee	(2)
Session Chairs/Co-Chairs	(7)
Acknowledgement	(8)
Co-Host	(9)
Sponsors and Partners	(10)
Copyright	(11)
Contents	(14)



Contents

Paper ID	Paper Title	
S1_O2	Preparation of Ultra-flexible 2D-Titanium Nanosheets/Bacterial Cellulose Films	1
S1_O9	Development of Lithium-transition Metal Oxide via a Solid-state Reaction as a Cathode Material for Lithium-ion Batteries	7
S1_P2	Enhanced thermoelectric properties in Flexible Cu-doped Bi ₂ Te ₃ thick films deposited by DC magnetron sputtering using mosaic target	14
S1_P6	Effect of Conductive Carbon Additive on Physical Properties and Electrochemical Performances of LiFePO ₄ Cathode Material	23
S2_O4	Effects of calcination temperature and time on the activity of Na ₂ WO ₄ -MnOx catalyst for oxidative coupling of methane	39
S3_O8	Compact SPR sensor of Albumin detection toward early kidney failure warning	48
S2_O14	Stepwise Oxidation of Methane to Methanol via Cerium-Doped Copper-Mordenite Catalysts	57
S2_O15	Selective hydrogenation of furfural to furfuryl alcohol by the Cu-based catalyst supported on mixed TiO ₂ and MgO	63
S2_O16	The preparation of coal bottom ash impregnated using trisodium phosphate for the use as the catalyst in transesterification reaction	70
S2_O18	Photocatalytic Hydrogen Production Over WO ₃ /SrTiO ₃ Photocatalysts	77
S2_P7	Conductive Patterns by Printing of Graphite Ink with Copper Electroless Plating and Electroplating Techniques	91
S2_P20	Surface Characterizations of Highly Sensitive Screen-Printed Electrodes Produced by Carbon Ink Pasting	98
S2_P27	The Influence of Lewis Solid Acid Catalyst Derived from Palm Oil Empty Fruit Bunch into The Brønsted Acidic Solid Acid Catalyst System on The 5-Hydroxymethylfurfural Production Performance	104
S2_P35	Synthesis and Photocatalytic Activities of TiO ₂ -V ₂ O ₅ , TiO ₂ -CeO ₂ , and CeO ₂ -V ₂ O ₅ Nanocomposites for Degradation of Methylene Blue Under UV-Visible Light	120
S2_P45	A simple NiO _x thin film preparation via solution spin coating and properties investigations for perovskite solar cells	131
S3_O5	Effects of Alumina Content and Sintering Temperature on Zirconia-Alumina Composites Fabricated by Powder Injection Molding	141
S3_O8	Improving rate of batch-to-melt conversion in soda-lime glass by adjusting batch mixing sequence	147

S3_P2	Synthesis of Boron Carbide Powder from Trimethyl Borate and Bacterial Cellulose	153
S3_P8	Analysis of Bubbles in Float Glass Production	160
S3_P18	Boron Carbide Synthesis Using Silk Cocoon as Carbon Source	168
S3_P36	Enhancing adsorption capacity of natural dyes on cotton yarns by the combination method of chemical and enzymatic treatments	175
S4_O2	The Development of Rubber Foam Formula using as Oil Absorber Material	187
S4_O10	Properties of TiO ₂ incorporated poly(lactic acid)/poly(butylene adipate-co-terephthalate) active packaging films and their antimicrobial efficiency	194
S4_O11	Preparation and Characterization of Ductile Poly(lactic acid)/Poly(ethylene glycol) Blended Film Incorporated with Chain Extender via Cast Film Extrusion	204
S4_O16	A Melt Jet Spinning Process of Poly(Butylene Succinate) for Air Conditioner Filter	211
S4_P6	Sugar Production from Oil Palm Empty Fruit Bunch using Alkali Salt Pretreatment under a mild condition for Ethanol Production	220
S4_P9	Biodegradable Polymer Blend of Poly (Butylene Succinate) and Poly (Lactic Acid) with Herbal Oil for Packaging Applications	233
S4_P11	Physical and Mechanical Properties of Chitosan and tri-Calcium Phosphate Modified Glass Ionomer Cement	239
S4_P13	The effect of <i>Pmer</i> -TCTP from <i>Penaeus merguensis</i> and its application in glass ionomer cement on human dental pulp stem cells (hDPSCs)	246
S4_P21	Effect of chemical/physical treatment on properties of bacterial cellulose/PVA film	252
S4_P22	Effects of organogel/hydrogel ratios and concentrations of gelling agents on physical properties of Sacha inchi oil based bigels	260
S5_O6	Effect of Er addition and T6 treatment on the microstructure and mechanical properties of A356 alloy	267
S5_O7	Effects of erbium addition on the formation of Si phases during solidification of hypereutectic Al-20Si alloy	274
S5_O9	Effect of the number of weld layers on welding quality of weld joints between the elbow and straight steel pipes A106 Gr. B	280
S5_O11	Effect of Repair Welding on the Mechanical Properties of Super Duplex Stainless Steel Type UNS S32750 by GTAW and SMAW process.	286
S5_O12	Study of Parameters for 316 Stainless Steel Thin Wall Fabrication by Using Wire Arc Additive Manufacturing with CMT Cycle Step	298
S5_O15	Fabrication of ZnO nanorods by semi-automatic microwave plasma system	311
S5_P1	Welding Quality and Tensile Strength of Dissimilar Welding of Carbon Steel A106-B and Stainless Steel SA312 TP304L	319
S5_P3	Use of Ceramic Backing from Metakaolin-based Geopolymer for T-joint Welding of Structural Steel SS400 by GMAW process	325
S6_O3	Effect of Ribbed Smoked Sheet on CBR Strength of Lateritic Soil	332
S6_O14	Poly (Butylene Succinate) Biocomposite Material Reinforced with Cellulose Microfibers from Palm Bunch Produced by A Hydrothermal Process	339

Poly (Butylene Succinate) Biocomposite Material Reinforced with Cellulose Microfibers from Palm Bunch Produced by A Hydrothermal Process

Piyakamon Thongtang¹, Sommai Pivsa-Art², Weraporn Pivsa-Art^{1,*}

¹Department of Chemical and Materials Engineering, Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Pathum Thani, Thailand.

²Department of Material and Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Thanyaburi, Pathum Thani, Thailand.

*email: weraporn.p@en.rmutt.ac.th

Abstract. Cellulose microfibers were prepared from palm empty fruit bunches under alkaline treatment processes using a hydrothermal reactor. The alkaline process was carried out at a temperature of 90 °C for 6, 12, 18 and 24 h in a 5 wt% potassium hydroxide solution followed by a hydrolysis process using 32 wt% sulfuric acid solution. The FT-IR analysis verified fiber components including cellulose, lignin and hemicellulose. Lignin and hemicellulose were successfully removed under the hydrothermal alkaline process with increasing reaction time which was confirmed by XRD analysis. The crystalline index was increased to 84.68%. The morphology study verified the reducing of fiber size of cellulose microfibers in the range of 2-4 μm. The cellulose microfibers size was found to reduce as well as increasing the crystallinity with hydrolysis by sulfuric acid. The composites of poly(butylene succinate) reinforced with cellulose microfibers were prepared. The thermal and chemical properties of the biodegradable polymer composites were investigated.

Keywords: Cellulose microfibers, hydrothermal process, poly(butylene succinate), biocomposite.

Introduction

Research on synthesis of nanocellulose fibers has steadily increased by using several types of fibers, such as agricultural materials including fruit skins, bamboo and others [1-5]. L.Y. Xiang et al. studied the preparation of microcrystalline cellulose (MCC) extracts from empty fruit residues (EFB). FTIR analysis showed that hemicellulose and lignin peaks were not present in MCC. Extracted percentage of crystallinity of MCC extracted from EFB (82.5%) [6]. M.K. Mohamad Haafiza et al. studied the preparation of cellulose microscopy from palm bunch (OPEFB) by acid hydrolysis and bleaching. The test results show that it has a compact structure and rough surface area and a crystallinity index 87% [7]. Jaturong et al. studied synthesis and photocatalytic activity for water splitting reaction of nanocrystalline mesoporous titanium prepared by hydrothermal method. The results show TiO₂ with Anatase phase structure is approximately 8 nm [8]. Y. Okahisa et al. reported the effects of delignification in the cellulose nanofibers production and nanocomposites through a comparison of plants with lignin (2 years old lignified mature bamboo culms) and without lignin (immature bamboo shoot culms) [9]. The NaClO₂ treatment might have degraded the cellulose nanofibers. The developing of production processes to be more effective, easier, and more environmentally friendly, such as reducing energy use or reducing use harsh chemicals has been reported [10,11].

Polybutylene succinate (PBS) is a linear-structured polyester. PBS has physical characteristics as opaque white resin flexible (flexibility) and high product formability. It is able to withstand high heat as well as better biodegradable than poly(lactic acid), PLA [12-15].

In this research, we studied the preparation of cellulose microfibrils from palm bunches which is agricultural waste from the palm oil production process of Suk Somboon Company using the hydrothermal and chemical treatment process. The effect of time on the synthesis of cellulose microfibrils, the chemical and physical properties of prepared cellulose microfibrils were studied in order to find the possibility and value to palm bunches caused by significantly increasing daily oil production. The composite material was prepared by using cellulose microfibrils as a reinforcing agent added to PBS. The chemical and thermal properties of the prepared composite material were investigated.

Materials and methods

Materials. Oil palm empty fruit bunches fibres used for preparation of cellulose microfibrils were received from Suksomboon Company, Chonburi, Thailand. The stainless steel, hastelloy reactor was used to ensure high resistance against acids. The magnetic drive ensured efficient mixing and stirring of the process media as well as excellent heat transfer. Reactor size range was 100 - 450 ml, maximum pressure 350 bar, temperature -20°C to 350 °C. Analytical grade KOH pellets, NaClO₂ 80% powder, Ajax Finechem, and polybutylene succinate (PBS : FZ91PD) injection grade plastic granules were used.

Preparation of cellulose microfibril and composite film. The procedure used to preparation of cellulose microfibrils includes a combined chemical and mechanical process. The chemical treatments used to remove hemicellulose and lignin. The detailed procedure of this process is described below.

In the bleaching process, 300 ml of distilled water, 12 g NaClO₂ and 2 ml of acetic acid were added to 10 g of crushed and dried palm bunches in a 1000 ml Erlenmeyer flask, stirred and heat at 75 °C for 1 h. NaClO₂ (12 g) and 2 ml of acetic acid every 1 h for 3 times. Then, the mixture was filtered and the palm bunches was used in the process. In the alkaline process, the sample was soaked with 5 wt% of 240 ml KOH for 24 h. The sample was placed in a hydrothermal reactor at a temperature of 90 °C for 12, 18 and 24 h. The product was washed with distilled water until neutral. The acid hydrolysis process, 32 wt% of 100 ml H₂SO₄ was added to the solids obtained from the filter and stirred at 45 °C for 45 min followed by addition of distilled water to stop the reaction. The mixture was then spinning to separate the acid solution at a speed of 4000 rpm for 50 min. The mixture was neutralized with 1 wt% sodium hydroxide until neutral. The powdered cellulose particles were freeze-dried to receive the cellulose microfibrils. The frozen process condition is at -30 °C for 29 h. The dried cellulose microfibrils was mixed with PBS to prepare a composite material. PBS was dissolved in chloroform at room temperature and stirred for 4 h until completely dissolved. The cellulose microfibrils synthesized from palm bunch were added in different quantities: 1, 3 and 5 wt% and stirred until homogeneous at room temperature for approximately 20 h and poured into a clean glass mold. The solvent was let to evaporate at room temperature for 4 h.

Results and discussion

The chemical structure of CMF.

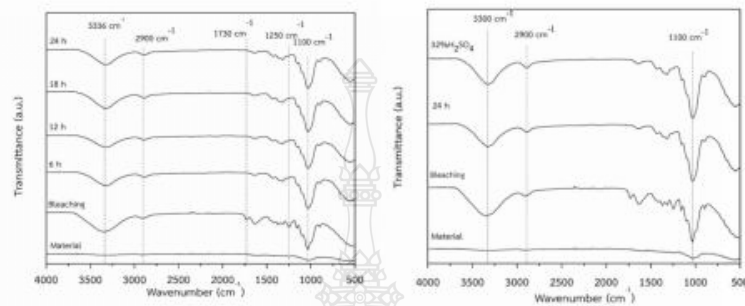


Figure 1. FT-IR spectra of CMF at times 6, 12, 18 and 24 h and acid hydrolysis process.

Figure 1 depicts the FT-IR spectra of CMF prepared from palm empty fruit bunches using bleaching process and alkali process by hydrothermal reactor at various trial times. The bleaching process was applied to get rid of lignin and hemicellulose. The FT-IR spectra confirmed the -OH and C-H stretching of palm empty fruit bunches through bleaching and alkaline processes at 3336 and 2900 cm^{-1} verified the structure of cellulose fibers. Peak at 1250 and 1730 cm^{-1} confirmed the position of lignin and hemicellulose, respectively [16-18]. These peaks disappeared after the hydrothermal alkali process.

The FT-IR spectra at 3400-3500 cm^{-1} is caused by oscillation of the -OH group, peak at 2900 cm^{-1} is caused by oscillation of CH_2 [18-20] and peak at 1645 cm^{-1} indicates water absorption, which is caused by the bending of water molecules between the cellulose molecules [18,21]. The peak at 1425 cm^{-1} relates to the molecules of hydrogen in the aromatic hydrocarbon structure (C_6) [22] and peak at 1163 cm^{-1} is caused by the vibrations of C-O-C. The spectra at 896 cm^{-1} relates to the vibrations of C-H in the molecules of β -glucosides (anomeric vibration) [16,23]. The spectra at 1100 cm^{-1} caused by the oscillation of the C-O-C stretching bond of the cellulose microfibrils increases through the bleaching and hydrothermal alkali and acid hydrolysis process at 12, 18 and 24 h.

The crystal structure analysis of CMF.

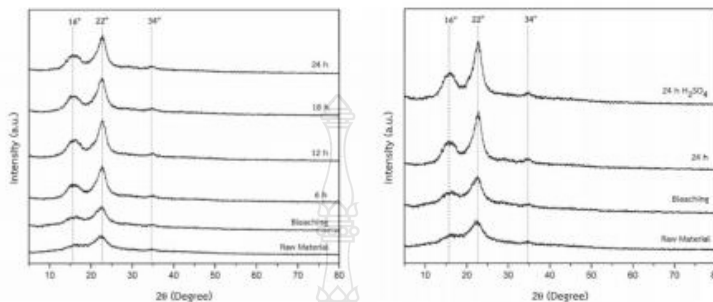


Figure 2. XRD pattern of CMF at 6, 12, 18 and 24 h. and 24 h. acid hydrolysis 32%.

From Figure 2 the crystal XRD pattern at 2θ is approximately 22° (002), and the peak showing the amorphous nature of 2θ is approximately 16° (-111) and 32° (-231), respectively. The crystallinity index (CrI) is calculated from the XRD pattern with Eq. 1 [19,20]. The result is shown in Table 1.

$$CrI(\%) = \frac{I_C}{I_C + I_{AM}} \times 100 \quad (1)$$

Where I_C is the maximum intensity at the plane 002 which represents the crystal.

I_{AM} is the intensity values at planes -111 and -231 which represent amorphous structure.

Table 1. Crystallinity index (CrI) values of CMF.

Hydrothermal process	CrI (%)
raw material	68.57
bleaching	73.45
6 h	76.01
12 h	79.39
18 h	81.17
24 h	84.68
24 h : acid hydrolysis 32%	87.63

In general, cellulose consists of crystalline and amorphous structures [24]. Preparation of cellulose microfibrils by bleaching, alkaline processes with hydrothermal reactors at various times and acid hydrolysis process as a results in the crystallinity index (CrI) of cellulose is higher when compared to the initial palm bunch, as in Table 1. The bleaching process with sodium chlorite and acids removed lignin and alkaline processes with hydrothermal reactors removed hemicellulose. Rearrangement of the amorphous section increased the cellulose crystalline index [25] to 76.01, 79.39, 81.17 and 84.68% of the alkaline process time with hydrothermal reactors from 6, 12, 18 and 24 h, respectively. The acid hydrolysis process eliminated the amorphous structures causing the crystalline part increased from 84.68% to 87.63%.

The morphology of CMF

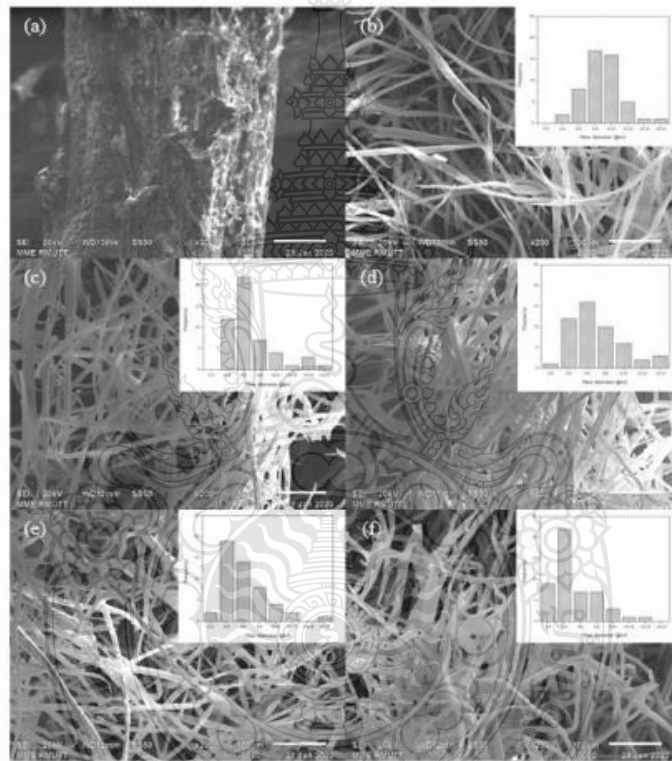


Figure 3. SEM Images of OPEFB (a) and CMF at 6 h (b), 12 h (c), 18 h (d), 24 h (e), 24 h and acid hydrolysis 32% (f).

From Figure 3 the cellulose microfibrils from the palm bunch underwent bleaching and hydrothermal processes at different times. The fibers were found to be significantly smaller when compared to the palm bunch as a main raw material. The fibers are characterized by a continuous long strand. Each line is distributed separately from each other which are not coagulated since the sodium chlorite bleaching process in combination with the acid eliminates lignin. The alkaline process with hydrothermal reactors can eliminate hemicellulose. The process made the fibers smaller [25-26] which has been shown that with more time spent in hydrothermal processes, the fiber size is smaller and the fiber size is more dispersed in the range 0-6 μm (Figure 3 (f), 24 h). The fibers were distributed in the range 0-14 μm , with most in the range of 0-4 μm with the hydrothermal and hydrolysis acid with 32 wt% H_2SO_4 . The fibers were smaller and had a better fiber distribution range after the acid hydrolysis process.

When the cellulose microfibrils were prepared from palm bunch residue by various processes including bleaching and alkaline process at 24 h, hydrolysis with 32 wt% H_2SO_4 , the composite film was prepared by casting process. The cellulose microfibrils from palm bunches was added to PBS at the content of 1, 3 and 5 wt%.

The chemical structure analysis of composite materials PBS/CMF.

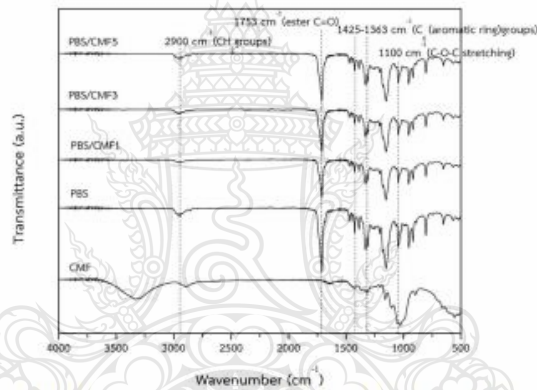


Figure 4. FT-IR spectra of composite material PBS/CMF at various amounts.

From Figure 4, it is shown that PBS and PBS composite materials using the cellulose microfibrils from the palm bunches are reinforced at various amounts. The spectra at 1753 cm^{-1} ester group is characterized by a C = O ester group [27], which can be explained by the interaction between the microcellulose fibers from the palm bunches and the matrix. The PBS may affect the distribution of ester clusters in the crystalline and amorphous area of the composite material. Microcellulose fibers from palm bunches are mostly reinforcing agents in an amorphous region. The addition of microcellulose fibers from the palm bunches in larger quantities to the matrix limits the movement of the polymer chains, leading to a decrease in the C = O ratio in the composite material. This can be observed from Fig. 4 at the peak of 1753 cm^{-1} , where when the cellulose content was increased from 1 to 3 and 5 wt%, the peak appeared shortened by the liver. Increasing the microcellulose fiber content from the palm bunch limiting the movement of C = O component in PBS resulted in a decrease in crystallinity. This can be confirmed by the results of the crystallinity analysis using an X-ray diffractometer.

The crystalline structure analysis of composite material PBS/CMF.

The peak at 16.5 ° of the CMF in Figure 5 is defined as amorphous [27] and peak at 21.8 ° is crystalline. Peak of crystalline PBS can also be observed at 22.5 °. The peak intensity at 21.8 ° increases with addition of CMF to PBS indicating that CMF from the palm bunch were successfully loaded into the PBS matrix.

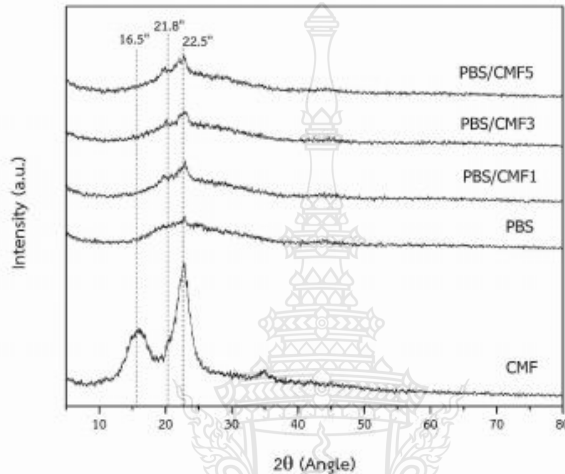


Figure 5. XRD patterns of composite material PBS/CMF at various CMF quantities.

The cellulose in the PBS matrix from the position of the peak at 22.5 ° showed very little change in the crystalline fraction, meaning that there was an increase in CMF at different volumes. Increasing the CMF content from the palm bunches resulted in a higher peak of 21.8 °, the amorphous peak of the composite material, confirmed a decrease in crystallinity.

Thermal stability analysis of composites material PBS/CMF.

From Figure 6 the thermogram shows the thermal stability of a PBS composite material using CMF from palm bunches as a reinforcing agent at various ratios. It was found that adding various amounts of cellulose microfibrils from the palm bunches resulted in increasing of decomposition temperature of the composite material. The higher shifting of the decomposition temperature showed an improved interaction between the filler and the polymer matrix [28] which could be observed from the TGA and DTG curves (Figure 6). The decomposition temperature of PBS reinforced with CMF as reinforcement at various ratios. This may be due to high amounts of crystalline CMF combined with the PBS matrix, it increases the thermal stability of pure PBS. Addition of 1 wt% CMF, the temperature was the vocal stability is higher than pure PBS. However, when increasing the CMF content from the palm bunches to 3 and 5 wt%, the thermal stability of the composite material was reduced to pure PBS.

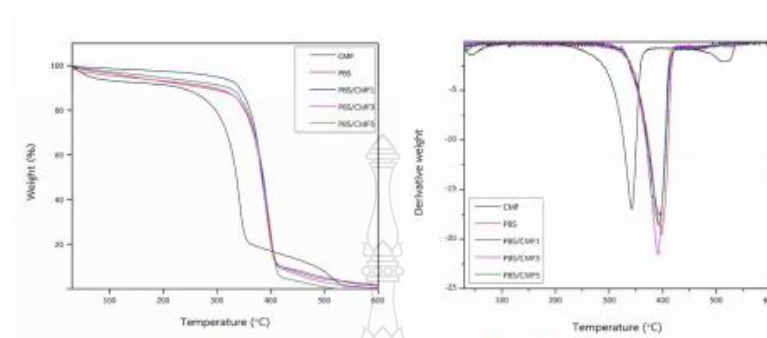


Figure 6. TGA analysis of composite materials PBS/CMF at different ratios.

Thermal analysis of composites material PBS/CMF.

Thermograms Figure 7 and Table 2 show the thermal properties of a composite material from PBS based on CMF from palm bunches as reinforcement. At various volumes It was found that the addition of CMF as a reinforcing agent in PBS composites did not affect the melting temperature compared to neat PBS, but affected the crystallization temperature. This is because the increased amount of cellulose microfibers from the palm bunch used as reinforcement will increase the crystallization temperature of the composite material. The higher the crystallization temperature, the lower the crystallinity of the composite material. Since the CMF added to the composite material blocked crystallization while PBS is cooling [29]. The result is consistent with the results of chemical structure and crystallinity analysis in which the PBS chain is interrupted of increased amorphousness and reduced crystallinity. The CMF does not show the effect of a nucleating agent to PBS. However, the flexibility of the composite material containing CMF from the palm bunches may result in higher flexibility.

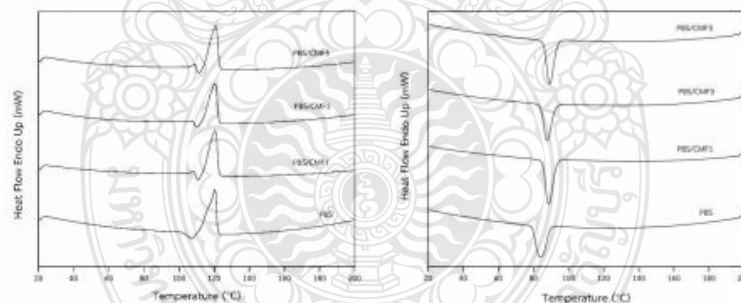


Figure 7. DSC curves of composite material PBS/CMF at various quantities.

Table 2. The thermal properties of composite materials PBS/CMF

Sample	T _m (°C)	T _c (°C)	ΔH _m (J/g)	ΔH _c (J/g)	X _c (%)
PBS	120.35	83.94	69.63	57.98	63.12
PBS/CMF1	120.37	88.63	62.47	57.90	56.63
PBS/CMF3	120.28	87.75	59.24	55.30	53.70
PBS/CMF5	120.72	89.17	57.59	55.54	52.21

Conclusion

Cellulose microfibrils were synthesized from palm empty fruit bunches under alkaline treatment processes using a hydrothermal process. The alkaline process was applied to remove lignin and hemicellulose with vary reaction time 6, 12, 18 and 24 h. The cellulose product was subjected to a hydrolysis process using sulfuric acid treatment to remove the amorphous parts to remain the crystalline parts. The FT-IR analysis verified including cellulose, lignin, and hemicellulose components in the fiber and confirmed removal of lignin and hemicellulose under the hydrothermal alkaline process with increasing reaction time. The XRD analysis confirmed crystalline index was increased to 84.68%. The cellulose microfibrils size was reduced in the range of 2-4 μm. The cellulose microfibrils was studied as the reinforcement material for poly(butylene succinate). The thermal and chemical properties of the biodegradable polymer composites were investigated. Thermal stability of composites material PBS/CMF was not significantly changed compare to the neat PBS.

References

- [1] J. Xie, C.Y. Hse, C.F. De Hoop, T. Hu, J. Qi, T.F. Shupe, Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication, *Carbohydr. Polym.* 151 (2016) 725-734.
- [2] Cintil J.C., Jithin J., Lovely M., Miran M., Joachim K., Sabu T., Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from *Helicteresisora* plant, *Ind. Crop. Prod.* 59 (2014) 27-34.
- [3] M. Ulbrich, E. Flöter, Impact of high pressure homogenization modification of a cellulose based fiber product on water binding properties, *Food Hydrocoll.* 41 (2014) 281-289.
- [4] M.E. Vallejos, F.E. Felissia, M.C. Area, N.V. Ehman, Q. Tarrés, P. Mutjé, Nanofibrillated cellulose (CNF) from eucalyptus sawdust as a dry strength agent of unrefined eucalyptus handsheets, *Carbohydr. Polym.* 139 (2016) 99-105.
- [5] Jiang F., Hsieh Y.L., Chemically and mechanically isolated nanocellulose and their self-assembled structures, *Carbohydr Polym.* 95 (2013) 32-40.
- [6] L.Y. Xiang, M.A.P. Mohammed, A.S. Baharuddin, Characterisation of microcrystalline cellulose from oil palm fibres for food applications, *Carbohydrate Polymers* 148 (2016) 11-20.
- [7] M.K.M. Haafiz, S.J. Eichhorn, A. Hassan, M. Jawaid, Isolation and characterization of microcrystalline cellulose from oil palm biomass residue, *Carbohydrate Polymers.* 93 (2013) 628-634.
- [8] J. Jitputti, S. Pavasupree, Y. Suzuki, S. Yoshikawa, Synthesis and photocatalytic activity for water-splitting reaction of nanocrystalline mesoporous titania prepared by hydrothermal method, *Journal of Solid State Chemistry.* 180 (2007) 1743-1749.

- [9] Y. Okahisa, K. Abe, Masaya Nogi, A.N. Nakagaito, T. Nakatani, H. Yano, Effects of delignification in the production of plant-based cellulose nanofibers for optically transparent nanocomposites, *Compos. Sci. Technol.* 71 (2011) 1342-1347.
- [10] M. Nasir, R. Hashim, O. Sulaiman, M. Asim, Nanocellulose : Preparation methods and applications, *Cellulose-Reinforced Nanofibre Composites.* (2017) 261-276.
- [11] A. Isogai, Wood nanocelluloses : fundamentals and applications as new bio-based nanomaterials, *J Wood Sci.* 59 (2013) 449-459.
- [12] BP. Calabia, F. Ninomiya, H. Yagi, A. Oishi, K. Taguchi, M. Kunioka, M. Funabashi, Biodegradable poly(butylene succinate) composites reinforced by cotton fiber with silane coupling agent, *Polymers*, 5 (2013) 128-141.
- [13] W. Pivsa-Art, K. Fujii, K. Nomura, Y. Aso, H. Ohara, H. Yamane, The Effect of Poly(ethylene glycol) as Plasticizer in Blends of Poly(lactic acid) and Poly(butylene succinate), *Applied Polymer Science.* (2016).
- [14] W. Pivsa-Art, K. Fujii, K. Nomura, Y. Aso, H. Ohara, H. Yamane, Isothermal Crystallization Kinetics of Talc Filled Poly(lactic acid) and Poly(butylene succinate) Blend, *J Polym Res.* (2016) 23:144.
- [15] W. Pivsa-Art, S. Pivsa-Art, Effect of Talc on Mechanical Characteristics and Fracture Toughness of Poly(lactic acid)/Poly(butylene succinate) Blend, *Journal of Polymers and the Environment.* 27 (2019) 1821-1827.
- [16] Alemdar A., Sain M., Isolation and characterization of nanofibres from agricultural residues wheat straw and soy hulls, *Bioresource Technology.* 99 (2008) 1664-1671.
- [17] Nuruddin M., Chowdhury A., Haque S.A., Rahman M., Farhad S.F., Sarwar Jahan M., Extraction and characterization of cellulose microfibrils from agricultural wastes in an integrated biorefinery initiative, *Cellulose Chemical and Technology.* 45 (2011) 347-354.
- [18] Rosa S.M.L., Rehman N., De Miranda M.I.G., Nachtigall S.M.B., Bica C.I.D., Chlorine free extraction of cellulose from rice husk and whisker isolation, *Carbohydrate Polymers.* 87 (2012) 1131-1138.
- [19] Jahan M.S., Saeed A., He Z., Ni Y., Jute as raw material for the preparation of microcrystalline cellulose, *Cellulose.* 18 (2011) 451-459.
- [20] Satyamurthy P., Jain P., Balasubramanya R.H., Vigneshwaran N., Preparation and characterization of cellulose nanowhiskers from cotton fibres by controlled microbial hydrolysis, *Carbohydrate Polymers.* 83 (2011) 122-129.
- [21] Johar N., Ahmad I., Dufresne A., Extraction preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk, *Industrial Crops and Products.* 37 (2012) 93-99.
- [22] Kumar V., Maria De La L.R.M., Yang D., Preparation characterization and tableting properties of a new cellulose based pharmaceutical aid, *International Journal of Pharmaceutics.* 235 (2012) 129-140.
- [23] Fahma F., Iwamoto S., Hori N., Iwata T., Takemura A., Isolation preparation and characterization of nanofibers from oil palm empty fruit bunch (OPEFB), *Cellulose.* 17 (2010) 977-985.
- [24] Klemm D., Heublein B., Fink H.P., Bohn A., Cellulose : Fascinating biopolymer and sustainable raw material, *Angewandte Chemie International Edition.* 44 (2005) 3358-3393.
- [25] Li R., Fei J., Cai Y., Li Y., Feng J., Yao J., Cellulose whisker extracted from mulberry : A novel biomass production, *Carbohydrate Polymers.* 76 (2009) 94-99.
- [26] K. Maharatchamongkol, Surface Modification of Cellulose Fiber from Rice Straw with Silane for Use as Reinforcement in Epoxy Resin, Master Thesis Department of Chemical Engineering Graduate school Silpakorn University. (2015) 41-52.

- [27] H.Y. Yu, H. Zhang, M.L. Song, Y. Zhou, J. Yao, Q.Q. Ni, From Cellulose Nanospheres Nanorods to Nanofibers : Various Aspect Ratio Induced Nucleation/Reinforcing Effects on Polylactic Acid for Robust-Barrier Food Packaging, ACS Applied Materials & Interfaces. (2017) 43920-43938.
- [28] M.K.M. Haafiz, A. Hassan, R. Arjmandi, Z. Zakaria, M.M. Marlina, M.I. Syakir, M.R. Nurul Fazita, Microcrystalline Cellulose From Oil Palm Empty Fruit Bunches as Filler in Polylactic Acid, Polymers & Polymer Composites. 24 (2016) 575-689.
- [29] T. Akkprasa, Y. Srihep, Effect of Polybutylene Adipate-*co*-Terephthalate on Properties of Polylactide Microfibers Prepared by Electrospinning Process, Journal of Science and Technology Ubon Ratchathani University. 21 (2019) 166-174.



ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	นายปิยะกมล ทองแดง
วัน เดือน ปีเกิด	12 มกราคม 2538
ที่อยู่	87 หมู่ 1 ตำบลห้วยแร้ง อำเภอเมือง จังหวัดตราด 23000
การศึกษา	ปริญญาตรี คณะวิศวกรรมศาสตร์ สาขาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
ประสบการณ์การทำงาน	สหกิจศึกษา ณ Enkei Thai Molding Co., Ltd. (4 เดือน)
เบอร์โทรศัพท์	094-6962894
อีเมล	ton.piyakamon@gmail.com

