



รายงานการวิจัย

การแยกและการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้จาก
เส้นใยปอแก้ว

Separation and characterisation of cellulose nanofibres isolated
from kenaf fibres

นิภาพรรณ โสติดิยานนท์

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปี พ.ศ. 2560

รายงานการวิจัย

การแยกและการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้จาก
เส้นใยปอแก้ว

Separation and characterisation of cellulose nanofibres isolated
from kenaf fibres

นิภาพรรณ โสติดิยานนท์

สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปี พ.ศ. 2560

กิตติกรรมประกาศ

สำหรับงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในการให้การสนับสนุนทุนพัฒนาอาจารย์ใหม่/นักวิจัยใหม่ กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช เพื่อดำเนินงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ภาวี ศรีกุลกิจ อาจารย์อาวุโสของโครงการวิจัยนี้ ในการให้ความช่วยเหลือ ให้ความรู้ คำแนะนำและคำปรึกษาที่เป็นประโยชน์ต่อโครงการวิจัยนี้เป็นอย่างมาก

ขอขอบพระคุณอาจารย์ นักวิจัย นักวิทยาศาสตร์ นักวิจัยผู้ช่วย และเจ้าหน้าที่ทุกท่าน ที่สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ความช่วยเหลือ และอำนวยความสะดวกในระหว่างการดำเนินงานวิจัยมาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการวิเคราะห์ทดสอบตัวอย่าง

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดาที่คอยให้กำลังใจตลอดการดำเนินงานวิจัยนี้ รวมถึงครูอาจารย์ทุกท่านที่ให้ความรู้แก่ข้าพเจ้า

บทคัดย่อภาษาไทย

เส้นใยนาโนเซลลูโลสถูกสกัดแยกจากเส้นใยปอแก้วโดยกระบวนการทางเคมีและตามด้วยการไฮโดรลิซิสด้วยกรด เส้นใยปอแก้วผ่านการทรีทเมนท์โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์สามความเข้มข้นที่ต่างกันได้แก่ 4% 12% และ 17.5% โดยน้ำหนักต่อปริมาตร เส้นใยที่ผ่านการทรีทเมนท์จะถูกนำไปฟอกขาวด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เส้นใยที่ผ่านการทรีทเมนท์ด้วย NaOH เข้มข้น 12% และไม่ฟอกขาว ถูกเลือกที่จะนำไปเตรียมเยื่อสีขาว ซึ่งเตรียมโดยการทรีทเมนท์ด้วยสารละลายผสมของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เข้มข้น 30% และกรดเกลืออะซิติก เส้นใยนาโนเซลลูโลสถูกสกัดแยกจากเยื่อสีขาวที่เตรียมได้โดยการไฮโดรลิซิสด้วยกรดซัลฟูริก ขนาดความกว้างของเยื่อสีขาวและเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้คือ 10 ไมโครเมตร และ 136 นาโนเมตร ตามลำดับ เส้นใยที่ผ่านและไม่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์ เส้นใยที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาว และเยื่อสีขาวถูกวิเคราะห์ลักษณะทางเคมีโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรเมทรี ส่วนความเป็นผลึกของเส้นใยดังกล่าว หาได้จากเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน นอกจากนี้การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนถูกใช้เพื่อศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยดังกล่าว จากการศึกษาพบว่า เฮมิเซลลูโลส เพคติน และแว็กซ์ ถูกกำจัดออกจากเส้นใยโดยกระบวนการทางเคมี นอกจากนี้ลิกนินส่วนใหญ่ถูกกำจัดออกโดยกระบวนการทางเคมีเช่นกัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งสารละลายผสมของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์และกรดอะซิติกสามารถกำจัดลิกนินออกจากเส้นใยได้ทั้งหมด เส้นใยทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีองค์ประกอบทางเคมีเหมือนกัน ค่าความเป็นผลึกของเส้นใยที่ไม่ผ่านการทรีทเมนท์ต่ำกว่าของเส้นใยที่ผ่านการทรีทเมนท์ ค่าความเป็นผลึกของเส้นใยที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีค่าใกล้เคียงกัน ยกเว้นในกรณีของเส้นใยที่ผ่านการทรีทเมนท์ด้วย NaOH เข้มข้น 17.5% นอกจากนี้เส้นใยที่ไม่ผ่านการทรีทเมนท์มีอุณหภูมิเริ่มสลายตัวทางความร้อนต่ำกว่าเส้นใยที่ผ่านการทรีทเมนท์ อีกทั้งเส้นใยที่ไม่ฟอกขาวมีอุณหภูมิการสลายตัวใกล้เคียงกับเส้นใยที่ฟอกขาว

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ

Cellulose nanofibres were extracted from kenaf fibres by using chemical treatments followed by acid hydrolysis. The kenaf fibres were chemically treated with three different concentrations of sodium hydroxide including 4%, 12% and 17.5%w/v. The treated fibres were subsequently bleached with hydrogen peroxide. The 12% NaOH treated and unbleached fibres were selected to be prepared white pulp by treating with a mixture of 30% hydrogen peroxide and glacial acetic acid. Cellulose nanofibres were finally extracted from the obtained white pulp by hydrolysis with sulphuric acid. The obtained white pulp and cellulose nanofibres had average widths of 10 μm and 136 nm, respectively. The untreated and treated fibres, the unbleached and bleached fibres, and the white pulp were chemically characterised using Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. Their crystallinity was determined using X-ray diffraction (XRD). Additionally, thermogravimetric analysis (TGA) was used to examine their thermal properties. It was found that hemicellulose, pectin and waxes were removed by the chemical treatments. In addition, large amounts of the lignin were removed by those treatments, especially a mixture of hydrogen peroxide and acetic acid being able to remove all lignin from the fibres. The chemical components of the unbleached and bleached fibres were all the same. The crystallinity index was lower for the untreated fibres than for the treated fibres. The crystallinity indexes of the unbleached and bleached fibres were similar, except those of the 17.5% NaOH treated fibres. Additionally, the untreated fibres had lower onset decomposition temperature than the treated fibres. The decomposition temperatures of the unbleached fibres also came close to those of the bleached fibres.

สารบัญเรื่อง

บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพ	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญ ที่มาของปัญหา และผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	1
1.2 วัตถุประสงค์	6
1.3 ขอบเขตการวิจัย	6
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	6
บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย	7
2.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้	7
2.2 การเตรียมเส้นใยจากปอแก้ว	7
2.2.1 การทำอัลคาไลน์ทรียท์เมนท์	7
2.2.2 การฟอกขาว	8
2.2.3 การเตรียมเยื่อสีขาว	8
2.3 การแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสโดยกระบวนการไฮโดรลิซิสด้วยกรด	8
2.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของเส้นใย	9
2.5 การศึกษาลักษณะทางเคมีของเส้นใย	9
2.6 การศึกษาความเป็นผลึกของเส้นใย	9
2.7 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใย	9
บทที่ 3 ผลการวิจัยและอภิปรายผลการทดลอง	10
3.1 ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของเส้นใย	10

3.2 ลักษณะทางเคมีของเส้นใย	15
3.3 ความเป็นผลึกของเส้นใย	18
3.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใย	21
บทที่ 4 สรุปผลการวิจัย และปัญหา/อุปสรรค/และข้อเสนอแนะ	26
4.1 สรุปผลการวิจัย	26
4.1 ปัญหา/อุปสรรค/และข้อเสนอแนะ	27
บรรณานุกรม	28
ประวัตินักวิจัย	32

สารบัญตาราง

ตารางที่ 1	ชื่อตัวอย่างของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ และจำนวนครั้งของการทรีทเมนท์	7
ตารางที่ 2	ชื่อตัวอย่างของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์และตามด้วยการฟอกขาว	8
ตารางที่ 3	ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณเส้นใยปอแก้วที่เตรียมได้หลังผ่านกระบวนการทางเคมี	10
ตารางที่ 4	ความกว้างของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี	15
ตารางที่ 5	ความเป็นผลึกของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี	21
ตารางที่ 6	อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี	25

สารบัญภาพ

รูปที่ 1 การแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยไม้ด้วยกระบวนการทางเคมีตามด้วยกระบวนการเชิงกล (CHEN ET AL., 2011)	2
รูปที่ 2 เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้จากเส้นใยปอแก้ว โดยผ่านกระบวนการทางเคมีและการไฮโดรลิซิสด้วยกรด (KF-T12-M-A60)	10
รูปที่ 3 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้ว (KF) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)	11
รูปที่ 4 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 4% (KF-T4) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)	11
รูปที่ 5 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12% (KF-T12) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)	12
รูปที่ 6 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5% (KF-T17.5) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)	12
รูปที่ 7 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 4% และตามด้วยการฟอกขาว (KF-T4-B) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)	12
รูปที่ 8 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12% และตามด้วยการฟอกขาว (KF-T12-B) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)	13
รูปที่ 9 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5% และตามด้วยการฟอกขาว (KF-T17.5-B) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)	13
รูปที่ 10 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12% และตามด้วยกระบวนการเตรียมเยื่อ (KF-T12-M) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)	14
รูปที่ 11 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12% และตามด้วยกระบวนการเตรียมเยื่อ และไฮโดรลิซิสด้วยกรด (KF-T12-M-A60) ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า	14
รูปที่ 12 อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใย KF, KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5	16
รูปที่ 13 อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใย KF, KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B	16

รูปที่ 14 อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใย KF, KF-T12, KF-T12-B และ KF-T12-M	17
รูปที่ 15 XRD แพทเทิร์นของเส้นใย KF, KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5	19
รูปที่ 16 XRD แพทเทิร์นของเส้นใย KF, KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B	19
รูปที่ 17 XRD แพทเทิร์นของเส้นใย KF, KF-T12, KF-T12-B และ KF-T12-M	20
รูปที่ 18 TGA เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5	22
รูปที่ 19 DTG เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5	22
รูปที่ 20 TGA เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B	23
รูปที่ 21 DTG เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B	23
รูปที่ 22 TGA เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T12, KF-T12-B และ KF-T12-M	24
รูปที่ 23 DTG เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T12, KF-T12-B และ KF-T12-M	24

บทที่ 1 บทนำ

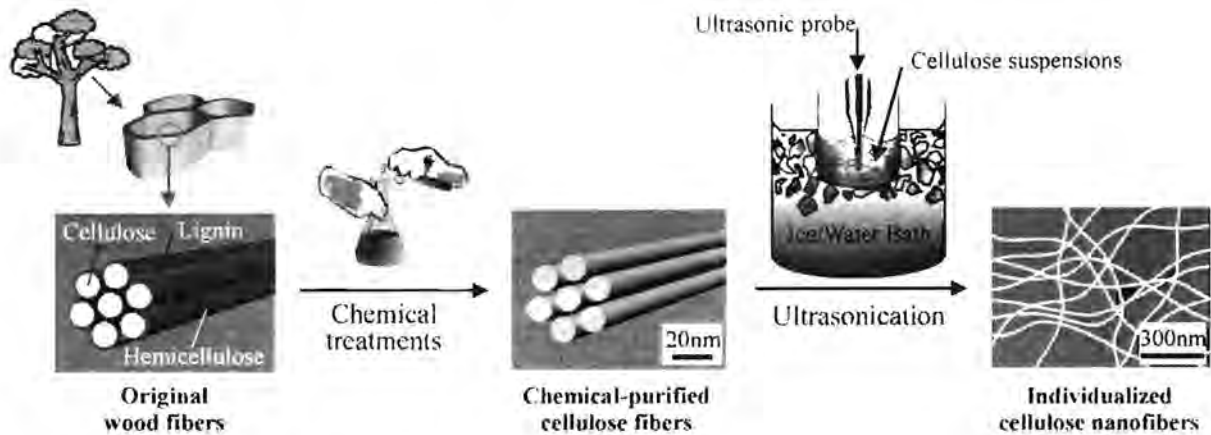
1.1 ความสำคัญ ที่มาของปัญหา และผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เส้นใยธรรมชาติจากพืชได้รับความสนใจอย่างต่อเนื่องสำหรับการนำมาใช้เป็นวัสดุเสริมแรงในวัสดุพอลิเมอร์คอมโพสิตที่ใช้กันมากในหลายอุตสาหกรรม เช่น อุตสาหกรรมรถยนต์และอุตสาหกรรมวัสดุก่อสร้าง เพื่อทดแทนการใช้เส้นใยสังเคราะห์ เช่น เส้นใยแก้ว เส้นใยคาร์บอน และเส้นใยอะรามิด เนื่องจากเส้นใยธรรมชาติเป็นวัสดุที่มีราคาถูก มีความหนาแน่นต่ำ สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม นอกจากนี้เส้นใยธรรมชาติยังไม่ทำให้เกิดการกักร้อนกับเครื่องมือที่ใช้ ไม่ก่อให้เกิดอันตรายต่อผู้ปฏิบัติงาน และไม่ก่อให้เกิดปัญหาสุขภาพ เช่น มะเร็งปอด ต่อผู้ปฏิบัติงาน เมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยสังเคราะห์

เส้นใยปอแก้วเป็นเส้นใยธรรมชาติชนิดหนึ่งที่ได้รับความสนใจ เนื่องจากปอแก้วสามารถเติบโตได้รวดเร็วในหลายพื้นที่ โดยขนาดความสูงของต้นมากถึง 3.7-5.5 เมตร และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของลำต้นยาว 25-51 มิลลิเมตร ในสภาพอากาศที่หลากหลาย ในเวลาเพียง 4-5 เดือนเท่านั้น (Ashori et al., 2006) องค์ประกอบหลักทางเคมีของเส้นใยปอแก้วคือ แอลฟาเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน เพคติน และแว็กซ์ (Thomas et al., 2011) สำหรับการแยกเส้นใยปอแก้วจากต้นปอแก้วมีหลายปัจจัยที่มีความสำคัญ ได้แก่ ขนาดลำต้น ความชื้นในเส้นใย ความชื้นในอากาศ ประเภทของเครื่องมือที่ใช้ และอัตราการผลิต (processing rate) (Abdul Khalil et al., 2010) ทั้งนี้คุณสมบัติของเส้นใยปอแก้วขึ้นอยู่กับแหล่งที่มา การปลูก อายุ และเทคนิคการแยก (Feng et al., 2001; Sanadi et al., 1995)

ในปัจจุบันการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากพืชเพื่อใช้เป็นสารตัวเติมในไบโอคอมโพสิตกำลังได้รับความนิยม เนื่องจากเป็นการช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างเซลลูโลสและเมทริกซ์พอลิเมอร์ ซึ่งจะส่งผลให้การยึดติดดีขึ้น นอกจากนี้ยังเป็นการลดส่วนที่เป็นอสัณฐาน (Amorphous) ออกจากเส้นใย ทำให้เส้นใยเซลลูโลสที่ได้มีความแข็งแรงมากพอที่สามารถใช้เป็นส่วนเสริมแรงในวัสดุคอมโพสิต ซึ่งช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลของวัสดุคอมโพสิตให้ดีขึ้น อีกทั้งยังสามารถนำเส้นใยนาโนเซลลูโลสนี้ไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมที่หลากหลายมากขึ้น เช่น ในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง และอุตสาหกรรมด้านเวชภัณฑ์ (Frone, Panaitescu & Donescu, 2011; Thomas et al., 2011) ส่วนกระบวนการที่ใช้ในการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากพืชนั้น มีหลายกระบวนการ เช่น วิธีเชิงกล วิธีทั้งเชิงเคมีและเชิงกล หรือ วิธีที่มีการใช้เอนไซม์เข้ามาเกี่ยวข้อง เป็นต้น สำหรับกระบวนการเชิงกล สามารถใช้ผลิตเส้นใยขนาดเล็กมากที่มีโครงสร้างคล้ายใยแมงมุม กระบวนการทางเคมีส่วนใหญ่จะเกี่ยวข้องกับการไฮโดรไลซิสของเซลลูโลสแล้วตามด้วยการใช้กระบวนการเชิงกล ซึ่งกระบวนการนี้จะสามารถแยกได้เป็นอนุภาคผลึกระดับนาโนที่มีขนาดยาว 100-200 นาโนเมตร และกว้าง 20-40 นาโนเมตร ตัวอย่างการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยไม้โดยใช้กระบวนการนี้แสดงในรูปที่ 1 ส่วนกระบวนการที่ใช้เอนไซม์ในการช่วยแยกเส้นใยเซลลูโลสใน

ตอนต้น จากนั้นนำมาแยกเชิงกลในน้ำ จะสามารถแยกเส้นใยเซลลูโลสที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 100 นาโนเมตร และยาวมากกว่า 1 ไมโครเมตร นอกจากนี้ยังมีอีกวิธีหนึ่งที่สามารถใช้ในการผลิตเส้นใยนาโน วิธีนี้คือ ไครโอครัชชิ่ง (Cryocrushing) ซึ่งเป็นวิธีที่เส้นใยจะถูกทำให้แข็งตัวด้วยไนโตรเจนเหลว และมีการใช้แรงเฉือนที่มากเพื่อช่วยในการแยก (Thomas et al., 2011)



รูปที่ 1 การแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยไม้ด้วยกระบวนการทางเคมีตามด้วยกระบวนการเชิงกล (Chen et al., 2011)

Jonoobi และคณะ (2009) ศึกษาการแยกเส้นใยนาโนจากเส้นใยปอแก้วด้วยกระบวนการทางเคมีและกระบวนการเชิงกล โดยเปรียบเทียบเส้นใยนาโนที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาว เส้นใยปอแก้วถูกผ่านกระบวนการทำให้เป็นเยื่อโดยนำไปย่อยด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 15% และสารแอนทราควิโนน 0.1% ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส นาน 45 นาที จากนั้นนำไปฟอกขาวเพื่อขจัดลิกนินออกโดยใช้สารเคมี แล้วนำเยื่อที่ได้ไปแช่ในน้ำกลั่น นาน 8 ชั่วโมง ในเวลาต่อมาเยื่อนี้ถูกนำไปเข้าเครื่องกระจายเยื่อ (Disintegrator) ที่ความเร็ว 3000 รอบต่อนาที นาน 20 นาที จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการไครโอครัชชิ่ง แล้วจึงนำไปผ่านกระบวนการโฮโมจีไนเซชัน (Homogenization) ที่ความดันสูง (500 บาร์) Jonoobi และคณะ (2009) พบว่าเส้นใยนาโนที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีปริมาณเซลลูโลส 92.8% และ 82.6% ตามลำดับ เส้นใยนาโนทั้ง 2 ชนิดนี้มีเส้นผ่านศูนย์กลางใกล้เคียงกันมาก โดยส่วนใหญ่ (มากกว่า 70%) จะมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 10-30 นาโนเมตร สำหรับเส้นใยที่ผ่านการฟอกขาว และ 20-40 นาโนเมตร สำหรับเส้นใยที่ไม่ผ่านการฟอกขาว ส่วนความยาวของเส้นใยอยู่ในระดับไมโครเมตร การศึกษาคุณลักษณะเฉพาะทางเคมีของเส้นใยนาโนพบว่า คุณลักษณะเฉพาะทางเคมีของเส้นใยนาโนที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีความแตกต่างกัน แต่พบว่าลิกนินถูกขจัดออกจากเส้นใยเช่นเดียวกัน ความเป็นผลึกของเส้นใยที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีค่า 81.4% และ 79.2% ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าเส้นใยนาโนที่ได้สามารถสลายตัวด้วยความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 200 องศาเซลเซียส (351 และ 348 องศาเซลเซียส สำหรับเส้นใยที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาว ตามลำดับ) ซึ่งสูงกว่าการสลายตัวด้วยความร้อนของเส้นใยปอแก้วที่ไม่ผ่านกระบวนการแยก และสิ่งที่ค้นพบนี้เป็นประโยชน์สำหรับการนำไปใช้กับเทอร์โม

พลาสติกต้องใช้อุณหภูมิในการขึ้นรูปสูงกว่า 200 องศาเซลเซียสได้ ทำให้เส้นใยสามารถนำไปใช้กับเทอร์โมพลาสติกได้หลากหลายชนิดขึ้น

Karimi และคณะ (2014) ศึกษาการแยกเส้นใยนาโนจากเส้นใยปอแก้วโดยใช้วิธีการทำให้เป็นเยื่อ เช่นเดียวกับที่มวิจัยของ Jonoobi และคณะ (2009) แต่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และเวลาที่ใช้นั้นต่างกัน Karimi และคณะ (2014) ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีความเข้มข้น 25 wt% และใช้เวลานานถึง 2 ชั่วโมง ส่วนกระบวนการเชิงกลที่ดำเนินการต่อจากกระบวนการทางเคมีนั้น Karimi และคณะ (2014) ใช้เครื่องบดอย่างละเอียด (supermasscollider) สำหรับการแยกเส้นใยนาโนออกจากเยื่อที่ได้ ทั้งนี้ได้มีการเปรียบเทียบเส้นใยนาโนที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวด้วย ซึ่งพบว่ากระบวนการที่ใช้แยกเส้นใยนาโนนั้นสามารถแยกเส้นใยนาโนที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวได้ 58.0% และ 62.5% ตามลำดับ นอกจากนี้เซลลูโลสในเส้นใยนั้นมีปริมาณเท่ากับปริมาณเซลลูโลสในเส้นใยนาโนที่แยกโดย Jonoobi และคณะ (2009) ส่วนขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีค่าในช่วง 1.2-30.0 นาโนเมตร และ 2.2-34 นาโนเมตร ตามลำดับ ในการศึกษาคุณลักษณะเฉพาะทางเคมีของเส้นใยนาโนพบว่าลิกนินถูกขจัดออกจากเส้นใยด้วยกระบวนการเตรียมเยื่อ ทั้งนี้ลักษณะเฉพาะทางเคมีของเส้นใยนาโนที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีความแตกต่างกัน นอกจากนี้เส้นใยที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีความเป็นผลึกในปริมาณเช่นเดียวกับเส้นใยนาโนที่แยกโดย Jonoobi และคณะ (2009) และเส้นใยนาโนที่ได้สามารถสลายตัวด้วยความร้อนที่อุณหภูมิสูงกว่า 200 องศาเซลเซียส (361 และ 358 องศาเซลเซียส สำหรับเส้นใยที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวตามลำดับ) เช่นเดียวกับเส้นใยนาโนที่แยกโดย Jonoobi และคณะ (2009) Karimi และคณะ (2014) สรุปว่าเส้นใยนาโนที่ผ่านและไม่ผ่านการฟอกขาวมีค่าการทดสอบที่กล่าวมาข้างต้นไม่แตกต่างกันมากนัก ทำให้สามารถที่จะลดกระบวนการฟอกขาวสำหรับการแยกเส้นใยนาโนได้ แต่เนื่องจากคุณลักษณะเฉพาะทางเคมีที่ผิวของเส้นใยนาโน 2 ชนิดนี้ต่างกัน ซึ่งจะมีผลเมื่อนำไปใช้เป็นสารตัวเติมในพอลิเมอร์เมทริกซ์

Li และคณะ (2014) เตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเยื่อคราฟท์จากไม้เนื้ออ่อนที่ฟอกขาว โดยเริ่มจากนำเยื่อเซลลูโลสไปกระจายตัวในสารละลายผสม โซเดียมไฮดรอกไซด์:ไทโอยูเรีย:ยูเรีย:น้ำ ในสัดส่วน 7:9:9:75 ที่อุณหภูมิ - 10 และ - 18 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการอัลตราโซนิคส์ ที่กำลัง 500 วัตต์ เป็นเวลา 5, 10, 20, 30, 40 และ 50 นาที ตามด้วยเซนตริฟิว (Centrifuge) ที่ความเร็ว 4,000 รอบต่อนาที นาน 10 นาที แล้วนำไปผ่านกระบวนการไดอะไลซิส (Dialysis) กับน้ำกลั่นจนกระทั่งค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 7 จากนั้นนำไปกระจายตัวในน้ำอีกครั้งโดยใช้กระบวนการอัลตราโซนิคส์ และทำให้แห้งโดยใช้กระบวนการทำแห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze dry) ทั้งนี้เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้ มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 30 นาโนเมตร และยาวตั้งแต่ 200 นาโนเมตรถึงหลายไมโครเมตร ค่าความเป็นผลึกของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) คือ 54.9% ซึ่งต่ำกว่าค่าของเยื่อคราฟท์ (60.7%) เป็นผลเนื่องมาจากสายโซ่ที่แพกกันของเซลลูโลสแยกออกจากกันแล้วสร้างเฟสอสัณฐาน (Amorphous phase) ส่วนการสลายตัวทางความร้อน พบว่าอุณหภูมิเริ่มสลายตัวของเส้นใยนาโน

เซลลูโลสคือ 270 องศาเซลเซียส ซึ่งสูงกว่าของเยื่อคราฟท์ (266 องศาเซลเซียส) เล็กน้อย นอกจากนี้ยังพบว่าเวลาที่ใช้ในกระบวนการอัลตราโซนิคส์มากขึ้นจะเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสได้ปริมาณมากขึ้น แต่ถ้าหากใช้เวลานานเกินไปเส้นใยนาโนเซลลูโลสถูกทำให้แตก ซึ่งอาจจะเปลี่ยนสัณฐานวิทยา (Morphology) ของเส้นใยนาโนไปเป็นผลึกนาโน (Nanowhiskers) สำหรับกระบวนการอัลตราโซนิคส์ที่ความเข้ม (Intensity) สูง จะเกิดฟอง ที่จะไปขัดขวางการเกิดการรวมกลุ่มกันของอนุภาค แต่ถ้าใช้ความเข้มต่ำ จะมีเพียงพันธะที่อ่อนจะถูกทำให้แตกออก จึงมีการทำ Pretreatment ที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งจะมีบทบาทสำคัญในการทำให้ได้เส้นใยนาโน ซึ่งในกรณีที่มีการทำ Pretreatment ค่ากำลังที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการอัลตราโซนิคส์เพื่อให้ได้ปริมาณของเส้นใยนาโนที่มากที่สุดคือ 500 วัตต์ นอกจากนี้ความเข้มข้นของเซลลูโลสมีผลต่อปริมาณของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้ ถ้าเซลลูโลสเข้มข้นมากกว่าจะทำให้ระบบมีความหนืดสูงกว่า จึงจำเป็นต้องใช้พลังงานมากกว่าสำหรับการทำให้สายโซ่ของเซลลูโลสแตกออก ทั้งนี้ Li และคณะ (2014) ศึกษา 2 ความเข้มข้น คือ 0.5% และ 2.5% และพบว่าความเข้มข้นที่เหมาะสมคือ 0.5% ซึ่งการใช้ความเข้มข้นต่ำจะทำให้เส้นใยบวมตัวและแตกออกเป็นเส้นใยเล็กๆ ในตัวทำละลาย

Kamphunthong และคณะ (2012) แยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากซีเลื่อยไม้ยางพารา โดยเริ่มจากนำซีเลื่อยมาร้อนผ่านตะแกรงขนาด 70 mesh และอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 65 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10 wt% และ 17.5 wt% ที่อุณหภูมิห้อง นาน 2 ชั่วโมง แล้วจึงล้างหลายๆ ครั้งด้วยน้ำกลั่น เส้นใยที่ได้นำไปผ่านกระบวนการนำลิกนินออก (Delignification) ด้วยโซเดียมคลอไรด์ (NaClO_2) (อัตราส่วนเส้นใยต่อสารละลาย คือ 1:1) ในสารละลายโซเดียมอะซิเตตบัฟเฟอร์เข้มข้น 0.1 M เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง เส้นใยสีขาวที่ได้ถูกนำไปผ่านกระบวนการไฮโดรลิซิสด้วยกรดซัลฟูริก เข้มข้น 64 wt% นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส จากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆ ครั้ง แล้วทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ต่อมาเส้นใยถูกทำให้แตกโดยใช้สารไครโอเจน (Cryogen) แล้วนำไปแช่ในน้ำกลั่น จากนั้นทำให้กระจายตัวโดยใช้ Homogenizer ที่ความเร็ว 15,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปผ่านเทคนิคอัลตราโซนิคส์ นาน 10 นาที ในอ่างน้ำแข็ง เพื่อแยกเส้นใยให้เป็นไฟบริลขนาดเล็ก และทำให้แห้งด้วยเทคนิคการทำแห้งแบบเยือกแข็ง จากการศึกษาพบว่า เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้มีลักษณะเป็นโครงสร้างร่างแหที่มีขนาดเล็กมากๆ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 20-80 นาโนเมตร และมีความยาวในระดับไมโครเมตร ความเป็นผลึกของเส้นใยนาโนคือ 83.14% ซึ่งสูงกว่าความเป็นผลึกของซีเลื่อยที่มีค่า 57.86% นอกจากนี้ยังพบว่าอุณหภูมิเริ่มสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยนาโน (274 องศาเซลเซียส) มีค่าสูงกว่าของซีเลื่อย (254 องศาเซลเซียส) อีกด้วย

Khawas และ Deka (2016) ศึกษาเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้จากเปลือกกล้วยในประเทศอินเดีย ซึ่งในขั้นตอนการเตรียมเส้นใย เริ่มจากล้างเปลือกกล้วยให้สะอาดด้วยน้ำประปา แล้วนำไปแช่ในน้ำกลั่นเป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปเตรียมเยื่อโดยนำไปจุ่มในสารละลาย Potassium metabisulphite ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$) เข้มข้น 1% นาน 12 ชั่วโมง และทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

แล้วจึงนำไปบดและร่อนผ่านตะแกรงขนาด 0.25 มิลลิเมตร และเก็บในถุงพลาสติกที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส จากนั้นนำมาย่อยในเครื่องโดยใช้ Sodium hydroxide เข้มข้น 20% และ Anthraquinone เข้มข้น 0.1% (อัตราส่วนผงเปลือกกล้วยต่อสารละลายคือ 1:20) ที่อุณหภูมิ 170 องศาเซลเซียส นาน 1.5 ชั่วโมง เพื่อให้เพคติน ลิกนิน และเฮมิเซลลูโลสละลายออกมาบางส่วน และล้างด้วยน้ำกลั่น จากนั้นนำมาขจัดลิกนินออกโดยการฟอกขาว ซึ่งใช้ Sodium chlorite (NaClO_2) เข้มข้น 1%w/v และปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายให้เท่ากับ 5 ด้วยกรดอะซิติกเข้มข้น 10%v/v ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง สำหรับกระบวนการฟอกขาวนั้น ทำ 2 รอบ หลังจากนั้นทรีทเมนต์ด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 5%w/v ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 15 ชั่วโมง และล้างเพื่อกำจัดเฮมิเซลลูโลสออก จากนั้นนำมาผ่านกระบวนการไฮโดรลิซิสด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1%v/v ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง แล้วจึงล้างด้วยน้ำกลั่น และ Centrifuge ที่ความเร็ว 10,000 รอบต่อนาที ที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส นาน 20 นาที ทำขั้นตอนนี้จนกระทั่งค่าความเป็นกรด-ด่าง มีค่าเป็นกลาง และเก็บในน้ำเพื่อหลีกเลี่ยงการเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างเส้นใย จากนั้นนำเส้นใยที่ได้ไปลดขนาดลงด้วย High-intensity ultrasonic treatment โดยใช้น้ำกลั่น (ปริมาตร 120 ml) (ความเข้มข้นประมาณ 0.5% โดยน้ำหนัก) ซึ่งใช้หัวจุ่มขนาด 1.5 เซนติเมตร ที่ความถี่ 25 kHz เป็นเวลา 30 นาที และมีการเปลี่ยนแปลงกำลังที่ใช้คือ 400, 800 และ 1000 W พร้อมกับใช้อ่างน้ำแข็งในกระบวนการนี้ หลังจากนั้นทำให้ด้วยกระบวนการทำแห้งแบบเยือกแข็ง และเก็บที่อุณหภูมิ 4 องศาเซลเซียส

Khawas และ Deka (2016) พบว่าเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้นั้นมีขนาดเล็กลงเมื่อเพิ่มกำลังของ High-intensity ultrasonic ที่ใช้ (0, 400, 800 และ 1000 W) ซึ่งพบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีขนาด 35, 32, 27 และ 20 นาโนเมตร ความยาวของเส้นใยที่ได้คือ 589, 469, 385 และ 264 นาโนเมตร อัตราส่วนความยาวเส้นใยต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย 17, 15, 14 และ 13 สำหรับความเป็นผลึกของเส้นใยนาโนมีค่าดังนี้ 30.5, 44.1, 50.7 และ 63.6% อุณหภูมิเริ่มสลายตัวของเส้นใยนาโนคือ 260.8, 270.4, 279.9 และ 295.3 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

Song และคณะ (2014) เตรียมเซลลูโลสนาโนคริสตัล (Cellulose nanocrystal) และเซลลูโลส นาโนไฟบริล (Nanofibrillated cellulose) จากเยื่อคราฟท์จากไม้เนื้อแข็งและไม้เนื้ออ่อนที่ฟอกขาว โดยเริ่มเตรียมเซลลูโลสนาโนคริสตัล เตรียมจากการไฮโดรลิซิสด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 64% ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส (อัตราส่วนเยื่อต่อกรด คือ 1:10) ซึ่งปฏิกิริยานี้หยุดโดยเจือจางด้วยน้ำกลั่น 10 เท่า จากนั้นกรองผ่านแผ่นกรองทรงกลมทำจากเส้นใยแก้ว มีขนาดรูพรุน 1.2 ไมครอน แล้วจึงนำไปแยกตะกอนออกโดยใช้เซนตริฟิว ที่ความเร็ว 10,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที และล้างด้วยน้ำกลั่น 3 ครั้ง ซึ่งค่าความเป็นกรด-ด่างประมาณ 2.5 จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการไดอะไลซิสกับน้ำกลั่นจนกระทั่ง ค่าความเป็นกรด-ด่างไม่เปลี่ยนแปลง นอกจากนี้ Song และคณะ (2014) ได้เตรียมเซลลูโลส นาโนไฟบริลจากการไฮโดรลิซิสด้วยเอนไซม์ เป็นเวลา 72 ชั่วโมง จากนั้นล้างเส้นใยที่ได้ด้วยน้ำกลั่นโดยใช้เซนตริฟิวที่ความเร็ว 15,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที แล้วจึงนำไปผ่านกระบวนการอัลตราโซนิกส์ เป็นเวลา 120 นาที

(จังหวะปล่อยคลื่น 20 วินาที และจังหวะหยุดปล่อยคลื่น 20 วินาที) ที่ความถี่ 20-25 กิโลเฮิร์ตซ์ ซึ่งโพรบที่ใช้มีลักษณะแบน และมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 นิ้ว ใช้ output level 90% ซึ่งให้กำลัง 80-99 วัตต์ ทั้งนี้ภาชนะจะอยู่ในอ่างน้ำแข็งตลอดกระบวนการ Song และคณะ (2014) พบว่าเซลลูโลสนาโนคริสตัลที่เตรียมได้กว้างและยาว 5-8 นาโนเมตร และ 200-400 นาโนเมตร ตามลำดับ ส่วนเซลลูโลสนาโนไฟบริลที่เตรียมได้กว้าง 5-10 นาโนเมตร และยาวมากกว่า 1 ไมครอน

Tang และคณะ (2014) เตรียมนาโนคริสตัลไลน์เซลลูโลส (Nanocrystalline cellulose) จากไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลส (Microcrystalline cellulose) เกรตการค้า ซึ่งไมโครคริสตัลไลน์เซลลูโลสถูกไฮโดรลิซิสด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 59, 61, 63, 64, 65, 66, และ 67 wt% ในขวดกันกลม 3 คอ ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 90 นาที ที่มีการปั่นกวนตลอดเวลา จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการอัลตราโซนิคส์ นาน 10, 20, 30, 40 และ 50 นาที ที่กำลัง 100 วัตต์ ต่อมาเติมน้ำปราศจากไอออน เพื่อหยุดกระบวนการไฮโดรลิซิส จากนั้นนำไปเซนตริฟิวที่ความเร็ว 11,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที และล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน 5 ครั้ง แล้วนำไปผ่านกระบวนการไดอะไลซิสกับน้ำกลั่นเป็นเวลา 2 วัน ซึ่งค่าความเป็นกรด-ด่างคือ 7.0 จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง นาโนคริสตัลไลน์เซลลูโลสที่เตรียมได้มีความกว้างและความยาวโดยเฉลี่ย 10-20 นาโนเมตร และ 50-150 นาโนเมตร ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าโครงสร้างโมเลกุลของเซลลูโลสเหมือนกันทั้งในกรณีที่ผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรดและอัลตราโซนิคส์

1.2 วัตถุประสงค์

- เพื่อศึกษาการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยปอแก้ว โดยเน้นที่ปริมาณของเส้นใยนาโนที่แยกได้เทียบกับระยะเวลาที่ใช้
- เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพ ทางเคมี และสมบัติทางความร้อนของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตการวิจัย

ศึกษาการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยปอแก้วชนิดฟอกขาวและไม่ฟอกขาวด้วยกระบวนการไฮโดรลิซิสด้วยกรด โดยเน้นที่ปริมาณของเส้นใยนาโนที่แยกได้เทียบกับระยะเวลาที่ใช้ รวมทั้งศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพ ทางเคมี และสมบัติทางความร้อนของเส้นใยนาโนที่ได้

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ทราบถึงการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยปอแก้ว รวมทั้งลักษณะเฉพาะทางกายภาพ ทางเคมี และสมบัติทางความร้อนของเส้นใยนาโนที่แยกได้ เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในวัสดุพอลิเมอร์คอมโพสิต อีกทั้งยังสามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นๆ เพิ่มมากขึ้น

บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 วัสดุดิบและสารเคมีที่ใช้

- เส้นใยปอแก้ว (Kenaf fibres, KF) จากกลุ่มแม่บ้านสานใยปอบ้านตอกแป้น ต.บ้านค้อ อ.เมือง จ.ขอนแก่น
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) แบบเม็ด เกรดวิเคราะห์ (AR grade) จากบริษัท CARLO ERBA Reagents ประเทศอิตาลี
- ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide, H₂O₂) 30% เกรดวิเคราะห์ (AR grade) จากบริษัท CARLO ERBA Reagents ประเทศอิตาลี
- กรดกลacialอะซิติก (Glacial acetic acid, CH₃COOH) เกรดวิเคราะห์ (AR grade) จากบริษัท CARLO ERBA Reagents ประเทศอิตาลี
- กรดซัลฟูริก (Sulphuric acid, H₂SO₄) 96% เกรดวิเคราะห์ (AR grade) จากบริษัท CARLO ERBA Reagents ประเทศอิตาลี

2.2 การเตรียมเส้นใยจากปอแก้ว

2.2.1 การทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์

ตัดเส้นใยปอแก้ว (KF) ให้มีความยาวประมาณ 5 เซนติเมตร และกำจัดสิ่งสกปรกที่ติดมากับเส้นใย จากนั้นนำเส้นใยไปซังน้ำหนัก แล้วจึงแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ดังตารางข้างล่าง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่ง ค่าความเป็นกรด-ด่างของน้ำที่ใช้ล้างมีค่าประมาณ 6-7 สำหรับอัตราส่วนเส้นใยต่อสารละลายมีค่า 1:50 เส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์แล้วจะถูกนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ชื่อตัวอย่างเส้นใยปอแก้วที่ผ่านกระบวนการดังกล่าว ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และจำนวนครั้งของการทรีทเมนท์แสดงในตารางที่ 1

ตารางที่ 1 ชื่อตัวอย่างของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์ ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ และจำนวนครั้งของการทรีทเมนท์

ชื่อตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ NaOH (%w/v)	จำนวนครั้งของการทรีทเมนท์
KF-T4	4	3
KF-T12	12	1
KF-T17.5	17.5	1

2.2.2 การฟอกขาว

แช่เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์ลงในสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide) ซึ่งมีความเข้มข้น 8%v/v ที่อุณหภูมิห้อง นาน 24 ชั่วโมง ซึ่งขั้นตอนนี้จะเป็นการช่วยขจัดลิกนินออกจากเส้นใยด้วย จากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำกลั่น จนกระทั่งค่าความเป็นกรด-ด่างของน้ำที่ใช้ล้างแล้วมีค่าประมาณ 6-7 แล้วจึงนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส ชื่อตัวอย่างของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์และตามด้วยการฟอกขาวแสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ชื่อตัวอย่างของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์และตามด้วยการฟอกขาว

ชื่อตัวอย่าง	ความเข้มข้นของ NaOH (%w/v) ที่ใช้ในการทรีทเมนท์ก่อนการฟอกขาวเส้นใย
KF-T4-B	4
KF-T12-B	12
KF-T17.5-B	17.5

2.2.3 การเตรียมเยื่อสีขาว

เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12%w/v (KF-T12) ถูกนำมาแช่ในสารละลายผสมระหว่างสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้น 30%w/w และกรดกลูซีลอะซิติก (Glacial acetic acid) ในอัตราส่วน 1:1 ซึ่งอัตราส่วนของเส้นใยต่อสารละลายมีค่า 1:50 และให้อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส นาน 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่นจนกระทั่งค่าความเป็นกรด-ด่างของน้ำที่ใช้ล้างแล้วมีค่าประมาณ 6-7 จากนั้นนำเส้นใยไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส ซึ่งชื่อของตัวอย่างเส้นใยที่ได้ เรียกว่า “KF-T12-M”

2.3 การแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสโดยกระบวนการไฮโดรลิซิสด้วยกรด

ซึ่งเส้นใยปอแก้วที่ผ่านกระบวนการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M) มาเข้ากระบวนการไฮโดรลิซิสด้วยกรดกรดซัลฟูริกที่อุณหภูมิต่ำ (ประมาณ 7 ± 2 องศาเซลเซียส) ซึ่งความเข้มข้นของกรดที่ใช้คือ 60%w/w และปั่นกวนที่อุณหภูมิต่ำ เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง จากนั้นปั่นกวนต่อเนื่องที่อุณหภูมิห้องอีก 1 ชั่วโมง สำหรับอัตราส่วนเส้นใยต่อสารละลายมีค่า 1:8 หลังจากสิ้นสุดปฏิกิริยาทำการเจือจางสารละลายตัวอย่างด้วยน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 1 เท่าของปริมาตรสารละลายตัวอย่าง จากนั้นนำไปแช่ในอ่างน้ำเย็น และปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายให้มีค่าประมาณ 4.5-6.5 โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 50%w/v จากนั้นนำไปเทใส่ลงในถุงไดอะไลซิส และนำไปแช่ลงในน้ำกลั่น (เปลี่ยนน้ำประมาณ 10 รอบ) ชื่อตัวอย่างเส้นใยปอแก้วที่ผ่านกระบวนการดังกล่าวเรียกว่า “KF-T12-M-A60”

2.4 การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของเส้นใย

ลักษณะทางกายภาพและขนาดความกว้างของเส้นใยศึกษาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) ยี่ห้อ Hitachi รุ่น SU3500 ซึ่งค่าความต่างศักย์ที่ใช้เร่งอิเล็กตรอน (Accelerating voltage) คือ 5 kV สำหรับทุกตัวอย่างเส้นใย ยกเว้นเส้นใย KF-T12-M-A60 ซึ่งใช้ค่าความต่างศักย์ที่ใช้เร่งอิเล็กตรอนคือ 15 kV ทั้งนี้ตัวอย่างถูกเคลือบด้วยทองผสมกับพลาสมาเตียมก่อนทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องดังกล่าว จากนั้นวัดขนาดเส้นใยด้วยซอฟต์แวร์ ImageJ เพื่อหาค่าเฉลี่ยของความกว้างของเส้นใย

2.5 การศึกษาลักษณะทางเคมีของเส้นใย

หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer) ยี่ห้อ Perkin Elmer รุ่น Spectrum One โดยใช้เทคนิค Universal Attenuated Total Reflectance (UATR) ซึ่งวิเคราะห์ในช่วง $4000-515\text{ cm}^{-1}$

2.6 การศึกษาความเป็นผลึกของเส้นใย

ความเป็นผลึกของเส้นใยศึกษาโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 ADVANCE โดยสแกนในช่วงของ 2θ ระหว่าง 5-60 องศา ความต่างศักย์และกระแสที่ใช้คือ 40 kV และ 40 mA ตามลำดับ

ค่าความเป็นผลึกของเส้นใย (Crystallinity Index, CrI) คำนวณโดยใช้สมการของ Segal ดังนี้

$$CrI = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}}$$

โดย I_{002} คือค่า Intensity ที่สูงที่สุด ซึ่งอยู่ในช่วงที่ 2θ ประมาณ 22.0 – 22.5 องศา และ I_{am} คือค่า Intensity ที่ต่ำที่สุด ซึ่งอยู่ในช่วงที่ 2θ ประมาณใกล้เคียงกับ 18.0 – 18.5 องศา ค่าที่คำนวณได้คูณ 100 จะได้ค่าความเป็นผลึกของเส้นใยในหน่วยเปอร์เซ็นต์ (Segal et al., 1959)

2.7 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใย

การสลายตัวด้วยความร้อนของเส้นใยวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์สมบัติทางความร้อน (thermogravimetric analyser) ยี่ห้อ NETZSCH รุ่น 209 F3 ทั้งนี้เส้นใยถูกทดสอบที่อุณหภูมิ 35-700 องศาเซลเซียส ที่อัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ส่วน crucible (Crucible) ที่ใช้วางตัวอย่างทำจากอะลูมินา (Al_2O_3)

บทที่ 3 ผลการวิจัยและอภิปรายผลการทดลอง

3.1 ลักษณะเฉพาะทางกายภาพของเส้นใย

เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรินท์แล้ว ได้ค่าปริมาณของเส้นใยที่ได้ (yield) อยู่ในช่วงประมาณ 69-73% โดยแต่ละความเข้มข้นของสารละลายที่ใช้ ไม่ได้ให้ผลที่แตกต่างกันนัก และเมื่อนำเส้นใยดังกล่าวมาทำการฟอกขาว พบว่าได้ค่าปริมาณของเส้นใยที่ได้ประมาณ 97% สำหรับเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรินท์ด้วย NaOH เข้มข้น 12%w/v และนำมาเตรียมเยื่อต่อ (KF-T12-M) พบว่ามีค่าปริมาณของเส้นใยที่ได้ คือประมาณ 85% ดังแสดงในตารางที่ 3

ตารางที่ 3 ค่าเฉลี่ยและค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณเส้นใยปอแก้วที่เตรียมได้หลังผ่านกระบวนการทางเคมี

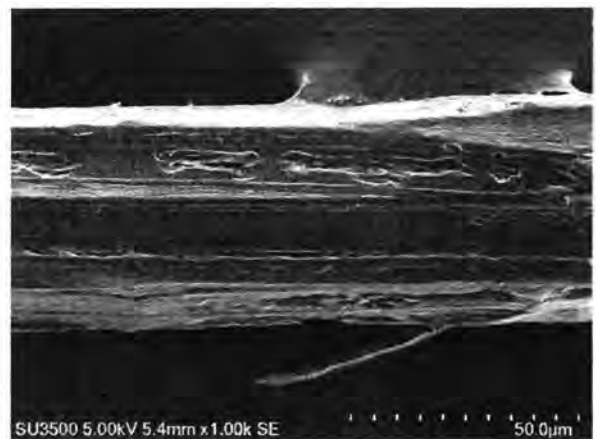
เส้นใย	ค่าเฉลี่ยของปริมาณเส้นใยที่เตรียมได้ (%)	ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานของปริมาณเส้นใยที่เตรียมได้ (%)
KF-T4	72.5	1.23
KF-T12	69.0	2.08
KF-T17.5	71.2	5.50
KF-T4-B	97.1	2.51
KF-T12-B	97.4	2.22
KF-T17.5-B	96.7	2.35
KF-T12-M	85.2	4.35



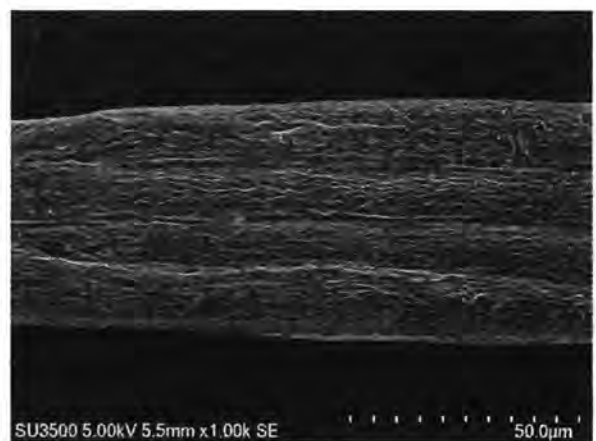
รูปที่ 2 เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้จากเส้นใยปอแก้ว โดยผ่านกระบวนการทางเคมีและการไฮโดรลิซิสด้วยกรด (KF-T12-M-A60)

สำหรับเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์และการเตรียมเยื่อแล้ว จึงมาทำการไฮโดรลิซิสด้วยกรด (KF-T12-M-A60) แสดงในรูปที่ 2 พบอุปสรรคในการทำแห้ง จึงไม่สามารถหาค่าปริมาณของเส้นใยที่เตรียมได้ และมีผลทำให้ยังไม่สามารถวิเคราะห์ลักษณะทางเคมี ความเป็นผลึก และสมบัติทางความร้อนของเส้นใยได้ จึงศึกษาได้เฉพาะลักษณะทางกายภาพของเส้นใยดังกล่าว

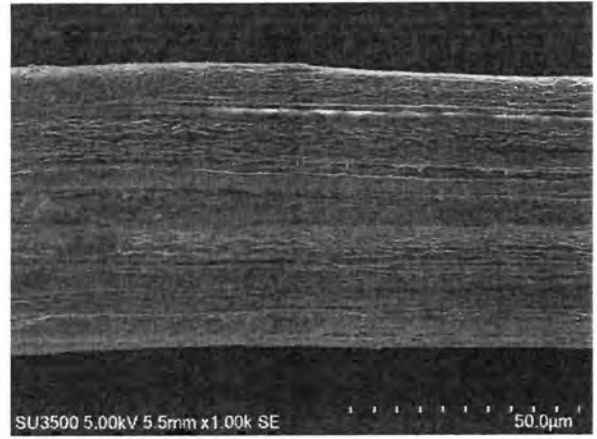
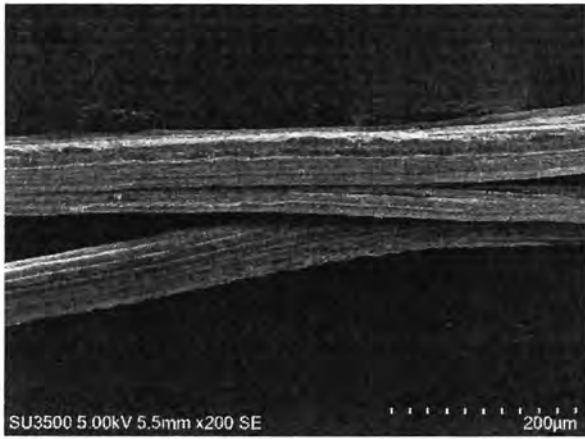
สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้ว (KF) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์ (KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์และการฟอกขาว (KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์และการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M) และเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์และการเตรียมเยื่อสีขาวรวมทั้งการไฮโดรลิซิสด้วยกรด (KF-T12-M-A60) แสดงใน รูปที่ 3 - รูปที่ 11 ตามลำดับ จากสัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้ว พบว่า ผิวของเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการใดๆ (KF) มีความเรียบมากกว่าเส้นใยที่ผ่านกระบวนการทางเคมี ซึ่งผิวของเส้นใยผ่านกระบวนการทางเคมี แสดงให้เห็นริ้วของเส้นใยขนาดเล็กๆ ที่ผิว



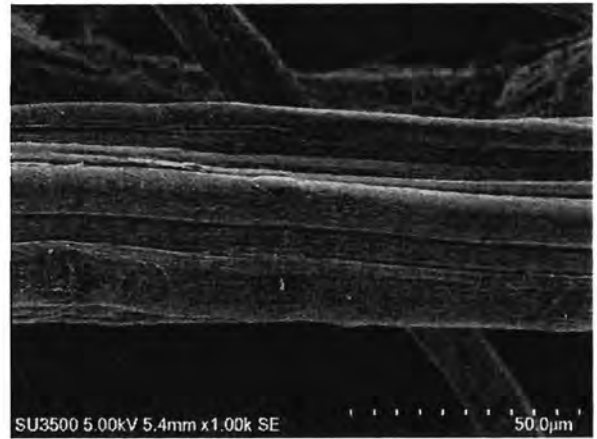
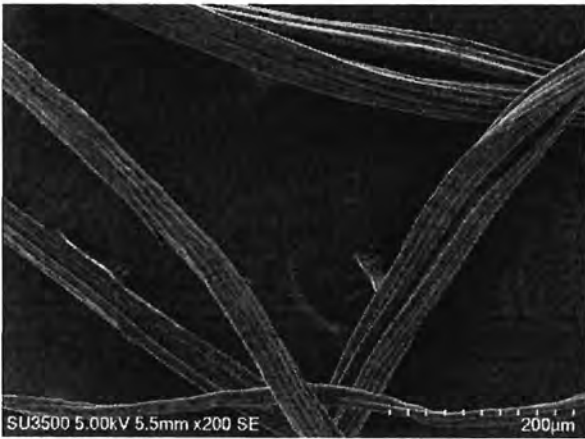
รูปที่ 3 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้ว (KF) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)



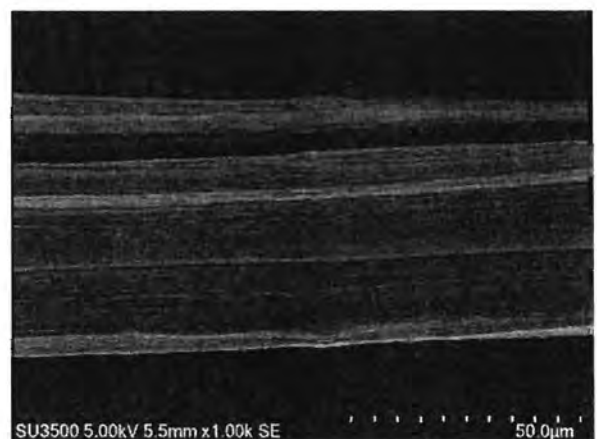
รูปที่ 4 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 4% (KF-T4) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)



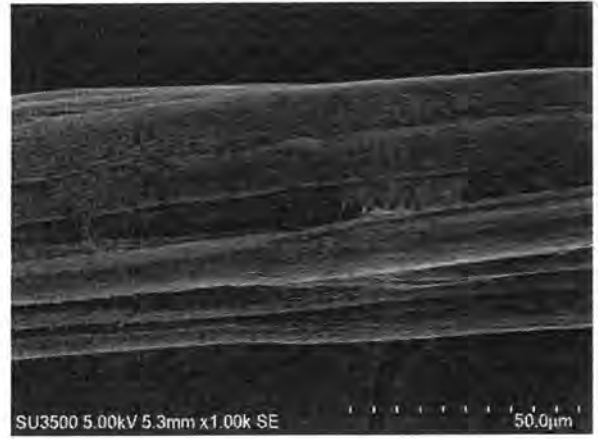
รูปที่ 5 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทรีเมนต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12% (KF-T12) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)



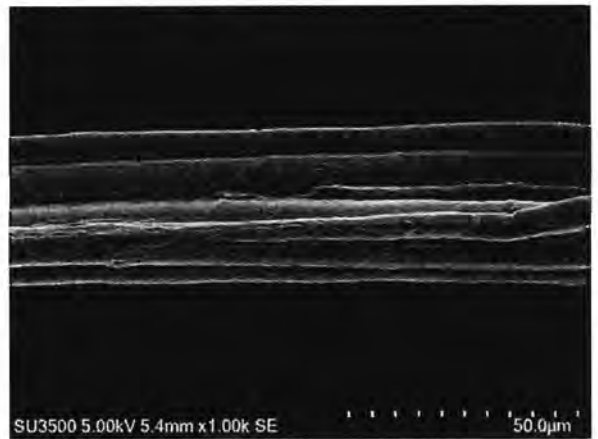
รูปที่ 6 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทรีเมนต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5% (KF-T17.5) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)



รูปที่ 7 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทรีเมนต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 4% และตามด้วยการฟอกขาว (KF-T4-B) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)

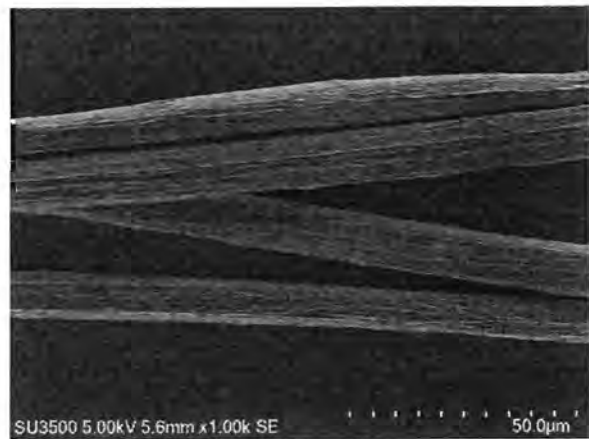
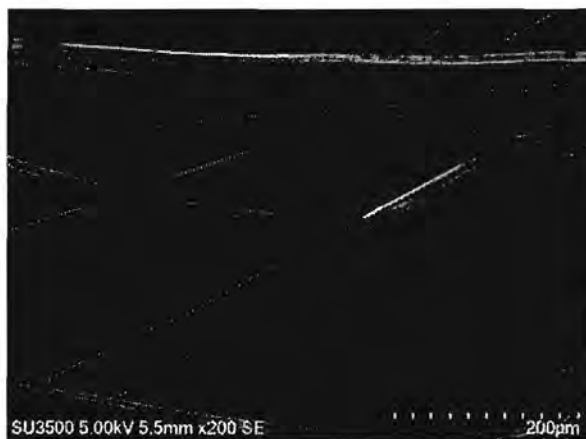


รูปที่ 8 สัณฐานวิทยาของเส้นใยพอลิเอทิลีนที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ที่รีทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12% และตามด้วยการฟอกขาว (KF-T12-B) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)



รูปที่ 9 สัณฐานวิทยาของเส้นใยพอลิเอทิลีนที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ที่รีทเม้นท์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5% และตามด้วยการฟอกขาว (KF-T17.5-B) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)

ตารางที่ 4 แสดงความกว้างของเส้นใยพอลิเอทิลีนที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี ความกว้างของเส้นใยพอลิเอทิลีนที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี (KF) มีค่าประมาณ 86 ไมโครเมตร สำหรับเส้นใยพอลิเอทิลีนที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ที่รีทเม้นท์เพียงกระบวนการเดียว (KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5) มีความกว้างในช่วง 48 – 71 ไมโครเมตร ส่วนเส้นใยพอลิเอทิลีนที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ที่รีทเม้นท์และการฟอกขาว (KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B) มีความกว้างในช่วง 38 – 43 ไมโครเมตร นอกจากนี้เส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ที่รีทเม้นท์และการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M) มีความกว้างประมาณ 10 ไมโครเมตร ส่วนเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ที่รีทเม้นท์และการเตรียมเยื่อ รวมทั้งการไฮโดรลิซิสด้วยกรด (KF-T12-M-A60) แสดงในรูปที่ 11 มีความกว้างประมาณ 136 นาโนเมตร



รูปที่ 10 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12% และตามด้วยกระบวนการเตรียมเยื่อ (KF-T12-M) ที่กำลังขยาย 200 เท่า (ซ้าย) และ 1,000 เท่า (ขวา)



รูปที่ 11 สัณฐานวิทยาของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 12% และตามด้วยกระบวนการเตรียมเยื่อ และไฮโดรลิซิสด้วยกรด (KF-T12-M-A60) ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า

เส้นใยที่ผ่านกระบวนการทางเคมีมีความกว้างน้อยกว่าเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี ในกรณี
ที่เส้นใยผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์ที่ความเข้มข้นเท่ากัน พบว่าเส้นใยที่ผ่านการฟอกขาวมีความกว้าง
น้อยกว่าเส้นใยที่ไม่ผ่านการฟอกขาว นอกจากนี้เมื่อนำเส้นใยมาใช้ในการเตรียมเยื่อ พบว่าได้เส้นใยที่ได้มี
ขนาดความกว้างน้อยลง เนื่องจากมีการใช้ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ร่วมกับกรดอะซิติกในกระบวนการดังกล่าว
ด้วย

ตารางที่ 4 ความกว้างของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี

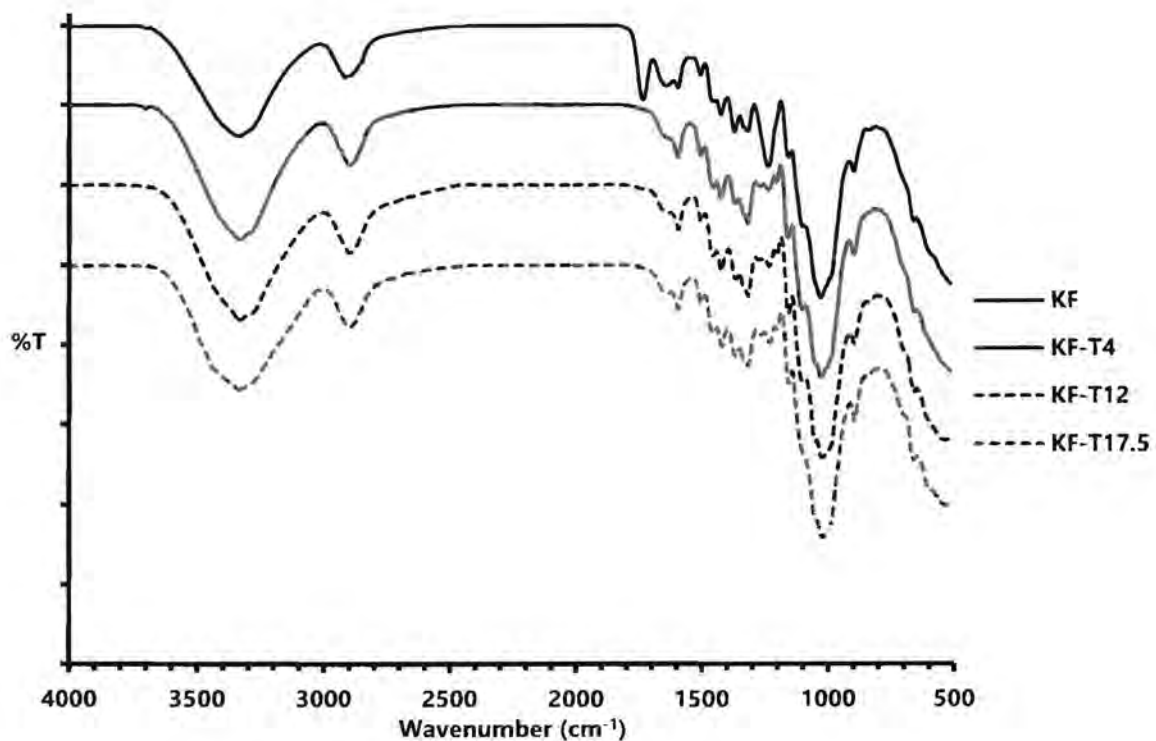
เส้นใย	ความกว้างเส้นใย (ไมโครเมตร)		
	ค่าต่ำสุด	ค่าเฉลี่ย	ค่าสูงสุด
KF	47.8	85.8 ± 54.9	260.3
KF-T4	11.0	57.6 ± 24.2	104.5
KF-T12	37.4	71.0 ± 25.6	130.0
KF-T17.5	9.4	48.3 ± 23.2	118.6
KF-T4-B	8.6	42.5 ± 13.2	69.8
KF-T12-B	12.9	36.7 ± 13.5	71.6
KF-T17.5-B	9.1	42.1 ± 22.6	79.0
KF-T12-M	5.1	10.2 ± 3.7	25.2

3.2 ลักษณะทางเคมีของเส้นใย

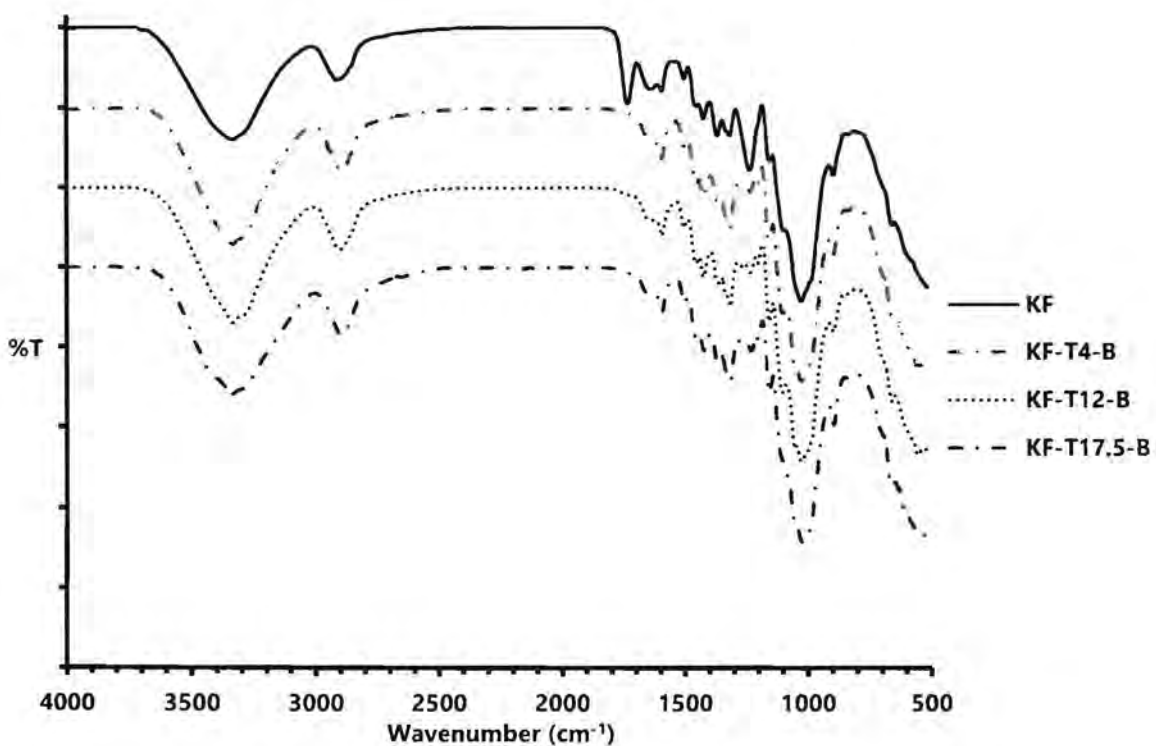
ลักษณะทางเคมีของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมีสามารถศึกษาจากอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใย ทั้งนี้อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยปอแก้ว (KF) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรียทเม้นท์ (KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรียทเม้นท์และการฟอกขาว (KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรียทเม้นท์และการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M) แสดงในรูปที่ 12 - รูปที่ 14

อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยปอแก้วทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมีแสดงพีคที่ 3,338 cm^{-1} (O-H stretching vibrations ในเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน), 2,897 cm^{-1} (C-H stretching vibrations ในเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน), 1,638 cm^{-1} (O-H bending vibrations เนื่องจากการดูดความชื้น), 1,423 cm^{-1} (-CH₂ and OCH in-plane vibrations ในเซลลูโลส), 1,366 cm^{-1} (C-H bending vibrations ในเซลลูโลส), 1,317 cm^{-1} (-CH₂ wagging vibrations ในเซลลูโลส), 1,026 - 1,160 cm^{-1} (Pyranose ring skeletal ในเซลลูโลส) และ 895 cm^{-1} (COC, CCO และ CCH deformation และ stretching vibrations ในเซลลูโลส) (Dai & Fan, 2010; Moran et al., 2008)

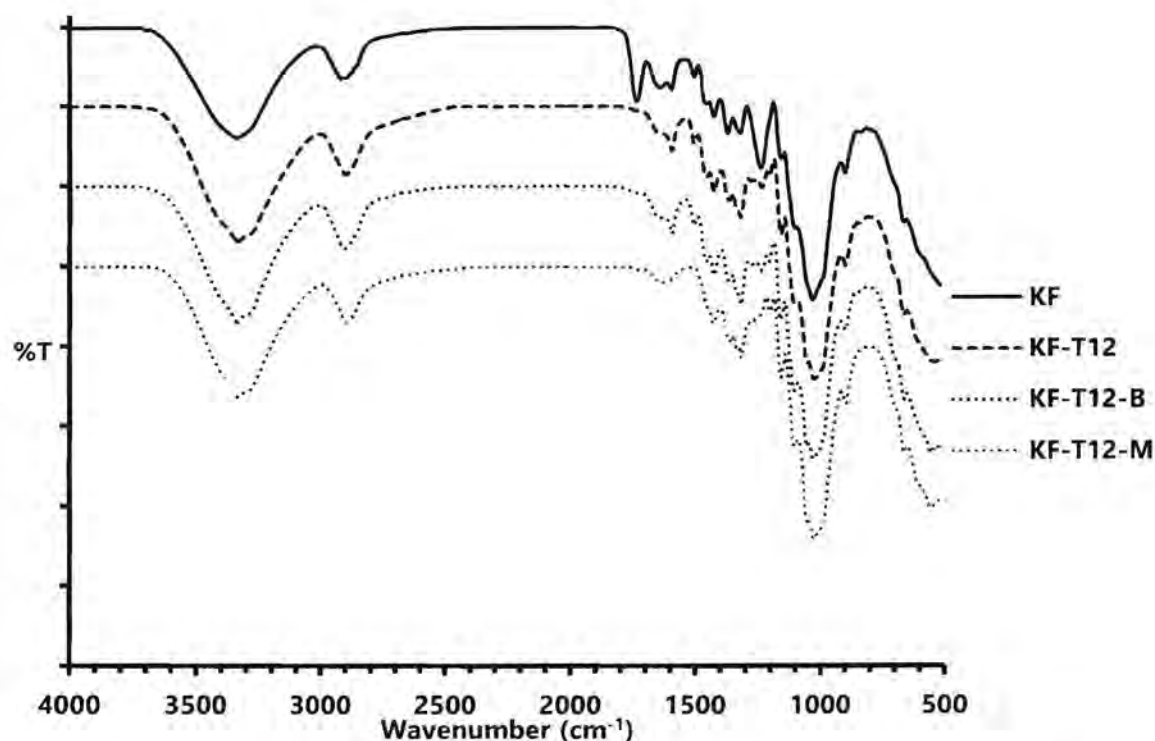
อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยปอแก้วที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี (KF) แสดงพีคที่ 1,734 cm^{-1} (C=O stretching vibrations ของหมู่ ketone และ carboxyl ในเฮมิเซลลูโลส เพกติน และแว็กซ์) (Dai & Fan, 2010; Li & Pickering, 2008; Moran et al., 2008) ในขณะที่อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านกระบวนการทางเคมีไม่ปรากฏพีคดังกล่าว แสดงว่ากระบวนการทางเคมีที่ใช้สามารถกำจัดเฮมิเซลลูโลส เพกติน และแว็กซ์ออกจากเส้นใยปอแก้วได้



รูปที่ 12 อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใย KF, KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5



รูปที่ 13 อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใย KF, KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B



รูปที่ 14 อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใย KF, KF-T12, KF-T12-B และ KF-T12-M

เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์ที่ความเข้มข้นต่างกันมีหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยเหมือนกัน เนื่องจากพีคที่ปรากฏในอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยดังกล่าวคล้ายกันมาก นอกจากนี้ในกรณีของเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์ที่ความเข้มข้นต่างกันและผ่านการฟอกขาวนั้น ปรากฏผลเช่นเดียวกับเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์เพียงขั้นตอนเดียว อีกทั้งยังพบว่าอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์ และเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์และการฟอกขาว แสดงพีคที่ตำแหน่งใกล้เคียงกันมาก ซึ่งชี้ให้เห็นว่าหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยดังกล่าวเหมือนกัน

อย่างไรก็ตามหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์ และเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์และการฟอกขาวนั้น แตกต่างจากเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์และการเตรียมเยื่อสีขาว สังเกตได้จากอินฟราเรดสเปกตรัมที่แตกต่างกัน อินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทริทเมนต์และการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M) ไม่ปรากฏพีคที่ $1,597\text{ cm}^{-1}$ (C=C aromatic in-plane vibrations รวมกับ C=O stretching vibrations ในลิกนิน), $1,505\text{ cm}^{-1}$ (C=C aromatic in-plane vibrations ในลิกนิน) และ $1,236\text{ cm}^{-1}$ (C-O stretching vibrations ของหมู่ acetyl ในลิกนิน) (Garside & Wyeth, 2003; Kubo & Kadla, 2005; Sgriccia et al., 2008) ส่วนอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยอื่นๆ ที่ศึกษานั้น ปรากฏพีคดังกล่าว ดังนั้นเส้นใยที่ KF-T12-M จึงเป็นเส้นใยที่มีองค์ประกอบของเซลลูโลสเพียงอย่างเดียว สำหรับเฮมิเซลลูโลส ลิกนิน เพกติน และแวกซ์ถูกกำจัด

ออกจากเส้นใยในระหว่างกระบวนการทางเคมี ซึ่งกระบวนการในการกำจัดลิกนินออกให้หมดคือกระบวนการเตรียมเยื่อสีขาว โดยจะเป็นการช่วยแยกให้เส้นใยมีขนาดเล็กลงด้วย เพราะลิกนินทำหน้าที่คล้ายกาวทางธรรมชาติที่ยึดเส้นใยเส้นเล็กๆ ไว้ด้วยกัน ทั้งนี้ในการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์เพียงกระบวนการเดียว และการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์และการฟอกขาวยังไม่สามารถกำจัดลิกนินออกจากเส้นใยได้หมด

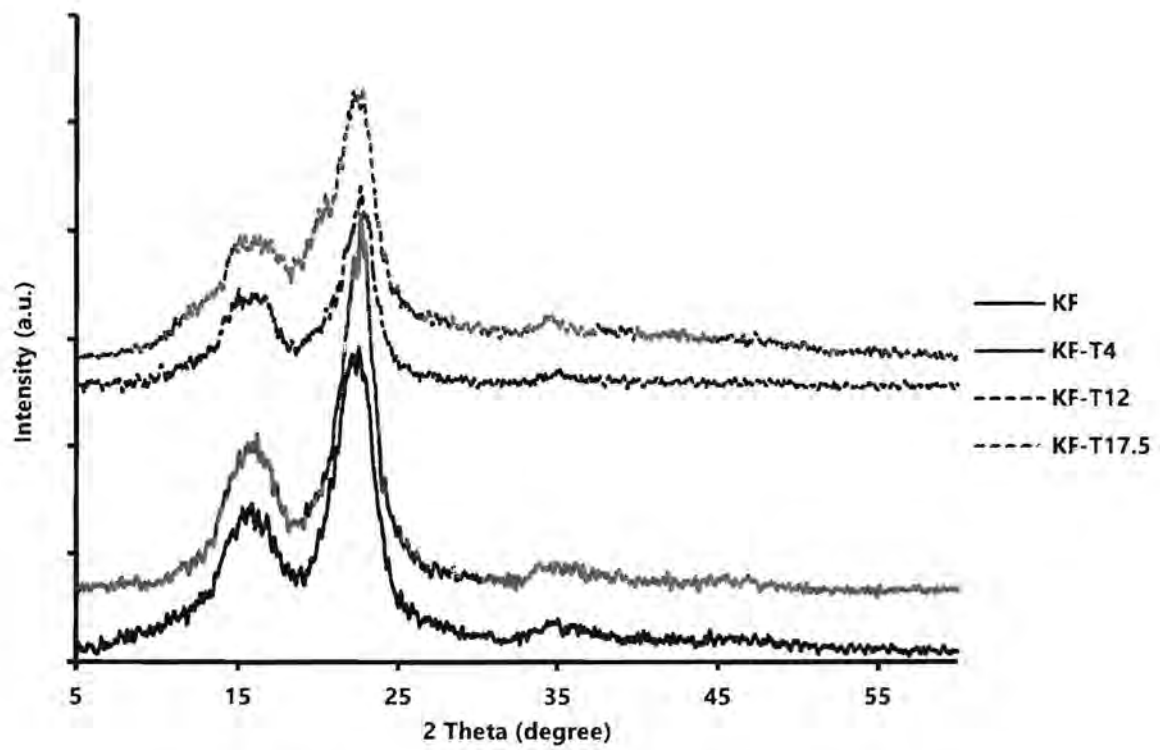
ถ้าหากเปรียบเทียบอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี (KF) กับอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ และอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์และการฟอกขาวที่พีคที่ $1,236\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งแสดงถึง C-O stretching vibrations ของหมู่ acetyl ในลิกนิน พบว่าพีคของอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมีสามารถเห็นได้เด่นชัด ในขณะที่พีคนี้ของอินฟราเรดสเปกตรัมของเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์และการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์และการฟอกขาวนั้น มีขนาดเล็กกว่ามาก ซึ่งชี้ให้เห็นว่าลิกนินส่วนหนึ่งสามารถถูกกำจัดออกจากเส้นใยด้วยกระบวนการทางเคมีดังกล่าว

3.3 ความเป็นผลึกของเส้นใย

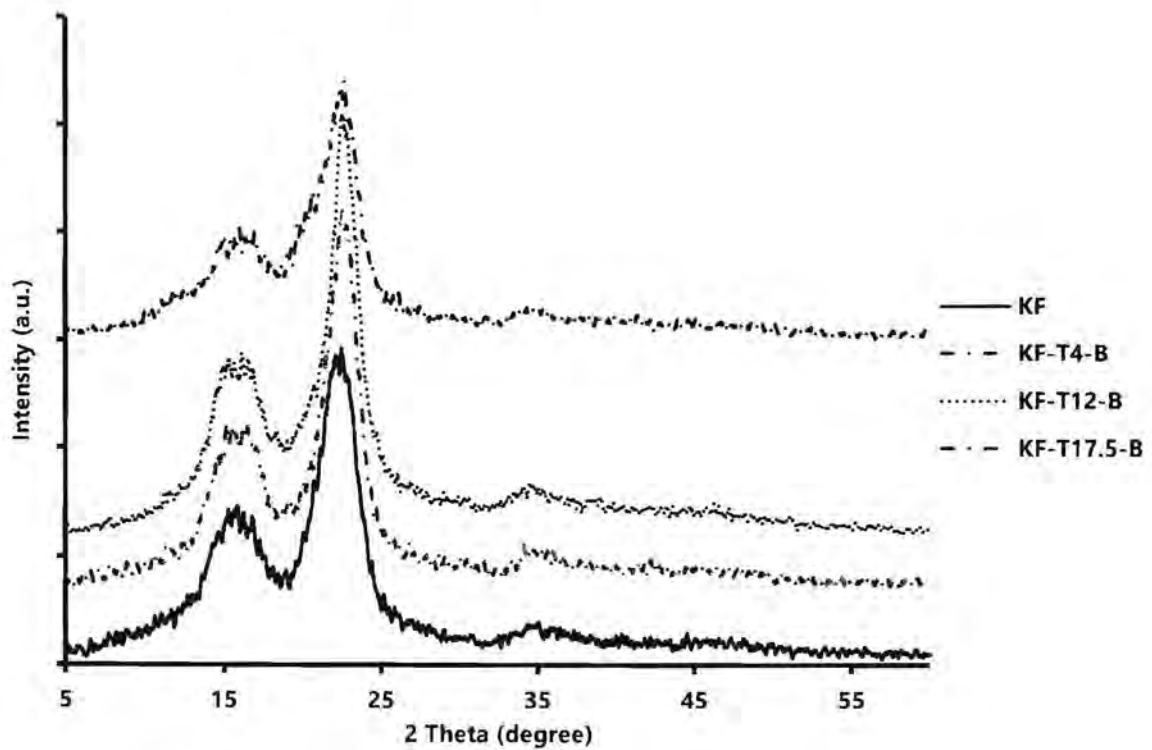
XRD แพทเทิร์นของเส้นใยปอแก้ว (KF) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ (KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์และการฟอกขาว (KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์และการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M) แสดงในรูปที่ 15 - รูปที่ 17 สำหรับค่าความเป็นผลึกของเส้นใยดังกล่าวที่คำนวณจากสมการของ Segal แสดงในตารางที่ 5

เส้นใยปอแก้วที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี (KF) มีความเป็นผลึกประมาณ 76% ส่วนเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์มีค่าความเป็นผลึกในช่วงประมาณ 69% - 80% สำหรับเส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์และฟอกขาวมีค่าความเป็นผลึกในช่วงประมาณ 75% - 80% ทั้งนี้เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์และการเตรียมเยื่อมีค่าความเป็นผลึกประมาณ 80%

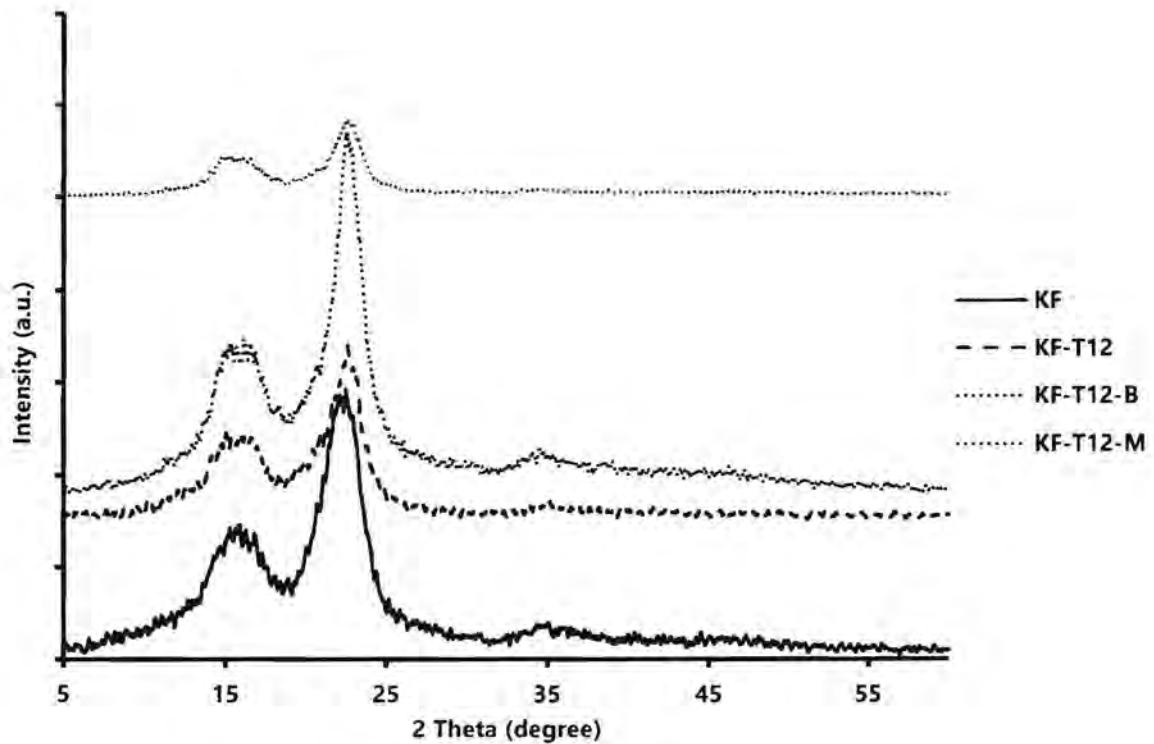
เส้นใยปอแก้วที่ผ่านกระบวนการทางเคมีมีค่าความเป็นผลึกสูงกว่าเส้นใยปอแก้วที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี เนื่องจากกระบวนการทางเคมีทำให้องค์ประกอบที่เป็นอสัณฐาน (amorphous) เช่น ลิกนิน หลุดออกจากเส้นใย สำหรับค่าความเป็นผลึกของเส้นใยที่มีการฟอกขาวไม่แตกต่างจากเส้นใยที่ไม่ฟอก ในกรณีที่เส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์ที่ความเข้มข้นเท่ากัน ยกเว้นในกรณีของการทำอัลคาไลน์ทรูทเม้นท์โดยใช้ NaOH เข้มข้น 17.5% ซึ่งอาจเป็นผลมาจากสายโซ่ของเซลลูโลสที่แตกกันนั้น เกิดการแยกออกจากกันแล้วสร้างเฟสอสัณฐานขึ้น (Li et al., 2014)



รูปที่ 15 XRD แพทเทิร์นของเส้นใย KF, KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5



รูปที่ 16 XRD แพทเทิร์นของเส้นใย KF, KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B



รูปที่ 17 XRD แพทเทิร์นของเส้นใย KF, KF-T12, KF-T12-B และ KF-T12-M

ในขั้นตอนการเตรียมเส้นใยมีการเปรียบเทียบผลจากการฟอกขาวเส้นใยที่มีต่อความเป็นผลึก และได้ผลดังที่กล่าวไปข้างต้น จึงเลือกที่จะลดกระบวนการฟอกขาวในขั้นตอนการเตรียมเส้นใย เนื่องจากให้ผลใกล้เคียงกับการไม่ฟอกขาว เพื่อเป็นการลดระยะเวลาที่ใช้ลง นอกจากนี้มีการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ NaOH ที่ใช้ในการทำอัลคาไลน์ทรिटเมนต์ ทั้งหมด 3 ความเข้มข้น ซึ่งพบว่าการใช้ NaOH เข้มข้น 4 %w/v สำหรับการทรिटเมนต์จำนวน 3 ครั้ง และการใช้ NaOH เข้มข้น 12 %w/v สำหรับการทรिटเมนต์จำนวน 1 ครั้ง ให้ผลที่ใกล้เคียงกันมากๆ และให้ผลดีกว่าการใช้ NaOH เข้มข้น 17.5 %w/v จึงเลือกเส้นใย KF-T12 มาใช้ศึกษาการเตรียมเยื่อสีขาวในขั้นตอนต่อไป เนื่องจากสามารถช่วยลดระยะเวลาในการเตรียมได้ ทั้งนี้ ความเป็นผลึกของเส้นใยมีผลต่อความแข็งแรงของเส้นใย จึงทำให้มีการศึกษาการเตรียมเส้นใยโดยการ ทำอัลคาไลน์ทรिटเมนต์และการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M)

ในกรณีของเส้นใยที่ผ่านการทรिटเมนต์และการเตรียมเยื่อ (KF-T12-M) มีความเป็นผลึกสูงกว่าเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี (KF) อาจเนื่องมาจากการเกิดออกซิเดชันของเซลลูโลส ที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของหมู่ฟังก์ชัน (Marsh & Wood, 1945, cited in Abdel Moteleb & El Akabawy, 1999) และลด degree of polymerization ซึ่งจำกัดการเคลื่อนที่ของโมเลกุลเซลลูโลส (Graminiski, 1907, cited in Sandy et al., 2010)

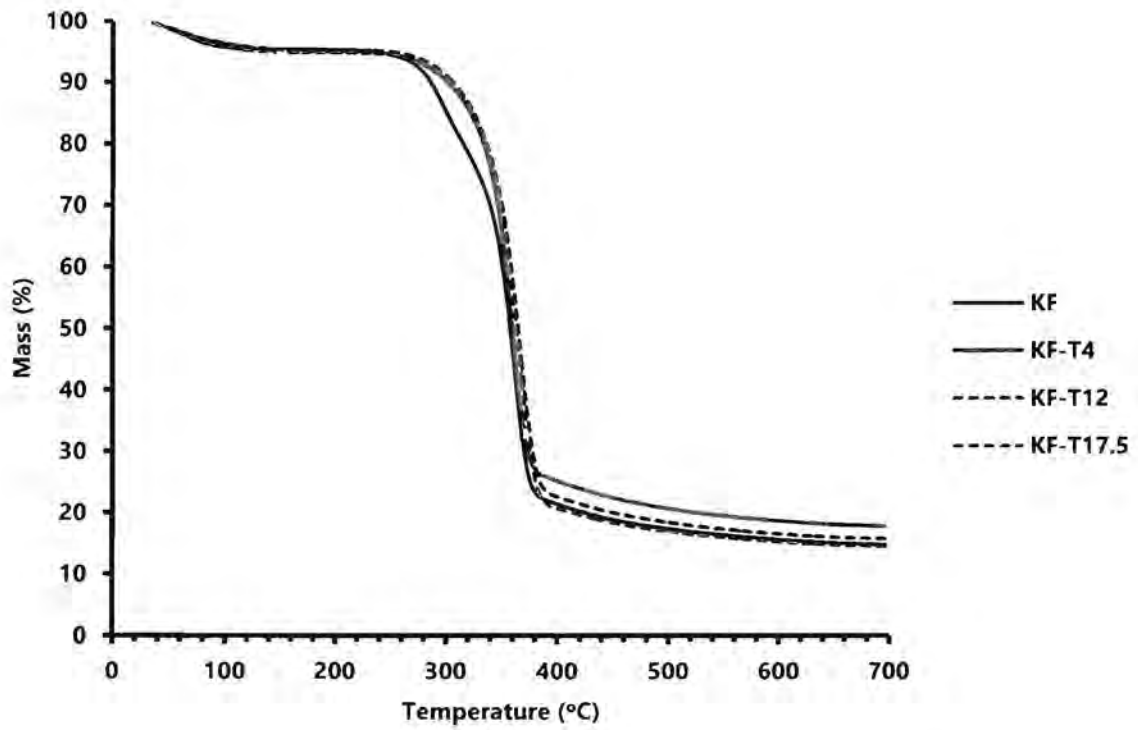
ตารางที่ 5 ความเป็นผลึกของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี

เส้นใย	Intensity (count)		ค่าความเป็นผลึก (%)
	I_{am}	I_{002}	
KF	67.2	283	76.3
KF-T4	35.7	177	79.8
KF-T12	18.6	94.2	80.3
KF-T17.5	37.9	124	69.4
KF-T4-B	35.7	173	79.4
KF-T12-B	39.2	195	79.9
KF-T17.5-B	29.6	119	75.1
KF-T12-M	16.0	81.8	80.4

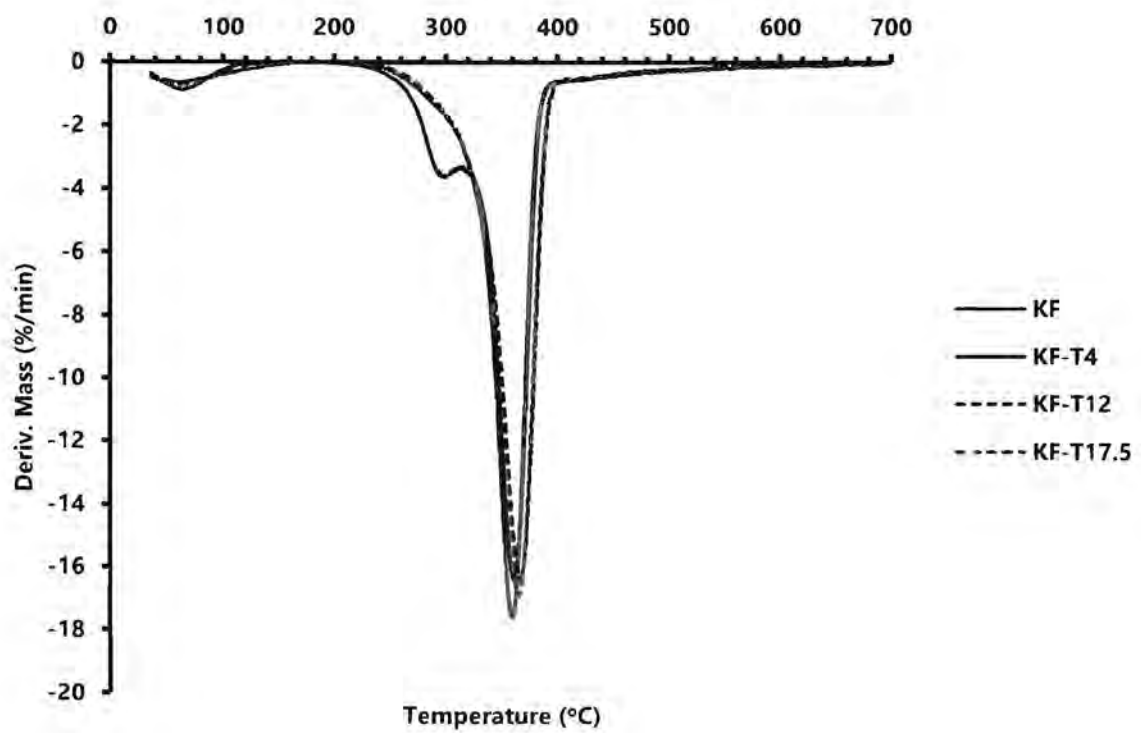
3.4 การศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใย

TGA และ DTG เทอร์โมแกรมของเส้นใยปอแก้ว (KF) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์ (KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์และการฟอกขาว (KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B) เส้นใยปอแก้วที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์และการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M) แสดงในรูปที่ 18 - รูปที่ 23 ส่วนอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมีแสดงในตารางที่ 6

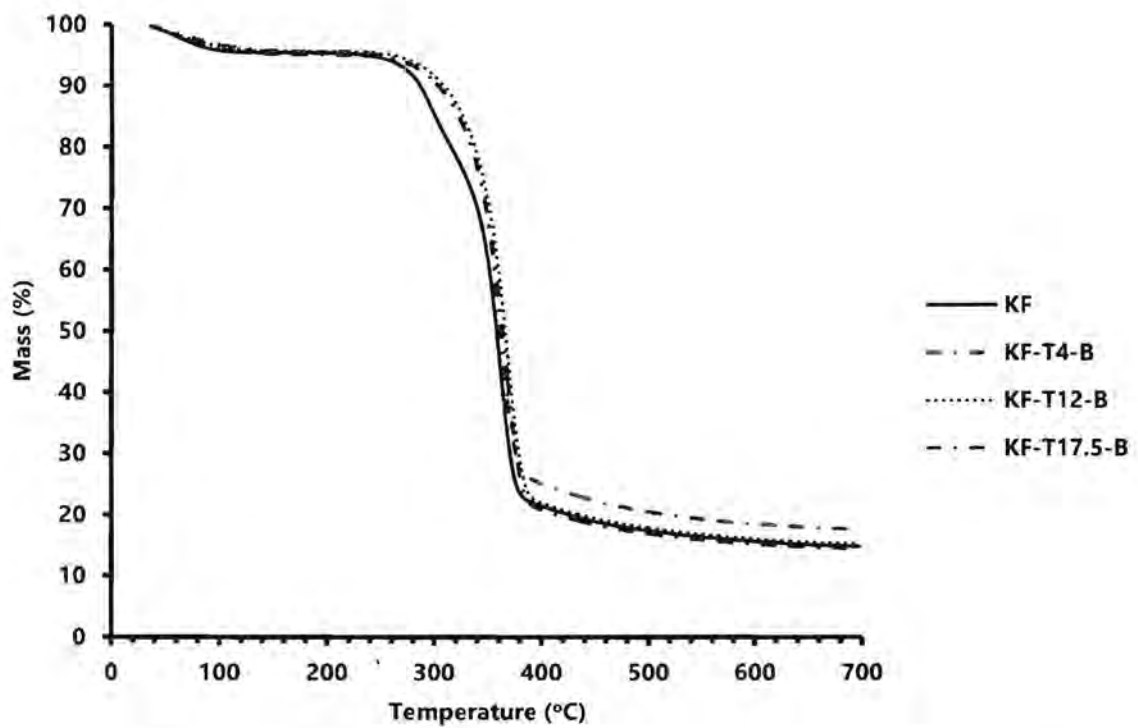
จากการศึกษาพบว่าเส้นใยปอแก้วที่ผ่านกระบวนการทางเคมีมีอุณหภูมิการเริ่มสลายตัวทางความร้อน (T_{onset}) สูงกว่าเส้นใยปอแก้วที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี ทั้งนี้ T_{onset} ของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านกระบวนการทางเคมีมีค่าใกล้เคียงกัน ซึ่งอยู่ในช่วงประมาณ 333 - 337 องศาเซลเซียส ซึ่งการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยปอแก้วที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมีมีค่าต่ำกว่า เป็นผลจากการสลายตัวของลิกนินที่อยู่ในเส้นใยดังกล่าว (Zhao et al., 2010) นอกจากนี้เส้นใยดังกล่าวยังมีองค์ประกอบของเฮมิเซลลูโลส ซึ่งมีการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิประมาณ 280-320 องศาเซลเซียส (Han et al., 2007)



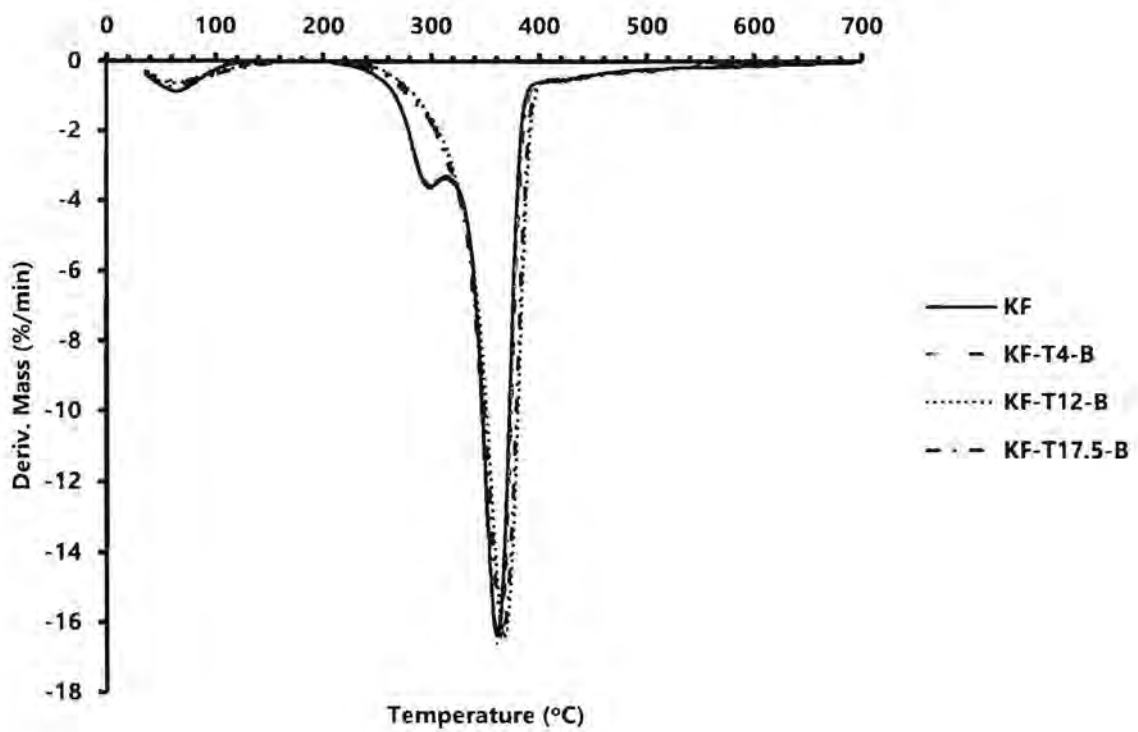
รูปที่ 18 TGA เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5



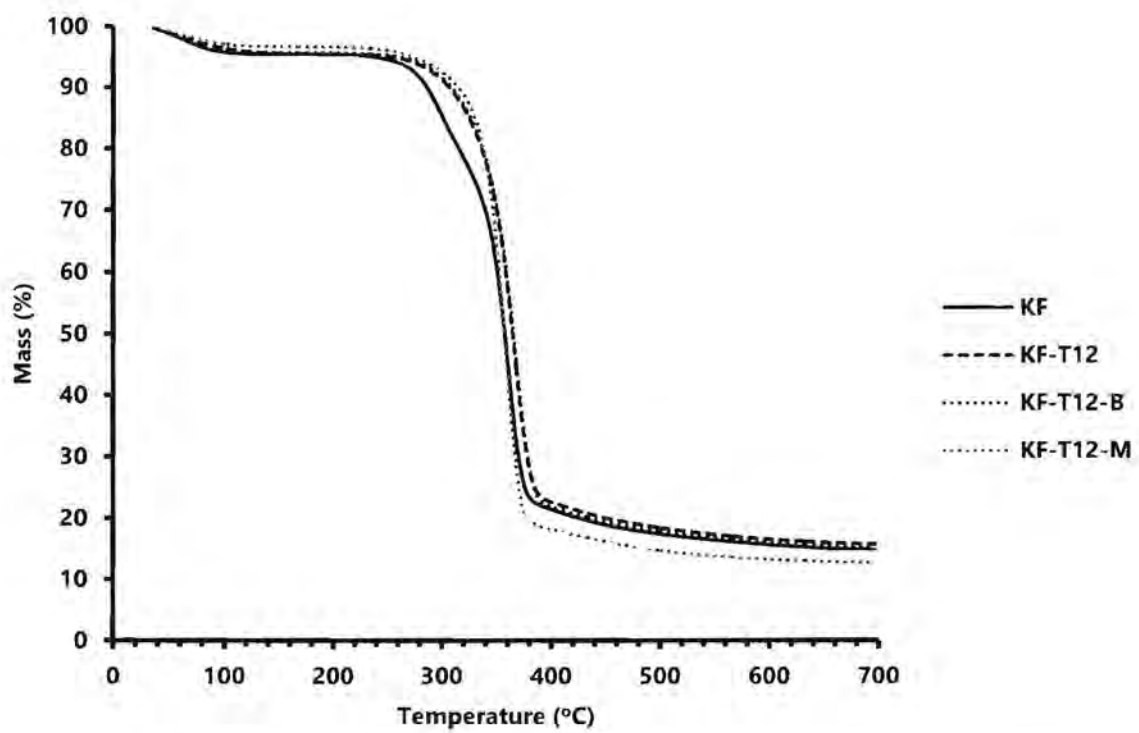
รูปที่ 19 DTG เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T4, KF-T12 และ KF-T17.5



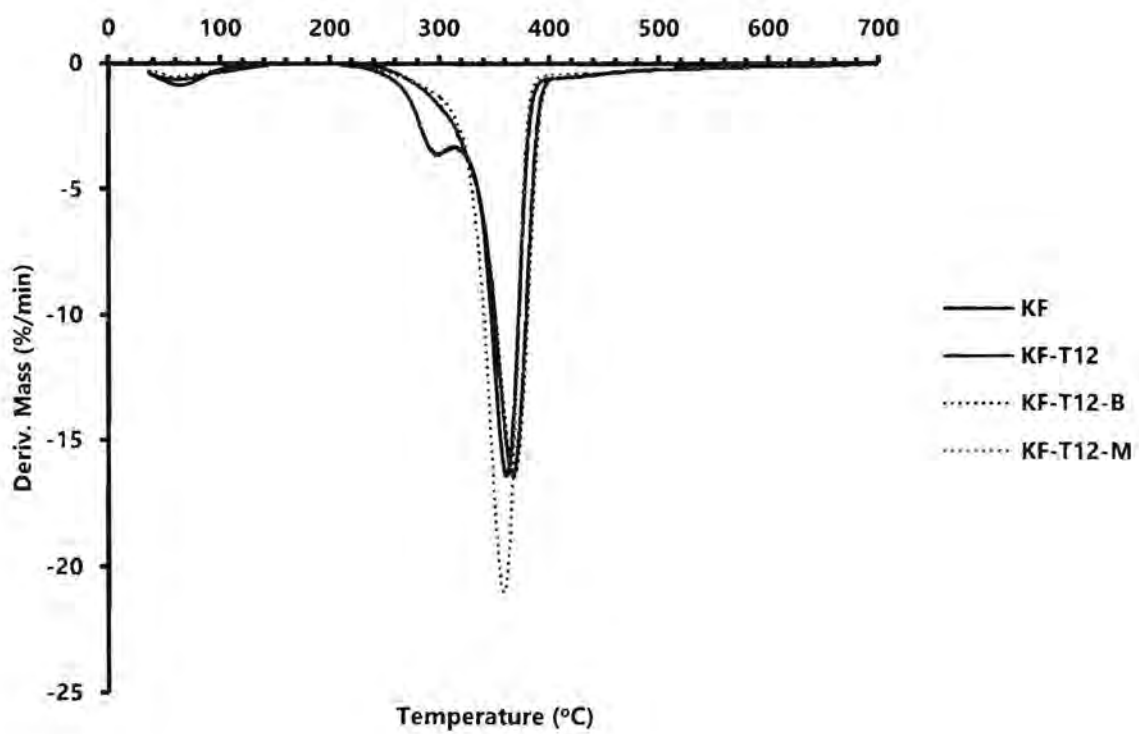
รูปที่ 20 TGA เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B



รูปที่ 21 DTG เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T4-B, KF-T12-B และ KF-T17.5-B



รูปที่ 22 TGA เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T12, KF-T12-B และ KF-T12-M



รูปที่ 23 DTG เทอร์โมแกรมของเส้นใย KF, KF-T12, KF-T12-B และ KF-T12-M

ตารางที่ 6 อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี

เส้นใย	อุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อน (°C)		
	T _{onset}	T _{max}	T _{Endset}
KF	270.7	360.8	376.6
KF-T4	332.7	359.2	375.6
KF-T12	337.1	366.4	384.8
KF-T17.5	336.0	365.1	380.5
KF-T4-B	332.9	361.6	378.1
KF-T12-B	336.6	367.8	383.2
KF-T17.5-B	332.9	365.8	382.9
KF-T12-M	335.2	358.6	372.4

ส่วนการสลายตัวทางความร้อนของเซลลูโลสคือช่วงอุณหภูมิประมาณ 320-380 องศาเซลเซียส (Keshk & Haija, 2001) ซึ่งเป็นจุดที่เส้นใยมีค่าอุณหภูมิการสลายตัวทางความร้อนสูงสุด (T_{max}) โดย T_{max} ของเส้นใยทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี มีค่าในช่วงประมาณ 359 – 368 องศาเซลเซียส สำหรับ T_{max} ของ KF-T4, KF-T4-B และ KF-T12-M มีค่าใกล้เคียงกับ T_{max} ของเส้นใยปอแก้วที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี (KF) ทั้งนี้ T_{max} ของ KF-T12, KF-T-12-B, KF-T17.5 และ KF-T17.5-B มีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก แต่มีค่าสูงกว่า T_{max} ของ KF เมื่อเปรียบเทียบ T_{max} ของเส้นใยผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์กับ T_{max} ของเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์และการฟอกขาวที่ความเข้มข้นเท่ากัน พบว่า T_{max} ของเส้นใยดังกล่าวมีค่าใกล้เคียงกัน

อุณหภูมิสิ้นสุดการสลายตัวทางความร้อน (T_{Endset}) ของเส้นใยที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี มีค่าในช่วงประมาณ 372 – 385 องศาเซลเซียส นอกจากนี้จากการศึกษาพบว่า T_{Endset} ของเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์และการเตรียมเยื่อ (KF-T12-M) มีค่าต่ำที่สุด เมื่อเปรียบเทียบ T_{Endset} ของเส้นใยผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์กับ T_{Endset} ของเส้นใยผ่านการทำอัลคาไลน์ทรีทเมนต์และการฟอกขาวที่ความเข้มข้นเท่ากัน พบว่า T_{Endset} ของเส้นใยดังกล่าวมีค่าใกล้เคียงกัน โดยค่า T_{Endset} ของเส้นใยที่ผ่านการทรีทเมนต์ด้วย NaOH เข้มข้น 4%w/v ทั้งที่ฟอกขาวและไม่ฟอกขาวมีค่าต่ำที่สุดเมื่อเทียบกับผลของความเข้มข้นอื่นๆ

บทที่ 4 สรุปผลการวิจัย และปัญหา/อุปสรรค/และข้อเสนอแนะ

4.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสโดยใช้กระบวนการทางเคมีและการไฮโดรลิซิสด้วยกรด โดยศึกษาผลกระทบของกระบวนการทางเคมีที่ใช้แยกเส้นใยเซลลูโลสที่มีต่อขนาดความกว้างของเส้นใยที่รวมทั้งองค์ประกอบทางเคมี ความเป็นผลึก และสมบัติทางความร้อนของเส้นใย

จากผลการทดลองสามารถสรุปได้ดังนี้ การแยกเส้นใยเซลลูโลสจากเส้นปอแก้วด้วยกระบวนการทางเคมี พบว่าปริมาณของเส้นใยที่เตรียมได้นั้นมีค่าไม่น้อยกว่า 69% แต่การเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยปอแก้วพบอุปสรรคในการทำแห้งเส้นใย จึงทำให้ไม่สามารถหาค่าปริมาณของเส้นใยที่เตรียมได้ รวมทั้งไม่สามารถวิเคราะห์ลักษณะทางเคมี ความเป็นผลึก และสมบัติทางความร้อนของเส้นใยได้

ในการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลส จะผ่านขั้นตอนการเตรียมเส้นใยที่เป็นกระบวนการทางเคมีเพื่อให้เส้นใยมีขนาดเล็กลง จากการศึกษาพบว่าการทำอัลคาไลน์ทรिटเมนท์ การทำอัลคาไลน์ทรिटเมนท์และการฟอกขาว และการทำอัลคาไลน์ทรिटเมนท์และการเตรียมเยื่อทำให้เส้นใยมีขนาดเล็กลง สังเกตได้จากความกว้างของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการทางเคมี ซึ่งเส้นใยดังกล่าวมีขนาดระดับไมโครเมตร โดยพบว่าเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรिटเมนท์และการเตรียมเยื่อ (KF-T12-M) มีขนาดความกว้างเฉลี่ยน้อยที่สุดคือประมาณ 10 ไมโครเมตร นอกจากนี้ยังพบว่ากระบวนการทางเคมีดังกล่าวทำให้ผิวของเส้นใยมีความขรุขระเพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับผิวของเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการใดๆ ในกรณีของการฟอกขาวเส้นใย พบว่าการฟอกขาวสามารถลดขนาดความกว้างของเส้นใยได้

สำหรับการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสด้วยกระบวนการไฮโดรลิซิสด้วยกรด จะเตรียมจากเส้นใยที่ผ่านกระบวนการทางเคมีเพื่อการลดขนาดความกว้างของเส้นใยให้น้อยที่สุด ดังนั้นเส้นใย KF-T12-M จึงถูกเลือกเพื่อนำมาศึกษาการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยปอแก้ว และพบว่าเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่แยกได้มีขนาดความกว้างประมาณ 136 นาโนเมตร

กระบวนการทางเคมีต่างๆ ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยจากปอแก้วมีผลต่อลักษณะทางเคมีของเส้นใย ดังนี้คือ สามารถกำจัดเฮมิเซลลูโลส ลิกนิน เพกติน และแว็กซ์ออกจากเส้นใยได้ แต่ยังมีลิกนินบางส่วนเหลืออยู่ ทั้งนี้กระบวนการทางเคมีที่สามารถกำจัดลิกนินออกจากเส้นใยได้ทั้งหมดคือกระบวนการเตรียมเยื่อสีขาว ซึ่งมีเพียงองค์ประกอบของเซลลูโลสเท่านั้น สำหรับเส้นใยที่ผ่านการทำอัลคาไลน์ทรिटเมนท์ และการทำอัลคาไลน์ทรिटเมนท์และการฟอกขาว มีลักษณะทางเคมีที่เหมือนกัน

ความเป็นผลึกของเส้นใยปอแก้วที่ผ่านกระบวนการทางเคมีมีค่าสูงกว่าของเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี ส่วนการฟอกขาวของเส้นใยไม่มีผลต่อความเป็นผลึกของเส้นใย ยกเว้นในกรณีของเส้นใยที่ผ่านการทรिटเมนท์ด้วย NaOH 17.5%w/v นอกจากนี้พบว่าเส้นใยที่ผ่านการทรिटเมนท์ด้วย NaOH 12%w/v (KF-T12) มีค่าความเป็นผลึกใกล้เคียงกับเส้นใยที่ผ่านการทรिटเมนท์ด้วย NaOH 12%w/v และการเตรียมเยื่อสีขาว (KF-T12-M) โดยมีค่าความเป็นผลึกประมาณ 80%

อุณหภูมิการเริ่มสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี (KF) ต่ำกว่าของเส้นใยที่ผ่านกระบวนการทางเคมี เนื่องจากเส้นใยที่ไม่ผ่านกระบวนการใดๆ มีองค์ประกอบของเฮมิเซลลูโลส และลิกนินอยู่ด้วย ซึ่งอุณหภูมิการสลายตัวขององค์ประกอบเหล่านี้ต่ำกว่าอุณหภูมิการสลายตัวของเซลลูโลสซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของเส้นใยทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการทางเคมี

4.1 ปัญหา/อุปสรรค/และข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้พบอุปสรรคในการใช้เครื่องทำแห้งเยือกแข็งแบบสุญญากาศ (Freeze dryer) สำหรับการทำให้เส้นใยนาโนเซลลูโลส เนื่องจากเส้นใยที่ได้มีน้ำหนักเบาและมีขนาดเล็กมากระดับนาโนเมตร เมื่อใช้การทำแห้งด้วยเครื่องดังกล่าว ทำให้เส้นใยสามารถถูกดูดเข้าไปที่ปั๊ม และมีผลทำให้เครื่องดังกล่าวเกิดความเสียหายได้ ซึ่งจำเป็นต้องมีชุดอุปกรณ์ช่วยในการดักอนุภาคขนาดเล็กมากๆ ไม่ให้ฟุ้งกระจายในระหว่างการทำให้แห้ง ทั้งนี้ข้อจำกัดของเครื่องที่ใช้กับงานวิจัยนี้คือไม่มีชุดอุปกรณ์เพิ่มเติมดังกล่าว

นอกจากนี้งานวิจัยนี้มีการใช้เครื่อง high-intensity ultrasonic processor ยี่ห้อ Sonics รุ่น VCX 750 (Model: CV334) ที่มีหัวจุ่ม (probe) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร ความถี่ 20 kHz แอพลิจูดที่ใช้คือ 80% (กำลัง ประมาณ 80 วัตต์) นาน 30 นาที โดยเครื่องจะทำงาน 20 วินาทีและหยุด 20 วินาที สลับไปเรื่อยๆ จนกระทั่งเวลาที่เครื่องทำงานครบ เพื่อแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ผ่านการไฮโดรลิซิสด้วยกรดแล้ว ให้มีขนาดเล็กลงอีก โดยมีการใช้อ่างน้ำแข็งร่วมด้วย ซึ่งพบปัญหาของการปนเปื้อนของไทเทเนียมผสม (Ti-6Al-4V) ในตัวอย่างเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ ทั้งนี้เป็นผลมาจากหัวจุ่มของเครื่อง จึงทำให้ไม่มีการวิเคราะห์ผลของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้หลังจากผ่านกระบวนการ high-intensity ultrasonication อีกทั้งยังพบว่าระยะเวลาที่ใช้สำหรับอัลตราโซนิเคชันเพิ่มขึ้น จะมีไทเทเนียมผสมปนเปื้อนกับเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ในปริมาณเพิ่มมากขึ้นด้วย

อย่างไรก็ตามงานวิจัยนี้ศึกษาการแยกเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยปอแก้วในเบื้องต้น ซึ่งสามารถนำไปใช้ในการพัฒนาต่อยอดงานวิจัยเกี่ยวกับการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยปอแก้ว ให้มีขนาดเล็กลงมากขึ้น ได้ปริมาณมาก มีความเป็นผลึกสูง และมีสมบัติทางความร้อนที่ดีต่อไป โดยมีการปรับปรุงวิธีที่ได้ศึกษาไปแล้ว หรือใช้วิธีอื่นในการแยกเส้นใยดังกล่าว

บรรณานุกรม

Abdel Moteleb, MM & El Akabawy, YK 1999, 'Dielectric investigation of some oxyviscoses', *Polymer*, vol.40, no.4, pp. 895-903.

Abdul Khalil, HPS, Yusra, AFI, Bhat, AH & Jawaid, M 2010, 'Cell wall ultrastructure, anatomy, lignin distribution, and chemical composition of Malaysian cultivated kenaf fiber', *Industrial Crops and Products*, vol.31, no.1, pp. 113-121.

Ashori, A, Harun, J, Raverty, WD & Yusoff, MNM 2006, 'Chemical and morphological characteristics of Malaysian cultivated kenaf (*Hibiscus cannabinus*) fiber', *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, vol.45, no.1-3, pp. 131-134.

Chen, W, Yu, H, Liu, Y, Chen, P, Zhang, M & Hai, Y 2011, 'Individualization of cellulose nanofibers from wood using high-intensity ultrasonication combined with chemical pretreatments', *Carbohydrate Polymers*, vol.83, no.4, pp. 1804-1811.

Dai, D & Fan, M 2010, 'Characteristic and performance of elementary hemp fibre', *Materials Sciences and Applications*, vol.1, no.6, pp. 336-342.

Feng, D, Caulfield, DF & Sanadi, AR 2001, 'Effect of compatibilizer on the structure-property relationships of kenaf-fiber/polypropylene composites', *Polymer Composites*, vol.22, no.4, pp. 506-517.

Frone, AN, Panaitescu, DM & Donescu, D 2011, 'Some aspects concerning the isolation of cellulose micro- and nano- fibers', *U.P.B. Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science*, vol.73, no.2, pp. 133-152.

Garside, P & Wyeth, P 2003, 'Identification of cellulosic fibres by FTIR spectroscopy: thread and single fibre analysis by attenuated total reflectance', *Studies in conservation*, vol.48, no.4, pp. 269-275.

Han, Y, Han S, Cho, D & Kim, H 2007, 'Kenaf/polypropylene biocomposites: effects of electron beam irradiation and alkali treatment on kenaf natural fiber', *Composite Interfaces*, vol.14, no.6-6, pp. 559-578.

Jonoobi, M, Harun, J, Shakeri, A, Misra, M & Oksman, K 2009, 'Chemical composition, crystallinity, and thermal degradation of bleached and unbleached kenaf bast (*Hibiscus cannabinus*) pulp and nanofibers', *BioResources*, vol.4, no.2, pp. 626-639.

Kamphunthong, W, Hornsby, P & Sirisinha, K 2012, 'Isolation of cellulose nanofibers from para rubberwood and their reinforcing effect in poly(vinyl alcohol) composites', *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 125, pp. 1642-1651.

Karimi, S, Tahir, PM, Karimi, A, Dufresne, A & Abdulkhani, A 2014, 'Kenaf bast cellulosic fibers hierarchy: A comprehensive approach from micro to nano', *Carbohydrate Polymers*, vol.101, pp. 878-885.

Keshk, SMAS & Haija, MA 2011, 'A new method for producing microcrystalline cellulose from *Gluconacetobacter xylinus* and kenaf', *Carbohydrate Polymers*, vol.84, no.4, pp. 1301-1305.

Khawas, P & Deka, SC 2016, 'Isolation and characterization of cellulose nanofibers from culinary banana peel using high-intensity ultrasonication combined with chemical treatment, vol. 17, pp. 608-616.

Kubo, S & Kadla, JF 2005, 'Hydrogen bonding in lignin: a Fourier transform infrared model compound study', *Biomacromolecules*, vol.6, no.5, pp. 2815-2821.

Li, Y & Pickering, KL 2008, 'Hemp fibre reinforced composites using chelator and enzyme treatments', *Composites Science and Technology*, vol.68, no.15-16, pp. 3293-3298.

Li, Y, Zhu, H, Xu, Zhuang, Z, Xu, M & Dai, H 2014, 'High yield preparation method of thermally stable cellulose nanofibers', *BioResources*, vol. 9, no. 2, pp. 1986-1997.

Moran, J, Alvarez, V, Cyras, V & Vazquez, A 2008, 'Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers', *Cellulose*, vol.15, no.1, pp. 149-159.

Sanadi, A, Caulfield, D, Jacobson, R & Rowell, R 1995, 'Renewable agricultural fibers as reinforcing fillers in plastics: Mechanical properties of kenaf fiber polypropylene composites', *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol.34, no.5, pp. 1889-1896.

Sandy, M, Manning, A & Bollet, F 2010, 'Changes in the crystallinity of cellulose in response to changes in relative humidity and acid treatment', *Restaurator*, vol.31, no.1, pp. 1-18.

Segal, L, Creely, L, Martin, A & Conrad C 1959, 'An empirical method of estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer', *Textile Research Journal*, vol. 29, pp. 786-794.

Sgriccia, N, Hawley, M & Misra, M 2008, 'Characterization of natural fiber surfaces and natural fiber composites', *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol.39, no.10, pp. 1632-1637.

Song, Q, Winter, WT, Bujanovic, BM & Amidon, TE 2014, 'Nanofibrillated cellulose (NFC): A high-value co-product that improves the economics of cellulosic ethanol production', *Energies*, vol. 7, pp. 607-618.

Tang, Y, Yang, S, Zhang, N & Zhang, J 2014, 'Preparation and characterization of nanocrystalline cellulose via low-intensity ultrasonic-assisted sulfuric acid hydrolysis', *Cellulose*, vol. 21, pp. 335-346.

Thomas, S, Paul, SA, Pothan, LA & Deepa, B 2011, 'Natural fibres: Structure, properties and applications', in Kalia, S, Kaith, BS, Kaur, I (eds), *Cellulose fibers: bio- and nano-polymer composites*, Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, pp. 3-42.

Zhao, X, van der Heide, E, Zhang, T & Liu D 2010, 'Delignification of sugarcane bagasse with alkali and peracetic acid and characterization of the pulp', *BioResources*, vol.5, no.3, pp. 1565-1580.

ประวัตินักวิจัย

ชื่อ (ภาษาไทย): ดร.นิภาพรณ โสตถิยานนท์

ชื่อ (ภาษาอังกฤษ): Dr. Niphaphun Soatthiyanon

คณะ/สถาบัน: สถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โทรศัพท์: 0-2218-4242

โทรสาร: 0-2611-7586

E-mail: Niphaphun.S@chula.ac.th

มหาวิทยาลัย	ปริญญา	สาขาวิชา	ปีที่ได้รับ พ.ศ.
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง	วิทยาศาสตร์บัณฑิต	เคมีอุตสาหกรรม	2546
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต	วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ	2548
สถาบันบัณฑิตพัฒนบริหารศาสตร์	บริหารธุรกิจมหาบัณฑิต	การบริหารการปฏิบัติการ	2550
University of New South Wales	Master of Philosophy	Material Science and Engineering	2553
University of New South Wales	Doctor of Philosophy	Materials Science and Engineering	2557

ผลงานวิจัยที่พิมพ์เผยแพร่:

Book Chapter

- Crosky, A., Soatthiyanon, N., Ruys, D., Meatherall, S. & Potter, S. 2014, 'Thermoset matrix natural fibre-reinforced composites' in A. Hodzic & R. Shanks (eds.), *Natural fibre composites: Materials, processes and applications*, Woodhead Publishing Limited, pp. 233-270.

Conference Proceedings

- Soatthiyanon, N., Crosky, A. & Heitzmann, M.T. 2015, 'Comparison of experimental and calculated tensile properties of flax fibres' in Fernando, D., Teng, J.-G. & Torero, J.L., *Proceedings of the Second International Conference on Performance-based and Life-cycle Structural Engineering (PLSE 2015)*, December 9-11, 2015, Brisbane, QLD, Australia.
- Soatthiyanon, N. & Crosky, A. 2015, 'Elementary kenaf fibre extraction' in Fernando, D., Teng, J.-G. & Torero, J.L., *Proceedings of the Second International Conference on Performance-based and Life-cycle Structural Engineering (PLSE 2015)*, December 9-11, 2015, Brisbane, QLD, Australia.
- Legras, A., Truss, R., Rao, S., Bhattacharyya, D., Soatthiyanon, N., Crosky, A. & Heitzmann, M. 2014, 'Optimisation of the twin-screw compounding process for short fibre biocomposites' in *Proceedings of Composites Australia and CRC-ACS Conference 2014: Materials for a Lighter and Smarter World*, April 7-9, 2014, Newcastle, NSW, Australia.
- Soatthiyanon, N., Deng, S., Crosky, A., Beehag, A. & Leong, K.H. 2011, 'Mechanical behaviour of kenaf fibre polyolefin matrix composites' in *Proceedings of the Sustainability Symposium*, July 7-8, 2011, Sydney, Australia.
- Soatthiyanon, N., Deng, S., Crosky, A., Beehag, A. & Leong, K.H. 2011, 'Mechanical behaviour of kenaf fibre polyolefin matrix composites' in *Proceedings of the Processing and Fabrication of Advanced Materials (PFAM) XIX*, January 14-17, 2011, Auckland, New Zealand.
- Soatthiyanon, N., Deng, S., Falzon, P.J., Crosky, A., Samsudin, M.S.F., Patrick, C. & Leong, K.H. 2010, 'Investigation on the use of kenaf fibre as a substitute for wood composites' in *Proceedings of the Society of Aerospace Material and Process Engineers (SAMPE) ASIA 2010*, January 19-20, 2010, Kuala Lumpur, Malaysia.

Journal Article

- Chuayjuljit, S., Soatthiyanon, N. & Potiyaraj, P. 2006, 'Polymer blends of epoxy resin and epoxidized natural rubber', *Journal of Applied Polymer Science*. vol. 102, pp. 452-459. (ISI Polymer Science category)