# เอสเทอริฟิเคชันที่เหนี่ยวนำด้วยไมโครเวฟของปอสาเพื่อเตรียมฟิล์มย่อยสลายได้

นายเกียรติศักดิ์ อุตตะมัง



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2547

ISBN 974-17-6050-7

# MICROWAVE INDUCED ESTERIFICATION OF PAPER MULBERRY FOR DEGRADABLE FILM PREPARATION

Mr. Kiathisak Uthamang



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science in Applied Polymer Science and Textile Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2004

ISBN 974-17-6050-7

| | |
|---|---|
| Thesis Title | Microwave Induced Esterification of Paper Mulberry for Degradable Film Preparation |
| By | Mr. Kiathisak Uthamang |
| Field of Study | Applied Polymer Science and Textile Technology |
| Thesis Advisor | Assistant Professor Duangdao Aht-Ong, Ph.D. |
| Thesis Co-advisor | Duangduen Atong, Ph.D. |

---

Accepted by the Faculty of Science, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

.....Dean of the Faculty of Science
(Professor Piamsak Menasveta, Ph.D.)

THESIS COMMITTEE

..... Chairman
(Associate Professor Saowaroj Chuayjuljit)

..... Thesis Advisor
(Assistant Professor Duangdao Aht-Ong, Ph.D.)

..... Thesis Co-advisor
(Duangduen Atong, Ph.D.)

..... Member
(Associate Professor Paiparn Santisuk)

..... Member
(Associate Professor Onusa Saravari)

เกียรติศักดิ์ อุตตะมัง: เอสเทอริฟิเคชันปอสาด้วยไมโครเวฟเพื่อเตรียมฟิล์มย่อยสลายได้. (MICROWAVE INDUCED ESTERIFICATION OF PAPER MULBERRY FOR DEGRADABLE FILM PREPARATION) อ. ที่ปรึกษา: ผศ.ดร. ดวงดาว อาจองค์, อ. ที่ปรึกษาร่วม: ดร. ดวงเดือน อาจองค์, 130 หน้า. ISBN 974-17-6050-7.

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้ปอสาซึ่งเป็นผลิตผลทางการเกษตรมาศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ โดยใช้ปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันด้วยคลอไรด์ของกรดไขมันในระบบตัวทำละลายเนื้อเดียวกันของลิเทียมคลอไรด์-ไดเมทิลอะเซทาไมด์ ในระบบนี้ได้ใช้ลอโรอิลคลอไรด์ และ ไดเมทิลอะมิโนไพริดีนซึ่งเป็นตัวดัดแปรและตัวเร่งปฏิกิริยาตามลำดับ ปอสาจะถูกขจัดลิกนินด้วยวิธีการต้มเยื่อ และหลังจากนั้นจะใช้กรดในปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเพื่อย่อยให้ได้ผงของปอสา ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมปฏิกิริยาเอสเทอร์ริชันของปอสาถูกตรวจสอบในเทอมของปริมาณสารดัดแปร ตัวเร่งปฏิกิริยา กำลังไมโครเวฟและเวลาในการเกิดปฏิกิริยา ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าภาวะที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาเอสเทอร์ริฟิเคชันจะได้เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ริฟิเคชันประมาณ 38.00 เปอร์เซ็นต์ และได้น้ำหนักเพิ่มขึ้นร้อยละ 154 โดยน้ำหนัก โดยใช้กำลังไมโครเวฟ 90 วัตต์ เป็นเวลา 2.00 นาที ปฏิกิริยาการแทนที่ของคลอไรด์ของกรดไขมันจะอยู่ที่เซลลูโลส การเปลี่ยนแปลงสมบัติทางความร้อนของปอสาเป็นผลมาจากการแทนที่ของลอโรอิลคลอไรด์ เพื่อให้ง่ายต่อกระบวนการขึ้นรูป การวิเคราะห์ลักษณะอสัณฐานของผิวปอสา พบว่าปอสาก่อนผ่านการดัดแปรจะมีผิวเรียบและเมื่อผ่านการดัดแปรแล้วจะเกิดการเกาะกลุ่มกันของหมู่อัลคิลของลอโรอิลคลอไรด์เกิดขึ้นที่ผิว เปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ริฟิเคชันมีอิทธิพลต่อการขึ้นรูปและสมบัติของฟิล์มพลาสติก ฟิล์มเซลลูโลสลอเรตมีเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ริฟิเคชันอยู่ในช่วง 23.24-38.00 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปอร์เซ็นต์เอสเทอร์ริฟิเคชันเพิ่มขึ้น การดูดซึมน้ำ ความสามารถในการเปียกผิว ค่าความมันวาวและเปอร์เซ็นต์การยืดตัว ณ จุดขาดของฟิล์มเพิ่มขึ้นในขณะที่ค่าความทนแรงดึงของฟิล์มลดลง นอกจากนั้นยังพบว่าการเพิ่มการแทนที่ของกรดลอริกเข้าไปแทนที่ในหมู่ไฮดรอกซิลของปอสาจะช่วยให้การย่อยสลายตัวตามธรรมชาติและการย่อยสลายด้วยแสงของฟิล์มปอสาดีขึ้นอีกด้วย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต.....

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

ปีการศึกษา 2547 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

##4572229923: MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY
KEY WORD: CELLUOLOSE/ ESTERIFICATION/ CELLULOSE FILM

KIATHISAK UTHAMANG: MICROWAVE INDUCED ESTERIFICATION OF PAPER MULBERRY FOR DEGRADABLE FILM PREPARATION. THESIS ADVISOR: ASSISTANT PROFESSOR DUANGDAO AHT-ONG, Ph.D. THESIS COADVISOR: DUANGDAUN AT-ONG, Ph.D. 130 pp. ISBN 974-17-6050-7.

This research aimed to prepare biodegradable plastic film from paper mulberry, which is agricultural by-product, by mean of an esterification reaction with long chain fatty acid chloride in homogeneous media of N, N-dimethylacetamide/lithium chloride (DMAc/LiCl)

In this system, lauroyl chloride and N, N- dimethylamino pyridine (DMAP) were used as an esterifying agent and catalyst, respectively. Prior to doing so, paper mulberry was pulped and delignified and then treated by acid hydrolysis in order to obtain paper mulberry powder. The optimum condition to prepare the esterified-paper mulberry was investigated in term of the amount of reagents used, microwave power and irradiation time. The results showed that the greatest % esterification (38.00 %) and % yield (154 %) were obtained under 90 watts microwave irradiation for 2 min. The melting transitions attributed to the side chain crystalline of lauric acid could enhance melt-processible. From SEM analysis, untreated paper mulberry showed smooth surface of short fiber whereas paper mulberry laurate exhibited aggregation of alkyl groups of lauroyl chloride on the surface. It was found that % esterification had marked influences on the formation and properties of plastic films. The resulting cellulose laurate film had % esterification ranging from 23.24 to 38.00 %. As the % esterification increased, the percent of water absorption, wettability, gloss value, and elongation of the film increased, whereas the tensile strength of the films decreased. Furthermore, it was found that an increase in substitution of lauric acid on hydroxyl groups of paper mulberry help promoting the biodegradability and photodegradability of paper mulberry laurate films.



Department Materials Science
Field of study Applied Polymer Science and Textile Technology
Academic year 2004

Student's signature.....
Advisor's signature.....
Co-advisor's signature.....

# ACKNOWLEDGEMENTS

The author wishes to express deepest gratitude to my advisor, Assistant Professor Dr. Duangdao Aht-Ong and co-advisor Dr. Duangduen Atong, for their advice, concern and encouragement throughout this research.

I would like to thank the chairman and committee members of this thesis for their valuable suggestions and comments. I am appreciated the help with DSC and TGA experiments from METTLOR TOLEDO (Thailand) Co., Ltd. Thanks also extend to Mrs.Nataya Sompong for her help and contact for buying paper mulberry bark.

I also would like to express my gratitude to my family for their love and encouragement, to my friends for their supports throughout my study for the Master's Degree. I am also grateful to everyone who has contributed suggestions and support, during this study.

# Contents

# Contents (Cont.)

# Contents (Cont.)

# Contents (Cont.)

# List of Tables

# List of Tables (Cont.)

# List of Figures

# List of Figures (Cont.)

# List of Figures (Cont.)

# List of Figures (Cont.)