

เส้นใยพลาสติกชีวภาพจากพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเสริมแรงด้วยแกรฟีน



นายณัฐพงศ์ ภูมิผิว

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2558

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Bioplastic fibers from poly(lactic acid) and poly(butylene succinate)
reinforced with graphene

Mr. Nutthapong Poompiew



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Applied Polymer Science and Textile
Technology
Department of Materials Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2015
Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

เส้นใยพลาสติกชีวภาพจากพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิว
ทิลีนซึกซิเนตเสริมแรงด้วยแกรฟีน

โดย

นายณัฐพงศ์ ภูมิผิว

สาขาวิชา

วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

รองศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โพธิยะราช

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวงนิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สิริรัตน์ จารุจินดา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.ประณัฐ โพธิยะราช)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.กาวี ศรีกุลกิจ)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ไพพรรณ สันติสุข)

ณัฐพงศ์ ภูมิผิว : เส้นใยพลาสติกชีวภาพจากพอลิแล็กติกแอซิดและพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต เสริมแรงด้วยแกรฟีน (Bioplastic fibers from poly(lactic acid) and poly(butylene succinate) reinforced with graphene) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. ดร.ประณัฐ โพธิยะราช, 89 หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อเตรียมเส้นใยคอมพอสิตจากพลาสติกชีวภาพ ได้แก่ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิแล็กติกแอซิดที่เสริมแรงด้วยอนุภาคแกรฟีนที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร รวมทั้งศึกษาผลของการเติมอนุภาคแกรฟีนต่อสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน สมบัติทางไฟฟ้า และสัญญาณวิทยาของเส้นใยคอมพอสิตที่เตรียมได้ โดยเริ่มจากการสังเคราะห์แกรฟีนจากแกรไฟต์ ตามวิธีที่ประยุกต์มาจากวิธีของฮัมเมอร์และใช้กรดแอลเอสคอร์บิกเป็นตัวรีดิวซ์ ตรวจสอบลักษณะเฉพาะของอนุภาคแกรฟีนที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี เอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน และเทคนิคจุลทรรศน์แรงอะตอม จากนั้นนำแกรฟีนที่ได้มาเตรียมเป็นมาสเตอร์แบตช์กับพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิแล็กติกแอซิดด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วมในเมทานอล แล้วนำมาสเตอร์แบตช์ไปเตรียมเป็นเม็ดคอมพาวนด์ที่มีปริมาณของแกรฟีนต่างๆ นำเม็ดคอมพาวนด์ไปขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยวิธีการปั่นแบบหลอมเหลว ผลการทดสอบสมบัติด้านแรงดึง สมบัติทางความร้อน สมบัติการนำไฟฟ้า และสัญญาณวิทยาของเส้นใยคอมพอสิตที่เตรียมได้ พบว่าการเติมแกรฟีนในปริมาณที่เหมาะสมสามารถเพิ่มความทนแรงดึงของเส้นใยได้ โดยเส้นใยคอมพอสิตของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีปริมาณแกรฟีน 0.3 phr มีความทนแรงดึงเพิ่มขึ้นร้อยละ 14.5 และเส้นใยคอมพอสิตของพอลิแล็กติกแอซิดที่มีปริมาณแกรฟีน 1.2 phr มีความทนแรงดึงเพิ่มขึ้นร้อยละ 42.7 เมื่อเทียบกับเส้นใยที่ไม่มีการเสริมแรง แต่เมื่อปริมาณแกรฟีนมากเกินไปความทนแรงดึงกลับลดลงเนื่องจากแกรฟีนสามารถจับตัวเป็นกลุ่มได้มากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาสัญญาณวิทยาของเส้นใยคอมพอสิต ทั้งนี้อนุภาคแกรฟีนไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิกลาสทรานสิชันและอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกของเส้นใยคอมพอสิตทั้งสองชนิด ส่วนความต้านทานการนำไฟฟ้าของเส้นใยคอมพอสิตทั้งสองชนิดมีแนวโน้มลดลงเมื่อปริมาณแกรฟีนเพิ่มขึ้น แม้จะยังไม่เพียงพอที่จะให้การนำไฟฟ้าได้อย่างเด่นชัด แต่อาจนำไปประยุกต์กับงานที่ต้องการสมบัติการต้านไฟฟ้าสถิตย์ได้

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต

สาขาวิชา วิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และ ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

 เทคโนโลยีสิ่งทอ

ปีการศึกษา 2558

5771978523 : MAJOR APPLIED POLYMER SCIENCE AND TEXTILE TECHNOLOGY

KEYWORDS: GRAPHENE / POLY(LACTIC ACID) (PLA) / POLY(BUTYLENE SUCCINATE) / COMPOSITE FIBERS

NUTTHAPONG POOMPIEW: Bioplastic fibers from poly(lactic acid) and poly(butylene succinate) reinforced with graphene. ADVISOR: ASSOC. PROF. PRANUT POTIYARAJ, Ph.D., 89 pp.

The objective of this research is to prepare composite fibers from bioplastics, those are poly(butylene succinate) and poly(lactic acid), reinforced with graphene nanoparticles. The effects of graphene on mechanical, thermal, electrical and morphological properties of the prepared composite fibers were investigated. Initially, graphene was synthesized from graphite following the modified Hummer's method using L-ascorbic acid as the reducing agent. The characterization of the prepared graphene was performed using several techniques, i.e. infrared spectroscopy, x-ray photoelectron spectroscopy, x-ray diffraction and atomic force microscopy. The obtained graphene was prepared into masterbatch with poly(butylene succinate) and poly(lactic acid) via the co-precipitation technique in methanol. The obtained masterbatch was then used to prepare composite compounds at various ratios. The compounds were processed into fiber by the melt spinning method. The results indicated that, if graphene at the optimal content was used, the tensile strength increased. Poly(butylene succinate) fiber with 0.3 phr of graphene had 14.5% improvement in tensile strength while poly(lactic acid) fiber with 1.2 phr gave the increasing tensile strength around 42.7% comparing with the unfilled fiber. However, when the graphene content increased beyond the optimal point, the tensile strength decreased due to agglomeration of graphene particles. This behavior was also evidenced by the scanning electron micrograph of the fibers. Furthermore, glass transition and crystalline melting temperatures were not significantly affected by the addition of graphene into the bioplastics. The electrical resistance gradually decreased when the amount of graphene in the composite fibers increased. Although the composite fibers did not show notable electrical conductivity behavior, they can be used for the applications which anti-static property is needed.

Department: Materials Science Student's Signature

Field of Study: Applied Polymer Science and Textile Technology Advisor's Signature

Academic Year: 2015

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งใจไว้อย่างสมบูรณ์เป็นเพราะได้รับความร่วมมือจากบุคคลหลายท่าน ทั้งคำแนะนำทางวิชาการ ความเอื้อเฟื้อในด้านเครื่องมือ วัสดุ และสถานที่ทำวิทยานิพนธ์ อีกทั้งยังได้รับความช่วยเหลือและแนะนำในการทำวิทยานิพนธ์จากผู้ทรงคุณวุฒิในด้านต่าง ๆ เป็นอย่างดี ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบคุณบุคคล และหน่วยงานที่เกี่ยวข้องดังต่อไปนี้

1. รศ.ดร.ประณัฐ โพธิยะราช อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก ที่ให้โอกาสผู้วิจัยครั้งนี้ รวมทั้งให้ความรู้ คำปรึกษา คำแนะนำและสนับสนุนในการจัดหาวัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินงานวิจัย ตลอดจนจนถึงการเอาใจใส่และการสละเวลาในการตรวจสอบ แก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์เป็นอย่างดีมาโดยตลอด
2. อ.ดร.นที ศรีสวัสดิ์ และอ.นรรจพร เรืองไพศาล สาขาพอลิเมอร์และเส้นใย คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ให้ความรู้ คำแนะนำและสนับสนุนในการให้ความอนุเคราะห์ทางด้านวัสดุและเครื่องมือในการดำเนินงานวิจัยครั้งนี้
3. ผศ.ดร.ณัฐกาญจน์ หงส์ศรีพันธ์ หัวหน้าภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยศิลปากร ที่ให้การสนับสนุนการอนุเคราะห์การใช้เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบและเครื่องมือในการดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้
4. กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่าน ที่ให้คำปรึกษา คำแนะนำทางวิชาการในการทำวิจัย
5. ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่เอื้อเฟื้อสถานที่ เครื่องมือและอุปกรณ์ในการทำการวิจัย
6. รุ่นพี่ เพื่อน บุคลากรภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทุกท่านที่คอยให้คำปรึกษาและสละเวลาในการช่วยเหลือให้คำปรึกษาช่วยเหลือในการทำการวิจัย

สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา ที่ให้การสนับสนุน และคอยให้กำลังใจในการทำการวิจัยในครั้งนี้ ตลอดจนสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี และขอบคุณอาจารย์ทุก ๆ ท่านที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ให้แก่ข้าพเจ้าจนสามารถสร้างสรรค์วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ได้สำเร็จ

สารบัญ

หน้า

| | |
|--|----|
| บทคัดย่อภาษาไทย..... | ง |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... | จ |
| กิตติกรรมประกาศ..... | ฉ |
| สารบัญ..... | ช |
| บทที่ 1 บทนำ | 1 |
| 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ | 1 |
| 1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตงานวิจัย | 2 |
| บทที่ 2 วารสารปริทัศน์..... | 3 |
| 2.1 พลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ | 3 |
| 2.2 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต | 6 |
| 2.3 พอลิแล็กติกแอซิด | 8 |
| 2.4 แกรฟีน | 12 |
| 2.5 คอมพอสิต | 17 |
| 2.6 เส้นใย (Fiber) | 21 |
| 2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง | 26 |
| บทที่ 3 วิธีการทดลอง | 29 |
| 3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง | 29 |
| 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการผสมและขึ้นรูป..... | 29 |
| 3.3 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติ | 30 |
| 3.4 ขั้นตอนการทดลอง | 31 |
| 3.5 การวิเคราะห์และทดสอบชิ้นงาน | 34 |
| บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง | 41 |

| | |
|--|----|
| 4.1 ผลการทดสอบการสังเคราะห์แกรฟีนจากแกรไฟต์..... | 41 |
| 4.1.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีนด้วยเทคนิค FT-IR..... | 41 |
| 4.1.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของแกรฟีนออกไซด์ที่ผ่านการรีดิวซ์ด้วยเทคนิค XPS 43 | |
| 4.1.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาคแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีนด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน | 45 |
| 4.1.4 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคแกรฟีนด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคและเทคนิค AFM 46 | |
| 4.2 สมบัติของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิไวนิลีนซัคซิเนต/แกรฟีนและพอลิแล็กติกแอซิด/แกรฟีน 47 | |
| 4.2.1 สมบัติด้านแรงดึง..... | 47 |
| 4.2.2 พฤติกรรมทางความร้อน | 50 |
| 4.2.3 สัมฐานวิทยา | 52 |
| 4.2.4 การวิเคราะห์ความสามารถในการนำไฟฟ้าของเส้นใยคอมพอสิต..... | 55 |
| 4.2.5 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยคอมพอสิตภายใต้บรรยากาศออกซิเจน..... | 55 |
| บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ | 58 |
| 5.1 สรุปผลการทดลอง..... | 58 |
| 5.2 ข้อเสนอแนะ..... | 59 |
| รายการอ้างอิง..... | 60 |
| ภาคผนวก ก..... | 65 |
| ภาคผนวก ข..... | 84 |
| ภาคผนวก ค..... | 88 |

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์89



สารบัญรูปภาพ

| | |
|---|----|
| รูปที่ 2-1 กระบวนการย่อยสลายของพลาสติกชีวภาพ | 4 |
| รูปที่ 2-2 โครงสร้างทางเคมีของ PBS | 6 |
| รูปที่ 2-3 การเตรียมมอนอเมอร์จากกระบวนการหมัก | 7 |
| รูปที่ 2-4 การเตรียมมอนอเมอร์จากกระบวนการทางปิโตรเคมี | 7 |
| รูปที่ 2-5 ลักษณะโครงสร้างของกรดแล็กติก | 10 |
| รูปที่ 2-6 วิธีการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดแบบต่าง ๆ..... | 11 |
| รูปที่ 2-7 (ซ้าย) ภาพจากเครื่อง AFM แสดงความหนาของชั้นแกรไฟต์ บนเทปกาบริบริเวณที่สีเข้ม (ส้ม) แสดงว่ามีความหนามาก (ขวา) ภาพขยายแสดงให้เห็นแผ่นแกรไฟน์ (ฟ้า) | 13 |
| รูปที่ 2-8 โครงสร้างของแกรไฟน์ แกรไฟต์ ท่อนาโนคาร์บอน และบักกิ้งบอล | 14 |
| รูปที่ 2-9 ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรไฟน์ออกไซด์จากแกรไฟต์..... | 15 |
| รูปที่ 2-10 แผนผังแสดงการสังเคราะห์แกรไฟน์จากแกรไฟต์ลักษณะบนลงล่าง | 16 |
| รูปที่ 2-11 แผนผังการแบ่งประเภทวัสดุคอมพอสิต | 17 |
| รูปที่ 2-12 คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยและอนุภาค | 19 |
| รูปที่ 2-13 คอมพอสิตแบบโครงสร้าง | 19 |
| รูปที่ 2-14 การขึ้นรูปเส้นใยแบบปั่นแห้ง | 24 |
| รูปที่ 2-15 การขึ้นรูปเส้นใยแบบปั่นเปียก | 25 |
| รูปที่ 2-16 กระบวนการปั่นแบบหลอมเหลว | 25 |
| รูปที่ 3-1 แผนผังแสดงการสังเคราะห์แกรไฟน์จากแกรไฟต์ | 32 |
| รูปที่ 3-2 เครื่อง FT-IR | 34 |
| รูปที่ 3-3 เครื่องวิเคราะห์ห้องค์ประกอบธาตุ (XPS)..... | 35 |
| รูปที่ 3-4 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) | 35 |
| รูปที่ 3-5 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมหรือ AFM..... | 36 |
| รูปที่ 3-6 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค | 36 |

| | |
|---|----|
| รูปที่ 3-7 เครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์หรือ DSC | 38 |
| รูปที่ 3-8 รูปตัวอย่างเส้นใยที่ติดบน C-Camp..... | 38 |
| รูปที่ 3-9 เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล | 39 |
| รูปที่ 3-10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หรือ SEM | 39 |
| รูปที่ 3-11 เครื่องทดสอบไฟฟ้า (piccovoltmeter) | 40 |
| รูปที่ 3-12 เครื่อง thermogravimetric analyzer | 40 |
| รูปที่ 4-1 อินฟราเรดสเปกโทรสโกปีสเปกตรัมของอนุภาคแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์ และ แกรฟีน..... | 41 |
| รูปที่ 4-2 โครงสร้างของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีน เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาเคมี..... | 42 |
| รูปที่ 4-3 เอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีสเปกตรัมของแกรฟีนออกไซด์ (a) และ แกรฟีน (b)..... | 43 |
| รูปที่ 4-4 XRD สเปกตรัมของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีน..... | 45 |
| รูปที่ 4-5 ภาพถ่ายของอนุภาคแกรฟีนด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม | 46 |
| รูปที่ 4-6 กราฟกระจายตัวของขนาดอนุภาคแกรฟีนในสารละลายคลอโรฟอร์มจากเครื่องวัด ขนาดอนุภาค..... | 47 |
| รูปที่ 4-7 ความทนแรงดึงของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (ซ้าย) และพอลิแล็กติก แอซิด (ขวา) | 48 |
| รูปที่ 4-8 ความยืดสูงสุด ณ จุดขาดของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (ซ้าย) และพอลิ แล็กติกแอซิด (ขวา) | 49 |
| รูปที่ 4-9 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผสมแกรฟีนที่ปริมาณต่างๆ | 50 |
| รูปที่ 4-10 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรฟีนที่ปริมาณต่างๆ | 52 |
| รูปที่ 4-11 ภาพถ่าย SEM บริเวณพื้นผิวของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผสมกับอนุภาค แกรฟีน..... | 53 |
| รูปที่ 4-12 ภาพถ่าย SEM บริเวณพื้นผิวของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมกับอนุภาคแกรฟีน | 53 |
| รูปที่ 4-13 ภาพถ่าย SEM บริเวณภาคตัดขวางของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (บน) และเส้นใย พอลิแล็กติกแอซิด (ล่าง) ที่ปริมาณแกรฟีน 1.5 phr | 54 |

| | |
|--|----|
| รูปที่ 4-14 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนเส้นใยคอมพอสิตของพอลิบิวทิลีนซักซิเนต เสริมแรงด้วยอนุภาคแกรไฟีนที่ปริมาณต่างๆ | 57 |
| รูปที่ 4-15 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนเส้นใยคอมพอสิตของพอลิแล็กติกแอซิด เสริมแรงด้วยอนุภาคแกรไฟีนที่ปริมาณต่างๆ | 57 |



สารบัญตาราง

| | |
|---|----|
| ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของพอลิแล็กติกแอซิด | 9 |
| ตารางที่ 3.1 สัดส่วนระหว่างพอลิเมอร์และอนุภาคแกรฟีนใน 100 กรัม | 33 |
| ตารางที่ 4.1 เลขคลื่นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน | 43 |
| ตารางที่ 4.2 อัตราส่วนระหว่างหมู่ฟังก์ชันของ sp^2 คาร์บอนและหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ | 44 |
| ตารางที่ 4.3 อุณหภูมิหลอมเหลวผลึกและปริมาณผลึกของเส้นใยคอมพอสิต | 51 |
| ตารางที่ 4.4 ความต้านทานของเส้นใยคอมพอสิตทั้ง 2 ชนิดที่แกรฟีนปริมาณที่ต่างกัน | 55 |
| ตารางที่ 4.5 อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใยคอมพอสิต | 56 |



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ปริมาณการใช้งานพลาสติกชีวภาพ (bioplastics) มีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นอย่างมีนัยสำคัญอันเนื่องมาจากสาเหตุสำคัญ คือ ความไม่แน่นอนด้านต้นทุนและการขาดแคลนวัตถุดิบสำหรับผลิตพลาสติกดั้งเดิม ได้แก่ สารปิโตรเลียมจากซากบรรพชีวิน ทำให้นักวิจัยพยายามคิดค้นวัตถุดิบประเภทอื่นจากทรัพยากรที่สามารถสร้างทดแทนใหม่ได้ (renewable resource) รวมทั้งวัตถุดิบประเภทชีวมวล (biomass) เพื่อนำมาสังเคราะห์เป็นพลาสติกชีวภาพ สาเหตุสำคัญอีกประการ คือ พลาสติกดั้งเดิมไม่สามารถที่ย่อยสลายได้ด้วยกระบวนการทางธรรมชาติหรือต้องใช้ระยะเวลาหลายร้อยปีในการสลายตัว ก่อให้เกิดปัญหาขยะพลาสติกสะสมในสิ่งแวดล้อม ในขณะที่พลาสติกชีวภาพมีความสามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ โดยอาศัยจุลินทรีย์หรือแบคทีเรียหลายชนิด อย่างไรก็ตามการสลายตัวนั้นจะเกิดขึ้นก็ต่อเมื่ออยู่ในภาวะที่เหมาะสม อาทิ มีความชื้นในปริมาณที่พอเหมาะ มีอุณหภูมิที่เอื้อต่อการทำงานของแบคทีเรีย รวมไปถึงสภาพอากาศและความกดอากาศ พลาสติกชีวภาพทางการค้าที่สำคัญในปัจจุบัน ได้แก่ โพลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate)) และโพลีแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid)) ซึ่งพลาสติกชีวภาพทั้งสองชนิดนั้นได้มีการนำมาผลิตเป็นผลิตภัณฑ์แล้วหลายประเภทในปัจจุบัน อาทิ บรรจุภัณฑ์ และเส้นใยสิ่งทอ

เมื่อพิจารณาในแง่มุมทางเศรษฐศาสตร์ พบว่าพลาสติกชีวภาพทั้งสองยังมีราคาต้นทุนที่ค่อนข้างสูง จึงควรได้รับการปรับปรุงให้มีสมบัติเฉพาะหรือมีสมบัติที่หลากหลายมากยิ่งขึ้น เพื่อนำไปใช้ในงานที่มีมูลค่าเพิ่มขึ้นหรือเพิ่มความหลากหลายในการนำไปใช้งาน การปรับปรุงสมบัติเฉพาะของพลาสติกนั้นสามารถทำได้หลากหลายวิธี อาทิ การทำโคพอลิเมอร์ การทำพอลิเมอร์ผสม และการทำพอลิเมอร์คอมพอสิต โดยงานวิจัยนี้มีความสนใจในการนำโพลิบิวทิลีนซัคซิเนตและโพลีแล็กติกแอซิดมาปรับปรุงให้มีสมบัติเฉพาะด้วยการเตรียมเป็นเส้นใยพอลิเมอร์คอมพอสิตโดยใช้อนุภาคแกรฟีน (graphene) เป็นสารเสริมแรงให้กับพลาสติกทั้งสองชนิด ซึ่งแกรฟีนเป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร มีลักษณะโครงสร้างเป็นแผ่นระนาบขนาดเล็กที่มีความหนาเพียง 1 ชั้นของอะตอมคาร์บอน มีความแข็งแรงสูงในขณะที่มีน้ำหนักเบา มีความแข็งแรงมากกว่าเหล็กถึง 100 เท่า อีกทั้งยังมีความสามารถสามารถในการนำไฟฟ้าและการนำความร้อนที่ดี ดังนั้นแกรฟีนจึงเป็นวัสดุอีกชนิดหนึ่งที่มีความน่าสนใจในการนำมาใช้เสริมความสามารถให้กับพลาสติกทั้งสองชนิด

โดยทั่วไปเราไม่สามารถพบอนุภาคแกรไฟน์ได้ตามธรรมชาติ เพราะแผ่นระนาบของคาร์บอนมักซ้อนทับกันอยู่กันหลายชั้น โครงสร้างลักษณะนี้รู้จักกันในชื่อของ แกรไฟต์ (graphite) นั่นเอง ซึ่งการที่จะแยกแผ่นระนาบแต่ละชั้นให้ออกจากกันอย่างอิสระนั้นสามารถทำได้หลายวิธี ทั้งการใช้ความร้อนและความดันสูง การใช้แรงเชิงกล การใช้กลไกทางไฟฟ้า และการทำปฏิกิริยาด้วยสารเคมี ซึ่งงานวิจัยนี้ได้เลือกวิธีการใช้สารเคมีในการทำปฏิกิริยาเพื่อแยกชั้นอนุภาคของแกรไฟน์ออกมา ซึ่งเป็นวิธีที่เสนอโดยฮัมเมอร์ (1) และมีการดัดแปลงให้มีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายและสามารถเตรียมได้ปริมาณมากในระยะเวลาที่น้อยกว่าวิธีอื่น โดยเริ่มจากการนำแกรไฟต์มาทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation) ซึ่งเป็นการเพิ่มอะตอมของออกซิเจนบนอนุภาคของแกรไฟต์ทำให้ระนาบแต่ละระนาบถูกถ่างออกและยังทำให้กระจายตัวในน้ำได้ดีขึ้น แล้วใช้การสั่นด้วยแรงเชิงกลความถี่สูง (ultrasonication) เพื่อให้ระนาบนั้นถูกแยกออกจากกันและกระจายอยู่ในน้ำ จากนั้นกำจัดองค์ประกอบของออกซิเจนที่เติมมาในขั้นตอนแรกออกด้วยการทำปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) โดยในงานวิจัยนี้เลือกใช้กรดแอสคอร์บิก (L-ascorbic acid) เป็นตัวรีดิวซ์ เนื่องจากเป็นสารเคมีที่ปลอดภัยและยังสามารถทำปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิห้องอีกด้วย นอกจากนี้ในงานวิจัยนี้ยังมุ่งเน้นการใช้เทคนิคต่างๆ เพื่อให้อนุภาคแกรไฟน์กระจายตัวในพอลิเมอร์เมทริกซ์ได้ดีขึ้น รวมทั้งการเตรียมมาสเตอร์แบตช์เพื่อให้สะดวกต่อการนำไปขยายการผลิตเป็นระดับอุตสาหกรรมต่อไป

มาสเตอร์แบตช์ถูกเตรียมเป็นคอมพาวนด์ที่มีสัดส่วนของแกรไฟน์ต่างกัน แล้วนำมาฉีดเป็นเส้นใยด้วยกระบวนการปั่นแบบหลอมเหลว (melt spinning process) จากนั้นนำเส้นใยคอมพอสิตที่ได้ไปทดสอบสมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน สมบัติทางไฟฟ้า และสัญญาณวิทยุ งานวิจัยนี้เป็นโอกาสในการเพิ่มความเป็นไปได้ในการนำไปใช้งานพลาสติกชีวภาพในลักษณะสิ่งทอเทคนิคัล (technical textile) ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์และขอบเขตงานวิจัย

1. พัฒนาเทคนิคในการทำให้แกรไฟน์กระจายตัวในเมทริกซ์ เพื่อเตรียมเป็นมาสเตอร์แบตช์ที่สามารถนำไปใช้งานได้สะดวก โดยเฉพาะในระดับอุตสาหกรรม
2. ศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมเส้นใยพลาสติกชีวภาพเสริมแรงด้วยแกรไฟน์ รวมทั้งศึกษาผลของการเติมแกรไฟน์ต่อสมบัติของเส้นใยทั้งพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและพอลิแล็กติกแอซิด

บทที่ 2 วารสารปริทัศน์

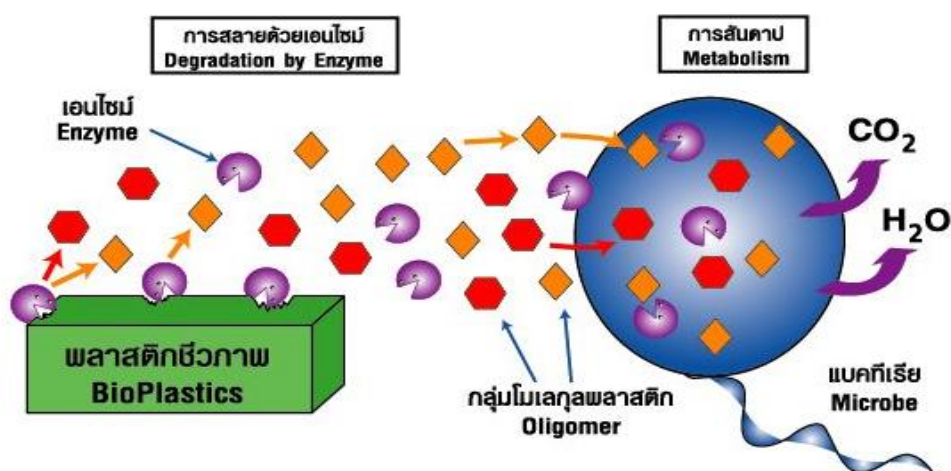
2.1 พลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

พลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพหมายถึงพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ด้วยเอนไซม์หรือแบคทีเรียในธรรมชาติ และเมื่อย่อยสลายหมดแล้วได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายเป็นน้ำและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ซึ่งเป็นสารที่จำเป็นสำหรับการเจริญเติบโตของพืช ซึ่งแหล่งที่มาของพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพสามารถแบ่งได้ตามแหล่งวัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตได้ 2 ประเภท คือ พลาสติกจากผลิตภัณฑ์ปิโตรเคมี (petroleum-based biodegradable plastics) และพลาสติกจากวัตถุดิบฐานชีวภาพ (bio-based biodegradable plastics) ซึ่งปัจจุบันเป็นพลาสติกที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมาก เนื่องจากสามารถผลิตได้จากทรัพยากรที่สามารถสร้างใหม่ทดแทนได้ (renewable resource) โดยอาศัยกระบวนการหมัก (fermentation) ซึ่งใช้พลังงานต่ำช่วยลดต้นทุนการผลิตได้ อีกทั้งสามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ ด้วยการฝังกลบภายหลังการใช้งานซึ่งเมื่ออยู่ในภาวะที่เหมาะสมกับการย่อยสลายก็จะสามารถเกิดการย่อยสลายได้ คำจำกัดความของพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ ตามมาตรฐาน ASTM D6400-99 หมายถึง พลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้อันเนื่องมาจากการทำงานของจุลินทรีย์ที่มีอยู่ในธรรมชาติ เช่น แบคทีเรีย ราและสาหร่าย ซึ่งพลาสติกชีวภาพที่มีแนวโน้มในการทำตลาดที่ดีและมีการนำผลิตภัณฑ์ในการใช้งานมากขึ้น ได้แก่ พอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) และ poly(hydroxy alcanoate, PHA) ซึ่งเป็นพลาสติกที่ได้จากธรรมชาติ คือ ใช้กระบวนการชีวเคมีในการเปลี่ยนสภาพจากแป้งที่ได้จากมันสำปะหลังและข้าวโพดให้เป็นพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ นอกจากนี้พลาสติกสองชนิดนี้แล้วยังมีพลาสติกอีกหลายชนิดที่นิยมใช้กันในท้องตลาด เช่น พอลิบิวทิลีนแอดิเพตเทเรฟทาเลต (poly(butylene adipate-co-terephthalate), PBAT) และ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS)

2.1.1 การย่อยสลายทางชีวภาพ

การย่อยสลายทางชีวภาพ (biodegradation) คือ การย่อยสลายของพอลิเมอร์โดยมีจุลินทรีย์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งโดยทั่วไปประกอบด้วยกระบวนการ 2 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 เนื่องจากพอลิเมอร์โดยส่วนใหญ่จะมีน้ำหนักโมเลกุลที่สูงมากทำให้จุลินทรีย์ไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปย่อยสลายพอลิเมอร์เหล่านั้นได้อย่างเต็มที่ ดังนั้นการย่อยสลายจะเริ่มเกิดขึ้นบริเวณภายนอกเซลล์โดยการปลดปล่อยเอนไซม์ของจุลินทรีย์ ซึ่งเกิดได้ทั้งแบบใช้ endo-enzyme หรือ เอนไซม์ที่ทำให้เกิดการแตกตัวของพันธะภายในสายโซ่พอลิเมอร์อย่างไม่เป็นระเบียบ และแบบ exo-enzyme หรือเอนไซม์ที่ทำให้เกิดการแตกหักของพันธะทีละหน่วยจากหน่วยซ้ำที่เล็กที่สุดที่ด้านปลายของสายโซ่พอลิเมอร์ เมื่อพอลิเมอร์แตกตัวจนมีขนาดเล็กพอจะแพร่ผ่านผนังเซลล์เข้าไปในเซลล์และเกิดการย่อยสลายต่อไป



รูปที่ 2-1 กระบวนการย่อยสลายของพลาสติกชีวภาพ (2)

ขั้นตอนที่ 2 ได้ผลิตภัณฑ์ในขั้นตอนสุดท้าย (ultimate biodegradation) คือพลังงาน และสารประกอบขนาดเล็กที่เสถียรในธรรมชาติ (mineralization) จากการเกิดการสันดาปของสารโมเลกุลเล็กของพอลิเมอร์ (metabolism) ภายในจุลินทรีย์หรือแบคทีเรียนั้น เช่น แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ แก๊สมีเทน น้ำ เกลือ แร่ธาตุต่างๆ และชีวมวล (biomass)

2.1.2 ประเภทของพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ

พลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพสามารถจำแนกได้เป็น 4 ประเภท โดยใช้หลักเกณฑ์การจำแนกตามกระบวนการสังเคราะห์และแหล่งของวัตถุดิบที่นำมาใช้ในกระบวนการผลิตที่ต่างกันไป ดังนี้

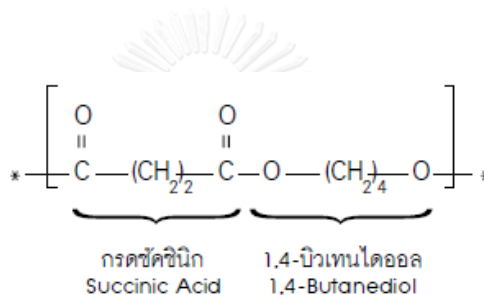
- พอลิเมอร์ที่ได้มาจากวัตถุดิบที่เป็นชีวมวล ได้แก่ วัตถุดิบที่เป็นพอลิแซคคาไรด์ ที่ได้จากแป้งข้าวสาลี แป้งมันฝรั่ง แป้งข้าวโพด หรือ วัตถุดิบที่เป็นผลิตภัณฑ์ ลิกโนเซลลูโลส เช่น ฟาง ไม้ เป็นต้น นอกจากนี้ยังรวมไปถึงวัตถุดิบในกลุ่มของโคโตซานและไคติน ซึ่งเมื่อนำมาละลายในกรดอินทรีย์จะมีลักษณะเป็นสารละลายเหนียวใส คล้ายวุ้นและสามารถนำมาขึ้นรูปเป็นพลาสติกได้หรือวัตถุดิบในกลุ่มคอลลาเจนและเจลาตินที่สกัดได้จากโปรตีนพืชและสัตว์ก็สามารถนำมาขึ้นรูปเป็นพลาสติกได้เช่นกัน
- พอลิเมอร์ที่ได้มาจากการผลิตจากจุลินทรีย์ ได้แก่ พอลิเมอร์ในกลุ่ม PHAs เช่น poly(hydroxybutyrate) (PHB) และ poly(hydroxybutyrate cohydroxyvalerate) (PHBV) เป็นต้น
- พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากกระบวนการทางเคมี ที่ใช้วัตถุดิบที่ได้จากผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร เช่น ข้าวโพด มันสำปะหลัง อ้อย เป็นต้น โดยเมื่อผ่านกระบวนการทางเทคโนโลยีชีวภาพหรือกระบวนการหมัก ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงเป็นน้ำตาลและเปลี่ยนน้ำตาลไปเป็นมอนอเมอร์ ซึ่งก็คือ กรดแล็กติก (lactic acid) และนำกรดแล็กติกที่ได้มาต่อเชื่อมเป็นพอลิเมอร์สายยาว ซึ่งพอลิเมอร์ประเภทนี้คือ พอลิแล็กติกแอซิด
- พอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ขึ้นจากมอนอเมอร์หรือพอลิเมอร์จากอุตสาหกรรมปิโตรเคมี ซึ่งแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มหลัก คือ กลุ่มที่มีโครงสร้างเป็นโซ่สายตรง เช่น พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ที่ได้จากมอนอเมอร์คือกรดซัคซินิกและ 1,4-บิวเทนไดออล และกลุ่มที่มีโครงสร้างเป็นวงแอโรแมติก เช่น poly(butylene adipate-co-terephthalate) เป็นต้น

จากการจำแนกประเภทตามที่กล่าวมาข้างต้นจะสังเกตเห็นได้ว่าพลาสติกที่ถูกย่อยสลายได้ทางชีวภาพเฉพาะประเภท ที่ 4 เท่านั้นที่ไม่ได้สังเคราะห์ขึ้นจากวัตถุดิบที่เป็นทรัพยากรธรรมชาติที่สามารถสร้างทดแทนใหม่ได้ แต่ทั้ง 4 ประเภท สามารถถูกย่อยสลายได้ภายใต้กระบวนการย่อยสลายทางชีวภาพ

2.2 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

2.2.1 โครงสร้างของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

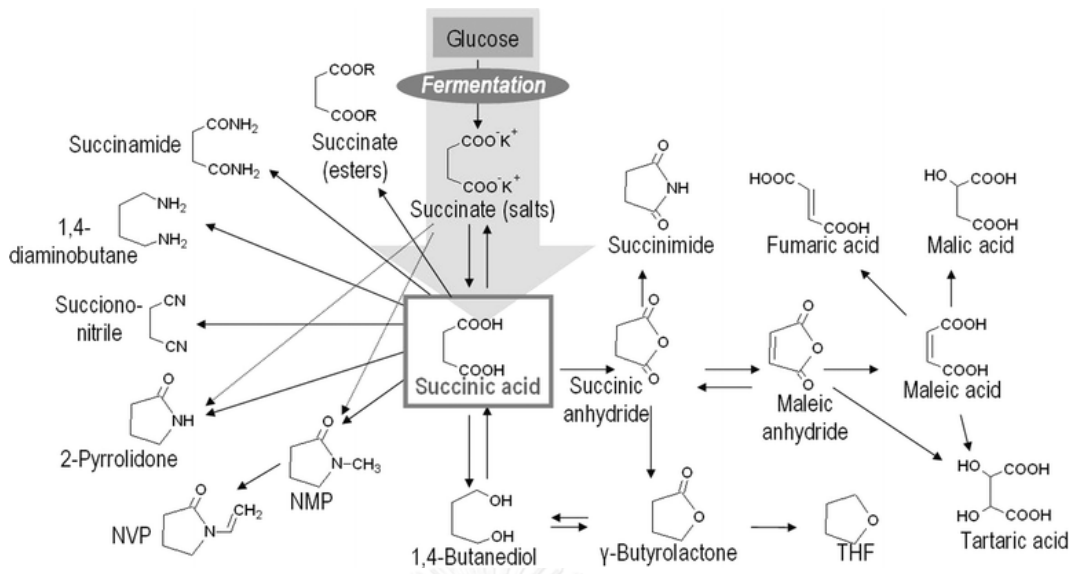
พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly (butylene succinate), PBS) เป็นพอลิเมอร์ประเภทพอลิเอสเตอร์สังเคราะห์ที่มีโครงสร้างเป็นสายโซ่ตรง ดังแสดงในภาพที่ 2.2 ซึ่งสามารถย่อยสลายได้โดยจุลินทรีย์หรือแบคทีเรียในธรรมชาติ มีสมบัติโดยทั่วไปคล้ายกับพอลิเอทิลีนและสามารถขึ้นรูปได้ง่ายเนื่องจากมีจุดหลอมเหลวที่ไม่สูงมาก สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางการผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ประเภทฟิล์ม ถุงหรือผลิตภัณฑ์ประเภทใช้งานครั้งเดียวแล้วทิ้ง นอกจากนี้ยังนิยมนำพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมาผสมกับพอลิเมอร์ชนิดอื่นเพื่อปรับปรุงสมบัติต่าง ๆ ให้มีความหลากหลายต่อการนำไปใช้งาน



รูปที่ 2-2 โครงสร้างทางเคมีของ PBS (3)

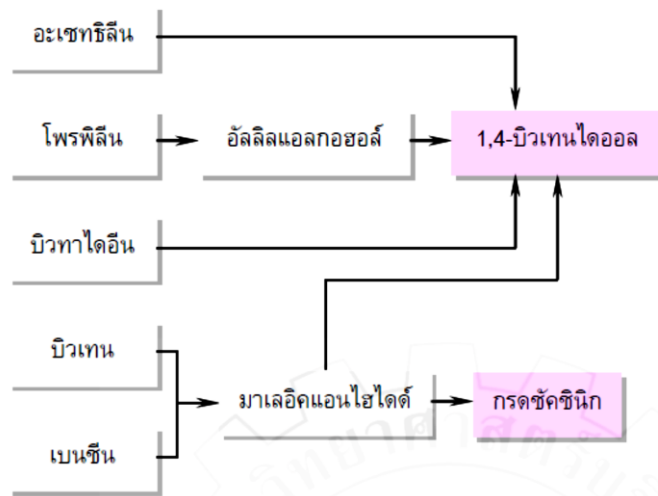
2.2.2 การสังเคราะห์พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตสามารถเตรียมได้จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น (condensation polymerization) ระหว่างมอนอเมอร์ 2 ชนิด ได้แก่ กรดซัคซินิก และ 1,4-บิวเทนไดออล ซึ่งมอนอเมอร์ทั้งสองนั้นสามารถเตรียมได้จากทั้งกระบวนการทางปิโตรเคมี โดยเริ่มจากการเปลี่ยนก๊าซบิวเทนให้เป็นมาเลอิกแอนไฮไดรด์ หลังจากนั้นจะถูกเปลี่ยนให้เป็นกรดซัคซินิกและ 1,4-บิวเทนไดออล ต่อไป แต่อย่างไรก็ตามกรดซัคซินิก นั้นก็สามารถเตรียมได้จากวัตถุดิบทางธรรมชาติโดยผ่านกระบวนการหมักแบบไม่ใช้ออกซิเจนของแบคทีเรียและเชื้อรา นอกจากนี้ยังสามารถนำกรดซัคซินิกมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิต 1,4-บิวเทนไดออล โดยผ่านกระบวนการเตรียมเป็นมาเลอิกแอนไฮไดรด์ดังแสดงในรูปที่ 2-3 (3)



รูปที่ 2-3 การเตรียมมอนอเมอร์จากกระบวนการหมัก (4)

สารตั้งต้นจากผลิตภัณฑ์ทางปิโตรเคมี



รูปที่ 2-4 การเตรียมมอนอเมอร์จากกระบวนการทางปิโตรเคมี (5)

2.2.3 สมบัติของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

พอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเป็นเทอร์โมพลาสติกกึ่งผลึกสีขาวมีความหนาแน่นประมาณ 1.23 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งใกล้เคียงกับพอลิแล็กติกแอซิด แต่มีอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึกต่ำกว่าพอลิแล็กติกแอซิดมากและมีอุณหภูมิกลาสทรานซิชันต่ำกว่าอุณหภูมิห้องทำให้มีสมบัติที่อ่อนตัวคล้ายยางและสามารถยืดตัวออกได้หลายเท่า โดยทั่วไป

แล้วพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตมีอุณหภูมิการหลอมเหลวอยู่ที่ 112-114°C มีสมบัติเชิงกลใกล้เคียงกับพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำ (low-density polyethylene, LDPE) และยังสามารถย่อยสลายได้ดีขึ้นรูปเป็นผลิตภัณฑ์ได้ง่าย

2.2.4 การย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต

การย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตเกิดขึ้นโดยผ่านกระบวนการ hydro-biodegradation เริ่มจากการย่อยสลายโดยผ่านกลไกของปฏิกิริยาไฮโดรลิซิสซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาที่ตำแหน่งเอสเทอร์ในสายโซ่ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ซึ่งส่งผลให้สายโซ่เกิดการขาดออกทำให้น้ำหนักโมเลกุลของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตลดลง จากนั้นจุลินทรีย์หรือแบคทีเรียก็สามารถแทรกตัวเข้าไปทำปฏิกิริยาย่อยสลายภายในพลาสติกต่อไปได้เป็นสารประกอบของน้ำและคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งได้มีการวิจัยระบุว่าแผ่นฟิล์มพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีความหนา 40 ไมครอน สามารถถูกย่อยสลายได้ถึง 50% ภายใน 1 เดือนในดินที่ใช้เพาะปลูกทั่วไป

2.3 พอลิแล็กติกแอซิด

พอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) หรือเรียกอีกอย่างหนึ่งว่าพอลิแล็กไทด์ (polylactide) เป็นพอลิเมอร์ในกลุ่มของแอลิฟาทิกพอลิเอสเทอร์หรือมีลักษณะโครงสร้างเป็นสายโซ่ตรง ซึ่งในปัจจุบันได้รับความนิยมเป็นอย่างมาก เนื่องจากปัญหาด้านสิ่งแวดล้อมจากการสะสมของขยะพลาสติกมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น โดยสาเหตุหลักเกิดมาจากการใช้ผลิตภัณฑ์เป็นพลาสติกที่ได้จากแหล่งปิโตรเลียมที่สามารถทนต่อการทำลายของจุลินทรีย์ได้ ซึ่งจุลินทรีย์มีวงจรชีวิตที่สั้นเกินกว่าระยะเวลาในการย่อยสลายของพอลิเมอร์ได้หมดทำให้โครงสร้างของพลาสติกไม่ถูกทำลาย จึงไม่สามารถย่อยสลายเองได้ตามธรรมชาติ ดังนั้นในปัจจุบันงานวิจัยส่วนใหญ่จึงให้ความสนใจพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายเองได้ตามธรรมชาติจากแหล่งที่สามารถทดแทนใหม่ได้มากขึ้น โดยพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายเองได้ตามธรรมชาติจะต้องย่อยสลายสายโซ่ภายใต้ภาวะที่มีแบคทีเรียให้กลายเป็นสารโมเลกุลเช่น น้ำและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งเป็นองค์ประกอบพื้นฐานต่อการดำรงชีวิตของสิ่งมีชีวิต ดังนั้นการใช้พลาสติกที่สามารถย่อยสลายเองได้ตามธรรมชาติมาทดแทนพลาสติกจากแหล่งปิโตรเลียมเป็นการแก้ไขปัญหาทางสิ่งแวดล้อมและช่วยพัฒนาเศรษฐกิจอย่างยั่งยืน ซึ่งพอลิแล็กติกแอซิดเป็นพอลิเมอร์ที่ได้จากสารตั้งต้นธรรมชาติ คือ กรดแล็กติก (lactic acid) ที่ผลิตโดยกระบวนการหมักแป้งจากการเกษตร เช่น แป้งมันสำปะหลัง แป้งข้าวโพด เป็นต้น ทำให้พอลิแล็กติกแอซิดสามารถย่อยสลายเองได้ตาม

ธรรมชาติ และสารข้างเคียงที่เกิดขึ้นมีความเป็นพิษต่ำ จึงได้รับความสนใจเป็นอย่างมากมาหลายศตวรรษ (6, 7)

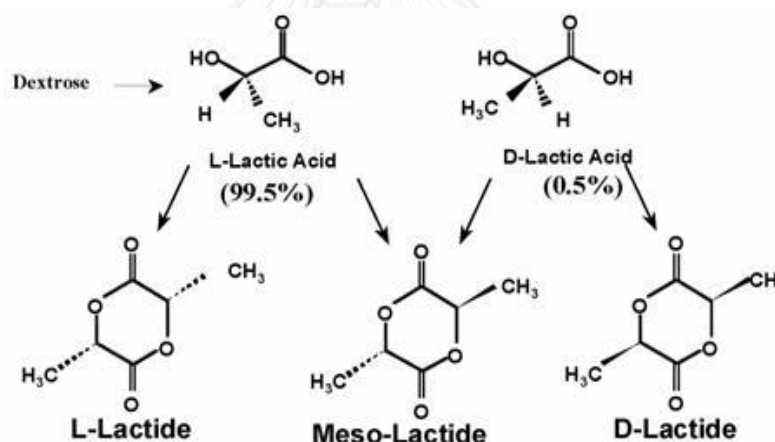
ในปีค.ศ. 1845 ได้มีการควบแน่นแล็กไทด์จากพอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำโดย Pelouze ซึ่งได้ไโดมเมอร์ของแล็กติกแอซิดที่มีลักษณะเป็นแบบวง โดยรู้จักกันในชื่อว่าแล็กไทด์ ต่อมาในปีค.ศ. 1894 Bischoff และ Walden ได้การสังเคราะห์พอลิแล็กไทด์มอนอเมอร์ขึ้น และถูกพัฒนาต่อมาเรื่อยๆ ถึงแม้พอลิแล็กติกแอซิดจะเป็นที่รู้จักมานานแต่ก็ยังไม่สามารถใช้งานในทางการค้าได้ เนื่องจากพอลิเมอร์ที่สังเคราะห์ได้ในขณะนั้นมีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ จึงทำให้มีสมบัติที่ไม่คงที่จึงไม่สามารถนำมาใช้งานได้ แต่เมื่อไม่นานมานี้ได้มีการผลิตมอนอเมอร์ในเชิงการค้าจากผลิตภัณฑ์ทางการเกษตรซึ่งนำไปสู่การผลิตพลาสติกที่สามารถย่อยสลายได้ในเชิงอุตสาหกรรม สมบัติโดยทั่วไปของพอลิแล็กติกแอซิดได้แสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของพอลิแล็กติกแอซิด

| สมบัติ | ปริมาณ |
|---|---------------|
| น้ำหนักโมเลกุล (kg/mol) | 100-300 |
| อุณหภูมิกลาสแทรนซิชัน (T _g , °C) | 55-70 |
| อุณหภูมิหลอมเหลว (°C) | 130-215 |
| พลังงานความร้อนของการหลอมเหลวเฉลี่ย ΔH_m (J/m) | 8.1-93.1 |
| ดีกรีความเป็นผลึก (%) | 10-40 |
| พลังงานพื้นผิว (dynes) | 38 |
| พารามิเตอร์การละลาย (δ) (J/ml) ^{1/2} | 19-20.5 |
| ความหนาแน่น (kg/m ³) | 1.25 |
| ดรรชนีการหลอมไหล (MFI) (g/10 min) | 2-20 |
| ความสามารถในการซึมผ่านของแก๊สออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์ (fmol m ⁻¹ s ⁻¹ Pa ⁻¹) | 4.25 และ 23.2 |
| ความยืดสูงสุด ณ จุดขาด (%) | 100-180 |

2.3.1 โครงสร้างทางเคมีของพอลิแล็กติกแอซิด

กรดแล็กติก หรือ 2-hydroxypropionic acid เป็นมอนอเมอร์ที่ได้จากการหมักแบบไม่ใช้ออกซิเจนด้วยแบคทีเรียหรือเชื้อราของแป้งที่ได้จากผลิตภัณฑ์ทางการเกษตร เช่น มันสำปะหลัง ข้าวโพด อ้อย กรดแล็กติกนั้นมีการจัดเรียงตัวด้วยกัน 2 แบบ ซึ่งประกอบไปด้วยไอโซเมอร์ 2 ไอโซเมอร์ด้วยกัน คือ แอล-แล็กติกแอซิด (L-lactic acid) และ ดี-แล็กติกแอซิด (D-lactic acid) ซึ่งปกติในธรรมชาติจะพบ แอล-แล็กติกแอซิด มากกว่า พบมากถึง 99.5% และพบ ดี-แล็กติกแอซิด เพียงแค่ 0.5% เท่านั้น ส่วนแล็กไทด์ (lactide) เป็นวงแหวนไธเมอร์ของแล็กติกแอซิดที่เกิดจากการรวมตัวกันของแล็กติกแอซิด 2 โมเลกุล ทำให้เกิดการจัดเรียงตัวได้ 3 แบบด้วยกัน แล็กไทด์จึงประกอบไปด้วย 3 ไอโซเมอร์ คือ แอล-แล็กไทด์ (L-lactide), ดี-แล็กไทด์ (D-lactide) และเมโส-แล็กไทด์ (meso-lactide) โดยแล็กไทด์สามารถสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาดีโพลิเมอไรเซชัน (depolymerization) ของพอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำ ได้เป็นของผสมของแล็กไทด์ทั้ง 3 ไอโซเมอร์



รูปที่ 2-5 ลักษณะโครงสร้างของกรดแล็กติก (8)

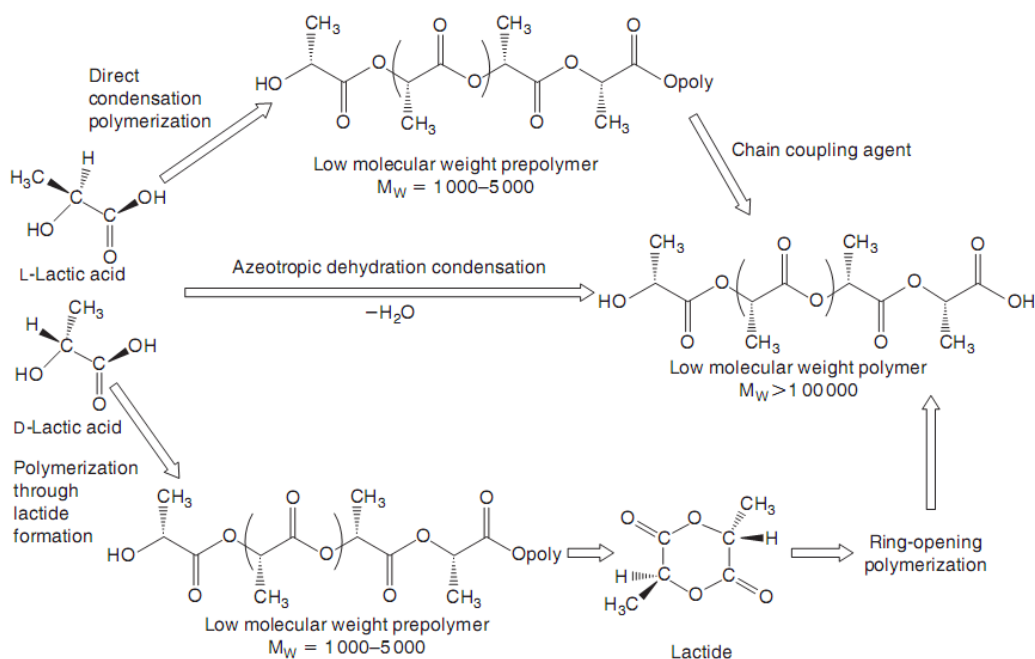
2.3.2 การสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิด

- การสังเคราะห์จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบควบแน่น (direct condensation polymerization) สารต่อสายโซ่ (branching agent) (9)
วิธีนี้เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่ง่ายที่สุด จะใช้กรดแล็กติกเป็นสารตั้งต้นร่วมกับการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับลดความดัน ซึ่งวิธีนี้ทำให้น้ำที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์จะแยกออกจากกระบวนการได้ยาก จึงไม่สามารถควบคุมน้ำหนักโมเลกุลได้เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับ ดังนั้นจึงมีการใช้สารต่อสายโซ่เพื่อให้ได้

พอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงมากขึ้น แต่การใช้สารต่อสายโซ่ก็เป็นการเพิ่มต้นทุนและความยุ่งยากในการผลิต นอกจากนี้สารต่อสายโซ่ส่วนใหญ่ยังทำให้พอลิแล็กติกแอซิดเกิดการย่อยสลายทางชีวภาพได้ยากขึ้นด้วย

- **การสังเคราะห์จากการควบแน่นแบบอะซีโอโทรปิกดีไฮเดรชัน (azeotropic dehydration condensation) (10)**

การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะได้พอลิแล็กติกแอซิดที่มีสายโซ่ยาวโดยไม่ต้องใช้สารอื่น ทำให้ได้พอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูง และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ช่วยในการดึงน้ำออกภายใต้ความดันต่ำทำให้สามารถควบคุมน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ได้ แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้มักมีความเป็นพิษต่อเนื้อเยื่อสูง ฉะนั้นพอลิแล็กติกแอซิดที่สังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จำเป็นต้องถูกทำให้บริสุทธิ์ก่อนนำไปใช้งาน



รูปที่ 2-6 วิธีการสังเคราะห์พอลิแล็กติกแอซิดแบบต่าง ๆ

- **การสังเคราะห์จากปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันแบบเปิดวง (ring opening polymerization) (11)**

การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้ เป็นวิธีที่สามารถควบคุมโครงสร้างทางเคมีได้ โดยการแตกวงออกของแล็กไทด์ (cyclic lactide dimer) ด้วยความร้อนและใช้ทินออกโทเอต

(tin octoate) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จึงอาจเรียกพอลิเมอร์ที่ได้ว่า พอลิแล็กไทด์ ซึ่งการเปิดวงของแล็กไทด์เป็นวิธีการเดียวที่ทำให้ได้พอลิแล็กติกแอซิดที่มีความบริสุทธิ์และมีน้ำหนักโมเลกุลสูง สามารถนำไปใช้งานได้อย่างกว้างขวาง ซึ่งสามารถสังเคราะห์ผ่านกระบวนการแบบสารละลาย แบบบัลค์ แบบหลอมเหลวหรือแบบแขวนลอยก็ได้ และสังเคราะห์ผ่านกลไกแบบแคทไอออนิก แอนไอออนิก หรือแบบ coordination-insertion ก็ได้

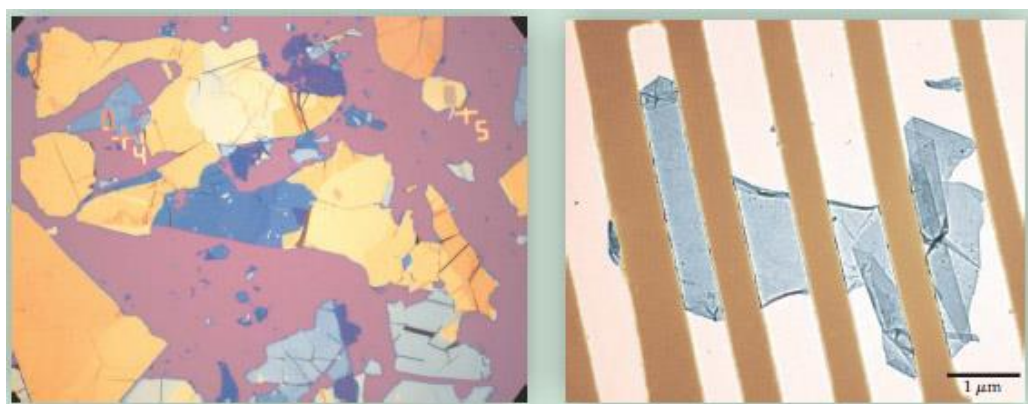
2.3.3 สมบัติของพอลิแล็กติกแอซิด

พอลิแล็กติกแอซิดเป็นเทอร์โมพลาสติกที่มีลักษณะเป็นของแข็งที่อุณหภูมิห้อง มีโครงสร้างได้ทั้งพอลิเมอร์อสัณฐานและพอลิเมอร์กึ่งผลึก ขึ้นอยู่กับการจัดเรียงรูปร่างของมอนอเมอร์และประวัติการได้รับความร้อน โดยพอลิแล็กติกแอซิดที่มีโครงสร้างเป็นพอลิเมอร์อสัณฐานจะมีอุณหภูมิกลาสทรานซิชันประมาณ 58°C และมีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกประมาณ 148°C ส่วน พอลิแล็กติกแอซิดที่มีโครงสร้างเป็นพอลิเมอร์กึ่งผลึกจะมีอุณหภูมิกลาสทรานซิชันประมาณ 62°C และมีอุณหภูมิหลอมเหลวผลึกประมาณ 151°C พอลิแล็กติกแอซิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี ซึ่งขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุลและโครงสร้างสเตอริโอเคมี (stereochemical structure) พอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำมักมีความแข็งแรงแต่เปราะจึงไม่นิยมนำไปใช้งานได้มากนัก ส่วนพอลิแล็กติกแอซิดที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงจะสามารถนำไปใช้งานได้เพราะมีความแข็งแรงเชิงกลสูงและนำไปใช้งานได้ดี มีสมบัติป้องกันการซึมผ่านของอากาศและก๊าซได้ดีเทียบเท่ากับพอลิเอทิลีนเทเรฟทาเลต (PET) จึงสามารถนำไปใช้เป็นบรรจุภัณฑ์อาหารได้ นอกจากนี้ยังมีสมบัติไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) ความไม่ชอบน้ำจะลดลงเมื่อน้ำหนักโมเลกุลลดลง แต่ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากพอลิแล็กติกแอซิดยังคงมีลักษณะทางกายภาพที่แข็ง เปราะ และมีราคาแพงอยู่ จึงต้องมีการปรับปรุงสมบัติให้มีความเหมาะสมกับการงานต่อไป (12)

2.4 แกรฟีน

จากคำที่ว่า “แกรฟีน (graphene) เป็นสารที่บางที่สุดในโลก แข็งแรงที่สุดในโลก เป็นวัสดุที่มีเพียง 2 มิติชนิดแรก” ซึ่งเป็นที่รู้จักครั้งแรกเมื่อปี พ.ศ. 2547 จากผลงานวิจัยของนักฟิสิกส์เจ้าของรางวัลโนเบลสาขาฟิสิกส์ปี พ.ศ. 2553 Andre Geim และ Konstantin Novoseloy แห่งมหาวิทยาลัยแมนเชสเตอร์ ได้ทำการศึกษาอนุพันธ์ของ แกรไฟต์ เนื่องด้วยโครงสร้างของแกรไฟต์ที่มีลักษณะเป็นชั้นของอะตอมคาร์บอนจึงทำการแยกชั้นของแกรไฟต์ให้บางลงจนเหลือ

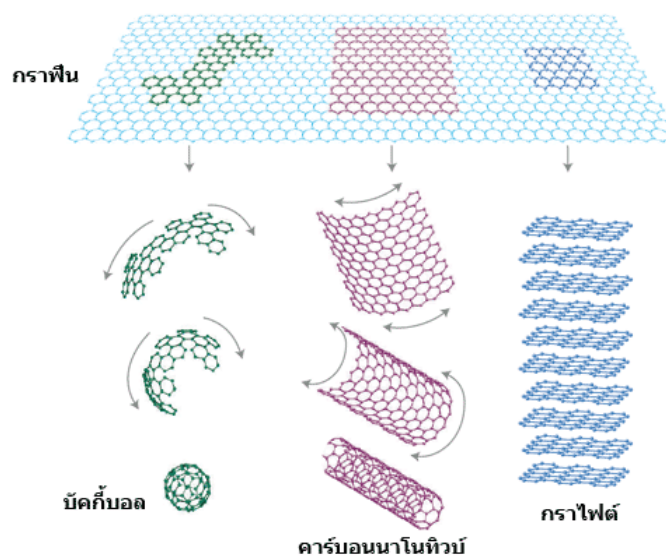
เพียงชั้นเดียว หรือ มีความหนาเท่ากับหนึ่งอะตอม ซึ่งขัดแย้งกับแนวคิดของนักวิทยาศาสตร์ส่วนใหญ่ที่ว่า การสร้างวัสดุให้มีความหนาเพียงอะตอมเดียวเป็นเรื่องที่ยากจะเป็นไปได้ เพราะจะทำให้อะตอมเกิดการสั่นในแนวตั้งลง ทำให้โครงสร้างของวัสดุไม่มีความเสถียรจนอาจทำให้อะตอมทั้งหมดเกิดการระเหยกกลายเป็นไอ โดยความสำเร็จของงานวิจัยนี้คือ การสร้างแกรไฟต์ที่มีความหนาเพียงอะตอมเดียวและวัสดุนี้มีความเสถียรมาก เรียกว่าวัสดุชนิดนี้ว่า แกรฟีน ซึ่งงานวิจัยดังกล่าวทำการแยกชั้นแกรไฟต์ด้วยวิธีการ tape method โดยการใช้เทปกาวในการดึงลอกชั้นของแกรไฟต์จนได้ความบางเพียงระนาบเดียวของแกรฟีน (13)



รูปที่ 2-7 (ซ้าย) ภาพจากเครื่อง AFM แสดงความหนาของชั้นแกรไฟต์ บนเทปกาวบริเวณที่สีเข้ม (ส้ม) แสดงว่ามีความหนามาก (ขวา) ภาพขยายแสดงให้เห็นแผ่นแกรฟีน (ฟ้า)

2.4.1 ลักษณะโครงสร้างของแกรฟีน

แกรฟีนเป็นวัสดุที่มีโครงสร้างที่เกิดมาจากการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอะตอมแบบวงหกเหลี่ยม (hexagonal configuration) ในแนวระนาบ 2 มิติหลายๆวงต่อกันคล้ายกับตาข่าย มีความหนาเพียงคาร์บอนอะตอมเดียว หรือประมาณ 0.34 นาโนเมตร ดังนั้นการกล่าวในข้างต้นว่าเป็นวัสดุที่บางที่สุดคือข้อเท็จจริง แต่เรามักไม่พบแกรฟีนในธรรมชาติแต่จะซ้อนกันเป็นชั้นในรูปของแกรไฟต์



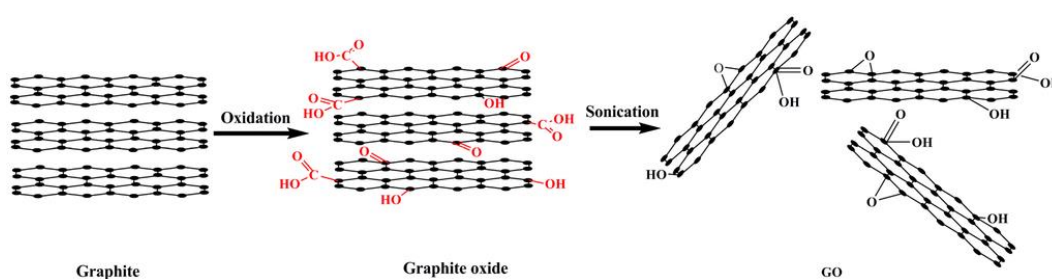
รูปที่ 2-8 โครงสร้างของแกรฟีน แกรไฟต์ ท่อนาโนคาร์บอน และบัคกี้บอล

โมเลกุลของคาร์บอนที่ค้นพบก่อนหน้าแกรฟีน ไม่ว่าจะเป็นบัคกี้บอลหรือแม้แต่ คาร์บอนนาโนทิวบ์นั้นล้วนมีแกรฟีนเป็นองค์ประกอบพื้นฐาน โดยบัคกี้บอลได้จากการตัด แกรฟีนให้เป็นวงแหวนหกเหลี่ยม 20 วงต่อกัน ทำการม้วนพับเป็นลูกบอล ส่วนคาร์บอน นาโนทิวบ์ เกิดจากการม้วนของแกรฟีน

2.4.2 การสังเคราะห์แกรฟีน

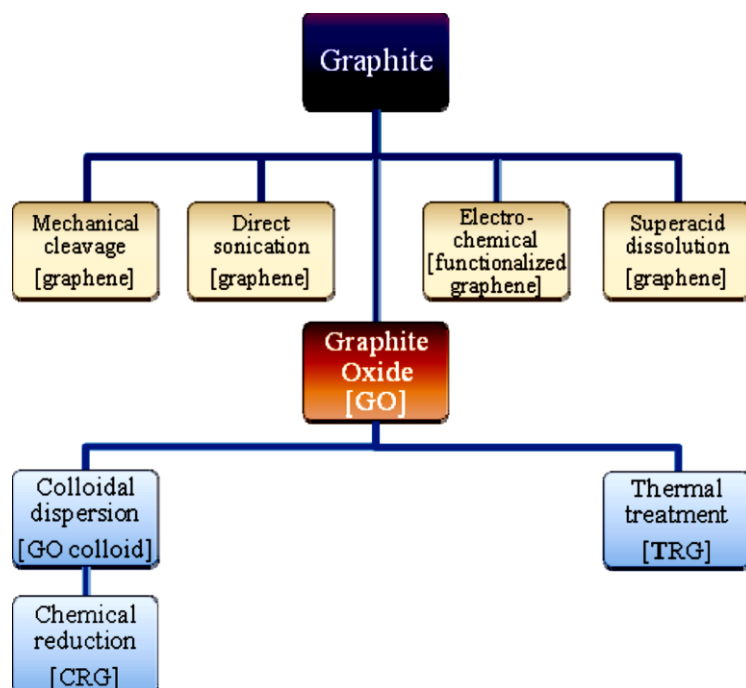
จากที่ทราบกันดีว่าแกรฟีนนั้นถูกสังเคราะห์ขึ้นครั้งแรกด้วยวิธี micromechanical exfoliation โดยการลอกชั้นบางๆ ของชั้นแกรฟีนออกจากแกรไฟต์โดยใช้เทป ซึ่งวิธีนี้จะได้ ปริมาณของแกรฟีนในปริมาณน้อย ซึ่งเป็นประโยชน์เฉพาะสำหรับการศึกษาสมบัติและ โครงสร้างขั้นพื้นฐาน เพื่อนำไปสู่การพัฒนาเป็นวิธี chemical vapor deposition (CVD) ซึ่งเป็นวิธีการสังเคราะห์แกรฟีนที่ให้ผลผลิตปริมาณมากขึ้น ซึ่งวิธีนี้มักใช้ในโรงงานผลิตฟิล์ม กิ่งตัวนำแบบบาง นอกจากนี้ยังมีวิธีการวิธีการสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาเคมี ซึ่งเป็นวิธีที่ สามารถทำได้ง่ายในระดับห้องปฏิบัติการและได้แกรฟีนปริมาณมาก โดยแกรฟีนที่ได้จะอยู่ใน ลักษณะสารแขวนลอย (suspension) ในสารละลาย ซึ่งสามารถนำมาใช้ในงานได้อย่าง หลากหลาย โดยหลักการในการสังเคราะห์แกรฟีนด้วยการทำปฏิกิริยาเคมีนั้นเริ่มต้นด้วยการ ใช้กรดแก่ร่วมกับสารออกซิไดซ์เพื่อทำปฏิกิริยาออกซิเดชันเพื่อเปลี่ยนแกรไฟต์ให้กลายเป็น แกรไฟต์ออกไซด์ ซึ่งภายในโครงสร้างเคมีจะถูกเพิ่มหมู่ ไฮดรอกซิล คาร์บอกซิลิกและ คาร์บอนิล บนระนาบพื้นผิวในแต่ละชั้นของ แกรไฟต์ ทำให้แต่ละระนาบของแกรไฟต์มี

ระยะห่างเพิ่มขึ้นและลดแรงแวนเดอร์วาลส์ระหว่างชั้นของแกรไฟต์ ซึ่งหากแกรไฟต์ออกไซด์ ถูกกระตุ้นด้วยแรงกระทำเชิงกล เช่น การใช้คลื่นความถี่สูง (ultrasonication) จะทำให้แต่ละระนาบสามารถหลุดลอกออกจากกันเป็นแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide) ซึ่งมีสมบัติที่กระจายตัวได้ดีในน้ำ (hydrophilic) แต่ไม่นำไฟฟ้าเนื่องจากความต่อเนื่องของพันธะคอนจูเกต (conjugated bond) ถูกทำลายเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน ดังนั้นเพื่อให้โครงสร้างกลับมามีความต่อเนื่องของพันธะคู่เหมือนเดิมจึงต้องทำการรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์เพื่อให้กลายเป็นแกรฟีน



รูปที่ 2-9 ขั้นตอนการสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์จากแกรไฟต์

นอกจากวิธีการสังเคราะห์ดังที่ได้กล่าวมาข้างต้นแล้ว ยังมีอีกหลายวิธีที่สามารถแกรฟีนจากแกรไฟต์ได้ซึ่งการสังเคราะห์แกรฟีนจากแกรไฟต์ ซึ่งหลายวิธีสามารถผลิตแกรฟีนจากแกรไฟต์ได้ในปริมาณมาก แต่ทั้งนี้หลายวิธีก็มีขั้นตอนที่ซับซ้อนและยากต่อการสังเคราะห์กว่าการใช้ปฏิกิริยาเคมีในการสังเคราะห์แต่สามารถสังเคราะห์แกรฟีนที่มีบริสุทธิ์สูงได้ (14)



รูปที่ 2-10 แผนผังแสดงการสังเคราะห์แกรฟีนจากแกรไฟต์ลักษณะบนลงล่าง

2.4.3 สมบัติของแกรฟีน

โครงสร้างของแกรฟีนมีความหนาเพียงหนึ่งชั้นอะตอมของคาร์บอน มีความหนาแน่น 0.77 mg/m^2 มีความแข็งแรงมากกว่าเหล็กถึง 1000 เท่า มากกว่าเพชรถึง 200 เท่าเมื่อเทียบความแข็งแรงต่อน้ำหนัก มีความโปร่งใส สามารถดูดซับแสงประมาณร้อยละ 2.3 ของความเข้มแสงทั้งหมดที่เป็นอิสระของความยาวคลื่นแสงในโดเมน (domain) จึงทำให้แกรฟีนไม่แสดงสีใด ๆ ชั้นของแผ่นแกรฟีนแบบหนามีค่าการนำไฟฟ้าจะอยู่ที่ $0.96 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{cm}^{-1}$ ซึ่งเมื่อกระแสอิเล็กตรอนไหลผ่านจึงไม่เกิดการกระจัดกระจาย ความต้านทานไฟฟ้าจึงต่ำมาก แม้จะไม่ได้นำไฟฟ้าดีขนาดตัวนำยิ่งยวด (superconductor) แต่จุดที่เหนือกว่า คือ แกรฟีนนำไฟฟ้าได้ดีมากที่อุณหภูมิห้องซึ่งต่างจากตัวนำยิ่งยวดที่ต้องลดอุณหภูมิจนติดลบกว่าร้อยละของศาเซลเซียส มีค่าการนำความร้อนประมาณ $5000 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ โดยทองแดงสามารถนำความร้อนที่อุณหภูมิห้องอยู่ที่ $401 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ดังนั้น แกรฟีนจึงสามารถนำความร้อนได้ดีกว่าทองแดง 10 เท่า เนื่องจากการจัดเรียงที่เป็นระเบียบของอะตอมและในโครงสร้างของแกรฟีนแทบไม่มีตำหนิ (15)

2.5 คอมพอสิต

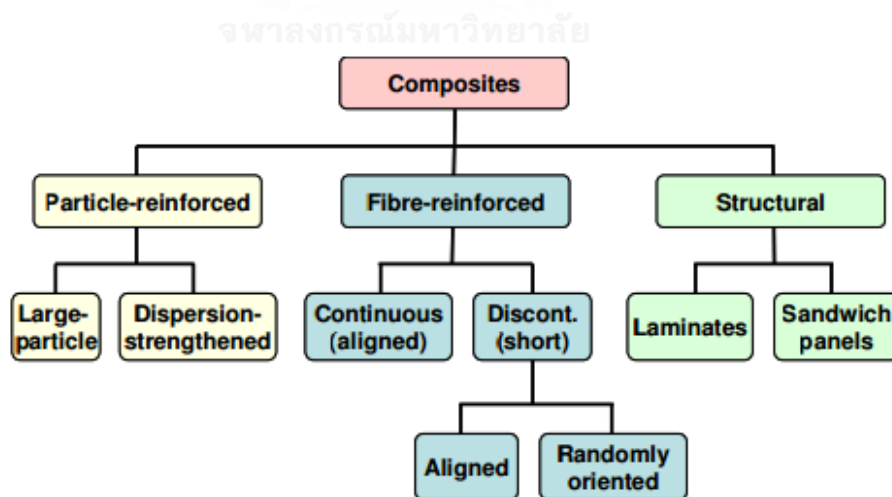
2.5.1 นิยามของคอมพอสิต

คอมพอสิต (composite) คือ วัสดุที่มีองค์ประกอบทางเคมีหรือโครงสร้างแตกต่างกันตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปมาผสมกันโดยได้วัสดุที่ได้จะมีสมบัติใหม่ ซึ่งวัสดุใหม่ที่เกิดขึ้นนั้นเรายังสามารถแบ่งแยกความแตกต่างระหว่างวัสดุเริ่มต้นทั้งสองชนิดได้ด้วยตาเปล่าหรือยังมีเฟสแยกกันอยู่อย่างชัดเจน โดยทั่วไปแล้วคอมพอสิตจะประกอบด้วยวัสดุตัวหนึ่งทำหน้าที่เป็นเฟสหลักหรือเมทริกซ์ (matrix) และวัสดุอีกชนิดที่ทำหน้าที่เป็นเฟสที่กระจายตัวอยู่ (dispersed phase) ในเมทริกซ์นั้น ซึ่งอาจทำหน้าที่เป็นเฟสเสริมแรง (reinforced phase) ยกตัวอย่างของคอมพอสิตที่พบในธรรมชาติ เช่น ไม้ ซึ่งเป็นคอมพอสิตระหว่างลิกนิน (lignin) กับเส้นใยเซลลูโลส (cellulose fiber) หรือกระดูก ซึ่งเป็นคอมพอสิตระหว่างแร่อะพาไทต์ (apatite) กับโปรตีนคอลลาเจน (collagen) เป็นต้น

2.5.2 ประเภทของคอมพอสิต

แบ่งตามประเภทของเฟสที่กระจายตัว สามารถจำแนกออกได้เป็น 3 ประเภท คือ

- คอมพอสิตเสริมแรงด้วยอนุภาค (particle-reinforced composite)
- คอมพอสิตเสริมแรงด้วยเส้นใย (fiber-reinforced composite)
- คอมพอสิตโครงสร้าง (structural composite)



รูปที่ 2-11 แผนผังการแบ่งประเภทวัสดุคอมพอสิต

แบ่งตามชนิดของเนื้อหลัก สามารถจำแนกออกได้เป็น 3 ประเภท คือ

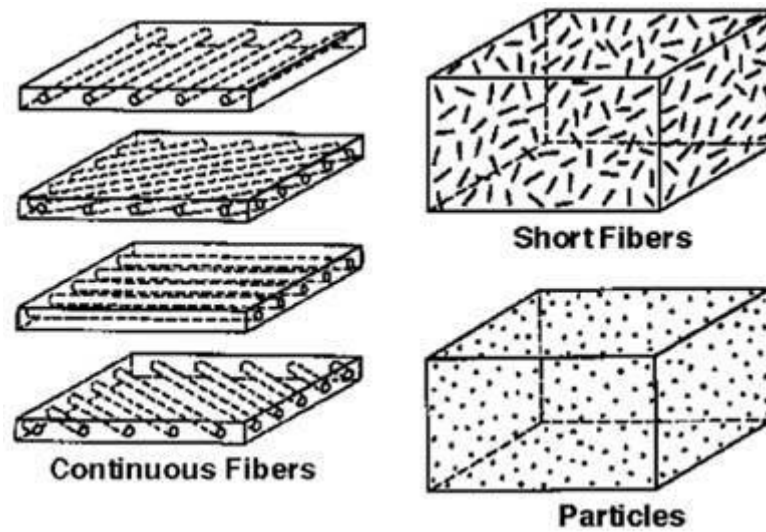
- พอลิเมอร์คอมพอสิต (polymer matrix composite, PMC) เป็นผลิตภัณฑ์ไฟเบอร์กลาส โดยมีพอลิเมอร์เป็นเนื้อประสานหลัก (matrix) และวัสดุเสริมแรง (reinforcing agent)
- เซรามิกคอมพอสิต (ceramic matrix composite, CMC) เป็นวัสดุคอมพอสิตประกอบด้วยเนื้อหลักและเฟสวัสดุเสริมแรง วัสดุเสริมแรงเป็นวัสดุจำพวกเซรามิกเพื่อปรับสมบัติด้านความเปราะและเสริมความเหนียวลดการแตกร้าว
- เมทัลคอมพอสิต (metal matrix composite, MMC) เนื้อหลักประกอบด้วยโลหะหรือโลหะผสมเช่น เหล็ก อะลูมิเนียม สังกะสี ฯลฯ เฟสวัสดุเสริมแรงใช้วัสดุที่เป็นอนุภาค (particle) เส้นใย (fiber) เส้นใยสั้น (whisker) ทั้งที่เป็น เซรามิกและพอลิเมอร์ ได้แก่ กลุ่มคาร์ไบด์ กลุ่มไนไตรด์ แกรไฟต์ เส้นใยแก้ว เส้นใยคาร์บอน เส้นใยเคฟลาร์ คอมพอสิตประเภทนี้มักใช้ในกลุ่มอุตสาหกรรมยานยนต์และอากาศยาน

- **คอมพอสิตเสริมแรงด้วยอนุภาค**

คอมพอสิตเสริมแรงด้วยอนุภาค คือ วัสดุที่มีอนุภาคของวัสดุใด ๆ กระจายตัวอยู่ในเมทริกซ์ ซึ่งโดยส่วนใหญ่อนุภาคมีหน้าที่เป็นสารเสริมแรง (reinforcement) ให้กับวัสดุ โดยอนุภาคนั้นสามารถมีรูปร่างได้หลายแบบ เช่น เป็นแผ่นบาง (flake) เป็นอนุภาค (particle) หรือเป็นเม็ดขนาดใหญ่ (filler) เป็นต้น

- **คอมพอสิตเสริมแรงด้วยเส้นใย**

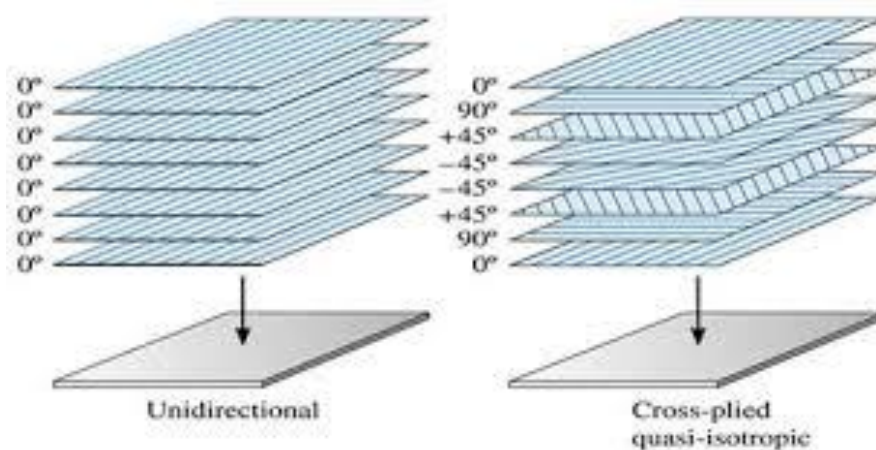
คอมพอสิตเสริมแรงด้วยเส้นใย ซึ่งวัสดุโครงสร้างเป็นเส้นใยเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงและความแข็งตึงสูงเมื่อเทียบกับน้ำหนัก ลักษณะเฉพาะดังกล่าวสามารถแสดงได้ในรูปของค่าความแข็งแรงจำเพาะ ซึ่งมีค่าเท่ากับอัตราส่วนระหว่างความต้านทานแรงดึงกับความถ่วงจำเพาะและในรูปของมอดุลัสจำเพาะ ซึ่งมีค่าเท่ากับอัตราส่วนระหว่างมอดุลัสยืดหยุ่นกับความถ่วงจำเพาะ



รูปที่ 2-12 คอมพอสิตที่เสริมแรงด้วยเส้นใยและอนุภาค

- **คอมพอสิตโครงสร้าง**

คอมพอสิตโครงสร้างประกอบขึ้นจากวัสดุเนื้อเดียวและคอมพอสิต สมบัติของคอมพอสิตโครงสร้างนี้ นอกจากจะขึ้นอยู่กับสมบัติของวัสดุเริ่มต้นแล้ว ยังขึ้นอยู่กับทิศทางการจัดเรียงของวัสดุที่นำมาประกอบกันด้วย เราสามารถแบ่งคอมพอสิตแบบโครงสร้างได้เป็นสองประเภท คือ คอมพอสิตแบบชั้น (laminar composite) และผลิตภัณฑ์แผ่นประกอบแบบแซนด์วิช (sandwich panel)



รูปที่ 2-13 คอมพอสิตแบบโครงสร้าง

2.5.3 วิธีการเตรียมคอมพอลิต

ในการเตรียมคอมพอลิตที่มีขนาดในระดับนาโนประเภทพอลิเมอร์สามารถเตรียมได้ 3 วิธี ดังนี้

- **การเตรียมด้วยเทคนิคการผสมในสารละลาย (solution blending)**

เป็นเทคนิคที่ได้รับความนิยมน้อย แต่มีข้อดีที่สามารถกระจายตัวของวัสดุขนาดเล็กที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรลงในพอลิเมอร์ได้ดี โดยใช้ตัวทำละลายที่เหมาะสมเป็นตัวกลางในการกระจายตัว ทำให้วัสดุที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรเกิดการกระจายตัวและสายโซ่พอลิเมอร์จึงเข้าไปแทรกอยู่ระหว่างอนุภาคได้ แล้วค่อยระเหยตัวทำละลายออกภายหลัง ข้อเสียของวิธีการนี้ คือ ตัวทำละลายพอลิเมอร์ส่วนใหญ่เป็นสารระเหยที่เป็นอันตรายต่อร่างกายและสิ่งแวดล้อม แล้วจะต้องให้ปริมาณตัวทำละลายในปริมาณมาก

- **การเตรียมผ่านปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันแบบอินซิตู (*In Situ* polymerization)**

เป็นเทคนิคที่ใช้ตัวทำละลายเช่นเดียวกัน แต่เป็นเทคนิคการผลิตร่วมกับการสังเคราะห์พอลิเมอร์ เริ่มจากการนำวัสดุที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรใส่ลงไปในสารละลายมอนอเมอร์ เมื่อมอนอเมอร์แพร่เข้าไปในระหว่างของวัสดุที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร ทำให้วัสดุที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรมีการบวมตัว ต่อจากนั้นทำการสังเคราะห์เป็นพอลิเมอร์ (polymerization) โดยพอลิเมอร์ที่เกิดขึ้นจะแทรกตัวอยู่ระหว่างระนาบของวัสดุที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร จนกระทั่งสายโซ่พอลิเมอร์เติบโตมากขึ้น ทำให้ระนาบเกิดการแยกชั้นเป็นแผ่นเดี่ยว ๆ ที่ไม่เป็นระเบียบ

- **การเตรียมด้วยเทคนิคการหลอมเหลว (melt compounding)**

เป็นการผสมพอลิเมอร์กับวัสดุอื่นภายใต้แรงเฉือนและความร้อน เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมและเป็นที่ยอมรับโดยทั่วกันในการเตรียมวัสดุเทอร์โมพลาสติกนาโนคอมพอลิต โดยเริ่มจากการนำวัสดุที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรไปผสมกับพอลิเมอร์ที่กำลังหลอมเหลว นอกจากแรงเฉือนและอุณหภูมิ ต้องมีความเข้ากันได้กับพอลิเมอร์จึงจะทำให้สายโซ่พอลิเมอร์เกิดการแทรกตัวระหว่างอนุภาคของวัสดุที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร ดังนั้นวิธีการนี้จึงสามารถเตรียมได้ในเครื่องขึ้นรูปจำพวกเครื่องอัดรีด (extruder) ได้เลย

2.6 เส้นใย (Fiber)

2.6.1 คำจำกัดความ (16)

หน่วยของสสารที่แยกประเภทโดยความยืดหยุ่น (flexibility) ความละเอียด (fineness) และมีสัดส่วนความยาวต่อความกว้างสูงมาก (high ratio of length to thickness) ซึ่งเส้นใยส่วนใหญ่เป็นสารประเภทพอลิเมอร์ ซึ่งเป็นสารประกอบระหว่างคาร์บอนและไฮโดรเจนหรือเรียกอีกอย่างว่า สารประกอบไฮโดรคาร์บอน ซึ่งอาจมีออกซิเจนและไนโตรเจนบ้างเล็กน้อย มีน้ำหนักโมเลกุลสูงมากและโครงสร้างโมเลกุลมีลักษณะเป็นสายโซ่ยาวโดยพันธะที่เชื่อมกันระหว่างอะตอมเป็นพันธะโควาเลนต์

2.6.2 ประเภทของเส้นใย

ในการแบ่งประเภทของเส้นใยเราสามารถแบ่งได้หลากหลายประเภทขึ้นอยู่กับลักษณะในการแบ่ง ซึ่งโดยส่วนใหญ่เรามักจะแบ่งเป็น 2 ประเภทตามลักษณะของแหล่งที่มาของเส้นใยซึ่งได้แก่ เส้นใยธรรมชาติและเส้นใยประดิษฐ์ ซึ่งในส่วนของเส้นใยธรรมชาติสามารถแบ่งแยกย่อยได้อีกเป็นเส้นใยพืช เส้นใยจากสัตว์และเส้นใยแร่ ส่วนเส้นใยประดิษฐ์นั้นสามารถแบ่งแยกได้อีกเป็นเส้นใยประดิษฐ์จากธรรมชาติ เส้นใยสังเคราะห์และเส้นใยประดิษฐ์จากวัสดุอื่น ๆ

2.6.3 สมบัติของเส้นใย

สมบัติของเส้นใยที่แตกต่างกันจะส่งผลโดยตรงต่อสมบัติของผ้าหรือสิ่งทอที่ทำขึ้นจากเส้นใยนั่น ๆ เช่น เส้นใยที่มีความแข็งแรงสูงก็จะทำให้ผลิตภัณฑ์สิ่งทอมีความแข็งแรงสูง เส้นใยที่มีความสามารถในการดูดซับความชื้นที่ดีก็ทำให้ผ้ามีความสามารถในการดูดความชื้นและระบายได้ดีทำให้ใส่แล้วรู้สึกสบาย ดังนั้นการที่เราเข้าใจสมบัติต่าง ๆ ของเส้นใยนั้นจะช่วยให้สามารถทำนายสมบัติของสิ่งทอนั้นได้ ซึ่งจะทำให้การเลือกสิ่งทอที่จะนำไปใช้งานได้ง่ายและตรงตามความต้องการ ซึ่งปัจจัยที่เป็นตัวกำหนดสมบัติต่าง ๆ ของเส้นใยนั้นมีอยู่หลากหลายปัจจัยดังต่อไปนี้

- **โครงสร้างทางสัณฐานวิทยา**

โครงสร้างทางสัณฐานวิทยา (morphology) ของเส้นใยนั้น สามารถสังเกตความแตกต่างได้ด้วยการใช้กล้องจุลทรรศน์ ที่มีกำลังขยาย 250-1000 เท่า โดยคำว่าโครงสร้างครอบคลุมไปถึง ความยาว ขนาดหรือเส้นผ่านศูนย์กลาง รูปร่างภาคตัดขวาง ลักษณะพื้นผิว

และความหยักของเส้นใย ซึ่งโครงสร้างทางกายภาพที่แตกต่างกันก็ส่งผลให้สมบัติของผ้ามีความแตกต่างกัน เช่น เส้นใยมีขนาดเล็กจะทำให้ผ้ามีผิวสัมผัสที่ดีไม่แข็งกระด้าง หรือ เส้นใยที่มีภาคตัดขวางในลักษณะที่แตกต่างกันก็จะส่งผลต่อความแข็งแรงต่อการรับแรงหรือความสามารถในการซับความชื้นที่แตกต่างกัน

- **องค์ประกอบทางเคมี**

จากที่กล่าวไว้ข้างต้นว่า เส้นใยส่วนใหญ่เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนหรือพอลิเมอร์ มีองค์ประกอบหลักเป็นอะตอมของคาร์บอนและไฮโดรเจนเชื่อมต่อกันด้วยพันธะโควาเลนต์ ซึ่งอาจมีองค์ประกอบอื่นอยู่ด้วย เช่น ออกซิเจน ไนโตรเจน ตามแหล่งที่มาหรือชนิดของพอลิเมอร์นั้น ซึ่งการที่พอลิเมอร์แต่ละชนิดมีองค์ประกอบทางเคมี การจัดเรียงหรือโครงสร้างทางเคมีที่แตกต่างกันก็ทำให้สมบัติทางกายภาพที่แตกต่างกันด้วย เช่น เส้นใยฝ้ายมีความสามารถในการดูดซับความชื้นที่ดีเนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกซิลเป็นจำนวนมากในโครงสร้าง หรือ เส้นใยเคฟลาร์มีความแข็งแรงสูงมากเนื่องจากโครงสร้างเคมีที่เอื้อต่อการเกิดพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลที่ดีและยังมีหมู่เบนซีนอยู่ในโครงสร้างของสายโซ่หลักซึ่งช่วยเสริมให้มีความแข็งแรงที่ดียิ่งขึ้นอีกด้วย

- **การเรียงตัวของโมเลกุล (17)**

โมเลกุลของพอลิเมอร์ส่วนใหญ่มีลักษณะเป็นสายโซ่ยาวมาก ๆ ทำให้การจัดเรียงตัวนั้นสามารถเกิดขึ้นได้ 2 ลักษณะ คือ การเรียงตัวแบบสุ่มหรือไร้ทิศทาง จะส่งผลให้โครงสร้างของเส้นใยในบริเวณนั้นมีลักษณะแบบอสัณฐาน (amorphous) ส่วนในบริเวณที่โมเลกุลเกิดการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบก็จะส่งผลให้บริเวณนั้นมีความเป็นผลึก (crystalline) ซึ่งความเป็นผลึกที่มากก็จะส่งผลให้เส้นใยมีความแข็งแรงที่มากขึ้นตามไปด้วย อย่างไรก็ตามความเป็นผลึกไม่ใช่ปัจจัยเดียวที่เป็นตัวกำหนดความแข็งแรงของเส้นใย แต่รวมไปถึงทิศทางในการจัดเรียงตัวของโมเลกุลที่เป็นระเบียบเหล่านั้นด้วย ซึ่งถ้าโมเลกุลมีการจัดเรียงตัวในแนวตามความยาวของเส้นใยจะช่วยให้เส้นใยนั้นมีความแข็งแรงมากขึ้นด้วย เนื่องจากโมเลกุลที่จัดเรียงตัวในทิศทางตามความยาวของเส้นใยนั้นจะช่วยรับแรงกระทำต่อเส้นใยได้อย่างเต็มที่ ดังนั้นแล้วในกระบวนการผลิตเส้นใยสังเคราะห์จึงต้องมีการดึงยืดเส้นใยที่ออกมาจากหัวฉีด เพื่อเพิ่มการจัดเรียงตัวของสายโซ่โมเลกุลในแนวความยาวของเส้นใยนั่นเอง

2.6.4 การขึ้นรูปเส้นใยประดิษฐ์ (18)

กระบวนการขึ้นรูปเส้นใยสังเคราะห์เราสามารถแบ่งได้เป็น 2 สองหลัก คือ การเตรียมพอลิเมอร์ตั้งต้นและการขึ้นรูปเป็นเส้นใย

2.6.4.1 การเตรียมพอลิเมอร์ตั้งต้น

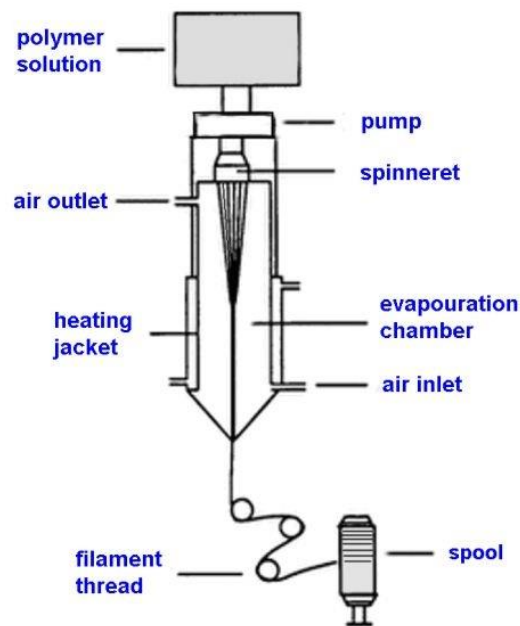
ถ้าเปรียบเทียบกับเส้นใยธรรมชาติที่มีวัตถุดิบตั้งต้นมาเป็นพอลิเมอร์อยู่แล้ว เช่น เซลลูโลส โปรตีน เป็นต้น แต่เส้นใยสังเคราะห์นั้นจะต้องทำการสังเคราะห์พอลิเมอร์ขึ้นมาจากสารโมเลกุลเล็กหรือที่เรียกว่า มอนอเมอร์ (monomer) โดยผ่านปฏิกิริยาการสังเคราะห์พอลิเมอร์ (polymerization) ซึ่งอาจเป็นการสังเคราะห์แบบขั้นลำดับ (step polymerization) หรือแบบสายโซ่ (chain polymerization)

2.6.4.2 การขึ้นรูปเป็นเส้นใย (fiber spinning)

กระบวนการขึ้นรูปเป็นเส้นใยของเส้นใยประดิษฐ์นั้นจะแตกต่างกันออกไปตามพอลิเมอร์ตั้งต้น โดยสามารถแบ่งได้เป็น 3 ลักษณะใหญ่ ๆ ดังนี้

- การปั่นแห้ง (dry spinning)

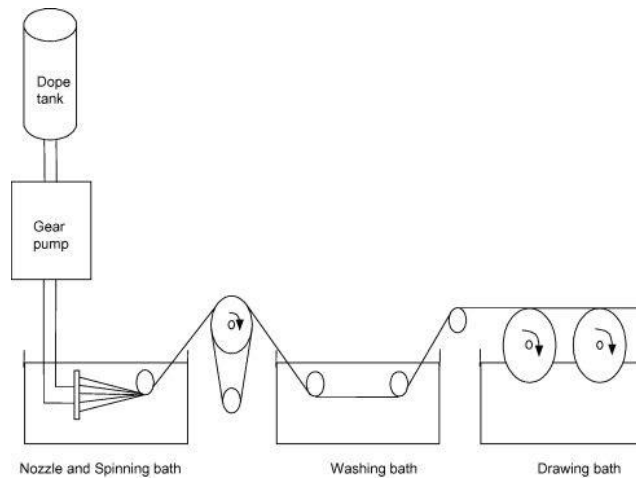
เริ่มต้นจากการละลายพอลิเมอร์ตั้งต้นด้วยตัวทำละลายให้อยู่ในรูปของสารละลายพอลิเมอร์และใช้แรงดันอัดผ่านหัวปั่น (spinneret) แล้วระเหยตัวทำละลายโดยใช้ลมร้อนเพื่อคงรูปพอลิเมอร์ที่ฉีดออกมาให้อยู่ในรูปของเส้นใย โดยในระหว่างที่เส้นใยกำลังคงรูปนั้นจะมีการดึงยืดเส้นใยเพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้กับเส้นใย ตัวอย่างเส้นใยประดิษฐ์ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีนี้ได้แก่ พอลิเอซีเทต พอลิไทรแอสีเทต และพอลิอะคริลิก



รูปที่ 2-14 การขึ้นรูปเส้นใยแบบปั่นแห้ง (19)

- การปั่นเปียก (wet spinning)

เริ่มจากการเตรียมพอลิเมอร์ให้อยู่ในรูปของสารละลายโดยการละลายด้วยตัวทำละลายที่เหมาะสมและอัดสารละลายผ่านหัวฉีดที่จุ่มอยู่ในอ่างของสารละลายอีกชนิด ซึ่งสารละลายที่อยู่ในอ่างนั้นจะต้องเป็นสารละลายตกตะกอน (coagulation solution) ซึ่งสารละลายในอ่างและตัวทำละลายจะต้องละลายซึ่งกันละกัน โดยพอลิเมอร์ที่ออกมาจากหัวฉีดจะเกิดแข็งตัวจากการตกตะกอน แล้วในระหว่างที่เส้นใยยังไม่คงรูปดีนั้นจะทำการดึงยืดเส้นใยเพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้กับเส้นใย ตัวอย่างเส้นใยประดิษฐ์ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีนี้ได้แก่ เรยอน ไกลโอเซลล์

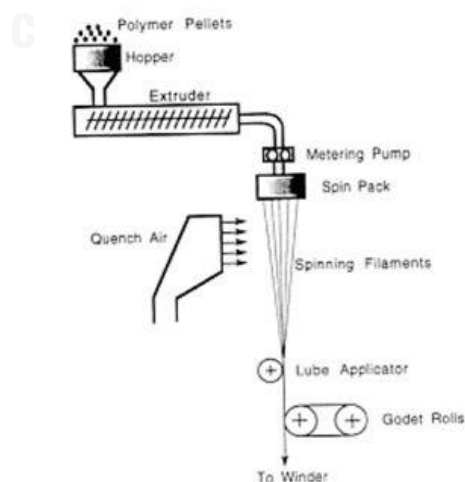


รูปที่ 2-15 การขึ้นรูปเส้นใยแบบปั่นเปียก (20)

- การปั่นแบบหลอมเหลว (melt spinning)

เริ่มจากการนำพอลิเมอร์มาหลอมเหลว ซึ่งส่วนใหญ่จะทำการหลอมเหลวด้วยการอัดรีดด้วยสกรูที่มีอุณหภูมิถึงจุดหลอมเหลวของพอลิเมอร์ แล้วอัดพอลิเมอร์ผ่านหัวฉีด เมื่อพอลิเมอร์ผ่านจากหัวฉีดจะทำการให้พอลิเมอร์คงรูปเป็นเส้นใยด้วยการลดอุณหภูมิด้วยการใช้อากาศ ซึ่งเช่นเดียวกับวิธีอื่น ในระหว่างที่เส้นใยกำลังคงรูปก็จะทำการดึงยัดเส้นใยเพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้กับเส้นใย ตัวอย่างเส้นใยประดิษฐ์ที่ขึ้นรูปด้วยวิธีนี้ได้แก่ ไนลอน พอลิเอสเทอร์ พอลิเอทิลีน เป็นต้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2-16 กระบวนการปั่นแบบหลอมเหลว (21)

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Wang และคณะ (22) ได้ทำการศึกษาการเตรียมคอมพอสิตผสมอนุภาคที่มีขนาดระดับนาโนเมตรระหว่างพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตและแผ่นแกรฟีนที่มีขนาดระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิคการผสมในรูปแบบของสารละลาย โดยก่อนที่จะทำการผสมนั้นแกรฟีนจะอยู่ในรูปของแกรฟีนออกไซด์ ซึ่งจะต้องนำไปผ่านการทำปฏิกิริยารีดักชันเพื่อให้ได้เป็นแผ่นแกรฟีนที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร แล้วทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค AFM TEM XRD และ Raman spectra จากงานวิจัยพบว่าคอมพอสิตที่มีปริมาณของแผ่นแกรฟีนที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก มีความทนแรงดึงและมอดุลัสสะสมเพิ่มขึ้นร้อยละ 24 และ 21 ตามลำดับ อีกทั้งยังทำให้ความสามารถในการนำไฟฟ้าและเสถียรภาพทางความร้อนของคอมพอสิตเพิ่มสูงขึ้น และไม่ส่งผลกระทบต่อการศึกษาการเกิดผลึก ปริมาณผลึกและอุณหภูมิกลาสรานซิชันของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต ซึ่งบ่งบอกถึงการกระจายตัวของแผ่นแกรฟีนในเนื้อของคอมพอสิตนี้

งานวิจัยของ Zhang และคณะ (23) ได้ศึกษาแนวทางการสังเคราะห์แกรฟีนโดยการนำแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide) มาทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยโซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรต (sodium acetate trihydrate) ซึ่งเป็นสารเคมีที่มีราคาถูกและมีความเป็นพิษน้อยกว่าตัวรีดิวซ์ที่นิยมใช้กันโดยทั่วไป ได้แก่ ไฮดราซีน (hydrazine) ซึ่งผลการทดลองทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยโซเดียมอะซิเตตไตรไฮเดรตในน้ำที่ปราศจากไอออน (deionized water) แล้วทดสอบด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) Raman spectroscopy Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) X-ray photoelectric spectroscopy (XPS) Field emission transmission electron microscopy (FETEM) Atomic force microscopy (AFM) และ Thermogravimatrix analysis (TGA) พบว่าแกรฟีนที่ได้จากการทำปฏิกิริยามีการแยกชั้นกลายเป็นชั้นที่มีความหนาใกล้เคียงกับความหนาของอะตอมหนึ่งอะตอมของคาร์บอนและความสามารถในการกระจายตัวในน้ำที่น้อยลง อันเนื่องมาจากการกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบของแกรฟีนออกไซด์ ซึ่งจากการศึกษาทั่วโลก การเกิดปฏิกิริยาพบว่าการกำจัดของหมู่อีพอกไซด์และหมู่ไฮดรอกซิลบนแกรฟีนออกไซด์ออกไปได้

Song และคณะ (24) จึงได้ศึกษาวิธีการเตรียมคอมพอสิตพอลิพรอพิลีน (polypropylene) และแกรฟีน โดยแบ่งการเตรียมคอมพอสิตเป็น 2 ขั้นตอน โดยขั้นตอนแรกเป็นการเคลือบพอลิพรอพิลีนบนอนุภาคแกรฟีนที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรโดยการใช้ระบบการผสมในรูปแบบของสารละลาย (solution mixing) โดยรักษาอัตราส่วนระหว่าง

พอลิพรอพิลีนและแกรฟีนให้คงที่ จากนั้นนำของผสมจากขั้นตอนแรกมาผสมกับพอลิพรอพิลีนด้วยวิธีการผสมแบบหลอมเหลว (melt blending) ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin-screw extruder) ซึ่งจากการทดสอบสมบัติเชิงกลพบว่าคอมพอสิตมีความแข็งแรงและความแข็งสูงขึ้นในอัตราส่วนของอนุภาคแกรฟีน 0.42% โดยปริมาตร นอกจากนี้ยังพบว่าอุณหภูมิกลาสทรานซิชันของคอมพอสิตมีค่าสูงขึ้น 2.5 องศาเซลเซียสและมีเสถียรภาพทางความร้อนสูงขึ้นด้วย

จากงานวิจัยของ Cristina Valles และคณะ (25) ได้ศึกษาการเตรียมและสมบัติของคอมพอสิตโดยใช้พอลิเมทิลเมทาไครเลตผสมแกรฟีนออกไซด์ เปรียบกับพอลิเมทิลเมทาไครเลตผสมแกรฟีนที่ผ่านการล้างด้วยสารละลายเบส แล้วเปรียบเทียบปริมาณของแกรฟีนทั้งสองชนิดตั้งแต่วัสดุ 0.5 ถึง 10 โดยน้ำหนัก ซึ่งในการเตรียมคอมพอสิตทำด้วยวิธีการผสมด้วยการหลอมเหลวด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ พบว่าการผสมแกรฟีนทั้งสองชนิดส่งผลให้อุณหภูมิกลาสทรานซิชันและอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิเมทิลเมทาไครเลตมีการเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งเป็นตัวบ่งบอกถึงความเข้ากันได้ดีของวัสดุทั้งสองชนิด และที่ปริมาณของแกรฟีนทั้งสองชนิดที่ส่งผลให้สมบัติเชิงกลและให้การกระจายตัวที่เหมาะสมที่สุดอยู่ที่ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เมื่อทำการเปรียบเทียบสมบัติโดยรวมของแกรฟีนทั้งสองชนิด แกรฟีนที่ไม่ผ่านการล้างด้วยสารละลายเบสหรือแกรฟีนออกไซด์นั้นจะให้ผลของสมบัติเชิงกลและการกระจายตัวที่ดีกว่า เพราะแกรฟีนออกไซด์นั้นมีความเข้ากันได้กับพอลิเมทิลเมทาไครเลตมากกว่าแกรฟีนออกไซด์ที่ผ่านการล้างด้วยสารละลายเบส

จากงานวิจัยของ Sangermano และคณะ (26) ได้ศึกษาการเตรียมคอมพอสิตระหว่าง พอลิเอทิลีนไกลคอลไดแอคริเลตและอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ ในการเตรียมคอมพอสิตที่มีลักษณะโปร่งใสเพื่อนำมาประยุกต์ใช้เป็นสารเคลือบผิว โดยในงานวิจัยนี้ทำการเตรียมคอมพอสิตด้วยการทำปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันด้วยแสง เพื่อลดการใช้พลังงานในขั้นตอนการเตรียมและเป็นวิธีการที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม จากงานวิจัยพบว่า ที่ปริมาณอนุภาคแผ่นแกรฟีนออกไซด์ร้อยละ 0.02 โดยน้ำหนัก ลักษณะของอนุภาคแผ่นของแกรฟีนออกไซด์ มีรูปร่างสี่เหลี่ยมและมีการกระจายตัวที่ดีในคอมพอสิต ส่งผลให้มีสมบัติการส่องผ่านของแสงและสมบัติทางความร้อนไม่เปลี่ยนแปลงหรือใกล้เคียงกับวัสดุพอลิเมอร์บริสุทธิ์ และมีความสมบัตินำไฟฟ้าที่ดี

Liang และ Zhong (27) ได้ศึกษาการเตรียมเส้นใยของพอลิเอทิลีนชนิดความหนาแน่นต่ำด้วยวิธีการฉีดเส้นใยในขณะหลอมเหลว โดยศึกษาผลของปัจจัยต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อการฉีดเส้นใย ดังต่อไปนี้ extensional strain rate อุณหภูมิ และความเร็วในการฉีดเส้นใย ที่ส่งผลต่อ ความแข็งแรงของพอลิเอทิลีนในขณะหลอมเหลว ความหนืด ความสามารถในการ

การดึงยืดเส้นใยขณะหล่อเย็นโดยไม่ให้เส้นใยเกิดการขาด พบว่า ความแข็งแรงของพอลิเอทิลีนขณะหลอมเหลวจะลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น เมื่อ extensional strain rate เพิ่มขึ้นจะทำให้ extensional stress เพิ่มขึ้นในขณะที่ความหนืดในระบบมีการเปลี่ยนแปลงไป และ extensional stress และความหนืดจะลดลงเมื่ออุณหภูมิของระบบเพิ่มสูงขึ้น

Sulong และคณะ (28) ได้ศึกษาการเตรียมเส้นใยคอมพอสิตระหว่าง พอลิเอทิลีนและอนุภาคของท่อคาร์บอนที่มีขนาดในระดับนาโนเมตร (carbon nanotube, CNT) โดยทำการปรับปรุงพื้นผิวของ CNT ให้เป็นหมู่คาร์บอกซิลิกเพื่อให้มีลักษณะเป็นชั้น ๆ ด้วยเทคนิค ultraviolet ozone treatment และฉีดยึดขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยเทคนิคการปั่นแบบหลอมเหลว โดยการควบคุมปัจจัยที่มีผลต่อการฉีดยึดเส้นใย ได้แก่ อุณหภูมิ ระยะทาง (spinning temperature spinning distance และ the number of spinning revolutions) ในการหาความแข็งแรงเส้นใยด้วยวิธีการทางสถิติและสมการที่ใกล้เคียง พบว่าความเป็นผลึกของพอลิเอทิลีนมีเพิ่มขึ้นเนื่องจากการดึงยืดและอนุภาคของ CNT ช่วยเป็นจุดเริ่มเกิดผลึก ส่งผลทำให้ความแข็งแรงของเส้นใยเพิ่มสูงขึ้น แม้ว่าการจัดเรียงตัวตามแนวแรงของอนุภาค CNT จะเป็นแบบสุ่มก็ตาม

บทที่ 3 วิธีการทดลอง

3.1 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly(butylene succinate), PBS) ในรูปเม็ดพลาสติก จาก บริษัท PTT MCC BIOCHEM Co., LTD. ประเทศไทย เกรด FZ91PD
- 3.1.2 พอลิแล็กติกแอซิด (poly(lactic acid), PLA) ในรูปเม็ดพลาสติก เกรด NatureWorks 6100D ได้รับความอนุเคราะห์จากศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ หรือ MTEC
- 3.1.3 แกรไฟต์ (graphite) รูปแบบผง ขนาดอนุภาคต่ำกว่า 20 ไมครอน จากบริษัท Sigma-Aldrich
- 3.1.4 กรดแอสคอร์บิก (L-ascorbic acid) รูปแบบผง บริษัท Chem-supply เกรด AR
- 3.1.5 กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid) เข้มข้นร้อยละ 97 บริษัท RCI Labscan เกรด AR
- 3.1.6 โซเดียมไนเตรต (sodium nitrate) รูปแบบผง บริษัท RCI Labscan เกรด AR
- 3.1.7 โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (potassium permanganate) รูปแบบผง บริษัท RCI Labscan เกรด AR
- 3.1.8 ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (hydrogen peroxide) ความเข้มข้นร้อยละ 30 บริษัท Chem-supply เกรด AR
- 3.1.9 แอซีโตน (acetone) บริษัท RCI Labscan เกรด CG
- 3.1.10 คลอโรฟอร์ม (chloroform) บริษัท RCI Labscan เกรด CG
- 3.1.11 เมทานอล (methanol) บริษัท RCI Labscan เกรด CG
- 3.1.12 น้ำปราศจากไอออน (deionized water, DI water) บริษัท RCI Labscan

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการผสมและขึ้นรูป

- 3.2.1 เครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ (twin screw extruder) บริษัท Thermo รุ่น Prism DSR-28 ประเทศเยอรมัน
- 3.2.2 เครื่องขึ้นรูปเส้นใยแบบสกรูเดี่ยว (single screw extruder) บริษัท Thermo Polydrive รุ่น HAAKE PolyDrive ประเทศเยอรมัน
- 3.2.3 เครื่องตัดเม็ดพลาสติก (pelletizer) บริษัท Labtech Engineering (สมุทรปราการ ประเทศไทย) รุ่น LZ-80

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติ

- 3.3.1 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (laser diffraction particle size analyzer) จากบริษัท Malvern รุ่น Mastersizer 2000 ประเทศอังกฤษ
- 3.3.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) จากบริษัท Bruker รุ่น D8 Advance ประเทศอังกฤษ
- 3.3.3 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrometer, FT-IR) บริษัท Thermo รุ่น Nicolet 6700 ประเทศเยอรมัน
- 3.3.4 เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ (differential scanning calorimeter, DSC) บริษัท Mettler รุ่น DSC1/STAR^c ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.3.5 เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล (universal testing machine) ยี่ห้อ INSTRON รุ่น 5569 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.3.6 เครื่องวิเคราะห์ห้องค์ประกอบธาตุ (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) บริษัท Kratos Analytical Ltd. รุ่น AXIS Ultra DLD ประเทศอังกฤษ
- 3.3.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) จากบริษัท JEOL รุ่น JSM-6610LV ประเทศญี่ปุ่น
- 3.3.8 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope, AFM)
- 3.3.9 เครื่องทดสอบไฟฟ้า (piccovoльтmeter) ยี่ห้อ KEITHLEY รุ่น 487 ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.3.10 เครื่องวิเคราะห์น้ำหนักภายใต้ความร้อน (thermogravimetric analyzer, TGA) บริษัท Perkin-Elmer รุ่น TGA 7 ประเทศสหรัฐอเมริกา

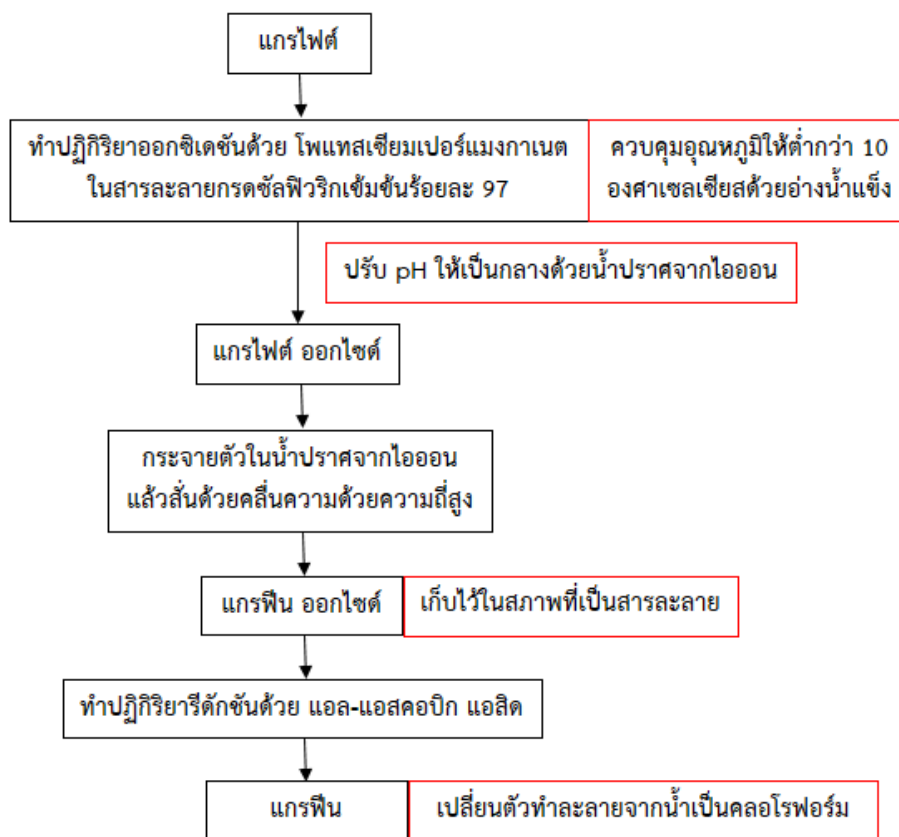
3.4 ขั้นตอนการทดลอง

3.4.1 การสังเคราะห์แกรฟีน

ก. เตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ (graphite oxide) จากแกรไฟต์ (graphite) ผ่านกระบวนการที่ดัดแปลงมาจากวิธีของฮัมเมอร์ (modified Hummers' method) โดยการทำปฏิกิริยาออกซิเดชัน เริ่มจากการกระจายผงแกรไฟต์ 10 กรัม ในสารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้นร้อยละ 97 ปริมาตร 250 มิลลิลิตร จากนั้นกวนอย่างต่อเนื่องโดยควบคุมอุณหภูมิให้ต่ำกว่า 10 องศาเซลเซียส โดยการรองด้วยอ่างน้ำแข็ง จากนั้นเติมโซเดียมไนเตรด 5 กรัม และโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 30 กรัม อย่างช้าๆ แล้วกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 35 องศาเซลเซียสโดยการนำอ่างน้ำแข็งออก แล้วกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติมน้ำปราศจากไอออน (DI water) 360 มิลลิลิตร ก่อนเพิ่มอุณหภูมิเป็น 100 องศาเซลเซียส แล้วกวนต่อเนื่องเป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเทสารผสมลงใน DI water ปริมาตร 1140 มิลลิลิตร จากนั้นหยดไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ความเข้มข้นร้อยละ 30 จนไม่เกิดฟอง จากนั้นทำการปรับ pH ให้เป็นกลางโดยการล้างด้วย DI water โดยวิธีการปั่นเหวี่ยง (centrifuge) ก่อนนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 24 ชั่วโมง

ข. เตรียมแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide) จากแกรไฟต์ออกไซด์ (graphite oxide) (จากขั้นตอนแรก) โดยการสั่นด้วยแรงเชิงกลความถี่สูง (ultrasonication) โดยนำแกรไฟต์ออกไซด์มากระจายตัวใน DI water (1 กรัม/ 500 มิลลิลิตร) แล้วสั่นด้วยแรงเชิงกลความถี่สูงเป็นเวลา 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง

ค. เตรียมแกรฟีน (graphene) จากแกรฟีนออกไซด์ (graphene oxide) (จากขั้นตอนที่สอง) โดยทำปฏิกิริยารีดักชัน (reduction reaction) ด้วยกรดแอสคอร์บิก โดยการนำแกรฟีนออกไซด์ที่กระจายตัวใน DI water (1 กรัม/ 500 มิลลิลิตร) มาทำการสั่นด้วยแรงเชิงกลความถี่สูงเป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นเติมกรดแอสคอร์บิก 10 กรัม แล้วกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 48 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นเปลี่ยนตัวทำละลายเป็นคลอโรฟอร์มโดยการปั่นเหวี่ยงเพื่อกำจัดน้ำออก แล้วปรับสภาพพื้นผิวของอนุภาคด้วยแอสซิโตน ทำซ้ำ 4 ครั้ง หลังจากนั้นใส่คลอโรฟอร์มแล้วเก็บสารละลายไว้ในขวดแก้ว ตามแผนผังการทดสอบแสดงไว้ดังรูปที่ 3-1



รูปที่ 3-1 แผนผังแสดงการสังเคราะห์แกรฟีนจากแกรไฟต์

3.4.2 การเตรียมพอลิเมอร์คอมพาวนด์

ก. เตรียมมาสเตอร์แบตช์ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต/แกรฟีนและพอลิแล็กติกแอซิด/แกรฟีน (กำหนดสัดส่วนระหว่างพอลิเมอร์และแกรฟีนที่ 10 ต่อ 1) เริ่มจากละลายพอลิเมอร์ลงในคลอโรฟอร์มที่อุณหภูมิประมาณ 40-50 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1-2 ชั่วโมง เมื่อพอลิเมอร์ละลายหมดแล้ว เทสารละลายแกรฟีนในคลอโรฟอร์มตามสัดส่วนที่กำหนดไว้ แล้วกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นตกตะกอนร่วมกันด้วยเมทานอล โดยการเทสารละลายเมทานอลลงในสารละลายผสมแล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลาประมาณ 1 ชั่วโมง กรองและล้างคลอโรฟอร์มที่หลงเหลืออยู่ด้วยเมทานอล นำตะกอนของพอลิเมอร์ผสมที่ได้ไประเหยเมทานอลภายในตู้ดูดควันให้หมดก่อนนำไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 50-60 องศาเซลเซียสต่อไป

ข. เตรียมคอมพอสิตคอมพาวนด์ของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต/แกรฟีนและพอลิแล็กติกแอซิด/แกรฟีน โดยนำมาสเตอร์แบตช์ที่เตรียมได้มาผสมกับพอลิเมอร์บริสุทธิ์ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูคู่ เพื่อให้ได้สัดส่วนของแกรฟีนในคอมพอสิตอยู่ที่ 0 0.3 0.6 0.9 1.2 และ 1.5

phr แล้วตัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องตัดเม็ดพลาสติก โดยอุณหภูมิการผสมสำหรับพอลิบิวทิลีน ซักซิเนตอยู่ในช่วง 165 ถึง 120 องศาเซลเซียส ใช้ความเร็วรอบผสม 20-30 รอบต่อนาที และพอลิแล็กติกแอซิดอยู่ในช่วง 200 ถึง 165 องศาเซลเซียส ใช้ความเร็วรอบผสม 15-25 รอบต่อนาที

ตารางที่ 3.1 สัดส่วนระหว่างพอลิเมอร์และอนุภาคแกรฟีนใน 100 กรัม

| ชื่อตัวอย่าง | พอลิเมอร์ (กรัม) | มาสเตอร์แบตช์ | | ปริมาณคอมพาวนด์ (กรัม) |
|--------------|---------------------|---------------------|------------------|---------------------------|
| | | พอลิเมอร์ (กรัม) | แกรฟีน (กรัม) | |
| Neat PBS | 100 | - | - | 100 |
| PBS 0.3 | 97 | 3 | 0.3 | 100.3 |
| PBS 0.6 | 94 | 6 | 0.6 | 100.6 |
| PBS 0.9 | 91 | 9 | 0.9 | 100.9 |
| PBS 1.2 | 88 | 12 | 1.2 | 101.2 |
| PBS 1.5 | 85 | 15 | 1.5 | 101.5 |
| Neat PLA | 100 | - | - | 100 |
| PLA 0.3 | 9 | 3 | 0.3 | 100.3 |
| PLA 0.6 | 94 | 6 | 0.6 | 100.6 |
| PLA 0.9 | 91 | 9 | 0.9 | 100.9 |
| PLA 1.2 | 88 | 12 | 1.2 | 101.2 |
| PLA 1.5 | 85 | 15 | 1.5 | 101.5 |

3.4.3 การเตรียมเส้นใยคอมพอสิต

นำพอลิเมอร์คอมพาวนด์ทั้งสองชนิดมาทำฉีดยาขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยกระบวนการปั่นแบบ หลอมเหลว ด้วยเครื่องอัดรีดแบบสกรูเดี่ยวผ่านหัวปั่น (spinneret) ขนาด 0.3 ไมโครเมตร จำนวน 24 รู โดยใช้ความเร็วรอบที่ 4 รอบต่อนาที อัตราเร็วการหมุนเก็บเส้นใยอยู่ที่ 3.2 รอบต่อนาที โดยอุณหภูมิการขึ้นรูปสำหรับพอลิบิวทิลีนซักซิเนตอยู่ในช่วง 170-190 องศาเซลเซียสและพอลิแล็กติกแอซิดอยู่ในช่วง 180-200 องศาเซลเซียส

3.5 การวิเคราะห์และทดสอบชิ้นงาน

3.5.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์แทรนสฟอร์มสเปกโทรสโกปี (FT-IR)

วิเคราะห์และเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคแกรไฟต์ก่อนและหลังผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตและปฏิกิริยารีดักชันด้วยกรดแอสคอร์บิก ด้วยเครื่อง FT-IR ในช่วงเลขคลื่น $4000-400\text{ cm}^{-1}$ โดยบดอนุภาคผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) แล้วอัดเป็นแผ่น



รูปที่ 3-2 เครื่อง FT-IR

3.5.2 การวิเคราะห์ปริมาณของหมู่ฟังก์ชันจากการคายพลังงานรังสีเอ็กซ์ (XPS)

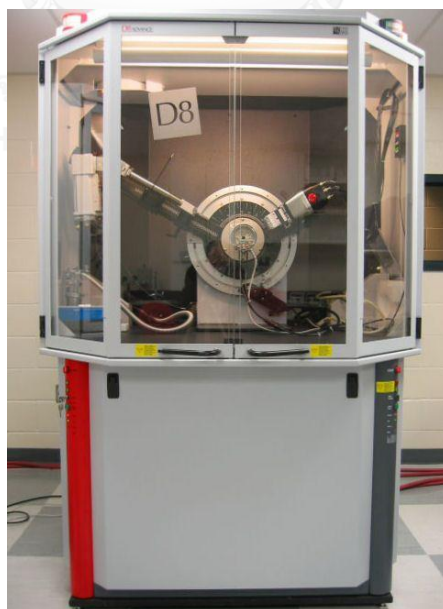
วิเคราะห์และเปรียบเทียบปริมาณหมู่ฟังก์ชันของอนุภาคแกรไฟต์ก่อนและหลังผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตและปฏิกิริยารีดักชันด้วยกรดแอสคอร์บิก ด้วยเครื่องวิเคราะห์ห้องค์ประกอบธาตุ หรือ XPS ดังแสดงในรูปที่ 3-3



รูปที่ 3-3 เครื่องวิเคราะห์ห้องค์ประกอบธาตุ (XPS)

3.5.3 การวิเคราะห์โครงสร้างสัณฐานวิทยา

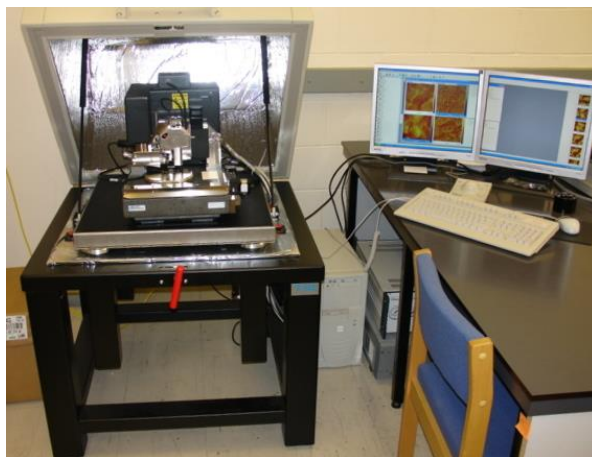
วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีน ด้วยการสังเกตมุมการหักเหของรังสีเอกซ์ที่เปลี่ยนแปลงและระยะห่างระหว่างระนาบด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน หรือ XRD ดังแสดงในรูปที่ 3-4



รูปที่ 3-4 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)

3.5.4 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM)

วิเคราะห์ลักษณะของอนุภาคและวิเคราะห์หาความหนาของอนุภาคแกรฟีนด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมหรือ AFM โดยลักษณะการเตรียมตัวอย่างเริ่มจากการกระจายอนุภาคแกรฟีนใน DI water ในอัตราส่วน 1 มิลลิกรัมต่อ 100 มิลลิลิตร จากนั้นหยดลงกระจกสไลด์ขนาด 1x1 เซนติเมตร แล้วนำไปเหวี่ยงด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง (spin coater) ด้วยความเร็ว 200 รอบต่อนาที เป็นเวลา 60 วินาที นำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วนำไปเก็บไว้ในตู้ควบคุมความชื้น (desiccator)



รูปที่ 3-5 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมหรือ AFM

3.5.5 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

วิเคราะห์ขนาดของอนุภาคแกรฟีนที่กระจายตัวอยู่ในคลอโรฟอร์มโดยฉลี่ยด้วยเครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค (laser diffraction particle size analyzer) รูปที่ 21



รูปที่ 3-6 เครื่องวิเคราะห์ขนาดอนุภาค

3.5.6 วิเคราะห์สมบัติทางความร้อน

ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยคอมพอลิเมอร์ระหว่างพอลิবিທີลีนซึกซีเนต/แกรฟีนและพอลิเล็กทิกแอซิด/แกรฟีน ด้วยเครื่องดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์ หรือ DSC โดยการศึกษาสมบัติทางความร้อนของเส้นใยพอลิবিທີลีนซึกซีเนตอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 30-150 องศาเซลเซียส ที่อัตราการให้ความร้อนอยู่ที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ส่วนของเส้นใยพอลิเล็กทิกแอซิดอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 30-200 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที โดยทำการวิเคราะห์อุณหภูมิกลาสทรานซิชันหรือ T_g (glass transition, T_g) ของเส้นใยพอลิเล็กทิกแอซิด วิเคราะห์อุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก (melting temperature, T_m) วิเคราะห์อุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature, T_c) ของเส้นใยทั้งสองชนิด พร้อมทั้งศึกษาพฤติกรรมที่ตอบสนองต่อความร้อนของเส้นใยและคำนวณหาปริมาณผลึกของแต่ละตัวอย่าง โดยการคำนวณปริมาณผลึกในเส้นใยสามารถคำนวณได้จากสมการ ต่อไปนี้

$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_f^0 \times (1 - W_f)} \times 100$$

โดยที่ ΔH_m คือ เอนทัลปีการหลอมผลึกของพอลิเมอร์จากการวัดด้วยเครื่อง DSC

ΔH_f^0 คือ เอนทัลปีของการหลอมเหลวผลึกของพอลิเมอร์อย่างสมบูรณ์ สำหรับพอลิবিທີลีนซึกซีเนตมีค่าเท่ากับ 110.3 จูลต่อกรัม และพอลิเล็กทิกแอซิด มีค่าเท่ากับ 93.1 จูลต่อกรัม

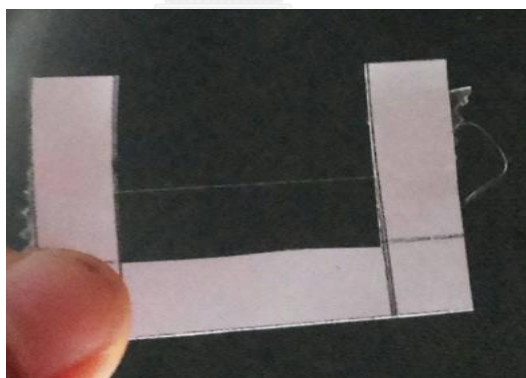
W_f คือ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารเสริมแรง



รูปที่ 3-7 เครื่องดีฟเฟอร์นเชียลสแกนนิ่งแคลอริมิเตอร์หรือ DSC

3.5.7 ทดสอบสมบัติเชิงกล

การทดสอบสมบัติด้านแรงดึง (tensile properties) ของเส้นใย ตามมาตรฐาน ASTM D 3822-01 ทำโดยการเตรียมตัวโดยการยึดเส้นใยบนกระดาศในลักษณะรูปตัวซี (c-clamp) ให้เส้นใยมีความยาว 2.54 เซนติเมตร หรือประมาณ 1 นิ้ว ตามรูปที่ 3-8



รูปที่ 3-8 รูปตัวอย่างเส้นใยที่ติดบน C-Camp

จากนั้นนำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปทดสอบการดึงยึดด้วยเครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล โดยใช้ load cell ขนาด 10 นิวตัน และอัตราเร็วในการดึงยึด 20 มิลลิเมตรต่อนาที โดยทำการทดสอบอย่างน้อย 10 ชิ้นต่อ 1 ตัวอย่าง แล้ววิเคราะห์ค่าความทนแรงดึง (tensile strength) และ ความยืดสูงสุด ณ จุดขาด (elongation at break)



รูปที่ 3-9 เครื่องทดสอบยูนิเวอร์แซล

3.5.8 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวเส้นใยคอมพอสิตทั้งสองชนิดและภาคตัดขวางของเส้นใยทั้งสองชนิด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หรือ SEM การเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาบริเวณพื้นผิว ทำโดยการตัดเส้นใยให้มีความยาวประมาณ 5-10 มิลลิเมตร แล้วติดลงบนแผ่นเทปคาร์บอนในลักษณะวางราบ ส่วนการเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาลักษณะของอนุภาคในเนื้อวัสดุบริเวณภาคตัดขวาง ทำโดยการตัดเส้นใยด้วยใบมีดโกนอย่างรวดเร็ว จากนั้นไปติดบนแผ่นเทปคาร์บอนในลักษณะตั้งฉาก ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการทดสอบอยู่ที่ 5 กิโลโวลต์



รูปที่ 3-10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด หรือ SEM

3.5.9 การศึกษาสมบัติการนำไฟฟ้า

ศึกษาความสามารถในการนำไฟฟ้าของเส้นใยคอมพอลิเมอร์ทั้งสองชนิด ทำโดยการทดสอบกับกลุ่มของเส้นใยหลายเส้น ใช้ขั้วทดสอบลักษณะปากจระเข้หนีบ ๆ กลุ่มเส้นใยทั้งสองด้านโดยเว้นระยะห่างระหว่างขั้วประมาณ 1-2 มิลลิเมตร โดยไม่ให้หัวจับสัมผัสกับสื่อนำไฟฟ้าและให้เส้นใยลอยอยู่ในอากาศ ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ใช้เท่ากับ 500 โวลต์แล้ววัดกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่าน นำมาคำนวณหาความต้านของเส้นใย



รูปที่ 3-11 เครื่องทดสอบไฟฟ้า (piccovoltmeter)

3.5.10 การศึกษาการสลายตัวทางความร้อน

ศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยคอมพอลิเมอร์ทั้งสองชนิดภายใต้บรรยากาศที่มีออกซิเจน โดยศึกษาการสลายตัวทางความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิ 50 ถึง 600 องศาเซลเซียส อัตราการให้ความร้อนอยู่ที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที



รูปที่ 3-12 เครื่อง thermogravimetric analyzer

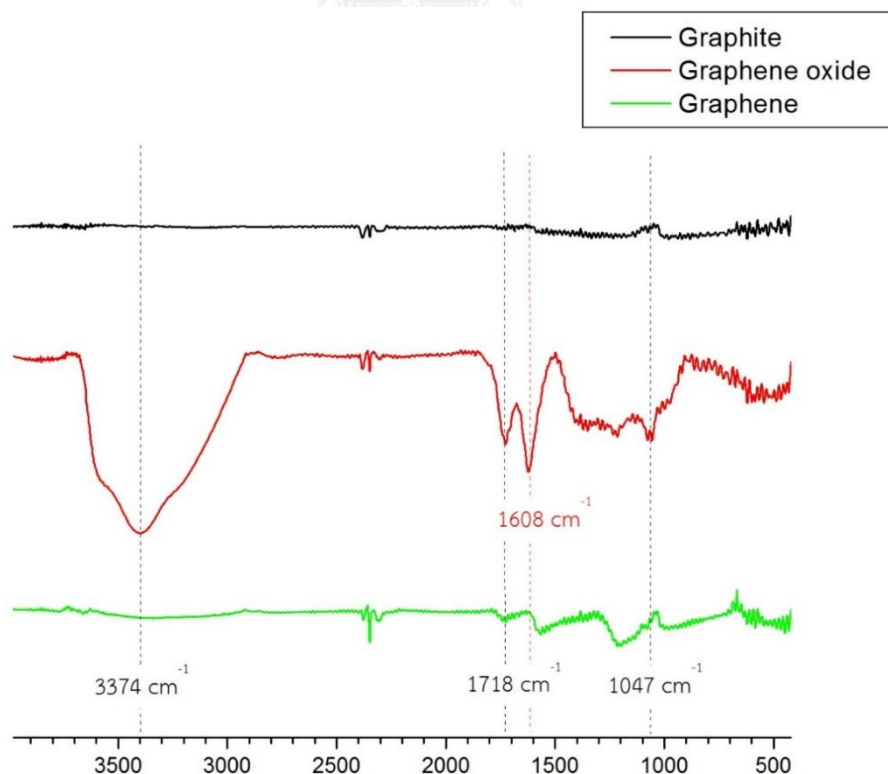
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 ผลการทดสอบการสังเคราะห์แกรฟีนจากแกรไฟต์

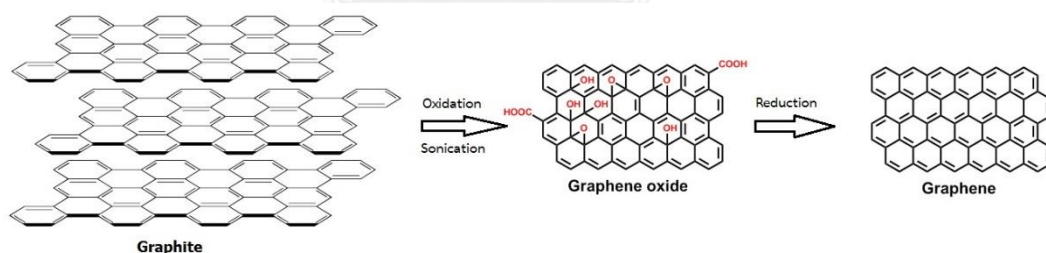
4.1.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีนด้วยเทคนิค FT-IR

จากรูป 4-1 แสดงอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีสเปกตรัมจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR ของอนุภาคแกรไฟต์บริสุทธิ์ อนุภาคแกรฟีนออกไซด์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันของแกรไฟต์ด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตในสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น และอนุภาคแกรฟีนที่ได้จากการทำปฏิกิริยารีดักชันของแกรฟีนออกไซด์ด้วยกรดแอสคอร์บิกที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง พบว่าสเปกตรัมของอนุภาคแกรไฟต์ไม่ปรากฏพีกของการสั่นของหมู่ฟังก์ชันใด ๆ เนื่องจากโครงสร้างทางเคมีของแกรไฟต์มีเพียงอะตอมของคาร์บอนที่เชื่อมกันด้วยพันธะโคเวเลนต์ในลักษณะโครงสร้างตาข่ายรูปหกเหลี่ยมเท่านั้น ดังนั้นจึงไม่ปรากฏการสั่นของหมู่ฟังก์ชันใด ๆ ซึ่งมีลักษณะใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Eun-Young Choi และคณะ (29)



รูปที่ 4-1 อินฟราเรดสเปกโทรสโกปีสเปกตรัมของอนุภาคแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์ และแกรฟีน

หลังจากผ่านการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตในสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น พบว่าสเปกตรัมของแกรไฟีนออกไซด์ปรากฏพีกที่ตำแหน่ง 3374 cm^{-1} , 1718 cm^{-1} และ 1047 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งใกล้เคียงกับความถี่ในการสั่นของหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิล หมู่คาร์บอกซิลและหมู่อีพอกไซด์ตามลำดับ ดังที่ได้แสดงอยู่ในตารางที่ 4.1 ซึ่งเป็นผลมาจากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนตในสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้นในสภาวะอุณหภูมิต่ำกว่า 10 องศาเซลเซียส ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงโครงสร้างทางเคมีบริเวณพื้นผิวของอนุภาคแกรไฟต์จากที่เป็นพันธะคู่ให้กลายเป็นหมู่ฟังก์ชัน 3 ลักษณะดังที่กล่าวไปข้างต้น ซึ่งการเปลี่ยนแปลงนี้จะทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นระนาบของแกรไฟต์เพิ่มมากขึ้นและยังสามารถเกิดแรงดึงดูด (interaction) กับโมเลกุลที่มีสภาพขั้วได้ง่าย เช่น น้ำ ได้ง่ายทำให้เมื่อนำอนุภาคหลังจากทำปฏิกิริยาไปกระจายตัวในน้ำแล้วให้แรงเชิงกล จะทำให้ระยะห่างของแกรไฟต์ถูกแยกออกจากกันได้ อย่างอิสระในน้ำหรือกลายเป็นแกรไฟีนออกไซด์ได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งจะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างต่อไปด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทเมทรี อย่างไรก็ตามจากสเปกตรัมของแกรไฟีนออกไซด์ยังปรากฏพีกที่ตำแหน่ง 1608 cm^{-1} ซึ่งตรงกับลักษณะการสั่นของ sp^2 ของอะตอมคาร์บอน หรืออะตอมของคาร์บอนที่เกิดพันธะคู่กับอะตอมคาร์บอนใกล้เคียง ซึ่งแสดงถึงบริเวณโครงสร้างเดิมที่ไม่เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน



รูปที่ 4-2 โครงสร้างของแกรไฟต์ แกรไฟีนออกไซด์และแกรไฟีน เมื่อผ่านการทำปฏิกิริยาเคมี

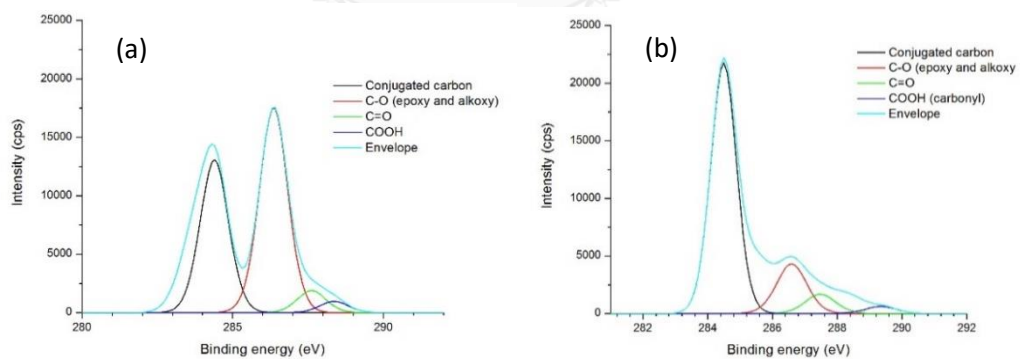
ในส่วนสเปกตรัมของแกรไฟีนที่ได้จากการทำปฏิกิริยารีดักชันของแกรไฟีนออกไซด์ด้วยกรดแอสคอร์บิกที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง จะเห็นได้ว่าตำแหน่งพีกที่สำคัญที่แสดงการมีหมู่ไฮดรอกซิลแทบจะไม่ปรากฏเหลืออยู่ บ่งบอกถึงความสามารถในการกำจัดหมู่ฟังก์ชันไฮดรอกซิลด้วยการทำปฏิกิริยารีดักชันของกรดแอสคอร์บิกที่ดี และจากสเปกตรัมจะเห็นได้ว่ามีลักษณะโดยรวมใกล้เคียงกับสเปกตรัมของแกรไฟต์ แสดงให้เห็นว่าการทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยกรดแอสคอร์บิกที่อุณหภูมิห้องนั้น สามารถเปลี่ยนแกรไฟีน

ออกไซด์เป็นแกรฟีนได้ อย่างไรก็ตามจะเห็นได้ว่ายังคงมีพีกที่แสดงถึงการที่มีหมู่คาร์บอกซิลคงเหลืออยู่ อาจเนื่องมาจากการเกิดปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์

ตารางที่ 4.1 เลขคลื่นการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน

| หมู่ฟังก์ชัน | โครงสร้างทางเคมี | เลขคลื่น (cm^{-1}) |
|--------------------------|------------------|-------------------------------|
| ไฮดรอกซิล | -OH | 3400 |
| คาร์บอกซิล | C=O | 1720 |
| อีพอกไซด์ | C-O | 1060 |
| sp^2 ของคาร์บอน | C=C | 1600 |

4.1.2 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของแกรฟีนออกไซด์ที่ผ่านการรีดิวซ์ด้วยเทคนิค XPS



รูปที่ 4-3 เอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีสเปกตรัมของแกรฟีนออกไซด์ (a) และแกรฟีน (b)

ในการประเมินประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของกรดแอสคอร์บิกนั้นสามารถวิเคราะห์ได้จากปริมาณหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบระหว่างก่อนและหลังการทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยกรดแอสคอร์บิกด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี (XPS) พบว่าสเปกตรัมของแกรฟีนออกไซด์ในรูปที่ 4-3a ปรากฏพีกสี่

ตำแหน่ง ได้แก่ 284.5 286.4 287.8 และ 288.4 eV ซึ่งสัมพันธ์กับพลังงานของหมู่ฟังก์ชัน sp^2 คาร์บอน หมู่อีพ็อกซีและแอลค็อกซี หมู่คาร์บอนิล และหมู่คาร์บอกซิลิก ตามลำดับ (23, 30) ซึ่งความเข้มของพีกเป็นค่าที่สัมพันธ์กับปริมาณของหมู่ฟังก์ชันนั้น ๆ ดังนั้นเมื่อเปรียบเทียบสเปกตรัมระหว่างแกรฟีนและแกรฟีนออกไซด์ จะเห็นได้ว่าปริมาณของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบมีปริมาณที่ลดลงอย่างมากจากการทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยกรดแอสคอร์บิกที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง อย่างไรก็ตามพบว่ายังคงมีหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบเหลืออยู่จากการทำปฏิกิริยารีดักชัน ซึ่งเป็นส่วนที่ช่วยส่งเสริมให้อนุภาคแกรฟีนมีแรงยึดเหนี่ยวที่ดีกับพอลิเมอร์เมทริกซ์จึงทำให้มีการกระจายตัว และมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น ดังจะสังเกตได้จากผลการทดสอบสมบัติด้านแรงดึงของเส้นใยคอมพอสิตและสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM

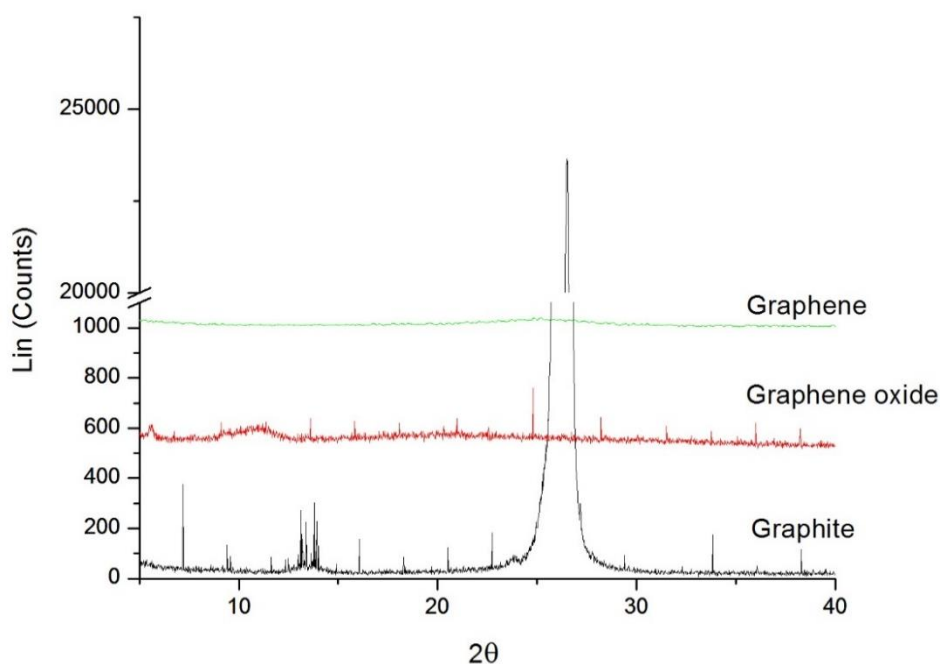
ตารางที่ 4.2 อัตราส่วนระหว่างหมู่ฟังก์ชันของ sp^2 คาร์บอนและหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ

| | ความเข้มของพีก C=C | ความเข้มของพีก C-O | อัตราส่วน C=C/C-O |
|----------------|-----------------------|-----------------------|----------------------|
| Graphene oxide | 13565.8 | 20539.32 | 0.66048 |
| Graphene | 21568.66 | 6578.27 | 3.278774 |

เมื่อเปรียบเทียบอัตราส่วนระหว่างหมู่ฟังก์ชันของ sp^2 คาร์บอนและหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบดังแสดงในตารางที่ 4.2 จะเห็นได้ว่าอัตราส่วนของ sp^2 คาร์บอนมีปริมาณที่สูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด แสดงให้เห็นว่ากรดแอสคอร์บิกนั้นเป็นสารรีดิวซ์ที่มีประสิทธิภาพในการสังเคราะห์แกรฟีนจากแกรฟีนออกไซด์ กล่าวคือ กรดแอสคอร์บิกสามารถเปลี่ยนโครงสร้างของหมู่ฟังก์ชันจากหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบให้กลายเป็น sp^2 คาร์บอน ซึ่งเป็นโครงสร้างที่สามารถให้อิเล็กตรอนเกิดการเคลื่อนได้อย่างอิสระ ส่งให้อนุภาคแกรฟีนมีความสามารถในนำไฟฟ้าที่ดี

4.1.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาคแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีน ด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

จากรูปที่ 4-4 แสดงสเปกตรัมจากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีน พบว่าอนุภาคแกรไฟต์ปรากฏพีกการหักเหของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 26.7 องศา และมีระยะห่างระหว่างระนาบเท่ากับ 0.34 นาโนเมตร เมื่อผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันและสันด้วยแรงเชิงกลความถี่สูงจนได้เป็นแกรฟีนออกไซด์ พบว่าพีกมีการเลื่อนตำแหน่งไปที่มุม 11.2 องศาและมีระยะห่างระหว่างระนาบเท่ากับ 0.79 นาโนเมตร ซึ่งมีระยะมากขึ้นนั้นแสดงให้เห็นว่าการที่เกิดหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ มีส่วนช่วยให้ระยะห่างระนาบของแกรไฟต์เพิ่มมากขึ้น ซึ่งจะช่วยลดแรงยึดเหนี่ยวระหว่างระนาบและทำให้โมเลกุลของน้ำสามารถเกิดแรงยึดเหนี่ยวกับหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบได้ดียิ่งขึ้น และสามารถแยกระนาบออกจากกันได้อย่างอิสระได้ด้วยให้แรงเชิงกลจากภายนอก อาทิ การใช้แรงจากการสั่นด้วยความถี่สูง เป็นต้น ซึ่งจะทำให้แต่ละระนาบสามารถแยกและกระจายตัวอยู่ในน้ำได้อย่างอิสระ ซึ่งจะเห็นจากลักษณะของพีกที่มีความกว้างและความเข้มของพีกต่ำแสดงให้ถึงความไม่เป็นระเบียบภายในโครงสร้างของอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างของอนุภาคแกรฟีนออกไซด์นั้นมีการซ้อนทับกันเพียงเล็กน้อยแม้จะถูกทำให้แห้งด้วยวิธีการอบ

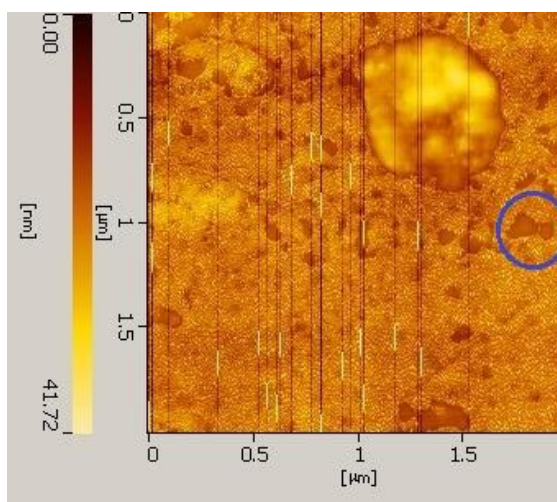


รูปที่ 4-4 XRD สเปกตรัมของแกรไฟต์ แกรฟีนออกไซด์และแกรฟีน

เมื่อนำแกรฟีนออกไซด์มาผ่านการทำปฏิกิริยารีดักชันด้วยกรดแอสคอร์บิกจะเห็นได้ว่าไม่ปรากฏฟีกของแกรฟีนออกไซด์และไม่ปรากฏฟีกอื่นใด แสดงให้เห็นถึงความไม่เป็นระเบียบของโครงสร้างอนุภาคแกรฟีนหรืออาจอนุมานได้ว่าแทบจะไม่เกิดการซ้อนทับกันระหว่างระนาบของอนุภาคแม้จะถูกทำให้อยู่ในรูปแบบแห้งด้วยวิธีการอบ กล่าวคือระนาบของคาร์บอนถูกแยกออกจากกันกลายเป็นโครงสร้างของแกรฟีน แต่อย่างไรก็ตามอาจจะมีความเป็นไปได้ที่จะเกิดการซ้อนทับกันของอนุภาคแกรฟีนหากอนุภาคนั้นเข้ามาให้กันหรือไม่ มีตัวกลางที่ทำให้อนุภาคสามารถอยู่ได้อย่างอิสระ ซึ่งจากผลการทดสอบด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน มีลักษณะที่ใกล้เคียงกับการใช้สารรีดิวซ์ที่ใช้กันอยู่ทั่วไป ได้แก่ ไฮดราซีน (hydrazine) ซึ่งเป็นสารเคมีที่มีอันตรายสูงและไม่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม (24)

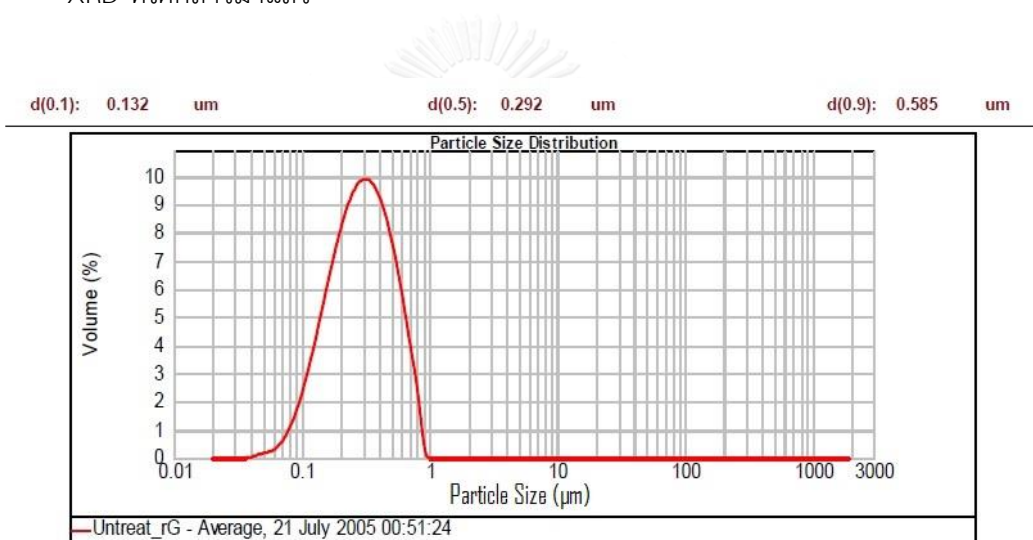
4.1.4 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคแกรฟีนด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคและเทคนิค AFM

จากรูป 4-5 ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของอนุภาคแกรฟีนด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ว่าอนุภาคที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นแผ่นระนาบขนาดเล็กมีความกว้างและความยาวน้อยกว่า 5 ไมโครเมตร โดยความหนาของอนุภาคที่วัดได้มีขนาดประมาณ 1 นาโนเมตร ซึ่งใกล้เคียงกับค่าความหนาของอนุภาคแกรฟีนที่อยู่แยกชั้นอย่างอิสระตามทฤษฎี (22)



รูปที่ 4-5 ภาพถ่ายของอนุภาคแกรฟีนด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

ขนาดของอนุภาคของแกรฟีนที่วัดได้โดยเทคนิค AFM นั้นมีค่าใกล้เคียงกับค่าที่วัดได้จากเครื่องวัดขนาดอนุภาค ดังผลการทดสอบที่แสดงในรูปที่ 4-6 ขนาดของอนุภาคที่วัดได้อยู่ในช่วง 0.132 ถึง 1.000 ไมโครเมตร โดยขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 0.292 ไมโครเมตร เมื่อเปรียบเทียบกับขนาดอนุภาคแกรไฟต์เริ่มต้นที่มีขนาดประมาณ 20 ไมโครเมตร แสดงให้เห็นว่าขนาดของอนุภาคนั้นมีขนาดที่เล็กลงทั้งในด้านของความกว้าง ความยาว และความหนา ซึ่งเป็นผลจากเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน รีดันชั้น รวมไปถึงการสั่นด้วยแรงเชิงกลความถี่สูง ซึ่งยังเป็นสาเหตุให้ความไม่เป็นระเบียบของอนุภาคมีมากขึ้น ดังผลการทดสอบด้วยเทคนิค XRD ที่ได้กล่าวมาแล้ว



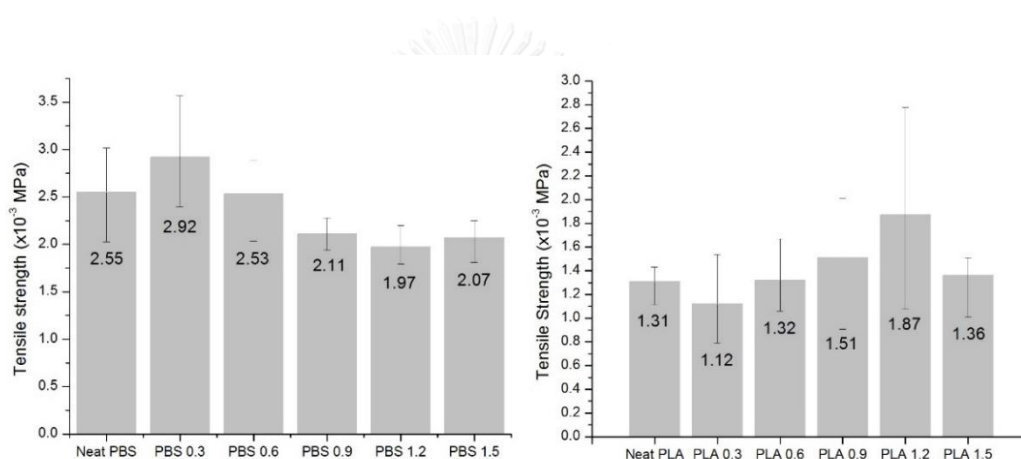
รูปที่ 4-6 กราฟกระจายตัวของขนาดอนุภาคแกรฟีนในสารละลายคลอโรฟอร์มจากเครื่องวัดขนาดอนุภาค

4.2 สมบัติของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิไพลีเอทิลีน/แกรฟีนและพอลิแล็กติกแอซิด/แกรฟีน

4.2.1 สมบัติด้านแรงดึง

จากรูปที่ 4-7 แสดงผลการทดสอบความทนแรงดึง (tensile strength) ของเส้นใยคอมพอสิตพอลิไพลีเอทิลีน/แกรฟีน (ด้านซ้าย) และพอลิแล็กติกแอซิด/แกรฟีน (ด้านขวา) ในกรณีของเส้นใยคอมพอสิตพอลิไพลีเอทิลีน พบว่าที่ปริมาณแกรฟีน 0.3 phr มีค่าความทนแรงดึงสูงขึ้นร้อยละ 14.5 เมื่อเทียบกับเส้นใยพอลิไพลีเอทิลีนบริสุทธิ์

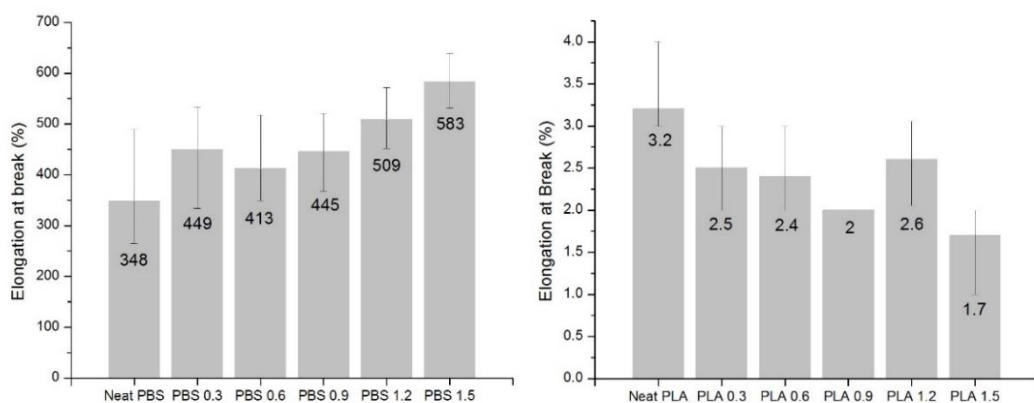
แสดงให้เห็นว่าอนุภาคแกรฟีนที่ผสมลงไปนั้นมีส่วนช่วยในการเสริมแรงให้กับพอลิเมอร์ แต่เมื่อปริมาณแกรฟีนเพิ่มสูงขึ้นจะเห็นว่าความทนแรงดึงของเส้นใยคอมพอสิตมีค่าน้อยลงตามปริมาณแกรฟีนที่เพิ่มขึ้น เนื่องมาจากความไม่สมบูรณ์ระหว่างเฟสของอนุภาคแกรฟีนและพอลิเมอร์เมทริกซ์ อีกนัยหนึ่งคือความไม่ต่อเนื่องในการส่งผ่านแรงระหว่างเฟสของอนุภาคและพอลิเมอร์เมทริกซ์ เนื่องจากระหว่างผิวหน้าของแกรฟีนและพอลิเมอร์ไม่ได้มีการเชื่อมพันธะกันทำให้การส่งผ่านแรงเกิดไม่ได้อย่างเต็มที่ (31) และเมื่อปริมาณของอนุภาคแกรฟีนมากขึ้น จะเกิดการจับกลุ่ม (agglomeration) ทำให้เกิดเป็นศูนย์รวมแรงเค้นภายในทำให้เส้นใยคอมพอสิตมีความทนแรงดึงลดลง ซึ่งสามารถเห็นได้ชัดจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดซึ่งจะกล่าวในลำดับต่อไป



รูปที่ 4-7 ความทนแรงดึงของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (ซ้าย) และพอลิแล็กติกแอซิด (ขวา)

สำหรับเส้นใยคอมพอสิตของพอลิแล็กติกแอซิด พบว่าที่อนุภาคแกรฟีนปริมาณ 0.3 phr จะมีความทนแรงดึงต่ำลงเมื่อเทียบกับเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดบริสุทธิ์ เนื่องจากอนุภาคแกรฟีนที่ปริมาณน้อยเกินไปนั้นยังไม่ส่งผลการเสริมแรงที่เด่นชัด แต่เมื่อปริมาณของแกรฟีนสูงขึ้นความทนแรงดึงของเส้นใยคอมพอสิตมีแนวโน้มสูงขึ้นและมีค่าที่สูงที่สุดที่ปริมาณแกรฟีน 1.2 phr โดยมีความทนแรงดึงเพิ่มขึ้นร้อยละ 42.7 เมื่อเทียบกับความแข็งแรงของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดบริสุทธิ์ แต่เมื่อปริมาณแกรฟีนสูงขึ้นเป็น 1.5 phr นั้นความทนแรงดึงของเส้นใยกลับมีค่าลดลง เนื่องจากการเกาะกลุ่มรวมกันเมื่อปริมาณที่เพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้แกรฟีนมีพื้นที่ผิวมากขึ้นทำให้มีแนวโน้มในการจับกลุ่มรวมกันมากยิ่งขึ้น (32) ดังจะเห็นได้จาก

การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดต่อไป ส่งผลให้อนุภาคแกรฟีนเป็นจุดบกพร่องภายในทำให้เส้นใยคอมพอสิตมีความทนแรงดึงน้อยลง

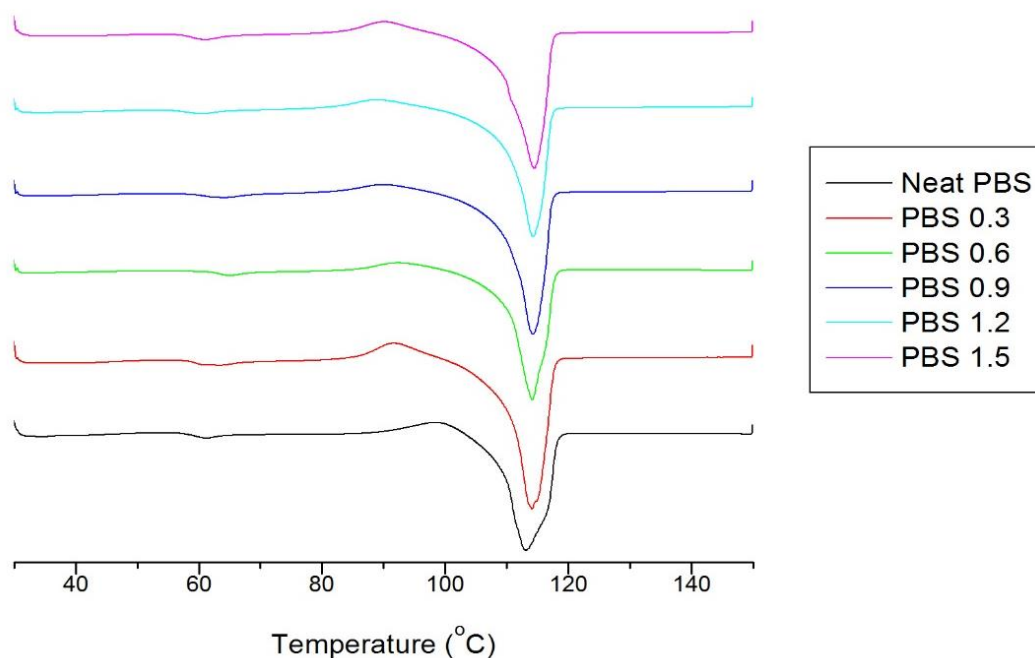


รูปที่ 4-8 ความยืดสูงสุด ณ จุดขาดของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิไพลีนซัคซิเนต (ซ้าย) และพอลิ-แล็กติกแอซิด (ขวา)

รูปที่ 4-8 แสดงผลการทดสอบความยืดสูงสุด ณ จุดขาด (elongation at break) ของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิไพลีนซัคซิเนต/แกรฟีน (ด้านซ้าย) และพอลิแล็กติกแอซิด/แกรฟีน (ด้านขวา) โดยเส้นใยคอมพอสิตของพอลิไพลีนซัคซิเนตมีแนวโน้มที่สูงขึ้นเมื่อปริมาณแกรฟีนเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากลักษณะรูปร่างของอนุภาคแกรฟีนนั้นมีลักษณะเป็นแผ่นขนาดเล็กมาก และเมื่อขึ้นรูปเส้นใยจะมีแรงดึงยึดจากการม้วนเก็บเส้นใยทำให้สายโซ่พอลิเมอร์และอนุภาคเกิดการจัดเรียงตัวตามแนวแรงการดึงหรือตามความยาวของเส้นใย เมื่อเส้นใยได้รับแรงดึงทำให้สายโซ่ของพอลิเมอร์เกิดการเลื่อนผ่านกันและด้วยอนุภาคที่มีการจัดเรียงตัวในทิศทางเดียวกันจึงทำให้ไม่เกิดการขัดขวางการเลื่อนผ่านกันของสายโซ่แต่ยังช่วยเสริมให้เส้นใยยืดได้มากยิ่งขึ้น (33) นอกจากนี้จะเห็นได้ว่าเส้นใยคอมพอสิตนั้นสามารถยืดได้มากกว่าเส้นใยพอลิไพลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ เนื่องจากอนุภาคแกรฟีนมีแรงดึงดูดที่ดีกับพอลิเมอร์เมทริกซ์ทำให้ช่วยเสริมความสามารถในการยืดออกได้ดียิ่งขึ้น

ในกรณีของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิแล็กติกแอซิดจะเห็นได้ว่ามีค่าน้อยกว่าเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดบริสุทธิ์ อาจเนื่องจากพอลิแล็กติกแอซิดนั้นมีอุณหภูมิกลาสทรานซิชันสูงกว่าอุณหภูมิห้อง ทำให้พอลิแล็กติกแอซิดมีลักษณะแข็งและเปราะที่อุณหภูมิห้องทำให้มีการยืดตัวที่ต่ำ

4.2.2 พฤติกรรมทางความร้อน



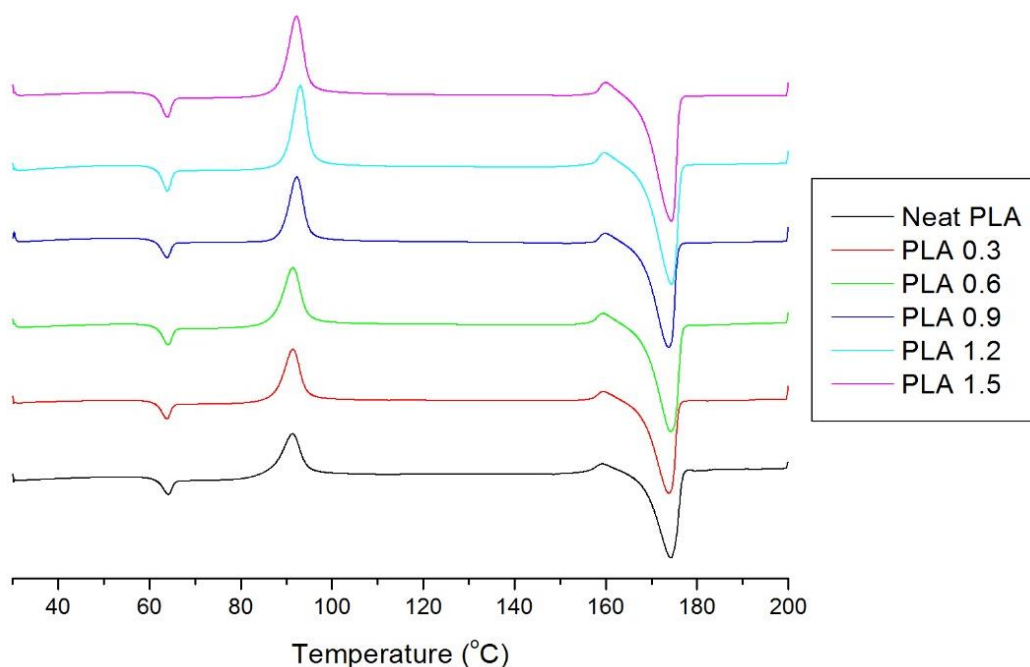
รูปที่ 4-9 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผสมแกรฟีนที่ปริมาณต่าง ๆ

จากรูป 4-9 เป็นกราฟแสดงพฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผสมแกรฟีนที่ปริมาณต่าง ๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคดีฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเมตรี จะเห็นได้ว่าเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตที่มีการผสมแกรฟีนลงไปนั้น ไม่แสดงพฤติกรรมทางความร้อนที่แตกต่างไปจากเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์อย่างเด่นชัด อย่างไรก็ตามจากตารางที่ 4.3 ซึ่งแสดงถึงอุณหภูมิการหลอมเหลวผลึก (melting temperature, T_m) และความเป็นผลึก (crystallinity) ภายในเส้นใย จะเห็นว่าเมื่อปริมาณแกรฟีนเพิ่มขึ้นไม่ส่งผลกระทบต่ออุณหภูมิการหลอมเหลวผลึกของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนต แต่ในส่วนของความเป็นผลึกนั้นพบว่าที่ปริมาณการเติมแกรฟีน 0.3 phr ตัวอย่างมีปริมาณผลึกมากที่สุดซึ่งสอดคล้องกับค่าความทนแรงดึงของเส้นใยที่มีค่าสูงที่สุด อย่างไรก็ตามจะเห็นว่าเมื่อปริมาณแกรฟีนสูงขึ้นก็ยังคงมีปริมาณผลึกที่มากกว่าเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตบริสุทธิ์ แต่ความทนแรงดึงกลับมีค่าที่ต่ำลงทั้งนี้อาจเนื่องจากการจับกลุ่มรวมกันของอนุภาคแกรฟีนเมื่อปริมาณอนุภาคในเส้นใยเพิ่มมากขึ้นกลายเป็นจุดบกพร่องภายในเส้นใย

ตารางที่ 4.3 อุณหภูมิหลอมเหลวผลึกและปริมาณผลึกของเส้นใยคอมพอสิต

| Sample | Tg (°C) | Tcc (°C) | Tm (°C) | Tc (°C) | %crystallinity |
|----------|---------|----------|---------|---------|----------------|
| Neat PBS | - | - | 113.0 | 89.7 | 60.7 |
| PBS 0.3 | - | - | 114.0 | 90.9 | 74.8 |
| PBS 0.6 | - | - | 114.1 | 91.0 | 56.6 |
| PBS 0.9 | - | - | 114.0 | 91.3 | 64.3 |
| PBS 1.2 | - | - | 114.1 | 89.3 | 59.2 |
| PBS 1.5 | - | - | 114.4 | 90.7 | 67.5 |
| Neat PLA | 60.8 | 91.4 | 174.2 | 111.3 | 24.9 |
| PLA 0.3 | 60.6 | 91.5 | 173.7 | 116.2 | 25.7 |
| PLA 0.6 | 60.8 | 91.5 | 174.0 | 112.9 | 32.8 |
| PLA 0.9 | 60.67 | 92.3 | 173.7 | 112.7 | 28.5 |
| PLA 1.2 | 60.6 | 93.1 | 174.3 | 112.3 | 34.0 |
| PLA 1.5 | 60.4 | 92.2 | 174.3 | 112.8 | 35.7 |

จากรูปที่ 4-10 แสดงพฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรฟีนที่ปริมาณต่าง ๆ พบว่าช่วงอุณหภูมิกลาสทรานซิชัน (Tg) ปรากฏพฤติกรรมการคลายตัวของสายโซ่โมเลกุล (Molecular relaxation) และที่อุณหภูมิสูงขึ้นมาเล็กน้อยปรากฏพฤติกรรมการเกิดผลึกก่อนเกิดการหลอมผลึกหรือ cold crystallization (Tcc) ซึ่งมีลักษณะใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Mezghani (34) อาจเกิดจากในขณะที่ขึ้นรูปเป็นเส้นใยมีการหล่อเย็นอย่างรวดเร็วทำให้สายโซ่พอลิเมอร์ไม่มีเวลามากพอในการจัดเรียงตัวเป็นผลึกที่สมบูรณ์ทำให้มีบางบริเวณเกิดการจัดเรียงตัวอย่างไม่สมบูรณ์หรือในระหว่างการขึ้นรูปมีความเร็วในการม้วนเก็บที่น้อยเกินไปทำให้สายโซ่ไม่เกิดการจัดเรียงตัวที่มากพอ ทำให้เวลาเมื่อเราให้ความร้อนไปมากพอ สายโซ่จะเกิดการคลายตัวในส่วนที่ไม่เป็นระเบียบและเกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกเพิ่มขึ้นในบริเวณที่เป็นผลึกที่ไม่สมบูรณ์



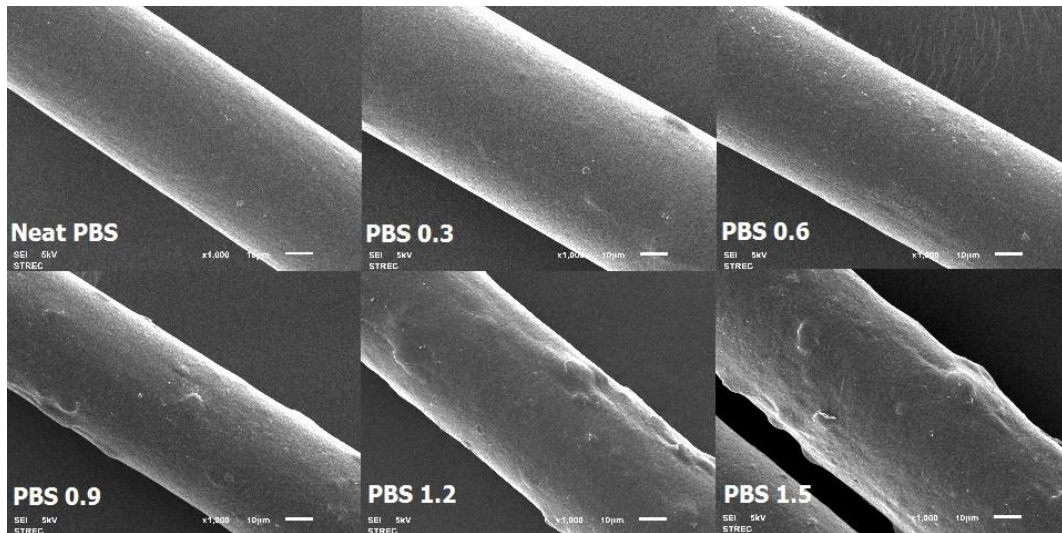
รูปที่ 4-10 พฤติกรรมทางความร้อนของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรฟีนที่ปริมาณต่าง ๆ

จากตารางที่ 4.3 จะเห็นว่าปริมาณแกรฟีนที่เพิ่มขึ้นนั้นไม่ส่งผลต่ออุณหภูมิการหลอมเหลวผลึกหรืออุณหภูมิกลาสทรานซิชันของเส้นใย ในส่วนของปริมาณผลึกจะเห็นว่าปริมาณแกรฟีนที่สูงขึ้นมีแนวโน้มที่ให้ปริมาณผลึกเพิ่มขึ้น แต่ทั้งนี้ก็ต้องพิจารณาถึงปัจจัยอื่น เช่น อัตราการดึงยึดหรืออัตราเร็วของการม้วนเก็บของเส้นใยขณะขึ้นรูป การกระจายตัวของอนุภาคภายในเส้นใย เป็นต้น ซึ่งจะเห็นได้ว่าที่ปริมาณแกรฟีน 1.2 phr ที่มีค่าความทนแรงดึงสูงที่สุดนั้น มีปริมาณผลึกที่สูงกว่าเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดบริสุทธิ์ ซึ่งความทนแรงดึงของเส้นใยโดยทั่วไปนั้นจะขึ้นอยู่กับปริมาณของผลึกภายในเส้นใย แต่จะพบว่าบางสัดส่วนมีปริมาณผลึกที่สูงแต่ความทนแรงดึงไม่สูงขึ้น ทั้งนี้อาจเนื่องจากลักษณะการกระจายตัวของอนุภาคหรือเกิดจับกลุ่มรวมกันของแกรฟีนภายในเส้นใยกลายเป็นจุดบกพร่องภายในชิ้นงาน ทำให้ความทนแรงดึงต่ำกว่าที่ควรจะเป็น

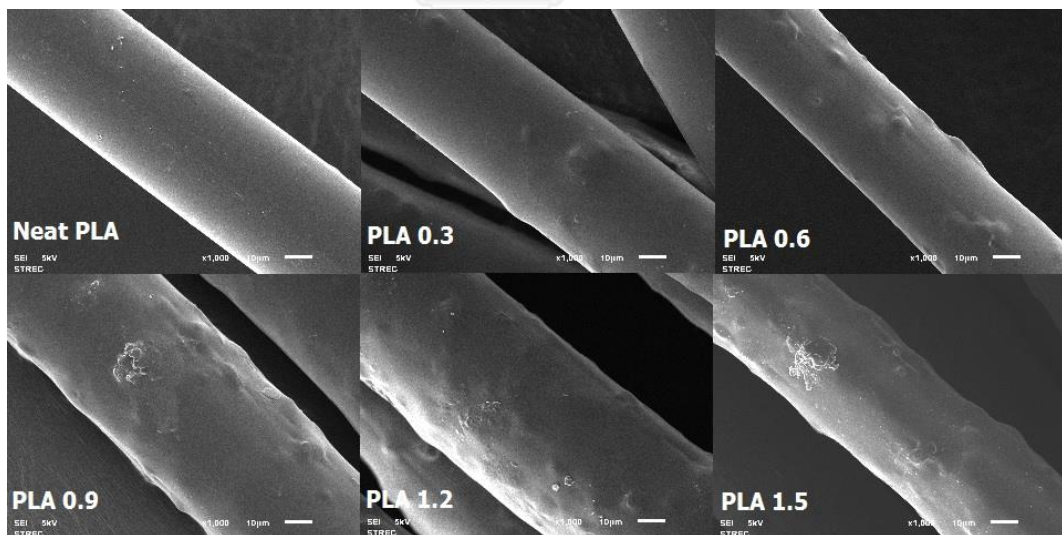
4.2.3 สัณฐานวิทยา

รูปที่ 4-11 และ 4-12 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดหรือ SEM บริเวณพื้นผิวของเส้นใยคอมพอสิตของพอลิบีวทิลีนซึกซิเนตผสมกับอนุภาคแกรฟีนและพอลิแล็กติกแอซิดผสมอนุภาคแกรฟีนในอัตราส่วนต่าง ๆ พบว่าเมื่อปริมาณของ

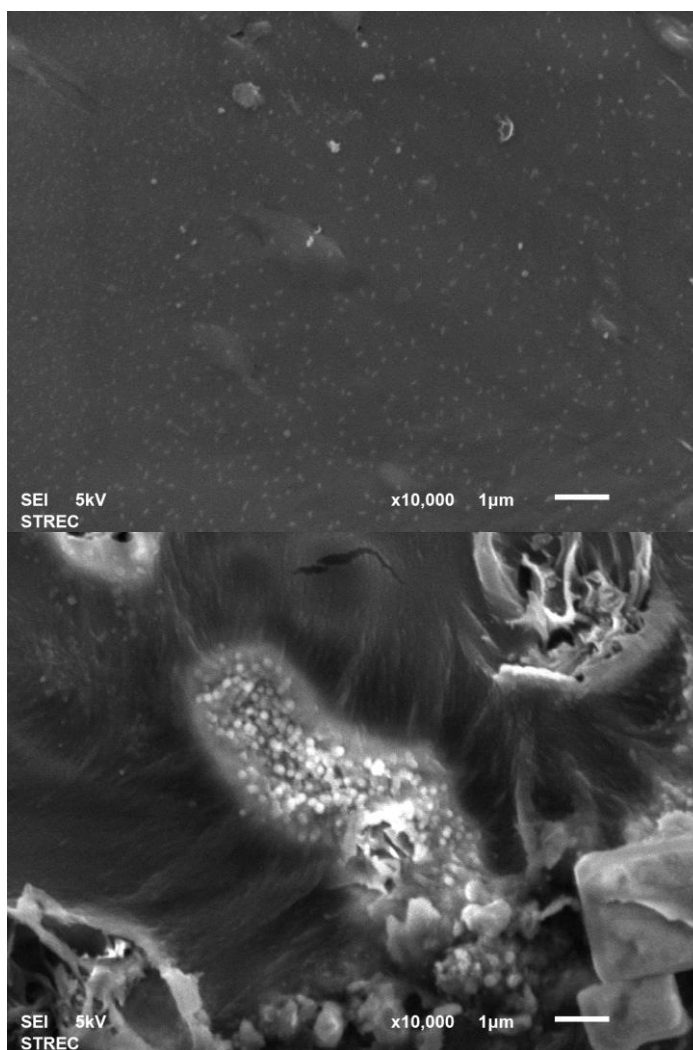
แกรฟีนเพิ่มขึ้นพื้นผิวของเส้นใยจะมีความขรุขระมากขึ้น ซึ่งบริเวณที่ขรุขระนั้นแสดงให้เห็นอย่างเด่นชัดถึงการจับกลุ่มรวมกันของอนุภาคแกรฟีน เป็นผลมาจากพื้นที่ผิวที่เพิ่มมากขึ้น เมื่อปริมาณแกรฟีนเพิ่มขึ้น (32) ดังจะสังเกตได้จากรูปที่ 4-13 ด้านล่าง



รูปที่ 4-11 ภาพถ่าย SEM บริเวณพื้นผิวของเส้นใยพอลิแลคติกแอซิดผสมกับอนุภาคแกรฟีน



รูปที่ 4-12 ภาพถ่าย SEM บริเวณพื้นผิวของเส้นใยพอลิแลคติกแอซิดผสมกับอนุภาคแกรฟีน



รูปที่ 4-13 ภาพถ่าย SEM บริเวณภาคตัดขวางของเส้นใยพอลิบูทิลีนซัคซิเนต (บน) และเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด (ล่าง) ที่ปริมาณแกรฟีน 1.5 phr

และจากภาพถ่าย SEM บริเวณภาคตัดขวางของเส้นใยพอลิบูทิลีนซัคซิเนต (รูปที่ 4-13 ด้านบน) ยังสอดคล้องกับสมมติฐานที่ว่า อนุภาคแกรฟีนมีส่วนช่วยส่งเสริมให้เส้นใยพอลิบูทิลีนซัคซิเนตมีการยึดตัวที่ตีมากขึ้น ดังจะเห็นได้จากอนุภาคของแกรฟีนที่มีลักษณะเป็นแผ่นขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ภายในเนื้อของพอลิบูทิลีนซัคซิเนตในแนวตั้งฉากกับภาคตัดขวางหรือแนวตามความยาวของเส้นใยและจากภาพยังแสดงถึงการมีแรงดึงดูดที่ดีระหว่างพอลิเมอร์เมทริกซ์และอนุภาคแกรฟีนที่ดี ซึ่งจะช่วยส่งเสริมให้เส้นใยมีความสามารถในการยึดตัวที่สูงมากขึ้น

4.2.4 การวิเคราะห์ความสามารถในการนำไฟฟ้าของเส้นใยคอมพอสิต

ตารางที่ 4.4 ความต้านทานไฟฟ้าของเส้นใยคอมพอสิตทั้ง 2 ชนิดที่เกรฟีนปริมาณที่ต่างกัน

| | ค่าความต้านทานไฟฟ้าของเส้นใยคอมพอสิต (โอห์ม × 10 ¹¹) | | | | | |
|--------------------|--|------|------|------|------|------|
| ปริมาณเกรฟีน (phr) | 0 | 0.3 | 0.6 | 0.9 | 1.2 | 1.5 |
| PBS | 5.78 | 5.77 | 5.69 | 5.11 | 4.62 | 3.42 |
| PLA | 6.25 | 6.10 | 5.86 | 5.64 | 4.69 | 3.22 |

จากตารางที่ 4.4 แสดงค่าความต้านทานการนำไฟฟ้าของเส้นใยคอมพอสิตทั้ง 2 ชนิดที่ปริมาณเกรฟีนแตกต่างกัน พบว่าเมื่อปริมาณเกรฟีนที่เพิ่มขึ้นทำให้เส้นใยคอมพอสิตมีแนวโน้มในการนำไฟฟ้าที่ดีขึ้น เนื่องจากอนุภาคเกรฟีนมีโครงสร้างทางเคมีที่พันธะคู่ของอะตอมคาร์บอนที่เรียงตัวสลับกันซึ่งทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ให้เกิดการนำไฟฟ้า (35) แต่อย่างไรก็ตามจะเห็นว่าค่าความต้านทานนำไฟฟ้าที่ลดลงนั้นลดลงเพียงเล็กน้อยมาก ซึ่งอาจเนื่องมาจากอนุภาคเกรฟีนในเส้นใยนั้นยังมีปริมาณไม่มากพอที่จะช่วยเพิ่มความสามารถในการนำไฟฟ้าให้กับเส้นใย ส่งผลให้ขาดความต่อเนื่องในการเคลื่อนของอิเล็กตรอนบริเวณอนุภาคเกรฟีน เนื่องจากถูกกีดกันด้วยพอลิเมอร์ซึ่งมีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้า จึงทำให้อิเล็กตรอนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระจึงทำให้ความสามารถในการนำไฟฟ้าของเส้นใยไม่ดีขึ้นอย่างที่ควร (36)

4.2.5 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยคอมพอสิตภายใต้บรรยากาศออกซิเจน

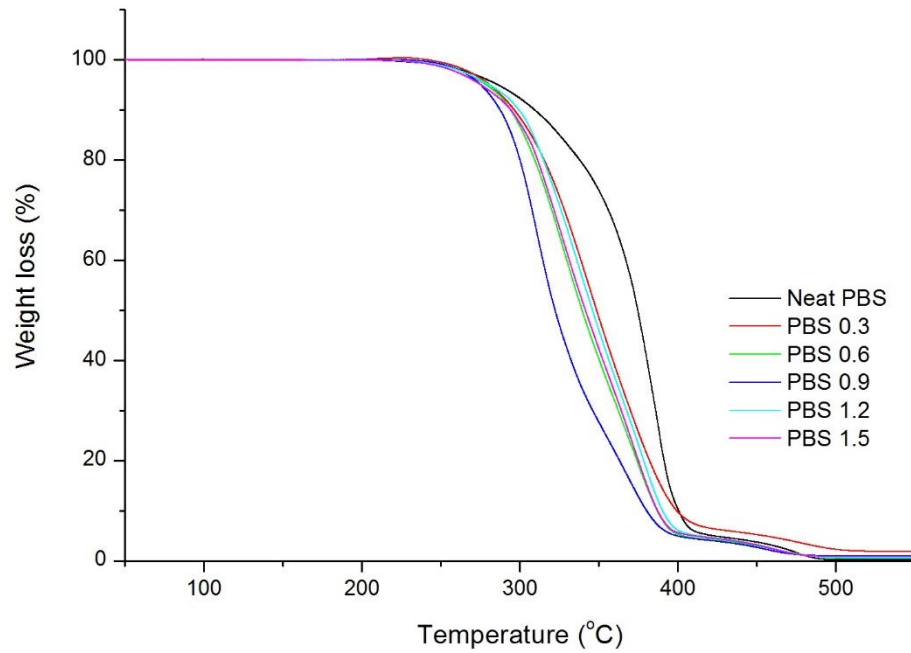
ในการศึกษาการสลายตัวของเส้นใยคอมพอสิตที่เร่งเสริมด้วยอนุภาคเกรฟีนของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซึกซิเนตและเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด จากตารางที่ 4.5 แสดงอุณหภูมิการสลายตัวสูงสุดของเส้นใยคอมพอสิตทั้งสองชนิดที่เสริมแรงด้วยอนุภาคเกรฟีนที่ปริมาณต่าง ๆ พบว่าเส้นใยคอมพอสิตทั้งสองชนิดมีแนวโน้มอุณหภูมิการสลายตัวลงเมื่อปริมาณเกรฟีนเพิ่มขึ้น เนื่องจากอนุภาคเกรฟีนมีสมบัติความสามารถในการนำความร้อนที่ดี ดังนั้นเมื่อปริมาณเกรฟีนเพิ่มขึ้นจึงทำให้เส้นใยคอมพอสิตมีแนวโน้มการสลายตัวเนื่องจากความ

ร้อนที่รวดเร็วยิ่งขึ้น และเนื่องด้วยบรรยากาศในการทดสอบเป็นบรรยากาศที่มีออกซิเจนจึงส่งผลให้เกิดการสลายตัวเนื่องจากปฏิกิริยาออกซิเดชันกับออกซิเจนในอากาศได้ง่ายยิ่งขึ้น

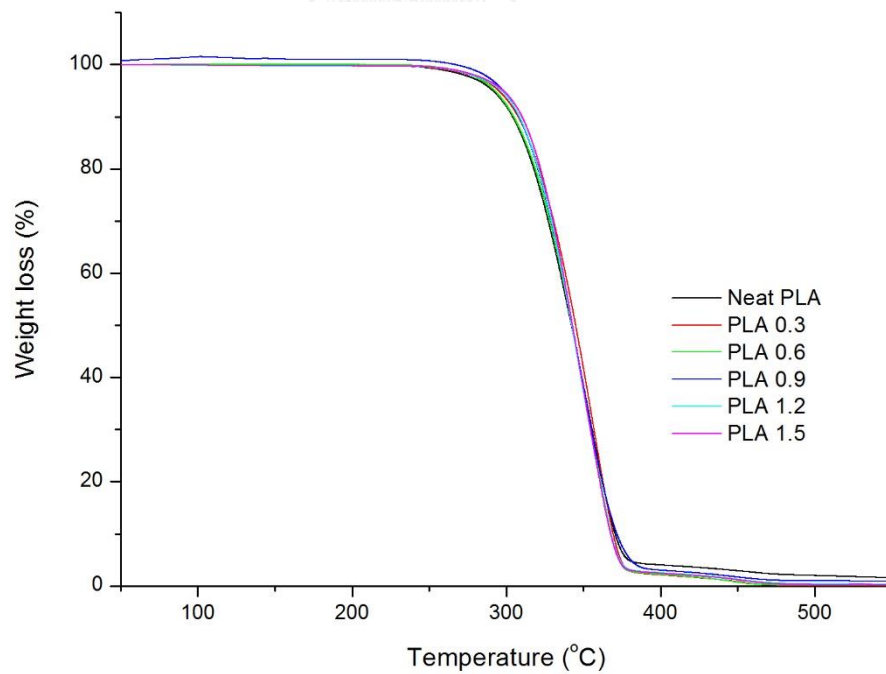
ตารางที่ 4.5 อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใยคอมพอสิต

| | อุณหภูมิการสลายตัว (°C) | | อุณหภูมิการสลายตัว (°C) |
|----------|-------------------------|----------|-------------------------|
| Neat PBS | 386.42 | Neat PLA | 354.52 |
| PBS 0.3 | 342.44 | PLA 0.3 | 356.49 |
| PBS 0.6 | 327.79 | PLA 0.6 | 354.29 |
| PBS 0.9 | 310.70 | PLA 0.9 | 349.15 |
| PBS 1.2 | 336.53 | PLA 1.2 | 347.79 |
| PBS 1.5 | 328.22 | PLA 1.5 | 348.16 |

จากกราฟการสลายตัวดังที่ได้แสดงอยู่ในรูป 4-14 และ 4-13 จะเห็นได้ว่าการสลายตัวของเส้นใยทั้งสองชนิดมีลักษณะการสลายตัวสองขั้น โดยในขั้นแรกเป็นการสลายตัวของพอลิเมอร์เมทริกซ์ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน จะเห็นได้ชัดว่าเส้นใยคอมพอสิตที่มีการเสริมแรงด้วยอนุภาคแกรไฟีนนั้นจะมีการสลายตัวที่เร็วขึ้นอย่างเห็นได้ชัด และในการสลายตัวขั้นที่สองนั้นเป็นการสลายตัวของแก้วและองค์ประกอบของคาร์บอน เนื่องจากบรรยากาศเป็นออกซิเจนทำให้องค์ประกอบเหล่านี้สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับออกซิเจนภายใต้ความร้อนได้ จึงทำให้เกิดการสลายตัวจึงไม่ปรากฏมีองค์ประกอบของคาร์บอนเหลืออยู่



รูปที่ 4-14 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนเส้นใยคอมพอสิตของพอลิบิวทีลีนซัคซิเนต เสริมแรงด้วยอนุภาคแกรฟีนที่ปริมาณต่าง ๆ



รูปที่ 4-15 เทอร์โมแกรมการสลายตัวทางความร้อนเส้นใยคอมพอสิตของพอลิแล็กติกแอซิดเสริมแรงด้วยอนุภาคแกรฟีนที่ปริมาณต่าง ๆ

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อเตรียมเส้นใยคอมพอสิตจากพลาสติกชีวภาพสองชนิด ได้แก่ พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต และพอลิแล็กติกแอซิด โดยใช้อนุภาคแกรฟีนเป็นตัวเติมเสริมแรง แกรฟีนที่นำมาใช้นี้ได้ทำการเตรียมขึ้นเองในห้องปฏิบัติการจากผงแกรไฟต์ โดยใช้วิธีของฮัมเมอร์ตัดแปลงรวมทั้งใช้ตัวรีดิวซ์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมได้แก่กรดแอสคอร์บิก แล้วจึงนำแกรฟีนที่ได้มาเตรียมเป็นมาสเตอร์แบตช์โดยใช้เทคนิคการตกตะกอนร่วม ก่อนนำไปผสมกับพลาสติกชีวภาพทั้งสองที่อัตราส่วนที่กำหนด แล้วนำไปฉีดขึ้นรูปเป็นเส้นใยด้วยวิธีปั่นหลอมเหลว

ผลของการเติมแกรฟีนลงในพลาสติกชีวภาพทั้งสองชนิดต่อสมบัติของเส้นใยมีความคล้ายคลึงกัน กล่าวคือ เมื่อปริมาณของแกรฟีนในเส้นใยคอมพอสิตมากขึ้นเส้นใยมีสมบัติด้านแรงดึงที่ดีขึ้น เพราะแกรฟีนมีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นตัวเติมเสริมแรงที่ดี แต่เมื่อปริมาณมากขึ้นถึงระดับหนึ่งสมบัติด้านแรงดึงจะเริ่มลดต่ำลงเนื่องมาจากการจับตัวรวมกันของอนุภาคแกรฟีน ซึ่งสามารถสังเกตได้จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ส่วนพฤติกรรมทางความร้อนไม่มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญ ในขณะที่มีความต้านทานการนำไฟฟ้าจะค่อย ๆ ลดลงเมื่อปริมาณของแกรฟีนในเส้นใยคอมพอสิตมากขึ้น

ผลการทดสอบสมบัติของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตคอมพอสิตที่มีการเติมอนุภาคแกรฟีนปริมาณ 0.3 0.6 0.9 1.2 และ 1.5 phr พบว่าที่ปริมาณแกรฟีน 0.3 phr เส้นใยที่ได้มีสมบัติที่เหมาะสม คือ มีความทนแรงดึงสูง มีความยืดตัวสูงสุด ณ จุดขาดที่ดี และเมื่อเติมอนุภาคแกรฟีนที่ปริมาณ 0.3 0.6 0.9 1.2 และ 1.5 phr เพื่อช่วยในการเสริมแรงให้กับเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด พบว่า ปริมาณ 1.2 phr เป็นปริมาณที่เหมาะสมในการช่วยเสริมแรงให้กับเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิด

จากผลการทดลองสามารถสรุปได้ว่าพลาสติกชีวภาพทั้งสองชนิดสามารถนำมาผลิตเป็นเส้นใยคอมพอสิตกับอนุภาคแกรฟีนได้ โดยมีความแข็งแรงเทียบเคียงหรือดีกว่าเส้นใยที่ไม่ได้เติมแกรฟีน อย่างไรก็ตามสมบัติด้านการนำไฟฟ้ามิได้เพิ่มมากเท่าที่คาดไว้ แต่ก็อาจนำมาประยุกต์กับงานที่ต้องการความสามารถในการต้านไฟฟ้าสถิต

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 5.2.1 ศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมเส้นใยคอมพอสิตเสริมแรงด้วยแกรฟีนมีความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ดีขึ้น
- 5.2.2 ศึกษาผลของการดัดยัดเส้นใยคอมพอสิตต่อสมบัติต่างๆ ที่มีการเสริมแรงด้วยอนุภาคแกรฟีน
- 5.2.3 ศึกษาความเป็นไปได้ในการเตรียมเส้นใยคอมพอสิตเสริมแรงด้วยแกรฟีนในการต้านเชื้อแบคทีเรีย



รายการอ้างอิง

1. Hummers WS, Offeman RE. Preparation of Graphitic Oxide. Journal of the American Chemical Society. 1958;80(6):1339-.
2. นางอุณงค์ ชงศิลา. Bioplastic 2010. Available from: http://www.npc-se.co.th/npc_date/npc_previews.asp?id_head=11&id_sub=36&id=429.
3. Plastic and Safety: PTT Polymer Marketing Company Limited.; 2010. 7 p.
4. Clara Delhomme DW-BaFEK. Succinic acid from renewable resources as a C4 building-block chemical—a review of the catalytic possibilities in aqueous media2009; 11:[13-26 pp.]. Available from: <http://pubs.rsc.org/en/Content/ArticleHtml/2009/GC/b810684c>.
5. พลาสติกย่อยสลายได้ทางชีวภาพ2013. Available from: <http://siweb.dss.go.th/repack/fulltext/IR12.pdf> .
6. Yu L, Chen L. Polymeric Materials from Renewable Resources. Biodegradable Polymer Blends and Composites from Renewable Resources: John Wiley & Sons, Inc.; 2009. p. 1-15.
7. Madhavan Nampoothiri K, Nair NR, John RP. An overview of the recent developments in polylactide (PLA) research. Bioresource Technology. 2010;101(22):8493-501.
8. Ren J. Lactic Acid. Biodegradable Poly(Lactic Acid): Synthesis, Modification, Processing and Applications. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2010. p. 4-14.
9. Gupta AP, Kumar V. New emerging trends in synthetic biodegradable polymers – Polylactide: A critique. European Polymer Journal. 2007;43(10):4053-74.
10. Astrid Juliana Rincon Lasprilla GARM, Betânia Hoss Lunelli, Jaiver Efren Jaimes Figueroa, A. L. Jardini and Rubens Maciel Filho. Synthesis and Characterization of Poly (Lactic Acid) for Use in Biomedical Field2011.
11. Avérous L. Chapter 21 - Polylactic Acid: Synthesis, Properties and Applications A2 - Belgacem, Mohamed Naceur. In: Gandini A, editor. Monomers, Polymers

- and Composites from Renewable Resources. Amsterdam: Elsevier; 2008. p. 433-50.
12. Jiang L, Zhang J. 9 - Biodegradable and Biobased Polymers A2 - Kutz, Myer. Applied Plastics Engineering Handbook. Oxford: William Andrew Publishing; 2011. p. 145-58.
 13. Application of Graphene in Modern Electronics [Internet]. 1956. Available from: <http://www.slideshare.net/cscckg/application-of-graphene-in-electronics>.
 14. Kim H, Abdala AA, Macosko CW. Graphene/Polymer Nanocomposites. Macromolecules. 2010;43(16):6515-30.
 15. Castro Neto AH, Guinea F, Peres NMR, Novoselov KS, Geim AK. The electronic properties of graphene. Reviews of Modern Physics. 2009;81(1):109-62.
 16. วิมลรัตน์ ศรีจรัสสิน. เทคโนโลยีสิ่งทอเบื้องต้น: บริษัท คราฟแมนเพรส จำกัด; 2007. 1-2 p.
 17. Fongchaiya R. สมบัติของเส้นใย (Fiber). Available from: <https://www.scribd.com/doc/61426660/%E0%B8%AA%E0%B8%A1%E0%B8%9A%E0%B8%B1%E0%B8%95%E0%B8%B4%E0%B8%82%E0%B8%AD%E0%B8%87%E0%B9%80%E0%B8%AA-%E0%B8%99%E0%B9%83%E0%B8%A2-Fiber>.
 18. ความรู้และเทคโนโลยีสิ่งทอ 2004. Available from: http://www2.mtec.or.th/th/research/textile/textile_sci.html.
 19. Lancashire RJ. Chemistry of Garments: Synthetic (man-made) Fibres 2011. Available from: http://wwwchem.uwimona.edu.jm/courses/CHEM2402/Textiles/Synthetic_Fibres.html.
 20. Lee S-H, Park S-M, Kim Y. Effect of the concentration of sodium acetate (SA) on crosslinking of chitosan fiber by epichlorohydrin (ECH) in a wet spinning system. Carbohydrate Polymers. 2007;70(1):53-60.
 21. Melt spinning 2016. Available from: <http://www.tikp.co.uk/knowledge/technology/fibre-and-filament-production/melt-spinning/>.
 22. Wang X, Yang H, Song L, Hu Y, Xing W, Lu H. Morphology, mechanical and thermal properties of graphene-reinforced poly(butylene succinate) nanocomposites. Composites Science and Technology. 2011;72(1):1-6.

23. Zhang X, Li K, Li H, Lu J, Fu Q, Chu Y. Graphene nanosheets synthesis via chemical reduction of graphene oxide using sodium acetate trihydrate solution. *Synthetic Metals*. 2014;193:132-8.
24. Song P, Cao Z, Cai Y, Zhao L, Fang Z, Fu S. Fabrication of exfoliated graphene-based polypropylene nanocomposites with enhanced mechanical and thermal properties. *Polymer*. 2011;52(18):4001-10.
25. Vallés C, Kinloch IA, Young RJ, Wilson NR, Rourke JP. Graphene oxide and base-washed graphene oxide as reinforcements in PMMA nanocomposites. *Composites Science and Technology*. 2013;88:158-64.
26. Sangermano M, Marchi S, Valentini L, Bon SB, Fabbri P. Transparent and Conductive Graphene Oxide/Poly(ethylene glycol) diacrylate Coatings Obtained by Photopolymerization. *Macromolecular Materials and Engineering*. 2011;296(5):401-7.
27. Liang J-Z, Zhong L. Elongational properties of low density polyethylene using melt spinning technique. *Polymer Testing*. 2010;29(8):972-6.
28. Sulong AB, Park J, Azhari CH, Jusoff K. Process optimization of melt spinning and mechanical strength enhancement of functionalized multi-walled carbon nanotubes reinforcing polyethylene fibers. *Composites Part B: Engineering*. 2011;42(1):11-7.
29. Choi E-Y, Han TH, Hong J, Kim JE, Lee SH, Kim HW, et al. Noncovalent functionalization of graphene with end-functional polymers. *Journal of Materials Chemistry*. 2010;20(10):1907-12.
30. Zhang J, Yang H, Shen G, Cheng P, Zhang J, Guo S. Reduction of graphene oxide via L-ascorbic acid. *Chemical communications*. 2010;46(7):1112-4.
31. Chang J-H, Kim SJ, Joo YL, Im S. Poly(ethylene terephthalate) nanocomposites by in situ interlayer polymerization: the thermo-mechanical properties and morphology of the hybrid fibers. *Polymer*. 2004;45(3):919-26.
32. Geng Y, Wang SJ, Kim JK. Preparation of graphite nanoplatelets and graphene sheets. *Journal of colloid and interface science*. 2009;336(2):592-8.

33. Hu K, Kulkarni DD, Choi I, Tsukruk VV. Graphene-polymer nanocomposites for structural and functional applications. *Progress in Polymer Science*. 2014;39(11):1934-72.
34. Mezghani K, Spruiell JE. High speed melt spinning of poly(L-lactic acid) filaments. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*. 1998;36(6):1005-12.
35. Fuente JdL. electrical properties 2016. Available from: <http://www.graphenea.com/pages/graphene-properties#.V3JCVb4pp34>.
36. Ji X, Xu Y, Zhang W, Cui L, Liu J. Review of functionalization, structure and properties of graphene/polymer composite fibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2016;87:29-45.





ภาคผนวก ก.

สมบัติเชิงกลด้านการต้านทานแรงดึง

ตารางที่ ก- 1 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิবিวิทิลีนซ้กซีเนตปริสุทธิ์

| ตัวอย่าง | Tensile strength (MPa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.002110 | 283 |
| 2 | 0.002380 | 414 |
| 3 | 0.002620 | 415 |
| 4 | 0.002030 | 304 |
| 5 | 0.002670 | 279 |
| 6 | 0.002630 | 265 |
| 7 | 0.002550 | 300 |
| 8 | 0.002930 | 419 |
| 9 | 0.003020 | 489 |
| 10 | 0.002580 | 316 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.002552 | 348 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000314 | 78 |

ตารางที่ ก- 2 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิবিทิลีนซ้กซึเนตผสมแกรฟีน 0.3 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.002800 | 347 |
| 2 | 0.003570 | 503 |
| 3 | 0.003100 | 507 |
| 4 | 0.002900 | 534 |
| 5 | 0.002400 | 334 |
| 6 | 0.002970 | 387 |
| 7 | 0.002960 | 479 |
| 8 | 0.002970 | 404 |
| 9 | 0.002550 | 474 |
| 10 | 0.003010 | 523 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.002923 | 449 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000315 | 75 |

ตารางที่ ก- 3 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิবিทิลีนซ้กซึเนตผสมแกรฟีน 0.6 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.002120 | 349 |
| 2 | 0.002030 | 467 |
| 3 | 0.002750 | 383 |
| 4 | 0.002490 | 413 |
| 5 | 0.002570 | 370 |
| 6 | 0.002410 | 392 |
| 7 | 0.002880 | 518 |
| 8 | 0.002840 | 429 |
| 9 | 0.002550 | 400 |
| 10 | 0.002620 | 408 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.002526 | 413 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000281 | 49 |

ตารางที่ ก- 4 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผสมแกรฟีน 0.9 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.001940 | 368 |
| 2 | 0.002100 | 455 |
| 3 | 0.001950 | 431 |
| 4 | 0.002280 | 521 |
| 5 | 0.002040 | 437 |
| 6 | 0.002210 | 423 |
| 7 | 0.002080 | 437 |
| 8 | 0.002070 | 447 |
| 9 | 0.002180 | 456 |
| 10 | 0.002270 | 473 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.002112 | 445 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000121 | 39 |

ตารางที่ ก- 5 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผสมแกรฟีน 1.2 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.001950 | 456 |
| 2 | 0.001760 | 452 |
| 3 | 0.002170 | 549 |
| 4 | 0.001870 | 506 |
| 5 | 0.002000 | 572 |
| 6 | 0.001760 | 475 |
| 7 | 0.002160 | 496 |
| 8 | 0.002200 | 557 |
| 9 | 0.001870 | 540 |
| 10 | 0.001990 | 488 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.001973 | 509 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000163 | 43 |

ตารางที่ ก- 6 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิบิวทิลีนซึกซิเนตผสมแกรฟีน 1.5 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.002100 | 534 |
| 2 | 0.002250 | 638 |
| 3 | 0.002080 | 569 |
| 4 | 0.002100 | 583 |
| 5 | 0.001810 | 531 |
| 6 | 0.002300 | 627 |
| 7 | 0.001980 | 634 |
| 8 | 0.002150 | 566 |
| 9 | 0.001990 | 602 |
| 10 | 0.001950 | 542 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.002071 | 583 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000145 | 41 |

ตารางที่ ก- 7 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดบริสุทธิ์

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.001220 | 3.0 |
| 2 | 0.001250 | 3.0 |
| 3 | 0.001110 | 3.0 |
| 4 | 0.001350 | 3.0 |
| 5 | 0.001300 | 3.0 |
| 6 | 0.001430 | 4.0 |
| 7 | 0.001370 | 3.0 |
| 8 | 0.001333 | 3.0 |
| 9 | 0.001380 | 3.0 |
| 10 | 0.001360 | 4.0 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.00131 | 3.2 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000094 | 0.4 |

ตารางที่ ก- 8 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรฟีน 0.3 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.001540 | 3.0 |
| 2 | 0.000950 | 2.0 |
| 3 | 0.001290 | 3.0 |
| 4 | 0.001160 | 3.0 |
| 5 | 0.000790 | 3.0 |
| 6 | 0.001190 | 2.0 |
| 7 | 0.001070 | 2.0 |
| 8 | 0.000790 | 2.0 |
| 9 | 0.000980 | 2.0 |
| 10 | 0.001470 | 3.0 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.001123 | 2.5 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000259 | 0.5 |

ตารางที่ ก- 9 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรฟีน 0.6 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.001230 | 3.0 |
| 2 | 0.001570 | 3.0 |
| 3 | 0.001450 | 3.0 |
| 4 | 0.001220 | 2.0 |
| 5 | 0.001060 | 2.0 |
| 6 | 0.001450 | 2.0 |
| 7 | 0.001670 | 3.0 |
| 8 | 0.001190 | 2.0 |
| 9 | 0.001170 | 2.0 |
| 10 | 0.001200 | 2.0 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.001321 | 2.4 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.0002 | 0.5 |

ตารางที่ ก- 10 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรไฟีน 0.9 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.001640 | 2.0 |
| 2 | 0.001510 | 2.0 |
| 3 | 0.001500 | 2.0 |
| 4 | 0.001760 | 2.0 |
| 5 | 0.002010 | 2.0 |
| 6 | 0.001240 | 2.0 |
| 7 | 0.001170 | 2.0 |
| 8 | 0.000910 | 2.0 |
| 9 | 0.001770 | 2.0 |
| 10 | 0.001610 | 2.0 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.001512 | 2.0 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000326 | 0.0 |

ตารางที่ ก- 11 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรไฟีน 1.2 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.002780 | 3.0 |
| 2 | 0.002370 | 3.0 |
| 3 | 0.002070 | 3.0 |
| 4 | 0.001690 | 3.0 |
| 5 | 0.001950 | 3.0 |
| 6 | 0.002130 | 3.0 |
| 7 | 0.001530 | 2.0 |
| 8 | 0.001080 | 2.0 |
| 9 | 0.002250 | 2.0 |
| 10 | 0.001430 | 2.0 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.001872 | 2.5 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000511 | 0.5 |

ตารางที่ ก- 12 สมบัติด้านทางแรงดึงของเส้นใยพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรไฟีน 1.5 phr

| ตัวอย่าง | Tensile strength (Mpa) | Elongation at break (%) |
|----------------------|------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.001500 | 2.0 |
| 2 | 0.001510 | 2.0 |
| 3 | 0.001510 | 2.0 |
| 4 | 0.001370 | 2.0 |
| 5 | 0.001120 | 1.0 |
| 6 | 0.001480 | 2.0 |
| 7 | 0.001180 | 1.0 |
| 8 | 0.001010 | 1.0 |
| 9 | 0.001490 | 2.0 |
| 10 | 0.001430 | 2.0 |
| ค่าเฉลี่ย | 0.001360 | 1.7 |
| ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน | 0.000187 | 0.5 |

การวิเคราะห์ผลการทดสอบความทนแรงดึงของเส้นใยคอมพอสิตด้วยวิธีการทางสถิติ

ONEWAY VAR00002 BY VAR00001

/MISSING ANALYSIS

/POSTHOC=LSD ALPHA(0.05).

Oneway

Notes

| | | |
|------------------------|--------------------------------|--|
| Output Created | | 28-JUN-2016 13:45:39 |
| Comments | | |
| Input | Active Dataset | DataSet0 |
| | Filter | <none> |
| | Weight | <none> |
| | Split File | <none> |
| | N of Rows in Working Data File | 60 |
| Missing Value Handling | Definition of Missing | User-defined missing values are treated as missing. |
| | Cases Used | Statistics for each analysis are based on cases with no missing data for any variable in the analysis. |
| Syntax | | ONEWAY VAR00002 BY VAR00001 /MISSING ANALYSIS /POSTHOC=LSD ALPHA(0.05). |
| Resources | Processor Time | 00:00:00.05 |
| | Elapsed Time | 00:00:00.05 |

[DataSet0]

ANOVA

VAR00002

| | Sum of Squares | df | Mean Square | F | Sig. |
|----------------|----------------|----|-------------|--------|------|
| Between Groups | .000 | 5 | .000 | 23.962 | .000 |
| Within Groups | .000 | 54 | .000 | | |
| Total | .000 | 59 | | | |

Post Hoc Tests



Multiple Comparisons

Dependent Variable: VAR00002

LSD

| (I) VAR00001 | (J) VAR00001 | Mean Difference (I-J) | Std. Error | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|--------------|--------------|-----------------------|------------|------|-------------------------|-------------|
| | | | | | Lower Bound | Upper Bound |
| 1 | 2 | -.000371000* | .000106243 | .001 | -.00058401 | -.00015799 |
| | 3 | .000026000 | .000106243 | .808 | -.00018701 | .00023901 |
| | 4 | .000440000* | .000106243 | .000 | .00022699 | .00065301 |
| | 5 | .000579000* | .000106243 | .000 | .00036599 | .00079201 |
| | 6 | .000481000* | .000106243 | .000 | .00026799 | .00069401 |
| 2 | 1 | .000371000* | .000106243 | .001 | .00015799 | .00058401 |
| | 3 | .000397000* | .000106243 | .000 | .00018399 | .00061001 |
| | 4 | .000811000* | .000106243 | .000 | .00059799 | .00102401 |
| | 5 | .000950000* | .000106243 | .000 | .00073699 | .00116301 |
| | 6 | .000852000* | .000106243 | .000 | .00063899 | .00106501 |

| (I) VAR00001 | (J) VAR00001 | Mean Difference (I-J) | Std. Error | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|--------------|--------------|-----------------------|------------|------|-------------------------|-------------|
| | | | | | Lower Bound | Upper Bound |
| 3 | 1 | -.000026000 | .000106243 | .808 | -.00023901 | .00018701 |
| | 2 | -.000397000* | .000106243 | .000 | -.00061001 | -.00018399 |
| | 4 | .000414000* | .000106243 | .000 | .00020099 | .00062701 |
| | 5 | .000553000* | .000106243 | .000 | .00033999 | .00076601 |
| | 6 | .000455000* | .000106243 | .000 | .00024199 | .00066801 |
| 4 | 1 | -.000440000* | .000106243 | .000 | -.00065301 | -.00022699 |
| | 2 | -.000811000* | .000106243 | .000 | -.00102401 | -.00059799 |
| | 3 | -.000414000* | .000106243 | .000 | -.00062701 | -.00020099 |
| | 5 | .000139000 | .000106243 | .196 | -.00007401 | .00035201 |
| | 6 | .000041000 | .000106243 | .701 | -.00017201 | .00025401 |
| 5 | 1 | -.000579000* | .000106243 | .000 | -.00079201 | -.00036599 |
| | 2 | -.000950000* | .000106243 | .000 | -.00116301 | -.00073699 |
| | 3 | -.000553000* | .000106243 | .000 | -.00076601 | -.00033999 |
| | 4 | -.000139000 | .000106243 | .196 | -.00035201 | .00007401 |
| | 6 | -.000098000 | .000106243 | .360 | -.00031101 | .00011501 |
| 6 | 1 | -.000481000* | .000106243 | .000 | -.00069401 | -.00026799 |
| | 2 | -.000852000* | .000106243 | .000 | -.00106501 | -.00063899 |
| | 3 | -.000455000* | .000106243 | .000 | -.00066801 | -.00024199 |
| | 4 | -.000041000 | .000106243 | .701 | -.00025401 | .00017201 |
| | 5 | .000098000 | .000106243 | .360 | -.00011501 | .00031101 |

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

ONEWAY VAR00003 BY VAR00001

/MISSING ANALYSIS

/POSTHOC=LSD ALPHA(0.05).

Oneway

Notes

| | | |
|------------------------|--------------------------------|--|
| Output Created | | 28-JUN-2016 14:04:41 |
| Comments | | |
| Input | Active Dataset | DataSet0 |
| | Filter | <none> |
| | Weight | <none> |
| | Split File | <none> |
| | N of Rows in Working Data File | 60 |
| Missing Value Handling | Definition of Missing | User-defined missing values are treated as missing. |
| | Cases Used | Statistics for each analysis are based on cases with no missing data for any variable in the analysis. |
| Syntax | | ONEWAY VAR00003 BY VAR00001 /MISSING ANALYSIS /POSTHOC=LSD ALPHA(0.05). |
| Resources | Processor Time | 00:00:00.02 |
| | Elapsed Time | 00:00:00.05 |

ANOVA

VAR00003

| | Sum of Squares | df | Mean Square | F | Sig. |
|----------------|----------------|----|-------------|-------|------|
| Between Groups | .000 | 5 | .000 | 8.964 | .000 |
| Within Groups | .000 | 54 | .000 | | |
| Total | .000 | 59 | | | |

Post Hoc Tests



Multiple Comparisons

Dependent Variable: VAR00003

LSD

| (I) VAR00001 | (J) VAR00001 | Mean Difference (I-J) | Std. Error | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|--------------|--------------|-----------------------|------------|------|-------------------------|-------------|
| | | | | | Lower Bound | Upper Bound |
| 1 | 2 | .000187300 | .000130216 | .156 | -.00007377 | .00044837 |
| | 3 | -.000010700 | .000130216 | .935 | -.00027177 | .00025037 |
| | 4 | -.000201700 | .000130216 | .127 | -.00046277 | .00005937 |
| | 5 | -.000617700* | .000130216 | .000 | -.00087877 | -.00035663 |
| | 6 | -.000049700 | .000130216 | .704 | -.00031077 | .00021137 |
| 2 | 1 | -.000187300 | .000130216 | .156 | -.00044837 | .00007377 |
| | 3 | -.000198000 | .000130216 | .134 | -.00045907 | .00006307 |
| | 4 | -.000389000* | .000130216 | .004 | -.00065007 | -.00012793 |
| | 5 | -.000805000* | .000130216 | .000 | -.00106607 | -.00054393 |
| | 6 | -.000237000 | .000130216 | .074 | -.00049807 | .00002407 |

| (I) VAR00001 | (J) VAR00001 | Mean | Std. Error | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|--------------|--------------|------------------|------------|------|-------------------------|-------------|
| | | Difference (I-J) | | | Lower Bound | Upper Bound |
| 3 | 1 | .000010700 | .000130216 | .935 | -.00025037 | .00027177 |
| | 2 | .000198000 | .000130216 | .134 | -.00006307 | .00045907 |
| | 4 | -.000191000 | .000130216 | .148 | -.00045207 | .00007007 |
| | 5 | -.000607000* | .000130216 | .000 | -.00086807 | -.00034593 |
| | 6 | -.000039000 | .000130216 | .766 | -.00030007 | .00022207 |
| 4 | 1 | .000201700 | .000130216 | .127 | -.00005937 | .00046277 |
| | 2 | .000389000* | .000130216 | .004 | .00012793 | .00065007 |
| | 3 | .000191000 | .000130216 | .148 | -.00007007 | .00045207 |
| | 5 | -.000416000* | .000130216 | .002 | -.00067707 | -.00015493 |
| | 6 | .000152000 | .000130216 | .248 | -.00010907 | .00041307 |
| 5 | 1 | .000617700* | .000130216 | .000 | .00035663 | .00087877 |
| | 2 | .000805000* | .000130216 | .000 | .00054393 | .00106607 |
| | 3 | .000607000* | .000130216 | .000 | .00034593 | .00086807 |
| | 4 | .000416000* | .000130216 | .002 | .00015493 | .00067707 |
| | 6 | .000568000* | .000130216 | .000 | .00030693 | .00082907 |
| 6 | 1 | .000049700 | .000130216 | .704 | -.00021137 | .00031077 |
| | 2 | .000237000 | .000130216 | .074 | -.00002407 | .00049807 |
| | 3 | .000039000 | .000130216 | .766 | -.00022207 | .00030007 |
| | 4 | -.000152000 | .000130216 | .248 | -.00041307 | .00010907 |
| | 5 | -.000568000* | .000130216 | .000 | -.00082907 | -.00030693 |

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

ONEWAY VAR00002 BY VAR00001

/MISSING ANALYSIS

/POSTHOC=LSD ALPHA(0.05).

Oneway

Notes

| | | |
|------------------------|--------------------------------|--|
| Output Created | | 28-JUN-2016 13:56:22 |
| Comments | | |
| Input | Active Dataset | DataSet0 |
| | Filter | <none> |
| | Weight | <none> |
| | Split File | <none> |
| | N of Rows in Working Data File | 60 |
| Missing Value Handling | Definition of Missing | User-defined missing values are treated as missing. |
| | Cases Used | Statistics for each analysis are based on cases with no missing data for any variable in the analysis. |
| Syntax | | ONEWAY VAR00002 BY VAR00001 /MISSING ANALYSIS /POSTHOC=LSD ALPHA(0.05). |
| Resources | Processor Time | 00:00:00.03 |
| | Elapsed Time | 00:00:00.05 |

ANOVA

VAR00002

| | Sum of Squares | df | Mean Square | F | Sig. |
|----------------|----------------|----|-------------|--------|------|
| Between Groups | 324340.533 | 5 | 64868.107 | 20.370 | .000 |
| Within Groups | 171965.800 | 54 | 3184.552 | | |
| Total | 496306.333 | 59 | | | |

Post Hoc Tests



Multiple Comparisons

Dependent Variable: VAR00002

LSD

| (I) VAR00001 | (J) VAR00001 | Mean Difference (I-J) | Std. Error | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|--------------|--------------|-----------------------|--------------|------|-------------------------|---------------|
| | | | | | Lower Bound | Upper Bound |
| 1 | 2 | 100.80000000* | 25.237083238 | .000 | -151.39730548 | -50.20269452 |
| | 3 | 64.500000000* | 25.237083238 | .013 | -115.09730548 | -13.90269452 |
| | 4 | 96.400000000* | 25.237083238 | .000 | -146.99730548 | -45.80269452 |
| | 5 | 160.70000000* | 25.237083238 | .000 | -211.29730548 | -110.10269452 |
| | 6 | 234.20000000* | 25.237083238 | .000 | -284.79730548 | -183.60269452 |
| 2 | 1 | 100.80000000* | 25.237083238 | .000 | 50.20269452 | 151.39730548 |
| | 3 | 36.300000000 | 25.237083238 | .156 | -14.29730548 | 86.89730548 |
| | 4 | 4.400000000 | 25.237083238 | .862 | -46.19730548 | 54.99730548 |
| | 5 | 59.900000000* | 25.237083238 | .021 | -110.49730548 | -9.30269452 |
| | 6 | 133.40000000* | 25.237083238 | .000 | -183.99730548 | -82.80269452 |
| 3 | 1 | 64.500000000* | 25.237083238 | .013 | 13.90269452 | 115.09730548 |
| | 2 | -36.300000000 | 25.237083238 | .156 | -86.89730548 | 14.29730548 |
| | 4 | -31.900000000 | 25.237083238 | .212 | -82.49730548 | 18.69730548 |
| | 5 | 96.200000000* | 25.237083238 | .000 | -146.79730548 | -45.60269452 |
| | 6 | 169.70000000* | 25.237083238 | .000 | -220.29730548 | -119.10269452 |

| (I) VAR00001 | (J) VAR00001 | Mean | | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|--------------|--------------|------------------|--------------|------|-------------------------|--------------|
| | | Difference (I-J) | Std. Error | | Lower Bound | Upper Bound |
| 4 | 1 | 96.40000000* | 25.237083238 | .000 | 45.80269452 | 146.99730548 |
| | 2 | -4.400000000 | 25.237083238 | .862 | -54.99730548 | 46.19730548 |
| | 3 | 31.900000000 | 25.237083238 | .212 | -18.69730548 | 82.49730548 |
| | 5 | 64.30000000* | 25.237083238 | .014 | -114.89730548 | -13.70269452 |
| | 6 | 137.80000000* | 25.237083238 | .000 | -188.39730548 | -87.20269452 |
| 5 | 1 | 160.70000000* | 25.237083238 | .000 | 110.10269452 | 211.29730548 |
| | 2 | 59.90000000* | 25.237083238 | .021 | 9.30269452 | 110.49730548 |
| | 3 | 96.20000000* | 25.237083238 | .000 | 45.60269452 | 146.79730548 |
| | 4 | 64.30000000* | 25.237083238 | .014 | 13.70269452 | 114.89730548 |
| | 6 | 73.50000000* | 25.237083238 | .005 | -124.09730548 | -22.90269452 |
| 6 | 1 | 234.20000000* | 25.237083238 | .000 | 183.60269452 | 284.79730548 |
| | 2 | 133.40000000* | 25.237083238 | .000 | 82.80269452 | 183.99730548 |
| | 3 | 169.70000000* | 25.237083238 | .000 | 119.10269452 | 220.29730548 |
| | 4 | 137.80000000* | 25.237083238 | .000 | 87.20269452 | 188.39730548 |
| | 5 | 73.50000000* | 25.237083238 | .005 | 22.90269452 | 124.09730548 |

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

```

ONEWAY VAR00004 BY VAR00001
/MISSING ANALYSIS
/POSTHOC=LSD ALPHA(0.05) .

```

Oneway

Notes

| | | |
|------------------------|--------------------------------|--|
| Output Created | | 28-JUN-2016 14:09:43 |
| Comments | | |
| Input | Active Dataset | DataSet0 |
| | Filter | <none> |
| | Weight | <none> |
| | Split File | <none> |
| | N of Rows in Working Data File | 60 |
| Missing Value Handling | Definition of Missing | User-defined missing values are treated as missing. |
| | Cases Used | Statistics for each analysis are based on cases with no missing data for any variable in the analysis. |
| Syntax | | ONEWAY VAR00004 BY VAR00001 /MISSING ANALYSIS /POSTHOC=LSD ALPHA(0.05). |
| Resources | Processor Time | 00:00:00.02 |
| | Elapsed Time | 00:00:00.03 |

ANOVA

VAR00004

| | Sum of Squares | df | Mean Square | F | Sig. |
|----------------|----------------|----|-------------|--------|------|
| Between Groups | 13.400 | 5 | 2.680 | 13.156 | .000 |
| Within Groups | 11.000 | 54 | .204 | | |
| Total | 24.400 | 59 | | | |

Post Hoc Tests

Multiple Comparisons

Dependent Variable: VAR00004

LSD

| (I) | (J) | Mean Difference (I-J) | Std. Error | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|----------|-----|-----------------------|------------|------|-------------------------|-------------|
| | | | | | Lower Bound | Upper Bound |
| VAR00001 | 2 | .70000* | .20184 | .001 | .2953 | 1.1047 |
| | 3 | .80000* | .20184 | .000 | .3953 | 1.2047 |
| | 4 | 1.20000* | .20184 | .000 | .7953 | 1.6047 |
| | 5 | .60000* | .20184 | .004 | .1953 | 1.0047 |
| | 6 | 1.50000* | .20184 | .000 | 1.0953 | 1.9047 |
| 2 | 1 | -.70000* | .20184 | .001 | -1.1047 | -.2953 |
| | 3 | .10000 | .20184 | .622 | -.3047 | .5047 |
| | 4 | .50000* | .20184 | .016 | .0953 | .9047 |
| | 5 | -.10000 | .20184 | .622 | -.5047 | .3047 |
| | 6 | .80000* | .20184 | .000 | .3953 | 1.2047 |
| 3 | 1 | -.80000* | .20184 | .000 | -1.2047 | -.3953 |
| | 2 | -.10000 | .20184 | .622 | -.5047 | .3047 |
| | 4 | .40000 | .20184 | .053 | -.0047 | .8047 |
| | 5 | -.20000 | .20184 | .326 | -.6047 | .2047 |
| | 6 | .70000* | .20184 | .001 | .2953 | 1.1047 |
| 4 | 1 | -1.20000* | .20184 | .000 | -1.6047 | -.7953 |
| | 2 | -.50000* | .20184 | .016 | -.9047 | -.0953 |
| | 3 | -.40000 | .20184 | .053 | -.8047 | .0047 |
| | 5 | -.60000* | .20184 | .004 | -1.0047 | -.1953 |
| | 6 | .30000 | .20184 | .143 | -.1047 | .7047 |
| 5 | 1 | -.60000* | .20184 | .004 | -1.0047 | -.1953 |
| | 2 | .10000 | .20184 | .622 | -.3047 | .5047 |
| | 3 | .20000 | .20184 | .326 | -.2047 | .6047 |
| | 4 | .60000* | .20184 | .004 | .1953 | 1.0047 |
| | 6 | .90000* | .20184 | .000 | .4953 | 1.3047 |

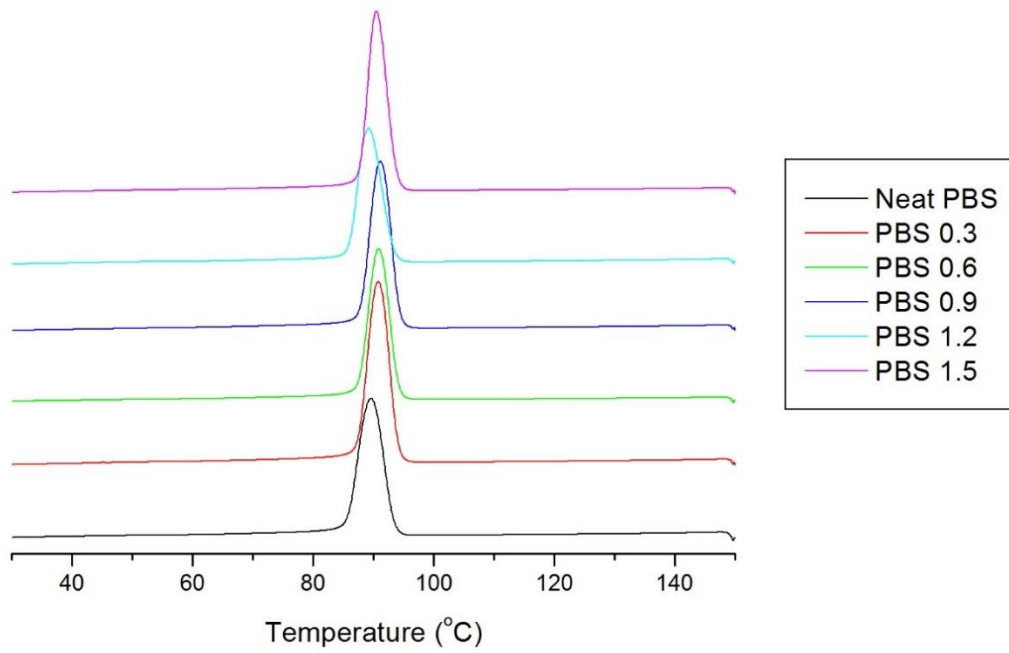
| (I) | (J) | Mean Difference (I-J) | Std. Error | Sig. | 95% Confidence Interval | |
|----------|--------------|-----------------------|------------|------|-------------------------|-------------|
| | | | | | Lower Bound | Upper Bound |
| VAR00001 | VAR0 0001 | | | | | |
| 6 | 1 | -1.50000* | .20184 | .000 | -1.9047 | -1.0953 |
| | 2 | -.80000* | .20184 | .000 | -1.2047 | -.3953 |
| | 3 | -.70000* | .20184 | .001 | -1.1047 | -.2953 |
| | 4 | -.30000 | .20184 | .143 | -.7047 | .1047 |
| | 5 | -.90000* | .20184 | .000 | -1.3047 | -.4953 |

*. The mean difference is significant at the 0.05 level.

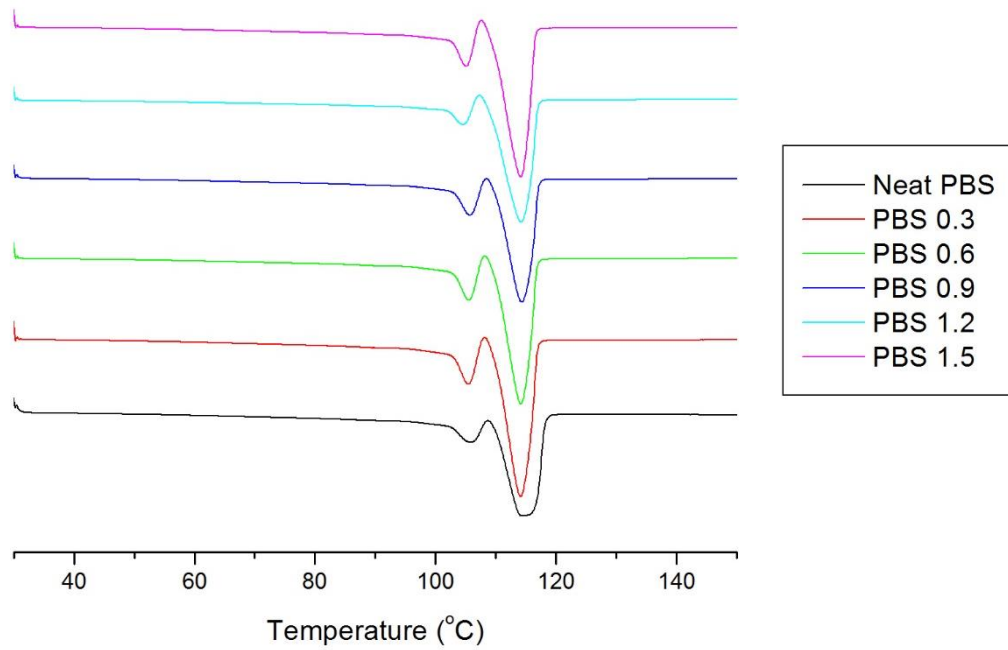


ภาคผนวก ข.

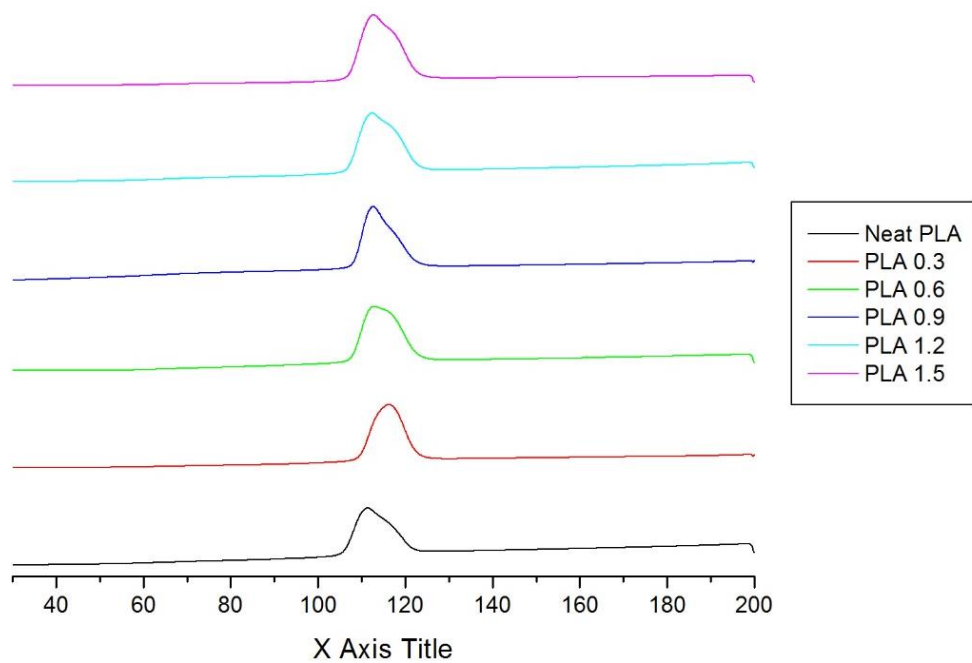
เทอร์โมแกรมจากการทดสอบ DSC



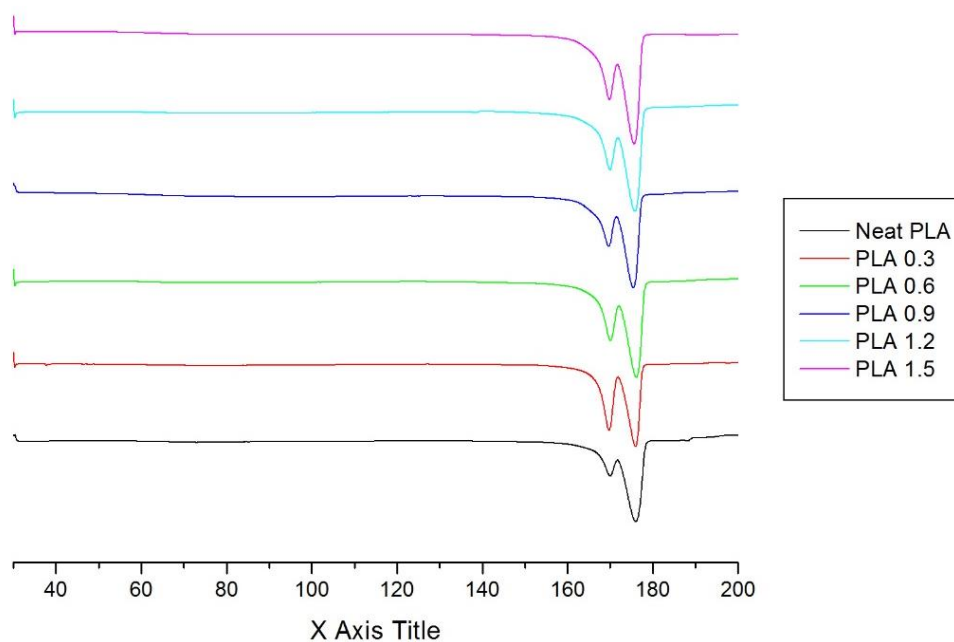
รูปที่ ข- 1 เทอร์โมแกรมระหว่างการเย็นตัวของเส้นใยคอมพอสิตพอลิบิวทิลีนซึกซิเนตผสมแกรฟีนในปริมาณต่าง ๆ



รูปที่ ข- 2 เทอร์โมแกรมระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2 ของเส้นใยคอมพอสิตพอลิบิวทิลีนซัคซิเนตผสมแกรฟีนในปริมาณต่าง ๆ



รูปที่ ข- 3 เทอร์โมแกรมระหว่างการเย็นตัวของเส้นใยคอมพอสิตพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรฟีนในปริมาณต่าง ๆ



รูปที่ ข- 4 เทอร์โมแกรมระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่ 2 ของเส้นใยคอมพอสิตพอลิแล็กติกแอซิดผสมแกรฟีนในปริมาณต่าง ๆ

ตารางที่ ข- 1 แสดงสัดส่วนของแกรฟีนโดยน้ำหนักและพลังงานการหลอมผลึกของเส้นใยคอมพอสิต

| ตัวอย่าง | น้ำหนักทั้งหมด (กรัม) | ปริมาณแกรฟีน (phr) | สัดส่วนโดยน้ำหนักของแกรฟีน | สัดส่วนโดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ | พลังงานหลอมผลึก (จูลต่อกรัม) |
|----------|-----------------------|--------------------|----------------------------|-------------------------------|------------------------------|
| Neat PBS | 100 | 0 | 0 | 1 | 66.9 |
| PBS 0.3 | 100.3 | 0.3 | 0.002991027 | 0.997008973 | 82.27 |
| PBS 0.6 | 100.6 | 0.6 | 0.005964215 | 0.994035785 | 62.09 |
| PBS 0.9 | 100.9 | 0.9 | 0.008919722 | 0.991080278 | 70.33 |
| PBS 1.2 | 101.2 | 1.2 | 0.011857708 | 0.988142292 | 64.57 |
| PBS 1.5 | 101.5 | 1.5 | 0.014778325 | 0.985221675 | 73.35 |

| ตัวอย่าง | น้ำหนักทั้งหมด (กรัม) | ปริมาณแกรฟีน (phr) | สัดส่วนโดยน้ำหนักของแกรฟีน | สัดส่วนโดยน้ำหนักของพอลิเมอร์ | พลังงานหลอมผลึก (จูลต่อกรัม) |
|----------|-----------------------|--------------------|----------------------------|-------------------------------|------------------------------|
| Neat PLA | 100 | 0 | 0 | 1 | 23.25 |
| PLA 0.3 | 100.3 | 0.3 | 0.002991027 | 0.997008973 | 23.85 |
| PLA 0.6 | 100.6 | 0.6 | 0.005964215 | 0.994035785 | 30.39 |
| PLA 0.9 | 100.9 | 0.9 | 0.008919722 | 0.991080278 | 26.3 |
| PLA 1.2 | 101.2 | 1.2 | 0.011857708 | 0.988142292 | 31.28 |
| PLA 1.5 | 101.5 | 1.5 | 0.014778325 | 0.985221675 | 32.76 |

ตัวอย่างการคำนวณปริมาณผลึก (X_c) ของเส้นใยคอมพอสิต PBS ที่ปริมาณแกรฟีน 1.5 phr

จากสมการ
$$X_c = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_f^0 \times (1 - W_f)} \times 100$$

โดยที่ ΔH_m คือ เอนทัลปีการหลอมผลึกของพอลิเมอร์จากการวัดด้วยเครื่อง DSC

ΔH_f^0 คือ เอนทัลปีของการหลอมผลึกของพอลิเมอร์อย่างสมบูรณ์ โดยพอลิวิวิทิลีนซึกซิเนตมีค่าเท่ากับ 110.3 จูลต่อกรัม และพอลิเล็กทิกแอซิด มีค่าเท่ากับ 93.1 จูลต่อกรัม

W_f คือ อัตราส่วนโดยน้ำหนักของสารเสริมแรง

ดังนั้น
$$X_c = \frac{73.35}{110.3 \times (1 - 0.014778325)} \times 100 = 67.50 \%$$

ภาคผนวก ค.

ผลการทดสอบการนำไฟฟ้า

ตารางที่ ค- 1 ค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้ที่ความต่างศักย์ 500 โวลต์

| | กระแสไฟฟ้าที่วัดได้ ($\times 10^{-10}$ แอมป์) | | | | | |
|--------------------|--|------|------|------|-------|-------|
| ปริมาณแกรฟีน (phr) | 0 | 0.3 | 0.6 | 0.9 | 1.2 | 1.5 |
| PBS | 8.65 | 8.66 | 8.78 | 9.78 | 10.82 | 14.6 |
| PLA | 8.00 | 8.20 | 8.53 | 8.86 | 10.66 | 15.49 |

ตัวอย่างการคำนวณค่าความต้านทานไฟฟ้า (R) ของเส้นใย

จากสมการ
$$R = \frac{V}{I}$$

โดยที่ I คือ ค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้ หน่วย แอมป์

V คือ ค่าความต่างศักย์ หน่วย โวลต์

R คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้าของเส้นใย หน่วย โอห์ม

เช่น เส้นใยคอมพอสิตของ PBS ที่ปริมาณแกรฟีน 1.5 phr วัดค่ากระแสไฟฟ้าได้เท่ากับ 14.6×10^{-10} แอมป์

ที่ความต่างศักย์ 500 โวลต์

ดังนั้นจากสมการจะได้
$$R = \frac{500}{14.6 \times 10^{-10}} = 3.42 \times 10^{11} \text{ โอห์ม}$$

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นาย ญัฐพงศ์ ภูมิพิว เกิดเมื่อวันที่ 26 เมษายน พ.ศ. 2535 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาปิโตรเคมีและวัสดุพอลิเมอร์ จากภาควิชาวิทยาการและวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยศิลปากร วิทยาเขตพระราชวังสนามจันทร์ ในปีการศึกษา 2556 หลังจากนั้นจึงเข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ประยุกต์และเทคโนโลยีสิ่งทอ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2557

ผลงานจากการนำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ถูกนำเสนอในการประชุม ดังนี้

1. การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 41 (วทท 41) ณ มหาวิทยาลัยสุรนารี ประเทศไทย ในหัวข้อ Preparation and properties of poly(butylene succinate) fiber reinforced with graphene nanoparticle

2. 2016 International Conference on Applied Sciences ณ เมืองฟูกูโอกะ ประเทศญี่ปุ่น ในหัวข้อ Preparation and properties of poly (lactic acid) reinforced with graphene nanoparticle