

การศึกษาโคโตซานนาโนคอมโพสิตชนิดใหม่
STUDY OF NOVEL CHITOSAN NANOCOMPOSITES



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีพอลิเมอร์

บัณฑิตวิทยาลัย

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2544

ISBN 974-648-460-5

การศึกษาไคโตซานนาโนคอมโพสิตชนิดใหม่

STUDY OF NOVEL CHITOSAN NANOCOMPOSITES



เลขหมู่.....
เลขทะเบียน..... 41485
วัน, เดือน, ปี..... 19 ก.พ. 2545

b.....
i.....

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีพอลิเมอร์
บัณฑิตวิทยาลัย
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ. ศ. 2544
ISBN 974 - 648 - 460 -5

STUDY OF NOVEL CHITOSAN NANOCOMPOSITES



A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE IN POLYMER TECHNOLOGY
SCHOOL OF GRADUATE STUDIES

KING MONGKUT' S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2001

ISBN 974 - 648 - 460 -5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2001

SCHOOL OF GRADUATE STUDIES

KING MONGKUT' S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บัณฑิตวิทยาลัย
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การศึกษาโคโตซานนาโนคอมโพสิตชนิดใหม่
STUDY OF NOVEL CHITOSAN NANOCOMPOSITES
ชื่อนักศึกษา นายกฤษณ์ เรืองธรรม
รหัสประจำตัว 42065104
ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา เทคโนโลยีพอลิเมอร์
อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์		ลายมือชื่อ
ดร.สุภารัตน์	จำปา	
ดร.ชลลดา	ฤทธิวิรุฬห์	
ผศ.ดร.อิทธิพล	แจ่มชัด	
ผศ.ดร.กัลยาณี	เปรมเพชร	

วัน / เดือน / ปี ที่สอบ 10 ตุลาคม 2544 เวลา 10.00 น. เป็นต้นไป
สถานที่สอบ ณ อาคารจุฬารามวลัยลักษณ์ 1 ชั้น 6 ห้อง 602



วันที่ 12 เดือน ตุลาคม พ.ศ. 2544

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาไคโตซานนาโนคอมโพสิตชนิดใหม่
นักศึกษา	นาย กฤษณ์ เรืองธรรม
รหัสประจำตัว	42065104
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	เทคโนโลยีพอลิเมอร์
พ.ศ.	2544

อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร. อธิธิพล แจ่มชัด

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซาน (Chitosan) ผสมกับดินขาวแบบปรับปรุง (Modified clay) ที่มีการใช้สารเคมีในการปรับปรุงได้แก่ 6-Amino-1-hexanol (AHN) 1,12-Diaminododecane (DDO) และ 1,6-Diaminohexane (DHEX) (ได้ดินขาวแบบปรับปรุงคือ MMT/AHN MMT/DDO และ MMT/DHEX ตามลำดับ) จากเทคนิค X-ray diffraction (XRD) พบว่าดินขาวแบบปรับปรุงมีค่าระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) เพิ่มขึ้นจาก 13 \AA เป็น 58 \AA โดยสารเคมีที่ใช้ปรับปรุงแต่ละชนิดสามารถทำให้ชั้นระนาบของดินขาวขยายตัวใกล้เคียงกัน เมื่อทำการขึ้นรูปไคโตซานนาโนคอมโพสิตโดยใช้ดินขาวแบบปรับปรุงแต่ละชนิดด้วยวิธีการหล่อแบบจากสารละลาย (Solution casting) โดยศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของไคโตซานนาโนคอมโพสิต เช่น สารเคมีที่ใช้ในการปรับปรุงดินขาว ผลของระยะห่างระหว่างชั้น ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงและผลของสารเชื่อมโยง จากนั้นนำไปศึกษาผลของสมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และกลศาสตร์วิทยา จากผลการทดลองพบว่าดินขาวที่ปรับปรุงด้วย DHEX จะให้นาโนคอมโพสิตมีสมบัติเชิงกลดีที่สุด ส่วนผลของปริมาณดินขาวพบว่าเมื่อปริมาณเพิ่มทำให้นาโนคอมโพสิตที่มีสมบัติเชิงกลที่เพิ่มขึ้น เช่น ค่าความแข็งแรงดึง ค่ามอดุลัส และค่าความแข็งแรงฉีกขาด โดยพบว่าที่ปริมาณ 4% มีสมบัติเชิงกลดีที่สุด จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนพบว่า นาโนคอมโพสิตที่ได้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX มีค่าอุณหภูมิที่สภาวะคล้ายแก้ว (T_g) และค่าเอนทัลปี (ΔH) ที่สูงกว่า MMT/DDO และ MMT/AHN ส่วนผลของการทนต่อการสลายตัวทางความร้อนพบว่านาโนคอมโพสิตตัวที่ได้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX และ MMT/DDO มีค่าที่ใกล้เคียงกัน แต่จะทนต่อการสลายตัวทางความร้อนดีกว่า MMT/AHN เมื่อทำการเชื่อมโยงไคโตซานนาโนคอมโพสิตการบวมน้ำ (Swelling) ของนาโนคอมโพสิตลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณการเชื่อมโยง การศึกษาพื้นฐานวิทยาศาสตร์ด้วยเทคนิค Transmission

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Electron Microscopy (TEM) พบว่าดินขาวแบบปรับปรุงจะมีการจัดเรียงตัวแบบอิสระหรือเอ็กซ์โฟลียเอต (Exfoliated) ผสมกับแบบอินเตอร์เคเลต (Intercalated)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	Study of Novel Chitosan Nanocomposites
Student	Mr. Krit Ruangtum
Student ID.	42065104
Degree	Master of Science
Programme	Polymer Technology
Year	2001
Thesis advisor	Assist. Prof. Dr. Ittipol Jangchud

ABSTRACT

This research work involved a study of novel polymer nanocomposites made from chitosan and modified clay. The modified clay was prepared by reacting the clay (Montmorillonite) with some chemicals, i.e., 6-amino-1-hexanol (AHN), 1,12-diaminododecane (DDO) and 1,6-diaminohexane (DHEX). They were called as, MMT/AHN, MMT/DDO, and MMT/DHEX, respectively. The clay was then characterized by X-ray diffraction (XRD) technique. It was found that all modified clays had inter-layer distance increased from 13 \AA to 58 \AA . The nanocomposites were then shaped into film by solution casting technique. Several factors affecting nanocomposites properties were studied, i.e., % modified clay loading, types of chemicals in modified clay, d-spacing of modified clay and crosslinking agent. The nanocomposites were characterized for their properties such as physical, mechanical, thermal and morphological properties. It was found that MMT/DHEX nanocomposites showed the best mechanical properties compared to others. As % modified clay loading was increased mechanical properties such as tensile strength, modulus and tear strength were increased. The optimum %modified clay loading was 4% by chitosan weight. It was found that nanocomposites had higher glass transition temperature (T_g) and enthalpy (ΔH) by adding the MMT/DHEX. By adding the MMT/DHEX and MMT/DDO, thermal stability of nanocomposites were similar; however, MMT/AHN revealed less thermal stability. By adding a crosslinking agent, glutaraldehyde, water swelling property of the nanocomposites was decreased. From TEM micrographs, it was revealed that the modified clay was exfoliated and intercalated in a disordered state.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.อิทธิพล แจ่มชัด เป็นอย่างสูงที่ให้คำปรึกษา ช่วยแก้ไขปัญหาและเอาใจใส่ดูแลการทำงานของผู้วิจัย จนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ดร.สุภาวรัตน์ จำปา ดร.ชลลดา ฤตวิรุฬห์ และ ผศ.ดร.กัลยาณี เปรมเพ็ชร ที่ได้สละเวลาในการอ่าน ให้คำแนะนำ แก้ไขวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ และขอขอบคุณ คุณกฤษณะ เกษประดิษฐ์ เจ้าหน้าที่วิทยาศาสตร์ที่ให้ความช่วยเหลือและแนะนำการใช้เครื่องมือสำหรับการทดสอบ

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.อนุวัตร แจ่มชัด ภาควิชาพัฒนาผลิตภัณฑ์ คณะอุตสาหกรรม-เกษตร มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ที่ให้ความอนุเคราะห์ให้โคโตซาน

ขอขอบคุณบริษัท Southern Clay ที่ให้ความอนุเคราะห์ดินขาว

ขอขอบคุณ บัณฑิตวิทยาลัยที่ให้ทุนวิจัยสนับสนุนงานวิจัย สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ได้สนับสนุนในงานวิจัยนี้

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ ที่เคารพรักอย่างสูง ที่คอยเป็นกำลังใจและสนับสนุนการทำวิทยานิพนธ์นี้มาตลอด และขอขอบเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ นักศึกษาทุกท่านที่เป็นกำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์เล่มนี้

กฤษณ์ เรืองธรรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	III
กิตติกรรมประกาศ	IV
สารบัญ.....	V
สารบัญตาราง.....	VII
สารบัญรูป.....	VII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	2
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.2 ไคตินและไคโตซาน.....	6
2.2.1 โครงสร้างของไคตินและไคโตซาน.....	6
2.2.2 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไคติน-ไคโตซาน.....	10
2.2.3 การสกัดไคตินจากเปลือกสัตว์ทะเล.....	13
2.2.4 ประโยชน์และการประยุกต์งานไคโตซาน.....	13
2.2.5 การเชื่อมโยงไคโตซาน.....	14
2.2.6 อนาคตและการประยุกต์ใช้งาน.....	15
2.3 ดินขาว.....	16
2.4 พอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต.....	17
2.4.1 ชนิดของนาโนคอมโพสิต.....	21
2.4.2 ประโยชน์ของนาโนคอมโพสิต.....	25
2.5 การตรวจวิเคราะห์นาโนคอมโพสิต.....	25

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

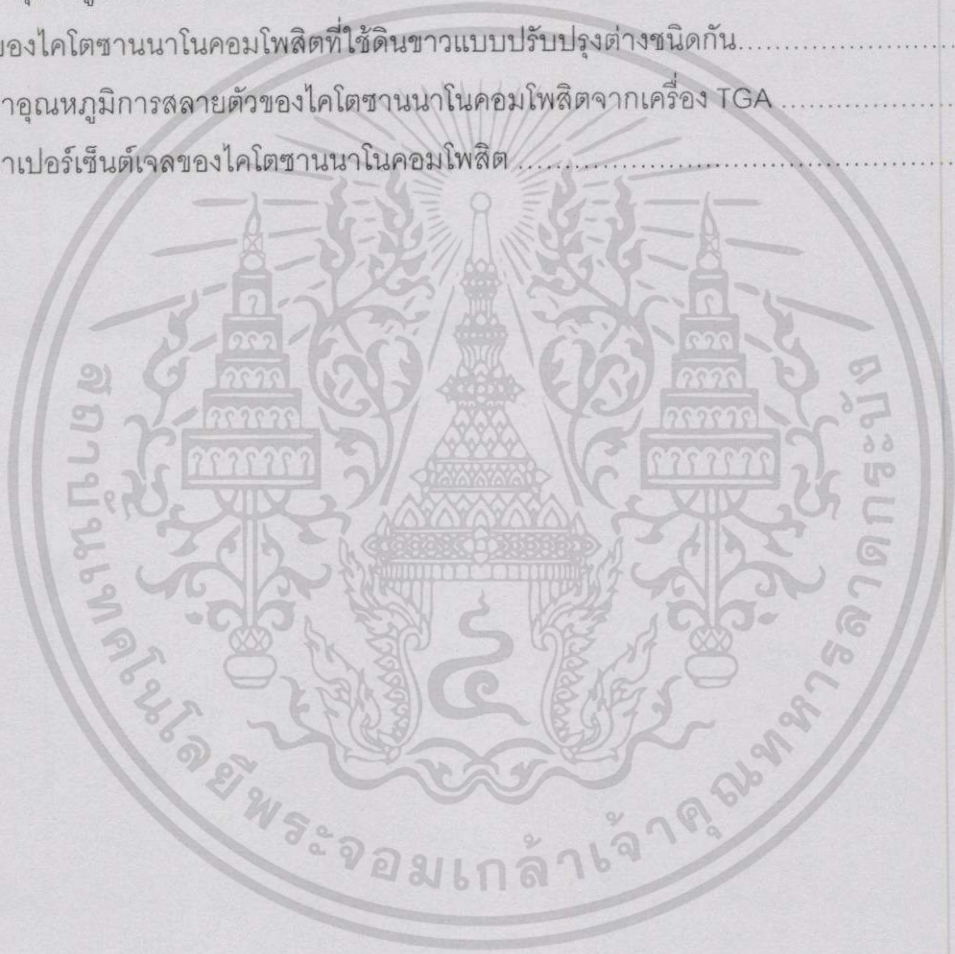
สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	28
3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง.....	28
3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	32
3.3 วิธีการทดลอง.....	29
3.3.1 ขั้นตอนในการปรับปรุงดินขาวด้วย 6-Amino-1-hexanol (AHN).....	29
3.3.2 ขั้นตอนในการปรับปรุงดินขาวด้วย 1,2-Diaminododecane (DDO)	30
3.3.3 ขั้นตอนในการปรับปรุงดินขาวด้วย 1,6-Diaminohexane (DHEX).....	30
3.3.4 การเตรียมตัวอย่างฟิล์มโคโตซานคอมโพสิต.....	30
3.3.5 ปัจจัยที่จะศึกษา.....	31
3.3.6 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม.....	31
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	34
4.1 ผลของการปรับปรุงดินขาว.....	34
4.2 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกล.....	37
4.2.1 ผลของสมบัติเชิงกลที่แสดงการเปรียบเทียบการปรับปรุงดินขาว โดยใช้สารเคมีที่แตกต่างกัน.....	40
4.3 ผลจากการศึกษาสมบัติทางความร้อน	44
4.3.1 ผลจากเทคนิค Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA).....	44
4.3.2 ผลจากเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC).....	47
4.3.3 ผลจากเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA).....	49
4.4 ผลของการเชื่อมโยงและความสามารถในการดูดซับน้ำ.....	50
4.5 การศึกษาสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค TEM.....	53
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	55
เอกสารอ้างอิง.....	58
ภาคผนวก ก ค่าสมบัติทางความร้อนของนาโนคอมโพสิต.....	62
ภาคผนวก ข การคำนวณค่ามอดุลัส.....	72
ประวัติผู้เขียน.....	74

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติบางประการของไคตินและไคโตซาน	13
3.1 สมบัติของดินขาว (Clay (Cloisite®)).....	28
4.1 ค่าระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาวก่อนและหลังการปรับปรุง.....	36
4.2 ค่าอุณหภูมิที่สภาวะคล้ายแก้ว (Glass Transition Temperature) ของไคโตซานนาโนคอมโพสิตที่ใช้ดินขาวแบบปรับปรุงต่างชนิดกัน.....	46
4.3 ค่าอุณหภูมิการสลายตัวของไคโตซานนาโนคอมโพสิตจากเครื่อง TGA	50
4.4 ค่าเปอร์เซ็นต์เเจลของไคโตซานนาโนคอมโพสิต	51



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างทางเคมีของไคติน	7
2.2 โครงสร้างทางเคมีของไคโตซาน	7
2.3 การจัดเรียงโครงสร้างโมเลกุลของผลึกไคโตซาน	9
2.4 แบบจำลองแสดงการเปลี่ยนโครงสร้างโมเลกุล ของผลึกไคโตซานจากผลึกที่มีน้ำเป็นผลึกไม่มีน้ำ.....	9
2.5 แบบลเพียร์ไลท์	10
2.6 แบบปฏิกิริยาการเชื่อมโยงไคโตซานโดย ใช้สารเชื่อมโยงไดเอทิลสควอเทรท.....	15
2.7 โครงสร้างของ Montmorillonite	18
2.8 การปรับปรุงดินขาว (Clay).....	19
2.9 การแยกชั้นของดินขาว (Clay) โดยใช้ Alkyl Ammonium Salt	20
2.10 ลักษณะการจัดเรียงของดินขาว (Clay) แบบต่างๆ	21
2.11 การเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของนาโนคอมโพสิตและคอมโพสิตแบบ Single phase จากเครื่อง TEM.....	22
2.12 การเกิดนาโนคอมโพสิตแบบ Intercalation.....	23
2.13 การจัดเรียงตัวของนาโนคอมโพสิตชนิด Electroceramic.....	24
2.14 ภาพการจัดเรียงของนาโนคอมโพสิตที่มีโครงสร้างแบบเซรามิก.....	24
2.15 ส่วนประกอบต่างๆ ของเครื่อง XRD.....	26
4.1 โครงสร้างของสารเคมีที่ใช้ในการปรับปรุงดินขาว.....	34
4.2 โครงสร้างของดินขาวที่เปลี่ยนแปลงเมื่อทำการปรับปรุงด้วยสารเคมี AHN DDO และDHEX.....	35
4.3 XRD Micrographs แสดงค่าของระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาว แบบปรับปรุงที่เพิ่มขึ้นเทียบกับดินขาวที่ไม่ได้ปรับปรุง	36
4.4 ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ของนาโนคอมโพสิตที่ ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ที่ใส่ ในปริมาณที่แตกต่างกัน.....	38

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.5 ค่ามอดุลัส (Modulus) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุง MMT/AHN ที่ใส่ปริมาณแตกต่างกัน.....	38
4.6 ค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ที่ใส่ปริมาณที่แตกต่างกัน.....	39
4.7 ค่าความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงที่ใส่ปริมาณที่แตกต่างกัน.....	39
4.8 ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้สารเคมีในการปรับปรุงดินขาวที่ต่างชนิดกันโดยใส่ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักไคโตซาน.....	41
4.9 ค่ามอดุลัส (Modulus) ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้สารเคมีในการปรับปรุงดินขาวที่ต่างชนิดกันโดยใส่ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักไคโตซาน.....	41
4.10 ค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้สารเคมีในการปรับปรุงดินขาวที่ต่างชนิดกันโดยใส่ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักไคโตซาน.....	42
4.11 ค่าความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้สารเคมีในการปรับปรุงดินขาวที่ต่างชนิดกันโดยใส่ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักไคโตซาน.....	42
4.12 ตัวอย่าง DMTA Thermogram ของไคโตซานบริสุทธิ์.....	44
4.13 ตัวอย่าง DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักไคโตซาน.....	45
4.14 ค่า Glass Transition Temperature (T_g) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงที่ใส่ปริมาณที่แตกต่างกัน.....	45
4.15 ตัวอย่าง DSC Thermogram ของไคโตซานบริสุทธิ์.....	47
4.16 ค่าเอนทาลปีของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ที่ใส่ปริมาณแตกต่างกัน.....	48

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.17 ค่าเอนทาลปีของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคโตซานกับ ดินขาวแบบปรับปรุงที่แตกต่างกัน.....	48
4.18 ผลของปริมาณสารเชื่อมโยง (Glutaraldehyde) ที่เหมาะสม.....	51
4.19 ค่าความสามารถในการดูดซับน้ำของโคโตซานนาโนคอมโพสิตโดย ทำการเปรียบเทียบระหว่างตัวที่ใส่สารเชื่อมโยงกับตัวที่ไม่ใส่สารเชื่อมโยง.....	52
4.20 TEM Micrograms ของโคโตซานนาโนคอมโพสิตที่ใส่ดินขาวแบบ ปรับปรุงชนิด MMT/DHEX ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของโคโตซาน.....	53



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของวิทยานิพนธ์

ปัจจุบันมลภาวะที่เกิดกับสิ่งแวดล้อมนับวันยิ่งทวีความรุนแรงขึ้นเป็นลำดับ ปัญหาที่พบได้เด่นชัด ได้แก่ ปัญหาเศษขยะที่เหลือทิ้งจากอุตสาหกรรมอาหารทะเล เช่น เปลือกกุ้งและปู ในอุตสาหกรรมแช่แข็ง ในเปลือกกุ้งและปูนั้นจะสามารถทำการสกัดเอาสารบางประเภทมาใช้ประโยชน์สารนั้นคือไคตินและไคโตซาน ซึ่งสารทั้งสองประเภทนี้เป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่มีอยู่ในเปลือกหรือกระดองของสัตว์พวกครัสเตเชียน (Crustacean) ซึ่งทำหน้าที่เป็นโครงสร้างป้องกันและสร้างความแข็งแรงให้แก่ผนังเซลล์ของสิ่งมีชีวิต ไคโตซานเป็นอนุพันธ์รูปหนึ่งของไคตินมีโครงสร้างโมเลกุลที่คล้ายกันแต่ปราศจากหมู่อะซิetyl (Acetyl group) หรือมีบางส่วนขึ้นกับองศาของการดีอะซิetyl (Degree of Deacetylation, DD) ปัจจุบันแหล่งวัตถุดิบที่ใช้ในการสังเคราะห์ไคโตซานที่มีราคาถูกลงคือ จากอุตสาหกรรมผลิตกุ้งเนื่องจากมีวัสดุที่เหลือใช้ (หัวกุ้งและเปลือกกุ้ง) มากมาย โดยปกติแล้วเปลือกสัตว์ทะเลเหล่านี้ถูกทิ้งไปเป็นขยะเหลือใช้โดยเปล่าประโยชน์ต้องทำลายทิ้งในปีหนึ่งๆมากมายนับหลายแสนตัน [1] ดังนั้นการใช้ของเสียเหล่านี้เพื่อนำมาใช้ประโยชน์ในรูปแบบต่างๆกัน เช่น สามารถนำมาใช้ดูดซับโลหะในน้ำ เป็นสารควบคุมการปล่อยยา ใช้ในการสกัดสารให้แยกออกจากกัน นำไปทำฟิล์มห่ออาหาร ใช้ทำสารเคลือบผิวผลไม้และผักเพื่อลดการสูญเสียน้ำ ทำหนังเทียม คอนแทคเลนส์จากไคโตซานคอลลลาเจนคอมโพสิต (Chitosan-collagen composites) ใช้ทำเมมเบรนเยื่อเลือกผ่านในขบวนการออสโมซิสแบบย้อนกลับได้ (Reverse osmosis) วัสดุทางการแพทย์และการเกษตร เป็นต้น

ปัจจุบันได้มีการทำการศึกษาวิจัยเพื่อใช้ประโยชน์จากไคโตซานในหลายรูปแบบที่แตกต่างกันเช่น เป็นแผ่นฟิล์มบาง เป็นก้อนกลมเล็ก (Microspheres) ฟองน้ำรูพรุน (Sponges) เป็นแผ่น (Flakes) ไฮโดรเจลแบบเชื่อมโยง (Crosslinked hydrogel) และเมมเบรน (Membrane) แต่อย่างไรก็ดี การใช้งานไคโตซานในปัจจุบันมีข้อจำกัดคือฟิล์มไคโตซานมีสมบัติเชิงกลต่ำ ฟิล์มเปราะ ขาดความแข็งแรงต่ำและเปอร์เซ็นต์การดัดยัด ณ จุดขาดต่ำ จึงเป็นสาเหตุจำกัดการประยุกต์ใช้งานไคโตซาน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาวิจัย เพื่อปรับปรุงสมบัติของฟิล์มพอลิเมอร์ธรรมชาติจากไคโตซานโดยเตรียมเป็นวัสดุชนิดใหม่คือไคโตซานนาโนคอมโพสิต (Chitosan nanocomposites) ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่มีความน่าสนใจและกำลังเป็นที่นิยมอย่างมาก นาโนคอมโพสิตคือวัสดุประกอบที่เกิดจากวัสดุสองชนิดขึ้นไป โดยมีวัสดุอย่างน้อยหนึ่งชนิดที่เป็นของแข็งขนาดเล็กมากในช่วงนาโนเมตร (10^9 เมตร) โดยในงานวิจัยนี้ทำการผสมสารตัวเติมบางชนิดได้แก่ ดินขาว เริ่มจากการปรับปรุงดิน

ขาว (Clay) ด้วยสารเคมีบางชนิดทำให้ได้ดินขาวแบบปรับปรุง (Modified clay) ที่มีคาร์บอนน้ำหนักไม่ต่ำกว่าร้อยละ 10 อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระหว่างชั้นของดินขาวเพิ่มขึ้น ทำให้เกิดเป็นโครงสร้างนาโนคอมโพสิตที่มีส่วนเสริมแรงขนาดเล็กมากในระดับนาโนสเกล ซึ่งสามารถพิสูจน์การเป็นวัสดุนาโนคอมโพสิตโดยการศึกษาด้วยเทคนิค Transmission Electron Microscope (TEM) เพื่อปรับปรุงให้ฟิล์มไคโตซานมีสมบัติเชิงกลที่ดีขึ้น นอกจากนั้นยังคาดว่าน่าจะมีประโยชน์อื่นๆ อีก เช่น เพิ่มค่าความต้านทานการฉีกขาด ทำให้มีความสามารถในการยึดติดที่พื้นผิวที่ดี ปรับปรุงสมบัติการซึมผ่านของก๊าซและของเหลว การปรับปรุงสมบัติของไคโตซานโดยการเตรียมไคโตซานนาโนคอมโพสิต คาดว่าจะทำให้สมบัติเชิงกลและสมบัติอื่นๆ ดีขึ้น จะเป็นการช่วยเพิ่มการใช้ประโยชน์และการใช้งานของวัสดุ

1.2 วัตถุประสงค์โครงการวิจัย

1. สามารถเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตชนิดใหม่จากดินขาวและไคโตซานที่มีสมบัติที่ดี
2. เพื่อศึกษาอัตราส่วนพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจากไคโตซานที่เหมาะสมและมีสมบัติที่ดี
3. เพื่อศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต เช่น สารเชื่อมโยง เป็นต้น

1.3 ขอบเขตการวิจัย

1. ทำการศึกษาพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตในอัตราส่วนที่แตกต่างกันของไคโตซานกับดินขาว
2. ทำการศึกษาผลของการปรับปรุงดินขาวด้วยสารเคมีต่างๆ
3. ทำการศึกษาสมบัติต่างๆ เช่น สมบัติความร้อน สมบัติเชิงกล ลักษณะวิทยาของพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถผลิตไคโตซานนาโนคอมโพสิตที่มีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าไคโตซานทั่วไป
2. เพิ่มประโยชน์การใช้งานไคโตซานเป็นการช่วยในการลดปัญหาผลกระทบของสังคมที่เกิดขึ้นจากส่วนที่เหลือจากเปลือกปูและกุ้ง
3. ใช้ความรู้ที่ได้ในการประยุกต์ใช้กับไคโตซานลักษณะอื่นๆ หรือนาโนคอมโพสิตอื่นๆ ให้มีสมบัติและประโยชน์การใช้งานตามต้องการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในช่วงเวลาที่ผ่านมาได้มีนักวิทยาศาสตร์หลายท่านให้ความสนใจในการศึกษาค้นคว้างานวิจัยเกี่ยวกับพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตโดยตัวอย่างงานวิจัยมีดังนี้

W.Dieter [2] ศึกษาการทำนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยพอลิโอฟีนผสมกับดินขาว ซึ่งเตรียมโดยใช้ดินขาวผสมกับพอลิโอฟีนในเครื่องอัดรีดชนิดเกลียวหนอนคู่ โดยใช้ปริมาณดินขาว 5% จะพบว่าคอมโพสิตที่ได้จะมีสีที่ทึบขึ้นและเมื่อนำไปศึกษาสมบัติทางความร้อนโดยเทคนิค Differential scanning calorimetry (DSC) ไม่พบผลของการเกิดนิวเคลียสและการเกิดผลึก ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากผลของสารช่วยการบวมตัว (Swelling agent) ได้แก่ แนพทาซึ่งมีจุดเดือดที่ค่อนข้างสูง ทำให้สารช่วยการบวมตัวไม่ระเหยและตกค้างเกิดการขัดขวางการเกิดผลึก จากการศึกษาด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) จะไม่พบความเป็นผลึกในช่วงมุมของการเบี่ยงเบน 20 ถึง 40 องศา พบว่าอนุภาคมีการจัดเรียงตัวแบบอิสระหรือ เอ็กซ์โฟลเอด (Exfoliated) จากผลการศึกษาสัณฐานวิทยาด้วย Scanning electron microscope (SEM) พบว่าอนุภาคดินขาวสามารถกระจายตัวสม่ำเสมอดี

L. Liu, Z. Qi และ X. Zhu [3] ทำการศึกษานาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วย ไนลอน 6 กับดินขาวแบบปรับปรุงโดยใช้กระบวนการหลอมเหลวของไนลอน 6 เข้าไปในชั้นของดินขาว (Melt-intercalation process) จากการศึกษาด้วยเทคนิค X-ray diffraction (XRD) เพื่อศึกษาระยะห่างระหว่างชั้นพบว่าก่อนการทำ Intercalation ระยะห่างระหว่างชั้นดินขาว คือ 1.55 nm (2θ เท่ากับ 2.48 องศา) แต่หลังจากการทำ intercalation พบว่าระยะห่างระหว่างชั้นเพิ่มขึ้นเป็น 3.68 nm (2θ เท่ากับ 2.38 องศา) พบว่าปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงที่ใช้นั้นมีปริมาณต่ำกว่า 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากการศึกษาสมบัติทางด้านความร้อนโดยใช้เครื่อง Differential Scanning Calorimeter (DSC) พบผลของการคายความร้อนเพียงหนึ่งพีก แต่อุณหภูมิจะแตกต่างกัน คือดินขาวที่อยู่ในนาโนคอมโพสิตนั้นช่วยเพิ่มค่าอุณหภูมิของการหลอมเหลว (T_m) และทำให้การกระจายตัวของผลึกแคบลงรวมทั้งเพิ่มอัตราเร็วในการเกิดผลึกและผลของการศึกษาสมบัติเชิงกลพบว่ายิ่งปริมาณดินขาวเพิ่มขึ้นจะทำให้ได้ค่ามอดูลัสและค่าความแข็งแรงดึงเพิ่มขึ้นแต่ทนต่อแรงกระแทกลดลง

C. Long และ Z. Qi [4] ได้ทำการศึกษาลักษณะความเป็นผลึกและสัณฐานวิทยาของนาโนคอมโพสิตของพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเรต (PET) กับดินขาวโดยใช้ปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แล้วนำไปดูลักษณะการจัดเรียงตัวโดยใช้เทคนิค Scanning Electron Microscopy (SEM) พบว่ามี การกระจายตัวที่ดีและมีขนาดอนุภาคในช่วง 10-100 nm และผลจากการศึกษาด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) พบว่านาโนคอมโพสิตมีค่าอัตราเร็วในการเกิดผลึกสูงกว่า พอลิเอทิลีนเทอเรพทาเรทที่บริสุทธิ์ 3 เท่าและผลของสมบัติทางความร้อนพบว่านาโนคอมโพสิตมี Heat distortion temperature (HDT) สูงกว่าพอลิเอทิลีนเทอเรพทาเรทที่บริสุทธิ์ 20-50 องศาเซลเซียส และสมบัติเชิงกลพบว่ามีค่ามอดุลัสสูงกว่า 3 เท่า

T.K.Chen และ K.H.Wel [5] ทำการสังเคราะห์พอลิยูรีเทนกับดินขาวโดยมีพอลิคาโพลีเอทิลีนกับดินขาวเป็น Prepolymer จะได้เป็นลักษณะของพอลิเมอร์คอมโพสิตแล้วนำไปทำการศึกษาด้วย เทคนิค X-ray diffraction (XRD) เพื่อแสดงโครงสร้างส่วนที่แสดงความเป็นผลึกของพอลิคาโพลีเอทิลีน ในพอลิยูรีเทนกับดินขาวและพบว่า เมื่อปริมาณพอลิคาโพลีเอทิลีน 1.4% จะทำให้พอลิยูรีเทนคอมโพสิตมีค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (Elongation at break) เพิ่มมากขึ้นแต่เมื่อมีปริมาณเพิ่มขึ้นถึง 4.7% พบว่าจะมีเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาดลดลง เนื่องจากจะมีการเปลี่ยนจากอริลาสโตเมอร์เป็น เทอร์โมพลาสติกมากขึ้น

J. Xu, S. P. Mccarthy และ R. A.Gross [6] ทำการศึกษาโคโคซานฟิล์มและการย่อยสลายของโคโคซานทางด้านชีวภาพ โดยโคโคซานฟิล์มที่ได้นำไปศึกษาโดยใช้เทคนิค Multiple internal reflective Fourier transform infrared spectroscopy (MIR-FTIR) ให้ผลของพีกดังนี้คือ เอมีน (NH_2) 1590 cm^{-1} , เอไมด์ ที่ 1555 cm^{-1} และเอสเทอร์ขึ้นที่ 1735 cm^{-1} จะทำให้ทราบการอะซิติลเลชันที่พื้นผิวตรงหมู่อะมิโนจากนั้นนำไปทำการอะซิติลเลชันของโคโคซานโดยใช้กรดอะซิติค 52% และจากนั้นได้นำโคโคซานฟิล์มที่ได้ไปศึกษาการสลายตัวทางชีวภาพ พบว่าโคโคซานฟิล์มที่ทำการอะซิติลเลตเป็นเวลา 3 ชั่วโมงจะสลายตัว 100% โดยน้ำหนักในเวลา 28 วันส่วนโคโคซานที่ไม่ได้ทำการขึ้นรูปนั้นต้องใช้เวลามากกว่าคือ มากกว่า 35 วัน

W.S.Wan Ngah และ K.H.Liang [7] ทำการดูดซับ Au^{3+} บนโคโคซานและ N-Carboxy Methyl Chitosan (NCMC) โดยโคโคซานที่หุ้มค่าองค์การดีอะซิติลเลชัน 87% มีขนาดของอนุภาคน้อยกว่า 150 ไมโครเมตร โดยพบว่า NCMC สามารถดูดซับ Au^{3+} ได้สูงกว่าเมื่อเทียบกับโคโคซาน

Z. Modrzejewska และ W. Kaminski [8] ทำการแยก Cr^{4+} โดยใช้โคโคซานแยกโดยวิธีการผันกลับของวัฏภาค (Phase inversion) ซึ่งในการแยกนั้นขึ้นกับค่า pH ซึ่งจะสามารถแยกได้ดีสุดที่ pH เท่ากับ 3 โดยมีค่า Coefficient of Cr^{4+} ion retention ถึง 70-80% แต่เมื่อค่า pH ถึง 5.6 ค่าจะลดลง 50%

E.B.Denkbas และ M.Odabasi [9] ทำการเตรียมโคโคซานไมโครสเฟียร์(Microspheres) โดยใช้เทคนิคการแขวนลอยให้ขนาดของรูอยู่ในช่วง 30-700 ไมโครเมตร โดยใช้ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเชื่อมโยงในการทำการทดลองพบว่า มีตัวแปรที่มีผลในการเตรียมคือ อัตราเร็วในการปั่นกวบ อัตราส่วนของโคโตะซานกับกรดอะซิติก ตัวอิมัลซิฟายเออร์ และปริมาณสารเชื่อมโยง โดยพบว่าจะมีผลต่อการกระจายตัว อัตราการปั่นกวบที่เหมาะสมคือ 1000-2000 รอบต่อนาทีและพบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณสารเชื่อมโยงจะทำให้ลดการบวมตัวของไมโครสเฟียร์

J.M. Mayer และ D.L. Kaplan [10] ทำการศึกษาเกี่ยวกับการเชื่อมโยงโครงสร้างของโคโตะซานโดยใช้อิพิคลอโรไฮดริน โดยมีเบสเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่ามีความแข็งแรงและความเหนียวเพิ่มขึ้นแต่เนื่องจากอิพิคลอโรไฮดรินเป็นพิษจึงไม่นิยมใช้

ไพโรจน์ โลกเอนดร, สุทรวัดณ์ เบญจกุล และวิคเนตร พระพุทธ [11] ใช้โคโตะซานเป็นสารเคลือบผิวเพื่อยืดอายุการเก็บรักษามะนาวโดยใช้สารละลายโคโตะซานที่มีความเข้มข้นร้อยละ 1.25 เคลือบผิวมะนาวที่ผ่านการทำความสะอาดด้วยน้ำผสมสารป้องกันเชื้อรา สามารถยืดระยะเวลาการเปลี่ยนสีผิวของมะนาวได้อย่างมีประสิทธิภาพเป็นเวลา 24 วัน และ 56 วัน เมื่อเก็บรักษามะนาวที่อุณหภูมิห้อง 11 องศาเซลเซียส ส่วนการสูญเสียน้ำหนักของผลมะนาว พบว่าการเคลือบผิวมะนาวด้วยโคโตะซานให้ผลที่ไม่แตกต่างจากชุดควบคุม โดยที่คุณภาพทางเคมีของน้ำมะนาวที่ได้ยังคงใกล้เคียงกับคุณภาพเริ่มต้น

S. Caracci และคณะ [12] ทำการศึกษาลมบัติทางแสงของฟิล์มที่ทำจากโคโตะซานผสมกรดอะซิติกและโคโตะซานผสมกับอะซิติกที่มีการเติมไอออนของโลหะ (Er^{3+} หรือ Nd^{3+}) พบว่ามีค่าดัชนีหักเหของแสง (Refractive index) ประมาณ 1.5 และไม่ดูดแสงในช่วง 300-2700 nm และสูญเสียลมบัติทางแสง (Waveguides) ในช่วงที่น้อยกว่า 0.5 dB/cm ส่วนลักษณะพื้นฐานวิทยาพบว่ามีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันและการที่เราทำการโดปด้วยโลหะจะไม่ค่อยมีผลต่อลมบัติทางแสงของโคโตะซานฟิล์ม

H. Umehara และ N. Minoura [13] ทำการเตรียมไฮโดรเจลโดยผสมพอลิไวนิลแอลกอฮอล์กับโคโตะซานโดยใช้ปริมาณโคโตะซาน 10-40% โดยน้ำหนัก จากผลที่ได้พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณโคโตะซานจะมี Water-contact angle ที่เพิ่มขึ้น

C. Xiao และ L. Zhanc [14] ทำการเตรียมฟิล์มโดยผสมโคโตะซานกับหัวบุก (Conjac) โดยใช้ปริมาณหัวบุก 7% โดยน้ำหนัก พบว่าผลจาก Differential Thermal Analysis (DTA) ความเป็นผลึกของฟิล์มลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณหัวบุกและผลจากสมบัตिलมบัติเชิงกลพบว่ามีลมบัติที่ดีขึ้นเมื่ออัตราส่วนของโคโตะซานกับหัวบุกเป็น 7:3 เนื่องจากมีการอันตรกิริยากันด้วยพันธะไฮโดรเจน

T. Maegawa และ T.Takahashi [16] ทำการศึกษาค่าอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass Transition Temperature, T_g) ของโคโตะซานและการผสมกันของโคโตะซานกับ Poly(N-vinyl pyrrolidone) (PVP) โดยทำการผสมในกรดอะซิติกและทำการหล่อแบบให้เป็นฟิล์มและทำการศึกษาลมบัติด้วยเครื่อง DSC และ Wide angle x-ray diffraction (WAXD) จากผลที่ได้จาก DSC พบว่า โคโตะซานจะเริ่มสลายตัวเมื่ออุณหภูมิถึง $250^{\circ}C$ โดยค่า T_g ที่ได้เท่ากับ $203^{\circ}C$ และค่าจะลดลงเมื่อเพิ่มเอกสารเป็นเอกสารที่สว่นไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาก่อนนั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

PVP และผลจาก WAXD พบว่าจะรวมกันแบบ Binary blend โดยจะมีส่วนของ Specific volume ลดลงและอัตราส่วนผสมที่ดีที่สุดคือ 50:50 ส่วนผลจากเครื่อง Dynamic Mechanical Analyzer (DMA) พบว่าค่า $\tan \delta$ ของไคโตซานมี 2 ชั้นคือ ช่วง 153°C (β -Relaxation) และ 220°C (α -Relaxation)

Yangchuan และคณะ [17] ทำการศึกษาความเป็นผลึกและสัณฐานวิทยาของ PET-Clay Nanocomposites พบว่าค่าความเป็นผลึกของ Nanocomposites มีค่ามากกว่า PET ถึง 3 เท่า และผลของสมบัติทางความร้อนจาก Heat Distortion Temperature (HDT) พบว่า Nanocomposites มีความสามารถทนความร้อนได้สูงกว่า PET $20\text{-}50^{\circ}\text{C}$

2.2 ไคตินและไคโตซาน

ไคติน (Chitin) เป็นพอลิเมอร์ที่ธรรมชาติได้สร้างเป็นองค์ประกอบของสิ่งมีชีวิตมากมายในหลายรูปแบบ ไคตินได้รับการค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1811 โดย Odier คำว่าไคติน (Chitin) มาจากคำว่า Chiton ในภาษากรีก ซึ่งมีความหมายว่าเกราะหุ้ม [14] ไคตินเป็นพอลิเมอร์ที่มีมากที่สุดในโลกเป็นอันดับสองรองจากเซลลูโลส (Cellulose) พอลิเมอร์ทั้งสองนี้ทำหน้าที่เป็นโครงสร้างป้องกันและสร้างความแข็งแรงให้แก่ผนังเซลล์ของสิ่งมีชีวิต นอกจากนี้อาจพบในผนังเซลล์ของเห็ดและสาหร่ายบางพันธุ์

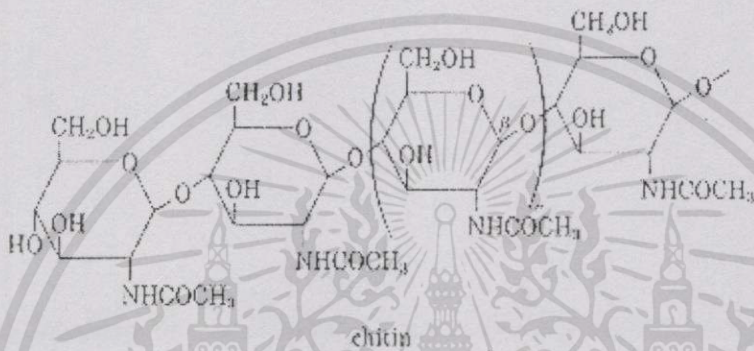
ไคตินบริสุทธิ์เป็นวัสดุสีขาวเหมือนเยื่อกระดาษ ไม่ละลายน้ำ กรดเจ็จจาง อัลคาไลน์ (ทั้งเข้มข้นและเจ็จจาง) และตัวทำละลายอินทรีย์ใดๆ แต่ละลายได้ดีในสารละลายกรดฟอริกมิกสารละลายไฮโปคลอไรต์และกรดเกลือแร่เข้มข้น สมบัติของไคตินและไคโตซานขึ้นกับปริมาณการเกิดปฏิกิริยาดีอะซีติเลชัน (Deacetylation)

ไคโตซาน (Chitosan) เป็นพอลิเมอร์สารพัดประโยชน์ [15] ที่สังเคราะห์ได้จากไคติน (Chitin) ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ ประเภทพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharide) มีหน่วยที่ซ้ำ ๆ กันคืออะซีทิลกลูโคซามีน (N-Acetylglucosamine) ไคตินพบมากในเปลือกแข็งของสัตว์ทะเลและแมลงเช่น เปลือกกุ้ง กระดองปู ฯลฯ เราสามารถเปลี่ยนไคตินเป็นไคโตซานได้โดยใช้ปฏิกิริยาเคมีกำจัดหมู่อะซีทิลหรือที่เรียกว่าปฏิกิริยาดีอะซีติเลชัน

2.2.1 โครงสร้างของไคตินและไคโตซาน

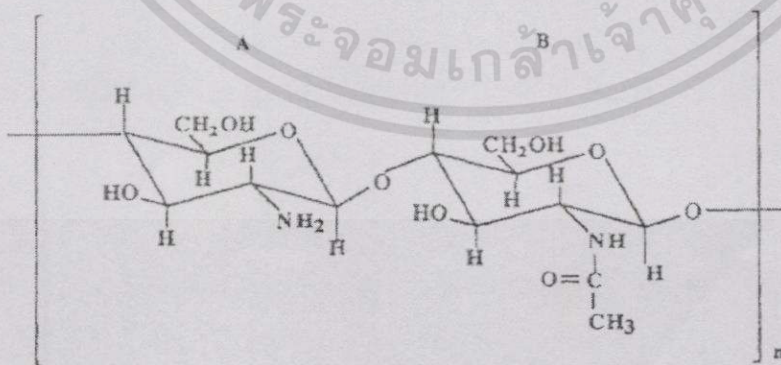
ไคตินเป็นพอลิเมอร์ของ N-acetyl-2-amino-deoxy-D-glucose โครงสร้างผลึกของไคตินศึกษาโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction) และการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Infrared absorption) ผลึกมีลักษณะเป็นแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) ปกติไคตินจะมีเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไนโตรเจนประมาณ 5-10% โดยน้ำหนัก ไคตินที่ผ่านการทำปฏิกิริยาดีอะซีติเลชัน (DD) จะได้เป็นไคโตซานที่เป็นพอลิเมอร์น้ำหนักโมเลกุลสูงเป็นพอลิเอมีนสายโซ่ตรง (Linear polyamine) มีหมู่เอมีนที่ว่างไว้ออกฤทธิ์เคมีและอยู่ในรูปเกลือเมื่ออยู่ในสภาวะกรด ไคตินและไคโตซานมีพันธะเบต้าแอนไฮโดรกลูโคซิดิก ($\beta(1\rightarrow4)$ Anhydroglucosidic) ที่คาร์บอนอะตอมตำแหน่งที่หนึ่ง (C_1) และตำแหน่งที่สี่ (C_4) และตำแหน่งหมู่ไฮดรอกซิลตรงคาร์บอนอะตอมปฐมภูมิ (Primary (C_6)) และทุติยภูมิ (Secondary (C_3)) ซึ่งเหมือนในเซลล์ลูโลส ซึ่งแสดงโครงสร้างของไคตินดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 โครงสร้างทางเคมีของไคติน [18]

ไคโตซานเป็นอนุพันธ์รูปหนึ่งของไคตินมีโครงสร้างโมเลกุลคล้ายกับไคติน แต่ปราศจากหมู่อะซีทิล (Acetyl groups) หรืออาจมีหมู่อะซีทิลบางส่วน ขึ้นกับองศาของการดีอะซีติเลชัน (Degree of Deacetylation, DD) โครงสร้างประกอบด้วย 2-Acetamido-2-deoxy- β -D-glucopyranose (GlcNac, A) และ 2-Amino-2-deoxy- β -D-glucopyranose (GlcN, D) ต่อกันดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างเคมีของไคโตซาน อัตราส่วนของ A และ B ขึ้นกับองศาของการดีอะซีติเลชัน

(Degree of Deacetylation, DD) ปกติแล้วจะมี DD มากกว่า 75 % หมายความว่าไม่มีโครง

สร้าง A 75% โครงสร้าง B 25 % โดยที่ n มีค่าประมาณ 1000 [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากไคตินและไคโตซานพบในเปลือกสัตว์ทะเล เช่น เปลือกกุ้ง กระดองปู ฯลฯ ไคตินและไคโตซานจึงเป็นพอลิเมอร์ธรรมชาติที่ผลิตได้จากของเหลือทิ้งจากอุตสาหกรรมประมงเป็นส่วนใหญ่ พบว่าในเปลือกสัตว์ทะเลประกอบด้วย [19]

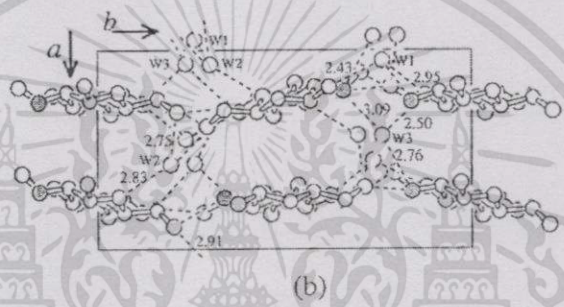
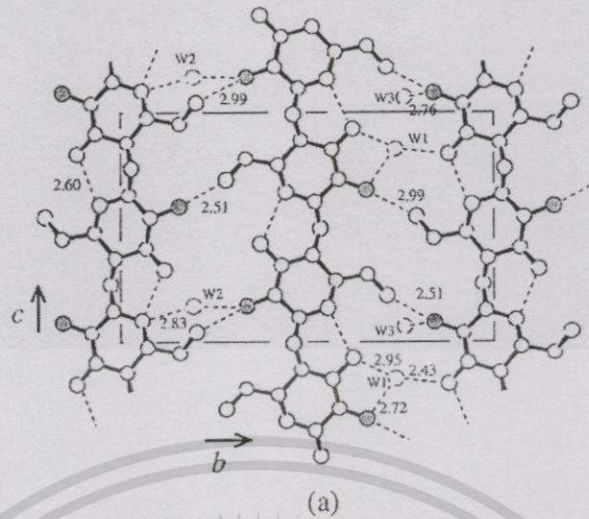
- โปรตีน	30 – 40 %
- แคลเซียมคาร์บอเนต	30 – 50 %
- ไคติน	20 – 30 %

อัตราส่วนนี้ไม่แน่นอน ขึ้นกับพันธุ์สัตว์ทะเลและฤดูกาล [19] นอกจากนี้ยังขึ้นกับกรรมวิธีหรือกระบวนการแยกไคตินออกจากเปลือกสัตว์ ดังนั้นสมบัติต่างๆของไคตินและไคโตซานจึงหลากหลายและไม่แน่นอน เช่น น้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight, MW) องศาการดีอะซิทิเลชัน ความหนาแน่นความสามารถในการดูดซับสี (Dye binding capacity, DBC) และความสามารถในการดูดซับน้ำและไขมัน (Water and fat binding capacity, WBC, FBC)

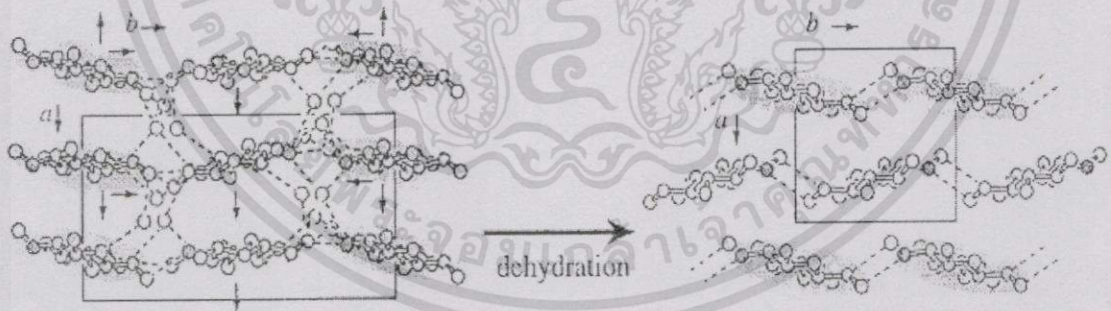
จากการศึกษาโครงสร้างของไคโตซานพบว่า ไคโตซานอยู่ในรูปผลึกที่มีน้ำอยู่ในโครงสร้าง (Hydrated crystalline form) ซึ่งสามารถเปลี่ยนรูปเป็นโครงสร้างที่ไม่มีน้ำ (Anhydrated form) โดยการให้ความร้อนหรือแอนนิง (Annealing) [15] พบว่าโครงสร้างของไคโตซานที่ไม่มีน้ำเป็นโครงสร้างแบบเกลียวสองเส้นพันกัน (2-fold helical conformation) มีระยะระหว่างหน่วยซ้ำๆกัน 10.34 \AA และหน่วยเซลล์แบบออร์โธโรมบิก จากการศึกษาโครงสร้างไคโตซานแบบมีน้ำพบว่า โครงสร้างคล้ายกันหน่วยเซลล์ประกอบด้วยสายโซ่ไคโตซาน 4 โมเลกุลและมีน้ำ 8 โมเลกุล มีพันธะไฮโดรเจนระหว่างโมเลกุลเพียงข้างเดียว ทำให้เกิดโครงสร้างเป็นแผ่นตามระนาบ "bc" ดังรูปที่ 2.3 รูปโครงสร้างโมเลกุล

ไคโตซานเมื่อสูญเสียโมเลกุลน้ำแสดงได้ดังรูปที่ 2.4 จากการที่ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการเกิดผลึกของไคโตซาน พบว่าไคโตซานสามารถเกิดผลึกก้อนกลมหรือ สเฟียรูไลท์ (Spherulites) ดังรูปที่ 2.5 [15] ลักษณะผลึกจะขึ้นกับหลายปัจจัย เช่น อุณหภูมิตกผลึก, pH และอัตราการเปลี่ยนอุณหภูมิ เป็นต้น

ไคโตซานเป็นพอลิเมอร์จากธรรมชาติที่มีขั้วชอบน้ำ (Hydrophilicity) ว่องไวต่อสารเคมีละลายได้ดีในสารละลายกรดอินทรีย์เจือจาง (เช่น กรดฟอร์มิก กรดอะซิติก ฯลฯ) แต่ไม่ละลายในสารละลายต่าง สามารถหล่อแบบ (Casting) ทำเป็นฟิล์มหรือเยื่อเลือกผ่านได้ง่าย [15] ไคโตซานมีสมบัติที่ดีหลายประการ เช่น สมบัติการดูดซับโลหะหนัก ฟิล์มมีสมบัติเชิงกลที่ดี สามารถยึดเกาะได้ดีกับประจุลบ ไม่มีพิษ (Nontoxicity) และเข้าได้ดีกับสารชีวภาพ (Biocompatibility)

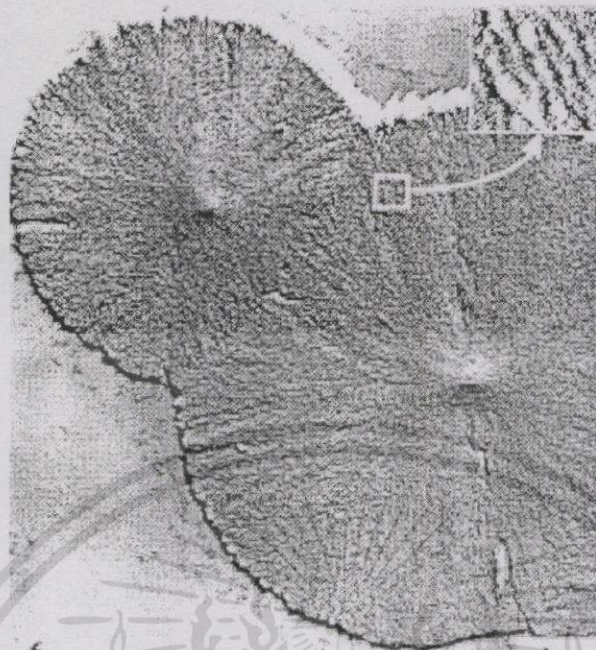


รูปที่ 2.3 การจัดเรียงโครงสร้างโมเลกุลของผลึกไคโตซาน (a) มองตามแกน a (b) มองตามแกน c
 ก่อน กลมระบายสีคืออะตอมของไนโตรเจน [15]



รูปที่ 2.4 แบบจำลองแสดงการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกไคโตซาน จากผลึกที่มีน้ำ (Hydrated chitosan) เป็นผลึกไม่มีน้ำ (Anhydrous chitosan) แสดงการหายไปของพันธะไฮโดรเจน [15]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.5 ผลึกแบบสเฟียรูไลต์ (Spherulites) ของไคโตซาน [15]

2.2.2 สมบัติทางกายภาพและทางเคมีของไคติน-ไคโตซาน [24]

การละลาย (Solubility)

ไคตินไม่ละลายในน้ำ กรดเจือจาง ต่างทั้งเจือจางและเข้มข้น แอลกอฮอล์ และตัวทำละลายอินทรีย์อื่นๆ แต่สามารถละลายในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น กรดซัลฟูริก กรดฟอสฟอริก (78-97%) กรดฟอร์มิก และ DMAc-LiCl (N,N-Dimethylacetamide-Lithiumchloride) ความยากในการละลายเป็นผลมาจากสายโซ่โมเลกุลอยู่กันอย่างหนาแน่นมีพันธะเกิดขึ้นทั้งภายในและระหว่างโมเลกุลเนื่องจากมีหมู่ฟังก์ชันต่างกันแต่สามารถละลายที่กรดอินทรีย์ทุกชนิดที่มีค่า pH น้อยกว่า 6 กรดอะซิติกและกรดฟอร์มิกเป็นกรดที่นิยมใช้ในการละลายไคโตซาน กรดอินทรีย์บางชนิด เช่น กรดไนตริกเข้มข้น กรดไฮโดรคลอริก กรดเปอร์คลอริกและกรดฟอสฟอริกสามารถละลายไคโตซานได้เช่นเดียวกันภายใต้การคนโดยการละลายที่อุณหภูมิสูงปานกลาง อย่างไรก็ตามในบางครั้งอาจมีตะกอนขาวคล้ายเจลเกิดขึ้นได้บ้าง สารละลายไคโตซานมีความเหนียวใสมีพฤติกรรมแบบนอนนิวโตเนียน ในสารละลายหมู่อะมิโนของไคโตซานจะแตกตัวโดยมีค่าสัมประสิทธิ์การแตกตัว ($-pK_a$) ขึ้นกับความหนาแน่นของประจุของพอลิเมอร์โดยมีค่าในช่วง 6.2 ถึง 6.8

ความร้อนในการกระตุ้นให้เกิดการสลายพันธะแบบไฮโดรไลซิส

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเป็นปฏิกิริยาการสลายพันธะที่มีน้ำเข้ามาเกี่ยวข้องโดยมีกรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสายโซ่ของพอลิเมอร์ ไคตินมีลักษณะเช่นเดียวกับเซลลูโลสคือเป็นพันธะกลูโคซิดิกซึ่งขึ้นด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Glucosidic linkage) แบบ β 1 \rightarrow 4 ความร้อนในการกระตุ้นปฏิกิริยาละลายน้ำ (Hydrolytic heat of activation) ของโคตินประมาณ 29 kcal

น้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight)

โคตินในธรรมชาติจะมีน้ำหนักโมเลกุลสูงมากกว่า 1×10^6 g/mol ในขณะที่โคโตซานมีน้ำหนักโมเลกุลอยู่ในช่วง 1×10^5 ถึง 1.2×10^6 g/mol ขึ้นกับขั้นตอนการผลิต

องศาการดีอะซีตีเลชัน (Degree of deacetylation, DD)

เป็นตัวบ่งชี้ความเป็นโคตินและโคโตซาน เนื่องจากเป็นโคโพลิเมอร์ระหว่างสองมอนอเมอร์ของ N-acetyl-D-glucosamine และ D-glucosamine ถ้าสัดส่วนที่อยู่ร่วมกันของมอนอเมอร์แรกมากกว่าคือมีค่า Degree of deacetylation ต่ำ จะแสดงสมบัติเด่นของโคติน แต่สัดส่วนของมอนอเมอร์ที่สองมากกว่าคือมีค่า Degree of deacetylation สูง จะแสดงสมบัติเด่นของโคโตซาน

ความหนืด (Viscosity)

ความหนืดของสารละลายโคโตซานขึ้นกับปัจจัยหลายอย่างซึ่งที่พบมาก เช่น องศาการดีอะซีตีเลชัน (DD) น้ำหนักโมเลกุล ความแรงของพันธะไอออนิก (Ionic strength) ความเป็นกรด ต่าง และอุณหภูมิ โดยทั่วไปแล้วความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์จะลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น แต่ชนิดของกรดที่ใช้และการเปลี่ยนแปลง pH ของสารละลายพอลิเมอร์จะให้ผลความหนืดที่แตกต่างกัน เช่น ความหนืดของโคโตซานในกรดอะซิติกจะเพิ่มขึ้นเมื่อสารละลายมีค่าความเป็นกรดต่าง ลดลงในขณะที่ความหนืดของโคโตซานในกรดไฮโดรคลอริกจะเพิ่มขึ้นเมื่อค่าความเป็นกรดต่างของสารละลายเพิ่มขึ้น

ความสามารถในการตกตะกอน (Coagulating ability)

โคโตซานเป็นตัวสร้างตะกอนและตัวตกตะกอนที่ดีเนื่องจากการมีหมู่อะมิโนจำนวนมากที่สามารถแตกตัวเป็นประจุบวกและจับกับสารที่มีประจุลบได้ เช่น โปรตีน สีย้อมและพอลิเมอร์อื่นๆ จากการวิจัยประสิทธิภาพของโคโตซานในการแยกโปรตีนออกจาก Cheese whey พบว่าความสามารถในการจับโปรตีนเป็นสัดส่วนผกผันกับน้ำหนักโมเลกุลของโคโตซาน นอกจากนี้โคโตซานยังสามารถจับโลหะหนักได้ โดยไนโตรเจนในหมู่อะมิโนของโคโตซานจะทำหน้าที่โดยเป็นตัวให้อิเล็กตรอน ทำให้ไอออนของโลหะสามารถสร้างพันธะเชิงซ้อนกับหมู่อะมิโนได้ นอกจากนี้ยังพบว่าหมู่อะมิโนในโคโตซานมีประสิทธิภาพในการจับกับไอออนของโลหะได้ดีกว่าหมู่อะซีทิลในโคติน ดังนั้นโคโตซานที่มี Degree of deacetylation สูง จะมีอัตราการดูดซับหรือความสามารถในการจับกับไอออนของโลหะสูง เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความสามารถในการดูดซับไอออนของไคโตซานยังขึ้นกับหลายปัจจัยเช่น ความเป็นผลึกและความสามารถในการดึงดูน้ำของไคโตซาน

การเสื่อมสลาย (Degradation)

ไคตินและไคโตซานเป็นเหมือนกับพอลิเมอร์หรือพอลิแซคคาไรด์อื่นทั่วไปคือ เมื่อเกิดการเสื่อมสลายจะให้สายโซ่โมเลกุลที่สั้นลงเป็นโอลิโกเมอร์หรือโอลิโกแซคคาไรด์ และเป็นหน่วยย่อยที่เล็กที่สุดเรียกว่ามอนอเมอร์หรือมอนอแซคคาไรด์ของไคตินและไคโตซานคือ N-acetyl-D-glucosamine และ D-glucosamine ตามลำดับ

การเสื่อมสลายโดยกรด (Acid hydrolysis) และด่าง (Alkaline degradation)

การเสื่อมสลายของสายโซ่โมเลกุลของไคโตซานเนื่องจากกรดเป็นแบบสุ่มผลิตภัณฑ์ที่ได้คือโอลิโกเมอร์ขนาดต่างๆ และมอนอเมอร์ขึ้นกับสภาวะที่ใช้ เช่น เวลา ชนิดของกรด อุณหภูมิ ชนิดพันธะของสายโซ่โมเลกุล ชนิดของพอลิเมอร์ โดยไคตินจะสามารถต้านทานต่อการเสื่อมสลายโดยกรดได้ดีกว่าไคโตซานในต่างจะเริ่มจากปลายสุดของสายโซ่โมเลกุลการเสื่อมสลายแบบนี้เรียกว่า Peeling reaction

การเสื่อมสลายโดยความร้อน (Thermal degradation)

ความร้อนมีผลต่อสมบัติทางกายภาพของไคโตซานจากการวิจัยพบว่า ความร้อนจากเตาอบซึ่งเป็นความร้อนแบบแห้งที่อุณหภูมิน้อยกว่าหรือเท่ากับ 80 องศาเซลเซียส มีผลทำให้สายโซ่โมเลกุลมีความยืดหยุ่นมากขึ้น ค่าอุณหภูมิที่สภาวะคล้ายแก้ว (Glass transition temperature) (T_g) ลดลงความสามารถในการละลายเพิ่มขึ้นส่วนความร้อนแบบแห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ความสามารถในการละลายของไคโตซานจะลดลงที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เวลานานกว่าหรือเท่ากับ 2 ชั่วโมง สำหรับการอบแห้งแบบใช้ความร้อนไคโตซานจะไม่สามารถละลายหลังจากการอบที่อุณหภูมิ 115 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และหลังการอบที่อุณหภูมิมากกว่าหรือเท่ากับ 120 องศาเซลเซียส ไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพของไคโตซาน [23]

ตารางที่ 2.1 สมบัติบางประการของไคตินและไคโตซาน [22]

Specification	ไคติน	ไคโตซาน
น้ำหนักโมเลกุล	$>10^6$ $(1-5) \times 10^5$	$(1-5) \times 10^5$
% ความชื้น	2-10	2-10
% ไนโตรเจน	6-7	7-8.4
Deacetylation, %	10	60
ปริมาณเถ้าที่ 900 องศาเซลเซียส, (%)	<1.0	<1.0
Dissociation constant, K_a	6.0-7.0	6.0-7.0
X-ray diffraction, peaks	$8^\circ 58' - 10^\circ 26'$ $19^\circ 58' - 20^\circ 00'$	$8^\circ 58' - 10^\circ 26'$ $19^\circ 58' - 20^\circ 00'$
Transition metals, $\mu\text{g/g}$	<5.0	<5.0

ปัจจัยทางเคมีและกายภาพที่สำคัญของไคโตซาน

สรุปได้ว่าสมบัติต่างๆ ของไคโตซานนั้นจะขึ้นกับ Degree of deacetylation (%) ความชื้น (%) ปริมาณเถ้า (Ash content %) ปริมาณโปรตีน ความหนืดและน้ำหนักโมเลกุล

2.2.3 การสกัดไคตินจากเปลือกสัตว์ทะเล [15]

1. การกำจัดแร่ธาตุ ซึ่งส่วนใหญ่เป็นพวกเกลือแคลเซียมคาร์บอเนตหรือหินปูน ด้วยสารละลายกรด
2. การกำจัดโปรตีนที่เหลือด้วยสารละลายต่าง ไคตินที่แยกได้จะถูกนำไปตัดแปลงด้วยวิธีทางเคมีอีกครั้งหนึ่งเพื่อให้ได้ไคโตซานตามต้องการ

2.2.4 ประโยชน์และการประยุกต์ใช้งานของไคโตซาน [15]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

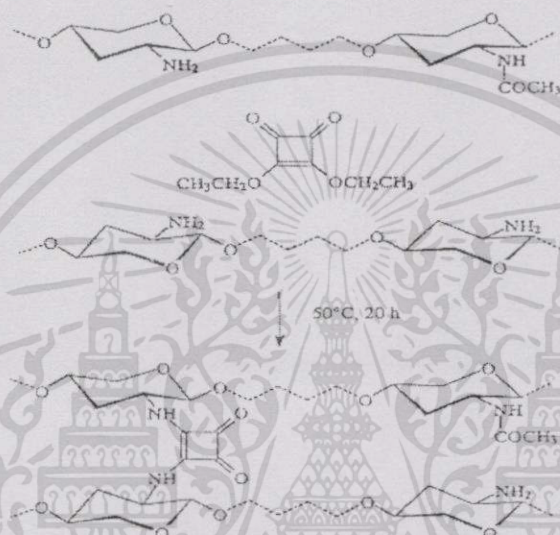
ไคโตซานเป็นพอลิเมอร์จากธรรมชาติที่มีประโยชน์มากมาย และได้รับความสนใจอย่างมาก จากนักวิทยาศาสตร์และประชาชนผู้บริโภคทั่วไป เนื่องจากมีสมบัติที่ดีหลายประการที่สามารถประยุกต์ใช้ได้หลากหลายการใช้งาน เช่น

- ใช้เป็นสารคีเลตติ้ง (Chelating agents) จับโลหะต่าง ๆ จากน้ำเสียเหลือทิ้งจากโรงงาน อุตสาหกรรม เช่นโลหะนิกเกิล (Nickel) สังกะสี (Zinc) ทองแดง (Copper) ตะกั่ว (Lead) แคดเมียม (Cadmium) เงิน (Silver) โครเมียม (Chromium)ปรอท (Mercury) โมลิบเดต (Molybdate) และทอง (Gold) [21] การที่ไคโตซานสามารถดูดซับหรือจับโลหะที่มีประจุบวกได้ เนื่องจากในโครงสร้างไคโตซานมีหมู่อะมิโน (Amino groups) ในรูปโปรตอน สามารถทำหน้าที่เป็นตัวจับประจุที่ดี ใช้จับโลหะหนักในน้ำเสียจากอุตสาหกรรมต่างๆ ข้อดีของการใช้ไคโตซานจับโลหะ แทนการจับโลหะด้วยวิธีอื่น ๆ เช่นการใช้กระแสไฟฟ้าหรืออิเล็กโตรดีโพสิชัน (Electrodeposition) คือ การใช้ไคโตซานมีต้นทุนต่ำกว่า สามารถกำจัดโลหะหนักที่มีความเข้มข้นต่ำได้ดีกว่า เปรียบเทียบการกำจัดสูงกว่า และสามารถนำโลหะออกโดยการล้างด้วยกรด แล้วนำไคโตซานกลับไปใช้ใหม่ (Reuse) ได้ [18]
- ใช้ทำเมมเบรนเยื่อเลือกผ่านในขบวนการออสโมซิสแบบย้อนกลับ (Reverse osmosis) [15] เมมเบรนไคโตซานยังนิยมใช้ในการแยกตัวทำละลายออกจากน้ำในขบวนการ Pervaporation [23]
- ใช้ทำเมมเบรนกรองของแข็งขนาดเล็กมาก (Ultrafiltration) [15]
- ใช้เป็นสารเคลือบผิวผลไม้และผัก เพื่อลดการสูญเสียและยืดอายุการเก็บรักษา [15]
- เป็นสารเคลือบควบคุมการปลดปล่อยยา (Controlled release of drugs) [15]
- ใช้เป็นสารเคลือบผิวเส้นใยและผ้า สำหรับการใช้งานทางการแพทย์ เช่น ผ้าพันแผล (Wound dressing) เนื่องจากไคโตซานมีสมบัติต่อต้านจุลินทรีย์ (Anti-microbial properties) [15-24]
- ใช้ทำฟิล์มเคลือบอิเล็กโทรด (Electrode coating) [15]
- ใช้ทำหนังเทียม (Artificial skin) และคอนแทคเลนส์ (Contact lens) จากไคโตซานคอลลาเจนคอมโพสิต

2.2.5 การเชื่อมโยงไคโตซาน

เนื่องจากไคโตซานสามารถละลายได้ดีในสารละลายกรดเกือบทุกชนิดจึงเป็นข้อเสียหรืออุปสรรคในการใช้งานไคโตซานในสภาวะแวดล้อมที่เป็นกรดสมบัตินี้สามารถปรับปรุงได้โดยใช้สารเชื่อมโยง (Crosslinking agents) ทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีเปลี่ยนโครงสร้างของไคโตซานสายโซ่ตรงเป็นเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครง-สร้างร่างแหสามมิติ (3-Dimensional network) หรือไฮโดรเจล (Hydrogel) ที่มีความทนทานต่อกรด ด่าง และสารเคมีอื่นๆ ได้ดี สารเชื่อมโยงที่สามารถใช้ได้กับไคโตซานที่มีการศึกษาได้แก่ กลูตาโรลดีไฮด์ (Glutaraldehyde, GA) [25], กลูตาริกไดอัลดีไฮด์ (Glutaric dialdehyde, GDI) [25], อีพิคลอโรไฮดริน (Epichlorohydrin) [24], ไดเอทิลสควาเรต (Diethyl squarate, DES) [26], เอทิลีนไกลคอลไกลิดิลอีเทอร์ (Ethylene glycol glycidyl ether, EGDE) [21] เป็นต้น (รูปที่ 2.6)



รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยาการเชื่อมโยงไคโตซานโดยใช้สารเชื่อมโยงไดเอทิลสควอเวต (Diethyl squarate, DES) [9]

2.2.6 อนาคตและการประยุกต์ใช้งานไคโตซาน

ปัจจุบันได้มีการศึกษาทำวิจัยเพื่อใช้ประโยชน์ไคโตซานในหลายรูปแบบ เช่น เป็นแผ่นฟิล์มบาง เป็นก้อนกลมขนาดเล็ก (Microspheres) ฟองน้ำรูพรุน (Sponges) เป็นแผ่น (Flakes) ไฮโดรเจลแบบเชื่อมโยงพันกัน (Semi-IPN hydrogels) เส้นใยคอมโพสิต (Composite fibers) พอลิเมอร์ผสม เป็นต้น ได้มีงานวิจัยจำนวนมากตีพิมพ์เกี่ยวกับพอลิเมอร์ผสมของไคโตซาน เช่น พอลิเอทิลีนออกไซด์ (PEO) [13] พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) [13-15] พอลิเอไมด์หรือไนลอน 6 (PA6) [3] และ คอนแจคกูลูโคแมนแนน (Konjac Glucomannan, KGM) [15] เป็นต้น เนื่องจากการทำพอลิเมอร์ผสมช่วยให้ไคโตซานมีสมบัติต่างๆ ดีขึ้น สามารถประยุกต์ใช้งานต่างๆ ได้กว้างขวางและมีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น นอกจากนี้ถ้าพิจารณาโครงสร้างทางเคมีของไคโตซาน (รูปที่ 2.2) จะเห็นได้ว่าไคโตซานมีหมู่ฟังก์ชันที่ว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมี 3 หมู่ ได้แก่หมู่เอมิโน (-NH₂) หมู่แอลกอฮอล์แบบปฐมภูมิ (Primary alcohol, -CH₂OH) และหมู่แอลกอฮอล์แบบทุติยภูมิ (Secondary alcohol, =CHOH) ไคโตแซกซารินเป็นเอกซอสาร์ที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

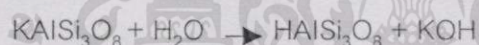
งานจึงสามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีปรับปรุงโครงสร้างที่หมู่ฟังก์ชันทั้งสามของโคโตซาน ทำให้ได้สารที่มีสมบัติต่าง ๆ หลากหลายมากมาย [21]

2:3 ดินขาว (Kaolin, China Clay) [20]

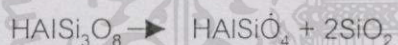
ดินขาว หมายถึง ดินสีขาวหรือมีสีซีดจางทั้งในสภาพที่ยังไม่ได้เผาและเผาแล้ว ดินขาวมีส่วนประกอบส่วนใหญ่เป็นแร่ดินกลุ่มแร่ดินขาว (Kaolinite) และมีความสัมพันธ์กับไมกา (Mica) เคโอลิไนต์ (Kaolinite) ควอตซ์ (Quartz) และอาจมีมอนต์มอริลโลไนต์ (Montmorillonite) แร่ดินขาวชนิดนี้มี 2 แบบคือ

1. แหล่งกำเนิด (Residual deposit) ดินขาวแหล่งนี้มักพบในลักษณะเป็นภูเขาหรือที่ราบซึ่งเดิมที่เป็นแหล่งแร่หินพื้นน้ำ เมื่อหินพื้นน้ำพังโดยบรรยากาศ (Weathering) ผลสุดท้ายจะเหลือเป็นดินขาวอยู่ ณ ที่นั้น กระบวนการเกิดดินขาว (Kaolinization) นี้มีขั้นตอนของปฏิกิริยาต่างๆ ดังนี้

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis)



ปฏิกิริยาการสลายตัวให้ซิลิกา (Desilication)



ปฏิกิริยาการรวมตัวกับน้ำ (Hydration)



KAISi_3O_8 = หินพื้นน้ำชนิดโปแตส (Potash feldspar)

$(\text{OH})_4\text{AlSi}_2\text{O}_5$ = แร่ดินขาว (Kaolinite)

สิ่งสกปรกที่พบในดินเหล่านี้ คือ ซิลิกา (Silica) มีสูตรเคมีเป็น SiO_2 นอกจากนี้ก็มีหินพื้นน้ำและผลิตภัณฑ์อื่นๆ ที่ไม่เปลี่ยนแปลงเนื่องจากปฏิกิริยายังไม่สมบูรณ์ และอาจมีสิ่งสกปรกที่อื่นเข้าไปปน

2. แหล่งสะสมที่ลุ่ม (Sedimentary deposit) หมายถึง แหล่งดินขาวที่เกิดจากดินขาวจากแหล่งแรก ถูกกระแสน้ำพัดพาไป และไปสะสมในบริเวณที่ราบลุ่ม ในประเทศไทยมีแหล่งดินขาวหลายจังหวัด มีจังหวัดลำปาง ปราจีนบุรี นครศรีธรรมราช เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนประกอบทางเคมีของดินขาว

ผลึกที่บริสุทธิ์ของดินขาว (Clay)มีส่วนประกอบทางเคมีเป็น $(OH)_4 AlSi_2O_5$ หรือ $AlSi_2O_5 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ หรือ 39.8% Al_2O_3 , 46.3% SiO_2 และ 13.9% H_2O ดินขาวที่พบตามแหล่งมีส่วนประกอบต่างกันไปด้วยเหตุผล 2 ประการ คือ

1. เนื่องจากในโครงสร้างของดินขาวมีการแทนที่กันของโลหะธาตุที่มีประจุบวก
2. เนื่องจากมีสารประกอบอื่นปะปนอยู่ ได้แก่ Quartz, Feldspar, Rutile, Pyrite, Tourmaline, Zircon, Hematite เป็นต้น

ปัจจุบันเรารู้เรื่องดินขาวเป็นอย่างดี เนื่องจากเราได้ใช้เทคนิคทางวิทยาศาสตร์เข้าช่วยได้แก่ X-ray diffraction, Differential thermal analysis (DTA), Electron microscopy และ Infrared spectroscopy

แร่ดินขาว (Kaolin minerals) มีหลายอย่างแตกต่างกันไปตามโครงสร้างและสูตรทางเคมี สูตรเคมีพื้นฐาน คือ $(OH)_4 Al_2(Si_2O_5)$ การเรียกชื่อแร่ดินต่างๆ ในที่นี้เรียกตาม The Clay Minerals Group Sub-Committee

Kaolinite เป็นแร่ดินที่พบมากที่สุด โครงสร้างของมันประกอบด้วยหนึ่งชั้น (Layer) ในหนึ่งเซลล์เกิดจากการจับกันของชั้นเตตระฮีดรอล (Tetrahedral sheet) กับออกตะฮีดรอล (Octahedral sheet) โครงสร้างของมันเป็น Triclinic

Diskite เป็นแร่ดินที่พบบ้าง โครงสร้างของมันเป็นแบบสองชั้น (Layers) ในหนึ่งเซลล์และมีโครงสร้างเป็น Monoclinic

Montmorillonite การซ้อนทับกันของชั้น (Layer) เป็นในลักษณะที่ไม่เป็นระเบียบ

Nacrite เป็นแร่ดินที่หายาก โครงสร้างของมันเป็นแบบ Six layers ในหนึ่งเซลล์ โครงสร้างเป็นออร์โธโรมบิก (Orthorhombic)

2.4 พอลิเมอร์นาโนคอมโพสิต (Nanocomposites)

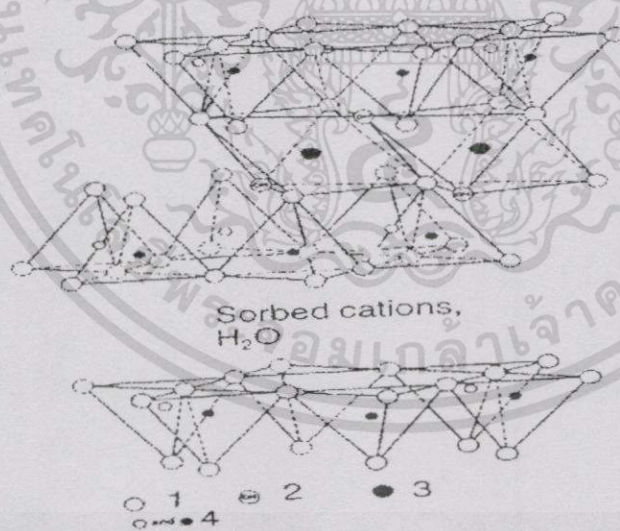
นาโน (Nano) หมายถึงคำนำหน้านามที่มีขนาดเล็กมากประมาณ 10^{-9} เมตร

คอมโพสิต คือ วัสดุประกอบที่เกิดจากวัสดุสองชนิดขึ้นไปโดยวัสดุหนึ่งจะทำหน้าที่เสริมแรง (Reinforcement) ได้แก่ วัสดุพวกเส้นใย (Fibers) ล้วนหรือยาว องค์ประกอบอีกส่วนหนึ่งที่สำคัญคือ เมตริกซ์ (Matrix) เป็นองค์ประกอบหลักที่ทำหน้าที่ยึดส่วนเสริมแรงไว้ด้วยกันและทำหน้าที่ปกป้องรับแรงและถ่ายเทแรงที่ได้รับไปยังเส้นใยหรือส่วนเสริมแรง วัสดุที่ใช้เป็นเมตริกซ์ที่สำคัญได้แก่ พอลิเมอร์, เซรามิกและโลหะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นาโนคอมโพสิต (Nanocomposites) คือ วัสดุประกอบที่เกิดจากวัสดุสองชนิดขึ้นไปโดยมีวัสดุที่เป็นองค์ประกอบอย่างน้อยหนึ่งชนิดที่เป็นของแข็งขนาดเล็กมากในช่วงนาโนเมตร (10^9 เมตร) ปกติแล้วนาโนคอมโพสิตมีส่วนเสริมแรงขนาดเล็กในช่วง 1-20 nm อาจอยู่ในสถานะที่เป็นได้ทั้งอสัณฐาน (Amorphous) กึ่งผลึก (Semi-crystalline) หรือ เป็นผลึก (Crystalline) ก็ได้

พอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตเป็นวัสดุที่มีความน่าสนใจซึ่งกำลังเป็นที่นิยมอย่างมาก ตัวที่นิยมใช้คือ ดินขาว มีลักษณะเป็นชั้นของซิลิเกต ตัวอย่างเช่น Montmorillonite ดังรูปที่ 2.7 โดยดินขาว ตัวนี้จะมีส่วนผสมของแร่ Bentonite ในสัดส่วนที่แตกต่างกันแล้วแต่ชนิดของมันโดยจะมีค่า Aspect ratio (L/D) ที่สูงประมาณ 100-1000 องค์กรอม โดยเราจะใช้ทำการเติมเป็นสารตัวเติม (Filler) ในวัสดุสมบัติของดินขาว นั้นขึ้นอยู่กับแร่ธาตุ Bentonites ที่ผสมอยู่ ก่อนที่เราจะนำดินขาวมาใช้นั้นจะต้องทำการปรับปรุงก่อนโดยทำการเปลี่ยนแปลงพื้นผิวของมันเพื่อให้มีความสามารถในการยึดติดกับพอลิเมอร์ได้ดี จะเรียกดินขาวที่ปรับปรุงพื้นผิวแล้วว่า "ดินขาวแบบปรับปรุง" หรือ "ออร์กาโนเคลย์" (Organo clay) โดยเราทำการเปลี่ยนแปลงโดยใช้ Quarternary ammonium ทำการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion-exchange) กับโซเดียมไอออน (Na^+) หรือพวก Alkaline-Alkaline earth ในโครงสร้างของดินขาวจะมีลักษณะที่ไม่ค่อยเป็นระเบียบจะมีความสามารถในการเสริมแรงที่ดีเนื่องจากมีขนาดที่ค่อนข้างเล็กในระดับนาโนเมตร

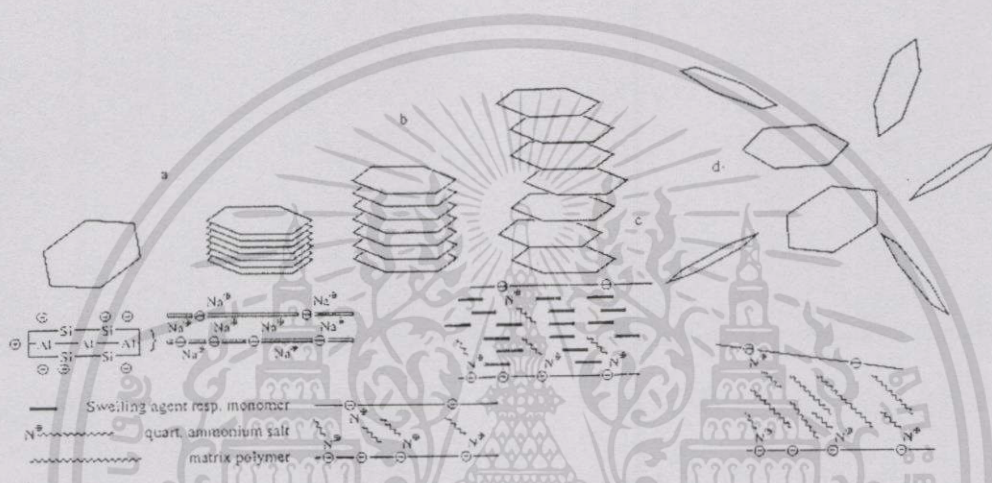


รูปที่ 2.7 ลักษณะโครงสร้างของ Montmorillonite โดยที่อะตอมที่ 1. คือ ออกซิเจน

2. ไฮดรอกซิล 3. อะลูมิเนียมและแมกนีเซียม 4. ซิลิกอน [2]

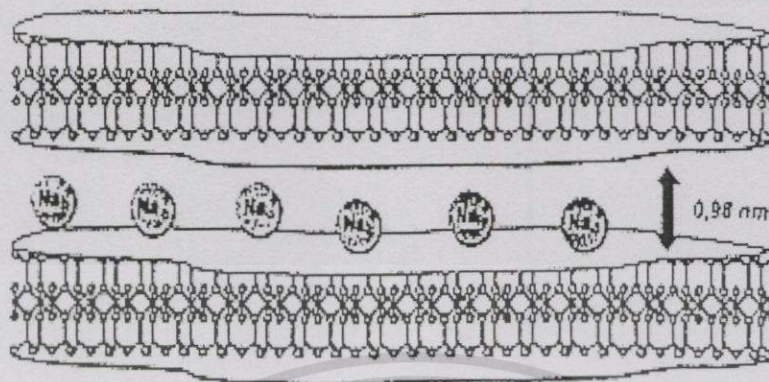
ลักษณะโครงสร้างของดินขาวแบบปรับปรุงนั้นมีลักษณะเป็นสารตัวเติมขนาดเล็กที่มีสมบัติเป็นแอนไอโซทรอปิก (Anisotropic nanofillers) คือจะมีค่าความแข็งแรงดึง (Strength) และ ความเอ็กซารันเป็นเอ็กซารันที่สวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เหนียว (Toughness) สูงกว่าสารตัวเดิมโดยทั่วไป โครงสร้างของมันเป็นประกอบด้วยกัน 3 ชั้นโดยชั้นกลางจะมี MgO หรือ Al_2O_3 ที่มีการจัดตัวแบบ Octahedral ส่วนที่เหลืออีกสองชั้นเป็น SiO_2 ที่จัดตัวแบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) โดยมีทั้งส่วนที่เป็นไอออนลบ (Anionic) และไอออนบวก (Cation) ในโครงสร้าง นอกจากนี้ยังมีที่ว่างระหว่างแผ่นทำให้สามารถเกิดแลกเปลี่ยนไอออนที่พื้นผิวทำให้ระยะห่างระหว่างแผ่นเพิ่มขึ้นจาก 0.98 ถึง 1.2-2.5 nm ซึ่งขึ้นกับความยาวของหมู่อัลคิลในอัลคิลแอมโมเนียม (alkyl ammonium) ทำให้ยึดติดกันกับพอลิเมอร์ได้ดีขึ้นดังรูปที่ 2.8 และ 2.9



รูปที่ 2.8 การปรับปรุงดินขาว (Clay) [2] โดยที่

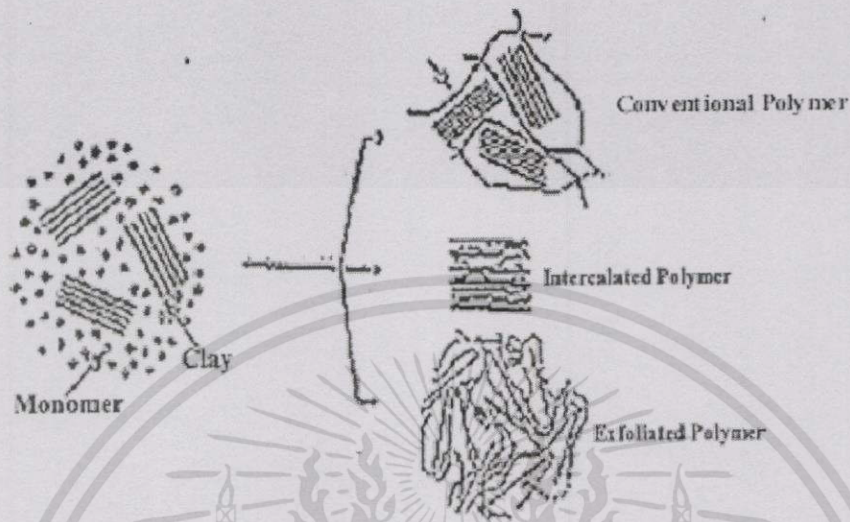
- ขั้นแรกของการปรับปรุงคือต้องเปลี่ยนให้เป็น Organo Clay
- แสดงการเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่าง Na^+ กับ เกลือแอมโมเนียม
- เกิดการ intercalation ทำให้มีการเพิ่มขึ้นของระยะห่างระหว่างชั้น
- มีการแยกกันของชั้นเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์



รูปที่ 2.9 แสดงการแยกชั้นของดินขาวโดยใช้เกลืออัลคิลแอมโมเนียม (Alkyl Ammonium Salt) [30]

ในการปรับปรุงสมบัติเชิงกลและการซึมผ่านของก๊าซนั้นขึ้นกับการจัดเรียงตัวของมันโดยส่วนใหญ่จะมีการจัดตัว 3 แบบคือ Conventional composites, Intercalated nanocomposite และ Exfoliated nanocomposite ดังรูปที่ 2.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



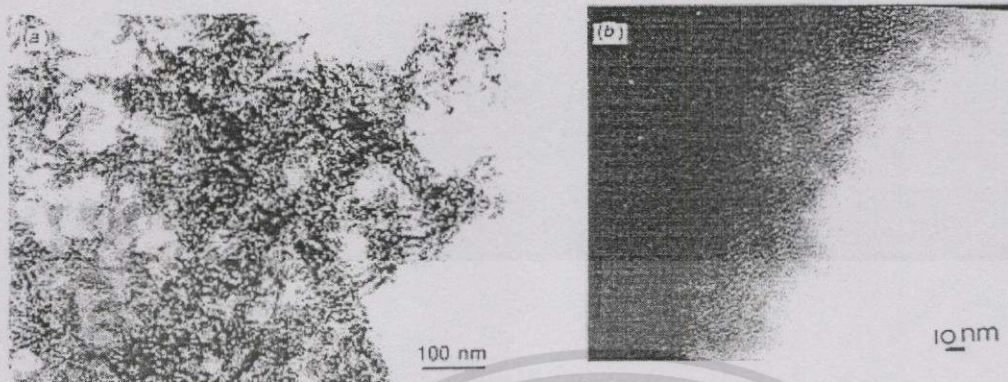
รูปที่ 2.10 ลักษณะการจัดเรียงตัวของดินขาว (Clay) แบบต่างๆ [29]

ในการทำเป็นนาโนคอมโพสิตนั้นสามารถทำได้หลายวิธี เช่นการ Polymerization ระหว่างชั้น, ทำการ Dispersion polymerization และ Dispersion blend , ทำให้อยู่ในลักษณะ Compounding และ ทำ Reaction extrusion เป็นต้น

2.4.1 ชนิดของนาโนคอมโพสิต [30]

1) Sol-gel nanocomposites นิยมใช้กับเซรามิกโดยจะทำที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส ลักษณะของนาโนคอมโพสิตที่ได้นั้นเริ่มจากเหนียวส่วนที่เป็นผลึกเดี่ยว (Single crystalline) มาประกอบกันเป็น Diphasic ceramic ซึ่งในการผสมจะประกอบด้วยกันตั้งแต่ 2 ส่วนขึ้นไปโดยจะมีส่วนของของแข็งเป็น Spherical silica ที่มีขนาด 10-20 นาโนเมตรกระจายอยู่ในส่วนที่เป็นของเหลวในลักษณะที่ค่อนข้างสม่ำเสมอและหนาแน่นกว่าคอมโพสิตที่เป็นแบบ Single phase โดยจะแสดงภาพเปรียบดังรูปที่ 2.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.11 การเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของนาโนคอมโพสิต (a) และคอมโพสิตแบบ Single phase (b) จากเครื่อง TEM [30]

2) Intercalation-type nanocomposites เป็นการสังเคราะห์ผลึกที่ทำให้มีลักษณะโครงสร้างเป็นชั้น เช่น แกรไฟต์ และ ดินขาว โดยจะทำการ Intercalated กับสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ให้โครงสร้างเป็น Bi – dimensional นาโนคอมโพสิต ซึ่งสามารถเกิดขึ้นของผลึกได้ 2 ชนิดคือ

- ส่วนที่มีประจุบนพื้นผิว (Unbalanced charge) ประกอบด้วย ดินขาวและไฮโดรเทลไซต์ (Hydrotalcites anionic clays) อัตราส่วน 2 ต่อ 1
 - ส่วนที่เป็นกลาง (Neutral layer) ประกอบด้วย ดินขาวและแกรไฟต์ อัตราส่วน 1 ต่อ 1
- ชนิดของ Intercalation – type nanocomposites มี 3 ชนิด

2.1 Pillared clays โดยดินขาวที่ใช้เช่น Montmorillonite ,Hectorite, Saponite และ Biedellite โดยจะเกิดการแลกเปลี่ยนไอออนในส่วนของพื้นผิวกับส่วน Polymeric hydroxy แล้วตามด้วยการ dehydration ให้เป็นออกไซด์ คือจะช่วยให้มีความคงทนถาวรโดยออกไซด์ที่ใช้มีหลายชนิด เช่น ZrO_2 , Cr_2O_3 และ TiO_2 โดยแสดงดังรูป 2.12

2.2 Metal-intercalated clays การขยายตัวของชั้นฟิล์มเกิดโดยใช้โลหะ เช่น Montmorillonite มีการใช้ Heterogeneous catalysts เนื่องจากมีส่วน Active sites เกาะอยู่ระหว่างชั้นหรือพื้นผิวภายนอกโดยโลหะที่นิยมใช้คือ ทองแดง (Cu^{2+}) มีขนาด $4-5 \text{ \AA}$ ซึ่งทำให้อุณหภูมิต่ำกว่า 500 องศาเซลเซียส

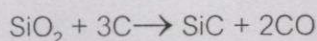
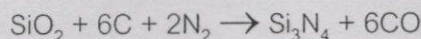
2.3 Clay- organic nanocomposites มีการทำปฏิกิริยาของดินขาวกับสารอินทรีย์โดยมีการเกิดพันธะที่ไม่ค่อยแข็งแรง (Van der waals and electrostatic) ในส่วนระหว่างชั้นของดินขาวมีโดยเกิดขึ้นได้ 2 แบบ

- เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนบวก

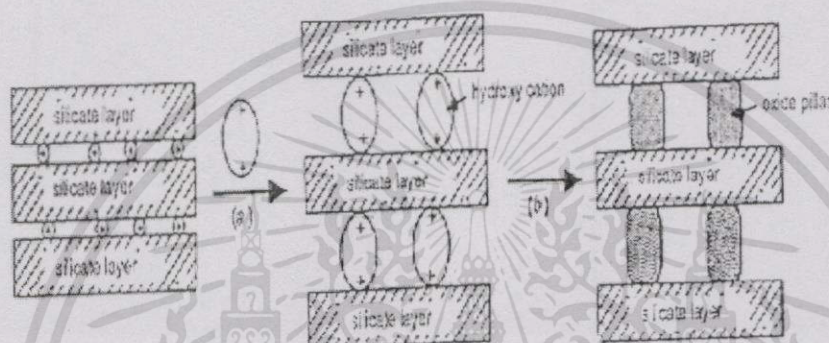
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- เกิดการดูดซับของสารอินทรีย์ (Adsorption of organic)

โดยเกิดการจับตัวกันที่พื้นผิวโดยสารที่ใช้ เช่น Si_3N_4 , SiC , AlN และ ซิอาลอน (Sialon) ซึ่งจะทำในบรรยากาศของก๊าซเฉื่อยเกิดปฏิกิริยาดังสมการนี้



นิยมใช้สังเคราะห์เซรามิกที่ไม่มีพวกออกไซด์ (Non-oxide ceramic) แสดงดังรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 การเกิดนาโนคอมโพสิตแบบ Intercalation [30]

3) Entrapment-type nanocomposites

สามารถเตรียมได้จากซีโอไลต์แบ่งได้เป็น 2 ชนิด

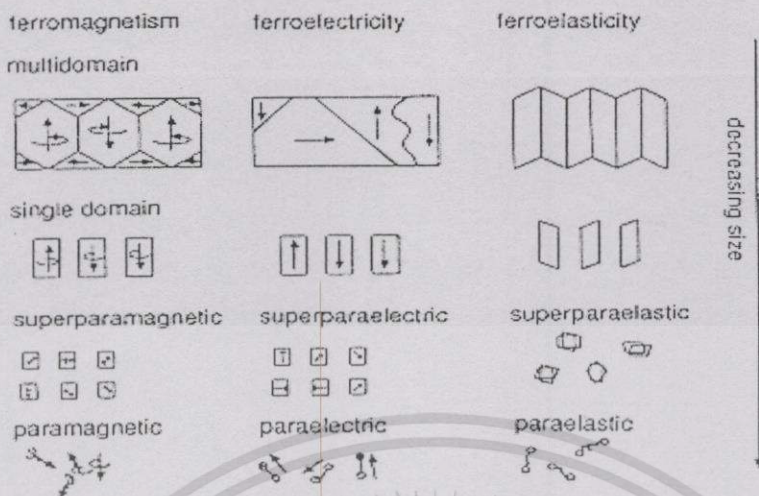
- ซีโอไลต์กับสารอินทรีย์
- ซีโอไลต์กับสารอนินทรีย์

ผลึกซีโอไลต์จะมีลักษณะเป็นโครงร่างตาข่ายของอะลูมิเนียมซิลิเกต (Aluminosilicate), อะลูมิเนียมฟอสเฟต (ALPO) และ ซิลิโคอะลูมิเนียมฟอสเฟต (Silicoaluminophosphate) ขนาดของรูอยู่ในช่วง 2.8-10 อังสตรอม ซีโอไลต์ที่ใช้นั้นมีการสังเคราะห์โดยใช้ Organic templates เช่น เตตระโพรฟิดแอมโมเนียม, เตตระเมทิลแอมโมเนียม เป็นต้น หลังจากสังเคราะห์แล้วก็ทำการเผาทำให้ส่วนของช่องว่างเพิ่มขึ้นในระดับนาโนเมตรเพื่อใช้เตรียมนาโนคอมโพสิตต่อไป

4) Electroceramic nanocomposites

ขึ้นอยู่กับวัสดุที่มีความเป็นแม่เหล็กมีการเปลี่ยนแปลงหรือการหมุนของสนามแม่เหล็กโดยจะเกิดจากการที่เกิดการสูญเสียพลังงานความร้อนที่แตกต่างกันซึ่งเป็นผลมาจากควอนตัม (Quantum effects) โดยทำให้มีความแตกต่างของพลังงานเกิดขึ้นทำให้ผลึกที่มีขนาดใหญ่มีการลดขนาดให้เล็กลงให้อยู่ในระดับนาโนหรืออังสตรอมจะแสดงดังรูปที่ 2.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



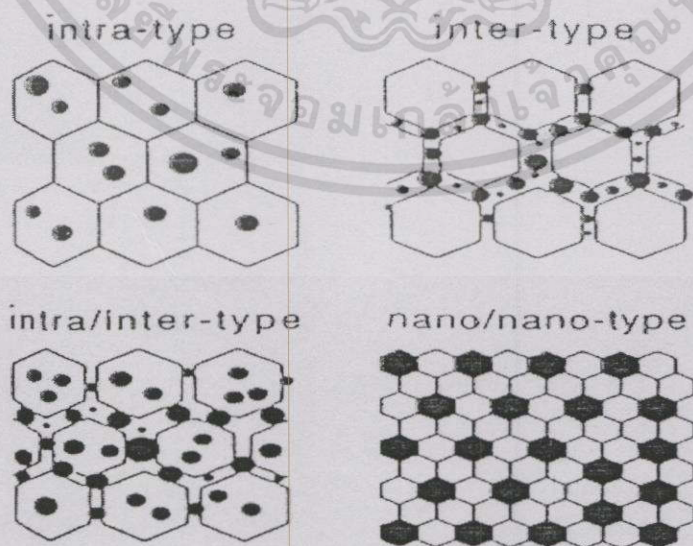
รูปที่ 2.13 การจัดเรียงตัวของนาโนคอมโพสิตชนิด Electroceramic [30]

5) Structural ceramic nanocomposites

นิยมใช้กับพวกเซรามิกที่เป็นแก้ว เช่น แก้วอัลไบต์ (Albite glass) ซึ่งทำจาก Oxide-non-oxide และ Non-oxide-non-oxide ผสมกันแบ่งเป็น 4 แบบด้วยกันคือ

- Intragranular-type คือขนาดอนุภาคมีการกระจายตัวไปยังเมตริกซ์
- Intergranular-type คือขนาดอนุภาคกระจายตัวตรงส่วน Boundaries ของเมตริกซ์
- Intra and inter granular-type คือขนาดอนุภาคจะเกิดการกระจายตัวทั้งหมด
- Nano-nanocomposites คือขนาดอนุภาคจะกระจายตัวกันแต่เกิดในระดับที่เล็ก

และสม่ำเสมอโดยจะแสดงให้เห็นดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 ภาพการจัดเรียงของนาโนคอมโพสิตชนิดที่มีโครงสร้างแบบเซรามิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2 ประโยชน์ของนาโนคอมโพสิต (Nanocomposites)

- ได้คอมโพสิตที่มีค่า Aspect ratio มากกว่า 100
- เพิ่ม Stiffness และ Impact strength
- เพิ่ม Dimensional stability ที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้น
- ทำให้มีการปรับปรุงความมันเงา (Surface gloss) ดีขึ้น
- ทำให้มีความสามารถในการยึดติดที่พื้นผิวที่ดี
- ทำให้พื้นผิวมีลักษณะ Active organophilic silicates ในการทำพอลิเมอร์ผสมและพอลิเมอร์

คอมโพสิต

- เพิ่มความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ของอีลาสโตเมอร์ (Elastomer)
- ปรับปรุงสมบัติการทนทานต่อการติดไฟ (Flame retardant)
- ลดการซึมผ่านของก๊าซและของเหลว
- ปรับปรุงสมบัติทางไฟฟ้า (Electrical properties) และสมบัติทางแสง (Optical properties)
- ลดการหดตัว (Shrinkage) เนื่องจากมีโครงสร้างเป็น Skeletal [29]

2.5 การตรวจวิเคราะห์นาโนคอมโพสิต (Nanocomposites Characterization) [31]

การตรวจวิเคราะห์ทำโดยใช้เครื่อง X-ray diffractometer (XRD) เทคนิคนี้ใช้ในการวิเคราะห์ทางเคมีแบบไม่ทำลายตัวอย่างสามารถทำการวิเคราะห์ธาตุเดี่ยวๆที่ละลายหรือหลายธาตุพร้อมกัน โดยเฉพาะอย่างยิ่งคอมพิวเตอร์และโปรแกรมที่ทันสมัยมีความสามารถสูงได้นำมาใช้ในระบบข้อมูลด้วยแล้ว ช่วยทำให้เทคนิคนี้ได้รับความนิยมมากขึ้นทั้งในด้านอุตสาหกรรมและการวิจัยบางครั้งสามารถวิเคราะห์ในระดับเล็กได้อีก

ลักษณะเฉพาะของรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นนั้นประกอบด้วยสเปกตรัม 2 ชนิด ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุที่ใช้ทำแอนโนดคือ สเปกตรัมที่เป็นแถบแบบต่อเนื่องหรือเรียกว่า White radiation ซึ่งเกิดจากอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงถูกลดพลังงานลงหรือลดความเร็วลงด้วยการชนกันระหว่างอิเล็กตรอนเองหรือชนกับอิเล็กตรอนในวัตถุทำให้มีการเปล่งรังสีออกมา รังสีเอกซ์มีลักษณะคล้ายรังสีแกมมา ดังนั้นเมื่อรังสีเหล่านี้ผ่านเข้าไปในวัตถุจะเกิดปรากฏการณ์หลาย ๆ อย่าง เช่น เกิดดูดกลืน (Absorption), การหักเห (Diffraction) เกิดอันตรกิริยากับวัตถุทำให้วัตถุนั้นเกิดการไอออไนเซชัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การดูดกลืนรังสีเอกซ์เกิดขึ้นเมื่อให้ลำรังสีเอกซ์แคบๆ ผ่านวัตถุที่บางๆ ความเข้มหรือกำลังของรังสีเอกซ์จะลดลงเนื่องจากถูกดูดกลืนและเกิดการกระเจิง ผลที่เกิดจากการกระเจิงสำหรับธาตุเบาๆ จะมีน้อยมาก การดูดกลืนรังสีเอกซ์จะเกิดมากกว่า สำหรับการเลี้ยวเบนเกิดโดยเมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอมซึ่งบางส่วนก็จะเกิดการกระเจิงและส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม ลำแสงที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นแบบเดียวกัน ถ้าอะตอมในผลึกอยู่กันอย่างเป็นระเบียบและห่างเท่าๆกัน การเลี้ยวเบนนี้ก็จะมึลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนด้วยเกรตติงแบบสะท้อน

เมื่อปี ค.ศ. 1912 W.L.Bragg ได้ใช้ลำรังสีเอกซ์แคบๆ ให้กระทบผิวหน้าผลึกเป็นมุม θ เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนและการกระเจิง เมื่อเกิดอันตรกิริยากับอะตอมคลื่นแสงเกิดการแทรกเสริมแบบสร้าง (Constructive interference) ที่มุม θ ได้เป็น

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

เมื่อ n = ดัชนีหักเห

λ = ความยาวคลื่น

d = ระยะห่างระหว่างชั้น

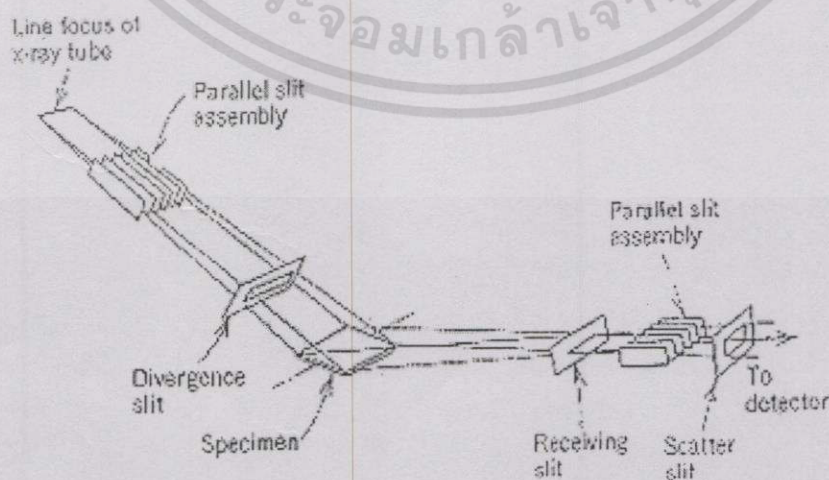
θ = มุมตกกระทบ

สมการนี้เรียกว่า Bragg equation

รังสีเอกซ์จะเกิดการสะท้อนจากผลึกได้ ถ้ามุมตกเป็นแบบ

$$\sin\theta = n\lambda/2d$$

ส่วนมุมอื่นๆ จะเกิดการหักล้างกัน (Destructive interference)



รูปที่ 2.15 ส่วนประกอบต่างๆ ของเครื่อง XRD [31]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้นกับสภาวะ 2 ประการ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีที่เลี้ยวเบนและเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

โดยในงานวิจัยนี้จะใช้เทคนิค XRD ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกหรือค่าระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) ของดินขาวแบบปรับปรุง



บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

- 1) 6-Amino-1- hexanol (เกรดวิเคราะห์) (Fluka chemical)
- 2) 1,12-Diaminododecane (เกรดวิเคราะห์) (Sigma Chemical)
- 3) 1,6-Diaminohexane (เกรดวิเคราะห์) (Sigma Chemical)
- 4) ไคโตซาน (Degree of Deacetylation, 94.68 %) (Union Product)
Clay (Cloisite®) (Hydrated Aluminium Silicate; Montmorillonite) (Southern Clay)

ตารางที่ 3.1 สมบัติของ Clay (Cloisite®)

สมบัติ	ค่าที่ได้
ลักษณะ	ผงสีขาว
ความจุ	95 meq/100g
ขนาดอนุภาคเฉลี่ย	13 μ m
ความถ่วงจำเพาะ	2.6

หมายเหตุ ข้อมูลจากบริษัท Southern Clay

- 6) กลูตาโรลไดอัลดีไฮด์ (เกรดวิเคราะห์) (Merck Co.,Ltd)
- 7) กรดไฮโดรคลอริก (เกรดวิเคราะห์)
- 8) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (เกรดวิเคราะห์)
- 9) กรดอะซิติก (เกรดวิเคราะห์)
- 10) ซิลเวอร์ไนเตรต (เกรดวิเคราะห์)

3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 1) บริภัณฑ์เครื่องแก้ว
- 2) ชุดโบทันกวาน
- 3) ชุดเครื่องกรอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) Hot plate
- 5) เทอร์โมมิเตอร์
- 6) เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า
- 7) แผ่นสไลด์
- 8) Magnetic bar
- 9) ครกบดสาร
- 10) เครื่องชั่ง
- 11) ถุงมือกันความร้อน
- 12) ตู้อบ
- 13) เครื่องทดสอบแรงดึง (Universal tensile tester) (บริษัท LLOYD Instruments)
- 14) เครื่องทดสอบสมบัติทางความร้อน TGA (Thermogravimatic analyzer) (บริษัท Shimadzu Co.,Ltd)
- 15) เครื่องทดสอบสมบัติทางความร้อน DSC (Differential Scanning Calorimeter) (บริษัท Shimadzu Co.,Ltd)
- 16) เครื่อง DMTA (Dynamic Mechanical Thermal Analyzer)(Rheometric Scientific)
- 17) เครื่อง XRD (X-ray diffractometer) (บริษัท Bruker)
- 18) เครื่อง TEM (Transmission Electron Microscope) (บริษัท Jeol)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 ขั้นตอนในการปรับปรุงดินขาว ด้วย 6-Amino-1-hexanol (MMT/AHN)

- 1) ทำการชั่งดินขาว ปริมาณ 2 กรัมและชั่ง 6-Amino-1-hexanol ปริมาณ 0.352 กรัม
- 2) นำ 6-Amino-1-hexanol ใส่ลงในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.01 M ปริมาณ 300 ml แล้วทำการใส่ดินขาวลงไปโดยทำการผสมกันในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ml แล้วนำไปทำการปั่นกวนโดยใช้ความเร็วในการปั่นกวนที่ค่อนข้างสูงประมาณ 400-500 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 3) นั้นทำการกรองออกเพื่อแยกส่วนของดินขาว จากนั้นใช้น้ำร้อนในการล้างตะกอนในระหว่างการกรอง เพื่อจะช่วยให้กำจัดคลอไรด์ที่มากเกินไปออกให้หมด ทดสอบการล้างตะกอนโดยใช้ซิลเวอร์ไนเตรตหยดในน้ำล้างตะกอนจนพบว่าไม่มีตะกอนของซิลเวอร์คลอไรด์เกิดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) จากนั้นนำไปเข้าตู้อบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส จนแห้งแล้วนำมาบดให้เป็นผง
- 5) นำดินขาว ที่ได้ไปศึกษาาระยะห่างระหว่างชั้น (d) โดยใช้เทคนิค X-ray diffraction

3.3.2 ขั้นตอนในการปรับปรุงดินขาว ด้วย 1,12-Diaminododecane (MMT/DDO)

- 1) ทำการชั่งดินขาวปริมาณ 2 กรัมและชั่ง 1,12-Diaminododecane ปริมาณ 0.3006 กรัม
- 2) นำ 1,12-Diaminododecane ใส่ลงในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.01 M ปริมาณ 150 ml แล้วทำการใส่ดินขาว ลงไปโดยทำการผสมในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ml ทำการปั่นจนความเร็วสูงที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 3) ทำเช่นเดียวกับข้อ 3, 4 และ 5 ในข้อ 3.3.1

3.3.3 ขั้นตอนในการปรับปรุงดินขาว ด้วย 1,6-Diaminohexane (MMT/DHEX)

- 1) ทำการชั่งดินขาวปริมาณ 2 กรัมและชั่ง 1,6-Diaminohexane ปริมาณ 0.1743 กรัม
- 2) นำ 1,6-Diaminohexane ใส่ลงในกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 0.01 M ปริมาณ 150 ml แล้วทำการใส่ดินขาว ลงไปโดยทำการผสมกันในขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ml แล้วนำไปทำการปั่นจนความเร็วสูงที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 3) ทำเช่นเดียวกับข้อ 3, 4 และ 5 ในข้อ 3.3.1

3.3.4 การเตรียมตัวอย่างฟิล์มโคโตซานคอมโพสิต

- 1) การเตรียมโคโตซานฟิล์ม
 - 1.1) นำโคโตซานมาทำการผสมกับกรดอะซิติกโดยใช้โคโตซาน 2% โดยน้ำหนักผสมกับกรดอะซิติกเข้มข้น 2% โดยน้ำหนัก
 - 1.2) จากนั้นนำมาทำการปั่นด้วยเครื่องปั่นด้วยความเร็ว 900-1500 รอบต่อนาทีโดยทำการปั่นเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง
 - 1.3) จากนั้นนำสารละลายที่ได้ปริมาณ 400 มิลลิลิตรไปทำการเทลงบนถาดเมลามีนผิวเรียบขนาด 10x15 นิ้ว ทำการกำจัดฟองอากาศให้หมดโดยการตั้งทิ้งไว้หรือค่อยๆ นำไม้จิ้มฟัน

มาจุ่มส่วนที่เป็นฟองอากาศให้หมดไป นำถาดวางบนโต๊ะปรับระดับความสูงที่ทำการปรับระดับเพื่อให้ความหนาของฟิล์มที่ได้เท่ากัน แล้วทิ้งไว้ให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

2) การเตรียมโคโตะซานนาโนคอมโพสิต

ทำเช่นเดียวกับข้อ 1 แต่ใส่ดินขาวแบบปรับปรุงลงไปด้วยในระหว่างการปั่นกวนโดยใส่ในปริมาณสัดส่วนแตกต่างกัน (0-5%โดยน้ำหนัก) แล้วนำไปเปรียบเทียบกับลักษณะของฟิล์มที่ได้จากข้อ 1 โดยทำการเปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ได้แก่ สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน สมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพ

3) การเชื่อมโยงโคโตะซาน

ทำเหมือนข้อ 1 แต่ใส่สารเชื่อมโยงลงไปด้วยโดยสารเชื่อมโยงที่ใช้คือ กลูตารอล-ไดอัลดีไฮด์ความเข้มข้น 50 %โดยน้ำหนักในน้ำ โดยปริมาณที่ใส่อยู่ในช่วง 0-500 ไมโครลิตร ใส่ในระหว่างการปั่นกวนแล้วทำการเปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของฟิล์มที่เตรียมได้

3.3.5 ปัจจัยที่จะศึกษา

- ปริมาณของดินขาวแบบปรับปรุงที่ใช้ 0-5 % โดยน้ำหนักโคโตะซาน
- ผลของการเปรียบเทียบสารเคมีที่ใช้ในการปรับปรุงดินขาว
- ผลของระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาวแบบปรับปรุง
- ผลของปริมาณสารเชื่อมโยง
- ผลของความสามารถในการดูดซับน้ำ

3.3.6 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของฟิล์ม

1) การศึกษาสมบัติเชิงกล

-ทดสอบสมบัติแรงดึงด้วย Universal tensile tester ได้ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength), ค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (% Elongation at break) และค่ามอดุลัส (Modulus) ตาม มาตรฐาน ASTM D638 ใช้ชิ้นงานในการทดสอบตัวอย่าง 8 ชิ้นสถานะที่ใช้ในการทดสอบดังนี้

Load cell	1	KN
Test speed	100	mm/min

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Gauge length 50 mm

- ความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ใช้ชิ้นงานในการทดสอบตัวอย่าง 10 ชิ้นตามมาตรฐาน ASTM D882 สภาวะที่ใช้ในการทดสอบดังนี้

Load cell	1	kN
Test speed	50	mm/min

2) การศึกษาสมบัติทางความร้อน

- Differential Scanning Colorimeter (DSC)
อัตราการให้ความร้อน 20 °C/min ช่วงอุณหภูมิที่ศึกษา 30- 220 °C
- Thermogravimetric Analyzer (TGA)
อัตราการให้ความร้อน 20 °C/min ช่วงอุณหภูมิที่ศึกษา 0-500 °C
- Dynamic Mechanical Thermal Analyzer (DMTA) รุ่น 902-50010 Rheometric Scientific โดยหา Dynamic Temperature Ramp Test จับตัวอย่างแบบ Tension (TMA mode) ตัวอย่างมีขนาด 0.5x 2 cm ค่า Strain 0.005 , Frequency 1 Hz และอุณหภูมิในช่วง 30-250 °C ทำการลดอุณหภูมิ ด้วยไนโตรเจนเหลว

3) การศึกษาสัณฐานวิทยา

- TEM (Transmissin Electron Microscope) ใช้ความต่างศักย์ 100 kV ทำการหล่อแบบโดยใช้การเทพอลิเมอร์ Spur resin ลงบนตัวอย่างนำไปอบที่ 70 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง แล้วตัดตัวอย่างโดยใช้ Ultra Microtome ความหนาของชิ้นงานที่ได้ประมาณ 90 นาโนเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางน้อยกว่า 0.5 มิลลิเมตร โดยตัดบนกริดทองแดงขนาด 300 mesh

4) การศึกษาระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing)

- XRD ทำการเตรียมตัวอย่างแบบเป็นผงใส่ใน Sample holder แล้วทำการเกลี่ยให้พื้นผิวเรียบแล้วนำไปวิเคราะห์ โดยใช้ Slit แบบ V_3 , Step size 0.02 ° และ Step time 0.5 s

5) การศึกษาเปอร์เซ็นต์การดูดซับน้ำ (% Water Absorbtion, %WA) [54]

- ตัดตัวอย่างขนาด 1x5 cm แล้วทำการชั่งน้ำหนักก่อนจากนั้นนำไปใส่ในภาชนะขนาด 250 ml มาใส่น้ำปริมาณ 50 ml จากนั้นนำตัวอย่างใส่ลงไปแช่แล้วทำการชั่งทุกๆ 30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แล้วชั่งน้ำหนักหลังแช่จนน้ำหนักคงที่ จากนั้นหาความสามารถในการดูดซับน้ำ (%) จากสมการนี้

$$\% \text{ WA} = \frac{\text{น้ำหนักหลังแช่} - \text{น้ำหนักก่อนแช่}}{\text{น้ำหนักก่อนแช่}} \times 100$$

6) การศึกษาเปอร์เซ็นต์เจล (% Gel) [54]

ตัดตัวอย่างขนาด 1x5 cm แล้วทำการชั่งน้ำหนักก่อน จากนั้นนำปิกเกอร์ขนาด 250 ml มาใส่กรดอะซิติกความเข้มข้น 2 % ปริมาณ 50 ml แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 50 °C เป็นเวลาประมาณ 4 ชั่วโมง แล้วชั่งน้ำหนักหลังแช่ จากนั้นหาเปอร์เซ็นต์การเชื่อมโยงจากสมการนี้

$$\% \text{ Gel} = \frac{\text{น้ำหนักหลังแช่}}{\text{น้ำหนักก่อนแช่}} \times 100$$

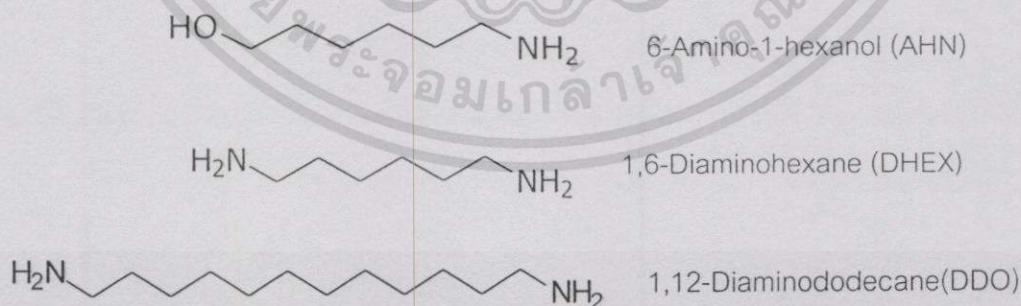
บทที่ 4

ผลการทดลอง

ในงานวิจัยได้ทำการเตรียมพอลิเมอร์นาโนคอมโพสิตจากไคโตซานกับสารตัวเติมบางประเภทที่สามารถเสริมแรงได้ ในการทดลองนี้ได้แก่ ดินขาว (Clay) แต่ก่อนที่จะนำไปใช้นั้นต้องทำการปรับปรุงโครงสร้างโดยการทำปฏิกิริยากับสารเคมีบางชนิดทำให้เกิดการขยายระยะห่างระหว่างชั้นเพื่อทำให้ค่า Aspect ratio (L/D) หรือค่าความยาวต่อเส้นผ่าศูนย์กลาง ที่สูงขึ้นเพื่อให้เกิดการเสริมแรง (Reinforcement) นอกจากนี้ยังช่วยให้พื้นที่ผิวของดินขาวมีความสามารถในการยึดติดกับไคโตซานได้ดีขึ้น จะเรียกดินขาวที่ทำการปรับปรุงแล้วว่าดินขาวแบบปรับปรุง (Modified clay หรือ Organo clay)

4.1 ผลของการปรับปรุงดินขาว (Modified Clay)

ดินขาวที่ใช้คือ Montmorillonite (Cloisite®) มีความจุ 95 meq/100g ซึ่งทำการปรับปรุงโครงสร้างโดยสารเคมีที่ใช้ปรับปรุงในงานวิจัยนี้เป็นสารประเภทอะมิโน โดยจะไปทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion-exchange) กับกับโซเดียมไอออนขึ้น ทำให้ระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) ของดินขาวนั้นมีค่าเพิ่มมากขึ้น โดยชนิดของสารเคมีที่ใช้นั้นมีด้วยกัน 3 ชนิดคือ 6-Amino-1-hexanol (AHN), 1,12-Diaminododecane (DDO), 1,6-Diaminohexane (DHEX) ซึ่งจะมีโครงสร้างดังรูปที่ 4.1

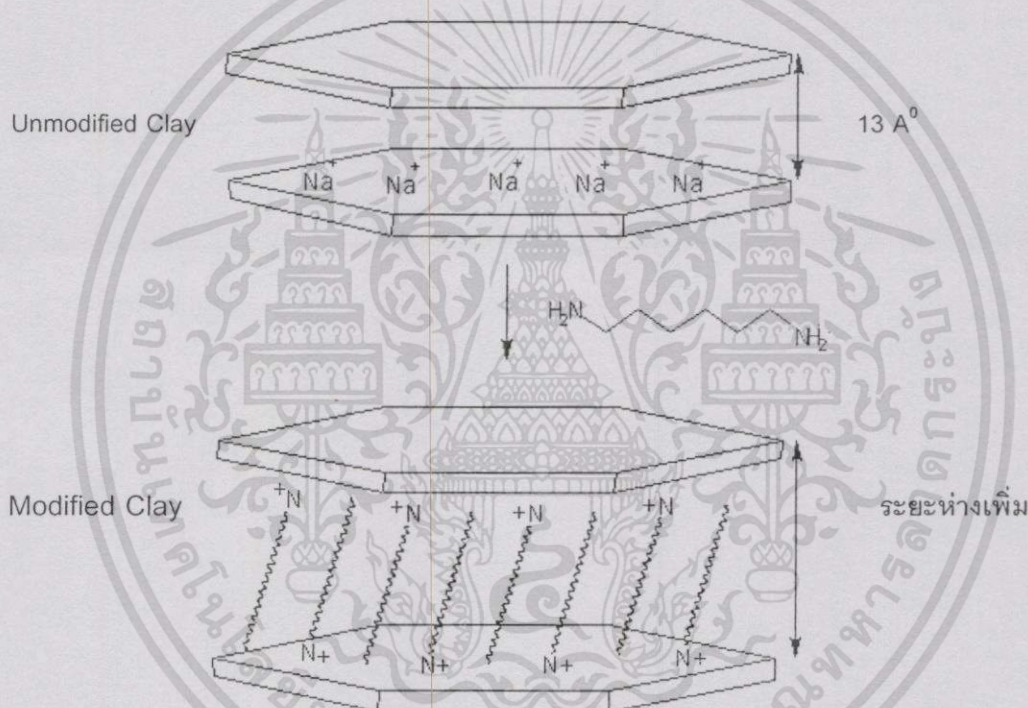


รูปที่ 4.1 โครงสร้างของสารเคมีที่ใช้ในการปรับปรุงดินขาว

AHN และ DHEX เป็นสารเคมีปรับปรุงที่มีความยาวของสายโซ่โมเลกุลที่ใกล้เคียงกันคือประกอบด้วย 6 คาร์บอนอะตอมในโครงสร้างแต่มีหมู่ฟังก์ชันที่ปลายโมเลกุลแตกต่างกัน กล่าวคือเอกส AHN มีหมู่ไฮดรอกซิลและอะมิโนที่หมู่ปลาย แต่ DHEX จะประกอบด้วยหมู่อะมิโนที่หมู่ปลายทั้งไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

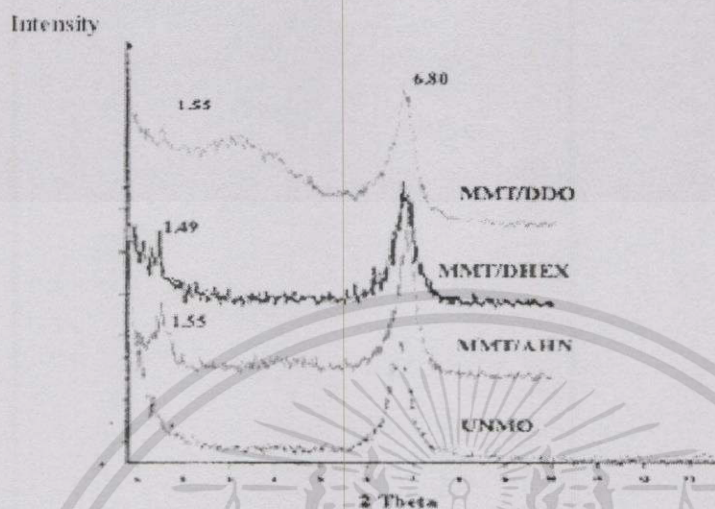
สอง โดยสารเคมีทั้งสองชนิดนี้จะใช้สำหรับศึกษาผลของหมู่ปลายที่มีผลต่อการปรับปรุงดินขาว เนื่องจาก AHN และ DHEX มีหมู่ฟังก์ชันที่ปลายแตกต่างกัน สำหรับ DHEX และ DDO ใช้สำหรับศึกษาผลของความยาวโมเลกุลของสารเคมีที่ใช้ในการปรับปรุงดินขาว เนื่องจาก DHEX และ DDO มีหมู่ฟังก์ชันที่ตำแหน่งปลายสายโซ่เหมือนกัน แต่มีความยาวโมเลกุลต่างกัน คือ DHEX ประกอบด้วยคาร์บอน 6 อะตอม แต่ DDO ประกอบด้วยคาร์บอน 12 อะตอม

เมื่อนำสารเคมีต่างๆ ในรูปที่ 4.1 มาทำการปรับปรุงดินขาว คาดว่าจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงในโครงสร้างดินขาวคือ สารเคมีจะเข้าไปแทรกในระหว่างชั้นของดินขาวเป็นผลให้ระยะห่างระหว่างชั้นเพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 โครงสร้างของดินขาวที่คาดว่าจะเปลี่ยนแปลงเมื่อทำการปรับปรุงด้วยสารเคมี AHN DDO และ DHEX

จากการทดลองเมื่อทำการปรับปรุงโครงสร้างของดินขาวแล้วนำไปตรวจสอบค่าระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) ซึ่งสามารถตรวจสอบโดยใช้เครื่อง XRD (X-ray diffractometer) โดยแสดงผลดังกราฟรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 ผล XRD Micrographs แสดงค่าของระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาวแบบปรับปรุงเทียบกับดินขาวที่ไม่ได้ปรับปรุง (UNMO)

ตารางที่ 4.1 ค่าระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาวก่อนและหลังการปรับปรุงจากรูปที่ 4.3

ชนิดของดินขาว	2 θ (องศา)	ระยะห่างระหว่างชั้น (d- spacing (A ⁰))
UNMO	6.8	13.00
MMT/AHN	1.55, 6.8	58.31, 13.00
MMT/DDO	1.55, 6.8	58.00, 13.00
MMT/DHEX	1.49, 6.8	59.35, 13.00

ผลที่ได้จากการตรวจสอบดินขาวที่ไม่ได้ทำการปรับปรุงพบว่าค่า 2θ ชั้นพีคที่ประมาณ 6.8 องศา ซึ่งมีค่า d-spacing เท่ากับ 13 A⁰ แต่เมื่อทำการปรับปรุงด้วยสารเคมีทั้งสาม แล้วพบว่าที่ตำแหน่ง 2θ จะขึ้นพีคที่ประมาณ 1.55 องศา แสดงว่ามีค่า d-spacing เพิ่มขึ้นเป็น 58 A⁰ แต่พบว่าที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 6.8 องศา ยังปรากฏพีคขึ้นอยู่แสดงให้เห็นว่าในการปรับปรุงดินขาวนั้นไม่สามารถทำได้ 100 เปอร์เซ็นต์ ในงานวิจัยนี้สารเคมีที่ใช้ปรับปรุงชนิด AHN และ DHEX มีความยาวของโมเลกุลที่เหยียดตรงประมาณไม่เกิน 9 A⁰ (มีคาร์บอนอะตอม 6 ตัว (ความยาวพันธะระหว่างคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 1.5x6 A⁰)) ส่วนชนิด DDO มีความยาวของโมเลกุลที่เหยียดตรงประมาณ 18 A⁰ (มีคาร์บอนอะตอม 12 ตัว (ความยาวพันธะระหว่างคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 1.5x12 A⁰)) แม้เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

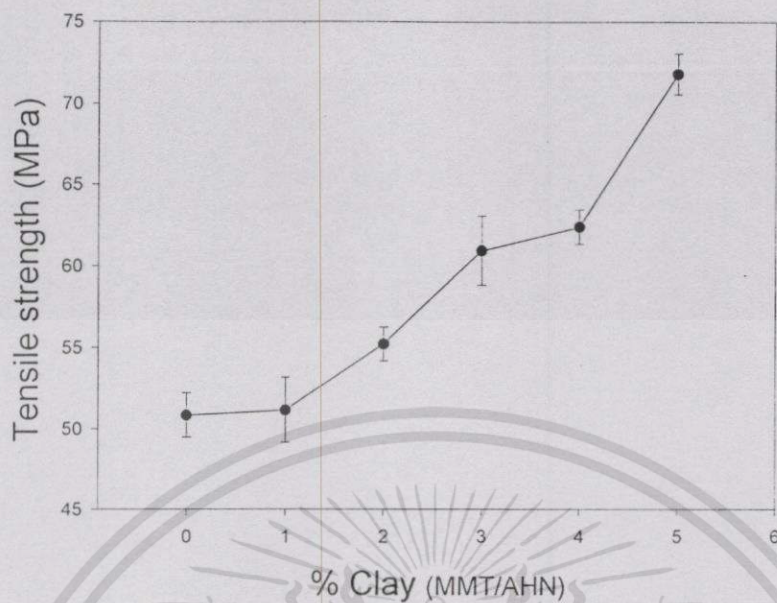
ความยาวของสายโซ่จะแตกต่างกัน คือ AHN มีจำนวนคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 6 และ DDO มีจำนวนคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 12 มีค่าระยะห่างระหว่างชั้นประมาณ 58 \AA ส่วน DHEX มีจำนวนคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 6 มีค่าระยะห่างระหว่างชั้นประมาณ 59 \AA จะเห็นได้ว่าผลของระยะห่างระหว่างชั้นของระนาบดินขาวที่มีการปรับปรุงแล้วมีค่ามากกว่าความยาวของโมเลกุลสารเคมีมาก (58 \AA เทียบกับ 9 \AA และ 59 \AA เทียบกับ 18 \AA) การที่มีระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาวเพิ่มขึ้นนั้น เนื่องจากเกิดการแลกเปลี่ยนไอออน (Cation-exchange) ระหว่าง Na^+ ของ Montmorillonite กับเอมีน โดยพบว่าดินขาวแบบปรับปรุงที่เกิดจากการใช้สารเคมีทั้ง 3 ชนิด ทำให้ดินขาวขยายตัวอย่างมาก สรุปได้ว่าสารเคมีทั้ง 3 ชนิดมีความสามารถในการแพร่และแทรกชั้นของดินขาวได้ใกล้เคียงกัน แม้ความยาวของสายโซ่จะแตกต่างกันอาจเนื่องจากเมื่อชั้นดินขาวแยกตัวออกจากกันแล้วทำให้ความหนาแน่นของชั้นสารเคมีที่ปรับปรุงน้อยทำให้ไม่มีแรงผลักรวมผลให้สายโซ่ของสารเคมีที่ปรับปรุงไม่ยึดตรง มีลักษณะงอตัวคล้าย Random coil เนื่องจากเป็นสารประเภทไฮโดรคาร์บอนมีความยืดหยุ่นสูง อาจคาดเดาได้ว่าสายโซ่อาจเกิดการงอตัวเป็นผลให้ความยาวของสารเคมีปรับปรุงที่ต่างกันจึงไม่มีผลต่อระยะห่างระหว่างชั้นของระนาบดินขาวที่ปรับปรุง

ส่วนผลของหมู่ฟังก์ชันที่ปลายสายโซ่โมเลกุลที่แตกต่างกันคือค่าระยะห่างระหว่างชั้นเท่ากับ 58 \AA จากการปรับปรุงด้วย AHN และ 59 \AA จากการปรับปรุงด้วย DHEX ซึ่งทั้งสองตัวมีจำนวนคาร์บอนอะตอมที่เท่ากันคือ 6 จะพบว่าค่าระยะห่างระหว่างชั้นที่ได้จะแตกต่างกันเล็กน้อย

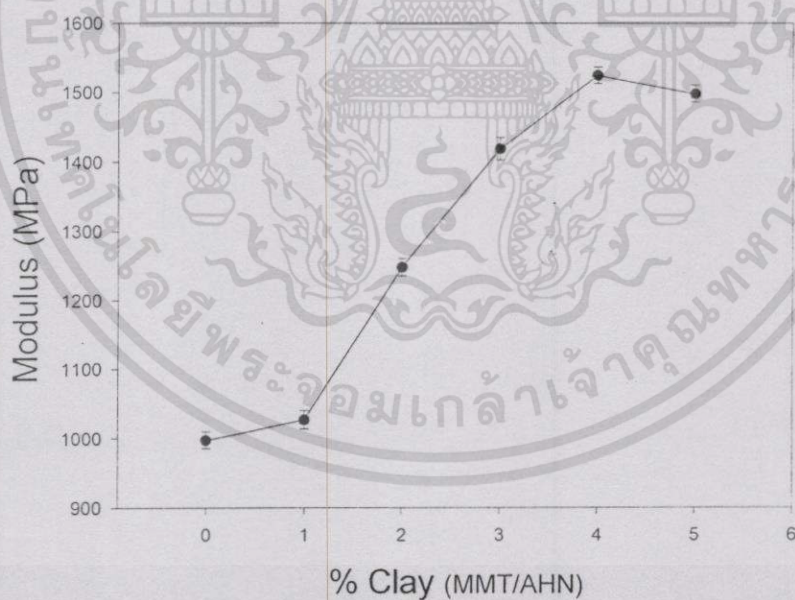
เนื่องจากผลการทดลองปรับปรุงดินขาวด้วยสารเคมีทั้งสามชนิดไม่มีผลมากต่อระยะการขยายระนาบของดินขาว ในการทดลองช่วงต่อไปจึงเลือกใช้ดินขาวที่ปรับปรุงด้วย 6-Amino-1-hexanol (MMT/AHN) เพื่อใช้ศึกษาสมบัติต่างๆ ของนาโนคอมโพสิตจากดินขาวชนิดปรับปรุงและโคโคซานต่อไป

4.2 ผลการศึกษาสมบัติเชิงกล

ผลจากการทดสอบค่าความแข็งแรงดึงด้วยเครื่อง Universal tensile tester โดยในการทดสอบนั้นตัวอย่างที่ใช้เป็นนาโนคอมโพสิตที่มีการใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงที่แตกต่างกันคือ 1-5% โดยน้ำหนักของโคโคซาน ซึ่งดินขาวที่ใช้เป็นตัวอย่างนั้นเป็นตัวอย่างที่ทำการปรับปรุงด้วย 6-Amino-1-hexanol (AHN) ทำให้ได้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN โดยจะแสดงผลดังรูปที่ 4.4

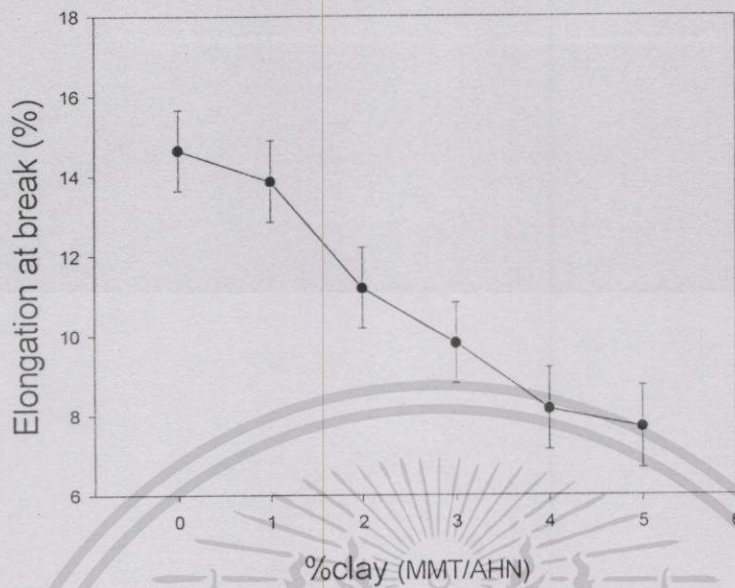


รูปที่ 4.4 ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ที่ใส่ปริมาณที่แตกต่างกัน

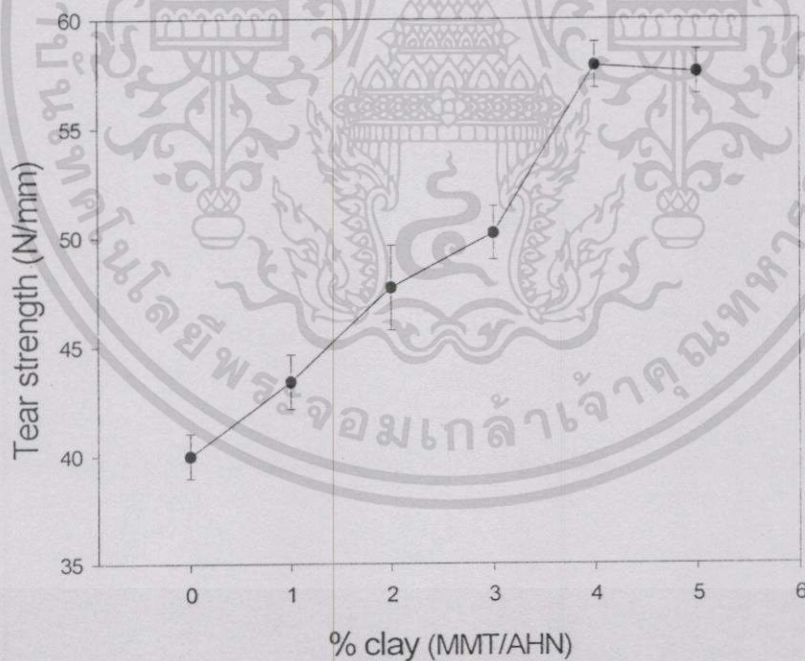


รูปที่ 4.5 ค่ามอดุลัส (Modulus) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ที่ใส่ปริมาณที่แตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 ค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (%Elongation at break) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ในปริมาณที่ต่างกัน



รูปที่ 4.7 ค่าความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงที่ได้ปริมาณที่แตกต่างกัน

จากกราฟพบว่าเมื่อปริมาณของดินขาวแบบปรับปรุงมากขึ้น (1-5%โดยน้ำหนัก) จะมีผล

ทำให้ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ของไคโตซานนาโนคอมโพสิตเพิ่มขึ้นจนถึงปริมาณ 4 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

% หรือ 5 % ทั้งนี้เนื่องจากปรากฏการณ์เสริมแรง (Reinforcing effect) ของดินขาวแบบปรับปรุง การที่ค่าเพิ่มขึ้นนั้นเนื่องจากดินขาวแบบปรับปรุงมีความยาวต่อเส้นผ่าศูนย์กลาง (L/D) หรือ Aspect ratio สูงขึ้นทำให้มีการเสริมแรงได้ดีคือ เปลี่ยนจากสารตัวเติมที่ไม่เสริมแรง (Non-reinforcing filler) ไปเป็นสารตัวเติมที่เสริมแรง (Reinforcing filler) ระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) เพิ่มจากประมาณ 13 \AA ไป เป็น 58 \AA ส่งผลให้ค่าความแข็งแรงดึงของนาโนคอมโพสิตเพิ่มจาก 50 MPa ไปเป็น 75 MPa (เพิ่มขึ้น 50%) (รูปที่ 4.4) ส่งผลให้ค่ามอดุลัส (Modulus) เพิ่มมากขึ้นจนถึงปริมาณ 4% แต่พอเพิ่มขึ้นถึง 5% ค่าที่ได้จะใกล้เคียงกันกับเมื่อเติมปริมาณ 4% โดยไคโตซานนั้นสามารถเข้าไปแทรกตัวอยู่ในช่องว่างระยะห่างระหว่างชั้นโดยจะเกิดในลักษณะที่แทรกสอดกันแบบ Exfoliated ยิ่งปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงมากขึ้นก็ยิ่งทำให้มีการแทรกสอดกันแบบ Exfoliated มากขึ้นจึงทำให้นาโนคอมโพสิตที่ได้มีความแข็งแรงของฟิล์มดีขึ้น ส่วนค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (%Elongation at break) จะลดลงเรื่อยๆ ซึ่งเป็นปกติของคอมโพสิต เนื่องจากเมื่อเพิ่มปริมาณดินขาวเข้าไปทำให้เกิดการขัดขวางส่วนของไคโตซานให้มีการยืดเหนียวกันเองลดลงจึงทำให้ค่าลดลง

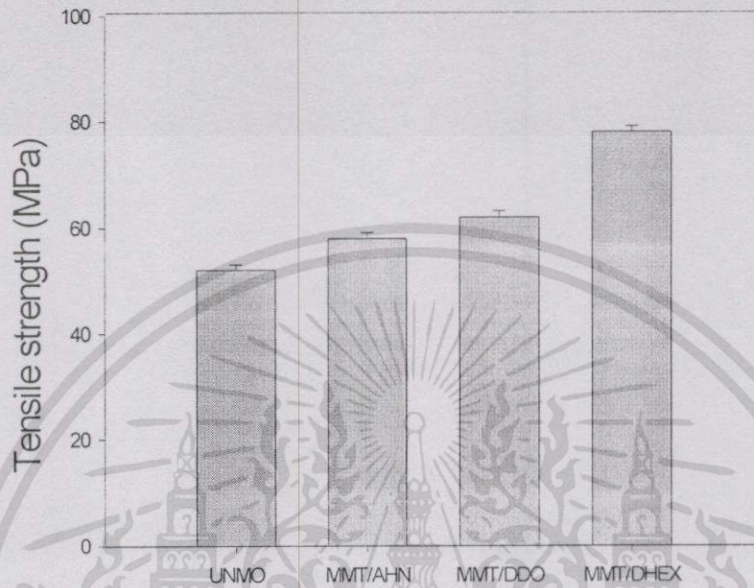
ผลของค่าความแข็งแรงฉีกขาดที่ได้พบว่าเมื่อใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มมากขึ้น มีผลทำให้ค่าความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ของนาโนคอมโพสิตเพิ่มมากขึ้นด้วย ที่เป็นเช่นนี้อาจดูได้จากการศึกษาสมบัติทางความร้อนจาก DSC เนื่องจากเมื่อปริมาณดินขาวมากขึ้น จะมีค่าเอนทัลปีเพิ่มทำให้ค่าองศาความเป็นผลึกน่าจะมากขึ้นด้วย เนื่องจากดินขาวแบบปรับปรุงที่ใส่ลงไปนั้นไปเพิ่มพื้นที่ผิวในการยึดติดกับไคโตซาน ทำให้นาโนคอมโพสิตมีความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) เพิ่มขึ้น

จากผลการทดลองดังกล่าวจะเห็นได้ว่าปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงที่ทำให้ไคโตซานนาโนคอมโพสิตมีสมบัติเชิงกลที่ดีที่สุดคือประมาณ 4% โดยน้ำหนักของไคโตซานดังนั้นจึงเลือกใช้ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักในการศึกษาต่อไป

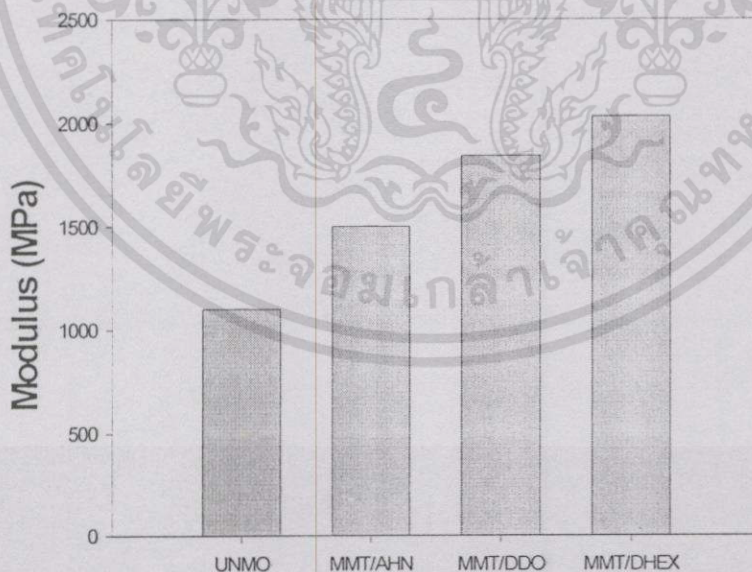
4.2.1 ผลของสมบัติเชิงกลที่แสดงการเปรียบเทียบการปรับปรุงดินขาวโดยใช้สารเคมีที่แตกต่างกัน

ในการที่เราทำการปรับปรุงดินขาวให้เป็นออร์แกโนเคลย์ (Organo Clay) นั้นสารเคมีที่ใช้ปรับปรุงนั้น มีผลทำให้ระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) ของดินขาวเพิ่มขึ้นโดยสารเคมีที่ใช้ประเภทเอมีน (Amine) จะไปทำการโปรโตเนตกับดินขาวเพียงด้านเดียว กลายเป็นเกลือแอมโมเนียม (Ammonium salt) ส่วนอีกด้านที่เหลือจะไม่ถูกโปรโตเนตคือ จะอยู่อย่างอิสระในการเปรียบเทียบชนิดของดินขาวแบบปรับปรุงมีด้วยกัน 3 ชนิด คือ MMT/AHN, MMT/DDO และ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะผิดใจทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

MMT/DHEX โดยจะใส่ดินขาวในปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของโคโตะซาน แล้วทำการศึกษามลของสมบัติเชิงกลของโคโตะซานนาโนคอมโพสิตที่เตรียมได้

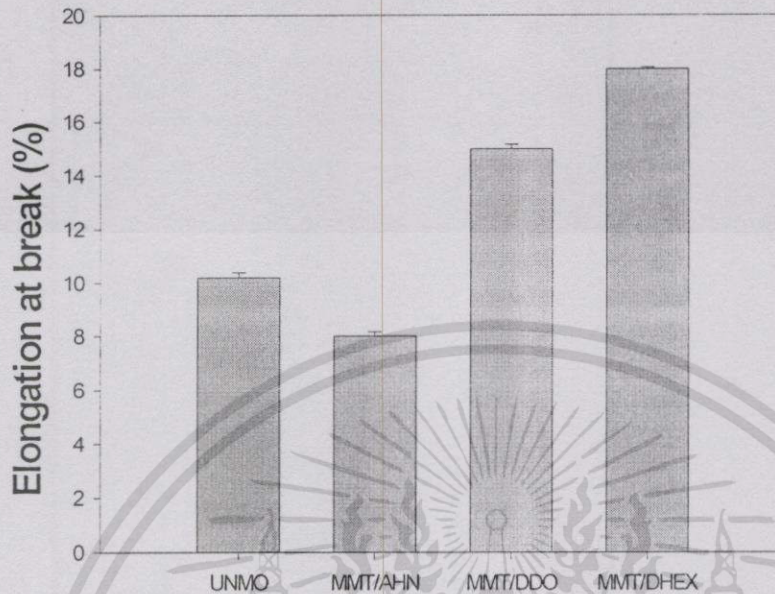


รูปที่ 4.8 ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้สารเคมีในการปรับปรุงดินขาวที่ต่างชนิดกันโดยใส่ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักของโคโตะซาน

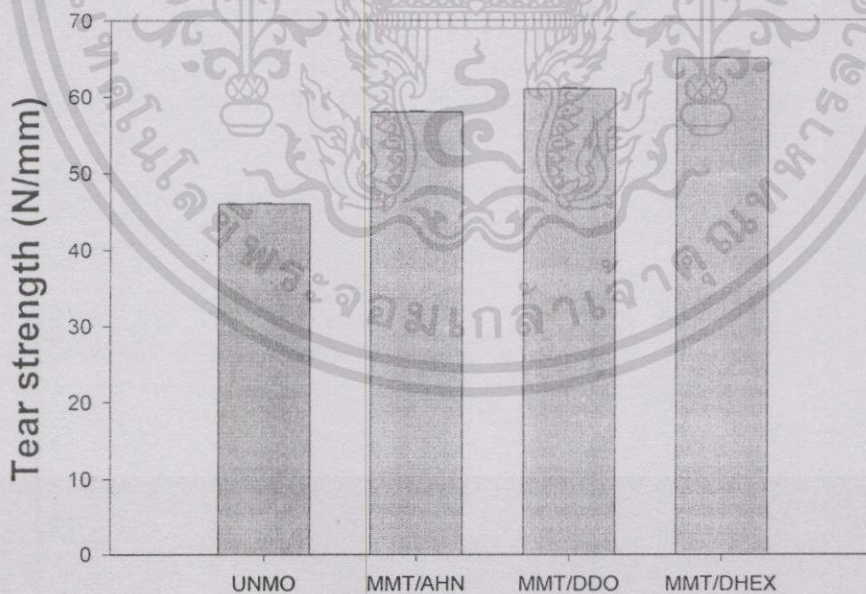


รูปที่ 4.9 ค่ามอดุลัส (Modulus) ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้สารเคมีในการปรับปรุงดินขาวที่ต่างชนิดกันโดยใส่ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักของโคโตะซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 ค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยืด ณ จุดขาด (% Elongation at break) ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้สารเคมีในการปรับปรุงดินขาวที่ต่างชนิดกันโดยใส่ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักของโคโคซาน



รูปที่ 4.11 ค่าความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้สารเคมี ในการปรับปรุงดินขาวที่ต่างชนิดกันโดยใส่ปริมาณดินขาว 4% โดยน้ำหนักของโคโคซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลที่ได้จากเครื่อง X-ray diffractometer (XRD) พบว่าการที่ใช้สารเคมีในการปรับปรุงดินขาวที่แตกต่างกันค่าระยะห่างระหว่างชั้นที่ได้นั้นจะได้ค่าที่ใกล้เคียงกันคือประมาณ 58 \AA (ตารางที่ 4.1) แต่ผลจากสมบัติเชิงกลที่ได้นั้นเมื่อพิจารณาผลของหมู่ฟังก์ชันที่แตกต่างกัน จะพบว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO กับ MMT/DHEX นั้นมีค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) (รูปที่ 4.8) และค่ามอดุลัส (Modulus) (รูปที่ 4.9) ที่สูงกว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN เนื่องจากสารเคมีที่ใช้ในการปรับปรุงสองตัวแรกนั้นเป็นสารประเภทไดเอมีนคือ มีหมู่ NH_2 ทั้งสองด้านซึ่งจะมีการยึดติดกับโคโตซานที่ติว่าเนื่องจากมีพันธะไฮโดรเจนที่แรงกว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ซึ่งสารเคมีที่ใช้ปรับปรุงนั้นมีหมู่ NH_2 1 หมู่ และ OH 1 หมู่ จึงส่งผลทำให้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO กับ MMT/DHEX มีค่า Polarity ที่สูงกว่าจึงมีโอกาสที่จะเกิดพันธะไฮโดรเจนกับหมู่ NH_2 และ OH ของโคโตซานได้ดีกว่าทำให้มีความแข็งแรงมากกว่าคือ จะเกิดส่วนที่ Intermolecular interaction ที่ดีกว่าจึงมีค่าความแข็งแรงดึงและมอดุลัสสูง ส่วนค่าเปอร์เซ็นต์การดึงยึด ณ จุดขาดลดลง เมื่อทำการเปรียบเทียบผลของความยาวระหว่างสายโซ่ที่แตกต่างกันระหว่างตัว MMT/DDO มีโมเลกุลของคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 12 และ MMT/DHEX มีโมเลกุลของคาร์บอนอะตอมเท่ากับ 6 จะพบว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX จะมีค่าความแข็งแรงดึงและค่ามอดุลัสที่สูงกว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO เนื่องจาก MMT/DHEX นั้นจะมีสายโซ่ที่สั้นกว่าจึงทำให้ปลายด้านที่เป็นอิสระนั้นมีสัดส่วนในการเกิดการยึดติด (Interaction) กับโคโตซานได้มากกว่าสายโซ่ที่ยาวเนื่องจากอาจมีการขดงอของสายโซ่ทำให้ส่วนปลายอิสระน้อยกว่า

จากผลที่ได้สรุปว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX มีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO และ MMT/AHN ตามลำดับ (MMT/DHEX > MMT/DDO > MMT/AHN)

ผลของค่าความแข็งแรงฉีกขาดดังรูปที่ 4.11 พบว่าชนิดของดินขาวแบบปรับปรุงที่แตกต่างกันพบว่าค่าความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ของโคโตซานนาโนคอมโพสิตที่ใส่ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX, MMT/DDO และ MMT/AHN ซึ่งผลของหมู่ฟังก์ชันโดยทำการเปรียบเทียบระหว่าง MMT/DHEX กับ MMT/AHN ค่าความแข็งแรงฉีกขาดของตัว MMT/DHEX สูงกว่าเนื่องจากมีหมู่ NH_2 2 หมู่ ซึ่งมีความแรงของพันธะไฮโดรเจนที่สูงกว่าตัว MMT/AHN ซึ่งมีหมู่ NH_2 1 หมู่ และ OH 1 หมู่ จึงส่งผลให้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX ยึดติดกับโคโตซานได้ดีกว่าจึงมีผลไปช่วยในการเหนียวทำให้เกิดผลึกมากกว่าโดยจากการศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC นั้นส่งผลให้ค่าเอนทาลปี (Enthalpy) สูงก็น่าจะมีค่าองศาความเป็นผลึกสูงขึ้นด้วยทำให้นาโนคอมโพสิตที่ใส่ดินขาวชนิด MMT/DHEX มีค่าความแข็งแรงฉีกขาดสูงกว่าชนิด MMT/AHN

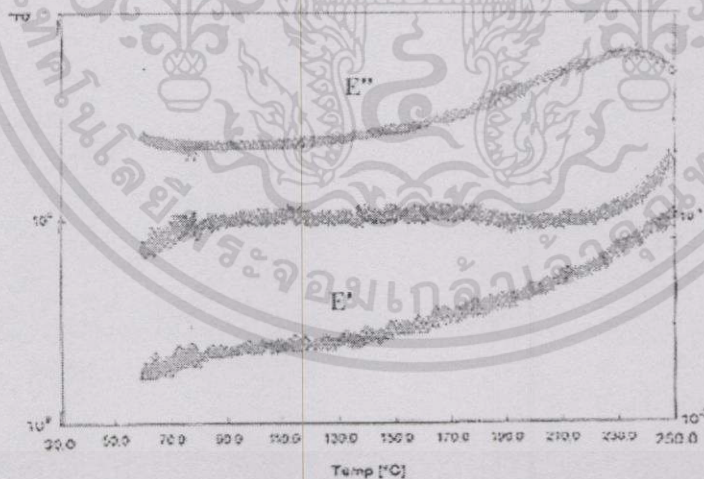
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกรใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลของความยาวสายโซ่โดยทำการเปรียบเทียบระหว่าง MMT/DDO กับ MMT/DHEX พบว่าตัว MMT/DHEX มีความยาวสายโซ่สั้นกว่าทำให้มีสัดส่วนในการยึดติดกับไคโตซานได้ดีกว่าจึงเหนียวน่าให้เกิดผลึกมากขึ้นจึงส่งผลให้ค่าความแข็งแรงฉีกขาดที่สูงกว่าและจากการศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค DSC พบว่าตัว MMT/DHEX มีค่าเอนทาลปีที่สูงกว่า MMT/DDO ก็น่าจะมีค่าองศาความเป็นผลึกที่สูงกว่าจึงทำให้มีค่าความแข็งแรงฉีกขาดสูง จากผลของค่าความแข็งแรงฉีกขาดสรุปว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX มีค่าความแข็งแรงฉีกขาดสูงกว่า MMT/DDO และ MMT/AHN ตามลำดับ

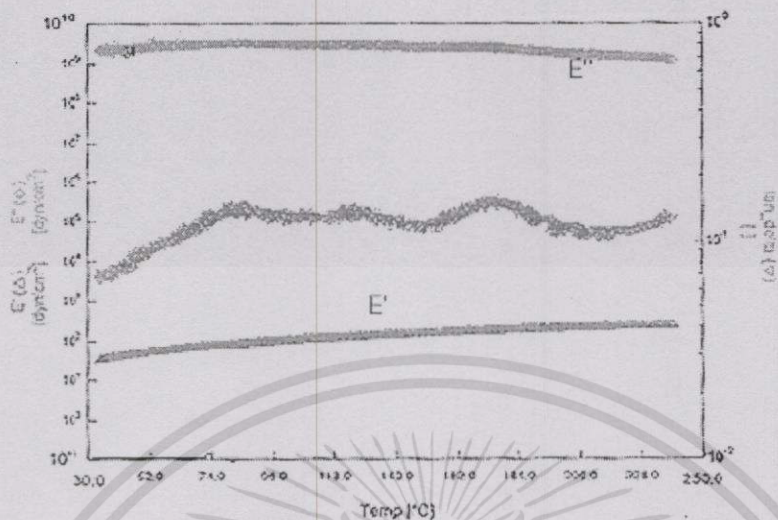
4.3 ผลจากการศึกษาสมบัติทางความร้อน

4.3.1 การศึกษาด้วยเทคนิค Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA)

ในการศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติของโครงสร้างของไคโตซานนาโนคอมโพสิตโดยผลที่ได้นั้นจะแสดงเกี่ยวกับค่า $\tan \delta$ โดยทำอยู่ในช่วงอุณหภูมิ $30 - 250\text{ }^{\circ}\text{C}$ เพื่อดูผลของอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g)

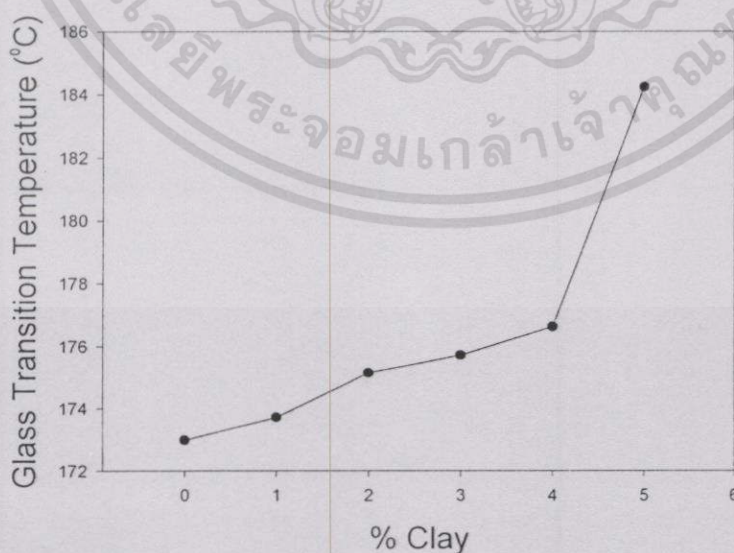


รูปที่ 4.12 ตัวอย่าง DMTA Thermogram ของไคโตซานบริสุทธิ์



รูปที่ 4.13 ตัวอย่าง DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักไคโตซาน

จากการทดลองศึกษาไคโตซานนาโนคอมโพสิตที่มีการเติมปริมาณดินขาวต่างๆ กัน (0-5% โดยน้ำหนัก) โดยใช้เทคนิค DMTA สามารถสรุปผลการศึกษาอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (T_g) ที่ตำแหน่ง $\tan \delta$ ของนาโนคอมโพสิตสรุปผลดังรูปที่ 4.14 (ดูภาคผนวก ก)



รูปที่ 4.14 ค่า Glass Transition Temperature (T_g) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซาน

กับดินขาวแบบปรับปรุงที่ใส่ปริมาณที่แตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ที่ถูกต้องซึ่งมีลิขสิทธิ์โดยเจ้าของเอกสาร ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลที่ได้พบว่าโครงสร้างจะมีการเปลี่ยนแปลงของพีคเกิดขึ้น 2 ช่วง คือส่วน α Relaxation คือส่วนที่มีการเคลื่อนที่ของสายโซ่หลัก ส่วน β คือส่วนที่มีการหมุนของโซ่กิ่งโดยพบว่าไคโตซานนั้นมีค่า $\text{Tan } \delta$ ซึ่งค่านี้จะแสดงค่าอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass Transition Temperature, T_g) คือประมาณ 173°C และเมื่อใช้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN พบว่าเมื่อปริมาณเพิ่มขึ้นจะมีผลทำให้ค่า T_g เพิ่มขึ้นเนื่องจากเมื่อปริมาณของดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มจะทำให้ส่วนของไคโตซานมีการแทรกสอดกัน (Exfoliated) ดีขึ้นส่งผลให้สายโซ่จะมีการเคลื่อนที่กันได้น้อยลง เป็นผลให้ค่า T_g มีค่าสูงขึ้นนั่นเอง เมื่อพิจารณาผลสมบัติเชิงกลจะพบว่ามีค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) และค่ามอดุลัส (Modulus) จะสูงขึ้นซึ่งสอดคล้องกับการศึกษาสมบัติทางความร้อน

ตารางที่ 4.2 ค่าอุณหภูมิเปลี่ยนสถานะคล้ายแก้ว (Glass Transition Temperature, T_g) ของไคโตซานนาโนคอมโพสิตที่ใช้ดินขาวแบบปรับปรุงต่างชนิดกัน

ชนิดของตัวอย่าง	$\text{Tan } \delta$ (T_g)
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4 % (MMT/AHN)	177
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4 % (MMT/DDO)	178
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4 % (MMT/DHEX)	179

ส่วนผลของการเปรียบเทียบชนิดของดินขาวแบบปรับปรุงที่แตกต่างกันจะพบว่านาโนคอมโพสิตที่ใช้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX จะมีค่า T_g ประมาณ 179°C ซึ่งพบว่ามีค่าสูงกว่า T_g ของนาโนคอมโพสิตที่ใช้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO และ MMT/AHN เล็กน้อย โดยใส่ดินขาวแบบปรับปรุงปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของไคโตซานเท่ากัน ส่วนค่า T_g ของนาโนคอมโพสิตตัวที่ใช้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO จะสูงกว่า MMT/AHN จากผลที่ได้สรุปได้ว่าตัวที่มีค่า T_g สูงสุดน่าจะมีผลของสมบัติเชิงกลที่ดีกว่าซึ่งเมื่อดูจากผลเชิงกลแล้วพบว่าสนับสนุนกันดี

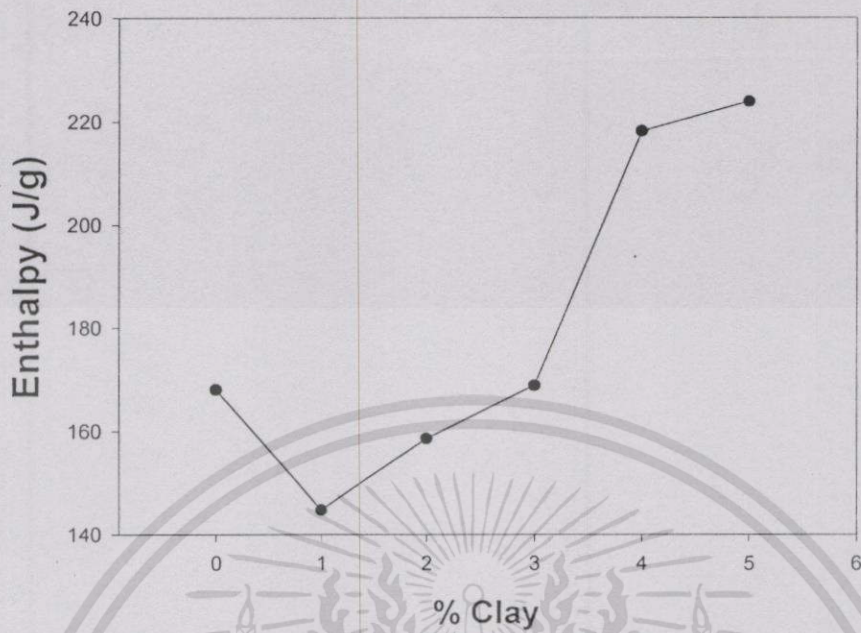
4.3.2 การศึกษาด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC)

ในการศึกษาด้วยเครื่อง DSC นั้นเพื่อต้องการที่จะทราบผลของอุณหภูมิที่สภาวะคล้ายแก้ว (T_g) และค่าองศาความเป็นผลึก (Degree of crystallization) ของนาโนคอมโพสิตแต่จากผลการทดลองที่ได้นั้นพบว่าผลของค่า T_g เห็นไม่ชัดเจน ส่วนผลของค่าองศาความเป็นผลึกนั้นดูจากค่าเอนทาลปี (ΔH) โดยจะแสดงตัวอย่างผลการศึกษา DSC แสดงดังรูปที่ 4.15 (ดูภาคผนวก ก)

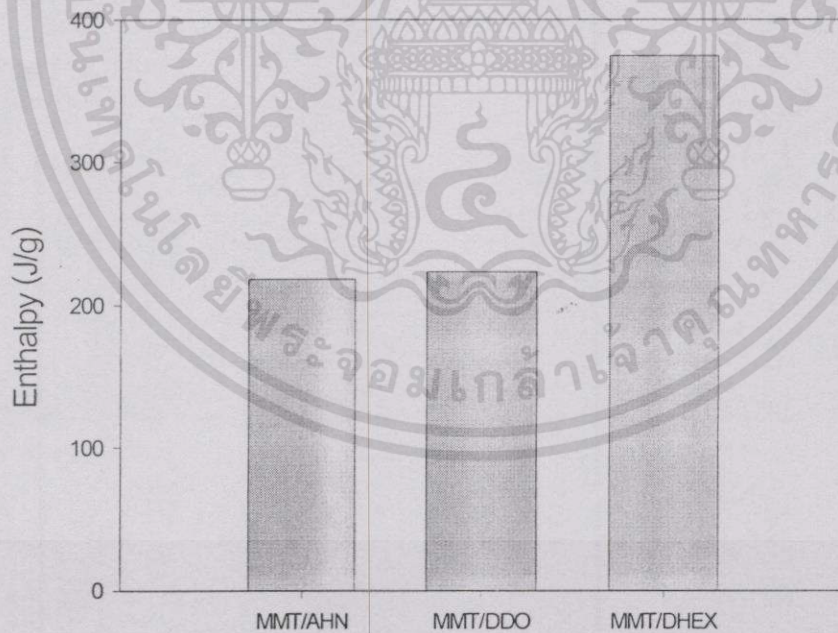


รูปที่ 4.15 ตัวอย่าง DSC Thermogram ของโพลีเอทิลีนไกลคอล

นำผลที่ได้มาสรุปดังรูปที่ 4.16 และ 4.17



รูปที่ 4.16 ค่าเอนทาลปี (Enthalpy, ΔH) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ที่ใส่ปริมาณแตกต่างกัน



รูปที่ 4.17 ค่าเอนทาลปี (Enthalpy, ΔH) ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงที่ต่างชนิดกันในปริมาณ 4 % โดยน้ำหนักของโคลโตซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลจากการทดลองพบว่าไคลโตซานมีค่าเอนทาลปี (ΔH) ประมาณ 168 J/g โดยปกติแล้วเมื่อปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มมากขึ้นจะทำให้ช่วยเหนียวน้ำทำให้มีการจัดเรียงตัวที่ดีขึ้นคือให้ความเป็นผลึกที่สูงขึ้นโดยจะได้ค่าเอนทาลปีที่เพิ่มขึ้น แต่จากผลการทดลองที่ได้เมื่อทำการใส่ดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มขึ้นในตอนแรกจะมีผลทำให้ค่าเอนทาลปี (ΔH) ลดลง เนื่องจากดินขาวแบบปรับปรุงที่ใส่ลงไปน่าจะมีผลทำให้เกิดการขัดขวางการจัดเรียงตัวของไคลโตซานทำให้มีความเป็นระเบียบลดลงค่าองศาความเป็นผลึกลดลง จึงทำให้ค่า ΔH ลดลงในช่วงแรกๆ แต่พอปริมาณของดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มมากขึ้นทำให้นาโนคอมโพสิตที่ได้มีค่า ΔH เพิ่มขึ้นเนื่องจากมีผลทำให้ส่วนของพื้นที่ผิวมีมากขึ้นทำให้ไคลโตซานมีโอกาสที่จะไปเกิดการจัดเรียงตัวกันได้ดีที่บริเวณพื้นผิวของดินขาวคือจะไปทำให้ความเป็นระเบียบเพิ่มขึ้นจึงทำให้มีค่าองศาความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นตามไปด้วย [3]

ส่วนผลที่เกิดจากดินขาวแบบปรับปรุงที่ต่างชนิดกันพบว่านาโนคอมโพสิตที่ใส่ดินขาวชนิด MMT/DHEX ที่ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของไคลโตซาน มีค่า ΔH ประมาณ 375 J/g ซึ่งมีค่ามากกว่านาโนคอมโพสิตที่ใส่ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO และ MMT/AHN แสดงให้เห็นว่ามีค่าองศาความเป็นผลึกที่มากกว่าคือ มีส่วนของไคลโตซานที่สามารถยึดติดส่วนพื้นผิวของดินขาวแบบปรับปรุงได้มากกว่าเนื่องจาก MMT/DHEX มีหมู่ NH_2 ที่ปลายส่วนอิสระทำให้มีการยึดติดกับไคลโตซานได้ดีกว่าเมื่อเทียบกับตัว MMT/AHN ซึ่งมีหมู่ OH และมีสายโซ่ที่สั้นกว่าเมื่อเทียบกับตัว MMT/DDO ทำให้มีสัดส่วนของการยึดติดกับไคลโตซานได้มากกว่าจึงทำให้เกิดการจัดเรียงได้อย่างเป็นระเบียบดีขึ้นค่า ΔH จึงสูงกว่าตัวอื่นทำให้น่าจะมีความเป็นผลึกมากกว่าตัวอื่นส่งผลให้ความแข็งแรงดีกว่าตัวอื่นซึ่งผลเชิงกลที่ได้นั้นก็สนับสนุนการสรุปนี้

สรุปผลได้ว่านาโนคอมโพสิตที่ใส่ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX มีค่าองศาความเป็นผลึกที่สูงกว่า MMT/DDO และ MMT/AHN ตามลำดับ

4.3.3 การศึกษาด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

จากการศึกษาอุณหภูมิสลายตัว (Decomposition temperature) ของนาโนคอมโพสิตจากไคลโตซานที่เตรียมได้สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.3 พบว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN เมื่อทำการเพิ่มปริมาณเปอร์เซ็นต์ของดินขาวในนาโนคอมโพสิตมากขึ้นจะทำให้ค่าอุณหภูมิในการสลายตัวมีค่าใกล้เคียงกันที่ประมาณ 294 °C แสดงว่าดินขาวแบบปรับปรุงที่ใส่ลงไปนั้นไม่มีผลในการทำให้ความสามารถในการทนต่อความร้อนในการสลายตัวเพิ่มขึ้น แต่ถ้าเป็นดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO กับ MMT/DHEX โดยทำการเปรียบเทียบกันที่ปริมาณ 4%

โดยน้ำหนักของไคลโตซาน จะพบว่าอุณหภูมิในการสลายตัวเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยคือประมาณ 300°C อย่างไรก็ตามทั้งนี้ทั้งนั้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

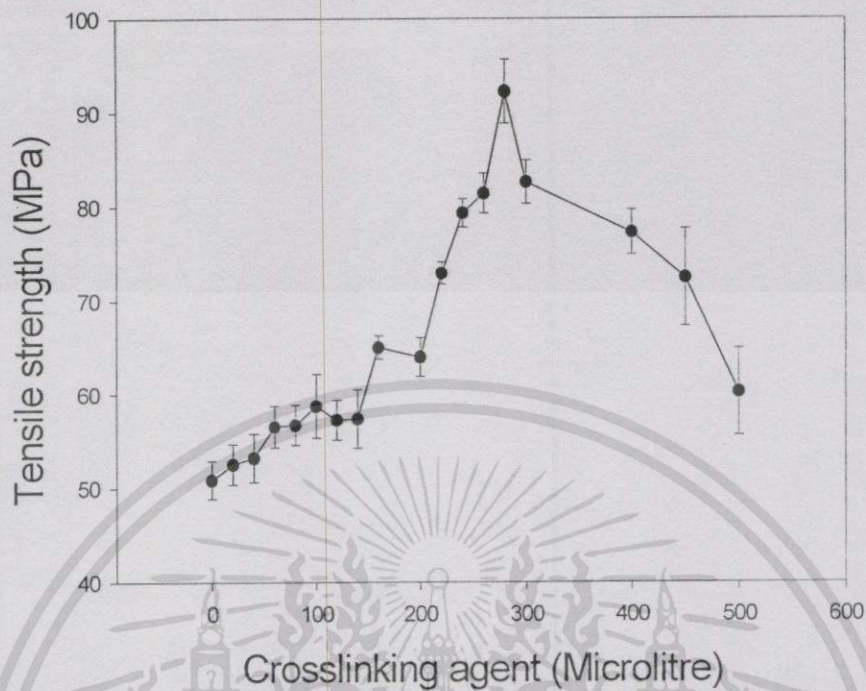
$^{\circ}\text{C}$ แสดงให้เห็นว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO กับ MMT/DHEX ทำให้นาโนคอมโพสิตทนต่อการสลายตัวทางความร้อนดีกว่าชนิด MMT/AHN เล็กน้อย

ตารางที่ 4.3 ค่าอุณหภูมิการสลายตัวของโคโตซานนาโนคอมโพสิตที่ได้จากเทคนิค TGA

ชนิดของตัวอย่าง	อุณหภูมิการสลายตัว ($^{\circ}\text{C}$)
โคโตซาน	294
นาโนคอมโพสิตที่ใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 1% (MMT/AHN)	294
นาโนคอมโพสิตที่ใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 2% (MMT/AHN)	294
นาโนคอมโพสิตที่ใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 3% (MMT/AHN)	294
นาโนคอมโพสิตที่ใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4% (MMT/AHN)	294
นาโนคอมโพสิตที่ใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 5% (MMT/AHN)	294
นาโนคอมโพสิตที่ใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4% (MMT/DHEX)	300
นาโนคอมโพสิตที่ใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4% (MMT/DDO)	300

4.4 ผลของการเชื่อมโยงและความสามารถในการดูดซับน้ำ

ก่อนที่จะทำการศึกษาเกี่ยวกับความสามารถในการดูดซับน้ำจะต้องทำการหาปริมาณของสารเชื่อมโยง (Crosslinking agent) ที่เหมาะสม โดยสารที่ใช้คือ กลูตาโรลไดออลดีไฮด์ จากผลที่ได้จะแสดงดังรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 ผลปริมาณสารเชื่อมโยง (Glutaraldehyde) ของไคโตซานที่เหมาะสม

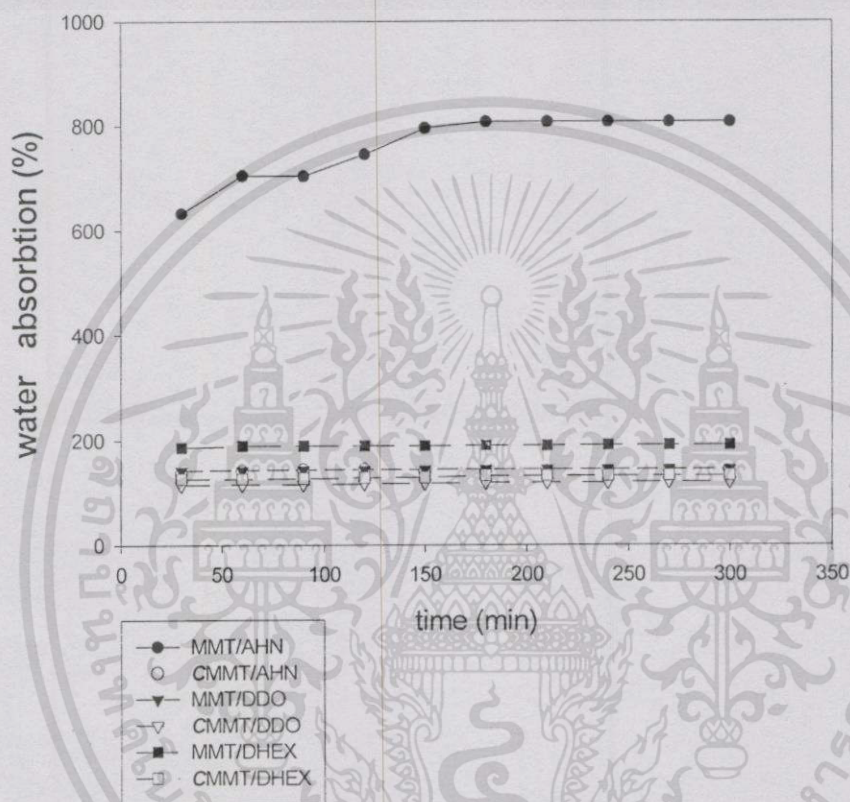
จากการศึกษาสมบัติเชิงกล ได้แก่ ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ของฟิล์มไคโตซานที่มีการเติมสารเชื่อมโยงกลูตารอลไดอัลดีไฮด์ในปริมาณต่างกัน (0-500 ไมโครลิตร) พบว่าปริมาณกลูตารอลไดอัลดีไฮด์ที่พอเหมาะที่ทำให้ได้ฟิล์มไคโตซานแข็งแรงที่สุดคือ 280 ไมโครลิตรเนื่องจากได้ค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ที่สูงที่สุดคือเท่ากับ 90 MPa แต่พอใส่ปริมาณมากขึ้นพบว่าค่าความแข็งแรงดึงที่ได้จะลดลง ทั้งนี้เนื่องจากปริมาณสารเชื่อมโยงที่มากเกินไปจะทำให้พอลิเมอร์แข็งแต่เปราะ มีความแข็งแรงแตกหักลดลง [54]

เมื่อได้ปริมาณสารเชื่อมโยงที่พอเหมาะแล้วทำการใส่กลูตารอลไดอัลดีไฮด์ลง (280 ไมโครลิตร) ไปในนาโนคอมโพสิตแล้วตรวจสอบค่าเปอร์เซ็นต์เจล สามารถแสดงผลดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ค่าเปอร์เซ็นต์เจลของไคโตซานนาโนคอมโพสิตที่ใส่ดินขาวแบบปรับปรุงในปริมาณ 4% โดยน้ำหนักไคโตซาน

ชนิดของ Nanocomposites	% เจล (Gel)
Chitosan	98
Chitosan+MMT/AHN	99
Chitosan+MMT/DDO	90
Chitosan+MMT/DHEX	92

เมื่อทำการทดลองความสามารถในการดูดซับน้ำของนาโนคอมโพสิตที่มีการใส่ดินขาวแบบปรับปรุงที่ต่างชนิดกันคือ MMT/AHN, MMT/DDO และ MMT/DHEX ทั้งที่ใส่สารเชื่อมโยงและไม่ได้ใส่สารเชื่อมโยง โดยสารเชื่อมโยง (Crosslinking agent) ที่ใช้คือ กลูตารอลไดออลดีไฮด์ แล้วดูความสามารถในการดูดซับน้ำซึ่งจะแสดงผลดังรูปที่ 4.19



รูปที่ 4.19 ค่าความสามารถในการดูดซับน้ำของไคโตซานนาโนคอมโพสิตโดยทำการเปรียบเทียบระหว่างตัวที่ใส่สารเชื่อมโยง (CMMT)กับตัวที่ไม่ใส่สารเชื่อมโยง (MMT)

จากรูปที่ 4.19 จะเห็นได้ว่าความสามารถในการดูดซับน้ำของนาโนคอมโพสิตที่มีการเติมดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN มีค่าความสามารถในการดูดซับน้ำมากที่สุดอาจเกิดเนื่องจากสารเคมีที่ใช้ในการปรับปรุงคือ 6-Amino-1-hexanol ทำให้ส่วนปลายมีหมู่ NH_2 กับ OH แต่ผลของหมู่ OH น่าจะมีมากกว่าเนื่องจากความว่องไวของหมู่ NH_2 มีความสามารถในการเกิดพันธะไฮโดรเจนกับไคโตซานได้ดีกว่าทำให้ส่วนที่เป็นหมู่ OH ที่เหลือจึงเกิดพันธะไฮโดรเจนได้ดีกับน้ำมากกว่า จึงส่งผลให้มีความสามารถในการดูดซับน้ำมีค่ามาก ส่วนนาโนคอมโพสิตที่มีการใส่ดินขาวแบบปรับปรุงอีก 2 ชนิดคือ MMT/DDO และ MMT/DHEX จะมีค่าการดูดซับน้ำที่ใกล้เคียงกัน

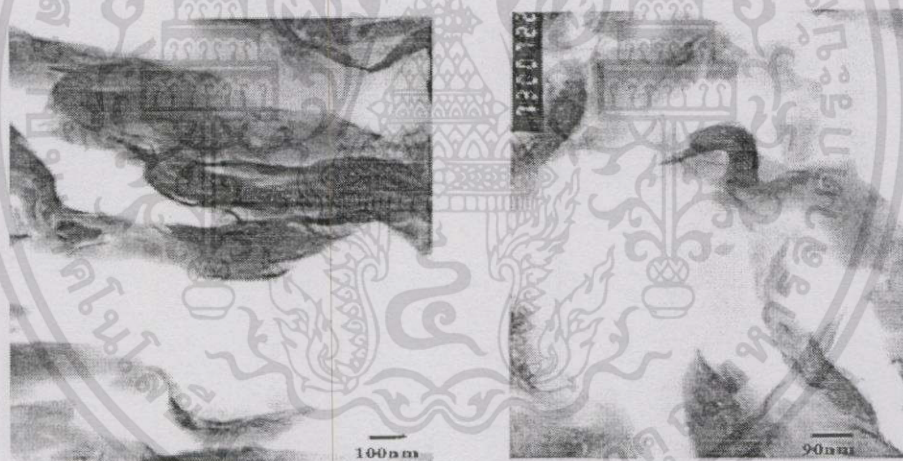
ส่วนผลของระยะห่างระหว่างชั้นนั้นไม่น่าจะมีผลอะไรมาก เนื่องจากมีค่าค่อนข้างใกล้เคียงกัน ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[33] ส่วนผลจากการเชื่อมโยงด้วยกลูตารอลไดออลดีไฮด์ ได้แก่ CMMT/AHN, CMMT/DDO และ CMMT/DHEX มีผลทำให้ค่าความสามารถในการดูดซับน้ำลดลงเนื่องจากการบวมน้ำ (Swelling) ลดลงเนื่องจากหมู่ OH และ NH_2 ของไคโตซานมีการจับกันกับหมู่อัลดีไฮด์ของสารเชื่อมโยงเกิดเป็นอะซีทอล (Acetals) ทำให้ความสามารถในการเกิดพันธะไฮโดรเจนกับน้ำนั้นลดลง เกิดโครงสร้างเป็นแห่โครงร่างตาข่าย 3 มิติ (Three dimension network) [32] จึงส่งผลทำให้มีการดูดซับน้ำลดลงดังนั้นอาจสรุปผลการดูดซับน้ำของไคโตซานนาโนคอมโพสิตได้ดังนี้

MMT/AHN >>> MMT/DHEX > MMT/DDO > CMMT/AHN > CMMT/DHEX > CMMT/DDO

4.5 การศึกษาพื้นฐานวิทยาด้วยเทคนิค TEM

จากการศึกษาโครงสร้างของไคโตซานนาโนคอมโพสิตที่มีการใส่ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX โดยเทคนิค TEM (Transmission Electron Microscopy) เพื่อตรวจสอบผลของการจัดเรียงตัวโดยจะแสดงดังรูปที่ 4.20



(a)

(b)

รูปที่ 4.20 TEM Micrographs ของไคโตซานนาโนคอมโพสิตที่ใส่ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX ปริมาณ 5 % โดยน้ำหนักของไคโตซาน (a) กำลังขยาย 56000 เท่า (b) กำลังขยาย 73000 เท่า

จากผลที่ได้จาก TEM Micrographs โดยใช้กำลังขยาย 56000 เท่า (รูป (a)) และกำลังขยาย 73000 เท่า (รูป (b)) พบว่านาโนคอมโพสิตจะประกอบด้วยสองส่วนคือ เมทริกซ์ (Matrix) ซึ่งได้แก่ ไคโตซานจากรูปจะมีสีขาวและส่วนที่ทำหน้าที่เสริมแรงคือดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX ในปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของไคโตซาน จากรูปคือส่วนที่เป็นเส้นสีดำที่มีลักษณะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เป็นชั้นๆ มีการจัดเรียงเป็นแบบอิสระหรือ Exfoliated ผสมกับ Intercalated คือชั้นของดินขาวแบบปรับปรุงมีการจัดเรียงอย่างไม่เป็นระเบียบโดยโคโตซานจะแทรกเข้าไปอยู่ในชั้นของดินขาวทำให้นาโนคอมโพสิตที่ได้นั้นมีความสามารถในการเสริมแรงได้ดี



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้ทำการปรับปรุงฟิล์มพอลิเมอร์ธรรมชาติจากไคโตซาน โดยการเตรียมเป็นวัสดุชนิดใหม่ คือ ไคโตซานนาโนคอมโพสิต เริ่มจากการปรับปรุงดินขาว (Clay) ด้วยสารเคมีบางชนิดได้แก่ AHN DDO และ DHEX ทำให้ได้ดินขาวแบบปรับปรุง (Modified clay) จากการตรวจสอบด้วย XRD พบว่า เกิดการขยายของระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาว จาก 13 \AA เป็น 58 \AA ทำให้เกิดเป็นโครงสร้างนาโนคอมโพสิต ดินขาวสามารถเสริมแรงให้กับไคโตซานเมตริกซ์ ซึ่งสามารถพิสูจน์การเป็นวัสดุนาโนคอมโพสิตได้โดยการศึกษาด้วยเทคนิค TEM จากการศึกษาสมบัติต่างๆ ของนาโนคอมโพสิตชนิดใหม่ รวมทั้งศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติของนาโนคอมโพสิตสามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังนี้

5.1 การปรับปรุงดินขาวด้วยสารเคมี

- ดินขาวที่ทำการปรับปรุงด้วย AHN DDO และ DHEX ตามลำดับ จากการปรับปรุงดินขาวด้วยสารเคมีที่ต่างกันคือ MMT/AHN MMT/DDO และ MMT/DHEX พบว่าระยะห่างระหว่างชั้น (d-spacing) ของดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN และ MMT/DDO มีค่าที่ใกล้เคียงกัน คือประมาณ 58 \AA ส่วนดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX ประมาณ 59 \AA โดยทำการศึกษาดูด้วยเทคนิค X-ray diffractometry (XRD) จะพบว่าถึงแม้ว่าความยาวสายโซ่ของสารเคมีที่ใช้ปรับปรุงจะแตกต่างกันก็ไม่ได้มีผลทำให้ระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาวมีค่าที่แตกต่างกันมาก

5.2 การศึกษาสมบัติเชิงกล

- พบว่านาโนคอมโพสิตที่ได้จะมีค่าความแข็งแรงดึง (Tensile strength) ค่ามอดุลัส (Modulus) และค่าความแข็งแรงฉีกขาด (Tear strength) ที่ดีที่สุด เมื่อใช้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ปริมาณ 4 % โดยน้ำหนักของไคโตซาน
- ผลที่เกิดจากชนิดของดินขาวแบบปรับปรุงพบว่าดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX จะทำให้นาโนคอมโพสิตที่ได้มีค่าความแข็งแรงดึง ค่ามอดุลัสและค่าความต้านทานการฉีกขาดที่ดีกว่านาโนคอมโพสิตที่ได้ดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO และ MMT/AHN ตามลำดับ

5.3 การศึกษาสมบัติทางความร้อน

- จากการศึกษาด้วยเทคนิค Dynamic Mechanical Thermal Analysis (DMTA) พบว่าเมื่อปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มขึ้นจะทำให้นาโนคอมโพสิตมีค่า T_g สูงขึ้นและผลที่เกิดจากชนิดของดินขาวแบบปรับปรุงจะพบว่านาโนคอมโพสิตที่เติมดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX มีค่า T_g สูงกว่า MMT/DDO และ MMT/AHN ตามลำดับ

- จากการศึกษาด้วยเทคนิค Differential Scanning Calorimetry (DSC) พบว่าเมื่อปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มมากขึ้นจะมีค่าเอนทาลปี (ΔH) เพิ่มขึ้นจึงส่งผลให้ค่าองศาความเป็นผลึกน่าจะเพิ่มขึ้น และผลของดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX น่าจะมีค่าองศาความเป็นผลึกสูงกว่า MMT/DDO และ MMT/AHN ตามลำดับ

- จากการศึกษาด้วยเทคนิค Thermal Gravimetric Analysis (TGA) เมื่อปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มขึ้นจะไม่มีผลทำให้นาโนคอมโพสิตที่ได้มีการทนต่อความร้อนในการสลายตัวเพิ่มขึ้นแต่ผลของดินขาวแบบปรับปรุงที่ต่างชนิดกันจะพบว่านาโนคอมโพสิตที่เติมดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DHEX กับ MMT/DDO มีการทนต่อการสลายตัวทางความร้อนได้พอๆ กัน แต่ทั้งสองตัวจะทนต่อการสลายตัวทางความร้อนดีกว่านาโนคอมโพสิตที่เติมดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN

5.4 ผลของความสามารถในการดูดซับน้ำ

- นาโนคอมโพสิตที่เติมดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN จะดูดซับน้ำได้ดีกว่า MMT/DHEX และ MMT/DDO ตามลำดับเนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่ แต่เมื่อทำการใส่สารเชื่อมโยง (Crosslinking agent) โดยใช้กลูตารอลไดอิลดีไฮด์ จะมีผลทำให้โคโตะซานนาโนคอมโพสิตความสามารถในการดูดซับน้ำลดลง เนื่องจากไปเกิดเป็นโครงร่างแหตาข่าย 3 มิติ (Three dimension network) สรุปคือ ดินขาวแบบปรับปรุงมีความสามารถในการดูดซับน้ำเรียงลำดับจากมากไปน้อยดังนี้ MMT/AHN >> MMT/DHEX > MMT/DDO > CMMT/AHN > CMMT/DHEX > CMMT/DDO

5.5 ผลจากสัญญาณวิทยาของโคโตะซานนาโนคอมโพสิต

- การจัดเรียงตัวของโคโตะซานกับดินขาวแบบปรับปรุงนั้นเป็นแบบอิสระหรือ Exfoliated คือ ชั้นของดินขาวแบบปรับปรุงมีการจัดเรียงอย่างไม่เป็นระเบียบโดยโคโตะซานจะแทรกอยู่ตรงระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาวจึงส่งผลให้มีสมบัติในการเสริมแรงได้ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อเสนอแนะ

- 1) ศึกษาความยาวสายโซ่ของสารเคมีที่ใช้ปรับปรุงว่ามีผลต่อระยะห่างระหว่างชั้นของดินขาว
- 2) ศึกษาสมบัติอื่นๆ ของฟิล์มนาโนคอมโพสิต เช่น การซึมผ่านของน้ำและก๊าซ เป็นต้น
- 3) ศึกษาในคอมโพสิตจากโคโคซานและสารตัวเติมชนิดอื่น เช่น ซีโอไลต์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] Kurita K. Polymer Degradation and Stability, vol.59, 1999. pp.117-120
- [2] Dieter W. "Nanocomposites of Polyolefin Clay Hybrids" Euro-Filler, vol.26, 1999. pp.1245-1265
- [3] Liu L., Qi Z. " Studies on Nylon 6/Clay Nanocomposites by Melt-Intercalation Process" J. Appl. Polym. Sci., vol.71, 1999. pp.1133-1138
- [4] Long C., Qi Z. " Crystallization Properties and Crystal and Morphology of PET-Clay Nanocomposites" J. Appl. Polym. Sci., vol.71, 1999. pp.1139-1146
- [5] Chen T.K., Wei K.H. " Synthesis and Characterization of Novel Segmented Polyurethane Clay Nanocomposites" Polymer, vol.41, 2000. pp.1345-1353
- [6] Stephen J.X., Mccarthy P. " Biodegradability of Chitosan Film " Polymer Engineering and Science, vol.22, 1995. pp.3436-3440
- [7] Wan Ngah W.S., Liang K.H. " Adsorption of Gold (III) Ions onto Chitosan and N-carboxymethyl " Ing. Eng. Chem. Res, vol.38, 1999. pp.1414-1423
- [8] Modrzejewska Z., Kaminski W. " Separation of Cr (VI) on Chitosan Membrane " Ind. Eng. Chem. Res., vol.38, 1999. pp.4946-4950
- [9] Denkbas E.B., Qdabasi M. " Chitosan Microspheres and Sponges Preparation and Characterization " J. Appl. Polym. Sci., vol.76, 1999. pp.1637-1643
- [10] Mayer J.M., Kaplan D.L. "The Crosslinking of Chitosan Fibers" J. Polym. Sci. Part A., vol.30, 1992. pp.2187-2193
- [11] Sophanodora D., Praputh W. "Use of Chitosan as Coating Material" J. Polym. Sci. Technol., vol.15, 1993. pp.259-265
- [12] Caracci S., Bunning T. "Optical Waveguiding and Morphology of Chitosan Thin Films" J. Appl. Polym. Sci., vol.61, 1996. pp.1163-1171
- [13] Umehara H., Minoura N. "Surface States of PVA/Chitosan Blended Hydrogels" Polymer, vol.41, 1999. pp.4461-4465
- [14] Xiao C., Zhanc L. "Blend Films from Chitosan and Konjac Glucomannan" J. Appl. Polym. Sci., vol.76, 2000. pp.509-519

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [15] ผศ.ดร. อธิพิณ แจ่มชัด " ไคโตซานพอลิเมอร์สารพัดประโยชน์จากธรรมชาติ " วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง, ปีที่10, ฉบับที่ 1, สิงหาคม 2543 หน้า 27
- [16] Maegawa T.,Takahashi T. "Glass Transition Temperature of Chitosan and Miscibility of Chitosan/Poly (N-Vinyl Pyrrolidone) Blends" *Polymer*, vol.41, 2000. pp.7051-7056
- [17] Yangchuan Y., Long C. "Crystallization Properties and Crystal and Nanoscale of PET-Clay Nanocomposites" *J. Appl. Polym. Sci.*, vol.71, 1999. pp.1240-1271
- [18] Lasko C.L., Hurst M.P. "An Investigation into the use of Chitosan for the Removal of Soluble Silver from Industrial Wastewater" *Environ. Sci. Technol.*, vol.33, 1999. pp. 3622-3626
- [19] Cho Y.I., No H.K. "Physicochemical Characteristics and Functional Properties of Various Commercial Chitin and Chitosan Products" *J. Agric. Food Chem.*, vol.46, 1998. pp.3839-3843
- [20] ดร.ภาวดี เมระคานนท์ และกิ่งเกียรติ คงสุวรรณ. 2543 "บทความทางวิชาการเทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ" เมษายน-มิถุนายน, 69-75
- [21] Modrzejewska Z., Kaminski W. "Separation of Cr (VI) on Chitosan Membranes" *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol.38, 1999. pp.4946-4950
- [22] Guibal E., Milot C. "Metal – Anion Sorption by Chitosan Beads Equilibrium and Kinetic" *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol.37, 1998. pp.1454-1463
- [23] Hoagland P.D., Parris N. "Chitosan Pectin Laminated Films" *J. Agric. Food Chem.*, vol.44, 1996. pp.1915-1919
- [24] Hudson S.M. "Chitin" *Adv. Chitin Sci.*, vol.3, 1998. pp. 80-87
- [25] Xu J., McCarthy S.P. "Chitosan Film Acylation and Effects on Biodegradability" *Macromolecules*, vol.29, 1996. pp.3436-3440
- [26] Yamamoto H., Amaike M. "Biodegradation of Cross-Linked Chitosan Gel by a Microorganism" *Macromolecules*, vol.30, 1997. pp. 3936-3937
- [27] Bassi R., Prasher S.O. "Removal of Selected Metal Ions from Aqueous Solutions using Chitosan Flakes" *Sep. Sci. Tech.*, vol.35, no.4, 2000. pp. 547-560
- [28] Wang M., Qiang J. "Preparation and Properties of Chitosan – Poly (N-Isopropylacrylamide) Semi-IPN Hydrogels" *J. Polym. Sci. Part A* , vol.38, 2000. pp. 474-481

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

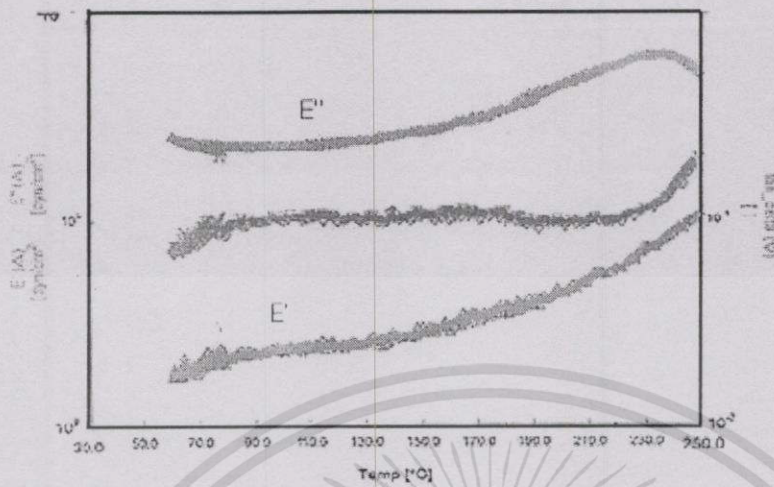
- [28] Wang M., Qiang J. "Preparation and Properties of Chitosan – Poly (N-Isopropylacrylamide) Semi-IPN Hydrogels" *J. Polym. Sci. Part A* , vol.38, 2000. pp. 474-481
- [29] Dietsche F., Muelhaupt R. "Plastics and Rubber Nanocomposites Based upon Layered Silicates" *Plastics Technology*, vol.10, 1998. pp.1812-1820
- [30] Sridhar K. "Nanocomposites" *J. Mater. Chem.*, vol.2, 1999, pp.1219-1230
- [31] รศ. แม้น อมรสิทธิ์และคณะ " หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ" กรุงเทพมหานคร พิมพ์ครั้งที่ 1, 2539, หน้า 424-435
- [32] Hong Kim J.,Yong Kim K. "Properties and Swelling Characteristics of Crosslinked Poly (Vinyl alcohol) Chitosan Blend Membrane" *J. Appl. Polym. Sci.*, vol.45, 1992. pp. 1711-1712
- [33] Oyrton A.C.,Monteiro J. "Some studies of Crosslinking Chitosan – Glutaraldehyde Interaction in a Homogeneous System" *Journal of Biological Macromolecules*, vol.26, 1999. pp.119-128
- [34] Zanetti M., Camino G. "Synthesis and Thermal Behaviour of Layered Silicate-EVA Nanocomposites" *Polymer*, vol.42, 2001. pp.4501-4507



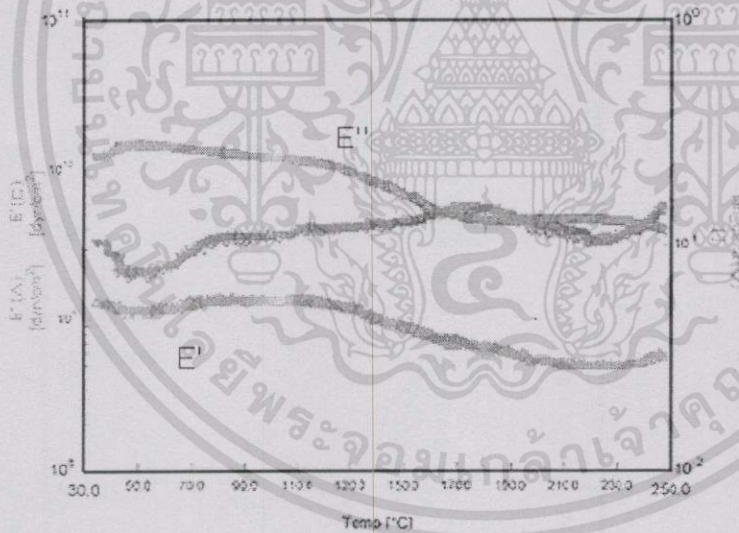
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.1 DMTA Thermogram ของโคลิตซานที่ได้จากเครื่อง DMTA

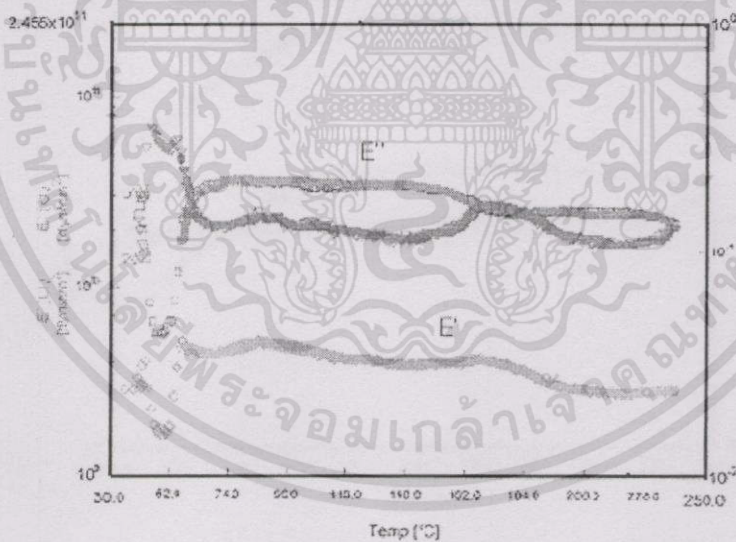


รูปที่ ก.2 DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลิตซานกับดินขาวแบบปรับชนิด MMT/AHN ปริมาณ 1% โดยน้ำหนักของโคลิตซานจากเครื่อง DMTA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

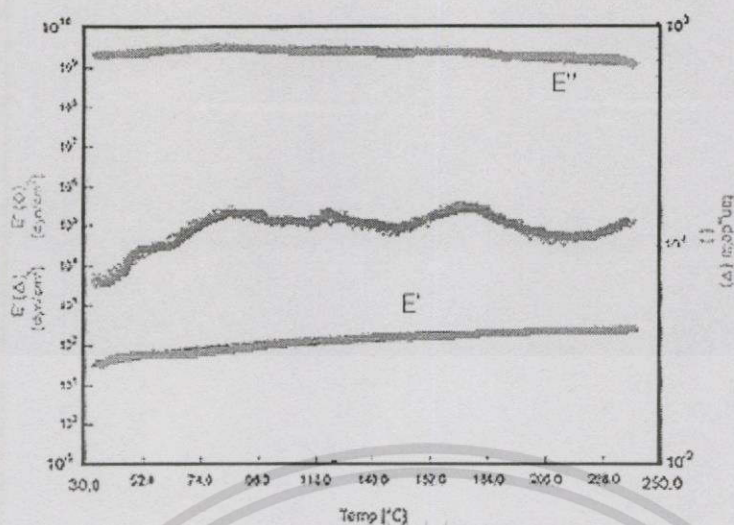


รูปที่ ก.3 DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับชนิด MMT/AHN ปริมาณ 2% โดยน้ำหนักของไคโตซานจากเครื่อง DMTA



รูปที่ ก.4 DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับชนิด MMT/AHN ปริมาณ 3% โดยน้ำหนักของไคโตซานจากเครื่อง DMTA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

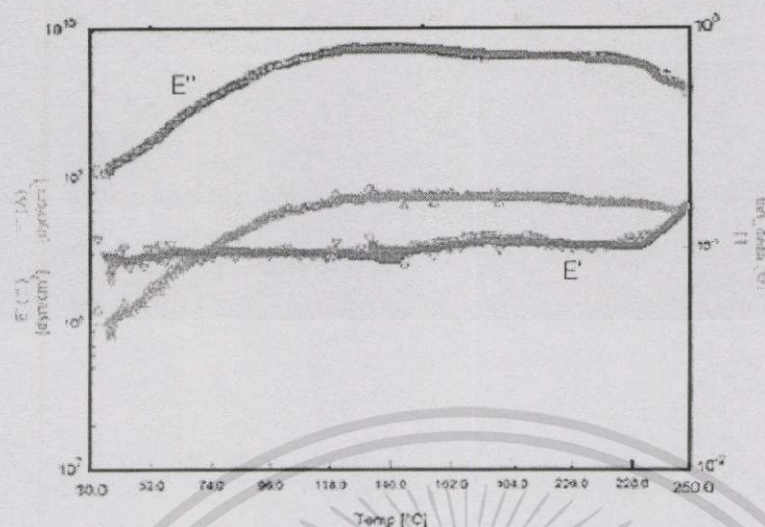


รูปที่ ก.5 DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับชนิด MMT/AHN ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของไคโตซานจากเครื่อง DMTA

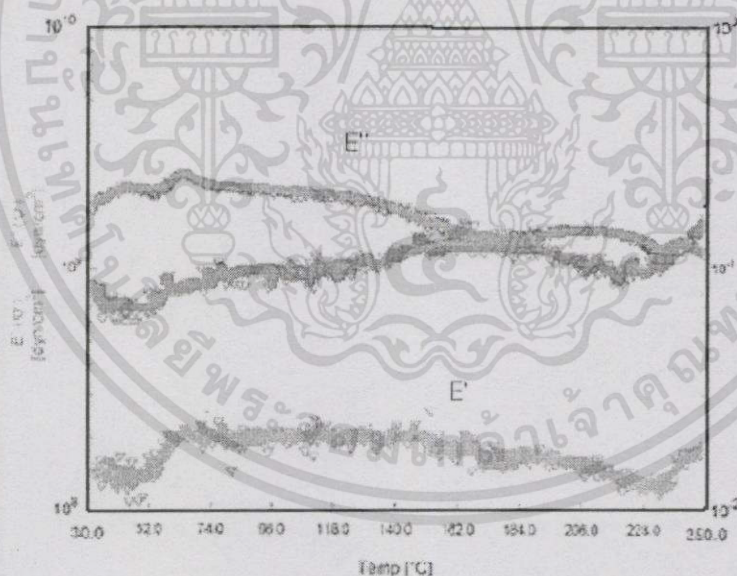


รูปที่ ก.6 DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยไคโตซานกับดินขาวแบบปรับชนิด MMT/AHN ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของไคโตซานจากเครื่อง DMTA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

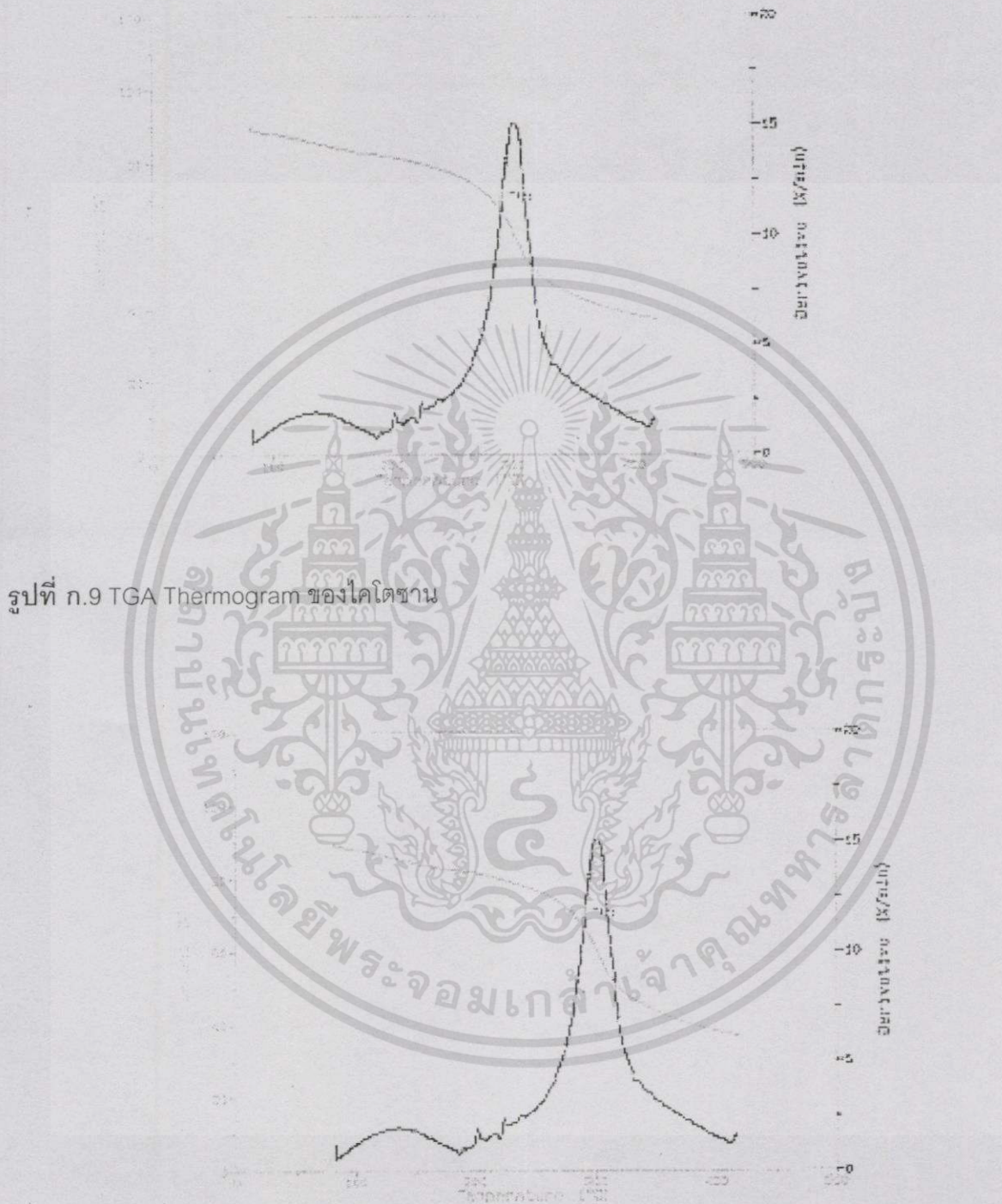


รูปที่ ๗.7 DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคโตซานกับดินขาวแบบปรับชนิด MMT/DDO ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของโคโตซานจากเครื่อง DMTA



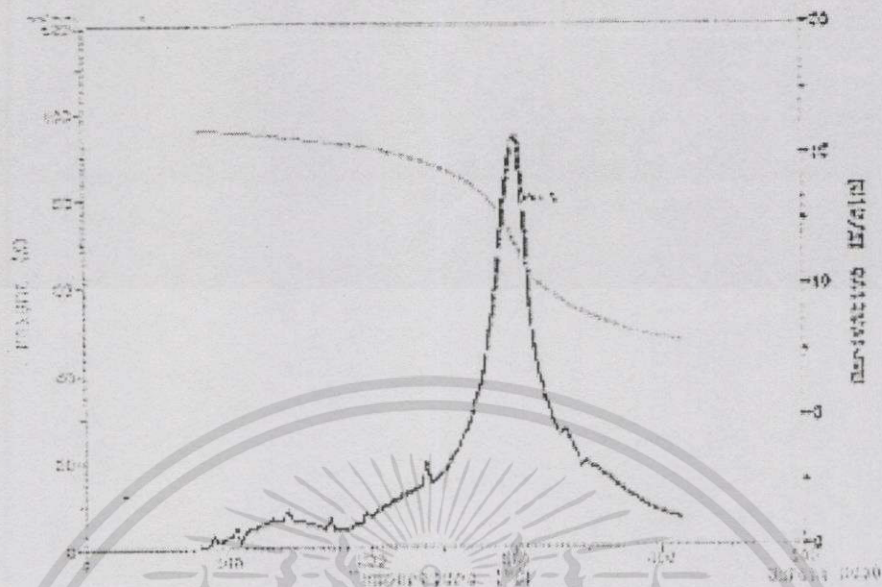
รูปที่ ๗.8 DMTA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคโตซานกับดินขาวแบบปรับชนิด MMT/DHEX ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของโคโตซานจากเครื่อง DMTA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

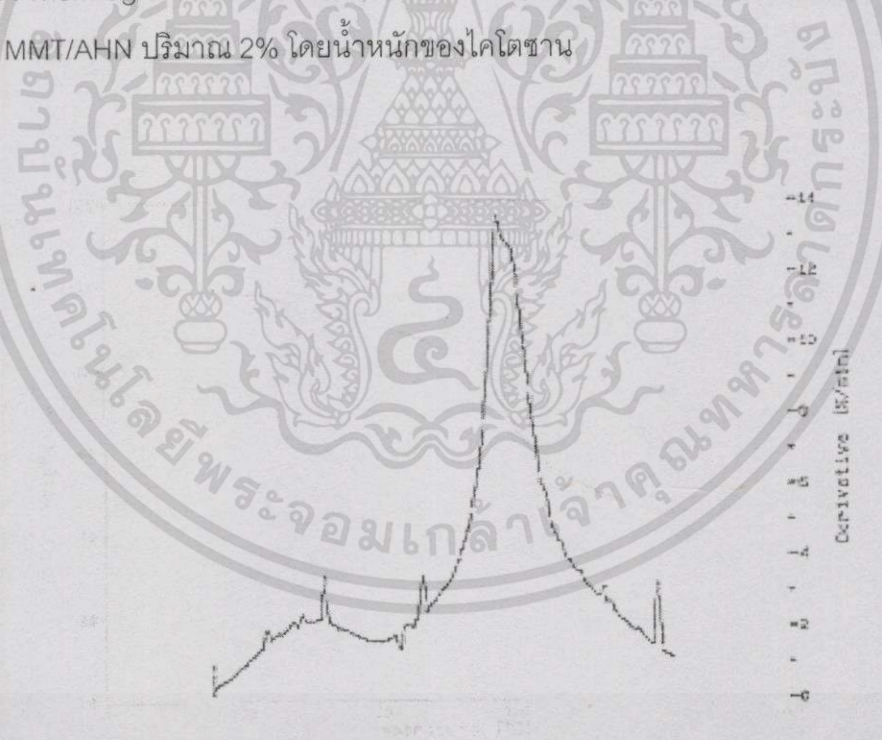


รูปที่ ก.10 TGA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ปริมาณ 1% โดยน้ำหนักของโคโตซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

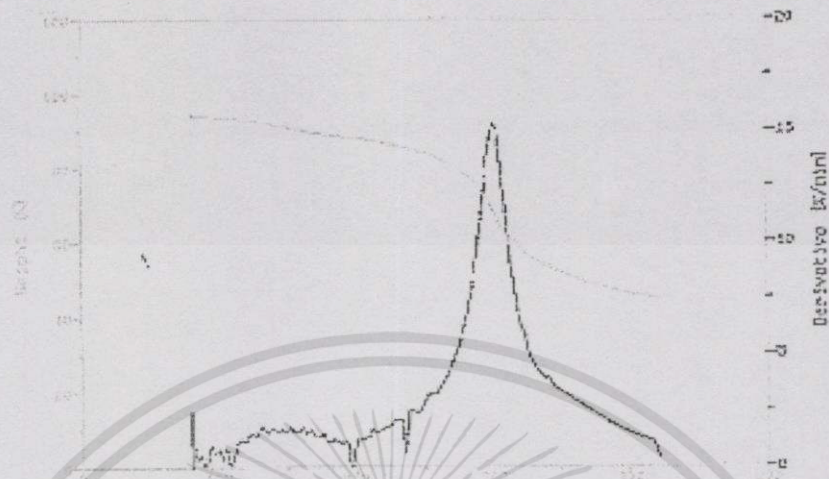


รูปที่ ก.11 TGA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุง ชนิด MMT/AHN ปริมาณ 2% โดยน้ำหนักของโคลโตซาน

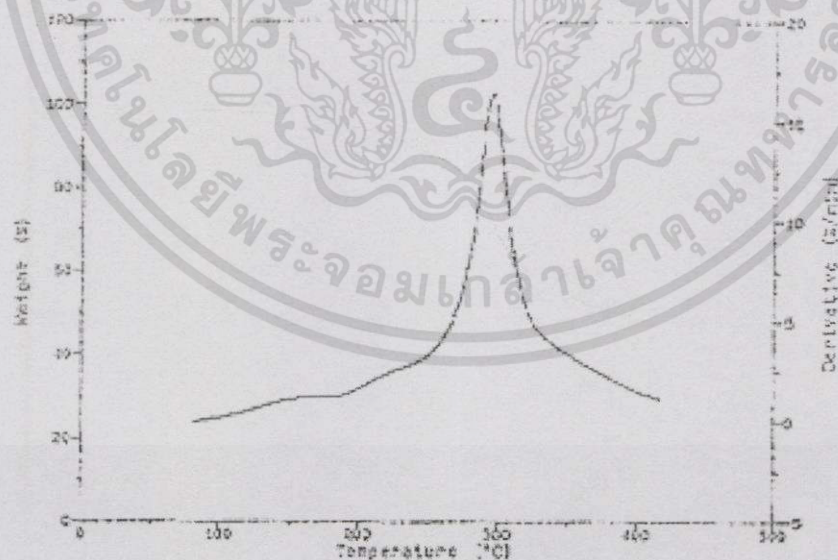


รูปที่ ก.12 TGA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลโตซานกับดินขาวแบบปรับปรุง ชนิด MMT/AHN ปริมาณ 3% โดยน้ำหนักของโคลโตซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

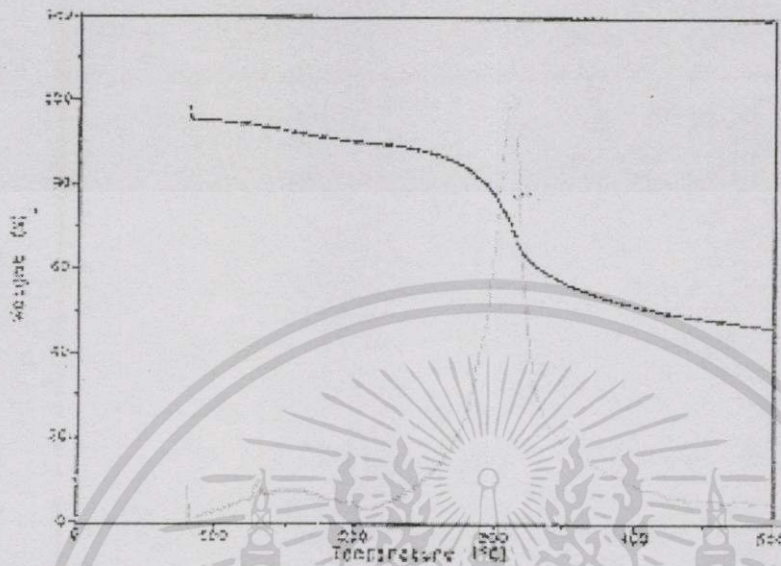


รูปที่ ก.13 TGA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลโตซานกับดินขาวแบบ ปรับปรุง ชนิด MMT/AHN ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของโคลโตซาน

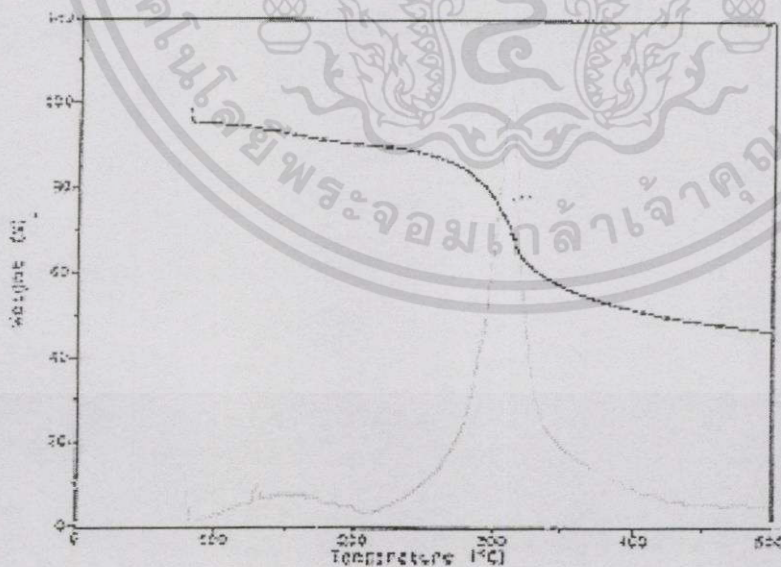


รูปที่ ก.14 TGA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลโตซานกับดินขาวแบบ ปรับปรุง ชนิด MMT/AHN ปริมาณ 5% โดยน้ำหนักของโคลโตซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก.15 TGA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลิตซานกับดินขาวแบบปรับปรุง ชนิด MMT/DDO ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของโคลิตซาน



รูปที่ ก.16 TGA Thermogram ของนาโนคอมโพสิตที่ประกอบด้วยโคลิตซานกับดินขาวแบบปรับปรุง ชนิด MMT/DHE ปริมาณ 4% โดยน้ำหนักของโคลิตซาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

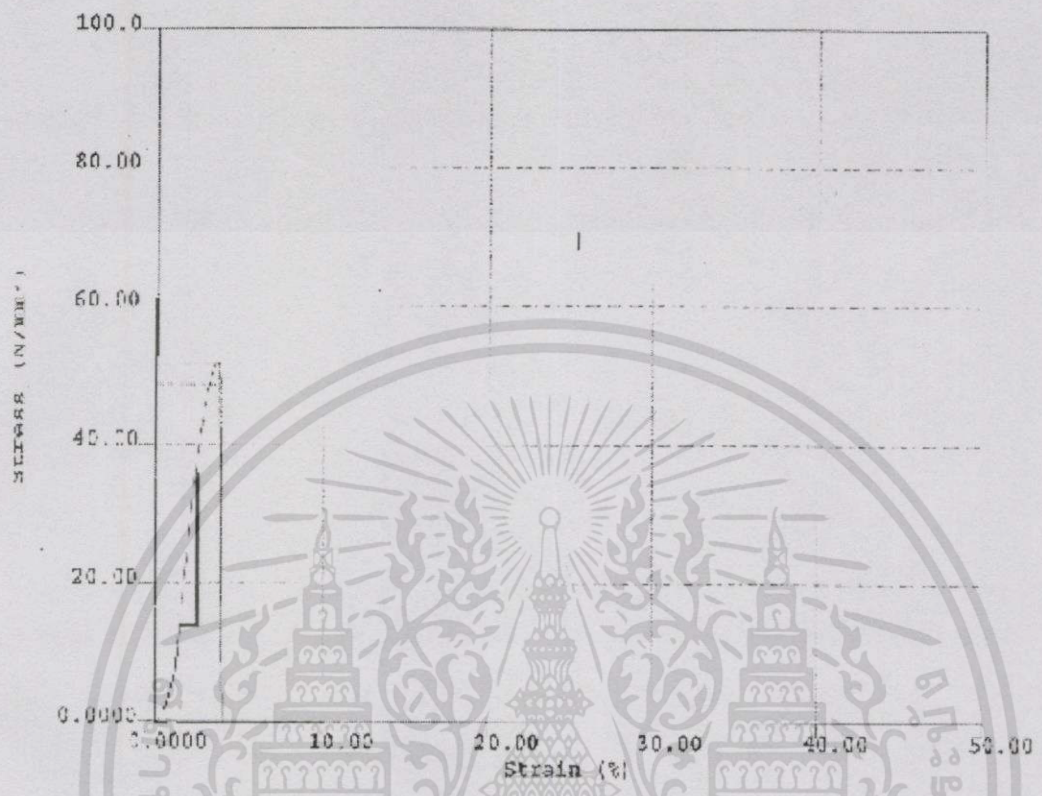
ตารางที่ ก.1 สรุปค่าเอนทาลปี (ΔH) ของไคโตซานนาโนคอมโพสิตจากเครื่อง DSC

ชนิดของตัวอย่าง	ค่าเอนทาลปี (ΔH) (J/g)	อุณหภูมิการ หลอมเหลว (T_m)
ไคโตซาน	168.06	159.0
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 1%(MMT/ANH)	144.85	168.8
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 2%(MMT/ANH)	158.59	169.3
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 3%(MMT/ANH)	168.92	170.0
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4%(MMT/ANH)	218.15	170.0
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 5%(MMT/ANH)	223.90	170.0
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4%(MMT/DDO)	223.32	157.0
นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุง 4%(MMT/DHEX)	374.58	171.0

จากผลที่ได้พบว่าเมื่อปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงเพิ่มขึ้นและการใช้ดินขาวแบบปรับปรุงที่ต่างชนิดกัน ค่า T_m มีค่าที่ใกล้เคียงกัน แต่เมื่อใช้นาโนคอมโพสิตที่มีปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/DDO 4% โดยน้ำหนักของไคโตซาน ค่าอาจจะเกิดความผิดพลาด ซึ่งค่า T_m นั้นแสดงถึงขนาดของผลึกที่มีขนาดใกล้เคียงกัน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



จากกราฟหาค่ามอดูลัสของโคไตซานนาโนคอมโพสิตที่ใส่ปริมาณดินขาวแบบปรับปรุงชนิด MMT/AHN ปริมาณ 2 % โดยน้ำหนักโคไตซาน จากความชันของกราฟคือ อัตราส่วนระหว่างค่า Stress/Strain โดยใช้ค่า Strain ที่ 1% เท่ากับ 12
 Strain ที่ 2% เท่ากับ 37
 ได้ค่าดังนี้ 37-12 / 0.03-0.01 เท่ากับ 1250 MPa

ประวัติผู้เขียน

นายกฤษณ์ เรืองธรรม เกิดเมื่อวันที่ 10 ธันวาคม พ. ศ. 2519 ที่กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี (เคมี) จากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปีการศึกษา 2541 และได้เข้าศึกษาต่อสาขาเทคโนโลยีพอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ในปีการศึกษา 2542



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้