

# การศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการให้แรงเชิงกลต่อสมบัติของเส้นใยนาโนเซลลูโลส Investigation into the Effect of Mechanical Treatment Time on the Properties of Cellulose Nanofibril

เรืออากาศตรี นพพล สมเศรษฐ์<sup>1</sup>

Pilot Officer Noppon Somsesta<sup>1</sup>

นาวาอากาศโท ผู้ช่วยศาสตราจารย์ โชคชัย แจ่มอำพร<sup>1</sup>

Wing Commander Assistant Professor Chokchai Chamamporn<sup>1</sup>

อินทัช หงส์รัตนวิจิตร<sup>2\*</sup>

Intatch Hongrattanavichit<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>ภาควิชาวัสดุศาสตร์ทางการทหารและอากาศยาน

โรงเรียนนายเรืออากาศนวมินทกษัตริยาธิราช 171/1 ถ.พหลโยธิน แขวงคลองถนน เขตสายไหม

กรุงเทพมหานคร 10220 ประเทศไทย

<sup>1</sup>Military and Aerospace Materials Department, Navaminda Kasatriyadhiraj Royal Air Force

Academy Air Force Academy, 171/1 Phahonyothin Rd. Klongthanon,

Saimai, Bangkok 10220, Thailand

<sup>2</sup>ภาควิชาเทคโนโลยีทางภาพและการพิมพ์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

254 ถ.พญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพมหานคร 10330 ประเทศไทย

<sup>2</sup>Department of Imaging and Printing Technology, Faculty of Science,

Chulalongkorn University 254 Phaya Thai Rd. Wang Mai, Pathum Wan, Bangkok 10330, Thailand

\*Corresponding Author. E-mail : intatch.h@chula.ac.th

(Received: January 21, 2022, Revised: August 20, 2022, Accepted: August 24, 2022)

**บทคัดย่อ :** ในการศึกษาวิจัยนี้ เส้นใยป่านครนารายณ์ได้ถูกนำมาสกัดและลดขนาดให้เป็นเส้นใยนาโนเซลลูโลสโดยใช้แรงเชิงกล จากนั้นทำการศึกษาและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเซลลูโลสด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์อิมมิจัน (FE-SEM) เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (XRD) พูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FTIR) และเครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน (TGA) โดยเส้นใยนาโนเซลลูโลสสามารถเตรียมผ่านการโฮโมจีไนซ์ (Homogenization) แรงดันสูงอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 50 70 และ 90 นาที ผลการศึกษาสัณฐานวิทยา (Morphology) แสดงให้เห็นถึงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยซึ่งอยู่ในช่วง 10-30 นาโนเมตร จากผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่าเสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยลดต่ำลง (จาก 281.8 เป็น 272.5 องศาเซลเซียส) เมื่อให้แรงเชิงกลต่อเส้นใยในระยะเวลาที่นานขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากการลดลงของดัชนีความเป็นผลึก (จากร้อยละ 72.3 เป็น 58.5) อย่างไรก็ตาม การลดลงของปริมาณผลึกส่งผลให้ความสามารถในการดูดซับของวัสดุเพิ่มสูงขึ้น และการทำวิจัยต่อจากนี้จะนำเอานาโนเซลลูโลสไปใช้เพื่อเตรียมไฮโดรเจลที่มีความสามารถในการดูดซับ นอกจากนี้

เส้นใยนาโนเซลลูโลสสามารถที่จะนำไปประยุกต์ใช้ได้หลายด้าน เช่น งานบรรจุภัณฑ์ การเคลือบ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ วัสดุทางการแพทย์ และเวชสำอางเพื่อความงาม

**คำสำคัญ:** เส้นใยนาโนเซลลูโลส การโฮโมจีไนซ์ เส้นใยป่านศรนารายณ์ การลดขนาดด้วยแรงเชิงกล

**Abstract :** In this research, sisal fiber was extracted and defibrillated into cellulose nanofibrils by mechanical treatment. The nanofibrillated fibers were subsequently characterized by field emission scanning electron microscope (FE-SEM), X-ray Diffractometer (XRD), Fourier transform infrared spectrometer (FTIR), and thermogravimetric analyzer (TGA). The cellulose nanofibers had been successfully prepared by high pressure homogenization at various mechanical treatment times (i.e., 50, 70, and 90 min). The morphology studies revealed the diameter of nanofibers was within the range of 10-30 nm. The experimental results showed that the thermal stability decreased (from 281.8 to 272.5°C) with increasing defibrillation time, as a result of the reduction in crystallinity index (from 72.3 to 58.5%). Nevertheless, a decrease in crystallinity could enhance the absorption property, and the further study is going to use the nanocellulose as a precursor to prepare an absorptive hydrogel. The cellulose nanofibrils could be utilized in several applications, for instance, packaging, coating, electronic devices, medical, and cosmetic.

**Keywords:** Cellulose nanofiber, Homogenization, Sisal fiber, Mechanical defibrillation

## 1. บทนำ

เซลลูโลส คือ วัสดุพอลิเมอร์ชีวภาพกึ่งผลึกที่สามารถพบได้ทั่วไปในผนังเซลล์ของพืช ซึ่งเป็นวัตถุดิบที่มีอยู่อย่างมากมายในธรรมชาติและสามารถเกิดทดแทนขึ้นมาใหม่ได้ โดยโครงสร้างของเซลลูโลสประกอบไปด้วยสายโซ่พอลิเมอร์ของน้ำตาลกลูโคส (D-glucose) ที่เชื่อมต่อกันระหว่างโมเลกุลด้วยพันธะไกลโคไซด์ (Glycosidic bond) ที่ตำแหน่งปีต้า-1,4 ( $\beta$ -1,4) [1] และจากการจัดเรียงซ้อนกันของสายโซ่พอลิเมอร์อย่างเป็นระเบียบ รวมไปถึงมีการเชื่อมกันระหว่างสายโซ่ด้วยพันธะไฮโดรเจนจึงทำให้เซลลูโลสมีความเป็นผลึกสูง ส่งผลให้มีสมบัติเชิงกลที่ดี ไม่สามารถละลายได้ในน้ำ ทนต่อความร้อนและสารเคมี โดยทั่วไปได้เป็นอย่างดี นอกจากนี้ยังมีความเข้ากันได้ทางชีวภาพ ไม่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิต และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ด้วยคุณสมบัติข้างต้นจึงทำให้เซลลูโลสถูกนำไปประยุกต์ใช้งานในหลากหลายอุตสาหกรรม โดยเฉพาะอย่างยิ่งในวงการวัสดุทางการแพทย์ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ อาหาร กระดาษ และการเคลือบ

เส้นใยป่านศรนารายณ์เป็นหนึ่งในเส้นใยธรรมชาติที่ถูกนำมาใช้ประโยชน์อย่างแพร่หลายเนื่องจากมีสมบัติเชิงกลที่ดี ราคาถูก ความหนาแน่นต่ำ สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพและผลิตใหม่ทดแทนได้ โดยสามารถแยกเส้นใยป่านศรนารายณ์ได้จากใบป่านศรนารายณ์ ซึ่งในปกติป่านศรนารายณ์จะผลิตใบได้ประมาณ 200-250 ใบต่อต้น และในแต่ละใบประกอบด้วยเส้นใย 1,000-1,200 เส้น จากการศึกษาของค้ประกอบทางเคมีของ Faruk และคณะ [2] พบว่าเส้นใยป่านศรนารายณ์มีเซลลูโลสอยู่สูงถึงร้อยละ 65 โดยอยู่ร่วมกับเฮมิเซลลูโลส (ร้อยละ 12) ลิกนิน (ร้อยละ 9.9) และไซ (ร้อยละ 2) เส้นใยป่านศรนารายณ์มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดประมาณ 100-300 มิลลิเมตร และยาวประมาณ 100-150 เซนติเมตร จากการศึกษาที่เส้นใยป่านศรนารายณ์มีสมบัติเชิงกลที่ดีและมีราคาถูกนั้นจึงทำให้โดยส่วนใหญ่ มักจะถูกนำไปใช้ในการผลิตเป็นเชือก โดยเป็นที่นิยมใช้ในอุตสาหกรรมการเกษตรและการเดินเรือ

ในช่วงไม่กี่ปีที่ผ่านมา นาโนเซลลูโลสถือว่าเป็นหนึ่งในหัวข้อการวิจัยที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างสูงในการนำไปศึกษา โดยในหลายอุตสาหกรรมมีความพยายามที่จะเรียนรู้และผลิตผลึกนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanocrystal) และเส้นใยนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanofiber) เพื่อนำเอาไปประยุกต์ใช้และพัฒนาผลิตภัณฑ์ให้ดียิ่งขึ้น ผลึกนาโนเซลลูโลสสามารถเตรียมได้โดยการย่อยเส้นใยเซลลูโลสด้วยกรด (Acid hydrolysis) โดยส่วนที่เป็นอสัณฐานจะถูกทำลายด้วยกรดเข้มข้น เช่น กรดซัลฟิวริก กรดไนตริก หรือกรดไฮโดรคลอริก ซึ่งวิธีนี้จะก่อให้เกิดของเสียอันตราย ได้แก่ กรดความเข้มข้นสูง และยังมีค่าใช้จ่ายที่ต้องใช้น้ำในปริมาณมากเพื่อการทำผลึกนาโนเซลลูโลสมีค่าความเป็นกรดเบสเป็นกลางก่อนที่จะนำไปใช้งานได้ ในส่วนของเส้นใยนาโนเซลลูโลสวิธีโดยทั่วไปจะสามารถเตรียมได้โดยการนำเอาเส้นใยเซลลูโลสไปผ่านกระบวนการเชิงกลด้วยเครื่องต่าง ๆ เช่น เครื่องบด เครื่องปั่น เครื่องบดแบบลูกบอล เครื่องสับ เครื่องลดขนาดอนุภาค เป็นต้น โดยแรงเชิงกลจะมีผลต่อทั้งส่วนที่เป็นผลึกและส่วนที่เป็นอสัณฐาน ซึ่งการโฮโมจีไนซ์ (Homogenization) หรือการผ่านเครื่องบดและลดขนาดอนุภาคแรงดันสูงเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมากในการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสเนื่องจากเป็นเทคนิคที่ก่อให้เกิดแรงเฉือนกำลังสูงและระยะเวลาในการดำเนินการสั้น การให้แรงเชิงกลเพื่อลดขนาดอนุภาคนั้นจะไม่ก่อให้เกิดของเสียหรือสารเคมีเหลือทิ้งจากการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลส ซึ่งเป็นข้อแตกต่างกับการย่อยเส้นใยเซลลูโลสด้วยกรด ด้วยเหตุนี้จึงทำให้วิธีการดังกล่าวมีความน่าสนใจในการนำไปทำวิจัยเพื่อต่อยอด

ปัจจุบันเส้นใยนาโนเซลลูโลสได้ถูกพัฒนาและนำมาประยุกต์ใช้ในกลุ่มเทคโนโลยีวัสดุขั้นสูง โดยเฉพาะอย่างยิ่งในวัสดุทางการแพทย์ วิศวกรรมชีวภาพ วัสดุเชิงประกอบชีวภาพ เทคโนโลยีการเคลือบผิว และบรรจุภัณฑ์อาหาร ยกตัวอย่างเช่น การนำเอาเส้นใยนาโนเซลลูโลสไปดัดแปลงด้วยออร์แกโนซิลเลน (Organosilane) และ

นำไปใช้เคลือบเพื่อป้องกันรอยขีดข่วนบนพื้นผิวของวัสดุ [3] นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยที่ประสบความสำเร็จในการนำเอาเส้นใยนาโนเซลลูโลสไปประยุกต์ใช้ในการเคลือบเพื่อยืดอายุการเน่าเสียของผักสดและผลไม้ [4] และพบว่ามีการศึกษาเส้นใยนาโนเซลลูโลสเพื่อนำไปใช้เป็นตัวเสริมแรงให้แก่วัสดุเชิงประกอบในอีกหลากหลายบทความวิจัย [5] ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงจัดทำขึ้นเพื่อศึกษาผลของระยะเวลา (50 70 และ 90 นาที) ที่ใช้ในการให้แรงเชิงกลเพื่อเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสต่อสมบัติทางกายภาพ เคมี ความร้อน และค่าดัชนีความเป็นผลึกของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้ และเพื่อศึกษาระยะเวลาที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสทำให้เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้มีคุณสมบัติที่ดีที่สุดในการนำไปผลิตเป็นไฮโดรเจลที่มีความสามารถในการดูดซับ ซึ่งเป็นงานวิจัยต่อยอดจากการศึกษานี้

## 2. วัตถุประสงค์

2.1 สกัดและเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยป่านศรนารายณ์โดยใช้วิธีการลดขนาดด้วยแรงเชิงกลในเวลาที่แตกต่างกัน (50 70 และ 90 นาที)

2.2 ศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาที่ใช้ในการให้แรงเชิงกลที่มีต่อสมบัติทางกายภาพ เคมี ความร้อน และค่าดัชนีความเป็นผลึกของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้

## 3. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

“นาโนเทคโนโลยี” หมายถึง การนำเอาวัสดุที่มีขนาดในช่วง 1 ถึง 100 นาโนเมตร มาประยุกต์ใช้งานเพื่อทำให้วัสดุมีคุณสมบัติที่เพิ่มมากขึ้น ไม่ว่าจะทางกายภาพ เคมี และชีวภาพ ด้วยคุณสมบัติที่โดดเด่นคือมีพื้นที่ผิวสัมผัสสูง นาโนเทคโนโลยีจึงได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก ในการศึกษาวิจัยรวมไปถึงได้มีการนำเอาไปใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวาง โดยนาโนเซลลูโลสเป็นหนึ่งในหัวข้อที่นักวิจัยนิยมทำการศึกษาและพัฒนา [1]

Uetani และ Yano [6] ได้ประสบความสำเร็จในการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสด้วยกระบวนการปั่นด้วยความเร็วสูง โดยการใช้เส้นใยเซลลูโลสแขวนลอยในน้ำที่มีความเข้มข้นร้อยละ 0.7 โดยน้ำหนัก และนำไปปั่นที่อัตราเร็ว 37,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที ซึ่งผลการทดสอบแสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเซลลูโลสสามารถเตรียมได้จากการปั่นด้วยแรงเชิงกลที่อัตราเร็วสูง โดยความเสียหายที่เกิดขึ้นกับเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากวิธีการนี้มีค่าน้อยกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการเชิงกลจากงานวิจัยอื่น ๆ

Jiang และคณะ [7] ทำการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากฟางข้าว และใช้วิธีการปั่นด้วยอัตราเร็วสูงเป็นระยะเวลา 60 90 และ 120 นาที โดยขณะที่ดำเนินการปั่นจะเกิดความร้อนขึ้นสูง ส่งผลให้อุณหภูมิของอุปกรณ์เพิ่มสูงขึ้นถึง 97 องศาเซลเซียส ซึ่งความร้อนที่เกิดขึ้นนั้นมาจากแรงเฉือนที่เกิดขึ้นอย่างยาวนานและต่อเนื่องตรงบริเวณใบมีดของเครื่องปั่น จากผลการศึกษาพบว่าระยะเวลาในการปั่นมีผลต่อปริมาณเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ผลิตได้โดยอัตราการเปลี่ยนเป็นเส้นใยนาโนเซลลูโลสเพิ่มขึ้นจากร้อยละ 4.8 เป็น 12.0 เมื่อทำการเพิ่มระยะเวลาในการปั่นจาก 60 เป็น 120 นาที

Turbak และคณะ [8] ประสบความสำเร็จในการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากผงไม้ผ่านการใช้เครื่องบดและเครื่องลดขนาดอนุภาค โดยใช้ความดัน 8,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว (psi) และอุณหภูมิขณะที่เครื่องทำงานอยู่ในช่วง 70 ถึง 80 องศาเซลเซียส จากผลการศึกษาพบว่าเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางต่ำกว่า 100 นาโนเมตร

Nakagaito และ Yano [9] ได้ทำการเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสจากเส้นใยซิลเฟต (Kraft fiber) เพื่อนำไปใช้เป็นตัวเสริมแรงให้แก่พีนอลิกเรซิน และได้ทำการเปรียบเทียบประสิทธิภาพการลดขนาดเส้นใยเซลลูโลสระหว่างการบด (Refining) และการโฮโมจีไนซ์ (Homogenizing) ซึ่งงานวิจัยนี้พบว่าหากใช้การบดจะต้องนำเส้นใยเซลลูโลส

ไปผ่านเครื่องบดเป็นจำนวน 16 ถึง 30 รอบ เพื่อให้จะทำให้เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้นั้นมีความสามารถในการไปเสริมแรงให้แก่วัสดุเชิงประกอบ ในขณะที่การใช้เทคนิคไฮโมจีไนซ์นั้นเมื่อนำเอาเส้นใยเซลลูโลสไปผ่านเครื่องเพียง 14 รอบ จะทำให้ได้เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่มีคุณสมบัติในการเสริมแรงเช่นเดียวกัน

Zimmermann และคณะ [10] ได้เตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลสโดยอาศัยกระบวนการไฮโมจีไนซ์ แต่ได้มีการนำเอาเส้นใยเซลลูโลสไปปรับสภาพเบื้องต้นโดยการใช้สารเคมีก่อนเข้าสู่กระบวนการลดขนาด เมื่อผ่านเครื่องไฮโมจีไนซ์ที่ความดัน 1,000 บาร์ เป็นเวลา 60 นาที เส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้จากการศึกษานี้มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 20-100 นาโนเมตร และมีความยาวอยู่ในระดับไมโครเมตร

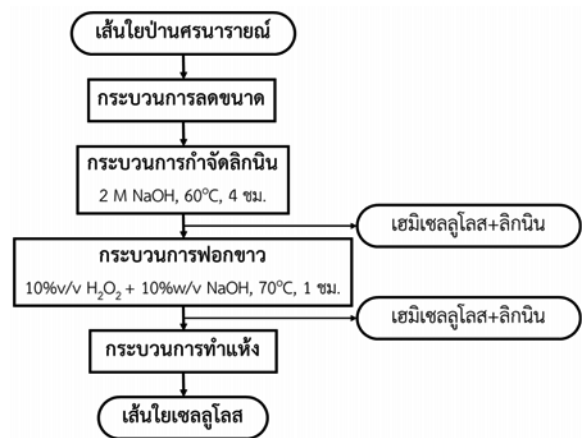
#### 4. วิธีดำเนินการศึกษา

การศึกษาวิจัยนี้เป็นการศึกษาเชิงทดลอง (Experimental research) เพื่อศึกษาสมบัติของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ผ่านการให้แรงเชิงกลในเวลาที่แตกต่างกัน โดยการทำการวิจัยจะมีการแบ่งขั้นตอนหลักออกเป็น 3 ขั้นตอน คือ 1. การสกัดเซลลูโลส 2. การให้แรงเชิงกลเพื่อลดขนาดเซลลูโลส และ 3. การศึกษาสมบัติของเส้นใยนาโนเซลลูโลส โดยมีรายละเอียดของแต่ละส่วนดังต่อไปนี้

##### 4.1 การสกัดเซลลูโลสจากเส้นใย

การสกัดเซลลูโลสนั้นประกอบไปด้วยกระบวนการต่าง ๆ ดังแสดงในภาพที่ 1 ลำดับแรกนำเอาเส้นใยป่านครนารายณ์แห่งมาตัดให้มีความยาวประมาณ 1-2 เซนติเมตร จากนั้นนำเส้นใยที่ผ่านการลดขนาดไปกำจัดส่วนที่เป็นลิกนินออกผ่านกระบวนการกำจัดลิกนิน (Delignification) โดยการแช่ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 2 โมลาร์ ที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราส่วนระหว่างน้ำต่อเส้นใยเท่ากับ 20:1 และทำการฟอกขาว (Bleaching) ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้มข้นร้อยละ 10 โดยปริมาตรผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น

ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 60 นาที นำสารสกัดเซลลูโลสที่ได้ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส และเก็บในตู้ดูดความชื้นเพื่อรอนำไปเตรียมนาโนเซลลูโลสต่อไป



ภาพที่ 1 แผนภาพกระบวนการสกัดเซลลูโลส

##### 4.2 การเตรียมเส้นใยนาโนเซลลูโลส

การลดขนาดเซลลูโลสทำได้โดยนำเซลลูโลสในตัวกลางน้ำที่ความเข้มข้นร้อยละ 1.5 โดยน้ำหนักต่อปริมาตร ไปทำการลดขนาดอนุภาคด้วยแรงเชิงกลโดยใช้เครื่องไมโครฟลูอิดิไเซอร์ (LM20 Microfluidizer) ที่ความดัน 20,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว (psi) เป็นระยะเวลา 50 70 และ 90 นาที ดังแสดงในภาพที่ 2 และเรียกเส้นใยนาโนเซลลูโลส (Cellulose nanofibril) ที่เตรียมได้ด้วยชื่อย่อ CNF50 CNF70 และ CNF90 โดยตัวเลขข้างหลังอ้างอิงตามเวลาที่ใช้ในการให้แรงเชิงกล หลังจากนั้นเก็บในตู้เย็นที่อุณหภูมิ 6 ถึง 8 องศาเซลเซียส เพื่อรอนำไปศึกษาและทดสอบต่อไป



ภาพที่ 2 กระบวนการลดขนาดเซลลูโลส

#### 4.3 การศึกษาและทดสอบสมบัติของเส้นใยนาโนเซลลูโลส

ในการศึกษาและทดสอบสมบัติของเส้นใยนาโนเซลลูโลสประกอบไปกับการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนเซลลูโลสโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูง ชนิดฟิลด์-อิมิสชัน (Field Emission - Scanning Electron Microscope: FE-SEM; JSM-IT500HR, JEOL, Tokyo, Japan) โดยก่อนการวิเคราะห์ทำการอบตัวอย่างที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และจัดเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้น จากนั้นนำไปอบไอโกละของทองก่อนการส่องด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ในส่วนขององค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยนาโนเซลลูโลสนั้นทำการวิเคราะห์โดยอาศัยฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (Fourier Transform InfraRed spectrometer: FTIR; Nicolet 6700 FT-IR, Thermo scientific, Waltham, MA) ซึ่งต้องทำการอบและบดตัวอย่างให้ละเอียดก่อนนำไปบดผสมกับเกลือโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) โดยทำการจัดเก็บสเปกตรัมการส่องผ่านของรังสีอินฟราเรดของสารตัวอย่างที่ความยาวคลื่น 4000 ถึง 400 เซนติเมตร<sup>-1</sup> การวิเคราะห์สมบัติและเสถียรภาพทางความร้อนสามารถศึกษาได้ผ่านเครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน (Thermal Gravimetric Analyzer: TGA; TGA/SDTA 851e, Mettler Toledo, Columbus, Ohio) โดยช่วงอุณหภูมิของการศึกษาอยู่ที่ 50 ถึง 600 องศาเซลเซียส และใช้อัตราการให้ความร้อนที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน สำหรับการศึกษาโครงสร้างผลึกนั้น

ทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-Ray Diffractometer: XRD; Bruker AXS Diffractometer D8, Bruker, Karlsruhe, Germany) โดยมุมของการเลี้ยวเบน ( $2\theta$ ) อยู่ในช่วง 5 ถึง 40 องศา และสามารถคำนวณปริมาณดัชนีความเป็นผลึก (Crystallinity index) ได้จากใช้สมการที่ (1)

$$\text{ปริมาณผลึก (\%)} = \left[ \frac{(I_{\text{cryst}} - I_{\text{am}})}{I_{\text{cryst}}} \right] \times 100 \quad (1)$$

เมื่อ  $I_{\text{cryst}}$  คือ จุดที่มีความเข้มสูงที่สุดในช่วงที่ตัวอย่างมีโครงสร้างเป็นผลึก ( $2\theta = 21$  ถึง  $23$  องศา)

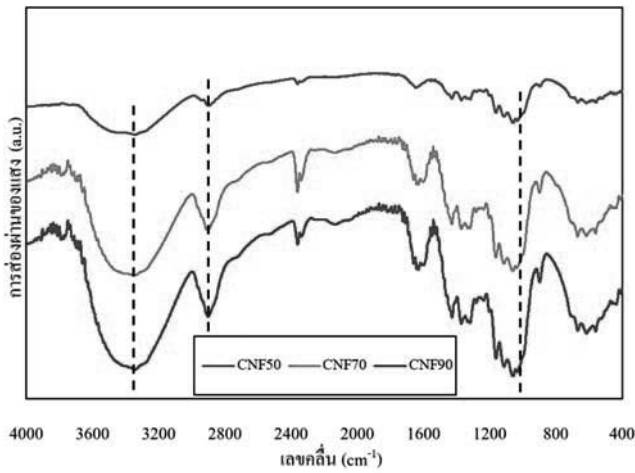
$I_{\text{am}}$  คือ จุดที่มีความเข้มต่ำที่สุดในช่วงที่ตัวอย่างมีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน ( $2\theta = 16$  ถึง  $18$  องศา)

## 5. ผลการศึกษา

### 5.1 สมบัติทางเคมีของเส้นใยนาโนเซลลูโลส

สมบัติทางเคมีของตัวอย่างเส้นใยนาโนเซลลูโลส (CNF50 CNF70 และ CNF90) ถูกนำมาทดสอบด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ หรือ FTIR จากภาพที่ 3 แสดงให้เห็นถึงกราฟที่ได้จากการทดสอบซึ่งปรากฏค่าการส่องผ่านในช่วงความยาวคลื่นแตกต่างกันแสดงให้เห็นถึงการมีอยู่ของหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ ในเส้นใยตัวอย่าง โดยพบว่าที่ความยาวคลื่น 3500-3200 เซนติเมตร<sup>-1</sup> สู่ถึงหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl group) จากแอลฟา-เซลลูโลส [9, 10] ที่ความยาวคลื่นประมาณ 2920 และ 1070-1050 เซนติเมตร<sup>-1</sup> แสดงให้เห็นถึงการสั่นของ C-H ของสายโซ่ตรงในเส้นใยลิกโนเซลลูโลส (Lignocellulosic fiber) [11], [12] และการสั่นของ C-O จากโมเลกุลของเซลลูโลส [13] ตามลำดับ อย่างไรก็ตามเส้นใยตัวอย่างทั้ง 3 แบบ ไม่ปรากฏพีคในช่วง 1730 เซนติเมตร<sup>-1</sup> ที่แสดงถึงหมู่เอสเทอร์ในลิกนินและเฮมิเซลลูโลส [14], [15] นอกจากนี้ยังไม่พบการส่องผ่านของรังสีอินฟราเรดในช่วง 1515 และ 1460 เซนติเมตร<sup>-1</sup> ที่สื่อถึงการสั่นของวงอะโรมาติกในลิกนิน [16, 17, 18] จึงสรุปได้ว่าเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้จากกระบวนการ

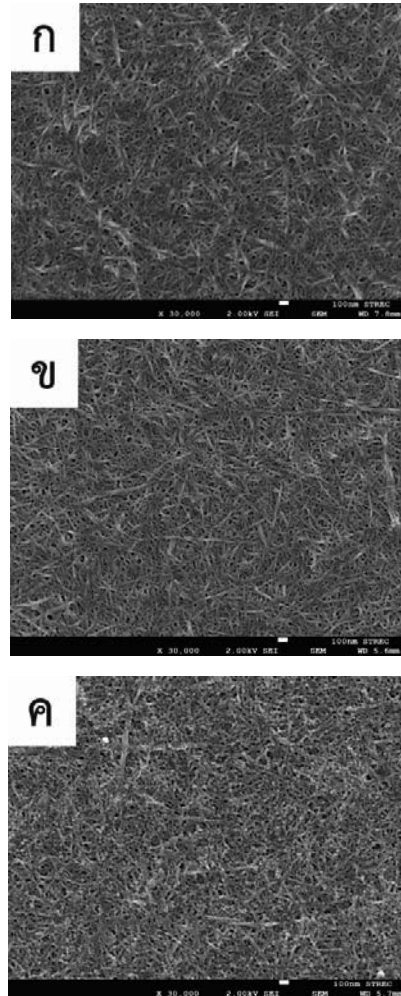
เตรียมด้วยวิธีเคมีผนวกเข้ากับวิธีการเชิงกลนั้นมีความบริสุทธิ์ค่อนข้างสูงเนื่องจากตรวจไม่พบหมู่ฟังก์ชันหรือมีการพบในปริมาณที่น้อยมากของหมู่ฟังก์ชันที่สื่อถึงองค์ประกอบอื่นที่ไม่ใช่เซลลูโลส เช่น ลิกนิน เฮมิเซลลูโลส เพกติน หรือ ไซ



ภาพที่ 3 การส่องผ่านของอินฟราเรดในช่วงความยาวคลื่นที่แตกต่างกันของตัวอย่าง CNF50 CNF70 และ CNF90

### 5.2 สันฐานวิทยาของเส้นใยนาโนเซลลูโลส

สมบัติทางสันฐานวิทยาของตัวอย่างเส้นใยนาโนเซลลูโลส (CNF50 CNF70 และ CNF90) จะถูกนำมาทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่มีสมรรถนะสูงชนิดฟิลด์อิมิสชัน หรือ FE-SEM ภาพที่ 4 แสดงให้เห็นถึงลักษณะเส้นใยที่มีความละเอียดและมีเส้นผ่านศูนย์กลางระดับนาโนเมตร กล่าวคือมีเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยน้อยกว่า 100 นาโนเมตร นอกจากนี้การกระจายตัวของขนาดความกว้างของเส้นใยมีความสม่ำเสมอ เมื่อเปรียบเทียบขนาดของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ทำการเพิ่มระยะเวลาในการให้แรงเชิงกล พบว่าเส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กลงและมีแนวโน้มที่ความยาวของเส้นใยจะสั้นลงจากการขาดเนื่องมาจากแรงเฉือนที่กระทำกับเส้นใย [19]



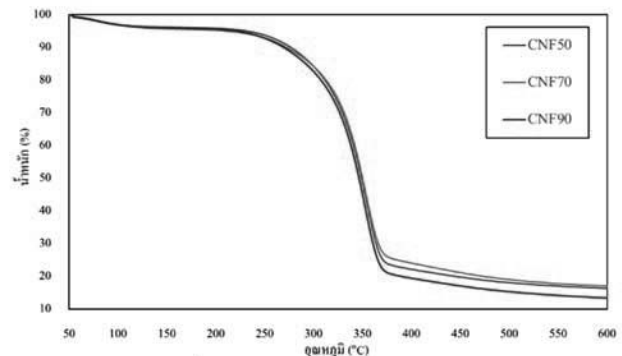
ภาพที่ 4 ลักษณะทางสันฐานวิทยาของตัวอย่าง ก) CNF50 ข) CNF70 และ ค) CNF90

### 5.3 สมบัติทางความร้อน

เสถียรภาพทางความร้อนของตัวอย่างเส้นใยนาโนเซลลูโลส (CNF50 CNF70 และ CNF90) จะถูกนำมาทดสอบด้วยเครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารตัวอย่างเมื่อได้รับความร้อน หรือ TGA จากภาพที่ 5 แสดงให้เห็นถึงน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่ออุณหภูมิของเส้นใยนาโนเซลลูโลสสูงขึ้น โดยพบว่าที่อุณหภูมิประมาณ 80-100 องศาเซลเซียส มีการลดลงของน้ำหนักประมาณร้อยละ 5 ซึ่งเกิดจากการระเหยของความชื้นในตัวอย่างไม่แน่นอน [11], [17] เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นสูงถึง 270-280 องศาเซลเซียส จะเกิดการสลายตัวของเซลลูโลส ซึ่งจะ

เห็นว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักเป็นอย่างมากและลดลงมากถึงร้อยละ 75 จากผลที่เกิดขึ้นสามารถอธิบายได้ว่าองค์ประกอบหลักของเส้นใยเป็นเซลลูโลส [17] เมื่ออุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นมากกว่า 400 องศาเซลเซียส จะเป็นช่วงที่ตัวอย่างเปลี่ยนเป็นเถ้า โดยปริมาณของเถ้าที่มากหรือน้อยขึ้นอยู่กับสารประกอบอนินทรีย์ที่พบในพืช โดยพืชแต่ละชนิดจะมีองค์ประกอบของสารอนินทรีย์เหล่านี้ไม่เท่ากัน [14], [20]

เมื่อเปรียบเทียบเสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยทั้ง 3 ชนิด ในตารางที่ 1 พบว่า เส้นใยที่ผ่านการลดขนาดด้วยกระบวนการเชิงกลที่ระยะเวลา 90 นาที มีเสถียรภาพทางความร้อนที่ต่ำกว่าเส้นใยที่ผ่านการลดขนาดที่ระยะเวลา 50 และ 70 นาที กล่าวคือเส้นใยที่ผ่านการลดขนาดที่ระยะเวลา 50 70 และ 90 นาที จะเกิดการเริ่มสลายตัวด้วยความร้อนที่อุณหภูมิเท่ากับ 281.8 278.9 และ 272.5 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เนื่องจากระยะเวลาที่ทำการลดขนาดที่นานขึ้นจะส่งผลให้ขนาดของเส้นใยมีขนาดเล็กลงและมีพื้นที่ผิวของเส้นใยมากขึ้น ทำให้โอกาสในการสัมผัสของพื้นที่ผิวของเส้นใยนาโนเซลลูโลสกับภาชนะใส่ตัวอย่าง (Crucible) มีมากขึ้นและก่อให้เกิดการแลกเปลี่ยนและถ่ายโอนความร้อนได้มากยิ่งขึ้นด้วย นอกจากนี้ยังพบว่า การลดขนาดเส้นใยในระยะเวลาที่ยาวนานขึ้นจะส่งผลโดยตรงกับองค์ประกอบเซลลูโลสในตัวอย่าง ซึ่งเซลลูโลสเป็นวัสดุที่มีความเป็นผลึกสูงและมีสมบัติทางความร้อนที่ดี ดังนั้นจึงทำให้เส้นใย CNF90 มีเสถียรภาพทางความร้อนลดลงด้วย สำหรับปริมาณของเถ้าในตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการลดขนาดด้วยวิธีเชิงกลเป็นเวลา 90 นาที พบว่าเมื่อการให้ระยะเวลาที่ยาวนานขึ้นองค์ประกอบของสารอนินทรีย์ในเส้นใย เช่น ซิลิกา จะเกิดการลดขนาดอนุภาคตามไปด้วย ส่งผลให้ในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเส้นใยที่มีการทำแห้งด้วยวิธีการเยือกแข็ง (Freeze drying process) ภายใต้อากาศสูญญากาศ อนุภาคของซิลิกาจึงอาจถูกดูดออกไปจากตัวอย่างได้มากกว่าปกติ เป็นผลให้มีปริมาณเถ้าในตัวอย่างดังกล่าวลดลงได้ [19], [21]

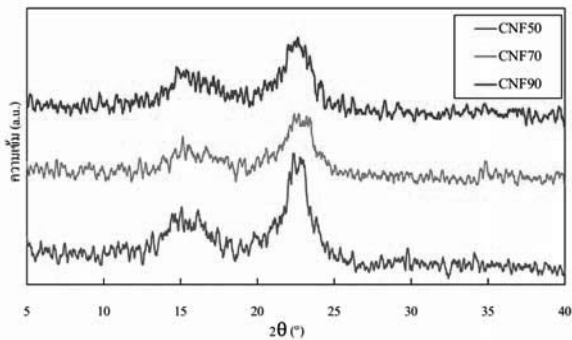


ภาพที่ 5 ร้อยละน้ำหนักที่อุณหภูมิแตกต่างกันของตัวอย่าง CNF50 CNF70 และ CNF90

#### 5.4 สมบัติความเป็นผลึก

ดัชนีความเป็นผลึกของตัวอย่างเส้นใยนาโนเซลลูโลส (CNF50 CNF70 และ CNF90) จะถูกนำมาทดสอบด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ หรือ XRD จากภาพที่ 6 แสดงให้เห็นถึงค่าความหนาแน่นของการเลี้ยวเบนจากรังสีเอ็กซ์ในช่วงองศาที่ต่างกัน โดยพบว่าเซลลูโลสชนิดที่ 1 (Cellulose type I) จะมีค่าความหนาแน่นของการเลี้ยวเบนที่สูงขึ้นในช่วง 16-18 และ 21-23 องศา ตามลำดับ [13], [19] เมื่อนำกราฟจากเครื่อง XRD มาคำนวณหาค่าร้อยละดัชนีความเป็นผลึก พบว่าระยะเวลาที่ใช้ในการลดขนาดด้วยวิธีการเชิงกลจะส่งผลให้ประมาณความเป็นผลึกลดต่ำลงดังแสดงในตารางที่ 1 โดยระยะเวลาที่ใช้ในการลดขนาดที่ 50 70 และ 90 นาที จะทำให้ปริมาณร้อยละดัชนีความเป็นผลึกในตัวอย่างเหลือเท่ากับ 72.30 68.80 และ 58.50 ตามลำดับ ซึ่งมีความสอดคล้องกับสมบัติเชิงความร้อนของเส้นใย เนื่องจากระยะเวลาที่ยาวนานขึ้นของการลดขนาด จะส่งผลกระทบต่อองค์ประกอบของเซลลูโลสที่มีความเป็นผลึกภายในเส้นใย [19]





ภาพที่ 6 ความหนาแน่นของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่องศาแตกต่างกันของ CNF50 CNF70 และ CNF90

ตารางที่ 1 ร้อยละดัชนีความเป็นผลึกและอุณหภูมิเริ่มต้นของการสลายตัวด้วยความร้อนของตัวอย่าง CNF50 CNF70 และ CNF90

ตัวอย่าง	ร้อยละความเป็นผลึก	อุณหภูมิเริ่มต้นของการสลายตัว (°ซ)
CNF50	72.30	281.8
CNF70	68.80	278.9
CNF90	58.50	272.5

## 6. สรุปและอภิปรายผล

เส้นใยนาโนเซลลูโลสจากป่านศรนารายณ์สามารถเตรียมได้จากกระบวนการเชิงกล โดยเส้นใยที่ได้มีความบริสุทธิ์และปริมาณความเป็นผลึกของเซลลูโลสสูง ซึ่งจะลดลงเมื่อเพิ่มระยะเวลาที่ให้แรงเชิงกล (จากร้อยละ 72.30 เป็น 58.50) โดยลักษณะทางสัณฐานวิทยาของเส้นใยนาโนเซลลูโลสแสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่สม่ำเสมอในระดับ 10-30 นาโนเมตร เมื่อทำการศึกษาระยะเวลาในการลดขนาดเส้นใยด้วยวิธีเชิงกลพบว่าระยะเวลาที่ยาวนาน

ขึ้นจะส่งผลต่อเส้นใยนาโนเซลลูโลสโดยตรง กล่าวคือ มีผลทำให้ดัชนีความเป็นผลึกของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่เตรียมได้ลดต่ำลงจึงส่งผลให้เสถียรภาพทางความร้อนของเส้นใยนาโนเซลลูโลสที่ได้รับแรงเชิงกลในระยะเวลาที่ยาวนานกว่าแต่ตามลงไปด้วยซึ่งสังเกตได้จากอุณหภูมิเริ่มต้นของการสลายตัวด้วยความร้อนลดลงจาก 281.8 เป็น 272.5 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตามการลดความเป็นผลึกของเส้นใยนาโนเซลลูโลสส่งผลให้ความสามารถการดูดซับเพิ่มขึ้น โดยงานวิจัยต่อยอดจากนี้ก็จะทำการเตรียมไฮโดรเจลที่มีคุณสมบัติในการดูดซับจากนาโนเซลลูโลส

## 7. กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณภาควิชาวัสดุศาสตร์ทางการทหารและอากาศยาน กองการศึกษา โรงเรียนนายเรืออากาศนวมินทกษัตริยาธิราช ที่ให้การสนับสนุนในการดำเนินการวิจัยและสถานที่ในการปฏิบัติการทดลอง และขอขอบคุณ ศาสตราจารย์ ดร.ดวงดาว อัจจงค์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้ให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำในช่วงตลอดการทำงานวิจัย รวมไปถึงสนับสนุนเครื่องมือในการทดสอบสมบัติของงานวิจัยนี้

## 8. บรรณานุกรม

- (1) H.P.A. Khalil et al., "Production and modification of nanofibrillated cellulose using various mechanical processes: a review," *Carbohydrate Polymers*, vol. 99, pp. 649-65, 2014.
- (2) O. Faruk et al., "Biocomposites reinforced with natural fibers: 2000-2010," *Progress in Polymer Science*, vol. 37, pp. 1552-1596, 2012.
- (3) K. Pacaphol and D. Aht-Ong, "The influences of silanes on interfacial adhesion and surface properties of nanocellulose film coating on glass and aluminum substrates," *Surface & Coatings Technology*, vol. 320, pp. 70-81, 2017.
- (4) K. Pacaphol, K. Seraypheap, and D. Aht-Ong, "Development and application of nanofibrillated cellulose coating

- for shelf life extension of fresh-cut vegetable during postharvest storage," *Carbohydrate Polymers*, vol. 224, pp. 115167, 2019.
- (5) C. Lu et al., "Reinforcement of all-cellulose nanocomposite films using native cellulose nanofibril," *Carbohydrate Polymers*, vol. 104, pp. 143-150, 2019.
- (6) K. Uetani and H. Yano, "Nanofibrillation of wood pulp using a high-speed blender," *Biomacromolecules*, vol. 12, pp. 348-353, 2011.
- (7) F. Jiang and Y.L. Hsieh, "Chemically and mechanically isolated nanocellulose and their self-assembled structures," *Carbohydrate Polymers*, vol. 95, pp. 32-40, 2013.
- (8) A.F. Turbak, F.W. Snyder, and K.R. Sandberg, "Microfibrillated cellulose, a new cellulose product: properties, uses, and commercial potential," *Proceedings of the Ninth Cellulose Conference*, Applied Polymer Symposia, New York, Wiley, 1983.
- (9) A.N. Nakagaito and H. Yano, "The effect of morphological changes from pulp fiber towards nano-scale fibrillated cellulose on the mechanical properties of high-strength plant fiber based composites," *Applied Physics A*, vol. 78, pp. 547-552, 2004.
- (10) T. Zimmermann, E. Pöhler, and T. Geiger, "Cellulose fibrils for polymer reinforcement," *Advanced Engineering Materials*, vol. 6, pp. 754-761, 2004.
- (11) L. Mathew et al., "Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from *Helicteres isora* plant," *Industrial Crops and Products*, vol. 59, pp. 27-34, 2014.
- (12) J. Bras et al., "Microfibrillated cellulose – its barrier properties and applications in cellulosic materials: a review," *Carbohydrate Polymers*, vol. 90, pp. 735-764, 2012.
- (13) S.M. Sapuan, "Sugar palm nanofibrillated cellulose (*Arenga pinnata* (Wurmb.) Merr): effect of cycles on their yield, physic-chemical, morphological, and thermal behavior," *International Journal of Biological Macromolecules*, vol. 123, pp. 379-388, 2019.
- (14) A. Kaushik and M. Singh, "Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from wheat straw using steam explosion coupled with high shear homogenization," *Carbohydrate Polymers*, vol. 346, pp. 76-85, 2011.
- (15) S.M. Sapuan, "Isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from sugar palm fibres (*Arenga Pinnata*)," *Carbohydrate Polymers*, vol. 181, pp. 1038-1051, 2018.
- (16) I. Ahmad et al., "Effect of hydrolysis conditions on the morphology, crystallinity, and thermal stability of cellulose nanocrystals extracted from kenaf bast fibers," *Cellulose*, vol. 19, pp. 855-866, 2012.
- (17) P. Sukyai, "An environmentally friendly xylanase-assisted pretreatment for cellulose nanofibrils isolation from sugarcane bagasse by high-pressure homogenization," *Industrial Crops and Products*, vol. 82, pp. 149-160, 2016.
- (18) S.H. Imam, "Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior," *Carbohydrate Polymers*, vol. 81, pp. 83-92, 2010.
- (19) K. Pacaphol and D. Aht-Ong, "Preparation of hemp nanofibers from agricultural waste by mechanical defibrillation in water," *Journal of Cleaner Production*, vol. 142, pp. 1283-1295, 2017.
- (20) F.B. Oliveira, "Production of cellulose nanocrystals from sugarcane bagasse fibers and pith," *Industrial Crops and Products*, vol. 93, pp. 48-57, 2016.
- (21) I. Hongrattanavichit and D. Aht-Ong, "Nanofibrillation and characterization of sugarcane bagasse agro-waste using water-based steam explosion and high-pressure homogenization," *Journal of Cleaner Production*, vol. 277, pp. 123471, 2020.