

รหัสโครงการ [SUT7-710-53-24-32]



รายงานการวิจัย

การตกผลึกของหญ้าแฝก-พอลิแลคติกแอซิดคอมโพสิต [Crystallization of Vetiver grass-Polylactic acid composite]

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

รหัสโครงการ [SUT7-710-53-24-32]



รายงานการวิจัย

การตกผลึกของหญ้าแฝก-พอลิแลคติกแอซิดคอมโพสิต [Crystallization of Vetiver grass-Polylactic acid composite]

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

รองศาสตราจารย์ ดร. ยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์

ผู้ร่วมวิจัย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิมลลักษณ์ สุตะพันธ์

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นิธินาถ ศุภกาญจน์

สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์

สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2553-2554

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

ตุลาคม/2555

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัย เรื่อง การตกผลึกของหญ้าแฝก-พอลิแลคติกแอซิดคอมโพสิต ได้รับทุนอุดหนุน
การวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี คณะผู้วิจัยขอขอบพระคุณมา ณ โอกาสนี้



ABSTRACT

In this research, the role of vetiver fiber on crystallization behavior of vetiver fiber-PLA composite was evaluated. The thermal properties of neat PLA and vetiver fiber-PLA composites were investigated by using a Differential Scanning Calorimeter (DSC). The nucleating effect of vetiver fiber and talc on the crystallization of PLA composites was comparatively studied. Crystallization rate of PLA was increased with increasing vetiver fiber contents. Among that of neat PLA and vetiver fiber-PLA composites, crystallization rate of talc-PLA composites was the highest. Additionally, the equilibrium melting temperatures of vetiver fiber-PLA and talc-PLA composites were lower than that of neat PLA. An increase in vetiver fiber content in the PLA composites led to a decrease in equilibrium melting temperatures of the composites.

In addition, the crystallization peak of talc-PLA composites was observed at the cooling rate of 5°C/min. Upon the second heating scan, re-crystallization peak of talc-PLA composites did not take place with the heating rate of 5°C/min. This might be the indication of complete crystallization of talc-PLA composites during the cooling process. In contrast, the crystallization peak of PLA from vetiver fiber-PLA composites was not observed upon cooling. Even though, the cooling rate was lower down to 1°C/min. During the second heating scan, re-crystallization peak of the vetiver fiber-PLA composites was observed. However, the re-crystallization peak of vetiver fiber-PLA composites was not observed when the heating rate was higher than 10°C/min. The crystallinity of PLA composites increased with the inclusion of vetiver fiber. This indicated that vetiver fiber acted as a nucleating agent of PLA composites.

Additionally, the spherulitic growth rate of neat PLA and PLA composites was investigated. The transcrystallization (TC) was observed at the vetiver fiber and talc surface. The growth rate of neat PLA was higher than that of PLA in the bulk of the vetiver fiber-PLA composites. While the growth rate of PLA in the bulk of talc-PLA composites was noticeably higher than that of vetiver fiber-PLA composites and neat PLA. Moreover, it was observed that the growth rate at TC region of talc-PLA composites was higher than that of vetiver fiber-PLA composites. In addition, the

growth rate of PLA crystallized in the bulk of the composites was faster than that crystallized at TC region. In addition, it was discovered that the growth rate of both neat PLA and PLA composites as function of temperature was illustrated by a bell-shaped curve, and were able to be fitted by Hoffman-Lauritzen growth equation. The maximum growth rate of neat PLA and PLA composites was approximately at 135°C.



บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาหน้าที่ของเส้นใยหญ้าแฝกที่ส่งผลต่อพฤติกรรมการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอสிடคอมโพสิต การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของพอลิแลกติกแอสิด ทำโดยใช้เครื่องดีพีเพอเรนซ์แคลอริมิเตอร์ สแกนนิ่ง แคลอริมิตรี หรือ ดีเอสซี ได้มีการศึกษาเปรียบเทียบผลของการก่อเกิดนิวคลีไอของเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ต่อการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอสิดคอมโพสิต จากการทดลองพบว่าอัตราการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอสิดจะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของเส้นใย หญ้าแฝกเพิ่มขึ้น เมื่อเปรียบเทียบอัตราการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอสิดและพอลิแลกติกแอสิดคอมโพสิตพบว่าอัตราการเกิดผลึกของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและทัลก์สูงที่สุด

อุณหภูมิหลอมเหลวที่สภาวะสมดุลของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและทัลก์ต่ำกว่าของพอลิแลกติกแอสิด ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝกที่เพิ่มขึ้นในพอลิแลกติกแอสิดคอมโพสิตนำไปสู่การลดลงของอุณหภูมิหลอมเหลวที่สภาวะสมดุล นอกจากนี้จะพบพีกการเกิดผลึกของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและทัลก์ที่อัตราการทำให้เย็นลงที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ไม่มีพีกการเกิดผลึกอีกครั้งของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและทัลก์ อาจเป็นไปได้ว่าการเกิดผลึกของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและทัลก์ได้เกิดขึ้นสมบูรณ์แล้วในขั้นตอนการทำให้เย็นลง ผลการทดลองนี้ตรงข้ามกับผลที่พบในคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและเส้นใยหญ้าแฝกซึ่งไม่พบพีกการเกิดผลึกของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและเส้นใยหญ้าแฝก แม้ว่าอัตราการทำให้เย็นลงจะต่ำลงถึง 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่อให้ความร้อนครั้งที่สองกับคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและเส้นใยหญ้าแฝกจะพบพีกการเกิดผลึกอีกครั้งของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและเส้นใยหญ้าแฝก อย่างไรก็ตามเมื่ออัตราการให้ความร้อนมากกว่า 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีไม่พบพีกการเกิดผลึกอีกครั้งของคอมโพสิต ระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและเส้นใยหญ้าแฝก ผลึกของพอลิแลกติกแอสิดเพิ่มขึ้นเมื่อมีเส้นใย หญ้าแฝก สิ่งนี้ชี้ให้เห็นว่าเส้นใยหญ้าแฝกทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีไอสำหรับพอลิแลกติกแอสิดคอมโพสิต

นอกจากนี้ได้มีการศึกษาอัตราการเติบโตของผลึกของพอลิแลกติกแอสิดและพอลิแลกติกแอสิดคอมโพสิตพบว่ามีพฤติกรรมแบบทรานคริสตัลไลเซชันที่ผิวของเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ อัตราการเติบโตของผลึกของพอลิแลกติกแอสิดมากกว่าอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและเส้นใยหญ้าแฝก ในขณะที่อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและทัลก์มากกว่าอัตราการเติบโตของผลึก ในคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอสิดและเส้นใยหญ้าแฝกและพอลิแลกติกแอสิดคอมโพสิต ยิ่งไปกว่านั้นอัตรา

การเติบโตของผลึกแบบทราน คริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ มากกว่าในคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก นอกจากนี้อัตราการเติบโตของผลึกในบล็อคของคอมโพลีเมอร์เร็วกว่าอัตราการเติบโตของผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับอัตราการเติบโตของผลึกในพอลิแลกติกแอซิดและพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์มีลักษณะเป็นรูปประฆังคว่ำและใช้ได้กับสมการฮอฟฟ์แมน-ลอริเซน อัตราการเติบโตของผลึกสูงสุดของพอลิแลกติกแอซิดและพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์ อยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 135 องศาเซลเซียส



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ก
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
สารบัญ	จ
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ.....	ช
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย.....	2
บทที่ 2 การศึกษาคุณสมบัติทางความร้อนของพอลิแลกติกแอลิตและพอลิแลกติกแอลิตคอมโพสิต	
2.1 บทคัดย่อ.....	3
2.1 บทนำ.....	4
2.3 วิธีดำเนินการทดลอง.....	5
2.4 ผลการทดลองและการอภิปราย.....	8
2.5 สรุปผลการทดลอง.....	31
2.6 เอกสารอ้างอิง.....	32
บทที่ 3 การศึกษาอัตราการเติบโตของผลึกของพอลิแลกติกแอลิตและพอลิแลกติกแอลิตคอมโพสิต	
3.1 บทคัดย่อ.....	33
3.1 บทนำ.....	33
3.3 วิธีดำเนินการทดลอง.....	34
3.4 ผลการทดลองและการอภิปราย.....	36
3.5 สรุปผลการทดลอง.....	49
3.6 เอกสารอ้างอิง.....	50
บทที่ 4 บทสรุป	51
เอกสารอ้างอิง	53

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1	อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุล ของ พอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและ คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....	17
ตารางที่ 2.2	พลังงานความร้อนในการหลอมผลึก (ΔH_m) พลังงานความ ร้อนในการเกิดผลึก (ΔH_c) และ องศาการเกิดผลึก ($\%X_c$) ของ พอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ.....	31
ตารางที่ 3.1	ค่า K_g และ G_0 ในบัลค์ ของ พอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและ คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....	47
ตารางที่ 3.2	ค่า K_g และ G_0 ในบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....	48

สารบัญภาพ

หน้า

รูปที่ 2.1	ขั้นตอนการตรวจวัดการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ $T_0 = 25$ องศาเซลเซียส $T_1 = 220$ องศาเซลเซียส และ $T_c =$ isothermal crystallization temperature.....6
รูปที่ 2.2	ขั้นตอนการตรวจวัดการเกิดผลึกที่อุณหภูมิไม่คงที่คงที่ $T_0 = 25$ องศาเซลเซียส, $T_1 = 180$ องศาเซลเซียส.....7
รูปที่ 2.3	กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน ของพอลิแลกติกแอซิด8
รูปที่ 2.4	กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 1% เส้นใยหญ้าแฝก.....9
รูปที่ 2.5	กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 5% เส้นใยหญ้าแฝก.....9
รูปที่ 2.6	กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 10% เส้นใยหญ้าแฝก.....10
รูปที่ 2.7	กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 20% เส้นใยหญ้าแฝก.....10
รูปที่ 2.8	กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 1%.....11
รูปที่ 2.9	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่อัตราการเกิดผลึกมากที่สุด (t_{max}) กับ อุณหภูมิการเกิดผลึก ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....11
รูปที่ 2.10	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....13
รูปที่ 2.11	กราฟ DSC ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 1% เส้นใยหญ้าแฝก ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึก ที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....13

สารบัญญภาพ (ต่อ)

หน้า

รูปที่ 2.12	กราฟ DSC ของคอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 5%เส้นใยหญ้าแฝก ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่ อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....	14
รูปที่ 2.13	กราฟ DSC ของคอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และ10%เส้นใยหญ้าแฝกระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....	14
รูปที่ 2.14	กราฟ DSC ของคอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 20%เส้นใยหญ้าแฝก ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึก ที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิด ผลึกแตกต่างกัน.....	15
รูปที่ 2.15	กราฟ DSC ของคอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 1%ทัลก์ ระหว่างการให้ความร้อนหลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....	15
รูปที่ 2.16	การเขียนกราฟตาม วิธีของ ฮอฟแมน-วิก (Hoffman-Weeks plots) เพื่อใช้หาอุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและ คอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....	16
รูปที่ 2.17	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพลีโพลีระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกในระหว่างการให้ความร้อน ครั้งที่หนึ่งด้วยอัตราการให้ความร้อนที่10 องศาเซลเซียสต่อนาที.....	18
รูปที่ 2.18	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพลีโพลีระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกในระหว่างการทำให้ เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที.....	19
รูปที่ 2.19	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพลีโพลีระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกในระหว่างการให้ความร้อน ครั้งที่สองด้วยอัตราการให้ความร้อนที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที.....	19

สารบัญญภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 2.20	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลี ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....21
รูปที่ 2.21	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลี ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและ คอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....21
รูปที่ 2.22	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีโพลีระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก และคอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....22
รูปที่ 2.23	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และเส้นใยหญ้าแฝก ที่บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลงด้วย อัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ก) และ10 องศาเซลเซียสต่อนาที (ข).....23
รูปที่ 2.24	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และเส้นใยหญ้าแฝก ที่บันทึกระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วย อัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ก) และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (ข).....24
รูปที่ 2.25	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ก) และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (ข).....26
รูปที่ 2.26	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ บันทึกระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ก) และ10 องศาเซลเซียสต่อนาที (ข).....27

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 2.27	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลง ด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกัน ด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกัน.....29
รูปที่ 2.28	กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% บันทึกระหว่างการให้ ความร้อนด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกัน.....30
รูปที่ 3.1	ภาพผลึกของพอลิแลกติกแอซิดที่อุณหภูมิการเกิดผลึก 130° องศาเซลเซียส ณ เวลาแตกต่างกัน.....38
รูปที่ 3.2	ภาพผลึกของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ เส้นใยหญ้าแฝกระหว่างการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึก 130° องศาเซลเซียส ณ เวลาแตกต่างกัน.....39
รูปที่ 3.3	ภาพผลึกของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ระหว่างการเกิด ผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึก 130° องศาเซลเซียส ณ เวลาแตกต่างกัน.....40
รูปที่ 3.4	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับร้อยละของผลึกของ พอลิแลกติกแอซิด ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....41
รูปที่ 3.5	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับร้อยละของผลึกในบัลก์ ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....41
รูปที่ 3.6	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับร้อยละของผลึกในบัลก์ ของคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ณอุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....42
รูปที่ 3.7	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับร้อยละของผลึกใน บริเวณที่เกิดผลึกแบบ ทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ณ อุณหภูมิ การเกิดผลึกแตกต่างกัน.....42

สารบัญภาพ (ต่อ)

		หน้า
รูปที่ 3.8	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับรัศมีของผลึก ในบริเวณที่เกิดผลึกแบบ ทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน.....	43
รูปที่ 3.9	ภาพผลึกของ พอลิแลกติกแอซิด (ก) คอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติก แอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก (ข) และคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และทัลก์ (ค) ณ อุณหภูมิการเกิดผลึก 115 องศาเซลเซียส.....	44
รูปที่ 3.10	กราฟแสดงอัตราการเติบโตของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์ ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆ.....	45
รูปที่ 3.11	อัตราการเติบโตของผลึกแสดงในรูปแบบลอการิทึม ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆ.....	45
รูปที่ 3.12	การคำนวณหาค่า K_g และ G_0 ในบัลค์ ของ พอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์ ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและ คอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....	47
รูปที่ 3.13	การคำนวณหาค่า K_g และ G_0 ในบริเวณการเกิดผลึกแบบ ทรานคริสตัลไลเซชัน ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีเมอร์ระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....	48
รูปที่ 3.14	กราฟความสัมพันธ์ ระหว่างอุณหภูมิการเกิดผลึกกับอัตราการเติบโต ของผลึกในบัลค์และบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน ของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก และคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์.....	49

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย

ด้วยปัจจุบันวัสดุพอลิเมอร์ได้เข้ามามีบทบาทในชีวิตประจำวันของมนุษย์ทั้งในรูปของอุปกรณ์ในยานยนต์ อุปกรณ์ส่งถ่ายข้อมูลข่าวสาร วัสดุการก่อสร้าง รวมทั้งที่เกี่ยวข้องกับปัจจัยสี่ได้แก่ เสื้อผ้า เครื่องนุ่งห่ม บรรจุภัณฑ์อาหาร และ บรรจุภัณฑ์ยารักษาโรค หรือแม้แต่การใช้เป็นวัสดุทดแทนไม้ขยะจากพลาสติกจึงมีปริมาณเพิ่มขึ้นตามปริมาณการใช้งาน โดยเฉพาะอย่างยิ่งขยะจากพลาสติกที่อายุการใช้งานสั้น ปัญหาของขยะพลาสติก คือ ไม่สามารถย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติ หรือ ความสามารถในการย่อยสลายต่ำซึ่งต้องสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายในการกำจัด และถ้าตกค้างในสภาพธรรมชาติเป็นเวลานานจะก่อให้เกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม จึงมีการนำวัสดุที่สามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติมาใช้ พอลิแลกติกแอซิดเป็นพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้ตามธรรมชาติ และผลิตจากแหล่งธรรมชาติที่สามารถสร้างทดแทนได้ พอลิแลกติก แอซิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีความแข็งแรงสูง แต่ในขณะเดียวกันก็มีคุณสมบัติเปราะ นอกจากนี้ยังมีราคาแพง ดังนั้นเพื่อเป็นการลดค่าใช้จ่าย และปรับปรุงคุณสมบัติของพอลิแลกติกแอซิด ในงานวิจัยนี้จึงศึกษาพอลิแลกติกแอซิดคอมพอสิตโดยนำเอาเส้นใยธรรมชาติผสมกับพอลิแลกติกแอซิด

เส้นใยหญ้าแฝก เป็นเส้นใยธรรมชาติชนิดหนึ่ง พบได้ทั่วทุกภาคในประเทศไทย ดังนั้นการนำหญ้าแฝกมาใช้จะเป็นการเพิ่มมูลค่าของหญ้าแฝก ก่อนหน้านี้เส้นใยหญ้าแฝกแสดงประสิทธิภาพในการเพิ่มค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus) ในคอมโพสิทระหว่างพอลิโพรพิลีนกับเส้นใยหญ้าแฝก เนื่องจาก พอลิโพรพิลีนเป็นพอลิเมอร์ที่ใช้เวลาในการย่อยสลายนานแต่พอลิแลกติกแอซิดเป็นพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้เร็วและย่อยสลายได้เองในธรรมชาติ ดังนั้นจึงนำเอาพอลิแลกติกแอซิดมาใช้แทนพอลิโพรพิลีน และการนำเอาหญ้าแฝกมาเป็นสารตัวเติมในพอลิแลกติกแอซิดยังไม่มีผู้ศึกษา จึงเป็นที่มาของปัญหาในการวิจัยนี้

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

การศึกษาพฤติกรรมการเกิดผลึกของพอลิเมอร์คอมโพสิทจากพอลิแลกติกแอซิดโดยมีเส้นใยธรรมชาติจากหญ้าแฝกเป็นสารเสริมแรง

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

การศึกษาพฤติกรรมการเกิดผลึกของพอลิเมอร์คอมโพสิตจากพอลิแลคติกแอซิดโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงและการทดสอบทางความร้อนโดยวิธีดีเฟอเรนเชียลสแกนนิ่งคาลอริเมทรี โดยเส้นใยธรรมชาติที่ใช้เป็นสารเสริมแรงคือหญ้าแฝกที่มีการปรับปรุงพื้นผิวทางเคมีแล้ว

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากการวิจัย

- 1.4.1 ได้ทราบถึงหน้าที่ของเส้นใยหญ้าแฝกต่อการเกิดผลึกของพอลิแลคติกแอซิดคอมพอสิต
- 1.4.2 ได้ทราบถึงพฤติกรรมการเกิดผลึกของคอมพอสิตระหว่างพอลิแลคติก แอซิดกับเส้นใยหญ้าแฝก ซึ่งสามารถนำเอาข้อมูลที่ได้ไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการขึ้นรูปพอลิแลคติก แอซิดคอมพอสิต



บทที่ 2

การศึกษาคุณสมบัติทางความร้อนของพอลิแลกติกแอซิด และพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์

2.1 บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาหน้าที่ของเส้นใยหญ้าแฝกที่ส่งผลต่อพฤติกรรมการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์ การตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของพอลิแลกติกแอซิด ทำโดยใช้เครื่องดีพีเพอเรนซ์แคลอริมิเตอร์ หรือ ดีเอสซี ได้มีการศึกษาเปรียบเทียบผลของการก่อเกิดนิวคลีไอของเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ต่อการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์ จากการทดลองพบว่าอัตราการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดจะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้น เมื่อเปรียบเทียบอัตราการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดและพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์พบว่าอัตราการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์สูงที่สุด นอกจากนี้อุณหภูมิหลอมเหลวที่สถานะสมดุลของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ต่ำกว่าของพอลิแลกติกแอซิด ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝกที่เพิ่มขึ้นในพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์นำไปสู่การลดลงของอุณหภูมิหลอมเหลวที่สถานะสมดุล นอกจากนี้จะพบพีกการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ที่อัตราการทำให้เย็นลงที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ในขณะที่ตอนการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตรา 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ไม่มีพีกการเกิดผลึกอีกครั้งของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ อาจเป็นไปได้ว่าการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ได้เกิดขึ้นสมบูรณ์แล้วในขั้นตอนการทำให้เย็นลง ผลการทดลองนี้ตรงข้ามกับผลที่พบในคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกซึ่งไม่พบพีกการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก แม้ว่าอัตราการทำให้เย็นลงจะต่ำลงถึง 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่อให้ความร้อนครั้งที่สองกับคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกจะพบพีกการเกิดผลึกอีกครั้งของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก อย่างไรก็ตามเมื่ออัตราการให้ความร้อนมากกว่า 10 องศาเซลเซียสต่อนาทีไม่พบพีกการเกิดผลึกอีกครั้งของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ผลึกของพอลิแลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นเมื่อมีเส้นใยหญ้าแฝก สิ่งนี้ชี้ให้เห็นว่าเส้นใยหญ้าแฝกทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีไอสำหรับพอลิแลกติกแอซิดคอมโพลีเมอร์

คำสำคัญ : เส้นใยหญ้าแฝก, พอลิแลกติกแอซิด, สมบัติทางความร้อน, ทัลก์

2.2 บทนำ

ในปัจจุบันความต้องการใช้พลาสติกย่อยสลายได้เองทางชีวภาพเริ่มมีมากขึ้นตามลำดับ เนื่องจากไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม และมีราคาไม่แพงนัก ในขณะที่พลาสติกจากปิโตรเคมีคงสภาพอยู่ในธรรมชาติได้นาน และเมื่อนำมาเผาทำลายก็จะได้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่เป็นก๊าซที่ทำให้เกิดปรากฏการณ์เรือนกระจกเกิดเป็นปัญหาด้านสิ่งแวดล้อม¹ ได้มีการพัฒนาพลาสติกย่อยสลายได้เองทางชีวภาพ โดยการนำมาผสมกับเส้นใยธรรมชาติ ทำให้ได้ พอลิเมอร์คอมโพสิตที่ยังคงความสามารถในการย่อยสลายได้เองตามธรรมชาติโดยไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม²

พอลิแลคติกแอซิด (PLA) เป็นพอลิเมอร์ที่ได้จากแหล่งที่สามารถปลูกทดแทนได้ ข้อดีของพอลิแลคติกแอซิด คือ ใช้พลังงานในการผลิตน้อย ช่วยลดก๊าซเรือนกระจก อย่างไรก็ตาม พอลิแลคติกแอซิดจัดเป็นพอลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติเปราะ³ ดังนั้นจึงมีการปรับปรุงคุณสมบัติของ พอลิแลคติกแอซิด โดยการเติมสารตัวเติมหรือเติมวัสดุเสริมแรง เช่น ทัลค์ โซเดียม สเตียเรต แคลเซียมแลคเตส⁴ สารตัวเติมชนิดที่เป็นเส้นใยสังเคราะห์ เช่น เส้นใยแก้ว⁵ คาร์บอนไฟเบอร์⁶ นอกจากนี้ยังมีเส้นใยจากธรรมชาติ เช่น ใผ่⁷ ปอ ป่าน เป็นต้น อย่างไรก็ตาม ข้อเสียของการใช้เส้นใยธรรมชาติเป็นสารตัวเติมใน พอลิแลคติกแอซิดคือ เส้นใยธรรมชาติเป็นสารที่มีขี้ ในขณะพอลิแลคติกมีเป็นสารที่ไม่มีขี้หรือมีขี้เล็กน้อย ทำให้เส้นใยธรรมชาติและพอลิแลคติกแอซิดมีปัญหาความเข้ากันได้ ดังนั้นเพื่อลดความมีขี้ของเส้นใยธรรมชาติจึงมีการปรับปรุงผิวโดยใช้สารเคมี (Chemical modification)⁷ หรือใช้สารที่ทำหน้าที่เป็นตัวทำให้เข้ากันได้ (Compatibilizers)⁸

ในงานวิจัยนี้จะใช้เส้นใยหญ้าแฝกเป็นสารตัวเติมในพอลิแลคติกแอซิด โดยที่เส้นใยหญ้าแฝกที่ใช้จะมีการปรับปรุงผิวก่อนด้วยวิธีอัลคาไลเซชัน (Alkalization) อัตราส่วนของเส้นใยหญ้าแฝกต่อเส้นใยหญ้าแฝก ที่ใช้คือ ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1%, 5%, 10% และ 20% โดยน้ำหนัก มีการนำทุกกลุ่มมาเป็นสารตัวเติมในพอลิแลคติกแอซิด เพื่อเปรียบเทียบหน้าที่ของการเป็นตัวก่อเกิด นิเวศให้กับเส้นใยหญ้าแฝก คุณสมบัติทางความร้อนของพอลิแลคติกแอซิด คอมโพสิทระหว่าง พอลิแลคติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลคติกแอซิดและทัลค์ ได้แก่ อุณหภูมิเปลี่ยนแปลงแก้ว อุณหภูมิการหลอมผลึก อุณหภูมิการเกิดผลึก อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สถานะสมดุล และองศาการเกิดผลึก ตรวจสอบโดยใช้เครื่องดีฟเฟอเรนซ์ซีล สแกนนิ่ง แคลอริมิตรี หรือ ดีเอสซี

2.3 วิธีการดำเนินการทดลอง

2.3.1 วัสดุและสารเคมี

พอลิแลกติกแอซิด เกรด 4042D จากบริษัท Nature Works, LLC. หญ้าแฝก (*Vetiveria Zizanioides*) ที่มีอายุประมาณ 6–8 เดือน. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เกรดปฏิบัติการ จากบริษัท Italmar (Thailand) Co., Ltd. ทัลก์ เกรด 86255 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 45 ไมโครเมตร ยี่ห้อ Fluka.

2.3.2 การเตรียมเส้นใยหญ้าแฝก

เส้นใยหญ้าแฝกเตรียมได้โดย ล้างหญ้าแฝกให้สะอาดแล้วนำไปผึ่งให้แห้ง จากนั้น นำใบของหญ้าแฝกไปบดด้วยเครื่องบดและร่อน ให้มีความยาว 2 มิลลิเมตร นำไปล้างด้วยน้ำอีกครั้งแล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน นำเส้นใยหญ้าแฝกที่ได้มาทำการปรับปรุงโดยแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตร เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราส่วนของเส้นใยหญ้าแฝกต่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็น 1:25 โดยมวลต่อปริมาตร จากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำแล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2.3.3 การเตรียมคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

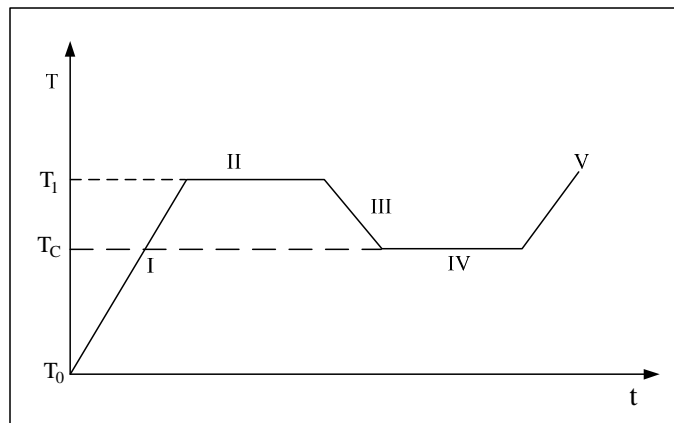
การเตรียมคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกทำได้โดยนำเส้นใยหญ้าแฝกและพอลิแลกติกแอซิดในอัตราส่วน 1% 5% 10% และ 20% เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มาผสมกันโดยใช้เครื่องผสมภายใน (internal mixer) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 50 รอบต่อนาที เวลาในการผสม 13 นาที หลังจากนั้นนำมาบดและอบให้แห้ง ในการเตรียมคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ทำได้โดยใช้วิธีเดียวกันแต่เปลี่ยนจากการใช้เส้นใยหญ้าแฝกเป็นทัลก์ อัตราส่วน 1% และ 20% เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

2.3.4 การเตรียมตัวอย่าง

ตัวอย่างของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ที่มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร เตรียมโดยวิธีการกดอัด ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้ไปตรวจวัด อุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว (glass transition temperature ; T_g) อุณหภูมิการหลอม (melting temperature ; T_m) อุณหภูมิการเกิดผลึก (crystallization temperature ; T_c) อุณหภูมิการหลอมที่สภาวะสมดุล (equilibrium melting temperature ; T_m^0) และองศาการเกิดผลึก (degree of crystallinity ; $\%X_c$) โดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียล สแกนนิ่ง แคลอริมิเตอร์ หรือ ดีเอสซี (Differential Scanning Calorimeter ; DSC)

2.3.5 การเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ (Isothermal crystallization)

การตรวจวัดการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ทำโดยใช้เครื่องดีฟเฟอเรนซ์แคลอริมิเตอร์ โดยขั้นตอนการตรวจวัดแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอน ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 ขั้นตอนการตรวจวัดการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ $T_0 = 25$ องศาเซลเซียส $T_1 = 220$ องศาเซลเซียส และ $T_c =$ isothermal crystallization temperature.

ขั้นที่ 1 : ให้ความร้อนกับตัวอย่าง โดยเพิ่มอุณหภูมิจาก 25 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที

ขั้นที่ 2 : คงอุณหภูมิไว้ที่ $T_1 = 220$ องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที ขั้นตอนนี้เรียกว่า การเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ (isothermal crystallization)

ขั้นที่ 3 : ทำการลดอุณหภูมิจาก 220 องศาเซลเซียส ไปที่อุณหภูมิการเกิดผลึก ด้วยอัตราการทำให้เย็นลงที่ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที

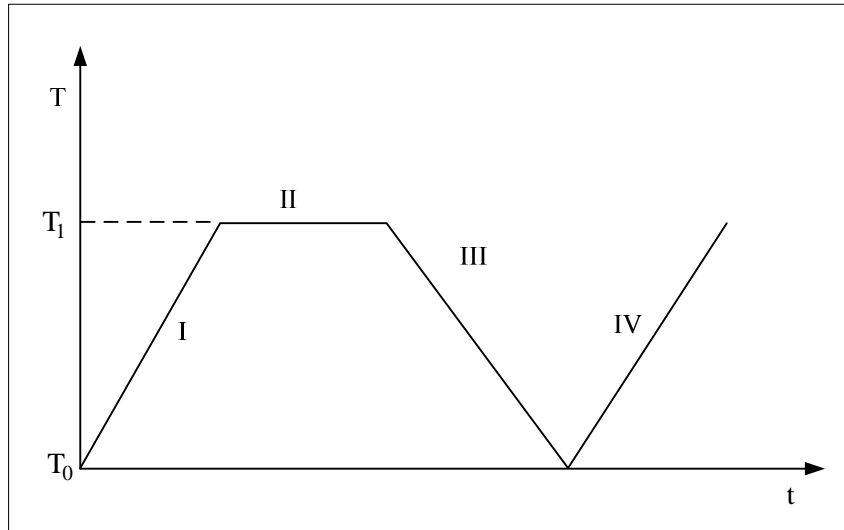
ขั้นที่ 4 : รอจนกระทั่งการเกิดผลึกเกิดขึ้นสมบูรณ์

ขั้นที่ 5 : ให้ความร้อนอีกครั้งจาก อุณหภูมิการเกิดผลึก ไปที่อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที

อุณหภูมิการหลอมผลึกหาได้จากจุดสูงสุดของเอนโดเทอร์มิกพีค (Endothermic peaks). อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลหาได้ตามวิธีการของ ฮอฟแมน-วิก

2.3.6 การเกิดผลึกที่อุณหภูมิไม่คงที่ (Non-isothermal crystallization)

ทำโดย ใช้เครื่องดิฟเฟอเรนซ์สแกนนิ่ง แคลอริมิตรี โดยขั้นตอนการตรวจวัดแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอน ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 2.2 ขั้นตอนการตรวจวัดการเกิดผลึกที่อุณหภูมิไม่คงที่คงที่ $T_0 = 25$ องศาเซลเซียส, $T_1 = 180$ องศาเซลเซียส.

ขั้นที่ 1 : ให้ความร้อนกับตัวอย่าง โดยเพิ่มอุณหภูมิจาก 25 องศาเซลเซียสจนถึงอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ขั้นนี้เรียกว่า ขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่หนึ่ง (First heating scan)

ขั้นที่ 2 : คงอุณหภูมิไว้ที่ $T_1 = 180$ องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที

ขั้นที่ 3 : ลดอุณหภูมิจาก 180 องศาเซลเซียส มาที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียสด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ขั้นนี้เรียกว่าขั้นตอนการทำให้เย็นลง (Cooling scan)

ขั้นที่ 4 : ให้ความร้อนกับตัวอย่างอีกครั้ง โดยเพิ่มอุณหภูมิจาก 25 องศาเซลเซียสจนถึงอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ขั้นนี้เรียกว่าขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สอง (Second heating scan)

จากนั้นจึงหาอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว, อุณหภูมิการหลอม อุณหภูมิการเกิดผลึก และองศาการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

องศาการเกิดผลึกหาได้จากสมการต่อไปนี้:

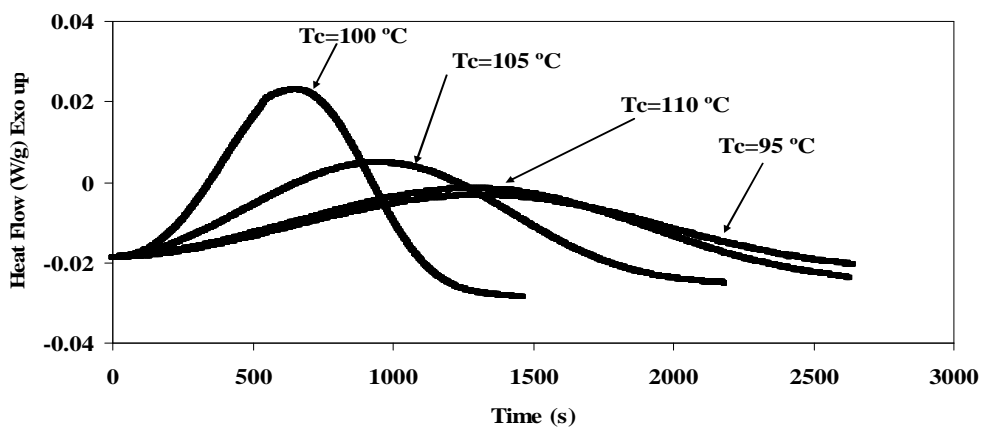
$$\%X_C = \frac{\Delta H_m}{\Delta H_{mo} (\phi_{PLA})} \times 100 \quad (2.1)$$

เมื่อ ΔH_m คือพลังงานความร้อนที่ใช้ในการหลอมผลึกที่ได้จากการตรวจวัด ΔH_{mo} คือพลังงานความร้อนที่ใช้ในการหลอมผลึกทั้งหมด ซึ่งมีค่าเท่ากับ 93 จูลต่อกรัม⁹ และ ϕ_{PLA} คือสัดส่วนของพอลิแลกติกแอซิดในคอมโพลีเมอร์

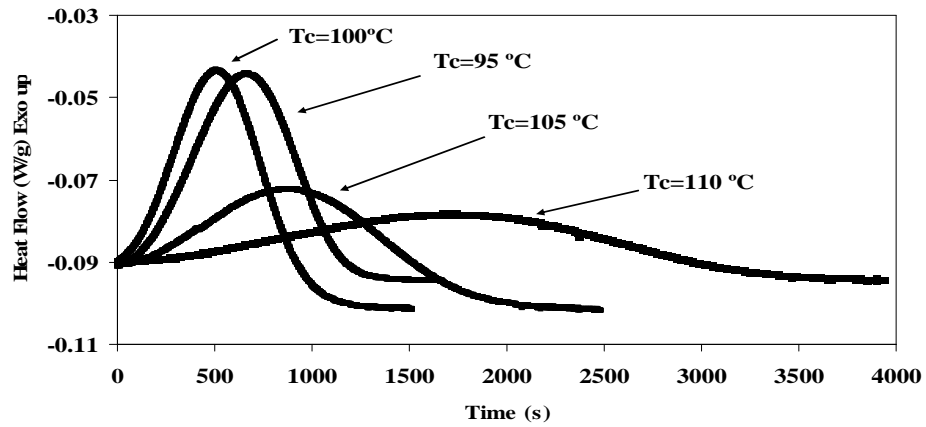
2.4 ผลการทดลองและการอภิปราย

2.4.1 การเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ (Isothermal crystallization)

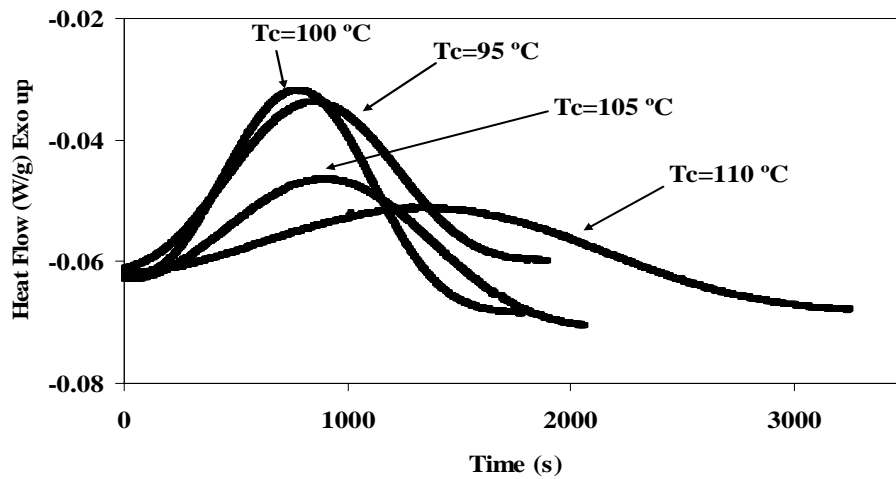
รูปที่ 2.3 แสดงกราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิดระหว่างการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ จากกราฟพบว่าเวลาที่ต้องการสำหรับการเกิดผลึกจนสมบูรณ์ที่อุณหภูมิการเกิดผลึกเท่ากับ 95 องศาเซลเซียส มากกว่าที่อุณหภูมิการเกิดผลึกเท่ากับ 100 องศาเซลเซียส เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเวลาที่ต้องการสำหรับการเกิดผลึกจนสมบูรณ์จะมากขึ้นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เมื่อเติมเส้นใยหญ้าแฝกปริมาณ 1% 5% 10% และ 20% ลงในพอลิแลกติกแอซิด พบว่ากราฟ DSC มีลักษณะคล้ายกันดังแสดงในรูปที่ 2.4-2.7 นอกจากนี้เมื่อเติมทัลก์ปริมาณ 1% ลงในพอลิแลกติกแอซิด พบว่าเวลาที่ต้องการสำหรับการเกิดผลึกจนสมบูรณ์เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเกิดผลึกเพิ่มขึ้น จากรูปที่ 2.3-2.8 เวลาที่อัตราการเกิดผลึกมากที่สุด (t_{max}) จะนำมาสร้างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่อัตราการเกิดผลึกมากที่สุด (t_{max}) กับ อุณหภูมิการเกิดผลึก ดังแสดงในรูปที่ 2.9



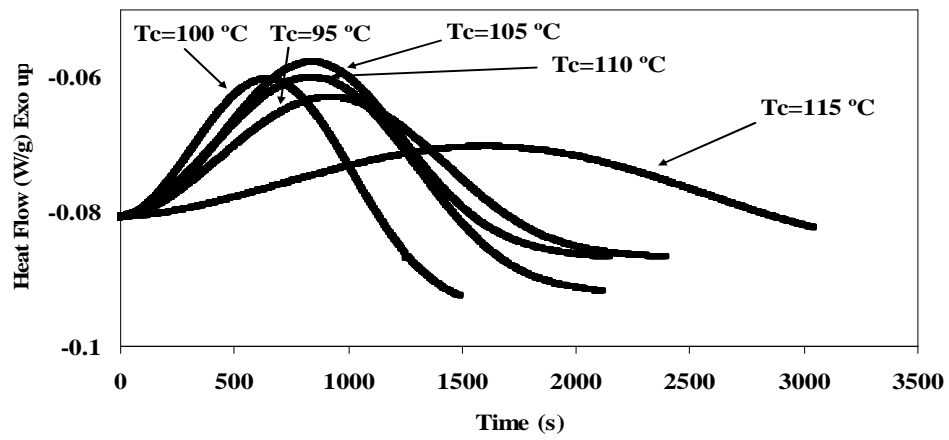
รูปที่ 2.3 กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกันของพอลิแลกติกแอซิด



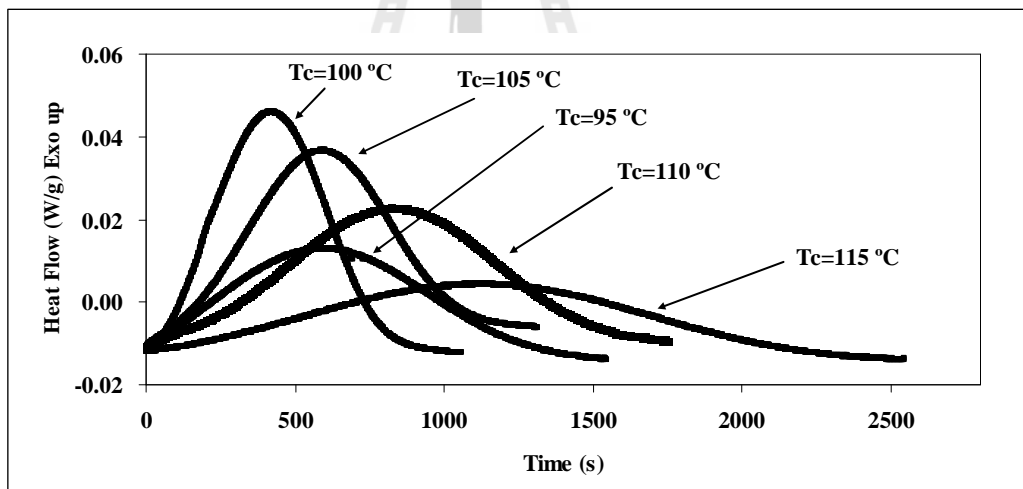
รูปที่ 2.4 กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 1% เส้นใยหญ้าแฝก



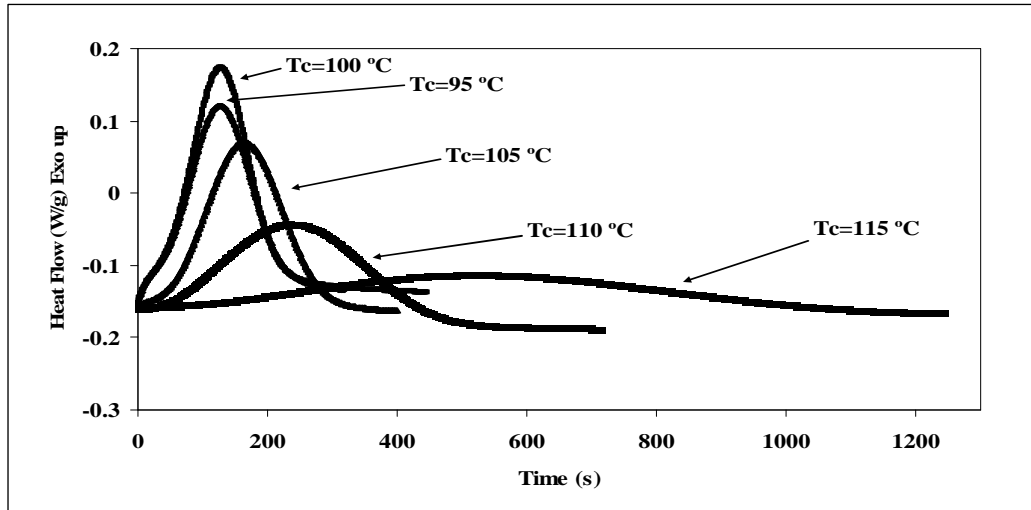
รูปที่ 2.5 กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 5% เส้นใยหญ้าแฝก



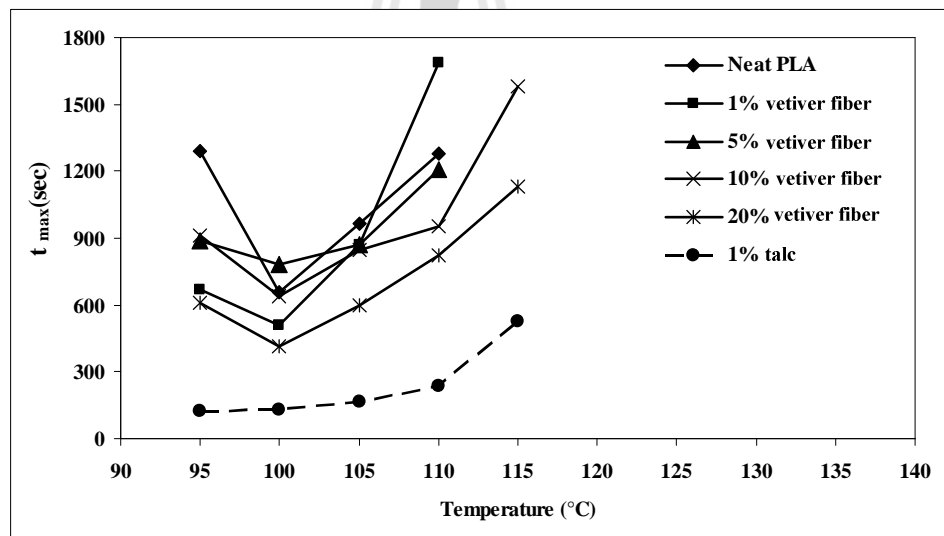
รูปที่ 2.6 กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและ10%เส้นใยหญ้าแฝก



รูปที่ 2.7 กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและ20%เส้นใยหญ้าแฝก



รูปที่ 2.8 กราฟ DSC แสดงการเกิดผลึกที่อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ1%ทัลก์



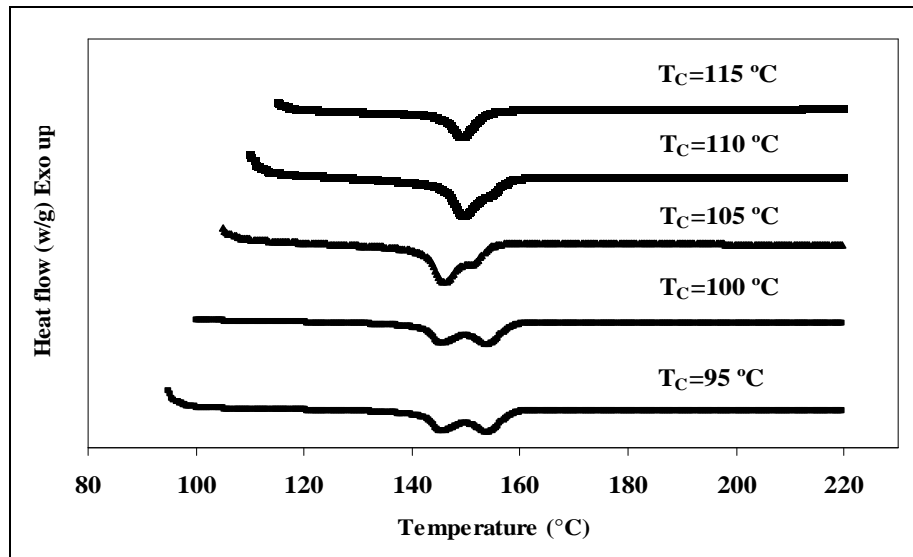
รูปที่ 2.9 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่อัตราการเกิดผลึกมากที่สุด (t_{max}) กับ อุณหภูมิการเกิดผลึก ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน

ในการวิจัยนี้ ค่า t_{max} จะใช้อธิบายอัตราการเกิดผลึก ซึ่งพบว่าเมื่อเติมทัลกลงในพอลิแลกติกแอซิดทำให้ค่า t_{max} ต่ำที่สุด เมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิดและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก บ่งชี้ว่าอัตราการเกิดผลึกของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์สูงที่สุดเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิดและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก กรณีคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ค่า t_{max} ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติก

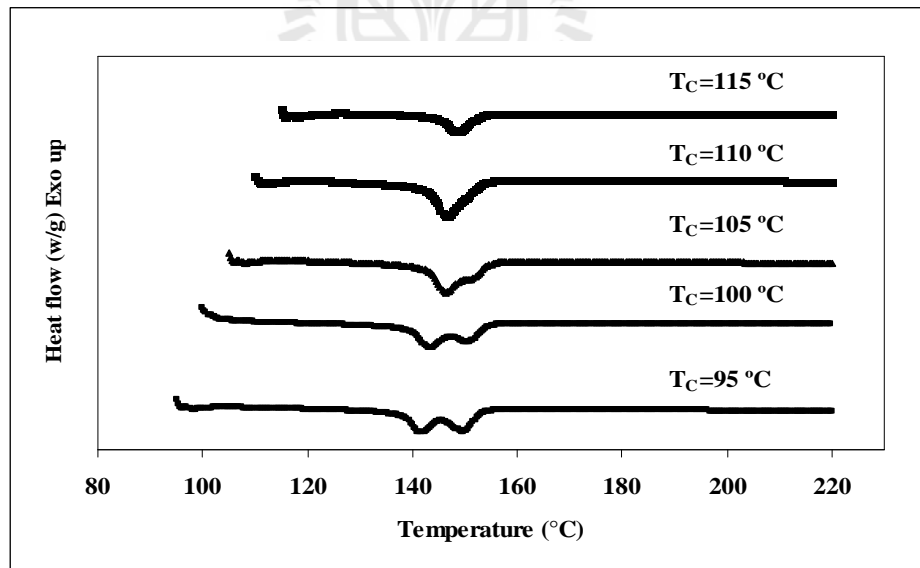
แอสิตและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1% ถึง 10% ไม่มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญเทียบกับพอลิแลกติกแอสิต ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% ค่า t_{max} ต่ำลงเทียบกับพอลิแลกติกแอสิตและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1% ถึง 10% บ่งชี้ว่าอัตราการเกิดผลึกของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% สูงที่สุดเทียบกับที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1% ถึง 10% ผลการทดลองนี้บ่งชี้ได้ว่าที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% และ ทัลก์ทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีไอสำหรับพอลิแลกติกแอสิต

รูปที่ 2.10 แสดงกราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอสิตระหว่างการให้ความร้อนหลังจากการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆ กรณีของพอลิแลกติกแอสิต พิกการหลอมผลึกเป็นแบบคู่ (double melting peak) ที่อุณหภูมิการเกิดผลึกเท่ากับ 105 องศาเซลเซียส 100 องศาเซลเซียส และ 95 องศาเซลเซียส ซึ่งผลการทดลองแบบเดียวกันนี้สามารถสังเกตเห็นในกราฟ DSC ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1% ถึง 20% ดังแสดงในภาพที่ 2.11-2.14 ตามลำดับ กรณีของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและ 1% ทัลก์ พิกการหลอมผลึกเป็นแบบคู่ (double melting peak) ที่อุณหภูมิการเกิดผลึกเท่ากับ 95 องศาเซลเซียส และ 105 องศาเซลเซียส ดังแสดงในภาพที่ 2.15

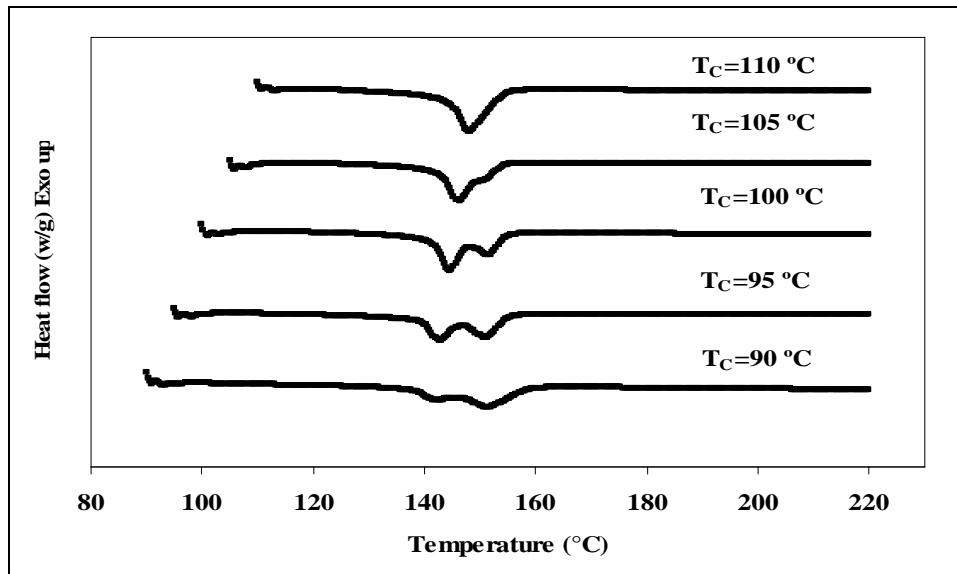
พิกการหลอมผลึกเป็นแบบคู่ (double melting peak) ชี้ให้เห็นว่าผลึกที่เกิดขึ้นมีหลายแบบจากรูปที่ 2.10-2.15 จะเห็นว่า พิกการหลอมผลึกที่เกิดที่อุณหภูมิต่ำจะเกิดที่อุณหภูมิสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเกิดผลึกสูงขึ้น ขณะที่พิกการหลอมผลึกที่เกิดที่อุณหภูมิสูงจะไม่มีเปลี่ยนแปลงและค่อยๆ เล็กลงเมื่ออุณหภูมิการเกิดผลึกสูงขึ้น ดังนั้นจึงเลือกพิกการหลอมผลึกที่เกิดที่อุณหภูมิต่ำมาใช้ในการหาอุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุล (T_m^0) ตามวิธีการของ ฮอฟแมน-วิก ดังแสดงในภาพที่ 2.16



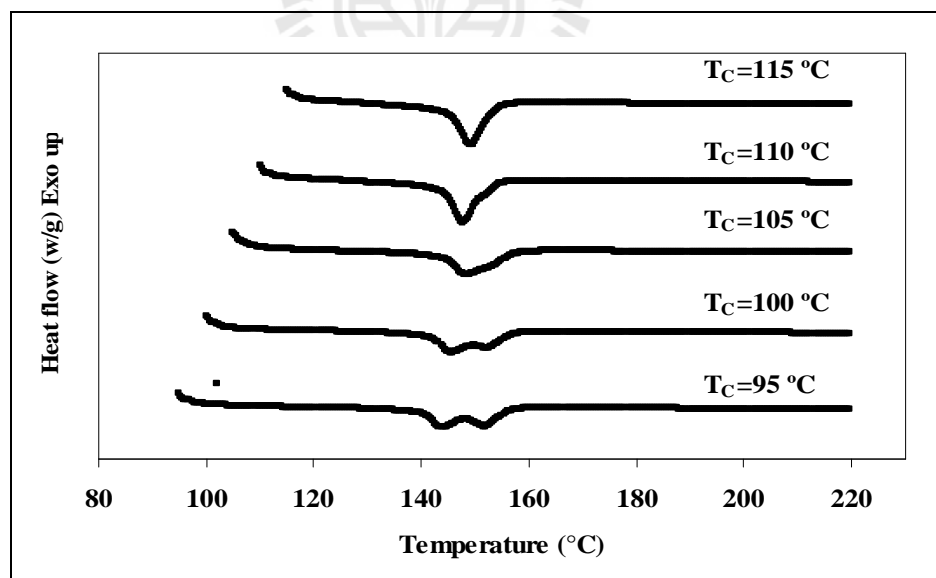
รูปที่ 2.10 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน



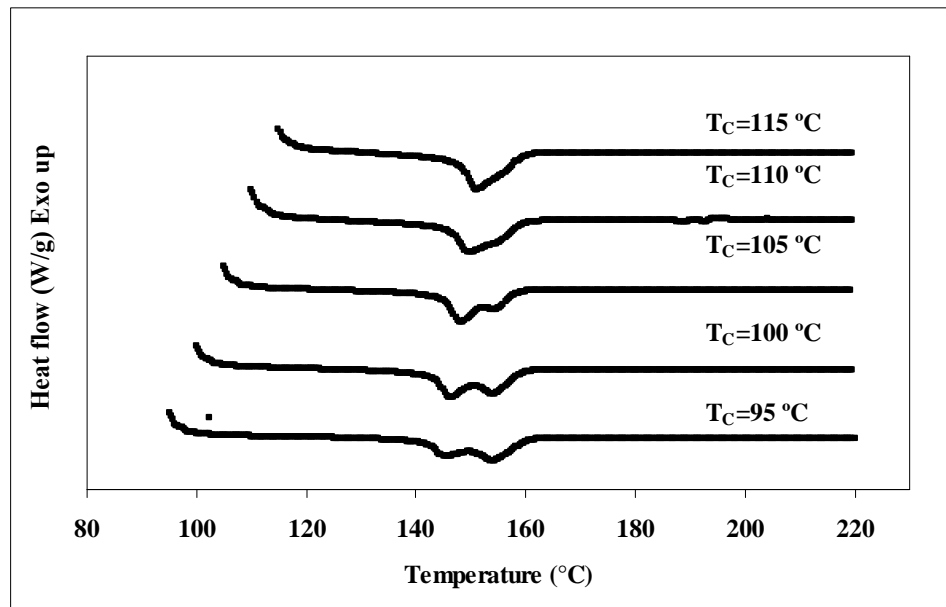
รูปที่ 2.11 กราฟ DSC ของคอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 1%เส้นใยหญ้าแฝก ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน



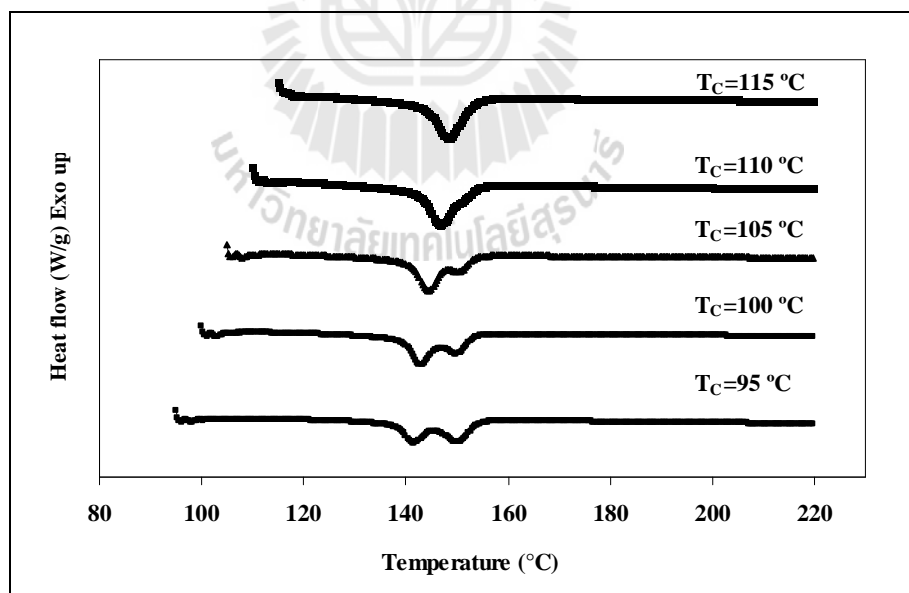
รูปที่ 2.12 กราฟ DSC ของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 5%เส้นใยหญ้าแฝก ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน



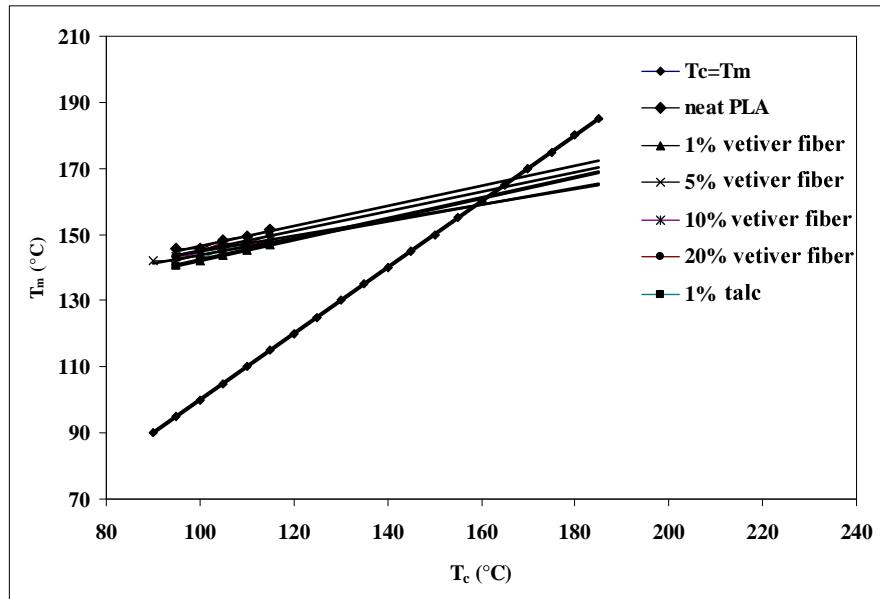
รูปที่ 2.13 กราฟ DSC ของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ 10%เส้นใยหญ้าแฝก ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน



รูปที่ 2.14 กราฟ DSC ของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลคติกแอซิดและ 20%เส้นใยพอลิเอทิลีนไกลคอล ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน



รูปที่ 2.15 กราฟ DSC ของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลคติกแอซิดและ 1%พอลิเอทิลีนไกลคอล ระหว่างการให้ความร้อน หลังการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน



รูปที่ 2.16 การเขียนกราฟตาม วิธีของ ฮอฟแมน-วิก (Hoffman-Weeks plots) เพื่อใช้หาอุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุล ของ พอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

รูปที่ 2.16 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเกิดผลึกกับอุณหภูมิการหลอมผลึกที่ได้จากการตรวจวัดด้วยเครื่อง DSC ตารางที่ 2.1 แสดงอุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ที่ได้จากการลากเส้นตรงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการหลอมผลึกกับอุณหภูมิการเกิดผลึกไปตัดกับเส้นตรงที่อุณหภูมิการหลอมผลึกเท่ากับกับอุณหภูมิการเกิดผลึก ($T_m = T_c$) ตามวิธีของฮอฟแมน-วิก จากตารางที่ 2.1 พบว่าการเติมเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ลงในพอลิแลกติกแอซิดทำให้อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลของพอลิแลกติกแอซิด ลดลง อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลจะลดลงเล็กน้อยเมื่อปริมาณของเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้น ซึ่งอาจจะเป็นเพราะว่าเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ไปขัดขวางการสร้างผลึกและทำให้ได้ผลึกที่ไม่สมบูรณ์

ตารางที่ 2.1 อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุล ของ พอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลิระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีโพลิระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

ตัวอย่าง	อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุล (T_m^0) (องศาเซลเซียส)
พอลิแลกติกแอซิด (PLA)	164.10
1% เส้นใยหญ้าแฝก	162.05
5% เส้นใยหญ้าแฝก	159.90
10% เส้นใยหญ้าแฝก	159.59
20% เส้นใยหญ้าแฝก	158.03
1% ทัลก์	161.09

2.4.2 การเกิดผลึกที่อุณหภูมิต่ำ (Non-isothermal crystallization)

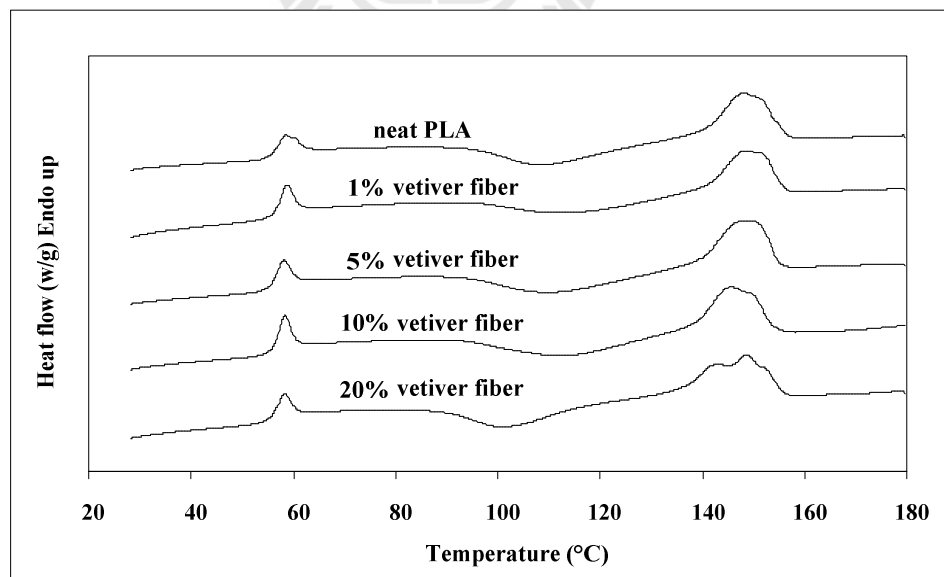
รูปที่ 2.17-2.19 แสดงกราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพลีโพลิระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่หนึ่ง การทำให้เย็นลงและการให้ความร้อนครั้งที่สอง ด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ตามลำดับ

ในรูปที่ 2.17 จะพบ อุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้ว อุณหภูมิการเกิดผลึก ซึ่งบ่งชี้โดยพีการคายความร้อน (Exothermic peak) อุณหภูมิการหลอมผลึก ซึ่งบ่งชี้โดยพีการดูดความร้อน (Endothermic peak) ของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพลีโพลิระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก จากกราฟ DSC พบว่า อุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้วของคอมโพลีโพลิระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด อุณหภูมิการเกิดผลึกของคอมโพลีโพลิระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกจะต่ำลงเมื่อปริมาณของเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามอุณหภูมิการหลอมผลึกของคอมโพลีโพลิระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกไม่เปลี่ยนแปลงอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% จะสังเกตเห็นพีการหลอมผลึกมีหลายพีอย่างชัดเจน ภายใต้สภาวะการทำให้เย็นลง ไม่พบพีการคายความร้อนทั้งในพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพลีโพลิระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ดังแสดงในรูปที่ 2.18 ต่อจากนั้น ให้ความร้อนครั้งที่สองกับพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพลีโพลิระหว่าง

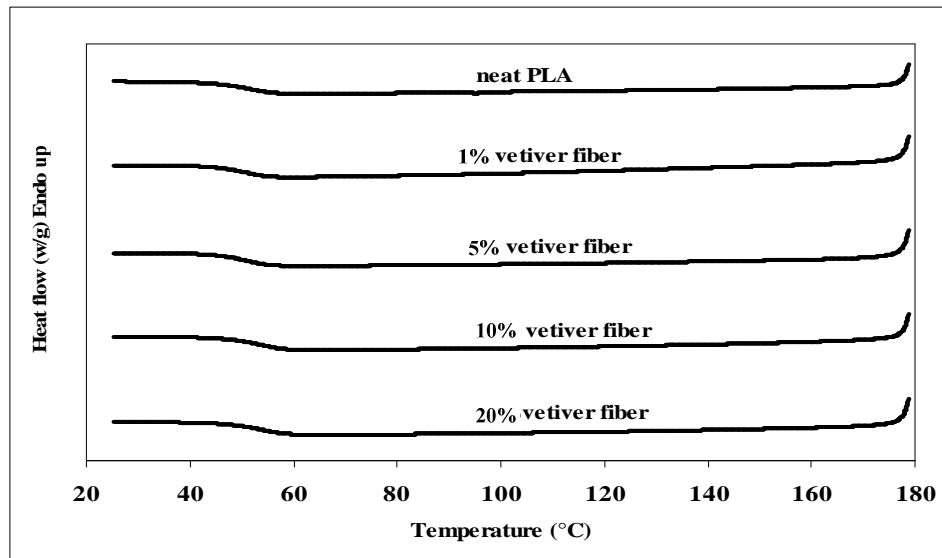
พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก กราฟ DSC ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองแสดงในรูปที่ 2.19 ซึ่งลักษณะกราฟ DSC คล้ายกันกับกราฟ DSC ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่หนึ่ง อุณหภูมิเปลี่ยนแปลงสภาพแก้วของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด อุณหภูมิการเกิดผลึกของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกจะต่ำลงเมื่อปริมาณของเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้น

จากการที่ไม่พบอุณหภูมิการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพสิต ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกภายใต้สภาวะการทำให้เย็นลง (รูปที่ 2.18) เป็นไปได้ว่าผลึกของพอลิแลกติกแอซิด มีขนาดเล็กมาก เมื่อให้ความร้อนผลึกเหล่านี้จะทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีโอ ทำให้ให้อัตราการเกิดผลึกเพิ่มขึ้นเมื่อมีเส้นใยหญ้าแฝกส่งผลให้อุณหภูมิการเกิดผลึกต่ำลงในขั้นตอนการให้ความร้อนครั้งที่สอง

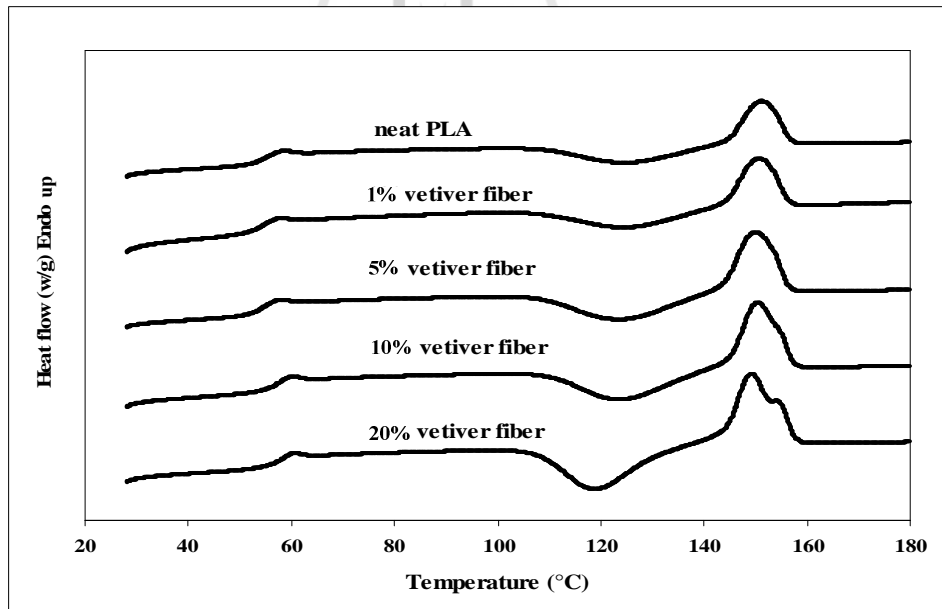
จากกราฟ DSC ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่หนึ่ง (รูปที่ 2.17) และระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สอง (รูปที่ 2.19) พบว่า พิกการเกิดผลึกของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% ต่ำที่สุดเมื่อเทียบกับคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1%-10% สิ่งนี้แสดงให้เห็นว่า ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% ทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีโอ ในขณะที่พิกการหลอมผลึกเป็นแบบสองพิก บ่งบอกว่าผลึกที่เกิดขึ้นมีหลายแบบ



รูปที่ 2.17 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกในระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่หนึ่งด้วยอัตราการให้ความร้อนที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที



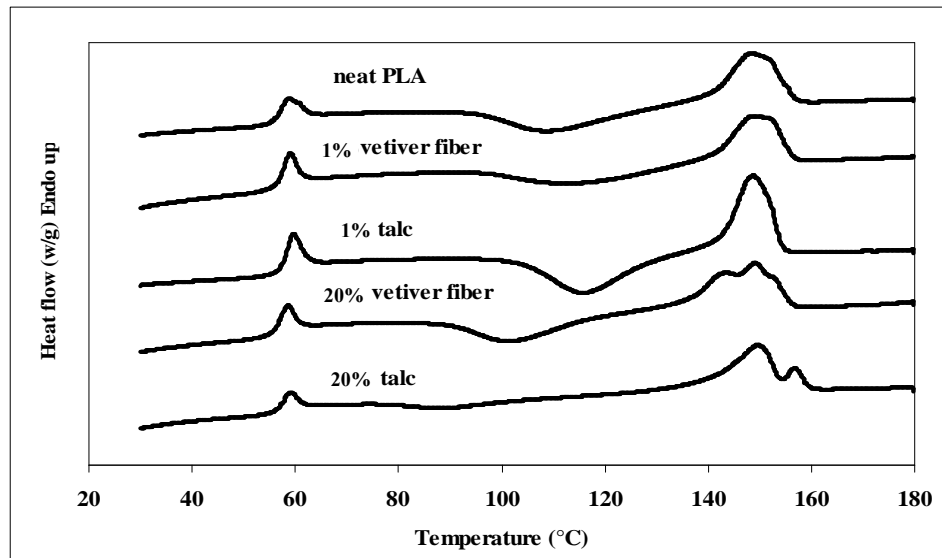
รูปที่ 2.18 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกในระหว่างการทำให้เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที



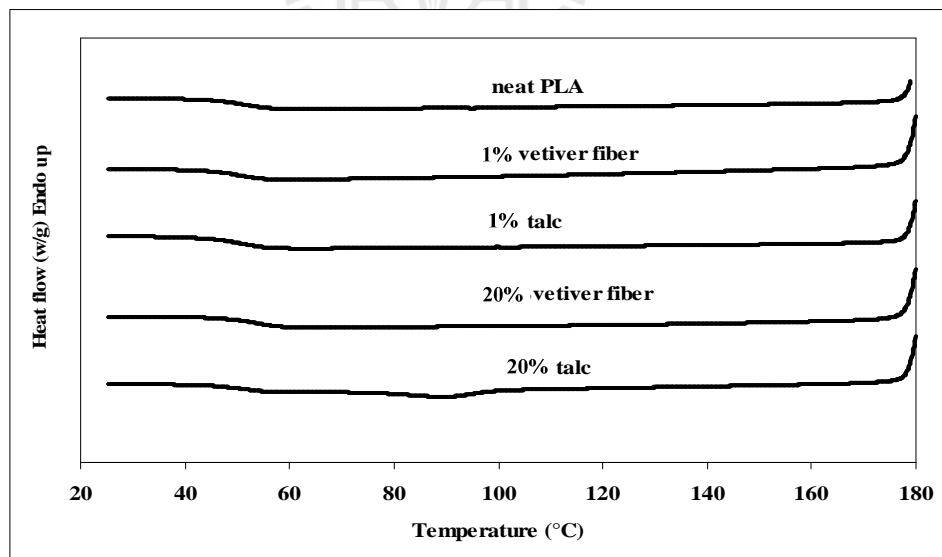
รูปที่ 2.19 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด และคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกในระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตราการให้ความร้อนที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

เพื่อเปรียบเทียบผลของการก่อเกิดนิวคลีโอของทัลก์กับเส้นใยหญ้าแฝก ดังนั้นจึงนำ ทัลก์ปริมาณ 1%และ20%มาใช้ในการวิจัยนี้ กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีเอสเตอร์ ระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ที่บันทึก ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่หนึ่ง ระหว่างการทำให้เย็นลงและระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สอง แสดงในภาพที่ 2.20-2.22 ตามลำดับ จากรูปที่ 2.20 เมื่อเติมทัลก์ลงในพอลิแลกติกแอซิด อุณหภูมิ เปลี่ยนสภาพแก้วของคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ใกล้เคียงกับพอลิแลกติกแอซิด ในขณะที่อุณหภูมิการเกิดผลึกจะลดลงเมื่อปริมาณทัลก์เพิ่มขึ้น ที่ปริมาณทัลก์ 20% จะสังเกตเห็นพีก การหลอมผลึกเป็นแบบสองพีกอย่างชัดเจนและพีกนี้จะเกิดที่อุณหภูมิสูงขึ้นเมื่อเทียบกับพอลิแลกติก แอซิดและคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ตัวอื่นๆ ซึ่งคาดเดาได้ว่าเมื่อเติมทัลก์ปริมาณ 20% ทำให้ได้ผลึกที่สมบูรณ์และ เสถียรเกิดขึ้น

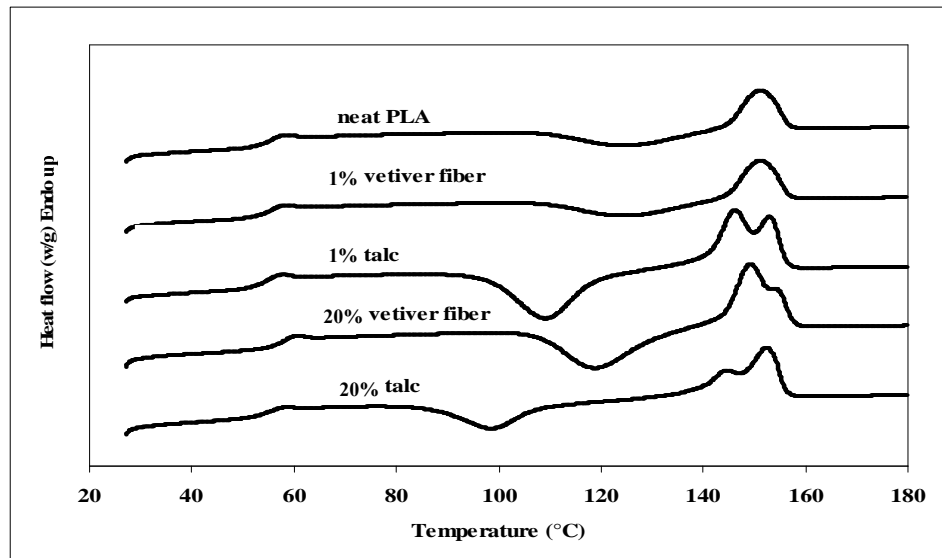
รูปที่ 2.21 แสดงกราฟ DSC ที่บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลง ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิด และทัลก์ ซึ่งจะพบว่าคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ที่ปริมาณทัลก์ 20% จะ สังเกตเห็นพีกการเกิดผลึกขนาดเล็ก ณ อุณหภูมิการเกิดผลึก 90 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตามจะไม่ พบพีกการเกิดผลึกนี้ทั้งใน พอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ที่ ปริมาณทัลก์ 1% และคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก รูปที่ 2.22 แสดง กราฟ DSC ที่บันทึกระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิ แล็กติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ซึ่งผลที่ได้มี ลักษณะคล้ายกับกราฟ DSC ที่บันทึกระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่หนึ่ง นั่นคือ อุณหภูมิเปลี่ยน สภาพแก้วของคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ ระหว่างพอลิ แล็กติกแอซิดและทัลก์ใกล้เคียงกับพอลิแลกติกแอซิด การเติมทัลก์ลงในพอลิแลกติกแอซิดทำให้ อุณหภูมิการเกิดผลึกของคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ลดลง เมื่อเทียบกับพอลิแลก ติกแอซิดและคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก อุณหภูมิการเกิดผลึกของ คอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์จะลดลงเมื่อปริมาณของทัลก์เพิ่มขึ้น นอกจากนี้จะ สังเกตเห็นพีกการหลอมผลึกที่เป็นแบบคู่ในคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% กรณีคอมโพลีโพลีเอสเตอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์จะสังเกตเห็นพีก การหลอมผลึกที่เป็นแบบคู่ทั้งที่ปริมาณทัลก์ 1% และ 20%



รูปที่ 2.20 กราฟ DSC ของพอลิแล็กติกแอซิด คอมโพสิตระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิตระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและทัลก์ บันทึกระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่หนึ่งด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที



รูปที่ 2.21 กราฟ DSC ของพอลิแล็กติกแอซิด คอมโพสิตระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิตระหว่างพอลิแล็กติกแอซิดและทัลก์ บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 10 องศาเซลเซียสต่อนาที



รูปที่ 2.22 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ บันทึกระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

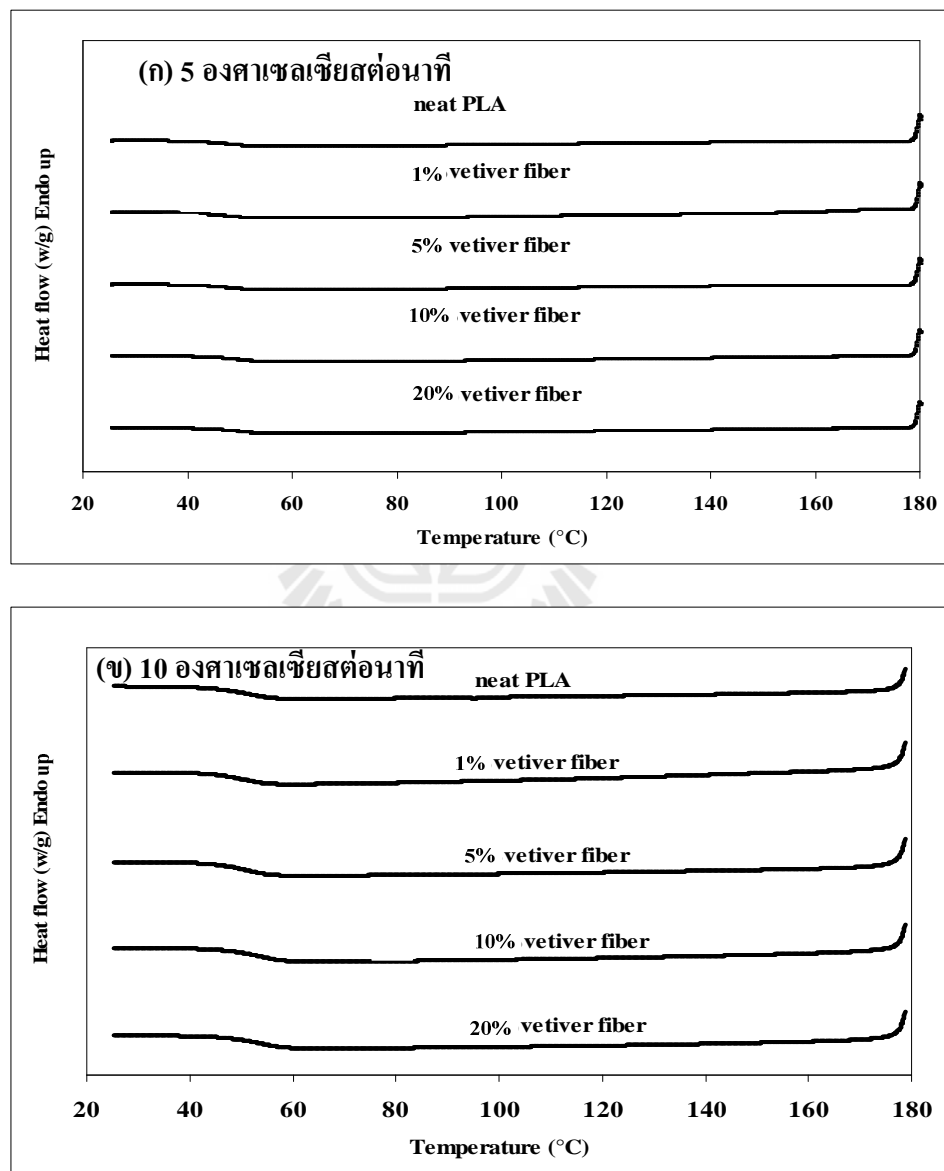
จากผลการทดลองที่ผ่านมา ในระหว่างการทำให้เย็นลง พบพิกการเกิดผลึกขนาดเล็กในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ที่ปริมาณทัลก์ 20% และไม่พบพิกการเกิดผลึกในพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ที่ปริมาณทัลก์ 1% (รูปที่ 2.21) เป็นไปได้ว่าอัตราการทำให้เย็นลง 10 องศาเซลเซียสต่อนาที เร็วเกินไปทำให้สายโซ่ของ พอลิแลกติกแอซิดไม่สามารถจัดเรียงตัวได้ทันทำให้ไม่เห็นพิกการเกิดผลึก ดังนั้น จึงทำการศึกษาที่การเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ที่อัตราการทำให้เย็นลงน้อยกว่า 10 องศาเซลเซียสต่อนาที

รูปที่ 2.23 ก และ ข แสดงกราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ตามลำดับ พบว่าที่อัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (รูปที่ 2.23 ก) ไม่พบพิกการเกิดผลึกทั้งในพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ซึ่งคล้ายกันกับผลที่ได้จากการใช้อัตราการทำให้เย็นลง 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (รูปที่ 2.23 ข)

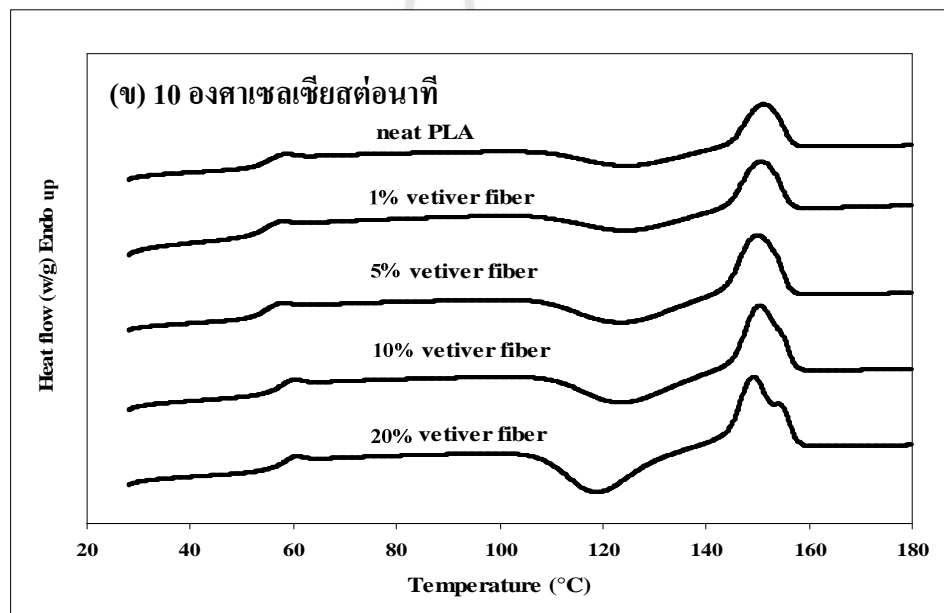
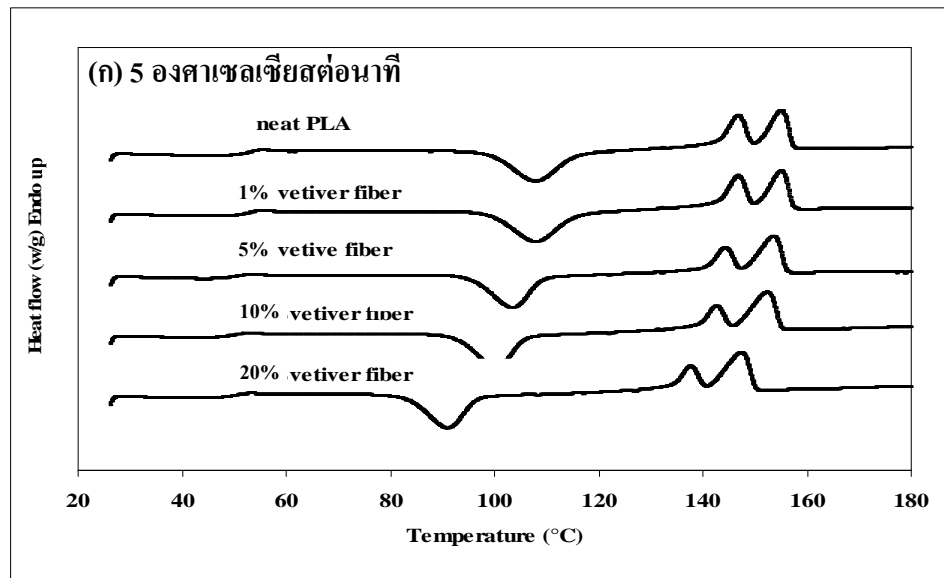
รูปที่ 2.23 ก แสดงกราฟ DSC ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ซึ่งจะสังเกตเห็นพิกการเกิดผลึกและพิกการหลอมผลึกแยกกัน

อย่างชัดเจน นอกจากนี้จะสังเกตเห็นพีกการหลอมผลึกที่เป็นแบบคู่อย่างชัดเจนด้วยเช่นกันทั้งในพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโสมระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก เมื่อเทียบกับการใช้อัตราการทำให้เย็นลง 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (รูปที่ 2.23 ก)

นอกจากนี้ ยังพบพีกการหลอมผลึกที่เป็นแบบคู่ของคอมโพลีโสมระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่อุณหภูมิต่ำลงเมื่อปริมาณของเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้น ซึ่งเป็นไปได้ว่าเมื่อมีเส้นใยหญ้าแฝกทำให้ผลึกของพอลิแลกติกแอซิดมีความสมบูรณ์น้อยลง



รูปที่ 2.23 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีโสมระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ก) และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (ข)



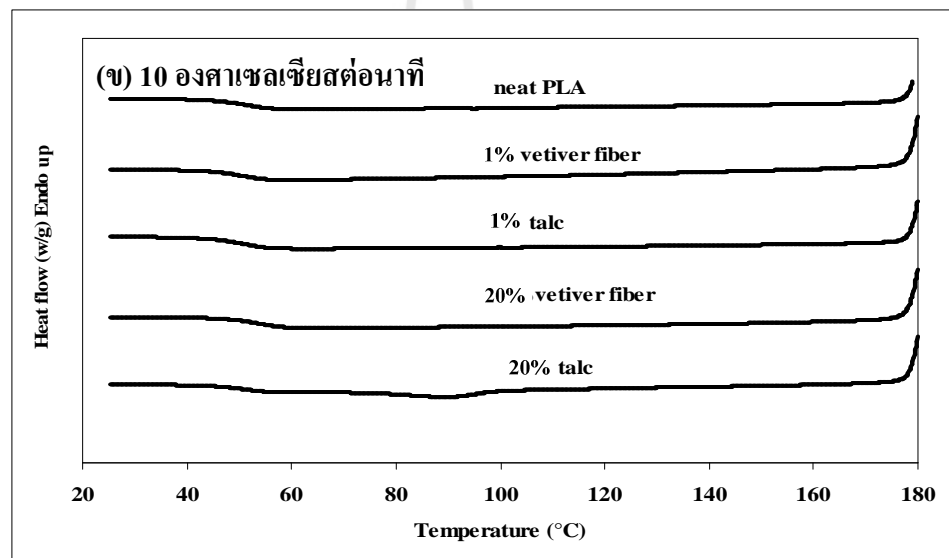
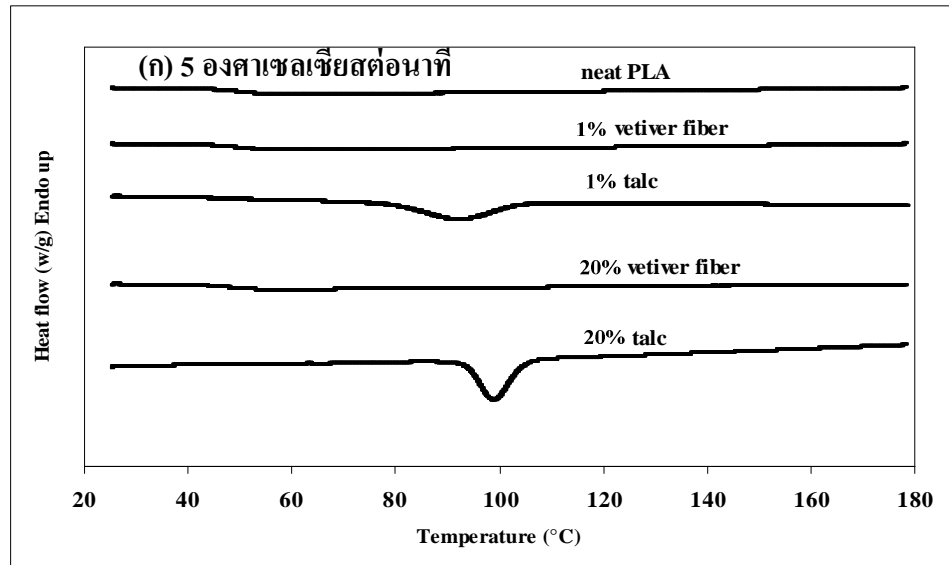
รูปที่ 2.24 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่บันทึกระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ก) และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (ข)

รูปที่ 2.25 ก และ ข แสดงกราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ตามลำดับ จากรูปที่ 2.25 ก พบพีกอุณหภูมิการเกิดผลึกของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติก

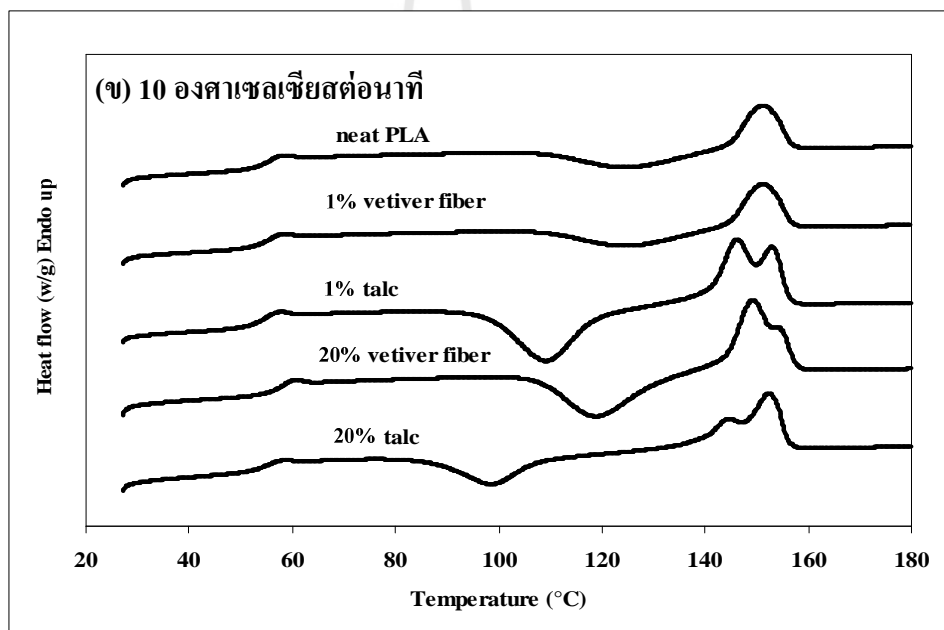
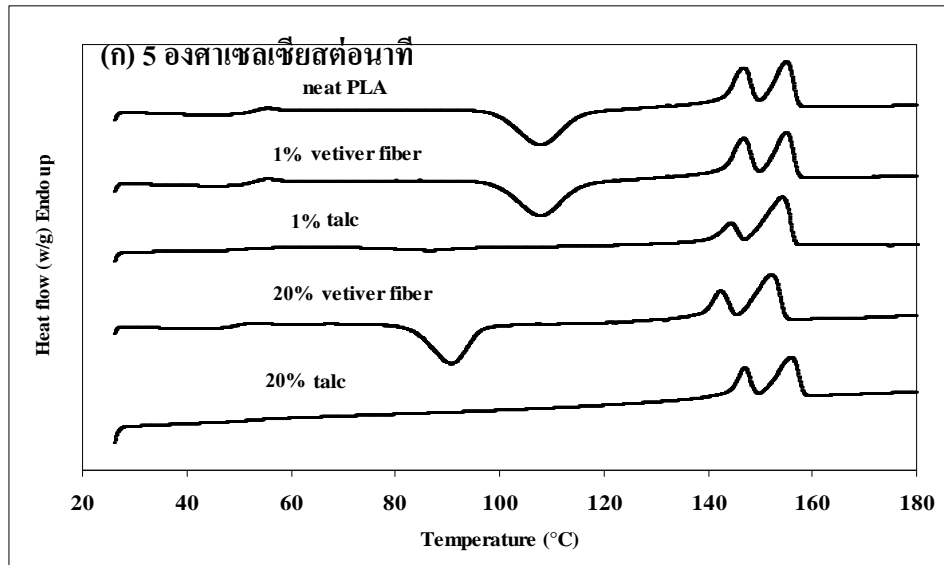
แอสิตและทัลก์ อย่างชัดเจนเมื่อเทียบกับอัตราการทำให้เย็นลงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (รูปที่ 2.25 ข) อธิบายได้ว่าอัตราการทำให้เย็นลงที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีช้าเพียงพอ ทำให้ผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและทัลก์เกิดขึ้นได้

รูปที่ 2.26 ก แสดงกราฟ DSC ระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สอง ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ของพอลิแลกติกแอสิต คอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและทัลก์ จากรูปที่ 2.26 ก ไม่พบพิกการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและทัลก์ อธิบายได้ว่า ผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอสิตและทัลก์ได้เกิดขึ้นในขั้นตอนการทำให้เย็นลง อย่างไรก็ตามด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จะสังเกตเห็นพิกการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิ แลกติกแอสิตและทัลก์อย่างชัดเจน (รูปที่ 2.26 ข)





รูปที่ 2.25 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลง ด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ก) และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (ข)



รูปที่ 2.26 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ บันทึกระหว่างการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที (ก) และ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที (ข)

จากการทดลองที่ผ่านมาจะเห็นว่าไม่พบพิกการเกิดผลึกของคอมโพลีระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกในสภาวะการทำให้เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลงที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นไปได้ว่าอัตราการทำให้เย็นลงยังคงเร็วเกินไป ทำให้ผลึกของพอลิแลกติกแอซิดไม่สามารถเกิดขึ้นได้ ดังนั้นจึงมีการศึกษาผลของอัตราการทำให้เย็นลงและอัตราการให้ความร้อนต่อการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิด

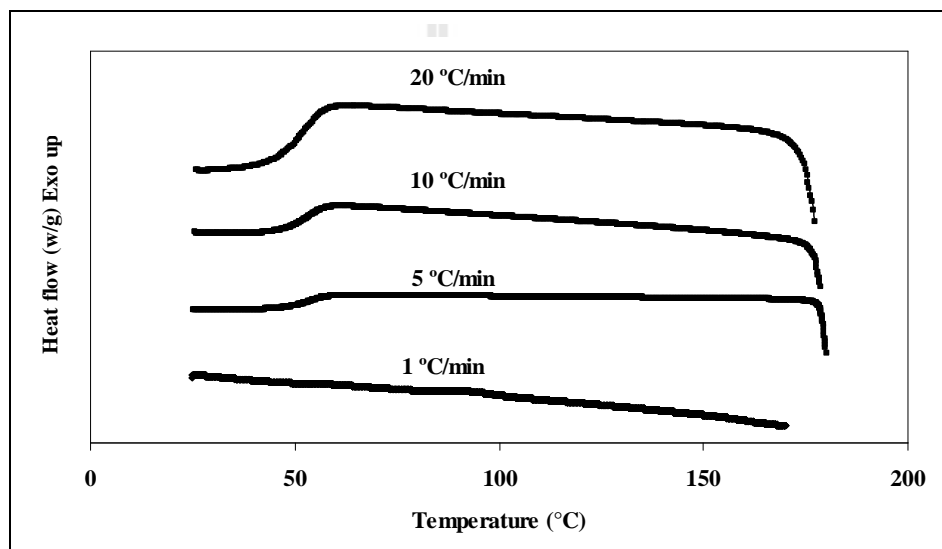
2.4.3 ผลของอัตราการทำให้เย็นลงและอัตราการให้ความร้อนต่อการเกิดผลึกของ คอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณหญ้าแฝก 20%

การทดลองนี้เลือกคอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% มาใช้ในการทดลอง เนื่องจากพิกการเกิดผลึกของคอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำที่สุด ซึ่งอธิบายได้ว่าปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% ทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีโอเมื่อเทียบกับปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1% ถึง 10% รูปที่ 2.27 แสดงกราฟ DSC ของคอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% ด้วยอัตราการทำให้เย็นลงที่แตกต่างกัน หลังจากการให้ความร้อนจาก 25 องศาเซลเซียส จนถึง 180 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้สภาวะการทำให้เย็นลงด้วยอัตราการทำให้เย็นลงที่แตกต่างกัน พบว่าไม่มีพิกการเกิดผลึกในทุกอัตราการทำให้เย็นลง แม้ว่าอัตราการทำให้เย็นลงจะต่ำถึง 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นที่ทราบดีว่าอัตราการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดช้ามากเมื่อเทียบกับพอลิเมอร์กึ่งผลึกอื่นๆ¹⁰ ฉะนั้นเป็นไปได้ว่าผลึกของพอลิแลกติกแอซิดที่เกิดขึ้นอาจจะเล็กมากทำให้การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนน้อยมาก จึงทำให้ไม่พบพิกการเกิดผลึกในขั้นตอนการทำให้เย็นลง

หลังจากนั้นนำคอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% ทำให้เย็นลงจาก 180 องศาเซลเซียส จนถึง 25 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้น ให้ความร้อนกับคอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% ด้วยอัตราการให้ความร้อนแตกต่างกัน กราฟ DSC ดังแสดงในรูปที่ 2.28 พบว่าอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้วของ คอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% เพิ่มขึ้นเมื่ออัตราการให้ความร้อนเพิ่มขึ้น การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิเปลี่ยนสภาพแก้วเมื่ออัตราการให้ความร้อนเพิ่มขึ้น เป็นไปได้ว่าเกิดจากการตอบสนองของความร้อนที่เกิดขึ้นช้า ณ อัตราการให้ความร้อนเพิ่มขึ้น¹¹ พิกการเกิดผลึกจะกว้างและเกิดที่อุณหภูมิสูงขึ้นเมื่ออัตราการให้ความร้อนเพิ่มขึ้น¹²

เมื่ออัตราการให้ความร้อนมากกว่า 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ไม่พบอุณหภูมิการเกิดผลึกของคอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% กรณีพิก

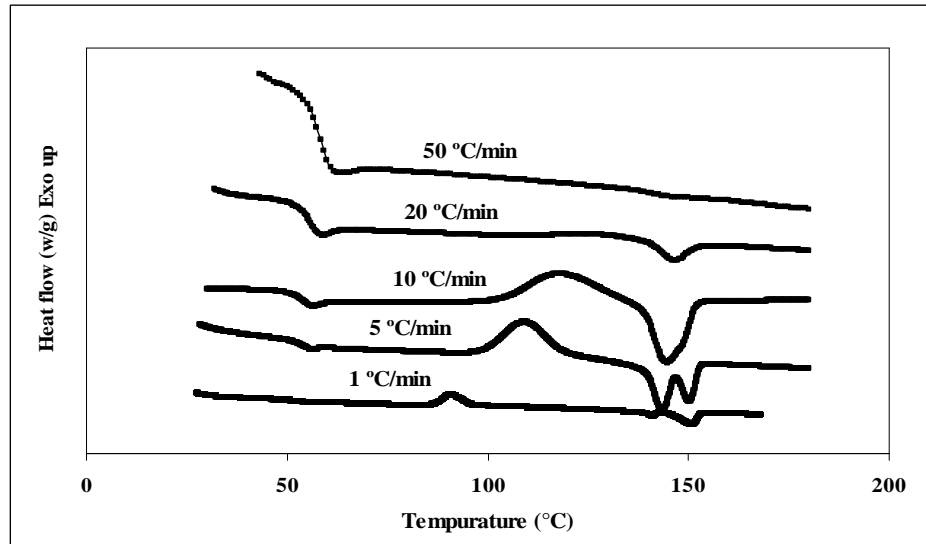
การหลอมผลึก พบว่าที่อัตราการให้ความร้อน 1 องศาเซลเซียสต่อนาที และ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จะสังเกตเห็นฟีกการหลอมผลึกเป็นแบบคู่อย่างชัดเจน เมื่ออัตราการให้ความร้อนเพิ่มขึ้น ขนาดของฟีกการหลอมผลึกที่เกิดที่อุณหภูมิต่ำมีขนาดเพิ่มขึ้น ในขณะที่ ขนาดของฟีกการหลอมผลึกที่เกิดที่อุณหภูมิสูงมีขนาดลดลง เมื่ออัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ฟีกการหลอมผลึกแบบคู่เปลี่ยนไปเป็นแบบเดี่ยวอย่างชัดเจน ที่อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 50 องศาเซลเซียสต่อ นาที ไม่พบฟีกการเกิดผลึกเป็นไปได้ว่าสายโซ่ของพอลิแลกติกแอซิดมีเวลาน้อยในการจัดเรียงตัว เนื่องจากทำให้ไม่สามารถเกิดผลึกได้¹³



รูปที่ 2.27 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% บันทึกระหว่างการทำให้เย็นลงด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกัน

จากรูปที่ 2.24 ก และ 2.26 ก พลังงานความร้อนในการหลอมผลึก (ΔH_m) พลังงานความร้อนในการเกิดผลึก (ΔH_c) หาได้จากพื้นที่ใต้ฟีกการหลอมผลึกและฟีกกาเกิดผลึก ตามลำดับ (Mathot, 1994) องศาการเกิดผลึก ($\%X_c$) ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ หาได้ตามสมการที่ 2.1 และรวบรวมไว้ในตารางที่ 2.2 ซึ่งพบว่าเมื่อเติมเส้นใยหญ้าแฝกลงในพอลิแลกติกแอซิด พลังงานความร้อนในการเกิดผลึก (ΔH_c) ของ คอมโพลีระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1% และ 5% เพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด อย่างไรก็ตาม ที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 10% และ 20% พลังงานความร้อนในการเกิดผลึก (ΔH_c) จะลดลงเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด นอกจากนี้ไม่พบการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนในการเกิดผลึก (ΔH_c) ของ

คอมโพลีเมอร์ ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ อาจจะเป็นไปได้ว่าการเกิดผลึกของ คอมโพลีเมอร์ ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์เกิดขึ้นสมบูรณ์แล้วในขั้นตอนการทำให้เย็นลง



รูปที่ 2.28 กราฟ DSC ของพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ที่ปริมาณหญ้าแฝก 20% บันทึกระหว่างการให้ความร้อนด้วยอัตราเร็วที่แตกต่างกัน

องศาการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ เพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด เมื่อปริมาณเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นจาก 1% ถึง 10% องศาการเกิดผลึกเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด เมื่อปริมาณเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นถึง 20% องศาการเกิดผลึกลดลงเมื่อเทียบกับคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณ 1% ถึง 10% อธิบายได้ว่าเนื่องจาก สัดส่วนโดยน้ำหนัก (volume fraction) ของเส้นใยหญ้าแฝกต่อพอลิแลกติกแอซิดสูง ทำให้พบการเกิดผลึกที่บริเวณผิวของเส้นใยหรือเรียกว่าการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันเท่านั้น ผลึกที่เกิดในบัลค์เกิดขึ้นได้ยากเนื่องจากเส้นใยหญ้าแฝกอยู่ชิดกัน ทำให้ไม่มีพื้นที่ในการเกิดผลึกในส่วนที่เป็นบัลค์

สำหรับคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ องศาการเกิดผลึกที่ปริมาณทัลก์ 20% ลดลงเมื่อเทียบกับปริมาณทัลก์ 1% ซึ่งอธิบายได้เช่นเดียวกับกรณีของเส้นใยหญ้าแฝก¹⁵

ตารางที่ 2.2 พลังงานความร้อนในการหลอมผลึก (ΔH_m) พลังงานความร้อนในการเกิดผลึก (ΔH_c) และ องศาการเกิดผลึก ($\%X_c$) ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

ตัวอย่าง	ΔH_m (จูล/กรัม)	ΔH_c (จูล/กรัม)	$\%X_c$
พอลิแลกติกแอซิด	31.12	-29.64	33.46
1%เส้นใยหญ้าแฝก	32.87	-30.00	35.70
5% เส้นใยหญ้าแฝก	33.26	-31.59	37.65
10% เส้นใยหญ้าแฝก	33.21	-28.99	39.68
20% เส้นใยหญ้าแฝก	26.20	-20.09	35.22
1% ทัลก์	38.18	-	41.47
20% ทัลก์	28.58	-	38.41

2.5 สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองพบว่า อัตราการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์มากที่สุดเมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกอัตราการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 20% มากกว่าของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1% ถึง 10% อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ต่ำกว่าพอลิแลกติกแอซิด เมื่อปริมาณเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นอุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลลดลง

นอกจากนี้ที่อัตราการทำให้เย็นลง 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จะไม่พบพีการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ เมื่ออัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จะพบพีการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ยิ่งไปกว่านั้น ภายใต้สภาวะการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที พีการเกิดผลึก แบบทราน

คริสตัลไลเซชันของคอมโพสิต ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ในขณะที่เดียวกันจะไม่พบพิกการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์เมื่อ อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

ในทางตรงกันข้าม ไม่พบพิกการเกิดผลึกของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก แม้ว่าอัตราการทำให้เย็นลงจะต่ำถึง 1 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้สภาวะการให้ความร้อนครั้งที่สองไม่พบพิกการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ อัตราการให้ความร้อน 20 และ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที ปริมาณผลึกของพอลิแลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นเมื่อมีเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ แสดงให้เห็นว่าเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีไอให้กับพอลิแลกติกแอซิด

2.6 เอกสารอ้างอิง

- 1 Wong, S., Shanks, R. A., and Hodzic, A., *Compos. Sci. Technol.*, 67, 2478, 2007.
- 2 Lee, S.-H., and Wang, S., *Compos. Part A.*, 37, 80, 2006.
- 3 Oksmana, K., Skrifvarsb, M., and Selinc, J.-F., *Compos. Sci. Technol.*, 63, 1317, 2003.
- 4 Li, H., and Huneault, M. A., *Polymer*, 48, 6855, 2007.
- 5 Huda, M. S., Drzal, L. T., Mohanty, A. K., and Misra, M., *Compos. Sci. Technol.*, 66, 1813, 2006.
- 6 Kuana, C.-F., Kuana, H.-C., M.Mab, C.-C., and Chen, C.-H., *J. Phys. Chem. Solids.*, 69, 1395, 2008
- 7 Bledzki, A. K., and Gassan, J., *Prog. Polym. Sci.*, 24, 221, 1999.
- 8 Parka, J.-M., Kima, D.-S., and Kimb, S.-R., *Comp. Sci. Technol.*, 63, 403, 2003.
- 9 Cheung, H.-Y., Lau, K.-T., Tao, X.-M., and Hui, D., *Comp. Part B: Eng.*, 39, 1026, 2008.
- 10 Wang, Y., and Mano, J. O. F., *Euro. Polym. J.*, 41, 2335, 2005.
- 11 Yeh, J.T., Huang, C. Y., Chai, W. L., and Chen, K. N., *J. Appl. Polym. Sci.*, 112, 2757, 2009.
- 12 Smith, D., Drews. M.J., and Vasanthan, N., *National Textiles Center Annual Report.*, 1-10, 2005
- 13 Srimoan, P., Dangseeyun, N., and Supaphol, P., *Euro. Polym. J.*, 40, 599, 2004.
- 14 Mathot, V. B.F. (1994). *New York* : Hanser publishers.
- 15 Medeiros, E. S. de., Tocchetto, R. S., Carvalho, L. H. de., Santos, I. M. G., and Souza, A. G., *J. Therm. Anal. Cal.*, 66, 523, 2001



บทที่ 3

การศึกษาอัตราการเติบโตของผลึกของพอลิแลกติกแอซิด และพอลิแลกติกแอซิดคอมโพสิต

3.1 บทคัดย่อ

การศึกษาอัตราการเติบโตของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดและพอลิแลกติก แอซิดคอมโพสิต พบว่ามีการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันที่ผิวของเส้นใยหญ้าแฝกและทล็ก อัตราการเติบโตของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดมากกว่าอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ในขณะที่อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทล็กมากกว่าอัตราการเติบโตของผลึก ในคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและพอลิแลกติกแอซิดคอมโพสิต ยิ่งไปกว่านั้นอัตราการเติบโตของผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทล็กมากกว่าในคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก นอกจากนี้อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิตเร็วกว่าอัตราการเติบโตของผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับอัตราการเติบโตของผลึกในพอลิแลกติกแอซิดและพอลิแลกติกแอซิดคอมโพสิตมีลักษณะเป็นรูปประฆังคว่ำและใช้ได้กับสมการฮอฟฟ์แมน-ลอริเซน อัตราการเติบโตของผลึกสูงสุดของพอลิแลกติกแอซิดและพอลิแลกติกแอซิดคอมโพสิต อยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 135 องศาเซลเซียส

คำสำคัญ: อัตราการเติบโต/พอลิแลกติกแอซิด/เส้นใยหญ้าแฝก/ทล็ก

3.2 บทนำ

พอลิแลกติกแอซิด (PLA) เป็นพอลิเมอร์ที่ได้จากแหล่งที่สามารถปลูกทดแทนได้ ข้อดีของพอลิแลกติกแอซิด คือ ใช้พลังงานในการผลิตน้อย ช่วยลดก๊าซเรือน อย่างไรก็ตาม พอลิแลกติกแอซิดเป็นพอลิเมอร์ที่มีคุณสมบัติเปราะ โครงสร้างทางสเตอริโอเคมีเปลี่ยนแปลงง่ายโดยการควบคุมกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน นอกจากนี้พอลิแลกติกแอซิดประกอบไปด้วย 2 ไอโซเมอร์คือ แบบแอล (L) และ ดี (D) อัตราส่วนของไอโซเมอร์ที่แตกต่างกันสมบัติของพอลิแลกติกแอซิดจะต่างกัน

โดยทั่วไป สมบัติของพอลิเมอร์คอมโพสิตขึ้นอยู่กับพฤติกรรมการเกิดผลึก ดังนั้นการศึกษาพฤติกรรมการเกิดผลึกของพอลิเมอร์คอมโพสิตจึงมีความจำเป็น ก่อนหน้านี้ได้มีการศึกษาการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดโดยมีตัวก่อเกิดนิวคลีไอ¹ ตัวก่อเกิดนิวคลีไอจะส่งผลต่อสัญญาณวิทยาของผลึกในพอลิเมอร์ ซึ่งโดยปกติ ผลึกและอัตราการเกิดผลึกจะเพิ่มขึ้นเมื่อมีตัวก่อเกิดนิวคลีไอ² มีงานวิจัยที่รายงานว่าทล็กเป็นตัวก่อเกิดนิวคลีไอที่ดีสำหรับพอลิแลกติกแอซิด¹ ในขณะเดียวกัน ก็มีรายงานว่า

เส้นใยธรรมชาติสามารถเหนียวทำให้เกิดผลึกที่ผิวของเส้นใยธรรมชาติได้ เรียกว่าการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน³

ก่อนหน้านี้เส้นใยหญ้าแฝกแสดงประสิทธิภาพในการเพิ่มความอดหยุ่นของยัง (Young's modulus) ในคอมโพสิทระหว่างพอลิพอพิลีนกับเส้นใยหญ้าแฝก⁴ เนื่องจากพอลิพอพิลีนเป็นพอลิเมอร์ที่ใช้เวลาในการย่อยสลายนานแต่พอลิแลกติกแอซิดเป็นพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้เร็วและย่อยสลายได้เองในธรรมชาติ ดังนั้นจึงนำเอาพอลิแลกติกแอซิดมาใช้แทนพอลิพอพิลีน และการนำเอาหญ้าแฝกมาเป็นสารตัวเติมในพอลิแลกติกแอซิดยังไม่มีผู้ศึกษา จึงเป็นที่มาของการทดลองนี้

3.3 วิธีการดำเนินการทดลอง

3.3.1 วัสดุและสารเคมี

พอลิแลกติกแอซิด เกรด 4042D จากบริษัท Nature Works, LLC. หญ้าแฝก (*Vetiveria Zizanioides*) ที่มีอายุประมาณ 6–8 เดือน. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เกรดปฏิบัติการ จากบริษัท Italmar (Thailand) Co., Ltd. ทัลก์ เกรด 86255 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 45 ไมโครเมตร ยี่ห้อ Fluka.

3.3.2 การเตรียมเส้นใยหญ้าแฝก

เส้นใยหญ้าแฝกเตรียมได้โดย ล้างหญ้าแฝกให้สะอาดแล้วนำไปผึ่งให้แห้ง จากนั้น นำใบของหญ้าแฝกไปบดด้วยเครื่องบดและร่อน ให้มีความยาว 2 มิลลิเมตร นำไปล้างด้วยน้ำอีกครั้งแล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 คืน นำเส้นใยหญ้าแฝกที่ได้มาทำการปรับปรุงโดยแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์โดยมวลต่อปริมาตร เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราส่วนของเส้นใยหญ้าแฝกต่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็น 1:25 โดยมวลต่อปริมาตร จากนั้นนำไปล้างด้วยน้ำแล้วนำไปอบในตู้อบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.3 การเตรียมคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

การเตรียมคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกทำได้โดยนำเส้นใยหญ้าแฝกและพอลิแลกติกแอซิดในอัตราส่วน 1% 5% 10% และ 20% เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มาผสมกันโดยใช้เครื่องผสมภายใน (internal mixer) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 50 รอบต่อนาที เวลาในการผสม 13 นาที หลังจากนั้นนำมาบดและอบให้แห้ง ในการเตรียมคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ทำได้โดยใช้วิธีเดียวกันแต่เปลี่ยนจากการใช้เส้นใยหญ้าแฝกเป็นทัลก์ อัตราส่วน 1% และ 20% เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

3.3.4 การเตรียมตัวอย่าง

แผ่นฟิล์มบางของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลิโธระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใย หนุ้าแฝกและคอมโพลิโธระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ เตรียมได้โดยการใช้เครื่องกดอัด ที่ อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ตัวอย่างที่เตรียมได้จะนำไปตรวจสอบอัตราการเติบโตของผลึกของพอลิ แลกติกแอซิดและพอลิแลกติก แอซิดคอมโพลิโธ

3.3.5 อัตราการเติบโตของผลึก

อัตราการเติบโตของผลึก (G) ตรวจวัดโดยใช้ แท่นความร้อน (Linkam TH600) ภายใต้เครื่อง โพลาริท์ ไลท์ ออพติคอล ไมโครสโคป ที่เชื่อมต่อกับกล้องวิดีโอ จะเริ่มให้ความร้อนกับ ตัวอย่างจากอุณหภูมิห้องถึง อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 20 องศา เซลเซียสต่อนาที คงความร้อนไว้ที่อุณหภูมิ 220 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้น ลด อุณหภูมิลงไปที่อุณหภูมิก่เกิดผลึกต่างๆ ด้วยอัตราการทำให้เย็นลง 50 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นวัดรัศมีของผลึกที่เปลี่ยนแปลงไปตามเวลา อัตราการเติบโตของผลึกที่อุณหภูมิก่เกิดผลึก ต่างๆ หาได้จากความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึก (crystallization time) กับรัศมีของผลึก (spherulite radius) อัตราการเติบโตของผลึกที่ได้จากการทดลองจะนำไปใช้กับ สมการของฮอฟฟ์แมน-ลอริเซน ⁵

$$G(T) = G_0 \exp\left[\frac{-U^*}{R(T_c - T_\infty)}\right] \exp\left[\frac{-K_g}{T_c(\Delta T)f}\right] \quad (3.1)$$

- เมื่อ
- G (T) คือ อัตราการเติบโตของผลึก
 - G₀ คือ pre-exponential factor containing quantities no strongly dependent on temperature.
 - U* คือ พลังงานที่ใช้สำหรับการเคลื่อนที่ของสายโซ่ของพอลิเมอร์ในพอลิเมอร์หลอม
 - R คือ ค่าคงที่ของก๊าซ
 - K_g คือ ค่าคงที่การเกิดผลึก.
 - T_∞ หาได้จาก T_∞ = T_g - 30 (K).
 - f หาได้จาก $f = 2T_c / (T_m^0 + T_c)$,
 - T_m⁰ คือ อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุล
 - ΔT หาได้จาก T_m⁰ - T_c.

3.4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

รูปที่ 3.1 (ก)-(ง) แสดงภาพการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส ซึ่งพบว่ามีผลึกของพอลิแลกติกแอซิดเกิดขึ้นในบัลค์ เส้นผ่านศูนย์กลางของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาการเกิดผลึกเพิ่มขึ้น รูปที่ 3.2 (ก)-(ง) แสดงรูปการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดในบัลค์และบนผิวของเส้นใยหญ้าแฝกในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส ซึ่งพบว่ามีผลึกของพอลิแลกติกแอซิดเกิดขึ้นในบัลค์ในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก การเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน (TC) เกิดขึ้นที่ผิวของเส้นใยหญ้าแฝก การเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน เป็นการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดที่เกิดจากตัวก่อเกิดนิวเคลียสไอแบบเฮเทอโรเจเนียส (Heterogeneous nucleation) บริเวณผิวของเส้นใยหญ้าแฝกและเติบโตตั้งฉากกับแกนของเส้นใยและจะโตไปเรื่อยๆจนกระทั่งไปสัมผัสกับผลึกที่เกิดขึ้นในบัลค์ ซึ่งการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันบริเวณผิวของเส้นใยหญ้าแฝกนั้น สมนึกและเพื่อนร่วมงานได้สังเกตเห็นในคอมโพสิท ระหว่างพอลิพพิลีนและเส้นใยหญ้าแฝกด้วย ⁵

จากรูปที่ 3.2 (ก)-(ง) พบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดในบัลค์ในคอมโพสิท ระหว่างพอลิพพิลีนและเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาการเกิดผลึกเพิ่มขึ้น ในขณะที่ความกว้างของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาการเกิดผลึกเพิ่มขึ้น ภาพผลึกของพอลิแลกติกแอซิดในบัลค์และบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกนั้นคือ เส้นผ่านศูนย์กลางของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดในบัลค์ในคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาการเกิดผลึกเพิ่มขึ้นในขณะที่ความกว้างของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาการเกิดผลึกเพิ่มขึ้นเช่นกัน

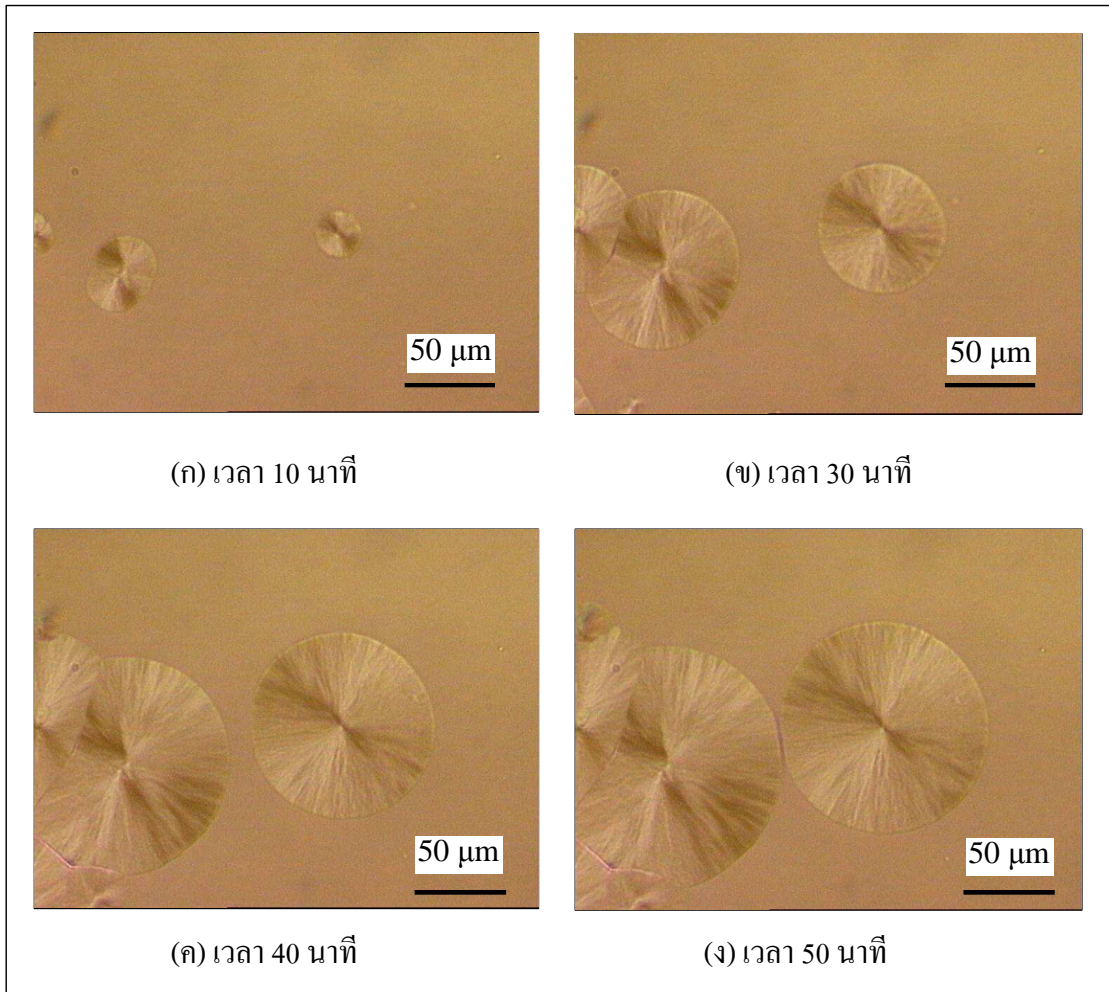
อัตราการเกิดผลึก ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆของพอลิแลกติกแอซิดในบัลค์จะหาโดยการวัดรัศมีของผลึกเทียบกับเวลาการเกิดผลึก อัตราการเกิดผลึกของพอลิแลกติกแอซิดบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกหาได้โดยการวัดความกว้างของผลึกพอลิแลกติกแอซิดบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันซึ่งตั้งฉากกับผิวของเส้นใยหญ้าแฝกเทียบกับเวลาการเกิดผลึกซึ่งการวัดอัตราการเกิดผลึกในคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกจะทำเช่นเดียวกันกับวิธีการวัดอัตราการเกิดผลึกในคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก

กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการเกิดผลึกกับรัศมีของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดแสดงในรูปที่ 3.4 ซึ่งพบว่า ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆ รัศมีของผลึกเพิ่มขึ้นเป็นเส้นตรงเมื่อเวลาในการเกิดผลึกเพิ่มขึ้น ซึ่งผลการทดลองนี้จะสังเกตพบในบัลค์ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก

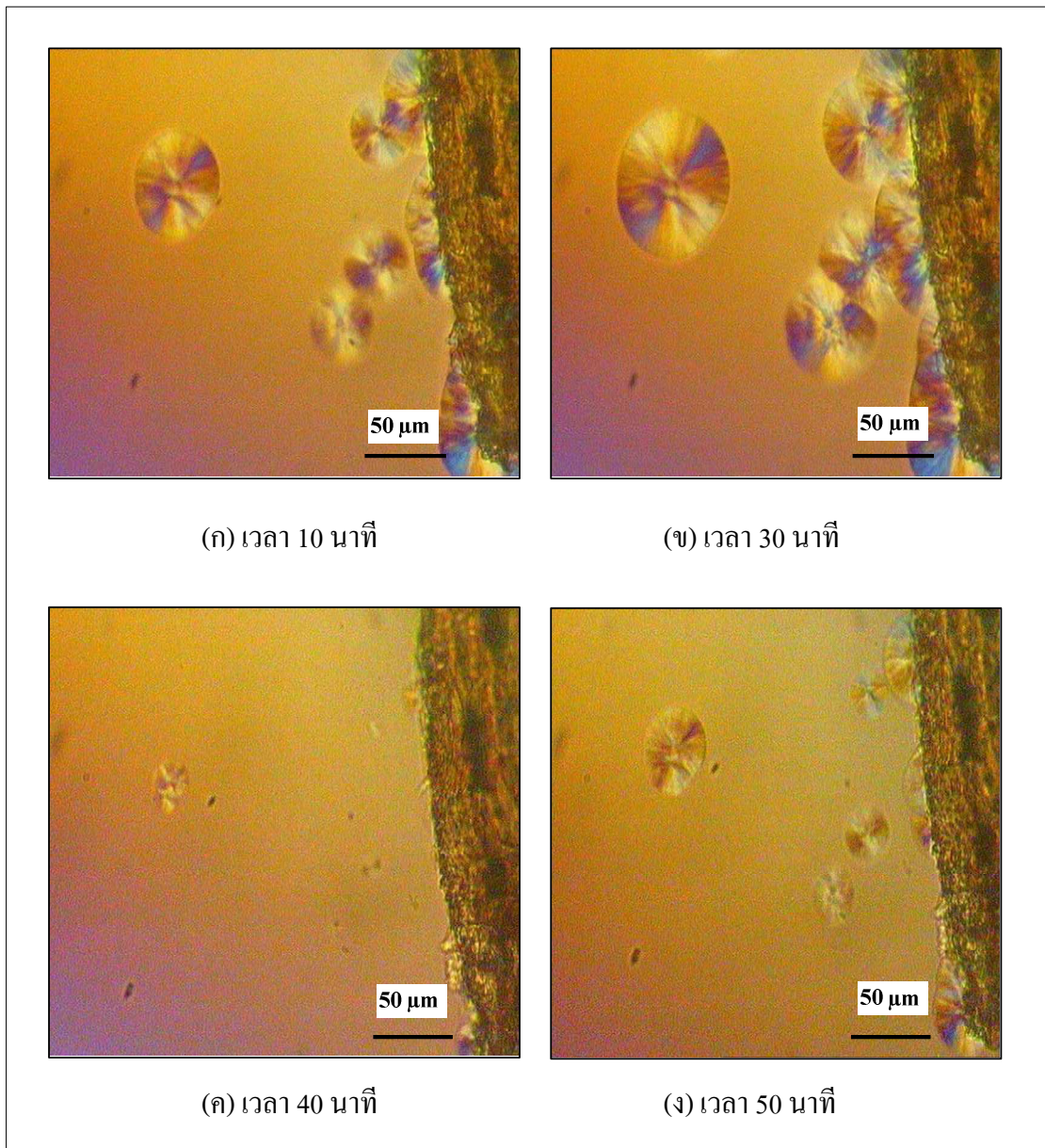
ใยหุ้มแผลงและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ดังแสดงในรูปที่ 3.5 และ 3.6 ตามลำดับ กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับความกว้างของผลึกในบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลงและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ดังแสดงในรูปที่ 3.7 และ 3.8 ตาม ลำดับ

จากรูปที่ 3.4 ถึง 3.8 พบว่าขนาดของผลึกก่อนที่จะสัมผัสกับผลึกที่อยู่ข้างๆ เป็นดังนี้ ขนาดของผลึกที่เกิดขึ้นในบัลค์ ของพอลิแลกติกแอซิด (รูปที่ 3.4) มีขนาดใหญ่กว่าผลึกในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลง (รูปที่ 3.5) และคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ เช่นเดียวกันกับผลึกที่เกิดขึ้นในบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันจะมีขนาดเล็กกว่าผลึกที่เกิดขึ้นในบัลค์ ทั้งในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลงและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ (รูปที่ 3.7 และ 3.8 ตามลำดับ) กรณีของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ผลึกที่เกิดขึ้นในบัลค์มีขนาดเล็กที่สุดเมื่อเทียบกับผลึกในบัลค์ของพอลิแลกติกแอซิดและ คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลง ผลึกขนาดเล็กในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลงแสดงในรูปที่ 3.9 (ก)-(ค) ซึ่งพบว่า จำนวนผลึกในพอลิแลกติกแอซิด (รูปที่ 3.9 ก) มีปริมาณน้อยกว่าผลึกในคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลงและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ ทัลก์ ในขณะที่ขนาดของผลึกในพอลิแลกติกแอซิดมีขนาดใหญ่กว่าผลึกในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลงและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ในขณะที่ขนาดของผลึกในพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลง (รูปที่ 3.9 ข) มีจำนวนนิวคลีไอมากกว่าในพอลิแลกติกแอซิดซึ่งบ่งชี้ด้วยจำนวนของผลึก ในขณะที่คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ (รูปที่ 3.9 ค) มีจำนวนผลึกมากที่สุด ซึ่งอธิบายได้ว่า ความหนาแน่นของนิวคลีไอใน คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์มากกว่าในพอลิแลกติกแอซิดและคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหุ้มแผลง ส่งผลให้ผลึกมีขนาดเล็ก ซึ่งบอกให้ทราบว่าเส้นใยหุ้มแผลงและทัลก์ทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีไอในพอลิแลกติกแอซิดคอมโพสิท

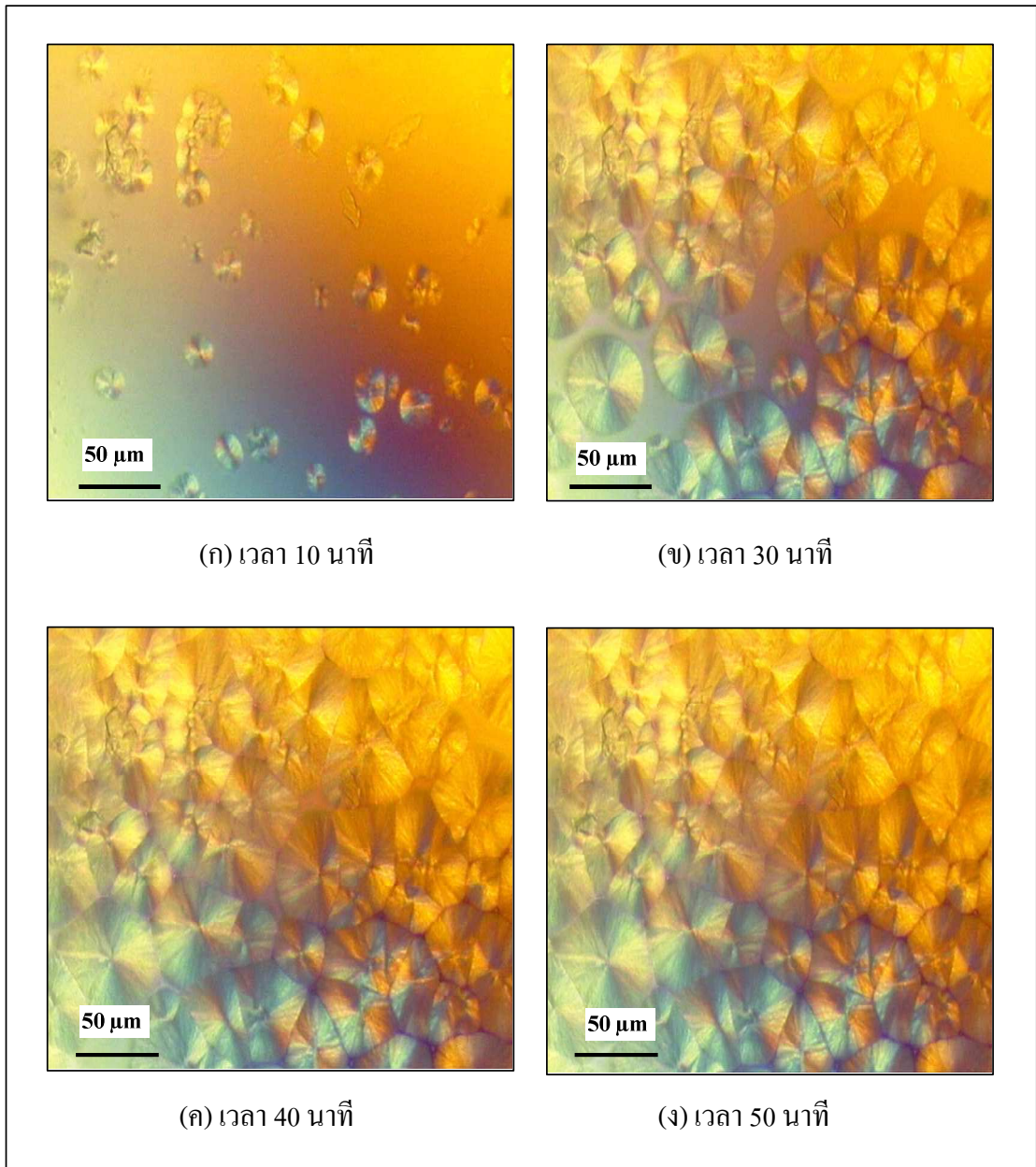
อัตราการเติบโตของผลึกของพอลิแลกติกแอซิดในพอลิแลกติกแอซิดคอมโพสิทหาได้จาก ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับรัศมีของผลึกหรือความกว้างของผลึก ในรูปที่ 3.4 ถึง 3.8 จากนั้นอัตราการเติบโตของผลึก ณ อุณหภูมิต่างๆ แสดงในรูปที่ 3.10



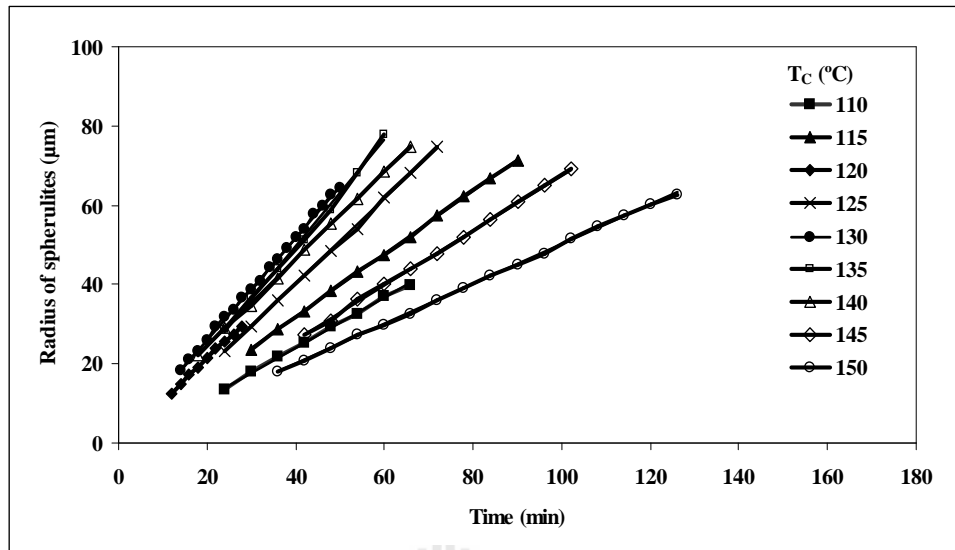
รูปที่ 3.1 ภาพผลึกของพอลิเอทิลีนที่อุณหภูมิการเกิดผลึก 130° องศาเซลเซียส ณ เวลาแตกต่างกัน



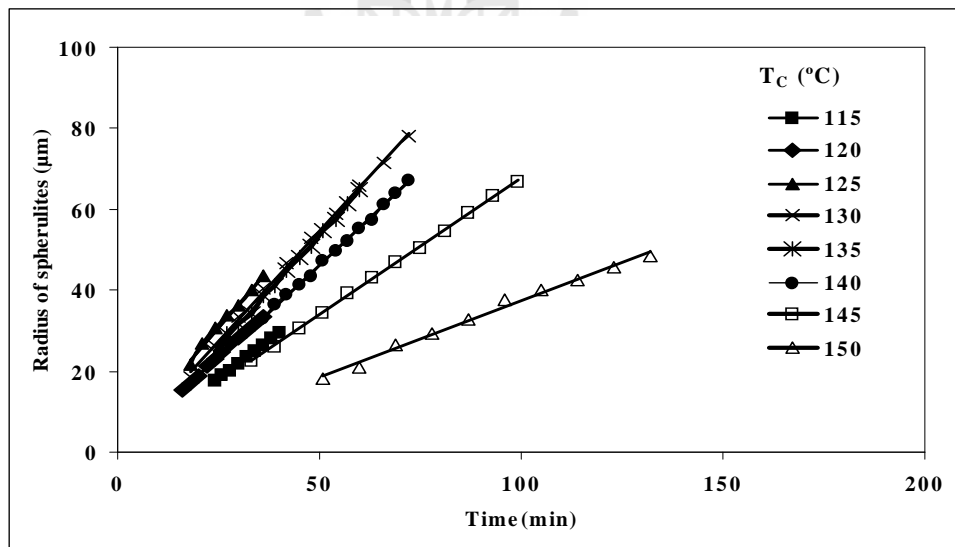
รูปที่ 3.2 ภาพผลึกของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกระหว่างการเกิด ผลึก ที่อุณหภูมิการเกิดผลึก 130° องศาเซลเซียส ณ เวลาแตกต่างกัน



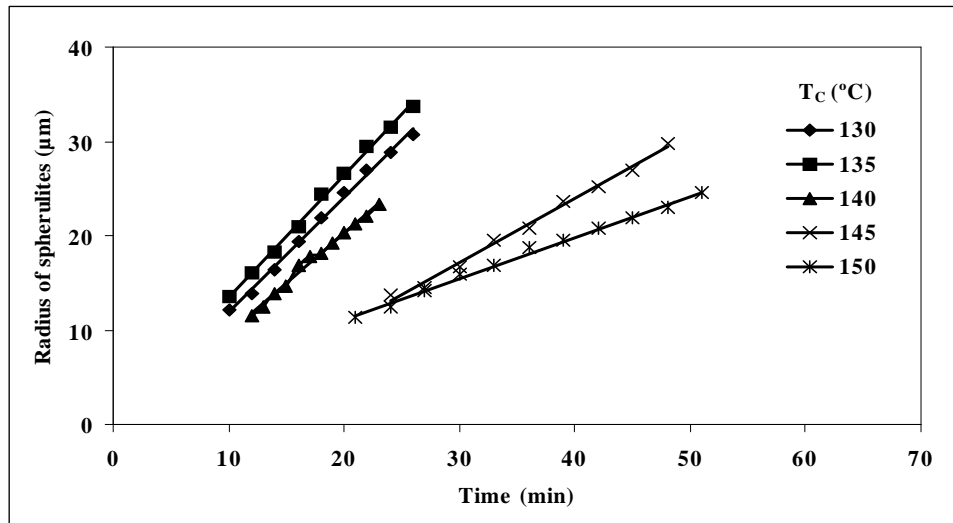
รูปที่ 3.3 ภาพผลึกของคอมโพลีโพลีโพรพิลีนระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ระหว่างการเกิด ผลึกที่ อุณหภูมิการเกิดผลึก 130° องศาเซลเซียส ณ เวลาแตกต่างกัน



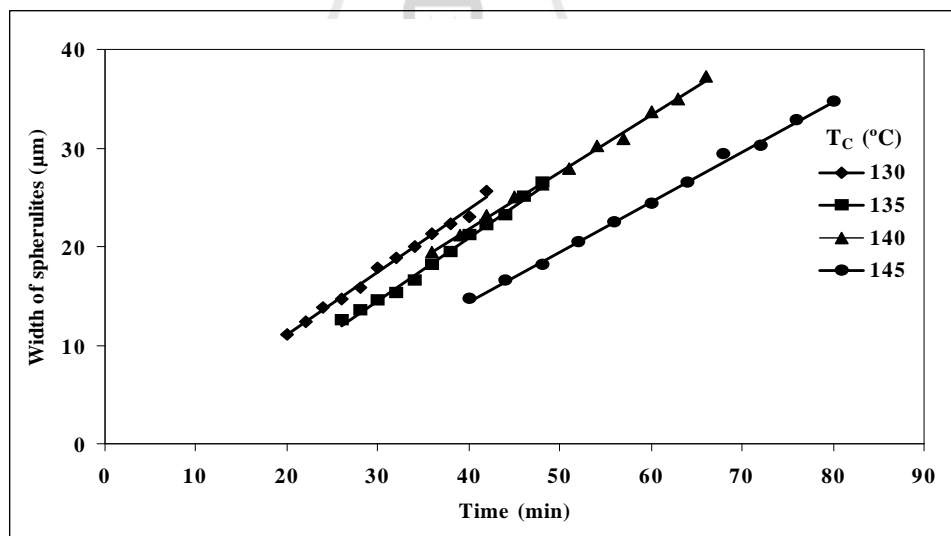
รูปที่ 3.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับรัศมีของผลึกของพอลิแลกติกแอซิด ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน



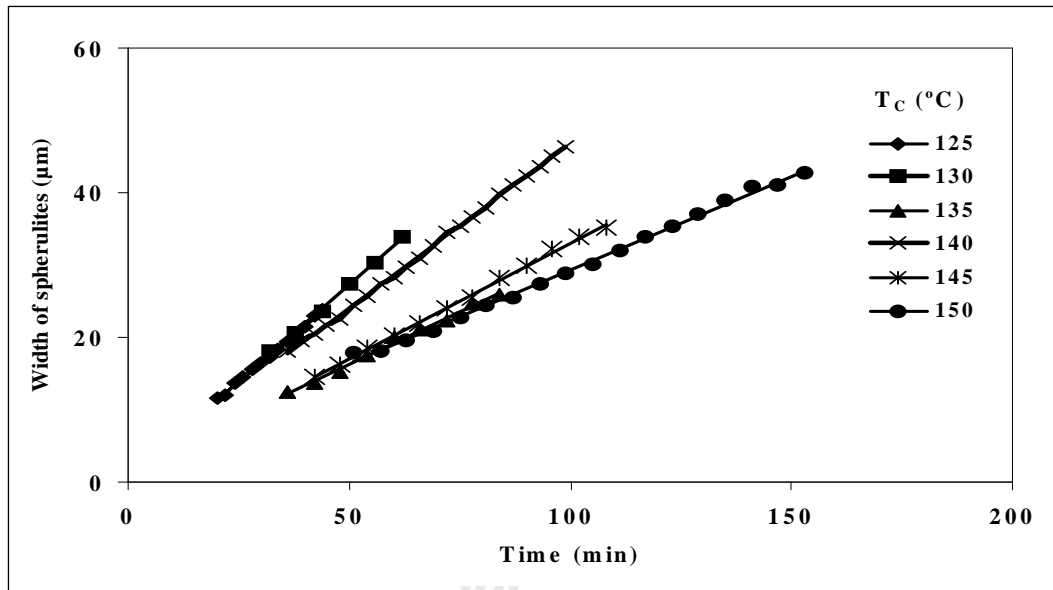
รูปที่ 3.5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับรัศมีของผลึกในบัลก์ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน



รูปที่ 3.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับรัศมีของผลึกในบัลก์ของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทีลค์ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน

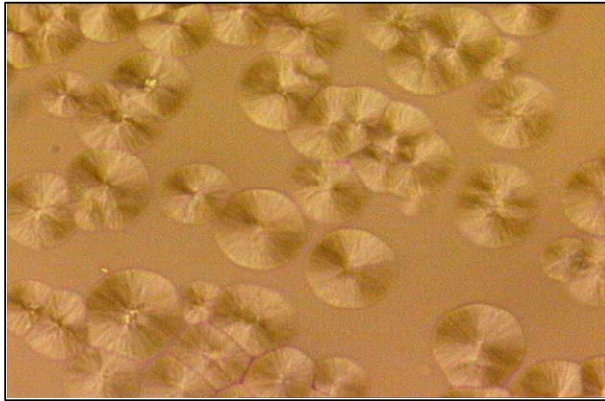


รูปที่ 3.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับรัศมีของผลึกในบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทีลค์ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน

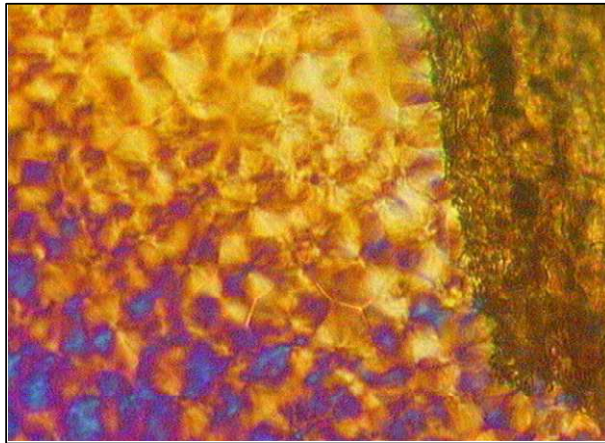


รูปที่ 3.8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการเกิดผลึกกับรัศมีของผลึกในบริเวณที่เกิดผลึกแบบ
 ทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ณ
 อุณหภูมิการเกิดผลึกแตกต่างกัน





(ก)
พอลิแลกติกแอซิด
 $T_C = 115^\circ\text{C}$, 43 min

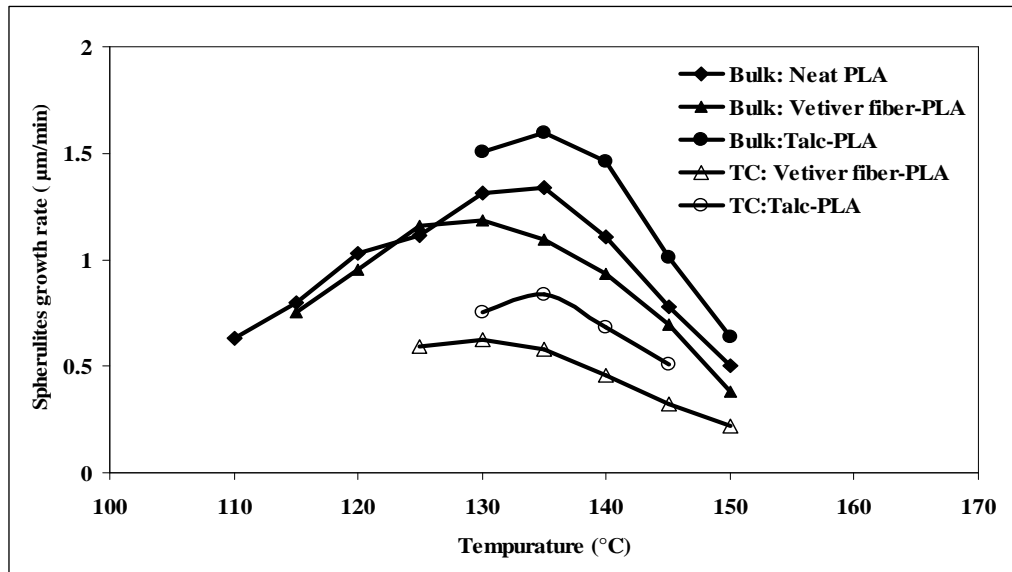


(ข)
คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติก
แอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก
 $T_C = 115^\circ\text{C}$, 40 min

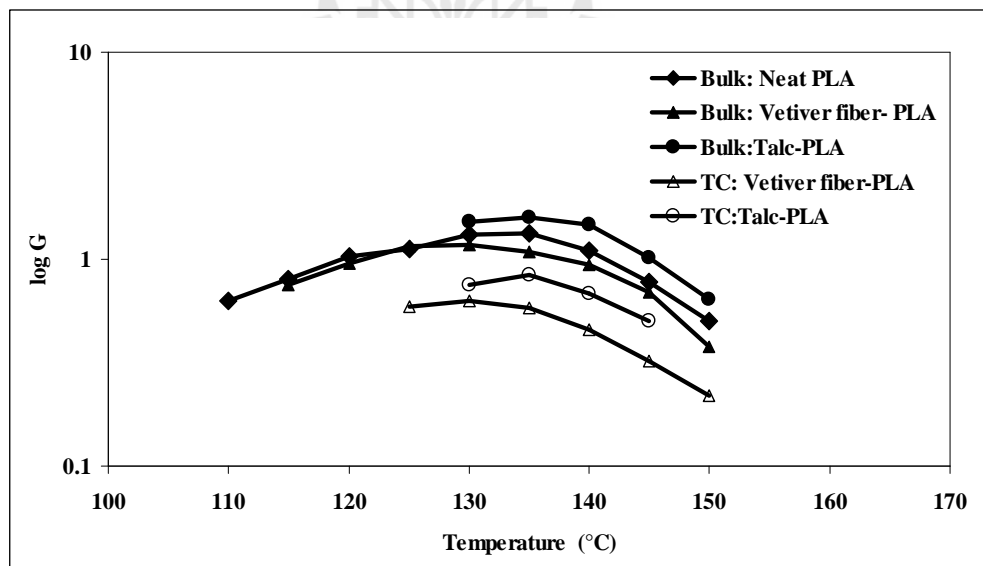


(ค)
คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติก
แอซิดและถักรัก
 $T_C = 115^\circ\text{C}$, 10 min

รูปที่ 3.9 ภาพผลึกของ พอลิแลกติกแอซิด (ก) คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติก แอซิดและเส้นใยหญ้า
แฝก (ข) และคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและถักรัก (ค) ณ อุณหภูมิการเกิดผลึก
115 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.10 กราฟแสดงอัตราการเติบโตของผลึกของ พอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก และคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆ



รูปที่ 3.11 อัตราการเติบโตของผลึกแสดงในรูปแบบลอการิทึม ณ อุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆ

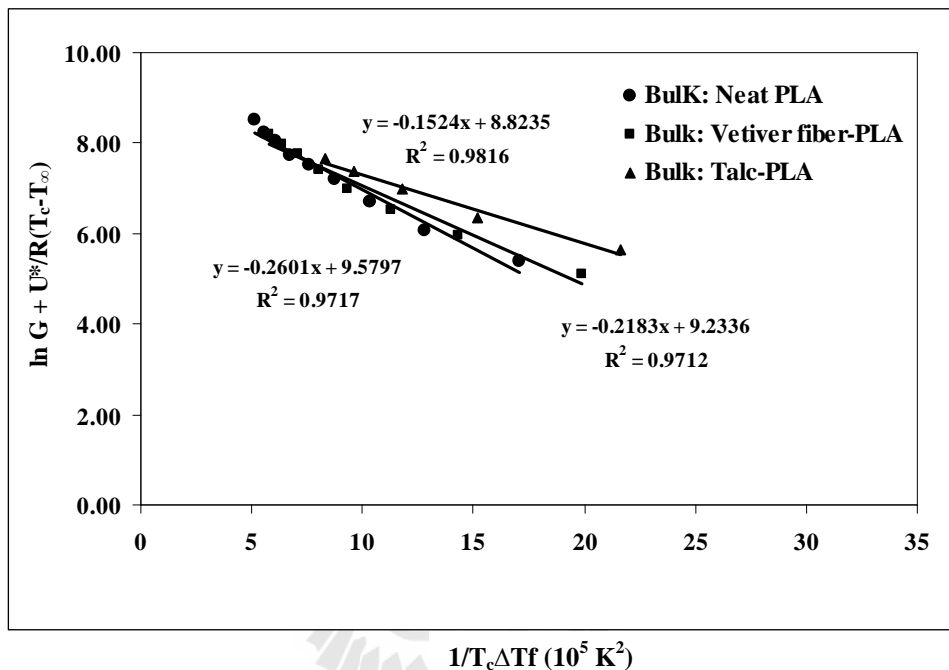
รูปที่ 3.11 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการเติบโตของผลึกในรูปแบบลอการิทึม ธรรมชาติของอุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆ ($\log G$ as a function of crystallization temperatures (T_c)) จากรูป 3.11 พบว่ากราฟมีลักษณะเป็นรูปประซังคว่ำ อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของพอลิแลกติกแอซิดสูงกว่าอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก ซึ่งสมนึกและคณะ⁵ พบว่าอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของพอลิพอพิลีนสูงกว่าอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิทระหว่างพอลิพอพิลีนและเส้นใยหญ้าแฝก อาจเป็นไปได้ว่าเส้นใยหญ้าแฝกขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่ของพอลิเมอร์ อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ สูงกว่าอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของ พอลิแลกติกแอซิด และคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก อย่างไรก็ตาม อัตราการเติบโตของผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์สูงกว่าอัตราการเติบโตของผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน ซึ่งเป็นไปได้ว่าทัลก์เอื้ออำนวยให้เกิด นิวคลีไอมากกว่าเส้นใยหญ้าแฝก มากไปกว่านั้น อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของ คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์สูงกว่าอัตราการเติบโตของผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน

โดยทั่วไปอัตราการเกิดผลึกขึ้นอยู่กับอัตราการเกิดนิวคลีไอและอัตราการเติบโตของผลึก ในการทดลองนี้ อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ และในบริเวณที่เกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ต่ำกว่าในพอลิแลกติกแอซิด อย่างไรก็ตามอัตราการเกิดผลึกในพอลิแลกติกคอมโพสิทสูงกว่าในพอลิแลกติกแอซิด อาจเป็นไปได้ว่าอัตราการเกิดนิวคลีไอมีผลมากกว่าอัตราการเติบโตของผลึก ซึ่งผลนี้พบในคอมโพสิทระหว่างพอลิพอพิลีนกับเส้นใยธรรมชาติด้วยเช่นกัน⁵

อัตราการเติบโตของผลึกจากการทดลองของพอลิแลกติกแอซิดและพอลิแลกติกแอซิดคอมโพสิท ธรรมชาติของอุณหภูมิการเกิดผลึกต่างๆ จะนำมาใช้กับสมการที่ 3.1 ตัวแปรที่ใช้สำหรับหาอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และอัตราการเติบโตของผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันประกอบด้วย K_g และ G_0 ซึ่งหาได้จากกราฟในรูป 3.12 และ 3.13 ตามลำดับและรวบรวมไว้ในตารางที่ 3.1 และ 3.2 ตามลำดับ จากรูปที่ 3.12 และ 3.13 พบว่า K_g ของ คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ในบัลค์ และ บริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันต่ำกว่า ในพอลิแลกติกแอซิด ค่า G_0 ของคอมโพสิทระหว่าง พอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ต่ำกว่า ในพอลิแลกติกแอซิด ซึ่งอธิบายได้ว่าการที่มีเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ ทำให้การเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์ลดลง

รูปที่ 3.14 แสดงกราฟความสัมพันธ์ ระหว่างอุณหภูมิการเกิดผลึกกับอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ พบว่า สมการที่ 3.1

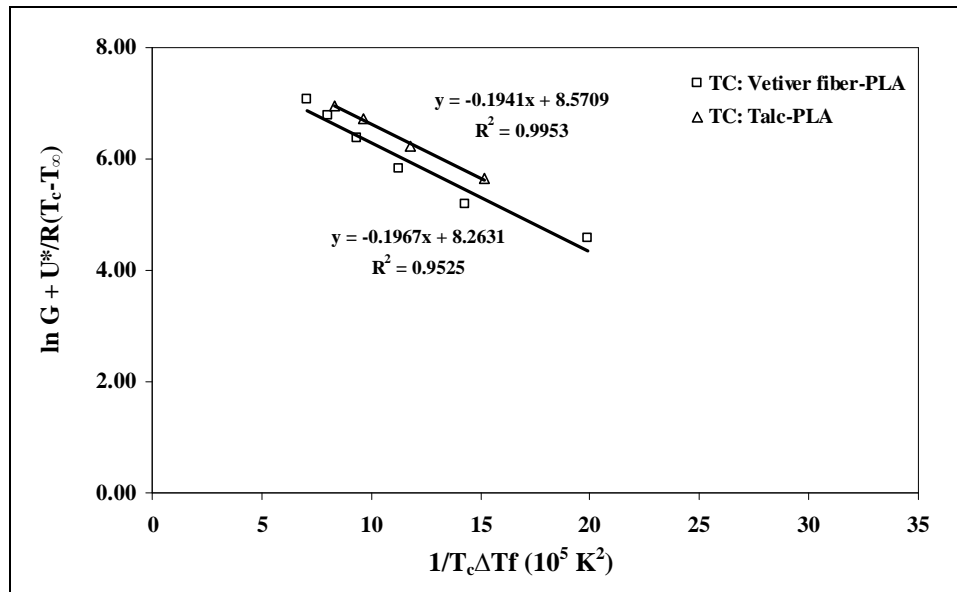
เป็นสมการของ ฮอฟฟ์แมน-ลอริเซน (Hoffman-Lauritzen equation) ซึ่งใช้สำหรับคำนวณหาอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน จากรูปที่ 3.14 อัตราการเติบโตของผลึกทั้งในพอลิแลกติกแอซิดและพอลิแลกติกแอซิดคอมโพสิต มีลักษณะเป็นรูปประฆังคว่ำ อัตราการเติบโตของผลึกสูงสุด อยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 135 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.12 การคำนวณหาค่า K_g และ G_0 ในบัลค์ ของ พอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

ตารางที่ 3.1 ค่า K_g และ G_0 ในบัลค์ ของ พอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิตระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

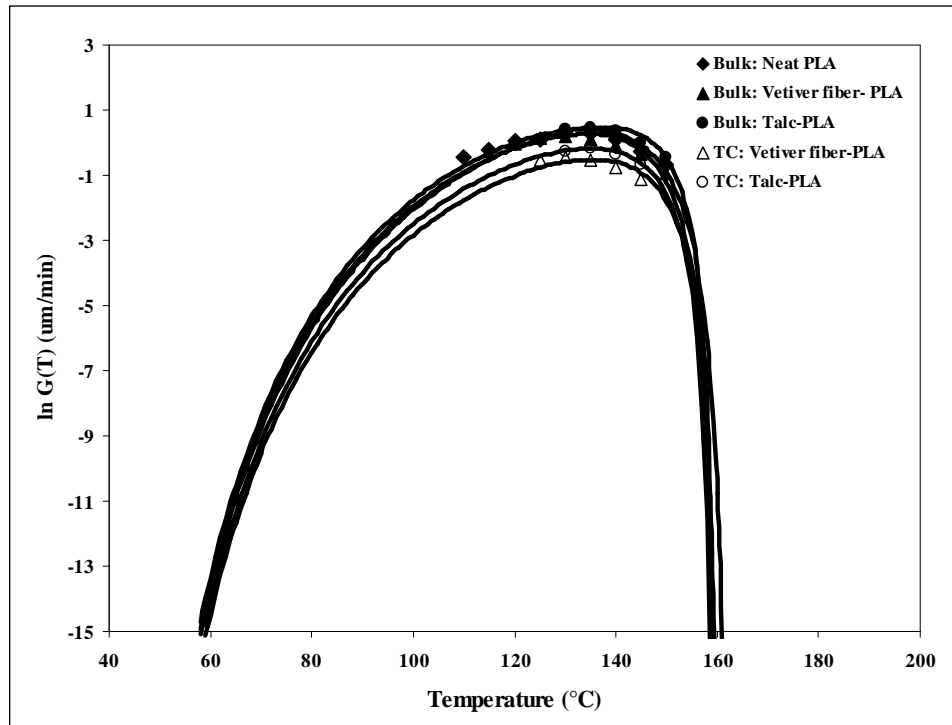
ตัวอย่าง	K_g (K^2)	G_0 ($\mu\text{m}/\text{min}$)
Neat PLA	2.60×10^4	1.45×10^4
Vetiver fiber-PLA	2.18×10^4	1.02×10^4
Talc-PLA	1.52×10^4	0.68×10^4



รูปที่ 3.13 การคำนวณหาค่า K_g และ G_0 ในบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

ตารางที่ 3.2 ค่า K_g และ G_0 ในบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน ของพอลิแลกติกแอซิด คอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิท ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

ตัวอย่าง	$K_g (K^2)$	$G_0 (\mu\text{m}/\text{min})$
Vetiver fiber-PLA	1.97×10^4	0.39×10^4
Talc-PLA	1.94×10^4	0.53×10^4



รูปที่ 3.14 กราฟความสัมพันธ์ ระหว่างอุณหภูมิการเกิดผลึกกับอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์

3.5 สรุปผลการทดลอง

ในการทดลองนี้ พบการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันบนผิวของเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ของพอลิแลกติกแอซิด อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์สูงที่สุด อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกต่ำกว่าในพอลิแลกติกแอซิด อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์สูงกว่าในคอมโพสิทระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์สูงกว่าในบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน สมการของฮอฟฟ์แมน-ลอริเซน (Hoffman-Lauritzen equation) สามารถใช้คำนวณหาอัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และในบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันอัตราการเติบโตของผลึกสูงที่สุดอยู่ที่อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส

3.6 เอกสารอ้างอิง

- 1 Li, H., and Huneault, M. A., *Polymer*, 48, 6855, 2007.
- 2 Xu, T., Lei, H., and Xie, C. S., *Mater. Des.*, 24, 227, 2003.
- 3 Choudhury, A., *Mater. Sci. Eng.*, 491, 492, 2008.
- 4 Ruksakulpiwat, Y., Suppakarn, N., Sutapun, W., and Thomthong, W., *Compos. Part A*, 38, 590, 2007.
- 5 Somnuk, U., Eder, G., Phinyocheep, P., Suppakarn, N., Sutapun, W., and Ruksakulpiwat, Y., *J. Appl. Polym. Sci.*, 106, 2997, 2007.



บทที่ 4

บทสรุป

อัตราการเกิดผลึกที่อุณหภูมิคงที่ของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์มากที่สุด เมื่อเทียบกับพอลิแลกติกแอซิด คอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกอัตราการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาตรเส้นใยหญ้าแฝก 20% มากกว่าของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ปริมาณเส้นใยหญ้าแฝก 1% ถึง 10% อุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกและคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ต่ำกว่าพอลิแลกติกแอซิด เมื่อปริมาณเส้นใยหญ้าแฝกเพิ่มขึ้นอุณหภูมิการหลอมผลึกที่สภาวะสมดุลลดลง

นอกจากนี้ที่อัตราการทำให้เย็นลง 10 องศาเซลเซียสต่อนาที จะไม่พบพิการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ เมื่ออัตราการทำให้เย็นลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จะพบการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ มากไปกว่า นั้นภายใต้สภาวะการให้ความร้อนครั้งที่สองด้วยอัตราการให้ความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที พิกการเกิดผลึก แบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์ ในขณะที่เดียวกันจะไม่พบพิการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและ ทัลก์เมื่อ อัตราการให้ความร้อนเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

ในทางตรงกันข้าม ไม่พบพิการเกิดผลึกของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก แม้ว่าอัตราการทำให้เย็นลงจะต่ำถึง 1 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้สภาวะการให้ความร้อนครั้งที่สองไม่พบพิการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกที่ อัตราการให้ความร้อน 20 และ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที ปริมาณผลึกของพอลิแลกติกแอซิดเพิ่มขึ้นเมื่อมีเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ แสดงให้เห็นว่าเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ทำหน้าที่เป็นตัวก่อเกิดนิวคลีไอให้กับพอลิแลกติกแอซิด

ในการทดลองนี้ พบการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันบนผิวของเส้นใยหญ้าแฝกและทัลก์ของพอลิแลกติกแอซิด อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์ของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์สูงสุด อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และบริเวณการเกิดผลึกแบบ ทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝกต่ำกว่าในพอลิแลกติกแอซิด อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์และบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชันของคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและทัลก์สูงกว่าในคอมโพลีเมอร์ระหว่างพอลิแลกติกแอซิดและเส้นใยหญ้าแฝก อัตราการเติบโตของผลึกในบัลค์สูงกว่าในบริเวณการเกิดผลึกแบบทราน คริสตัลไล- เซชัน สมการของฮอฟฟ์แมน-ลอริเซน (Hoffman-Lauritzen equation) สามารถใช้คำนวณหาอัตราการเติบโตของผลึกใน

บัลค์และในบริเวณการเกิดผลึกแบบทรานคริสตัลไลเซชัน อัตราการเติบโตของผลึกสูงที่สุดอยู่ที่
อุณหภูมิ 135 องศาเซลเซียส

