

รหัสโครงการ [SUT7-710-54-12-09]



รายงานการวิจัย

การศึกษาสมบัติทางกายภาพของพอลิเมอร์ที่เสริมด้วยซิลิกาจากแกลบ
ทาเลทคอมโพสิตที่เสริมแรงโดยซิลิกาจากแกลบ
(An investigation on physical properties of rice husk silica
reinforced poly (butylene adipate-co-terephthalate)
composites)

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจาก
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว



รายงานการวิจัย

การศึกษาสมบัติทางกายภาพของพอลิบิวทิลีนอะดิเพทโคเทอเรพ-
ทาเลทคอมโพสิทที่เสริมแรงโดยซิลิกาจากแกลบ
(An investigation on physical properties of rice husk silica
reinforced poly (butylene adipate-co-terephthalate)
composites)

คณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นิธินาถ ศุภกาญจน์
สาขาวิชาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

ผู้ร่วมวิจัย

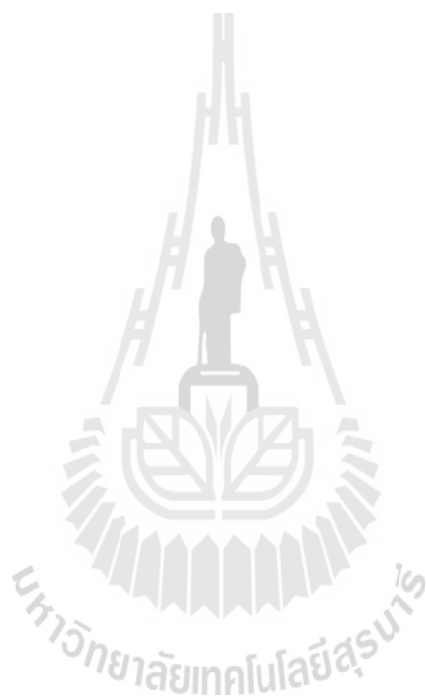
รศ.ดร. จตุพร วิทยาคุณ
สาขาวิชาเคมี สำนักวิชาวิทยาศาสตร์

ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ปีงบประมาณ 2554
ผลงานวิจัยเป็นความรับผิดชอบของหัวหน้าโครงการวิจัยแต่เพียงผู้เดียว

กันยายน 2558

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับเงินทุนสนับสนุนการวิจัยจากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ประจำปี
งบประมาณ 2554 และได้รับการอำนวยความสะดวกด้านการใช้สถานที่ทำการทดลอง เครื่องมือ รวมทั้ง
อุปกรณ์บางส่วนที่ใช้ในการทดลองจากศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัย
เทคโนโลยีสุรนารี โดยมีผู้ช่วยวิจัย คือ นางสาวจิรภา โพธิ์ศรี



บทคัดย่อภาษาไทย

ในการศึกษานี้ ซิลิกาจากแกลบข้าวถูกเตรียมโดยการปรับสภาพแกลบด้วยกรดและเผาที่อุณหภูมิสูง ซิลิกาจากแกลบข้าวในรูปของอสัณฐานซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 97 โดยน้ำหนัก ถูกใช้เป็นสารเสริมแรงสำหรับการเตรียมพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิต

เพื่อศึกษาผลของปริมาณซิลิกาจากแกลบข้าวต่อสมบัติทางกายภาพของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิต ซิลิกาจากแกลบข้าวที่ปริมาณต่างๆ (ร้อยละ 10-60 โดยน้ำหนัก) ถูกนำไปผสมกับพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทในเครื่องบดผสม การใส่ซิลิกาจากแกลบข้าวในพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทเมทริกซ์ช่วยเพิ่มปริมาณความเป็นผลึก ความหนืด ความแข็งแรงต่อแรงดึง ณ จุดครากและ โมดูลัสของการดึง ของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิต อย่างไรก็ตาม การยืดตัว ณ จุดแตกหักและ ค่าความแข็งแรงต่อการกระแทกลดลง นอกจากนี้ สันฐานวิทยาจาก SEM แสดงให้เห็นถึงการยึดติดที่ไม่ดีระหว่างซิลิกาจากแกลบข้าวและพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทเมทริกซ์

เพื่อเพิ่มสมบัติต่างๆ ของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิต ผิวหน้าซิลิกาจากแกลบข้าวถูกปรับเปลี่ยนด้วย γ -เมทาคริลอิกซีโพลีฟอสเฟตไตรเมทอิกซีไชลีน (MPS) ซิลิกาจากแกลบข้าวที่ไม่ได้ถูกปรับเปลี่ยนพื้นผิวและถูกปรับเปลี่ยนพื้นผิว เรียกว่า U-RHS และ MPS-RHS ตามลำดับ พอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิตถูกเตรียมโดยใช้ซิลิกาจากแกลบข้าวที่ปริมาณคงที่ที่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก MPS-RHS ที่ MPS ปริมาณต่าง ๆ (ร้อยละ 0.5-5 โดยน้ำหนัก) สามารถปรับปรุงสมบัติทางกลต่าง ๆ ของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิตและเปลี่ยนอุณหภูมิการสลายตัวและความหนืดของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิตเล็กน้อย ความแข็งแรงต่อแรงดึง ค่าแข็งแรงต่อการกระแทกและอุณหภูมิการสลายตัวของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิตเสริมแรงด้วยซิลิกาจากแกลบข้าวที่ถูกปรับปรุงผิวหน้าด้วย MPS2-RHS ให้ค่ามากที่สุด ยิ่งกว่านั้น สันฐานวิทยาจาก SEM แสดงให้เห็นถึงการยึดติดระหว่าง MPS-RHS และ พอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทเมทริกซ์ที่ดีกว่าการยึดติดระหว่าง U-RHS และ พอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทเมทริกซ์

การศึกษาดูดซึมน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทและพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิต พบว่าการเติม U-RHS ในพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทเพิ่มการดูดซึมน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิต อย่างไรก็ตาม การปรับเปลี่ยนผิวหน้าของ U-RHS ด้วย MPS จะลดการดูดซึมน้ำและการย่อยสลายทางชีวภาพของพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลทคอมโพสิต

ABSTRACT

In this work, rice husk silica (RHS), amorphous silica with approximate purity of 97 wt% obtained from treated rice husk waste, was used as a reinforcing filler for preparing RHS/poly (butylenes adipate-co-terephthalate) (PBAT) composites.

To study effect of RHS content on properties of RHS/PBAT composites, RHS at various contents (10- 60 wt%) were mixed with PBAT in an internal mixer. The incorporation of RHS into PBAT matrix increased crystallinity, viscosity, yield strength and tensile modulus of the PBAT composites. However, elongation at break and impact strength of the PBAT composites decreased with the addition of RHS. Moreover, SEM morphologies revealed a weak surface adhesion between RHS and PBAT matrix.

To improve properties of RHS/PBAT composites, RHS surface was modified by γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS). The untreated RHS and treated RHS were referred to as U-RHS and MPS-RHS, respectively. The RHS content of 30 wt% was selected for fabricating RHS/PBAT composites. The MPS-RHS at various MPS content (0.5-5 wt%) improved mechanical properties of PBAT composites and slightly changed T_d and viscosity of PBAT composites. In addition, tensile strength, impact strengths and T_d of the MPS2-RHS/PBAT composites were the highest. Additionally, SEM morphologies of PBAT composites confirmed that the surface adhesion between MPS-RHS and PBAT were better than that of U-RHS and PBAT.

Water absorption and biodegradability of PBAT and PBAT composites were determined. The addition of U-RHS into PBAT increased water absorption and biodegradability of PBAT composites. Nevertheless, treating U-RHS surface with MPS delayed water absorption and biodegradability of the PBAT composites.

สารบัญ

| | หน้า |
|--|------|
| กิตติกรรมประกาศ..... | ก |
| บทคัดย่อภาษาไทย..... | ข |
| บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... | ค |
| สารบัญ..... | ง |
| สารบัญตาราง..... | ช |
| สารบัญภาพ..... | ซ |
| คำอธิบายสัญลักษณ์..... | ฅ |
| บทที่ 1 บทนำ | |
| 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาการวิจัย..... | 1 |
| 1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย..... | 3 |
| 1.3 ขอบข่ายในการวิจัย..... | 4 |
| บทที่ 2 วิธีดำเนินการวิจัย | |
| 2.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย..... | 5 |
| 2.2 การทดลอง..... | 5 |
| 2.2.1 การเตรียม RHS..... | 5 |
| 2.2.2 การปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS..... | 5 |
| 2.2.2.1 การใช้ MPS ปรับเปลี่ยนพื้นผิวของอนุภาค RHS..... | 5 |
| 2.2.2.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์เฉพาะของ RHS และ RHS ที่ผ่าน การปรับเปลี่ยนพื้นผิว ด้วย MPS..... | 6 |
| 2.2.3 การเตรียม RHS/PBAT คอมโพสิต..... | 7 |
| 2.2.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์เฉพาะของ RHS/PBAT คอมโพสิต..... | 7 |
| 2.2.4.1 สมบัติทางกระแสวิทยา..... | 7 |
| 2.2.4.2 สมบัติทางความร้อน..... | 7 |

สารบัญ (ต่อ)

| | หน้า |
|---|------|
| 2.2.4.3 สมบัติเชิงกลของคอมโพลีเมอร์..... | 8 |
| 2.2.4.4 ลักษณะสัณฐานวิทยา..... | 8 |
| 2.2.4.5 การดูดซับน้ำ..... | 8 |
| 2.2.4.6 การย่อยสลายทางชีวภาพ..... | 9 |
| บทที่ 3 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง | |
| 3.1 ผลของปริมาณซิลิกาจากแคลบข้าว (RHS) ที่มีต่อสมบัติทางกระแสวิทยา สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 10 |
| 3.1.1 เอกลักษณ์เฉพาะของ RHS..... | 10 |
| 3.1.2 สมบัติทางกระแสวิทยาของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 13 |
| 3.1.3 สมบัติทางความร้อนของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 14 |
| 3.1.4 สมบัติเชิงกลของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 15 |
| 3.1.5 ลักษณะสัณฐานวิทยาของ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 21 |
| 3.2 ผลของปริมาณของ γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS) ต่อสมบัติทางกระแสวิทยา สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และลักษณะ สัณฐานวิทยาของ MPS-RHS / PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 23 |
| 3.2.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของ RHS ปรับปรุงผิวหน้าด้วย MPS..... | 23 |
| 3.2.2 สมบัติทางกระแสวิทยาของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 29 |
| 3.2.3 สมบัติทางความร้อนของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 30 |
| 3.2.4 สมบัติทางกลของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 32 |
| 3.2.5 สมบัติทางสัณฐานวิทยาของ U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 36 |

สารบัญ (ต่อ)

| | หน้า |
|--|------|
| 3.3 การดูดซึมน้ำของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 38 |
| 3.3.1 การดูดซึมน้ำของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 38 |
| 3.3.2 การคงรูปร่างของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์หลังจากการดูดซึมน้ำ..... | 39 |
| 3.3.3 สมบัติทางแรงกระทำของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์หลังจากการดูดซึมน้ำ..... | 41 |
| 3.4 การย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT และ RHS / PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 42 |
| 3.4.1 การสูญเสียน้ำหนักของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์..... | 42 |
| 3.4.2 สมบัติต้านแรงดึงของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ หลังจากการทดสอบฝังดิน..... | 44 |
| 3.4.3 สมบัติทางสัณฐานวิทยาของ PBAT และคอมโพลีเมอร์ RHS/PBAT หลังจากการทดสอบฝังดิน..... | 47 |
| บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง..... | 50 |
| บรรณานุกรม..... | 51 |
| ประวัติผู้วิจัย | 55 |
| ผลงานเผยแพร่ของโครงการวิจัย..... | 56 |

สารบัญตาราง

| ตาราง | หน้า |
|---|------|
| 3.1 Chemical compositions of rice husk ash..... | 12 |
| 3.2 Properties of rice husk ash..... | 13 |
| 3.3 Melting temperature and crystallinity of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents..... | 15 |
| 3.4 Average diameter, surface area and pore characteristics of U-RHS and MPS-RHS at various MPS content..... | 25 |
| 3.5 Decomposition temperatures and residue weight at 600°C of physically mixed MPS/RHS, U-RHS and MPS-RHS at various MPS content..... | 29 |
| 3.6 Decomposition temperatures and residue weight at 600°C of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents.... | 32 |

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สารบัญภาพ

| ภาพ | หน้า |
|---|------|
| 2.1 Chemical structures of (a) γ -Methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS) | 4 |
| 3.1 Photographs of (a) as-received rice husk (b) HCl treated rice husk and (c) white rice husk ash | 10 |
| 3.2 XRD pattern of rice husk ash..... | 11 |
| 3.3 FTIR spectrum of rice husk ash | 12 |
| 3.4 Shear viscosity as a function of shear rate of neat PBAT and RHS/PBAT composites at various RHS contents..... | 14 |
| 3.5 DSC thermograms of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents | 15 |
| 3.6 Stress-strain curves of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents. | 16 |
| 3.7 Tensile modulus and elongation at break of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents | 17 |
| 3.8 Tensile strength of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents. | 18 |
| 3.9 Yield strength of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents..... | 19 |
| 3.10 Impact strength of PBAT and PBAT composites at various RHS contents. | 20 |
| 3.11 SEM micrographs of tensile fracture surfaces of (a) neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents: (b) 20 wt%, (c) 30 wt%, (d) 40 wt%, (e) 50 wt% and (f) 60 wt%. | 21 |
| 3.12 SEM micrographs of impact fracture surfaces of neat PBAT composites at various RHS contents: (a) 30 wt% (b) 40 wt% (c) 50 wt% and (d) 60 wt%..... | 22 |
| 3.13 Schematic illustration of silane treated rice hush silica..... | 23 |

สารบัญภาพ (ต่อ)

| ภาพ | หน้า |
|---|------|
| 3.14 Photographs of RHS particles in water (a) MPS-RHS and (b) U-RHS. | 24 |
| 3.15 SEM micrographs of (a) U-RHS and (b) MPS-RHS..... | 25 |
| 3.16 FTIR spectra of U-RHS and MPS-RHS at various MPS contents (a) wavenumber 4000-400 cm^{-1} and (b) wavenumber 1800-1500 cm^{-1} | 26 |
| 3.17 Simplified illustrative molecular structures of (a) random and (b) parallel monomolecular MPS molecules | 27 |
| 3.18 TGA thermograms of (a) U-RHS, MPS-RHS at various MPS content and (b) physically mixed MPS/RHS. | 28 |
| 3.19 Shear viscosity as a function of shear rate of neat PBAT, U-RHS and MPS RHS/PBAT composites at various MPS contents. | 30 |
| 3.20 TGA and DTG thermograms of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents..... | 31 |
| 3.21 Tensile modulus of U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents..... | 33 |
| 3.22 Elongation at break of U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents..... | 34 |
| 3.23 Tensile strength of U-RHS/PBAT and MPS-RHS at various MPS contents. | 35 |
| 3.24 Impact strength of U-RHS/PBAT and MPS-RHS at various MPS contents..... | 35 |
| 3.25 Simplified illustrative molecular structures of multilayer MPS molecules | 36 |
| 3.26 SEM micrographs of tensile fracture surfaces of (a) U-RHS/PBAT composite and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents: (b) 1 wt%, (c) 2 wt% and (d) 3 wt% | 37 |

สารบัญภาพ (ต่อ)

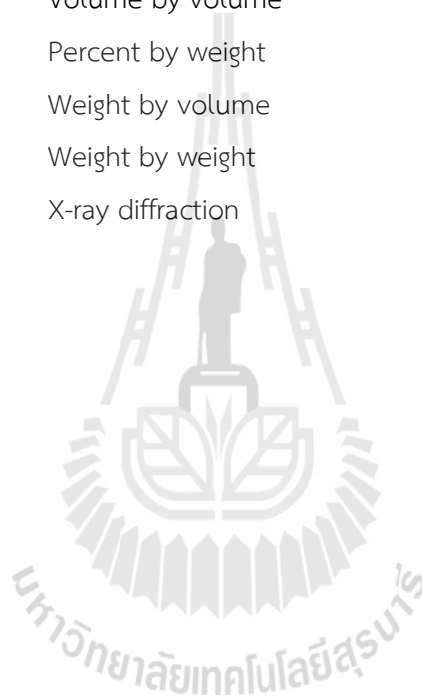
| ภาพ | หน้า |
|--|------|
| 3.27 Plots of percentage of absorbed water against immersion time for neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites | 39 |
| 3.28 Plots of width and thickness changes against immersion time for neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites | 40 |
| 3.29 Impact strength of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT | 42 |
| 3.30 Plots of weight loss after soil-burial tests against burial time for neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites | 44 |
| 3.31 Tensile modulus of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various composting times | 45 |
| 3.32 Elongation at break of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various composting times | 46 |
| 3.33 Tensile strength of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various composting times | 47 |
| 3.34 SEM micrographs of surfaces fragmentation of (a) neat PBAT, (b) U-RHS/PBAT and (c) MPS2-RHS/PBAT composites after soil-burial tests | 48 |
| 3.35 SEM micrographs of cryofracture of (a) neat PBAT, (b) U-RHS/PBAT and (c) MPS2-RHS/PBAT composites after soil-burial tests | 49 |

คำอธิบายสัญลักษณ์

| | | |
|------------------|---|--|
| % | = | Percent |
| ° | = | Degree |
| °C | = | Degree Celsius |
| cm ⁻¹ | = | Reciprocal centrimeter |
| cm ³ | = | Cubic centrimeter |
| FTIR | = | Fourier Transform Infrared Spectrometer |
| g | = | Gram |
| GPa | = | Gigapascal |
| h | = | hours |
| J | = | Joule |
| keV | = | Kilo electron volt |
| kN | = | Kilo Newton |
| kN/m | = | Kilo Newton per meter |
| kV | = | Kilo volt |
| M | = | Molar (mol/L) |
| m ² | = | Square meter |
| m ³ | = | Cubic meter |
| min | = | Minute |
| ml | = | Milliliter |
| mm | = | Millimeter |
| mol | = | Mole |
| mol% | = | Percent by mole |
| MPa | = | Mega Pascal |
| MPS | = | Y -methacryloxypropyltrimethoxysilane |
| PBAT | = | Poly (butylene adipate-co-terephthalate) |
| phr | = | Part per hundred of rubber |
| psi | = | Pound per square inch |

คำอธิบายสัญลักษณ์ (ต่อ)

| | | |
|-------|---|------------------------------|
| RHS | = | Rice husk silica |
| rpm | = | Round per minute |
| SEM | = | Scanning electron microscope |
| U-RHS | = | Untreated rice husk silica |
| v/v | = | Volume by volume |
| wt% | = | Percent by weight |
| wt/v | = | Weight by volume |
| wt/wt | = | Weight by weight |
| XRD | = | X-ray diffraction |



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ในปัจจุบัน ความต้องการใช้พอลิเมอร์โดยเฉพาะพลาสติกเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จึงเกิดปัญหาต่อสิ่งแวดล้อมตามมา คือ ปัญหาขยะพลาสติกและการกำจัด เนื่องจากพอลิเมอร์มีความคงทนต่อสภาวะแวดล้อมมาก การกำจัดโดยการฝังกลบเพื่อให้อยู่สลายใช้เวลานานหลายสิบปี หรือ อาจไม่เกิดการย่อยสลายเลย และการกำจัดขยะพลาสติกโดยการเผายังทำให้เกิดปัญหามลภาวะจากก๊าซพิษเพิ่มขึ้นอีก นอกจากนี้ ความต้องการใช้พอลิเมอร์ที่เพิ่มขึ้นอาจเป็นผลทำให้เกิดการขาดแคลนพลังงานเชื้อเพลิงตามมาในอนาคต เนื่องจากวัตถุดิบที่ใช้ในการผลิตพอลิเมอร์ซึ่งส่วนใหญ่ คือ ผลผลิตทางปิโตรเคมี มีปริมาณลดลงอย่างมากและไม่สมดุลกับกระบวนการเกิดขึ้นใหม่ตามธรรมชาติที่ใช้เวลานานร้อยปีในการทับถมของซากสิ่งมีชีวิต แนวทางการลดปัญหาสิ่งแวดล้อมที่เกิดจากการใช้พอลิเมอร์อาจทำได้โดยการลดการใช้ (reduce) การยืดอายุการใช้งานของวัสดุพอลิเมอร์ หรือการใช้งานวัสดุพอลิเมอร์อย่างมีประสิทธิภาพโดยการนำกลับมาใช้ใหม่ (reuse) และการรีไซเคิล (recycle) ซึ่งมีผลช่วยลดปริมาณการผลิตพอลิเมอร์ นอกจากนี้ การใช้พอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ (degradable polymers) ในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ เป็นอีกแนวทางหนึ่งที่สามารถช่วยลดปัญหาการเกิดและการสะสมขยะพลาสติกได้

พอลิเอสเทอร์มีพันธะเอสเทอร์ที่มีอยู่ในสายโซ่เป็นจำนวนมาก ซึ่งพันธะเหล่านั้นสามารถแตกตัวได้ง่ายเมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำ (hydrolysis) และสามารถย่อยสลายเป็นสารโมเลกุลเล็กลง ซึ่งสารโมเลกุลเล็กเหล่านั้นอาจถูกย่อยสลายต่อโดยเอนไซม์และแบคทีเรียในธรรมชาติ จนกระทั่งได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายเป็น น้ำ มวลชีวภาพ ก๊าซมีเทน และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ซึ่งสิ่งเหล่านี้เป็นสิ่งจำเป็นในการเจริญเติบโต และดำรงชีวิตของพืช และไม่ทำให้เกิดผลเสียต่อสิ่งแวดล้อมเหมือนพลาสติกทั่ว ๆ ไป (Chiellini *et al.*, 1996) ความสามารถในการย่อยสลายของพอลิเอสเทอร์ขึ้นอยู่กับโครงสร้างบนสายโซ่หลัก พอลิเอสเทอร์สายโซ่ตรง (aliphatic polyester) เช่น พอลิแลคติกแอซิด (poly (lactic acid), PLA) พอลิบิวทิลีนซัคซิเนต (poly (butylene succinate), PBS) พอลิคาโพรแลคโตน (polycaprolactone, PCL) จัดเป็นพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ ส่วนพอลิเอสเทอร์ที่มีวงอะโรมาติก (aromatic polyester) เช่น พอลิเอทิลีนเทเรพทาเลต (poly (ethylene terephthalate), PET) พอลิบิวทิลีนเทเรพทาเลต (poly (butylene terephthalate), PBT) จะเกิดการย่อยสลายได้ยากกว่าพอลิเอสเทอร์สายโซ่ตรงแต่จะมีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่า การปรับปรุงสมบัติการย่อยสลายสามารถทำได้โดยปรับปรุงโครงสร้างให้เหมาะสมขึ้น เช่น การทำโคพอลิเมอร์ระหว่างพอลิเอสเทอร์สายโซ่ตรงกับพอลิเอสเทอร์ที่มีวงอะโรมาติก (aliphatic-aromatic copolyester) โดยสมบัติทางกายภาพและสมบัติการย่อย

สลายจะขึ้นอยู่กับสัดส่วนระหว่างส่วนอะลิฟาติกและอะโรมาติกในสายโซ่หลัก (Muller, Kleeberg, and Deckwer, 2001; Velde and Kiekens, 2002)

พอลิเอสเตอร์ที่มีวงอะโรมาติกซึ่งสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพและเริ่มมีการใช้งานแพร่หลายในงานด้าน บรรจุภัณฑ์ วัสดุที่ใช้ทางการเกษตร วัสดุที่ใช้ครั้งเดียว ฯลฯ ได้แก่ พอลิবিທີ ลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลท (poly (butylenes adipate-co-terephthalate), PBAT) ซึ่งถูกพัฒนาขึ้นโดยบริษัท BASF ภายใต้ชื่อการค้าของ Ecoflex PBAT เป็น copolyester แบบสุมระหว่าง aliphatic-aromatic ของ butylene adipate และ terephthalate ซึ่งสามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพอย่างสมบูรณ์ภายใต้การฝังดิน (Muller *et al.*, 2001; Witt *et al.*, 2001) จากการที่ PBAT เป็นโคพอลิเอสเตอร์ที่มีวงอะโรมาติกอยู่ในโครงสร้าง นอกเหนือจากความสามารถในการย่อยสลายได้แล้ว PBAT ยังมีสมบัติที่เด่นกว่าพอลิเมอร์ที่ย่อยสลายได้ตัวอื่น ๆ คือ มีสมบัติเชิงกลที่ดี เช่น ความต้านทานต่อการเปลี่ยนรูปร่างและการแตกหักภายใต้ความคืบ (creep fracture) ความต้านทานต่อความล้าและการสึกกร่อน (fatigue and wear) ได้ดี และสมบัติทางกายภาพของ PBAT ยังสามารถปรับเปลี่ยนได้ตามสัดส่วนระหว่างส่วนอะลิฟาติกและอะโรมาติกในสายโซ่หลัก นอกจากนี้ สมบัติกายภาพอื่น ๆ ของ PBAT โดยเฉพาะสมบัติเชิงกลสามารถปรับปรุงให้เหมาะกับลักษณะการใช้งานได้ โดยใช้วิธีการหลากหลายเช่นเดียวกับพอลิเมอร์อื่น ๆ (Signori, Coltelli, and Bronco, 2009; Tan, Cooper, Maric, and Nicell, 2008; Velde *et al.*, 2002) เช่น มอดูลัสความยืดหยุ่นของ PBAT สามารถเพิ่มโดยการผสม PBAT กับพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายได้ทางชีวภาพ เช่น PLA หรือ ไม่สามารถย่อยสลายทางชีวภาพ (Martin and Averous, 2001) หรือผสมกับสารเสริมแรง เช่นมอนต์มอริลโลไนต์ (MMT) ซิลิกา (SiO₂) (Jiang, Zhang, and Wolcott, 2007; Martin and Averous, 2001).

โดยทั่วไป ผลิตภัณฑ์พอลิเมอร์จะมีการเติมสารตัวเติม (filler) โดยมีวัตถุประสงค์ คือ ใช้เป็นสารเพิ่มเนื้อ (non-reinforcing filler) ลดปริมาณการใช้เนื้อพอลิเมอร์ โดยสมบัติของผลิตภัณฑ์มีได้เปลี่ยนแปลง หรือ อีกกรณี คือ ใช้เป็นสารเสริมแรง (reinforcing filler) เพื่อปรับปรุงสมบัติทางกายภาพและศักยภาพการใช้งานของผลิตภัณฑ์นั้น เช่น ความแข็งแรงทางกล ความทนต่อการฉีกขาด ความทนต่ออุณหภูมิ ซึ่งระดับการเสริมแรงขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น ชนิด ปริมาณ และขนาดของสารเสริมแรง ความเข้ากันได้ระหว่างพอลิเมอร์กับสารเสริมแรงชนิดดังกล่าว ฯลฯ ตัวอย่างสารเสริมแรงที่ใช้ในการปรับปรุงสมบัติทางกลและสมบัติทางกายภาพด้านอื่นของพอลิเมอร์ เช่น เขม่าดำ ซิลิกา แคลเซียมคาร์บอเนต เส้นใยชนิดต่าง ๆ เป็นต้น

ซิลิกาเป็นสารเสริมแรงชนิดหนึ่งที่มีประสิทธิภาพสูงในการเสริมแรง แหล่งผลิตซิลิกาอาจมาจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีทางเคมีหรือจากแหล่งธรรมชาติ เช่น ทราย หรือ ผลิตภัณฑ์จากการเกษตร เช่น แกลบข้าว ข้าวโพด ฯลฯ การผลิตซิลิกาจากทรายมีข้อดี คือ ทรายมีราคาถูกและหาได้ง่าย แต่ถ้าพิจารณาถึงสมบัติของซิลิกาที่ได้และพลังงานที่ต้องใช้ในการแปรรูปให้ได้ซิลิกาที่มีสมบัติตามต้องการ ซิลิกาที่ผลิตจากแกลบข้าว (rice husk silica, RHS) น่าจะเป็นทางเลือกที่ดีกว่า ซิลิกาที่ผลิตจากแกลบข้าว

มีความบริสุทธิ์สูงและใช้ต้นทุนต่ำ เนื่องจากกลบข้าวเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการสีข้าว เป็นวัสดุธรรมชาติที่มีวัฏจักรการผลิตสั้น (Wittayakun, Khemthong, and Prayoonpokarach, 2008; Della, Kuhn, and Hotza, 2002) การนำกลบข้าวมาสังเคราะห์ชิลิกานอกจากจะลดปริมาณกลบข้าวที่เป็นผลผลิตพลอยได้เหลือใช้ทางการเกษตรที่มีปริมาณมากในประเทศไทยแล้ว ยังเป็นการเพิ่มมูลค่าให้กับกลบข้าวอีกด้วย นอกจากนี้ RHS จะเป็นหนึ่งในสารเสริมแรงที่น่าสนใจสำหรับการผลิตพอลิเมอร์คอมโพสิตแล้ว ยังมีการนำ RHS มาใช้ใช้งานด้านอื่น ๆ เช่น เป็นวัสดุสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาในโลหะ วัสดุในฟิล์มบาง และวัสดุเคลือบชั้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่ง (Chandrasekhar, Pramada, and Praveen, 2005; Kalapathy, Proctor, and Shultz, 2000)

การผสมโดยตรงระหว่าง RHS ซึ่งมีความชื้นสูง และ PBAT ซึ่งเป็นสารอินทรีย์ที่ไม่มีชื้น มักจะนำไปสู่การเกาะกลุ่มกันของ RHS ภายใน PBAT เมทริกซ์ และการลดลงของสมบัติเชิงกลและความสามารถในการรับแรงของวัสดุคอมโพสิต ทั้งนี้เป็นเพราะบนพื้นผิวของ RHS มีหมู่ silanol (Si-OH) ซึ่งสามารถสร้างพันธะไฮโดรเจนระหว่างอนุภาค RHS ซึ่งนำไปสู่การเกาะกลุ่มกันของ RHS และเกิดการยึดติดกับพอลิเมอร์ที่ต่ำ ซึ่งความเข้ากันได้และการยึดติดระหว่าง RHS และ PBAT สามารถเพิ่มโดยการใส่สารประสานที่เหมาะสมระหว่างพื้นผิวของ RHS และ PBAT เมทริกซ์ (Wu, Cao, and Huang, 2008; Yan et al., 2007).

ในโครงการวิจัยนี้คณะผู้วิจัยต้องการพัฒนาวัสดุคอมโพสิตจากพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรบทาเลทและชิลิกาจากกลบข้าว เพื่อที่จะสนับสนุนการใช้ PBAT และพลาสติกย่อยสลายได้อื่น ๆ รวมทั้งหาทางเลือกของการนำกลบข้าวมาใช้ โดยเตรียม RHS จากกลบข้าวและนำมาใช้เป็นสารเสริมแรงให้กับ PBAT เมทริกซ์ และศึกษาผลของปริมาณ RHS และผลของการปรับเปลี่ยนผิวหน้า RHS ต่อสมบัติทางกลและสมบัติการย่อยสลายของ RHS/PBAT คอมโพสิต

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1) เพื่อใช้กลบข้าวซึ่งเป็นวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรให้เกิดประโยชน์สำหรับการวิจัยและพัฒนาด้านวัสดุศาสตร์
- 2) เพื่อเป็นแนวทางหนึ่งที่จะช่วยเกิดการใช้งานพอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรบทาเลทซึ่งเป็นพอลิเมอร์ย่อยสลายได้อย่างแพร่หลายยิ่งขึ้น
- 3) เพื่อให้ทราบเอกลักษณ์เฉพาะของ RHS ซึ่งถูกเตรียมจากกลบข้าว
- 4) เพื่อให้ทราบผลของปริมาณของ RHS ต่อสมบัติเชิงกลและความสามารถในการย่อยสลายของ RHS/PBAT คอมโพสิต
- 5) เพื่อให้ทราบผลของการปรับปรุงพื้นผิวของ RHS ที่มีต่อสมบัติทางกลและความสามารถในการย่อยสลายของ RHS/PBAT คอมโพสิต

1.3 ขอบข่ายในการวิจัย

การเตรียม RHS จากการเปลี่ยนสภาพแกลบล้างด้วยกรด HCl และใช้ความร้อนเพื่อกำจัดสารอินทรีย์ที่ตกค้าง จากนั้นปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS โดยใช้ γ -เมทาคริลอกซีโพลีไทรเมทอกรีไซเลน (MPS) จากนั้น นำ RHS ทั้งที่ไม่ปรับเปลี่ยนพื้นผิว (U-RHS) และ RHS ที่ปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วย MPS (MPS-RHS) แล้ว ไปพิสูจน์เอกลักษณ์เฉพาะก่อนเตรียม RHS/PBAT คอมโพสิต

การตรวจสอบผลของปริมาณ RHS ที่มีต่อสมบัติเชิงกลของ RHS/PBAT คอมโพสิตเตรียมโดยนำเอา PBAT ไปผสมกับ U-RHS ที่ปริมาณต่าง ๆ เช่น ร้อยละ 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 โดยน้ำหนัก ตามสัดส่วนน้ำหนักของ PBAT ซึ่งการผสมระหว่าง PBAT กับ U-RHS เตรียมโดยใช้เครื่องบดผสมภายใน จากนั้น นำ RHS/PBAT คอมโพสิตที่เตรียมได้ไปขึ้นรูปเป็นชิ้นงาน RHS/PBAT คอมโพสิตโดยใช้เครื่องกดอัด แล้วนำ RHS/PBAT คอมโพสิตไปพิสูจน์เอกลักษณ์เฉพาะ และสมบัติทางกายภาพต่าง ๆ จากนั้น RHS/PBAT คอมโพสิตที่ให้สมบัติเชิงกลที่เหมาะสมถูกเลือกสำหรับใช้เพื่อการศึกษาในขั้นตอนการทดลองต่อไป

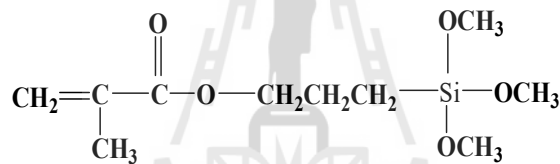
การศึกษาผลกระทบของการปรับเปลี่ยนพื้นผิว RHS (MPS-RHS) ต่อสมบัติของ PBAT คอมโพสิต เริ่มต้นโดยใช้ MPS ปริมาณต่าง ๆ คือร้อยละ 0.5, 1, 2, 3 และ 5 โดยน้ำหนัก ตามสัดส่วนน้ำหนัก RHS ปรับเปลี่ยนพื้นผิว RHS เพื่อเตรียม MPS-RHS จากนั้น ใช้ MPS-RHS เป็นสารเสริมแรงในปริมาณคงที่เพื่อเตรียม MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต เพื่อศึกษาผลของปริมาณ MPS ที่ใช้ปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS ต่อสมบัติทางกระแสวิทยา สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล การดูดซึมน้ำ การย่อยสลายทางชีวภาพและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ RHS/PBAT คอมโพสิต

บทที่ 2

วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัย

แกลบที่ได้จากโรงสีข้าวในพื้นที่จังหวัดนครราชสีมา ประเทศไทย พอลิบิวทิลีนอะดิเปทโคเทอเรพทาเลท (poly(butylene adipate-co-terephthalate)) (PBAT) ชื่อทางการค้า Ecoflex F BX 7011 ชื่อจากบริษัท BASF ซึ่งเป็นโคพอลิเอสเทอร์ที่มีส่วนของ butylene terephthalate (BT) 44 mol % กรดไฮโดรคลอริก (37 wt%, HCl) และเอทานอลชื่อจากบริษัทคาร์โลเออร์บา γ -เมทาคริลอกซีโพลีฟิลาไตรเมทอกซีไซเลน (γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane, MPS) ชื่อจากบริษัท ซิกมาอัลดริชเคมีคัล ซึ่งโครงสร้างทางเคมีของ MPS แสดงในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 Chemical structures of γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS)

2.2 การทดลอง

2.2.1 การเตรียม RHS

วิธีการเตรียม RHS จากแกลบได้อธิบายไว้ในงานวิจัยของ Wittayakun, Khemthong and Prayoonpokarach (2008) โดยมีขั้นตอนการเตรียมเริ่มจาก ล้างแกลบให้สะอาดด้วยน้ำเพื่อเอาดินและฝุ่นออกและตากให้แห้งในอากาศ จากนั้นรีฟลักซ์แกลบในสารละลาย HCl 3 M นาน 3 ชั่วโมง แล้วกรองและล้างด้วยน้ำซ้ำ ๆ จนกว่าจะเป็นกลาง แล้วทำให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 °C ค้างคืน แล้วเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ ซี้เถ่าที่ได้เรียกว่า ซิลิกาจากแกลบ (RHS) ซึ่งหลังจากนั้นบด RHS โดยใช้โม่ร่งบดสารและเก็บไว้สำหรับการใช้งานต่อไป

2.2.2 การปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS

2.2.2.1 การใช้ MPS ปรับเปลี่ยนพื้นผิวของอนุภาค RHS

ไฮโดรไลซ์ MPS ในสารละลายเอทานอล/น้ำ (3/7, ปริมาตร/ปริมาตร) ที่ pH 3.5 เป็นเวลา 30 นาที จากนั้น ใส่ RHS ในสารละลายนี้ที่อัตราส่วน RHS ต่อ

สารละลายเป็น 3/100 (กรัม/มิลลิลิตร) ภายใต้การกวนนาน 3 ชั่วโมง หลังจากนั้น กรองของผสมและล้างด้วยสารละลายเอทานอล/น้ำ แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ปริมาณ MPS ที่ใช้ คือ ร้อยละ 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 และ 5.0 โดยน้ำหนักของ RHS พื้นผิวของ RHS ที่ปรับเปลี่ยนด้วย MPS (MPS-RHS) ถูกกำหนดชื่อเป็น MPS0.5-RHS, MPS1-RHS, MPS2-RHS, MPS3-RHS และ MPS5-RHS ตามลำดับ ขึ้นกับปริมาณ MPS ที่ใช้

2.2.2.2 การพิสูจน์เอกลักษณ์เฉพาะของ RHS และ RHS ที่ผ่านการปรับเปลี่ยนพื้นผิว ด้วย MPS

องค์ประกอบธาตุทางเคมีของซิลิกาจากแกลบ (U-RHS) วิเคราะห์จากปริมาณออกไซด์ที่สำคัญโดยใช้เครื่องรังสีเอกซ์เรือง (X-ray fluorescence (XRF)) (EDS Oxford Instrument, model ED 2000) ด้วยการจัดเรียงของขั้ว anodes 16 อันสำหรับวิเคราะห์ผลึก และหลอด Rh X-ray เป็นแหล่งจ่ายพลังงาน ซึ่งทำการทดสอบภายใต้สภาพสุญญากาศ

ความหนาแน่นของ U-RHS หาโดยใช้พิกโนมิเตอร์ ซึ่งทราบปริมาตรและเติมน้ำกลั่น เริ่มแรกพิกโนมิเตอร์ถูกเติมน้ำกลั่นและชั่งน้ำหนัก ความหนาแน่นของตัวอย่างสามารถหาได้จาก การรู้ความหนาแน่นของน้ำ น้ำหนักของพิกโนมิเตอร์ที่เติมน้ำ น้ำหนักของพิกโนมิเตอร์ที่เติมน้ำและตัวอย่าง และน้ำหนักของตัวอย่าง (ASTM D792)

เฟสและการเกิดผลึกของ U-RHS กำหนดโดยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) (Bruker AXS diffractometer, model D5005) ด้วยรังสี Cu-K α

พื้นที่ผิวจำเพาะ (BET) ปริมาตรรูพรุนและขนาดของรูพรุนของ U-RHS และ MPS-RHS วิเคราะห์โดยการดูดซับไนโตรเจน (Micrometrics, model ASAP 2010) โดยไล่ก๊าซ (degas) สารตัวอย่างที่อุณหภูมิ 300°C นาน 3 ชั่วโมง ก่อนทำการทดสอบ

การกระจายขนาดอนุภาคของ U-RHS และ MPS-RHS วิเคราะห์โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของขนาดอนุภาค (diffraction particle size analyzer (DPSA)) (Malvern Instruments, model Mastersizer 2000) โดยทำให้ RHS กระจายตัวในเอทานอล/น้ำ (3/7, ปริมาตร/ปริมาตร) โดยใช้ Ne-เลเซอร์ การกระจายของขนาดอนุภาคเฉลี่ยวิเคราะห์จาก percentiles ของปริมาณมาตรฐานที่ 10, 50 และ 90 เปอร์เซนต์ ซึ่งได้แสดงเป็น $d(v, 0.1)$, $d(v, 0.5)$ และ $d(v, 0.9)$ ตามลำดับ ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยถูกวิเคราะห์จากขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ปริมาณน้ำหนักเฉลี่ยซึ่งแสดงเป็น $d(4,3)$

หมู่ฟังก์ชันของ U-RHS และ MPS-RHS วิเคราะห์โดยใช้ เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) (Perkin Elmer, model GX spectrum) ตัวอย่างที่เก็บได้นำมาผสมกับผง KBr และอัดเป็นแผ่นกลม จากนั้น บันทึกสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 4000-400 cm^{-1} ที่ความละเอียด 4 cm^{-1}

การสลายตัวเนื่องด้วยความร้อนของ U-RHS และ MPS-RHS วิเคราะห์โดยใช้เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก (thermogravimetric analyzer (TGA)) (TA, model SDT 2960) ให้ความร้อนแก่ตัวอย่างตั้งแต่อุณหภูมิ 40 ถึง 700°C ด้วยอัตราการให้ความร้อน 10°C/นาที ทดสอบภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

2.2.3 การเตรียม RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

อนุภาค RHS ที่ผ่านตะแกรงขนาด 63 ไมโครเมตร จะนำมาใช้สำหรับการเตรียม RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ ซึ่งเตรียม RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์โดยใช้เครื่องผสมภายใน (Haake, model Rheomix 3000P) อุณหภูมิการผสม 150 °C ความเร็วรอบการผสม 50 รอบต่อนาทีและเวลาผสม 15 นาที ก่อนผสมนำ PBAT และ RHS ไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เวลา 4 ชั่วโมง เตรียม RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ โดยอัตราส่วนต่าง ๆ ดังนี้

- (i) U-RHS ปริมาณต่างๆ ใช้ในการหาปริมาณที่เหมาะสมของ RHS ใน PBAT คอมโพลีเมอร์ คือ ร้อยละ 10, 20, 30, 40, 50 และ 60 โดยน้ำหนัก ตามน้ำหนักของ PBAT
- (ii) จากปริมาณ RHS ที่เหมาะสม ซึ่งได้จากการทดลองก่อนหน้านี้ RHS-MPS0.5, RHS-MPS1, RHS-MPS2, RHS-MPS3 และ RHS-MPS5 ถูกเตรียมเพื่อศึกษาผลของปริมาณของ MPS ต่อสมบัติของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

จากนั้นชิ้นงานคอมโพลีเมอร์ถูกเตรียมโดยใช้เครื่องกดอัด (Scientific, model LP20-30) ที่อุณหภูมิ 170°C

2.2.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์เฉพาะของ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

2.2.4.1 สมบัติทางกระแสวิทยา

สมบัติทางกระแสวิทยาของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่อง Kayeness capillary rheometer (Kayeness, model D5052m) ที่ 150°C โดยวัดความหนืดของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ ที่อัตราเฉือนต่าง ๆ (อัตราเฉือนช่วง 10-1000 s⁻¹)

2.2.4.2 สมบัติทางความร้อน

การสลายตัวทางความร้อนของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริก (thermogravimetric analyzer (TGA)) (TA, model SDT 2960) ให้ความร้อนตัวอย่างตั้งแต่ 40 ถึง 700 °C อัตราการให้ความร้อนเป็น 10 °C/นาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

พฤติกรรมการหลอมละลายและการเกิดผลึกของ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ วิเคราะห์โดยใช้เครื่องดิฟเฟอเรนเชียลสแกนนิ่ง แคลอรีมิเตอร์ (differential scanning calorimeter (DSC)) (TA Instrument, model SDT 2920) น้ำหนักตัวอย่างประมาณ 10 มิลลิกรัม บรรจุปิดผนึกในภาชนะอลูมิเนียมขนาด 40ไมโครลิตร และให้ความร้อนจาก 30-200 °C ที่ อัตราการให้ความร้อน 5 °C/นาที อุณหภูมิหลอมละลาย (T_m) วัดจากกราฟ (จุดตรงกลางที่สูงสุดของกราฟดูดความร้อน) ระหว่างขั้นตอนการให้ความร้อน ปริมาณร้อยละของผลึกสามารถระบุได้โดยใช้สมการ 2.1

$$\text{Crystallinity (\%)} = \frac{\Delta H_{\text{sample}}}{\Delta H_f^\circ \times W} \times 100 \quad (2.1)$$

โดยที่ ΔH_{sample} คือความร้อนจากการหลอมรวมของตัวอย่าง (จูล/กรัม) ที่ได้จากการสแกนความร้อนโดยรวมของอุณหภูมิหลอมละลาย ΔH_f° คือความร้อนของการหลอมผลึกบริสุทธิ์ของ PBAT ซึ่งเท่ากับ 114 จูล/กรัม (Madera-Santana, Misra, Drzal, Robledo and Freile-Pelegrin, 2009) W คือเศษส่วนมวลของ PBAT ในคอมโพลีเมอร์

2.2.4.3 สมบัติเชิงกลของคอมโพลีเมอร์

สมบัติเชิงกลที่ศึกษาในงานวิจัยนี้ ได้แก่ สมบัติทางด้านความแข็งแรงของการดึง (tensile properties) และสมบัติด้านความแข็งแรงต่อการกระแทก (impact strength) สำหรับสมบัติด้านความแข็งแรงต่อการกระแทกได้ทดสอบโดยวิธี Izod แบบทำรอยบากตามวิธีมาตรฐานของ American Society for Testing and Materials (ASTM D256) ด้วยเครื่องทดสอบการกระแทก (impact testing machine) (Atlas, model BPI) สำหรับสมบัติทางด้านความแข็งแรงของการดึงของคอมโพลีเมอร์ ทดสอบด้วยเครื่องทดสอบการดึง (Instron, model 5569) ด้วยแรงดึง 5 กิโลนิวตัน ความเร็วในการดึง 50 มิลลิเมตร/นาที และความยาว gauge 7.62 มิลลิเมตร

2.2.4.4 ลักษณะสัณฐานวิทยา

การกระจายตัวของ RHS ใน RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ และลักษณะสัณฐานวิทยาบริเวณผิวการแตกหักโดยผลของแรงดึง ผิวการแตกหักโดยผลของแรงกระแทกและพื้นผิว cryofracture ของ PBAT คอมโพลีเมอร์ ถูกศึกษาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (JEOL แบบ JSM 6400) ที่พลังงาน 10 กิโลโวลต์ ซึ่งเคลือบตัวอย่างด้วยทองคำก่อนนำมาวิเคราะห์

2.2.4.5 การดูดซับน้ำ

การดูดซับน้ำของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์วัดโดยการชั่งน้ำหนักของชิ้นงานตัวอย่างแช่ในน้ำที่เวลาการแช่เพิ่มขึ้น ซึ่งเตรียมตัวอย่างโดยการกดอัด ด้วยเครื่องกดอัด ขนาดปริมาตรของชิ้นงานคือ 12.7 × 64 × 3.5 ตารางมิลลิเมตร ชิ้นทดสอบถูกแช่อยู่ในน้ำกลั่นที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 เดือน บันทึกน้ำหนักของชิ้นงานแต่ละแบบก่อนที่จะแช่ (W) หลังจากนั้นนำ

ตัวอย่างที่แช่น้ำออกจากน้ำในช่วงเวลาที่กำหนดและใช้กระดาษทิชชูซับน้ำส่วนเกินบนผิวแล้วชั่งน้ำหนัก และบันทึกน้ำหนักของชิ้นงาน (W_f) การดูดซึมน้ำได้จากการคำนวณโดยสมการ 2.2

$$\text{Water absorption (\%)} = \frac{W_i - W_f}{W_f} \times 100 \quad (2.2)$$

2.2.4.6 การย่อยสลายทางชีวภาพ

การย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ ตรวจสอบจากการเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก การเปลี่ยนแปลงสมบัติการต้านแรงดึงและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของตัวอย่างหลังฝังอยู่ในดินที่เวลาการฝังดินต่างๆ ดินที่ใช้ในการทดสอบการย่อยสลายทางชีวภาพมี ส่วนผสมของดินสีดำ ปุ๋ยหมัก และแกลบเผา คือ 01:01:01 ซึ่งเป็นดินที่ใช้สำหรับการเพาะปลูก ซึ่งฝังตัวอย่างในดินที่บรรจุในกระถาง และทดลองในเครื่องควบคุมอุณหภูมิการเจริญเติบโต (Conviron, model E7/2) โดยสภาวะแวดล้อมกำหนดไว้ที่ อุณหภูมิ 30°C ความชื้น 90 เปอร์เซ็นต์ และให้แสงสว่าง 12 ชั่วโมง รดน้ำทุก ๆ 2 วันและความชื้นของดินที่กำหนดคงที่ช่วง 40-60 เปอร์เซ็นต์ของความจุสูงสุดของดิน นำตัวอย่างออกจากฝังดินทุก ๆ 20 วัน ตัวอย่างใช้เวลาฝังดินเป็นเวลา 4 เดือน กำจัดเศษดินที่ปนเปื้อนบนชิ้นงานโดยล้างด้วยน้ำ หลังจากนั้น ทำให้ตัวอย่างแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้น ชั่งน้ำหนักตัวอย่างโดยใช้เครื่องชั่งอิเล็กทรอนิกส์ สมบัติการต้านแรงดึง และสัณฐานวิทยาของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ ตรวจสอบโดยใช้เครื่องมือและวิธีการที่อธิบายไว้ในส่วน 2.2.4.3 และ 2.2.4.4 ตามลำดับ

บทที่ 3

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

3.1 ผลของปริมาณซิลิกาจากแกลบข้าว (RHS) ที่มีต่อสมบัติทางกระแสวิทยา สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของ RHS/PBAT คอมโพสิต

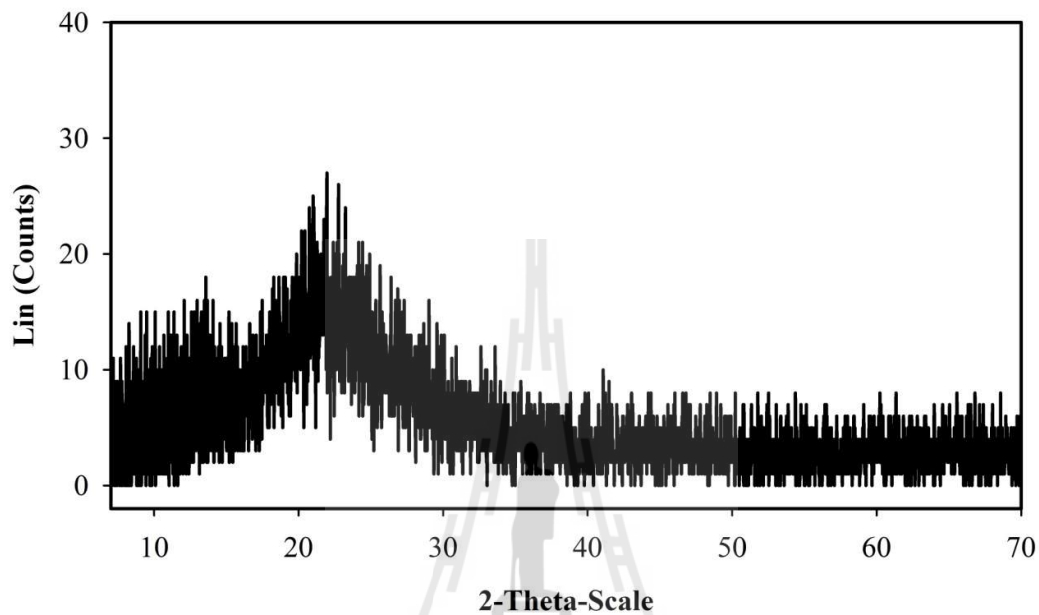
3.1.1 เอกลักษณ์เฉพาะของ RHS

ลักษณะของแกลบข้าวที่ได้รับการแปรสภาพด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) และซีเถ้าแกลบข้าวสีขาวหลังจากเผาที่ความร้อนสูงแสดงในรูปที่ 3.1 ก่อนนำซีเถ้าแกลบข้าวไปใช้เป็นสารเสริมแรงสำหรับเตรียม PBAT คอมโพสิต ซีเถ้าแกลบข้าวผ่านการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะ ดังนี้



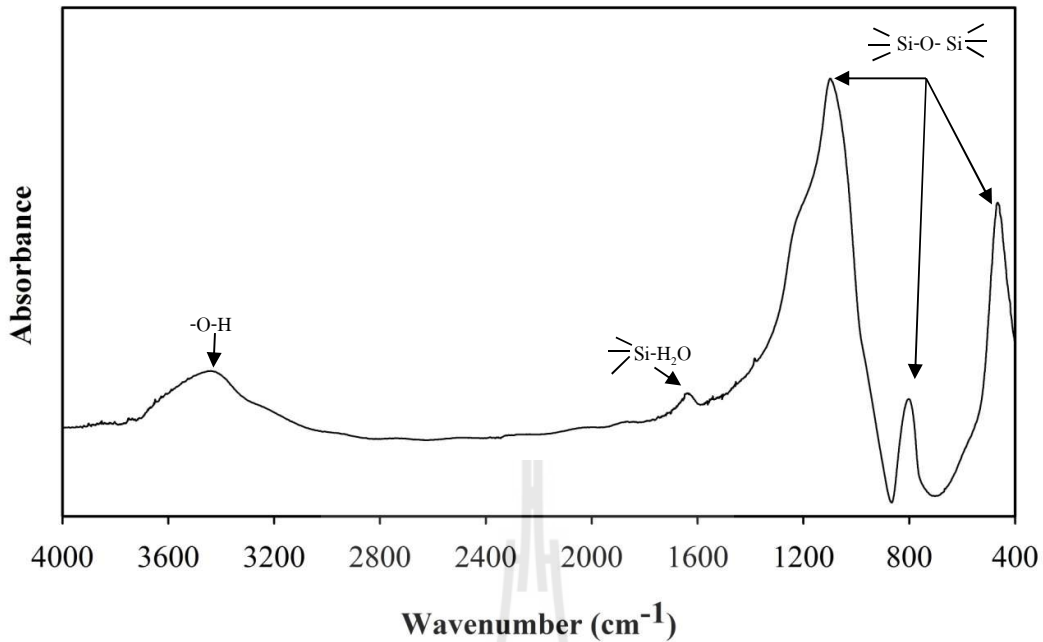
รูปที่ 3.1 Photographs of (a) as-received rice husk (b) HCl treated rice husk and (c) white rice husk ash

กราฟของ XRD ของขี้เถ้าแกลบข้าวในรูปที่ 3.2 แสดงลักษณะพีคที่กว้าง ที่ $2\theta = 22^\circ$ ซึ่งแสดงถึงลักษณะเฉพาะของ SiO_2 ในรูปแบบของอสัณฐาน (Kalapathy, Proctor, and Shultz, 2000).



รูปที่ 3.2 XRD pattern of rice husk ash

FTIR สเปกตรัมของขี้เถ้าแกลบข้าวแสดงในรูปที่ 3.3 พบพีคที่ตำแหน่ง 1090, 802 และ 464 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของการสั่นแบบยืดและบิดของพันธะ Si-O-Si (Lu, Hu, Li, Chen, and Fan, 2006) พีคที่ปรากฏ ณ ตำแหน่ง 3450 cm^{-1} เกิดเนื่องจากการสั่นแบบยืดของหมู่ไฮดรอกซิล นอกจากนี้ พีค ณ ตำแหน่ง 1632 cm^{-1} เกิดเนื่องจากการดูดซับน้ำบนผิวขี้เถ้าแกลบ ($\text{Si-H}_2\text{O}$) (Stojanovic *et al.*, 2010).



รูปที่ 3.3 FTIR spectrum of rice husk ash

องค์ประกอบทางเคมีของขี้เถ้าแกลบข้าวในรูปของออกไซด์แสดงในตารางที่ 3.1 ส่วนประกอบหลักของขี้เถ้าแกลบข้าวคือ SiO_2 ซึ่งมีความบริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 97 โดยน้ำหนัก และออกไซด์อื่น ๆ ปริมาณเล็กน้อย ได้แก่ อะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) แคลเซียมออกไซด์ (CaO) และไอรอนออกไซด์ (Fe_2O_3) นอกจากนี้ สมบัติทางกายภาพอื่น ๆ ของขี้เถ้าแกลบข้าวเช่น ความหนาแน่น พื้นที่ผิวเฉพาะ ขนาดรูพรุนเฉลี่ย ปริมาตรจำเพาะของรูพรุน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย และการกระจายขนาดอนุภาคได้รายงานไว้ในตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.1 Chemical compositions of rice husk ash

| Component | (wt%) |
|-------------------------|-------|
| SiO_2 | 97.08 |
| CaO | 0.89 |
| Al_2O_3 | 0.40 |
| K_2O | 0.07 |
| Fe_2O_3 | 0.03 |

ตารางที่ 3.2 Properties of rice husk ash

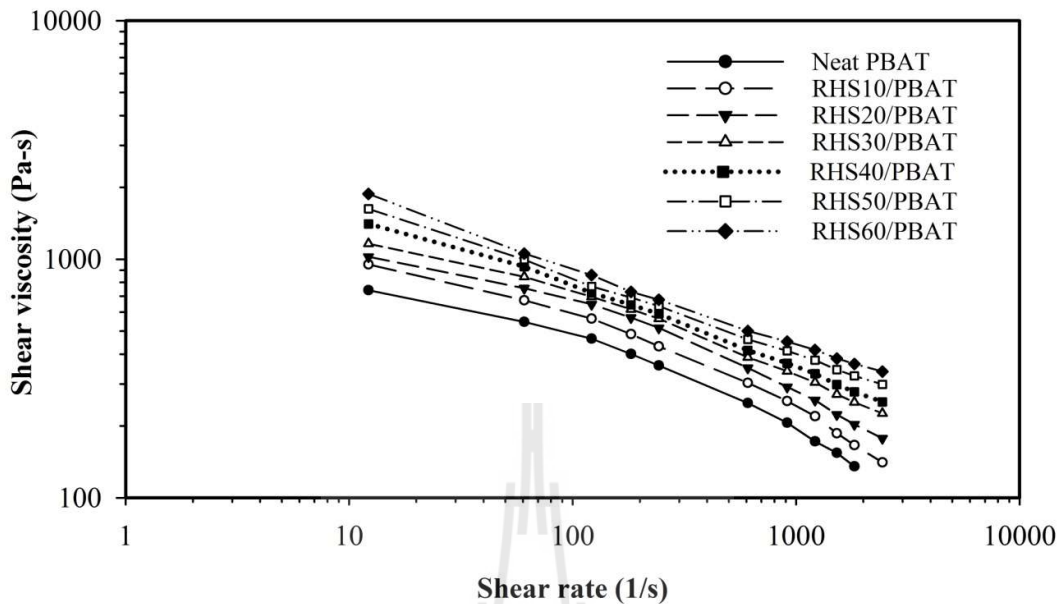
| Property | Value |
|--|--------|
| ความหนาแน่น (g/cm^3) | 1.80 |
| BET พื้นที่ผิวเฉพาะ (m^2/g) | 278.76 |
| ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (nm) | 0.59 |
| ปริมาตรจำเพาะของรูพรุน (cm^3/g) | 0.41 |
| ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย, d (4,3) (μm) | 46.20 |
| การกระจายขนาดอนุภาค(μm) | |
| d (v,0.1) | 8.80 |
| d (v,0.5) | 44.48 |
| d (v,0.9) | 84.87 |

จากผลการศึกษาสมบัติต่างๆ ของซีเถ้าแกลบข้าวสามารถสรุปได้ว่า ซีเถ้าแกลบข้าวที่เตรียมได้เป็นซิลิกาอสัณฐานที่มีความบริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 97 โดยน้ำหนัก ซึ่งสำหรับการศึกษานี้เรียกว่า ซิลิกาจากแกลบข้าว (RHS)

เนื่องจากสมบัติเชิงกล และสมบัติทางกายภาพของ PBAT มีความคล้ายคลึงกับ LDPE HDPE และ PP Madera-Santana, Misra, Drzal, Robledo, and Freile-Pelegrin (2009) และมีเพียงไม่กี่งานที่รายงานเกี่ยวกับสมบัติของสารอนินทรีย์ที่ใช้เป็นสารเสริมแรงให้กับ PBAT เมทริกซ์ ดังนั้น การศึกษานี้จะรายงานและเปรียบเทียบสมบัติของ PBAT คอมโพสิตกับระบบที่เติมสารเสริมแรงในพอลิเอสเตอร์ หรือ พอลิโอเลฟินอื่น ๆ

3.1.2 สมบัติทางกระแสวิทยาของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิต

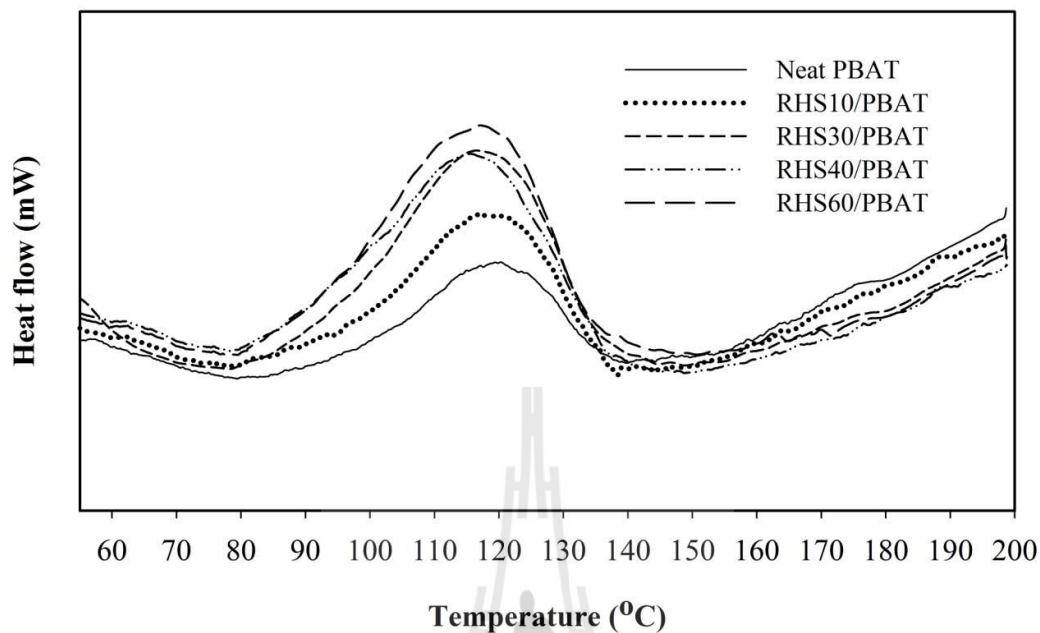
ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดเนื่องกับอัตราการเฉือนของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิต ที่ปริมาณต่างๆของ RHS แสดงในรูปที่ 3.4 PBAT และ PBAT คอมโพสิต แสดงพฤติกรรมแบบ shear thinning และความหนืดของ PBAT คอมโพสิตเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ RHS เพิ่มขึ้น ผลในการศึกษานี้มีความคล้ายคลึงกับการศึกษาของ (Madera-Santana *et al.*, 2009) พวกเขาพบว่า PBAT เสริมแรงด้วยอนุภาค agar แสดงพฤติกรรมแบบ shear thinning และความหนืดของ PBAT คอมโพสิตเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ agar ที่เพิ่มขึ้น การเพิ่มขึ้นของความหนืดของพอลิเมอร์คอมโพสิตเป็นเพราะอนุภาค agar ช่วยในการกระจายความหนืดใน PBAT เมทริกซ์ Dorigato, Pegoretti, and Penati (2010) ศึกษาสมบัติของ LLDPE เสริมแรงด้วย SiO_2 และพบว่าให้ผลที่คล้ายกันคือ อนุภาค SiO_2 ช่วยเพิ่มความหนืดของ LLDPE คอมโพสิตเมื่อเทียบกับความหนืดของ LLDPE



รูปที่ 3.4 Shear viscosity as a function of shear rate of neat PBAT and RHS/PBAT composites at various RHS contents.

3.1.3 สมบัติทางความร้อนของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

กราฟ DSC ของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ที่ปริมาณต่างๆ ของ RHS แสดงในรูปที่ 3.5 พบว่ากราฟของ DSC ปรากฏที่จุดความร้อนช่วงเดียวตลอดช่วงอุณหภูมิทดสอบ ณ ตำแหน่ง 30-200°C อุณหภูมิหลอมละลาย (T_m) ของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ (ได้จากจุดกึ่งกลางของตำแหน่งสูงสุดของกราฟ) สรุปลงในตารางที่ 3.3 T_m ของ PBAT ปรากฏที่อุณหภูมิ 119°C ขณะที่ T_m ของ PBAT คอมโพลีเมอร์ปรากฏที่อุณหภูมิต่ำกว่าเล็กน้อย นอกจากนี้ ร้อยละของการเกิดผลึกใน PBAT คอมโพลีเมอร์มีค่าสูงกว่าของ PBAT และร้อยละของการเกิดผลึกใน PBAT คอมโพลีเมอร์เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ RHS เพิ่มขึ้น ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่า RHS ทำหน้าที่เป็นตัวกระตุ้นให้เกิดผลึก (nucleating agent) และทำให้การเกิดผลึกของ PBAT เมทริกซ์ง่ายขึ้น Liu *et al.* (2004) ศึกษา ระบบ SiO_2/PET คอมโพลีเมอร์ซึ่งได้ผลที่คล้ายกัน พวกเขาพบว่า SiO_2 ทำหน้าที่เป็น nucleating agent และเพิ่มอัตราการเกิดผลึกของ PET นอกจากนี้ ปรากฏการณ์นี้ยังให้ผลคล้ายกับพบในระบบที่เติม SiO_2 ใน PP ซึ่งในอัตราร้อยละของการเกิดผลึกใน PP คอมโพลีเมอร์สูงกว่าของ PP และอัตราการร้อยละของการเกิดผลึกใน PP คอมโพลีเมอร์เพิ่มขึ้นเมื่อเติม SiO_2 เพิ่มขึ้น (Bikiaris, *et al.*, 2006)



รูปที่ 3.5 DSC thermograms of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents

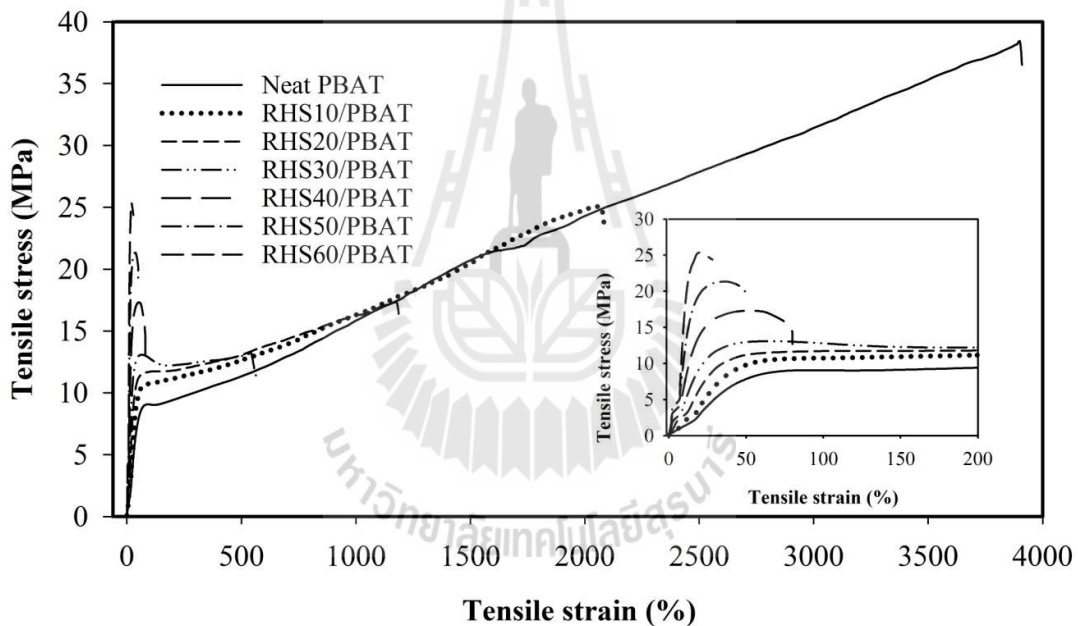
ตารางที่ 3.3 Melting temperature and crystallinity of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents.

| Materials | Tm (°C) | Crystallinity (%) |
|------------|---------|-------------------|
| Neat PBAT | 119.34 | 4.58 |
| RHS10/PBAT | 115.46 | 12.19 |
| RHS30/PBAT | 116.50 | 18.48 |
| RHS40/PBAT | 117.04 | 30.48 |
| RHS60/PBAT | 117.12 | 38.27 |

3.1.4 สมบัติเชิงกลของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิต

ผลของปริมาณ RHS ต่อสมบัติเชิงกลของ PBAT คอมโพสิตแสดงในรูปที่ 3.6-3.9 การเปลี่ยนแปลงของลักษณะความสัมพันธ์ระหว่างความเค้น (stress) กับความเครียด (strain) ของ

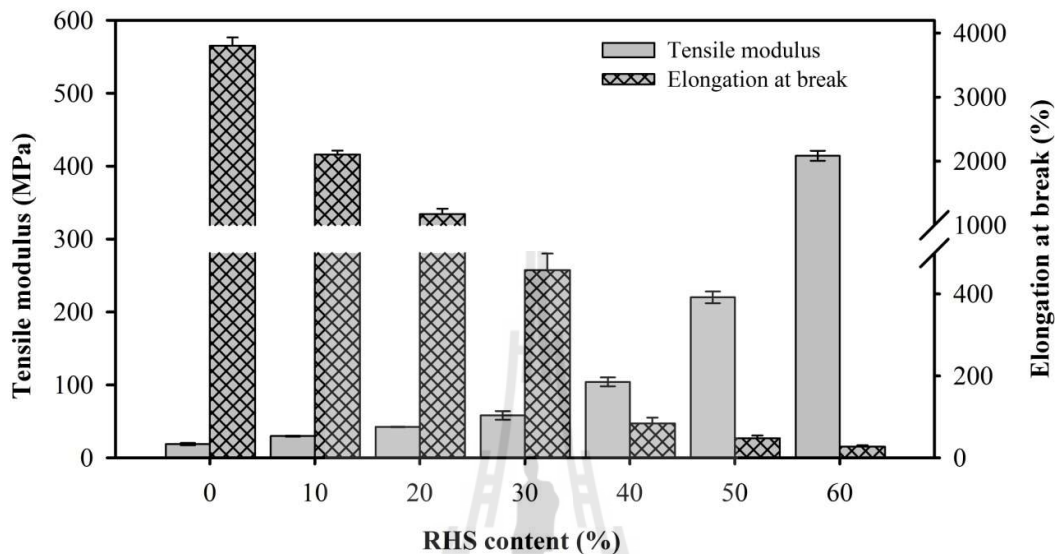
PBAT และ PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณของ RHS เพิ่มขึ้นแสดงในรูปที่ 3.6 ลักษณะความสัมพันธ์ระหว่าง stress-strain ของ PBAT และ PBAT คอมโพสิต ที่มี RHS ร้อยละ 10-30 โดยน้ำหนัก แสดงส่วนที่ stress เป็นสัดส่วนโดยตรงกับ strain ตามด้วยจุดครากที่ชัดเจน (abrupt yielding) เกิดคอขวด (necking) ตามด้วยการเพิ่มขึ้นของ stress อีกครั้งตามการเพิ่มขึ้นของ strain (strain hardening) ในทางกลับกัน ลักษณะความสัมพันธ์ระหว่าง stress-strain ของ PBAT และ PBAT คอมโพสิต ที่มี RHS มากกว่าร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก แสดงบริเวณที่ stress เป็นสัดส่วนโดยตรงกับ strain ตามด้วยจุดครากที่ชัดเจน (abrupt yielding) และมีการยืดตัวเล็กน้อยก่อนที่จะเสียหาย จากผลการทดลองจะสังเกตเห็นว่าการยืดตัว ณ จุดขาด (elongation at break) ของ RHS10/PBAT คอมโพสิตลดลงอย่างมากเมื่อเทียบกับของ PBAT นอกจากนี้ elongation at break ของ PBAT คอมโพสิตลดลงเมื่อปริมาณของ RHS เพิ่มขึ้น



รูปที่ 3.6 Stress-strain curves of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents.

โมดูลัสแรงดึง (tensile modulus) และ elongation at break ของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณต่าง ๆ ของ RHS แสดงในรูปที่ 3.7 เมื่อปริมาณของ RHS เพิ่มขึ้น จากร้อยละ 10 เป็นร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก tensile modulus ของ PBAT คอมโพสิตเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญ ในทางตรงกันข้าม elongation at break ของ PBAT คอมโพสิตมีการลดลงค่อนข้างมาก ทั้งนี้เนื่องจากสารตัวเติมในพอลิเมอร์เมทริกซ์ด้านการเคลื่อนที่และลดความสามารถในการยืดตัวของสายโซ่พอลิเมอร์ (Nurdina, Mariatti Samayamutthirian, 2011) ปัจจัยอื่นที่มีผลต่อ tensile

Modulus และ elongation at break ของ PBAT คอมโพสิต คือปริมาณของความเป็นผลึกของ PBAT (Galeski, 2003; Someya, Sugahara, and Shibata, 2005) ซึ่งปริมาณผลึกของ PBAT คอมโพสิตดังแสดงในตารางที่ 3.3 เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ RHS เพิ่มขึ้น



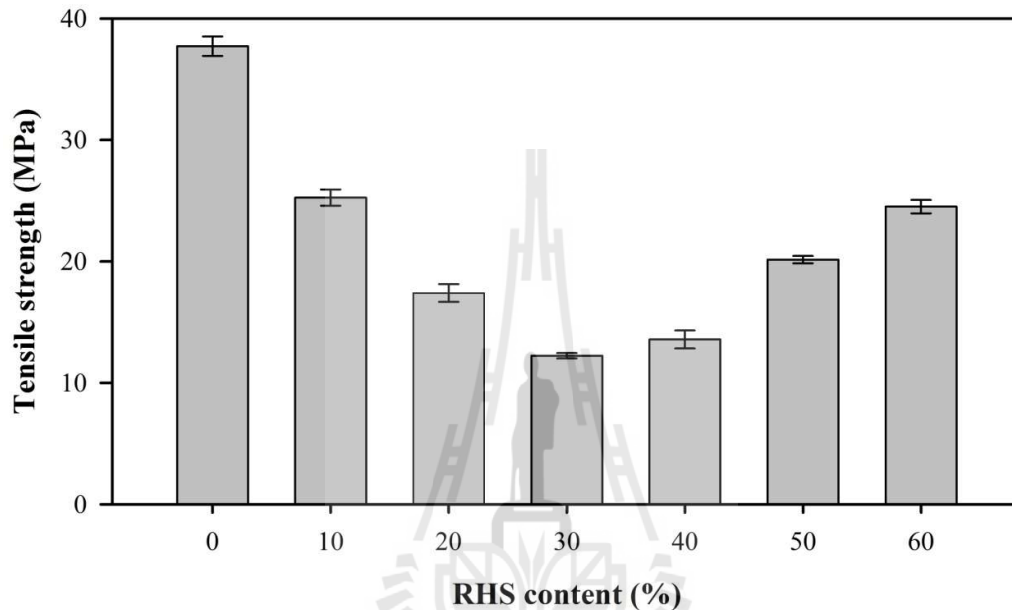
รูปที่ 3.7 Tensile modulus and elongation at break of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents

ความต้านทานแรงดึง (tensile strength) ของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิต ได้จากการแรงดึงที่มากที่สุดหารด้วยพื้นที่หน้าตัดของชิ้นงาน Tensile strength ของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณต่าง ๆ ของ RHS แสดงในรูปที่ 3.8 จากรูป PBAT คอมโพสิต ที่เติม RHS ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก มีค่า tensile strength ต่ำสุดและค่อยๆเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ RHS เพิ่มขึ้นเกินร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก

PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณของ RHS ที่ร้อยละ 30 หรือต่ำกว่า เกิด strain hardening หลังจากการเกิด yielding และ elongation at break มีค่าที่เพิ่มตามที่แสดงในรูปที่ 3.6 เป็นเพราะ PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณมี RHS ต่ำ มีความสามารถต้านทานการทานเสียรูปภายใต้แรงดึงที่ต่ำ และพฤติกรรม stress-strain ของ PBAT คอมโพสิตถูกควบคุมโดยลักษณะเฉพาะของ PBAT เมทริกซ์

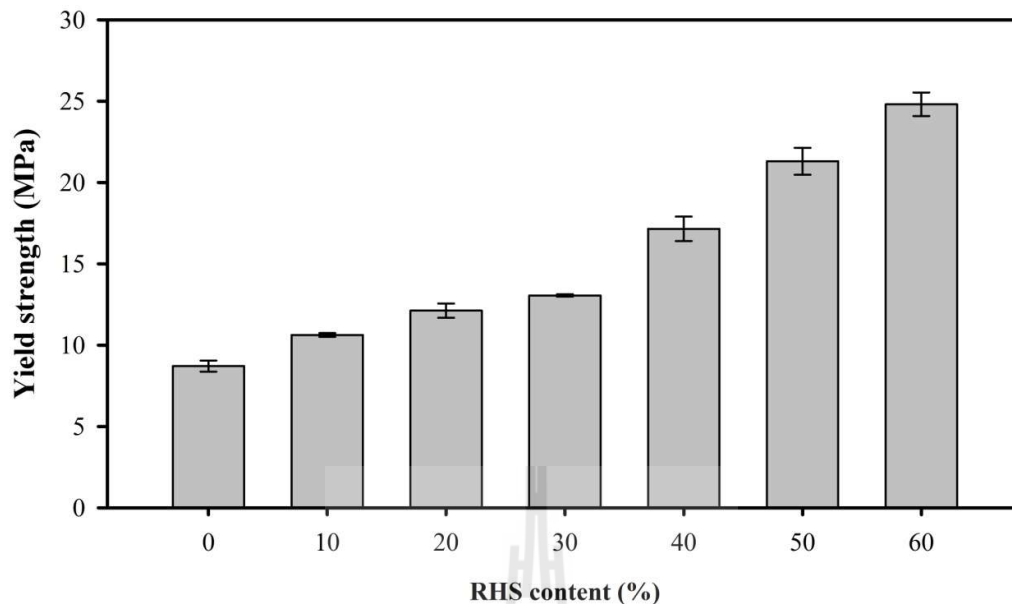
PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณของ RHS ที่มากกว่าร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก PBAT คอมโพสิตแสดงค่า elongation at break ที่ลดลง และ ค่า Tensile strength ที่เพิ่มขึ้น อาจเป็นเพราะ แรงดึงของ PBAT คอมโพสิตถูกควบคุมโดยสมบัติเฉพาะของ RHS ซึ่งในทางทฤษฎีในกรณีที่มีการเปลี่ยนแปลงปริมาณของสารเสริมแรง สมบัติเชิงกลของคอมโพสิตจะขึ้นอยู่กับทั้งปริมาณของสารตัวเติมในเมทริกซ์และสมบัติเฉพาะของสารเสริมแรงและเมทริกซ์ด้วย โดยทั่วไป สารเสริมแรงที่เป็นสาร

อนินทรีย์มีค่า tensile strength สูงกว่าพอลิเมอร์เมทริกซ์ และทำให้ tensile strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตเพิ่มขึ้น (Arencon and Velasco, 2009) แต่ในกรณีนี้ ขณะที่สารเสริมแรงมีปริมาณเพิ่มขึ้น tensile strength ของคอมโพสิตลดลง เนื่องจากการเกาะกลุ่มของสารเสริมแรงในเมทริกซ์ และช่องว่างขนาดเล็กระหว่างผิวสัมผัสของ RHS-PBAT ซึ่งเกิดจากความไม่เข้ากันของ RHS กับ PBAT มีปริมาณเพิ่มขึ้นเมื่อ RHS เพิ่มขึ้น



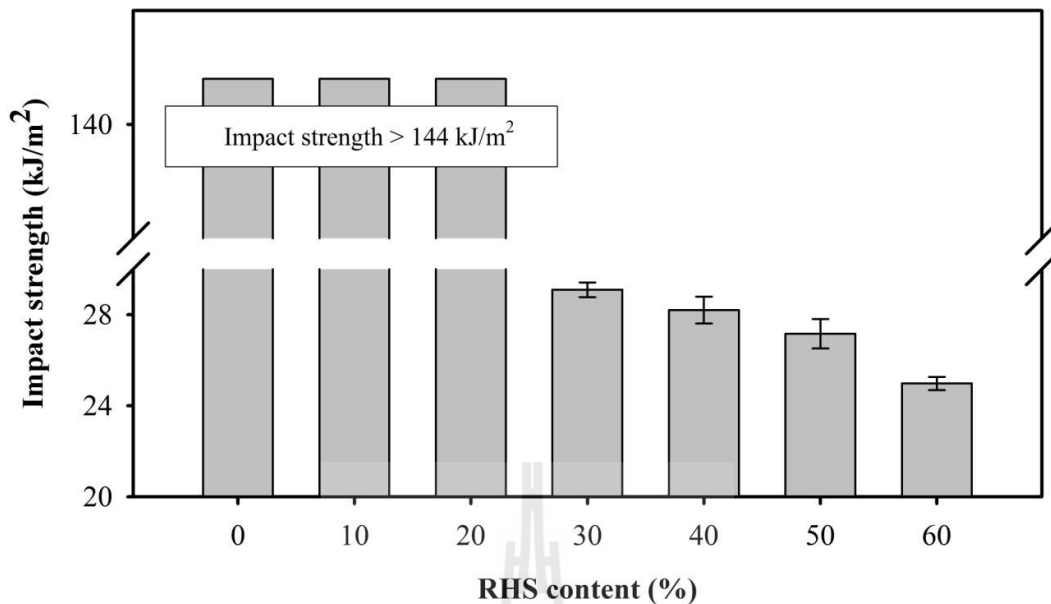
รูปที่ 3.8 Tensile strength of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents.

ความต้านแรงดึง ณ จุดคราก (yeild strength) ของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิตได้จากตำแหน่งที่ stress มีค่าสูงสุด (วัสดุสามารถทนการเสียรูปโดยไม่เปลี่ยนรูปแบบถาวร) yeild strength ของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณต่าง ๆ ของ RHS แสดงในรูปที่ 3.9 yeild strength PBAT เพิ่มขึ้นเมื่อ RHS เพิ่มขึ้น Bikiaris *et al.* (2006) สังเกตและได้ผลที่คล้ายกันในระบบ SiO_2/PP ระบบคอมโพสิต การเพิ่มขึ้นของ yeild strength ของ PP คอมโพสิตเนื่องจากการเพิ่มขึ้นในปริมาณผลึกของ PP เมทริกซ์ SiO_2 ทำหน้าที่เป็น nucleating agent และต้านการเคลื่อนของสายโซ่ PP เมทริกซ์ เป็นผลให้ yeild strength และ modulus ที่สูงขึ้น



รูปที่ 3.9 Yield strength of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents.

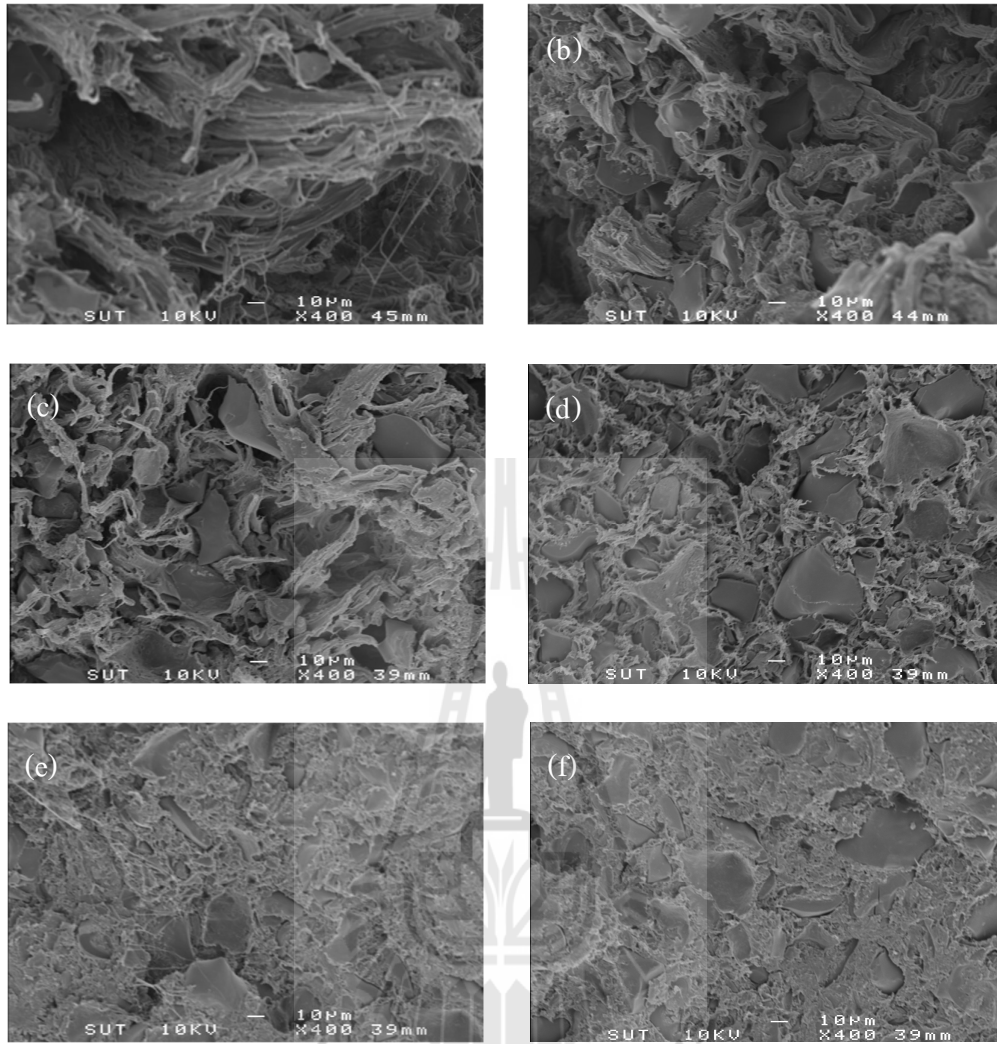
ความต้านทานต่อแรงกระแทก (impact strength) ของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณต่าง ๆ ของ RHS แสดงในรูปที่ 3.10 RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณ RHS ระหว่างร้อยละ 0 ถึง 20 โดยน้ำหนัก ไม่เกิดการแตกหักด้วยพลังงานผลกระทบที่ 2.7 J แสดงให้เห็นว่าแรงกระแทกของชิ้นงาน คำนวณจากพลังงานสูงสุดหารด้วยพื้นที่หน้าตัดขวางของชิ้นงานมีค่าสูงกว่า 144 kJ/m² จากรูปที่ 3.10 พบว่า impact strength ของคอมโพสิตลดลงเมื่อปริมาณ RHS ที่เพิ่มขึ้น โดยทั่วไป impact strength ของ PBAT ได้รับอิทธิพลจากการเติมสารเสริมแรงและการยึดเกาะบริเวณผิวสัมผัสระหว่างสารเสริมแรงและเมทริกซ์ ซึ่งอนุภาค RHS ใน PBAT เมทริกซ์ทำหน้าที่เป็นตัวริเริ่มรอยแยกขนาดเล็ก เมื่อปริมาณของ RHS ใน PBAT เพิ่มขึ้นส่งผลให้อัตราการขยายตัวของรอยแยกเพิ่มขึ้นและทำให้ค่า impact strength ของ PBAT คอมโพสิตมีค่าลดลง นอกจากนี้ ค่า impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิตยังได้รับผลกระทบจากพฤติกรรมที่เกี่ยวกับปริมาณผลึกและขนาดผลึกของพอลิเมอร์เมทริกซ์ การเพิ่มขึ้นของปริมาณผลึกซึ่งเป็นสัดส่วนกับการลดลงของค่า impact strength ของพอลิเมอร์คอมโพสิต (Wang, Wu, Ye, Zeng และ Cai, 2003)



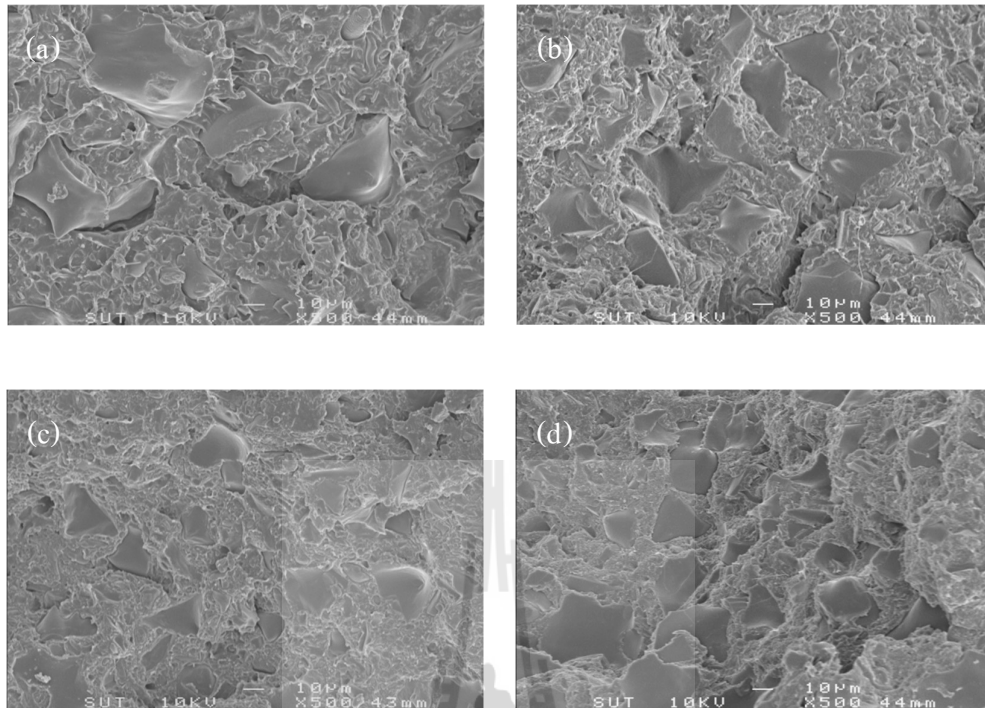
รูปที่ 3.10 Tensile strength of neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents.

3.1.5 ลักษณะสัณฐานวิทยาของ RHS/PBAT คอมโพสิต

ลักษณะสัณฐานวิทยาจาก SEM ของพื้นผิวการแตกหักด้วยแรงดึงและพื้นผิวการด้วยแตกหักผลกระทบแตกของ PBAT และ PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณต่างๆ ของ RHS แสดงในรูปที่ 3.11 และรูปที่ 3.12 ตามลำดับ รูปที่ 3.11 (a-f) แสดงการยึดตัวของเส้นใย (fibrils) ของ PBAT คอมโพสิต สั้นกว่าของ PBAT อย่างชัดเจน นอกจากนี้ การยึดตัวของ fibrils ของ PBAT คอมโพสิตสั้นลงเมื่อ ปริมาณของ RHS เพิ่มขึ้น เพราะ RHS ที่อยู่ใน PBAT เมทริกซ์ กีดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่ของ PBAT และทำให้เมทริกซ์ PBAT เปราะ ซึ่งภาพของพื้นผิวการแตกหักด้วยแรงดึงสนับสนุนลักษณะ ของพฤติกรรม stress-strain สังเกตได้จาก PBAT คอมโพสิต (รูปที่ 3.6) นอกจากนี้ ภาพของพื้นผิว การแตกหักเนื่องจากผลกระทบของ PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณต่าง ๆ ของ RHS แสดงในรูปที่ 3.12 ซึ่ง PBAT คอมโพสิตที่มี RHS ปริมาณร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ในรูปที่ 3.12 (a) พบช่องว่างระหว่าง RHS และ PBAT และพื้นผิวของ RHS สะอาดโดยไม่ปรากฏส่วนของ PBAT บนพื้นผิวของ RHS สำหรับรูปที่ 3.12 (b-d) PBAT เสริมแรงด้วย RHS มากกว่าร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก นอกจากจะพบการไม่ยึดติดกัน (debonding) ระหว่าง RHS กับ PBAT และพื้นผิวที่สะอาดของ RHS แล้วยังพบหลุมของ RHS ที่หลุด ไปจากเมทริกซ์ จากข้อมูลแสดงให้เห็นว่า การยึดเกาะระหว่าง RHS และ PBAT เมทริกซ์ใน PBAT คอมโพสิตไม่แข็งแรง



รูปที่ 3.11 SEM micrographs of tensile fracture surfaces of (a) neat PBAT and PBAT composites at various RHS contents: (b) 20 wt%, (c) 30 wt%, (d) 40 wt%, (e) 50 wt% and (f) 60 wt%.



รูปที่ 3.12 SEM micrographs of impact fracture surfaces of neat PBAT composites at various RHS contents: (a) 30 wt%, (b) 40 wt%, (c) 50 wt% and (d) 60 wt%.

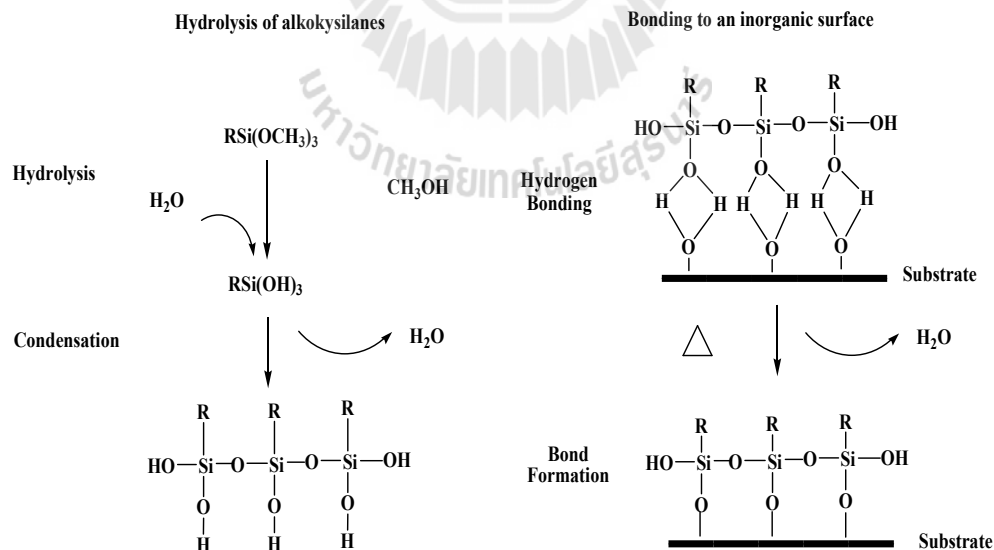
จากการศึกษาส่วนนี้ ซิลิกาที่เตรียมได้อยู่ในรูปอสัณฐาน มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 97 โดยน้ำหนัก และใช้เป็นสารเสริมแรงสำหรับ PBAT เมทริกซ์ ในศึกษาผลของปริมาณของ RHS ที่มีต่อสมบัติทางกระแสวิงตยา สมบัติทางความร้อน สมบัติเชิงกลและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ PBAT คอมโพสิต พบว่าการเติม RHS เข้าไปใน PBAT เมทริกซ์ช่วยเพิ่ม tensile modulus และ yield strength ของ PBAT คอมโพสิต ขณะที่ค่า elongation at break and impact strength ของ PBAT คอมโพสิตมีค่าลดลง ลักษณะความสัมพันธ์ของ stress-strain ของ PBAT คอมโพสิตมีลักษณะเหนียวและความเหนียวลดลงเมื่อปริมาณ RHS มากกว่าร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก การเพิ่มขึ้นของ tensile modulus และความแข็งแรง (stiffness) ที่ดีขึ้นของ PBAT เมทริกซ์ เนื่องจาก RHS มี tensile modulus สูงเมื่อเทียบกับ PBAT เมทริกซ์ นอกจากนี้ RHS ทำหน้าที่เป็น nucleating สำหรับ PBAT เมทริกซ์ก็ดขวางการเคลื่อนตัวของสายโซ่ PBAT เมทริกซ์ และลดค่า elongation at break ของ PBAT เมทริกซ์ นอกจากนี้ ลักษณะสัณฐานวิทยาจาก SEM พบการยึดเกาะพื้นผิวที่อ่อนแอระหว่าง RHS และ PBAT เมทริกซ์ ซึ่งส่งผลต่อการลดลงของ impact strength และ tensile strength ของ PBAT คอมโพสิต

ดังนั้น ในการศึกษาส่วนถัดไปเป็นการหาแนวทางในการปรับปรุงสมบัติของ RHS/PBAT คอมโพสิต โดยปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS ด้วยสารคู่ควบ MPS ซิลเลนก่อนที่ผสมกับ PBAT ซึ่งเตรียม RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณของ RHS คงที่ที่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก เนื่องจากคอมโพสิตที่ปริมาณของ RHS ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก มีสมบัติเชิงกลที่เหมาะสมและแสดงพฤติกรรมยืดหยุ่นที่ดี

3.2 ผลของปริมาณของ γ -methacryloxypropyltrimethoxysilane (MPS) ต่อสมบัติทางกระแสวิทยา สมบัติเชิงกล สมบัติทางความร้อน และลักษณะสัณฐานวิทยาของ MPS-RHS/ PBAT คอมโพสิต

3.2.1 การศึกษาลักษณะเฉพาะของ RHS ที่ปรับปรุงผิวหน้าด้วย MPS

โครงสร้างทางเคมีของ MPS แสดงในรูปที่ 2.1 สำหรับการปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS ด้วย MPS มีการเปลี่ยนแปลงทางเคมีดังเสนอในรูปที่ 3.13 ประการแรก หมู่ methacryloxypropyl ของ MPS ถูกไฮโดรไลซ์เพื่อให้เกิดหมู่ไฮดรอกซิล ประการที่สอง กลุ่มไฮดรอกซิลจากแต่ละโมเลกุลของ MPS เกิดการควบแน่นเพื่อจัดรูปแบบ oligomers ของซิลเลน จากนั้น oligomers เหล่านี้เกิดพันธะไฮโดรเจนขึ้นกับกลุ่มไฮดรอกซิลบนผิวของ RHS พันธะทางกายภาพที่เกิดขึ้นสามารถเปลี่ยนเป็นพันธะโควาเลนต์ในระหว่างการอบ RHS (Kanani, Krishnan, and Narayan, 1997).



รูปที่ 3.13 Schematic illustration of silane treated rice hush silica (Kanani, Krishnan, and Narayan, 1997).

ภาพถ่ายของอนุภาคของ RHS ที่ไม่ผ่านการปรับเปลี่ยนพื้นผิว (U-RHS) และ RHS ที่ผ่านการปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วย MPS (MPS-RHS) เมื่อตรวจสอบโดยการนำไปแขวนลอยในน้ำในช่วงเวลาที่เท่ากัน แสดงในรูปที่ 3.14 พบว่า U-RHS กระจายตัวเป็นเนื้อเดียวในน้ำในขณะที่ MPS-RHS แยกออกจากน้ำอย่างเห็นได้ชัด จากข้อมูลแสดงว่าพื้นผิวของ MPS-RHS มีความมีขี้ขี้ที่ต่ำกว่า U-RHS การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของ MPS-RHS ที่เตรียมได้ก่อนใช้เป็นสารเสริมแรงสำหรับ RHS/PBAT คอมโพลีมีผลการทดลองดังนี้



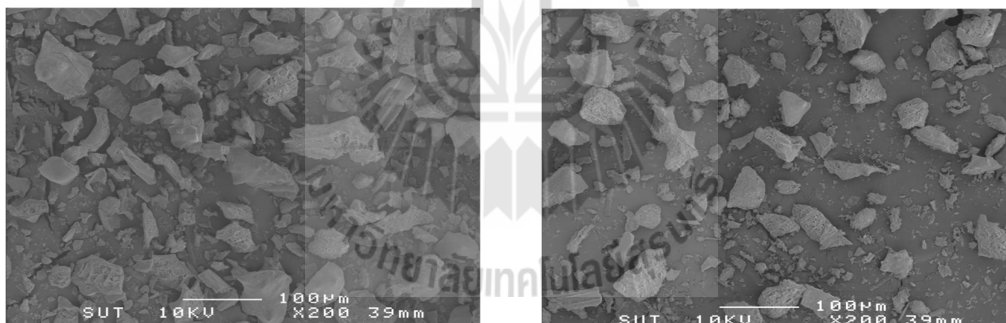
รูปที่ 3.14 Photographs of RHS particles in water (a) MPS-RHS and (b) U-RHS.

ตารางที่ 3.4 สรุปผลของการกระจายขนาดอนุภาค พื้นผิวจำเพาะและลักษณะรูพรุนของอนุภาคของ U-RHS และ MPS-RHS ในการเปรียบเทียบระหว่าง U-RHS และ MPS-RHS พบอนุภาค U-RHS กระจายขนาดกว้างที่สุดในขณะที่ขนาดการกระจายขนาดอนุภาคของ MPS-RHS ลดลงเมื่อใช้ปริมาณของ MPS ที่ร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากการแตกออกของเกาะกลุ่มของอนุภาค RHS ในระหว่างกระบวนการปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS ด้วย MPS ซึ่งทำให้ขนาดอนุภาคของ RHS เล็กลง พื้นผิวจำเพาะของอนุภาค U-RHS มีค่าสูงสุดในขณะที่พื้นผิวจำเพาะของ MPS-RHS ลดลงเมื่อปริมาณของ MPS เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ ปริมาตรรูพรุนของ U-RHS ยังมีค่าสูงสุดในขณะที่ MPS-RHS ลดลงเมื่อปริมาณของ MPS เพิ่มขึ้น การลดลงของพื้นผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของอนุภาค MPS-RHS เป็นเพราะโมเลกุลของ MPS อยู่บนอนุภาค RHS (Wu, Zhang, Rong, and Friedrich, 2005) เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนของ U-RHS มีค่าต่ำสุดในขณะที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนของ MPS-RHS เพิ่มขึ้นเมื่อปรับเปลี่ยนผิวหน้าโดยใช้ปริมาณ MPS ที่เพิ่มขึ้น

ตารางที่ 3.4 Average diameter, surface area and pore characteristics of U-RHS and MPS-RHS at various MPS contents.

| Material | Average diameter, d(4,3) (μm) | Total pore volume (ml/g) | Average pore diameter (nm) | BET surface area (m^2/g) |
|----------|--|--------------------------|----------------------------|--|
| U-RHS | 46.20 | 0.41 | 0.59 | 278.76 |
| MPS1-RHS | 44.26 | 0.32 | 0.73 | 181.76 |
| MPS2-RHS | 39.18 | 0.29 | 0.76 | 149.68 |
| MPS5-RHS | 36.29 | 0.28 | 0.79 | 146.90 |

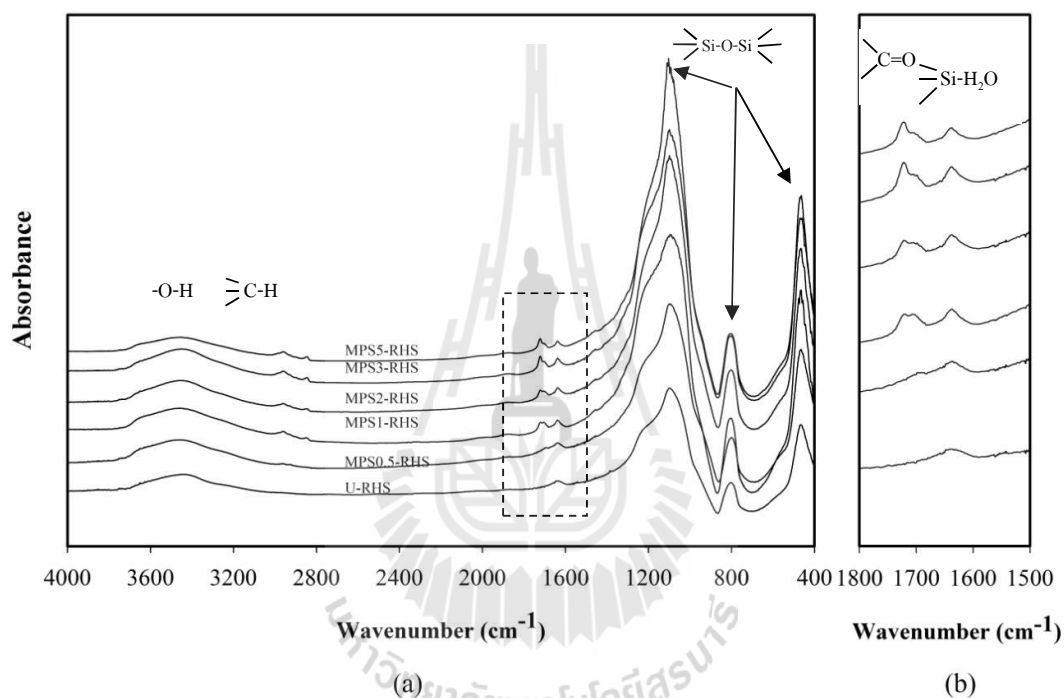
ภาพของอนุภาค U-RHS และ MPS-RHS จาก SEM แสดงในรูปที่ 3.15 ภาพของ U-RHS ในรูปที่ 3.15 (a) พบว่ารูปทรงที่ไม่แน่นอนและการกระจายขนาดอนุภาคมีขนาดกว้าง ในทางกลับกัน ภาพของ MPS-RHS ใน 3.15 รูป (b) พบการลดลงของการกระจายขนาดอนุภาคของ RHS หลังจากปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วย MPS ซึ่งภาพจาก SEM สอดคล้องกับข้อมูลที่สรุปในตารางที่ 3.4



รูปที่ 3.15 SEM micrographs of (a) U-RHS and (b) MPS2-RHS.

FTIR สเปกตรัม ของ U-RHS และ MPS-RHS ที่ปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วย MPS ที่ปริมาณต่างๆ แสดงในรูปที่ 3.16 ซึ่งลักษณะการดูดกลืนของ FTIR สเปกตรัมของ U-RHS อธิบายไว้ในส่วนที่ 3.1 การดูดกลืนของ FTIR สเปกตรัมของ MPS-RHS เกิดพีคที่ตำแหน่งประมาณ 2968, 2857 และ 1452 cm^{-1} ซึ่งเป็นลักษณะของการสั่นแบบยืดที่ไม่สมมาตรของ C-H การสั่นแบบยืดที่สมมาตรของ C-H และการสั่นแบบบิดของ C-H ตามลำดับ (Lu, Hu, Li, Chen, and Fan, 2006) นอกจากนี้ที่ตำแหน่ง $1717\text{-}1722\text{ cm}^{-1}$ เกิดการสั่นแบบยืดของ -C=O จากส่วนของ MPS (Sideridou and Karabela, 2009) จากข้อมูลชี้ให้เห็นว่าโมเลกุลของ MPS เคลือบบนพื้นผิวของ RHS สำหรับ MPS0.5-

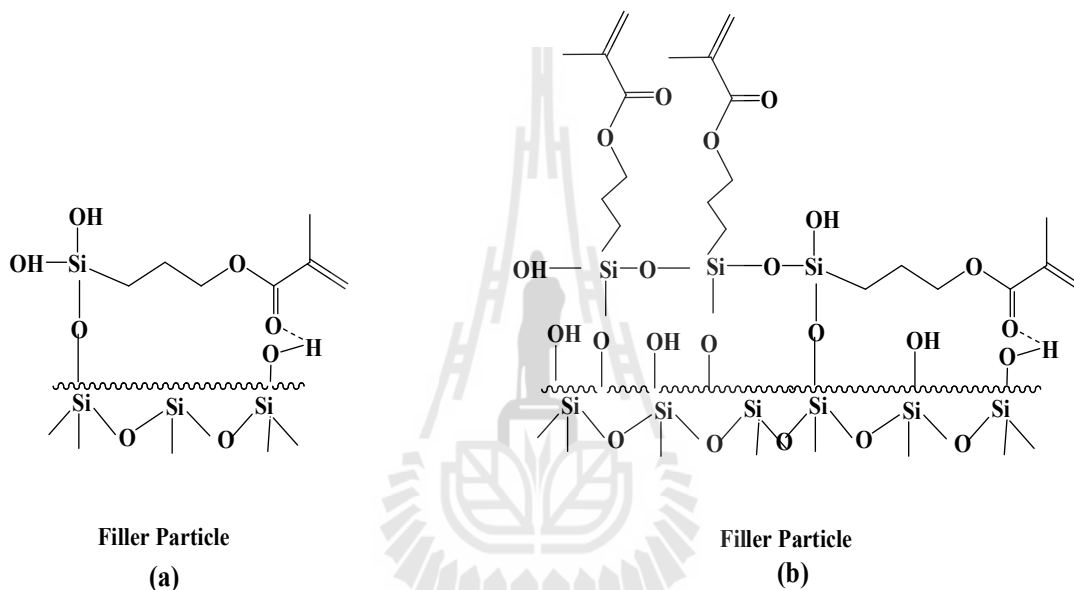
RHS FTIR สเปกตรัมแสดงการสั่นแบบยืดของหมู่คาร์บอนิลที่บริเวณตำแหน่ง 1717 cm^{-1} ซึ่งเป็นของลักษณะของพันธะไฮโดรเจนระหว่างหมู่คาร์บอนิลของ MPS กับกลุ่มไฮดรอกซิลของ RHS (Stojanovic *et al.*, 2010; Sideridou and Karabela, 2009) เมื่อปริมาณ MPS เพิ่มขึ้น FTIR สเปกตรัมเกิดพีคซ้อนกันที่ตำแหน่ง 1722 และ 1718 cm^{-1} พีคที่ตำแหน่ง 1722 cm^{-1} เกิดจากการสั่นแบบยืดของหมู่คาร์บอนิลอิสระ ($\text{C}=\text{O}$) พีคที่ตำแหน่ง 1718 cm^{-1} เกิดเนื่องจากพันธะไฮโดรเจนระหว่างกลุ่มคาร์บอนิลของ MPS กับกลุ่มไฮดรอกซิลของ RHS (Sideridou *et al.*, 2009) ซึ่งชี้ให้เห็นว่าการเพิ่มขึ้นของ MPS น่าจะส่งผลต่อลักษณะการจัดเรียงโมเลกุลของ MPS บนพื้นผิว RHS



รูปที่ 3.16 FTIR spectra of U-RHS and MPS-RHS at various MPS contents (a) wavenumber $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ and (b) wavenumber $1800\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$.

Sideridou *et al.*, (2009) ปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ SiO_2 ด้วย MPS ที่ปริมาณต่างๆ พบว่า การจัดเรียงตัวของโมเลกุล MPS มีหลายแบบปรากฏขึ้นบนพื้นผิว SiO_2 เมื่อปริมาณของ MPS ที่เปลี่ยนแปลง ซึ่งเขาเสนอการจัดเรียงตัวโมเลกุลของ MPS บนพื้นผิว SiO_2 ดังในรูปที่ 3.17 ซึ่งเมื่อใช้ MPS ปริมาณที่ต่ำจะสังเกตเห็นลักษณะของพันธะไฮโดรเจนระหว่างกลุ่มคาร์บอนิลของ MPS และกลุ่มไฮดรอกซิลของ SiO_2 และพวกเขาเสนอว่าเกิดการจัดเรียงในลักษณะแนวขนานของโมเลกุลของ MPS บนพื้นผิวของ RHS (3.17 รูป (a)) เมื่อใช้ MPS ปริมาณที่เพิ่มขึ้นพวกเขานำเสนอเสนอว่าเกิดการจัดเรียงในลักษณะสุ่ม (แบบขนานและตั้งฉาก) ของโมเลกุลของ MPS บนพื้นผิวของ RHS (4.17 รูปที่

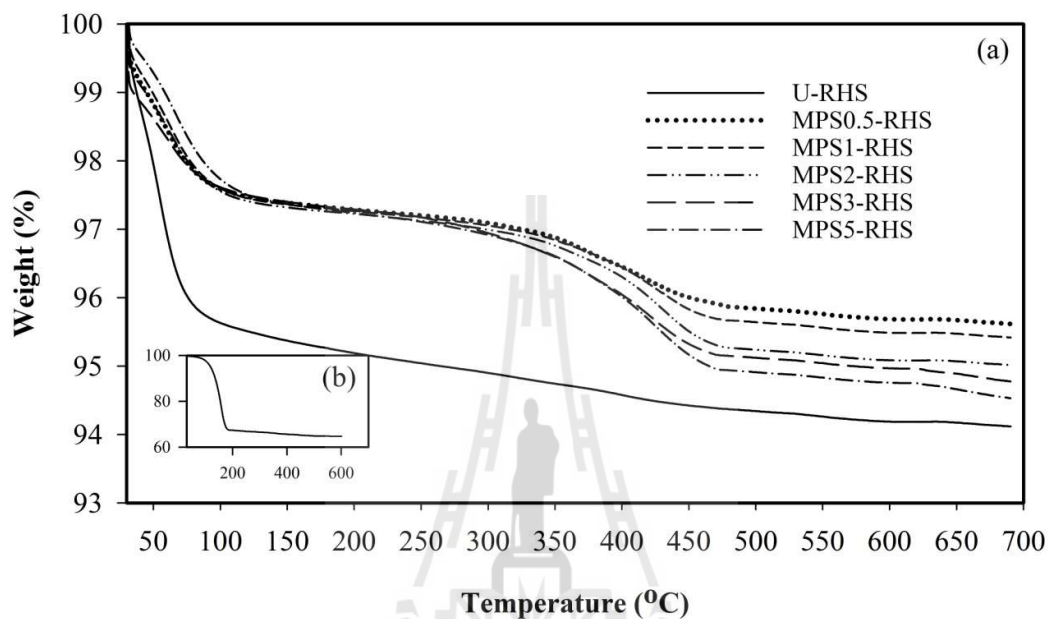
(b) ในการศึกษา FTIR สเปกตรัมของ MPS-RHS พบการเพิ่มขึ้นของการซ้อนทับระหว่างหมู่คาร์บอนิลอิสระ ($-C=O$) และกลุ่มคาร์บอนิลที่เกิดไฮโดรเจนเมื่อ MPS มีปริมาณเพิ่มขึ้น อัตราส่วนความสูงของพีคการดูดซับที่ตำแหน่ง $1722-1632\text{ cm}^{-1}$ (A_{1722}/A_{1632}) (อัตราส่วนระหว่างพีคคาร์บอนิลต่อพีคการดูดซึมน้ำบนพื้นผิวของ RHS) และอัตราส่วนความสูงของพีคการดูดซับที่ตำแหน่ง $1722-1718\text{ cm}^{-1}$ (A_{1722}/A_{1718}) มีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ MPS ที่เพิ่มขึ้น ซึ่งให้เห็นว่าปริมาณของโมเลกุล MPS บนพื้นผิว RHS และการวางแนวตั้งฉากของโมเลกุลของ MPS บนพื้นผิว RHS มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ MPS ที่เพิ่มขึ้น



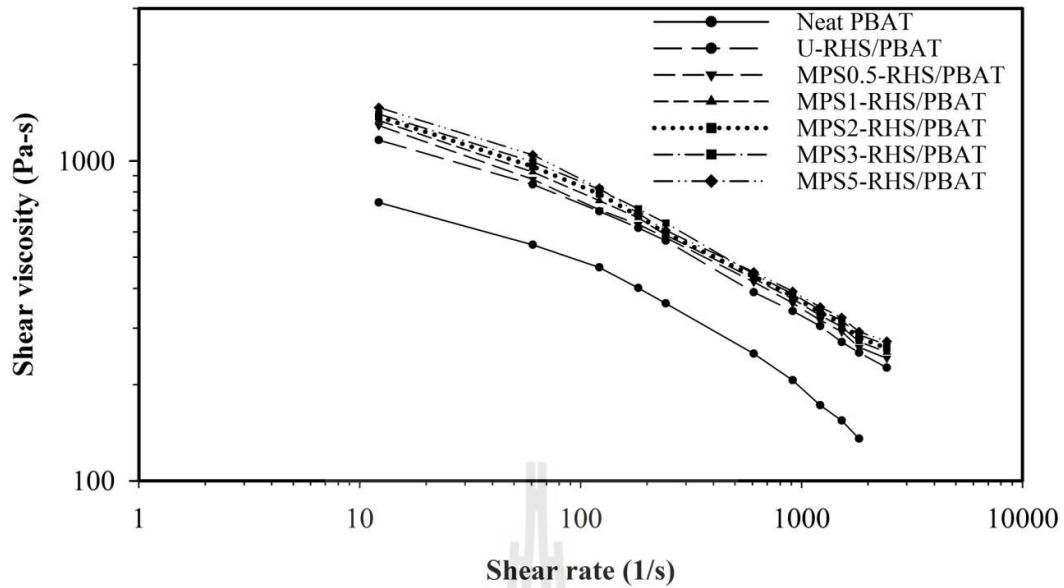
รูปที่ 3.17 Simplified illustrative molecular structures of (a) random and (b) parallel monomolecular MPS molecules (Sideridou and Karabela, 2009).

TGA เทอร์โมแกรม ของ U-RHS MPS ผสมกับ RHS (Mixed MPS/RHS) และ MPS-RHS ที่ปริมาณต่าง ๆ ของ MPS แสดงในรูปที่ 3.18 อุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ของตัวอย่าง (กำหนดจากอุณหภูมิที่เกิดการสูญเสียน้ำหนักสูงสุด) และน้ำหนักสารคงเหลือที่ตำแหน่งอุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ สรุปไว้ในตารางที่ 3.5 ทุกตัวอย่างแสดงการสูญเสียน้ำหนักเล็กน้อยที่ตำแหน่งอุณหภูมิ $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ และต่ำกว่า $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ เนื่องจากการระเหยของน้ำและการปลดปล่อยของน้ำในอนุภาค RHS (อุณหภูมิมากกว่า $200\text{ }^{\circ}\text{C}$) (Ma *et al.*, 2010) เมื่อนำมาเปรียบเทียบ พบว่า TGA เทอร์โมแกรมของ MPS-RHS มีการสูญเสียน้ำหนักน้อยกว่า U-RHS ตลอดช่วงอุณหภูมิ แสดงให้เห็นว่าน้ำที่ดูดซับบนพื้นผิวของ MPS-RHS มีปริมาณต่ำกว่าของ U-RHS นอกจากนี้ TGA เทอร์โมแกรมของ Mixed MPS/RHS ในรูป 3.18 (b) พบว่าการมีสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิต่ำ (ประมาณ 150°C) เมื่อเปรียบเทียบกับ MPS-RHS และ U-

RHS ซึ่งการสลายตัวในช่วงของอุณหภูมินี้สอดคล้องกับการระเหยของการดูดซับโมเลกุลของ MPS ซึ่งชี้ให้เห็นว่า MPS-RHS มีแรงกระทำระหว่าง MPS กับ RHS ที่ดีกว่า Mixed MPS/RHS นอกจากนี้ การสูญเสียน้ำหนักของ MPS-RHS เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ MPS เพิ่มขึ้นตามที่เห็นในตารางที่ 3.5 ซึ่งชี้ให้เห็นว่า โมเลกุลของ MPS เคลือบบนพื้นผิว RHS มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ MPS เพิ่มขึ้น



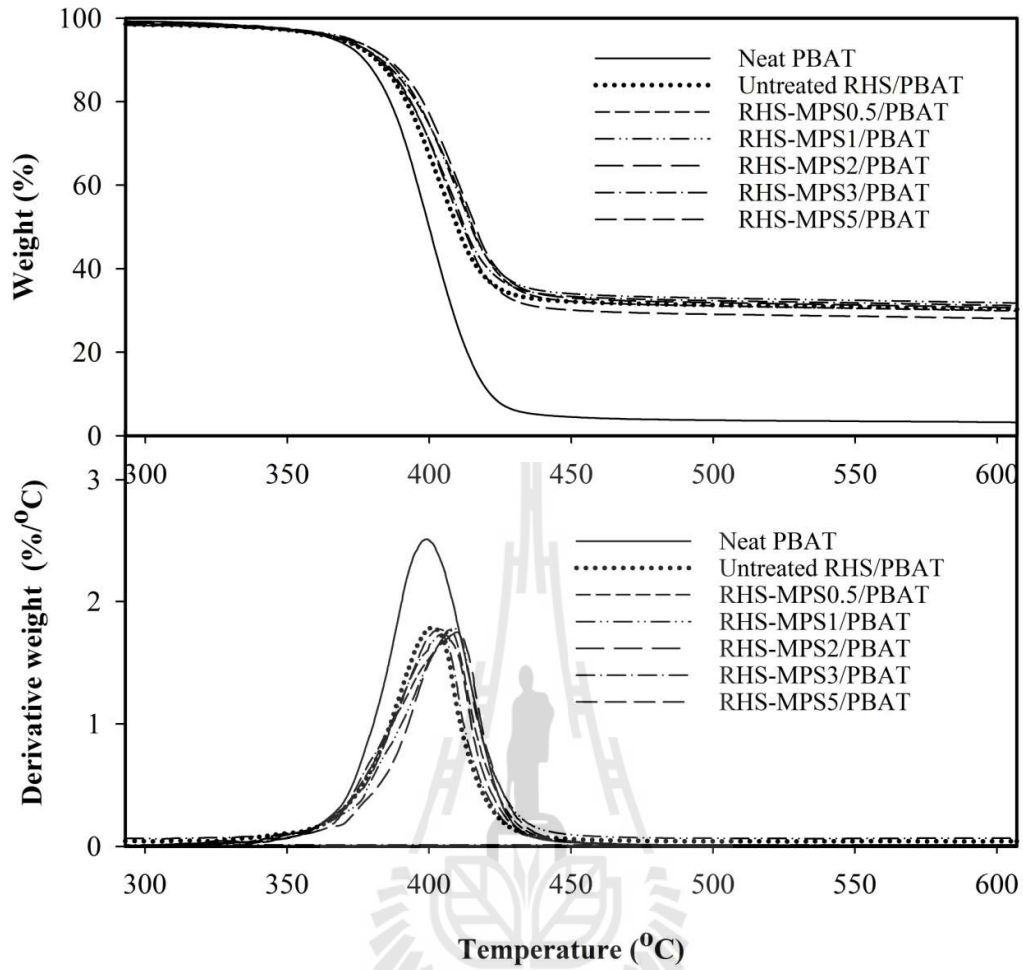
รูปที่ 3.18 TGA thermograms of (a) U-RHS, MPS-RHS at various MPS contents and (b) physically mixed MPS/RHS.



รูปที่ 3.19 Shear viscosity as a function of shear rate of neat PBAT, U-RHS and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS content.

3.2.3 สมบัติทางความร้อนของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

TGA เทอร์โมแกรมของ PBAT U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT ที่ปริมาณต่างๆ ของ MPS แสดงในรูปที่ 3.20 พิจารณา PBAT คอมโพลีเมอร์พบว่า T_d ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์มีค่าสูงกว่าของ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ นอกจากนี้ T_d และน้ำหนักที่เหลือของตัวอย่างที่อุณหภูมิ 600°C สรุปไว้ในตารางที่ 3.6 ซึ่งการเติม RHS ใน PBAT ช่วยเพิ่ม T_d ของ PBAT นอกจากนี้ T_d ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณ MPS ที่ใช้ปรับเปลี่ยนผิวหน้าของ RHS ถึงร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ผลลัพธ์เหล่านี้บ่งชี้ว่าพื้นผิว RHS ที่ถูกปรับเปลี่ยนด้วย MPS ช่วยเพิ่มสมบัติทางความร้อนของ PBAT คอมโพลีเมอร์ เป็นเพราะการกระจายตัวที่ดีขึ้นของอนุภาค MPS-RHS ใน PBAT และการยึดเกาะที่ผิวที่แข็งแรงระหว่าง MPS-RHS และ PBAT เมื่อเทียบกับ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์



รูปที่ 3.20 TGA and DTG thermograms of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents.

Table 3.6 Decomposition temperatures and residue weight at 600°C of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents.

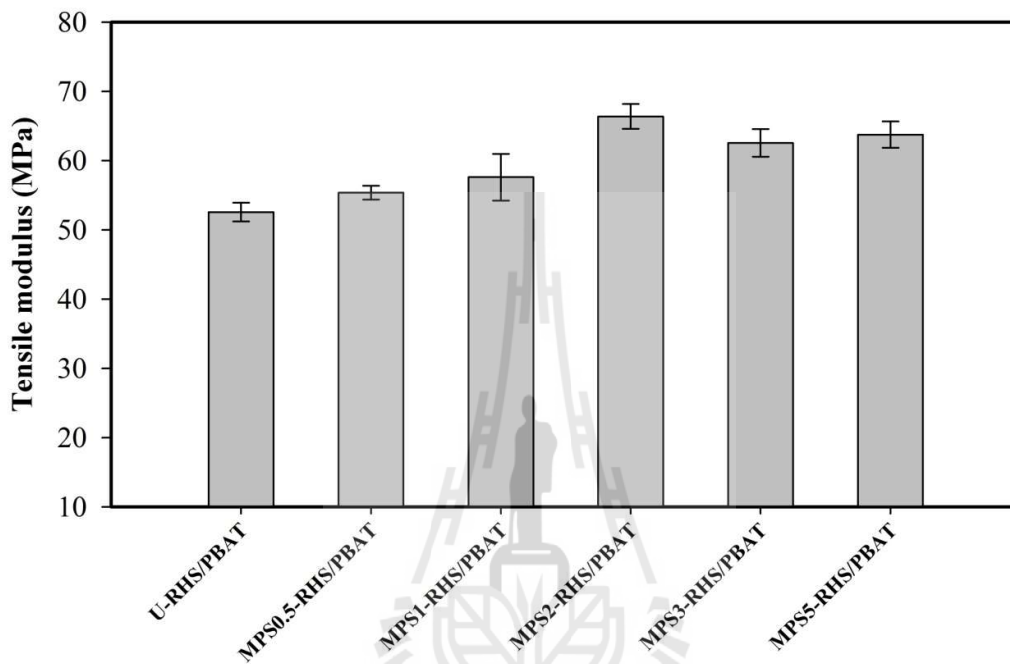
| Sample | T _d (°C) | Residue weight at 600°C (%) |
|-----------------|---------------------|-----------------------------|
| Neat PBAT | 399.78 | 2.99 |
| U-RHS/PBAT | 401.05 | 31.20 |
| MPS0.5-RHS/PBAT | 405.11 | 30.77 |
| MPS1-RHS/PBAT | 408.30 | 30.31 |
| MPS2-RHS/PBAT | 409.90 | 31.48 |
| MPS3-RHS/PBAT | 407.36 | 31.58 |
| MPS5-RHS/PBAT | 407.08 | 29.48 |

3.2.4 สมบัติทางกลของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

จากส่วนก่อนหน้า (3.1) ผลการศึกษาพบว่า tensile modulus ของ PBAT คอมโพลีเมอร์เพิ่มขึ้นเป็นอย่างมากเมื่อปริมาณของ RHS เพิ่มขึ้นในขณะที่ค่า tensile และ impact strengths ของ PBAT คอมโพลีเมอร์มีค่าลดลง เป็นเพราะความไม่เข้ากันระหว่างสารเสริมแรง RHS ที่มีความแข็ง และ PBAT เมทริกซ์ซึ่งไม่แข็ง ดังนั้น การปรับปรุงความเข้ากันได้ระหว่างสารเสริมแรง RHS และ PBAT เมทริกซ์ จึงได้ดำเนินการโดยการปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS ด้วย MPS ก่อนที่จะผสมกับ PBAT ในการศึกษาส่วนนี้ ใช้ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ ที่ RHS ปริมาณคงที่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก เพราะคอมโพลีเมอร์ที่ RHS สัดส่วนนี้ยังคงมีลักษณะเหนียวในขณะที่ tensile modulus ของคอมโพลีเมอร์ถูกปรับปรุงให้ดีขึ้นเมื่อเทียบกับที่ของ PBAT ผลของปริมาณต่าง ๆ ของ MPS ต่อสมบัติเชิงกลของ PBAT คอมโพลีเมอร์แสดงในรูปแบบที่ 3.21-3.24

tensile modulus ของ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ และ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ที่ปริมาณต่างๆของ MPS แสดงในรูปแบบที่ 3.21 tensile modulus ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ สูงกว่าของ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ นอกจากนี้ tensile modulus ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ MPS เพิ่มขึ้นที่ปริมาณร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก ข้อสังเกตเหล่านี้แสดงให้เห็นว่าการเพิ่ม MPS-RHS ใน PBAT ช่วยในการปรับปรุง stiffness ของ PBAT เมทริกซ์ ซึ่งคล้ายคลึงกับการศึกษาของ Nurdina, Mariatti, and Samayamutthirian (2011) ซึ่งพบว่า การปรับเปลี่ยนพื้นผิวของสารเสริมแรงด้วยไททานเตตและสารคู่ควบไซเลนช่วยเพิ่ม tensile modulus ของคอมโพลีเมอร์เมื่อเทียบกับสารเสริมแรงที่ไม่ผ่านการปรับเปลี่ยนพื้นผิว เป็นเพราะไททานเตตหรือสารคู่ควบไซเลนที่อยู่

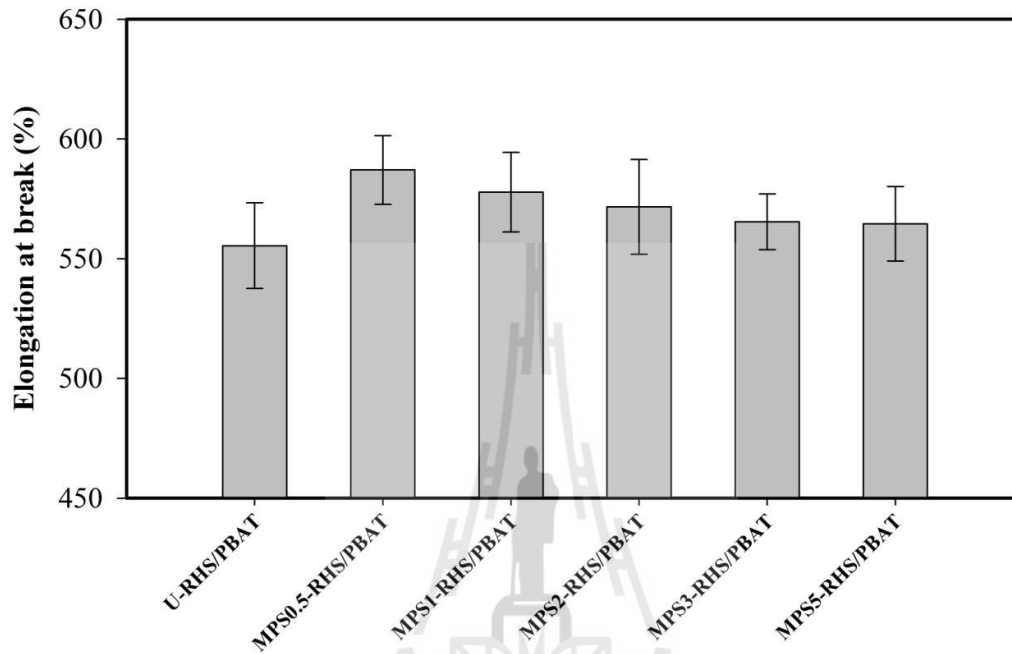
บนผิวของสารเสริมแรงมีประสิทธิภาพเพิ่มแรงกระทำระหว่างสารเสริมแรงพอลิเมอร์เมทริกซ์ อย่างไรก็ตาม tensile modulus ของ MPS-RHS/PB ลดลงเมื่อปริมาณของ MPS เพิ่มขึ้นกว่าร้อยละ 2 โดยน้ำหนักอาจจะเป็นเพราะโมเลกุลของ MPS การบนพื้นผิวของ RHS ทำหน้าที่เป็นพลาสติกไซเซอร์ในระหว่างการเตรียมคอมโพสิต (Ahn, Kim, and Lee, 2004)



รูปที่ 3.21 Tensile modulus of U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents.

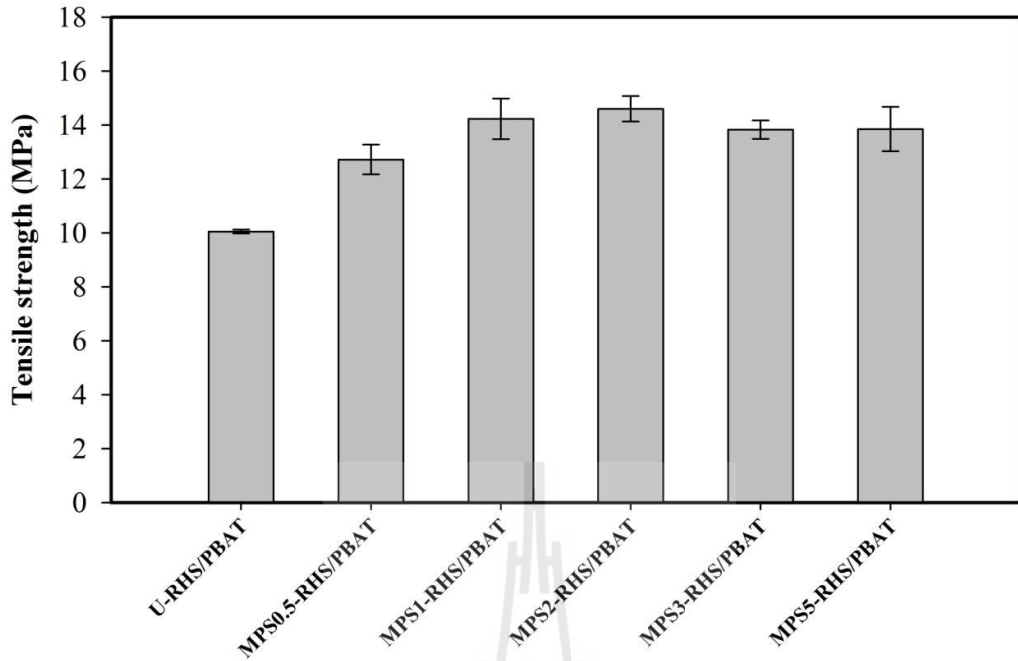
elongation at break ของ U-RHS/PBAT คอมโพสิต และ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณต่างๆ ของ MPS แสดงในรูปที่ 3.22 ซึ่ง elongation at break MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตมีค่าสูงกว่าของ U-RHS/PBAT คอมโพสิต เป็นเพราะ MPS-RHS มีการกระจายตัวใน PBAT เมทริกซ์ที่ดีเมื่อเทียบกับ U-RHS เมื่อปริมาณของ MPS เพิ่มขึ้นค่า elongation at break ของคอมโพสิตลดลงเล็กน้อย ผลการทดลองนี้ตรงกันข้ามกับผลการทดลองของ Metin, Tihminlioglu, Balkose, and Ulku (2004) and Someya, Sugahara, and Shibata (2005) ซึ่ง Metin และคณะศึกษาผลของปริมาณของ MPS ต่อสมบัติเชิงกลของซีโอไลท์ (zeolite)/PP คอมโพสิต ขณะที่ Someya และคณะศึกษาผลของปริมาณของ MPS ต่อสมบัติเชิงกลของ MMT/PBAT คอมโพสิต งานวิจัยทั้งสองกลุ่มได้ผลที่คล้ายกันคือ elongation at break ของพอลิเมอร์คอมโพสิตเสริมแรงด้วยสารเสริมแรงที่ปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วย MPS มีค่า elongation at break สูงกว่าคอมโพสิตเสริมแรงด้วยสารเสริมแรงที่ไม่ปรับเปลี่ยนพื้นผิว เนื่องจากการกระจายตัวที่ดีของสารเสริมแรงในเมทริกซ์พอลิเมอร์ นอกจากนี้

elongation at break ของคอมโพสิตเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ MPS เพิ่มขึ้น พวกเขาชี้ให้เห็นว่า MPS แสดงลักษณะของพลาสติกไซซิง (plasticizing) เนื่องจากการเกิดชั้น MPS จากการดูดซับทางกายภาพระหว่างเฟสของฟิลเลอร์และพอลิเมอร์เมทริกซ์

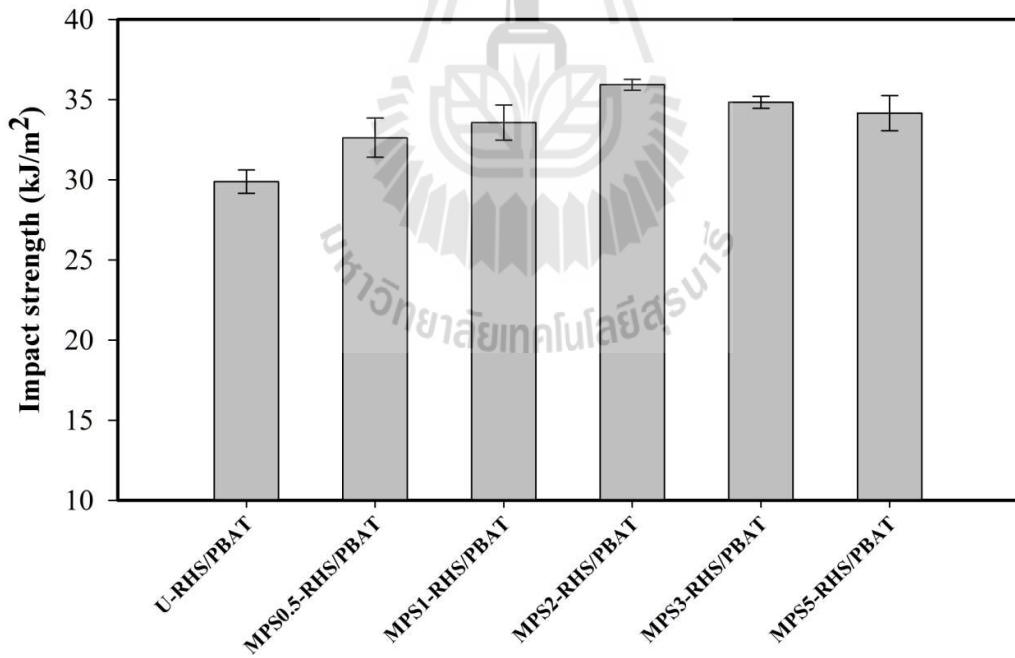


รูปที่ 3.22 Elongation at break of U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents.

tensile strengths และ impact strengths ของ U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาณต่างๆ ของ MPS แสดงในรูปที่ 3.23 และรูปที่ 3.24 ตามลำดับ พบว่าทั้ง tensile strengths และ impact strengths ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตมีค่าสูงกว่าของ U-RHS/PBAT คอมโพสิต การเพิ่มขึ้น tensile strengths และ impact strengths ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต เนื่องจากการยึดเกาะที่ดีระหว่าง MPS-RHS และ PBAT เมทริกซ์และการกระจายตัวที่ดีของ MPS-RHS ใน PBAT เมทริกซ์ ซึ่งได้รับการยืนยันและเป็นไปตามหลักฐานวิทยาของ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต แสดงในรูปที่ 3.26



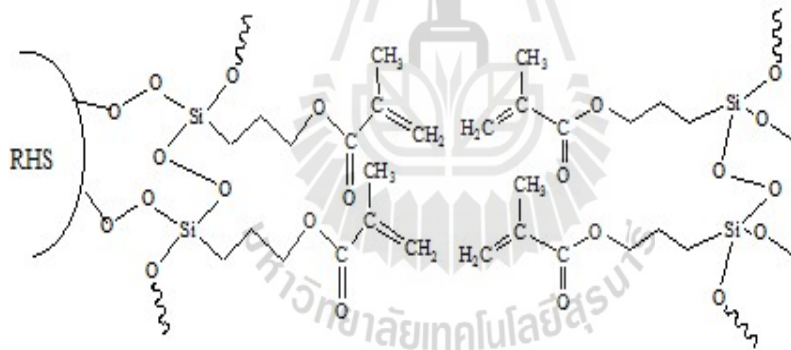
รูปที่ 3.23 Tensile strength of U-RHS/PBAT and MPS-RHS at various MPS contents.



รูปที่ 3.24 Impact strength of U-RHS/PBAT and MPS-RHS at various MPS contents.

การเพิ่มขึ้นของสมบัติทางกลของคอมโพสิตอาจจะเกี่ยวข้องกับการปรากฏของโมเลกุลของ MPS ที่ปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS เหตุผลแรกที่น่าจะเป็นไปได้คือการที่โมเลกุล MPS ยึดแน่นบนพื้นผิวของ RHS ยับยั้งการเกาะกลุ่มกันระหว่างอนุภาค RHS และปรับปรุงการกระจายตัวของ RHS ใน PBAT เมทริกซ์ (Zou, Wu, and Shen, 2008) เหตุผลที่สองที่น่าจะเป็นไปได้คือ โมเลกุล MPS ที่ปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS เกิดแรงกระทำที่ดีกับ PBAT เมทริกซ์ซึ่งนำไปสู่การยึดติดที่เพิ่มขึ้นระหว่างพื้นผิวของ RHS และ PBAT (Matinlinn, Ozcanb, Lassilaa, and Vallittua, 2004)

สิ่งที่สังเกตได้อีกอย่างคือ นอกจาก tensile strengths และ impact strengths ของ MPS2-RHS/PBAT จะมีค่าสูงที่สุดแล้ว ค่า Td ของ MPS2-RHS/PBAT คอมโพสิตก็มีค่าสูงสุดเช่นกัน เมื่อ MPS ถูกใช้เกินร้อยละ 2 โดยน้ำหนัก จะมี MPS เกิดขึ้นหลายชั้นบนพื้นผิว RHS ซึ่ง MPS ที่ชั้นแรกเกิดเป็นพันธะโควาเลนต์กับพื้นผิวบน RHS ในขณะที่ MPS ที่ชั้นที่สองเกิดแรงแบบกายภาพกับ MPS ชั้นแรก ในระหว่างการทดสอบทางกลและทางความร้อน แรงยึดเกาะอ่อนแอระหว่างเฟสของ PBAT และ RHS เป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลทำให้เกิดการแยกออกระหว่างเฟสของ RHS และ PBAT ได้ง่ายและเกิดการเสียหายของคอมโพสิต โครงสร้างโมเลกุลเป็นตัวอย่างของการเกิดโมเลกุล MPS หลายชั้นถูกเสนอโดย Sideridou and Karabela (2009) ดังแสดงในรูปที่ 3.25

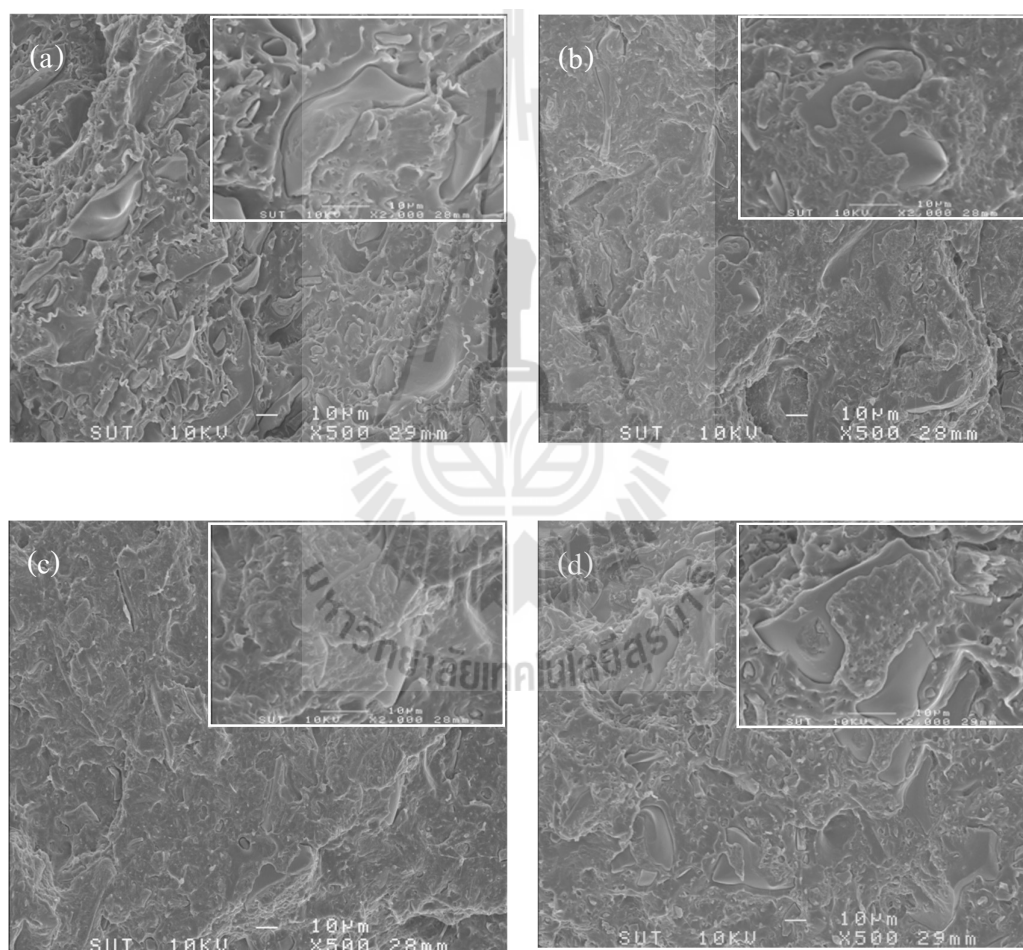


รูปที่ 3.25 Simplified illustrative molecular structures of multilayer MPS molecules (Sideridou and Karabela, 2009).

3.2.5 สมบัติทางสัณฐานวิทยาของ U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต

สัณฐานวิทยาจาก SEM ของพื้นผิวการแตกหักด้วยแรงกระแทกของ U-RHS/PBAT คอมโพสิต และ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตที่ปริมาตรต่างๆของ MPS แสดงในรูปที่ 3.26 U-RHS/PBAT คอมโพสิตในรูปที่ 3.26 (a) พบว่าสารเสริมแรง RHS มีแนวโน้มที่แสดงพื้นผิวการแตกหักรอบอนุภาค RHS นอกจากนี้ พื้นผิว RHS ที่สะอาดไม่ปรากฏส่วนของ PBAT บนพื้นผิว RHS แสดงการ

ยึดเกาะที่อ่อนแอระหว่างระหว่าง U-RHS และ PBAT เมทริกซ์ ในขณะที่การปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS ด้วย MPS (รูปที่ 3.26 (b-d)) พบว่า PBAT เมทริกซ์ ติดบนพื้นผิว RHS นอกจากนี้ อนุภาค RHS ที่ปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วย MPS ส่วนใหญ่มีแนวโน้มที่จะฝังตัวอยู่ใน PBAT เมทริกซ์ และช่องว่างระหว่าง MPS-RHS และ PBAT เมทริกซ์ได้หายไปเกือบหมด ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่าการปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS ด้วย MPS ปรับปรุงการยึดเกาะระหว่าง RHS และ PBAT เมทริกซ์ อาจกล่าวได้ว่าการลดความชอบน้ำของอนุภาค RHS และการปรับเปลี่ยนพื้นผิวของ RHS ช่วยเพิ่มความเข้ากันได้กับ PBAT ซึ่งไม่ชอบน้ำ ที่นำไปสู่การยึดเกาะที่พื้นผิวที่ดีขึ้นและส่งผลให้สมบัติเชิงกลของ PBAT คอมโพสิตที่สูงขึ้น



รูปที่ 3.26 SEM micrographs of tensile fracture surfaces of (a) U-RHS/PBAT composite and MPS-RHS/PBAT composites at various MPS contents: (b) 1 wt%, (c) 2 wt% and (d) 3 wt%.

การเปลี่ยนแปลงพื้นผิว RHS ด้วย MPS พบการเปลี่ยนแปลงลักษณะของสารเสริมแรงได้แก่ ความมีขี้และการเกาะกลุ่มของสารเสริมแรง นอกจากนี้ RHS ที่ปรับเปลี่ยนพื้นผิวด้วย MPS ที่ปริมาณต่าง ๆ ของ MPS ถูกนำมาเตรียม MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ ผลการวิจัยพบว่า MPS-RHS ช่วยปรับปรุงสมบัติเชิงกลของ PBAT คอมโพลีเมอร์ นอกจากนี้ ลักษณะสัณฐานวิทยาของคอมโพลีเมอร์ยืนยันว่า การปรับเปลี่ยนพื้นผิว RHS ด้วย MPS ช่วยปรับปรุงการยึดเกาะระหว่าง MPS-RHS และ PBAT เมทริกซ์

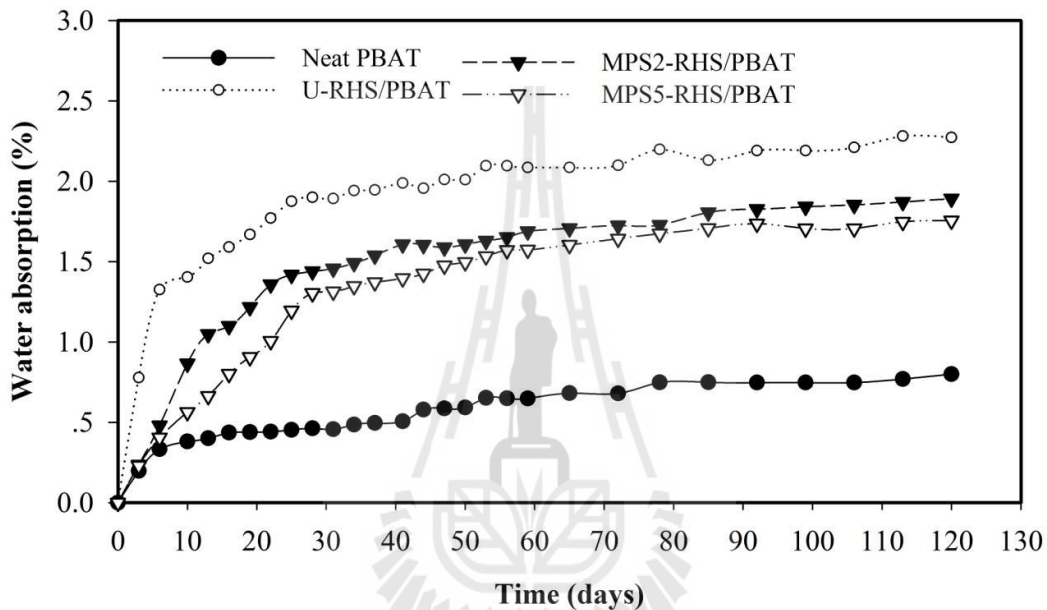
3.3 การดูดซึมน้ำของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

3.3.1 การดูดซึมน้ำของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

ความสัมพันธ์ของอัตราการย่อยสลายของการดูดซึมน้ำกับเวลาแช่น้ำที่เพิ่มขึ้นของ PBAT U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์แสดงในรูปที่ 3.27 ปริมาณการดูดซึมน้ำในตัวอย่างหาจากความแตกต่างของน้ำหนักของกลุ่มตัวอย่างก่อนและหลังแช่น้ำ พบว่า การดูดซึมน้ำของกลุ่มตัวอย่างทั้งหมดมีแนวโน้มคล้ายกัน พบว่าน้ำถูกดูดซึมอย่างรวดเร็วในกลุ่มตัวอย่างสำหรับ 30 วันแรกของการแช่น้ำหลังจากนั้นอัตราการดูดซึมน้ำได้ช้าลง อย่างไรก็ตาม การดูดซึมน้ำของ PBAT มีค่าต่ำกว่า PBAT คอมโพลีเมอร์ เนื่องจากลักษณะเฉพาะที่ไม่ชอบน้ำของ PBAT เมทริกซ์ สำหรับ PBAT คอมโพลีเมอร์อัตราการดูดซึมน้ำใน U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์มีค่าสูงสุด

การดูดซึมน้ำที่เพิ่มขึ้นของ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์เนื่องจากของกลุ่มไฮดรอกซิลอิสระบนพื้นผิวของ RHS ซึ่งมีความสามารถจับตัวกับโมเลกุลของน้ำได้ดี นอกจากนี้ ช่องว่างขนาดเล็กที่อยู่ในระหว่าง PBAT และ RHS ที่เกิดจากความแตกต่างของความมีขี้ของ PBAT และ RHS ประกอบกับการยึดติดที่ไม่ดีตรงบริเวณผิวสัมผัสระหว่าง RHS ซึ่งชอบน้ำและ PBAT ซึ่งไม่ชอบน้ำ ดังนั้น โมเลกุลของน้ำสามารถผ่านเข้าไปในช่องว่างเหล่านี้ได้อย่างง่ายและสะสมอยู่ที่ตรงบริเวณผิวสัมผัสของ RHS กับ PBAT ปรากฏการณ์นี้พบคล้ายกันกับงานของ Yang, Kim, Park, Lee, and Hwang (2006) สำหรับระบบ LDPE คอมโพลีเมอร์เสริมแรงด้วย lignocelluloses ที่ปริมาณร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก พวกเขาพบว่า การดูดน้ำมากอาจก่อให้เกิดการไม่ยึดติดกันของเมทริกซ์และสารเสริมแรงตรงบริเวณที่มีช่องว่างและบริเวณที่มีการเกาะกลุ่มกันของสารเสริมแรง การใช้ MPS ปรับปรุงพื้นผิวของ RHS พบว่าอัตราการดูดน้ำของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ มีค่าลดลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ สำหรับ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์การดูดซึมน้ำลดลงที่ปริมาณของ MPS มากขึ้น ซึ่งกลไกการแพร่ของโมเลกุลของน้ำไปในพอลิเมอร์สามารถอธิบายโดยโมเลกุลของน้ำแทรกซึมเข้าไปในพื้นที่ว่าง (เช่น ช่องว่างขนาดเล็กและข้อบกพร่องทางสัณฐานวิทยาอื่น ๆ) หรือ ตรงผิวสัมผัสที่อ่อนแอบริเวณผิวสัมผัสระหว่างพอลิเมอร์ และสารเสริมแรงซึ่งควบคุมโดยพันธะไฮโดรเจนบริเวณผิวของสารเสริมแรงที่มีความมีขี้ (Unemori, Matsuya, Matsuya, Akashi, and Akamie, 2003) จากการรายงานโดย Tang *et al.* (2008) กลไกการแพร่ของน้ำอาจเกิดขวางของโดยลดการรวมตัวสารตัวเติมซึ่ง

ทำหน้าที่ขนส่งน้ำ ยิ่งกว่านั้น Tham, Chow and Ishak (2010) พบว่าการดูดซึมน้ำของ HA/PMMA คอมโพลิทลดลงอย่างมีนัยสำคัญหลังจากการปรับปรุงพื้นผิว HA ด้วย MPS เนื่องจากโมเลกุลของ MPS ซึ่งเกิดพันธะทางกายภาพ หรือพันธะทางเคมีกับผิว HA เกิดเป็นชั้นล้อมรอบ ๆ อนุภาค HA และ จำกัด การดูดซึมน้ำ ในการศึกษาครั้งนี้ ปริมาณการดูดซึมน้ำใน PBAT คอมโพลิทถูกควบคุมโดยความมีขี้ของ RHS ซึ่ง RHS ที่ได้ปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPS มีความมีขี้ลดลง และเกิดแรงกระทำที่ดีขึ้นระหว่าง PBAT และ RHS ที่ปรับปรุงพื้นผิวด้วย MPS ซึ่งนำไปสู่การลดช่องว่างขนาดเล็กและการดูดซึมน้ำ

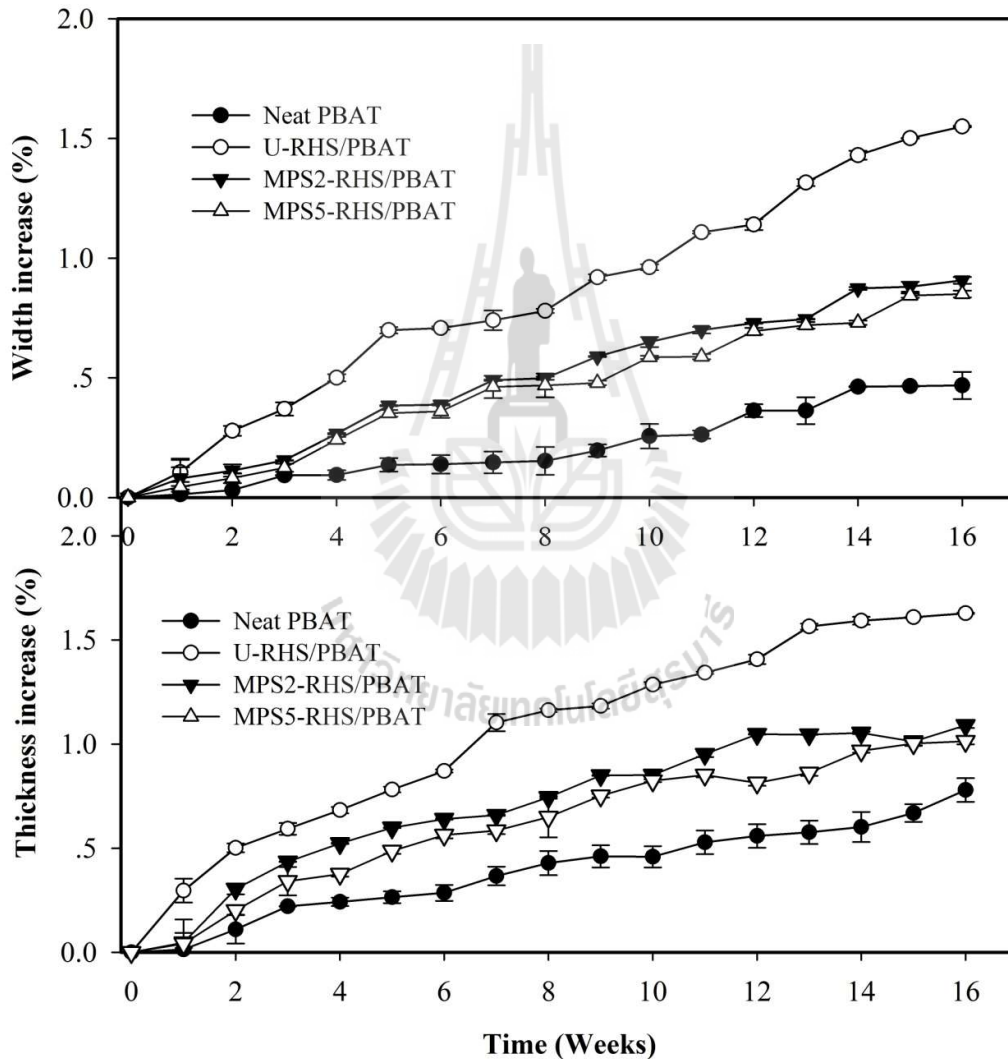


รูปที่ 3.27 Plots of percentage of absorbed water against immersion time for neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites.

3.3.2 การคงรูปร่างของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลิทหลังจากการดูดซึมน้ำ

ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการย่อยสลายการเปลี่ยนแปลงของความกว้างและความหนา กับเวลาที่แช่น้ำที่เพิ่มขึ้นสำหรับ PBAT U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพลิทแสดงในรูปที่ 3.28 อัตราการย่อยสลายการเปลี่ยนแปลงของความกว้างหรือความหนาของกลุ่มตัวอย่างหลังจากการดูดซึมน้ำ คำนวณจากความแตกต่างของความกว้างหรือความแตกต่างของความหนากลุ่มตัวอย่างหลังแช่น้ำ และ ตัวอย่างแห้ง ผลการทดลองพบว่า ความกว้างและความหนาของกลุ่มตัวอย่างทั้งหมดเพิ่มขึ้นกับเวลาการ แช่น้ำที่เพิ่มขึ้น การเพิ่มขึ้นของความกว้างและความหนาของกลุ่มตัวอย่างหลังจากการแช่น้ำเป็น เพราะโมเลกุลของน้ำภายในตัวอย่างเสมือนเป็นแรงที่ทำให้ระยะห่างระหว่าง PBAT และ RHS (Tham, Chow และ Ishak, 2010) ซึ่ง PBAT มีการเปลี่ยนแปลงของความกว้างและความหนาที่น้อยที่สุดเมื่อ

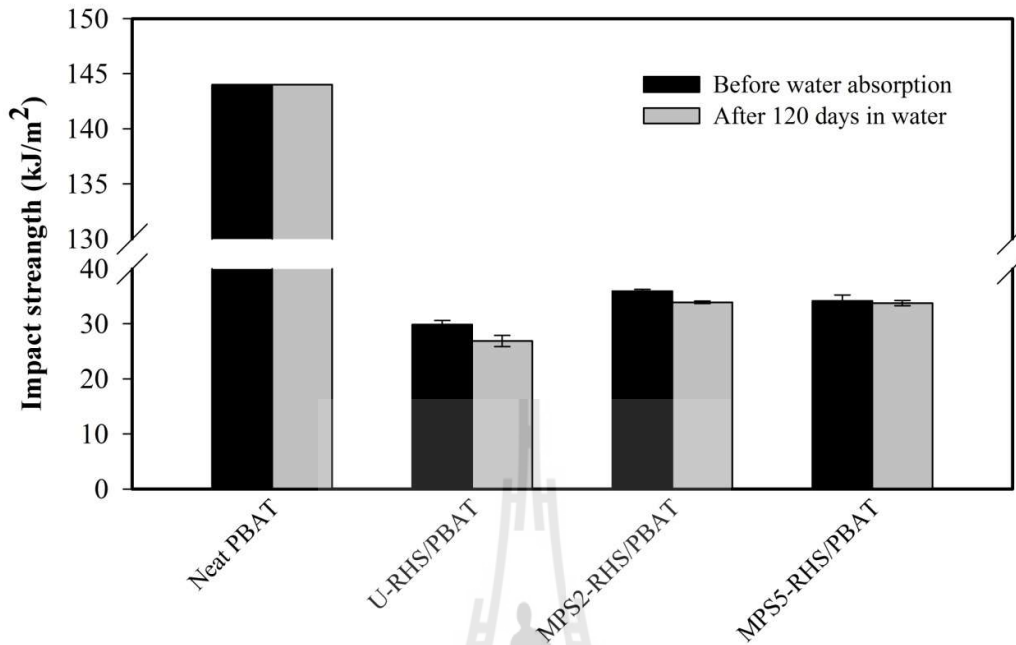
เทียบกับ RHS/PBAT คอมโพสิต เนื่องจากลักษณะเฉพาะที่ไม่มีขี้ของ PBAT สำหรับ RHS/PBAT คอมโพสิต พบว่า U-RHS/PBAT คอมโพสิตมีการเปลี่ยนแปลงความกว้างและความหนามากที่สุด เนื่องจากพื้นผิว RHS มีความชอบน้ำและการยึดเกาะระหว่างตรงผิวสัมผัสระหว่าง RHS และ PBAT ที่ไม่ดี แต่อย่างไรก็ตาม การใช้ MPS ปรับปรุงพื้นผิวของ RHS พบว่าร้อยละของการเปลี่ยนแปลงความกว้างและความหนาของ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตลดลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับที่ของ U-RHS/PBAT คอมโพสิต การเปลี่ยนแปลงที่ลดลงของความกว้างและความหนาของ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต เนื่องจากการยึดติดพื้นผิวที่ระหว่าง PBAT และ RHS ที่ถูกปรับเปลี่ยนพื้นผิวซึ่งทำให้พื้นผิวของของ RHS มีขนาดรูพรุนและความชอบน้ำน้อยลงได้รับการยืนยันเป็นไปตามผลของลักษณะเฉพาะของ RHS



รูปที่ 3.28 Plots of width and thickness changes against immersion time for neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites.

3.3.3 สมบัติทางแรงกระแทกของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ หลังจากการดูดซึมน้ำ

ความต้านทานแรงกระแทก (impact strength) ของ PBAT U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ก่อนและหลังการดูดซึมน้ำแสดงในรูปที่ 3.29 พบว่ากลุ่มตัวอย่างทั้งหมดมีแนวโน้มเดียวกัน ค่า impact strength ของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์หลังจากการดูดซึมน้ำเป็นเวลา 120 วัน มีค่าต่ำกว่าค่า impact strength ของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ก่อนการดูดซึมน้ำ ซึ่ง U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์มีค่า impact strength ต่ำสุด เนื่องจากพันธะระหว่าง PBAT และ RHS ไม่แข็งแรง ซึ่งเหนี่ยวนำให้เกิดการแพร่ของโมเลกุลของน้ำเข้าไปในตัวอย่างเมื่อแช่น้ำ (Tang *et al.*, 2007) นอกจากนี้ Espert, Vilaplana และ Karlsson (2004) รายงานว่าการลดลงของ impact strength ของวัสดุหลังจากการดูดซึมน้ำอาจเกิดจากการยึดเกาะที่ไม่แข็งแรงระหว่างเมทริกซ์และสารเสริมแรงภายใต้สภาพแวดล้อมหลังจากที่ดูดซึมน้ำ impact strength MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์มีค่าสูงกว่า U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ ตามที่รายงานโดย Tham, Chow, and Ishak (2010) พวกเขาศึกษาผลของการดูดซึมน้ำที่มีต่อสมบัติของ HA/PMMA คอมโพลีเมอร์ การเติมอนุภาค HA ที่ไม่ได้รับการปรับเปลี่ยนพื้นผิว มีการยึดเกาะพื้นผิวที่ไม่ดีระหว่าง HA และ PMMA จึงมีเกิดช่องว่างขนาดเล็ก และมีการแพร่ของโมเลกุลของน้ำเข้าไปใน HA/PMMA คอมโพลีเมอร์ได้ดี เนื่องจากพันธะระหว่าง PMMA และ HA ไม่แข็งแรง นอกจากนี้ พวกเขาชี้ให้เห็นว่าการลดลงของความแข็งแรงดัด (flexural strength) ของ HA/PMMA คอมโพลีเมอร์หลังจากการดูดซึมน้ำเกิดเนื่องจากโมเลกุลของน้ำที่ทำหน้าที่เป็น plasticizing ทำให้เกิดการขยายตัวทางปริมาตรระหว่างเมทริกซ์และสารเสริมแรง เมื่อบริเวณผิวสัมผัสระหว่างเมทริกซ์และสารเสริมแรงได้รับแรงเกินความแข็งแรงของของผิวสัมผัสทำให้เมทริกซ์และสารเสริมแรงแยกออกจากกัน และทำให้คอมโพลีเมอร์เกิดการเสียหายในที่สุด



รูปที่ 3.29 Impact strength of neat PBAT, U-RHS/PBAT, MPS-RHS/PBAT composites.

การศึกษาการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกล ได้แก่ ร้อยละของการดูดซึมน้ำ การคงรูปร่าง และ impact strength ของ PBAT คอมโพสิตหลังจากการดูดซึมน้ำ พบว่าการเพิ่ม RHS เข้าไปใน PBAT เกิดการเหนียวน้ำการแพร่ของน้ำเข้าไปใน PBAT เมทริกซ์ นำไปสู่การลดลงของการคงรูปร่างและ impact strength ของ PBAT และ PBAT คอมโพสิตหลังจากแช่น้ำ ร้อยละของการดูดซึมน้ำในวัสดุเชิงประกอบ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตมีค่าน้อยกว่าที่ U-RHS/PBAT คอมโพสิต ในขณะที่การคงรูปร่างและ impact strength หลังจากการดูดซึมน้ำสูงกว่า U-RHS/PBAT คอมโพสิต

3.4 การย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT และ RHS / PBAT คอมโพสิต

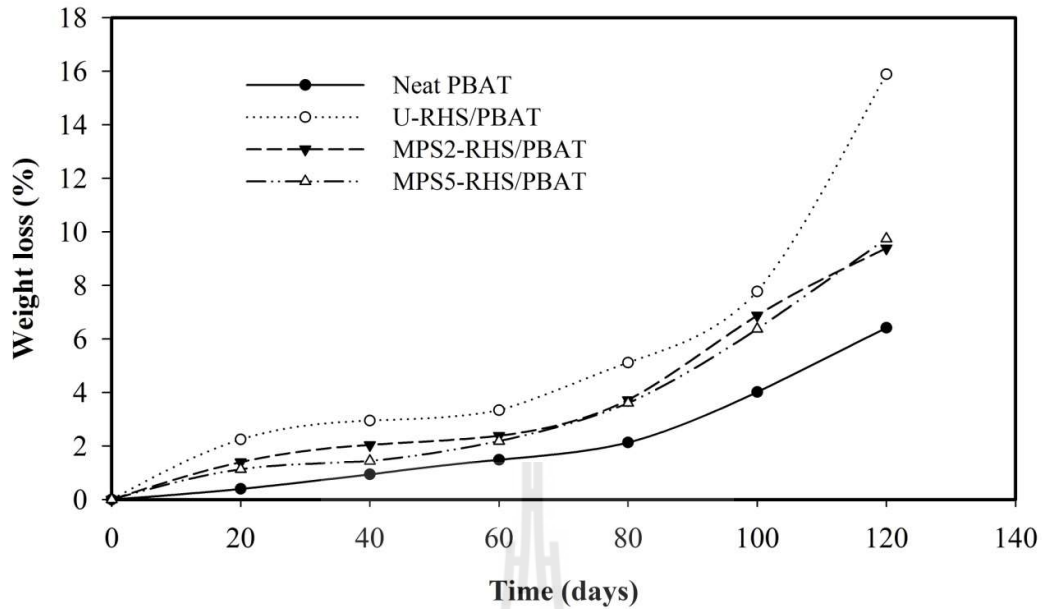
การย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT, U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต ถูกกำหนดโดยการวัดและเปรียบเทียบน้ำหนัก สมบัติต้านแรงดึง และสมบัติทางสัณฐานวิทยา ก่อนและหลังการทดสอบฝังดินดังต่อไปนี้

3.4.1 การสูญเสียน้ำหนักของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิต

ความสัมพันธ์ระหว่างการสูญเสียน้ำหนักของ PBAT U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต หลังจากการทดสอบฝังดินกับเวลาแสดงในรูปที่ 3.30 พบว่ากลุ่มตัวอย่างทั้งหมดมีการสูญเสียน้ำหนักเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ฝังดิน พบว่า อัตราการสูญเสียน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว

หลังจากที่ฝังกลุ่มตัวอย่างเป็นเวลาเพียง 60 วัน การสูญเสียน้ำหนักของ PBAT มีค่าต่ำกว่า RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ แสดงว่า การเติม RHS ใน PBAT เมทริกซ์ช่วยเพิ่มการย่อยสลายของ PBAT เมทริกซ์ภายใต้สภาพแวดล้อมของการฝังดินนี้ ในทางตรงกันข้าม Lee et al (2002) พบลดลงในการย่อยสลายของ aliphatic unsaturated polyester นาโนคอมโพลีเมอร์ภายใต้สภาพการฝังดิน พวกเขาสันนิษฐานว่าเกิดเนื่องจากสารเสริมแรงที่มีขนาดเล็กและมีการกระจายตัวที่ดีของสารเสริมแรง clay ในเมทริกซ์ ซึ่งขัดขวางการรุกและการแพร่ของเชื้อจุลินทรีย์ไปในตัวอย่าง ในทำนองเดียวกัน Maiti, Batt และ Giannelis (2003) ชี้ให้เห็นว่าการเพิ่ม clay ลงใน PHB เมทริกซ์ช่วยเพิ่มขึ้นความเป็นผลึกของ PHB เมทริกซ์ซึ่งทำหน้าที่กีดขวางอัตราการดูดซึมน้ำซึ่งนำไปสู่การลดลงในการย่อยสลายของ PHB นาโนคอมโพลีเมอร์ แต่อย่างไรก็ตาม Han, Lim, Kim, D. K., Kim, M. N., and Im (2008) พบว่า การเติม SiO₂ ไม่เพียงแต่เพิ่มช่วยเพิ่มการเกิดผลึกของ PBS เมทริกซ์ แต่ยังเพิ่มการย่อยสลายของ PBS เมทริกซ์อีกด้วย เป็นเพราะหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของ SiO₂ ช่วยเพิ่มความชอบน้ำให้กับคอมโพลีเมอร์ซึ่งทำให้ง่ายต่อการแพร่และการกระทำจากเชื้อจุลินทรีย์

โดยทั่วไป การย่อยสลายของพอลิเมอร์ที่สามารถย่อยสลายภายใต้สภาพแวดล้อมของการฝังดินเริ่มต้นด้วยการดูดซึมน้ำ การแตกของพันธะเอสเทอร์ และการเกิดเป็น oligomer (Pavlidou และ Papaspyridesb, 2008) นอกจากนี้ การปรากฏของหมู่ไฮดรอกซิลบนพื้นผิวสารเสริมแรงเป็นปัจจัยหลักที่มีผลต่อการย่อยสลายของพอลิเมอร์คอมโพลีเมอร์ เนื่องจากการมีหมู่ไฮดรอกซิลซึ่งมีผลในการดูดซึมน้ำซึ่งเป็นการเริ่มต้นของการย่อยสลายของพอลิเมอร์เมทริกซ์ (Ray et al., 2002) ดังนั้น การเพิ่มขึ้นในการย่อยสลายของ PBAT คอมโพลีเมอร์เมื่อเทียบกับ PBAT ในการศึกษาครั้งนี้ เนื่องจากการมีหมู่ไฮดรอกซิลของ RHS ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของ RHS ทำให้เกิดการย่อยสลายของ PBAT เมทริกซ์หลังจากที่ดูดซึมน้ำจากการฝังดิน ด้วยเหตุนี้การสูญเสียน้ำหนักของ PBAT จึงมีค่าต่ำสุดขณะที่ของ U-RHS/PBAT มีค่าสูงสุด เมื่อพิจารณา PBAT คอมโพลีเมอร์ การปรับปรุงพื้นผิวของ RHS ด้วย MPS ช่วยลดอัตราการย่อยสลายของการสูญเสียน้ำหนักของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์เมื่อเทียบกับ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ สำหรับ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ การสูญเสียน้ำหนักของ PBAT คอมโพลีเมอร์ลดลงเมื่อปริมาณ MPS เพิ่มขึ้น MPS ที่ปรับปรุงผิวของ RHS ช่วยลดปริมาณหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของ RHS นำไปสู่การกระจายตัวที่ดีขึ้นของ RHS ใน PBAT เมทริกซ์และเพิ่มการยึดติดระหว่างผิวสัมผัสของ PBAT และ RHS ส่งผลในการลดลงในการสูญเสียน้ำหนักเมื่อเทียบกับ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ ผลการทดลองที่คล้ายกันได้รายงานโดย Ray, et al (2002) พวกเขาชี้ให้เห็นว่าการย่อยสลายของ PLA นาโนคอมโพลีเมอร์ ขึ้นอยู่กับการปรากฏตัวของหมู่ไฮดรอกซิลของชั้นซิลิเกต พวกเขายืนยันสมมติฐานนี้โดยการเตรียมสารเสริมแรงสองประเภทของซิลิเกต คือ ผิวชั้นซิลิเกตไม่มีการปรับเปลี่ยนพื้นผิวและมีการเปลี่ยนแปลงพื้นผิวชั้นซิลิเกตให้ไม่มีหมู่ไฮดรอกซิลอยู่บนพื้นผิวชั้นซิลิเกต ผลปรากฏว่าซิลิเกต/PLA นาโนคอมโพลีเมอร์ซึ่งใช้ซิลิเกตที่ปรับเปลี่ยนพื้นผิวมีลักษณะการย่อยสลายที่คล้ายคลึงกับการย่อยสลายของ PLA เมทริกซ์และมีการย่อยสลายที่ต่ำกว่า PLA เสริมแรงด้วยซิลิเกตที่ไม่ปรับเปลี่ยนพื้นผิว

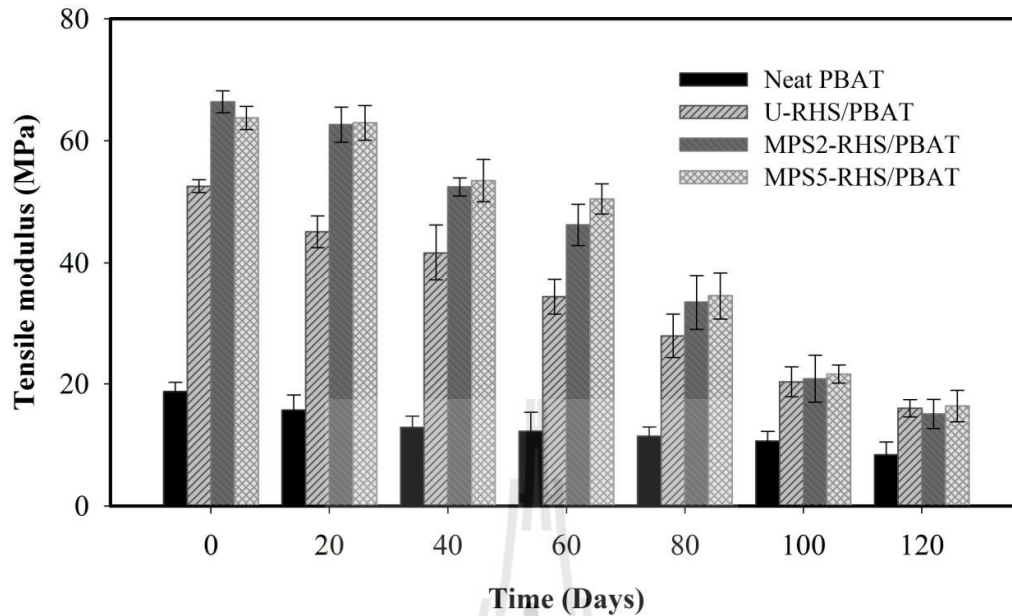


รูปที่ 3.30 Plots of weight loss after soil-burial tests against burial time for neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites.

3.4.2 สมบัติด้านแรงดึงของ PBAT และ PBAT คอมโพสิตหลังจากการทดสอบฝังดิน

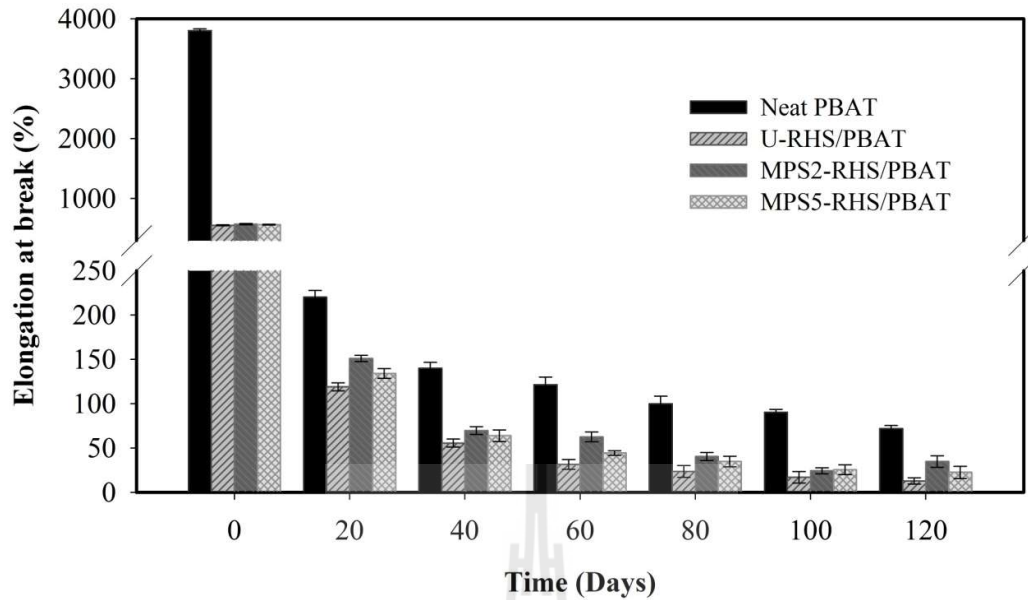
สมบัติด้านแรงดึง ได้แก่ tensile modulus tensile strength และ elongation at break ของ PBAT U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต ที่ไม่ได้ฝังดินและหลังจากการทดสอบฝังดินแสดงในรูปที่ 3.31-3.33

ในรูปที่ 3.31 tensile modulus ของตัวอย่างทั้งหมดมีค่าลดลงเมื่อเวลาฝังดินเพิ่มขึ้น การลดลง tensile modulus ของตัวอย่างหลังการฝังภายใต้สภาพแวดล้อมการฝังเป็นเพราะโมเลกุลของน้ำที่แพร่เข้าไปภายในตัวอย่างเสมือนเป็นแรงซึ่งทำให้เกิดระยะห่างระหว่าง PBAT และ RHS (Tham, Chow and Ishak, 2010) พบว่า PBAT มีค่า tensile modulus ต่ำสุดเมื่อเทียบกับ PBAT คอมโพสิตและลดลงเป็นเส้นตรงเมื่อเพิ่มเวลาฝัง 40 วัน สำหรับ PBAT คอมโพสิต U-RHS/PBAT คอมโพสิตมีค่า tensile modulus ต่ำสุดและลดลงเป็นเส้นตรงเมื่อเวลาการฝังเพิ่มขึ้น แต่ tensile modulus ของ PBAT คอมโพสิตมีค่าไม่แตกต่างหลังจากเวลาฝัง 80 วัน จากการสังเกตจากความลาดชันของการลดลงของ tensile modulus ของ PBAT คอมโพสิตในรูปที่ 3.31 พบว่า tensile modulus ของ PBAT คอมโพสิตดูเหมือนจะลดลงภายใต้สภาพแวดล้อมการหมักเร็วกว่า PBAT ซึ่งเห็นว่าการเพิ่ม RHS ใน PBAT ช่วยเพิ่มอัตราการย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT หลังจากฝังดิน tensile modulus ของ PBAT และ PBAT คอมโพสิต มีค่าลดลงประมาณ 55% และ 80% ตามลำดับ



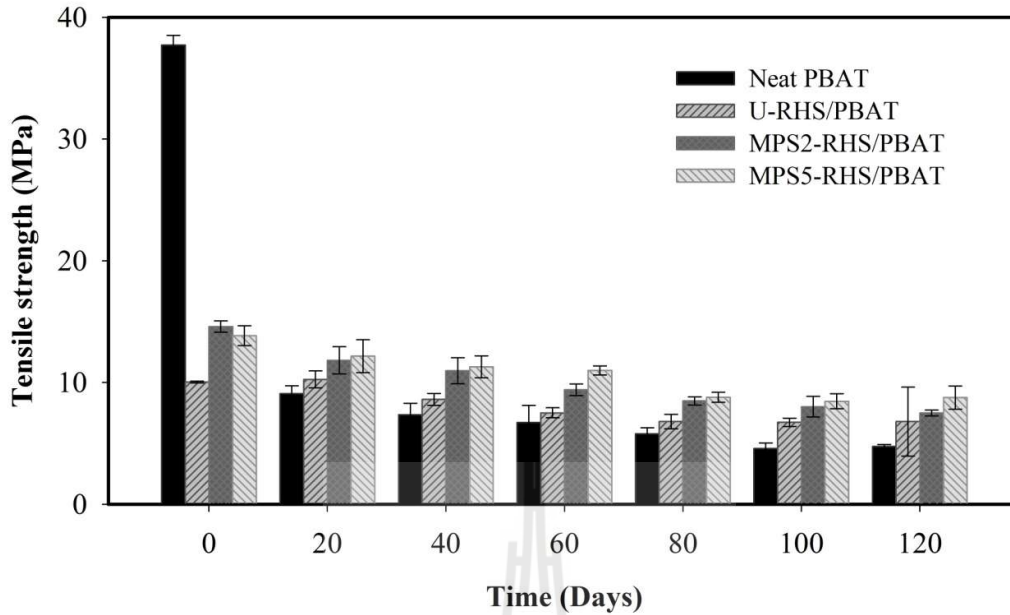
รูปที่ 3.31 Tensile modulus of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various composting times.

ในรูปที่ 3.32 elongation at break ของตัวอย่างทั้งหมดลดลงเมื่อเวลาฝังดินเพิ่มขึ้น การลดลงของ elongation at break ของตัวอย่างหลังจากที่ฝังดินภายใต้สภาพแวดล้อมกำหนดเป็นเพราะโมเลกุลของน้ำที่แพร่เข้าไปภายในตัวอย่างการดำเนินการเป็น plasticizing และเหนี่ยวนำให้เกิดการย่อยสลายตัวทางชีวภาพของคอมโพสิต (Tham, Chow and Ishak, 2010) ผลการทดลองทั้งก่อนและหลังการฝังดินพบว่า PBAT มีค่า elongation at break สูงสุดเมื่อเทียบกับ PBAT คอมโพสิต นอกจากนี้ elongation at break PBAT ลดลงอย่างรวดเร็ว (มากกว่า 50%) หลังจากฝังดินเพียง 20 วัน สำหรับ PBAT คอมโพสิต U-RHS/PBAT พบการยึดตัวต่ำสุดทั้งก่อนและหลังการฝังดิน ซึ่งหลังจากฝังดิน elongation at break ของ PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิตลดลงประมาณ 98% และ 90% ตามลำดับ



รูปที่ 3.32 Elongation at break of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various composting times.

ในรูปที่ 3.33 tensile strength ของตัวอย่างทั้งหมดลดลงเมื่อเวลาฝังดินเพิ่มขึ้น PBAT มีค่า tensile strength สูงสุด tensile strength ของ PBAT ลดลงอย่างมีนัยสำคัญ (40%) หลังจาก 20 วันของการฝังดิน ส่วน U-RHS/PBAT คอมโพสิตมีค่า tensile strength ต่ำสุด หลังจากหมักพบว่า การสูญเสีย tensile strength ของ PBAT และ PBAT คอมโพสิต มีค่าประมาณ 75% และ 55% ตามลำดับ จะเห็นว่าค่า elongation at break และ tensile strength หลังจากฝังดินของ PBAT มีการลดลงที่สูงกว่า ค่า elongation at break และ tensile strength หลังจากฝังดินของ ของ RHS/PBAT คอมโพสิต เนื่องจากการขาดของสายโซ่พอลิเมอร์และเกิดเป็น oligomer ของ PBAT เมทริกซ์ (Pavlidou and Papaspyridesb, 2008; Witt *et al.*, 2001).

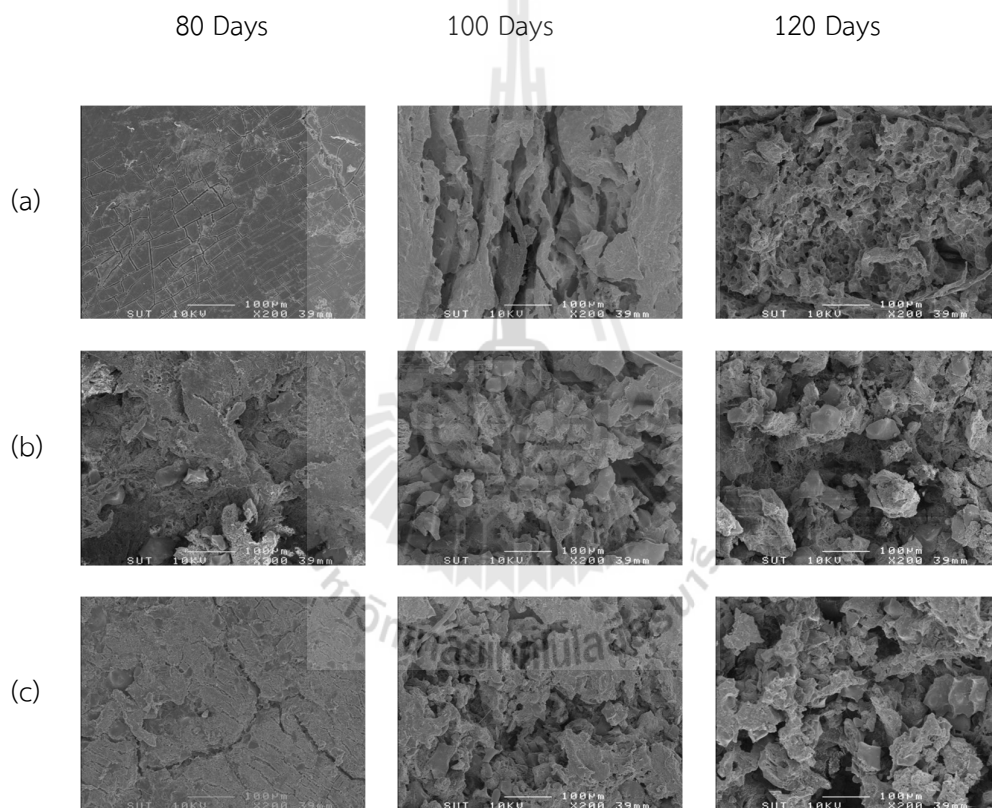


รูปที่ 3.33 Tensile strength of neat PBAT, U-RHS/PBAT and MPS-RHS/PBAT composites at various composting times.

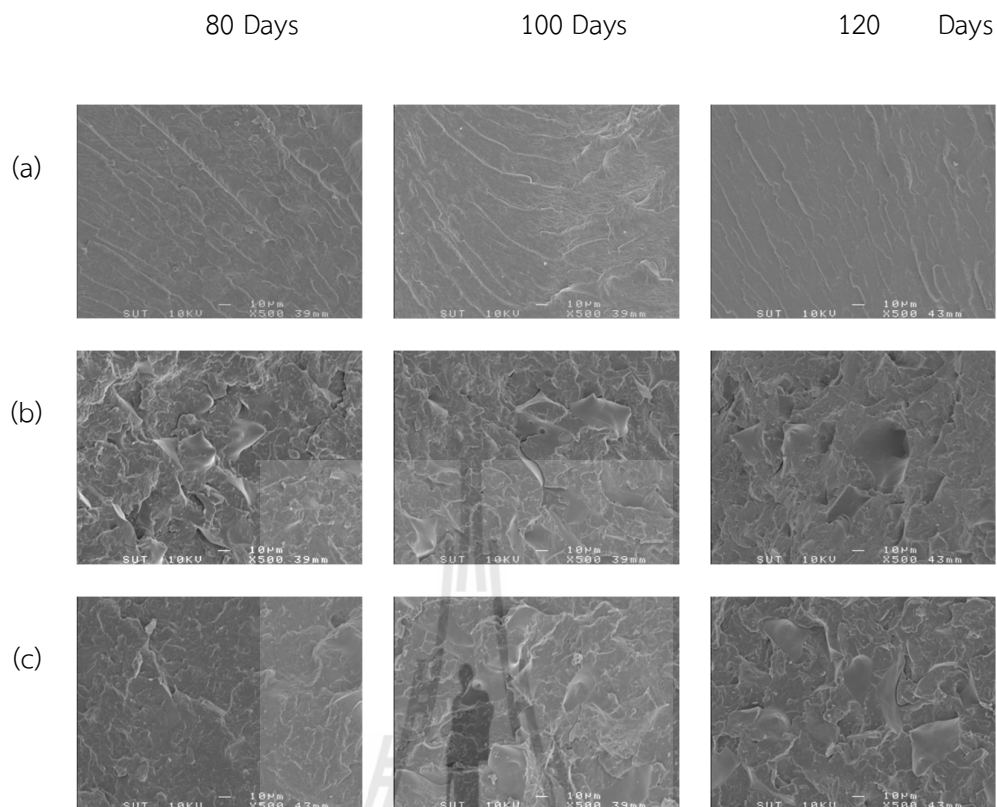
3.4.3 สมบัติทางสัณฐานวิทยาของ PBAT และคอมโพสิต RHS / PBAT หลังจากการทดสอบฝังดิน

ลักษณะสัณฐานวิทยาจาก SEM ของพื้นผิวด้านนอกและพื้นผิวของการแตกหักแบบ cryofracture ของ PBAT U-RHS/PBAT และ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตหลังจากที่ฝังดินภายใต้สภาพแวดล้อมการฝังดินแสดงในรูปที่ 3.34-3.35 ตามลำดับ สำหรับ PBAT และ PBAT คอมโพสิตพบรอยแตกบนพื้นผิวของตัวอย่างรูปที่ (3.34) หลังจาก 80 วัน ของการฝังดิน และรอยแตกเกิดลึกขึ้นเมื่อเวลาฝังมากขึ้น พื้นผิวด้านนอกของ PBAT ในรูปที่ 3.34 (a) มีการเสื่อมสภาพมีความรุนแรงน้อยกว่าเทียบกับของ RHS/PBAT คอมโพสิต พื้นผิวการแตกหักแบบ cryofracture ของ PBAT รูปที่ (3.35) ไม่เปลี่ยนแปลงมากหลังจาก 120 วันของการฝังดิน ซึ่งให้เห็นว่า PBAT มีการย่อยสลายทางชีวภาพต่ำสุด นอกจากนี้ ยังสังเกตเห็นว่า PBAT มีการสูญเสียน้ำหนักต่ำสุดเมื่อเทียบกับ PBAT คอมโพสิต (หัวข้อที่ 3.3.2-3.3.5) สำหรับ U-RHS/PBAT คอมโพสิตในรูป 3.34 รูป (b) แสดงการเสื่อมสภาพที่พื้นผิวที่รุนแรงที่สุด และพื้นผิวการเสียหายแบบ cryofracture ของ U-RHS/PBAT คอมโพสิตในรูป 3.35 (b) พบการยึดติดระหว่าง RHS และ PBAT ที่แย่มากที่สุดเมื่อเทียบกับ PBAT คอมโพสิตอื่น ๆ ซึ่งให้เห็นว่า U-RHS/PBAT คอมโพสิตมีการย่อยสลายทางชีวภาพสูงสุด นอกจากนี้ U-RHS/PBAT คอมโพสิตยังมีการสูญเสียน้ำหนักสูงสุดเมื่อเทียบกับ PBAT คอมโพสิตอื่น ๆ การย่อยสลายทางชีวภาพของ U-RHS/PBAT คอมโพสิต เกิดจากการดูดซึมน้ำเข้าไปในตัวอย่างอย่างรวดเร็วซึ่งโมเลกุลของน้ำที่ซึมเข้าไปทำให้เกิด

การแตกและสร้างความเสื่อมสภาพที่ระหว่างผิวสัมผัสของ PBAT กับ RHS จากนั้นจุลินทรีย์จึงเข้ากระทำกับ PBAT คอมโพลีเมอร์ได้ง่าย พื้นผิวของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ (รูป 3.34 (c)) หลังเวลาฝังดิน 80 วัน พบว่าการย่อยสลายค่อนข้างน้อยเมื่อเทียบกับของ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ พื้นผิวด้านนอกของทุก PBAT คอมโพลีเมอร์ หลังจาก 100 วันเวลาที่ฝังศพเสื่อมสภาพค่อนข้างรุนแรงและพื้นผิวด้านนอกไม่ได้ไม่แตกต่างกัน นอกจากนี้ ลักษณะสันฐานวิทยาของพื้นผิว cryofracture ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ (รูปที่ 3.35 (c)) พบการยึดติดของผิวสัมผัสระหว่าง RHS และ PBAT ดีกว่าที่ U-RHS/PBAT เนื่องจากการปรับปรุงการยึดเกาะระหว่าง RHS และ PBAT เมทริกซ์ การแพร่เข้าของน้ำและการกระทำจากจุลินทรีย์ที่เข้าไปในบริเวณผิวสัมผัส RHS-PBAT จึงถูกกัดขวางและยับยั้งให้ช้าลง



รูปที่ 3.34 SEM micrographs of surfaces fragmentation of (a) neat PBAT, (b) U-RHS/PBAT and (c) MPS2-RHS/PBAT composites after soil-burial tests.



รูปที่ 3.35 SEM micrographs of cryofracture of (a) neat PBAT, (b) U-RHS/PBAT and (c) MPS2-RHS/PBAT composites after soil-burial tests.

สำหรับการทดสอบฝังดิน การเติม RHS เข้าไปใน PBAT เมทริกซ์มีแนวโน้มเพิ่มการย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT ภายในสภาวะการฝังดิน อย่างไรก็ตาม การย่อยสลายของ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิตเกิดน้อยกว่า U-RHS/PBAT คอมโพสิต การมีหมู่ไฮดรอกซิลบนผิวของ RHS อาจจะเป็นหนึ่งในปัจจัยที่มีส่วนทำให้เกิดการย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT ภายใต้สภาวะของการฝังดินเนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลบนผิว RHS ดูดซึมน้ำจากการฝัง จากนั้นการย่อยสลายเริ่มต้นจากการแตกของเชื่อมโยงของอลิฟาติกเอสเทอร์ ของ PBAT

การเปรียบเทียบระหว่าง MPS-RHS/PBAT และ RHS/PBAT คอมโพสิตพบว่าร้อยละของการดูดซึมน้ำ การเปลี่ยนแปลงของความกว้างและความหนาจากการดูดซึมน้ำ และการย่อยสลายทางชีวภาพจากการฝังดินของ MPS-RHS/PBAT มีค่าต่ำกว่า RHS/PBAT คอมโพสิต แต่ impact strength และ tensile strength ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพสิต หลังการฝังดินมีค่าสูงกว่า RHS/PBAT คอมโพสิต อาจเป็นเพราะการยึดเกาะระหว่าง MPS-RHS และ PBAT แข็งแรงกว่าการยึดเกาะระหว่าง RHS และ PBAT ซึ่งยืนยันได้ตามภาพสัณฐานวิทยา

บทที่ 4

สรุปผลการทดลอง

RHS ถูกเตรียมโดยการปรับสภาพเกลบด้วยกรดและเผาที่อุณหภูมิสูง RHS อยู่ในรูปของซิลิกาอสัณฐานที่มีความบริสุทธิ์ประมาณร้อยละ 97 โดยน้ำหนัก ซึ่งถูกใช้เป็นสารตัวเติมสำหรับการเตรียม PBAT คอมโพลีเมอร์

การศึกษาผลของปริมาณ RHS ต่อสมบัติของ RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ทำโดย นำ RHS ที่ปริมาณต่างๆ (10-60wt%) มาผสมกับ PBAT ผลการศึกษาพบว่า การเติม RHS ใน PBAT ช่วยเพิ่มความเป็นผลึกและความเหนียวของ PBAT คอมโพลีเมอร์ นอกจากนี้ tensile modulus และ yield strength ของ PBAT คอมโพลีเมอร์ก็เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณของ RHS เพิ่มขึ้น ในขณะที่ elongation at break และ impact strength ของ PBAT คอมโพลีเมอร์ลดลงเมื่อปริมาณ RHS เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ลักษณะทางสัณฐานวิทยาจาก SEM ของ PBAT คอมโพลีเมอร์ แสดงการยึดติดบริเวณที่ผิวระหว่าง RHS และ PBAT ที่ไม่แข็งแรง ดังนั้นพื้นผิวของ RHS จึงถูกปรับเปลี่ยนโดยสารปรับเปลี่ยนพื้นผิวคือ MPS ก่อน เตรียม PBAT คอมโพลีเมอร์

ผลของปริมาณ MPS ต่อสมบัติต่างๆ ของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ถูกศึกษา MPS-RHS ที่ปริมาณ MPS ต่างๆ ช่วยเพิ่มสมบัติเชิงกลของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ และมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อย ของ T_g และความเหนียวของ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ นอกจากนี้ tensile strength impact strength และ T_g ของ MPS-2RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์มีค่าสูงสุด และลักษณะสัณฐานวิทยาของ PBAT คอมโพลีเมอร์แสดงการยึดติดที่บริเวณผิวระหว่าง MPS-RHS และ PBAT ดีกว่าของ U-RHS และ PBAT เมทริกซ์

การศึกษาการดูดซึมน้ำ การคงรูปร่าง และสมบัติการกระแทกของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ หลังจากแช่ลงในน้ำ พบว่า การเติม RHS ไปใน PBAT ช่วยเพิ่มการดูดซึมน้ำของ PBAT เมทริกซ์ อย่างไรก็ตาม การคงรูปร่าง และการต้านแรงกระแทกของ PBAT คอมโพลีเมอร์ หลังจากแช่ในน้ำมีค่าลดลง การมี MPS บนพื้นผิว RHS ช่วยลดการดูดซึมน้ำของ PBAT คอมโพลีเมอร์เล็กน้อย และส่งผลต่อการเพิ่มขึ้นของการคงรูปร่างและความต้านทานต่อแรงกระแทกของ PBAT คอมโพลีเมอร์เมื่อเทียบกับ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์ นอกจากนี้ การย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT และ PBAT คอมโพลีเมอร์ หลังจากการทดสอบฝังดินถูกพิจารณา ผลการศึกษาพบว่าการเติม U-RHS และ MPS-RHS ใน PBAT เมทริกซ์ ช่วย เพิ่มการย่อยสลายทางชีวภาพของ PBAT เมทริกซ์หลังจากฝังดิน แต่อย่างไรก็ตาม การย่อยสลายของวัสดุ MPS-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์เกิดช้าลงเมื่อเทียบกับ U-RHS/PBAT คอมโพลีเมอร์

บรรณานุกรม

- Ahn, S. H., Kim, S. H., and Lee, S. G. (2004). Surface-modified silica nanoparticle-reinforced poly (ethylene 2,6-naphthalate). **J. Appl. Polym. Sci.** 94: 812-818.
- Arencon, D. and Velasco, J. I. (2009). Fracture toughness of polypropylene-based particulate composites. **Materials.** 2: 2046-2094.
- Bailly, M. and Kontopoulou, M. (2009). Preparation and characterization of thermoplastic olefin/nanosilica composites using a silane-grafted polypropylene matrix. **Polymer.** 50: 2472-2480.
- Bikiaris, D. N., Papageorgiou, G. Z., Pavlidou, E., Vouroutzis, N., Palatzoglou, P., and Karayannidis, G. P. (2006). Preparation by melt mixing and characterization of isotactic polypropylene/sio₂ nanocomposites containing untreated and surface-treated nanoparticles. **J. Appl. Polym. Sci.** 100: 2684-2696.
- Chandrasekhar, S., Pramada, P. N., and Praveen, L. (2005). Effect of organic acid treatment on the properties of rice husk silica. **J. Mater. Sci.** 40: 6535-6544.
- Della, V. P., Kuhn, I., and Hotza, D. (2002). Rice husk ash as an alternate source for active silica production. **Mater. Lett.** 57: 818-821.
- Espert, A., Vilaplana, F., and Karlsson, S. (2004). Comparison of water absorption in natural cellulosic fibres from wood and one-year crops in polypropylene composites and its influence on their mechanical prope. **Composites: Part A.** 35: 1267-1276.
- Galeski, A. (2003). Strength and toughness of crystalline polymer systems. **Prog. Polym. Sci.** 28: 1643-1699.
- Han, S.I., Lim, J. S., Kim, D. K., Kim, M. N., and Im, S. S. (2008). In situ polymerized poly(butylene succinate)/silica nanocomposites: Physical properties and biodegradation. **Polym. Degrad. Stab.** 93: 889-895.
- Jiang, L., Zhang, J., and Wolcott, M. P. (2007). Comparison of polylactide/nano-sized calcium carbonate and polylactide/montmorillonite composites: Reinforcing effects and toughening mechanisms. **Polymer.** 48: 7632-7644.

- Kalapathy, U., Proctor, A., and Shultz, J. (2000). A simple method for production of pure silica from rice hull ash. **Bioresour. Technol.** 73: 257-262.
- Karnani, R., Krishnan, M., and Narayan, R. (1997). Biofiber-reinforced polypropylene composites. **Polym. Eng. Sci.** 37: 476-483.
- Lu, H., Hu, Y., Li, M., Chen, Z., and Fan, W. (2006). Structure characteristics and thermal properties of silane-grafted-polyethylene/clay nanocomposite prepared by reactive extrusion. **Compos. Sci. Technol.** 66: 3035-3039.
- Liu, W., Tian, X., Cui, P., Li, Y., Zheng, K., and Yang, Y. (2004). Preparation and characterization of PET/silica nanocomposites. **J. appl. Polym. Sci.** 91: 1229-1232.
- Ma, X.k., Lee, N.H., Oh, H.J., Kim, J.W., Rhee, C.K., Park, K.S., and Kima, S.J. (2010). Surface modification and characterization of highly dispersed silica nanoparticles by a cationic surfactant. **Colloids. Surf. A : Physicochem. Eng. Aspects.** 358: 172-176.
- Madera-Santana, T. J., M. Misra, Drzal, L. T., Robledo, D., and Freile-Pelegri, Y. (2009). Preparation and characterization of biodegradable agar/poly(butylene adipate-co-terephthalate) composites. **Polym. Eng. Sci.** 49: 1117-1126.
- Maiti P., Batt CA., and Giannelis EP. (2003). Renewable plastics: synthesis and properties of PHB nanocomposites. **Polym. Mater. Sci. Eng.** 88: 58-59.
- Martin, O. and Averous, L. (2001). Poly (lactic acid): plasticization and properties of biodegradable multiphase systems. **Polymer.** 42: 6209-6219.
- Matinlinn, J. P., Ozcanb, M., Lassilaa, L. V. J., and Vallittua, P. K. (2004). The effect of a 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane and vinyltriisopropoxysilane blend and tris(3-trimethoxysilylpropyl)isocyanurate on the shear bond strength of composite resin to titanium metal. **Dent. Mater.** 20: 804-813.
- Metin, D., Tihminlioglu, F., Balkose, D., and Ulku, S. (2004). The effect of interfacial interactions on the mechanical properties of polypropylene/natural zeolite composites. **Composites: Part A.** 35: 23-32.
- Muller, R.-J., Kleeberg, I., and Deckwer, W.-D. (2001). Biodegradation of polyesters containing aromatic constituents. **J. Biotechnol.** 86: 87-95.
- Nurdina, A. K., Mariatti, M., and Samayamutthirian, P. (2011). Effect of filler surface treatment on mechanical properties and thermal properties of single and hybrid filler-filled pp composites. **J. Appl. Polym. Sci.** 120: 857-865.

- Pavlidou, S. and Papaspyridesb, C. D. (2008). A review on polymer-layered silicate nanocomposites. **Prog. Polym. Sci.** 33: 1119-1198.
- Ray, S. S., Yamada, K., Okamoto, M., Akinobu Ogami and Ueda, K. (2003). New Poly(lactide)/Layered Silicate Nanocomposites. **Chem. Mater.** 15: 1456-1465.
- Sideridou, I. D. and Karabela, M. M. (2009). Effect of the amount of 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane coupling agent on physical properties of dental resin nanocomposites. **Dent. Mater.** 25: 1315-1324.
- Signori, F., Coltelli, M. B., and Bronco, S. (2009). Thermal degradation of poly (lactic acid) (PLA) and poly (butylenes adipate-co-terephthalate) (PBAT) and their blends upon melt processing. **Polym. Degrad. Stab.** 94: 74-82.
- Someya, Y., Sugahara, Y., and Shibata, M. (2005). Nanocomposites based on poly(butylene adipate-coterephthalate) and montmorillonite. **J. Appl. Polym. Sci.** 95: 386-392.
- Stojanovic, D., Orlovic, A., Glisic, S. B., Markovic, S., Radmilovic, V., Uskokovic, P. S., and Aleksic, R. (2010). Preparation of MEMO silane-coated SiO₂ nanoparticles under high pressure of carbon dioxide and ethanol. **J. Supercrit. Fluids.** 52: 276-284.
- Tan, F. T., Cooper, D. G., Maric, M., and Nicell, J. A. (2008). Biodegradation of a synthetic co-polyester by aerobic mesophilic microorganisms. **Polym. Degrad. Stab.** 93: 1479-1485.
- Tang, J. C., Lin, G. L., Yang, H. C., Jiang, G. J., and Chen-Yang, Y. W. (2007). Polyimide-silica nanocomposites exhibiting low thermal expansion coefficient and water absorption from surface-modified silica. **J. Appl. Polym. Sci.** 104: 4096-4105.
- Tham, W. L., Chow, W. S., and Mohd Ishak, Z. A. (2010). Simulated body fluid and water absorption effects on poly(methyl methacrylate)/hydroxyapatite denture base composites. **Exp. Polym. Lett.** 4: 517-528.
- Unemori M., Matsuya Y., Matsuya S., Akashi A., and Akamie A. (2003). Water absorption of poly(methyl methacrylate) containing 4-methacryloxyethyl trimellitic anhydride. **Biomaterials.** 24: 1381-1387.
- Velde, K. V. D. and Kiekens, P. (2002). Thermal degradation of flax: The determination of kinetic parameters with thermogravimetric analysis. **J. Appl. Polym. Sci.** 83: 2634-2643.

- Wang, K., Wu, J., Ye, L., Zeng, H., and Cai, A. (2003). Mechanical properties and toughening mechanisms of polypropylene/barium sulfate composites. **Composites: Part A**. 34: 1199-1205.
- Witt, U., Einig, T., Yamamoto, M., Kleeberg, I., Deckwer, W. D., and Muller, R. J. (2001). Biodegradation of aliphatic aromatic copolyesters: evaluation of the final biodegradability and ecotoxicological impact of degradation intermediates. **Chemosphere**. 44: 289-299.
- Wittayakun, J., Khemthong, P., and Prayoonpokarach, S. (2008). Synthesis and characterization of zeolite NaY from rice husk silica. **Korean J. Chem. Eng.** 25: 861-864.
- Wu, L., Cao, D., and Huang, Y. (2008). Poly (L-lactic acid)/SiO₂ nanocomposites via in situ melt polycondensation of L-lactic acid in the presence of acidic silica sol: Preparation and characterization. **Polymer**. 49: 742-748.
- Yan, S., Yin, J., Yang, Y., Dai, Z., Ma, J., and Chen, X. (2007). Surface-grafted silica linked with L-lactic acid oligomer: a novel nanofiller to improve the performance of biodegradable poly (L-lactide). **Polymer**. 48: 1688-94.
- Yang, H. S., Kim, H. J., Park, H. J., Lee, B. J. and Hwang, T. S. (2007). Effect of compatibilizing agents on rice husk flour reinforced polypropylene composites. **Compos. Struct.** 77: 45-55.
- Zou, H., Wu, S., and Shen, J. (2008). Polymer/silica nanocomposites: preparation, characterization, properties, and applications. **Chem. Rev.** 108: 3893-3957.

ประวัติคณะผู้วิจัย

หัวหน้าโครงการ

นางสาวนิธินาถ ศุภกาญจน์ ดำรงตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ สาขาวิศวกรรมพอลิเมอร์ สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา สำเร็จการศึกษา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย พ.ศ. 2536 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาเอกสาขา Macromolecular Science จาก Case Western Reserve University มลรัฐโอไฮโอ ประเทศสหรัฐอเมริกา งานวิจัยที่สนใจ Polymer Characterization และ Polymer Composites มีผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารระดับนานาชาติ ผลงานทางวิชาการ ประกอบด้วย บทความทางวิชาการ 49 บทความ และรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

ผู้ร่วมวิจัย

นายจตุพร วิทยาคุณ ดำรงตำแหน่ง รองศาสตราจารย์ สาขาเคมี สำนักวิชาวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา สำเร็จการศึกษา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) มหาวิทยาลัยขอนแก่น พ.ศ. 2534 และ สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาเอกสาขาวิทยาศาสตร์เคมี จาก University of Wisconsin Madison มลรัฐวิสคอนซิน ประเทศสหรัฐอเมริกา พ.ศ. 2543 งานวิจัยที่สนใจ Heterogeneous catalysis of supported metal, Synthesis and utilization of porous material as adsorbent and catalyst support, Adsorption and photodegradation of pollutants, Materials characterization by conventional and synchrotron techniques มีผลงานทางวิชาการประกอบด้วย บทความทางวิชาการ 47 บทความ และรายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

ผลงานเผยแพร่ของโครงการวิจัย

1. Phosee, J., Wittayakun, J., Suppakarn, N. Effect of acrylic acid treated rice husk silica on properties of poly (butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT) composites (2012) **Advanced Materials Research**, 410, pp. 81-85.
2. Phosee, J., Wittayakun, J., Suppakarn, N. Mechanical properties and morphologies of rice husk silica (RHS)/poly (butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT) composites: Effect of silane coupling agent (2010) **Advanced Materials Research**, 123-125, pp. 141-144.

