

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

การเตรียมฟิล์มไคโตซานเคลือบคอมพอลิท

ฟิล์มไคโตซานจะมีลักษณะเรียบ สีเหลืองอ่อนใส มีความหนาของฟิล์มประมาณ 15 ไมครอน ในขณะที่ฟิล์มคอมพอลิทมีลักษณะค่อนข้างเรียบ สีเหลืองอ่อนใส ไม่สามารถมองเห็นการกระจายตัวของอนุภาคดินได้ชัดเจนเมื่อมองด้วยตาเปล่าและมีขนาดความหนาฟิล์มที่ใกล้เคียงกันคือ ประมาณ 15 ไมครอน โดย ที่ปริมาณอนุภาคดินผสม(มอนต์มอริลโลไนต์และ เกาลิน) เท่ากับ 0.1, 0.5, 1.0, 5.0 และ 10 % w/v และศึกษาสมบัติของฟิล์มคอมพอลิทที่เตรียมได้ ดังนี้

สมบัติการดูดซึมน้ำและค่ามุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับแผ่นฟิล์ม

สมบัติการไม่ชอบน้ำของฟิล์มไคโตซานและฟิล์มคอมพอลิท (surface hydrophobicity) สามารถวัดได้จากการวัดค่าการดูดซึมน้ำและค่ามุมสัมผัส (contact angle) ระหว่างหยดน้ำกับแผ่นฟิล์ม ได้ผลการทดลอง ดังแสดงในตารางที่ 5 ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณอนุภาคดิน(มอนต์มอริลโลไนต์และเกาลิน) ที่เติมลงในฟิล์มไคโตซานที่มีต่อองศาของมุมสัมผัสของหยดน้ำบนผิวฟิล์ม จากตารางจะพบว่าฟิล์มไคโตซานที่มีการเติมอนุภาคดินร้อยละ 0.1, 0.5, 1.0, 5.0 และ 10 มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำเท่ากับ 81° 82° 84° 85° และ 87° สำหรับการเติมมอนต์มอริลโลไนต์ และ 81° 82° 85° 85° และ 87° เมื่อเติมเกาลิน ตามลำดับ เมื่อปริมาณของอนุภาคดินเพิ่มขึ้น จะทำให้ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนผิวฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยแสดงว่าการเติมอนุภาคดินไม่ได้มีผลต่อสมบัติการไม่ชอบน้ำของฟิล์มไคโตซาน เช่นเดียวกับกับผลต่อสมบัติการดูดซึมน้ำของฟิล์มไคโตซาน พบว่าทำให้ค่าการดูดซึมน้ำฟิล์มลดลงเพียงเล็กน้อย

ตารางที่ 5 แสดงค่าการดูดซึมน้ำและค่ามุลัมผัสน้ำกับอากาศ

ปริมาณดิน (%w/v) ใน สารละลายไคโตซาน	ความหนาฟิล์ม (มม.)	มุลัมผัส (องศา)	การดูดซึมน้ำ (%)
CS-film	0.015±0.00	81.71±1.22	85.41±1.91
CS-0.1M	0.015±0.08	81.33±0.61	83.31±1.19
CS-0.5M	0.017±0.25	82.55±0.45	80.00±0.71
CS-1.0M	0.020±0.40	84.06±0.96	79.40±1.23
CS-5.0M	0.020±0.74	85.58±0.75	62.82±2.45
CS-10M	0.020±1.02	87.77±0.57	62.46±2.09
CS-0.1K	0.015±0.00	81.32±0.77	80.28±1.08
CS-0.5K	0.015±0.01	82.88±0.37	77.17±2.54
CS-1.0K	0.017±0.74	85.37±0.69	75.88±1.02
CS-5.0K	0.020±0.40	85.50±0.75	63.14±1.06
CS-10K	0.020±0.97	87.28±0.98	62.21±0.35

CS-M = ฟิล์มคอมพอลิทีผสมมอนต์มอริลโลไนต์, CS-K = ฟิล์มคอมพอลิทีผสมกาลีน

CS-film = ฟิล์มไคโตซาน

4.2 ผลของปริมาณอนุภาคดินต่อสมบัติเชิงกลของฟิล์ม

ในการศึกษาผลของชนิดและปริมาณอนุภาคดิน(มอนต์มอริลโลไนต์และ เกาลิน) ต่อสมบัติเชิงกลของฟิล์ม โดยเมื่อนำฟิล์มตัวอย่างมาทดสอบความสามารถในการทนแรงดึงของฟิล์ม ได้ผลการทดลองดังตารางที่ 6

ตารางที่ 6 สมบัติเชิงกลของฟิล์มไคโตซานและฟิล์มคอมพอสิต

	ความเค้น ณ ภาวะสูงสุด (Mpa±SD)	ความทนแรงยืดดึง ณ จุดขาด(%) Elongation at break
CS-film	53.52±10.43	13.73±1.16
CS-0.1M	55.19±7.54	14.90±1.50
CS-0.5M	58.16±1.71	12.70±1.95
CS-1.0M	58.41±4.27	13.27±0.60
CS-5.0M	52.48±4.16	10.20±0.70
CS-10M	46.91±1.92	8.73±0.42
CS-0.1K	50.34±4.25	12.73±1.15
CS-0.5K	56.52±6.76	12.03±1.58
CS-1.0K	51.85±3.58	8.67±0.75
CS-5.0K	48.15±2.46	8.43±1.06
CS-10K	45.48±0.60	7.60±1.15

CS-M = ฟิล์มคอมพอสิตผสมมอนต์มอริลโลไนต์, CS-K = ฟิล์มคอมพอสิตผสมเกาลิน

CS-film = ฟิล์มไคโตซาน

จากตารางที่ 6 फिल्मไคโตซานมีค่าความเค้น ณ ภาระสูงสุดที่ 53.52 MPa ในขณะที่ฟิล์มคอมพอสิตผสมมอนต์มอริลโลไนต์มีค่าความเค้น ณ ภาระสูงสุดที่เพิ่มขึ้นที่ปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์ที่เพิ่มขึ้น และพบลักษณะเช่นเดียวกันนี้เมื่อเปลี่ยนอนุภาคดินที่ผสมจาก มอนต์มอริลโลไนต์เป็น เกาลิน โดยอนุภาคดินเกาลินจะให้ค่าที่ต่ำกว่าเล็กน้อย แสดงถึงการเติมอนุภาคดินผสมหรือ फिल्मคอมพอสิตที่ได้มีสมบัติความแข็งแรงที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากขนาดของอนุภาคดินมอนต์มอริลโลไนต์และเกาลินมีขนาดที่เล็กระดับนาโนเมตร (>100-200 นาโนเมตร) เมื่อมีการกระจายในสารละลายไคโตซานเกิดลักษณะของการแทรกสอดในระหว่างโครงสร้างสายโซ่พอลิเมอร์และเกิดการพอร์มพันธะระหว่างกัน ส่งผลให้ความแข็งแรงเพิ่มขึ้นและการที่อนุภาคดินมอนต์มอริลโลไนต์มีขนาดที่เล็กกว่าอนุภาคเกาลิน फिल्मคอมพอสิตที่ได้จึงมีแข็งแรงมากกว่า แต่เมื่อเราเพิ่มปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์และเกาลินเพิ่มขึ้นมากกว่า 5% จะเห็นได้ว่าค่าความเค้น ณ ภาระสูงสุดมีค่าลดลงหรือความแข็งแรงที่ลดลง ทั้งนี้เนื่องจากเกิดการเกาะรวมตัวของอนุภาคดิน (aggregation) ได้เป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้นทำให้ความแข็งแรงลดลงตามไปด้วย ส่วนผลของมอนต์มอริลโลไนต์และเกาลินต่อสมบัติการทนแรงยึดดึงของ फिल्मคอมพอสิต ให้ผลไปในทิศทางเดียวกันคือ फिल्मที่ได้มีค่าการทนแรงยึดดึงที่ลดลงซึ่งสามารถอธิบายได้ในทำนองเดียวกัน

การวิเคราะห์เคมีโครงสร้างหมู่ฟังก์ชันของ फिल्मไคโตซานและ फिल्मคอมพอสิตด้วยเทคนิคฟูเรียร์

ทรานสฟอร์มสเปกโตรสโกปี (Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)

เมื่อนำ फिल्मไคโตซานและ फिल्मคอมพอสิตไปวิเคราะห์โครงสร้างเคมีด้วยเทคนิค FTIR ได้ผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 7 แสดงสเปกตรัมเฉพาะของ फिल्मไคโตซาน फिल्मไคโตซานผสมมอนต์มอริลโลไนต์ และ फिल्मไคโตซานผสมเกาลิน

สเปกตรัมของไคโตซานจะแสดงหมู่ฟังก์ชันที่ตำแหน่ง 905 cm^{-1} และ 1150 cm^{-1} ซึ่งเป็นหมู่ฟังก์ชันของ แซ็กคาร์ไรด์ (Wang et al., 2004) และพบกลุ่มฟังก์ชันของหมู่ฟังก์ชันเอไมด์ทุติยภูมิ (amide II) ที่ช่วง

1515-1577 cm^{-1} และลักษณะเฉพาะที่เป็นของไคโตซาน คือเอไมด์ปฐมภูมิ (amide I) และ เอไมด์ตติยภูมิ (amide III) ที่เลขคลื่น 1631 และ 1319 cm^{-1} ตามลำดับ ส่วนพีกที่ตำแหน่ง 1368 cm^{-1} และ 1415 cm^{-1} แสดงหมู่ CH_3 symmetrical deformation และ OH, CH deformation (ring) ตามลำดับ ส่วนพีกที่มีฐานกว้าง ที่ช่วงเลขคลื่น 3200-3600 cm^{-1} แสดงถึงการสั่นของหมู่ของหมู่ OH และพีกที่ตำแหน่ง 3450 cm^{-1} เกิดจากการสั่นของพันธะเอมีน (NH_2 stretching vibrations)

ตารางที่ 7 ตำแหน่งเลขคลื่นและลักษณะหมู่ฟังก์ชันของไคโตซาน มอนต์มอริลโลไนต์ และเกาลิน

	เลขคลื่น (cm^{-1})	หมู่ฟังก์ชัน
ฟิล์มไคโตซาน	3200-3600	V(OH) stretch
	3450	V(NH_2) symmetric stretching
	2864	V(CH) stretch
	1631	V(NH_2) deformation
	1576	V(-C=O) protonated amine, amide II
	1415	OH and CH deformation (ring)
	1368	δ (CH) deformation (bend)
	1319	Vs(- CH_3) amide III
	890	ω (CH)
มอนต์มอริลโลไนต์และเกาลิน	3622	V(OH) for Al-OH และ Si-OH
	3416	V(OH) for H-O-H
	1628	δ (HOH) for H-O-H
	1118 และ 980	V(Si-O) out of plane
	913	δ (AlAlOH)
	882	δ (AlFeOH)
841	δ (AlMgOH)	

V= stretching vibration, Vs=symmetric stretching vibration, Vas=asymmetric stretching vibration,

ω =wagging

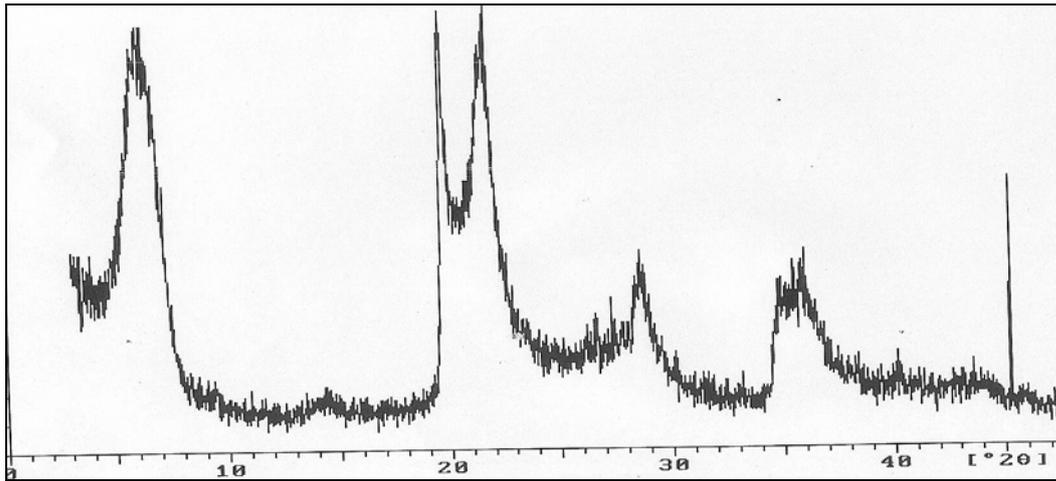
การเติมอนุภาคดินมอนต์มอริลโลไนต์ ลงในสารละลายไคโตซานทำให้เกิดการสอดแทรกของไคโตซานเข้าในช่องว่างของมอนต์มอริลโลไนต์และเกิดปฏิกิริยาแลกเปลี่ยนประจุระหว่างกันได้เป็นลักษณะของนาโนคอมพอสิตเกิดขึ้น ดังนั้นโดยการติดตามการเปลี่ยนแปลงที่เกิดที่ตำแหน่ง 1576 cm^{-1} δNH_3^+ ของฟิล์มไคโตซานในสถานะที่เป็นกรด (ยังไม่ได้ทำการปรับสภาพพีเอชฟิล์มให้เป็นกลาง) ที่มีการขยับไปยังที่ความถี่เพิ่มขึ้นเล็กน้อย เมื่อเราเพิ่มปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์

ตารางที่ 8 แสดงตำแหน่งเลขคลื่นที่มีการเปลี่ยนแปลงของฟิล์มไคโตซาน ฟิล์มคอมพอสิต(มอนต์มอริลโลไนต์ และเกาลิน)

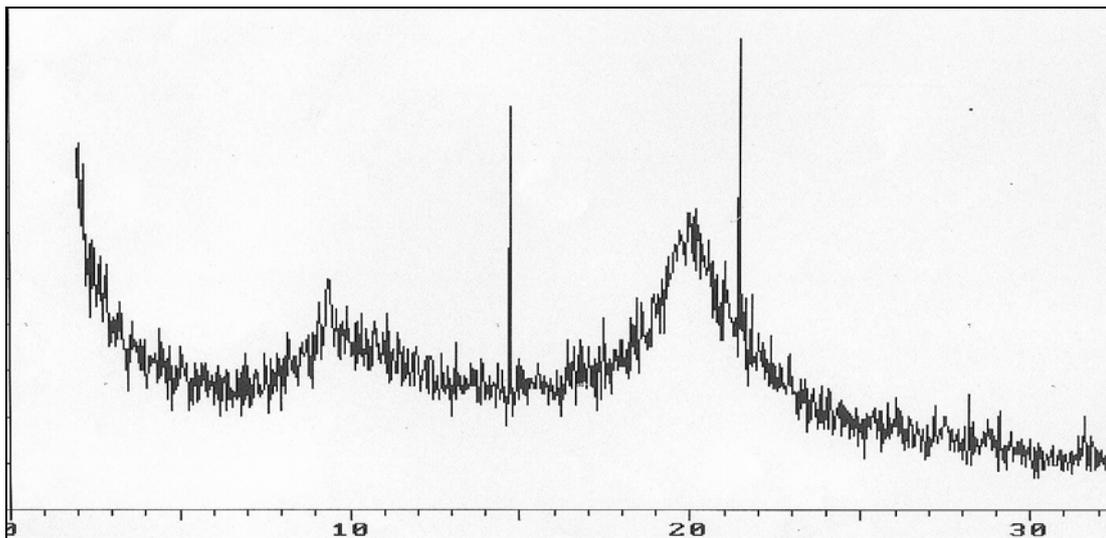
	$\delta\text{HOH} (\text{cm}^{-1})$	$\delta\text{NH}_3 (\text{cm}^{-1})$
มอนต์มอริลโลไนต์และเกาลิน	1628*	-
ฟิล์มไคโตซาน	1631	1576
ฟิล์มคอมพอสิต(10% มอนต์มอริลโลไนต์)	1631	1570
ฟิล์มคอมพอสิต(10%เกาลิน)	1631	1570

โครงสร้างผลึกของฟิล์มคอมพอสิตด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์(XRD)

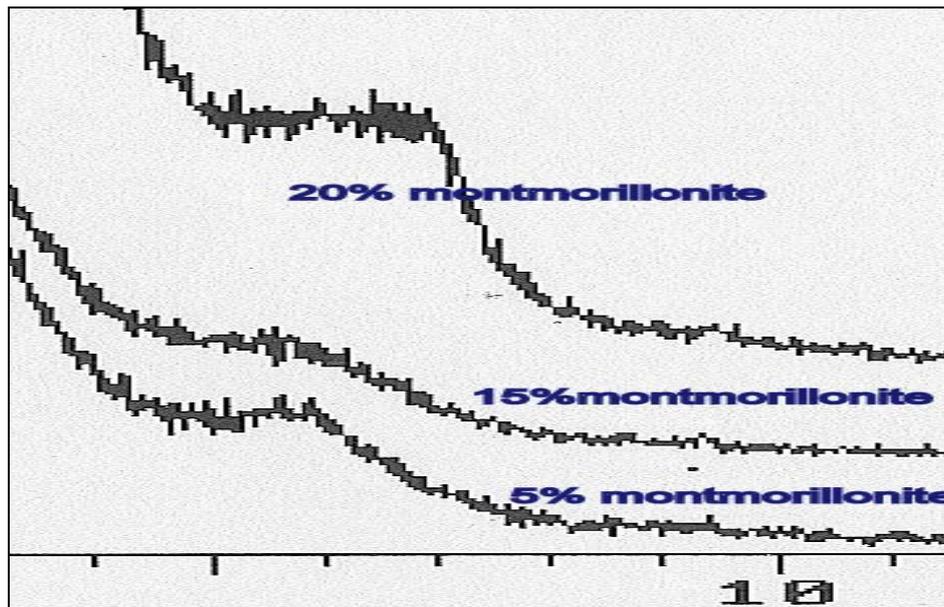
ในการวิเคราะห์สมบัติเชิงโครงสร้างผลึกของฟิล์มไคโตซานและฟิล์มคอมพอสิตด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จากการติดตามการเปลี่ยนแปลง พีกที่ช่วง $2\theta = 3^\circ$ จนถึง $2\theta = 50^\circ$ ซึ่งไคโตซานจะพบพีกที่เป็นลักษณะเฉพาะที่ $2\theta = 10^\circ$ และ $2\theta = 19^\circ$ ในขณะที่ ของมอนต์มอริลโลไนต์ เราใช้การติดตามการเปลี่ยนแปลงพีกที่ตำแหน่ง $2\theta = 5.950^\circ$ ที่แสดงถึง แลททิส 001 ของ silicate ซึ่งจะพบได้ว่าในอนุภาคคอมพอสิต พีกที่ตำแหน่งนี้มีการขยับไปยังตำแหน่งที่มีค่ามากขึ้นเล็กน้อย และยังพบว่าที่ปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์ที่เพิ่มขึ้น มีผลทำให้แนวโน้มความเป็นผลึกของอนุภาคคอมพอสิตที่ได้ลดลง



รูปที่ 5 แสดง XRD pattern ของ มอนต์มอริลโลไนต์



รูปที่ 6 แสดง XRD pattern ของ ไคโตซาน

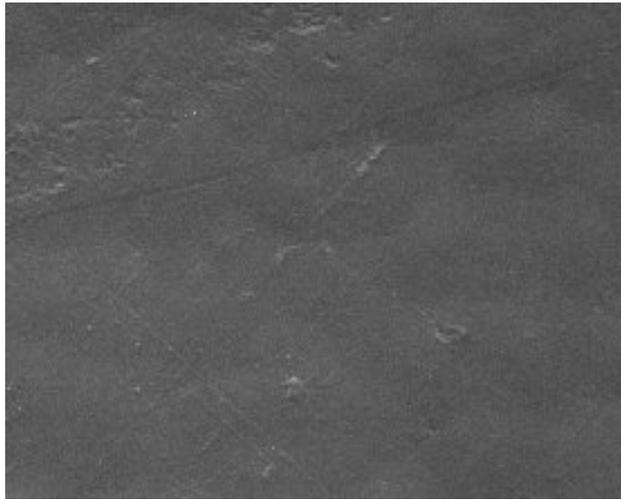


รูปที่ 7 แสดง XRD pattern ของฟิล์มคอมพอสิต(ไคโตซานผสมมอนต์มอริลโลไนต์)

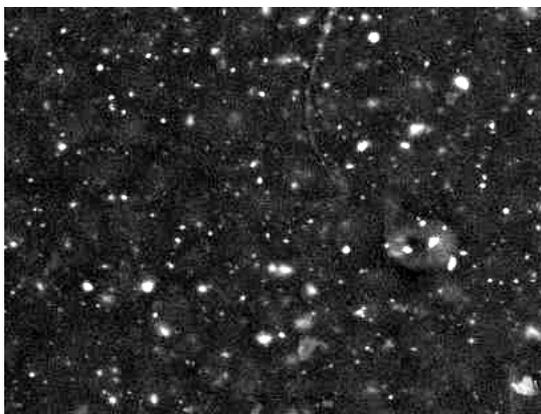
ฟิล์มคอมพอสิตระหว่างไคโตซาน และแร่ดินขาวกาลิน โดยใช้เทคนิคอัลตราโซนิคในการผสมเพื่อช่วยการกระจายตัวของแร่ดิน และทำการขึ้นรูปเป็นฟิล์มบาง ที่ปริมาณดินกาลิน เท่ากับ 5% 10% 15% 20% และ 30% และศึกษาสมบัติของฟิล์มคอมพอสิตที่เตรียมได้

4.4 การวิเคราะห์ลักษณะและสัณฐานภายนอกของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ในการตรวจสอบการกระจายตัวของมอนต์มอริลโลไนต์ ในเนื้อฟิล์มด้วยเทคนิค SEM พบว่าเมื่อเพิ่ม ปริมาณมอนต์มอริลโลไนต์ พบการกระจายตัวอนุภาคในเนื้อฟิล์มที่ชัดเจนขึ้น โดยอนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์ เกาะเป็นกลุ่มมีขนาดใหญ่กว่า 0.5 ไมครอน แสดงถึงการเกาะตัวของอนุภาค (agglomerate form)



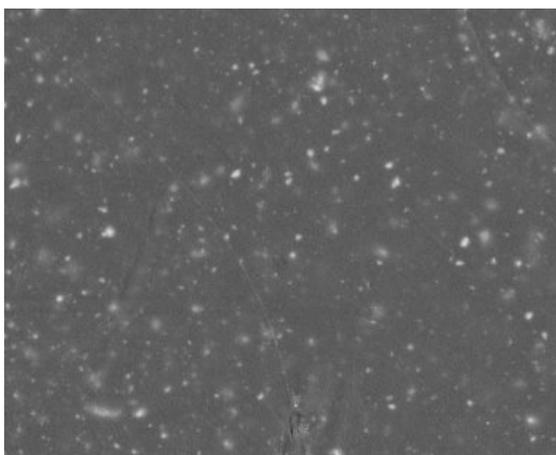
ก. फिल्मไคโตซาน



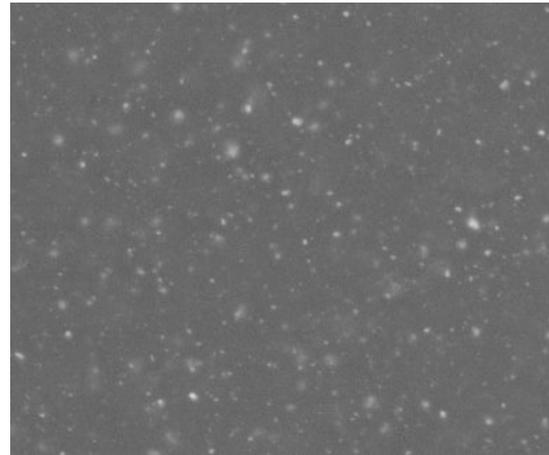
ข. फिल्मไคโตซาน ผสม 5%Montmorillonite



ค. फिल्मไคโตซาน ผสม 10%Montmorillonite



ง. फिल्मไคโตซานผสม 5% เกลติน



จ. फिल्मไคโตซานผสม 5% เกลติน

รูปที่ 8 SEM micrograph ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงการกระจายอนุภาคแร่ดิน Montmorillonite และ เกลตินที่ร้อยละต่างๆ ในฟิล์มคอมพอสิตไคโตซาน

จากผลการวิจัย สามารถเตรียมได้ฟิล์มคอมพอสิตระหว่างไคโตซานและมอนต์มอริลโลไนต์ที่เตรียมได้มีขนาดบางไม่เกิน 20 ไมโครเมตร และไม่เกิดปฏิกิริยาระหว่างกัน โดยถึงแม้ผลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนทำให้เห็นว่าเกิดการรวมตัวของอนุภาคดิน (agglomerate form) ในระหว่างการขึ้นรูปฟิล์ม ซึ่งเห็นได้จากการกระจายอนุภาคดินที่ไม่ดี ทำให้ต้องหาวิธีทำให้อนุภาคมอนต์มอริลโลไนต์กระจายตัวได้มากขึ้นและลดการเกิดสภาพการรวมตัวให้น้อยลง

การดูดซับเอทิลีนก๊าซ

จากการคำนวณหาปริมาณก๊าซเอทิลีนคงเหลือภายหลังการดูดซับด้วยฟิล์มไคโตซานและฟิล์มคอมพอสิต ในโถแก้วปิดสนิทที่มีก๊าซเอทิลีนเป็นเวลา 8 ชั่วโมงด้วยเครื่อง gas chromatography โดยระบบที่ใช้คือ flame ionization detector (FID) ได้ข้อมูลดังตารางที่ 4.5

ตารางที่ 9 สมบัติการดูดซับก๊าซเอทิลีนของฟิล์มไคโตซานและฟิล์มคอมพอสิต

ชนิดฟิล์ม	ปริมาณก๊าซเอทิลีนคงเหลือที่ 8 ชั่วโมง (ppm)
Control (no film)	2.64±1.8
Chitosan film	0.23±2.6
Chitosan-montmorillonite film (5%)	0.19±4.5
Chitosan-montmorillonite film (10%)	0.18±5.1
Chitosan-kaolinite film (5%)	0.17±3.8
Chitosan-kaolinite (10%)	0.14±6.4

การเพิ่มปริมาณสารดูดซับเอทิลีนทั้งสองชนิดลงในฟิล์มไคโตซานส่งผลให้ความสามารถในการดูดซับก๊าซเอทิลีนเพิ่มขึ้น โดยการเติมดินกาโอลินร้อยละ 10 สามารถดูดซับก๊าซเอทิลีนได้มากที่สุด ทั้งนี้เพราะการเติมอนุภาคดินระดับนาโนลงในฟิล์มไคโตซานเพื่อเป็นตัวดูดซับ ด้วยขนาดอนุภาคที่เล็กระดับนาโนเมตร ทำให้การกระจายอนุภาคที่สม่ำเสมอ ทำให้ประสิทธิภาพในการดูดซับก๊าซกระจายได้ทั่วถึงทั้งแผ่นฟิล์ม จึงช่วยทำให้การดูดซับเพิ่มขึ้น