

การสังเคราะห์จุลผลึกเซลลูโลสจากต้นธูปฤาษี
SYNTHESIS OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM
TYPHA ANGUSTIFOLIA L.

มาหามะสุโฮมี มะแซ¹ สุรพล ชูสวัสดิ์² วรวิทย์ ศรีวิทยากุล³ และ พีรวัส คงสง⁴

¹อาจารย์, หน่วยวิจัยเส้นใยและสิ่งทอ สาขาวิศวกรรมเครื่องนุ่งห่ม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย 1 ถนนราชดำเนินนอก ตำบลบ่อยาง อำเภอเมือง จังหวัดสงขลา 90000, susumeme1983@yahoo.com

^{2,3}อาจารย์, สาขาวิชาเทคโนโลยีอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย 1 ถนนราชดำเนินนอก ตำบลบ่อยาง อำเภอเมือง จังหวัดสงขลา 90000, ²Suchoosawat@gmail.com, ³chan_worawit@hotmail.com

⁴อาจารย์, สาขาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และและเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน 744 ถนนสุรนารายณ์ ตำบลในเมือง อำเภอเมือง จังหวัดนครราชสีมา 30000, physics_psu@windowslive.com

Mahamasuhami Masae¹, Suraphol Choosawat², Worawit Sriwittayakul³,
and Peerawas Kongsong⁴

¹Lecturer, Fiber and Textile Research Unit, Department of Garment Engineering, Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Srivijaya Songkhla, 1 Ratchadamnoennok Rd., Bo Yang, Muang Songkhla, Songkhla 90000, Thailand, susumeme1983@yahoo.com

^{2,3}Lecturer, Department of Industrial Technology, Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Srivijaya, 1 Ratchadamnoennok Rd., Bo Yang, Muang Songkhla, Songkhla 90000, Thailand, ²Suchoosawat@gmail.com, ³chan_worawit@hotmail.com

⁴Lecturer, 3Department of Materials Engineering, Faculty of Engineering and Technology, Rajamangala University of Technology Isan, 744, Suranarai Rd., Muang, Nakhon Ratchasima, 30000 Thailand, physics_psu@windowslive.com

บทคัดย่อ

การวิจัยครั้งนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อวิเคราะห์การใช้จุลผลึกเซลลูโลสที่สกัดได้จากต้นธูปฤาษี ที่มีอยู่ในพื้นที่จังหวัดสงขลา จุลผลึกเซลลูโลสที่สกัดด้วยกระบวนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ผลการ

ทดลองพบปริมาณเฉลี่ยเซลลูโลส ลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส 75.47, 8.33 และ 9.40 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ คุณลักษณะของจุลผลึกเซลลูโลสจากรูปภาพศึกษาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิตชัน (FESEM) จุลผลึกเซลลูโลสมีลักษณะเส้นใยยาว และมีความยาวถึง 230 ไมโครเมตร การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (FTIR) และวิเคราะห์ความเป็นผลึกด้วยเทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบโครงสร้างของเซลลูโลสที่ตำแหน่งกราฟที่ 16, 22 และ 35 องศา ซึ่งบ่งบอกถึงระนาบผลึก (101), (101) และ (002) ตามลำดับ การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA) แสดงการสลายตัวของคาร์บอนในโครงสร้างเซลลูโลส ผลการวิเคราะห์เซลลูโลสด้วยวิธีดีเทอร์เจนท์ที่มีปริมาณเซลลูโลสสูงถึงร้อยละ 75

คำสำคัญ: จุลผลึกเซลลูโลส, รูปถ่าย, เศษวัสดุทางการเกษตร

ABSTRACT

The objectives of this study were to analyze the use of microcrystalline cellulose extracted from *Typha angustifolia* L. trees obtained from Songkhla province. Microcrystalline cellulose was extracted from *Typha angustifolia* L. trees via hydrolysis treatment using sulfuric acid (H_2SO_4). The study found the Cellulose, Lignin, and Hemicelluloses to be 75.47, 8.33, and 9.40 %, respectively. The morphology of the microcrystalline cellulose was characterized using a field emission scanning electron microscope (FESEM). The result of the physical properties showed a microcrystalline cellulose fiber length of up to 230 micrometers. Fourier-Transform Infrared spectroscopy (FTIR) was used to identify the chemical composition and X-ray diffraction analysis (XRD) showed crystallinity microcrystalline cellulose appearing at peaks 16, 22, and 35 degrees in relation to the plane (101), (101), and (002), respectively. The thermal stability was investigated using the thermogravimetric analysis (TGA) method displayed the decomposition of carbon in the cellulose structure. The detergent method result showed that *Typha angustifolia* L compound produced a high content of phase cellulose of up to 75 %.

KEYWORDS: Microcrystalline cellulose, *Typha angustifolia* L., Agricultural residues

1. บทนำ

โดยปกติเศษผลิตผลทางการเกษตร และวัชพืชที่ขึ้นอยู่โดยทั่วไปจะถูกมองว่าเป็นสิ่งที่ไม่ใช่ประโยชน์ใด ๆ นอกจากการนำไปใช้เป็นอาหารสัตว์ หรือถูกตัด ถาง และทิ้งปล่อยให้ย่อยสลายเอง

ตามธรรมชาติ หรือถูกใช้เป็นปุ๋ยให้กับต้นไม้ต่อไป แต่ก็ยังมีวิธีการเพิ่มมูลค่าวัชพืชหรือเศษผลิตผลเหล่านี้ได้ และถูกใช้ประโยชน์ในด้านอื่น ๆ มากขึ้น ซึ่งสามารถเพิ่มมูลค่าและมีประโยชน์มากที่สุด โดยเฉพาะวัชพืชหรือผลิตผลทางการเกษตรที่มีเซลลูโลสเป็นส่วนประกอบ เช่น ใบเตยทะเล (*Pandanus tectorius*) ฝ้าย ปอ ป่าน ชานอ้อย ฟางข้าว และแกลบ (Rice husk) เป็นต้น

เซลลูโลสเป็นไบโอพอลิเมอร์ (Biopolymer) ที่ไม่มีรส ไม่มีกลิ่น ทนความร้อน มีสมบัติความไม่ชอบน้ำ ไม่ละลายน้ำหรือตัวทำละลายอินทรีย์ ย่อยสลายได้ในธรรมชาติ เซลลูโลสถูกใช้เป็นส่วนประกอบที่สำคัญได้หลากหลาย ในด้านเภสัชกรรมและเครื่องสำอางใช้เป็นสารเติมแต่ง (Additive) ตัวดูดซับ (Adsorbent) สารเพิ่มความข้น (Thickener) ด้านอุตสาหกรรมอาหารและเครื่องดื่มใช้เป็นสารเพิ่มความคงตัว (Stabilizers) สารป้องกันการแตก (Cracking agent) ในเศษวัชพืชการเกษตรจะพบเซลลูโลสมากในส่วนต่าง ๆ เช่น ผงเซลลูโลส ซึ่งเมื่อผ่านกระบวนการย่อย บดลดขนาด และกระบวนการต่าง ๆ เพื่อกำจัด เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน และสิ่งเจือปน จะทำให้ได้ผลิตผลเซลลูโลสที่บริสุทธิ์ขึ้น นอกจากนี้สัตว์ทะเลและแบคทีเรียบางชนิดก็ยังสามารถสังเคราะห์เซลลูโลสได้จากกลูโคสอีกด้วย [1, 2] งานวิจัยการสังเคราะห์เซลลูโลสจากกากกล้วย โดยเลือกส่วนของทอลำเลี้ยงที่มีเซลลูโลสประมาณ 48 เปอร์เซ็นต์ ตัดและสับเป็นชิ้นเล็ก ๆ กวนในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ที่ความเข้มข้นแตกต่างกันที่ 80 องศาเซลเซียส แล้วกวนต่อในสารละลายไฮโดรคลอริก (HCl) หรือโซเดียมคลอไรท์ (NaClO₂) พบว่าปริมาณโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นสูงถึง 18 โมลาร์ สามารถสังเคราะห์เซลลูโลสขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 3-5 นาโนเมตร ได้ [3] การสังเคราะห์เซลลูโลสจากใบเตยทะเล ด้วยวิธีทางเคมีโดยบดละเอียดแล้วต้มกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 125 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง และต้มในสารละลายโซเดียมคลอไรท์ความเข้มข้น 1.7 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 125 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมง และไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก (H₂SO₄) 60 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส สามารถเตรียมเซลลูโลสประมาณ 69.5 เปอร์เซ็นต์ ที่มีเฮมิเซลลูโลสประมาณ 15.9 เปอร์เซ็นต์ มีลักษณะเส้นที่มีความยาว 200 นาโนเมตร [2] การสังเคราะห์เซลลูโลสจากแกลบสามารถสังเคราะห์เซลลูโลสประมาณ 96 เปอร์เซ็นต์ ความเป็นผลึกสูง 46.8 เปอร์เซ็นต์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10-15 นาโนเมตร โดยมีเฮมิเซลลูโลสเจืออยู่ประมาณ 26 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งขั้นตอนการเตรียมจะใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 4 เปอร์เซ็นต์ แล้วฟอกขาวด้วยกรดอะซิติก (CH₃COOH) ความเข้มข้น 1.7 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิ 100-130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก 10 โมลาร์ เวลา 40 นาที ที่ 50 องศาเซลเซียส [4] เซลลูโลสที่สังเคราะห์จากเปลือกมะพร้าวอ่อนบดละเอียดต้มกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ และกำจัดลิกนินด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรท์ความเข้มข้น 1 เปอร์เซ็นต์ และปรับ pH 4 ด้วยกรดอะซิติกเข้มข้นที่อุณหภูมิ 75 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถ

สังเคราะห์เซลลูโลสเฟสเบต้าและแกมมา ($I\beta$ และ $I\gamma$) ปริมาณ 72.0 และ 28.0 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ ซึ่งสัดส่วนเซลลูโลสจะเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้สังเคราะห์เพิ่มขึ้นที่ 10 เปอร์เซ็นต์ โดยเฟสเบต้าและแกมมาเซลลูโลสที่สูงจะส่งผลให้ผู้วิจัยสังเคราะห์คาร์บอกซีเมทิลเซลลูโลสได้ดีต่อไป [5] การศึกษาการเตรียมแผ่นวัสดุผสมอีพอกซีและเส้นใยเบต้าเซลลูโลสจากเปลือกของสัตว์ทะเลจำพวกเพรียงด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) และกรดซัลฟิวริก สามารถเตรียมเซลลูโลสที่มีความเป็นผลึกสูง เมื่อนำแผ่นวัสดุผสมดังกล่าวทดสอบแบบการโก่งตัว (Bending test) ก็มีอิทธิพลทำให้แผ่นวัสดุผสมดังกล่าวมีสมบัติเชิงกลที่ดีและค่ามอดุลัสของยัง (Young's modulus) เพิ่มขึ้น [6] การศึกษาการเตรียมฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ผสมกับสารเติมแต่ง คือ เซลลูโลสที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีจากซังข้าวโพดที่ถูกบดละเอียด โซเดียมไฮดรอกไซด์และสารละลายโซเดียมคลอไรด์ เซลลูโลสที่เตรียมได้มีความเป็นผลึกถึง 87 เปอร์เซ็นต์ โดยการเตรียมฟิล์มใช้อัตราส่วนผสม 9 เปอร์เซ็นต์ สามารถทำให้สมบัติต้านทานแรงดึงของฟิล์มพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เพิ่มขึ้นจากเดิม 49 เปอร์เซ็นต์ [7] การสังเคราะห์อนุภาคนาโนเซลลูโลสด้วยต้นรูปถ่ายด้วยวิธีเคมี ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 28 เปอร์เซ็นต์ ผสมแอนทราควิโนน (Anthraquinone) ต้มส่วนผสมที่ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ล้างและฟอกขาวด้วยสารละลายโซเดียมไฮโปคลอไรต์ ($NaClO$) 5 เปอร์เซ็นต์ แล้วไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก 50 เปอร์เซ็นต์ ที่ 45 องศาเซลเซียส เวลา 45 นาที สามารถสังเคราะห์เซลลูโลสที่มีขนาดผลึก 6.1 นาโนเมตร ความเป็นผลึก 69 เปอร์เซ็นต์ เพื่อนำไปใช้เป็นเยื่อเลือกผ่านในเซลล์เชื้อเพลิงต่อไป [8]

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้ตระหนักถึงการเพิ่มมูลค่าและใช้วัสดุเศษเหลือจากการเกษตรที่มีอยู่อย่างมากมายในท้องถิ่นเพื่อให้เกิดประโยชน์สูงสุด โดยการศึกษาการสังเคราะห์จุลผลึกเซลลูโลสจากรูปถ่าย วิเคราะห์คุณสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ และศึกษาสมบัติทางกายภาพต่าง ๆ เพื่อนำไปใช้งานอื่น ๆ ได้ในอนาคต เช่น วัสดุเสริมแรงด้วยเส้นใยจุลผลึกเซลลูโลส เป็นต้น

2. วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 การเตรียมจุลผลึกเซลลูโลส

งานวิจัยนี้ใช้ต้นรูปถ่าย (*Typha angustifolia* L.) จากพื้นที่ อ. เมือง จ. สงขลา ดังรูปที่ 1 (ก) การสังเคราะห์จุลผลึกเซลลูโลสมี 2 ขั้นตอน ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 การปรับสภาพผิว (Alkali treatment) โดยนำต้นรูปถ่ายตัดเป็นชิ้นขนาด 1-5 มิลลิเมตร ล้างด้วยน้ำเปล่า แล้วอบให้แห้งที่ 80 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง เมื่อต้นรูปถ่ายแห้งแล้วบดให้ละเอียด แล้วปรับสภาพผิวด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (98% NaOH, Loba chemis) ความเข้มข้น 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ต้มและกวนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมง แล้ว

ล้างด้วยน้ำสะอาด และต้มอีกครั้งในสารละลายอะซิติกบัฟเฟอร์ที่มีส่วนผสมของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 27 กรัม และกรดอะซิติก (CH_3COOH , J.T. Baker) ปริมาตร 75 มิลลิลิตร

ขั้นตอนที่ 2 กระบวนการฟอกขาว (Bleaching treatment) และการไฮโดรไลซิส มีขั้นตอนดังนี้ คือ นำรูปถ่ายที่ผ่านกระบวนการปรับสภาพแล้วต้มในสารละลายโซเดียมคลอไรด์ (10-13% NaClO_2 , Ajax Finechem) ความเข้มข้น 1.7 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และใช้อัตราส่วนรูปถ่ายต่อสารละลาย 5:100 กรัมต่อมิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส และกวน 4 ชั่วโมง หลังจากนั้นล้างกากด้วยน้ำและอบให้แห้ง 60 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำกากที่ได้ไปไฮโดรไลซิส โดยใช้อัตราส่วนต่อสารละลายกรดซัลฟิวริก (65.0-68.0% H_2SO_4 , J.T. Baker) ความเข้มข้น 60 เปอร์เซ็นต์ อัตราส่วน 5:100 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ต้มส่วนผสมและกวนที่อุณหภูมิ 45 องศาเซลเซียส 30 นาที แล้วล้างและกรองเก็บตะกอนจน pH 7 อบให้แห้ง 60 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง [9]

2.2 การทดสอบสมบัติต่าง ๆ

จุลผลึกเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิตชัน (Field emission scanning electron microscope, FESEM) รุ่น Apreo ยี่ห้อ FEI วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี รุ่น Vertex 70 ยี่ห้อ Bruker ที่ตำแหน่งเลขคลื่นตั้งแต่ 400-4,000 เซนติเมตร⁻¹ (cm^{-1}) และการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเครื่องวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อนของวัสดุ (Thermogravimetric analyzer, TGA) และอนุพันธ์ทางความร้อน (Differential Thermal Analysis, DTG) ด้วยเครื่อง TGA รุ่น TGA 8000 ยี่ห้อ Perkin Elmer ช่วงอุณหภูมิทดสอบ 25-600 องศาเซลเซียส โดยอุณหภูมิเพิ่มขึ้นด้วยอัตรา 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน (N_2) การวิเคราะห์ปริมาณของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ด้วยวิธีดีเทอร์เจนท์ (Detergent method) ซึ่งเป็นวิธีใช้วิเคราะห์สารอาหารในพืชที่มีเยื่อใยสูง ที่มีส่วนของผนังเซลล์พืช คือ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ซึ่งจะเป็นกากที่เหลือจากการต้มด้วยกรดอ่อนและต่าง เมื่อนำไปเผากากเหล่านี้ก็จะสลายไป

ศึกษาโครงสร้างจุลผลึกเซลลูโลสด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) รุ่น Empyrean ยี่ห้อ PANalytical และคำนวณขนาดของผลึกของเซลลูโลสโดยใช้สมการของเชียร์เรอร์ (Scherer equation) ดังสมการที่ (1)

$$d = 0.9\lambda/\beta\cos\theta_B \quad (1)$$

เมื่อ d คือ ขนาดของผลึก (นาโนเมตร) λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ($\text{CuK}\alpha = 0.15406$ นาโนเมตร) β คือ ความกว้างของกราฟสูงสุดที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของความสูง (เรเดียน) และ θ_b คือ มุมสะท้อน (เรเดียน)

คำนวณความเป็นผลึกของเซลลูโลส (Crystallinity index, I_c) จากความเข้มรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งระนาบ (002) จากผลการทดสอบ XRD ดังสมการที่ (2) [10]

$$I_c = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100 \quad (2)$$

เมื่อ I_{002} คือ ความเข้มกราฟที่ตำแหน่ง $2\theta = 22$ องศา ซึ่งเป็นระนาบ (002) ของผลึกเซลลูโลส I_{am} คือ ความเข้มกราฟที่ตำแหน่ง $2\theta = 16$ องศา ที่บ่งบอกถึงโครงสร้างอสัณฐาน

การหาปริมาณความชื้นในจุลผลึกเซลลูโลส ทดสอบได้ด้วยการอบตัวอย่างที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นาน 8 ชั่วโมง และชั่งน้ำหนักตัวอย่างก่อนและหลังอบ แล้วคำนวณค่าความชื้น (%) ดังสมการที่ (3)

$$\% \text{ความชื้น} = \frac{W_b - W_a}{W_b} \times 100 \quad (3)$$

เมื่อ W_b และ W_a คือ น้ำหนักของตัวอย่างก่อนและหลังอบตามลำดับ

การทดสอบความสามารถในการพองตัว โดยมีขั้นตอนการทดสอบ คือ จุลผลึกเซลลูโลส 1 กรัม ซึ่งใส่ลงในหลอดทดลอง เติมน้ำจนเกินพอ และทิ้งไว้ในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ 40 องศาเซลเซียส นาน 30 นาที จากนั้นนำไปหมუნเหวียงเพื่อแยกน้ำออก แล้วนำไปชั่งน้ำหนัก และคำนวณค่าการพองตัว (%) ดังสมการที่ (4)

$$\% \text{การพองตัว} = \frac{W_1}{W_0} \times 100 \quad (4)$$

เมื่อ W_0 และ W_1 คือ น้ำหนักของตัวอย่างก่อนทดสอบ และน้ำหนักตัวอย่างหลังหมუნเหวียงเพื่อแยกน้ำออกแล้วตามลำดับ

3. ผลการวิจัย

3.1 ลักษณะทางกายภาพ ความชื้น และการพองตัวของจุลผลึกเซลลูโลสที่สังเคราะห์

ลักษณะทางกายภาพที่ได้จากการสกัดจุลผลึกเซลลูโลสจากรูปถาษี จะเห็นได้ว่ามีลักษณะเป็นแผ่นสีน้ำตาลอ่อน ดังรูปที่ 1 (ข) ผลการทดสอบหาปริมาณเซลลูโลสโดยวิธีดีเทอเจนท์ แสดงดังตารางที่ 1 พบว่าเซลลูโลสสังเคราะห์จากรูปถาษีมีปริมาณเซลลูโลสเฉลี่ยสูงถึง 75.47 เปอร์เซ็นต์ ส่วนเฮมิเซลลูโลส ลิกนิน และความชื้น มีปริมาณ 9.40, 8.33 และ 3.17 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ และมีการพองตัว 6.49 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่น ๆ ดังตารางที่ 1 จะเห็นได้ว่าปริมาณเซลลูโลสที่สังเคราะห์จากรูปถาษีนั้นมีค่าสูงกว่าเซลลูโลสที่ได้จากฝ้ายและฟางข้าว ดังตารางที่ 1 ทั้งนี้เพราะปริมาณเซลลูโลสเริ่มต้นของวัตถุดิบมีปริมาณที่แตกต่างกัน โดยจากการค้นคว้า พบว่าโดยทั่วไปส่วนประกอบของลำต้นของรูปถาษีจะมีปริมาณเซลลูโลสสูงถึง 63.0 เปอร์เซ็นต์ ในขณะที่ฟางข้าวและใบของเตยทะเลมีปริมาณเซลลูโลสเพียง 32.2 และ 37.3 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ จึงทำให้ปริมาณเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้จึงมีปริมาณมากน้อยแตกต่างกันตามพืชแต่ละชนิด [2, 11]



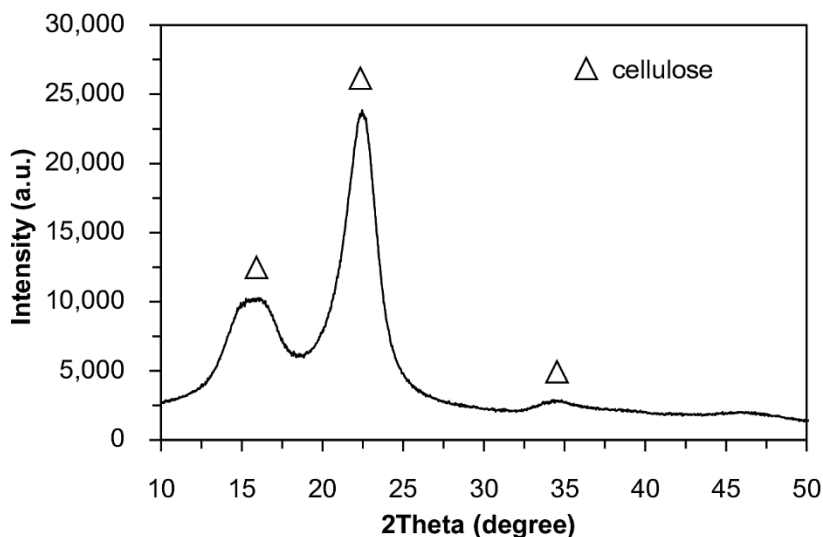
รูปที่ 1 (ก) ต้นรูปถาษี และ (ข) ลักษณะจุลผลึกเซลลูโลสจากรูปถาษีที่เตรียมได้

ตารางที่ 1 องค์ประกอบของจุลผลึกเซลลูโลสจากรูปถาษี เปรียบเทียบกับงานวิจัยอื่น

วัสดุ	Cellulose (%)	Lignin (%)	Hemicelluloses (%)	อ้างอิง
ใบเตยทะเล	81.6	0.8	15.9	[2]
ชานอ้อย	77.6	0.87	21.4	[12]
ฝ้าย	75.1	0.94	19.3	[12]
ฟางข้าว	71.2	1.32	17.4	[12]
แกลบ	33.0	7.0	26.0	[13]
รูปถาษี	75.47	8.33	9.40	งานวิจัยนี้

3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

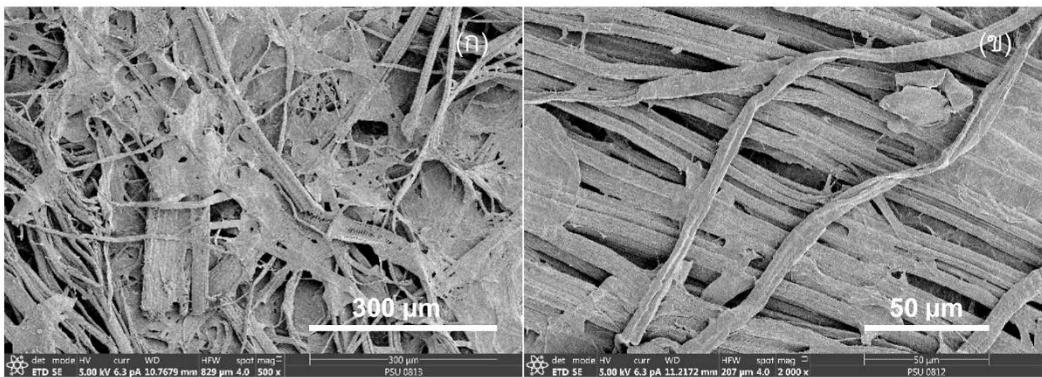
จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค XRD จุลผลึกเซลลูโลสที่สังเคราะห์จากธัญพืชแสดงดังรูปที่ 2 พบว่าตัวอย่างมีโครงสร้างผลึกของเซลลูโลสแสดงที่ตำแหน่งหลัก 2θ ที่ 16, 22 และ 35 องศา บ่งบอกถึงตำแหน่งของโครงสร้างของเซลลูโลส I (Cellulose I) ระนาบ (101), (101) และ (002) ตามลำดับ (JCPDS. No. 03-0226) เมื่อคำนวณความเป็นผลึก (Crystallinity index, I_c) จากความเข้มของตำแหน่งระนาบ (002) ผลการวิเคราะห์ XRD โดยเปรียบเทียบ I_{002} คือ ความเข้มของกราฟที่ตำแหน่ง $2\theta = 22$ องศา ซึ่งเป็นระนาบ (002) ของผลึกเซลลูโลส และ I_{am} คือ ความเข้มของกราฟที่ตำแหน่ง $2\theta = 16$ องศา ซึ่งเป็นโครงสร้างอสัณฐาน ซึ่งโครงสร้างหลักที่พบได้ตามธรรมชาติและมีส่วนประกอบของโครงสร้าง 2 แบบ คือ เซลลูโลส I_α (Celluloses I_α) มีโครงสร้างไตรคลินิก (Triclinic) และเซลลูโลส I_β (Celluloses I_β) จะมีโครงสร้างโมโนคลินิก [13,14] จากการคำนวณด้วยสมการที่ (2) พบว่าปริมาณเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้มีความเป็นผลึกประมาณ 56.6 เปอร์เซ็นต์ เมื่อทดสอบองค์ประกอบทางเคมีของสารที่สังเคราะห์จากธัญพืชด้วยเทคนิค FTIR พบตำแหน่งเลขคลื่นตำแหน่งหลักที่สอดคล้องกับโครงสร้างทางเคมีของเฮมิเซลลูโลส (Hemicellulose) และลิกนิน [10] ซึ่งผลการทดลองการดูดความชื้นและความสามารถในการพองตัว ที่คำนวณด้วยสมการที่ (3) และ (4) พบว่าเซลลูโลสมีความชื้น 3.17 เปอร์เซ็นต์ การพองตัวอยู่ที่ 6.49 เปอร์เซ็นต์



รูปที่ 2 XRD จุลผลึกเซลลูโลสจากธัญพืช

3.3 การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน (FESEM)

ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัญญาณวิทยาของจุลผลึกเซลลูโลสด้วยเทคนิค FESEM แสดงดังรูปที่ 3 พบว่าลักษณะจุลผลึกเซลลูโลสจะมีลักษณะเป็นเส้นที่มีความยาวประมาณ 230 ไมโครเมตร และกว้างประมาณ 8.33 ไมโครเมตร ดังรูปที่ 3 (ข) ที่กำลังขยาย 2,000 เท่า เมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 3 (ก) กำลังขยาย 500 เท่า จะเห็นว่าเส้นจุลผลึกเซลลูโลสเกิดการซ้อนทับกัน จุลผลึกเซลลูโลสเมื่อมองด้วยตาเปล่าจะเห็นลักษณะเป็นแผ่น ซึ่งลักษณะสัญญาณวิทยาของเส้นด้วยเทคนิค FESEM ของจุลผลึกเซลลูโลสจะยังมีลักษณะเป็นเส้นที่มีความยาวและเกิดการซ้อนกันจนเป็นแผ่น เนื่องจากกระบวนการเตรียมต้นรูปภาชนะที่เกิดจากการตัดให้เป็นชิ้นขนาด 1-5 มิลลิเมตร แล้วบดให้ละเอียดก่อนนำไปสังเคราะห์ในขั้นตอนต่อไป ทำให้เซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้ยังคงมีขนาดเป็นเส้นยาวอยู่ และลักษณะจุลผลึกเซลลูโลสที่มีขนาดแตกต่างกันนั้นเกิดจากผนังเซลล์ของต้นรูปภาชนะที่มีขนาดแตกต่างกันนั่นเอง ซึ่งจุลผลึกเซลลูโลสจะพบอยู่มากในส่วนของผนังเซลล์ของต้นรูปภาชนะ

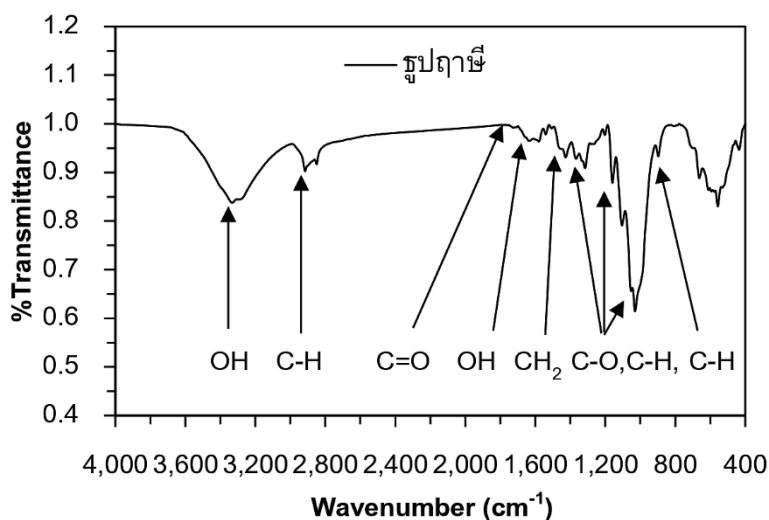


รูปที่ 3 ภาพถ่าย FESEM ของจุลผลึกเซลลูโลสจากรูปภาชนะที่กำลังขยาย (ก) 500 เท่า และ 2,000 เท่า ตามลำดับ

3.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR)

ผลจากการทดสอบองค์ประกอบทางเคมีด้วย FTIR ของจุลผลึกเซลลูโลสที่สังเคราะห์จากรูปภาชนะ แสดงดังรูปที่ 4 พบว่าตำแหน่งเลขคลื่นที่ 1,634-1,640 เซนติเมตร⁻¹ และ 3,300 เซนติเมตร⁻¹ แสดงถึงการยืด (Stretching) และดัด (Bending) ของหมู่ฟังก์ชัน OH พันธะไกลโคไซด์ (glycosidic bond) ที่มีในโครงสร้างเซลลูโลส ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 2,800-2,900 เซนติเมตร⁻¹ แสดงถึงการยืดออกของ C-H ตำแหน่งเลขคลื่น 1,731 เซนติเมตร⁻¹ บ่งบอกถึงหมู่ C-H และ C=O ในหมู่ฟังก์ชันอะซิติล (Acetyl group) ในโครงสร้างของเฮมิเซลลูโลส และ

ตำแหน่งเลขคลื่น 1,640 เซนติเมตร⁻¹ แสดงการยืดออกของ C=O เอไมด์ (Amides) องค์ประกอบของลิกนินจะพบที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1,600-1,300 เซนติเมตร⁻¹ บ่งบอกถึงลิกนินและการสั่นของวงแหวนอะโรมาติก ที่ตำแหน่งเลขคลื่นที่ 1,330-1,380 เซนติเมตร⁻¹ และ 1,420-1,430 เซนติเมตร⁻¹ แสดงการดัดของ CH₂ และแสดงถึงการสั่น (Vibration) หมู่ C-H และ C-O ในโครงสร้างวงแหวนอะโรมาติกของพอลิแซ็กคาไรด์ (Polysaccharides) ตำแหน่งเลขคลื่น 1,250 เซนติเมตร⁻¹ แสดงการยืดออกของ C-O ในหมู่อะลิล (Aryl group) ที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1,050 เซนติเมตร⁻¹ แสดงถึงการยืดของ C-O ของแอลกอฮอล์ในโครงสร้างของเซลลูโลสและลิกนิน และการยืดออกของโครงสร้าง C-O-C ในโครงสร้างเฮมิเซลลูโลสและเซลลูโลส [10, 15]

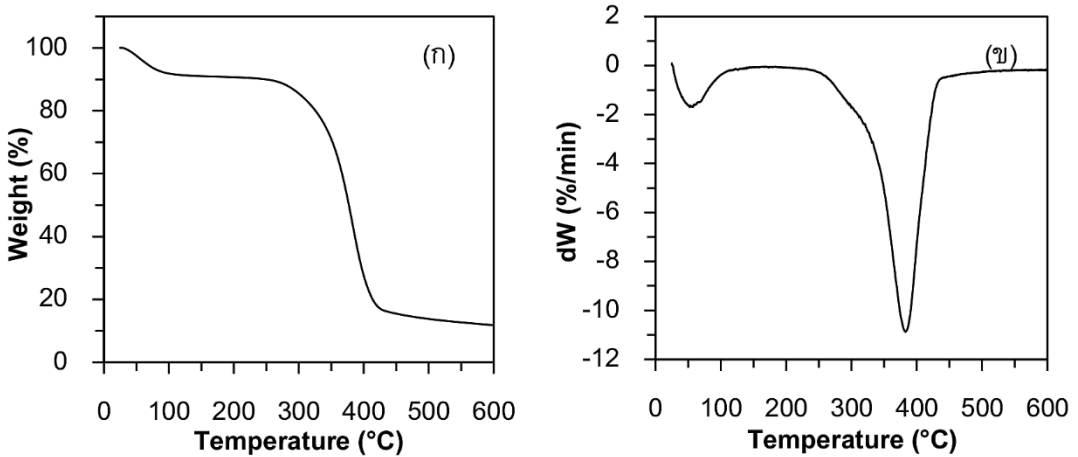


รูปที่ 4 FTIR จุลผลึกเซลลูโลสจากต้นรูปถ่าย

3.5 การศึกษาคุณสมบัติทางความร้อน

รูปที่ 5 ผลการวิเคราะห์คุณสมบัติทางความร้อน (TGA) และอนุพันธ์ทางความร้อน (DTG) ของจุลผลึกเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งเป็นการทดสอบที่ช่วยวิเคราะห์องค์ประกอบของเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน ที่มีอยู่ในตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ทางหนึ่ง โดยสภาวะการทดสอบที่อุณหภูมิ 25-600 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซไนโตรเจน รูปที่ 5 (ก) พบว่าน้ำหนักของตัวอย่างทดสอบมีการสูญเสียที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 องศาเซลเซียส เกิดจากการระเหยของน้ำ และความชื้นที่อยู่ในจุลผลึกเซลลูโลส (ตารางที่ 1) ในขณะที่อุณหภูมิ 384 องศาเซลเซียส ผลการทดลองพบว่าน้ำหนักตัวอย่างลดลงเหลืออยู่เพียง 44.4 เปอร์เซ็นต์ เป็นผลมาจากการสลายตัวของคาร์บอนในโครงสร้างเซลลูโลส ทำให้น้ำหนักของตัวอย่างลดลงระหว่างการทดสอบ ซึ่งจากการค้นคว้างานวิจัยของ Brown R. พบว่าการสลายตัว

ของลิกนินจะเกิดที่อุณหภูมิตั้งแต่ 160 องศาเซลเซียส ในขณะที่การสลายตัวของเฮมิเซลลูโลสจะมีอุณหภูมิเริ่มการสลายตัวที่ 315 องศาเซลเซียส [16] ส่วนโครงสร้างเซลลูโลสนั้นผลการทดลองพบอุณหภูมิสลายตัวของเซลลูโลสที่จะเริ่มเกิดการสลายตัวที่ 350 องศาเซลเซียส และพบตำแหน่งกราฟการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 380 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 5 (ข) ซึ่งผลการทดลองข้างต้นสอดคล้องกับงานวิจัยที่ได้รายงานว่าเซลลูโลสจะเกิดการสลายตัวสูงสุดที่ 370 องศาเซลเซียส ซึ่งจะส่งผลให้น้ำหนักตัวอย่างลดลงเหลือเพียงประมาณ 40 เปอร์เซ็นต์ [2, 4, 16, 17]



รูปที่ 5 ผลการวิเคราะห์ (ก) TGA และ (ข) DTG ของจุลผลึกเซลลูโลสจากรูปถาผี

4. สรุปผลการวิจัย

การสังเคราะห์จุลผลึกเซลลูโลสจากต้นรูปถาผี ปรับสภาพผิวด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ กรดอะซิติก ฟอกขาวด้วยสารละลายโซเดียมคลอไรด์ และไฮโดรไลซิสกรดซัลฟิวริก สามารถสังเคราะห์จุลผลึกเซลลูโลสจากรูปถาผีที่มีอัตราผลผลิต 24 เปอร์เซ็นต์ ตัวอย่างแสดงโครงสร้างผลึกของเซลลูโลส ผสมกับลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส โดยมีความเป็นผลึกประมาณ 56.6 เปอร์เซ็นต์ผลการเมื่อวิเคราะห์ปริมาณเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีดีเทอร์เจนท์ที่มีปริมาณเฉลี่ยสูงถึง 75.47 เปอร์เซ็นต์ ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่างที่เตรียมได้จะมีลักษณะเป็นเส้นซ้อนทับกัน และแต่ละเส้นวางขนานกันเป็นส่วนมาก โดยมีความยาวประมาณ 230 ไมโครเมตร และกว้างประมาณ 8.33 ไมโครเมตร จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีตัวอย่างด้วย FTIR พบตำแหน่งเลขคลื่นที่บ่งบอกลักษณะของโครงสร้างของเซลลูโลส ลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส ผลการทดสอบอื่น ๆ พบว่าจุลผลึกเซลลูโลสมีความชื้น 3.17 เปอร์เซ็นต์ อัตราการพองตัวอยู่ที่ 6.49 เปอร์เซ็นต์ และการทดสอบด้วยเทคนิค TGA พบตัวอย่างเกิดการสลายตัวสูงสุดที่อุณหภูมิประมาณ 380 องศาเซลเซียส ที่บ่งบอกได้ถึงโครงสร้างเซลลูโลสที่สังเคราะห์ได้จากรูปถาผีนั่นเอง

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยงบรายได้ปี 2562 จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย

References

- [1] Trache D, Hussin MH, Chuin CT, Sabar S, Fazita MN, Taiwo OF, et al. Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application-a review. *International Journal of Biological Macromolecules* 2016;93:789-804.
- [2] Sheltami RM, Abdullah I, Ahmad I, Dufresne A, Kargarzadeh H. Extraction of cellulose nanocrystals from mengkuang leaves (*Pandanus tectorius*). *Carbohydrate Polymers* 2012;88(2):772-9.
- [3] Zuluaga R, Putaux JL, Cruz J, Vélez J, Mondragon I, Gañán P. Cellulose microfibrils from banana rachis: Effect of alkaline treatments on structural and morphological features. *Carbohydrate Polymers* 2009;76(1):51-9.
- [4] Johar N, Ahmad I, Dufresne A. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products* 2012;37(1):93-9.
- [5] Kanokpanont S, Inthaphunt S, Bunsiri A. Synthesis of carboxymethyl cellulose from young coconut husk. *Songklanakarin Journal of Plant Science* 2017;4(4):60-5.
- [6] Šturcová A, Davies GR, Eichhorn SJ. Elastic modulus and stress-transfer properties of tunicate cellulose whiskers. *Biomacromolecules* 2005;6(2):1055-61.
- [7] Silvério HA, Neto WPF, Dantas NO, Pasquini D. Extraction and characterization of cellulose nanocrystals from corncob for application as reinforcing agent in nanocomposites. *Industrial crops and products* 2013;44:427-36.
- [8] Barragán EUP, Guerrero CFC, Zamudio AM, Cepeda ABM, Heinze T, Koschella A. Isolation of cellulose nanocrystals from *Typha domingensis* named southern cattail using a batch reactor. *Fibers and Polymers* 2019;20(6):1136-44.
- [9] Rosa MF, Medeiros ES, Malmonge JA, Gregorski KS, Wood DF, Mattoso LHC, Glenn G, Orts WJ, Imam SH. Cellulose nanowhiskers from coconut husk fibers: Effect of preparation conditions on their thermal and morphological behavior. *Carbohydrate Polymers* 2010;81(1):83-92.

- [10] Kargarzadeh H, Ahmad I, Abdullah I, Dufresne A, Zainudin SY, Sheltami RM. Effects of hydrolysis conditions on the morphology, crystallinity, and thermal stability of cellulose nanocrystals extracted from kenaf bast fibers. *Cellulose* 2012;19(3):855-66.
- [11] Samitinand T. *Thai Plant Names, The Forest Herbarium*. Royal Forest Dept. Bangkok, Thailand; 2001.
- [12] El-Sakhawy M, Hassan ML. Physical and mechanical properties of microcrystalline cellulose prepared from agricultural residues. *Carbohydrate Polymers* 2007;67(1):1-10.
- [13] Agblevor FA, Ibrahim MM, El-Zawawy WK. Coupled acid and enzyme mediated production of microcrystalline cellulose from corn cob and cotton gin waste. *Cellulose* 2007;14(3):247-56.
- [14] El-Naggar ME, Shaarawy S, Hebeish A. Bactericidal finishing of loomstate, scoured and bleached cotton fibres via sustainable in-situ synthesis of silver nanoparticles. *International Journal of Biological Macromolecules* 2018;106:1192-202.
- [15] Pasta PC, Silva AC, Jorgetto AO, Saeki MJ, Pedrosa VDA, Martines MA, Schneider JF, et al. Use of *Typha angustifolia* L. as biosorbent to remove chloramphenicol in aqueous samples. *European Journal of Advanced Chemistry Research* 2022;3(1):64-86.
- [16] Brown R. Biochar production technology. In: Lehmann J, Joseph S, editors. *Biochar for environmental management: Science and technology*. London: Earthscan; 2010. p.127-46.
- [17] Li H, Qu Y, Xu J. Microwave-assisted conversion of lignin. In: Fang Z, Smith, Jr. RL, Qi X, editors. *Production of biofuels and chemicals with microwave*. Dordrecht, Netherlands: Springer; 2015. p. 61-82.

ประวัติผู้เขียนบทความ



ผศ. สุรพล ชูสวัสดิ์ สาขาเทคโนโลยีอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย เลขที่ 1 ต. บ่อทราย อ. เมือง จ. สงขลา 90000 โทรศัพท์ 074-317100 E-Mail: suraphol.c@rmusv.ac.th
คุณวุฒิ: วศ.ม. วิศวกรรมเหมืองแร่ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ 2546, คอ.บ. อุตสาหกรรมเครื่องกล
งานที่สนใจ: กระบวนการผลิต, วัสดุวิศวกรรม, แม่พิมพ์โลหะ แม่พิมพ์พลาสติก



ผศ. วรวิทย์ ศรีวิทยากุล สาขาเทคโนโลยีอุตสาหกรรม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย เลขที่ 1 ต. บ่อทราย อ. เมือง จ. สงขลา 90000 หมายเลขโทรศัพท์ 074-317100
E-Mail: worawit.s@rmusv.ac.th

คุณวุฒิ: คอ.ม. เครื่องกล มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ 2551, อส.บ. เทคโนโลยีอุตสาหกรรม สถาบันเทคโนโลยีราชมงคลวิทยาเขตภาคใต้ 2548

งานที่สนใจ: กระบวนการเพิ่มผลผลิต, กระบวนการขึ้นรูป ชิ้นส่วนเครื่องจักรกล



รศ.ดร. มหาสมุสไฮมี มะแซ สาขาวิศวกรรมเครื่องนุ่งห่ม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลศรีวิชัย เลขที่ 1 ต. บ่อทราย อ. เมือง จ. สงขลา 90000 หมายเลขโทรศัพท์ 074-324246, 074-316260-3 ต่อ 1205 โทรศัพท์มือถือ 089-6540828, 088-3590728 โทรสาร 074-326492 E-Mail: susumeme1983@yahoo.com

คุณวุฒิ: วศ.ด. วิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ 2554, วศ.ม. วิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ 2550, วศ.บ. วิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ 2549

งานที่สนใจ: Experimental diagnostics in micro/nanoscale systems, Multifunctional ceramic composite coatings, Nanoparticle colloidal suspensions, Conventional and advanced ceramic, Superhydrophobicity/ Superhydrophilicity, Micro/Nano particles, Droplet, spray and sol-gel technologies, Recycle material, Fluid/particle intercalation in molecular structure



ผศ.ดร. พีรวัส คงสง สาขาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน เลขที่ 744 ถ.สุรนารายณ์ ต.ในเมือง อ.เมือง จ.นครราชสีมา 30000 หมายเลขโทรศัพท์ 044-233073 ต่อ 3350-3352 โทรศัพท์มือถือ 085-7884988 โทรสาร 044-233074 E-Mail: physics_psu@windowslive.com

คุณวุฒิ: วศ.ด. วิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ 2558, วศ.ม.
วิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ 2554, วท.บ. ฟิสิกส์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ 2551

งานที่สนใจ : Superhydrophobicity/Superhydrophilicity, Micro/Nano
particles, Droplet, spray and sol-gel technologies, Photocatalytic
Materials, Nano-Materials, Self-Cleaning Materials, Surface Engineering

Article History:

Received: August 2, 2022

Revised: December 19, 2022

Accepted: December 20, 2022